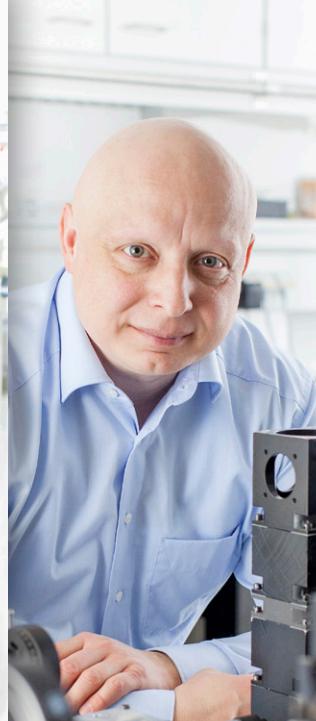




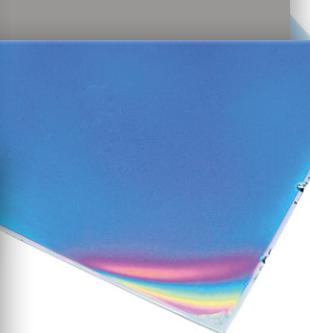
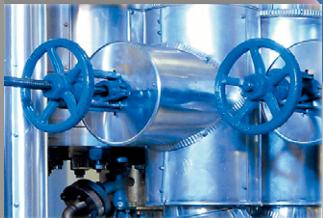
Fraunhofer
IAP

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE POLYMERFORSCHUNG | INSTITUTE FOR APPLIED POLYMER RESEARCH



JAHRES-
BERICHT
ANNUAL
REPORT

2013





FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR ANGEWANDTE POLYMERFORSCHUNG IAP
FRAUNHOFER INSTITUTE FOR APPLIED POLYMER RESEARCH IAP

INHALTSVERZEICHNIS

CONTENTS

Vorwort | 4

Preface

6

DAS INSTITUT THE INSTITUTE

Das Fraunhofer IAP im Überblick | 8

The Fraunhofer IAP at a glance

Verarbeitungstechnikum für Biopolymere | 10

Processing Pilot Plant for Biopolymers

Auszeichnungen | 12

Awards

Kuratorium | 14

Advisory Board

Das Institut in Zahlen | 15

The Institute in figures

Organisation und Schwerpunkte | 16

Organization and main topics

Ansprechpartner | 18

Contact persons

Die Fraunhofer-Gesellschaft | 20

The Fraunhofer-Gesellschaft

Fraunhofer-Verbund

Werkstoffe, Bauteile – MATERIALS | 22

The Fraunhofer Group for Materials and Components

– MATERIALS

24

BIOPOLYMERE BIOPOLYMERS

Neue Produkte aus

nachwachsenden Rohstoffen | 26

New products made from renewable raw materials

Anwendungen und Dienstleistungen | 30

Applications and services

Neuartige Verkapselungsmaterialien auf Basis von Cellulosederivaten | 34

Novel encapsulation materials based on cellulose derivatives

Analytik der Zusammensetzung von Biomasse | 36

Analysis of biomass composition

Effizientere Herstellung cellulosischer Vliesstoffe | 38

More efficient production of cellulosic nonwovens

Polyolefin-Stärke-Blends für Tiefziehfolien | 40

Polyolefin-starch blends for thermoforming sheets

Schlagzähe Lignin-Polyethylen-Blends | 42

High impact resistant lignin-polyethylene blends

44

FUNKTIONALE POLYMERSYSTEME FUNCTIONAL POLYMER SYSTEMS

Neue Produkte mit funktionalen Polymeren | 46

New products with functional polymers

Anwendungen und Dienstleistungen | 50

Applications and services

Effiziente OLED-Verkapselung | 52

Efficient OLED encapsulation

Textilbasierte autarke Batteriesysteme

für textilintegrierte, flächig leuchtende Anzeigen (TexBatt) | 54

Textile-based independent battery systems for textile-integrated, area light displays (TexBatt)

Entwicklung nicht toxischer thermochromer Biopolymere | 56

Development of non-toxic thermochromic biopolymers

Labelfreie optische Biosensorik auf Basis von DFB-Lasern | 58

Label-free optical biosensing DFB lasers based on active cavity technology

Polymerbasierter optischer Drucksensor zur berührungslosen Messung von Drücken | 60

Polymer-based optical pressure sensor for non-contact pressure measurements

62

SYNTHES- UND POLYMERTECHNIK **SYNTHESIS AND POLYMER TECHNOLOGY**

Weiterentwicklung der Forschungs- und Entwicklungsziele | 64
Further development of our R&D targets
Anwendungen und Dienstleistungen | 68
Applications and services
Formaldehydfreie Aminoharze | 70
Formaldehyde free amino resins
Biobasierte Polyamide für Werkstoffcomposite mit Lignocellulosefasern | 72
Biobased polyamides for material composites with lignocellulose fibers
Poröse und porenfreie lösemittelstabile Polymermembranen aus umweltverträglichen Lösungsmitteln | 74
Porous and pore-free organic solvent-stable polymer membranes made from environmentally friendly solvents

76

SPEZIALPOLYMERE **SPECIALTY POLYMERS**

Spezialpolymere: Ein neuer Name für den Forschungsbereich – was steckt dahinter? | 78
Specialty Polymers. A new name for the research division – why did the name change?
Anwendungen und Dienstleistungen | 82
Applications and services
Erkennungsschichten für polymerbasierte markerfreie Biosensoren | 84
Recognition layers for all-polymer based label-free biosensors
Proteinresponsive photonische Kristalle | 86
Protein-responsive photonic crystals
Biobasierte Hybridpolymere | 88
Biobased hybrid polymers
Liposomale Drug Delivery Systeme – Auf dem Weg zur besseren Tumorthерапie | 90
Liposomal drug delivery systems – taking steps to improve cancer therapy
Qualitätssicherung von medizinischen Implantaten | 92
Quality assurance for medical implants

94

PILOTANLAGEN- ZENTRUM SCHKOPAU **PILOT PLANT CENTER** **SCHKOPAU**

Polymertechnologie im Pilotanlagenzentrum | 96
Polymer technology at the Pilot Plant Center
Anwendungen und Dienstleistungen | 100
Applications and services
Experimentelle Bestimmung von Flüssig-Dampf-Phasengleichgewichten von Synthesekautschuklösungen | 102
Experimental determination of vapor-liquid phase-equilibria data of synthetic rubber solutions
Entwicklung von UD-Tapes für Automotive-Anwendungen | 104
Development of UD tapes for automotive applications

106

FAKten, EREIGNISSE, PUBLIKATIONEN **FACTS, EVENTS, PUBLICATIONS**

Rückblick 2013 | 108
Review 2013
Methoden und Ausstattung | 110
Methods and equipment
Zusammenarbeit | 114
Collaboration
Ereignisse | 119
Events
Publikationen | 122
Publications
Patente | 138
Patents
Anfahrt | 140
How to reach us

VORWORT

PREFACE

Struktur- und Funktionsmaterialien

Neue und maßgeschneiderte Werkstoffe als »Hardware« von innovativen Produktentwicklungen prägen die technologische Leistungsfähigkeit unserer Industriegesellschaft und die Wettbewerbsfähigkeit von Unternehmen. Das trifft insbesondere auf Polymere und Kunststoffe zu, die als Stoffklasse in den letzten 60 Jahren einen unvergleichlichen Aufschwung genommen haben und aus der heutigen Zeit nicht mehr wegzudenken sind. Neben den Verpackungsmaterialien und den unterschiedlichen Commodity-Kunststoffen sind es zunehmend technische Kunststoffe und Composite, die als Strukturmaterialien für den Leichtbau in der Luftfahrtindustrie oder im Bereich Elektromobilität unverzichtbar sind. Zusätzlich zu den Strukturmaterialien rücken polymere Funktionsmaterialien z.B. für organische Leuchtdioden (OLEDs), die organische Photovoltaik (OPV), für Sensoren und Aktoren, aber auch für funktionale medizinisch-biologische Anwendungen in den Mittelpunkt des Interesses. Die Entwicklung der neuen Materialien ist dabei eng verbunden mit den Verfahren zu ihrer Herstellung, aber auch mit den Prozessen der Verarbeitung zu Fasern, Folien, Halbzeugen oder Formteilen. Die effiziente Kombination von Struktur- und Funktionsmaterialien im Produktionsprozess wird dabei als ein Schlüssel für die Herstellung von kostengünstigen und leistungsfähigen funktionalen Produkten angesehen. Beispiele hierfür sind die Verbindung von OLED-Schichten mit einer flexiblen polymeren Trägerfolie oder das Aufbringen von speziellen biomolekularen Erkennungsfunktionen auf polymere Trägerelemente (Lab-on-chip). Natürlich führen diese Entwicklungen zu einer größeren Komplexität der angewandten Forschung, einer Aufgabe, der sich das Fraunhofer IAP in engem Schulterschluss mit anderen Instituten der Fraunhofer-Gesellschaft und den Universitäten Potsdam und Kassel stellt.

Das Fraunhofer IAP hat seit seiner Gründung umfangreiche Kompetenzen im Bereich der Material- und Verfahrensentwicklung aufgebaut und in einer Vielzahl von Industriekooperationen und öffentlich geförderten Projekten umgesetzt. Aktuelle Arbeiten im Bereich der Strukturmaterialien umfassen neuartige Carbonfasern, neue biobasierte Kunststoffe und spritzgussfähige, faserverstärkte Composite. Die traditionelle

Arbeitsrichtung Biopolymere konnte im Jahr 2013 durch die neu gegründete Projektgruppe Biopolymerverarbeitung am Standort Schwarzheide weiter ausgebaut werden. Neue Polymere für die OPV, Technologieentwicklungen für die OLED-Produktion im Technikumsmaßstab oder biobasierte thermochromatische Folien stellten Schwerpunkte der Arbeiten zu physikalischen Funktionsmaterialien dar, während neue medizinisch-diagnostische Möglichkeiten durch spezielle chemische Modifizierungen von Polymeroberflächen erreicht werden konnten. Unverzichtbar für die Umsetzung der angewandten Forschung ist das Upscaling vom Labormaßstab in den Technikums- oder Pilotanlagenmaßstab. Zum Pilotanlagenzentrum in Schkopau (2005) und dem Anwendungszentrum für Innovative Polymertechnologien in Potsdam-Golm (2012) sind hier im Berichtszeitraum 2013 das Verarbeitungstechnikum Biopolymere in Schwarzheide sowie eine neue Nass-Spinnlinie und die Komplettierung der Anlagen zur Carbonfaserentwicklung im Institut in Potsdam-Golm hinzugekommen. Insgesamt stehen damit umfangreiche technische Ausrüstungen zur Verfügung, die eine wesentliche Voraussetzung für die bisherige erfolgreiche und industriennahe Arbeit des Fraunhofer IAP waren, und die es darüber hinaus aber auch ermöglichen, das Zukunftspotenzial der prozesstechnischen Verbindung von Struktur- und Funktionsmaterialien zu erschließen.

Auf der Grundlage einer Vielzahl von engagiert durchgeföhrten Projektarbeiten war auch 2013 ein erfolgreiches Jahr für unser Institut. Dabei konnten wir erneut auf unsere bewährten Kompetenzen in den Bereichen Biopolymere und synthetische Polymere aufbauen. Dieses Potenzial, aber auch die Perspektiven der polymeren Funktionsmaterialien für technische und medizinische Anwendungen lassen uns optimistisch in die Zukunft schauen. Ich bedanke mich herzlich bei allen, die zu dieser Entwicklung beigetragen haben, an erster Stelle bei den Industriepartnern und den öffentlichen Stellen für ihr Vertrauen, aber auch bei den Mitgliedern des Kuratoriums für die wohlwollende Beratung und Unterstützung bei der Anbahnung von Kooperationen. Schließlich danke ich den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Fraunhofer IAP für ihren Einsatz und ihre kreativen Beiträge, die die Grundlage des Erfolgs des Instituts darstellen.



Structural and functional materials

New and tailor-made materials that act as the "hardware" of innovative product developments shape the technological performance of our industrial society and the competitiveness of companies. This particularly applies to polymers and plastics which, as a class of materials, have experienced an unparalleled upswing over the past 60 years. Today life is no longer imaginable without them. Alongside packaging materials and different commodity plastics, technical plastics and composites are becoming increasingly indispensable as structural materials for light-weight construction in the aviation and electromobility industries. In addition to structural materials, there is a growing interest in polymer functional materials that are used, for example, for organic light-emitting diodes (OLEDs), organic photovoltaics (OPVs), sensors, actuators, and in functional medical-biological applications. The development of new materials is closely linked to the processes used in their manufacturing, as well as to the methods for processing fibers, films, semi-finished products and molded parts. The efficient combination of structural and functional materials in the production process is key to producing cost-effective, high-performance functional products. Examples of these include connecting OLED layers with a flexible polymer carrier film or depositing special biomolecular detection capabilities onto polymer carrier elements (lab on chip). Naturally these developments lead to a greater complexity of applied research, a challenge which has been taken on by the Fraunhofer IAP in close cooperation with other Fraunhofer Institutes and the universities of Potsdam and Kassel.

Since its foundation, the Fraunhofer IAP has gained extensive expertise in the development of materials and processes and has made use of this in numerous industrial partnerships and publicly funded projects. Current work in the area of structural materials involves innovative carbon fibers, new biobased plastics and injection-moldable, fiber-reinforced composites. The Institute's traditional focus on biopolymers was enhanced in 2013 through the newly-founded project group Biopolymer Processing at the Schwarzeide site. New polymers for OPV, technology developments for OLED production on a pilot plant scale, and biobased thermochromic films comprise

the focus of its work on physical functional materials. New medical-diagnostic achievements have been made through special chemical modifications of polymer surfaces. Scale-up from a laboratory to a pilot plant scale is essential for the implementation of applied research. The Pilot Plant Center in Schkopau (2005) and the Application Center for Innovative Polymer Technologies in Potsdam-Golm (2012) have now been joined during the 2013 reporting period by the Processing Pilot Plant for Biopolymers Schwarzeide, and a new wet spinning line and facilities for carbon fiber development at the Institute in Potsdam-Golm. All in all there is an extensive range of technical equipment available which has formed the basis for the successful and industry-oriented work of the Fraunhofer IAP up until now, and which will allow the future potential of a process-related combination of structural and functional materials to be developed.

Based on the dedicated work on a large number of research projects 2013 was again a successful year for our Institute. Once again we were able to build on our proven competencies in the areas of biopolymers and synthetic polymers. This potential and the prospects of polymer functional materials in technical and medical applications allow us to look positively towards the future. I would like to thank everyone who has contributed to this development, first and foremost our industry partners and the public authorities for their trust, and the members of the advisory board for their ongoing support and advice in establishing business partnerships. Finally, I would like to thank the employees of the Fraunhofer IAP for their hard work and creative contributions which form the basis of the Institute's success.

Prof. Dr. habil. Hans-Peter Fink

DAS INSTITUT

THE INSTITUTE

- 8 Das Fraunhofer IAP im Überblick**
The Fraunhofer IAP at a glance
- 10 Verarbeitungstechnikum für Biopolymere**
Processing Pilot Plant for Biopolymers
- 12 Auszeichnungen**
Awards
- 14 Kuratorium**
Advisory Board
- 15 Das Institut in Zahlen**
The Institute in figures
- 16 Organisation und Schwerpunkte**
Organization and main topics
- 18 Ansprechpartner**
Contact persons
- 20 Die Fraunhofer-Gesellschaft**
The Fraunhofer-Gesellschaft
- 22 Fraunhofer-Verbund**
Werkstoffe, Bauteile – MATERIALS
The Fraunhofer Group
for Materials and Components – MATERIALS



DAS FRAUNHOFER IAP IM ÜBERBLICK

THE FRAUNHOFER IAP AT A GLANCE

Ob Hochleistungsfasern oder Composite für den Leichtbau, organische Leuchtdioden für flexible Displays oder künstliche Augenhornhäute als Implantate – das Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP bedient das gesamte Spektrum der Polymeranwendungen. Hand in Hand mit unseren Kunden entwickeln wir Materialien, Verfahren und Produkte, die speziell auf die Bedürfnisse der jeweiligen Anwendungen zugeschnitten sind. Synthetische Polymere stehen dabei ebenso im Fokus unserer Arbeiten wie Biopolymere und biobasierte Kunststoffe aus nachwachsenden Rohstoffen. Wir schaffen die Voraussetzungen, dass die entwickelten Verfahren nicht nur im Labormaßstab, sondern auch unter Produktionsbedingungen funktionieren.

Biopolymere | Die nachhaltige stoffliche Nutzung nachwachsender Rohstoffe steht im Zentrum der Biopolymerforschung. Sowohl natürliche Polymere, wie Cellulose, Stärke oder Lignin, als auch biobasierte Kunststoffe wie Polylactid werden zu Fasern, Nonwovens, Folien, Formkörpern und faserverstärkten Compositen verarbeitet. Neben Produktentwicklungen aus nativen Polymeren steht die Synthese neuer biobasierter Kunststoffe im Mittelpunkt. Seit 2013 sind auch Stabilisierungs- und Carbonisierungstechnologien für die Carbonfaserentwicklung verfügbar. Außerdem können Biopolymere chemisch, enzymatisch oder physikalisch modifiziert werden, um bestehende Anwendungen zu optimieren bzw. neue Einsatzmöglichkeiten zu erschließen. Das Spektrum reicht von Stärkederivaten für die Papierindustrie über Nanocellulosen bis hin zu Klebstoffen, thermoplastischen Stärke- und Cellulosederivaten sowie Ligninfaktionen und -derivaten für den Einsatz in Thermoplasten und Duromeren.

Funktionale Polymersysteme | Polymere mit besonderen physikalischen und chemischen Eigenschaften werden zunehmend als Funktionsmaterialien für Hightech-Anwendungen eingesetzt. Das Spektrum reicht von Materialien und Technologien für organische elektronische Elemente über Sensoren und Aktoren bis hin zu optischen Komponenten und chromogenen Polymeren. Quantum Dots eröffnen neue Möglichkeiten für technologische Entwicklungen von OLEDs und organischer Photovoltaik, aber auch für die Diagnostik mittels photonischer Methoden. Funktionalisierte Oberflächen bilden einen weiteren Arbeitsschwerpunkt.

Synthese- und Polymerteknik | Das Fraunhofer IAP ist spezialisiert auf die Synthese neuartiger Polymerstrukturen sowie auf die Entwicklung und Optimierung von Polymerisationsprozessen. Dabei bilden Heterokettenpolymere sowohl auf Basis fossiler als auch nachwachsender Rohstoffe einen Schwerpunkt.

Die Mikroverkapselung von Wirkstoffen und Additiven sowie Partikelanwendungen gehören ebenfalls zum Forschungsspektrum. Die Membrantechnologie sowie die Biokunststoffverarbeitung stellen neue FuE-Richtungen dar.

Spezialpolymere | Am Fraunhofer IAP werden Materialien und Schlüsselsubstanzen zum Beispiel für die Papier- und Lackindustrie, für Waschmittel und Kosmetikartikel, für die Medizintechnik sowie für Umwelt- und Nanotechnologien entwickelt. Zusätzlich zu den klassischen Polymerstrukturen, Kolloiden und Tensiden konzentrieren sich Forschung und Entwicklung auf schaltbare »intelligente« Polymersysteme, Biomaterialien, Hydrogele, Implantate, bioaktive Oberflächen und Sensoren.

Pilotanlagenzentrum für Polymersynthese und -verarbeitung PAZ | Am Standort Schkopau bündeln die beiden Fraunhofer-Institute für Angewandte Polymerforschung IAP und für Werkstoffmechanik IWM ihre Kompetenzen in der Polymer- und Verfahrensentwicklung sowie in der Kunststoffverarbeitung unter einem Dach. Flexible und moderne Pilotanlagen ermöglichen die Übertragung neuer Forschungsergebnisse in produktionsnahe Größenordnungen und die Bereitstellung von Mustermengen bis in den Tonnenmaßstab. Neue Produkte und innovative Technologien können entlang der gesamten Wertschöpfungskette entwickelt werden – vom Monomer über die Synthese und Verarbeitung von Polymeren bis hin zum geprüften Bauteil nach Maß.

Anwendungszentrum für Innovative Polymertechnologien | Im Anwendungszentrum in Potsdam-Golm werden neue Funktionsmaterialien entwickelt und entsprechende Technologien zu ihrer Herstellung und Verarbeitung vom Labor- in den Pilotanlagenmaßstab übertragen. Drei Schwerpunkte stehen im Fokus der Arbeiten: 1. Hightech-Polymer mit besonderen physikalischen Eigenschaften, 2. Biokompatible Materialien für Implantate und weitere medizinische Anwendungen, 3. Entwicklung biotechnologischer Prozesse zur effizienten Nutzung nachwachsender Rohstoffe.

Verarbeitungstechnikum Biopolymere Schwarzheide | Mit dem Verarbeitungstechnikum Biopolymere Schwarzheide, das 2013 eröffnet wurde, hat das Fraunhofer IAP seine marktnahen Forschungs- und Entwicklungsarbeiten auf dem Gebiet der Biokunststoffverarbeitung weiter ausgebaut. Über eine Integration des Verarbeitungstechnikums in lokale und überregionale Netzwerke und Verbundstrukturen wird insbesondere das Ziel verfolgt, kleine und mittlere regionale Unternehmen bei der Einführung biobasierter Kunststoffe zu unterstützen.



The Fraunhofer Institute for Applied Polymer Research IAP offers a complete range of polymer applications which include high-performance fibers and composites for lightweight construction, organic light diodes for flexible screen displays and artificial corneas for use in eye implants. We develop materials, processes and products that are tailored to meet the special requirements of our polymer applications. Our work focuses on synthetic polymers, as well as biopolymers and biobased plastics made from renewable raw materials. We create the necessary conditions for the processes we develop to function on a lab and production scale.

Biopolymers | The sustainable use of renewable materials is the main objective of the biopolymer research at the Fraunhofer IAP. Natural polymers, such as cellulose, starch or lignin, as well as biobased plastics, such as polylactide, can be processed into fibers, nonwovens, films, molded paddings and fiber-reinforced composites. In addition to developing products made from natural polymers, we focus on synthesizing new biobased plastics. Since 2013, stabilization and carbonization technologies for carbon fiber development have been available at our disposal. In addition, biopolymers can be chemically, enzymatically or physically modified in order to optimize existing applications or to open up new application possibilities. The spectrum ranges from starch derivatives for the paper industry to nanocelluloses, adhesives, thermoplastic starch, cellulose derivatives and lignin fractions and derivatives that are used in thermoplastics and thermosets.

Functional Polymer Systems | Polymers with special physical and chemical properties are being increasingly used as functional materials in high-tech applications. Our spectrum ranges from materials and technologies for organic electronic elements to sensors and actuators, optical components and chromogenic polymers. Quantum dots open up new opportunities for the technological development of OLEDs and organic photovoltaics, as well as for diagnostics that employ photonic methods. Functionalized surfaces are another focus of this research division.

Synthesis and Polymer Technology | The Fraunhofer IAP specializes in the synthesis of innovative polymer structures and in the development and optimization of polymerization processes. The focus is on hetero-chain polymers based on both fossil and renewable resources. The microencapsulation of active ingredients and additives as well as particle treatments are part of the research spectrum. Membrane technology and bioplastic processing are new R&D areas that expand our research profile.

Specialty Polymers | The Fraunhofer IAP develops materials and key substances for the paper and paint industries, for detergent and cosmetic products, and for medical, environmental and nanotechnologies. In addition to traditional polymer structures, colloids and tensides, our research and development focuses on switchable "smart" polymer systems, biomaterials, hydrogels, implants, bioactive surfaces and sensors.

Pilot Plant Center for Polymer Synthesis and Polymer Processing PAZ | At the Fraunhofer PAZ in Schkopau, the Fraunhofer Institute for Applied Polymer Research IAP and the Fraunhofer Institute for Mechanics and Materials IWM combine their expertise in polymer and process development and in plastic processing. Flexible, state-of-the-art pilot plants enable the latest research findings to be transferred to scales needed for production and for sample quantities up to ton scale. New products and innovative technologies can be developed along the entire value chain – from monomers, polymer synthesis and polymer processing, to testing made-to-measure components.

Application Center for Innovative Polymer Technologies | At the Application Center in Potsdam-Golm, processes that are used to produce innovative materials and new nanotechnologies are scaled up from lab to industrial production scale. Our work focuses on three areas: 1. high-tech polymers with special physical properties, 2. biocompatible materials for implants and other medical applications, 3. the development of biotech processes for the efficient use of renewable raw materials.

Processing Pilot Plant for Biopolymers Schwarzheide | With the Processing Pilot Plant for Biopolymers Schwarzheide, which was opened in 2013, the Fraunhofer IAP has expanded its market-oriented research and development work in the area of biopolymer processing. By integrating the processing pilot plant into local and regional networks and structures, Fraunhofer IAP helps small and medium-sized regional companies introduce biobased plastics to the market.

VERARBEITUNGSTECHNIKUM FÜR BIOPOLYMERE PROCESSING PILOT PLANT FOR BIOPOLYMERS

Eröffnung einer Außenstelle am BASF-Standort Schwarzheide

Im Rahmen der »Gemeinsamen Innovationsstrategie der Länder Berlin und Brandenburg (innoBB)«, mit dem Ziel Kräfte zu bündeln und Standorte wettbewerbsfähig zu positionieren, spielt das Brandenburger Cluster »Kunststoffe und Chemie« eine wichtige Rolle. Zur Clusterstrategie gehören die Stärkung regionaler Schwerpunkte sowie eine bessere Vernetzung der Kunststoff- und Chemiebranche im Land Brandenburg. Die Initiative zur Gründung des »Innovationszentrums Biopolymere Lausitz«, die vom Kunststoff-Verbund Brandenburg Berlin (KuVBB), dem Fraunhofer IAP und der BASF Schwarzheide GmbH vorangetrieben wird, leistet dabei einen wichtigen Beitrag. Ziel ist es, die Entwicklung von Wertschöpfungsketten rund um die Produktion, Verarbeitung und technische Anwendung von Biokunststoffen, also Kunststoffen aus nachwachsenden Rohstoffen, zu unterstützen, um die Produkt- und Verfahrenstransformationen zum Markt insbesondere mit Blick auf kleine und mittlere regionale Unternehmen zu beschleunigen. Der Chemiestandort Schwarzheide spielt dabei eine wichtige Rolle. Die Herausforderung für die kunststoff-erzeugende und verarbeitende Industrie besteht darin, neben der ökologischen auch die ökonomische Nachhaltigkeit sicher zu stellen. In diesem Zusammenhang sind die Forschungs- und Entwicklungsarbeiten des Fraunhofer IAP darauf ausgerichtet, die Produktqualität, Funktionalität sowie die Effizienz im Herstellungs- und Verarbeitungsprozess von Biokunststoffen zu steigern.

Als Kristallisierungskeim für das »Innovationszentrum Biopolymere Lausitz« wurden 2012/2013 die Voraussetzungen für ein Verarbeitungstechnikum für Biopolymere des Fraunhofer IAP in Schwarzheide geschaffen. Die BASF stellte geeignete Räume (Technikumshalle, Prüflabor, Büro- und Sozialräume) auf Mietbasis zur Verfügung und rekonstruierte sie nach den technischen Anforderungen des Fraunhofer IAP. Die notwendigen Baumaßnahmen wurden im April 2013 abgeschlossen.

Die feierliche Einweihung des »Verarbeitungstechnikums Biopolymere Schwarzheide« fand am 24. April 2013 in

Anwesenheit von Repräsentanten der Landesministerien für Wissenschaft, Forschung und Kultur (Dr. Josef Glombik, Abteilungsleiter im MWFK) sowie für Wirtschaft und Europaangelegenheiten (Dr. Carsten Ennepen, Abteilungsleiter im MWE) statt. Der Institutsleiter des Fraunhofer IAP, Prof. Hans-Peter Fink, begrüßte außerdem Dr. Karl Heinz Tebel, Geschäftsführer der BASF Schwarzheide GmbH, Prof. Dr. Ulrich Buller, damaliger Vorstand Forschungsplanung der Fraunhofer-Gesellschaft, Prof. Dr. Günter H. Schulz, damaliger Präsident, Hochschule Lausitz und Dr. Hubert Lerche, Vorsitzender des KuVBB e.V.

Seit August 2013 ist das Verarbeitungstechnikum, unter der Leitung von Dr. Mathias Hahn, voll betriebsfähig. Bei der Standortentscheidung spielte auch die Nachbarschaft zur Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus-Senftenberg eine wichtige Rolle, da mittelfristig die Leitung der Außenstelle mit einer Professur für Kunststofftechnik am Standort Senftenberg verknüpft werden soll.

Mit dem Verarbeitungstechnikum für Biopolymere am Standort Schwarzheide vertieft und erweitert das Fraunhofer IAP seine Kernkompetenzen im Bereich der Materialentwicklung bei biobasierten Kunststoffen. Insbesondere mittelständische Kunststoffverarbeiter sollen bei der Erweiterung ihrer Produktpalette auf biobasierte Materialien unterstützt werden.

Im Fokus der neuen Außenstelle des Fraunhofer IAP stehen moderne Verarbeitungstechnologien für Anwendungen im Verpackungssektor (Flach- und Blasfolienanlagen). Darüber hinaus sind aber auch klassische Technologien wie Spritzguss oder Extrusion sowie kunststoffspezifische Analyse- und Prüfmethoden verfügbar. Für die Anlagen- und Geräteausstattung sind vom Land Brandenburg über eine Fördermaßnahme bisher Investitionsmittel in Höhe von einer Million Euro zur Verfügung gestellt worden. Eine Erweiterung der Verarbeitungstechnologien (u.a. Blasformen und 3D-Druck) wird 2014 über ein weiteres Landesinvestitionsprojekt realisiert werden können.



New branch opens at the BASF Schwarzheide site

Brandenburg's "Plastics and Chemistry" cluster plays an important role in the "Joint Innovation Strategy of the States of Berlin and Brandenburg (innoBB)" whose aim is to pool strengths and enhance locational competitiveness. The cluster's strategy is to strengthen regional centers and improve networking in Brandenburg's plastics and chemical industries. The initiative to establish the "Lausitz Biopolymer Innovation Centre", backed by the Plastics Association of Brandenburg and Berlin (KuVBB), Fraunhofer IAP and BASF Schwarzheide GmbH, makes an important contribution towards this. The aim is to develop value chains for the production, processing and technical application of bioplastics, in other words plastics made from renewable resources, in order to accelerate the launch of products and processes on the market, particularly with regard to small and medium-sized regional companies. The Schwarzheide chemical site plays an important role in this. The challenge for the plastics industry is to ensure economic as well as ecological sustainability. In this context, the Fraunhofer IAP's research and development work focuses on enhancing product quality, functionality and efficiency in the production and processing of bioplastics.

Conditions were created in 2012/2013 for the Fraunhofer IAP's Processing Pilot Plant for Biopolymers in Schwarzheide as a seed crystal for the "Lausitz Biopolymer Innovation Center". BASF provided suitable rooms (pilot plant hall, testing lab, offices and staff rooms) on a rental basis and reconstructed these in accordance with the technical requirements of the Fraunhofer IAP. The majority of the construction work that needed to be done to enable the institute to move in was finished in April 2013.

The ceremonial opening of the Fraunhofer IAP's "Processing Pilot Plant for Biopolymers Schwarzheide" took place on April 24th, 2013 in the presence of Dr. Josef Glombik, department head of Brandenburg's Ministry for Science, Research and Culture, MWFK, and Dr. Carsten Enneper, department head of the Ministry for Economic and European Affairs of the State of Brandenburg, MWE. The director of the Fraunhofer IAP, Prof. Hans-Peter Fink, also welcomed Dr. Karl Heinz Tebel, managing director of BASF-Schwarzheide GmbH, Prof. Dr. Ulrich Buller, former senior vice president for research planning at the Fraunhofer-Gesellschaft, Prof. Dr. Günter H. Schulz, former President of Lausitz University of Applied Sciences and Dr. Hubert Lerche, Chairman of KuVBB e.V.

The facilities have been fully operational since August 2013 under the management of Dr. Mathias Hahn. Proximity to the Brandenburg University of Technology Cottbus-Senftenberg was a decisive factor in choosing this location since a medium term goal was to combine the management of the branch with a professorship in plastics technology at the Senftenberg site. The Processing Pilot Plant for Biopolymers at Schwarzheide has allowed the Fraunhofer IAP to expand its core competencies in the development of materials for biobased plastics. The main goal is to help medium-sized plastics processors extend their product range to include biobased materials.

The new Fraunhofer IAP branch in Schwarzheide focuses on modern processing technologies used in the packaging industry (flat and blow film plants). Traditional technologies like injection molding and extrusion, as well as plastic-specific analysis and testing methods, are also available. Investment funding amounting to one million euros has been provided by the State of Brandenburg in the form of a grant for plants and equipment. Processing technologies (including blow molding and 3D printing) will be expanded in 2014 through another state investment project.

AUSZEICHNUNGEN AWARDS

Ausgezeichnete Celluloseforschung

Das Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP ist mit seiner Forschungsrichtung der technischen Biopolymere international anerkannt und ein gesuchter Partner der einschlägigen Industrie. Wesentlichen Anteil an dieser Entwicklung hat Prof. Hans-Peter Fink, der seit Gründung des Instituts diese Arbeitsrichtung mit dem besonderen Schwerpunkt auf der industriellen Celluloseverarbeitung vorangetrieben hat. Im Jahr 2013 wurden diese Leistungen mit der Verleihung des »Anselme Payen Awards« an Prof. Fink gewürdigt. Mit dem Institutsleiter nahm erstmals ein Wissenschaftler der Fraunhofer-Gesellschaft den Preis entgegen.

Der Preis gilt als höchste Auszeichnung auf dem Gebiet der Celluloseforschung. Er wird seit 1962 von der »Cellulose and Renewable Materials Division« der Amerikanischen Chemischen Gesellschaft (ACS) verliehen und ehrt herausragende Beiträge zur Celluloseforschung und chemischen Technologie der Cellulose.

Cellulose ist der am häufigsten vorkommende nachwachsende Rohstoff und hat eine immense industrielle Bedeutung. Infolge ihrer Struktur ist Cellulose unschmelzbar und in üblichen Lösungsmitteln nicht löslich. Verglichen mit den schmelzbaren erdölbasierten Massenpolymeren ist die chemisch-technische Verarbeitung der Cellulose zu Fasern, Folien oder Kunststoffen daher eine besondere wissenschaftliche und industrielle Herausforderung. Ausgehend vom schmelzeähnlichen

Verhalten von Cellulose-NMMO-Lösungen gelang es Prof. Fink und seinen Mitstreitern am Fraunhofer IAP erstmalig, Blasfolien aus Cellulose, eine Meltblown-Nonwovens-Technologie sowie neuartige und umweltfreundliche Methoden zur Herstellung hochfester technischer Cellulosefasern zu entwickeln.

Die Preisverleihung fand im Rahmen des 245. ACS Spring-Meetings in New Orleans im April 2013 statt, wo zu Ehren des Preisträgers ein Symposium »From Cellulose Raw Materials to Novel Products« durchgeführt wurde. Das vom Leiter des Biopolymer-Forschungsbereichs des Fraunhofer IAP, Dr. Johannes Ganster, federführend organisierte Symposium umfasste 40 Einladungsvorträge aus zehn Ländern und führte Wissenschaftler des Fachgebiets aus aller Welt zusammen. In den fünf Sektionen »Solutions, Gels, Nanostructures«, »Dissolving Pulps«, »Chemical Modification«, »Regenerated Fibers« und »Composites« wurden die wichtigsten neuen Entwicklungen in der angewandten Celluloseforschung und der industriellen Cellulosenutzung referiert. Neben dem Hauptvortrag von Prof. Hans-Peter Fink »Novel cellulose materials and processing routes« war das Fraunhofer IAP mit Beiträgen von Dr. Ganster und seinen Mitarbeitern zu PLA-Cellulose-Compositen und neuen Materialien aus Lignin vertreten.





Award-winning cellulose research

The Fraunhofer IAP with its research field of technical biopolymers is internationally recognized and a preferred partner of the respective industry. Prof. Hans-Peter Fink has played an important part in this development. He has been working to advance this line of research, with a particular emphasis on industrial cellulose processing, since the Institute's foundation. In 2013 Prof. Fink was awarded the "Anselme Payen Awards" for his achievements. The prize was received for the first time by a scientist from the Fraunhofer-Gesellschaft.

The award is considered the highest accolade in the field of cellulose research. It has been awarded by the Cellulose and Renewable Materials Division of the American Chemical Society (ACS) since 1962 and honors outstanding contributions to cellulose research and cellulose chemistry and technology.

Cellulose is the most prevalent renewable resource and has an immense significance for industry. Its structure means that cellulose is infusible and insoluble in conventional solutions. Unlike with fusible, petroleum-based mass polymers, the chemical and technical processing of cellulose into fibers, films or plastics poses a special challenge for science and industry. Using the melt-like behavior of cellulose-NMMO-solutions as a starting point, Prof. Fink and his team at the Fraunhofer IAP were able to develop, for the first time, blown films made from cellulose, a meltblown nonwoven technology, and innovative and environmentally friendly methods used to produce high-strength, technical cellulose fibers.

The prize was awarded at the ACS's 245th Spring Meeting in New Orleans in April 2013 where a symposium entitled "From Cellulose Raw Materials to Novel Products" was held in honor of the award winner. The symposium, organized by Dr. Johannes Ganster, head of the biopolymer research division at the Fraunhofer IAP, included 40 lectures from ten countries and brought together scientists from around the world who are studying this field of science. The latest developments in applied cellulose research and industrial cellulose utilization were presented under the five topics "Solutions, Gels, Nanostructures", "Dissolving Pulps", "Chemical Modification", "Regenerated Fibers" and "Composites". In addition to the main lecture given by Prof. Hans-Peter Fink entitled "Novel cellulose materials and processing routes", Dr. Ganster and his colleagues represented the Fraunhofer IAP through their contributions on PLA cellulose composites and new lignin materials.





KURATORIUM ADVISORY BOARD

Das Kuratorium berät und unterstützt die Organe der Fraunhofer-Gesellschaft sowie die Institutsleitung. Mitglieder des Kuratoriums 2013 waren:

The Advisory Board advises and supports the Fraunhofer-Gesellschaft as well as the Institute's director. The following persons were members of the Advisory Board in 2013:

Prof. Dr. Thomas Müller-Kirschbaum

Vorsitzender des Kuratoriums
Henkel KGaA, Düsseldorf

Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. Andrzej K. Bledzki

West Pomeranian University of Technology, Stettin

Dr. Stefan Dreher

BASF SE, Ludwigshafen

Dipl.-Ing. Ulrich Hamann

Bundesdruckerei GmbH, Berlin

Staatssekretär Henning Heidemanns

Ministerium des Innern des Landes Brandenburg, Potsdam

Prof. Dr.-Ing. Hans-Peter Heim

Universität Kassel, Kassel

Dr. Claudia Herok

Ministerium für Wissenschaft, Forschung und Kultur des Landes Brandenburg, Potsdam

Prof. Dr.-Ing. habil. Dr. phil. Sabine Kunst

Ministerin für Wissenschaft, Forschung und Kultur des Landes Brandenburg, Potsdam

Prof. Dr. Dr. h.c. Jürgen Kurths

Potsdam-Institut für Klimafolgenforschung, Potsdam

Dr. Volker Landschütze

aevotis GmbH, Potsdam

Prof. Dr. Meinolf G. Lindhauer

Max Rubner-Institut, Bundesforschungsinstitut für Ernährung und Lebensmittel, Detmold

Prof. Dr. Dr. h. c. Helmuth Möhwald

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

Dr.-Ing. Christoph Mühlhaus

Cluster Chemie/Kunststoffe Mitteldeutschland, Halle

Dr. Klaus Nachtkamp

Dow Wolff Cellulosics GmbH, i. R., Neuhofen

Prof. Dr. Patrick O'Brien

Universität Potsdam, Potsdam

Dr. Andreas Pachten

Human BioSciences GmbH, Luckenwalde

Prof. Dr. Friedhelm Pracht

Alfred Pracht Lichttechnik GmbH, Dautphetal

Dr. Birgitt Reiche

Hesco Kunststoffverarbeitung GmbH, Luckenwalde

Dr.-Ing. Andreas Schütte

Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V., Gülzow

Prof. Dr.-Ing. Manfred H. Wagner

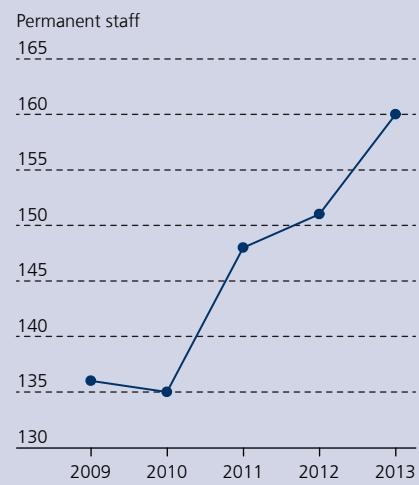
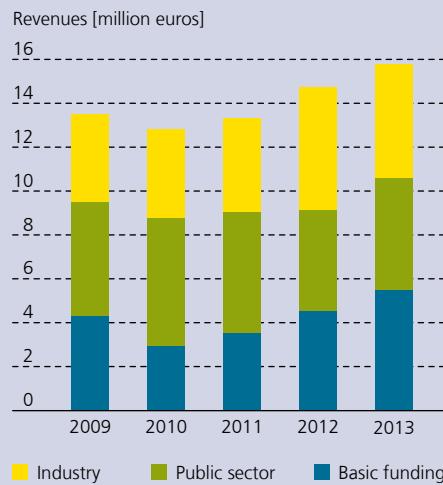
Technische Universität, Berlin

Dr. Bernd Wohlmann

Toho Tenax Europe GmbH, Wuppertal

DAS INSTITUT IN ZAHLEN

THE INSTITUTE IN FIGURES



Betriebshaushalt

Der Betriebshaushalt betrug im Jahr 2013 ca. 15,6 Millionen Euro, dies entspricht einer Steigerung von 900 000 Euro. Die externen Erträge beliefen sich auf 10,2 Millionen Euro, davon 50 Prozent Erträge aus der Wirtschaft.

Investitionschaushalt/Ausbauinvestitionen

Neben den Normalinvestitionen in Höhe von 800 000 Euro wurde die Anschaffung einer zweiten Nassspinnanlage (700 000 Euro) als strategische Investition in Angriff genommen.

Mitarbeiter

Ende 2013 waren im Fraunhofer IAP insgesamt 201 Personen beschäftigt.

Stammpersonal	160
– Wissenschaftliche Mitarbeiter	81
– Technische Mitarbeiter	67
– Verwaltung/Wiss.-techn. Dienste	12

Nachwuchs	22
– Doktoranden	16
– Auszubildende	6

Das Fraunhofer IAP beschäftigte im Jahr 2013 48 Praktikanten, Studenten, Diplomanden und Stipendiaten.

The Institute's budget

In 2013 the Institute's budget amounted to around 15.6 million euros, representing an increase of 900,000 euros. Income from external sources amounted to 10.2 million euros, of which 50 percent came from industry.

Investment budget/ expansion investment

In addition to normal investments amounting to 800,000 euros a second wet spinning line (700,000 euros) was purchased as a strategic investment.

Human resources

At the end of 2013, the Fraunhofer IAP employed 201 people.

Regular staff	160
– Scientific staff	81
– Technical staff	67
– Administration/scientific and technical services	12

Junior staff	22
– Ph. D. students	16
– Apprentices	6

48 trainees, students, graduands and scholarship holders were employed in 2013.

Kontakt Contact

Verwaltungsleiterin
Head of administration

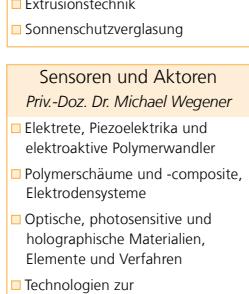
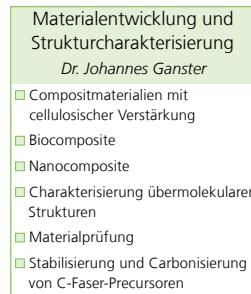
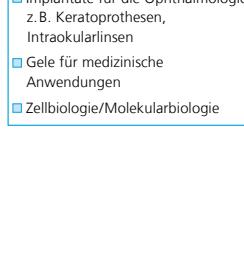
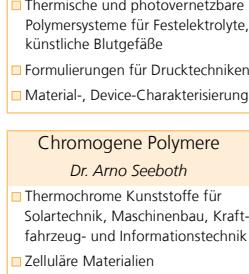
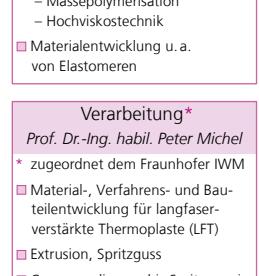
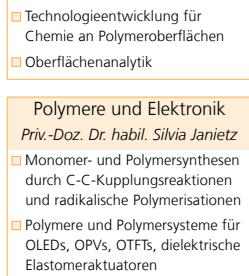
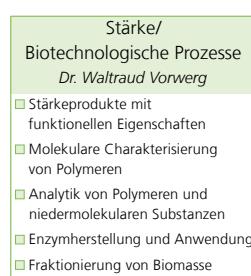
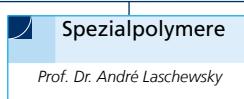
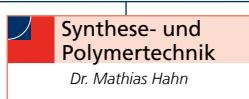
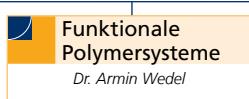


Dipl.-Ing. Marina Hildenbrand

Telefon +49 331 568-1157
marina.hildenbrand@iap.fraunhofer.de

ORGANISATION UND SCHWERPUNKTE

STAND APRIL 2014



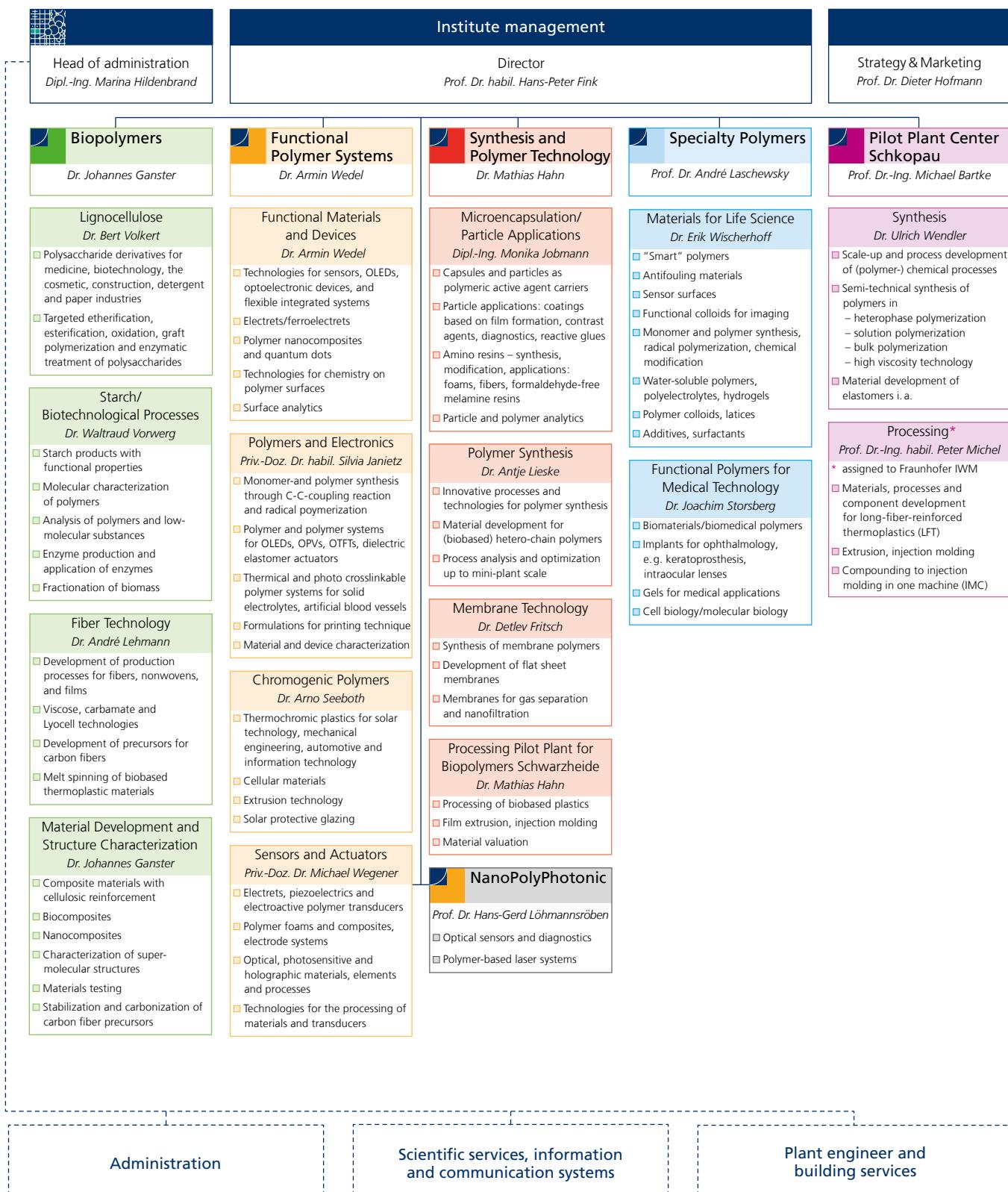
Verwaltung

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

Betriebsingenieur und
Haustechnik

ORGANIZATION AND MAIN TOPICS

STATUS APRIL 2014



ANSPRECHPARTNER CONTACT PERSONS



Institutsleiter
Director

Prof. Dr. habil. Hans-Peter Fink

Telefon +49 331 568-1112
hans-peter.fink@iap.fraunhofer.de



Verwaltungsleiterin
Head of administration

Dipl.-Ing. Marina Hildenbrand

Telefon +49 331 568-1157
marina.hildenbrand@iap.fraunhofer.de



Strategie & Marketing
Strategy & Marketing

Prof. Dr. Dieter Hofmann

Telefon +49 331 568-1114
dieter.hofmann@iap.fraunhofer.de



Biopolymere
Biopolymers

Dr. Johannes Ganster

Telefon +49 331 568-1706
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de



Funktionale Polymersysteme
Functional Polymer Systems

Dr. Armin Wedel

Telefon +49 331 568-1910
armin.wedel@iap.fraunhofer.de



Synthese- und Polymertechnik
Synthesis and Polymer Technology

Dr. Mathias Hahn

Telefon +49 331 568-1320
mathias.hahn@iap.fraunhofer.de



Spezialpolymere
Specialty Polymers

Prof. Dr. André Laschewsky

Telefon +49 331 568-1327
andre.laschewsky@iap.fraunhofer.de



Pilotanlagenzentrum Schkopau
Pilot Plant Center Schkopau

Prof. Dr.-Ing. Michael Bartke

Telefon +49 3461 2598-120
michael.bartke@iap.fraunhofer.de



AG NanoPolyPhotonik
AG NanoPolyPhononic

Prof. Dr. Hans-Gerd Löhmansröben

Telefon +49 331 977-5222
hans-gerd.loehmannsroeben@iap.fraunhofer.de



Dr. Bert Volkert

Telefon +49 331 568-1516
bert.volpert@
iap.fraunhofer.de



Dr. Waltraud Vorwerg

Telefon +49 331 568-1609
waltraud.vorwerg@
iap.fraunhofer.de



Dr. André Lehmann

Telefon +49 331 568-1510
andre.lehmann@
iap.fraunhofer.de



**Priv.-Doz. Dr. habil.
Silvia Janietz**

Telefon +49 331 568-1208
silvia.janietz@
iap.fraunhofer.de



Dr. Arno Seebotth

Telefon +49 30 6392-4258
arno.seebotth@
iap.fraunhofer.de



**Priv.-Doz. Dr.
Michael Wegener**

Telefon +49 331 568-1209
michael.wegener@
iap.fraunhofer.de



**Dipl.-Ing.
Monika Jobmann**

Telefon +49 331 568-1213
monika.jobmann@
iap.fraunhofer.de



Dr. Antje Lieske

Telefon +49 331 568-1329
antje.lieske@
iap.fraunhofer.de



Dr. Detlev Fritsch

Telefon +49 331 568-1515
detlev.fritsch@
iap.fraunhofer.de



Dr. Erik Wischerhoff

Telefon +49 331 568-1508
erik.wischerhoff@
iap.fraunhofer.de



Dr. Joachim Storsberg

Telefon +49 331 568-1321
joachim.storsberg@
iap.fraunhofer.de



Dr. Ulrich Wendler

Telefon +49 3461 2598-210
ulrich.wendler@
iap.fraunhofer.de



**Prof. Dr.-Ing. habil.
Peter Michel**

Telefon +49 345 5589-203
peter.michel@
iwmh.fraunhofer.de

DIE FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT

THE FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT

Forschen für die Praxis ist die zentrale Aufgabe der Fraunhofer-Gesellschaft. Die 1949 gegründete Forschungsorganisation betreibt anwendungsorientierte Forschung zum Nutzen der Wirtschaft und zum Vorteil der Gesellschaft. Vertragspartner und Auftraggeber sind Industrie- und Dienstleistungsunternehmen sowie die öffentliche Hand.

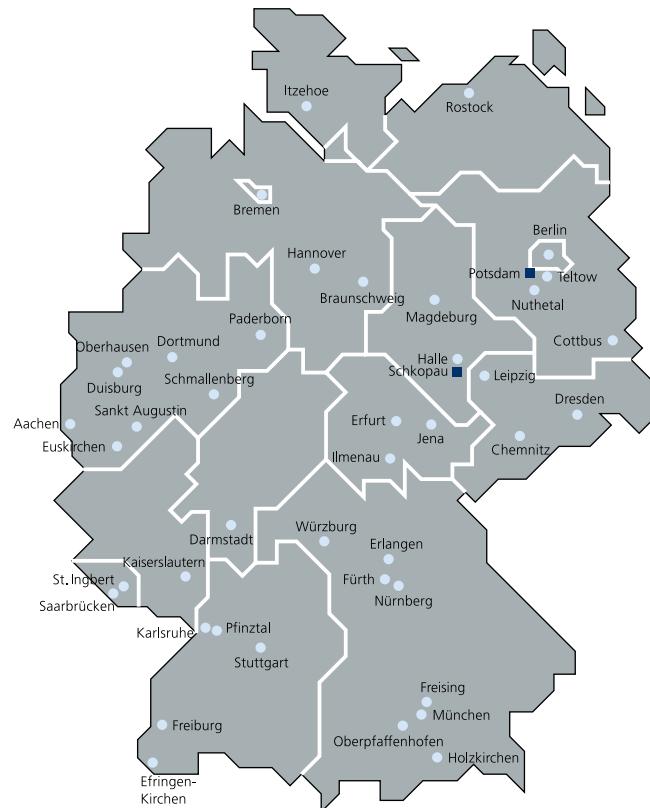
Die Fraunhofer-Gesellschaft betreibt in Deutschland derzeit 67 Institute und Forschungseinrichtungen. Rund 23 000 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter, überwiegend mit natur- oder ingenieurwissenschaftlicher Ausbildung, erarbeiten das jährliche Forschungsvolumen von 2 Milliarden Euro. Davon fallen rund 1,7 Milliarden Euro auf den Leistungsbereich Vertragsforschung. Über 70 Prozent dieses Leistungsbereichs erwirtschaftet die Fraunhofer-Gesellschaft mit Aufträgen aus der Industrie und mit öffentlich finanzierten Forschungsprojekten. Knapp 30 Prozent werden von Bund und Ländern als Grundfinanzierung beigesteuert, damit die Institute Problemlösungen entwickeln können, die erst in fünf oder zehn Jahren für Wirtschaft und Gesellschaft aktuell werden.

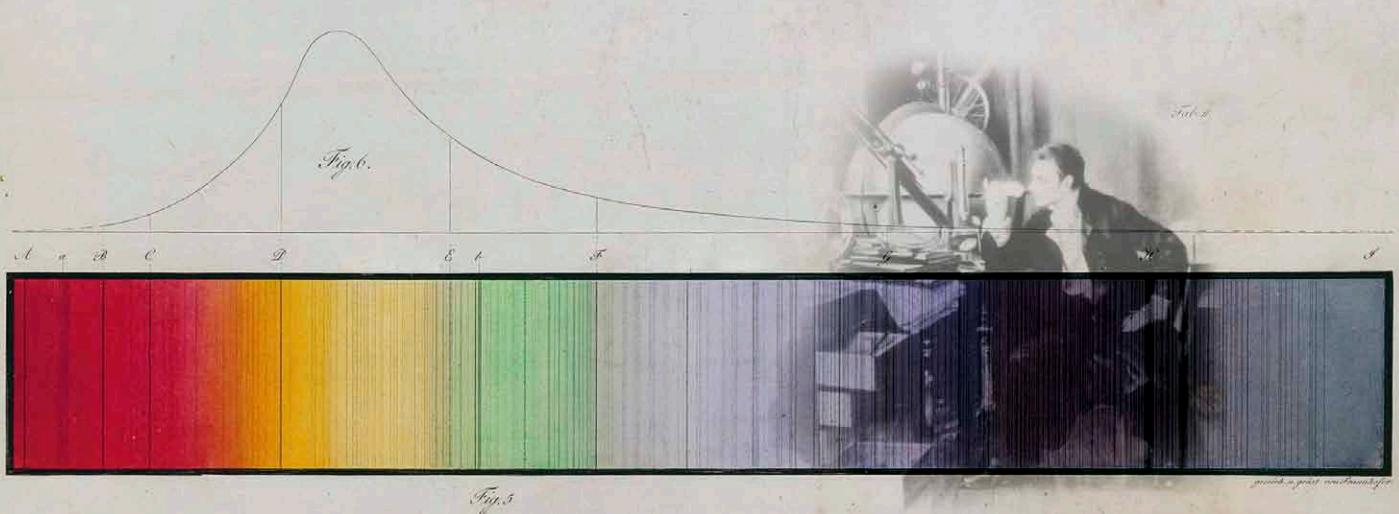
Internationale Kooperationen mit exzellenten Forschungspartnern und innovativen Unternehmen weltweit sorgen für einen direkten Zugang zu den wichtigsten gegenwärtigen und zukünftigen Wissenschafts- und Wirtschaftsräumen.

Mit ihrer klaren Ausrichtung auf die angewandte Forschung und ihrer Fokussierung auf zukunftsrelevante Schlüsseltechnologien spielt die Fraunhofer-Gesellschaft eine zentrale Rolle im Innovationsprozess Deutschlands und Europas. 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 Leistungsfähigkeit, verbessern die Akzeptanz moderner Technik und sorgen für Aus- 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, an Hochschulen, in Wirtschaft und Gesellschaft. Studierenden eröffnen sich aufgrund der praxisnahen Ausbildung und Erfahrung an Fraunhofer-Instituten hervorragende Einstiegs- und Entwicklungschancen in Unternehmen.

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





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.

At present, the Fraunhofer-Gesellschaft maintains 67 institutes and research units. The majority of the more than 23,000 staff are qualified scientists and engineers, who work with an annual research budget of 2 billion euros. Of this sum, more than 1.7 billion euros is generated through contract research. More than 70 percent of the Fraunhofer-Gesellschaft's contract research revenue is derived from contracts with industry and from publicly financed research projects. Almost 30 percent is contributed by the German federal and Länder governments in the form of base 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.

International collaborations with excellent research partners and innovative companies around the world ensure direct access to regions of the greatest importance to present and future scientific progress and economic development.

With its clearly defined mission of application-oriented research and its focus on key technologies of relevance to the future, the Fraunhofer-Gesellschaft plays a prominent role in the German and European innovation process. 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, strengthening the technological base, improving the acceptance of new technologies, 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, at universities, in industry and in society. Students who choose to work on projects 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.

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

FRAUNHOFER-VERBUND WERKSTOFFE, BAUTEILE – MATERIALS

Der Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile – MATERIALS bündelt die Kompetenzen der materialwissenschaftlich orientierten Institute der Fraunhofer-Gesellschaft.

Fraunhofer-Materialwissenschaft und Werkstofftechnik umfasst die gesamte Wertschöpfungskette von der Entwicklung neuer und der Verbesserung bestehender Materialien über die Herstelltechnologie im industrienahen 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 – MATERIALS den gesamten Bereich der metallischen, anorganisch-nichtmetallischen, polymeren und aus nachwachsenden Rohstoffen erzeugten Werkstoffe sowie Halbleitermaterialien ab.

Mit Schwerpunkt setzt der Verbund sein Know-how in den Geschäftsfeldern Energie und Umwelt, Mobilität, Gesundheit, Maschinen- und Anlagenbau, Bauen und Wohnen, Mikrosystemtechnik und Sicherheit ein. Über maßgeschneiderte Werkstoff- und Bauteilentwicklungen sowie die Bewertung des kundenspezifischen Einsatzverhaltens werden Systeminnovationen realisiert.

Schwerpunktthemen des Verbunds sind:

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

Beteiligt sind die Fraunhofer-Institute für

- Angewandte Polymerforschung IAP
- Bauphysik IBP
- Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF
- Chemische Technologie ICT
- Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung IFAM
- Grenzflächen- und Bioverfahrenstechnik IGB
- Holzforschung, Wilhelm-Klauditz-Institut WKI
- Integrierte Schaltungen IIS
- Keramische Technologien und Systeme IKTS
- Kurzzeitdynamik, Ernst-Mach-Institut EMI
- Silicatforschung ISC
- Solare Energiesysteme ISE
- System- und Innovationsforschung ISI
- Techno- und Wirtschaftsmathematik ITWM
- Windenergie und Energiesystemtechnik IWES
- Werkstoffmechanik IWM
- Zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP

Verbundvorsitzender:

Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner

Fraunhofer-Institut für
Chemische Technologie ICT
Joseph-von-Fraunhofer-Straße 7
76327 Pfingstal

Stellvertretender Verbundvorsitzender:

Prof. Dr. Peter Gumsch

Fraunhofer-Institut für
Werkstoffmechanik IWM
Wöhlerstr. 11
79108 Freiburg

Geschäftsstelle:

Dr. phil. nat. Ursula Eul

Telefon +49 6151 705-262
Fax +49 6151 705-214
ursula.eul@lbf.fraunhofer.de
Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit
und Systemzuverlässigkeit LBF
Bartningstraße 47
64289 Darmstadt

www.materials.fraunhofer.de

THE FRAUNHOFER GROUP FOR MATERIALS AND COMPONENTS – MATERIALS

The Fraunhofer Group for Materials and Components – MATERIALS pools the expertise of those Fraunhofer institutes which are focused on materials science.

Fraunhofer research in the field of materials science and technology covers the entire value chain from the development of new materials and the improvement of existing ones to manufacturing technology on a semi-industrial scale, the characterization of materials' properties and the assessment of their performance. This work extends to the components produced from the materials and their performance in systems. In addition to experimental tests in laboratories and pilot plants, numerical simulation and modeling techniques are applied in all these areas. The Fraunhofer Group for Materials and Components – MATERIALS encompasses the entire field of metallic, inorganic-nonmetallic, polymer and sustainable materials, as well as semiconductor materials.

The Group concentrates its expertise in the Energy and Environment, Mobility, Health, Machinery and Plant Engineering, Construction and Living, Microsystems Technology, and Safety business sectors. System innovations are achieved by means of tailor-made material and component developments and customer-specific performance assessment.

Key aims of the Group are:

- to increase safety and comfort and to reduce the consumption of resources in transport, mechanical engineering and plant construction
- to raise the efficiency of systems for generating, converting and storing energy
- to improve the biocompatibility and functioning of materials used in medical engineering and biotechnology
- to increase the integration density and improve the utility properties of components in microelectronics and microsystem technology
- to improve the use of raw materials and the quality of the products made from them

The Group 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
- Integrated Circuits IIS
- Interfacial Engineering and Biotechnology IGB
- Manufacturing Technology and Advanced Materials IFAM
- Mechanics of Materials IWM
- Non-Destructive Testing IZFP
- Silicate Research ISC
- Solar Energy Systems ISE
- Structural Durability and System Reliability LBF
- Systems and Innovation Research ISI
- Wind Energy and Energy System Technology IWES
- Wood Research, Wilhelm-Klauditz-Institut WKI

Chairman of the group:

Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner

Fraunhofer Institute for
Chemical Technology ICT
Joseph-von-Fraunhofer-Straße 7
76327 Pfinztal

Deputy chairman:

Prof. Dr. Peter Gumbsch

Fraunhofer Institute for
Mechanics of Materials IWM
Wöhlerstraße 11
79108 Freiburg

Central office:

Dr. phil. nat. Ursula Eul
Phone +49 6151 705-262
Fax +49 6151 705-214
ursula.eul@lbf.fraunhofer.de
Fraunhofer Institute for Structural
Durability and System Reliability LBF
Bartningstraße 47
64289 Darmstadt

www.materials.fraunhofer.de

BIOPOLYMERE BIOPOLYMERS

26 Neue Produkte aus nachwachsenden Rohstoffen

New products made
from renewable raw materials

30 Anwendungen und Dienstleistungen Applications and services

34 Neuartige Verkapselungsmaterialien auf Basis von Cellulosederivaten

Novel encapsulation materials
based on cellulose derivatives

36 Analytik der Zusammensetzung von Biomasse Analysis of biomass composition

38 Effizientere Herstellung cellulosischer Vliesstoffe More efficient production of cellulosic nonwovens

40 Polyolefin-Stärke-Blends für Tiefziehfolien Polyolefin-starch blends for thermoforming sheets

42 Schlagzähe Lignin-Polyethylen-Blends High impact resistant lignin-polyethylene blends



pioneers in polymers



NEUE PRODUKTE AUS NACHWACHSENDEN ROHSTOFFEN

Nachwachsende Rohstoffe spielen als Quelle nachhaltig hergestellter Materialien und Endprodukte in Hinblick auf Klimawandel und Verknappung fossiler Ressourcen eine zunehmende Rolle. Die Vorteile gegenüber fossilen Rohstoffen liegen vor allem in der Erneuerbarkeit, der weltweiten Verfügbarkeit sowie in speziellen Produkteigenschaften, u. a. der häufig gegebenen biologischen Abbaubarkeit. Die Natur synthetisiert eine beeindruckende Vielfalt von niedrig- und makromolekularen Strukturen, die nach geeigneter Aufbereitung als Ausgangsstoffe für Biopolymerprodukte verschiedenster Art dienen können. Nachhaltige Innovationen für die stoffliche Nutzung nachwachsender Rohstoffe stellen daher das Grundanliegen der Biopolymerforschung am Fraunhofer IAP dar. In möglichst vielen Prozessen und Anwendungen sollen die Abhängigkeit von erdölbasierten Grundstoffen durch Verwendung nachwachsender Rohstoffe vermindert sowie bestehende biobasierte Produkte verbessert bzw. deren Herstellungsprozesse optimiert werden. Wichtige Ausgangsstoffe sind dabei Lignocellulose (z. B. Holz), Zellstoff, Lignin, Stärke und Proteine, aber auch Kohlenhydrate für Fermentationen sowie Reststoffe aus der Agrarwirtschaft wie Stroh, Rübenschnitzel oder Haferspelzen.

Aus Lignocellulose gewonnene Cellulose, dem am häufigsten vorkommenden Biopolymer, werden am Institut zum einen Produkte aus Regeneratcellulose (Fasern, Vliesstoffe, Folien, Schwämme, Membranen) und zum anderen vielfältig einsetzbare Cellulosederivate (Thermoplaste, Fasern, Filter, Klebstoffe, Bauhilfsstoffe, Bohrhilfsmittel, Hygieneprodukte, Wirkstoffträger, Viskositätsregulatoren) entwickelt und im Labor- bzw. Technikumsmaßstab zur Verfügung gestellt. Die besondere chemische Struktur des Lignins – derzeit noch ein Nebenprodukt der Zellstoffherstellung – lässt vielfältige Anwendungen in der Materialentwicklung erwarten. In der Stärkeforschung werden vorwiegend die Applikationsfelder Papier, Klebmittel und Biokunststoffe bearbeitet. Biobasierte Polymere wie Polylactid stellen einen Schwerpunkt in der Entwicklung von Werkstoffen dar. Eine weitere Zielstellung unserer Biopolymerforschung besteht darin, durch enzymatische Behandlung nachwachsender Rohstoffe die polymeren Bestandteile aus Pflanzenzellwänden zu gewinnen.

Fasern, Folien und Nonwovens

Für die Herstellung von Fasern, Folien und Nonwovens werden spezielle Verfahren weiterentwickelt. In der Anwendung von Celluloseregenerat-Technologien stehen neben dem Viskose-Verfahren umweltfreundliche Alternativen wie die Lyocell-Technologie und das Carbamat-Verfahren im Vordergrund. Zusammen mit Industriepartnern wurde eine lyocellbasierte Meltblown-Nonwovens-Technologie bis zur Überführungsreife entwickelt. Ein anderer vielversprechender Ansatz beruht auf hochkonzentrierten Systemen von Cellulosecarbamid in NMMO/Wasser bzw. in ionischen Flüssigkeiten, die der angestrebten Zielstellung der schmelzeartigen Verarbeitung der Cellulose näher kommen. Precursoren für Carbonfasern aus biobasierten und synthetischen Polymeren sowie deren Spinntechnologie und die nachfolgenden Konvertierungsstufen »Stabilisierung« und »Carbonisierung« sind ebenso zentrale Forschungsschwerpunkte. Auch die Verarbeitung von synthetischen Polymeren aus konzentrierten Lösungen nach verschiedenen Nassspinnverfahren gehört zu den Arbeitsrichtungen am Fraunhofer IAP. Die Verarbeitung schmelzbarer Biopolymere zu Fasern und Vliesstoffen ist ein weiteres etabliertes Arbeitsgebiet.

Biobasierte Composite und Blends

Faserverstärkte biobasierte oder partiell biobasierte Spritzguss-Compounds mit celluloser Verstärkung, insbesondere cellulosen Regeneratfasern, bilden seit langem ein Thema im Forschungsbereich »Biopolymere«. In jüngerer Zeit wurden besonders Polyamide betrachtet, deren relativ hoher Schmelzpunkt im Vergleich zu PLA besondere Anforderungen an die thermische Stabilität der Verstärkungsfasern stellt. Diese konnte durch entsprechende Faservorbehandlungen entscheidend verbessert werden. Ebenfalls durch die Verwendung von Regeneratfasern wurden deutlich verbesserte Eigenschaften für ligninhaltige Matrixmaterialien gefunden, so dass das mögliche Anwendungsspektrum von ligninhaltigen Spritzgussteilen, insbesondere was die Schlagzähigkeit betrifft, erheblich erweitert wurde.

Eine zunehmende Rolle spielen Polymerblends mit biobasierten Komponenten wie Stärke und Lignin. Stärke-Polyolefin-Blends mit einem Stärkeanteil von 50 Prozent wurden erfolgreich



und mit hohen Durchsätzen compoundiert und zu Flachfolien extrudiert. Anschließende Tiefziehversuche zeigten die Eignung dieser Materialien für Verpackungsanwendungen. Für Lignin-Polyolefin-Blends mit 50 Prozent und mehr Lignin wurden geeignete Verarbeitungsregimes entwickelt, die es gestatten, überraschend hohe Schlagzähigkeiten zusammen mit hohen Festigkeiten und Moduli für spritzgegossene Formkörper zu erreichen. Voraussetzung dafür ist die Bildung einer Phasenmorphologie, die sich durch sphärische Ligninpartikel im Mikro- bis Submikrobereich auszeichnet.

Derivate für weitere Anwendungen

Die heterogene und homogene Derivatisierung von Cellulose, Stärke und weiterer Polysaccharide sowie von Lignin zur gezielten Einstellung gewünschter Produkteigenschaften stellt ein Gebiet dar, auf dem eine Reihe von Spezialprodukten für verschiedene Anwendungsfelder entwickelt werden. Verfahren zur Herstellung von perlörmigen Trenn- und Trägermaterialien, neuen Anti-Graffiti-Anstrichstoffen, Verdickungsmitteln, Adsorbern, Thermoplasten und Duroplasten sowie Derivaten für den Einsatz in der Medizin wurden bis zur Überführungsreife entwickelt. Durch die Erzeugung von spezifischen Substitutionsmustern an den freien OH-Gruppen in den Zuckereinheiten der Polysaccharide bzw. an den aliphatischen oder aromatischen Einheiten im Lignin kann das Eigenschaftsprofil der Endprodukte variiert werden. Die Arbeiten an neuen Derivaten sind in der Regel mit einer Prozessentwicklung gekoppelt, die bis in den Technikumsmaßstab (50 L-Reaktor) reicht.

Stärkeprodukte nach Maß

Der Rohstoff Stärke bietet ein sehr vielfältiges Entwicklungs-potenzial. Neben physikalischer, säure-hydrolytischer und enzymatischer Behandlung der Stärke gewinnt die chemische Derivatisierung zunehmend an Bedeutung. In Abhängigkeit von der molekularen Zusammensetzung sind rheologische Eigenschaften, Retrogradation und Gelbildung einstellbar. Kationische Stärke mit niedrigen DS-Werten zwischen 0,01 und 0,1 zeichnet sich durch ihr Adsorptionsvermögen an Papierfasern aus. Im Papierverbund der Fachagentur für Nachwachsende Rohstoffe (FNR) und des Bundesministeriums für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (BMELV) wurden in enger Zusammenarbeit mit der Papiertechnischen

Stiftung, dem Fraunhofer IAP und Firmen der Stärke- und Papierindustrie Entwicklungsziele verfolgt, die nicht nur die Qualität verschiedener Endprodukte betreffen, sondern auch die Ökonomie und Ökologie der Herstellungsverfahren einbeziehen. Stärke- und Proteinprodukte mit dem Vermögen zur Bildung transparenter, flexibler und reißfester Schichten für wasserlösliche und wasserstabile Filme stellen die Ziele in weiteren Projekten dar.

Forschungsverbünde

Der Forschungsbereich »Biopolymere« war federführend an drei größeren Verbundvorhaben beteiligt. Im Forschungsverbund »Biopolymere« wird zusammen mit zwei weiteren Forschungseinrichtungen und 15 Industriepartnern an biobasierten Lösungen in den Bereichen Duromere, Thermoplastwerkstoffe und Spezialanwendungen für verschiedene konkrete industrielle Anwendungen gearbeitet. Das Projekt wird von der FNR im Auftrag des BMELV mit ca. vier Millionen Euro gefördert.

Im Verbundvorhaben »LIGNOS«, gefördert vom Ministerium für Wirtschaft und Europaangelegenheiten (MWE) des Landes Brandenburg, wurden mehrere Verfahrensprinzipien zur Gewinnung von reinem Lignin, Lignin-Polysaccharid-Blends, Faserstoff, Sacchariden und Oligomeren mit den Partnern aeotis GmbH und dem Institut für Biochemie und Biologie der Universität Potsdam entwickelt. Besonders bei der Gewinnung von Lignin aus Weizenstroh wurden attraktive Ausbeuten erzielt.

Der Fraunhofer-MAVO-Forschungsverbund »PROLIGNOCEL« entwickelte und nutzte ionische Flüssigkeiten für neue Aufschluss-, Separations- und Verarbeitungsverfahren für Lignocellulose aus Holz und Weizenstroh. Hierbei erwiesen sich die Vorbehandlung des Rohstoffs und die Separation des Lignins als wichtige Parameter, um Verfahren zur Herstellung von technischen Fasern, Thermoplast-Werkstoffen, Lignin-Klebstoffen und Fermentationsrohstoffen anwenden zu können. Die Ergebnisse aus der Untersuchung der Recyclebarkeit von ionischen Flüssigkeiten sowie der durchgeföhrten ökonomischen und ökologischen Bewertungen führten zu der Schlussfolgerung, dass ionische Flüssigkeiten zukünftig als Prozesshilfsmittel für die Verarbeitung von Biomasse einsetzbar sind.

NEW PRODUCTS MADE FROM RENEWABLE RAW MATERIALS

In the face of climate change and a shortage of fossil fuels, renewable raw materials are playing an increasingly important role as a source of sustainably produced materials and end products. Their advantages over fossil fuels lie in their renewability, global availability and special product properties which often include biodegradability. Nature synthesizes an impressive variety of low molecular weight and macromolecular structures that can serve as basic materials for various types of biopolymer products once they have been suitably prepared. Sustainable innovations in the material use of renewable raw materials therefore form the basis of biopolymer research at the Fraunhofer IAP. The aim is to reduce dependency on petroleum in as many processes and applications as possible through the use of renewable raw materials, to improve existing biobased products and to optimize their production processes. Important basic materials include lignocellulose (e.g. wood), pulp, lignin, starch, proteins, carbohydrates for fermentations, and residual material from the agricultural industry such as straw, beet pulp and oat spelt.

The Institute uses cellulose obtained from lignocellulose, the most commonly occurring biopolymer, to develop products made from regenerated cellulose (fibers, nonwovens, films, sponges and membranes) and other versatile cellulose derivatives (thermoplastics, fibers, filters, adhesives, building materials, drilling additives, hygiene products, drug carriers and viscosity regulators). These are supplied on a lab and pilot plant scale. The special chemical structure of lignin – currently a by-product of pulp production – is expected to deliver a diverse range of applications for material development. Starch research primarily focuses on the application areas of paper, adhesives and bioplastics. Biobased polymers such as polylactide play a significant role in the development of materials. Another aim of our biopolymer research is to produce the polymer components of plant cell walls through enzymatic treatment of renewable raw materials.

Fibers, films and nonwovens

Special processes are enhanced to produce fibers, films and nonwovens. In the application of cellulose regenerate technologies focus is placed on environmentally-friendly alternatives to the viscose process such as Lyocell technology and the carbamate process. Together with industry partners, a Lyocell-based meltblown nonwoven technology was developed until it was ready for technology transfer. Another very promising approach is based on highly-concentrated cellulose carbamate systems in NMMO/water or in ionic liquids that approximate the desired result of a melt-like processing of cellulose. Precursors for carbon fibers made from biobased and synthetic polymers, their spinning technology and the subsequent processing steps of stabilization and carbonization are also key areas of research. Processing synthetic polymers from concentrated solutions using various wet spinning processes is also an area of research at the Fraunhofer IAP. Another established field of work is the processing of meltable biopolymers into fibers and nonwovens.

Biocomposites and blends

Fiber-reinforced biobased or partially-biobased injection molding compounds that are strengthened with cellulose, in particular cellulose regenerate fibers, have long been a topic of research in the "Biopolymers" research division. Recently, focus has shifted to polyamides which make demands on the thermal stability of reinforcement fibers because their melting point is higher than that of PLA. This was improved through corresponding pretreatment of the fibers. Furthermore, the properties of matrix materials that contain lignin have been improved considerably through the use of regenerate fibers. This opens up application opportunities for injection molded parts containing lignin, particularly with regard to impact strength.

Polymer blends that have biobased components such as starch and lignin are playing an increasingly important role. Starch polyolefin blends containing 50 percent starch have been successfully compounded at high throughput rates and

flat films have been extruded. Subsequent cupping tests have shown that these materials are well-suited for packaging applications. Suitable processing regimes have been developed for lignin polyolefin blends containing 50 percent and more lignin. The results are surprisingly high impact strength, strength and moduli for injection molded products. A precondition for this is the formation of a phase morphology that is characterized by spherical lignin particles at micron and submicron levels.

Derivatives for further applications

Heterogeneous and homogeneous derivatization of cellulose, starch, other polysaccharides and lignin can be used to produce bespoke product properties and is an area in which a series of special products are being developed for various areas of application. Methods for producing pearl-shaped separating and carrier materials, new anti-graffiti coatings, thickeners, adsorbents, thermoplastics, thermosets and derivatives for medicine are developed until they are ready for technology transfer. The properties of the final product can be varied by creating specific substitution patterns on the free OH groups in the glucose units of the polysaccharides or on the aliphatic or aromatic units in lignin. Work on new derivatives is generally coupled with the development of processes until they reach pilot plant scale (50 L reactor).

Made-to-measure starch products

Starch has a wide range of development potential as a raw material. In addition to the physical, acid-hydrolytic and enzymatic treatment of starch, chemical derivatization is gaining in importance. Rheological properties, retrogradation and gel formation can be adjusted depending on the molecular composition. Cationic starches with low DS values of between 0.01 and 0.1 are characterized by their ability to adsorb into paper fibers. PTS, Fraunhofer IAP and companies from the starch and paper industries have been working closely together as part of the paper alliance of the Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe (FNR) and the Federal Ministry of Food, Agriculture and Consumer Protection (BMEL). The alliance's aim

is not only to improve the quality of various end products, but also to develop production processes that are cost-effective and ecological. Other projects aim to create starch and protein products that are able to form transparent, flexible and tear-resistant layers for water-soluble and water-stable films.

Research alliances

The "Biopolymers" research divisions has coordinated three major alliance projects. As part of the research alliance "Biopolymers", it is working together with two other research institutes and 15 industry partners to find biobased solutions in the areas of duromers, thermoplastics and special applications for various industry applications. The project is receiving funding of around four million euros from the FNR on behalf of the BMEL.

The collaborative research project "LIGNOS", funded by the Ministry for Economic and European Affairs of the State of Brandenburg, developed various methods for producing pure lignin, lignin-polysaccharide blends, fibrous materials, saccharides and oligomers together with its research partners aevotis GmbH and the Institute for Biochemistry and Biology at the University of Potsdam. Attractive yields were achieved, particularly when producing lignin from wheat straw.

The Fraunhofer-MAVO research alliance "PROLIGNOCEL" developed and used ionic liquids (IL) for new pulping, separation and processing methods for lignocellulose obtained from wood and wheat straw. Here pretreating the raw material and separating the lignin proved to be important parameters in order to be able to use processes for manufacturing technical fibers, thermoplastic materials, lignin-based adhesives and fermentation raw materials. The results obtained from a study on the recyclability of ionic liquids and from economic and ecological assessments came to the conclusion that ionic liquids can be used in the future as process aids to process biomass.

ANWENDUNGEN UND DIENSTLEISTUNGEN

Celluloseprodukte

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

- ### Verfahrensentwicklung
- Neue Synthesewege für Polysaccharidether und -ester
 - Optimierung von Homogen- und Heterogensynthesen
 - Synthese von Cellulosecarbamat und Cellulosesulfaten
 - Upscaling von Synthesen bis zum 50 L-Maßstab für Heterphasen-Reaktionen
 - Verfahren zur Herstellung von Cellulosemischderivaten
 - Fraktionierung von Biomasse

Cellulosematerialien und Verfahrensentwicklung

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

Carbamat-Verfahren

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

Lyocell-Verfahren

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

Biobasierte thermoplastische Materialien

- Biocomposite und Blends
- Cellulosefaserverstärkte Thermoplaste
- Compoundierung und Additivierung
- Nanocomposite mit biobasierter Matrix
- Schmelzspinnen
- Spritzguss, Folienextrusion, Tiefziehen

Stärkeprodukte

- Amphiphile Stärkederivate
- Baustoffadditive
- Bindemittel für Gipskarton- und Mineraalfaserplatten
- Flockungsmittel zur Abwasserreinigung und Schlammtennwässerung
- Funktionelle Lebensmittelzusatzstoffe: Dickungsmittel, Bindemittel und Gelbildner
- Hydrophobe Stärken für Dispersionsklebstoffe
- Klebemittel für Holzfaserplatten
- Papier- und Textilhilfsmittel (Schlichten)
- Stärkederivate in Kosmetik, Wasch- und Reinigungsmitteln
- Stärkederivate zur Folienherstellung
- Stärkeether für Mikroverkapselung
- Stärkeester für Spritzgussanwendungen und Folienherstellung
- Tablettierhilfsmittel, Mikroverkapselung für die Pharma industrie
- Umweltfreundlicher Klebstoff für Papiermaterialien
- Vernetzte Stärken

Verfahrensentwicklung

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

Ligninmaterialien

- Anwendung in thermoplastischen Systemen und Compositen
- Derivatisierung von Lignin
- Ligninanalytik und Strukturcharakterisierung
- Lignin als Precursormaterial
- Ligninextraktion und Fraktionierung
- Lignin für Duromere und Composite

Proteinmaterialien

- Entwicklung von Folien und Klebstoffen
- Herstellung von Ethern und Estern

Biotechnologie

- Bestimmung der Zusammensetzung von Biomasse
- Entwicklung/Optimierung von Fermentationsprozessen (Upstream)
- Entwicklung/Optimierung von Aufarbeitungsprozessen (Downstream)
- Fraktionierung von Cellulose, Hemicellulose und Lignin
- Nutzung von Biomasse als Quelle für neue Rohstoffe

- Fermentative Herstellung von Monomeren (z.B. Milchsäure für die Polymersynthese) und von Biopolymeren (z.B. PHB, Strukturproteinen)
- Gentechnische Arbeiten S1
- (Heterologe) Proteinexpression (z.B. Peroxidasen) und Aufarbeitung
- Multibioreaktoranlage mit Online-Analytik (pH, pO₂, Biomasse, Zuluft/Abluft)
- Nutzung von Biomasse- Reststoffen als Substrat bei Fermentationen
- Scale-Up von Up- und Downstream-Prozessen

Rohstoffuntersuchung, Materialcharakterisierung und -prüfung

- Bestimmung der Emission flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) nach VDA 277
- Charakterisierung der Morphologie und der übermolekularen Struktur von Polymeren
- Charakterisierung von nativen und modifizierten Biopolymeren wie Cellulose, Stärke, Heteropolysacchariden, Chitosan, Lignin

- Charakterisierung von Polymerlösungen (Molmassenverteilung, Rheologie)
- Charakterisierung von Poren und inneren Oberflächen
- Chemische Analyse organischer und anorganischer Substanzen und Substanzgemische
- Chemisch-physikalische Charakterisierung von Polymeren
- Einsatzorientierte Prüfung
- Materialprüfung von Fasern, Folien und Formkörpern
- Stofftransport- und Trenneigenschaften von Membranen und Trägermaterialien
- Substitutionsgrade und -muster von Polysacchariden (u. a. NMR)
- Zusammenhänge zwischen Herstellungsbedingungen, Strukturen und Eigenschaften

Kontakt Contact

Forschungsbereichsleiter

Biopolymere

Division director

Biopolymers



Dr. Johannes Ganster

Telefon +49 331 568-1706

Fax +49 331 568-3000

johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

Lignocellulose

Lignocellulose

Dr. Bert Volkert

Telefon +49 331 568-1516

Fax +49 331 568 33-1516

bert.volpert@iap.fraunhofer.de

Stärke/Biotechnologische Prozesse
Starch/Biotechnological Processes

Dr. Waltraud Vorwerg

Telefon +49 331 568-1609

Fax +49 331 568-3000

waltraud.vorwerg@iap.fraunhofer.de

Fasertechnologie

Fiber Technology

Dr. André Lehmann

Telefon +49 331 568-1510

Fax +49 331 568-3000

andre.lehmann@iap.fraunhofer.de

Materialentwicklung und
Strukturcharakterisierung
Material Development and
Structure Characterization

Dr. Johannes Ganster

Telefon +49 331 568-1706

Fax +49 331 568-3000

johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

APPLICATIONS AND SERVICES

Cellulose products

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

Process development

- fractionation of biomass
- new synthesis routes for polysaccharide ethers and esters
- optimization of homogeneous and heterogeneous syntheses
- process for the production of mixed cellulose derivatives
- synthesis of cellulose carbamate
- synthesis of cellulose sulfates
- upscaling of syntheses to 50 L scale for heterophase reactions

Cellulose materials and process development

Viscose technology

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

Carbamate technology

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

Lyocell technology

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

Biobased thermoplastic materials

- biocomposites and blends
- compounding and additives
- injection molding, film extrusion, thermoforming
- melt spinning
- nanocomposites with biobased matrix
- thermoplastics reinforced with cellulose fibers

Starch products

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

Biotechnology

Process development

- combination of enzymatic and chemical process steps
- process for production of bi-substituted starch derivatives
- reactive extrusion of starch

Lignin materials

- application in thermoplastic systems and composites
- derivatization of lignin
- lignin analysis and structure characterization
- lignin as a precursor
- lignin extraction and fractionation
- lignin for duromers and composites

Protein materials

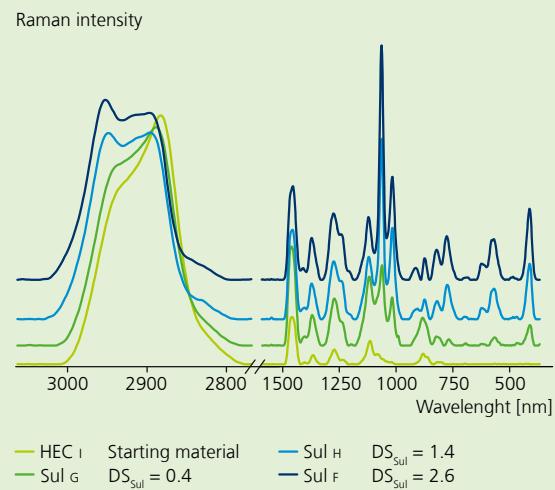
- development of films and adhesives
- preparation of ethers and esters

Feedstock analysis, material characterization and testing

- application-oriented testing
- characterization of native and modified biopolymers like cellulose, starch, heteropolysaccharides, chitosan, lignin
- characterization of polymer solutions (molecular mass distribution, rheology)
- characterization of pores and inner surfaces
- characterization of the morphology and the supramolecular structure of polymers
- chemical analysis of organic and inorganic substances and mixtures
- 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
- mass transport and separation properties of membranes and carrier materials
- material testing of fibers, films and molded parts
- relationships between production conditions, structures and properties

Starting material	Sample	Sulfating agent	DS_{Sul} -Value	Viscosity [mm²/s]
HPC	Sul A	SO_3 pyridine	0.3	126
MC	Sul B	SO_3 pyridine	0.7	6
HEC II	Sul C	SO_3NMe_3	1.0	31
HPC	Sul D	Chlorosulfuric acid	1.9	68
HEC I	Sul E	Sulfamidic acid	2.6	23
HEC I	Sul F	SO_3NMe_3	2.6	416

1



2

Neuartige Verkapselungsmaterialien auf Basis von Cellulosederivaten

In der Natur vorkommende Polysaccharidsulfate, wie z.B. Heparin oder Agarose, zeichnen sich durch eine besondere biologische Aktivität aus [1–4]. Die Isolierung dieser Biopolymere ist aufwändig und kostenintensiv. Aus diesem Grund scheint es lohnenswert, durch Synthesen neue sulfatgruppenenthaltende Cellulosederivate herzustellen.

Besondere Eigenschaften, wie gute Wasserlöslichkeit sowie die antivirale, antimikrobielle oder blutgerinnungshemmende Wirkung, machen sulfatierte Biopolymere zu erstrebenswerten Produkten [5–8]. Der anionische Charakter dieser Polymere führt dazu, dass in Gegenwart von kationischen polymeren Lösungen eine Komplexierungsreaktion möglich ist, wobei an der Phasengrenzfläche der Lösungen eine semipermeable Membran entsteht, welche einen nicht-komplexierenden, flüssigen Kern umschließt. Die Beschaffenheit solcher Kapseln ermöglicht die Verkapselung von Substanzen, Zellen, Proteinen, Enzymen oder anderen biologischen Objekten.

Gegenstand dieser Arbeit war es, ausgehend von Celluloseethern (HEC, HPC, MC), neuartige Cellulosesulfatderivate zu synthetisieren. Der größte Vorteil bei der Verwendung von Celluloseethern als Ausgangsstoff ist deren gute Löslichkeit in polaren Lösungsmitteln wie N,N-Dimethylformamid oder N,N-Dimethylsulfoxid, was eine homogene Reaktionsführung ermöglicht. Durch solche Umsetzungen bei der Sulfatierung wird eine regelmäßige Verteilung der Sulfatgruppen entlang der Polymerkette gewährleistet, was letztendlich zu einer sehr guten Wasserlöslichkeit der hergestellten Sulfate führt. Die als Ausgangsstoff eingesetzten Celluloseether besitzen Unterschiede in der molekularen Beschaffenheit bezüglich des molaren Substitutionsgrads (MS) und des Polymerisationsgrads (DP). Durch Variation der Reaktionsparameter wie Sulfatierungsmittel (Schwefeltrioxid Komplexe, Sulfaminsäure), Lösungsmittel, Reaktionszeit und -temperatur wurden zahlreiche Celluloseethersulfate mit unterschiedlichen Eigenschaften synthetisiert. In Fig. 1 sind die Eigenschaften einiger erhaltener Produkte dargestellt. Die Bestimmung des Schwefelgehalts der hergestellten Produkte erfolgte mittels Elementaranalyse. Durch entsprechende Berechnungen konnte die Anzahl der Sulfatgruppen im Molekül (DS_{Sul}) ermittelt werden, wobei die Werte für die synthetisierten Proben im Bereich zwischen $DS_{Sul} = 0,1$ bis $DS_{Sul} = 2,7$ lagen. Die Produkte wurden mittels Raman und ^{13}C -NMR Spektroskopie charakterisiert. Die Ramanpektren ausgesuchter Produkte mit unterschiedlichen DS_{Sul} sowie der für die Herstellung verwendete Ausgangsstoff sind in Fig. 2 dargestellt.

Die Kapselungseigenschaften der Celluloseethersulfate wurden getestet. Dazu wurde eine wässrige Lösung des Sulfatderivats mit dem zu verkapselnden Material in eine wässrige Lösung von Poly-(Diallyldimethyl)-Ammoniumchlorid (polyDADMAC) eingetropft. Nach der Verkapselungsreaktion bildet das zu verkapselnde Material den Kapselkern. Fig. 3 zeigt den im System Celluloseethersulfat/polyDADMAC verkapselten Farbstoff Rhodamin B.

Literatur Literature

[5] D. Klemm, B. Philipp, T. Heinze, U. Heinze, W. Wagenknecht: *Comprehensive Cellulose Chemistry*, Wiley VCH, Vol. 2, p.115 ff (1998)

[6] R. Schweiger: *Polysaccharide sulfates. I. cellulose sulfate with a high degree of substitution*, Carbohydr. Res. 21, p. 219–228 (1972)

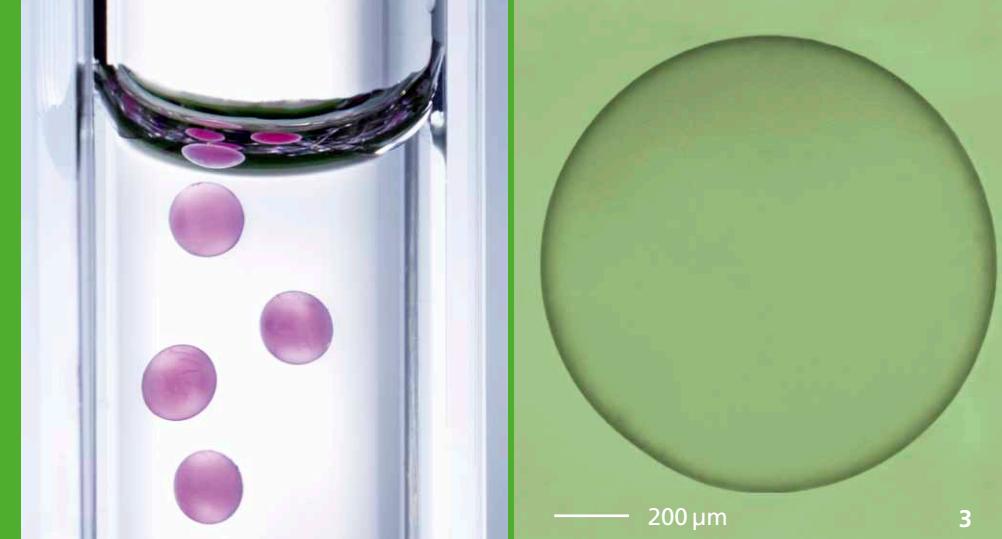
[7] H. Dautzenberg, U. Schuldt, D. Lerche, H. Woehlecke, R. Ehwald: *Size exclusion properties of polyelectrolyte complex micro-capsules prepared from sodium cellulose sulphate and poly[diallyldimethylammoniumchloride]*, J. Membr. Sci. 162, p. 219–228 (1999)

[8] T. Groth, W. Wagenknecht: *Anticoagulant potential of regioselective derivatized cellulose*, Biomaterials 22, p. 2719–2729 (2001)

1 Overview of cellulose ether sulfates with distinct properties due to variations in reaction conditions.

2 Raman spectra: comparison of the starting cellulose ether and cellulose ether sulfates with different DS_{Sul} values.

3 Capsules (right) of cellulose ether sulfates and polyDADMAC with the encapsulated Rhodamine B dye (left).



3

Novel encapsulation materials based on cellulose derivatives

Polysaccharide sulfates, like heparin and agarose, are found in nature and are characterized by an important biological activity [1–4]. However, extracting and separating these materials from nature is complex and expensive. Thus it makes sense to use synthesis to produce cellulose sulfate and its derivatives.

The versatile properties of sulfated biopolymers, such as good water-solubility and antiviral, antibacterial and anticoagulant properties, make them desirable products [5–8]. Due to the polyanionic character of sulfated cellulose, an interfacial reaction with an appropriate polycation is produced in polyelectrolyte complex capsules. These capsules, which consist of a mechanically stable membrane around a hollow sphere, are suitable for the encapsulation of cells, proteins, enzymes and other biological objects.

The aim of this work is to create novel cellulose sulfate derivatives with cellulose ethers (HEC, HPC and MC) as starting materials. The main advantage of cellulose ether is its good solubility in polar solvents such as N,N-dimethylformamide or N,N-dimethyl sulfoxide. This permits a homogeneous reaction process resulting in a uniform distribution of the sulfate groups along the polymer chains. This, in turn, leads to a good water solubility of the products. The starting ethers differ in their molar substitution (MS) and degree of polymerization (DP). By varying the reaction parameters, such as the sulfating agent (sulfur trioxide complexes, sulfamidic acid), solvent, reaction time and temperature, we were able to obtain numerous cellulose ether sulfates with different properties. Selected examples are presented in Fig. 1. Sulfur content was determined through elemental analysis. The corresponding degrees of substitution for the sulfate groups (DS_{Sul}) were calculated and found to range between $DS_{Sul} = 0.1$ and $DS_{Sul} = 2.7$. Furthermore the cellulose ether sulfates were characterized using Raman and NMR spectroscopy. The Raman spectra of products with varying DS_{Sul} compared to the unsubstituted cellulose ether are shown in Fig. 2.

The encapsulation ability of these products was tested by dropping an aqueous cellulose ether sulfate solution including the capsule material into a poly-(diallyldimethyl)-ammonium chloride (polyDADMAC) solution. After capsule formation the capsule material was indeed located in the capsule core (Fig. 3, encapsulation of Rhodamine B dye).

Kontakt Contact



Dipl.-Chem. Juta Rohowsky

Telefon +49 331 568-1511
Fax +49 331 568-3000
juta.rohowsky@iap.fraunhofer.de

Dr. Kay Hettrich

Telefon +49 331 568-1514
Fax +49 331 568-3000
kay.hettrich@iap.fraunhofer.de

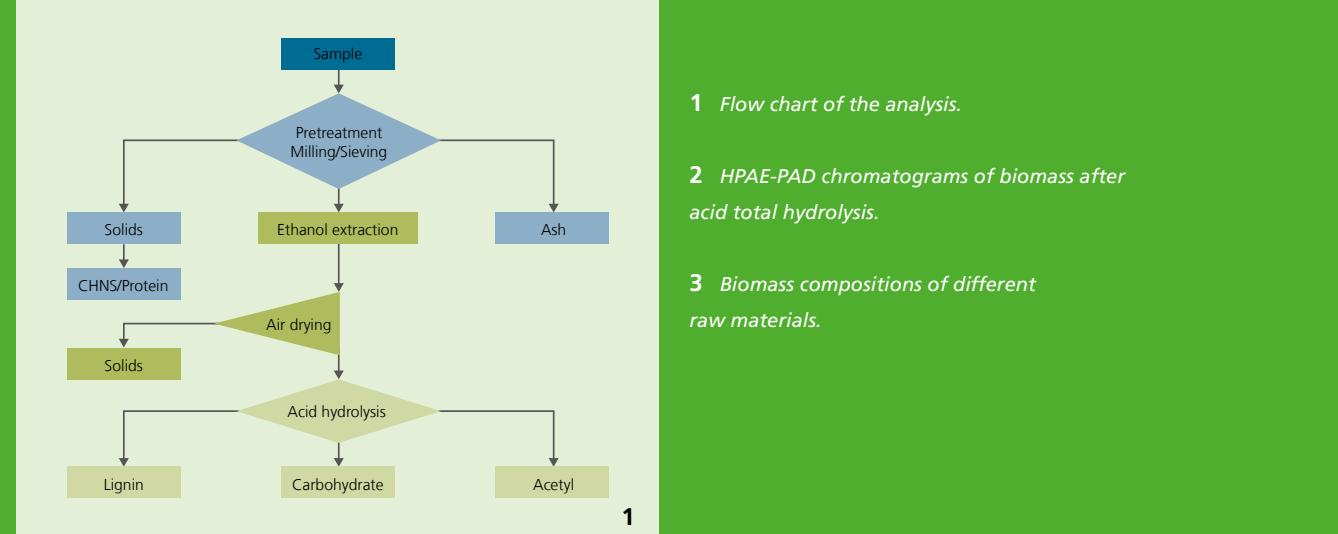
Literatur Literature

[1] X. Ai, A. Do, O. Lozynska, M. Kusche-Gullberg, U. Lindahl, C. Emerson Jr.: *QSulf1 remodels the 6-O sulfation states of cell surface heparan sulfate proteoglycans to promote Wnt signals*, *J. Cell Biol.* 162(2), p. 341–351 (2003)

[2] D. Rabenstein: *Heparin and heparan sulfate: structure and function*, *Nat. Prod. Rep.* 19, p. 312–331 (2002)

[3] K. Sugahara, T. Mikami, T. Uyama, S. Mizuguchi, K. Nomura, H. Kitagawa: *Recent advances in the structural biology of chondroitin sulfate and dermatan sulfate*, *Curr. Opin. Struct. Biol.* 13, p. 612–620 (2003)

[4] W. Liang, X. Mao, X. Peng, S. Tang: *Effects of sulfate group in red seaweed polysaccharides on anticoagulant activity and cytotoxicity*, *Carbohydr. Polym.* 101, p. 776–785 (2014)



Analytik der Zusammensetzung von Biomasse

Die Prognose des stetig anwachsenden Bedarfs verschiedenster industrieller Rohstoffe intensiviert weltweit den Ausbau der stofflichen Nutzung unserer Rohstoffe aus Agrar- und Forstwirtschaft. Pflanzliche Biomasse, die nicht für die Nahrungs- und Futtermittelindustrie geeignet ist, steht in großen Mengen auch in Form von Reststoffen zur Verfügung. Eine der Voraussetzungen für eine nachhaltige Generierung von Produkten aus Biomasse ist die Kenntnis ihrer Zusammensetzung hinsichtlich enthaltener Biopolymere sowie ihrer Verteilung in Roh- und Zwischenprodukte. In Pflanzenzellwänden vorkommende Polysaccharide, insbesondere Cellulose und Hemicellulose, stellen neben Lignin interessante und vielversprechende Biopolymere für die polymererzeugende und verarbeitende Industrie sowie für Wirtschaftsbereiche der Chemie und Biotechnologie dar.

Native und vorbehandelte Holz- und Agrarrohstoffproben sowie isolierte Fraktionen wurden hinsichtlich der Zusammensetzung an enthaltenen Biopolymeren und Begleitstoffen evaluiert. Fragestellungen ergaben sich auch aus der Bewertung der Reinheit von Chemiezellstoffen bezüglich des Anteils an Hemicellulosen.

Auf Basis international anerkannter Methoden von NREL [1], ASTM [2] und TAPPI [3] wurden am Fraunhofer IAP Methoden zur vollständigen Hydrolyse enthaltener Polysaccharide und ein Analysenprotokoll zur Quantifizierung der Einzelkomponenten entwickelt und angewandt. Eine Kombination gravimetrischer und chromatographischer Analysen, insbesondere der HPAE-PAD (high performance anion exchange chromatography with pulsed amperometric detection), ermöglicht die Bestimmung sowohl der Gehalte an Asche, Proteinen, Extraktstoffen als auch Lignin, Cellulose und Hemicellulose nach saurer Hydrolyse sowie an Stärke nach enzymatischem Abbau (Fig. 1).

Im Rahmen des »LIGNOS« Verbundprojekts wurden schonende, nachhaltig biotechnologische Verfahren zur Separation von Biopolymeren aus Lignocellulose entwickelt. Die Ausgangsstoffe und die isolierten Kohlenhydrat- und Ligninfractionen wurden hinsichtlich ihrer Zusammensetzung untersucht, um die Effizienz ihrer Gewinnbarkeit einschätzen zu können. Kommerziell verfügbare Pappelhybride, die innerhalb des PopMass Projekts untersucht wurden, wiesen bis auf eine Ausnahme nur geringe Unterschiede in der polymeren Zusammensetzung auf. Die Sorte Androscoggin enthielt einen signifikant höheren Anteil Hemicellulose und einen niedrigeren an Lignin. Fig. 3 zeigt einen Vergleich der Zusammensetzung von einigen untersuchten Biomasse-Ausgangsprodukten.

Ein weiteres Einsatzgebiet des vorgestellten Analysenprotokolls ist die Bestimmung des Hemicellulosegehalts in Zellstoffen. Fig. 2 zeigt den Vergleich von Chemiezellstoff (Linters), Papierzellstoff und Pappelholz. Die Monosaccharideinheiten Xylose, Mannose, Galactose, Arabinose und Rhamnose sowie auch die Uronsäuren, die bei der Totalhydrolyse von Hemicellulose entstehen, sind sehr gut getrennt und quantifizierbar.

1 Flow chart of the analysis.

2 HPAE-PAD chromatograms of biomass after acid total hydrolysis.

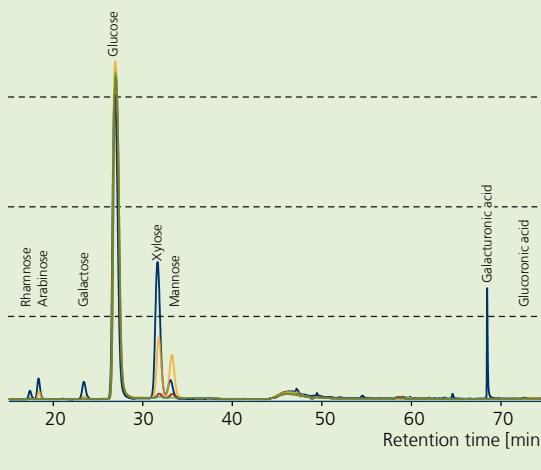
3 Biomass compositions of different raw materials.

Literatur Literature

[1] NREL (National Renewable Energy Laboratory) NREL/TP 510 48087, 42620, 42618, 42619, 42621, 42622–42625

[2] ASTM (American Society for Testing and Materials) D5896–96, E1690–08, E1721–01, E1756–08, E1757–01, E1758–01)

[3] TAPPI Test method T249 cm–00



2

	Balsam poplar Androscoggin	Black poplar Koltay	Oat spelt	Wheat straw	Beech xylan
Cellulose [%]	39.3	38.7	32.8	39.7	1.9
Hemicellulose [%]	27.4	24.0	39.0	27.3	71.6
Lignin [%]	23.5	26.4	22.8	18.5	9.0
Ash [%]	0.7	0.7	3.5	4.0	8.8
Extractives [%]	5.4	4.6	0.5	7.3	0.6
Protein [%]	1.0	2.2	0.9	5.0	0.2

3

Analysis of biomass composition

The forecast of the ever-growing need for various industrial raw materials intensifies the expansion of the use of biomass from agriculture and forestry worldwide. Plant biomass, which is not suitable for the food and animal feed industry, is also available in large quantities in the form of residual material. One precondition to sustainably generate products from biomass is to understand the composition of biomass in terms of the biopolymers it contains and their distribution in raw materials and intermediates. In addition to lignin, polysaccharides occurring in plant cell walls, in particular cellulose and hemicellulose, represent interesting and promising biopolymers for industries producing and processing polymers or in the fields of chemistry and biotechnology.

Native and pretreated wood, agricultural raw materials and isolated fractions were evaluated with regard to the quantity and composition of biopolymers and associated materials. The purity of chemical pulp was also examined in terms of its hemicellulose content.

Based on the internationally accepted methods recommended by NREL [1], ASTM [2] and TAPPI [3], the Fraunhofer IAP has developed and applied analytical methods for total hydrolysis of polysaccharides and produced an analytical protocol to quantify single components. The combination of gravimetric and chromatographic analyses, especially the HPAE-PAD (high performance anion exchange chromatography with pulsed amperometric detection) enables the concentrations of ash, protein, extractives, lignin, cellulose and hemicellulose to be determined after acid hydrolysis and the concentration of starch to be determined after enzymatic hydrolysis (Fig. 1).

Gentle and sustainable biotechnological processes, which separate biopolymers from lignocellulose, were developed as part of the LIGNOS project. Both raw materials and isolated carbohydrate or lignin fractions could be investigated successfully with regard to their composition in order to evaluate the efficiency of the isolation methods. Commercially available poplar hybrids, investigated as part of the PopMass project, only exhibited slight differences in the polymeric composition with one exception. The species Androscoggin had a significantly higher hemicellulose content and a lower lignin content. The composition of some of the biomass raw materials is shown in Fig. 3.

Determining the content of hemicellulose in pulps is another application for the analytical protocol that has been developed. Fig. 2 compares chemical pulp (linters), paper pulp and poplar wood. The monosaccharide units xylose, mannose, galactose, arabinose and rhamnose as well as uronic acids, all resulting from the total hydrolysis of hemicellulose, are excellent separated and quantified.

Kontakt Contact



Dr. Hendrik Wetzel

Telefon +49 331 568-1604
Fax +49 331 568-3000
hendrik.wetzel@iap.fraunhofer.de

Dr. Waltraud Vorwerg

Telefon +49 331 568-1609
Fax +49 331 568-3000
waltraud.vorwerg@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

- Marktorientierte strategische Vorlaufforschung (MAVO) der Fraunhofer-Gesellschaft, Projekt »PROLIGNOCEL«
- Ministerium für Wirtschaft und Europaangelegenheiten des Landes Brandenburg (MWE), Projekt »Lignos«
- Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF), Projekt »PopMass«

Kooperation Collaboration

- aevotis GmbH, Potsdam
- Universität Potsdam
- Johann Heinrich von Thünen-Institut, Braunschweig
- Freie Universität Berlin
- Georg-August-Universität Göttingen
- Leibniz-Institut für Agrartechnik Potsdam-Bornim e.V., Potsdam
- P&P Business Service GmbH, Eitelborn
- Phytowelt GreenTechnologies GmbH, Nettetal
- Fraunhofer WKI, Braunschweig
- Dr. Kay Hettrich (Fraunhofer IAP), siehe S. 35

	Lyo-MB-nozzle 1 st Gen.	Lyo-MB-nozzle 2 nd Gen.
Throughput spinning dope [g/hole/min]	1.0	2.5
Processable spinning dope concentration [%]	10	10
Velocity of conveyor belt for BW ~30 g/m ²	max. 1 m/min	> 10 m/min
Fineness of filaments	<10 µm	< 10 µm

1 A comparison of the process parameters of the different Lyocell meltblown nozzles to produce nonwovens.

2 Optical micrograph of a cellulosic meltblown nonwoven.

1

Effizientere Herstellung cellulosischer Vliesstoffe

Vliesstoffe aus Cellulosefasern haben sich in vielen Bereichen des täglichen Lebens ihren festen Platz erkämpft. Aufgrund der hervorragenden Eigenschaften wie Saugfähigkeit, Weichheit und Festigkeit kommen sie u. a. in der Medizin, in Hygieneprodukten oder im Haushalt zum Einsatz. Cellulosische Vliesstoffe werden heute vorwiegend aus Viskose- oder Lyocell-Stapelfasern unter Anwendung unterschiedlichster Bindungsverfahren hergestellt. Zahlreiche Verfahrensschritte sind notwendig, um vom Zellstoff zum fertigen Vliesstoff zu gelangen.

Das Fraunhofer IAP hat gemeinsam mit der Firma Reifenhäuser REICOFIL GmbH & Co. KG im Jahr 2005 begonnen, die Basis für eine kommerzielle Anwendung des Lyocell-Verfahrens für Nonwovens zu finden. In dem damaligen Projekt konnte nachgewiesen werden, dass sich eine Lyocell-Lösung mittels des Meltblown-Verfahrens in ein Vlies umformen lässt [1].

Der begrenzte Lösungsdurchsatz in Abhängigkeit der Viskosität zur Erzeugung von Faserfeinheiten im Microfaserbereich (< 10 µm) führt, unter den damals gegebenen Bedingungen, zu unwirtschaftlichen Nettodurchsätzen. Eine Lösung der genannten Problematik konnte jedoch durch einen Wechsel des Meltblown-Werkzeuges vorangetrieben werden. Basierend auf den damals gewonnenen Erkenntnissen des Strukturbildungsprozesses während der Verformung im Luftspalt wurden die Arbeiten mit einer von REICOFIL zur Verfügung gestellten modifizierten Düse fortgeführt. Mit geänderter Luftanströmung zur aerodynamischen Reckung der einzelnen Filamente und einer mehrreihigen Bauform wurden an der am Fraunhofer IAP existierenden Pilotanlage für Lyocell-Verfahren (Spinnlösungskapazität ca. 50 kg/h) systematische Untersuchungen zur Vliesbildung vorgenommen. Zentrale Fragestellung neben dem Erreichen von Microfaserfeinheiten war die Vermeidung von Filamentverklebungen vor der Koagulation.

Durch Anpassung der Prozessparameter wie z.B. Luftmenge/-druck, Cellulosekonzentration sowie Temperaturführung und Koagulationsbedingungen auf den Lochdurchsatz konnten die Eigenschaften der resultierenden Vliesstoffe weitestgehend optimiert werden. So ist aus Fig. 1 und Fig. 2 das Erreichen von Microfaserfeinheit bei gleichzeitiger Erhöhung der Nettodurchsatzleistung ersichtlich. Besonders hervorzuheben sind die hohen Bandgeschwindigkeiten, welche erreicht werden konnten. Dies erlaubt einen mehr als zehnfach schnelleren Produktionsprozess im Vergleich zu der damals verwendeten Lyocell-Meltblown-Düse (Lyo-MB-Düse 1. Gen). In der Pilotanlage war so die Herstellung von Cellulosevliesstoffen mit Flächengewichten zwischen 10 und 200 g/m² und mit Festigkeiten bis 2000 N/m möglich. Die Absorptionswerte sind vergleichbar mit denen für Cellulosevliesstoffe aus Stapelfasern.

Literatur Literature

- [1] H. Ebeling, H.-P. Fink, M. Luo, H.-G. Geus: *Cellulose Meltblown Nonwovens based on the Lyocell-Process*, Lenzinger Berichte 86, p. 124–131 (2006)



More efficient production of cellulosic nonwovens

Nonwovens have become indispensable in many areas of daily life such as hygiene, medicine and the home. Cellulose fibers are playing an increasingly important role in these areas because of their excellent properties (absorbency, softness, strength). Today, cellulose nonwovens are mainly produced from viscose or Lyocell staple fibers using different bonding processes. Numerous processing steps are necessary to convert the raw material into the final product.

In 2005, the Fraunhofer IAP joined forces with the company Reifenhäuser REICOFIL GmbH & Co. KG to find commercial applications for the Lyocell process for meltblown nonwovens. A melt blowing technique was developed as part of this former project which was capable of shaping a Lyocell spinning solution into a nonwoven [1].

The high viscosity of the spinning solution limited its throughput during the production of single filament titers < 1 dtex (diameter < 10 microns) which led to an inefficient net output under the given conditions. Changing the meltblown nozzle resulted in a significant improvement in the situation described above. Based on the knowledge we gained in terms of structure formation during the shaping process in the air-gap, work continued to increase net-throughput using a modified nozzle from REICOFIL. After changing the incoming air flow for the aerodynamic drawing of the single filaments and by using a multi-row construction, nonwoven formation was systematically investigated at the Fraunhofer IAP's pilot plant for Lyocell processing which has a spinning solution capacity of 50 kg/h. A central problem, in addition to obtaining filament titers of < 1 dtex, was avoiding adhesion of the filaments before coagulation.

By adjusting process parameters like air volume, pressure, pulp concentration, temperature control, throughput and coagulation conditions, we were able to optimize the properties of the resulting nonwovens to the greatest extent possible. Fig. 1 and Fig. 2 show that a filament fineness of less than 10 microns was achieved and, at the same time, there was a remarkable increase in net throughput. It should be especially noted that high conveyor belt velocities were achieved. Compared to the investigations made on the first generation Lyocell meltblown nozzle, we were able to increase the processing rate by a factor of up to ten. This enables cellulosic nonwovens to be manufactured with basic weights in the range of 10 to 200 g/m² and strengths up to 2000 N/m. The absorbance values are comparable to those for cellulose nonwoven fabrics of staple fibers.

Kontakt Contact



Dr. André Lehmann

Telefon +49 331 568-1510
Fax +49 331 568-3000
andre.lehmann@iap.fraunhofer.de

Dr. Johannes Ganster

Telefon +49 331 568-1706
Fax +49 331 568-3000
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

- Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V. (FNR), FKZ 22008907
- Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (BMELV)

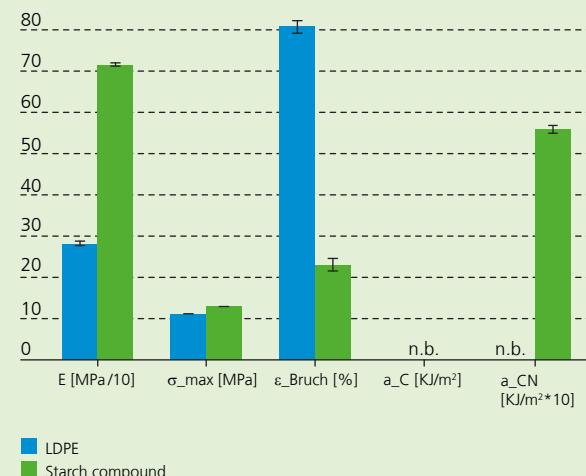
Kooperation Collaboration

- Reifenhäuser REICOFIL GmbH & Co. KG, Troisdorf



30 μm

1



2

Polyolefin-Stärke-Blends für Tiefziehfolien

In Zeiten zunehmender Verknappung und Verteuerung von Erdöl werden Wege gesucht, Erdöl als Ausgangsstoff für die Kunststoffherstellung durch nachwachsende Rohstoffe zu ersetzen. Stärke als gut verfügbarer und kostengünstiger Rohstoff bietet sich dafür an und wurde deshalb zu 50 Prozent als Füllstoff in Polyolefine eingebracht. Die optimale Rezeptur in Bezug auf Stärkeart (nativ, destrukturiert), Feuchte (Feuchtegehalt der Stärke, Wasserkühlung der Schmelze), Haftvermittler (Art und Anteil) sowie Polyolefinmatrix (LDPE, LLDPE, HDPE, PP) wurde ermittelt [1]. Ziel der Rezepturenentwicklung waren Flachfolien, die zur Herstellung tiefgezogener Produkte verwendet werden können.

Die Stärkecompounds wurden im Zweischneckenextruder hergestellt, im Spritzguss zu Normprüfstäben verarbeitet und nach europäischer Norm durch Zugversuch und Charpy-Schlagzähigkeitsprüfung mechanisch charakterisiert. Zusätzlich wurden Rasterelektronen-mikroskop-Aufnahmen gemacht, so dass die Struktur-Eigenschaftsbeziehungen der Compounds untersucht werden konnten.

Es stellte sich heraus, dass Compounds mit nativer Stärke, im Vergleich zu denen mit destrukturerter Stärke, die besseren Eigenschaften haben. Für die optimalen Eigenschaften ist es zudem essenziell, die Stärke soweit wie möglich, d.h. auf 3,5 Prozent freies Wasser zu trocknen und auch während der Extrusion frei werdendes Wasser durch die Entgasung abzusaugen. Andernfalls verkleistern die nativen Stärkekörper im Extruder, was sich nachteilig auf die Zähigkeit des Compounds auswirkt. Eine effektive Wasserbadkühlung des Extrudats verändert bei den gut verarbeitbaren Compounds mit Haftvermittler das Eigenschaftsprofil nicht.

Als Haftvermittler sind für PE verschiedene Typen z.B. auf LLDPE- oder HDPE-Basis verfügbar. In den Versuchen erzielte der HDPE-basierte Haftvermittler die beste Vermittlungswirkung. Der Einfluss der spröden, festen Stärke war hier am deutlichsten. Es kann jedoch durchaus sinnvoll sein, einen Haftvermittler mit etwas schlechterer Vermittlungswirkung wie den LLDPE-basierten zu wählen, um die Eigenschaften des zäheren Polyolefins besser zu erhalten. Für gute Compound-Eigenschaften war ein Haftvermittleranteil von 2,5 Prozent ausreichend. Eine Zugabe von 5 Prozent brachte im Vergleich nur noch geringe Verbesserungen, die sich in Hinblick auf den hohen Preis des Haftvermittlers wirtschaftlich nicht lohnen.

Von den Polyolefinen zeigten LDPE-Compounds die besten mechanischen Eigenschaften im Vergleich zu reinem Polyolefin und überdies auch die beste Verarbeitbarkeit. So konnten LDPE-Stärke-Compounds mit 50 Prozent Stärke problemlos auch mit einem Durchsatz von 40 kg/h hergestellt werden. Sie ließen sich sehr gut zu Folien weiterverarbeiten und bei hohen Verstreckgraden tiefziehen, womit die Voraussetzungen für industrielle Anwendungen gegeben sind.

Literatur Literature

- [1] A. Kömmling: *Development of novel polyolefin-starch blends for production of thermoforming sheets*, Master thesis (2013), Humboldt University of Berlin

1 SEM micrograph of the fracture surface of a starch compound.

2 Comparison of the mechanical properties of the starch compound with pure LDPE; E: stiffness, s_max: strength, e_Bruch: elongation at break, a_C: impact strength, a_C(N): (notched) impact strength, n.b.: no break.

3 Thermoformed tray made of starch compound with the respective mold.



3

Polyolefin-starch blends for thermoforming sheets

In times of increased scarcity and rising cost of crude oil, there is a need to look for ways to replace petroleum with renewable resources as a raw material in plastics production. Starch is a good option as it is widely available and cost-efficient. For this reason a starch content of 50 percent was added as a filler to polyolefins. The optimum recipe was developed for these compounds with regard to the kind of starch (native, destructured), moisture (moisture content of starch, influence of water bath cooling), coupling agent (type and content) and the polyolefin matrix (LDPE, LLDPE, HDPE, PP) that was used [1]. The aim was to produce cast films which are suitable for thermoformed products.

The starch blends were compounded in a twin screw extruder and injection moulded into standard test bars which were mechanically characterized by tensile and Charpy impact tests according to European standards. Additional scanning electron micrographs enabled structure-property relationships to be investigated.

The results indicated that compounds with native starch had better properties than those with destructured starch. Furthermore, in order to achieve optimum properties, it is essential to dry the starch as much as possible (i.e. to 3.5 percent free water) and to extract water during extrusion by degassing. If this is not done the starch granules will gelatinize in the extruder which impairs the toughness of the compounds. Water bath cooling of the strands do not influence properties of compounds containing coupling agents.

For PE are LLDPE and HDPE based coupling agents available. In our experiments, the HDPE-based coupling agent achieved the best coupling efficiency since the influence of the brittle, stronger starch was more noticeable. However, it may make sense to use the less efficient LLDPE-based coupling agent to better retain the tougher properties of the polyolefin. A coupling agent content of 2.5 percent is sufficient to obtain good compound properties. A content of 5 percent resulted in only slightly better properties which are economically unviable due to the high price of the coupling agent.

Of the polyolefins, LDPE compounds exhibited better mechanical properties and processability than the pure polyolefin. LDPE starch blends, with a starch content of 50 percent, were easily processible at an industrial output rate of 40 kg/h. Moreover, they could be processed into cast films and thermoformed using high degrees of stretching. This makes them suitable for industrial applications.

Kontakt Contact



Dipl.-Phys. Helmut Remde

Telefon +49 331 568-1206
Fax +49 331 568-3000
helmut.remde@iap.fraunhofer.de

Dr. Johannes Ganster

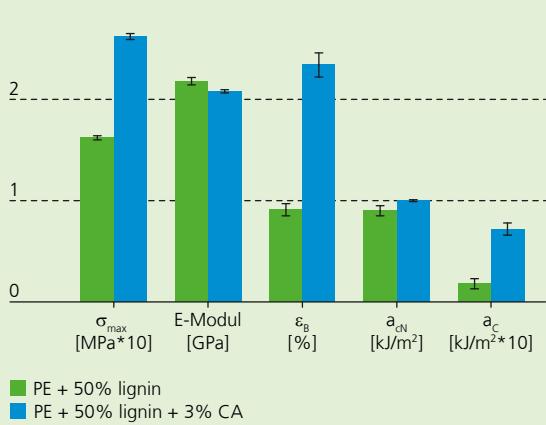
Telefon +49 331 568-1706
Fax +49 331 568-3000
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

- Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (BMELV)
- Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V. (FNR)

Kooperation Collaboration

- BIOTEC GmbH & Co. KG,
Emmerich



1 Effect of coupling agent (CA) on mechanical properties of polyethylene-lignin blends, σ_{max} = tensile strength, E-Modulus = stiffness, ϵ_b = elongation at break, a_c and a_{dn} = impact and notched impact strength.

2 Morphology of tailored PE-lignin blends, grey = PE-Matrix, dark = lignin particles, average lignin particle diameter decreases from 6.4 μm (left) to 0.8 μm (right).

3 Effect of tailored (lignin particle diameter) PE-lignin blends on mechanical properties, σ_{max} = tensile strength, E-Modulus = stiffness, a_c and a_{dn} = impact and notched impact strength.

Schlagzähe Lignin-Polyethylen-Blends

Lignin, als eine Hauptkomponente (15–35 Prozent) in Gräsern, Weich- und Hartholz, ist eines der auf der Welt am häufigsten vorkommenden natürlichen Polymere. Das als Nebenprodukt der Zellstoffgewinnung bekannte Biopolymer wird überwiegend zur Energiegewinnung verwendet (70 Mio. t/a), während nur 1,5 Prozent dem freien Markt und damit der stofflichen Nutzung zur Verfügung stehen [1, 2]. Dabei bietet der nachwachsende Rohstoff Lignin als Basis für neue Materialien deutliche Vorteile. Durch eine verminderte Abhängigkeit von fossilen Ressourcen und der Verbesserung der CO₂-Bilanz steht die Verwendung von Lignin in Einklang mit den Konzepten der Nachhaltigkeit und des Klimaschutzes.

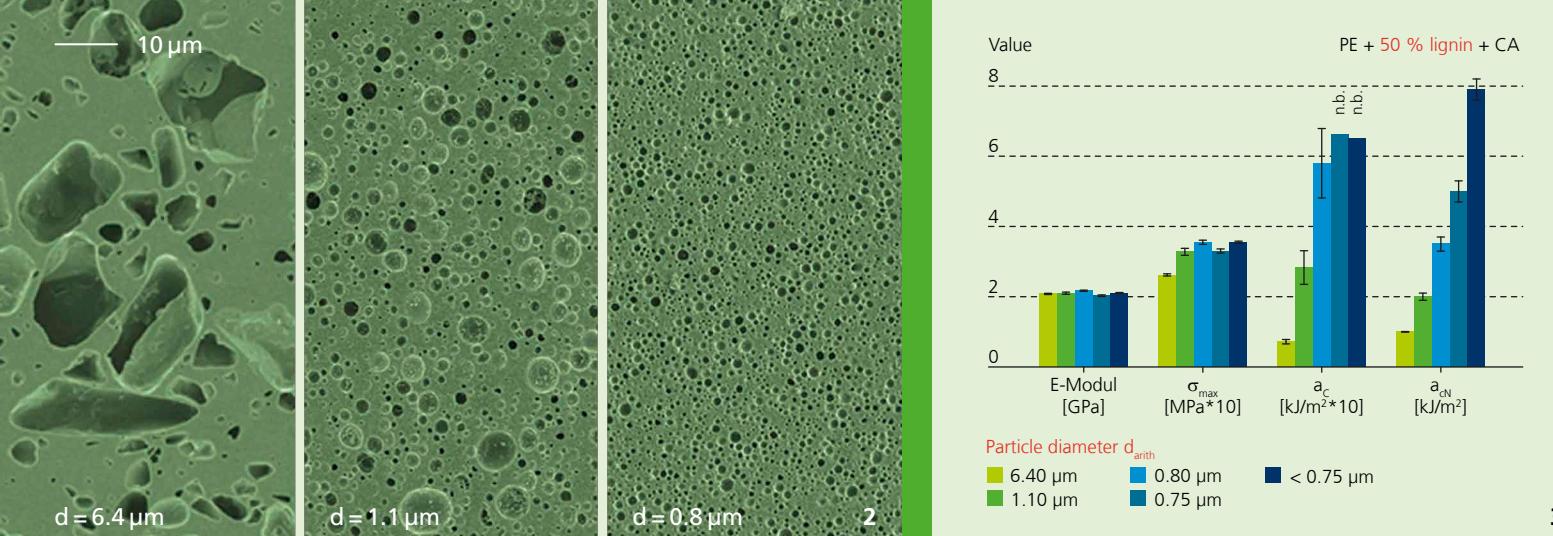
Aus der aromatischen, komplex-verzweigten chemischen Struktur des Lignins lassen sich viele potentielle Anwendungen ableiten, die bereits vielfältig untersucht und mit beachtlichem Erfolg realisiert wurden. Dazu gehören u.a. die Verwendung von Lignin als Komponente in Vernetzungssystemen wie Harze und Duroplaste, als Precursormaterial für die Herstellung von Kohlenstofffasern, als Netz- und Dispergiermittel in Form von Ligninsulfonaten und als Füllstoff in thermoplastischen Formmassen [1, 2]. Letztere, insbesondere Blends aus Lignin und thermoplastischen Kunststoffen wie z. B. Polyethylen (PE), stehen im Fokus der anwendungsorientierten Forschung am Fraunhofer IAP. Während die Lignin-Komponente als preisgünstiger Füllstoff (0,20–1,00 €/kg, je nach Aufschlussverfahren) großes Potenzial besitzt den Materialpreis zu reduzieren, bietet PE als Blendpartner Vorteile bezüglich thermoplastischer Verarbeitbarkeit, Schlagzähigkeit und hoher chemischer und thermischer Beständigkeit. Allerdings, und dies wird auch in der Literatur [3–5] überwiegend beschrieben, zeigen Blends mit höheren Lignin-Gehalten (> 20 Masseprozent) ein sehr sprödes Werkstoffverhalten, was einer weitverbreiteten Anwendung bisher entgegenstand.

In diesem Beitrag wird jedoch an neuartig entwickelten Blends aus PE und 50 Prozent Lignin gezeigt, dass die Sprödigkeit überwunden werden kann. Der überproportionale Eigenschaftszugewinn beruht auf der Kombination von starker Wechselwirkung und einer speziellen Mikrostrukturierung der zwei Phasen [6]. Durch Zugabe eines geeigneten Haftvermittlers können die Schlagzähigkeiten dreifach und die Zugfestigkeiten um 50 Prozent gesteigert werden (Fig. 1). Die Mikrostrukturierung der Blends, d. h. ein definierter Lignin-Partikeldurchmesser sowie eine sphärische Partikelform, kann durch Variation der Verarbeitungsbedingungen und der Konzentration des Haftvermittlers eingestellt werden (Fig. 2). Dabei hängen die mechanischen Blendeigenschaften, insbesondere die Schlagzähigkeiten, stark vom Partikeldurchmesser ab (Fig. 3). Mit feinerer Morphologie bzw. kleineren Partikeln steigen Festigkeit und Bruchdehnung von 26 auf 36 MPa bzw. von 2,3 auf 7,9 Prozent, während die Steifigkeit auf hohem Niveau (2,1 GPa) unverändert bleibt. PE-Lignin Blends mit Partikeldurchmessern kleiner 0,8 μm zeichnen sich durch einen deutlich erhöhten Widerstand gegenüber einer Schlagbeanspruchung aus und zeigen in diesem speziellen Fall kein Bruchereignis im Charpy-Schlagversuch (n. b.).

Wir schlussfolgern, dass Lignin viel mehr als nur ein einfacher und preiswerter Füllstoff ist. Durch die gleichzeitige Verbesserung von drei sich z.T. widersprechenden Eigenschaften (Festigkeit, Steifigkeit, Schlagzähigkeit) wurde das große Verstärkungspotenzial in einer polyolefinischen Matrix aufgezeigt.

Literatur Literature

- [1] H.-P. Fink, J. Ganster, G. Engelmann: *Basics of Lignin*, Bioplastics Magazine, Vol. 6 (01/2011), p. 54–57 (2011)
- [2] W. Glasser, R. Northey, T. Schultz: *Lignin: Historical, Biological, and Materials Perspectives*, ACS Symposium Series 742 (2000)
- [3] A. Kharade, D. Kale: *Lignin-Filled Polyolefins*, J. Appl. Pol. Sci., Vol. 72, p. 1321–1326 (1999)
- [4] R. Sailaja: *LDPE and grafted lignin polyblends using epoxy-functionalized Compatibilizer*, Polym. Int., Vol. 54, p. 1589–1598 (2005)
- [5] R. Sailaja, M. Deepthi: *Mechanical and thermal properties of compatibilized composites of polyethylene and esterified lignin*, Materials and Design, Vol. 31, p. 4369–4379 (2010)
- [6] J. Erdmann, J. Ganster: *Pending patent, Mikrostrukturiertes Kompositmaterial, Verfahren zu dessen Herstellung, Formkörper hieraus und Verwendungszwecke* (2013)



High impact resistant lignin-polyethylene blends

As a main component of grasses, softwood and hardwood (15–35 percent), lignin is one of the most frequently occurring natural polymers in the world. Up to now lignin has commonly been known as a by-product of cellulose pulping processes. Currently most of this biopolymer (70 million t/a) is used for energy recovery whereas only 1.5 percent is commercially available [1, 2]. In general, the use of lignin as a feedstock for new materials offers advantages in terms of decreased dependence on fossil resources and a reduced CO₂ footprint which is in line with the concept of sustainability and climate protection.

The aromatic branched complex chemical structure of lignin has enabled many potential applications to be devised which have already undergone a multitude of investigations with remarkable success. These include using lignin as a component in cross linking systems, i.e. resins and thermosets, as a precursor material for carbon fiber production, as a wetting and dispersing agent in the form of lignosulfonates and as a filler component in thermoplastic and injection molding materials [1, 2]. The low cost of lignin (0.20–1.00 €/kg depending on the isolation process) favor its use as a simple filler in thermoplastic blends with good potential for reducing the price of such materials. As a blend partner for lignin, polyethylene (PE) offers some advantages in terms of thermoplastic processing, injection molding and high resistance to chemical and thermal degradation during blend manufacturing. Moreover, very efficient coupling agents (maleated PE) are on the market for PE based blends, which are essential for creating sufficient mechanical blend properties. Nevertheless, it is well known from literature [3–5] that blends containing high volumes of lignin (>20 weight percent) exhibit a brittle behavior which limits its widespread application.

In this study, PE composites with a lignin fraction of 50 weight percent were prepared and demonstrated that an improved PE-lignin adhesion in combination with a special micro-structured composite morphology helps to overcome the brittleness of such blend materials [6]. Adding a coupling agent triples the impact resistance and improves tensile properties by 50 percent due to strong adhesion (Fig. 1). The lignin particles, which are homogeneously distributed in the PE matrix, can be tailored in terms of spherical shape and average particle diameter via processing conditions and the concentration of the coupling agent (Fig. 2). Fig. 3 shows that as lignin particle size decreases, the mechanical properties increase significantly – in particular impact resistance. For such tailored or specially structured blends, strength and elongation at break can be improved from 26 to 36 MPa and from 2.3 to 7.9 percent respectively whereas a high stiffness of 2.1 GPa remains unchanged. For PE-lignin blends with an average particle diameter under 0.8 μm, resistance to impact stress (n. b. – no breaking event in the Charpy impact test) increases significantly.

We conclude that lignin is much more than a simple filler and has the potential to simultaneously improve three partially conflicting properties (strength, stiffness and impact resistance) compared to unreinforced PE.

Kontakt Contact



Dipl.-Ing. Jens Erdmann

Telefon +49 331 568-1252
Fax +49 331 568-3000
jens.erdmann@iap.fraunhofer.de

Dr. Johannes Ganster

Telefon +49 331 568-1706
Fax +49 331 568-3000
johannes.ganster@iap.fraunhofer.de

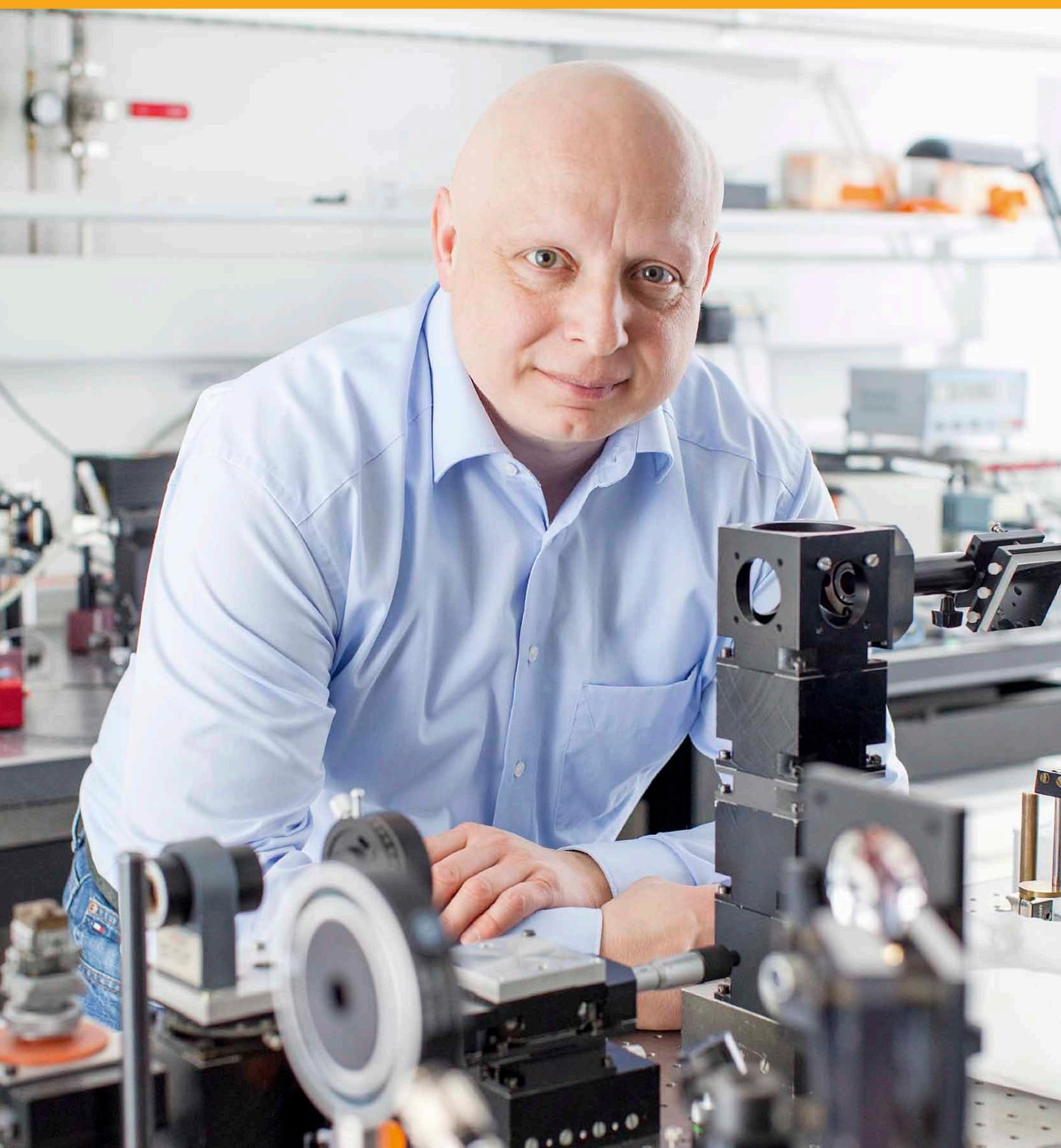
FUNKTIONALE POLYMERSYSTEME

FUNCTIONAL POLYMER SYSTEMS

- 46 Neue Produkte mit funktionalen Polymeren**
New products with functional polymers
- 50 Anwendungen und Dienstleistungen**
Applications and services
- 52 Effiziente OLED-Verkapselung**
Efficient OLED encapsulation
- 54 Textilbasierte autarke Batteriesysteme
für textileintegrierte, flächig leuchtende Anzeigen (TexBatt)**
Textile-based independent battery systems
for textile-integrated, area light displays (TexBatt)
- 56 Entwicklung nicht toxischer thermochromer Biopolymere**
Development of non-toxic thermochromic biopolymers
- 58 Labelfreie optische Biosensorik auf Basis von DFB-Lasern**
Label-free optical biosensing DFB lasers
based on active cavity technology
- 60 Polymerbasierter optischer Drucksensor zur
berührungsfreien Messung von Drücken**
Polymer-based optical pressure sensor
for non-contact pressure measurements



pioneers in polymers



NEUE PRODUKTE MIT FUNKTIONALEN POLYMEREN

Technologieentwicklung für die organische Elektronik

Im Anwendungszentrum für Innovative Polymertechnologie stehen 281 m² Reinraumfläche und eine Pilotlinie für die Produktion von Photovoltaik-Modulen mit organischen Aktivmaterialien (OPVs) und organischen Leuchtdioden (OLEDs) zur Verfügung. In diesen Anlagen können wesentliche Schritte hin zur Entwicklung produktionstauglicher Prozesse für die Herstellung derartiger Bauelemente durchgeführt werden. Die weitgehend automatisierten Abläufe in den Inertgas-Gloveboxen erlauben eine weitaus höhere Produktivität und bessere Konstanz der Prozesse als manuelle Herstellungstechniken. Damit werden wertvolle Erkenntnisse gewonnen, die die Umsetzung in die industrielle Produktion befördern. Neben modernen Drucktechniken (Tintenstrahl, Schlitzdüse) und Bedampfungseinheiten ist die Anlage mit einem Modul für die Dünnschichtdirektverkapselung mit ALD (Atomic Layer Deposition) und einer Einheit für die Kapselung des Bauelements ausgerüstet.

Materialentwicklung für die organische Elektronik

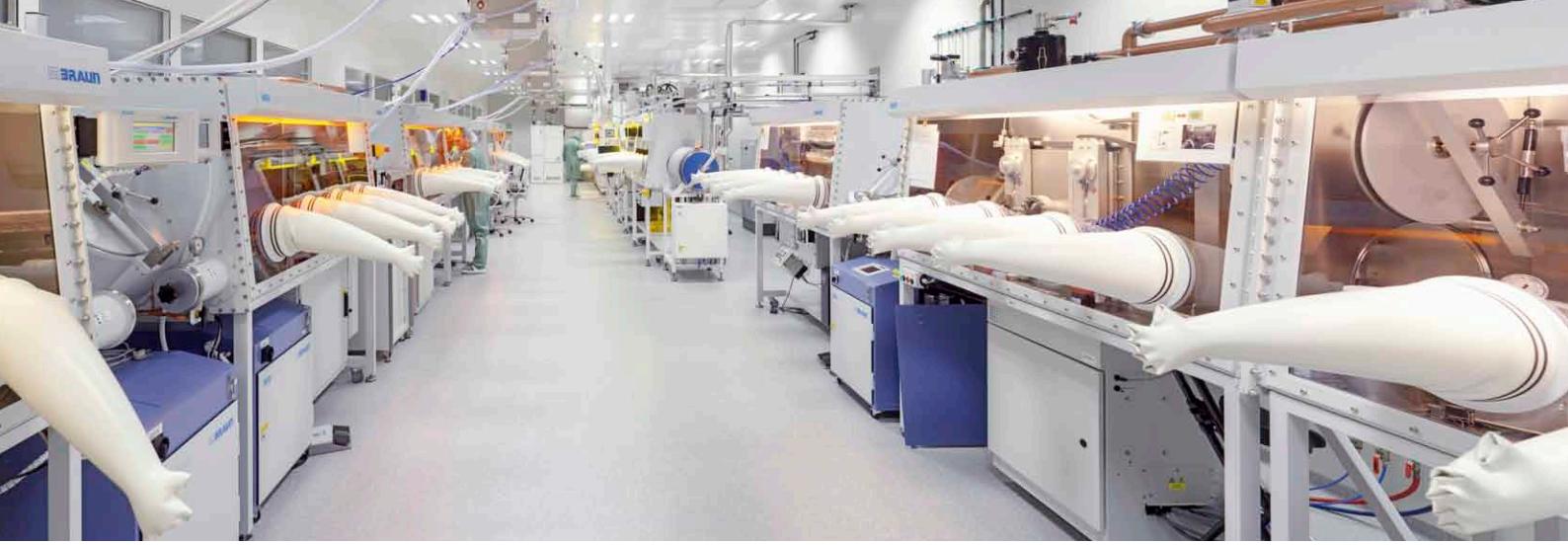
Die organische Synthesechemie eröffnet ein weites Spektrum an Möglichkeiten, um die Entwicklung von Technologien zur Bauelementherstellung mit maßgeschneiderten Lösungen zu unterstützen. Im Falle der OLEDs werden neue Materialsysteme entwickelt, die in der polymeren Hauptkette struktur-optimierte Elektronen-, Loch-Transport- und Emittermoleküle enthalten. Durch die Anwendung von geeigneten funktionalisierten Polymeren können diese zusätzlich durch thermische als auch photochemische Initiierung vernetzt werden, um die abgeschiedene dünne Schicht zu stabilisieren und weitere Prozessschritte vorzunehmen. Für die organischen Feldeffekttransistoren (OFETs) sind neue halbleitende Polymere mit hoher Ladungsträgermobilität und dünne spannungsfeste Dielektrika Schwerpunkte der Entwicklung, die für die Herstellung luft-stabiler Transistoren und Schaltungen genutzt werden können. Speziell angepasste konjugierte Absorberpolymere werden für den Einsatz in der organischen Photovoltaik (OPV) entwickelt.

Thermochrome Materialien

Erfahrungsgemäß ist die Farbe eines Materials unabhängig von dessen Temperatur. Nur wenige sogenannte thermochrome Materialien zeigen kontinuierliche oder sprunghafte Farbwechsel infolge von Temperaturänderungen. Diese können sowohl reversibel als auch irreversibel erfolgen und erschließen neue Anwendungen auch in der Sicherheitstechnik. Bei thermochromen Polymerwerkstoffen lassen sich temperaturgesteuert sowohl die Farbintensitäten schalten, als auch zielgerichtet Farben steuern. Demzufolge können thermochrome Schalteffekte zwischen zwei Signalfarben (blau–rot oder gelb–schwarz) oder auch stufengeschaltete Effekte (farblos–rot–gelb–grün) in einem vorgegebenen Temperaturprofil ermöglicht werden. Zu den Schwerpunkten der Entwicklungsarbeiten gehört die farbselektive Thermochromie in Duromeren, Thermoplasten und Lacken, einschließlich Gießharzsystemen und hochtransparenten Hydrogelen. Neben der Anwendung als visuelle Temperatursensoren werden thermochrome und thermotrope Polymere zunehmend als energieeffizienzsteigernde Materialien in der Solartechnik eingesetzt. Schwerpunkte sind hierbei der aktive Sonnenschutz in der Gebäudearchitektur und die Vermeidung von Überhitzungseffekten in Sonnenkollektoren.

Quantum Dots

Die Quantum Dots (QDs) sind eine Klasse von Nanomaterialien, bei denen die Absorptions- und Emissionseigenschaften durch die Einstellung der Partikelgröße und Passivierung der Partikeloberfläche festgelegt werden. Nahezu der gesamte sichtbare Spektralbereich bis hinein in das nahe Infrarot ist zugänglich. Diese einzigartigen Eigenschaften ermöglichen den Einsatz in verschiedensten Anwendungsbereichen, etwa als Leuchtmstoffe, in der Displaytechnologie, für die Up-conversion in der Photovoltaik oder als Sicherheitsmerkmal auf Banknoten. Die Funktionalisierung der Partikeloberfläche macht den Einsatz von QDs in der Analytik und Bioanalytik sowie in therapeutischen Anwendungen attraktiv. Es werden neue Verfahren erprobt, um konventionelle Cadmiumselenid-QDs und infrarotaktive QDs im Gramm-Maßstab herzustellen. Darüber hinaus werden auch cadmiumfreie Synthesen entwickelt, um umweltfreundliche Indiumphosphid-QDs für die LED/OLED- und Displaytechnologie sowie infrarotaktive Kupferindiumsulfid-QDs für die Effizienzsteigerung in Solarzellen bereitzustellen zu können.



Optische Funktionselemente

Flüssigkristalle haben in Form der LCDs die Informationstechnologie revolutioniert. Neben dem Flüssigkristall selbst haben strukturierte Farbfilter und anisotrope Funktionsschichten, wie Orientierungsschichten, Polarisatoren, Retarder oder Diffuser, diese bahnbrechende Entwicklung möglich gemacht. Die Materialentwicklung konzentriert sich auf thermotrope und lyotrope Flüssigkristallsysteme auf Basis calamitischer und diskotischer Flüssigkristalle, glasbildender oder vernetzbarer Mesogene sowie auf lichtemittierende Flüssigkristalle und flüssigkristalline Polymere. Diese Materialbasis wird durch thermochromie Polymersysteme und polymere Nanocomposite mit spezifischen optischen Eigenschaften ergänzt. Die speziell funktionalisierten Polymere, Polymercomposite und komplexen photovernetzbaren Flüssigkristall-Mischungen lassen sich leicht verarbeiten und erlauben die Herstellung von Filmen unterschiedlicher optischer Funktionalität. Neben der Materialentwicklung selbst kommt der darauf abgestimmten Entwicklung polymertypischer Verarbeitungs- und Strukturierungstechnologien, d.h. neuartige Filmpräparations-techniken, Orientierungsverfahren, dem permanenten Fixieren supramolekularer oder lichtinduzierter Ordnungszustände und in Perspektive in zunehmendem Maße auch Drucktechniken, entscheidende Bedeutung zu.

Generative Fertigung mittels laserinduzierter Polymerisation

Dreidimensionale Strukturen können durch Photovernetzung mit Hilfe verschiedener Technologien eingeschrieben werden. Grundsätzlich eignen sich dafür die lasergestützte Multiphotonenpolymerisation und stereolithografische Techniken. Die dazu notwendige Entwicklung von Materialien konzentriert sich derzeit auf die Synthese von acrylatbasierten Reaktivharzen, die durch ortsaufgelöste Polymerisation für die Herstellung von künstlichen Blutgefäßsystemen verwendet werden. Die Materialkombinationen bieten weiterhin die Möglichkeit, die mechanischen Eigenschaften je nach Vernetzungsgrad von weich elastisch bis starr einzustellen. Weitere Anwendungsfelder dieser Materialien und Technologien werden in der Mikrosystemtechnik gesehen.

Organische und hybride Sensoren und Aktoren

Die Entwicklung organischer oder hybrider Wandler konzentriert sich auf die Themenfelder der elektromechanischen und kapazitiven Sensoren und Aktoren sowie der Nanocomposit-Sensoren z.B. für das Detektieren von Magnetfeldern oder Feuchte. Als elektromechanische Wandler werden piezoelektrische Polymere und Composite, wie klassische Ferroelektrika oder neuartige Ferroelektrete, erforscht und prozessiert sowie den Anwendungen in taktile Sensorarrays, Impaktdetektoren, Ultraschallwandler oder Sensoren für die Energiegewinnung angepasst. Weiterhin werden neue dielektrische Elastomere für Aktoren (DEAs), Sensoren und Generatoren entwickelt, die u.a. aufgrund einer deutlich höheren Permittivität eine Absenkung der Aktorbetriebsspannung ermöglichen. Derartige Elastomere werden als dünne Folien mit dehnbaren Elektroden prozessiert und anschließend als Flächen- oder Stapelaktoren eingesetzt.

Oberflächenfunktionalisierung und Analytik

Das Anpassen der Oberflächeneigenschaften eröffnet den polymeren Materialien viele neue Einsatzbereiche. Die Aktivierung der Oberflächen macht es möglich, Polyethylenfolien zu bedrucken (Einkaufstüten), Polypropylen zu kleben (Chipkarten) und Polymeroberflächen zu lackieren. Die chemische Zusammensetzung einer nur wenige Nanometer dicken Oberflächenschicht ist für diese Eigenschaften verantwortlich. Am Fraunhofer IAP werden Nanotechnologien zur gezielten Einstellung von Oberflächeneigenschaften von und mit Polymeren entwickelt. Insbesondere werden kombinierte Prozesse genutzt, bei denen die hervorragenden Eigenschaften elektrischer Entladungsplasmen für die Aktivierung inerter Oberflächen mit Gasphasen und Nasschemie verbunden werden, um mit hoher Produktivität Oberflächen mit wohl definierter chemischer Struktur herzustellen. Diese sind z.B. geeignet, eine ausgezeichnete Haftung von Metallen auf Kunststoffen zu erzeugen oder dreidimensionale Wirtsstrukturen für Proteine in der biologischen und medizinischen Diagnostik herzustellen. Alle Technologieentwicklungen auf diesem Gebiet werden durch eine leistungsfähige Analytik von Oberflächen und Dünnschichten unterstützt.

NEW PRODUCTS WITH FUNCTIONAL POLYMERS

Development of technology for organic electronics

The Application Center for Innovative Polymer Technologies provides 281 m² of clean room space and a pilot line for the production of photovoltaic panels that use organic active materials (OPVs) and organic light-emitting diodes (OLEDs). This equipment enables major steps to be taken in developing production-ready processes and in manufacturing of these types of components. The semi-automated processing steps in the inert glove boxes give rise to a considerably higher productivity and an improved reproducibility. Results from the pilot line are expected to provide a strong basis which will promote scale-up to industrial production. In addition to state-of-the-art printing technology (inkjet, slot-die) and physical vapor deposition units, the system is equipped with a module for thin-film direct-encapsulation with ALD (atomic layer deposition) and a unit for the encapsulation of the devices.

Material development for organic electronics

Synthetic organic chemistry offers a wide range of possibilities to support the development of technologies for producing devices with customized solutions. New material systems are being designed for OLEDs which contain molecules in a polymer backbone that are optimized for electron and hole transport as well as for emission. Moreover, by using suitable functional groups, these polymers can also be cross-linked via thermal and photochemical initiation in order to stabilize the films to withstand further processing steps. Research in the field of organic field effect transistors (OFETs) focuses on new semi-conductive polymers with high charge carrier mobilities and thin surge-proof dielectrics that can be used to produce oxygen-stable transistors and circuits. Specially designed conjugated absorber polymers are developed for use in OPV.

Thermochromic materials

It is generally understood that a material's color does not depend on its temperature. Only a few so-called thermochromic materials exhibit gradual or sudden changes in color as a result of temperature changes. These changes can be both reversible and irreversible and open up the possibility of new applications such as technologies where security plays an important role. With thermochromic polymer materials, both the intensity of the color and the color itself can be controlled by temperature. Consequently, thermochromic color change between two signal colors (blue-red or yellow-black) or interval changes (transparent-red-yellow-green) are possible in predetermined temperature profiles. Development in this field focuses on color-selective thermochromism in thermosets, thermoplastics, paints (including casting resin systems), and highly transparent hydrogels. In addition to being implemented as visual temperature sensors, thermochromic and thermotropic polymers are increasingly being used as materials that enhance energy efficiency in solar technology. Key areas of application are active solar protection for buildings and prevention of overheating in solar collectors.

Quantum dots

Quantum dots (QDs) are a new class of nanomaterials in which optical absorption and emission properties can be tuned by adjusting the particle size and passivation of particle surfaces. Virtually the entire visible spectral range up to the near infrared region can be accessed. These unique properties enable QDs to be used in various applications, for example, as luminescent materials, for photovoltaic up-conversion and as a security feature on banknotes. The functionalization of the particle surface makes QDs attractive for analytics, bioanalytics and therapeutic applications. New methods are being tested to produce conventional cadmium selenide QDs and infrared active QDs on a gram-scale. Additionally, cadmium-free synthesis methods are being explored in order to provide environmentally friendly indium phosphide QDs for LED/OLED and display technologies and infrared active copper indium sulfide QDs that would increase solar cell efficiency.

Optical functional elements

Liquid crystals in the form of liquid crystal displays (LCDs) have revolutionized information technology. In addition to these liquid crystals, structured color filters and anisotropic functional layers, such as orientation layers, polarizers, retarders and diffusers, have all made this groundbreaking development possible. Material development focuses on thermotropic and lyotropic liquid crystal systems that are based on calamitic and discotic liquid crystals, glass-forming or crosslinkable mesogens, light-emitting liquid crystals and liquid-crystalline polymers. This material basis is supplemented by thermochromic polymer systems and polymer nanocomposites with specific optical properties. The specially functionalized polymers, polymer composites and complex photo-crosslinkable liquid crystal mixtures can be easily processed and enable films to be produced which have diverse optical functionalities. In addition to material development, the coordinated investigation of polymer-typical processing and patterning technologies are becoming increasingly important. These include innovative film preparation techniques, orientation procedures, the permanent fixation of supramolecular or light-inducing states and, increasingly, printing techniques.

Generative production using laser-induced polymerization

Three-dimensional structures can be produced through photocrosslinking with the aid of various technologies. Laser-based multiphoton polymerization and stereolithographic techniques are well suited for this purpose. The development of materials for this field currently focuses on synthesizing acrylate-based reactive resins which are used to produce artificial blood vessel systems through spatially resolved polymerization. The material combinations also offer the possibility of customizing the mechanical properties from soft and elastic to rigid depending on the degree of crosslinking. Additional areas of application include microsystem technologies.

Organic and hybrid sensors and actuators

The development of organic and hybrid converters focuses on the fields of electromechanical and capacitive sensors and actuators and nanocomposite sensors which are used, for instance, to detect magnetic fields or moisture. Piezoelectric polymers and composites, like traditional ferroelectrics or novel ferroelectrets, are being studied and processed for use as electromechanical converters. These materials are also being customized for applications such as tactile sensor arrays, impact detectors, ultrasound converters and sensors for energy production. Moreover, new dielectric elastomers are being developed for actuators (DEAs), sensors and generators which, among other things, allow the actuator's operating voltage to be lowered due to a considerably higher permittivity. These types of elastomers are processed as thin films with stretchable electrodes and then used as flat or stacked actuators.

Surface functionalization and analysis

Tailoring the surface properties of polymers allows these materials to be incorporated in various applications. For example, activating a polymeric surface makes it possible to print onto polyethylene films (shopping bags), to adhesively bond polypropylene (smart cards) and to paint polymer surfaces. The chemical composition of the nanometer-thin surface layer is responsible for producing these properties. Fraunhofer IAP develops nanotechnologies that tailor the surface properties for polymers and with polymers. In particular, combined processes are used that take advantage of the excellent properties of electrical discharge plasmas for activating inert surfaces and the precision of the chemistry of gas phase and liquid phase reactions to efficiently produce surfaces with a well-defined chemical structure. These are suitable for creating good adhesion of metals onto plastics and for three-dimensional host structures for proteins in biological and medical diagnostics. The technology developments in this field are supported by sophisticated analytical tools for surfaces and thin films.

ANWENDUNGEN UND DIENSTLEISTUNGEN

Materialien – Synthese

und Verarbeitung von

- Elastomeren
- Elektreten
- Elektrolumineszierenden Polymeren
- Flüssigkristallinen Polymeren
- Halbleitenden Polymeren
- Holographischen Materialien
- Lumineszierenden Quantum Dots
- Photochromen Polymeren
- Photolumineszierenden Polymeren
- Piezoelektrischen Polymeren
- Polymeren Nanocompositen
- Pyroelektrischen Polymeren
- Thermochromen und elektrochromen Polymeren

Funktionselemente

- Anisotrope Schichten
- Barrièreschichten für flexible Displays
- Fluoreszenzkollektoren für die Photovoltaik
- Holographisch erzeugte Oberflächenreliefgitter
- Holographische Volumenelemente
- Laserstäbe für die Messtechnik
- Lichtsender und -empfänger
- Optische Datenspeicher
- Orientierungsschichten für Flüssigkristalle
- Polarisationselemente
- Polymere Elektrete für Sensoren und Aktoren
- Polymere Elektrete als Ladungsspeicher
- Spektrale Lichtwandler zum Nachweis von UV-Licht
- Strukturierte biofunktionale Oberflächen

Bauelemente

- Dielektrische Elastomer Aktoren (DEAs)
- Elektro-aktive Polymere (EAP)
- Flexible Elektroden
- Flüssigkristall-Displays
- OFETs (Organische Feldeffekttransistoren) und Dioden
- OFET-Ansteuerung von OLED-Pixeln
- OLEDs (Organische Leuchtdioden)
- OLED-Beleuchtung
- OLED-Passiv-Matrix-Displays
- OLED-Signage-Displays
- OPVs (Organische Photovoltaik Zellen) und Module
- Organische DFB-Laser
- Piezoelektrische Sensoren und Aktoren
- Pyroelektrische Sensoren

Weitere Beispiele

- Biozide Oberflächen für Folien oder Textilien
- Charakterisierung der chemischen Struktur, der Topographie und der makroskopischen Eigenschaften
- Elektronisches Wasserzeichen
- Fälschungssichere Markierung von Polymermaterialien
- Fluoreszenzschichten für die Sensortechnik
- Funktionalisierung von Pulvern
- Messung der Wasserdampftransmission durch Polymere und Barrièreschichten
- OLED-Lebensdauertest
- OLEDs als Sicherheitsmerkmal
- OPV-Lebensdauertest
- Photobiozide Beschichtungen für den Pflanzenschutz
- Photolithographielinie zur Strukturierung
- Strukturierte Aktivierung von Oberflächen
- Wasserabweisende Textilien
- Tintenstrahldruck von OLEDs

Oberflächentechnik

- Drucken funktionaler Materialien mittels Inkjet-Druck, Slot Die Coating, Tiefdruck
- Funktionale Beschichtungen
- Hydrophile oder hydrophobe Oberflächen
- Immobilisierung von biologisch aktiven Substanzen auf polymeren Oberflächen
- Klebstofffreies Verbinden
- Metallisierung von Polymeren
- Oberflächen- und Dünnenschichtanalytik
- Rolle-zu-Rolle-Verarbeitung von Polymerfolien

APPLICATIONS AND SERVICES

Materials – synthesis and processing of

- elastomers
- electrets
- electroluminescent polymers
- holographic materials
- liquid crystalline polymers
- luminescent quantum dots
- photochromic polymers
- photoluminescent polymers
- piezoelectric polymers
- polymer nanocomposites
- pyroelectric polymers
- semiconducting polymers
- thermochromic and electrochromic polymers

Functional elements

- anisotropic layers
- barrier layers for flexible displays
- holographically produced surface relief gratings
- holographic volume elements
- laser rods for spectral measurements
- layers for optical data storage
- light senders and receivers
- luminescent solar concentrators
- photo alignment of layers
- polarization elements
- polymer electrets for sensors and actuators
- polymer electrets for charge storage
- spectral light converter for the detection of UV-light
- structured biofunctional surfaces

Components

- dielectric elastomer actuators (DEAs)
- electro-active polymers (EAP)
- flexible electrodes
- liquid crystal displays
- OFETs (organic field effect transistors) and diodes
- OFET driving OLED pixels
- OLEDs (organic light emitting diodes)
- OLED illumination
- OLED passive matrix displays
- OLED signage displays
- OPVs (organic photovoltaic cells) and modules
- organic DFB laser
- piezoelectric sensors and actuators
- pyroelectric sensors

Surface technology

- adhesive-free bonding
- coupling of biologically active substances to polymer surfaces
- functional coatings
- hydrophilic or hydrophobic surfaces
- metallization of polymers
- printing of active materials by inkjet printing, slot die coating, rotogravure
- roll-to-roll processing of polymer films
- surface and thin-film analysis

More examples

- biocidal surfaces for films and textiles
- characterization of chemical structure, topography and macroscopic properties
- counterfeit protection of polymer materials
- electronic watermark
- fluorescent layers for sensor technology
- functionalization of powders
- inkjet printing of OLEDs
- measurement of the water vapor transmission rate through polymers and barrier layers
- OLED lifetime characterization
- OLEDs as a security feature
- OPV lifetime characterization
- photobiocidal coatings for pest management
- photolithography line for structuring
- structured activation of surfaces
- water-repellent textiles

Kontakt Contact

Forschungsbereichsleiter
Funktionale Polymersysteme
Division director
Functional Polymer Systems



Dr. Armin Wedel
Telefon +49 331 568-1910
Fax +49 331 568-3000
armin.wedel@iap.fraunhofer.de

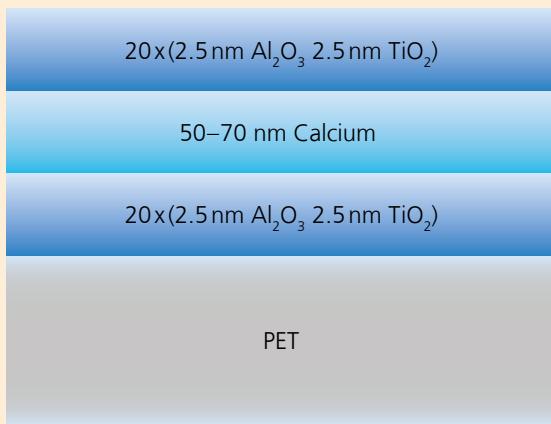
Funktionsmaterialien und Bauelemente
Functional Materials and Devices
Dr. Armin Wedel
Telefon +49 331 568-1910
armin.wedel@iap.fraunhofer.de

Polymere und Elektronik
Polymers and Electronics
Priv.-Doz. Dr. habil. Silvia Janietz
Telefon +49 331 568-1208
silvia.janietz@iap.fraunhofer.de

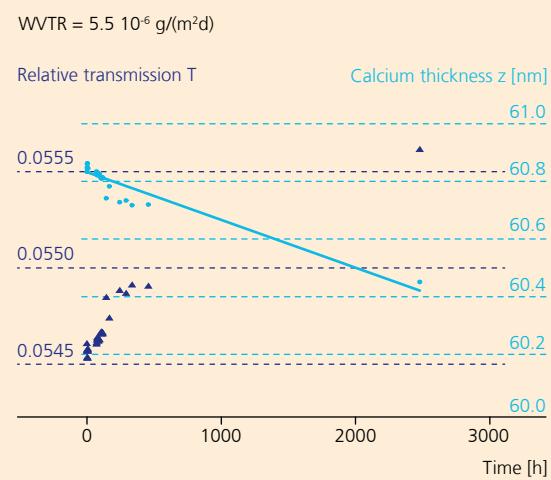
Chromogene Polymere
Chromogenic Polymers
Dr. Arno Seebotth
Telefon +49 30 6392-4258
arno.seeboth@iap.fraunhofer.de

Sensoren und Aktoren
Sensors and Actuators
Priv.-Doz. Dr. Michael Wegener
Telefon +49 331 568-1209
michael.wegener@iap.fraunhofer.de

NanoPolyPhotonik
NanoPolyPhotonic
Prof. Dr. Hans-Gerd Löhmansröben
Telefon +49 331 977-5222
hans-gerd.loehmannsroeben@iap.fraunhofer.de



1



2

Effiziente OLED-Verkapselung

Displays mit OLED-Technologie haben in verschiedenen Anwendungen bereits Einzug gehalten. Mit den sogenannten AMOLEDs (Aktiv-Matrix OLEDs) werden Smartphones und Digitalkameras bereits ausgerüstet und auch die ersten gebogenen OLED Bildschirme sind auf dem Markt. Die Herausforderungen liegen derzeit vor allem im Aufbau von flexiblen OLEDs auf Kunststoffsubstraten und auf Textilien. Weltweit wird nach geeigneten Materialien und Verfahren gesucht, die die OLEDs bei der Lagerung und im Betrieb vor Wasserdampf und Sauerstoff schützen. Werden die OLEDs auf Glas oder Metall aufgebaut, muss eine dichte Verbindung zwischen dem OLED Substrat und dem sogenannten Verkapselungsmaterial hergestellt werden. Für flexible Bauelemente ist jedoch ein anderer Weg notwendig. Der Aufbau von Bauelementen auf Polymersubstraten erfordert das Aufbringen von Schutzschichten, die mit unterschiedlichen Technologien zugänglich sind. Als besonders vielversprechend hat sich dabei in den letzten Jahren ein Verfahren erwiesen, bei dem undurchlässige Schichten wie Aluminiumoxid (Al_2O_3), Titanoxid (TiO_2) oder Siliciumnitrid (Si_3N_4) über einen atomar kontrollierten Prozess abgeschieden werden [1]. Hierbei werden die Moleküle in situ an der Oberfläche aus Precursoren erzeugt und Lage für Lage abgeschieden, was sich auch im Namen der Methode – ALD für Atomic Layer Deposition – widerspiegelt. Am Fraunhofer IAP wurde dieses Verfahren sowohl an sogenannten Calciumspiegeln als auch an OLEDs getestet. Die Anlagentechnologie der Pilotanlage gewährleistet, dass nach dem Aufbau der OLED, diese direkt verkapstelt werden kann. Fig. 1 zeigt den Prinzipaufbau einer ALD-Verkapselung am Beispiel eines Calciumspiegels. Dieser (~70 nm) befindet sich zwischen zwei ALD-Schichtstapeln, die aus Schichten von Al_2O_3 und TiO_2 (je 100 nm) bestehen. Der Aufbau erfolgt auf PET-Folien. Das metallische silberreflektierende Calcium reagiert mit Wasser zu transparentem Ca(OH)_2 . Diese Reaktion wird mittels optischer Transmission und Mikroskopie verfolgt. Damit kann die Durchlässigkeit solcher Schichten für Wasser und die damit verbundene Defektbildung untersucht werden. Nach Optimierung der Schicht wird die Wirksamkeit der Verkapselung durch die direkte Beschichtung der aktiven Schicht einer OLED untersucht, von dem ein Beispiel in Fig. 3 gezeigt ist.

Fig. 2 zeigt sowohl die optische Transmission als auch die Calciumschichtdicke in Abhängigkeit von der Lagerzeit des Calciumspiegels unter Umgebungsbedingungen (23 °C, 50 Prozent relative Feuchte). Nach einer Lagerung von 2500 Stunden hat die Dicke des Calciumspiegels nur um ca. 0,4 nm abgenommen, woraus eine Wasserdampftransmissionsrate von $5 \times 10^{-6} \text{ g}/(\text{m}^2\text{d})$ berechnet wurde. Das ist der Grenzwert, der oft als Voraussetzung zur Herstellung stabiler OLEDs auf flexiblen Substraten diskutiert wird [2]. Fig. 2 zeigt rechts einen Calciumspiegel zu Beginn der Lagerzeit und nach 2500 Stunden. Eine Degradation ist nicht erkennbar. Dieses Verfahren wird künftig zur Verkapselung von OLEDs (Fig. 3) eingesetzt, um sie besser vor Umwelteinflüssen zu schützen. Der ALD-Prozess ist ein sehr schonendes Verfahren und bisher konnte kein negativer Einfluss auf die Performance der OLEDs festgestellt werden.

Literatur Literature

- [1] S. George: *Atomic Layer Deposition: An Overview*, Chem. Rev. 110, p. 111–131 (2010)
- [2] M. Weaver, L. Michalski, K. Rajan, M. Rothman, J. Silver-nail, J. Brown, P. Burrows, G. Graff, M. Gross, P. Martin, M. Hall, E. Mast, C. Bonham, W. Bennett, M. Zumhoff: *Organic light-emitting devices with extended operating lifetimes on plastic substrates*, Appl. Phys. Lett. 81, p. 2929–31 (2002)

1 Sample structure: first a 100 nm thick ALD barrier layer is deposited on a PET film. Then approx. 60 nm of calcium are applied by vapor deposition upon which the second 100 nm thick ALD barrier layer is deposited (not drawn to scale).

2 Transmission and calcium layer thickness in relation to length of storage.

3 OLED with ALD encapsulation. In the future OLEDs will be encapsulated with ALD layers in order to better protect them from environmental influences and to achieve a longer shelf-life.



Efficient OLED encapsulation

Displays that use OLED technology have already been introduced in various applications. Smart phones and digital cameras are equipped with so-called AMOLEDs (Active-Matrix OLEDs) and the first curved OLED TV screens are already available on the market. But the fabrication of flexible OLEDs on plastic substrates and textiles still poses a challenge. Scientists around the world are currently looking for suitable materials and technologies to protect OLEDs from environmental degradation, especially against water vapor and oxygen. OLEDs that are constructed on glass or metal have to establish a close connection between the OLED substrate and the encapsulating material (glass). However, a different technique is needed for flexible components. Building up the structural elements on polymeric substrates requires protective layers. This can be done using different technologies. One particularly promising method has been developed where impermeable layers such as Al_2O_3 , TiO_2 or Si_3N_4 are deposited in a controlled process in atomic layers. Here, the molecules are generated in situ on the surface of the precursors and deposited layer by layer which gives the method its name – ALD or Atomic Layer Deposition [1]. At the Fraunhofer IAP, this method has been tested both on calcium layers and on OLEDs. The complex technology of the pilot plant ensures that after the OLED has been processed, it can be encapsulated directly. Fig. 1 shows the basic structure of an ALD encapsulation. In this example a calcium layer (~ 70 nm) is located between two ALD layer stacks consisting of layers made of Al_2O_3 and TiO_2 (100 nm). The structure is deposited on commercial PET films. The metallic silver-reflective calcium reacts with water and turns into a transparent $\text{Ca}(\text{OH})_2$. This reaction is observed using optical transmission and microscopy. Thus, the permeability of such films by water and the associated defect formation can be examined. After optimizing the encapsulation layer, the composition and thickness are tested by directly coating the active layer of the OLED, an example of which is shown in Fig. 3.

Fig. 2 shows both the optical transmission as well as the calcium layer thickness as a function of the storage time of the calcium under ambient conditions (23°C, 50 percent relative humidity). After storing for 2500 hours, the thickness of the calcium layer only decreases by approximately 0.4 nm resulting in a calculated water vapor transmission rate of $5 \times 10^{-6} \text{ g}/(\text{m}^2\text{d})$. This is the threshold value that is often regarded as a precondition for producing stable OLEDs on flexible substrates [2]. Photos of the calcium layer at the beginning of the storage period and after 2500 hours are shown on the right side of Fig. 2; no degradation is noticeable. This method will be applied to OLEDs (Fig. 3) in the future to better protect them from degradation since the ALD process is a very gentle process that does not negatively influence the performance of the OLED.

Kontakt Contact

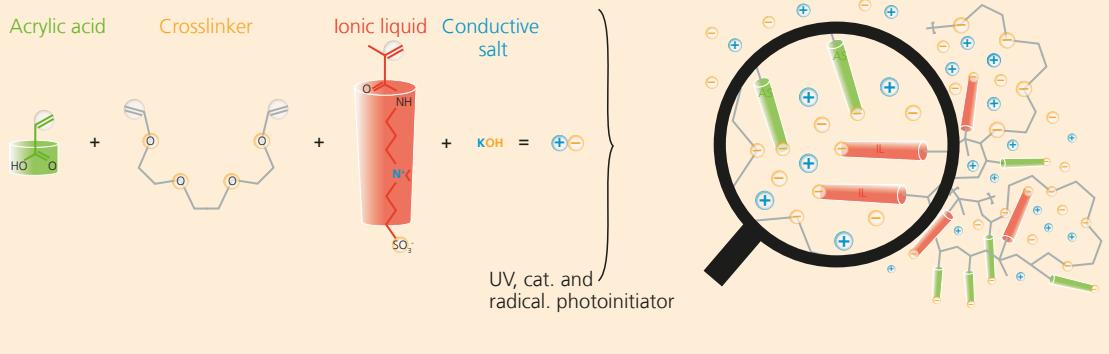


Dr. Christine Boeffel

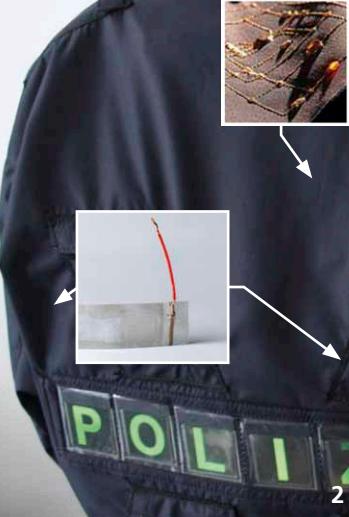
Telefon +49 331 568-1915
Fax +49 331 568-3000
christine.boeffel@iap.fraunhofer.de

Dr. Armin Wedel

Telefon +49 331 568-1910
Fax +49 331 568-3000
armin.wedel@iap.fraunhofer.de



1



2

Textilbasierte autarke Batteriesysteme für textilintegrierte, flächig leuchtende Anzeigen (TexBatt)

Akku leer und weit und breit keine Steckdose? Die Energieversorgung von in Textilien integrierter Elektronik stellt eine große Herausforderung dar, wenn der Energiebedarf der elektronischen Komponenten unter Gewährleistung von Mobilität, Tragekomfort und Haltbarkeit gegeben sein soll. Die textilbasierte Stromversorgung (Batterie, Akku, Solarzelle etc.) ist die Grundvoraussetzung für eine Mensch-Technik-Interaktion, in der sich nicht der Mensch an die Technik, sondern die Technik sich an die Gewohnheiten des Menschen anpasst. Die Integration von textilbasierten Batterien in Bekleidung zum Betreiben von eingebauten, selbstleuchtenden und flexiblen Anzeigeelementen, die dem Schutz des Menschen dienen, stellt eine Themenstellung dar, die dem anhaltenden Trend zu mehr Mobilität und Funktionalität gerecht wird [1–3]. Mit der Entwicklung einer textilbasierten Stromversorgung wird am Beispiel von sicherheitsrelevanten Leuchttextilien erstmals das Textilmaterial selbst die Energieversorgung übernehmen (Fig. 1).

Die große Herausforderung liegt in der webtechnischen Realisierung eines Silber-Zink-Elements aus modifizierten leitfähigen Fadenmaterialien in Kombination mit einem UV-vernetzbaren Elektrolyten auf Basis ionischer Flüssigkeiten sowie in der Entwicklung und Integration von OLED-Modulen und deren Ansteuerung. Das Ziel der Entwicklung ist eine zuverlässige, autarke Stromversorgung von OLED/LED-Anzeigen in der Bekleidung mit Hilfe textilbasierter Akkus, die über eine induktive Kopplung wieder aufladbar sind.

Textile Interdigitalstrukturen auf Basis von Silber-Zink-Elementen sind prozesstechnisch umsetzbar. Der Einsatz von wässrigen alkalischen Elektrolyten zeigte, dass sich die Silber-Zink-Elemente mehrfach laden und entladen lassen [4–5]. Wobei das Problem besteht, dass die mit dem wässrigen Elektrolyten beschichteten textilen Elemente mit der Zeit austrocknen. Aus diesem Grund sucht man nach alternativen Lösungen, um den Elektrolyten fest auf dem Silber-Zink-Gewebe zu binden.

Als neuartiger Ansatz erfolgte am Fraunhofer IAP die Kapselung der textilen Silber-Zink-Elemente durch einen UV-vernetzbaren Elektrolyten auf Basis ionischer Flüssigkeiten (Fig. 1). Die am Fraunhofer IAP entwickelten Festelektrolyte (FE) basieren auf photovernetzbaren Polymeren, die hinsichtlich der Ionenleitfähigkeit einer Batterie optimiert sind. In der Matrix werden zusätzlich vernetzbare ionische Flüssigkeiten copolymerisiert, um die Löslichkeit des Leitsalzes im FE zu erhöhen (Fig. 3b).

In Bezug auf die Energiedichte ist das Silber-Zink-Element mit dem Lithiumionenakkumulator vergleichbar und zeigt eine deutlich geringere Selbstentladung und längere Lagerfähigkeit. Eigenschaften, die für neu zu entwickelnde, sicherheitsrelevante Bekleidung essenziell sind. Mit dem auf ionischen Flüssigkeiten basierten Elektrolyten kann zudem das Problem der geringen Anzahl an Ladezyklen von Silber-Zink-Elementen gelöst werden.

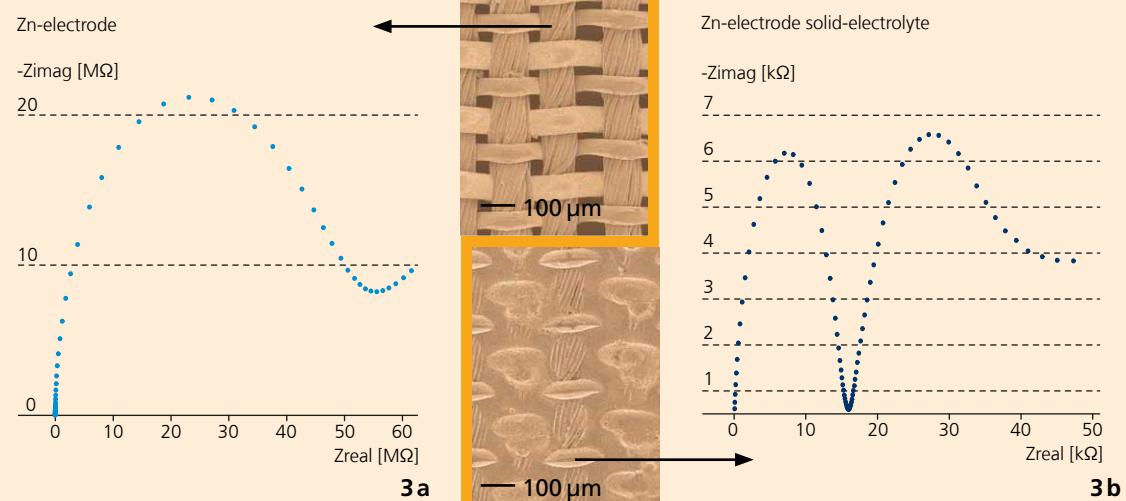
Literatur Literature

- [1] L. Hu, F. La Mantia, H. Wu, X. Xie, J. McDonough, M. Pasta, Y. Cui: *Lithium-ion textile batteries with large areal mass loading*, *Adv. Energy. Mat.* XX, p. 1–6 (2011)
- [2] S. Kim, K. Hong, W. Xie, K. Lee, S. Zhang, T. Lodge, C. Frisbie: *Electrolyte gate transistors for organic and printed electronics*, *Adv. Mater.* 25, p. 1822–1845 (2013)
- [3] U. Möhring, A. Neudeck, W. Schreibner: *Textile Micro System Technology*, in Heikki Mattila (Ed.), "Intelligent Textiles and Clothing", Woodhead Publishing Limited (2006)
- [4] A. Neudeck, Y. Zimmermann, H. Hellwich, A. Hacke, U. Möhring: *Technologie zur galvanischen und elektrochemischen Modifizierung von vorstrukturierten partiell leitfähigen textilen Flächen*, Unitex 2, p. 12–14 (2006)
- [5] K. Braam, V. Subramanian: *Development and characterization of an air-stable printed silver-zinc battery*, ISBN 978-3-00-038122-5, LOPE-C (2012)

1 Concept of a solid electrolyte application.

2 E-textiles with integrated area light display. Example of protective clothing.

3 Impedance spectra of
a) non-coated and
b) coated Zn-electrodes.



Textile-based independent battery systems for textile-integrated, area light displays (TexBatt)

Is your battery flat and there is no wall socket available? Supplying power to electronics integrated in textiles, or e-textiles for short, is a major challenge when the energy demands of the electronic components have to guarantee mobility, security and wearing comfort. A textile-based power supply (battery, storage-battery, solar cell etc.) is a basic requirement for human-technology-interaction in which the human does not adapt to the technology, but rather the technology adapts to human habits. Integrating textile-based batteries into textiles to power flexible display elements in protective clothing represents a new topic which serves the ongoing trend towards more mobility and more functionality. The development of a textile-based power supply for e-textiles with integrated area light displays on the clothing means that for the first time even the textile material itself will be able to supply the electrical power (Fig. 1).

The major challenge in the development of e-textile batteries is to cover conductive silver-zinc yarn with new, flexible, polymeric-electrolyte materials that guarantee ion transport between the two yarn electrodes, thereby fulfilling all of the requirements of a silver-zinc battery. New weaving technology will be developed to build up a 3D mesh for these electrode yarns separated by pothocurable ionic liquids based on polymeric electrolytes so that an independent, textile-based battery device can be constructed. The active surface of the textile yarns and its three dimensional design is expected to compensate for the lower electric capacity of a liquid free electrolyte by offering added security.

The first approaches are process-related so that the interdigital tissues of silver-zinc elements can be produced. They can be charged and discharged more than once in an aqueous alkaline electrolyte. However, one problem is that the textile elements impregnated with the aqueous electrolyte dry out over time.

A novel approach was carried out at the Fraunhofer IAP in which silver-zinc textile elements were encapsulated by a UV-curable electrolyte based on ionic liquids (Fig. 1). The solid electrolytes (FE) developed at the Fraunhofer IAP are based on photocrosslinkable polymers which have been optimized with respect to the ion conductivity of a battery. In addition, cross-linkable ionic liquids are copolymerized in the polymer matrix in order to increase the solubility of the conductive salt in the FE (Fig. 2 b).

The silver-zinc element is comparable to the lithium ion secondary battery with respect to energy density and exhibits a significantly lower self-discharge rate and a long shelf life. These properties are essential for newly developed safety-related clothing. The ionic liquid-based electrolyte can resolve the problem of a low number of charging cycles for silver-zinc elements.

Kontakt Contact



Priv.-Doz. Dr. habil.
Carmen-Simona Asaftei

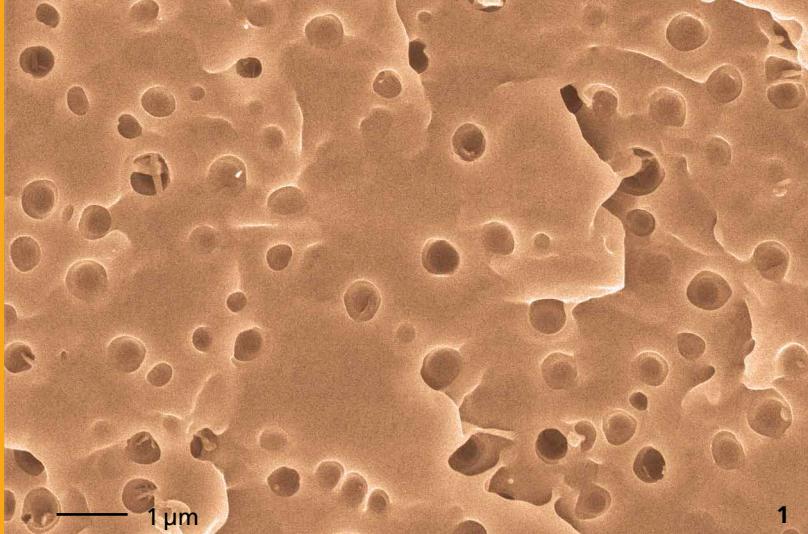
Priv.-Doz. Dr. habil. Silvia Janietz
Telefon +49 331 568-1208
Fax +49 331 568-3000
silvia.janietz@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

– VDI/VDE, FKZ:16SV6093

Kooperation Collaboration

– 3D-Micromac-AG, Chemnitz
– ERTEX Jacquard, ein Unternehmen der Peppermint Holding GmbH, Rodewisch
– Smart Battery Solutions GmbH, Kleinostheim
– Interactive Wear AG, Starnberg
– UVEX SAFETY Textiles GmbH, Ellefeld
– Textilforschungsinstitut Thüringen-Vogtland e.V., Greiz



1 Scanning electron microscopy image of a freeze-fractured surface of the thermochromic PLA.

2 Absorption spectra of the thermochromic PLA, red curve: at 20 °C (cold state), violet curve: at 70 °C (hot state).

3 Proposed mechanism of the thermochromic effect.

Entwicklung nicht toxischer thermochromer Biopolymere

Nur sehr wenige Polymere sind immanent thermochrom. Für die Materialentwicklung ist daher die Induktion thermochromer Eigenschaften durch Dotierung von großer Bedeutung. Der klassische Ansatz dazu ist die Einbettung thermochromer Pigmente in Polymermatrices in Form einer separaten Phase. Idealerweise treten hierbei keine Wechselwirkungen des Dotanden mit der Matrix auf und die Farbschaltung bleibt unbeeinflusst. Die Verarbeitbarkeit der Pigmente, gegebenenfalls enthaltene toxische Bestandteile sowie die Stabilität der resultierenden Polymermaterialien begrenzen ihre derzeitige kommerzielle Anwendung enorm. Ein grundsätzlich anderer Ansatz ist die Verwendung von Farbstoffen bzw. Additivmischungen, die erst in Wechselwirkung mit dem Polymer thermochrome Eigenschaften ausbilden. Dieser Ansatz, auf dem die im Folgenden beschriebene Entwicklung nicht toxischer thermochromer Biopolymere basiert, bietet großes Potenzial für das Design neuartiger thermochromer Polymermaterialien.

Zur Entwicklung eines thermochromen Biopolymers wurden Polymilchsäure (PLA) als Matrix und Cyanidinchlorid als Farbstoff ausgewählt [1, 2]. PLA ist ein aus nachwachsenden Rohstoffen herstellbares Polymer, das kommerziell bereits breite Verwendung findet und dessen Marktanteil stetig steigt. Cyanidinchlorid ist ein Anthocyanidinfarbstoff, der über eine Vielzahl von Mechanismen seine fargebende Struktur ändern kann. Die Polyesterstruktur des Polymers und die Polyolstruktur des Farbstoffes sind prädestiniert zur Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen. Die durchgeführten Untersuchungen bestätigen dies. Gelöst im amorphen PLA 4060D (NatureWorks) weist der Farbstoff sowohl unter- als auch oberhalb der Glastemperatur die violette Färbung der anionischen Anhydrobasenstruktur auf, die auf das Vorhandensein von Polymer-Farbstoff-Komplexen hindeutet.

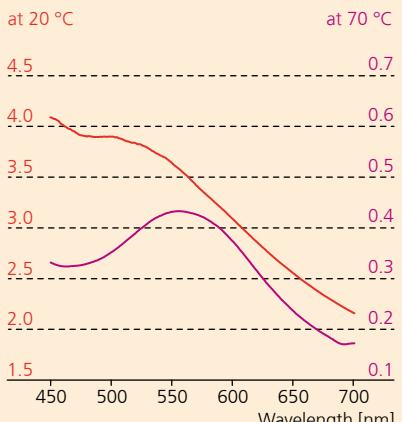
Durch Zusatz weiterer Additive (Dodecylgallat und Palmitinsäure) die, wie REM-Bilder zeigen, separate Domänen in der Polymermatrix ausbilden (Fig. 1), lässt sich die Polymorphie der PLA-Matrix modifizieren und Thermochromie erzeugen. Nach dem Abkühlen unter die Glastemperatur wandelt sich die zunächst gebildete »mobile amorphous phase« unter Konformationsänderung der Polymerkette in die »rigid amorphous phase« um. Damit verbunden ändert sich die Farbe von violett nach rot. Beim Erwärmen wird am Glasübergang der umgekehrte Farbwechsel von rot nach violett beobachtet. Fig. 2 zeigt die Absorptionsspektren beider Schaltzustände. Der zur Erklärung dieses Effekts vorgeschlagene Mechanismus ist eine durch Konformationsänderung der Polymerkette getriggerte reversible Ausbildung/Destabilisierung von Polymer-Farbstoff-Komplexen. Daraus resultieren Strukturänderungen des Farbstoffs zwischen der komplexierten anionischen und der nicht komplexierten neutralen Form der Anhydrobase (Fig. 3). Alle hier verwendeten Additive sind nicht toxisch und als Lebensmittelzusätze zugelassen, wodurch Anwendungen in der Medizin- und Lebensmitteltechnik erschlossen werden können.

Literatur Literature

[1] A. Seebot, D. Lötzsch, R. Ruhmann: *First example of a non-toxic thermochromic polymer material – based on a novel mechanism*, J. Mater. Chem. C 1, p. 2811–2816 (2013)

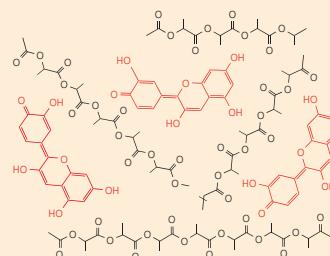
[2] D. Lötzsch, R. Ruhmann, A. Seebot: *Thermochromic Biopolymer Based on Natural Anthocyanidin Dyes*, Open J. Polym. Chem. 3, p. 43–47 (2013)

Absorption



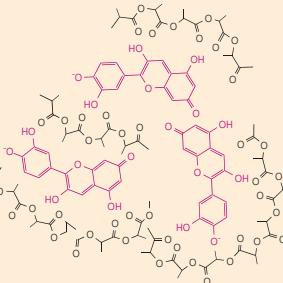
2

Rigid amorphous phase



Temperature

Mobile amorphous phase and polymer melt



3

Development of non-toxic thermochromic biopolymers

Polymers with immanent thermochromic properties are rare. Thus, inducing thermochromism through doping is essential. The conventional way to do this is to embed separate phase forming thermochromic pigments into the matrix polymer. Ideally, the dopant does not interact with the matrix and colors and temperature changes remain unaffected. Processing stability and toxicity of the specific pigments coupled with the limited long-term and light stability of the resulting thermochromic polymer materials currently restrict their commercialization. A fundamentally different approach is to incorporate non-thermochromic dyes or additive mixtures which induce thermochromism by interacting with the matrix polymer. This approach offers significant potential for designing innovative thermochromic polymer materials. The development of a non-toxic thermochromic biopolymer, as described above, is based on this strategy.

When designing the thermochromic biopolymer, polylactic acid (PLA) was chosen as the matrix material and cyanidin chloride as the color forming species [1, 2]. PLA can be produced from renewable raw materials. It is commercially used in a wide range of plastic products and its market share is constantly increasing. Cyanidin chloride belongs to the class of anthocyanidin dyes. Its chromophoric structure can be changed by various mechanisms. The polyester structure of PLA and the polyol structure of cyanidin chloride suggest the formation of H-bonds between them. Indeed, melt blended samples of PLA 4060D (NatureWorks) with cyanidin chloride exhibit a violet color in both the glass and the molten amorphous state. The violet color indicates the presence of the anionic anhydrobase structure of the dye and suggests the formation of polymer-dye-complexes.

By adding sufficient amounts of other additives (dodecyl gallate and palmitic acid) separate domains form (Fig. 1), the polymorphy of the polymer blend alters, and thermochromic properties are produced. After the polymer blend is cooled below the glass transition temperature, the initially formed "mobile amorphous phase" transforms into a "rigid amorphous phase". This phase change is accompanied by a color change from violet to red. When heated above the glass transition temperature, a reverse color change occurs. Absorption spectra confirm this effect (Fig. 2). Polymer-dye-complex formation and destabilization at the respective phase transitions of the PLA blend are the proposed origin of the observed thermochromism. Conformational changes in the polymer backbone serve as triggers for this mechanism (Fig. 3). The neutral anhydrobase structure of the uncomplexed dye reversibly transforms into the anionic anhydrobase structure upon polymer-dye complex formation. All of the additives used are non-toxic and are approved food additives. This opens the way for applications in the fields of medical engineering and food technology.

Kontakt Contact



Dr. Detlef Lötzsch

Telefon +49 30 6392-2064
Fax +49 30 6392-2065
detlef.loetzsch@iap.fraunhofer.de

Dr. Ralf Ruhmann

Telefon +49 30 6392-2034
Fax +49 30 6392-2065
ralf.ruhmann@iap.fraunhofer.de

Dr. Arno Seeboth

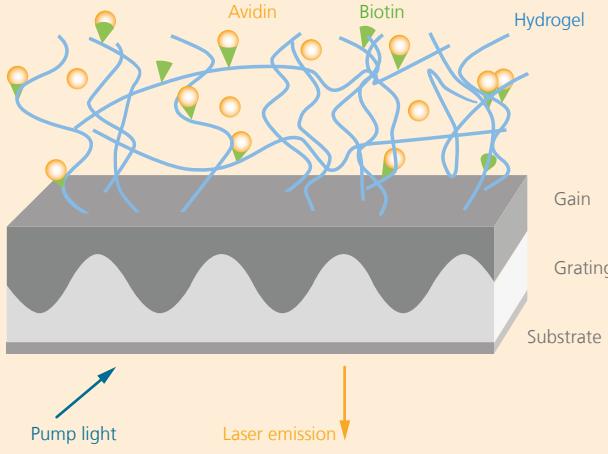
Telefon +49 30 6392-4258
Fax +49 30 6392-2065
arno.seeboth@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

– Marktorientierte strategische Vorlaufforschung (MAVO), Projekt »PolyTempSenso«

Kooperation Collaboration

– Fraunhofer IME, Schmallenberg
– Fraunhofer IVV, Freising
– Fraunhofer IFAM, Bremen



1 Illustration of the all-polymer DFB laser biosensor.

2 Shifting of the laser wavelength against rinsed phosphate buffered saline, PBS, (blue) and after avidin-biotin binding in PBS (orange).

1

Labelfreie optische Biosensorik auf Basis von DFB-Lasern

Labelfreie Biosensoren auf Basis optischer Messprinzipien sind für eine Reihe von Sensoranwendungen, z.B. in der medizinischen und biologischen Analytik, für die Pharmaforschung, für diagnostische Tests sowie für die Lebensmittel- und Umweltanalytik, von großem Interesse. In den beiden letzten Dekaden wurden verschiedene passive optische Biosensorsysteme mit unterschiedlichen Detektionsprinzipien, wie z.B. »whispering gallery modes«, Oberflächenplasmonresonanzen oder photonische Kristalle, entwickelt. Aktive Biosensoren auf Basis optischer Resonanz weisen gegenüber diesen passiven Varianten eine Reihe von Vorteilen auf, da sie ihr eigenes schmalbandiges Resonanzlicht erzeugen und der DFB-Laser selbst zum Sensor wird. Das Prinzip des Lasersensors beruht auf der Verschiebung der Laserwellenlänge durch die Brechzahländerung infolge der Wechselwirkung der Analytmoleküle mit der biosensitiven Detektionsschicht. Damit erübrigen sich Anforderungen hinsichtlich der Einkopplung externer Lichtquellen und eine hohe Präzision der Justage.

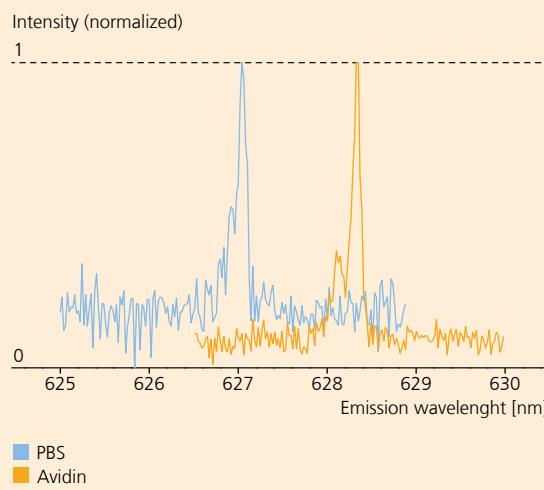
DFB-Laser zweiter Ordnung erlauben die kontaktlose Separation von Biochip und Anregungsquelle sowie der Detektionseinheit. Derartige Biosensoren können relativ einfach hergestellt werden und sind für eine Massenproduktion, z.B. durch den Einsatz der Rolle-zu-Rolle-Technologie, durch Nanoreplikation der Gitter und das Aufbringen des Gain-Materials durch Tauchen, geeignet. Weiterhin sind derartige Sensoren kompatibel zu Standardformaten von Mikroplatten und Mikrofluidik-Kanälen und funktionieren mit kompakten, billigen und mobilen Lichtquellen.

So gelang die Entwicklung einer Prinziplösung für labelfreie optische Biosensoren durch die Kombination von DFB-Lasern auf Basis halbleitender Polymere mit einer biofunktionalisierten Hydrogel-Detektionsschicht (siehe S. 84). Dieser »active cavity« Laserbiosensor wird durch einen Stapel von drei optischen Funktionsschichten gebildet, wobei ein holographisches Oberflächen-Gitter als optischer Resonator, eine Schicht halbleitender Polymere als Gain-Medium und eine biofunktionalisierte Hydrogelschicht zur spezifischen Analytdetektion zusammenwirken. Ein sehr flexibles und voll-optisches Holographie-Verfahren mit selbst entwickelten Azobenzene-Materialien wurde zum Einschreiben der hochpräzisen sub- μm Gitter mit Amplituden von einigen zehn Nanometern verwendet. Die holographischen Mastergitter wurden mittels Nanoimprinting in Polymere mit niedriger Brechzahl repliziert. Ein Blend zweier halbleitender Polymere wurde als Gain-Medium ausgewählt, um die geforderte Sensitivität bei möglichst niedriger Laserschwelle zu erreichen. In der Studie wurde Avidin-Biotin als analytisches Modell verwendet, um die prinzipielle Realisierbarkeit labelfreier Biosensoren auf Basis von DFB-Lasern zu demonstrieren. Der neue, vollständig polymerbasierte Biosensoransatz ermöglicht integrierbare, labelfreie optische Dünnschichtsensoren, die z.B. in Mikrofluidik-Systemen oder medizinischen Lab-on-chip Systemen für eine breite Palette biomolekularer Wechselwirkungen (Antikörper-Antigen, DNA-DNA-Bindung) oder für den Nachweis kleiner Analytmoleküle eingesetzt werden können.

Literatur Literature

[1] E. Heydari, J. Buller, E. Wischerhoff, A. Laschewsky, J. Stumpe: *Label-free biosensor based on an all-polymer DFB laser*, Adv. Optical Mater. 2, p. 137–141 (2014)

[2] E. Wischerhoff, J. Stumpe, E. Heydari, J. Buller: *Sensor mit photovernetztem Hydrogel*, Patentanmeldung DE 102013210794.3



2

Label-free optical biosensing DFB lasers based on active cavity technology

Recently, label-free biosensors based on optical cavities have attracted strong interest for a variety of sensing applications such as drug discovery, biological research, diagnostic testing, food safety and environmental monitoring. In the last two decades, various passive optical cavity biosensors based on whispering gallery modes, surface plasmon resonances and photonic crystals have been developed; however, active optical cavity biosensors are preferred over passive counterparts. Such biosensors produce their own narrow-linewidth resonance light which eliminates the need to be coupled with an external tunable light source and the need for a high precision alignment of the components. Optical biosensors based on second-order distributed feedback (DFB) lasers are particularly promising as the vertical surface emission enables a contactless excitation and detection system.

This allows the biosensor chip to be separated from the rest of the system. Such biosensors can easily be manufactured and are suitable for mass production, e.g. by roll-to-roll processing of large areas, through nanoreplica molding of gratings and horizontal dipping of the gain layers. Moreover, they are compatible with standard microplates and microfluidic channel formats as required in biotechnology and can be operated by compact, inexpensive and portable light sources.

This has resulted in the development of a label-free optical biosensor which combines semiconducting polymer DFB lasers with a biofunctionalized hydrogel recognition layer (see also p. 84). This active cavity laser biosensor is made up of a stack of three functional layers that includes a holographic surface relief grating as the optical resonator, a semiconducting polymer layer as the gain medium and a biofunctionalized hydrogel layer as the recognition unit. A fully-optical holographic technique, using azobenzene-based materials developed by our group, was used to inscribe the high-precision submicron master gratings that have amplitudes of a few tens of nanometers. Nanoimprint technology was employed to multiply the holographic gratings. A blend of two semiconducting polymers was selected as the gain medium in order to achieve the required sensitivity and low emission threshold. In this study, the avidin-biotin interaction was used as the primary model in order to demonstrate the ability of the active optical cavity biosensor to perform label-free and selective detection. The sensing is performed by detecting a wavelength shift of the DFB laser as the analyte molecules bind to its surface. As a consequence the effective refractive index of the resonant mode changes. The new all-polymer optical biosensor opens the door to high-performance, simple and low cost polymer-based integrated devices. These can be applied, for example, in microfluidic systems or medical analytical devices for a variety of biomolecular interactions (such as antibody-antigens and DNA-DNA binding) and to detect low molar mass analytes.

Kontakt Contact



Dr. Oksana Sakhno

Telefon +49 331 568-1247
Fax +49 331 568-3000
oksana.sakhno@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

- European Commission,
Marie Curie Initial Training Network,
ITN, "Dendreamers" FP7, 215884
- Bundesministerium für Bildung
und Forschung (BMBF), Initiative
»Spitzenforschung und Innovation
in den Neuen Ländern«,
FK 03IS2201C

Kooperation Collaboration

- Dr. Erik Wischerhoff (Fraunhofer IAP),
siehe S. 84



1 Example of a polymer-based optical pressure sensor, overall diameter about 2 cm, diameter of the sensing region about 2 mm.

2 Illustration of the functionality of a polymer-based optical pressure sensor.

3 Pressure dependent luminescence intensities of the FRET partners embedded in a styrene-ethylene/butylene-styrene (SEBS)-membrane. Measurement was done in an alternating on-off mode, i.e. luminescence was measured twice without pressure (off), and with a pressure of 0.2 bars (on), respectively.

Polymerbasierter optischer Drucksensor zur berührungslosen Messung von Drücken

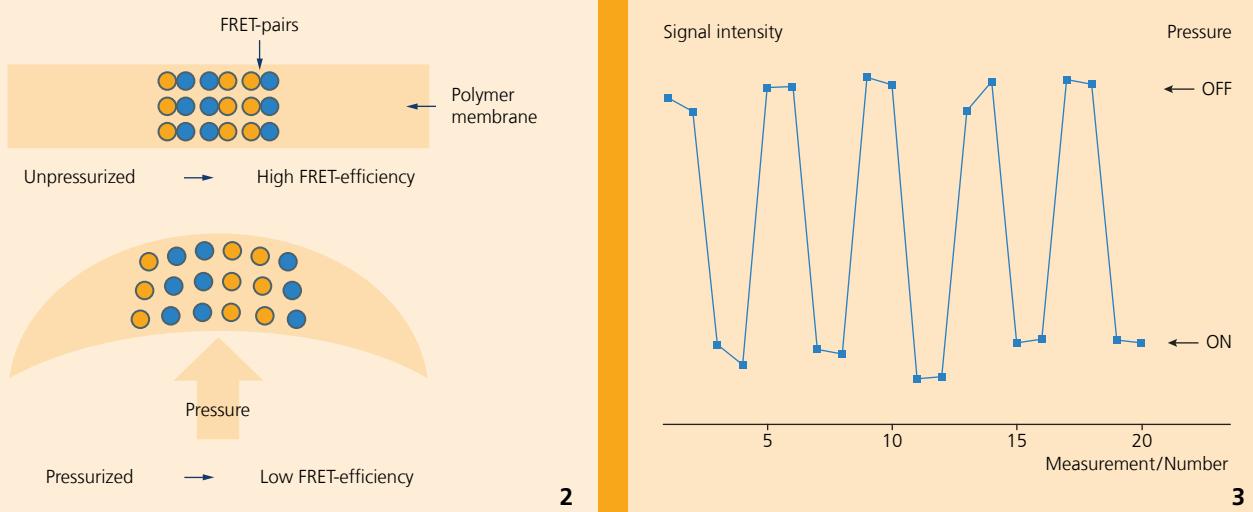
Die Arbeitsgruppe NanoPolyPhotonik beschäftigt sich mit der Entwicklung und Verbesserung optischer Nachweismethoden auf Basis lumineszierender Lanthanoidkomplexe, Quantenpunkte und Farbstoffe. Obwohl die medizinische Diagnostik dabei den Haupttätigkeitsbereich darstellt, werden stets neue Anwendungsfelder für die optische Detektion erschlossen. Im Zuge dieser Forschung wurde der Prototyp eines optischen und polymerbasierten Drucksensors entwickelt.

Drucksensoren werden zur Kontrolle und Überwachung in verschiedensten Bereichen von Industrie, Forschung und Alltag eingesetzt. Dazu gehören beispielsweise die Druckmessung in Wetterstationen, die Höhenmessung in Flugzeugen oder die Messung von Durchflussraten. Drucksensoren werden aber auch zur Erfassung auftretender Leckagen bei Gas- und Flüssigkeitstransporten oder für die *in vivo* bzw. *in vitro* Kontrolle verschiedenster biologischer Vorgänge eingesetzt. In vielen Anwendungen ist es aufgrund schwierig zu erreichender Messplätze oder erschwerter Messbedingungen vorteilhaft, die Messwerte berührungslos auslesen zu können.

Die berührungslose Bestimmung von Drücken erfolgte bisher stets durch Umwandlung des Sensorsignals (meist eine Spannungs- oder Kapazitätsänderung) in elektromagnetische Impulse, die an eine Auswerteeinheit gesendet werden, die in räumlicher Nähe zum Sensor steht. Dies bedingt eine Spannungsversorgung des Sensors, der dadurch nicht beliebig einsetzbar ist. Ein optischer Drucksensor besitzt diesen Nachteil nicht. Nutzt man Polymere als Material für den Drucksensor, kann man zusätzlich die Möglichkeit berührungslos zu messen mit weiteren Vorteilen wie Flexibilität, einem robusten Aufbau und kostengünstiger Herstellung verbinden. Realisiert wird der polymerbasierte optische Drucksensor durch die Einbettung eines FRET-Paares (FRET = Förster-Resonanzenergietransfer) bestehend aus einem lumineszenten Donor (z. B. ein Lanthanoidkomplex) und einem Akzeptor (z. B. ein Quantenpunkt) in eine polymerbasierte, elastische und transparente Membran. Das Membranmaterial kann sowohl in seiner Elastizität als auch in seiner Dicke und seines Aufbaus auf die zu messenden Drücke abgestimmt werden. Der Drucksensor ist durch diese einfache Anpassung auf einen breiten Einsatzbereich abstimmbar, der von Vakuum- bis Hochdruckmessungen reicht.

Regt man mit einer Anregungslichtquelle (Laser, Laserdiode, LED o.ä.) den FRET-Donor berührungslos an, überträgt er Energie auf den FRET-Akzeptor, der diese in Form von Strahlung emittiert. Diese Emission kann ebenfalls berührungslos detektiert werden. Wirkt nun ein Druck auf den Sensor kommt es zu einer Wölbung der Membran und somit zu einer Veränderung des mittleren Abstandes der FRET-Partner zueinander und dadurch zu einer Änderung der Emissionseigenschaften des FRET-Akzeptors.

Durch seine große Flexibilität und die Möglichkeit der kostengünstigen Herstellung eröffnet der polymerbasierte optische Drucksensor völlig neue Anwendungsbereiche, wie die optische Muskelkontraktions- und Blutdruckmessung im medizinischen Bereich oder die *in situ* Überwachung chemischer Reaktionen mit hochkorrosiven Reaktionspartnern.



Polymer-based optical pressure sensor for non-contact pressure measurements

The NanoPolyPhotonics group deals with the development and improvement of optical detection methods based on luminescent lanthanide complexes, quantum dots and dyes. Although the main focus of its work is on medical diagnostics, there is a continuous search for new applications for optical detection methods. The prototype of an optical and polymer-based pressure sensor was developed in the course of this research.

Pressure sensors are used for controlling and monitoring pressure in various industry sectors, in research and in everyday life. These include, for example, pressure measurements in weather stations, height measurements in aircraft or the measurement of flow rates. Pressure sensors can also be used to detect possible leakages during the transport of gases and liquids, as well as to control various biological processes *in vivo* or *in vitro*. In many of these applications it is advantageous to be able to take contact-free pressure readings because of hostile measurement conditions or inaccessible measurement locations.

Up to now the non-contact measurement of pressure is done by converting the sensor signal (usually a change in voltage or capacitance) into an electromagnetic signal which is sent to a detection unit in close proximity to the sensor. This setting requires a power supply to the sensor which means that it often cannot be used as desired. A polymer-based optical pressure sensor does not suffer from this disadvantage. In addition, it combines the possibility of contact-free measurements with further advantages such as flexibility, a robust design and cost-effective production. The optical pressure sensor is created by embedding a FRET pair (FRET = Förster resonance energy transfer), consisting of a luminescent donor (e.g. a lanthanide complex) and an acceptor (e.g. a quantum-dot), in a polymer-based, elastic and transparent membrane. The membrane material can be adapted to the pressure needing to be measured both in terms of its elasticity and its thickness as well as in its construction. This simple adjustment allows the pressure sensor to be adjusted for vacuum or high-pressure respectively.

If the FRET donor is in an excited state (e.g. with lasers, laser diodes or LEDs), energy will be transferred to the FRET acceptor which will also become excited. In a deactivation process the latter emits energy via radiation in the UV/VIS/NIR region. This emission can also be detected without the need for contact. If a pressure is applied to the sensor, the shape of the membrane changes and this induces a change in the average distance between FRET partners and thus a change in emission of the FRET acceptor.

Because it is so flexible and can be produced so inexpensively, the polymer-based optical pressure sensor allows pressure to be measured in application areas that are not yet easily accessible, e.g. the optical measurement of muscle contractions and blood pressure in medical diagnostics or the *in situ* monitoring of chemical reactions with highly corrosive reactants.

Kontakt Contact



Dr. Frank Morgner

Telefon +49 331 568-3335
Fax +49 331 568-3000
frank.morgner@iap.fraunhofer.de

Dr. André Geßner

Telefon +49 331 568-3331
Fax +49 331 568-3000
andre.gessner@iap.fraunhofer.de

Prof. Dr. Hans-Gerd Löhmannsröben

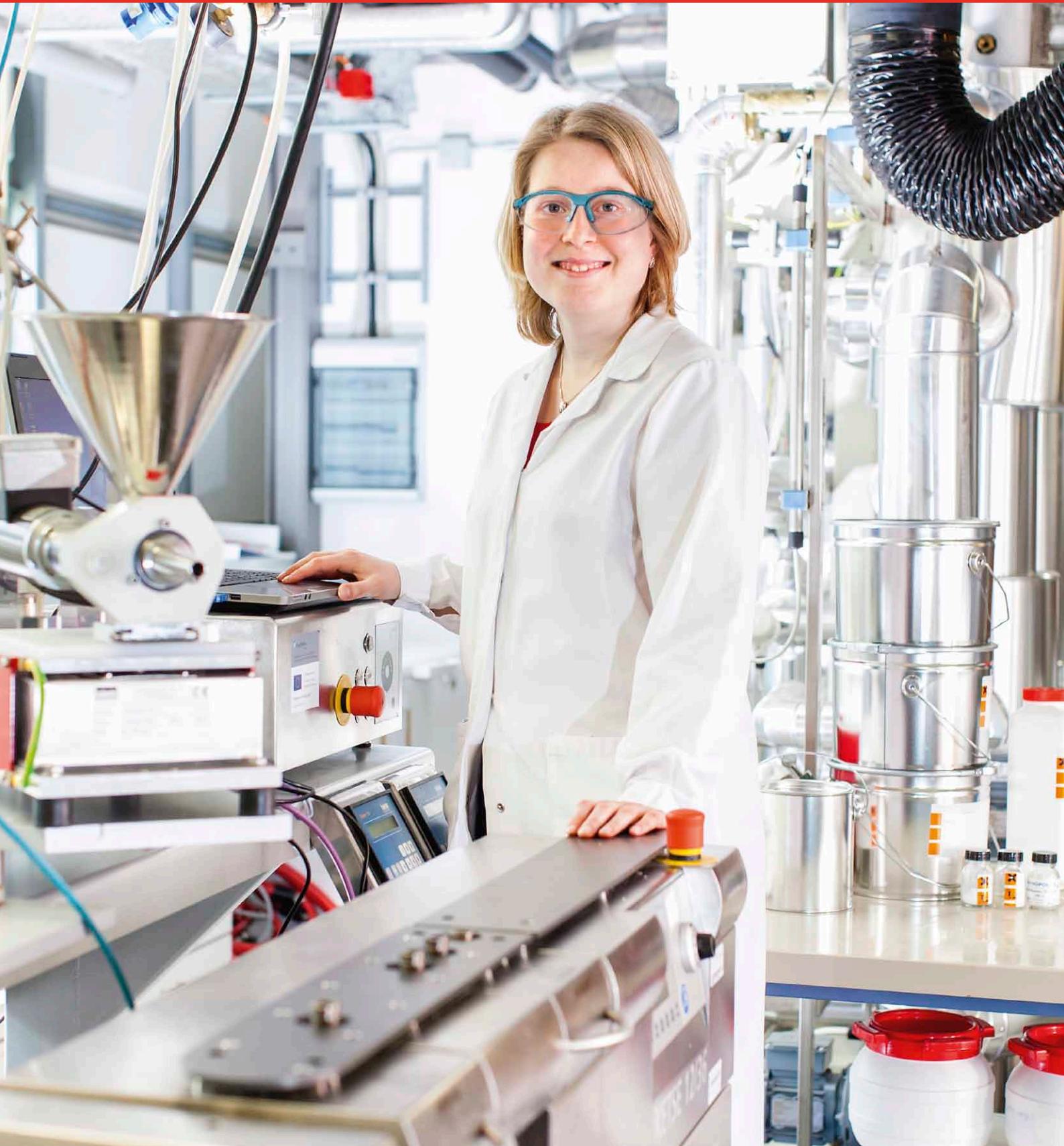
Telefon +49 331 977-5222
Fax +49 331 977-5058
hans-gerd.loehmannsroeben@iap.fraunhofer.de

SYNTHESE- UND POLYMERTECHNIK

SYNTHESIS AND

POLYMER TECHNOLOGY

- 64 Weiterentwicklung der Forschungs- und Entwicklungsziele**
Further development of our R&D targets
- 68 Anwendungen und Dienstleistungen**
Applications and services
- 70 Formaldehydfreie Aminoharze**
Formaldehyde free amino resins
- 72 Biobasierte Polyamide für Werkstoffcomposite mit Lignocellulosefasern**
Biobased polyamides for material composites with lignocellulose fibers
- 74 Poröse und porenfreie lösemittelstabile Polymermembranen aus umweltverträglichen Lösungsmitteln**
Porous and pore-free organic solvent-stable polymer membranes made from environmentally friendly solvents



WEITERENTWICKLUNG DER FORSCHUNGS- UND ENTWICKLUNGSZIELE

Stofforientierte und technologiegetriebene Forschung auf dem Gebiet der Polymersynthese und Polymertechnik bildet die Grundlage für die strategische Ausrichtung des Forschungsbereichs. Neben Forschungsarbeiten auf dem Gebiet der Synthese erdölbasierter Polymersysteme für spezifische Anwendungen erlangte in den vergangenen Jahren die Entwicklung von neuartigen biobasierten Kunststoffen wachsende Bedeutung. Parallel zu den Synthesearbeiten werden neue Polymersyntheseprozesse mit Blick auf verbesserte Effizienz entwickelt und klassische Syntheseprozesse analysiert und optimiert. Mit gleichem Stellenwert beschäftigen wir uns mit der Entwicklung und Einführung neuartiger Technologien im Bereich Polymerpartikelbildung. Neben der Fortschreibung dieser erfolgreichen FuE-Ziele sind neue Geschäftsfelder eröffnet worden, die das Portfolio des Forschungsbereichs in sinnvoller Weise ergänzen. Die Membrantechnologie ist eine der neuen FuE-Richtungen, die etabliert wurde. Darüber hinaus sind die Forschungsarbeiten auf dem Biokunststoffgebiet mit Blick auf eine Erweiterung der Wertschöpfungskette durch Aktivitäten zur Verarbeitung von Biokunststoffen ergänzt worden. Die Marktnähe dieser Aktivitäten wird schon allein durch die Standortwahl des Verarbeitungstechnikums für Biopolymere auf dem Gelände der BASF Schwarzheide GmbH deutlich.

Biobasierte Polymersysteme

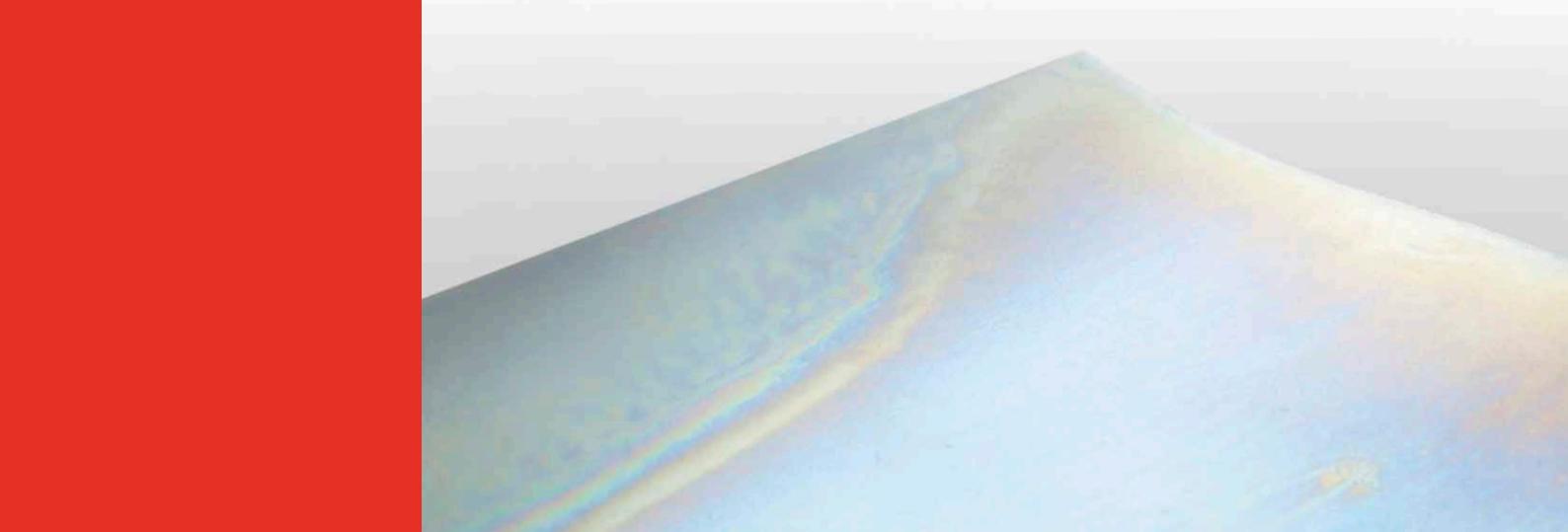
Obwohl der Anteil von Biokunststoffen am Gesamtkunststoffmarkt nach wie vor marginal ist, deuten die überproportionalen Wachstumsraten doch auf eine zunehmende Akzeptanz dieser Kunststoffklasse hin, so dass den Biokunststoffen längerfristig eine zunehmende Bedeutung beigemessen werden kann. Die Industrialisierung von biobasierten Kunststoffen ist heute am weitesten bei Polylactid (PLA) fortgeschritten. Mit einer Jahresproduktion von etwa 150 000 Tonnen beherrscht NatureWorks (USA) nach wie vor allein den PLA-Markt, der insbesondere durch Anwendungen im Verpackungsbereich geprägt wird. In den vergangenen Jahren sind jedoch mit der Inbetriebnahme von Pilot- oder Demonstrationsanlagen weltweit bemerkenswerte Aktivitäten auf diesem Gebiet vorangebracht worden, die auch auf die Erweiterung des Anwendungspotenzials von PLA-basierten Kunststoffen ausgerichtet sind. Mit der Industrialisierung einer effizienten biotechnologischen Herstellung von D-Milchsäure sind inzwischen entscheidende Voraussetzungen

geschaffen worden, um die Materialeigenschaften von PLA variabler gestalten zu können.

Eigene FuE-Arbeiten zu biobasierten Kunststoffen werden schwerpunktmäßig auf Fragestellungen fokussiert, die auf attraktive Applikationen von PLA-Typen der dritten Generation mit verbesserten Gebrauchseigenschaften zielen. Im Mittelpunkt stehen dabei Untersuchungen zur Steuerung der Polymerstruktur beispielsweise über die Synthese maßgeschneiderter sc- und sb-PLA-Typen oder Hybride mit synthetischen Polymeren. Innerhalb des Spitzenclusters BioEconomy Mitteldeutschland ist der Forschungsbereich mit einem Verbundprojekt zur Entwicklung neuartiger WPC-Materialien beteiligt. Aufgabe des Fraunhofer IAP ist hierbei die Synthese einer teilbiobasierten Polyamidmatrix, wobei eine optimale Schmelztemperatur und sehr gute mechanische Eigenschaften die Zielgrößen darstellen.

Partikelanwendungen

Die Mikroverkapselung von Wirkstoffen und Additiven sowie die Synthese und das Design von Latexpartikeln gehören zu den Kernkompetenzen der Abteilung Mikroverkapselung/ Partikelanwendungen. Die hier existierenden Kenntnisse und Erfahrungen konnten wiederum in einer Reihe von Industriuprojekten angewandt werden und führten zur erfolgreichen Lösung sehr unterschiedlicher applikationsnaher FuE-Aufgabenstellungen. Generell zeigt sich, dass ein nach wie vor hohes Potenzial für den Einsatz von Kapseln und Partikeln vom Mikro- bis in den Nanometerbereich in den verschiedensten Anwendungsbereichen besteht. So sind neben Projekten auf bekannten Anwendungsfeldern auch Fragestellungen zu interessanten neuen Applikationen bearbeitet worden. Auf eines dieser neuen Applikationsfelder zielte ein gemeinsames Forschungsprojekt mit dem Fraunhofer ISC und den Max-Planck-Instituten für Eisenforschung und Polymerforschung zur Entwicklung eines »intelligenten« Korrosionsschutzsystems. Durch Kombination spezifischer Verzinkungen, hybrider Nanocompositwerkstoffe und neuer Wirkstoffcontainer ist es gelungen, aktive Schichtverbunde herzustellen, die bei applikationsspezifischer Freisetzung der Heilungskomponenten Defekte ortsselektiv ausheilen. Mit großem Engagement wird die im Jahr 2009 gegründete Technologieplattform Mikroverkapselung betrieben. In Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer IAO trägt sie zur Verbesserung



des Technologietransfers von Verkapselungsverfahren und Kapselapplikationen bei. Die teilnehmenden Unternehmen erhalten im Rahmen der Plattform einen kompakten Einblick in die neuesten Entwicklungen auf diesem Gebiet.

Im Zusammenhang mit neuen gesetzlichen Rahmenbedingungen, die zukünftig auf weitere Einschränkungen bis hin zum Verbot von Formaldehydemissionen auf Werkstoffen zielen, sind neue Syntheseansätze zur Darstellung formaldehydfreier Melaminharzsysteme entwickelt und erfolgreich umgesetzt worden. In einem Verbundvorhaben mit dem Fraunhofer WKI ist es gelungen, auf Basis dieser neuartigen Harzsysteme innovative Holzwerkstoffe zu entwickeln, die in ihren mechanischen Eigenschaften vergleichbar mit den Marktprodukten bzw. in einigen Parametern diesen sogar überlegen sind. Aufgrund der chemischen Struktur der hierzu verwendeten neuartigen Leimharze ist eine Formaldehydemission ausgeschlossen.

Membrantechnologie

Membranen und Membrantrennverfahren sind heute als technologiebestimmende Trennverfahren in der Industrie, einschließlich der Umweltindustrie, etabliert. Mit dem Ziel, Trennprozesse kostengünstiger zu gestalten, ist die Suche nach Lösungen für in Fluss und Selektivität verbesserte Membranen ein aktuelles Problem bei FuE. Neben der Kostensenkung bei etablierten Membranverfahren ist die Entwicklung von Membranen mit verbesserter chemischer Beständigkeit oder Stabilität gegenüber organischen Lösungsmitteln für die Erschließung von neuen Anwendungsfeldern von gleichbeachtiger Bedeutung. Die erkennbaren FuE-Potenziale im Bereich Membrantechnologie waren Ausgangspunkt für die Aufnahme von Forschungsaktivitäten. Zur Absicherung der experimentellen Basis wurden erhebliche Investitionsmittel aufgewendet, um entsprechende Entwicklungsarbeiten zur Darstellung von Polymermembranen für den Bereich Gas- und Flüssigkeitstrennung angehen zu können. Auf einer kontinuierlich arbeitenden Membranziehmaschine mit einer Breite von 30 Zentimetern können poröse oder integral asymmetrische Membranen nach dem Fällbadverfahren hergestellt werden. In einem Folgeschritt werden die Membranen mittels eines speziellen und an die Leistungen der Ziehmaschine angepassten Waschbades von Restlösemittel-

mengen befreit. Die benötigte Analytik bzw. Qualitätskontrolle poröser Membranen wird durch die üblichen Methoden wie Messung der Porosität und Porengröße mittels Porometer, Messung des Gasflusses bzw. Fluss von Flüssigkeiten erreicht. Die Gastrenneneigenschaften Permeanz, Diffusions- und Lösichkeitsparameter nichtporöser Membranen werden durch eine Membrantestanlage mit Reingasen gemessen.

Biopolymerverarbeitungstechnikum

Mit dem Verarbeitungstechnikum für Biopolymere am Standort Schwarzeide vertieft und erweitert das Fraunhofer IAP seine Kernkompetenzen im Bereich der Materialentwicklung bei biobasierten Kunststoffen. Dabei sollen insbesondere mittelständische Kunststoffverarbeiter bei der Erweiterung ihrer Produktpalette auf biobasierte Materialien unterstützt werden. Für die Standortentscheidung war auch die Nachbarschaft zur Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus-Senftenberg ein entscheidender Faktor, da mittelfristig die Verknüpfung der Leitung der Außenstelle mit einer Professur für Kunststofftechnik am Standort Senftenberg angestrebt wird. Im Fokus stehen moderne Verarbeitungstechnologien für Anwendungen im Verpackungssektor (Flach- und Blasfolienanlagen). Darüber hinaus sind sowohl klassische Technologien wie Spritzguss oder Extrusion als auch kunststoffspezifische Analyse- und Prüfmethoden verfügbar. Für die Anlagen- und Geräteausstattung sind vom Land Brandenburg über eine Fördermaßnahme bisher Investitionsmittel von einer Million Euro zur Verfügung gestellt worden. Eine Erweiterung der Verarbeitungstechnologien (u.a. Blasformen und 3D-Druck) wird 2014 über ein weiteres Landesinvestitionsprojekt realisiert werden können.

Nach Inbetriebnahme der Anlagen und der Analyse-/Prüftechnik sind im September 2013 die Arbeiten zu den Teilkomplexen Folienverarbeitung von Biokunststoffen innerhalb des vom Bundesministerium für Landwirtschaft, Ernährung und Verbraucherschutz (BMELV) über die Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe (FNR) geförderten Verbundvorhabens »Verarbeitung von biobasierten Kunststoffen und Errichtung eines Kompetenznetzwerks im Rahmen des Biopolymernetzwerks bei der FNR« angelaufen.

FURTHER DEVELOPMENT OF OUR R&D TARGETS

Material-oriented and technology-driven research in the area of polymer synthesis and polymer technology forms the basis for the strategic direction of this research division. In addition to carrying out research work in the synthesis of petroleum-based polymer systems for specific applications, the development of innovative biobased plastics has been gaining in importance over the past few years. Our synthesis work is supplemented by the development of new polymer synthesis processes aimed to improve efficiency and the analysis and optimization of traditional synthesis processes. The same importance is placed on developing and introducing innovative technologies in the area of polymer particle formation. In addition to updating our successful R&D targets, new business areas have opened up that enhance the research divisions portfolio in a meaningful way. Membrane technology is one of the newly established R&D fields. Research has also expanded in the area of bioplastics with a view to enhancing the value chain through activities centered on processing bioplastics. The market proximity of these activities is illustrated by the choice in location for the Processing Pilot Plant for Biopolymers at the BASF site in Schwarzheide.

Biobased polymer systems

Despite the fact that bioplastics still only make up a small proportion of the overall plastics market, above-average growth rates clearly illustrate the increasing acceptance of this class of plastics and the important role bioplastics will play in the future. The industrialization of biobased plastics is most advanced for polylactide (PLA). NatureWorks (USA) continues to dominate the PLA market, particularly in the area of packaging applications, producing around 150,000 tons. Recently, with the commissioning of pilot and demonstration plants around the world, significant activities in this area that have been directed at expanding the application potential of PLA-based plastics. The industrialization of an efficient bio-tech process for producing D-lactic acid has laid the essential foundations to more effectively vary the material properties of PLA.

Our own R&D work on biobased plastics focuses on attractive applications for third generation PLA grades that have improved performance characteristics. Focus is placed on investigating ways to control the polymer structure, for example, by synthesizing made-to-measure sc and sb PLA grades or hybrids with synthetic polymers.

As part of the leading-edge cluster BioEconomy in central Germany, this research unit is participating in a collaborative research project to develop innovative WPC materials. Here the task of the Fraunhofer IAP is to synthesize a partially biobased polyamide matrix with the aim of achieving an optimum melting temperature and excellent mechanical properties.

Particle applications

Microencapsulation of active ingredients and additives, and the synthesis and design of latex particles, are just some of the core competencies of the department for microencapsulation/particle applications. We have been able to put our expertise and experience to use in a series of industry projects which have led to successful solutions to various application-related R&D issues. In general there is still a high potential for capsules and particles on a micro- and nanoscale in a wide variety of applications. In addition to projects in well-known application areas, issues relating to interesting new applications are being addressed. A collaborative research project, carried out by the Fraunhofer ISC and the Max Planck Institutes for Iron Research and Polymer Research, is developing a "smart" corrosion protection system in one of these new application fields. By combining specific zinc coatings, hybrid nanocomposite materials and new active ingredient containers, we have been able to create active multilayer composites that selectively heal defects by releasing the healing components on an application-specific basis. We are greatly committed to the microencapsulation technology platform which was founded in 2009. Operated in collaboration with the Fraunhofer IAO, the platform contributes to improving technology transfer of encapsulation processes and capsule applications. As part of the platform, participating companies receive a compact overview of the latest developments in this field.

In line with new legal requirements that aim to further restrict and ultimately prohibit future formaldehyde emissions for materials, new synthesis approaches have been developed and successfully implemented for the production of formaldehyde free melamine resin systems. In a collaborative research project with the Fraunhofer WKI we were able to develop innovative wood materials based on these innovative resin systems whose mechanical properties are comparable with, and in some parameters even superior to, market products. Due to the chemical structure of the new types of resins used here, formaldehyde emissions can be eliminated.

Membrane technology

Today membranes and membrane separation processes are established technology-determining separation processes in industry and in the environmental industry. With the aim of making separation processes less expensive, R&D is currently seeking to develop membranes that have improved flow and selectivity. Developing membranes with a chemical resistance and stability that is better than organic solutions, is just as important as lowering the costs of established membrane processes so that new fields of application can open up. The recognized R&D potential in the area of membrane technology was the reason for establishing research activities in this area. A considerable amount of funding was released in order to set up the basis for producing polymer membranes to separate gases and liquids. Using the precipitation bath method, porous and integrally asymmetric membranes can be produced on a 30 centimeter wide, continuously running membrane casting machine. In a subsequent step, the membranes are freed of residual solvent quantities using a special processing bath that is tailored to the capacities of the casting machine. The analysis and quality control of porous membranes is conducted using conventional methods such as measuring porosity and pore size using a porometer, measuring gas flow and measuring the flow of liquids. The gas separation properties permeance, diffusion and solubility of non-porous membranes are measured in a membrane testing plant with clean gases.

Pilot plant for biopolymer processing

The Processing Pilot Plant for Biopolymers Schwarzheide has allowed the Fraunhofer IAP to strengthen and expand its core competencies in the area of material development of biobased plastics. The aim is to support medium-sized plastic processors in expanding their range of products to include biobased materials. The close proximity to Brandenburg University of Technology Cottbus-Senftenberg was a decisive factor in selecting the site since a medium-term goal was to combine the management of the branch office with a professorship in plastics technology at the Senftenberg site.

Focus is on modern processing technologies for applications in the packaging industry (cast and blown film lines). In addition, both conventional technologies, like injection molding and extrusion, as well as plastic-specific analysis and testing methods are available. The State of Brandenburg has provided a one million euro grant for plants and equipment. The processing technologies (including blow molding and 3D printing) will be extended in 2014 through another state investment project. Once the plants and analysis and testing equipment were up and running, work began in September 2013 to improve film processing technologies for bioplastics as part of the collaborative research project "Processing of Biobased Plastics and Establishment of a Competency Network within the Biopolymer Network organized by the FNR". The project is funded by the Federal Ministry of Food Agriculture and Consumer Protection (BMEL) through the Agency for Renewable Resources.

ANWENDUNGEN UND DIENSTLEISTUNGEN

Synthese von Polymeren	Mikroverkapselung und Partikelanwendungen	Membrantechnologie
<p>Produktentwicklung</p> <ul style="list-style-type: none"> – Aminoharze – C-Kettenpolymere – Synthetische und biobasierte Polyester, Polyamide, Polyurethane <p>Prozessentwicklung</p> <ul style="list-style-type: none"> – Herstellung von Compounds durch in situ-Prozesse – Optimierung technischer Polymersyntheseprozesse – Polykondensation in Lösung und Schmelze – Polymersynthesen und Polymermodifizierung durch Reaktivextrusion – Radikalische Polymerisation in Lösung, Masse und in Heterophasensystemen – Synthese von Polymeren durch Polyaddition <p>Charakterisierung</p> <ul style="list-style-type: none"> – Bestimmung der Molmassenverteilung von Polymeren in organischen Lösungsmitteln – Bestimmung der thermischen Eigenschaften von Polymeren (TGA/DSC) – Rheologische Charakterisierung von Polymerschmelzen, Dispersionen und Lösungen (Rotations- und Oszillationsrheometer) 	<p>Partikelsynthese</p> <ul style="list-style-type: none"> – Einschlusspolymerisation von Pigmenten, Fluoreszenzmarkern und Wirkstoffen – Morphologiekontrollierte Heterphasenpolymerisation – Oberflächenmodifizierung synthetischer Polymerkolloide (Ligandenkopplung, Ausrüstung als Biomolekülträger) – Reaktive und nichtreaktive Mikroverkapselung von Wirkstoffen und Additiven (Pharmaka, Lebens- und Futtermittelergänzungssstoffe, Kunststoffadditive, Reaktionskomponenten für Kleb- und Dichtstoffe und andere Komponenten) <p>Charakterisierung</p> <ul style="list-style-type: none"> – Abbau- und Freisetzungstudien für Wirkstoffträger und mikroverkapselte Wirkstoffe/Additive – Bestimmung der Oberflächenladungsdichte kolloidaler Dispersionen – Bestimmung von Partikelgrößen und -größenverteilung – Elektrokinetische Charakterisierung kolloidaler Dispersionen (Strömungspotenzial, elektrophoretische Mobilität, Zetapotenzial) 	<p>Materialsynthese</p> <ul style="list-style-type: none"> – Metallorganische Gerüststoffe (MOFs) – Polykondensate (Polyimide, Polymere mit inherenter Mikroporosität (PIMs) etc.) <p>Membranentwicklung</p> <ul style="list-style-type: none"> – Herstellung von Dünnfilm-Compositmembranen – Herstellung von Flachmembranen

APPLICATIONS AND SERVICES

Polymer synthesis

Product development

- amino resins
- C-chain polymers
- synthetic and biobased polyesters, polyamides, polyurethanes

Process development

- manufacturing of compounds in situ processes
- optimization of technical polymer synthesis processes
- polycondensation in solution and melt
- polymer synthesis and polymer modification through reactive extrusion
- radical polymerization in solution, in bulk and in heterophase systems
- synthesis of polymers through polyaddition

Characterization

- determination of molecular weight distribution of polymers in organic solvents
- determination of thermal properties of polymers (TGA/DSC)
- rheological characterization of polymer melts, dispersions and solutions (rotational viscometer and oscillation rheometer)

Microencapsulation and Particle applications

Particle synthesis

- inclusion polymerization of pigments, fluorescence markers and active substances
- morphology controlled heterophase polymerization
- surface modification of synthetic polymer colloids (ligand coupling, equipment as biomolecular carriers)
- reactive and non-reactive microencapsulation of active ingredients and additives (pharmaceuticals, food and feed supplements, plastic additives, reaction components for adhesives and sealants and other components)

Characterization

- degradation and release studies for carrier systems and microencapsulated active ingredients and additives
- determination of particle size and particle size distribution
- determination of surface charge density of colloidal dispersions
- electro-kinetic characterization of colloidal dispersions (streaming potential, electrophoretic mobility, zeta potential)

Membrane technology

Material synthesis

- metal organic frame works (MOFs)
- polycondensates (polyimides, polymers of intrinsic microporosity (PIMs) etc.)

Membrane development

- flat sheet membrane preparation
- preparation of thin film composite membranes

Kontakt Contact

Forschungsbereichsleiter
Synthese- und Polymertechnik
Division director
Synthesis and Polymer Technology



Dr. Mathias Hahn
Telefon +49 331 568-1320
Fax +49 331 568-3000
mathias.hahn@iap.fraunhofer.de

Mikroverkapselung/
Partikelanwendungen
Microencapsulation/
Particle Applications

Dipl.-Ing. Monika Jobmann
Telefon +49 331 568-1213
Fax +49 331 568-3000
monika.jobmann@iap.fraunhofer.de

Polymersynthese
Polymer Synthesis

Dr. Antje Lieske
Telefon +49 331 568-1329
Fax +49 331 568-3000
antje.lieske@iap.fraunhofer.de

Membrantechnologie
Membrane Technology

Dr. Detlev Fritsch
Telefon +49 331 568-1515
Fax +49 331 568-3000
detlev.fritsch@iap.fraunhofer.de

Biopolymerverarbeitung Schwarzheide
Biopolymer Processing Schwarzheide

Dr. Mathias Hahn
Telefon +49 331 568-1320
Fax +49 331 568-3000
mathias.hahn@iap.fraunhofer.de



Resin type	Temperature at onset of curing process [°C]
Melamine-formaldehyde resin (standard), catalyzed (pH 5)	103.5
Melamine-glycolic aldehyde/glyoxal resin, catalyzed (pH 5)	79.1

2

Formaldehydfreie Aminoharze

Aminoharzprodukte | Aminoharze sind seit langem eingeführte Materialien mit einem attraktiven Preis-Leistungs-Verhältnis. So finden z. B. Melamin-Formaldehyd-Harze (Melaminharze) aufgrund ihrer ausgezeichneten Oberflächeneigenschaften (Härte, Glanz) vor allem bei der Beschichtung von Holzwerkstoffen sowie als Komponenten von ofenhärtenden Lacken Anwendung. Darüber hinaus werden Aminoharze in breitem Umfang bei der Nassfestausrüstung von Papier, als Textilhilfsmittel, als Bindemittel in der Holzwerkstoffherstellung sowie bei Formmassen und Laminaten eingesetzt. Weiterhin werden Aminoharze als Wandmaterial bei der Mikroverkapselung genutzt. Nachteilig ist die von Formaldehyd ausgehende gesundheitliche Belastung. Formaldehyd ist zurzeit gemäß der europäischen Verordnung über die Einstufung, Kennzeichnung und Verpackung von Stoffen und Gemischen als Gefahrstoff mit krebserzeugenden Eigenschaften der Kategorie 2 eingestuft. Geplant ist eine Einstufung in die Kategorie 1 B (wahrscheinlich krebsfördernd). Die Verabschiedung dieses Beschlusses im April 2014 führt dazu, dass Harze auf Basis von Formaldehyd in Deutschland bzw. der EU nicht mehr ohne weiteres verarbeitet werden können. Alternative Aldehyde mit geringerem Gesundheitsrisiko, wie z. B. Glyoxylsäure oder Glykolaldehyd, sind bekannt [1], werden allerdings bisher nur eingeschränkt zur Synthese von Aminoharzen eingesetzt.

Glykolaldehyd als Ersatz für Formaldehyd | Nach dem Stand der Technik ist bekannt, dass Glykolaldehyd und Glycerinaldehyd durch Umpolung aus Paraformaldehyd als Zwischenprodukte zur Herstellung von Kohlenhydraten eingesetzt werden können. Diese Aldehyde sind jedoch nicht lagerstabil. Zur Vermeidung einer weitergehenden Reaktion der Aldehyde wurde deshalb ein Verfahren entwickelt, das den Umpolungskatalysator deaktiviert und damit die Lagerstabilität erhöht. Die Synthese erfolgt in Druckreaktoren (Fig.1). Aus dem Paraformaldehyd konnten Glykolaldehyd und Glycerinaldehyd hergestellt werden, die sich zur Aminoharsynthese eignen. Aminoharze auf der Basis von Glykolaldehyd werden bisher nicht eingesetzt. Ein Nachteil dieser Harze ist eine etwas verringerte Reaktivität.

Reaktivitätssteigerung | Setzt man Aldehyde wie Glykolaldehyd zur Synthese von Aminoharzen ein, ist die sterische Hinderung im Vergleich zu Formaldehyd vergrößert, was zu einer Verringerung der Reaktivität und demzufolge längeren Härtungszeiten führt. Es wurde eine Methode entwickelt, bei der Glykolaldehyd genutzt wurde, um an Amiden Schutzgruppen aufzubauen. Bei einer anschließenden Anlagerung von Dialdehyden wie Glyoxal bleibt unter optimierten Reaktionsbedingungen ein großer Anteil der Aldehydgruppen neben den sekundären Amidgruppen erhalten (Fig. 3). Anwendungsuntersuchungen haben gezeigt, dass diese Harze bei der Härtung eine selbst im Vergleich zu klassischen Formaldehydharzen erhöhte Reaktivität aufweisen (Fig. 2). Neben Glykolaldehyd sind weitere Monoaldehyde wie Dimethoxyglyoxal, Glyoxylsäure oder Glycerinaldehyd als Aldehydkomponente gleichermaßen geeignet.

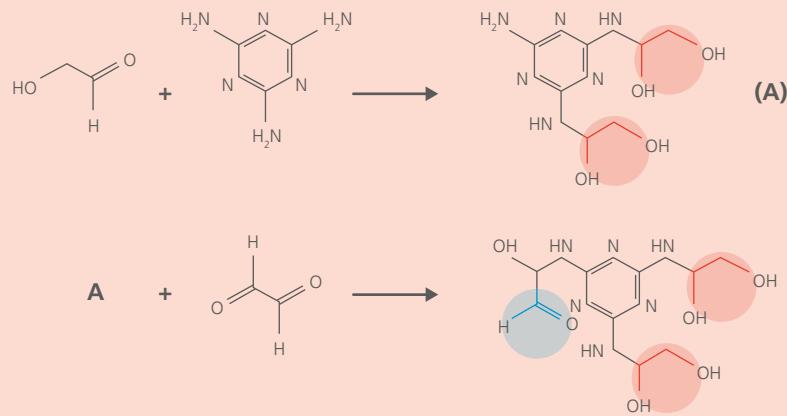
Literatur Literature

- [1] L. Nitschke, T. Göen, W. Völkel, H. Drexler, H. Fromme: *Belastung der allgemeinen Bevölkerung mit Glykolen/Glykolethern*, Studie des bayrischen Umweltbundesamts 2010, http://www.lgl.bayern.de/gesundheit/arbeitsplatz_umwelt/projekte_a_z/doc/glykol_bericht_kurz.pdf (2010)

1 Pressure reactors for synthesizing glycolaldehyde.

2 Curing temperatures of melamine-glycolic aldehyde/glyoxal resin compared to those of melamine formaldehyde resins.

3 Synthesis of formaldehyde free melamine resins. Use of protective groups (red) to stabilize free aldehyde groups (blue).



3

Formaldehyde free amino resins

Amino resin products | Amino resins have been well recognized and widely acknowledged materials for a long time due to their excellent price/performance ratio. Melamine formaldehyde resins (melamine resins), for example, are extensively used in coating wood-based materials and are the main components in oven-hardening coatings because of the excellent properties (hardness and gloss) of the resulting surfaces. Furthermore, amino resins are also widely used in gluing particle boards, as a textile auxiliary, as binders for wood-based materials, in molding compositions and in laminates. An essential drawback of melamine formaldehyde resins is the health risk related to the free formaldehyde remaining in the cured product. Formaldehyde is currently classified as a category 2 hazardous substance with cancer-causing properties (according to the EU Regulation on Classification, Labelling and Packaging of Substances and Mixtures). A reclassification to category 1B (probably carcinogenic) is planned for April 2014. Therefore, the use of formaldehyde-based resins in Germany and Europe will soon be restricted. There are alternative aldehydes, e.g. glyoxylic acid and glycolaldehyde, that have a considerably lower health risk according to a study by the Bavarian Environmental Agency in 2010 [1]. However, so far they have only been applied to a limited extent in amino resin synthesis.

Glycolic aldehyde to replace formaldehyde | It is known that glycolaldehyde and glyceraldehyde made from paraformaldehyde can be used as intermediates to produce carbohydrates. The process leading to the formation of these aldehydes is known in organic chemistry as *umpolung*, or polarity inversion. Glycolaldehyde and glyceraldehyde are considered to be good candidates for the synthesis of formaldehyde free amino resins; however, the two substances demonstrate very low storage stability which would be a big disadvantage for a potential product. To overcome this problem, a process has been developed that deactivates the *umpolung* catalyst leading to a sufficient increase in the stability of the two substances. As a result, stable glycolaldehyde and glyceraldehyde can be produced and successfully employed as the main components in the production of a new type of formaldehyde free amino resin. The synthesis of the new formaldehyde free amino resins can be carried out in a simple pressure reactor (Fig.1). Compared to formaldehyde-based amino resins, the new formaldehyde free resins demonstrate a slightly reduced reactivity.

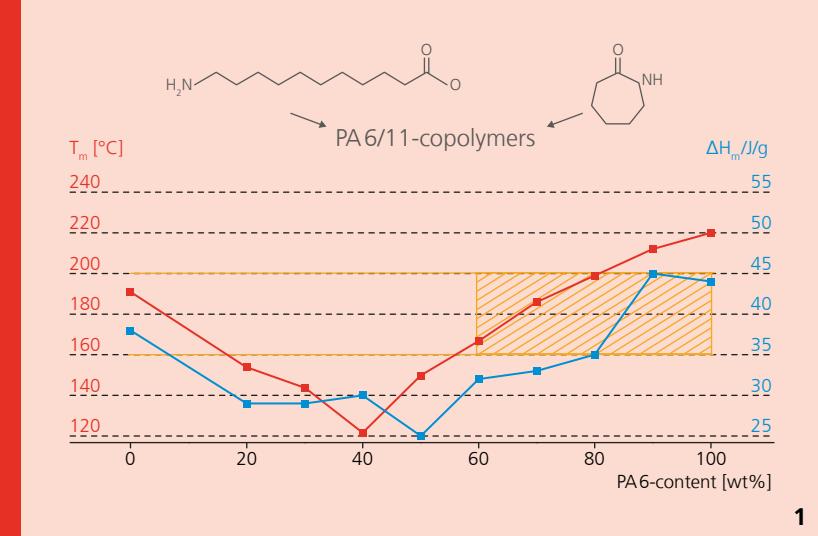
Increasing reactivity | As a result of steric hindrance, the reactivity of glycolaldehyde and other monoaldehydes is lower than that of formaldehyde. This would generally lead to longer unwanted resin curing times. To overcome this hurdle, a process to prepare a new type of resin precursor has been developed. In the first step of the process, amides react with monoaldehydes (e.g. glycolaldehyde, dimethoxyglyoxal, glyoxylic acid, glyceraldehyde) in order to introduce protective groups to the amide groups. Then, a dialdehyde (e.g. glyoxal) is added (Fig. 3). Under optimized reaction conditions, this leads to the formation of a resin precursor with a high content of the free aldehyde groups located on the secondary amide groups. Tests have shown that these amino resins have an even higher reactivity than traditional formaldehyde-based amino resins (Fig. 2).

Kontakt Contact



Dr. Frank Börner

Telefon +49 331 568-1221
Fax +49 331 568-3000
frank.boerner@iap.fraunhofer.de



1 Melting point and enthalpy of fusion of PA6/11 copolymers and PA6 and PA11 homopolymers.

2 Modulus of elasticity of freshly molded and conditioned polyamides.

3 Modulus of elasticity and tensile strength of conditioned polyamides.

1

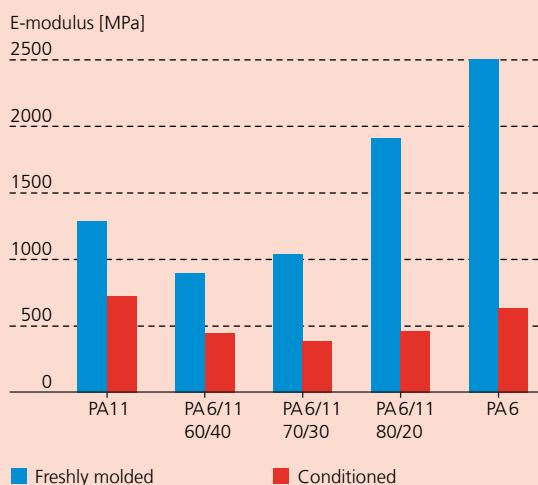
Biobasierte Polyamide für Werkstoffcomposite mit Lignocellulosefasern

Wood-Plastic-Composites (WPC) sind thermoplastisch verarbeitbare Verbundwerkstoffe aus Holz, Kunststoffen und Additiven, die in Mitteleuropa aus 50–70 Prozent Holzmehl und vorzugsweise Polypropylen (erdölbasiert) bestehen. Sie nehmen eine Stellung zwischen gefüllten Kunststoffen und duroplastisch gebundenen Holzwerkstoffen (z. B. Spanplatten) ein. Um den Anteil an nachwachsenden Rohstoffen weiter zu steigern, soll die Verwendung einer teilweise oder vollständig biobasierten Polymermatrix evaluiert werden. Dabei muss die Verarbeitungstemperatur des Polymers unterhalb von 200 °C liegen, um eine Schädigung der Holzfasern zu vermeiden. Neben ausreichenden mechanischen Eigenschaften der Matrix ist auch deren Kompatibilität mit den Holzfasern für die Performance der WPC wesentlich.

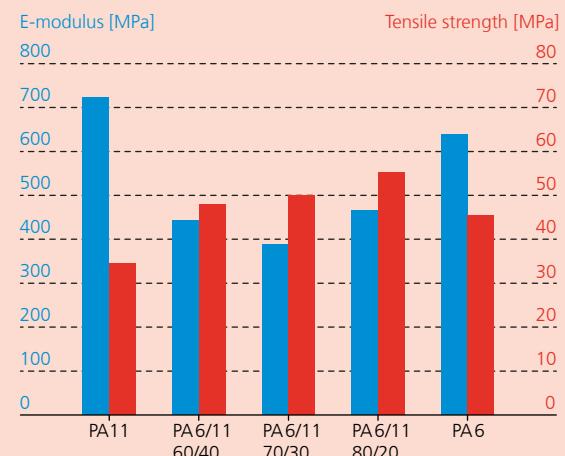
Ein vielversprechender Ansatz sind PA 6/11-Copolymere aus biobasierter 11-Aminoundecansäure und derzeit noch erdölbasiertem ϵ -Caprolactam. Im Idealfall können sie die Vorteile von PA 11 (geringe Verarbeitungstemperatur und Wasseraufnahme) und PA 6 (relativ geringer Preis) in sich vereinigen. Obwohl der Polykondensation von ϵ -Caprolactam eine Ringöffnung vorausgehen muss, wurde festgestellt, dass sich beide Komponenten problemlos copolymerisieren lassen. Die Zusammensetzung der Copolymere entspricht der des Feeds; die PA 6- und PA 11-Einheiten sind in den Copolymeren annähernd statistisch verteilt (^{13}C -NMR). Besonders interessant ist das Schmelz- und Kristallisierungsverhalten der Copolymere. Die Schmelztemperaturen der verschiedenen PA 6/11 liegen zwischen 120 °C und 210 °C und durchlaufen das Minimum bei einer Zusammensetzung von PA 6/PA 11 = 40/60 Masseprozent. Neben dem Schmelzpunkt wird auch das Kristallisierungsverhalten, das mit der Schmelzenthalpie ΔH_m korreliert, stark von der Copolymerzusammensetzung beeinflusst. Beide Parameter sind in Fig. 1 dargestellt. PA 6/PA 11 = 50/50 Masseprozent verfügt über die geringste Kristallinität. Erwartungsgemäß steigt der Kristallinitätsgrad jeweils in Richtung der Homopolymeren an. Das schraffierte Feld umfasst den Bereich der aufgrund ihres Schmelzpunktes für WPC geeigneten Copolymere.

Bauteile aus Polyamid nehmen in Abhängigkeit von ihrer Struktur unterschiedliche Mengen an Wasser auf (Konditionierung), was in der Regel zur Abnahme des Elastizitätsmoduls und der Zugfestigkeit führt, während die Schlagzähigkeit zunimmt. Wie Fig. 2 zeigt, ist dieser Effekt für PA 6 aufgrund dessen relativ hoher Polarität am größten. Die erheblichen Unterschiede zwischen den einzelnen spritzfrischen Polyamiden werden durch die Konditionierung deutlich kleiner. Der Vergleich der Elastizitätsmoduli und Zugfestigkeiten von als WPC-Matrix in Frage kommenden PA 6/11-Copolymeren zeigt, dass die Moduli kleiner, die Zugfestigkeiten jedoch größer als die der Homopolymeren sind (Fig. 3).

Auch mit Blick auf diese Parameter sind die drei ausgewählten Copolymere als Matrix für WPC geeignet. Entscheidend für die Anwendung in der Praxis werden jedoch die Verarbeitbarkeit und die Eigenschaften der resultierenden WPC sein.



2



3

Biobased polyamides for material composites with lignocellulose fibers

Wood plastic composites (WPC) are melt processible composites made of wood, plastics and additives. In Central Europe, they usually contain more than 50 percent wood flour and preferably petroleum-based polypropylene. They occupy a position between filled plastics and thermoset-bound engineered wood (e.g. particle board). We evaluate the use of a partially or fully bio-based polymer matrix to further increase the proportion of material in WPCs that comes from renewable resources. Here the processing temperature of the polymer must be below 200 °C to avoid damaging the wood fibers. The performance of the WPC material depends both on the satisfactory mechanical properties of the matrix and its compatibility with the wood fiber.

One promising approach is the PA 6/11 copolymer made from biobased 11-aminoundecanoic acid and the still petroleum-based ϵ -caprolactam. Ideally they combine both the advantages of PA11 (low processing temperature and low water absorption) and PA 6 (relatively inexpensive). Although the condensation polymerization of ϵ -caprolactam demands a prior ring-opening, it was found that both components can be copolymerized without any problems. The composition of the copolymers corresponds to that of the feed. Furthermore, PA 6 and PA 11 units are nearly randomly distributed in the copolymer (^{13}C -NMR). The melting and crystallization behavior of the copolymers is of particular interest. The melting temperatures of the various PA 6/11s range from 120 °C to 210 °C and pass through a minimum at a composition of PA 6/PA 11 = 40/60 weight percent. Furthermore, the crystallization behavior, which correlates to the melting enthalpy ΔH_m , is also greatly influenced by the copolymer composition. Both of these parameters are shown in Fig. 1. The copolymer PA 6/PA 11 = 50/50 weight percent has the lowest degree of crystallinity. As expected, the degree of crystallinity increases in the direction of both homopolymers. The shaded area shows the region with the copolymers that are suitable for processing into WPC.

Depending on their structure, components made of polyamide take up different amounts of water (conditioning), usually decreasing the modulus of elasticity and tensile strength while increasing the impact strength. As shown in Fig. 2, this effect is most pronounced in PA 6 due to its relatively high polarity. Conditioning significantly reduces the large differences between the freshly molded polyamides. Fig. 3 compares the moduli and tensile strengths of PA 6/11 copolymers that are suitable for use as a WPC matrix and the homopolymers. This shows that, while the moduli are lower, the tensile strengths are higher than those of the homopolymers.

In terms of these parameters, the three selected copolymers are suitable as a matrix for WPC. The processibility and the properties of the resulting WPC play an essential role, however, if the application is to be put into practice.

Kontakt Contact



Dr. Elke Mitzner

Telefon +49 331 568-1214
Fax +49 331 568-3000
elke.mitzner@iap.fraunhofer.de

Dr. Antje Lieske

Telefon +49 331 568-1329
Fax +49 331 568-3000
antje.lieske@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

– Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF), FKZ 031A076A

Kooperation Collaboration

– Fraunhofer IWM, Halle
– Herotron E-Beam Service GmbH, Bitterfeld-Wolfen



1 Membrane casting machine.

2 Characteristics of PAN membranes.

3 Scanning electron micrographs of membranes.

- a Cross section of a coated membrane made from DMSO/1,3-dioxolane.
- b Detail of the upper part of 3a showing the thickness of the separation layer of about 400 nm.
- c Cross-section of a solvent stable membrane.
- d The surface of the solvent stable membrane in 3c.

Poröse und porenfreie lösemittelstabile Polymermembranen aus umweltverträglichen Lösungsmitteln

Polymermembranen werden meist aus Gießlösungen durch einen Fällprozess hergestellt. Dazu wird ein Polymer, nach dem Stand der Technik, in Lösung gebracht, in einer definierten Schichtdicke auf einen Träger aufgetragen und durch einen Fällprozess in die gewünschte Form umgewandelt. Historisch bedingt werden für die Membranherstellung Lösungsmittel verwendet, die nach der Europäischen Chemikalienverordnung (REACH) als »besorgniserregend« eingestuft werden oder zu ersetzen sind. Bei der Neuentwicklung werden deshalb nur umweltverträgliche Lösemittel verwendet.

Als Basispolymer wurde Polyacrylnitril (PAN) ausgewählt, das eine gute Lösemittelstabilität zeigt und durch Vernetzung der CN-Gruppe gegenüber allen Lösungsmitteln stabilisiert werden kann. Übliche Lösemittel zur Membranherstellung aus PAN sind Dimethylformamid (DMF), Dimethylacetamid (DMAc), N-Methylpyrrolidon (NMP). Seltener verwendet wird Dimethylsulfoxid (DMSO). Nur DMSO ist nach REACH kein gefährlicher Stoff und wird als Basislösemittel gewählt. Um die Membranstruktur und besonders die Porengröße der Membran einstellen zu können, sollte das Lösungsmittel der Gießlösung in etwa theta-Bedingungen aufweisen. Dazu wird das Lösungsmittel (DMSO) mit geeigneten Zusätzen (Fällmittel, Quellmittel) versetzt, um die Lösungsmittelleigenschaften entsprechend einzustellen. Aus der großen Auswahl theoretisch möglicher Zusätze wurden nach REACH-Analyse Aceton, Diacetonalkohol, 1,3-Dioxolan, Ethyllactat, Tetraethylenglycol (TEG) und Polyethylenglycol (PEG) ausgewählt. Aus der DMSO-Lösung wurde durch Titration mit diesen Zusätzen der Trübungspunkt bestimmt und damit ein Maß für Nähe zum theta-Lösungsmittel [1, 2]. Nach diesem Verfahren wurden Gießlösungen in DMSO/Fällmittel in verschiedenen Konzentrationen angesetzt und Membranen auf der Membranziehmaschine (Fig.1) hergestellt. Die Viskosität lag im Bereich von 4–11 Pa·s. Es wurde bei einem Spalt von 200–250 µm auf ein Polyesterlies über eine Rakel kontinuierlich aufgetragen und in Wasser bei 20 °C gefällt. Die Membranen wurden heiß gewaschen und im Luftstrom getrocknet. Mit einem Porometer (Porolux 500, Porometer nv) wurden die mittlere Porengröße (mean flow pore size, MFP), der Blasenpunkt (bubble point, BP) sowie der N₂-Fluss gemessen. Der BP ist hier als Maß für die Fehlstellenfreiheit der Membran zu verstehen, die MFP ist ein Maß für die Beschichtbarkeit der Membran mit dünnen Polymerfilmen, um Dünnfilm-Compositmembranen herzustellen. Pro Versuch wurden 2–4 Meter Membran bei einer Breite von 25–35 Zentimeter hergestellt. In Fig. 2 sind weitere Parameter zur Herstellung und Charakterisierung der Membranen aufgeführt. Bei BP<40 nm und MFP<5 nm sind diese Membranen gut beschichtbar (Fig. 3a, b) und können mit entsprechender Beschichtung zur Nanofiltration eingesetzt werden [3].

Um die Membranen in Lösungsmitteln wie DMF, NMP etc. zu stabilisieren, ist eine Vernetzung der Polymerketten in der Membran erforderlich (Fig. 3c, d). Hierzu wurde ein kontinuierliches Verfahren entwickelt, das den Vernetzer der Gießlösung zusetzt und es erlaubt, die Membran nach dem üblichen Verfahren herzustellen. Durch das heiße Waschen der Membran wird die Vernetzung aktiviert und es werden lösemittelstabile Membranen erhalten. Die Verfahren der Membranherstellung wurden zum Patent angemeldet.

Literatur Literature

[1] V. Elias: *Konstitution und Lösungseigenschaften von Makromolekülen. I. Ermittlung von Θ-Lösungen*, Die Makromolekulare Chemie 50, p. 1–19 (1961)

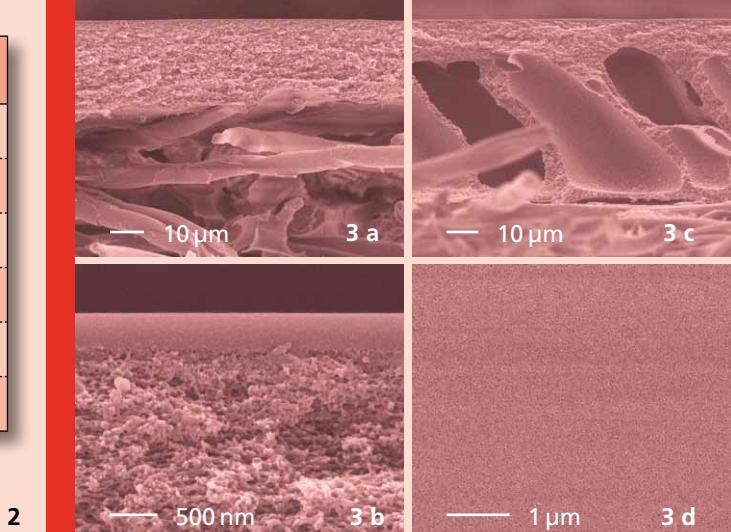
[2] W. Lau, M. Guiver, T. Matsuura: *Phase separation in polysulfone/solvent/water and polyethersulfone/solvent/water systems*, J. Membr. Sci. 59, p. 219–227 (1991)

[3] D. Fritsch, P. Merten: *Composite membrane filter*, in: EP2292317A1, pp. 17 (2011)

Additive	Additive, wt-%	N ₂ -flux*	MFP, nm	BP, nm
Acetone	20–30	200–400	20.5–23.5	30–40
Diacetone alcohol	20–28	230–340	26–31	42–100
Ethyl lactate	10–16	270	26	80
1,3-Dioxolane	20–60	250–400	21–24	28–40
1,3-Dioxolane/TEG	36**	310	24.5	31
Tetraethylene glycol (TEG)	10	280	23.1 (+/- 0.3)	37 (+/- 7)

* N₂-flux in: m³/(m²·h·bar)

** 1,3-Dioxolane/TEG at ratio 1:1



2

— 10 µm

3 a

— 500 nm

3 b

— 10 µm

3 c

— 1 µm

3 d

Porous and pore-free organic solvent-stable polymer membranes made from environmentally friendly solvents

Polymer membranes are usually produced from a casting solution using a phase inversion process. This is state of the art in membrane technology. For historical reasons most of the applied solvents are nowadays considered as hazardous (REACH legislation, since 2007) and are to be substituted. Therefore, only environmentally friendly solvents will be used in new developments.

Polyacrylonitrile (PAN) was chosen as the basic polymer due to its good solvent stability with low boiling solvents. By cross-linking the CN-groups in the PAN, the membrane can even be stabilized with high boiling solvents. Common solvents used in PAN membrane manufacturing are dimethylformamide (DMF), dimethylacetamide (DMAC) and N-methylpyrrolidone (NMP). Dimethylsulfoxide (DMSO) is less commonly used, however, according to the REACH regulations, it is a sustainable solvent and can be used as the basic solvent. In order to adjust the membrane structure and, more importantly, the pore size of the membrane, the solvent of the coating solution should have nearly theta conditions. The DMSO solvent can be adjusted to these theta conditions by adding the right additives (nonsolvents). Acetone, diacetone alcohol, 1,3-dioxolane, ethyl lactate, tetraethylene glycol (TEG) and polyethylene glycol (PEG) are selected from a wide range of possible additives based on the findings of the REACH analysis. The cloud point was determined from the DMSO solution through titration with these additives and a measure for the proximity to the theta-solvent was established [1, 2]. This method was used to prepare casting solutions of the DMSO/additive in different concentrations and membranes were manufactured on the membrane casting machine (Fig. 1). The viscosity of the casting solutions ranged from 4–11 Pa·s. The gap was set to 200–250 microns and continuous casting was performed using an adjustable casting knife on a polyester nonwoven. Precipitation occurred in water at 20 °C. The membranes were washed and dried in a hot air stream. The mean flow pore size (MFP), the bubble point (BP) and the N₂-flux were measured with a porometer (Porolux 500, Porometer nv). BP is understood here as a measure of the absence of membrane defects and the MFP is a measure of the coatability of the membrane with thin polymer films to produce thin film composite membranes. Each batch produced 2–4 meters of membrane at a width of 25–35 centimeters. Other parameters for the preparation and characterization of the membranes are listed in Fig. 2. These membranes can be easily coated with a BP < 40 nm and an MFP < 25 nm (Fig. 3a, b) and, with an appropriate coating, used for nanofiltration [3].

In order to apply the membranes in aggressive solvents such as DMSO, DMF, NMP a cross-linking of the polymer chains is required to avoid swelling and solvation (Fig. 3c, d). For this purpose, a continuous process was developed, by adding a cross-linker to the casting solution. The cross-linking is activated through hot washing and solvent-stable membranes are produced. As a consequence, cross-linked, solvent-stable membranes can be manufactured using the conventional method. Two patents were applied for these membrane fabrication processes.

Kontakt Contact



Dr. Detlev Fritsch

Telefon +49 331 568-1515

Fax +49 331 568-3000

detlev.fritsch@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

- Mittelstandsorientierte Eigenforschung (MEF) der Fraunhofer-Gesellschaft, Projekt »stabMem«

SPEZIALPOLYMERE SPECIALTY POLYMERS

- 78 Spezialpolymere: Ein neuer Name für den Forschungsbereich – was steckt dahinter?**
Specialty Polymers. A new name for the research division – why did the name change?
- 82 Anwendungen und Dienstleistungen**
Applications and services
- 84 Erkennungsschichten für polymerbasierte markerfreie Biosensoren**
Recognition layers for all-polymer based label-free biosensors
- 86 Proteinresponsive photonische Kristalle**
Protein-responsive photonic crystals
- 88 Biobasierte Hybridpolymere**
Biobased hybrid polymers
- 90 Liposomale Drug Delivery Systeme – Auf dem Weg zur besseren Tumortherapie**
Liposomal drug delivery systems – taking steps to improve cancer therapy
- 92 Qualitätssicherung von medizinischen Implantaten**
Quality assurance for medical implants



SPEZIALPOLYMERE: EIN NEUER NAME FÜR DEN FORSCHUNGSBEREICH – WAS STECKT DAHINTER?

Wenn Sie regelmäßig den Jahresbericht des Fraunhofer IAP lesen, wird Ihnen wahrscheinlich auffallen, dass der Forschungsbereich einen neuen Namen trägt: Statt »Wasserbasierende Polymere« heißt er jetzt »Spezialpolymere«. Diese Namensänderung spiegelt das erweiterte Forschungs- und Leistungsspektrum des Bereichs wider. Dies ist die Konsequenz einer kontinuierlichen Entwicklung des Forschungsbereichs über die vergangenen Jahre hinweg, in denen sich unsere Aktivitäten deutlich über wasserbasierende Systeme hinaus ausgeweitet haben. Spezialpolymere, das sind maßgeschneiderte, (multi)funktionelle Polymere, denen bereits in kleinen Mengen eine Schlüsselrolle als Bestandteile für Systemlösungen zufällt. Spezialpolymere schließen klassische wasserbasierende Polymersysteme ein, gehen aber deutlich über diese begrenzte Thematik hinaus. Unsere diesjährige Themenauswahl zum Jahresbericht veranschaulicht dies: Wir stellen Aktivitäten zu Biosensoren, photonischen Kristallen, responsiven Systemen, Hybridpolymeren, Materialien für die Medizintechnik sowie polymeren Implantaten vor.

Die Systeme, die in dieser Liste auftreten, stehen zwar meist in der einen oder anderen Weise in einem Zusammenhang mit Wasser, z. B. als Hydrogele, oder sie weisen eine Grenzfläche zu einer wässrigen Umgebung auf, wie z. B. Biosensoren und Implantatmaterialien. Sie stellen jedoch deutlich höhere synthetische und analytische Anforderungen, so dass die notwendigen Lösungsansätze wesentlich komplexer als bei klassischen Systemen wie Papierhilfs- oder Flockmitteln sind. Unbesehen des erweiterten Forschungs- und Entwicklungsspektrums bleiben diese klassischen Arbeitsfelder im Forschungsbereich erhalten und spielen nach wie vor eine wichtige Rolle. Trotz vieler neuer Aspekte gibt es auch erstaunliche Gemeinsamkeiten und Überschneidungen zwischen den klassischen und den neuen Arbeitsfeldern.

Allen Projektbeispielen im Folgenden ist gemeinsam, dass der Erfolg nur möglich war durch die Kombination von molekularem Verständnis, synthetischer und analytischer Kompetenz und einem fundierten Verständnis von Struktur-Eigenschafts-Beziehungen, zusammen mit einem Blick für interdisziplinäre Zusammenhänge und die Bedürfnisse unserer Auftraggeber und Projektpartner. Das stellt hohe Anforderungen, verlangt Flexibilität und Eingehen auf spezifische Situationen, Offenheit für Neues und nicht selten eine gute Portion Querdenken. Hier kommen uns die große Erfahrung der Wissenschaftler und Techniker, die exzellente Ausstattung der Labore und insbesondere der ausgewogene Kompetenzmix im Team zugute. Diesen haben wir gerade im Bereich der Polymere für Medizinmaterialien in den letzten beiden Jahren gezielt erweitert. Zusätzliche Möglichkeiten sind durch die, seit der Eröffnung der zweiten Ausbaustufe im Jahr 2012, zur Verfügung stehenden neuen Labore der Sicherheitsstufen S1 und S2 entstanden. Sie ermöglichen uns, im Forschungsbereich die gesamte Entwicklung von biomedizinischen Materialien, beginnend mit der Konzeption neuer Bausteine bis zum Prototypen in einer Hand, durchzuführen und mittels mikro- und zellbiologischer Testverfahren, auch mit humanpathogenen Keimen gemäß § 44 Infektionsschutzgesetz, zu prüfen. Konsequenterweise hat uns das Feld der Polymere in der Medizintechnik der Problematik der Qualitätssicherung und Validierung noch näher gebracht. Auch auf diese Aspekte gehen die diesjährigen Beiträge ein.



Der zweite größere Themenkomplex, den wir dieses Jahr hervorheben, widmet sich innovativen Biosensoren. Durch die Beteiligung an der vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) geförderten Initiative »Spitzenforschung und Innovation in den Neuen Ländern«, speziell im Projekt »Das Taschentuchlabor – Impulszentrum für integrierte Bioanalytik«, haben wir uns intensiv mit neuen polymerbasierten Ansätzen und Lösungen für Sensoren auseinandergesetzt, mit Akzent auf dem Einsatz im biomedizinischen Bereich. Hier kommt wegen der anspruchsvollen Randbedingungen die gesamte Problematik multifunktioneller Systeme zum Tragen, in denen Spezialpolymere Schlüsselaufgaben übernehmen. Die Themenkomplexe Hydrogele, funktionale Oberflächen, Antifouling-Ausrüstung, Biotoleranz und -kompatibilität, der Einbau spezifischer Marker und bioaktiver Erkennungseinheiten, Fotolacke und responsive »intelligente« Materialien sind hier eng miteinander verwoben. Auch die spezifischen Anforderungen an Polymere in wässriger Umgebung, sei es in Bezug auf die Herstellung, Charakterisierung oder dauerhafte Nutzung, für die der Forschungsbereich auf langjährige Expertise zurückgreifen kann, sind zu erfüllen. Die vorgestellten Arbeiten sowohl zu markerfreien Biosensoren als auch zu proteinresponsiven photonischen Kristallen zeigen anschaulich, welch vielfältige Möglichkeiten Polymere bei einem entsprechenden ganzheitlichen Ansatz bieten. Ganzheitlich impliziert, dass wir hierfür bei Bedarf mit Partnern verschiedener Fachrichtungen, sowohl aus dem gesamten Fraunhofer IAP als auch mit Partnern außerhalb des Instituts innerhalb der Fraunhofer-Gesellschaft oder des Wissenschaftsparks Potsdam-Golm, sowie mit anderen Experten verschiedenster Herkunft zusammenarbeiten. Die aufgrund der speziellen Systemanforderungen relativ aufwändigen Lösungsansätze für Sensoren lassen sich natürlich auf weniger komplexe Aufgabenstellungen, z. B. in technischen Systemen, übertragen und in vereinfachter Form nutzen.

Ein weiteres Beispiel illustriert eine zunehmend an uns herangetragene Problematik, nämlich die der effizienten Ressourcennutzung bzw. -schonung. Hier wird das Potenzial unterbewerteter Rest- beziehungsweise vermeintlicher Abfallstoffe vorgestellt, die – wie für den Fall von Proteinabfällen ausgeführt – durch geschicktes Zusammenspiel mit etablierten Polymermaterialien interessante und wirtschaftlich attraktive neue Möglichkeiten bieten. Wiederum sind es die gesammelten Erfahrungen sowie der Kompetenzmix im Forschungsbereich, die es erlauben, ungewöhnliche Ansätze erfolgreich voranzutreiben.

Ungeachtet aller Arbeiten an hochgradig zukunftsorientierten Materialien und Systemen sind die Aktivitäten des Forschungsbereichs durch das Nebeneinander des Einsatzes von Polymeren in traditionellen wie auch in innovativen Produkten und Verfahren gekennzeichnet. Das breite Spektrum traditioneller Anwendungen reicht von Abwasserreinigung, Flockungsmitteln, Papierherstellung und Textilveredelung über Latices bis hin zu Waschmitteln, Körperpflege- und Kosmetikprodukten wie Haarfestigern, Weichspülern, Superabsorbern, Verdickern und Enthärtern oder Hilfsstoffen für Landwirtschaft, Bergbau und Baustoffe. Hier unterstützen wir unsere Partner je nach Interesse und Bedarf sowohl bei der Entwicklung und Bewertung als auch bei der Analytik.

SPECIALTY POLYMERS. A NEW NAME FOR THE RESEARCH DIVISION – WHY DID THE NAME CHANGE?

If you read the annual reports of the Fraunhofer IAP regularly, you may have noticed that our research division has a new name. "Water-based Polymers" has been replaced by "Specialty Polymers". This change is the logical consequence of the continuous development of our research division over the past years during which activities have been extended and enlarged far beyond traditional water-based systems. Specialty polymers, in other words tailor-made, (multi) functional polymers play a key role in system solutions – often even when only applied in small amounts. Specialty polymers include much more than just traditional water-based polymer systems. This is reflected in the choice of projects presented in this year's report: biosensors, photonic crystals, responsive systems, hybrid polymers, materials for medical technology, polymer implants. In terms of their intended use, these examples are often in contact with water, e.g. in the form of hydrogels, or because they exhibit a common interface with aqueous media like biosensors and implant materials. Nevertheless, they have to meet a broad range of different synthetic as well as analytical challenges and requirements, and must satisfy a degree of complexity far beyond that of traditional systems like paper chemicals or flocculating agents. Still, the latter topics have not disappeared from our list of activities and continue to be an important focus of our research division. Despite many new aspects, the traditional and the new fields share a number of common features and overlap considerably. However, our new name far better reflects our current range of activities which is why we decided to rename our division.

The examples presented in the following reports are all characterized by their inherent complexity. Thus, the successful completion of the various projects has required a combination of multiple skills. These include a sound knowledge of molecular aspects, a high degree of synthetic and analytical competencies and a thorough understanding of structure-property relationships – coupled with a comprehensive view of interdisciplinary correlations – and, last but not least, an understanding of the needs of our project partners and customers. This sets high standards, demands flexibility and sensitivity for the specific aspects of each case, and requires open mindedness for novel approaches. In addition to highly experienced scientists and technical staff and excellent laboratory equipment, our key to success is a well-balanced mix of qualifications in our team. These features have been systematically strengthened and extended in recent years, in particular in the field of medical materials. We have also benefited from the new opportunities brought on by the second expansion phase at the Fraunhofer IAP which was completed in 2012. Here we have set up modern laboratories with a BSL-1 and BSL-2 safety level that enable us to work with biological material. Thus, our research division is now able to develop biomedical materials starting from the design of new building blocks all the way through to prototypes. This is supplemented by *in vivo* micro and cell biological tests, including some with human pathogenic germs in accordance with Section 44 of Germany's Protection against Infection Act. Inevitably, these efforts have also prompted increased focus on the problems involved in quality control and validation, as addressed in the following articles.

A second major topic which we wish to highlight in this annual report is innovative biosensors. We have participated in the initiative "Excellence and Innovation in the New Länder", namely in the project "The Lab in a Hankie – Impulse Center for Integrated Bioanalysis", which is supported by the German Federal Ministry of Education and Research (BMBF). Here we have intensely looked at new polymer-based strategies for sensors. Particular emphasis has been placed on their use in the biomedical field. We have been able to demonstrate that specialty polymers can perform the key tasks required in multifunctional systems while complying with demanding boundary conditions. In such systems, diverse topics such as polymer hydrogels, functional surfaces, antifouling behavior, bio-tolerance, biocompatibility, the incorporation of specific markers, bioactive recognition motifs, photo lacquers and responsive "smart" materials are tightly interwoven with one another. Moreover, polymers in aqueous media must meet specific requirements with respect to their production, characterization and continued use. Our research division benefits from long-standing expertise and know-how in all of these aspects. The articles on label-free biosensors and protein-responsive photonic crystals illustrate the wide range of possible uses provided by polymers as a result of comprehensive developmental approaches. This presupposes constructive and focused cooperation with partners and specialists in other fields within the Fraunhofer IAP, with other institutes of the Fraunhofer network, on the Science Park here in Potsdam-Golm, or as part of nationwide and worldwide collaborations. Even though our continued success in the projects presented here requires rather sophisticated and elaborate strategies that are adapted to the considerably complex contexts, the acquired know-how may easily be used and transferred to less complex sensing issues e.g. in technical applications.

The efficient use and protection of limited resources is a steadily growing problem which is addressed in a special article. Here, we explore the alternative use of waste proteins from food production, which, up to now, has been considered to be a problem rather than a useful raw material. We show that properly combining established polymers with these "waste" materials produces interesting and economically attractive hybrid materials.

Notwithstanding all the efforts to develop novel, future-oriented materials and systems as illustrated in the annual report, the work of our research division is characterized by the simultaneous activities based around the use of polymers in innovative as well as in traditional products and processes. The broad range of traditional uses where we can support our partners includes polymers for waste-water treatment, flocculating aids, papermaking and textile chemicals, latices, detergents, personal hygiene products and cosmetics – such as conditioners – viscosifiers, polymers for agriculture, construction or mining, and much more. We assist our partners at various levels during development, evaluation and analysis, and according to their individual objectives and needs.

ANWENDUNGEN UND DIENSTLEISTUNGEN

Polymere in wässrigen Medien

Ausgewählte

Anwendungen

- Absorber
- Beschichtungen
- Hilfsstoffe für Kosmetika und Pharmazeutika
- Hydrogele
- Oberflächenmodifizierung
- Papierhilfsmittel
- Prozesshilfsmittel für Trennprozesse
- Schwermetall-Immobilisierung
- Solubilisatoren, Emulgatoren und Dispersionsstabilisatoren
- Temporäre und leitfähige Schichten
- Tenside
- Trägerstoffe
- Verträglichkeitsmacher
- Viskositätsregler

Neue Synthesen

und Verfahren

- Dispersions- und Emulsionspolymerisation in wässrigen und inversen Systemen
- Modifizierung von Precursor-Polymeren
- Neue Funktionsmonomere, Initiatoren und Kettenregler
- Polymerisation nach kontrollierten Mechanismen
- Reaktionen in ionischen Flüssigkeiten
- Sol-Gel-Verfahren
- Vinylpolymerisation in Masse und Lösung

Definierte Molekül-architekturen

- Block- und Ppropfcopolymere
- Ionomere
- Polyelektrolyte mit alternierenden Ladungen
- Polyelektrolyte mit gezielt eingestellter Ladungsdichte, Ladungsstärke, variablem Verhältnis hydrophiler und hydrophober Anteile
- Polymere Betaine
- Polymere Tenside
- Reversible und permanente Gele
- Schaltbare Polymere
- Stern- und Kammpolymere

Spezialdispersionen

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

Modellkolloide

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

Hydrogele

- Absorber
- Antifouling-Beschichtung
- Feuchtere regulierung
- »Intelligente« Freisetzung
- Tribologische Schichten

Komplexe chemische Analyse

- Von Polymeren, Additiven und Tensiden

Biologische in vitro Untersuchungen

- Zellkulturen (Pimär-Kulturen und Zelllinien)

Biokompatibilitäts- untersuchungen

APPLICATIONS AND SERVICES

Polymers in aqueous media

Selected applications

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

New syntheses and processes

- dispersion polymerization and emulsion polymerization in aqueous, inverse and non-aqueous systems
- modification of reactive precursor polymers
- new functional monomers, initiators, and chain transfer agents
- polymerization by controlled mechanisms
- reactions in ionic liquids
- sol-gel processes
- vinyl polymerization in bulk and solution

Defined molecular architectures

- block and graft copolymers
- graft and comb structures
- ionomers
- polyelectrolytes with alternating charges
- polyelectrolytes with tailored charge density, ionic strength, variable hydrophobic-hydrophilic balance
- polymeric betaines
- polymeric surfactants
- reversible and permanent gels
- “smart” polymers

Special dispersion

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

Model colloids

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

Hydrogels

- absorbents
- antifouling coatings
- humidity and moisture control
- “smart” release
- tribological films

Complex chemical analysis

- of polymers, additives and surfactants

Biological in vitro investigations

- cell culture (primary cultures and cell lines)

Biocompatibility testings

Kontakt Contact

Forschungsbereichsleiter

Spezialpolymere

Division director

Specialty Polymers



Prof. Dr. André Laschewsky

Telefon +49 331 568-1327

Fax +49 331 568-3000

andre.laschewsky@iap.fraunhofer.de

Materialien für Life Science

Materials for Life Science

Dr. Erik Wischerhoff

Telefon +49 331 568-1508

Fax +49 331 568-3000

erik.wischerhoff@iap.fraunhofer.de

Funktionspolymere
für die Medizintechnik

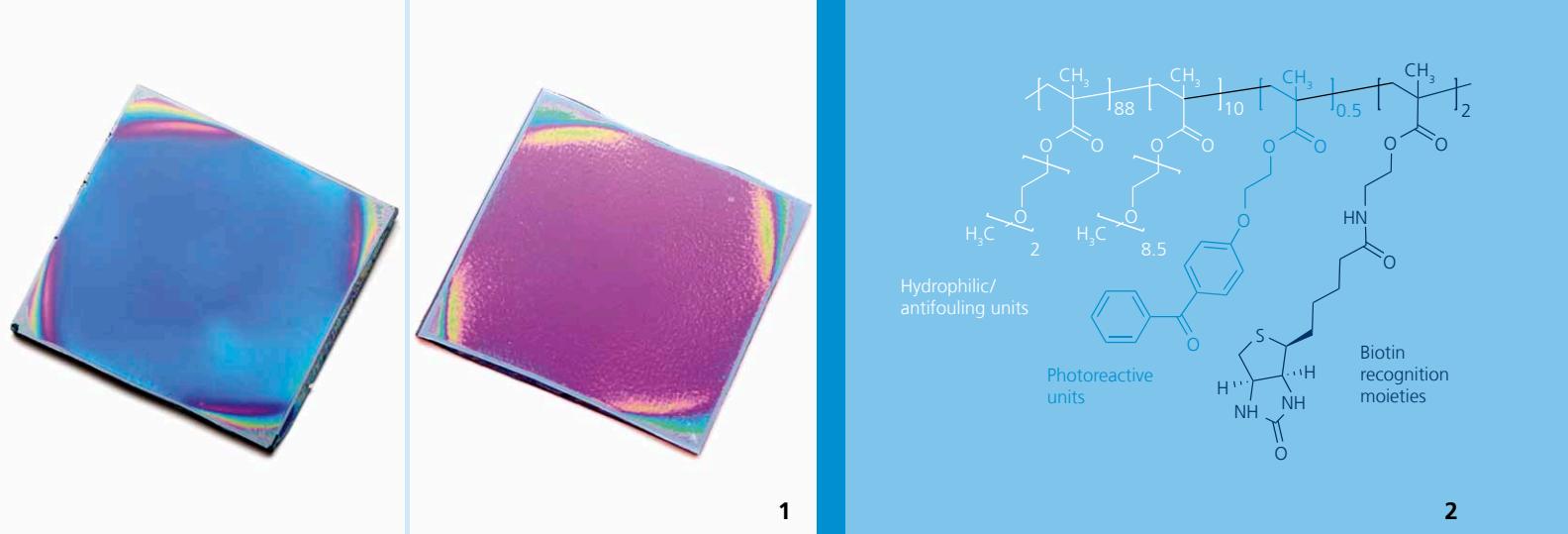
Functional Polymers
for Medical Technology

Dr. Joachim Storsberg

Telefon +49 331 568-1321

Fax +49 331 568-331321

joachim.storsberg@iap.fraunhofer.de



Erkennungsschichten für polymerbasierte markerfreie Biosensoren

Viele Biosensoren, die Echtzeitmessungen ermöglichen (d.h. Erfassen von Bindungereignissen mit einer zeitlichen Auflösung von etwa einer Sekunde), erfordern eine komplizierte und teure Instrumentierung. Wünschenswert wäre es jedoch, solche on-line-Messungen mit einem kostengünstigen, für Hochdurchsatz geeigneten Lab-on-chip-Verfahren ausführen zu können. Wir haben einen echtzeitfähigen Biosensor auf Basis eines Distributed Feedback Lasers entwickelt, dessen Funktionalität durch drei Polymerschichten erreicht wird. Zuunterst befindet sich ein Oberflächenreliefgitter, dann folgt eine Schicht des Gainmediums aus zwei hochbrechenden halbleitenden Polymeren, auf die eine funktionale Hydrogelschicht gekoppelt ist, die biochemische Erkennungseinheiten enthält (siehe S. 58).

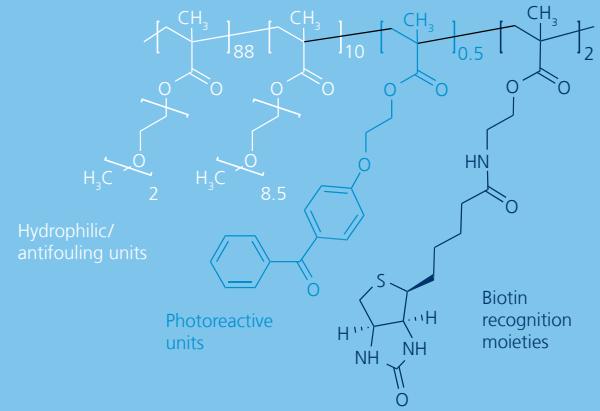
Das Basispolymer für die hydrogelbasierte Sensorschicht enthält alle Elemente, die für die Immobilisierung und die Sensoreigenschaften erforderlich sind. Den Hauptbestandteil bilden Oligoethylenglykoleinheiten, die dem Material Biokompatibilität und Antifouling-Eigenschaften verleihen. Photoreaktive Einheiten ermöglichen eine Verankerung auf der Substratoberfläche und eine simultane Vernetzung der Schicht durch Bestrahlung mit UV-Licht. Weiterhin enthält das Polymer funktionelle Gruppen für die Immobilisierung von Erkennungseinheiten. Alternativ werden diese direkt integriert.

Typischerweise wird ein dünner Film des Basispolymers über Spin Coating auf der Oberfläche aufgebracht und anschließend durch UV-Bestrahlung immobilisiert (Fig. 1). Die Schichtparameter lassen sich auf einfache Weise über die Polymerkonzentration, die Bestrahlungszeit sowie den Anteil an Vernetzergruppen einstellen. Dadurch ist der Beschichtungsprozess schnell, einfach und auch für die Massenproduktion geeignet.

Der neue polymerbasierte Sensortyp ist in der Lage, unmarkierte Biomoleküle selektiv zu detektieren. Dies haben wir mit dem Bindungspaar Biotin-Avidin demonstriert, wobei Biotineinheiten direkt in das Basispolymer integriert wurden (Fig. 2), das die oberste Schicht des Sensors bildet. Die spezifische Bindung von Avidin ändert lokal die Brechzahl und verschiebt damit auch die Emissionswellenlänge des Lasers. Diese wird in Abhängigkeit von der Zeit aufgezeichnet und ermöglicht so Detektion und Quantifizierung des Analyten. Bei geringer oder moderater Avidinkonzentration erreicht die Reaktion schon nach etwa einer Minute einen Gleichgewichtszustand (Fig. 3, dunkelblaue Punkte).

Da Avidin vier Bindungsstellen hat, erhöht sich bei hoher Analytkonzentration die Vernetzungsdichte der Hydrogelschicht. Dies führt zu einer längeren Reaktionszeit (Fig. 3, hellblaue Punkte). Der Versuch demonstriert die Stabilität des Sensors und seine Eignung auch für längere Messungen.

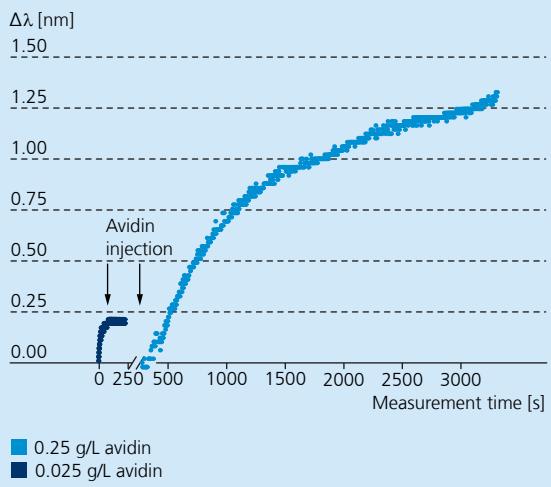
Die Experimente belegen das Potenzial des neuen Sensortyps für markierungsfreie Echtzeit-biosensoren, die sowohl massenproduktionstauglich als auch für Hochdurchsatzanwendungen geeignet sind.



Literatur Literature

[1] E. Heydari, J. Buller, E. Wischerhoff, A. Laschewsky, J. Stumpe: *Label-free biosensor based on an all-polymer DFB laser*, Advanced Optical Materials 2, p. 137-141 (2014)

[2] E. Wischerhoff, J. Stumpe, E. Heydari, J. Buller: *Sensor mit photovernetztem Hydrogel*, Patentanmeldung DE 102013210794.3



1 Spin-coated and photocrosslinked polymer recognition layers on silicon.
The different interference colors indicate a difference in thickness.

2 Structure of the copolymer used for this model study.

3 Real-time interaction experiments on a biotinylated polymer layer with avidin.
At low avidin concentrations, the interaction is fast due to the high affinity of biotin to avidin (dark blue dots). At high concentrations (light blue dots), the tetravalent protein avidin generates additional crosslinks in the polymer layer. The resulting slower binding process was used to demonstrate the stability of the sensor and its suitability for long-term measurements.

3

Recognition layers for all-polymer based label-free biosensors

Many biosensors capable of real-time sensing (i.e. monitoring binding events with a time resolution of about one second) require complicated and costly equipment. Therefore, it would be desirable to have real-time sensing capabilities in a low-cost, high-throughput lab-on-chip device. We have recently developed a biosensor permitting real-time resolution based on a distributed feedback laser whose functional elements are all made of polymeric materials. The core functionality is provided by a stack of three polymer layers comprising a holographic surface relief grating, a gain medium composed of a blend of two semiconductor polymers with high refractive index, and a hydrogel layer incorporating biochemical recognition elements (see p. 58).

The precursor polymer for the hydrogel-based sensing layer incorporates all of the functional elements needed for the immobilization and the sensing properties. The main constituents are oligo (ethylene glycol) units which are known to provide biocompatibility and antifouling properties. Photoreactive units enable simultaneous covalent immobilization on the gain medium and cross-linking through UV light irradiation. The polymer also contains functional groups to immobilize biochemical recognition groups. Alternatively, these groups can be incorporated directly.

Typically, a thin film of the precursor polymer (Fig.1) is deposited through spin coating followed by UV irradiation. This strategy enables the layer parameters to be finely controlled by a simple means. The layer thickness can be adjusted by choosing the concentration of the spin-coated polymer solution and the crosslinking density is controlled by the irradiation time and content of the photoreactive units. This makes the deposition process fast, simple and compatible to mass production.

Proof-of-principle experiments were performed with the binding pair biotin-avidin. Biotin derivatives were incorporated into the precursor polymer (Fig.2) which constitutes the uppermost layer of the sensor. The ability of the new all-polymer biosensor to perform label-free and selective detection of biomolecules was demonstrated. The assembly, with the biotinylated polymer on top, was used for a set of interaction experiments with avidin. Its binding resulted in a change in the refractive index. This led to a shift in the lasing wavelength which was recorded as a function of contact time. Using low or moderate avidin concentrations, the signal reached equilibrium after about one minute (Fig. 3, dark blue dots).

Since avidin has four binding sites for biotin, the biochemical interaction is likely to produce additional crosslinks at higher avidin concentrations making the hydrogel denser. This results in extended reaction times. The measurement (Fig. 3, light blue dots) demonstrates the stability of the sensor and its suitability for longer tests.

These experiments highlight the potential of the new real-time label-free biosensors which are suitable for mass production and high-throughput applications.

Kontakt Contact



Dr. Erik Wischerhoff

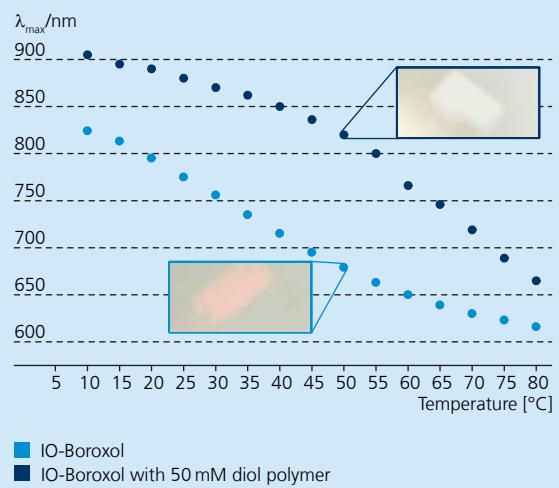
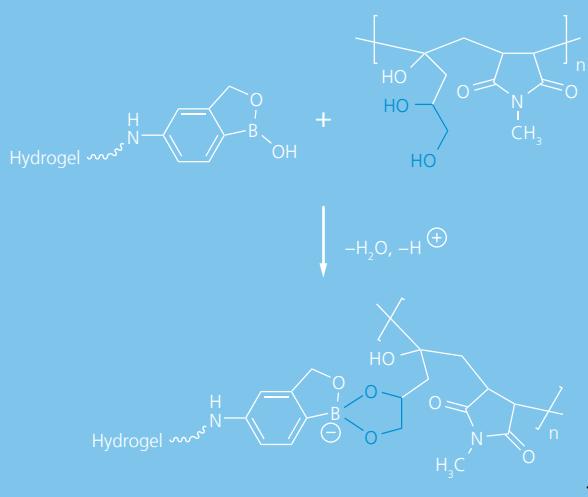
Telefon +49 331 568-1508
Fax +49 331 568-3000
erik.wischerhoff@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

– Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF), Initiative »Spitzenforschung und Innovation in den Neuen Ländern«,
FK 03IS2201C

Kooperation Collaboration

– Universität Potsdam
– Dr. Oksana Sakhno (Fraunhofer IAP),
siehe S. 58



Proteinresponsive photonische Kristalle

Schnelltests spielen in der Medizin eine wichtige Rolle, um Krankheiten zu erkennen oder einen physiologischen Status festzustellen. Sie beruhen meist auf der spezifischen Erkennung eines Biomarkers und der visuellen Anzeige seiner Anwesenheit ohne weitere Hilfsmittel. Für den Detektionsschritt sind aber besondere Markierungsreagenzien (z. B. goldmarkierte Sekundärantikörper) erforderlich.

Eine Strategie, den Einsatz von Markierungsreagenzien zu vermeiden, ist die Nutzung von responsiven photonischen Kristallen. Derartige Materialien besitzen Überstrukturen mit einer Periodizität im Größenbereich des sichtbaren Lichts. Dadurch wirken sie farbig. Wenn sie zusätzlich spezifisch ein Zielmolekül binden können, ändert sich die Periodenlänge der Struktur, sobald eine Bindung stattfindet. Die Gegenwart des Analyten induziert somit unmittelbar eine Änderung des Farbeindrucks, der direkt zu erkennen ist.

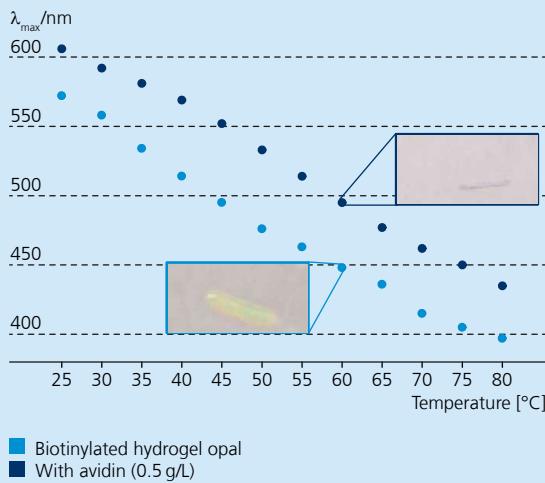
Bisher war die Methode nur für kleine Analyte (z. B. Glukose) anwendbar. Wir haben nun photonische Kristalle entwickelt, die eine spezifische Antwort auch auf Makromoleküle zeigen. Grundlage hierfür sind sogenannte inverse Opale aus Hydrogelen. Zum Aufbau dieser Materialien werden größereinheitliche Siliziumdioxidpartikel als Gitter auf einem Träger abgeschieden. Die Hohlräume der so gebildeten Opalstruktur werden mit einer Monomermischung gefüllt, die zum Hydrogel polymerisiert. Im nächsten Schritt werden die SiO₂-Partikel aus dem Hydrogel heraus geätzt. Das verbleibende Negativ der ursprünglichen Struktur bildet einen inversen Opal, in den auch große Moleküle zur Detektion eindiffundieren können. Die für die Wechselwirkung mit den Zielmolekülen erforderlichen Erkennungsgruppen lassen sich als Monomere oder nachträglich über reaktive Gruppen des Hydrogels einbinden.

Als Modellsystem haben wir Boroxolgruppen in den inversen Hydrogelopal integriert und die Wechselwirkung mit einem Polymer studiert (Fig. 1), das als spezifisch bindendes Motiv vicinale Diole enthält. Fig. 2 zeigt die vom inversen Hydrogelopal reflektierte Wellenlänge als Funktion der Temperatur, sowohl in Abwesenheit als auch in Anwesenheit des Zielpolymer. Über den gesamten Temperaturbereich ist eine deutliche Verschiebung der Wellenlänge in Gegenwart des Zielpolymer zu erkennen. Dies zeigt, dass sich polymere Analyte mittels maßgeschneiderter responsiver photonischer Kristalle nachweisen lassen.

Da für medizinische Zwecke vor allem Biomakromoleküle wie Proteine von Interesse sind, haben wir das Prinzip auch für das Modell Biotin-Avidin getestet. Fig. 3 zeigt die reflektierte Wellenlänge eines inversen Opals, der als Erkennungseinheiten Biotin enthält, in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Verschiebung der reflektierten Wellenlänge in Gegenwart des Proteins Avidin ist deutlich zu erkennen. Die in Fig. 3 eingefügten Bilder zeigen den Farbeindruck dieses Systems ohne und mit Avidin bei 60 °C: Avidin bewirkt einen markanten Farbwechsel von blauviolett nach grün. Damit ist es uns gelungen, ein bioresponsives System herzustellen, das die Anwesenheit eines spezifischen Proteins durch Farbänderung visuell anzeigt und die Basis für eine neue Generation von Schnelltests bildet [1].

Literatur Literature

- [1] J.-P. Couturier, A. Laschewsky, M. Sütterlin, E. Wischerhoff: *Responsives Hydrogel für den Nachweis von Biomolekülen*, deutsche Patentanmeldung 1020142001358



3

1 Scheme depicting the recognition reaction of the boroxol groups tethered to the responsive hydrogel opal with vicinal diol groups in a target polymer.

2 Plot of the maximum of absorbance in relation to temperature in a responsive hydrogel containing boroxol groups, without the target polymer (light blue dots) and in the presence of target polymer (dark blue dots).

3 Plot of the maximum of absorbance in relation to temperature in a responsive hydrogel containing biotin moieties, without avidin (light blue dots) and in the presence of avidin (dark blue dots). At elevated temperatures, the change in the spacing of the regular structure when avidin is present leads to a color change visible with the naked eye.

Protein-responsive photonic crystals

Rapid tests play an important role in medicine. They help to diagnose diseases and determine the physiological status. In most cases, they are based on the specific recognition of a biomarker and the visual indication of its presence without additional aids. However, this detection step requires special labelled reagents (e.g. gold labelled antibodies).

One strategy to avoid the need for labelled reagents is to use photonic crystals. These are materials with structures that have a periodicity in the range of visible light and as a result, they appear colored. Additionally, they must be capable of binding a target molecule more or less specifically. When binding occurs, the length of the periodic structure changes and thus, the presence of the target molecule is indicated by a change in color, without the need for an auxiliary.

Up to now this method has been restricted to small target molecules (e.g. glucose). We have developed photonic crystals that exhibit a specific response to macromolecules. They are based on inverse opals made of hydrogels. To form these materials, uniformly sized silica particles are deposited in a regular lattice on a solid support. The cavities of the opal are filled with the hydrogel precursor which is then crosslinked by UV irradiation. Next, the SiO₂ particles are etched from the hydrogel, leaving behind a negative of the original structure which is the inverse opal. The recognition groups, which are needed for the specific interaction with the target molecules, are either directly added to the precursor mixture or they are subsequently bound to functional groups of the hydrogel.

For a model system, we incorporated boroxol groups into the inverse hydrogel opal. Then we studied its interaction with a polymer that contains vicinal diol groups as a specific binding motif (Fig. 1). Fig. 2 shows the wavelength of the light reflected by the inverse opal as a function of temperature in the absence and in the presence of the target polymer. When the target polymer is present, an important shift of the wavelength takes place over the entire temperature range. The desired responsive behavior of the inverse opal is indeed induced by a macromolecule.

Since biomacromolecules, such as proteins, are ultimately relevant for medical purposes, we applied the principle to the interacting pair biotin-avidin. Fig. 3 shows the reflected wavelength of an inverse opal, which contains biotin as a recognition group, in relation to temperature. Analogous to the previous example, a strong shift in wavelength takes place in the presence of avidin. The insets of Fig. 3 depict the color impression of this system with and without avidin at 60 °C. The presence of avidin induces a marked color change from violet-blue to green. Hence, we succeeded in making a bio-responsive system which responds to the presence of the target protein by changing color. This may serve as a basis for a new generation of rapid tests [1].

Kontakt Contact



Dr. Erik Wischerhoff

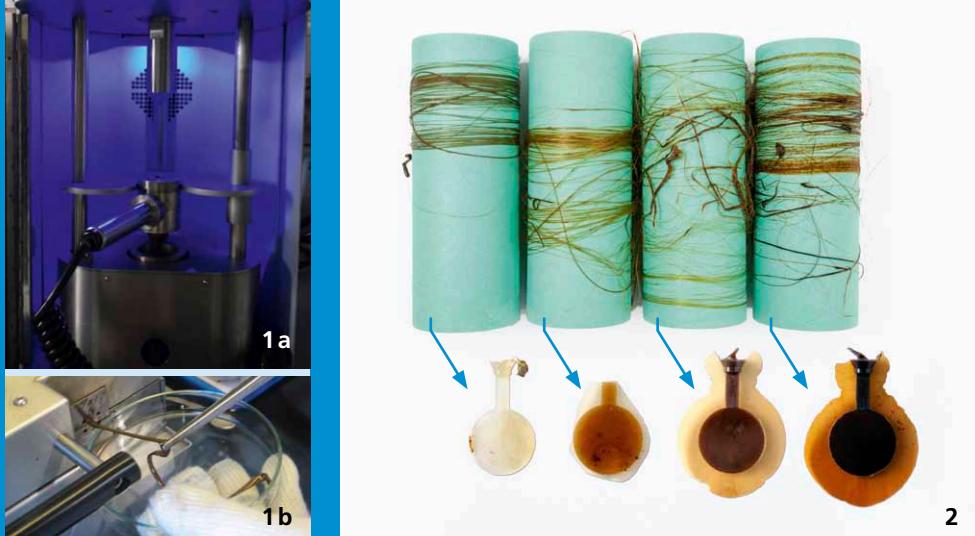
Telefon +49 331 568-1508
Fax +49 331 568-3000
erik.wischerhoff@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

– Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF), Initiative »Spitzenforschung und Innovation in den Neuen Ländern«, FK 03IS2201C

Kooperation Collaboration

– Universität Potsdam
– Fraunhofer IBMT, Potsdam



Biobasierte Hybridpolymere

Proteine gelten als Rohstoffe für die Lebens- und Futtermittelindustrie. Sie finden aber auch vielfache Verwendung im Non-Food Bereich, z. B. bei der Herstellung von Klebstoffen, Emulsionen für fotografische Schichten oder Kosmetika. Als wesentliche Bestandteile von Tieren und Pflanzen stellen Proteine erneuerbare bzw. native Rohstoffe dar, die im industriellen Maßstab beispielsweise aus Milch, Soja und Weizen gewonnen werden können. Über ein bisher weitgehend ungenutztes Potenzial verfügen insbesondere Proteinabfälle, die derzeit noch in großen Mengen thermisch beseitigt werden, da Verfahren zur Veredelung im industriellen Maßstab noch nicht bzw. nur unzureichend erschlossen sind. Entscheidendes Hindernis für viele potenzielle Anwendungen ist die Tatsache, dass natürliche Proteine nicht thermoplastisch sind.

Ziel des Projekts war die innovative Veredelung von Peptidhydrolysaten mit »klassischen« Industriepolymeren zu neuen thermoplastischen Materialien in Form von sogenannten Biohybridpolymeren. Dazu sollten neue modifizierte proteinbasierte Hybride für den Kunststoffsektor hergestellt und deren Eignung für bekannte bzw. neue Einsatzmöglichkeiten untersucht werden. Erwartet wurden dadurch zum einen die Teilsubstitution von vorwiegend erdölbasiierenden Polymerkomponenten bei verbesserter CO₂-Bilanz und zum anderen eine erhebliche Rohstoffkostenersparnis bei den Materialherstellern.

Es war zunächst erforderlich, geeignete Basispolymere für die angestrebten Hybridmaterialien auszuwählen. Wichtige Kriterien waren die prinzipielle chemische Kompatibilität mit der Proteinkomponente und eine für deren Extrusion geeignete Verarbeitungstemperatur von T < 250 °C.

Mit diesen Vorgaben wurden insgesamt fünf technische Kunststoffe auf Polyamid- und Polyurethanbasis ausgewählt. Als Co-Komponente wurde das Peptidhydrolysat ANiPept™ der Firma ANiMOX GmbH verwendet. Dieses wird aus Tiermehl der Kategorie 3 hergestellt und sprühgetrocknet verwendet.

Um entsprechende Formkörper der Biohybridpolymere herstellen zu können, wurden zunächst Extrusionen unter Variation der Prozessbedingungen und des Additivanteils an einem Labor-Miniextruder (Fig. 1a) durchgeführt. Die erhaltenen Stränge wurden mittels Spritzguss (Fig. 1b) in entsprechende Formkörper verarbeitet (Fig. 2). Parallel dazu wurden über eine 2 mm-Düse direkt nach der Extrusion entsprechende Fäden erzeugt (Fig. 2). Formkörper und Fäden wurden anschließend dynamisch-mechanisch untersucht. Ausgewählte Kennwerte sind am Beispiel von Extrudaten aus einem Polyamid (Durethan® B30S) und Peptidhydrolysat in Fig. 3 aufgeführt. Bei angepasster Verarbeitung ließ sich eine sehr hohe Kompatibilität des Peptidhydrolysats insbesondere zu Polyamiden erreichen. Die mechanischen Eigenschaften bleiben auch bei Additivgehalten bis zu 30 Prozent überraschend stabil. Mit dem Konzeptbeweis können diese Materialien nun mit geeigneten Partnern zur Einsatzreife weiterentwickelt werden.

1 Strand extrusion in a mini-extruder (1a); injection molding (1b).

2 Molds and threads of a polyamide/protein hybrid polymer with increasing additive content.

3 Mechanical parameters of polyamide/protein hybrid polymers.

Molds		Threads			
Protein content [%]	Shore D hardness	Protein content [%]	Tensile strength [cN/tex]	Elongation at break [%]	E-Modul [cN/tex]
0	69±2	0	7.9±1.8	511±18	59±16
1.4	73±3	5.0	8.8±2.5	511±69	66±22
16.0	73±2	9.3	12.2±1.0	366±26	75±7
27.5	74±4	28.3	3.4±1.6	409±31	64±25

3

Biobased hybrid polymers

Proteins are essential components of plants and animals. They are raw materials for the food and feed industries and have many applications in industrial chemistry, for example in the production of adhesives, emulsions for photographic layers and cosmetics. Proteins are renewable or native raw materials that can be obtained on an industrial scale, for example, from milk, soy or wheat. Protein waste has a potential that has hitherto been largely underutilized. There are large amounts of proteins that are being thermally eliminated because refining methods have not yet been sufficiently developed on an industrial scale. A crucial obstacle for many potential applications is the fact that natural proteins themselves are not thermoplastic.

The aim of this project was to innovatively refine peptide hydrolyzates with "traditional" industrial polymers into new materials, so-called biohybrid polymers. These new, modified protein hybrid derivatives were to be manufactured for the plastics sector and their suitability was to be investigated with regards to optimizing existing and developing new applications. We expected a partial substitution of mainly oil-based polymer components with an improved CO₂ balance and a significant raw material cost savings for material manufacturers.

At first it was necessary to select "matrix" polymers that were suitable for the preparation of the desired hybrid materials. Important criteria included basic chemical compatibility with the protein component and an extrusion temperature of T < 250 °C which is suitable for the processing of proteins.

Therefore a total of five technical plastics were selected that were polyamide and polyurethane based. The peptide hydrolyzate ANiPept™ from ANIMOX GmbH was used as a co-component. This was prepared from category 3 animal meal and spray dried.

In order to prepare molds of the biohybrid polymers, extrusions were carried out under varying process conditions and using different amounts of additive. Processing was done using a laboratory mini extruder (Fig. 1a). Injection molding was used to convert the resulting strands (Fig. 1b) into corresponding molds (Fig. 2). Concurrently, a 2 mm nozzle was used to produce threads directly after extrusion (Fig. 2). Molds and threads were then dynamically and mechanically investigated. Selected mechanical properties of samples made from a polyamide (Durethan® B30S) and peptide hydrolyzate are displayed in Fig. 3. This proves peptide hydrolyzate is highly compatible, especially with polyamides. The mechanical properties are surprisingly retained even when additive content reached 30 percent. Therefore, in our view, this kind of biohybrid polymer has great application potential. Thanks to the very promising results of the study, companies can now be approached with the idea of developing these materials as part of a joint project until they are ready for deployment.

Kontakt Contact

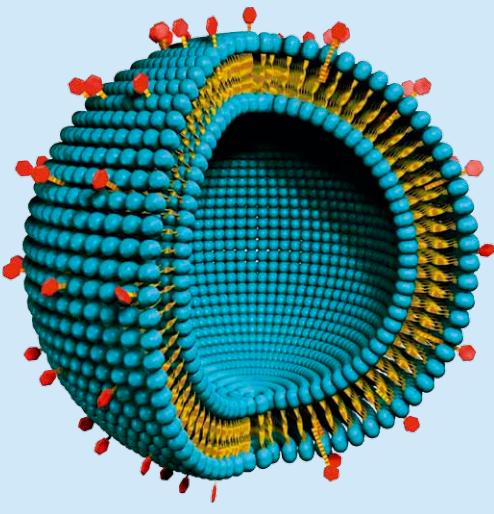


Dr. Jörg Bohrisch

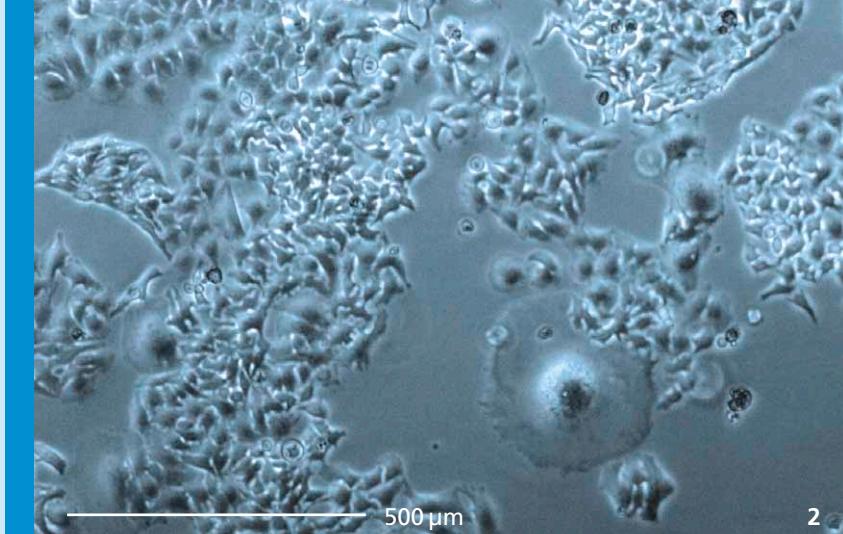
Telefon +49 331 568-1331
Fax +49 331 568-3000
joerg.bohrisch@iap.fraunhofer.de

Förderung Funding

– Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V. (FNR), FKZ 22012209



1



2

Liposomale Drug Delivery Systeme – Auf dem Weg zur besseren Tumortherapie

Chemotherapie | Die Chemotherapie ist heute oft das Mittel der Wahl im Kampf gegen den Krebs, doch die Nebenwirkungen sind massiv. Um sie zu minimieren und eine höhere Wirksamkeit zu erzielen, werden die Wirkstoffe in Transportsysteme, sogenannte »Carrier«, verpackt. Diese sollen dann die Tumorzellen gezielt abtöten.

Um das Wachstum des Tumors zu stoppen und auch resistente Zellen zu zerstören, werden hoch dosierte Zytostatika meist intravenös verabreicht. Der Wirkstoff ist umso effektiver, je häufiger sich die Zellen teilen. Nanopartikel bieten sich als Transportvehikel für den Anti-Tumor-Wirkstoff an. Da diese aufgrund ihrer Größe leicht mit der Zellmembran wechselwirken, eignen sie sich, um Arzneistoffe gezielt zum Tumor zu schleusen, dort anzudocken und bösartige Zellen effizient zu eliminieren. Am Beispiel des seit mehr als 30 Jahren klinisch eingesetzten Doxorubicin (Dox) ist bekannt, dass neuartige liposomale Darreichungsformen im klinischen Einsatz Nebenwirkungen hervorrufen können [1].

Liposomale Carrier | Bei den winzigen 200 bis 250 nm großen Wirkstoffträgern handelt es sich um hydrophobe, wasserunlösliche Lipidcarrier. Sie sind bioabbaubar und nach der Anwendung zersetzen sie sich im Körper. Polymere stabilisieren die Nanohülle, die mit Erkennungsmolekülen bestückt ist, die die Moleküle auf den Tumorzellen identifizieren. Diese werden mit Doxorubicin, einem in der Chemotherapie häufig verwendeten Medikament, »beladen«. Zudem wird das Tensid Natriumtetradecylsulfat (STS) zugesetzt (Fig. 1). Es sorgt dafür, dass der Wirkstoff besser in den liposomalen Carriern aufgenommen wird. Die Wirksamkeit dieser Methode konnten wir bereits in Labortests nachweisen.

Die Qual der Wahl | Um aus der Vielfalt der experimentell möglichen Darreichungsformen Kandidaten für prä- und klinische Studien auswählen zu können, müssen toxikologische Testverfahren entsprechend des gegenwärtigen Stands der Technik und des Wissens erfolgreich bestanden werden.

Tests zur Wirksamkeit von Anti-Tumor-Mitteln | In unserer Abteilung wurde die unterschiedliche Sensitivität von HeLa und HCT-116 Zellen in einem Testprotokoll zur internen Validierung ausgewählt [2, 3]. In den Experimenten zeigten HCT-116 Zellen eine ca. 3-fach geringere Überlebensrate als HeLa Zellen. Wurde hingegen Dox mittels einer geringfügig veränderten Darreichung inkubiert, zeigte sich eine mehr als 50 Prozent verringerte Überlebensrate. Unbeladene Darreichungsformen haben kaum messbare Wirkungen auf die HCT-116 Zellen [2, 3].

Ein direkter Vergleich der Wirksamkeit von Anti-Tumor-Mitteln | Das hier vorgestellte in vitro Testprotokoll kann durch die Verwendung von Zelllinien mit unterschiedlicher Sensitivität gegenüber einer pharmakologisch aktiven Substanz einer internen Validierung unterzogen werden [2, 3]. Weitere Entwicklungen auf Basis dieses in vitro Tests könnten zu einer effizienten, einfachen und mit anderen Experimenten unmittelbar vergleichbaren Bestimmung der Wirksamkeit von Tumormitteln führen.

Literatur Literature

[1] K. Farr KP, A. Safwat: *Palmar-plantar erythrodysesthesia associated with chemotherapy and its treatment*, Case Reports in Oncology, 4, p. 229-235 (2011)

[2] C. Schmidt, N. Doğangüzel, S. Klöpzig, S. Rehfeldt, S. Behne, R.-J. da Silva, J.-P. Krause, M. Kumpugdee-Vollrath, J. Storsberg: *Synthesis of doxorubicin containing drug carriers and their in-vitro performance on HeLa and HCT116 cells*, In Press (2014) Presented during the Nanotech Dubai 2013 International Conference and Exhibition, Ritz Carlton DIFC Dubai, United Arab Emirates

[3] N. Doğangüzel: *Investigations of the release of drugs by nano-particles and their effect on HeLa-cells*, Master thesis, Beuth University of Applied Sciences Berlin (2013)

1 Liposomal drug carrier loaded with doxorubicin (schematic).

2 Phase contrast micrograph of a HeLa tissue culture (scale bar: 500 µm).

3 Aseptic handling of drug carriers containing doxorubicin.



Liposomal drug delivery systems – taking steps to improve cancer therapy

Chemotherapy | Chemotherapy is often regarded today as the method of choice in fighting cancer, however it also has severe side-effects. In order to minimize these side-effects and achieve better effectiveness, drugs are packaged in transport systems – so-called carriers. These then selectively kill the tumor cells.

High doses of cytostatic drugs are administered, usually intravenously, in order to halt the growth of the tumor and to kill resistant cells. The more frequently the cells divide, the more effective the drug becomes. This particularly applies to malignant tumors. Nanoparticles also provide a means of transport for anti-cancer drugs. Because of their size, they can interact easily with the cell membrane and are well-suited to transporting the drug to the tumor, docking there and efficiently eliminating malignant cells. In the case of doxorubicin (DOX), which has been clinically used for more than 30 years, new types of liposomal carriers are known to produce side effects during clinic use [1].

Liposomal carriers | Minute lipid carriers ranging in diameter from 200 to 250 nm are hydrophobic and water insoluble. They are biodegradable and decompose in the body after use. Polymers stabilize their nanoshell which is covered in recognition molecules that can identify the molecules on the tumor cells. They are “loaded” with doxorubicin, a medicine often used in chemotherapy. The surfactant sodium tetradecyl sulfate (STS) is added so that the drug is better incorporated into the liposomal carrier. The effectiveness of this method has already been proven in lab tests.

Candidate selection | When selecting candidates for pre-trials and clinical trials from the many different carrier systems, they must pass toxicology tests that meet the latest standards in technology and know-how.

Testing the effectiveness of anti-cancer drugs | Our division used the differential sensitivity of HeLa and HCT 116 cells to develop an in vitro assay with internal validation [2, 3]. Experiments showed that HCT 116 cells had a survival rate that was three times lower than that of HeLa cells when treated with a pharmacologically relevant concentration of DOX of 1 µm in a culture medium. However, when DOX is incubated with the corresponding cells for the same period of time using a slightly modified carrier system, HeLa cells exhibited a survival rate that was more than 50 percent lower. Empty carrier systems hardly displayed any measurable effects on HCT 116 cells. Thus the lower survival rate of DOX-resistant HeLa cells can be traced back to the DOX carrier systems [2, 3].

A direct comparison of the effectiveness of anti-cancer drugs | The in vitro test report presented here can be subjected to internal validation by using cell lines with a different sensitivity than a pharmacologically active substance. Other developments based on these in vitro tests could lead to a simple, efficient determination of the effectiveness of tumor-fighting drugs that can be directly compared to other experiments.

Kontakt Contact



Dr. Joachim Storsberg

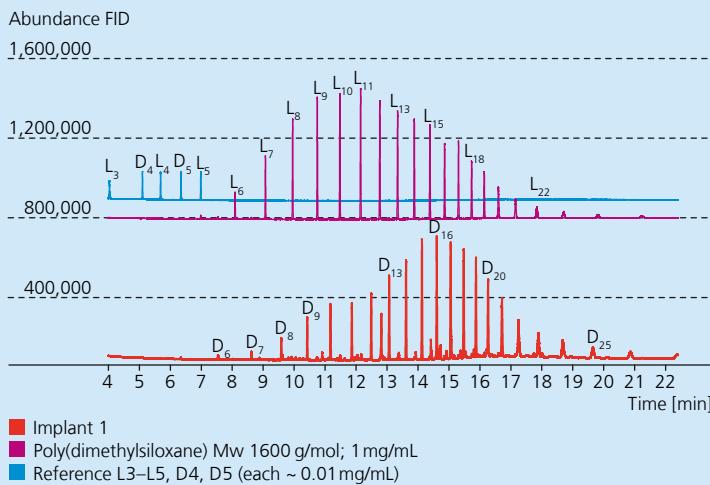
Telefon +49 331 568-1321
Fax +49 331 568-33 1321
joachim.storsberg@iap.fraunhofer.de

Dr. Christian Schmidt

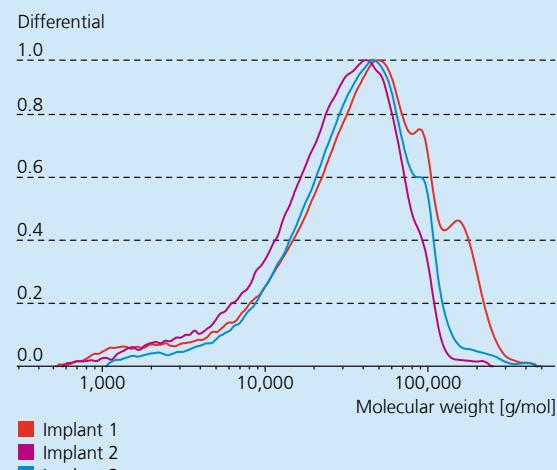
Telefon +49 331 568-1456
Fax +49 331 568-33 1321
christian.schmidt@iap.fraunhofer.de

Kooperation Collaboration

- Prof. Dr. Mont Kumpugdee-Vollrath,
Beuth University of Applied Sciences,
Berlin
- Dr. Jens-Peter Krause, Beuth University
of Applied Sciences, Berlin
- Nurdan Doganguel (Master thesis)



1



2

Qualitätssicherung von medizinischen Implantaten

Qualitätssicherung bei Medizinprodukten | Der Skandal um mangelhafte Silikon-Brustimplantate in der jüngeren Vergangenheit hat gezeigt, wie wichtig Qualitätssicherung und Charakterisierung von Polymeren für Medizinprodukte sind. Der betreffende Hersteller hatte u.a. für den Einsatz in Implantaten nicht zugelassene, minderwertige Silikongele verwendet: bei den Implantaten wurde eine erhöhte Anzahl von Rupturen festgestellt, zudem riefen sie vermehrt Entzündungsreaktionen hervor. Ein Gutachten des wissenschaftlichen Ausschusses SCENIHR der europäischen Kommission vom September 2013 kam zu dem Schluss, dass der Hauptunterschied zwischen zugelassenen und den teilweise vom betroffenen Hersteller verwendeten Silikongelen in einem deutlich höheren Anteil an kurzkettigen, cyclischen Siloxanen liegt (Octamethylcyclotetra- (D4), Decamethylpenta- (D5) und Dodecamethylcyclohexasiloxan (D6)) [1]. Die Untersuchung dieser Implantate erfordert eine dem Biomaterial speziell angepasste Analytik. Wir haben einzelne Implantate exemplarisch mittels Gas- und Flüssigchromatographie untersucht.

Analyse niedermolekularer Siloxane mittels GC-MS | Wir untersuchten die Füllungen von drei qualitativ hochwertigen Brustimplantaten. Eine bestimmte Menge Silikongel wurde jeweils extrahiert und mittels Gaschromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GC/MS) charakterisiert. Als Referenzen wurden zertifizierte lineare sowie cyclische Siloxane verwendet. Mit Hilfe des MS-Detektors war es möglich, cyclische und lineare Siloxane eindeutig zu unterscheiden (Fig. 1). Es ließ sich zeigen, dass die extrahierten Silikonproben in erster Linie aus cyclischen Dimethylsiloxanen bestehen. Niedermolekulare Ringe (D4, D5 und D6) wurden bei den untersuchten Proben nur in Spuren gefunden.

Analyse hochmolekularer Anteile mittels GPC | Eine Beschränkung der Gaschromatographie besteht darin, dass nur Probenbestandteile untersucht werden können, die sich auch unzersetzt verdampfen lassen. Bei Polydimethylsiloxanen ist dies bis zu einer Molmasse von ca. 2000 g/mol möglich. Höhermolekulare Anteile lassen sich deshalb mit der GC nicht mehr charakterisieren. Als zusätzliche Analysemethode bietet sich deshalb die Gelpermeationschromatographie (GPC) an: die zu extrahierenden, löslichen Polymere wurden speziell aufgearbeitet und über eine poröse Trennsäule geleitet. Durch Detektion mittels eines Brechungsindex-Detektors und der Kalibrierung mit Referenzmaterialien lassen sich sowohl die Molmassenmittelwerte berechnen (Fig. 2) als auch die einzelnen Fraktionen quantifizieren. Es zeigte sich, dass bei allen extrahierten Proben der Anteil niedermolekularer Siloxane (d.h. Molmassen < 1000 g/mol) unter einem Prozent lag.

Zertifizierung | In Anlehnung an anwendbare ISO Normen für die Gaschromatographie und die Gelpermeationschromatographie wurden Standard Operating Procedures (SOP) erstellt und im Labor experimentell umgesetzt, inklusive der Etablierung eines Qualitätsmanagementsystems nach ISO 17025:2005. Solche Entwicklungsarbeiten sind selbstverständlich nicht nur auf Siloxane beschränkt, es können auch für weitere polymere Medizinwerkstoffe (Analysemethoden und QM-Systeme) entwickelt werden.

Literatur Literature

- [1] European Commission: *Preliminary Opinion on the safety of Poly Implant Prothèse (PIP) Silicone Breast Implants (2013 update)*, Scientific Committee on Emerging and Newly Identified Health Risks, SCENIHR (2013)

1 Chromatogram (FID) of an extracted silicone sample and poly(dimethyl siloxane) reference material
(L_n : linear siloxanes with n repeat units;
 D_n : cyclic siloxanes with n repeat units).

2 Molar mass distribution from a GPC experiment of extracted silicone samples (solvent: toluene).

3 A gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) system with automatic liquid and headspace samplers.



Quality assurance for medical implants

Quality assurance for medical implants | The recent scandal concerning breast implants illustrates the importance of quality assurance for polymers used in medical applications. Apparently, silicone gels that had not been approved for medical use were utilized in the manufacturing process. A significantly increased number of ruptures and inflammatory responses were associated with the clinical use of these implants. As reported by the scientific committee SCENIHR of the European Commission, the substandard gels contained higher amounts of three short chain compounds than their approved counterparts, namely octamethylcyclotetrasiloxane (D4), decamethylpentasiloxane (D5) and dodecamethylcyclohexasiloxane (D6). The investigation of these implants requires special methods that are adjusted for the biomaterial. A number of implants were analyzed, by way of example, using gas and liquid chromatography techniques.

Analyzing low-molecular weight siloxanes using GC/MS | We examined the filling of three high-quality breast implants by extracting a defined amount of silicone gel and analyzing it using gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS). Linear and cyclic siloxanes were purchased from certified suppliers and used as reference material. We were able to differentiate between linear and cyclic siloxanes using an MS detector (Fig. 1) and mainly found cyclic dimethylsiloxanes with trace amounts of D4, D5 and D6 in the extracted silicone samples.

Analyzing high-molecular weight fractions using SEC | One of the requirements of gas chromatography is to vaporize compounds without decomposing them. It is not possible to vaporize intact poly(dimethylsiloxanes) with a molecular mass of greater than 2000 g/mol. Therefore, GC is not suitable for characterizing such high molecular weight fractions. Instead, size exclusion chromatography (SEC) can be used. In principle, SEC relies on the separation of soluble polymers on a porous column. The average molar mass of a polymer can be determined by comparing it with appropriate reference material (Fig. 2). This method can also be used to fractionate mixtures for further analysis. Using this method, we only found traces of low molecular weight siloxanes (molar mass < 1000 g/mol) in the fillings of the tested breast implants.

Certification | As prescribed in ISO norms for gas chromatography and size exclusion chromatography, we established Standard Operating Procedures (SOP) and are in the process of using these to establish a quality management system in accordance with ISO 17025:2005. Such development work is naturally not limited on siloxanes. Analysis methods and QM systems can also be developed for other polymeric medical materials.

Kontakt Contact



Dr. Christoph Wieland

Telefon +49 331 568-1315
Fax +49 331 568-3000
christoph.wieland@iap.fraunhofer.de

Dr. Joachim Storsberg

Telefon +49 331 568-1321
Fax +49 331 568-33 1321
joachim.storsberg@iap.fraunhofer.de

PILOTANLAGEN- ZENTRUM SCHKOPAU PILOT PLANT CENTER SCHKOPAU

96 Polymertechnologie im Pilotanlagenzentrum
Polymer technology at the Pilot Plant Center

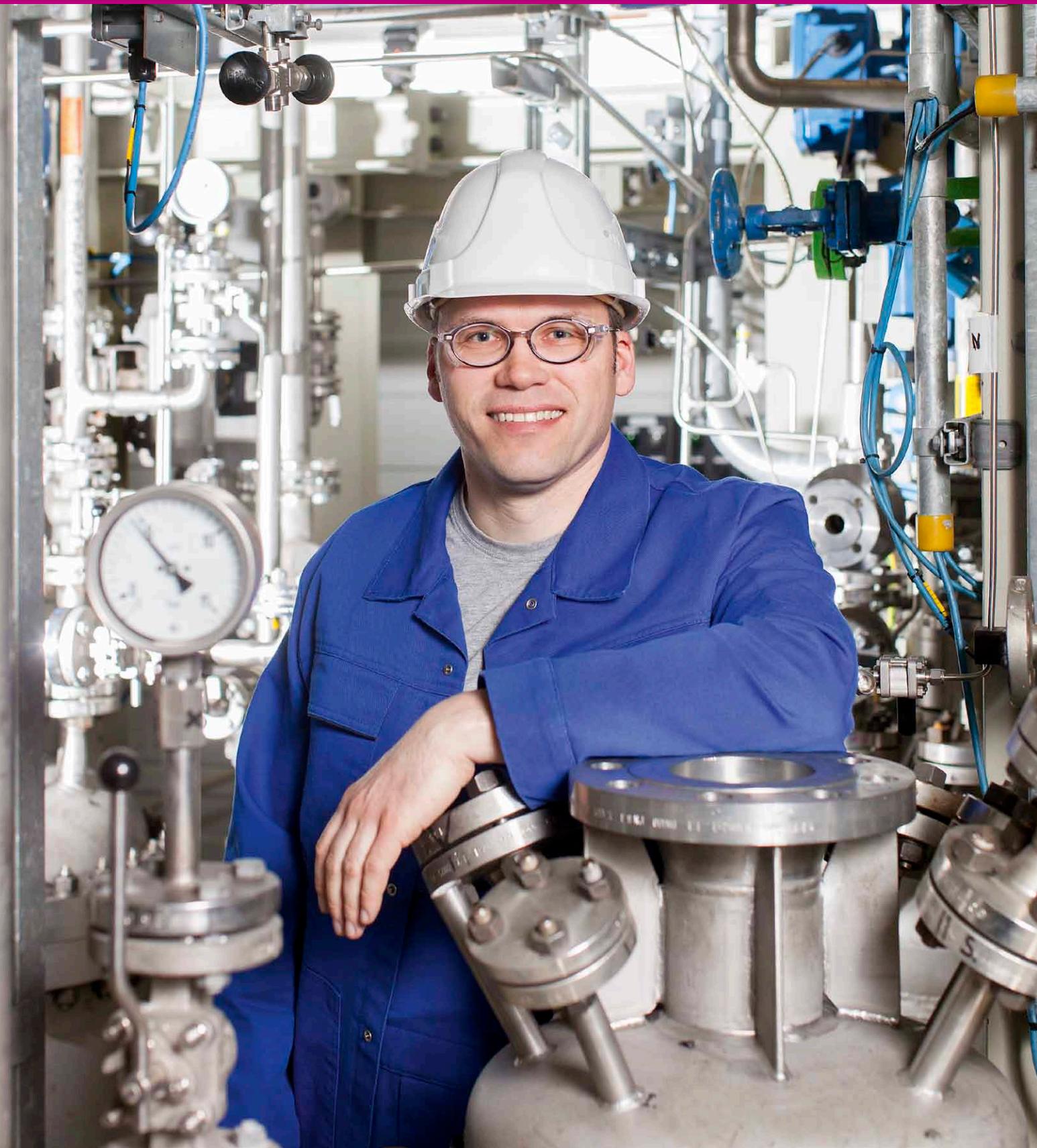
100 Anwendungen und Dienstleistungen
Applications and services

**102 Experimentelle Bestimmung von Flüssig-Dampf-
Phasengleichgewichten von Synthesekautschuklösungen**
Experimental determination of vapor-liquid phase-
equilibria data of synthetic rubber solutions

104 Entwicklung von UD-Tapes für Automotive-Anwendungen
Development of UD tapes for automotive applications



pioneers in polymers



POLYMERTECHNOLOGIE IM PILOTANLAGENZENTRUM

Das Fraunhofer-Pilotanlagenzentrum für Polymersynthese und -verarbeitung PAZ in Schkopau ist eine gemeinsame Initiative der Fraunhofer-Institute IAP und IWM und bearbeitet schwerpunkt-mäßig Fragen der Maßstabsvergrößerung von Polymersynthese- und Verarbeitungsprozessen. Sowohl die technischen Möglichkeiten als auch die Bündelung der Kompetenzen auf beiden Fachgebieten sind Alleinstellungsmerkmale des Pilotanlagenzentrums am FuE-Markt. Am Fraunhofer PAZ werden neue Produkte und innovative Technologien entlang der gesamten Wertschöpfungskette entwickelt – vom Monomer über die Synthese und Verarbeitung von Polymeren bis hin zum geprüften Bauteil nach Maß. Dabei sind Polymersynthese und -verarbeitung eng miteinander verzahnt.

Entwicklung des Fraunhofer PAZ

Das Fraunhofer PAZ ist, wie die große Anzahl der bislang bearbeiteten Projekte belegt, eine etablierte Forschungseinrichtung, die von der Kunststofferzeugenden und -verarbeitenden Industrie angenommen wird. Dies ist zum einen auf die Bündelung von Synthese und Verarbeitung und zum anderen auch auf die breite technologische Aufstellung der Anlagen zurückzuführen, mit der eine Vielzahl der technisch wichtigen Verfahren im Pilotmaßstab äußerst flexibel abgebildet werden können.

Die Belegschaft wurde in den vergangenen Jahren vor allem im technischen und ingenieurwissenschaftlichen Bereich verstärkt, so dass heute auch stark technisch geprägte Forschungs- und Entwicklungsleistungen angeboten werden können. Im Bereich Synthese gibt es den Trend, dass neben der Übertragung neuartiger Polymersysteme in den Pilotmaßstab und der Mustermengensynthese auch mehr und mehr die Verfahrensentwicklung von Polyreaktionen am Pilotanlagenzentrum durchgeführt wird. In der Polymerverarbeitung nehmen Materialentwicklung und Optimierung der Verarbeitungsbedingungen einen hohen Stellenwert in der Projektbearbeitung ein.

Die Finanzierung der Forschungsarbeiten am Pilotanlagenzentrum nach dem Fraunhofer-Modell funktioniert und ist durch einen hohen Industrianteil gekennzeichnet. Neben dem Ausbau der industriellen Auftragsforschung steht auch die Einwerbung von öffentlich finanzierten Projekten zur Generierung von Vorlauf und zur Erschließung und Vorbereitung neuer Arbeitsgebiete im Fokus.



Polymersynthesetechnikum

Hauptarbeitsgebiete im Polymersynthesetechnikum sind neben der Bereitstellung von Mustermengen bis in den Tonnenmaßstab für weitergehende Produkt- und Anwendungsentwicklungen auch die Übertragung von neuen Polymersynthesen aus dem Labor- in den Technikumsmaßstab sowie die Entwicklung und Optimierung einzelner Verfahrensstufen bis hin zur Entwicklung neuer Verfahren.

Ein Schwerpunkt im Jahr 2013 war die Bearbeitung zahlreicher Projekte für einen internationalen Kunden auf dem Gebiet der thermoplastischen Elastomere. Die Projekte beinhalteten komplexe mehrstufige Synthesen mit einer Vielzahl von Prozessschritten. In diesem Zusammenhang wurden auch erstmals Polymerhydrierungen im Tonnenmaßstab am Pilotanlagenzentrum durchgeführt.

Weitere Kundenprojekte im Technikum wurden auf dem Gebiet des Synthesekautschuks durchgeführt. Zur Thematik der Aufarbeitung von Kautschuklösungen wurde am Pilotanlagenzentrum ein eigenes Verfahren entwickelt, für das inzwischen eine Patentanmeldung erfolgt ist. Ein internationaler Industriekunde hat bereits Interesse an einer Lizenzierung des Verfahrens bekundet.

Das Pilotanlagenzentrum erhielt 2013 zudem den Zuwendungsbescheid für ein vom Bundesministerium für Wirtschaft gefördertes Projekt zur Steigerung der Energieeffizienz bei der Herstellung von Synthesekautschuk. Das Projekt hat eine Laufzeit von drei Jahren und bietet ausgezeichnete Chancen, die vorhandenen Kompetenzen auf dem Gebiet der Technologie von Synthesekautschuk weiterzuentwickeln und den wissenschaftlichen Vorlauf für weitere Technologieentwicklungen zu erarbeiten.

Polymerverarbeitung

Die Schwerpunkte im Bereich der Polymerverarbeitung liegen auf dem polymerbasierten Leichtbau und der Entwicklung von Leichtbaustrategien auf Basis thermoplastischer Systemkomponenten. Untersucht werden integrative Fertigungsverfahren für Kombinationen aus endlos-, kurz- und langglasfaserverstärkten Materialien. Zudem werden Bauteile ausgelegt und entwickelt – von der Prototypenerstellung im originalen automobilen Maßstab bis hin zur Nullserie.

Seit 2013 ist Prof. Dr. Peter Michel vom Fraunhofer IWM Leiter der Gruppe Polymerverarbeitung. Der Fokus seiner Tätigkeiten liegt auf polymerbasierten Hochleistungsverbundwerkstoffen. Im Rahmen einer strategischen Investition der Fraunhofer-Gesellschaft wird unter seiner Leitung eine Anlage zur Herstellung von unidirektional endlosfaserverstärkten Tapes und lastgerecht ausgelegten Laminaten aufgebaut. Ziel ist es dabei, den Bereich Leichtbau für Mobilitätsanwendungen weiter zu erschließen und die Zusammenarbeit mit der Automobil- und Luftfahrtindustrie zu stärken.

Die Investitionsbank des Landes Sachsen-Anhalt unterstützt die Aktivitäten im Bereich endlosfaserverstärkter Thermoplasthalbzeuge im Rahmen des Projekts BAMATS.

POLYMER TECHNOLOGY AT THE PILOT PLANT CENTER

The Fraunhofer Pilot Plant Center for Polymer Synthesis and Processing PAZ in Schkopau is a joint initiative of the Fraunhofer Institutes IAP and IWM. It focuses its efforts on scaling-up polymer synthesis and processing methods. Both its technical capabilities and the bundling of competencies in these two fields constitute the Pilot Plant Center's unique selling point on the R&D market. At the Fraunhofer PAZ, new products and innovative technologies are developed along the entire value chain – from monomers, polymer synthesis and polymer processing, to testing made-to-measure components. In this context polymer synthesis and processing are closely intertwined.

Developing the Fraunhofer Pilot Plant Center PAZ

Today the Fraunhofer PAZ is an established research institute which has been embraced by the plastic production and processing industry. This is reflected in the large number of projects it has already completed and is the result of its bundling of synthesis and processing on the one hand, and the broad technological capabilities of its plants on the other. This allows numerous technically significant processes to be very flexibly reproduced on a pilot plant scale.

In the past few years the center's team has been strengthened in the areas of technology and engineering. This has enabled research and development services to be offered that have strong technical capabilities. In the field of synthesis, more and more process development of polymerization reactions is being carried out at the Pilot Plant Center in addition to scale-up and pilot-scale synthesis of new polymer systems. Projects in polymer processing focus on material development and process optimization.

Research work at the Pilot Plant Center is financed according to the Fraunhofer model and is characterized by a high proportion of funding from industry. In addition to expanding its industrial contract research, the Fraunhofer PAZ is focusing on acquiring publicly funded projects in order to generate first runs and to develop and prepare for new fields of activity.

The polymer synthesis plant

The main areas of activity of the polymer synthesis plant include providing sample quantities up to ton scale for the subsequent development of products and applications – in particular transferring new polymer syntheses from lab to pilot plant scale. It also focuses on the development and optimization of individual process stages as well as the development of new processes.

An important focus in 2013 was a number of projects in the area of thermoplastic elastomers for an international client. The projects consisted of complex, multi-step synthesis with various process steps. In this context, polymer hydrogenation was also carried out for the first time on a ton scale at the Pilot Plant Center.

Further customer projects in the area of synthetic rubber were carried out in the pilot plant. In terms of processing synthetic rubber solutions, a new process has been developed at the Pilot Plant Center for which a patent application has been filed. Pleasantly, the first international industrial customer has shown interest in licensing the technology.

Furthermore, the Fraunhofer PAZ was granted funding in 2013 by the German Federal Ministry of Economy for a project to increase energy efficiency in the production of synthetic rubber. The project runs for three years and offers excellent opportunities to further develop existing competencies in the area of synthetic rubber technology and to prepare the scientific basis for further technological developments.

Polymer processing

The polymer processing group focuses its energies on lightweight polymer-based constructions and the development of lightweight design strategies on the basis of thermoplastic system components. It examines integrative manufacturing processes for combinations made from endless, short and long glass fiber-reinforced materials. In addition, components are designed and developed through the construction of prototypes on an original automotive scale or up to initial lot production.

Prof. Dr. Peter Michel from the Fraunhofer IWM took over as head of the processing group in 2013 and initiated activities in the area of polymer-based high-performance composite materials. In the framework of a strategic investment by the Fraunhofer-Gesellschaft, a plant for producing unidirectional endless fiber-reinforced tapes and load-tailored laminates is being built up under his guidance. The aim is to develop lightweight designs for mobility applications and to foster cooperation with the automotive and aviation industries.

The Development Bank of Sachsen-Anhalt supports activities in the area of endless fiber-reinforced thermoplastic semi-finished products as part of the BAMATS project.

ANWENDUNGEN UND DIENSTLEISTUNGEN

Leistungen	Pilotanlage – Synthese	Pilotanlage – Verarbeitung	Polymercharakterisierung
<ul style="list-style-type: none"> – Auftragssynthese: Herstellung von Klein- und Testchargen – Austestung und Optimierung von Compoundier- und Verarbeitungsprozessen – Entwicklung/Anpassung von Polymer-systemen im Labormaßstab – Entwicklung von Kunststoffcompounds – Ermittlung der Materialstruktur und Korrelation mit den Eigenschaften – Technologische Optimierung von Polymerisationsprozessen – Übertragung von Syntheseprozessen vom Labor in den Technikumsmaßstab 	<p>Ausrüstung</p> <ul style="list-style-type: none"> – Begasungs-/Hydrierreaktor – Emulsionspolymerisation (batch und konti) – Hochviskosetechnologie (Ein- und Doppelwellenkneter, Scheibenreaktor) – Kontinuierliche Polyesterlinie – Lösungspolymerisation (batch und konti) – Massepolymerisation (batch und konti) – Suspensionspolymerisation <p>Designparameter der Synthesereaktoren</p> <ul style="list-style-type: none"> – Betriebsdruck: -1 bis 100 bar – Betriebstemperatur: 5 bis 350 °C – Durchsatz: 5 bis 100 kg/h – Endviskositäten: bis 40 000 Pa·s – Reaktorvolumina: 50 bis 1000 L 	<p>Ausrüstung</p> <p>Extrusion</p> <ul style="list-style-type: none"> – Gleich- und gegenläufig drehende Doppelschneckenextruder – Modularer Aufbau der Verfahrenseinheiten je nach Anwendung – Hochtemperaturausrüstung bis 430 °C – Durchsatz von 5 kg/h bis zu 400 kg/h – Gravimetrische Dosieranlagen für unterschiedlichste Materialien – Verschiedene Granuliersysteme – Option: Schmelzepumpe – Profilextrusion mit verschiedenen Geometrien mit Coextrusion – Diverse Versuchswerkzeuge, z. B. Platten- und Hohlkammerplatten-extrusion <p>Spritzguss</p> <ul style="list-style-type: none"> – Schließkräfte 2000 kN, 13 000 kN, 32 000 kN – Schussgewichte 50 g bis 20 000 g – Entnahme-Roboter – Kernzug, Heißkanal, Kaskade, Betriebsdatenerfassung, Prozessanalyse 	<ul style="list-style-type: none"> – Endgruppenbestimmung – GPC mit verschiedenen Eluenten (THF, DMF, HFIP, wässrig) – Rheologie (inkl. Messung von Polymerlösungen) – Teilchengrößenbestimmung (Laserbeugung)

APPLICATIONS AND SERVICES

Services

- characterization of material, structure and correlation with properties
- contract synthesis: production of small lots and test batches
- development and adaptation of polymer systems in laboratory scale
- development of polymer compounds
- technological optimization of polymerization processes
- testing and optimization of compounding and processing methods
- transfer of polymer synthesis processes from lab to pilot scale

Polymer characterization

- end group titration
- particle size measurement (laser diffraction)
- rheological measurement (incl. polymer solution)
- SEC in different eluents (THF, DMF, HFIP, water systems)

Pilot plant – synthesis

Equipment

- continuous polyester line
- bulk polymerization (batch and conti)
- emulsion polymerization (batch and conti)
- gas-phase hydrogenation reactor
- high viscosity technology (single-screw and twin-screw kneader, rotating disc reactor)
- solution polymerization (batch and conti)
- suspension polymerization

Design parameters of synthesis reactors

- final viscosities: up to 40,000 Pa·s
- operating pressure: –1 to 100 bar
- operating temperature: 5 to 350 °C
- reactor volume: 50 to 1000 L
- throughput: 5 to 100 kg/h

Pilot plant – processing

Equipment

Extrusion

- co-and counter-rotating twin-screw extruders
- modular design of process units depending on the application
- high temperature equipment to 430 °C
- throughput of 5 kg/h up to 400 kg/h
- gravimetric dosing systems for a variety of materials
- various granulating systems
- optional: melt pump
- extrusion profile with different geometries with coextrusion
- various experimental tools, e.g. panels and hollow sheet extrusion

Injection molding

- closing force 2000 kN, 13,000 kN, 32,000 kN
- shot weights from 50 g to 20,000 g
- removal robot
- core, hot runner, cascade, data acquisition, process analysis

Kontakt Contact

Forschungsbereichsleiter
Pilotanlagenzentrum Schkopau
Division director
Pilot Plant Center Schkopau



Prof. Dr.-Ing. Michael Bartke
Telefon +49 3461 2598-120
Fax +49 3461 2598-105
michael.bartke@iap.fraunhofer.de

Synthese
Synthesis

Dr. Ulrich Wendler
Telefon +49 3461 2598-210
Fax +49 3461 2598-105
ulrich.wendler@iap.fraunhofer.de

Verarbeitung
Processing

Prof. Dr.-Ing. habil. Peter Michel
Telefon +49 345 5589-203
Fax +49 345 5589-101
peter.michel@iwmh.fraunhofer.de

$$P_1 = P_{01}^{LV} \exp \left[\ln \left(1 - \varphi_2 \right) + \left(1 - \frac{1}{r} \right) \varphi_2 + \chi_1 \varphi_2^2 \right]$$

1 Flory-Huggins Equation – P_1 : partial pressure solvent,

P_{01}^{LV} : pure component partial pressure solvent,

φ_2 : volume fraction polymer, r : segment number,

χ : interaction parameter.

2 High pressure sorption balance at Martin Luther University Halle-Wittenberg.

3 Equilibrium vapor pressure of synthetic rubber in cyclohexane as a function of polymer content for different temperatures, experiments and models.

1

Experimentelle Bestimmung von Flüssig-Dampf-Phasengleichgewichten von Synthesekautschuklösungen

Styrol-Butadien-Kautschuke (SBR) gehören zu den wirtschaftlich bedeutendsten Synthesekautschuken. Sie werden durch anionische oder koordinative Lösungspolymerisation hergestellt. Ein technisch und wirtschaftlich wichtiger Teilschritt im Herstellungsverfahren ist die der Polymerisation nachgeschaltete Trennung von Polymer und Lösemittel. Für die Auslegung und Modellierung von entsprechenden Trennverfahren wie der Direktverdampfung in Knetreaktoren werden quantitative Daten zum Phasengleichgewicht Polymer/Lösemittel benötigt.

Im Rahmen einer Diplomarbeit wurde in Zusammenarbeit mit der Technischen Universität Berlin und der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg das Flüssig-Dampf-Gleichgewicht einer im Fraunhofer PAZ hergestellten Lösung von Styrol-Butadien-Kautschuk im Lösemittel Cyclohexan über den gesamten Konzentrationsbereich bei Temperaturen zwischen 30 °C und 80 °C experimentell untersucht.

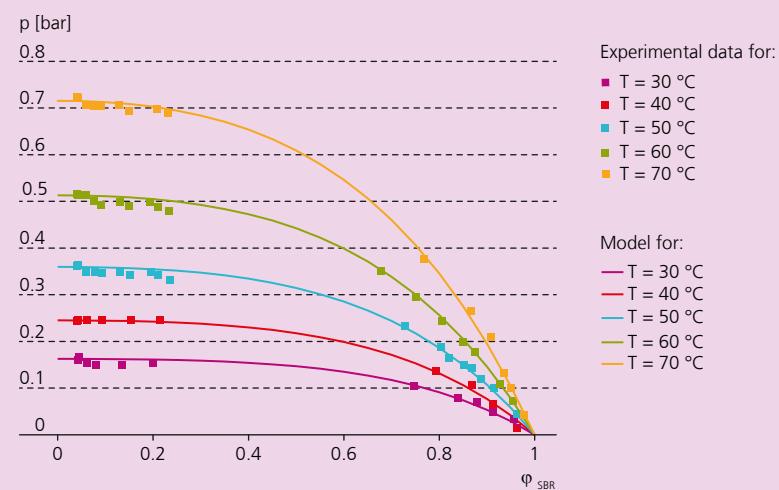
Aufgrund des drastischen Viskositätsanstiegs der Lösung mit zunehmender Polymerkonzentration müssen je nach Konzentrationsbereich unterschiedliche Messaufbauten und Methoden verwendet werden. Im Konzentrationsbereich bis 30 Masseprozent wurde das Phasengleichgewicht durch Messung von Dampfdruckkurven in einem Autoklaven bestimmt. Für hochviskose Polymerlösungen im Konzentrationsbereich bis 80 Masseprozent wurden zur Bestimmung des Phasengleichgewichts Dampfdruckkurven in einem Hochviskos-Knetreaktor aufgenommen. Phasengleichgewichtsdaten von Kautschuk-Lösemittel-Systemen mit sehr hohen Polymergehalten > 80 Masseprozent wurden mittels gravimetrischer Absorptionsmessung in einer Magnetschwebewaage (Fig. 2) an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg bestimmt. Aufgrund der nur eingeschränkt möglichen Bilanzierung am Knetreaktor erwiesen sich dabei die Daten im mittleren Konzentrationsbereich für die Auswertung der Phasengleichgewichte als zu fehlerbehaftet.

Der Gleichgewichtsdampfdruck über der Polymerlösung entspricht bei allen vermessenen Temperaturen bis zu einem Polymeranteil von etwa 30 Volumenprozent nahezu dem Dampfdruck des Lösemittels Cyclohexan. Erst bei hohen Polymeranteilen ergibt sich eine merkliche Dampfdruckniedrigung durch das Polymer (Fig. 3).

Zur Beschreibung der experimentellen Phasengleichgewichtsdaten wurde das Flory-Huggins-Modell verwendet (Fig. 1). Der Wechselwirkungsparameter wurde aus Parameteranpassungen bestimmt, wobei sowohl ein konzentrationsunabhängiger als auch ein konzentrationsabhängiger Ansatz verwendet wurden. Bereits mit dem konzentrationsunabhängigen Ansatz gelingt eine gute Beschreibung der experimentellen Ergebnisse (Fig. 3).

Literatur Literature

[1] H. Bau: *Experimentelle Bestimmung von Flüssig-Dampf-Gleichgewichten von Synthesekautschuklösungen*, Diplomarbeit Technische Universität Berlin, 2013



3

Experimental determination of vapor-liquid phase-equilibria data of synthetic rubber solutions

Styrene-butadiene rubbers (SBR) are one of the most economically important synthetic rubbers. They are produced by anionic or coordinative solution polymerization. One technically and economically important process step in manufacturing them is the separation of the polymer and the solvent downstream from the polymerization. Quantitative data about the polymer-solvent phase equilibrium is required to design and model the corresponding separation processes, such as direct devolatilization in kneader reactors.

In the framework of a diploma thesis and in cooperation with the Technical University of Berlin and Martin Luther University Halle-Wittenberg, experiments were carried out on the vapor-liquid equilibrium of a solution of styrene-butadiene rubber in the solvent cyclohexane over the entire concentration range and at temperatures between 30 °C and 80 °C. A polymer solution synthesized at the Fraunhofer Pilot Plant Center PAZ was examined in this study.

Because the solution viscosity dramatically increased as the polymer content increased, different methods and experimental configurations had to be used depending on the concentration range. In the polymer concentration range of up to 30 weight percent, phase equilibria was determined by measuring vapor pressure in a stirred autoclave. For high-viscous polymer solutions with a polymer content of up to 80 weight percent, phase equilibria was determined by vapor pressure measurements in a high-viscosity kneader reactor. Phase equilibria data of solutions with very high polymer contents of more than 80 weight percent, was determined by gravimetric absorption measurement in a high-pressure magnetics suspension balance (Fig. 2) at Martin Luther University Halle-Wittenberg. Due to the limited possibilities for balancing in the kneader reactor, the data obtained in the medium concentration range proved to be too imprecise to determine phase-equilibria.

The equilibrium pressure of polymer solutions is very close to the vapor pressure of the solvent cyclohexane for all of the studied temperatures and for a polymer content of up to approx. 30 volume percent. There is no significant lowering of vapor pressure by the polymer until there is a very high polymer content (Fig. 3).

The Flory-Huggins model (Fig. 1) was used to describe experimental phase-equilibria data. The interaction parameter was determined by parameter estimation. Both a concentration-independent and a concentration-dependent approach were tested. Good experimental results could already be obtained with the use of the concentration-independent interaction parameter (Fig. 3).

Kontakt Contact

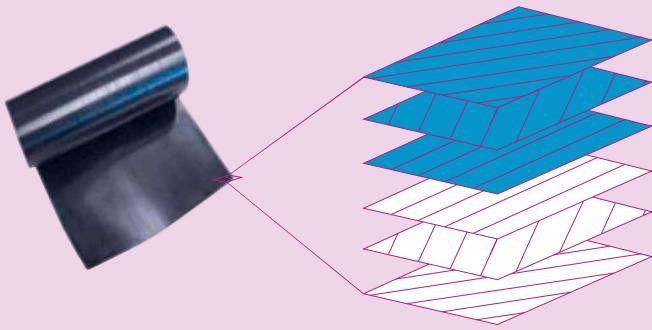


Prof. Dr.-Ing. Michael Bartke

Telefon +49 3461 2598-120
Fax +49 3461 2598-105
michael.bartke@iap.fraunhofer.de

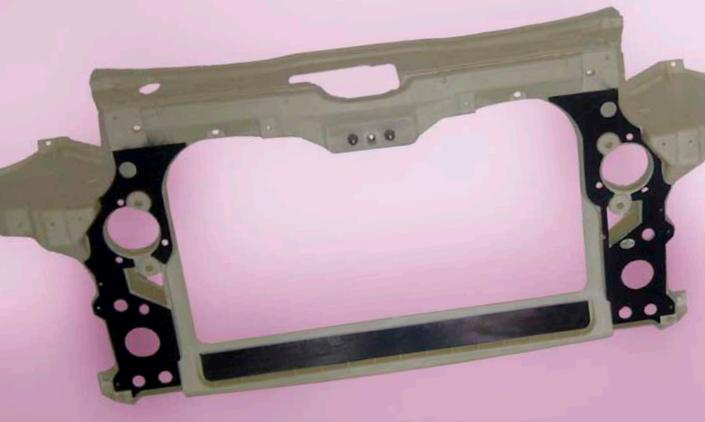
Kooperation Collaboration

– Technische Universität Berlin
– Martin-Luther-Universität
Halle-Wittenberg



— 100 mm

1



2

Entwicklung von UD-Tapes für Automotive-Anwendungen

Im Automobilbau werden aufgrund notwendiger Fahrzeuggewichtsreduzierungen zunehmend bestehende metallische Systeme durch faserverstärkte Kunststoffe ersetzt. Dabei liegt der Schwerpunkt nicht nur auf Verkleidungsteilen, sondern gleichermaßen auf tragenden und hoch belasteten Bauteilkonstruktionen. Um den dort gegebenen hohen Festigkeits- und Steifigkeitsanforderungen bei einer gleichzeitig wirtschaftlichen Produktion gerecht zu werden, kommen vermehrt thermoplastische Composite mit Endlosfaserverstärkung zum Einsatz. Besonderes Potenzial liegt in der unidirektionalen Verstärkung. Lastgerecht über der Wanddicke und der Bauteilabmessung ausgerichtete UD-Tapes sind dabei von besonderer Bedeutung. Optimal auf die im Bauteil auftretenden Lastpfade abgestimmt, entfalten diese Werkstoffe ihre bestmögliche Mechanik.

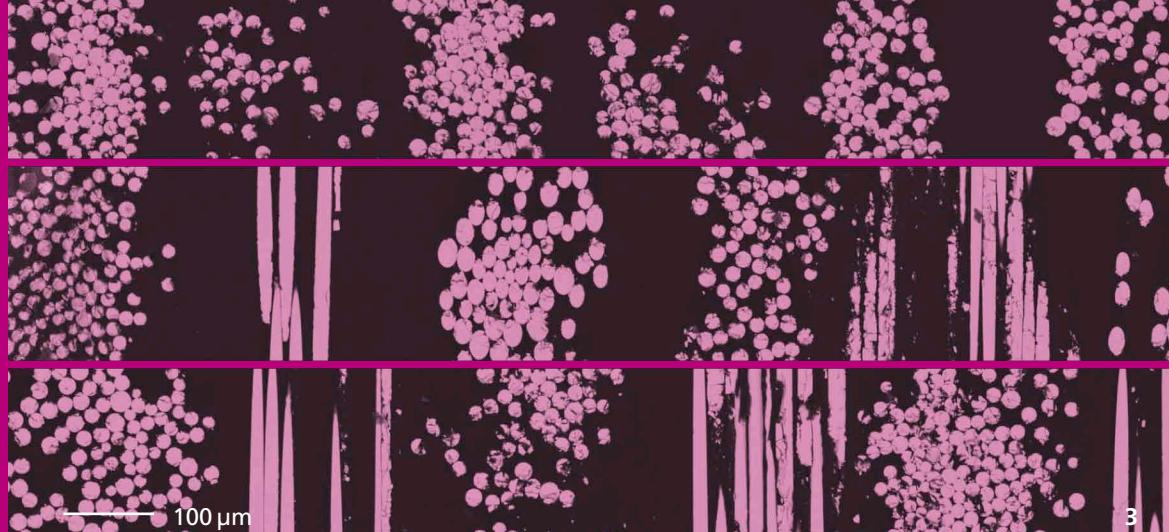
Um Bauteile im Automobilbereich lastgerecht auszulegen und fertigen zu können, wird am Fraunhofer PAZ eine Pilotanlage zur Fertigung und Konsolidierung von UD-Tapes aufgebaut, die es ermöglicht, maßgeschneiderte UD-Laminate als Einlegeteile im Spritzgießcompoundierprozess weiter zu verarbeiten. Das Ziel besteht darin, für hoch belastete Bauteilregionen einen schichtweisen, lastgerechten Aufbau einzelner thermoplastischer UD-Tape-Lagen (Fig. 1) herzustellen. Diese UD-Tape-Lagen bilden genau die zuvor ermittelten Lastpfade ab. Die Auffüllung von weniger belasteten Regionen des Bauteils erfolgt mit kurz-/langfaserverstärkten Thermoplasten. Zusätzlich bildet der Spritzgießcompoundierprozess die Möglichkeit der Funktionsintegration in Form von Rippen, Clips etc. Dabei wird mit PP und PA sowie mit Glas- und Kohlefasern gearbeitet.

Die Beschreibung des mechanischen Verhaltens von thermoplastischen Composite-Systemen ist ein wesentlicher Schwerpunkt der Arbeiten. In Bezug auf die durchgängige Betrachtung des Stands der Technik gibt es sowohl bei der Charakterisierung als auch bei der Modellbildung hinsichtlich Anisotropie, Dehnraten- und Temperaturverhalten Lücken. Bauteilkonzepte zum Leichtbau von automobilen Bauteilen und Modulen beinhalten den hybriden Materialansatz Kunststoff/Kunststoff in Endlos- und Kurz-/Langfaserverstärkung. Die dazu modellhaft aufgebaute Demonstrationsfertigung soll die Zusammenhänge der Kompatibilitätseinflüsse des Hybrids transparent machen. Neben Design und Dimensionierung in Bezug auf den Bauraum wird die Wirkkette bis auf die Ebene Matrix/Faser auf die Bauteileigenschaft herunter gebrochen. Erste automobile Demonstratorbauteile (Fig. 2), hergestellt am Fraunhofer PAZ, wurden auf der Kunststoffmesse K2013 in Düsseldorf präsentiert.

1 Schematic illustration of a tailored UD-tape configuration.

2 PP/GF frontend carrier partially strengthened with UD-laminates.

3 Thermoplastic UD-laminate with different fiber orientations: 0° (top), quasi-isotropic (center), 0°–90° (bottom).



Development of UD tapes for automotive applications

For weight reduction metallic components in automotive design are increasingly being replaced by fiber-reinforced plastics. This is occurring not only in bodywork parts, but also in load bearing components that are subjected to high stress. Thermoplastic composites with continuous fiber reinforcement are increasingly being used to simultaneously achieve the high rigidity and strength required and to ensure an efficient production process for such applications. Their unique potential lies in the unidirectional fiber reinforcement of the single laminate plies (UD tape). These UD tapes can be applied to perfectly match the loads by aligning them to the load paths over the wall thickness and along the component structure. This allows the FRP's mechanical properties to be customized and optimized.

A pilot plant for the automated manufacturing and consolidation of specific UD tapes is being established at the Fraunhofer PAZ. It enables tailored UD laminates to be integrated as inserts into the injection molding compounding process. Sections of the final part that are subject to high stress loads can be strengthened with the layering of individual plies of the thermoplastic laminate, which selectively reproduce the previously determined load paths (Fig. 1). Sections that are under less stress can be formed with short and/or long fiber-reinforced thermoplastics which are compatible with the matrix. The injection molding compounding process also offers the possibility of integrating additional functions such as ribs and clips. Typical material systems are PP and PA with glass and carbon fibers.

The current projects progressively aim to model the mechanical behavior of thermoplastic composite systems since there are no sufficient solutions available at this moment, particularly for modeling anisotropy, expansion rates and temperature behavior. Nor have the factors of crack initiation and damage progression been finally resolved. By modeling these mechanisms and correlating them with the processing conditions, an optimized tape configuration and laminate build-up can be produced. The investigated concepts for the lightweight construction of automobile components and modules include the selection of hybrid plastic/plastic materials with continuous and short/long fiber reinforcement. Therefore, the purpose of the established prototype processing is to investigate the effect of the hybrid structure on compatibility. The development of corresponding simulation tools and adjusted processing techniques form the basis for the transfer of structural concepts into industrial applications. In addition to designing, design freedom and dimensioning, the effects of the entire process chain on the component properties are addressed down to the matrix/fiber level. The first automotive component prototypes (Fig. 2) manufactured at the Fraunhofer PAZ were presented at K 2013 in Düsseldorf.

Kontakt Contact



Prof. Dr.-Ing. habil. Peter Michel

Arbeitsgruppenleiter

Polymerverarbeitung | Fraunhofer IWM

Telefon +49 345 5589-203

Fax +49 345 5589-101

peter.michel@iwmh.fraunhofer.de

FAKTEN, EREIGNISSE, PUBLIKATIONEN

FACTS, EVENTS, PUBLICATIONS

108 Rückblick 2013

Review 2013

110 Methoden und Ausstattung

Methods and equipment

114 Zusammenarbeit

Collaboration

119 Ereignisse

Events

122 Publikationen

Publications

138 Patente

Patents

140 Anfahrt

How to reach us

pioneers in polymers



RÜCKBLICK 2013

REVIEW 2013



*Internationale Grüne Woche, Berlin,
18.–27.1.2013*



*ACS-Preisverleihung, Prof. Dr. Hans-Peter Fink,
New Orleans (USA), 9.4.2013*



*Fraunhofer-Quartalssieger,
Dr. Armin Wedel und Dipl.-Ing.
Danny Krautz, 6.3.2013*



Technologietransfertag, Potsdam, 26.9.2013



*5. Biopolymer-Kolloquium im Rahmen der Grünen
Woche, Berlin, 24.1.2013*



*Internationale Grüne Woche, Berlin,
18.–27.1.2013*



*Abschlusskonferenz des Innovations-
forums »Biopolymere und biobasierte
Kunststoffe – nachhaltige Materialien
der Zukunft«, Schwarzeide, 28.2.2013*



Brasilianische Delegation, Potsdam, 29.11.2013



*Medtec Europe, Stuttgart,
26.–28.2.2013*



Workshop »Organische Elektronik«
am Fraunhofer IAP, Potsdam, 15.1.2013



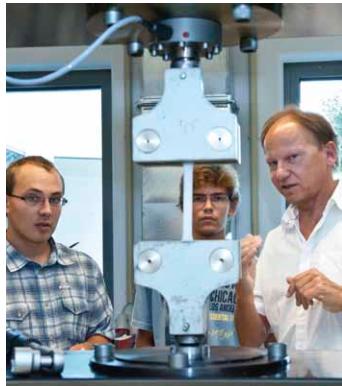
Eröffnung des Verarbeitungstechnikums Biopolymere
Schwarzheide, 24.4.2013



13. Schwarzheider Kunststoffkolloquium,
Schwarzheide, 25.9.2013



13. Schwarzheider Kunststoffkolloquium, Schwarzheide,
25.9.2013



Talent Take Off, Potsdam,
31.7.2013



Tausend Fragen, eine Stadt, Potsdam, 8.6.2013



Vietnamesische Delegation, Potsdam, 25.11.2013



Indische Delegation, Potsdam, 30.5.2013

METHODEN UND AUSSTATTUNG

METHODS AND EQUIPMENT

Polymersynthese – Polymerverarbeitung

Biotechnikum, S1

- Fermentationsanlage
- 2 L, 15 L, 100 L-Fermenter
- Massenspektrometer zur Gasüberwachung
- Hochdruckhomogenisator
- Tellerseparatoren
- Technikums- und Ultrazentrifuge
- Ultrafiltrationsanlage
- Rotationsverdampfer 10 L
- Gefriertrocknungsanlage 10 L
- präparativer Hochleistungs-Flüssig-Chromatograph
- Heißluft-Sterilisator
- Autoklaven 120 L
- Mikrobiologische Sicherheitswerkbanke
- Stand- und Schüttelinkubatoren
- Kühraum

Extruder und Zubehör

- Konischer Doppelschneckenextruder für Kleinstmengen ab 7 cm³
- Einschneckenextruder, Schneckendurchmesser: 20 mm und 30 mm
- Flexibel konfigurierbare Doppelschneckenextruder, Schneckendurchmesser: 18 mm und 25 mm, Verfahrenslänge: bis 50 D, mit gravimetrischen Dosiereinheiten
- Werkzeuge für Ein- und Mehrschicht-Flachfolien
- Physikalische Verschäumungseinheit Optifoam
- Labor-Blasfolien-Anlage

Oberflächen, Filme und Membranen

- Kalt-aktives Plasmagerät
- Labor-Plasmareaktoren
- Pilot-Plasmaanlage
- Plasmaanlage für Bahnenware
- Excimer-Strahler

- Corona-Treater
- Derivatisierungskammer
- Metallisierungsgeräte
- Atomlagenabscheidung (ALD)
- Spin Coater
- Easycoater
- Rotary Coater
- Sprühcoater
- automatisches Filmziehgerät
- Membranziehmaschine für Flachmembranen

Probenaufarbeitung

- Labor- und Technikumszentrifugen
- Ultrazentrifugen
- Ultrafiltrationsanlagen
- Hochdruckhomogenisator
- Ultraschallhomogenisator
- Bead Beater-Homogenisator
- Gefriertrocknungsanlagen
- Sprührockner
- Wirbelschichtrockner
- Kugel-, Schneid-, Zentrifugal-mühlen
- Kryo-Schwingmühle
- Labormixer für Pulver
- TURBULA® Mischer
- Dispergiergerät
- Siebmaschinen
- Jet-Kocher
- Lösungsggregate für Volumen von 3 bis 10 kg
- Plattenpressen bis 300 × 300 mm² Pressfläche
- Thermoform und Skin-Pack-Gerät
- Thermische Gradientenbank

Pilotlinie für organische elektronische Bauelemente

- Inkjet-Drucker
- Schlitzdüsendrucker
- Aufdampfanlage (thermisch und Elektronenstrahl)
- Sputteranlage
- Atomic Layer Deposition (ALD)

- UV-Reinigung
- UV-Presse

Pilotanlagenzentrum PAZ

- Suspensionslinie
- Emulsionslinie (batch und konti)
- Massepolymerisationslinie (batch und konti)
- Hochviskostechnik I Kneter
- Hochviskostechnik II Scheibenreaktor
- Lösungspolymerisation (batch und konti)
- Rührkesselkaskade
- Begasungsreaktor bis 100 bar, 300 °C
- Sprührockner
- Bandrockner
- Fließbettrockner
- gleichlaufende parallele Doppelschneckenextruder unterschiedlicher Größe
- Injection Molding Compounder KM 1300–14 000 IMC (Schließkraft 1300 Tonnen)
- Spritzgießmaschine KM 200 (Schließkraft 200 Tonnen)

Pilotanlage PLA-Synthese

- Rektifikationskolonne
- Schmelzkristallisator
- Kleintechnische Reaktorsysteme
- Dünnschichtverdampfer
- Mini-Compounder

Reaktoren und Kneter

- Laborreaktoren 0,05–50 L
- Laborautoklaven 1–5 L
- Explosionsgeschützter 50 L-Reaktor
- Hochdruckreaktoren
- Reaktionskalorimeter RC1
- Automatische Reaktorsysteme LabMax
- Mikrowellenreaktor
- Laborfermenter

- Laborkneter und -zerfaserer,
- Pflugschar-Mischer
- Messkneter

Spinnanlagen

- Technikums-Viskose-Anlage nach Blaschke
- Nassspinnanlagen
- Lyocell-Labospinnanlage
- Schmelzspinntester für Nonwovens und Fasern
- Fourné Labor-Bikomponenten-Schmelzspinnanlage

Spritzgießen

- Kolben-Spritzgießgerät für Kleinstmengen
- Spritzgießautomaten mit 220 kN und 350 kN Schließkraft
- Spritzgießwerkzeuge für Thermoplaste und Duromere

Verarbeitungstechnikum Biopolymere

- gleichlaufender Doppelschneckenextruder
- Dosieranlagen unterschiedlicher Größe
- Folienblasanlage
- Flachfolienanlage
- Spritzgießautomat (Schließkraft 55 Tonnen)
- diverse Klima-, Trocken-, Zerkleinerungs- und Mischtechnik
- Feuchtebestimmen
- Pendelschlagprüfgerät
- Mflow
- Shorehärte-Prüfgerät
- Materialprüfgerät
- Viskosimetrie SI-Analytics
- GPC-Analyse
- DSC-Analyse
- Rheometer

Polymeranalytik und Charakterisierung

Lasertechnik	Chromatographie und Lösungscharakterisierung	Morphologie und Strukturaufklärung	Materialkenndaten
<ul style="list-style-type: none"> – Ar⁺-Laser (365 nm, 457 nm, 476 nm, 488 nm, 514 nm) – Festkörperlaser (532 nm) – Gewinn/Verlust-Wellenleiter-Messplatz: VBL (Variable StripeLength) und SES (Shifting Excitation Spot) Methode – HeNe-Laser (633 nm) – Holographie-Aufbau mit Ar⁺-Laser, 364 nm – Holographische Aufbauten mit Ar⁺-Lasern, 488 nm, in situ-Kontrolle der Beugungseffizienz – Kr⁺-Laser (647 nm, 674 nm) – Laser Messplatz: 2 DPSS gepulste Nd: YAG Laser (frequency-doubled und tripled 532 nm und 355 nm, 0,5 ns), Detektion mit Jobin Ivon iHR 320 CCD-Spektrometer (spektrale Auflösung 0,1 nm) – Messplätze zur laserinduzierten Anisotropie mit online-Messung der Phasenverschiebung und des Dichroismus 	<ul style="list-style-type: none"> – Gel-Permeations-Chromatographen mit Multidetektion (VISCO, MALLS, UV, RI), analytisch <ul style="list-style-type: none"> – Dichlormethan – Dimethylformamid/LiBr – Hexafluorisopropanol/Na-Trifluoacetat – dn/dc-Bestimmung – Hochleistungs-Flüssig-Chromatograph mit DAD-Detektor – Combustion Ionenchromatograph – Tensiometer 	<ul style="list-style-type: none"> – Rasterelektronenmikroskop inkl. Röntgenmikroanalyse (EDX) und RückstreuElektronendetektor, Ausrüstung für Kryopräparation feuchter Proben – Transmissionselektronenmikroskop; Ultradünnenschlittentechnik, Kryomikrotomie, Abdrucktechniken – Lichtmikroskope mit Video- und Bildanalysetechnik – Stereomikroskop mit digitaler Kamera – Inverses Fluoreszenzmikroskop – Konfokales Laserscanning Mikroskop – Röntgengeräte für Weitwinkel-(WAXS) und Kleinwinkelstreue (SAXS) – Quecksilberporosimetrie – Volumetrische Gasadsorption (BET) – Dynamische Wasserdampfsorption 	<ul style="list-style-type: none"> – Dynamisches Scanning-Kalorimeter (DSC) – Thermoanalyse (TGA) – Partikelgrößenmessgeräte – Zetapotenzial-Analysengeräte – Polarimeter – Mechanisches Prüflabor mit Universal-Zugprüfmaschine, Kerbschlaggerät, Dauerbiegeprüfgerät, Fasernassscheuerprüfgerät, Härteprüfgerät, Dickenmessgerät, Vibroskop zur Bestimmung der Feinheit von Fasern – Schmelzindexprüfgerät – Permeationsmessstände für Gase und Flüssigkeiten – Porometer für durchgängige Poren im Bereich 500 bis < 0.02 nm – Geräte zur Bestimmung der Materialfeuchte von Granulat – Infrarot-Feuchtigkeitsmessgerät – Dichtebestimmung von Festkörpern und Flüssigkeiten – Helium-Pycnometer zur Dichtebestimmung – Partikelgrößenmessgeräte – Zetapotenzial-Analysengeräte – Ladungsträgerbeweglichkeit – OLED-Lebensdauerprüfung – Suntester – Optical-Calculum-Test – Membrantestanlage für Gase
Rheologie <ul style="list-style-type: none"> – Rotationsviskosimeter – Oszillationsrheometer – Rheometer-Hochdruck-messzelle für Lösungsviskosität bis 160 °C – Automatische Kapillar-Viskosimeter für Lösungsviskosität 	<ul style="list-style-type: none"> – High performance Fluoreszenz-Spektrometer – CCD-Spektrometer – Röntgenphotoelektronen-Spektrometer (XPS) – Massenspektrometer – ICP Optisches Emissions-spektrometer – Oberflächen-Plasmon-Resonanz-Spektrometer – UV/VIS Mikroskop-Spektrometer – Hamamatsu Spektrometer zur Messung der Quanteneffizienz – dielektrische Spektroskopie – Ellipsometer 	DNA- und Proteinanalytik <ul style="list-style-type: none"> – Thermocycler – Real-Time Thermocycler – Geldokumentationsanlage mit multipler Detektion – Gelektrophorese und Blotting-Systeme – Isoelektrische Fokussierung – Mikroplattenleser (Absorption, Fluoreszenz) – Hochleistungs-Flüssig-Chromatograph mit UV- und Leitfähigkeit-Detektion 	Oberflächenanalyse <ul style="list-style-type: none"> – Röntgenphotoelektronen-Spektrometer (XPS) – Kontaktwinkelgoniometer – Fluoreszenzmarkierung – Infrarotspektroskopie (ATR, IRRAS) – Rastersondenmikroskopie – Atomic Force Microscopy (AFM)

Ausführliche Informationen zu unserem umfangreichen Analytik-Angebot finden Sie unter:

www.polymer-analytik.de

METHODEN UND AUSSTATTUNG

METHODS AND EQUIPMENT

Polymer synthesis – Polymer processing

Biotechnology pilot plant, S1	Pilot line for organic electronics	Processing pilot plant biopolymers	
<ul style="list-style-type: none"> – fermentation plant – 2 L-, 15 L-, 100 L-fermenter – mass spectrometer for gas detection – high pressure homogenisator – disc separator – pilot plant and ultra centrifuge – ultrafiltration device – rotary evaporator 10 L – freeze dryer 10 L – preparative high performance liquid chromatograph – hot air sterilizer – autoclaves 120 L – microbiological safety work benches – shaking and non-shaking incubators – cold room 	<ul style="list-style-type: none"> – inkjet printer – slot die coater – evaporation chamber with thermal and e-beam evaporation – sputter facility – atomic layer deposition (ALD) – UV cleaning – UV press 	<ul style="list-style-type: none"> – co-rotating twin screw extruder – metering systems of different sizes – blown film line – cast film line – injection molding machine (clamping force 55 tons) – diverse technology for climate, drying, crushing and mixing – moisture-tester – pendulum impact tester – Mflow – shore hardness tester – material testing Z010 – viscometry CT 72/2 SI-analytics – gPC analysis – dSC analysis – rheometer MCR 102 	<ul style="list-style-type: none"> – ball, cutting and ultracentrifugal mills – cryo mill – laboratory mixer for powder – TURBULA® mixer – disperser – screening machines – jet cooker – dissolving aggregates for volumes of 3 to 10 kg – platen presses up to 300 × 300 mm² press area – thermoforming and skin pack equipment – film formation bank
Extruder and equipment	Pilot Plant Center PAZ	Reactors and kneaders	Spinning lines
<ul style="list-style-type: none"> – conical twin screw extruder for compounding of small volume (7 cm³) samples – single screw extruders, screw diameters: 20 mm and 30 mm – flexible configurable twin screw extruders, screw diameters: 18 mm and 25 mm, processing length: up to 50 D, equipped with gravimetric feeders – tools for monolayer or 3-layer flat films – physical foaming equipment Optifoam – laboratory blown film line 	<ul style="list-style-type: none"> – suspension line – emulsion line (batch and conti) – bulk polymerization (batch and conti) – high-viscosity technology I kneader – high-viscosity technology II disc reactor – solution polymerization (batch and conti) – stirring vessel cascade – gassing reactor to 100 bar, 300 °C – spray dryer – band dryer – fluid-bed dryer – co-rotating twin-screw extruders – injection molding compounder KM 1300–14,000 IMC (clamping force 1300 tonnes) – injection molding machine KM 200 (clamping force 200 tonnes) 	<ul style="list-style-type: none"> – laboratory reactors 0.05–50 L – laboratory autoclaves 1–5 L – explosion-proof 50 L reactor – high pressure laboratory reactors – reaction calorimeters RC1 – LabMax process development workstations – microwave reactor – laboratory fermenter – laboratory kneader and -defibrator – ploughshare batch mixer – measuring kneader 	<ul style="list-style-type: none"> – viscose pilot plant by Blaschke – wet spinning line – lyocell-laboratory spinning system – melt spintester for nonwovens and fibers – Fourné laboratory bicomponent melt spinning line
Injection molding	Pilot plant PLA synthesis	Sample reprocessing	Surfaces, films and membranes
<ul style="list-style-type: none"> – piston injection molding machine for small amounts – injection molding machines with 220 kN and 350 kN clamping force – injection molding tools and injection units for thermoplastics and duromers 	<ul style="list-style-type: none"> – rectification column – melt-crystallizer – pilot plant scale tank reactors – thin film evaporator – mini-compounder 	<ul style="list-style-type: none"> – laboratory and pilot plant centrifuges – ultracentrifuges – ultrafiltration system – high pressure homogenizers – ultrasonic homogenizer – bead beater homogenizer – freeze dryers – spray dryer – fluidized bed dryer 	<ul style="list-style-type: none"> – cold active plasma device – lab-scale plasma reactors – pilot-scale plasma reactors – plasma reactors for web material – excimer lamp – corona treater – derivatization chamber – metalliation equipment – atomic layer deposition (ALD) – spin coater – easycoater including slot die, knife coating and screen printing – rotary coater – spray coater – automatic film applicator coater – flat sheet membrane casting machine

Polymer analysis and characterization

Laser technology

- Ar⁺ laser (365 nm, 457 nm, 476 nm, 488 nm, 514 nm)
- solid state laser (532 nm)
- profit/loss-optic measuring system: VBL (Variable Stripe-Length) and SES (Shifting-Excitation Spot) method
- HeNe laser (633 nm)
- holographic structure with Ar⁺ laser, 364 nm
- holographic setups with Ar⁺ laser, 488 nm, in situ-monitoring of diffraction efficiency
- Kr⁺ laser (647 nm, 674 nm)
- lasing measuring station:
2 DPSS pulsed Nd:YAG laser (frequency-doubled and tripled 532 nm and 355 nm, 0.5 ns), detection with Jobin Ivon iHR 320 CCD spectrometer (spectral resolution 0.1 nm)
- measuring stations for laser-induced anisotropy with online measurement of the phase shift and the dichroism

Rheology

- rotational viscometer
- oscillation rheometer
- rheometer high pressure cell modules for solution viscosity up to 160 °C
- capillary viscometer for solution viscosity

Detailed information on our broad range of analytical methods and services:

www.polymer-analytik.de

Chromatography and solution characterization

- gel-permeations-chromatographs with multi-detection (VISCO, MALLS, UV, RI), analytical
 - Dichloromethane
 - Dimethylformamide/LiBr
 - Hexafluorisopropanol/Na-Trifluoroacetat
- combustion ion chromatograph
- dn/dc-determination
- high performance liquid chromatograph with DAD-detector
- tensiometer

Spectroscopy

- high resolution NMR spectrometer for liquid state analysis
- high resolution NMR spectrometer for solid states analysis
- UV-VIS spectrometer
- UV-VIS-NIR spectrophotometer with integration sphere
- FTIR spectrometer
- ATR-FTIR spectrometer
- FT-Raman spectrometer
- fluorescence spectrometer
- high performance fluorescence spectrometer
- CCD-spectrometer
- X-ray photoelectron spectrometer
- mass spectrometer
- ICP optical emission spectrometer
- Surface plasmon resonance (SPR) spectrometer
- UV/VIS microscope spectrometer
- quantum yield measurement setup
- dielectric spectroscopy
- ellipsometer

Morphology and structure elucidation

- scanning electron microscope including X-ray microanalysis (EDX) and detector for back-scattered electrons, devices for cryopreparation of moist samples
- transmission electron microscope; ultra-thin cut technology, cryo-microtomy, replica technology
- optical microscopes with video- and image analysis technology
- stereo microscope with digital camera
- inverse fluorescence microscope
- confocal laser scanning microscope
- X-ray equipment for wide angle (WAXS) and for small angle (SAXS) x-ray scattering
- mercury porosimetry
- volumetric gas adsorption (BET)
- dynamic vapour sorption

DNA and protein analysis

- thermocycler
- real-time thermocycler
- geldocumentation system with multiple detection
- gelelectrophoresis and blotting systems
- isoelectric focussing
- micro plate reader (absorbance, fluorescence)
- high performance liquid chromatograph with UV and conductivity detection

Material characteristics

- dynamic scanning calorimeter
- thermogravimetric analysis
- particle size analyzers
- zetapotential analyzers
- polarimeter
- mechanical test laboratory with universal tensile testing machine, impact tester, bending endurance tester, wet fiber abrasion machine, hardness gauge tester, thickness gauge tester vibroskop for determination of fineness of fibers
- melt flow index tester
- gas and liquid permeation analyzers
- capillary flow porometer
- moisture meter for plastics
- halogen moisture meter
- system for density determination of solids and liquids
- helium gas pycnometer
- particle size analyzers
- zetapotential analyzers
- charge mobility
- OLED lifetime testing
- suntester
- optical calcium test
- gas permeability tester

Surface analysis

- X-ray photoelectron spectrometer
- contact angle goniometry
- fluorescence labelling
- infrared spectroscopy (ATR, IRRAS)
- scanning probe microscopy
- atomic force microscopy

ZUSAMMENARBEIT

COLLABORATION

Zusammenarbeit Collaboration

Fraunhofer-Institute Fraunhofer Institutes

Fraunhofer COMEDD,
Einrichtung für Organik,
Materialien und Elektronische
Bauelemente, Dresden

Fraunhofer ENAS, Institut für
Elektronische Nanosysteme,
Chemnitz

Fraunhofer FEP, Institut für
Elektronenstrahl- und Plasma-
technologie, Dresden

Fraunhofer FOKUS, Institut für
Offene Kommunikationssysteme,
Berlin

Fraunhofer HHI, Institut für
Nachrichtentechnik, Heinrich-
Hertz-Institut, Berlin

Fraunhofer IAO, Institut für
Arbeitswirtschaft und
-organisation, Stuttgart

Fraunhofer IBMT, Institut für
Biomedizinische Technik,
St. Ingbert, Potsdam-Golm

Fraunhofer ICT, Institut für
Chemische Technologie, Pfinztal

Fraunhofer IFAM, Institut für
Fertigungstechnik und
Angewandte Materialforschung,
Bremen

Fraunhofer IGB, Institut für
Grenzflächen und Bioverfahrens-
technik, Stuttgart

Fraunhofer IIS, Institut für
Integrierte Schaltungen, Erlangen

Fraunhofer ILT, Institut für
Lasertechnik, Aachen

Fraunhofer IME, Institut für
Molekularbiologie und
Angewandte Ökologie,
Schmallenberg-Grafschaft

Fraunhofer IOF, Institut für
Angewandte Optik und Fein-
mechanik, Jena

Fraunhofer IPA, Institut für
Produktionstechnik und
Automatisierung, Stuttgart

Fraunhofer IPK, Institut für
Produktionsanlagen und
Konstruktionstechnik, Berlin

Fraunhofer IPMS, Institut für
Photonische Mikrosysteme,
Dresden

Fraunhofer ISC, Institut für
Silicatforschung, Würzburg

Fraunhofer ISE, Institut für Solare
Energiesysteme, Freiburg

Fraunhofer ISI, Institut für System-
und Innovationsforschung,
Karlsruhe

Fraunhofer IVV, Institut für
Verfahrenstechnik und
Verpackung, Freising

Fraunhofer IWM, Institut
für Werkstoffmechanik, Halle,
Freiburg

Fraunhofer IZM, Institut für
Zuverlässigkeit und Mikro-
integration, Berlin

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

Fraunhofer WKI, Institut für
Holzforschung, Braunschweig

Hochschulen in Deutschland Universities in Germany

Bergische Universität Wuppertal,
Lehrstuhl für Elektronische
Bauelemente

Brandenburgische Technische
Universität, Cottbus-Senftenberg

Freie Universität Berlin, Institut
für Angewandte Genetik, Institut
für Chemie

Georg-August-Universität
Göttingen, Schwann-Schleiden-
Forschungszentrum für
Molekulare Zellbiologie

Hochschule Hannover,
Institut für Biokunststoffe und
Bioverbundwerkstoffe

Hochschule Merseburg

Hochschule Niederrhein, Krefeld

Hochschule Reutlingen

Humboldt-Universität zu Berlin,
Institut für Physik, Institut für
Chemie

Johannes Gutenberg-Universität
Mainz, Institut für Organische
Chemie

Martin-Luther-Universität
Halle, Institut für Chemie

Rheinisch-Westfälische
Technische Hochschule Aachen
(RWTH), Institut für Physikalische
Chemie

Ruhr-Universität Bochum,
Analytische Chemie

Technische Hochschule Wildau,
Biosystemtechnik

Technische Universität Berlin,
Fakultät für Elektrotechnik und
Informatik, Fachgebiet
Polymertechnik/Polymerphysik,
Institut für Physik, Institut für
Chemie, Institut für Prozess- und
Verfahrenstechnik

Technische Universität
Braunschweig, Institut für
Hochfrequenztechnik

Technische Universität Chemnitz,
Institut für Strukturleichtbau

Technische Universität Clausthal,
Institut für Polymerwerkstoffe
und Kunststofftechnik

Technische Universität Dresden,
Institut für Pflanzen- und
Holzchemie

Technische Universität Karlsruhe,
Institut für Technische Chemie
und Polymerchemie

Technische Universität München, Institut für Physik	Aristotle University, Lab for Thin Films – Nanosystems & Nano- metrology (LTFN), Department of Physics, Thessaloniki (Greece)	Université catholique de Louvain, UCL, Unité Chimie des Matériaux inorganiques et organiques, CMAT, Unité Chimie et Physique des hauts Polymères, POLY, Louvain-la-Neuve (Belgium)	University of Patras, Advanced Polymers Hybrid Nanomaterials Research Laboratory, Patras (Greece)	
Universität Bayreuth, Fachbereich Chemie, Polymer Engineering	Cyprus University of Technology, Molecular Electronics and Photonics Research Unit, Limassol (Cyprus)	University of Aveiro, Department of Chemistry, Aveiro (Portugal)	University of Surrey, Advanced Technology Institute, Surrey (UK)	
Universität Bielefeld, Physikalische und Biophysikalische Chemie	Donghua University, College of Materials Science and Engineering, Shanghai (China)	University of Copenhagen, Faculty of Health and Medical Sciences, Copenhagen (Denmark)	Uniwersytet Jagielloński Krakow, Nanotechnology of Polymers and Biomaterials Group, Kraków (Poland)	
Universität Jena, Institut für Organische Chemie und Makromolekulare Chemie	Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille, ENSCL, Labora- toire de Chimie Moléculaire et Formulation, Lille (France)	University of Graz, Institute for Chemistry and Technology of Materials, ICTM, Institute of Chemistry, Graz (Austria)	West Pomeranian University of Technology Szczecin, Institute of Materials Science and Enginee- ring, Szczecin (Poland)	
Universität Kassel, Institut für Werkstofftechnik, Kunststoff- und Recyclingtechnik	Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Montpellier, ENSCM, Institut Charles Gerhardt Montpellier, Montpellier (France)	University of Helsinki, Department of Chemistry, Helsinki (Finland)	<hr/>	
Universität Leipzig	Karadeniz Technical University, Faculty of Forestry, Trabzon (Turkey)	University of Ioannina, Depart- ment of Material Science and Engineering, Ioannina (Greece)	Andere Forschungs- einrichtungen Other research institutes	
Universität Marburg, Institut für Pharmazeutische Chemie	KTH Royal Institute of Technology, Stockholm (Sweden)	Universität für Bodenkultur Wien, Institut für Organische Chemie, Wien (Austria)	Acreeo Swedish ICT AB, Norrköping (Sweden)	
Universität Potsdam, Mathe- matisch-Naturwissenschaftliche- Fakultät	The Hebrew University of Jerusalem, HUJI, Institute for Drug Research, IDR, School of Pharmacy, Jerusalem (Israel)	Universität Linz, Linzer Institut für Organische Solarzellen, Linz (Austria)	Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen »Otto von Guericke« e.V., AlF, Köln	
Universität Stuttgart, Institut für Großflächige Mikroelektronik, Institut für Halbleiteroptik und Funktionelle Grenzflächen, Institut für Organische Chemie, Lehrstuhl für Struktur und Eigen- schaften polymerer Materialien	The University of Manchester, Manchester Interdisciplinary Biocentre, Manchester (UK)	University of Maribor, Labora- tory for Characterization and Processing of Polymers, Maribor (Slovenia)	Austrian Institute of Technology GmbH, Energy Department, Wien (Austria)	
<hr/>		Université de Strasbourg, Institut universitaire de Technologie Louis Pasteur, IUT Louis Pasteur, Strasbourg (France)	Bundesanstalt für Material- forschung und -prüfung, BAM, Berlin	
Hochschulen im Ausland Foreign universities		University of Oxford, Department of Materials, Oxford (UK)	Center for Materials Forming, MINES ParisTech, Sophia Antipolis Cedex (France)	
Aalto University, School of Science and Technology/ Department of Forest Product Technology, Espoo (Finland)				

ZUSAMMENARBEIT

COLLABORATION

Center for Research and Technology Hellas, CERTH, Thessaloniki (Greece)	Institut für Lebensmittel- und Umweltforschung e.V., Nuthetal	Max Rubner-Institut, Bundesforschungsinstitut für Ernährung und Lebensmittel, MRI, Detmold	Firmenkooperationen Cooperations with companies
Centre Nationale de la Recherche Scientifique, CNRS, Palaiseau (France)	Institut für Mikrosystemtechnik (IMTEK), Freiburg	NanoTecCenter Weiz, Graz (Austria)	3D Micromac, Chemnitz
Charité, Berlin	Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho, ICIPC, Medellín (Colombia)	Papiertechnische Stiftung PTS, München	Advent, Patras (Greece)
EU Joint Research Center, Ispra (Italy)	Joanneum Research Forschungs-gesellschaft mbH, Graz (Austria)	Petriu Poni, Institute of Macromolecular Chemistry, Iasi (Romania)	aevotis GmbH, Potsdam
Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V., FNR, GÜLZOW	Johann Heinrich von Thünen-Institut, vTI, Großhansdorf	Polish Academy of Science, Center of Polymer Chemistry, Center of Polymer and Carbon Materials, Gliwice and Zabrze (Poland)	Aixtron, Aachen
Faserinstitut Bremen e.V., FIBRE, Bremen	Karlsruher Institut für Technologie, KIT, Karlsruhe	Sächsisches Textilforschungs-institut e.V., STFI, Chemnitz	Allresist GmbH, Strausberg
Forschungsinstitut für Leder und Kunststoffbahnen gGmbH, FILK, Freiberg	Kompetenzzentrum Holz GmbH, Wood K plus, Wien (Austria)	Latvian State Institute for Wood Chemistry, Riga (Latvia)	Albis plastic GmbH, Hamburg
Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH, Berlin	Leibniz-Zentrum für Agrarland-schaftsforschung, ZALF e.V., Müncheberg	Stiftelsen SINTEF, Blindern (Norway)	AMSilk GmbH, Planegg/Martinsried
Helmholtz-Zentrum Geesthacht, Zentrum für Material- und Küstenforschung GmbH, Institut für Polymerforschung, Teltow	Leibniz-Institut für Agrartechnik Potsdam-Bornim e.V., ATB, Potsdam	Süddeutsches Kunststoffzentrum Würzburg, SKZ, Würzburg (Germany)	amynova polymers GmbH, Wolfen
Innventia AB, Stockholm (Sweden)	Leibniz-Institut für Polymer-forschung e.V., IPF, Dresden	Tecnalia, Derio (Spain)	BASF Plant Science Company GmbH, Limburgerhof
Institut Charles Sadron, ICS, UPR 22-CNRS, Chimie Macromoléculaire de Précision, Strasbourg (France)	Max-Planck-Institut für Eisen-forschung, MPIE, Düsseldorf	Textilforschungsinstitut Thüringen-Vogtland e.V., Greiz	BASF SE, Ludwigshafen
Institute of Chemical Fibres, IWCh, Lodz (Poland)	Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung, MPIKG, Potsdam	Ukraine Academy of Science, Institute of Physics, Kiev (Ukraine)	BHS Corrugated Maschinen- und Anlagenbau GmbH, Weiherhammer
Institut für Dünnenschichttechno-logie und Mikrosensorik e.V., Teltow	Max-Planck-Institut für Polymerforschung, MPIP, Mainz	UP Transfer GmbH, Potsdam	BIOP Biopolymer Technologies AG, Dresden
		VTT Technical Research Centre of Finland, Espoo (Finland)	BIOTEC GmbH & Co. KG, Emmerich
		Ytkemiska Institutet, Institute for Surface Chemistry, YKI, Stockholm (Sweden)	Blücher Adsor-Tech GmbH, Premnitz
			Bosch/Siemens-Hausgeräte GmbH, Lipsheim (France)
			BP Europa SE, Mönchengladbach
			Bruker Daltonics, Bremen
			Bundesdruckerei GmbH, Berlin

Cargill Deutschland GmbH, Krefeld	Dow Olefinverbund GmbH, Schkopau	IMOS Gubela GmbH, Renchen	maxbiogas, Marienwerder
Celanese Emulsions GmbH, Frankfurt/Main	Dow Wolff Cellulosics GmbH, Bomlitz	INEOS Melamines GmbH, Frankfurt/Main	M. Braun Inertgas-Systeme GmbH, Garching
Celulose Beira Industrial, CELBI, SA, Figueira da Foz (Portugal)	E&W Greenland International GmbH, Berlin	Ingeniatrics, Sevilla (Spain)	Merck KGaA, Darmstadt
Centro Ricerche Fiat (CRF), Turin-Orbassano (Italy)	Festo AG & Co. KG, Esslingen	Interstarch GmbH Alttröglitz, Elsteraeue	Meyerhans Mühlen AG, Weinfelden (Switzerland)
Ceresan Erfurt GmbH, Markranstädt	Follmann & Co., Minden	Intrinsiq Materials Limited, Farnborough, Hampshire (UK)	mfd Diagnostics GmbH, Luckenwalde
Clariant Deutschland GmbH, Frankfurt/Main	Frank Optic Products GmbH, Berlin	Isovoltaic AG, Lebring (Austria)	Microdyn-Nadir GmbH, Wiesbaden
Clariant SE, Muttenz (Switzerland)	Gemalto, Gémenos (France)	J. Rettenmaier & Söhne GmbH & Co.KG, Rosenberg	micro resist technology GmbH, Berlin
Coatema, Coating Machinery GmbH, Dormagen	Gen-IAL GmbH, Troisdorf	Jäckering Mühlen-Nährmittelwerke GmbH, Hamm	NATEX Prozesstechnologie GesmbH, Ternitz (Austria)
Compucon, Thessaloniki (Greece)	German Bioplastics GmbH, Guben	Koenen GmbH, Ottobrunn	Nematel GmbH & Co. KG, Mainz
Conti Temic microelectronic GmbH, Ingolstadt	Glanzstoff Industries GmbH, Wien (Austria)	Konarka Technologies, Linz (Austria)	Osram Opto Semiconductors, Regensburg
Cordenka GmbH & Co. KG, Obernburg	Global P&G Salon Professional, Darmstadt	KSG Leiterplatten GmbH, Gornsdorf	Oxford Lasers, Oxford–Oxon (UK)
CORRSYS 3D Industrial & Rail	GMT Membrantechnik GmbH, Rheinfelden	Korea Electronics Technology Institute, KETI, Bundang-gu Seongnam (Republic of Korea)	Oy Separation Research Ab, Åbo/Turku (Finland)
Sensors AG, Wetzlar	Goeckener GmbH, Ahaus	Lanxess Deutschland GmbH, Leverkusen	P&P Service GmbH & Co. KG, Eitelborn
Cromotransfer, Joinville (Brazil)	Henkel AG & Co. KGaA, Düsseldorf	Lenzing AG, Lenzing (Austria)	PanEuro, Cork (Ireland)
crystalsol GmbH, Wien (Austria)	H. Hiendl GmbH & Co. KG, Bogen-Furth	LIST AG, Arisdorf (Switzerland)	Papierfabrik August Koehler AG, Oberkirch
C-Tech Innovation Limited, Capenhurst (UK)	Hobum Oleochemicals GmbH, Hamburg	Loewe AG, Kronach	Phoenix Contact GmbH, Blomberg
Danisco Sweeteners, Kantvik (Finland)	Horiba Jobin Yvon, Palaiseau (France)	Loser Chemie GmbH, Hainichen	Phytowelt GreenTechnologies GmbH, Köln
Drewsen Spezialpapier GmbH, Lachendorf	ImaBiotech, Lille (France)	LTB Lasertechnik Berlin GmbH, Berlin	Polyterra Innovations GmbH, Berlin
		Lüth&Dümchen, Berlin	

ZUSAMMENARBEIT

COLLABORATION

PRA Trading Ltd., London (UK)	Serumwerk Bernburg AG, Bernburg	Toho Tenax Europe GmbH, Wuppertal
Pracht Lichttechnik GmbH, Dautphetal	Siemens AG, Berlin	TropoTherm AG, Almeida (Spain)
Precision Varionic International LTD, Swindon (UK)	Sikoplast Maschinenbau GmbH, Siegburg	Uhde Inventa-Fischer GmbH & Co. KG, Berlin
PSS Polymer Standards Service GmbH, Mainz	Smurfit Kappa Hoya Papier und Karton GmbH, Hoya	Vifor Pharma, St. Gallen (Switzerland)
Quarzwerke GmbH, Frechen	Södra Skogsägarna ekonomisk förening, Växjö (Sweden)	VITRONIC Dr.-Ing. Stein Bildverarbeitungssysteme GmbH, Wiesbaden
Raab-Photonik GmbH, Potsdam	Styron Deutschland GmbH, Schkopau	Volkswagen AG, Wolfsburg
Reifenhäuser REICOFIL GmbH & Co. KG, Troisdorf	Sunar Grup, Seyhan/Adana (Turkey)	WALA Heilmittel GmbH, Bad Boll
Rhodia Acetow GmbH, Freiburg	SwissGel, Schlieren (Switzerland)	Weyerhaeuser Company, Federal Way (USA)
Roquette, Lestrem (France)	Symrise AG, Holzminden	WGE Dr. Bures GmbH & Co. KG, Dallgow-Döberitz
Sabic, Riyadh (Saudi Arabia)	SYNTHON Chemicals GmbH & Co. KG, Wolfen	Xetos AG, Hohenbrunn
SABIC Technology and Innovation, Geleen (Netherlands)	Synthos S.A., Oswiecim (Poland)	Zeppelin Reimelt GmbH, Kassel
Sappi Alfeld GmbH, Alfeld	TATE & LYLE, Wittlich	ZPR Rosenthal GmbH, Blankenstein
SCA Hoya, Hoya	Tecnaro GmbH, Ilsfeld-Auenstein	
Schafer-N, Copenhagen (Denmark)	tesa SE, Hamburg	
Schoeller Technocell GmbH & Co KG, Osnabrück	TES Frontdesign GmbH, Neuruppin	
SeeReal Technologies GmbH, Dresden	Thereos-Syral, Aalst (Belgium)	
Sensor- und Lasertechnik Dr. W. Bohmeyer, Neuenhagen	Thurpapier Model AG, Weinfelden (Switzerland)	
	Tilse Formglas GmbH, Liepe	

EREIGNISSE

EVENTS

Gäste Guests	Veranstaltungen und Messen Events and fairs	Institutskolloquien Institute colloquia
Gunter Mieth, Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz, BMELV, Berlin (Germany), 6.5.2013	Workshop »Lösungsbasierte organische Elektronik – Vom Material zur Technologie«, Potsdam (Germany), 15.–16.1.2013	Gründung der Projektgruppe Biopolymerverarbeitung Schwarzheide, Schwarzheide (Germany), 24.4.2013
Swantje Nielson, Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz, BMELV, Berlin (Germany), 6.5.2013	NatureTec, Grüne Woche, Berlin (Germany), 18.–27.1.2013	Tag der Wissenschaften: Tausend Fragen, eine Stadt, Potsdam (Germany), 8.6.2013
Dr. Inder Jit Singh, Department of Science & Technology, Technology Bhawan, New Delhi (India), 30.5.2013	5. Biopolymer-Kolloquium, Berlin (Germany), 24.1.2013	LOPE-C, München (Germany), 11.–13.6.2013
Dr. Christoph Bergner, Parlamentarischer Staatssekretär, Bundesministerium des Innern, BMI, Berlin (Germany), 19.6.2013	Workshop »Weiterentwicklung und Modifikation von Verarbeitungsverfahren«, Potsdam (Germany), 30.1.2013	Fraunhofer-Tag »Mikroverkapselung und Partikelanwendungen«, München (Germany), 4.7.2013
Prof. Dr. Tatiana Lobo Coelho de Sampaio, Instituto de Ciências Biomédicas, Universidade Federal de Rio de Janeiro, Alexander-von-Humboldt Forschungsstipendium, Rio de Janeiro (Brazil), 31.7.–31.9.2013	704. DECHEMA-Kolloquium, Frankfurt/Main (Germany), 14.2.2013	Nanotexnology, Thessaloniki (Greece), 8.–12.7.2013
Prof. Dr. João Fernando Gomes de Oliveira, EMBRAPII, São Paulo (Brazil), 17.10.2013	MEDTEC Europe 2013, Stuttgart (Germany), 26.–28.2.2013	29. Konferenz der Polymer Processing Society, PPS, Nürnberg (Germany), 15.–19.7.2013
Prof. Dr. Nguyen Viet Bac, Institute of Materials Chemistry, Hanoi (Vietnam), 25.11.2013	Abschlusskonferenz Innoforum Biopolymere, Schwarzheide (Germany), 28.2.–1.3.2013	ThGOT Thementage Grenz- und Oberflächentechnik, Zeulenroda (Germany), 3.–5.9.2013
Printed Electronics Europe, Berlin (Germany), 17.–18.4.2013	CeBIT Fraunhofer-Innovationscluster »Next Generation ID«, Hannover (Germany), 5.3.2013	13. Schwarzheider Kunststoffkolloquium, Schwarzheide (Germany), 25.–26.9.2013
245 th ACS National Meeting, New Orleans (USA), 7.–11.4.2013	6 th Intern. Conference on Industrial Biotechnology and Bio-Based Plastics Composites, Köln (Germany), 10.–12.4.2013	28 th European Photovoltaic Solar Energy Conference, EU PVSEC, Paris (France), 30.9.–3.10.2013
Medica 2013, Düsseldorf (Germany), 20.–23.11.2013	1. Fachsymposium zur Verarbeitung von Biokunststoffen, <i>Bio-basierte Folien – Materialien, Verarbeitung, Märkte</i> , Würzburg (Germany), 17.–18.4.2013	Kunststoffmesse K 2013, Düsseldorf (Germany), 16.–23.10.2013
EPNOE 2013 Conference, Nizza (France), 21.10.2013	Printed Electronics Europe, Berlin (Germany), 17.–18.4.2013	PTS-Faserstoff Symposium, Dresden (Germany), 17.11.2013
119		

ZUSAMMENARBEIT

COLLABORATION

Netzwerke und Verbünde

Networks and associations

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

- Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen, AiF
- Arbeitsgemeinschaft Elektrochemischer Forschungsinstitutionen e.V., AGEF
- BIOTOP Berlin-Brandenburg
- Cluster Chemie/Kunststoffe Mitteldeutschland
- Deutsches Flachdisplayforum, DFF
- Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V., DGM, Fachausschuss Polymerwerkstoffe
- European Polysaccharide Network of Excellence, EPNOE
- Exzellenzcluster »Das Taschentuchlabor – Impulszentrum für Integrierte Bioanalytik«, IZIB
- Forschungsvereinigung Werkstoffe aus Nachwachsenden Rohstoffen e.V. WNR
- Fraunhofer-Allianz POLO
- Fraunhofer-Netzwerk Elektrochemie
- Fraunhofer-Verbund Werkstoffe, Bauteile – MATERIALS
- Freundeskreis Chemie-Museum Erkner e.V.
- Gesellschaft Deutscher Chemiker e.V., GdCh
- Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V., DECHEMA
- Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e.V., AVK
- Kompetenznetz Optische Technologien, OptecBB e.V.
- Kunststoff-Verbund Brandenburg Berlin e.V., KuVBB

- Landesvereinigung Außer-universitärer Forschung Brandenburg, LAUF e.V.
- Leibniz-Kolleg Potsdam e.V.
- Organic and Printed Electronics Association, oe-a
- pearls-Potsdam Research Network
- Photonik BB e.V.
- POLYKUM e.V.
- ProWissen Potsdam e.V.
- SEPAWA e.V.
- Society for Information Display – Mid Europe Chapter, SID-ME
- Verein Deutscher Ingenieure, VDI
- Verein Sichere Identität Berlin-Brandenburg e.V.
- Technologieplattform Mikroverkapselung
- ZukunftsAgentur Brandenburg GmbH, ZAB

- Prof. Dr.-Ing. M. Bartke
- Beirat Kunststoffkompetenzzentrum Merseburg
- DECHEMA, Arbeitsausschuss Polyreaktionen

- Dr. C. Boeffel
- DKE/GUK 681.2 Gedruckte Elektronik

- Prof. Dr. habil. H.-P. Fink
- Alexander von Humboldt Stiftung
- Aufsichtsratsmitglied pearls-Potsdam Research Network
- Berlin-Brandenburgischer Verband für Polymerforschung
- Editorial Board der Zeitschriften »Cellulose«, »Cellulose Chemistry and Technology«, »Carbohydrate Polymers«, »Natural Fibres«
- European Polysaccharide Network of Excellence, EPNOE
- Forschungsbeirat der Papiertechnischen Stiftung München, PTS
- Gesellschaft Deutscher Chemiker e.V., GDCh
- Juror IQ Innovationspreis Mitteldeutschland
- Vorstandsmitglied der Forschungsvereinigung Werkstoffe aus nachwachsenden Rohstoffen
- Vorstandsmitglied Kunststoff-Verbund Brandenburg Berlin e.V., KuVBB
- Zellcheming, Fachausschuss Cellulose und Cellulosederivate

- Dr. M. Hahn
- Gutachterausschuss, Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen »Otto von Guericke« e.V., AiF

- Dr. K. Hettrich
- DIN Arbeitsausschuss Partikelmesstechnik, Oberflächenmessverfahren

- Dr. A. Holländer
- Deutsche Gesellschaft für Plasmatechnologie e.V., DGPT
- International Advisory Board der Zeitschrift »Plasma Processes and Polymers«
- Sprecher der Fraunhofer-Allianz Polymere Oberflächen POLO®

- Priv.-Doz. Dr. S. Janietz
- Arbeitsgemeinschaft Elektrochemischer Forschungsinstitutionen e.V., AGEF

- Prof. Dr. A. Laschewsky
- Berlin-Brandenburgischer Verband für Polymerforschung
- Kolloidgesellschaft e.V.
- Vorstandsmitglied Gesellschaft Deutscher Chemiker e.V., GDCh Fachgruppen »Makromolekulare Chemie« und »Chemie des Waschens«
- Vorstandsmitglied SEPAWA e.V.

- Dr. C. Schmidt
- Biochemical Society (United Kingdom)
- Genetics Society of America, GSA (USA)
- The American Society for Biochemistry and Molecular Biology, ASBMB (USA)

- Dr. A. Seebot
- International Advisory Board, International Symposium on Fine Chemistry and Functional Polymers, FCFP
- International Advisory Board, International Symposium on High-Tech Polymers and Polymeric Complexes, HPPC

Lehrveranstaltungen Lecturing activities	Auszeichnungen Awards	
<ul style="list-style-type: none"> – Gutachterausschuss, Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen »Otto von Guericke« e.V., AiF – Editorial Board des »Open Journal of Polymer Chemistry« 	<ul style="list-style-type: none"> Prof. Dr.-Ing. M. Bartke – Vorlesung: <i>Polymerisations-technik</i>, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg – Vorlesung: <i>Polymer Reaction Engineering</i>, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg 	<ul style="list-style-type: none"> Priv.-Doz. Dr. habil. S. Janietz – Ringvorlesung: <i>Polymere in der organischen Elektronik</i>, Universität Potsdam
<ul style="list-style-type: none"> Dr. J. Storsberg – Editorial Board des »American Journal of Biomedical Engineering« – European Association for Vision and Eye Research, EVER (Belgium) – Gesellschaft Deutscher Chemiker e.V., GDCh Fachgruppe Makromolekulare Chemie – Leitung der Arbeitsgruppe »Materialien für medizinische Anwendungen« in der »Regenerativen Medizin Initiative Berlin-Brandenburg« (RMIB) – Société Suisse Des Chimistes-Cosméticiens, SWISS SCC (Switzerland) 	<ul style="list-style-type: none"> Prof. Dr. habil. H.-P. Fink, Dr. J. Ganster – Vorlesung: <i>Strukturcharakterisierung von biobasierten Polymerwerkstoffen</i>, Universität Kassel – Vorlesung: <i>Strukturcharakterisierung von biobasierten Polymerwerkstoffen</i>, Universität Potsdam – Kompaktpraktikum: <i>Methoden der Strukturcharakterisierung im IAP</i>, Universität Kassel – Kompaktpraktikum: <i>Methoden der Strukturcharakterisierung im IAP</i>, Universität Potsdam 	<ul style="list-style-type: none"> Prof. Dr. A. Laschewsky – Vorlesung: <i>Technische Chemie</i>, Universität Potsdam – Vorlesung: <i>Protecting Group Strategies (in Organic and Polymer Synthesis)</i>, Universität Potsdam – Vorlesung: <i>Functional Polymers (Stimuli-responsive polymers: synthesis, self-organization and application)</i>, Universität Potsdam – Blockvorlesung: <i>Polymeric Amphiphiles</i>, im Rahmen des Internationalen Master-Studiengangs Chimie et Ingénierie de la Formulation, CIF, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille, ENSCL, (France)
<ul style="list-style-type: none"> Dr. J. Stumpe – Kompetenznetz Optische Technologien, OpTecBB e.V. – Photonik BB e.V. 	<ul style="list-style-type: none"> Prof. Dr. D. Hofmann – Vorlesung: <i>Physikalisch-Chemische Eigenschaften der Werkstoffe: PEW organisch</i>, TU Berlin – Vorlesung: <i>Physik polymerbasierter Trennmembranen</i>, TU Berlin 	<ul style="list-style-type: none"> Dr. J. Storsberg – Vorlesung: <i>Macromolecular Chemistry in Pharmaceutical and Chemical Engineering</i>, Beuth Hochschule für Technik Berlin
<ul style="list-style-type: none"> Dr. W. Vorwerg – Arbeitsgemeinschaft Getreideforschung e.V., Stärke-Fachausschuss 		
<ul style="list-style-type: none"> Dr. A. Wedel – Vice chair, Society for Information Display-Mid Europe Chapter, SID-ME 		
<ul style="list-style-type: none"> Dr. M. Wegener – VDI, GMA-Fachausschuss 4.16 »Unkonventionelle Aktorik« 		

PUBLIKATIONEN

PUBLICATIONS

Graduiierungsarbeiten

Theses

Formulation of secondary PLA-dispersions and investigations of their properties

Thanyawan Anuruckpradorn
Master thesis, University of Potsdam

PLA is an interesting biodegradable polymer useful for many applications. However, its brittleness is a main drawback for some application such as coating. In order to overcome this problem, PLA is to be tailored to an appropriate structure. In this study, functionalized poly(L)actide (PLLA) and poly(meso)lactide (PMLA) macromeres, possessing double bond chain ends with approximate molecular weights of 1000 and 3000 g/mol, respectively, were co-polymerized with other acrylates monomers in order to get polymers with appropriate structure to be dispersed in water by secondary dispersion polymerization. First, resin of the co-polymer containing carbon acid groups was synthesized by radical polymerization in trace amount of solvents, initiated by di-tert butylperoxide. Secondly, the resin was neutralized by dimethylethanolamine (DMEA) and dispersion in water was performed, the polymer particles being stabilized by anionic groups on their surface. The aim was to find appropriate conditions to synthesize PLA-dispersions by secondary dispersion polymerization in order to get particle sizes less than 200 nm which is the size of commercial acrylates latex available in market. Additionally, the dispersion should contain solid contents of higher than 40 percent. Influence of macromere chain length and their optical isomer, amount of stabilizing groups and PLA-macromere content in monomer mixture on particle size, latex stability and minimum film forming temperature were investigated.

Using PMLA-macromere with amounts of 50 to 70 percent of the whole monomer PLA dispersion were derived containing particle sizes comparable to commercial latex and solid content higher than 40 percent. Films from the dispersion could be formed at room temperature and possessed water resistant properties. In case of PLLA-macromere, dispersions with particle size less than 200 nm could also be obtained but solid content was less than 40 percent due to the necessity of additional solvent. Stability of the dispersions was worse in comparison to commercial acrylates latex and has to be improved.

Synthesis of polymer particles by layer-by-layer method and evaluation of their cytotoxicity on colon carcinoma cells

Funda Balci
Bachelor thesis, Beuth University of Applied Sciences Berlin

The work is about the synthesis of coated nanoparticles. Polymethylmethacrylat (PMMA) was synthesized by surfactant-free radical polymerization in order to act as carrier material. In the process, the initiator concentration exhibits a significant influence on the particle size. The prepared PMMA particles were coated with various polyelectrolytes by the layer-by-layer method (LbL). The coated nanoparticles were then tested on their cytotoxicity. This was performed using HCT116 cells. The results of this cytotoxicity evaluation showed that the components used have no toxic effects on these cells. Despite of the addition of different IC-values (IC40, IC60, IC70), no apoptosis could be initiated.

Experimental determination of vapor-liquid equilibria of synthetic rubber solutions

Heike Bau
Diploma thesis, TU Berlin

Styrene-butadiene-rubbers (SBR) are amongst the economically most important synthetic rubbers and are produced by anionic or co-ordinative solution polymerization. One technically and economically important process step in manufacturing is the separation of polymer and solvent downstream the polymerization section.

For design and modelling of the corresponding separation processes such as direct devolatilization in kneader reactors, quantitative data concerning the polymer-solvent phase equilibrium is required. In the frame of this diploma-work, the vapor-liquid equilibrium of a solution of styrene-butadiene-rubber in cyclohexane as solvent has been studied experimentally over the complete concentration range in a temperature window between 30°C and 80°C. A polymer solution synthesized at the Fraunhofer Polymer Pilot Plant Center has been examined in this study.

Due to the dramatic increase of solution viscosity with increasing polymer content, depending on the concentration range, different methods and experimental setups have to be used. In the concentration range up to 30 weight percent polymer, phase equilibria was determined by measurement of vapor pressure in a stirred autoclave. For high-

viscous polymer solution with a polymer content in between 30 and 80 weight percent, phase equilibria was determined by vapor pressure measurements in high-viscosity kneader reactor. Phase equilibria data of solutions with very high polymer contents above 80 weight percent, has been determined by gravimetric sorption measurements a high-pressure magnetics suspension-balance.

For description of experimental phase-equilibria data, the Flory-Huggins model was applied.

The interaction parameter was determined by parameter estimation. Both, a concentration-independent and a concentration-dependent, approach were tested. Already by use of the concentration-independent interaction parameter, a good representation of experimental results could be obtained.

Thiophene and benzodithiophene based organic semiconductors for solution processable field effect transistors

Taybet Bilkay
PhD thesis, University of Potsdam

This work describes the synthesis and characterization of organo-soluble thiophene and benzodithiophene based materials and their application as hole-transporting active semiconductor layers in field effect transistors.

The first part of this work introduces the targeted modification of the thiophene base unit, obtaining new comonomers for the corresponding copolymers.

The hydrophobic hexyl groups in the 3-position of thiophene are partially replaced by hydrophilic 3,6-Dioxahexyl groups. Using the Grignard metathesis developed by McCullough, statistical copolymers with different molar ratios of hydrophobic and hydrophilic side groups 1:1 (P-1), 1:2 (P-2) and 2:1 (P-3) are synthesized. Furthermore a defined blockcopolymer is synthesized by a sequential comonomer addition. Optical and electrochemical properties of the novel copolymers are comparable to the homopolymer P3HT. All copolymers show clearly transistor characteristics in a top-gate/bottom-contact configuration. Devices with P-1 as active semiconductor layer, PMMA as dielectric and silver as the gate electrode show mobilities up to $10^2 \text{ cm}^2/\text{Vs}$. As a result of the optimized semiconductor and dielectric interface an improvement of the air stability of the transistors is observed for several months.

The second part describes the synthesis of benzodithiophene based organic materials. For the synthesis of the novel benzodithiophene-derivatives the key intermediate TIPS-BDT is obtained in high yields. A difunctionalization of TIPS-BDT in 2,6-position is observed by electrophilic substitution reactions and provided the desired dibromo- and distannyl-monomers. Via Stille-reaction alternated copolymers with alkylated fluorene and quinoxaline groups are synthesized. All copolymers are soluble in common organic solvents, show high thermal stability and good film forming properties. Furthermore all copolymers have HOMO values above -6.3 eV and are more oxidation stable compared to the thiophene based copolymers (P-1 up to P-3). These copolymers show an amorphous behavior as semiconductor layer in OFETs and mobilities up to $10^{-4} \text{ cm}^2/\text{Vs}$ are observed. A correlation between the device performance and the tin amount in the polymer could be demonstrated. Hence the functional SnMe_3 groups can act as traps, a tin amount higher than 0.6 percent can negatively influence the mobility. Alternatively the alternated TIPS-BDT/Fluoren-copolymer P-5-Stille is polymerized by the Suzuki-Method. The highest mobility of $10^2 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ is obtained with P-5-Suzuki as active semiconductor layer in OFET. In comparison to P-5-Stille this mobility is two orders of magnitude higher, because in P-5-Suzuki traps are minimized and the charge transfer is improved.

The synthesis of homopolymer P-12 as well as the copolymer with aromatic benzothiadiazole P-9 resulted in insoluble polymers. For this reason terpolymers containing TIPS-BDT/Fluoren/BTD units are designed. Additionally an attempt has been made to introduce the TIPS-BDT unit in the side chain of styrene. The introduction of BTD in the conjugated main chain influences especially the absorption and electrochemical properties. Compared to TIPS-BDT/Fluoren-copolymer the absorption of the terpolymer is shifted to the visible region and the LUMO values decreased. An improvement in the device performance is not observed. A side chain polystyrene containing TIPS-BDT P-13 is synthesized successfully. The amorphous and soluble P-13 showed comparable mobilities ($\mu=10^{-5} \text{ cm}^2/\text{Vs}$) as known styrene based polymers.

A further aim of this work is the synthesis of organo-soluble benzodithiophene based small molecules. Using Suzuki- and Stille-reactions different aromatic cores as endcappers are connected by σ -bonds at the 2,6-position of TIPS-BDT. UV/VIS-measurements show a red-shift of the absorption maxima with extension of the π -conjugated system. Furthermore it is possible to introduce thermal cross linkable allyloxy-groups. The F-atoms in the molecule lead to stronger intermolecular interactions in the solid state, which improves the electronic properties and lead to high mobilities up to $0.09 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ for TIPS-BDT (SM-4).

PUBLIKATIONEN

PUBLICATIONS

Development of new stimuli-sensitive hydrogel films as platform for biosensors

Jens Buller
PhD thesis, University of Potsdam

This work describes the synthesis and characterization of thermo-responsive polymers and their immobilization on solid substrates as nanoscale thin films. The used polymers were of the lower critical solution temperature (LCST) type. They are well soluble in a solvent below and get insoluble above a certain temperature, thus they exhibit a phase transition at a critical temperature. Different thermo-responsive biocompatible copolymers based on oligo(ethylene glycol) methyl ether methacrylate (OEGMA₄₇₅) and di(ethylene glycol) methyl ether methacrylate (MEO₂MA) were synthesized by free radical polymerization. The phase transition was observed in solution and in thin immobilized copolymer layers. Further regarding the phase transition the influence of selective protein binding onto functionalized copolymers was studied.

Solid surfaces were modified with thermo-responsive copolymers based on MEO₂MA, OEGMA₄₇₅ and 2-(4 benzoylphenoxy)ethyl methacrylate (BPEM) as photo crosslinkable groups. Thin films of 100 nm thickness were spin-casted onto silicon wafers and subsequently crosslinked and immobilized by irradiation with UV-light. The swellability of the films was investigated by ellipsometry. Layers of thermo-responsive copolymers exhibited a swelling/ deswelling phase transition of the lower critical solution temperature (LCST) type. The transition is completely reversible and the transition temperature can be adjusted by the composition of the copolymers.

In order to investigate whether the phase transition can be affected by specific protein binding, a polymerizable biotin derivative biotinyl-2-aminoethyl methacrylate (BAEMA) was integrated into the base thermo-responsive OEG copolymer. The influence of avidin on its thermo-responsive behavior was investigated. The specific binding of avidin to the biotinylated copolymer caused a marked shift of the transition temperature to higher temperatures. Control experiments proved that this effect can be ascribed to a specific protein binding. Thermo-responsive OEG Copolymers with photo-crosslinkable groups from BPEM and biotin groups from BAEMA were spin casted onto gold and silicon substrates and subsequently crosslinked by irradiation with UV light. The specific binding of avidin onto the copolymer layer was investigated by surface plasmon resonance spectroscopy and ellipsometry. The binding capacity was higher if the mesh size of the hydrogel layers was higher. Upon binding of the avidin the swellability of the layers was increased. At temperatures below the phase transition for loosely crosslinked copolymer layers an additional crosslinking effect of avidin was observed. This effect counteracts the swelling of the hydrogel and leads to a shrinkage of the hydrogel layer.

Investigations of the release of drugs by nano-particles and their effect on HeLa-cells

Nurdan Doğangüzel
Master thesis, Beuth University of Applied Sciences Berlin

Requirements for an effective dosage form are not determined only by a simple manufacturing procedure, protection of agents or improvement of bioavailability, but also by specific drug targeting and a release of active ingredients. The aim of this thesis was the examination of releasing nanoparticulate pharmacologically active agents and their effect on HeLa- and HCT116-cells. These are storable oil-in-water emulsions manufactured under the use of ultrasonication and which have been tested for stability, particle size distribution, zeta potential, in vitro drug release, quality control of active component encapsulation as well as cytotoxicity on HeLa- and HCT116-cells in order to allow for conclusions for potential drug formulation. Drug emulsion E1 was manufactured with two different oils, soya oil and miglyol 812. An anthracycline, doxorubicin-hydrochloride, was added as drug. Drug emulsion E2 was compiled mixing doxorubicin-hydrochloride formulation E1 and sodium decyl sulfate in a molar ratio (1:1.25). The results of the examination show that stable oil-in-water emulsions had been produced. Zeta potential in all emulsions was -40 to -35 mV and tight particle size distribution was observed (range 200 to 270 nm). The survival rate of tumor cell lines of HeLa- and HCT116-cells was reduced by adding of doxorubicin hydrochloride in the formulation E2 whereas doxorubicin-hydrochloride in the formulation E1 was less toxic.

Improvement of polylactide properties through copolymerization with other thermoplastics

Giselher Dorff
PhD thesis, University of Potsdam

The commercial success of polylactide (PLA) as alternative for petrol-based plastics is limited by its low heat deflection temperature (HDT). Blending PLA with other polymers such as polystyrene (PS) or poly(methyl methacrylate) improves the desired properties only slightly. Thus, the synthesis of PLA block and graft copolymers was envisaged to yield plastics with better thermoplastic characteristics.

PLA block copolymer synthesis demanded the prefabrication of hydroxyl functional polymers to initiate the ring opening polymerization (ROP) of lactide. While the macroinitiator for the synthesis of diblock copolymers was obtained by adding 2-mercaptopropanoic acid as chain transfer agent to a free radical polymerization of styrene or MMA, respectively, RAFT polymerization of the same monomers was used to produce α,ω -dihydroxyl-functionalized polymers for the synthesis of triblock copolymers. The thermal and thermomechanical properties of the PLA-PS/PMMA block copolymers were compared to these of PLA-PS/PMMA blends of the same composition. Crystallinity and HDT of the blends depend largely on the type of PLA used. However, the ultimate tensile strength of the blends is generally low. This is attributed to the micro-phase separation resulting from the immiscibility of the different polymers. The block copolymers on the other hand exhibit high crystallinity and a high HTD while retaining a high toughness, leading to high values of elongation at break and tensile strength.

PLA block copolymers with polyhydroxyalkanoates (PHA) were prepared by ROP of lactide using partially hydrolyzed PHA as initiator. While exhibiting high HDT values, these polymers lacked of toughness due to PHA degradation during the ROP. Finally, graft copolymers of PLA were obtained by ROP from partially hydroxyl-functionalized styrene-maleic anhydride copolymer (SMA). However, this approach inevitably led to cross-linked polymers, preventing the desired improvement of thermomechanical properties.

Synthesis, characterization and properties of fatty acid starch esters for the production of biobased materials

Christina Gabriel
Master thesis, University of Ulm

The renewable raw material starch with its worldwide availability and its low market-price provides the potential for the use as a biobased package material. Because native starch itself is brittle the use of plasticizers are required for its processability. The chemical modification of starch, e.g. esterification could provide the opportunity to produce biobased and thermoplastic processible materials without the use of plasticizers. For this purpose, starch (Gelose 80, starch with 80 percent Amylose) was esterified with fatty acid vinyl esters with chain lengths of C2–C8 and C12 using a basic catalyst and DMSO as a solvent. The DS-values varied from 1 till 2.7 depending on the chain length. The produced starch esters possessed solubility in THF or CHCl₃ and could be processed to cast films. The mechanical properties of these films were tested via tensile tests. With TGA (stability) and DSC (glass- and melting transition temperatures) the thermal properties of the starch esters were studied. Contact angle measurements were used to investigate the hydrophobicity of selected films.

The investigations showed that the starch hexanoates with the DS-values of 1.50, 1.60 and 1.70, the octanoate with the DS of 1.07 and the laurate with the DS-value of 1.03 exhibit the potential for a thermoplastic, plasticizer-free processability (extrudation). Additionally they all possessed comparable tensile strength to LDPE (25 MPa).

PUBLIKATIONEN

PUBLICATIONS

Synthesis of semiconductor nanoparticles for application in light-emitting diodes

Tonino Greco
PhD thesis, University of Potsdam

Nanoparticles consisting of semi-conducting materials, so-called quantum dots (QDs), show unique optical properties due to the quantum size effect. By selecting the particle size and by choosing the right semi-conducting material, it is possible to achieve luminescent nanoparticles, whose emission can be adjusted over the whole visible spectral range. The most prominent representative is cadmium selenide (CdSe) with a band gap of 1.74 eV. It does not only show extremely narrow emissions with full widths of half maximum of up to 25 nm, but is also pronounced thermally stable as well as insensitive towards photo-oxidation processes, when stabilized by a suitable passivation layer consisting of a semi-conducting material like zinc sulfide. Therefore, by choosing of several shell materials, it is possible to enhance the quantum efficiency upon 95 percent. However, CdSe is known to be extremely toxic. Alternatively, the most suitable quantum dot material to substitute CdSe is indium phosphide. This III-V type semiconductor with a band gap of 1.35 eV is in the position to replace cadmium-based quantum dot material. Luminescent substances emitting in the visible frequency region can be used for various applications. Thus, the use of InP-QDs in light-emitting diodes was one of the key points of this work. Hybrid QD-OLED can hence be assembled like conventional OLED (organic light-emitting diodes). Employing quantum dots in display technology offer therefore a set of advantages. The color space can be extended remarkably by the narrow emission, whereby more brilliant colors and hue can be generated. The hot-injection method is well established for synthesizing QDs. Here, the anionic precursor, in the case of cadmium selenide a selenium compound, is mostly injected rapidly into a tenside solution of cationic precursors. This method is in principle a controlled precipitation reaction. The complete precipitation of the whole material as microcrystalline bulk material is therefore suppressed by organic stabilizing molecules. They regulate the growth kinetics and depending on the functionality, the dispersibility in the respective

dispersion agent. The size of the particles is mainly determined by the reaction time and temperature. Alternatively, the heating-up method has been developed. In this connection, all dissolved precursors are brought to a suitable reaction temperature. The heating-up method is more easily to control. Both methods were used in this work in order to synthesize QDs based on CdSe and InP. Evidently, the heating-up method is suitable to result in CdSe-QDs with comparable or even better properties while providing the aforementioned advantages. In addition, systematic investigations were done in order to combine the most important published findings of the last years. Consequently, the influence of the educts, precursors, stabilizers, solvent, reaction temperature as well as the reaction performance is examined closely. A multi-shell system could be realized by an one-pot approach without any intermediate purification steps. Thereby, CdSe/ZnSe/ZnS and a system with a gradual shell (CdSe/ZnSe/ZnSeS/ZnS) were established showing quantum efficiencies of up to 90 percent. This technique was then transferred to the indium phosphide synthesis. Here, the heating-up method was advantageous as well. By utilizing zinc carboxylates and sulfur precursors like long-chain alkylthiols in a sub-stoichiometric amount, it was possible to gain InP-QDs with excellent luminescence properties. Finally, a simplified solvent-free InP-synthesis could be established for the first time. The employed zinc carboxylates acted not only as stabilizers and cationic precursors for the subsequent shell synthesis, but also as hydrophobic ionic liquid. Therefore, it was possible for the first time to integrate InP-based QDs as emissive material into an OLED. Electroluminescent devices could be achieved showing the pure and narrow luminescence properties of the quantum dots. In addition, hybrid QD-OLEDs with InP/ZnSe/ZnS-QDs were assembled emitting brightly and efficiently in the green, yellow, orange as well as in the red spectral range. By using InP-based emitters, luminances over 2500 cd/m² and current efficiencies of up to 6 cd/A at a luminance value of 100 cd/m² could be achieved. First studies were done in favor to substitute organic charge transport layers by inorganic materials like zinc oxide as well as molybdenum oxide. Potentially, these materials are much more stable than organic ones. First evidence concerning the electroluminescence mechanism was found. Excitons formed by charge injection are presumably localized in one transport layer like the whole transporter. The energy is transferred from the layer to the quantum dots, which then are able to emit light.

Development and synthesis of materials for poly electrolyte membranes with ionic liquids for application in Lithium-ion batteries

Dorian Grothe
PhD thesis, University of Potsdam

Within the field of energy storage and charge transfer, the lithium polymer batteries are one of the leading technologies, due to their low manufacture cost and their possible variety of packaging shapes. Despite their good thermal stability and very good weight to energy ratio, lithium ion batteries use as an electrolyte system a mixture of ethylene carbonate and diethyl carbonate as solvent which have a high risk of deflagration when they come in contact with water. Thus the development of new materials for lithium-ion-batteries are necessary.

For the electrolyte there are special requirements in terms of energy- and power density e.g. in order to minimize thermal loss. High conductivity electrolytes with conductivities in the range of millisiemens are as essential as safe materials, like non flammable non-volatile materials.

To fulfill these requirements it is important to develop a polymeric lithium ion conductor, which is free of flammable organic solvents in order to ensure safety. Simultaneously it is also, mandatory to achieve high performances in terms of ion-conductivity.

Therefore a concept based on a combination of an oxygen rich polymeric matrix and ionic liquids was developed and verified. Following results were achieved.

1. Synthesis of new diacrylated oxygen rich matrix components with many carbonylfunctions for a good lithium ion transport.
2. Synthesis and characterization of new ionic liquids based on imidazol or ammonium compounds.
3. Investigation of the influences of the cation structure and counter ions for melting points and ion conductivity.
4. Creation of blend systems with the developed materials
5. Thermal investigations of these solid-state-electrolytes with DSC and TGA measurements, resulting in thermal stabilities up to 250 °C. No crystallization was observed.
6. Investigation of these solid-state-electrolytes via AC-impedance spectrometry, resulting in conductivities of 10^{-4} S/cm at room temperature.

Modification of silicone elastomers with organic dipoles for dielectric elastomer actuators

Björn Kussmaul
PhD thesis, University of Potsdam

Dielectric elastomer actuators (DEAs) are compliant capacitors consisting of an elastomer film between two flexible electrodes. When a voltage is applied the electrostatic attraction of the electrodes leads to a contraction of the polymer in the z-direction and to a corresponding expansion in the x,y-plane. DEAs show high actuation strains, which are very accurate and adjustable by the applied voltage. In addition these devices are low-cost, low-weight and the actuation is noise-free. DEAs can be used for medical applications, optical components or for energy harvesting. The main obstacle for a broad implementation of this technology is the high driving voltage, which tends to be several thousand volts. For this reason the devices are unsafe for users and the needed electronic components are expensive. A significant improvement of the materials – especially of the used elastomer – is necessary to lower the actuation voltages. This can be achieved by improving the dielectric properties (permittivity) of the elastomer and/or by lowering its stiffness (Young's modulus).

In this work the actuation performance of silicone Ims was improved significantly by the addition of organic dipoles. A simple procedure was developed, in which functionalized dipoles were bound to the polymer matrix, leading to homogenous and transparent films. This so-called "one-step-film-formation" was tested on various silicones with different mechanical properties. For the highest dipole content the permittivity of all tested silicones was doubled and the modified films showed a substantially lower stiffness. It was proven that the structure of the macromolecular network has a clear impact on the achievable actuation properties. For the highest dipole contents the actuation performance increased remarkably by 100 percent up to 4000 percent in respect to the investigated network. The addition of organic dipoles to the elastomer enables a significant reduction of the needed driving voltage for DEAs below one kilovolt.

PUBLIKATIONEN

PUBLICATIONS

Development of novel polyolefin-starch blends for production of thermoforming sheets

Anja Kömmling
Master thesis, Humboldt University of Berlin

Starch is a good option for replacing crude oil in plastics production as it is widely renewable, well available and cost-efficient. That is why compounds containing 50 percent starch were produced in this work. For these compounds, the optimum recipe was developed with regard to the kind of starch (native, destructureized), moisture content of starch, coupling agent (type and content) as well as the polyolefin matrix (LDPE, LLDPE, HDPE, PP). The aim were cast films which are suitable for thermoforming. The results indicated better properties of compounds with native starch in comparison to those with destructureized starch. Furthermore, in order to achieve optimum properties, it is essential to dry the starch as much as possible (i.e. to 3.5 percent of free water) and to extract water during extrusion by degassing. Concerning coupling agents, there are different types available for PE, such as LLDPE- or HDPE-based. 2.5 percent of the HDPE-based coupling agent achieved the best coupling efficiency. Of the polyolefins, LDPE compounds showed the best mechanical properties in comparison to the pure polyolefin and the best processability as well. LDPE-starch-blends with a starch content of 50 percent were easily produced with a output of 40 kg/h. Moreover, they could be processed into cast films and thermoformed up to high stretching which makes them suitable for industrial applications.

Organic solar cells with inkjet printed functional layers

Alexander Lange
PhD thesis, University of Potsdam

Organic solar cells (OSCs) can be broken down into two categories based on small molecules or polymers blended with small molecules. The functional layers of the former are typically evaporated while those of the latter can be prepared from solution. While evaporation requires complicated vacuum technology, solution processing can be done at room temperature and atmospheric pressure. Various techniques fall under the category of solution processing including spin coating, printing and coating. Inkjet printing is especially appealing because user-defined patterns can be generated with little material waste. In this work, the functional layers of polymer OSCs were deposited with inkjet printing. Initially, standard materials for OSCs were deposited and these results were used as the basis for printing novel polymers with adapted properties such as solubility in chlorine-free solvents or absorption of light with wavelengths up

to 800 nm. With specific optimization steps, the functional layers of polymer OSCs can be prepared with inkjet printing without sacrificing device performance.

In the first part of this work, poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate) (PEDOT:PSS) in addition to the active layer blend poly(3-hexyl thiophene) (P3HT) and phenyl-C61 butyric acid methyl ester (PC61BM) were inkjet printed. The first devices with sequentially printed layers suffered from relatively low efficiencies of one percent. Therefore, the printing process for each layer was separately optimized. The impact of the solvents which are commonly used to print PEDOT:PSS such as isopropanol and ethylene glycol were examined. Efficiencies of around 2.2 percent were achieved when only PEDOT:PSS was inkjet printed. When OSC active layers based on P3HT:PC61BM were printed, a strong dependence of the efficiency on the drying conditions was observed. Slow drying at temperatures of 40–60°C was used to produce devices with efficiencies of over two percent. Finally, optimized PEDOT:PSS inkjet formulations and P3HT:PC61BM drying procedures were implemented to again prepare devices with sequentially printed layers and efficiencies of over two percent were reached. The reduced performance which was initially observed was attributed to the concentration of surfactant in the PEDOT:PSS ink formulation.

In the second part of this work, the novel amorphous polymer poly[9,9-diptylfluorenyl-2,7-diy]-co-(10,12-bis(thiophen-2-y)-3,6-dioxoctyl-11-thia-9,13-diaza-cyclopenta[b]triphenylene] (PFDTBTP) was inkjet printed from chlorinated and chlorine-free solvent systems. Only a minor drop in efficiency from 3.5 to 2.7 percent was found when using chlorine-free solvents such as anisole and tetralin. A correlation between the domain size of PFDTBTP or PC61BM and the solvent system was documented. Bigger domains were observed when using chlorine-free solvents which were attributed to the solubility of the functional materials in the respective solvents. Finally, an alternative approach, which involved incorporation of a surfactant in the active layer ink, was utilized to influence donor/acceptor domain size with the goal of improving device efficiency. Polymers with structures which are similar to PFDTBTP are exciting alternatives to P3HT because chlorine-free solvents are not essential to achieve well performing OSCs.

Blends of low bandgap polymers with fullerene derivatives can absorb a wider range of light with respect to P3HT:PC61BM. In this section, the well known benchmark low bandgap polymer poly[2,1,3-benzothiadiazole-4,7-diy][4,4-bis(2-ethylhexyl)-4H-cyclopenta[2,1-b:3,4-b']dithiophene-2,6-diy]] (PCPDTBT) was combined with poly[(9,9-di-n-octylfluorenyl-2,7-diy)-alt-(benzo[2,1,3]thiadiazol-4,8-diy)] (F8BT) in a block or random fashion. Efficiencies of two and one percent were found for devices with the block and random copolymers, respectively. Better performance for the block copolymer was attributed to its

enhanced charge carrier mobility and the degree of organization within the blend film. Furthermore, inkjet printing was used to deposit PCPDTBT with or without a solvent additive. Because of the elevated drying temperature (130°C) which was necessary when printing, only a mild impact of the solvent additive on device performance was observed. Overall, low bandgap polymers are a favorable alternative to traditional materials for OSCs.

Inkjet printing is a well suited method for preparation of OSC functional layers based on standard polymers in addition to novel materials with adapted properties. Only minor differences in the device efficiency were observed for solar cells with printed layers when compared to those which were prepared with reference procedures. In summary, inkjet printing is an exciting process for large scale production of OSCs because functional films can be processed with unique shapes and with limited material waste.

Optimization of fermentation conditions for the production of peroxidases in white rot fungi

Benjamin Ledermann
Master thesis, Heinrich Heine University Düsseldorf

In the present study a new medium for the cultivation of the white rot fungus *phanerochaete chrysosporium*, using acetate and glycerol as carbon sources, was established. The highest activity of the manganese dependent peroxidase (MnP), produced in batch fermentations using this medium, was 168.8 U/L. Because peroxidase *chrysosporium* grew in dense mycelia, an immobilization technique of peroxidase *chrysosporium* in alginate beads was set up. The immobilization did not improve the maximum MnP activity. To maximize the biomass production and to prevent the accumulation of nitrogen in the medium, a fed-batch-process with a defined feeding solution with a carbon to nitrogen ratio of 22 to one was developed. This led to an improved maximum MnP-activity. Furthermore the influence of different media additives on the MnP production was investigated. These experiments showed that the addition of Pluronic F68 and lignosulfonic acid improves the maximum MnP activity. By the addition of 0.1 percent lignosulfonic acid to the medium, the maximum activity of a fed-batch-fermentation was increased to 608.3 U/L.

To investigate whether the produced MnP is able to degrade lignin, several in vitro lignin degradation experiments were carried out. Gel permeation chromatography of different lignins treated with MnP showed that the peroxidase is able to depolymerize lignin. Furthermore it has been shown that the addition of ascorbic acid to the reaction mixtures leads to an increased lignin depolymerization.

Chemical composition of poplar

Claudia Lenschow
Bachelor thesis, University of Applied Sciences Neubrandenburg

One possibility to replace fossil crude materials is to cultivate fast-growing trees in short rotation foresteries. Such types of wood are poplars. To use poplar in different sectors of industry, it's important to know the exactly biomass composition.

The aim of this bachelor thesis was to control possible significant differences of composition according to the height of the stem. Six meters high annual plants of the types "Koltay" and "Max3" were analyzed. Additionally, the reproducibility of the used method was tested by repeated measurements.

In this context, the stems of the particular types were parted into four sections. Half of the single sections were barked. The dry and ash content were determined gravimetrically. The content of ethanol extractable parts was identified by Soxhlet extraction. The protein content was determined by combustion engineering of the CHNS-elementary analysis. Afterwards, the wood samples were treated with a two-step hydrolysis with acid sulfur. The lignin content was determined gravimetrically and spectroscopically. The wood sugars were detected by HPAEC-PAD. In addition, the content of acetyl, which is bounded in hemicellulose, was determined by HPLC. The reproducibility of the method was classified as good and acceptable.

Concerning the biomass composition it was discovered that the ingredients of the first three sections differ little. These sections could be combined. The highest part of the stem should still be analyzed separately.

PUBLIKATIONEN

PUBLICATIONS

Microencapsulation of liquid isocyanates

Srivatssan Mohan

Master thesis, University of Potsdam

A high functionality liquid isocyanate i.e. isocyanurate-based hexamethylene diisocyanate trimer (HDI-T) was successfully encapsulated within polyurethane and polyurea to form core-shell particles via interfacial polymerization. The microcapsules were obtained by the polymerization of a more reactive methylene diphenyl diisocyanate (MDI) prepolymer with either 1,4 butanediol or 1,6 hexamethylene diamine (HMDA) at the interface of the droplet. The characteristics of the resulting core-shell particles were studied and compared. The microcapsules were characterized using techniques such as thermogravimetric analysis (TGA), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), electron and optical microscopy. The morphology of polyurea capsules was highly spherical which was in contrast to the roughly spherical nature of the ones made of polyurethane. The capsules exhibited the decomposition characteristics of both the shell and core materials and FTIR analysis showed the characteristic isocyanate stretching peak, thus confirming the encapsulation of HDI-T. The stability of the encapsulated isocyanate was also studied using FTIR by monitoring the intensity of isocyanate stretching peak with time. It was found that the isocyanate remained stable only for a couple of days and for about three weeks when the capsules were left dispersed in water and when they were isolated to be left in the dry state, respectively. Polyurea capsules produced with a large excess of the continuous phase monomer showed slight improvement in the shelf life of the encapsulated isocyanate. A few methods experimented to modify the surface of synthesized capsules in order to reduce their permeability did not give rise to any decrement.

Synthesis and characterization of functional gold nanoparticles for applications in bioanalytics

Matthias Rohn

Master thesis, University of Potsdam

Within the scope of the master thesis functionalized gold nanoparticles have been synthesized for the application in an analytical test system within the project "lab in a hankie". The test system consists of a polymer with fluorophore bearing recognition unit, here adamantane, and gold nanoparticles functionalized with β -cyclodextrine as the analyte, which should quench the fluorescence when binding to the recognition unit. For the functionalization of the gold nanoparticles β -cyclodextrines were substituted on either one or up to seven of the six positions through coupling with dithiols. The resulting products were characterized by spectroscopic methods such as NMR and MalDI-TOF and elemental analysis. Gold nanoparticles were obtained with both mono- and per-substituted β -cyclodextrines. As a reference without specific binding groups gold nanoparticles were prepared with poly-(N-vinylpyrrolidone) (PVP). Shape and dimension of all synthesized nanoparticles has been investigated by dynamic light scattering (DLS) and transmission electron microscopy (TEM). TEM could prove that spherical particles with core diameters of 3.2 to 4.6 nm were obtained. With DLS the organic shell swollen in the water solvent contributes to the measured diameters which were of the order of 8 to 9 nm for all particles. With thermal gravimetric analysis the solidity ratio of the organic shell on the gold nanoparticle core has been estimated to 130–180 percent. This can be contributed to a coverage higher than one monolayer of β -cyclodextrine.

The functionalized gold nanoparticles were used to quench the fluorescence of poly-(N-vinylpyrrolidone-co-Rhodamin B-maleicdiamide-methyl-adamantane). In this polymer Rhodamin B serves as fluorophore and adamantane as recognition unit for β -cyclodextrine. Depending on the Rhodamin B and adamantane content in the copolymer a quenching efficiency of 58 to 80 percent has been obtained. The reference gold nanoparticles without a specific recognition unit lead only to a quenching efficiency of 40 percent. By adding amantadine hydrochloride it could be shown that the fluorescence of the solutions quenched with the β -cyclodextrine increased again due to the partial replacement of the binding site in the polymer leading to an increase in the distance between fluorophore and gold nanoparticle. In contrast the fluorescence intensity of the solution containing the reference particle did not change. This proves that the specific binding works in the model system and could serve for future designs of a biosensor.

Synthesis and characterization of phosphorescent side chain polymers for efficient organic light emitting diodes

Beatrice Salert

PhD thesis, University of Potsdam

Synthesis and comparison of new functionalizable water-soluble monomers and copolymers

Nicole Sickert

Bachelor thesis, University of Potsdam

New functional methacrylates were synthesized, molecularly characterized, and employed for water-soluble copolymers, which can – without detrimental effects on the solubility in aqueous media – be functionalized with user-defined primary and secondary amines. The new monomers are characterized by a t-butylester protected carboxylate moiety, which is separated from the polymerizable residue (or from the polymer backbone, respectively) by oligo(ethyleneglycol) spacer groups. The incorporation of such spacer groups was in particular aimed at improving the accessibility of the carboxyl group in further post-polymerization functionalization reactions. Copolymers were prepared from the new functionalizable monomers and commercially available oligo(ethyleneglycol)monomethyl-ether)methacrylates. Subsequently, the t-butyl protecting groups were easily removed by mild acidic treatment. By appropriate choice of the comonomers, the polymers could be designed to be thermo-sensitive, exhibiting a volume phase transition of the lower critical solution temperature type. The efficiency of chemical modification of the copolymers containing the new functionalizable comonomers, with model amine was studied. Results were compared to the reactivity of analogous ones that contain only methacrylic acid as functionalizable comonomer, instead. The new copolymers showed increased reactivity of the spacer-separated carboxyl moieties, thus demonstrating the validity of the implemented spacer concept.

Synthesis and characterization of dye-functionalized responsive polymers and investigation of thin polymer films with potential application in biosensors

Daniel Stöbener

Master thesis, University of Potsdam

Two approaches to functionalize statistical thermoresponsive copolymers were pursued. First copolymers bearing primary amine group based on 2-(2-methoxyethoxy) ethyl methacrylate (MEO_2MA), oligo(ethylene glycol) methyl diethylether methacrylate (OEGMA_{475}) and 2-aminoethyl methacrylate hydrochloride (2-AEMA) were synthesized by free radical polymerization. Various derivatives of fluorescein were synthesized by reacting 5-aminofluorescein (5-AF) with succinic-, glutaric- and maleic anhydride, respectively. Yet, these derivatives could not be coupled efficiently to the copolymers, due to various side reactions identified. However, small amounts of fluorescein could be incorporated into the copolymers by free radical copolymerization of 5-aminofluorescein containing maleamic acids and maleimides. In the second approach explored, photo-crosslinkable statistical thermoresponsive copolymers were made from MEO_2MA , OEGMA_{475} and 2-(4-bezoylphenoxy) ethyl methacrylate (BPEM). The copolymers were spin-coated onto the silicone substrates functionalized with 3-aminopropyltrimethoxysilane and the resulting films were cross-linked by UV-radiation. Ellipsometry showed that the hydrogel films were long-term stable when the molar mass of the polymers exceeded a minimum value. The results revealed that the swelling ratios of the responsive hydrogels can be correlated to the dry layer thickness, as well as on the extent of loss of the thin hydrogel films upon storage. As decreasing amounts of photo-crosslinker incorporated increase their swelling ratios, while their stability is reduced, a judicious balance must be implemented for conceiving highly swellable hydrogel films.

PUBLIKATIONEN

PUBLICATIONS

Vorträge Lectures

M. Bartke, T. Kröner: *Mass-Transfer & kinetics in heterophasic copolymerization of propylene*, INCOREP 2013 conference, Ferrara (Italy), 5.9.2013

J. Bohrisch: *Synthesen und neue Anwendungen von Chitosan und modifizierten Stärken*, Kolloquium »Biopolymere zur Anwendung in der fest/flüssig-Trennung«, Institut für Polymerforschung, Dresden (Germany), 27.11.2013

J. Buller, C. Boeffel, J.-P. Couturier, S. Dippel, A. Enzenberg, A. Laschewsky, M. Sütterlin, E. Wischerhoff: *Smart hydrogels with biosensing capabilities*, 5th Potsdam Days on Bioanalysis 2013, Berlin (Germany), 7.–8.11.2013

G. Engelmann, J. Erdmann, J. Ganster: *Lignin – more than a simple filler for thermoplastics?*, 6th International Conference 2013 on Industrial Biotechnology and Bio-based Plastics & Composites, Köln (Germany), 10.4.2013

J. Erdmann, J. Ganster: *Lignin-polyethylene blends – simultaneously improved stiffness, strength, and toughness through tailored morphology*, EPNOE Conference, Nizza (France), 21.10.2013

A. Fandrich, J. Buller, A. Laschewsky, F. Lisdat, E. Wischerhoff: *“Smart” polymer interfaces at electrodes – useful matrix for biorecognition reactions*, Bioelectrochemistry 2013: 12th Topical Meeting of the International Society of Electrochemistry & XXII International Symposium on Bioelectrochemistry and Bioenergetics of the Bioelectrochemical Society, Bochum (Germany), 17.–21.3.2013

H.-P. Fink, J. Ganster, G. Engelmann, J. Erdmann: *Von Duromeren bis Carbonfasern – Hochleistungsmaterialien aus Lignin?*, 704. DECHEMA-Kolloquium, Frankfurt a.M. (Germany), 14.2.2013

H.-P. Fink, J. Ganster, G. Engelmann: *Lignocellulose – Nachhaltiger Rohstoff für neue Materialien*, Abschlussveranstaltung Innovationsforum »Biopolymere und biobasierte Kunststoffe – nachhaltige Materialien der Zukunft«, Schwarzeide (Germany), 28.2.2013

H.-P. Fink: *Novel cellulose materials and processing routes*, 245th ACS National Meeting – Cell Division, APA Symposium, New Orleans (USA), 8.4.2013

H.-P. Fink: *Biobased fibers, plastics, and composites trends and case studies*, Workshop, Den Haag (Netherlands), 29.5.2013

H.-P. Fink: *Neue Cellulose-materialien und Verarbeitungswege*, Kolloquiumsvortrag Fraunhofer WKI, Braunschweig (Germany), 24.6.2013

H.-P. Fink: *Novel cellulose materials and processing routes*, EPNOE 2013 International Polysaccharide Conference, Nizza (France), 22.10.2013

J. Ganster, J. Erdmann: *Verbesserte Eigenschaften biobasierter Thermoplaste durch biogene Faserverstärkung – Möglichkeiten und Grenzen*, 5. Biopolymer-Kolloquium, Berlin (Germany), 24.1.2013

J. Ganster, G. Engelmann, J. Erdmann: *Lignin containing resins, composites, and blends*, 245th ACS National Meeting and Exposition, New Orleans (USA), 8.4.2013

J. Ganster, J. Erdmann, H. Zhang: *Cellulose fiber reinforcement for improved PLA heat stability via accelerated crystallization*, 245th ACS National Meeting and Exposition, New Orleans (USA), 9.4.2013

J. Ganster: *Biobasierte Folien – Materialien, Verarbeitung, Märkte*, 1. Fachsymposium zur Verarbeitung von Biokunststoffen, Würzburg (Germany), 17.4.2013

J. Ganster, G. Engelmann, J. Erdmann: *Bioplastics – Innovative formulations for improved performance*, Bionale, Berlin (Germany), 7.5.2013

J. Ganster, J. Erdmann: *Lignin-polyolefine blends with tailored morphology – improved stiffness, strength and toughness*, Polymers for advanced technologies 2013, Berlin (Germany), 1.10.2013

J. Ganster, J. Erdmann: *Cellulose fiber-reinforced thermoplastic polymer composites for injection moulding*, EPNOE Pre-Conference, Nizza (France), 20.10.2013

J. Ganster, J. Erdmann: *Biobasierte technische Fasern und Composites*, FNR-Vortragsveranstaltung »Einsatz von biobasierten Werkstoffen in der Automobilindustrie«, Berlin (Germany), 14.11.2013

J. Ganster, J. Erdmann: *Verstärkung von Biopolymeren mit cellullosischen Fasern*, PTS-Faserstoff Symposium, Dresden (Germany), 17.11.2013

T. Greco, C. Ippen, Y. Kim, J. Kim, C. Han, A. Wedel: *Cadmium-free quantum dot light emitting diodes based on indium phosphide*, 6th International Symposium on Flexible Organic Electronics ISFOE 2013, Thessaloniki (Greece), 9.7.2013

- M. Hassan-Nejad**, B. Volkert, J. Ganster: *Polysaccharide esters reinforced with nanoclays – structure and properties*, DGM-Fachausschusssitzung Polymerwerkstoffe, Hamburg (Germany), 7.11.2013
- C. Ippen**: *Red-, green- and blue-emitting cadmium-free quantum dots for QD-LEDs with high efficiency and color-saturation*, Korea Institute of Machinery and Materials, Daejeon (Korea), 26.2.2013
- C. Ippen**, T. Greco, Y. Kim, J. Kim, C. Han, A. Wedel: *Tuning the emission color of cadmium-free quantum dots for red, green and blue QD-LEDs*, 13th International Meeting on Information Display (IMID), Daegu (Korea), 29.8.2013
- C. Ippen**, T. Greco, Y. Kim, J. Kim, C. Han, A. Wedel: *Highly color-saturated quantum dot light emitting devices using cadmium-free quantum dots*, EuroDisplay 2013, 33rd International Display Research Conference, London (Great Britain), 17.9.2013
- C. Ippen**, T. Greco, A. Wedel: *Quantum dots for LEDs and PV*, 5th International Green Technology Forum, Konkuk University, Seoul (Korea), 31.10.2013
- S. Janietz**: *Design of semiconducting materials and polymer dielectrics for printed transistor applications*, Workshop Fraunhofer IAP, Potsdam (Germany), 15.1.2013
- S. Janietz**, B. Gruber, S. Schattauer, K. Schulze: *Integration of OLEDs in textiles*, Printed Electronics, Berlin (Germany), 17.4.2013
- S. Janietz**: *Integration of OLEDs in Textiles*, 3F-Talks: Electronic Functionalities in Textiles, Aachen (Germany), 25.4.2013
- S. Janietz**, E. Katholing, L. Pabel, A. Lange, S. Albrecht, D. Neher: *Tailor-made absorber polymers for OPV – from synthesis to formulation development*, SPIE, San Diego (USA), 28.8.2013
- S. Janietz**, B. Gruber, S. Schattauer, K. Schulze: *Integration of OLEDs in textiles*, 7. Aachen-Dresden International Textile Conference, Aachen (Germany), 26.11.2013
- Y. Kim**, T. Greco, C. Ippen, A. Wedel, J. Kim: *Indium phosphide (InP) colloidal quantum dot based light-emitting diodes designed on flexible PEN substrate*, IEEE 5th International Nanoelectronics Conference (INEC), Singapur (Republic of Singapore), 3.1.2013
- S. Janietz**, E. Katholing, L. Pabel, A. Lange, S. Albrecht, D. Neher: *Tailor-made absorber polymers for OPV – from synthesis to formulation development*, ISFOE13, Thessaloniki (Greece), 9.7.2013
- S. Janietz**, E. Katholing, L. Pabel, A. Lange, S. Albrecht, D. Neher: *Tailor-made absorber polymers for OPV – from synthesis to formulation development*, Universität Campinas, Campinas (Brazil), 21.8.2013
- S. Janietz**: *Design of semiconducting materials and polymer dielectrics for printed transistor applications*, Universität São Carlos, São Carlos (Brazil), 23.8.2013
- S. Janietz**, E. Katholing, L. Pabel, A. Lange, S. Albrecht, D. Neher: *Tailor-made absorber polymers for OPV – from synthesis to formulation development*, SPIE, San Diego (USA), 28.8.2013
- A. Laschewsky**, J.-N. Marsat, F. Stahlhut, H. von Berlepsch: *Multicompartment micelles from linear ternary block copolymers*, 46th Biennial Meeting of the German Colloid Society, Paderborn (Germany), 24.9.2013
- A. Laschewsky**: *Synthese und Basiseigenschaften von Polyelektrylten*, Workshop »Biopolymere zur Anwendung in der fest/flüssig-Trennung«, Dresden (Germany), 27.–28.11.2013
- A. Laschewsky**: *Sulfobetaines as zwitterionic building blocks in stimuli-responsive polymers*, International Conference on Bioinspired and Zwitterionic Materials 2013, Hangzhou (China), 1.–4.12.2013
- A. Lehmann**, M. Hassan-Nejad: *Bioabasierte Chemiefasern – Celluloseregenerate und dann?*, 1. Fachsymposium zur Verarbeitung von Biokunststoffen, Würzburg (Germany), 17.4.2013
- A. Lehmann**, R. Protz, J. Bohrisch: *Man-made lignocellulosic fibers – new approaches using tailor-made ionic liquids*, AD-ITC, Aachen (Germany), 8.11.2013
- A. Lehmann**, R. Protz, J. Bohrisch: *Man-made lignocellulosic fibers – new approaches using tailor-made ionic liquids*, EPNOE-Conference 2013, Nizza (France), 21.–24.10.2013

PUBLIKATIONEN

PUBLICATIONS

A. Lieske, M. Hahn: *Synthetische Flockungshilfsmittel – Entwicklung neuer Produkte und Polymerisationsprozesse*, Seminar »Biopolymere zur Anwendung in der fest/flüssig-Trennung«, Dresden (Germany), 28.11.2013

P. Malo de Molina, C. Herfurth, A. Laschewsky, M. Gradzielski: *Structure and dynamics of microemulsion networks with end-capped star polymers of low functionality*, 87th ACS Colloid and Surface Science Symposium, Riverside (USA), 23.–26.9.2013

J. Rohowsky, K. Hettrich: *Novel encapsulation materials based on cellulose derivatives*, IAO-Technologietag »Mikroverkapselung und Partikelanwendungen«, München (Germany), 4.7.2013

J. Rohowsky, K. Hettrich: *Synthese von Celluloseether-sulfaten für biomedizinische Anwendungen*, 11. ZINT Doktorandenforum, Dresden (Germany), 27.3.2013

C. Schmidt, J. Storsberg, N. Doğangüzel, S. Klöpzig, S. Rehfeldt, J.-P. Krause, M. Kumpuddee-Vollrath: *Synthesis of doxorubicin containing drug carriers and in vitro performance on HeLa and HCT116 cells*, Nanotech Dubai 2013, Dubai (United Arab Emirates), 29.10.2013

C. Schmidt: *From surface receptors to intracellular signaling: there and back again*, Biocenter, Oulu (Finland), 16.9.2013

J. Storsberg, C. Schmidt: *Plastic cornea implants: restoring vision for millions worldwide?*, 2nd Conference on Emerging Trends in Polymers & Plastics in Medical Devices, Marriot Marquis, San Francisco (USA), 27.6.2013

J. Storsberg, C. Schmidt, N. Schrage, A. Cordes, G. Duncker, H. Röthgen, A. Meßner, N. Naß, S. Sel: *Synthetic eye prosthesis – development of a new modified hydrogel based biomaterial used for a new keratoprosthesis*, 9. ThGOT 2013, Biomaterial-Kolloquium, Zeulenroda (Germany), 25.9.2013

J. Storsberg, O. Mauger, J. Bohrisch, A. Laschewsky: *Latex dispersions for coatings and films – synthesis, analysis and applications*, Smithers Rapra's Latex & Synthetic Polymer Dispersions conference 2013, Kuala Lumpur (Malaysia), 10.9.2013

J. Storsberg, C. Schmidt, G. Duncker, N. Schrage, S. Sel: *Biomaterials in ophthalmic applications – IOL's and keratoprosthesis*, European Association for Vision and Eye Research (EVER) Congress, Nizza (France), 21.9.2013

J. Storsberg, C. Schmidt, A. Weber, T. Fuchsluger, S. Sel: *Nanotechnology in implants and drug delivery systems*, 111th DOG Congress, Berlin (Germany), 19.9.2013

J. Storsberg, C. Schmidt, T. Fuchsluger, A. Weber, S. Sel: *Biomaterials for ophthalmic implants – all for one and one for all?*, European Association for Vision and Eye Research (EVER) Congress, Nizza (France), 21.9.2013

J. Storsberg, O. Mauger: *Kunststoffe in der Medizin – vom Massenpolymer zum hochspezialisierten Medizinprodukt*, 13. Schwarzheider Kunststoffkolloquium, Schwarzeide (Germany), 25.9.2013

J. Storsberg, C. Schmidt, G. Duncker, S. Sel: *Implantate in der Ophthalmologie*, V2013, Dresden (Germany), 15.10.2013

J. Storsberg, C. Schmidt, G. Duncker, N. Schrage, S. Sel: *Nanotechnologically modified biomaterials in ophthalmology – artificial corneas for restoring vision*, Nanotech Dubai 2013, Dubai (United Arab Emirates), 29.10.2013

B. Volkert: *Vom Biopolymer zum Kunststoff – Möglichkeiten und Grenzen*, WTT Kooperationsforum der Technologiestiftung Berlin, Berlin (Germany), 10.4.2013

A. Wedel: *Fraunhofer – Innovation und Wettbewerbsfähigkeit*, ExpoGestão, Joinville (Brazil), 16.–17.5.2013

A. Wedel: *Erneuerbare Energie von der Rolle – Energia renovável painéis solares flexíveis o processo de impressão rolo-a-rolo*, Megacities Conference, Rio de Janeiro (Brazil), 23.10.2013

E. Wischerhoff: *Synthesis, characterization and application of complex polymer particles*, Fraunhofer-Tag »Mikroverkapselung und Partikelanwendungen«, München (Germany), 4.7.2013

E. Wischerhoff: *PEG hydrogels – versatile materials for biomedical applications*, 9. ThGOT Thementage Grenz- und Oberflächentechnik, Zeulenroda (Germany), 5.9.2013

E. Wischerhoff, J. Buller, J.-P. Couturier, S. Dippel, A. Laschewsky, M. Süttlerlin: *PEG hydrogels – versatile materials for biomedical applications*, 12th International Polymers for Advanced Technologies Conference, Berlin (Germany), 2.10.2013

E. Wischerhoff: *Synthesis, characterization and application of complex polymer particles*, Technologietag Fraunhofer-Givaudan, Zentrum für Virtuelles Engineering ZVE am Fraunhofer-IAO, Stuttgart (Germany), 22.10.2013

E. Wischerhoff, M. Bartke, M. Hahn, A. Laschewsky, B.-R. Paulke: *A new anti-graffiti concept for cultural heritage*, »Tatort Graffiti – Fachkonferenz 2013«, Berlin (Germany), 29.11.2013

Poster
Posters

R.Bernin, C. Wieland,
E. Wischerhoff, A. Laschewsky:
*Novel water-soluble polymers
made from biobased building
blocks*, 9th European Detergency
Conference, Fulda (Germany),
9.–11.10.2013

S.Dippel, J. Buller, N. Sickert,
E. Wischerhoff, A. Laschewsky:
*From monomers to hydrogels
– Smart, bioconjugable systems
for bioanalytics*, 28. Tag der
Chemie Berlin-Brandenburg
2013, Potsdam-Golm (Germany),
27.6.2013

S.Dippel, J. Buller, J.-P. Couturier,
E. Wischerhoff, A. Laschewsky:
*From monomer synthesis to
smart bioconjugable hydrogels*,
Potsdam Days on Bioanalysis
2013, Potsdam-Golm (Germany),
7.–8.11.2013

A.Enzenberg, M. Rohn,
C. Boeffel, A. Laschewsky:
*Bringing light to the dark:
fluorescence quenching as a tool
for multiple recognition*, 28. Tag
der Chemie Berlin-Brandenburg
2013, Potsdam-Golm (Germany),
27.6.2013

A.Fandrich, J. Buller, E. Wischerhoff,
A. Laschewsky, F. Lisdat:
*pH-dependence of temperature-
triggered phase transition of a
responsive polymer covalently at-
tached to gold surface – Electro-
chemical study*, Potsdam Days on
Bioanalysis 2013, Potsdam-Golm
(Germany), 7.–8.11.2013

C.Herfurth, S. Dippel, A. Miasnikova,
C. Wieland, A. Laschewsky:
*Synthesis of block, star and
star block copolymers by RAFT
polymerization: new pathways
to associative thickeners*,
Makromolekulares Kolloquium
Freiburg, Freiburg (Germany),
21.–23.2.2013

K.Kyriakos, M. Philipp, J. Adelsberger,
S. Jaksch, A. Miasnikova,
A. Laschewsky, I. Grillo; P. Müller-Buschbaum, C. Papadakis:
*Cononsolvency in P(S-*b*-NIPAM)
diblock copolymers in aqueous
solution*, European Polymer
Federation Congress, EPF 2013,
Pisa (Italy), 16.–21.6.2013

M.Malin, W. Meyer, L. Elomaa,
H. Krüger, J. Seppälä: *Biocompatible,
photocurable materials for additive
manufacturing technologies*, The
European Society for Biomaterials,
Madrid (Spain), 8.9.2013

P.Malo de Molina, C. Herfurth,
A. Laschewsky, M. Gradzinski:
*Structure and dynamics of
mixtures of microemulsions
networks with end-capped star
polymers of low functionality*,
87th ACS Colloid & Surface
Science Symposium, Riverside
(USA), 23.–26.6.2013

O.Muehling, A. Seeboth,
R. Ruhmann, V. Eberhardt:
*Solar collector cover with
temperature-controlled solar light
transmittance*, SHC-Conference
2013 – International Conference
on Heating and Cooling for
Buildings and Industry, Freiburg
(Germany), 23.–25.9.2013

P.Pinyou, N. Guerrero
Alburquerque, E. Wischerhoff,
A. Laschewsky, J. Szeponik,
S. Schmaderer, N. Plumeré,
W. Schuhmann: *Control of
small molecules diffusion in
temperature-responsive polymer
films at heatable electrode*,
Bioelectrochemistry 2013,
12th Topical Meeting of the International
Society of Electrochemistry &
XXII International Symposium
on Bioelectrochemistry and
Bioenergetics of the Bioelectrochemical
Society, Bochum (Germany), 17.–21.3.2013

F.Stahlhut, A. Laschewsky,
H. v. Berlepsch: *Self-assembly of
amphiphilic ABC ternary block
copolymers containing one
hydrophilic, one hydrophobic,
and one stimulus-responsive
block*, 9th European Detergency
Conference, Fulda (Germany),
9.–11.10.2013

Publikationen
Publications

T.Bilkay, K. Schulze, T. Egorov-Brening, K. Fink, S. Janietz:
*Solution processable TIPS-benzodithiophene small molecules
with improved semiconducting
properties in organic field effect
transistors*, Organic Electronics
14/1, p. 344–353 (2013)

J.Buller, A. Laschewsky,
E. Wischerhoff: *Photoreactive
oligoethylene glycol polymers
– versatile compounds for
surface modification by thin
hydrogel films*, Soft Matter 9/3,
p. 929–937 (2013)

G.Dorff, M. Hahn, A. Laschewsky,
A. Lieske: *Optimization of the
property profile of poly-L-lactide
(PLLA) by synthesis of PLLA-
polystyrene – block copolymers*,
Journal of Applied Polymer Science
127, p. 120–126 (2013)

G.Engelmann, E. Bonatz,
J. Ganster, M. Pinnow, A. Bohn:
*Preparation of PTT/clay
nanocomposites with solid-state
polymerized polytrimethylene
terephthalate*, Journal of
Applied Polymer Science 127,
p. 1585–1594 (2013)

G.Engelmann, E. Bonatz,
J. Ganster: *Nanocomposites
based on aromatic polyesters and
organically modified clay*, Journal
of Applied Polymer Science 127,
p. 3848–3857 (2013)

PUBLIKATIONEN

PUBLICATIONS

A. Fandrich, J. Buller, E. Wischerhoff, A. Laschewsky, F. Lisdat: *Establishment of a matrix for biorecognition reactions based on nanoscaled films of responsive polymeric compounds*, Proceedings of Nanotech Conference & Expo 2013, Vol. 3, p. 239–242 (2013), Washington D.C. (USA), 12.–16.5.2013
Boca Raton, CRC Press, Florida (USA), ISBN 978-1-4822-0579-4,

O. Faruk, A. Bledzki, H.-P. Fink, M. Sain: *Progress Report on Natural Fiber-reinforced Composites*, Macromolecular Materials and Engineering, DOI: 10.1002/mame.201300, p. 1–18 (2013)

H.-P. Fink, A. Lehmann, J. Ganster: *Biobased carbonfibers – efforts and prospects*, Chemical Fibers International 1, p. 29–30 (2013)

H.-P. Fink, A. Lehmann, J. Ganster: *Biobased carbonfibers – efforts and prospects*, Technical Textiles 2/2013, p. E52–E53 (2013)

H.-P. Fink: *High performance fibers from the cellulose carbamate-NMMO-system*, Cellulose Commun. Vol. 20/No. 3, p. 113–116 (2013)

C. Flege, F. Vogt, S. Höges, L. Jauer, M. Borinski, V. Schulte, R. Hoffmann, R. Poprave, W. Meiners, M. Jobmann, K. Wissenbach, R. Blöndt: *Development and characterization of a coronary polylactic acid stent prototype generated by selective laser melting*, Journal of Materials Science: Materials in Medicine 24/1, p. 241–255 (2013)

J. Ganster, J. Erdmann, H.-P. Fink: *Biobased composites*, Polymer 58/6, p. 421–434 (2013)

D. Geissler, S. Stufler, H.-G. Löhmansröben, N. Hildebrandt: *Six-color time-resolved forster resonance energy transfer for ultrasensitive multiplexed biosensing*, Journal of the American Chemical Society 135, p. 1102–1109 (2013)

H. Härmä, S. Pihlasalo, P. Cywinski, P. Mikkonen, T. Hammann, H.-G. Löhmansröben, P. Hänninen: *Protein quantification using resonance energy transfer between donor nanoparticles and acceptor quantum dots*, Analytical Chemistry 85, p. 2921–2926 (2013)

O. Hölick, M. Böhning, M. Heuchel, M. Siegert, D. Hofmann: *Gas sorption isotherms in swelling glassy polymers – Detailed atomistic simulations*, Journal of Membrane Science 428, p. 523–532 (2013)

C. Huettl, C. Hettrich, R. Miller, B.-R. Paulke, P. Henklein, H. Rawel, F. Bier: *Self-assembled peptide amphiphiles function as multivalent binder with increased hemagglutinin affinity*, BMC Biotechnology 13, p. 13–51 (2013)

S. Inal, L. Chiappisi, J. Kölsch, M. Kraft, M.-S. Appavou, U. Scherf, M. Wagner, M. Hansen, M. Gradzielski, A. Laschewsky, D. Neher: *Temperature-regulated fluorescence and association of an oligo(ethylene glycol)-methacrylate-based copolymer with a conjugated polyelectrolyte – the effect of solution ionic strength*, Journal of Physical Chemistry B 117/46, p. 14576–14587, 1520–5207 (2013)

C. Ippen, T. Greco, A. Wedel, Y. Kim, J. Kim, C. Han: *Highly color-saturated quantum dot light-emitting devices using cadmium-free quantum dots*, SID Symposium Digest of Technical Papers 44/S1, Paper No. 5.4, p. 160–162 (2013)

S. Janietz, B. Gruber, S. Schattauer, K. Schulze: *Integration of OLEDs in Textiles*, Advances in Science and Technology 80, p. 14–21 (2013)

S. Janietz, E. Katholing, A. Lange, W. Schindler: *Tailor-made absorberpolymers for OPV – from synthesis to formulation development*, Proc. of SPIE Vol. 8830, p. 883019–1 (2013)

Y. Kim, T. Greco, C. Ippen, A. Wedel, M. Oh, C. Han, J. Kim: *Indium phosphide-based colloidal quantum dot light-emitting diodes on flexible substrate*, Nanoscience and Nanotechnology Letters 5/10, p. 1065–1069, 1941–4900 (2013)

Y. Kim, C. Ippen, T. Greco, A. Wedel, M. Park, C. Lee, C. Han, J. Kim: *Efficiency enhancement of indium phosphide (InP) based quantum dot light-emitting diodes by shell thickness tuning*, SID Symposium Digest of Technical Papers 44/1, 19.1, p. 207–209 (2013)

B. Kussmaul, S. Risse, M. Wegener, M. Blümke, J. Krause, J. Wagner, T. Feller, K. Clauberg, J. Hitzbleck, R. Gerhard, H. Krueger: *New DEA materials by organic modification of silicone and polyurethane networks*, SPIE Proceedings Vol. 8687, Field-actuated EAP, p. 8687, 868725 (2013)

I. Lange, J. Kiepert, P. Pingel, I. Dumsch, S. Allard, S. Janietz, U. Scherf, D. Neher: *Correlation between the open circuit voltage and the energetics of organic bulk heterojunction solar cells*, Journal of Physical Chemistry 4, p. 3865–3871 (2013)

- A. Lange**, W. Schindler, M. Wegener, K. Fostiropoulos, S. Janietz: *Inkjet printed solar cell active layers prepared from chlorine-free solvent systems*, Solar Energy Materials and Solar Cells 109/1, p. 104–110 (2013)
- A. Lange**, A. Holländer, M. Wegener: *Modified processing conditions for optimized organic solar cells with inkjet printed P3HT:PC61BM active layers*, Materials Science and Engineering B 178/5, p. 299–305 (2013)
- A. Laschewsky**, C. Herfurth, A. Miasnikova, F. Stahlhut, J. Weiss, C. Wieland, E. Wischerhoff, M. Gradzielski, P. Malo de Molina: *Stars and blocks: Tailoring polymeric rheology modifiers for aqueous media by controlled free radical polymerization*, Polymers for Personal Care and Cosmetics, Washington D.C. (USA), The American Chemical Society, ISBN13 9780841229051 (2013)
- A. Laschewsky**, D. Neher, S. Inal, J. Kölsch, F. Sellrie, J. Schenk, E. Wischerhoff: *A water soluble fluorescent polymer as a dual colour sensor for temperature and a specific protein*, Journal of Materials Chemistry B 1/46, p. 6373–6381 (2013)
- A. Laschewsky**, S. Inal, J. Kölsch, L. Chiappisi, M. Kraft, A. Gutacker, D. Janietz, U. Scherf, M. Gradzielski, D. Neher: *Temperature-regulated fluorescence characteristics of supramolecular assemblies formed by a smart polymer and a conjugated polyelectrolyte*, Macromolecular Chemistry and Physics 214/4, p. 435–445 (2013)
- A. Laschewsky**, D. Neher, S. Inal, J. Kölsch, L. Chiappisi, D. Janietz, M. Gradzielski: *Structure-related differences in the temperature-regulated fluorescence response of LCST type polymers*, Journal of Materials Chemistry C 1/40, p. 6603–6612 (2013)
- D. Lötzsch**, R. Ruhmann, A. Seeboth: *Thermochromic biopolymer based on natural anthocyanidin dyes*, Open Journal of Polymer Chemistry 3/3, p. 43–47, 2165–6681 (2013)
- J.-N. Marsat**, F. Stahlhut, A. Laschewsky, H. v. Berlepsch, C. Böttcher: *Multicompartiment micelles from silicone-based triphilic block copolymers*, Colloid and Polymer Science 291, p. 2561–2567 (2013)
- A. Miasnikova**, C. Benítez-Montoya, A. Laschewsky: *Counter-intuitive photomodulation of the thermal phase transition of poly(methoxy diethylene glycol acrylate) in aqueous solution by trans-cis isomerization of copolymerized azobenzenes*, Macromolecular Chemistry and Physics 214, p. 1504–1514 (2013)
- H. Petersen**, S. Radosta, W. Vorwerg, B. Kießler: *Cationic starch adsorption onto cellulosic pulp in the presence of other cationic synthetic additives*, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 433, p. 1–8 (2013)
- R. Ruhmann**, A. Seeboth, O. Mühlung, D. Loetzsch: *Thermotropic materials for adaptive solar control*, Advances in Science and Technology 77/1, p. 124–131 (2013)
- A. Seeboth**, D. Lötzsch, R. Ruhmann: *First example of a non-toxic thermochromic polymer material – based on a novel mechanism*, Journal of Materials Chemistry C, 1/16, p. 2811–2816 (2013)
- L. Sefcik**, A. Kaminski, K. Ling, A. Laschewsky, J.-F. Lutz, E. Wischerhoff: *Effects of PEG-based thermoresponsive polymer brushes on fibroblast spreading and gene expression*, Cellular and Molecular Bioengineering 6/3, p. 287–298 (2013)
- C. Speyerer**, K. Borchers, J. Storsberg, G. Tovar, T. Hirth, A. Weber: *Generation and surface functionalization of electro photographic toner particles for biomaterial applications*, MRS Proceedings, 1569, mrss13-1569-nn05-21 doi:10.1557/opr.2013.906 (2013)
- J. Storsberg**, G. Duncker, C. Schmidt, K. Kobuch, A. Meßner, S. Sel: *Artificial cornea for ultima ratio patients*, Zeitschrift für praktische Augenheilkunde 34, p. 107–111 (2013)
- J. Storsberg**, C. Schmidt, G. Duncker, N. Schrage, S. Sel: *Biomaterials in ophthalmic applications – IOL's and keratoprosthesis*, Acta Ophthalmologica 91/0, (2013), DOI: 10.1111/j.1755-3768.2013.4732.x
- J. Storsberg**, C. Schmidt, T. Fuchsluger, S. Sel: *Biomaterials for ophthalmic implants – all for one and one for all?*, Acta Ophthalmologica 91/S252, p. 4231 (2013)

PATENTE

PATENTS

Angemeldete Patente in 2013: 37

Offengelegte Patente in 2013: 19

Applied patents in 2013: 37

Published patents in 2013: 19

S. Bruzzano, A. Somborn-Schulz, E. Möhle, A. Fastabend, B. Volkert:
Adsorbens zur Abtrennung fluorierter organischer Verbindungen aus kontaminierten Fluiden, Verfahren zu dessen Herstellung und Verwendung desselben
DE 10 2011 114 952 A1
WO 2013/050139 A1

G. Dorff, A. Lieske, M. Hahn:
Blockcopolymere umfassend Polylactid
EP 2 630 165 A1

C. Duschl, A. Lankenau, C. Schmidt, T. Hellweg, E. Wischerhoff,
A. Laschewsky, J.-F. Lutz:
Thermoresponsives Substrat mit Mikrogelen, Verfahren zu dessen Herstellung und Kultivierungsverfahren für biologische Zellen
EP 2 550 353 A1
US 2013/0005029 A1

C. Duschl, A. Lankenau, J.-F. Lutz, A. Laschewsky, E. Wischerhoff,
G. Fuhr, F. Bier:
Substrat, Kultivierungseinrichtung und Kultivierungsverfahren für biologische Zellen
EP 2 550 352 A1

T. Greco, C. Ippen, A. Wedel:
Lumineszierende, cadmiumfreie Kern-Multischalen-Quantenpunkte auf Basis von Indiumphosphid
DE 10 2012 203 036 A1
WO 2013/127662 A1

J. Kron, K. Deichmann, K. Egly, K. Rose, G. Sextl,
G. Schottner, M. Jobmann, F. Börner, B.-R. Paulke, D. Crespy, J. Fickert:
Schichtsystem zum Korrosionsschutz
DE 10 2012 209 761 A1

H. Krüger, B. Kussmaul, G. Kofod, S. Risse:
Dielektrische Polymere mit erhöhter Permittivität, Verfahren zu deren Herstellung sowie Verwendungszwecke hiervon
US 2013/0253146 A1

H. Krüger, B. Kussmaul, G. Kofod, S. Risse:
Polymercompound mit geblendetem polar-funktionalisierten Oligomeren, Verfahren zu dessen Herstellung sowie Verwendung
DE 10 2012 001 808 A1
WO 2013/113593 A1

A. Laschewsky, E. Wischerhoff, M. Päch, N. Plath,
I. Vockenroth, E.-M. Wikker, B. Luneau:
Waschkraft verbesserte polymere Wirkstoffe auf Basis von Acrylmonomeren
DE 10 2011 112 778 A1
WO 2013/034437 A1

A. Laschewsky, E. Wischerhoff, M. Päch, N. Plath,
I. Vockenroth, E.-M. Wikker, B. Luneau:
Waschkraft verbesserte polymere Wirkstoffe auf Basis von Polyvinylamiden
DE 10 2011 112 777 A1
WO 2013/034438 A1

A. Lehmann, J. Bohrisch, R. Protz, H.-P. Fink:
Lignocellulose-Spinnlösung, Lignocellulose-Regeneratfaser sowie Verfahren zu deren Herstellung und Verwendungszwecke
WO 2013/144082 A1

J. Storsberg, J. Bohrisch, O. Mauger, B. Volkert, A. Lehmann:
Verfahren zur Rückgewinnung/Aufkonzentration von ionischen Flüssigkeiten
DE 10 2012 004 490 A1

G. Tovar, K. Borchers, H. Krüger, W. Meyer, M. Wegener,
S. Engelhardt, D. Riester, E. Bremus-Köpperling, N. Seiler,
P. Kluger, O. Refle, C. Graf, R. Jaeger, C. Bierwisch:
Vorrichtung und Verfahren zur schichtweisen Herstellung von 3D-Strukturen, sowie deren Verwendung
EP 2 621 713 A1

Erteilte Patente in 2013: 10
Granted patents in 2013: 10

S. Döring, J. Stumpe, G. Kofod, M. Kollo sche:
Polymerlaser mit spannungsgesteuerter Einstellung der Laserwellenlänge
DE 10 2011 000 941

H. Ebeling, H.-P. Fink:
Cellulosecarbamat-Spinnlösung, Cellulosecarbamat-Blasfolie sowie Verfahren zu deren Herstellung und Verwendungsmöglichkeiten
US 8 454 884 B2

J. Ganster, M. Hassan-Nejad:
Thermoplastische Formmasse und Formteile, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung
DE 10 2009 005 640

S. Janietz, K. Schulze, T. Egorov-Brening, E. Katholing, H. v. Seggern:
Verfahren zur Herstellung durchschlagfester ultradünner Dielektrika in elektronischen Bauteilen unter Verwendung vernetzbarer polymerer dielektrischer Materialien
DE 10 2010 034 577

S. Janietz, A. Wedel:
Breitbandig lichtemittierende polymere Dioden (PLED)
EP 1 340 271 B1 (AT, DE, EP, FI, GB, NL)

A. Seeboth, J. Kriwanek, D. Lötzsch:
Thermochrome Polymerschicht und Verfahren zu deren Herstellung
JP 5324043

A. Seeboth, O. Mühlung, R. Ruhmann:
Dotierkapseln, diese enthaltende Verbundsysteme sowie deren Verwendung
CN 2008 801 219 27.3
EP 2 222 760 B1 (AT, CH, DE, ES, EP, FR, GB, GR, IT, NL, PL, PT, TR)

B. Volkert, A. Lehmann:
Verfahren zur Herstellung von Polysaccharidestern oder Polysaccharidmischestern
DE 10 2009 022 805 B4

ANFAHRT

HOW TO REACH US

Anreise mit Bus/Bahn/Flugzeug	Arriving by bus/train/plane	Anreise mit dem Auto	Arriving by car
ab Berlin Hauptbahnhof oder Berlin Zoologischer Garten – Regionalbahnen RB 21 oder RB 22 direkt bis Potsdam, Bahnhof Golm – Regionalexpress RE 1 bis Potsdam Hbf	from Berlin's main station or Berlin Zoologischer Garten – take the regional trains RB 21 or RB 22 directly to Golm – take the regional express RE 1 to Potsdam's main station	from Potsdam's main station – take buses 605, 606 or 612 to Wissenschaftspark – take the regional trains RB 20, RB 21, RB 22 bis Potsdam, Bahnhof Golm	– Autobahn A10 (Berliner Ring), Ausfahrt Leest/Töplitz (nördlich des Autobahndreiecks Werder) – weiter Richtung Potsdam, am Ende der Wublitzstraße rechts abbiegen in Richtung Golm, am Kreisverkehr geradeaus – Parkplätze des Fraunhofer IAP an der ersten Einfahrt links
ab Potsdam Hauptbahnhof – Busse 605, 606 oder 612 bis Wissenschaftspark – Regionalbahnen RB 20, RB 21, RB 22 bis Potsdam, Bahnhof Golm			– on the A10 freeway (Berliner Ring) take the exit labeled Leest/Töplitz (north of the Werder junction) – head towards Potsdam, at the end of Wublitzstrasse turn right towards Golm, drive straight on at the roundabout – the parking lots of the Fraunhofer IAP are the first driveway on the left
vom Flughafen Berlin-Schönefeld – Regionalbahn RB 22 direkt nach Potsdam, Bahnhof Golm	from the Berlin-Schönefeld Airport – take the regional train RB 22 directly to Golm		
vom Flughafen Berlin-Tegel – Busse X9 oder 109 bis Berlin Zoologischer Garten – Regionalbahnen RB 21 oder RB 22 bis Potsdam, Bahnhof Golm	from the Berlin-Tegel Airport – take buses X9 or 109 to Berlin Zoologischer Garten – from here take the regional trains RB 21 or RB 22 to Golm		
Vom Bahnhof Golm ca. 10 Minuten Fußweg. Der Straße »Am Mühlenberg« in Richtung Wissenschaftspark Potsdam-Golm folgen.	It is about a 10 minute walk from the Golm train station to the Fraunhofer IAP (heading in the direction of Wissenschaftspark Potsdam-Golm).		
Übersichtskarte Potsdam-Golm Outline map Potsdam-Golm			

Impressum

Anschrift der Redaktion

Fraunhofer-Institut für Angewandte
Polymerforschung IAP
Strategie & Marketing

Geiselbergstr. 69
14476 Potsdam-Golm

Telefon +49 331 568-1114
Fax +49 331 568-3000
E-Mail info@iap.fraunhofer.de
Internet www.iap.fraunhofer.de

Redaktion

Kathrin Begemann M. A., Prof. Dr. Dieter Hofmann

Übersetzung

able Sprachschule GbR

Satz und Gestaltung

Dipl.-Inform. (FH) Nadine Gruber, Astrid Dohms

Druck

Brandenburgische Universitätsdruckerei
und Verlagsgesellschaft Potsdam mbH

Bildquellen

Seiten 5, 7, 9, 25, 27, 35, 45, 47, 53, 54, 63, 65, 74,
77, 79, 84, 88 (2), 95
Till Budde

Seiten 11, 109 (oben 2, 3; Mitte 1)
Steffen Rasche

Seiten 13, 107, 108 (oben 2)
Joe Orlando

Seite 97
Alexander Krause

Seite 109 (Mitte 3)
Jacek Ruta

Portraitfotos
Seite 19 (Prof. Löhmannsröben, Dr. Janietz,
Dr. Wendler, Dr. Seiboth): privat
Seiten 19, 91 (Dr. Storsberg): Fraunhofer IAP
Seiten 19, 85, 87 (Dr. Wischerhoff): Michael Lueder
Seiten 19, 105 (Prof. Michel): Felix Abraham
Seite 57 (Dr. Lötzsch): Michael Kompe

Alle weiteren Portraits: Manuela Zydor

Cover
Titelfotos – Till Budde
Foto (unten links) – Armin Okulla

Fotos, wenn nicht anders angegeben,
vom Fraunhofer IAP.

Editorial notes

Address of the editorial office

Fraunhofer Institute for Applied
Polymer Research IAP
Strategy & Marketing

Geiselbergstr. 69
14476 Potsdam-Golm
Germany

Phone +49 331 568-1114
Fax +49 331 568-3000
E-mail info@iap.fraunhofer.de
Internet www.iap.fraunhofer.com

Editorial team

Kathrin Begemann M. A., Prof. Dr. Dieter Hofmann

Translation

able Sprachschule GbR

Layout

Dipl.-Inform. (FH) Nadine Gruber, Astrid Dohms

Printing house

Brandenburgische Universitätsdruckerei
und Verlagsgesellschaft Potsdam mbH

Photo acknowledgments

Pages 5, 7, 9, 25, 27, 35, 45, 47, 53, 54, 63, 65, 74,
77, 79, 84, 88 (2), 95
Till Budde

Pages 11, 109 (top 2, 3; center 1)
Steffen Rasche

Pages 13, 107, 108 (top 2)
Joe Orlando

Page 97
Alexander Krause

Page 109 (center 3)
Jacek Ruta

Portrait photos
Page 19 (Prof. Löhmannsröben, Dr. Janietz,
Dr. Wendler, Dr. Seiboth): privat
Pages 19, 91 (Dr. Storsberg): Fraunhofer IAP
Pages 19, 85, 87 (Dr. Wischerhoff): Michael Lueder
Pages 19, 105 (Prof. Michel): Felix Abraham
Page 57 (Dr. Lötzsch): Michael Kompe

Other portrait photos by Manuela Zydor

Cover
Photos – Till Budde
Photo (bottom left) – Armin Okulla

Photos by Fraunhofer IAP unless otherwise indicated.