

# Herstellung von Saccharid-Polymeren für anwendungstechnische Versuche

Förderinstitution: Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Bonn

Forschungsstelle: Technische Universität Braunschweig

Institut für Technische Chemie

Abt. für Technologie der Kohlenhydrate

Prof. Dr. K. Buchholz

Industriegruppe: Verein der Zuckerindustrie e.V., Bonn

Projektkoordinatoren: Dr. Wullbrandt, Zuckerinstitut e.V., Braunschweig

Dr. Brei, Unionzucker Südhannover,

Nordstemmen,

Dr. Faurie, Amino GmbH, Frellstedt, Dr. Fries, esparma, Magdeburg

Laufzeit: 1999 - 2000

**Zuwendungssumme:** € 24.640,--

(Förderung durch den Forschungsfonds des FEI)

## Ausgangssituation:

Neuartige Saccharidpolymere sollen dazu beitragen, die spezifischen Eigenschaften von Sacchariden, wie Biokompatibilität, Hautfreundlichkeit, pflegende Eigenschaften, und Wasserbindevermögen in Polymeren für die Anwendung in verschiedenen Sektoren zu nutzen. Dazu zählen Kosmetik und Pharma, aber auch Bindemittel und Klebstoffe für spezielle Bereiche wie Hausund Wohnbereich.

Abbildung: Strukturelement aus der Polymerkette mit zwei Saccharideinheiten des "Gluc-Lactens".

In der am Projekt beteiligten Arbeitsgruppe war die Synthese eines breiten Spektrums solcher Saccharidpolymeren gelungen, in denen der Zuckerbaustein in die Grundkette eines Copolymeren eingebaut ist, und zwar durch radikalische Copolymerisation ungesättigter Saccharidderivate mit klassischen Comonomeren (Abb.). Für die technische Anwendung besonders geeignet erschienen Derivate des Gluconolactons (GluLacen), die in einem Reaktionsschritt in hoher Ausbeute in Substanz, d.h. ohne Lösungsmittel, hergestellt werden können. Copolymere mit Vinylacetat (VA) und Vinylpyrrolidon (Vpy) waren in kleinen Probenmengen ebenfalls mit hohen Ausbeuten in Substanz synthetisiert worden. Anwendungstechnische Tests ergaben interessante Eigenschaften für bestimmte kosmetische Präparate und sollten mit größeren Probenmengen vertieft werden.

Die Herstellung größerer Proben (50 bis 100 g) des Copolymeren mit Vinylacetat (VA) verlief problemlos. Die Synthese des Copolymeren mit Vinylpyrrolidon (Vpy) erwies sich dagegen als so schwierig, dass besondere Untersuchungen zu Problemen des Scale up notwendig wurden.

### Forschungsergebnis:

Einige Ansätze des Projekts erwiesen sich als erfolglos, ohne dass das Resultat absehbar war: Probleme der Maßstabsvergrößerung ergeben sich aus der hohen Reaktionswärme und als Folge in der Neigung zum "Durchgehen" der Reak-



tion. Als Lösungsansätze wurden untersucht, wobei jeweils die Folgeprobleme angeführt sind:

- Einsatz von Stahlgefäßen: Neigung zur Zersetzung des Zuckerbausteins bei den hohen Temperaturen
- Versuche im Extruder (Univ. Freiburg): schlechte Durchmischung, keine Reaktion
- Versuche im Schmelzkneter (TU Clausthal): Probleme der Abdichtung
- Versuche zur Emulsionspolymerisation in Wasser: Zersetzung des Zuckerbausteins

Eine einfache Lösung ergab sich aus Hinweisen aus der Literatur und dem Arbeitskreis von Prof. Dr. Klein, Lehrstuhl für Makromolekulare Chemie der TU Braunschweig (Dissertation S. Strampe, 2000): Mit einem geringen Zusatz an Wasser (30 mol-%, 4 Gew.-%) als Beschleuniger ließ sich die Polymerisation bei erheblich niedrigeren Temperaturen als in Substanz durchführen, ohne dass der Zuckerbaustein der sonst durch Wasser (z.B. in der Emulsionspolymerisation) verursachten Hydrolyse (Abspaltung der eingeführten Acetylgruppen) unterlag. Dies war nicht ohne weiteres zu erwarten, der Effekt des Wassers konnte bisher nicht geklärt werden. Die Ausbeuten an Polymer sind befriedigend. Mit den kinetischen Messungen, die im Verlaufe des Projekt durchgeführt wurden, und dem daraus berechneten Copolymerisationsdiagramm lassen sich verschiedene Einbauraten an Zuckerbaustein in das Copolymer realisieren (nachfolgende Tabelle). Inzwischen konnte eine entsprechende größere Probe des Copolymeren den industriellen Kooperationspartnern für vertiefte anwendungstechnische Untersuchungen zur Verfügung gestellt werden.

#### Tabelle:

Ergebnisse aus scale up-Versuchen zur Copolymerisation von Glucono-Lacen (2,4,6-Tri-*O*-acetyl-3-deoxy-D-*erythro*-hex-2-enono-1,5-lacton) mit Vinylpyrrolidon

Glu-Lacen im Ansatz	Glu-Lacen im Polymer	Molgew.	Ausbeute (%)
(mol%)	(mol%)	(g/mol)	
5	10	1.00 x 10 <sup>5</sup>	74
10	16	1.00 x 10 <sup>5</sup>	80
15	30	5.7 x 10 <sup>4</sup>	31

#### Wirtschaftliche Bedeutung:

Die Zuckerindustrie ist an Entwicklungen interessiert, die neue Perspektiven des Einsatzes von Saccharose zur Produktion neuer Folgeprodukte von Mono- und Disacchariden außerhalb des Lebensmittelmarktes, z.B. im Bereich der Kosmetik- und der Pharmaindustrie, ergeben. Die Ergebnisse dieses Vorhabens tragen dazu bei, den Einsatzbereich von Saccharose zu verbreitern

## Publikationen (Auswahl):

- 1. FEI-Schlussbericht 2003.
- Steinle, S., Thomä, C. und Kulozik, U.: Untersuchung der Anwendbarkeit der HPLC auf die Caseinmakropeptid-Analytik. Wissenschaftlicher Jahresbericht FML-Weihenstephan, 189-190 (2002).
- Thomä, C., Sperber, E., Ahrens, M. und Kulozik, U.: Gewinnung von Caseinmakropeptid durch Membranverfahren und technologischer Einsatz zur Steigerung der ernährungsphysiologischen Funktionalität von Milchprodukten. Wissenschaftl. Jahresbericht FML-Weihenstephan, 191-192 (2002).

#### Weiteres Informationsmaterial:

Technische Universität München Zentralinstitut für Ernährungs- und Lebensmittelforschung, Abt. Technologie Weihenstephaner Berg 1 85350 Freising-Weihenstephan Tel.: 08161/71-4205, Fax: 08161/71-4384

E-Mail: ulrich.kulozik@wzw.tum.de

Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI) Godesberger Allee 142-148, 53175 Bonn Tel.: 0228/372031, Fax: 0228/376150

E-Mail: fei@fei-bonn.de