

Schlussbericht

zum Vorhaben

Thema: NoFoul – Mikrostrukturbasierte Oberflächenfunktionalisierung für die großflächige, biozidfreie Biofilm- und Bewuchshemmung auf Architektur-, Schwimmbad- und Schutzfolien“

Teilprojekt 4 – FILK: „Erarbeitung der Prozessgrundlagen und mikrobiologische Funktionsbewertung“

Zuwendungsempfänger:

FILK Freiberg Institute gGmbH

Förderkennzeichen:

03WIR2013D

Laufzeit:

01.11.2022 bis 31.01.2025

Monat der Erstellung:

07/2025

Datum der Veröffentlichung:

30.07.2025

GEFÖRDERT VOM



**Bundesministerium
für Bildung
und Forschung**

wir! Wandel durch
Innovation
in der Region

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF) über den Projektträger Jülich unterstützt. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei der Autorenschaft.

Teil I – Kurzbericht

NoFoul – Mikrostrukturbasierte Oberflächenfunktionalisierung für die großflächige, biozidfreie Biofilm- und Bewuchshemmung auf Architektur-, Schwimmbad- und Schutzfolien

Teilprojekt 4 – FILK: „Erarbeitung der Prozessgrundlagen und mikrobiologische Funktionsbewertung“

Aufgabenstellung und wissenschaftlich-technischer Stand

Biofouling – die Ansiedlung von Mikroorganismen (Bakterien, Algen, Pilzen, Protozoen) und mehrzelligen Organismen (Rädertierchen, Fadenwürmern, Milben) – findet bevorzugt an Grenzflächen der Materialien zu wässrigen Systemen (Teich- und Schwimmbadfolien) oder zur Atmosphäre (Architekturfolien) statt. Aktuelle Antifoulingmaßnahmen waren bisher vorzugsweise für den maritimen Bereich (biozidhaltige Anstriche, Antihaft- und Hartstoffbeschichtungen) entwickelt worden und konnten aus technologischen, ökologischen sowie wirtschaftlichen Gründen nicht auf Folien übertragen werden. Dagegen boten Forschungsergebnisse zum Einfluss periodischer Mikrostrukturen auf die Vermeidung von Bakterienanlagerungen auf medizinischen Instrumenten oder auf Sterilverpackungen¹ belastbare Ansatzpunkte, mikroorganismenabweisende Oberflächenmorphologien auch als Antifoulingmaßnahme für Folien zu etablieren.

Ziel des Projektes war die Entwicklung einer neuartigen Antifoulingausrüstung mittels Aufbringens von definierten Mikrostrukturen auf die Folienoberflächen (PVC, PTFE, ETFE) in Kombination mit einer biozidfreien, strukturunterstützenden Materialadditivierung. Die Funktionseigenschaften der Folien sollen dabei erhalten bleiben, die Additive homogen im Basismaterial oder in den kommerziell verwendeten Lacken dispergierbar und der Prägeprozess in bestehende Produktionsanlagen integrierbar sein.

Vorhabensablauf

Das Teilprojekt 4 (FILK) gliederte sich in drei Entwicklungsschwerpunkte:

- Die Evaluierung und Etablierung eines biologischen **Labortests** zum Nachweis des **Antifoulingeffektes**, in dem die Zusammensetzung der limnischen (Teich- und Schwimmbadfolie) und der aeroterrestrischen Algen (Architekturfolie) sowie Umwelteinflüsse praxisnah im Labor simuliert wurden.
- Die Untersuchung des Einflusses von Temperatur, Druck und Haltezeit **beim diskontinuierlichen Heißprägen** auf die Qualität der Mikrostrukturabformung auf der Folienoberfläche und die resultierende Antifoulingwirkung.
- **Upscaling des Prägeprozesses** mittels Herstellung der Folien auf einem Kalender mit anschließender kontinuierlicher Prägung und Bewertung der Mikrostrukturqualität sowie Antifouling-Wirkung

In Zusammenarbeit mit den Projektpartnern sema, Reisewitz und TU Dresden wurden außerdem Bewuchstests an beschichteten und laserstrukturierten Folien durchgeführt.

¹ A.-K. Meinshausen et. al.: Aspect ratio of nano/microstructures determines Staphylococcus aureus adhesion on PET and titanium surfaces, Journal of Applied Microbiology 2021

Wesentliche Ergebnisse, Zusammenarbeit mit anderen Forschungseinrichtungen

Im Rahmen des Projekts konnten die grundlegenden Voraussetzungen für ein Laborverfahren zur Ermittlung des Algenaufwuchses unter limnischen und aeroterrestrischen Bedingungen geschaffen werden. Die methodische Basis wurde systematisch weiterentwickelt und durch Optimierungsmaßnahmen ergänzt, welche die Effektivität und Reproduzierbarkeit deutlich verbesserten. Dazu zählten unter anderem die Anpassung von Versuchsanordnungen, die Auswahl geeigneter Algentypen sowie die Standardisierung von Inkubations- und Auswertungsprozessen. Die Laborversuche erwiesen sich insbesondere für die gezielte Eingrenzung und Bewertung von Strukturparametern mikrostrukturierter Folien sowie der Materialrezepturen als geeignet. Allerdings lassen sich komplexe Umweltfaktoren wie Strömungseinflüsse, Klimadynamiken oder natürliche Biozönosen nur bedingt unter Laborbedingungen abbilden. Für eine belastbare Bewertung der antifoulingwirksamen Eigenschaften unter realistischen Einsatzbedingungen sind deshalb weiterführende Feldversuche unter natürlichen Umgebungsbedingungen zwingend erforderlich.

Die Versuche zum Prägen von PVC zeigten, dass durch die Erzeugung mikrostrukturierter Oberflächen ein hemmender Einfluss auf das Algenwachstum erzielt werden kann. Allerdings beeinträchtigt das thermoplastische Fließverhalten der Folienoberflächen die Prägegenauigkeit und -reproduzierbarkeit, wodurch die gewünschte Strukturabformung teilweise abgeschwächt wird. Im Vergleich hierzu verweisen erste Ergebnisse mit laserstrukturierten Folien auf eine deutlich verbesserte Detailgenauigkeit und eine höhere Reproduzierbarkeit der Mikrostrukturen.

Darüber hinaus konnte festgestellt werden, dass bereits die Zusammensetzung des PVC-Materials – insbesondere die Auswahl von Stabilisatoren und Gleitmitteln – einen signifikanten Einfluss auf die Geschwindigkeit des Algenbewuchses ausübt. Die Versuche mit beschichteten PVC-Proben ergaben, dass das Prägen solcher Materialien sowohl die Wirkung der mikrostrukturierten Oberfläche als auch die Effizienz der Beschichtung in Bezug auf Antifouling negativ beeinflusst. Die mechanische Belastung durch den Prägeprozess führte teilweise zur Zerstörung des Oberflächenschutzes, wodurch die antifoulingrelevanten Eigenschaften erheblich gemindert wurden.

Die bisherigen Erkenntnisse deuten darauf hin, dass die gezielte Einarbeitung antifoulingwirksamer Wirkstoffe in die Materialmatrix eine wirkungsvollere Strategie zur Bewuchsvermeidung darstellt als eine Beschichtung mit einer nachträglichen Mikrostrukturierung. Diese Schlussfolgerung bildet eine solide Grundlage für die Weiterentwicklung funktionaler Folienmaterialien mit dauerhaft wirksamen Oberflächeneigenschaften.

Teil II – Ausführliche Beschreibung

NoFoul – Mikrostrukturbasierte Oberflächenfunktionalisierung für die großflächige, biozidfreie Biofilm- und Bewuchshemmung auf Architektur-, Schwimmbad- und Schutzfolien

Teilprojekt 4 – FILK: „Erarbeitung der Prozessgrundlagen und mikrobiologische Funktionsbewertung“

Durchgeführte Arbeiten

0. Abkürzungen

DLE	-	Direct Laser Engraving
DLIP	-	Direct Laser Interference Patterning
DLW	-	Direct Laser Writing
FTIR	-	Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie
KLSM	-	Konfokale Laser Scanning Mikroskopie
LOM	-	Laser Object Manufacturing
PET	-	Polyethylenterephthalat
PVC	-	Polyvinylchlorid
P1/ P2	-	Parametersätze (Temperatur/ Druck/ Zeit) beim diskontinuierlichen Prägen
p	-	Druck in bar
R2R	-	Roll-to-Roll
R _t	-	Gesamthöhe der Rauheit
R _z	-	maximale Höhe der Rauheit
T	-	Temperatur in °C
t	-	Zeit in s
WSA	-	Walzen-Schmelz-Anlage (Kalander)

1. Entwicklung des Antifoulingtests

Art	Ausbildung	Größe in μm	Aussehen
<i>Chlorella vulgaris</i>	einzellige Grünalge	4-10	
<i>Raphidocelis subcapitata</i>	einzellige Grünalge	2-3	
<i>Desmodesmus communis</i>	Koloniebildende Grünalge, 2-4 Zellen	8-25 x 2-7	
<i>Gloeocapsa atrata</i>	einzellige Blaugrünalge	5-10	

Abbildung 1: Arten der limnischen Algen für Aufwuchstest

Da es bisher keine Methoden bzw. Normen für die Untersuchung des Aufwuchsverhaltens von Algen auf Folien gab, wurden zwei verschiedene Testsysteme am FILK entwickelt.

Für die **Schwimmbad- und Teichfolien** wurden drei Grünalgen und eine Blaualge ausgewählt, die für limnische Systeme relevant und hinsichtlich ihrer Größe und Morphologie repräsentativ für das Fouling sind (Abbildung 1).

Die Schwierigkeit bestand darin, Kulturbedingungen zu bestimmen, mit denen eine Co-Kultivierung dieser Algen möglich ist. Deshalb mussten vorab verschiedene Nährmedien und Zusätze wie

Spurenelemente und Vitamine getestet werden. Die Verwendung von Allen's Medium (pH-Wert 7,8) erwies sich am geeignetsten. Die Untersuchung der Antifoulingeneigenschaften von Proben erfolgte in Aquarien mit limnischen Algen (Abbildung 2). Die Materialproben wurden in die vorbereiteten Aquarien eingehängt und zum Teil mit einem Gewicht fixiert, um einen Kontakt untereinander zu vermeiden. Die Ansätze erfolgten mindestens zweifach, wobei immer mindestens ein Replikat pro Aquarium eingesetzt wurde. Um ein Sedimentieren der Algen zu vermeiden und eine Strömung zu simulieren, erfolgte die Umwälzung der Algensuspension im Aquarium über eine Belüftung. Die Aufwuchstests wurden bei $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ und einer 16:8 h-Belichtung (Tageslicht, Weißlicht: $1000 \pm 200 \text{ lx}$) bis zum sichtbaren Aufwuchs (max. 14 Tage) durchgeführt. Die Auswertung des Aufwuchses erfolgte über die Quantifizierung des Flächenbewuchses in Prozent unter dem Stereomikroskop.

Für die Architekturfolien wurden zwei aeroterrestrische Grünalgen ausgewählt, die charakteristisch für das Bewachsen von Fassaden, Abdeckungen und Steinen sind. Nach der 14-tägigen Kultivierung der Algen erfolgte eine Zentrifugierung und die Herstellung einer Algensuspension mit einer eingestellten Zellzahl von 10^6 Zellen/ml. Die zu untersuchenden Materialproben wurden in 9-cm-Petrischalen auf befeuchtetes steriles Filterpapier gelegt, um eine Luftfeuchtigkeit von annähernd 100 % zu gewährleisten (Abbildung 2). Anschließend wurde 1 ml Algenkultur auf eine Materialprobe (\varnothing 5 cm) pipettiert, zum gleichmäßigen Verteilen der Algensuspension auf der Probe mit Gaze (\varnothing 3 cm) bedeckt, die Petrischalen mit Parafilm verschlossen und 1 h stehen gelassen, um die Adhäsion der Algen zu gewährleisten. Die Inkubation erfolgte bis zum sichtbaren Aufwuchs (14 Tage) bei $21,5 \pm 1,5 \text{ }^\circ\text{C}$ und einem Hell-Dunkel-Rhythmus (16:8 h). Die Untersuchungen fanden in einer Dreifachbestimmung statt.

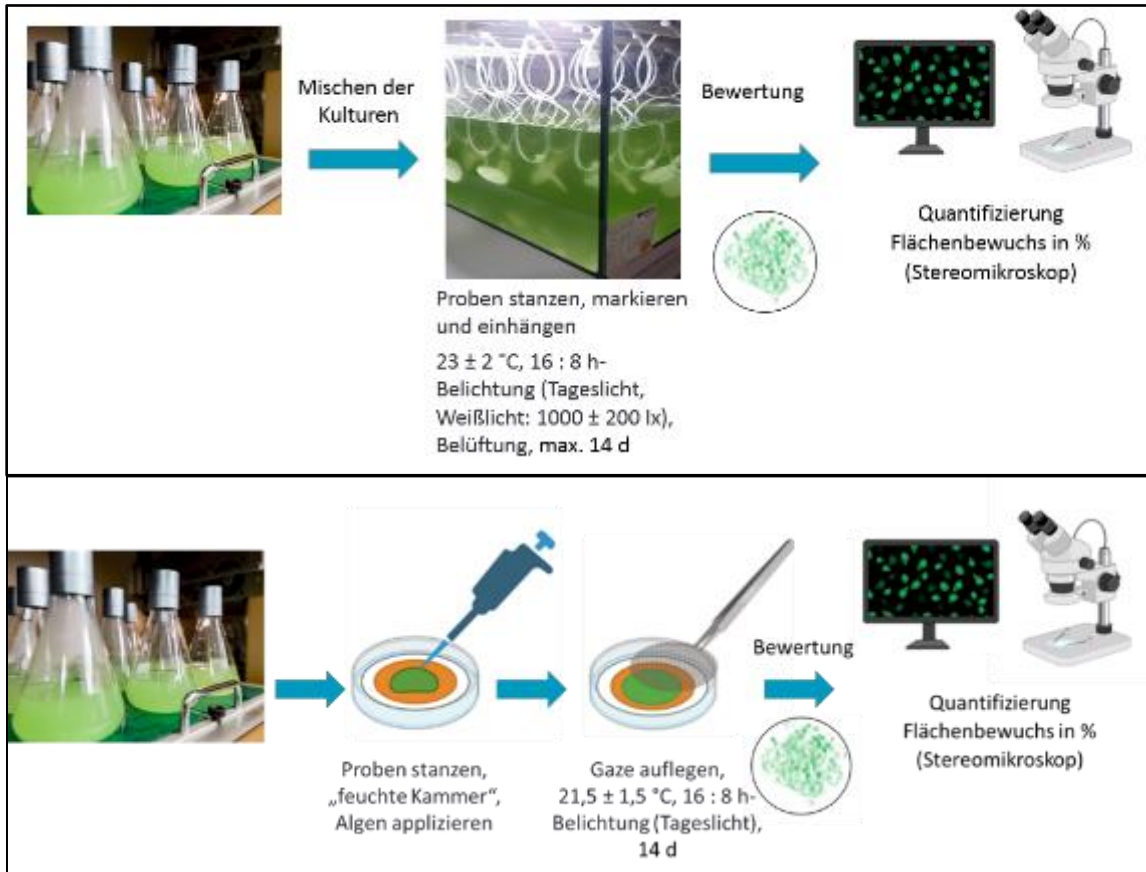


Abbildung 2: Durchführung des Aufwuchstests mit limnischen (oben) und aeroterrestrischen Algen (unten)

2. Evaluierung des Antifoulingtests

Zur Evaluierung der entwickelten Testmethoden und zur Ermittlung von Referenzwerten wurden Aufwuchstests an Walzfellen und an Schwimmbadfolien mit limnischen Algen sowie an Architekturfolie mit aeroterrestrischen Algen durchgeführt. Die Bereitstellung der Folien erfolgte durch den assoziierten Projektpartner Elbtal Plastics GmbH & Co. KG und den Projektpartner Reisewitz Beschichtungsgesellschaft GmbH.

Die Walzfelle waren Labormuster und ermöglichten die reine Materialbewertung ohne den Einfluss der folgenden Konfektionierung zum Endprodukt Schwimmbadfolie. Diese zeigte aufgrund der



Abbildung 3: Algenaufwuchs auf Walzfellen (links) und Schwimmbadfolien (rechts); jeweils Vorder- und Rückseite (oben/unten)

Textileinlage und Kaschierung eine Strukturierung, die Einfluss auf den Aufwuchs der Algen haben kann. Für beide Folienqualitäten konnte ein relativ gleichmäßiges Aufwachsen der Algen über die gesamte Fläche sowohl auf der Vorder- als auch auf der Rückseite beobachtet werden. Ein Einfluss der Strukturierung der Oberfläche der Schwimmbadfolie konnte nicht festgestellt werden (Abbildung 3). Die Ergebnisse der Untersuchung der unbehandelten Standard-Architekturfolie der Reisewitz Beschichtungsgesellschaft GmbH sind in Abbildung 4 dargestellt. Im oberen Bild sind die drei Prüfkörper (Dreifachbestimmung) der Architekturfolien zu Versuchsbeginn nach der Applikation der aeroterrestrischen Algen und dem Auflegen der Gaze abgebildet. Das untere Bild zeigt den vollständigen und gleichmäßigen Aufwuchs nach 14 Tagen Inkubation.



Abbildung 4: Architekturfolie nach Applikation der Algen (oben) und nach 14 Tagen Inkubation (unten); rechts stereomikroskopische Vergrößerung einer Probe (schwarzer Balken = 1 mm)

3. Ableitung möglicher Mikrostrukturen

Die Bindungstheorie besagt, dass die mikrobielle Anhaftung durch physikalisch-chemische Wechselwirkungen wie van-der-Waals-Kräfte, elektrostatische Effekte und hydrophobe Interaktionen bestimmt wird. Entscheidend sind hierbei die Anzahl und Qualität der Kontaktpunkte zwischen Mikroorganismus und Substrat. Glatte, unstrukturierte Oberflächen begünstigen eine starke Haftung, da sie eine große Kontaktfläche für Mikroorganismen bieten. In Abhängigkeit von der Größe und Form

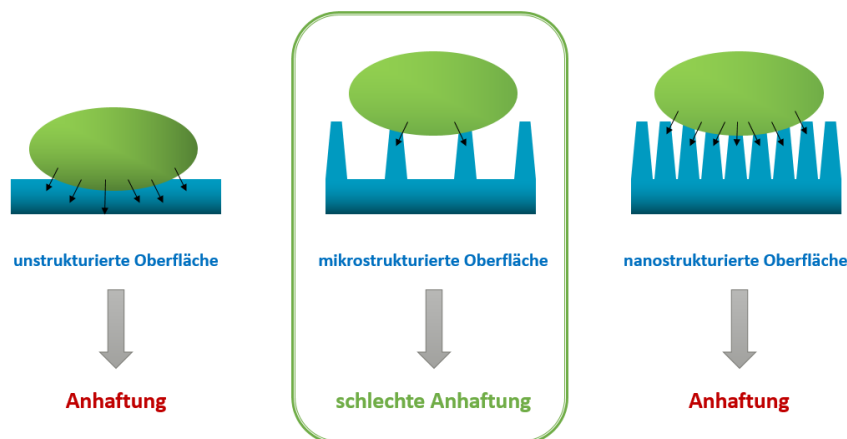


Abbildung 5: Einfluss der Anzahl der Kontaktstellen auf die Anhaftung von Mikroorganismen gemäß Bindungstheorie

der Struktur im Verhältnis zum Mikroorganismus kann die Anzahl geeigneter Kontaktstellen reduziert oder auch erhöht werden (Abbildung 5).

Deshalb wurden zur Festlegung von potentiellen Antifoulingstrukturen für die PVC-Folien beim Projektpartner TU Dresden geprägte

PET-Folien genutzt. Unter Verwendung der Methoden "Direktlasergravur" (DLE), "Direktes Laser-Schreiben" (DLW) und "Direkte Laserinterferenzstrukturierung" (DLIP) erfolgte die Herstellung von Prägezyllindern mit verschiedensten Strukturen, die mittels R2R-Heißprägen auf die Folien übertragen wurden. Die erhaltene Oberflächenstruktur konnte mittels konfokaler Laser Scanning Mikroskopie

(KLSM) charakterisiert und die Merkmale Periode (λ) sowie Tiefe (t) quantitativ bestimmt werden (Tabelle 1).

Tabelle 1: Strukturgrößen Periode (λ) sowie Tiefe (t) der PET-Folien

Folie 1: $\lambda = 0,8 - 3,9 \mu\text{m}$, $t = 0,05 - 1,1 \mu\text{m}$

Reihe	Periode λ (μm)	Tiefe t (μm)
1	1,25	0,10
2	1,47	0,15
3	1,71	0,17
4	2,6	1,11
5	2,6	0,77
6	3,9	0,35
7	3,9	1,32
8	0,8 (LIPSS)	0,05
9	0,8 (LIPSS)	0,05
10	0,8 (LIPSS)	0,05
11	6,5	0,25
12	6,5	0,72
13	0,8 (LIPSS)	0,05
14	0,8 (LIPSS)	0,05

Folie 2: $\lambda = 1,7 - 5,4 \mu\text{m}$, $t = 0,057 - 0,172 \mu\text{m}$

Reihe	Periode λ (μm)	Tiefe t (μm)
1	1,7	0,1
2	1,8	0,097
3	2,7	0,093
4	2,7	0,14
5	5,4	0,077
6	5,2	0,16
7	1,87	0,057
8	1,88	0,078
9	2,7	0,057
10	1,95	0,077
11	4,7	0,172
12	5	0,13
13	1,87	0,067
14	1,78	0,12
15	2,6	0,075
16	2,7	0,1
17	4,95	0,11
18	4,92	0,12

Zur Untersuchung der Antifouling-Eigenschaften wurden die strukturierten PET-Folien auf der Rückseite, welche unstrukturiert ist, mit einer selbstklebenden Folie abgeklebt und für 5 Tage mit limnischen Algen im Aquarium kultiviert. Anschließend wurde die Klebefolie von der Rückseite entfernt und der Aufwuchs auf der strukturierten Seite der PET-Folien bewertet. Wie in der Abbildung 6 dargestellt, erschwerte die Form der Proben (Rolle) mit der entsprechenden Wölbung (Absetzen von Algen) und der geringe Abstand zwischen den Strukturen die qualitative und quantitative Bewertung. Trotz dieser Einschränkungen war eine Ableitung von Erkenntnissen möglich:

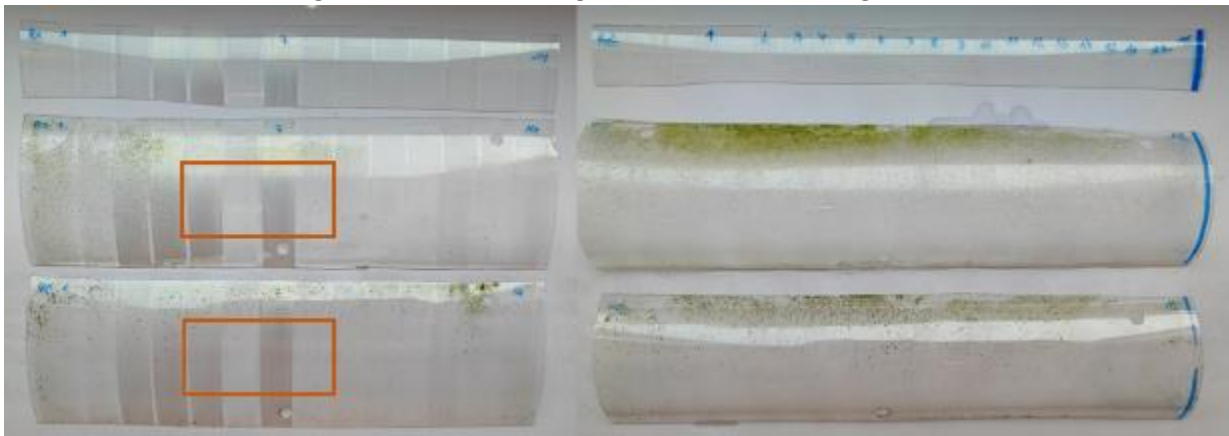


Abbildung 6: Algenaufwuchs auf strukturierten PET-Folien; Folie 1 links und Folie 2 rechts; oben Referenzproben; Proben aus Aquarium 1 (Mitte) und Aquarium 2 (unten) nach 5 Tagen Inkubation

Bereits nach fünf Tagen zeigte sich auf den Proben ein deutlich ausgeprägter Algenbewuchs, wobei die unstrukturierte Rückseite der Proben eine stärkere Besiedlung aufwies. Die Strukturen 5 und 6 der Folie 1 blieben weitestgehend frei von Bewuchs und die Strukturen 4 und 7 der Folie 1 ließen einen reduzierten Algenbewuchs im Aquarium 1 erkennen (Rote Markierung in Tabelle 1 und Abbildung 6). Diese Beobachtung konnte für das Aquarium 2 nicht so eindeutig bestätigt werden. Ein geringerer Bewuchs im Vergleich zu den anderen Strukturen der Folie 1 und Folie 2 war aber feststellbar.

4. Diskontinuierliches Prägen

4.1. Prägeplatte

Basierend auf den durchgeführten Literaturrecherchen, auf den Größenordnungen der verwendeten Algen und auf den bisherigen Ergebnissen der Aufwuchstests wurde abgeleitet, dass insbesondere Strukturen mit Größen zwischen 3 und 50 µm (oder sogar größer) relevant sein könnten. Für die diskontinuierliche Prägung wurde deshalb eine beim Projektpartner TU Dresden mittels DLW-Technologie gefertigte Prägeplatte mit der in Abbildung 7 aufgeführten Struktur ausgewählt.

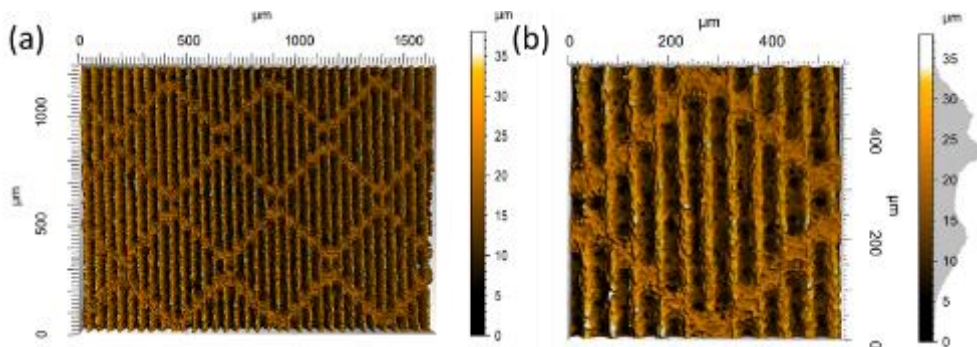


Abbildung 7: Oberflächentopographie (a,b) und Verteilung der Strukturhöhen in z-Richtung (rechts) der Prägeplatte

Die vom Projektpartner TU Dresden durchgeführte topographische Charakterisierung der Prägeplatte verwies auf Strukturturen bis 32 µm und eine multimodale Verteilung dieser mit Peaks in einer Tiefe von 6 µm, 12 µm und 22 µm. Aus dem Scan des x-y-Querschnittes ergaben sich für die Rauigkeit und Flächenwelligkeit eine maximale Höhe der Rauheit R_z von 19,2 µm, eine Gesamthöhe der Rauheit R_t von 22,3 µm und eine mittlere Peakdistanz von 47,6 µm (Abbildung 8).

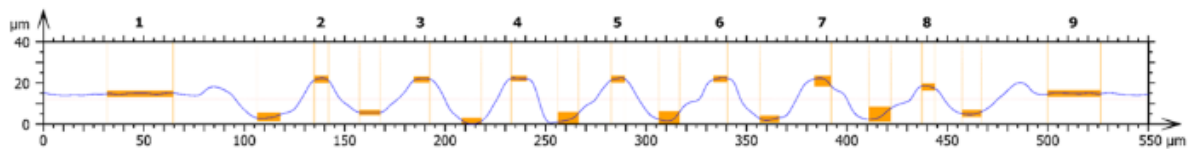


Abbildung 8: Profilkurve der Prägeplatte

4.2. Herstellung der PVC-Proben

Mittels Flachfolienextrusion wurden 2 mm dicke und 90 mm breite PVC-Folien (2 m Lauflänge) hergestellt und diese anschließend in 90 x 100 mm Stücke konfektioniert. Die Variation der Prägeparameter Temperatur, Druck und Zeit erfolgte in den in Tabelle 2 angegebenen Bereichen.

Tabelle 2: Variation der Prozessparameter beim diskontinuierlichen Prägen

	Bereich	Abstufung
Temperatur T	90 °C – 110 °C	10 °C
Druck p	10 bar – 40 bar	5 bar
Zeit t	10 s – 20 s	10 s

4.3. Bewertung der Mikrostruktur

Zur Charakterisierung der Oberflächentopographie der unterschiedlich geprägten Folien wurde ebenfalls ein konfokales Laser Scanning Mikroskop genutzt. Dabei wurde die Probe in der x-y-Ebene punktwise mit einem fokussierten Laserstrahl berührungslos abgetastet und der reflektierte Laserstrahl pixelweise detektiert. Eine Lochblende blockierte das Licht aus unscharfen Ebenen, sodass nur reflektiertes Licht aus der fokussierten Ebene erfasst wurde und ein hochauflösendes Querschnittsbild der fokussierten Ebene entstand. Durch das Scannen der Probe in mehreren Ebenen konnten dreidimensionale Darstellungen der Probenoberfläche erstellt werden, die eine vollständige räumliche Betrachtung der Struktur ermöglichten.

Nach dem Positiv-Negativ-Prinzip wird die Kontur der Prägeplatte auf die Folienoberfläche übertragen, so dass bei einer 1:1-Übertragung deren Strukturiefen eine bimodale Verteilung mit Peaks bei $8\ \mu\text{m}$ sowie $16\ \mu\text{m}$ und eine vergleichbare Rauigkeit und Welligkeit nur mit örtlich versetzten Peaks aufweisen sollte. Die Auswertung der KLSM-Bilder der geprägten PVC-Folien zeigte deutlich, dass in Abhängigkeit von den Prägeparametern zwar eine bimodale Verteilung entstand, die Rauigkeit und Flächenwelligkeit konnte jedoch nicht reproduziert werden (Abbildung 9).

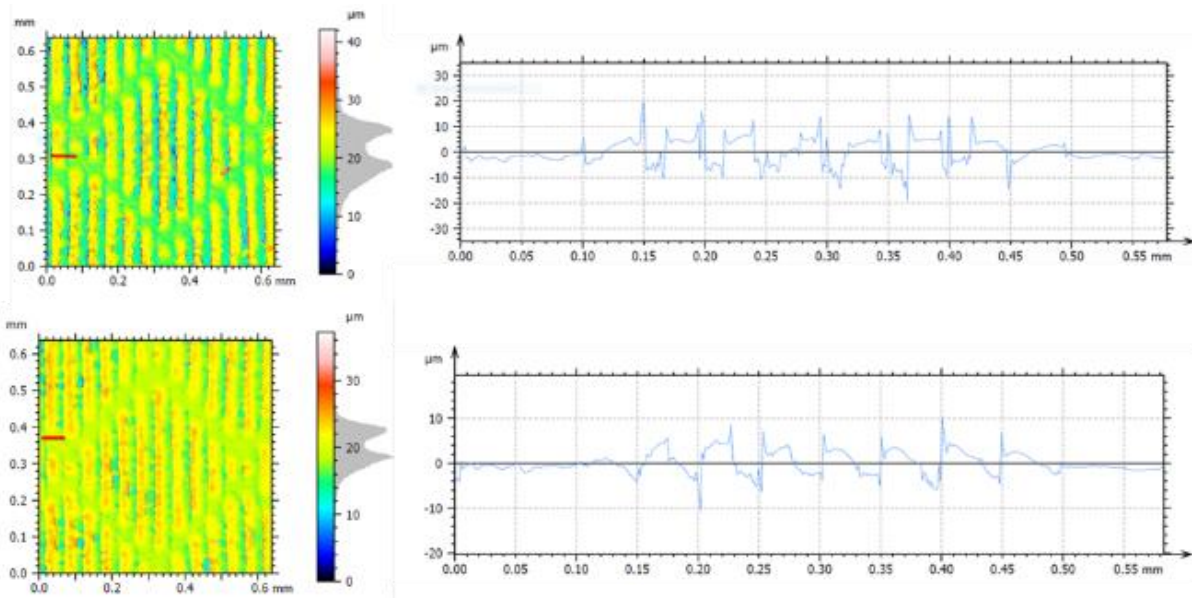


Abbildung 9: Verteilung der Strukturhöhen in z-Richtung (links) und Profilkurven (rechts) geprägter PVC-Folien bei $T = 100\ \text{°C}$, $t = 10\ \text{s}$ und $p = 20\ \text{bar}$ (oben) und $p = 25\ \text{bar}$ (unten)

Die Wellenberge wiesen Spitzen auf und die Wellentäler waren kaum ausgeformt. Da dies unabhängig von den gewählten Prägeparametern zu beobachten war, musste von der Ermittlung von R_z , R_t und der mittleren Peakdistanz Abstand genommen werden. Stattdessen wurden als Kriterien das Vorhandensein und die Form der bimodalen Verteilung der z-Struktur sowie die Ausprägung der Wellenstruktur für die Auswahl der Prägeparameter herangezogen.

Wie aus dem Vergleich der Abbildung 9 und Abbildung 10 deutlich wurde, resultierte die Erhöhung des Druckes bei allen untersuchten Temperaturen in einer signifikanten Verbesserung der Prägequalität, wobei dieser Effekt bei der niedrigeren Temperatur ($T = 90\ \text{°C}$) ausgeprägter war. Die verbleibenden Artefakte und Abweichungen von der Soll-Prägegeometrie konnten in der Viskoelastizität des PVC, einer ungleichmäßigen Temperierung und Druckübertragung beim Prägen und/oder Abnutzungen des Prägewerkzeuges begründet sein. Unabhängig von den Unterschieden zwischen Soll- und Ist-Prägung wiesen die PVC-Folien Größenordnungen der Strukturen auf, die zu einer Verminderung der Kontaktfläche zwischen Folie und Algen und damit zur Reduzierung des

Aufwuchses führen konnten. Deshalb erfolgte für die Prägung der PVC-Folien für den folgenden Aufwuchstest noch keine Eingrenzung der Variationsbreite der Prägeparameter.

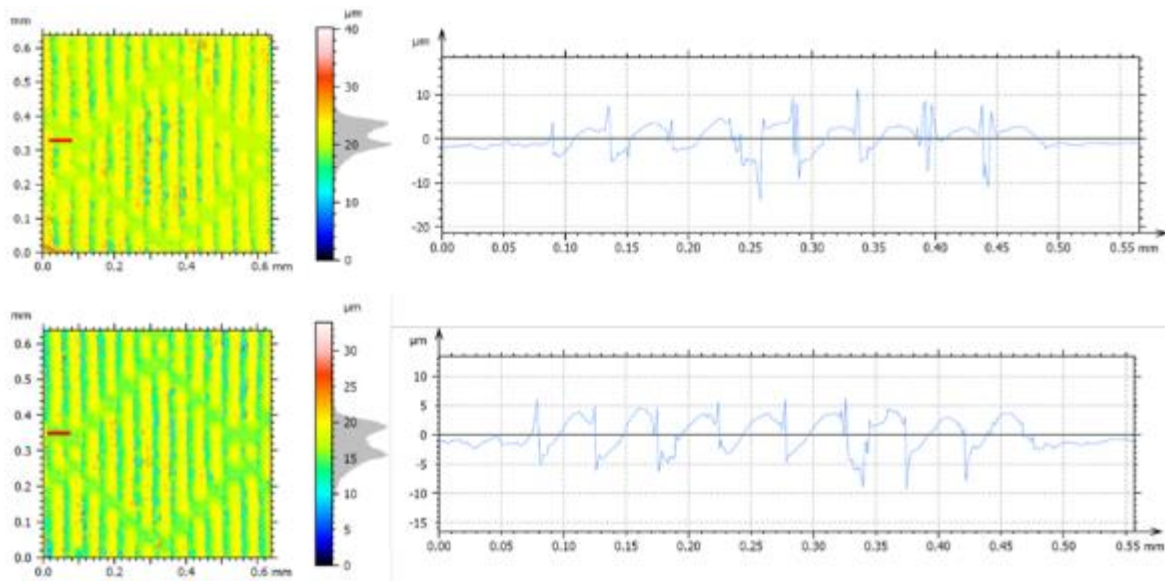


Abbildung 10: Verteilung der Strukturhöhen in z-Richtung (links) und Profilkurven (rechts) geprägter PVC-Folien bei $T = 90\text{ °C}$, $t = 10\text{ s}$ und $p = 20\text{ bar}$ (oben) und $p = 25\text{ bar}$ (unten)

4.4. Untersuchung des Aufwuchsverhaltens

Die Antifouling-Eigenschaften der geprägten PVC-Folien wurden in Replikaten im Aquarium untersucht (Abbildung 11). Nach 9 Tage wurden die Folien entnommen und visuell bewertet.



Abbildung 11: Probenpositionierung im Aquarium (links) und Herausnahme der Proben (rechts)

Unabhängig von den angewandten Prägeparametern konnte im Vergleich zur Referenz (ungeprägte Folie) kein verringerter Algenbewuchs festgestellt werden. Des Weiteren konnte an den Prägefolien auch keine eindeutige Korrelation zwischen der Oberflächentopographie und dem Algenbewuchs herausgearbeitet werden (Abbildung 12).

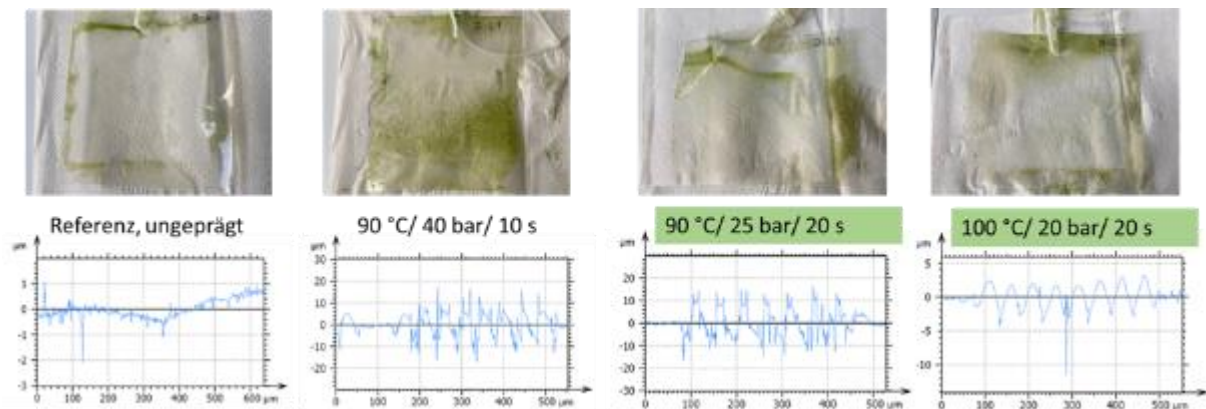


Abbildung 12: Vergleich des Algenaufwuchses und der Oberflächentopographie (Angabe Temperatur, Druck, Zeit beim Prägen)

Für die weiteren Untersuchungen wurden deshalb zwei Parametersätze anhand der beim Prägen erzielten Strukturdimensionen und der Stärke des Aufwuchses ausgewählt (grüne Markierung Abbildung 12).

4.5. Einfluss des PVC-Typs auf das Aufwuchsverhalten

Neben dem bisher verwendeten PVC (PVC1) wurden zwei weitere Materialien (PVC2, PVC3) in die Untersuchungen integriert. Diese basieren beide auf einer Rezeptur für Schwimmbadfolien. PVC3 enthielt zusätzlich ein Biozid. Die Folien wurden mit den beiden Parametersätzen (siehe Abbildung 12) unter der Presse geprägt und anschließend 14 Tage im Aquarium belassen. Zur quantitativen Analyse des Algenaufwuchses kam die Bildanalyse (Auflichtmikroskop) zum Einsatz, so dass anhand der Größe der bewachsenen Fläche (Pixel pro Bild) die PVC-Typen verglichen und der Einfluss der Strukturierung ermittelt werden konnte. Es zeigte sich, dass das im PVC3 enthaltene Biozid den Algenaufwuchs im Vergleich zur biozidfreien Folie (PVC2) um etwa 25 % minimieren kann (Abbildung 13). PVC1 weist einen Bewuchs ähnlich wie PVC3 auf.

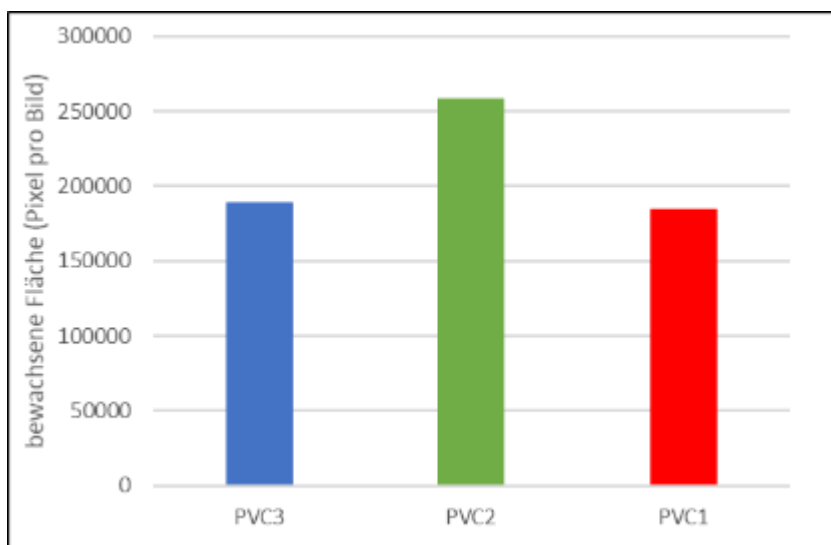


Abbildung 13: Vergleich des Algenaufwuchses der PVC-Typen (Folien ungeprägt)

Eine FTIR-Analyse der drei PVC-Typen brachte keine Erkenntnisse über eine mögliche Begründung. Die röntgeninduzierte Photoelektronenspektroskopie (XPS) ergab jedoch das Vorhandensein von Silizium und Zinn in PVC1 (Abbildung 14).

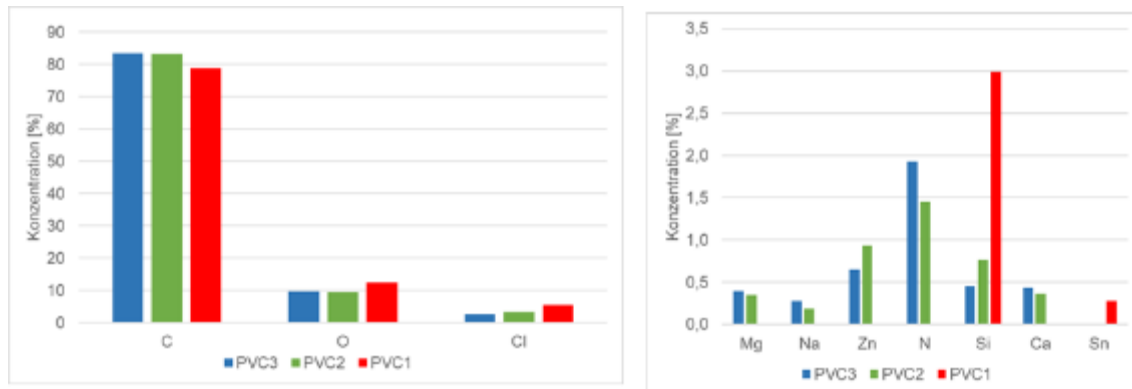


Abbildung 14: Ergebnisse der XPS-Analyse an den drei PVC-Typen

Diese Elemente resultieren aus im PVC1 enthaltenen Additiven, wie Silikonen oder zinnorganischen Verbindungen, die als Gleitmittel oder Stabilisator zugesetzt werden. Der verlangsamte Algenaufwuchs könnte somit auf die antimikrobiellen Eigenschaften des Zinns, die antiadhäsive Wirkung des Silikons sowie mögliche synergistische Effekte zurückzuführen sein.

Das Aufbringen der Prägung wirkte sich auf den Algenbewuchs in Abhängigkeit von den Prägeparametern unterschiedlich aus. Bei PVC2 war bei beiden Prägungen ein Anstieg des Algenwachstums zu beobachten. Beim biozidhaltigen PVC (PVC3) führte Parametersatz 1 (90 °C / 25 bar / 20 s) zu einer Verringerung des Algenbewuchses um ca. 25 % im Vergleich zur ungeprägten Kontrolle. Parametersatz 2 (100 °C / 20 bar / 20 s) bewirkte ebenfalls eine Hemmung des Algenbewuchses bei PVC3, die mit ca. 15 % aber geringer ausfiel (Abbildung 15).

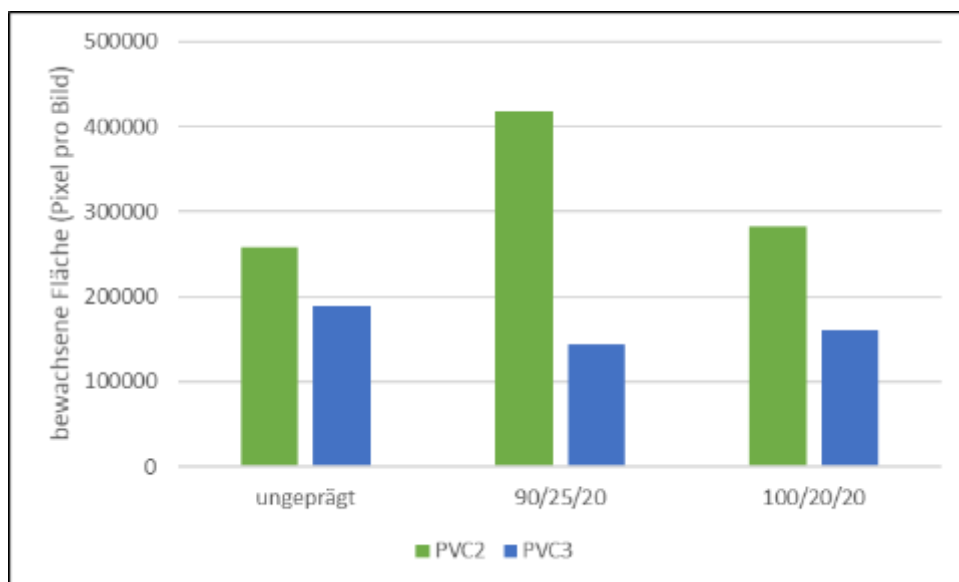


Abbildung 15: Einfluss der Prägung auf den Algenaufwuchs für PVC2 und PVC3

4.6. Kombination Prägen und Beschichten

Zuerst wurde untersucht, inwieweit eine Prägung mit anschließender Beschichtung möglich ist, um den Kombinationseffekt von Struktur und Lack auf das Verlangsamen des Algenaufwachses zu erhöhen. Dazu wurden PVC-Folien mit dem Parametersatz 2 geprägt und bei sema beschichtet. Dabei

wurde die Viskosität des Lackes über den Polymergehalt variiert. Anhand des Vergleiches der KLSM-Bilder (Abbildung 16) musste festgestellt werden, dass unabhängig von der Viskosität des Lackes das Beschichten der geprägten PVC-Folie zur kompletten Abdeckung der Prägestruktur führte. Demzufolge musste der Prägeprozess zwingend nach dem Lackieren durchgeführt werden.

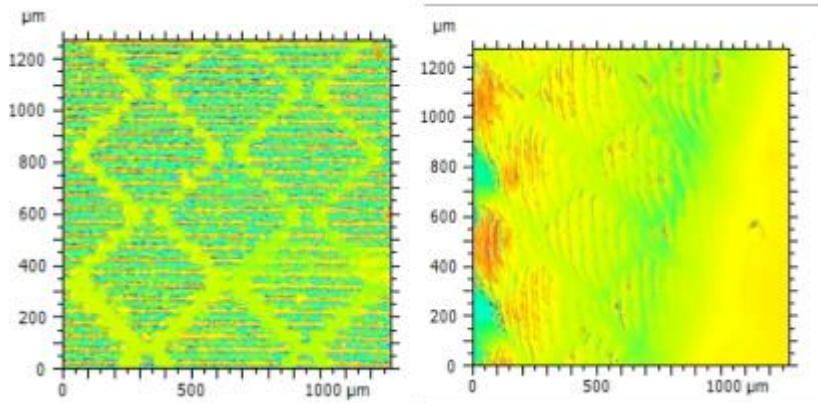


Abbildung 16: Vergleich der Oberfläche einer unlackierten (links) und lackierten (rechts) geprägten PVC-Folie

Das diskontinuierliche Prägen der vom Projektpartner sema beschichteten Proben führte zu keiner belastbaren Aussage bezüglich des Algenaufwuchses. Die durch die Beschichtung reduzierte Prägequalität und die Beschädigung des durch die Beschichtung angestrebten Oberflächenschutzes beim Prägen schränkte die gezielte Untersuchung des Zusammenhangs zwischen Prägeprofil und biologischem Bewuchs stark ein.

5. Kontinuierliches Prägen

5.1. Herstellung der Foliendemonstratoren

Für die kontinuierliche Prägung kam ein Walzenschmelzkalander (WSA) zum Einsatz (Abbildung 17).



Abbildung 17: Schematische Darstellung der WSA (oben) sowie der Prozessparameter (unten links), Foliengenerierung und Prägeeinheit mit Prägesleeve 1 (unten rechts)

Das PVC-Granulat (PVC1) wurde über einen vorgelagerten Doppelschneckenextruder plastifiziert und der entstehende Schmelzestrang mittels Förderbandes oberhalb der Schmelzwalzen in den Kalandr gegeben. Durch die Rotation und Friktion der beheizten Walzen sowie den eingestellten Spalt zwischen ihnen erfolgte das Ausformen zu einer Folie. Zur Gewährleistung der Stabilität der Folie, ihres gleichmäßigen kontinuierlichen Abzuges und der homogenen Druckübertragung beim Prägen wurde ein Baumwollträger für den Maschinendurchlauf verwendet. Über die oberhalb der Prägeeinheit angeordneten Infrarot (IR)-Strahler konnte die Folienoberfläche mit einer Temperatur von 115 °C verformbar gehalten werden. Als Prägwerkzeuge wurden zwei vom Projektpartner SWG bereitgestellte Prägesleeves verwendet. Sleeve 1 bestand aus Testgeometrien in Form von Linien mit einer Variation der Breite, der Tiefe und der Ausrichtung zur Maschinenlaufrichtung, und in Form von Punkten mit einer Variation des Durchmessers und des Abstandes. Auf Sleeve 2 wurde die für die diskontinuierliche Prägung verwendete Struktur (siehe Abbildung 7) per Lasergravur in zwei verschiedenen Varianten aufgebracht.

5.2. Strukturbewertung

Im Vergleich zum diskontinuierlichen Prägen waren beim kontinuierlichen Prägen die Soll-Ist-Abweichungen zwischen der Geometrie des Prägwerkzeuges und des Pragemusters der Folie wesentlich geringer. Dies ist hauptsächlich begründet in der gleichmäßigeren Verteilung des Druckes in Form einer Linienlast und in dem Ausgleich von Schwankungen der Temperatur, Oberflächenqualität und Materialverformbarkeit durch den kontinuierlichen Produktionsprozess. Wie am folgenden Beispiel einer Testgeometrie (Linie mit einer Breite von 50 μm und einer Tiefe von 10 μm) dargestellt, hing die Abformgenauigkeit vom Winkel der Linie zur Maschinenlaufrichtung und vom Druck ab (Abbildung 18 und Tabelle 3)

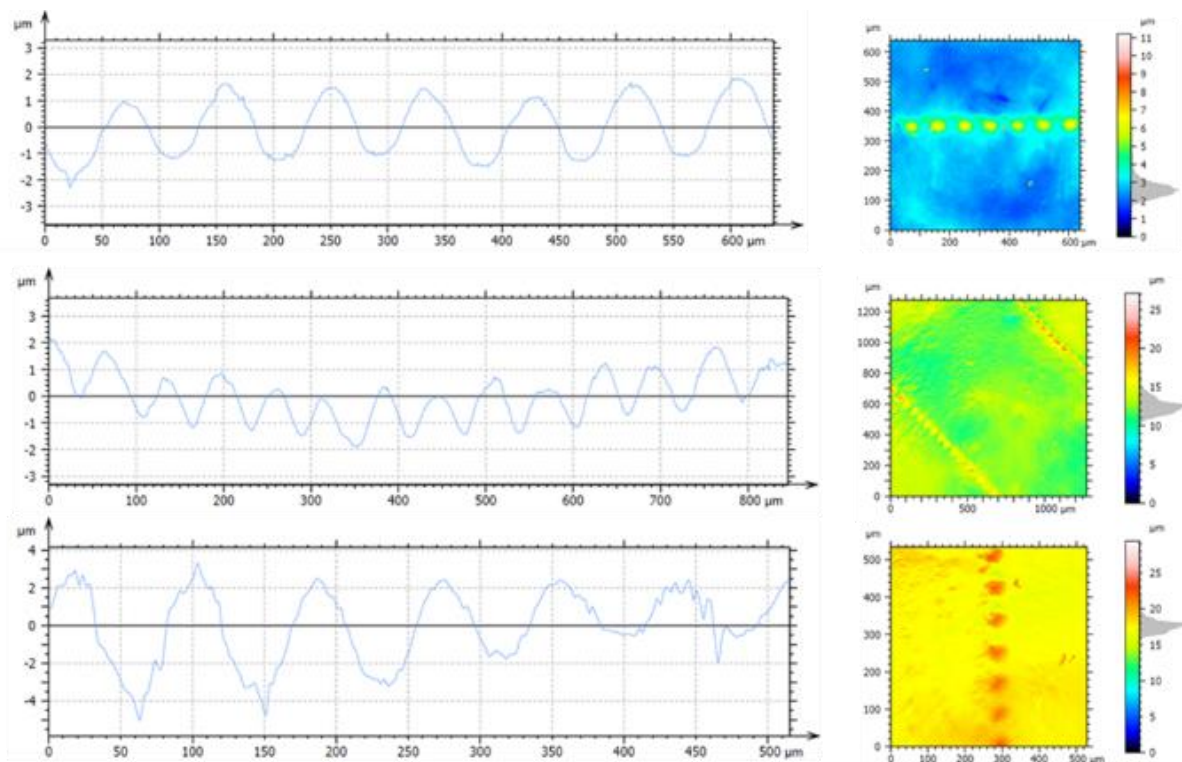


Abbildung 18: Profilkurve (links) und Verteilung der Strukturhöhen in z-Richtung (rechts) einer auf PVC kontinuierlich geprägten Linienstruktur (Breite 50 μm , Tiefe 10 μm) mit Winkel der Linie zur Maschinenlaufrichtung der Folie 0° (oben), 45° (Mitte) und 90° (unten); Anpressdruck: 50 bar

Die horizontal geprägte Struktur (Winkel 0°) hatte zwar die geringste Strukturtiefe, dafür aber die größte Symmetrie und Periodizität der in Punktform geprägten Linie. Durch die Erhöhung des Anpressdruckes um 40 bar konnte die Strukturtiefe erhöht werden. Die Gleichmäßigkeit der geprägten Struktur verschlechterte sich aber. Beide Linien, die in einem Winkel von 45° bzw. 90° ausgeführt sind, zeigten eine Drift der Wellenstruktur in Bezug auf die Nulllinie, was hauptsächlich auf Druckschwankungen zurückgeführt werden musste (Abbildung 18). Aus dem Vergleich der mittleren Peakbreite (Tabelle 3) und insbesondere aus den Unterschieden zwischen den Werten für die Breite der Maxima und Minima wurde deutlich, dass die 45°-Linie die schlechteste Prägequalität aufwies, woran auch die Erhöhung des Anpressdruckes nicht signifikant etwas änderte.

Tabelle 3: Abhängigkeit der Strukturtiefe z und Flächenwelligkeit kontinuierlich geprägter PVC-Folie vom Winkel der Testgeometrie (Linie) zur Maschinenlaufrichtung und vom Anpressdruck

Winkel	Mittlere arithmetische Höhe [μm]		Mittlerer Peakabstand [μm] Spitze / Senke		Mittlere Peakbreite [μm] Spitze / Senke	
	50 bar	90 bar	50 bar	90 bar	50 bar	90 bar
0°	3,0	5,3	87,4 / 88,3	85,8 / 85,3	47,8 / 44,3	41,0 / 45,5
45°	1,8	6,2	61,8 / 61,5	61,8 / 61,5	26,2 / 43,2	25,2 / 38,0
90°	8,9	8,9	87,5 / 85,0	62,4 / 61,8	42,3 / 41,2	25,1 / 39,0

Mit der Verwendung von Sleeve 2 wurde die gleiche Struktur wie die der Prägeplatte nur in zwei verschiedenen Varianten (Abbildung 19) auf die kalandrierte PVC-Folie unter Variation des Anpressdruckes übertragen.

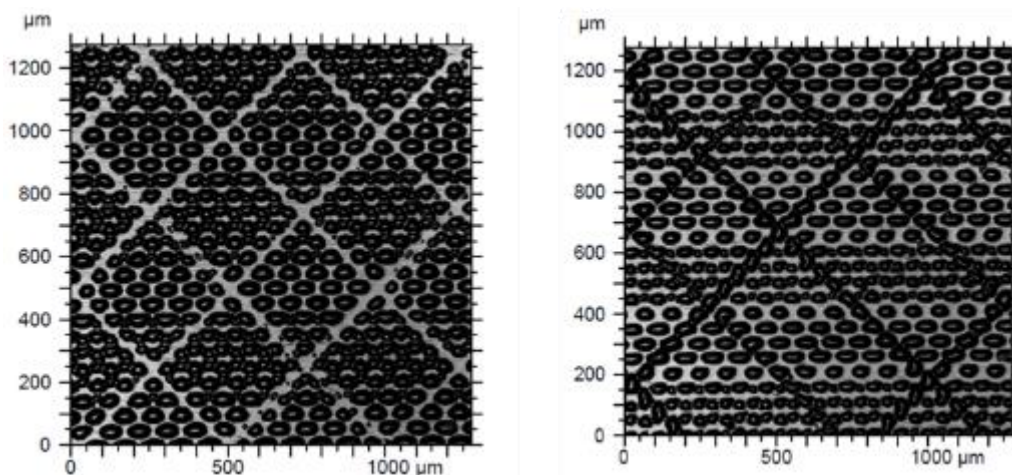


Abbildung 19: Echtfarben KLSM-Aufnahme der mit Sleeve 2 geprägten PVC-Folie ($p = 50$ bar); links: Variante 1 (Tiefe 22 μm); rechts: Variante 2 (Tiefe 25 μm)

Der qualitative Vergleich zum diskontinuierlichen Prägen bewies erneut die höhere Auflösung und Gleichmäßigkeit der Abformung. Die Detailanalyse ergab, dass die Verteilung der Strukturhöhen in z -Richtung für die Variante 1 signifikant enger sowie homogener war, was auf eine gleichmäßigere Prägung der Oberfläche rückschließen ließ (Abbildung 20). Durch die Druckerhöhung um 40 bar konnte eine weitere Verbesserung erzielt werden. Der Peak der Höhenhistogramme lag unabhängig vom Anpressdruck bei 19 μm (von oben gesehen).

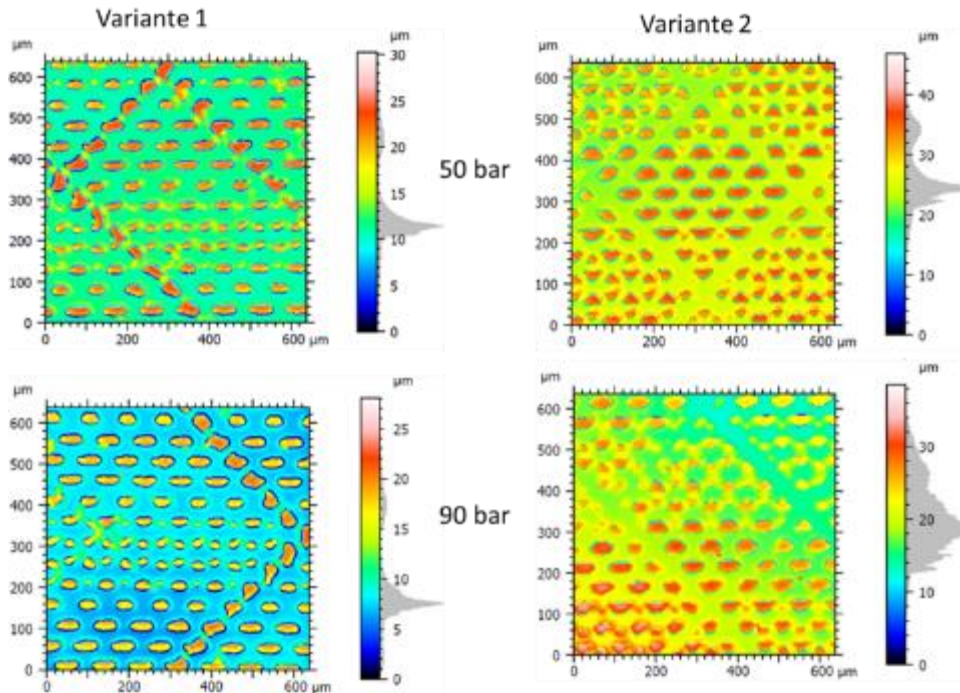


Abbildung 20: Höhenverteilung der Strukturen für Variante 1 und 2 in Abhängigkeit vom Anpressdruck

Durch die beim Lasergravieren generierte Ausführung der Linien mittels Punkte mit Kratern entsteht eine zusätzliche Struktur, die im Profilschnitt deutlich wird (Abbildung 21).

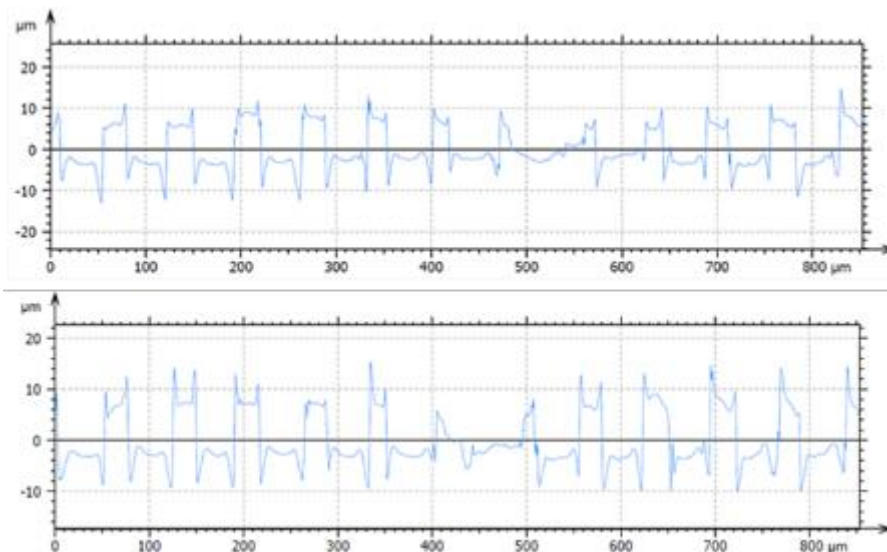


Abbildung 21: Profilschnitt (diagonal von links oben nach rechts unten (Abbildung 20)) der Prägung mit Variante 1 bei 50 bar (oben) und 90 bar (unten)

5.3. Aufwuchstests

Im Aquariumtest (14 Tage) konnten qualitativ keine signifikanten Unterschiede im Vergleich zur Referenz und im Vergleich untereinander gefunden werden. Eine Quantifizierung über die Bildanalyse war nicht möglich, da der bei der kontinuierlichen Prägung verwendete textile Träger deutlichen Algenaufwuchs zeigte, der aufgrund des transparenten Erscheinungsbildes der Folie auf der Vorderseite sichtbar war. Aus diesem Grund wurde ein vierter PVC-Typ (PVC4) für diskontinuierliche und kontinuierliche Prägeversuche herangezogen.

6. Strukturierung und Aufwuchscharakteristik der PVC4-Folien

Die per Extrusion hergestellte PVC-Folie wurde mit den zwei ausgewählten Prägeparametersätzen (siehe Abbildung 12) unter Verwendung des Prägwerkzeugs (siehe Abbildung 7) diskontinuierlich strukturiert und anschließend hinsichtlich der Oberflächentopographie (KLSM) und des Aufwuchsverhaltens (Verweildauer Aquarium 14 Tage) untersucht. Es zeigte sich im Vergleich mit der ungeprägten Probe, dass durch die mit Parametersatz 1 erzeugte Struktur der Algenbewuchs um 12 % und mit Parametersatz P2 um 65 % verringert wurde (Abbildung 22 links). Anhand der minimalen Unterschiede in den mit den Prägeparametersätzen P1 und P2 generierten Flächenprofilen (Abbildung 22 oben rechts) und Strukturhöhenverteilung (Abbildung 22 unten) konnte für die deutliche Reduzierung des Algenaufwuchses durch Anwendung von P2 keine eindeutige Begründung abgeleitet werden.

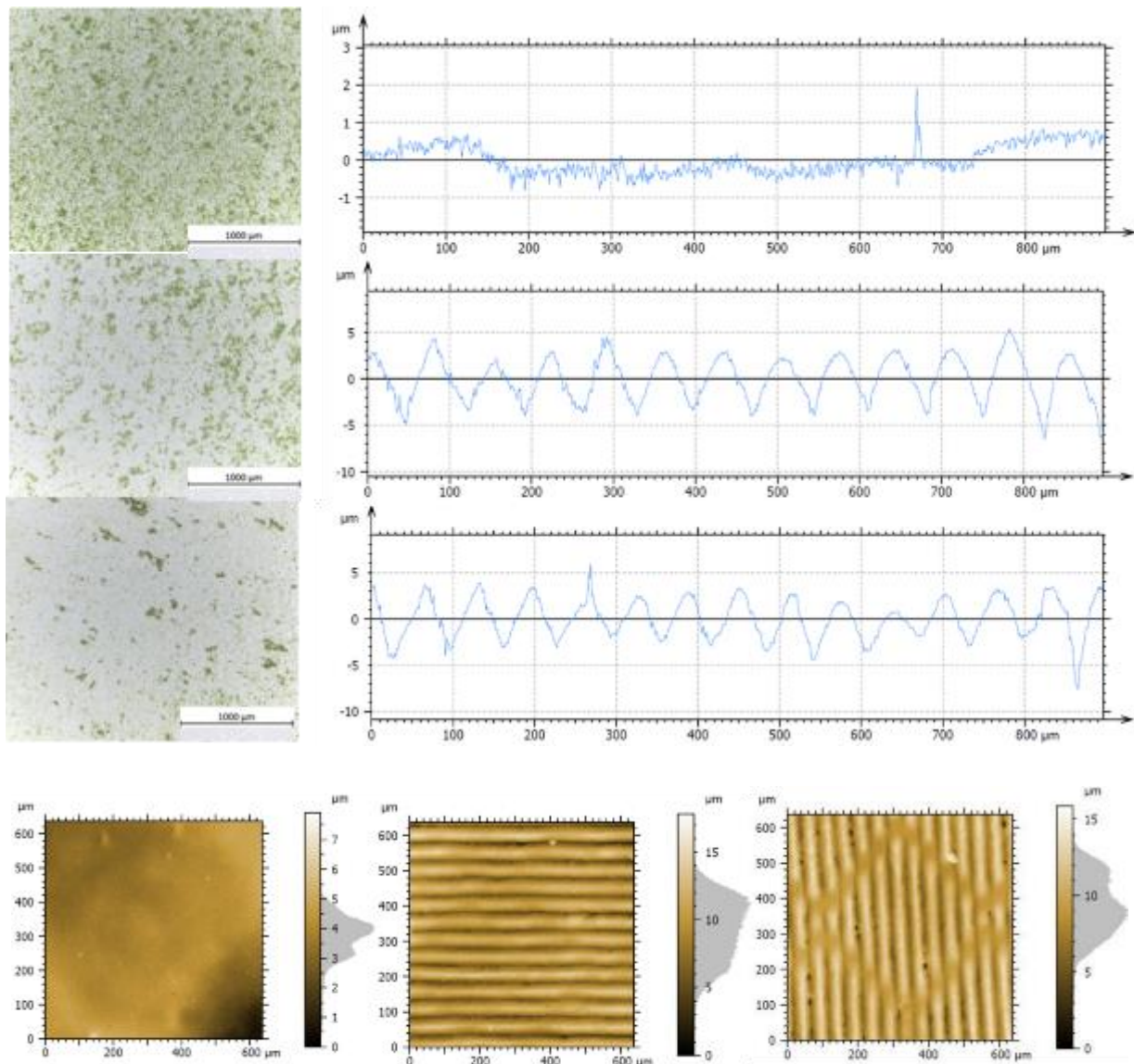


Abbildung 22: Algenaufwuchs und Profilkurve der ungeprägten (oben), mit P1 (Mitte) und P2 (unten) geprägten PVC4-Folien sowie die Strukturhöhenverteilung (unten; ungeprägt – links, P1 – Mitte, P2 – rechts)

Die kontinuierliche Prägung der PVC4-Folien demonstrierer erfolgte erneut auf der WSA-Anlage mit den gleichen Prozessbedingungen (siehe Abbildung 17) und der Verwendung von Prägesleeve 2. Mit

den resultierenden Oberflächentopographien konnte eine Reduzierung des Aufwuchses um bis zu 43 % (Variante 1) und bis zu 64 % (Variante 2) erreicht werden (Abbildung 23).

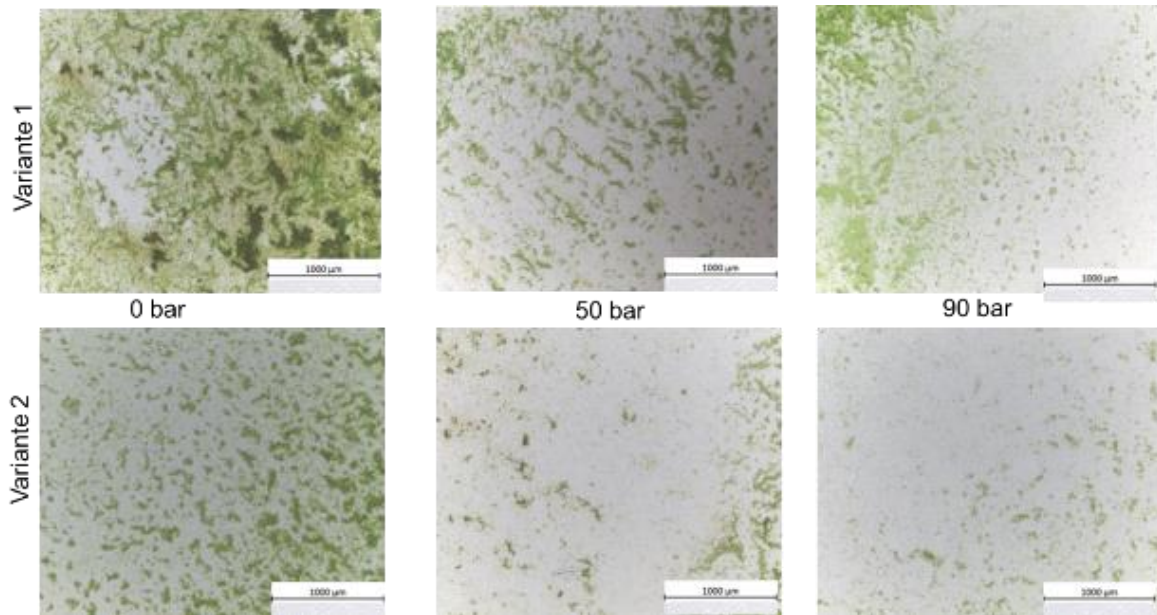


Abbildung 23: Aufwuchs der mit Prägesleeve 2 kontinuierlich geprägten PVC4-Folien

Eine Korrelation zwischen den Prägemustern (Variante 1, 2), dem Anpressdruck, der Strukturhöhenverteilung und der Profilkurve sowie der Aufwuchsmenge konnte aber nicht abgeleitet werden (Abbildung 24).

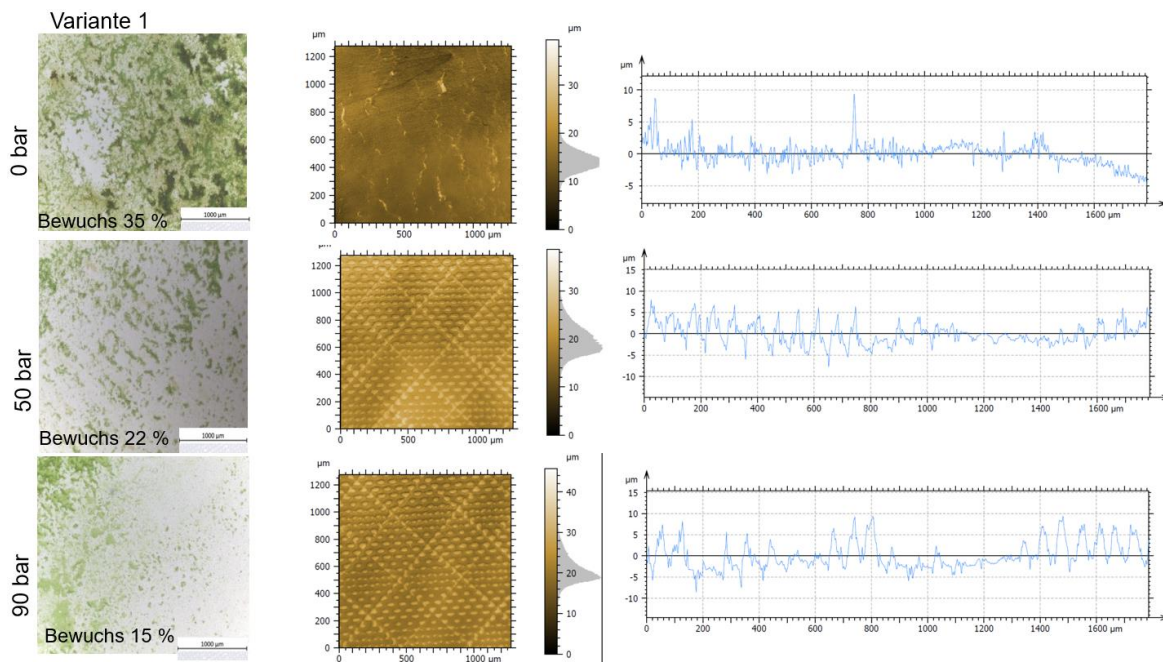


Abbildung 24: Vergleich Bewuchs (links), Strukturhöhenverteilung (Mitte) und Profilkurve (rechts) für PVC4 (Prägesleeve 2, Variante 1)

Im Vergleich der Ergebnisse des diskontinuierlichen und kontinuierlichen Prägens der PVC4-Folie konnte eindeutig nachgewiesen werden, dass die beim Prägen mit rotierenden Walzen entstehende Oberflächentopographie den Bewuchs stärker reduzieren kann (Abbildung 25).

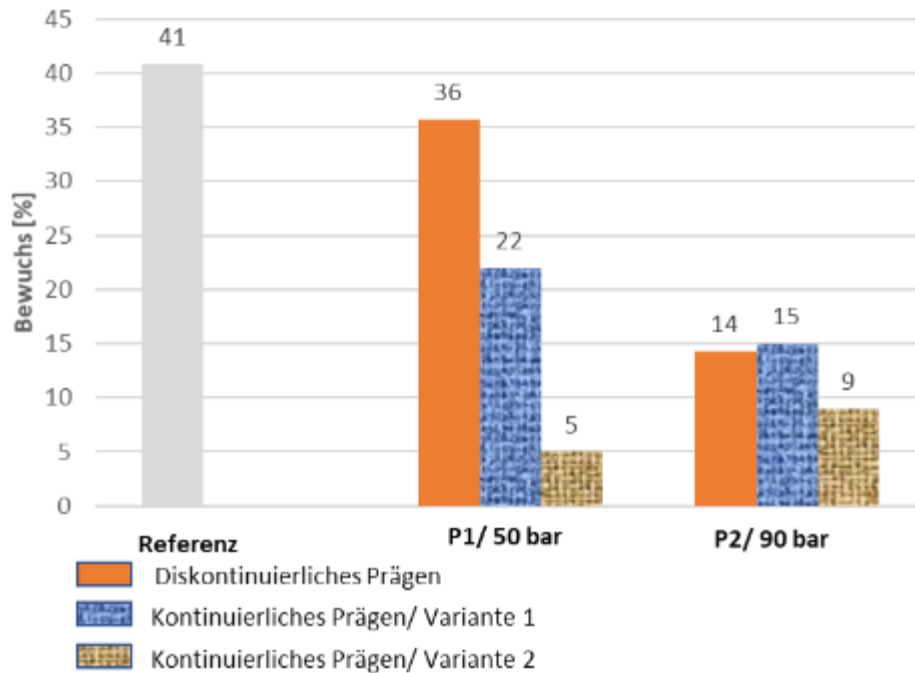


Abbildung 25: Vergleich des Bewuchses der PVC-Folie diskontinuierlich (Parametersatz P1/2) und kontinuierlich (Sleeve 2) geprägt

7. Weitere mikrobiologische Funktionsbewertung an beschichteten und laserstrukturierten Folien

Im Rahmen des Projektes wurden an verschiedensten Proben der Projektpartner weitere Aquariumsversuche durchgeführt:

- PVC-Schwimmbadfolien mit unterschiedlichen Anteilen von Bioziden im Lack und/ oder in der Matrix von der Elbtal Plastics GmbH & Co. KG.
- PVC-Walzfelle mit unterschiedlichen Biozid-Gehalten der Elbtal Plastics GmbH & Co. KG.
- PVC-Schwimmbadfolien/ - Walzfelle der Elbtal Plastics GmbH & Co. KG, die von sema mit verschiedenen Lacken beschichtet wurden.
- PET-, EVA- und PVC-Folien mit verschiedenen Lacken von sema
- mit UV-härtenden Excimer-Lacken beschichtete PVC-Folien der Reisewitz Beschichtungsgesellschaft GmbH
- mittels DLIP und DLW strukturierte PVC-Folien der TU Dresden.

Die Ergebnisse der Tests finden sich in den Berichten der jeweiligen Projektpartner.

Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die durch das Projekt entstandenen Personal- und Materialkosten bewegten sich im Rahmen der beantragten Kosten.

Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeiten

Im Rahmen des Projekts wurden wesentliche Schritte unternommen, um sowohl die Entwicklung eines Labor-Antifoulingtests als auch die Definition geeigneter Prozessparameter für das Prägen von PVC-Folien mit antifoulingwirksamen Strukturen voranzutreiben. Trotz verbleibender Optimierungspotenziale bei der Reproduzierbarkeit der Aufwuchsversuche und der Geschwindigkeit des Algenbewuchses auf Demonstratorfolien konnten Struktur-Wirkungs-Zusammenhänge erarbeitet,

eine Reduktion des Aufwuchses erzielt und die Grundlage für weiterführende Forschungsarbeiten gelegt werden.

Die durchgeführten Maßnahmen sowie die dafür eingesetzten Ressourcen waren in Bezug auf die Projektziele notwendig und angemessen. Es wurden nahezu keine zusätzlichen Mittel über den ursprünglichen Projektumfang hinaus benötigt. Die Aktivitäten entsprachen der im Projektantrag vorgesehenen Planung, und nahezu alle im Arbeitsplan formulierten Aufgaben konnten erfolgreich realisiert werden.

Eine Ausnahme bildete das Arbeitspaket 4.5. Die vom Projektpartner sema entwickelten antimikrobiellen Lackformulierungen wurden hinsichtlich ihrer antifoulingwirksamen Eigenschaften geprüft und bewertet. Die Ableitung erfolversprechender Rezepturen zeigte Potenzial, erforderte jedoch zur Sicherstellung der Reproduzierbarkeit zusätzliche Laborbeschichtungen, Prägeversuche und Aquariumtests. Darüber hinaus war die Einbeziehung weiterer Polymertypen (z. B. PET, EVA) neben PVC notwendig. Aus diesem Grund wurden die in AP 4.5 vorgesehenen weiterführenden Untersuchungen zu Druck- und Beschichtungseigenschaften, die Herstellung von Tiefdruckwerkzeugen sowie Technikumsversuche zurückgestellt und die hierfür vorgesehenen Ressourcen gezielt in die oben genannten Arbeiten investiert. Dadurch konnten relevante Fragestellungen adressiert und die Projektziele unter den gegebenen Rahmenbedingungen bestmöglich erfüllt werden.

Verwertbarkeit der Ergebnisse im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplanes (siehe Erfolgskontrollbericht Teil III)

Die im Projekt *NoFoul* gewonnenen Erkenntnisse bieten eine gute Ausgangsbasis für eine weiterführende wissenschaftliche Validierung, industrielle Skalierung und marktorientierte Produktentwicklung in Form von Projekten und/oder Kooperationen:

- Optimierung/Standardisierung des Labortests zum Aufwuchsverhalten,
- Mikrostrukturierte Demonstratorfolien im Einsatz zur Vermeidung von Biofouling:
 - Swimmingpool
 - Fischzuchtanlagen
 - Gebäudefassaden,
- Industrielle Skalierung der Laserstrukturierung für R2R-Prozess,
- Verwendung der Mikrostrukturierung für Membranfolien,
- Mikrostrukturierte Folien zur gezielten und effizienteren Kultivierung von Algen.

Während der Projektdurchführung bekannt gewordene Fortschritte auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Es wurden während der Durchführung des Vorhabens keine Fortschritte auf dem Gebiet der Antifoulingausrüstung von PVC-Folien mittels Mikrostrukturierung bei anderen Stellen bekannt.

Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen

- Vorstellung des Projektes und dessen Zielstellung auf der Internetpräsenz des FILK (seit April 2023)
- Präsentation des Projektes und der Ergebnisse im Rahmen der Mitarbeiterseminare am FILK
 - 24.02.2023
 - 21.10.2024
 - 17.10.2025
- Präsentation des Projektes und der Ergebnisse im Rahmen der Gravomer-Netzwerktreffen
 - 27.09.2023 Freiberg/ FILK
 - 13.06.2024 Leipzig/ HTWK
 - 29.10.2024 Freiberg/ FILK



- Zusammenfassung der Projektergebnisse auf der Internetpräsenz des FILK (ab August 2025)
- Poster auf der Technomer – Fachtagung über Verarbeitung und Anwendung von Polymeren- in Chemnitz 6.11/7.11.2025.