



Theo Gaupp (Autor)

**Mit aktiven Substanzen wiederbeladbare Textilien  
zur transdermalen Wirkstoffabgabe**



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/6199>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,  
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: [info@cuvillier.de](mailto:info@cuvillier.de), Website: <https://cuvillier.de>



---

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG.....</b>	<b>1</b>
1.1	Allgemeine Einleitung .....	1
1.2	Einführung und Funktionsprinzip von iLoad® .....	1
1.3	Stand der Forschung und Technik.....	10
1.4	Motivation und Zielsetzung .....	12
<b>2</b>	<b>THEORETISCHER HINTERGRUND .....</b>	<b>15</b>
2.1	Hypothese.....	15
2.2	Konzept .....	15
2.3	Vorgehensweise und Fragestellungen.....	16
2.4	Monomerbausteine und Initiatoren .....	17
2.4.1	Verwendete Monomere.....	17
2.4.2	p-EMKO-TDI-o-HEMA-Vernetzermomomer.....	18
2.4.3	EMKO-Alkenylisocyanat-Vernetzermomomer .....	19
2.4.4	Verwendete Initiatoren.....	20
2.5	Polymerisationsverfahren.....	20
2.6	Vernetzungsmechanismus .....	23
2.7	Umesterungskatalysatoren .....	24
<b>3</b>	<b>GERÄTE UND MESSPRINZIPIEN .....</b>	<b>27</b>
3.1	Allgemein.....	27
3.2	Schlenkrohre und Trockenofen .....	27
3.3	Laborfoulard und Labortrockner.....	28
3.4	Soxhlet-Apparatur .....	28
3.5	Waschmaschine und Waschnormen.....	29
3.6	Kugelschwingmühle.....	29
3.7	Hochdruck-Homogenisator .....	30
3.8	CAS – Charge Analysing System .....	30
3.8.1	Bestimmung der Waschmaschinenpermanenz mittels CAS.....	32



---

3.9	Viskosimeter .....	32
3.10	PCS – Photonenkorrelationsspektroskopie .....	33
3.11	Polymat .....	34
3.12	GC/MS – Gekoppelte Gaschromatographie/Massenspektrometrie .....	34
3.13	GPC – Gelpermeationschromatographie.....	35
3.14	TGA – Thermogravimetrische Analyse .....	35
3.15	DSC – Dynamische Differenzkalorimetrie .....	35
3.16	FTIR – Fourier-Transformationsinfrarotspektroskopie .....	35
3.17	NMR – Kernspinresonanzspektroskopie.....	36
3.18	REM – Rasterelektronenmikroskopie .....	36
3.19	TFA – Textile Friction Analyser.....	36
<b>4</b>	<b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION .....</b>	<b>37</b>
4.1	Allgemein.....	37
4.2	Polymerisation (iL-P) und Appretur (iL-A) von iLoad <sup>®</sup> -Polymeren.....	37
4.2.1	iL-P-004 – Polymerisation von Sulfonsäure-Polymer.....	37
4.2.2	iL-A-003-006 – Appretur von iL-P-004 .....	39
4.2.3	iL-P-005 – Polymerisation mit mPEG-1000-MA.....	41
4.2.4	iL-P-007-009 – Polymerisationen mit HEMA.....	42
4.2.5	iL-A-007-009 – Appreturen von iL-P-005 / iL-P-008-009.....	43
4.2.6	iL-P-010 – Polymerisation mit mPEG-350-MA.....	45
4.2.7	iL-P-016-017 – Polymerisationen mit AMPS-Na und V-50 .....	45
4.2.8	iL-P-018-053 – Screeningversuche mit 0, 5, 10 und 15% NBMA.....	46
4.2.9	iL-A-018-053 – Appreturen von iL-P-018-053 .....	47
4.2.10	iL-P-054 – Screeningversuch mit 1% NBMA .....	49
4.2.11	iL-P-055-056 – Vernetzer-Screening.....	50
4.2.12	Synthese von p-EMKO-TDI-o-HEMA-Vernetzermomomer .....	51
4.2.13	Synthese von EMKO-Alkenylisocyanat-Vernetzermomomer.....	52
4.2.14	iL-P-057-058 – Vernetzer-Screening.....	52
4.2.15	iL-P-059 – Screening mit ETMA .....	52
4.2.16	iL-A-054-059 – Appreturen von iL-P-054-059 .....	53

---



---

4.2.17	iL-P-060-064 – Gegenionen-Screening .....	54
4.2.18	iL-A-060-064 – Appreturen von iL-P-060-064 .....	56
4.2.19	iL-P-065-066 – Screening mit MBAm und MBAm / NBMA.....	57
4.2.20	iL-A-065-068 – Appreturen von iL-P-065-066 / mit Textilhilfsmitteln.....	58
4.2.21	iL-A-069-083 – Appreturen mit Textilhilfsmitteln.....	59
4.2.22	iL-P-042 – 0.5 kg Produktionsversuch .....	61
4.2.23	iL-P-044 / iL-P-067 – 0.5 kg Produktionsversuche .....	61
4.2.24	iL-P-044 – 4.5 kg Produktionsversuch .....	63
4.2.25	iL-P-044 – Polymercharakterisierung.....	64
4.2.26	iL-A-084-088 – Produktionsversuche von iL-P-044 / iL-P-067.....	69
4.2.27	iL-A-084 – Prüfung der Hautverträglichkeit .....	72
4.3	Herstellung von iLoad <sup>®</sup> -Emulsionen (iL-E) .....	73
4.3.1	iL-E-018-020 – Formulierungsversuche mit handelsüblichen Lecithinen ..	73
4.3.2	iL-E-021-022 – Formulierungsversuche mit BTMS.....	74
4.3.3	iL-E-027-030 – Formulierungsversuche mit LAE.....	75
4.3.4	iL-E-031-033 – Produktionsversuche mit LAE.....	76
4.4	Umesterungskatalysatoren und FSME-Gehaltsbestimmung.....	79
4.4.1	Synthese von para- und meta-Umesterungskatalysatoren .....	79
4.4.2	Umesterungsgeschwindigkeiten von Umesterungskatalysatoren .....	80
4.4.3	FSME-Gehaltsbestimmung von Nachtkerzenöl .....	81
4.5	Sorption der Donorschicht (iL-S).....	81
4.5.1	iL-S-005-006 – Sorption von iL-E-033 auf iL-A-084 und iL-A-088 .....	82
4.5.2	iL-S-007-008 – Sorption von iL-E-033 auf iL-A-084 und iL-A-088 .....	82
4.6	Desorption der Donorschicht (iL-D) .....	85
4.6.1	Kontaktdrücke für Desorptionsversuche.....	85
4.6.2	iL-D-001-002 – Desorption von iL-S-007-008 während 4, 8 und 24 h.....	85
4.6.3	iL-D-003-004 – Desorption von iL-S-007-008 bei 0.2, 1 und 5 kPa.....	88
4.7	REM-Aufnahmen von iL-A-084 mit iL-E-033.....	90
4.8	Reibungskoeffizienten von iL-A-084 mit iL-E-033 .....	92
4.9	Probandenversuch von iL-A-084 mit iL-E-033 .....	94



---

4.10	Visualisierung des Beladungsvermögens mittels Farbstoffen .....	96
4.10.1	Einfache Beladung .....	97
4.10.2	Selektive Beladung .....	98
4.10.3	Mehrfachbeladung .....	98
4.10.4	Beladung von iLoad <sup>®</sup> -Hybrid .....	99
4.10.5	Desorption mit Schweiss.....	100
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>101</b>
<b>6</b>	<b>AUSBLICK .....</b>	<b>107</b>
<b>7</b>	<b>EXPERIMENTELLER TEIL .....</b>	<b>109</b>
7.1	Angewandte Arbeitsmethoden .....	109
7.1.1	Polymerisation – In-Prozess-Kontrolle (IPK).....	109
7.1.2	Polymerisation – Bestimmung des Quellungsgrades.....	109
7.1.3	Laborversuche – Foulardieren von kleinen Stoffmustern.....	109
7.1.4	Laborversuche – Foulardieren von grossen Stoffmustern .....	109
7.1.5	Laborversuche – Trocknen und Kondensieren .....	110
7.1.6	Produktionsversuche – Foulardieren.....	110
7.1.7	Produktionsversuche – Trocknen und Kondensieren .....	110
7.1.8	Soxhlet-Extraktion – Prüfung der Permanenz .....	111
7.1.9	Maschinenwäsche – Prüfung der Waschpermanenz.....	111
7.1.10	Kryogene Probenvermahlung .....	111
7.1.11	Vorhomogenisation für Emulsionspolymerisation .....	111
7.1.12	Homogenisation von Wirkstoffemulsion.....	112
7.1.13	CAS – Reinigung und Titrationsparameter.....	112
7.1.14	Appretur – Ladungstitation mit PDADMAC .....	112
7.1.15	Emulsion – Ladungstitation mit PVS-Na .....	112
7.1.16	Emulsion – pH-Titration mit Salzsäure .....	112
7.1.17	Emulsion – pH-Titration mit Natriumhydroxid.....	112
7.1.18	Viskositätsmessung.....	113
7.1.19	PCS – Messung der Partikelgrössenverteilung.....	113

---



---

7.1.20	Sorptionsversuche .....	113
7.1.21	Sättigung-Sorptionsversuche .....	113
7.1.22	Ausstanzen der Textilien.....	114
7.1.23	Sterilisation von Geräten und Hilfsmitteln .....	114
7.1.24	Gewebe-Vorinkubation.....	114
7.1.25	Desorptionsversuche .....	114
7.1.26	Extraktion und Umesterung von Nachtkerzenöl.....	115
7.1.27	GC/MS – Methode für FSME-Bestimmung .....	115
7.1.28	GC/MS – Qualitätssicherung der Analysenresultate .....	116
7.2	Eingesetzte Geräte.....	116
7.3	Benutzte Apparaturen.....	119
7.3.1	Apparaturen für Polymerisationen.....	119
7.3.2	Apparaturen für Vernetzersynthese .....	120
7.4	Verwendete Materialien .....	120
7.4.1	Allgemeine Materialien .....	120
7.4.2	Materialien für Polymerisationsversuche (iL-P).....	121
7.4.3	Materialien für Appreturversuche (iL-A) .....	122
7.4.4	Materialien für Emulsionsversuche (iL-E) .....	122
7.4.5	Materialien für Sorptions- und Desorptionsversuche (iL-S-D) .....	122
7.5	Hergestellte Lösungen.....	123
7.5.1	Initiatorlösungen .....	123
7.5.2	Katalysatorlösungen.....	124
7.5.3	Standardlösungen.....	124
7.5.4	Farbstofflösungen .....	125
7.6	Herstellung von iLoad <sup>®</sup> -Polymeren (iL-P) .....	125
7.6.1	iL-P-004 – Polymerisation von Sulfonsäure-Polymer .....	125
7.6.2	iL-P-005 – Polymerisation mit mPEG-1000-MA.....	126
7.6.3	iL-P-007-009 – Polymerisationen mit HEMA.....	126
7.6.4	iL-P-010 – Polymerisation mit mPEG-350-MA.....	127
7.6.5	iL-P-016-017 – Polymerisationen mit AMPS-Na und V-50 .....	128



---

7.6.6	iL-P-018-053 – Screeningversuche mit 0, 5, 10 und 15% NBMA .....	128
7.6.7	iL-P-054 – Screeningversuch mit 1% NBMA .....	130
7.6.8	iL-P-055-056 – Vernetzer-Screening.....	130
7.6.9	Synthese von p-EMKO-TDI-o-HEMA-Vernetzermomomer .....	131
7.6.10	Synthese von EMKO-Alkenylisocyanat-Vernetzermomomer.....	132
7.6.11	iL-P-057-058 – Vernetzer-Screening.....	132
7.6.12	iL-P-059 – Screening mit ETMA .....	133
7.6.13	iL-P-060-064 – Gegenionen-Screening .....	133
7.6.14	iL-P-065-066 – Screening mit MBAm und MBAm / NBMA.....	134
7.6.15	iL-P-042 – 0.5 kg Produktionsversuch .....	134
7.6.16	iL-P-044 / iL-P-067 – 0.5 kg Produktionsversuche .....	135
7.6.17	iL-P-044 – 4.5 kg Produktionsversuch .....	136
7.6.18	iL-P-044 – Polymercharakterisierung.....	136
7.7	Entwicklung iLoad <sup>®</sup> -Appretur (iL-A).....	138
7.7.1	iL-A-003-006 – Appretur von iL-P-004 .....	138
7.7.2	iL-A-007-009 – Appreturen von iL-P-005 / iL-P-008-009.....	139
7.7.3	iL-A-018-053 – Appreturen von iL-P-018-053 .....	139
7.7.4	iL-A-054-059 – Appreturen von iL-P-054-059 .....	141
7.7.5	iL-A-060-064 – Appreturen von iL-P-060-064 .....	142
7.7.6	iL-A-065-068 – Appreturen von iL-P-065-066 / mit Textilhilfsmitteln....	143
7.7.7	iL-A-069-071 – Appreturen mit Textilhilfsmitteln.....	144
7.7.8	iL-A-072-073 – Appreturen mit Textilhilfsmitteln.....	145
7.7.9	iL-A-074-075 – Appreturen mit Textilhilfsmitteln.....	146
7.7.10	iL-A-076-078 – Appreturen mit Textilhilfsmitteln.....	147
7.7.11	iL-A-079-081 – Appreturen mit Textilhilfsmitteln.....	148
7.7.12	iL-A-082-083 – Appreturen mit Textilhilfsmitteln.....	150
7.7.13	iL-A-084-088 – Produktionsversuche von iL-P-044 / iL-P-067.....	151
7.7.14	iL-A-084 – Prüfung der Hautverträglichkeit .....	152
7.8	Herstellung von iLoad <sup>®</sup> -Emulsionen (iL-E) .....	154
7.8.1	iL-E-018-020 – Formulierungsversuche mit handelsüblichen Lecithinen	154
7.8.2	iL-E-021-022 – Formulierungsversuche mit BTMS.....	154



---

7.8.3	iL-E-027-030 – Formulierungsversuche mit LAE.....	155
7.8.4	iL-E-031-033 – Produktionsversuche mit LAE.....	156
7.9	Umesterungskatalysatoren und FSME-Gehaltsbestimmung.....	157
7.9.1	Synthese von para- und meta-Umesterungskatalysatoren .....	157
7.9.2	Umesterungsgeschwindigkeiten von Umesterungskatalysatoren .....	158
7.9.3	FSME-Gehaltsbestimmung von Nachtkerzenöl .....	158
7.10	Sorption der Donorschicht (iL-S).....	158
7.10.1	iL-S-005-006 – Sorption von iL-E-033 auf iL-A-084 und iL-A-088 .....	158
7.10.2	iL-S-007-008 – Sorption von iL-E-033 auf iL-A-084 und iL-A-088 .....	158
7.11	Desorption der Donorschicht (iL-D) .....	159
7.11.1	iL-D-001-002 – Desorption von iL-S-007-008 während 4, 8 und 24 h.....	159
7.11.2	iL-D-003-004 – Desorption von iL-S-007-008 bei 0.2, 1 und 5 kPa.....	159
7.12	Lichtmikroskop- und REM-Aufnahmen von iL-A-084 mit iL-E-033.....	159
7.13	Reibungskoeffizienten von iL-A-084 mit iL-E-033 .....	159
7.14	Probandenversuch von iL-A-084 mit iL-E-033 .....	160
<b>8</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>	<b>161</b>