Sofia Davida Nicolai

Thermisches Alterungsverhalten ausgewählter Celluloseether

Untersuchungen in konventionellen Lösungsmittelsystemen und Green Solvents

In der Papier- und Buchrestaurierung besteht häufig die Notwendigkeit, Klebstoffe und Festigungsmittel unter wasserarmen oder wasserfreien Bedingungen einzusetzen, um Schäden an wasserempfindlichen Objekt zu vermeiden. Hydroxypropylcellulose (HPC) hat sich in diesem Kontext aufgrund ihrer guten Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln seit Jahrzehnten als vielseitig einsetzbarer Celluloseether etabliert.
Neuere Untersuchungen deuten darauf hin, dass das Alterungsverhalten nicht ausschließlich vom Polymer selbst, sondern möglicherweise auch vom verwendeten Lösungsmittel sowie von den jeweiligen Alterungsbedingungen, wie etwa der Temperatur, beeinflusst wird. Aufbauend auf den Voruntersuchungen von Pataki-Hundt et al. (2021) untersucht diese Bachelorarbeit das thermische Alterungsverhalten ausgewählter Celluloseether in konventionellen Lösungsmitteln sowie in Green Solvents, die im Kontext nachhaltiger und materialschonender Restaurierungsverfahren zunehmend an Bedeutung gewinnen.

Ziel war es, den Einfluss verschiedener Polymer-Lösungsmittel-Systeme auf die Stabilität freier Polymerfilme vergleichend zu bewerten.

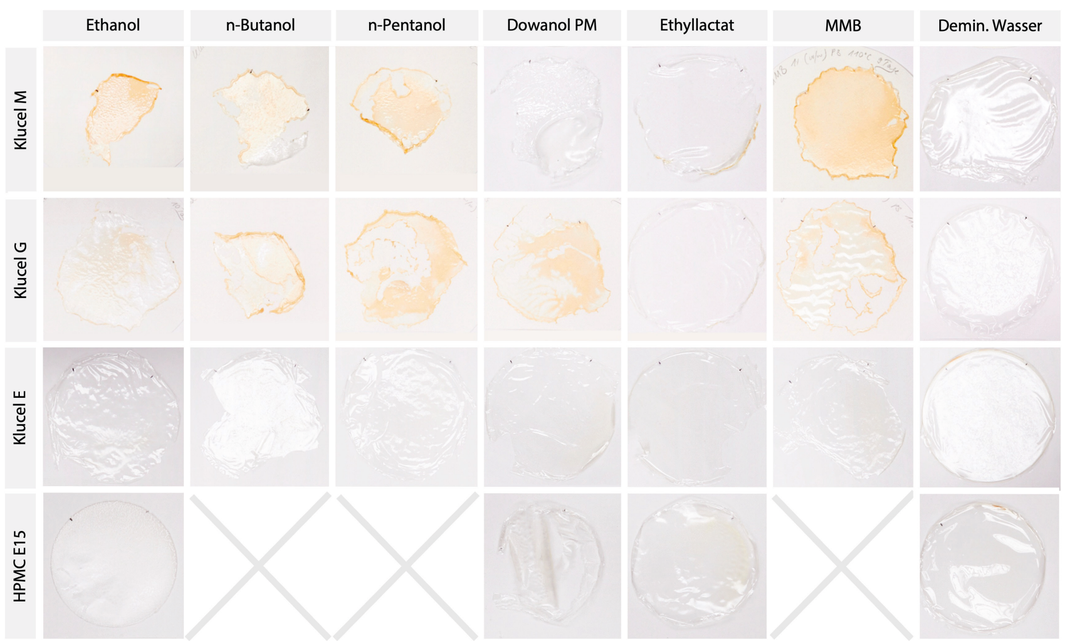


Abb. 1: Polymerfilme nach 10 Tagen thermischer Alterung bei 110 °C. Die Übersicht zeigt Klucel M, Klucel G, Klucel E und HPMC E15 in sieben Lösungsmittelsystemen. Deutlich erkennbar sind polymer- und lösungsmittelabhängige Unterschiede in Schrumpfung, Verformung, Verfärbung und Filmstabilität. Gekreuzte Felder markieren Systeme ohne verwertbaren Film. © Nicolai

	Ethanol	n-Butanol	n-Pentanol	Dowanol PM	Ethyllactat	MMB	Wasser
Klucel M	28,75 (V)	26,37 (V)	25,59 (V)	1,80	0,50	20,28 (V)	1,90
Klucel G	5,31 (V)	30,01 (V)	29,57 (V)	27,09 (V)	0,71	15,48 (V)	1,44
Klucel E	0,38	4,53	1,72	0,45	0,89	0,92	1,50
HPMC E15	1,85 / 1,29	–	–	1,53 (S)	7,30	–	1,71

Abb. 2: Farbkodierte Darstellung der ΔE-Endwerte nach 10 Tagen thermischer Alterung bei 110 °C. Die Farbabstufung zeigt zunehmende Farbveränderungen nach CCI-Kategorien: ΔE* ≤ 1,5 = nicht wahrnehmbar, ΔE* 1,5–4 = geringfügig wahrnehmbar, ΔE* ≥ 4 = sichtbar. Grau = kein verwertbarer Film; V = Filmversagen bzw. nicht regulär vergleichbare Messung; S = strukturell stark geschädigte Probe. © Nicolai*

Versuchsaufbau

Untersucht wurden die Celluloseether Klucel E, Klucel G, Klucel M und HPMC E15 jeweils in Ethanol, n-Butanol, n-Pentanol, Dowanol PM, Ethyllactat, MMB und demineralisiertem Wasser. Dazu wurden Polymerlösungen (1 %) in Petrischalen ausgegossen, unter Abluft getrocknet und als freie Filme anschließend zehn Tage bei 90 °C beziehungsweise 110 °C thermisch gealtert.

Die Bewertung erfolgte anhand visueller und mikroskopischer Untersuchungen sowie durch Dicken- und Farbmessungen mittels UV/Vis-Spektroskopie. Die Kombination dieser Methoden ermöglichte die vergleichende Beurteilung struktureller und farblicher Veränderungen.

Zentrale Ergebnisse

Nach zehn Tagen thermischer Alterung zeigten die Polymerfilme bei 90 °C überwiegend nur geringe Veränderungen, während bei 110 °C deutliche Unterschiede zwischen den untersuchten Polymer-Lösungsmittel-Systemen auftraten.
Innerhalb der Hydroxypropylcellulosen erwies sich Klucel E als vergleichsweise stabil, während Klucel G und insbesondere Klucel M häufiger Schrumpfung, Verformung oder Filmversagen zeigten.
Im Lösungsmittelvergleich lieferten demineralisiertes Wasser und Ethyllactat bei den HPC-Filmen überwiegend stabile Ergebnisse. HPMC E15 unterschied sich jedoch von den HPC-Filmen. Es ließ sich nicht in allen untersuchten Lösungsmitteln zu stabilen Polymerfilmen ausbilden und wies in Ethyllactat eine deutliche Farbveränderung auf.
Erhöhte ΔE*-Werte traten überwiegend gemeinsam mit visuell beobachtbaren strukturellen Veränderungen auf und sind daher nicht ausschließlich als reine Farbveränderungen zu interpretieren.

Disskussion und Ausblick

Aufgrund der begrenzten Probenzahl sind die Ergebnisse als Tendenzen zu verstehen und bedürfen einer weiteren experimentellen Überprüfung.

Der deutliche Unterschied zwischen der thermischen Alterung bei 90 °C und 110 °C legt nahe, dass die Alterungstemperatur einen maßgeblichen Einfluss auf das beobachtete Verhalten besitzt. Zukünftige Untersuchungen sollten klären, ob die Unterschiede auf einen temperaturabhängigen Schwellenwert oder darauf zurückzuführen sind, dass die gewählten Alterungsbedingungen unterschiedlich lange natürliche Alterungszeiträume simulieren.

Die Ergebnisse verdeutlichen außerdem, dass die Bewertung konventioneller Lösungsmittel und Green Solvents nicht unabhängig vom verwendeten Celluloseether erfolgen kann, sondern stets im Zusammenhang mit dem jeweiligen Polymer-Lösungsmittel-System betrachtet werden sollte.

CICS
Cologne Institute of
Conservation Sciences

Technology
Arts Sciences
TH Köln

Bachelorprojekt 2026 | Betreuer:innen:
Prof. Dr. Andrea Pataki-Hundt,
Bert Jaček Dipl.-Rest. M.A. und Marlen
Börngen M.A.