

Bestimmung der Sorptions-/Desorptionseigenschaften mikrokristalliner Cellulose mittels STA

Claire Strasser



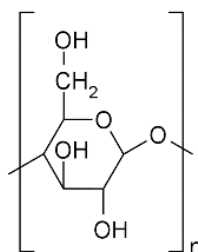
1 STA 449 F3 Nevio und modularer Feuchtgenerator

Einleitung

Feuchtigkeit kann die Eigenschaften einer Vielzahl von Wirk- und Hilfsstoffen hinsichtlich Stabilität, Kristallinität, Bioverfügbarkeit usw. beeinflussen. Eine Methode zur Bestimmung des Feuchtigkeitseinflusses auf das Verhalten einer Substanz ist die dynamische Wasserdampfsorption (DVS), bei der die Massenänderungen einer Probe bestimmt wird, wenn diese verschiedenen Mengen an Lösungsmitteldämpfen ausgesetzt wird [1].

Derartige Messungen können mit einer STA (simultaner thermischer Analysator) in Verbindung mit einem modularen Feuchtgenerator (Abbildung 1) realisiert werden. Im Folgenden wurde eine dynamische

Wassersorptionsmessung an mikrokristalliner Cellulose (MCC, chemische Struktur siehe Abbildung 2) durchgeführt. Diese Substanz wird in Tablettenformulierungen als Füllstoff und Bindemittel verwendet [2].



2 Chemische Struktur mikrokristalliner Cellulose

APPLICATIONNOTE Bestimmung der Sorptions-/Desorptions-eigenschaften mikrokristalliner Cellulose mittels STA

Tab 1. Testbedingungen

Gerät	STA 449 F3 Nevio mit Feuchtegenerator
Probe	Mikrokristalline Cellulose
Probeneinwaage	41,22 mg
Probenhalter	Scheibe aus Aluminiumoxid, Ø 17 mm
Temperaturprogramm	Isotherm 44 °C, Stickstoffatmosphäre, Anstieg der relativen Feuchte (RF) von 0 auf 80 %



TG-Probenhalter mit Al₂O₃-Probenauflage

Messbedingungen

Die Versuchsbedingungen sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

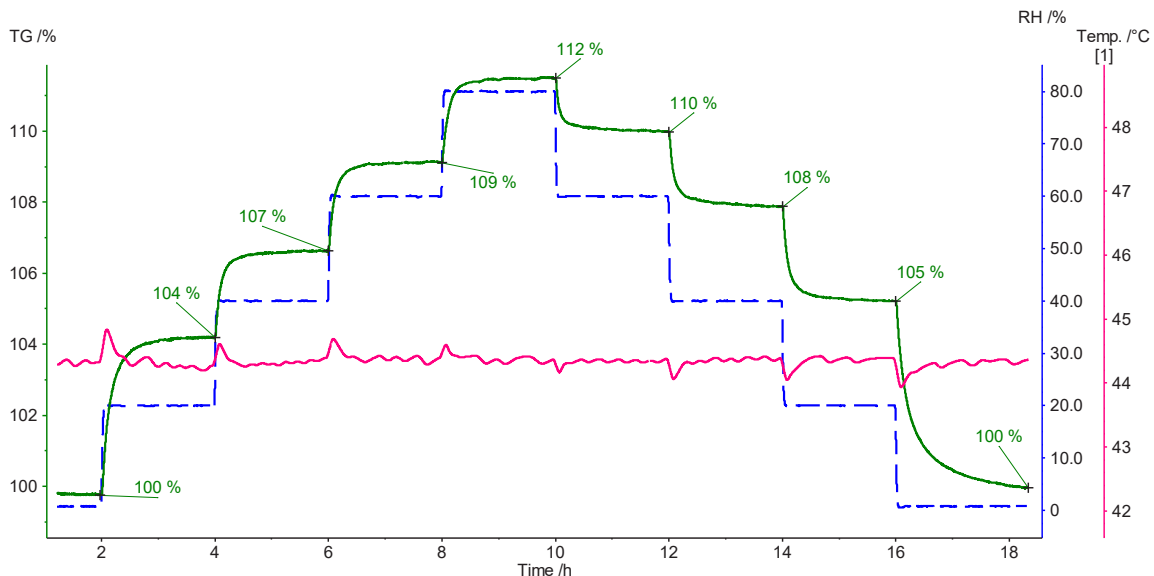
Messergebnisse

Abbildung 3 zeigt die während des Experiments gemessene Masse und Temperatur der Probe.

Die Ergebnisse spiegeln die starke hygroskopische Natur der mikrokristallinen Cellulose wider. Der erste Anstieg der relativen Luftfeuchtigkeit von 0 % auf 20 % (blau gestrichelte Kurve) hat eine Massenzunahme von 4 % (grüne Kurve) zur Folge. Nachfolgende Schritte zeigen,

dass mit Anstieg der relativen Luftfeuchtigkeit auch die Masse zunimmt. Sobald der Feuchtigkeitsgrad abnimmt, wird das aufgenommene Wasser wieder abgegeben, was zu einem Massenverlust führt. Ist am Ende der Messung schließlich eine vollständig trockene Atmosphäre erreicht, wird der vorher aufgenommene Wasseranteil quantitativ freigesetzt. Dies wird dadurch bestätigt, dass die anfängliche Probenmasse (100 %) wieder erreicht ist.

Jede Änderung des relativen Feuchtigkeitsniveaus ist mit einem Peak in der Probentemperatur (pinke Kurve) verbunden. Dies ist auf die exotherme und endotherme Natur der Sorption bzw. Desorption von Wasser zurückzuführen.



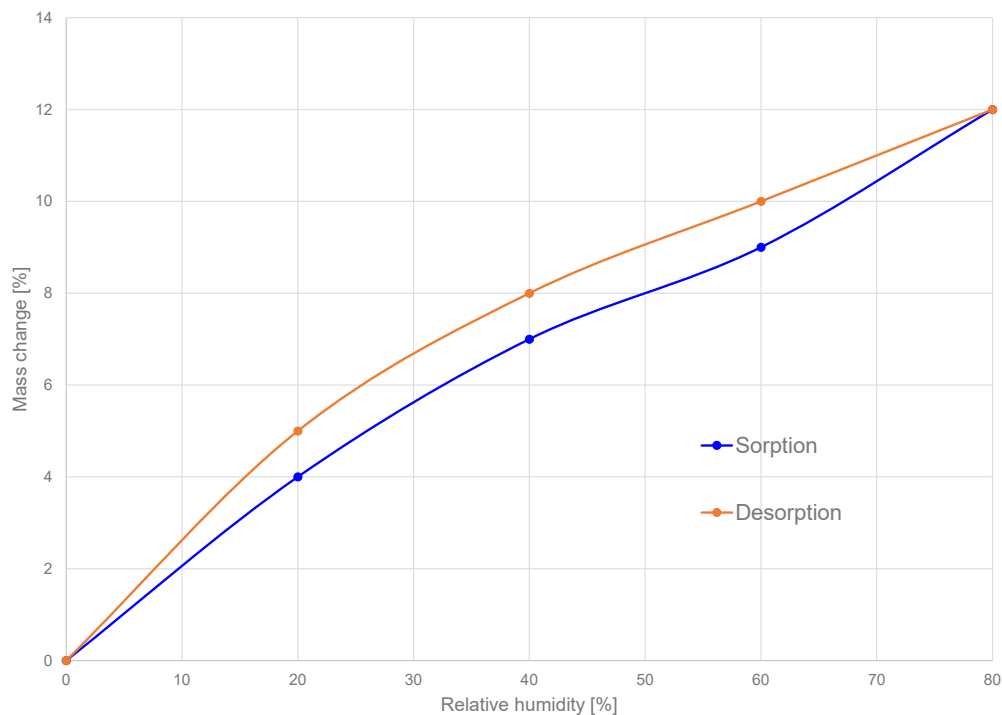
3 Mikrokristalline Cellulose: Massenänderungen und Temperaturverlauf während einer Messung mit unterschiedlichen Feuchteniveaus (0 %, 20 %, 40 %, 60 % und 80 %)

APPLICATIONNOTE Bestimmung der Sorptions-/Desorptions-eigenschaften mikrokristalliner Cellulose mittels STA

Die Massenzunahme und der Massenverlust nach Erreichen des Gleichgewichts ist in Abbildung 4 für alle gemessenen relativen Feuchtigkeitsniveaus zwischen 0 % und 80 % dargestellt. Die maximale Massenzunahme bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 80 % beträgt 12 %. Mikrokristalline Cellulose weist eine Sorptionshysterese auf, d.h. die Wassermenge in der Probe ist während der Desorption höher als während der Sorption (siehe Abbildung 4). Letztendlich sind die

Anfangs- und Endpunkte des Sorptions-/Desorptionszyklus jedoch identisch.

Dieses Phänomen ist typisch für viele poröse Materialien. Chen et al [3] haben gezeigt, dass die Wasser-Zellulose-Bindungen, die während des Quellens von Zellulose entstehen, während der Desorption nicht mit dem gleichen chemischen Potenzial brechen.



4 Unterschied im Feuchtegehalt der Probe zwischen Sorption und Desorption

Zusammenfassung

STA in Kombination mit einem Feuchtegenerator erlaubt Messungen der dynamischen Wassersorption und -desorption. Die Untersuchungen an mikrokristalliner Cellulose verdeutlichen die Hysterese des Prozesses: Der Feuchtegehalt ist höher während der Desorption als während der Sorption. Dieses Phänomen ist charakteristisch für viele poröse Materialien.

Literatur

- [1] https://en.wikipedia.org/wiki/Dynamic_vapor_sorption
- [2] <https://www.jrspharma.com/>
- [3] Role of hydrogen bonding in hysteresis observed in sorption-induced swelling of soft nanoporous polymers, Mingyang Chen, Benoit Coasne, Robert Guyer, Dominique Derome, Jan Carmeliet, Nat Commun 9, 3507 (2018)