

Eine hervorragende Probenvorbereitung ist die Grundlage für erfolgreiche Tests – Wie das Kinexus die Vorbereitung von PVA-Hydrogelen bestens unterstützen kann

Yang Yang, Applications Laboratory Shanghai

Einleitung

Die Genauigkeit von Analysen und Tests hängt nicht nur von der Leistungsfähigkeit des Messgeräts ab, sondern vor allem von der Probenvorbereitung. Dies ist ein Grundsatz, der für alle Testmethoden gilt. Aus diesem Grund werden viele Analyse- und Prüfgeräte mit diversem Zubehör für die Probenvorbereitung angeboten. Bei NETZSCH gehören dazu beispielsweise eine mechanische Presse für DSC, ein Probenschneider für DSC, TG und STA oder ein Sputterbeschichtungsgerät für LFA. Für weitere Analyse- und Prüfverfahren außerhalb unseres Bereichs der thermischen Analyse sind dies z.B. Geräte zum Ionenstrahlätzen für die Rasterelektronenmikroskopie (REM) oder Poliermaschinen für die metallografische Mikroskopie. Oftmals sind Probenvorbereitung und Vorbehandlung sogar weitaus entscheidender als der Prüfprozess selbst. In dieser Application Note untersuchen wir, wie unser Rotationsrheometer Kinexus die Probenvorbereitung bzw. -herstellung vor der rheologischen Prüfung unterstützen kann.

Dazu untersuchen wir die Herstellung und die rheologischen Eigenschaften von durch Einfrieren und Auftauen (Freeze Thaw) gewonnenen Polyvinylalkohol-(PVA)-Hydrogelen. PVA ist ein hydrophiles, biologisch abbaubares und biokompatibles synthetisches Polymer, das in verschiedenen Bereichen der Biomedizin Anwendung findet. PVA ermöglicht die Bildung physikalischer Vernetzungen während Freeze-Thaw-Zyklen, ohne dass potenziell toxische Monomere benötigt werden, wie sie bei typischen chemisch vernetzten Gelen zum Einsatz kommen [1, 2]. Die herkömmliche Methode zur Herstellung von Gefrier-Auftau-PVA-Hydrogelen beinhaltet das wiederholte Einfrieren und Auftauen der PVA-Lösung. Dieser Prozess ist jedoch äußerst arbeitsintensiv und kostspielig. In diesem Artikel wird eine Methode zur direkten Herstellung von Gefrier-Auftau-PVA-Hydrogelen unter Verwendung eines Kinexus-Rotationsrheometers vorgestellt.

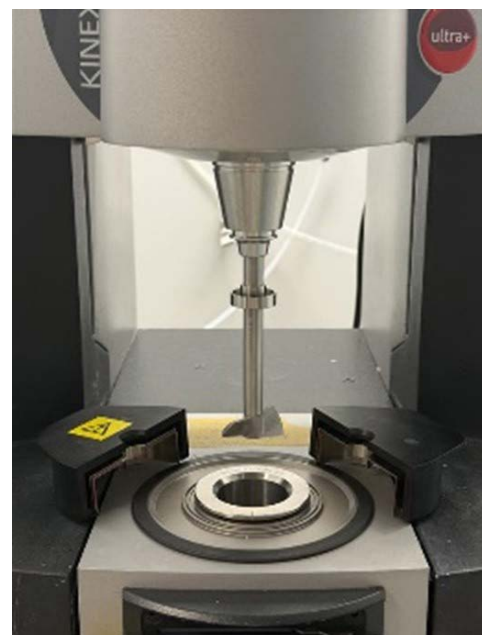
Experimenteller Teil und Ergebnisse

Herstellung der PVA-Lösung

Hierzu gibt man einen definierten Massenanteil an PVA-Partikeln in 80 °C warmes Wasser und rührt, bis diese

vollständig aufgelöst sind und eine homogene Lösung entsteht. Wir haben eine 15-prozentige PVA-Lösung (Gew.-%) hergestellt. Dafür wurden 6 g PVA-Partikel (CAS: 9002-89-5, Mw: 61.000) und 34 g entionisiertes Wasser abgewogen. Das Wasser wurde in einen Becher gegossen und mit einem Rotationsrheometer Kinexus bei einer Rührgeschwindigkeit von 50 s^{-1} auf 80 °C aufgeheizt, bevor die PVA-Partikel über einen Zeitraum von fünf Minuten langsam zugegeben wurden, um zu verhindern, dass sie auf den Boden sinken und die Auflösungs- und Dispersionsgeschwindigkeit beeinträchtigen. Anschließend wurde die Mischung 40 Minuten lang gerührt, um eine homogene PVA-Lösung zu erhalten und schließlich wieder auf 25 °C abgekühlt.

Für diesen Prozess eignet sich ein Universaladapter zusammen mit einem Rührflügel aus Edelstahl und einem Becher mit einem Durchmesser von 34 mm. Gleichzeitig kann eine Lösungsmittelfalle eingesetzt werden, um die Verdunstung von Wasser während des Auflösungs- und Rührvorgangs zu unterdrücken. Die gesamte Zubehörkombination ist in Abbildung 1 dargestellt.



1 Kombination aus Gerät und Zubehör für den PVA-Auflösungsprozess (Kinexus-Rheometer, Zylinder-Temperiermodul, 34 mm Becher, universeller Adapter mit Rührflügel aus Edelstahl, Lösungsmittelfalle).

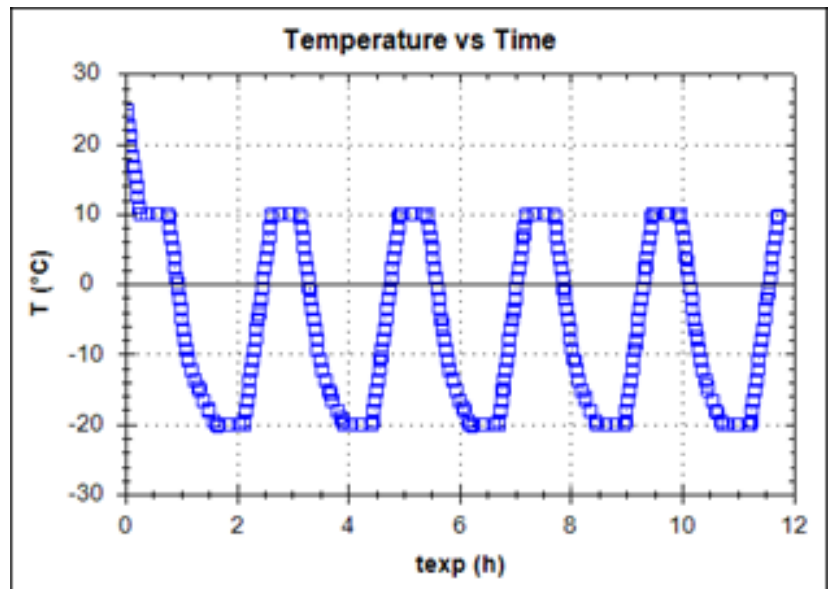
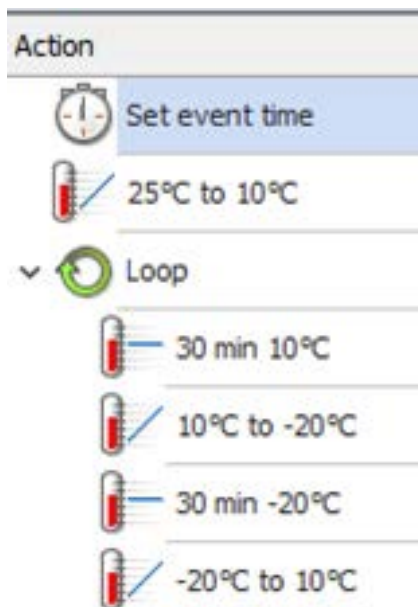
APPLICATIONNOTE Eine hervorragende Probenvorbereitung ist die Grundlage für erfolgreiche Tests
– Wie das Kinexus-Rheometer die Vorbereitung von PVA-Hydrogelen bestens unterstützen kann

Herstellung des PVA-Hydrogels durch Einfrieren und Auftauen

Erst nach mehreren Freeze- und Thaw-Zyklen kann die PVA-Lösung zu einem Hydrogel mit einer gewissen mechanischen Festigkeit geformt werden. Bei der herkömmlichen Methode muss die PVA-Lösung wiederholt in den Gefrierschrank gestellt und wieder herausgenommen werden. Der gesamte Prozess dauert oft lange, typischerweise über Nacht. Dies führt in der Regel zu einem hohem Personalaufwand mit entsprechend hohen Arbeitskosten. Mit unserem Rotationsrheometer Kinexus lässt sich dagegen eine Testsequenz erstellen, die den gesamten zyklischen Freeze-Thaw-Prozess abbildet.

Der Prozess kann damit autonom durchgeführt werden, wodurch die Kosten für die manuelle Bedienung eingespart werden. Wie in Abbildung 2 dargestellt, haben wir beispielsweise fünf Zyklen mit je vier Schritten definiert: 30 Minuten isotherm bei 10 °C, Abkühlen von 10 °C auf -20 °C mit 1 K/min, 30 Minuten isotherm bei -20 °C und Aufheizen von -20 °C auf 10 °C mit 1 K/min. Dieses Freeze-Thaw-Temperaturprogramm kann in verschiedenen Geometrien durchgeführt werden, um Proben unterschiedlicher Form zu erhalten.

Wie in Abbildung 3 gezeigt, lassen sich für allgemeine Tests auf diese Weise auch große Hydrogelblöcke auf Vorrat herstellen.



2 Sequenz und zugehöriges Temperaturprofil des Freeze-Thaw-Prozesses



3 Probenvorbereitung des PVA-Hydrogel-Blocks in einem 34-mm Becher

APPLICATIONNOTE Eine hervorragende Probenvorbereitung ist die Grundlage für erfolgreiche Tests – Wie das Kinexus-Rheometer die Vorbereitung von PVA-Hydrogelen bestens unterstützen kann

Zusammenfassung

In der Analyse- und Prüfbranche ist es von größter Bedeutung, genaue und zuverlässige Ergebnisse zu erzielen. Es gibt viele Faktoren, die die Genauigkeit solcher Ergebnisse beeinflussen. Allen voran die Leistungsfähigkeit des Geräts selbst. Bei der Verwendung eines Hochleistungsgeräts sind jedoch auch die Bedienungstechniken und -fertigkeiten von entscheidender Bedeutung. Genau wie im vorliegenden Fall kann daher das Gerät nur im Zusammenspiel mit einer perfekten Probenvorbereitung genaue und reproduzierbare Ergebnisse liefern.

In dieser Application Note stellen wir die Freeze-Thaw-Methode zur Herstellung von Aqua-Gelen für unser Kinexus-Rheometer vor. Dieses wird in einer Vielzahl von Bereichen eingesetzt. In der Medizin, der Lebensmittelindustrie, der Polymerforschung usw. gibt es zahlreiche spezielle Methoden zur Probenvorbereitung. Wir freuen uns daher darauf, mit Ihnen in Kontakt zu treten, um weitere, optimierte Prüfmethoden für unser Kinexus zu entwickeln und einzusetzen.

Literatur

- [1] PVA hydrogel properties for biomedical application, Shan Jiang, Sha Liu, Wenhao Feng, Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, 4 (2011), 1228-1233
- [2] Properties of as-prepared and freeze-dried hydrogels made from poly(vinyl alcohol) and cellulose nanocrystals using freeze-thaw technique, Svetlana Butylina, Shiyu Geng, Kristiina Oksman, European Polymer Journal, 81 (2016), 386–396