

APPLICATION NOTE



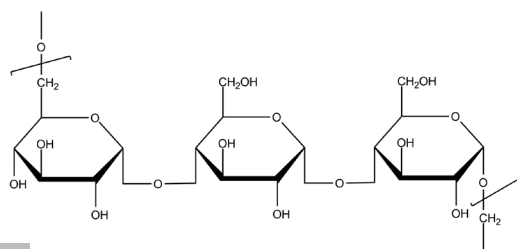
Wie stabil ist Pullulan? Schnelle Antworten mittels TG-FT-IR.

Claire Strasser

Einleitung

Pullulan ist ein lineares Polysaccharidpolymer, das aus Maltotrioseeinheiten besteht. Es findet Anwendung in verschiedenen Industriezweigen wie der Pharma-, Lebensmittel- und Kosmetikindustrie. Als essbares, meist geschmacksneutrales Polymer wird Pullulan hauptsächlich zur Herstellung von essbaren Folien verwendet, die in verschiedenen Atemerfrischern oder Mundhygieneprodukten verwendet werden. Als Lebensmittelzusatzstoff ist es unter der Bezeichnung E1204 (E steht für European License Number) bekannt. Pullulan wird in einem biotechnologischen Verfahren hergestellt [1, 2].

Im Folgenden wurde die thermische Stabilität von Pullulan mittels TG, gekoppelt an FT-IR, untersucht.



1 Strukturformel von Pullulan ($C_{18}H_{30}O_{15}$)_n [3]

Messbedingungen

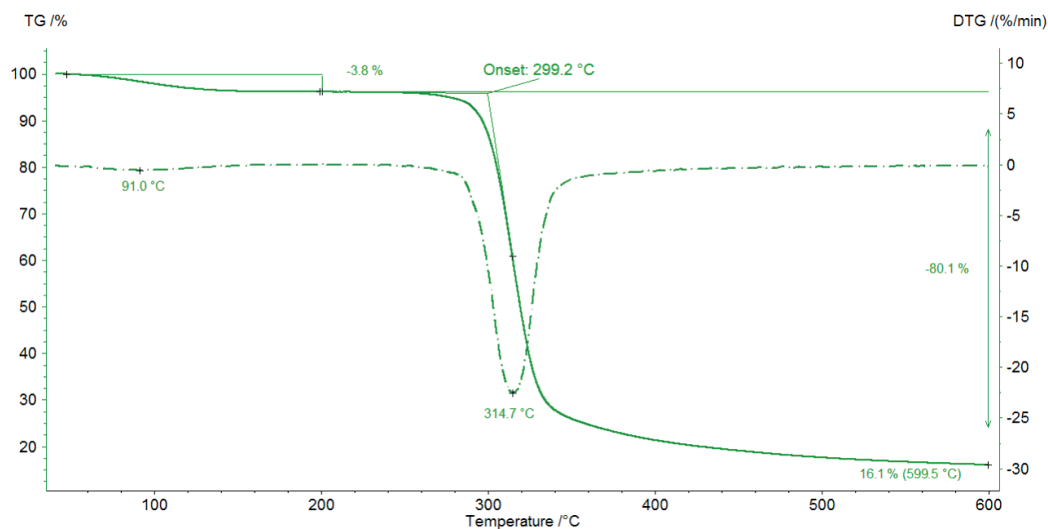
Pullulan (9,42 mg) wurde in einem offenen Aluminiumoxidtiegel und mit der TG 209 **F1 Libra**® untersucht. Die Probe wurde auf 600 °C mit einer Heizrate von 10 K/min unter dynamischer Stickstoffatmosphäre (40 ml/min) aufgeheizt. Die während der Aufheizung freigesetzten Gase wurden in das direkt über der TG gekoppelte FT-IR-Spektrometer von Bruker Optik GmbH überführt. Dabei gewährt das als NETZSCH-PERSEUS bekannte Interface einen kurzen Gastransfer. Es benötigt keine separate Transferleitung mehr, wie es bei herkömmlichen Kopplungen der Fall ist. Ein beheizbares Röhrchen verbindet die eingebaute Gaszelle direkt mit dem Gasauslass des TG-Ofens. Das geringe Volumen des kurzen Gaswegs sorgt für eine schnelle Ansprechzeit und minimiert das Risiko einer Kondensation der freigesetzten Gase.

APPLICATIONNOTE Wir stabil ist Pullulan? Schnelle Antwort mittels TG-FT-IR.

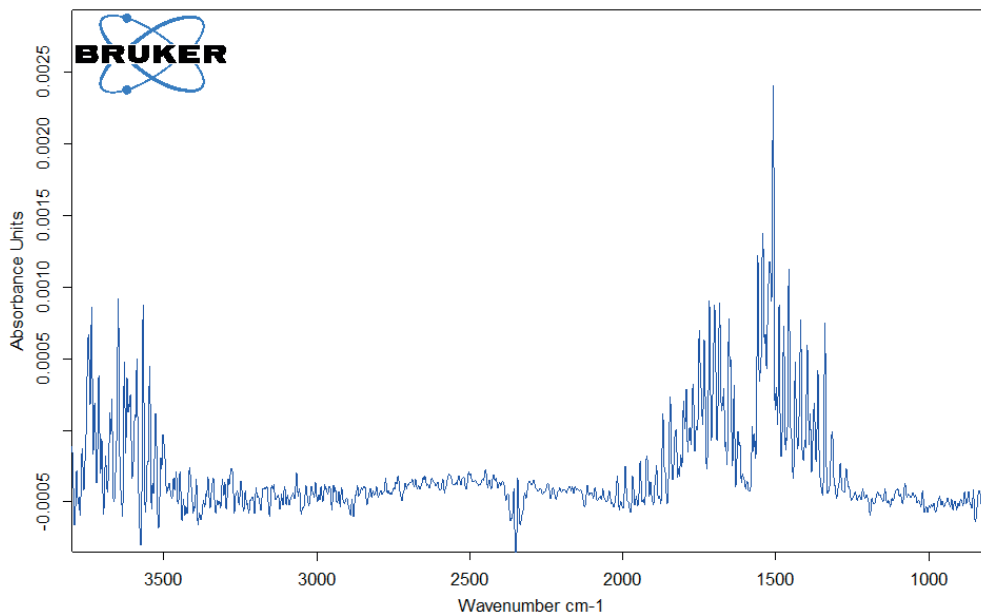
Messergebnisse

Abbildung zeigt die TG-Kurve von Pullulan während der Aufheizung bis 600 °C. Der erste Massenverlust beträgt 3,8 % und ist mit der Freisetzung von Wasser verbunden,

was durch das FT-IR-Spektrum bei 90 °C (Abbildung 3) bestätigt wird. Die niedrige Temperatur dieses Vorgangs deutet darauf hin, dass es sich um Oberflächenwasser handelt.



2 TG-Kurve (durchgezogene Linie) von Pullulan: Aufheizung bis 600 °C und deren erste Ableitung, DTG (strichpunktierte Linie)

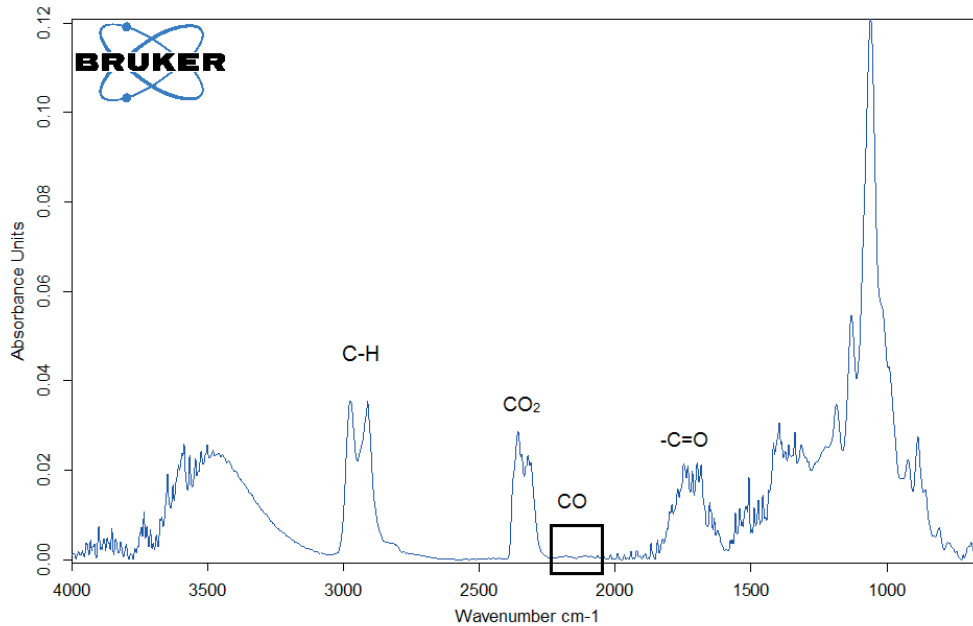


3 Charakteristisches FT-IR-Spektrum für Wasser, detektiert bei 90 °C. Die negative Bande bei ungefähr 2300 cm⁻¹ (CO₂) resultiert aus der Subtraktion des Hintergrundspektrums.

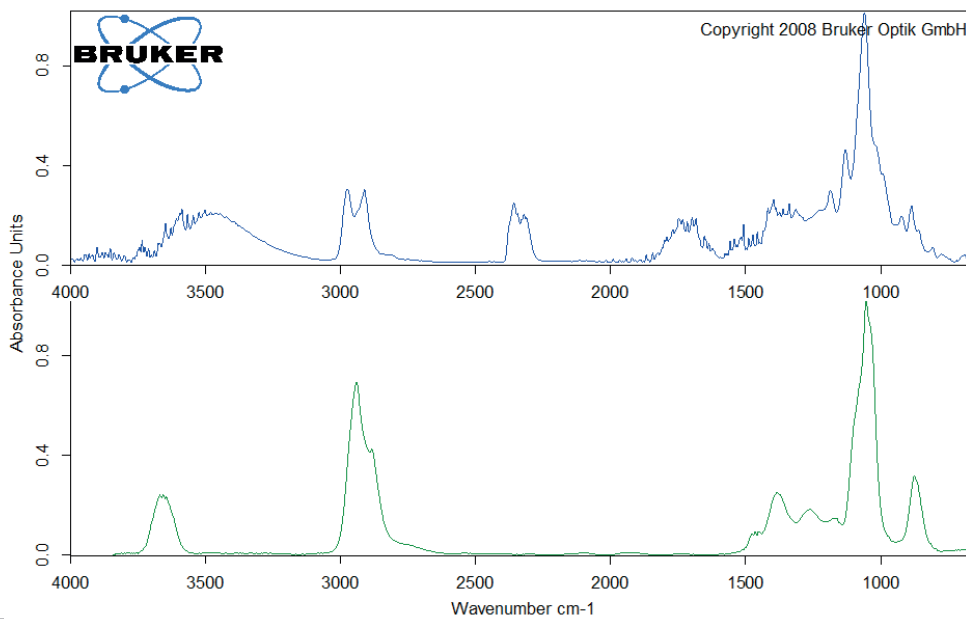
APPLICATIONNOTE Wie stabil ist Pullulan? Schnelle Antworten mittels TG-FT-IR.

Die Probe beginnt sich bei 299 °C (extrapolierter Onset der TG-Kurve) zu zersetzen, was zu einem einstufigen Massenverlust von 80 % zwischen 200 °C und 600 °C führt. Abbildung 4 zeigt das FT-IR-Spektrum der bei 315 °C (maximale Zersetzungsrate, DTG-Peak) freigesetzten Substanzen. Die Doppelbande zwischen 2300 cm⁻¹ und 2500 cm⁻¹ und zwischen 2100 und 2300 cm⁻¹ ist ein Hinweis auf das Vorkommen von Kohlendioxid bzw.

Kohlenmonoxid in der Gasphase. Die unterhalb von 3000 cm⁻¹ und oberhalb von 1000 cm⁻¹ detektierten Banden sind typisch für C-H-Banden bzw. C-O-Banden. Diese Peaks entsprechen denen von 1,2-Ethandiol (siehe Vergleichsspektrum in Abbildung 5) und sind ein eindeutiger Hinweis darauf, dass die Ringe aufbrechen und die Zersetzung beginnt.



4 FT-IR-Spektrum der bei 315 °C freigesetzten Substanzen während der Aufheizung von Pullulan



5 FT-IR-Spektrum der bei 315 °C (oben, blau) freigesetzten Substanzen im Vergleich mit dem EPA-NIST-Spektrum von 1,2-Ethandiol (unten, grün)

APPLICATIONNOTE Wie stabil ist Pullulan? Schnelle Antworten mittels TG-FT-IR.

Zusammenfassung

Die TG-FT-IR-Messung an Pullulan erlaubt die Bestimmung der Thermostabilität: In inerter Atmosphäre beginnt sich die Substanz nach dem Verdampfen ihres Oberflächenwassers bei 299 °C zu zersetzen. Die Zersetzung ist mit dem Aufbruch der Ringe verbunden, was zur Freisetzung von Ethandiol führt.

Literaturverzeichnis

- [1] <https://pdfs.semanticscholar.org/1c51/976f35b4c33a1383a612d8e12e2a13f653d4.pdf> → LINK
- [2] <https://de.wikipedia.org/wiki/Pullulan>
- [3] <https://de.wikipedia.org/wiki/Pullulan#/media/File:Pullulan.png>