

K. Pintye-Hódi, M. Mészáros-Guba, G. Kedvessy und F. Guba

Elektronenmikroskopische Untersuchung der Struktur der Vaseline

Aus dem Pharmazeutisch-Technologischen und dem Biochemischen Institut der Medizinischen Universität Szeged/Ungarn
(Eingegangen am 17. Juli 1973)

Mit Hilfe einer neuen elektronenmikroskopischen Methode wird die strukturelle Änderung von Kohlenwasserstoffgelen auf die Wirkung der Scherkraft untersucht.

Electron Microscopic Investigations of the Structure of Vaseline

The changes in structure of hydrocarbon gels on shearing were investigated by a new electron microscopic method.

Die Entwicklung der Pharmazeutischen Technologie hat die Notwendigkeit der Untersuchung der Präparate mit physikalischen, physikochemischen, kolloidphysikalischen u. a. Methoden nach sich gezogen. In den letzten Jahren finden zum Studium der Mikrostruktur der Salben immer ausgedehnter auch die verschiedenen elektronenmikroskopischen Untersuchungen Anwendung¹⁻⁷.

Die einzelnen Autoren untersuchen die Salbengrundlagen bzw. Salben nach unterschiedlichen Gesichtspunkten, und auch die angewandten Methoden sind voneinander abweichend.

Gstirner und Mitarb.^{1,2} haben die Gelbildung im Falle der im DAB 7 offizinellen hydrophilen Salbe und anderer Emulsionssalben vom O/W-Typ studiert. Die hydrophilen Salben wurden mit der sog. „Gefrierätzmethode“ präpariert; die übrigen Salben wurden ähnlich den biologischen Gewebepräparaten nach vorherigem Fixieren in Kunststoff eingebettet und aus dem eingebetteten Material hergestellte ultrafeine Schnitte elektronenmikroskopisch untersucht.

Ein anderes Forscherteam^{3,4,5} beschäftigt sich mit der elektronenmikroskopischen Untersuchung der Dispersität einiger Salbengrundlagen (Polyaethylenglykol, weiße Vaseline, Calciumsalz des Baumwollkernöles + flüssiges Paraffin) und bedient sich bei diesen Untersuchungen der Tropfenpräparationstechnik.

Pajor und Mitarb.^{6,7} haben sich bei der Untersuchung von ophthalmologischem Vaselinum album und Emulsionssalben vom Ö/W- bzw. W/Ö-Typ einer modifizierten „Gefrierätzmethode“ zum Herstellen der Präparate bedient.

1 F. Gstirner, D. Kottenberg und A. Maas, Arch. Pharmaz. 302, 340 (1969).

2 F. Gstirner und D. Kottenberg, Arch. Pharmaz. 304, 201 (1971).

3 K. Christov, M. Marinov und P. Todorova, Pharmazie 25, 539 (1970).

4 K. Christov, M. Marinov und P. Todorova, Pharmazie 26, 46 (1971).

5 K. Christov, M. Marinov und P. Todorova, Pharmazie 27, 314, 338 (1972).

6 Zs. Pajor, E. Pandula und T. Peres, Fette-Seifen-Anstrichmittel 69, 855 (1967).

7 Zs. Pajor, E. Pandula, T. Peres und J. Stark, Fette-Seifen-Anstrichmittel 70, 182 (1968).

Bei der Untersuchung der mit der unsererseits angewandten neuen Präparationsmethode (nach Schnittanfertigung im gefrorenen Zustand Lösungsmittelätzung und schrägwinklige Metallbeschattung) hergestellten Präparate haben wir die Quartär-Struktur der Vaseline und die strukturmodifizierende Wirkung der mechanischen Bearbeitung studiert. Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen erfolgten mittels Elektronenmikroskop JEOL JEM 100 B.

Beschreibung der Versuche

Die Struktur der Vaseline ohne mechanische Vorbehandlung

Aus der geschmolzenen und dann bei Raumtemperatur erstarrten Vaseline haben wir mit der von uns erarbeiteten Methode Präparate bereitet und diese elektronenmikroskopisch untersucht.

Abb. 1 zeigt eine elektronenmikroskopische Aufnahme von einer relativ „dicken“ Vaseline-schicht (ca. 1000 Å). An einigen Stellen (s. die mit Pfeil bezeichneten Teile in Abb. 1) sind die individuell hexagonalen, lamellär strukturierten, an normale Paraffinkristalle (β -Variante⁸⁾ erinnernden, isodimensional gefügten Elemente zwar noch zu erkennen, die Hauptmasse der Probe aber charakterisiert die sich aus der Superposition bzw. Adhäsion der Einzelkristalle ergebende, zusammenhängende Struktur (zusammenhängende, stark elektronendichte bzw. dickere Anteile).

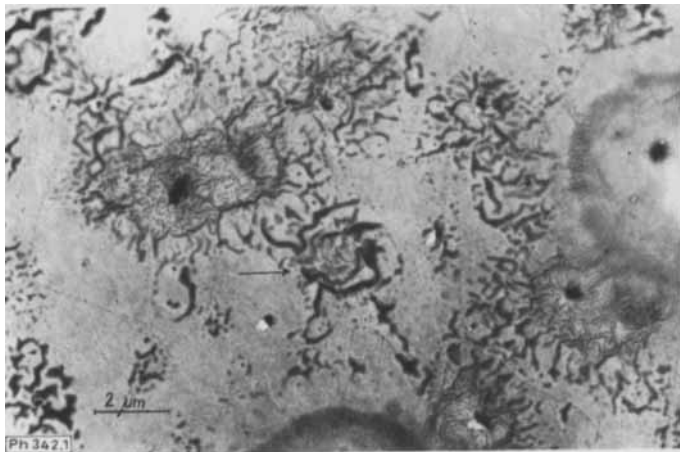


Abb. 1: Instrumentelle Vergr. x 4000, Gesamtvergr. x 8000. Elektronenmikroskopische Struktur der nicht vorbehandelten Vaseline

8 R. Hüttenrauch, Pharmazie 25, 169 (1970).

An den mit schwächerer Vergrößerung hergestellten Aufnahmen ist diese Struktur verschwommen, amorph, an den stärker vergrößerten Bildern dieses Gebietes aber werden die Dislokationslinien der Paraffinkristalle deutlich sichtbar (Abb. 2).

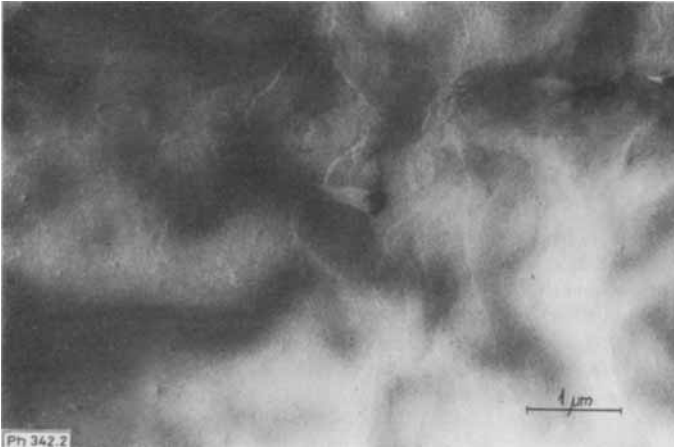


Abb. 2: Instrumentelle Vergr. x 10.000. Gesamtvergr. x 20.000. Von den stärker elektronendichten Details hergestellte Aufnahme bei stärkerer Vergrößerung. Vergrößerte Aufnahme der helleren Gebiete

Abb. 1 weist auch weniger elektronenstreuende (hellere bzw. dünnere) Partien auf. An stärker vergrößerten Aufnahmen dieser Areale ist die zusammenhängende Natur des Gefüges ebenfalls gut zu sehen.

Im Laufe der nach der Attenuierung der zahlreichen Proben durchgeführten Untersuchungen kamen die an Abb. 3 zu sehenden, isolierten Paraffinkristalle nicht vor. Unsere Aufnahmen scheinen die die Quartär-Struktur zusammenhaltende Wirkung der Dispersionskräfte zu beweisen.

Die Wandlung der Struktur der Vaseline auf den Einfluß der technologischen Bearbeitung

In weiteren Untersuchungen wurde die Vaseline mit Hilfe einer Destruierungs-Einrichtung⁹⁾ einer 1000-fachen Destruktion unterworfen und die destruierten Proben ebenfalls elektronenmikroskopisch untersucht. Die submikroskopische Struktur dieser Proben veranschaulichen die Abbildungen 3 und 4.

Die elektronenmikroskopischen Präparate der destruierten Systeme zeigen eine größere Schichtdickenschwankung als die nicht destruierten Präparate. Die Untersuchungen zeigten, daß das destruierte System eine größere Verdünnungsneigung besitzt, seine Ätzgeschwindigkeit größer ist bzw. die Struktur leichter in Elementarkristalle zerfällt (Abb. 3).

Auch in der noch zusammenhängenden, dickeren Struktur sind die einzelnen Kristalle besser definiert als in dem einer mechanischen Vorbehandlung nicht unterworfen gewesenen System (Abb. 4).

⁹ Penetrometer – Instrumentenprospekt. Fabrik für Laboratoriumseinrichtungen, Budapest.

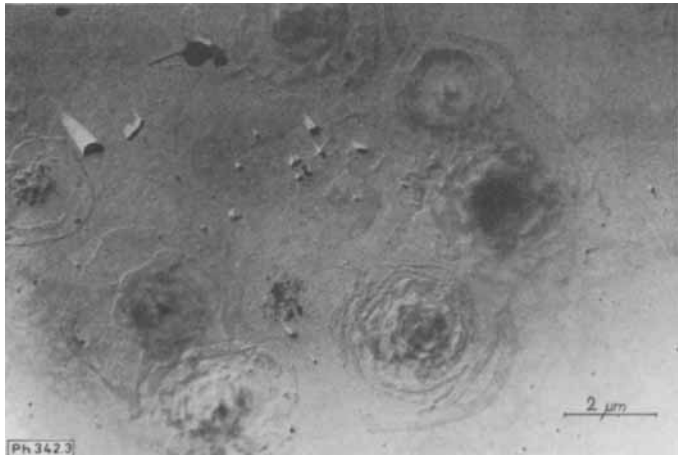


Abb. 3: Instrumentelle Vergr. x 5000, Gesamtvergr. x 10.000. Elektronenmikroskopische Aufnahmen normaler Elementar-Paraffinkristalle aus den destruierten Systemen.

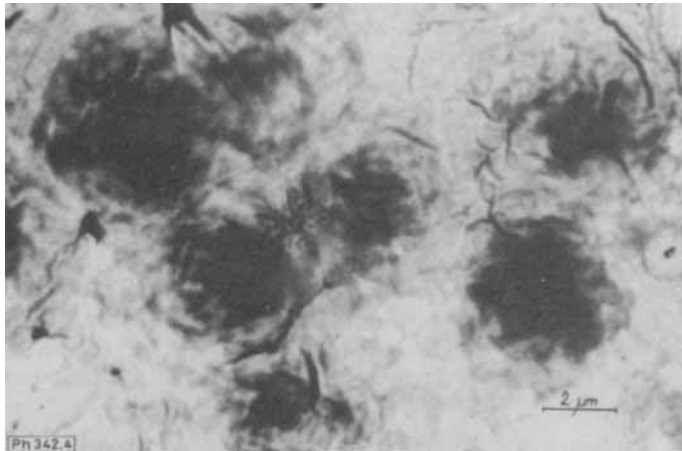


Abb. 4: Instrumentelle Vergr. x 4000, Gesamtvergr. x 8000. Zusammenhängendes Gebiet der elektronenmikroskopischen Struktur der destruierten Vaseline

Diese Tatsachen lassen darauf schließen, daß mit der Destruierung die Wirkung der die Quartär-Struktur zusammenhaltenden Dispersionskräfte nachläßt. Dort, wo diese verringerte Wirkung intensiver zur Geltung kommt, geht die Lösungsmittelätzung allmählich vor sich, die Quartär-Struktur zerfällt, und an den elektronenmikroskopischen Bildern sehen wir bereits eine Tertiär-Struktur (Abb. 3).

Anschrift: K. Pintye-Hódi, H-6701 Szeged/Ungarn, Postfach 121

[Ph 342]