



acorn area™

Mesure de la surface spécifique



## Introducing the Acorn Area™

Acorn Area est un instrument révolutionnaire conçu pour mesurer la surface spécifique des nanoparticules en suspension dans un liquide. Utilisant une méthode brevetée, basée sur la résonance magnétique nucléaire, il offre de nombreux avantages par rapport aux techniques traditionnelles de mesure de la surface spécifique.

Une mesure ne nécessite pas plus de 5 minutes du début à la fin. Aucune préparation d'échantillon telle que séchage ou dégazage n'est nécessaire. Les dispersions concentrées sont mesurées sans dilution. Les mesures avec l'Acorn Area sont 10 fois plus rapides que toutes les autres techniques de mesure de la surface spécifique.

## Pourquoi la surface spécifique?

La surface spécifique influence de nombreux aspects des performances des produits tels que le pouvoir couvrant des pigments, l'activité des catalyseurs, le goût des aliments, l'activité des principes actifs ou la biodisponibilité des médicaments. Dans le passé, la mesure de la surface spécifique utilisait des méthodes d'adsorption de gaz, la porosimétrie au mercure ou la gravimétrie. Toutes ces méthodes ont la même limite, elles ne fonctionnent que sur des poudres sèches.

Cependant, la plupart des fabrications ou des utilisations de produits industriels, impliquent la dispersion de particules dans un liquide, soit au stade final ou pendant leur production. Bien que les méthodes traditionnelles conviennent au contrôle des matières premières sèches, elles ne peuvent apporter aucune information pour les particules dispersées dans un liquide. Jusqu'à ce jour, on ne pouvait qu'estimer la surface spécifique de ces échantillons à partir des mesures granulométriques ou par des méthodes fastidieuses telles que la titration ou l'isotherme d'adsorption.

## Principe de fonctionnement?

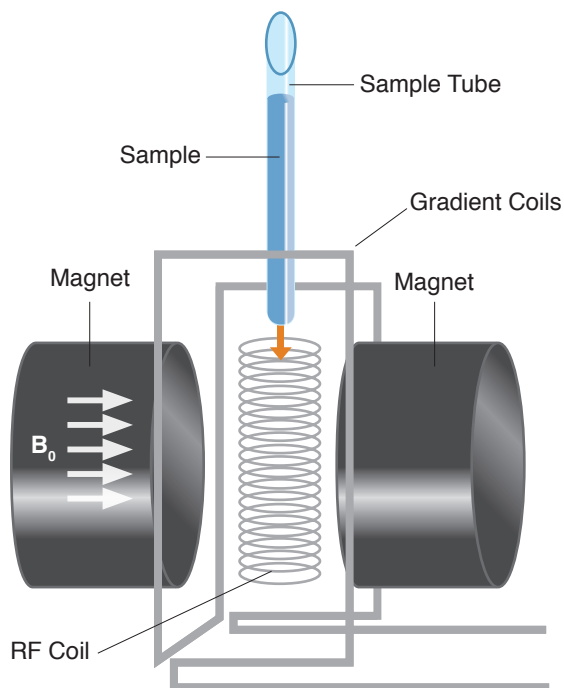
Un liquide en contact avec une surface se comporte différemment que le liquide libre en réponse à l'influence d'un champ magnétique. Le temps de relaxation RMN du liquide sur la surface est bien plus faible que celui du liquide libre. Cet écart peut être de plusieurs ordres d'amplitude. Le temps de relaxation de particules dispersées dans un liquide est la moyenne des 2 temps de relaxation pondérée par la quantité de liquide sur la surface et la quantité de liquide libre.

Pour faire une mesure, on place 0.5 ml d'échantillon dans un tube que l'on introduit dans Acorn Area. Le tube est ainsi positionné à l'intérieur d'une bobine de chaque côté de laquelle sont placés des aimants permanents. Un champ magnétique uniforme,  $B_0$ , oriente ainsi de façon permanente les protons du liquide. Cette étape ne dure que quelques secondes.

Au démarrage de la mesure, une courte impulsion de radiofréquence excite la bobine avec une fréquence de l'ordre de 14 MHz. Cette impulsion produit un large champ magnétique induisant un déplacement temporaire de l'orientation protons dans le liquide. Lorsque ce champ cesse, les protons vont se réaligner avec le champ statique,  $B_0$ . Cette relaxation crée une tension décroissante dans la bobine appelée FID ("free induction decay").

En utilisant des séquences d'impulsions de radiofréquences spécifiques, (temps et fréquences) les temps de relaxation  $T_1$  longitudinal) et  $T_2$  (transversal) de l'échantillon sont mesurés.

Bien que  $T_1$  et  $T_2$  soient différents, leur variation entre le liquide libre et le liquide sur la surface est similaire et tous deux peuvent être utilisés pour déterminer la surface spécifique.





## Logiciel

AreaQuant™, le logiciel Acorn Area mesure  $T_1$  par une technique de séquences inversion - récupération, et mesure  $T_2$  en utilisant la méthode multi-échos de type CPMG. Les données obtenues sont analysées pour déterminer la proportion de liquide liée et libre et la surface spécifique correspondante.

Il n'y a pas besoin d'hypothèse sur la taille des particules ou leur forme pour déterminer la surface spécifique et la proportion de surface mouillée. Seules la concentration massique de l'échantillon, la densité du liquide et des particules sont nécessaires à la mesure. La fraction volumique particule/liquide (utilisée pour le calcul de la surface spécifique) est déterminée automatiquement.

Le logiciel offre deux modes de fonctionnement : Standard (ou Contrôle Qualité) et Avancé (ou R&D). Par défaut, le mode standard est utilisé pour mesurer la surface spécifique. En mode R&D, l'appareil se comporte comme un spectromètre RMN classique capable d'une large gamme de mesures basse résolution.

Avec l'Acorn Area les mesures sont simples et faciles. Les dispersions sont analysées sans destruction ou modification et sans dilution. Il n'y a pas vraiment de limite haute de concentration, la limite basse avoisinant 1 à 2%.

L'appareil possède 3 modes de mesures :

- Surface spécifique à partir de  $T_1$
- Surface spécifique à partir de  $T_2$
- Variations temporelles de FID

Pour simplifier la méthode de développement, le logiciel effectue un test automatique à partir de valeurs estimées de  $T_1$  ou  $T_2$  entrées par l'utilisateur.

En mode automatique, AreaQuant détermine ensuite tous les paramètres de mesures nécessaires tels que l'amplitude, le nombre, la durée et la répétition des pulses de radiofréquence sans l'intervention de l'utilisateur. Ceci assure la meilleure résolution et reproductibilité des mesures sans pour autant nécessiter l'expertise de l'utilisateur.

Une fois les paramètres définis, l'utilisation d'Acorn Area est simple : l'opérateur n'a plus qu'à s'identifier et nommer son échantillon, le logiciel fait le reste!

AreaQuant fonctionne sur toutes les plateformes Windows, incluant XP®, Vista®, and Windows 7®. Les tableaux de données sont sauvegardés au format XML, facilement accessibles depuis Microsoft Excel ou Open Office. Les rapports sont sauvegardés au format RTF. Les graphes peuvent être copiés via le presse-papier et sauvegardés en format JPG ou PNG. Pour être sûr d'utiliser toujours la dernière version disponible, les mises à jour sont téléchargées et installées via Internet d'un simple clic de souris.

# Applications

## Applications Pharmaceutiques

La surface mouillée de l'ingrédient pharmaceutique actif (IPA), capable de réagir avec des acides gastriques, contrôle la vitesse avec laquelle le produit soulagera l'indigestion acide. Deux formules peuvent avoir le même volume d'IPA mais fournir un bénéfice thérapeutique distinct dû à une superficie d'IPA différente. Cela se rapporte au concept de bioéquivalence de médicaments, une question importante dans le débat entre les marques et les laboratoires pharmaceutiques génériques.

## Cosmétiques

Le dioxyde de titane est un ingrédient important dans beaucoup de produits de protection solaire. L'atténuation des rayons UV est directement liée à la surface des particules de  $TiO_2$ . Les échantillons ayant un diamètre de particule sphérique équivalent peuvent avoir une structure et une morphologie distinctes, entraînant des niveaux de protection UV énormément différents. De telles différences sont décelables en mesurant la surface des suspensions humides. Grâce aux mesures de surface, les petites variations dans l'accumulation des particules dispersées sont détectées facilement. Ainsi, Acorn Area peut être utilisé pour contrôler la qualité de la dispersion.

## Electroniques

La vitesse à laquelle une batterie produit de l'énergie est liée à la surface totale mouillée par les substances réactives dans la pâte. N'importe quelle surface non mouillée ne contribuera pas à la génération d'énergie.

Comme le stockage d'énergie devient de plus en plus important, la relation entre la surface mouillée de la dispersion et la performance du produit devient décisive.





## Industry standards

### Comparaison avec la méthode BET

Les mesures des particules avec des techniques différentes varient parfois. Chaque technique fournit une sensibilité différente aux fractions de dimensions diverses dans une suspension de particules. De plus, les multiples techniques utilisent diverses méthodes pour convertir les données brutes telles que la lumière diffractée, les fluctuations de lumières, l'atténuation acoustique, etc., à l'intérieur d'une particule.

Une situation semblable se produit en comparant la surface mesurée par Acorn Area avec celle mesurée par l'adsorption de gaz (BET). Acorn Area mesure la surface mouillée totale des particules dans un liquide tandis que méthode BET mesure la quantité de gaz adsorbé sur la surface des particules sèches. Si la zone mouillée et la zone disponible pour l'adsorption à gaz sont les mêmes, les deux techniques devraient produire le même résultat. En pratique cependant, les différences de préparation entre les échantillons pour surface humide et ceux pour surface sèche peuvent produire des échantillons dans lesquels la surface mouillée et la surface sèche sont distinctes, entraînant des valeurs disparates pour la surface mesurée.



### Validation de la technique Acorn Area

Klebesol 30HB25K (Rohm & Haas) est une bouillie de silice de nanoparticules utilisée en électronique comme un composé de polissage pour des gaufrettes de silicium. Ces particules de silice sont sphériques. La distribution est fortement monodisperse et rapporte 30wt% de bouillie.

La surface de ces particules annoncée par le fabricant (mesurée par une méthode de titration non spécifiée) était de 120 m<sup>2</sup>/g. L'estimation de la surface basée sur un diamètre de particule déterminé par la diffusion de lumière dynamique était de 123 m<sup>2</sup>/g. La mesure directe d'Acorn Area sur la bouillie de 30wt% a rapporté 121 m<sup>2</sup>/g.

Les mesures avec Acorn Area sur cette dispersion concentrée ont pris moins de 5 minutes tandis que l'adsorption de gaz aurait exigé la séparation des particules du liquide par séchage, puis le dégazage de la surface - un processus qui peut prendre plusieurs heures. Une telle préparation type peut causer l'accumulation de particules et entraîner une évaluation imprécise de la surface. La méthode de titration n'est pas courante et exige une instrumentation délicate et des opérateurs qualifiés. La mesure des particules est rendue possible par le fait qu'elles soient sphériques et monodisperses. La mesure par la diffusion de lumière dynamique nécessite aussi la dilution de la dispersion. L'exercice n'est pas toujours aisé et peut entraîner des erreurs tant dans les évaluations des mesures que dans l'accumulation de particules.

# Support

Acorn Area ne comprend aucune pièce mobile et est conçu pour utiliser la technologie de microprocesseurs de pointe. Les pannes de système sont fortement peu probables. Cependant, si vous êtes amené à entretenir votre unité, nous vous faisons parvenir n'importe quelles pièces de rechange au plus vite afin de réduire au minimum la durée d'immobilisation. Toutes les pièces sont faciles à changer.

Nos techniciens de maintenance peuvent agir sur Acorn Area grâce à une session web nous permettant de diagnostiquer le problème et, selon le cas, de le résoudre à distance.

## Les avantages d'Acorn Area:

- Economique
- Mesures sans dilution
- Aucune préparation d'échantillon
- Résultats en quelques minutes
- Compact
- Aucunes pièces mobiles
- Approprié pour CQ ou R&D
- Simple d'utilisation

## Caractéristiques:

**Interface :** PC ou PDA via USB

**Puissance:** 100-240 VAC 50/60 Hz,  
3 ampères

**L x l x H :** 240 x 360 x 160 mm

**Poids :** 7 kg

# Contactez-nous!

Acorn Area est-il approprié pour votre champ d'application ? N'hésitez pas à vous renseigner en appelant notre personnel technique. Envoyez-nous un échantillon. Nous nous ferons un plaisir d'effectuer une mesure. Si vous souhaitez une démonstration d'Acorn Area, nous pouvons en organiser une dans vos locaux ou via Internet. Découvrez par vous-même les bénéfices de l'incroyable rendement d'Acorn Area.

Pour tout complément d'information, veuillez contacter:

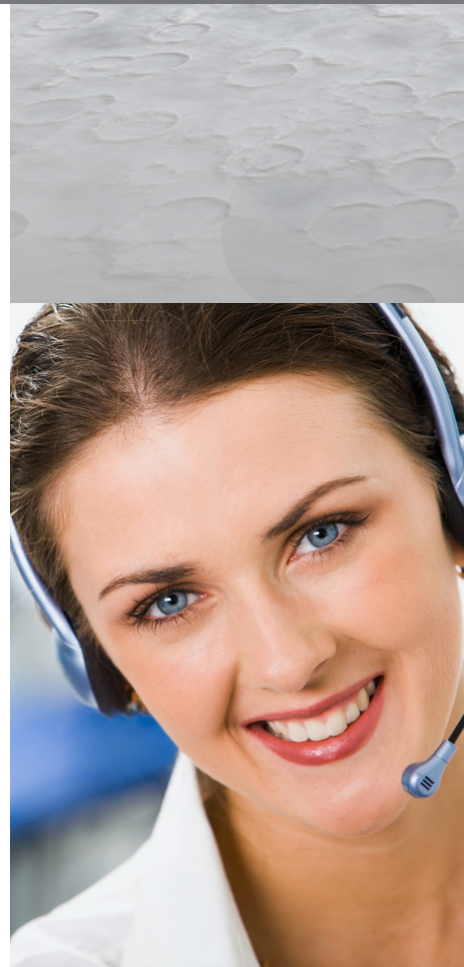
## XiGo Nanotools Corporate Office

116 Research Drive  
Bethlehem, PA 18015  
Tel: (610) 849-5090  
Fax: (610) 465-8631  
sales@xigonanotools.com  
www.xigonanotools.com

## XiGo Nanotools Sales & Service Europe

8 Hoveton Gardens  
St Helens, WA9 5UR, UK  
ksanderson@xigonanotools.com  
Tel: +44(0)151 324 2768

Acorn™ et AreAQuant™ sont des marques déposées de XiGo Nanotools. Les données relatives au produit dans ce document sont correctes au moment de l'impression mais sont sujettes à modification sans préavis en raison du développement constant du produit.





acorn area™

**XiGo Nanotools Corporate Office**  
116 Research Drive, Bethlehem, PA 18015