

xigo
nanotools



Particle Analyzing Technology

微核磁脉冲技术 _ 粒子介面特性分析仪

关于 xigo



姓名: Sean Race
职位: President
公司: Xigo Nanotools
地址:
116 Research Drive
Bethlehem, PA 18015
U.S.A.

<http://www.xigonanotools.com/>

XiGo Nanotools – Particle Analyzing Technology

公司信息：

XiGo Nanotools was founded by Sean Race and Dr. David Fairhurst in 2005 with the mission to provide new innovative “tools” for the emerging nanomaterials industry. Our goal is to provide scientists, researchers, and corporations with tools that are easy to use and serve as wide and diverse a customer base as possible. We have incorporated the latest technology available into an integrated, high quality package that provides precise measurements in a very small footprint.

设计理念的应用领域：

XiGo instruments are designed to measure industrially relevant materials, and since most nanoparticle dispersions are concentrated, direct measurements on concentrated dispersions is critical. Popular particle analytical methods such as laser diffraction are easy to use but are limited to the analysis of very dilute samples. In the dilution process, many important features of the dispersion are lost. Ease of use is another important feature of XiGo products; you don't have to be a "nanotechnologist" in order to generate meaningful results. Our software is designed so that measurements can be performed with little operator training making our technology accessible to R&D and QC/QA/ in-Process applications.

NMR relaxation measurements are uniquely sensitive to changes in the particle liquid interface. We use them study how to create nanoparticles, incorporate nanoparticles into liquids, and optimize nanoparticle formulations to improve or monitor product performance. Our measurements are equally useful with virtually any particle in any liquid, and at high concentrations that are used industrially.

技术顾问



姓名: 武田 真一博士

Dr. Shin-ichi Takeda

职位: *President*

公司: *Xigo Nanotools, Asia*

<http://www.xigonanotools.com/>

XiGo Nanotools – Particle Analyzing Technology

专业介绍:

Dr. Shin-ichi Takeda is a well known authority on the Nano-Particle Characterisation and has written more than 100 publications on the Nano-Particles. He is also a member of the ISO particle measurement research group. Dr. Takeda obtained his PhD degree from Kyoto University. During the past 20 years, Dr. Takeda focused on research for manufacturing industry and teaching at many universities in the field of nano-particle analysis. In 2005, Dr. Takeda established Takeda Colloid Techno Consulting Co., Ltd., to focus on consulting to industrial clients on nanoparticle characterisation and processing.

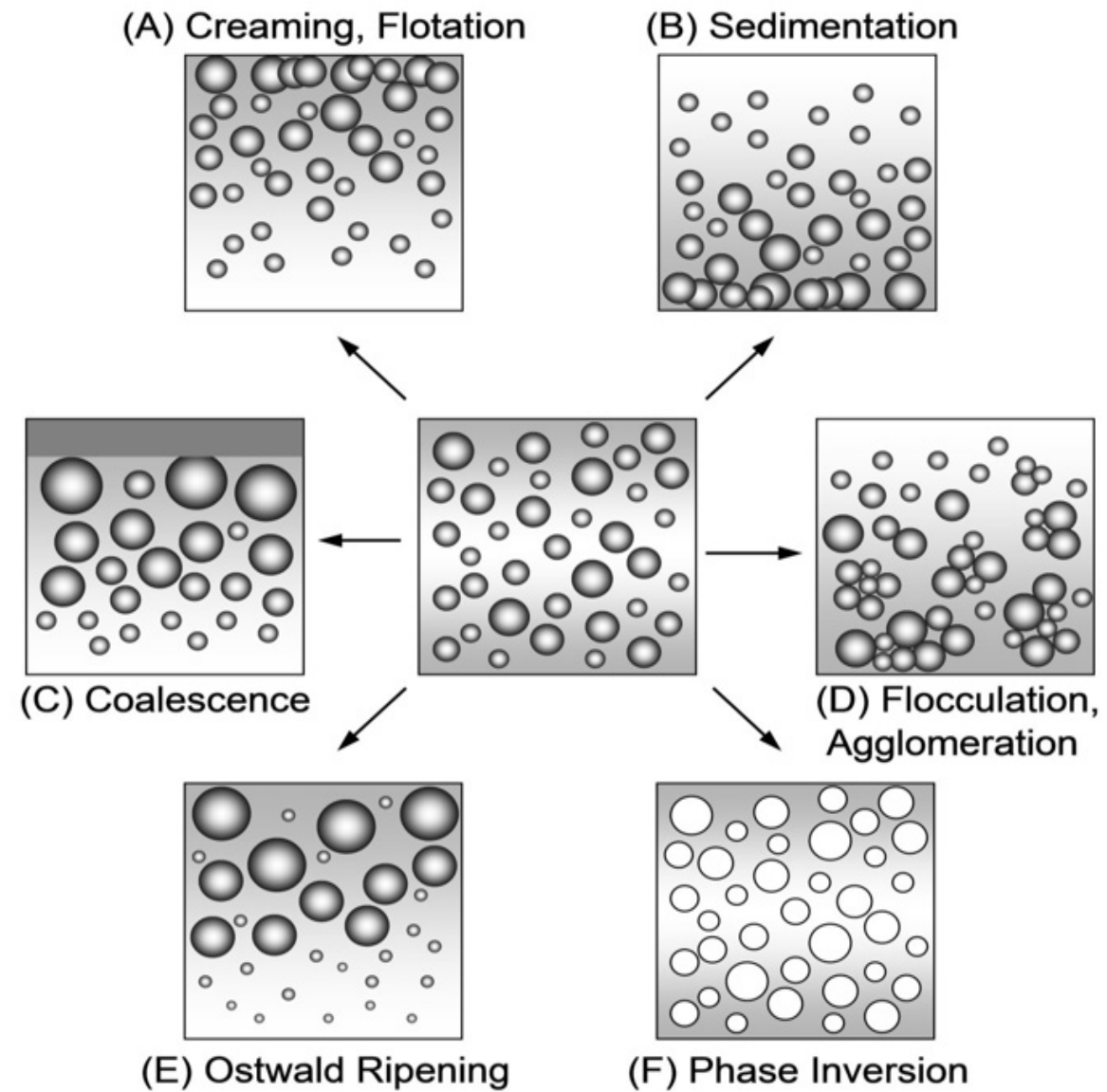
您，还在为了这些事烦恼吗？

- 1) 批次料与批次料之间产出的重复性不好？
- 2) 产品可能会因为四季季节变动？
- 3) 晴天或雨天的良率不同？
- 4) 曝露在空气中时间不同，造成产品的品质差异？
- 5) 粒子粉末与溶剂之间的相容性，每天都不相同？
- 6) 浓稠液体有胶凝化的可能性？造成不易分散？
- 7) 溶剂 / 粒子粉末的货架期，会因为原料批次而不同？
- 8) 原料供货来源不同，导致良率下降？
- 9) 粉碎 / 研磨机的工艺改变对于制品特性变动？
- 10) 按比率提高生产技术，却造成良率下降？
- 11) 想要简单建立原料的资料数据，对应客户的投诉或索赔？
- 12) 干式下比表面积值无法符合湿式配方的状态？
- 13) 光学仪器无法满足高浓度 / 高固含量样品的检测？



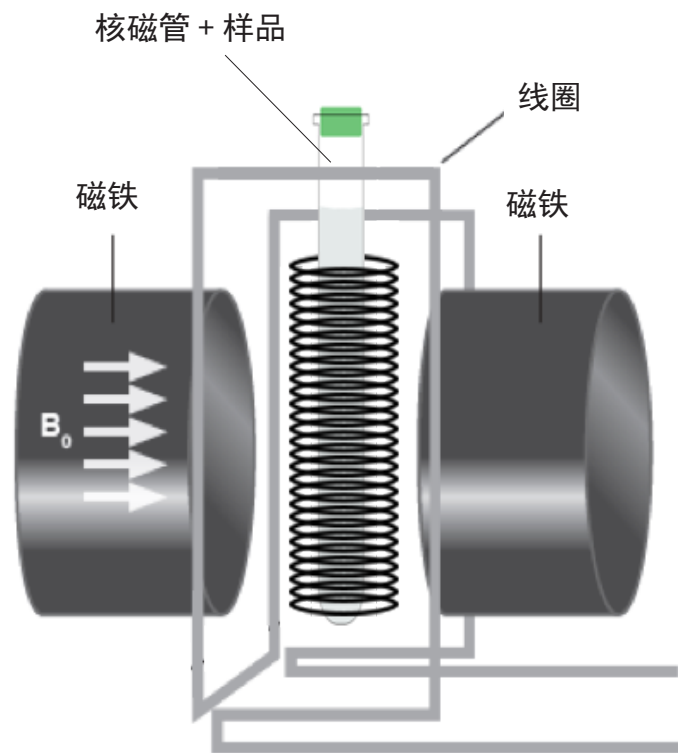
提醒：上述疑问信息，来自已购买仪器并已解决的客户提供。

曾想过悬浮态粒子的分散问题？



提醒：上图来源于 ISO TR 13097

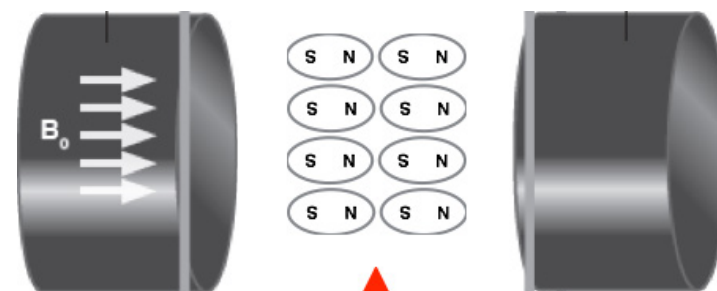
硬件原理



上图为实际仪器内部结构图



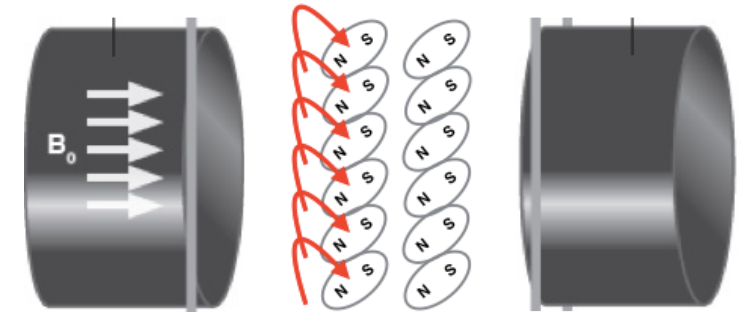
1_ 永磁铁提供固定的磁场方向



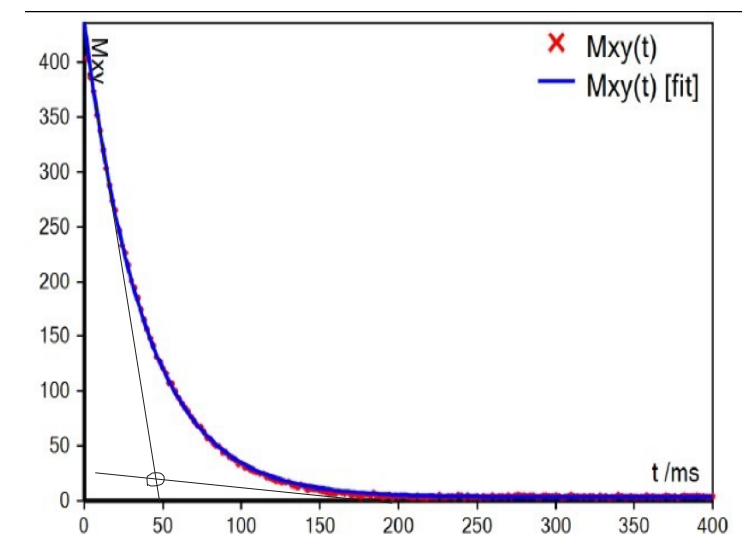
2_ 提供高电压脉冲



3_ 样品中的偶极子激发转向



4_ 偶极子在没有脉冲环境下又恢复了固定磁场方向;



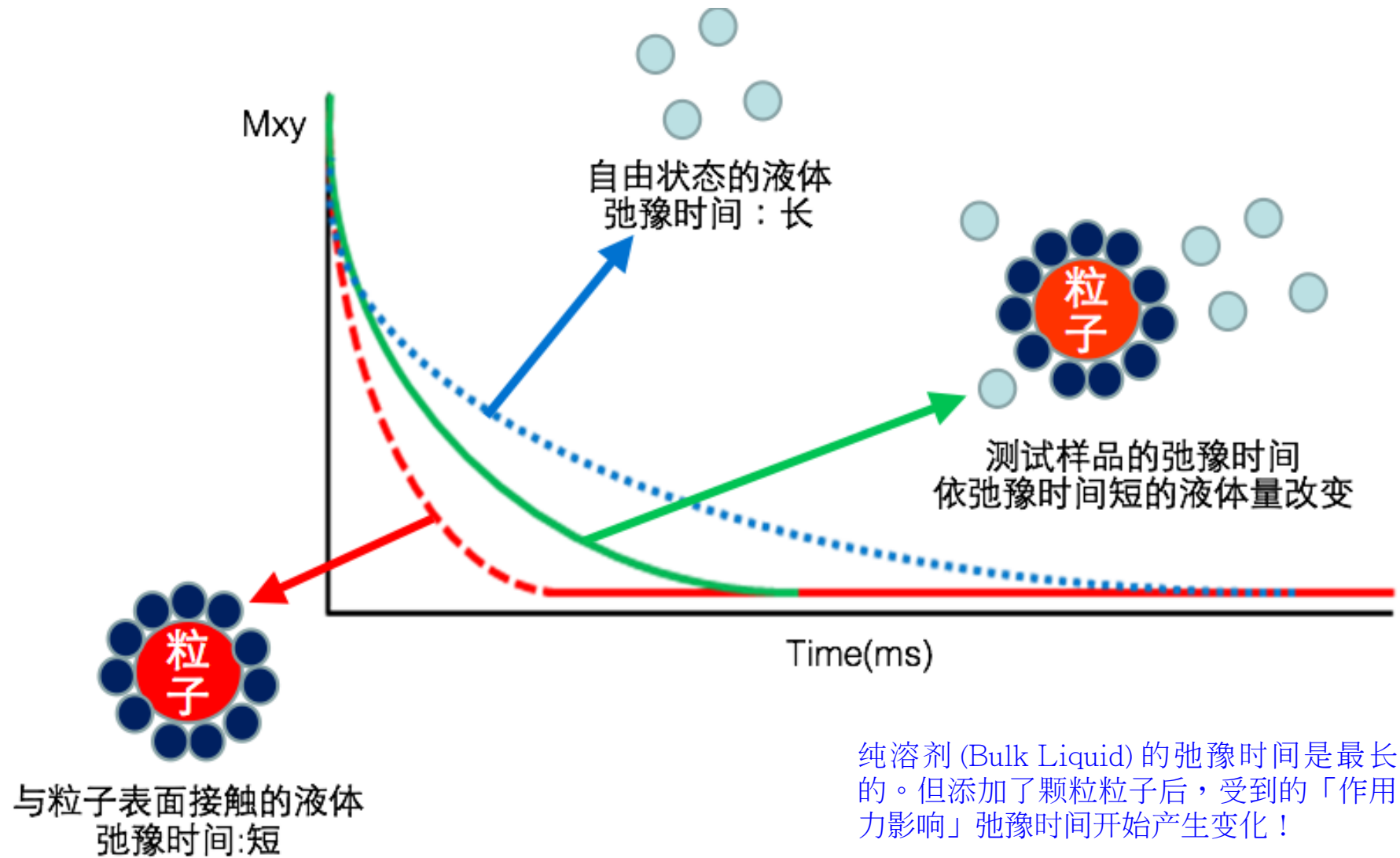
Mxy fit for T_2 measurement

5_ 偶极子在恢复的过程则获得弛豫时间 (Relaxation Time)

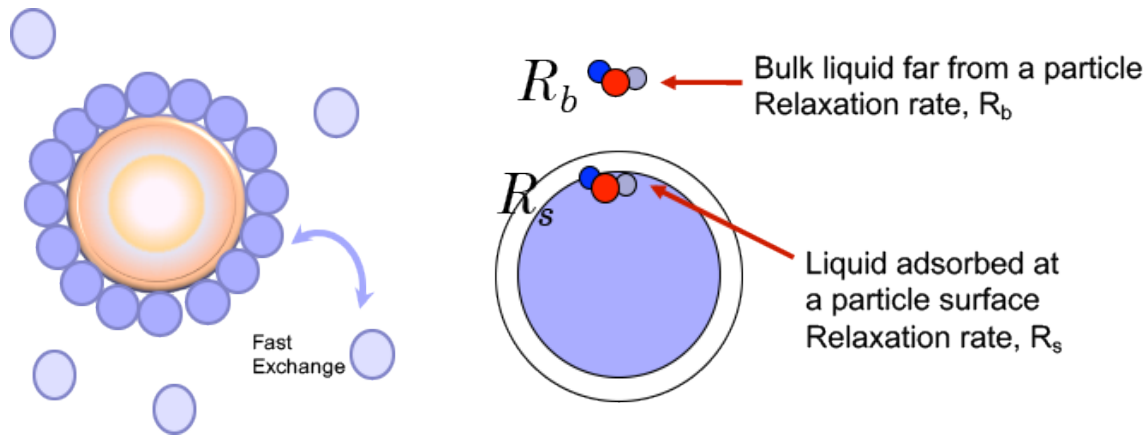
上图左下角打圈处为弛豫时间值

技术表征

在一个悬浮态体系（有粒子、溶剂）会有几种不同的弛豫时间



公式原理



$$R_{n(av)} = P_s * R_{ns} + P_b * R_{nb}$$

$$P_b = 1 - P_s$$

$R_{n(av)}$: 样品的弛豫时间之倒数

P_s : 粒子在样品中的体积占比

R_{ns} : 粒子的弛豫时间之倒数 (如上图的 R_s)

P_b : 液体在样品中的体积占比

R_{nb} : 液体的弛豫时间之倒数 (如上图的 R_b)

注: b 是指 Bulk Liquid

$$R_{sp} = (R_{n(av)} / R_{nb}) - 1$$

$R_{n(av)}$: 样品的弛豫时间之倒数

R_{nb} : 溶剂的弛豫时间之倒数

R_{sp} : 弛豫率



湿式下比表面值

$$R_{n(av)} = \Psi_p * S * L * \rho_p (R_{ns} - R_{nb}) + R_{nb}$$

$$k_A = L * \rho_p * (R_{ns} - R_{nb})$$

可获得湿式下比表面积值：

$$S = (R_b * R_{sp}) / (\Psi_p * k_A)$$

S：粒子在湿式下的比表面积值

Ψ_p ：粒子体积比

k_A ：比表面积相对性系数

所以我们可从公式将弛豫时间导入后，而计算出粒子在润湿环境下（悬浮态）的有效比表面积值。



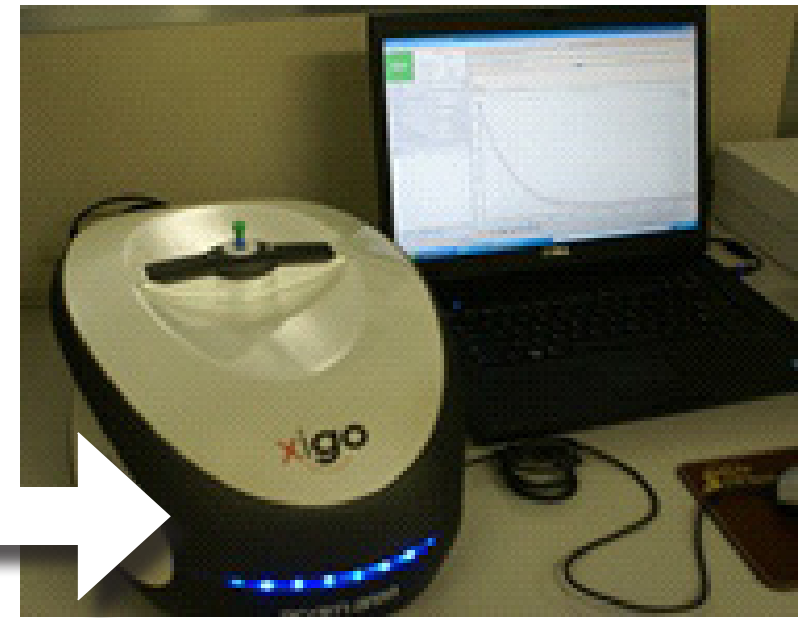
硬件操作



样品填入试管



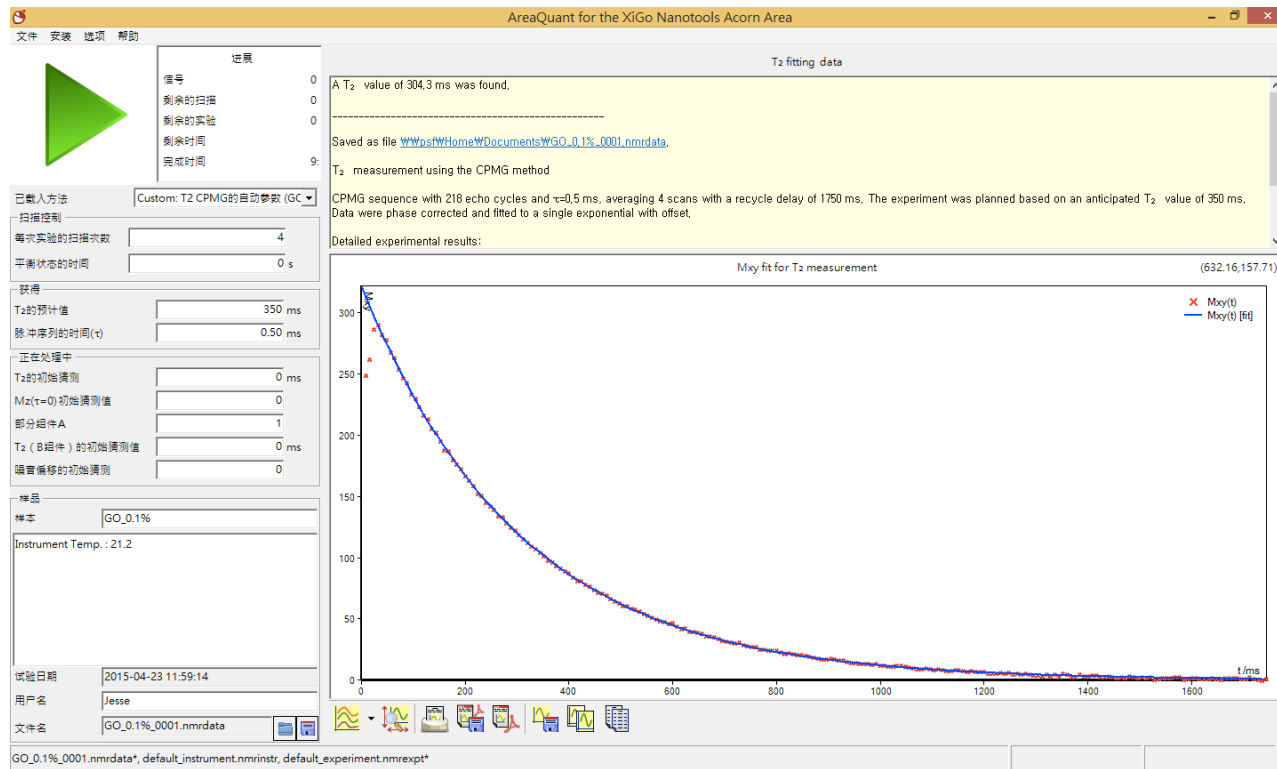
将试管放入仪器



开始测试

别怀疑...真的就是这么简单！
5分钟内给您弛豫时间！

软件介面



软件的操作介面：

- 1) 中文化的设计
- 2) 简单操作，容易上手
- 3) 多种数据输出的功能 (PDF、贴图、CSV 数值 ... 等)

T₂ measurement

Sample Graphene RGO		
Date 2015-05-08 02:15:27	User XIGONANOTOOLS\Xigo Nanotools	Instrument FTGTCPEX
Filename experiment-T ₂ measurement-0013.nmrdata		

T₂ measurement using the CPMG method

Experimental:

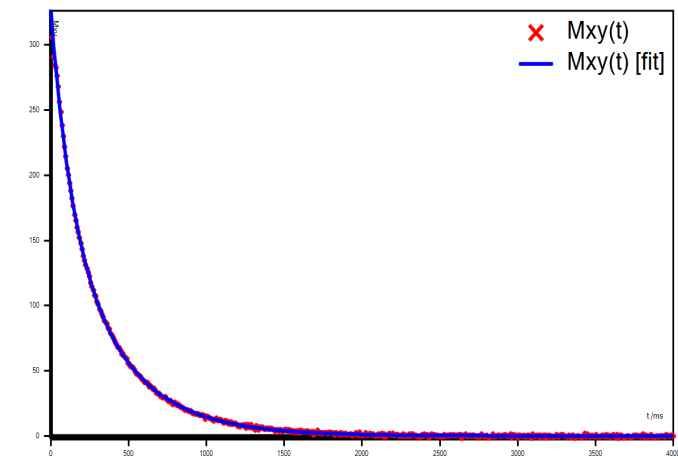
CPMG sequence with 500 echo cycles and $\tau=0.5$ ms, averaging 4 scans with a recycle delay of 4000 ms. The experiment was planned based on an anticipated T₂ value of 800 ms. Data were phase corrected and fitted to a single exponential with offset.

Results:

Two T₂ components with values of 384.5 ms and 127.3 ms were found, comprising 59.9% and 40.1% of the sample respectively (relative intensity A/B 1.49).

Table of results

Experimentally determined T ₂ value	T2A	384.5	ms
Experimentally determined Mz(t=0) value	Mxy0A	327.0	arb.
Experimentally determined offset Mz(t=∞)	C	5.3	arb.



Mxy fit for T₂ measurement

Acorn Area



型号: Acorn Area

测量范围: 0.1m²/g ~ 2500m²/g

典型精度: 0.01 ~ 0.03

准确度: ±0.02

连接: USB 连接计算机 / 笔记本

电源: 100v ~ 220v, 3A, 50/60 Hz

尺寸: 长 47 公分、宽 26 公分、高 19 公分

重量: 7 公斤

选配: XiGo170 温控配件 (15°C ~ 40°C)

配件: 原厂标样、操控软件

功能:

- 1) T1 弛豫时间测试、湿式比表面积计算
- 2) T2 弛豫时间测试、湿式比表面积计算
- 3) T2 弛豫时间随时间测试

Acorn Flow



型号：Acorn Flow

连接：USB 连接计算机 / 笔记本

电源：100v ~ 220v，3A，50/60 Hz

周边配件：

半导体式温控配件

数码式混合槽

蠕动泵系统

FTP(铁氟龙材质) 试管

功能：

1) T1 弛豫时间测试、湿式比表面积计算

2) T2 弛豫时间测试、湿式比表面积计算

3) T2 弛豫时间随时间测试

应用：

适合高浓度、高固含量、沉降快速之样品
流动式的动态量测。

Acorn Drop



型号：Acorn Drop

连接：USB 连接计算机 / 笔记本

电源：100v ~ 220v, 3A, 50/60 Hz

尺寸：长 47 公分、宽 26 公分、高 19 公分

重量：7 公斤

选配：XiGo170 温控配件 (15°C ~ 40°C)

配件：原厂标样、操控软件

功能：

- 1) T1 弛豫时间测试、湿式比表面积计算
- 2) T2 弛豫时间测试、湿式比表面积计算
- 3) T2 弛豫时间随时间测试
- 4) 测试 W/O 或 O/W ， 油滴的尺寸；
透过核磁的 Diffusion(扩散) 的原理
- 5) 量测范围：0.25 μ m - 100 μ m

成果分享

在全球已使用的客户应用

→尖端制陶术:

湿式制程或加工工艺的管理和改善
分散性的品管和研发

→纳米科技:

纳米粒子表面的化学状态,
如: 吸附和脱附作用、湿式比表面积的变化 ... 等

→电子材料:

浓稠状浆料和研磨液 (CMP) 的开发及品管

→墨水:

碳黑、无机 / 有机颜料的分散、最适研磨条件
表面亲和性及化学和物理状态

→能源:

燃料电池、太阳能、锂电池 ... 等
碳黑、纳米碳管、石墨烯浆料的分散、粒子
表面的化学和物理状态

→制药:

不同批次间的质量差异导致的 API 湿润性、
亲和性及吸水性的差异

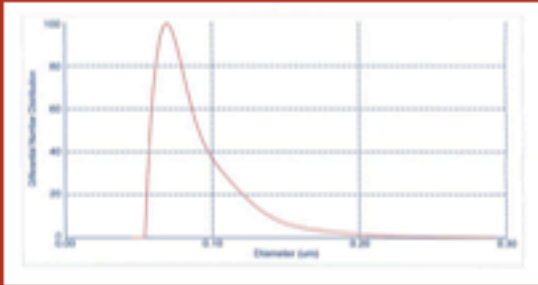
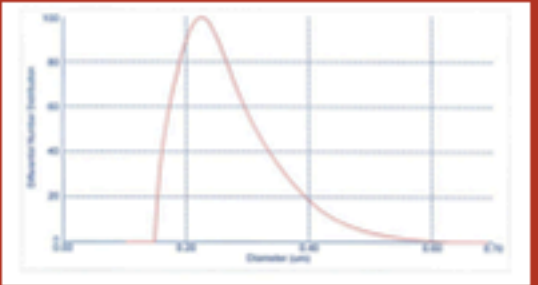
→其他:

全部的浓稠分散悬浊液体、高纵横比的样品
如: 纳米纤维、多壁纳米碳管 ... 等



实际测试案例：

二氧化钛（钛白粉）在悬浮态配方时，湿式下的比表面积测试。

测定方法	Microfine Grade Nominal 粒径大小 90nm 	Pigmentary Grade Nominal 粒径大小 270nm 
干式BET法 比表面积测试 (氮气吸附)	50 m^2g^{-1}	11 m^2g^{-1}
湿式法 比表面积测试 (重量浓度 8% wt)	不添加分散剂：5 m^2g^{-1} 添加分散剂后：65 m^2g^{-1}	不添加分散剂：1 m^2g^{-1} 添加分散剂后：14 m^2g^{-1}

实际测试案例：

亲疏水性药物在研发 / 品质控制时的测试 -
我们可以透过比表面积值的变化，了解固含量最佳的配方及药物释放的含量变化。

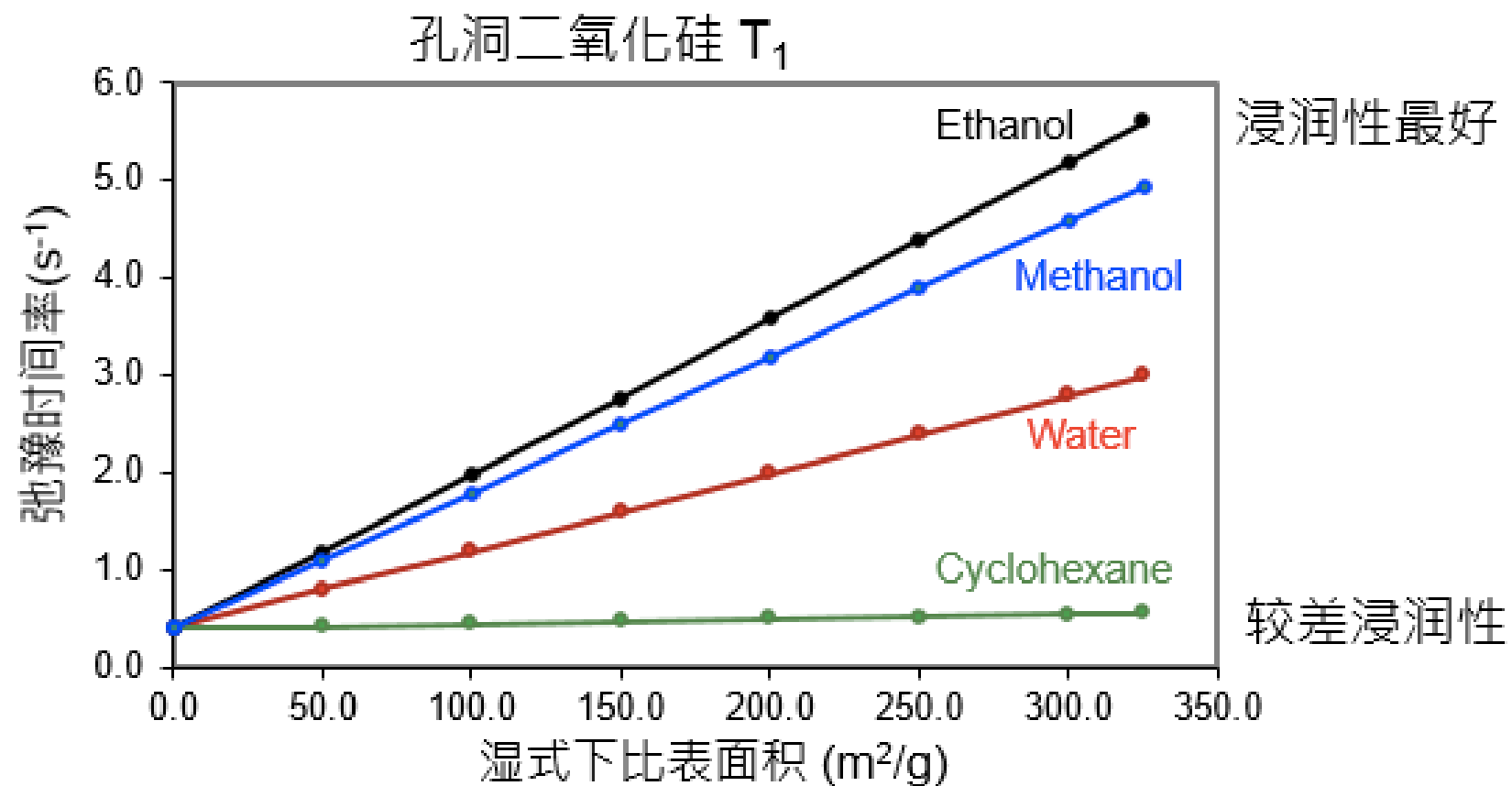
药物 与 水之间的API测试

样品编号/测试	2	4	3	1	5
固含量百分比	13.30	13.35	13.31	13.25	13.29
润湿下比表面积 $m^2 g^{-1}$	4.7	4.9	5.8	8.5	12.8

从上图，我们可以发现 配方 5 号的湿式下比表面积最大，也代表药物的表面有效的在水中发挥最佳特性！

实际测试案例：

颗粒粒子选择合适的溶剂 / 配方；浸润性的研究 - 溶剂有许多不同的作用力影响着粒子分散、浸润的特性。



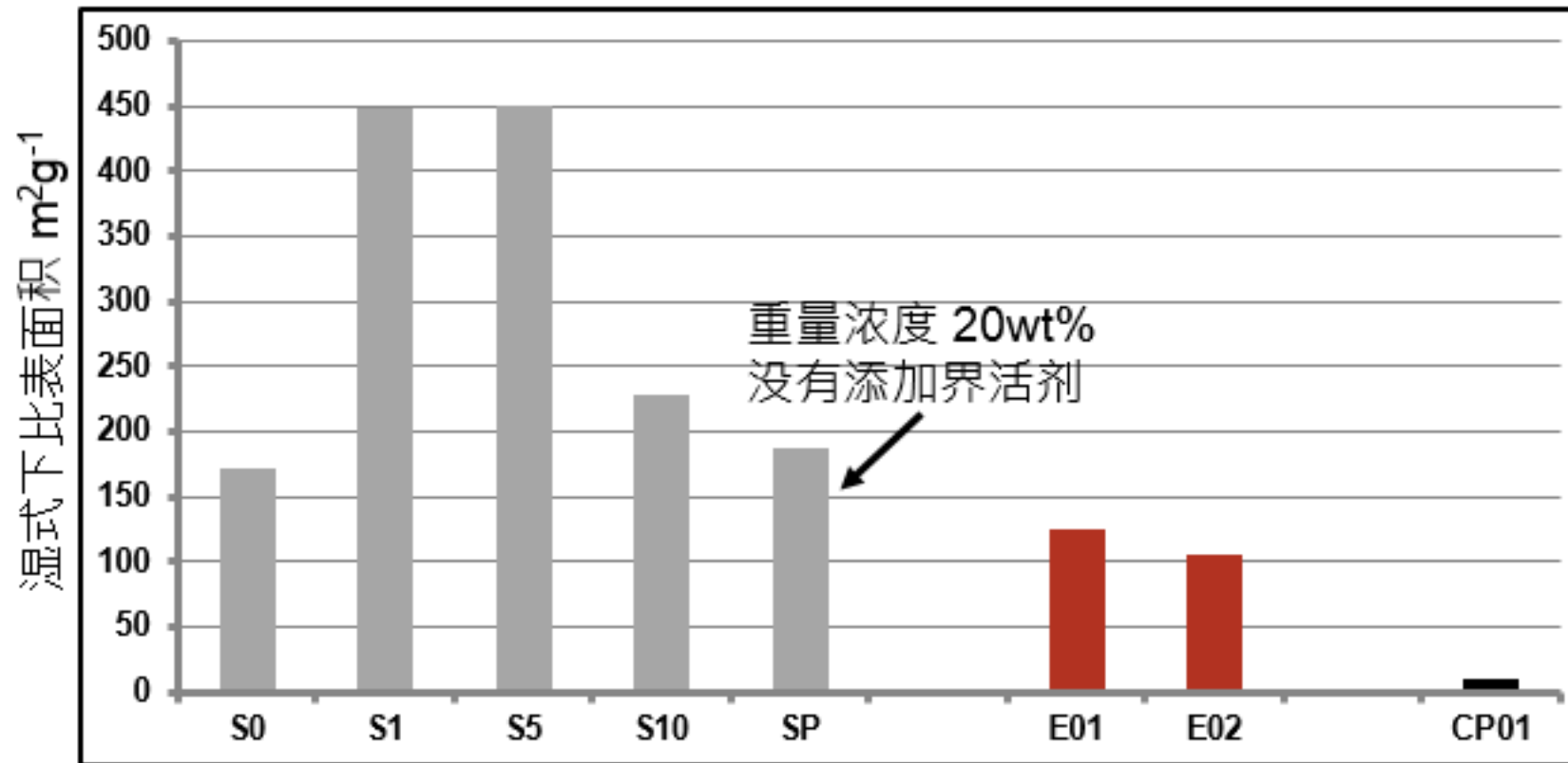
从上图，带孔的二氧化硅粒子较合适 Ethanol 配方。
微核磁脉冲共振技术，可现实高浓度、复杂配方的研究！

实际测试案例：

纳米碳管的分散研究及测试 -

我们可以透过微核磁共振技术来找出优化的界活剂 / 分散剂 / 处理剂 ... 工艺条件。

悬浮态纳米碳管的样品浓度配方：重量浓度2% wt



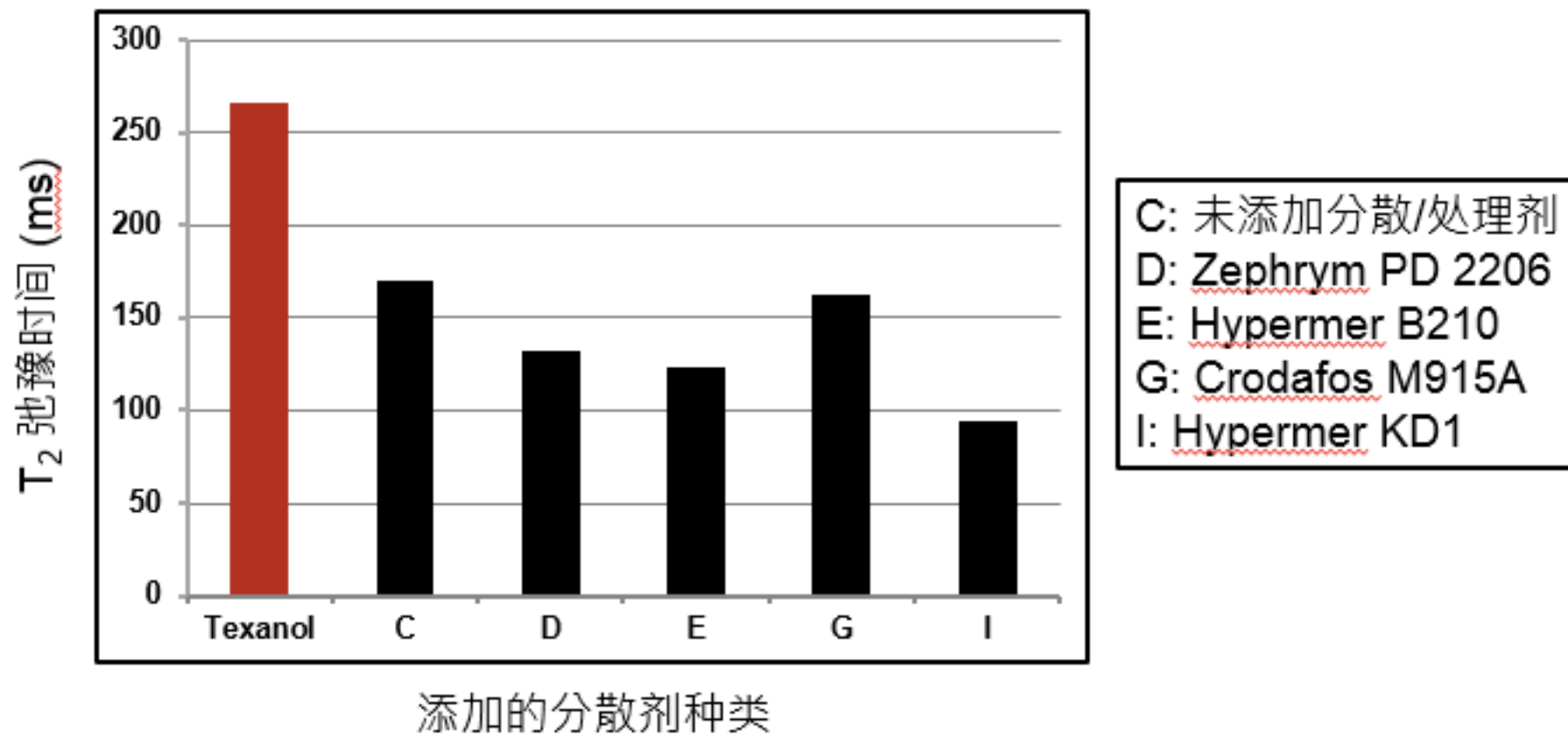
研究内容来源：

* D. Fairhurst et al, Relaxation NMR as a tool to study the dispersion and formulation behavior of nano-structured carbon materials, Mag. Res. Chem., in press (2015)

实际测试案例：

比较不同种类的分散 / 处理剂，对于染料的分散影响之研究 -
即使浓度再高 (固含量) 的配方，依旧可完美实现高浓度 · 原样的测试。

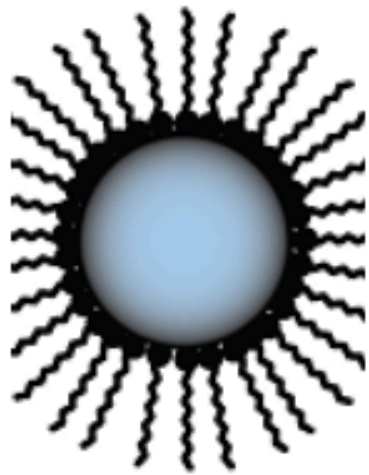
重量浓度 60wt% 银片悬浮在Texanol(成膜助剂)；再加入重量浓度 2wt%的分散/处理剂。



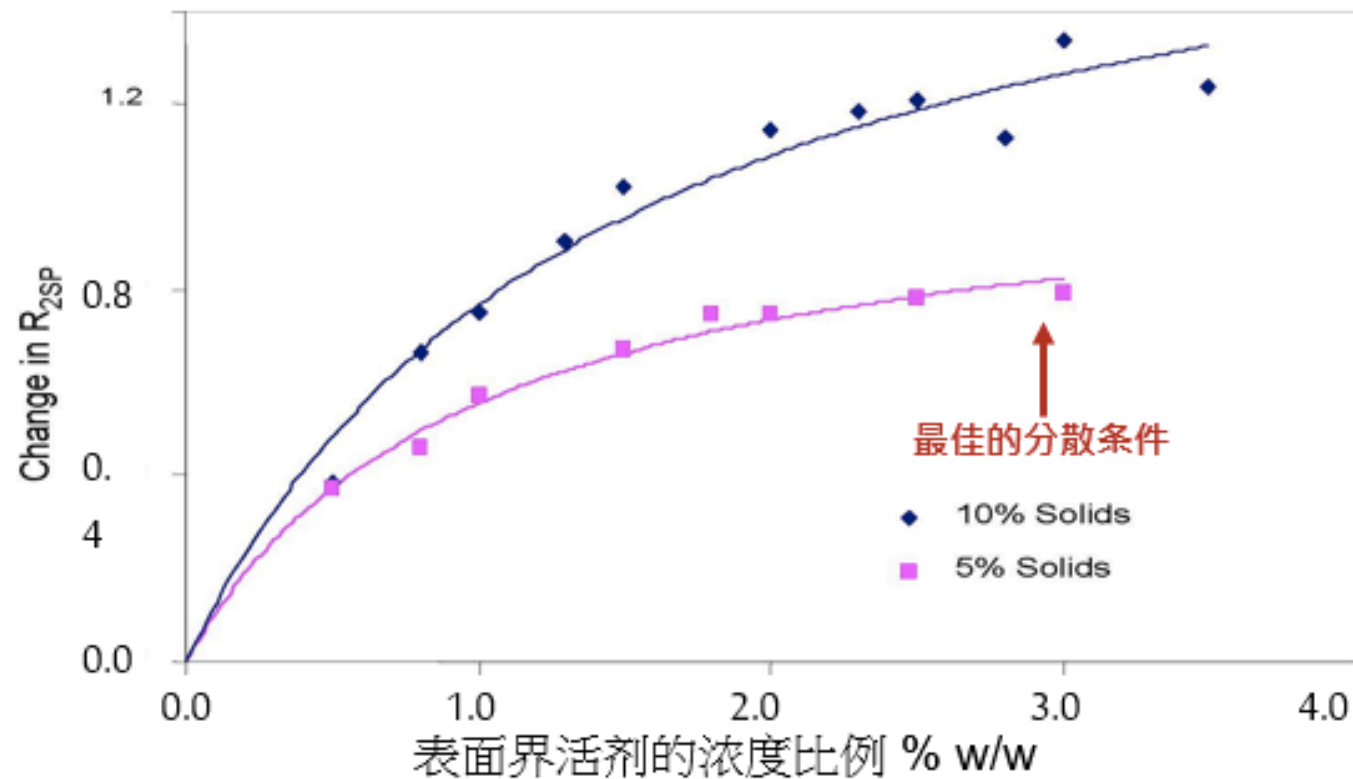
从上图，我们可以实现高浓度的量测，了解工艺配方的真实分散状态，了解合适的材料种类、添加的比例 ... 等

实际测试案例：

优化界活剂的吸附性之研究 -
表面活性剂的吸附能力，往往是研发稳定性配方时不可缺少的关键步骤。



颗粒粒子：50纳米二氧化硅
表面活性剂：SDES

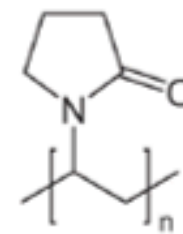
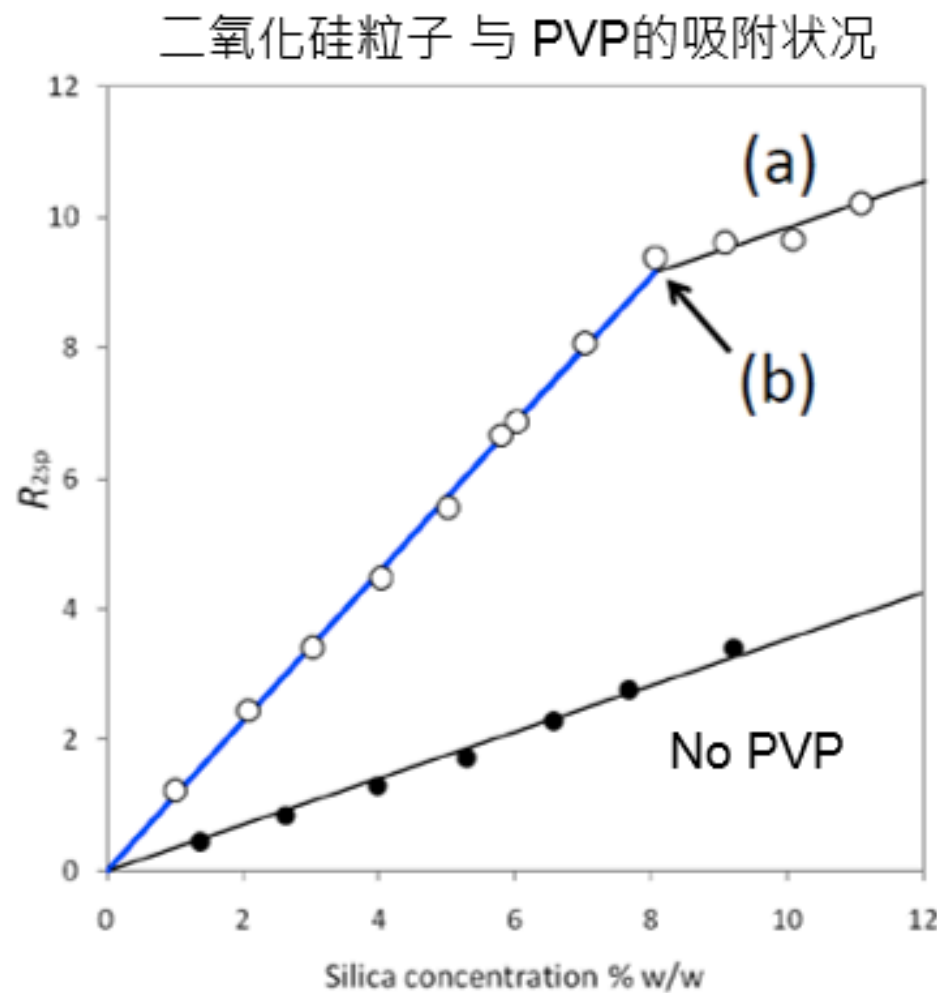


从上图，透过微核磁脉冲共振技术，可以很简单的获得
表面活性剂最佳的条件！

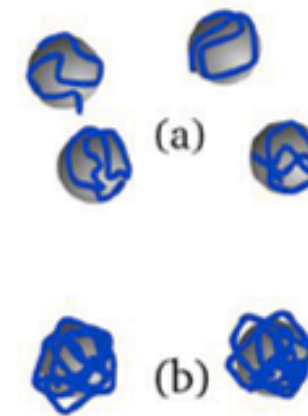
实际测试案例：

优化聚合物高分子吸附的工艺配方之研究 -

由于聚合物高分子添加的浓度增加，过量时反而会造成弛豫时间率变化。



PVP MWt 700 kD



当吸附量到最大临界值 (b) 时会出现转折点 (a) 的变化！

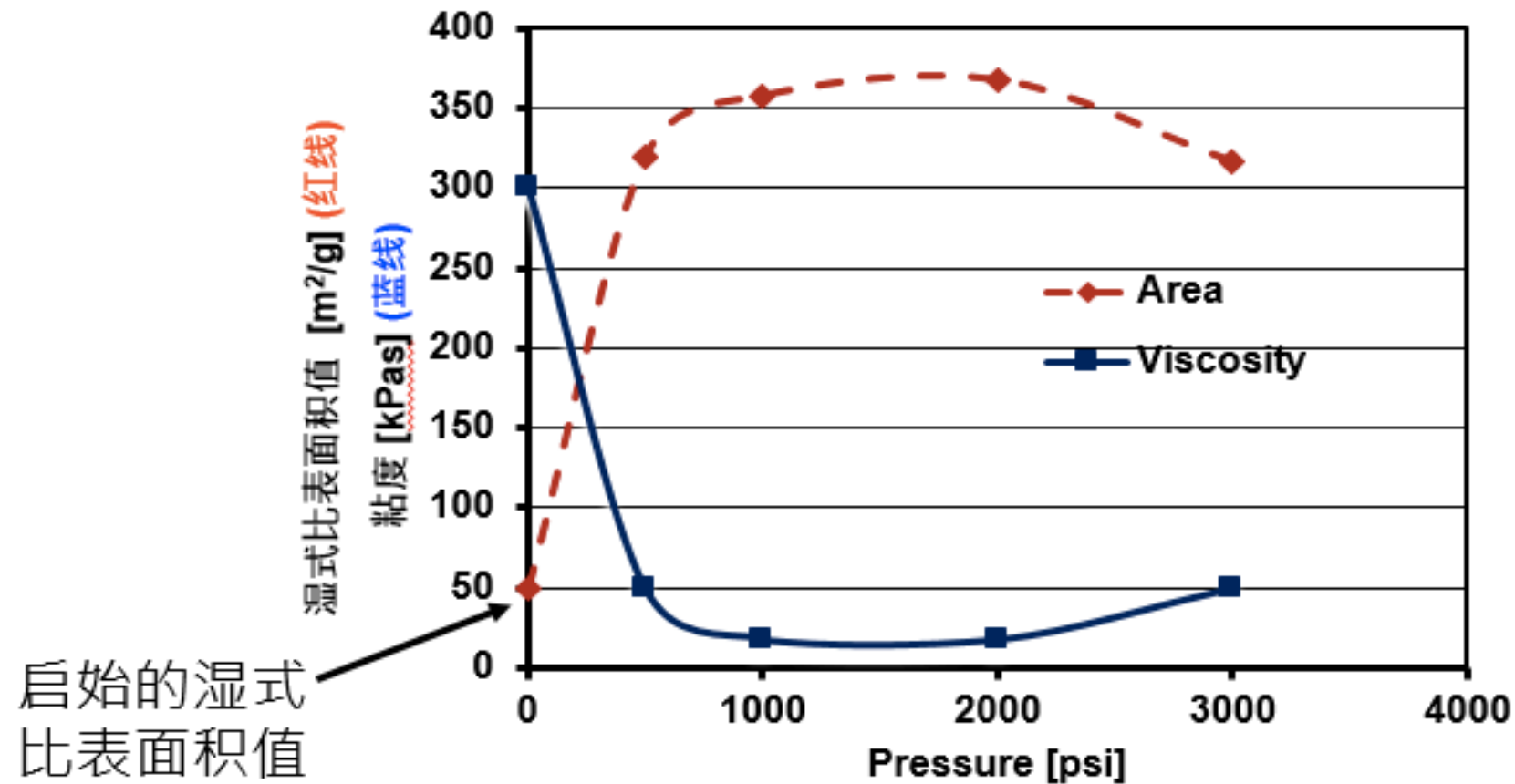
从上图，当添加 PVP 材料时，为了要有效包覆二氧化硅，但却到了某个浓度临界值时，反而产生了转拆改变。

实际测试案例：

湿式研磨的工艺条件之研究 -

在无任何添加分散剂的条件下，湿式比表面积值与粘度值在压力条件改变时的状态。

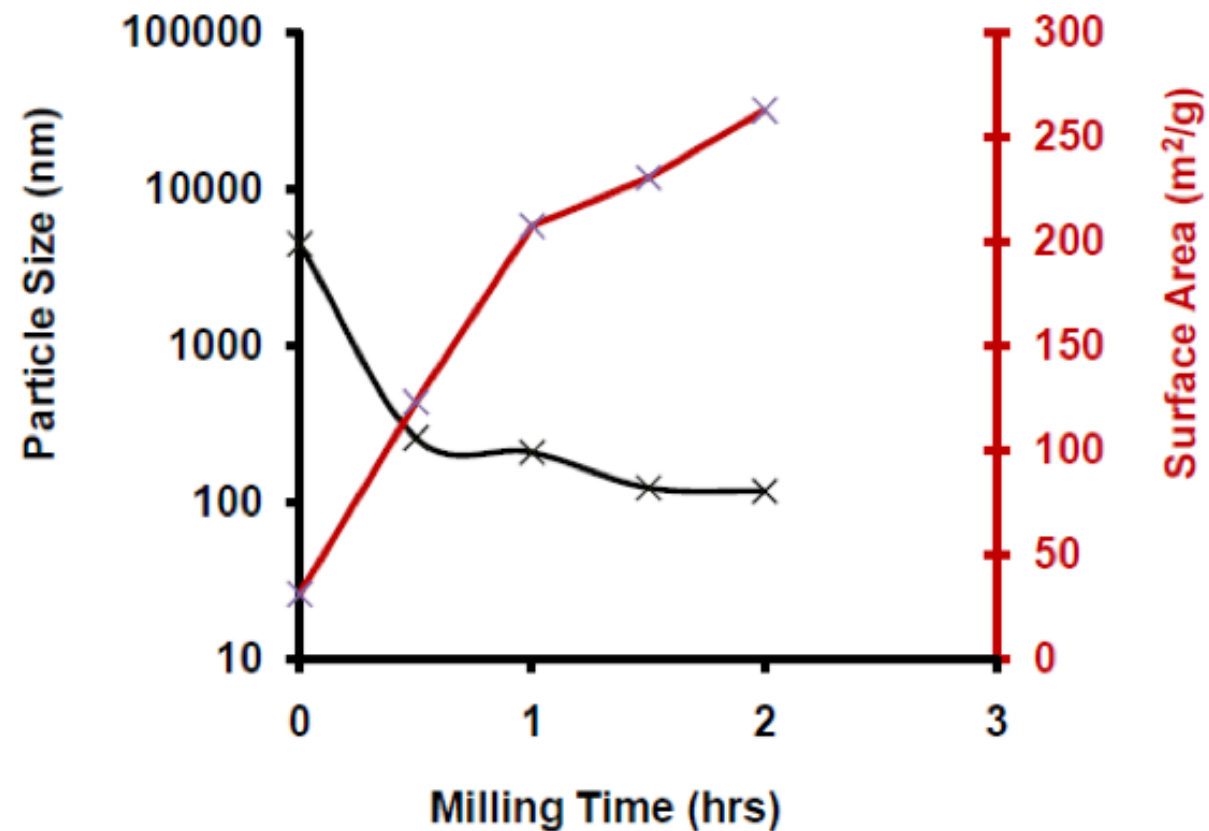
重量浓度 52% 氧化锌 在 C₁₂-C₁₅ 烷基苯甲酸中



从上图，在加工压力达到 2000 psi 时，反而适得其反！

实际测试案例：

湿式研磨技术与传统粒度分析 加上湿式下比表面积之研究 -
湿式研磨技术搭配粒度分析仪是非常普及的测试方法，但样品需做高倍率的稀释；
透过微核磁共振技术的测试，可保持原样品浓度去做分析，真实呈现！

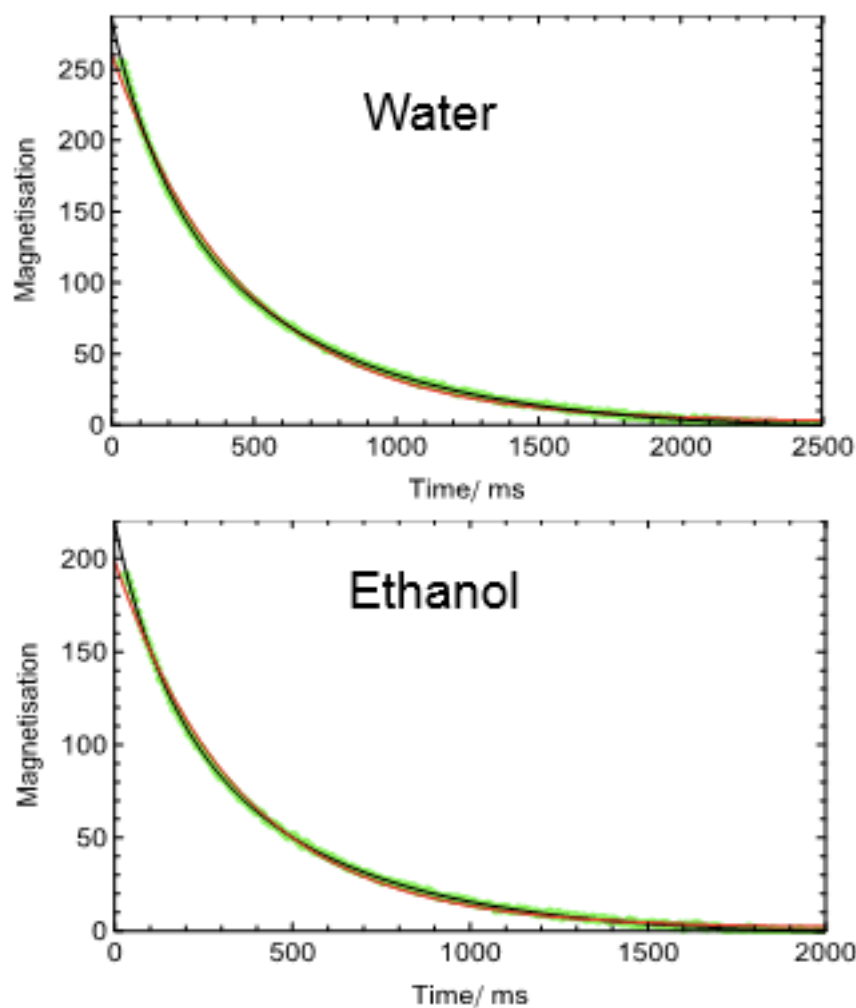


从上图，X轴是研磨工艺时间，左方Y轴是粒度分度仪的测试结果。
右方Y轴是湿式比表面积的特征。
当研磨工艺到1.5小时至2小时，基本上粒度大小较无改变。
但透过微核磁仪，我们可清楚发现「有效的湿式比表面」还在增加。
证明颗粒的大小，并未能表态分散的好坏及有效比表面的分布。

实际测试案例：

孔洞材料的研究 -

针对具有多孔材料 - 石墨烯，在水中及乙醇中的分散情形；微核磁脉冲共振仪技术可了解到孔洞材料的内孔径及外孔径的湿式下比表面积。



重量浓度 2wt% 的悬浮态样品：

黑色线 - 实验测试数据

绿色点 - 双指拟合线

红色线 - 单指拟合线

溶剂	弛豫时间(ms)	
	较短的弛豫时间 T_2	较长的弛豫时间 T_2
Water	177.4	639.5
Ethanol	137.7	492.3

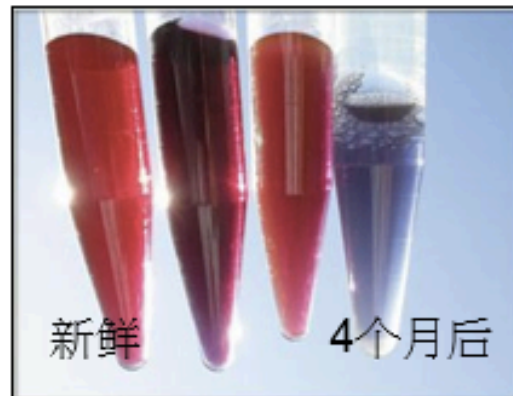
溶剂	湿式下比表面积值 ($m^2 g^{-1}$)
Water	803
Ethanol	1200

实际测试案例：

样品的加速老化实验之研究 -

储放的时间 及 周遭环境温度的变异， 导至样品会产生分散的不稳定变化。

纳米金颗粒 vs 温度 vs 储放天数实验



储放时间(天) (环境温度40°C)	湿式比表面积 (m ² g ⁻¹)
0天	505
60天	370
90天	232
120天	91

纳米银颗粒 vs 温度 vs 储放天数实验



储放时间(天) (环境温度40°C)	湿式比表面积 (m ² g ⁻¹)
0天	284
15天	152
30天	46

Acorn 设备中，还可扩能温控系统；可将样品置入机台中，恒温、时间模块实时纪录变化！

实际测试案例：

质量 / 品质 的筛选与监控 -

商品的品质好与坏、重覆性的产率 ... 等等，将影响公司出货时的商誉。

染料批号	固含量 Wt%	湿式比表面积 (m ² /gm)	符合 / 不符合
Y1A	12.9	83	Y
Y1B	13.4	60	N
Y4C	10.8	30	Y
Y4D	10.0	26	N
M1A	18.3	90	Y
M1B	18.5	31	N
C1E	15.6	56	Y
C1F	15.3	46	N

上图为 喷涂染料的分散质量监控，符合一定的规定范围内，才是高质量的标准！

请联络我们



中国大陆区总代理：源顺国际有限公司

负责人：黄子恩

联系电话：+86-180-17908037

Email: Jesse@twinson.com.cn

华北区总代理：

北京市、天津市、河北省、内蒙古、山西省、山东省、河南省

东北：辽宁省、吉林省、黑龙江省

西北：宁夏省、新疆省、青海省、陕西省、甘肃省

西南：四川省、重庆市、云南省、贵州省、西藏

单位名称：北京英格海德分析技术有限公司

联系人：孙月

联系电话：+86-139-10904182

Email: frank.sun@extratech.com.cn

华东区总代理：

上海市、浙江省、江西省、安徽省、江苏省、福建省

单位名称：上海利捷科学仪器有限公司

联系人：马强

联系电话：+86-136-61899941

Email: polo.ma@lijie17.cn

华南区总代理：

湖南省、湖北省 华南：广东省、广西、海南省、香港、澳门

单位名称：上海蓝耀光电科技有限公司

联系人：段兴汉

联系电话：+86-159-21671809

Email: duanxh@lead-all.cn