

# iGC-SEA

Cromatografía inversa de gases –  
Analizador de Energías Superficiales



Para la caracterización de:

- Partículas y polvos
- Nano-materiales
- Películas
- Fibras
- Materiales compuestos y sus componentes
- Sólidos



# Energía Superficial

La clave para entender las propiedades de las superficies

Los factores que controlan el comportamiento y el rendimiento de muchas partículas sólidas, polvos, fibras y películas son a menudo mal entendidos. Tales sólidos suelen presentar problemas durante la fabricación, uso o almacenamiento en diferentes sectores industriales.

Tradicionalmente, las partículas sólidas son caracterizadas desde una perspectiva física, con gran énfasis en la determinación del tamaño de partícula o BET área del sólido. Esto contrasta con el análisis detallado realizado en productos químicos, donde la estructura química y morfología se determina utilizando una gran variedad de técnicas de caracterización, tales como: NMR, FTIR, XRD, GC-MS y HPLC. Sin embargo, ninguna de estas técnicas describe el estado termodinámico del material, el cual está directamente ligado a su Energía Superficial.

La Energía superficial  $\gamma$  es la principal propiedad medida con nuestro cromatógrafo inverso de gases IGC-SEA. El concepto de Energía Superficial de un sólido es análogo a la tensión superficial de un líquido; su valor representa una medida de las fuerzas intermoleculares de atracción presentes en un sólido.

Estas fuerzas intermoleculares son las responsables por la atracción entre las partículas del material y otros sólidos, líquidos o moléculas de vapor en contacto con el material. Pueden ocurrir a través de fuerzas de van der Waals de rango mayor (fuerzas dispersivas) y/o fuerzas químicas de menor rango (fuerzas específicas/polares). Los valores de Energía superficial (dispersos y polares) se relacionan de forma directa con una gran cantidad de propiedades fundamentales de los sólidos, tales como: Humectabilidad, mojabilidad, dispersión, aglomeración de polvos, grado de desorden inducido, adhesión/cohesión, carga estática, capacidad de adsorción y características químicas de la superficie.

El IGC-SEA investiga la interfaz de la superficie del material sólido exponiéndolo a diferentes moléculas de vapor con propiedades bien definidas, y monitoreando de forma detallada la interacción de estas moléculas con la muestra. Las fuerzas intermoleculares que resultan de esta interacción son analizadas para cuantificar la Energía Superficial total de la muestra.

## Técnicas experimentales para la medición de Energía Superficial

Existe una gran variedad de técnicas disponibles para medir la energía superficial de materiales y partículas sólidas. En muestras planas, la medición del Ángulo de Contacto es el método más común. Sin embargo, para partículas, polvos u otras muestras con geometrías no planas, la medición del ángulo de contacto presenta limitaciones experimentales que conducen a resultados inexactos y poco fiables. La cromatografía inversa de gases es la técnica más versátil y exacta para mediciones de energía superficial y mapas de heterogeneidad energética en cualquier muestra sólida.

**Cromatografía de gases inversa (IGC)** es una técnica (gas-sólido) para caracterizar polvos, partículas, fibras, películas y semisólidos; determinando las propiedades fisicoquímicas del material y de su superficie. En contraste con la cromatografía analítica de gases, las fases son invertidas: la columna se rellena con la muestra de interés (fase estacionaria desconocida), y la fase móvil es controlada inyectando una serie de moléculas de vapor con propiedades bien definidas. De igual forma que en la cromatografía tradicional, se mide el tiempo de retención que tardan las moléculas de vapor en eluir la columna empacada con el material a caracterizar.



Propiedades del sólido relacionadas con su Energía Superficial

La figura siguiente describe las técnicas más comunes utilizadas para medir Energía Superficial y como se comparan con la cromatografía inversa de gases:

Cromatografía inversa de gases (IGC)	Microscopio de fuerza atómica (AFM)	Ángulo de Contacto (CA)	Balanza de Humectabilidad
OK para superficies planas	OK para superficies planas	OK para superficies planas	OK para superficies planas
Excelente para polvos. Con buena reproducibilidad. No histéresis ni efectos de aspereza	Técnica no adecuada para polvos. Lenta y resultados no confiables	Técnica no adecuada para polvos. Efectos de disolución, hinchazón, histéresis y aspereza	Técnica no adecuada para polvos. Efectos de disolución, hinchazón, histéresis y aspereza
Genera mapa de heterogeneidad de energía de superficie utilizando varias moléculas	La teoría para determinar la energía superficial es altamente compleja	Utiliza número limitado de solutos	Utiliza número limitado de solutos
Permite medición de isotermas de adsorción			

## IGC-SEA Analizador de Energía Superficial

### ¿Qué es el IGC-SEA?

Es un instrumento que utiliza el principio de la cromatografía inversa de gases para la caracterización fisicoquímica de muestras sólidas. El innovador sistema de inyección a pulsos (patentado por SMS) permite controlar la cantidad exacta de moléculas de vapor de solvente inyectado, cubriendo un gran intervalo de concentraciones. Estos vapores son inyectados a la columna vertical donde se encuentra empacada la muestra. Un detector de Ionización de llama mide el tiempo de retención de estos vapores en la columna e utiliza el software para analizar la data obtenida.

El IGC-SEA tiene un software de análisis llamado Cirrus Plus, el cual fue diseñado específicamente para medir mapas de heterogeneidad de energía superficial, isotermas de adsorción y propiedades relacionadas con la caracterización física del material (ej. BET área Superficial). El sistema permite generar isotermas a altas y bajas coberturas de la superficie del material, así como la determinación precisa de la distribución heterogénea de los componentes de la Energía superficial. El IGC-SEA está totalmente automatizado, permitiendo el control completo de caudal, temperatura, tipo de vapor inyectado, humedad y condiciones de la columna.

Como accesorio extra del equipo, es posible controlar la humedad relativa dentro de la columna durante el experimento. Esto permite estudiar el impacto de la humedad y temperatura en las propiedades fisicoquímicas del material ( $T_g$ , área superficial BET, Energía superficial, parámetros de solubilidad, adhesión y cohesión).



El IGC-SEA es utilizado para caracterizar partículas, polvos, fibras, películas, nano-materiales, compuestos, componentes y otros sólidos.

# Aplicaciones del IGC-SEA

Industrias que se benefician del IGC-SEA:

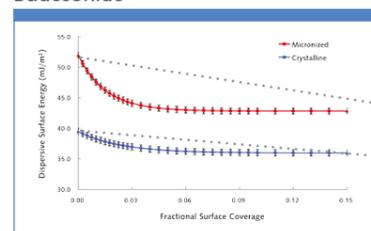
Aeroespacial  
Materiales de construcción  
Química

Energía  
Alimentos  
Materiales industriales

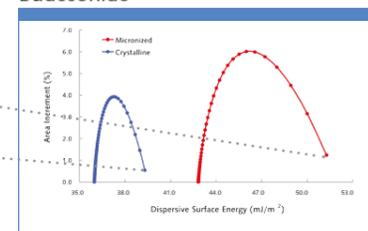
Nuclear  
Farmacéutica  
Cuidado personal

## Perfiles de heterogeneidad de Energía Superficial

Perfiles del componente disperso de la energía superficial. Muestra de Budesonide



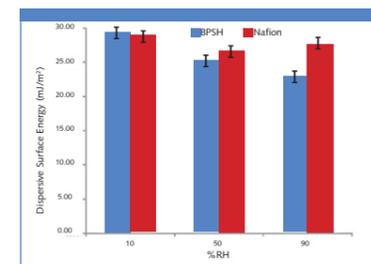
Distribución del componente disperso de la energía superficial. Muestras de Budesonide



La distribución de energía superficial es la integral del perfil de energía superficial en toda la gama de cobertura de la superficie (análoga en principio a una gráfica de distribución de tamaño de partícula)

## Componente Disperso, polar y ácido-base

Adsorción competitiva: Energía superficial (componente disperso) para diferentes membranas de intercambio protónico en función de la humedad relativa



## Energía Superficial / Química

Ácido Gutmann ( $K_a$ ) y base ( $K_b$ ): valores para diferentes polímeros y su ranking en la serie triboeléctrica

Triboelectric Series Order	$K_b / K_a$
Polymethyl methacrylate	1.33
Polycarbonate	1.10
Acrylonitrile	1.09
Polybutadiene-Styrene	0.63
Polypropylene	0.63
Polyvinylchloride	0.02

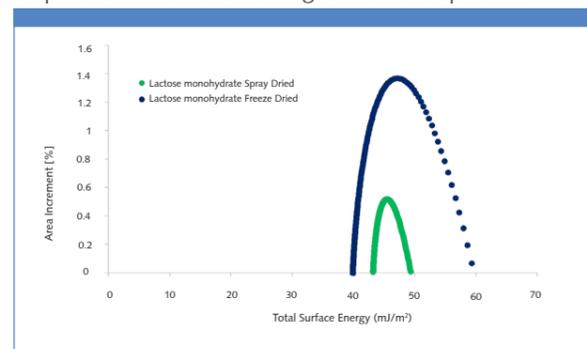
## Trabajo de Adhesión y Cohesión

Valores del trabajo de adhesión y cohesión para diferentes compuestos nanorellenos de poliuretano correlacionados directamente con propiedades mecánicas del compuesto. Hay un buen rendimiento y compactibilidad cuando el valor de  $W_{ad}/W_{coh}$  se aproxima a 1.

Sample	$W_{ad}/W_{coh}$	Tensile Strength at Break (MPa)
Polyurethane Alone	-----	$61 \pm 4$
As Received	0.55	$60 \pm 7$
Multi-walled Nanotube	0.49	$56 \pm 6$
Oxidized Multi-walled Nanotube	0.47	$54 \pm 11$
As Received Nanoclay	0.47	$54 \pm 11$
Functionalized Nanoclay	0.86	$71 \pm 7$

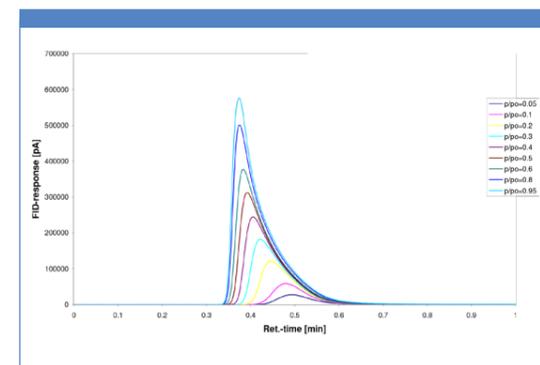
## Spray Dry (SD) and Freeze Dry (FD) Evaluación de producto

La muestra que fue secada utilizando SD tiene una superficie energéticamente más homogénea que la muestra secada utilizando FD debido a la uniformidad en el tamaño y forma de la partícula. La muestra secada utilizando FD exhibe una amplia variación de sitios energéticos en la superficie.



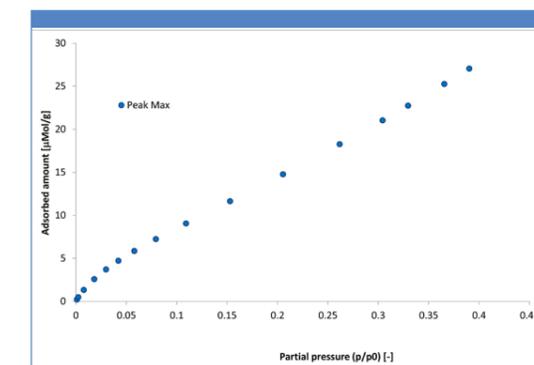
## Isotermas de adsorción, Calor de

Serie de pulsos en un experimento de múltiples inyecciones (variando concentraciones) en M745 con Hexano a 303°K



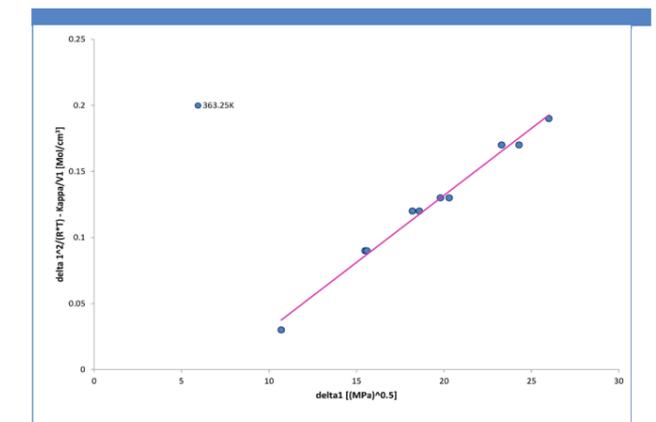
## Adsorción y las constantes de Henry

Pico máximo en isotermas de adsorción de Hexano en M745



## Parámetros de solubilidad (Hildebrand y Hansen)

El parámetro Hildebrand de solubilidad para el polimetilmetacrilato determinado es 19.08 MPa<sup>1/2</sup>. Valor dentro del rango reportado en la literatura de 17.4 – 21.3 MPa<sup>1/2</sup>.



# El IGC-Sea representa un gran avance en la técnica de cromatografía inversa de gases y medición de las propiedades fisicoquímicas de materiales

## Notas de aplicación

201 Gas phase diffusion studies of cyclohexane by infinite dilution inverse gas chromatography.

202 Determination of the dispersive surface energy of Paracetamol by pulse inverse gas chromatography at infinite dilution.

203 Heat of sorption studies on micro crystalline cellulose by pulse inverse gas chromatography at infinite dilution.

204 Determination of the glass transition temperatures  $T_g$  of maltose and its dependence on relative humidity by infinite dilution inverse gas chromatography.

205 The determination of the solubility parameter of different starch types by infinite dilution inverse gas chromatography.

206 Determination of permeability coefficients of alkanes in polyethylene powder by infinite dilution inverse gas chromatography.

207 Characterization of drug polymorphs by inverse gas chromatography.

208 The measurement of isotherms by pulse inverse gas chromatography.

209 An investigation of Chromosorb silicas as support materials for inverse gas chromatography.

210 Investigation of the influence of bleaching conditions on surface properties of standard hair samples by inverse gas chromatography.

211 An investigation of minerals used in asphalt by inverse gas chromatography.

213 Determination of thermodynamic parameters by frontal inverse gas chromatography.

214 The determination of the permeability and the activation energy of diffusion of drug powders by infinite dilution inverse gas chromatography.

215 A sorption study on microporous materials by finite dilution inverse gas chromatography.

216 Characterization of surface properties of glass fibres by inverse gas chromatography.

227 Determination of Acid-Base Component of the Surface Energy by Inverse Gas Chromatography.

302 An Overview- Characterization of strong solid-vapour interactions by inverse gas chromatography.

303 An Overview of iGC-SEA - A new instrumental technique for characterizing the physico-chemical properties of polymers.

304 An Overview of Characterization of alumina and related surfaces by inverse gas chromatography.

## Publicaciones

"Surface characterization of standard cotton fibres and determination of adsorption isotherms of fragrances by IGC" (*Surface and Interface Analysis*, DOI: 10.1002/sia.5811)

"Effect of milling on particle shape and surface energy heterogeneity of needle-shaped crystals" (*Pharm Res* (2012) 29:2806-2816 DOI: 10.1007/s 11095-012-0842-1)

"Measuring surface roughness of pharmaceutical powders using vapor sorption methods" (*AAPS PharmSciTech* (2010) DOI: 10.1208/s12249-010-9571-0)

"Use of surface energy distributions by inverse gas chromatography to understand mechanofusion processing and functionality of lactose coated with magnesium stearate" (*European Journal of Pharmaceutical Sciences* 43 (2011) 325-333)

"Influence of fines on the surface energy heterogeneity of lactose for pulmonary drug delivery" (*International Journal of Pharmaceutics* 388 (2010) 88-94)

"Determination of surface heterogeneity of D-Mannitol by sessile drop contact angle and finite concentration inverse gas chromatography" (*International Journal of Pharmaceutics* 387 (2010) 79-86)

"Inverse gas chromatographic method for measuring the dispersive surface energy distribution for particulates" (*Langmuir* 2008, 24, 9551-9557)

"Analysis of surface properties of cellulose ethers and drug release from their matrix tablets" (*European Journal of Pharmaceutical Sciences* 27 (2006) 375-383)

"Inverse Gas Chromatography of As-Received and Modified Carbon Nanotubes" (*ACS- Langmuir Article*, DOI: 10.1021/la900607s)

## Casos de Estudio

603 Correlating drug-binder adhesive strengths measured by using Inverse Gas Chromatography with tablet performance.

605 The effect of primary particle surface energy on agglomeration rate in fluidised bed wet granulation.

To learn more about iGC-SEA applications, publications and case studies, please email [info@surfacemeasurementsystems.com](mailto:info@surfacemeasurementsystems.com).

# Plataforma del Instrumento

Surface Measurement Systems continúa como el líder mundial en instrumentación de cromatografía de gases inversa. El IGC-SEA fue diseñado y fabricado en la empresa contando con amplia participación y feedback de nuestros clientes. El instrumento es fácil de usar y representa la mejor alternativa para obtener valores exactos de Energía superficiales y mapas energéticos de heterogeneidad.

## iGC-SEA Hardware

Sistema único de inyección variable con proporción de volumen 1:4000

12 reservorios para solventes:  
Gavetas de fácil acceso bajo temperatura controlada para estabilidad de los vapores

Detector de ionización de llama (FID)  
Ajustable

Permitiendo simple acceso a la columna de muestra, pre-calentador y reservorios de solventes

Diseño de doble columna  
Permite realizar experimentos por duplicado  
Detectores de fuga de H<sub>2</sub> y vapores orgánicos

Columna de muestra:  
20°C to 150°C  
Integrada

### Opcional:

Accesorio para películas y materiales planos  
Control de la humedad relativa en la columna



Minimos requerimientos de mesa:  
Dimensiones del sistema:  
W:~490mm  
H:~650mm  
D:~564mm  
Peso: 80kg



Diseño simplificado de columna vertical para fácil empaque



## Cirrus Plus: Software de análisis de data del iGC-SEA

Cirrus Plus es el software de análisis de datos del IGC-SEA. Permite flexibilidad experimental sin igual, ofreciendo una amplia gama de reportes y análisis de datos con sólo un clic. Cirrus Plus minimiza la interacción y tiempo del operario para el análisis de datos con un diseño amigable, didáctico y comprensible.

Las características estándar incluyen:

- Determinación de Isotermas / BET/Constantes de Henry
- Análisis de Energía superficial
- Mapa de heterogeneidad de superficie
- Determinación del trabajo de adhesión y cohesión
- Estudios de adsorción competitiva
- Mediciones de Calores de adsorción
- Análisis químico acido-Base

Las características avanzadas incluyen:

- Determinación de la temperatura vítrea de transición  $T_g$
- Parámetros de solubilidad 1-D y 3-D
- Densidad de entrecruzamiento de polímeros

UK (Head Office)

Unit 5 Wharfside, Rosemont Road,  
Alperton, London, HA0 4PE, UK  
Telephone: +44 (0) 208 795 9400

USA (Regional Office)

2125 28<sup>th</sup> Street, SW, Suite 1  
Allentown, PA, 18103  
Telephone: +1 610 798 8299

Email: [info@surfacemeasurementsystems.com](mailto:info@surfacemeasurementsystems.com)  
[www.surfacemeasurementsystems.com](http://www.surfacemeasurementsystems.com)



**Surface Measurement Systems**  
World Leader in Sorption Science