

90 plus 及 Zetaplus 安裝操作手冊

(A) 安裝

- ⌚ 拆箱後，先點貨是否齊全。
- ⌚ 旋下儀器下方一個螺絲，打開儀器的蓋子，看所有 PC 板及插頭是否有鬆馳。
- ⌚ 接好所有的電線，如 monitor、mouse、... etc. (若有 BI-9000AT correlator，則接頭一方接在 A B C D 的 A 上面，一頭接 correlator)，打開電源，開始操作。
(**Note:**若為外接電腦需先打開 90Plus or Zetaplus 電源，再打開電腦電源)
- ➡ 進入儀器軟體，確認軟體功能是否可執行；如溫度是否有加熱(heat)紅色燈，或是否有冷卻(cool)綠色燈，再確認參數(parameter) 的設定是否正確，如雷射光波長(wave length)、溫度。若不正確，則進入*.ini 的 file 修改，一切正確就可準備操作。

(B) 操作粒徑分析

- 1.打開 ZetaPlus 或 90Plus 電源開關，進入**粒徑分析**主操作軟體(暖機約 10~15 分鐘)。
- 2.從主操作軟體中選擇 Parameter (參數)，輸入所需之參數:
輸入 Sample ID
選擇所用之溶劑如水則選 Aqueous
Run no. 及 Cycle no. 測試次數
Refractive Index of particle (此為要用 MSD 之粒徑轉換 D pcs 到 Dv or Da or Dn 必需輸入粒子之折射率，若用 Lognormal 之粒徑轉換則不需此 Refractive Index of particle)
- 3.將前處理完成之樣品置於 cell 之中(**Note:** 樣品注入約滿 cell)，蓋上蓋子擦拭乾淨。並小心排除 cell 中氣泡，(可用超音波槽排除氣泡及分散樣品)。
- 4.然後按“ Start ”就開始自動量測。若選擇 Run no.: 5，則測試五次 data，並自動儲存於軟體中。依此類推。

(C) 標準樣品的準備

準備粒徑標準樣品: 乳膠(latex)樣品 $92\text{ nm} \pm 3.7\text{ nm}$

先配置好 10 mM KCl 的溶液，裝滿樣品槽(cell)，再取一滴的 latex 放入 10 ml KCl 的溶液中再將樣品倒入 cell，蓋上蓋子，搖動使其均勻分散(也可放入超音波槽分散約 20 秒)，就可放入儀器中測試。開始測試按 start 鍵，螢幕上會顯示等待恆溫(不要按 by pass)。當恆溫後，軟體會自動開始量測 此時確認一下 Count rate 是否在 100 – 500 Kcps (一般用 RUN 三次，每次 2 分鐘)，爾後看三次的測試平均結果，若在標準樣品的範圍，且再現性很好即可。

(D) 粒徑分析之結果

粒徑分析之結果有 Lognormal 及 MSD 兩種表示方式，此兩種表示方式均為正確之

粒徑分佈分析,只是計算公式及程式不同,所以使用者必須對所量測之樣品有一些概念此意思為:

- 1.若您知道此樣品為兩種不同粒徑之混合當然就以 MSD 分析方式
- 2.若您知道此樣品為一種粒徑之分佈當然就以 Lognormal 分析方式
- 3.若您 MSD 之粒徑轉換 D pcs 到 Dv or Da or Dn 必需輸入粒子之折射率

(E) 操作 Zeta potential 分析

1. 打開 ZetaPlus 或 90Plus 電源開關，進入 **Zeta potential** 分析主操作軟體(暖機約 10~15 分鐘)。
2. 從主操作軟體中選擇 Parameter (參數)，輸入所需之參數:
輸入 Sample ID 選擇所用之溶劑如水則選 Aqueous Run no. 及 Cycle no. 測試次數 pH 值，Concentration，Particle size (如要做 ZP 對 pH 之相對圖則必須要輸入 pH 值，如此軟體才會記錄每個不同樣品之 pH 值)
3. 將前處理完成之樣品置於 cell 之中(**Note:** 注入約 1/3 滿)，將電極輕輕插入 cell 之中，並將溢流之 sample 擦拭乾淨。並小心排除 cell 中氣泡, (可用超音波槽排除氣泡及分散樣品)。
4. 接上電極線。
5. 然後按 “Start ” 就開始自動量測. 若選擇 Run no.: 5，cycle no.: 2 則測試五次 data(或 Run no.: 3，cycle no.: 2)，並自動儲存於軟體中。依此類推。
6. Pd 電極在每次測試後，需用純水或蒸餾水沖洗，再做下一個測試(**Note:**不要弄濕電極上方電子零件)。
7. (注意) 量測中請注意 sample count rate 數值, sample count rate 必須在 1/2 ~ 1/10 ref. count rate 這個區間量測較穩定,正常, 若 sample count rate 太低, 請提高樣品濃度

(E) 操作 Zeta potential 分析 (ZetaPALS)

- 1.打開 ZetaPALS 或 90Plus 電源開關，進入 **ZetaPALS** 分析主操作軟體(暖機約 10 ~15 分鐘)。
- 2.從主操作軟體中選擇 Parameter (參數)，輸入所需之參數:
 - 輸入 Sample ID
 - 選擇所用之溶劑如水則選 Aqueous
 - Run no. 及 Cycle no. 測試次數, 建議使用 30 cycles, 較多的資料累積提高樣品量測準確性 pH 值，Concentration，Particle size (如要做 ZP 對 pH 之相對圖則必須要輸入 pH 值，如此軟體才會記錄每個不同樣品之 pH 值)
3. 將前處理完成之樣品置於 cell 之中(**Note:** 注入約 1/3 滿)，將電極輕輕插入 cell 之中，並將溢流之 sample 擦拭乾淨。並小心排除 cell 中氣泡, (可用超音波槽排除氣泡及分散樣品)。
4. 接上電極線。

5. 然後按 “ Start ” 就開始自動量測. 若選擇 Run no.: 5 , cycle no.: 30 則測試五次 data(或 Run no.: 3 , cycle no.: 2), 並自動儲存於軟體中。依此類推 .
6. Pd 電極在每次測試後, 需用純水或蒸餾水沖洗, 再做下一個測試, 油水相樣品需注意交互污染問題(**Note**;不要弄濕電極上方電子零件)。
7. (注意) 量測中請注意 **sample count rate** 數值, **sample count rate** 必須在 $1/2 \sim 1/10$ **ref. count rate** 這個區間量測較穩定,正常, 若 **sample count rate** 太低, 請提高樣品濃度
8. 觀察 sin wave 的曲線特性, 若未呈明顯 sin wave 特性而接近線性, 請進入 setup--instrument parameter--voltage 提高驅動電壓, 最大值 200V, 一般以有機溶劑等低介電常數, 高黏度樣品適用, 高黏度溶劑可另外提高溫度以降低黏度, 提高樣品量測性, 惟 parameter 中黏度數值需另外輸該溫度時的黏度.
9. 有機溶劑量測時, 可提升 cycles 數目以增加結果累積數目
10. 高鹽類樣品可能因電場長時間作用而產生變化, 可能需降低 cycles 數目與施加電壓(auto 即可), 必要時需直接更換樣品, 電極部分建議做 condition 處理, 方法按照相關文件

(F) 標準樣品的準備

準備界面電位(Zeta Potential)標準樣品 ZR3:

1. 樣品配製: 先將 100mg ZR3 粉加入 20ml 之 1 mM KCl 中, 所配成之樣品為濃度樣品需再取此樣品 1 ml 加入 400ml 之 1 mM KCl ; 均勻分散後, 倒入 cell 中(大約 $1/3 - 1/2$ 即可), 再將電極放入 cell 中, 注意是否有氣泡在電極中間, 若有則必須將氣泡除去, 然後接上接線放入儀器中, 設定測 10~15 次按 Start 鍵, 開始量測。此時會顯示儀器自行選取 count rate 及恆溫(不要按 by pass), 當恆溫後, 軟體會自動開始量測, 此時之 conductance 應在 $320 \mu\text{S} \pm 10\%$, 測完後看 10~15 次之平均值應在 $-53 \pm 4 \text{ mV}$ (Software 2.20 version 開始 ,若為 2.2 version 以前 Software 平均值應在 $-43 \pm 3 \text{ mV}$)。

(G) 故障排除

I. Zetaplus 問題:

- ⌚ 進入 **Zetaplus** 軟體中之 Setup 診斷功能 (Diagnostic) 此功能裏有三項診斷功能如下
 1. Count rate stability test : 此為 Count rate 穩定測試 ,若 Count rate 不穩定表示 Laser 或偵測器有問題. 請將測試結果給本公司人員處理
 2. Temperature stability test : 此為溫度穩定測試 (需接上 Pd 電極),若溫度不穩定表示控溫器有問題.
 3. Phase
- ⌚ 此調整需由本公司人員處理
 1. 若測 Zeta-Potential , 放入 static scattering (黑色的 cell)時, 所得頻率高峰不在 250 Hz , 而是 < 249.9 Hz , > 250.8 Hz 時, 則需調整 PC 板的 VR3 , 直到高峰之讀值為 249.9 Hz 即可。此時之調整頻率需在 DOS 的軟體下操作, 進入 DOS C>\: zetap 進入 zetap 的 direction , 再一次 zetap 就進入 DOS 軟體。
 2. 若是頻率高峰跳到 180 或 310 Hz 附近, 則需先調 PC 板上的 VR1 到 250 Hz 附近, 然後再重覆步驟⌚調 VR1。
 3. 若電極接上後, 出現顯示為 76.69°C 或不正常溫度, 則為電極已進水, 造成溫度 sensor 壞了, 可將電極拆開, 用吹風機烘乾, 看是否有用。

II. 溫度控制問題

- ⌚ 先檢查 heat 及 cool 的燈號是否有動作, 若有, 則用一支水銀溫度計放入裝了 1 c.c. 水的 cell 中, 然後改變溫度設定, 看其溫度與溫度計是否一致, 若沒有一致, 則可能是 peltier(控溫器)壞了。
- ⌚ 若 heat 及 cool 的燈號沒有信號, 則控溫器的 cable 是否有鬆掉。若一切 cable 都 O.K., 則可能是控溫器的 PC 板或主 PC 板壞了。

III. 粒徑儀問題

- ⌚ 若測標準 Latex 樣品不準, 則先 check 所有設定參數(parameter) 是否正確, 再 check 樣品的準備是否正確, 如純水是否乾淨、容器是否乾淨放入 Latex 樣品前是否是將純水配製成 10 mM KCl 的溶液。若以上都沒問題, 則與 BIC 聯絡, 告知其儀器狀況, 及此儀器的 S/N (序號), 那一年出產...等。
- ⌚ 若測標準 Latex 樣品時 correlator 功能沒有下到基準線且 Count rate 數據亂跳 (例如一下 0 kcps 一下 8000 kcps) 則檢查步驟如下:
 1. 先檢查 Laser 是否正常 ? 一般 Laser 不易故障
 2. 再檢查放大器 (amplify) 是否正常 ? 在放大器上有 2 個 BNC 接頭將此 2 個接頭對調, 如 Count rate 數據變為穩定正常則就是放大器 (amplify)故障。
 3. 檢查偵測器 (PMT) 是否正常 ?
 4. 檢查 BI-9000AT correlator 是否正常 ? 一般 correlator 不易故障

(G) 保養:

- 1.提醒使用者，每隔 3 個月要清理一下風扇的濾網。
- 2.提醒使用者，清洗電極時，不要讓水進到上方的部份，因為這會使電極受損。