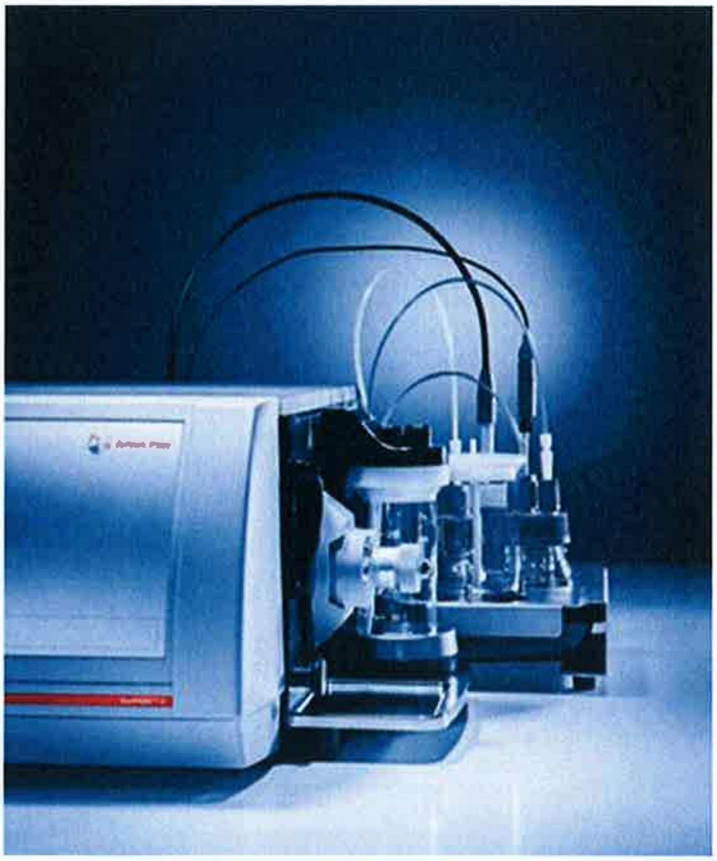
2020

Anton Paar Taiwan

Chiang, Sam



SURPASS 3 中文操作手冊

目錄：

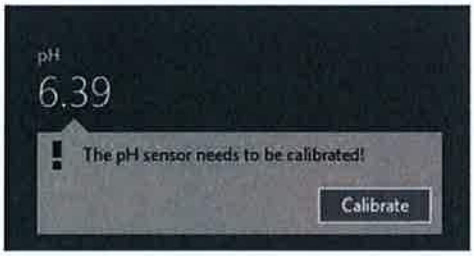
1. 實驗操作前準備........2
   I. pH 電極校正........2
   II. Conductivity 電極校正........2
   III. 填滿 Titration Unit........3
2. 利用 Cotton Fabrics 進行 SurPASS 3 儀器確校........3
3. 樣品放置樣品槽........6
   I. Cylindrical Cell........6
      i. 纖維樣品........6
      ii. 粉末樣品........8
      iii. 細小粉末樣品........8
   II. Clamping Cell........9
   III. Adjustable Gap Cell for Planar Samples 20 mm x 10 mm........11
4. 執行測量步驟........13
   I. 將樣品裝在 SurPASS 3 上........14
   II. Rinsing 系統........14
   III. 測量 Zeta Potential........15
   IV. IEP 量測........15
   V. pH 掃描........16
   VI. Adsorption Kinetics 實驗........16
      i. 實驗前處理........17
      ii. 紀錄動力吸附實驗........17
   VII. 結束實驗........18
      i. Empty 系統........18
      ii. 移除測量槽........18
      iii. Clean 系統........19
      iv. 儀器關機........20
   VIII. 數據分析........20
      i. 輸出數據........20
      ii. 利用 SurPASS 3 Viewer 查看數據........20
5. 簡易 Trouble-Shooting........20

1. 實驗操作前準備

I. pH 電極校正

pH 電極的校正需要三個已知 pH 值的緩衝溶液。用於校正 pH 電極之標準緩衝溶液需要涵蓋整個量測範圍（例如 pH 4、pH 7、pH 10）。為了確保準確的校正和 pH 量測，需要使用新鮮的標準緩衝溶液進行校正。

a. 點擊 Maintenance 和打開 pH Calibration。（如果在軟體主畫面的 pH 值下方有提示需要校正 pH 值，請直接點擊 Calibrate 進行校正。）



b. 點擊 Begin Calibration。

c. 使用超純水清洗 pH 電極並擦乾後再放到第一個緩衝溶液當中。

d. 輸入緩衝溶液的正確 pH 值後，在按下 Start 即可進行校正。

e. 進度條顯示校正進度，等待完成後，再用 DIW 進行清洗並放入下一個緩衝溶液當中。在第二個數字輸入其 pH 值。點擊 Start 進行第二次校正。

f. 在三個緩衝溶液都結束後，如果 pH 校正參數有正確，點擊 Adjust 即可儲存。

g. 如果任何校正參數沒有符合標準，點擊 New calibration 並重複校正步驟。

II. Conductivity 電極校正

校正 conductivity 電極是利用單點校正，使用的緩衝溶液為 0.1 mol/l KCl 溶液，或是使用任何市售的標準液皆可進行校正。

a. 點擊 Maintenance 並點開 Conductivity Calibration。（如果在軟體主畫面 Conductivity 值下方有提示需要校正，請直接點擊 Calibrate 進行校正。）

b. 點擊 Begin calibration。

c. 選擇 200 ml 的 0.1 mol/l KCl 溶液或是市售的標準液進行校正。

d. 利用 DIW 清理 Conductivity 電極後，再放入校正液當中。請確保電極上之洞完全浸入校正液中。而 Conductivity 值和溫度即會顯示在軟體當中。

e. 按下 Start 即可開始進行校正。

f. 讀取條結束之後，如果校正參數有符合範圍，即可點擊 Adjust 進行儲存。如果校正參數沒有進入範圍，點擊小三角形進行重新校正。

III. 填滿 Titration Unit (不能在 SurPASS 3 Eco 中使用)

在做 pH 掃描或是尋找 IEP 功能之前，為了確保滴定體積正確。請先跟著以下步驟進行實驗。

a. 點擊 Clean 並選擇 Fill the titration units。

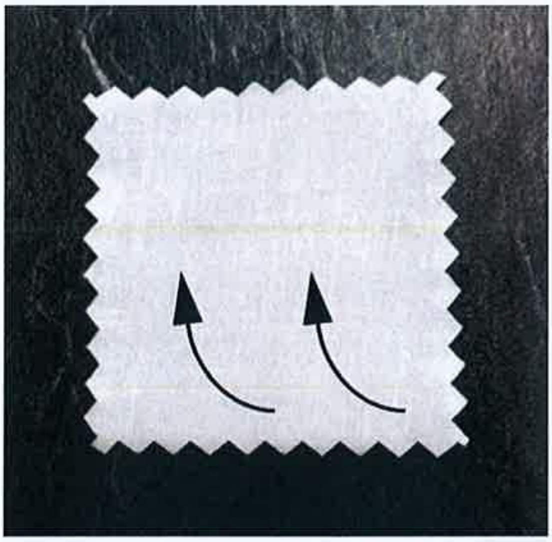
b. 點擊 Start 即可進行填滿滴定單元。每次抽取大約 4 ml 以確保通道當中沒有任何氣泡。總共抽取 3 次。

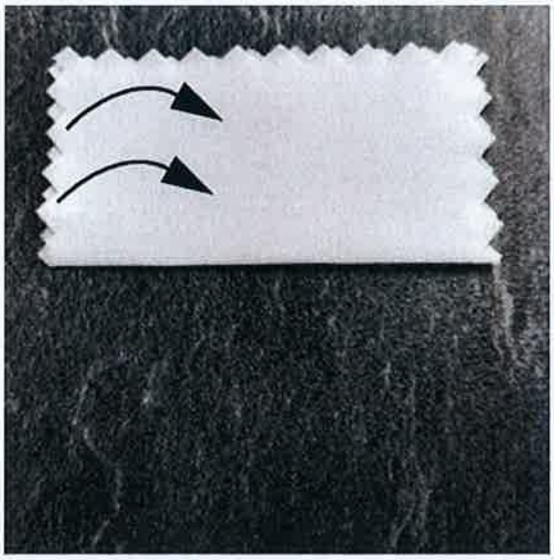
2. 利用 Cotton Fabrics 進行 SurPASS 3 儀器確校

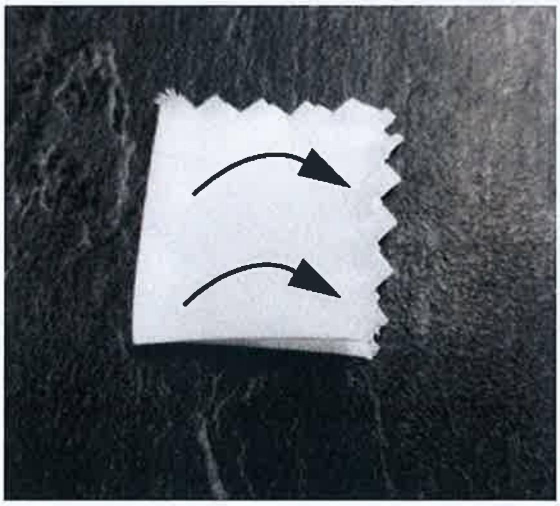
請按照以下說明進行操作，以便在 SurPASS 3 儀器上使用棉質標準品（ISO 105-F09）進行驗證測量。 達到該棉織物的 zeta 電位的指定範圍可確認 SurPASS 3 處於可靠的工作狀態。

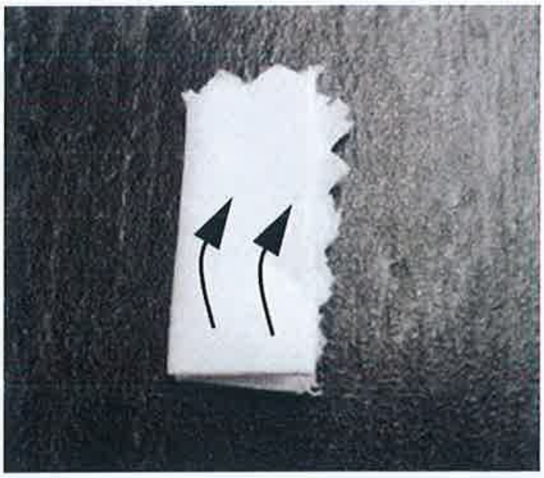
a. 使用銀電極請配置 0.01 mol/l KCl 溶液 (如果使用金電極，則使用 0.001 mol/l KCl 溶液)，取 250 ml 至燒杯中。

b. 取一片標準品，並對折 3 次。大約會變成 1 公分 x 1 公分大小的正方形。









c. 將摺好的標準品放入樣品槽當中，確保標準品平鋪在中心且沒有任何標準品卡在螺旋狀凹槽處。

d. 利用兩個小螺絲可以幫助使用者更好旋緊樣品槽，旋至沒有任何凹槽即可。

e. 將鎖好之樣品槽放入測量槽上，並把測量槽鎖緊。再把測量槽裝在儀器上。

f. 配置好的電解液的 conductivity 數值需要符合以下表格。標準範圍為 5%以內。

Table 5-1: Conductivity data

temperature in °C	0.01 mol/l KCl solution	
	conductivity in mS/m	conductivity in µS/cm
20	127.6	1276
21	130.4	1304
22	133.1	1331
23	135.8	1358
24	138.6	1386
25	141.3	1413
26	144.1	1441
27	146.8	1468
28	149.6	1496
29	152.4	1524
30	155.0	1550
Source: Handbook of Chemistry and Physics		

g. pH 數值要為 5.5-6.5 之間。

h. 點擊 Rinse 並輸入以下參數。Fill volume: 100 ml, Start pressure: 600 mbar, Stop pressure: 200 ml, Rinse cycles: 5。

i. 在 rinse 時，請注意 permeability index 需為 100 至 130 之間。 如果沒有符合範圍，請將標準品拆下重新裝入一個新的標準品。

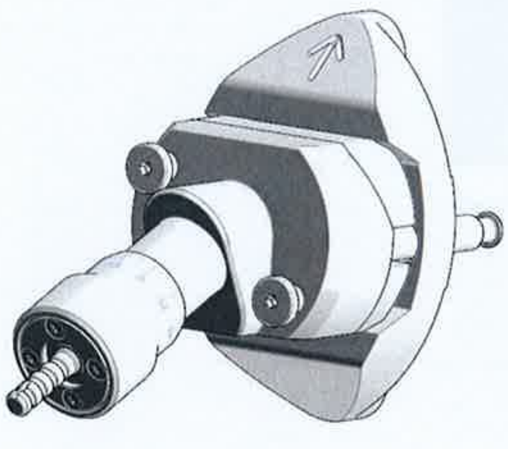
j. 開始 5 次 zeta potential 量測。並輸入以下參數。Fill volume: 100 ml, Start pressure: 600 mbar, Stop pressure: 200 mbar, Zeta cycles: 5。

k. 測量出來之結果，需要符合以下範圍。銀電極：-18 mV 至-22 mV 之間。金電極：-14 mV 至-18 mV 之間。

3. 樣品放置樣品槽

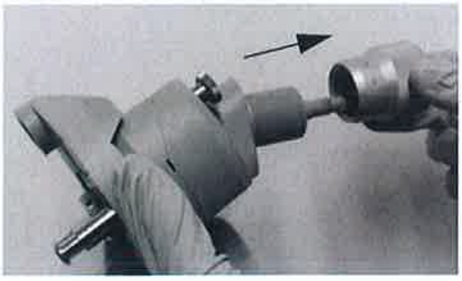
I. Cylindrical Cell

SurPASS 3 的 Cylindrical Cell 較適合用來量測纖維、不規則形狀與粉末樣品。

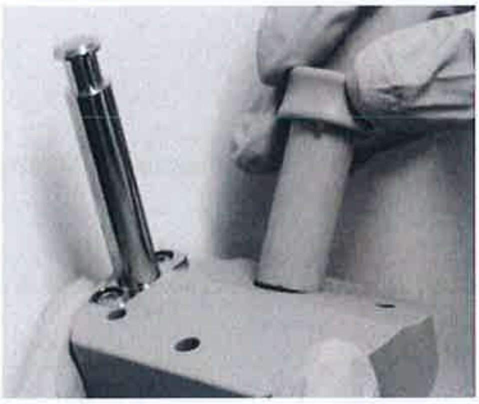


I. 纖維樣品

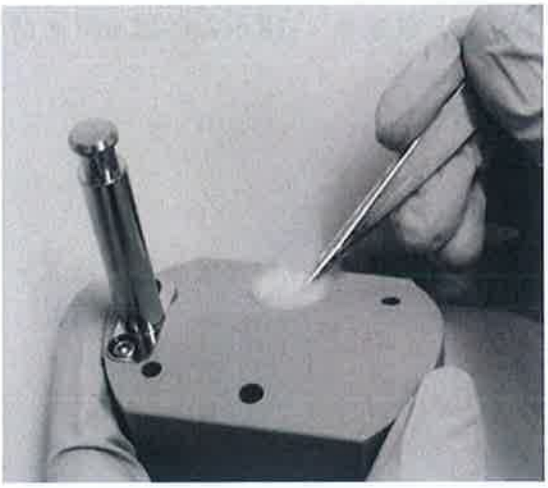
a. 完全移除調整間距旋鈕。



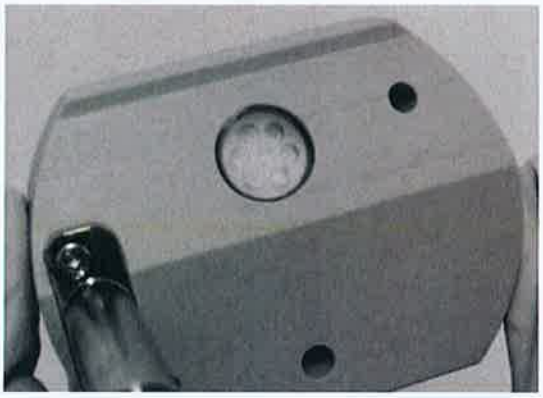
b. 利用螺絲起子將螺絲旋開，並利用附贈的器具將樣品槽推至正確位置。



c. 將纖維樣品放入樣品槽中。



d. 在樣品上端放置一支撐圓盤防止樣品外洩。



e. 將整個樣品槽組裝好並用螺絲起子旋緊螺絲。再把間距調整器放回去。

f. 利用 rinse 步驟即可以調整 permeability index。使用間距調整器即可以調整。(rinse 步驟請見 II-p。)

g. 調整完即可進行量測。

II. 粉末樣品

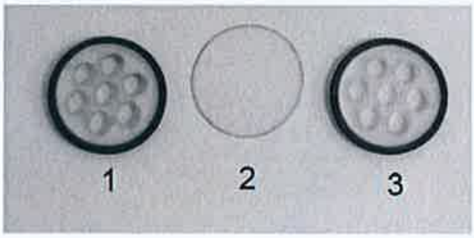
a. 同纖維樣品步驟 a-d。

b. 放置 14 mm 過濾膜至樣品槽當中，如果有需要，也可以放置支撐圓盤。

c. 利用小工具即可以將圓盤推至正確位置。

d. 放置樣品。

e. 在樣品上方依序放置圓盤、14 mm 過濾膜、圓盤。



f. 調整與測量步驟與 I-j 相同。

g. 調整完即可以量測樣品。

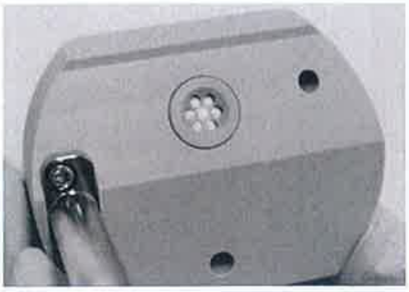
III. 細小粉末樣品

a. 同纖維樣品步驟 a-d。

b. 打開粉末樣品槽，放置 10 mm 的過濾膜。

c. 放入樣品，再放入 10 mm 的過濾膜，並把蓋子蓋起。

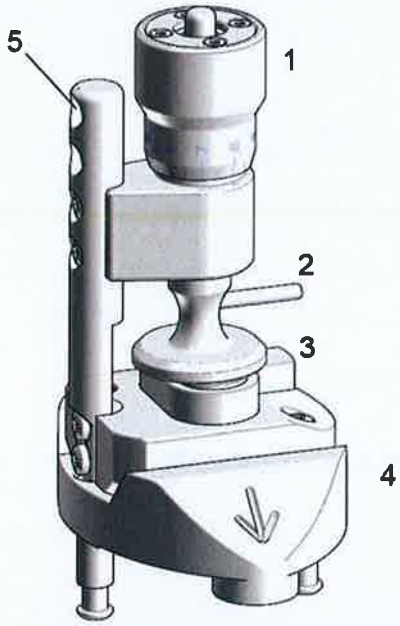
d. 將粉末樣品槽放入測量槽內。



e. 把測量槽組裝好後，放置在儀器上。調整步驟與測量步驟與 I-j 相同。

IV. Clamping Cell

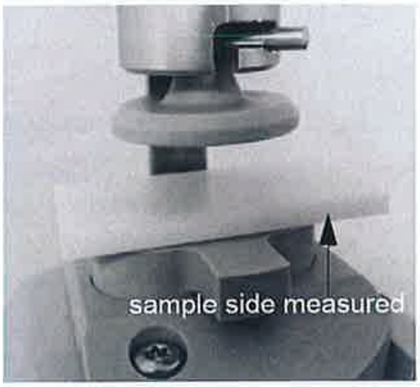
SurPASS 3 的 Clamping Cell 較適合用來量測非破壞性樣品，且樣品型態較為平坦。另一側樣品材質為 PVDF。最小的樣品面積為 35 mm x 15 mm。高度最高為 40 mm。



a. 將間距調整紐整個旋轉下來。

b. 將間距調整至最大。

c. 將樣品放置在下方，如果樣品厚度不夠，則可以在樣品上方放置增高片。注意：樣品量測面為下面。



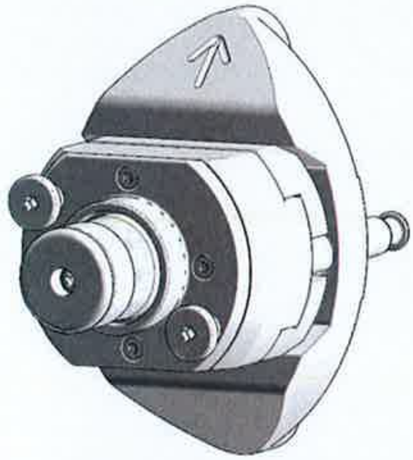
d. 將旋鈕重新裝回，並利用旋鈕即可調整間距高度。在 rinse 步驟的參數設定請詳見 I-j。調整間距高度為 100 um 左右。

e. 調整完間距高度，即可以開始量測樣品。

V. Adjustable Gap Cell for Planar Samples 20 mm x 10 mm

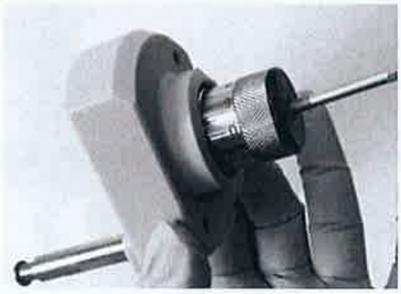
SurPASS 3 的 Adjustable Gap Cell 適用於測量小塊矩形的柔性或剛性平面樣品。小樣品表面安裝在完全密封的系統當中，這可以使得測量槽適用於分析多孔膜，例如平板膜或過濾膜。

標準樣品尺寸為 20 mm x 10 mm，最大厚度為 2 公分。長度可能會有所不同。有 1 公分與 2 公分兩種，寬度皆為 1 公分。

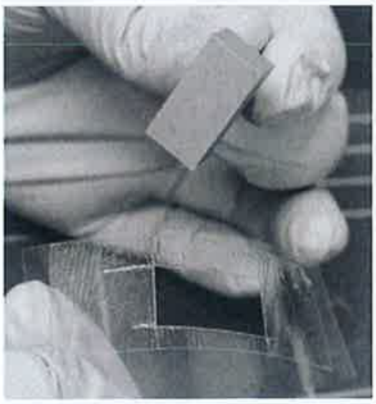


a. 使用螺絲起子旋開螺絲。

b. 利用螺絲起子將上端的螺絲旋開。



c. 將樣品裁切成 1 公分 x 2 公分的大小，並利用附的雙面膠帶將樣品貼在樣品槽上。(注意有兩個不同大小的樣品槽，請不要裝錯。)



d. 將樣品槽在依序鎖回測量槽上。並利用螺絲將測量槽組裝完成即可以裝在 SurPASS 3 上面。

e. 在 rinse 步驟即可調整間隙高度。詳細調整步驟請見 I-j。間隙高度為 100 um。

f. 調整完間隙高度，即可以開始量測樣品之 zeta potential。

4. 執行測量步驟

為了確保執行一次正確的 zeta potential 量測步驟，確認以下步驟皆完成：

a. 將樣品放在一個適合的測量槽

b. 將測量槽裝在 SurPASS 3 上。

c. 在軟體當中已經確認按下 New Experiment，再按下 rinse 確保電解液流經過樣品表面。

d. 如果是使用 Clamping Cell 或 Adjustable Gap Cell 時，在 rinse 步驟確保間隙高度調整為 100 um；如果是使用 Cylindrical Cell 時，將 Permeability Index 調整為 100。

e. 在測量 zeta potential、IEP 和 pH scan 時，確保參數輸入正確。

f. 在測量完成之後，請將系統內殘存的電解液排空。

g. 將測量槽拔起，並清洗乾淨。

h. 利用 DIW 將儀器內部清洗乾淨，或者是使用其餘溶劑將內部洗淨。

I. 將樣品裝在 SurPASS 3 上

a. 每個測量槽上皆有箭頭，在裝上 SurPASS 3 上時，確保箭頭都朝上。

b. 將測量槽放上 SurPASS 3 上之後，即可以將鎖順時鐘方向鎖起來。

II. Rinsing 系統

a. 取大約 200 ml 電解液放入燒杯中，如果要做 pH 調整的話也請記得放磁石到燒杯中。

b. 在 SurPASS 3 軟體當中輸入 Experiment Name 與 Author。輸入完之後按下 New Experiment 即可以開啟一個新的實驗。

c. 在主畫面右下方選擇 Rinse。使用默認的參數進行實驗。Fill volume: 100 ml, Start pressure: 600 mbar, Stop pressure: 200 mbar, Rinse cycles 3。

d. 點擊 Start 即可開始 Rinse 步驟。

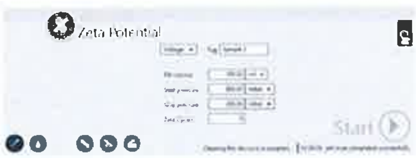
e. 如果有需要調整間隙高度或是 Pemeability Index 的話，請在每次 Rinse 結束後，可以在右邊的選單中查看數值。如果沒有在範圍之內，則可以在這個步驟調整。

III. 測量 Zeta Potential

大部分的默認參數，幾乎適合所有的樣品。不管是 rinse, zeta potential, IEP, pH scan 都可以適用。

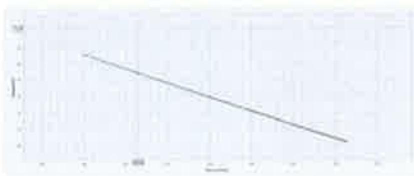
a. 在主畫面右下角選擇 zeta potential 即可以開始測量單點或多點的 zeta potential。

b. 選擇 1 cycle 的話，即是量測單點 zeta potential。如果你想要測量多點，數字最多可以達 99 次。其餘參數設置，也跟 rinse 步驟相同。



c. 依據樣品不同，也會選擇不同的測量模式。(Voltage 或 Current。)

d. 你可以在主畫面的右上角，可以確認當次量測的圖形。



IV. IEP 量測

a. 在主畫面右下角選擇 Isoelectric Point，是非常適合拿來測量樣品的 IEP。
b. 選擇想要的 rinse 次數，並輸入在 rinse cycle 當中。測量會在調整 pH 值之後才開始進行。起始壓力與結束壓力皆與 rinse 步驟相同。
c. 輸入想要測量的 zeta potential 次數。最多為 4 次。
d. pH 間隔默認數字為 0.3，最多設定為 2。
e. 記得測量 IEP 之前，將酸鹼液之滴定管放入燒杯當中，且已經做完 Fill the titration 的步驟。
f. 按下 Start 即可以開始實驗。

g. 可以透過左上方圖形來確認當次量測結果是否正常。
h. 實驗結束後，可以看到以 pH 值與 zeta potential 作圖的結果。

V. pH 掃描

a. 在主畫面左下方選擇 pH scan 即可以開始進行實驗。
b. 輸入想要的 rinse 次數，每次 rinse 會在 pH 滴定完成之後才開始進行。起始壓力與結束壓力皆與 rinse 步驟相同。
c. 輸入想要測量的 zeta potential 次數，最多次數為 4 次。
d. 輸入想要停止的 pH 值。實驗會從一開始電解液的 pH 開始進行掃描。pH 間隔默認次數為 0.3，最多 pH 間隔為 2。
e. 進行 pH 掃描之前，請記得將酸解液的滴定管放入燒杯當中。也要完成 Fill the titration 的步驟。
f. 按下 Start 即可以開始進行實驗。

g. 可以透過左上角的圖形來監測當次實驗是否正常。
h. 實驗結束後，會跑出 pH 值與 zeta potential 作圖的圖形。

VI. Adsorption Kinetics 實驗

進行動力吸附實驗前，需要將氮氣打開才可以開始進行實驗。

I. 實驗前處理

a. 將樣品放在適合的測量槽當中。

b. 準備 200 ml 的電解液並放入燒杯。

c. 將測量槽裝上 SurPASS 3，並開始 rinse 步驟調整間隙高度或 Permeability Index 數值。

d. 完成單次 zeta potential 量測，參數設定請參考默認數值。

II. 紀錄動力吸附實驗

a. 在軟體當中要記得把蛋器開關打開。

b. 在主畫面左下角選擇 Adsorption Kinetics Experiment 開始進行動力吸附實驗。

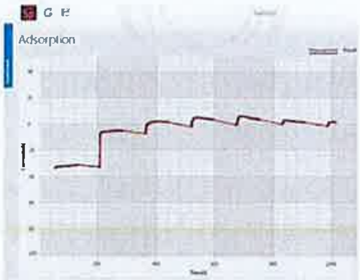
c. 利用 Fast Adsorption 模式來確認 Baseline 是否正常。

d. 在利用 Slow Adsorption 進行動力吸附實驗。

e. 在快速吸附實驗時，軟體會記錄大約 3-4 次吸附，大約會花掉幾分鐘時間。選擇的模式看樣品樣式來選擇。

f. 開始慢速吸附實驗前，請記得要加入待吸附物質到燒杯當中。像是 0.25 ml 的 1% DTAB 或 0.2 ml 的 10% BSA 都是常用的濃度。

g. 按下開始之後，在慢速吸附實驗的過程當中，大約會耗時 1 個小時，結束後會看到以下圖形



h. 如果想要做更多的慢速吸附實驗，只需要重複上述步驟即可。

i. 實驗結束後，可以在次量測 zeta potential 或是測量 IEP 看看是否有差別。

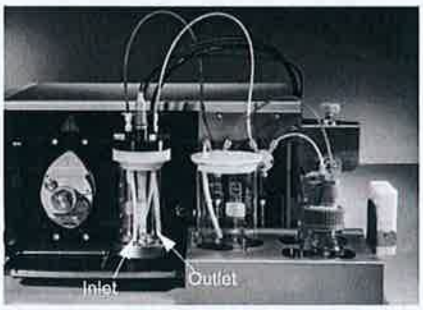
VII. 結束實驗

每次量測結束或是儀器關掉之前，可參考以下步驟。

1. Empty 系統

    a. 選擇右下角 Clean 再選擇 Empty the system 以進行清潔步驟。

    b. 將電解液流入與流出口皆放在燒杯當中。



    c. 按下 Start 即可以將通道當中剩餘的電解液排出。

2. 移除測量槽

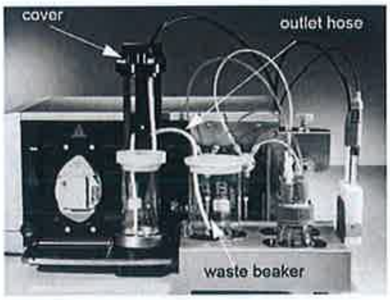
    a. 將測量槽左邊的鎖解開。

b. 將測量槽移出 SurPASS 3。

3. Clean 系統

a. 將電解液流出口移到旁邊 500 ml 燒杯當中。

b. 裝入 200 ml 的超純水到燒杯當中。



c. 將原本量測樣品之測量槽移出 SurPASS 3，並將 Cleaning Cell 安裝在 SurPASS 3 當中。

d. 按下 Clean 並選擇 Clean the system 即可以開始進行清潔。

e. 清潔過後即可以將測量槽移出 SurPASS 3。

f. 如果有需要請重複上述步驟即可以多次清潔。

4. 儀器關機

a. 將實驗室氮氣開關關閉。

b. 將 SurPASS 3 儀器後方電源關閉。

c. 將 pH 計放入 3 mol/l KCl 溶液當中儲存。

d. 將 Conductivity 計放回原本儀器右方存放。

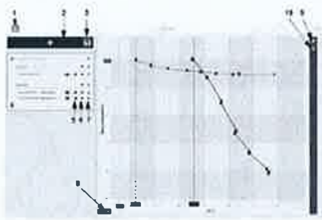
VIII. 數據分析

1. 輸出數據

- 每次測量結束過後，系統皆會自動儲存，路徑為右上角藍色 New Experiment 當中設定的路徑。
- 在資料夾當中，你會看到：量測 zeta potential 的數值，副檔名為*.xlsx-與*.csv-。
- 子資料夾當中會看到該次實驗的 raw data。
- 也可以從 SurPASS 3 viewer 可以查看每次實驗數據。

2. 利用 SurPASS 3 Viewer 查看數據

- 每次實驗過後，系統皆會自動儲存*.surf-的檔案，可以利用 SurPASS 3 Viewer 可以查看該次測量數據。



5. 簡易 Trouble-Shooting

a. 遇到測量出來之數據線呈現非線性，請使用"Advanced Measurement Options"。選擇非線性部分壓力較小之區間，軟體即可以利用線性部分進行 zeta potential 計算。

b. 如果遇到 Asymmetry 數值遠偏離 0 時，即代表電極需做更換。

c. 如何判斷要使用哪種電極：一律都先使用銀電極進行量測，如果出來的圖型呈現非線性，再使用金電極進行量測。

d. Voltage 與 Current 模式的選擇：基本上非導體樣品可以使用 Current 模式進行量測，導體樣品可以使用 Voltage 模式進行量測。以上是大部分的樣品皆可以使用上述模式進行量測。對於未知樣品，建議一律都先使用 Voltage 模式進行量測，如果得到非線性圖形，再使用 Current 模式進行實驗。

e. 如果測量標準棉片時，有遇到測量不過的問題，請先確認電解液是否配置正確 (使用銀電極的話，需配置 0.01 M KCl；使用金電極的話，請配置 0.001 M 的 KCl)。再觀察 Static Resistance，如果數值偏大，代表通道當中氣泡太多。也須注意測量後的圖形是否線性，如果沒有，也要使用 Advanced Measurement Options 擷取線性部分。如果測量出來的圖形呈現鋸齒狀，也代表電極可能有點問題。需要使用溫水 (大約 40-50 ^{o}C) 多清洗通道幾次，即可以改善此狀況。