# 無限の可能性 光が世界を変える。

Otsuka Otsuka Electronics





Zeta-potential & Particle size Analyzer



- •台北營業所 台北市中山區松江路237號4樓 Tel.(02)2515-3066 Fax.(02)2515-3069
- •台南營業所 台南市中西區永福路一段189號7樓D2室 Tel.(06)215-1970 Fax.(06)215-1971

http://www.otsuka-tw.com







Dynamic Light Scattering Spectrophotometer

### 粒徑

#### 粒徑量測原理:動態光散射法(光子相關法)

溶液中的粒子會依據粒徑大小的不同進行布朗運動,當光照射在這些粒子上時會產生 散射光,小粒子呈快速波動,而大粒子則顯示出緩慢的波動。透過使用光子相關法分析 這些波動,可以確定粒徑及粒度分佈。

### $G_2(\tau) = 1 + \alpha (G_1(\tau))^2 \quad G_1(\tau) = \exp(-Dq^2 \tau)$

- d =  $kT/3\pi \eta D$  ...Einstein-Stokes公式
- G<sub>2</sub>(τ),G<sub>1</sub>(τ): 二次和一次的自相關函數 D: 擴散係數 **τ**: 相關時間 q:散射向量 d: 流體力學的直徑(直徑)
- k: 波茲曼常數
- T: 絕對溫度

方形様品容器 雷射光 散射光 窄帶半導體雷射 布朗運動中的 膠體粒子 高感度APD

### 界達電位

#### 界達電位量測原理:電氣泳動光散射法(雷射都ト勒法)

**η**: 溶劑黏度

當在溶液中對顆粒施加電場時,可根據粒子的電荷量觀察到電泳現象,並從電泳速度確 認界達電位和電泳遷移率。 電泳光散射法則是將光照射在電泳粒子上,根據散射光的都 卜勒移位來確定電泳速度,所以也稱為雷射都卜勒法。



#### 電氣滲透流實測的優點

電滲流是指在量測界達電位時,容器中所發生的溶液流動狀態。 當管壁表面帶電時,溶液中的反離子會聚集在管壁上。當施加電 場時,反離子向相反符號的電極移動,在容器中心附近發生相反 的流動,以補償該流動。

透過實際量測粒子表觀的電泳遷移率並分析電滲流,考慮到樣品 吸附和沉澱等容器污染的影響,確定正確的靜止面後,則可以得 到真實的界達電位和電泳遷移率。



#### $U_{obs}(Z) = U_p + U_{osm}(Z)$

Uobs (Z): 在 Cell 位置 (Z) 被觀測到的粒子移動速度 Up : 粒子真實泳動速度 :在Cell位置(Z)的電滲流速度 Uosm

### 固體表面電位

#### 平板樣本運用於界達電位

藉由實測電滲流的過程,可得知Cell上面及下面的界達電位。 以此原理為架構,設計Cell上層開放式構造,讓固態樣品與平板Cell-體化,測定固態樣品表面電位。



#### 森·岡本公式

#### $Uobs(z) = AU_0(z/b)^2 + \Delta U_0(z/b) + (1-A)U_0 + Up$

: Cell 中央位置起始的距離 z Uobs(z) :在Cell中央位置z所觀測到的遷移率 A=1/[(2/3)-(0.420166/k] k=a/b :2a與2b為電泳Cell剖面的長寬高 但a>b

- Up : 粒子真正的遷移率
- : Cell上下壁面的平均遷移率 Uo
- ⊿Uo :Cell上下壁面的遷移率的差值

### 分子量

#### 分子量測定原理:静態光散射法

靜態光散射法是量測出絕對分子量的方法。其量測原理是用光照射到溶液中的分子,根據得到的散射光絕對值來求出分子量。意即它所利用的,是大分子產生強散射光及 小分子產生弱散射光的現象。由於實際所得的散射光強度會隨濃度而不同,因此在實測幾處濃度相異的溶液散射強度後將數據圖示解析,水平軸為濃度,垂直軸為代表散 射強度的倒數Kc/R(θ)。這就是所謂的德拜圖(Debye plot)。分子量Mw由截距外推至零濃度(c=0)的倒數求得,而第二維里係數A,則可以從初始斜率求得。

### 其他量測功能

01

02

04

### 解析度增強後的多角度量測

透過從正面、側面和背面三個角度進行量測和解析,可提供更具高分辨率的粒徑分佈。以單一角度無法進行分辨的樣品,也能透過以三 種角度量測·解析之方式,分辨出數個峰值。



### 粒子濃度量測

以絕對散射強度除以單顆粒子的散射強度求得濃度。 粒子個數濃度(個/mL)=絕對散射強度/單顆粒子散射光 120nm 聚苯乙烯乳膠粒子濃度



### 微流變黏彈性量測

使用已知粒徑的粒子添加到其中,觀測自相關函數的變化情形,求得樣品的黏彈性。





G'與G"的關係: G'與 G"都很小:較好塗抹,清爽 G' > G"時:偏向流體,較易流動 G' < G"時:偏向固態,不易流動



	奈米機能性材料
富勒烯	ELSZ P.05 1 富勒烯之粒徑量測······ <sup>粒徑</sup>
	ELSZ P.05 2 運用陰離子界面活性劑對奈米碳管進行分散效果 ······· <sup>粒徑</sup>
奈米碳管	DLS P.06 3 [ 運用偏光消解動態光散射法 ] 理論篇 粒徑
	DLS P.06 3 量測佘米碳管長短邊長及軸比 量 量測篇 粒徑
	ELSZ P.07 4 運用各種分散劑對奈米碳管之分散效果 ····································
奈米碳錐	ELSZ     P.07 5     奈米碳錐之開孔處裡     新建電位
奈米纖維	ELSZ P.08 6 不同官能基的奈米纖維界達電位 ····································
膠	體粒子
	ELSZ P.09 7 奈米金粒子之粒徑與界達電位評價 ······· 粒徑 界達電位
	ELSZ P.09 8 量子點之粒徑評價 ************************************
無機粒子	ELSZ P.10 9 無機粒子之pH值變化對等電點評價 ····································
	ELSZ P.10 10 分散劑濃度之最佳化 ····································
	ELSZ P.11 11 用於水處理之增凝劑 ······ 粒徑 界達電位
	ELSZ P.11 12 添加於CMP漿料中的非離子型界面活性劑 粒徑 界達電位 界達電位與粒徑控制
	ELSZ P.12 13 常見晶圓種類表面電位等電點量測 圖體表面電
	ELSZ P.12 14 純水中界面活性劑微胞粒徑量測 粒徑
界面活性劑 微胞	ELSZ P.13 15 塩類有無對界面活性劑微胞粒徑量測 粒徑
	ELSZ P.13 16 市售洗手液的微流變學黏彈性量測 ······



OT/PSS)的特性評價	粒徑
讨交互積層法評價	固體表面電位
溫度梯度量測	粒徑
时機能性高分子特性評價	分子量
∑量測	固體表面電位
<u> </u>	固體表面電位
角度粒徑量測	粒徑
ene latex粒子個數量測	粒子個數
e latex粒子濃度量測	粒子濃度
過黏彈性量測	黏彈性
<b>街白量測</b> 粒徑	界達電位
科界達電位量測	界達電位
表面電位	固體表面電位
面電位	固體表面電位
長面電位	固體表面電位
al 李治·王子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子子	粉砚



1.5×10<sup>3</sup>

Γ (s⁻¹)

結果

## 圖1與表1顯示SDS之有無對CNT之粒徑與界達

電位量測結果之影響。結果發現,藉由SDS之添 加,使CNT之粒徑自959.6nm縮小至245.3nm。此外,粒 度分佈亦因SDS之添加使得分佈範圍變狹窄。

至於界達電位量測結果發現,發現藉由添加SDS使負電荷增 大。由此可見,可透過粒徑對分散狀態進行評價,或透過界 達電位評價左右分散性的靜電排斥力。



#### 表1 CNT中有無SDS之粒徑&界達電位

SDS	平均粒徑(nm)	界達電位(mV)
無	959.6	-43.8
有	245.3	-69.9

#### 表1 運用奈米碳管之偏光消解動態光散射法所得量測結果

求得桿狀粒子之軸比,並獲取寶貴資訊。

2.0µm、外徑20 ~ 30nm、內徑1 ~ 2nm)之最終濃度

為0.002wt%,使其分散於1%十二烷基硫酸鈉水溶液,

再進行偏光消解動態光散射量測。推測可獲得推算值內

的結果發現,所求得的軸比亦會是妥當的結果。僅管必

須優化樣本分散條件,但可透過偏光消解動態光散射法

並進擴散係數 (cm²s-¹)	迴轉擴散係數 (s-1)	長軸(nm)	短軸(nm)	軸比
2.6×10-8	5.5×10 <sup>1</sup>	653.4	21.26	30.7

# 運用偏光消解動態光散射法 量測奈米碳管長短邊長及軸比



奈米機能性材料

以垂直方向偏光的入射光照射樣本時,將偏光子朝向垂直方向進行暈測時的散射光稱為「偏光散射」,並以「表示。 另一方面,將偏光子朝向水平方向進行量測的散射光稱為「偏光消解散射」,並以I<sub>IIV</sub>表示。偏光散射主要相關於粒

若粒子呈球形,偏光消解散射趨近於零,粒子如棒狀粒子般轉動,與其運動對應,偏光消解成分之強度隨之變動。意即會包

將檢測器前之偏光子朝向水平方向,並量測動態光散射時,據上述理由,可獲得粒子轉動相關資訊(轉動擴散係數)。









4

#### 運用各種分散劑對奈米碳管之分散效果 FLS7

界達電位

#### 不同官能基的奈米纖維界達電位 ELSZ

目的

O

奈米纖維是將天然纖維經由化學處理、機械處裡,使其成為奈米尺 度的天然素材。這種素材有輕、高強度、高透明性等特性以外,因為

是天然材料,對環境負擔相對低而受到期待。奈米纖維常用於汽車樹酯零件等複合 材料,並於醫療、生物性材料、化妝品、食品材料等領域廣泛進行實用研究。

為了使奈米纖維充分發揮特性,使用化學修飾、添加材料時,如何使其均一的分散 十分重要,其方法於各個領域均受到重視。

此次,使用界達電位粒徑分子量量測系統及pH自動滴定儀,量測草野作工株式會 社生產的發酵奈米纖維「Fibnano / CM-NFBC、HP-NFBC」。

藉由改變pH量測界達電位的變化,可觀察到不同化學修飾(官能 結果 基)的特性。圖1為量測結果、圖2為樣品結構示意圖。

CM-NFBC與HP-NFBC相比,除了pH2以外其餘pH下的界達電位絕對值都比 較大。由圖2所示,相對於CM-NFBC表面有親水基,HP-NFBC雖然有一部分OH基, 但與較多的疏水基結合,所表現出的界達電位也有所不同。 pH11相較於pH12的界達電位值較小,推測是電荷分散效果變差,這邊可能是收 到離子強度的影響。

身為奈米科技重點材料而備受注目的奈米碳管, 目的 由於難溶解於水及有機溶劑,故該如何使其分散, 便成為極為重要之課題。

本次使用各種分散劑,如無機電解質:六偏磷酸鈉 (HMPNa) 、陰離子性界面活性劑:十二烷基硫酸鈉 (SDS) 、 十二烷基苯磺酸鈉(NaDDBS)之個別1%水溶液中,將市售 之多層奈米碳管調製成濃度為0.002wt%之水溶液,再透過超 音波分散機分散5分鐘後,量測其界達電位並評價分散效果。

圖1顯示藉由界達電位量測之評價結果。 結果 結果發現,比起無機電解質,界面活性劑之界達 電位絕對值較大,顯示其分散劑效果較佳。

由此可見,界達電位量測為可輕鬆評價分散劑之分散效果的 理想方法。



5

### 奈米碳錐之開孔處理

碳奈米錐(CNH)係一種奈米碳,其結構為將 目的 石墨烯整成圓錐形。CNH之製造條件較奈米碳管 (CNT) 更容易,利於大量生產。此外,可將錐的部分開孔, 再將物質內包,可應用於DDS等領域而成為備受矚目的一種材 料。

本次量測開孔之有無對CNH之粒徑及界達電位之影響。

結果

圖1與表1顯示開孔有無對CNH之粒徑及界達電 位之影響結果。在粒徑方面,無開孔CNH的可觀

察到凝集物。且CNH之界達電位量測結果為負電荷。此外, 開孔CNH之界達電位負值較大。

推測其原因為開孔後,會以陰離子性解離基修飾,使負電荷 變大之故 。

表1 開孔有無對CNH之平均粒徑與界達電位影響

	平均粒徑(nm)	界達電位(mV)
CNH	1433nm	-9.4mV
開孔CNH	1449nm	-20.0mV



#### 樣品提供:日本電気株式会社

界達電位



\* 碳



界達電位

#### 奈米金粒子之粒徑與界達電位 ELSZ

金膠體奈米粒子可透過與可視光之交 目的 互作用,使其顏色產生變化,而應用於 玻璃及陶器等著色。近年來則運用在診斷用藥物 治療用藥物、生物標記、X光分析用標記及有機太 陽電池、觸媒等高科技領域。

本次量測市售且不同粒徑之金膠體的粒徑及電移 動度。

圖1顯示運用動態光散射法量測2nm 結果 ~50nm之金膠體粒徑的量測結果。結 果發現,所有金膠體粒子之粒徑量測結果皆與標示 值幾乎一致,顯示動態光散射法為有效方法。

此外,在量測各粒徑之金膠體的電泳移動度時, 無論金膠體大小為何,其電泳移動度皆約為-4×10-4 (cm<sup>2</sup>/Vs)。該結果顯示各粒徑之金膠體為同一結 構且製法相同。

8 ELSZ



量子點是粒子尺寸為2~20nm之奈 目的 米尺寸材料粒子。其特徵為可藉由控 制粒子尺寸任意改變光之吸收與發光顏色,並提升 發光效率,有效利用所有波長的光。根據其特長, 期待可運用至照明、顯示器、太陽電池及生物影像 等領域。由於量子點之性能可透過粒子尺寸之控制 而改變,故粒徑之管理與分散技術極為重要。





圖1與2顯示量子點QD490nm與 QD575nm之量測結果。

結果發現,QD490nm與QD575nm之平均粒徑 分別為7.2nm與8.3nm與,粒度分佈則皆為一個波 峰的單分散。量子點有核心/核殼型,及在核心/ 核殼型導入表面修飾基團等類型。而透過動態光散 射所量測的量子點粒徑,其大小包含核殼及表面修 飾基團



30 平均粒徑 25 -3.6 nm — 11.6nm 散射強度分佈 20 - 23.4nm — 34.1nm 15 <u>42.9</u>nm — 50.9nm 10 5 0 1000 10 100 粒徑 (nm) 圖1 不同粒徑的奈米金粒子粒徑分佈





界達電位

#### 無機粒子之pH值變化對等電點評價 ELSZ

在多數的膠體分散系統中,只要變化其pH值與界 目的 達電位有著很大的相依性。pH值滴定量測可獲得 單一量測條件下無法獲得的材料物理特性資訊。在追求高再現 性之過程控制時,該方法不可或缺,且廣泛應用於無機粉體 陶瓷、汙水處理、洗淨、纖維、化學、生物、食品等領域。

本次,使用pH值滴定儀來進行市售之氧化鋁(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、二 氧化矽(SiO。)、氧化鈦(TiO。)、氧化鋁與二氧化矽化合物 (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>•2SiO<sub>2</sub>)等無機物的pH值滴定,並求得等電點。

各粒子之pH值滴定結果如圖1所示。結果發現, 結果 各無機氧化物之等電點(pi)量測結果如下:氧 化鋁pi=9.6、二氧化砂 pi=3未滿、氧化鈦 pi=5.6。各等電 點儘管也會因結晶結構而有所不同,唯幾平與文獻值相同。 此外,氧化鋁與二氧化矽化合物3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>•2SiO<sub>2</sub>之等電點為 pl=7.4,較氧化鋁更偏酸性。推測可能是二氧化矽之影響。

分散劑濃度之最佳化 ELSZ

膠體粒子之分散穩定性,在眾多產業領域都是重要 目的 課題,而處於研究、實用化階段。通常利用粒徑 與界達電位等作為分散穩定性指標

本次使用氧化鋁粒子與無機分散劑六偏磷酸鈉(HMPNa) 進行分散濃度最佳化之實驗。實驗條件為改變分散劑之添加 濃度,再量測添加後經時變化的粒徑與界達電位。

圖1與2顯示改變HMPNa添加濃度2分鐘、30 結果 分鐘、60分鐘後之氧化鋁粒子的粒徑與界達電位 量測結果。氧化鋁粒徑在添加濃度從1×10-2mM到5×10-2mM 之範圍變化,亦可觀察到經時變化。

在HMPNa添加濃度為3×10-2mM時觀察到顯著差異,此時 的粒徑與添加時相比有明顯增大。此外,界達電位在該濃度 附近趨近於零,推測再從正電荷反轉為負電荷的濃度領域中 因HMPNa之吸附使得分散系統不穩定所致。

從以上結果得知,HMPNa之最佳添加濃度為粒徑小且界達電位 之絕對值較大的1×10-2mM。

膠體粒子

無機粒 子

界達電位

膠體粒

子

無

機

粉

子









### 用於水處理之增凝劑

膠體粒子

無

機粒

子

河水中混有泥沙、有機物、微生物等物質且懸浮其上。所謂的 目的 水處理,就是去除不純物與懸浮物質,使其成為飲用水。處理時 必須以凝集劑使水中的懸浮物質凝集、沈澱下來。之後再經過上清液過濾等處 理過程。凝集劑會根據處理的水種類,而使用無機類或高分子類等各種凝集劑。

*4*0

30

20

匂

È

形

删-10

`-20

-30

0

4

5

圖1 氧化鋁粒子的粒徑與

10

界達電位對HMPNa濃度變化

15

PSSNa添加濃度(1×10<sup>-4</sup>mM)

本次,使用陰離子高分子電解質「聚苯乙烯磺酸鈉(PSSNa)」這種高分子 類凝集劑,並使用氧化鋁粒子作為懸浮粒子來量測粒徑與界達電位,並藉此評 價分散狀態。溶劑使用1mM的NaCl(pH值=6),使用超音波分散機進行 10分鐘的分散。

氧化鋁粒子之等電點在pH值為9~10的範圍內,故 結果 pH值為6時為正電荷。氧化鋁粒子之界達電位在添加 PSSNa後就減少,並在添加濃度為2.5×10-4mM時趨近於零。此外 若再繼續添加到2.5×10-4mM以上濃度,氧化鋁界達電位會增加負電 荷,並在添加濃度為20×10-4mM時達到約-40mV的恆定狀態。 這顯示PSSNa吸附於氧化鋁粒子上。而氧化鋁粒徑在添加PSSNa後 在低濃度領域慢慢增大並凝集。氧化鋁粒徑達到最大時,與界達電 位等於零時的添加濃度相同,若再繼續添加,氧化鋁粒徑會再變小 且再度分散,並於添加濃度為10×10-4mM時達到定值。故由粒徑 與界達電位之結果得知,凝集所需最佳為2.5×10-4mM。

如此推測,粒徑與界達電位為評價凝集劑之效果與最佳濃度時的有 效方法。

添加於CMP漿料中的非離子型界面活性劑 ELSZ 界達電位與粒徑控制

目的

在半導體製造的CMP (Chemical Mechanical Polishing) 製程中,研磨半導體晶 圓或金屬面時,經常利用到金屬氧化物(二氧化矽粒子、氧 化鋁粒子)。二氧化矽粒子、氧化鋁粒子等金屬氧化物會因 各種因素(pH值、添加劑等)使其粒子分散狀態產生變化, 因此以粒徑及界達電位為指標來控制分散狀態非常重要。

本次,於CMP漿料添加非離子性界面活性劑,並量測添加 前後之界達電位及粒徑變化。

圖1顯示非離子性界面活性劑添加前後之粒徑分 結果 佈。亦共同呈現粒徑及界達電位。在無添加劑時, 平均粒徑為104.2nm、界達電位為-34.3mV。與此相對,有 添加劑時之平均粒徑為164.0nm、界達電位為-14.7mV,顯 示有無添加劑,粒徑與界達電位都有明顯差異。因非離子界 面活性劑吸附於粒子表面,故粒徑會根據吸附層而變大。

此外,界達電位因非離子性界面活性劑吸附之故,使表面電 位下降。

如此透過界達電位與粒徑之量測,來進行分散評價,由此得 知該量測值在控制分散狀態時非常重要。



CMP粒子的粒徑分佈



● 界達電位 (mV)

▲平均粒徑 (nm)

20

25

40000

36000

32000

28000

24000 🔁

20000 등

16000 楶

12000

8000

4000

30

界達電位

#### 常見晶圓種類表面電位等電點量測 ELSZ

SiN、SiC、TEOS等等材料為新一代半導體中備受矚 目的 目與期待的新材料。ELSZ結合電滲流分析可輕鬆量 測固體表面電位,與pH滴定儀連用更可以直接量測並畫出樣品的 等電點等資訊。藉由得知各種材料於不同pH值下面的電位表現 可利於設計研磨、清洗、塗層等等的後續應用。

此次使用 ELSZ 固態樣品專用容器量測市售 SiN 及 TEOS 在各個不 同pH值下的表面電位及其等電點。

右圖所示,雖然市售的晶圓會因為製造商不同可能 結果 會有些許不同結果,但是都可以觀察到等電點於酸性 側。除了pH值以外,也可以自由置换研磨液、清洗液、塗布液等等 觀察在不同條件下固體與液體在電性上的交互作用研究。



目的

3

純水中界面活性劑微胞粒徑量測 FLS7

界面活性劑為同時具備親水基與疏水基的物 質總稱,亦被稱為兩親分子。界面活性劑一旦

溶於水,且到達一定濃度以上時,就會被水分子包圍,使 疏水基變得不穩定。為使其穩定化,親水基會往外而疏水 基會往內,界面活性劑彼此凝集形成穩定的聚集體(微 胞)。(如圖1)該濃度稱為臨界微胞濃度(CMC)。

本次量測純水中十二烷基硫酸鈉(SDS)與非離子性界面 活性劑Tween20之微胞粒徑。



結果發現, SDS與Tween20之粒徑分別為1.1nm與 7.6nm。SDS與Tween20之分子量各為288與1228, 顯 示分子量愈大,其微胞粒徑亦愈大。



**固體表面電** 













#### 塩類有無對界面活性劑微胞粒徑暈測 FLS7



目的

近年來,如眾所周知,導電性高分子為具備幾 乎與金屬相同導電性之物質,而廣泛應用於電子等 各種領域。其中尤以摻雜聚乙烯磺酸的聚乙烯二氧噻吩、 PEDOT/PSS為代表性的導電性高分子。PEDOT/PSS因其可視 光吸收程度少,故期待其成為代替透明電極ITO之材料。

本次量測配比互異的兩種PEDOT/PSS之粒徑。

結果 圖1與圖2顯示配比互異之PEDOT/PSS的粒度分 佈。PSS 配比較多的 Low Conductive Grade PEDOT/PSS 之 平 均 粒 徑 為 268.6nm、PSS 配 比 較 少 的 Conductive Grade PEDOT/PSS 之平均粒徑為2555.6nm。 再看粒度分佈,兩種PEDOT/PSS皆可觀察到2個波峰。該結果 顯示有聚集現象。PSS 之比例愈大,其粒徑愈小,推測為磺酸造 成親水性變大之故。如眾所周知,PEDOT/PSS會因配比使其各種 物理特性產生極大變化。已知此現象也與粒徑有很大的關係。

8

ELSZ

運用固體表面電位對交互積層法評價

目的 交互積層法 (交互吸附法)是指,將基材交互 浸漬於存在正離子的水溶液與存在負離子的水溶 液,並反覆操作,使其透過靜電交互作用之吸附而形成薄膜。 該方法由於可控制奈米等級的厚度,故期待其作為次世代膜厚 塗膜之方法,應用在LCD、PDP、半導體、光學等各種領域。

本次使用陽離子及陰離子高分子溶液,並透過交互積層法在 玻片基板上形成薄膜,再量測薄膜層之界達電位。陽離子高 分子使用聚乙烯亞胺 (PEI), 而陰離子高分子則使用一般用於 燃料電池之高分子電解質膜等領域的Nafion。

結果 圖1顯示將PEI與Nafion交互積層4次時,個別薄 膜層之界達電位。積層過程中,發現彼此的電荷有反轉的現象。 該結果顯示高分子透過靜電作用吸附,且PEI與Nafion亦進行 交互積層作用。由此可見固體表面電位之量測,為評價基板上 積層過程之有效方法。

界面活性劑之微胞,會根據溶劑之鹽類濃度或 目的 鹽類的種類而改變其聚集數。

本次使用十二烷基硫酸鈉(SDS)作為界面活性劑,並量測 粒徑來評價鹽類濃度對微胞聚集狀態之影響。溶劑使用10mM 磷酸緩衝液(pH值7),而鹽類則使用氯化鈉(NaCl)。



圖1顯示NaCl之有無對SDS微胞粒徑量測的影 響結果。

結果發現,在0mMNaCl溶液中的SDS微胞粒徑為3.3nm。 粒徑較在純水中更大的原因是來自於磷酸緩衝液的鹽類濃 度。在100mM NaCl溶液中之粒徑為4.6nm。微胞之粒徑隨 鹽類濃度增加而變大。

該結果顯示微胞之聚集數變多。

### ELSZ 6

結果

### 市售洗手液的微流變學黏彈性量測

目的

洗手是如今日常生活不可或缺的一部分。使用的洗 手液部論是殺菌力,清潔度、起泡程度等等特性也是產

品的重要性質。此次,藉由量測市售的液體洗手液的微流變學,分析比 較量測值與特性的關係。

使用市售洗手液M進行量測。在原液及2倍、5倍、10倍。20倍稀釋溶液 使用粒徑120nm之PS Latex 粒子調製成濃度0.01%後作為tracer particle 混合使用,量測其微流變學黏彈性性質。

結果

(ω) 的關係。

圖 1(a) 原液及各種稀釋比例的液態洗手液,反映彈性項的 儲藏彈性率(G')、(b)反映黏性項的損失彈性率(G'')與頻率

由圖觀察得知黏性項 (G") 的結果約 20 倍稀釋仍然能維持黏性 但是彈 性項 (G') 的儲藏彈性率在 2 倍稀釋時,仍然能保持稠狀態不影響起泡效 果 2 倍以上稀釋時 變得無法量測儲藏彈性率 (G') 較難維持黏稠狀態。

G'與G"的關係: G'與 G"都很小:較好塗抹,清爽 G'>G"時:偏向流體,較易流動 G'<G"時:偏向固態,不易流動





圖1. 市售液態洗手液的儲藏彈性率(G')及損失彈性率(G") 與頻率的關係 (a): 儲藏彈性率(G')、(b): 損失彈性率(G")

微界 胞面





體表面雷







### 環己烷中聚苯乙烯之溫度梯度量測

高 分 子

如眾所周知, 環己烷這種溶劑對高分子聚苯乙烯 目的 而言為不良溶劑,且於34.5℃(θ溫度)達到理想 狀態。預測其高分子鏈之大小會在θ溫度上下變動。

本次使用ELSZ-2000ZS之溫度梯度功能,量測聚苯乙烯 (Mw = 422000: TOSOH CORPORATION製) 環己烷溶液 之動態光散射,並求得流體力學直徑(2Rh)之溫度變化。

在各種聚苯乙烯濃度(0.5、1.0、1.5、2.0、 結果 3.0mg/mL)下,將量測溫度自40℃到30℃為止, 每0.5℃及1℃變化一次,求得流體力學直徑。高分子溶液儘 管會受高分子之結構影響,但有時亦可觀察到溶液黏度變高等 情況下的濃度相關性。因此,圖1從各濃度所求得的流體力學 直徑,將外推至零的值比對測定溫度作圖。<br />
聚苯乙烯之流體 力學直徑隨溫度變高而有變大趨勢,故得知高分子鏈之大小在 θ溫度上下變動。





塑膠容器之界達電位量測

塑膠被用於容器、包裝、電器製品、汽車、 目的 醫藥品等各種領域,是相當貼近我們生活的物 質。其原料從單一材質到複合材質等種類豐富。

本次量測各種塑膠容器之內表面電位。材料種類則使用 聚乙烯(PE)、聚丙烯(PP)、四氟乙烯-全氟烷氧基乙 烯基醚共聚物(PFA)、聚乙烯對苯二甲酸酯(PET)。

圖1顯示各容器之表面界達電位的pH值滴 結果 定結果。結果發現,PE與PP在pH值=4附近 達到等電點。另一方面,氟化的PFA在pH值=3到pH值 =9的範圍內呈負電荷,且不存在等電點。此外,PET則無 論在哪個pH值領域,其電荷都為零。原本PET就是帶有負 電荷的結構 , 故可知該容器有經過表面處理。

由此可見,根據材料不同,其容器之表面電位也互異, 故必須考慮裝入容器的液體與材料之間的交互作用。

運用靜態光散射法對機能性高分子特性評價

目的

近年來,為追求高機能化,而傾向改變高 分子的形狀或結構,抑或是導入各種官能 基。因此,利用尺寸大小排除法原理進行分子量的量測 (GPC),已經無法求得正確的分子量

本次,藉由靜態光散射法,量測分子量幾乎相同,但 形狀互異之聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)的分子量

使用靜態光散射法量測任意形狀PMMA與接 結果 枝共聚狀PMMA之分子量,各為157000與 140000,大小幾乎相同。另一方面,使用GPC法量測 任意形狀PMMA之分子量為150000、接枝狀則為 70000,大小幾乎相差2倍。此乃因GPC法會排除尺寸 大小,故會受到高分子大小影響。而靜態光散射法,除 了分子量以外,亦可同時求得作為慣性半徑與溶劑親和性 指標的第2維里係數。

任意形狀與接枝共聚狀PMMA之慣性半徑,各為252Å 與115Å。該大小之關係,與使用GPC法量測分子量之大 小成正比。由此可見,靜態光散射法為量測多機能化高分 子之分子量,以及慣性半徑等表徵之有效手段。



圖1 任意形狀與接枝共聚狀PMMA之結構

#### 表1 運用靜態光散射法量測PMMA分子量結果

2 bylol		GPC法			
試料	分子量	慣性半徑	第2維里係數	溶劑	分子量
任意PMMA	157000	252	0.000451	THF	150000
接枝PMMA	140000	115	0.000240	THF	70000



分子量

奈米過濾膜表面電位

目的

生活用水、飲用水等等我們一般使用的水,大多是 由原水(地下水、河川、湖水...等等)經過淨水的水 處理後供給。淨水技術通常使用過濾膜或增凝劑等

等材料化學技術、汙泥攪拌裝置等等。特別是要將原水中所含雜質 或微生物等不純物去除,得到安全的飲用水。

水處理技術中的一環,是在添加增凝劑及精密過濾等前處理結束 後,使用奈米過濾膜(NF膜)進一步過濾更小的不純物。過濾設備目 前最大的課題是膜孔賭塞造成過濾效果降底、流體抵抗力上升使能 源消耗、定期交换新的膜等使成本增加。研究如何降低膜堵塞狀況 也是一個世界上盛行的研究。水中的腐植物質或多糖類、蛋白質等 等的溶存有機物 (Dissolved Organic Matter : DOM) 的表面吸附 及沉澱,大多是因為弱的負電荷關係。為減少膜上的吸附,大多將膜 表面改植為親水性。藉此使用帶有負電的DOM物質與膜層表面的 負電產生電荷斥力,進而減少吸附。其指標性質的膜表面電位,為預 測過濾膜的性能及汙染狀況預測的重要因素之一。



业資料數據是由江原大学環境工学科Kanamin Chon教授提供,更詳細內容請參考下面文獻 Chon, K.; Cho, J. Fouling behavior of dissolved organic matter in nanofiltration membranes from a pilot-scale drinking water treatment plant: An autopsy study. Chem. Eng. J. 2016, 295, 268-277.

15







結果

此次實際量測使用約一年的NF膜,進行表面電位 量測。也一併測試了接觸角進行膜層表面親水·疏 水性評價。並且以各種溶液進行洗淨效果評價。各

自的結果由下表表示。使用過後的膜比起未使用的表面電位大 幅降低,且接觸角變大,是由親水性轉變成疏水性。由此結果 可推斷疏水性成份吸附於NF膜表面。接著,為去除吸附層,分 別使用離子交換水、酸性溶液(0.1mol/LHCI)、鹼性溶液 (0.1mol/L NaOH)洗淨過後量測過濾膜的表面電位及接觸角 其中以鹼性溶液洗淨的NF膜有顯著的變化,顯示其洗淨效果 較佳。

如此,可研究過濾膜表面電荷交互作用的觀點來看,量測膜 表面電位是有效的,可應用於膜材料的開發與研究。

	長1	•	NF	膜表	面	電	Ŵ	及	接	觸	f
--	----	---	----	----	---	---	---	---	---	---	---

	NF膜表面電位(mv)	接觸角(°)
未使用	-30	57
使用過後	-5	65
以離子交換水洗淨	-10	52
以酸性溶液洗淨	-7	63
以鹼性溶液洗淨	-18	49



目的

### 粒徑相近樣品的多角度粒徑分佈量測

(a)

(a)



76.2nm

264.3nm

粒子個數



120nmPolystyrene latex粒子濃度量測

在雷利散射的範圍中,可由已知的粒子折射率及粒徑大 目的 小計算散射強度的理論值。由散射強度可進一步計算粒子 濃度。

粒子個數濃度(個/mL)=樣品絕對散射強度/單顆粒子散射強度。

使用ELSZneo的粒子濃度量測功能,進行平均粒徑120nm乳膠粒子的 濃度量測。樣品濃度分別為10<sup>-5</sup>%、10<sup>-4</sup>%、10<sup>-3</sup>%、10<sup>-2</sup>%等4種類。

圖1為120nm乳膠粒子在各濃度下的計算值和量測結果。 結果 解析使用參數條件(粒徑:120nm、粒子折射率:1.59),計算 值與量測值十分一致。

結果

結果如右圖,各自分別為(a)後方單一角度、(b)多角度 量測。由後方散射單一角度較難分離的分佈,在多角度量

通常動態光散射DLS都是以後方散射或是90度散射為

主。多角度量測是由後方· 側方· 前方的3種角度進行

量測,將各角度的自相關函數使用最適化解法分析粒徑分佈。

能分離過去較難分辨的臨近的粒徑分佈。

種,比較單純後方散射及多角度量測的差異。

這種多角度粒徑量測的優點是,解析度較過去單一角度的粒徑分佈高,

這次準備了各種種有標準值的標準品 PS Latex 粒子, 粒徑分別為

28nm、66nm、120nm、262nm、474nm,以濃度0.01%或0.001%調

製 28nm+66nm、120nm+262nm、262nm+474nm,以1:1比例混合三

測下分開了。

雖然因為計算的關係最大約有20%的誤差值,能有效分離相近的粒徑分 佈。



(b)

(b)

圖 3.262nm + 474nm 的混合Latex 粒子量測 a):後方散射單一角度、(b):多角度量測

圖 1.28nm + 66nm 的混合 Latex 粒子量測

(a):後方散射單一角度、(b):多角度量測

圖 2.120nm + 262nm 的混合Latex 粒子量測 a):後方散射單一角度、(b):多角度量測



### 不同粒徑之Polystyrene latex粒子個數量測

目的

比光的波長還小的粒子散射光也稱為雷利散射,在這個 範圍中可藉由絕對散射強度除以單一粒徑的散射光強度

計算出粒子濃度。

此次,利用不同粒徑的PS Latex(28nm~2900nm)進行散射光量測,由 絕對散射強度以理論方式計算粒子個數。

此次,分別使用標品品粒子,28nm、66nm、95nm、112nm、 237nm、262nm、431nm、606nm、940nm、1000nm、2900nm。使用 10mM-NaCl+0.15%SDS水溶液分散調製、28nm為濃度0,01%に、其 他粒子濃度為0.001%。

使用ELSZneo 的粒子濃度量測功能,求得粒子個數。並且也對雷利散射 以外的µm等級粒子進行量測。



則有較大的乖離結果。

圖丨維結果顯示。橫軸實測值,縱軸是由濃度計算後得到 的粒子個數。28nm到1µm左右的結果來看,近似值(R2)都 有0.9以上,顯示可量測稍微較雷利散射以上的範圍。1µm以上的粒子,

不同粒徑之 PS Latex 粒子個數 1.05-14 E 140-12 個數 .... 1.02-10 N .... 17 • 130-re 畑 1.00-00 ..... ..... 瀻 ..... 行 間 一 記 一 記 一 記 ..... 4100-..... 牧 1.01-04 1.02+00 1.00+20 148+17 1.08+04 3.05+06 1.00+14 實測值(粒子個數/ml)

圖1 不同粒徑之PS Latex粒子個數



高分子溶液的微流變黏彈性量測

目的

低黏度溶液的黏彈性狀態量測,可以使用動態光散射應 用微流變方法進行<sup>\*</sup>。在高分子溶液中添加單分散粒子,

解析其粒子散射光的自相關函數,量測高分子的黏彈性。一般的動態光 散射是由已知黏度的參數求得粒徑大小,微流變量測是反過來用已知的 粒徑求得黏性及彈性。

使用ELSZneo的微流變量測功能,量測對象為1%聚環氧乙烷 (Polyethylene oxide)水溶液,並使用已知平均粒徑120nm乳膠粒子 求得黏彈性。

結果	右 較偏
黏性率)。	1 1 110

圖得到黏彈性結果。稀薄高分子溶液的結果(G">G'), 间液態的流動狀態。另外由η'=G''/ω也可求得η'(動態

本方法使用的前提條件為粒子散射光強度要遠大於量測對象的散射光。可 簡便求得樣品的黏彈性相關資訊。

\* Naoya Sagawa, Nao Yamanishi, Toshiyuki Shikkaba Reoroji Gakkais45, 57-63 (2017)

高 分 子





#### 常溫與低溫下的酪蛋白量測 FI S7

高分子

酪蛋白約佔牛奶中蛋白質的八成,其營養價值不 目的 遑多讓,且在食品加工上亦擔任相當重要的角色。 此外, 酪蛋白非單一蛋白質, 而是由q-酪蛋白、 B-酪蛋白、 **κ-**酪蛋白等三種主要成分所構成。

本次,將酪蛋白溶解於50mM的Tris-HCI緩衝液(pH值 =8.0),使其濃度為1mg/mL,再以孔徑0.1µm之濾膜過濾後進 行量測。

150nm ~ 200nm之酪蛋白微胞型態於4℃之粒徑 結果 較25℃時稍大。此與酪蛋白微胞主要藉由疏水鍵 穩定化極大相關。疏水鍵在低溫端具有變弱的特性,結果發

現,微胞之結構較為鬆散,故粒徑變大。 從粒度分佈亦觀察到,低溫端亦傾向大粒子端。於4℃時的 界達電位與、25℃時相較,其負電荷稍微減少。推測此乃因 在低温端時,負電荷較大的B-酪蛋白呈遊離狀態,使酪蛋白微 胞整體的負電荷減少,並使界面電位降低所致。



#### 表] 酪蛋白之粒徑與界達電位量測結果

溫度(℃)	平均粒徑(nm)	界達電位(mV)
25	157.6	-23.4
4	169.4	-18.4

沉降性樣品紙漿原料界達電位量測

目的

28

一般而言,我們都希望產品的界達電位越大,分散性越 好。也有一些反過來的案例。譬如水質處理的增凝劑,或 是需要其團聚聚合的產品。因為希望其產生聚合的關係,樣品會有較明 顯的沉降現象。ELSZ因為實測電滲流,在沉降現象較明顯的樣品也可以 得到高精度的量測。

我們使用ELSZ 量測紙漿原料,求得界達電位。



紙漿原料如右圖2所示,樣品呈現混濁易沉降的狀態。 使用添加劑濃度對界達電位作圖,如圖2。此次使用正離 子型添加劑,可以觀察到添加百分比約0.2wt%時,界達電位接近0mV, 使得樣品產生團聚後,進一步進行固型等後續製程。





圖 2 紙漿樣品混濁狀態的原料



界達電位

界達電位

#### 纖維狀、線狀樣本之表面電位 FLS7

如眾所周知,纖維物質之界達電位與纖維表面狀 目的 態、或表面的各種物質吸附現象密接相關。纖維 之界達電位在吸濕、膨脹、染色、洗淨等研究領域中,傳統 上使用流動電位法進行評價。而電滲透流法,則因在纖維狀 或線狀樣本之情況下,樣本容易吸濕而漏水,故量測相當困 難。然而,如圖1所示,若使用專用的隔片,便能使量測變 得容易。

本次,將絲線及棉線放置於專用隔片,量測各纖維在pH值 =2.5~ pH值=5.8之酸性領域中的界達電位。

圖2顯示絲線及棉線之纖維表面界達電位的pH值 結果 相關性量測結果。可發現絲線與棉線之等電點不 同的情況。此乃受材料本身影響。

該手法不僅可量測纖維表面之界達電位,亦可同時求得溶液 中粒子之界達電位,因此在與纖維相關的洗潔劑、柔軟劑等研 發或染料研發等範疇,以及作為新材料的膠體分散粒子等研發 當中皆可運用。



目的

FLS7

纖維染色過程之表面電位

絲線為兩性纖維,且具有酸基(羧基)及 鹼基 (氨基),故眾所周知其表面界達電位之pH值相

關大概在pH值=3時達到等電點。纖維染色時,染料於纖維 表面之吸附過程,可說是左右染色現象最重要的。在該過程 當中,構成纖維表面的分子時而解離,或在液相(染浴相) 中的染料其他分子作為離子吸附其上,而形成電雙層。因此, 染料對纖維表面之吸附,被認為是影響界達電位的極大因素。

本次,在絲線表面界達電位為正值時的pH值領域(pH值 3 以下),於絲線添加"偶氮染料(Orange II) "這種酸性染 料,並改變染料濃度(0~1mM),再量測絲線之表面界達電 位。

圖1顯示絲線表面界達電位對染料 (Orange 結果 II)添加濃度的相關度。隨著Orange II濃度增加, 絲線表面界達電位符號由正轉負,其絕對值也慢慢增加。推 測是染料吸附於纖維表面,受染料的酸基(碸基)影響而變成 負電荷。

由此可見量測表面界達電位,為檢討纖維表面染色性之有效 方法。

分

7



圖 1 放置於隔片的線狀樣本









位。

結果

### 不同種類印刷用紙表面電位

高 分 子

為使墨水在噴墨列印紙表面固定且發色良好,通 目的 常會塗上各種塗膜。然而一般來說,當固體表面 與粒子所具備的電荷相反時,會因靜電的交互作用,使粒子變 得容易吸附於固體表面。因此,量測噴墨列印紙之表面界達 電位,被認為是檢討墨水(粒子)對紙張(固體表面)吸附 性的有效方式。

我們量測同一廠商生產的四種市售噴墨列印紙之表面界達電

可見,表面界達電位會因噴墨列印紙種類不同而有極大差異,

推測該差異來自於紙張表面所塗布之塗膜。

觀察紙張樣本之表面界達電位發現,一般紙與相

紙為0mV、霧面紙為負值、光面紙為正值。由此



圖] 列印紙表面之界達電位量測結果





潤滑油在引擎工作中,為了讓動作更順暢扮演一連串重要角色,包括潤滑、清潔、吸收衝撃、密封、冷卻、防鏽等等。 目的 引擎潤滑油的組成一般大致為80%的基底以及20%的添加劑。油的基底為礦物油、化學合成油、部分合成油等等組成。添加劑為金屬、小 分子無機化合物、有機酸,界面活性劑等等有機化合物及各種高分組組成。

這次使用ELSZ量測引擎潤滑油中添加劑的平均粒徑及粒徑分佈。

圖1為使用溫控功能量測引擎潤滑劑的平均粒徑與溫度的關係圖。其結果顯示,添加劑的平均粒徑隨著溫度上升而逐漸變大。 結果 圖2為20度℃時引擎潤滑劑中的粒徑分佈。其結果顯示,15nm及525nm附近都有peak,可以得知此種潤滑劑中含有2種添加成份。 圖 3 為 90℃時引擎潤滑劑中的粒徑分佈。其結果顯示,添加劑 A 對溫度幾乎沒有變化,添加劑 B 變大了。推測添加劑 A 為無機物質的剛性粒子,添加 割B為柔性粒子。一般而言高分子的鎖鏈構造會因為高溫狀態下逐漸展開,並且這種高分子容易被剪斷造成潤滑油的黏度降低。

如此,藉由量測引擎潤滑劑的粒徑,可得到物性的重要情報。





尚



\*10μm 以上的粒徑量測結果為參考值