

Protocole Potentiel Zeta

1. Méthode

La mesure du potentiel zéta est effectuée avec le ZetaPALS, qui mesure la mobilité électrophorétique d'une suspension chargée dans un champ électrique. Seulement quelques [mL] de suspension sont nécessaires. La mesure utilise des solutions conductrices, comme le KNO_3 , à différents pH. Quelques minutes sont nécessaires à la mise en équilibre de l'échantillon et de la cellule à la température de l'instrument. Il est important d'éviter toute présence de poussière. Il est souvent nécessaire de filtrer¹ la solution de dispersant utilisée pour préparer les différentes dilutions et de nettoyer tous les contenants afin d'éviter la présence de poussière.

2. Equipement

- Appareil de mesure: Brookhaven BI-9000AT (plus d'informations sur <http://www.bic.com>);
- Une électrode spéciale de mesure du potentiel zéta;
- Des cellules carrées en acrylique jetables sont utilisées pour des suspensions aqueuses et alcooliques simples;
- Une cellule spéciale en verre est utilisée avec des solvants agressifs;
- Spatule pour les échantillons de poudre, pipette en plastique pour les échantillons liquides;
- Nouveau récipient en polystyrène d'un volume de 50 [mL] avec couvercle (diamètre extérieur 35 [mm], hauteur 70 [mm], par exemple Semadeni référence 2278);
- Barreau magnétique (26×6 [mm]);
- Corne pour traitement par ultrasons: Telsonic Ultrasonics, DG-100, 15 ou 5 [min] (voir si-dessous), 150 [W] ;
- Bain pour traitement par ultrasons Wisag, 5 [minute], 150-300 [W];
- Agitateur magnétique;
- Balance analytique (précision 0.1 [mg]);
- Micropipette de 100 [μL], 1000 [μL] et 10 [mL] pour préparer des dilutions d'échantillons concentrés.

3. Préparation des échantillons

- La concentration idéale pour la mesure est 0.1-10 [mg]/[g]. La suspension doit être translucide.
- Une solution mère est préparée, avec une concentration de 30 [mg]/[mL], dans KNO_3 0.001 [M].
- Trois solutions de KNO_3 0.001[M] à pH 3, 6, and 9 sont préparées, en ajustant leur pH avec HNO_3 et KOH 0.01 [M].
- Des suspensions, à la concentration de 1.5 [mg]/[mL], sont ensuite préparées en prélevant 1.0 [mL] de la solution mère, et en complétant à 20 [mL] avec les solutions de KNO_3 à pH 3, 6 or 9. Ces suspensions sont placées dans un bain à ultra-son pendant 5 [minutes].
- Quelques [mL] de la suspension sont alors placés dans une cellule de mesure, avec l'électrode plongeant à l'intérieur.
- Il est recommandé d'effectuer 2 mesures par échantillon, à chacun des pH (3, 6, 9).

¹ Filtres de 20 nm, par exemple Whatmann Anopore

- Si l'échantillon est dispersé dans un solvant agressif, utiliser l'électrode spécifique en verre.
- Il peut se dérouler un certain temps avant que l'équilibre ne soit atteint. Ce temps doit être noté. Si une certaine tendance est observée dans la mesure en fonction du temps, l'échantillon doit être laissé à l'équilibre un certain temps (de 1 à 24 heures) avant d'effectuer la mesure, et celle-ci doit être répétée.

4. Opérations

- Allumer l'instrument (en utilisant l'interrupteur principal ou à l'arrière de l'instrument).
- Taper le nom d'utilisateur: ZetaPals. Il n'y a pas de mot de passe.
- Cliquer sur l'icône "'Brookhaven Instruments Corp (Win32)".
- Sélectionner en double-cliquant (attention, parfois le programme met du temps à s'ouvrir)
 - o BIC PALS Zeta Potential Analyser
 - o On peut entendre un son, indiquant que le laser est allumé
 - o Avant de commencer l'analyse, un délai de 5 minutes doit être respecté, afin de stabiliser la température et le laser
- Sélectionner le menu "FILE", puis "Database", double-cliquer sur le nom du fichier avec lequel vous voulez commencer puis sélectionner "exit".
- Cliquer sur "Clear" pour commencer une nouvelle mesure
- Dans le bas de la page, cliquer sur "Parameters", et entrer les données comme décrit ci-dessous pour la silice.

Sample ID	SiO ₂ 45nm
Operator ID	FJ
Notes	Klebosol 1508-35-mesure 2- dilué 100×, pH 10
Runs	10
Manual	Cycles 15
Temperature	25°C (it is advised to work at room temperature to improve the sample stability, but this can be changed if necessary)
Liquid	aqueous (⇒ viscosity, refractive index are automatic)
Batch	1
pH	6
Concentration	1.5 [mg]/[mL]
Particle size	45 [nm]
Zeta potential model	Smoluchowski
Auto save results	Select

- Cliquer sur "Runs", et choisir le nombre de mesures: 10
- Ajouter l'échantillon dans la cellule de mesure, placer l'électrode à l'intérieur, et connecter à l'appareil. Fermer la porte de l'appareil.
- Sélectionner "Setup/Incident power setting/optimize incident power at start of each measurement", puis OK.
- Select "Setup/Diagnostics/temperature stability graph", to check the temperature stability in the cell of measurement.
- Cliquer sur "Start"

- Pendant la mesure:
 - o Vérifier “Reference count rate”: la valeur doit être entre 1500 and 2500 [kcps], et stable
 - o L’intensité doit elle être autour de 500 [kcps]
 - o La courbe bleue (modèle) doit être la plus proche possible des points rouges (mesure)
- A la fin de la mesure, il est possible de supprimer des mesures qui semblent trop éloignées de la valeur moyenne du potentiel zeta, en double cliquant dessus
- Un écart de ± 5 [mV] est bon. Un écart de ± 10 [mV] est acceptable.

5. Présentation des résultats, stockage des données, traitement des données

Imprimer les résultats

- File/Print File/Report file settings: choisir les options voulues
- File/ Print report.

Exporter les résultats

- File/Printer setup: choisir PdfCreator
- File/Print report. Sauver sous [Powder-Lotn°-ZetaPals-Experimentn°-Operator.pdf](#).
- File/Create report from saved measurements. Sauver sous [Powder-Lotn°-ZetaPals-Experimentn°-Operator.txt](#).

Stockage des données

- Copier les fichiers PDF et TXT.
- Aller à \\Ltpc40\powderfiles. Copier le dossier *Powderfiles*. Le coller dans le dossier correspondant à votre projet, et le renommer comme [Powder-Lotn°](#).
- Coller les fichiers TXT et PDF dans les dossiers [Project/Powder-Lotn°/ZetaPals/Data and PDF](#) respectivement.

Traitement des données

- Aller à \\Ltpc40\powderfiles. Dans le dossier [Project/Powder-Lotn°](#), ouvrir la feuille Excel “Powdersheet.xls”
- Cliquer sur le bouton ZetaPals, et suivre les instructions données dans la feuille Excel.

-