

Kimyasal Analiz Laboratuvarı (KAL)



Malzemelerin kimyasal yapılarının belirlenmesi hem sanayi hem de araştırma faaliyetleri için önemlidir. ARGE Eğitim ve Ölçme Merkezinde malzemelerin kimyasal yapılarının belirlenmesi için Kimyasal Analiz Laboratuvarında Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS), Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometresi (ICPMS), Endüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometresi (ICPOES), X-Işını Floresans Spektrometresi (XRF), UV-VIS Spektrofotometresi (UV-Vis) ve Mikrodalga Örnek Hazırlama Üniteleri bulunmaktadır.

TEMEL PRENSİPLER

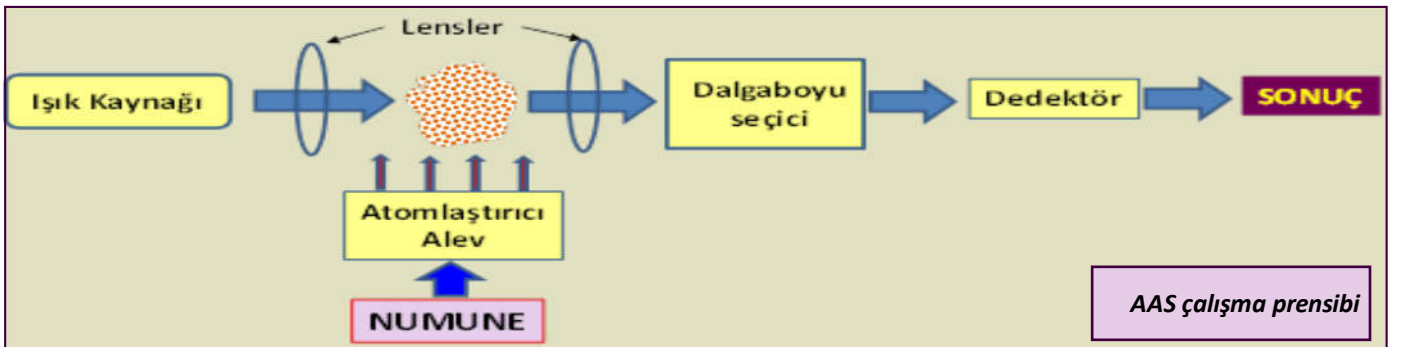
Atomik absorpsiyon spektrometri (AAS): Atomik absorpsiyon spektrometri (AAS), elementlerin derişimlerini ölçen bir tekli element tekniğidir. Hava/asetilen veya azot-oksit/asetilen alevi ile temel hal atomları üretilir. Ölçülen elemente özel kullanılan oyuklu katot lambasından yayılan ışınım mevcut alevden geçirilerek parçalı katı hal dedektör tarafından ölçülür. Örneğin içinde ilgili element mevcutsa, lambadan gelen ışınımı absorplar ve böylece ışınımın şiddeti azalır. Absorplanan ışınım miktarı örneğin içinde bulunan elementin derişimiyle doğrudan bağlantılıdır. Aşağıdaki şekilde cihazın çalışma prensibini özetlenmiştir.

Endüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometresi (ICPOES): Endüktif Eşleşmiş Plazma (ICP), düşük derişimdeki elementlerin ölçüldüğü bir analitik tekniktir. Örnek, 6000°-10000°K sıcaklığındaki argon plazmaya gönderilir. Plazma içinde moleküler bağlar kırılır, atom ve iyonlar oluşur. Bu oluşan atom ve iyonlar plazma içinde uyarıldıktan hemen sonra karakteristik dalga boylarında ışınım yaparak tekrar eski enerji seviyelerine dönerler. Emisyon sinyalleri Echelle polikromatör ve S-CCD (yükten bağımsız aygıt) dizilim detektör sistemiyle ölçülmektedir. Aynı anda birden fazla element tayin edilebilir.



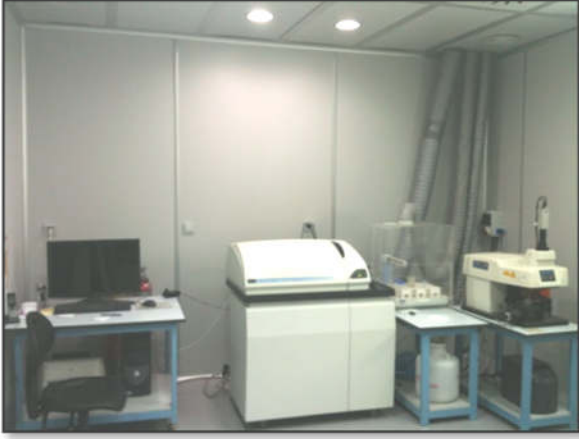
Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometresi (ICPMS):

Endüktif eşleşmiş plazma-kütle spektrometrisi, örneklerin yüksek sıcaklıktaki bir plazmaya, genellikle argon, gönderilerek moleküler bağların kırıldığı ve atomların iyonlaştırıldığı bir analitik tekniktir. İyonlar örnekleme ve ikinci aşama süzme (skimmer) konileri arayüzeyinden geçerek vakuma alınır ve burada birleştirilmiş mercekle sistemi iyonları quadropol kütle spektrometresine odaklar. Burada iyonlar kütlelerine ayrılıp taramalı elektron çoğaltıcısı ile analizlenir. Örnek, genel olarak bir solüsyon halinde ve sisleştirici aracılığıyla cihaza gönderilir. ICP-MS çok hızlı bir şekilde farklı kütleleri ölçebildiği için, çoklu element ölçüm cihazı olarak düşünülebilir. Gözlenebilme sınırı ng/L düzeyindedir.



ICP-MS sisteminde kütle aralığı 5-270 amu ve gözlenebilir sınırları ng/L düzeyindedir. İhtiyaç duyulduğunda gaz moleküllerinin bulunmasından kaynaklanan isobarik girişimlerden kaçınmak için dinamik tepkime hücresi kullanılabilir.

Diğer bir alternatif örnekleme tekniği ise, lazer aşındırma (lazer ablation) tekniğidir. Bu teknik kullanılarak katı örneklerin direkt analizi yapılabilir. Birçok katı örnek LA-ICP-MS kullanılarak ölçülebilir. LA-ICP-MS kullanımının en önemli avantajı yarı-nicel analiz olup bilinmeyen örneklerin kompozisyonu hakkında fikir vermesidir.

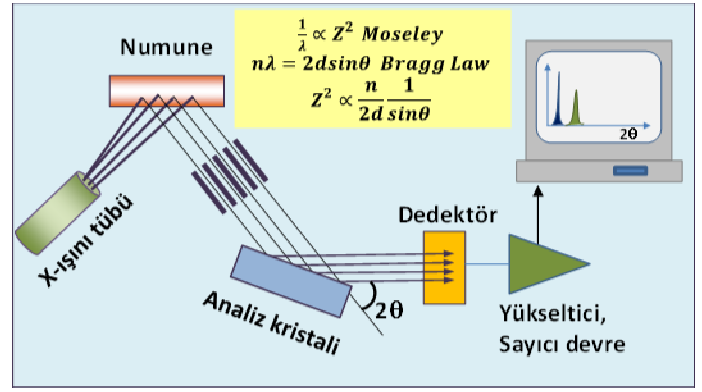


Ultraviyole ve görünür ışık absorpsiyon spektroskopisi:

Ultraviyole ve görünür ışık (UV-Vis) absorpsiyon spektroskopisi bir ışın demetinin bir örnekten geçtikten veya bir örnek yüzeyinden yansıtıldıktan sonraki azalmasının ölçülmesidir. Işığın şiddetinin azalması absorpsiyonun arttığını gösterir. Örneğin derişimi belirli bir dalgaboyundaki absorpsiyonunu ölçerek bulunur. UV-Vis spektroskopisi genellikle çözeltideki moleküller veya inorganik iyon ve komplekslerin ölçümünde kullanılır. Birçok molekül UV veya Vis dalgaboylarını absorplar ve farklı moleküller farklı dalga boylarını absorplarlar. UV-Vis cihazı ile hem sıvı hem de katı malzemelerin absorpsiyon, tranmitans ve reflektans ölçümleri alınabilir.



X-ışını Floresans spektrometresi (XRF): Atom X ışınları gibi yüksek enerjili bir radyasyonla uyarılırsa, bu yüksek enerji girişi yakın yörüngelerdeki elektronları daha yüksek enerji düzeyine çıkarır. Uyarılan elektronlar ilk enerji düzeylerine döndüklerinde kazanmış oldukları fazla enerjiyi dalga boyu 0,1-50 Å olan X ışınları şeklinde geri verirler. Bu ikincil X ışınları yayımına **floresans** ışımaya adı verilir.



Elementlerin verdiği bu ışımaların dalga boyu her element için farklı ve ayırtmandır. Diğer bir ifadeyle bu ışımalar o elementin parmak izi gibidir. Işımanın dalga boyunun saptanmasıyla elementin cinsi (nitel), saptanan bu ışının yoğunluğunun ölçülmesiyle element konsantrasyonu (nicel) belirlenmektedir.

Örnek Hazırlama Üniteleri

Laboratuvarımızda içme suları, atık sular, çevre çalışmalarıyla ilgili diğer örnekler, petrokimya, gıda, hidrojeoloji, çalışılmaktadır. Katı örnekler eğer gerekiyorsa etüvde kurutulur, tartılır ve nitrik asit, hidroklorik asit ve hidrojen peroksit kullanılarak mikrodalga çözme sistemi ile çözeltiye alınır.



XRF cihazı için toprak, kayaç, çökel ve cevher gibi jeolojik ve minerolojik örnekler için uygun standart malzemeler mevcuttur. Örnek hazırlığı örneğin yapısına, analizi yapılacak elementlerin niteliğine ve niceliğine göre farklılık gösterir. Katı örnekler doğrudan analiz edilebileceği gibi uygun parçacık boyutuna getirildikten sonra gerekli görülürse bağlayıcı maddeler kullanılarak preslenir veya eritiş ünitesinde akı halinde hazırlanabilirler.



Eritiş Ünitesi



Öğütücü Değirmen



Pres

Laboratuvar e-posta: mlabkal@metu.edu.tr