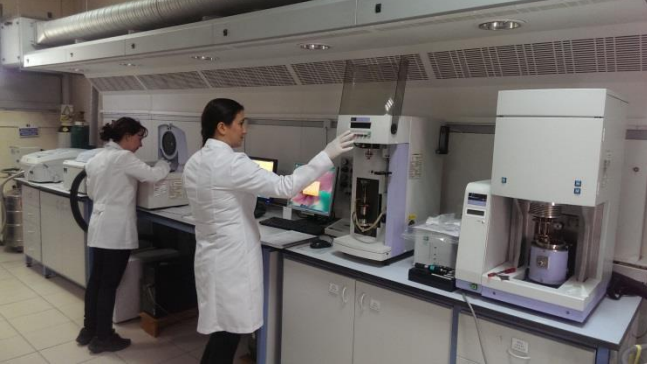




MERKEZ LABORATUVARI
AR-GE Eğitim ve Ölçme Merkezi
ODTÜ, Ankara

Termal Analiz Laboratuvarı (TAL)



Termal Analiz yöntemi, malzemelerin fiziksel özelliklerinin sıcaklığa bağlı olarak değişiminin incelendiği bir yöntemdir. Termal Analiz, malzemelerin kontrollü bir şekilde ısıtılarak ya da soğutulmuş, malzemelerin fiziksel özelliklerinde (ağırlık, absorplanan ya da açığa çıkan ısının, boyut, iletkenlik, magnetik özellik v.s) meydana gelen değişimin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçüldüğü yöntemleri içerir.

Malzemelerin termal özelliklerinin belirlenmesi hem sanayi hem de araştırma faaliyetleri için önemlidir. AR-GE Eğitim ve Ölçme Merkezi'nde malzemelerin termal özelliklerinin belirlenmesi için Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), Termogravimetrik Analiz ve FTIR Spektrometre Sistemi (TGA-FTIR), Termogravimetrik Analiz ve Diferansiyel Termal Analiz Sistemi (TGA-DTA), Dinamik Mekanik Analiz Cihazı (DMA) ve Dilatometre cihazları mevcuttur.

TEMEL PRENSİPLER

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC): Numunenin belirli bir atmosfer altında ısıtılması, soğutulması veya sabit bir sıcaklıkta tutulması sırasında soğurulan veya salıverilen enerji miktarını zamanın ve/veya sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçme esasına dayanır. DSC yöntemi ile çok değişik türde malzemelerin (polimerler, elastomerler, metaller, alaşımlar, seramikler, gıda malzemeleri, ilaçlar, vb.) farklı termal özelliklerini belirlemek mümkündür:

- Camsı Geçiş Sıcaklığı,
- Erime ve Kristalleşme Sıcaklığı,
- Erime ve Kristalleşme Entalpisi,
- Polimer Malzemelerin Kristalleşme Derecesi,
- Polimerlerin Oksidasyon İndüksiyon Süresi (OIT),
- Isı Kapasitesi,
- Faz Dönüşümleri, vb.

Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Kızıl Ötesi Spektrometre (FTIR) Sistemi: Termogravimetri, genel olarak malzemelerde sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak meydana gelen kütle kaybı ve/veya kazanımlarının belirlenmesinde kullanılır. TGA analizi sırasında çıkan gazları analiz etmek için cihaza bağlı Kızıl Ötesi Spektrometresi (FTIR) kullanılabilir.

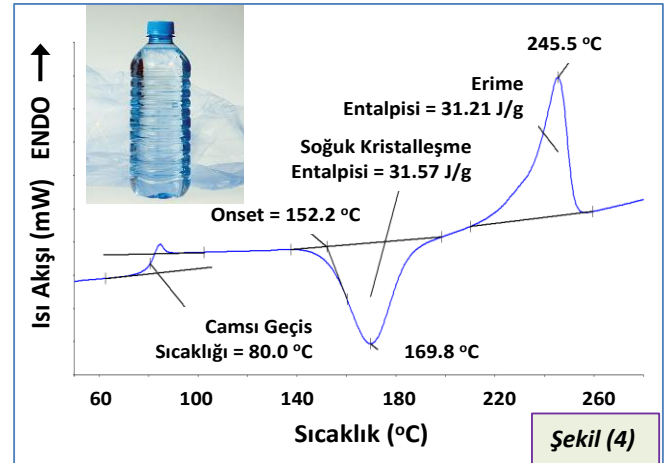
Termogravimetrik Analiz ve Diferansiyel Termal Analiz Sistemi (TGA-DTA): Numune ve referans arasındaki sıcaklık farkını ve ağırlık değişimini eş zamanlı olarak ölçmeye yarayan bir sistemdir. Sıcaklık farklılıkları, numunedeki sıcaklığın değişimiyle meydana gelen endotermik ve/veya ekzotermik reaksiyonlar sonucunda oluşmaktadır. TGA-DTA cihazı ile değişik malzemelerin erime ve süblimleşme sıcaklıkları, kütle kaybı/kazancı, faz değişimi ve oksitlenme gibi özellikleri belirlenebilir.

Dilatometre: Numunenin boyut ölçülerindeki değişimini sıcaklığın ya da zamanın bir fonksiyonu olarak ölçmeye yarayan bir cihazdır. Dilatometre ile malzemelerin doğrusal termal genişleme katsayısı, camsı geçiş sıcaklığı, genişleme/çekme/nüfuz etme davranışları ve yumuşama davranışları belirlenebilir.

Dinamik Mekanik Analiz Cihazı (DMA): Malzemelerin viskoelastik özelliklerinin karakterize edilmesi için kullanılan metotlardan biridir. Genel olarak numunedeki enerji depolama (elastik özellik) ve enerji kaybını (viskoz özellik) ölçer. Camsı geçiş sıcaklığını gösteren en hassas yöntemlerden biri DMA'dır.

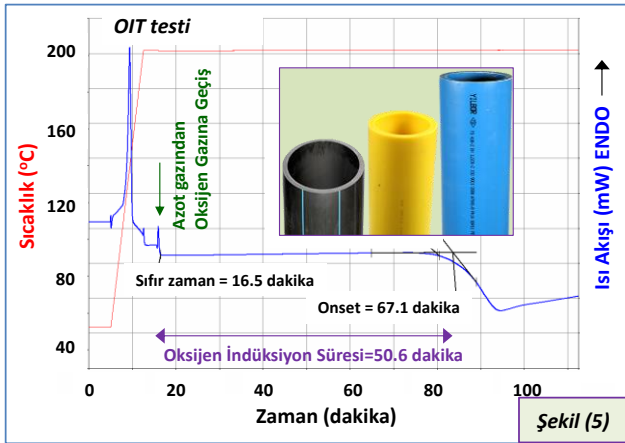
ÖRNEK ÇALIŞMALAR

- Polietilen tereftalat (PET) yiyecek ve içecek kapları üretiminde çok kullanılan bir polimerdir. Uygulanan ısıtma göre PET amorf veya yarı-kristal malzeme olarak elde edilebilir. Camsı geçiş sıcaklığı (T_g) ve % kristalleşme miktarı PET'in özelliklerine etki eden önemli parametrelerdir. PET numunesinin DSC eğrisinden numunenin camsı geçiş sıcaklığı ve % kristalleşme miktarını saptamak mümkündür (Şekil 4).



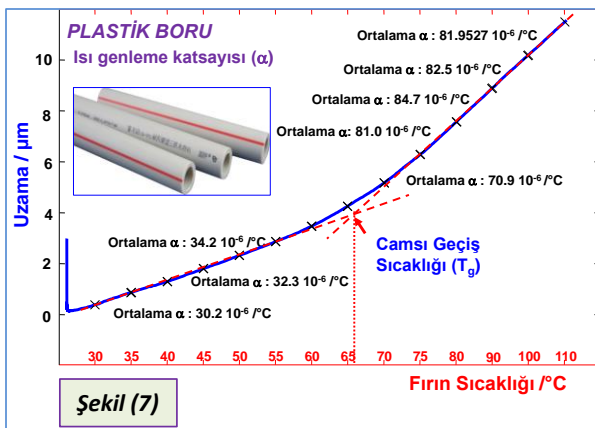
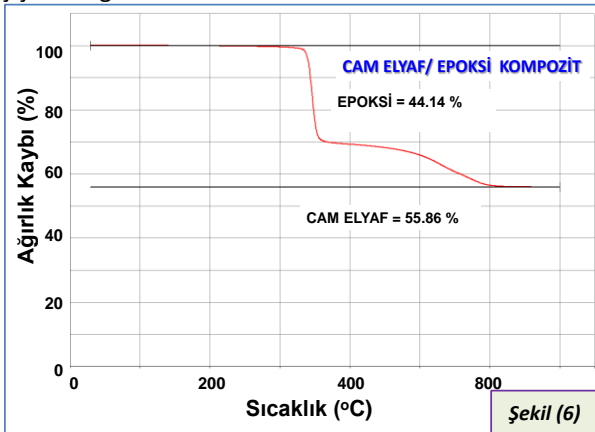
- DSC cihazı ile plastik (polimer) malzemelerin Oksijen İndüksiyon Süreleri (OIT) belirlenebilir (Şekil 5). Plastik malzemeler yüksek sıcaklıklarda (erime sıcaklığının üzerinde) oksijen atmosferine tabi tutularak bozunma

süreleri tespit edilir. Bu süre (OIT) malzemelerin (örneğin PE boruların) uzun dönem kararlılıkları hakkında bilgi verir.



• TGA cihazının önemli uygulamalarından biri polimer ve kompozit malzemelerde dolgu ve/veya fiber içeriğini belirlemektir. Dolgu miktarı, üretilen malzemenin özelliklerini (ısıl genleşme katsayısını, elastik modülüsünü, ve mukavemetini) önemli ölçüde etkiler. Cam elyaf/epoksi kompozit bir malzemenin TGA eğrisi gösterilmiştir (Şekil 6).

• Plastik borudan alınan bir numunenin dilatometre sonuçlarına (Şekil 7) göre malzemenin belirli sıcaklık aralıklarındaki ortalama ısıl genleşme katsayısı ve camlı geçiş sıcaklığı belirlenebilir.



AKREDİTE METOTLAR

Termal Analiz Laboratuvarı 4 deney metodu ile 31.12.2013 tarihinde Türk Akreditasyon Kurumu'ndan (TÜRKAK) verilen Akreditasyon Sertifikası'nı almıştır.

TS EN ISO 11357-1 Plastikler – Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) - Kısım 1 Genel Prensipler

EN ISO 11357-2 Plastikler - Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) - Kısım 2 Camlı Geçiş Sıcaklığı Tayini

TS EN ISO 11357-3 Plastikler-Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Kısım 3 Erime ve Kristalleşme Sıcaklığı ve Entalpi Tayini

TS EN ISO 11358 Plastikler – Polimerlerin Termogravimetrik Analizi (TG)- Genel Prensipler

ULUSLARARASI YETERLİLİK TESTLERİ

Termal Analiz Laboratuvarı 2011 yılından beri her yıl düzenli olarak uluslararası akredite kuruluşların düzenlediği yeterlilik testlerine katılmaktadır. Yeterlilik test sonuçlarından z-skorlar ISO/IEC 17043'de de başarılı olarak kabul edilen $|z| \leq 2$ değerlerinde çıkmıştır.

İLETİŞİM BİLGİLERİ

Laboratuvar Sorumlusu: Elif Kemeröz (Tel: 210 6451)

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

İnternet Adresi: <http://merlab.metu.edu.tr/>