



MERKEZ LABORATUVAR

Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji Merkezi

ODTÜ, Ankara

Kütle Spektroskopi Laboratuvarı (KSL)

Kütle spektroskopi, ölçümü yüksek çözünürlükte yapılması gereken maddelerin analizinde geniş bir alanda uygulanmakta, son yıllarda yoğun olarak çalışılan metabolomik, genomik, proteomik, transkriptomik gibi disiplinlerde etkin olarak kullanılmaktadır. ODTÜ Merkez Laboratuvar Kütle Spektroskopi Laboratuvarı (KSL), Sıvı Kromatografi-Kütle Spektrometre (LCMSMS), NanoLC-ÇipMS (NLCM) ve Kapiler Elektroforez (CE) cihazları ile ODTÜ ve diğer üniversitelerle beraber kamu ve endüstriye farklı alanlarda analiz desteği sağlamakta, cihaz kapasitesi ve yetkin personeli ile ODTÜ ve Türkiye için nitelikli bir laboratuvar olma yolunda çalışmalarını sürdürmektedir.

Sıvı Kromatografi-Kütle Spektrometre (LCMSMS) Sistemi

Laboratuvarımızda bulunan LCMSMS cihazı (AGILENT 6460 QQQ with Jet Stream Technology), sıvı kromatografisi kısmı (AGILENT 1200), kütle dedektörü (AGILENT 6460 Triple Quad LC/MS) ve nitrojen jeneratöründen meydana gelen entegre bir sistemdir (Şekil 1). Ek olarak aynı zamanlı ESI ve APCI iyonlaşma sağlayan ESI/APCI Multimode Sistem de (AGILENT G1978B) mevcuttur.



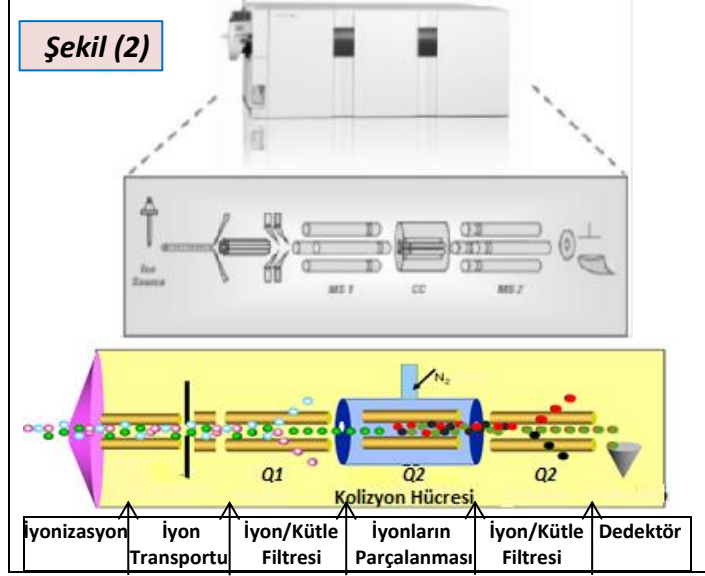
Şekil (1)

Temel Prensipte:

Sıvı Kromatografi-Kütle Spektroskopi sistemi sıvı kromatografisinin (HPLC) ayırım fonksiyonunu, kütle spektroskopinin (MS) kütle analizi fonksiyonu ile birleştiren bir analitik ölçüm tekniğidir. HPLC kolonunda ayrılan maddeler çeşitli tekniklerle iyonlaştırılır ve kütleleri oranında kazandıkları elektrik yükü oranı (m/z) kütle dedektörü ile tespit edilir (Şekil 2). Kütle filtrelerinden geçecek kütleleri seçmek, seçilen kütleleri (ana iyon) kendilerine özel şartlarda parçalamak ve analiz edilen maddeye özel parçalanma ürünlerini (çocuk iyonlar) tespit etmek mümkün olduğundan analiz edilen numunenin kütle

spektrumu elde edilerek kompleks yapıdaki örnekleri analiz etmek mümkündür. Elde edilen kütle profili bilgilerine göre tanımlama, standart kullanılarak da miktarlama yapılır.

Şekil (2)



Laboratuvarımızda Mevcut Veri Bankaları:

- Pestisitler (284 madde)
- Farmakolojik-Toksikolojik Maddeler (10 grup / 182 madde)
- Metlin (Protemik/Metabolomik)

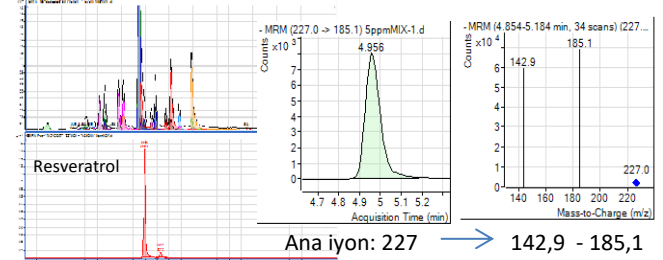
ANALİZLER

- Yüksek hassasiyet ve seçicilikte analiz edilmesi gereken, gıda endüstrisi, çevre araştırmaları, farmakoloji, moleküler biyoloji vb. farklı alanlardan gelen maddeleri analiz etmek mümkündür (pestisitler, sentez ürünler, metabolitler, proteinler, amino asitler, vb.)
- Metabolomik çalışmaları
- Metot optimizasyonu

ÖRNEK ÇALIŞMA:

Ekstraksiyonu yapılmış sıvı numunelerde 32 farklı fenolik maddeyi analiz etmek mümkündür.

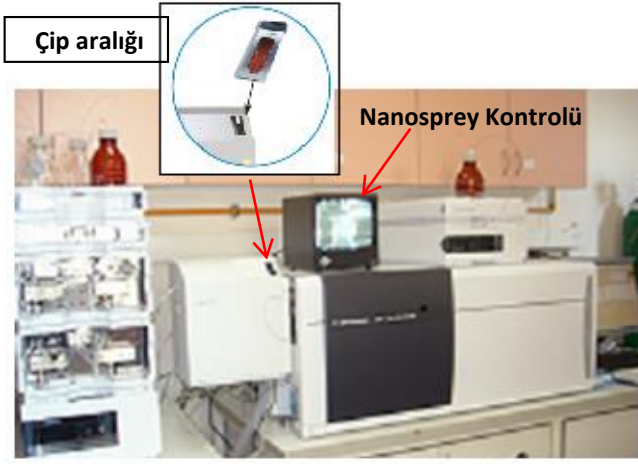
Şekil 3. Bitki ekstraktında fenolik madde taraması



Resveratrol (C₁₄H₁₂O₃); 228.24 g/mol ; Negatif iyonlaşma

NanoLC-ÇipMS (NLCM) Sistemi

Laboratuvarımızda bulunan NanoLC-ÇipMS cihazı (NLCM) kolon fırını, nano pompa, otomatik örnekleyici ve mikro gaz gidericiden meydana gelen nano sıvı kromatografisi kısmı (NanoLC), çip küp ara fazı ve kütle dedektöründen meydana gelen entegre bir sistemdir (Agilent 1200 HPLC-Chip/MS G4240A) (Şekil 4).



Şekil 4. AGILENT G4240 Çip küp - AGILENT 6460 QQQ

Temel Prensi:

HPLC veya LCMS sistemlerinden farklı olarak ayırma kolonu, zenginleştirme kolonu, numuneyi kolona yönlendiren kapiler valf sisteminin ve nanosprey püskürtücünün bir çip içine yerleştirildiği yüksek duyarlılıklı nanosprey LCMS sistemidir. Kullanılan çipler klasik HPLC veya LCMS deneylerinde kullanılan ayırma kolonlarına denk gelir. Nano hacimlerde olan numunenin yine nano hacimlerde akışı ile nano seviyelerde ayırım gerçekleşir (Şekil 5).



Şekil 6. (AGILENT 7100 CE) (UV-Vis DAD)

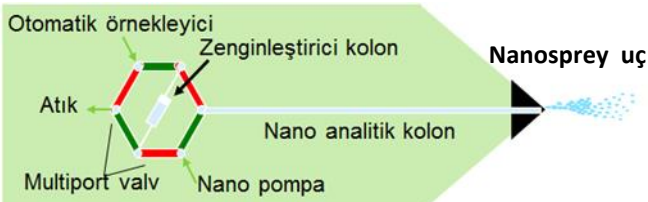
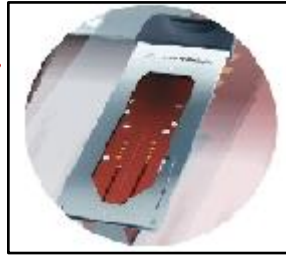
Temel Prensi:

HPLC ile ayırımı güç olan, biyomoleküller, küçük molekül ağırlığındaki bazik, asidik ilaçlar ve iyonlar vb. elektron yüklü maddelerin yüksek etkinlikte ve çözünürlükte ayırmasını sağlar. Elektroferezin yüksek ayırım gücünü, HPLC'nin hızı ve otomasyonu ile birleştiren güncel bir ayırma tekniğidir. Yüksek voltaj (10 to 30 kV) ve yüksek elektrik alanının uygulandığı (100 to 1000 V/cm) kaynaşık-silika kılcal kolonlarda (25–150 µm) yapılan elektroferez sistemleridir. İyonların ayırımı elektroforetik hareketliliklerine bağlı olarak sağlanır.

Şekil (5)

Nano LC Çip ve içindeki valf sistemi

NanoLC Çip



ANALİZ PROFİLİ

- ✓ Biyomarkör analizi
- ✓ Protein fosforilasyonu tespiti
- ✓ Glikomiks-Glikozaminglikanlar
- ✓ Proteoliz
- ✓ Lipidomik, ...

Kapiler Elektroferez (CE) Sistemi :

Laboratuvarımızda bulunan kapiler elektroferez cihazı tampon çözeltilerin konulduğu hazne, kapiler kolonun takıldığı kaset kısmını taşıyan otomatik örnekleyici ve tüm elektronik ve mekanik entegrasyonu sağlayan diğer aksamları da içeren yekpare bir sistemdir (AGILENT 7100 CE) (UV-Vis DAD) (Şekil 6).

190 - 600 nm

Aynı zamanlı 7 farklı dalga boyunda elektroferogram

CE-MSMS uygulaması

ANALİZ PROFİLİ

- Peptid haritalama
- Amino asit analizi
- DNA analizi : Tek ve çift sarmal tespiti
- Karbonhidrat analizi
- Tatlandırıcı analizi
- Gıda bulaşan analizi
- Kiral madde, inorganik anyon
- Flavonoid analizi
- Oligonükleotit/ Antisens analizi, ...

İLETİŞİM BİLGİLERİ

Laboratuvar Sorumlusu: Dr. Tamay Şeker (Tel: 210 6406)

Laboratuvar e.posta: mlabksl@metu.edu.tr

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