

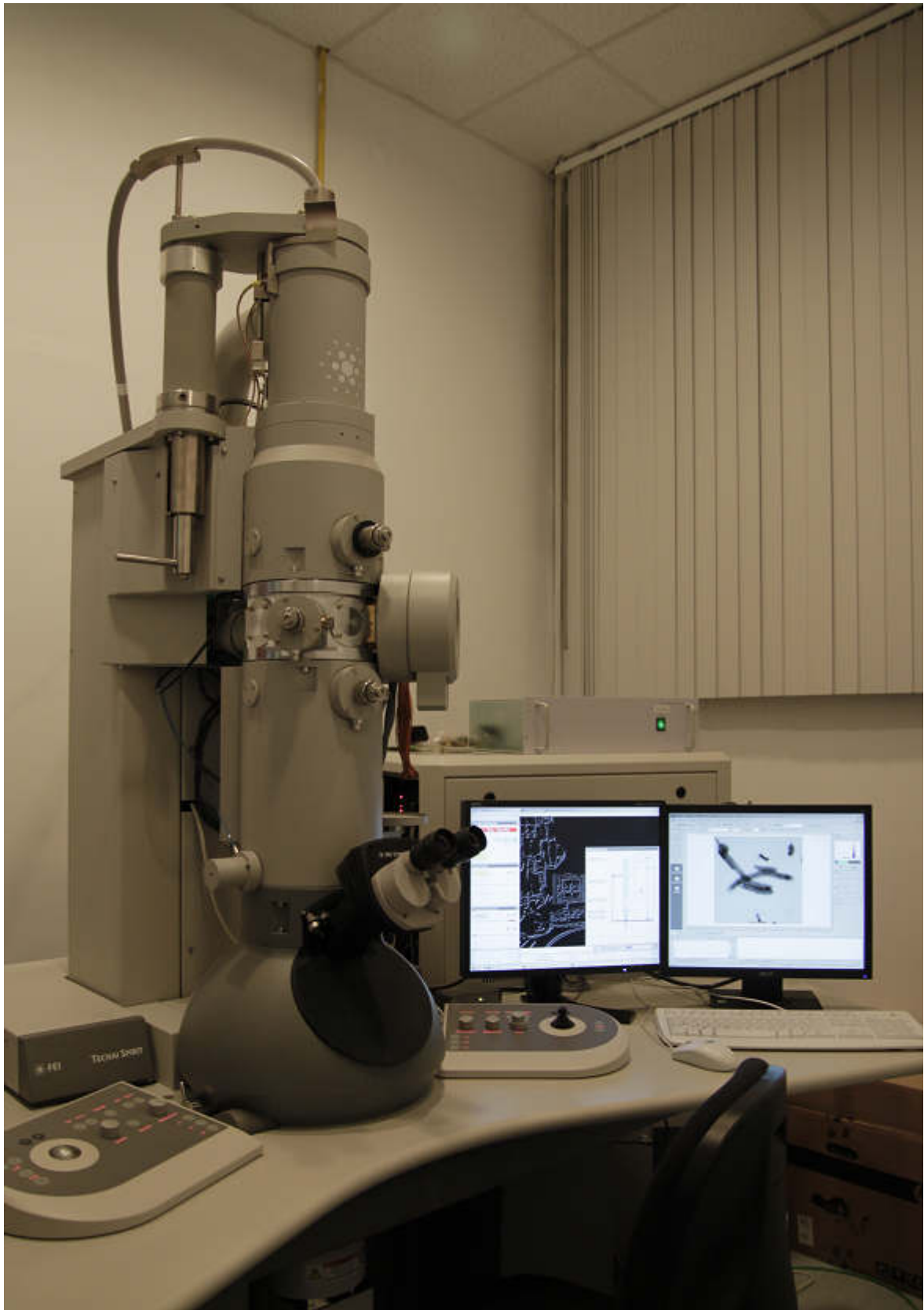


ORTA DOĞU TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
MERKEZ LABORATUVARI

**AR-GE Eğitim ve Ölçme
Merkezi**

**Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji
AR-GE Merkezi**





Önsöz	5
ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nın Misyonu ve Vizyonu	6
ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nın Tarihçesi	7
Çalışanlarımız	8
Organizasyon Şeması	9
AR-GE Eğitim ve Ölçme Merkezi	11
Duraylı İzotop Oranı Kütle Spektroskopisi Laboratuvarı (DİL)	12
Elektrik, Manyetik ve Optik Özellikler Ölçüm Laboratuvarı (EMOL)	14
Elektron Mikroskopisi Laboratuvarı (EML)	16
Elektron Spin Rezonans Spektroskopisi Laboratuvarı (ESRL)	18
Yüksek Çözünürlüklü Kütle Spektroskopisi Laboratuvarı (YKL)	19
Kimyasal Analiz Laboratuvarı (KAL)	20
Kızıl Ötesi ve Raman Spektroskopisi Laboratuvarı (KORL)	22
Mekanik Test Laboratuvarı (MTL)	24
Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi Laboratuvarı (NMRL)	26
Nano-Mekanik Test Laboratuvarı (NMTL)	28
Parçacık Boyutu ve Zeta Potansiyel Ölçüm Laboratuvarı (PZL)	30
Polimer Analiz Laboratuvarı (PAL)	32
Radyojenik İzotop Laboratuvarı (RİL)	34
Reolojik Karakterizasyon Laboratuvarı (RKL)	36
Termal Analiz Laboratuvarı (TAL)	38
Transmisyon Elektron Mikroskopisi Laboratuvarı (TEML)	40
X-Işını Difraksiyon Laboratuvarı (XRD)	42
Yüzey Analiz Laboratuvarı (YAL)	44
Yüzey ve Gözenek Karakterizasyon Laboratuvarı (YGL)	46
Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji ARGE Merkezi	49
Genom Analiz Laboratuvarı (GEN)	50
Kromatografi ve Fermentasyon Laboratuvarı (KFL)	52
Kütle Spektroskopisi Laboratuvarı (KSL)	54
Spektroskopisi Laboratuvarı (SPL)	56
Elektroforez Sistem Laboratuvarı (ESL)	57
Mikroskopisi Laboratuvarı (MKL)	58
Doku Kültürü Laboratuvarı (DKL)	59
Kullanım ve Örnek Hazırlama Laboratuvarı (GKL)	60





ORTA DOĞU TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

MERKEZ LABORATUVARI

ODTÜ Merkez Laboratuvarı Projesinin temel amacı üniversitelerimizde, kamu kuruluşlarında ve sanayide çalışan araştırmacılar için modern test ve analiz cihazlarının yer aldığı bir bilimsel araştırma, eğitim ve ölçüm merkezi oluşturmaktır. Ulusal ve uluslararası kriterlere uygun araştırma ve ölçümleri gerçekleştirmek üzere yapılandırılması ve belgelendirilmesi planlanan Merkez Laboratuvarı, Teknokent ve üniversite yapısı ile kaynaşarak üniversitemizin ulusal ve uluslararası proje yürütme potansiyelini arttırmayı, özel ve kamu kuruluşlarının araştırma, ürün geliştirme ve üretim aşamalarında ihtiyaç duydukları test ve ölçüm isteklerini karşılamayı, bilimsel araştırmada hem üniversitemizin hem de diğer üniversite araştırmacılarına yardımcı ve öncü olmayı amaçlamaktadır.

Merkez Laboratuvarı şu anda iki ayrı alanda oluşturulmaktadır. Bunlardan birincisi genel olarak, malzemelerin fiziksel (termal, elektrik, manyetik, optik, mekanik, morfolojik, yüzey, reolojik, mikroyapısal vb.) ve kimyasal özelliklerini belirlemekte kullanılan ileri enstrümanları içeren ARGE, EĞİTİM ve ÖLÇME laboratuvarıdır. Diğer alan ise MOLEKÜLER BİYOLOJİ ve BİYOTEKNOLOJİ ARGE olup, bu laboratuvarında her türlü rekombinant DNA çalışmaları, protein ve diğer biyo-moleküllerin analizlerine yönelik cihazlar bulunmaktadır.

Rektörlüğe bağlı bir merkez olarak yapılandırılan ve çalışmalarını sürdüren Merkez Laboratuvarı ODTÜ dışındaki araştırmacıların kullanımına açıktır.

ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nın Misyonu

ODTÜ Merkez Laboratuvarı (MERLAB) nitelikli personeli, altyapı ve laboratuvar olanakları ile alanında uluslararası düzeyde kabul gören niteliklere ulaşmış bir araştırma-geliştirme merkezi olarak Türkiye'nin önder laboratuvarı olma özelliğini korumak ve ilerletmek amacıyla sürekli gelişme anlayışını benimsemiştir.

- Üniversitelerin, kamu ve özel kuruluşların araştırma ve geliştirme aşamalarında ihtiyaç duydukları malzeme karakterizasyonu ve moleküler biyoloji ve biyoteknoloji alanlarında kullanılan ileri teknolojik düzeydeki cihazları kapsayan laboratuvar olanakları sunmayı,
- Bu merkezleri işleten kaliteli insan gücünün sürekli eğitimini ve bilgi birikimini sağlayarak verimli ve etkin bir çalışma ortamı yaratmayı,
- Merkezde cihazlar ve teknikler ile ilgili olarak edinilen bilgi, beceri ve deneyimin ODTÜ içinde ve Türkiye'de yaygınlaştırılmasını sağlamayı,
- Disiplinlerarası ve kurumlararası çalışmalara destek olarak üniversitelerimizin ve diğer kuruluşların uluslararası projelere ortak olabilme ve yürütebilme yeteneğini arttırmayı,
- Bilimde yeni ufuklar açan araştırmalara destek olmayı kendine görev edinmiştir.

ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nın Vizyonu

- Bünyesinde bilim ve teknolojinin gelişmesi için gerekli ileri düzeyde araştırmalara olanak tanıyan sürdürülebilir altyapılar kurarak üniversitelerin, kamu ve özel sektörün hizmetine sunan,
- Bu alanda ulusal ve uluslararası iş birliğinin kuvvetlenmesine ve böylece ülkemizin rekabet gücünün artırılmasına, kalkınmasının hızlandırılmasına ve insan yaşam kalitesinin iyileştirilmesine katkıda bulunan projelere önderlik eden ve destek olan bir bilim ve teknoloji merkezi olmayı kendine hedef edinmiştir.

ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nın Tarihçesi

Merkezi Hizmet Birimleri ODTÜ'nün kuruluşundan itibaren var olan bir kavramdır. Zaman içinde değişik alanlarda eğitim, hizmet ve araştırma amaçlı merkezler ODTÜ bünyesinde faaliyete geçmiştir. Bu merkezlerden biri olan ODTÜ Merkez Laboratuvarı, DPT tarafından desteklenen ilk merkez laboratuvarı projesidir. Merkez Laboratuvarı'nın tarihçesi aşağıda yer almaktadır.

Eylül 1994	Rektörlüğe bağlı "Laboratuvarlar Geliştirme Komisyonu"nın kurulması ile ilk resmi Merkez Laboratuvarı Projesi çalışmaları başladı.
Ocak 1995	Komisyon, bölümlerle görüşmeler ve mevcut cihaz envanteri incelemesi sonucu hazırladığı ilk raporu Rektörlüğe sundu. Rapor, üniversite yönetim kurulunda görüşüldü.
Temmuz 1995	Çalışmalarına devam eden komisyon, raporu son haline getirerek tamamladı ve Rektörlüğe sundu. Rektörlük tarafından Fen ve Edebiyat Fakültesi ve Mühendislik Fakültesi Dekanlıklarının koordinasyonunda öğretim üyelerinden oluşan disiplinlerarası komisyonlar kuruldu. Bu komisyonlar, cihaz listelerinin son haline getirilmesi, teknik şartnamelerin hazırlanması, ihalelerin değerlendirilmesi, laboratuvar planlarının yapılması çalışmalarını gerçekleştirdi.
1997	"Ar-Ge Eğitim ve Ölçme Merkezi" ve "Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji Ar-Ge Merkezi" olarak iki ana merkez şeklinde planlanan ODTÜ Merkez Laboratuvarı Projesi, Devlet Planlama Teşkilatı'nın (DPT) 1998 yılı yatırım programına alındı.
15 Kasım 2001	ODTÜ Merkez Laboratuvarı, Resmi Gazete'de 24584 sayı ile yayımlanan "Orta Doğu Teknik Üniversitesi İleri Teknolojilerde Test ve Ölçüm Merkezi Yönetmeliği" ile kuruldu.
Ocak – Nisan 2004	Proje kapsamındaki cihazların önemli bir bölümü teslim edildi.
Nisan – Ekim 2004	Gelen cihazların kuruluş, test ve personel eğitimi aşamaları tamamlanarak geçici kabulleri yapıldı.
8 Aralık 2004	Rektörlük tarafından ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nın resmi açılışı yapıldı ve numune kabulüne başlandı.
2007 – 2009	Kalan cihazlar, teknolojik gelişmeler göz önüne alınarak güncellendi ve laboratuvarın analiz spektrumunu geliştirmek üzere alınan cihazlarla birlikte test ve personel eğitimi aşamaları tamamlanarak hizmete sunuldu.
2009 – 2011	Yeni cihazların alımına ve altyapı çalışmalarına devam edildi.
2011	TS EN ISO 17025 Standardı'ndan akredite olabilmek için çalışmalara başlandı.
Aralık 2013	ODTÜ Merkez Laboratuvarı, denetimler sonucu Türk Akreditasyon Kurumu tarafından akredite edildi.

Çalışanlarımız

2005 yılında analizlere başlanıldığında 10 dan az alan çalışan sayısı 2015 yılında 60 ulaşmıştır (43 Uzman, 10 Teknil Personel, 4 Yardımcı Eleman, 3 İdari Personel).

ODTÜ Merkez Laboratuvarı ARGE Eğitim ve Ölçme Merkezi(ARG) ve Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji ARGE Merkezinde (MBB) cihazlardan sorumlu personelin meslek dağılımları (lisans) Tablo (1)'de, eğitim durumu ve derecelerine göre dağılımı ise Tablo (2)'de verilmektedir.

Tablo (1) Deney/Laboratuvar sorumlularının lisans derecelerine göre meslek dağılımları

Meslek	ARG	MBB	Toplam
Kimyager	13	2	15
Kimya Mühendisi	2	1	3
Fizik	6	1	7
Metalurji ve Malzeme Mühendisi	3	-	3
Jeoloji Mühendisi	3	-	3
Petrol Mühendisi	1	-	1
Gıda Bilimi ve Teknolojisi	-	1	1
Biyolojik Bilimler	1	7	8
TOPLAM	29	12	41

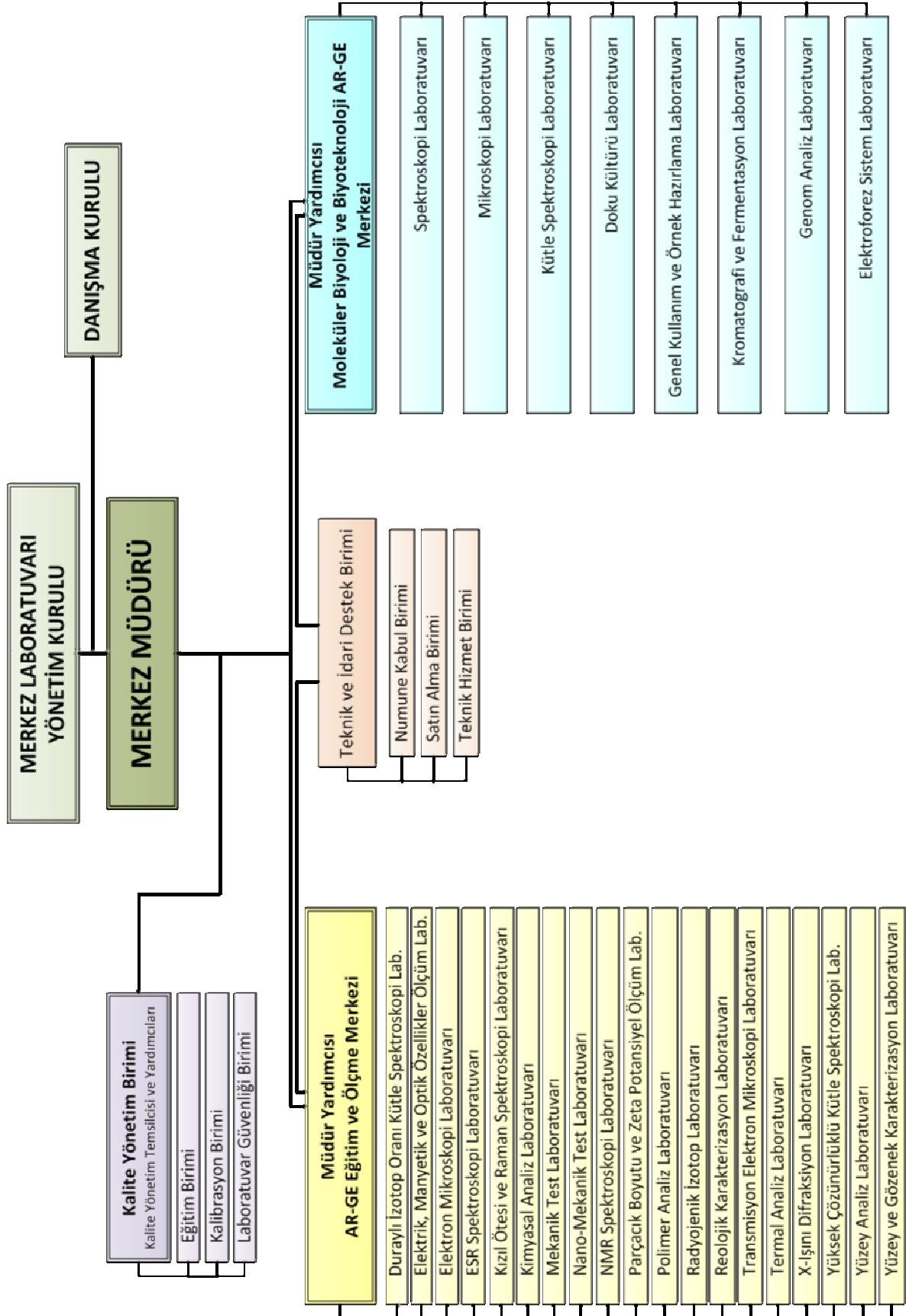
Tablo (2) Üniversite mezunu deney/laboratuvar sorumlularının eğitim durumları

Lisans Derecesi	ARG	MBB	Toplam
Doktora	10	3	13
Yüksek Lisans	16	8	24
Lisans	3	1	4



Organizasyon Şeması

MERLAB organizasyon yapısı, organizasyon şemasında verilmiştir. Laboratuvarın değişik birimleri arasındaki ilişki ilgili prosedürlerde tanımlanmıştır. MERLAB Organizasyon Şeması aşağıdaki şekilde verilmektedir.



ODTÜ
Merkez Laboratuvarı
AR-GE Eğitim ve Ölçme Merkezi Laboratuvarları

Duraylı İzotop Oranı Kütle Spektroskopi Laboratuvarı (DİL)
Elektrik, Manyetik ve Optik Özellikler Ölçüm Laboratuvarı (EMOL)
Elektron Mikroskopi Laboratuvarı (EML)
Elektron Spin Rezonans Spektroskopi Laboratuvarı (ESRL)
Yüksek Çözünürlüklü Kütle Spektroskopi Laboratuvarı (YKL)
Kimyasal Analiz Laboratuvarı (KAL)
Kızıl Ötesi ve Raman Spektroskopi Laboratuvarı (KORL)
Mekanik Test Laboratuvarı (MTL)
Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopi Laboratuvarı (NMRL)
Nano-Mekanik Test Laboratuvarı (NMTL)
Parçacık Boyutu ve Zeta Potansiyel Ölçüm Laboratuvarı (PZL)
Polimer Analiz Laboratuvarı (PAL)
Radyojenik İzotop Laboratuvarı (RİL)
Reolojik Karakterizasyon Laboratuvarı (RKL)
Termal Analiz Laboratuvarı (TAL)
Transmisyon Elektron Mikroskopi Laboratuvarı (TEML)
X-Işını Difraksiyon Laboratuvarı (XRD)
Yüzey Analiz Laboratuvarı (YAL)
Yüzey ve Gözenek Karakterizasyon Laboratuvarı (YGL)

AR-GE EĞİTİM VE ÖLÇME MERKEZİ



Duraylı İzotop Oranı Kütle Spektrometresi Laboratuvarı (DİL)



Suların duraylı izotop bileşimleri, suların kökenleri, yeraltında geçirdikleri fiziko-kimyasal süreçler ve bölgesel akım yönleri gibi konuların araştırılmasında iz sürücü parametreler olarak kullanılmaktadır.

Merkez Laboratuvarı'nda sularda $\delta^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ ve $\delta^2\text{H}/^1\text{H}$ izotop oranı tayini, ThermoFinnigan DeltaplusXP Kütle Spektrometresi – Gas Bench sistemi ile yapılmaktadır.

TEMEL PRENSİPLER

İzotoplar, aynı elemente ait oldukları halde çekirdeklerindeki nötron sayılarının değişik olması nedeniyle atomik ağırlıkları farklı olan atomlardır. Doğada İzotoplar Duraylı ve Radyoaktif olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır. Duraylı izotopların doğadaki derişimleri izotopik ayırılma yolu ile kontrol edilmektedir. İzotopik ayırılma, çeşitli fiziko-kimyasal süreçler sırasında izotopların farklı moleküler bileşikler (CO_2 – H_2O) veya farklı fazlar ($\text{H}_2\text{O}_{\text{su}}$ – $\text{H}_2\text{O}_{\text{buhar}}$) arasındaki dağılımıdır.

Suyun yapısını oluşturan oksijen elementinin 3, hidrojen elementinin de 2 adet duraylı izotopu bulunmaktadır (Tablo 1). Oksijen ve Hidrojen elementlerine ait ağır izotop/hafif izotop oranları ($^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ ve $^2\text{H}/^1\text{H}$) birçok jeolojik veya hidrolojik çalışmada izleyici olarak kullanılmaktadır.

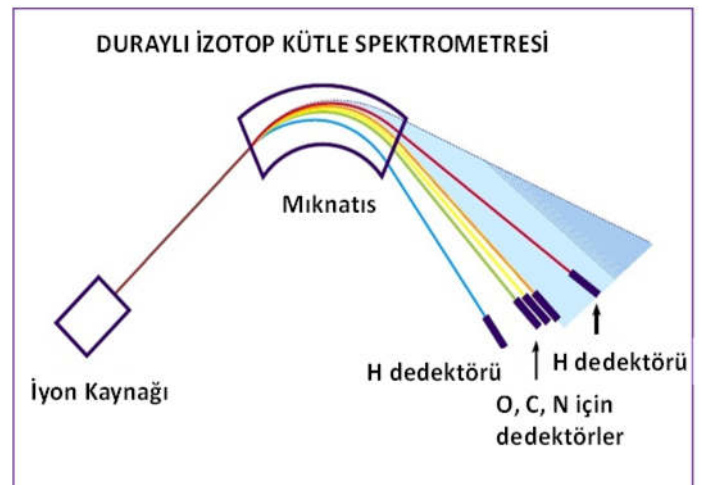
Laboratuvarımızda sularda oksijen ve hidrojen izotop oranı tayini analizleri ayrı testler olarak yapılmaktadır.

Tablo 1. Oksijen ve Hidrojen izotoplarının doğadaki bollukları.

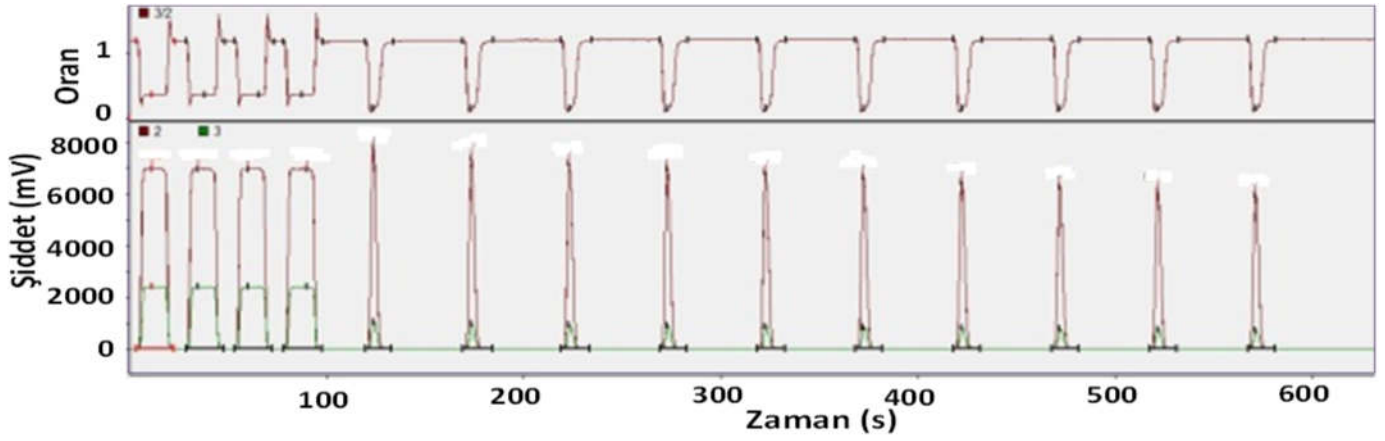
	Doğada bulunma oranı %	Sembol
Hidrojen	99.985	^1H
	0.015	^2H (D)
Oksijen	99.759	^{16}O
	0.037	^{17}O
	0.204	^{18}O

CİHAZIN ÖZELLİKLERİ

- Maksimum İvme Voltajı : 3 keV
- Maksimum Alan Kuvveti : 0.75 T
- Maksimum kütle/yük Oranı : 70
- Kütle Ayarı : Manyetik alan gücü değiştirilerek yapılmaktadır
- Vakum : 10^{-8} bar (giriş vanası kapalı); 10^{-6} bar (giriş vanası açık)
- Detektörler : Üçlü Toplayıcı Sistem + D ve H için iki detektör
- Amplifikatör Dinamik Aralığı : 50 V
- Ölçüm Hassasiyeti :
D/H : ± 2 (‰)
 $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$: ± 0.2 (‰)



Şekil 1. Kütle Spektrometresi şematik diyagramı.



Şekil 2. Hidrojen izotop oranı analiz sonuç diyagramı.

ANALİZ YÖNTEMİ

Sularda $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ ve $^2\text{H}/^1\text{H}$ izotop oranı analizi için kullanılan örnek miktarı 0.2 ml' dir. Sular her hangi bir ön kimyasal işleme tabi olmadan örnek şişelerine aktarılır ve özel kapaklar ile kapatılır. Ölçüm aşamasında ise, bu işin bir manyetik alan (mıknatıs) tarafından kütle/yük oranlarına göre ayrıştırılarak detektör sistemi tarafından algılanır (Şekil 1). Amplifikatör sistemi de bu sinyalleri işleyerek hesaplama birimine gönderir. Her örnek için 4 veya 5 adet referans gaz ve 10 adet örnek gaz piki grafikler halinde elde edilip örnekler için gerçek izotopik değer hesaplanmasında kullanılır (Şekil 2).

Analizlerin ilk aşamasında, su numuneleri cihazın otomatik örnekleyicisine yerleştirilir ve ilgili gaz karışımları ile dengeye girmesi beklenir. Numuneler daha sonra örnekleme iğnesi vasıtası ile Gas Bench sistemine gaz fazında giriş yapar ve bir takım saflaştırma aşamalarından sonra kütle spektrometresine He taşıyıcı gazı içerisinde, Oksijen ve Hidrojen deneyleri için ilgili referans gazları ile birlikte gönderilir. Burada gaz moleküllerinin bir iyon kaynağı tarafından üretilen elektronlarla çarpışmasıyla ortaya çıkan iyonlar yüksek voltaja hareketlendirilerek bir işin oluştururlar.

ANALİZLERDE KULLANILAN GAZLAR

Taşıyıcı Gaz: Yüksek saflıkta He (5.0)

Suda $\delta^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ izotop analizi için

Dengeleme Gazı: He + % 0.3 CO_2 gaz karışımı

Referans Gaz: Yüksek saflıkta CO_2 gazı (4.5)

Suda $\delta^2\text{H}/^1\text{H}$ izotop analizi için

Dengeleme Gazı: He + % 2 H_2 gaz karışımı

Referans Gaz: Yüksek saflıkta H_2 gazı (4.5)

KULLANILAN STANDARTLAR

Sularda $\delta^{18}\text{O}$ ve $\delta^2\text{H}$ izotop tayini analizlerinde Uluslararası Atom Enerjisi Ajansı (IAEA) -Viyana tarafından temin edilen 3 farklı izotopik bileşime sahip uluslararası su standartları kullanılmaktadır. Bu standartlara ait izotopik bileşimler Tablo 2 'de sunulmaktadır.

Tablo 2. Uluslararası standartların izotopik bileşimleri (IAEA, Viyana).

STANDART	$\delta^{18}\text{O}$ [‰] _{VSMOW}	$\delta^2\text{H}$ [‰] _{VSMOW}
VSMOW	0 ± 0.02	0 ± 0.3
GISP	-24.76 ± 0.09	-189.5 ± 1.2
SLAP	-55.5 ± 0.02	-427.5 ± 0.3

VERİ ANALİZİ

Sularda $\delta^{18}\text{O}$ ve $\delta^2\text{H}$ izotop oranları, belli bir standardın bileşiminden olan sapmalar şeklinde δ parametresi ile ‰ olarak ifade edilmektedir.

$$\delta^{18}\text{O} (\text{‰}) = \left[\left(\frac{^{18}\text{O}/^{16}\text{O}_{\text{örnek}}}{^{18}\text{O}/^{16}\text{O}_{\text{standart}}} - 1 \right) \right] \times 1000$$

$$\delta^2\text{H} (\text{‰}) = \left[\left(\frac{^2\text{H}/^1\text{H}_{\text{örnek}}}{^2\text{H}/^1\text{H}_{\text{standart}}} - 1 \right) \right] \times 1000$$

Su örneklerinin gerçek izotopik değerleri analiz sonucu elde edilen ham veriler kullanılarak her ölçüm setinde bulunan kalibrasyon standardı ile birlikte aşağıdaki formüle yerleştirilmekte ve uluslararası kalibrasyon standardı olarak kullanılan VSMOW' a göre hesaplanmaktadır. Her örnek seti içerisinde yer alan kontrol standardı ile analizlerin doğruluğu kontrol edilmektedir.

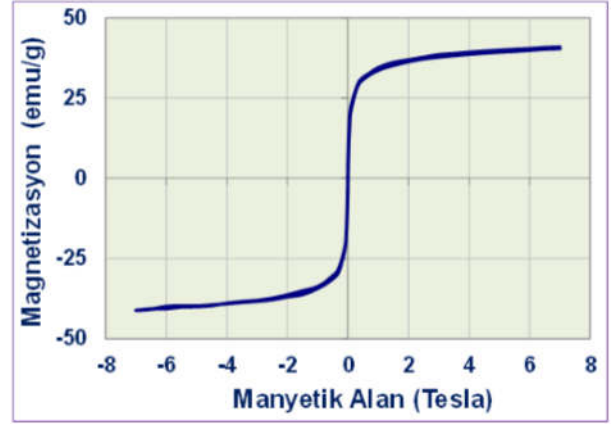
$$\delta_{\text{gerçekör.}} (\text{‰}) = \delta_{\text{ham değerör.}} + \delta_{\text{std}} + (\delta_{\text{ham değerör.}} \times \delta_{\text{std}}) / 1000$$

ULUSLARARASI YETERLİLİK TESTİ

Laboratuvarımız, 2011 yılında IAEA tarafından düzenlenen Sularda Duraylı İzotop Oranı Belirlenmesi konulu yeterlilik testine katılmış ve geçerli skoru almıştır.

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

Elektrik, Manyetik ve Optik Özellikler Ölçüm Laboratuvarı (EMOL)



Şekil 1. Manyetit (Fe_3O_4) nano-parçacıkların histerisis eğrisi

EMOL’de malzemelerin manyetik özellikleri, Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi (Physical Properties Measurement System, PPMS) ve Barkhausen Gürültü Analiz cihazlarıyla ölçülebilir. PPMS cihazı ile aynı zamanda malzemelerin elektrik özellikleri de ölçülebilmektedir.

Renk tanımlaması Renk Spektrofotometresi ile yapılabilmektedir.

Atomik Kuvvet Mikroskopi (Atomic Force Microscopy, AFM) ile örnek yüzeylerinin mikron altı, yüksek çözünürlükte 3-boyutlu görüntüleri elde edilebilmektedir.

Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi (PPMS)

Oda sıcaklığından 2 Kelvin’e kadar düşük sıcaklıklara ulaşmak için kapalı devre Helyum sistemi kullanılır. 5 Tesla’ya çıkabilen süper iletken mıknatısa sahip sistem ile elektrik ve manyetik karakterizasyon yapmak mümkündür. Titreşen örnek manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer, VSM) ve elektriksel ölçüm problemleri, manyetik histeresis, değişken akım (alternating current, AC) alınganlığı, direnç ve Hall etkisi ölçümlerine olanak verir.

Cihaz: Cryogenic Limited PPMS

Ölçüm Seçenekleri:

- Titreşen örnek manyetometresi (VSM)
- AC Alınganlık
- Direnç
- Hall Etkisi

Örnek Teslim Şartları:

VSM ve AC Alınganlık ölçümleri için toz numuneler en az 300 mg olmalıdır.

Direnç ve Hall Etkisi ölçümleri için örnek boyutları 10x10x1 mm’den fazla olmamalıdır.

Barkhausen-Gürültü Analiz Sistemi (BGA)

Ferro-manyetik malzemelerde kalıntı gerilimleri, sertlik ve mikro yapı incelemelerinde kullanılır. Bir sensör aracılığı ile örnek yüzeyine manyeto elastik sinyal gönderilir, yüzeyden gelen sinyal aktifleştirilir ve incelenir. Yüzeyden gelen gürültü sinyali, kalıntı gerilimi, sertlik ve mikro yapı ile ilişkilendirilebilmektedir. Referans örnekler üzerinde ölçüm yapılarak, bilinmeyen örneklerin kalıntı gerilimi ve sertlik değerlerinin belirlenmesi mümkündür.

Cihaz: Stress Tech Microscan 500-2

Özellikler

Ölçüm Derinliği (Demir için): 0,02 mm ve 0,2 mm

Toplam Sinyal Frekans Aralığı: 3 kHz – 1000 kHz

Ölçüm Ayar Parametreleri

- Manyetikleştirme Frekansı: 1-1000 Hz
- Manyetikleştirme Voltajı: 0-20 V_{pp}
- Örneklem Frekansı: 0,1 – 5 MHz.
- Açılma sayısı: 2-1000

Gerekli Örnek Özellikleri

Örnekler ferro-manyetik olmalı ve karşılaştırma için kendi referans örnekleri bulunmalıdır.



Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Yüzeylerin mekanik özelliklerini nanometre düzeyinde görüntü olarak ölçer. Yüzey topografisi elde edilmesinde, yüzey sertliği ve yapışkanlığının belirlenmesinde kullanılır. İstenildiğinde yüzey manyetizması ve yük dağılımı da aynı ölçekte görüntülenebilir.

Genel Çalışma İlkesi

Atomlar arası etkileşimleri kullanarak yüzey şekillerinin 3-boyutlu haritalanmasını sağlar. Ucu nanometre düzeyinde sivriltilmiş bir iğnenin araştırılan yüzeyde ardışık çizgiler üzerinde taranması ile ortaya çıkan engebelerin yüksekliğini renk koduyla görüntüye dönüştürür. İstenildiğinde konuma göre değişen yükseklik bilgisi 3-boyutlu projeksiyon görüntüsüne dönüştürülerek yüzey topografisi gerçekçi bir izlenimle oluşturulabilmektedir.

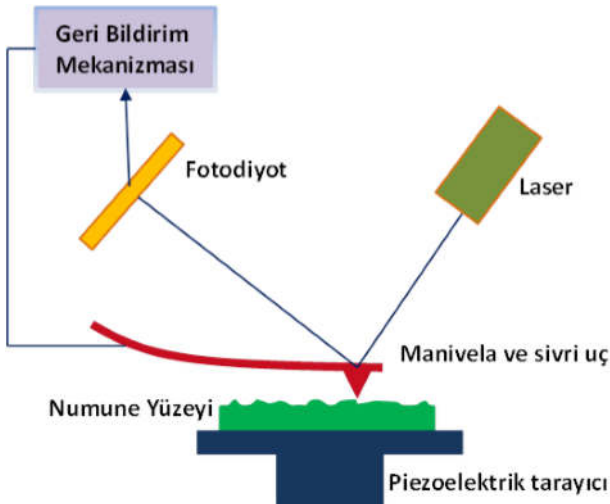
Taramalı yüzey görüntülemesi 3 ayrı yöntemle gerçekleştirilebilir. Bunlar, dinamik temasız yöntem, dinamik temaslı yöntem ve sürekli temaslı yöntemdir. Laboratuvarımızda en çok dinamik ve sürekli temaslı yöntemler kullanılmaktadır.

Görüntüleme yapılabilecek yüzeyler; metal, yarı iletken, yalıtkan yığın kristal ya da amorf malzemelerin sert yüzeyleri olabileceği gibi polimerik yumuşak yüzeyler ya da karbon nanotüp, kolloidal nano parçacık, grafen, organik ve inorganik fiber malzemeler gibi nanometre düzeyinde küçük boyutlu yapılar olabilir. Tüm yüzey türlerinden topografik, heterojen yüzeylerden ise aynı zamanda sertlik bilgileri alınabilmektedir. Topografik görüntülemeden sonra isteğe bağlı olarak belirli bir alandan veya belirli bir çizgi boyunca pürüzlülük miktarı ölçümü yapılabilmektedir.

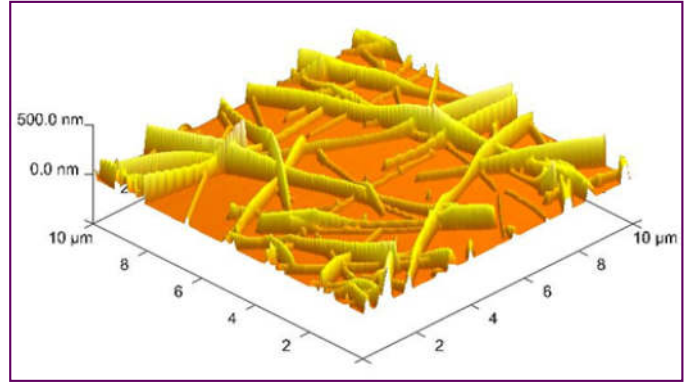
Cihaz: Veeco MultiMode

Örnek Kabul Ölçütleri

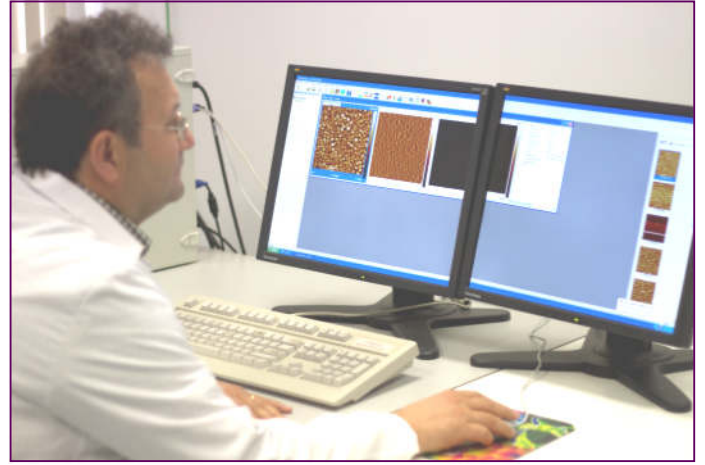
İncelencek yüzey yerleştirme yüzeyine paralel olmak kaydıyla; örnek, kalınlığı 3 mm'den az, genişliği ise çapı en fazla 15 mm olan bir daire içine sığabilecek şekilde hazırlanmalıdır.



Şekil 2. AFM'nin çalışma ilkesini gösterir şema



Şekil 3. Gümüş nano tellerin 3-boyutlu AFM görüntüsü



Renk Spektrofotometresi

Spektrofotometre, yansımaya tekniği kullanarak renk ölçümleri yapabilmektedir. CIE (Uluslararası Aydınlatma Komisyonu) tarafından geliştirilen renk tanımlama sistemini kullanır. (Bkz. Şekil 5b).

Cihaz: Datacolor Mercury 2000 (Bkz. Şekil 5a)

Özellikler

Işık kaynağı: Darbeli Xenon

Spektral aralık: 400-700 nm

Etkili bant genişliği/çözünürlük: 10 nm/2 nm

Ölçme aralığı: 0 ile %200 yansımaya

Gerekli Örnek Özellikleri

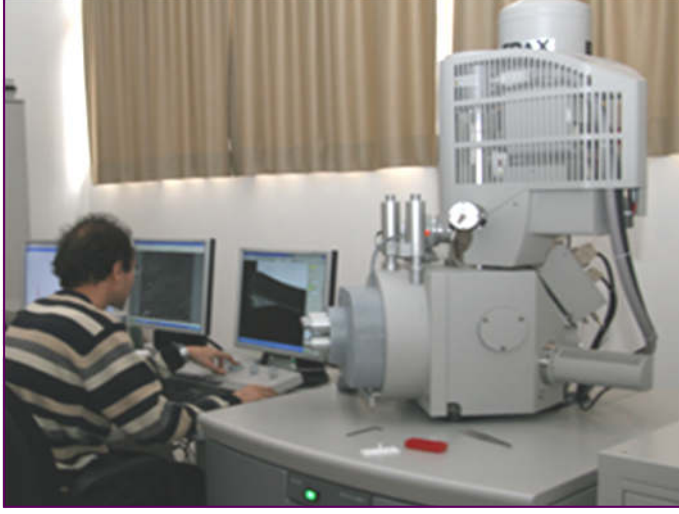
Yansımaya ölçüm yüzeyi düz ve en az 6 mm çapında olmalıdır.

Uygulamalar

Tekstil, plastik, seramik, kâğıt, boya ve mürekkep endüstri ürünlerinin renk yansımaya özellikleri ölçümünde kullanılır.

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

Elektron Mikroskopi Laboratuvarı (EML)

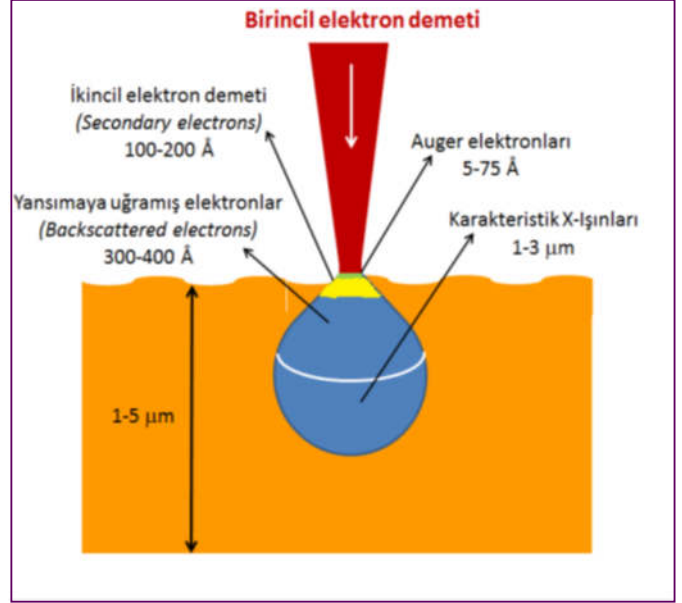
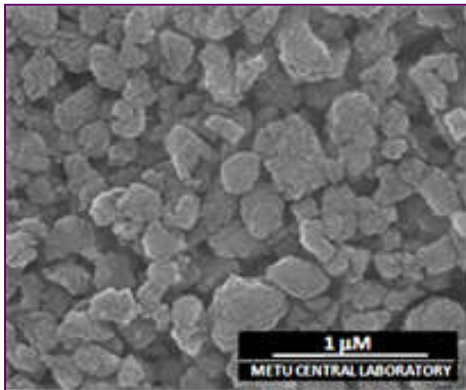


Mikro ve nano yapıların görüntülenmesi, Ar-Ge çalışmalarının vazgeçilmez bir parçasıdır. ARGE Eğitim Merkezi'nde bulunan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile, malzemelerin mikro ve nano boyutta görüntülenmesi, EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) ile elementel kompozisyonlarının belirlenmesi ve EBSD ile kristal bilgilerinin alınması mümkündür.

TEMEL PRENSİPLER

SEM görüntüsü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların, yüksek vakum ortamında, numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli etkileşimler sonucunda oluşan ürünlerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sonuç olarak ekrana aktarılmasıyla elde edilir.

Oluşturulan elektron demeti ile **K-haritası** numune arasındaki etkileşim sonucunda oluşan ürünler aşağıdaki şekilde şematik olarak gösterilmektedir. SEM analizlerinde temel olarak algılanan ürünler ikincil elektronlar (secondary electrons, SE) olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır.



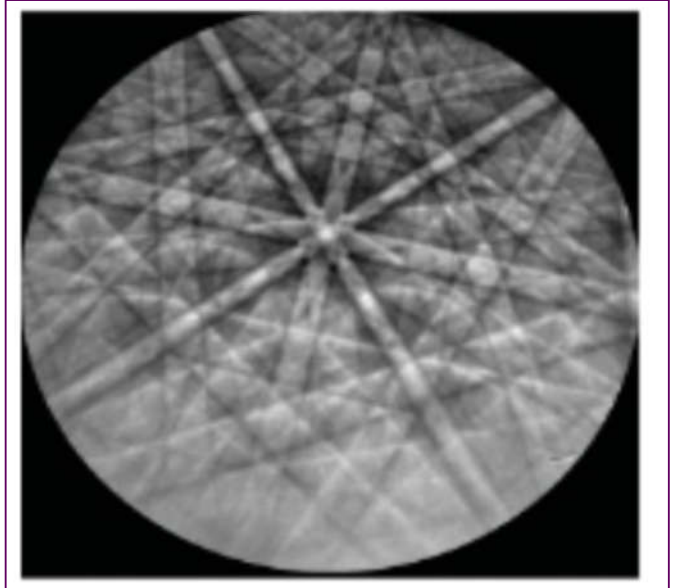
Merkez Laboratuvarındaki SEM' yüksek vakum koşullarında Field Emission elektron tabancası ile 1.2 nm çözünürlüğe sahip görüntü alınabilmektedir. Ayrıca düşük vakum (LV) ve ortamsal SEM (ESEM) modları da kullanılmaktadır.

Farklı Analiz Modları:

Yüksek vakum: iletken örnekler, toz örnekler, ince filmler, kaplanmış yalıtkan örnekler.

Düşük Vakum: Kaplama yapılmamış yalıtkan örnekler, polimerler, cam örnekler.

ESEM: biyolojik örnekler, su ihtiva eden örnekler.



Elektron Prob Mikro-Analiz Cihazı (EPMA)

EPMA katı maddelerden seçilen küçük alanların ($\geq 1 \mu\text{m}$) elemental ve kimyasal analizinin yapıldığı bir tekniktir. Bu teknik odaklanmış elektron demetinin X-ışınlarını uyarmasına dayanır. Bu teknik ile numunedeki elementlerden gelen karakteristik X-ışınlarının yoğunluğu/şiddeti standart örneklerinkiyle kıyaslanarak $\pm 1\%$ kesinlikte nicel konsantrasyonlar belirlenebilir. Ayrıca, karakteristik X-ışını yardımıyla elementlerin foton enerjileri veya dalga boyları nitel olarak elde edilebilir. Belirlenen elementlerin numune içindeki dağılımları çizgi-profilleri ya da iki boyutlu haritalar şeklinde kaydedilebilir. İki boyutlu haritalar ile elemental konsantrasyonlar elde edilebilir.

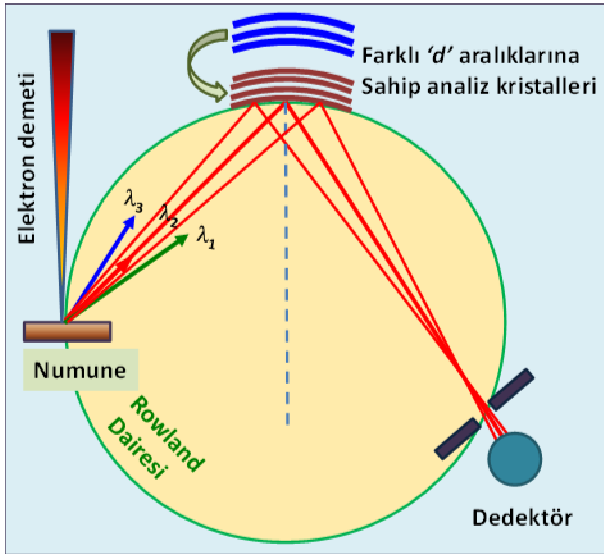
TEMEL PRENSİPLER

EPMA (Elektron prob mikro-analiz) cihazında 1 adet EDS (energy saçılımı spektrometre) dedektörü ve 4 farklı kristale (LDE2-TAP-PET-LIF) sahip 3 adet WDS (dalga boyu saçılımı spektrometre) dedektörü bulunmaktadır.

Elektron prob mikro-analiz cihazı çok kararlı akım ve boyutu kontrol edilebilen prob ile numune üzerine elektron demeti düşürülmesini sağlar. Cihaz her elemente ait karakteristik X-ışınları sayısını WDS dedektörü yardımıyla dalga boylarına göre ayırarak ölçer (Şekil 1).

WDS ile ölçümler nicel ve nitel olarak yapılmaktadır. WDS ile EDS'e (enerji saçılımı spektrometre) göre daha yüksek hassasiyette ölçümler yapılabilmektedir.

Laboratuvarımızda nicel ölçümler için standart numune setlerimizin belirli aralıklarla kalibrasyonu yapılmaktadır.



Şekil 1. Dalga boyu saçılımı spektrometrenin (WDS) şematik çalışma prensibi



Şekil 2. EPMA'da kullanılan numuneler. a) ince kesit, b) epoksida hazırlanan katı standart bloklar

NUMUNE ÖZELLİKLERİ

EPMA'da düzgün yüzeyli ince kesit ve epoksida hazırlanmış katı blokların analizi yapılabilir (Şekil 2). Her iki çeşit numunenin de çok iyi parlatılmış olması gerekmektedir. Parlatılmış ince kesitler için genel özellikler şöyledir:

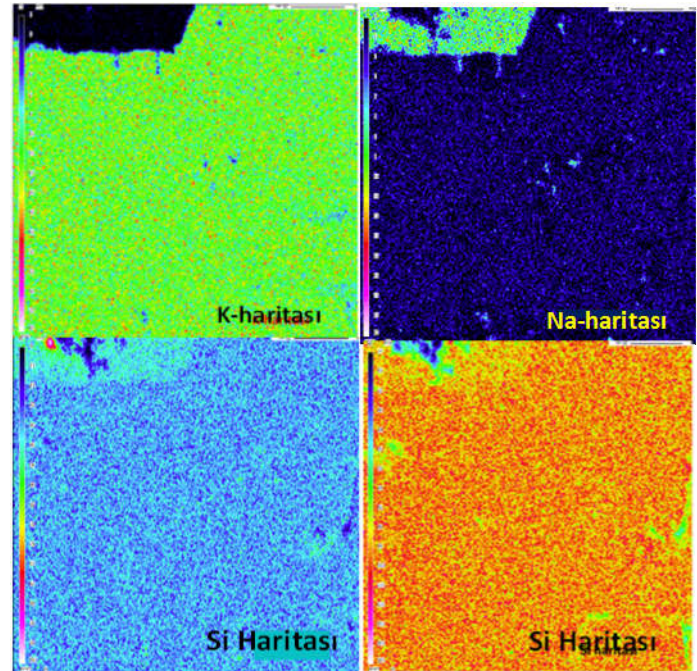
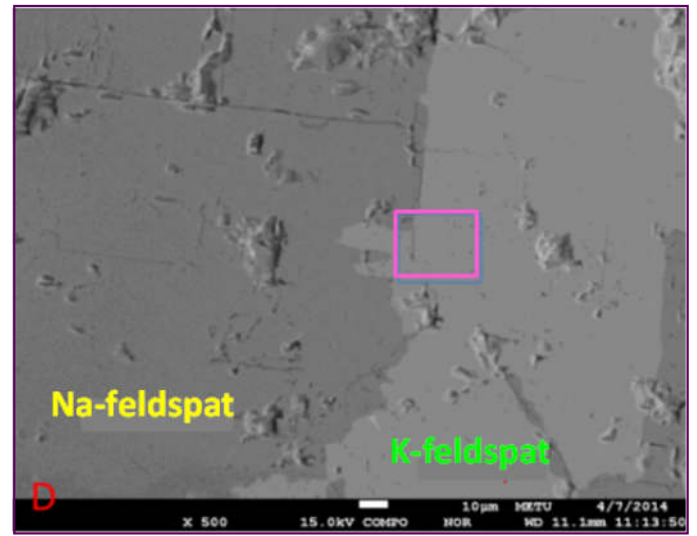
45-47 mm uzunluk

25 mm genişlik

1 mm kalınlık

Analizi yapılacak numuneler karbon kaplandıktan sonra işleme alınır. Karbonun ideal kalınlığı yaklaşık 20 nm olmalıdır. Karbon kaplamadan verimli sonuç alabilmek için yüzeyin pürüzsüz olması gerekmektedir.

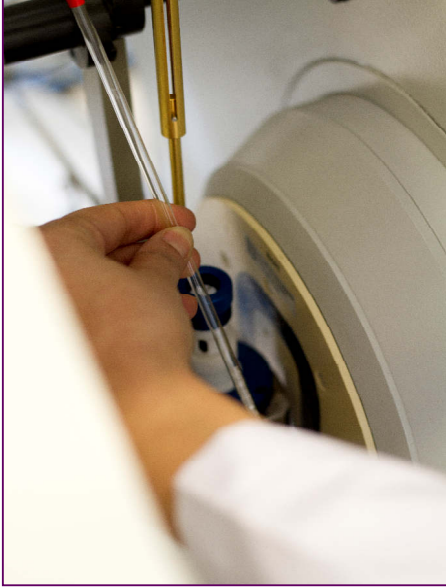
ÖRNEK ÇALIŞMALAR



Şekil 3. Na-feldspat ve K-feldspat'ın kompozisyonel görüntüsü. (Renkli görüntüler ise pembe karenin bulunduğu alandan yapılmış elementel haritalamaya ait görüntüler).

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

Elektron Spin Rezonans Laboratuvarı (ESRL)

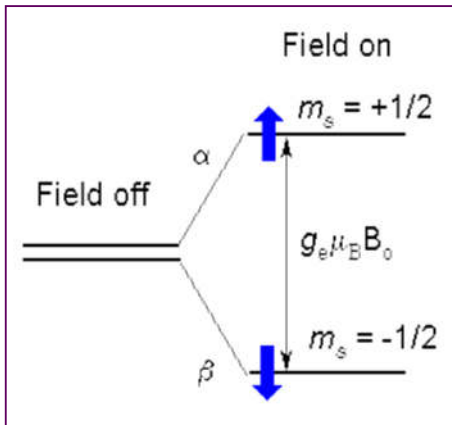


TEMEL PRENSİPLER

Elektron Spin Rezonans, malzeme içinde bulunan çiftlenmemiş elektronların spinlerini kullanan spektroskopik bir tekniktir. Nükleer Magnetik Rezonans tekniğine benzer bir şekilde, manyetik alanın rezonansının yakalanması prensibiyle çalışır ancak NMR yönteminden farklı olarak çekirdek spinleri yerine elektron spinlerini kullanılır.

Kullanım Yerleri

- Malzeme içindeki radikaller
- Çiftlenmemiş elektron barındıran elementler
- Tek kristal içindeki bozukluklar
- Dozimetrik çalışmalar
- Arkeolojik ve jeolojik çalışmalar



Analiz Frekansları:

- X Band (10 GHz)
- Q Band (35 GHz)

Analiz Modları:

- CW (Continuous Wave Mode)
- PM (Pulsed Mode)

Analiz Sıcaklıkları:

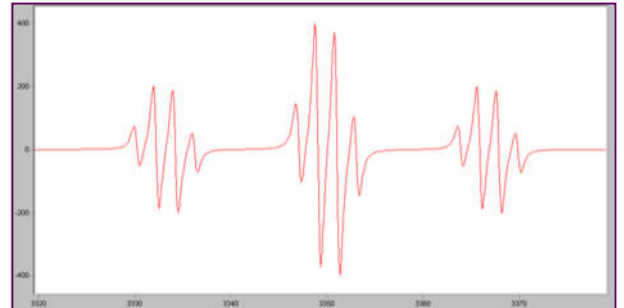
- RT (Oda Sıcaklığı)
- LN (Sıvı Azot 70 K)
- LH (Sıvı Helyum 4 K)

Numune Koşulları:

- Katı
- Sıvı

Spektrum:

ESR spekturumunda, malzemede bulunan çiftlenmemiş elektronlar, dışarıdan verilen mikrodalga frekansı ile uyarılır. Malzeme aynı zamanda yüksek manyetik alan içindedir. Manyetik alana bağlı olarak elektronların spin momentlerirezonansa gelir ve dışarıdan verilen mikrodalga frekansı üzerinde oluşturduğu değişiklik gözlemlenerek, ESR spekturumu oluşturulur.



ESR spekturumunda, dışarıdan verilen mikrodalga frekansı sabit tutularak, manyetik alan şiddeti değiştirilerek, malzemenin 'g' değerine bağlı olarak spekturum çizilir.

Yüksek Çözünürlüklü Kütle Spektroskopi Laboratuvarı (YKL)



ODTÜ Merkez Laboratuvarı Yüksek Çözünürlüklü Kütle Spektroskopi Laboratuvarı (YKL), Yüksek Çözünürlüklü Kütle Spektrometresi (HRMS) ve bu cihaza bağlanan çeşitli sıvı kromatografileri (UPLC, nano-UPLC) ile üniversitelerle beraber kamu ve endüstriye farklı alanlarda analiz desteği sağlar.

Çalışma Prensipleri:

Atom kütleleri günlük hayatta kullanılan hiçbir tartım cihazıyla ölçülemeyecek kadar küçüktür. Bu nedenle atom kütlelerinden söz edilirken gram yerine bir standarda göre bağlı kütleleri kullanılır. Bu standard, atomik kütle birimi (akb, Da) olarak adlandırılır ve karbon-12 atomunun kütlelerinin 12 de 1'i ile temsil edilir.

Kütle spektroskopisi maddelerin bağlı kütleleri üzerinden atom bileşimi ve dizilimini bulmak için kullanılan analitik bir tekniktir. Bu teknikte maddeler çeşitli tekniklerle artı ya da eksik yüklü iyon haline getirilir ve bu yüklü moleküllerin ya da molekül parçalarının kütleleri; kütle/yük oranı üzerinden tesbit edilir.

Kütle spektroskopilerinin çeşitli ölçüm yöntemleri bulunmaktadır. Merkezimizdeki cihazda birleşik olarak iki kütle spektrometresi kullanılmaktadır. Bunlar, 4-Kutuplu Kütle Spektroskopisi ve Uçuş Zamanlı Kütle Spektroskopisidir.

4-Kutuplu Kütle Spektrometresinde yüklü moleküller bir karenin köşelerine denk gelecek şekilde dizilmiş 4 tane çubuğa uygulanan yüksek voltaj (DC) ve radyo frekansının (RF) değiştirilmesi ile filtrelenirler. Bu kütle filtrelemesi ile uygulanan her voltajda sadece o voltaja özgü kütle geçiş yapabilir, diğerleri çubuklara çarparak ortamdan uzaklaştırılırlar.

Diğer Kütle Spektroskopisi ölçüm metodunda ise yüklü moleküller, yüksek bir elektrik alan ile hızlandırılarak bütün kütlelerin aynı ilk enerjiye sahip olmaları sağlanır. Sonra bu iyonlar, uçuş tüpü denilen yaklaşık 1-1,5 metrelik bir tüp boyunca uçarlar. İlk enerjileri aynı olmasına karşın moleküllerin hızları kütleleri ile ters orantılı olduğu için hafif moleküller daha hızlı uçacak, ağır moleküller ise yavaş ilerleyecektir. Bu moleküllerin kütleleri dedektörlere ulaşma zamanlarına göre tespit edilir. Bu ölçüm tekniğinin adı Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresidir.



Kütle spektrometreleri tek başlarına çalışabildikleri gibi sıvı kromatografilerle birlikte de kullanılabilirler.

Sıvı kromatografisi kolon kullanılarak çalıştırılan bir ayırma tekniği olarak tanımlanabilir. Bir sıvıda çözünmüş olarak bulunan maddeler bu teknik yardımıyla karışımından ayrılır ve her madde kolonda tek başına ilerlemeye başlar. Kolonun sonuna takılı kütle spektroskopisi veya diğer bir dedektör yardımıyla bu maddeler analiz edilir. Nano-Sıvı Kromatografisinde ise akış hızı nanolitire düzeyindedir ve kolon çapı çok incedir. Bu sayede protein molekülleri ekstra bir uygulamaya ihtiyaç duyulmadan analiz edilebilirler.

Merkezimizde kütle spektroskopisine bağlı bulunan iki adet Sıvı Kromatografi cihazı bulunmaktadır. Bunlardan birincisi Ultra Performanslı Sıvı Kromatografisi, diğeri ise Nano- Ultra Performanslı Sıvı Kromatografisidir.

Kütle spektroskopilerinin çok geniş bir ölçüm aralıkları vardır. Sentezlenmiş küçük organik moleküllerden çok uzun zincirli proteinlere, peptit moleküllerinden polimere kadar pek çok maddenin kütlelerini ppm hata aralığında doğru tespit etmektedir.

Ayrıca MALDI (Matriks Yardımlı Lazer Desorpsiyon İyonlaşması) sistemi de kütle spektroskopisiyle birlikte polimer ve peptit zincirlerinin analizinde kullanılmaktadır.

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

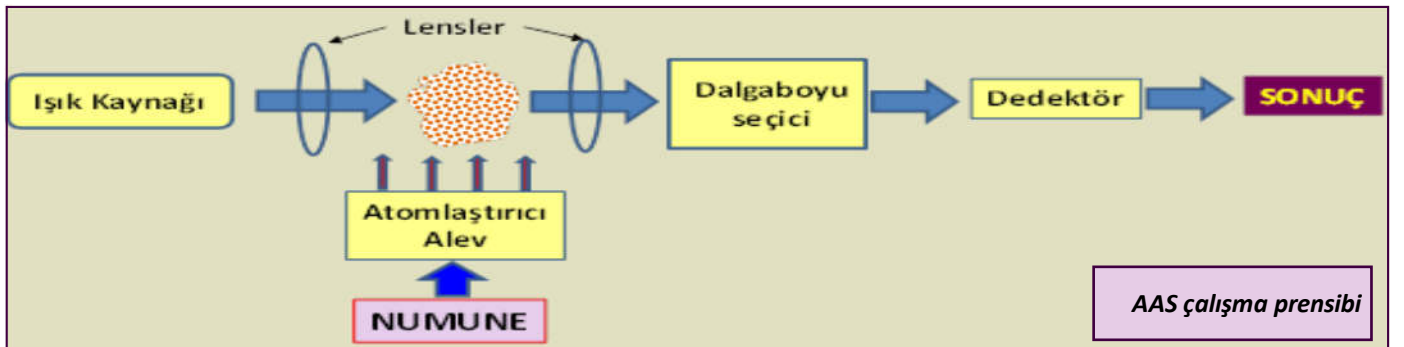
Atomik absorpsiyon spektrometri (AAS): Atomik absorpsiyon spektrometri (AAS), elementlerin derişimlerini ölçen bir tekli element tekniğidir. Hava/asetilen veya azot-oksit/asetilen alevi ile temel hal atomları üretilir. Ölçülen elemente özel kullanılan oyuklu katot lambasından yayılan ışınım mevcut alevden 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 bağışımli aygıt) dizilim detektör sistemiyle ölçülmektedir. Aynı anda birden fazla element tayin edilebilir.



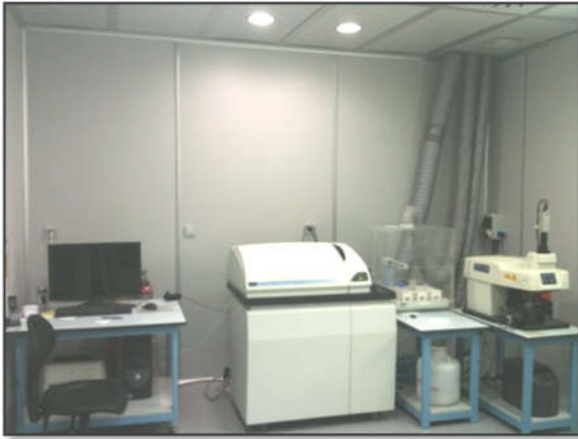
Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometresi (ICPMS):

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 mercek 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.

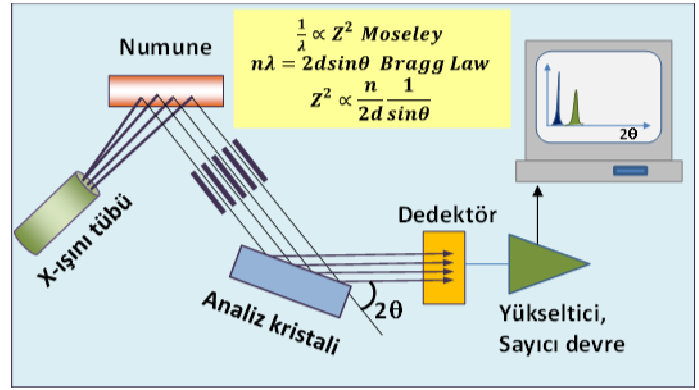


Ultraviyole ve görünür ışık absorpsiyon spektroskopisi:

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, transmittans 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 ışınların dalga boyu her element için farklı ve ayırtmandır. Diğer bir ifadeyle bu ışınlar 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 eritme ünitesinde akı halinde hazırlanabilirler.



Eritiş Ünitesi



Öğütücü Değirmen



Pres

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

Kızıl Ötesi ve Raman Spektroskopi Laboratuvarı (KORL)



Raman Spektroskopisi: Moleküldeki bağların ışığı esnek olmayan şekilde saçmasıyla çalışır. Raman saçılımı ancak titreşim sırasında değişen bağ kutuplaşmasıyla gerçekleşir. Bu yüzden kızılötesi-aktifliği olmayan moleküller eğer kutuplaşma değişimi gerçekleştirebiliyorlarsa Raman-aktif özellik gösterirler. Bundan dolayı bu iki spektroskopik yöntem birbirlerini tamamlıyıcıdır.



Akademik alanda ve endüstri laboratuvarlarında çok geniş uygulama alanına sahip olan titreşimli spektroskopi, Kızılötesi Spektroskopisi ve Raman Spektroskopisi olarak ikiye ayrılır. Her iki yöntemde bir molekül veya bileşik yapısında bulunan bağlar hakkında tanımlayıcı bilgiler verir. Merkez Laboratuvar ARGE Eğitim ve Ölçme Merkezinde malzemelerin spektroskopik özelliklerini belirlemek için 2 adet **Kızılötesi (FT-IR)**, 1 adet **FT-Raman** ve 1 adet **Dispersif Raman Spektroskopisi** cihazları mevcuttur.

TEMEL PRENSİPLER

Spektroskopik yöntemlerde maddenin elektromanyetik ışımayı yayması, soğurması, saçması, saptırması ve genel olarak maddenin elektro-manyetik ışımayla etkileşimi ve bu etkileşimin sonuçları analitik amaçlara dönük olarak incelenir.

Kızılötesi (IR) Spektroskopisi: Temel olarak kızılötesi ışığın incelenen madde tarafından soğurulmasına dayanır. Soğurulma, moleküldeki bağların titreşimi ve dönüşleri için gerekli miktarda dalga enerjisinin, cihaz tarafından elektromanyetik spektrumun kızılötesi bölgesinden gönderilmesiyle gerçekleşir. Özgün kimyasal bantlar, bağ grupları karakteristik titreşim frekanslarına sahiptir. Kızılötesi ışın gönderildiğinde moleküller yalnız kendi titreşim frekanslarında ısıyı soğururlar ve soğurma miktarı ölçülerek maddelerin içinde bulunan fonksiyonel gruplar

(-OH, -NH- C=O vb) ve yapılar tayin edilebilir. Kızılötesi ışın ancak değişken dipol momente sahip moleküller tarafından soğurulur. (Örneğin N₂, O₂ gibi eş ikeatomlular FTIR'da sonuç vermezken HCl'nin FTIR spektrumu alınabilir).

Fourier Dönüşümlü Kızılötesi ve Raman Spektrometresi ve Mikroskopları kimya, fizik, biyoloji, eczacılık ve birçok mühendislik dalları gibi geniş bir bilimsel yelpazede yapılacak bütün çalışmalarda yararlanılabilecek hassas bir ölçüm yöntemidir. Kızılötesi Spektroskopisi geniş spektrum (5-25000 cm⁻¹) aralığında, katı sıvı ve gaz örneklerde, mikroskop, ATR ve çeşitli aksesuarlarla malzeme analizleri yapılabilmektedir.

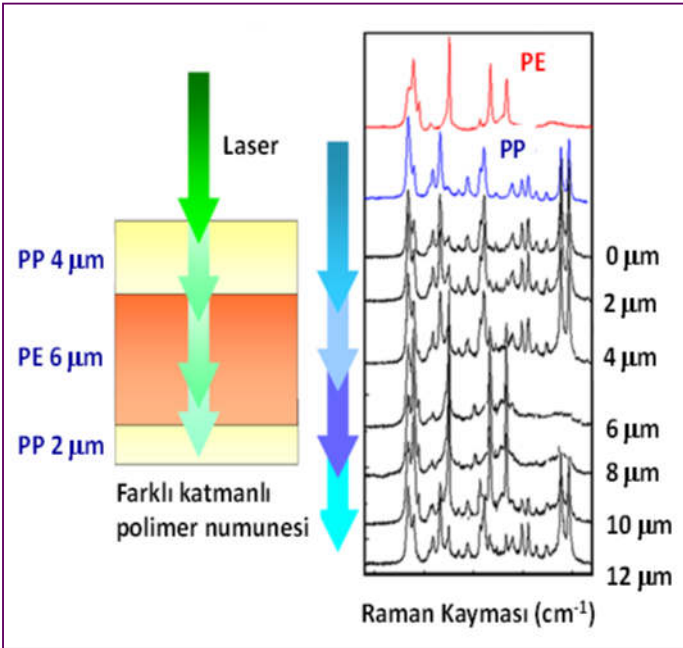
	Görünür Bölge	Kızılötesi Bölge		
Spektral Aralıklar	VIS	Yakın-IR (NIR)	Orta-IR (MIR)	Uzak-IR (FIR)
ν (cm ⁻¹)	25000 - 13000	13000 - 4000	4000 - 400	700 - 5

FT-Raman (1064 nm) ve Dispersif Raman (532, 633, 785 nm) olmak üzere farklı lazerlerle, katı ve sıvı, organik, inorganik ve biyolojik numunelerin analizleri yapılabilmektedir.

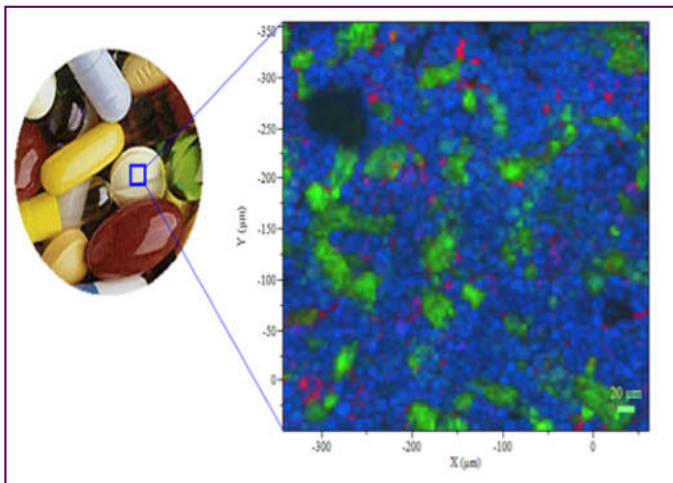
- Akademik ve tarımsal araştırmalar
- Gıda ve içecek endüstrisi
- Mikrobiyoloji, ilaç geliştirme ve bakteriyoloji
- Mikro analiz
- Kağıt endüstrisi
- İnşaat malzemeleri
- Polimerler
- Analitik işlem teknolojileri
- Proses kontrol
- Geridönüşüm endüstrisi
- Yüzey karakterizasyonu

ÖRNEK ÇALIŞMA

Çok katmanlı polimerik karışımlar son yıllarda endüstriyel çalışmalarda ön plana çıkmıştır. Polimerlerin yüzey analizlerinin yanı sıra, katmanlar arasındaki kalınlıklar ve geçişler malzemelerin kullanım alanlarını belirlemede önem kazanmıştır. Polipropilen ve polietilenden hazırlanan çok katmanlı bir polimerik karışım numunesinin, 532 nm lazer kullanılarak Dispersif Raman cihazında derinlik profil ve dilimleme yöntemiyle analizi aşağıda gösterilmektedir. Kırmızı polietilenin, mavi polipropilenin Raman spektrumudur. Yüzeyden 4 μm 'ye kadar olan çekimlerde polipropilen pikleri gözlenirken, 4-10 μm arası polietilen pikleri vardır. 10-12 μm lik son kesitte ise tekrar polipropilen piklerine rastlanmıştır. Örnekte görüldüğü gibi farklı katmanlar tek seferde tahribatsız olarak analiz edilebilmektedir.



Parasetamol ağrı kesici tabletin 785 nm lazer kullanılarak Dispersif Ramanda haritalandırma metoduyla analizi aşağıda gösterilmektedir. Parasetamolün içinde bulunan üç malzeme (**Şeker**, **Sellüloz** ve **Magnezyumstearat**) farklı renklerle temsil edilmektedir. Bu analiz yöntemiyle karışımın içindeki maddeler örneğin fiziksel yapısı bozulmadan incelenmekte ve haritalandırılmaktadır.



Kızıl Ötesi ve Raman Spektroskopi Laboratuvarındaki Cihazların Özellikleri

FT-IR Sistemi	
IFS/66S	Kızılötesi Mikroskobu (Hyperion 1000)
ZnSe ve Elmas ATR'ler	Sıyırma Açılı Objektif
FotoAkustik Hücre	
Isıtmalı İletim Hücresi	Elmas ATR (20X)
Değişken Sıcak Kontrollü Hücre	
Yüksek Sıcaklık, Basınç Hücresi	Objektifler
Düşük Akım Isıtmalı İletim Hücresi	• 15X • 36X
Yansıtıcı Yayılm Seçeneği	Video Yardımlı Ölçme Seçeneği
FT-Raman Sistemi	
FRA 106/S	Raman Mikroskobu (Ramanscope II)
Örnek Isıtma Parçası (90° ve 180° seçenekli)	Objektifler
	• 10X • 45X • 100X
Dispersif Raman Sistemi	
Renishaw/In Via	Raman Mikroskobu
Derinlik Profil ve Dilimleme	Objektifler
Haritalandırma	
Polarizasyon	
Örnek Isıtma Parçası (90° ve 180° seçenekli)	
Motor Kontrollü Örnek Konumlandırıcı	
Sıvı örnekler için kuvet	

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

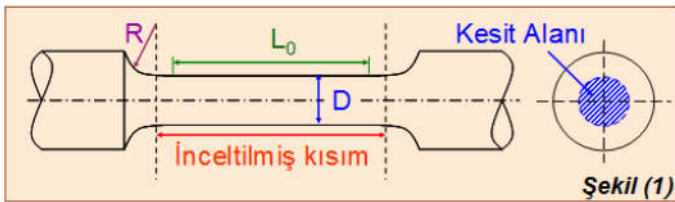
Mekanik Test Laboratuvarı (MTL)



Malzemelerin mekanik dayanımlarının belirlenmesi malzeme seçimi ve mühendislik dizaynı için çok önemlidir. Merkezi Laboratuvar'da malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek için 2 adet universal mekanik test, 2 adet sertlik ölçüm ve 1 adet darbe test cihazı bulunmaktadır.

TEMEL PRENSİPLER

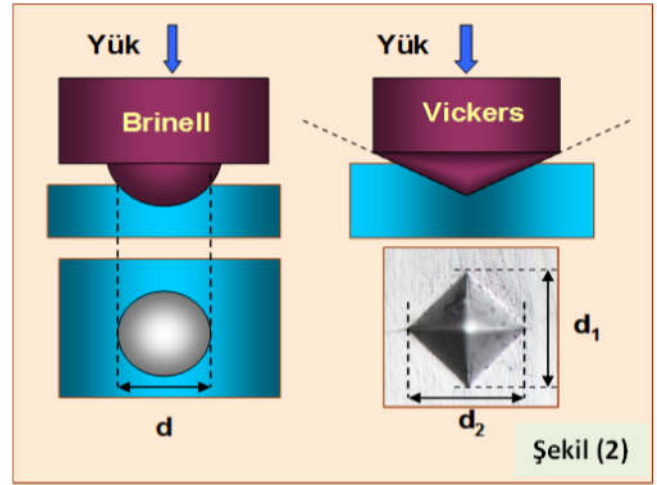
Çekme Deneyi: Çekme deneyi malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla kullanılan en yaygın test yöntemidir. Çekme deneyinde bir malzemenin statik ve yavaş uygulanan bir yüke karşı dayanımı ölçülür. Uygun bir çekme test örneği (Şekil (1)) universal test makinasına yerleştirilir ve örneğe kuvvet (yük) uygulanır. Çekme deneyinde malzemedeki uzama miktarı ekstensometre, uygulanan kuvvet (yük) ise yük hücresi kullanılarak ölçülür ve bu ölçülen uzama ve yük değerleri kullanılarak gerilim-gerinim eğrisi (Şekil (5, 6)) elde edilir. Çekme deneyi ile malzemelerin sünekliği, mukavemeti, ve rijitliği belirlenebilir.



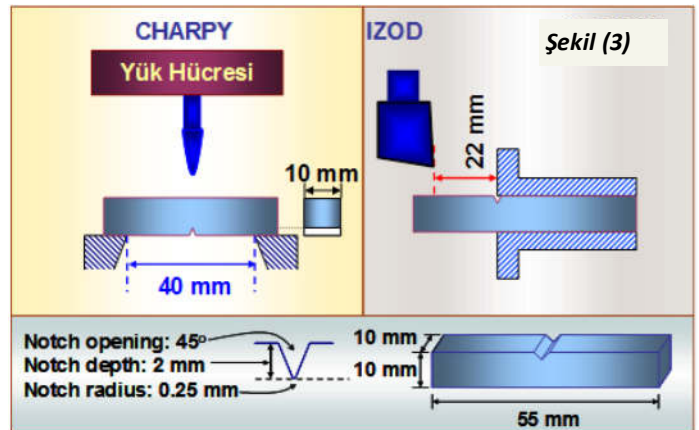
Şekil (1)

Üniversal test cihazında çekme deneyi dışında, *basma* ve *eğme* testlerini de yapmak mümkündür.

Sertlik Ölçme: Sertlik malzemenin plastik deformasyona direncini belirleyen bir özelliktir. Sertlik değerini elde etmek için koni, piramit veya küre (Şekil (2)) şeklindeki uçlar örnek yüzeyine uygulanır ve daha sonra örnek yüzeyinde oluşan çentik büyüklüğüne veya derinliğine bağlı olarak örneğin sertlik değeri belirlenir. Çentik büyüklüğü ve sertlik arasındaki bağlantıyı kurmak üzere dört standart test metodu kullanılmaktadır (Brinell, Vickers, Knoop ve Rockwell).



Darbe Testi: Darbe Test Cihazı ile yüksek hızlarda deney parçasının kırılması için gerekli olan enerji ölçülür. Darbe deneyi süresince soğurulan enerji, malzemenin mukavemetinin ve tokluğunun bir ölçüsü olarak kullanılabilir. Darbe testi sonucunda elde edilen bilgiler, malzemelerin gerçek uygulamalarda nasıl davranacağı hakkında mühendislere bilgi verebilir. Darbe test cihazında Charpy, Izod, ve Penetrasyon testlerini yapmak mümkündür. Charpy ve Izod testleri yüksek deformasyon hızlarında yapılır ve bu testler sonucunda malzemelerin kırılma – sünek geçiş sıcaklığı belirlenebilir (Şekil (3)).



MEKANİK TEST LABORATUVARINDAKİ CİHAZLARIN ÖZELLİKLERİ

Universal Test Cihazları:

Özellikler	Zwick	Instron
Yük Kapasitesi	250 kN	30 kN
İlaveYük Hücreleri	100 N, 10 kN	1 kN
Ekstensometre	Ayarlanabilir Geyç	25 mm Geyç Uzunluğu
Yapılan Testler	Çekme, Basma, 3-4 nokta eğme	Çekme, Basma, Sürünme (1000 °C)

Sertlik Ölçme Cihazları:

Özellikler	Mikro	Makro
Yük Kapasitesi	10 g – 1 kg	1- 100 kg
Yapılan Ölçümler	Vickers Knoop	Brinell, Vickers Rockwell

Darbe Test Cihazı:

Maksimum Darbe Hızı	20 m/s
Enerji Aralığı (Düşük ağırlıklı kafa ile)	2.6- 826 J
Enerji Aralığı (Düşük ağırlıklı kafa ile)	4.6 - 945 J
(Büyük Ağırlıklı kafa ile)	25 - 1603 J
Maksimum Düşme Yüksekliği	20.4 metreye simüle eder

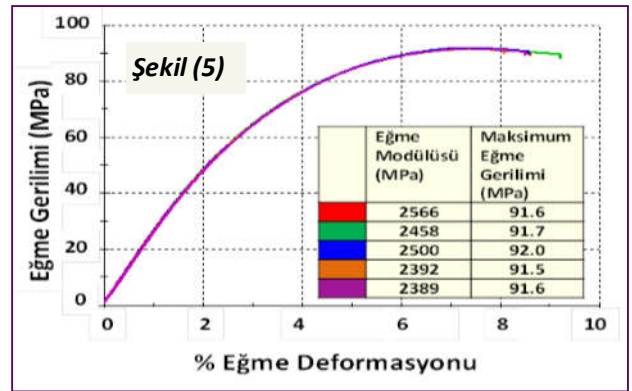
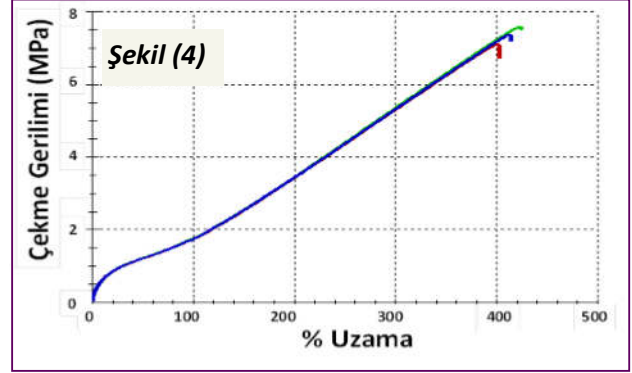
MALZEMELER

Çok geniş alanı kapsayan malzemelerin (Metal, plastik, seramik, ve kompozit) aşağıda belirtilen temel mekanik özellikleri Mekanik Test Laboratuvarında belirlenebilir.

- Young Modülü
- Çekme mukavemeti
- Basma mukavemeti
- Akma mukavemeti
- Süneklik
- Tokluk
- Kopmadaki deformasyon
- Sünme
- Darbe dayanımı

ÖRNEK ÇALIŞMALAR

Lastik bir malzemenin çekme deneyi ve elde edilen mekanik özellikleri Şekil (4)'te gösterilmiştir. Plastik bir malzemenin üç nokta eğme deneyi ve elde edilen mekanik özellikleri Şekil (5)'da verilmiştir.



AKREDİTE METODLAR

Mekanik test Laboratuvarı aşağıda belirtilen dört analiz methodundan 31.12.1013 tarihinde TÜRKAK'tan Akreditasyon Sertifikası almıştır.

EN ISO 527-1, TS EN ISO 527-1

Plastikler – Çekme özelliklerinin tayini – Bölüm 1: Genel prensipler

EN ISO 527-2, TS EN ISO 527-2

Plastikler – Çekme özelliklerinin tayini – Bölüm 2: Kalıplama ve ekstrüzyon plastikleri için deney şartları

EN ISO 527-3, TS 1398-3 EN ISO 527-3

Plastikler – Çekme özelliklerinin tayini – Bölüm 3: Film ve levhalar için deney şartları

EN ISO 6892-1, TS EN ISO 6892-1

Metalik malzemeler – Çekme deneyi – Bölüm 1: Oda sıcaklığında deney metodu

ULUSLARARASI YETERLİK TESTLERİ

Mekanik Test Laboratuvarı 2011 yılından başlayarak her yıl düzenli olarak uluslararası akredite kuruluşların düzenlediği yeterlik testlerine katılmıştır. Yeterlik Test sonuçları z-skorları ISO/IEC 17043'de başarılı olarak kabul edilen $|z| \leq 2$ değerlerinde çıkmıştır.

Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi Laboratuvarı (NMRL)

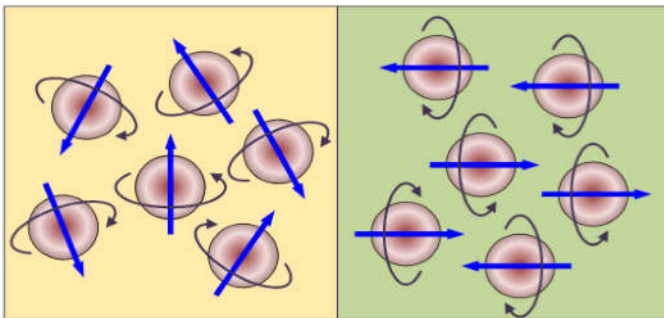


Nükleer Manyetik Rezonans(NMR) organik moleküllerin yapıları ve kimyasal özellikleri hakkında bilgi veren çok güçlü bir spektroskopik tetkiktir.NMR kullanılarak bileşiğin yapısı, bağlanma özellikleri, molekül formülü ve ağırlığı ile polimerlerin yapısal özellikleri hakkında bilgi edinilebilir.

Merkezi Laboratuvarda bu amaçla kullanılan iki adet NMR cihazı bulunmaktadır.Bunlar, Bruker Avance'ın 300 MHz'lik (7 Tesla) katı ve sıvı NMR spektrometreleridir.

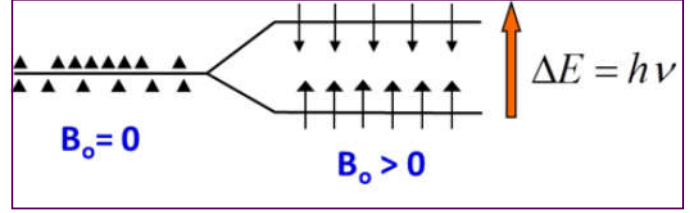
TEMEL PRENSİPLER

Nükleer manyetik rezonans (NMR) atom çekirdeklerinin manyetik özelliklerine bağlı bir fiziksel olgudur. Kısaca, güçlü bir manyetik alan içerisinde yerleştirilen atom çekirdeğinin yüksek frekanslı radyo dalgalarını seçimli olarak absorblaması (soğurması) olayı olarak özetlenebilir. NMR yardımıyla bir çekirdeğin kendine has olan manyetik momenti ölçülebilir. Momentin değeri çekirdeğin içinde bulunduğu kimyasal ortama bağlı olduğundan yapılan ölçümler kimyasal maddenin molekül yapısını aydınlatmaya yarar.



Manyetik Alan (B_0)

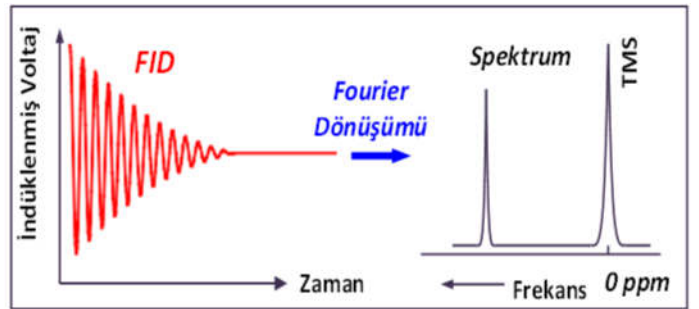
NMR bir manyetik çekirdeği incelemek için onun manyetik momentini dışardan uygulanan kuvvetli bir manyetik alan (B_0) ile aynı doğrultuya sokar.



Manyetik alan tarafından yönlendirilmiş olan çekirdeğin momentinin yer alabileceği iki enerji seviyesi vardır. Biri manyetik alanla aynı yönde olan düşük enerjili bir seviye, öbürü manyetik alana ters yönde olan, yüksek enerjili bir seviye bu iki seviye arasındaki enerji farkına karşılık gelen frekansta bir foton soğurulursa moment bir an için yön değiştirir, dolayısıyla o frekansta bir rezonans gözlemlenir. Bu rezonans, nükleer manyetik rezonans spektroskopisi ve manyetik rezonans görüntülemeye kullanılır

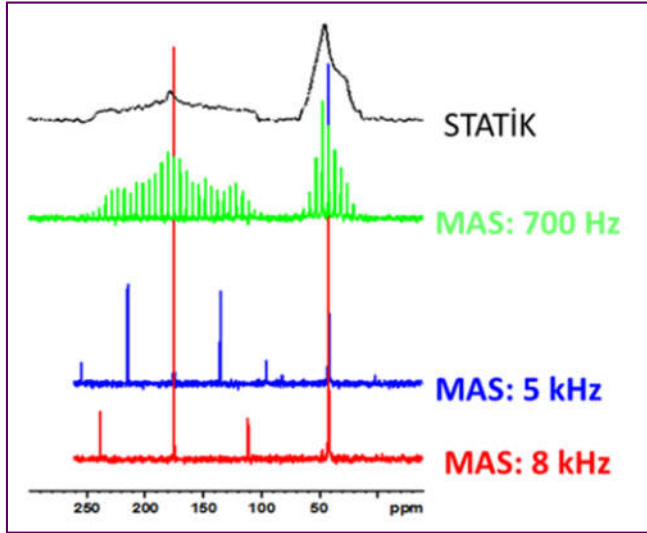
Cihazın hassasiyeti iki enerji seviyesi arasında dağılan proton sayısının oranına bağlıdır.Ne kadar fazla proton rezonans olursa,elde edilecek sinyalin şiddeti de o oranda artar.

Çekirdeklerin tekrardan temel enerji seviyelerine dönerken radyo frekansı olarak çıkardıkları RF sinyalinin detekte edilmesiyle NMR spektrumları elde edilir.



Sıvı NMR cihazından farklı olarak laboratuvarımızda bulunan, çözünürlüğü olmayan veya katı halde analizi istenen örneklerin incelenmesi için Katı NMR cihazı kullanılmaktadır. Örnekler katı halde olduğundan çekirdekler birbirlerine çok yakın olup aralarında bazı etkileşimler olur ve bunlar spektrumda çözünürlüğün düşmesine ve piklerin genişlemesine neden olur. Bu sorunları gidermek için bazı teknikler kullanılmaktadır bunlar; MAS (magic angle spinning) ve CP (cross polarization) yöntemleridir. MAS yöntemi kısaca katı NMR spektrumlarının daha belirgin olabilmesi için manyetik alana uygulanan bir 'sihirli açıda döndürme' yöntemidir. CP ise ^{13}C çekirdeğine ait manyetik rezonans sinyalinin çapraz polarizasyon yöntemi ile artırılmasıdır.

Buna ek olarak, örnekler yüksek frekansta döndürülerek daha iyi çözünürlükte pikler elde edilmektedir.



SIVI NMR

Yüksek Çözünürlüklü Dijital 300 MHz NMR Spektrometresi - Bruker Biospin

Prob: 5 mm BBO 1H, 13C, 31P, 19F

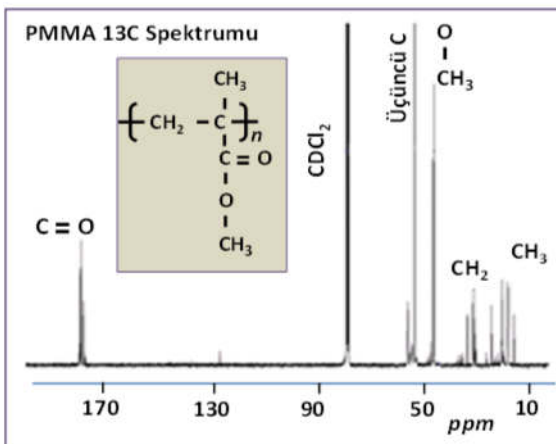
Yapılan Deneyler: 1D: 1H, 13C, 31P, 19F çekirdeklerinin spekturumu,dept-45,dept-90,dept-135.

Örnek Gereksinimleri: Örnekler yüksek saflıkta ve çözücüsü belirtilerek teslim edilmelidir. 13C için min. 40 - 50 mg, 1H için min. 10-20 mg örnek gereklidir.

Kullanılan dötero çözücüler: Kloroform-D1, Dimetil sülfoksit -D6, Dötero su, Aseton-D6, Benzen, Toluol, Pridin, Dimetil formamit, diklorometan-D2.

Malzemeler

Sıvı NMR spektrometresi ile petrol,petro-kimya,gıda-ıcecek,ilaç-eczacılık ve diğer birçok endüstriyel alandan gelen toz,katı veya sıvı örneklerin dötero çözücüler içinde çözünmesinden sonra analizi yapılabilir.



KATI NMR

Katı Hal Yüksek Güçlü 300 MHz NMR Spektrometresi - Bruker Superconducting FT.NMR Spectrometer Avance TM 300 MHz WB

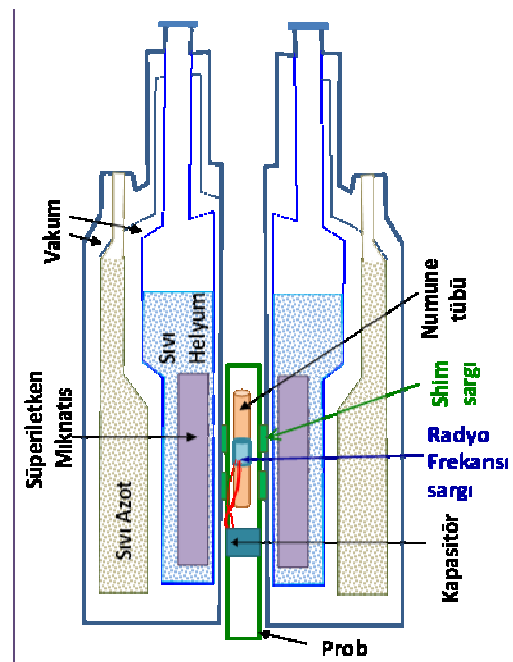
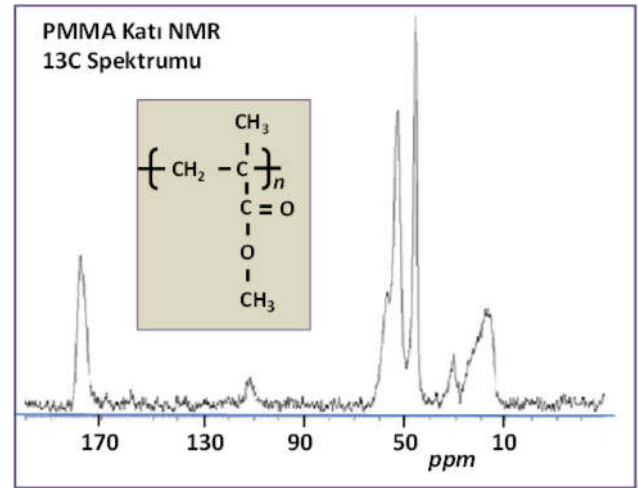
Prob: 2.5 mm MAS, 4 mm MAS, 7 mm MAS

Yapılan Deneyler: 1H, 13C, 29Si, 27Al gibi çekirdeklerin NMR spekturumu, MAS (Sihirli açı spini-Magic Angle Spining) ve CP (Cross Polarization-Çapraz Polarizasyon) teknikleri.

Örnek Gereksinimleri: Kuru, metal safsızlık içermeyen toz haldeki katı örnekler; 2.5 mm prob için 250 mg, 4 mm prob için 500 mg, 7mm prob için 1000 mg. teslim edilmelidir.

Malzemeler

Sıvı NMR'dan farklı olarak katı NMR'la uygun çözücüsü bulunmayan veya çözündüğü zaman kimyasal yapısı bozulabileceğinden çözünmesi istenmeyen örnekler, organik kristal bileşikler,katalizörler, zeolitler, amorf bileşikler, polimerler, ve biopolimerlerin analizi yapılabilir.



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

Nano ve Mikro Mekanik Test Laboratuvarı (NMTL)



Nano ve Mikro sertlik cihazı değişik malzemelerin (yumuşak ,sert , kırılğan ve esnek) ve bu malzemelerden oluşturulan ince filmlerin mekanik özelliklerini (Sertlik, Elastik Modülü) belirlemekte kullanılır.

CİHAZLAR VE TEMEL PRENSİPLER

Nano ve Mikro Mekanik Test laboratuvarımızda CSM Instruments mekanik test cihazı bulunmaktadır.

Cihaz dört bölümden oluşmaktadır:

- A) Nano ve Mikro indentasyon cihazları
- B) Mikro çizik test cihazı
- C) Atomik Kuvvet Mikroskobu
- D) Optik Mikroskop

Nano ve Mikro İndentasyon Test Cihazı

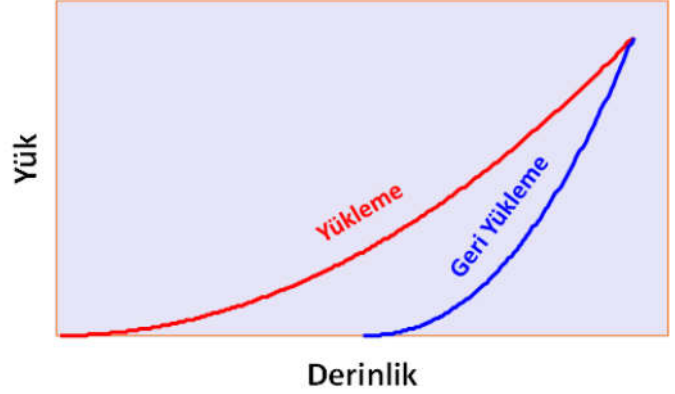
Uygun bir indenter kullanılarak örnek yüzeyine dik olacak şekilde belirlenen bir maksimum değere kadar yük uygulanır ve bu maximum yük değerine ulaştıktan sonra tekrar dereceli olarak geri yükleme yapılır. Yükleme ve geri yükleme sonucunda elde edilen YÜK (N) - DERİNLİK (nm) eğrileri analiz edilerek örneğin mekanik özellikleri belirlenir(Şekil.1).

Nanoindentasyon yük aralığı: 0.1 mN – 400mN

İndenter tipi:Berkovich

Mikro İndentasyon yük aralığı: 0.5 N- 20 N

İndenter tipi: Vickers



Şekil 1. Yük – Derinlik grafiği

Mikro Çizik Test Cihazı

Mikro çizik test cihazı ince film ve kaplamaların yüzeylerinin kırılma, deformasyon ve yapışma gibi mekanik özelliklerini belirlemek için kullanılır. Aynı zamanda altlık ve film sisteminin sürtünme ve yapışma kuvvetini karakterize etmede kullanılır.

Bu teknik keskin bir uç ile malzemede kontrollü bir çizik oluşturmaya dayanır (Şekil 2). Kritik yük değerinde kaplamada kırılmalar başlar. Kritik yükleme değeri yükleme koluna eklenmiş olan ses duyuracağı ve optik mikroskop ile saptanır.

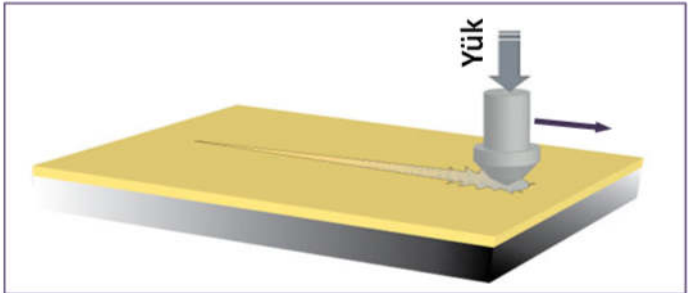
Yükleme aralığı: 30 mN- 25 N

Maksimum sürtünme kuvveti: 25 N

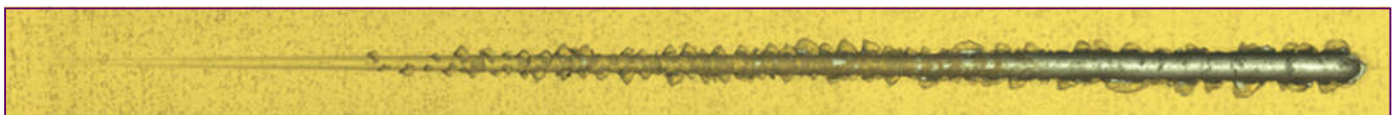
Maksimum Scratch uzunluğu: 12 mm

Scratch hızı: 0.4 to 500 mm/min

Maksimum derinlik:1mm

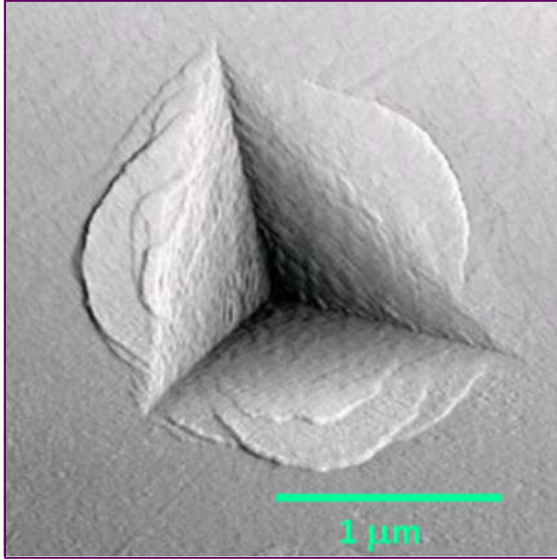


Şekil 2. Mikro çizik testinin şematik gösterimi



Atomik Kuvvet Microskobu (AFM)

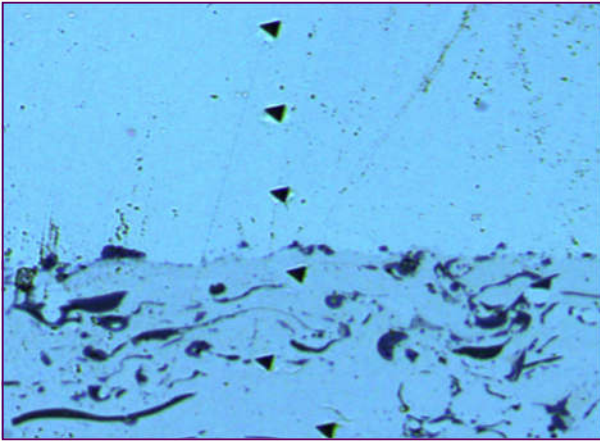
Mekanik test cihazında bulunan AFM cihazı ile yüzey üzerinde yapılmış olan indentasyon izleri 3 boyutlu olarak görüntülenebilmektedir (Şekil 3.).



Şekil 3. Berkovich İndentasyon izinin 3 boyutlu görüntüsü

ÖRNEK ÇALIŞMALAR

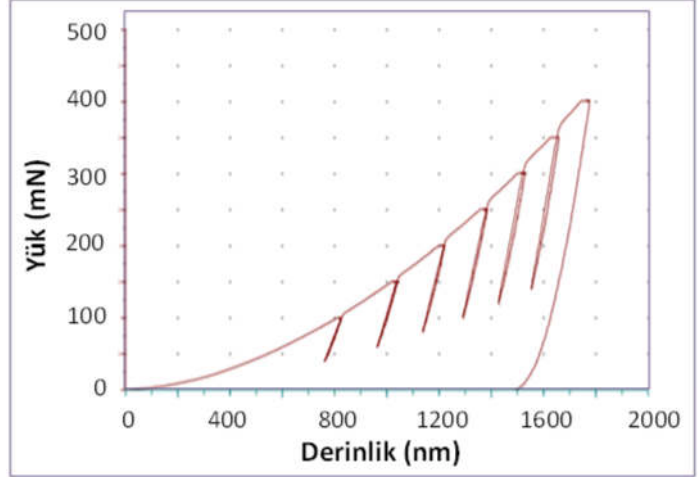
Hassas yer belirleme özelliğiyle optik mikroskopta belirlenen noktalardan ölçüm alınabilmektedir (Şekil 4).



Şekil 4. Metal yüzey ve kaplama üzerinde alınan indentasyon izleri.

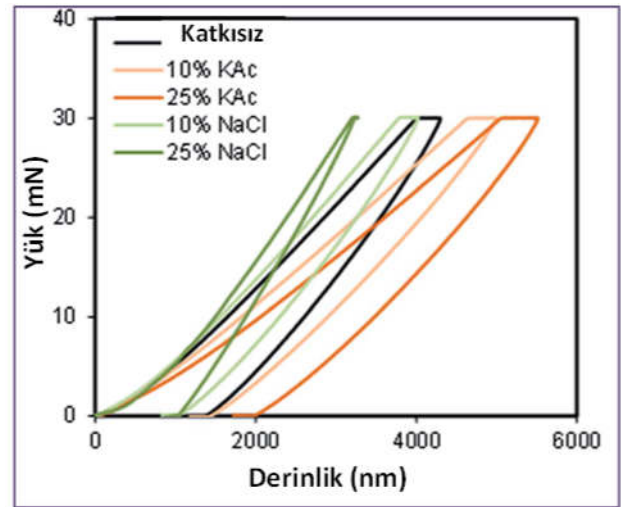
Nano indentasyon cihazı ile 0.1 mN'a kadar düşük büyüklüklerde yük uygulanabilmektedir böylece ince filmlerin mekanik özellikleri ölçülebilmektedir.

Bir ölçüm içerisinde birden çok yükleme geri yükleme yapılarak derinliğe bağlı mekanik özelliklerin değişimi ölçülebilmektedir. Kullanıcılar kendi belirledikleri yükleme profilleri oluşturabilmektedir (Şekil 5).

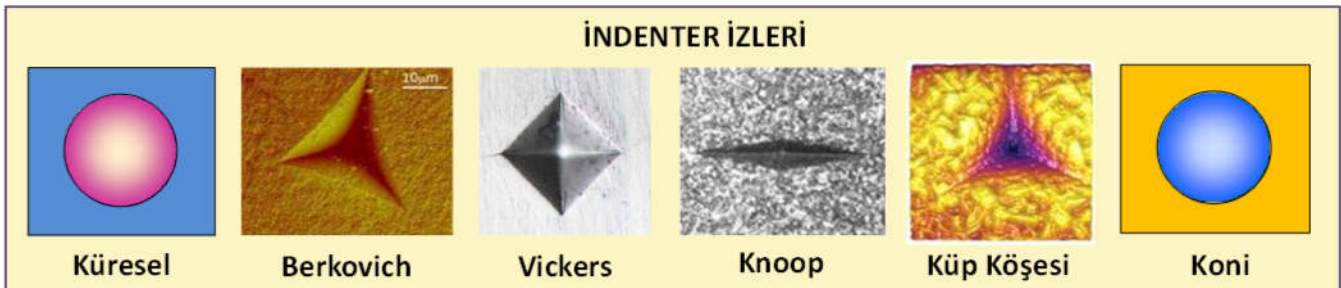


Şekil 5. Çoklu yük-derinlik grafiği

Biyopolimer filmlerde tuz (KAc ve NaCl) miktarının mekanik özelliklere etkisi Şekil 6'da gösterilmiştir.



Şekil 6. Bir Biyopolimer malzemenin yük—derinlik eğrileri



Parçacık Boyutu ve Zeta Potansiyel Ölçüm Laboratuvarı (PZL)

Kullandığımız malzemelerin bir çoğu küçük tanelerinin bir araya getirilmesi ve bir işleminden geçirilmesi ile oluşur. Örneğin; beton, sıva, boya gibi inşaat malzemeleri, kullandığımız seramik banyo ve mutfak ürünleri, ilaçlar, gıda ürünleri vb. küçük tanecikli bir yapıdadırlar. Malzemelerdeki sağlamlık, kimyasal reaktiflik, opaklık, akışkanlık gibi özellikler ve malzeme mukavemeti, malzemelerin içindeki tanecik boyutu karakteristiklerine bağlıdır.

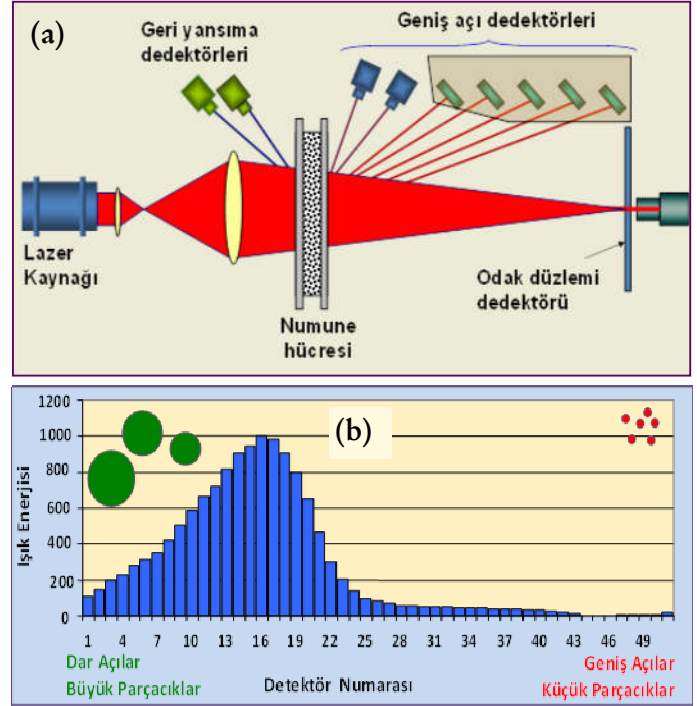
Merkez Laboratuvarında Parçacık Boyut Dağılımı Malvern Mastersizer 2000 cihazı ve Malvern Nano ZS90 cihazı ile yapılabilmektedir. Malvern Nano ZS90 cihazı ile aynı zamanda Zeta Potansiyel ölçümü yapmak mümkündür (Bkz. Şekil 1-a ve 1-b).



Şekil 1. Ölçüm Cihazları **a)** Malvern Mastersizer 2000, **b)** Malvern Nano ZS90

TEMEL PRENSİPLER

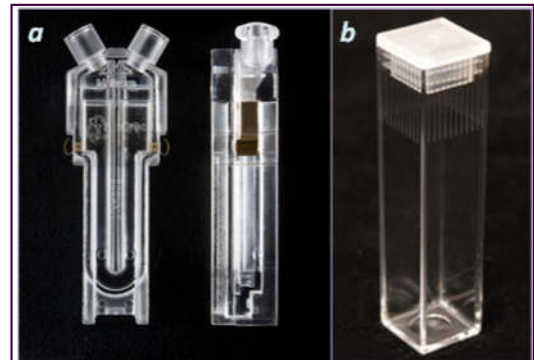
Parçacık Boyutu Dağılımı Ölçme Deneyi: Örnek üzerine kırmızı ve mavi lazer ışığı gönderilir. Örnekten yansıyan ve kırılan lazer ışığı dedektörler ile incelenir. Saçılan ışığın açısı ve şiddeti örneğin parçacık boyut dağılımını belirler (Şekil 2). Parçacık içerisinde geçen lazer ışığının saçılma açısı parçacık boyutuna bağlıdır. Parçacık boyutu düşüldükçe saçılma açısı logaritmik olarak artar. Büyük parçacıkların saçılma açıları düşük, saçılan lazer ışığının şiddeti yüksektir. Küçük parçacıklarda ise saçılma açısı yüksek, saçılan lazer ışığının şiddeti düşüktür.



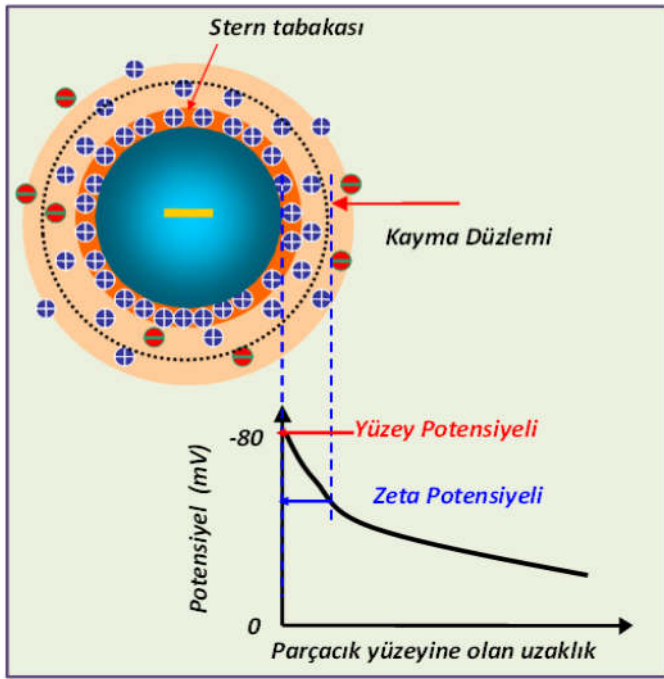
Şekil 2: (a) Lazer saçılım boyut analiz cihazının çalışma teorisi (b) Değişik boyutlardaki parçacıklardan farklı açılarda saçılan ışık enerjisi

Zeta Potansiyel Ölçme Deneyi: Zeta Potansiyel parçacık ile içinde bulunduğu sıvı arasında oluşur (Şekil 4). Parçacıklar arasında itme ve çekme kuvvetleri oluşmasına neden olur. Bir sıvı içerisindeki aynı yükteki parçacıklar birbirlerini iter, farklı yükteki parçacıklar ise çeker. Bu çekme ve itme kuvveti parçacığın zeta potansiyel değerine bağlıdır. Zeta potansiyel ölçümü Doppler prensibi kullanılarak elektrik alanı uygulanan parçacıkların hızının ölçümü esasına dayanır (Henry Formülü) (Şekil 7). Zeta potansiyel parçacığın içinde bulunduğu sıvının pH değeri ile değişir. Değişimin sıfır eksenini kestiği pH değeri izoelektrik nokta olarak adlandırılır (Bkz. Şekil 6).

Zetasizer ve Mastersizer cihazlarında kullanılan örnek kuvvetleri Şekil 3'te gösterilmiştir.



Şekil 3. a) zeta potansiyel ölçüm küveti b) Parçacık boyutu ölçüm küveti



Şekil 4: Sıvı içinde bulunan parçacığın şematik gösterimi

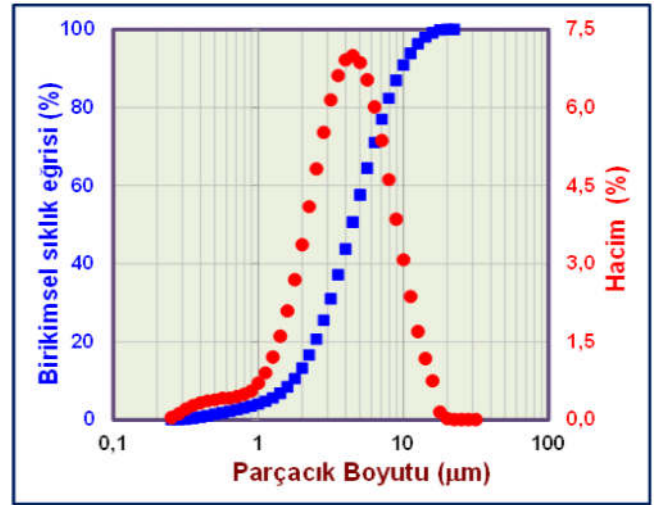
PZL LABORATUVARINDAKİ CİHAZLARIN ÖZELLİKLERİ

PZL laboratuvarında bulunan cihazların özellikleri aşağıdaki tabloda özetlenmiştir.

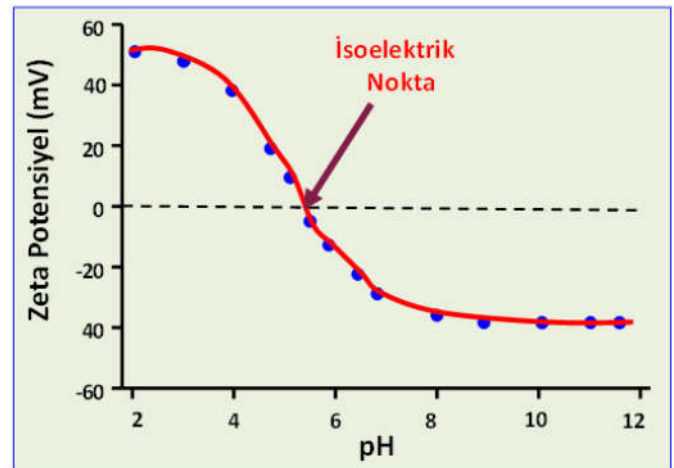
Özellikler	Mastersizer 2000	Nano ZS90
Ölçme Aralığı	20 nm – 2 mm	2 nm -2 µm
Ölçme Tekniği	Kırmızı ve mavi Lazer saçınımı	90° kırmızı lazer saçınımı
Ölçme için gerekli minimum örnek miktarı	Suda ölçme için 200 mg. Kuru ölçme için 10 g.	% 2'den az katı içeren, 2 cm ³ sıvı örnek
Yapılan Testler	Boyut Dağılımı Ölçümü	Boyut Dağılımı ve Zeta Potansiyel Ölçümü

ÖRNEK ÇALIŞMALAR

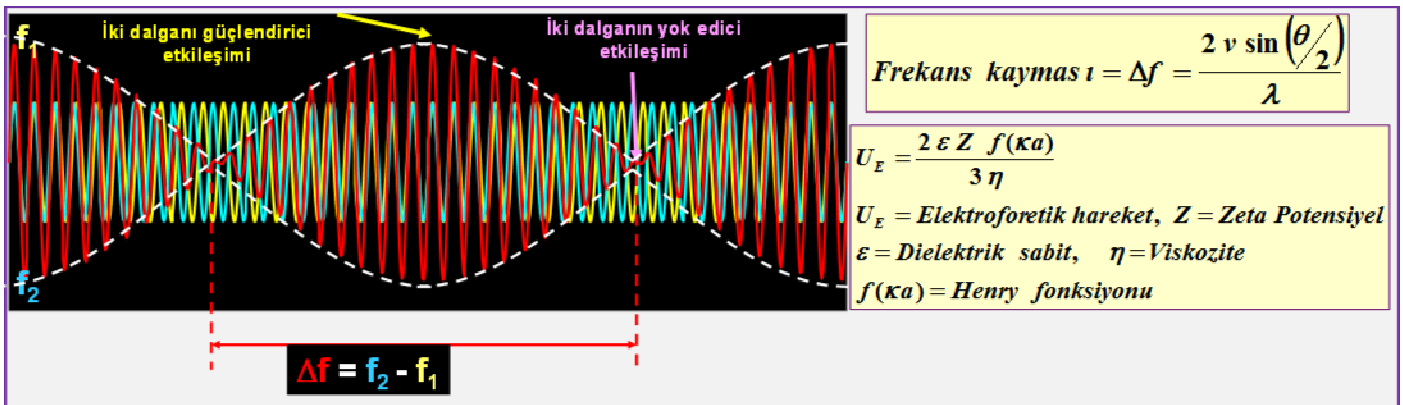
Örnek olarak oksit bir malzemenin parçacık boyut dağılımı ölçüm sonucu Şekil 5'te, Zeta Potansiyel ölçümü (pH'ya karşı) ise Şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 5. Parçacık Boyut Dağılımı ve Zeta Potansiyel Ölçüm Sonuçları.



Şekil 6. Zeta potansiyelin pH ile değişim grafiği



Şekil 7. Bir parçacıktaki zeta potansiyeli belirlemek için belirli bir elektrik alan uygulanır ve parçacığın hızı (v) Doppler prensibi uygulanarak bulunur. f_1 : referans laser ışınının frekansı, f_2 : hareket eden parçacıktan saçılan laser ışınının frekansı.

Polimer Analiz Laboratuvarı (PAL)



Gerek üniversite gerekse sanayi laboratuvarlarında sentezlenen malzemelerin elemental bileşimi ve polimerlerin molekül ağırlığı ölçümü çalışmaların ilerleyişi açısından önem taşımaktadır. Laboratuvarımızda bulunan LECO CHNS-932 Elemental Analiz (EAC) ve Malvern ALV/CGS-3 Dinamik Işık Saçılımı (DLS) cihazları ile bu ölçümleri yapabilmekteyiz.

TEMEL PRENSİPLER

ELEMENTAL ANALİZ CİHAZI (EAC): Cihazın çalışma prensibi üç ayrı adımda tanımlanabilir. İlk aşamada örnek kalay (Sn) bir kapsüle konulur ve oksijen (O₂) gazı ile yakılarak yükseltgenir. Sonuçta oluşan gaz karışımı, taşıyıcı inert bir gaz olan He ile özel reaktiflerin bulunduğu kısımda ayrıştırılır ve elemental karbon, hidrojen, azot ve kükürt sırasıyla CO₂, H₂O, N₂ ve SO₂'ye dönüşür. Burada oluşan ve ayrılan karışım gazları fazla oksijenin uzaklaştırılması amacıyla önce bakır (Cu)'dan geçirilerek farklı dedektörlere yönlendirilir.

Standart kalibrasyonu yapıldıktan sonra peşpeşe 2-3 ölçüm alınıp ağırlıkça yüzde olarak ortalama alınarak raporlanır. Element analiz için 1-1.5 mg ağırlığında örnek kullanılır ve analiz süresi yaklaşık 200 saniyedir.



Standard örnek kullanılarak yapılan anali sonuçları aşağıdaki tablolarda verilmiştir.

EDTA (std)	C%	H%	N%
1. Ölçüm	40,96	5,48	9,50
2. Ölçüm	40,87	5,53	9,55
Olması Gereken	40,94	5,54	9,57

Sülfametazin (std)	C%	H%	N%	S%
1. Ölçüm	51,73	5,10	20,10	11,55
2. Ölçüm	51,80	5,09	20,12	11,52
Olması Gereken	51,78	5,07	20,13	11,52

İŞIK SAÇILIM SPEKTROMETRESİ (LS): Örnekten saçılan ışık sinyali değişik metodlar kullanılarak analiz edilebilir.

- Saçılan ışık şiddetinin ortalama değeri (statik ışık saçılımı)
- Saçılan ışık şiddetindeki değişim (dinamik ışık saçılımı)
- Saçılan ışıktaki frekans değişimi (elektroforetik mobility (zeta potensiyel))

Polimer analiz laboratuvarındaki ışık saçılım spektrometresi ile statik ve dinamik ışık saçım yöntemleri kullanılarak örnekler karakterize edilir.

Statik ışık saçılımı (SLS): Bir makromolekülden saçılan ışık şiddeti molekülün moleküler ağırlığına ve konsantrasyonuna bağlıdır. SLS yöntemi ile polimerlerin molekül ağırlığı, dönme yarıçapı ve ikinci virial katsayı belirlenmesinde Zimm grafiği kullanılır. Aşağıdaki formül kullanılarak (Kc/R) değerine karşı (q^2+c) grafiği çizilir.

$$\frac{Kc}{R} = \frac{1}{M_w \left(1 - \frac{1}{3} R_g^2 q^2 \right)} + 2A_2 c$$

K = Optik sabit

c = Konsantrasyon

M_w = Moleküler ağırlık

R = Numunenin Rayleigh oranı

A_2 = 2nd Virial katsayısı

R_g = Dönme (gyration) yarıçapı

Elde edilen eğriler aşağıdaki belirtilen polinomial fonksiyonlarla temsil edilir.

$$\left. \frac{Kc}{R} \right|_{c = \text{sabit}} = a_1 + a_2 q^2 + a_3 q^4 + \dots$$

$$\left. \frac{Kc}{R} \right|_{q^2 = \text{sabit}} = b_1 + b_2 c + b_3 c^2 + \dots$$

$$c = 0, q^2 \rightarrow 0 \Rightarrow M_w(q^2) = 1/a_1$$

$$q^2 = 0, c \rightarrow 0 \Rightarrow M_w(c) = 1/b_1$$

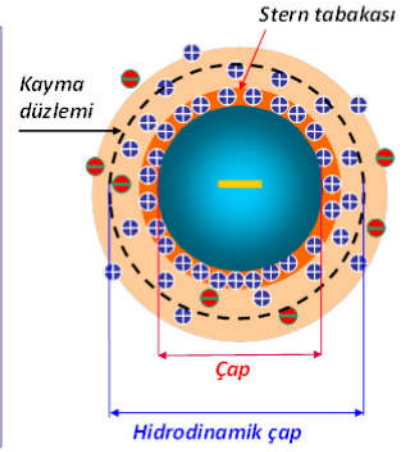
$$R_g = \sqrt{3a_2/M_w(q^2)}$$

$$A_2 = b_2/2$$

Stokes-Einstein formülü

$$d_H = \frac{kT}{3\pi\eta D}$$

d_H = Hidrodinamik çap
 k = Boltzmann sabiti
 T = Sıcaklık
 η = Viskozite
 D = translasyonel difüzyon katsayısı
 f_0 = sürtünme katsayısı



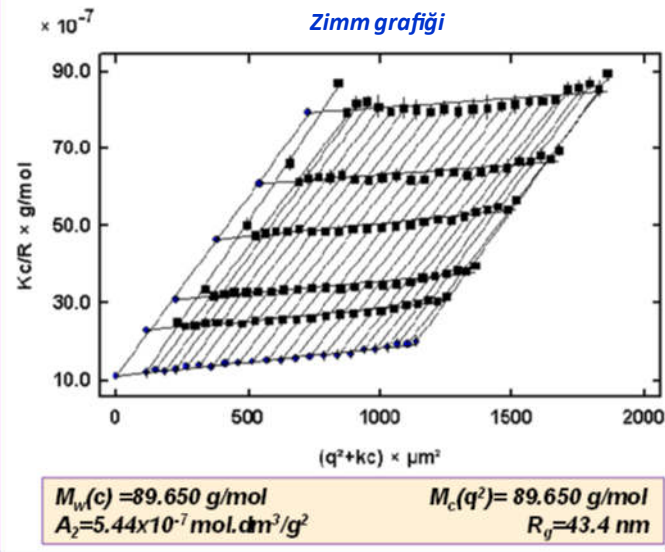
ÖRNEK TÜRLERİ

Elemental Analiz

- Polimerler
- Çevre örnekleri (toprak, sediment vs.)
- Kömür örnekleri
- İlaçlar
- Proteinler
- Endüstriyel ürünler
- Organik bileşikler

Işık Saçılımı Spektrometresi

- Polimerler
- Biyopolimerler
- Parçacık Boyutu 1nm - 3µm olan örnekler



Dinamik ışık saçılımı: Saçılan ışık şiddetindeki zamana bağlı değişimlerden parçacıkların Brownian hareketini karakterize eden translasyonel difüzyon katsayısı (D) belirlenir ve hidro-dinamik çap (d_H) ile difüzyon katsayısı arasındaki ilişki kullanılarak (Stokes-Einstein formülü) parçacıkların büyüklüğü ve dağılım indeksi belirlenir.

Bu metodun en büyük avantajı, çok farklı yapıdaki makromoleküllere zorlu bir ön işlem gerektirmeksizin uygulanabilir olmasıdır. Ancak toz, hava kabarcığı vs. etkilere karşı son derece hassas olup, santrifüj, filtrasyon ve seyreltme gerekliliği söz konusu olabilmektedir.

Bu iki tekniğin birleştirilmesi, çözelti içerisindeki parçacığın yapısının belirlenmesi için bilgi verir.



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

Radyojenik İzotop Laboratuvarı (RİL)



Bir doğal veya yapay malzemenin izotop oranı, o malzemenin karakterizasyonunda çok önemli yer tutar. Radyojenik izotoplar, iz sürücü olarak maddelerin kaynağı ve oluşum süreçleri hakkında kritik veriler sağladığı gibi radyometrik yaş tayininde de kullanılmaktadır. Radyojenik izotop deneylerinin, jeoloji, madencilik, petrol, nükleer enerji, çevre kirliliği kontrolü, adli tıp, ekoloji, antropoloji, arkeoloji, arkeometri vb. pek çok alanda uygulama olanakları bulunmaktadır. Radyojenik izotop oranlarını en hassas düzeyde tayin edebilen cihaz Termal İyonizasyon Kütle Spektrometresi (TIMS)'dir (Şekil 1).

TEMEL PRENSİPLER

İzotoplar aynı elementin aynı proton fakat farklı nötron sayılarına, dolayısıyla farklı kütlelere sahip atomlarıdır. Diğer atomların radyoaktif bozunması ile oluşan atomlar radyojenik izotoplar olarak adlandırılır. Bir ana atomun yarısının radyoaktif bozunmaya uğraması için gereken zaman yarılanma ömrü olarak tanımlanır. Bir radyoaktif ana atom çekirdeğinin içindeki radyojenik izotopun duraylı bir yavru ürüne bozunma oranının, o izotopa has olan bir sabite bağlı olarak, herhangi bir zamanda bulunan atom sayısı ile doğru orantılı olması izotop sistemlerinin formülize edilmesine olanak verir. Sistem izotopik açıdan kapalı bir sistem haline gelmiş ve bu şekilde korunmuşsa, bir numunenin güncel izotop oranı ölçülerek oluşum zamanındaki izotop oranı ve numunenin oluşum yaşı saptanabilir.

Laboratuvarımızda, Stronsiyum ve Neodmiyum elementlerinde izotop oranı deneyleri yapılmaktadır. Tüm kayaç numuneleri, deney öncesinde kayaç kırma ve mineral zenginleştirme laboratuvarında bulunan çeneli kırıcıda kırılarak diskli agat öğütücüde 63 mikron altı (kayaç pudrası) boyutunda öğütülmektedir.

Tartım, kimyasal çözme, kromatografi ve filamente yükleme işlemleri 100 temizlik standardında temiz laboratuvar koşullarında gerçekleştirilmekte ve laboratuvarımızda ultra-saf özellikte asitler ve su kullanılmaktadır. Deney kalitesi uluslararası sertifikalandırılmış standartlar kullanılarak izlenmektedir. Uygun miktarlarda tartılarak (Şekil 1) PFA şişelere aktarılan numuneler farklı asitler kullanılarak güvenli sıcak kutular içinde bulunan ısıtıcı tablolar üzerinde çözülmemektedir.



Şekil 1. Hassas terazide numune

Teflon kolonlarda, özel reçinelerin ve asit kombinasyonlarının kullanıldığı iyon kromatografisi metodu ile izotopik oranları belirlenecek element diğer elementlerden ayrılmaktadır (Şekil 2).



Şekil 2. Neodmiyum kromatografisi çalışması

Elde edilen zenginleştirilmiş numune, birkaç yüz nanogram civarında çözelti halinde renyum filamentine üzerine yüklenmektedir (Şekil 3). Ölçümler, Triton Termal İyonizasyon Kütle Spektrometresi (Thermo-Fisher) kullanılarak çoklu-toplama ile yapılmaktadır. Ölçüm sonuçları, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ve/veya $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ izotop oranları şeklinde 2 sigma analitik belirsizlikleri belirtilerek elde edilmektedir (Tablo 1).



Şekil 3. Numunenin filamente yüklenmesi

Ölçümler sırasında Sr NBS 987 ve Nd LaJolla standartları ölçülerek cihaz kalibrasyonu takip edilmekte, ölçüm sonuçları üzerinde gerekli olduğu takdirde bias düzeltilmesi yapılmaktadır.

Numunelerle birlikte aynı kimyasal süreçlerden geçirilerek aynı şartlarda ölçümü yapılan USGS kayaç standartları ile de tüm prosesin kalite düzeyi periyodik olarak kontrol edilmektedir.

NUMUNE ÖZELLİKLERİ

Laboratuvarımızda, genellikle kayaç numunelerinden, minerallerden, arkeolojik ve antropolojik materyallerden izotop oranı deneyleri yapılmaktadır. Malzemelerin RİL numune kabul kriterlerine uygun olması ve izotop oranı tayini yapılacak elementçe yeterli konsantrasyona sahip olması gerekmektedir. Numunelerin temiz ve uygun bir sistem ve ortamda, kontaminasyona yol açmayacak şekilde toz haline getirilmesi ve kimyasal işlemler için hazırlanması gerekmektedir. Bu nedenle tüm numune hazırlama aşamalarının laboratuvarımızda gerçekleştirilmesi uygun görülmektedir.

ÖRNEK ÇALIŞMALAR

Laboratuvarımızdaki deneylerin önemli bir bölümü tüm-kayaç numuneleri üzerinde yapılmaktadır. Deney sonuçları $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ve/veya $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ izotop oranları verilerek raporlanmaktadır (Tablo 1). Araştırmacılara ölçülen

Bir kayacın ilksel radyojenik izotop oranı, o kayacın oluştuğu dönemdeki izotopik karakterini ortaya koyarak oluşum koşulları ve muhtemel kaynakları hakkında ipuçları verir. Bu nedenle; radyojenik izotop jeokimyası, yerbilimlerinde, gerek petrolojik süreçlerin açıklanmasında, gerekse maden ve petrol araştırmalarında faydalanan bir yöntemdir. Radyojenik izotop oranları element konsantrasyon verileriyle kombine edilerek radyometrik yaş tayininde de kullanılabilir.

Tablo 1. Deney sonuçlarının gösterimi (Köksal vd. 2012'den alıntı, *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 163: 725-743).

No:	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ (ölçülen)	$^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ (ölçülen)	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ (ilksel)	ϵNd (ilksel)
1	0.717927± 4	0.512139± 4	0.715191	-8.84
2	0.712307± 15	0.512234± 5	0.709561	-6.90
3	0.711590± 4	0.512252± 3	0.709174	-6.48
4	0.711830± 5	0.512245± 3	0.709143	-6.70
5	0.720031± 8	0.512197± 4	0.710265	-7.64
6	0.710560± 5	0.512231± 3	0.709331	-7.18

Arkeolojik ve antropolojik araştırmalarda da, radyojenik izotop verileri değerlendirilerek eski dönemlere ilişkin yaklaşımlarda bulunmaktadır.

KULLANILAN METODLAR

Laboratuvarımızda; Stronsiyum ve Neodmiyum izotop jeokimyası deneyleri, TLM-ARG-RİL-01 (Sr İzotop Oranı Analizi Deney Talimatı) ve TLM-ARG-RİL-02 (Nd İzotop Oranı Analizi Deney Talimatı) laboratuvar-ıçi talimatları uygulanarak yapılmaktadır. Bu talimatlar, Alman Yerbilimleri Araştırma Merkezi (GFZ- Hemholtz Centre – Potsdam) İzotop Jeokimyası Laboratuvarı'nda kullanılan metodlar baz alınarak ve uluslararası yayınlardan faydalanılarak laboratuvar içi çalışmalarla oluşturulmuştur. Bu talimatların kullanılabilirliği ve geçerliliği dünya çapında kullanılan standartların periyodik ölçümüyle ortaya konulmakta ve laboratuvarımızda üretilen sonuçlar uluslararası birçok yayında kullanılmaktadır. Bu iki metodun yanısıra kurşun izotopları konusunda da RİL'de çalışmalarımız devam etmektedir.

Reolojik Karakterizasyon Laboratuvarı (RKL)

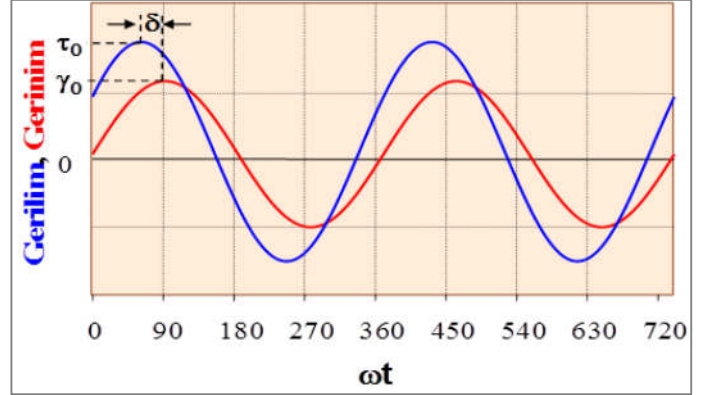


Reoloji malzemelerin deformasyon ve akma özelliklerini inceleyen bilim dalıdır. Merkez Laboratuvar ARGE Eğitim ve Ölçme Merkezinde malzemelerin reolojik özelliklerini belirlemek için **Reometre, Dinamik Mekanik Analizör (DMA)** ve **Kapiler Viskometre** cihazları mevcuttur.

TEMEL PRENSİPLER

Kapiler viskometre ölçümünde bir haznede eriyik haline getirilen malzemeye (polimer) bir piston yardımıyla kuvvet uygulanır ve malzeme uzunluğu ve çapı belli olan kapiler kalıptan değişik sabit kayma hızlarında geçirilir. Bu ölçümler sonucunda malzemenin akma eğrileri (görünür viskozitenin kayma hızı ile değişimi) belirlenir.

Reometre cihazında akma eğrilerinin elde edilmesinin dışında dinamik ve stres relaksasyon ölçümleri de yapılabilmektedir. Dinamik reoloji ölçümünde bir malzemeye devamlı bir şekilde artıp azalan gerinim (γ) belirli bir frekans değerinde (ω) uygulanır ve en yüksek gerilim (τ_0) değeri ile gerinim ve gerilim arasındaki faz farklılığı (δ) ölçülerek malzemelerin viskoelastik özellikleri belirlenir. Eğer malzeme ideal bir elastik malzeme davranışı gösterirse, oluşan gerilim gerinim ile doğru orantılıdır ve gerilim ve gerinim sinyalleri aynı fazdadır. İdeal bir elastik malzemenin davranışı Hooke Kanunu ile temsil edilir. İdeal viskoz bir malzeme için, gerilim ile gerinim hızı doğru orantılıdır ve gerilim ile gerinim arasında 90 derecelik bir faz farklılığı vardır. İdeal viskoz bir malzemenin davranışı Newton Kanunu ile temsil edilir. Viskoelastik malzemeler için gerilim ve gerinim arasındaki faz farklılığı elastik (0°) ve viskoz (90°) davranışların arasında bir değer alır.



Bir viskoelastik malzemenin gerilim sinyali iki parçaya ayrılabilir: (i) Gerinim ile aynı fazda olan elastik gerilim ve (ii) Gerinim ile arasında 90° faz farklılığı olan viskoz gerilim. Depolama Modülü (G') (elastik gerilimin gerinime oranı) bir malzemenin enerjiyi elastik olarak saklayabilmesini temsil eder. Kayıp Modülü (G'') (viskoz gerilimin gerinime oranı) bir malzemenin enerjiyi dağıtabilmesini temsil eder. Kompleks modül (G^*) bir malzemenin deformasyona karşı toplam dayanıklılığını temsil eder.

Dinamik mekanik analizörün çalışma prensibi reometre ile aynıdır. Bu iki cihaz arasındaki en önemli fark DMA cihazında örneğe uzama (extension) yükleri reometrede ise kayma (shear) yükleri uygulanır. Dinamik ölçümler sonucunda malzemelerin aşağıda belirtilen viskoelastik özellikleri belirlenir

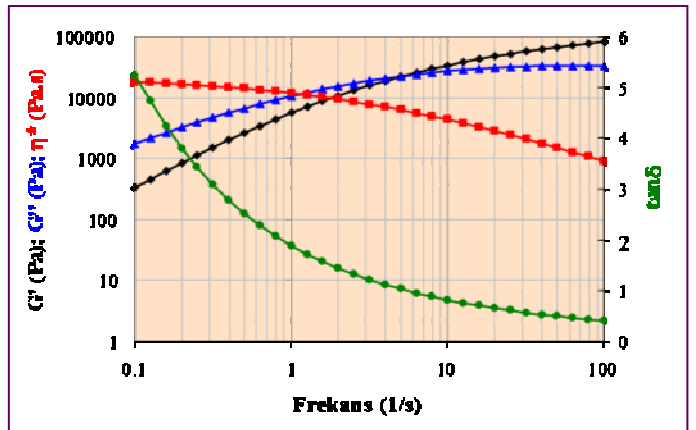
$$\text{DEPOLAMA MODÜLÜSÜ} = G' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cos \delta$$

$$\text{KAYIP MODÜLÜSÜ} = G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \sin \delta$$

$$\text{KOMPLEKS MODÜLÜSÜ} = G^* = \frac{\tau_0}{\gamma_0}$$

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'}$$

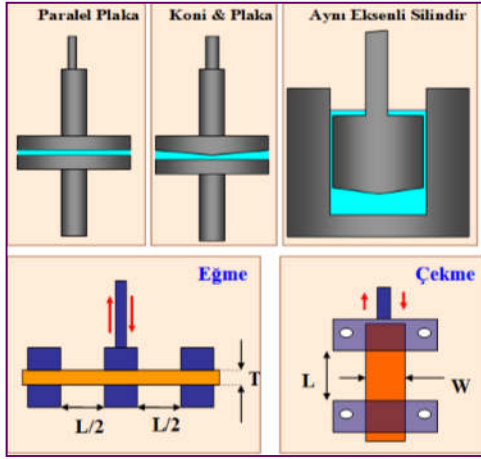
$$\text{KOMPLEKS viskozite} = \frac{G^*}{\omega}$$



ÖRNEKLER

Reometre cihazında *Paralel Plaka*, *Koni & Plaka* veya *Aynı Eksenli Silindir* ölçme sistemlerinden biri kullanılarak katı olmayan örneklerin, DMA cihazında ise genellikle *Eğme* veya *Çekme* ölçme sistemlerinden biri kullanılarak katı örneklerin reolojik özellikleri belirlenebilir.

Kapiler viskometre ölçümü için 10 gram toz veya granül örnek gerekmektedir. Reometre cihazındaki ölçümler için 20 ml örnek yeterli olmaktadır. Dinamik mekanik cihazında eğme modunda ölçüm yapmak için örneklerin 5 cm boyunda, 5-10 mm genişliğinde 1-3 mm kalınlığında olması gerekmektedir. Çekme modunda ise örneklerin 4-5 cm uzunluğunda 5-10 mm genişliğinde ve 0,1- 3 mm kalınlığında olabilir.



MALZEMELER

Reolojik karakterizasyon laboratuvarında mevcut olan cihazları kullanarak aşağıda belirtilen malzemelerin reolojik özellikleri (viskozite, viskoelastik (depolama, kayıp, ve kompleks modülüs) karakterize edilebilir.

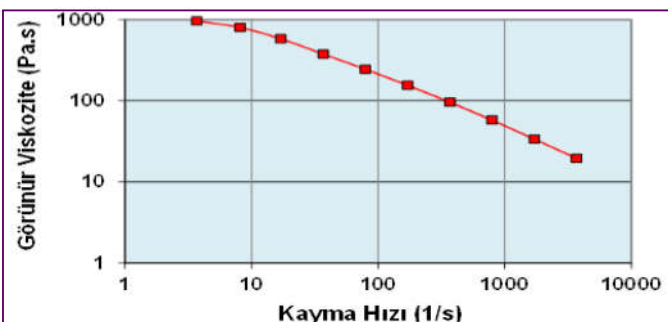
Polimerler, plastic malzemeler, polimer karışımları, elastomerler, kompozitler, yiyecekler, erimiş polimerler, orta - yüksek viskoz sıvılar.

ÖRNEK ÇALIŞMALAR

Polimer eriyiklerinin akış eğrilerinin (viskozite – kayma hızı grafiği) belirlenmesi :

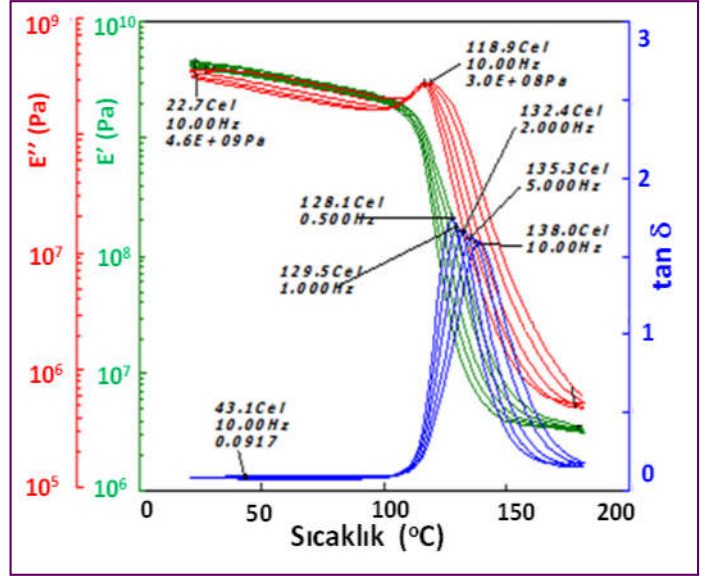
Polymer malzemelerin akış eğrilerinin bilinmesi bu malzemelerin üretim süreçlerinin belirlenmesinde çok önemlidir.

Aşağıdaki resimde bir polipropilen örneğinin Kapiler Viskometre cihazı kullanarak elde edilen akış eğrisi görülmektedir.

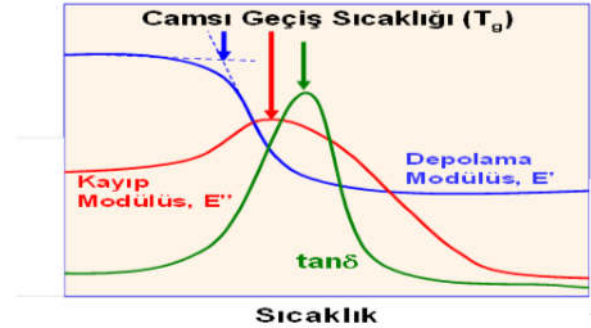


Polimerlerin viskoelastik özellikleri (depolama, kayıp, ve kompleks modülüs, ve kompleks viskozite).

Dinamik Mekanik analizör ve reometre cihazları malzemenin viskoelastik özelliklerinin belirlenmesinde kullanılır. Aşağıdaki resimde PMMA örneğinin viskoelastik özelliklerinin sıcaklığa ve frekansa göre değişimleri verilmiştir.



Camsı Geçiş Sıcaklığı: Polimer malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları değişik yöntemler (DSC, Dilatometre) kullanılarak ölçülebilir, DMA bu yöntemlerden en hassas olanıdır. Camsı geçiş sıcaklığı genellikle **tan δ** eğrisinden belirlenir.



STANDARD TEST METODLARI

ISO 11443: Fluidity of plastics (Capillary Rheometer)

ISO 6721-10: Complex shear viscosity (Rheometer /Parallel Plate)

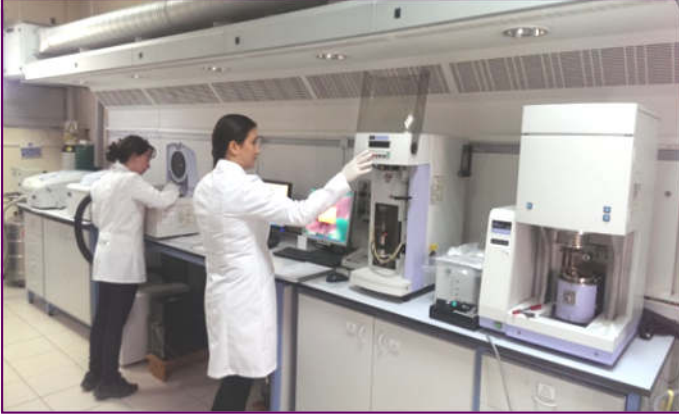
ISO 6721-4: Plastics- Determination of dynamic mechanical properties - Tensile vibration (DMA)

ISO 6721-11:2012: Plastics -- Determination of dynamic mechanical properties: Glass transition temperature (DMA)

ULUSLARARASI YETERLİK TESTİ

2013 yılında Reometre ve Kapiler Viskometre cihazları kullanılarak iki test metodundan (ISO 11443 ve ISO 6721-10) Kunststoff-Institut Lüdenscheld, Almanya şirketinin düzenlediği Yeterlik Testine katılım gerçekleştirildi ve çalışılan tüm parametrelerden geçer skor elde edildi.

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 soğutulurken, malzemelerin fiziksel özelliklerinde (ağırlık, absorplanan ya da açığa çıkan ısı, boyut, iletkenlik, magnetik özellik v.s) meydana gelen değişimin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçüldüğü yöntemlerdir.

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.) aşağıda belirtilen farklı termal özelliklerini belirlemek mümkündür:

Camsı Geçiş Sıcaklığı,

Erime ve Kristalleşme Sıcaklığı,

Erime ve Kristalleşme Entalpisi,

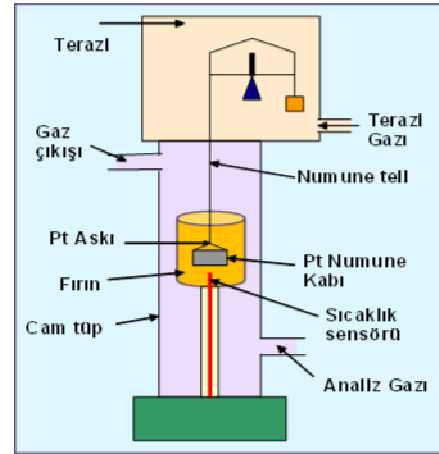
Polimer Malzemelerin Kristalleşme Derecesi,

Polimerlerin Oksidasyon İndüksiyon Süresi (OIT),

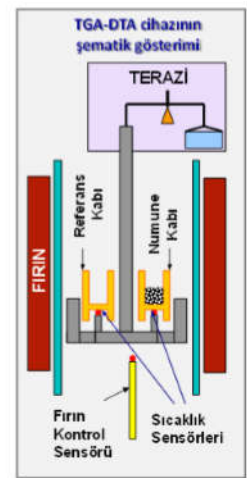
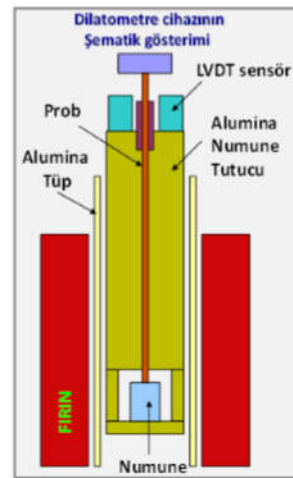
Isı Kapasitesi,

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.

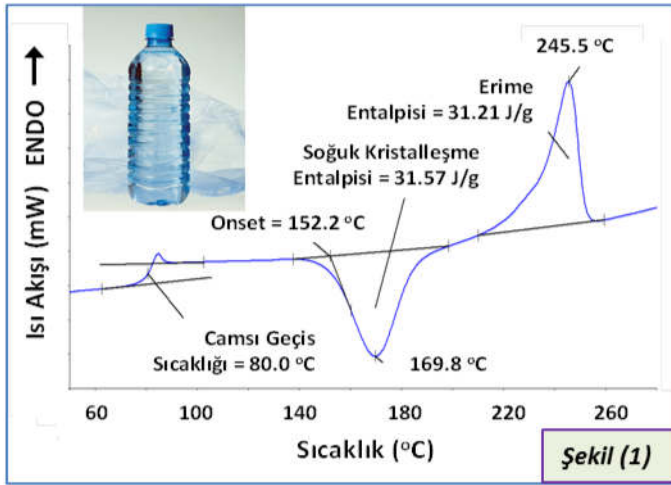


Dilatometre: Numunenin boyut ölçülerindeki değişimini sıcaklığın ya da zamanın bir fonksiyonu olarak ölçmeye yarayan bir cihazdır. Dilatometre ile malzemelerin doğrusal termal genleşme katsayısı, camsı geçiş sıcaklığı, genleşme/çekme/nüfuz etme davranışları ve yumuşama davranışları belirlenebilir.

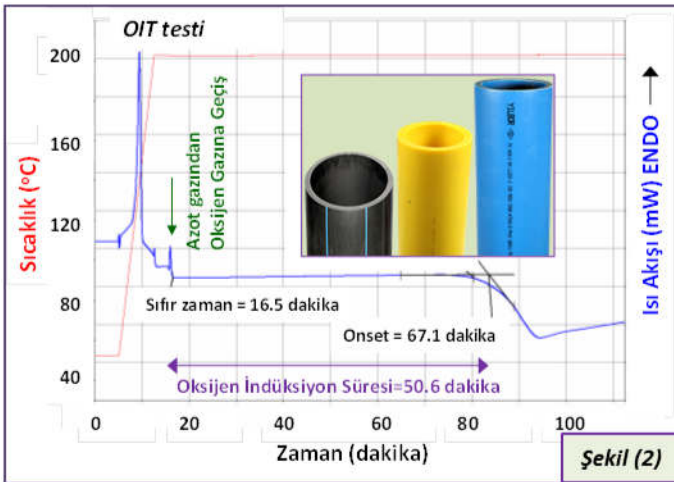
Dinamik Mekanik Analiz Cihazı (DMA): Malzemelerin viskoelastik özelliklerinin karakterize edilmesi için kullanılan metotlardan biridir. Genel olarak numunedeki enerji depolama (elastik özellik) ve enerji kaybını (viskoz özellik) ölçer. Camı geçiş sıcaklığını gösteren en hassas yöntemlerden biri DMA'dır.

ÖRNEK ÇALIŞMALAR

Poli-etilen tereftalat (PET) yiyecek ve içecek kapları üretiminde çok kullanılan bir polimerdir. Uygulanan ısı işleme göre PET amorf veya yarı-kristal malzeme olarak elde edilebilir. Camı geçiş sıcaklığı (T_g) ve % kristalleşme miktarı PET'in özelliklerine etki eden önemli parametrelerdir. PET numunesinin DSC eğrisinden numunenin camı geçiş sıcaklığı ve % kristalleşme miktarını saptamak mümkündür (Şekil 1).

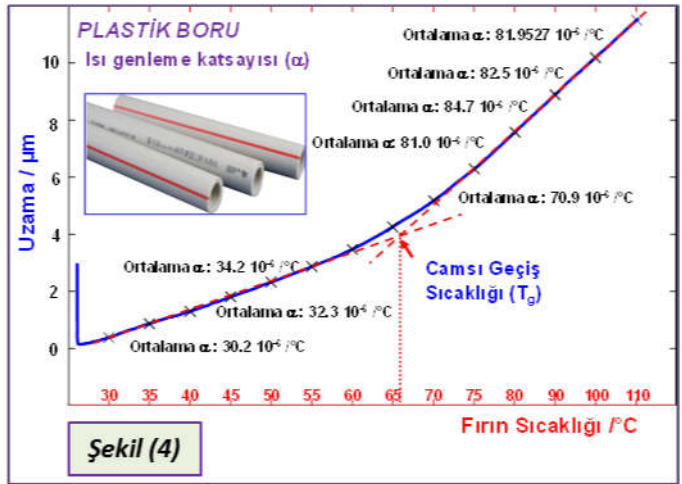
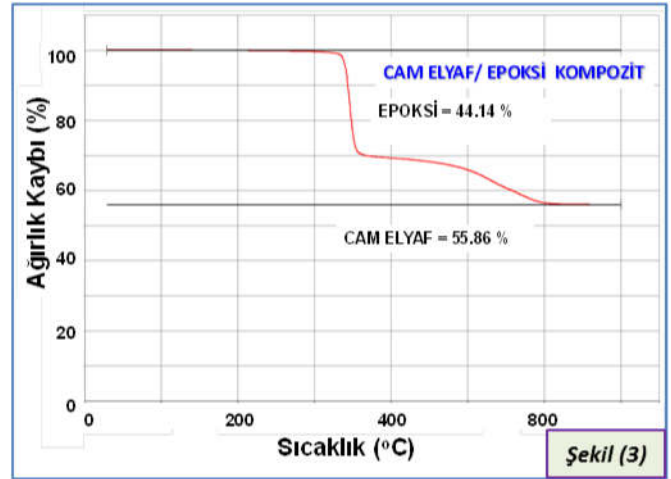


DSC cihazı ile plastik (polimer) malzemelerin Oksijen İndüksiyon Süreleri (OIT) belirlenebilir (Şekil 2). Plastik malzemeler yüksek sıcaklıklarda (erime sıcaklığının üzerinde) oksijen atmosferine tabi tutularak bozunma süreleri tespit edilir. Bu süre (OIT) malzemelerin (örneğin PE boruların) uzun dönem kararlılıkları hakkında bilgi verir.



TGA cihazının önemli uygulamalarından biri polimer ve kompozit malzemelerde dolgu ve/veya fiber içeriğini belirlemektir. Dolgu miktarı, üretilen malzemenin özelliklerini (ısı genleşme katsayısını, elastik modülüsünü, ve mukavemetini) önemli ölçüde etkiler. Cam elyaf/epoksi kompozit bir malzemenin TGA eğrisi gösterilmiştir (Şekil 3).

Plastik borudan alınan bir numunenin dilatometre sonuçlarına (Şekil 4) göre malzemenin belirli sıcaklık aralıklarındaki ortalama ısı genleşme katsayısı ve camı 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 Camı Geçiş Sıcaklığı Tayini

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

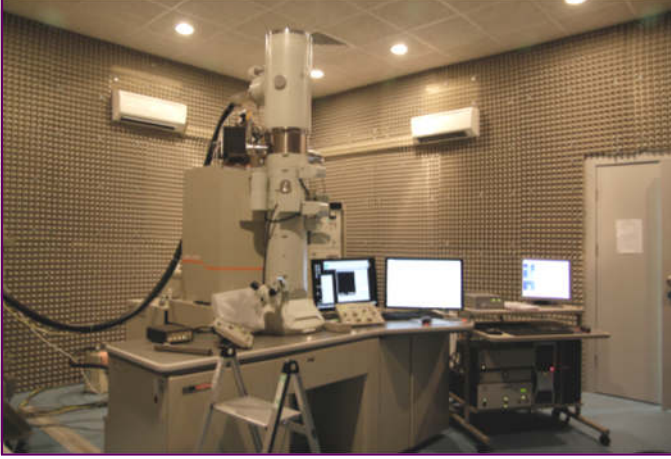
TS EN ISO 11358 Plastikler – Polimerlerin Termogravimetrik Analizi (TG)- Genel Prensipler

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.

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

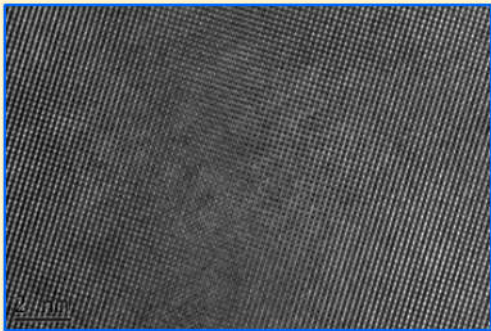
Transmisyon Elektron Mikroskopi Laboratuvarı (TEML)



Geçirimli Elektron Mikroskobu malzemelerin mikroyapı ve kristal yapılarının belirlenmesinde eşzamanlı olarak görüntüleme ve kırınım tekniklerini kullanabilen bir malzeme karakterizasyon yöntemidir. Bir başka deyişle malzemelerden birkaç nanometre boyutlu alanlardan bile hem morfolojik hem de kristalografik bilgilerin alınmasını olanaklı kılar. Merkezi Laboratuvar'da inorganik malzemelerin Yüksek Çözünürlüklü incelemeleri için Jeol 2100F 200kV RTEM cihazı, polimerik ve biyolojik malzemelerin incelemeleri için FEI 120kV CTEM cihazı bulunmaktadır.

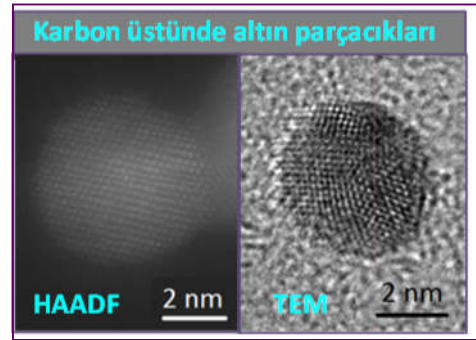
TEMEL PRENSİPLER

Geçirimli Elektron Mikroskop görüntü oluşumu koherent bir elektron demetini, incelenen örneğin ortasında, numune hazırlama yöntemleriyle oluşturulmuş bir deliğin etrafındaki ışın demetine geçirgen incelikteki bir alandan, geçirmek suretiyle ya numunenin altından doğrudan geçen ışınları, ya da malzemenin çeşitli düzlemlerinden Laue şartlarına uygun olarak kırınım yapanları inceleme esasına dayanır. Sırasıyla Aydınlık Alan ve Karanlık Alan görüntüleme olarak adlandırılan bu yöntemler ile numunelerde mikron altı boyutlu oluşumların incelenmesi, kristal hatalarının incelenmesi, farklı fazlar mevcut ise bu fazların mikroyapı ve kristal yapı belirlenmesi, ikinci faz



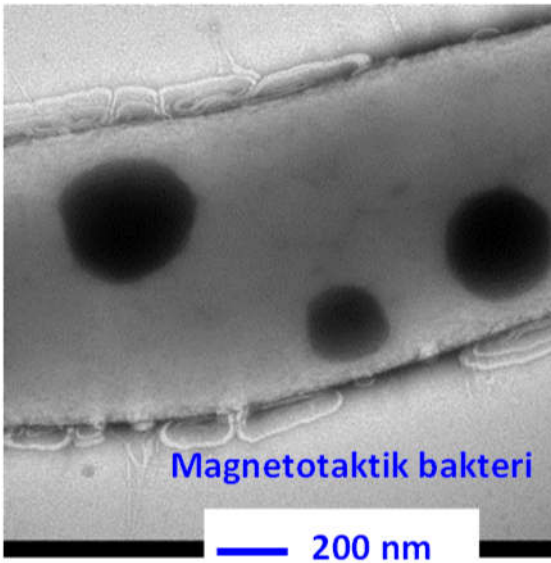
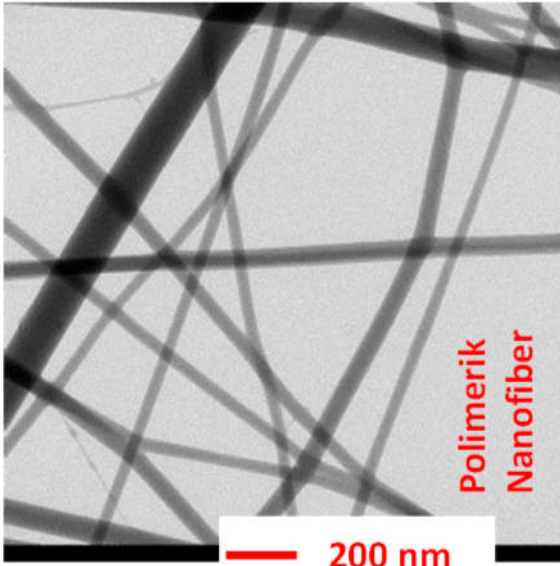
Yönlenmiş altın parçaları girişim çizgileri

Yüksek çözünürlüklü kafes görüntüleme (High resolution lattice imaging) milyon kat büyütme mertebelerinde atomik düzlemlerin izdüşümlerini görüntülemeye kullanılan daha ileri bir inceleme tekniğidir. Yüksek Açılı Alansal Karanlık Alan detektörü kullanılan Taramalı-Geçirimli Elektron Mikroskop (STEM) modunda ise Taramalı-Geçirimli Elektron Mikroskop Aydınlık Alan (STEM BF) ve Yüksek Açılı Halkalı Alan Karanlık Alan (HAADF) görüntüleri elde edilebilir. Bu görüntülerin eldesinde büyütme lenslerindeki hatalardan etkilenmemiş, sadece tarama sargıları yardımıyla elde edilen ışın kullanılarak bir görüntü oluşturulduğundan daha iyi ayırma gücüne sahip görüntü eldesi mümkündür.



Klasik kırınım görüntüleri yanında, yüksek açılı huzme kırınımı (CBED) ise malzemelerin kapsamlı kristalografik analizinde (nokta ve uzay gruplarının belirlenmesi) kullanılabilen bir başka kırınım tekniğidir. Modern elektron mikroskoplarda analitik karakterizasyon için vazgeçilmez donanımlar olan Enerji Saçılım Spektroskopisi (EDS) ve Elektron Enerji Kaybı Spektroskopisi (EELS) merkezimizdeki cihazımızda mevcuttur. Bu donanımlar elektron demetinin numuneyle etkileşimi sonunda açığa çıkan, sırasıyla, karakteristik X ışınlarını ve enerji kaybeden (inelastik) elektronların enerji kaybı dağılımlarını kullanarak element analizi amacıyla kullanılırlar. Enerji Filtrelemeli Görüntüleme (EFTEM) ise enerji kaybetmemiş (elastik) ve enerji kaybetmiş (inelastik) olarak saçılmış elektronlardan oluşmuş görüntülerdeki farklı saçılma unsurlarını birbirinden ayırarak görüntü kontrastının iyileşmesini sağlar.

CTEM cihazı özel lens konfigürasyonu sayesinde düşük kontrast veren numunelerden maksimum kontrast elde etmek için dizayn edilmiştir. CTEM'in 20 kV ile 120 kV arasında değişen hızlandırıcı voltaj ile hızlı bir geçiş ile çalışabilmesi biyolojik ve polimerik örneklerde elektron demeti hasarını azaltmak için ideal bir özelliktir. Mikroskopta aydınlık alan, karanlık alan ve seçilmiş alan kırınım görüntülemesi yöntemleri kullanılabilir. Ayrıca tomografi opsiyonu yardımıyla numuneden farklı eğme (tilt) açılarıyla alınan görüntüler Xplore 3D programı ile birleştirilerek numunenin üç boyutlu görüntüleri elde edilebilmektedir.



Numune Hazırlama:

TEM numune hazırlama yöntemleri metalik, toz, polimerik ve biyolojik örnekler için farklıdır. Metalik hacimli numune ilk etapta mekanik yöntemlerle 3 mm çapında 100 µm kalınlığında bir diske dönüştürülür ve ardından elektron geçirgenliğine uygun bir delik açılması için ya elektroparlatma ya da iyonla inceltme yöntemlerinden biri uygulanır. Mekanik inceltme sürecinde kullanılabilecek elmas kesici, zımba, ultrasonik kesici, disk zımparalayıcı, oyuklaştırmacı merkezimizde mevcuttur. Toz örnekler ependorf içinde uygun sıvıda süspansiyona alınır ve homojen bir şekilde dağılına kadar ultrasonik banyoda tutulduktan sonra mikropipet ya da şırınga yardımıyla ızgara üzerine 5-10 µL damlatılıp kurutulur. Numune kabul kriterlerinde belirtilen uygun boyutlarda (minimum 5 mm kalınlıkta) getirilmiş hacimli polimerik örnekler ise ultramikrotomda elmas bıçak ile oda sıcaklığı ya da düşük sıcaklıklarda 100 nm kalınlığında kesitler alınarak incelenmektedir. Fiksasyon, dehidrasyon, gömme, kesit alma ve boyama gibi işlemlerden geçmiş biyolojik örneklerin ızgara üzerinde hazır getirildiği takdirde mikroskopik incelemeleri yapılmaktadır.



UYGULAMALAR

- Polimerik örnekler
- Nanofiber
- Nanokompozit
- Nanoparçacık
- Biyolojik örnekler
 - Bakteri
 - Doku
 - Hücre
- İnorganik Numuneler
 - Katalizör malzemeleri
 - Mezogözenekli malzemeler
 - Metalik alaşımlar, seramik malzemeler
 - Mineraller
 - Karbon nanotupler
 - Nanomalzemeler
 - Yarı iletken malzemeler
 - İnce film malzemeler

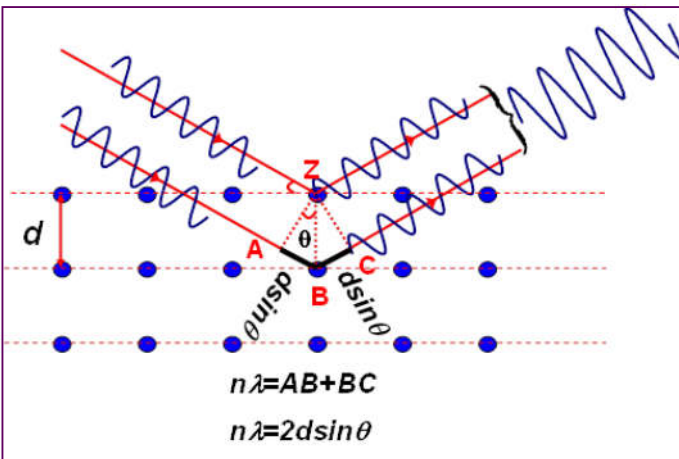


Laboratuvar e-posta: mlabteml@metu.edu.tr

X-Işınları Difraksiyon Laboratuvarı (XRDL)



X-ışınları 1895 yılında Alman fizik profesörü Wilhelm Konrad Roentgen tarafından bulunmuş ve isimlendirilmiştir. X-ışınları katot ışınlarının incelenmesi sırasında keşfedilmiştir. Katot ışınları baryum platin siyanür kristalinin üzerine gönderildiğinde, kristalin floresan bir ışın yaydığı ve bu ışınların katot tüpünün camından geçtiği ve havada absorbe edilmediği gözlemlendi. Röntgen, yapısını tam olarak açıklayamadığı, içinden geçtiği katı maddelerin ekran üzerinde gölgeler oluşturmalarına neden olan bu ışınımlara, bilinmeyen anlamında "X" sembolünü kullanarak "X-ışınları" adını verdi. X-ışınlarının bu ilk keşfinden sonra, Laue tarafından 1912 yılında, kristallerde kırınım olayı keşfedildi. İngiltere'de ise W. H. Bragg yaptığı çalışmalar ve oğlu W. L. Bragg ile buldukları eşitlik (Şekil 1) ile kristalografinin temellerini atmış ve XRD spektroskopisine yol göstermiştir. X-ışınlarının Bragg Eşitliği diye bilinen bu eşitlik, gelen X-ışınının kırılma açısı ve uzunluğunun, kristal yapısını oluşturan atom katmanları arasındaki uzaklığa bağlı olarak değişmesi mantığıyla oluşmuştur. Bu kırılan ışınların dedektörde kaydedilmesi ile hedef kristalin katman sayısı ve düzeni anlaşılabilir.



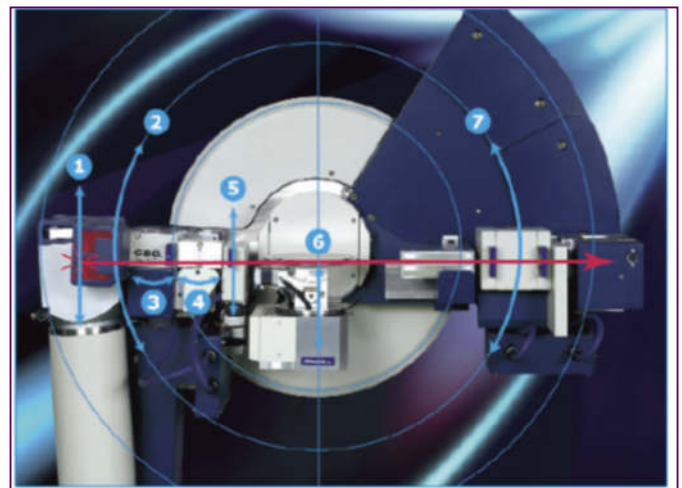
Şekil 1. Bragg Yasası: $2d \sin\theta = n\lambda$

TEMEL PRENSİPLER

Bragg Yasası: W. L. Bragg tarafından geliştirilen teori, X-ışınları kırınım teorileri içinde en yaygın olarak kullanılanıdır. Aralarında 'd' kadar mesafe bulunan kristal düzlemlerinden saçılan 'λ' dalga boyu X-ışınları, 'θ' açısını oluştururlar. Deneysel parametre olan 2θ değeri ise saçılan ve geldiği doğrultusunda devam eden X-ışınları demeti arasındaki açıdır. Birbirine paralel bütün kristal düzlemler arasındaki mesafe 'd' kadardır.

Yoğun bir X-ışını demeti, düzenli atom gruplarından oluşan kristal bir yapıya çarptığı zaman genel bir saçılım oluşur ve bu saçılım yapan ışın dalgaları birbirlerini etkiler ve girişim yaparak birbirlerini yok eder. Ancak belli açılarda bu dalgalar bir faz içinde biri diğeriyle birleşmek suretiyle dalga yoğunluğunu artırır. Bu oluşum X-ışınlarının kırınımı olarak bilinir. Kırınımın olduğu bu yönler kristalin birim hücresinin boyutuna ve şekline bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Kırınımın şiddeti ise kristalin bazı yapısal özellikleri tarafından belirlenir.

ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nda bulunan Rigaku Ultima-IV X-ışını kırınım cihazında çok amaçlı üniteler mevcuttur. Cihaz bakır hedefli X-ışını tüpüne ve tüpteki ani sıcaklık değişimlerini kontrol eden su soğutucusuna sahiptir. Cihazda, monokromatize X-ışını elde edilmesini sağlayan, yüksek çözünürlükte Grafit Monokromatör kullanılmaktadır. Cihazda ayrıca numunenin aydınlanma alanını numunenin miktarına/büyüklüğüne göre belirleyen

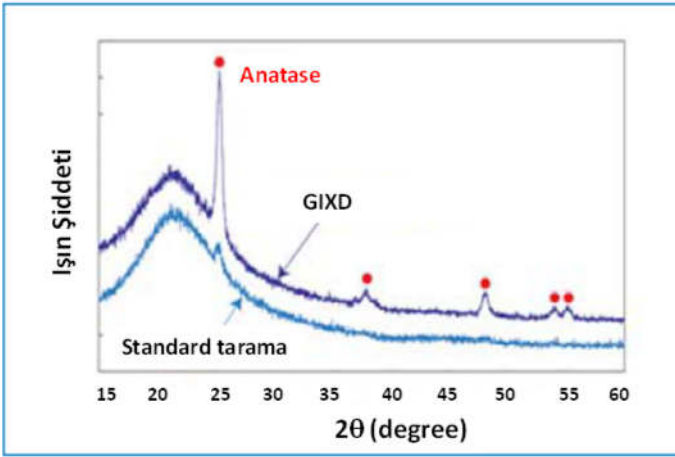


Şekil 2. Rigaku Ultima-IV Optik Mekanizması;

1: X-ışını kaynak yüksekliği, 2: X-ışını kaynak açısı, 3: Çapraz ışın optik sistemi, 4: Kristal optiği, 5: Silit yüksekliği, 6: Örnek yüzeyi, 7: Dedektör açısı

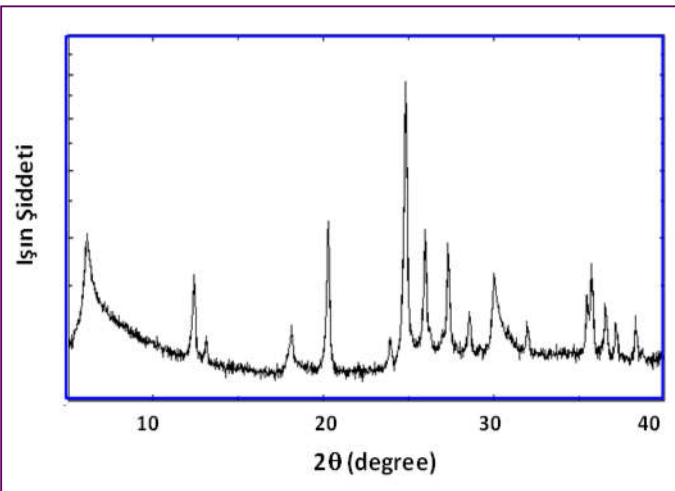
Ultima-IV XRD cihazında bulunan çapraz ışın optik mekanizması (CBO), yeni bir ayar ve düzenleme yapılmaksızın, odak ya da paralel ışın geometrisinde çalışabilme imkanı sağlar. Rutin olarak kullanılan "Bragg-Brentano odak ışın geometrisi" yöntemi ile iyi kristallenmiş ve düzgün yüzeyli örneklerden oldukça güçlü kırınım bantları elde edilmesine karşın; yüzeyi pürüzlü, zayıf kristallenmiş örneklerin ve özellikle ince filmlerin faz tanımlamalarında "Paralel ışın geometrisi" kullanılmaktadır.

Ayrıca değişik kalınlıklardaki ince filmlerden, standart $\theta / 2\theta$ ($2\theta = 2-90^\circ$ aralığında) tarama yöntemiyle genellikle zayıf bir sinyal alınmasına karşın, 2θ tarama yöntemi ve sabit bir grazing (süpürme) açısı (GIXD) ile, daha güçlü bir sinyal elde edilebilir. Bu teknikle, ince film ve polikristalin örneklerde oldukça hassas ölçümler yapılabilmektedir. Şekil 3'te grazing difraksiyon modunun klasik $\theta/2\theta$ simetrik ölçümünün karşılaştırmalı kırınım datası görülmektedir. Filmden gelen difraksiyon pikleri grazing difraksiyonunda açıkça görülmektedir.



Şekil 3. Grazing Açısı Kırınım Yöntemi (GIXD)

Analiz için gelen örneklerin X-ışını kırınım deseni elde edildikten sonra PDXL yazılımı kullanılarak yapılan kalitatif analizlerde, ICDD kartlarında bulunan yaklaşık 200.000 civarında madde ile karşılaştırma yapılarak fazlar da belirlenebilmektedir.



Şekil 4. Zeolit örneğine ait kırınım deseni

UYGULAMALAR

Rigaku Ultima-IV X-ışını Kırınım cihazı oldukça geniş bir uygulama alanına sahiptir. Bu uygulamalardan bazıları:

Jeolojide minerallerin ve kayaçların tanımlanması,

Metal ve alaşım analizleri,

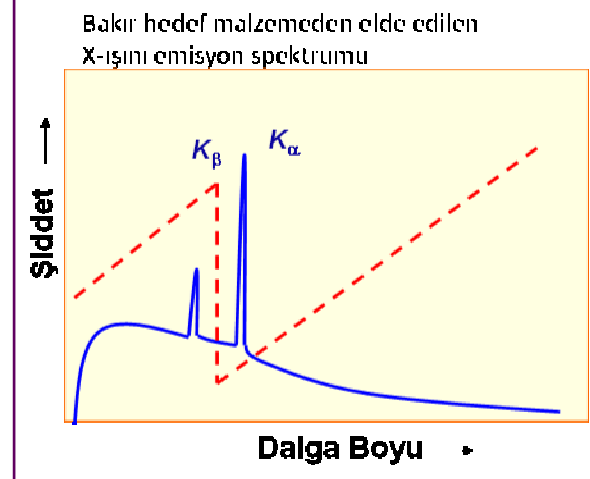
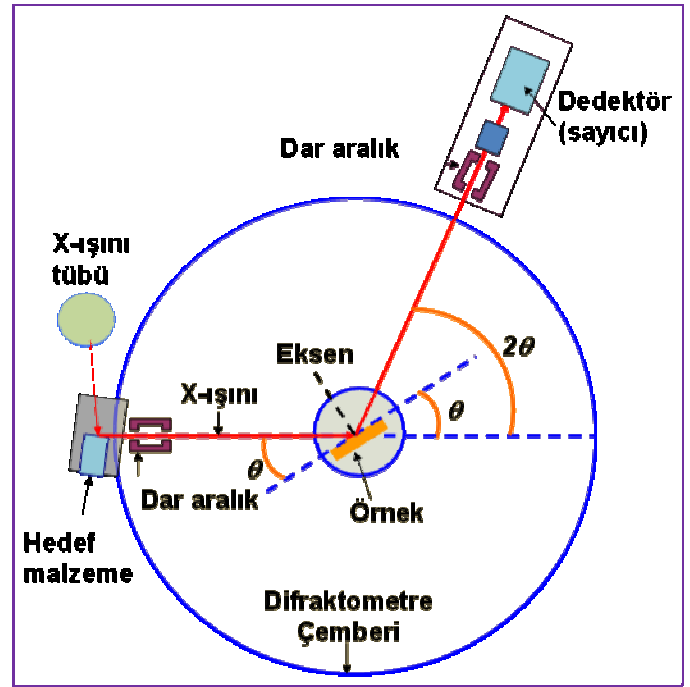
Seramik ve çimento sanayii,

İnce film kompozisyonu tayini,

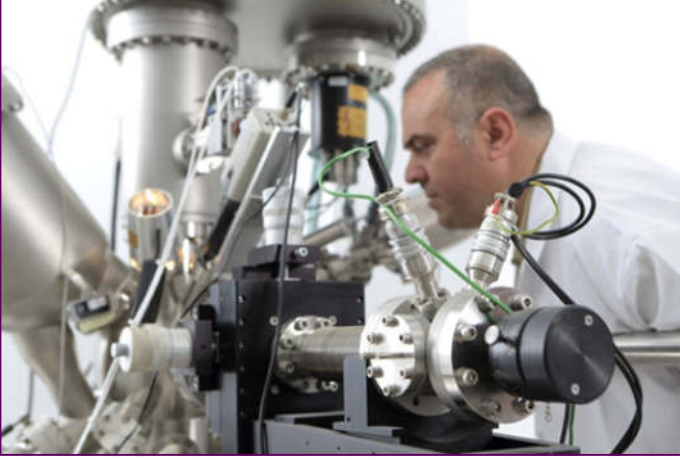
Polimerlerin analizi,

İlaç endüstrisinde belli bir malzeme içindeki polimorfların ve safsızlıkların tespiti,

Arkeolojide, tarihi yapıları oluşturan malzemelerin tayinidir.

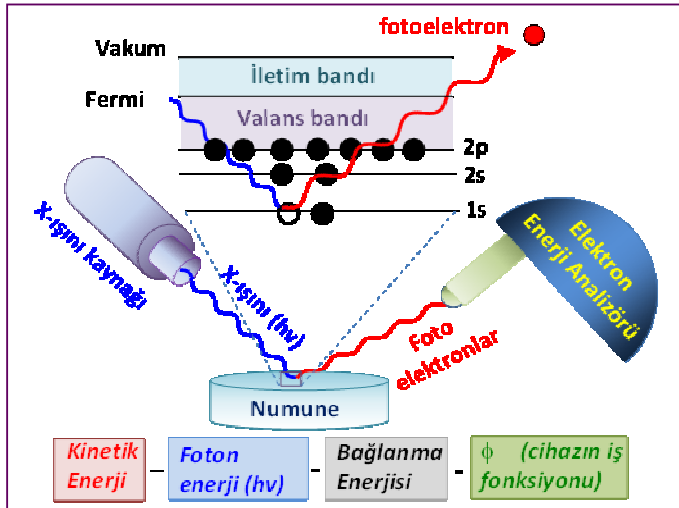


Yüzey Analiz Laboratuvarı (YAL)



Yüzey analiz laboratuvarında malzemelerin yüzey ve arayüzlerinin kimyasal, elementel ve moleküler bileşenlerinin belirlenmesi için yüzey analizi yapılmaktadır. Kullanılan tekniğe göre ölçümlenen yüzey sadece atomların üst tek tabakası (gerçek yüzey olarak tanımlanan) olabilirken aynı zamanda yüzeyden itibaren birkaç mikron derinliğe kadar da genişletilebilir. Malzemeyi iyonlar veya X-ışını ile ultra yüksek vakumlarda bombardıman ederek malzemenin içeriğinin kimyasal ve elemental bileşenleri belirlenir, impürite çalışmaları yapılır, kimyasal bağ yapısı hakkında bilgi edinilir, malzemelerin katmanlarındaki katkılandırılması, elemental, moleküler dağılımının belirlenmesi ve katman geçişlerinin gözlemlenmesi için derinlik profili analizi gerçekleştirilir.

Laboratuvarıda; yarı iletkenlerden polimerlere, mikro-elektroniklerden güneş pillerine geniş uygulama alanlarında analizler yapılmaktadır. Bu analizler için birbirini tamamlayan tekniklerde iki farklı cihaz bulunmaktadır. Bunlar X-ışını fotoelektron spektroskopisi (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) ve Uçuş Zamanlı ikincil iyon kütle spektroskopisidir (Time of Flight Secondary Ion Mass Spectroscopy, ToF-SIMS).



TEMEL PRENSİPLER :

X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS): X-ışını fotoelektron Spektroskopisi veya kimyasal analiz için elektron spektroskopisi (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis, ESCA) katı malzemelerin yüzeyleri hakkında kimyasal bilgi elde etmek için kullanılan gelişmiş bir yüzey analiz tekniğidir. Metot, örnekleri uyaran bir x-ışın demeti kullanarak fotoelektronların saçılmasını sağlar.

XPS tayfı elementin kimyasal çevresi ve yükseltgenme durumu hakkında bilgi verir. Farklı kimyasal çevrelerle ilişkili atomlar, kimyasal kayma olarak adlandırılan düşük farklılıkta bağlanma enerjisine sahip enerji pikleri üretirler. Enerjisi birbirine yakın olan ayrı kimyasal durumlar, her bir durumun içeriğini yüzde olarak veren pik saptama programları kullanılarak birbirinden ayrılır.

XPS spektrometre örnek yüzeyinde ve alt tabakalarında derinlik analizine imkan sağlayan argon iyon tabancasına sahiptir. Ayrıca PHI firmasının patentine sahip olduğu çift kaynaklı yük nötrülizasyonu sayesinde örnekten örneğe ayar yapma ve yalıtkan malzemelerin maskelenmesi gereksinimi de bulunmamaktadır. X ışını demeti 10 µm ile 200 µm arasında odaklanabilmektedir.

İyon tabancası rutin ince film analizlerinde 500 eV ile 5 keV aralığında yüksek tabaka kaldırma, aşındırma oranları ile kullanılabilir.

Açı Bağımlı Analiz (ADXPS)

Özel olarak tasarlanmış açı bağımlı örnek tutucu ile birlikte otomatik açı bağımlı ölçümler yapılabilir. Açı aralığı 0° -90° arasında (photoelectron take-off angle) değişebilmektedir.

PHI VersaProbe motorize beş eksenli örnek yükleme haznesi ile 25 mm ve 60 mm çapında örnek tutuculara sahiptir. Ayrıca 7 mm kalınlığa sahip örnekler analiz için kabul edilebilir.

Uygulamalar

- Malzemelerin (Örnek: Polimer, cam) yüzeyindeki element içeriklerinin (H ve He dışında) belirlenmesi.
- Elementlerin kimyasal durumlarının belirlenmesi.
- Derinlik profili
- Kimyasal durum bilgisi
- Açı bağımlı ölçüm

Uçuş Zamanlı İkincil İyon Kütle Spektroskopisi (ToF-SIMS):

İkincil iyon kütle spektroskopisi (secondary ion mass spectroscopy, SIMS), numuneleri birkaç keV enerjili odaklanmış birincil iyon ışını ile püskürtülüp, numunelerin yüzeyinden yayılan ikincil iyonları analiz ederek katı yüzeyler hakkında elementel ve moleküler bilgi elde edilmesini sağlayan çok hassas yüzey analitik tekniğidir. Yüzeyden yayılan ikincil iyonlar uçuş zamanlı kütle spektrometresiyle analiz edilir.

Yüksek vakum ortamında çalışan ikincil iyon kütle spektroskopisi (secondary ion mass spectroscopy, SIMS), katılarda birkaç mikrometre derinliğe kadar olan element, izotop ve moleküllerin analiz edilmesinde kullanılır. Bu teknikte, iyon kaynaklarından elde edilen birkaç kilo elektrovolt enerjili oksijen (O) veya sezyum (Cs) iyonları uygun voltaj altında hızlandırılarak, araştırılacak örnek yüzeyine püskürtülmek üzere odaklanmış bir iyon demeti oluştururlar. Bu birincil iyon demetinin örnek yüzeyine çarpmasıyla yüzeyden sıçratılan ikincil iyonlar, kütlelerine dolayısıyla dedektöre varış sürelerine göre (ağır kütleliler daha yavaş yol alırlar) ToF-SIMS'de analiz edilirler.



Aşağıda tanımlanan değişik analiz tipleri uygulanabilir. Bu analizlerde çok düşük birincil iyon yoğunluğu kullanılarak en dış tek katmanlar hakkında ayrıntılı elementel ve moleküler bilgi elde edilir.

- Yüksek hassasiyet-ppm/ppb- (milyonda bir/milyarda bir) aralığında
- Yüksek kütle aralığı ve çözünürlüğü

Yüzey Görüntüleme

İyi odaklanmış iyon ışınıyla (elektron mikroprobuyla) yüzeyi tarayarak kütle çözünümlü ikincil iyon görüntüleri (kimyasal harita) elde edilebilir.

Yüksek lateral çözünürlük (<60 nm)

Hızlı görüntü belirleme (50 kHz piksel frekansına kadar)

Derinlik profili

İkili ışın modunda çalışır, birinci ışın oyuk püskürtümü yaparken, ikincil ışın oyuk dibini analiz eder.

Derinlik çözünürlüğü - 1 nm'den daha iyi

Yüksek kütle çözünürlüğü

Püskürtüm hızı 10 μm /saat'a kadar

Yalıtkan malzemeler için idealdir.

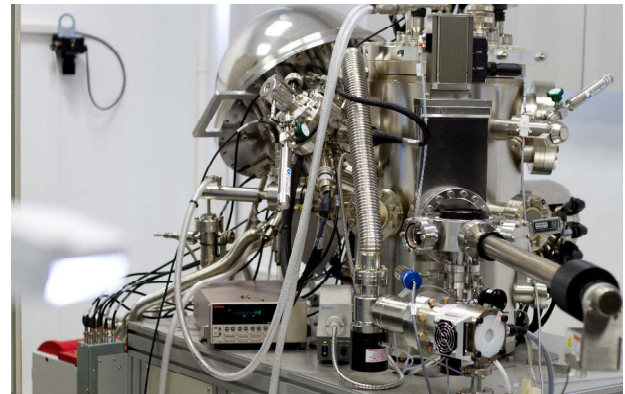
3-Boyutlu Analiz

Spektral, görüntüleme ve derinlik bilgilerini birleştirir. Aşağıdaki uygulamalarda kullanılır:

Üretilmiş yapılar; TFT ekranlar...

Kusur analizleri; gömülü parçacıklar...

Malzeme bilimi; tane sınırı, difüzyon...



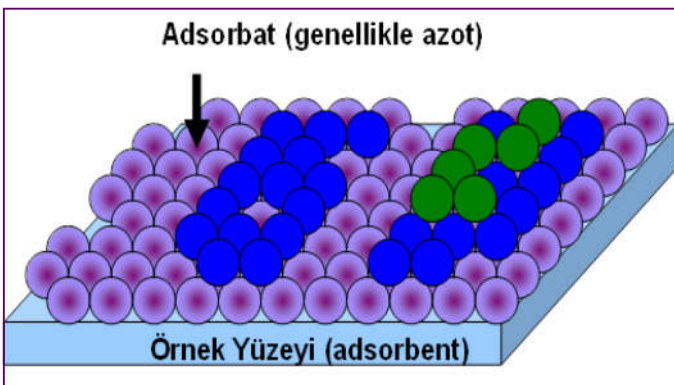
Laboratuvar e-posta: mlabyal@metu.edu.tr

Yüzey ve Gözenek Karakterizasyon Laboratuvarı (YGL)



Malzemelerin yüzey ve gözenek karakterizasyonu, araştırmalarda ve endüstriyel uygulamalarda önem taşımaktadır. ARGE Eğitim ve Ölçme Merkezi'ndeki YGL'de bu amaca yönelik olarak Yüzey Karakterizasyon Cihazı, Cıva Porozimetresi, Helyum Piknometresi ve Temas Açısı-Yüzey Gerilimi Ölçme Cihazı bulunmaktadır.

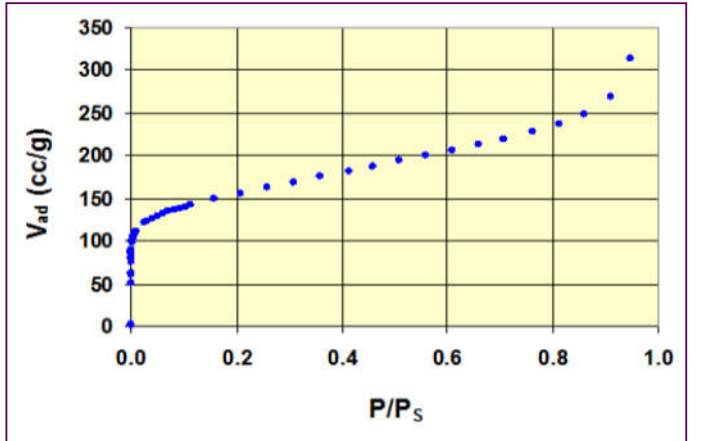
Yüzey Karakterizasyon Cihazı: Katıların (adsorbent) yüzeyindeki atomların elektriksel kuvvet dengesizliğini telafi edebilmek için çevredeki gaz veya sıvı (adsorbat) atomlarını çekmeye çalışması, adsorpsiyon adı verilen bir sürece yol açar.



Şekil-1 Adsorpsiyon süreci

Yüzey Karakterizasyon Cihazı, aynı anda 6 örnek üzerinde fiziksel adsorpsiyon-desorpsiyon testleri yapabilmektedir.

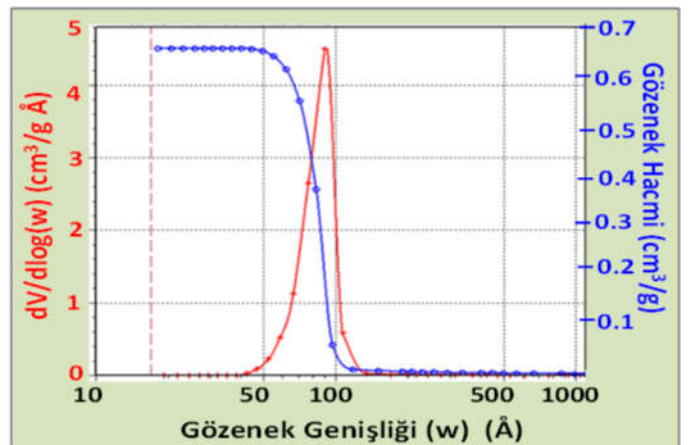
Deney öncesinde numuneler saflaştırma ve sudan arıtma işlemi için vakumlu ısıtma yapan (350°C'ye kadar) degas ünitesine yerleştirilmektedir. Bu işlemin ardından, örnekler sıvı azot sıcaklığında adsorbat olarak kullanılan azot gazıyla analize tabi tutulmaktadır. Bu deneyler sonucunda maddenin hangi basınçta ne kadar azot tuttuğunu gösteren "adsorpsiyon izotermi" elde edilmektedir (Şekil-2).



Şekil-2. Örnek Adsorpsiyon İzotermi

Adsorpsiyon izotermi ortaya çıktıktan sonra cihazın yazılımı ile katıların şu özelliklerini belirlemek mümkündür:

- BET Yüzey Alanı (Tek veya Çok Noktalı)
- Mikrogözenek Boyut Dağılımı (0.5 nm – 2 nm)
- Mezogözenek Boyut Dağılımı (2 nm – 50 nm)
- Toplam Gözenek Hacmi
- Ortalama Gözenek Boyutu



Şekil-3. Örnek Gözenek Boyutu Dağılımı

Analiz için gereken numune miktarı malzemenin özelliklerine bağlı olarak değişmekle birlikte, genel olarak 1 g numune yeterli sayılmaktadır.

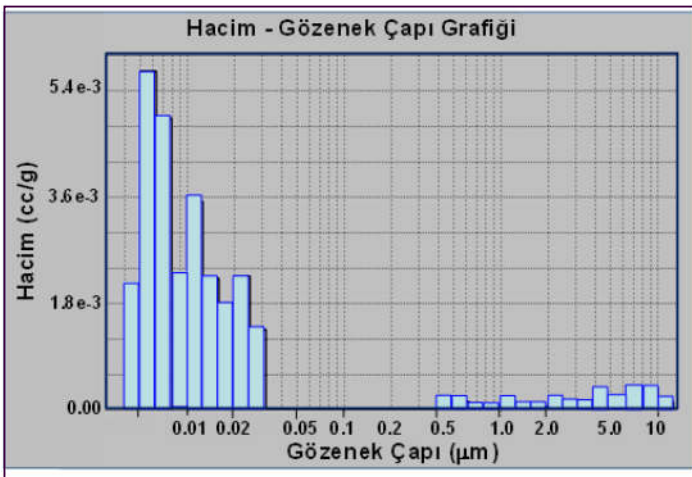
Cıva Porozimetresi: Cıva porozimetreleri, tepkimeye girmeyen, ıslatımsız bir sıvının yeterli basınç uygulanmadıkça küçük gözeneklere giremeyeceği fiziksel prensibine göre çalışmaktadırlar.

Porozimetre, düşük basınç (50psi'a kadar) ve yüksek basınç (60,000 psi'a kadar) olmak üzere iki örnek haznesine sahiptir. Cihazda sadece katı malzemeler ölçüme alınmakta ve numunelerin 200 mikron ile 0.0036 mikron arasındaki makro-mezo gözenek çapları ölçülebilmektedir.

Deney sonucunda basınca karşı numuneye giren cıva miktarının belirlenmesinden sonra malzemenin şu özellikleri elde edilebilir:

- Gözeneklilik,
- Gözenek hacmi dağılımı,
- Gözenek boyutu dağılımı,
- Yığın yoğunluğu ve görünür yoğunluk

Analize alınacak katı malzeme, parça veya pelet halinde olmalıdır. Toz halindeki malzemelerin laboratuvara pelet haline getirilerek teslim edilmesi gereklidir. Ölçüm için 1 cm uzunlugunda, 0.7 cm çapındaki bir hazneyi dolduracak numune sağlanması yeterlidir



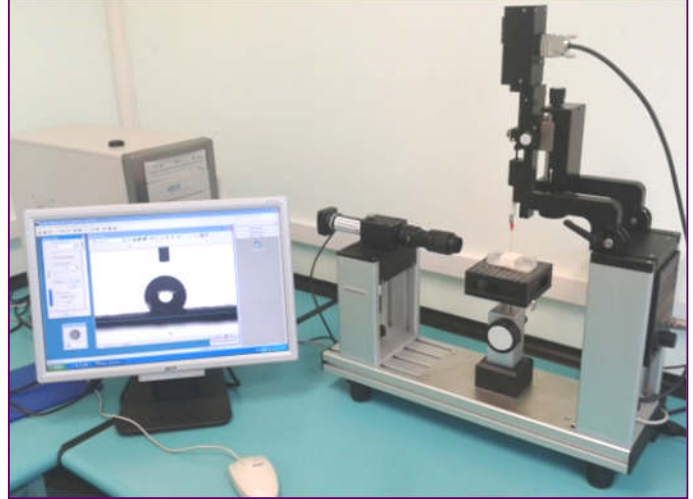
Şekil-4. Örnek Gözenek Boyutu Dağılımı

Helyum Piknometresi: Helyum piknometrisi, Arşimet'in akışkan taşması prensibini ve Boyle Kanunu'nu kullanarak katı maddelerin hacim ve gerçek yoğunluğunu bulmayı amaçlar.

Ölçümlerin doğruluğunun maksimum olması için taşan akışkan, en küçükleri dışındaki tüm gözeneklere girebilen bir tesirsiz gaz olmalıdır. Bu nedenle, ölçümler için atomik boyutları küçük olan helyum gazı uygun görülmektedir. Helyum'un ideal gaz olarak davranışları da tercih nedenidir. Başka gazlar kullanıldığında da (azot gibi), genellikle ölçülebilir bir fark meydana gelmemektedir. Helyum piknometresi katı malzemeler üzerinde şu amaçlarla kullanılabilir:

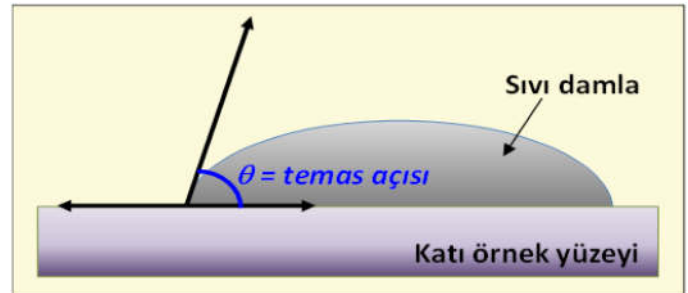
- Gerçek hacim ve yoğunluk ölçümleri
- Bir bulamaçtaki katıların dağılımının belirlenmesi

Optik Temas Açısı ve Yüzey Gerilimi Ölçme Cihazı (Goniometre): Bu cihaz sıvıların katıları ıslatım özelliklerini incelemek amacıyla kullanılmaktadır.



Şekil-5. Optik Temas Açısı ve Yüzey Gerilimi Ölçüm Cihazı

Temas açısı (θ), bir katı yüzeyin bir sıvı tarafından ıslatılma miktarının nicel ölçümüdür. Sıvı, gaz ve katının kesiştiği üç-faz sınırında sıvı damlasının oluşturduğu açı olarak tanımlanır. Kesişim noktasında katı ile damla arasındaki açıdır (Şekil-6). 90°'den küçük θ değerleri, sıvının yüzeye yayıldığını veya yüzeyi ıslattığını gösterir.



Şekil-6. Temas açısı

Sıvı yüzeyinde birim uzunluğu gergin tutan kuvvete **Serbest Yüzey Enerjisi** adı verilir. Serbest yüzey enerjisi, en az iki sıvının temas açıları (θ) kullanılarak dyne/cm cinsinden hesaplanır.

Sıvı yüzeyini birim alan kadar büyötmek için yapılması gereken işe Yüzey/Arayüzey Gerilimi denir. Bir gazla bir sıvının ya da birbirleriyle karışmayan iki sıvının temas yüzeyleri gerilmiş esnek bir zara benzer. Bu gerilim sıvının serbest yüzüne ait ise buna yüzey gerilimi; iki sıvının sınır yüzeyine ait ise arayüzey gerilimi (yüzeylerarası gerilim) olarak adlandırılır.

Bu cihazla şu malzeme özelliklerini belirlemek mümkündür:

- Katılarda temas açısı ve Serbest Yüzey Enerjisi
- Sıvılarda yüzey/yüzeylerarası gerilim

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

ODTÜ
Merkez Laboratuvarı
Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji AR-GE Merkezi
Laboratuvarları

Genom Analiz Laboratuvarı (GEN)

Kromatografi ve Fermentasyon Laboratuvarı (KFL)

Kütle Spektroskopisi Laboratuvarı (KSL)

Spektroskopisi Laboratuvarı (SPL)

Elektroforez Sistem Laboratuvarı (ESL)

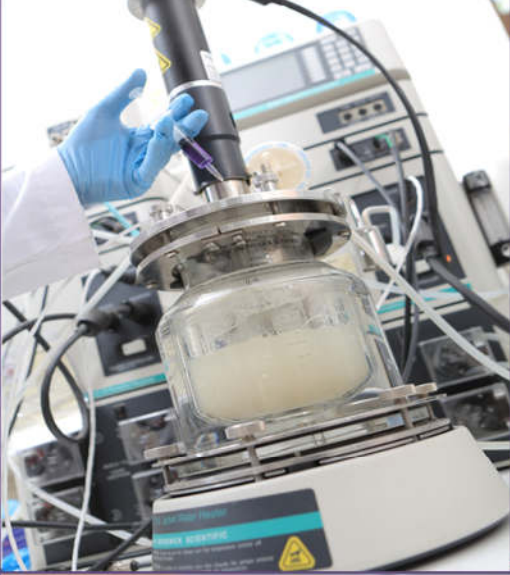
Mikroskopisi Laboratuvarı (MKL)

Doku Kültürü Laboratuvarı (DKL)

Genel Kullanım ve Örnek Hazırlama Laboratuvarı (GKL)



MOLEKÜLER BİYOLOJİ VE BİYOTEKNOLOJİ AR-GE MERKEZİ



Genom Analiz Laboratuvarı (GEN)



Moleküler yaşam bilimleri kapsamında çalışmalar yapan Genom Analiz Laboratuvarı MERLAB'da TS EN ISO/IEC 17025 Standardına uygun olarak kurulan kalite yönetim sisteminin içerisinde yer almaktadır. Bu sistemin etkinliğini ve sürekliliğini sağlamak ve akademik, kamu ve endüstriyel kurumların araştırma geliştirme çalışmalarına doğru, hızlı ve güvenilir sonuçlar üretmek amaçındadır.

GEN'de farklı dokulardan deoksiribonükleik asit (DNA) ve ribonükleik asit (RNA) izolasyonu optimizasyonları ve karakterizasyonları yapılabilmektedir. İzole edilen DNA ve RNA örneklerinden Genetik Yapısı Değiştirilmiş Organizma (GDO) Analizleri, Gen İfade ve Gen Dizi Analizleri ile Tek Nükleotit Polimorfizm Analizi ve Fragment Analizi'nin yapılabilmesi için Gradient ve Klasik Polimeraz Zincir Reaksiyonu (Polymerase Chain Reaction, PCR), Lightcycler 1.5 ve 480 Gerçek Zamanlı PCR, Affymetrix GeneChip DNA Mikroarray, Agilent Biyoanalizör, AlphaSpect Düşük Hacimli Spektrofotometre, Stuart Hibridizasyon Fırını, ABI 310 DNA Dizi Analizi, ABI 3900 Yüksek Verimli DNA Sentezleme, Sanyo İklimlendirme Ünitesi, Vilbert-Lourmat Jel Görüntüleme Sistemi, Amersham ve Sigma Yatay Agaroza Jel Elektrophores cihazları ve Agilent GeneSpring GX, Expression Console Software, Transcriptome Analysis Console Software gibi biyoinformatik araçları mevcuttur.

TEMEL PRENSİPLER

Klasik PCR: Nükleik asit moleküllerine dayalı analizlerin ilk aşamasında hedef gen bölgesinin çoğaltılması esastır. PCR'ın temeli ise bir DNA zincirinin bilinen iki bölümü arasında uzanan özel bir DNA bölümünün enzimatik olarak çoğaltılmasının kullanılmasına dayanmaktadır.

Gerçek Zamanlı PCR: Günümüzde en doğru ve yaygın olarak kullanılan nicel sonuç veren PCR metodu gerçek zamanlı PCR'dır. Son ürün analizine dayanan Klasik PCR aksine bu sistemler reaksiyonun gerçekleştiği zamanla eş zamanda reaksiyonu görüntüler. Bu gibi sistemlerdeki PCR reaksiyonunda, ardı ardına gerçekleşen döngülerde üretilen PCR ürününün miktarı, floresan sinyalinin yayılması ile orantılıdır. Her bir reaksiyon döngüsünde ortaya çıkan PCR ürününün miktarı ile orantılı olarak bu sinyal artar. Her bir döngüde floresan sinyal miktarı kayıt edilir ve logaritmik faz boyunca PCR reaksiyonu görüntülenir.



Gerçek Zamanlı PCR Analiz Profili:

*Gen ifade analizleri (Absolut ve Relatif Kantitasyonu)

*Genotiplendirme analizleri

*HRM (High-Resolution Melting) analizleri

*35S/NOS belirleme ile GDO saptama

*GDO spesifik genlerin tanımlanması ve miktar tayini

Mikroarray Sistemi: DNA mikroarrayleri aynı anda binlerce gen ve bunlara ait ifade seviyelerinin kantitatif analizlerine olanak sağlamaktadır. Affymetrix GeneChip DNA Mikroarray deneyleri çeşitli organizmalardan elde edilen farklı dokulardaki gen ifade düzeylerini, gen kopya sayılarını ve SNP'leri tayin etme amacıyla kullanılır. Gen ifade düzeyi çalışmalarında temel kural olarak, asıl RNA popülasyonundaki her mRNA molekülü için bu moleküle eşlenik olan tek iplikli işaretlenmiş bir cDNA hazırlanır. Problar, genellikle, işaretli nükleotidlerin varlığında mRNA'nın tek iplikli cDNA'ya ters transkripsiyonu ile üretilir. Elde edilen cDNA'lar hücre dışında in vitro transkripsiyonu sağlanarak ve biotin ile işaretlenerek çip yüzeyine uygulanır.

GEN, GeneSpring GX software gibi ileri biyoinformatik araçlar kullanımına olanak sağlayarak, mikroarray sisteminden elde edilen büyük miktarda verinin analizini gerçekleştirmektedir.



Mikroarray Analiz Profili:

*DNA Analizleri:

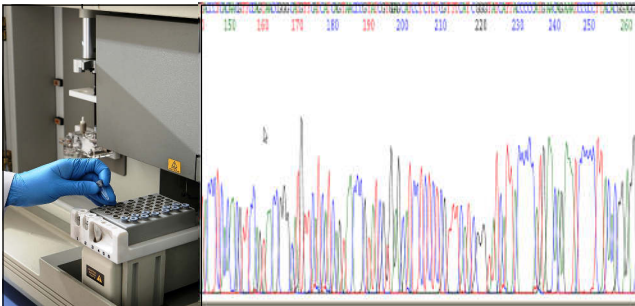
Resequencing analizi, Gen Kopya sayısı analizi

*RNA Analizleri:

*Toplam transkript ifade analizi ve profilendirme
Gen ifade analizi*

Düşük Hacimli Spektrofotometre: Spektrofotometrik ölçümler, hazırlanan çözeltiden belirli spektrumlarda ışık geçirilmesi ve bu ışının ne kadarının çözelti tarafından absorblandığının bulunması esasına dayanır. DNA ve RNA çözeltilerinin maksimum emilimi 260 nm'de, protein çözeltilerinin ise 280 nm'de olmaktadır. 260 ve 280 nm (A_{260}/A_{280}) ölçüm aralığındaki oran nükleik asitlerin saflık değerini verir.

DNA Dizi Analizi: DNA dizi analizi cihazında Sanger-Coulson'un zincir sonlanma yöntemi kullanılmaktadır. Yöntemin temeli DNA polimerazın dNTP'lerin yanısıra deoksiribozun 3'pozisyonunda OH grubu taşımayan ddNTP'leri de substrat olarak kullanabilmesine dayanır. Sentezlenen DNA'ya bir ddNTP'nin katılması 3' pozisyonunda OH grubu olmadığı için sentezi durdurur. Reaksiyonların her birinde bir dizi DNA fragmenti meydana gelir. Bu DNA parçalarına kapiler elektroforez uygulanır. Elektroforez süresince DNA'ya bağlanan floresan boya ışık ile taranan bölgeye geldiğinde uyarılır. Uyarılan boya kendi için karakteristik olan dalga boyunda ışığı geri yansıtır. Kaydedilen



DNA Dizi Cihazı Analiz Profili:

**dsDNA, ssDNA, PCR ürünleri ve plasmidlerin 650-700*

baza kadar dizi analizi

**Fragman analizi*

Biyoanalizör: Agilent 2100 Biyoanalizör mikroakışkan platform teknolojisine dayanan, tek bir platform üzerinde DNA, RNA, protein ve hücre için kantitasyon, boyutlandırma, kalite kontrolü, hücre sayımı gibi yöntemlerin yapıldığı bir cihazdır.



Genom Analiz Laboratuvarı, Türkiye'de uzmanlaşmış ve önde gelen hizmet ve araştırma laboratuvarlarından biri olmayı amaçlamaktadır. Teknik alt yapısı, nitelikli personeli ve yenilikçi değerleri ile alanında ortak çalışma ve bilgi değişimi konusunda çalışmalarını sürdürmektedir.

AKREDİTE METOTLAR



Genom Analiz Laboratuvarı, aşağıda belirtilen 4 analiz metodundan 31.12.2013 tarihinde TÜRKAK'tan Akreditasyon Sertifikası almıştır.

1. Gıda, Yem Numuneleri ve Tohumlarda GDO saptanması ve miktar tayini için DNA İzolasyon Yöntemi (CRLVL08/05XP)/ISO 24276; ISO 21570)
2. 35S/NOS gen bölgelerinin Real Time PCR Yöntemi ile Tespiti (SO 24276; ISO 21570; ISO21569)
3. Soyada Mon 40 3 2 kantitasyonu için event spesifik Real Time PCR Yöntemi (CRLVL08/05VP corrected version 1)/ISO 24276; ISO 21570)
4. Mısırdaki Bt 11 kantitasyonu için event spesifik Real Time PCR Yöntemi (ISO 24276; ISO 21570)

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

Kromatografi ve Fermentasyon Laboratuvarı (KFL)

Kromatografi ve Fermentasyon Laboratuvarı kromatografik ayırım, miktarlama, saflaştırma ve farklı kapasitelerde biyokütle üretimi üzerine faaliyet göstermektedir. Bu amaçla Laboratuvarımızda Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi Cihazı (HPLC), Hızlı Performanslı Sıvı Kromatografisi Cihazı (FPLC) ve farklı kapasitelerde fermentör cihazları mevcuttur. Laboratuvarımız ODTÜ ve diğer üniversitelerle beraber kamu ve endüstriye analiz desteği sağlamakta, cihaz kapasitesi ve yetkin personeli ile ODTÜ ve Türkiye için nitelikli bir laboratuvar olma yolunda çalışmalarını sürdürmektedir.

YÜKSEK PERFORMANSLI SIVI KROMATOĞRAFİSİ CİHAZI

Laboratuvarımızda bulunan HPLC cihazı (Varian Prostar) 4 farklı analiz şartını kontrol edebilen, tam otomatik-entegre bir sistemdir. (Şekil 1).



Şekil 1. Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi Cihazı

Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi gıda- içecek endüstrisi, çevre mühendisliği, tıp, endüstriyel kimya, ziraat, farmakoloji vb. çok çeşitli alanlarda kimyasal ayırım, saflaştırma, tespit etme ve miktar belirleme amacıyla kullanılır.

Dedektörler:

Photo-Diode Array Dedektör (Prostar 330 PDA):

UV-VIS-NIR : 190- 700 nm (aynı zamanlı 5 farklı dalga boyunda analiz)

Floresan Dedektör (ProStar 363)

Dalga boyu : 200-731 nm standart; 200-900 nm

Refraktif İndeks Dedektör (ProStar 350)

Analiz limiti: 0,05 - 3 µg/mL

Çalışma ısı aralığı: 30 - 50°C

Elektrokimyasal Dedektör (ED50 Dionex):

İletkenlik, doğrudan akım amperometre ve entegre amperometre olmak üzere 3 temel elektrokimyasal prensibe göre çalışır.

Temel Prensip:

Yüksek performanslı sıvı kromatografi sistemi (HPLC) bir örneğin, hareketli sıvı faz ve durgun katı faz arasında yüzeye tutunma ve dağılımına bağlı olarak ayrılmasına dayanır. Genel olarak örnek hazırlama, cihaz şartlanması ve data analizi çalışmalarını içerir (Şekil 2).



Şekil 2. HPLC'de genel olarak çalışma safhaları.

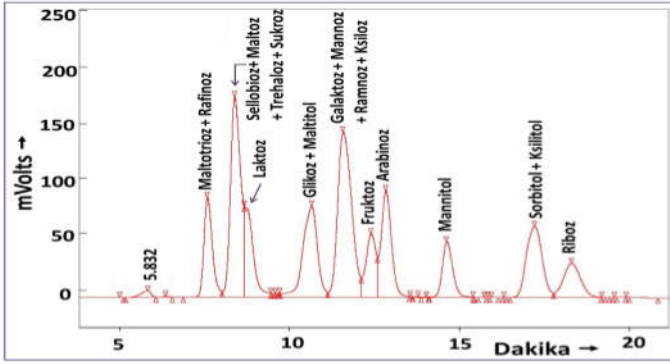
Analizler:

Nitelik ve nicelik olarak analiz edilmesi gereken, gıda endüstrisi, çevre araştırmaları, farmakoloji ve moleküler biyoloji gibi farklı alanlardan gelen maddeleri analiz etmek mümkündür.

Analiz Profili

- ✓ Sakkarit/Polisakkaritler
- ✓ Organik asitler
- ✓ İlaç hammaddeleri
- ✓ Vitaminler
- ✓ İyonlar
- ✓ Metabolitler
- ✓ Nükleotitler,...

Örnek çalışma: Meyve suyunda sakkarit ve polisakkarit taraması



Şekil 3. Meyve suyunda sakkarit/polisakkarit profili taraması

AKREDİTE METOTLAR



ODTÜ MBB KFL "TS EN ISO/IEC 17025 kapsamında TS EN 12630 Meyve ve Sebze Suları Glukoz, Fruktöz, Sorbitöl ve Sakaröz Muhtevası Tayini – Yüksek Performans Sıvı Kromatografisi Metodu" standartından 31 Aralık 2013 tarihi itibarıyla TÜRKAK'tan akreditedir.

HIZLI PERFORMANSLI SIVI KROMATOĞRAFİSİ CİHAZI

Laboratuvarımızda bulunan Hızlı Performans Sıvı Kromatografisi (FPLC), ikili bir pompa, UV-Vis ve floresans dedektörleri, enjektör birimi ve fraksiyon toplama parçalarından oluşmuştur (VARIAN ProStar FPLC). Sistem mikro düzeyde saflaştırma, FLCP, düşük basınçta saflaştırma, preparatif, HPLC analizleri yapmak için uygundur. Aynı zamanda protein, peptid ve nükleik asit ayırımlarını yaklaşık birkaç saat içerisinde gerçekleştirebilir (Şekil 4).



Şekil 4. Hızlı Performanslı Sıvı Kromatografisi Cihazı

(VARIAN ProStar).

Temel Prensi:

FPLC, HPLC sistemiyle prensip olarak aynı şekilde çalışır. Farklı olarak daha yüksek akış hızlarında çalışarak proteinlerin kısa bir zaman içerisinde preparatif olarak saflaştırılmasına olanak sağlar. HPLC'den kullanılan çelik kolonlardan farklı olarak PVC kolonlar kullanılır.

Dedektörler:

✓ UV-Vis dedektör

Ksenon flaş lambası hem UV hem görünür bölge aralığında çalışır (190-700nm).

✓ Floresans dedektör

Floresans dedektörüyle luminesans, fosforesans, kemilüminesans ve bioluminesans ölçümleri mümkündür.

Kullanılan kolonlar:

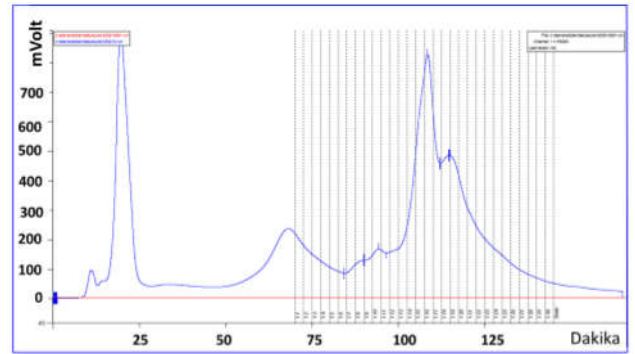
HiLoad 16/60 Superdex 75/200 pg
HiPrep 16/60 Sephacryl S-100-200 HR
HiPrep 16/10 SP/Q XL

Analizler

- Jel filtrasyon ve iyon-değişim metodu ile protein saflaştırma
- Molekül ağırlığı bulma

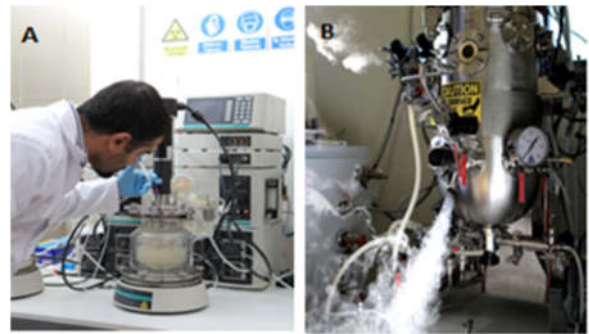
Örnek çalışma:

Ham enzim numunesinde jel filtrasyon kolonu (HiPrep 16/60 Sephacryl S-100HR) kullanılarak saflaştırma ve belli zamanlardaki fraksiyonları toplama (Şekil 5).



FERMENTÖRLER

Fermentasyon ünitesi 2 adet 1L'lik, 1 adet 5 L'lik (New Brunswick Scientific BioFlo 110) ve 1 adet 20 L'lik fermentörleri (New Brunswick Scientific BioFlo 510) içerir (Şekil 6). Kontrol üniteleri, fermentasyon kapları, gaz karıştırıcı, termal gaz akış kontrol üniteleri; pH/dO₂, pompa, güç ve seviye kontrol üniteleri, karıştırıcı motorlar, ısıtıcı üniteler, pH ve dO₂ problemlerinden oluşan, bağımsız da çalışabilen, entegre sistemlerdir.



Şekil 6. (A) 1L'lik fermentörlere aşı yapılırken.

(B) 20 L'lik fermentör.

Analiz Profili

Farklı amaçlar için (hücre içi-dışı metabolit takibi vb.) büyük ve küçük ölçekte biyokütle üretimi.

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

Kütle Spektroskopi Laboratuvarı (KSL)

Kütle spektroskopi tespiti ve ölçümü yüksek çözünürlükte yapılması gereken maddelerin analizinde çok geniş alanlarda uygulanmakta, son yıllarda yoğun olarak çalışılan metabolomik, genomik, proteomik, transkriptomik gibi disiplinlerde de etkin olarak kullanılmaktadır. ODTÜ Merkez Laboratuvar Kütle Spektroskopi Laboratuvarı (KSL), Sıvı Kromatografi-Kütle Spektrometre (LCMSMS), NanoLC-ÇipMS (NLCM) ve Kapiler Elektroferez (CE) cihazları ile ODTÜ ve diğer üniversitelerle beraber kamu ve endüstriye farklı alanlarda analiz desteği sağlar.

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



Şekil (1)

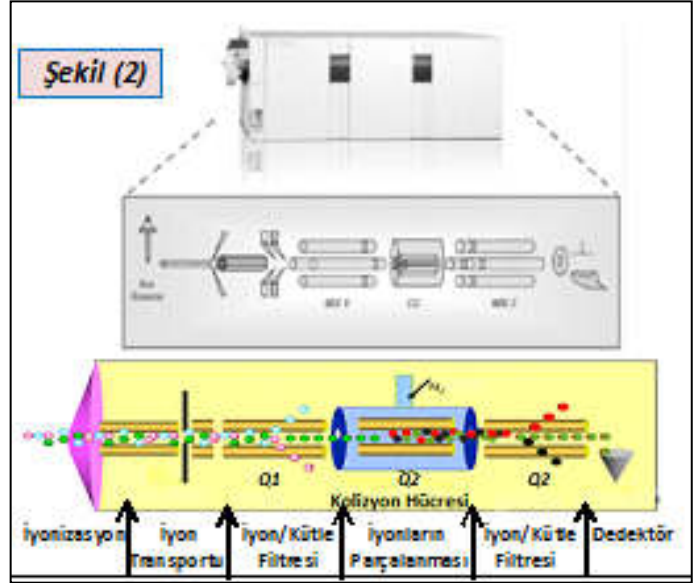
Temel Prensip:

Sıvı Kromatografi-Kütle Spektroskopi sistemi sıvı kromatografisinin (HPLC) ayırım fonksiyonunu, kütle spektroskopinin (MS) kütle analizi fonksiyonu ile birleştiren bir analitik kimya ölçüm tekniğidir.

HPLC kolonunda ayrılan maddeler çeşitli tekniklerle iyonlaştırılır ve kütleleri oranında kazandıkları elektrik yükü (m/z) kütle dedektörü ile tespit edilir (Şekil 2).

Kütle filtrelerinden geçen 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 profile bilgilerine göre tanımlama, standart kullanılarak da miktarlama yapılır.



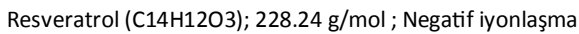
Laboratuvarımızda Mevcut Veri Bankaları:

- Pestisitler (284 madde)
- Farmakolojik-Toksikolojik Maddeler (10 grup/ 82 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, ilaç hammaddeleri, metabolitler, proteinler, amino asitler, biyomarkörler vb.)
- Metabolomik çalışmaları
- Metot optimizasyonu

Ekstraksiyonu yapılmış sıvı numunelerde 32 farklı polifenolik maddeyi analiz etmek mümkündür (Şekil 3. Karışım ve karışımda Resveratrol ölçümü).



Temel Prensipler:

NanoLC

Otomatik örnekleyici

Zenginleştirici kolon

Atık

Multiport valv

Nano pompa

Nano analiz kolon

Nanosprey uç

ANALİZ PROFİLİ

Kapiler Elektroforez (CE) Sistemi :

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



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

Temel Prensipler:

HPLC ile ayırımı güç olan, biyomoleküller, küçük molekül ağırlığındaki bazık, asidik ilaçlar ve iyonlar vb. elektron yüklü maddelerin yüksek etkinlikte ve çözünürlükte ayırımını sağlar. Elektroforezin 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 elektroforez sistemleridir ve iyonların ayırımı elektroforetik hareketliliklerine bağlı olarak sağlanır.

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

Spektroskopi Laboratuvarı (SPL)

Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji ARGE Merkezi Spektroskopi Laboratuvarı'nda UV-Vis Spektrofotometre (CARY 100 Bio), ELISA Okuyucu (Molecular Devices, SPEC-TRAmx 340PC), Zaman Tanımlı Floresans Spektrometre (Photon Technology International, Model TM-2/2005 Lifetime), Klorofil Florometre (OS5-FL) ve İzotermal Titrasyon Mikrokalerimetrisi (VP-ITC MicroCal) cihazları mevcuttur.

TEMEL PRENSİPLER

UV-Vis Spektrofotometre (UVVS):

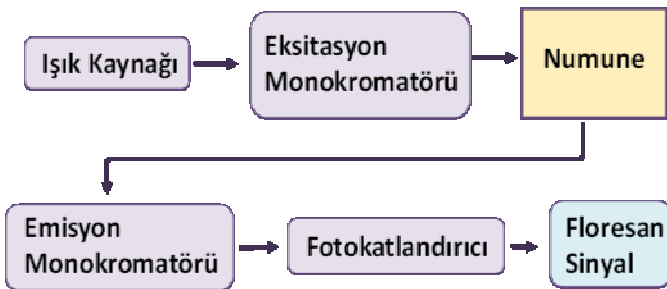
Cihaz hem ultraviyole bölgede hem de görünür bölgede abzorban ölçümü yapar. Konsantrasyon hesaplamaları, kinetik ve enzim kinetiği çalışmaları, DNA ve RNA nükleik asit örneklerinin miktar çeşit ve saflık tayini uygulama alanları arasındadır. Sıcaklık kontrol ünitesi sayesinde -10 ile 110 °C arasında çalışmak mümkündür.



Dalgaboyu aralığı: 190- 900 nm
Spektral bant genişliği: 0.20-4.00nm
Fotometrik aralık: 3.7 abs
6X6 ısıya dayanıklı çok hücreli blok mevcuttur.

Zaman Tanımlı Floresans Spektrometre (TRFS) :

Floresan ile işaretlenmiş ya da otofloresan yayma özelliği olan örnekler çalışılabilir. Ultraviyole ve görünür bölgede abzorban ölçümü yapar. İlaçların biyosistemlerle etkileşimleri fotosentez, elektron ve proton transferi, nükleik asit yapısı ve kanser araştırmaları uygulama alanları arasındadır.



ELISA Okuyucu (ELSA): Görünür bölgede abzorban ölçümü yapar. ELISA , enzim testleri, protein miktar tayini, pıhtılaştırma/çöktürme, hücre canlılığı, çoğalması ve toksisitesi gibi çalışmalar uygulama alanlarındandır.



Dalgaboyu aralığı: 340-850 nm
Sıcaklık Aralığı: 4-45 °C
Numune Plakası: 96-384 kuyucuklu
Numune Miktarı: 5-200 µl

Klorofil Florometre (MCF): Cihaz klorofil floresansı ölçen bir cihazdır. Cihaz sayesinde bitkilerde, tarım ürünlerinde ve alglerde fotosentez çalışmaları yürütülebilir. Bitki performansı, sağlığı ve durumunun görüntülenmesi sağlanır. Stres, donma, ısı, kuraklık, tuzluluk, pestisitler, besin yetersizliği, fotoinhibisyon, herbisitlerin etkilerinin çalışılması ve tespiti yapılabilir. Fitopatoloji, hastalıkların tespiti sayesinde dirençli türlerin geliştirilmesinde yardımcı olur.



Karanlığa uyumlu Fv/Fm ölçümü
Işığa uyumlu verim programı
Kinetik programı
Fast Actinic Programı

İzotermal Titrasyon Mikrokalerimetrisi (ITMC): Bağlanma reaksiyonları sonucu açığa çıkan ısıнын ölçülmesi sayesinde bağlanma katsayısı (Kb), reaksiyon sitokimietrisi (n), entalpi (DH) ve entropi (DS) değerlerinin belirlenmesi sağlanır. Protein-küçük molekül etkileşimleri, nükleik asit-küçük molekül etkileşimleri, antibadi çalışmaları, reseptör etkileşimleri ve biyolojik olmayan etkileşimler uygulama alanları arasındadır.



Sıcaklık Aralığı: 2-80 °C
Hücre Hacmi : 1.4 ml
Şırınga Hacmi: 300 µl
<10² - 10⁹ M⁻¹ aralığında bağlanma sabitlerinin doğrudan ölçümü

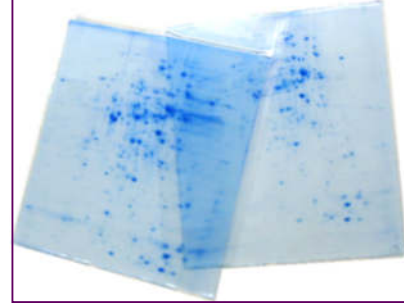
Elektroforez Sistem Laboratuvarı (ESL)



Elektroforez, protein, DNA RNA gibi makromoleküllerin elektrik alan altında moleküler ağırlığına göre ayrılmasına dayalı bir yöntemdir. Jel matrisine yüklenen proteinler elektrik alan altında taşıdıkları elektrik yüklerine göre hareket ederler. Bu hareket esnasında molekülün büyüklüğü ve yapısı jel matrisinin içerisindeki porlardan geçişinde bir direnç oluşturur ve bu direnç hareket hızını etkiler, bunun neticesinde moleküller elektrik yükleri, molekül ağırlıkları, 3 boyutlu yapıları gibi farklı parametrelerin de etkisiyle ayrışırlar. Jel matrisi üzerindeki protein/DNA/RNA varlığı Comassie Blue, Gümüş Nitrat, SYBR Green gibi farklı boyalar kullanılarak tayin edilebilir. Elektroforez Sistem Laboratuvar'ında Dikey Elektroforez Sistemi (Amersham, Biorad), Pulsed Field Jel Elektroforez Sistemi (Amersham), izoelektrik Odaklama Sistemi (Biorad) ve İki Boyutlu Jel Elektroforez Sistemi



Dikey Elektroforez Sistemi (VGE): Peptid ve proteinlerin moleküler ağırlığı esasında ayrıştırılması amacıyla kullanılan sistemlerdir. Proteinler SDS ile denature edilerek negatif yüklü hale getirilir, yaklaşık olarak tüm proteinlerin eşit molekül ağırlığı/ elektrik yükü oranına sahip olduğu SDS-PAGE analizlerinde proteinler jel matrisi içerisinde kütleleri ile doğru orantılı bir dirençle karşılarak farklı hızlarda ilerlerler. Proteinin 3 boyutlu yapısının korunmasının tercih edildiği Native-PAGE analizlerinde ise protein yükü de proteinlerin ayrışmasında belirleyici bir parametredir. Her iki durumda da litrede nanogramdan milligram düzeyine kadar proteinlerin molekül ağırlıkları saptanabilmektedir.



İzoelektrik Odaklama Sistemi(IEF): Proteinlerin izoelektrik noktalarının tayininde kullanılan sistemlerdir. Amfolit çözeltiler kullanılarak pozisyona bağlı olarak değişken pH değerlerine sahip hale getirilen bir jel içerisinde proteinlerin elektrik alan etkisinde hareket etmeleri esasına dayanır. Her bir protein elektrik yükünün nötr olduğu pH bölgesinde hareketini sonlandırır. Bu şekilde karışım içerisindeki tüm proteinler elektrik yüklerinin sıfır olduğu pH noktalarında toplanırlar. Protein derişimine bağlı olarak gümüş nitrat ve ya comassie mavisi ile boyama yapılabilir.

Pulsed Field Jel Elektroforez Sistemi(PFGE): Birbirine yakın büyüklükteki DNA örneklerinin birbirinden ayrıştırılmasında kullanılan bu teknikte, elektrik alanının farklı frekanslarda 3 farklı yön değiştirmesi sonucu normal bir agaroz jel analizinden farklı olarak, 20kb üzerindeki DNA fragmanları için daha net bir jel görüntüsü elde edilir. 8 Mb büyüklüğe kadar DNA örnekleri ayrıştırılabilir. Genellikle tür tayini çalışmalarında kullanılır.



İki Boyutlu Jel Elektroforez Sistemi (TDGE): IEF ve Dikey elektroforez sistemlerinin entegre bir şekilde kullanıldığı "iki boyutlu jel elektroforezi" tek bir jel üzerinde proteinlerin moleküler ağırlıkları ve izoelektrik noktalarına göre analiz edilmesine imkan tanır. Farklı boyama teknikleriyle litre başına nanogramdan miligram düzeyine kadar proteinler tanımlanabilir.

Mikroskopi Laboratuvarı (MKL)

Uygulama Alanları:

- Kemik, beyin ve diğer benzeri dokuların oldukça kalın örneklerinden 2 boyutlu ve 3 boyutlu görüntüler elde edilebilir.
- Gelişmekte olan embriyolar gibi küçük organizmaların ve bütün haldeki sabitlenmiş ya da canlı hücre örneklerinin görüntülenmesi sağlanır .
- Hem hücresel hem de hücre altı düzeyde gözlem yapmak mümkündür.
- Protein moleküllerinin ve spesifik DNA/RNA dizilerinin yeri belirlenip takip edilebilir.
- Gen ekspresyonu, moleküler etkileşimler, topoloji ve moleküler hareketin dinamikleri çalışılabilir.
- Hücreler arası iyon konsantrasyonlarının miktarları belirlenebilir.

Zeiss LSM 510 marka Lazer Taramalı Konfokal Mikroskop cihazı ile özelleştirilmiş ünitemizin özellikleri:

- Axiovert 200M Inverted Mikroskop
 - Halojen ve Merkürü Ark Lambaları sayesinde transmisyon ve epi-floresans modları
 - Argon ve Helyum-Neon lazer modülleri ile 458-633 nanometre dalgaboyu aralığında görüntüleme
 - 4X-100X objektifler
 - DAPI, FITC ve Rhodamine filtre setleri
 - Dökümantasyon sistemleri
- ⇒ Hitachi CV-H20AMP renkli kamera
- ⇒ Canon PowerShot 5MP kamera

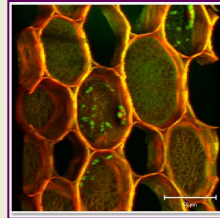
Floresan kimyası, optik bilimi ve elektronik sektöründe son on yıldaki devrim niteliğindeki gelişmeler mikroskopları hücre, doku ve organları olağanüstü netlikte ve ayrıntılı bir şekilde inceleme imkanı sağlayan modern görüntüleme sistemlerine dönüştürmüştür. İleri teknoloji mikroskopileri ve Zeiss görüntü analiz çalışma istasyon ekipmanları ile ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nın İleri Işık Mikroskop Ünitesi (ALMU) hem ODTÜ'de hem de diğer üniversitelerde fen bilimleri alanındaki araştırmacılara geniş bir yelpazede görüntüleme imkanı sağlar.

TEMEL PRENSİPLER

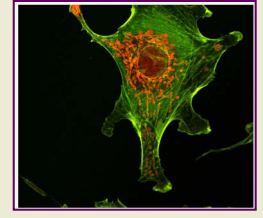
Lazer Taramalı Konfokal Mikroskop (LSCM):

Konfokal mikroskopun avantajı tek bir plandan gelen ışığı toplayabilmesidir. Objektifteki optiklerin optimal kullanımı için bir lazer ışını gönderilir. x-y yansıtma mekanizması ile bu ışın tarama ışınına çevrilir ve objektif lensi yardımıyla floresan işaretlenmiş örnek üzerindeki tek bir küçük noktaya odaklanır. Yansıtılan lazer ışını ve örnek tarafından yayılan floresan ışık karışımı aynı objektif ile tutularak dikroik ayna ile bir fotodedektör üzerine odaklanır. Floresan işaretlenmiş örnek tarafından yayılan ışık fotomultiplier tüpe gönderilirken yansıtılan ışık dikroik ayna ile ayrıştırılır. Fotodedektör önünde bulunan konfokal açıklık örnek üzerindeki tek bir noktadan yayılan floresan ışığın toplanmasını sağlar. Bu şekilde odaklanan noktanın etrafından yayılan ışığın toplanması azaltılır. Fokal düzlemlerden elde edilen optik kesit katmanları tekrar üst

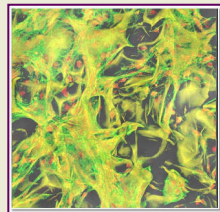
ÖRNEK ÇALIŞMALAR



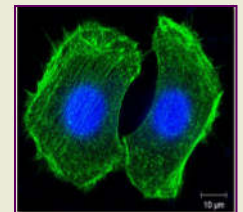
İnci Müge Çiçeği



İnsan serviks kanser hücresi



Kitosan iskelesi üzerinde
kemik hücreleri



Kombine geniş alan ve
Konfokal floresan görüntüleme

Doku Kültürü Laboratuvarı (DKL)

Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji ARGE Merkezi Doku Kültürü Laboratuvarı'nda Çoklu Gaz Etüvü (Thermo Scientific Forma Steri Cycle / 371) Güvenlik Kabini (HOLTEN/1.2) ve Otomatik Hücre Sayıcı (Invitrogen Countess) cihazları bulunmaktadır. Mikroskopi laboratuvarına destek amaçlı çalışmaktadır.

TEMEL PRENSİPLER

Çoklu Gaz Etüvü (MGI):

Hücre ve doku kültürlerinin büyümesi için ihtiyaç duyulan uygun sıcaklığı, nem ve CO2 gazı atmosferini en iyi ve doğru şekilde sağlayacak özelliklere sahiptir. Çoklu sensör teknolojisi kullanarak in vivo koşulların in vitro ortamda elde edilmesini sağlar. 140°C'de sterilizasyon döngüsü sayesinde tüm iç yüzeylerden kontaminasyonu güvenilir bir şekilde uzaklaştırır. Tüm hassas inkübasyon uygulamaları ve optimum hücre kültürü için uygundur.

	184 litre kullanım hacmi 0.3 % + 5°C - 50°C aralığında ayarlanabilir iç ortam sıcaklığı ±0.1 % kontrol edilebilir hassasiyet aralığı ile 0-20% CO2 oranı %95 (RH)'ten fazla kabin içi nem (20°C'de ve çevre nemi 60% (RH) iken)
---	---

Güvenlik Kabini (SC): Hücre kültürü çalışmalarında kullanılmaktadır. Çalışanı, ürünü ve çevreyi koruma gerektiren çalışmalarda kullanılan, masa üstü güvenli ve kapalı bir ortam sağlar.

- Ön cam elektrikli, eğimli ve giyotin tipte olup, UV lamba çalıştırıldığı zaman tamamen kapanabilir.
- Çalışma yüzeyi otoklavlanabilen 4 parça çelikten meydana gelir.

- Cihazın biri ana ve diğeri eksoz olmak üzere iki HEPA filtresi vardır. Havanın % 75' i sirküle edilip çalışma yüzeyine, % 25' i eksoz HEPA filtresinden odaya verilmektedir.
- HEPA filtreler % 99,99 verimlilikte 0,3 mikron ve daha büyük partikülleri tutabilmektedir.
- Cihaz mikroprosesör kontrollü, LCD göstergeli, ayrıca sesli ve ışıklı alarm sistemine sahiptir.
- Saatin otomatik olarak çalışmaya başlaması, azaltılmış hız, UV zamanlayıcısı, filtre değişim zamanı veya herhangi bir arıza dijital ekrandan takip edilebilmektedir.
- Kontaminasyon riski olan hava kanalları negatif basınçla çevrilidir.

Otomatik Hücre Sayıcı:

Tripan mavi boyası kullanılarak hücre sayımı ve hücre canlılığı ölçümlerini gerçekleştiren benç üstü otomatik hücre sayıcıdır. Tek bir numune ölçümünden aşağıda listelenen veriler elde edilebilir:

- Canlı ve ölü hücre konsantrasyonu/ml
- Toplam Hücre konsantrasyonu/ml
- Canlı hücre sayısının toplam hücre sayısına yüzdesel oranı
- Hücrelerin ortalama çapı
- Hücre görüntüleri

	Hücre konsantrasyonu: $1 \times 10^4 - 1 \times 10^7$ hücre/ml Hücre Boyutu: 5 μm to 60 μm
--	---

Genel Kullanım ve Örnek Hazırlama Laboratuvarı (GKL)

Genel Kullanım ve Örnek Hazırlama Laboratuvarı (GKL), numuneler ile ana cihazlarda deney gerçekleştirmeden önce hazırlama aşamasında sık başvurulanan bir laboratuvardır. GKL’de bulunan bütün cihazlar yardımcı cihazlardır.

SANTRİFÜJLER: Merkezimizde bulunan Santrifüjler;

Preparatif Ultra Santrifüj (Hitachi /CP100WX): Vakum yaparak yüksek hızlara çıkma potansiyeline sahiptir. Maksimum 90000 rpm’e kadar çıkabilmektedir

Yüksek Hızlı Santrifüj (Hitachi /Himac CR22GII): Maksimum 22000 rpm’e kadar çıkabilmektedir.



Soğutmalı Mikrotom Cihazı (Leica/ CM1950 Ag):

Biyolojik, medikal ve endüstriyel uygulamalar için mikron büyüklüğünde donmuş kesitler almada kullanılmaktadır.

Teraziler (Mettler Toledo, Sartorius): Merkezimizde üç adet hassas terazinin yanı sıra pipet ara doğrulamalarında kullanılan 0,01 mg hassasiyette terazi mevcuttur.

Vakum Konsantrasyon/Liyofilizasyon Cihazı (Vacum centri / Heto): Numunelerin, vakum yardımıyla dondurularak (-115 °C’de) veya oda sıcaklığında kurutularak konsantre edilme prensibine dayalıdır.

Vakumlu Kurutma Fırını (Gallenkamp): Numunelerin azaltılmış basınçta ve 30°C- 200 °C sıcaklıkta kurutulmasını sağlamak amacıyla kullanılır.

Rotary Evaporatör (BUCHI): Çözücü içerisindeki numuneleri, belirli basınç ve sıcaklık altında döndürerek çözücülerinden uzaklaştırıp konsantre etmek amacıyla kullanılmaktadır.



Rotary Evaporatör



Vakumlu Kurutma Fırını



Vakum Konsantrasyon/Liyofilizasyon Cihazı

Hücre Parçalayıcılar

Merkezimizde bulunan hücre parçalayıcılar;

Hücre Zarı Parçalayıcılar (Sartorius): Küçük hacimli biyolojik numuneler için öğütme topları sallama kabı içine doldurularak seçilen sallama frekansında katı veya donmuş materyalin öğütülmesinde kullanılır. Sallama frekansları maksimum 2000 rpm ve 3000 rpm’e erişebilmektedir.

Yüksek Basıncılı Hücre Parçalayıcı (Constant Systems): Yüksek basınç uygulanarak alg, bakteri, maya ve mantarların parçalanması ve homojenizasyonu için kullanılır. En düşük numune hacmi 50 ml olmalıdır.

Çalkalayıcı Bilyeli Öğütücü (WAB): Cam bilyeler kullanılarak bakteri, maya ve filamentöz mantarları içeren mikroorganizmaların ve hayvan hücrelerinin öğütülmesi için kullanılır. Parçalama haznesi hacmi 600 ml’dir.



Çalkalayıcı Bilyeli Öğütücü



Yüksek Basıncılı Hücre Parçalayıcı

GKL’de yukarıda verilen cihazlara ek olarak pHmetre, Distile Su ve Deiyonize Su, otoklav , Hücre Zarı Parçalayıcılar (CD 01 ve CD 02) ve buz makinesi mevcuttur.

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





ODTÜ Merkez Laboratuvarı (MERLAB)

Üniversiteler Mahallesi Dumlupınar Bulvarı No:1

06800 ÇANKAYA/ANKARA

TÜRKİYE

AR-GE Eğitim ve Ölçme Merkezi

Tel: +90 312 2106431

Faks: +90 312 2107433

merlab@metu.edu.tr

Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji AR-GE Merkezi

Tel: +90 312 2106444

Faks: +90 312 2106477

merlab@metu.edu.tr

