



MERKEZ LABORATUVAR

ARGE Eğitim ve Ölçme Merkezi

ODTÜ, Ankara

Polimer Analiz Laboratuvarı (PAL)

Gerek üniversite gerekse sanayi laboratuvarlarında sentezlenen malzemelerin elemental bileşimi, polimerlerin molekül ağırlığı dağılımı, hidrodinamik büyüklükleri gibi özelliklerin ölçümü çalışmaların ilerleyişi açısından önem taşımaktadır. Laboratuvarımızda bulunan LECO TruSpec Micro Elemental Analiz (EAC), Malvern OmniSEC Büyüklükçe Ayırma Kromatografisi, 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 konular 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.



Elemental Analiz

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

Cihaz kullanım ayarları:

Fırın Sıcaklığı: 950 °C

Örnek Miktarı: 2-2,5 mg

Analiz Süresi: ~200 sn.

Standart kalibrasyonu yapıldıktan sonra peşpeşe 2-3 ölçüm alınıp ağırlıkça yüzde olarak ortalama alınarak raporlanır.

Elemental Analiz

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

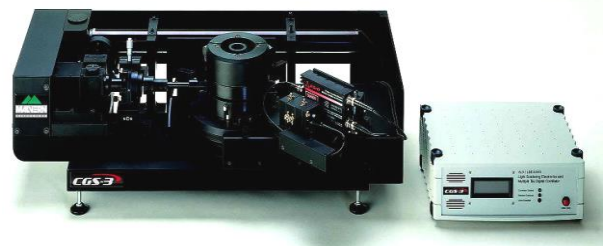
Sülfametazin (std)	C%	H%	N%	S%
1. Ölçüm	51,73	5,10	20,10	11,55
2. Ölçüm	51,80	5,09	20,12	11,52
Olması Gereken	51,78	5,07	20,13	11,52

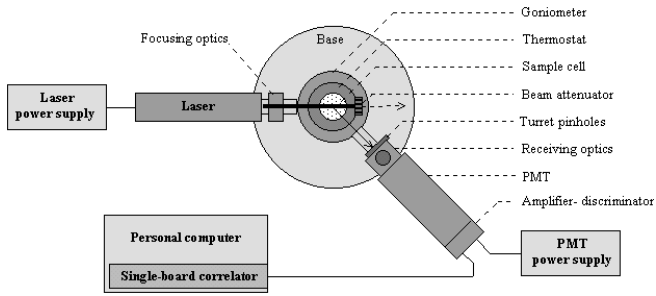
DİNAMİK IŞIK SAÇILIM SPEKTROMETRESİ (DLS): Seyreltik çözelti içerisindeki küçük parçacıklardan saçılan ışığın şiddetinin ve değişiminin ölçülmesi temeline dayanır. Saçılan ışığın şiddetindeki değişim parçacığın hareketine, buna bağlı olarak da parçacığın büyüklüğüne, ortamın vizkozitesine ve sıcaklığa bağlıdır. Kolloidal süspansiyonlar iki temel ışık saçılımı yöntemiyle karakterize edilir.

Statik ışık saçılım (SLS) yöntemi polimerlerin molekül ağırlığı, dönme yarıçapı ve ikinci viral katsayı belirlenmesinde kullanılır.

Dinamik ışık saçılım yöntemi hidrodinamik büyüklük, difüzyon katsayısı, dağılım indeksi ve parçacık büyüklüğü dağılımının elde edilmesinde kullanılır. Bu iki tekniğin birleştirilmesi, çözelti içerisindeki parçacığın yapısının belirlenmesi için bilgi verir.

Bu yöntemde makromolekülleri içeren bir çözeltiden yüksek şiddetli monokromik bir ışık geçirilerek bir ya da daha fazla noktadan saçılımın şiddeti tespit edilir.



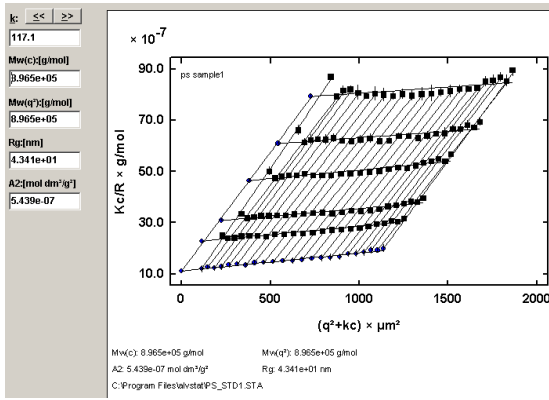


Bu metodun en büyük avantajı, çok farklı yapıdaki makromoleküllere zorlu bir ön işlem gerektirmeksizin uygulanabilir olmasıdır. Ancak toz, hava kabarcığı vs. etkilere karşı son derece hassas olup, santrifüj, filtrasyon ve seyreltme gerekliliği söz konusu olabilmektedir.

Dinamik Işık Saçılımı

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

Statik Işık Saçılım Spektrometresi (SLS)



BÜYÜKLÜKÇE AYIRMA KROMATOGRAFİSİ (GPC):

Molekülleri tanecik boyutlarına göre ayırıştıran bir kromatografik yöntemdir. Bu yöntem polimerlerin molekül ağırlığı ve molekül ağırlığı dağılımı tayininde hızlı ve kesin sonuç almak için kullanılır.

Cihaz Resolve ve Reveal olmak üzere iki bölümden oluşmaktadır.

Resolve kısmında pompa, degasör, örnek standı ve ayırma işleminin gerçekleştiği kolon fırını bulunmaktadır. Kolon fırını sıcaklığı 35°C'ye sabitlenmiştir. Bir guard kolon ve 2 tane Tx6000M kolon bulunmaktadır.

Çözücü olarak THF (Tetra Hidrofur) kullanılmaktadır. Örneğin homojen olarak THF'de çözünmesi gerekmektedir. Akış hızı 1mL/dk.'dır.

Reveal kısmında sentetik-doğal polimerleri ve proteinleri karakterize etmek için **üç dedektörlü** modül bulunmaktadır:

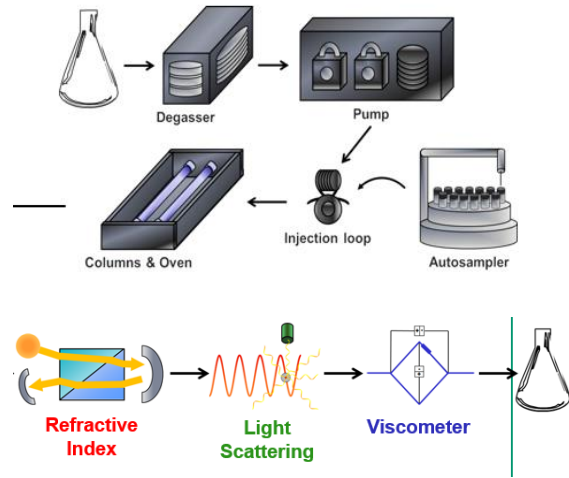
- Çok hassas light scattering (ışık saçılım) dedektörü: 90° açıda RALS (right angle light scattering) ve 7° açıda LALS (low angle light scattering), 640 nm Laser

- Viskometre dedektörü : 4-capillary Wheatstone bridge (4 kılcal Wheatstone köprüsü)
- Refractive index (kırınım indeksi) dedektörü

Dedektörlerin bulunduğu modülün sıcaklığı 35°C'ye sabitlenmiştir. Triple Detection ile 200-2x10⁶ Da aralığında molekül ağırlığı ölçülebilmektedir.

Light scattering dedektörünün kullanımının uygun olmadığı madde türleri çalışıldığında Triple detection metodu yerine, RI ve Viskometre dedektörlerinin kullanıldığı Universal Calibration (UC) metodu ile polistirene bağlı değerlendirme yapılır. UC'da 1200-4,2x10⁶ Da aralığında molekül ağırlığı ölçülebilmektedir.

SEC Instrument Schematic



Büyükölçek Ayırma Kromatografisi

- Kolloidal Sistemler
- Makromoleküller
- Proteinler

Başvuru için:



İLETİŞİM BİLGİLERİ

- Laboratuvar Sorumlusu: Merve ÇERÇİ (Tel: 210 6419)
- Deney Sorumluları: Ceren Biler
- Laboratuvar e.posta: mlabpal@metu.edu.tr
- İnternet Adresi: <http://merlab.metu.edu.tr>