

Automatizace v přípravě vzorku



Magdalena Voldřichová



Typy vzorků

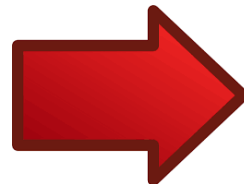


1.5 mL GC / LC Vial



Příprava vzorku

- Nekompatibilita s chromatografickými technikami
- Nutnost úpravy vzorku před analýzou



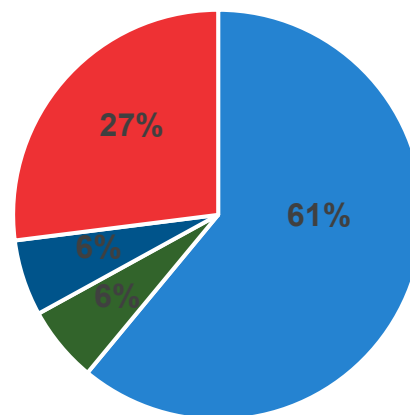
Konvenční způsob
přípravy vzorku



Moderní trendy v
oblasti přípravy vzorků

- Zjednodušení úpravy vzorku
- Zkrácení času úpravy vzorku
- Menší spotřeba rozpouštědel
- Automatizace postupu

- Ředění
- Přímá extrakce
- Extrakce z kapaliny do kapaliny
- Extrakce tuhou fází



61%-příprava vzorku
6% - vlastní analýza
6% - odběr vzorku
27%- zpracování dat

Techniky pro automatizaci v přípravě vzorků



ASE™ 150 a 350
Accelerated Solvent
Extractor



AutoTrace™ 280
Solid-Phase
Extraction (SPE)
Instrument



SoIEx™
SPE
Cartridges



SOLA(μ) SPE

Techniky pro automatizaci v přípravě vzorků



RVC



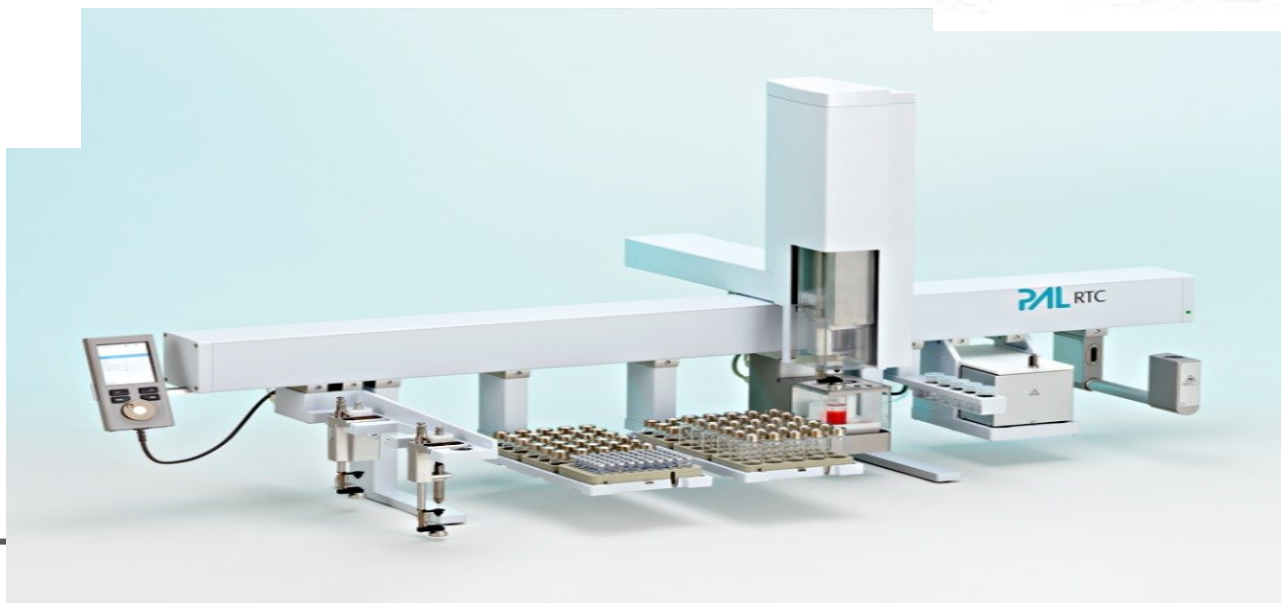
SUPERVAP



N2jehla



TD



Extraktor pevných vzorků ASE – Accelerated solvent extractor



ASE 150



ASE 350

Tlaková extrakce za zvýšené teploty

$T = 40 - 200^{\circ}\text{C}$

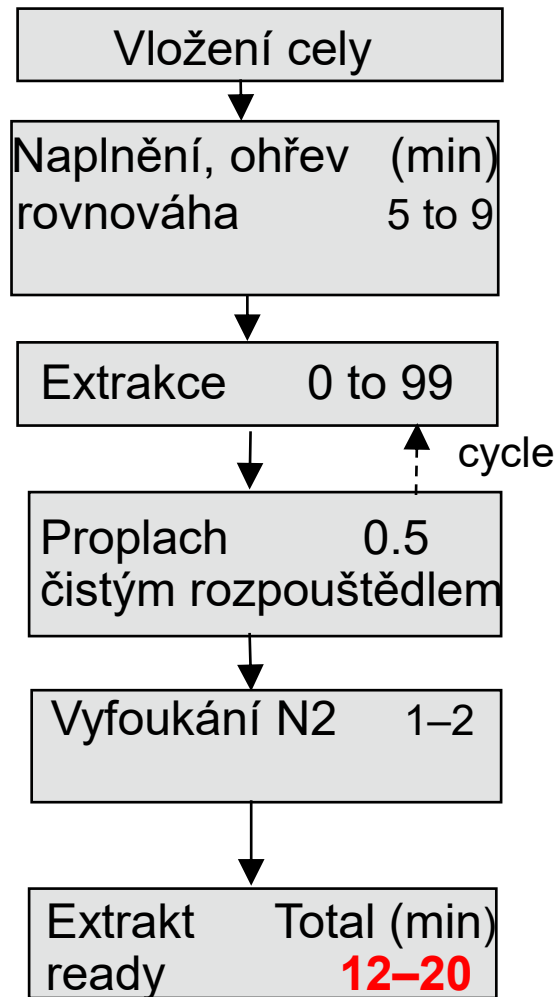
$P = \text{až } 200 \text{ bar}$

$m = 1 - 100\text{g}$

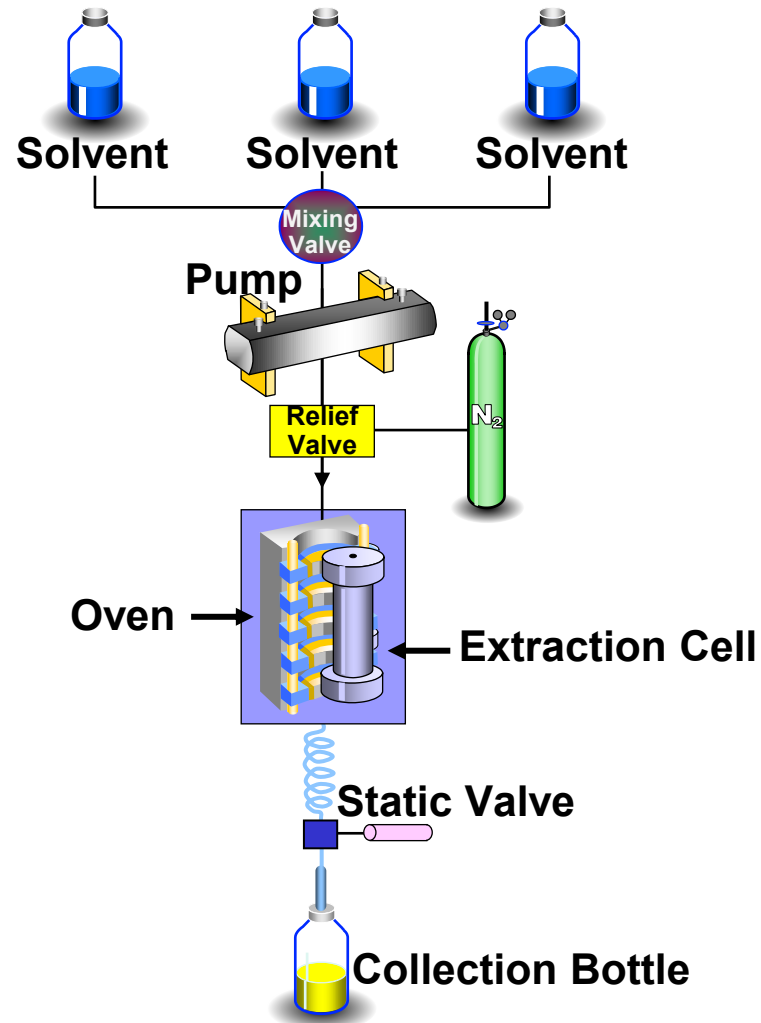
Kapacita až 24 vzorků

Soxhlet

Extrakce z pevné fáze



Jak pracuje ?



ENVIRO

Půdy

- Pesticidy a herbicidy
- PAH, PCB
- Dioxiny a furany
- Výbušniny
- Chloristany

Tkáně

- Organické polutanty a toxafény v tkáni ryb
- PAH a PCB v mušlích

Prach

- PBDE retardéry hoření

BEZPEČNOST POTRAVIN

Analýzy složek

- Obsah lipidů
- Antioxidanty
- Vitamíny
- Polyfenoly

Analýzy kontaminantů

- Pesticidy
- Herbicidy
- Perzistentní organické polutanty
- Akrylamid

CHEMIE/PETROCHEMIE

Plasty a elektronika

- PP a PE přísady
- PVC změkčovadla
- Organické kyseliny
- PBDE z plošných spojů

Spotřebitelské produkty

- Složení zubních past
- PBDE

Bio-paliva

- Lipidy
- Sacharidy

Aplikační listy na <https://appslab.thermofisher.com>

Auto Trace 280: Extraktor kapalných vzorků

Automatizovaná SPE úprava pro kapalně vzorky

$V = 20 \text{ mL} - 4 \text{ L}$

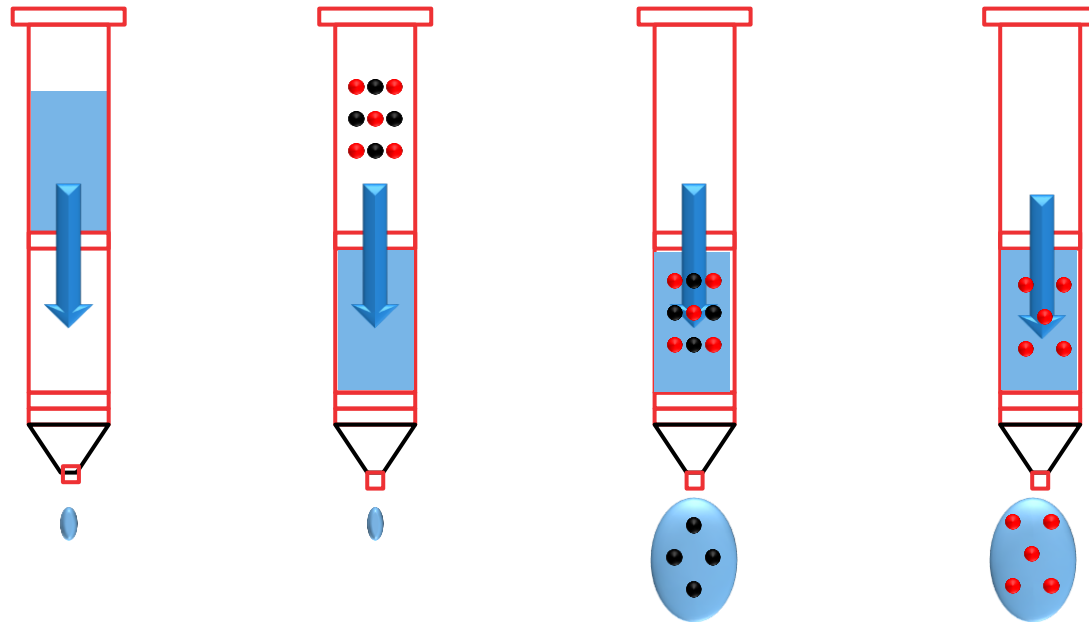
Extrakce pro 6 vzorků současně

Automatická kontrola SPE parametrů

Snížení spotřeby rozpouštědel o 20 – 50 %



Princip SPE



- Kontaminanty
- Částice našeho zájmu

Extrakce z kapaln  f ze – stacion rn  f ze

- **Silica-Based SPE Cartridges**

SolEx C8

SolEx C18

SolEx C8-Clean (Phthalate-Free)

SolEx C18-Clean (Phthalate-Free)

SolEx C18-525

SolEx Unbonded Silica

- **Carbon Based SPE Cartridges**

SolEx Activated Carbon

SolEx Graphitized Carbon

- **Polymeric New SolEx Phases**

SolEx HRPHS

SolEx SAX

SolEx SCX

SolEx WAX

SolEx WCX



1, 3, and 6 mL cartridge
47 mm disk

SPE Aplikace (EPA 500 Series)

| EPA Method | Analytes | Extraction/Analytical Methods | Chemistry Used | Part Numbers |
|------------|---|-------------------------------|--------------------|--|
| 506 | Pthalate and Adipate Esters | SPE and GC/PID | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |
| 507 | N and P-Containing Pesticides | SPE and GC | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |
| 508.1 | Chlorinated Pesticides, Herbicides & Organohallides | SPE and GC-ECD | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |
| 521 | Nitrosamines | SPE and GC/MS/MS | Carbon | 074590 |
| 522 | Dioxane | SPE and GC/MS | Carbon | 074590 |
| 525.2 | Semivolatile Organic Compounds (SVOC) | SPE and GC/MS | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |
| 525.3 | Semivolatile Organic Compounds (SVOC) | SPE and GC/MS | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |
| 526 | Semivolatile Organic in Drinking Water | SPE and GC/MS | HRPHS | 088124, 088125, 088126, 088127, 088128 |
| 527 | Flame Retardants | SPE and GC/MS | HRPHS | 088124, 088125, 088126, 088127, 088128 |
| 528 | Phenols | SPE and GC/MS | HRPHS | 088124, 088125, 088126, 088127, 088128 |
| 529 | Explosives | SPE and GC/MS | HRPHS | 088124, 088125, 088126, 088127, 088128 |
| 532 | Phenylurea | SPE and HPLC | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |
| 535 | Acetic Herbicides | SPE and LC/MS/MS | Graphitized Carbon | 075898 |
| 548 | Endothal | SPE and GC/ECD | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |
| 539 | Hormones | SPE and LC/MS/MS | HRPHS | 088124, 088125, 088126, 088127, 088128 |
| 553 | Benzidines and N-Containing Pesticides | SPE and LC/MS | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |
| 554 | Carbonyl Compounds | SPE and LC | C18 | 074410, 074417, 074412, 074623 |

U.S EPA SPE 600 /1600 Methods

| EPA Method | Analytes | Extraction and Analytical Methods | Chemistry Used |
|-------------------------------|--|-----------------------------------|----------------|
| 606,608, 609, 611, 612 | Organochlorine Pesticides and PCB's | SPE and GC/ECD | C18 |
| 1613 | Dioxins and Furans | SPE and GC/MS | C18 |
| 1614 | Brominated Diphenyl Ehters | SPE and HRGCMS | C18 |
| 1657 | Organophosphorous Pesticides | GPC/SPE and GC | C18 |
| 1668a | PCB and congeners | SPE and HRGC/HRMS | C18 |
| 1694 | Pharmaceuticals & Personal Care Products | SPE and LC/MS/MS | HRPHS |

SOLA(μ) SPE

- nov  generace kolonek pro extrakci na tuh  f zi (SPE)
- pro bio-analytick  a klinick  v zkum
- využit  mal ch objem  vzork 
- ni  p užit  rozpout del
- vysok  citlivost (a 20x vy )
- vysok  reprodukovatelnost
- vy  u roveň istoty extraktu
- snadn  p užit 



RVC

Rotační vakuový koncentrátor



| Manufacturer Type | CHRIST RVC 2-18 CD | CHRIST RVC 2-25 CDplus | CHRIST RVC 2-33 CDplus |
|---------------------------------|--|---|--|
| Rotorcapacity (examples) | 2 x 40 x 0,25/0.5 ml 3 x 30 x 0.75 ml 3 x 24 x 1.5/2.2 ml 3 x 18 x 5 ml 18 x 4/7 ml 12 x 10/15 ml 6 x Falcon 50 ml | 3 x 72 x 0,2 ml 3 x 36 x 1.5/2.2 ml 3 x 30 x 5 ml 48 x 4/7 ml 24 x 10/15 ml 24 x Falcon 15 ml 8 x Falcon 50 ml 6 x 100 ml 2 x MTP | 4 x 96 x 0.2 ml 3 x 72 x 1.5/2.2 ml 3 x 48 x 5 ml 72 x 4/7 ml 48 x 10/15 ml 48 x Falcon 15 ml 12 x Falcon 50 ml 8/12 x 100 ml 4-6 x 250 ml Schrott-flask 4 x 3 MTP 4 x deepwell |
| Drive system | magnetic drive | magnetic drive | magnetic drive |
| Temperature range | Adjustable +30, ... ,+60 °C | Adjustable +30, ... ,+80 °C | Adjustable +30, ... ,+80 °C |

RVC ve 3 variantách



RVC



RVC s vymrazovací pastí



RVC s lyofilizátorem jako
vymrazovací pastí

SuperVap zakoncentrování pomocí N2 s endpoint



SuperVap 6 : 250 ml

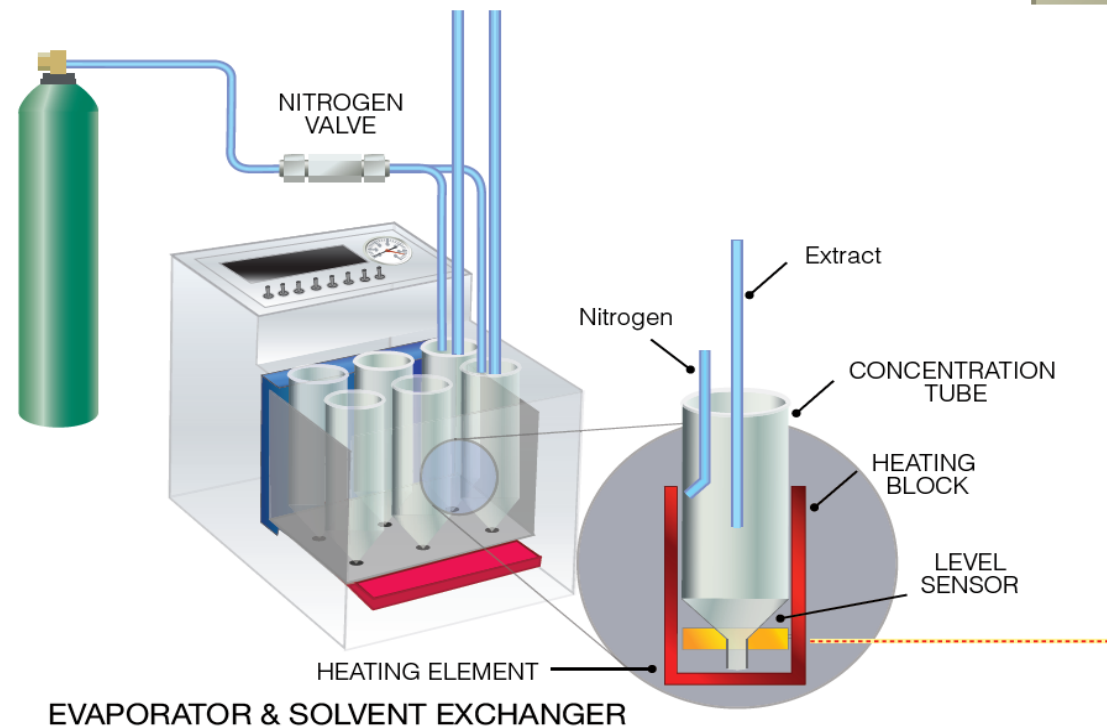
SuperVap 12: 20 – 60ml

SuperVap 24: 2 a 4ml

tip 0,5 nebo 1ml

tip 0,5 nebo 1ml

tip 300ul

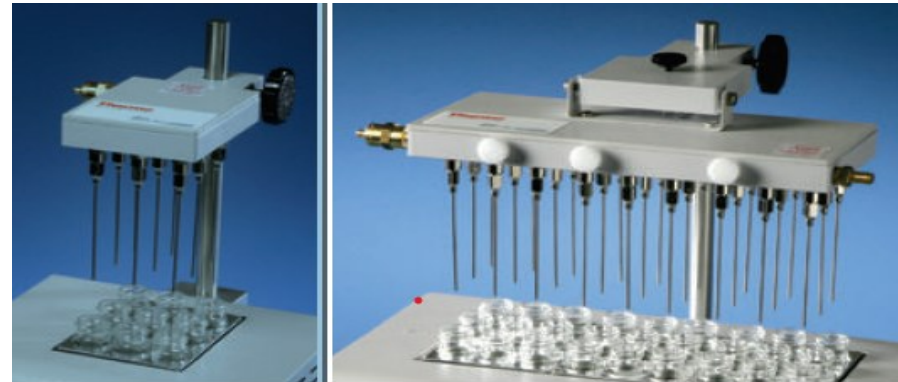


Reacti-Therm Evaporátor

Zakoncentrování dusíkem dosucha

Kapacita 9 - 18 - 27 pozicový

3 nebo 5ml

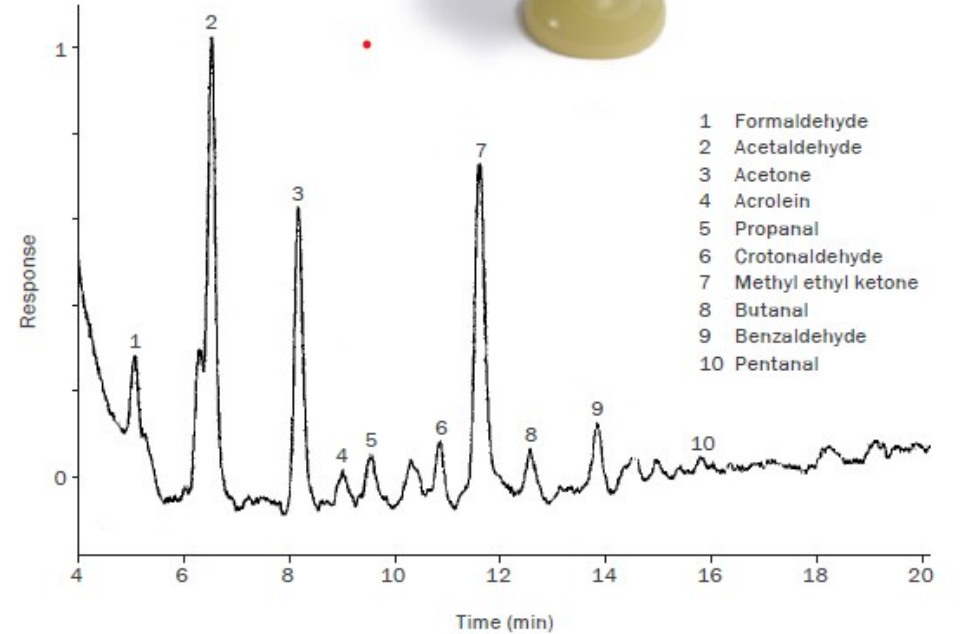


Termická desorpce

TD100 - Unity



aplikace



VOC ve vzduchu

Spojení TD s GCMS



MS ISQ 7000

GC Trace 1310



TD100-xr

Odkaz na video



Mimořádná akce pro účastníky

QUANTITATION TODAY 2020

České Budějovice, Ústí nad Labem, Brno, Pardubice



VIALKY PRAGOLAB se slevou **-30 %**

Vialky – víčka – septa – kity



Akce je platná na území ČR v CZK do 24. 4. 2020
Nezávaznou cenovou nabídku Vám obratem vytvoříme.

chromatografie@pragolab.cz
+420 736 622 897
www.pragolab.cz

Jarní akce 2020

HPLC kolony se slevou **-38 %**

Hypersil GOLD – Accucore – Synchronis - Hypercarb

BioLC kolony se slevou **-28 %**

MABPac – ProPac – PepMap

IC kolony a spotřební materiál se slevou **-25 %**

IonPac – CarboPac– EGC – supresory

GC kolony se slevou **-22 %**

TraceGOLD - Trace GC

**K nákupu GC kolony získáte zdarma kit obsahující:*

- 2ml vialky se závitem ND9 s bezpečnostním prvkem SureStop™
- uzávěry se septy - Silicone white/PTFE beige

Vialky Pragolab se slevou **-28 %**

Vialky – víčka – septa – kity

pragolab
autorizovaný distributor
thermoscientific



* Akce platí do vyprodání zásob

Akce je platná na území ČR v CZK od 1. 4. 2020 do 31.5.2020
Nezávaznou cenovou nabídku Vám obratem vytvoříme.

chromatografie@pragolab.cz

+420 736 622 897
www.pragolab.cz



www.pragolab.cz



[linkedin.com/company/pragolab-s-r-o-](https://www.linkedin.com/company/pragolab-s-r-o-)

voldrichova@pragolab.cz