

# UV-VIS spektrofotometry ; sonikátory fy.Hielscher a rotační vakuové koncentrátoři

Jiří Dalecký



## Thermo Scientific UV – VIS spektrofotometry a fluorometry

1940 - UNICAM SP 500

1987 - Pye UNICAM PU-8700

2000 - TS Genesys 10

2010 - TS Evolution 2xx



## Vhodné pro výuku a základní kontrolu kvality ve VIS oblasti spektra



**Genesys 20** : rozsah 325-1100 nm, SBW  $\leq$  8 nm , zdroj světla : TH lampa , s i bez termo . tiskárny



**Spectronic 200**: rozsah 340-1000 nm, SBW  $\leq$  4 nm , zdroj světla: TH lampa, scan : 400 – 900 nm/ 10 sec , USB

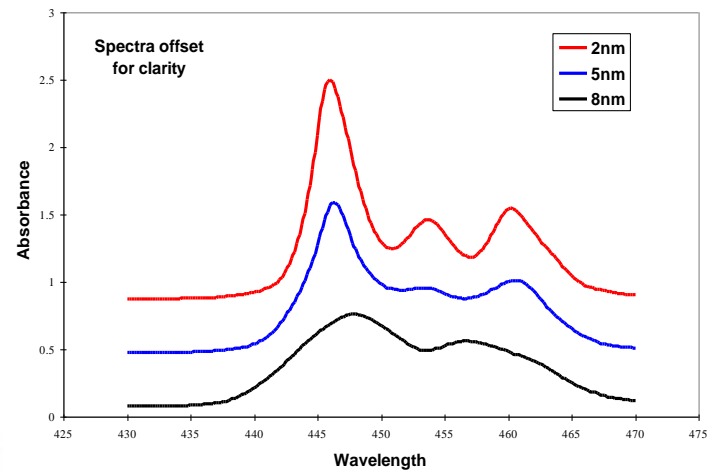


**Genesys 10S VIS**: rozsah 325-1100 nm , SBW = 5 nm, zdroj světla TH lampa , scan: 10-4200 nm / min. 6/1 místný karusel, USB

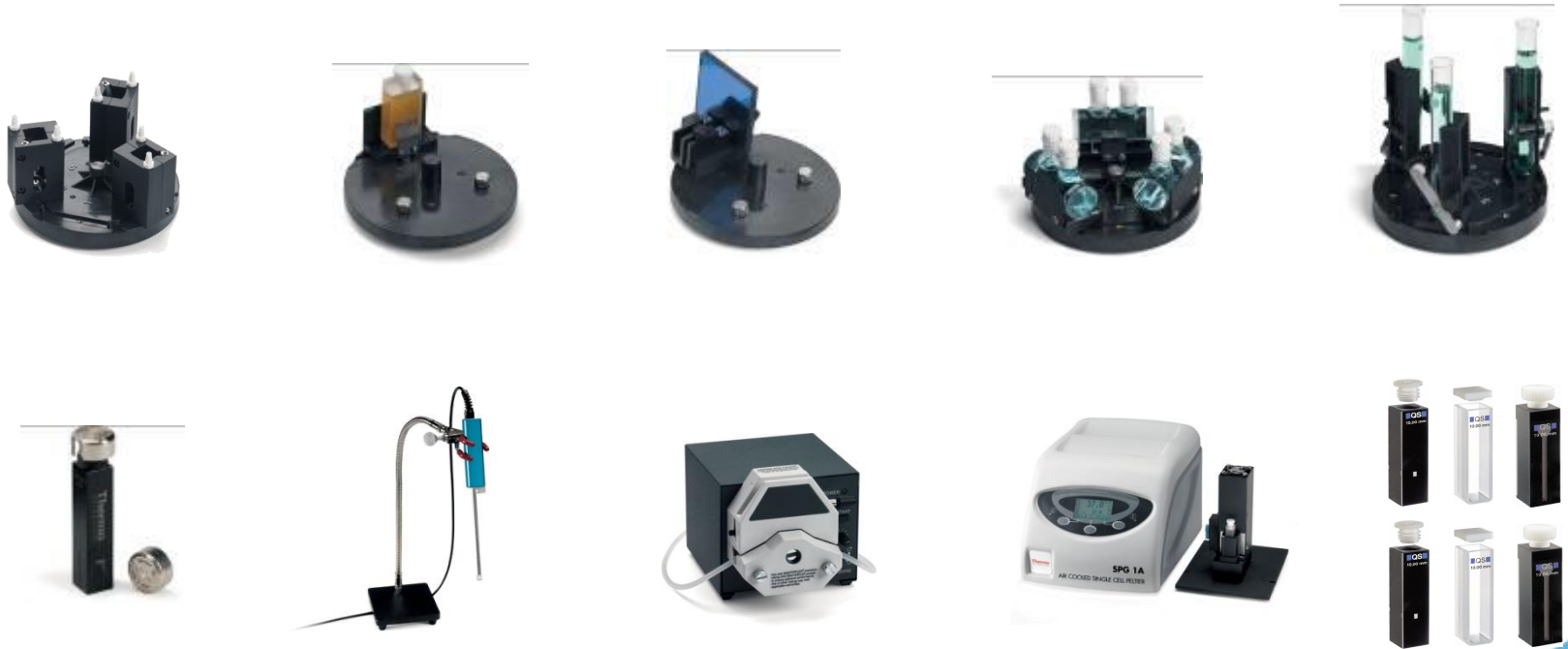
# Kontrola kvality a základní výzkumné úlohy v oblasti UV-VIS

## Genesys 10S platforma

Parametr	Spektrofotometr			
	Genesys 10S VIS	Genesys 10S UV VIS	BioMate 3S	Evolution 60S
optický systém	single beam	dual beam	dual beam	dual beam
<b>SBW</b>	<b>5,0</b>	<b>1,8</b>	<b>1,8</b>	<b>1</b>
zdroj světla	TH lampa	Xe flash lamp	Xe flash lamp	Xe flash lamp
rozsah [ nm ]	325-1000	190-1100	190-1000	190-1000
řízení spektrometru	LC/PC	LC/PC	LC/PC	LC/PC
scan	10-4200 nm/min	10-4200 nm/min	10-4200 nm/min	10-4200 nm/min
USB	ano	ano	ano	ano
karusel 6/1	ano	ano	ano	ano



## Genesys 10S platforma- možné příslušenství

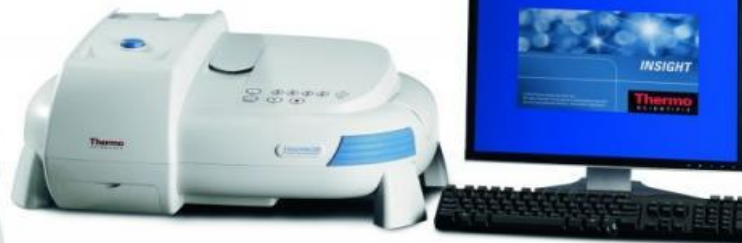


PC software : VISION*lite*, Enlab, Color calc , MaterialsCalc

# Kontrola kvality a základní výzkumné úlohy , farmaceutika ( UV-VIS ), materiálová měření v oblasti UV-VIS

## Evolution 2xx platforma

Parametr	Spektrofotometr		
	Evolution 201	Evolution 220	Evolution 260 Bio
optický systém	double beam	double beam	double beam
SBW (nm)	1	1 a 2, AFBG	1 a 2 , AFBG, Bio SW modul
zdroj světla ( nm)	Xe flash lamp	Xe flash lamp	Xe flash lamp
detektor	dual Si photodiodes	dual Si photodiodes	dual Si photodiodes
scan	≤ 1-6000 nm/min	≤ 1-6000 nm/min	≤ 1-6000 nm/min
USB	ano	ano	ano
řízení spektrometru	LC/PC	LC/PC	LC/PC



- **Temperované „ changery „ 8 místný lineární a 7 místný rotační ( temperace Peltier ,a také cyrkulační termostat )**
- **Teplotní rozsah : 0 – 100 ° C ; teplotní přesnost / opakovatelnost :  $\pm 0,1$  /  $\pm 0,05$  ° C**
- **možnost míchání vzorku : 250-2000 rpm**
- **Automatické nalezení středové pozice každé kyvety , možnost práce se semi-micro i ultra-micro kyvetami .**
- **Referenční pracoviště VŠCHT Praha - Chobotix**
- **8 místný lineární changer – 96 měření / min – kinetiky**

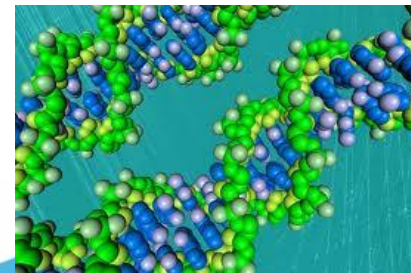


# Spektrofotometry pro oblast „ Life Science „

„ Bio „ software obsahuje metody : koncentrace a poměr nukleových kyselin při 260/280 a 260/260 nm také scan; koncentrace proteinů pro 280 a 205 nm; Coomassie/Bradford ( Standard a Micro); Lowry; BCA; Pierce Micro-BCA; Pierce 660 nm; Biuret; Warburg-Christie, růst buněk ...

- Genesys 10S Bio
- BioMate 3S;
- Evolution 60S Bio ( NanoCella )
- Evolution 260 Bio

Skupina NanoDrop : NanoDrop*Lite* , NanoDrop 2000/2000c; NanoDrop 8000; NanoDrop 3300 ( fluorometr )





# Předběžný i kvalifikovaný základní výzkum UV - VIS

## Evolution 300 LC / PC

Parametr	Evolution 300
optický systém	double beam
SBW ( nm )	0,5; 1,0 ; 1,5; 2,0; 4,0
zdroj světla	Xe flash lamp
detektor	2xSi photodiode
scan	volitelný 1 - 3 800 nm/ min.
datové rozhraní	RS - 232

**Aplikace : „ Life Science „ ; QC; farmacie ; materiálový výzkum**



# Konec životnosti platformy Helios

## AKCE 2015

Akční nabídka platná do 30. 6. 2015

Vraťte starý spektrofotometr jakéhokoliv výrobce a udělejte si radost novým od renomovaného výrobce **Thermo Scientific** za akční cenu.



Spektrofotometr	Spektrální rozsah (nm)	Zdroj světla	SBW (nm)	Detektor	Optický systém	Datové rozhraní	Ovládání	Cena po slevě (Kč)	Sleva (Kč)
Spectronic 200	340-1000	W	≤ 4	CCD s 2048 elementy	jednopaprskový	2xUSB	LC	49 900	8 700
Genesys 10S Vis	325-1100	W	5	fotodioda	jednopaprskový	USB,PC	LC	86 100	15 000
Aquamate 7000	325-1100	W/D	2	fotodioda	jednopaprskový	RS 232	LC/PC	79 300	13 800
Aquamate 8000	190-1100	W/D	2	fotodioda	jednopaprskový	RS 232	LC/PC	126 000	22 000
Genesys 10S UV-Vis	190-1100	Xe pulzní	18	dvě fotodiody	s děleným paprskem	USB	LC/PC	125 100	21 800
Evolution 60S LC	190-1100	Xe pulzní	1	dvě fotodiody	s děleným paprskem	USB	LC/PC	139 200	24 200
Evolution 201 LC	190-1100	Xe pulzní	1	dvě křemíkové fotodiody	dvoupaprskový	USB	LC/PC	185 500	32 500
Evolution 220 LC	190-1100	Xe pulzní	1 a 2, AFBG	dvě křemíkové fotodiody	dvoupaprskový	USB	LC/PC	225 900	39 300
Evolution 260 LC	190-1100	Xe pulzní	1 a 2, AFBG	dvě křemíkové fotodiody	dvoupaprskový	USB	LC/PC	235 500	41 000

**pragolab**

Podmínky akce naleznete na [www.pragolab.cz](http://www.pragolab.cz)

# Johann Heinrich LAMBERT - August BEER



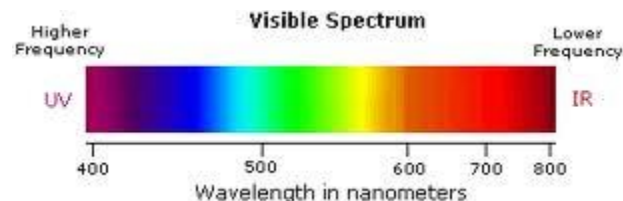
1728-1777



1825-1863

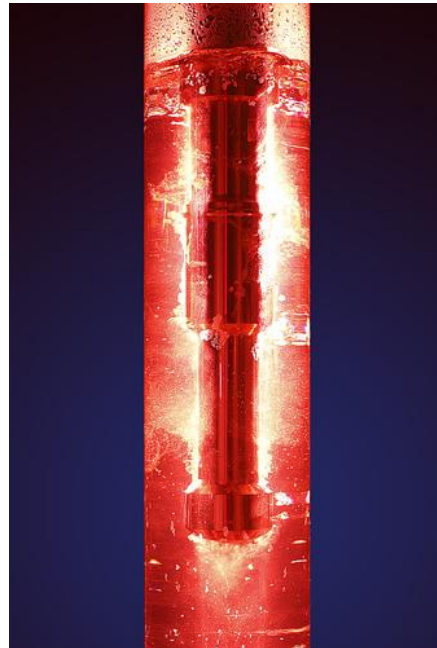
J.H. Lambert :  $A = a \cdot d$  ; A ... absorbance, a ... součinitel absorbance, d ... tlouška vrstvy.  
August Beer :  $a = e \cdot C$  ; e ... molární absorpční koeficient, C ... koncentrace

## Lambert - Beerův zákon : $A = e \cdot C \cdot d$



# Sonikátory fy. Hielscher

- Pracovní proces :
- Diskontinuální ( laboratorně dle sondy 0,1 – 2000 ml, sonikační nádoba do cca 30 L )
- Kontinuální ( průtočné cely i chlazené ,  $T = 80^{\circ} \text{C}$  ;  $P = 5 \text{ bar}$  ,  $\eta$  100 000 cP 24 h / 7 dnů ,  $4 \times 16 \text{ kW} : 0,5 - 50 \text{ m}^3 / \text{h}$  dle procesu ).

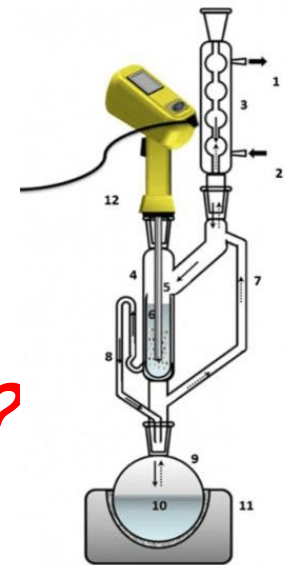


# Užívané aplikace

- Emulzifikace – farmacie , kosmetika : krémy , skin lotions , bioplynové stanice , čištění odpadních vod
- Dispergace / deaglomerace – výroba barev , inkousty , leštidla
- Degasifikace
- Lyse „ life science „
- Extrakce – účinné látky , kofein, šafrán, katalytické reakce
- Sonochemie - nano částice , Grafen
- Jemné mletí , čištění kabelů , drátů a pásků , konzervace potravin

• *Jak k požadované aplikaci ?*

•  $\{E (W) \times t (s)\} / V (ml) - \text{testy}$



Sono-Soxhlet

© Djenni et al. (2012). Sono-Soxhlet: In Situ Ultrasound-Assisted Extraction of Food Products.

# Testovací přístroj UP 200 Ht / St

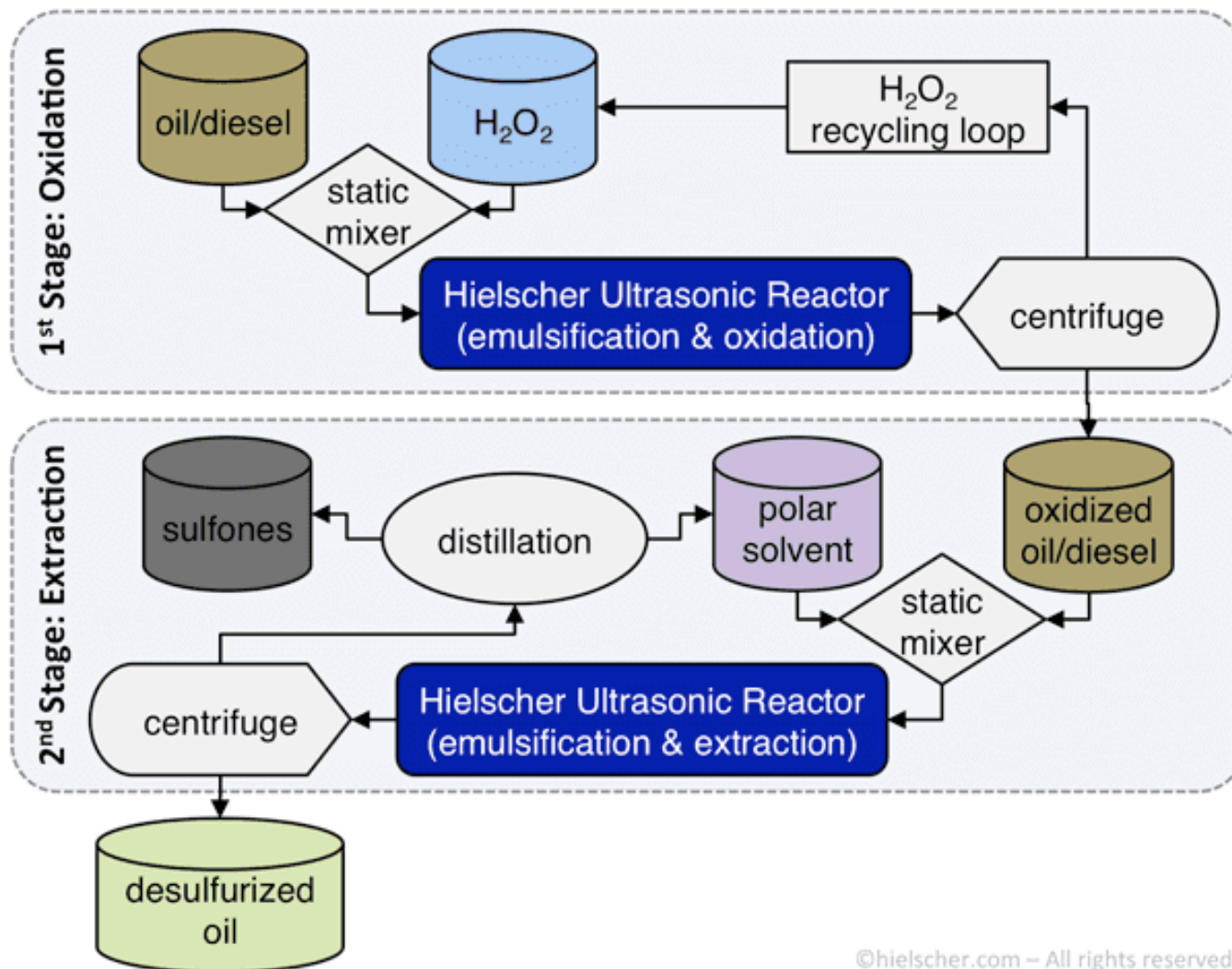
- UP 200 St / Ht : 200 W , 26 kHz – automatické nastavení , amplituda : 20-100% – hrot sonotrody 70 $\mu$ m , pulzy : 0-100% : **sonikační energie / objem**



# Poloprovozní testování , UIP 1000 / 2000 hd



# Oxidační desulfurizace s pomocí ultrazvuku



©hielscher.com – All rights reserved.



# Rotační (centrifugační) vakuové koncentrátory (RVC) fy. Martin Christ

- Fma. Martin Christ GmbH. od roku 1948 výroba lyofilizačních zařízení a centrifug .
- Sigma-Zentrifugen GmbH ( sestra MCH ) od roku 1975 samostatná výroba centrifug . **SIGMA centrifugy – garance výrobce max. teploty v rotorové komoře do 4 ° C při max. otáčkách .**
  - RVC ~ evakuovaná centrifuga



# Možnosti zakoncentrování vzorků

- **Dusíková jehla** ( Nitrogen Blow – down ): **rychlé odpaření** , jen pro malé objemy, nebezpečí náhlého vzkypění , potřeba drahého dusíku , odsávání , hořlavá rozpouštědla ? , nutný dozor ,
- **Vortex** : **rychlé odpaření za nízké teploty** , **relativně velké objemy** , bez možnosti vizuální kontroly , riziko vyublání – znečištění vzorků , manipulace se vzorky .



# Možnosti zakoncentrování vzorků

- **Rotační odparka** : relativně rychlé odpaření , bezpečné – vodní lázeň , kontrola vakua a i kontrola vakua , jen jeden vzorek , velikost vzorku , nutnost čištění , riziko kontaminace vzorku z důvodu netěsnosti
- **RVC** : bezpečné – RCFxg ( zakoncentrování na dně a stěnách zkumavky ) , dobrá manipulace se vzorky , kontrola vakua , nízká teplota odpaření ( termolabilní vzorky ) , redukce možnosti vzkypění , možnost nastavení teplotní „ rampy „ , směsná rozpouštědla , relativní pomalost procesu ( IR ) , omezená vizuální kontrola .



- **Výhody RVC –metody :**

- **Optimální metoda pro šetrné zakoncentrování vzorků**
- **Velice rychle odpaření rozpouštědla z různých vzorků za přesně kontrolovaných podmínek .**
- **Nízká teplota vzorku ( termolabilní látky )**
- **Centrifugační síla ( RCF $\times$ g ) zamezuje „ vyublání „ vzorku**
- **Vzorky jsou koncentrovány na dně a stěnách vialek / zkumavek  
- dobré pro další zpracování .**

# RVC fy Martin Christ

typ	RVC 2-18 Cdplus	RVC 2-25 CD plus	RVC 2 - 33 Cdplus
rpm	1500	1550	1550-1750
RCF x g	210	235	500-530
typy rotorů ( příklady )	2x40x0,25/0,5 ml 3x24x1,5/2 ml 6x50 ml Falcon	3x72x0,2 ml 3x36x1,5/2 ml 8x50 ml Falcon 6x100 ml 2xMTP	4x96x0,2 ml 3x72x1,5/2 ml 12x50 ml Falcon 8/12x100 ml 4-6 x250 ml 4x MTP/ deepwell
pohon	magnetický	magnetický	magnetický
teplotní rozsah (°C )	30 .. 60	30 ... 80	30 ... 80
ovládání	CD plus	CD plus programovatelný	CD plus programovatelný
vývěva	1,7 - 3,6 m3/ h s a nebo bez kondenzoru	1,7 - 3,6 m3/ h s a nebo bez kondenzoru	1,7 - 3,6 m3/ h s a nebo bez kondenzoru vymrazovací past
možné vakum dle vývěvy ( mbar )	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1



**RVC 2-18 / 2-18 HCI**

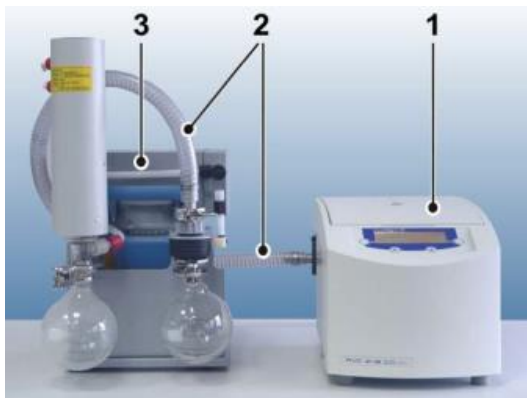


**RVC 2-25**

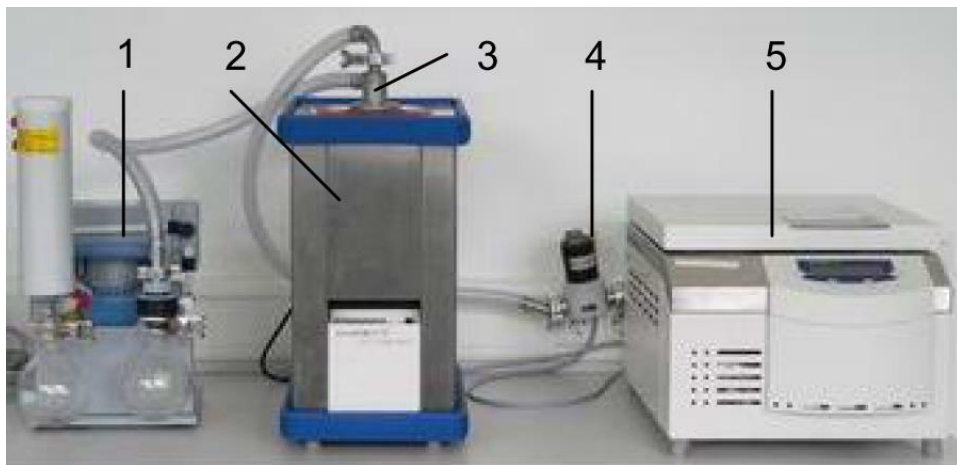


**RVC 2-33 / 2-33 IR**

# Základní uspořádání



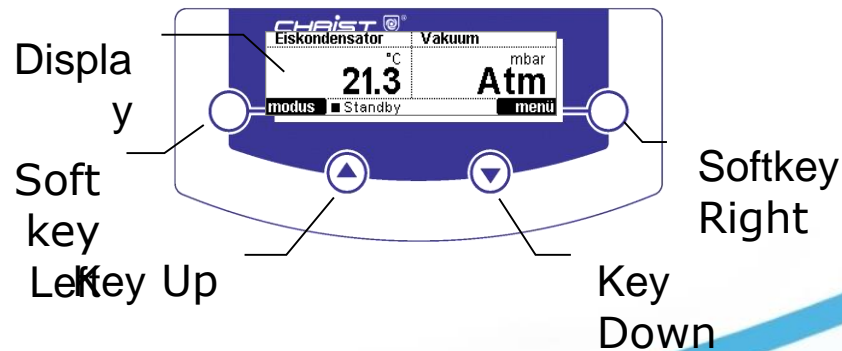
**RVC 2-18 + vývěva**



**RVC 2-25 + vývěva  
+ vymrazovací  
past MZ 2C**

# RVC 2-33 IR

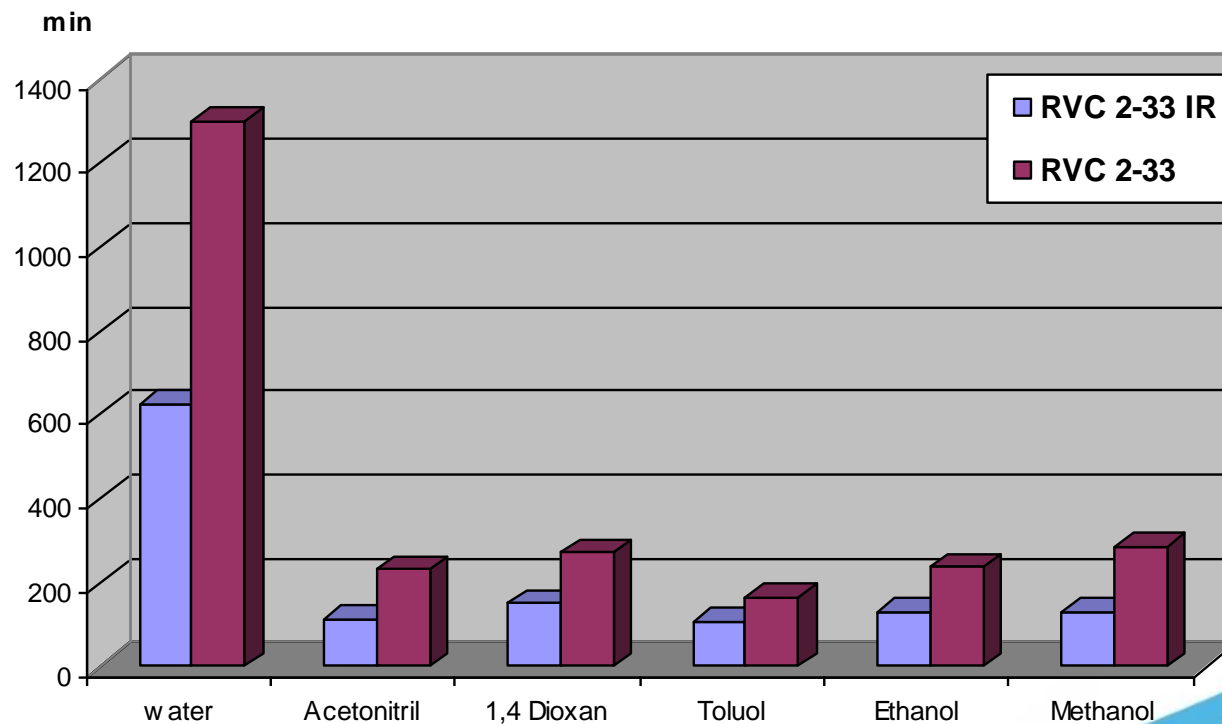
- CD plus ovládací systém , který zahrnuje programování teploty a vakua
- Teplotní rozsah : 30 ... 80 ° C , ohřev 4 x IR lampa
- Modul TMM 3x teplotní senzor : rotor , vialka a vzorek – integrovaný se všemi rotory ( až 4 x 500 ml )
- Ohřev je regulován teplotními čidly rotoru a vzorku



# Porovnání doby odpařování , elektrický a IR ohřev

**IR ohřev 2-3x rychlejší**

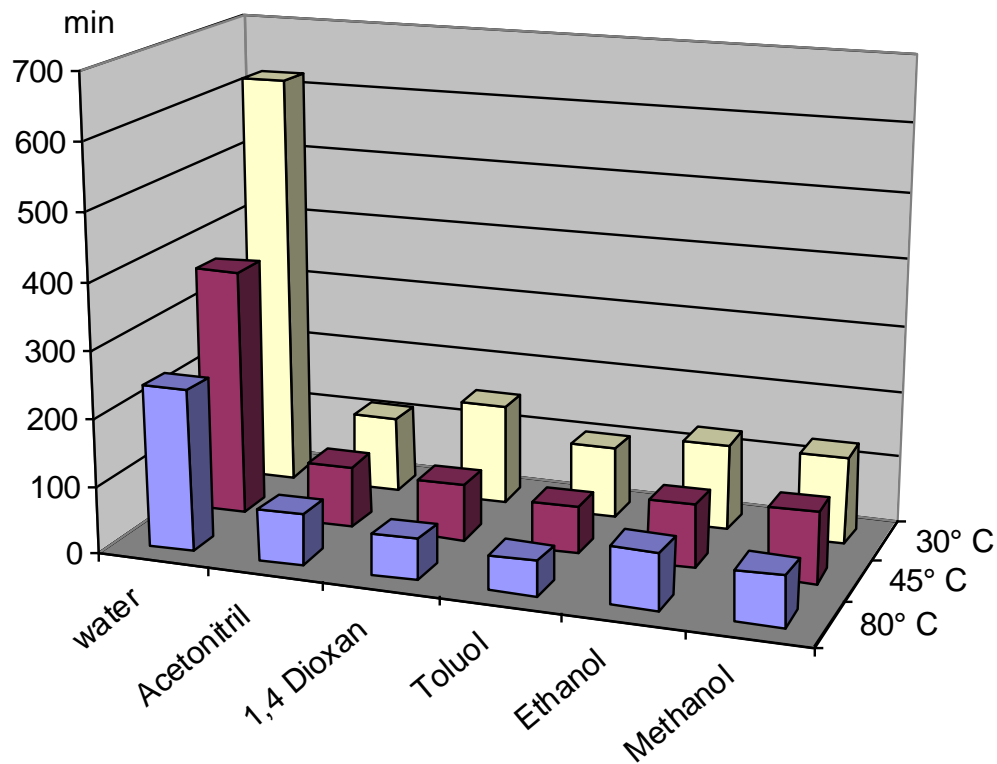
12x100 ml ( po 50 ml ) ; p = 10 mbar , t = 30°C





# Doba odpařování RVC 2-33 IR , různá teplota pro stejné rozpouštědlo

12x100 ml ( po 50 ml ) , p = 10 mbar , teplota je teplota rotoru



# Aplikace

- DNA / RNA ( rozpouštědlo : voda , EtOH, MeOH )
- Syntéza peptidů
- PCR
- HPLC ( rozpouštědla : voda , ACN
- Izolace / syntéza organických látek
- Skladování / manipulace s látkami ( knihovna )
- Analýza potravin / agro ( rezidua )
- Analýza životního prostředí ( voda , kaly , odpadní vody )
- Toxikologie / soudní lékařství ( narkotika , léky ... )

# Otázky prosím



[dalecky@pragolab.cz](mailto:dalecky@pragolab.cz)

**Děkuji za pozornost**