

Příprava vzorků pomocí automatu Freestyle ve forenzních a toxikologických analýzách vzorků

Jindřiška Dolinová, produktový specialista

V Praze dne 1. 6. 2022



Výrobce LCTech



- na trhu od roku 1993 jako distributor produktů Pickering
- německý výrobce specializovaný na instrumentaci pro přípravu vzorků při analýzách organických sloučenin před chromatografickou analýzou a při přípravě vzorků pro analýzy mykotoxinů



Nabídka LCTech



Automatický robotizovaný systém Freestyle

SPE, GPC, zakoncentrování vzorků, přímý nástřik na LC kolonu

Příprava vzorků před analýzou POPs

automaty pro přečišťování vzorků, zakoncentrování vzorků

System pro gelovou permeační chromatografií



Nabídka LCTech



Materiál a přístroje pro stanovení mykotoxinů

Spotřební materiál pro přípravu vzorků při stanovení mykotoxinů

Fotochemický reaktor pro derivatizaci aflatoxinů

Rychlotesty ELISA

Vakuový manifold



Freestyle



Základní jednotka, kterou lze doplňovat různými typy modulů
Robot X,Y,Z

Dávkovací pumpa

Dávkovací smyčka

Distribuce rozpouštědel

Dávkovací jehla s dvojitou stěnou

Držáky pro sklo v přední části přístroje



Freestyle



Dávkovací jehla

Dvojitá stěna pro dva nezávislé vstupy kapalin

Podél stěny jsou otvory v úhlu 360°

- určeno na oplach prostoru, ve kterém je jehla aktuálně umístěna
- možnost odstranění vzduchu během plnění skla vzorkem

Speciální tvar špičky jehly (septum nezničí, po vytažení jehly je zachováno)



Freestyle



Držáky pro sklo v přední části přístroje

Uživatel si libovolně umístí zvolený držák do přístroje a uloží do metody



Freestyle



Držáky pro sklo v přední části přístroje



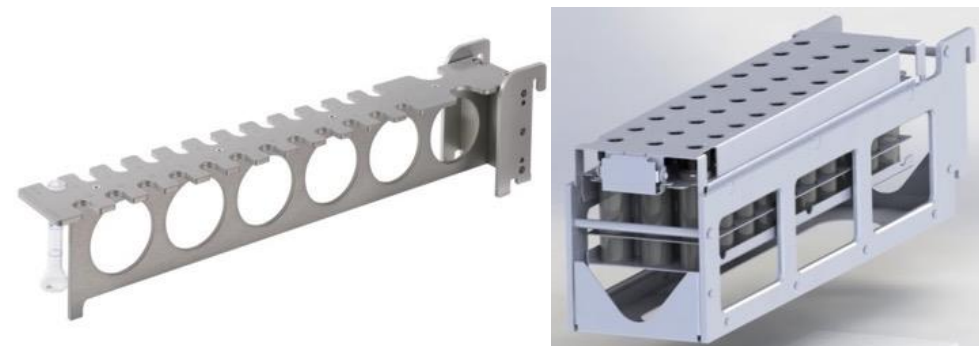
Freestyle



Držáky pro sklo v přední části přístroje

Lze je ohřívat nebo chladit
Lze dávkovat i do odměrných
baněk

Víko pro vialky, do kterých
se přímo eluují frakce z SPE
(1, 4, 16 ml)



Freestyle



Moduly k Freestyle Basic

Freestyle SPE

Freestyle ThermELUTE (příprava vzorků pro mykotoxiny)

Freestyle HPLC Direct Injection

Freestyle EVA

Freestyle GPC

Freestyle XANA, Freestyle QuEChERS (specifické aplikace)



Freestyle



System pro přípravu vzorků při analýzách

Krmiv

Potravin

Vzorků životního prostředí

Léčiv

Návykových látek atd.



Freestyle SPE

SPE modul
Pohyb po ose Z
Univerzální
pro všechny typy
SPE a IA kolonek

Řídící jednotka
pro SPE modul



Freestyle SPE



Kolonky od 1 do 15 ml

Imunoafinitní kolonky 1 a 3 ml

kolonky jsou zavíčkované a připraveny
k okamžitému použití

Skleněné kolonky s maximálními rozměry

105 x 17,5 mm (délka x průměr)



Freestyle SPE



Tlaková (pozitivní) extrakce ve všech krocích,
kde je aplikována kapalina

Jeden držák pro všechny
typy SPE kolonek
(umístění kolonek je
optimalizováno
pomocí adaptérů)



Freestyle SPE

Držák na SPE kolonky - adaptéry



Freestyle SPE



SPE kolonka může být posunuta do kterékoli části systému

Standardně 3 typy rozpouštědel

Možnost rozšíření na 6 typů nebo na 15 typů rozpouštědel



Freestyle SPE



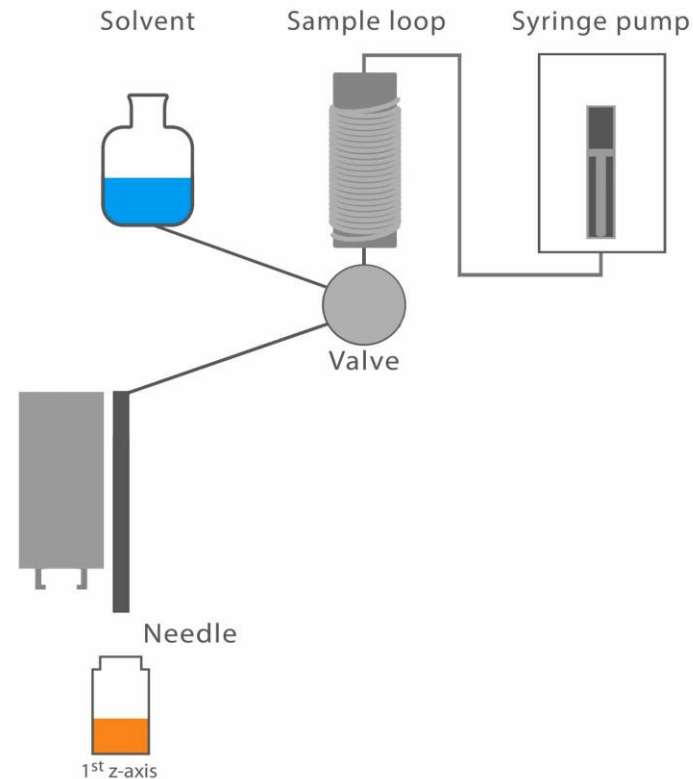
Standardní proces se vzorky

1. Násátí vzorku do jehly a nadávkování do SPE kolonky
2. Možnost opakování procesu až do celkového objemu vzorku 100 ml
3. Odvod nepotřebné kapaliny do odpadu
4. Vialka, která obsahovala vzorek může být na závěr promyta rozpouštědlem



Freestyle SPE

Standard Sample Application

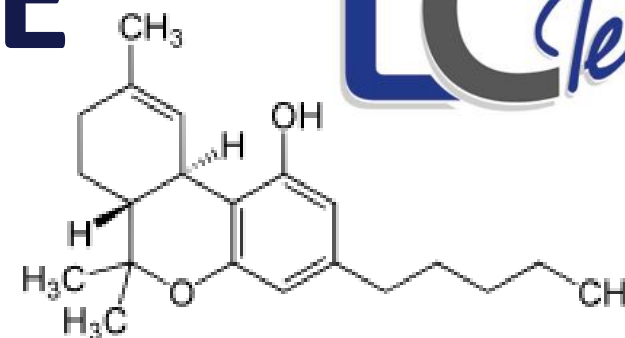


Elution

Aplikace - Freestyle SPE



Stanovení THC a jeho derivátů v moči



Column	CHROMABOND® HR-X, 3 mL, 200 mg
Conditioning	2 mL methanol (2 mL/min) 2 mL H ₂ O (Millipore) (2 mL/min) 2 mL ammonium acetate buffer (50 mM) (2 mL/min)
Loading	The sample is applied onto the column with a speed of 1-2 mL/min
Washing	5 mL methanol/H ₂ O (Millipore) (V:V, 3:7) Drying for 10 min
Elution	3 mL hexane-ethyl acetate-glacial acetic acid (V:V:V, 75:25:1)

Analyte	Recovery rate [%]	
	Manual	FREESTYLE™ SPE
THC	80 ± 3	90 ± 9
THC-OH	77 ± 10	80 ± 6
THC-COOH	98 ± 8	93 ± 8

Freestyle SPE

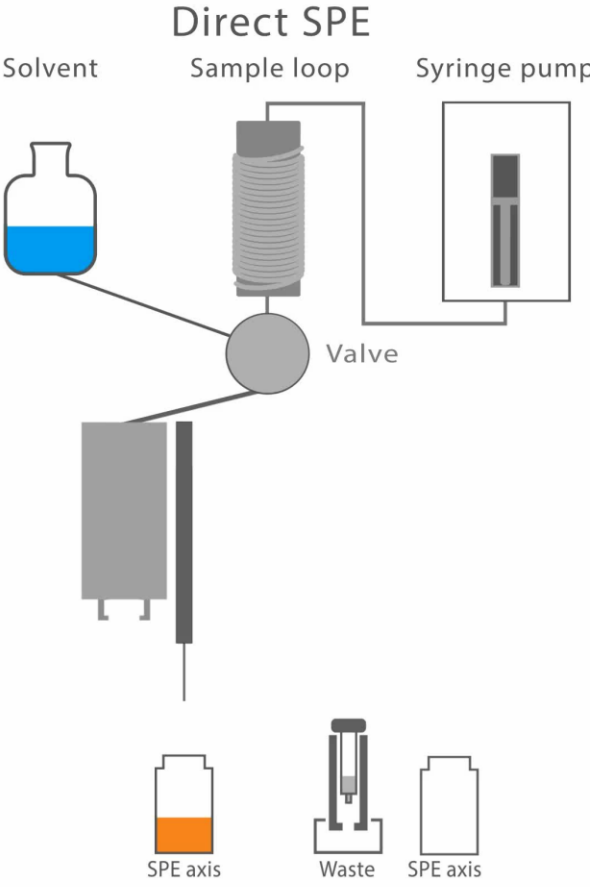


Proces s SPE kolonkou – dávkování malých objemů

1. SPE kolonka je přemístěna do portu, kde je odváděna odpadní kapalina
2. Na SPE kolonku je nadávkováno cca 250 μ l vzorku pomocí pipetovací jehly
3. Vzorek je protlačen sorpčním ložem tlakovou extrakcí



Freestyle SPE



Freestyle SPE



Obousměrné SPE (bidirect)

1. Vzorek je nasáván do SPE kolonky zespodu
2. Po průchodu vzorku ve směru nahoru je zpět opět zatlačen shora dolů

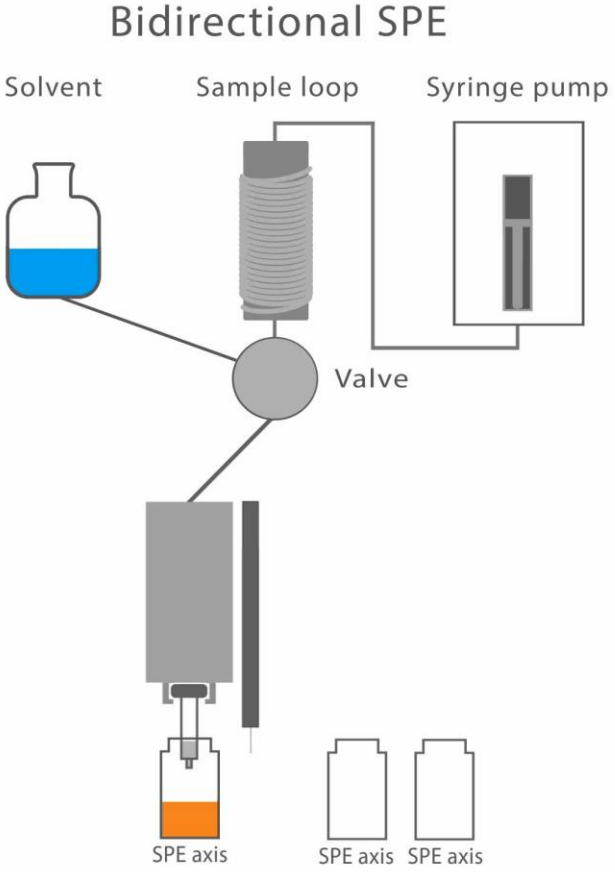
= vhodné pro forenzní a dopingové aplikace

= důsledná interakce vzorku se sorbentem

= vzorek se nijak nedotkne součástí instrumentu, jde pouze o styk vzorku s vialkou a SPE kolonkou



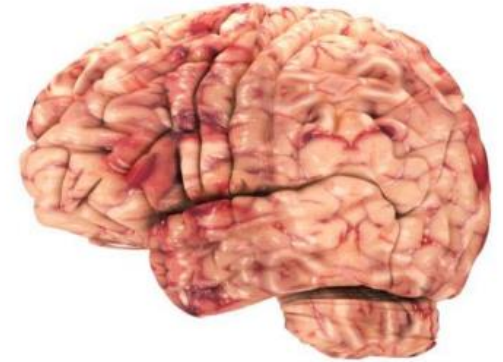
Freestyle SPE



Aplikace - Freestyle SPE



- Vhodné pro lepkavé vzorky např. mozková tkáň



- Kapalný vzorek je možné po aplikaci na sorbent zachytit do vialky pro další možné analýzy



Aplikace - Freestyle SPE



Aplikace č. AN0022

Amphetamine

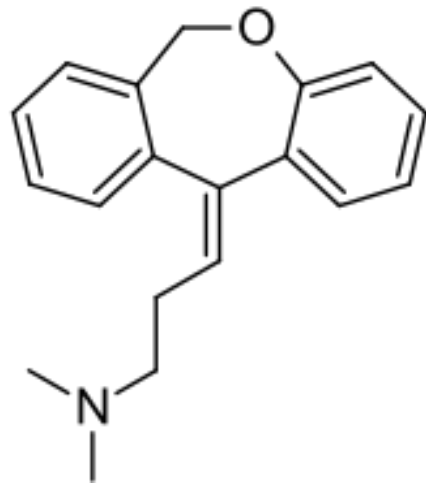
Benzoylecgonine

Cocaine

Codeine

Diazepam

Doxepin



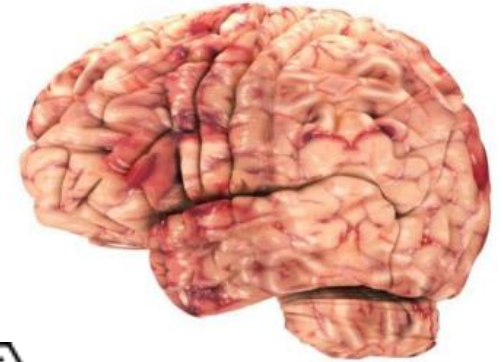
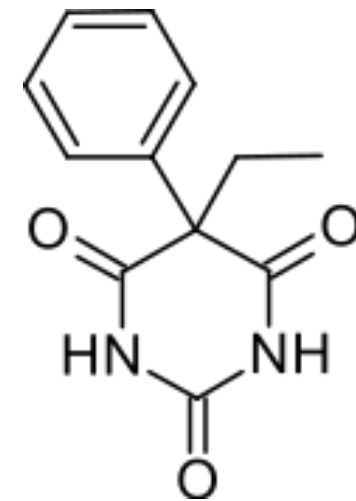
Ibuprofen

Methadone

Metoprolol

Morphine

Phenobarbitone



Aplikace - Freestyle SPE



Aplikace č. AN0022

0,5 g homogenizovaného vzorku + fosfátový pufr + standard

SPE kolonka Evolute CX-50 – kondicionace fosfátovým pufr

Aplikace 5 ml vzorku

Promytí vodou

Eluce ethyl-acetát/isopropanol nebo
ethyl-acetát / isopropanol /trimethylamin

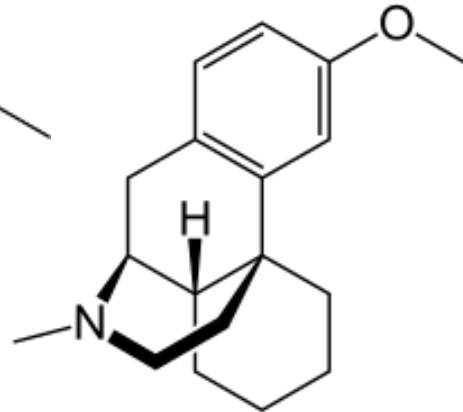
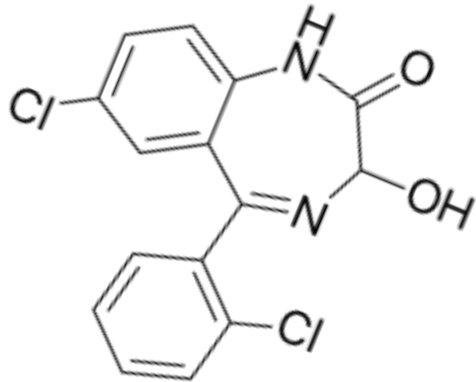
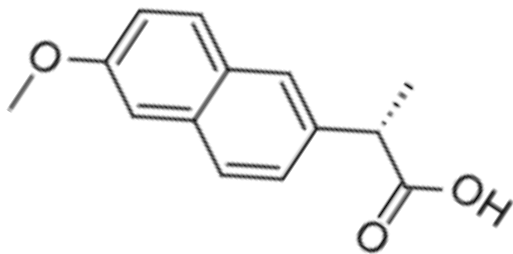
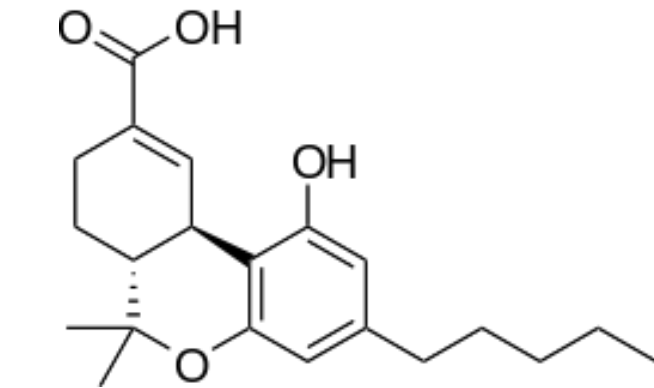
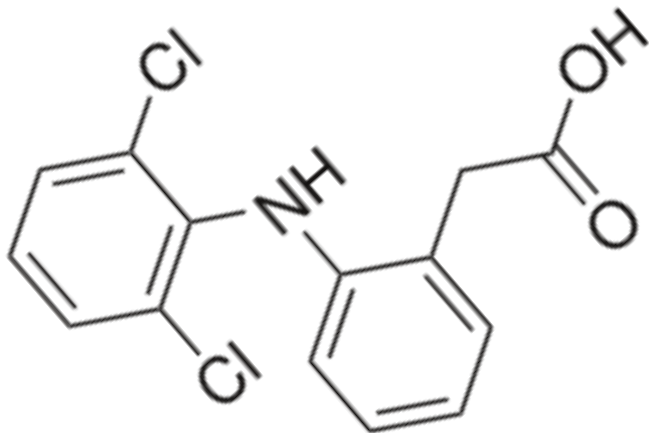
Analýza GC/MS



Aplikace - Freestyle SPE

Aplikace č. AN0023

98 typů léčiv a návykových látek



Aplikace - Freestyle SPE



Aplikace č. AN0023

0,5 ml lidské krve + 2,5 ml vody

SPE HLB – promytí vodou

Aplikace 5 ml vzorku

Promytí kolonky vodou

Eluce metanolem

Analýza LC-MS/MS



Freestyle SPE



Možnost zapojení dvou SPE kolonek do série



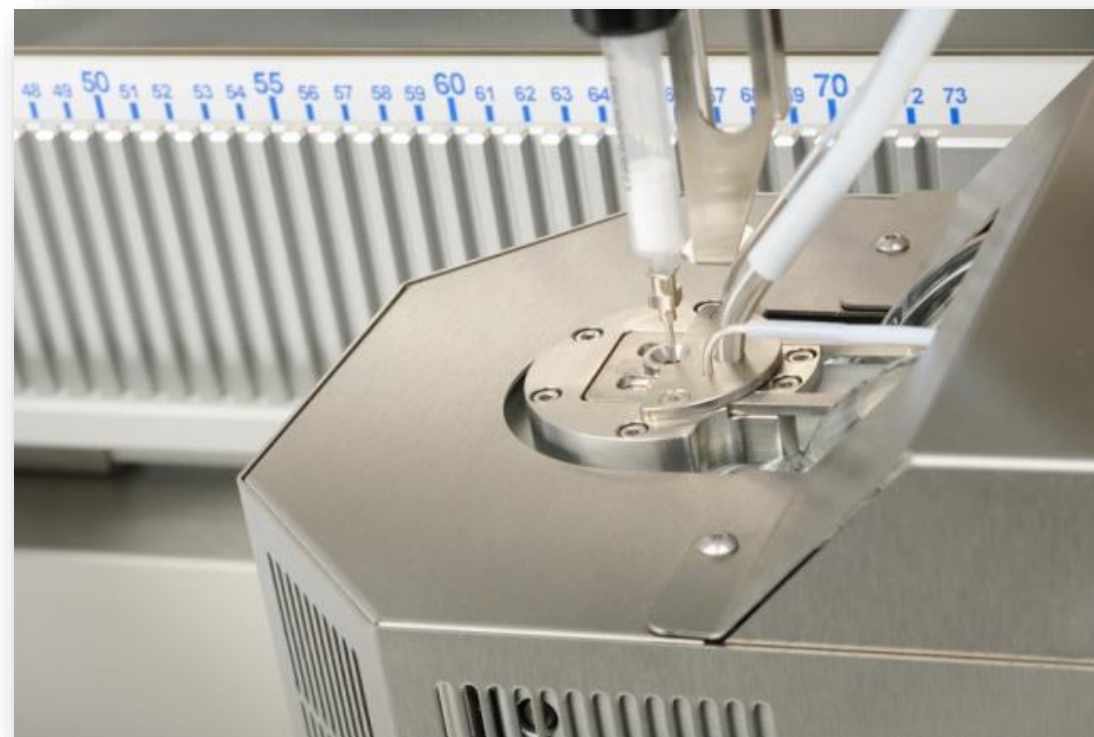
Píst s malým mrtvým objemem



Freestyle SPE



Možnost přímého dávkování eluátu do modulu EVA
pro zakoncentrování



Freestyle SPE



Volitelné příslušenství:

Připojení dusíku pro sušení SPE kolonek před jejich elucí

Možnost připojení čtečky čárových kódů

Senzor pro kontrolu výšky hladiny
v nádobě s kapalným odpadem



Freestyle



Aplikace

<https://www.lctech.de/en/downloads/applications.html>

Webináře

<https://www.lctech.de/en/news/webinars.html>

Videa

<https://www.lctech.de/en/news/videos.html>



Webináře nejen o Freestyle

<https://eshop.labicom.cz/webinare>

Multifunkční automaty

Možnosti automatizace přípravy vzorků před chromatografickou analýzou – Freestyle od německého výrobce LCTech

J. Dolinová (HPST) *(9. 11. 2021)*

Autorizovaný distributor
Agilent Technologies



Děkuji za pozornost!

<https://www.youtube.com/watch?v=pkbgq2NlMrM>

HPST, stánek č. C04

Webináře

www.eshop.labicom.cz/webinare

Záznamy webinářů

- PŘÍPRAVA VZORKŮ (spotřební materiál, drobné laboratorní vybavení a instrumentace)
- KAPALINOVÁ CHROMATOGRRAFIE A KAPILÁRNÍ ELEKTROFORÉZA
- PLYNOVÁ CHROMATOGRRAFIE
- ATOMOVÁ A MOLEKULOVÁ SPEKTROSKOPIE
- MOLEKULÁRNÍ A BUNĚČNÁ BIOLOGIE
- LABORATORNÍ NÁBYTEK
- Novinky a trendy Agilent Technologies 2020

www.hpst.cz