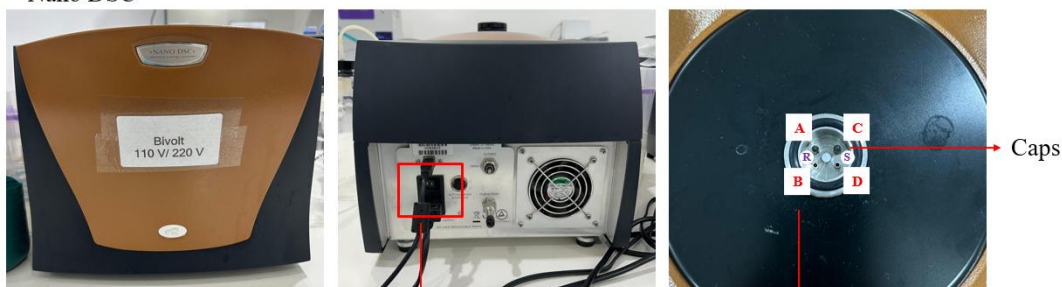


Guia rápido de utilização Nano DSC – análise calorimétrica por varredura

O equipamento é composto por:

- Computador contendo o software “DSC Run”;
- Nano DSC;
- Estação de desgaseificação.

Nano DSC

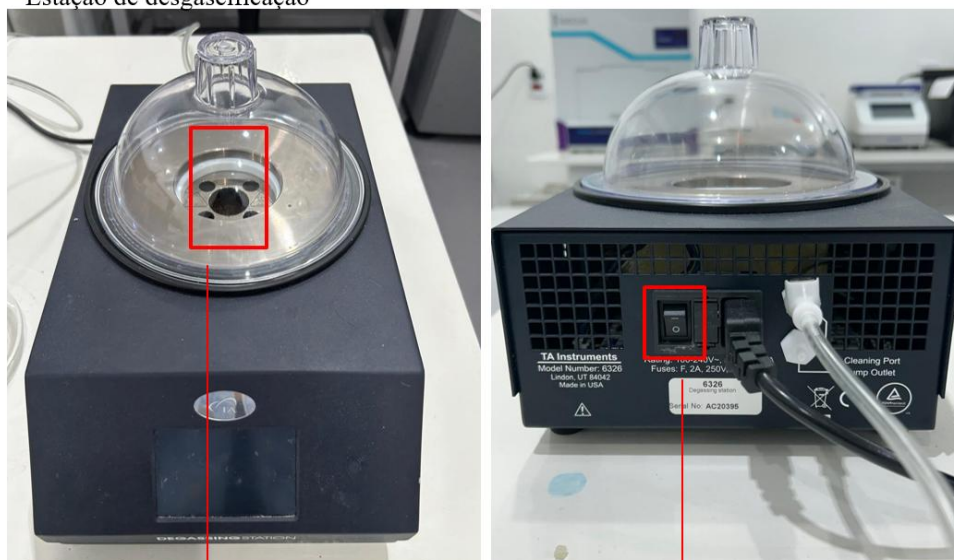


Botão lig/desl

Posição das células

- Células “A” e “B” pertencem à célula de referência “R”.
- Células “C” e “D” pertencem à célula da amostra “S” (sample).

Estação de desgaseificação



Local para o becker contendo a solução (tampão ou amostra e magneto) para realizar a desgaseificação

Botão lig/desl

Materiais necessários:

- Par de Luvas;
- Pipetas de 1000 μ L e de 100 μ L;
- Tips de cada pipeta;
- 2 béqueres de 5mL;

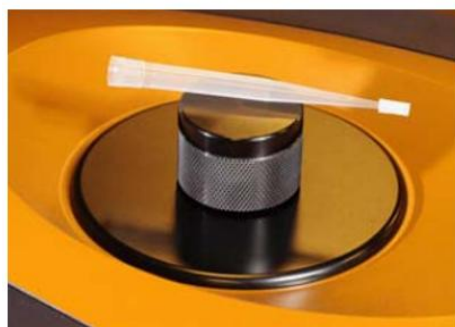
- Suporte para eppendorf;
- Hellmanex 1%, quando usar lavar com 5L de água destilada.

Preparação prévia:

1. Ligar o equipamento com 2h de antecedência para estabilização térmica;
2. Verificar voltagens de cada equipamento antes de ligar as tomadas. O nobreak possui voltagem 220V, portanto todas as tomadas do equipamento devem estar ligadas ao nobreak. Para ligar o nobreak pressione o botão esquerdo (*on*) até o ‘clique’;
3. Ligar o computador, o Nano DSC e o Desgaseificador a vácuo (Vacuum degassing station).

Passo a passo para o experimento:

1. Abrir o software “DSC Run”;
2. Verificar se o equipamento está despressurizado (0 atm – seta vermelha para baixo);
3. Adicionar o tampão/amostra em um béquer cada contendo uma barra magnética, posicionar sobre a estação, fechar a câmara e configurar para 15 min em ~500 mmHg. Esta etapa é importante para remover bolhas de ar que podem causar ruído;
4. Abra a tampa rosqueável, retire os caps;
5. Enxaguar as células de referência (A) e amostra (C) com água Milli-Q desgaseificada, seguido do condicionamento com solução tampão;
6. Conectar uma ponteira com mangueira na ponta na saída B e pipetar lentamente, primeiro a água e, em seguida, o tampão desgaseificados pela porta A, também com uma ponteira contendo uma mangueira na ponta, até o preenchimento completo da célula (figura abaixo). Pipetar cerca de 800 μ L de água/tampão para o procedimento; faça o mesmo para as células de amostra C e D;



7. Rodar um experimento tampão-tampão nas mesmas condições do protocolo das amostras, que servirá de base. Para isso, seguir o passo abaixo;
8. Preencher lentamente as células de referência e amostra com solução tampão, permitindo a saída de ar pela abertura. Fechar as entradas de uma célula de referência (A) e uma célula de amostra (C) com os caps, com o auxílio de uma pinça;
9. Fechar a tampa;
10. No software, configurar parâmetros de acordo com o experimento (temperatura inicial e final, scan rate °C/min, equilibration time, intervalo de coleta);

11. Clicar em “Add to Experiment Method”;
12. Pressurizar o sistema de acordo com o experimento (geralmente ~3atm, mas o sistema permite até ~6atm). Para iniciar a corrida, clicar em “Run Experiment”;
13. Para o experimento com as amostras, repetir a partir do item 7, porém preencher as células de referência (A e B) com solução tampão e as células de amostra (C e D) com a solução da amostra;
14. Ao final do experimento, realizar ao menos 2 ciclos com água Milli-Q para remoção total dos resíduos.

Limpeza após o uso:

1. Despressurizar totalmente o equipamento;
2. Enxaguar as células com água, ou solução de acordo com o tipo de amostra utilizada no experimento (ex.: tampão, 50-100mL de hellmanex 1%, NaCl, NaOH, entre outros);
3. Realizar a degaseificação da água a ~500mmHg por 15 minutos;
4. A lavagem é realizada retirando os caps de vedação de cada célula, postos em “A” e “C”, que representam as entradas de referência (tampão) e amostra;
5. Na estação de degaseificação selecionar a opção “clean” e lavar o equipamento com, no mínimo, 2L de água destilada, e, em seguida, passar 200mL de Milli-Q;
 - O fluxo de lavagem deve ser realizado com água entrando pela célula de referência “A”, saindo pela “B”, entrando na célula da amostra “D” e saindo pela “C”.

A	C
B	D

- Em um béquer com água Milli-Q, conectar uma mangueira à célula A, que irá utilizar a água do béquer. Conectar um jumper interligando as células B e D. Na célula C, conectar uma mangueira que levará ao kitassato. Sempre se atentar ao volume máximo da vidraria (1L).
- Ao finalizar, preencher as células com água Milli-Q;
- Desligar o computador e o nobreak, mantendo o botão direito pressionado até desligar.

Cuidados importantes

- Nunca abrir o equipamento pressurizado;
- Sempre utilizar tampão e amostra degaseificados;
- Evitar formação de bolhas durante o carregamento;
- Utilizar o mesmo tampão na referência e na amostra;
- Após uso de hellmanex 1 %, enxaguar abundantemente com água destilada.

ATENÇÃO:

Após o uso, sempre realizar ao menos 2 ciclos, ao final do experimento para limpeza do equipamento.