

# 注入口を汚染しない Agilent 低ブリードプレミアムセプタム 技術概要

## はじめに

GC 用注入口セプタムの正しい選択方法は、サプライヤのカタログから選択後、そのセプタムの温度範囲を確認することで、他の同等品セプタムと同じ仕様で製造されたものとみなせるような簡単なものではありません。GC 注入口セプタムを製造しているメーカーの数が限られているのは事実ですが、1つの業者に適用されている規格が、別の業者の規格と適合するとは限りません。特定の GC 注入口の設計エンジニアだけが、GC 注入口の最適なオペレーションに必要な規格を理解しているというのが事実といえます。

他の条件の中でもとりわけ、セプタムには注入口をシールし、GC カラムに高圧キャリアガスをリークの無い状態で流すための正しい寸法と弾性密度が必要です。さらに、繊細なシリンジニードルをディスクに穿孔して、注入口ライナにサンプルを注入することができるようにする必要があります。ニードルでディスクを穿孔している間から、最終的にニードルがセプタムから抜き出されるまで、ニードル周囲の密封性を保つ必要があります。さらに、セプタムには、気化したサンプルがニードルの穴から外に出ないように、十分に密封できるぐらいの柔軟性が必要です。この穴を自然にふさぐ特性は、注入口への空気(酸素を含む)の拡散を防ぐためにも、極めて重要です。この漏れによってキャリアガスに空気が入ることは、カラムの劣化を早めてしまう原因になります。

## Agilent プレミアムセプタム

Agilent プレミアムセプタムは、最高品質のシリコンポリマーを使用して射出成型されています。射出成型は、特別なものではありません。この成型により、Agilent のプレミアムセプタムには、2つの重要な物理的な特徴が与えられます。まず、すべてのセプタムの寸法は同じです。最も重要な特徴は、断面の形です。大きなゴムのシートから切断または打ち抜きによりセプタムを作ると、セプタムが「砂時計」のような形になる場合があります。射出成型をすることにより、正しいディスクの形状が作製されます。(図 1)。これは、セプタムナットで締めるときに、セプタムナットを過度に締めなくても、セプタムで注入口が密閉されることを意味しています。過度に締めることは、セプタムによる不具合の根本的な原因になります。セプタムナットを過度に締めすぎることによる不具合は、シリコンディスクを異常に高い密度に圧縮するために起こっています。また、シリンジニードルはセプタムに刺さるたびに、セプタムのポリマーを削り取っています。これらのポリマーは通常、注入口ライナの内側に付着しているため、バックグラウンドのシグナルが増加します。バルクセプタムの一部がシリンジニードルによって削り取られた場合、セプタムのシールを維持する機能がすぐに失われます。これは、頻繁にセプタムを交換をする必要があることを意味しています。また、過剰なセプタムの削りくずがライナに堆積するという可能性も、同様に頻繁なライナ交換が必要であることを意味しています。



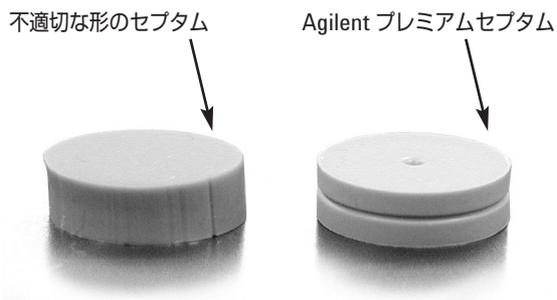
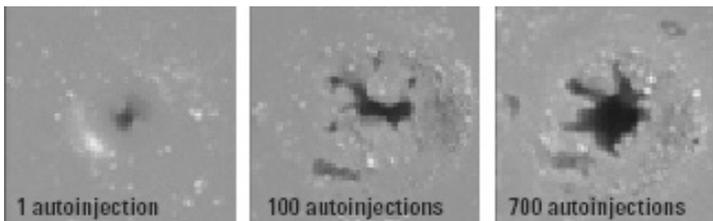


図 1. 不適切な形のセプタムと Agilent プレミアムセプタム。

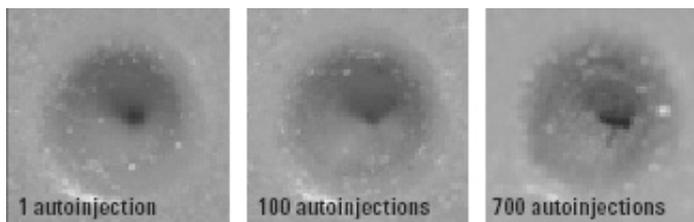
射出成型によって Agilent のプレミアムセプタムに与えられる 2 番目の物理的な特徴は、ディスクの最上部にある円錐状のくぼみです。標準的な平板セプタムと比較した場合の重要な改良点は、セプタムナットと連結して、このくぼみがセンタリングガイドとして機能することです。これにより、シリンジニードルは繰り返しの注入でも同じ穴に入ります。平板のディスクセプタムや予め穴の明けられたセプタムとは異なり、射出成型された Agilent センターガイドセプタムは不純物が入っていない無垢のディスクです。このため、高い精度での注入が可能な注入口が実現されます。図 2 に示されているように、このセプタムは、100 回の注入の後であっても簡単に再度密閉されます。注入口ラインに含まれるセプタムの削りかすが少ないため、バックグラウンドノイズも減少するので、メンテナンスの回数を減らすことが可能です。

Agilent のセンタガイドのない高温セプタム: 100 回の自動注入ですでに大きな穴が開いている。



頑丈なセプタム

センタガイド付き Agilent BTO セプタム: 700 回の自動注入後にもかかわらず、非常に小さい穴



Agilent のセンタガイドセプタム

図 2. 標準セプタムとセンタガイドセプタムの比較。

アジレントテクノロジーが作成したセプタムだけが、プラズマ処理が施され、クリーンルーム環境で別々に密閉されたプリスタパックに梱包されている GC 注入口セプタムです。プリスタパックは確かに簡単に保管するのに便利なサイズですが、最も重要なのは、使用される時まで、セプタムが清浄な状態を保っていることです。

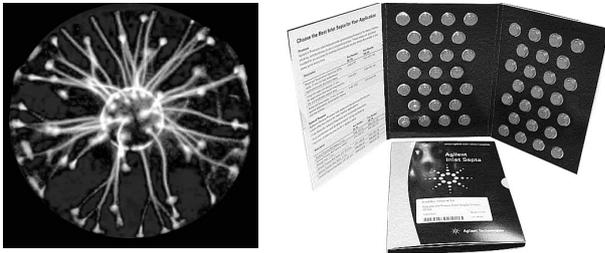


図 3. プラズマ処理とプリスタパック。

プラズマ処理をすることによって、注入口にこびりつかないセプタムが作成され、この独自のノンスティック処理により、バックグラウンドシグナルが減少します。

標準セプタムの場合、セプタム材質中の残存物質が長期間の間に注入口に漏出し、ゴーストピークが発生したりセプタムがこびりつく原因となります。さらにノンスティックプラズマ処理は、新しいセプタムを取り付けると、ゴーストピークの原因になる注入口表面の汚染を効果的に除去し、新しいセプタムのコンディショニング時間を

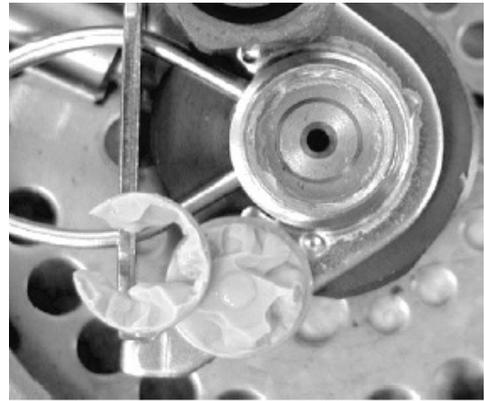


図 4. 注入口内へ滲出した標準セプタムからの残留物

最小限にします。これは、オープンで予めセプタムを空焼きしておくよりも、より効果的なセプタムのコンディショニング方法です。オープンで空焼きすると、これらのセプタムの高分子材料の柔軟性が低くなり、一部の再シーリングの機能が失われます。つまり、数回の注入を行った後、セプタムを交換する必要があります。プラズマはプレミアムセプタムの表面だけに影響を与えるので、ディスクによってその再シーリング機能は維持されます。

図 5 では、プリスタパック梱包と弊社のプレミアムロングライフセプタムでノンスティックプラズマ処理を組み合わせた場合のクロマトグラフへの影響を示しています。

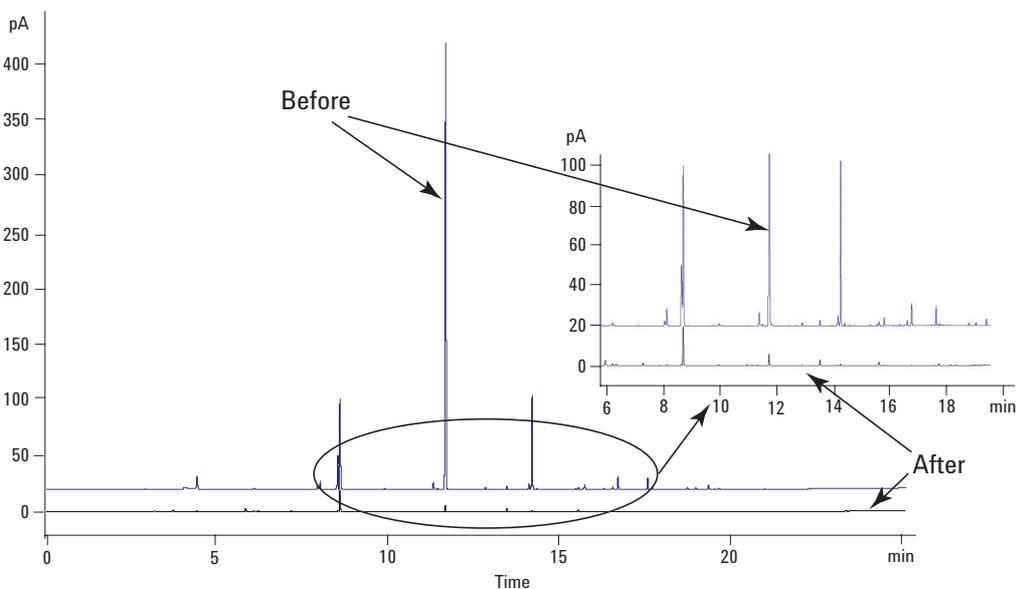


図 5. プラズマ処理の前後の Agilent ロングライフセプタムのクロマトグラフの比較。

図 6 では、アジレント **Bleed and Temperature Optimized (BTO)** のセプタムと、プラスチックの袋に梱包された他社の交換用セプタムのバックグラウンドを比較しています。各分析では、セプタム 1 点ずつを 10-mL のヘッドスペースバイアルに入れ、さらに **Agilent G1888** ヘッドスペースサンプラで分析を行いました。セプタムを 150 °C に加熱し、1 時間平衡状態

に置いた後、1-mL のサンプルを GC-FID で分析しました。弊社の以前のセプタム製品と他社の製品を比較すると、その結果はよく似ていましたが、**Agilent** プレミアムセプタムは、他社が通常セプタムの保管に使用するプラスチックの袋から発生し、セプタムに付着残存している半揮発性汚染物質について、大きく改良されたことが示されました。

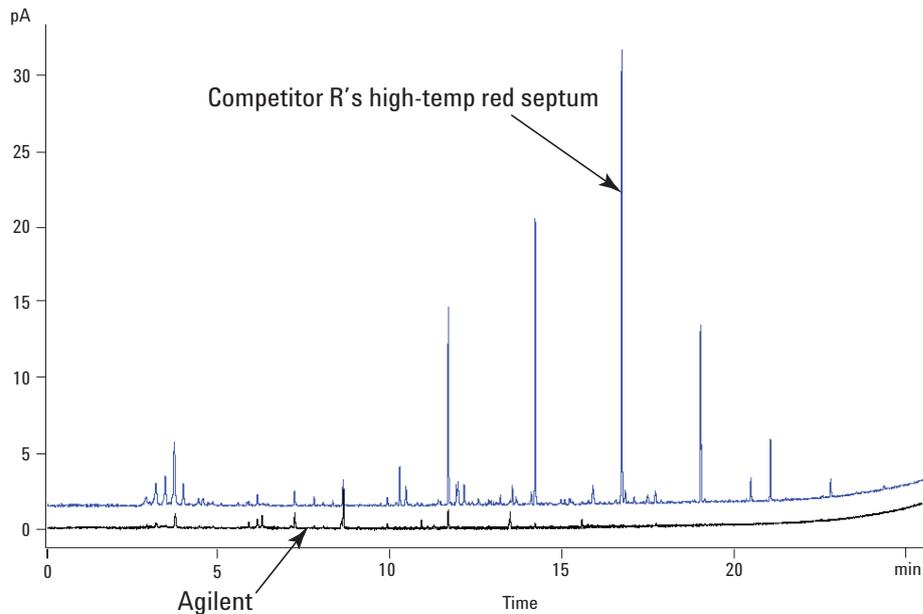


図 6. Agilent BTO と他社の赤外線処理セプタムについてのセプタムブリードのクロマトグラフ比較。

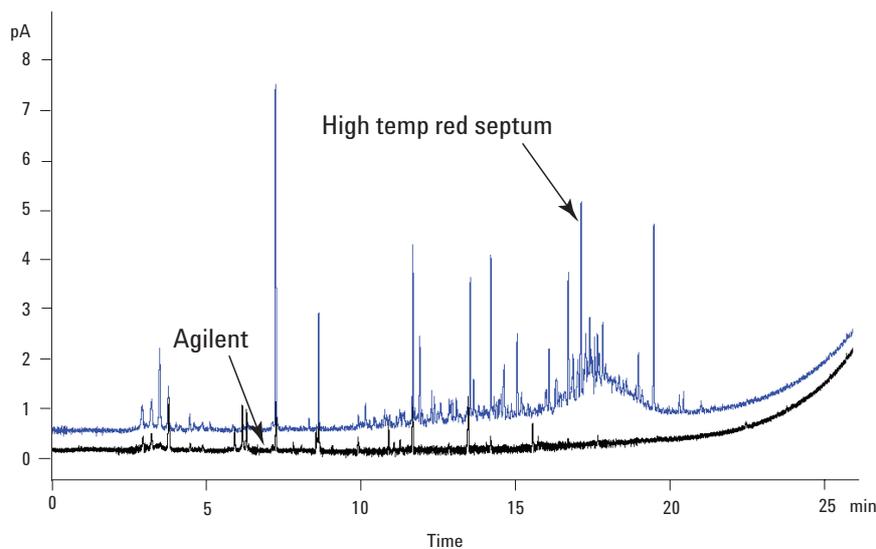


図 7. Agilent BTO と他社の HT セプタムについてのセプタムブリードのクロマトグラフ比較。

Agilent プレミアムセプタムには、GC アプリケーションの種類にあわせて選ぶ 3 種類、Bleed and Temperature Optimized (BTO) セプタム、アドバンスドグリーンセプタム、およびロングライフセプタムがあります。表 1 には、部品番号と特徴など、お勧めの使い方が記載されています。

表 1. Agilent セプタムの特徴とオーダー情報

セプタム	特徴	オーダー情報
Bleed and Temperature Optimized (BTO)	注入口最高使用温度 400 °C。 GC Trace analysis でお勧め	p/n 5183-4757 (各 50 個入り、11mm) p/n 5183-4757-100 (各 100 個入り、11mm) p/n 5183-4758 (各 50 個入り、5mm)
アドバンスドグリーン	注入口最高温度 350 °C 一般的な使用目的のセプタム。	p/n 5183-4759 (各 50 個入り、11mm) p/n 5183-4759-100 (各 100 個入り、11mm) p/n 5183-4760 (各 50 個入り、5mm)
ロングライフ	オートインジェクタの使用を推奨 注入口最高使用温度 350 °C 未満。 複数回の注入が可能です。	p/n 5183-4761 (各 50 個、11mm) p/n 5183-4757-100 (各 100 個入り、11mm) p/n 5183-4758 (各 50 個入り、5mm)

## 詳細情報

弊社の製品とサービスに関する詳細情報は、弊社のホームページ、[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem) をご覧ください。

Agilent は、万一この資料に誤りが発見されたとしても、また、本資料の使用により付随的または間接的に損害が発生する事態が発生したとしても一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

© Agilent Technologies, Inc. 2006

Printed in Japan  
August 2, 2006  
5989-5347JAJP