



Septum-Dichtung ohne Elastomeranteil für Vial-Verschlüsse

Werner Zillger

LABC-Labortechnik

In der instrumentellen Analytik werden Probenflaschen, die auch als Vials, Gewinde-Probeflaschen, Feingewindflaschen, Bördelrandflaschen, Rollrandflaschen, Schnappdeckelflaschen, Snap-Ring Neck-Flaschen oder Injektionsflaschen bekannt sind, mit Verschlüssen versehen, die zumeist aus einer Lochkappe mit einer eingelegten Septum-Dichtung bestehen. Septum-Dichtungen bestehen in der Regel aus einem Elastomer, wie z.B. Naturkautschuk, Butylkautschuk, Silikonkautschuk oder Fluorkautschuk.

Für eine bessere Chemikalienbeständigkeit sind die Dichtungen, zumeist produktseitig, mit dünnen Folien aus Fluorpolymeren kaschiert. Anwendungsspezifisch können die Elastomere aber auch mit dünnen Folien aus Metall oder aus anderen Polymeren (Homopolymere, Copolymere, Polymerblends) kaschiert sein.

Zur Probenentnahme wird das Septum mit der Kanüle einer Mikroliterspritze durchstoßen, ein aliquoter Anteil der gasförmigen oder flüssigen Proben entnommen und in das Analysengerät automatisiert oder manuell eingespritzt. Die Septum-Dichtung hat folgende Funktionen:

- ⇒ sie dichtet den Flaschenhals der Probenflasche mit Hilfe einer Lochkappe ab.
- ⇒ sie sorgt für eine Abdichtung der Mikroliterspritzenkanüle beim Durchstechen des Septums zum Füllen der Mikroliterspritze.
- ⇒ sie verschließt sich nach dem Herausziehen der Kanüle durch das Zusammenziehen des Elastomers wieder dicht (analog einem Bunsenventil).

Offen bleibt allerdings die Durchstichstelle in der Kaschierung, da z. B. ein Fluorpolymer wie PTFE wenig Elastizität aufweist. Dieses Loch entspricht in etwa dem Durchmesser der Kanüle der Mikroliterspritze. Durch diese bleibende Verletzung der Dichtung können aus dem analytisch eher „unreinen“ Elastomer Bestandteile in die Probenlösung eindringen. MS-Detektoren die an der Nachweisgrenze arbeiten, können aus dem Elastomeranteil Substanzen (wie z. B. Weichmacher) detektieren und somit Analysenauswertung durch lästige sogenannte Störpeaks erschweren oder gar unmöglich machen.

In der Spurenanalytik sind die Anforderungen an eine optimale Probenintegrität der Septum-Dichtung bei Verschlüssen für Probenflaschen sehr hoch. Die Analyte werden bevorzugt von niedrigsiedenden Lösemittel in Lösung gebracht und zur Qualitätssicherung werden aus der gleichen Probe Doppel- oder Dreifachbestimmungen gemacht. D.h. die Spritzenadel sticht weitere Male durch das gleiche Septum (Mehrfachinjektion). Der Zeitraum in der weitere Injektionen durch das gleiche Septum erfolgen, hängt vom der nachfolgenden Analytik ab, in der Regel werden die

nachfolgenden Injektionen innerhalb weniger Stunden durchgeführt.

In der Spurenanalytik werden gerne Vial-Verschlüsse verwendet, die anstatt der kaschierten Elastomer-Septen, mit einer Stärke von ca. 1 bis 3,5 mm, dünne analytisch reine Folien (z. B. Fluorpolymere, Aluminium, Polyethylen) mit einer Stärke von ca. 0,05 bis 0,3 mm aufweisen.

Nachteile solcher „dünnen“ Folien-Septen in Vial-Verschlüsse sind:

- ⇒ nach einmaligem Durchstechen mit der Kanüle einer Mikroliterspritze bekommt das Folien-Septum ein Loch, das sich mangels Elastizität nicht wieder schließt. So kann Lösemittel aus der Probenlösung entweichen. Dadurch verändert sich die Konzentration der Analytlösung und verhindert die Durchführung einer reproduzierbaren Mehrfachinjektion.
- ⇒ durch die geringere Stärke der Septum-Dichtung, muss bei Rollrandverschlüssen das Bördelwerkzeug neu justiert werden.
- ⇒ beim Durchstechen mit der Kanüle können die glatten, dünnen Folien in die Probe gedrückt werden, da

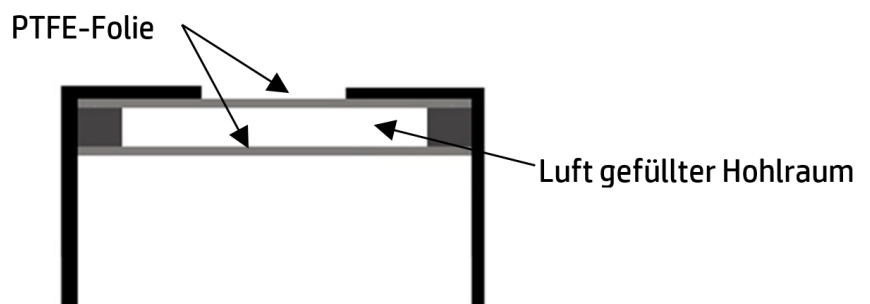


Abb. 1: schematischer Aufbau des ZeroSept®AIR-Septum
„PTFEvirginal/AIR/PTFEvirginal“

bei einer dünnen Folie keine genügend große Vorspannung mit dem Anpressdruck der Kappe erfolgen kann

auf dem Transportweg können die eingelegten Septum-Dichtungen aus den vormontierten Verschlüssen herausfallen.

Der einzige Vorteil der analytisch reinen, „dünnen“ Folien-Septen ist, dass das Septum nur aus einem Werkstoff besteht und kein Elastomer vorhanden ist, das die Probe verunreinigen kann.

Vial-Verschlüsse mit dem ZeroSept®AIR-Septum "PTFEvirginal/AIR/PTFEvirginal" haben statt eines Elastomers ein Luftpolster. Eine spezielle Fluorpolymer-Lochscheibe wird eingangsseitig und ausgangsseitig mit je einer dünnen PTFE-Folie verbunden, so dass dazwischen ein mit Luft gefüllter Hohlraum entsteht (siehe Abbildung 1)

Der Aufbau des ZeroSept®AIR-Septums hat folgende Vorteile:

- ⇒ die Dicke des ZeroSept®AIR-Septums ist analog der eines herkömmlichen Elastomer-Septum. Daher muss bei Rollrandverschlüssen das Bördelwerkzeug nicht neu justiert werden.
- ⇒ durch die feste Verbindung der PTFE-Folien mit der Fluorpolymer-Lochscheibe, fällt das eingelegte ZeroSept®AIR-Septum auf dem Transportweg nicht aus den vormontierten Verschlüssen und beim

Durchstechen mit der Kanüle können die glatten, dünnen Folien nicht mehr in die Probe gedrückt werden.

- ⇒ die Spritzenadel kann beim durchstechen des Septums kein Elastomermaterial ausstanzen und dadurch die Probe evtl. verunreinigen
- ⇒ der mit Luft gefüllte Hohlraum und zwei durchstoßene PTFE-Folien reduzieren erheblich das Abdampfen von Lösemittel und die damit einhergehende Konzentrationsänderung der Probelösung im Proben-Vial. Dadurch sind reproduzierbare Bestimmungen aus der gleichen Probe z.B. innerhalb 24-36 Stunden nach der Erstinjektion möglich. (siehe auch weiter unten die Tabelle „Dichtigkeitsstest von ZeroSept®AIR (PTFE/AIR/PTFE)“.

Dichtigkeits-Vergleichstest verschiedener Septen

Durchführung:

20 mL Headspace Vials wurden mit 15ml Aceton befüllt und mit Feingewinde-Schraubkappen verschlossen, die mit vier verschiedenen Septenmaterialien bestückt waren.

Die verschlossenen Vials wurden mit einer Injektionsnadel (AD 0,47 mm) durchstochen und bei 23°C gelagert. In Abhängigkeit der Zeit wurde das Bruttogewicht durch Doppelbestimmung gemessen.

Ergebnis

Wie aus der Tabelle ersichtlich, wurde innerhalb von 24h bei Lagerung bei 23°C bei keiner der Proben ein durch Verdunsten von Lösemittel verursachter Gewichtsverlust festgestellt, der Einfluss auf das Messergebnis der zu bestimmenden Probe haben könnte.

Schlussfolgerung

Das ZeroSept®AIR-Septum besitzt im Gegensatz zu Folien-Septen eine mit herkömmlichen Septen vergleichbare, ausreichend hohe Dichtigkeit und ist somit für Mehrfachinjektionen geeignet.

Durch das Luftposter entspricht das ZeroSept®AIR-Septum in der Dicke den Elastomer-Septen, so dass Bördelwerkzeuge nicht neu justiert werden müssen und die Dichtungen nicht aus den vormontierten Verschlüssen herausfallen können.

Zusätzlich beseitigt ZeroSept®AIR für Standard Vial-Verschlüsse die genannten Nachteile herkömmlicher kaschierter Elastomer-Septen, da keine Elastomeranteile die Probe verunreinigen können. Damit sind sie für die Spurenanalytik hoch interessant.

Sie passen, in Kombination mit Standardvials, in alle gängigen GC/ HPLC-Systeme und lassen sich in der magnetischen Version auch mit einem Autosampler bewegen.

Tab. 1: Messergebnisse des Dichtigkeits-Vergleichstests

Zeit [h]	Probenbezeichnung							
	1A	1B	2A	2B	3A	3B	4A	4B
	PTFE/AIR/PTFE		Silikon weiß/PTFE blau		Butyl rot / PTFE grau		Butyl-Formscheibe dunkel/PTFE	
0	29,27	29,03	28,82	28,85	29,08	29,09	29,12	29,15
1,5	29,26	29,03	28,82	28,85	29,08	29,09	29,12	29,15
24	29,20	29,00	28,82	28,84	29,08	29,09	29,11	29,15
78,5	29,11	28,94	28,80	28,82	29,08	29,08	29,08	29,11
102,5	29,06	28,91	28,80	28,82	29,08	29,08	29,07	29,10
145,5	28,99	28,87	28,79	28,81	29,08	29,08	29,05	29,08