

# インストラクションシート

## SPME(Solid Phase Microextraction)ファイバーアセンブリ

マニュアル操作用のファイバーアセンブリには、  
SPME用ホルダー(57330-U)を使用します

オートサンプラー操作用のファイバーアセンブリには、  
SPME用ホルダー(57331か57347-U)を使用します

真鍮部が円筒型; 24ゲージ (0.57mmφ針外形)

マニュアル用(バネ付き)

真鍮部がノッチ型; 23ゲージ (0.65mmφ針外形)

ハブ形状



オートサンプラー用(バネ無し)

- ホルダーの識別  
バネのあるのがマニュアルホルダー用です。
- ゲージ(針径)の識別  
真鍮部がノッチ型(溝あり)は、23ゲージ針です。
- ファイバーの識別  
プラスチック部のハブ色と形状を下記表に照らし合わせて判別します。

## SPMEファイバーの空焼きと温度

SPMEファイバーを空焼きする前に注意事項をご確認ください。

注1：GC注入口で空焼きするときは、カラムに入る不純物の量を減らすために必ずスプリットモードにしてください。また、カラムに入った可能性のある汚染物質を除去するために、ファイバーの空焼き後は必ずオーブンの温度を上げてください。

注2：注入口に適切なライナーが入っていることを確認してください。SPME用に設計された内径（0.75 mmから1.0 mm）の細いライナーをご利用いただくことを強くお勧めします。ガラスウールを含むライナーには、SPMEファイバーを挿入しないでください。ガラスウールに接触すると、ファイバー液相が損傷する可能性があります。

表1. 各SPMEファイバーの空焼き温度とpHガイドライン

ファイバー液相	膜厚	適応 pH	最高使用温度 (°C)	推奨操作温度 (°C)	空焼き温度 (°C)	空焼き時間 (Hrs)
PDMS	100 µm	2-10	280	200-280	250	0.5
PDMS	30 µm	2-11	280	200-280	250	0.5
PDMS	7 µm	2-11	340	220-320	320	1
PDMS/DVB+OC	65 µm	2-11	270	200-270	250	0.5
Polyacrylate	85 µm	2-11	300	220-280	280	0.5
Carboxen/PDMS	All	2-11	320	250-310	300	0.5
PEG	60 µm	2-9	250	200-250	240	0.5
DVB/CAR/PDMS	50/30 µm	2-11	270	230-270	270	0.5

1. 表1の空焼きガイドラインに従って、使用前にSPMEファイバーを空焼きします。
- 2.ホルダーの黒いニードルガイドを回して、ファイバーのニードル長さを3.5-4cmに調整して注入口に挿入します。
3. 使用後にファイバーが汚れた場合は、必要に応じてこれらの手順を繰り返すことができます。汚染がひどい場合は、表1記載の空焼き温度より20°C低い温度条件で、長時間ファイバーを洗浄します。
4. ファイバーの洗浄が不十分な場合には溶媒洗浄を試みることができます。各ファイバーの溶媒洗浄に関するガイドラインに従ってください。

ファイバー液相	ファイバーコア	ハブ 色 /形状	マニュアル用 スプリング付き		オートサンプラー	
			23G*	24G*	23G*	24G*
Carboxen®/Polydimethylsiloxane (PDMS)						
75 µm Carboxen/PDMS	Fused Silica/SS	Black/plain	57344-U	57318	57343-U	57319
85 µm Carboxen/PDMS	Metal alloy/Metal alloy**	Lt. Blue/plain	—		57906-U	—
85 µm Carboxen/PDMS	Stableflex/SS Lt.	Blue/plain	—	57334-U	57295-U	57335-U
Polydimethylsiloxane (PDMS)						
7 µm PDMS	Fused Silica/SS	Green/plain	—	57302	57291-U	57303
30 µm PDMS	Fused Silica/SS	Yellow/plain	—	57308	57289-U	57309
100 µm PDMS	Metal alloy/Metal alloy**	Red/plain	—	—	57928-U	—
100 µm PDMS	Fused Silica/SS	Red/plain	57342-U	57300-U	57341-U	57301
Polydimethylsiloxane/Divinylbenzene (PDMS/DVB)						
60 µm PDMS/DVB	StableFlex™/SS	Brown/notched	—	—	—	57317
65 µm PDMS/DVB	Metal alloy/Metal alloy**	Pink/plain	—	—	57902-U	—
65 µm PDMS/DVB	Fused Silica/SS	Blue/plain	57346-U	57310-U	57345-U	57311
65 µm PDMS/DVB	StableFlex/SS	Pink/plain	—	57326-U	57293-U	57327-U
65/10 µm PDMS/DVB-OC****	StableFlex/SS	Pink/notched	—	—	57439-U	—
Polyacrylate						
85 µm Polyacrylate	Fused Silica/SS	White/plain	—	57304	57294-U	57305
Divinylbenzene/Carboxen/Polydimethylsiloxane						
50/30 µm DVB/CAR/PDMS	Metal alloy/Metal alloy (1 cm)**	Gray/plain	—	—	57912-U	—
50/30 µm DVB/CAR/PDMS	Metal alloy/Metal alloy (2 cm)**	Gray/notched	—	—	57914-U	—
50/30 µm DVB/CAR/PDMS	StableFlex/SS (1 cm)	Gray/plain	—	57328-U	57298-U	57329-U
50/30 µm DVB/CAR/PDMS	StableFlex/SS (2 cm)	Gray/notched	—	57348-U***	57299-U	—
Polyethylene Glycol (PEG)						
60 µm PEG	Metal alloy/SS	Purple/plain	57355-U	—	57354-U	—
Bare Fused Silica						
Bare Fused Silica	Fused Silica/SS	Orange/plain	—	57316-U	—	—

\*G: 針ゲージ

\*\*Metal alloy fiber assemblies は1本入り.

\*\*\*スプリングが入ったマニュアル用はありません

\*\*\*\*PDMS overcoated (OC) – 次ページの説明をご参照ください.

## SPME ファイバー液相の一般的な注意事項、溶媒洗浄および適合性

注 1：SPME ファイバーを塩素系溶剤に浸さないでください。

注 2：すべての SPME ファイバーの液相は結合されています。しかしながら、ファイバーの結合相は特定の溶媒中で膨潤します。膨潤した場合、ファイバーを針の中に格納する際にファイバーの結合相を剥ぎ取ります。

膨張は、ヘッドスペースモードと浸漬モードの両方で発生する可能性があります。いくつかのサンプルでは、有機物がヘッドスペースで濃縮され、ファイバーを浸漬する場合よりも膨潤させることがあります。サンプルとファイバー種との適合性の確認が重要です。

## PDMS（ポリジメチルシロキサン）液相ファイバー

1. 溶媒洗浄: PDMS ファイバーは、アセトニトリル、アセトンまたはエタノールなどの水溶性有機溶媒に水を加えた溶液に浸漬することができます。水の添加は膨潤を抑制します。浸漬時間は通常 15～30 分です。
2. PDMS ファイバーを非極性溶媒、またはヘキサン、塩化メチレン、ジエチルエーテルなどの非極性溶媒をパーセントレベルで含むサンプルにファイバーを入れないでください。
3. 高濃度 (>100 ppm) の非極性溶媒やテルペンを含むサンプルでの加熱ヘッドスペース抽出は、PDMS 液相を膨潤させる可能性があります。30 $\mu$ m の PDMS は 100 $\mu$ m の PDMS よりもファイバーを針内に格納する際に剥がれにくいので、このようなサンプルを評価する際には 30 $\mu$ m の PDMS をオプションとして検討してください。

## PEG（ポリエチレングリコール、Carbowax®）液相ファイバー

1. PEG ファイバーを溶媒で洗浄する場合は、15%以上の NaCl を含む 1%メタノールを用います。浸漬するときに塩が存在することが PEG 液相の膨潤を減少させるために重要です。また、ファイバーの浸漬時間は 15～30 分間です。
2. PEG ファイバーは、脂肪族炭化水素溶媒（アルカン）に膨潤せず、浸すことができます。
3. 水サンプルに少なくとも 15%の NaCl または他の塩が含まれていない限り、1%を超える水溶性有機物濃度（全水溶性有機物）のサンプルに PEG ファイバーを浸漬しないことを強くお勧めします。膨潤度は、水中の溶媒に応じて変わります。多くの場合、ファイバーを損傷するような膨潤は考えにくいですが、ファイバーを針内に格納する際にファイバー液相が剥がれたり損傷を受けたりする可能性があります。
4. PEG ファイバーは、水溶性有機物濃度が 2%を超えるサンプルのヘッドスペースにさらさないでください。有機化合物は加熱されたヘッドスペースに集中し液相を膨潤させる可能性があり、ファイバーを針内に格納する際に液相が剥離します。
5. PEG ファイバーを酸性サンプル中で使用するとメタノールが発生することがあります。これは原料中の抑制剤によるものです。抑制剤の多くは空焼き工程で除去されますが、酸性溶液中での抽出は残存の可能性のある抑制剤を除去するための洗浄工程の追加が必要になります。溶媒洗浄（本項のステップ 1）は、ファイバー液相から抑制剤を除去するのに有効です。

## ポリアクリレート液相ファイバー

1. 水混和性有機溶媒でファイバーを洗浄する場合は、30 分間浸漬後、ファイバーを針内に格納する前に純水にファイバーを浸漬してください。この工程は膨潤を減少させるのに有効です。
2. ポリアクリレートファイバーは、脂肪族炭化水素溶媒（アルカン）に膨潤せず浸すことができます。
3. ポリアクリレート液相は使用すると色が濃くなることがあります。これは珍しいことではなく、液相が黒くならない限りファイバー性能には大きな問題がありません。着色は、注入口に酸素が存在している場合などに見られます。着色の低減には、280℃以下の利用が有効です。

## 吸着型/粒子タイプのファイバー

1. Carboxen1006 を使用している SPME ファイバーは、ミクロ細孔中に溶媒を保持するため、このファイバーを溶媒中に浸すことはお勧めできません。ファイバーは、水溶性有機溶剤中で大きく膨潤することはありませんが、溶媒を除去するために繰り返し空焼きを必要とする可能性があります。
2. PDMS-DVB ファイバーの場合は、PDMS ファイバーのガイドラインに従ってください。メタノールの選択をお勧めします。

## オーバーコート（OC）SPME ファイバーアセンブリ

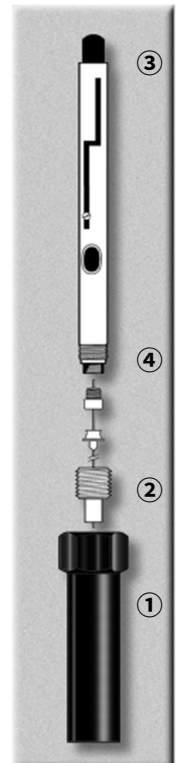
オーバーコートファイバーアセンブリは、ファイバー液相の上に PDMS の薄層を塗布しています。オーバーコートは、不揮発性マトリックス成分に対するバリアの役割を果たし、ファイバー液相の耐久性を高めます。糖などの不揮発性マトリックス成分は、液相に付着する傾向があります。ファイバーを加熱脱離させると、マトリックス成分は吸着剤の液相上に焦げた堆積物として残存することがあります。この付着物は、ファイバー寿命を大幅に短くし、液相の抽出特性を変える可能性があります。また、マトリックスは液相を針内に格納する際に、被覆を損傷させることもあります。PDMS オーバーコートは、マトリックスの沈着を少なくし、針内に格納する際の損傷を防ぐバリアの役割を果たします。マトリックスによっては、液相の寿命を 2 倍や 3 倍に高める場合もあります。

液相の寿命をさらに延ばすためには、液相を抽出後の加熱脱離前に 10～30 秒間精製水中に浸し、すすぐことが有効です。すすぎ工程は、糖および他の水溶性の不揮発性成分を除去します。すすぎ時間の長さは、捕集された化合物の揮発性に依存します。オーバーコートは、極性検体に対するファイバーの親和性をわずかに減少させ、平衡時間を若干増加させることによって、液相の抽出特性を変化させます。多くの分析対象物にとって、オーバーコートと標準液相ファイバーの抽出効率の差は僅かです。

## ファイバーアセンブリのホルダーへの取り付け

SPME を使い始めるには、ファイバーアセンブリを SPME ホルダーに取り付ける必要があります。  
次の手順に従い取り付けを行います。

1. ホルダーから黒い円筒状のニードルガイドを外します。（図: ①）
2. ホルダーの端にあるネジ付きエンドキャップを緩めます。（図: ②）
3. プランジャーの端を露出させるために、黒いプランジャーを Z スリットの下位置まで押し下げます。  
（図: ③）  
プランジャー末端の内側のメスねじが、ファイバーアセンブリのプラスチック部のオスねじに適合します。
4. ファイバーアセンブリをプランジャーの末端に（図: ④）ねじ込みます。
5. Z スロットを介してプランジャーを引き上げるとともに、ファイバーアセンブリの針にネジ付きエンドキャップを貫通させて、ネジ付きエンドキャップをホルダーの端にしっかりとねじ込みます。
6. 黒い円筒状のニードルガイドをネジ付きエンドキャップの上に被せてホルダーに取り付けます。
7. ニードルからファイバーが露出するまでプランジャーを前方に押し、ホルダー/ファイバーをテストします。捕集および GC への注入は、Z スロットのクランク位置で固定しファイバーを露出させます。
8. ファイバーをニードル内に格納するには、プランジャーを Z スロットのクランク位置から外して引き上げます。



ファイバーアセンブリはオートサンプラー用ホルダーに同じ方法で取り付けられます。ネジ付きエンドキャップを外し、黒いプランジャーを押し下げてファイバーアセンブリを取り付けるためのネジ付きポートを露出させます。オートサンプラーがプランジャーとファイバーの動きを制御するため、オートサンプラー用のファイバーアセンブリにはバネがありません。

オートサンプラー用のファイバーアセンブリはマニュアル用ホルダーにも取り付けができますが、操作が煩雑になる為お勧めできません。また、マニュアル用のファイバーアセンブリはバネがセットされているため、オートサンプラー用ホルダーにはご利用いただけません。

## ブランク分析

ファイバーブランク測定の実施前に、GC カラムがご利用メソッドの上限温度で空焼きされていることを確認してください。

1. サンプルに対応する SPME 分析用の GC メソッドを作成します。カラムのスタート温度は 50℃以下が一般的です。カラムオープンにスタート温度で 1.5～5 分保った後に適切な速度で上昇させます。一般的にはスプリットレス注入モードを使用し、スプリットレスタイムを 1 分に設定します。
2. SPME ファイバーを注入口の適切な深さに挿入し、ただちにファイバーを露出させ、GC をスタートします。
3. GC のプログラムが実行されます。
4. 最初の分析ではブランクピークが検出される場合があります。
5. 再度ステップを繰り返して、ピークのサイズと数が減少するかどうかを確認します。
6. 機器の感度によっては、ピーク強度が極端に低くなる場合があります。ブランクピークの大きさが適当であるか判断するために、サンプルのクロマトグラムと比較することが重要です。
7. SPME ファイバーが GC に酸素と水を導入する可能性があることに注意してください。
8. ブランクピークが減少しない場合には、テクニカルサービスに連絡してください。

### Trademarks

Carbopack, Carboxen, StableFlex – Sigma-Aldrich Co. LLC

Carbowax – Union Carbide Chemicals & Plastics Technology Corp.

---

**シグマ アルドリッチ ジャパン リサーチ事業部** 〒153-8927 東京都目黒区下目黒 1-8-1 アルコタワー 5F

シグマ アルドリッチ ジャパン合同会社はメルクのグループ会社です。

**E-mail: [jpts@merckgroup.com](mailto:jpts@merckgroup.com) Tel: 03-6756-8245**

本紙記載の製品は試験・研究用です。ヒト、動物への治療、もしくは診断目的として使用しないようご注意ください。なお、品目、製品情報、価格等は予告なく変更される場合がございます。予めご了承ください。記載内容は 2020 年 12 月時点の情報です。©2020 Merck KGaA, Darmstadt, Germany. All rights reserved. Merck, the vibrant M, and Sigma-Aldrich are trademarks of Merck KGaA, Darmstadt, Germany or its affiliates. All other trademarks are the property of their respective owners. Detailed information on trademarks is available via publicly accessible resources.

Lit. No. TSM051-2012-K (Original is T794123U)