

Manufactured by MACHEREY-NAGEL
OPTIMA®
LIPODEX®
HYDRODEX
Made in Germany



Gebrauchsanleitung
User Manual
Manuel d'utilisation



GFC

Fused silica capillary column

MACHEREY-NAGEL

www.mn-net.com



Fused Silica Kapillarsäulen für die GC · Einbau- und Gebrauchsanleitung

Installation der Säule	1
Inbetriebnahme und Test der Säule und des Chromatographen	3
Allgemeine Informationen zur Säulenhandhabung	6
Hilfe	7

Fused silica capillary column for GC · Installation and operating instructions

Column installation	8
Start-up and testing column and chromatograph	10
General information	13
Technical support and customer services	14

Colonne capillaire en silice fondue · Manuel d'installation et d'utilisation

Installation de la colonne	15
Mise en service et test de la colonne et du chromatographe	17
Informations générales concernant l'utilisation des colonnes	20
Service clientèle et support technique	21

Visit our chromatography pages

www.mn-net.com

- Free application database with more than 3000 chromatography applications
- Derivatization protocols
- Integrated internet shop
- Product information
- Material safety data sheets
- Job opportunities

The screenshot displays the MACHERY-NAGEL website's chromatography section. At the top, there is a navigation bar with links for Home, SPC, HPLC, TLC, GC, Flash/Absorbents, Vials/Closures, Filters, Service, Applications, and WebShop. Below this, a 'Products' section features icons and descriptions for various categories: SPE (CHROMABOND® HR-XenT concept, SPE accessories), HPLC (NUCLEODUR®, NUCLEOHELL®, NUCLEODUR™ Special phases), TLC (Laves' Introductory kits, Absorbents), GC (OPTIMA® PERMABOND®, Dimensional kits, Special phases), Flash LC absorbents (Flash chromatography, Irregular silica, LC absorbents), Vials and caps, CHROMAFIL® filters, and Applications. A 'Service' section offers Support, Technical customer support, and a link to the website. The main content area is titled 'MN Application database HPLC - GC - TLC - SPE' and states 'Now more than 3000 applications available!'. It includes a search interface with fields for 'Search criteria: Substance / Keyword', 'Search word', and 'Application type' (with checkboxes for SPE, TLC, HPLC, GC). A 'search' button is located below these fields. On the right side of the search area, there is a small chromatogram showing several peaks. The footer of the website includes the copyright notice 'Copyright 2013 by MACHERY-NAGEL GmbH & Co. KG' and links for 'Home', 'Impressum', 'Anwendungsdienste', and 'Kontaktierungsmöglichkeiten'.

Bitte lesen Sie diese Anleitung VOR dem Einbau – auf jeden Fall vor dem Erhitzen – Ihrer Trennsäule!

Die vor Ihnen liegende Kapillarsäule von MACHEREY-NAGEL wurde in unserem eigenen Produktionsbetrieb gefertigt und bildet künftig das Herz Ihres gaschromatographischen Analysesystems. Sie wurde von uns nach dem neuesten Stand der Technik produziert und abschließend einzeln getestet; der dabei erreichte Qualitätsstandard dokumentiert sich im beiliegenden Zertifikat.

Damit Ihnen die Säule möglichst lange gute Ergebnisse liefert, sollten Sie sich diese Anleitung aufmerksam durchlesen. Wir haben sie unterteilt in die Abschnitte:

- I. Installation der Säule
- II. Inbetriebnahme und Test der Säule und des Chromatographen
- III. Allgemeine Informationen zur Handhabung
- IV. Hilfe

I. Installation der Säule

Für die Installation einer Kapillarsäule sollten Sie folgende Utensilien bereitlegen:

- Ferrules (mit Bohrung je nach Säulenaussendurchmesser)

Säulen-ID [mm]	Säulen-AD = Ferrule-Bohrung [mm]	REF (Graphit- Ferrule)	Bezeichnung anderer Hersteller
0,05–0,20	0,40	708309	Minibore
0,25	0,40	708309	Narrowbore
0,32	0,50	708308	Widebore
0,53	0,80	708301	Megabore

Für GC-Geräte von Carlo Erba/Fisons und Hewlett-Packard/Agilent stehen spezielle Ferrules zur Verfügung – unsere Website www.mn-net.com oder unser Chromatographie-Gesamtkatalog gibt Ihnen Auskunft.

- Diamantfeile (z. B. REF 708300)
- Lupe (z. B. REF 706296)
- Ampulle mit einem niedrigsiedenden Lösemittel (z. B. Pentan, Cyclohexan, Aceton)
- Lecksuchgerät oder -flüssigkeit
- Flussmesser

Bei der großen Zahl und dem unterschiedlichen chromatographischen Know How unserer Kunden ist es unmöglich, eine Anleitung zu erstellen, die gleichermaßen allen Anforderungen gerecht wird. Wir haben versucht einen Mittelweg zu beschreiten, der zwischen ausführlichem Lehrbuch und Schlagwortaufzählung liegt und damit sowohl dem Anfänger weiterhilft als auch dem fortgeschrittenen Nutzer zusätzliche Informationen gibt.

Wichtiger Hinweis: Entfernen Sie bitte nicht die Fäden von der Säule! Die Fäden fixieren die Säule am Käfig und verhindern den unerwünschten Kontakt der Glaskapillare mit Metallteilen des Käfigs. Die Fäden sind temperaturstabil bis 400 °C.

Jetzt können Sie mit dem Einbau beginnen:

Achtung: Enge Biegungen sind zu vermeiden. Die Säule ist frei von Spannungen einzubauen. Ein Säulenhalter soll nur den Käfig berühren. Für Säulenkopplungen sind Verschraubungen oder Verbinden ohne Totvolumen einzusetzen, um Peakverbreiterungen, Tailing oder gar Memory-Effekte zu vermeiden.

- a) Die Verpackung entfernen (möglichst aufschneiden, nicht aufreißen) und die Säule entnehmen.
- b) Die Säule auf evtl. mechanische Schäden (Transport) untersuchen; es dürfen keine freien Enden (nicht abgeschmolzen) zu sehen sein! Sollte dies jedoch der Fall sein, die Säule bitte unverzüglich MACHEREY-NAGEL zum Ersatz zurücksenden.
- c) Die abgeschmolzenen Säulenenden müssen entfernt werden. Ritzen Sie hierzu mit einer Diamantfeile die Polyimidschicht ca. 5 cm von der Abschmelzstelle entfernt an und brechen Sie die Enden gerade ab. Achten Sie darauf, dass hierbei keine Bruchstücke in die Säule gelangen. Dazu ist es hilfreich, das abgeschmolzene Säulenende nach „unten“ wegzunehmen.
- d) Beide Säulenenden ca. 1 Wicklung vom Käfig (Säulenträger) abwickeln.
- e) Die Säule in der Ofenmitte aufhängen.

- f) Über beide Säulenenden die Muttern und Ferrules schieben und mit der Diamantfeile ca. 5 cm an jedem Säulenende abschneiden (damit keine Ferrule-Partikel im Säulenanfang verbleiben).
- g) Die Säulenenden mit der Lupe kontrollieren. Weisen die Säulenenden keine gerade Kante oder starke Grate auf, wird ein weiteres Stück Kapillare abgeschnitten.
- h) Um den Säuleneingang mit der optimalen Einbautiefe zu installieren, verweisen wir auf das Handbuch Ihres Geräteherstellers. Ein Säulenende in den Injektor einführen und gemäß der Anleitung des Geräteherstellers fixieren d. h. die Mutter etwas fester als handfest anziehen.
- i) Den Gasfluss des Injektors gemäß den Angaben des Geräteherstellers, der Analysenvorschrift oder folgender Durchschnittstabelle einstellen:

ID	Länge	Vordruck	Ungefähre Totzeit
[mm]	[m]	[bar]	[min]
0,05	10	2,5 (H ₂)	1,5
	20	4,5 (H ₂)	3
0,20	12	0,8 (He)	1,0
	25	1,5 (He)	1,8
	50	3,0 (H ₂)	3,0
0,25	10	0,3 (He)	1,0
	15	0,4 (He)	1,2
	25	0,7 (He)	2,5
	30	0,8 (He)	2,8
	50	1,5 (He)	5
	60	1,8 (He)	5,5
0,32	10	0,3 (He)	0,8
	15	0,4 (He)	0,9
	25	0,5 (He)	1,4
	30	0,6 (He)	1,6
	50	1,0 (He)	3,5
	60	1,2 (He)	4,0
0,53	10	0,2 (He)	0,6
	15	0,2 (He)	0,7
	25	0,3 (He)	1,0
	30	0,4 (He)	1,1
	50	1,0 (H ₂)	1,5

- j) Das andere Säulenende in die Ampulle mit leichtsiedendem Lösemittel tauchen. Nach spätestens 30 s müssen Gasbläschen den Gasfluss durch die Säule anzeigen. Sollten keine Bläschen zu sehen sein, sind die Schritte f) – i) zu wiederholen. Stellt sich auch dann noch kein Gasfluss ein, kontrollieren Sie:
- den Vorrat an Trägergas
 - den Druck des Trägergases in den Zuleitungen (Druckregler, Ventile)
 - auf Bruch der Kapillarsäule
- k) Das zweite Säulenende in den Detektor einführen und gemäß der Anleitung des Geräteherstellers fixieren, d. h. die Mutter leicht anziehen. Ausnahme: Bei Verwendung hoch empfindlicher Detektoren (MS, ECD) sollten Sie die Säule erst konditionieren (siehe unten) und erst dann in den Detektor einbauen.

Tipp: Für die nächste Säuleninstallation Einbautiefe der Säule in Injektor und Detektor am Gaschromatographen mit wasserfestem Filzschreiber anzeichnen (z. B. Tür oder Umrandung des Ofenraums).

- l) Die Anschlüsse der Säulen im Ofenraum auf Dichtigkeit prüfen (z. B. mit Lecksuchflüssigkeit; vor allem bei Verwendung von Wasserstoff als Trägergas)!
- m) Ofentür schließen, den Gaschromatographen starten:
- Injektor und Detektor heizen (maximal auf Langzeitsäulentemperatur der Kapillarsäule) und gegebenenfalls zünden (z. B. FID).
 - Ofenheizung einschalten (Temperatur im Bereich 60–100 °C wählen).
 - Integrator oder EDV-Auswertesystem starten.
 - Splitverhältnis einstellen (typisch: 1:30).
 - Methan oder ein leicht flüchtiges Lösemittel injizieren, um die Gesamtfunktion des gaschromatographischen Systems zu überprüfen.
- n) Nach Bedarf die Säule (über Nacht) konditionieren (siehe Kap. II.1).
- o) Ggf. den Test vom Zertifikat reproduzieren (siehe Kap. II.2) – die Säule ist einsatzbereit.

II. Inbetriebnahme und Test der Säule und des Chromatographen

1. Konditionieren

Jede Trennsäule wurde vor der Qualitätsprüfung konditioniert. Konditionieren dient dazu, flüchtige Anteile von Probenmolekülen und stationärer Phase zu eluieren und aktive Stellen auf der inneren Säulenoberfläche zu entfernen.

Eine Konditionierung sollte immer nach einer längeren Lagerung der Säulen vorgenommen werden.

Die Konditionierung kann dabei durch mehrfaches Fahren eines Temperaturprogramms (3–5 Zyklen) erfolgen bzw. man setzt die Säule für längere Zeit (12–24 h) der zulässigen isothermen Maximaltemperatur aus.

Die beiden Zahlenwerte der im Zertifikat angegebenen Temperaturen bedeuten dabei die (niedrigere) isotherme Langzeittemperatur (= Konditioniertemperatur) bzw. die (höhere) Kurzzeittemperatur (= Maximum im Temperaturgradienten, während 5–15 min).

Beim Konditionieren darf die Langzeittemperatur nicht überschritten werden und es ist auf eine ununterbrochene Gasversorgung zu achten.

Achtung: Ohne Trägergasstrom wird die stationäre Phase einer Kapillarsäule bei hoher Temperatur in kürzester Zeit zerstört!

2. Säulentest

Jede Kapillarsäule von MACHEREY-NAGEL wird im Gaschromatographen getestet und das individuelle Chromatogramm mit den Bedingungen der Säule beigelegt (das Testzertifikat). Dieses sollten Sie für den späteren Gebrauch auf jeden Fall aufbewahren.

Sie sollten nach Möglichkeit das mitgelieferte Chromatogramm reproduzieren, bevor Sie die Trennsäule für Ihre gewünschte Analytik einsetzen. Die entsprechende Testmischung kann separat bezogen werden (siehe www.mn-net.com).

Es zeigt Ihnen, ob

- der Säuleneinbau korrekt ist
- die Probenaufgabe in Ordnung ist
- das chromatographische Gesamtsystem inklusive Auswertung fehlerfrei arbeitet.

Durch das Reproduzieren des Säulentests dokumentieren Sie die Qualität und können zu jeder Zeit einen Vergleich mit dem Urzustand der Säule bei Auslieferung vornehmen.

An Hand des Säulentests können Sie eine ganze Reihe von typischen Fehlern erkennen; daher sollte die Reproduktion des Tests immer der erste Schritt einer Fehlersuche sein.

Ist das Testergebnis zufriedenstellend, so können Sie Ihre beabsichtigte Applikation durchführen.

3. Kontrolle des Säuleneinbaus

Was sollten Sie tun wenn die von Ihnen durchgeführten Tests nicht mit den von uns mitgelieferten Zertifikaten übereinstimmen?

- a) Überprüfen Sie den korrekten Einbau der Kapillare und testen Sie erneut.
- b) Vergleichen Sie das fehlerhafte Chromatogramm mit den Beispielen in der Fehlerbetrachtung und beheben Sie die Störung.
- c) Rufen Sie die für Sie zuständige MACHEREY-NAGEL Niederlassung oder Ihren Händler vor Ort an und fragen um Hilfe.

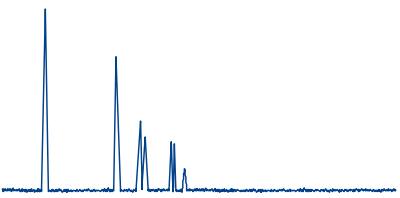
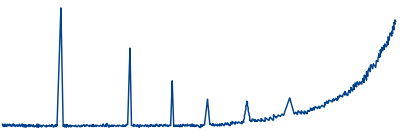
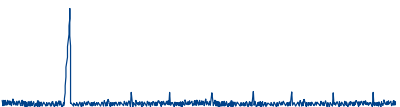

Im folgenden werden wir einige charakteristische Fehler, die aus Chromatogrammen erkannt werden können, aufzeigen.

4. Fehlerbetrachtung

Sollten Sie den Säulentest Ihrer Kapillarsäule nicht reproduzieren können, liegt möglicherweise eine der folgenden Ursachen zugrunde.

Beispielsweise erzeugt ein Totvolumen im Injektor ein Tailing. Besonders betroffen sind die früh eluierenden Komponenten in einem Temperaturprogramm. Totvolumen im Detektor führt ebenfalls zu Tailing, jedoch sind in diesem Fall alle Komponenten gleichermaßen betroffen.

Die folgenden Fehler-Chromatogramme sind „Nebenprodukte“ mehrjähriger Laborarbeit; die Lösungsvorschläge basieren auf Erfahrungen mit einer Vielzahl von Problemen aus der täglichen Praxis. Wir haben die aus unserer Sicht am häufigsten vorkommenden Fehler ausgewählt, erheben mit dieser Zusammenstellung aber selbstverständlich keinen Anspruch auf Vollständigkeit. Weitere Informationen finden Sie im Internet in unserem GC-Troubleshooting.

Beobachtung	Ursache	Lösungsvorschlag
<p>Fehler A</p>  <p>Fehlende oder zusammenfallende Peaks</p>	<p>Probe zu verdünnt Säulenanschluss undicht, Säule nicht richtig eingebaut Injektortemperatur zu gering Probe zersetzt sich im Injektor</p> <p>Säule adsorbiert Substanzen oder baut sie ab</p>	<p>Injektionsvolumen erhöhen, Probe aufkonzentrieren Undichte Stellen prüfen, Ferrules wechseln, Säule korrekt einbauen Temperaturprogramm prüfen, Injektortemperatur erhöhen Temperaturprogramm prüfen, Temperatur im Injektor reduzieren, Liner tauschen, Kapillarenden prüfen Kapillarenden prüfen, mit geeignetem Testgemisch intakte Desaktivierung prüfen; bei schlechtem Ergebnis Säule vorn und hinten um 10 cm kürzen; ansonsten Säule ersetzen Zeigt das Testgemisch keinen Säulenmangel auf: a) Säule mit dickerem Film verwenden; b) auf besser desaktivierte Phase zurückgreifen; c) Spezialsäule einsetzen</p>
<p>Fehler B</p>  <p>Ansteigende Grundlinie, bei hoher Temperatur Bluten, starkes Rauschen</p>	<p>Septum-Teilchen im Säuleneingang Zu schnelles Aufheizprogramm, zu hohe Endtemperatur Säulenbluten durch nicht optimal konditionierte Säule Detektor verunreinigt</p>	<p>Vom Säuleneingang eine Windung abschneiden, Injektionssepten wechseln Temperaturgradienten und Endtemperatur verringern Säule bei abgekoppeltem Detektor konditionieren (siehe hierzu auch die Anleitung des Geräte- bzw. Detektorherstellers) Detektor nach Herstellerangaben reinigen</p>
<p>Fehler C</p>  <p>Regelmäßige Störpeaks</p>	<p>Bluten bei Silikonsepten</p>	<p>Neues Septum oder blutungsärmere (Hochtemperatur-) Septen- Qualität verwenden</p>
<p>Fehler D</p>  <p>Unregelmäßige Störpeaks / Spikes / Geisterpeaks</p>	<p>Verunreinigungen aus Probengläsern und / oder Probenvorbereitung Spritze verschmutzt Probe zersetzt sich</p> <p>Säule adsorbiert Substanzen oder baut sie ab</p> <p>Bluten bei Butylgummisepten</p>	<p>SPE und Autosamplergefäße kontrollieren, Septen gegen blutungsärmere austauschen</p> <p>Saubere Spritze verwenden Temperaturprogramm, Ofentemperatur (Thermometer) prüfen; bei thermolabilen Verbindungen Temperatur im Injektor reduzieren, Liner tauschen Kapillarenden prüfen, mit geeignetem Testgemisch intakte Desaktivierung überprüfen; bei schlechtem Ergebnis Säule vorne und hinten um 10 cm kürzen; ansonsten Säule ersetzen Zeigt das Testgemisch keinen Säulenmangel auf: a) Säule mit dickerem Film verwenden; b) auf besser desaktivierte Phase zurückgreifen; c) Spezialsäule einsetzen Für Injektor und Probengläser Silikonsepten verwenden</p>

Beobachtung	Ursache	Lösungsvorschlag
<p>Fehler E</p>  <p>Fronting, starke Peakverbreiterung im ansteigenden Teil</p>	<p>Säule überladen Probe zersetzt sich</p> <p>Säule adsorbiert Substanzen oder baut sie ab</p>	<p>Aufgabevolumen reduzieren Temperaturprogramm, Ofentemperatur (Thermometer) prüfen; bei thermolabilen Verbindungen Temperatur im Injektor reduzieren, Liner tauschen</p> <p>Kapillarenden prüfen, mit geeignetem Testgemisch intakte Desaktivierung überprüfen; bei schlechtem Ergebnis Säule vorne und hinten um 10 cm kürzen; ansonsten Säule ersetzen Zeigt das Testgemisch keinen Säulenmangel auf: a) Säule mit dickerem Film verwenden; b) auf besser desaktivierte Phase zurückgreifen; c) Spezialsäule einsetzen</p>
<p>Fehler F</p>  <p>Tailing, starke Peakverbreiterung im abfallenden Teil</p>	<p>Probe siedet sehr hoch System ist undicht</p> <p>Probe zersetzt sich</p> <p>Säule adsorbiert Substanzen oder baut sie ab</p> <p>Verbindungen, die immer stark tailen</p>	<p>Bei polaren, basischen oder hochsiedenden Proben derivatisieren Korrekten Einbau der Säule und undichte Stellen prüfen, Ferrules wechseln</p> <p>Temperaturprogramm, Ofentemperatur (Thermometer) prüfen; bei thermolabilen Verbindungen Temperatur im Injektor reduzieren, Liner tauschen</p> <p>Kapillarenden prüfen, mit geeignetem Testgemisch intakte Desaktivierung überprüfen; bei schlechtem Ergebnis Säule vorne und hinten um 10 cm kürzen; ansonsten Säule ersetzen Zeigt das Testgemisch keinen Säulenmangel auf: a) Säule mit dickerem Film verwenden; b) auf besser desaktivierte Phase zurückgreifen; c) Spezialsäule einsetzen</p> <p>Keine Fehlerbehebung möglich</p>
<p>Fehler G</p>  <p>Breite Peaks</p>	<p>Split-Fluss zu gering Säule überladen</p>	<p>Split-Fluss erhöhen Weniger injizieren oder den Split-Fluss erhöhen</p>

III. Allgemeine Informationen zur Säulenhandhabung

1. Säulenregenerierung

Sind Probleme mit Verunreinigungen aufgetreten (vgl. Fehler D), kann man eine oder mehrere der folgenden Maßnahmen einleiten:

- a) Die verunreinigte Stelle entfernen, d. h. in der Regel das Säulenende im Injektor um ca. 50 cm (mindestens eine Säulenwindung) kürzen
- b) Das Säulenende in der Transferline des Detektors entfernen, da hier die Phase auf Grund der dauernd anliegenden hohen Temperaturen schneller geschädigt ist, als beim Rest der Säule
- c) Es kann auch versucht werden, die Säule im GC mit 20 µL Aceton zu „fluten“ und ein normales Ausheizprogramm anzuschließen.
- d) Als letzte Rettungsmöglichkeit kann die Säule auch gespült werden (*nur chemisch gebundene Säulen*). Dazu wird die Säule aus dem Gaschromatographen ausgebaut und mit dem Detektorende (*markieren!*) an die Spülapparatur angeschlossen. Gespült wird mit 10 mL Pentan, Aceton oder Toluol für apolare – mittelpolare Phasen bzw. Dichlormethan für polare Phasen. Säuren oder Basen (*auch verdünnte*) sowie Derivatisierungsmittel dürfen nicht eingesetzt werden. Nach dem Spülen mit der Spülapparatur muss die stationäre Phase wenigstens 2 h im Trägergasstrom bei Raumtemperatur getrocknet werden, bevor die Säule wieder in den GC eingebaut und im Temperaturprogramm (1 °C/min) bis zur maximalen Temperatur (ca. 1 h halten) aufgeheizt werden kann.

2. Lagerung der Säule

Soll die Kapillarsäule über Nacht im GC bleiben, empfehlen wir den Splitfluss zu reduzieren und die Ofentemperatur auf 80–100 °C einzustellen.

Muss der Gasstrom abgestellt werden oder ist es nötig, die Säule auszutauschen, so kühlen Sie vor dem Säulenausbau den Ofen auf Raumtemperatur. Während der Lagerung sollten die Säulenenden verschlossen sein, um die Oxidation der Phase durch den Luftsauerstoff zu vermeiden (*vor allem wichtig bei Wax und FFAP Säulen*). Fused Silica Säulen können einfach verschlossen werden, indem man die Säulenenden (seitlich) in ein Septum sticht. Wir empfehlen für die längerfristige Lagerung das Abschmelzen der Enden und die Aufbewahrung in der Originalverpackung.

3. Werterhaltung

Die vor Ihnen liegende Säule besteht aus einem Quarz-Glasrohr, das mit hoher Präzision gefertigt und zur Erreichung der hohen Flexibilität mit einer Polyimid-Schutzschicht umgeben wurde.

Achtung: Eine Zerstörung dieser Schutzschicht ist unbedingt zu vermeiden, da ungeschütztes Fused Silica spröde wird und leicht bricht.

Die Säule ist auf einem Käfig zum Schutz vor mechanischer Beschädigung aufgewickelt. Setzen Sie die Säule keinen mechanischen oder extremen thermischen Beanspruchungen aus (z. B. Öffnen der Ofentür bei hohen Temperaturen!).

Zusätzlich können Sie die Säule vor chemischer Beanspruchung schützen, indem Sie eine entsprechende Probenvorbereitung durchführen, den pH-Wert Ihrer Probe kontrollieren (nicht sauer oder basisch) und eine Vorsäule benutzen. Bei Matrixproblemen kann durch Änderung der Probenvorbereitung die Standzeit deutlich verlängert werden.

Verwenden Sie CHROMAFIL® Spritzenvorsatzfilter zur Klarfiltration, CHROMABOND® SPE Säulen zur selektiven Probenvorbereitung und/oder desaktivierte Kapillarsäulen (Vorsäulen), um die Trennsäule vor Verschmutzung zu schützen. Von einer solchen Vorsäule können dann Stücke von 0,5–1 m Länge (immer mindestens eine Windung) bei Bedarf entfernt werden, ohne die analytische Säule kürzen zu müssen.

IV. Hilfe

Wenn Sie Fragen im Zusammenhang mit dem Einsatz von Kapillarsäulen haben, wenden Sie sich ohne Zögern an:

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG

Deutschland und weltweit	Tel.	+49 24 21 969-0
	Fax	+49 24 21 969-199
	E-Mail	info@mn-net.com
Schweiz	Tel.	+41 62 388 55 00
	Fax	+41 62 388 55 05
	E-Mail	sales-ch@mn-net.com
Frankreich	Tel.	+33 388 68 22 68
	Fax	+33 388 51 76 88
	E-Mail	sales-fr@mn-net.com
USA	Tel.	+1 484 821 0984
	Fax	+1 484 821 1272
	E-Mail	sales-us@mn-net.com

Wir helfen Ihnen gern weiter durch:

- ◆ Telefonische Beratung in technischen Fragen
- ◆ Technische Unterlagen in Form von fertigen Applikationen unserer Produkte (z. B. GC Application Guide)
- ◆ Technischen Service vor Ort durch unsere Aussendienstmitarbeiter
- ◆ Unsere umfassende Internet-Applikationssammlung im Bereich GC, HPLC, DC, SPE
- ◆ Besuchen Sie unsere Homepage: www.mn-net.com

Haftung

MACHEREY-NAGEL Produkte sind ausschließlich für den Laborbedarf bestimmt. Sie sind nicht für klinische Anwendungen gedacht und geeignet (diagnostische, therapeutische oder prognostische Anwendungen). MACHEREY-NAGEL übernimmt keine Verantwortung und Haftung für Schäden, die im Zusammenhang mit unsachgemäßem Gebrauch, falscher Anwendung oder Benutzung außerhalb des Bestimmungsbereiches entstehen. Der Anwender trägt die Verantwortung dafür, dass er die Produkte entsprechend seiner geplanten Anwendung ausgewählt hat. Anwendungen im, am oder auf dem menschlichen Körper sind strengstens verboten! Der Benutzer ist haftbar für alle Schäden, die aus einer solchen Anwendung entstehen.

MACHEREY-NAGEL Produkte sind nur für qualifiziertes Personal gedacht und geeignet.

Schadensersatzansprüche des Käufers – auch außervertraglicher Art – sind im Falle leicht fahrlässiger Pflichtverletzung des Verkäufers, der leitenden Angestellten und anderen Erfüllungsgehilfen des Verkäufers ausgeschlossen, es sei denn, dass die Pflichtverletzung einen Schaden aus der Verletzung des Lebens, des Körpers, oder der Gesundheit kausal hervorgerufen hat.

Zwingende gesetzliche Haftungsvorschriften bleiben unberührt.

Soweit über diese Aussagen hinaus in den Verkaufs- und Lieferbedingungen vertragliche Aussagen über die Haftung getroffen werden, sind diese abschließend. Eine darüber hinausgehende Haftung wird ausgeschlossen.

Die anwendungstechnische Beratung des Verkäufers in Wort, Schrift und durch Versuche erfolgt nach bestem Wissen, gilt jedoch nur als unverbindlicher Hinweis, auch im Bezug auf etwaige Schutzrechte Dritter, und befreit den Käufer nicht von der eigenen Prüfung und ggf. Validierung der vom Verkäufer gelieferten Produkte auf ihre Eignung für die beabsichtigten Verfahren und Zwecke. Anwendung, Verwendung und Verarbeitung der Produkte erfolgen außerhalb der Kontrollmöglichkeiten des Verkäufers und liegen daher ausschließlich im Verantwortungsbereich des Käufers. Die beiliegenden Produktbeschreibungen, Gefahrenhinweise und Beipackzettel sind zu beachten. Jedwede eigenmächtige Änderung der beschriebenen Gebrauchsweise und/oder Veränderung der Ware oder des Hinweismaterials geschieht auf eigene Gefahr.

Please read these instructions BEFORE installing – and certainly before heating – your column!

The present capillary column from MACHEREY-NAGEL has been manufactured in our own facilities and will be the heart of your gas chromatographic analytical system. It has been produced following state-of-the-art technologies and has been individually tested; the enclosed certificate documents its quality standard.

In order to obtain good results from your column as long as possible, you should carefully read and follow these instructions. We have grouped them into 4 chapters:

- I. Column installation
- II. Start-up and testing column and chromatograph
- III. General information for handling
- IV. Technical support and customer services

I. Column installation

The following items are required for proper column installation:

- ◆ Ferrules (with hole appropriate for the respective column outer diameter)

Column ID [mm]	Column OD = bore of ferrule [mm]	REF (graphite ferrule)	Notation of other manufacturers
0.05–0.20	0.40	708309	minibore
0.25	0.40	708309	narrowbore
0.32	0.50	708308	widebore
0.53	0.80	708301	megabore

For GC instruments of Carlo Erba / Fisons and Hewlett-Packard / Agilent special ferrules are available – please see our website www.mn-net.com or our catalogue Chromatography.

- ◆ Diamond file (e.g., REF 708300)
- ◆ Magnifying lens (e.g., REF 706296)
- ◆ Vial with volatile solvent (e.g., pentane, cyclohexane, acetone)
- ◆ Leak detector or leak check liquid
- ◆ Flow meter

The great number of our customers and their very different state of chromatographic knowledge make it impossible to write instructions, which cover all demands. Thus we have tried to strike a balance between an extensive textbook and succinct keywords and hope that this will help the beginner as well as the experienced user.

Important note: Do not remove the cords from the capillary column! The cords attach the column to the cage and prevent unnecessary contact between the column and metal parts of the cage. The cords are temperature stable up to 400 °C.

Now you are ready for installation:

Caution: Avoid sharp bends. The column should be installed in an unstrained configuration. A column hanger should only contact the cage. For coupling of columns use only zero dead volume fittings or devices to avoid peak broadening, tailing or even memory effects.

- a) Open the plastic packing (cut – not tear) and remove the column.
- b) Check the column for mechanical transport damage; there must be no free ends visible (ends not melted)! If this should be the case, return the column to your distributor for replacement.
- c) The melted column ends have to be removed. For this purpose, score the polyimide layer about 5 cm from the melted end using a diamond file and break the end off straight. Make sure that no column fragments get into the column. For this purpose it is advisable to take off the removed end in a downward movement.
- d) Unwind both column ends from the cage for about one turn.
- e) Suspend the column in the middle of the oven.

- f) Place a column nut and a ferrule over each column end, then cut about 5 cm from each column end using a diamond file (in order to remove any ferrule particles from the column).
- g) Examine the column ends with a magnifying lens. If the column ends are not smooth or even show strong burrs, cut off another piece from the column.
- h) Consult the manual of your GC instrumentation because it is very important to install the column entrance at the correct insertion distance in the injector. Insert one column end into the injector and attach it according to the instructions of the instrument manufacturer, i.e., fix it only slightly more than finger-tight.
- i) Adjust the flow of the carrier gas through the injector according to the instrument manual, the analytical instructions or the average values of the following table:

ID	Length	Pressure	Approximate dead time
[mm]	[m]	[bar]	[min]
0.05	10	2.5 (H ₂)	1.5
	20	4.5 (H ₂)	3
0.20	12	0.8 (He)	1.0
	25	1.5 (He)	1.8
	50	3.0 (H ₂)	3.0
0.25	10	0.3 (He)	1.0
	15	0.4 (He)	1.2
	25	0.7 (He)	2.5
	30	0.8 (He)	2.8
	50	1.5 (He)	5
	60	1.8 (He)	5.5
0.32	10	0.3 (He)	0.8
	15	0.4 (He)	0.9
	25	0.5 (He)	1.4
	30	0.6 (He)	1.6
	50	1.0 (He)	3.5
	60	1.2 (He)	4.0
0.53	10	0.2 (He)	0.6
	15	0.2 (He)	0.7
	25	0.3 (He)	1.0
	30	0.4 (He)	1.1
	50	1.0 (H ₂)	1.5

- j) Place the free end of the capillary column into a vial with a volatile solvent. After not more than 30 s gas bubbles should indicate a steady flow through the column. If no bubbles appear, repeat steps f) – i). If you still don't see a gas flow check the following:
- the supply of carrier gas
 - the pressure of the carrier gas in the supply pipes (pressure regulator, valves)
 - if the capillary column is broken
- k) Insert the second column end into the detector and attach it according to the instructions of the instrument manufacturer, i.e., fix the nut slightly. Exception: If using highly sensitive detectors (MS, ECD) you should first condition the column (see below) and then connect it to the detector.

Hint: For subsequent column installations you may mark the installation depth of the column in the injector and detector in the gas chromatograph using a moisture-proof felt tip pen (e.g., on the door or the edge of the oven).

- l) Check the column connections in the oven for leaks (e.g., with leak check liquid; this is especially important when using hydrogen as carrier gas)!
- m) Close the oven door, start the gas chromatograph:
- Heat the injector and the detector (maximum to the long-term temperature limit of the capillary column) and ignite, if required (e.g., FID).
 - Heat the oven (choose a temperature between 60 and 100 °C).
 - Start the integrator or the data processing system.
 - Adjust the split ratio (typical: 1:30).
 - Inject methane or a volatile solvent to check the overall performance of the gas-chromatographic system.
- n) According to requirements, condition the column (over night), (see chap. II.1).
- o) Possibly reproduce the column test from certificate (see chap. II.2) – now the column is ready for use.

II. Start-up and testing column and chromatograph

1. Conditioning

Each column has been conditioned prior to its quality control. Conditioning is used to elute volatile components of sample molecules and stationary phase and to remove active sites of the inner column surface.

Conditioning should always be performed after a longer storage of the column.

Conditioning can be performed by repeated running of a temperature program (3–5 cycles) or a longer exposure (12–24 h) to the maximum isothermal temperature.

The two numerical temperature values mentioned in the certificate indicate the (lower) isothermal long-term temperature (= conditioning temperature) and the (higher) short-term temperature (= maximum in temperature gradients during 5–15 min).

During conditioning never exceed the long-term temperature, and make sure that the gas supply is never interrupted.

Caution: *Without carrier gas flow at high temperatures any stationary phase in a capillary column will be destroyed in no time!*

2. Column test

Each column from MACHERY-NAGEL is tested in a gas chromatograph, and the individual chromatogram with conditions (the test certificate) is supplied with the column. It should be retained for future reference.

If possible you should reproduce the included test chromatogram before using the column for your analytical tasks. The respective test mixture can be separately purchased (see www.mn-net.com).

This will indicate whether

- ◆ column installation is correct
- ◆ samples are properly injected
- ◆ the overall chromatographic system including evaluation works accurately.

By reproducing the column test you document the performance of the column, and thus you can at any time compare the state of the column with the initial quality.

Using the column test, you can identify a number of typical failures; this is the reason why reproduction of this test should always be the first step in troubleshooting.

If the test result is satisfactory, the planned application can be operated.

3. Checking column installation

What should you do when your own test does not show the same result as the test certificate?

- a) Check the correct installation of the column and test again.
- b) Compare the faulty chromatogram with the examples in our troubleshooting and try to correct the problem.
- c) Contact your nearest MACHERY-NAGEL office or your local distributor and ask for help.

In the following chapter we have listed some typical shortcomings which can be seen in the chromatogram.

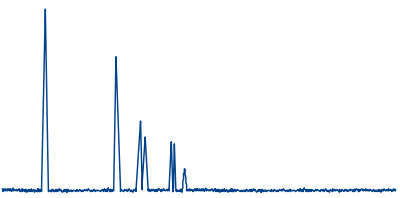
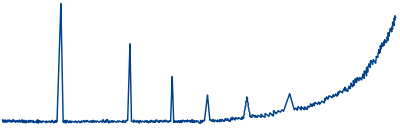

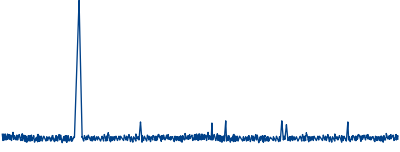
4. Troubleshooting

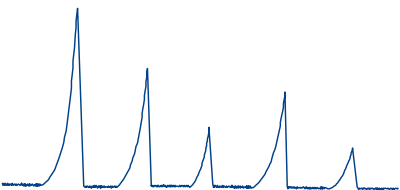
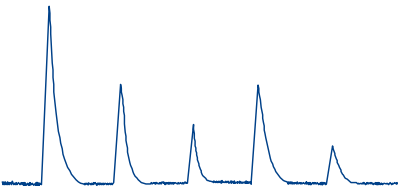
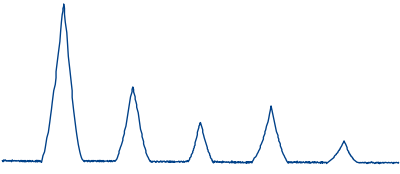
If you cannot reproduce the test chromatogram of your capillary column, this may be due to one of the following reasons.

For example, a dead volume in the injector produces tailing. This is especially strong for early eluting components in a temperature program. Dead volume in the detector also results in tailing, however, in this case all components are affected.

The following "faulty" chromatograms are by-products of years of laboratory work; suggested remedies are based on experience with a large number of problems from daily practice. We have selected failures which from our point of view are most frequently encountered, but of course our choice can by no means be comprehensive.

Fused silica capillary column for GC

Observation	Possible cause	Suggested remedy
Shortcoming A 	Sample too diluted Column connection leaks, column not properly installed Injector temperature too low Sample decomposes in the injector Column adsorbs substances or decomposes them	Increase injection volume, concentrate sample Check for leaks, change ferrules, reinstall column Check temperature program, increase injector temperature Check temperature program, reduce injector temperature, change liner, check capillary ends Check capillary ends, check intact deactivation using a suitable test mixture; for poor results shorten both column ends by about 10 cm; or replace column If the column test does not show any defects: a) use a column with thicker film; b) use phase with better deactivation; c) use special column
Missing or overlapping peaks		
Shortcoming B 	Septum particles in the column entrance Heating program too fast, final temperature too high Column bleeding due to incomplete column conditioning Soiled detector	Cut off one turn from the column entrance, change injection septa Decrease temperature gradient and final temperature Disconnect detector and condition column (also see instructions for your GC instrumentation and detector) Clean detector according to manufacturers instructions
Increasing baseline, at high temperatures bleeding, strong noise		
Shortcoming C 	Bleeding of silicone septa	Use new septum or septum grade with lower bleeding (high temperature septum)
Regular interfering peaks		
Shortcoming D 	Impurities from sample vials and / or sample preparation Dirty syringe Sample is decomposed Column adsorbs substances or decomposes them	Check SPE and autosampler vials, use septa with lower bleeding Use clean syringe Check temperature program, oven temperature (thermometer); when chromatographing thermolabile compounds, reduce injector temperature, change liner Check capillary ends, check intact deactivation using a suitable test mixture; for poor results shorten both column ends by about 10 cm; or replace column If the column test does not show any defects: a) use a column with thicker film; b) use phase with better deactivation; c) use special column
Irregular interfering peaks / spikes / ghost peaks	Bleeding of butyl septa	Use silicone septa for injector and sample vials

<i>Observation</i>	<i>Possible cause</i>	<i>Suggested remedy</i>
<p>Shortcoming E</p> 	<p>Column overload Sample is decomposed</p> <p>Column adsorbs substances or decomposes them</p>	<p>Reduce injection volume</p> <p>Check temperature program, oven temperature (thermometer); when chromatographing thermolabile compounds, reduce injector temperature, change liner</p> <p>Check capillary ends, check intact deactivation using a suitable test mixture; for poor results shorten both column ends by about 10 cm; or replace column</p> <p>If the column test does not show any defects: a) use a column with thicker film; b) use phase with better deactivation; c) use special column</p>
<p>Fronting, heavy peak broadening of the peak front</p>	<p>Sample with high boiling point System leaks Sample is decomposed</p> <p>Column adsorbs substances or decomposes them</p>	<p>Derivatize polar, basic or high-boiling samples</p> <p>Check for proper column installation and leaks, change ferrules</p> <p>Check temperature program, oven temperature (thermometer); when chromatographing thermolabile compounds, reduce injector temperature, change liner</p> <p>Check capillary ends, check intact deactivation using a suitable test mixture; for poor results shorten both column ends by about 10 cm; or replace column</p> <p>If the column test does not show any defects: a) use a column with thicker film; b) use phase with better deactivation; c) use special column</p>
<p>Shortcoming F</p> 	<p>Compounds which always show strong tailing</p>	<p>No remedy possible</p>
<p>Tailing, heavy peak broadening of the peak back</p>	<p>Compounds which always show strong tailing</p>	<p>No remedy possible</p>
<p>Shortcoming G</p> 	<p>Split flow too low Column overload</p>	<p>Increase split flow</p> <p>Inject less or increase split flow</p>
<p>Broad peaks</p>		

III. General information for handling

1. Column regeneration

If contamination is the cause of a loss in column performance (compare shortcoming D) you may try one of the following remedies:

- a) Remove the contaminated end from the column, i.e. in general shorten the injector column end by about 50 cm (at least one column turn).
- b) Remove column end in the transfer line of the detector, because here phase deterioration may be faster than in the rest of the column due to the permanent high temperatures.
- c) You may also try to "flood" the column in the GC using 20 μ L acetone followed by a normal heating program.
- d) As last resource the column can be rinsed (*only chemically bonded phases*). For this purpose disconnect the capillary column from the gas chromatograph and connect the detector end (*mark it!*) to the rinsing device. For rinsing use 10 mL pentane, acetone or toluene for nonpolar – medium polar phases or dichloromethane for polar phases. Never use acids or bases (*even diluted*) or derivatization reagents! After rinsing dry the stationary phase for at least 2 h in a stream of carrier gas at ambient temperature before you install the column in the GC and heat it in a temperature program (1 $^{\circ}$ C/min) up to the maximum isothermal temperature. Hold this temperature for about 1 h.

2. Column storage

If you want the capillary column to stay in the GC over night we recommend to reduce the split flow and adjust the oven temperature to 80–100 $^{\circ}$ C.

If you have to turn off the carrier gas or if it is necessary to change the column, the oven should be cooled to ambient temperature before disconnecting the column. In order to prevent oxygen damaging of the stationary phase the column should be stored with sealed column ends (*especially important for Wax and FFAP columns*). Fused silica columns can be easily sealed by sticking the ends (sideways) into a septum. For long-term storage we recommend flame sealing and storage in the original shipping container.

3. Maintenance of value

The column at hand consists of a tube of fused silica manufactured with high precision and coated with a protective polyimide layer which results in a high column flexibility.

Caution: *It is very important to avoid damage to the polyimide layer, since unprotected fused silica becomes brittle and thus easily breaks.*

The column is coiled onto a cage which largely protects it from mechanical damage. Avoiding mechanical or extreme thermal strain (e.g., opening the oven door at high temperatures!).

In addition, you can protect your column from chemical stress by performing a suitable sample preparation, by controlling the pH value of your sample (neither acid nor basic) and by using a precolumn. If matrix problems occur, a change in sample preparation can considerably extend the lifetime of the column.

We recommend that you use CHROMAFIL[®] syringe filters for sample clarification, CHROMABOND[®] SPE columns for selective sample preparation and/or deactivated capillary columns (precolumns) to protect the separation column from contamination. If necessary 0.5–1 m (always at least one column turn) of the guard column can be removed without need to shorten the analytical column.

IV. Technical support and customer services

If you have any questions concerning the use of capillary columns please don't hesitate to contact us:

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG

Germany and international	Phone	+49 24 21 969-0
	Fax	+49 24 21 969-199
	E-mail	info@mn-net.com
Switzerland	Phone	+41 62 388 55 00
	Fax	+41 62 388 55 05
	E-mail	sales-ch@mn-net.com
France	Phone	+33 388 68 22 68
	Fax	+33 388 51 76 88
	E-mail	sales-fr@mn-net.com
USA	Phone	+1 484 821 0984
	Fax	+1 484 821 1272
	E-mail	sales-us@mn-net.com

We will be glad to help you with:

- Technical support by phone
- Technical documentation as comprehensive collections of applications for our products (e.g., GC Application Guide)
- Local technical support (e.g., by your local distributor)
- Our extensive internet collection of applications for GC, HPLC, TLC, SPE
- Visit our chromatography pages: www.mn-net.com

Liability

MACHEREY-NAGEL products are intended for general laboratory use only. They are not suited for clinical use (diagnostic, therapeutic or prognostic). MACHEREY-NAGEL does not assume any responsibility for damages due to improper application of our products or due to application of our products in other fields of application. The user has to ensure that the products used are suitable for the planned application. Application on the human body is strictly forbidden! The user is liable of all damages resulting from such application.

MACHEREY-NAGEL products are suited for qualified personnel only.

All goods have to be checked immediately upon receipt. Damage claims are only acceptable in writing within 8 working days of receipt of all the goods. In case of legitimate claims the buyer can only require replacement of the goods. If replacement is not possible, the buyer has the right to choose between alternative products with same value or refund. The buyer cannot claim further compensation. All returns must first be authorized by us in writing. We offer a one-year warranty from date of delivery that our products will conform to applicable specifications set forth in the product specifications if not sold to persons set forth in § 13 of German Civil Code. In such a case, the provisions of the German Civil Code shall be valid.

This warranty does not cover defects in or damage to the products which are due to improper installation or maintenance, misuse, neglect or any use other than ordinary commercial application.

Any discharge from liability will be void if a defect results from a heavily negligent or intentional breach of contract or if the buyer will be bodily injured as a result from a negligent or intentional breach.

The seller shall not be liable for the goods being fit for a particular purpose unless otherwise agreed upon, to which the buyer intends to put them. This warranty is strictly exclusive. Any further damage compensation is impossible.

MACHEREY-NAGEL makes no other warranty of any kind whatsoever, and SPECIFICALLY DISCLAIMS AND EXCLUDES ALL OTHER WARRANTIES OF ANY KIND OR NATURE WHATSOEVER; DIRECTLY OR INDIRECTLY; EXPRESS OR IMPLIED; INCLUDING; WITHOUT LIMITATION; AS TO THE SUITABILITY; REPRODUCIBILITY; DURABILITY; FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE OR USE; MERCHANTABILITY; CONDITION; OR ANY OTHER MATTER WITH RESPECT TO MACHEREY-NAGEL PRODUCTS OR THE SALE OF MACHEREY-NAGEL PRODUCTS.

If not superseded by these terms the terms and conditions for the sale of goods (export version) are additionally valid.

Instructions à lire avant l'installation de la colonne – dans tous les cas avant de chauffer votre colonne !

Les colonnes capillaires sont fabriquées par MACHEREY-NAGEL. Elles sont l'élément central de votre système analytique de chromatographie en phase gazeuse. Produites selon les innovations technologiques les plus récentes, elles sont testées individuellement, selon une procédure standard validée et confirmée par un certificat de qualité joint à chaque colonne.

Pour maintenir votre colonne le plus longtemps en bon état de fonctionnement, nous vous recommandons de lire attentivement les instructions suivantes et de les suivre. Nous les avons regroupées en 4 chapitres :

- I. Installation de la colonne
- II. Mise en service et test de la colonne et du chromatographe
- III. Informations générales concernant l'utilisation des colonnes
- IV. Service clientèle et support technique

I. Installation de la colonne

Pour installer une colonne capillaire, veuillez vous munir des accessoires suivants :

- Ferrules (trou correspondant au diamètre externe de la colonne)

DI de la colonne [mm]	DE de la colonne = trou de la ferrule [mm]	REF (ferrule en graphite)	Appellation d'autres fabricants
0,05–0,20	0,40	708309	minibore
0,25	0,40	708309	narrowbore
0,32	0,50	708308	widebore
0,53	0,80	708301	megabore

Pour les instruments CPG de Carlo Erba/Fisons et Hewlett-Packard / Agilent des ferrules spéciales sont disponibles – notre site Web www.mn-net.com ou notre catalogue général de Chromatographie vous donne des informations.

- Lime de diamant (ex. REF 708300)
- Loupe avec échelle (ex. REF 706296)
- Flacon à échantillon avec un solvant volatil (ex. pentane, cyclohexane, acétone)
- Détecteur de fuite ou liquide pour déceler les fuites
- Débitmètre

En raison des connaissances chromatographiques variées de notre clientèle, il nous est impossible d'écrire un manuel d'instruction qui recouvre toutes les demandes de chacun. Nous avons ainsi essayé de trouver un juste milieu entre un texte trop exhaustif et des mots clés trop succincts afin d'aider les débutants mais aussi les chromatographistes les plus expérimentés.

Note importante : *S'il vous plaît n'enlever pas les cordons de la colonne ! Les cordons fixent la colonne sur la cage et empêchent le contact inutile entre la colonne et les parties métaux de la cage. Les cordons sont stables jusqu'à la température de 400 °C.*

Vous pouvez à présent monter la colonne :

Attention : *Eviter de trop courber la colonne qui doit être installée sans tensions. L'installateur de la colonne ne doit tenir celle-ci que par la cage. Pour fixer la colonne utilisez des fittings ou liens sans volumes morts afin d'éviter des élargissement de pics, des trainées de pics (tailing) ou des effets mémoires*

- a) Ouvrez l'emballage (si possible couper, pas déchirer) et enlevez la colonne.
- b) Vérifiez que la colonne n'ait pas subi de dommages mécaniques pendant le transport ; les extrémités doivent être fondues ! Si ce n'était pas le cas, veuillez retourner la colonne immédiatement à MACHEREY-NAGEL ou votre distributeur pour un échange gratuit.
- c) Les bouts fondus des colonnes doivent être éliminés. Pour cela, couper de façon nette environ 5 cm de la couche de polyimide en utilisant une lime de diamant. Assurez-vous qu'aucun fragment de la colonne ne rentre dans celle-ci. Pour cela il est utile de couper vers «le bas» le morceau de colonne à éliminer.
- d) Débobinez les deux extrémités de la colonne d'environ un tour de cage.
- e) Suspendez la colonne au centre du four.

- f) A chaque extrémité, enfitez l'écrou de montage et une ferrule ; coupez à chaque extrémité environ 5 cm de capillaire à l'aide de la lime diamant (pour éviter la présence de particules de ferrule dans la colonne).
- g) Vérifiez la surface de la coupe à la loupe. Si les bords de la colonne ne sont pas coupés droits, ou si ils présentent des bavures, coupez un autre morceau de la colonne.
- h) Consultez le manuel d'utilisation de votre instrumentation CPG, car il est extrêmement important d'installer l'entrée de la colonne à la bonne distance dans l'injecteur. Insérez une des extrémités dans l'injecteur et attachez-la selon les instructions données par le constructeur de l'appareil. Serrez l'écrou fortement à la main.
- i) Réglez de débit du gaz vecteur selon les instructions du fabricant de l'appareil, ou selon les instructions analytiques ou les valeurs moyennes selon la table suivante :

DI [mm]	Longueur [m]	Pression [bars]	Temps mort approximatif [min]
0,05	10	2,5 (H ₂)	1,5
	20	4,5 (H ₂)	3
0,20	12	0,8 (He)	1,0
	25	1,5 (He)	1,8
	50	3,0 (H ₂)	3,0
0,25	10	0,3 (He)	1,0
	15	0,4 (He)	1,2
	25	0,7 (He)	2,5
	30	0,8 (He)	2,8
	50	1,5 (He)	5
	60	1,8 (He)	5,5
0,32	10	0,3 (He)	0,8
	15	0,4 (He)	0,9
	25	0,5 (He)	1,4
	30	0,6 (He)	1,6
	50	1,0 (He)	3,5
	60	1,2 (He)	4,0
0,53	10	0,2 (He)	0,6
	15	0,2 (He)	0,7
	25	0,3 (He)	1,0
	30	0,4 (He)	1,1
	50	1,0 (H ₂)	1,5

- j) Plongez l'autre extrémité de la colonne dans un flacon d'échantillon contenant du solvant volatil. Après 30 s au plus tard, la présence du gaz à travers la colonne est indiquée par des bulles. En cas d'absence de bulles, répétez les étapes f) – i). En cas d'absence répétée de bulles, contrôlez :

- le stock de gaz vecteur
 - le débit et la pression de gaz dans les conduites (manomètre, vannes)
 - une cassure éventuelle de la colonne
- k) Introduisez la deuxième extrémité de la colonne dans le détecteur et fixez-la selon les instruction du fabricant de l'appareil, c'est-à-dire fixer le boulon légèrement. Exception : si vous utilisez des détecteurs de haute sensibilité (MS, ECD) vous devez d'abord conditionner la colonne (voir ci-dessous) et ensuite la connecter au détecteur.

Note : Pour les prochaines installations de la colonne, marquez la profondeur de la colonne dans l'injecteur et le détecteur en utilisant un marqueur (par ex. sur la porte ou sur le rebord du four)

- l) Testez les fuites au niveau des connections de la colonne dans le four (ex. avec le liquide à déceler les fuites ; particulièrement important lors de l'utilisation d'hydrogène comme gaz vecteur) !
- m) Fermez la porte du four, démarrez le chromatographe :
- Chauffez l'injecteur et le détecteur (température limite d'utilisation de la colonne capillaire pour une application isotherme) et éventuellement l'allumer (ex. FID).
 - Chauffez le four (choisissez une température entre 60 et 100 °C).
 - Démarrez l'intégrateur or l'ordinateur.
 - Ajustez le ratio du split (en général : 1:30).
 - Injectez du méthane ou un solvant volatil afin de vérifier les performances du système chromatographique
- n) Selon les besoins de la colonne, conditionnez la colonne (toute la nuit), (voir chap. II.1).
- o) Si nécessaire reproduire le certificat test (voir chap. II.2) – la colonne est ainsi prête à l'emploi.

II. Mise en service et test de la colonne et du chromatographe

1. Conditionnement

Chaque colonne est conditionnée avant de passer le test de qualité. Ceci permet d'évacuer d'éventuelles particules volatiles issues d'échantillons ou de la phase stationnaire et de saturer d'éventuels sites actifs résiduels.

Après tout stockage prolongé, la colonne doit subir un nouveau conditionnement.

Le conditionnement peut se faire par plusieurs cycles (3–5) d'un programme de température ou par chauffage prolongé (12–24 h) de la colonne à la température maximale autorisée dans des conditions isothermes.

Les deux températures indiquées sur le certificat correspondent d'une part à la température maximale à long terme (température plus basse = température de conditionnement), d'autre part à la température à court terme (température plus haute = maximum dans un gradient de température, pendant 5–15 min).

Lors du conditionnement, ne jamais dépasser la température maximale autorisée ; en outre, il est important de s'assurer d'un flux de gaz vecteur ininterrompu.

Attention : *Sans flux de gaz vecteur et à haute température la phase stationnaire d'une colonne capillaire se dégrade très rapidement !*

2. Test de la colonne

Chaque colonne capillaire de MACHEREY-NAGEL est testée sur un chromatographe. Chaque colonne est ainsi livrée avec son chromatogramme test et les conditions opératoires. Ce chromatogramme test est à conserver pour le futur afin de pouvoir le reproduire.

Avant d'utiliser la colonne pour vos propres analyses, nous vous recommandons de reproduire le chromatogramme test. Le mélange test correspondant peut être commandé séparément (voir www.mn-net.com).

Cela vous permet de vérifier si

- l'installation de la colonne est correcte
- l'injection de l'échantillon est correcte
- le système global du chromatographe, jusqu'au système d'intégration, est bien réglé.

Lorsque vous reproduisez le chromatogramme test, vous contrôlez la qualité de la colonne. Ceci vous permet également de voir l'évolution de votre colonne par rapport à son état initial.

L'analyse du mélange test permet de caractériser toutes sortes d'erreurs de manipulation : la comparaison du test de la colonne avec le chromatogramme joint à la colonne doit être la première étape lorsque vous cherchez à identifier une source d'erreur.

Si le résultat du test est satisfaisant, vous pouvez réaliser votre séparation.

3. Contrôle de l'installation de la colonne

Que faire si le chromatogramme obtenu ne correspond pas au chromatogramme livré avec la colonne?

- a) Vérifiez le montage de la colonne et faire un nouveau test.
- b) Comparez le chromatogramme obtenu avec les exemples du chap. 4. et identifiez et remédiez la source d'erreur.
- c) Prenez contact avec votre bureau MACHEREY-NAGEL ou votre distributeur local et demandez conseil.

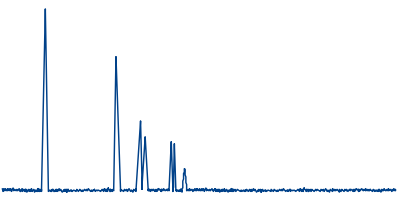
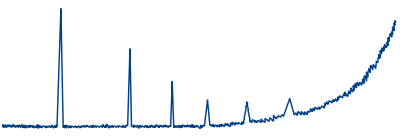
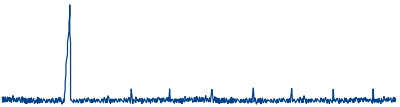
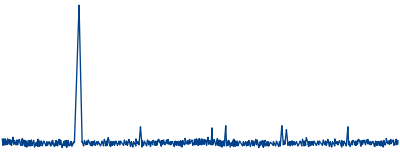
Dans les chapitres suivants nous avons listé quelques imperfections typiques qui peuvent être vues sur un chromatogramme.

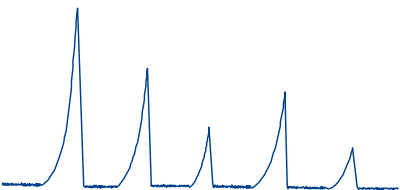
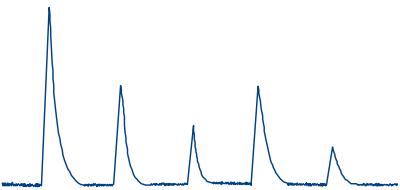
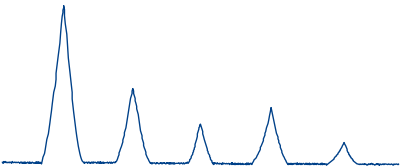
4. Anomalies – Causes et solutions

Si vous ne pouvez pas reproduire le chromatogramme test de votre colonne capillaire, les raisons suivantes exposées peuvent en être la cause.

Par exemple, un volume mort dans l'injecteur provoque une trainée de pics (tailing). Ce phénomène est fortement prononcé pour des composés qui sont élués rapidement dans un programme de température. Un volume mort au niveau du détecteur conduit également à un tailing, cependant dans ce cas précis tous les composés sont concernés.

Les chromatogrammes «défectueux» suivants sont des sous-produits obtenus pendant plusieurs années de travail au laboratoire, les solutions proposées sont basées sur une grande expérience d'un grand nombre de problèmes rencontrés dans la pratique. Nous avons choisi un certain nombre d'exemples à nos yeux les plus représentatifs, qui ne peuvent pas correspondre à vos problèmes.

Observation	Cause éventuelle	Prévention / recommandations
<p>Anomalie A</p>  <p>Absence ou recouvrement d'un pic</p>	<p>Cause éventuelle</p> <p>L'échantillon est trop dilué</p> <p>Fuite au niveau des connexions de la colonne, la colonne n'est pas correctement installée</p> <p>La température de l'injecteur est trop faible</p> <p>L'échantillon se décompose dans l'injecteur</p> <p>La colonne adsorbe des substances ou les décompose</p>	<p>Prévention / recommandations</p> <p>Augmentez le volume d'injection, concentrez l'échantillon</p> <p>Contrôlez les fuites, changez les ferrules, réinstallez la colonne</p> <p>Contrôlez le programme de température, augmentez la température de l'injecteur</p> <p>Contrôlez le programme de température, réduisez la température de l'injecteur, changez le liner, contrôlez les bouts des capillaires</p> <p>Contrôlez les bouts des capillaires, testez la désactivation de la colonne avec un mélange test approprié ; en cas de mauvais résultats coupez 10 cm de chaque côté de la colonne ; ou remplacez la colonne</p> <p>Si le test de colonne ne présente aucun problème : a) utilisez une colonne avec un film plus épais ; b) utilisez une phase avec une meilleure désactivation ; c) utilisez une colonne spéciale</p>
<p>Anomalie B</p>  <p>Décollement de la ligne de base, saignement à haute température, bruit de fond élevé</p>	<p>Morceaux de septum à l'entrée de la colonne</p> <p>Programme de chauffage trop rapide, température finale trop élevée</p> <p>Saignement de la colonne dû à un conditionnement incomplet de la colonne</p> <p>Contamination du détecteur</p>	<p>Coupez un morceau de l'entrée de colonne, changez le septum d'injection</p> <p>Réduisez le gradient de température et la température finale</p> <p>Déconnectez le détecteur et conditionnez la colonne (voir les instructions pour votre instrumentation CPG et votre détecteur)</p> <p>Nettoyez le détecteur selon les instructions du fabricant du détecteur</p>
<p>Anomalie C</p>  <p>Pics interférants réguliers</p>	<p>Saignement des septa en silicone</p>	<p>Utilisez de nouveaux septa ou des septa d'une autre qualité avec un saignement plus faible (septum haute température)</p>
<p>Anomalie D</p>  <p>Pics interférants irréguliers / Spikes / Pics fantômes</p>	<p>Impuretés provenant des flacons à échantillon et / ou de la préparation d'échantillons</p> <p>Seringue contaminée</p> <p>L'échantillon se décompose dans l'injecteur</p> <p>La colonne adsorbe des substances ou les décompose</p> <p>Saignement des septa en butyl</p>	<p>Contrôlez la SPE et les flacons du passeur automatique utilisez des septa avec un saignement plus faible</p> <p>Utilisez une seringue propre</p> <p>Contrôlez le programme de température, la température du four (thermomètre) ; pour des composés thermolabiles réduisez la température de l'injecteur, changez le liner</p> <p>Contrôlez les bouts des capillaires, testez la désactivation de la colonne avec un mélange test approprié ; en cas de mauvais résultats coupez 10 cm de chaque côté de la colonne ; ou remplacez la colonne</p> <p>Si le test de colonne ne présente aucun problème : a) utilisez une colonne avec un film plus épais ; b) utilisez une phase avec une meilleure désactivation ; c) utilisez une colonne spéciale</p> <p>Utilisez des septa en silicone pour l'injecteur et pour les flacons à échantillon</p>

Observation	Cause éventuelle	Prévention / recommandations
<p>Anomalie E</p>  <p>Fronting, pics fortement élargis dans la partie ascendante</p>	<p>Cause éventuelle</p> <p>Surcharge de colonne</p> <p>L'échantillon se décompose dans l'injecteur</p> <p>La colonne adsorbe des substances ou les décompose</p>	<p>Prévention / recommandations</p> <p>Réduisez le volume d'injection</p> <p>Contrôlez le programme de température, la température du four (thermomètre) ; pour des composés thermolabiles réduisez la température de l'injecteur, changez le liner</p> <p>Contrôlez les bouts des capillaires, testez la désactivation de la colonne avec un mélange test approprié ; en cas de mauvais résultats coupez 10 cm de chaque côté de la colonne ; ou remplacez la colonne</p> <p>Si le test de colonne ne présente aucun problème : a) utilisez une colonne avec un film plus épais ; b) utilisez une phase avec une meilleure désactivation ; c) utilisez une colonne spéciale</p>
<p>Anomalie F</p>  <p>Tailing, pics fortement élargis dans la partie descendante</p>	<p>L'échantillon a un haut point d'ébullition</p> <p>Fuites dans le système</p> <p>L'échantillon se décompose dans l'injecteur</p> <p>La colonne adsorbe des substances ou les décompose</p> <p>Composés qui présentent toujours des trainées de pics (tailing) prononcées</p>	<p>Dérivatisez les échantillons polaires, basiques et de haut point d'ébullition</p> <p>Vérifiez l'installation de la colonne, les fuites, changez les ferrules</p> <p>Contrôlez le programme de température, la température du four (thermomètre) ; pour des composés thermolabiles réduisez la température de l'injecteur, changez le liner</p> <p>Contrôlez les bouts des capillaires, testez la désactivation de la colonne avec un mélange test approprié ; en cas de mauvais résultats coupez 10 cm de chaque côté de la colonne ; ou remplacez la colonne</p> <p>Si le test de colonne ne présente aucun problème : a) utilisez une colonne avec un film plus épais ; b) utilisez une phase avec une meilleure désactivation ; c) utilisez une colonne spéciale</p> <p>Pas de solution possible</p>
<p>Anomalie G</p>  <p>Pics larges</p>	<p>Ratio de split trop faible</p> <p>Surcharge de colonne</p>	<p>Augmentez le ratio du split</p> <p>Injectez moins ou augmentez le ratio du split</p>

III. Informations générales concernant l'utilisation des colonnes

1. Régénération de la colonne

Voici quelques mesures à prendre si des problèmes apparaissent dus à des impuretés sur la colonne (voir anomalie D) :

- a) Éliminez la partie où se situent les impuretés, c'est-à-dire raccourcissez le début de la colonne d'environ 50 cm (au moins une boucle).
- b) Éliminez la partie de la colonne coté détecteur. En effet ici la détérioration de la phase se fait plus rapidement que dans le reste de la colonne en raison de la permanence de températures élevées.
- c) Vous pouvez également essayer „d'inonder“ la colonne dans le chromatographe en utilisant 20 µL d'acétone suivi d'un programme normal de température.
- d) En dernière instance la colonne peut être rincée (*uniquement pour les phases liées chimiquement*). Pour cela, il faut extraire la colonne du four et brancher l'extrémité coté détecteur (*marquez l'extrémité !*) au dispositif de rinçage. Pour les colonnes apolaires ou semi-polaires, faites passer 10 mL de pentane, acétone ; pour les phases polaires, utilisez du dichlorométhane. Des acides ou des bases (*même dilués*) tels les réactifs de dérivation, sont à exclure. Après le rinçage, la phase stationnaire doit être séchée par un flux gaz vecteur pendant 2 h à température ambiante ; la colonne peut ensuite être réinstallée sur le chromatographe et être soumise à un programme de température (1 °C/min) jusqu'à la température maximale (maintenir environ 1 h).

2. Stockage de la colonne

Si la colonne capillaire doit rester dans le chromatographe pendant la nuit, nous vous recommandons de réduire le ratio du split et de régler la température du four à 80–100 °C.

Si le débit de gaz doit être arrêté ou si il est nécessaire de changer la colonne, le four doit être refroidi à température ambiante avant de déconnecter la colonne. Afin d'éviter l'oxydation de la phase stationnaire par l'oxygène atmosphérique il est nécessaire de boucher les extrémités de la colonne (*très important pour les colonnes Wax et FFAP*). Les colonnes de silice fondue peuvent être facilement bouchées en piquant latéralement les extrémités dans un septum. Pour un stockage de longue durée, nous recommandons de fondre les extrémités et de stocker la colonne dans son emballage d'origine.

3. Préservation de l'intégrité de la colonne

Nos colonnes sont fabriquées à partir d'un tube de silice fondue, dont la finition est très précise. Il est recouvert d'une protection en polyimide pour permettre une grande flexibilité.

Attention : *Éviter impérativement d'altérer la protection du manteau car la colonne en silice fondue non protégée, se brise facilement.*

La colonne est enroulée sur une cage pour la protéger des dommages mécaniques. N'exposer la colonne à aucune contrainte mécanique ou à des températures extrêmes (ex. : Ouvrir la porte du four à de hautes températures).

En outre, vous pouvez protéger votre colonne des chocs chimiques, en effectuant une préparation d'échantillons, en contrôlant son pH (ni trop acide ni trop basique) et en utilisant une précolonne. En cas de problème de matrice, une modification de la préparation de l'échantillon pourra allonger significativement la durée de vie de la colonne.

Utilisez des filtres seringue CHROMAFIL® pour la clarification d'échantillons, des colonnes SPE CHROMABOND® pour une préparation d'échantillon sélective et/ou colonnes capillaires désactivées (précolonnes) pour protéger la colonne analytique. On pourra retirer des longueurs de 0.5 à 1 m (toujours au minimum une boucle) de la précolonne en cas de besoin, sans être obligé de raccourcir la colonne analytique.

IV. Service clientèle et support technique

Pour des conseils et informations au sujet des colonnes capillaires, contactez-nous :

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG

Allemagne et mondial	Tél.	+49 24 21 969-0
	Fax	+49 24 21 969-199
	E-mail	info@mn-net.com
Suisse	Tél.	+41 62 388 55 00
	Fax	+41 62 388 55 05
	E-mail	sales-ch@mn-net.com
France	Tél.	+33 388 68 22 68
	Fax	+33 388 51 76 88
	E-mail	sales-fr@mn-net.com
USA	Tél.	+1 484 821 0984
	Fax	+1 484 821 1272
	E-mail	sales-us@mn-net.com

Nous vous conseillons avec plaisir par :

- ◆ Téléphone, pour répondre à vos questions techniques
- ◆ Des supports techniques contenant des applications complètes avec nos produits (ex. GC Application Guide)
- ◆ Nos technico-commerciaux qui vous rencontrent dans vos laboratoires
- ◆ Notre base de donnée d'applications CPG, HPLC, CCM, SPE sur internet
- ◆ Nos pages chromatographie, à l'occasion de vos visites sur notre site : www.mn-net.com

Responsabilité

Les produits MACHEREY-NAGEL sont réservés à l'usage général en laboratoire. Ils ne sont pas recommandés pour l'utilisation clinique (diagnostique, thérapeutique ou pronostique). MACHEREY-NAGEL ne pourra être tenu responsable des dégâts causés par une mauvaise utilisation impropre de ses produits ou en cas d'utilisation de ses produits dans un champs d'application non approprié ni recommandé. C'est à l'utilisateur de s'assurer que les produits sont recommandés pour le champs d'application qui le concerne ou concerne son étude de recherche ou d'analyse.

L'application sur le corps humain est strictement interdite. L'utilisateur est tenu seul et unique responsable de tous les dommages que résulteraient d'une telle application.

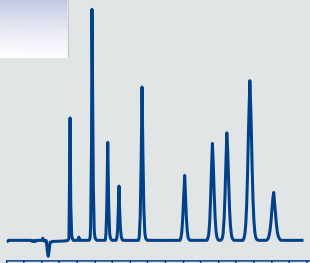
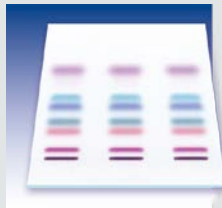
Les produits MN sont recommandés pour une utilisation par du personnel qualifié et formé.

Aucune responsabilité ne pourra être reconnue ni engagée contre MACHEREY-NAGEL, et toutes demandes de dommages et intérêts de la part de l'acheteur, – ou encore hors contrat d'achat – sera exclus, ceci dans tous les cas, inclus les blessures corporelles.

Toute autre forme de responsabilité conformément à la loi, restera en vigueur. Toute forme de responsabilité reconnue dans nos contrats de vente et conditions de livraison nous engagera, dans la limite des termes et écrits contractés. Nous ne pourrions être tenu responsable au delà de cette limite.

Tout conseil technique verbal, par écrit ou lors de démonstration de nos responsables technico-commerciaux, ne pourra dégager l'acheteur de sa propre responsabilité en faisant par exemple lui même les investigations, contrôles et essais nécessaires pour s'assurer de la bonne application du produit dont il a besoin, afin de s'assurer personnellement qu'il répondra à ses besoins.

Les applications, utilisations et travaux avec les produits étant effectués hors contrôle du vendeur, l'acheteur ou l'utilisateur sera donc le seul et unique responsable en cas de problème. Les conseils d'utilisation et autres modes d'emploi joints aux produits sont à lire et à appliquer. Toute modification par l'acheteur du produit ou de son mode d'emploi engagera sa seule et unique responsabilité en cas de problème, ou de mauvais fonctionnement.



... we Meet your Needs

For research purposes only – Quality “Made in Germany”
Experience our professional technical support in chromatography

E-mail: info@mn-net.com · Tel.: + 49 24 21 969-0

Visit our online application database at

www.mn-net.com/apps

www.mn-net.com

GC manual Rev. 7/25/02:14 PD
A033487
Printed in Germany



MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Neumann-Neander-Str. 6–8 · 52355 Düren · Germany

Germany

and international:

Tel.: +49 24 21 969-0

Fax: +49 24 21 969-199

E-mail: info@mn-net.com

Switzerland:

MACHEREY-NAGEL AG

Tel.: +41 62 388 55 00

Fax: +41 62 388 55 05

E-mail: sales-ch@mn-net.com

France:

MACHEREY-NAGEL EURL

Tel.: +33 388 68 22 68

Fax: +33 388 51 76 88

E-mail: sales-fr@mn-net.com

USA:

MACHEREY-NAGEL Inc.

Tel.: +1 484 821 0984

Fax: +1 484 821 1272

E-mail: sales-us@mn-net.com