



GCColumns Installation Guide

气相色谱柱安装指南

Instructions pour l'installation d'une colonne capillaire

Einbau einer GC-Kapillarsäule

Istruzioni per l'installazione di una colonna capillare

Instalación de Columnas Capilares

GCカラム取付け手順

www.shimadzu.com/an

2 GC Column Installation Instructions

The Shimadzu Innovations and Technical Services specialists have found this to be a reliable sequence for avoiding problems when installing a capillary GC column.

Instrument Preparation & Column Installation

1. Cool all heated zones.
 2. Visually inspect indicating oxygen and moisture traps. Replace saturated traps.
 3. Examine the inlet and the detector. Clean or replace all dirty or corroded parts.
 4. Replace the inlet liner, septum, and the injector seals (o-rings, inlet seals, ferrules, etc.).
 5. Mount the column in the oven with a support that protects it from scratches. Center the column in the oven. This ensures uniform heat exposure generating consistent retention times.
- Note:** Shimadzu has two types of cages for fused silica columns, an 11-pin cage and the original cage that uses high temperature string to hold the column in place. If you have the cage with high temperature string, do not remove the string that holds the column in the cage!
6. Uncoil the ends to make sure the ends are long enough to reach the injector and detector. Cut a few centimeters from each end of the column.
- Note:** To cut a fused silica column, use the smooth edge of a Capillary Ceramic Tube Cutter. (P/N: 221-75181)
7. Slide the nut and appropriate size ferrule onto the inlet end of the column. Cut an additional 2 cm from the end of the column to remove any material scraped from the ferrule onto the edge of the column.
 8. Install the column the appropriate distance in the injector, as indicated in your instrument manual.
 9. Set the carrier gas to the flow rate or inlet pressure recommended for the column or to your method flow rate/pressure. Confirm presence of column flow by immersing the column outlet in a vial of solvent and looking for bubbles.
 10. Flush the column at ambient temperature with carrier gas: at least 5 minutes for a 25-30 m column and 10 minutes for a 50-60 m column.
 11. Set the injector temperatures. Do not exceed the column's maximum operating temperature (listed on the column box). Check inlet for leaks using an Electronic Leak Detector
 12. Install the column into the detector as described in Steps 7-8. Set the detector gases and temperatures to proper settings.

13. Check the detector connections for leaks, using an Electronic Leak Detector.
14. Verify the carrier gas flow is at the rate you intend to use for your analysis. Set the split vent, septum purge, and any other applicable gas rates as appropriate.
15. Inject an unretained compound to verify the column is installed correctly and to determine the dead time. A symmetric peak indicates the column is installed correctly. Adjust the carrier gas flow as necessary to obtain proper dead time.
16. Set the GC oven temperature to 40 °C and the rising temperature at 10 °C. Condition the column 20 °C above the final analysis temperature of your method. Do not exceed the column's maximum operating temperature. For most applications, 1 hour of conditioning is sufficient. For sensitive detectors or low level analysis, longer conditioning times or conditioning the column at the maximum temperature may be beneficial. Extended time at high temperatures will not adversely affect column performance as long as precautions are taken to make sure the carrier gas is clean and is filtered for oxygen and water.
17. To confirm proper column and system performance, analyze a column test mix for a new method or a known standard.
18. Your GC system is now ready to be calibrated and acquire data.

Note: For some types of sensitive detection systems, like MS, PID, and PDD, it is recommended to condition the column as listed in Step 16 without making the connection to the detector. In this case, plug off the detector during conditioning. After conditioning, continue with Step 12.

Note: When you intend to condition thick-film coated columns (film thickness > 1 µm) at temperatures near the maximum operation temperature, it is recommended to do the initial 1-2 hours conditioning without a connection to the detector and repeat procedure above, starting at Step 12.

Standby Conditions

- Short-Term:** Leave the column in the GC with the carrier gas flow on at an oven temperature of 100-150 °C.
- Long-Term:** Remove the column from the GC and seal the ends by gently and carefully pushing each end into the curved edge of a septum. Store the column in the original box away from strong lighting.

If you have any questions or problems installing a Shimadzu column, contact your Shimadzu representative or visit www.shimadzu.com/an

气相色谱柱安装指南

岛津技术应用中心以及技术服务专家推荐按如下步骤安装气相色谱柱，可以有效避免各种问题。

色谱仪的准备及色谱柱的安装

1. 将仪器所有的加热区降温冷却。
2. 目测氧气和水分过滤器是否饱和。更换已经饱和的过滤器。
3. 检查进样口和检测器。清洗或更换所有被污染或腐蚀的部件。
4. 更换进样口衬管、隔垫以及进样口密封件（例如：O-形圈、衬管密封垫、卡套等）。
5. 用支架固定色谱柱再装入柱箱，以防损伤色谱柱。将色谱柱置于柱温箱中央，这样可以确保加热均匀，维持恒定的保留时间。
注意：岛津有两种石英毛细柱的支架。一种是11支爪的支架。另外一种是老款的用高温线将色谱柱固定的支架，在使用这种支架时，请不要去除高温线。
6. 松开色谱柱两端，确保其长度能足够连接到进样口和检测器。将色谱柱的两端端部各切除几厘米。
注意：切割石英毛细柱，需要使用陶瓷割刀的光滑刃面。（货号：221-75181）
7. 将螺帽和尺寸合适的卡套套在柱子的入口端。再从柱子端部切下2厘米，以除去安装卡套时可能擦落到色谱柱内的杂质。
8. 严格按照仪器说明书上规定的距离来安装进样口端的色谱柱。
9. 按照色谱柱的要求或者分析方法的规定来设定载气流量或入口压力。将色谱柱出口浸没在样品瓶的溶剂中，观察气泡出现的情况来确认柱内是否有载气流动。
10. 在室温下用载气吹扫色谱柱：25-30米的色谱柱冲洗时间为5分钟，50-60米的色谱柱冲洗时间为10分钟。
11. 设定进样口温度。不得超出色谱柱最高工作温度（在色谱柱包装盒上有注明）。使用检漏仪对进样口进行载气泄漏检测。
12. 参考第7-8步安装色谱柱到检测器。正确设定检测器的气体 and 温度。
13. 使用检漏仪对检测器各个接头进行气体泄漏检测。
14. 检查载气流量是否符合分析要求。设定进样口分流比、隔垫吹扫和其它气体的流量。
15. 进行一次保留化合物的进样，以检查色谱柱安装是否正确并确定死时间。如果峰形对称度良好，说明安装正确。调整载气流速可优化死时间。
16. 将 GC 柱温箱的温度设置为 40 °C，将上升温度设置为 10 °C。在高于分析用最终温度20 °C的条件下老化柱子。不要超过色谱柱允许的最高工作温度。一般老化1小时即可。如果使用高灵敏度的检测器或者在痕量分析时老化时间可以适当长一些，或者在最高温度下进行老化对此类分析会更有益。一定要确保载气清洁，并且已进行氧气和水分的过滤，否则高温下过长时间的老化会对色谱柱造成不可逆的破坏。
17. 在开始新的分析方法之前，最好先进行一次色谱柱测试液或者已知成分和浓度标样的进样，以确保仪器和色谱柱性能正常。
18. 气相色谱系统的准备工作已齐全，可以开始制作标准曲线和分析样品。

注意：对于一些高灵敏度检测器，例如MS、PID或者PDD，在进行第16步色谱柱老化时，不要连接检测器。老化期间，将检测器入口堵住。老化完毕后再从第12步继续进行。

注意：在接近最高工作温度老化厚膜色谱柱（膜厚>1μm）时，在最初的1-2小时内也应该断开与检测器的连接，然后再从第12步继续进行。

待机状态

短时间待机：将色谱柱留在色谱仪内，通载气，柱温箱温度定为100-150°C。

长时间待机：将色谱柱从色谱仪中取出。将柱子两端小心且仔细地插入隔垫内保持密封。再将柱子装入原包装盒，避免强光直射。

如在安装岛津色谱柱时有任何问题，请登陆 www.sgcl.shimadzu.com.cn 参考相关资料或者与当地分公司联系。

4 Instructions pour l'installation d'une colonne capillaire

Instructions pour l'installation d'une colonne capillaire

1. Laisser refroidir tous les éléments du chromatographe.
 2. S'assurer que les pièges à oxygène et à humidité ne sont pas saturés. Les remplacer éventuellement.
 3. Inspecter l'injecteur et le détecteur. Nettoyer ou remplacer toutes les pièces sales ou corrodées.
 4. Changer l'insert d'injection, le septum et les joints de l'injecteur (joint torique, bourrage, ferrules,...).
 5. Monter la colonne dans le four sur un support qui la protège des chocs et des rayures. Centrer la colonne dans le four pour assurer un chauffage homogène de celle-ci qui garantira des temps de rétention cohérents.
- A noter :** Certaines colonnes Shimadzu sont maintenues dans leur cage par des fils haute-température blancs. Ne pas retirer ces fils.
6. Dérouler la colonne de chaque côté afin d'obtenir des longueurs suffisantes pour atteindre l'injecteur et le détecteur. Couper quelques centimètres de chaque extrémité.
- Remarque:** Pour couper une colonne capillaire en Silice, vous pouvez utiliser un coupe-tube en céramique (P/N: 221-75181).
7. Enfiler l'écrou et une ferrule appropriée sur la colonne. Couper ensuite 2 cm à l'extrémité de celle-ci pour éliminer les particules qui auraient pu entrer dans la colonne.
 8. Connecter la colonne à l'injecteur en respectant la longueur d'introduction préconisée par le fabricant de l'appareil.
 9. Régler le débit ou la pression du gaz vecteur en fonction du diamètre de la colonne et/ou des conditions d'analyse. S'assurer du passage de gaz vecteur dans la colonne en plongeant l'autre extrémité dans un flacon contenant un solvant. Des bulles doivent s'y former.
 10. Laisser la colonne sous balayage de gaz vecteur à température ambiante au moins 5 minutes pour une colonne de 25 à 30 m et 10 minutes pour une colonne de 50 à 60 m.
 11. Régler la température de l'injecteur. Celle-ci ne doit pas dépasser la température maximale d'utilisation de la colonne (indiquée sur la boîte). Vérifier l'absence de fuites au niveau de la connexion de la colonne*.
 12. Connecter la colonne au détecteur en respectant la longueur d'introduction préconisée par le fabricant de l'appareil**. Régler les débits de gaz et la température du détecteur.
 13. Vérifier l'absence de fuites au niveau de la connexion de la colonne*.

14. Vérifier une nouvelle fois le débit de gaz vecteur. Régler le débit de « split », de purge de septum et éventuellement tous les autres débits.
15. Injecter un composé non retenu pour vérifier que la colonne est correctement montée et pour déterminer le temps mort et la vitesse linéaire. Un pic symétrique et fin indique que la colonne est correctement montée. Ajuster le débit de gaz vecteur pour obtenir le temps mort souhaité.
16. Réglez la température du four à 40°C puis augmentez-la par paliers de 10°C. Conditionner la colonne jusqu'à une température supérieure de 20°C à la température finale prévue par la méthode d'analyse en veillant à ne pas dépasser la température maximale d'utilisation de la colonne. La montée en température doit être progressive. Un gradient de 2 à 15°C/min peut être appliqué. Le maintien pendant une heure de la colonne à la température de fin de conditionnement est généralement suffisant. Une durée plus longue n'endommage pas la colonne si des précautions ont été prises pour s'assurer que le gaz vecteur est propre et exempt d'oxygène et d'eau.
17. Injecter et analyser un mélange-test ou un échantillon connu pour vérifier à la fois le bon fonctionnement de la colonne et de l'appareil.
18. Le système analytique (GC et colonne) est désormais prêt à l'utilisation.

*Utiliser un détecteur de fuites de gaz électronique. Ne jamais utiliser de liquide moussant, celui-ci pouvant endommager la colonne.

**Lorsque certains détecteurs sensibles sont utilisés (MS, PID, PDD, ECD), il est recommandé de procéder au conditionnement de la colonne comme décrit en 16) alors que la colonne n'est pas encore connectée au détecteur. Dans ce cas, il convient de boucher le détecteur durant le conditionnement.

Il en est de même lors du conditionnement d'une colonne à film épais (>1µm). Il est préférable de connecter une telle colonne au détecteur uniquement après le conditionnement.

Conservation de la colonne pendant une période d'inactivité :

- de courte/moyenne durée : laisser la colonne montée dans le four sous balayage de gaz vecteur et à une température comprise entre 100°C et 150°C.
- de longue durée : démonter la colonne du four et boucher chaque extrémité en la piquant dans un septum. Replacer la colonne dans sa boîte et la conserver à l'abri de la lumière.

Si vous avez des questions ou des problèmes lors de l'installation d'une colonne Shimadzu, contactez votre représentant Shimadzu ou visitez www.shimadzu.com/an

Anweisungen zum Einbau von GC Säulen

Die jahrelange Erfahrung der GC Spezialisten von Shimadzu hat zu dieser schrittweisen Reihenfolge geführt. Dadurch werden Probleme beim Einbau von GC Kapillarsäulen vermieden.

Gerätvorbereitung & Säulen Installation

1. Alle heizbaren Zonen abkühlen.
2. Überprüfen Sie das Trägergasreinigungssystem (Sauerstoff und Feuchtigkeit), und ersetzen Sie verbrauchte Kartuschen falls notwendig.
3. Den Injektor und den Detektor inspizieren. Alle verschmutzten oder defekten Teile reinigen oder ersetzen.
4. Den Inletliner, Septum, und die Injektordichtungen ersetzen (O-Ringe, Inletdichtungen, Ferrules, usw.).
5. Die Säule so in den Ofen einbauen dass sie gegen Verkratzen geschützt ist. Die Säule sollte in der Ofenmitte angebracht sein. Dadurch wird eine einheitliche Wärmezufuhr gewährleistet, was zu gleichbleibenden Retentionszeiten führt.
 - Shimadzu hat zwei Arten von Käfigen für Fused Silica Säulen, ein Käfig mit 11 Stützen und den Originalkäfig bei dem die Säule mit einer Hochtemperaturschnur festgehalten wird. Wenn Sie einen Käfig mit Hochtemperaturschnur haben entfernen Sie diese auf keinen Fall!
6. Wickeln Sie an jedem Säulenende so viel ab dass Sie ohne Schwierigkeiten den Injektor und Detektor erreichen können. Schneiden Sie an jedem Säulenende ein paar cm ab.
 - Zum Schneiden von Fused Silica GC-Säulen verwenden Sie bitte den Capillary Ceramic Tube Cutter (P/N: 221-75181).
7. Schieben Sie eine Mutter und ein geeignetes Ferrule auf das Inletende der Säule. Dabei das Säulenende nach unten halten um zu vermeiden, dass kleine Scherben in die Säule fallen. Jetzt nochmals 2 cm vom Ende der Säule abschneiden um Reste des Ferrules zu entfernen.
8. Bauen Sie die Säule in den Injektor ein und achten Sie darauf dass der vom Hersteller vorgeschriebene Abstand eingehalten wird.
9. Stellen Sie die gewünschte Flussrate oder den notwendigen Säulenvordruck ein. Stellen Sie sicher, dass Trägergas durch die Säule fließt, indem Sie das Säulenende in ein Gläschen mit Lösungsmittel tauchen und achten ob es Bläschen gibt.
10. Spülen Sie die Säule bei niedriger Temperatur (40°C) mit Trägergas: mindestens 5 Minuten für eine 25-30 m Säule und 10 Minuten für eine 50-60 m Säule.
11. Stellen Sie die Injektortemperatur ein. Vorsicht: übersteigen Sie auf keinen Fall die maximale Arbeitstemperatur der Säule (auf der Säulenverpackung aufgeführt). Den Inlet auf Lecks überprüfen. Dazu am besten einen Shimadzu Leckdetektor benutzen.

12. Bauen Sie die Säule gemäß den Schritten 7 und 8 in den Detektor ein. Stellen Sie die Detektorgase und –Temperaturen richtig ein.
13. Prüfen Sie die Detektorverbindungen auf Undichtigkeiten, am besten mit einem elektronischen Leckdetektor.
14. Überprüfen Sie dass der Trägergasfluss für Ihre Analyse richtig eingestellt ist. Stellen Sie den Splitvent, Septumpurge, und alle anderen Gasflüsse wie gewünscht ein.
15. Injizieren Sie eine Substanz die auf der Säule nicht retentiert wird um sicherzustellen dass die Säule korrekt eingebaut ist, und um die Totzeit zu bestimmen. Ein symmetrischer Peak zeigt korrekten Säuleneinbau an. Den Trägergasfluss falls notwendig justieren.
16. Setzen Sie Ihre GC Ofentemperatur auf 40 °C, und stellen Sie eine Temperaturrate von 10 °C/min ein. Konditionieren Sie die Säule 20°C über der Endtemperatur Ihres Temperaturprogramms; aber niemals die maximale Arbeits-temperatur der Säule überschreiten. Für die meisten Applikationen ist 1 Stunde Konditionierung ausreichend. Bei Analysen mit empfindlichen Detektoren oder für Spurenanalysen empfiehlt es sich die Konditionierungsdauer zu verlängern. Die Säule kann ohne Bedenken für längere Zeit auf die Maximaltemperatur geheizt werden. Dabei kommt es zu keinen negativen Auswirkungen auf die Leistung der Säule, so lange Sie darauf achten, dass das Trägergas sauber ist und auf Sauerstoff und Feuchtigkeit gefiltert wird.
17. Um die korrekte Leistung von Säule und System sicherzustellen analysieren Sie ein Säulentestgemisch für eine neue Methode, oder einen bekannten Standard.
18. Ihr GC System ist jetzt zum Kalibrieren und zur Datensammlung bereit.

Bemerkung: Für einige empfindliche Detektoren, wie MS, PID und PDD, empfehlen wir, die Säule wie in Punkt 16 vorgeschrieben zu konditionieren, aber ohne die Säule mit dem Detektor zu verbinden. In diesem Fall einfach den Detektoreingang während des Konditionierens zuschrauben. Nach dem Konditionieren bei Punkt 12 weitermachen.

Bemerkung: Wenn Sie Säulen mit dicker Filmschicht (Filmdicke >1µm) bei Temperaturen nahe der oberen Temperaturgrenze der Säule konditionieren, ist es empfehlenswert die Säule während der ersten 1-2 Stunden zu konditionieren ohne die Säule an den Detektor anzuschließen. Nach dem Konditionieren bei Punkt 12 weitermachen.

Standby Bedingungen

Kurzzeit: Lassen Sie die Säule im Gerät; mit Trägergasfluss bei einer Temperatur von 100-150°C.

Langzeit: Entfernen Sie die Säule vom Gerät. Verschließen Sie die Enden indem Sie vorsichtig ein Stück Septum auf jedes Ende schieben. Bewahren Sie die Säule in der Originalschachtel vor Licht geschützt auf.

Falls Sie Fragen oder Probleme bei der Installation Ihrer Shimadzu GC-Säule haben, kontaktieren Sie bitte Ihren lokalen Shimadzu Vertreter oder besuchen uns auf www.shimadzu.com/an

6 Istruzioni per l'installazione della colonna GC

I nostri esperti considerano questa procedura affidabile per evitare problemi durante l'installazione di una colonna capillare per GC.

Preparazione dello strumento & installazione della colonna

1. Raffreddate tutte le zone riscaldate.
2. Controllate le trappole indicatrici per ossigeno e umidità. Sostituite le trappole esauste.
3. Ispezionate l'iniettore e il rivelatore. Pulite o sostituite tutti gli elementi sporchi o corrosi.
4. Sostituite l'inlet liner, il setto e le guarnizioni dell'iniettore (o-rings, inlet seals, ferrule, etc.).
5. Montate la colonna nel forno con un supporto che la protegga da lesioni. Centrate la colonna nel forno per assicurare un'esposizione uniforme al calore garantendo così tempi di ritenzione uniformi.
Nota: Shimadzu ha due tipi di gabbia per le colonne in silice fusa: una gabbia a 11-pin e la gabbia originale che utilizza stringhe per alta temperatura per mantenere ferma la colonna. In quest'ultimo caso, non togliete le stringhe che legano la colonna nella gabbia!
6. Srotolate le estremità in modo che siano abbastanza lunghe da raggiungere iniettore e rivelatore. Tagliate alcuni centimetri da ciascuna delle due estremità della colonna.
Nota: Per tagliare una colonna di silice fusa, usare un taglia colonna in materiale ceramico. (P / N: 221-75.181)
7. Fate scivolare il dado e la ferrula della misura più appropriata sull'estremità della colonna che andrà all'iniettore. Tagliate altri 2cm dall'estremità per eliminare qualsiasi materiale che staccandosi dalla ferrula possa essersi depositato sull'orlo della colonna.
8. Collegate la colonna all'iniettore, rispettando le distanze raccomandate nel manuale di istruzioni del vostro strumento.
9. Settate il gas di trasporto al flusso o alla pressione di entrata consigliata per la colonna o a quelli indicati dal vostro metodo. Accertatevi della presenza del flusso nella colonna immergendo l'altra estremità della colonna in un vial di solvente e verificando la presenza di bolle.
10. Flussate la colonna a temperatura ambiente con gas di trasporto: almeno 5 minuti per una colonna di 25-30m, e almeno 10 minuti per una colonna di 50-60m.
11. Settate le temperature dell'iniettore. Non superate la temperatura massima di esercizio della colonna (indicata sulla scatola della colonna). Controllare se ci sono perdite utilizzando il Gas Leak Detector elettronico.

12. Installate la colonna al rivelatore così come indicato negli step 7-8. Settate gas e temperature del rivelatore appropriati.
13. Controllate se ci sono perdite alle connessioni del rivelatore utilizzando il Gas Leak Detector elettronico.
14. Verificate che il flusso del gas sia quello che intendete utilizzare per le vostre analisi. Settate adeguatamente lo split vent, il septum purge, o qualsiasi altro settaggio del gas.
15. Iniettate un composto che non venga trattenuto per verificare che la colonna sia installata correttamente e per determinare il tempo morto. Un picco simmetrico indica che la colonna è installata correttamente. Regolate il flusso del gas carrier al fine di ottenere il tempo morto appropriato.
16. Impostare la temperatura del forno GC a 40 °C e gli incrementi di temperatura a 10 °C. Condizionate la colonna a 20°C sopra la temperatura finale di analisi prevista dal vostro metodo, facendo attenzione a non superare la temperatura massima di esercizio della colonna. Per la maggior parte delle applicazioni è sufficiente 1 ora di condizionamento. Per analisi a livelli bassi o con rivelatori sensibili, può essere utile allungare i tempi di condizionamento o condizionare la colonna alla massima temperatura. Tempi prolungati ad alte temperature non ridurranno le prestazioni della colonna fintanto che ci si accerti che il gas di trasporto sia pulito e filtrato da ossigeno e acqua.
17. Per confermare che la colonna ed il sistema GC funzionino correttamente analizzare una miscela test per ogni nuovo metodo o uno standard noto.
18. Il vostro sistema GC è ora pronto per essere calibrato e iniziare ad acquisire i campioni da analizzare.

Nota: Per alcuni tipi di sistemi rivelazione molto sensibili quali MS, PID e PDD, si raccomanda di condizionare la colonna così come indicato al Punto 16 senza fare la connessione al rivelatore. In questo caso, scollegate il rivelatore durante il condizionamento. Dopo il condizionamento, riprendete con il Punto 12.

Nota: Se dovete condizionare colonne con un alto spessore del film (> 1µm) a temperature vicine alla temperatura massima di esercizio, è raccomandabile fare il condizionamento per le prime ore senza connettere il rivelatore e poi ripetere la procedura sopra riportata partendo dal Punto 12.

Condizioni di stoccaggio

A breve termine: Lasciate la colonna nel GC con il flusso del gas aperto e la temperatura del forno a 100-150°C.

A lungo termine: Togliete la colonna dal GC e sigillate le estremità inserendole con delicatezza e attenzione nel lato arrotondato di un setto. Conservate la colonna nel suo imballo originale al riparo da fonti di luce.

Se avete domande o problemi durante l'installazione di una colonna Shimadzu, contattare il rappresentante Shimadzu oppure visitate il nostro sito www.shimadzu.com/an

Instrucciones para Instalación de Columnas Capilares

Los especialistas de Innovaciones y Servicio Técnico de Shimadzu han decidido que ésta es una secuencia fiable para evitar problemas cuando se instala una columna capilar de Cromatografía de Gases.

Preparación del Instrumento e Instalación de la Columna

1. Enfriar todas las zonas.
2. Inspeccionar visualmente las trampas indicadoras de oxígeno y humedad. Sustituir las trampas saturadas.
3. Examinar la entrada y el detector. Limpiar o sustituir todas las partes sucias o corroídas.
4. Sustituir la camisa de inyector, septum y las juntas de inyector (arandelas, cierres de entrada, férulas, etc...).
5. Montar la columna en el horno con un soporte que la proteja de rasguños. Centrar la columna en el horno. Esto asegura una exposición al calor uniforme generando tiempos de retención consistentes. **Nota:** Shimadzu tiene dos tipos de jaulas para columnas de sílice fundida, una de 11 puntas y la original que usa una cuerda de alta temperatura para mantener la columna en su sitio. Si usted tiene la jaula con la cuerda de alta temperatura, ¡no quite la cuerda que mantiene la columna en la jaula!
6. Desenrolle los extremos para asegurarse que éstos son lo suficientemente largos para llegar al inyector y al detector. Cortar unos pocos centímetros de cada extremo de la columna.
Nota: Para cortar una columna de sílice fundida, utilice un cortador de columnas en cerámica. (P/N: 221-75181)
7. Deslice la rosca y la férula de tamaño adecuado sobre el extremo de entrada de la columna. Corte 2 cm. adicionales del extremo de la columna para eliminar cualquier material fragmentado de la férula dentro de la columna.
8. Instale la columna a la distancia apropiada en el inyector, como se indica en el manual de su instrumento.
9. Ajuste el gas portador al flujo o a la presión de entrada recomendada para la columna o para su método de trabajo. Confirmar la presencia de flujo de columna sumergiendo la salida de la columna en un vial de disolvente y ver la salida de burbujas.
10. Purgar la columna a temperatura ambiente con gas portador: al menos 5 minutos para una columna de 25-30 metros y 10 minutos para una columna de 50-60 metros.
11. Marcar las temperaturas del inyector. No sobrepasar la temperatura máxima de trabajo de la columna (indicada en la etiqueta de la caja). Comprobar que no existan fugas en las conexiones del inyector utilizando un detector de fugas electrónico.
12. Instalar la columna en el detector como se describe en los pasos 7-8. Ajustar los gases y las temperaturas del detector a los valores adecuados.
13. Comprobar si hay fugas en las conexiones del detector, usando Detector de Fugas Electrónico.
14. Verificar que el flujo de gas portador está en el valor adecuado que usted quiere usar en su análisis. Fijar adecuadamente el flujo de split, la purga de septum y demás flujos de gases necesarios.
15. Inyectar un compuesto no retenido para verificar que la columna está instalada correctamente y para determinar el volumen muerto. Un pico simétrico indica que la columna está instalada correctamente. Si es necesario, ajustar el flujo del gas portador para obtener un adecuado volumen muerto.
16. Ajustar la temperatura del horno CG a 40°C y la temperatura de gradiente a 10°C. Acondicionar la columna 20°C por encima de la temperatura de análisis final de su método. No exceder la temperatura máxima de trabajo de su columna. Para la mayoría de aplicaciones, 1 hora de acondicionamiento es suficiente. Para detectores sensibles o análisis a bajos niveles, podrían ser beneficiosos tiempos de acondicionamiento más largos o acondicionar la columna a la máxima temperatura. Alargar el tiempo a temperaturas altas no afectará negativamente el rendimiento de la columna mientras se tomen las precauciones para asegurar que el gas portador es limpio y la humedad y el oxígeno se han filtrado.
17. En un método nuevo analizar una mezcla de prueba o un estándar conocido para confirmar el funcionamiento de la columna así como la del equipo.
18. Su sistema de cromatografía de gases está ahora a punto para la calibración y la adquisición de datos.

Nota: Para algunos tipos de sistemas de detección de alta sensibilidad, como MS, PID y PDD, se recomienda acondicionar la columna como se indica en el paso 16 sin hacer la conexión con el detector. En este caso, tapar el detector durante el acondicionamiento. Después de acondicionar seguir con el paso 12.

Nota: Cuando se intenta acondicionar columnas de recubrimiento de espesor de film grueso (espesor de film >1µm) a temperaturas cercanas a la temperatura máxima de trabajo, es recomendable hacer las 1-2 horas de acondicionamiento iniciales sin conexión con el detector y repetir el procedimiento anterior, empezando por el paso 12.

Condiciones de Espera

Corto Plazo: dejar la columna en el cromatógrafo con el flujo gas portador en marcha con la temperatura del horno entre 100-150° C.

Largo Plazo: Sacar la columna del cromatógrafo y cierre los extremos presionando fuertemente con cuidado dentro de la parte curvada de un septum. Guardar la columna en la caja original lejos de luz intensa.

Si tiene alguna pregunta o problema al instalar una columna Shimadzu, póngase en contacto con su representante de Shimadzu o visite www.shimadzu.com/an

8 GCカラム取付け手順

GCカラム取付け手順

キャピラリーGCカラム取付け時のトラブルを避けるため、下記の手順に従ってカラムの取り付けをおこなってください。

装置の準備とカラムの取付け

1. 全ての加熱部分（オープン・注入口・検出器など）を冷却してください。
2. 目視により、酸素と水分のトラップ管のインジケーターをチェックしてください。交換の必要性を感じたら、それらを交換してください。
3. 注入口と検出器をチェックしてください。汚染または腐食された部分を掃除するか、または交換してください。
4. 注入口ライナー、セプタム、注入口シール（o-リング、インレットシール、フェラルなど）を交換してください。
5. カラムハンガーを用い、カラム表面を傷つけないようにオープン内にカラムを固定してください。オープンの中央にカラムを置くことにより、均一な温度分布が得られ、保持時間の再現性が向上します。
注）島津製作所製カラムケージには、11ピンゲージと耐熱性ストリングでカラムを固定したオリジナルケージの2つのタイプがあります。耐熱性ストリング付きのケージをご使用の際は、ストリングは取り外さないでください。
6. キャピラリーカラムを注入口と検出器に取付けるために、カラムの両端が十分な長さになるように調節してください。
カラムの両端を数センチメートルカットしてください。
注）フューズドシリカカラムの切断には、セラミックカッター（cat.# 221-75181）のなめらかなエッジを使ってください。
7. カラムの注入口側に適切なフェラルを通します。その間に、カラム内に異物が入り込むことがありますので、フェラルを通した後に約2cmカラムを切ってください。
8. ご使用の装置のマニュアルに従って、適切な長さが注入口に入るようカラムを取付けてください。
9. カラムに合った適切な流量・入口圧、またはメソッドに従った流量・入口圧で、キャリアガスを調節してください。カラム出口を溶媒の入ったバイアルに浸して、気泡にてガスが流れていることを確認してください。
10. 室温でキャリアガスによってカラム内を十分に置換してください。例えば25-30mのカラムで最低5分、50-60mのカラムで10分間は必要です。流量は分析条件の流量に設定して行ってください。
11. 注入口温度を設定してください。カラムの最高使用温度より高く設定しないでください（カラムの箱に記載）。リークディテクターなどを使用して、注入口の周辺のリークチェックを行なってください。
12. 検出器側も手順7-8と同様にしてカラムを取り付けてください。検出器ガスと温度を適切に設定してください。
13. リークディテクターを使用して、検出器のリークチェックをおこなってください。
14. キャリヤガス流量が適切であることを確認してください。スプリットベント、セプタムパージなど、全ての流量が適切であることを確認してください。
15. カラムに保持されない化合物を注入することで、カラムが適切に取り付けられているかの確認と、ホールドアップタイムの決定ができます。対称的なピークはカラムが適切に取り付けられていることを示します。ホールドアップタイムを適切にするため、必要に応じてキャリヤガス流量を調整します。
16. GCオープンの温度を40°Cに設定し、昇温温度は10°Cに設定します。ご使用の分析条件におけるカラムの使用温度より20°C高い温度でコンディショニング（エイジング）を行なってください。カラムの最高使用温度より高くしないでください。ほとんどのアプリケーションにおいて、1時間のコンディショニングで十分です。高感度検出器または低レベルの分析のためには、より長くまたは最高使用温度でのカラムコンディショニングが効果的な場合もあります。しかし、必要以上の高い温度・長い時間のコンディショニングは、キャリヤガスが完全にクリーンで、酸素と水が確実に無い状態を十分に確認しない限り、かえってカラムを劣化させることになりますので注意が必要です。
17. カラムと装置の状態を確認するために、既知の標準液を分析してください。新しいメソッドの場合はカラムテストミックスでの分析をおこないません。
18. 上記において問題がなければ、あなたのGCシステムは良好に調整され、いつでもサンプルを正確に分析できる準備ができています。

注1： MS、PIDおよびPDDなどの高感度の検出器の場合、カラム出口は検出器には接続せずに手順16のコンディショニングをおこなうことをお勧めします。この場合、コンディショニング中は検出器にはプラグをしてください。コンディショニング終了後、手順12に従って検出器側にカラムを取り付けてください。

注2： 最高使用温度に近い温度で膜厚の厚いカラム（膜厚>1 μ m）をコンディショニングする場合には、最初の1-2時間は検出器と接続せずにコンディショニングし、その後手順12に従って検出器側にカラムの取り付けをおこなうことをお勧めします。

カラムの保存について

短期間： キャリヤガスを流した状態かつオープン温度100-150°Cにして、カラムをGCに取付けたままにしておいてください。

長期間： カラムをGCから取りはずし、両端をそっとセプタムの穴の開いていない箇所に差し込みます。カラムを入っていた箱に収め、強い光が当たらない場所に貯蔵してください。

島津社製カラムの取付けに関するご質問は、www.an.shimadzu.co.jpを参照するか、またはご購入元にご連絡ください。

www.shimadzu.com/an

