

# 氣相層析儀

## (Gas Chromatography)

主講人：張麗緹

簡報：李文馨、詹怡軒、張麗緹

# 原理

- 層析：

化合物在不互溶之兩相（**固定相**與**流動相**）中，其吸附能力、分配係數、或其他親和作用之差異，使其移動速度不同以分離

- 氣相層析：

為層析的一種，樣品氣化後隨著流動相進入管柱，

- ✓ 流動相：氣體，稱為載體氣體 (carrier gas)

一般為化學惰性，如氮氣、氫氣等。

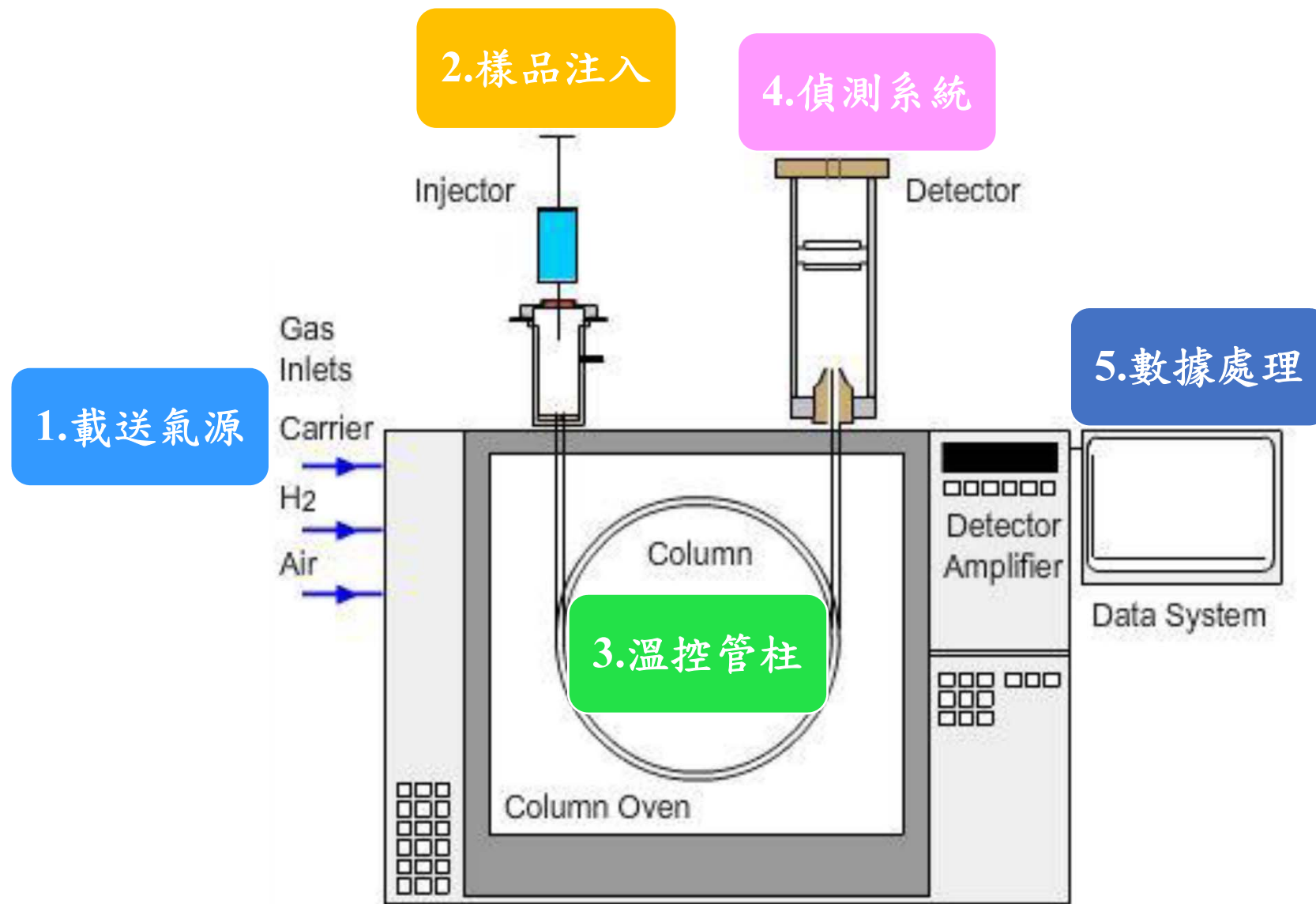
- ✓ 固定相：

固體載體 (Gas-**Solid** Chromatography, GSC)、

吸附於固體載體的液體 (Gas-**Liquid** Chromatography, GLC)

常見的 coating 是 DMCS (dimethylchlorosilane)

非極性管柱分離非極性物質，以溫度調整梯度



## 分析特點：

高選擇性、高效能、高靈敏度、快速分析

## 適用：熱穩定性揮發性化合物

### 不適用分析物：

1. 分子量很大的高沸點(高於使用column沸點)物質
2. 極性度很高(與column內壁吸附)
3. 受熱不安定會分解物質(與column內壁樹脂作用)
4. 受熱會增強吸附效應(與column內壁吸附)
5. 受熱會聚合成高分子物質(與column內壁樹脂作用)



# 揮發性化合物分析

- 直接注入樣品(direct injection)

可進樣2~3  $\mu\text{L}$ 樣品

揮發性有機酸、脂肪酸、膽固醇、抗氧化劑  
適合於油類的分析

- 頂空分析法(headspace analysis)

頂空蒸氣直接注入儀器分析

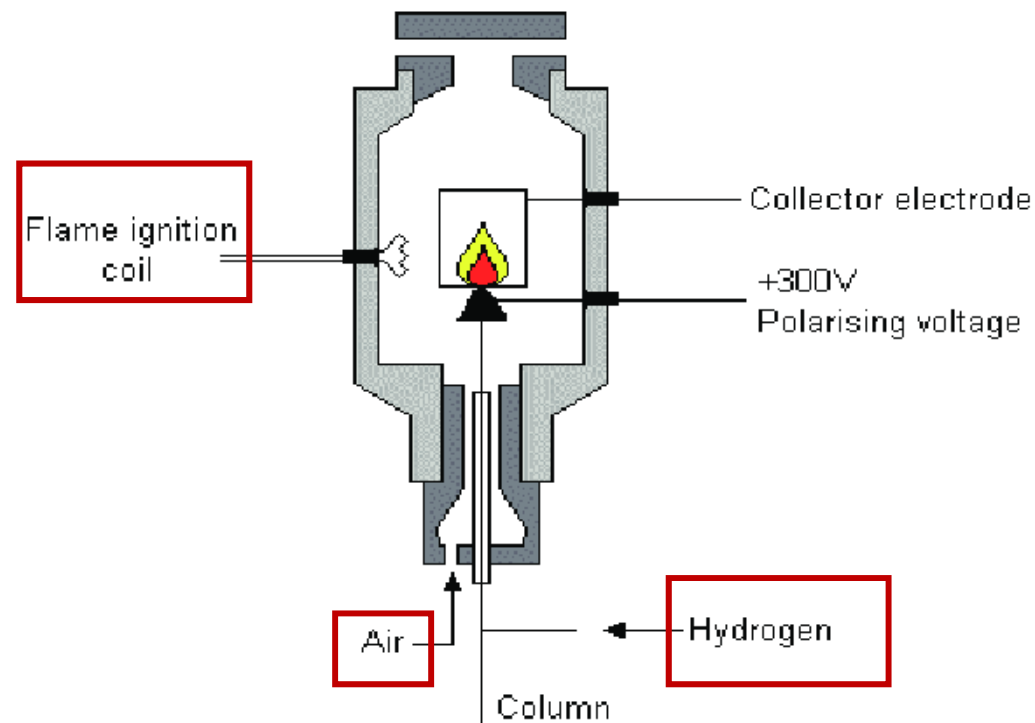
揮發性成分在頂空中的濃度需大於 $10^{-7}$  g/L

- 固相微萃取法(SPME)

固相結合微小的熔融矽膠纖維  
有簡便、無須溶劑的優點

# 火焰離子偵測器 (FID)

- 以氫氣/空氣燃燒產生火焰，樣品進入火焰後產生帶電的離子，產生電信號
- 適用於有機化合物 (可以燃燒)
- 對樣品具破壞性



# 火焰離子檢測器(Flame Ionization Detector, FID)

- 電流通過電場，強度與有機化合物在氫焰中燃燒後產生的離子量成正比。
- 利用燃燒氫氣產生火焰(氫氣、空氣)
- 有機物的感應非常靈敏(碳氫化合物)
- 廣泛用於香料、脂肪酸、碳水化合物、污染物和抗氧化劑等分析。

# 儀器設備

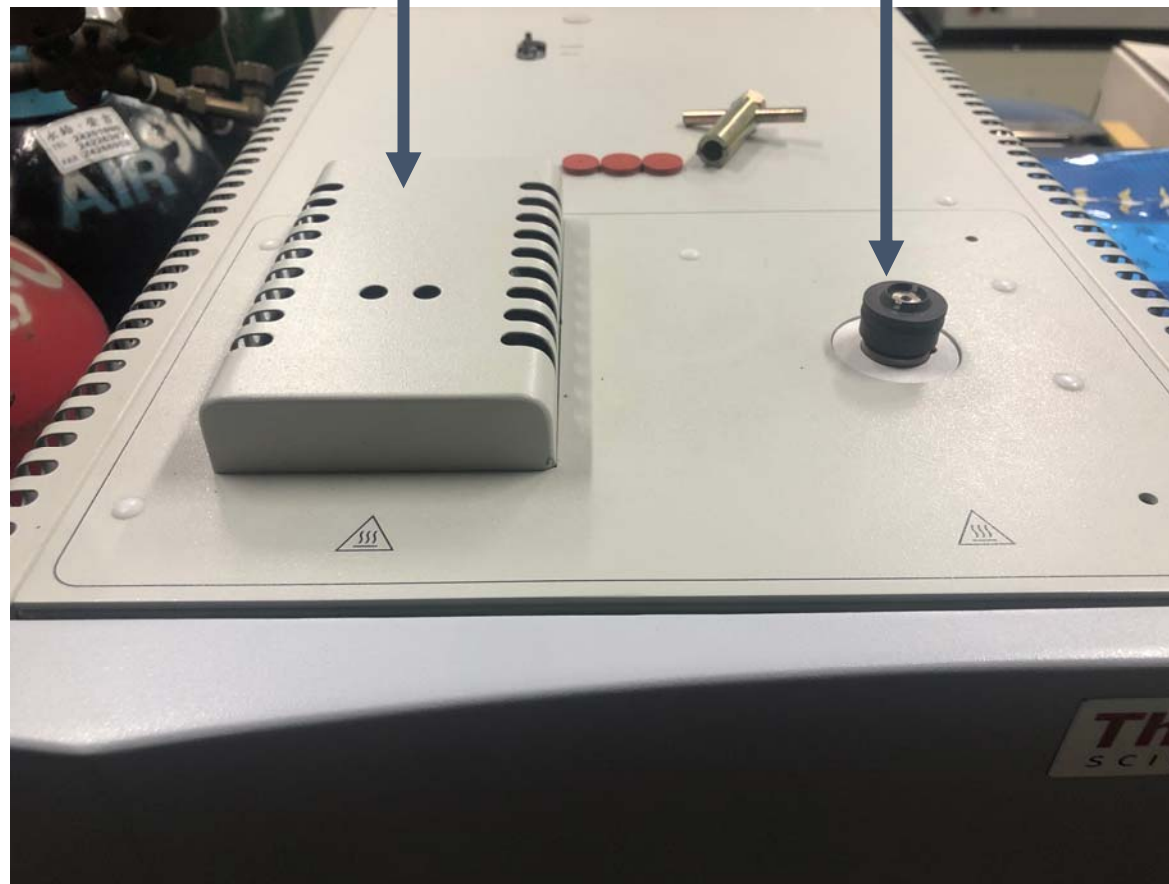
# FOCUS GC



# FOCUS GC 上部

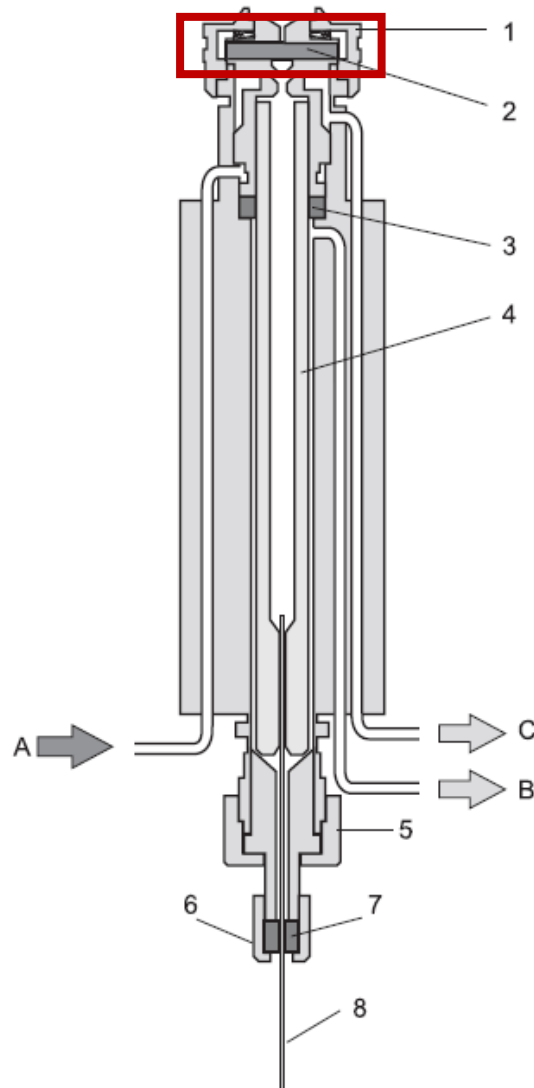
偵測器  
(detector)

注射器  
(injector)



Detector: 火焰離子偵測器 (Flame Ionization detector, FID)

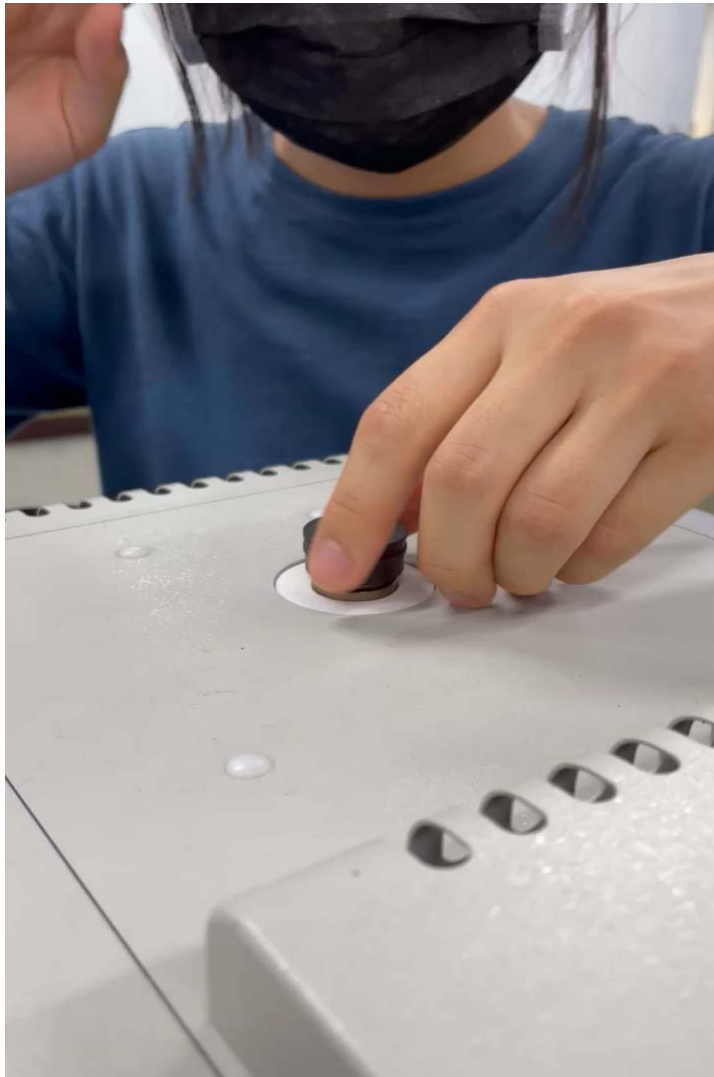
# Split/Splitless injector



- |                     |                            |
|---------------------|----------------------------|
| 1. Septum Cap       | 7. Graphite Column Ferrule |
| 2. Septum           | 8. Capillary Column        |
| 3. Liner Seal       | A. Carrier Gas Inlet       |
| 4. Glass Liner      | B. Split Line              |
| 5. Fixing Nut       | C. Septum Purge Line       |
| 6. M4 Retaining Nut |                            |

**Septum** 需定期更換，一般建議手動注射每30個樣品換一次。破損的septum使空氣進入column造成column加速破壞，使樣品逸出造成定量不準確。

# 更換 Linear & Septum

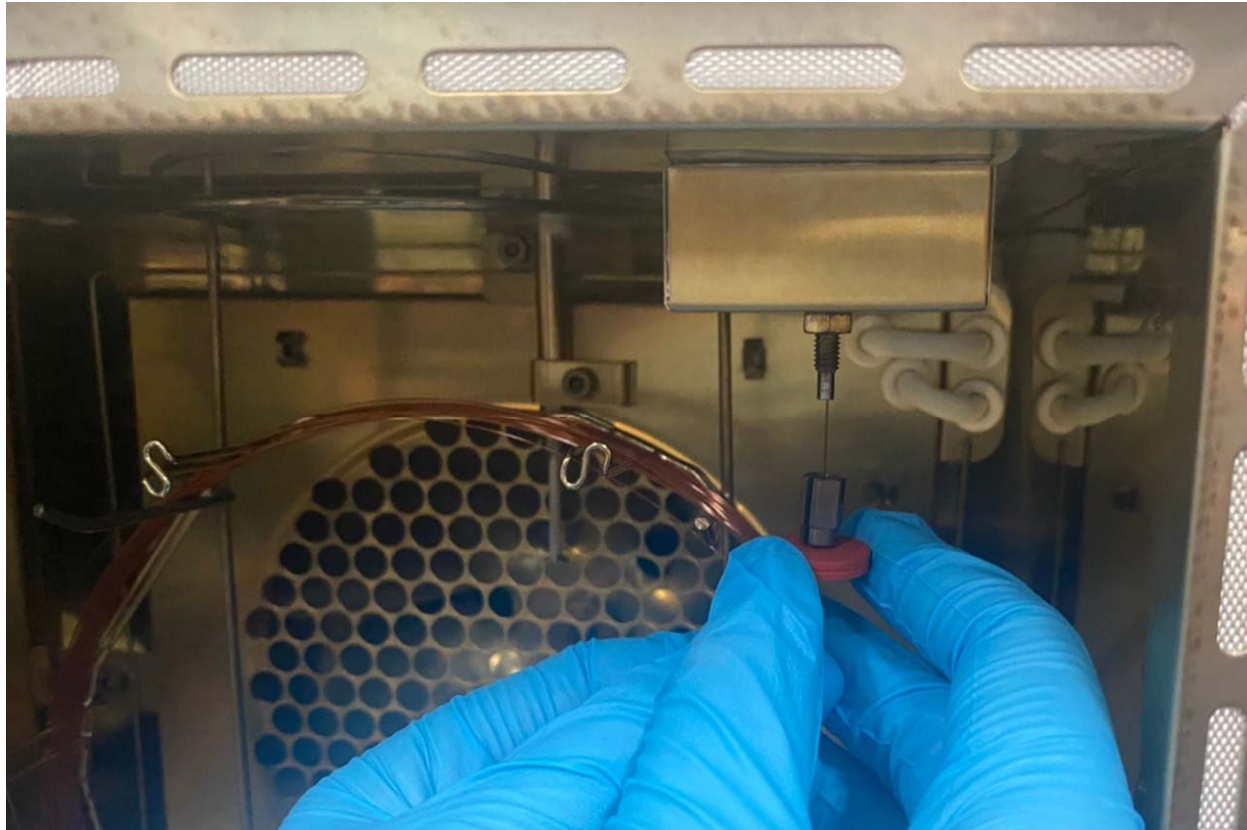




# 更換管住



# Oven 內部



毛細管管柱

\*管柱安裝:分為 injector 端及 detector 端 (注意裝入的長度)，最後開 N<sub>2</sub> 確定有無漏氣

# 開機流程

1. 開  $N_2$
2. 開 GC 開關 (power)
3. 設定實驗條件: injector, oven, detector
4. 加熱 oven 以活化 (condition) column
5. 開 空氣、 $H_2$ ，點燃 FID (軟體內)
6. 樣品分析

# 氣體系統

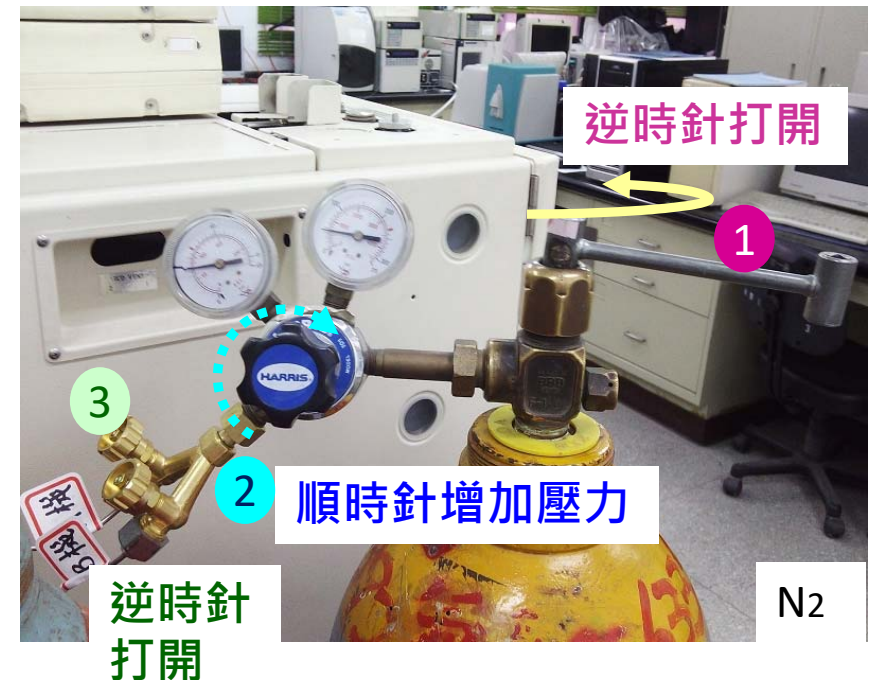
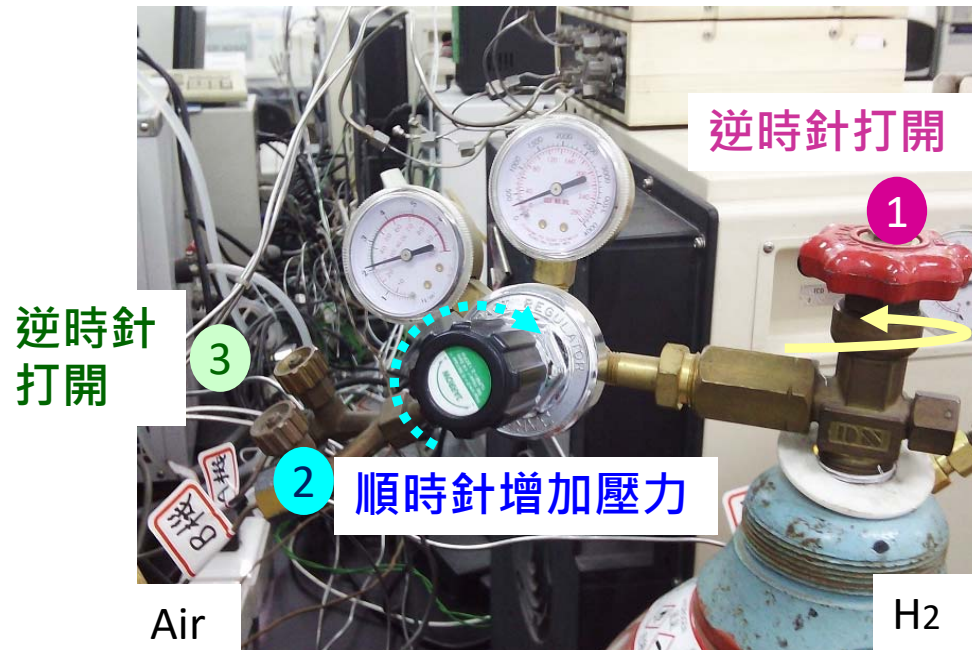




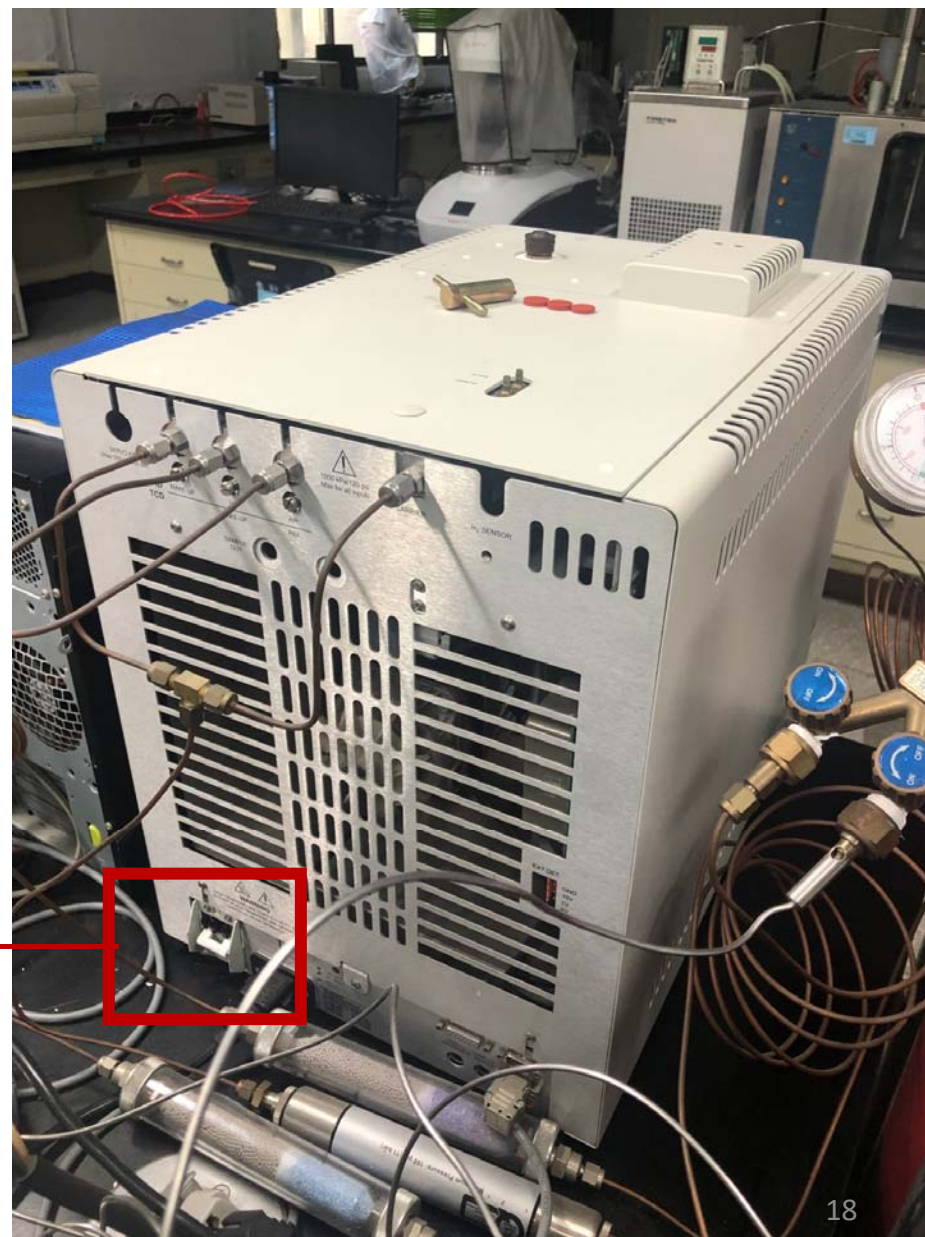
# 氣體系統

- 移動相(Carrier Gas/載送氣體):  
化學惰性  $\text{He}$ 、 $\text{N}_2$ 、 $\text{CO}_2$ 。
- FID 點燃氣體： $\text{Air}$  可燃 (空氣pump)、 $\text{H}_2$  助燃

## Three Stage Tank Regulator



# FOCUS GC 後面



儀器開關

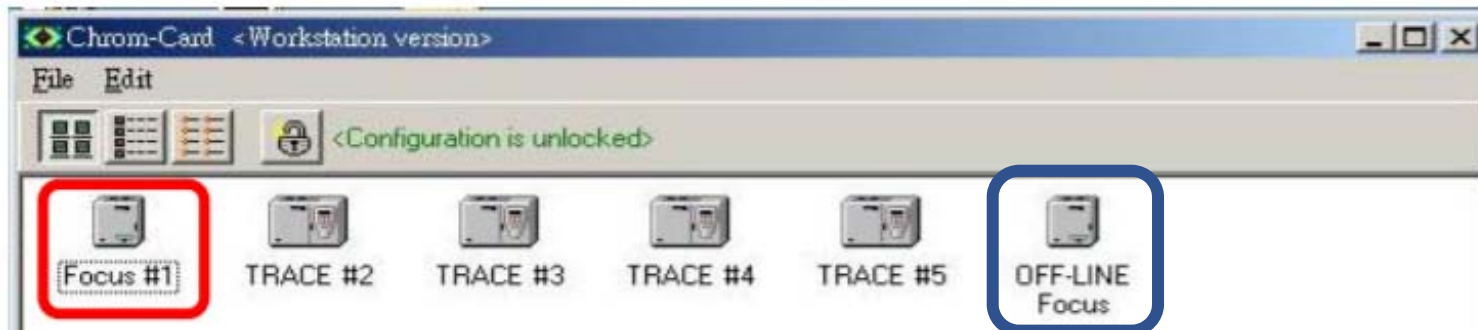
\*一定要確保 N<sub>2</sub> 有開才能  
打開儀器

# 軟體



Chrom-card (在桌面)

- 主選單→與 GC 連線點選 **FOCUS#1**  
數據處理點選 **OFF-LINE** (離線模式)

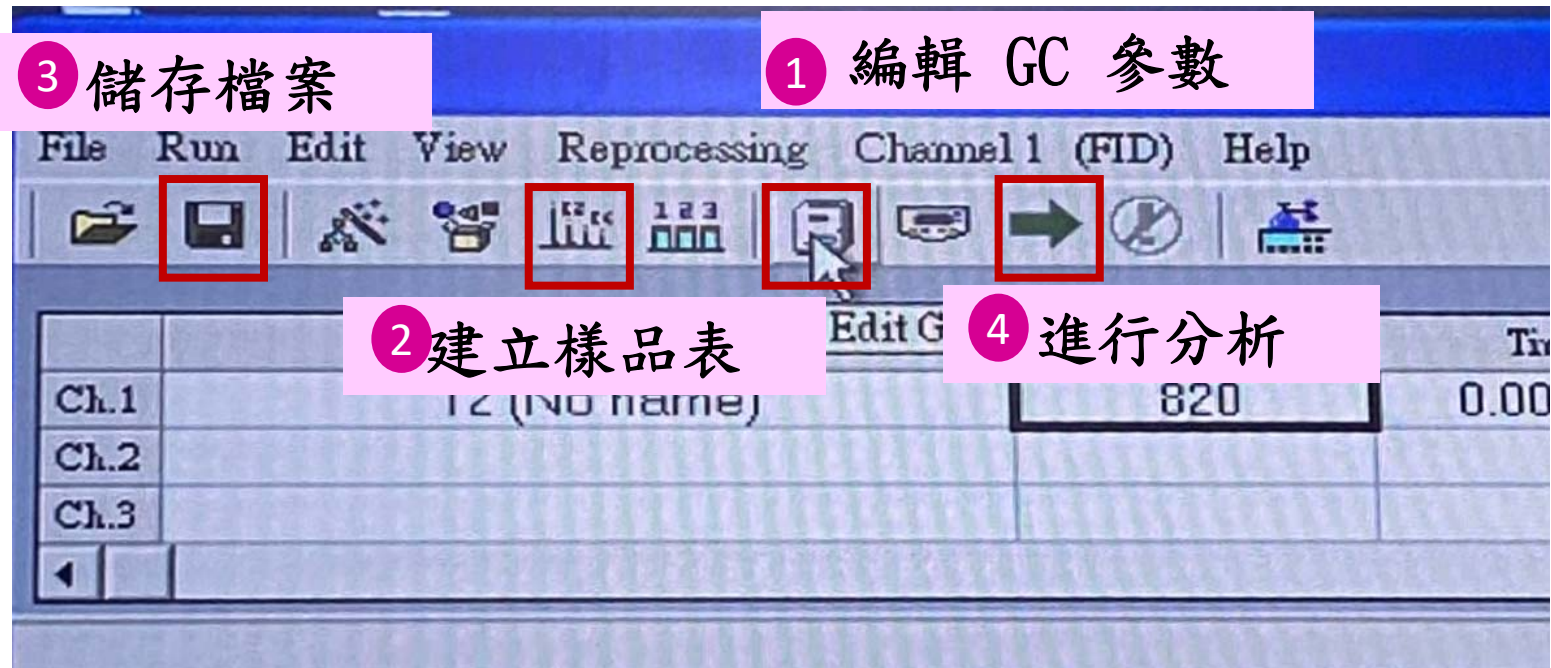


# Column condition

- 設定溫度10-20°C/min，最大溫度不可超過Column所能承受的最大溫度。
- Column condition時沒有Carrier gas會造成Column的損壞。先檢查好整個系統不可滲漏
- 一般condition的時間約30 - 60分鐘，如baseline依然未穩定可再作60-90分鐘，如果仍然不行，不要持續condition Column，請先徹底檢查是否有漏或污染。Carrier gas品質不佳、Detector污染或氣體管路未裝trap都會造成condition時間延長及Column損壞的原因。
- 如果樣品分析溫度不高，只需用比分析條件高20°C的溫度去condition。



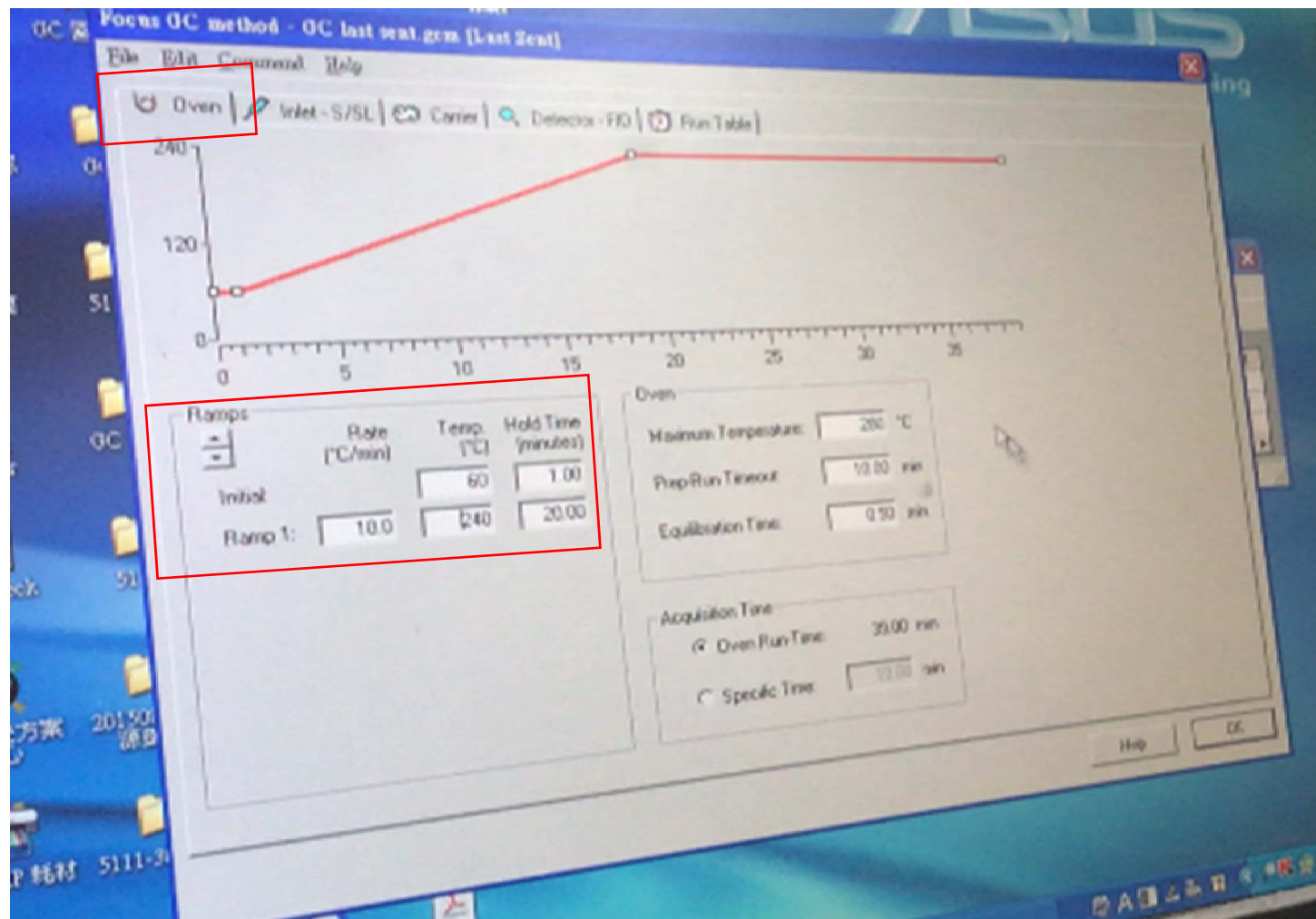
# 軟體使用



1

## 編輯 GC 參數

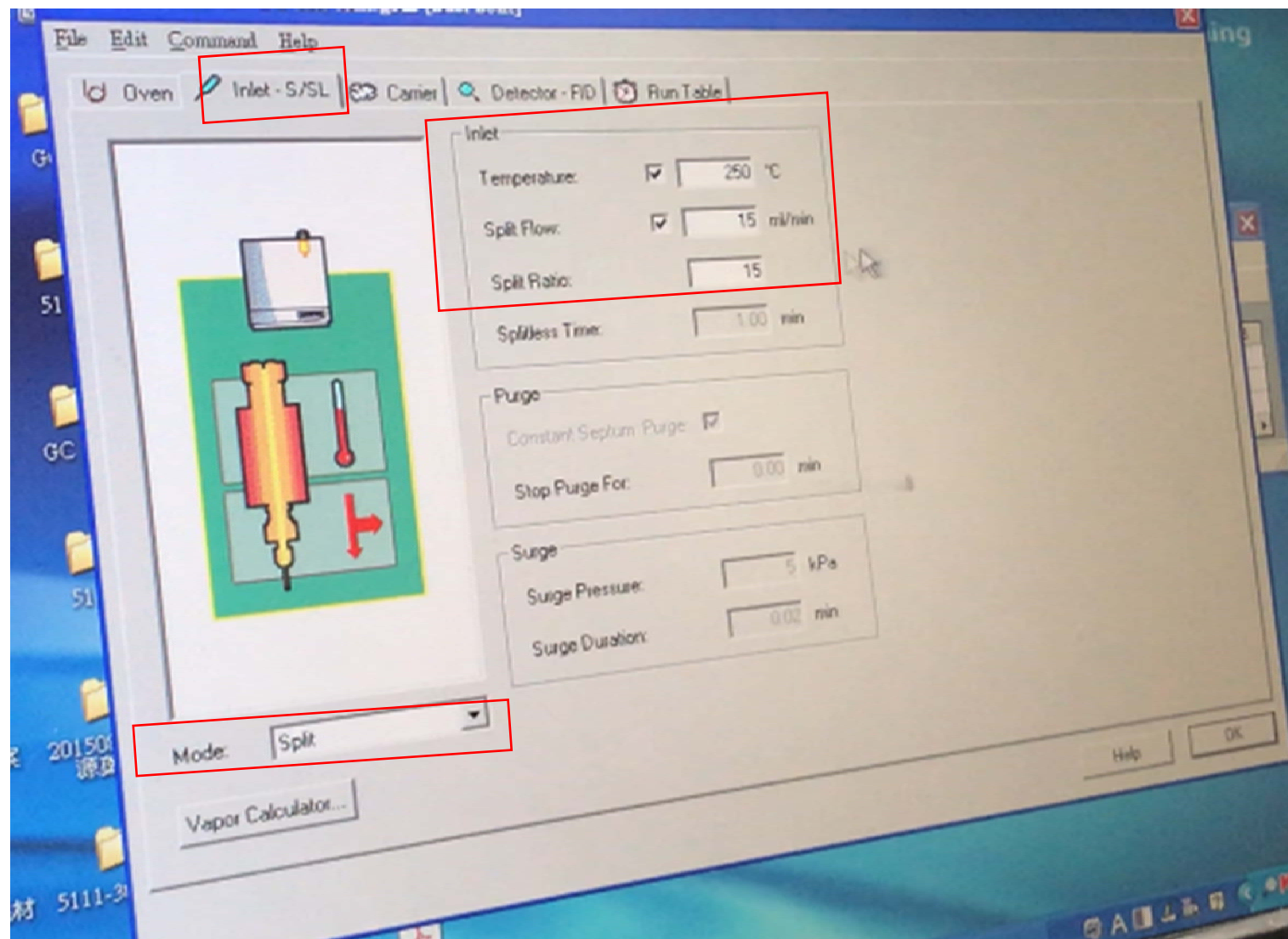
## 烘箱溫度設定



1

# 編輯 GC 參數

設定Inlet溫度、分/不分流、分流比

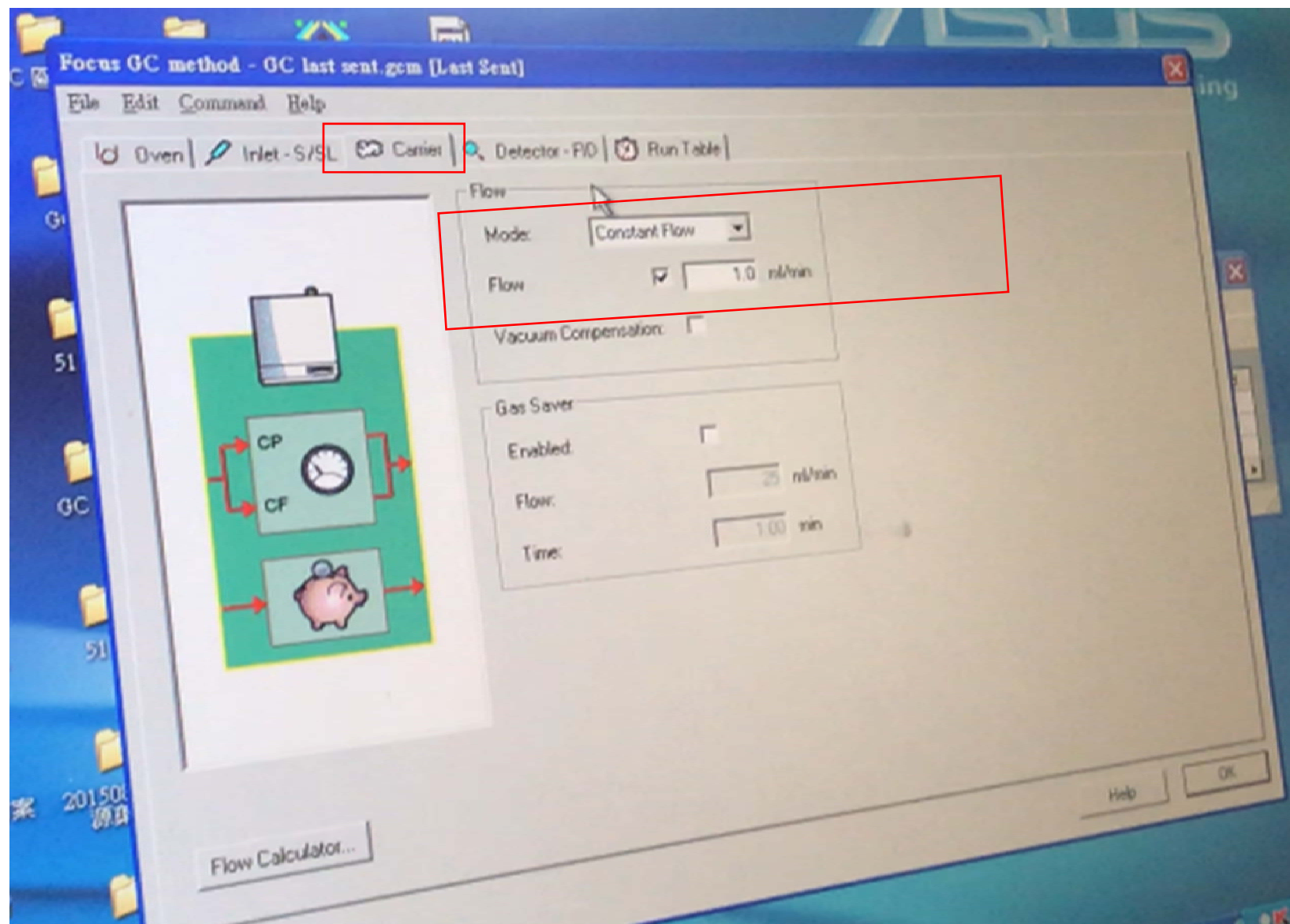




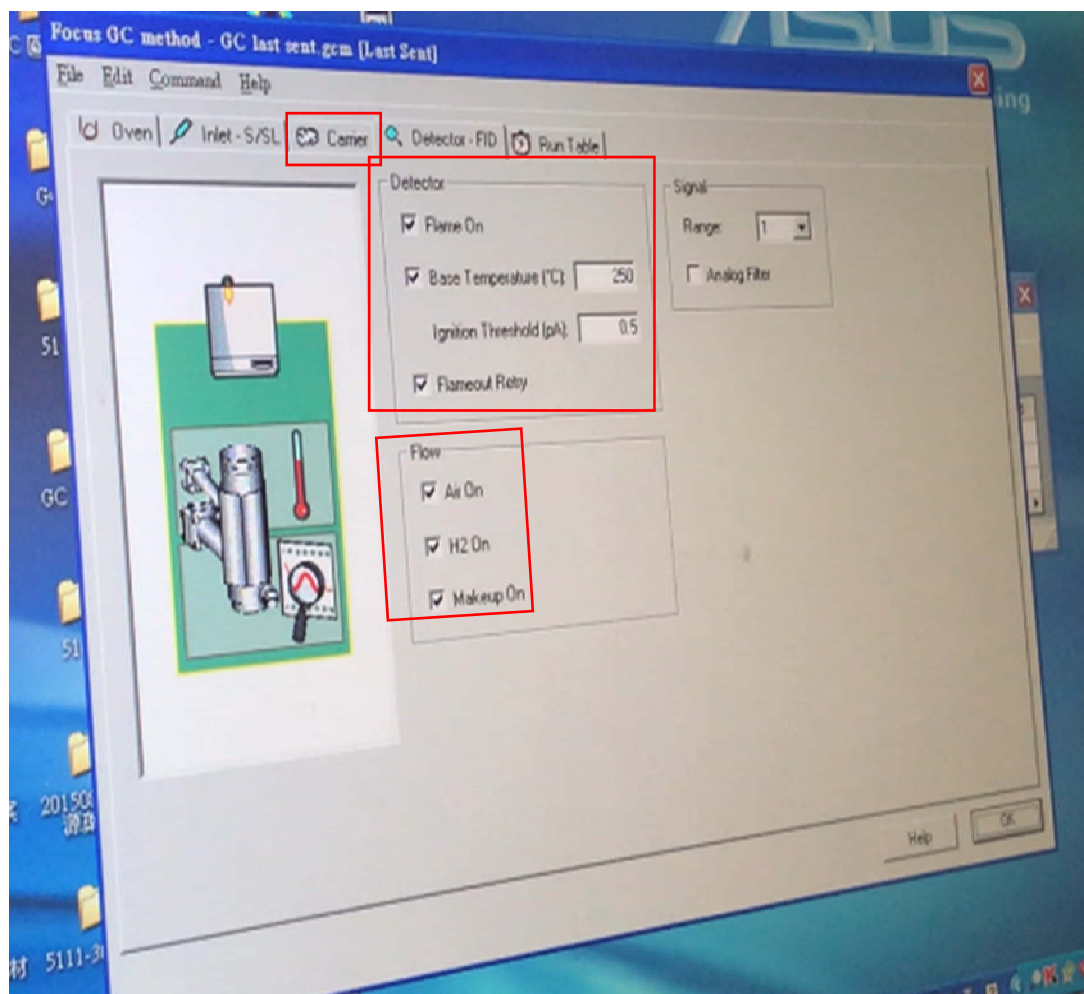
1

## 編輯 GC 參數

設定Carrier的流速



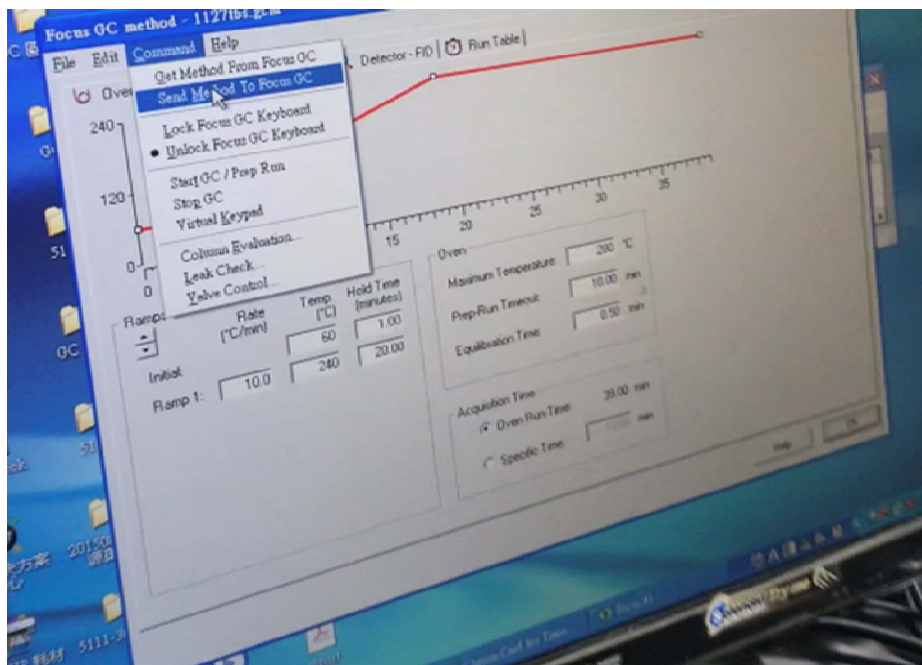
# 1 編輯 GC 參數



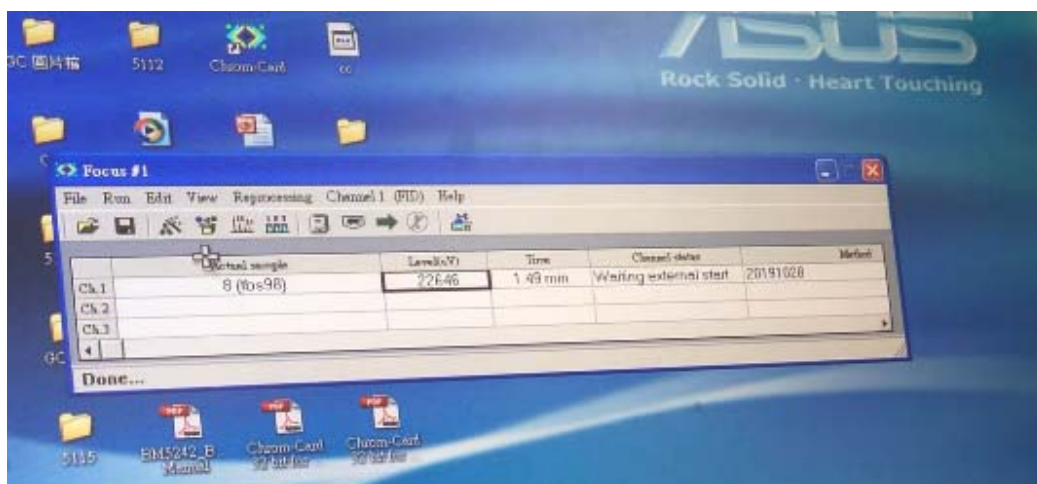
將氣體鋼瓶Air、H<sub>2</sub>打開

Detector中的Flame Flow  
中的Air On、H<sub>2</sub> On打勾

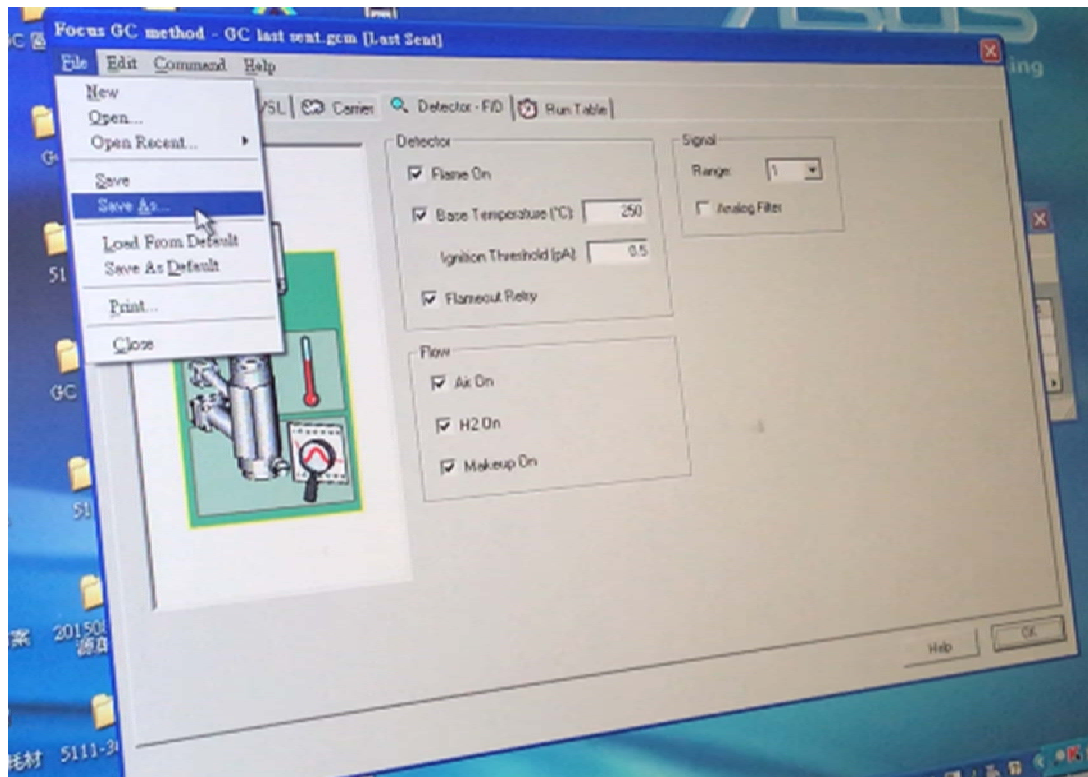
# 1 編輯 GC 參數



點選Command→Send Method To Focus GC，使其接收指令開始運轉  
\*Level的數值高則代表點火成功



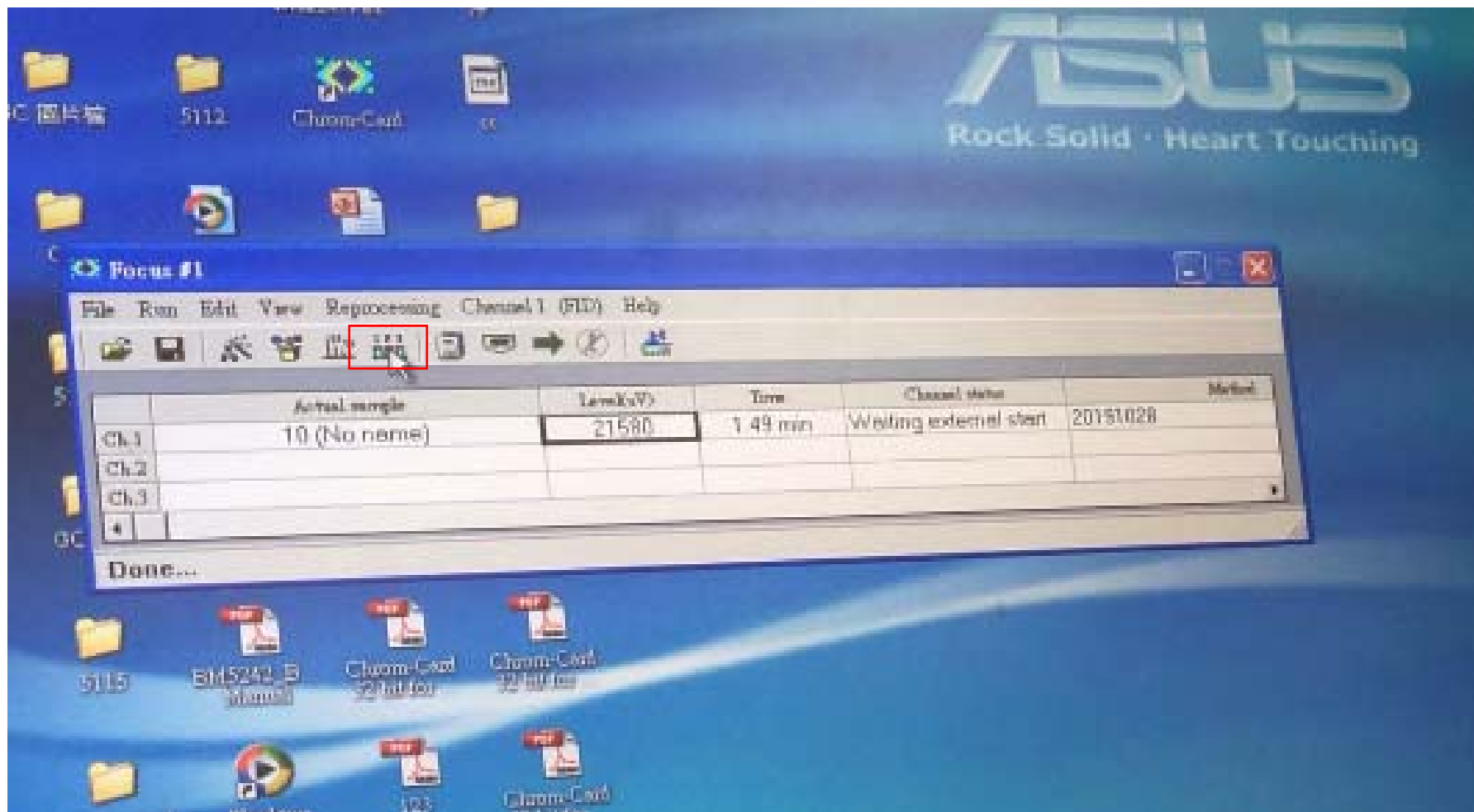
# 1 編輯 GC 參數



設定完成後點選  
File→Save As儲存檔案

## 2 建立樣品表

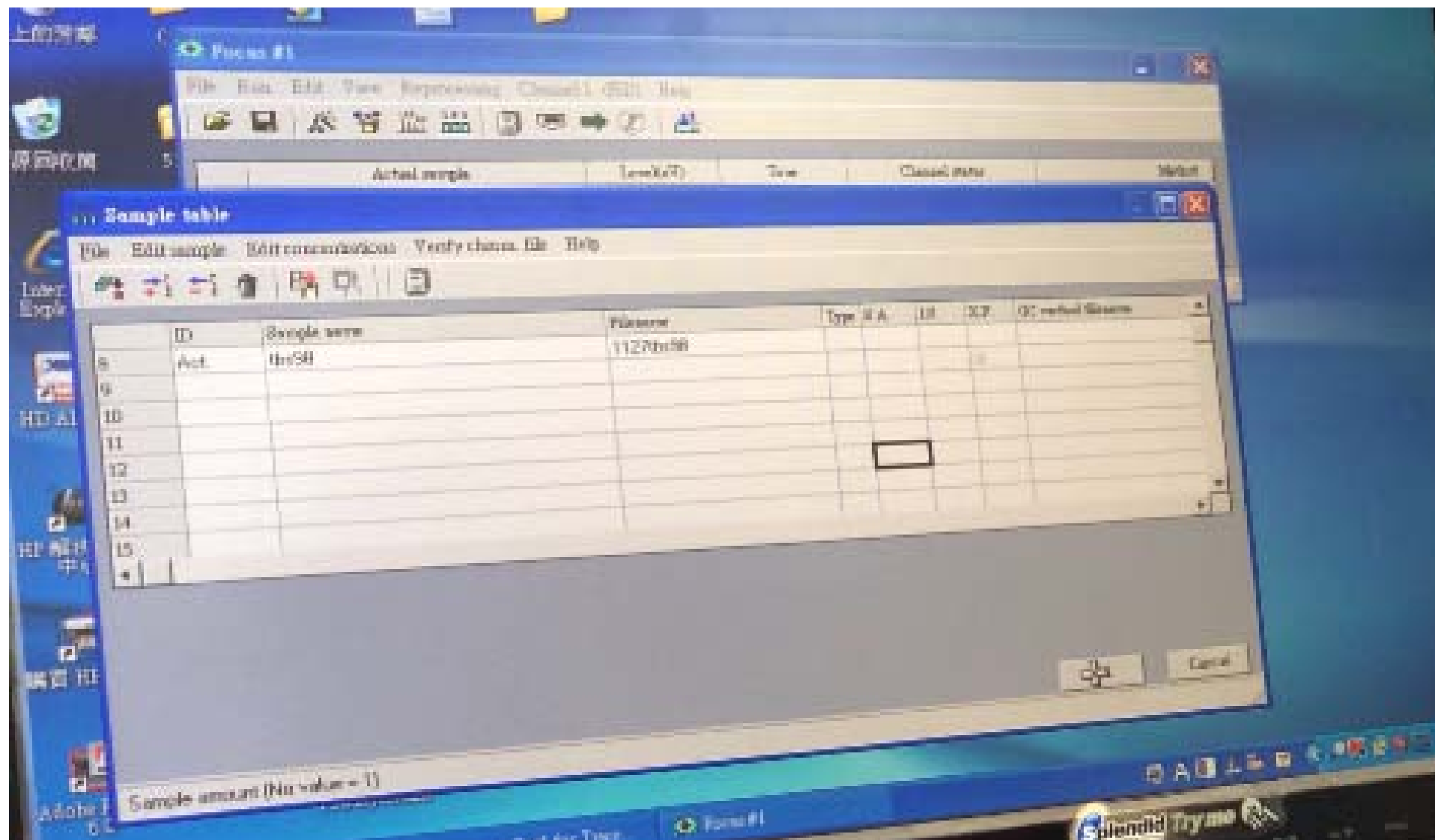
點選Sample table設定sequences





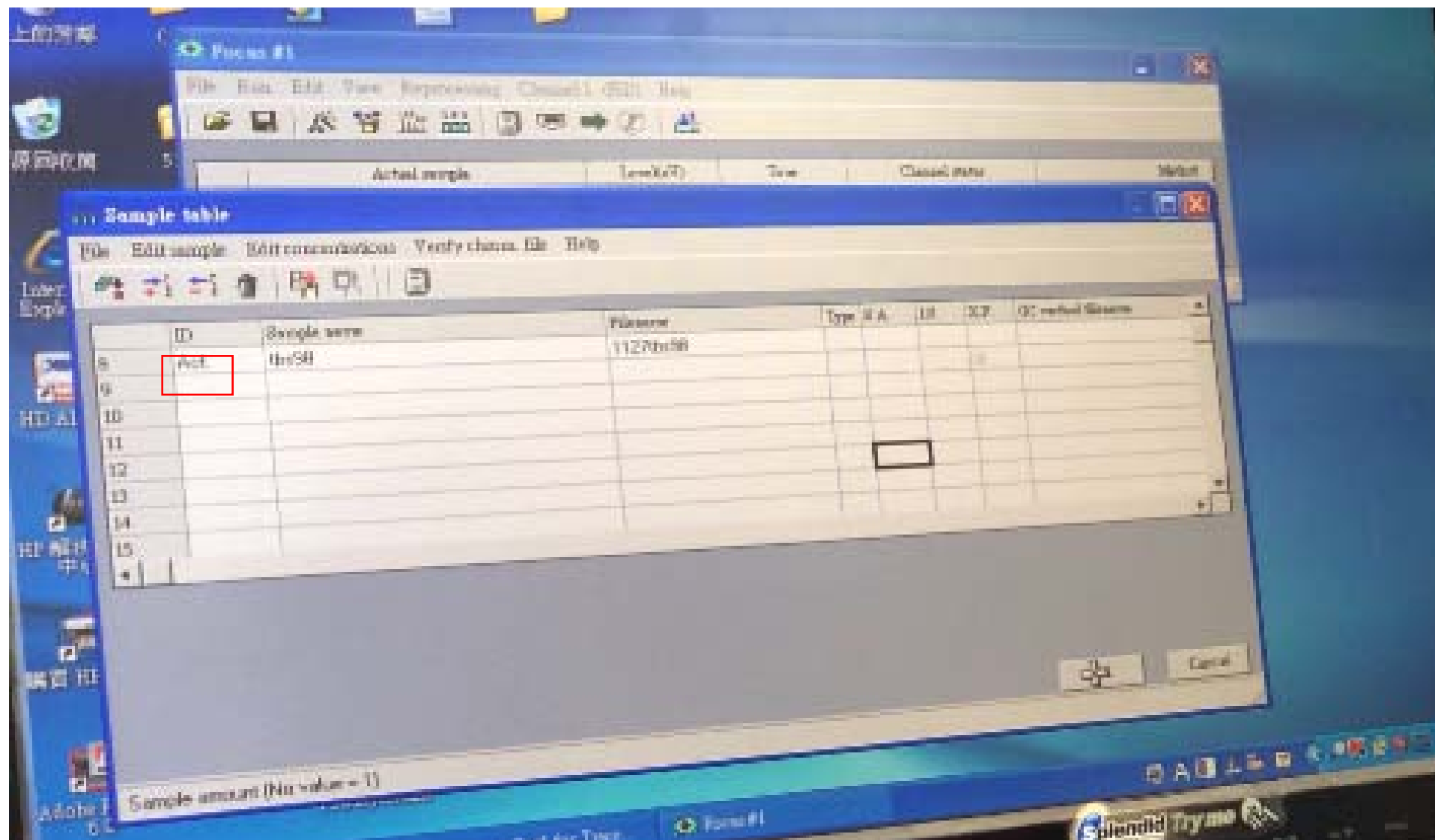
## 2 建立樣品表

輸入Sample name、Filename和  
GC method filename



## 2 建立樣品表

輸入Sample name、Filename和  
GC method filename

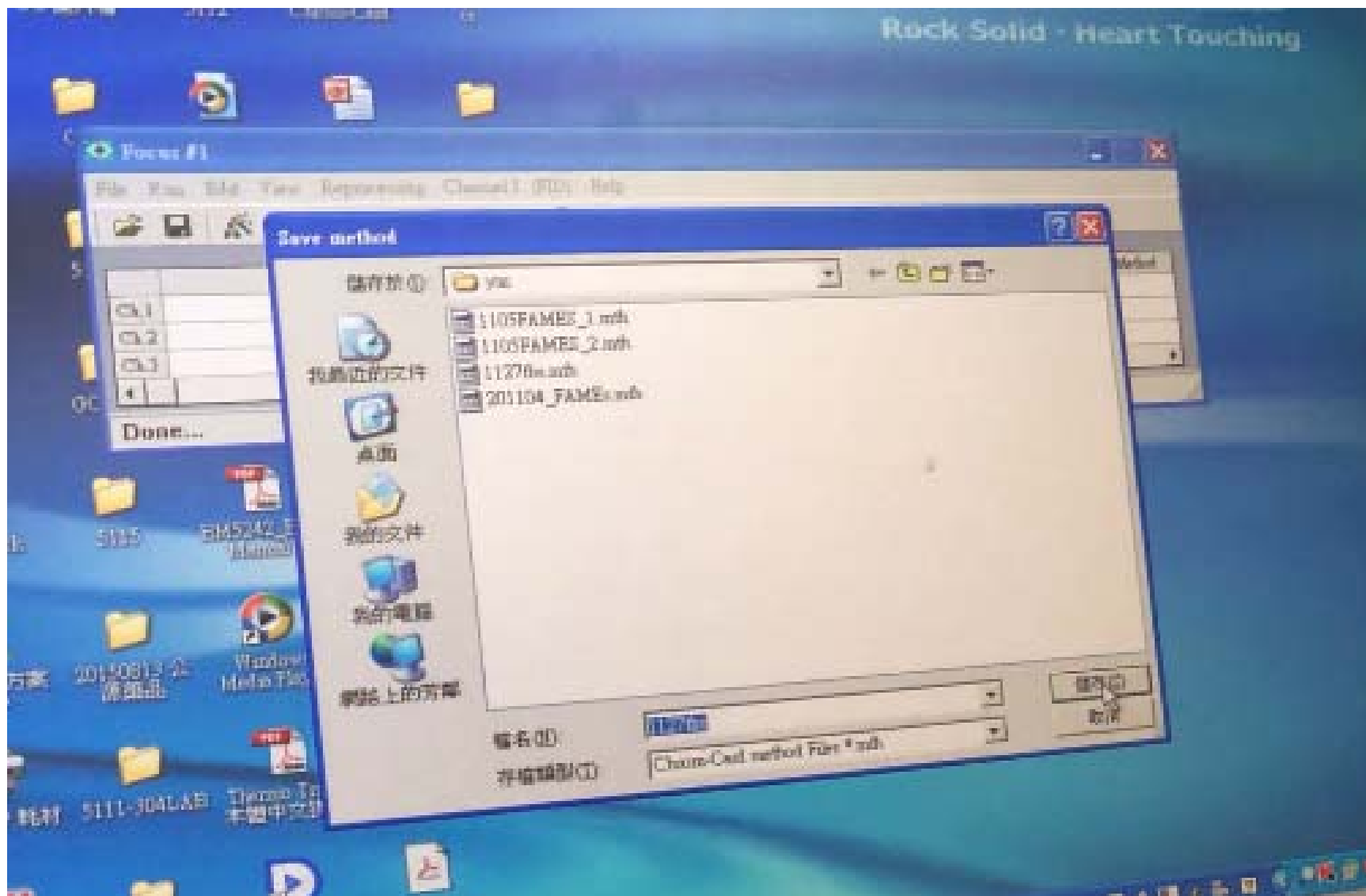


## 2 建立樣品表

輸入完成後點選Run→Start sequence



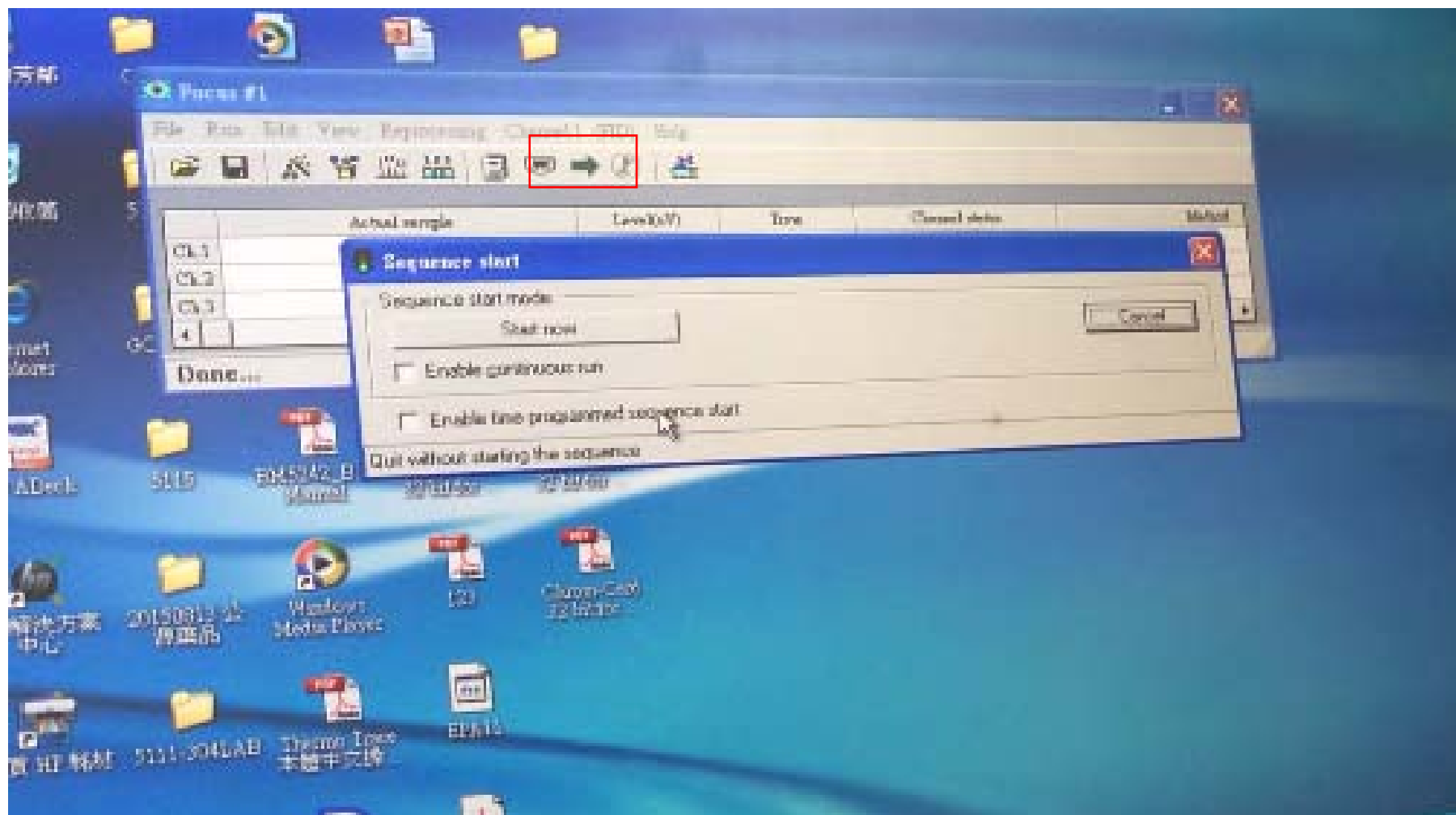
### 3 儲存檔案



4

## 進行分析

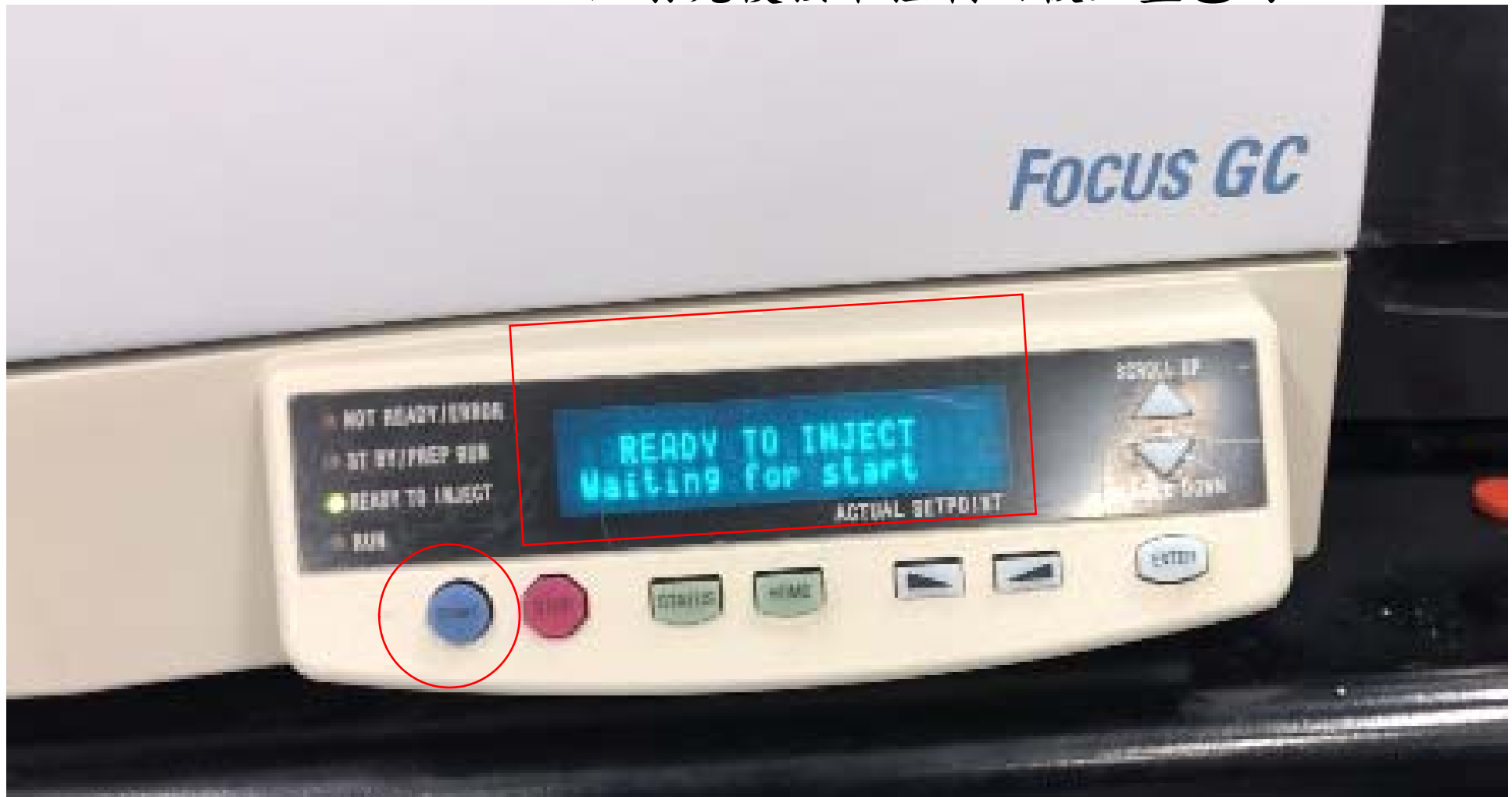
點選Start now



4

## 進行分析

等待控制面板顯示**READY TO INJECT**  
**Waiting for start**後即可開始注射樣品  
注射完後按下控制面板上藍色的



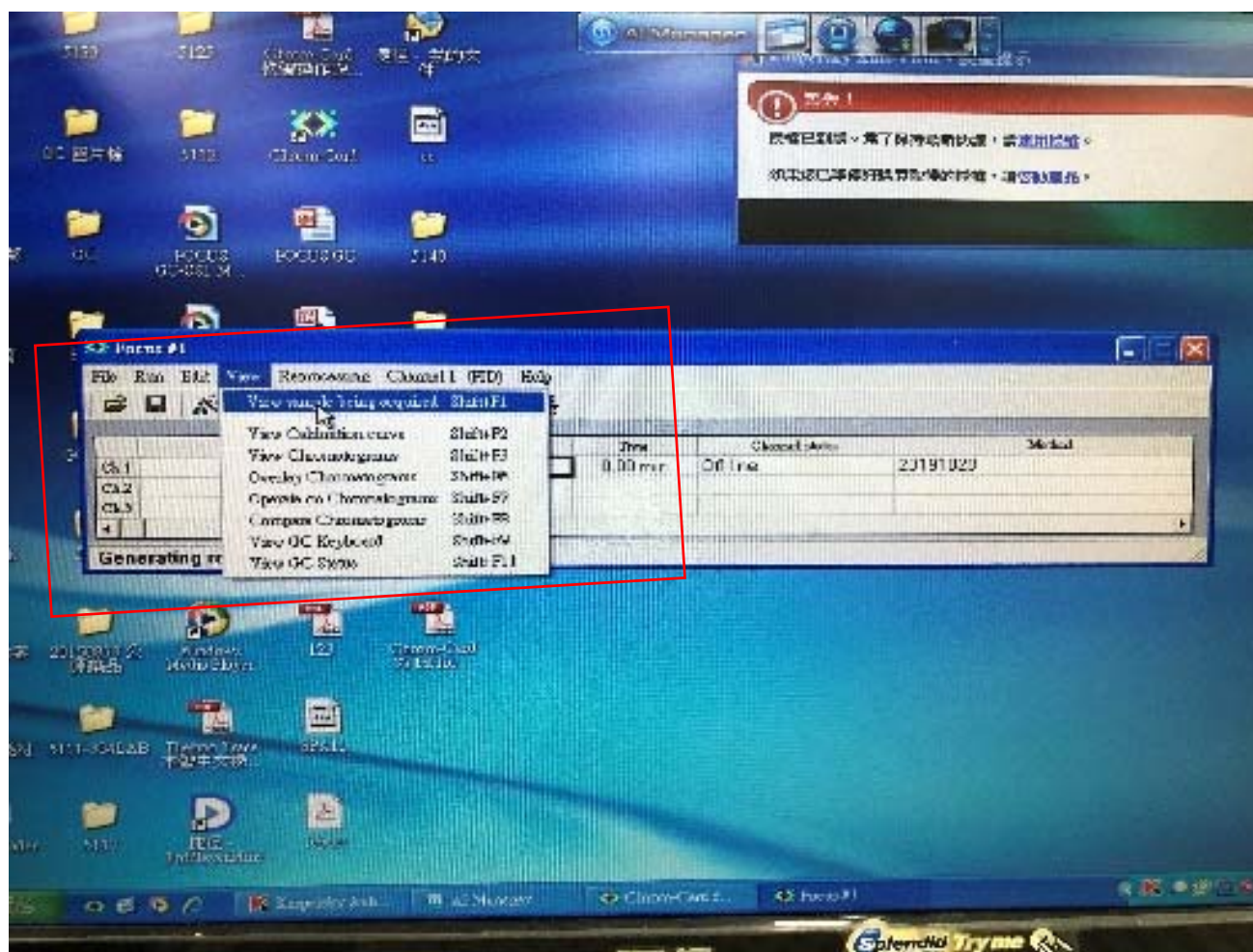
# 注射样品



4

## 進行分析

點選View→View sample being acquired  
可看到即時分析的影像





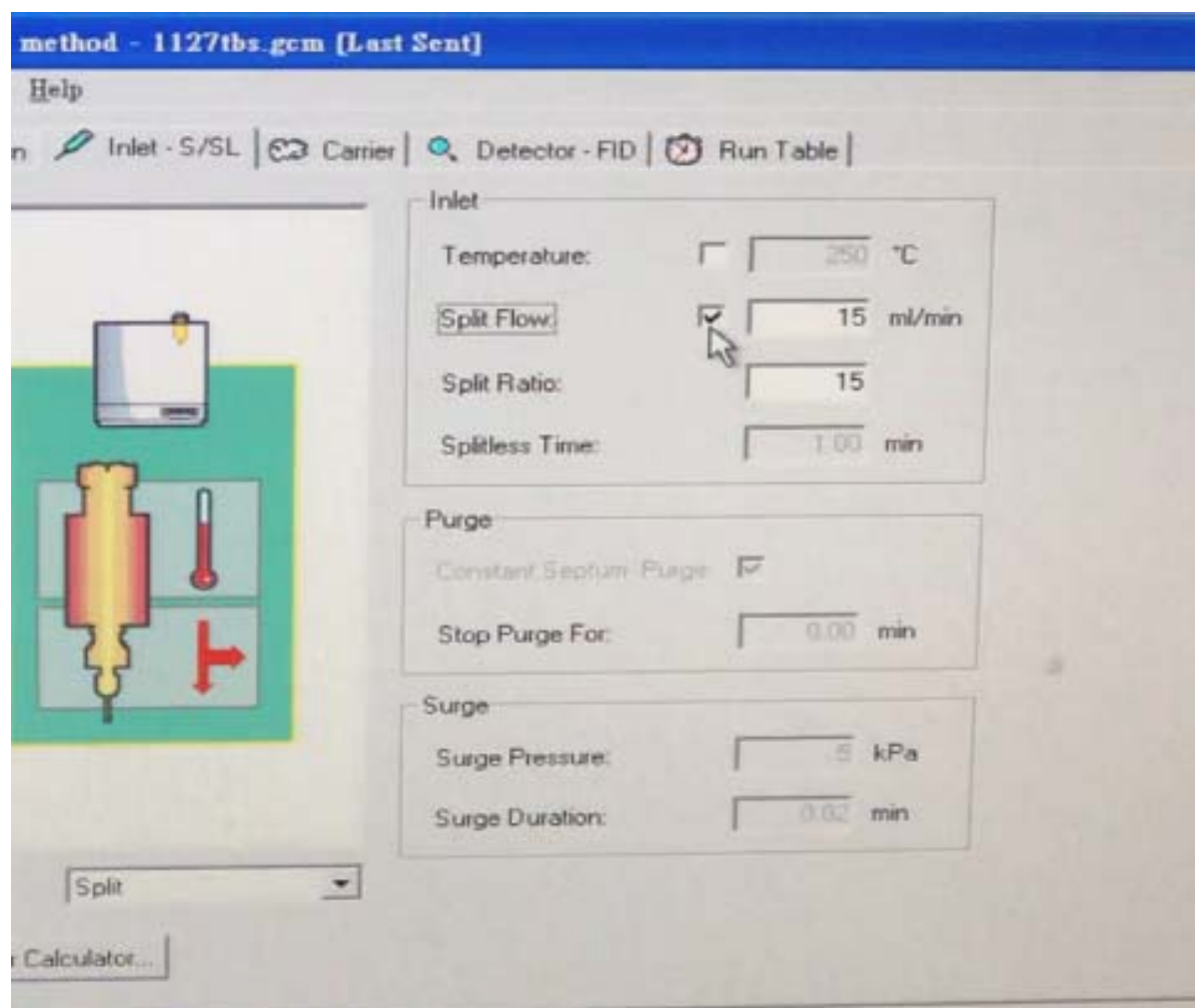
# 關機流程

1. 關溫度
2. 關火
3. 關 氫氣, 空氣
4. Oven 達 50°C 即可關 Power
5. 最後才關氮氣

5

## 關機

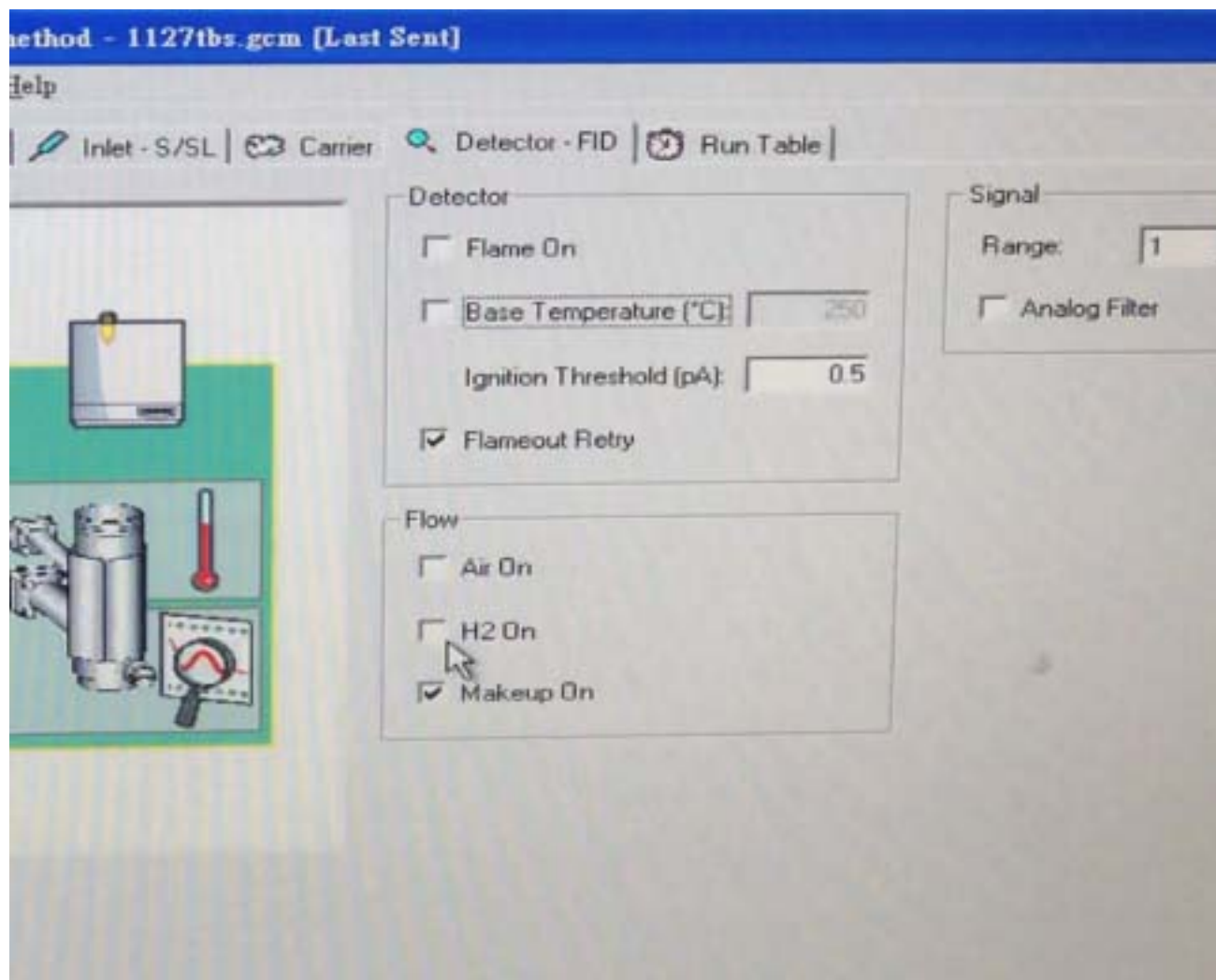
全部結束後點選Edit GC parameters將  
Inlet中的Temperature取消勾選



5

## 關機

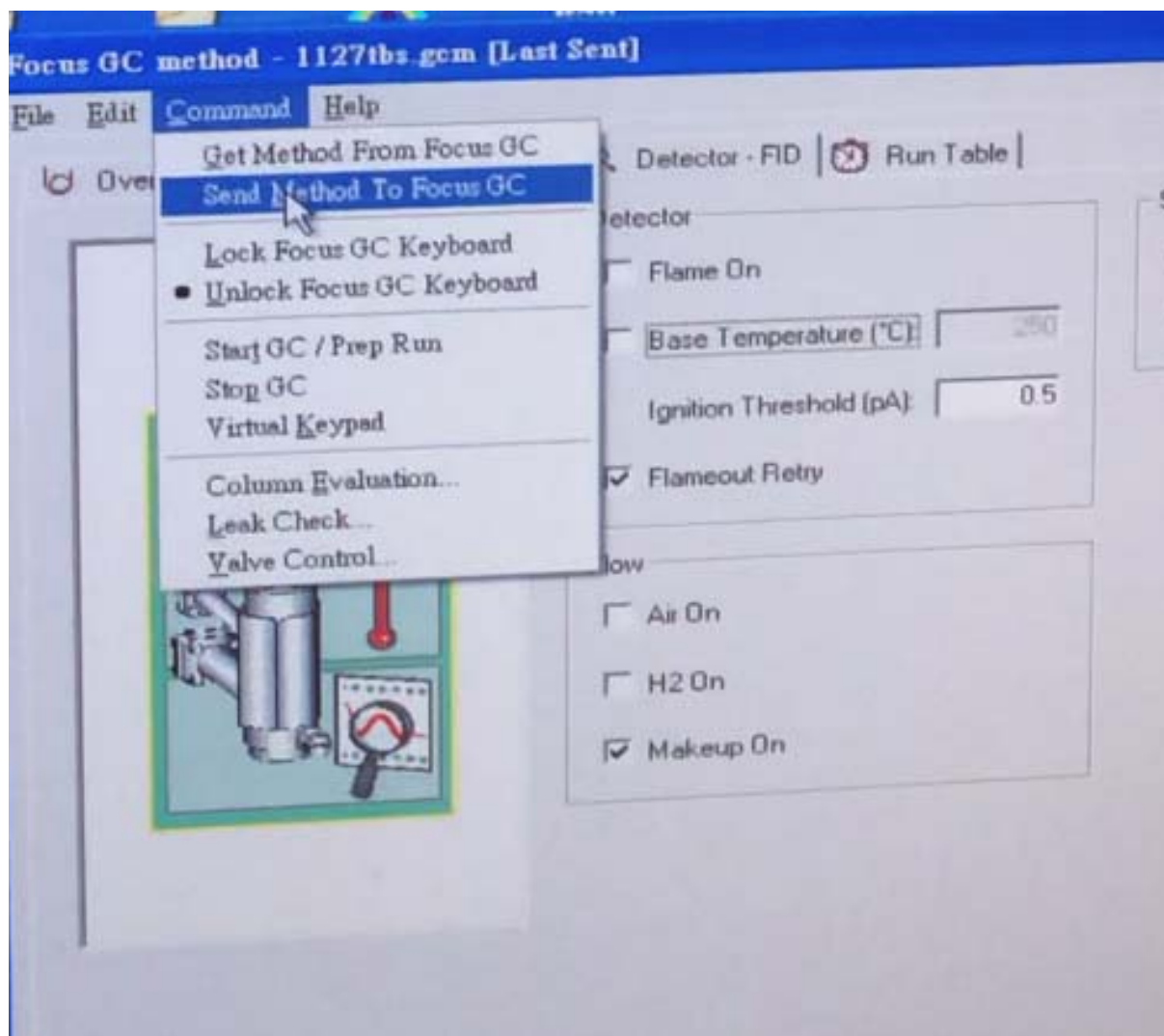
全部結束後點選Edit GC parameters將  
Detector 中的 Flame On 、 Base  
Temperature和Flow中的Air On 、 H<sub>2</sub> On  
取消勾選



5

## 關機

點選Command→Send Method To Focus GC，使其接收指令停止運轉，並將氣體鋼瓶Air、H<sub>2</sub>關起來  
\*可看到Level的數值降低



待 **Inlet** 、  
**Detector** 降溫  
後再將儀器關  
機並將N<sub>2</sub>關起  
來

## **\*注意事項\***

- 確實記錄氣體使用前後壓力與實驗時間
- 使用前確認氣體含量，不足請連絡技士
- 暖機活化：氮氣一定要開，避免管柱受損  
氫氣不須開啟，減少氣體浪費
- 氮氣瓶板手於使用後應取下

**謝謝大家**