

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、氬氣等。

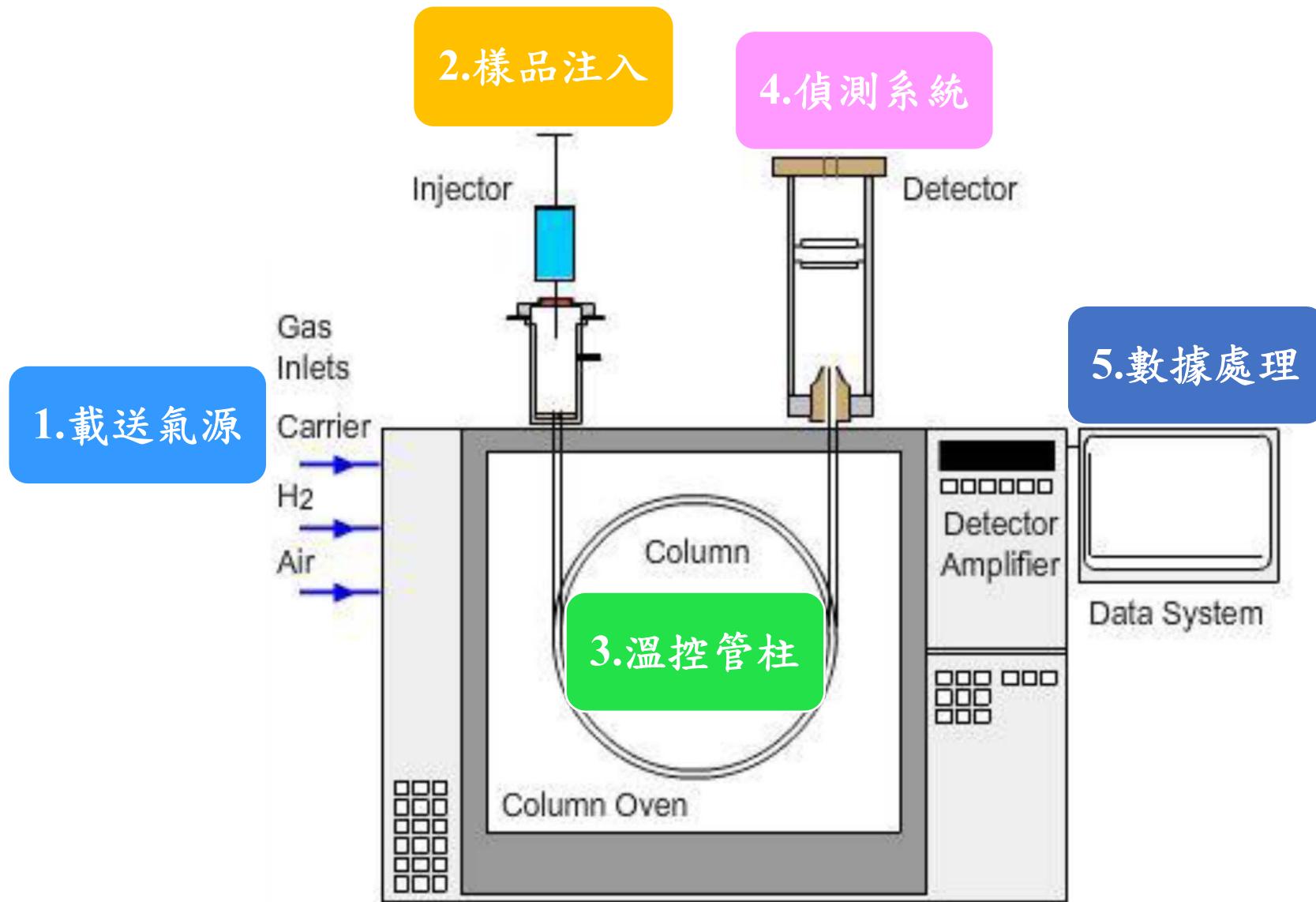
- ✓ **固定相：**

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 μ 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

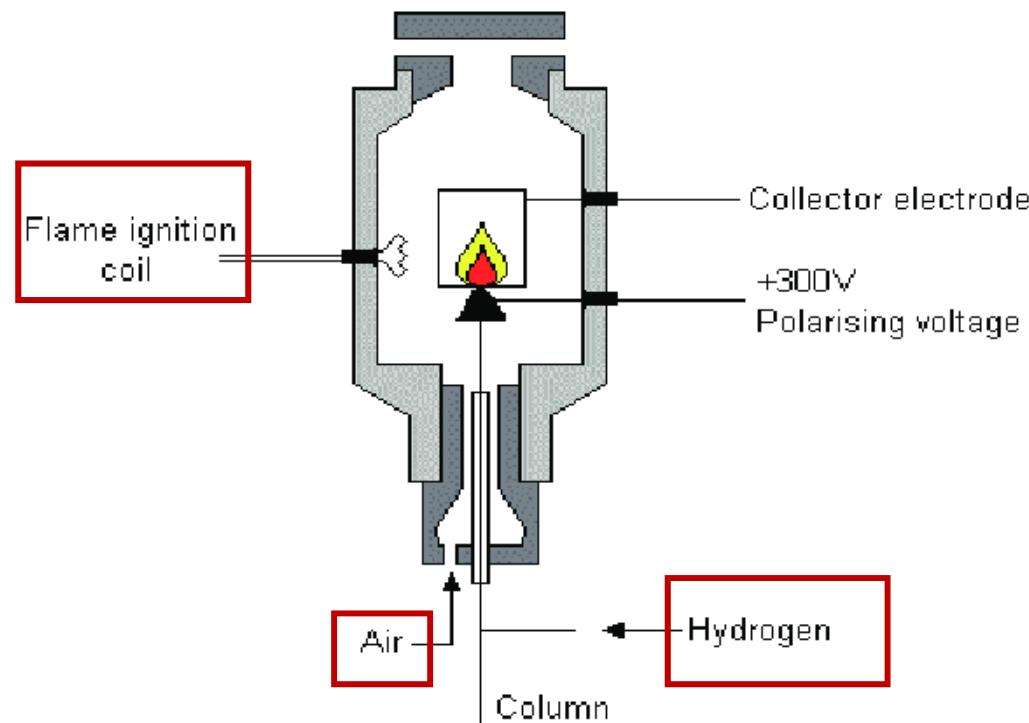
- 固相微萃取法(SPME)

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)

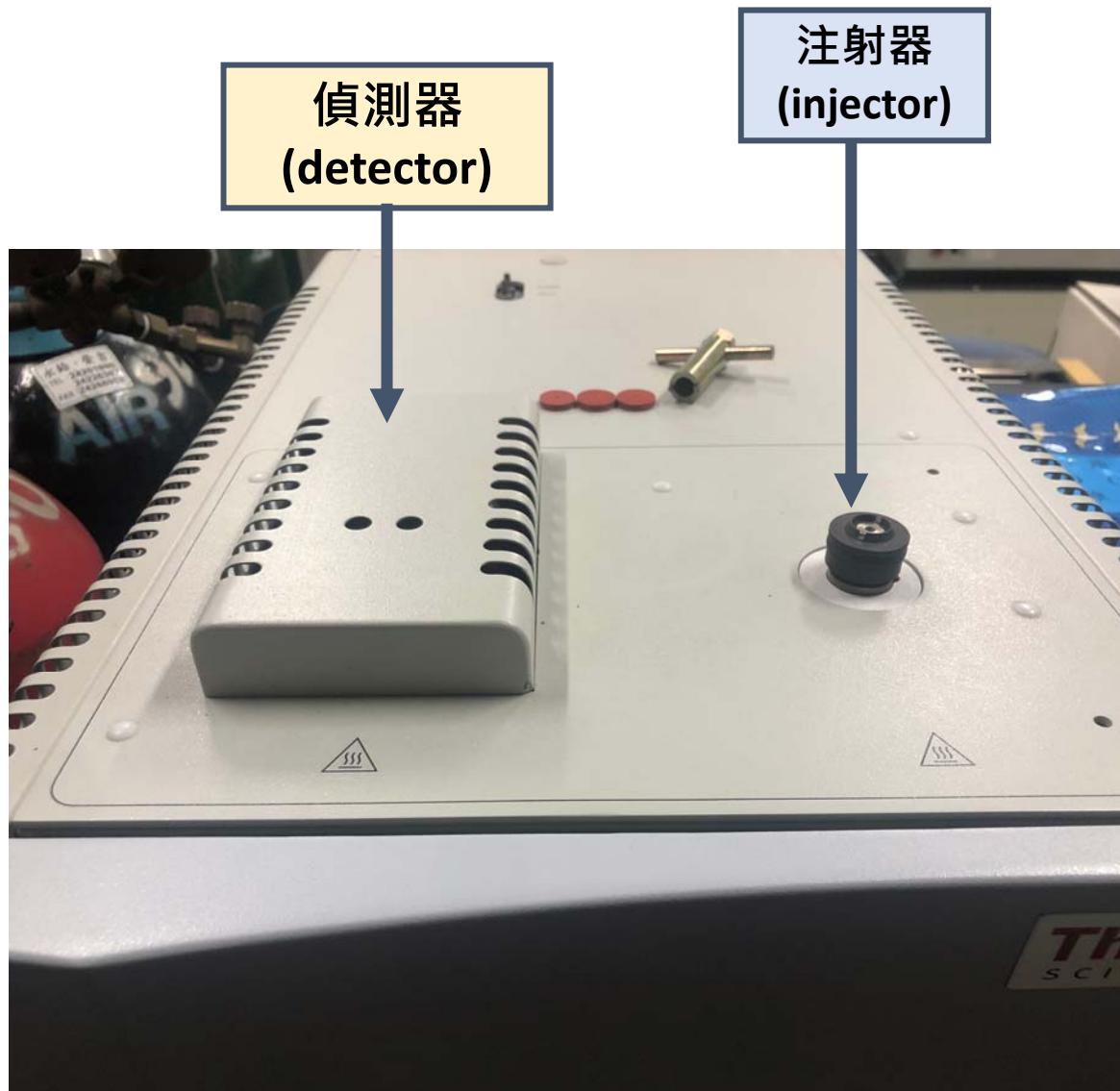
- 電流通過電場，強度與有機化合物在氫焰中燃燒後產生的離子量成正比。
- 利用燃燒氫氣產生火焰(氫氣、空氣)
- 有機物的感應非常靈敏(碳氫化合物)
- 廣泛用於香料、脂肪酸、碳水化合物、污染物和抗氧化劑等分析。

儀器設備

FOCUS GC

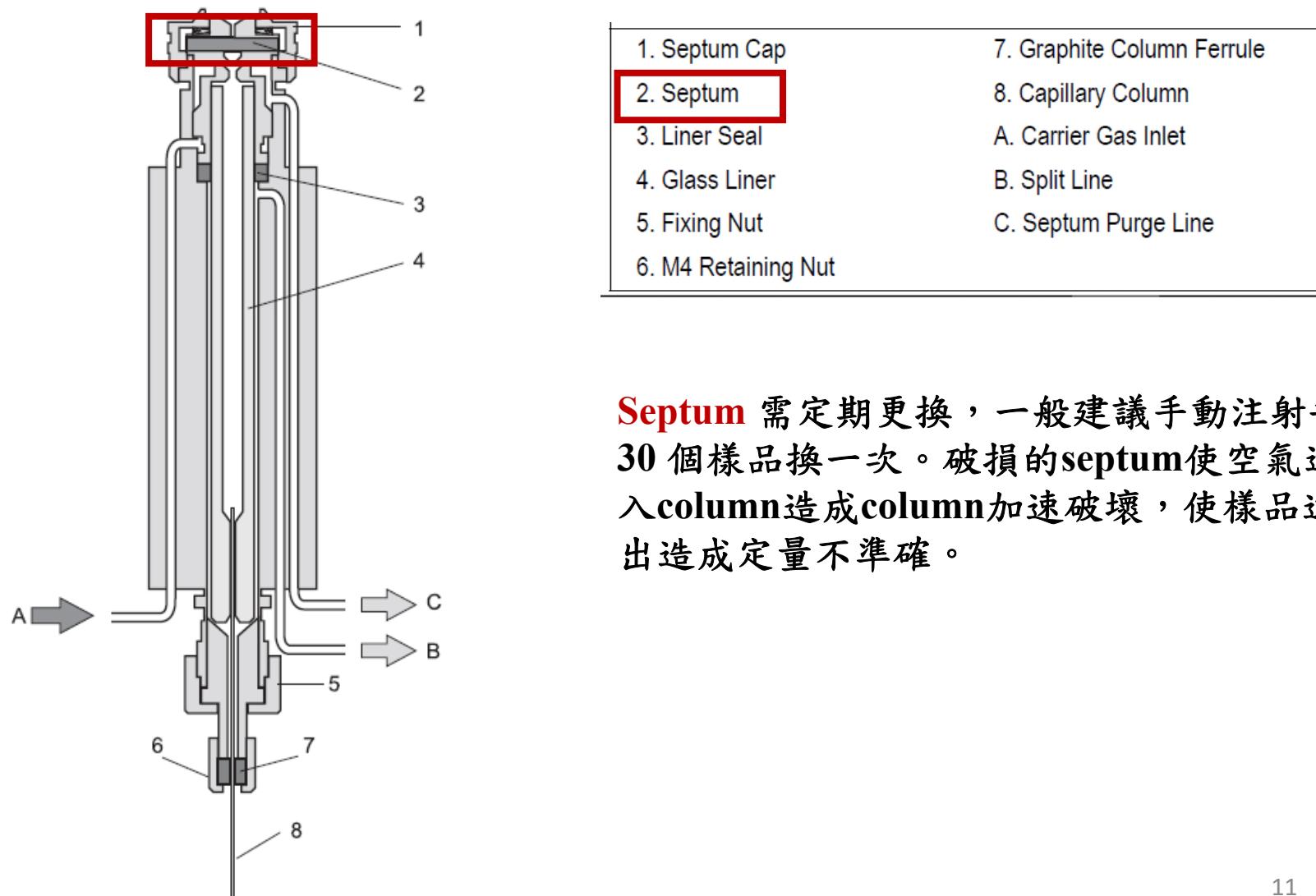


FOCUS GC 上部



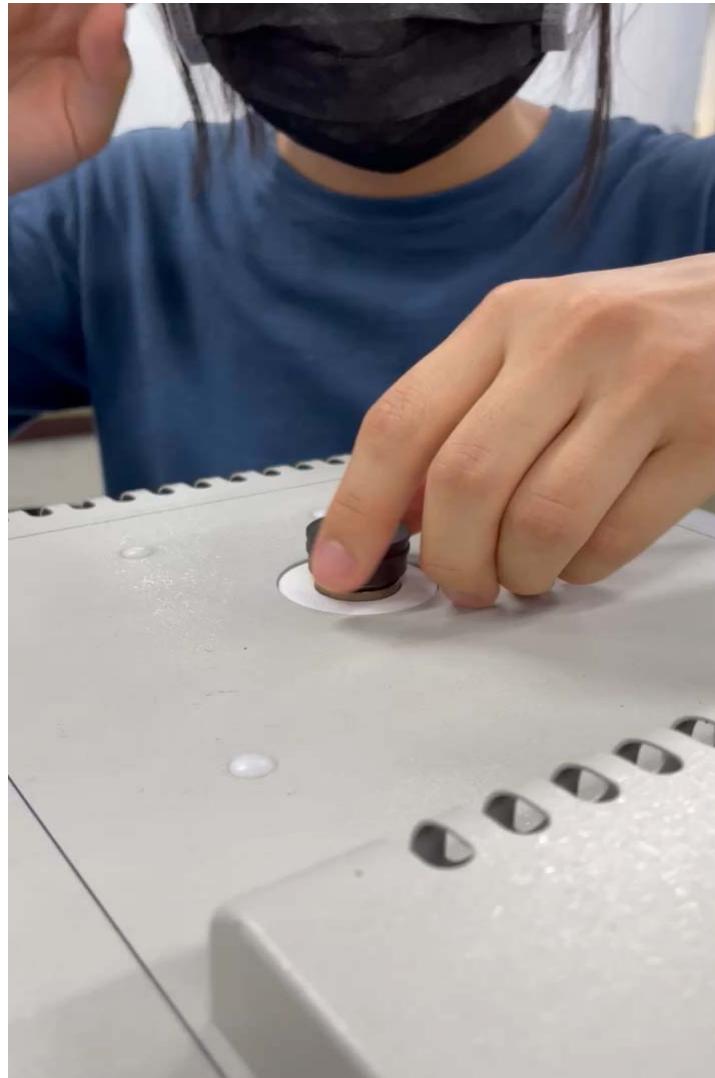
Detector: 火焰離子偵測器 (Flame Ionization detector, FID)

Split/Splitless injector

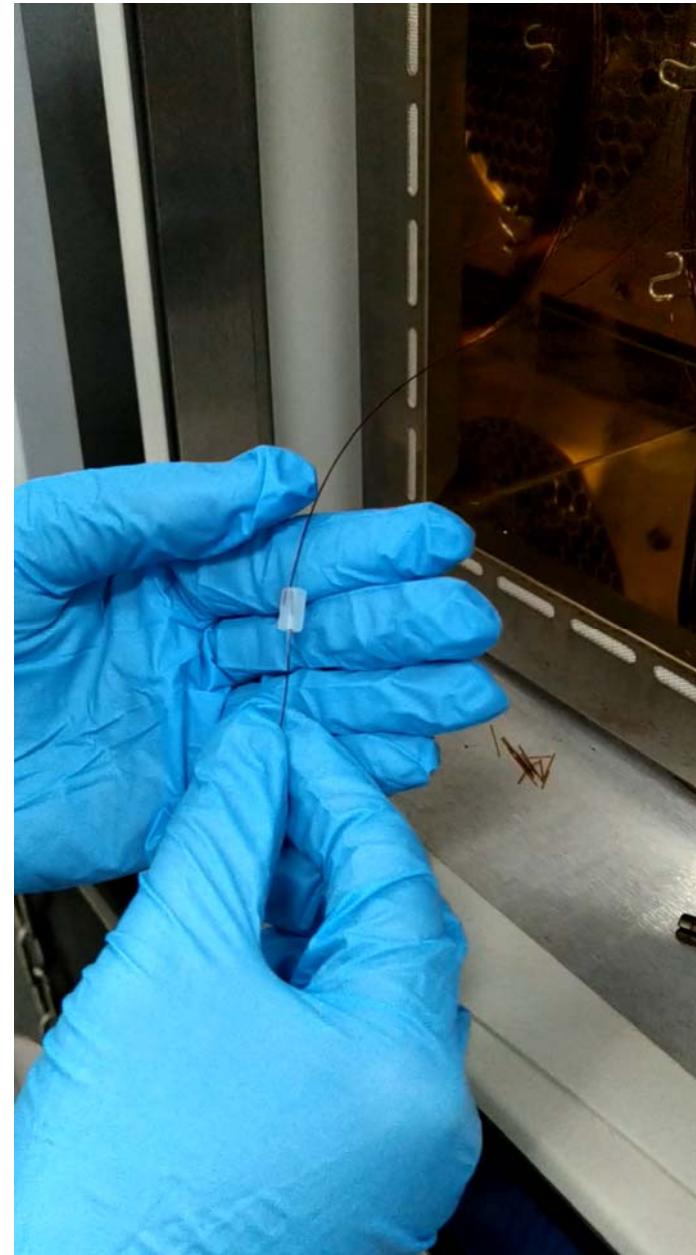


Septum 需定期更換，一般建議手動注射每 30 個樣品換一次。破損的septum使空氣進入column造成column加速破壞，使樣品逸出造成定量不準確。

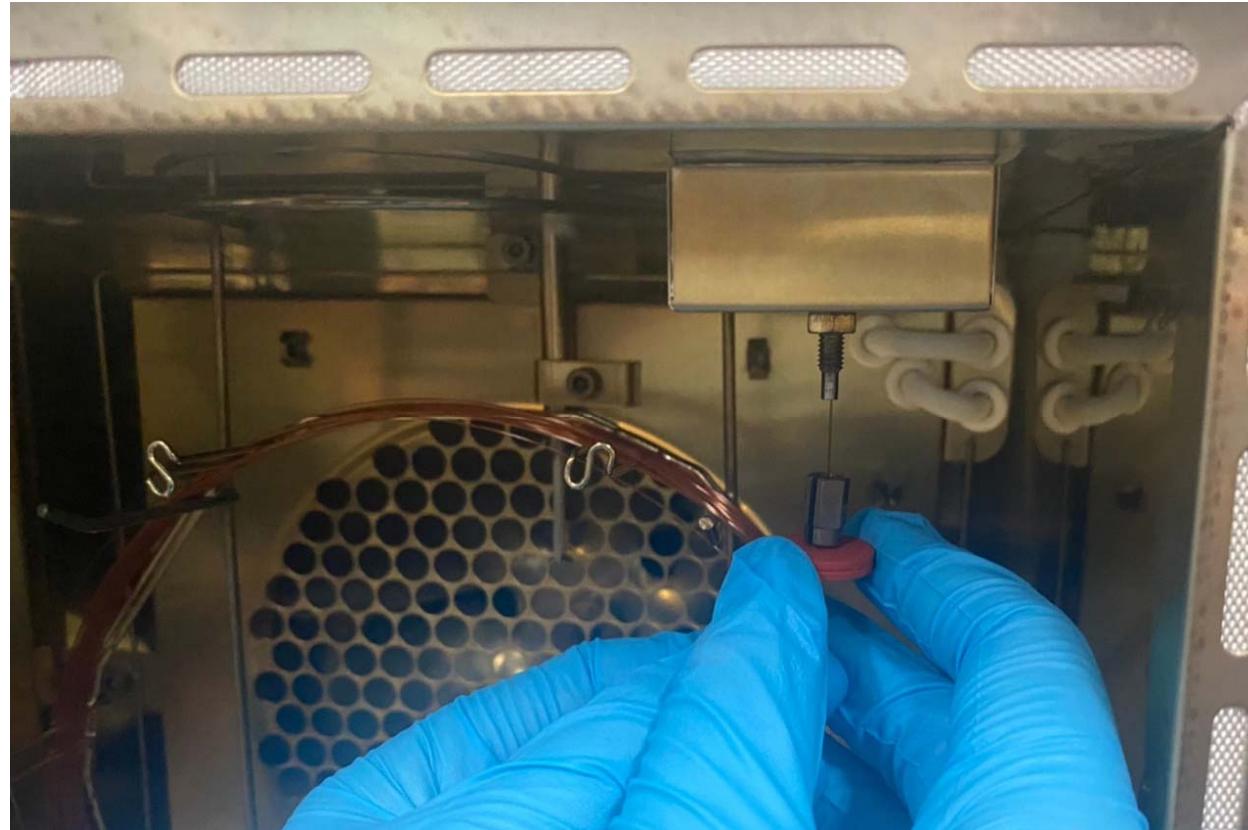
更換 Linear & Septum



更換管住



Oven 內部



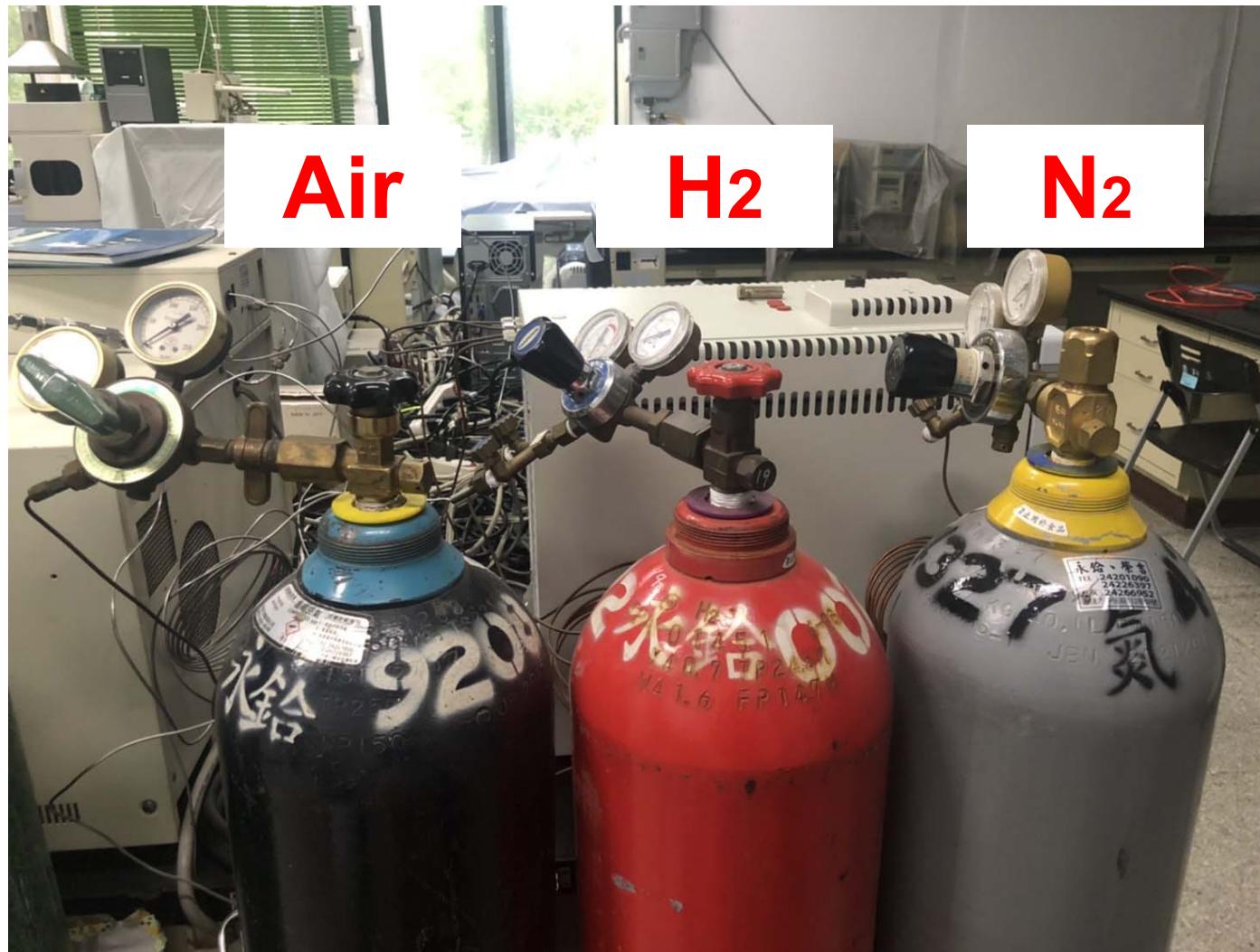
毛細管管柱

*管柱安裝:分為 injector 端及 detector 端 (注意裝入的長度) , 最後開 N_2 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

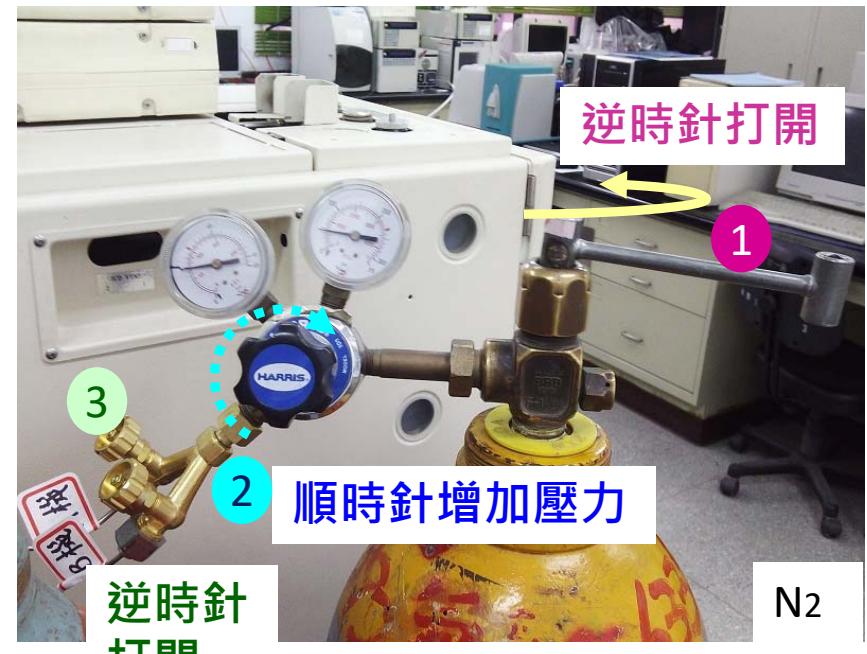
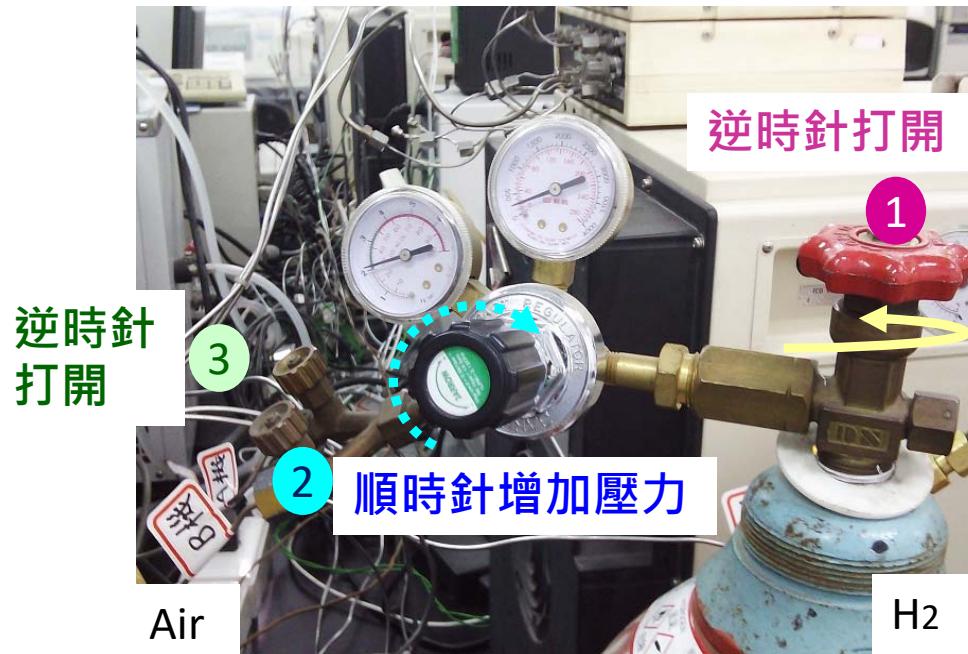
氣體系統



氣體系統

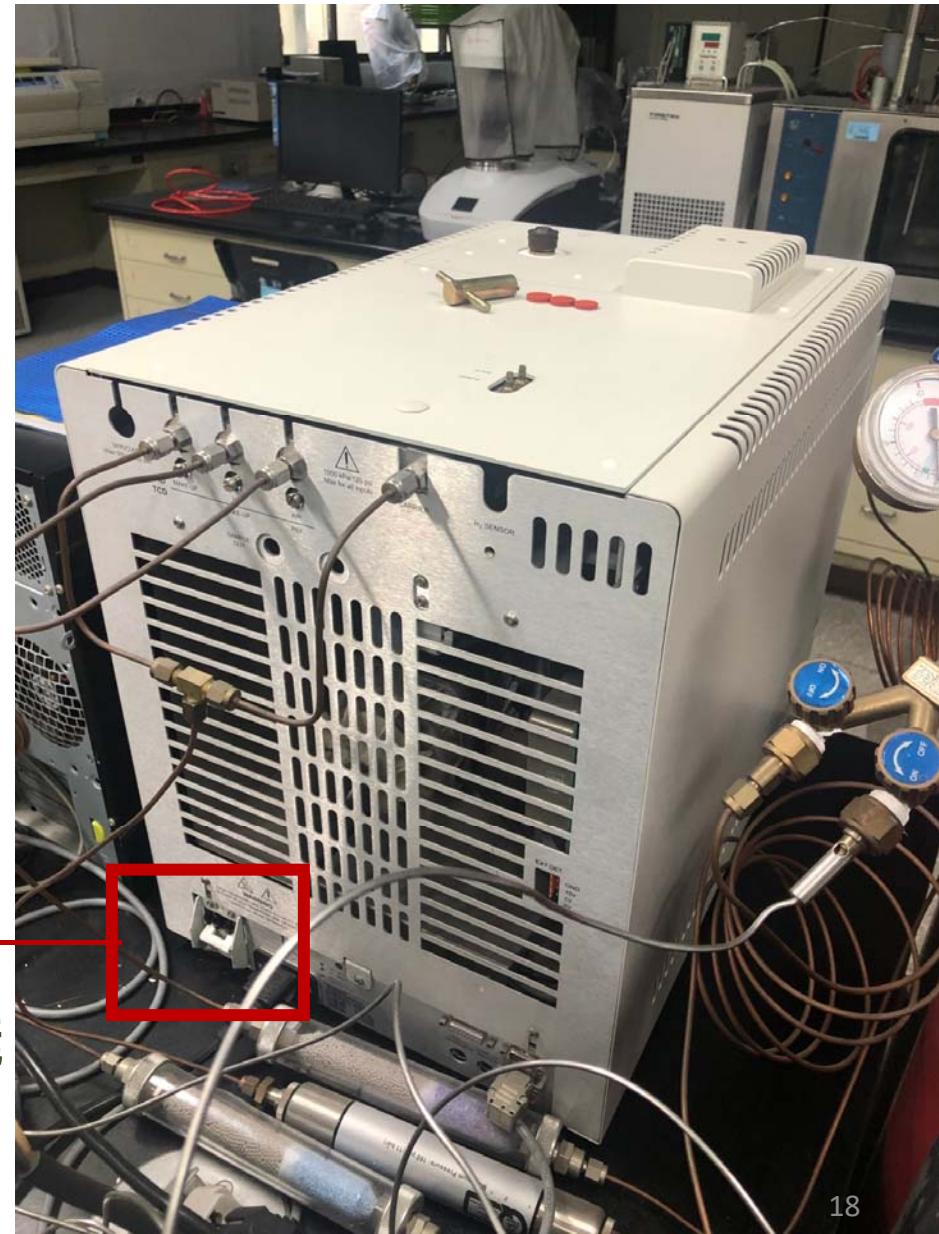
- 移動相(Carrier Gas/載送氣體):
化學惰性 He_2 、 N_2 、 CO_2 。
- FID 點燃氣體: Air 可燃 (空氣pump)、 H_2 助燃

Three Stage Tank Regulator



FOCUS GC 後面

儀器開關
*一定要確保 N₂ 有開才能
打開儀器

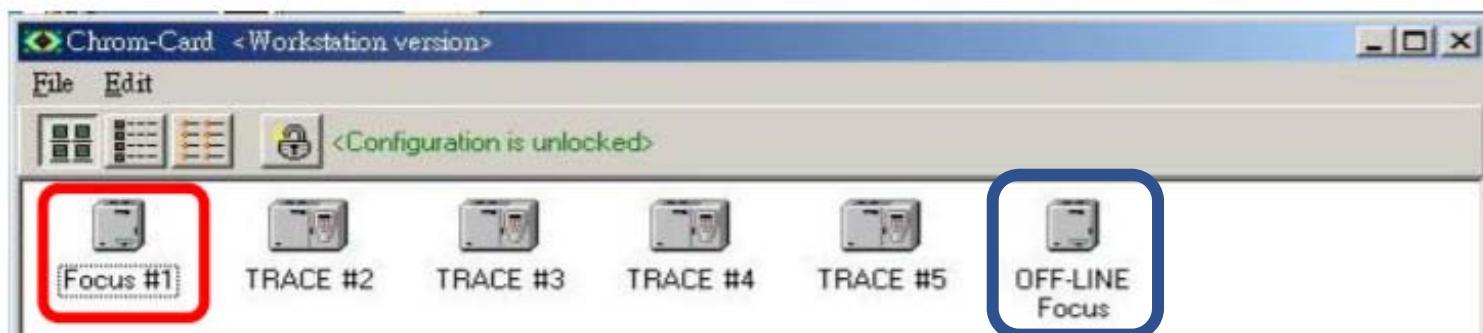


軟體



Chrom-card (在桌面)

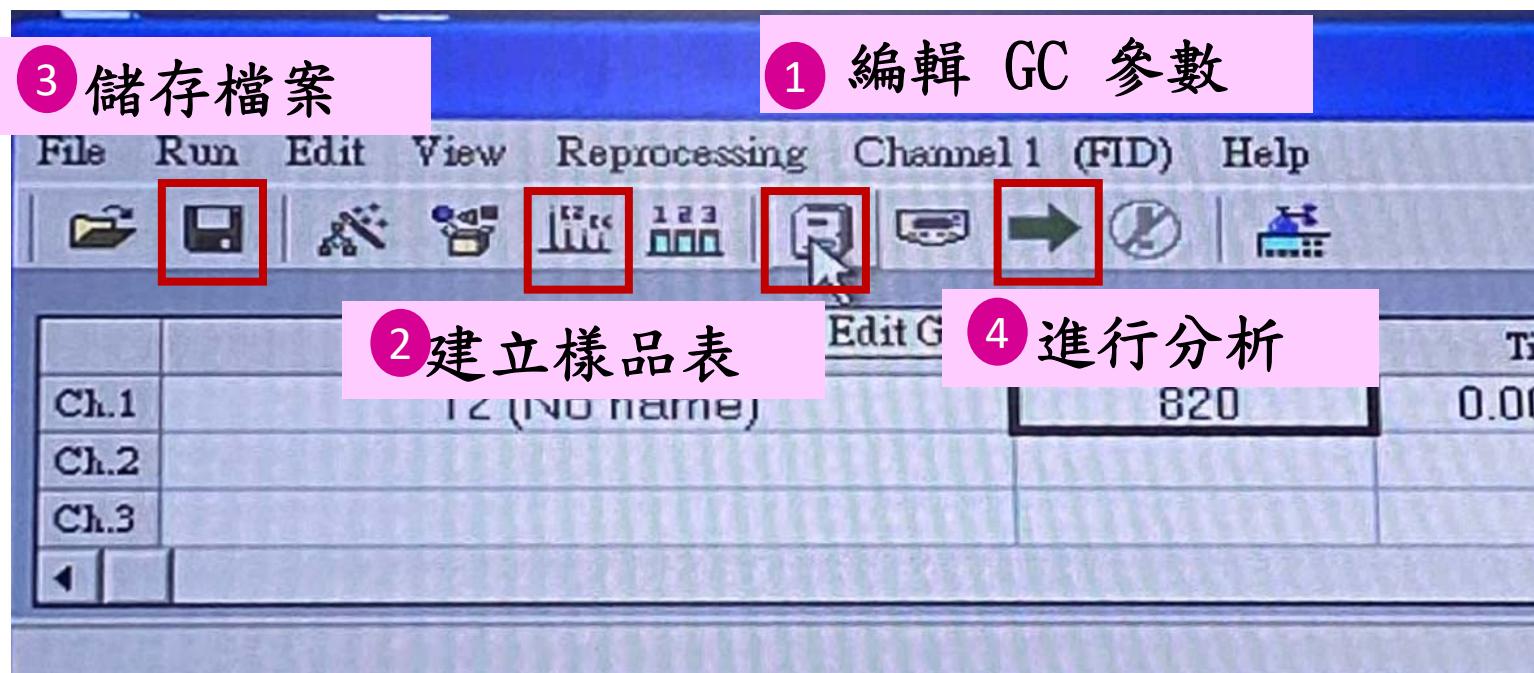
- 主選單→與 GC 連線點選 **FOCUS#1**
數據處理點選 **OFF-LINE** (離線模式)



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。

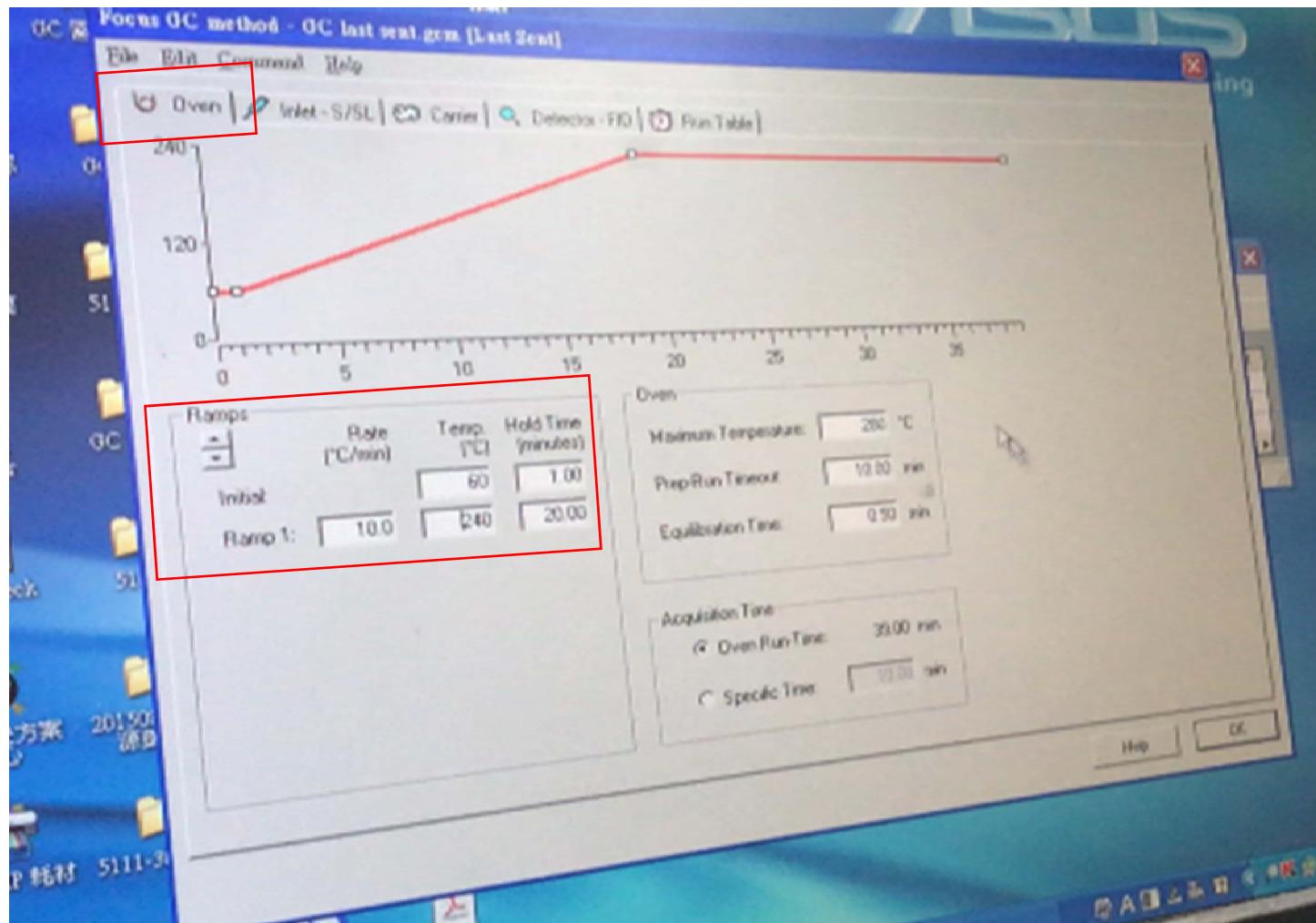
軟體使用



1

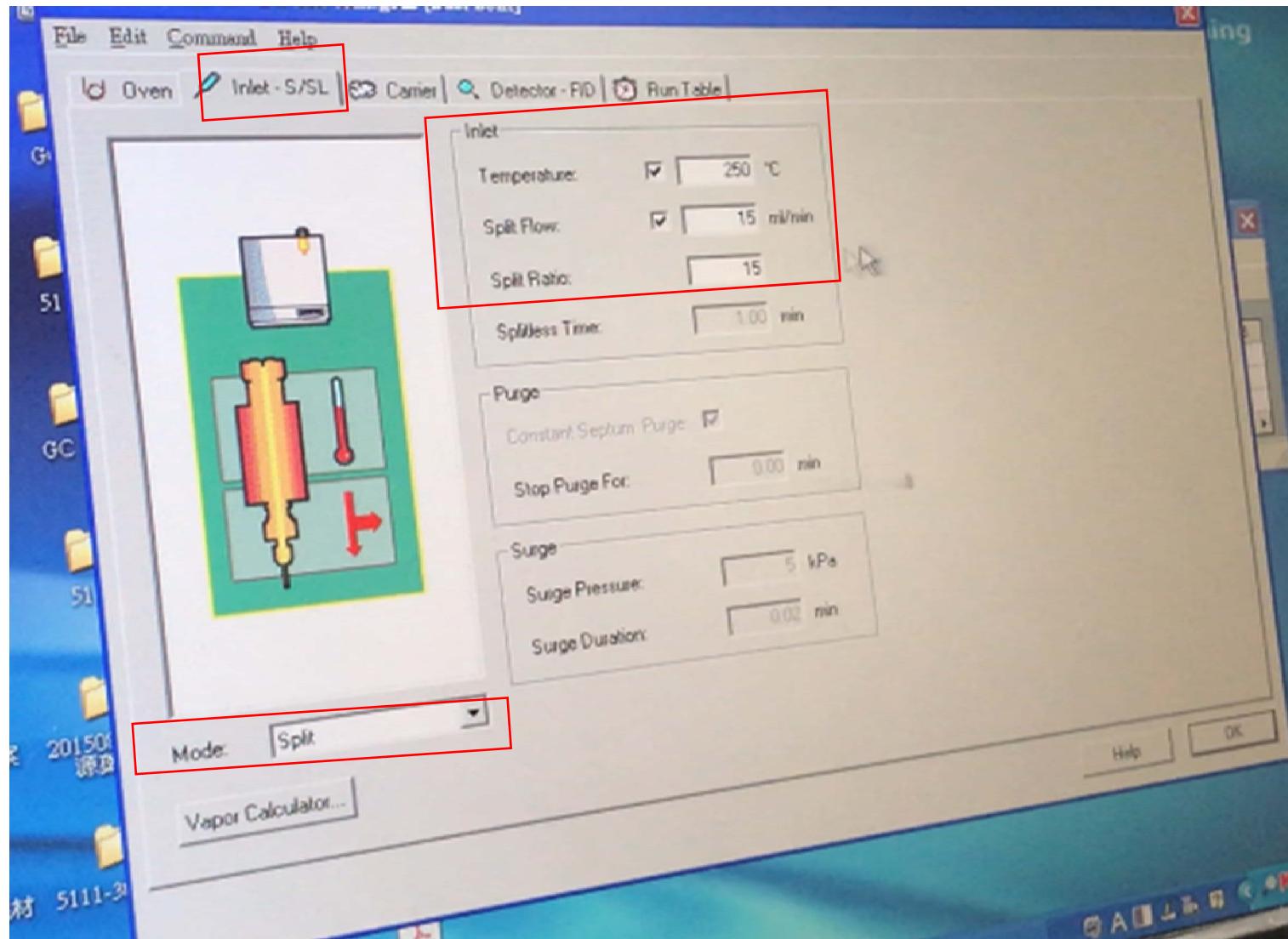
編輯 GC 參數

烘箱溫度設定



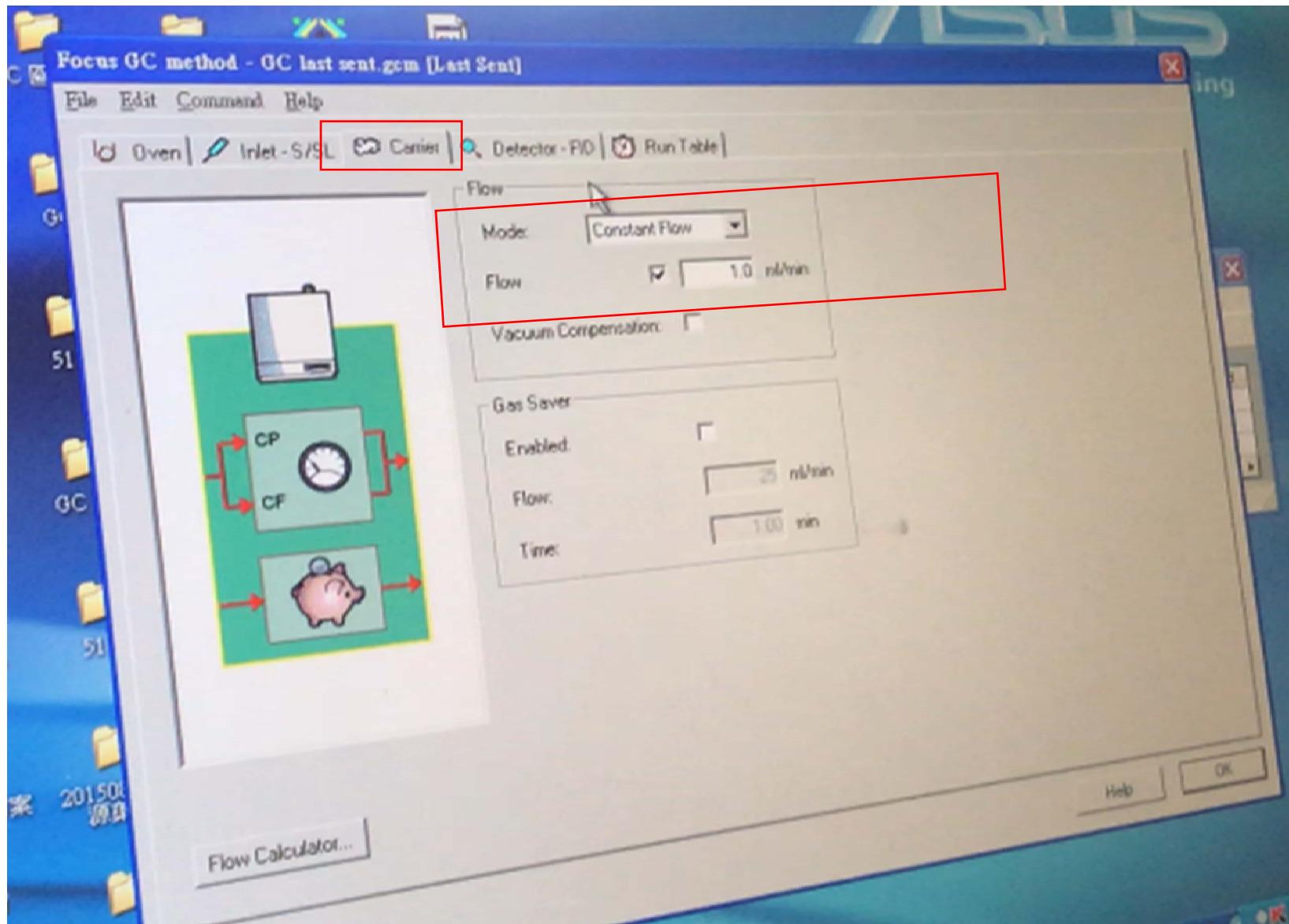
1 編輯 GC 參數

設定Inlet溫度、分/不分流、分流比

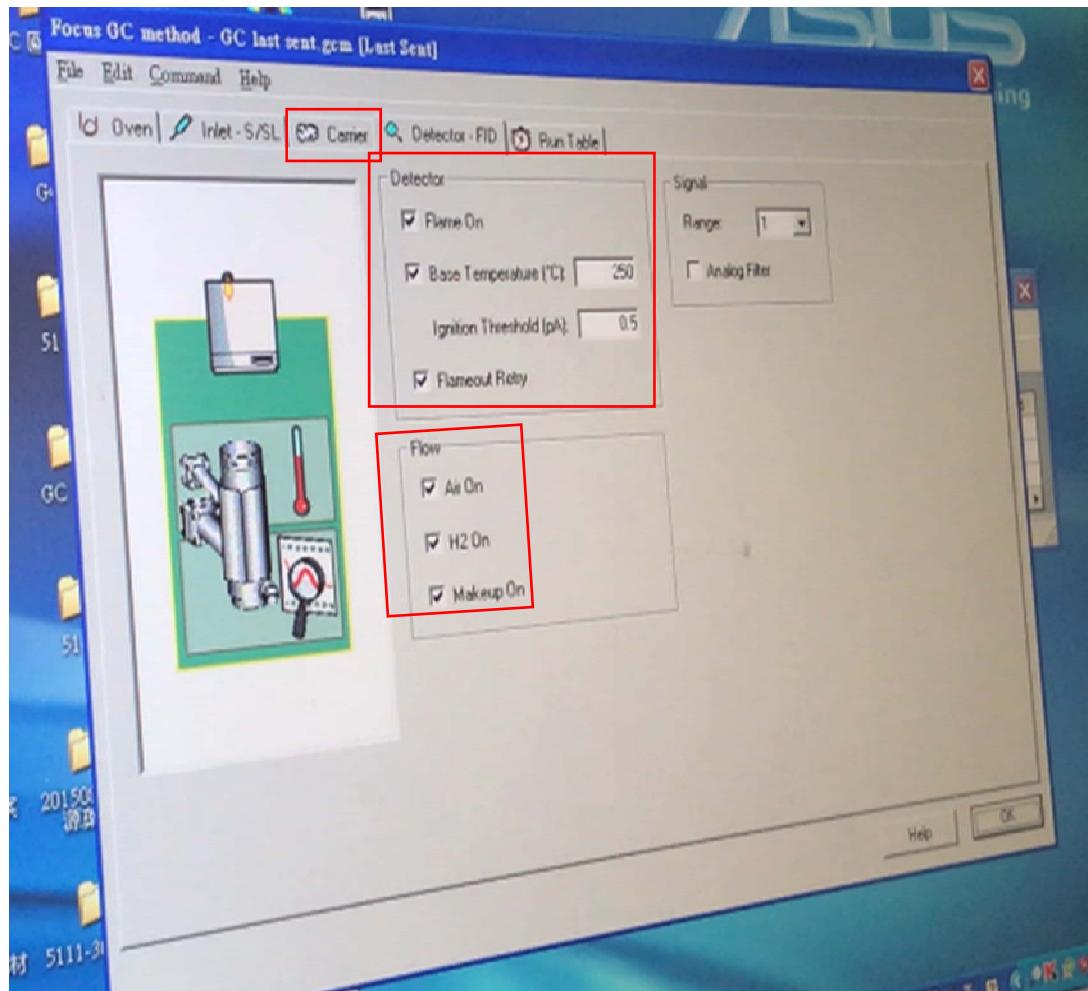


1 編輯 GC 參數

設定Carrier的流速



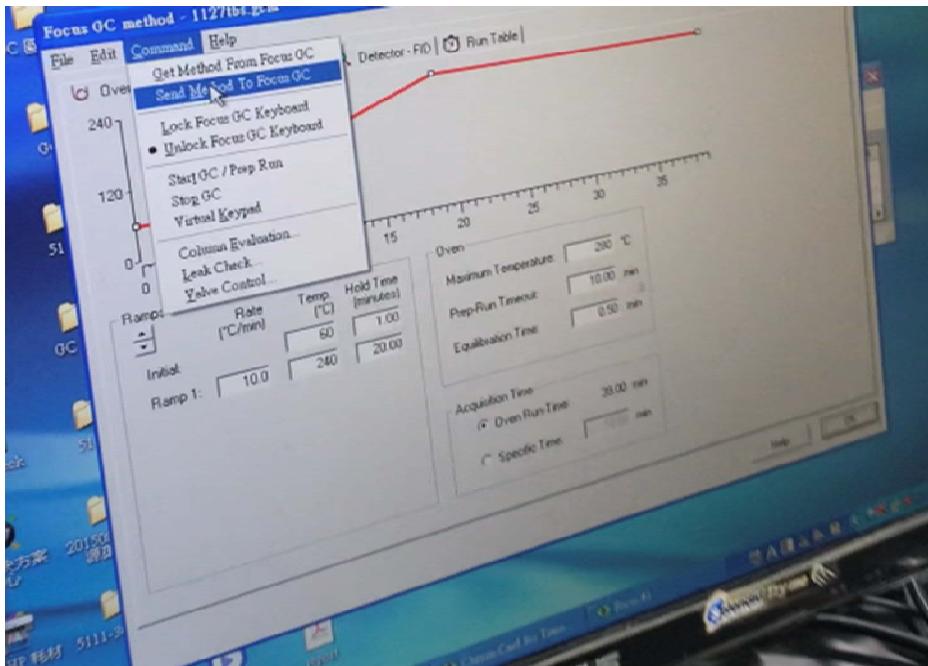
1 編輯 GC 參數



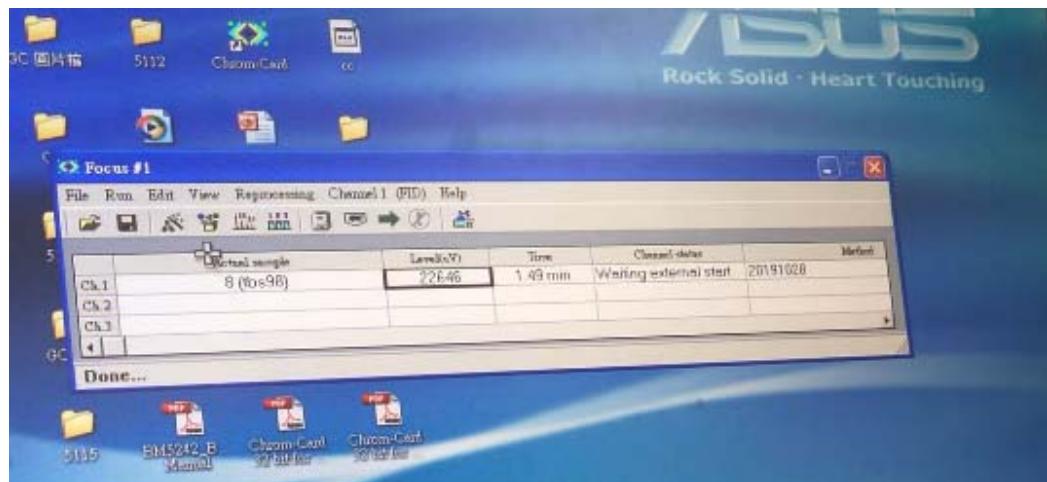
將氣體鋼瓶Air、H₂打開

Detector 中的 Flame Flow
中的 Air On、H₂ On 打勾

1 編輯 GC 參數

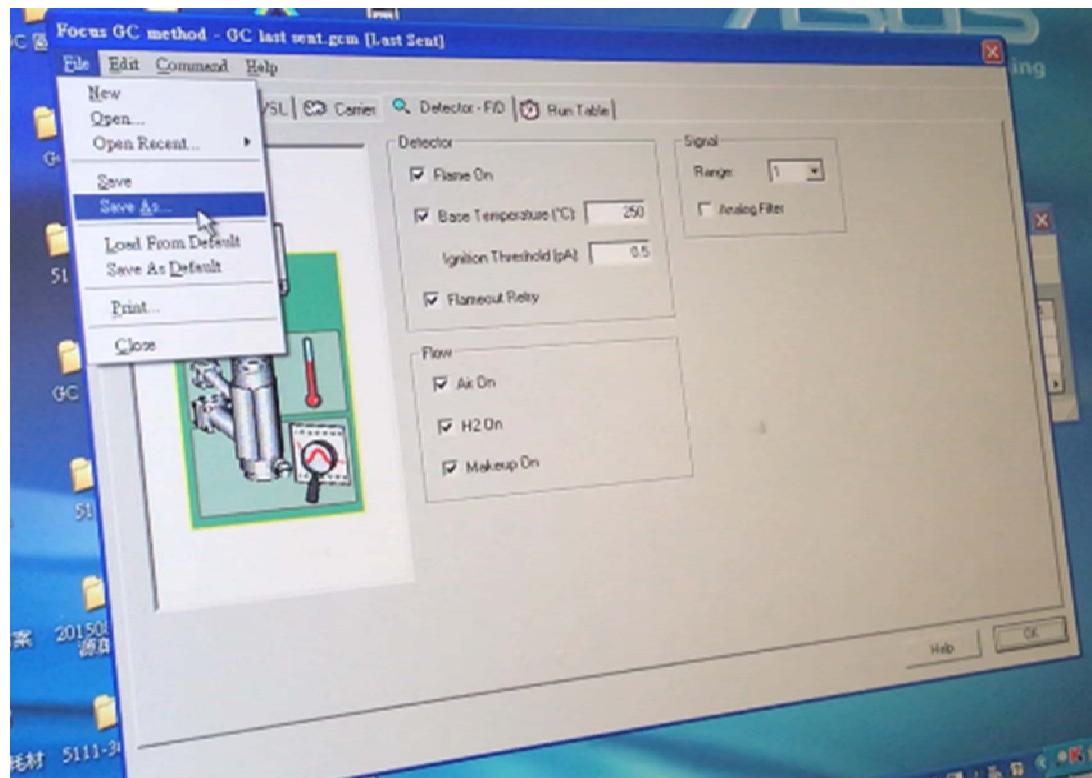


點選Command→Send Method To Focus GC，使其接收指令開始運轉
*Level的數值高則代表點火成功



1

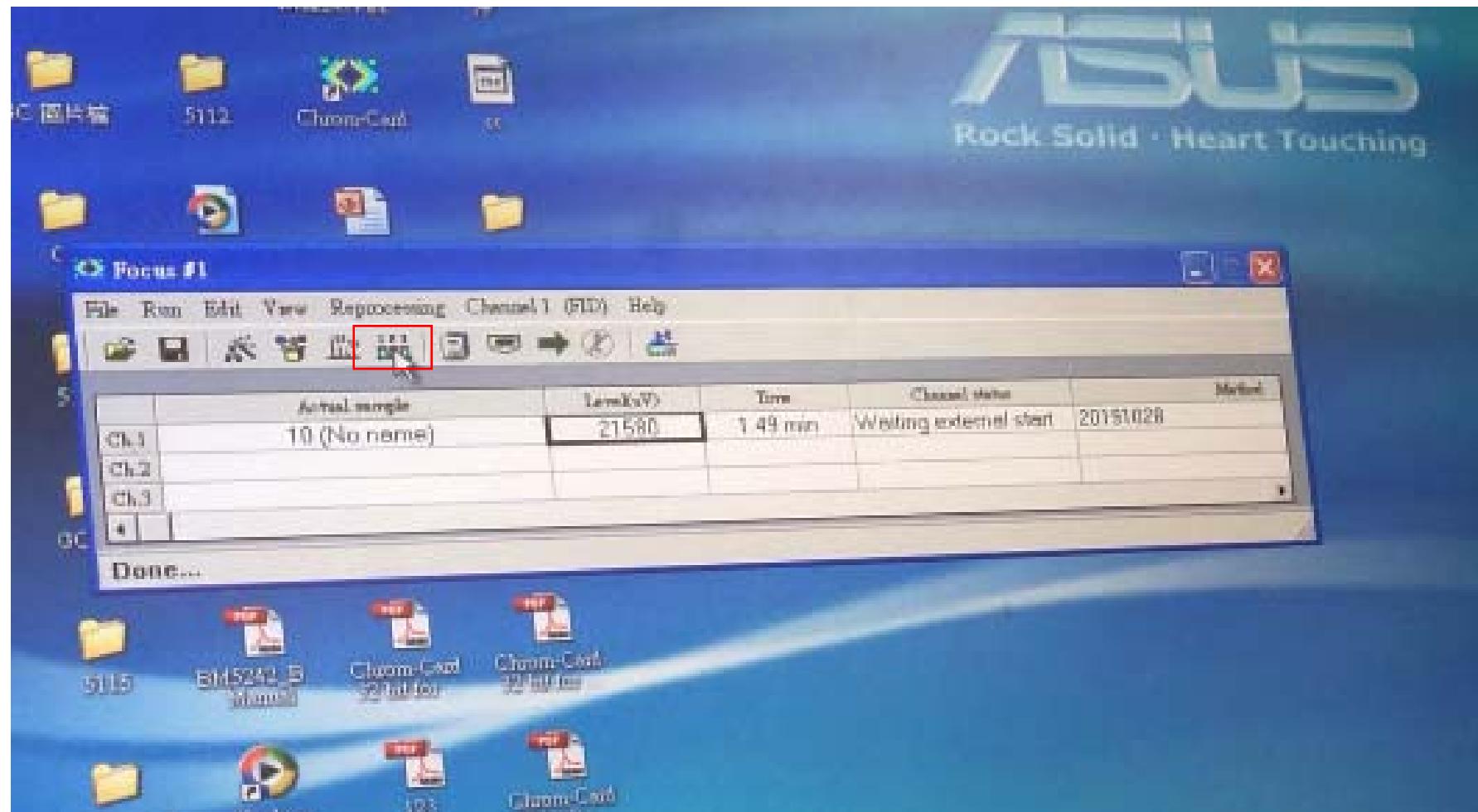
編輯 GC 參數



設定完成後點選
File→Save As儲存檔案

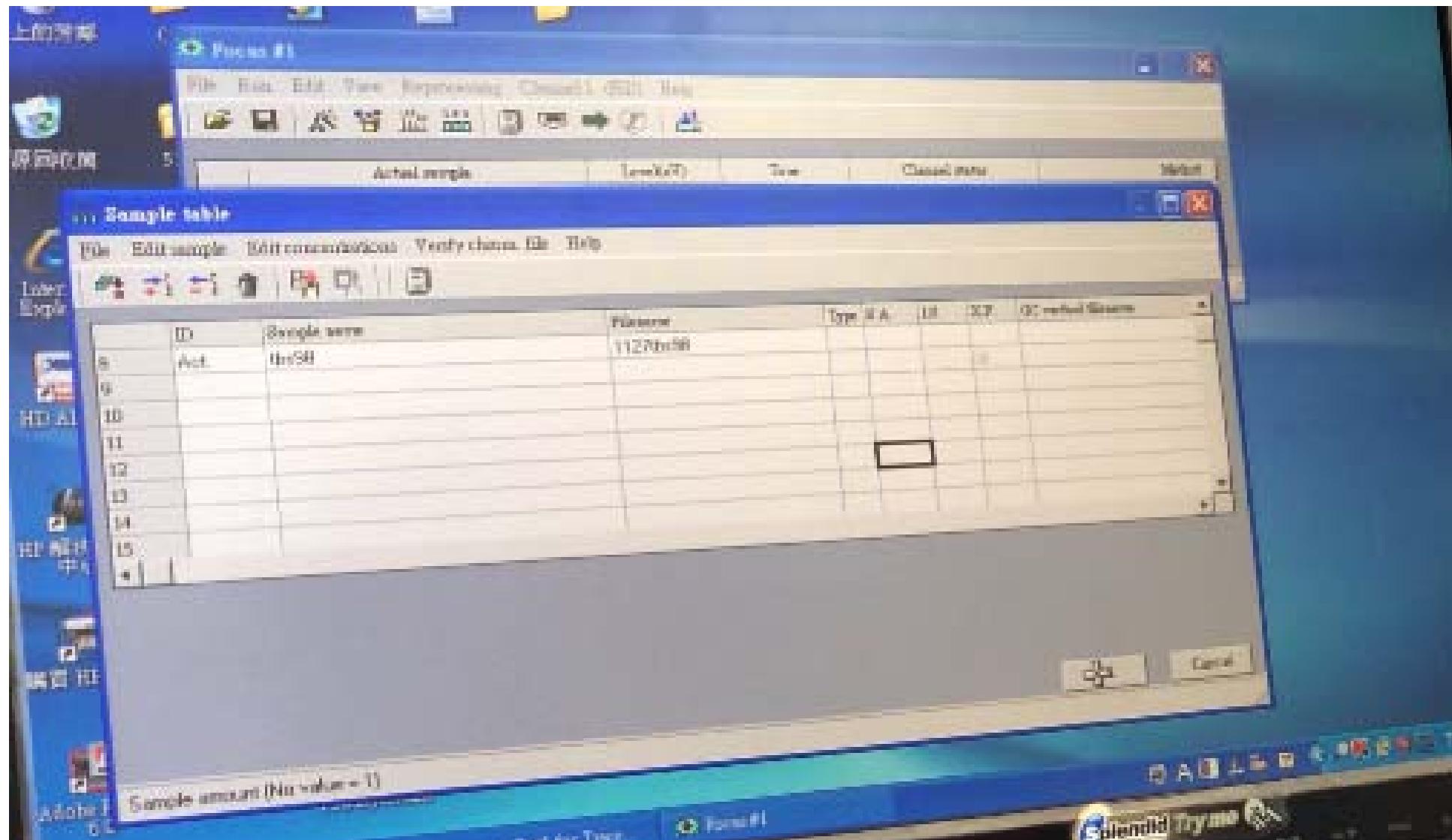
2 建立樣品表

點選 Sample table 設定 sequences



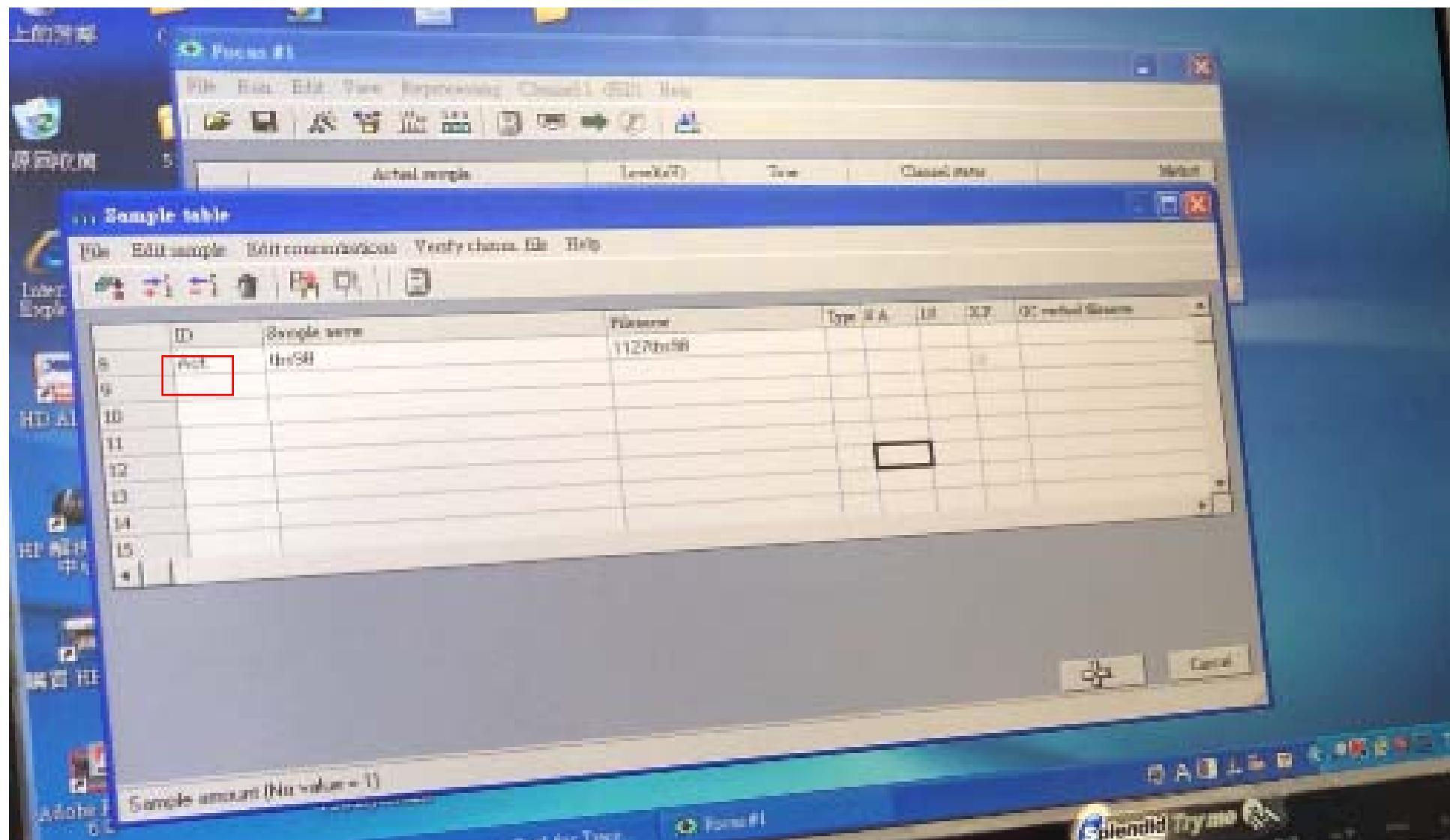
2 建立樣品表

輸入 Sample name 、Filename 和
GC method filename



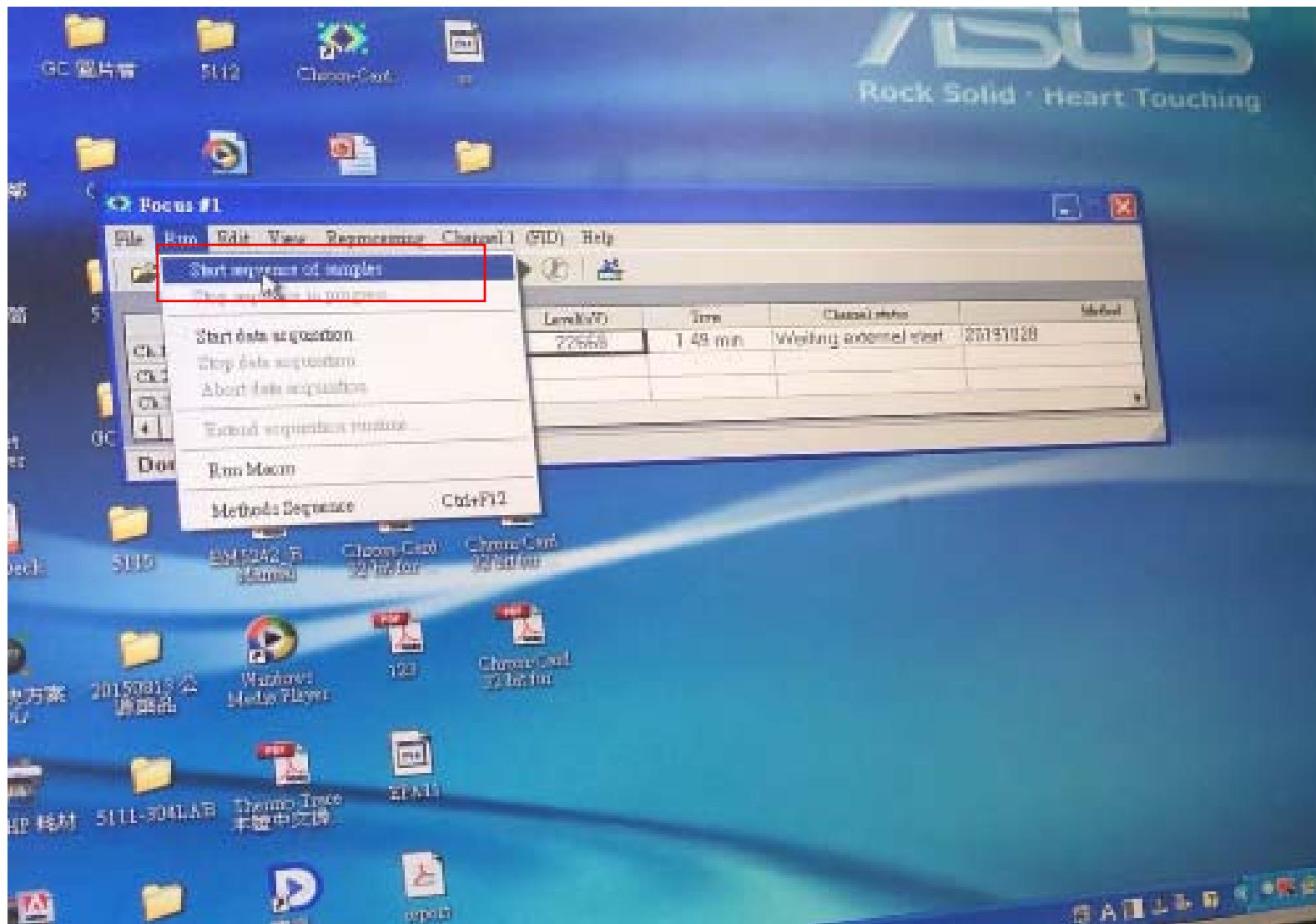
2 建立樣品表

輸入Sample name、Filename和
GC method filename

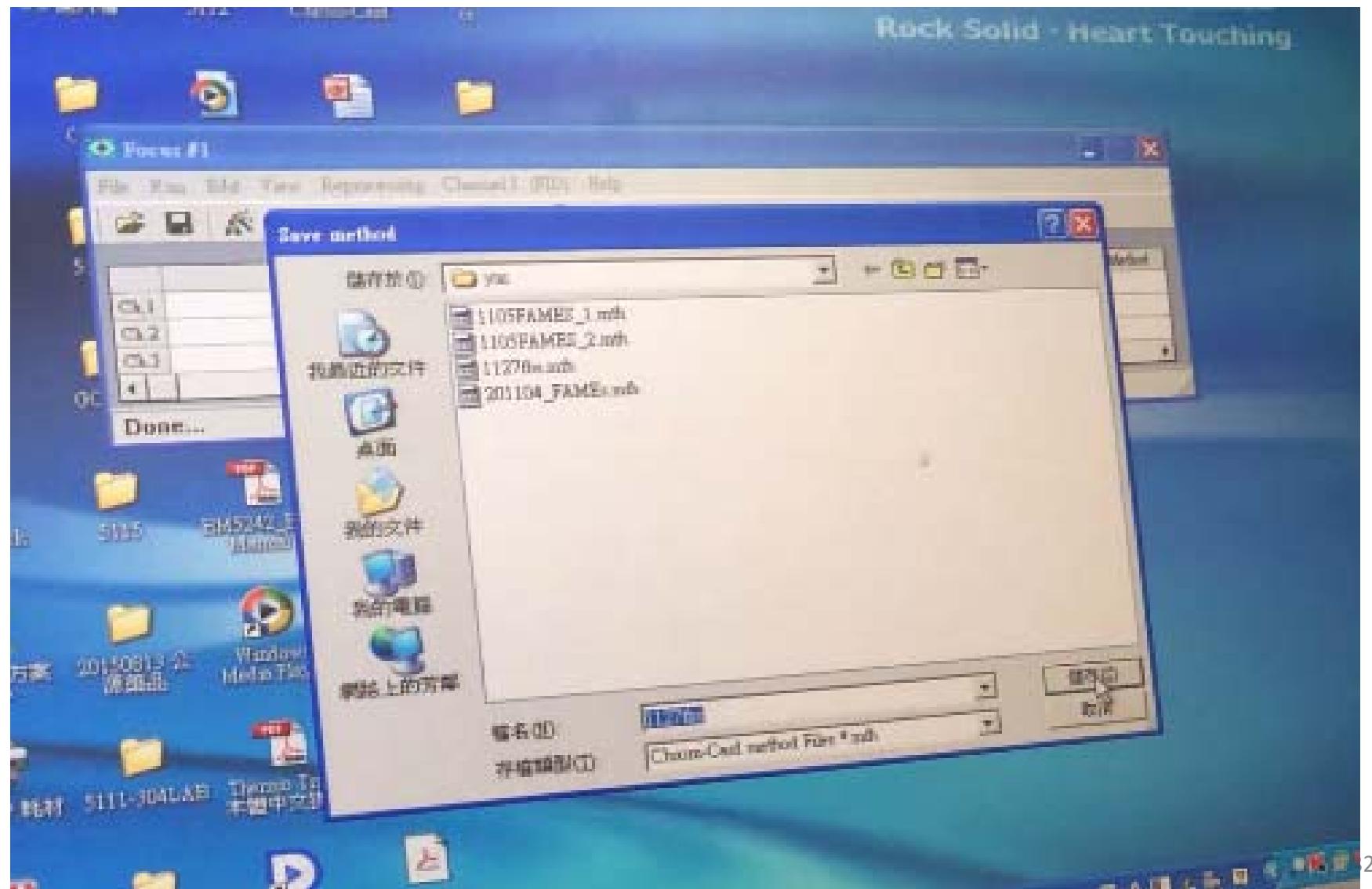


2 建立樣品表

輸入完成後點選Run→Start sequence



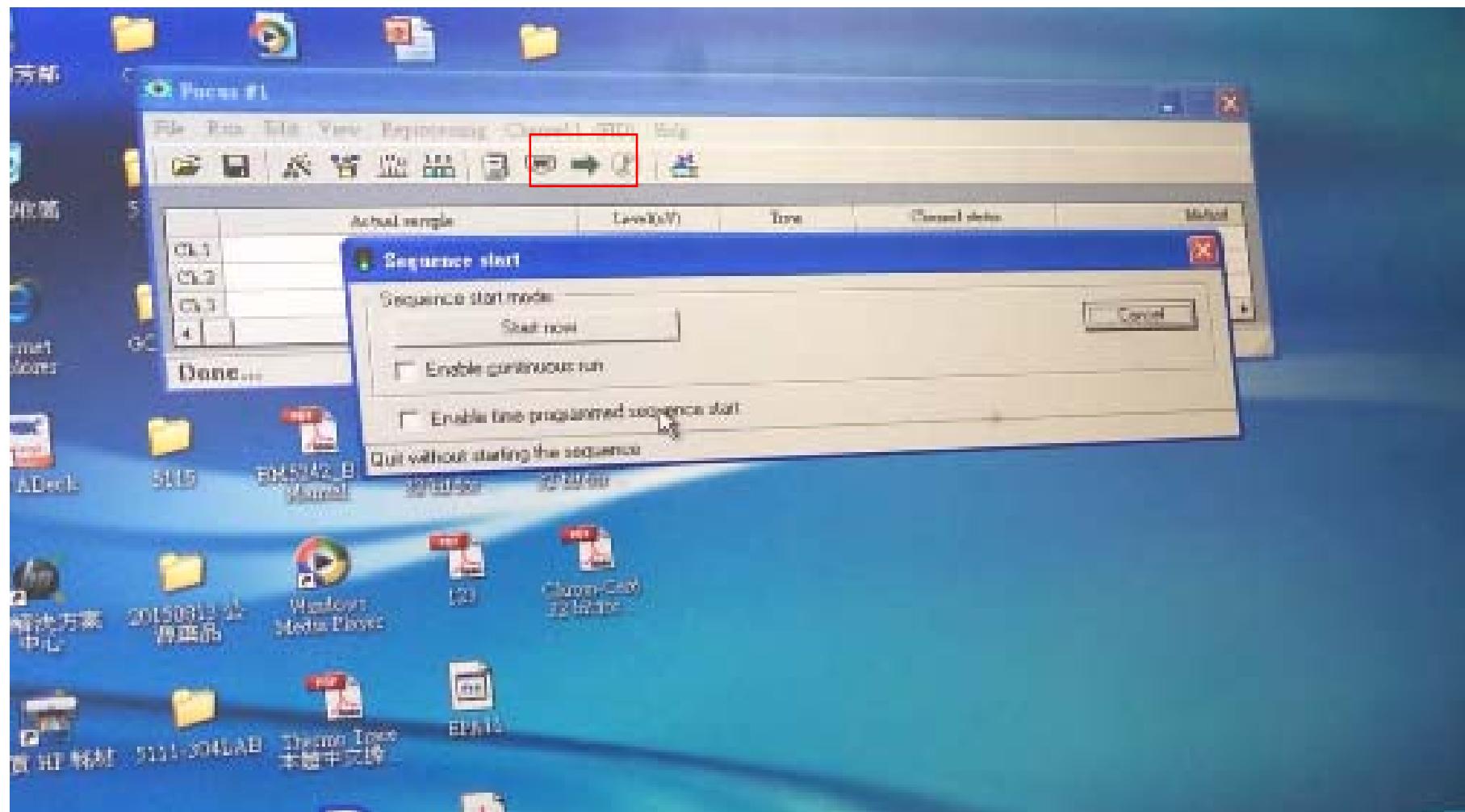
3 儲存檔案



4

進行分析

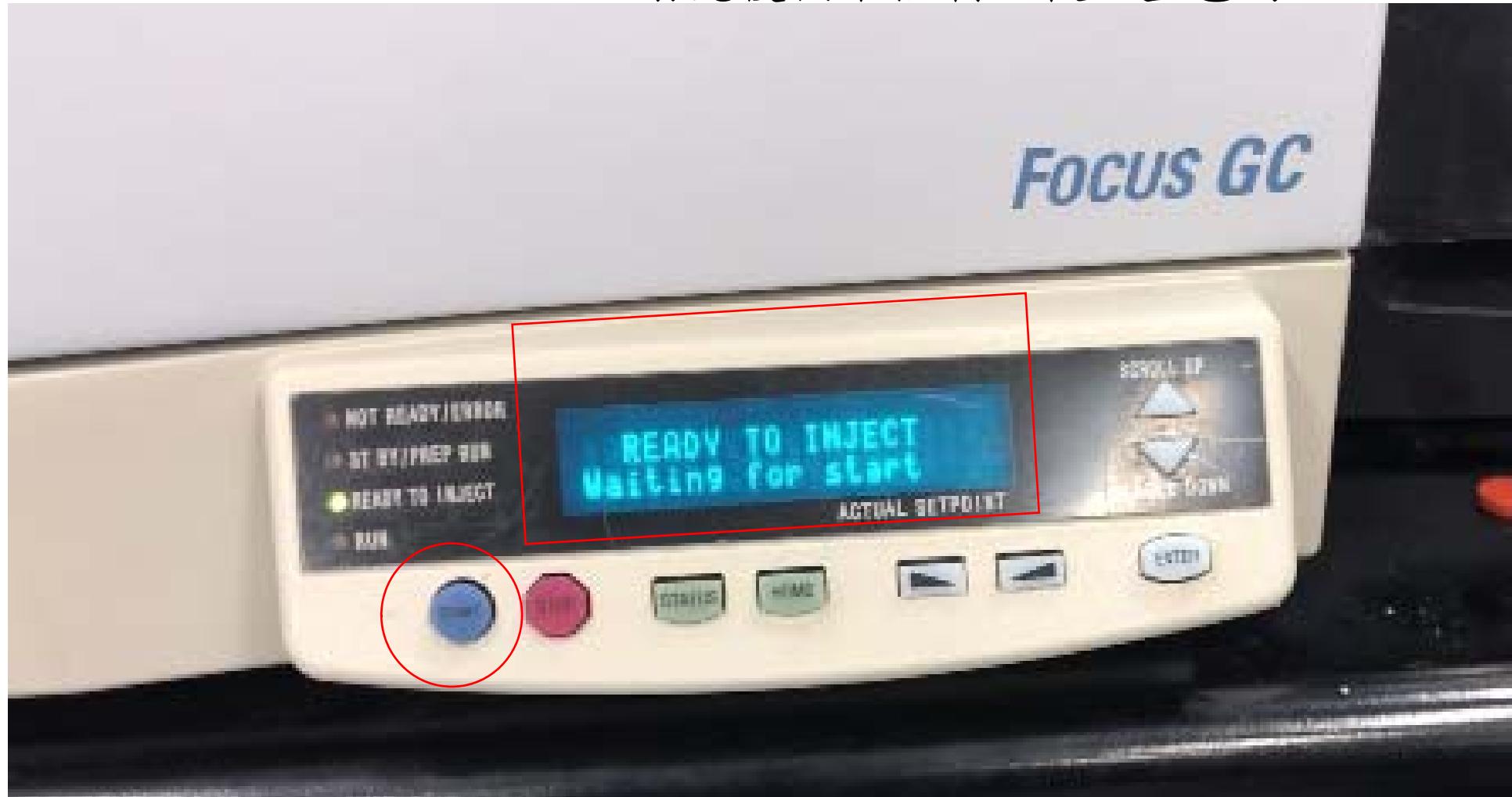
點選 Start now



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



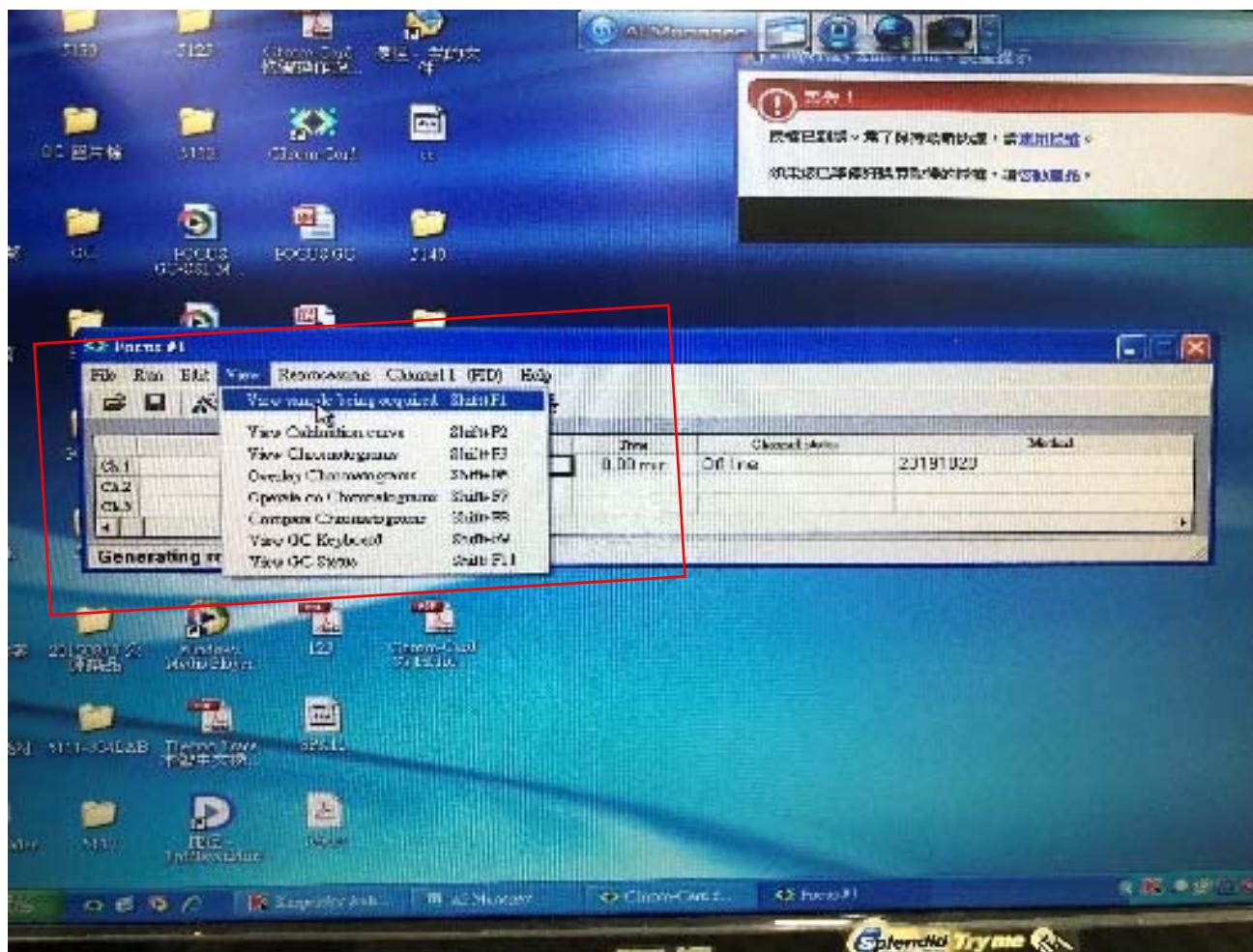
注射樣品



4

進行分析

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



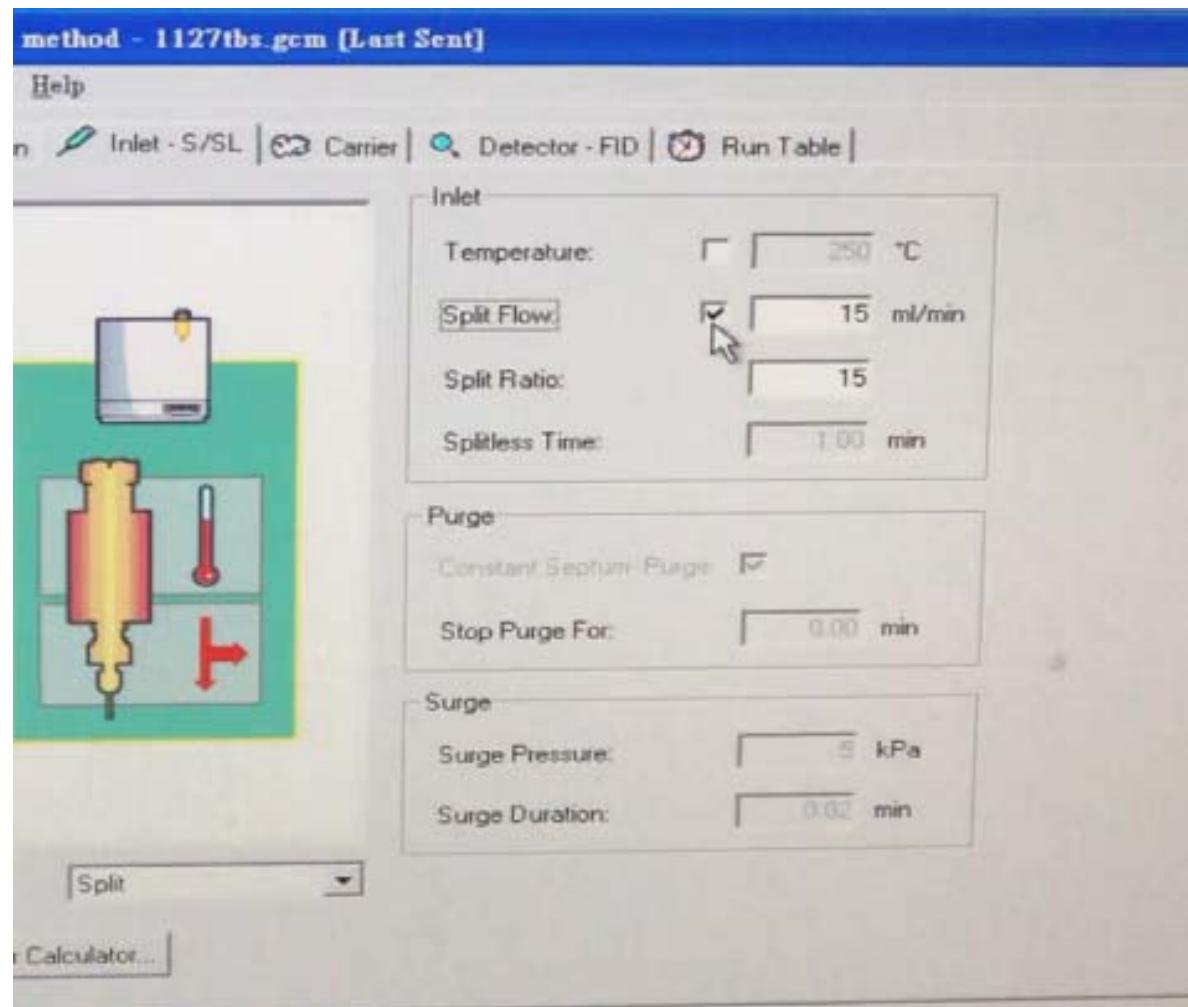
關機流程

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

5

關機

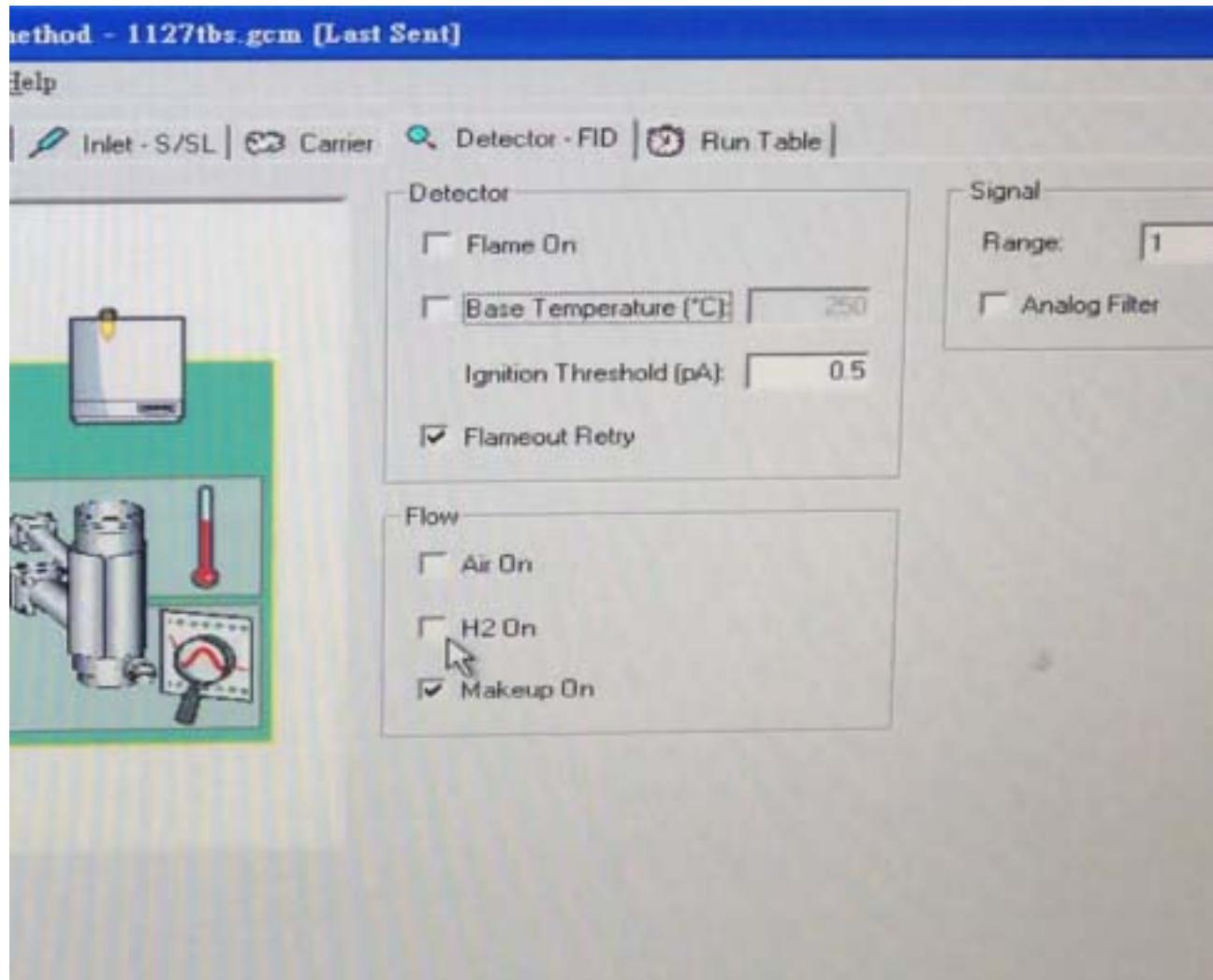
全部結束後點選Edit GC parameters將
Inlet中的Temperature取消勾選



5

關機

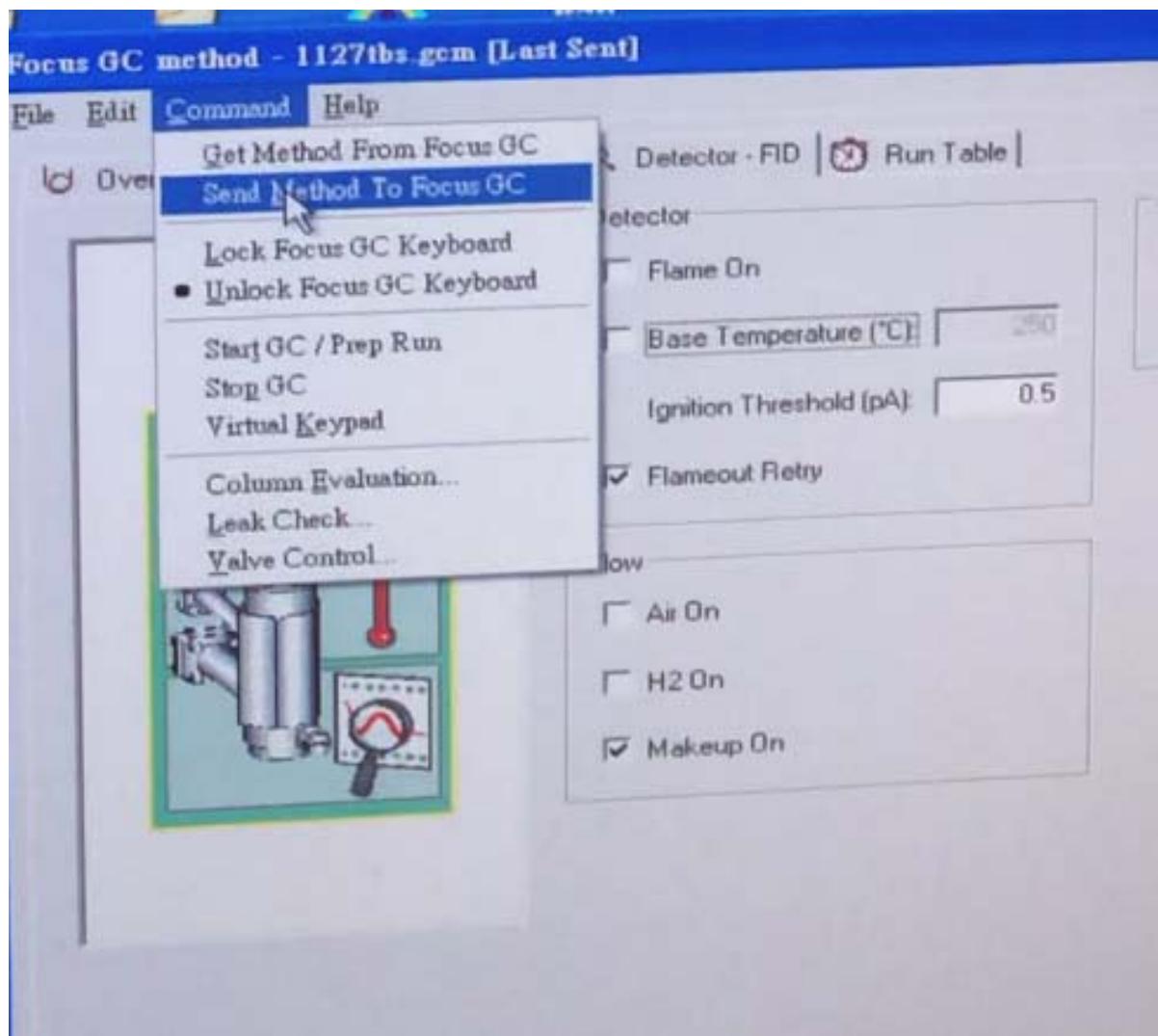
全部結束後點選Edit GC parameters將Detector 中的 Flame On 、 Base Temperature和Flow中的Air On 、 H₂ On取消勾選



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、H₂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N₂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
 氬氣不須開啟，減少氣體浪費
- 氮氣瓶板手於使用後應取下

謝謝大家