

# Gas Chromatography를 이용한 유기물의 정성분석

## ■ 실험목적

- Gas Chromatography 의 원리와 구조에 대하여 알아보고, 미지의 시료 분석법을 이해한다.

## ■ 시약 및 기구

- 시약 : 아세톤, 에탄올, THF, 미지시료
- 기구 : GC 장비, syringe, 세척용 비커, 드라이기

## ■ 실험방법

### A. 기기의 작동 및 샘플 측정 준비 단계

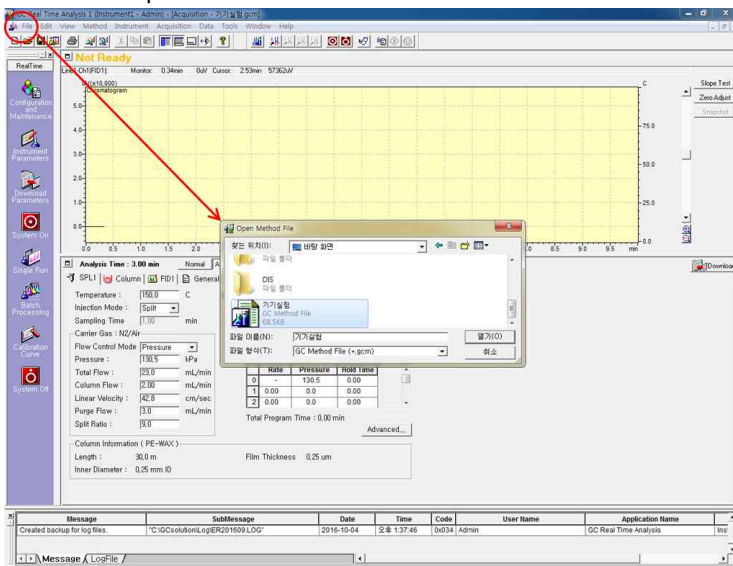
1. 가스 공급 (수소, 질소, air) - 조교(가스 캐비넷 사용법 참고)
2. 기기 및 PC의 전원 on




3. 바탕화면에 있는 GC solution 실행 후 1번 클릭 → 로그인 OK → (비밀번호 없음)

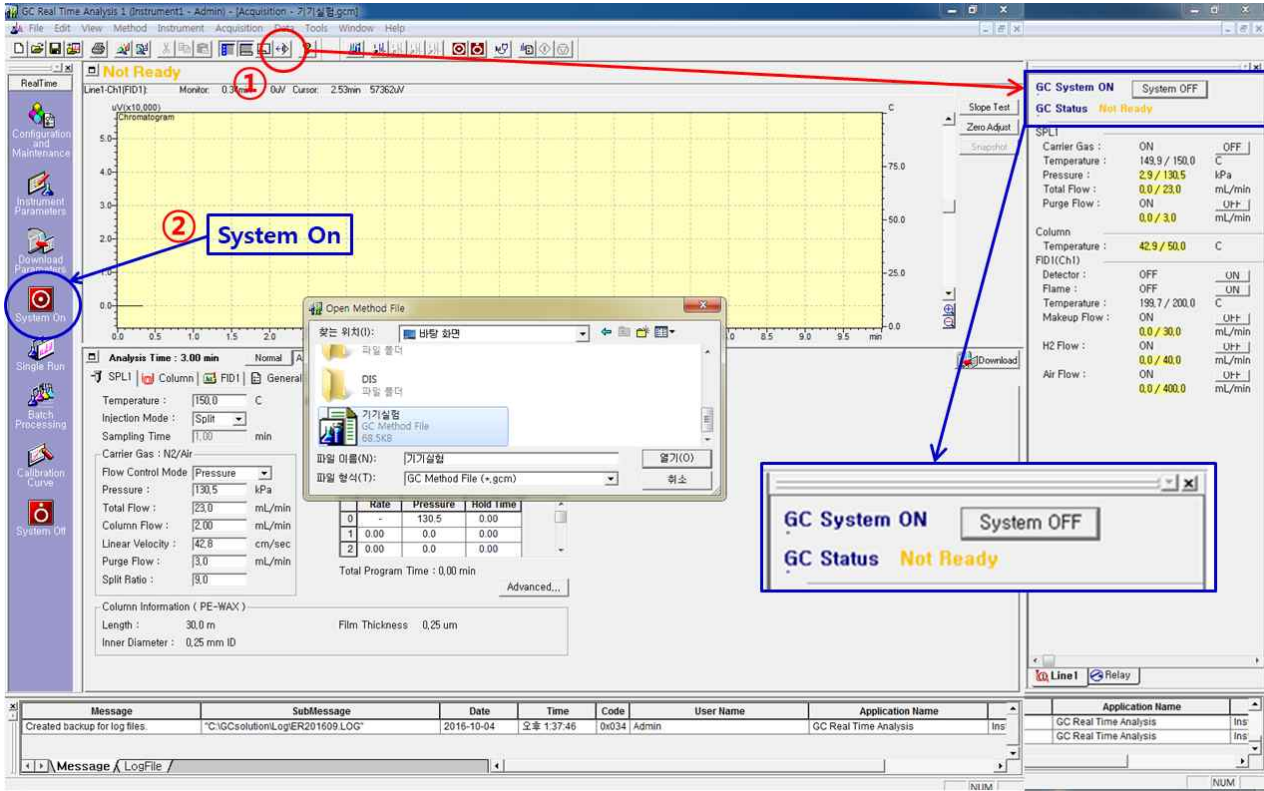


4. File → Open Method File → 바탕화면 → 매뉴얼 폴더 → 기기실험 파일 클릭바탕

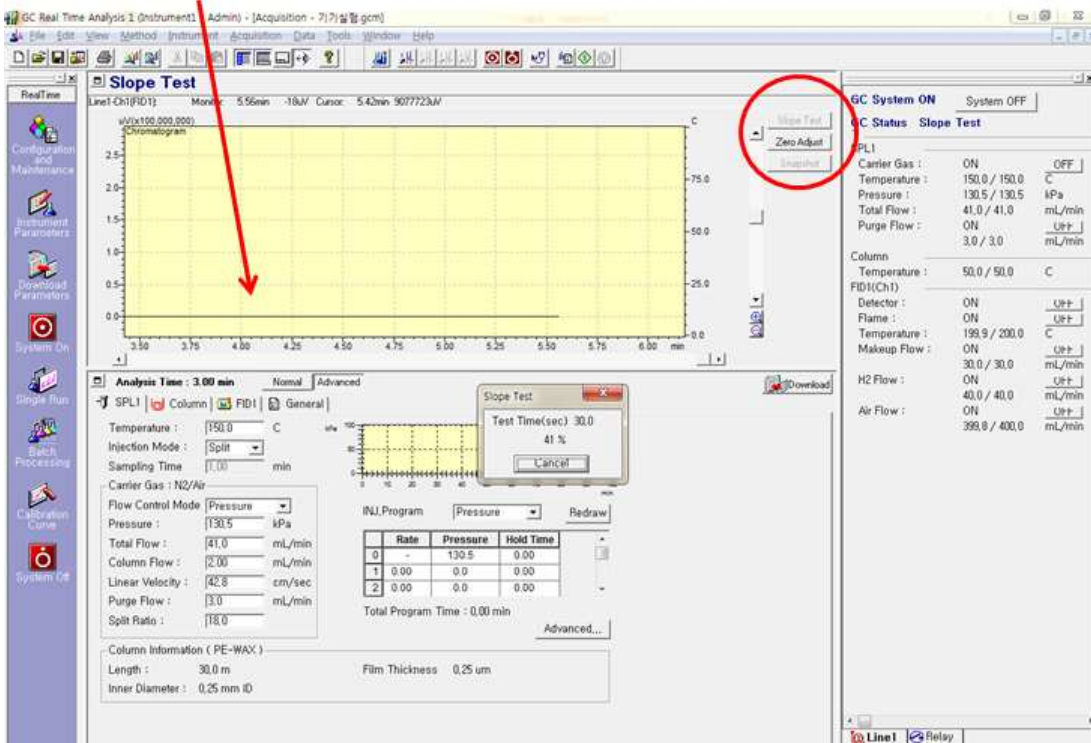


※ 주의 ※  
메소드 파일의 기본 Instrument parameter는 수정하지 않는다.

5. GC 장치 모니터는 툴 바의  버튼클릭 → System On 클릭  
장치 모니터가 자동적으로 표시된다. (GC System ON, GC Status Ready)



6. Baseline이 안정되면 Zero Adjust → Slope Test 실시. (분석 전 한 번만)

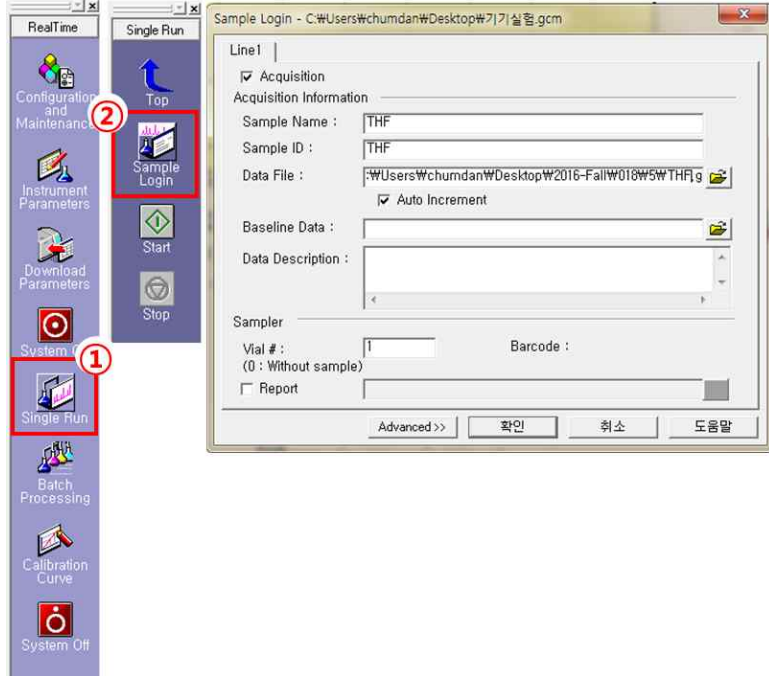


→ 육안으로 확인 시, base line이 말끔하면 실험 시작(Slope test 결과 1200 이하의 값이면 OK! 아닐 경우 조교에게 보고할 것)

B. 샘플 측정 단계

1. 싱글 분석으로 데이터 채취를 실시하기 위해서는, 처음에 샘플 등록을 실시

Single Run → Sample Login



예시

Sample Name : Acetone

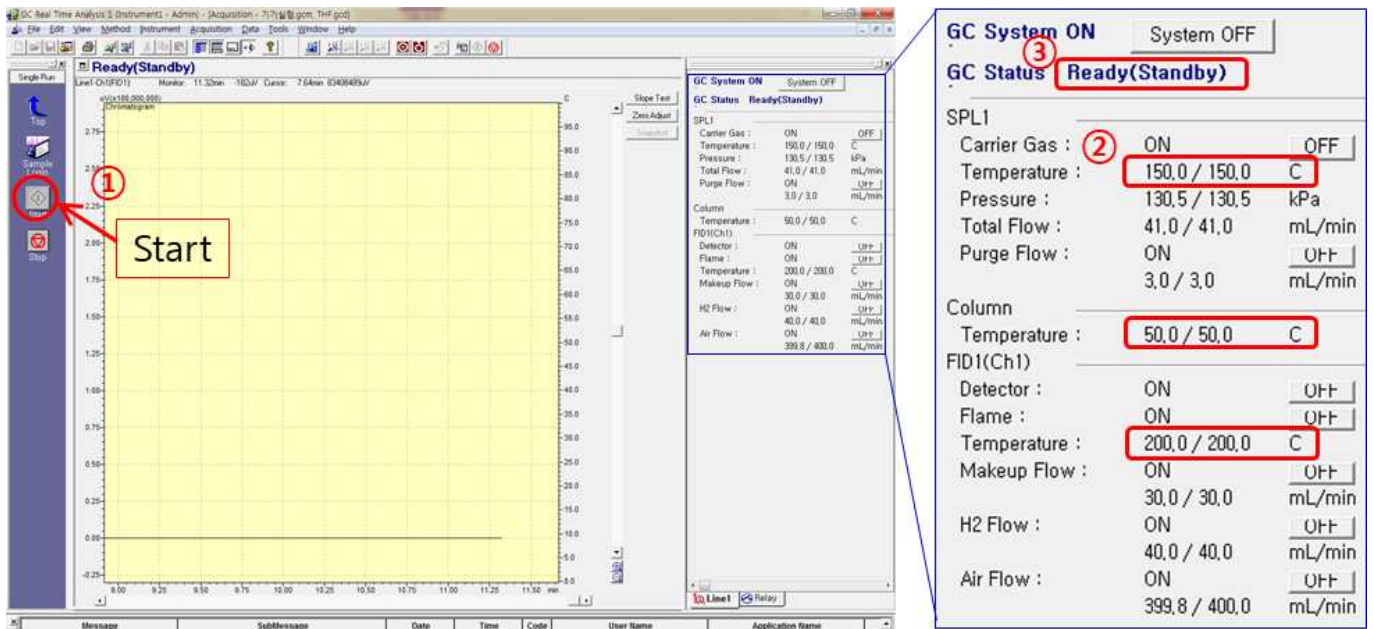
Sample ID : Acetone

Data File : 바탕화면 해당 분반 폴더 선택  
(저장경로 선택)

Vial # : 1 (0으로 설정 시, Start 버튼을 클릭하면 Ready(Standby)창이 뜨지 않고 바로 분석이 시작)

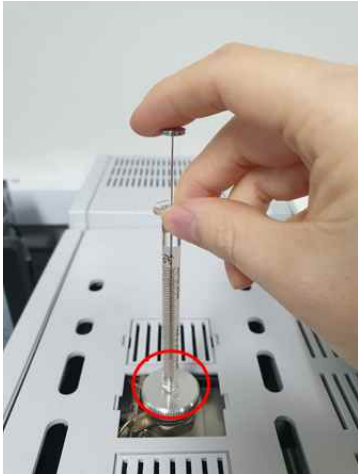
Auto increment 체크 (같은 시료는 샘플-1, 샘플-2로 저장이 됨)

2. Start 클릭 → 온도가 올라가면 → Standby 상태가 됨(프로그램상의 분석 준비 완료)



### 3. 샘플준비 - 아세톤

- 1) 10  $\mu$ l micro syringe를 아세톤으로 5회 이상 행군 후 잘 말린다.
- 2) 아세톤을 syringe 내부에 기포가 생기지 않도록 약 0.5  $\mu$ l정도 취한다.
- 3) 주사바늘이 휘지 않도록 한 손으로 바늘을 잡고, 한 손으로 주사기를 끝을 잡고 시료를 주입부에 바늘 끝까지 찌른다.



### ※ 주의

힘을 과하게 가할 경우 주사기가 깨지거나 휘 수 있다. 시료 주입 시 주사기 끝에 손가락을 대고 있다.

### 4. 샘플주입 즉시 장비의 Start 누르기

- 시료의 주입은 한 번에 푹 하는 느낌으로 주입한다. (주입시간이 길면 band broadening 일어남)

5. 메소드로 설정한 분석시간(5분)이 경과하면, 자동적으로 데이터 채취가 종료되어 화면이 분석 시작 전 상태로 돌아간다. (분석 시간이 길 때, 그 시점까지의 데이터 처리 결과를 보고 싶은 경우에는, [ snapshot ] 버튼을 클릭)

### 6. 에탄올, THF, 미지시료도 같은 방법으로 측정

- 1) 샘플 바꾸기전 10  $\mu$ l micro syringe를 아세톤으로 5회 이상 행군 후 잘 말린다.
- 2) 측정하고자 하는 sample로 몇 차례 행군다. (비커에 폐액모으기)
- 3) 측정하고자 하는 sample을 syringe 내부에 기포가 생기지 않도록 약 0.5  $\mu$ l정도 취한 후 시료를 주입한다. (주입 전 실린지 내부에 기포가 있는지 확인!)

7. 모든 샘플 측정이 끝나면 프로그램상의 system off를 누른다.

Rate	Pressure	Hold Time
0	130.5	0.00
1	0.0	0.00
2	0.0	0.00

Parameter	Value	Unit
Carrier Gas	ON	OFF
Temperature	150.0 / 150.0	C
Pressure	130.5 / 130.5	MPa
Total Flow	41.0 / 41.0	mL/min
Purge Flow	ON	OFF
	3.0 / 3.0	mL/min
Column Temperature	50.0 / 50.0	C
Detector	ON	OFF
Flame	ON	OFF
Temperature	200.0 / 200.0	C
Makeup Flow	ON	OFF
	30.0 / 30.0	mL/min
H2 Flow	ON	OFF
	40.0 / 40.0	mL/min
Air Flow	ON	OFF
	399.0 / 400.0	mL/min

### C. 데이터 처리 단계

1. Data 처리를 위하여 postrun을 클릭. Data analysis을 클릭하고 자신이 저장해놓은 위치에서 데이터를 끌어다 놓는다.

- 아래 그림과 같이 보이지 않으면, Top 버튼을 클릭하여 Data analysis을 클릭 한다.



그림 C-1 Post run 실행

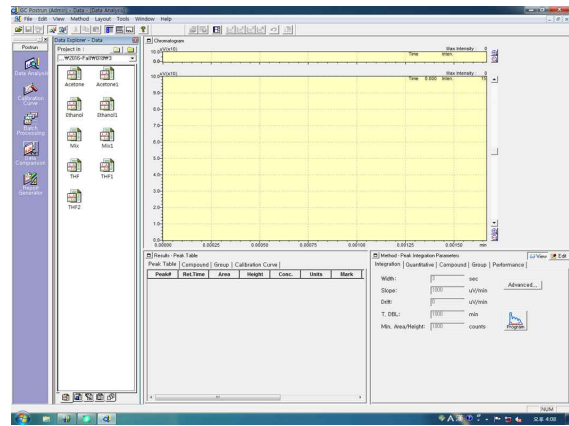


그림 C-2 Post run 기본화면

- 그림 C-1의 Data Explorer에서 폴더 아이콘을 클릭해서 자신이 데이터를 저장한 위치를 선택한다.
- Data Explorer 창에서 파일을 끌어서 노란색 chromatogram창에 놓으면 data가 보임. (그림 C-2)
- 단일 샘플 데이터에 대하여 PDF로 인쇄.(Report Data → File → Print → Adobe PDF 클릭)
- 혼합 샘플 데이터는 스크린 샷을 찍고 Retention time 값 비교

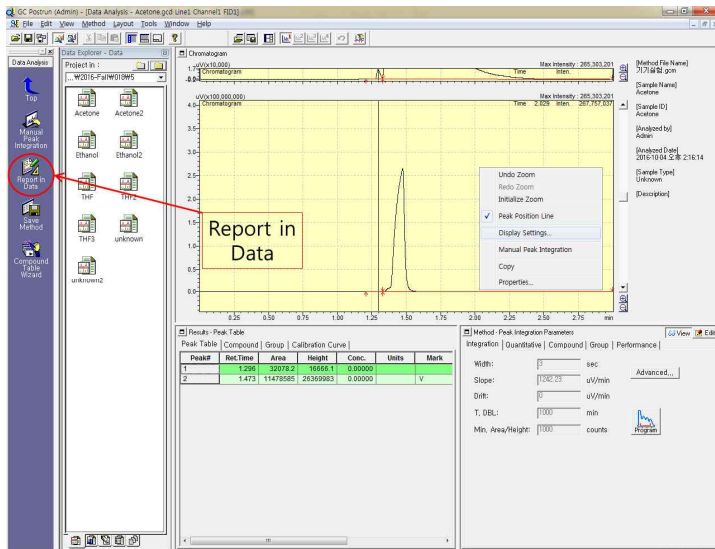


그림 C-3 Data 창

## 2. Manual peak intergration 클릭



그림 C-4 Manual peak intergration

Insert peak

Reject peak

1) reject peak을 클릭 후, chromatogram의 빨간색 줄을 클릭하여 모든 peak을 제거한다.

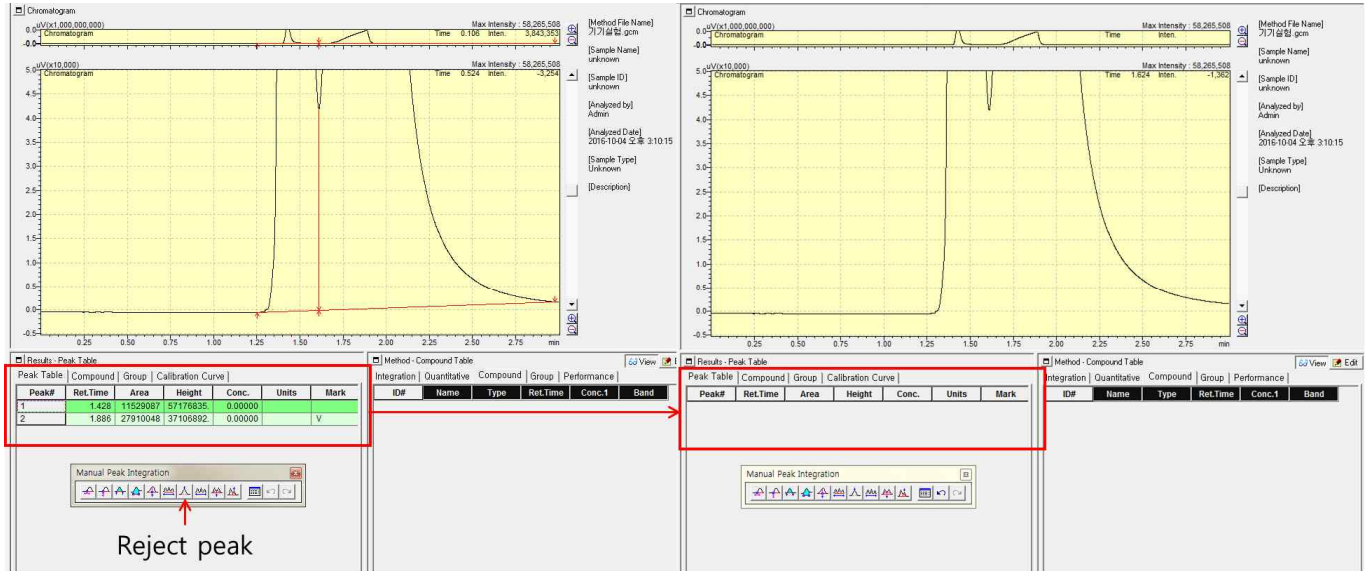


그림 C-5 Reject peak 전/후

2) Insert peak로 원하는 피크만 선택하기 (좌 클릭 후 좌 클릭) 저장

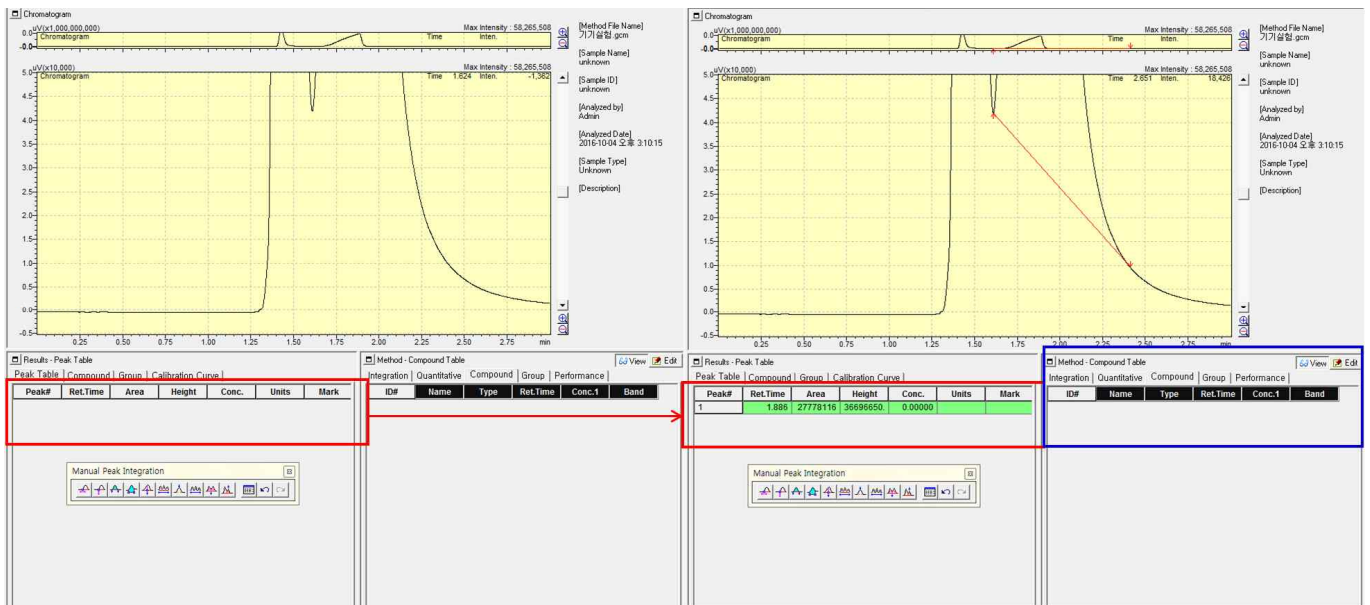


그림 C-6 Insert peak 전/후

3) 그림 C-6, 데이터 창에서 우측 하단에 있는 Method에서 Edit을 클릭한 후, Name을 찾아 시료의 이름을 적어주고 View을 클릭함.

3. Report generation 아이콘을 클릭하여 (그림 C-1, 2 참고) report 창으로 들어감.(그림 C-6)
- 1) 좌측 상단의 File → Open format file을 클릭하여 Report file의 형식을 불러온다.
  - 2) 각각 데이터를 report 양식에 따라 PDF로 저장한다.(그림 C-7)

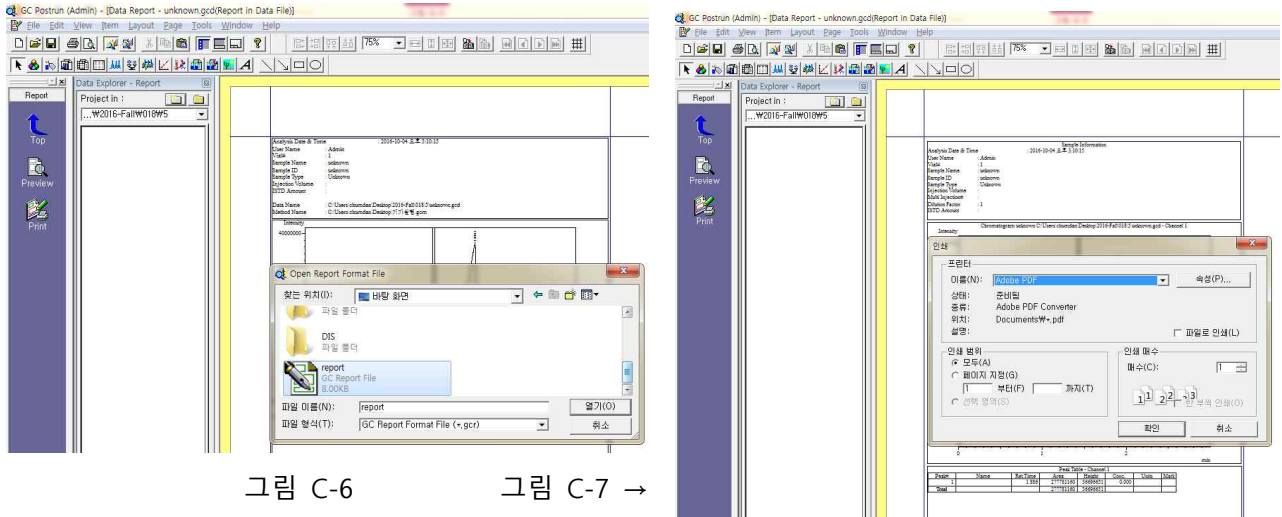


그림 C-6                      그림 C-7 →

4. 혼합 물질의 data는 Report generation까지 처리할 필요는 없고, Data analysis 창에서 각각 기준물질과 overlab하여 스크린 샷을 찍고 저장한다.
- 1) 그림 C-8-(b)에 있는 Data comparison 아이콘을 클릭한다. (만약, 그 아이콘이 보이지 않는다면, (a)에 있는 Top 아이콘을 클릭함)
  - 2) 그림 C-8-(c)와 같은 창이 나타난다면, (d)공간에 자신의 디렉토리를 선택한다.
  - 3) (d)에 있는 파일들을 ctrl+클릭 하여 원하는 파일들을 선택한 이후, 드래그하여 (e)에 둔다.
  - 4) 적당히 높이, 시간축을 조절하여 데이터를 비교한다.

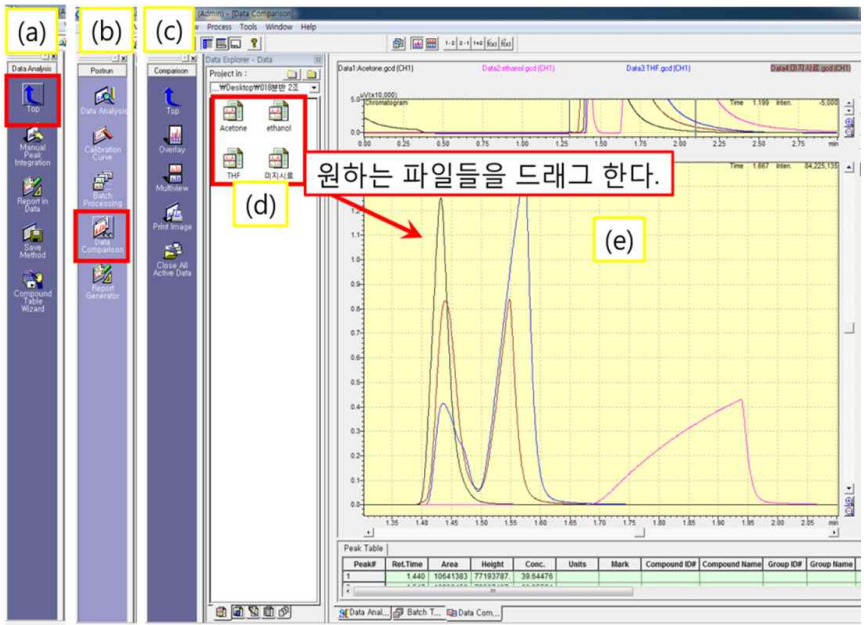
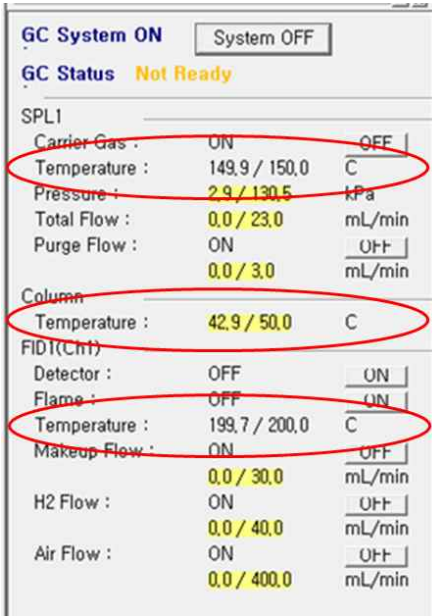


그림 C-8 Data comparison 하는 과정

다른 방법: 혼합 시료의 데이터를 처리하여 각 peak의 retention time과 single sample의 retention time을 비교할 수 있다.

## D. 기기의 종료 단계

1. GC status 창에 모든 온도가 80°C 밑으로 떨어졌을 때, 기기를 종료한다.



GC System ON		
System OFF		
GC Status Not Ready		
SPL1		
Carrier Gas :	ON	OFF
Temperature :	149.9 / 150.0	C
Pressure :	2.9 / 130.5	kPa
Total Flow :	0.0 / 23.0	mL/min
Purge Flow :	ON	OFF
	0.0 / 3.0	mL/min
Column		
Temperature :	42.9 / 50.0	C
FID1(Cnt)		
Detector :	OFF	ON
Flame :	OFF	ON
Temperature :	199.7 / 200.0	C
Makeup Flow :	ON	OFF
	0.0 / 30.0	mL/min
H2 Flow :	ON	OFF
	0.0 / 40.0	mL/min
Air Flow :	ON	OFF
	0.0 / 400.0	mL/min

※ 주의 ※

기기의 유지관리를 위하여 아래의 지시를 따른다.

1) 컬럼 오븐, 인젝터, 디텍터의 온도를 충분히 내리고 나서 GC 전원을 종료함.

→ GC는 gas 플로우 컨트롤러 역할을 수행함. 전원을 끄면 캐리어 가스가 멈추기 때문에 컬럼에 gas가 머물게 된다. 고온인 경우에는 컬럼을 손상하는 원인이 됨.

2. GC 기기 종료 순서

