

ได้ตั้งแต่ 2 ถึง 20 เมตร ถ้ามีความยาวมาก ๆ หลอดคอลัมน์จะถูกขดเป็นวงกลม (coil) เพื่อให้บรรจุลงในเตา (oven) ได้ คอลัมน์ชนิดนี้สามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้ทั้ง 2 แบบ คือ GSC และ GLC ถ้าทำการวิเคราะห์แบบ GSC จะใช้สารของแข็งที่เป็นตัวดูดซับบรรจุในคอลัมน์ ได้แก่ ซิลิกา อะลูมินา เป็นต้น ถ้าทำการวิเคราะห์แบบ GLC ต้องใช้ของแข็งที่เรียกว่า Solid Support ฉาบด้วยของเหลวที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ ซึ่งมีจุดเดือดสูงที่เรียกว่า ซับสเตรต (Substrate)

2. Capillary column คอลัมน์ชนิดนี้ใช้ได้เฉพาะการวิเคราะห์แบบ GLC เท่านั้น ความยาวของคอลัมน์มีค่ามากตั้งแต่ 10 ถึง 100 เมตร หรือมากกว่า ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายในประมาณ 0.2 ถึง 0.5 มิลลิเมตร คาปิลลารีคอลัมน์ส่วนใหญ่หรือเกือบทั้งหมดทำด้วยหลอดแก้ว เหตุผลที่ไม่ใช้โลหะเพราะโลหะสามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีได้หลายชนิด และเมื่อภายในคอลัมน์ต้องใช้อุณหภูมิสูงอาจทำให้โลหะเกิดปฏิกิริยาบางอย่างในคอลัมน์ได้ ตามปกติอุณหภูมิของคอลัมน์ต้องสูงกว่าจุดเดือดของสารตัวอย่าง 10 ถึง 25° C การใช้คาปิลลารีคอลัมน์ในการทำ GLC ไม่ต้องใช้ของแข็งซับพอร์ท (Solid Support) วิธีเตรียมคอลัมน์ทำได้โดยใช้ของเหลวซึ่งเป็นเฟสที่อยู่กับที่ใส่ในคาปิลลารีคอลัมน์ของเหลว นั้นจะฉาบที่ผิวของคอลัมน์เป็นฟิล์มบาง ๆ ที่มีความหนาน้อยกว่า 1 μm ความหนาของแผ่นฟิล์มของเหลว นั้นจะมีผลต่อการแยกด้วย คอลัมน์ชนิดนี้มีประสิทธิภาพในการแยกสูงกว่า packed column ถึง 100 เท่า และสามารถใช้กับขนาดของสารตัวอย่างที่น้อยกว่า 0.01 $\mu\text{ liter}$ ความจุของคาปิลลารีคอลัมน์สามารถเพิ่มขึ้นได้โดยฉาบผิวของคอลัมน์แก้วด้วยวัสดุที่มีรูพรุน เช่น แกรไฟต์, โลหะออกไซด์ และซิลิกาเคลือบเสียก่อนให้มีลักษณะเป็น thin layer ซึ่งจะทำให้พื้นที่ผิวที่จะให้ของเหลวมาฉาบอยู่มากขึ้น เป็นการเพิ่มความจุของคอลัมน์ การใช้คาปิลลารีคอลัมน์พบว่าผลของการลดลงของความดัน (pressure drop) เกิดขึ้นน้อยมากจนตัดทิ้งได้ คือสามารถคิดค่า $j = 1$ ค่าอัตราส่วน V_s/V_m ของคอลัมน์ชนิดนี้มีค่าในช่วง 100 ถึง 300 ซึ่งอยู่ในช่วงที่มีประสิทธิภาพสูงสุด เพราะมีเฟสตามทฤษฎีมากมายหลายพันเฟส

จากการพิจารณาชนิดของคอลัมน์ที่ใช้ในการทดลอง และวัสดุที่บรรจุภายในคอลัมน์ สรุปได้ว่าวัสดุที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์มี 3 ชนิด คือ ของแข็งที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่

กับที่ ของแข็งซัพพอร์ทและของเหลวที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ ซึ่งจะขอกกล่าวรายละเอียดของสิ่งเหล่านี้ไว้ด้วย

ของแข็งที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ (Stationary solid phase) ของแข็งชนิดนี้ใช้เฉพาะ packed column เท่านั้น ซึ่งนำไปใช้กับการวิเคราะห์ที่เรียกว่า GSC ค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจายของก๊าซสารตัวอย่างระหว่างเฟสของก๊าซที่เคลื่อนที่กับเฟสของแข็งที่อยู่กับที่มีค่าสูงมาก เมื่อเทียบกับการใช้เฟสที่อยู่กับที่เป็นของเหลว ในการใช้สารตัวอย่างชนิดเดียวกันทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ในการทำ GSC มีค่ามากกว่าการทำ GLC ด้วยเหตุผลนี้ GLC จึงเป็นที่นิยมใช้กันมากกว่า GSC ตามปกติ GSC มักนิยมใช้ในการแยกสารประกอบที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ๆ เช่น ไอโซเมอร์ของบิวเทน (C_4H_{10}) และอะเซทาลีน (C_2H_2) จากเอทาลีน (C_2H_4) ของแข็งที่ใช้เป็นตัวดูดซับหรือเฟสที่อยู่กับที่ใน GSC ได้แก่ แกรไฟต์ (Graphite) ผงคาร์บอนแกรไฟต์ดำ (Graphitized carbon blacks) ถ่านหิน (Charcoals) ซิลิกาเจล (Silica gel) อะลูมินา (Alumina) โพลาร์แพคคิว (Polarpak Q) โพลาร์แพคอาร์ (Polarpak R) ซีโอไลต์ (Zeolites) และเรซินแลกเปลี่ยนไอออน (ion exchange resin) เป็นต้น

ของแข็งซัพพอร์ท (Solid Supports) วัสดุชนิดนี้ใช้กับการวิเคราะห์แบบ GLC เท่านั้น มีหน้าที่ช่วยทำให้ของเหลวซึ่งเป็นเฟสที่อยู่กับที่ถูกยึดอยู่ในคอลัมน์ได้ และทำให้เฟสที่อยู่กับที่หรือของเหลวนั้นมีโครงสร้างทางกายภาพที่เหมาะสม ของแข็งซัพพอร์ทต้องเป็นสารที่เสถียร อนุกรมของคอลัมน์ที่ใช้ในการทดลอง จะต้องมีขนาดที่เหมาะสมและสม่ำเสมอ ของแข็งซัพพอร์ทที่ใช้ส่วนใหญ่ได้มาจาก diatomaceous earths (SiO_2) ซึ่งประกอบด้วยกรูฟของ hydrated silica มีวิธีการอยู่หลายวิธีที่จะทำให้ diatomaceous earths กลายเป็นของแข็งซัพพอร์ทที่ดี ถ้านำ diatomaceous earth มาเผาที่อุณหภูมิประมาณ $900^\circ C$ จะได้สารของแข็งสีชมพู ซึ่งมีชื่อเรียกกันว่า โครโมซอร์บ พี (Chromosorb P) โครโมซอร์บ พี สามารถมีกลุ่มฟังก์ชันนอลเป็นโพลาร์ได้ ทำให้สามารถใช้เป็นของแข็งดูดซับใน GSC ได้ด้วย ถ้าไม่นำมาฉาบด้วยของเหลว แต่เนื่องจากหลังจากที่โครโมซอร์บดูดซับสารตัวอย่างแล้วความสามารถในการอีลูทไม่ดีพอ จึงต้องใช้ของเหลวฉาบบนโครโมซอร์บอีกทีหนึ่ง , จึงจะทำให้การอีลูทเกิดได้ดี ทำให้โครโมซอร์บมีหน้าที่เพียงเป็นของแข็งซัพพอร์ท ความสามารถในการดูดซับจึงขึ้นอยู่กับของเหลวที่ฉาบ สำหรับชื่อโครโมซอร์บชนิดต่าง ๆ นั้นเป็นชื่อทางการค้า (trade name) ของบริษัทผู้ผลิต

ถ้า diatomaceous earth ถูกนำมาเผาโดยมีไฮโดรเจนคาร์บอนไดออกไซด์ผสมอยู่ จะได้ของแข็งสีขาวที่เรียกว่า โครโมซอร์บดับบลิว (Chromasorb W) ถ้านำ diatomaceous earth มาทำด้วยวิธีการอื่น ๆ จะได้ของแข็งซัพพอร์ทชนิดอื่น ๆ อีกเช่น โครโมซอร์บ เอ (Chromosorb A) และโครโมซอร์บ จี (Chromosorb G) โครโมซอร์บชนิดต่าง ๆ ที่นำมาใช้ยังมีอีกหลายเกรดขึ้นอยู่กับขนาดเมซของมัน ปกติมีค่าอยู่ในช่วง 30/50 ถึง 80/100 เมซ ขนาดที่นิยมใช้กันมากที่สุดคือ 30/60 และ 60/80 เมซ

ของแข็งซัพพอร์ทที่ดีสำหรับการวิเคราะห์ GLC ต้องมีคุณสมบัติดังต่อไปนี้คือ

1. มีความพรุนสม่ำเสมอ ขนาดของรูพรุนไม่เกิน 10 ไมครอน
2. มีพื้นที่ผิวมากประมาณ 1-20 ตารางเมตร ต่อกรัม
3. มีความแข็งไม่แตกง่าย
4. ไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง
5. มีขนาดและรูปร่างเป็นแบบเดียวกันตลอด

ของเหลวที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ (Stationary liquid phase) ของเหลวนี้นิยมใช้เรียกอีกอย่างหนึ่งว่า ซัพสเตรต (Substrate) เป็นของเหลวที่มีจุดเดือดสูง ใช้ฉาบบนของแข็งซัพพอร์ท ซึ่งใช้บรรจุใน packed column หรือฉาบที่ผิวของคอลัมน์ในคอปิลลารีคอลัมน์ ในการทำ GLC ของเหลวที่สามารถใช้เป็นซัพสเตรตได้มีหลายร้อยชนิด สำหรับตัวที่นิยมใช้และใช้กันมากได้แสดงไว้ในตารางที่ 9.5 ของเหลวที่สามารถนำมาใช้เป็นเฟสที่อยู่กับที่ได้ในการทำ GLC ต้องมีคุณสมบัติดังต่อไปนี้ คือ

1. เป็นตัวทำละลายที่มีคุณสมบัติที่เหมาะสมสำหรับองค์ประกอบที่ต้องการวิเคราะห์ เช่น มีโพลาริตีเหมือนกับสารตัวอย่าง
2. ต้องทำให้เกิดการแบ่งส่วนที่แตกต่างกันของแต่ละองค์ประกอบในสารตัวอย่างระหว่างเฟสทั้งสอง
3. เสถียรที่อุณหภูมิสูง ๆ
4. มีความดันไอที่อุณหภูมิกายในคอลัมน์ต่ำ
5. ไม่ทำปฏิกิริยาทางเคมีกับสารตัวอย่าง

ตารางที่ 9.5 เฟสของเหลวหรือซบสเตรตที่นิยมใช้บางตัว

Liquid Phase	Typical Samples	Polarity*	Max. Temp., °C
Squalane	Hydrocarbons	N	125
Apiezon L	High boiling hydrocarbons, esters, ethers	N	300
Methyl silicone	Steroids, pesticides, alkaloids, esters	N	300
Dinonyl phthalate	All types	I	175
Silicone oil	All types	I	275
Diethyleneglycol succinate	Esters	P	200
Carbowax 20M	Alcohols, aromatics amines, ketones	P	250
Polyamid Resin	Amino compounds	P	300
β , β -Oxydipropionitrile	Olefins, alcohols, aldehydes	P	100
AgNO ₃ in propylene glycol	Olefins, cyclic hydrocarbons	P	50
Inorganic eutectics	Volatile inorganics	P	

*N, nonpolar; I, intermediate polarity; P, polar.

การเตรียมคอลัมน์ (Column preparation) การเตรียมคอลัมน์สำหรับ GSC ให้ใช้ของแข็งซึ่งเป็นตัวดูดซับบรรจุในคอลัมน์ได้เลย แต่ถ้าเป็นการเตรียมคอลัมน์สำหรับ GLC ต้องนำของแข็งที่พอกมาฉาบด้วยเฟสของเหลวก่อน โดยมีวิธีการทำดังนี้ คือ ขั้นแรกให้เลือกขนาดของของแข็งให้มีขนาดเหมาะสมและเท่ากันหมด จากนั้นนำของเหลวละลายในตัวทำละลายที่ระเหยง่ายก่อน แล้วจึงนำของแข็งที่พอกใส่ลงในสารละลายนั้นจนกว่าจะเข้ากัน ต้องใช้วิธีการคำนวณช่วยด้วยว่าควรใช้ของเหลวปริมาณเท่าใด จึงจะทำให้เกิดเป็นฟิล์มฉาบบนของแข็งได้หนา 5 ถึง 10 μm หลังจากนั้นทำให้ตัวทำละลายระเหยไปให้หมดก็จะได้ของแข็งที่มีของเหลวฉาบอยู่ซึ่งมีลักษณะเหมือนของแข็งที่แห้งและร่วน สามารถไหลเข้าบรรจุในคอลัมน์ได้

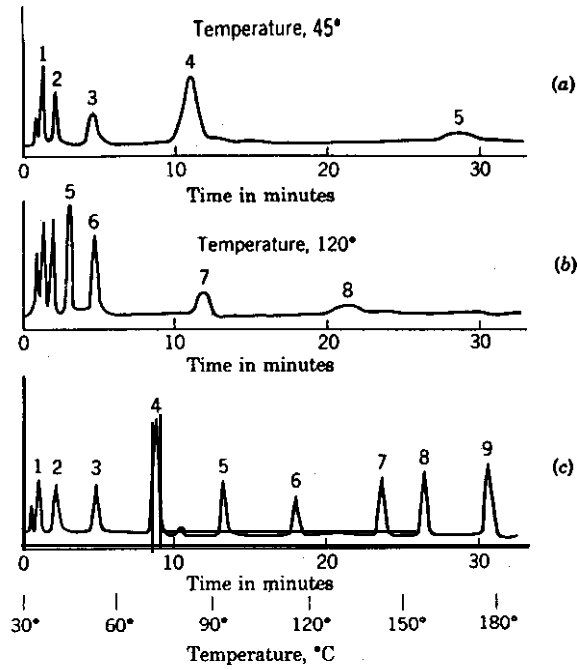
เมื่อเตรียมของแข็งพร้อมที่บรรจุลงในคอลัมน์ได้แล้ว (ตัวดูดซับหรือของแข็ง ซัพพอร์ทที่มีของเหลวอยู่) ให้บรรจุของแข็งนั้นลงในคอลัมน์ที่มีลักษณะเป็นเส้นตรงซึ่งทำ ด้วยแก้วหรือเหล็กสแตนเลส หรือทองแดง หรืออะลูมิเนียม วิธีการบรรจุให้ค่อย ๆ ใส่ของแข็ง อย่างช้า ๆ ลงในคอลัมน์ ต้องใช้เครื่องเขย่าเบา ๆ ช่วยเพื่อให้ของแข็งถูกบรรจุได้แน่น และเป็นระเบียบปราศจากฟองอากาศ เมื่อบรรจุเสร็จเรียบร้อยแล้วจึงค่อยขจัดหลอดคอลัมน์ ให้เป็นรูปร่างกลมหรือรูปตัว U ตามความเหมาะสม เพื่อให้สามารถใส่ลงในเตาได้ คอลัมน์ที่ ได้รับการเตรียมอย่างดีสามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้หลายร้อยครั้ง ในทางการค้ามี คอลัมน์ที่บรรจุสำเร็จแล้วไว้ขายหลายชนิด สามารถหาซื้อมาใช้ให้ตรงกับงานได้ ไม่ว่าจะ เป็นการเตรียมคอลัมน์ขึ้นใช้เอง หรือซื้อมาใช้ การพิจารณาเลือกใช้คอลัมน์ต้องคำนึง ถึงสิ่งต่อไปนี้ คือ

1. ความยาวและเส้นผ่าศูนย์กลางของคอลัมน์ เพราะการแยกสารจะเกิดได้ดี หรือไม่ขึ้นอยู่กับความยาวและเส้นผ่าศูนย์กลางของคอลัมน์

2. เฟสที่อยู่กับที่เป็นของแข็งหรือของเหลว หลักการของการเลือกใช้ควรให้ สารเคมีที่เลือกมีโครงสร้างทางเคมีคล้ายกับสารตัวอย่าง เช่น ถ้าสารตัวอย่างเป็นโพลาร์ (polar) ก็ควรเลือกใช้เฟสที่อยู่กับที่เป็นของแข็งหรือของเหลวที่เป็นโพลาร์เหมือนกัน ดังนั้น ในการเลือกใช้ต้องมีการศึกษาถึงคุณสมบัติของสารตัวอย่างและเฟสที่อยู่กับที่ให้ติดก่อนด้วย

3. อุณหภูมิที่ใช้สำหรับคอลัมน์ คอลัมน์ที่ใช้จะถูกบรรจุอยู่ในเตา (oven) ที่ สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ เพื่อทำให้คอลัมน์มีความร้อนสูงพอที่จะทำให้สารตัวอย่าง กลายเป็นไออยู่ตลอดเวลา อุณหภูมิที่ใช้ต้องไม่สูงเกินไปจนทำให้เฟสของเหลวกลายเป็นไอ ปกติอุณหภูมิที่ใช้จะต่ำกว่าส่วนของระบบฉีดสารตัวอย่าง (Sample injection system) ประมาณ 10°C อุณหภูมิของคอลัมน์จะมีผลต่อค่ารีเทนชันและการแยกอย่างมาก ที่อุณหภูมิสูงจะมี ผลทำให้ไอของสารตัวอย่างส่วนใหญ่อยู่ในเฟสของก๊าซ เพราะการเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้ การละลายของสารตัวอย่างในเฟสที่อยู่กับที่ลดลง จึงทำให้สารตัวอย่างถูกอีลูทได้อย่าง รวดเร็ว ถ้ามีสารผสมอยู่หลายตัวก็จะทำให้สารเหล่านั้นถูกอีลูทออกจากคอลัมน์ได้ในเวลา ใกล้เคียงกัน การแยกจะเกิดขึ้นไม่ดี (poor resolution) แต่ถ้าใช้อุณหภูมิต่ำสารตัวอย่างก็จะใช้ เวลาส่วนใหญ่อยู่ในเฟสที่อยู่กับที่ ทำให้การอีลูทเกิดขึ้นช้า รีเทนชันไทม์มีค่ามากแต่ว่า การแยกดีขึ้น โดยปกติในการทดลองทั่ว ๆ ไปจะใช้วิธีการควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ให้

คงที่ ณ จุดใดจุดหนึ่ง ซึ่งเหมาะสำหรับใช้กับสารผสมที่มีรีเทนชันไทม์ต่างกันไม่มากนัก เพราะถ้าต่างกันมากจะใช้เวลานาน แต่ถ้าใกล้กันมากเกินไปก็ใช้ไม่ได้ เพราะไม่สามารถแยกออกจากกันได้ อุณหภูมิจะมีผลต่อรีเทนชันไทม์ และการแยกอย่างเห็นได้ชัดดังแสดง ในรูปที่ 9.12 (a, b) รูป a ใช้อุณหภูมิของคอลัมน์ที่คงที่ที่ 45°C ปรากฏว่าการแยกพีคที่ 1, 2, 3 และ 4 เกิดขึ้นได้ดีแต่ใช้เวลานาน เมื่อเวลาผ่านไปถึง 30 นาที เพิ่งจะได้พีคที่ 5 ออกมา เท่านั้น แต่ถ้าเปลี่ยนเป็นใช้อุณหภูมิของคอลัมน์คงที่ที่ 120°C ตามรูป b ปรากฏว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นการแยกพีคที่ 1, 2, 3 และ 4 ออกจากกันเกิดขึ้นไม่ดี แต่สามารถอีลูทพีคที่ 5, 6, 7 และ 8 ออกจากคอลัมน์ได้ภายในเวลาไม่ถึง 30 นาที เรามีวิธีการที่ดีสำหรับทำให้สารแต่ละตัวแยกออกจากกันได้ดี และใช้เวลาไม่มากนัก คือใช้เทคนิคของการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิระหว่างการทดลองอย่างเป็นระเบียบและต่อเนื่อง ซึ่งเรียกว่า การโปรแกรมอุณหภูมิ (temperature programming) การโปรแกรมอุณหภูมิมิมีประโยชน์มากในการแยกสารผสมที่ซับซ้อน ซึ่งมีค่ารีเทนชันไทม์ทั้งสูงและต่ำปนกัน สารประกอบที่มีรีเทนชันไทม์ต่ำ จะออกจากคอลัมน์ก่อนเมื่อใช้อุณหภูมิต่ำ ต่อจากนั้นถ้าต้องการให้สารประกอบที่มีรีเทนชันไทม์สูงออกจากคอลัมน์สามารถทำได้โดยเพิ่มอุณหภูมิของคอลัมน์อย่างเป็นระเบียบ ดังแสดง ในรูปที่ 9.12 (c) อุณหภูมิของคอลัมน์จะถูกโปรแกรมให้เพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ โดยเพิ่มด้วยอัตรา 5°C ต่อ 1 นาที เมื่ออุณหภูมิเริ่มต้น 30°C ที่อุณหภูมิต่ำ ๆ พีคที่ 1 ถึง 4 จะแยกออกจากกันได้ดี เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นพีคต่อ ๆ ไปก็สามารถแยกออกมาได้ดีขึ้น ลักษณะของพีคแต่ละพีคจะสวยงามและคมชัดกว่าพีคในรูป a และ b และสามารถอีลูทสารได้ถึงพีคที่ 9 ภายในเวลาเพียง 30 นาทีเท่านั้น แสดงว่าการใช้วิธีโปรแกรมอุณหภูมิจะทำให้ใช้เวลาในการทำการวิเคราะห์น้อยลงและได้พีคหรือโครมาโตแกรมที่คมชัดขึ้น



รูปที่ 9.12 a และ b คือโครมาโตแกรมที่เกิดจากการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตลอดการทดลอง c คือโครมาโตแกรมที่เกิดจากการโปรแกรมอุณหภูมิด้วยอัตรา 5°C ต่อ 1 นาที โครมาโตแกรมที่แสดงในรูป คือโครมาโตแกรมของสารผสมต่อไปนี้

เลขที่พีค	สารประกอบ	จุดเดือด $^{\circ}\text{C}$
1	n-propane	-42
2	n-butane	-0.5
3	n-pentane	36
4	n-hexane	69
5	n-heptane	98
6	n-octane	126
7	bromoform	150
8	m-Chlorotoluene	162
9	n-bromotoluene	184

วิธีการควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ที่ใช้ได้ผลดีอีกแบบหนึ่ง คือ ใช้วิธีการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ช่วงหนึ่งสลับกับการโปรแกรมเพิ่มอุณหภูมิ ซึ่งมีวิธีการทำดังนี้คือ เมื่อเริ่มต้นฉีดสารตัวอย่างเข้าไปในคอลัมน์จะควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ในช่วงระยะเวลาหนึ่งตามความเหมาะสม ต่อจากนั้นให้โปรแกรมอุณหภูมิให้เพิ่มขึ้น 5°C ทุก ๆ 1 นาที (อาจใช้ 4°C ทุก ๆ 1 นาที หรืออื่น ๆ ก็ได้แล้วแต่ความเหมาะสม) จนอุณหภูมิถึงค่าหนึ่งตามต้องการ จากนั้นทำให้อุณหภูมิกงที่อีกช่วงระยะเวลาหนึ่งแล้วก็โปรแกรมอุณหภูมิให้เพิ่มขึ้นอีกทำแบบนี้สลับกันไปเรื่อย ๆ จนสามารถถือสูตรได้หมดตามต้องการ วิธีการนี้เหมาะสำหรับใช้แยกสารผสมหลาย ๆ แบบ ทั้งที่มีรีเทนชันไทม์ใกล้ ๆ กัน และที่ห่าง ๆ กันผสมกัน เพราะถ้าใช้วิธีการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่เพียงอย่างเดียวจะใช้เวลานาน และพีกของสารตัวสุดท้ายที่ได้จะกว้างหรือถ้าใช้วิธีโปรแกรมอุณหภูมิเพียงอย่างเดียวอาจทำให้สารที่มีรีเทนชันไทม์ใกล้กันมาก ๆ ออกมาเป็นพีกเดียวกันได้

ดีเทคเตอร์ (Detector)

ดีเทคเตอร์เปรียบเสมือนสมองของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี ทำหน้าที่ตรวจสอบสารที่ออกจากคอลัมน์ว่ามีปริมาณมากน้อยเท่าไร ดังนั้น ดีเทคเตอร์ที่ใช้ต้องไวต่อสารมาก และมี reproducibility ด้วย ถ้าพิจารณาการทำงานของเครื่องดีเทคเตอร์สามารถแบ่งได้เป็น 2 แบบ คือ

1. เมื่อสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์แล้วเข้าเครื่องดีเทคเตอร์ที่สามารถวัดปริมาณได้โดยตรง
2. เมื่อสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์เข้าเครื่องดีเทคเตอร์ ดีเทคเตอร์จะทำหน้าที่ตรวจวัดขนาดแล้วเปลี่ยนไปเป็นสัญญาณไฟฟ้าส่งไปยังเครื่องบันทึก

ชนิดของดีเทคเตอร์แบบที่ 1 ได้แก่

ก. ไนโตรมิเตอร์ (Nitrometer) นำมาใช้โดย Janak (ค.ศ. 1953) เครื่องนี้ใช้ได้เฉพาะการใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เป็นตัวพาเท่านั้น เมื่อก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

พาสารตัวอย่างเข้าไปในไนโตรมิเตอร์ ซึ่งบรรจุโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ไว้เต็ม ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะถูกดูดซับไปหมด เหลือแต่ก๊าซตัวอย่างที่อยู่บนสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งวัดเก็บได้ด้วยบิวเรตขนาดต่าง ๆ

ข. Automatic Recording Buret เครื่องดีเทคเตอร์นี้คิดโดย James และ Martin (ค.ศ. 1952) ใช้เฉพาะไอสารที่เป็นกรดหรือเบส ไอของสารที่ระเหยออกมาจะดูดซึมเข้าไปในดีเทรชันเซลล์และถูกดีเทรตโดยอัตโนมัติ

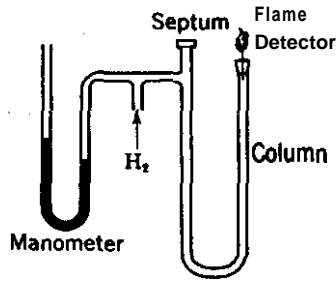
ค. Infrared Analyzer วิธีนี้แนะนำโดย Martin และ Smart (ค.ศ. 1955) ไอของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์สามารถดูดกลืนแสงอินฟราเรดได้แตกต่างกันตามปริมาณและชนิดของสาร ดังนั้นไอของสารที่ออกจากคอลัมน์จึงสามารถนำไปวิเคราะห์ต่อโดยวิธี Infrared spectrophotometry

ง. Mass spectrometer องค์ประกอบที่ออกจากคอลัมน์ในการทำก๊าซโครมาโตกราฟีสามารถนำไปวิเคราะห์ต่อโดยใช้เครื่องมือ mass spectrometer ซึ่งทำให้สามารถพิสูจน์หรือทำนายชนิดขององค์ประกอบต่าง ๆ ได้ดี เป็นเทคนิคที่นิยมใช้กันมาก เพราะได้ผลดี

นอกจากนี้อาจใช้เครื่องมือของทางสเปคโตรสโคปิกชนิดอื่น ๆ เป็นดีเทคเตอร์ได้ โดยนำเครื่องมือเหล่านั้นมาต่อเข้ากับคอลัมน์ของก๊าซโครมาโตกราฟี เช่น atomic absorption, emission in an inductively coupled plasma (ICP), nuclear magnetic resonance (NMR) และ x-ray absorption หรืออาจใช้เครื่องดีเทคเตอร์ที่วัดคุณสมบัติทางไฟฟ้าของสารที่ออกจากคอลัมน์ เช่น Conductometric detector, Coulometric detector หรือใช้เครื่องดีเทคเตอร์ที่วัดกัมมันตภาพรังสีที่เรียกว่า Radiochemical detector ก็ได้

ชนิดของเครื่องดีเทคเตอร์แบบที่ 2 ได้แก่

ก) Hydrogen Flame Detector (HFD) ค้นพบโดย Scott (ค.ศ. 1955) ต้องใช้ก๊าซไฮโดรเจนหรือส่วนผสมของก๊าซไฮโดรเจนกับก๊าซอื่นเป็นตัวพา ดีเทคเตอร์ชนิดนี้เป็นชนิดที่ง่ายและธรรมดาที่สุด มีรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 9.13

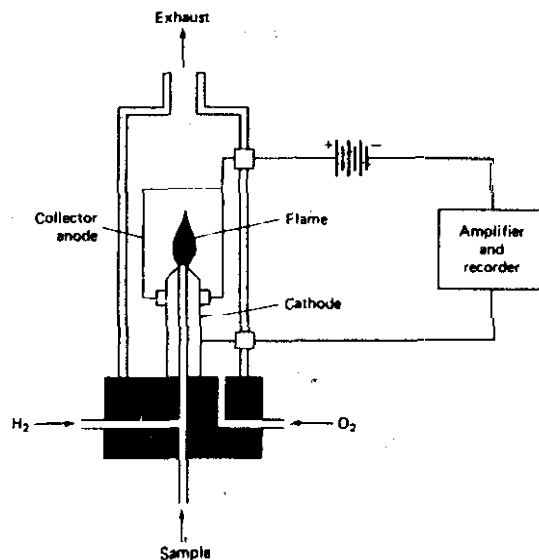


รูปที่ 9.13 Hydrogen Flame Detector (HFD)

ก๊าซไฮโดรเจนที่เป็นตัวพาเมื่อผ่านออกจากคอลัมน์จะเป็นตัวทำให้เกิดเปลวไฟขึ้นโดยที่ไฮโดรเจนจะถูกเผาผลาญแล้วให้เปลวไฟที่ไม่มีสี เมื่อใส่สารตัวอย่างซึ่งเป็นสารอินทรีย์เข้าไปในคอลัมน์จะถูกก๊าซไฮโดรเจนซึ่งใช้เป็นตัวพาเข้าไปยังเปลวไฟ จะมีผลทำให้เปลวไฟเกิดสีเหลือง เนื่องจากเกิดการเผาผลาญสารอินทรีย์ เมื่อเกิดเปลวไฟสีเหลืองขึ้นเราก็ทราบได้ทันทีว่าสารอินทรีย์ถูกอีลิวต์ออกจากคอลัมน์แล้ว อาจใช้นาฬิกาจับเวลาเมื่อเกิดเปลวไฟสีเหลืองขึ้นจะทำให้ทราบค่ารีเทนชันใหม่ได้ สำหรับปริมาณของสารอินทรีย์ที่ถูกอีลิวต์ออกมาจะมีผลทำให้เปลวไฟสีเหลืองที่เกิดขึ้นมีขนาดสูงหรือต่ำได้ ถ้าปริมาณสารมีมากเปลวไฟที่ได้ก็จะสูง และถ้าปริมาณสารมีน้อยเปลวไฟก็จะต่ำ หรือให้แสงที่โชติช่วงต่างกัน ดังนั้น ถ้าสามารถวัดความร้อนแรงของเปลวที่เกิดขึ้นหรือวัดความเข้มของแสงที่เกิดขึ้นได้ ก็สามารถหาปริมาณของสารตัวอย่างอินทรีย์ได้ เพราะปริมาณของสารจะสัมพันธ์โดยตรงกับความร้อนแรงของเปลวไฟหรือความเข้มของเปลวไฟ ดังนั้น เราสามารถใช้ thermocouple วัดความร้อนแรงของเปลวไฟ หรือใช้ photo cell วัดความเข้มของเปลวไฟ

ข) Flame ionization detector (FID) เนื่องจากสารประกอบอินทรีย์ทุกตัวสามารถเกิดการไอออไนซ์ (ionization) ได้ในเปลวไฟทำให้เกิดกระแสของไอออนที่สามารถสะสมอยู่ระหว่างขั้วที่มีประจุตรงข้าม 2 ขั้วได้ตามปริมาณของไอออน กระแสที่เกิดขึ้นนี้ยังมี

ปริมาณน้อยต้องใช้เครื่องอิเล็กทรอนิกส์ที่ซับซ้อนขึ้นเพื่อขยายให้มีปริมาณกระแสไฟฟ้ามากขึ้น ดังนั้นดีเทคเตอร์ชนิดนี้จึงมีราคาแพงพอสมควร ลักษณะของดีเทคเตอร์ชนิดนี้มีรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 9.14 FID เป็นเครื่องดีเทคเตอร์ที่นิยมใช้กันมากที่สุดเพราะให้ผลที่มีความไวสูง มีช่วงการใช้งานได้กว้าง เปลวไฟที่ใช้ในการทำให้สารอินทรีย์เกิดการไอออไนซ์ คือเปลวไฟจากก๊าซไฮโดรเจน ดังนั้น การเรียกชื่อดีเทคเตอร์ชนิดนี้บางทีเรียกว่า Hydrogen flame ionization detector ปริมาณหรือจำนวนอะตอมของคาร์บอนที่เกิดการไอออไนซ์หรือถูกออกซิไดซ์จะแปรผันโดยตรงกับปริมาณกระแสของไอออนที่เกิดขึ้น ซึ่งสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของสารตัวอย่างด้วยนั่นเอง ดีเทคเตอร์ FID สามารถวิเคราะห์สารประกอบที่มีความเข้มข้นน้อย ๆ ได้ดีกว่าเทอร์มัลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์ถึง 1,000 เท่า



รูปที่ 9.14 Flame ionization detector (FID)

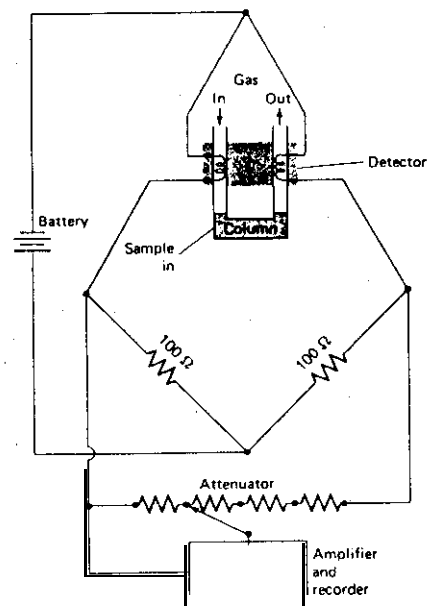
เครื่องดีเทคเตอร์ชนิด FID สามารถตรวจวัดสารตัวอย่างอินทรีย์ที่ระเหยกลายเป็นไอได้เกือบทุกชนิด ยกเว้นสารประกอบที่ถูกออกซิไดซ์มาแล้ว เช่น Carbonyl และ Carboxyl group สารประกอบอนินทรีย์ก็ไม่สามารถตรวจสอบด้วยดีเทคเตอร์ชนิดนี้ได้เช่นกัน

ตารางที่ 9.6 แสดงสารบางตัวที่ไม่สามารถใช้เครื่อง FID วัดได้

ตารางที่ 9.6 สารประกอบที่ไม่ไวต่อดีเทคเตอร์ชนิด FID

He	CS ₂	NH ₃
Ar	COS	CO
Kr	H ₂ S	CO ₂
Ne	SO ₂	H ₂ O
Xe	NO	SiCl ₄
O ₂	N ₂ O	SiHCl ₃
N ₂	NO ₂	SiF ₄

ค. Thermal conductivity detector (TCD) เทอร์มัลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์ประกอบด้วยใยเส้นลวด (filament) ที่ทนความร้อนอยู่ตรงกลางหลอดเล็ก ๆ หรือแท่งโลหะที่ก๊าซต้องผ่านเข้าไป ใยเส้นลวดจะถูกทำให้ร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า เมื่อผ่านสารที่ถูกแยกพร้อมก๊าซตัวพาไปยังเส้นลวด มันจะเป็นตัวนำความร้อนออกจากใยเส้นลวด ทำให้ความร้อนของใยเส้นลวดเปลี่ยนแปลงเมื่อปรับความร้อนของใยเส้นลวดให้เท่าเดิม โดยปรับความต้านทานของวงจรไฟฟ้า จะทำให้เกิดสัญญาณส่งเข้าเครื่องบันทึกผล (Recorder) ซึ่งขนาดของสัญญาณจะสัมพันธ์กับปริมาณของสารตัวอย่างนั่นเอง ลักษณะของเทอร์มัลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์แสดงไว้ในรูปที่ 9.15



รูปที่ 9.15 เทอร์มัลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์

เนื่องจากดีเทคเตอร์ชนิดนี้ เป็นชนิดหนึ่งทีวัดค่าการนำความร้อนของก๊าซ ดังนั้นจึงเป็นสิ่งจำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องรักษาให้ผนังของเครื่องดีเทคเตอร์มีอุณหภูมิคงที่เสมอ ซึ่งจะทำให้ทำการวิเคราะห์ทางการหาปริมาณได้ผลถูกต้อง ตารางที่ 9.7 เป็นตารางแสดงค่าการนำความร้อน (Thermal conductivity) ของไอของสารชนิดต่าง ๆ จากตารางจะเห็นว่าก๊าซไฮโดรเจน และฮีเลียมมีค่าการนำความร้อนสูงกว่าสารประกอบอินทรีย์ต่าง ๆ มาก ดังนั้นควรใช้ก๊าซไฮโดรเจนหรือฮีเลียม เป็นก๊าซตัวพาผ่านไปในเครื่องก่อนจนกระทั่งอุณหภูมิของดีเทคเตอร์คงที่ หลังจากอีลูทสารตัวอย่างต่าง ๆ ที่เป็นสารอินทรีย์ออกจากคอลัมน์เข้าดีเทคเตอร์จะปรากฏว่า การนำความร้อนของก๊าซออกจากใยเส้นลวดจะลดลง ทำให้ใยเส้นลวดมีอุณหภูมิสูงขึ้น วงจรไฟฟ้าจะไม่สมดุลเกิดการปรับใหม่เพื่อให้ความร้อนของใยเส้นลวดเท่าเดิม จึงทำให้เกิดเป็นสัญญาณไปยังเครื่องบันทึก แต่ถ้าใช้ในโตรเจนเป็นก๊าซตัวพาจะทำให้ความไวลดลง เพราะค่าการนำความร้อนของไนโตรเจนใกล้เคียงกับสารตัวอย่างมาก

ตารางที่ 9.7 ค่าการนำความร้อนของไอของสารบางตัวที่อุณหภูมิ 100° C

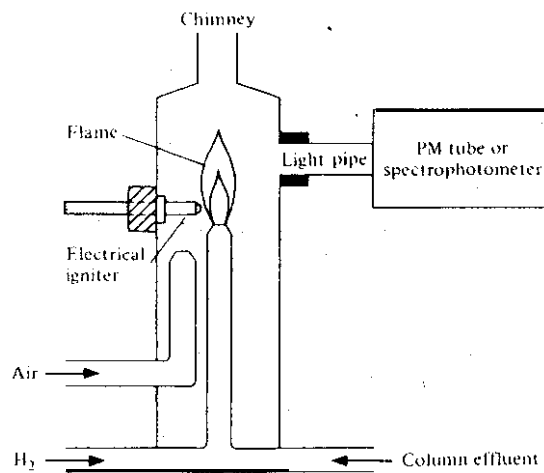
Substance	$k \times 10^5$ cal/°C/mole	RMR ^a
Hydrogen, H ₂ (Mol. Wt. = 2)	53.4	—
Helium, He (At. Wt. = 4)	41.6	
Methane, CH ₄ (Mol. Wt. = 16)	10.9	36
Nitrogen, N ₂ (Mol. Wt. = 28)	7.5	42
Ethane, C ₂ H ₆ (Mol. Wt. = 30)	7.3	51
Propane, C ₃ H ₈ (Mol. Wt. = 44)	6.3	65
Ethyl propyl ether, C ₂ H ₅ OC ₃ H ₇ (Mol. Wt. = 88)	5.4	121
Carbon dioxide, CO ₂ (Mol. Wt. = 44)	5.3	48
Ethanol, C ₂ H ₅ OH (Mol. Wt. = 46)	5.3	72
Argon, Ar (At. Wt. = 40)	5.2	42
n-Hexane, C ₆ H ₁₄ (Mol. Wt. = 86)	5.0	123
Benzene, C ₆ H ₆ (Mol. Wt. = 78)	4.4	100
Ethyl acetate, CH ₃ COOC ₂ H ₅ (Mol. Wt. = 88)	4.1	111
Carbon tetrachloride, CCl ₄ (Mol. Wt. = 154)	2.2	108

^aRMR—Relative molar response with helium as carrier gas, Benzene = 100.

^bRWR—Relative weight response = RMR/Mol. Wt.

[From W.A. Dietz, J. Gas Chromatog., 5, 68 (1967).]

ง) Flame photometric detector (FPD) ดีเทคเตอร์ชนิดนี้ให้ก๊าซไฮโดรเจน ทำให้เกิดเปลวไฟเช่นเดียวกับ FID แทนที่จะวัดปริมาณไอออนของสารตัวอย่างที่เกิดไอออนใน FPD จะใช้หลอด photomultiplier วัดปริมาณแสงที่ถูกปล่อยออกมาในเปลวไฟเมื่อไอออนของสารตัวอย่างเข้าไปในเปลวไฟ ตามปกติ FPD จะใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบที่มีซัลเฟอร์หรือฟอสฟอรัส หรือสารประกอบจำพวก organometallic ที่มีอะตอมของโลหะที่สามารถถูก excited ในเปลวไฟของไฮโดรเจนได้ หรือสารประกอบที่มีอะตอมของฮาโลเจน FPD มีข้อดีคือสามารถเลือกวัดแสงที่ปล่อยออกมาได้อย่างเฉพาะเจาะจงสำหรับไอออนแต่ละชนิด เพราะสามารถเลือกความยาวคลื่นของ photomultiplier ให้ตรงกับความยาวคลื่นของไอออนชนิดนั้น ๆ FPD มีประโยชน์มากสำหรับการวิเคราะห์สารตัวอย่างในสภาพแวดล้อมที่เป็นพิษ เช่น หาปริมาณของสารประกอบซัลเฟอร์ที่ทำให้สภาพแวดล้อมเป็นพิษ ลักษณะของเครื่องดีเทคเตอร์ FPD แสดงไว้ในรูปที่ 9.16

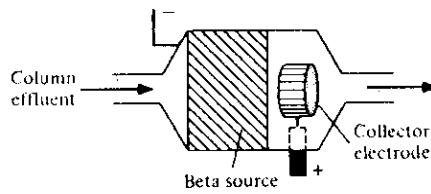


รูปที่ 9.16 Flame photometric detector

จ. Electron Capture Detector (ECD) หลักการของดีเทคเตอร์ชนิดนี้ คือ ก๊าซตัวพาที่ออกจากคอลัมน์เข้าดีเทคเตอร์จะถูกทำให้เกิดการไอออนด้วยรังสีเบต้า (β) ที่เกิดจากสารกัมมันตภาพรังสี เช่น ^3H หรือ ^{63}Ni หรือ ^{55}Fe จากการไอออนจะทำให้เกิด

อิเล็กตรอนและอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นนี้จะวิ่งไปที่ขั้วสะสม (Collector electrode) ทำให้เกิดความต่างศักย์ระหว่างขั้วทั้งสอง และยังมีอิเล็กตรอนเหลืออยู่อีกจำนวนหนึ่งเป็น electron cloud ทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้นเมื่อมีสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์เข้าไปในดีเทคเตอร์ โมเลกุลของสารตัวอย่างจะดูดกลืนอิเล็กตรอนไว้ได้จำนวนหนึ่งตามปริมาณของสารตัวอย่าง ทำให้กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากอิเล็กตรอนลดลง ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้จะทำให้เกิดเป็นสัญญาณส่งไปยังเครื่องบันทึก

ก๊าซตัวพาที่เหมาะสมสำหรับ ECD คือไนโตรเจน หรืออาร์กอน + 10% มีเทน ความไวของเครื่องขึ้นอยู่กับอัตราการไหลของก๊าซตัวพาซึ่งจะทำให้เกิด electron cloud และอุณหภูมิของดีเทคเตอร์เนื่องจากก๊าซออกซิเจนและน้ำเป็นสารที่ดูดกลืนอิเล็กตรอนได้ ดังนั้น ถ้าก๊าซตัวพามีน้ำหรือออกซิเจนปนอยู่จะทำให้ความไวของเครื่องดีเทคเตอร์ลดลง ลักษณะของดีเทคเตอร์ ECD แสดงไว้ในรูปที่ 9.17



รูปที่ 9.17 Electron-capture detector (ECD)

ECD เป็นดีเทคเตอร์ที่ไวต่อสารประกอบอินทรีย์ที่มีอะตอมของธาตุที่มี electronegativity สูง เช่น ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส ออกซิเจน และฮาโลเจน ECD เป็นดีเทคเตอร์ที่ใช้ได้ดีสำหรับงานวิเคราะห์สารจำพวกยาฆ่าแมลง สารประกอบอินทรีย์ที่มีตะกั่วและพวก polychlorinatedbiphenyl (PCBs) ECD ไม่สามารถใช้วิเคราะห์สารไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวได้ สารประกอบที่ไม่สามารถใช้กับดีเทคเตอร์ FID และ TCD สามารถนำมาใช้กับ ECD ได้ผล

จ) ดีเทคเตอร์ชนิดอื่น ๆ ยังมีดีเทคเตอร์ชนิดอื่น ๆ อีกนอกเหนือจากที่กล่าวมา ซึ่งได้ผลผลิตขึ้นมาสำหรับใช้กับงานเฉพาะอย่างหรือเป็นดีเทคเตอร์ที่ดัดแปลงแก้ไขมาจากดีเทคเตอร์ที่กล่าวมาแล้วเพื่อให้มีความไวสูงขึ้นสำหรับงานเฉพาะอย่างที่ต้องการ เช่น

ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส ดีเทคเตอร์ (Nitrogen-phosphorus detector, NPD) ดีเทคเตอร์ชนิดนี้ ได้ดัดแปลงมาจากดีเทคเตอร์ชนิด FID เพื่อให้มีความไวต่อสารประกอบที่มีไนโตรเจน และฟอสฟอรัสเท่านั้น ดีเทคเตอร์ NPD นี้จะมีเกลืออัลคาไลเฮไลด์ (alkali-halide salt) วาง อยู่เหนือเปลวไฟ เกลืออัลคาไลด์จะมีผลทำให้ความไวของดีเทคเตอร์ที่มีต่อสารประกอบ ของไนโตรเจนและฟอสฟอรัสสูงขึ้น เกลืออัลคาไลเฮไลด์ ที่ใช้มีหลายชนิดถ้าเปลี่ยนชนิด ของเกลือก็ทำให้ความไวเปลี่ยนไป

การพิจารณาว่าควรเลือกใช้ดีเทคเตอร์ชนิดใดนั้นขึ้นอยู่กับชนิดของสารและ ความไวของดีเทคเตอร์ ดีเทคเตอร์แต่ละชนิดเหมาะสำหรับวิเคราะห์สารแต่ละอย่างไม่ เหมือนกัน ต้องเลือกใช้ให้ตรงตามความสามารถของมัน อย่างไรก็ตามเราสามารถสรุป ได้ว่า ดีเทคเตอร์ที่ดีต้องมีคุณสมบัติดังต่อไปนี้ คือ

1. เสียงรบกวนที่เกิดขึ้นควรมีน้อยมาก (Low noise level)
2. มีความไวสูง (High sensitivity) และควรวัดต่อไอของสารทุกชนิด
3. มีความรู้สึกต่อสารบางอย่างรวดเร็ว แม้ว่ามีปริมาณน้อย (Rapid response)

ในการอีลูทสารออกจากคอลัมน์ สารที่ออกจากคอลัมน์จะค่อย ๆ ออกมาทีละน้อยจนถึง มาก แล้วลดน้อยลงอีกทำให้เกิดเป็นพีค ดังนั้นดีเทคเตอร์ต้องรู้สึกหรือติดตามการเปลี่ยนแปลง ปริมาณของสารเหล่านั้นได้ดี จึงจะทำให้การแยกเกิดขึ้นได้ดี

4. ผลที่ได้จากเครื่องดีเทคเตอร์จะต้องเหมือนกันทุกครั้งเมื่อใช้สารตัวอย่าง ชนิดเดียวกัน (high reproducibility)

5. ไม่ไวต่อการเปลี่ยนแปลงความดันของก๊าซตัวพา หรืออุณหภูมิและไม่เกิด ปฏิกริยาต่อก๊าซตัวพา

6. ไม่ทำลายหรือเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของสารที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งมีความ สำคัญมาก ถ้าต้องการเก็บสารที่แยกได้นี้ไปทำการวิเคราะห์ต่อไป

7. ราคาถูก

ยังไม่มีดีเทคเตอร์ชนิดใดที่มีคุณสมบัติครบถ้วนทุกข้อตามที่กล่าวมาข้างต้น ดังนั้น การเลือกใช้ควรพิจารณาดีเทคเตอร์ที่มีคุณสมบัติที่ดีมากที่สุด ซึ่งนิยมใช้กัน 2 ชนิด คือ TCD และ FID

เปรียบเทียบ GSC กับ GLC (Comparison of GSC and GLC)

ถึงแม้ว่าทั้งสองเทคนิคจะมีวิธีการที่คล้ายคลึงกันเกือบทั้งหมด จะแตกต่างกันเฉพาะวัสดุที่ใช้บรรจุในคอลัมน์เท่านั้น ก็ยังพบว่าเทคนิคทั้งสองให้ผลที่มีประโยชน์ได้แตกต่างกัน ซึ่งเปรียบเทียบกันได้ดังต่อไปนี้

1. ใน GSC ค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจาย (K_d) จะสัมพันธ์กับจำนวนของสารตัวอย่างที่ถูกดูดซับต่อหนึ่งหน่วยของพื้นที่ผิวทั้งหมดหรือต่อหนึ่งกรัมของของแข็งที่เป็นตัวดูดซับ หากด้วยความเข้มข้นของสารตัวอย่างหรือความดันของสารตัวอย่างในเฟสของก๊าซที่เคลื่อนที่ ซึ่งพบว่ามีความมากกว่าค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจายใน GLC ดังนั้น ค่ารีเทนชันใหม่ในการทำ GSC จะมีค่ามากกว่าการทำ GLC ดังนั้น GSC จึงมีประโยชน์สำหรับการแยกที่ถูกดูดซับไว้ในเฟสของเหลวได้น้อย เช่น อากาศ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ คาร์บอนไดซัลไฟด์ ไนโตรเจนออกไซด์ คาร์บอนมอนอกไซด์ และคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นต้น

2. ในคอลัมน์ของ GSC สามารถใช้อุณหภูมิได้สูงกว่า GLC เพราะมีเฟสที่อยู่กับที่เป็นของแข็ง โอกาสที่จะระเหยกลายเป็นไอเกิดยากมาก เมื่อ GSC สามารถใช้อุณหภูมิสูงได้จะมีผลทำให้รีเทนชันใหม่ที่ได้นั้นต่ำกว่า แต่อย่างไรก็ตามอุณหภูมิที่ใช้ต้องไม่สูงจนเกินไป เพราะอาจทำให้สารตัวอย่างสลายตัวได้หรือส่วนประกอบอื่น ๆ ของเครื่องมือเสียหายได้

3. การดูดซับสารตัวอย่างที่เฟสของแข็งมีลักษณะเป็นเคอร์ฟที่เรียกว่า adsorption isotherm คือการดูดซับจะขึ้นอยู่กับปริมาณความเข้มข้นของสารตัวอย่างแบบเส้นตรงที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ ถ้าสารตัวอย่างมีความเข้มข้นน้อยก็จะถูกดูดซับได้น้อย ถ้ามีความเข้มข้นมากจะถูกดูดซับได้มาก แต่ถ้าความเข้มข้นของสารตัวอย่างเพิ่มขึ้นสูงถึงค่าหนึ่งการดูดซับจะไม่ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นแล้วการดูดซับจะคงที่ ทำให้ค่า K_d ไม่แปรผันตามอัตราส่วนของความเข้มข้นของสารตัวอย่างระหว่างเฟสทั้งสอง ดังนั้นการทำ GSC สามารถใช้สารตัวอย่างปริมาณน้อย ๆ ได้ดีกว่า

4. ของแข็งที่ใช้เป็นตัวดูดซับใน GSC มักมีพื้นที่ผิวประมาณ $100 \text{ m}^2/\text{g}$ ซึ่งประมาณได้เป็น 100 เท่าของของแข็งซัพพอร์ทที่ใช้ใน GLC ของแข็งที่มีพื้นที่ผิวมาก ตามปกติจะมีผลต่อตัวเร่ง ซึ่งอาจทำให้สารตัวอย่างเกิดปฏิกิริยาเคมีบางอย่างในคอลัมน์ และอาจทำให้การดูดซับที่เฟสของแข็งนั้นผันกลับไม่ได้ ผลที่ได้จึงอาจผิดพลาดขึ้นได้

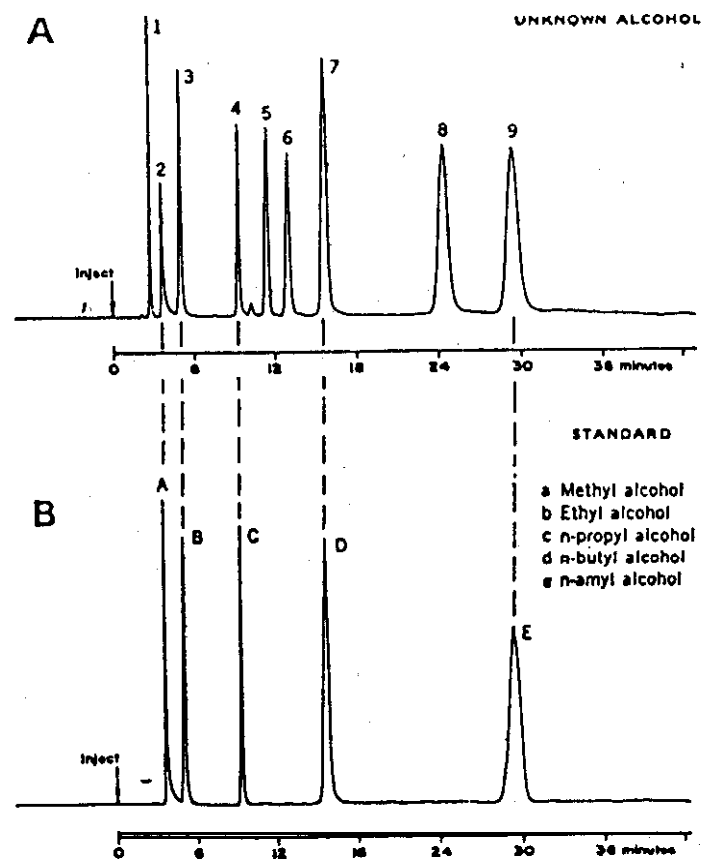
5. เป็นการยากที่จะทำให้พื้นที่ผิวของของแข็งมีสภาพเหมือนกันหมดทุกส่วนได้ เพราะขนาดและรูปร่างของของแข็งแต่ละส่วนแตกต่างกัน ซึ่งเป็นเหตุให้ค่ารีเทนชันของสารชนิดเดียวกัน เมื่อทำการทดลองหลาย ๆ ครั้งให้ผลที่ได้แต่ละครั้งไม่เหมือนกัน อาจแตกต่างกันเล็กน้อย ทำให้การคำนวณใน GSC เป็นการคำนวณที่ได้ผลอย่างประมาณ

การประยุกต์ใช้ในทางการวิเคราะห์

วิธีก๊าซโครมาโตกราฟีสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในทางการวิเคราะห์ได้ทั้งสองแบบ คือ การวิเคราะห์ทางคุณภาพ (Qualitative analysis) และการวิเคราะห์ทางปริมาณ (Quantitative analysis) ซึ่งทั้งสองวิธีมีหลักการดังต่อไปนี้

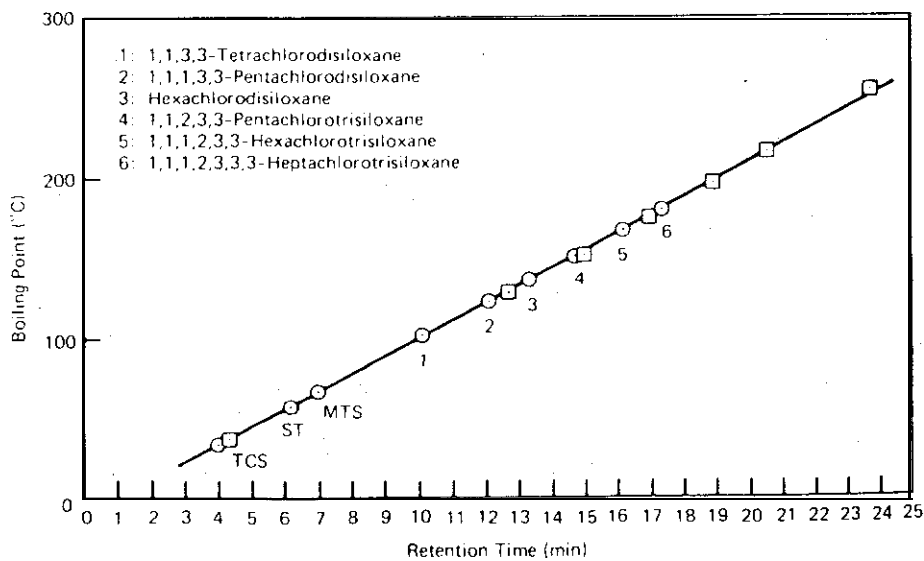
การวิเคราะห์ทางคุณภาพ (Qualitative analysis) การวิเคราะห์สามารถทำได้โดยเปรียบเทียบค่ารีเทนชันไทม์หรือรีเทนชันโวลูมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ทราบค่ารีเทนชันแล้ว การเปรียบเทียบสามารถทำได้เมื่อสภาวะการทดลองเหมือนกันทุกประการ ในทางปฏิบัติสามารถทำได้โดยทำโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างก่อน จากนั้นนำสารตัวอย่างใส่ผสมกับสารที่ทราบว่าคืออะไร แล้วทำโครมาโตแกรม ถ้าโครมาโตแกรมที่ได้มีพีคเดียวซ้อนกันและมีขนาดใหญ่ขึ้น แสดงว่าสารตัวอย่างและสารมาตรฐานคือตัวเดียวกัน แต่เนื่องจากมีสารหลายตัวที่มีค่ารีเทนชันไทม์ใกล้เคียง ๆ กัน ดังนั้นเพื่อยืนยันการวิเคราะห์ว่าถูกต้องควรทำการทดลองโดยเปลี่ยนชนิดของคอลัมน์ 2 อัน หรือมากกว่า ถ้าเป็นสารชนิดเดียวกันไม่ว่าจะเปลี่ยนคอลัมน์เป็นชนิดใดก็ตามโครมาโตแกรมที่ได้จะมีอยู่พีคเดียวเท่านั้น โอกาสที่สาร 2 ชนิดที่ต่างกันเมื่อนำมาทำโครมาโตแกรมด้วยคอลัมน์มากกว่า 1 ชนิด จะให้พีคที่ซ้อนกันและเหมือนกันทุกครั้งนั้นเป็นไปได้ยากมาก การวิเคราะห์คุณภาพด้วยวิธีนี้เราต้องมีข้อคิดอยู่แล้วว่าสารที่มีอยู่นั้นควรจะเป็นอะไรจึงจะทำให้เลือกใช้สารมาตรฐานได้ถูกต้อง การวิเคราะห์จึงเป็นในลักษณะที่เป็นการยืนยันว่าสารตัวอย่างที่มีอยู่ใช้สารตัวอย่างที่เราสงสัยหรือไม่ ถ้าเราไม่มีข้อมูลหรือเดาไม่ได้เลยว่าจะเลือกสารอะไรเป็นสารมาตรฐาน การวิเคราะห์โดยเปรียบเทียบค่ารีเทนชันไทม์หรือรีเทนชันโวลูมสามารถทำได้อีกแบบหนึ่งผ่านสารมาตรฐานผสมหลาย ๆ ชนิดลงไปในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี แล้วบันทึกโครมาโตแกรม จากนั้นทำโครมาโตแกรมของสาร

ตัวอย่างซึ่งอาจเป็นสารผสมของสารหลาย ๆ ตัวก็ได้ โดยทำการทดลองที่สภาวะเดียวกันทุกประการ จากโครมาโตแกรมของสารมาตรฐานกับสารตัวอย่างสามารถเทียบกันได้ว่าสารตัวอย่างคืออะไรในการเลือกใช้กลุ่มของสารมาตรฐาน เราต้องทราบมาก่อนว่าสารตัวอย่างเป็นสารอะไร เช่น สารตัวอย่างเป็นพวกแอลกอฮอล์ แต่ไม่ทราบว่าเป็นชนิดไหน การทดลองจึงทำได้โดยใช้สารมาตรฐานที่เป็นกลุ่มของแอลกอฮอล์ที่มีคาร์บอนต่าง ๆ กัน ทำโครมาโตแกรมเทียบกับของสารตัวอย่าง จากพีคที่ได้สามารถชี้ได้ว่าสารตัวอย่างคืออะไร ดังแสดงในรูปที่ 9.18



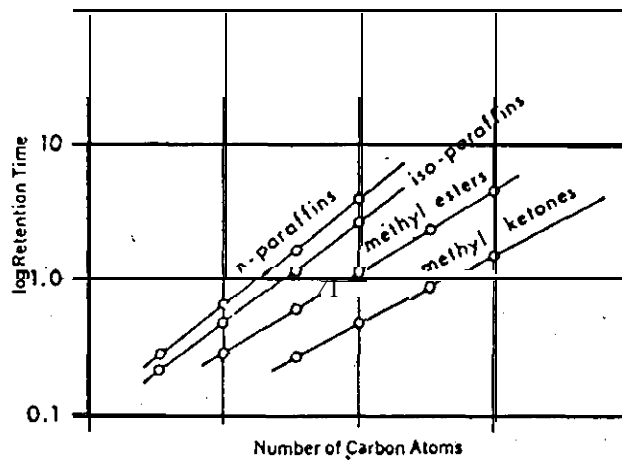
รูปที่ 9.18 การเปรียบเทียบโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐาน

จากการควบคุมให้มีสภาวะต่าง ๆ ในการทดลองคงที่ตามที่กล่าวมาจะได้รีเทนชันไทม์ของสารแต่ละตัวคงที่ ซึ่งรีเทนชันไทม์ของสารแต่ละตัวจะมีค่าอย่างไรนั้นขึ้นอยู่กับจุดเดือดของสาร สารที่มีจุดเดือดต่ำจะมีรีเทนชันไทม์น้อยกว่าสารที่มีจุดเดือดสูง แสดงว่าค่ารีเทนชันไทม์จะมีความสัมพันธ์แบบเป็นเส้นตรงกับจุดเดือดของสาร ดังแสดงในรูปที่ 9.19 จุดเดือดของสารแต่ละชนิดจะมีค่าอย่างไรนั้นขึ้นอยู่กับจำนวนคาร์บอน หรือ หมู่ $-CH_2-$ ในสารประกอบนั้น ถ้าจำนวนคาร์บอนน้อยจุดเดือดจะต่ำ ถ้าจำนวนคาร์บอนมากจุดเดือดจะสูง แต่ความสัมพันธ์นั้นไม่เป็นเส้นตรง เมื่อสร้างกราฟโดยการพลอตระหว่างจำนวนคาร์บอนกับค่าล็อกของรีเทนชันไทม์ จึงจะได้กราฟที่เป็นเส้นตรง ดังแสดงในรูปที่ 9.20 ดังนั้นถ้าหาค่าล็อกรีเทนชันไทม์ของสารตัวอย่างได้แล้วนำมาอ่านค่าในกราฟเมื่อความีจำนวนคาร์บอนเท่าใด ก็อาจบอกได้ว่าสารตัวอย่างนั้นคืออะไร



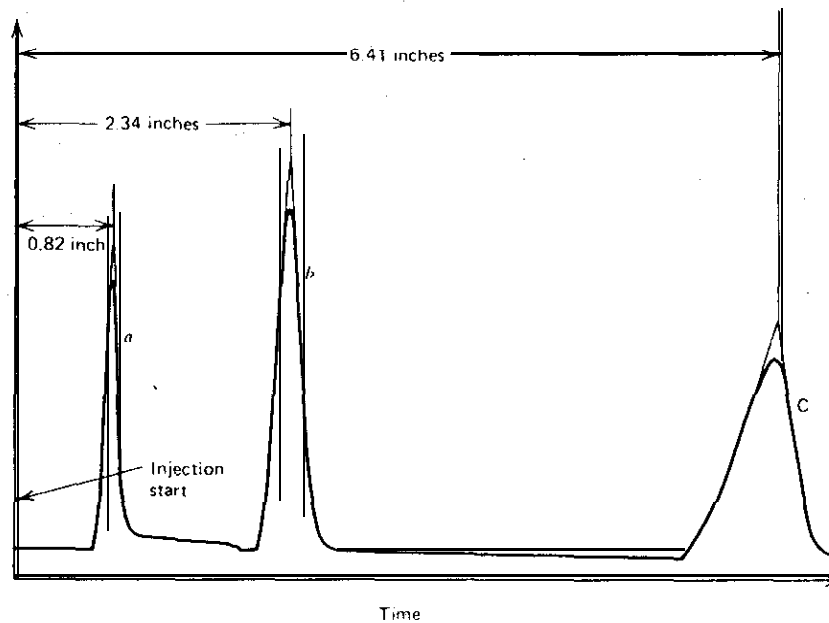
รูปที่ 9.19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า retention time กับจุดเดือด

- ☐ คือ n-alkane
- คือ Silanes และ Siloxanes
- TCS คือ trichlorosilane
- ST คือ Silicon tetrachloride
- MTS คือ methyl trichlorosilane



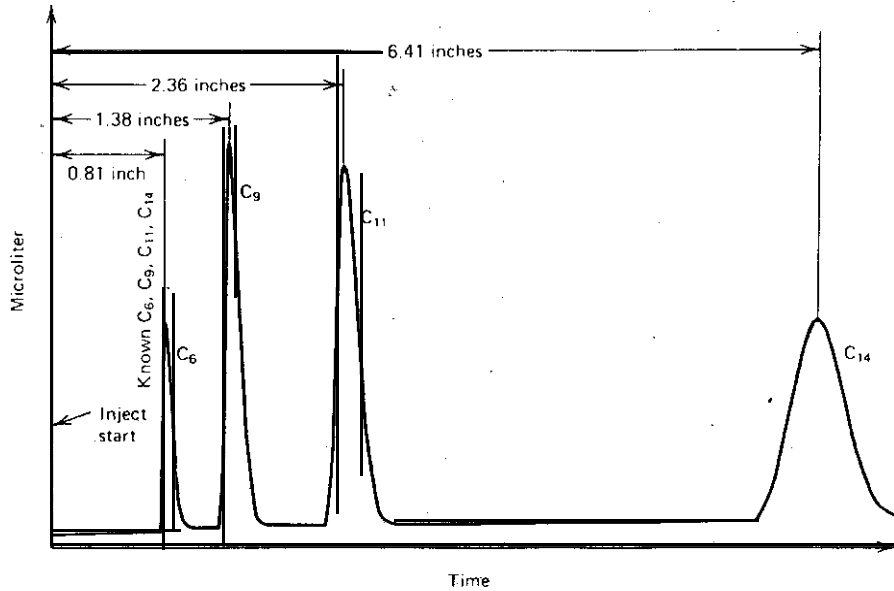
รูปที่ 9.20 แสดงการพลอตระหว่างค่าล็อกรีเทนชันไทม์กับจำนวนอะตอมของคาร์บอนสำหรับสารกลุ่มต่าง ๆ

ตัวอย่างที่ 9.12 สารตัวอย่างผสมของสารจำพวกไฮโดรคาร์บอนเชนตรง (Straight-chain hydrocarbon) ถูกนำมาวิเคราะห์โดยวิธีก๊าซโครมาโตกราฟี เพื่อหาว่าสารตัวอย่างประกอบด้วยสารอะไรบ้าง โครมาโตแกรมที่ได้มีลักษณะดังแสดงในรูปข้างล่างนี้



โครมาโตแกรมของสารตัวอย่าง

จากนั้นนักวิเคราะห์ก็ได้เตรียมสารมาตรฐานซึ่งเป็นสารผสมของ n-hexane, n-nonane, n-undecane และ n-tetradecane ขึ้นแล้วนำมาทำโครมาโตแกรม ภายใต้สภาวะเดียวกับสารตัวอย่าง คือใช้คอลัมน์ชนิดนอนโพลาร์ อัตราการไหลของก๊าซฮีเลียมเท่ากับ 22 ลบ.ซม./นาที โครมาโตแกรมที่ได้มีลักษณะดังแสดงในรูปข้างล่าง



โครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน

จากโครมาโตแกรมที่ได้ 2 ชุดนี้ ท่านคิดว่าสารตัวอย่างผสมที่มีอยู่คืออะไร
วิธีทำ เนื่องจากระยะทางที่ได้จากการเคลื่อนที่ของกระดาษ (มีหน่วยเป็นนิ้ว) จะสัมพันธ์โดยตรงกับเวลาที่ใช้ในการอีลูทสาร ดังนั้นสามารถวัดค่ารีเทนชันไทม์เป็นหน่วยของระยะทางของกระดาษได้ เมื่อวัดระยะทางของโครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากรูปจะได้ข้อมูลดังนี้

สารมาตรฐาน	ระยะรีเทนชัน (นิ้ว)
n-hexane (C ₆)	0.81
n-nonane (C ₉)	1.58
n-undecane (C ₁₁)	2.36
n-tetradecane (C ₁₄)	6.41

จากนั้นวัดโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างจากรูปเช่นกันจะได้ข้อมูลดังนี้

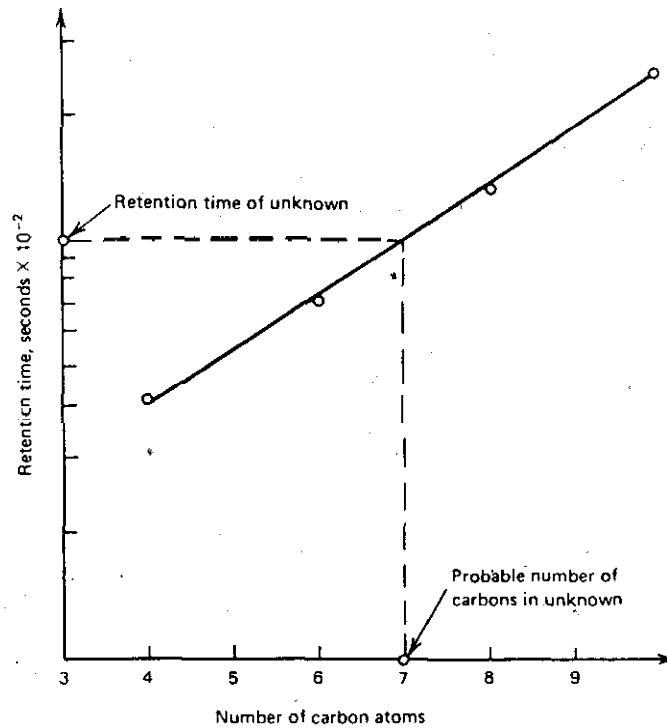
สารตัวอย่าง	ระยะรีเทนชัน (นั้ว)	พิสูจน์ได้ว่าสารตัวอย่างอาจเป็น
a	0.82	n-hexane (มาตรฐาน = 0.81)
b	2.34	n-undecane (มาตรฐาน = 2.36)
c	6.41	n-tetradecane (มาตรฐาน = 6.41)

ตัวอย่างที่ 9.13 แอลกอฮอล์ชนิดเชนตรง ถูกนำมาวิเคราะห์โดยใช้คอลัมน์คาร์โบแวก (carbowax) รีเทนชันไทม์ที่ได้มีค่าดังนี้

สาร	รีเทนชันไทม์ (วินาที)
n-butyl alcohol $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OH}$	42
n-Hexyl alcohol $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{OH}$	73
n-Octylalcohol $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{OH}$	135
n-Decylalcohol $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{OH}$	250

สารตัวอย่างที่มีเพียงชนิดเดียวทราบเพียงแต่ว่าเป็นแอลกอฮอล์ชนิดเชนตรง ถูกนำมาวิเคราะห์โดยใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกัน และสภาวะแบบเดียวกันกับสารมาตรฐาน ได้ค่ารีเทนชันไทม์เท่ากับ 100 วินาที จงหาว่าสารตัวอย่างนั้นคืออะไร

วิธีทำ ผลอดกราฟระหว่างค่าลือกรีเทนชันใหม่กับจำนวนอะตอมของคาร์บอนจะได้กราฟดังแสดงในรูปข้างล่างนี้



จากกราฟอ่านได้ว่า สารตัวอย่างมีจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 7 นั่นคือ สารตัวอย่าง คือ n-heptyl alcohol.

การวิเคราะห์คุณภาพโดยวิธีก๊าซโครมาโตกราฟีสามารถทำได้อีกแบบหนึ่ง คือ ต่อเครื่องมือก๊าซโครมาโตกราฟีเข้ากับเครื่องมือชนิดอื่นที่สามารถใช้ในการวิเคราะห์ทางคุณภาพได้ดี เช่น ต่อเข้ากับเครื่อง mass spectrophotometer Infrared spectrophotometer และ nuclear magnetic resonance spectrophotometer เมื่อสารตัวอย่างถูกแยกด้วยเครื่อง ก๊าซโครมาโตกราฟีแล้วเข้ามายังเครื่องวิเคราะห์คุณภาพแบบต่าง ๆ ที่กล่าวมาแล้วนี้ จะทำให้สามารถวิเคราะห์ได้ว่าสารตัวอย่างนั้น ๆ คืออะไรได้โดยไม่ต้องหาสารมาตรฐาน มาเปรียบเทียบในลักษณะนี้ ก๊าซโครมาโตกราฟีจะทำหน้าที่เป็นเพียงตัวแยกสารเท่านั้น เครื่องมือที่มีส่วนประกอบของก๊าซโครมาโตกราฟีร่วมกับเครื่องมือ เช่น mass spectrophotometer จะมีราคาแพงกว่าเครื่องมือก๊าซโครมาโตกราฟีเพียงอย่างเดียวมาก

ในกรณีที่สารมาตรฐานและสารตัวอย่างถูกนำมาวิเคราะห์ในสภาวะการทดลองที่แตกต่างกัน เช่น ทำคนละวัน ใช้อัตราการไหลของก๊าซตัวพาต่างกัน ขนาดของคอลัมน์ต่างกัน ใช้เครื่องมือคนละชุด หรืออื่น ๆ พบว่าวิธีวิเคราะห์โดยการเปรียบเทียบ คาร์เทเนชันไทม์ หรือรีเทนชันโวลูมิ์ใช้ไม่ได้ การเปรียบเทียบกันต้องใช้คาร์เทเนชันจำเพาะ (V_R) ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 9.52 และ 9.53 หรือคาร์เลทีฟรีเทนชัน (α) ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 9.15 นอกจากนี้ยังสามารถใช้คาร์เทเนชันอินเด็กส์ (retention index, I) ได้ด้วย

คาร์เทเนชันอินเด็กส์ พิสูจน์ได้โดยนักวิทยาศาสตร์ชื่อ Kovats ซึ่งใช้เป็นค่าสำหรับการวิเคราะห์ทางคุณภาพได้ รีเทนชันอินเด็กส์คือค่าที่ขึ้นอยู่กับเปรียบเทียบระหว่างตำแหน่งของพีคที่ต้องการวิเคราะห์ กับพีคของสารพาราฟิน (paraffin) หรือไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว ตั้งแต่ 2 ชนิด ซึ่งถูกอีลูทก่อนและหลังสารตัวอย่าง คาร์เทเนชันอินเด็กส์ สำหรับพาราฟินธรรมดา (normal paraffin) จะมีค่าเป็น 100 เท่าของจำนวนคาร์บอนในสารประกอบ นั่นคือ คาร์เทเนชันอินเด็กส์ (I) ของสาร n-pentane จะมีค่าเท่ากับ 500 และ n-octane มีค่าเท่ากับ 800 จากผลที่แสดงแล้วในตอนต้นว่าการพลอตกราฟระหว่างค่าลอกรีเทนชันไทม์กับจำนวนคาร์บอนเป็นเส้นตรง ในเมื่อจำนวนคาร์บอนสัมพันธ์กับคาร์เทเนชันอินเด็กส์ ดังนั้นถ้าพลอตระหว่างคาร์เทเนชันไทม์เทียบกับคาร์เทเนชันอินเด็กส์ของ n-paraffin จะได้กราฟเป็นเส้นตรงเช่นกัน

คาร์เทเนชันอินเด็กส์ของสารใด ๆ (x) มีค่าตามสมการที่ 9.66 ดังนี้ คือ

$$I_x = 100 \left[\frac{\log(t'_R)_x - \log(t'_R)_n}{\log(t'_R)_{n+1} - \log(t'_R)_n} \right] + 100n \quad (9.66)$$

t'_R คือรีเทนชันไทม์ของสารที่แก้ไขแล้ว โดยหักคาร์เทเนชันไทม์ของตัวพา (t_m) ออกจากคาร์เทเนชันไทม์ของสารที่วัดได้

$$t'_R = t_R - t_m$$

$(t'_R)_x$ คือรีเทนชันไทม์ที่แก้ไขแล้วของสารที่สนใจ (x)

$(t'_R)_n$ คือรีเทนชันไทม์ที่แก้ไขแล้วของสารพาราฟินที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากับ n ตัว

$(t'_R)_{n+1}$ คือรีเทนชันไทม์ที่แก้ไขแล้วของสารพาราฟินที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากับ n + 1 ตัว

สามารถใช้ค่ารีเทนชันโวลูมหรือรีเลทีฟรีเทนชันแทนในสมการที่ 9.66 ได้ นั่นคือ

$$I_x = 100 \left[\frac{\log(V_R)_x - \log(V_R)_n}{\log(V_R)_{n+1} - \log(V_R)_n} \right] + 100n \quad \dots\dots (9.67)$$

หรือ
$$I_x = 100 \left[\frac{\log \alpha_{x,n}}{\log \alpha_{n+1,n}} \right] + 100n \quad \dots\dots (9.68)$$

เมื่อ V_R' คือ adjusted retention volume ซึ่งมีค่าเท่ากับ $V_R - V_m$

$\alpha_{x,n}$ คือ รีเลทีฟรีเทนชันของสาร x เมื่อเปรียบเทียบกับสารพาราฟินที่มีคาร์บอน n ตัว

$$\alpha_{x,n} = \frac{(t_R')_x}{(t_R')_n}$$

$\alpha_{n+1,n}$ คือรีเลทีฟรีเทนชันของสารพาราฟินที่มีคาร์บอน n+1 ตัว

เมื่อเปรียบเทียบกับสารพาราฟินที่มีคาร์บอน n ตัว

$$\alpha_{n+1,n} = \frac{(t_R')_{n+1}}{(t_R')_n}$$

ค่ารีเทนชันอินเด็กซ์ที่หาได้จากสมการที่ 9.66 หรือ 9.67 หรือ 9.68 จะเป็นตัวชี้บอกได้ว่าสารตัวอย่างนั้นคืออะไร

ตัวอย่างที่ 9.14 ข้อมูลในการทำ GLC ที่อุณหภูมิคงที่ แสดงไว้ในตารางข้างล่างนี้ จงคำนวณหารีเทนชันอินเด็กซ์จากสมการของ Kovats สำหรับสารตัวอย่าง

สารประกอบ	รีเทนชันไทม์ (นาที)
air	0.22
n-Hexane (C ₆ H ₁₄)	4.13
Sample	5.20
n-Heptane	6.35

วิธีทำ

$$t_m = t_{air} = 0.22 \text{ นาที}$$

$$n = 6 \text{ (ของ n-hexane)}$$

$$\therefore (t'_R)_x = 5.20 - 0.22 = 4.98$$

$$(t'_R)_n = 4.13 - 0.22 = 3.91$$

$$(t'_R)_{n+1} = 6.35 - 0.22 = 6.13$$

จากสมการที่ 9.66 จะได้

$$I_x = 100 \left[\frac{\log 4.98 - \log 3.91}{\log 6.13 - \log 3.91} \right] + 100 \times 6$$

$$= 100 \left[\log \frac{4.98}{3.91} / \log \frac{6.13}{3.91} \right] + 600$$

$$= 653.8$$

นั่นคือ สารตัวอย่างมีค่ารีเทนชันอินเดกซ์เท่ากับ 653.8 เราอาจบอกได้เพียงคร่าว ๆ ว่า สารตัวอย่างมีจำนวนคาร์บอนอยู่ระหว่าง 6 กับ 7 แต่บอกเฉพาะเจาะจงไม่ได้ว่าเป็นสารอะไร เราต้องหาสารที่มีจำนวนคาร์บอนระหว่าง 6 กับ 7 ที่เราสงสัยว่าน่าจะเป็นสารตัวอย่างนำมาทำโครมาโตแกรมพร้อมสารตัวอย่าง ถ้าได้พีกซ้อนกันทุกครั้งไม่ว่าจะเปลี่ยนเป็นคอลัมน์แบบใดก็ตาม ก็สรุปได้ว่าสารตัวอย่างนั้นคืออะไร

ตัวอย่างที่ 9.15 จากข้อมูลต่อไปนี้ จงคำนวณหา รีเทนชันอินเดกซ์ของเบนซินสำหรับคอลัมน์ Squalene ซึ่งใช้อุณหภูมิ 100° C

สารประกอบ	$t_R - t_m$ (นาที)	I
n-hexane	3.43	600
benzene	4.72	?
n-heptane	6.96	700

วิธีทำ

$$I_{\text{benzene}} = 100 \left[\frac{\log 4.72 - \log 3.43}{\log 6.96 - \log 3.43} \right] + 100 \times 6$$

$$= 4.51 + 600 = 645$$

การวิเคราะห์ทางปริมาณ (Quantitative Analysis)

ปริมาณของสารตัวอย่างที่ฉีดเข้าไปในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีจะสัมพันธ์โดยตรงกับขนาดของพีก ซึ่งสามารถวัดได้ 2 แบบคือ วัดค่าความสูงของพีก หรือวัดพื้นที่

ทั้งหมดของพีค จะใช้วิธีวัดความสูงของพีคเมื่อพีคมีลักษณะแคบมาก ซึ่งไม่สามารถหาความกว้างของฐานพีคได้ และจะใช้วิธีวัดพื้นที่ของพีคเมื่อพีคที่ได้มีลักษณะกว้างเพราะพีคที่กว้าง ๆ นั้นความสูงจะไม่สัมพันธ์กับปริมาณ การวิเคราะห์หาปริมาณจะได้ผลถูกต้องหรือไม่ขึ้นอยู่กับ

(1) สัญญาณที่ออกจากเครื่องดีเทคเตอร์ ต้องมีความสัมพันธ์แบบเส้นตรงกับปริมาณของสาร

(2) อัตราการไหลของก๊าซตัวพาต้องคงที่

นอกจากสาเหตุใหญ่ ๆ สองประการที่กล่าวมา ซึ่งทำให้การหาปริมาณผิดพลาด ยังมีสาเหตุอื่น ๆ อีกที่เราต้องระมัดระวังและควบคุมให้ดี คือ

1. สภาพของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี ต้องควบคุมให้มีอุณหภูมิของ oven คงที่ ต้องไม่มีรอยรั่วที่ทำให้ก๊าซรั่วออกไปได้

2. สารตัวอย่างต้องไม่เกิดการสลายตัวในคอลัมน์

3. การฉีดสารตัวอย่างเข้าไปในคอลัมน์ต้องมีการฝึกฝนเทคนิคให้เกิดความชำนาญในการฉีดสารตัวอย่างให้เข้าไปในคอลัมน์ให้หมดและไม่รั่วไหล

4. สภาพความไวของเครื่องบันทึก ความเร็วของ Chart ต้องคงที่สม่ำเสมอ และไม่มีสัญญาณรบกวน (noise)

5. การแยกของพีค ถ้าพีคที่ได้มีการแยกดีผลที่ได้จากการคำนวณจะถูกต้องกว่า

6. การวัดความสูงของพีคและพื้นที่พีคจะกระทำได้ผลถูกต้องหรือไม่ขึ้นอยู่กับความสามารถและเทคนิคของแต่ละบุคคล

ภายใต้การควบคุมสภาวะการทดลองต่าง ๆ อย่างดี พบว่าสามารถมีข้อผิดพลาดได้ไม่เกิน 1 ถึง 3%

การวัดความสูงของพีค ความสูงของพีคโครมาโตแกรมสามารถวัดได้โดยหาเส้นฐาน (base line) ของพีค แล้วลากเส้นตรงจากส่วนยอดของพีคตามแนวตั้งจนถึงเส้นฐาน ระยะทางของเส้นตรงจากฐานถึงส่วนยอดของพีค คือความสูงของพีคดังแสดงในรูปที่ 9.21 ความถูกต้องของปริมาณที่ได้ขึ้นอยู่กับความถูกต้องของการวัดความสูงของพีคนั่นเอง