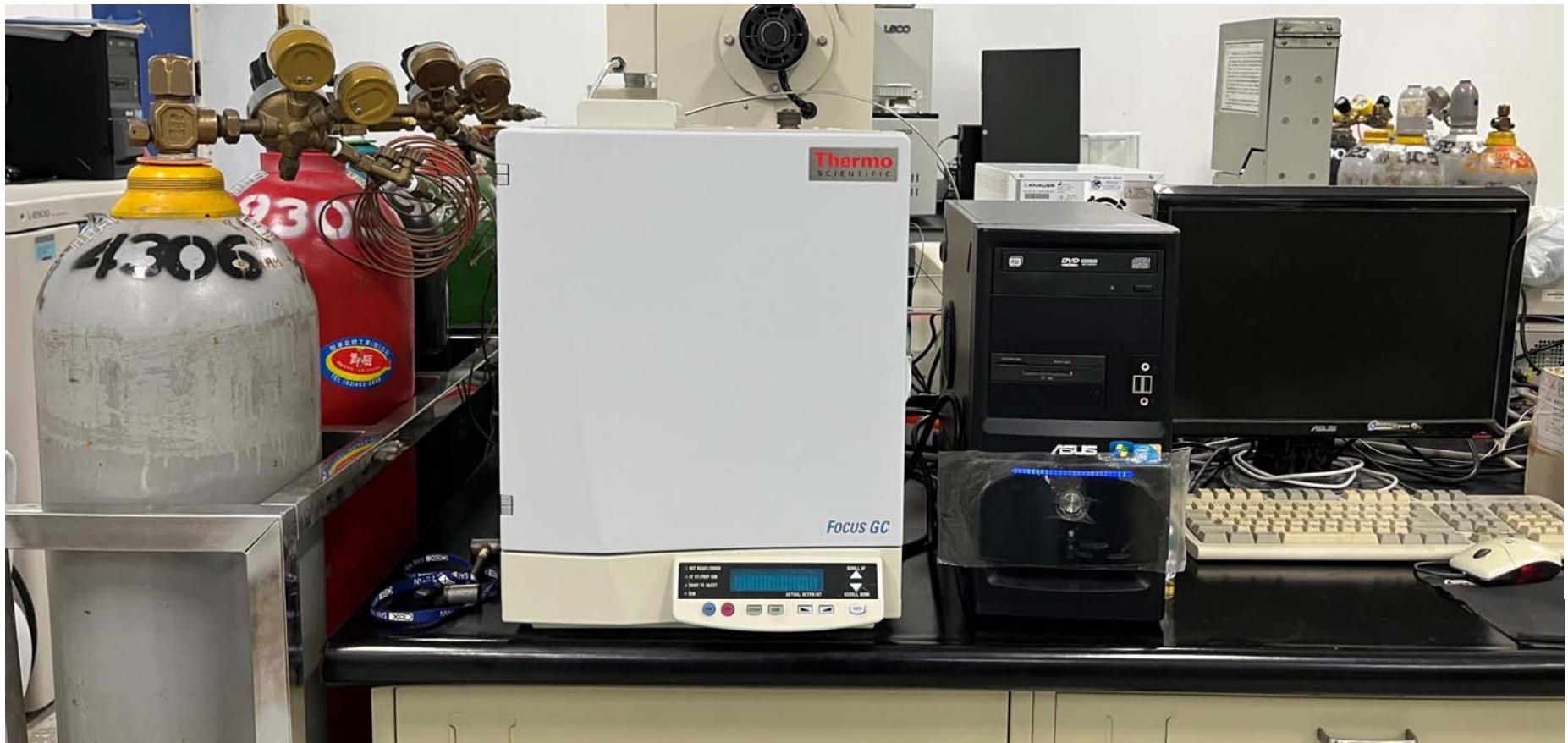
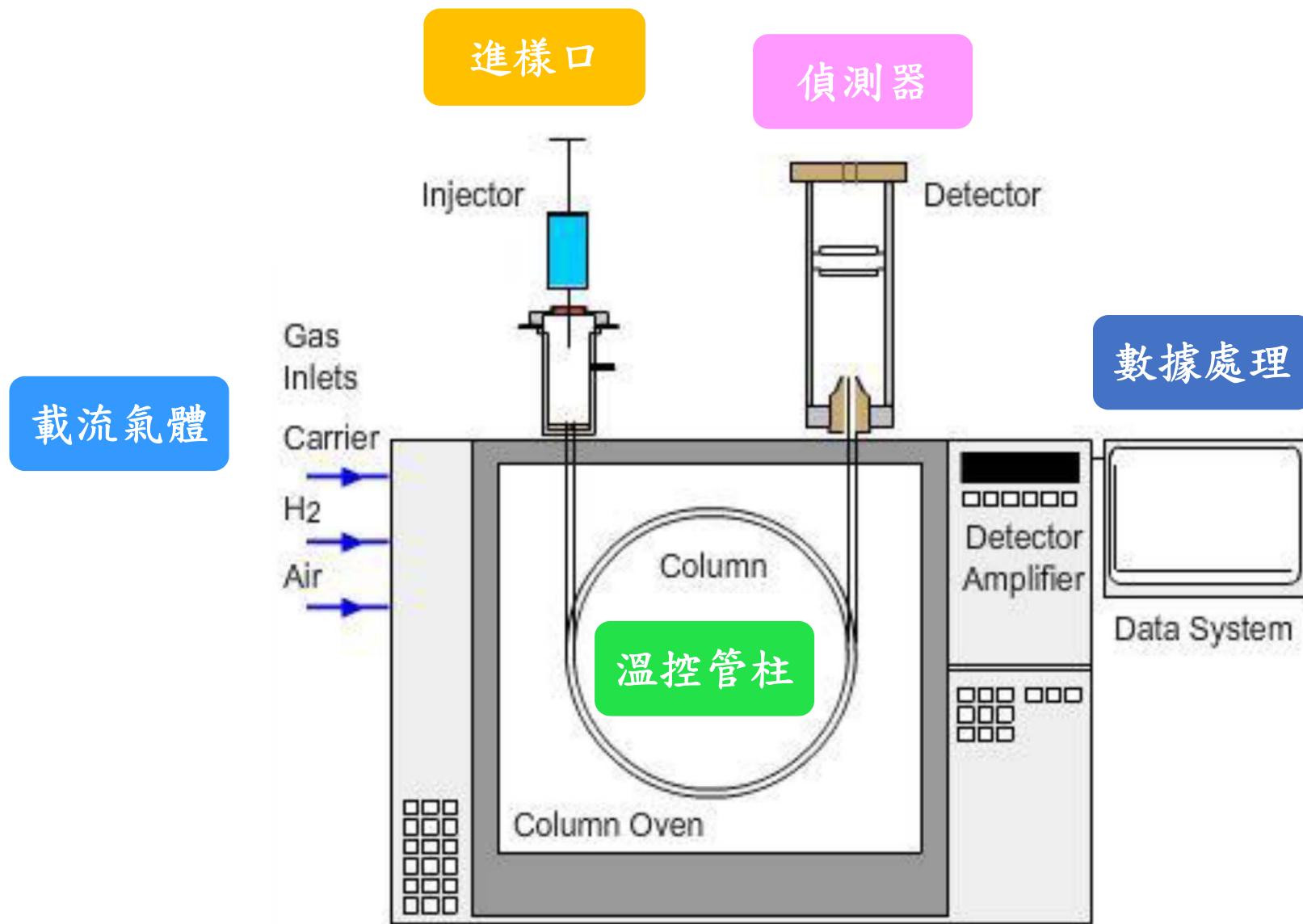


氣相層析儀

Focus GC-FID



主講人：陳有謙
簡 報：Lab308與304



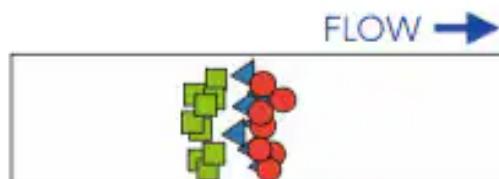
層析柱內的狀態



觀察峰值時的表現



樣本剛注入層析柱時，還未被分離的狀態



在溶離液、離子交換樹脂、樣本內離子產生化學作用後，稍為分離的狀態



完全分離的狀態

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：樣品氣化後隨著移動相進入管柱進行分析。

- 移動相：載流氣體 (carrier gas)，一般為化學惰性，如氮氣、氬氣等。
- 固定相：

GSC (Gas-Solid Chromatography) 固體載體。

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

管柱常見的材質為 DMCS (dimethylchlorosilane)。

非極性管柱分離非極性物質，以溫度調整梯度。

- 儀器特點：高選擇性、高效能、高靈敏度、快速分析
- 適用：熱穩定且具揮發性的化合物
- 不適用分析物：
 - 分子量很大的高沸點物質 (高於column沸點)
 - 極性高 (容易吸附在column內壁)
 - 熱不安定的物質 (與column內壁樹脂作用)
 - 受熱會增強吸附效應 (容易吸附在column內壁)
 - 受熱會聚合成高分子的物質 (與column內壁樹脂作用)

揮發性化合物分析方法

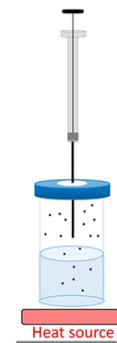
直接注入樣品 (direct injection)

- 可進樣 $2\sim3\mu\text{L}$ 樣品
- 挥發性有機酸、脂肪酸、膽固醇、抗氧化劑
- 適合於油類的分析



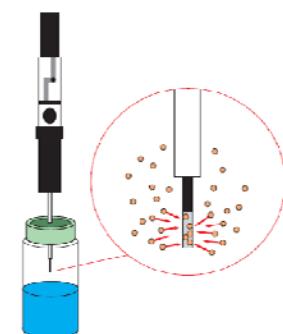
頂空分析法 (headspace analysis)

- 頂空蒸氣直接注入儀器分析
- 挥發性成分在頂空中的濃度需大於 10^{-7} g/L



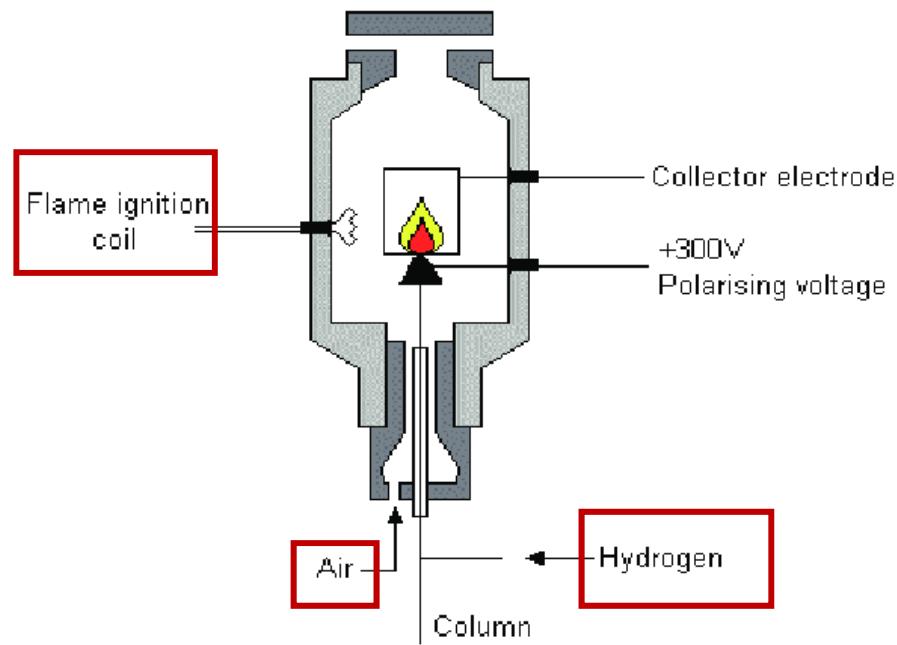
固相微萃取法 (solid phase microextraction, SPME)

- 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 (flame ionization detector, 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
- 對樣品有破壞性

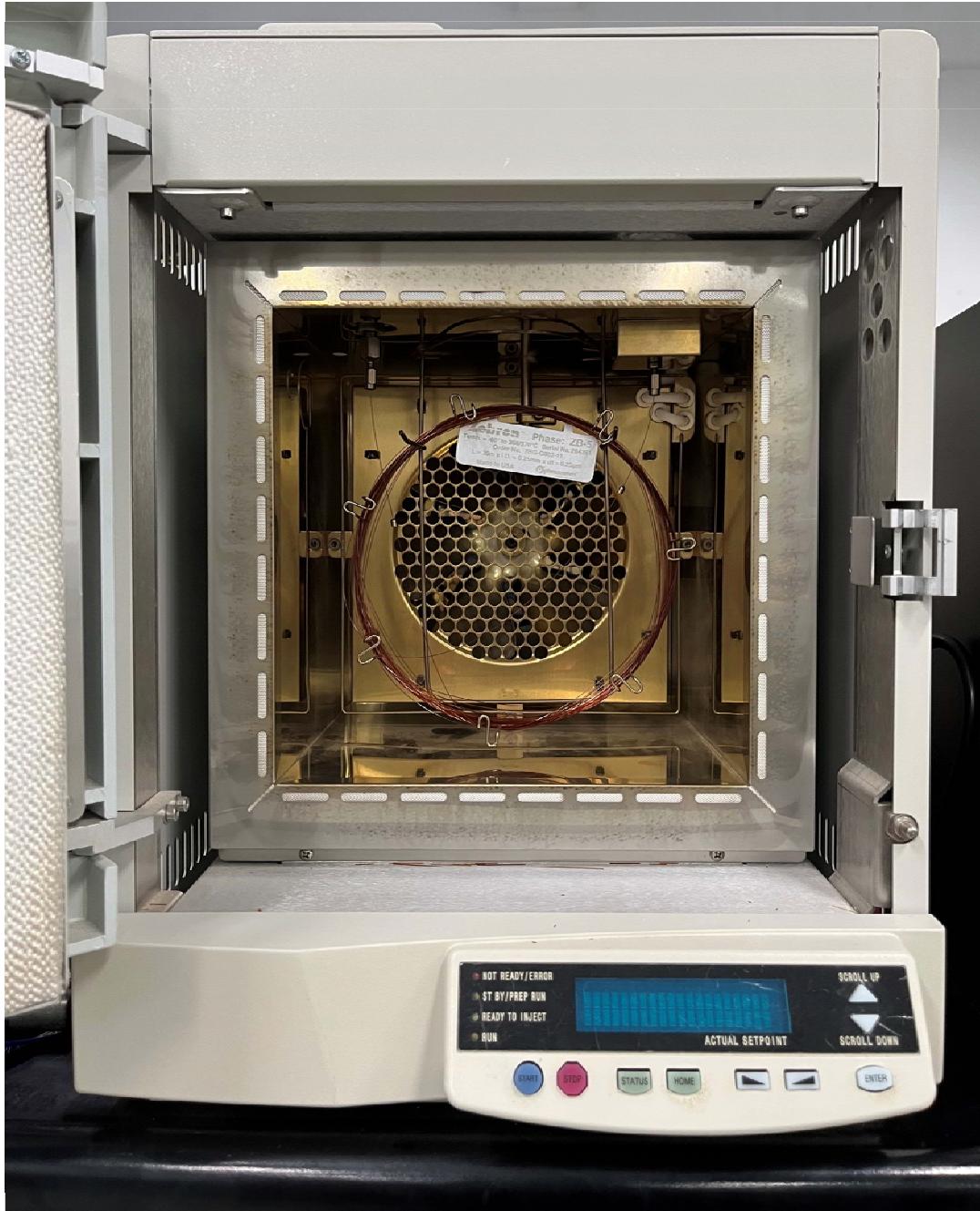


- 電流通過電場，強度與有機化合物在氫焰中燃燒後產生的離子量成正比。
- 燃燒氫氣產生火焰（氫氣、空氣）
- 廣泛用於香料、脂肪酸、碳水化合物、污染物和抗氧化劑等分析。

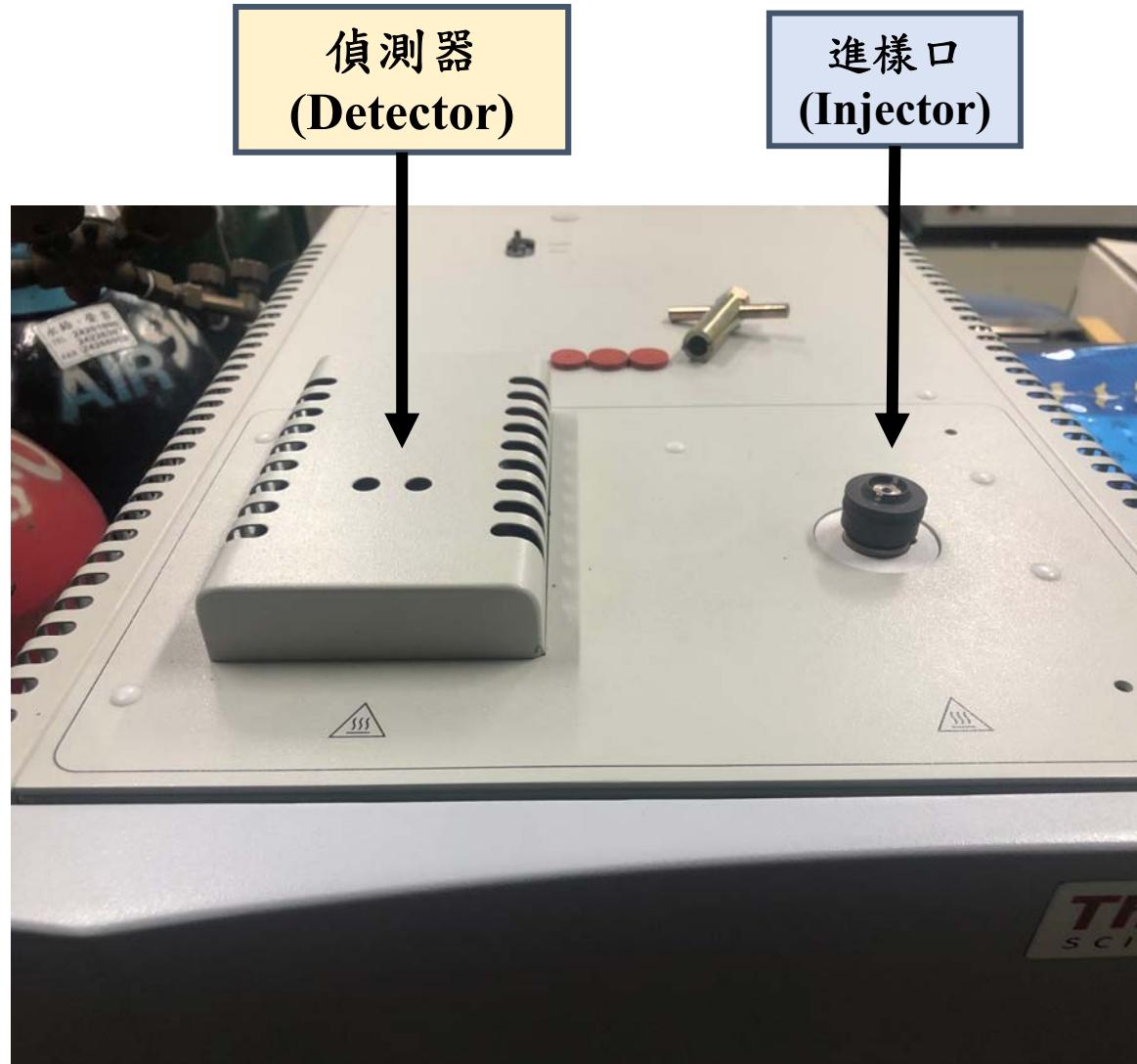
儀器設備

FOCUS GC



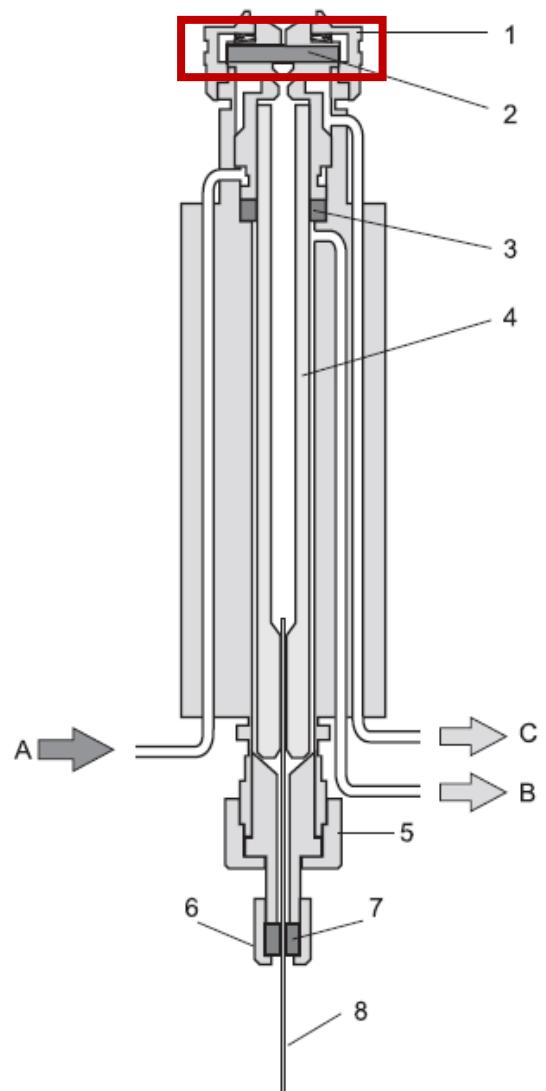


FOCUS GC 上部



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

Split/Splitless injector



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	

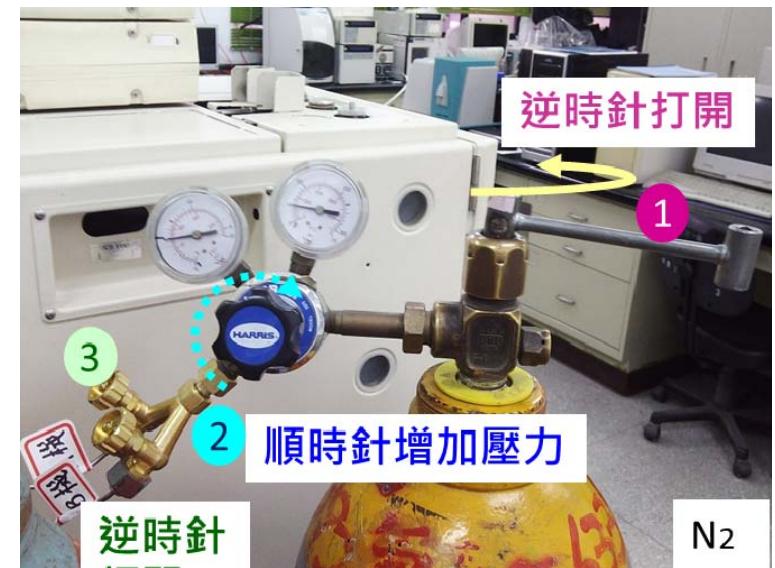
- **Septum** 需定期更換
- 建議每注射 30 個樣品換一次。
- 破損的 **septum** 使空氣進入 **column** 造成 **column** 加速破壞，使樣品逸出造成定量不準確。

開機流程

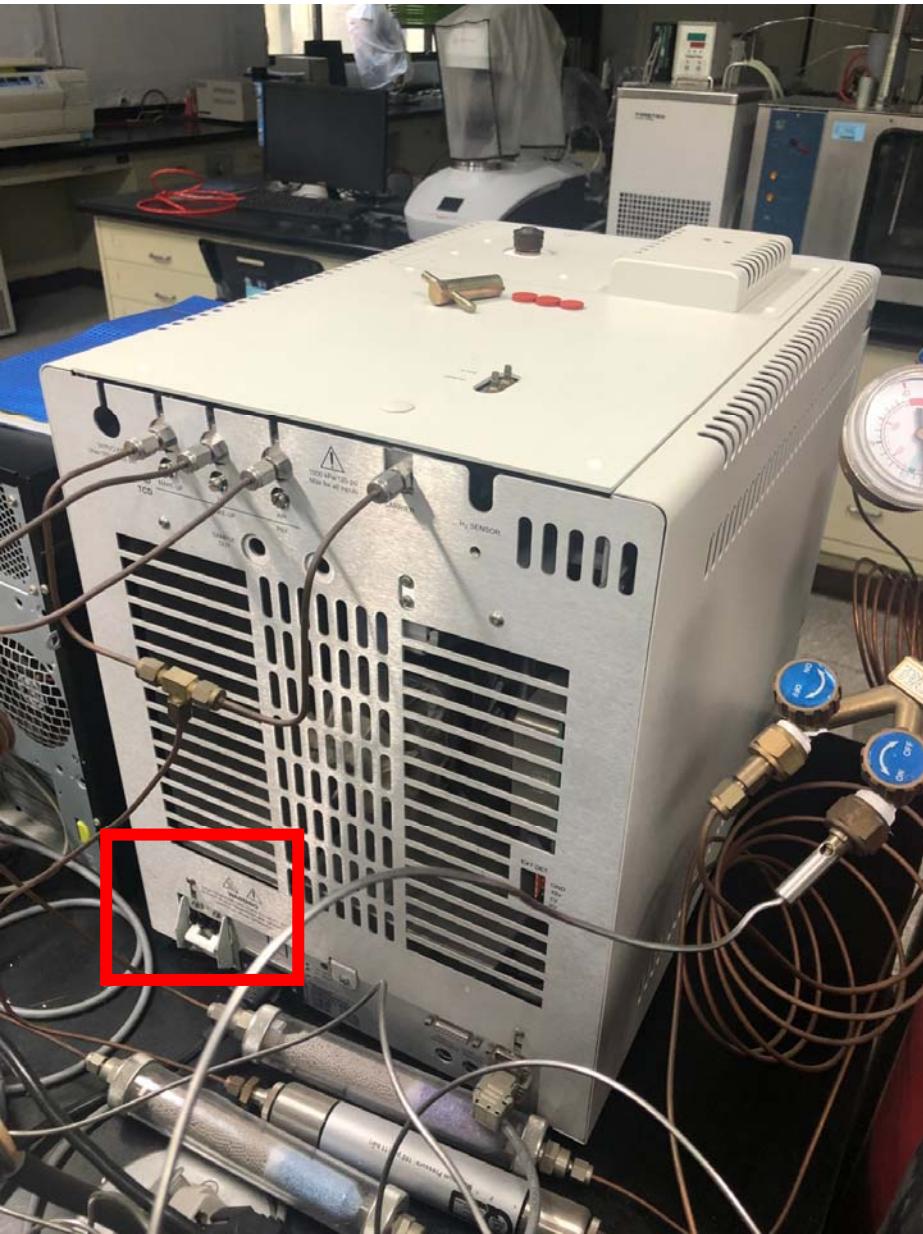
1. 開 N_2 、 H_2 、Air
2. 開啟 GC 開關
3. 開軟體並設定實驗條件: Injector、Oven、Detector
4. 暖機
5. 設 Sequences
6. 進樣分析

1. 開 N₂

- 載流氣體：N₂
- FID 點火氣體：Air (可燃) 、H₂ (助燃)



2. 開啟 GC 開關



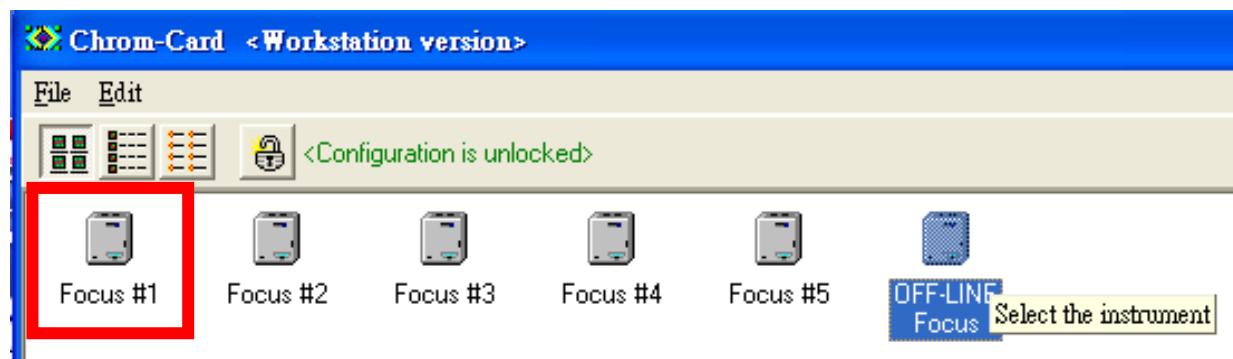
儀器開關
*開 N₂後才能開啟儀器電源

3. 開軟體

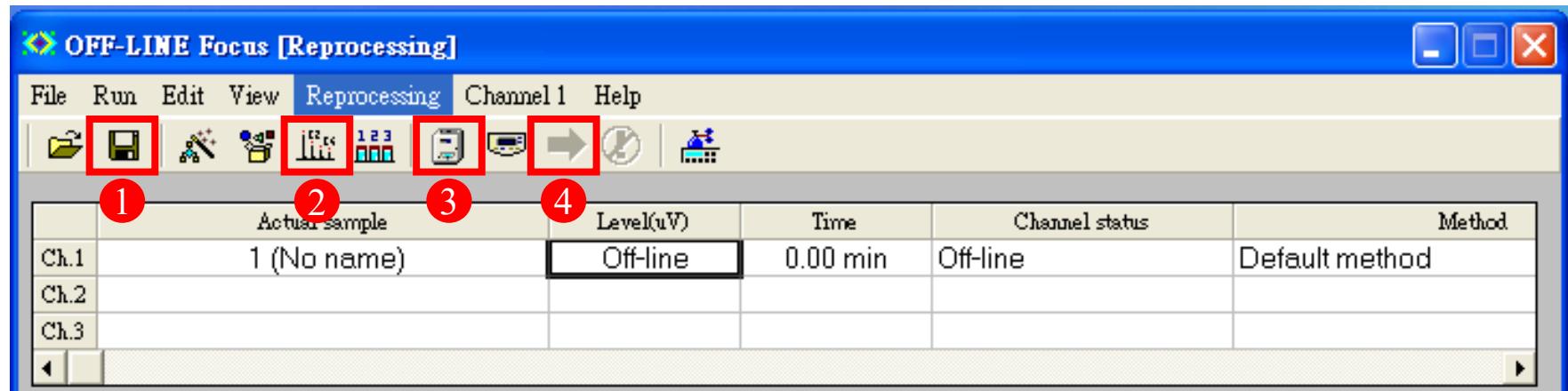
點「Chrom-Card」



點「FOCUS #1」進入GC介面
(OFF-LINE Focus 為離線數據處理用)



軟體介面



① 儲存檔案

② 編輯樣品表

③ 編輯GC參數

④ 進行分析

- 1. Oven
- 2. Inlet · S/SL
- 3. Carrier
- 4. Detector · FID

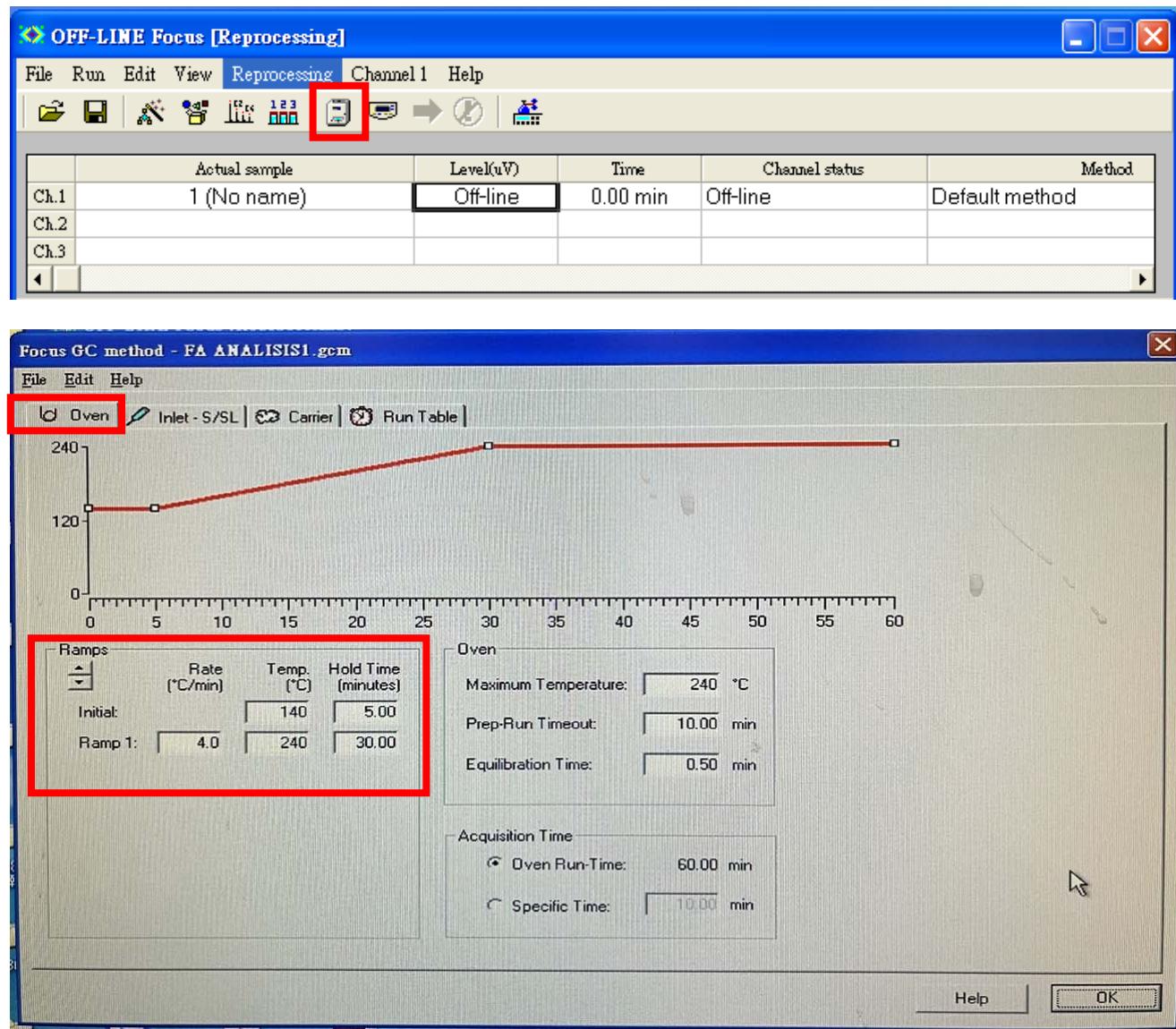
文獻中的參數

chromatograph (GC-2010, Shimadzu) equipped with a flame ionization detector. A Suprawax-280 (15 m x 0.1 mm x 0.1 μm) capillary column (Teknokroma) was used,
管柱型號 with He as carrier gas. Temperature was programmed to increase from 150 (hold 4 min)
to 200°C at 15°C min⁻¹ (hold 21 min), then to 250°C at 15°C min⁻¹ (hold 7 min). Injector
升溫條件 and detector were kept at 250°C and 270°C, respectively. For determination of fatty acid content (% of dry biomass), peaks between C14 and C24 were integrated. Retention times for individual fatty acids were previously calibrated with a mixture of methyl esters

percen	Rate (°C/min)	Temperature (°C)	Hold time (min)	Run time (min)	
		150	4	4	, nº 1177). The sample (% of total).
	15	200	21	28.3	(Río Sánchez et al., 2015)
	15	250	7	38.6	

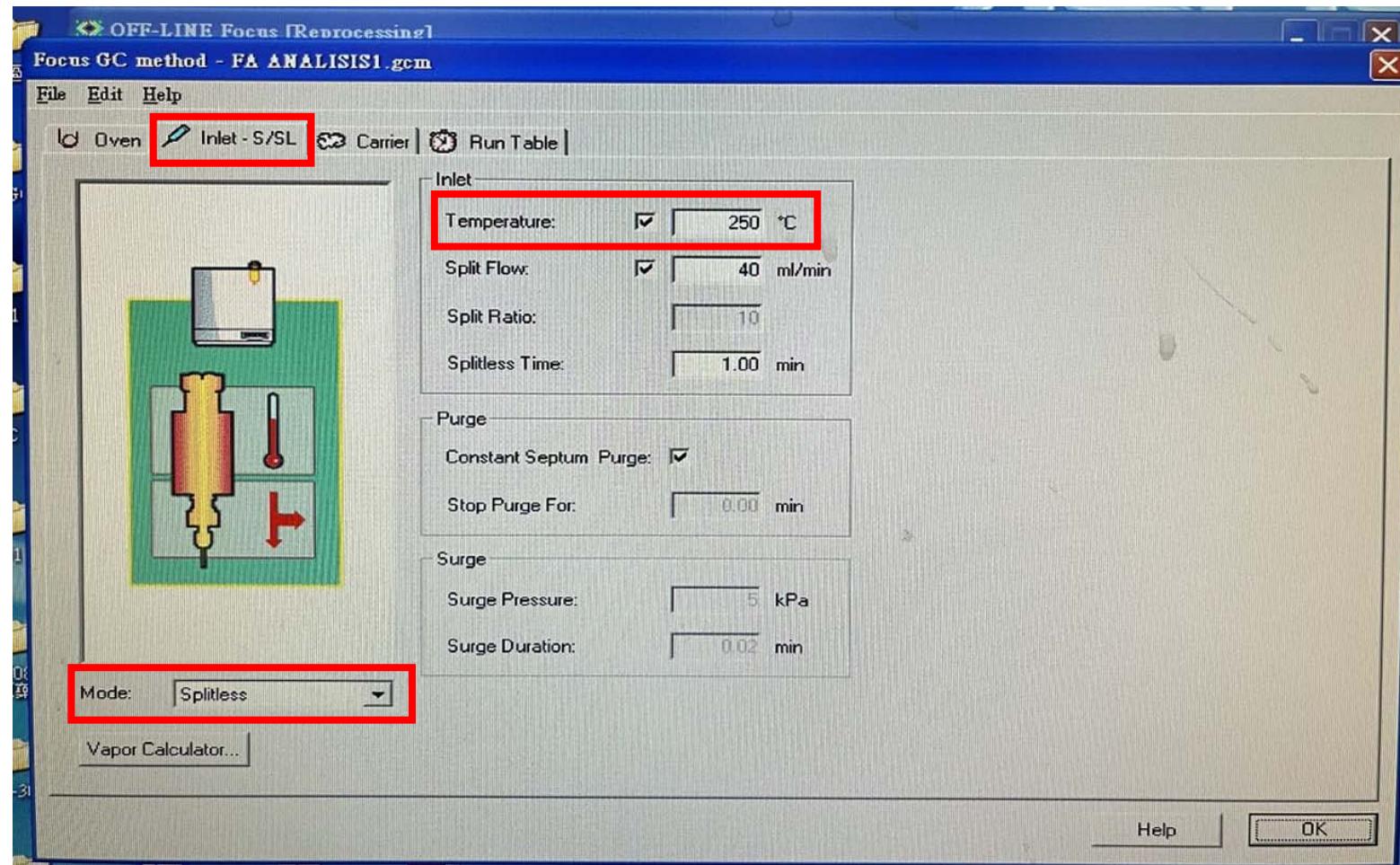
編輯GC參數-Oven

設定 Oven 的升溫梯度

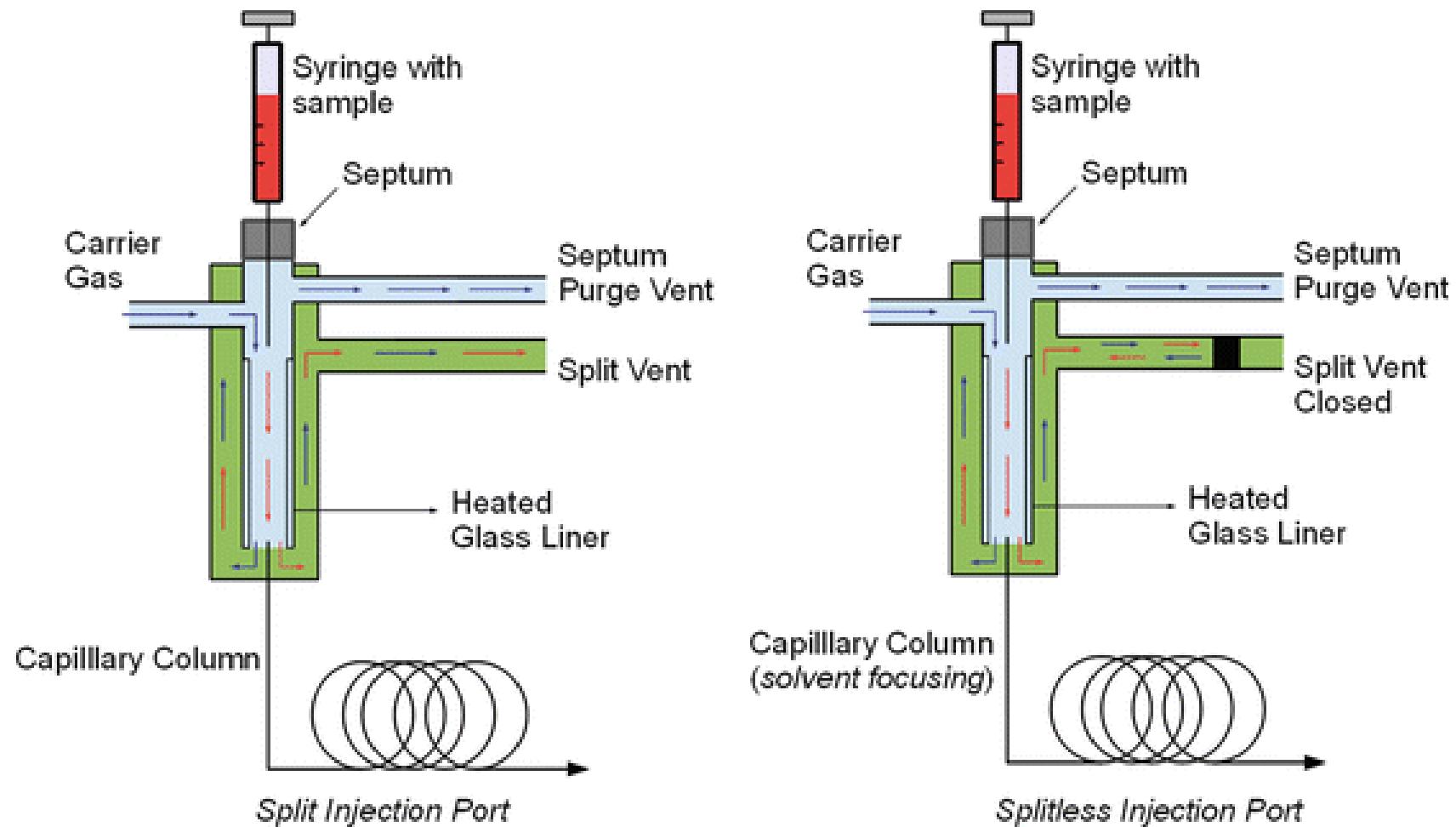


編輯GC參數-Inlet · S/SL

設定Inlet 的溫度、分/不分流、分流比



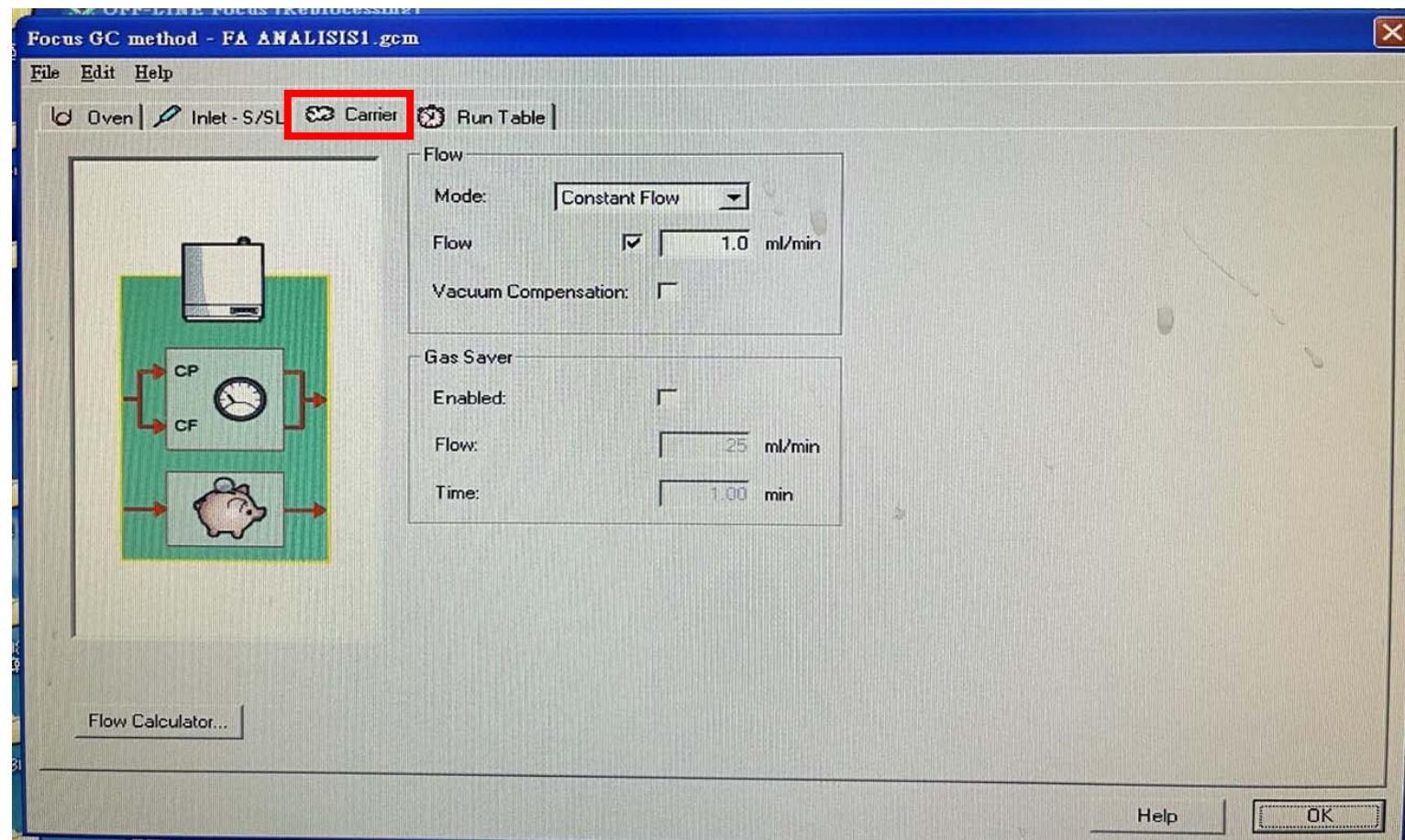
Split/Splitless



- 降低樣品進樣量
- 可避免管柱過度負荷

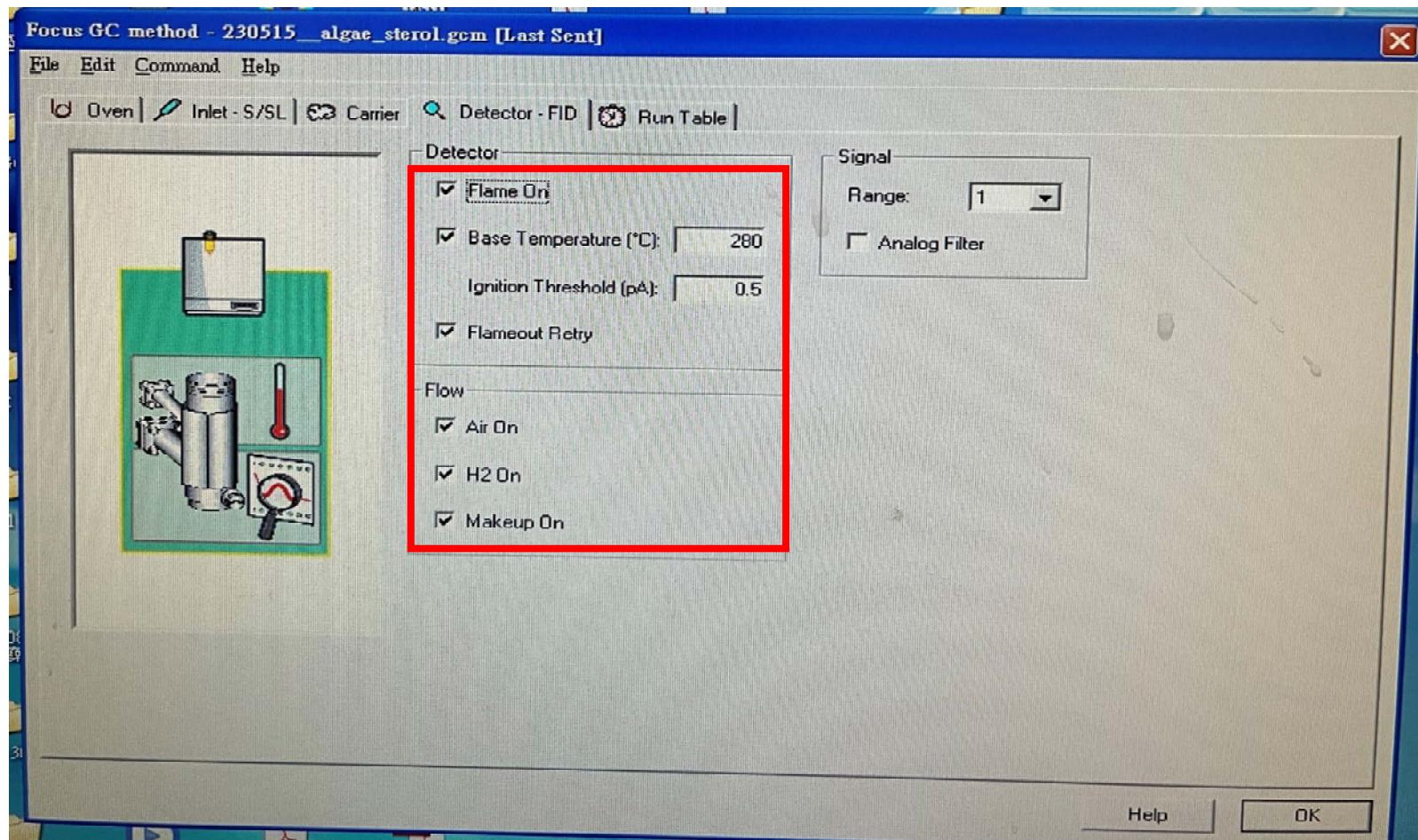
編輯GC參數-Carrier

設定 Carrier 的流速



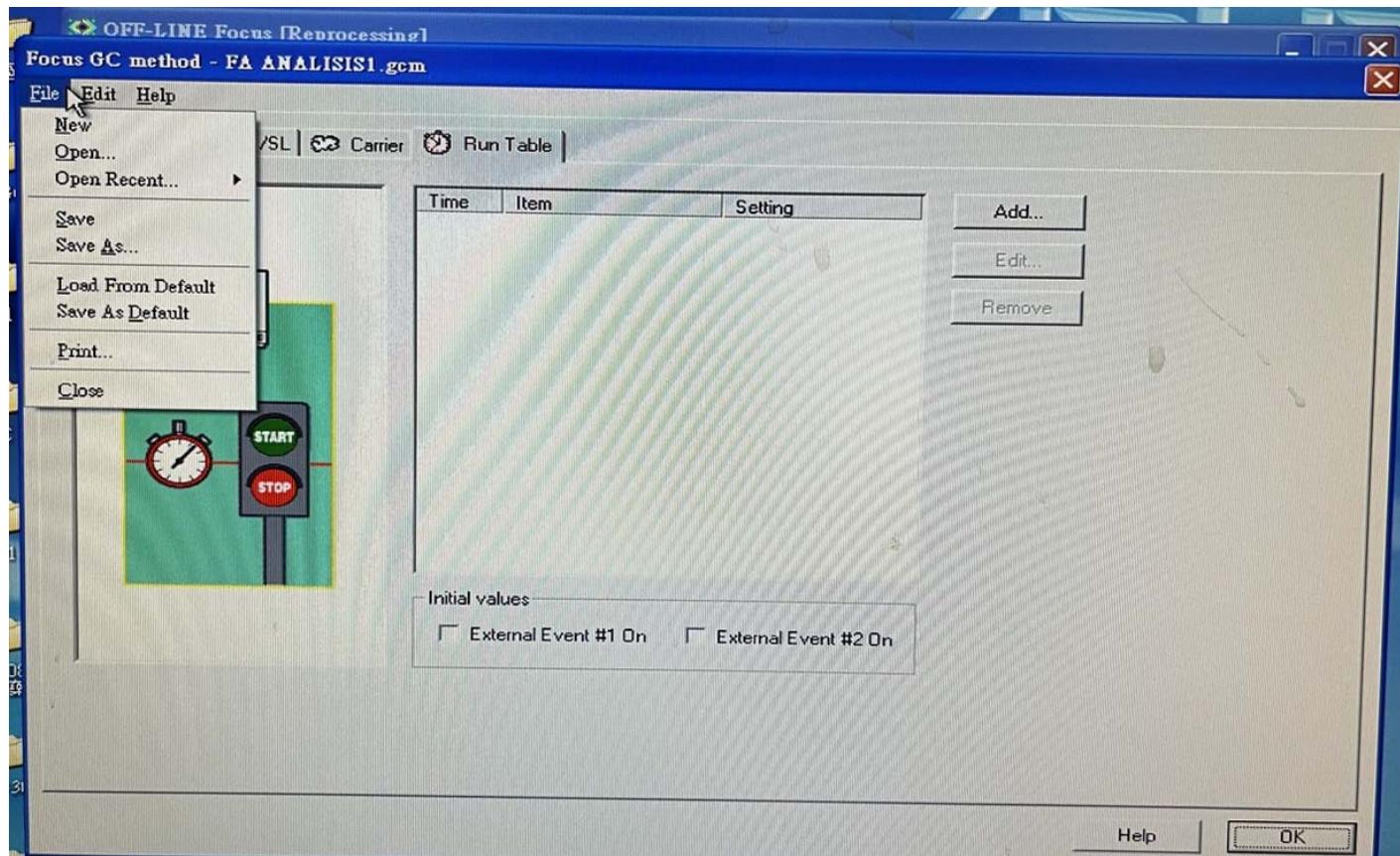
編輯GC參數-Detector·FID

將 Detector 中的 Flame Flow 中的 Air On、H₂ On
打勾



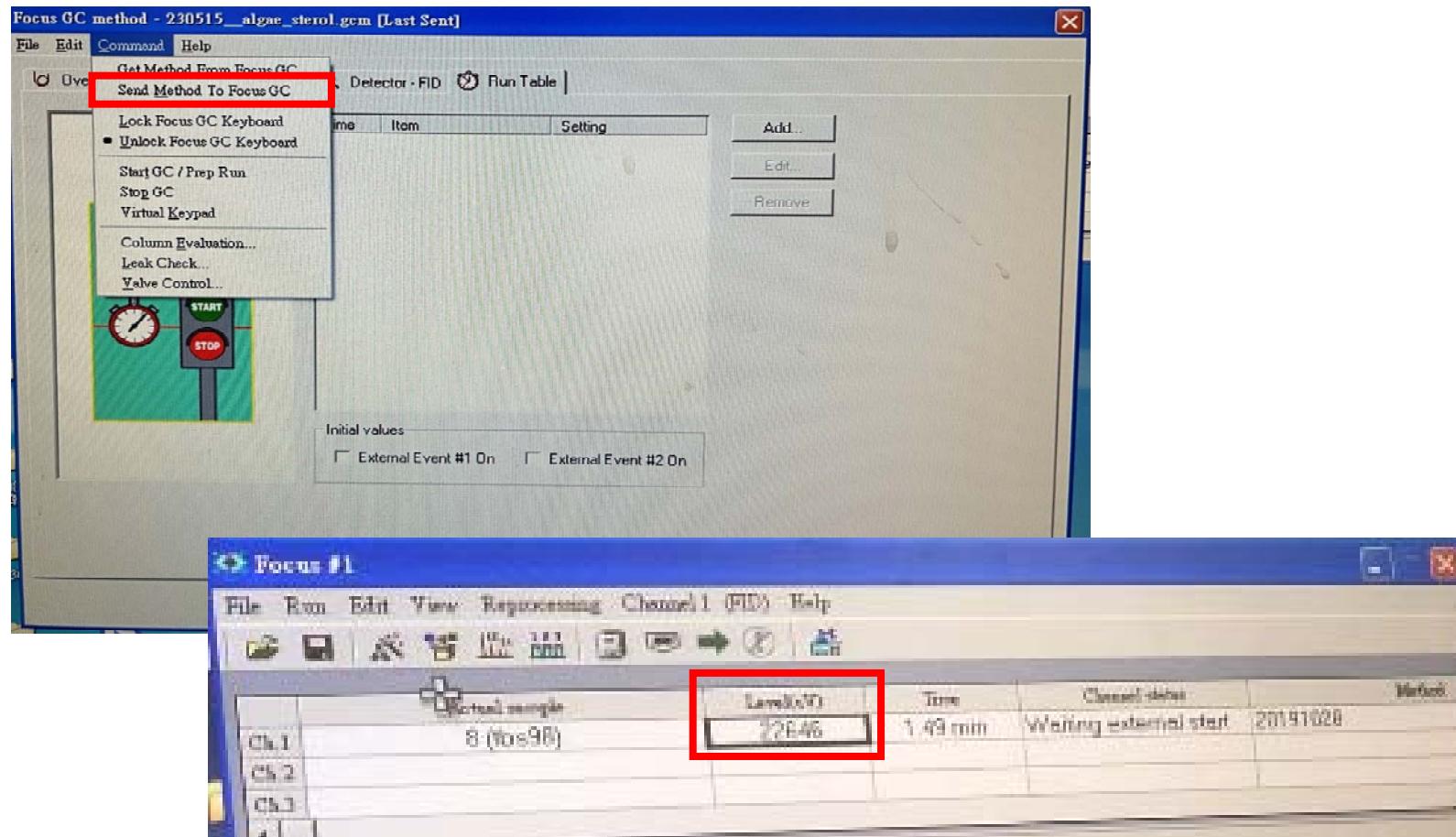
儲存 GC 參數

設定完成後「File」→「Save As」儲存檔案



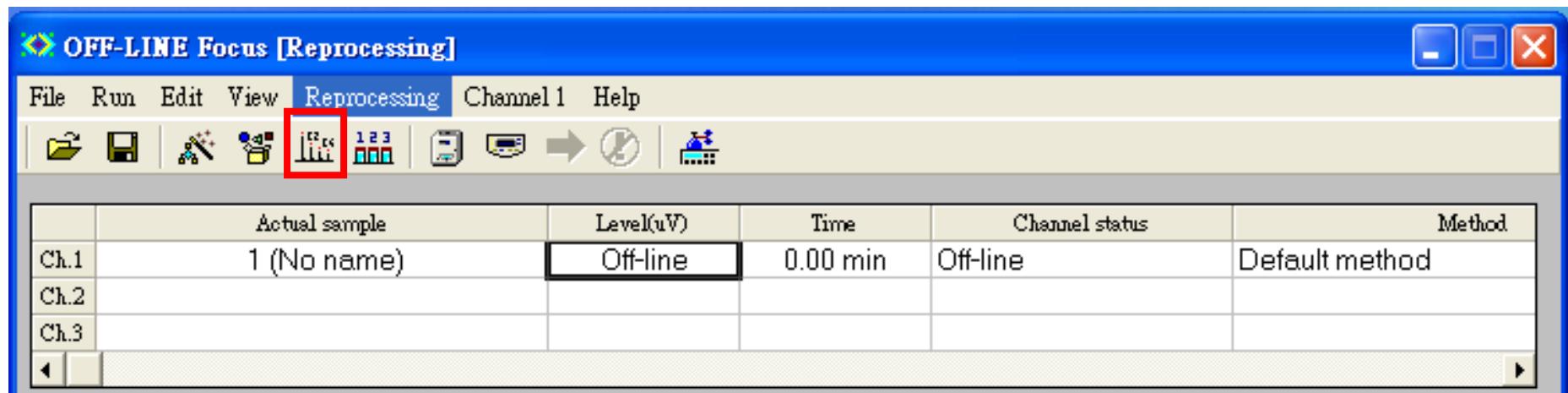
暖機

點「Command」→「Send Method To Focus GC」，使方法傳給機器進行暖機
(Level的數值高則代表點火成功)



編輯樣品表

點「Sample table」設定「Sequence」



編輯樣品表

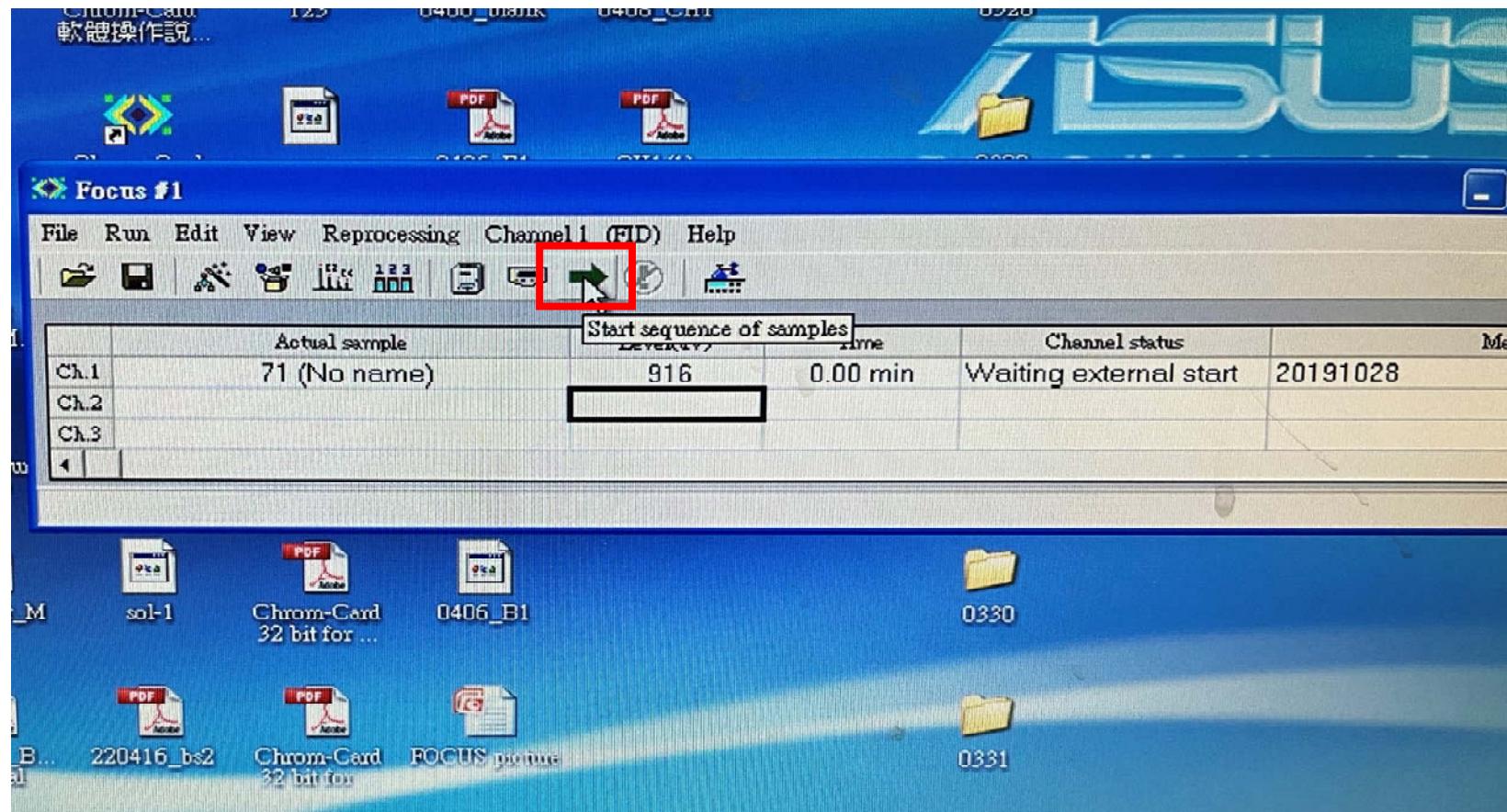
輸入 Filename 和 GC method filename

The screenshot shows a software application titled "Sample table". The window has a blue header bar with menu items: File, Edit sample, Edit concentrations, Verify chrom. file, Help, and several icons for AI Manager and other functions. The main area is a grid table with columns: ID, Sample name, Filename, Type, S.A., LS., X.F., GC method filename, and AS method filename. The table contains rows numbered 70 to 97. Row 72 is highlighted with a red box around the "Act." status in the first column. Another red box highlights the "Filename" column for row 72, showing entries "1" and "chien_test". A third red box highlights the "GC method filename" column for row 72, showing entries "230515_algae_sterol" and "230515_algae_sterol". The "AS method filename" column is empty for all rows.

ID	Sample name	Filename	Type	S.A.	LS.	X.F.	GC method filename	AS method filename
70								
71								
72	Act.	1 chien_test					230515_algae_sterol 230515_algae_sterol	
73								
74								
75								
76								
77								
78								
79								
80								
81								
82								
83								
84								
85								
86								
87								
88								
89								
90								
91								
92								
93								
94								
95								
96								
97								

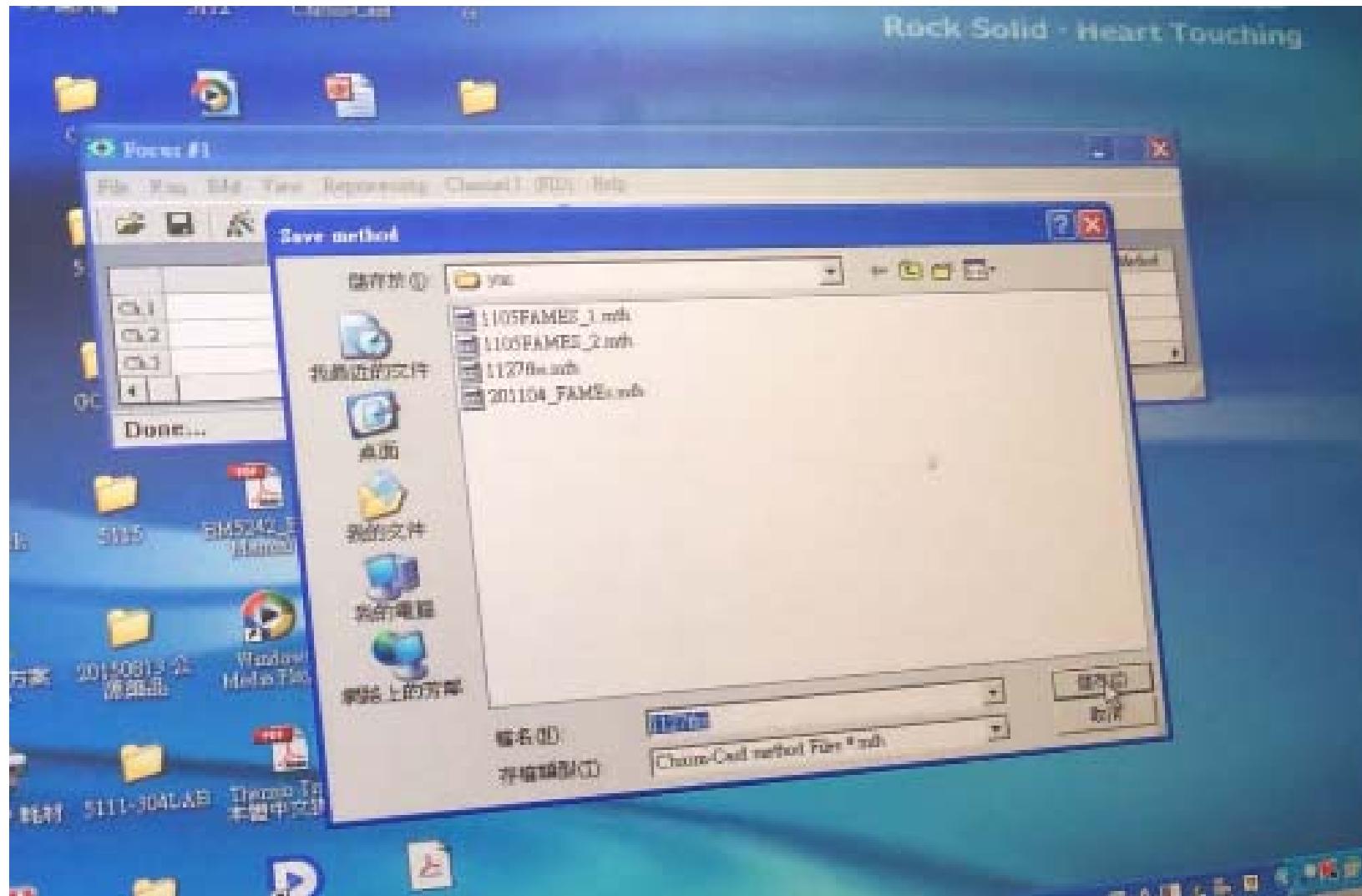
編輯樣品表

點選「→」 Start sequence of samples



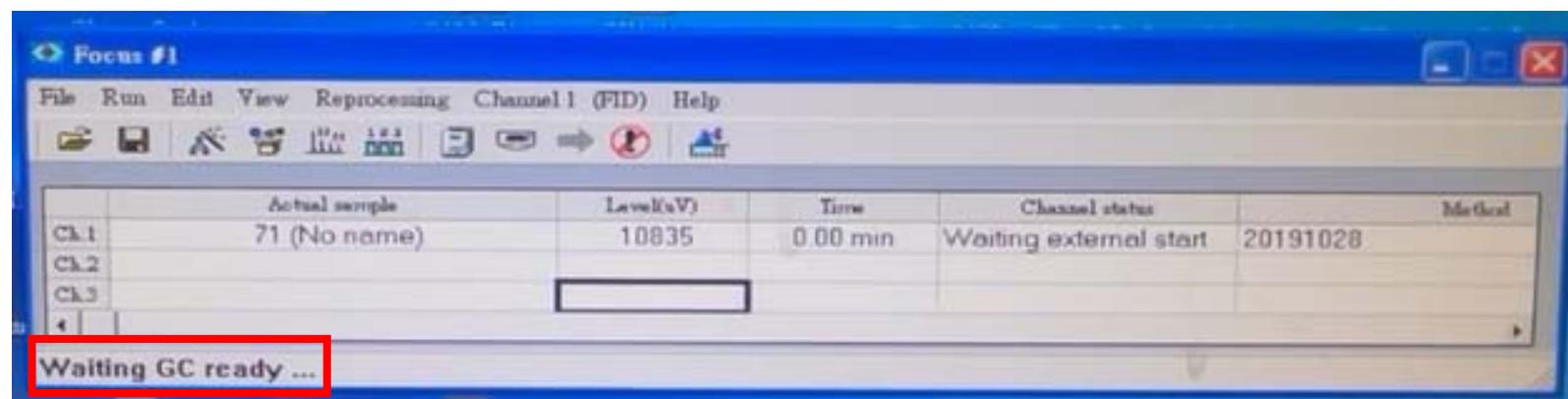
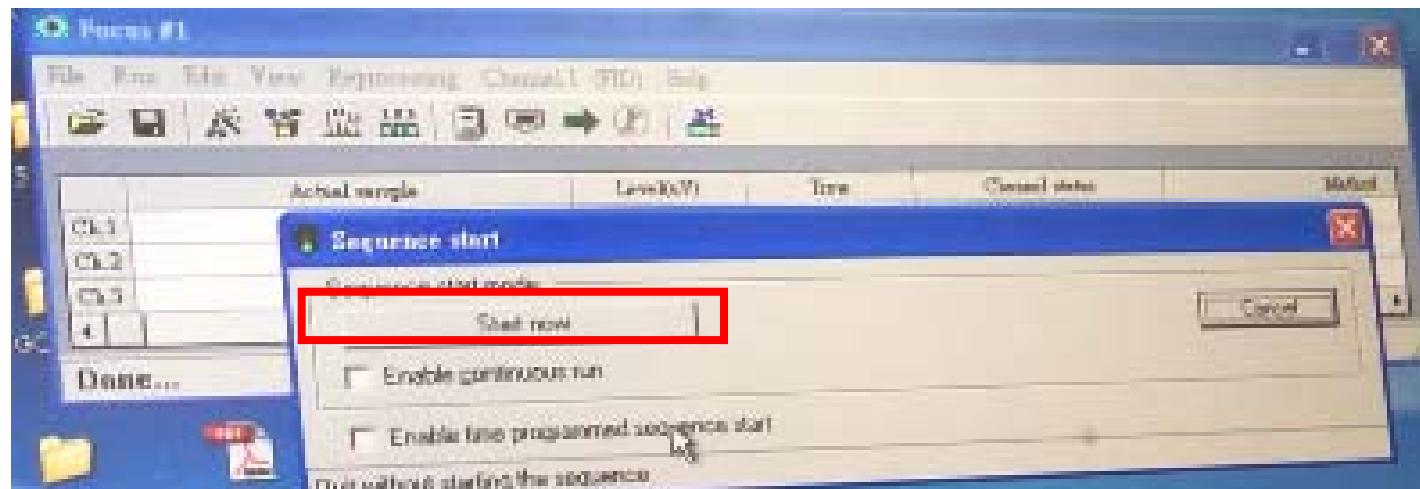
儲存檔案

儲存方法檔



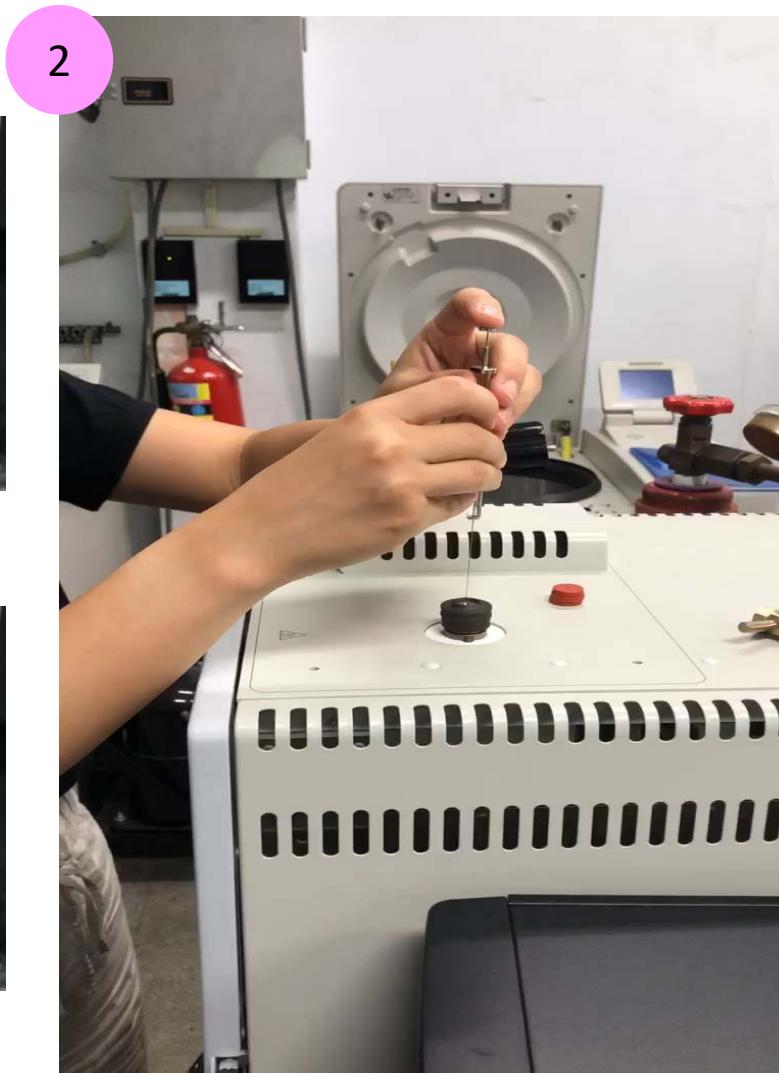
樣品分析

點選「Start now」



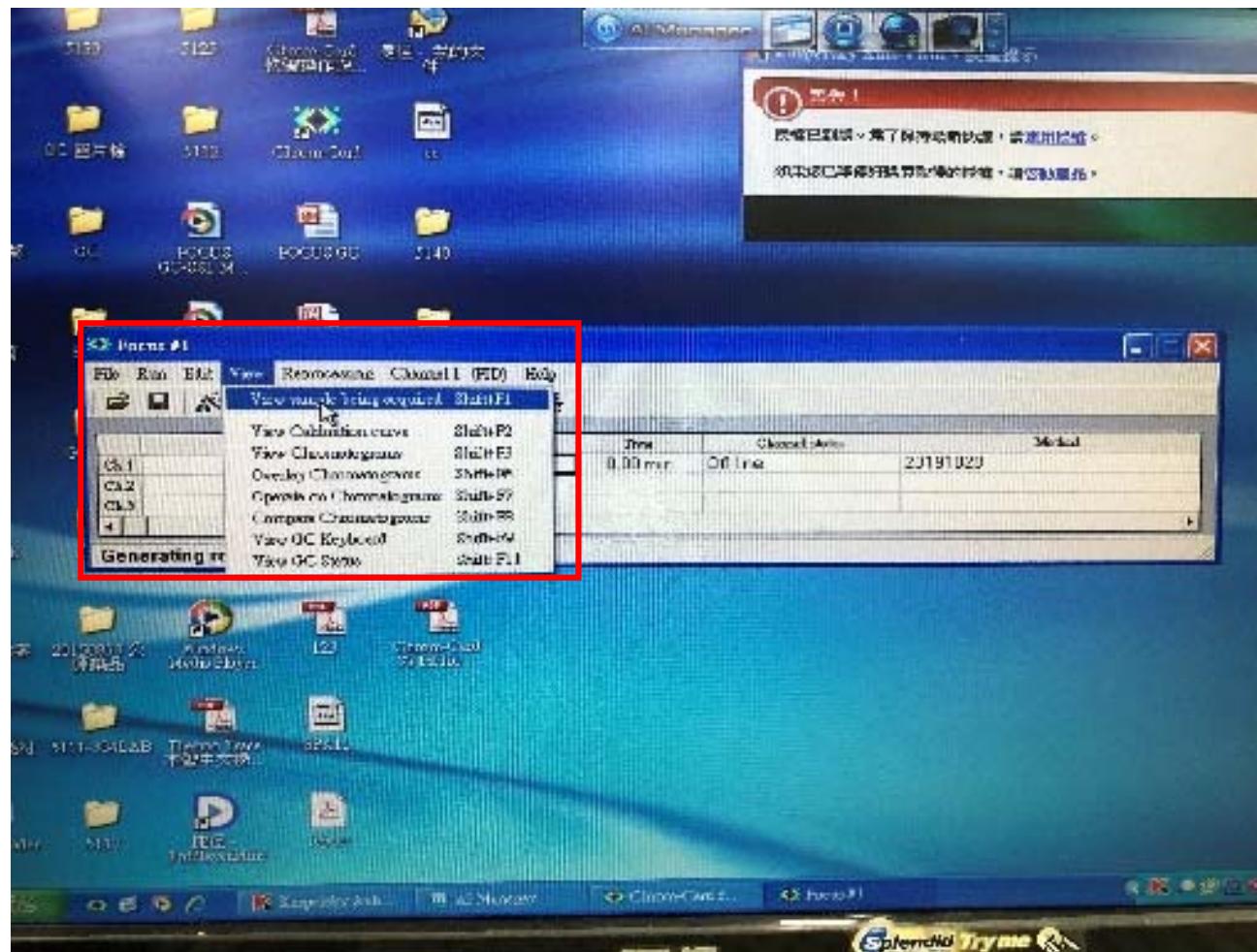
樣品分析

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「START」鍵



查看即時圖譜

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

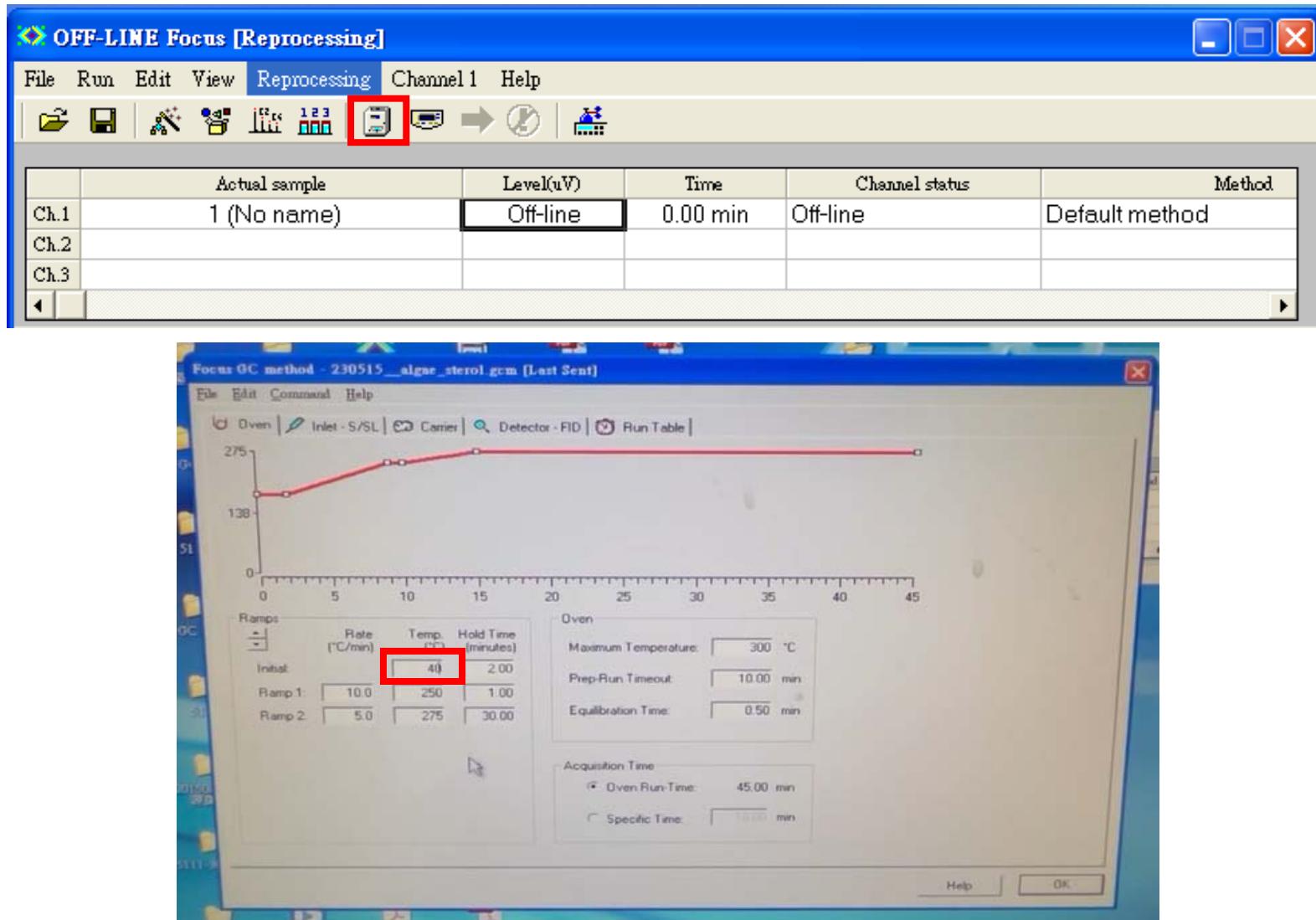


關機流程

1. 設定烘箱溫度為 40 °C
2. 關 Air、H₂、Inlet 和 Detector
3. 待烘箱溫度下降即可關儀器電源
4. 關 N₂

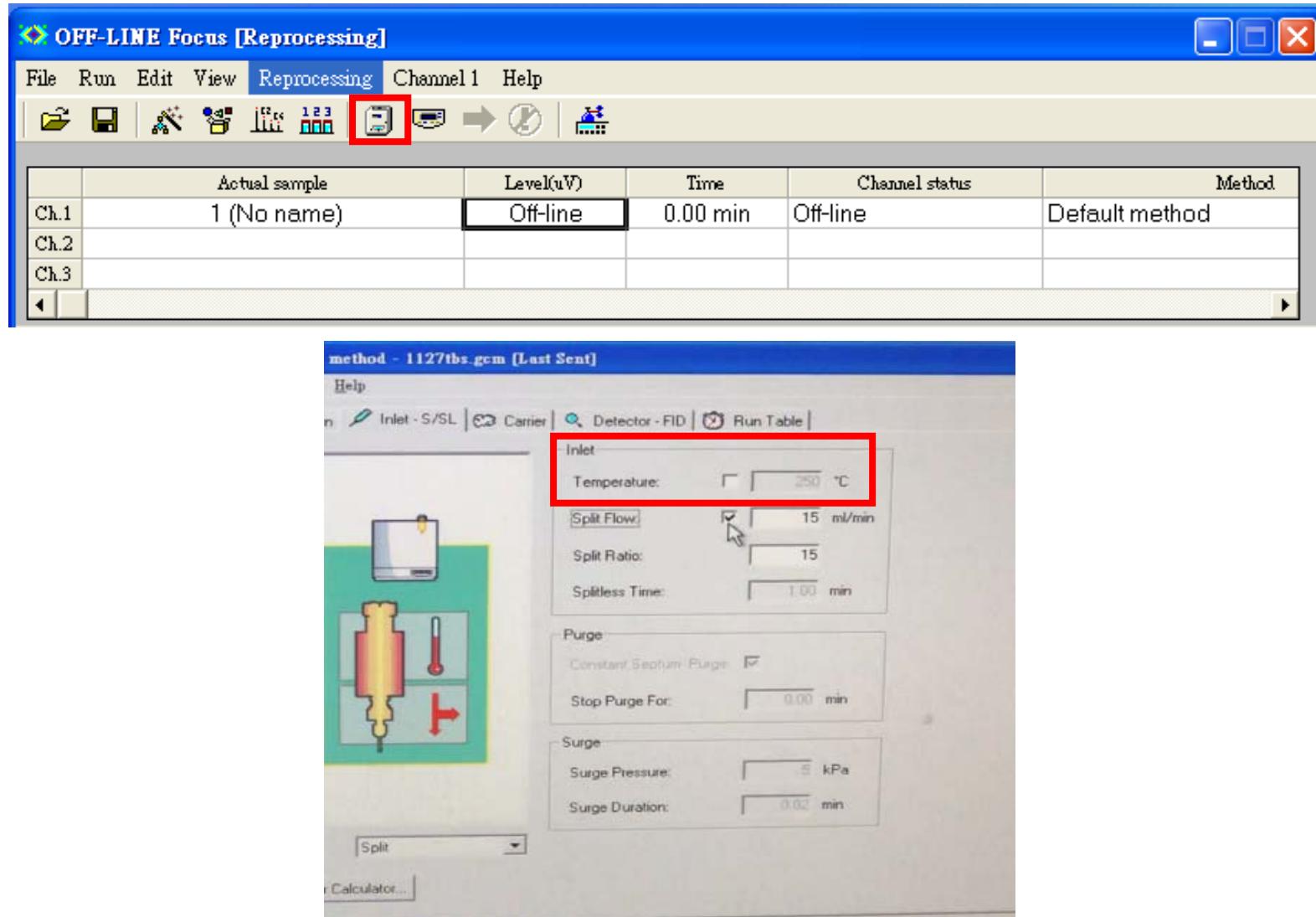
關機

分析結束後，點選「編輯 GC 參數」將 Oven 中的 Temperature 設為 40 °C



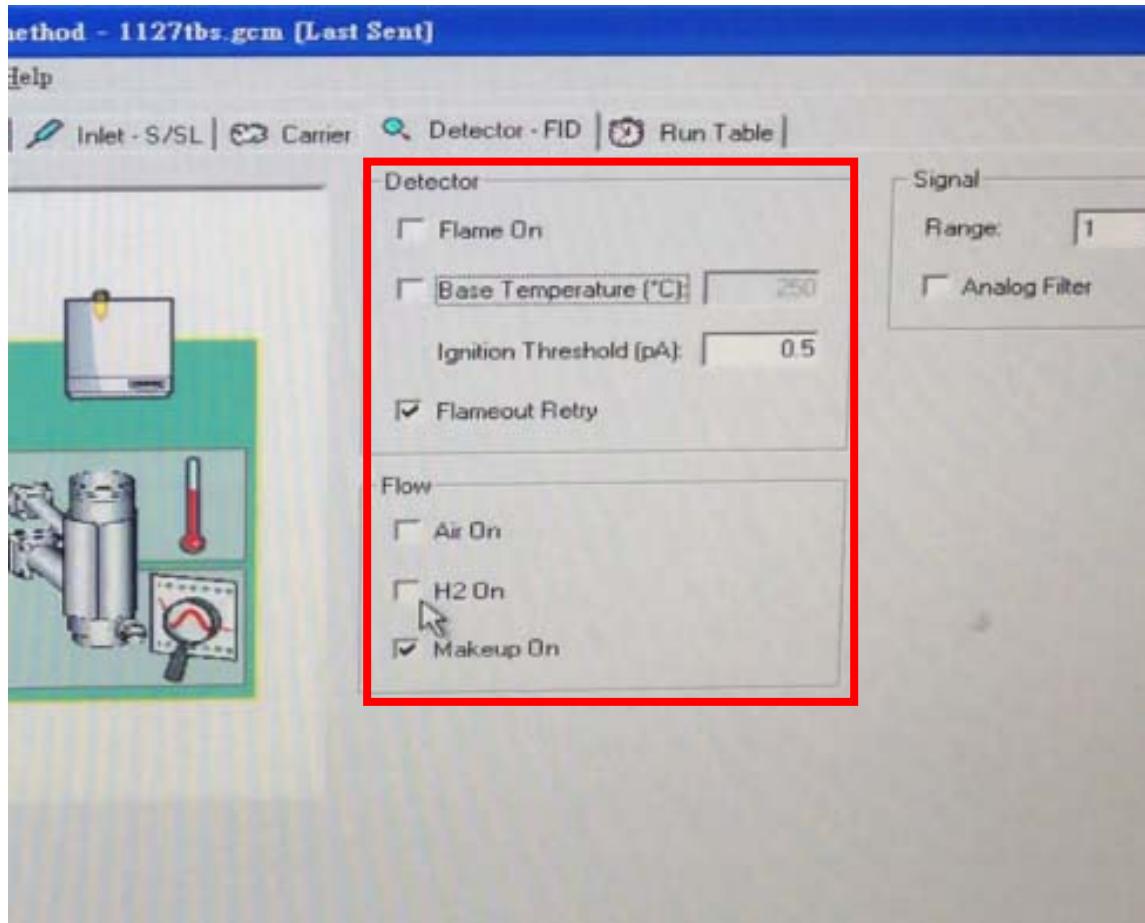
關機

分析結束後，點選「編輯 GC 參數」將 Inlet 中的 Temperature 取消勾選



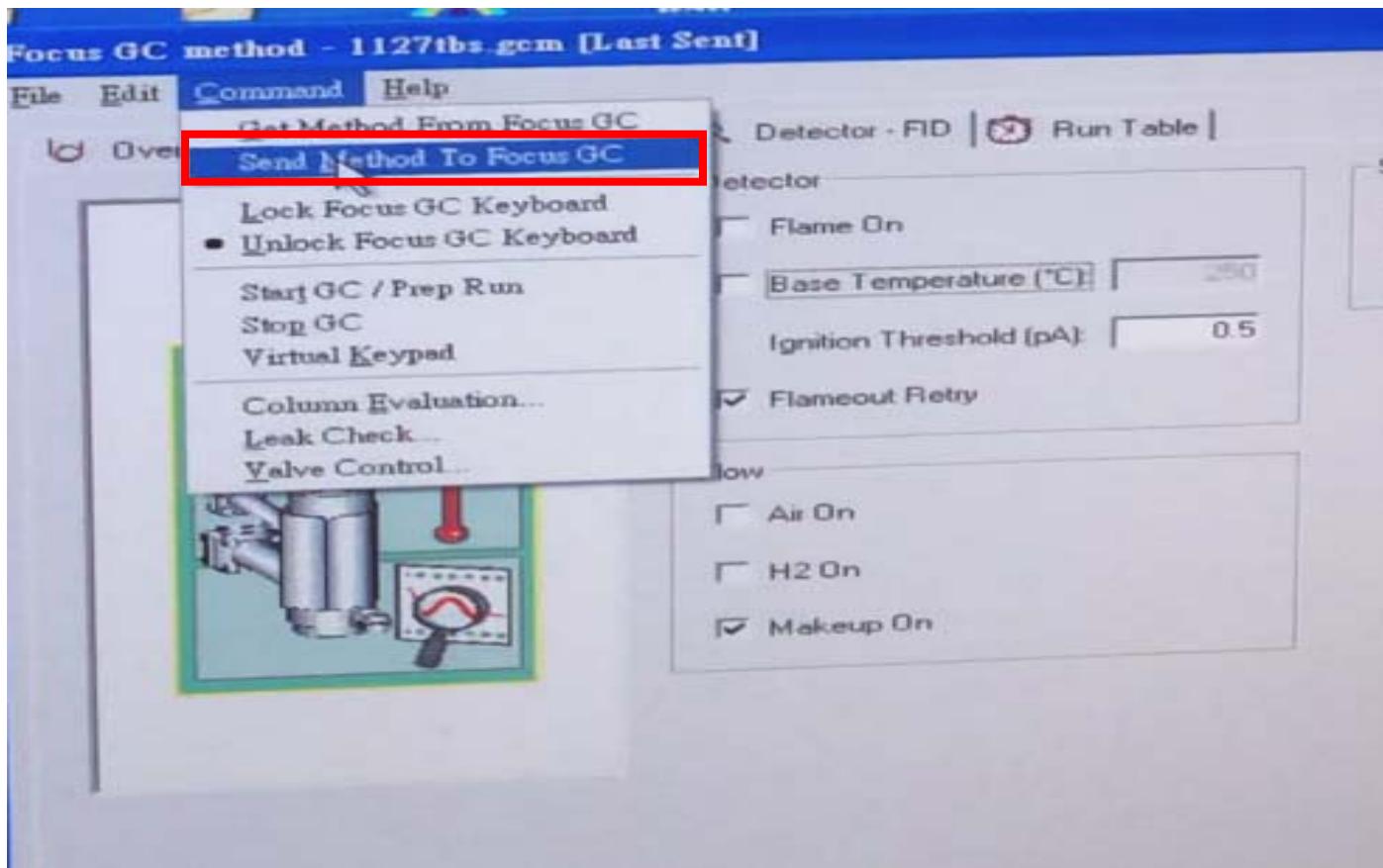
關機

分析結束後，點選「編輯GC參數」將 Detector 中的 Flame On、Base Temperature 和 Flow 中的 Air On、H₂ On 取消勾選



關機

點選「Command」→「Send Method To Focus GC」，將方法傳給儀器進行降溫，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

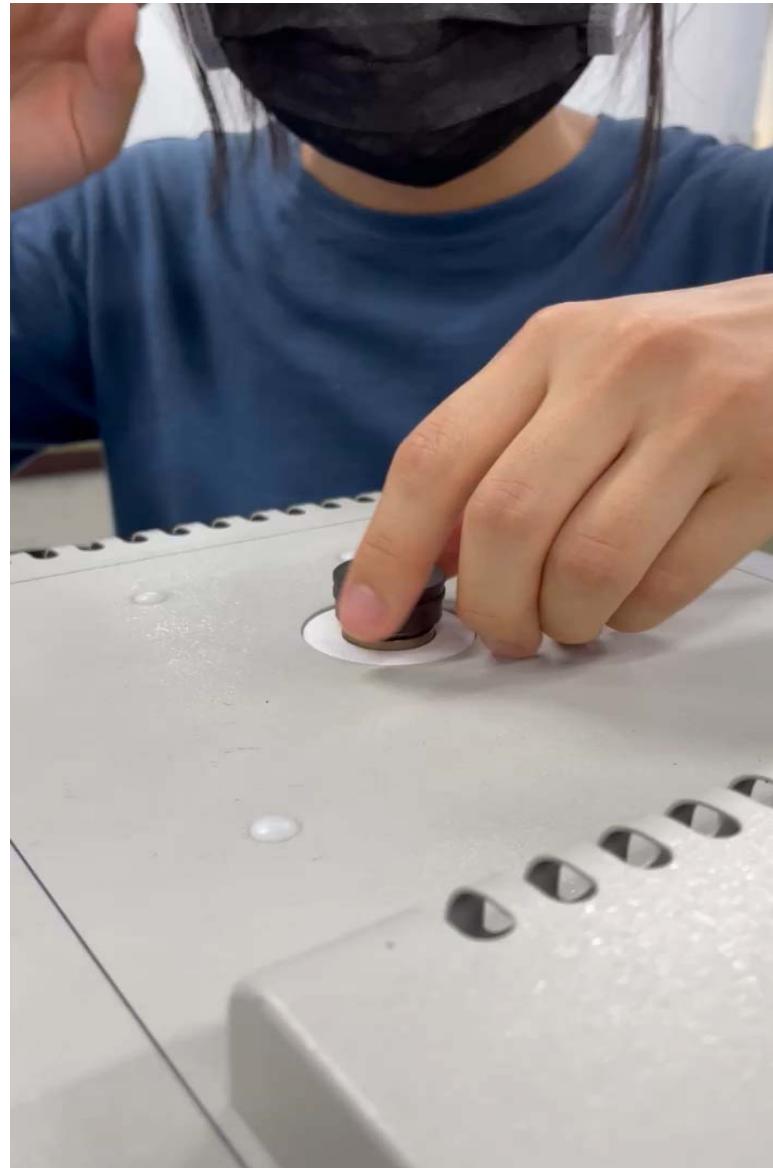
- 確實記錄氣體使用前後壓力與實驗時間
- 使用前確認氣體含量
- 暖機活化： N_2 一定要開，避免管柱受損
 H_2 不須開啟，減少氣體浪費
- 氣氣瓶扳手於使用後應取下
- 有疑問請聯絡吳技士

謝謝大家

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。

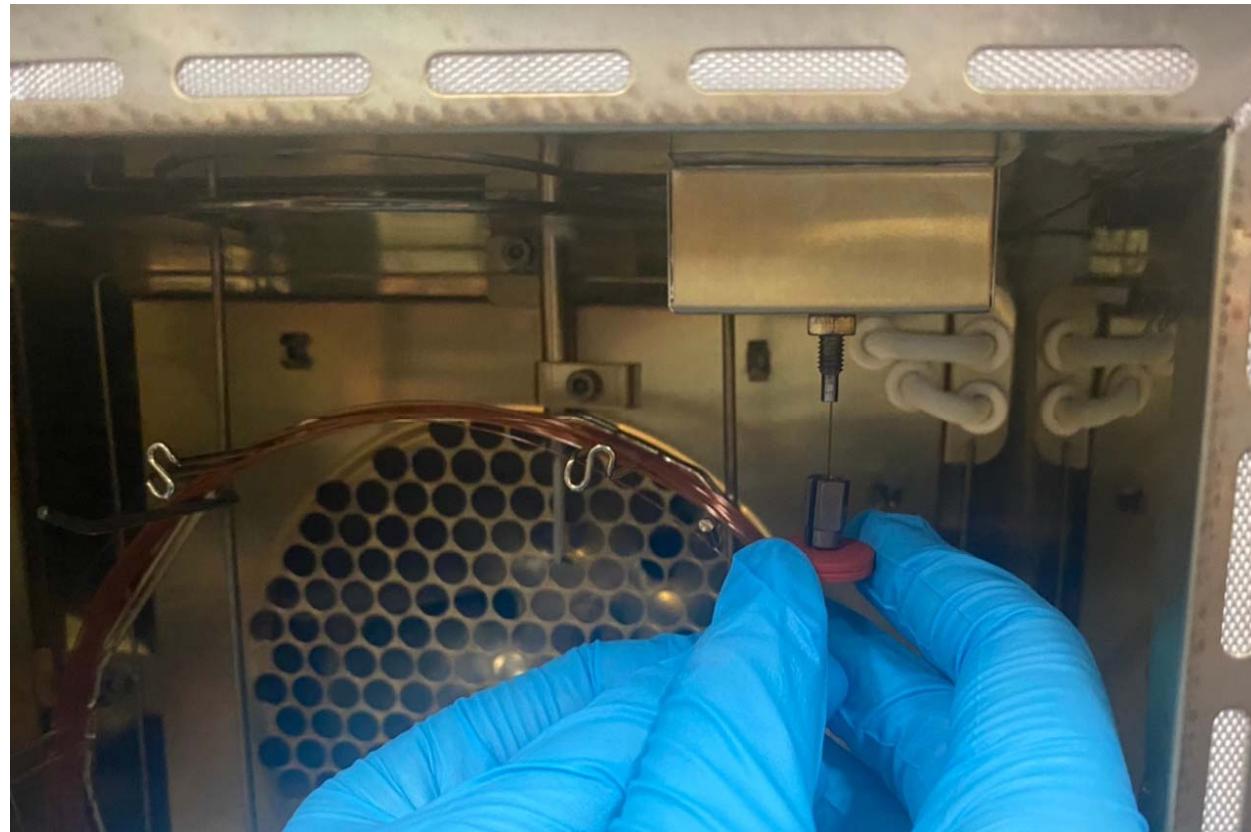
更換 Liner & Septum



注射樣品



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 N₂ 確定有無漏氣

更換管柱

