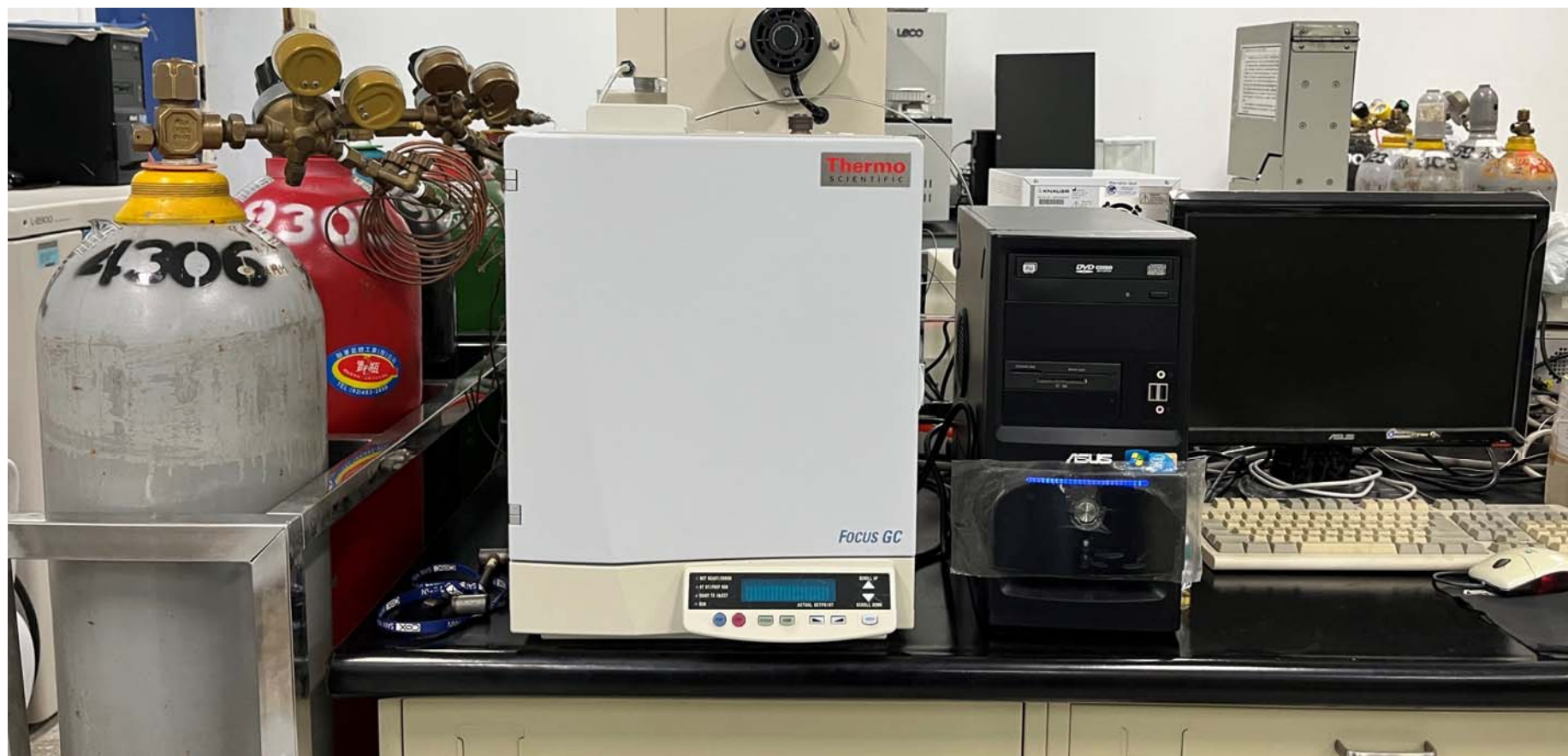
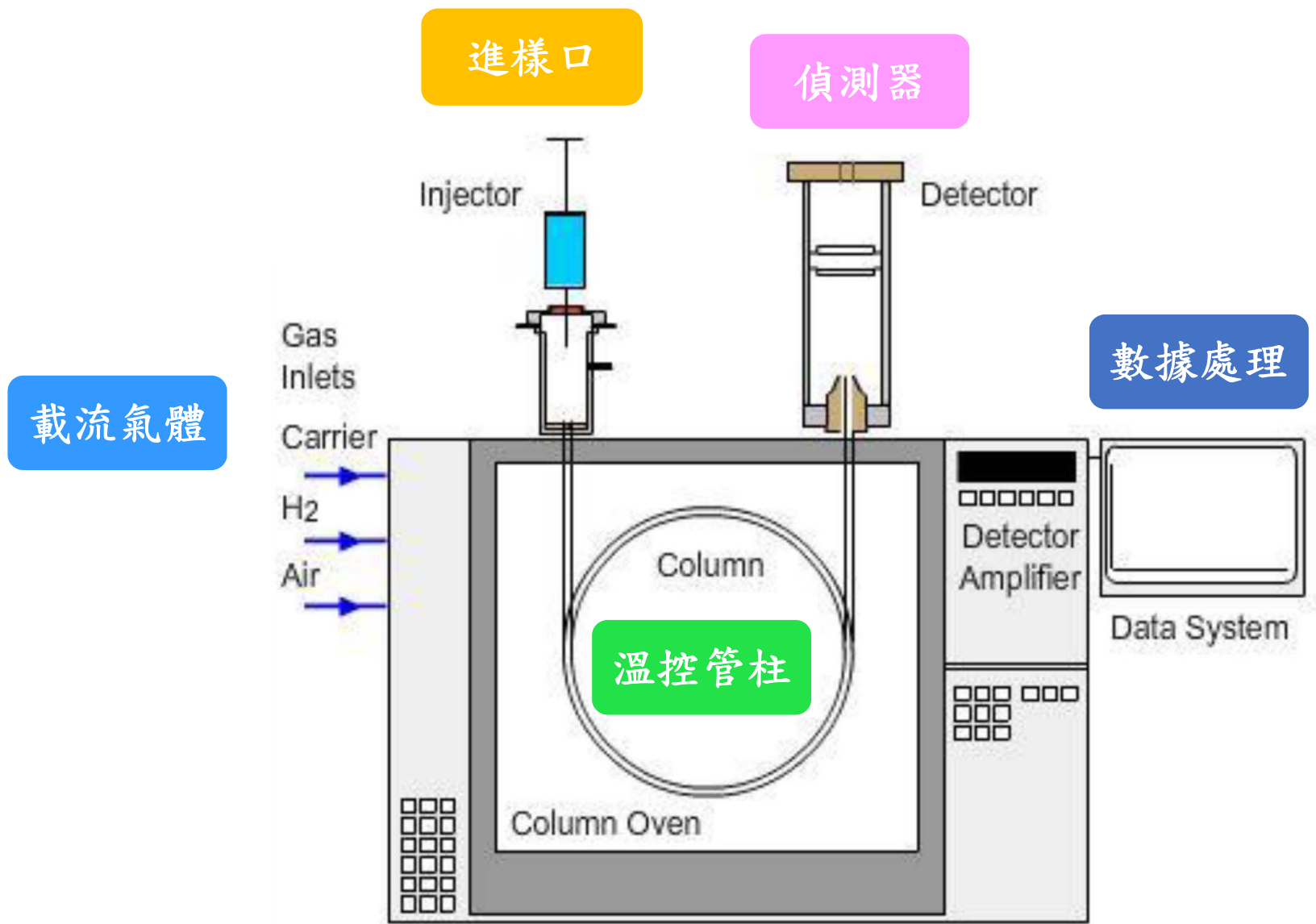


# 氣相層析儀

## Focus GC-FID



主講人：陳有謙  
簡 報：Lab308與304



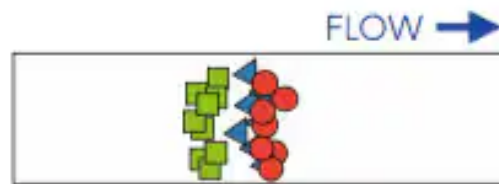
層析柱內的狀態



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、氫氣等。
- 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

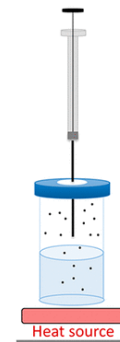
## 直接注入樣品 (direct injection)

- 可進樣 $2\sim 3\ \mu\text{L}$ 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



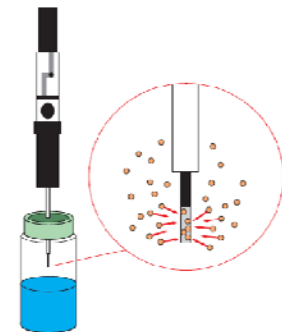
## 頂空分析法 (headspace analysis)

- 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 $10^{-7}\ \text{g/L}$



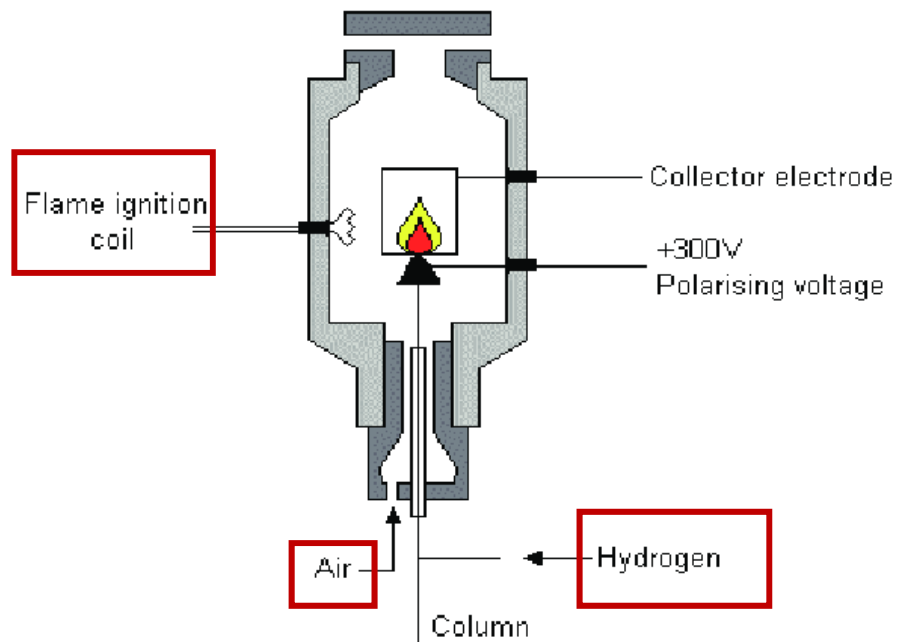
## 固相微萃取法 (solid phase microextraction, SPME)

- 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



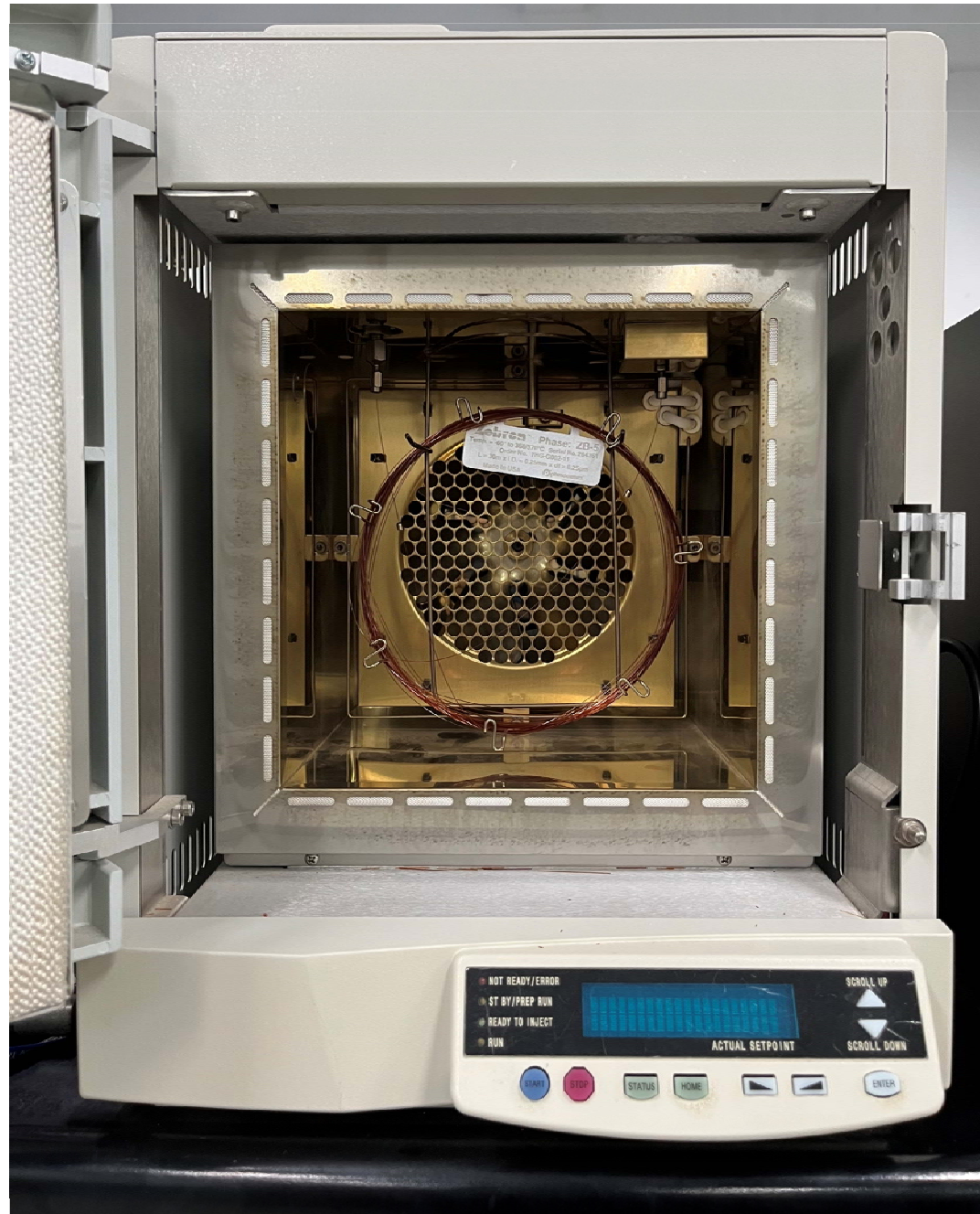
- 電流通過電場，強度與有機化合物在氫焰中燃燒後產生的離子量成正比。
- 燃燒氫氣產生火焰（氫氣、空氣）
- 廣泛用於香料、脂肪酸、碳水化合物、污染物和抗氧化劑等分析。

# 儀器設備



# FOCUS GC

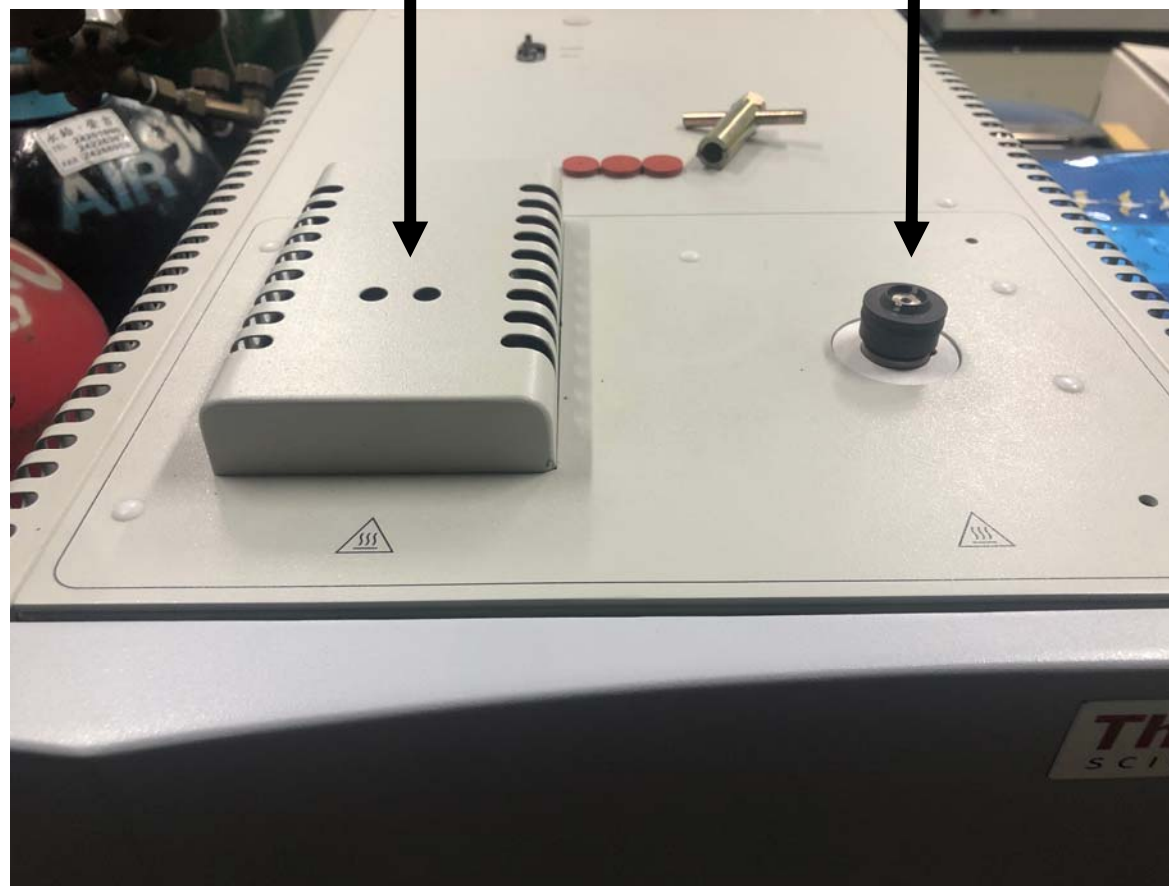




# FOCUS GC 上部

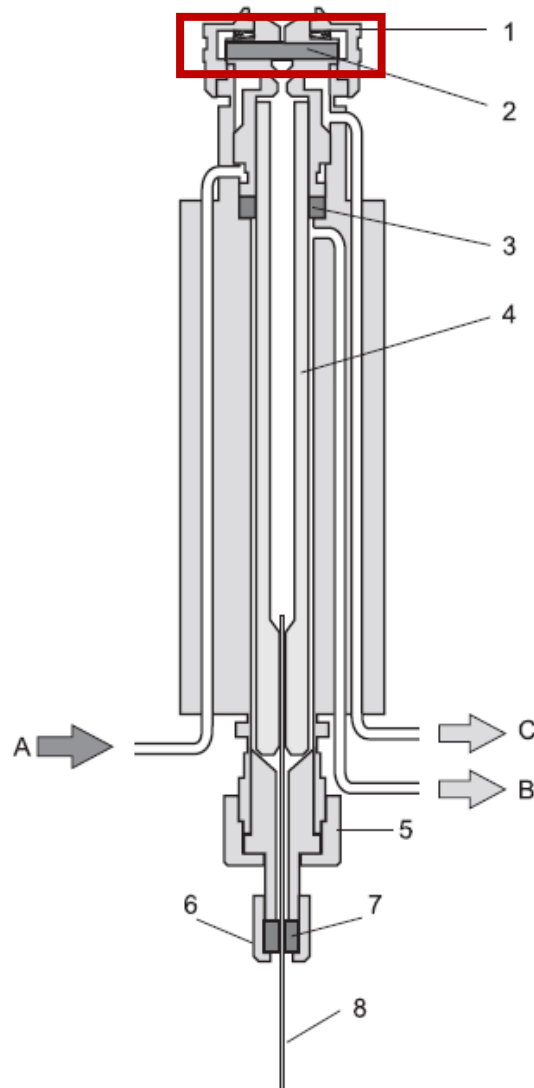
偵測器  
(Detector)

進樣口  
(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
- 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。

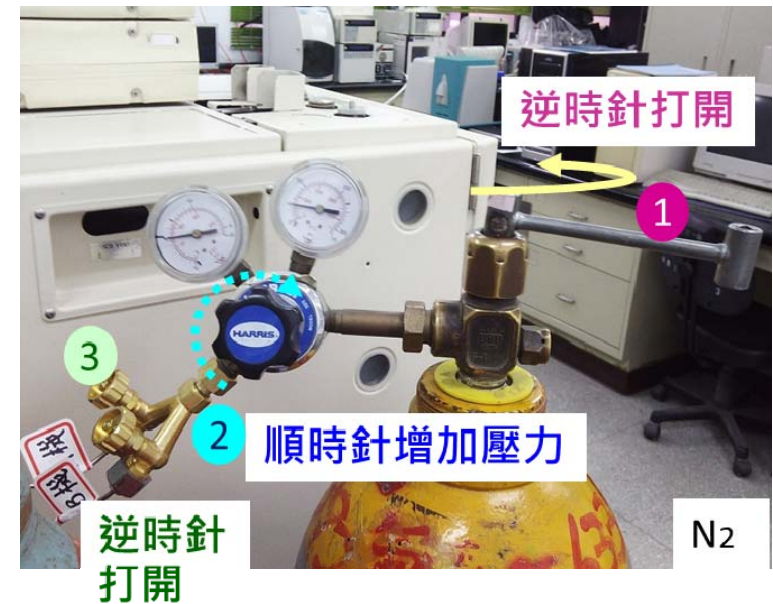
# 開機流程

1. 開  $\text{N}_2$ 、 $\text{H}_2$ 、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

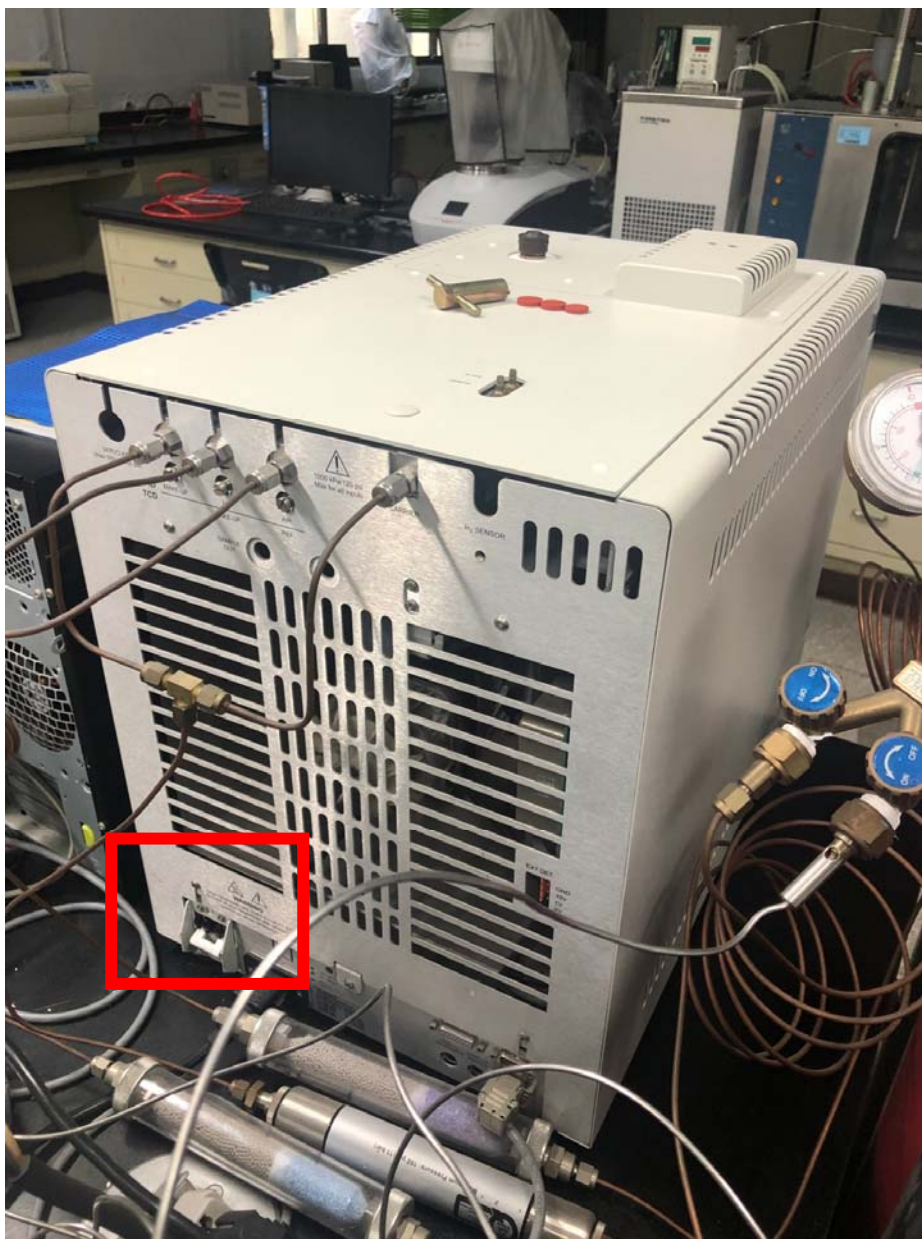


# 1.開 N<sub>2</sub>

- 載流氣體：N<sub>2</sub>
- FID 點火氣體：Air (可燃)、H<sub>2</sub> (助燃)



## 2.開啟 GC 開關



儀器開關

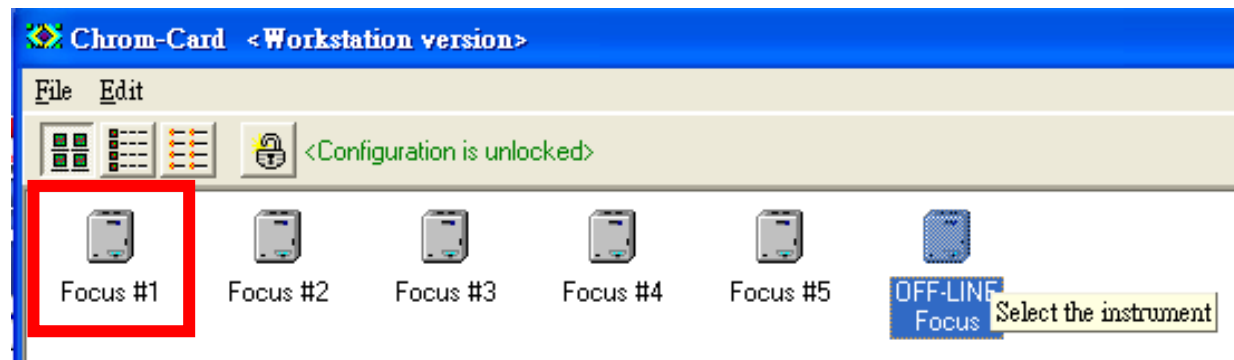
\*開 N<sub>2</sub> 後才能開啟儀器電源

### 3.開軟體

點「Chrom-Card」

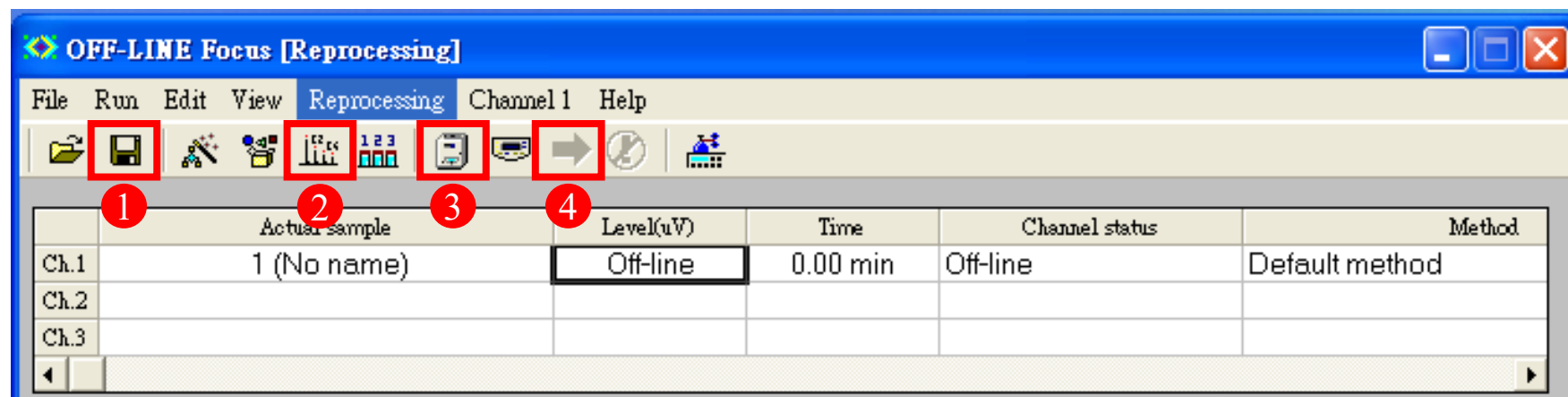


點「FOCUS #1」進入GC介面  
(OFF-LINE Focus 為離線數據處理用)





# 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

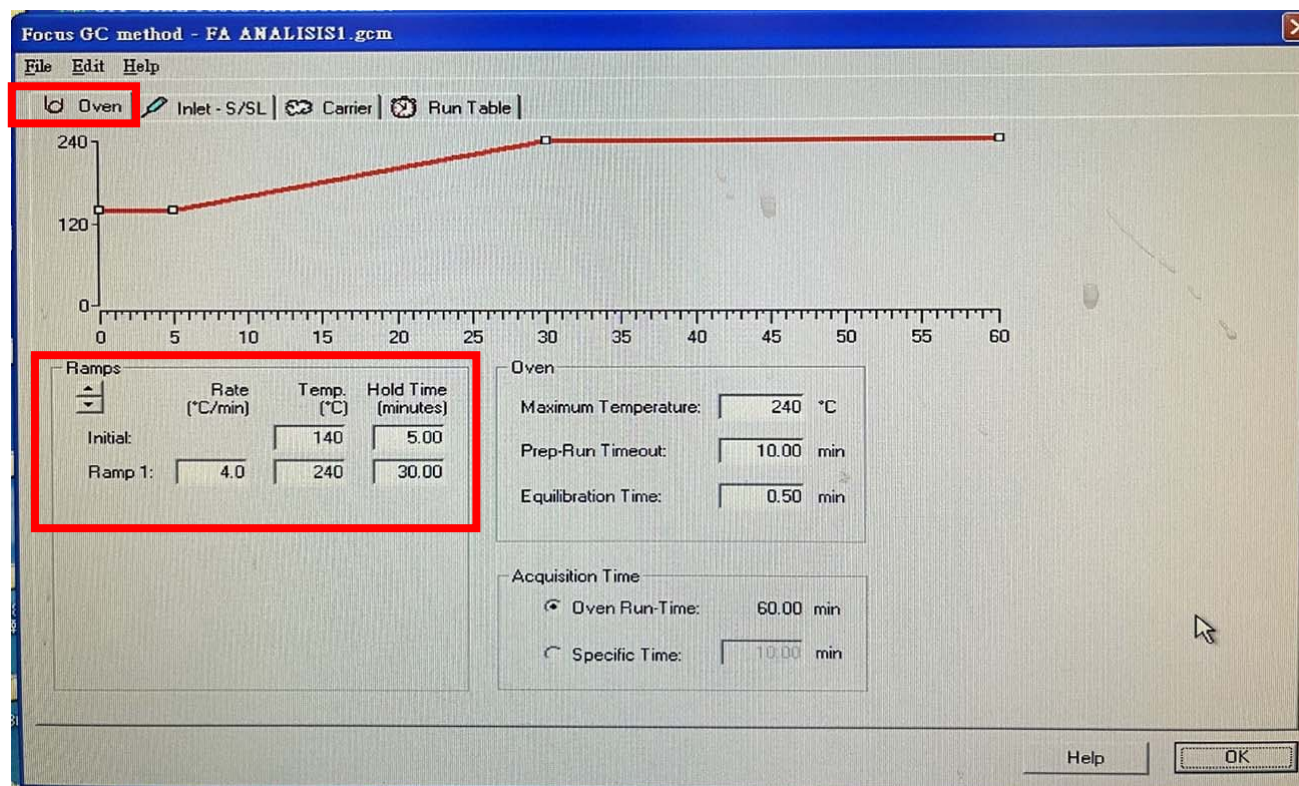
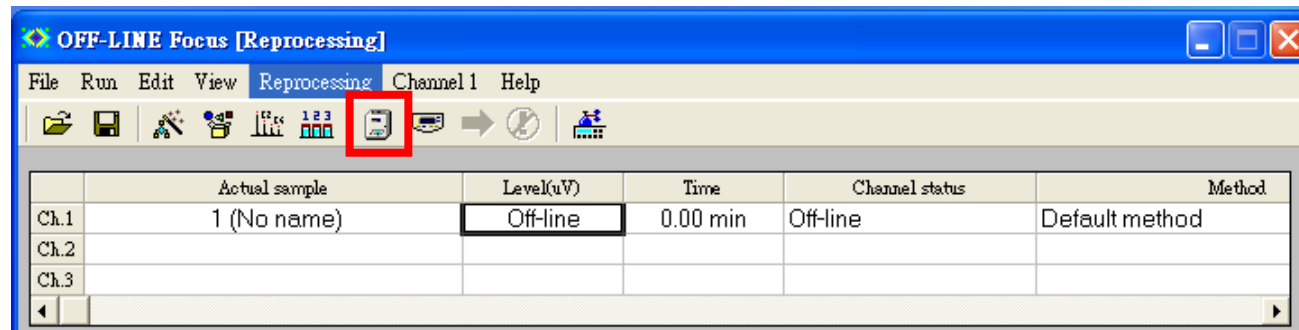
## 文獻中的參數

chromatograph (GC-2010, Shimadzu) equipped with a flame ionization detector. A Suprawax-280 (15 m x 0.1 mm x 0.1  $\mu$ m) 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<sup>-1</sup> (hold 21 min), then to 250°C at 15°C min<sup>-1</sup> (hold 7 min).   
升溫條件  
Injector 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	Rate (°C/min)	Temperature (°C)	Hold time (min)	Run time (min)	, n° 1177). The
percen		150	4	4	ample (% of total).
	15	200	21	28.3	(Río Sánchez et al., 2015)
	15	250	7	38.6	

# 編輯GC參數-Oven

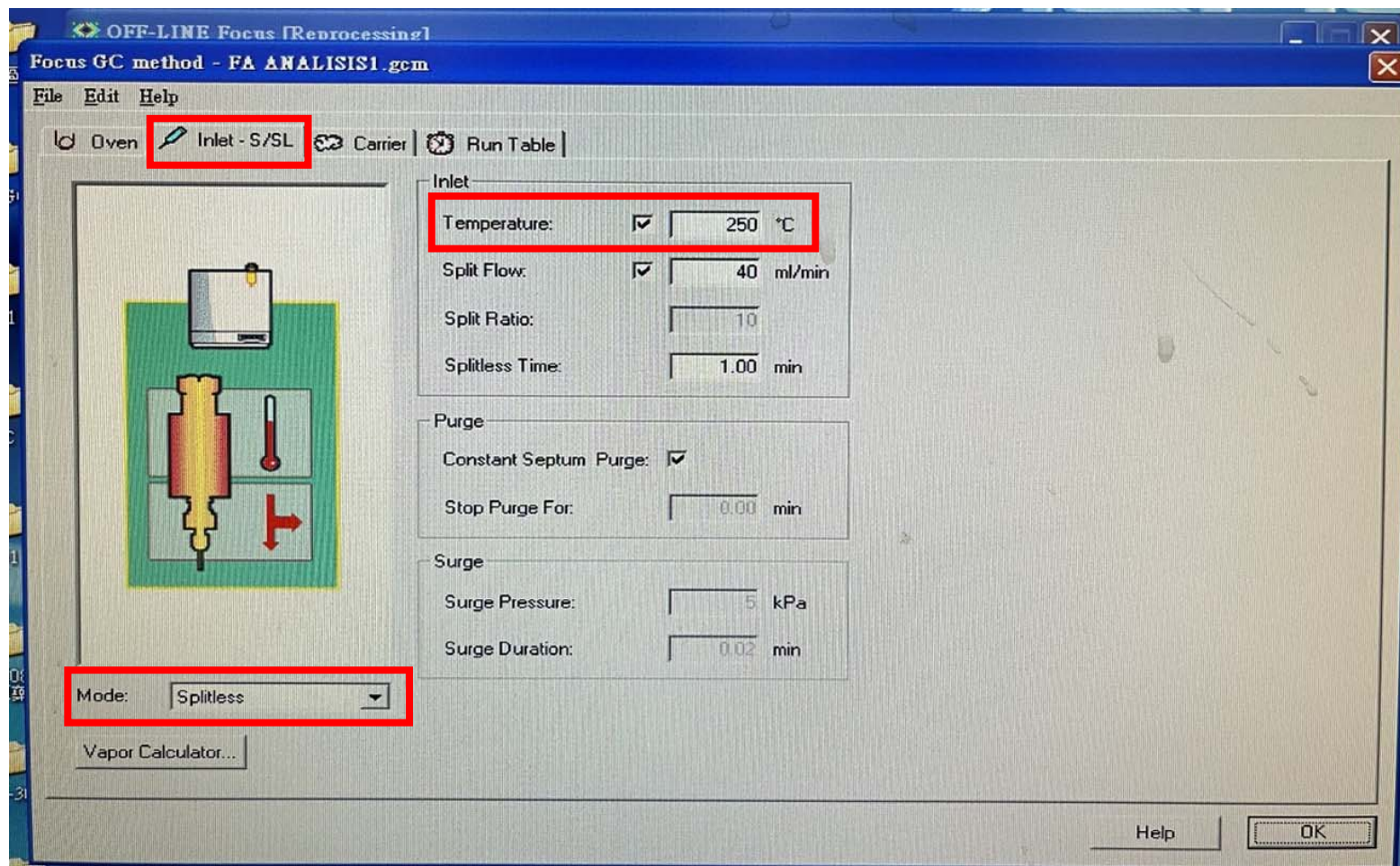
## 設定 Oven 的升溫梯度



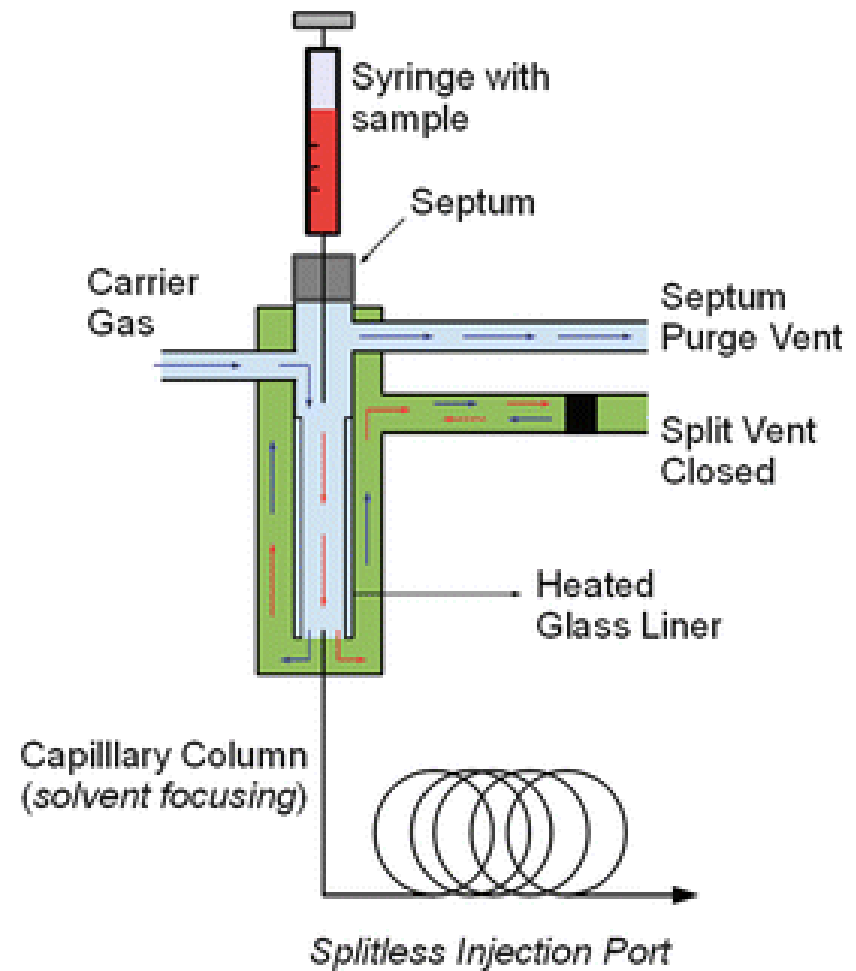
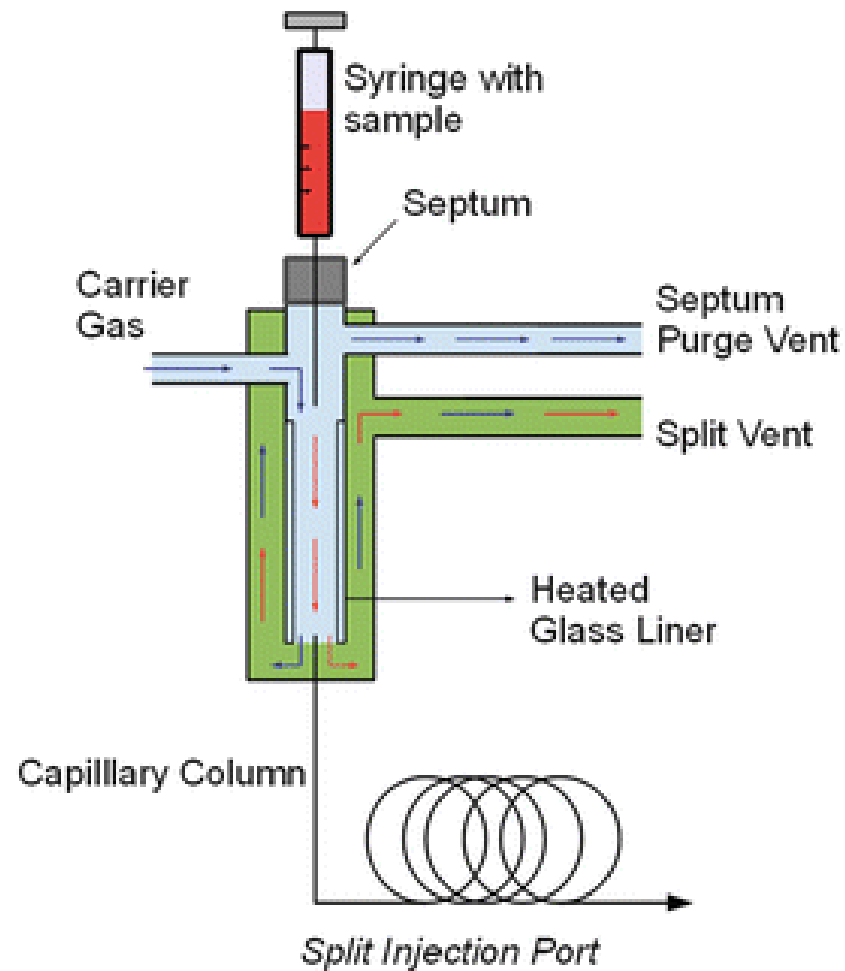


# 編輯GC參數-Inlet · S/SL

設定Inlet 的溫度、分/不分流、分流比



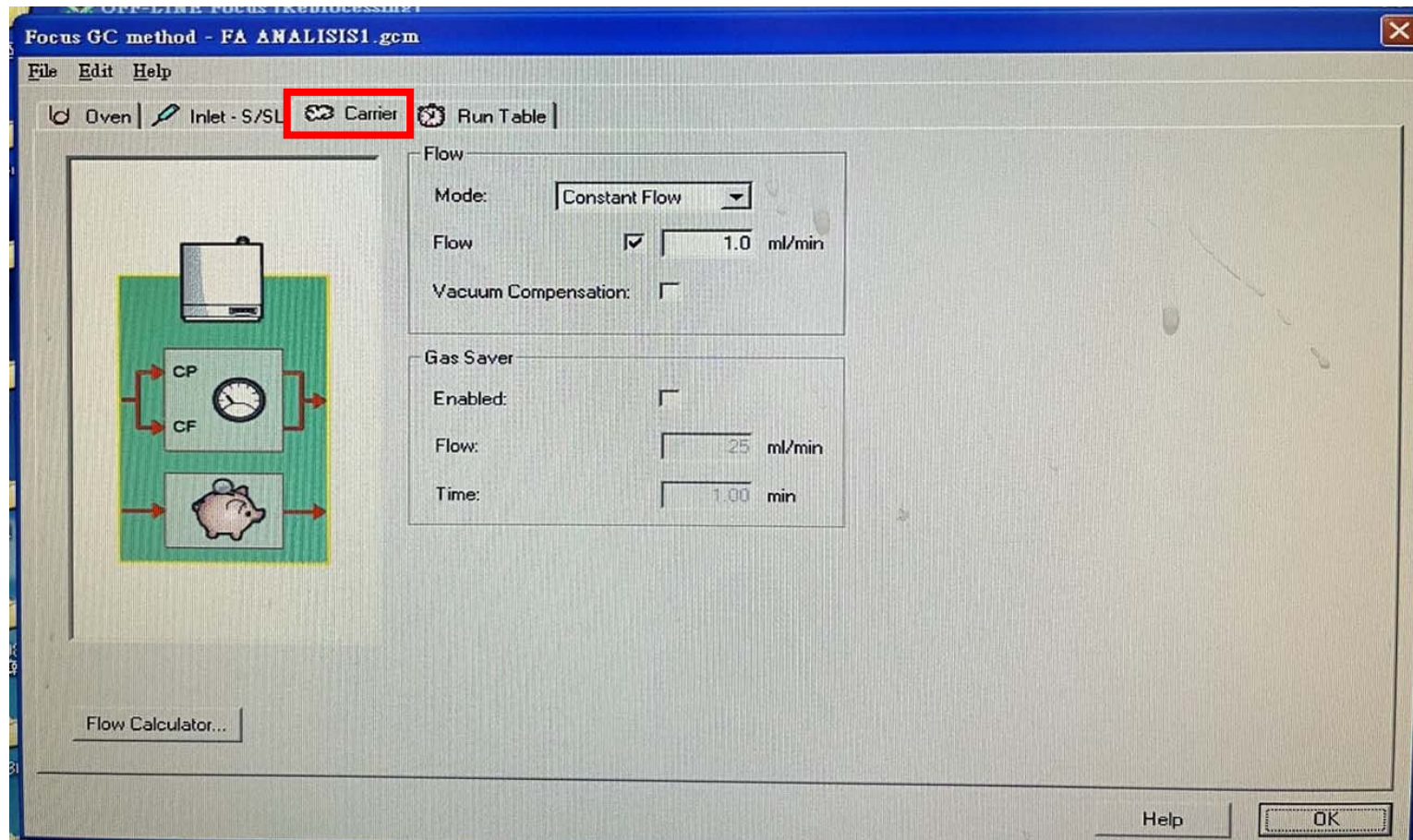
# Split/Splitless



- 降低樣品進樣量
- 可避免管柱過度負荷

# 編輯GC參數-Carrier

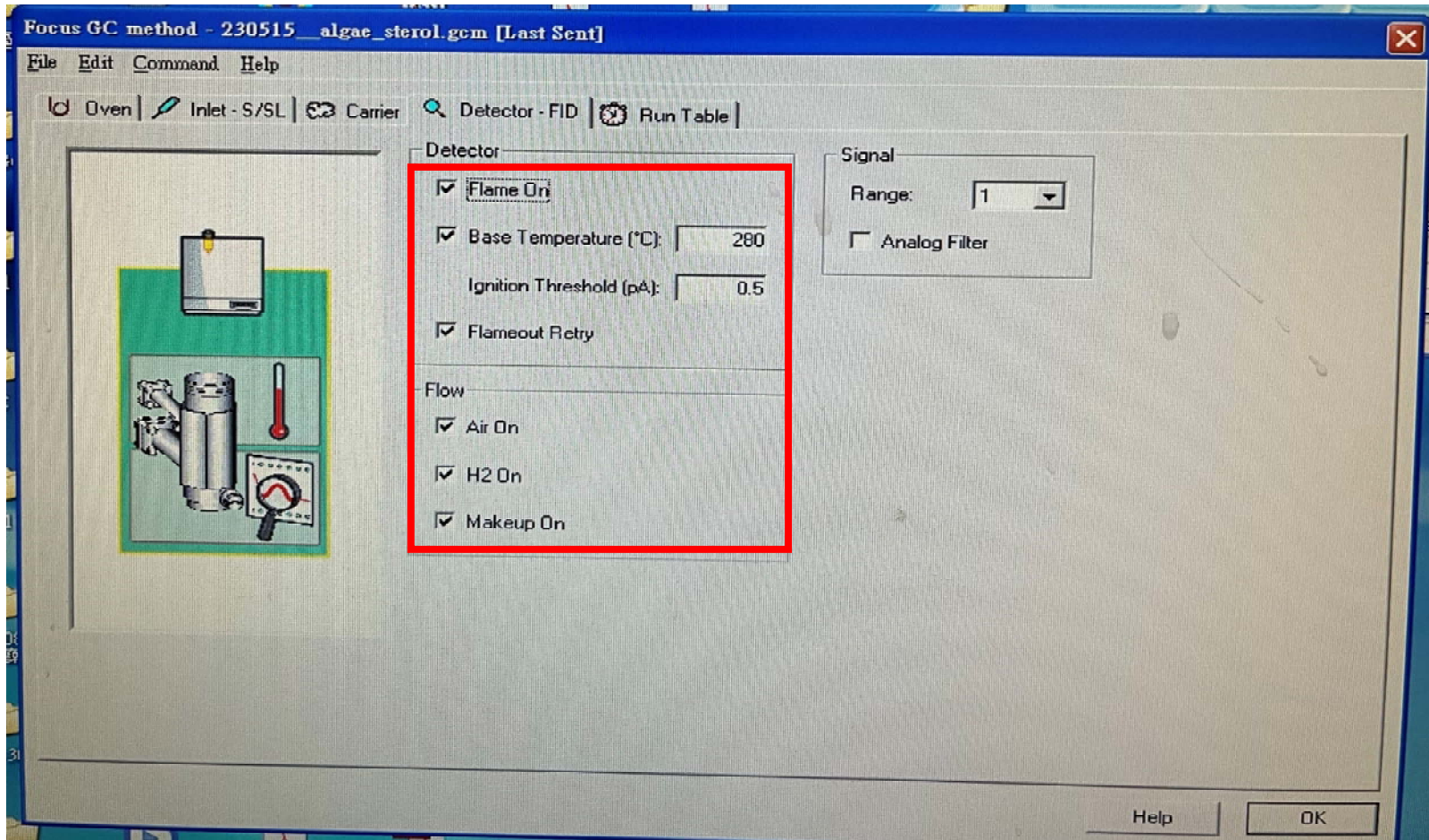
設定 Carrier 的流速





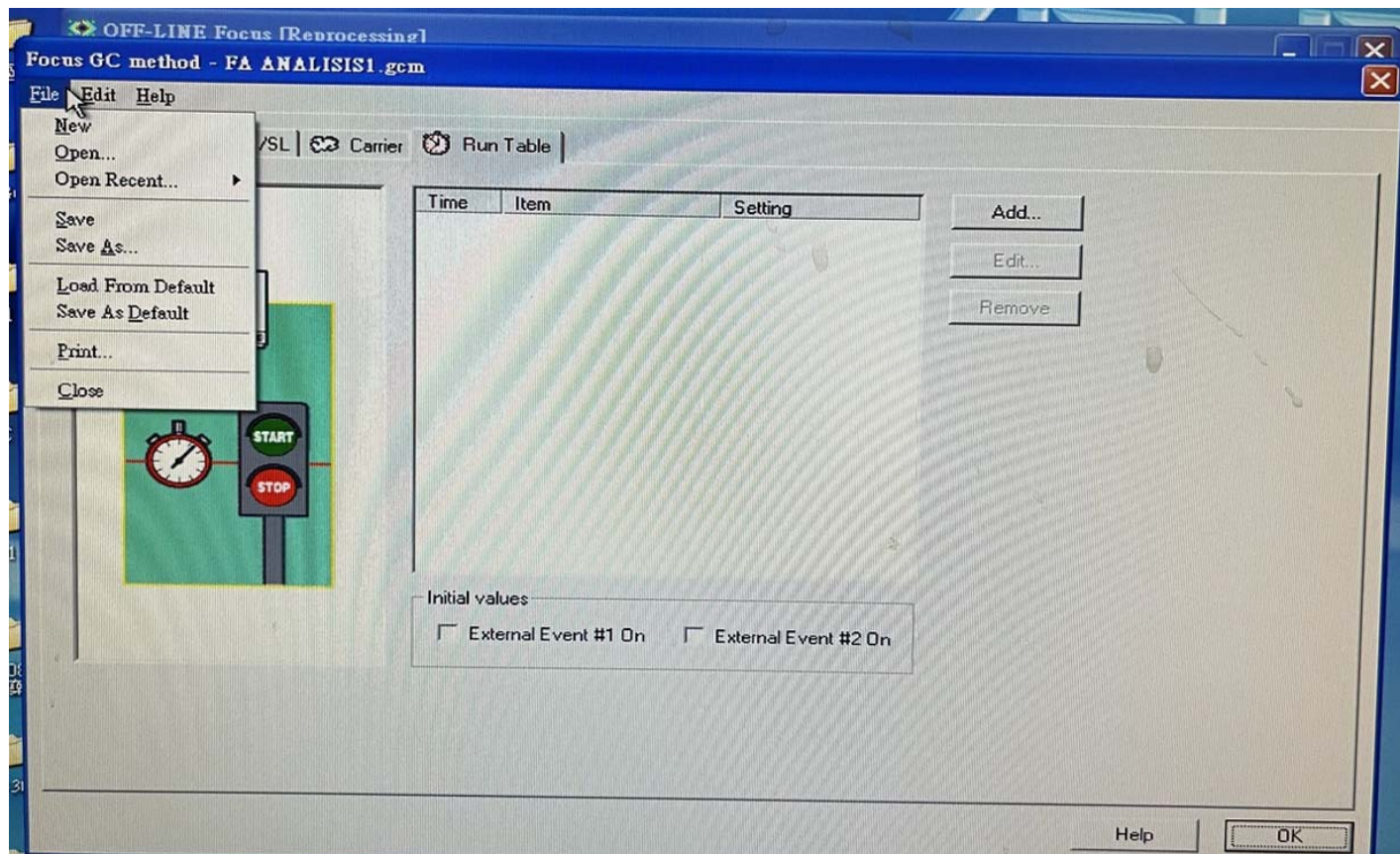
## 編輯GC參數-Detector·FID

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



# 儲存 GC 參數

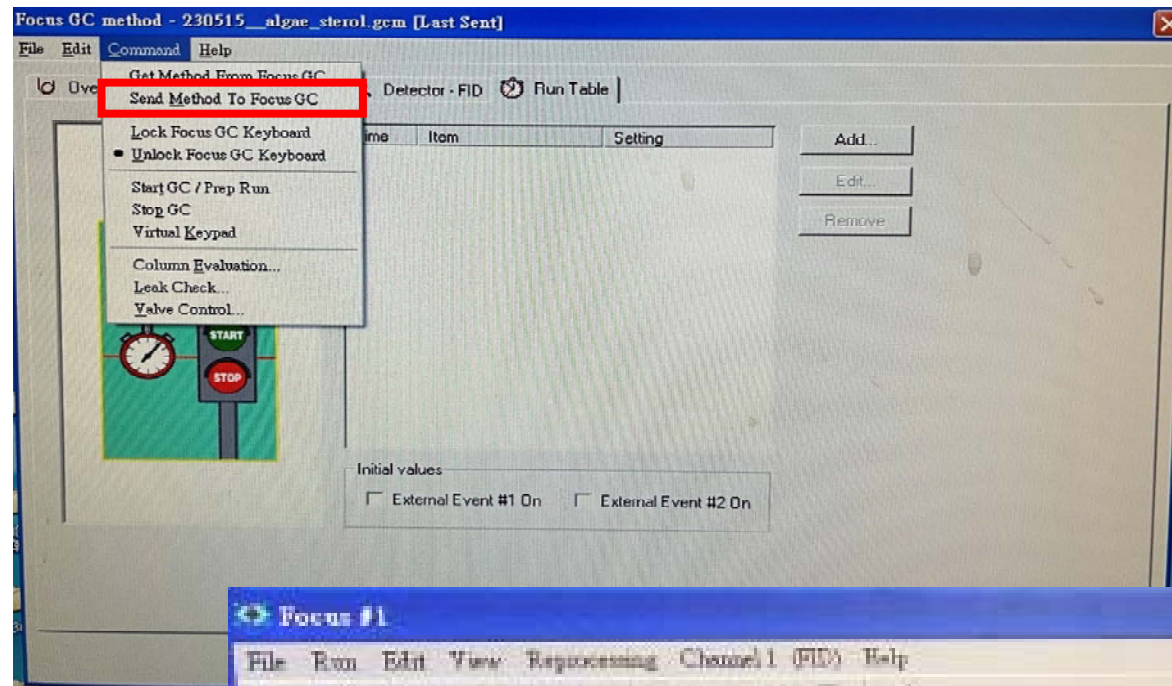
設定完成後「File」→「Save As」儲存檔案





# 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)

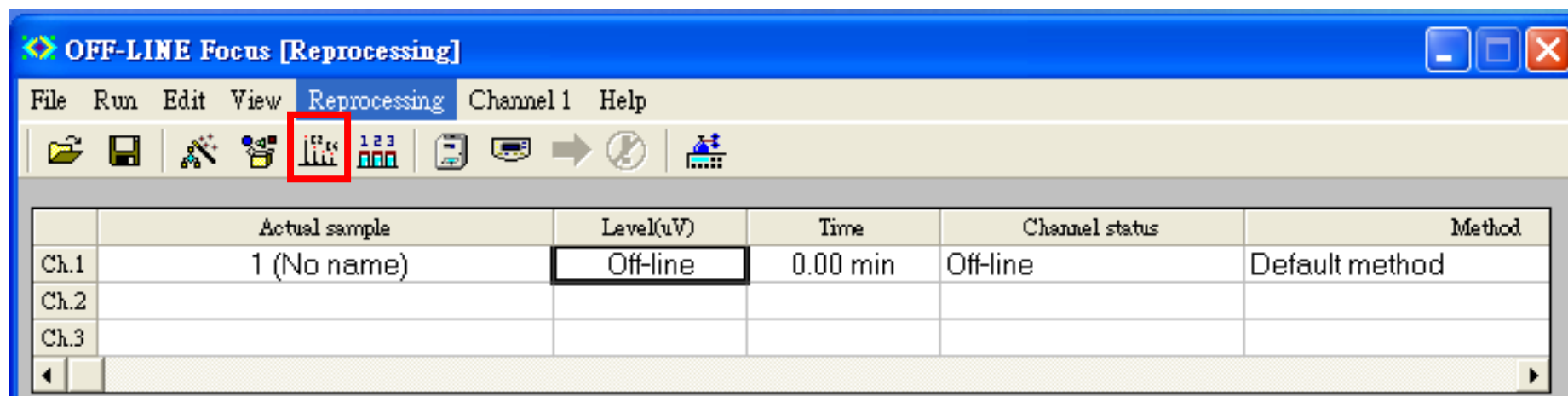


The screenshot shows the 'Focus #1' window with a data table. The 'Level(s)' column is highlighted with a red box. The table contains the following data:

	Virtual sample	Level(s)	Time	Channel status	Method
Ch.1	8 (for 98)	22646	1.43 min	Waiting external start	20191028
Ch.2					
Ch.3					

# 編輯樣品表

點「Sample table」設定「Sequence」



# 編輯樣品表

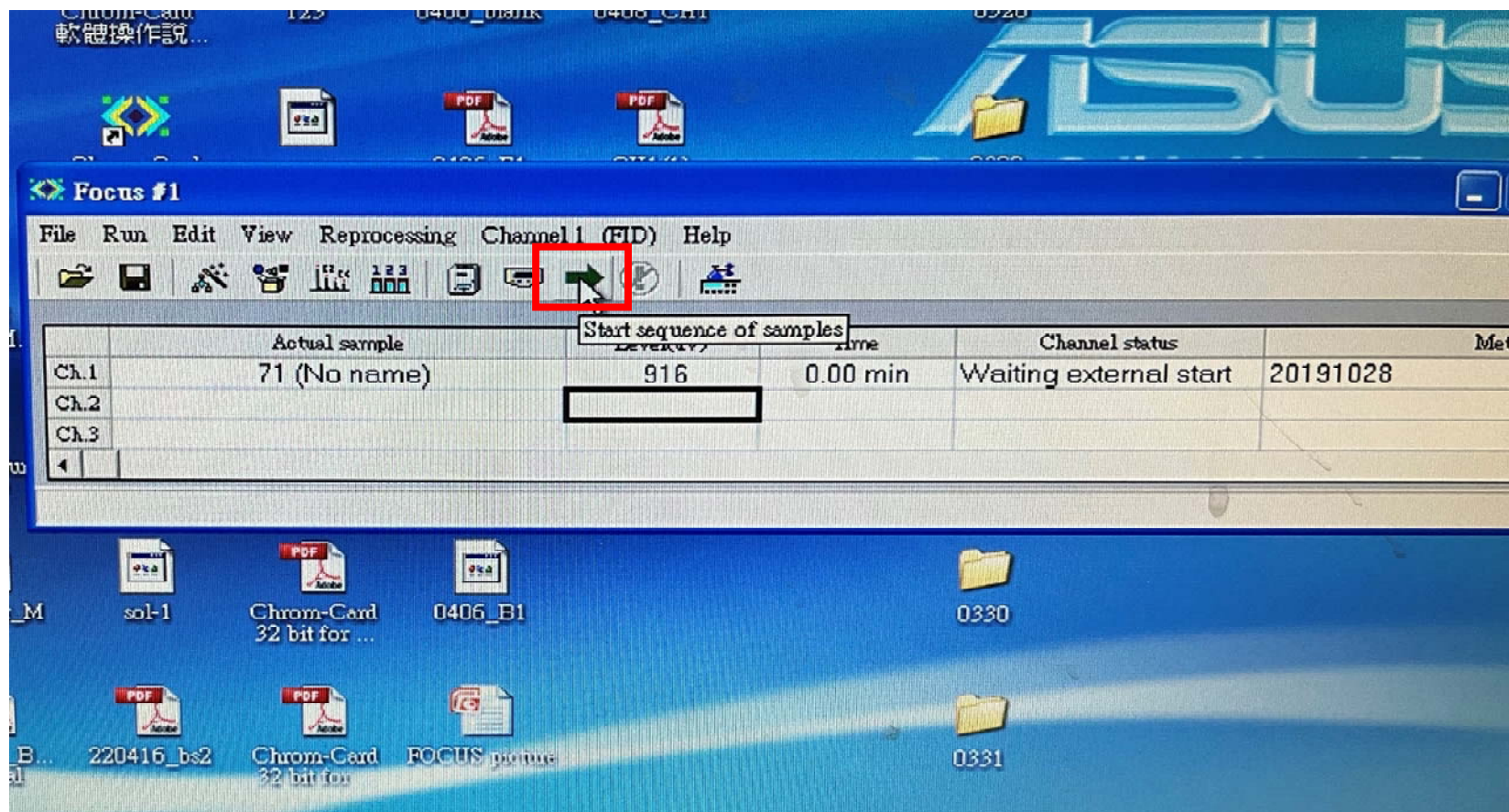
輸入 Filename 和 GC method filename

ID	Sample name	Filename	Type	S.A.	LS.	X.F.	GC method filename	AS method filename
70		1					230515__algae_sterol	
71		chien test					230515__algae_sterol	
72	Act.							
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								



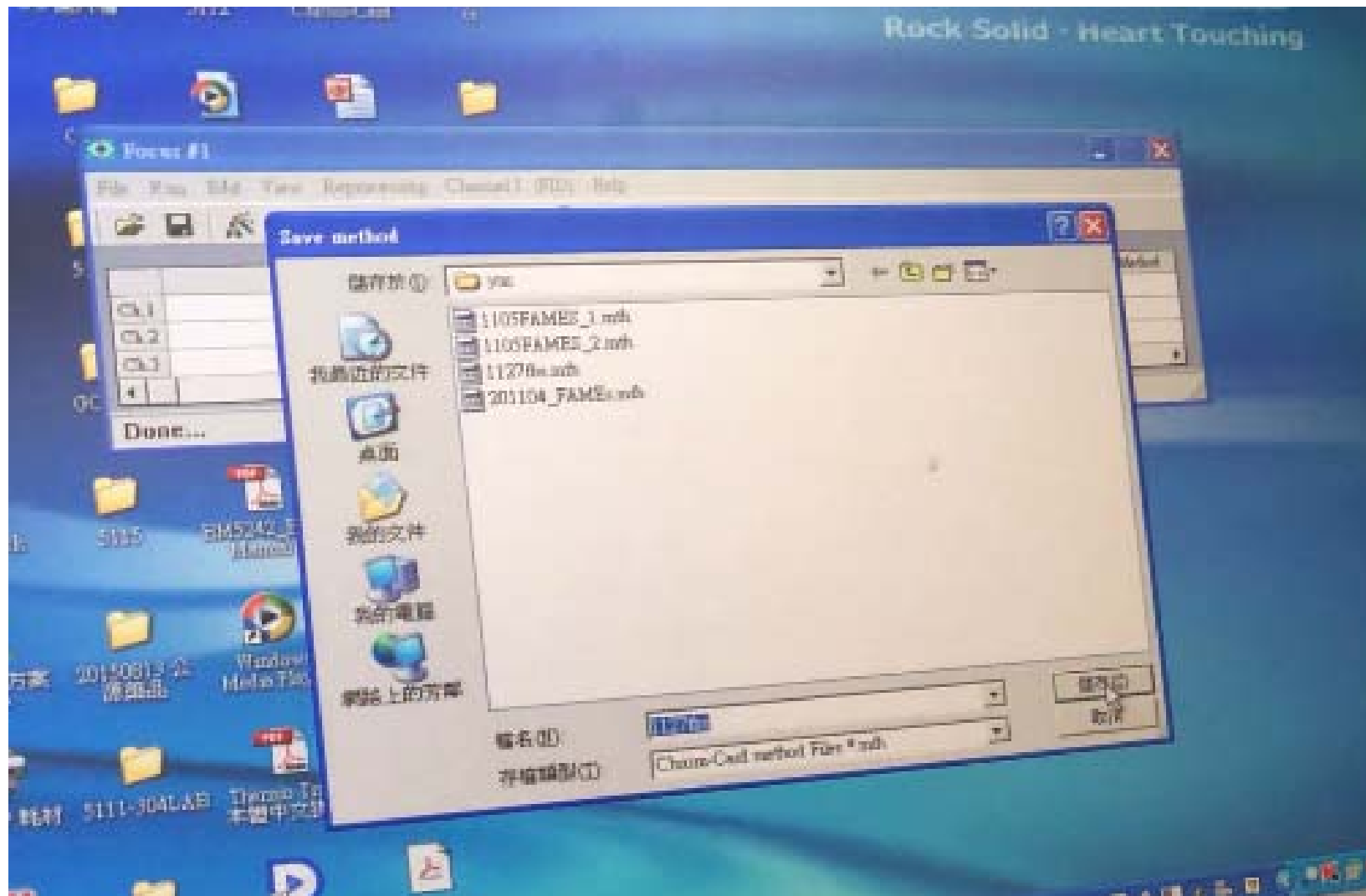
# 編輯樣品表

點選「→」 Start sequence of samples



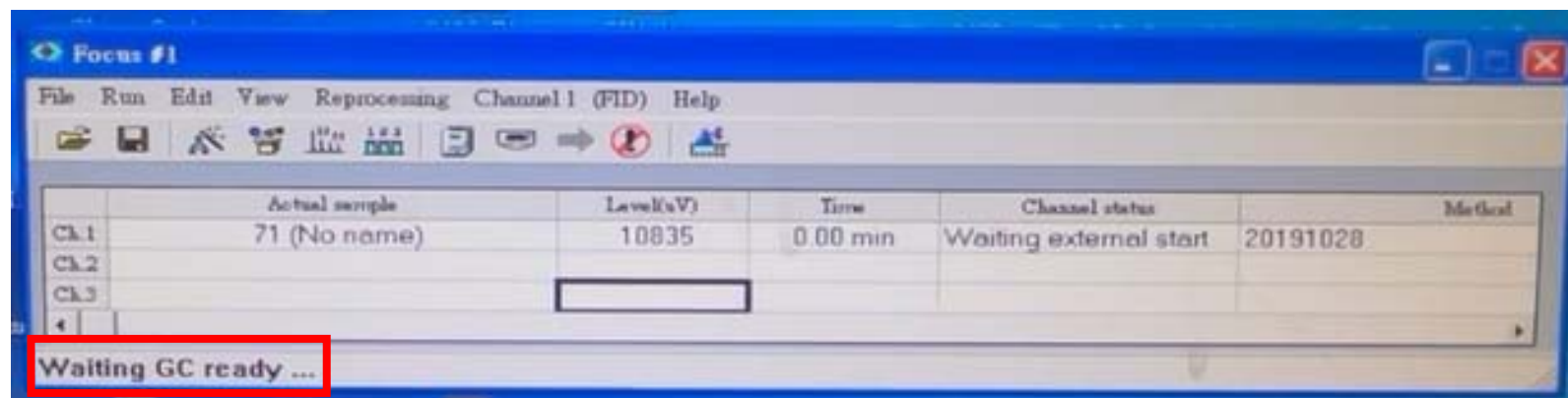
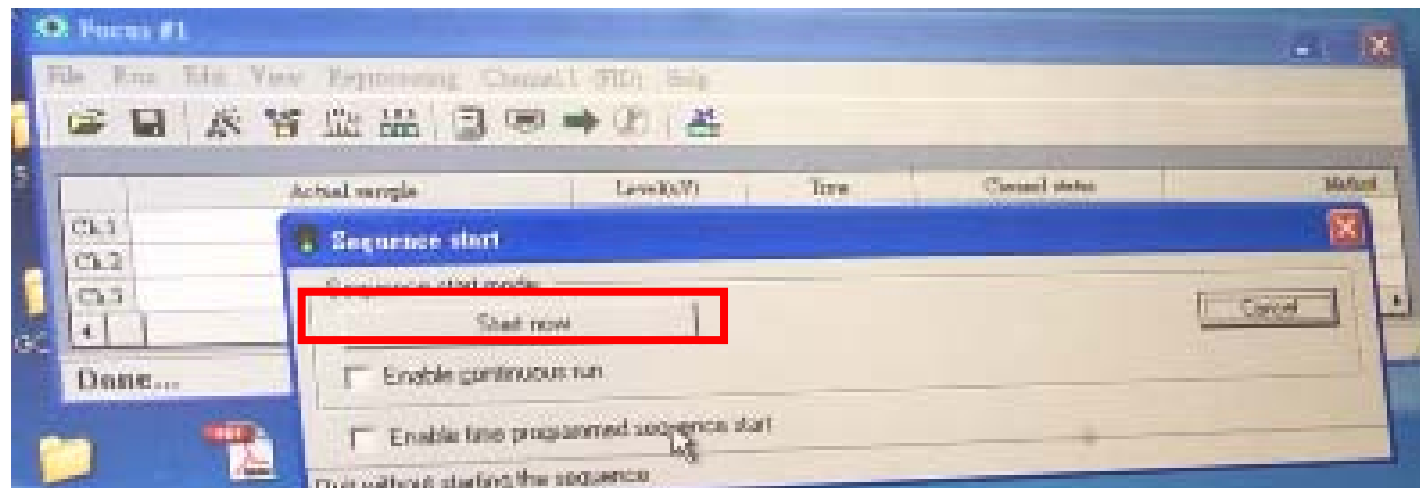
# 儲存檔案

## 儲存方法檔



# 樣品分析

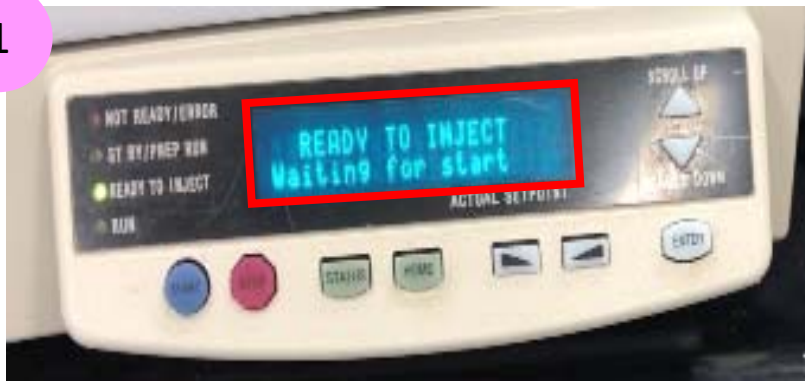
點選「Start now」



# 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

1



2



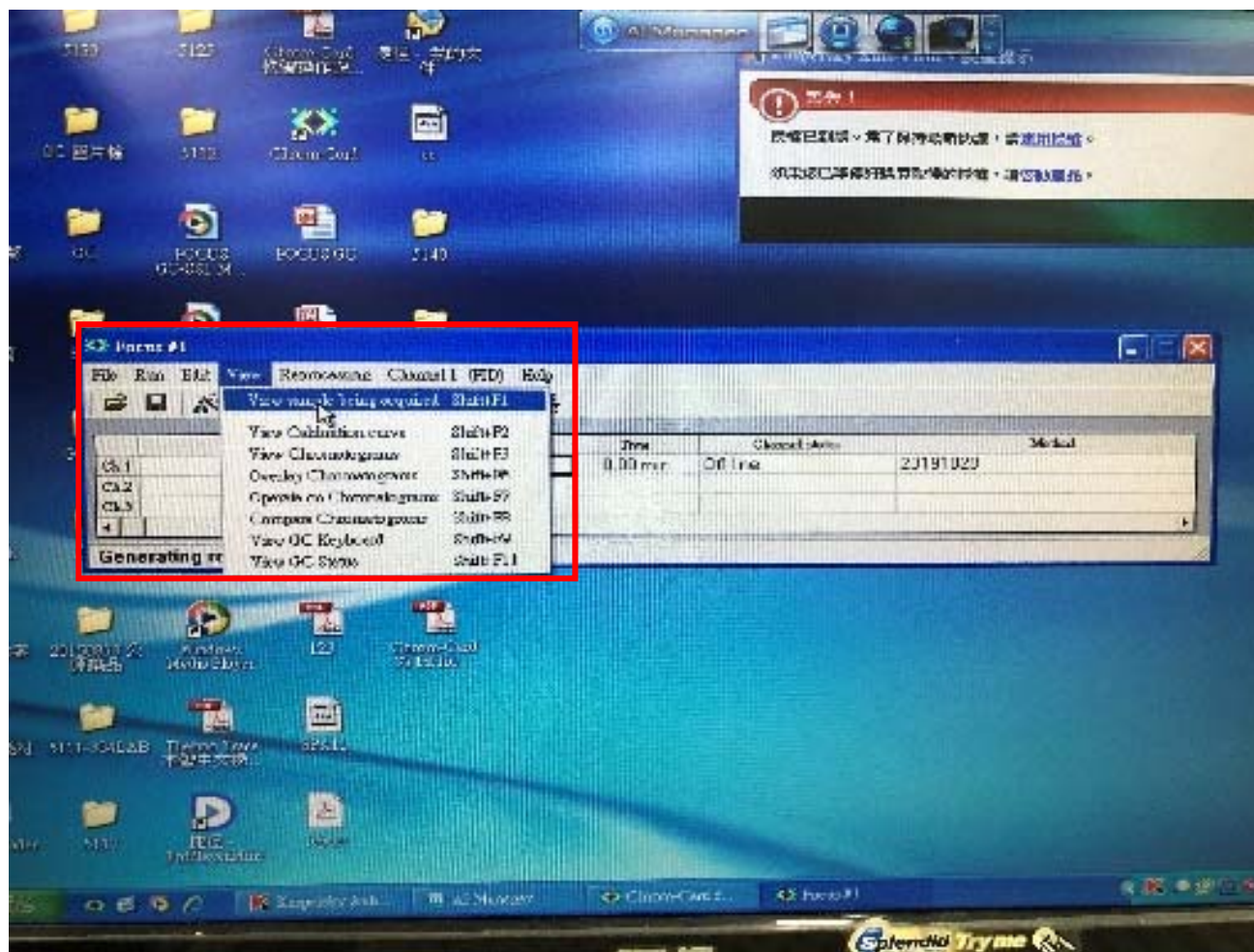
3





# 查看即時圖譜

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



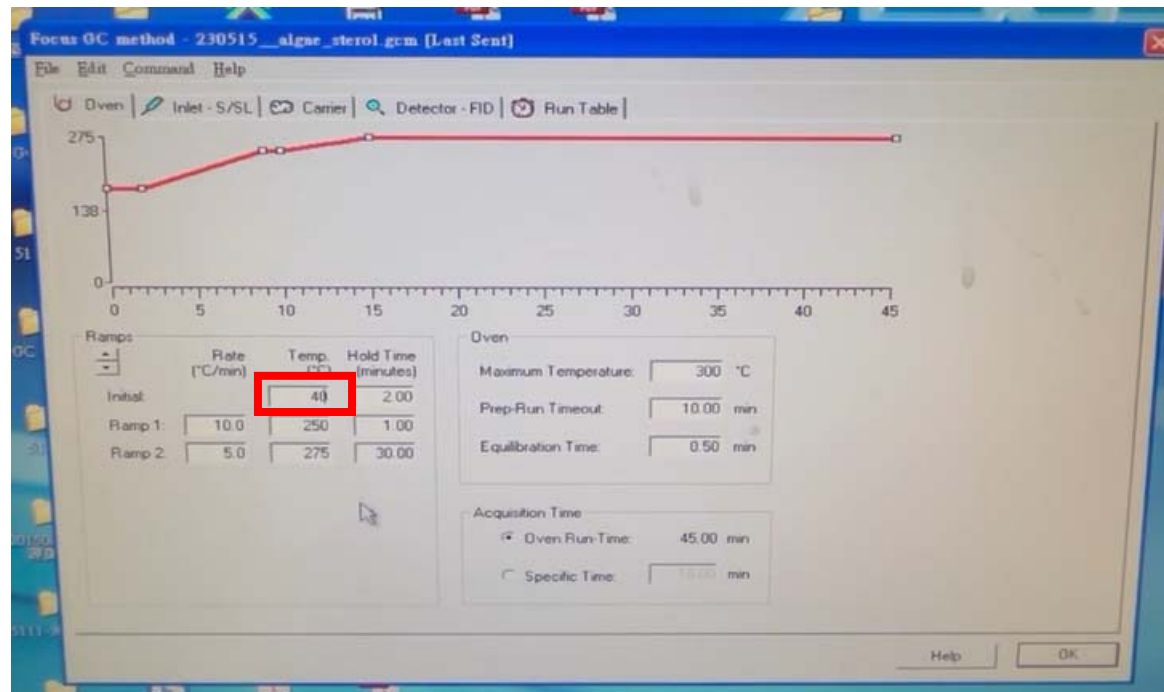
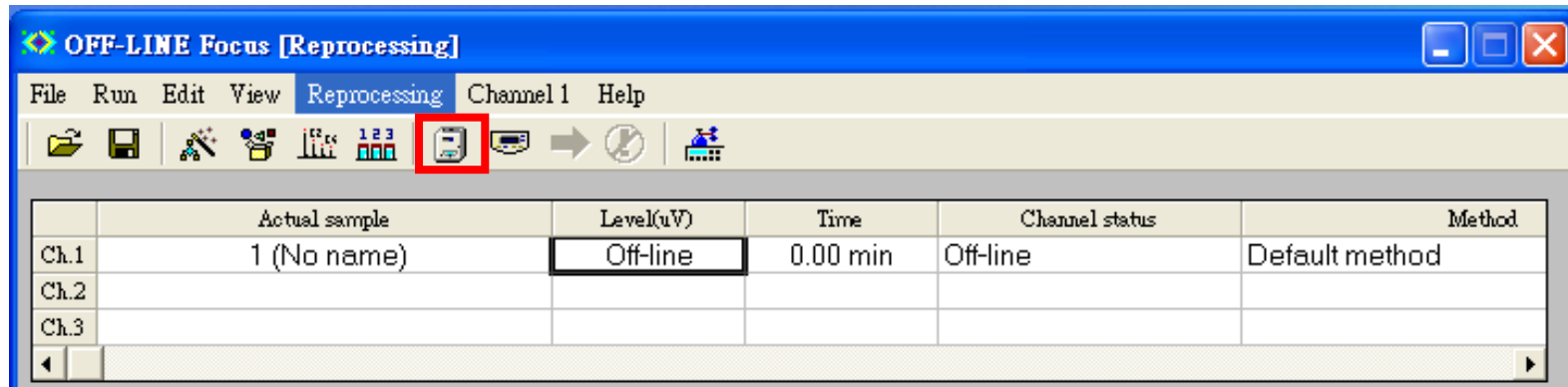


# 關機流程

1. 設定烘箱溫度為 40 °C
2. 關 Air、H<sub>2</sub>、Inlet 和 Detector
3. 待烘箱溫度下降即可關儀器電源
4. 關 N<sub>2</sub>

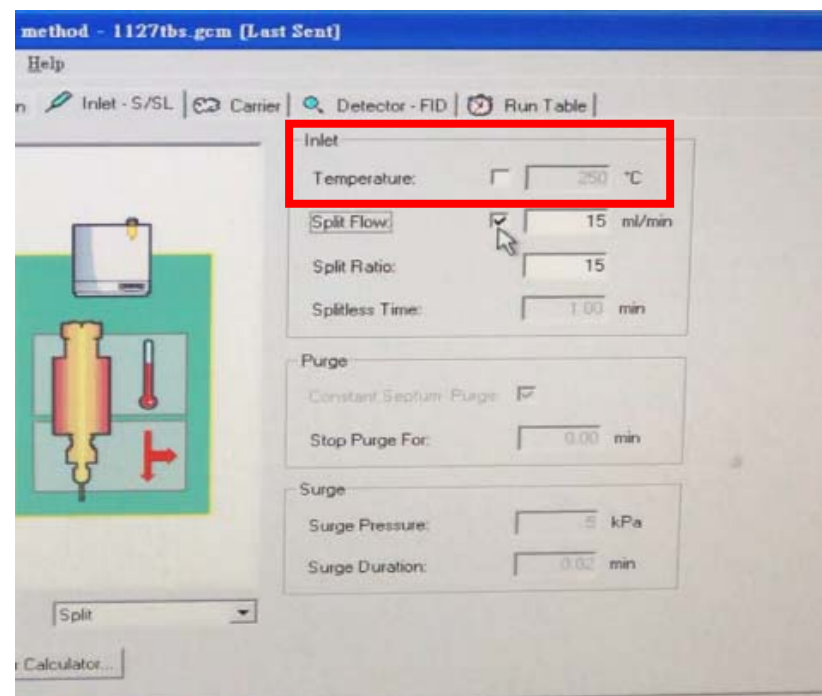
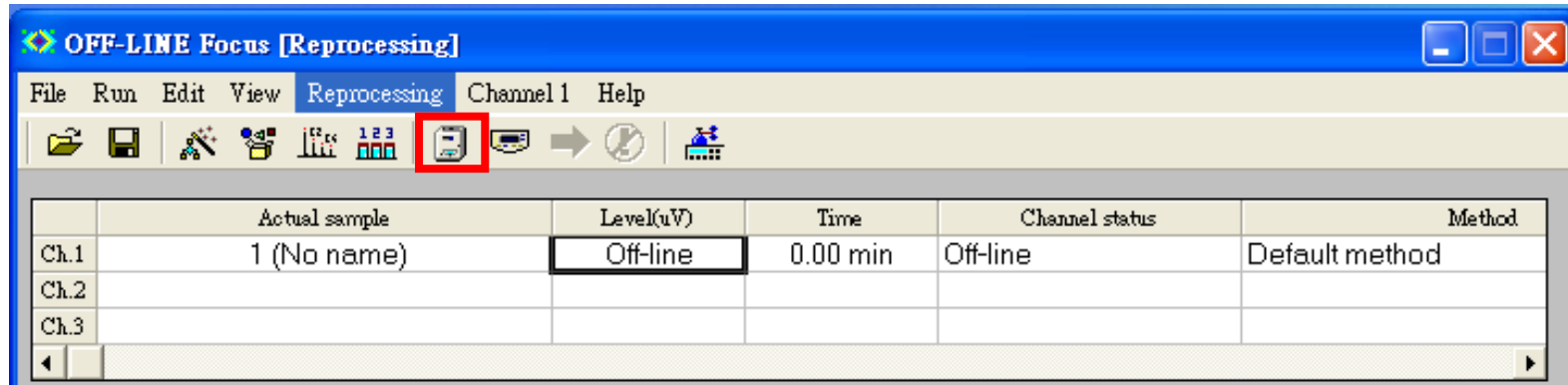
# 關機

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



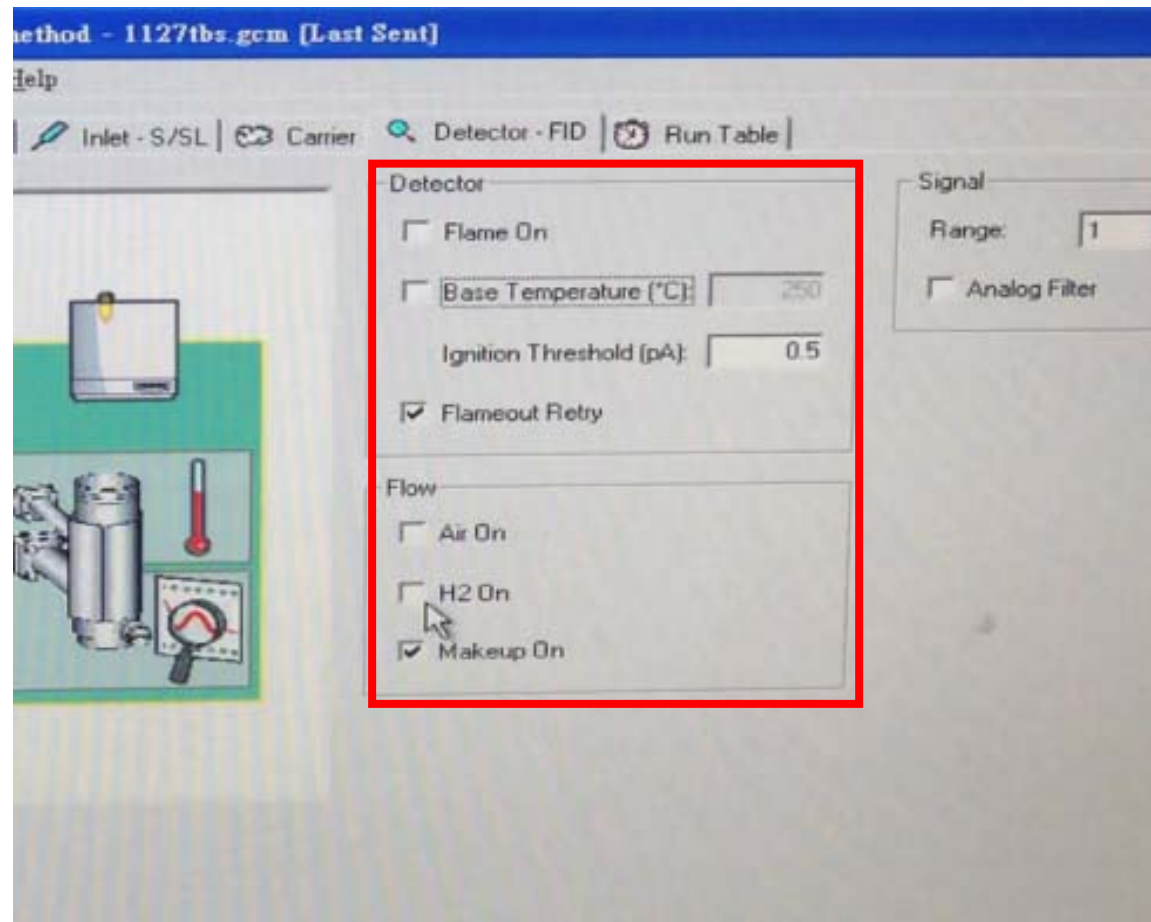
# 關機

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



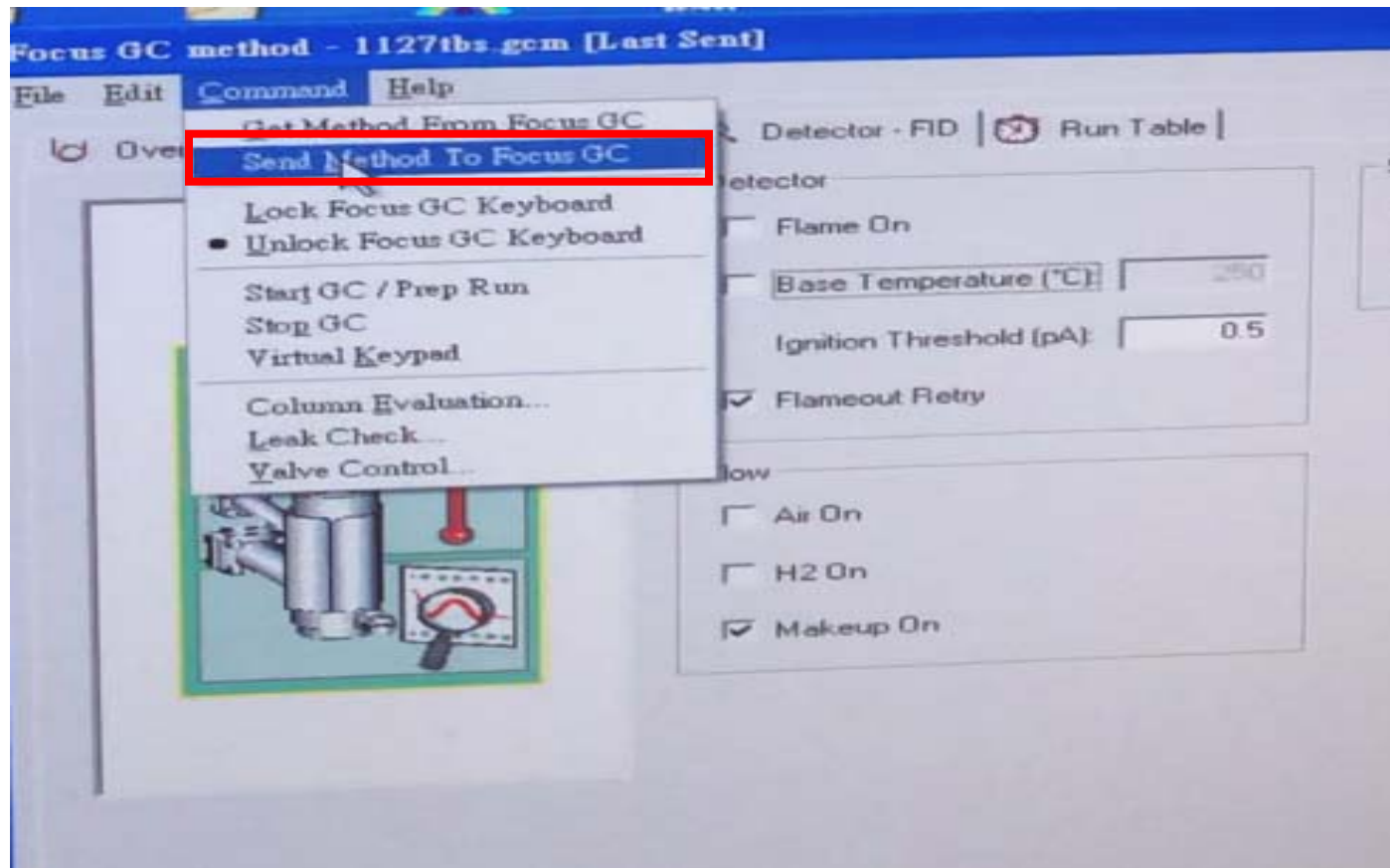
# 關機

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、H<sub>2</sub> 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、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
- 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
- 氮氣瓶板手於使用後應取下
- 有疑問請聯絡吳技士

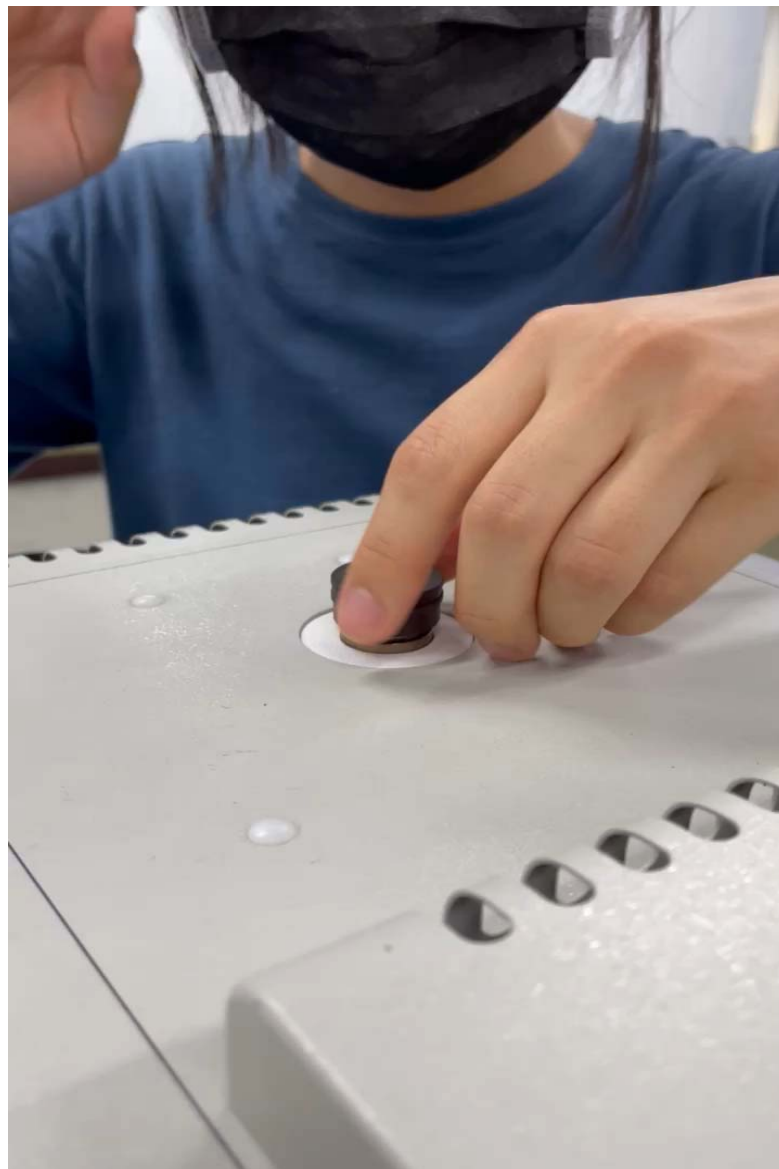
謝謝大家

# 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。



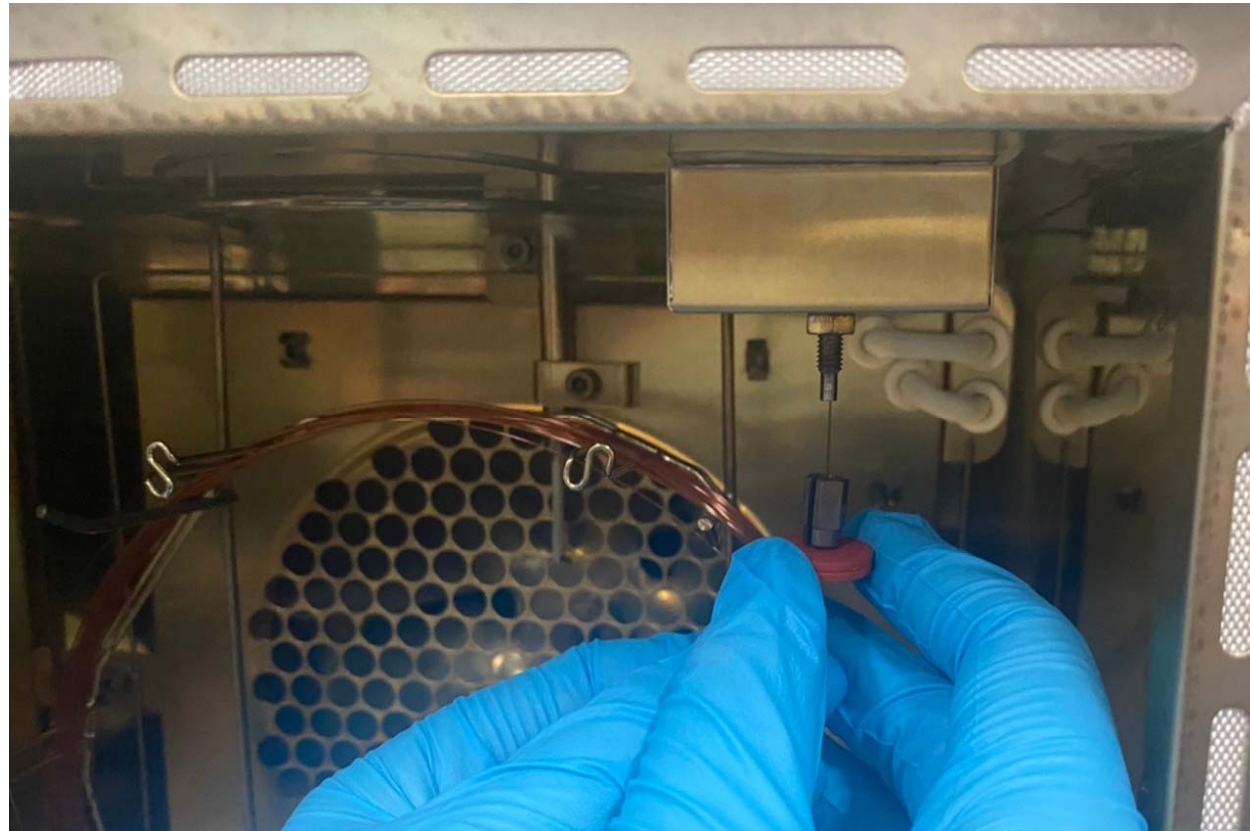
# 更換 Liner & Septum



# 注射样品



# 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 N<sub>2</sub> 確定有無漏氣

# 更換管柱

