Agilent Technologies

OpenLAB CDS 2.x

Thai Manual for 8890 GC

Rev. CDS 2.4

สารบัญ

หน้า

แก๊สโครมาโทกราฟี

องค์ประกอบเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) 3

ขั้นตอนการใช้งานเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) 15

1. ระบบแก๊ส 15

2. ตัวเครื่อง GC 15

2.1 ระบบฉีดตัวอย่าง 15

2.1.1 การเปลี่ยน Septum 16

2.1.2 การเปลี่ยน Liner 16

2.2 Oven 17

2.2.1 การเตรียม Capillary Column 17

2.2.2 การติดตั้ง Capillary Column ฝั่ง Split/Splitless Inlet 18

2.2.3 การติดตั้ง Capillary Column ฝั่ง Detector 18

2.3 หน้าจอสัมผัส (Touchscreen) 20

ขั้นตอนการเปิดใช้งานเครื่อง GC8890 และ Software CDS 2.x 34

ขั้นตอนการสร้าง Method เพื่อควบคุมระบบ GC 38

ขั้นตอนการนำ Method เดิมมาใช้งาน หรือเพื่อแก้ไข 47

การสั่ง Run Chromatogram 48

การสั่ง Run Chromatogram แบบ Single Run 49

การสั่ง Run Chromatogram แบบ Sequence Run 50

การเรียกโครมาโทแกรมออกมาวิเคราะห์ 51

การตั้งค่า Processing Method เพื่อรายงานผลการวิเคราะห์ 55

Integrate 58

การสร้างกราฟมาตรฐาน 60

การวิเคราะห์คำนวณปริมาณของสารตัวอย่างและการรายงานผล 63

สารบัญ

	หน้า
ขั้นตอนการปิดเครื่อง 8890GC	67
การสร้าง Project เพื่อกำหนด Path Folder เก็บข้อมูล	69
การสร้าง User Name Password สำหรับเข้า Software CDS 2.x	70
วิธีการเชื่อมต่อเครื่อง GC ผ่านเว็บบราวเซอร์	74
ตารางการบำรุงรักษาเครื่อง GC	76

แก๊สโครมาโทกราฟี

Gas Chromatography

แก๊สโครมาโทกราฟี เป็นเทคนิคหนึ่งของโครมาโทกราฟีที่ใช้สำหรับแยกสารผสม โดยใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นแก๊ส นิยมใช้กันอย่างกว้างขวาง ทั้งในวงการอุตสาหกรรม การศึกษา และการวิจัย เนื่องจากมีความสามารถในการแยก สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบที่ซับซ้อน อีกทั้งยังมีความเฉพาะเจาะจง และความไวสูง ให้ผลเที่ยงตรง รวดเร็ว สามารถแบ่งเทคนิคในการวิเคราะห์ได้ 2 วิธี คือ

การใช้เฟสอยู่กับที่เป็นของแข็ง เรียกว่า Gas-Solid Chromatography (GSC)

การใช้เฟสอยู่กับที่เป็นของเหลว เรียกว่า Gas-Liquid Chromatography (GLC)

เทคนิคของ GLC เป็นที่นิยมมากกว่า GSC

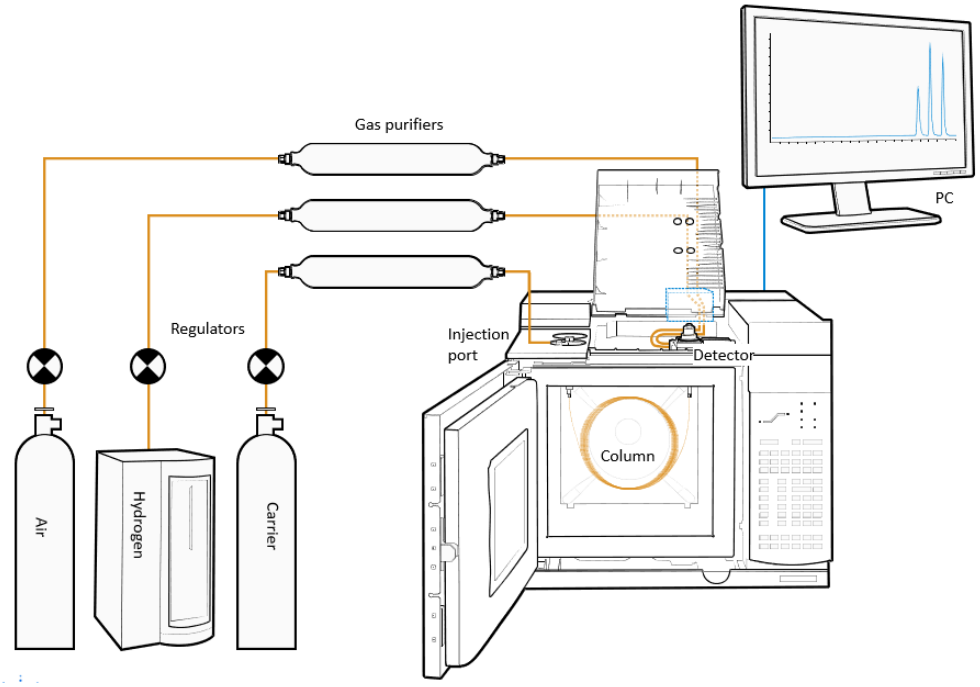
แก๊สโครมาโทกราฟีใช้ได้กับสารประกอบอินทรีย์ที่สามารถระเหยกลายเป็นไอได้ง่าย โดยเมื่อสารตัวอย่างถูกทำให้เป็นไอที่บริเวณ Inlet จะถูกแก๊สตัวพา (Carrier gas) ซึ่งเป็นแก๊สเฉื่อยที่ไม่ทำปฏิกิริยากับตัวอย่างพาเข้าไปในคอลัมน์ โดยสารตัวอย่างผสมจะแยกออกจากกันได้โดยอาศัยหลักการ “Likes dissolve Likes” ของตัวอย่างกับเฟสอยู่กับที่หรือคอลัมน์ ดังนั้นการแยกจะเกิดขึ้นดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับชนิดของคอลัมน์และคุณสมบัติของสารตัวอย่าง

เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีสามารถใช้ในการวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพ และเชิงปริมาณ โดยหลักการของการวิเคราะห์เชิงคุณภาพในโครมาโทกราฟีทั่ว ๆ ไป สามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวอย่างได้โดยการเทียบค่ารีเทนชันไทม์ (Retention time) ของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานภายใต้สภาวะเดียวกัน

องค์ประกอบเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC)

องค์ประกอบเครื่อง GC ประกอบด้วย

1. แก๊สตัวพา (Carrier gas)
2. ส่วนฉีดสาร (Injection System)
3. คอลัมน์ (Column)
4. ตู้อบให้ความร้อน (Oven)
5. ตัวตรวจวัด (Detector)
6. ส่วนประมวลผล และบันทึกข้อมูล (Data Processing and Recorder)



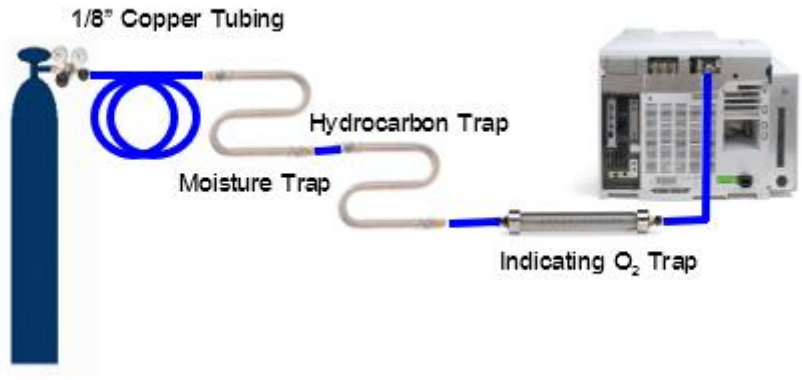
รูปที่ 1 ส่วนประกอบของเครื่อง Gas Chromatography

ส่วนประกอบเครื่อง GC มีคุณลักษณะ และรายละเอียดดังนี้

1. แก๊สตัวพา (Carrier Gas)

แก๊สตัวพาเป็นแก๊สเฉื่อย ไม่ทำปฏิกิริยาเคมีกับโมเลกุลของสารตัวอย่าง หน้าที่หลักของแก๊สตัวพาคือพาโมเลกุลของสารตัวอย่างจาก Injection port ไปจนถึง Detector การหน่วงเหนี่ยวเกิดขึ้นเนื่องจากการเกิดอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างตัวอย่างกับเฟสอยู่กับที่ การเลือกแก๊สตัวพาเป็นสิ่งสำคัญ เนื่องจากมีผลต่อกระบวนการแยก และสมรรถนะของตัวตรวจวัด แก๊สที่มีค่าสัมประสิทธิ์ของการแพร่กระจายต่ำ (Distribution Coefficient) เช่น H_2 และ He จะให้ผลของการแยกดีกว่าแก๊สที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง เช่น N_2, CO_2, และ Ar อัตราส่วนของความหนืด และสัมประสิทธิ์การแพร่กระจาย (ขึ้นอยู่กับขนาดโมเลกุล หากน้ำหนักโมเลกุลน้อยจะมีค่าสัมประสิทธิ์ของการแพร่กระจายมาก) ที่มีค่าน้อยจะให้ผลการวิเคราะห์ได้เร็ว ดังนั้น H_2 และ He จึงเหมาะสมที่จะเป็นแก๊สตัวพา

มลทิน ความชื้น ออกซิเจน และ Hydrocarbon gases ที่มีปะปนมาปริมาณน้อย ๆ ในแก๊สตัวพาอาจทำปฏิกิริยากับตัวอย่างหรือทำให้คอลัมน์เกิด Deterioration และมีผลต่อสมรรถนะของตัวตรวจวัด ดังนั้นแก๊สที่นำมาใช้ต้องบริสุทธิ์ถึง 99.9995% ซึ่งทำได้โดยให้แก๊สตัวพาผ่านชุดอนุกรมของการดักจับ Moisture, Oxygen และ Hydrocarbon ก่อนผ่านเข้าเครื่อง GC ดังแสดงในรูปที่ 2



รูปที่ 2 ส่วนประกอบที่ใช้ในการควบคุมแก๊สตัวพาก่อนเข้าเครื่อง GC

2. ส่วนฉีดสาร (Injection System)

เมื่อตัวอย่างของเหลวเข้าเครื่อง GC ลงสู่บริเวณ Inlet ที่มีความร้อนสูงพอที่จะทำให้ตัวอย่างเปลี่ยนสถานะกลายเป็นไอแล้วจะถูกพาเข้าสู่คอลัมน์ด้วยแก๊สตัวพา ซึ่งเรียกระบบของการพาว่า Sample Inlet System ระบบของการพาตัวอย่างเข้าคอลัมน์มีหลายแบบ เช่น

Inlet Type	**Gas Control**
Split/Split less	EPC and Non EPC
Purged Packed	EPC and Non EPC
Cool on- Column	EPC Only
Programmed Temperature Vaporization	EPC Only

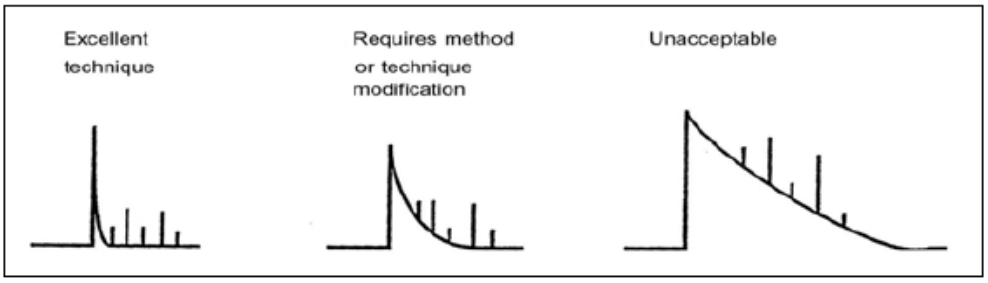
การเลือกระบบของการพาขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง เช่น ปริมาณสารตัวอย่างที่ต้องการฉีด, ความเข้มข้นของสารตัวอย่าง, Matrix ในตัวอย่าง, ขนาด และชนิดของคอลัมน์ โดยระบบการพาตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์โดยแก๊สตัวพาถูกควบคุมด้วย Electronic Pneumatic Control (EPC) ทำให้อัตราการไหลของแก๊สตัวพาคงที่ และสม่ำเสมอ ระบบการพาตัวอย่างเข้าคอลัมน์แต่ละชนิดมีรายละเอียด ดังนี้

2.1 Split/ Splitless Inlet

2.1.1 Split injection mode

เทคนิคการฉีดสารตัวอย่างชนิดนี้ นิยมใช้กับสารตัวอย่างที่มีปริมาณความเข้มข้นสูง สารตัวอย่างจำนวนเพียงเล็กน้อยเท่านั้นที่แก๊สพาผ่านเข้าไปในคอลัมน์ ส่วนใหญ่ของสารจะถูกปล่อยออกทาง Spit vent เนื่องจากหากสารตัวอย่างที่ฉีดเข้าคอลัมน์มีปริมาณมาก หรือความเข้มข้น

สูง อาจทำให้คอลัมน์ over load ทำให้การแยกไม่ดี รูปร่างของพีคไม่สมมาตร โดยสามารถปรับปรุงการวิเคราะห์ได้โดยการเลือก split mode

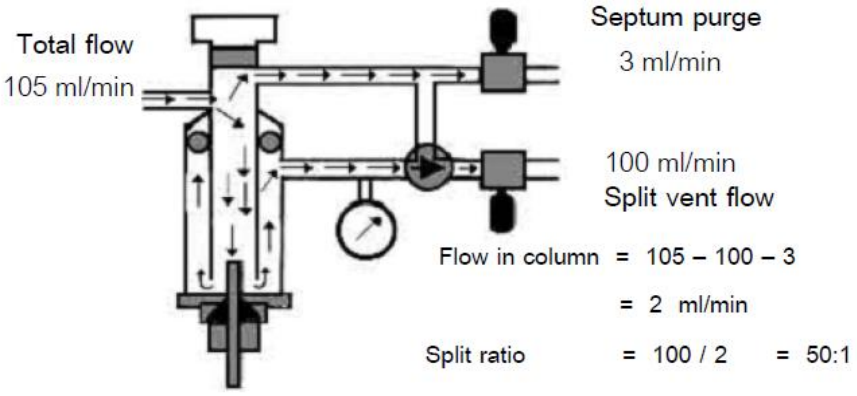


รูปที่ 3 ลักษณะพีคของตัวทำละลายที่เกิดขึ้นในการฉีดแบบ Split mode

การคำนวณหา Spilt ratio เพื่อต้องการทราบปริมาณของสารที่ผ่านเข้าไปในคอลัมน์ แสดงดังสมการ

$$\text{Split ratio} = \frac{\text{Split vent flow + Column flow}}{\text{Column flow}}$$

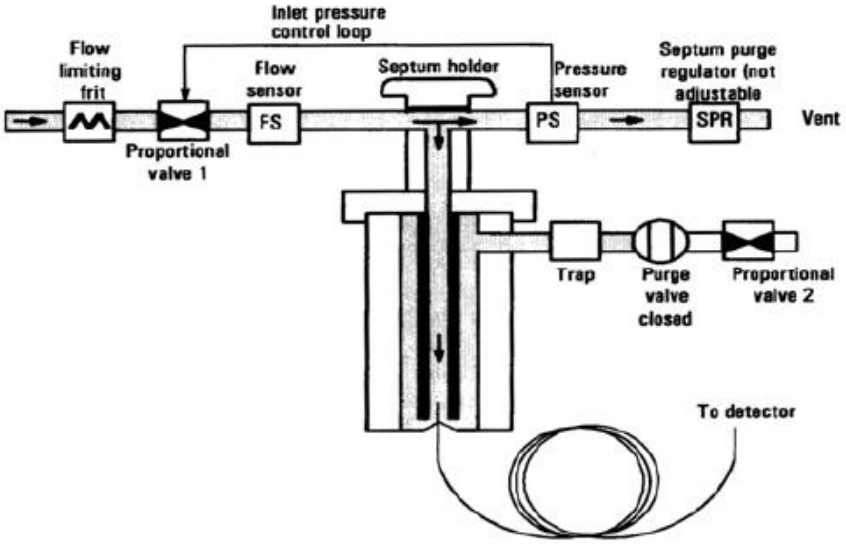
ตัวอย่าง



รูปที่ 4 การคำนวณ Spit ratio ใน Split mode

2.1.2 Splitless injection mode

เป็นเทคนิคการฉีดสารตัวอย่างให้เข้าคอลัมน์ทั้งหมด นิยมใช้เทคนิคนี้เมื่อสารที่ต้องการวิเคราะห์มีปริมาณน้อย ๆ (trace analysis)



รูปที่ 5 ลักษณะการควบคุมการไหลของแก๊สตัวพาที่เกิดขึ้นในการฉีดแบบ Splitless mode

นอกจากการใช้ Split mode หรือ Splitless mode แล้ว ในการควบคุมการฉีดยังสามารถทำให้เกิดระบบของ pulsed split และ pulsed Split less ได้ด้วย ซึ่งสามารถสรุปการเลือกใช้ Mode ต่าง ๆ ในการฉีดสารตัวอย่างได้ดังนี้

Split mode for	⟶	Major component Analysis
Pulsed Split	⟶	Allows for larger injection volume
Split less mode for	⟶	Trace component Analysis
Pulsed Split less	⟶	Allows for larger injection volume

2.3 Purged packed Inlet

การฉีดสารตัวอย่างด้วยระบบ Purged packed ใช้กับ Pack column และสามารถใช้กับ Wide-bore capillary column ได้เมื่ออัตราการไหลของแก๊สตัวพามากกว่า 10 ml/min

2.4 Cool on-Column Inlet

Cool on-Column เป็นวิธีการฉีดสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวเข้าสู่ Capillary column โดยตรง ซึ่งวิธีการนี้ส่วนของ Inlet และ Oven ต้องมีอุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของตัวทำละลาย เพื่อไม่ให้ตัวอย่างเกิดการเปลี่ยนแปลง หรือถูกแบ่งแยกก่อนเข้าสู่คอลัมน์ ด้วยเงื่อนไข และวิธีการที่เหมาะสมพบว่า การฉีดแบบ

Cool on-Column Inlet เป็นวิธีหนึ่งที่ให้ความถูกต้องและเที่ยงตรงสูง แต่ข้อจำกัดของเทคนิค ได้แก่ คอลัมน์ควรมีขนาด $\geq$ 0.20 mm คอลัมน์อาจเกิดการเสียหายได้เนื่องจาก non-volatile sample และเข็มที่ฉีดเข้าไปใน Capillary column อาจถูกยึดติดได้ง่าย จำเป็นต้องมีการตรวจสอบขนาดของเข็มกับขนาดคอลัมน์ว่าสามารถสอดเข้าไปได้

2.5 Programmable Temperature Vaporization Inlet (PTV)

ด้วยวิธีการฉีดตัวอย่างที่เป็นของเหลวเข้าคอลัมน์โดยตรงพบว่า สารที่ non-volatile ที่ติดมากับตัวอย่าง สามารถเข้าไปติดแน่นในคอลัมน์ วิธีการของ PTV จึงได้พัฒนาขึ้นมาเพื่อให้สามารถทำงานได้หลาย ๆ mode เมื่อใช้อุณหภูมิคงที่สามารถเลือกระบบเป็นแบบ Split/Splitless ถ้าใช้ในการทำโปรแกรมอุณหภูมิให้มีอุณหภูมิ เริ่มต้นต่ำ และใช้กับ wide-bore column จะสามารถเลือกใช้ on-column Injection ได้ และนอกจากนี้ยังสามารถใช้กับ การฉีดสารตัวอย่างที่มีตัวทำละลายมาก ๆ ซึ่งเรียกว่า Solvent vent mode โดยใช้การฉีด Large volume Injection ในระบบการฉีดแบบ PTV Inlet สามารถทำได้ทั้งแบบ Manual และ Automatic Injection

3. คอลัมน์ (Column)

คอลัมน์คือหัวใจของการทำงานด้วยระบบโครมาโทกราฟี ทั้งนี้เพราะการแยกองค์ประกอบในตัวอย่าง จะมีความจำเพาะเจาะจงสูง และมีประสิทธิภาพดีได้นั้นขึ้นอยู่กับคอลัมน์ คอลัมน์ที่ใช้ใน GC แบ่งเป็น 2 ชนิดคือ

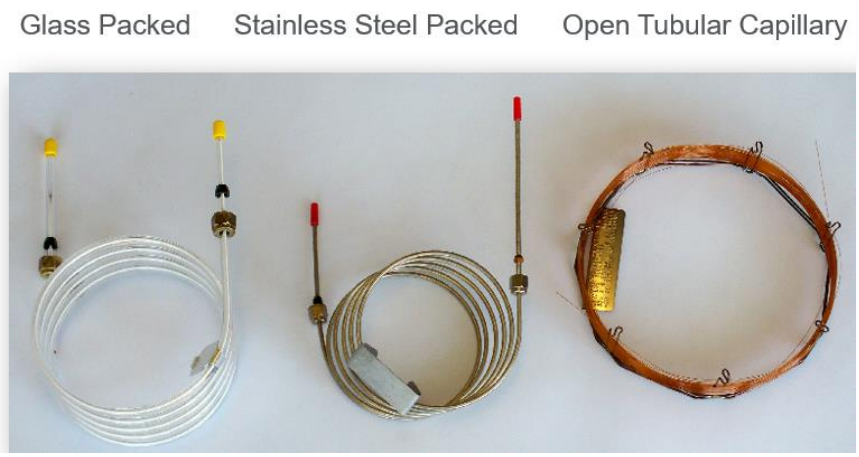
3.1 Packed Column

ทำด้วยแก้วหรือ Stainless Steel ปกติมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1/8 นิ้ว หรือ 2-6 มม. ความยาว 1-3 เมตร บรรจุด้วยเฟสอยู่กับที่ (Packing material)

เฟสอยู่กับที่ต้องมีลักษณะสม่ำเสมอ (Uniform) มีหลายขนาด เช่น 100-200 mesh หรือ 60-80 mesh โดย หลอดคอลัมน์ ต้องถูกขดเป็นรูปทรงที่สามารถบรรจุได้ใน Oven ของเครื่อง GC และต่อเข้ากับส่วนฉีดสารตัวอย่าง ได้อย่างสนิท (Fitting) ไม่เกิดการรั่ว

3.2 Open Tubular columns หรือ Capillary column

คอลัมน์ชนิดนี้มีลักษณะเป็นหลอด Capillary ที่ทำด้วย Fused Silica ที่มีความยาว 10-100 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.1-0.7 มม. ขดเป็นวงกลมซ้อน ๆ กันให้มีขนาดพอดีที่บรรจุในเตาของเครื่อง GC



รูปที่ 6 คอลัมน์ที่นิยมใช้ใน GC

4. ตู้อบให้ความร้อน (Oven)

อุณหภูมิของคอลัมน์เป็นสิ่งที่สำคัญที่สุดในการทำงาน GC ดังนั้นคอลัมน์ต้องติดตั้งอยู่ในตู้อบ (oven) ที่ควบคุมอุณหภูมิได้อย่างถูกต้อง และแม่นยำด้วยตัวควบคุมอุณหภูมิ (Thermostat) ปกติอุณหภูมิของตู้อบที่ใช้จะต่ำกว่า อุณหภูมิ Injector ประมาณ 10-20 ^{o}C อุณหภูมิของคอลัมน์จะมีผลต่อค่ารีเทนชัน และการแยกอย่างมาก อุณหภูมิคงที่จะให้รีเทนชันไทม์คงที่ ที่อุณหภูมิสูงจะมีผลทำให้ไอของสารตัวอย่างส่วนใหญ่อยู่ในเฟสของแก๊ส เพราะการเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้การละลายของสารตัวอย่างในเฟสอยู่กับที่ลดลง จึงทำให้สารตัวอย่างถูกชะได้อย่างรวดเร็ว ถ้ามีสารผสมอยู่หลายตัวจะทำให้สารเหล่านั้นถูกชะออกจากคอลัมน์ได้ในเวลาไล่เลี่ยกัน การแยกจะเกิดขึ้นไม่ดี แต่ถ้าใช้อุณหภูมิต่ำ สารตัวอย่างก็จะใช้เวลาส่วนใหญ่อยู่ในเฟสอยู่กับที่ ทำให้การชะเกิดขึ้นช้า Retention time มีค่ามากแต่การแยกดีขึ้น

การโปรแกรมอุณหภูมิ (Temperature programming) มีประโยชน์มากในการแยกสารผสมที่ซับซ้อนที่มีค่า Retention time ทั้งสูง และต่ำปนกัน สารประกอบที่มี Retention time ต่ำ จะออกจากคอลัมน์ก่อนเมื่อใช้อุณหภูมิต่ำ ต่อจากนั้นถ้าต้องการให้สารประกอบที่มี Retention time สูงออกจากคอลัมน์สามารถทำได้โดยเพิ่มอุณหภูมิ ของคอลัมน์อย่างเป็นระบบ

ในการทดลองสามารถจัดทำโปรแกรมอุณหภูมิได้หลายแบบ เพื่อความเหมาะสมกับตัวอย่างแต่ละชนิด ซึ่งโปรแกรมอุณหภูมิที่เหมาะสมจะหาได้จากการทดลอง โดยการฉีดสารตัวอย่าง 2–3 ครั้ง ที่อุณหภูมิต่าง ๆ แล้วศึกษาหาผลของอุณหภูมิ เพื่อจัดทำโปรแกรมอุณหภูมิ

5. ตัวตรวจวัด (Detectors)

เมื่อสารประกอบในตัวอย่างถูกทำให้แยกออกจากกันภายในคอลัมน์แล้วถูกพาออกมายังดีเทคเตอร์ โดยดีเทคเตอร์จะทำหน้าที่วัดขนาดสารตัวอย่างว่ามีปริมาณมากน้อยเท่าไร ดังนั้นดีเทคเตอร์ที่เลือกใช้ต้องสามารถวัดขนาดตัวอย่างนั้น ๆ ได้ มีความไวต่อตัวอย่าง และมี Reproducibility สูง

การเลือกใช้ดีเทคเตอร์ต้องคำนึงถึงคุณสมบัติต่อไปนี้ คือ

- Sensitivity
- Stability
- Linearity
- Universality
- Selectivity
- Ease of use
- Cost

ชนิดของดีเทคเตอร์ที่ใช้โดยทั่วไปในแก๊สโครมาโทกราฟีปัจจุบัน ได้แก่

1. Thermal Conductivity Detector (TCD)
2. Flame Ionization Detector (FID)
3. Electron Capture Detector (ECD)
4. Nitrogen Phosphorous Detector (NPD)
5. Flame Photometric Detector (FPD)
6. Mass Selective Detector (MSD)

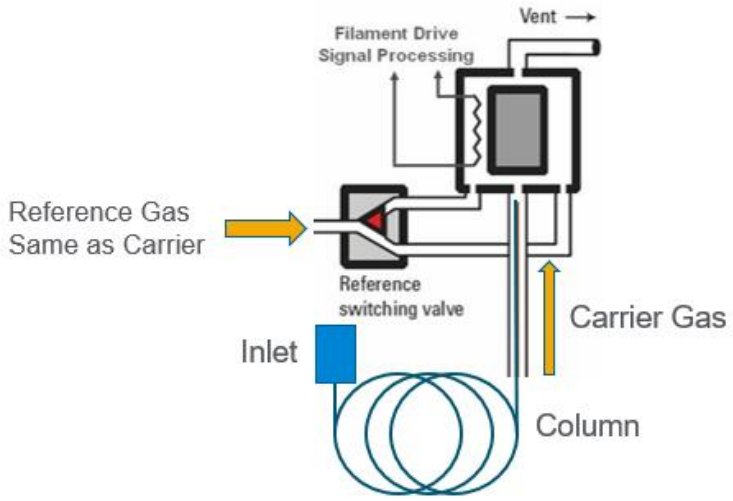
ในที่นี้จะขอกล่าวถึงรายละเอียดของดีเทคเตอร์ไว้ 4 ชนิดคือ TCD , FID , ECD และ MSD

- **Thermal conductivity detector (TCD)**

ดีเทคเตอร์ชนิดนี้จัดเป็น Universal detector สามารถตรวจหาสารได้ทุกชนิดที่ให้การนำความร้อนแตกต่างจากแก๊สตัวพา มีราคาถูก และใช้กันอย่างกว้างขวาง

หลักการของ Thermal conductivity detector คือการวัดการลดขนาดความร้อนจากการสูญเสียความร้อนของใยเส้นลวดในดีเทคเตอร์ เนื่องจากมีโมเลกุลของตัวอย่างเข้ามาสัมผัส โดย TCD ประกอบด้วยใยเส้นลวด (filament) ที่ทนความร้อนสอดไว้อยู่กลางหลอดของแท่งโลหะ ใยเส้นลวดทำจาก Platinum หรือ Tungsten หรือ Tungsten rhenium มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.02 mm ถูกให้ความร้อนโดยผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไป อุณหภูมิที่ต่างกันของเส้นลวดกับหลอดของแท่งโลหะ (Cell) จะมีผลต่อสภาพไวของดีเทคเตอร์ เมื่อแก๊สตัวพาผ่านเข้าไปในหลอดของแท่งโลหะสม่ำเสมอ และคงที่ มีผลทำให้ใยเส้นลวดร้อนด้วยอุณหภูมิคงที่ เมื่อแก๊สตัวพาพาสารที่ต้องการวิเคราะห์ออกจากคอลัมน์เข้าสู่ดีเทคเตอร์ จะทำให้มีการ

เปลี่ยนแปลงค่าการนำความร้อน (Thermal conductivity) ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้อุณหภูมิของใยเส้นลวดเปลี่ยนแปลง ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเส้นลวดที่ต่อเป็นวงจรไฟฟ้า Wheatstone bridge เมื่อทำการปรับความต้านทานเข้าสู่สมดุล กระแสที่เปลี่ยนไปจากการเปลี่ยนแปลงความต้านทานใน Wheatstone bridge จะถูกส่งไปยังส่วนขยาย (Amplifier) และต่อไปยังส่วนบันทึกผลในที่สุด ซึ่งขนาดของสัญญาณจะสัมพันธ์ โดยตรงกับปริมาณของสารตัวอย่างนั่นเอง



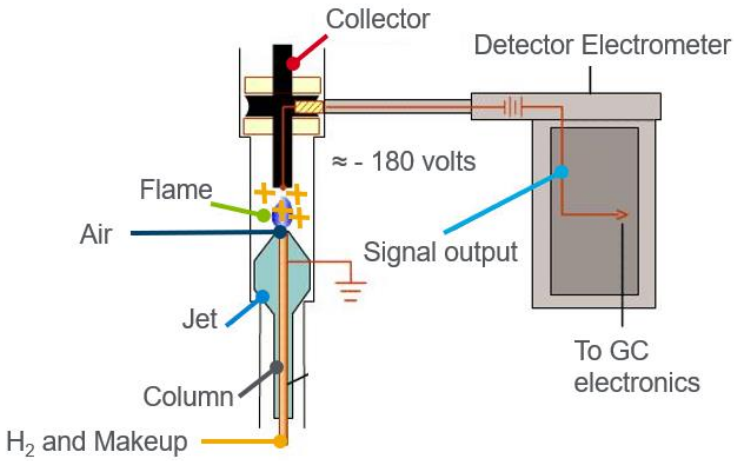
รูปที่ 7 Thermal conductivity detector

เนื่องจากเส้นลวดจะถูกเผาที่อุณหภูมิสูงตลอดเวลา อาจทำให้เส้นลวดเกิดการขาดได้ง่าย ซึ่งต้องระวังในการใช้ โดยก่อนเปิดสวิทช์ให้ความร้อนแก่ดีเทคเตอร์ต้องผ่านแก๊สตัวพาไปก่อนสักครู่หนึ่ง เพื่อป้องกันไม่ให้เส้นลวดไหม้ เนื่องจากมีอากาศอยู่

- **Flame ionization detector (FID)**

FID เป็นดีเทคเตอร์มาตรฐานที่ถูกใช้งานอย่างกว้างขวางในแก๊สโครมาโทกราฟี เนื่องจากสารประกอบอินทรีย์ทุก ๆ ชนิดสามารถเกิดไอออไนซ์ (Ionization) ได้ในเปลวไฟ ทำให้เกิดกระแสของไอออนที่สามารถสะสม อยู่ระหว่าง ขั้วที่มีประจุตรงข้าม 2 ขั้วได้ตามปริมาณของไอออน กระแสที่เกิดขึ้นยังมีปริมาณน้อยต้องใช้วงจรอิเล็กทรอนิกส์ เพื่อขยายให้มีปริมาณกระแสไฟฟ้ามากขึ้น ลักษณะของดีเทคเตอร์ชนิดนี้ มีรูปร่างดังแสดงใน **รูปที่ 6.2** เปลวไฟที่ใช้ในการทำให้สารอินทรีย์เกิดการไอออไนซ์ คือ เปลวไฟจากแก๊สไฮโดรเจน ปริมาณหรือจำนวนอะตอม ของคาร์บอนที่เกิดการไอออไนซ์หรือถูกออกซิไดซ์จะแปรผันโดยตรงกับปริมาณกระแสของไอออนที่เกิดขึ้น ซึ่งสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของสารตัวอย่าง

ด้วยนั่นเอง ดีเทคเตอร์ FID สามารถวิเคราะห์สารประกอบ ที่มีความเข้มข้นน้อย ๆ ได้ดีกว่า TCD ถึง 1,000 เท่า



รูปที่ 8 Flame ionization detector (FID)

เหตุผลของการนิยมใช้ FID ในการวิเคราะห์ทั่ว ๆ ไป คือ

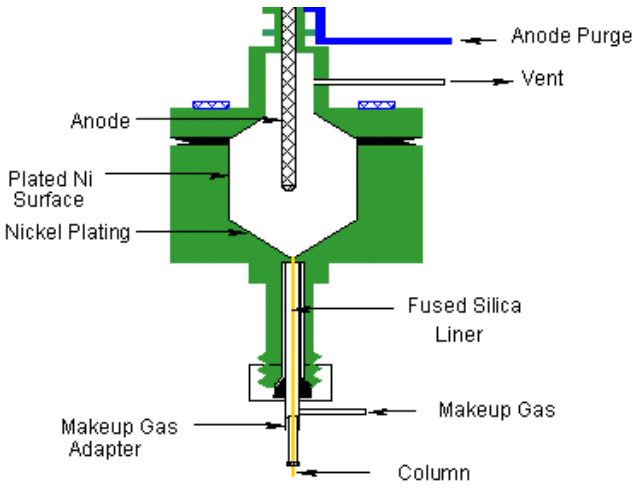
1. ให้ความไวสูงกับสารประกอบอินทรีย์ทุกชนิด
2. ไม่ตอบสนองต่อน้ำ คาร์บอนไดออกไซด์ และมลทินในแก๊สตัวพา
3. ให้เส้นฐาน (base line) ที่นิ่ง และไม่แกว่งเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ความดัน และ อัตราการไหลของแก๊สตัวพา
4. มีความสัมพันธ์เชิงเส้นที่ดี (Good linearity) และมี linearity range (LDR) ในช่วงของความเข้มข้นที่กว้าง

ในระบบ FID การใช้ประกอบด้วยแก๊ส 3 ชนิดคือ แก๊สตัวพารวมกับไฮโดรเจนและอากาศ แก๊สไฮโดรเจน จะทำหน้าที่เป็นเชื้อเพลิงในการจุดเปลวไฟด้วย heater อากาศเป็นตัวช่วยทำให้เกิดการสันดาป (combustion) อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนและอากาศต้องปรับให้ถูกต้องและเป็นสัดส่วนที่เหมาะสมกับแก๊สตัวพา ถ้าสัดส่วนไม่เหมาะสมการจุดเปลวไฟที่ดีเทคเตอร์จะจุดยาก อัตราส่วนที่เหมาะสมของแก๊สตัวพา: ไฮโดรเจน ประมาณ 1.2: 1 และอัตราการไหลของอากาศคือ 300-600 ml/min เปลวไฟของไฮโดรเจน-อากาศจะถูกจุดที่หัว jet โดยมีตำแหน่งของขั้ว (electrode) วางอยู่เหนือเปลวไฟเพื่อเป็นที่สะสมของไอออนตัวอย่าง (Analyze ion) แก๊สตัวพาและไอของตัวอย่างจะเข้าสู่เปลวไฟแล้วทำให้สารตัวอย่างซึ่งเป็นสารประกอบอินทรีย์เกิดการไอออไนซ์ ได้อิเล็กตรอนและไอออนบวก ซึ่งปริมาณของไอออนไนซ์โมเลกุลจะขึ้นอยู่กับจำนวนคาร์บอนในโมเลกุลของ สารตัวอย่างอินทรีย์ และปริมาณของสาร เนื่องจากการสันดาปของแก๊สไฮโดรเจนที่ดีเทคเตอร์จะมีไอน้ำเกิดขึ้น เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการกลั่นตัวของไอน้ำ ควรตั้ง

อุณหภูมิของดีเทคเตอร์ไว้สูงกว่า 100 °C สำหรับสารประกอบที่มีโมเลกุลใหญ่ ๆ มักเกิดการเผาไหม้ ที่ไม่สมบูรณ์ ทำให้มีเขม่าอุดตันที่หัว jet จึงต้องใช้อุณหภูมิให้สูงและต้องมีการถอดหัว jet มาล้างให้สะอาด เมื่อโครมาโทแกรมมีสัญญาณรบกวนมาก หรือสภาพไวของดีเทคเตอร์ลดลง ถ้าตัวอย่างเป็นสารประกอบที่มีคลอรีน ผลของการเผาไหม้จะทำให้เกิด HCl ที่ก่อให้เกิดการผุกร่อนของ jet ได้ง่ายจึงควรระวัง

- **Electron capture detector (ECD)**

ECD จัดเป็นดีเทคเตอร์ที่มีความเฉพาะเจาะจงชนิดหนึ่งที่ใช้กันอย่างกว้างขวาง ใช้มากที่สุดในงาน วิเคราะห์ทาง Trace environmental pollutants เช่นการวิเคราะห์สารจำพวกยาฆ่าแมลง ยาปราบวัชพืช เป็นต้น เพราะสารประกอบเหล่านี้มีธาตุที่มี electro negativity สูง เป็นองค์ประกอบซึ่งไวต่อดีเทคเตอร์ ECD จะตอบสนองต่อการเปลี่ยนแปลงการนำไฟฟ้าของแก๊สใน ionization chamber ที่มี radioactive source 63Ni ซึ่งสามารถให้รังสีเบต้า ที่ทำให้แก๊สตัวพาเกิดไอออไนซ์ให้อิเล็กตรอน และอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะวิ่งไปสะสมที่ขั้ว (collector electrode) ทำให้เกิดความต่าง ศักย์ ระหว่างขั้วทั้งสอง และยังมีอิเล็กตรอนเหลืออยู่อีกจำนวนหนึ่งเป็น electron cloud ทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้น เมื่อมีสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์เข้าไปในดีเทคเตอร์โมเลกุลของสารตัวอย่างจะดูดกลืนอิเล็กตรอนไว้ได้ จำนวนหนึ่งตามปริมาณของสารตัวอย่างทำให้กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากอิเล็กตรอนลดลง ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้จะทำให้เกิดเป็นสัญญาณส่งไปยังเครื่องบันทึก แก๊สตัวพาที่เหมาะสมสำหรับ ECD คือ ฮีเลียม ไนโตรเจน หรือ อาร์กอน + 10% มีเทน ความไวของเครื่องขึ้นอยู่กับอัตราการไหลของแก๊สตัวพาซึ่งจะทำให้เกิด electron cloud และอุณหภูมิของดีเทคเตอร์ เนื่องจากแก๊สออกซิเจนและน้ำเป็นสารที่ดูดกลืนอิเล็กตรอนได้ ดังนั้น ถ้าแก๊สตัวพามีน้ำหรือออกซิเจนปนอยู่ จะทำให้ความไวของดีเทคเตอร์ลดลง ลักษณะของดีเทคเตอร์ ECD แสดงไว้ในรูปที่ 9

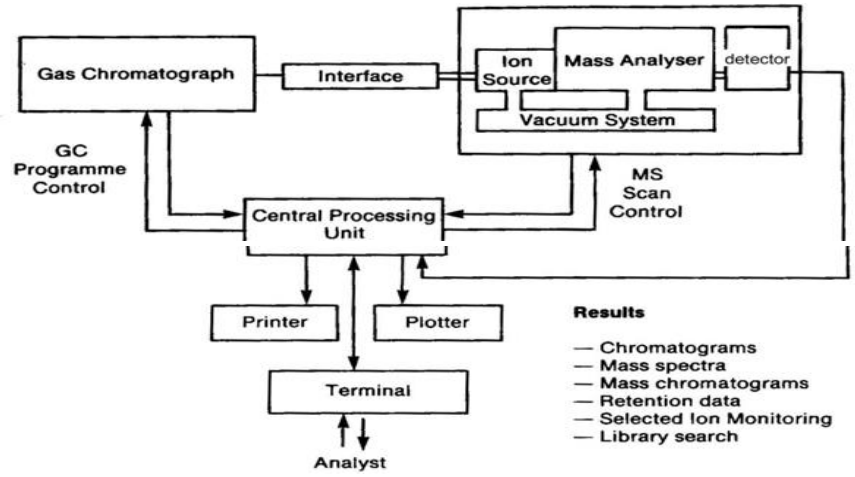


รูปที่ 9 Electron Capture detector

ปัจจุบันมีความก้าวหน้าทางเทคโนโลยีของการผลิต ECD ทำให้เซลล์ของดีเทคเตอร์มีขนาดเล็กลงอีก 10 เท่า μECD มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายในของ active part 6 mm และสูง 4.2 mm ทำให้สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่าง ที่มีปริมาณ น้อย ๆ เนื่องจาก ECD จำเป็นต้องมีแหล่งกำเนิดรังสีเบต้า คือ 63Ni หรือ 3H หรือ 55Fe (ส่วนใหญ่นิยม 63Ni) ซึ่งเป็นสารกัมมันตรังสี ต้องมีการควบคุมการใช้และรายงานการตรวจสอบการรั่วไหลของรังสีทุก 6 เดือนด้วย

- **Mass selective detector (MSD)**

Mass spectrometer สามารถนำมาใช้เชื่อมต่อกับการแยกโดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อการตรวจสอบชนิดของสารประกอบได้อย่างเฉพาะเจาะจง (selective) จึงมีชื่อเรียกเป็น Mass selective detector (MSD) ทำให้ได้ชุดของเครื่องมือที่เรียกว่า GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry) ที่มีความสามารถสูง ในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารประกอบต่าง ๆ และสารผสมที่ซับซ้อน



รูปที่ 10 แผนภาพของเครื่อง GC-MS

6. ส่วนประมวลผล (Data processing)

ปัจจุบันการบันทึกข้อมูล และประมวลผลต่าง ๆ ทำโดยใช้ Software computer ระบบการทำงานของเครื่องมือทั้งหมดถูกควบคุมได้ด้วยคอมพิวเตอร์ ทำให้ผลการวิเคราะห์ มีความถูกต้อง และเที่ยงตรง ข้อมูลที่ถูกบันทึกไว้ในหน่วยความจำของเครื่องคอมพิวเตอร์ทำให้ผู้วิเคราะห์ มีความ สะดวก และง่ายในการนำข้อมูลมาประมวลผล

ขั้นตอนการใช้งานเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC)

1.ระบบแก๊ส

แก๊สที่ต่อเข้ากับเครื่อง GC อาจมีหลายชนิด ขึ้นอยู่กับระบบการทำงานที่ติดตั้ง

1.1 แก๊สไฮโดรเจน (H_2) ถังแก๊สจะทาไว้ด้วยสีแดง แก๊สไฮโดรเจนทำหน้าที่เป็นเชื้อเพลิง ข้อควรระวังอย่างยิ่งคือวาล์วปรับความดัน (regulator) ที่ใช้ประจำกับแก๊สชนิดนี้ ไม่ควรนำไปใช้กับแก๊สชนิดอื่น หรือนำวาล์วปรับความดันของแก๊สชนิดอื่นมาใช้กับแก๊สชนิดนี้ เนื่องจากไฮโดรเจนเป็นแก๊สที่ไวไฟโดยเฉพาะเมื่อรวมกับออกซิเจน อาจมีการติดไฟและระเบิดได้

1.2 อากาศ (Air Zero) ถังแก๊สที่เป็นอากาศที่บริสุทธิ์ส่วนใหญ่ทาไว้ด้วยสีขาว มีหน้าที่ช่วยทำให้เชื้อเพลิงไฮโดรเจนติดไฟ ต่อเข้ากับเครื่องดีเทคเตอร์เช่นกัน

1.3 แก๊สไนโตรเจน (N_2) ถังแก๊สไนโตรเจนที่บริสุทธิ์ (OFN) จะทาไว้เป็นสีเทา ไนโตรเจนจะทำหน้าที่เป็น make up gas ช่วยให้ความดันของแก๊สตัวพาที่พาสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์มีค่าสูงขึ้นเหมาะสมกับการทำงานของดีเทคเตอร์ ดังนั้นแก๊สไนโตรเจนต้องมีความบริสุทธิ์ และปราศจากความชื้น ที่ท่อส่งแก๊ส จึงต้องต่อไว้ด้วย moisture trap และ hydrocarbon trap

1.4 แก๊สฮีเลียม (He) ถังบรรจุทาด้วยสีน้ำตาล แก๊สฮีเลียมทำหน้าที่เป็นแก๊สตัวพาควรมีความบริสุทธิ์สูง ปราศจาก ความชื้นและออกซิเจน แก๊สนี้ต้องผ่านเข้าคอลัมน์ตลอดเวลา คอลัมน์บางชนิดไม่ชอบความชื้น บางชนิดอาจเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจน ดังนั้นแก๊สฮีเลียมเมื่อออกจากถังจะถูกส่งผ่านตามท่อไปยัง moisture trap และ oxygen trap ตามลำดับ ที่ oxygen trap ซึ่งติดอยู่ด้านหลังของเครื่อง GC จะต้องมีตัวชี้บอกเวลาหมดอายุการใช้งาน ถ้าไม่มี ตัวชี้บอก (indicator) ติดไว้ สามารถจะประมาณอายุการใช้งานได้ คือใช้กับแก๊สตัวพาประมาณ 3 ถัง หรือสังเกตจาก ความผิดปกติของโครมาโทแกรม

1.5 คาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ถังบรรจุส่วนใหญ่จะทาด้วยสีดำ แก๊สนี้จะใช้งานเมื่อต้องการให้ oven เย็นลงอย่าง รวดเร็ว เมื่อต้องการ cool down ระบบ หรือต้องการเปลี่ยน method ใหม่ ที่เปลี่ยนจากอุณหภูมิสูงมาเป็นต่ำ เพื่อเป็นการประหยัดเวลา หรือเมื่อต้องการ run สารตัวอย่างที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง เรียกว่า Cryogenic

2. ตัวเครื่อง GC

ตัวเครื่อง GC มีสิ่งที่ต้องทราบและต้องเรียนรู้ ดังนี้

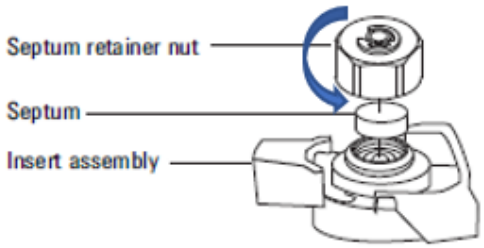
2.1 ระบบฉีดตัวอย่าง (Injection system)

ระบบของ Injection system ที่มีใช้โดยทั่วไปอยู่คือ split/splitless การฉีดสารตัวอย่างทำได้ทั้งแบบ manual และใช้ Auto injector ปัญหาที่มักพบในการใช้งานบริเวณ injection system ได้แก่ septum leak ซึ่งจะทำให้ความดันของเครื่องลดต่ำลงกว่าปกติ และการปนเปื้อนบริเวณ liner ทำให้ได้โครมาโทแกรม

ที่ไม่ต้องการรบกวนการวิเคราะห์ได้ จึงทำให้ต้องทำการเปลี่ยน septum และ liner ตามลำดับ โดยมีวิธีการเปลี่ยน ดังนี้

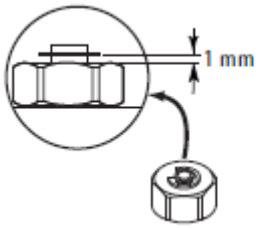
2.1.1 การเปลี่ยน Septum

ใช้มือหมุน septum retainer nut ที่ส่วนฉีดตัวอย่าง ทำการหมุน ดังแสดงในรูปที่ 11 ใช้คีมคีบ (forsep) ปลายแหลม หรือที่เขี่ย septum เพื่อดึง septum ออก พยายามอย่าให้ที่ใส่ septum เป็นรอยขีดข่วน เพราะจะทำให้เกิดการ leak ได้ถ้าเป็นรอยลึก



รูปที่ 11 วิธีการเปลี่ยน Septum

ใส่ septum แล้วหมุม septum retainer nut ให้ c-ring สูงขึ้นเหนือแป้นของ septum retainer nut ประมาณ 1 มิลลิเมตร ดังรูปที่ 12



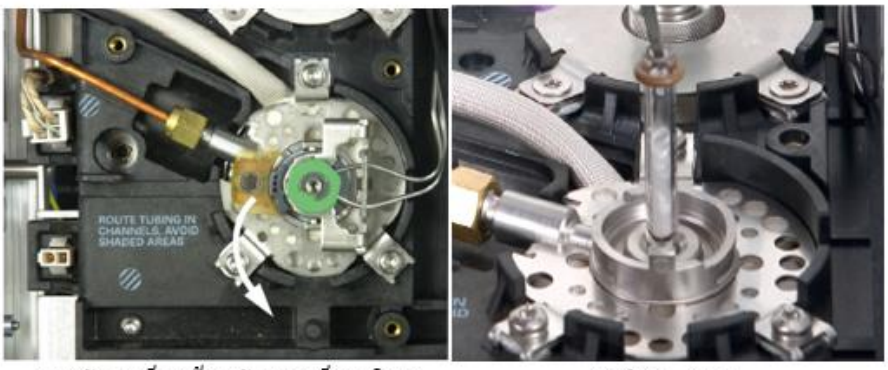
รูปที่ 12 ระยะของ c-ring เหนือแป้น septum retainer nut

2.1.2 การเปลี่ยน Liner

ในระบบของการฉีดสารแบบ Split/Splitless จะมีส่วนประกอบที่สำคัญอีกชนิดหนึ่งที่เป็นหลอดแก้วภายใน inlet ที่เรียกว่า Liner ซึ่งมีอยู่หลายแบบขึ้นอยู่กับการใช้งาน ภายในหลอด Liner จะบรรจุด้วยใยแก้ว (Glass wool) บาง ๆ ซึ่งจะเป็นตัวกรองเศษผงอีกชั้นหนึ่ง เพื่อไม่ให้ตกเข้าไปในคอลัมน์ ทำให้คอลัมน์อุดตันได้ เศษผงนี้อาจเกิดจากเศษของ Septum ที่ฉีกขาดเมื่อทำการฉีดสาร หรือจากมลทินในสารตัวอย่าง ถ้าหาก Liner สกปรกอาจได้โครมาโทแกรม ที่ไม่ต้องการ รบกวนการวิเคราะห์ได้

วิธีการเปลี่ยน Glass liner ให้ผลักแกนล็อค (สีเหลือง) เข้าหาตัว (ทวนเข็มนาฬิกา)

เพื่อปลดล็อคจากนั้นค่อย ๆ ยกขึ้น ระวังอย่าให้กระทบกับหลอด liner อาจทำให้แตกได้ นำ liner ออกแล้วค่อย ๆ ถอดยางวงกลม (rubber seal O-ring) ที่หุ้ม liner ออก ถ้ายาง วงกลมมีลักษณะเปื่อยยุ่ย และเสียรูปทรงให้เปลี่ยนใหม่ด้วย ดังแสดงในรูปที่ 13



(1) ผลักแกนล็อคเข้าหาตัว (ทวนเข็มนาฬิกา) (2) นำ liner ออก

รูปที่ 13 แสดงวิธีการเปลี่ยน Glass liner

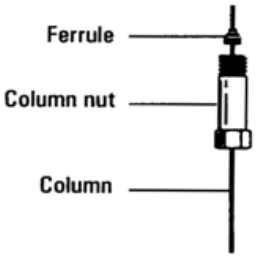
เมื่อเปลี่ยน Glass Liner พร้อม O-ring ของ liner นำฝาล็อคลงมา โดยแกนล็อคอยู่ในตำแหน่ง Unlocked แล้วค่อยหมุนไป ตำแหน่ง Locked เมื่อฝาปิดลงตำแหน่งถูกต้องแล้ว

2.2 Oven

ในส่วนของ Oven ซึ่งเป็นที่ติดตั้งคอลัมน์ คอลัมน์มี 2 ชนิดคือ แบบ packed column และแบบ capillary column คอลัมน์ที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์ทั่วไปคือ capillary column ในที่นี้จึงขอกล่าวเฉพาะการติดตั้งคอลัมน์ ชนิด capillary เท่านั้น

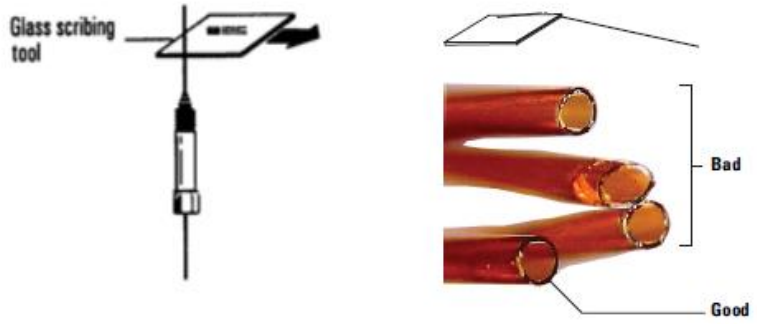
<u>การเตรียม capillary column</u>

1. ใส่ Nut และ Ferrule ลงในคอลัมน์ ดังรูป โดยเลือก Ferrule ให้เหมาะสมกับคอลัมน์ที่ใช้งาน



รูปที่ 14 การใส่ Nut และ Ferrule

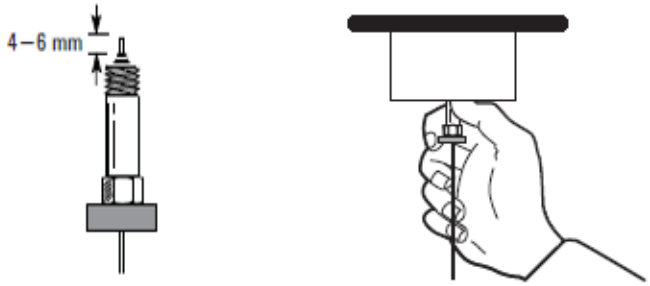
2. ตัดปลายคอลัมน์ด้วย Glass scribing tool แล้วหัก โดยปลายคอลัมน์ที่ถูกตัดต้องมีขอบที่เรียบ ไม่หักเป็นแบบปากฉลาม เช็ดปลายคอลัมน์ด้วย isopropanol เพื่อขจัดรอยนิ้วมือ และฝุ่นผงที่ติดอยู่



รูปที่ 15 วิธีการตัดปลายคอลัมน์

<u>การติดตั้ง capillary column ฝั่ง Split/Splitless inlet</u>

1. ดึงคอลัมน์ให้มีปลายโผล่เหนือ ferrule 4 – 6 mm จากนั้นเมื่อใส่ใน Inlet base แล้วหมุน nut ให้แน่นด้วยมือ แล้วใช้ประแจขันอีก 1/4 - 1/2 รอบ เพื่อให้แน่นพอดี

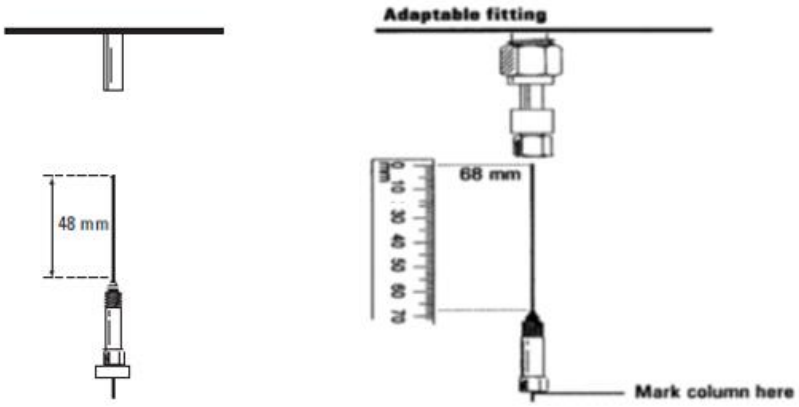


รูปที่ 16 วิธีการติดตั้งคอลัมน์ฝั่ง Split/Splitless inlet

<u>การติดตั้ง capillary column ฝั่ง Detector</u>

- **การติดตั้ง capillary column ฝั่ง FID Detector**

วัดระยะคอลัมน์จากปลาย ferrule ถึงปลายคอลัมน์ 48 มิลลิเมตร สอดเข้าตรง ๆ ในฐานของดีเทคเตอร์ ใช้มือหมุน nut ให้แน่น แล้วใช้ประแจหมุนอีก 1/4 รอบ แต่หากมี Adaptable fitting ให้ใช้ระยะของคอลัมน์จากปลาย ferrule ถึงปลายคอลัมน์ 68 มิลลิเมตร

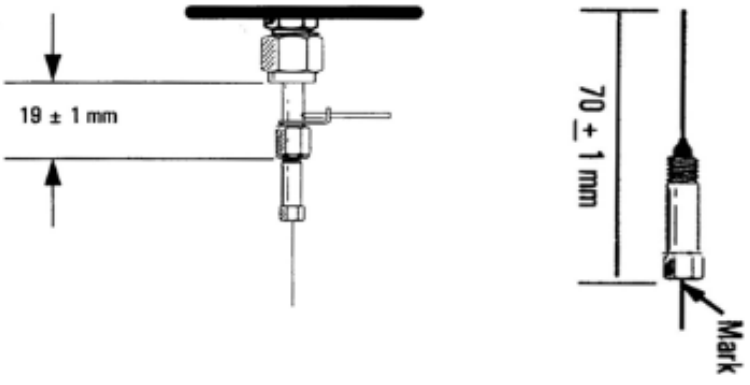


รูปที่ 17 การติดตั้ง capillary column ฝั่ง FID Detector

อีกวิธีหนึ่งสามารถใช้วิธีใส่คอลัมน์เข้าไปช้า ๆ เลื่อนเข้าไปจนสุด (จนมีความรู้สึกว่าเหมือนชนอะไร) หลังจากนั้นให้ใช้มือหมุน nut ให้พอยึดคอลัมน์ได้ แล้วดึงคอลัมน์ลงมาประมาณ 1 มิลลิเมตร แล้วจึงใช้ประแจขันให้แน่นอีก 1/2 รอบ

- **การติดตั้ง capillary column ฝั่ง μECD Detector**

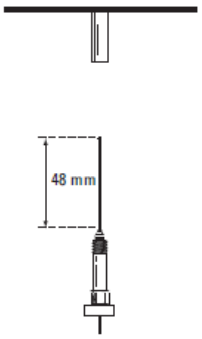
วัดเช็คระยะระหว่างฐานของ Adapter กับ 1/4 นิ้วของ Nut จะห่างกัน 19 ± 1 มิลลิเมตร จากนั้นเตรียมคอลัมน์ใส่ nut แล้วตามด้วย ferrule วัดระยะคอลัมน์จากฐาน Nut ถึงปลายคอลัมน์ 70 ± 1 มิลลิเมตร จากนั้นใส่คอลัมน์เข้า adapter ขันให้แน่นด้วยมือ แล้วตามประแจขันอีก 1/4 รอบ



รูปที่ 18 การติดตั้ง capillary column ฝั่ง μECD Detector

- **การติดตั้ง capillary column ฝั่ง TCD Detector**

วัดระยะคอลัมน์จากปลาย ferrule ถึงปลายคอลัมน์ 48 มิลลิเมตร สอดเข้าตรง ๆ ใน ฐานของดีเทคเตอร์ ใช้มือหมุน nut ให้แน่น แล้วใช้ประแจหมุนอีก 1/4 รอบ

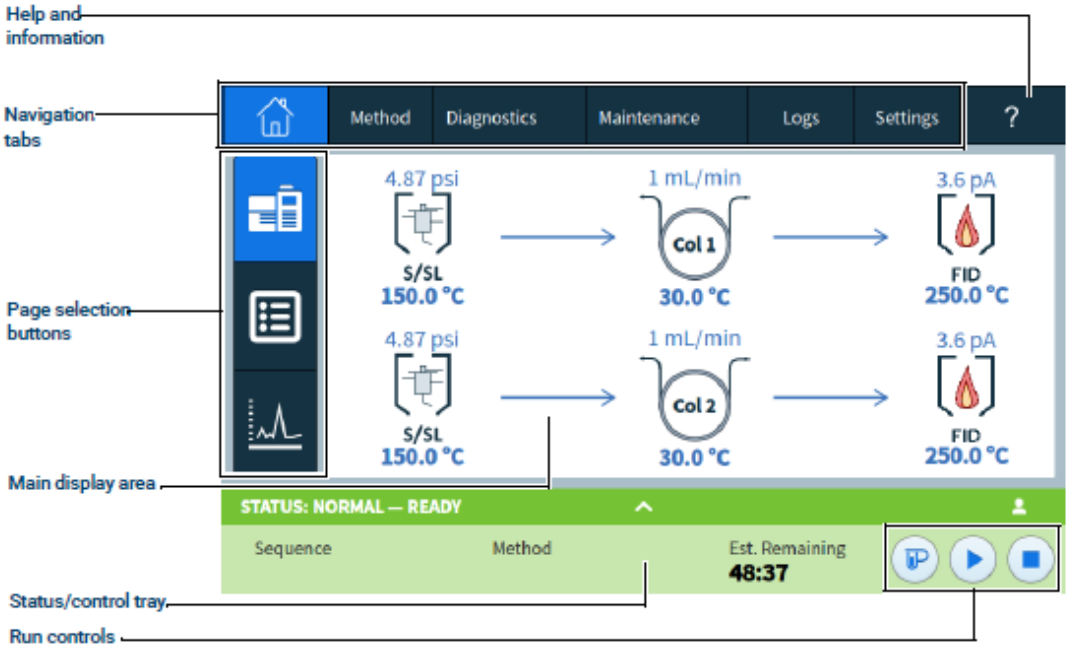


รูปที่ 19 การติดตั้ง capillary column ฝั่ง TCD Detector

หลังจากติดตั้งคอลัมน์ทั้งฝั่ง inlet และ detector เรียบร้อย ควรจัดคอลัมน์ซึ่งอยู่ ภายใน Oven ไม่บิดงอเป็นเกลียว หรือส่วนใดส่วนหนึ่งของคอลัมน์ติดหรือสัมผัสผนังของ oven โดยตรง

2.3 หน้าจอสัมผัส (Touchscreen)

บริเวณด้านหน้าเครื่อง GC มีหน้าจอสัมผัส ซึ่งสามารถใช้ควบคุม และสั่งงานได้โดยไม่ ต้องผ่านคอมพิวเตอร์ โดยหน้าต่างเริ่มต้นแสดง ดังรูป



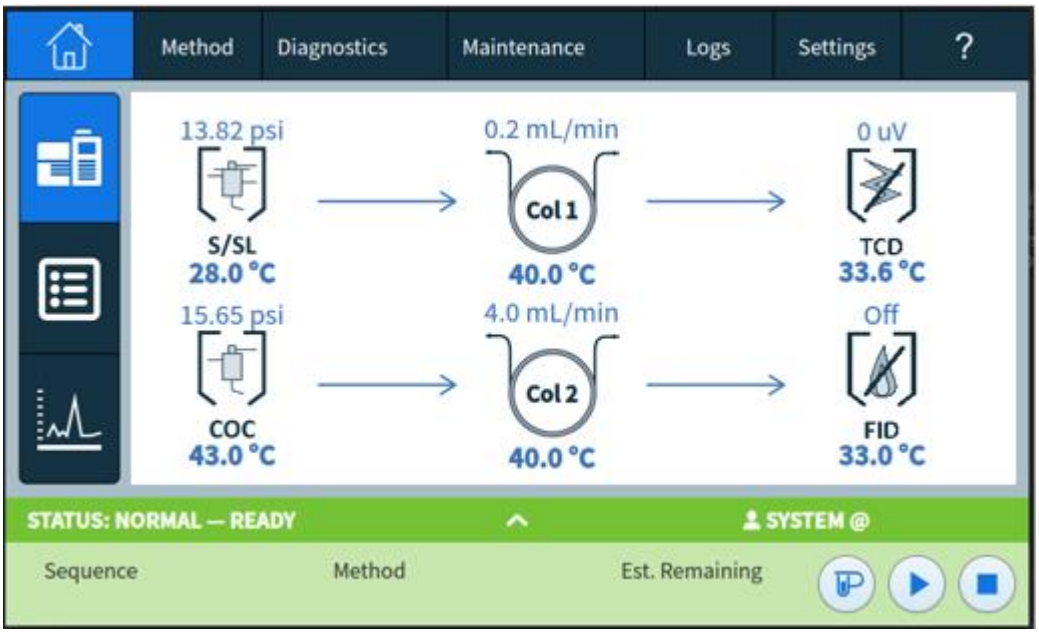
รูปที่ 20 แสดงหน้าต่างเริ่มจ้นของหน้าจอสัมผัส

โดยแต่ละแถบเมนูมีรายละเอียด และวิธีการใช้งาน ดังต่อไปนี้

2.3.1 หน้าต่างโฮม (Home View) หน้าต่างโฮม แบ่งออกเป็น 3 แถบเมนู ดังนี้

- **Flow path**

หน้าต่างflow path จะแสดงเส้นทางของตัวอย่างตั้งแต่บริเวณ Inlet, column oven และ Detector GC หากกดแต่ละองค์ประกอบจะนำเข้าไปสู่รายละเอียดขององค์ประกอบนั้น ๆ ซึ่งสามารถกดแก้ไขหรือปรับตั้งค่า method ที่โหลดใช้งานอยู่ได้

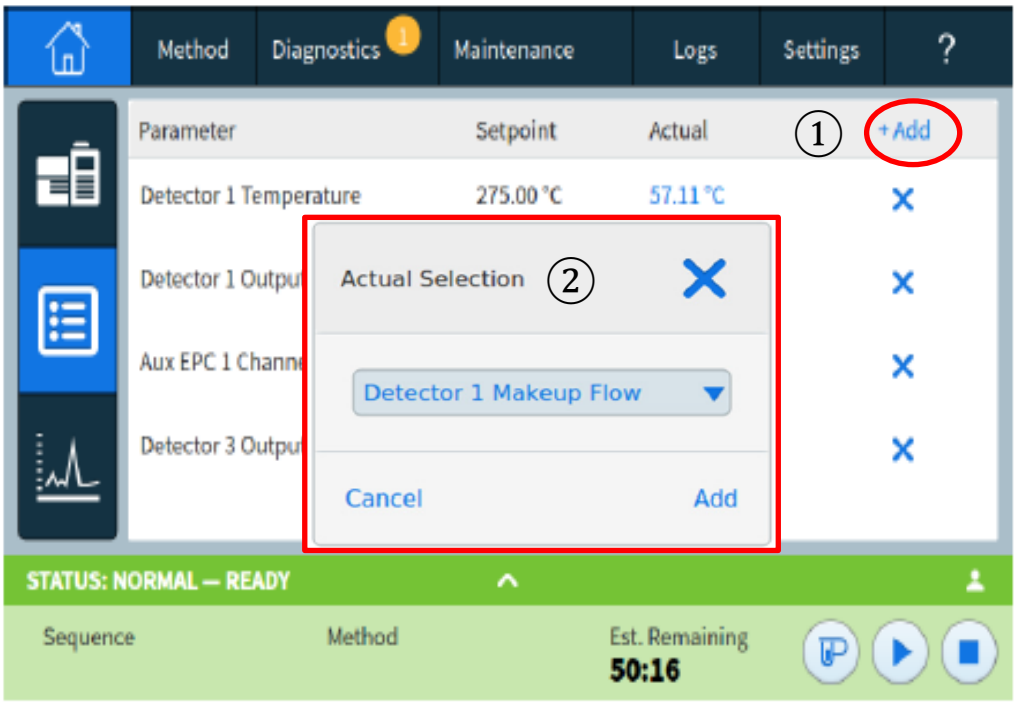


- Status

หน้าต่างนี้สำหรับแสดงค่า Setpoint และ Actual ของ GC พารามิเตอร์ หากต้องการแสดงค่า Setpoint และ Actual ของ GC พารามิเตอร์บนหน้าจอ Touchscreen สามารถทำได้โดย

1. กด +Add

2. เมื่อหน้าต่าง Actual Selection ปรากฏขึ้น สามารถเลือกพารามิเตอร์ GC ที่ต้องการแสดงในหน้าต่าง Status แล้วกด Add



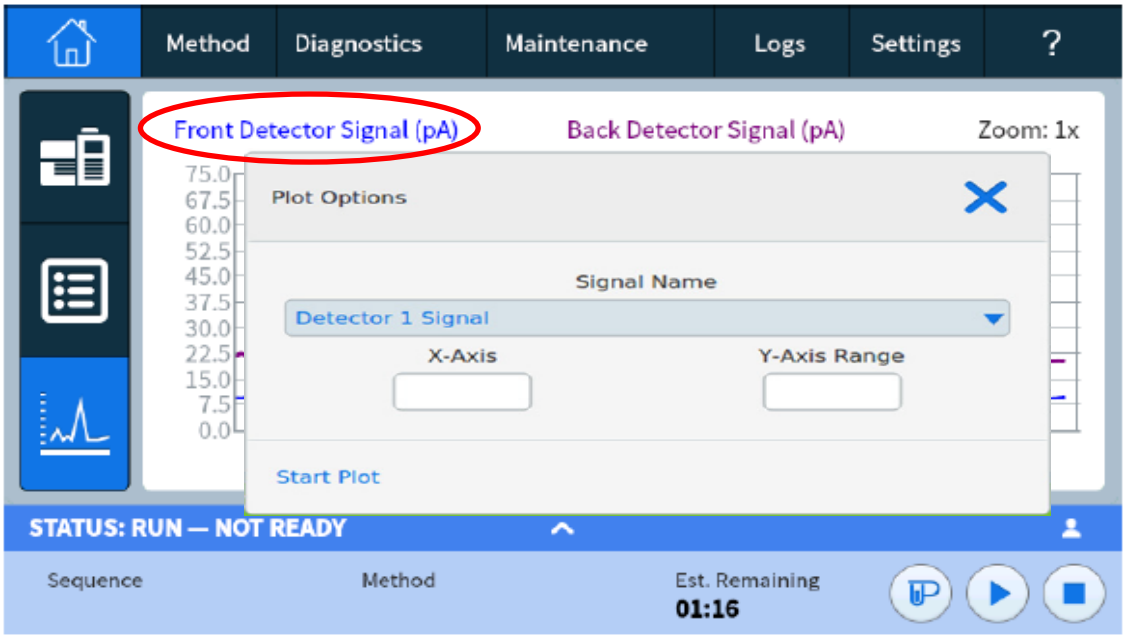
หมายเหตุ: กรณีที่ไม่ต้องการแสดงค่าของพารามิเตอร์ที่ปรากฏในรายการบนหน้าต่างสถานะ สามารถกด X ฝั่งขวา

- Plot

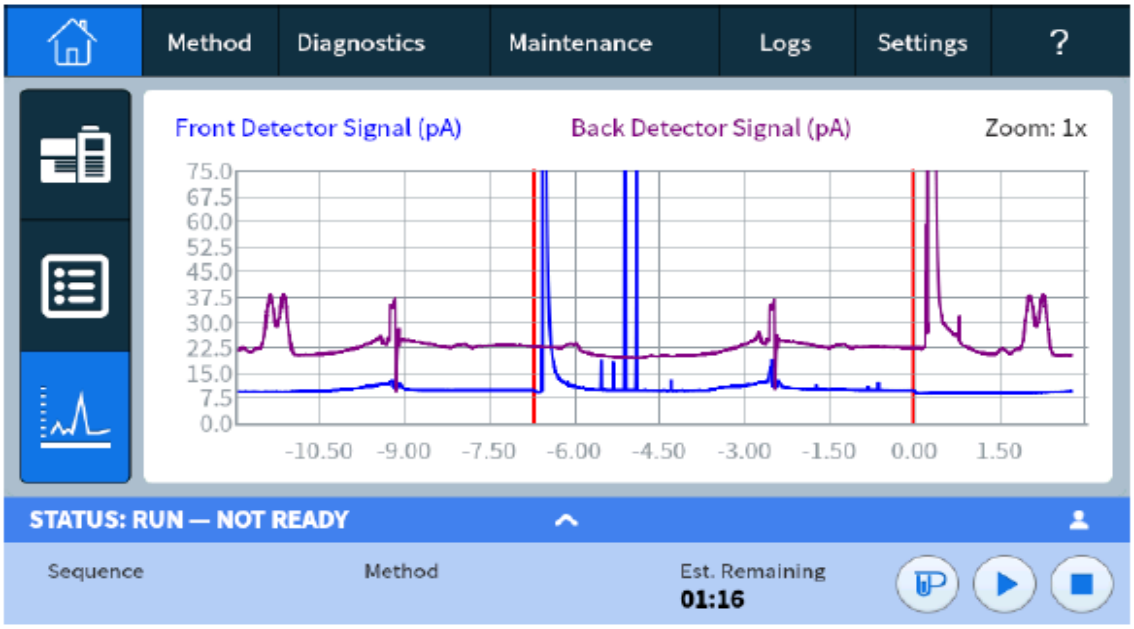
หน้าต่างสำหรับแสดงสัญญาณขณะปัจจุบัน หากต้องการให้หน้าจอ Touchscreen แสดงสัญญาณ สามารถทำได้โดย

1. กด Detector Signal บนหน้าจอ Touchscreen จะปรากฏหน้าต่าง ดังรูป โดยใส่รายละเอียดของสัญญาณที่ต้องการ

- Signal Name: ทำการเลือกสัญญาณที่ต้องการ
- X-Axis: ตั้งค่าแกนเวลา
- Y-Axis: ตั้งค่าแกนสัญญาณ Response

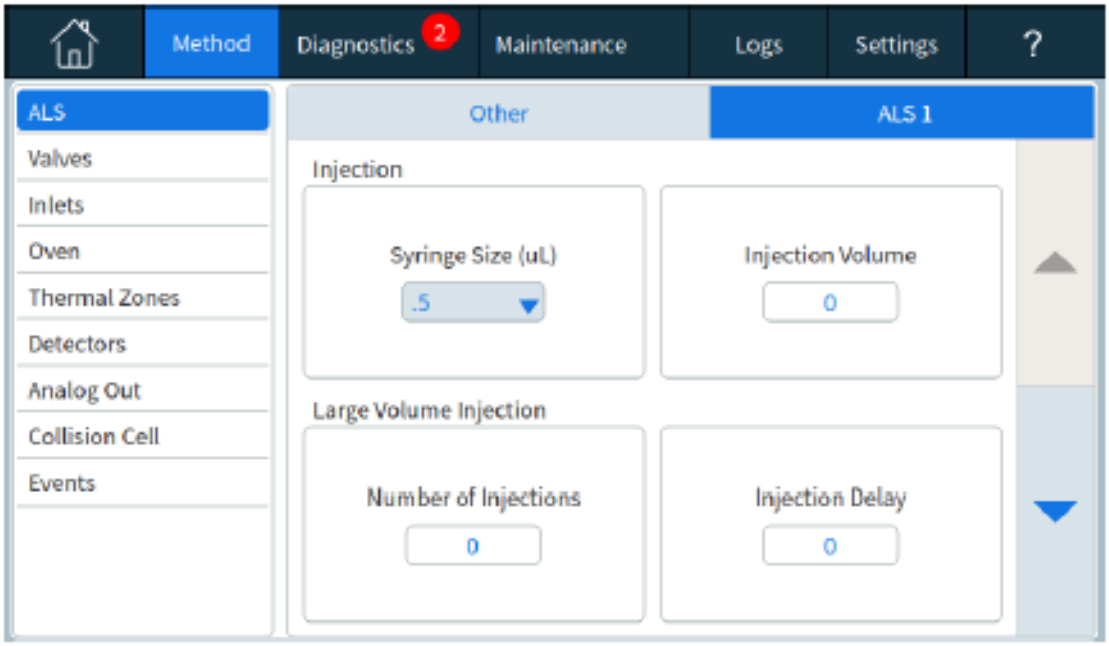


2. กด start Plot จะปรากฏสัญญาณบนหน้าจอ Touchscreen ดังรูป



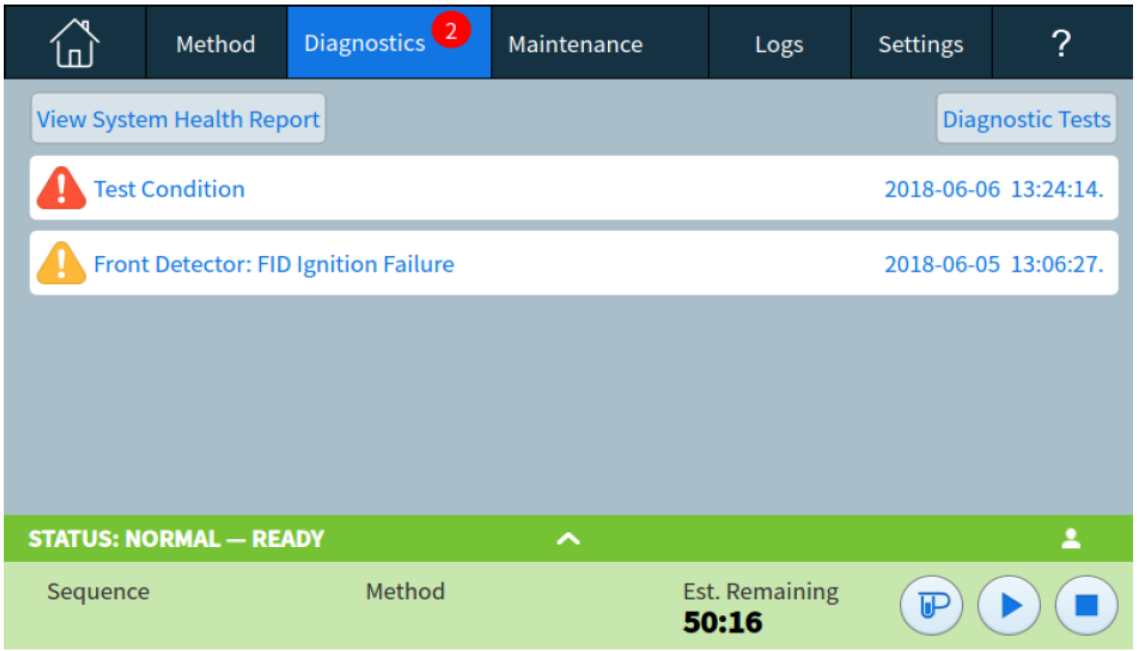
2.3.2 หน้าต่าง Method (Method View)

สามารถใช้แถบ Method บนหน้าจอ Touchscreen เข้าตรวจสอบหรือแก้ไขพารามิเตอร์ ของ Method ที่กำลังโหลดใช้งาน



2.3.3 หน้าต่าง Diagnostics (Diagnostics View)

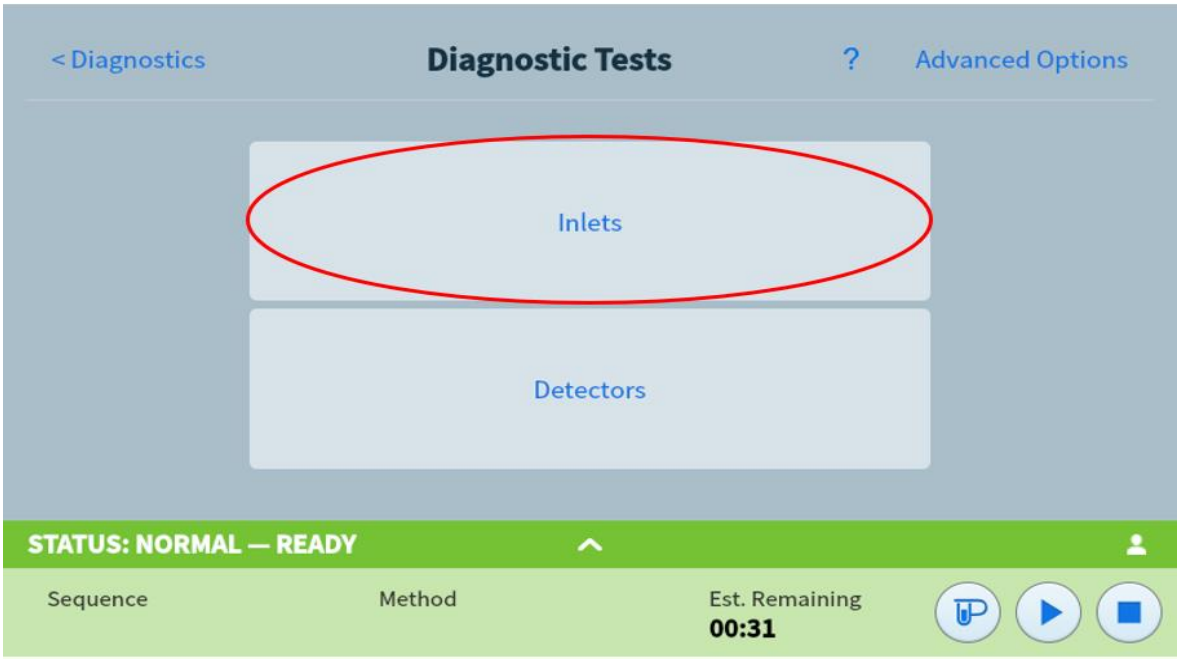
หน้าต่าง Diagnostics ประกอบด้วยการทดสอบข้อสงสัยหรือข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้น สำหรับ inlet, detector และองค์ประกอบอื่น ๆ ขึ้นอยู่กับ Configuration ของเครื่อง นอกจากนั้นยังประกอบด้วยการทดสอบเพื่อตรวจเช็คสมรรถภาพของเครื่อง และรายการแจ้งเตือน แสดงตัวอย่าง ดังรูป



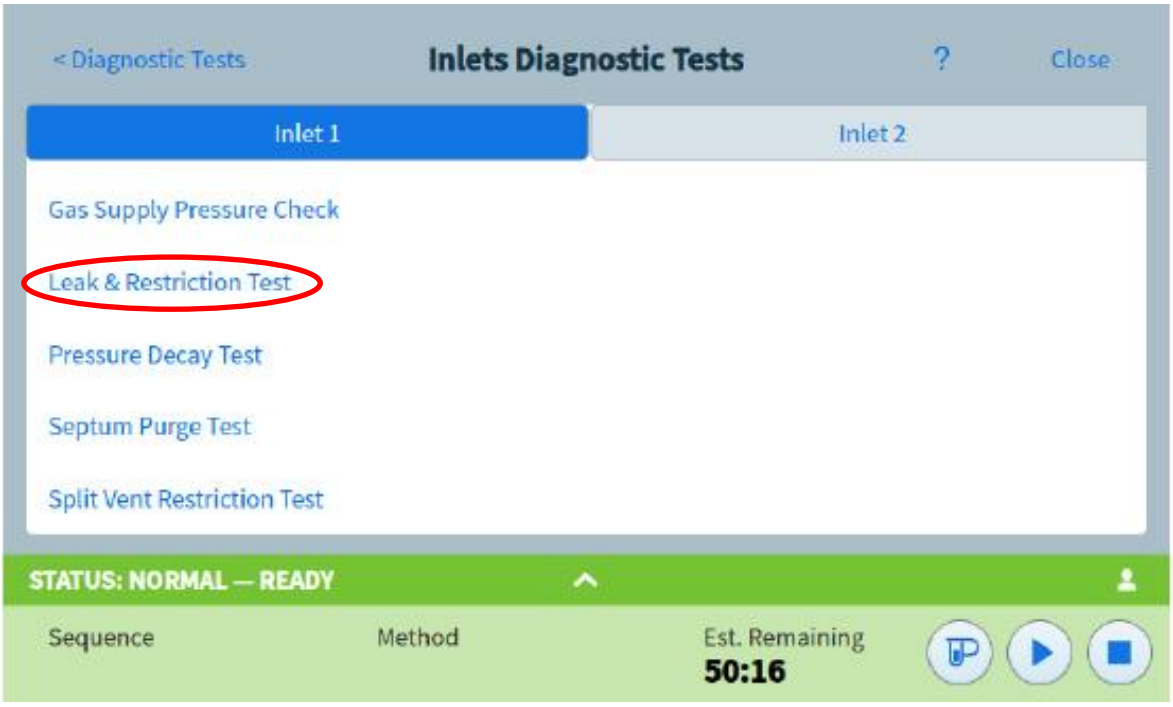
โดยหน้าต่าง Diagnostics มีวิธีการใช้งานดังนี้

1. เลือก Diagnostic Tests จะปรากฏหน้าการทดสอบสำหรับ inlet หรือ Detector เลือก

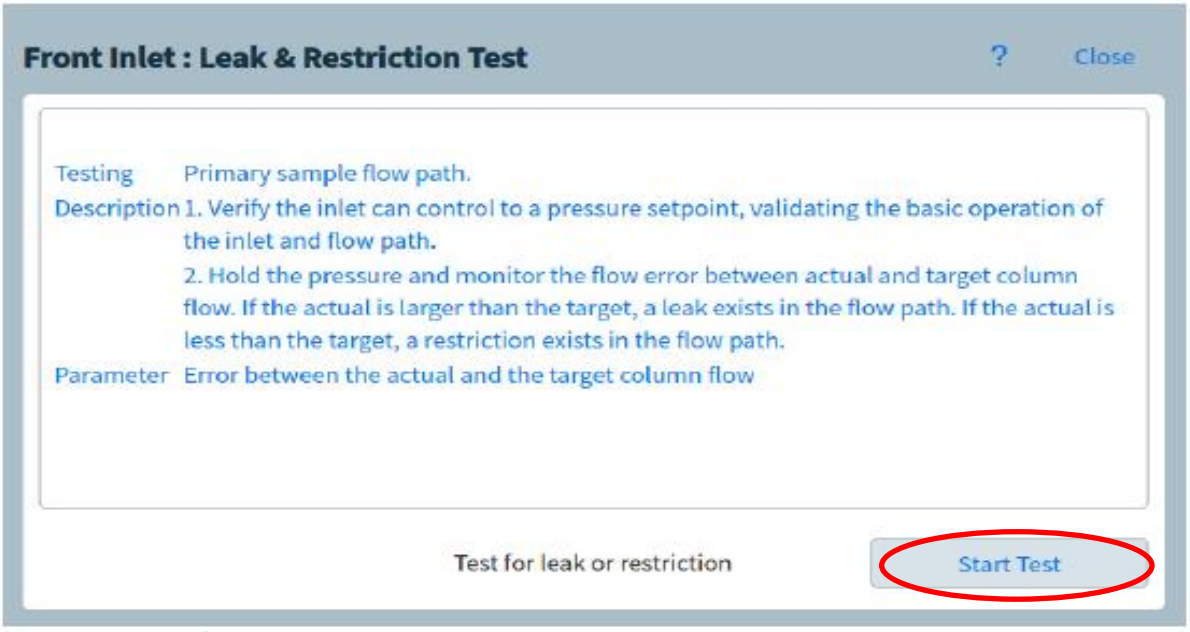
ส่วนที่ต้องการทำการทดสอบ เช่น Diagnostic Tests > inlets



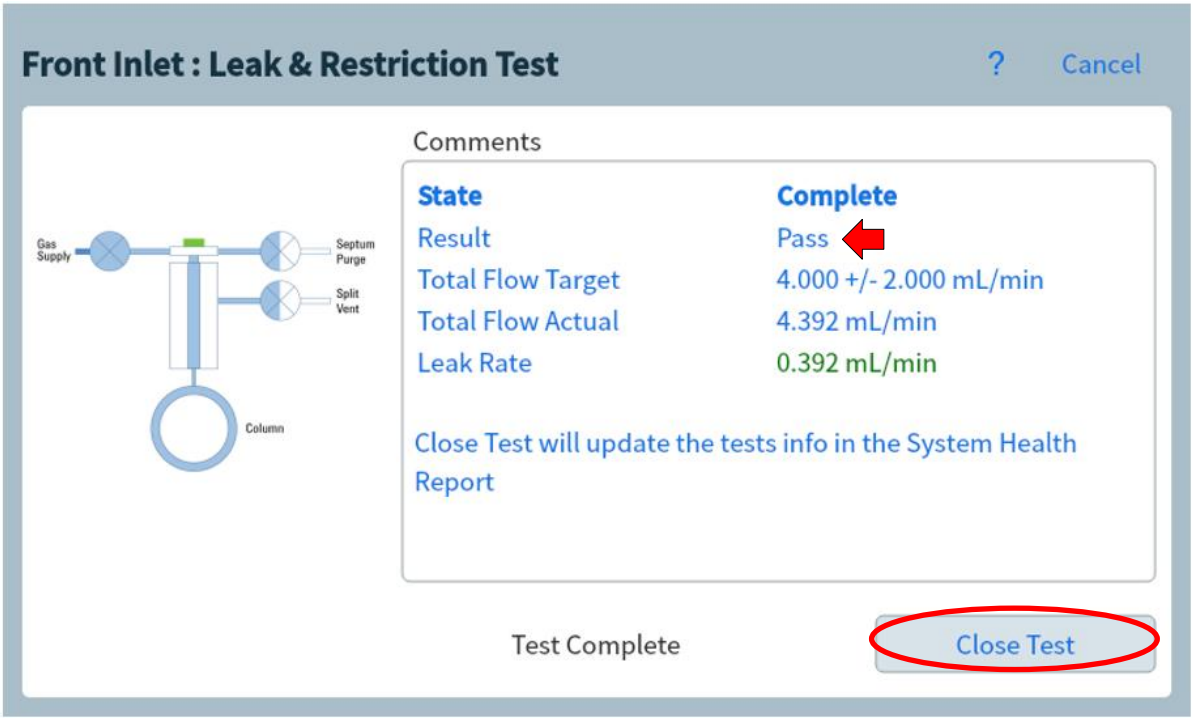
2. จะปรากฏรายการการทดสอบต่าง ๆ เกี่ยวกับ inlet ดังรูป หลังจากนั้นกดเลือกรายการทดสอบที่ต้องการ เช่น กดเลือก Leak & Restriction Test



3. หลังเลือกรายการทดสอบ หน้าจอจะปรากฏรายละเอียด และขั้นตอนของการทดสอบ จากนั้นเลือก **Start Test** เพื่อเริ่มการทดสอบ

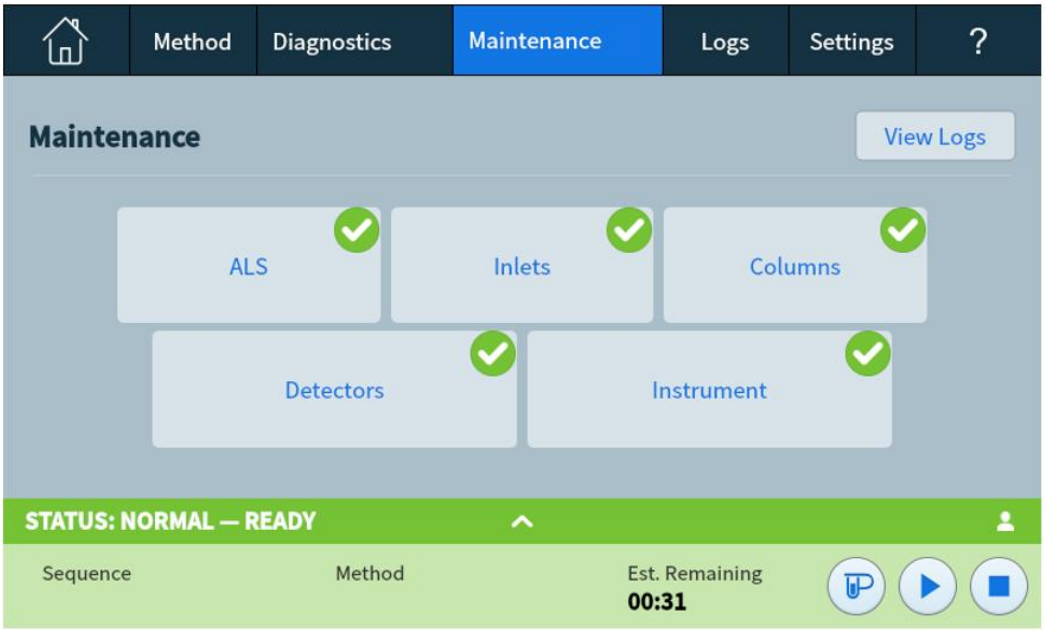


4. หลังจากจบการทดสอบจะแสดงผลบนหน้าจอสัมผัส เมื่อจบการทดสอบให้กด **Close Test** ดังรูป



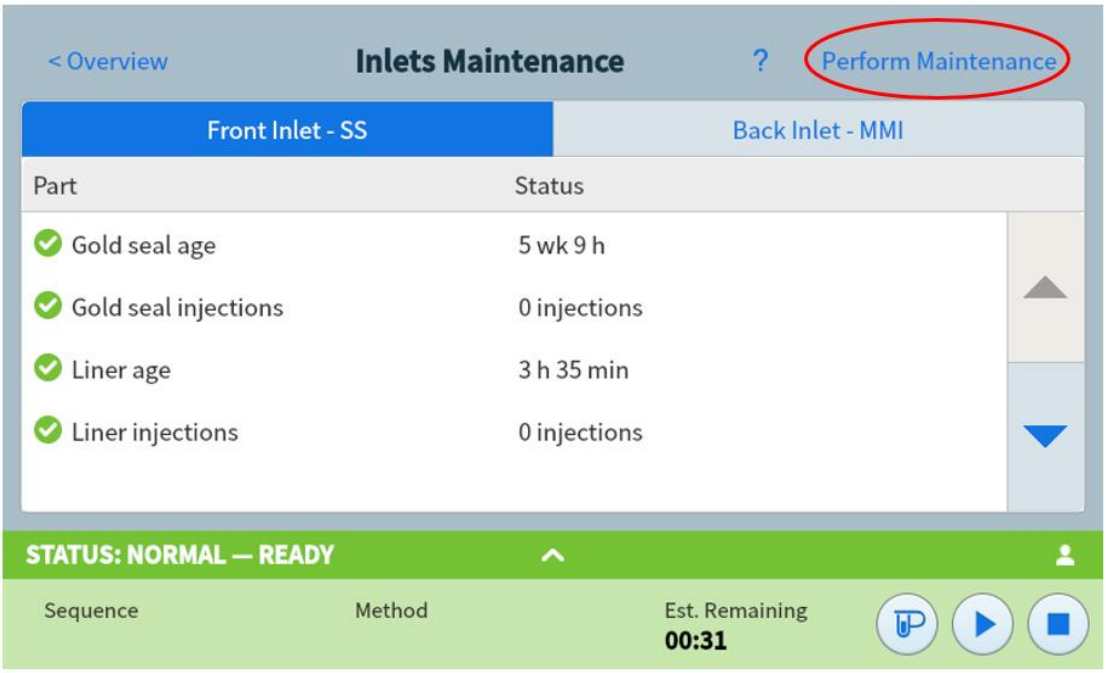
2.3.4 หน้าต่าง Maintenance (Maintenance View)

หน้าต่าง Maintenance แสดงเมนูเกี่ยวกับการบำรุงรักษาองค์ประกอบต่าง ๆ ดังรูป

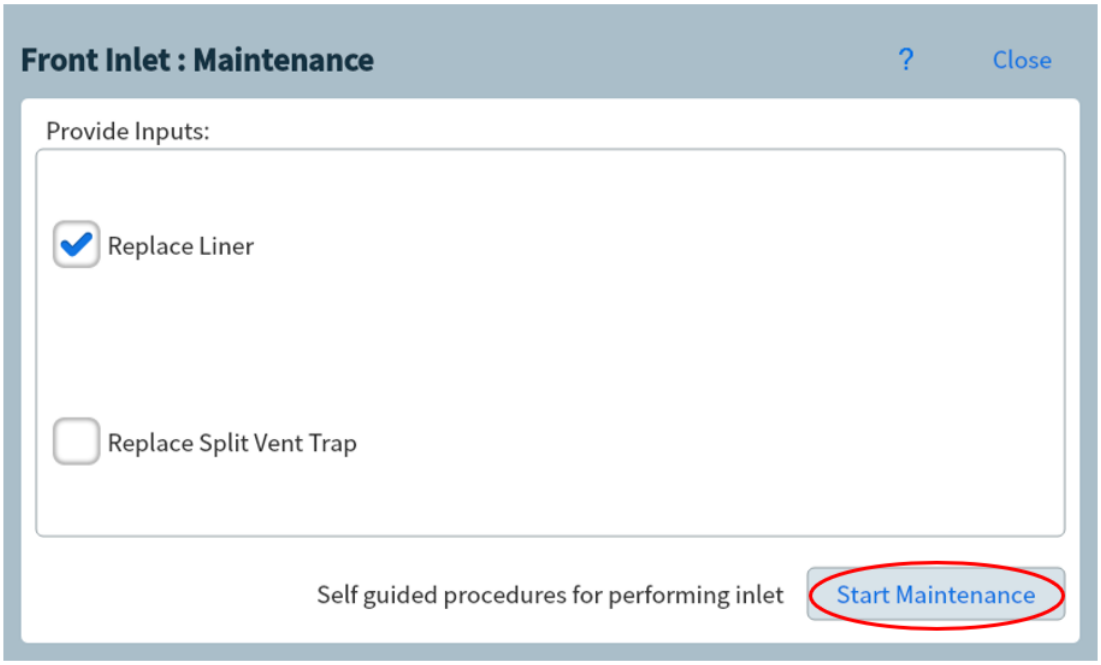


วิธีการใช้งานหน้าต่าง Maintenance

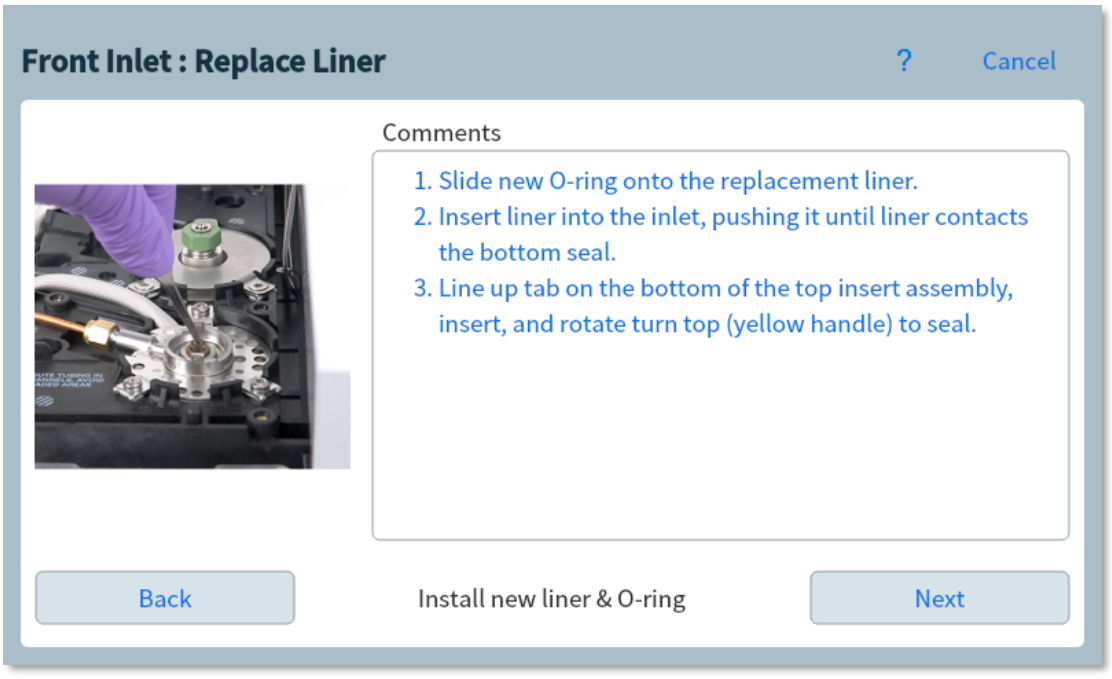
1. เลือกองค์ประกอบของ GC ที่ต้องการทำการบำรุงรักษา เช่น กดเลือก Inlet แล้วกด Perform Maintenance ดังรูป



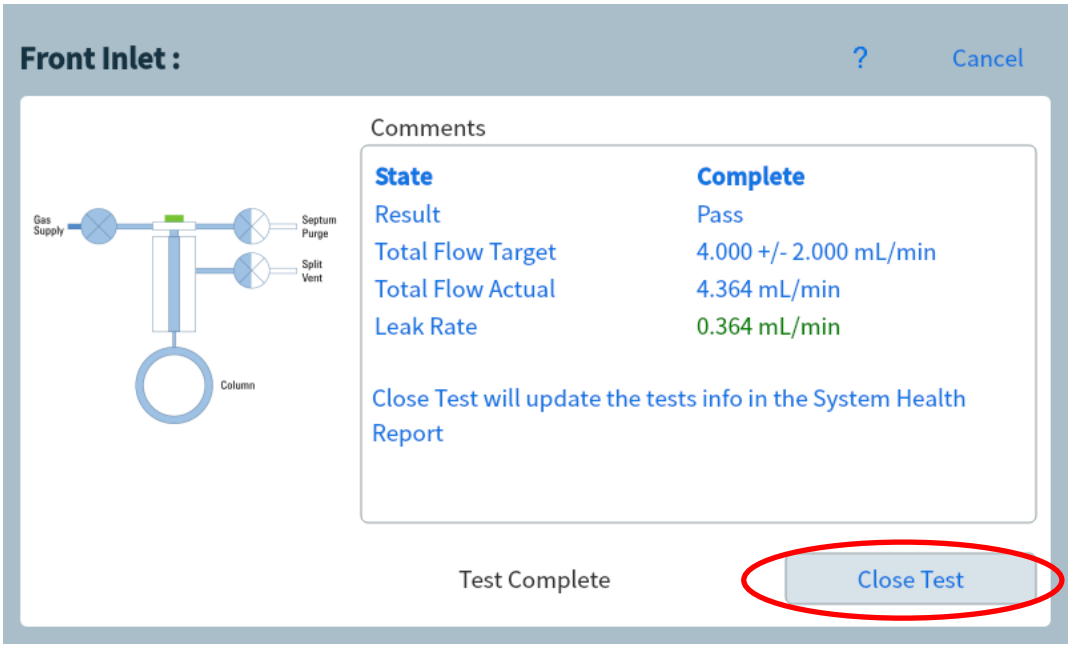
2. จะปรากฏรายการการบำรุงรักษาเครื่องของ inlet เลือกรายการที่ต้องการทำการบำรุงรักษา โดยกดเลือกช่อง Replace Liner แล้วกด **Start Maintenance** ดังตัวอย่าง



3. หลังจากนั้นจะปรากฏรายการของอุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ คำเตือนหรือข้อควรระวัง และรายละเอียดขั้นตอนการเปลี่ยนทีละขั้นตอนบนหน้าจอสัมผัส



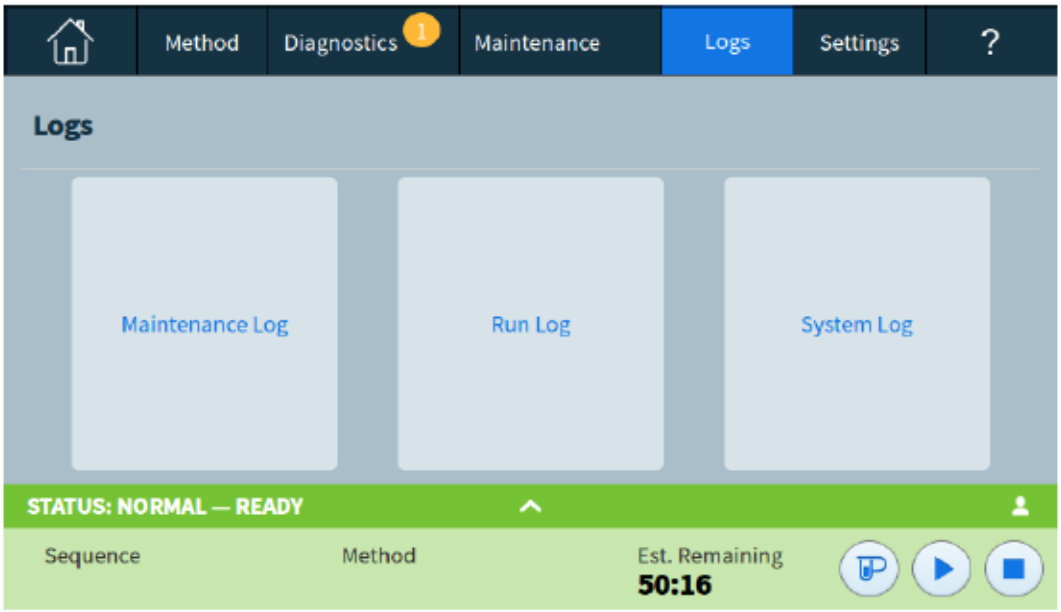
4. หลังจากทำการบำรุงรักษา หรือเปลี่ยนตามขั้นตอนเสร็จเรียบร้อยแล้ว กดเลือก **Close Test**



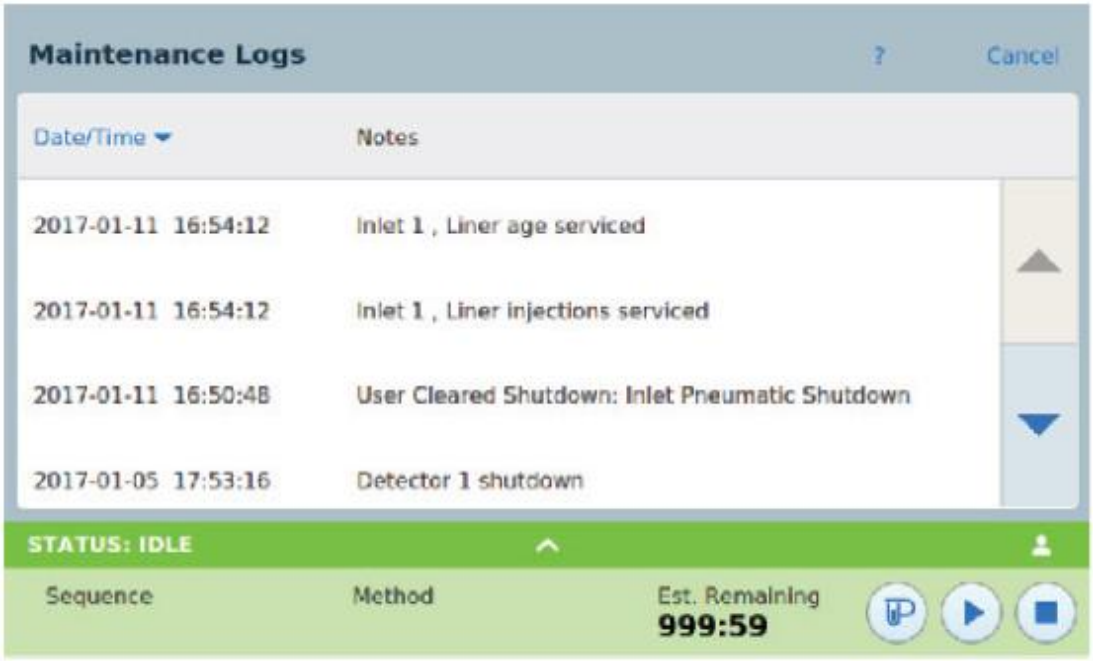
2.3.5 หน้าต่าง Logs (Logs View)

หน้าต่าง Log จะแสดงรายละเอียดที่เกิดขึ้นกับ GC ซึ่งจะประกอบด้วย 3 ส่วนหลัก ได้แก่

- Maintenance logs แสดงรายการ และวันเดือนปีที่ทำการบำรุงรักษา
- Run log แสดงรายการที่เกิดขึ้นในการฉีดแต่ละครั้ง โดยจะลบข้อมูล และเริ่มใหม่ทุก ๆ การฉีด
- System log บันทึกเหตุการณ์สำคัญที่เกิดขึ้นขณะใช้งานเครื่อง

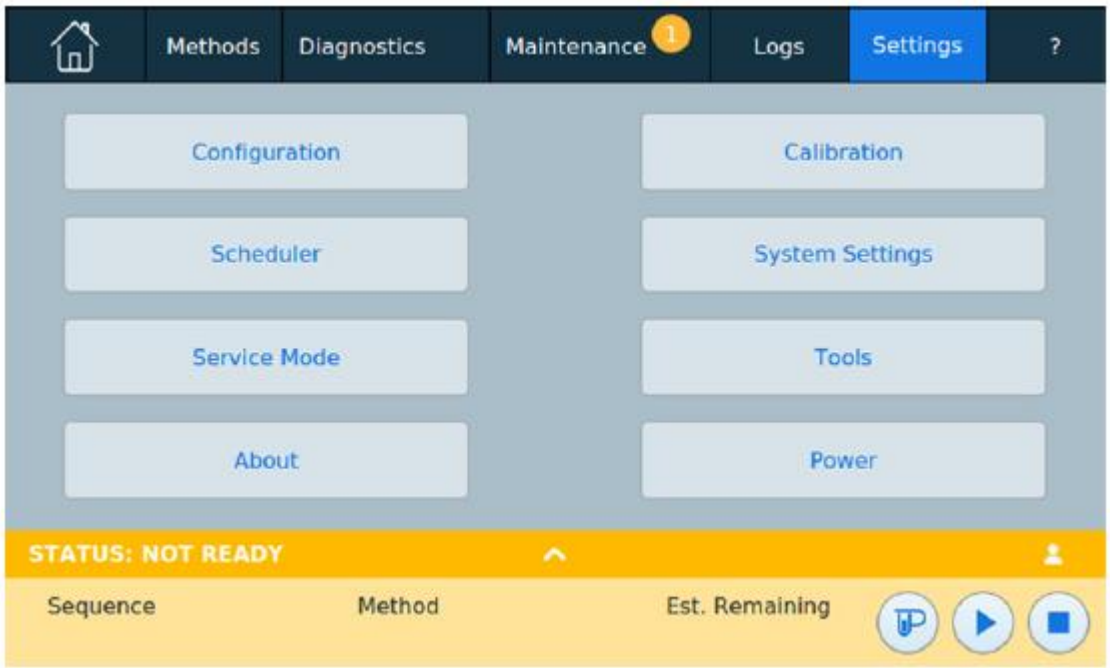


โดยเมื่อกดแต่ละหน้าต่างจะปรากฏรายละเอียด ตัวอย่างดังรูป



2.3.6หน้าต่าง Settings (Settings View)

หน้าต่าง Settings สามารถเข้าถึงการตั้งค่าต่าง ๆ ของเครื่อง GC ประกอบด้วย



- Configuration แสดง และปรับตั้งค่าเกี่ยวกับ Configuration ต่าง ๆ ของเครื่อง
- Calibration ปรับตั้งค่าเกี่ยวกับ ALS, Inlets, Oven, Detectors และ EPC modules

- Scheduler สามารถเข้าไปตั้งค่าเกี่ยวกับ Resource Conservation ของเครื่องได้

- System Settings ประกอบด้วยการตั้งค่าเกี่ยวกับข้อมูลเครือข่าย, IP Address, วันเวลา, ภาษา, การประหยัดพลังงานการใช้หน้าจอสัมผัส และการตั้งรหัสการเข้าใช้งานสำหรับเว็บบราวเซอร์

- Service Mode สามารถเข้ามาดูรายละเอียดเกี่ยวกับองค์ประกอบของเครื่องที่ติดตั้ง

- Tools สามารถเข้ามาทดสอบเกี่ยวกับ Column compensation

- About แสดงรายละเอียดของ GC Maufacturing Date, serial number, firmware revision

- Power การปิดหน้าจอสัมผัส และ restart เครื่อง GC

2.3.7 แถบแสดงสถานะ (Status) บนหน้าจอสัมผัส

- บริเวณหน้าจอสัมผัสมีแถบสีบ่งบอกถึงสถานะของเครื่อง GC โดยแต่ละสีจะแสดงสถานะของ GC แตกต่างกันไป ดังนี้

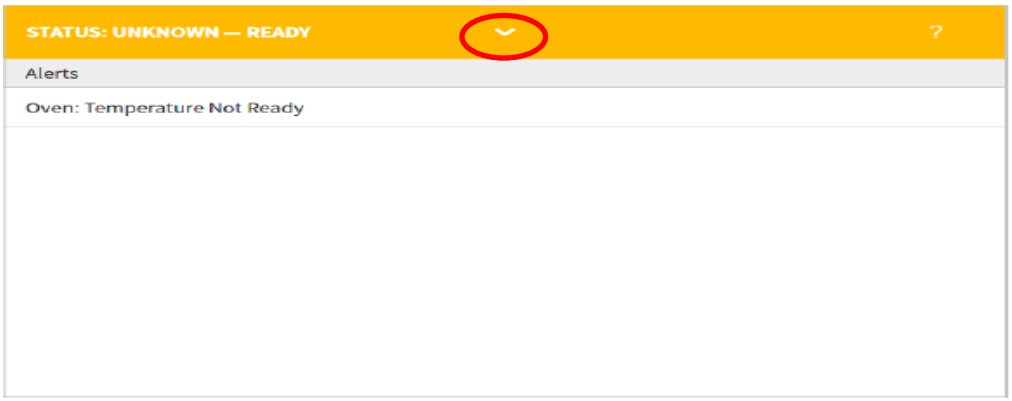
สีเขียว – Ready for a run

สีเหลือง – Not ready

สีน้ำเงิน – Run in progress

สีแดง – Error

กรณีสีสถานะแสดง Not ready สามารถกดบริเวณลูกศรบนแถบสถานะ เพื่อดูรายละเอียดของพารามิเตอร์ที่ยังไม่สามารถทำได้ตามที่ตั้งค่าไว้ใน method ดังรูป



โดยบนแถบแสดงสถานะของเครื่องมีปุ่มควบคุมเกี่ยวกับการฉีด (Run Controls) ซึ่งใช้สำหรับสั่งเริ่ม หยุด และเตรียมการฉีด ดังสัญลักณ์ต่อไปนี้

Prep Run: โดยทั่วไปจะกดก่อนการฉีดแบบ manual เพื่อออกจาก gas saving mode

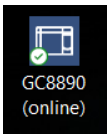
Run: สั่งฉีด

Stop Run: หยุดฉีด

วิธีการใช้เครื่อง GC 8890 และ Software CDS 2.x

โปรแกรม Agilent CDS แบ่งเป็น 2 ชนิด คือ

Online ใช้เมื่อต้องการควบคุมการทำงานของ GC Hardware โดยสื่อสารผ่านสาย LAN (ต้อง Turn On เครื่องGC ไว้แล้ว)

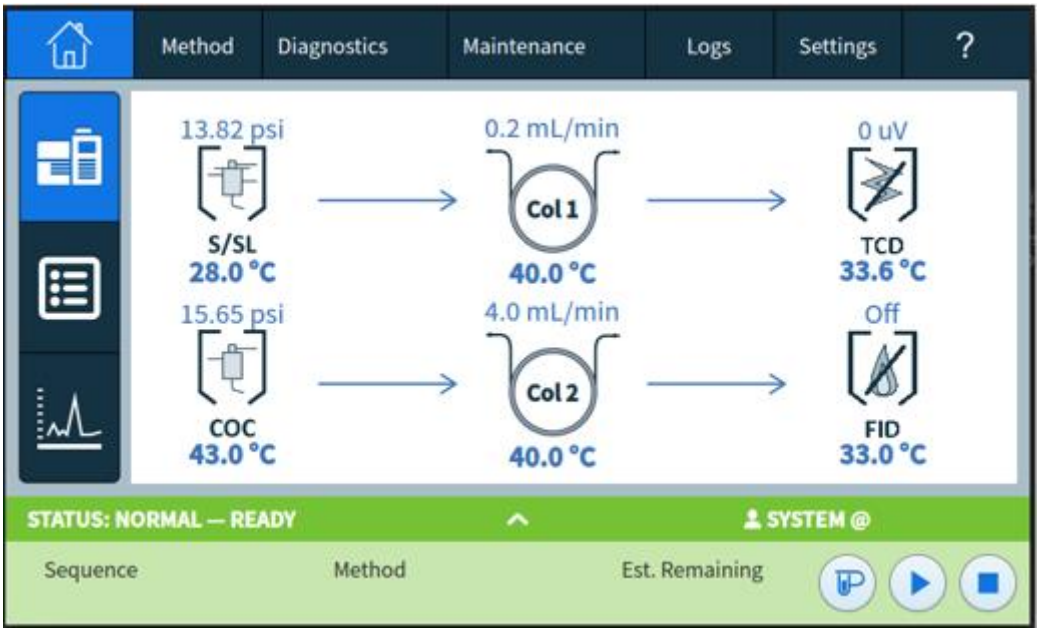


Data Analysis ใช้เมื่อต้องการวิเคราะห์โครมาโตแกรม (Data Analysis)

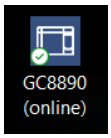
หมายเหตุ : สามารถใช้ Online และ Data Analysis พร้อมกันได้

ขั้นตอนการเปิดใช้งาน GC8890 และการเปิดใช้งาน software CDS 2.x

1. เปิดวาวล์ GAS ทุกท่อที่ต้องใช้ (ความดัน Gas โดยประมาณ H_2, N_2 ~ 50 - 60 psi / Air ~ 60 - 80 psi / He ~ 60 - 80 psi)
2. เปิดสวิทช์ Stabilizer (หรือ UPS) และ Computer และTurn On เครื่อง GC รอจนหน้าจอสัมผัสปรากฏหน้าจอ ดังรูป

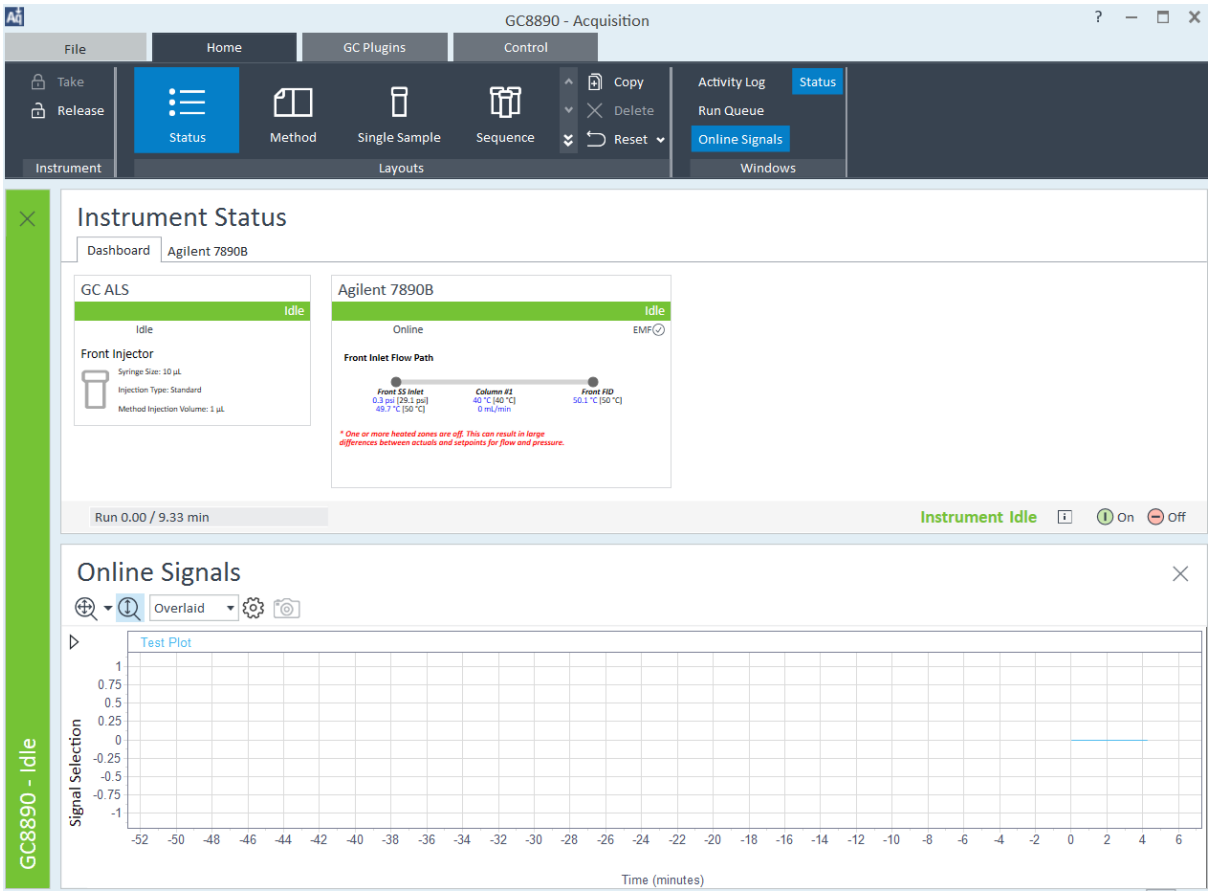


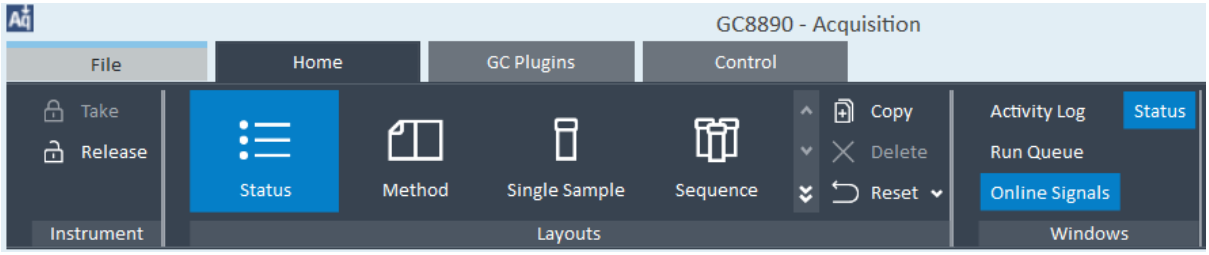
3. **Double Click** ที่ **‘Online icon’** บนจอคอมพิวเตอร์



หมายเหตุ: หากต้องการทำเฉพาะวิเคราะห์ข้อมูล ***ไม่ต้องใช้ Gas, ไม่ต้องเปิดเครื่อง GC****, แต่ Double Click ที่* ***'Start Data Analysis'***

4. เลือกหัวข้อ **Status** เพื่อตรวจสอบเครื่องอยู่ในสถานะพร้อมใช้งานหรือไม่





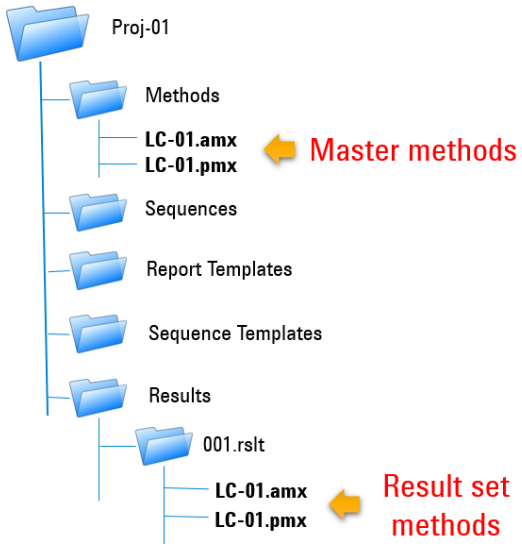
5. เลือก **Method** สำหรับสร้าง Method หรือ Load Method เพื่อวิเคราะห์ตัวอย่าง
6. เลือก **Single Sample** สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่าง 1 ตัวอย่าง

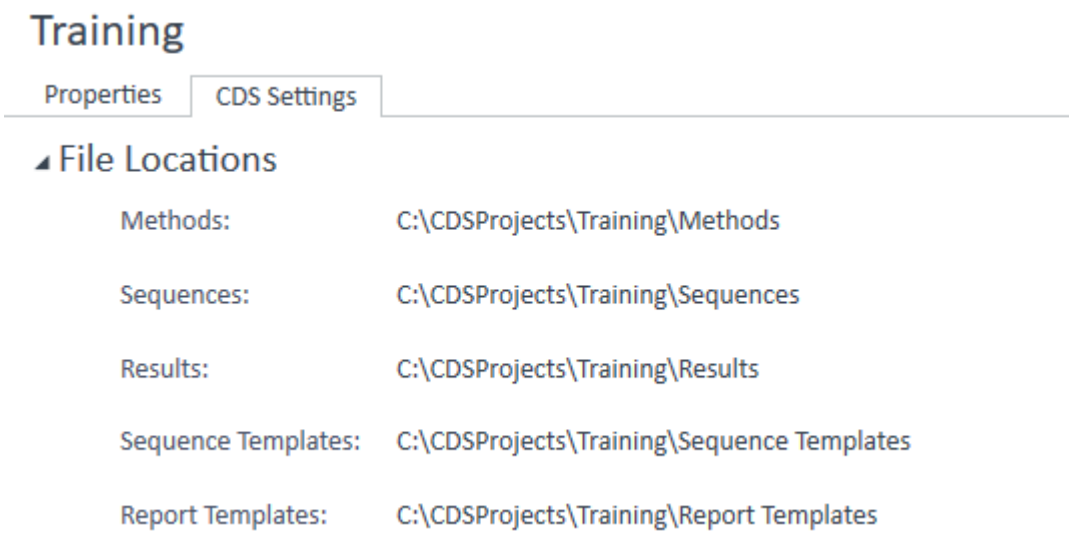
7. เลือก **Sequence** สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างหลาย ๆ ตัวอย่าง
8. เลือกหัวข้อด้านมุมขวาบน เพื่อแสดงหน้าต่างตามต้องการ เช่น **Status** หรือ **Online Signals**

ข้อแนะนำ : เมื่อเปิดเครื่อง GC แล้ว อาจพบว่าสัญญาณ Chromatogram มีค่าสูง เนื่องมาจากมีสารปนเปื้อนติดค้างอยู่ใน ระบบ ดังนั้นควรไล่มลทินต่าง ๆ ที่มีหลงเหลืออยู่ออกไปให้หมด โดยใช้ความร้อนสูงที่ Oven และ Detector แต่ไม่เกินค่าที่กำหนดไว้ใน Specification ของอุปกรณ์นั้น ๆ ขั้นตอนนี้เรียกว่า การ Condition เครื่อง GC ให้เวลานานพอจนเห็นว่าไม่มีสัญญาณรบกวน คือ Base Line เรียบสม่ำเสมอจึงดำเนินการทดลองต่อไป

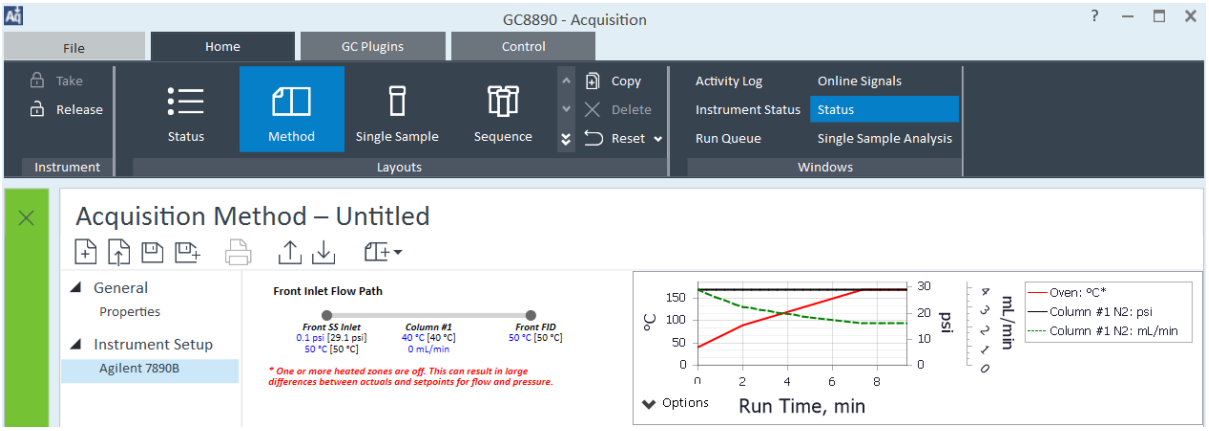
Directory Structure of CDS 2.x Software

- Master methods reside in **Project\Methods** folder.
- Result set methods are copies of master methods and reside in **Project\Results\MyResult.rslt** folder.

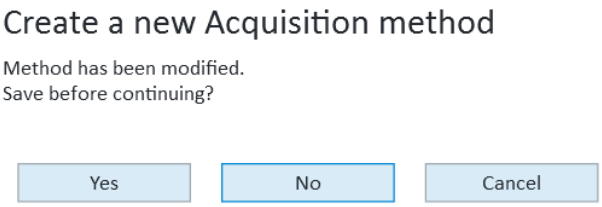




ขั้นตอนการสร้าง *Method* เพื่อควบคุมระบบ GC

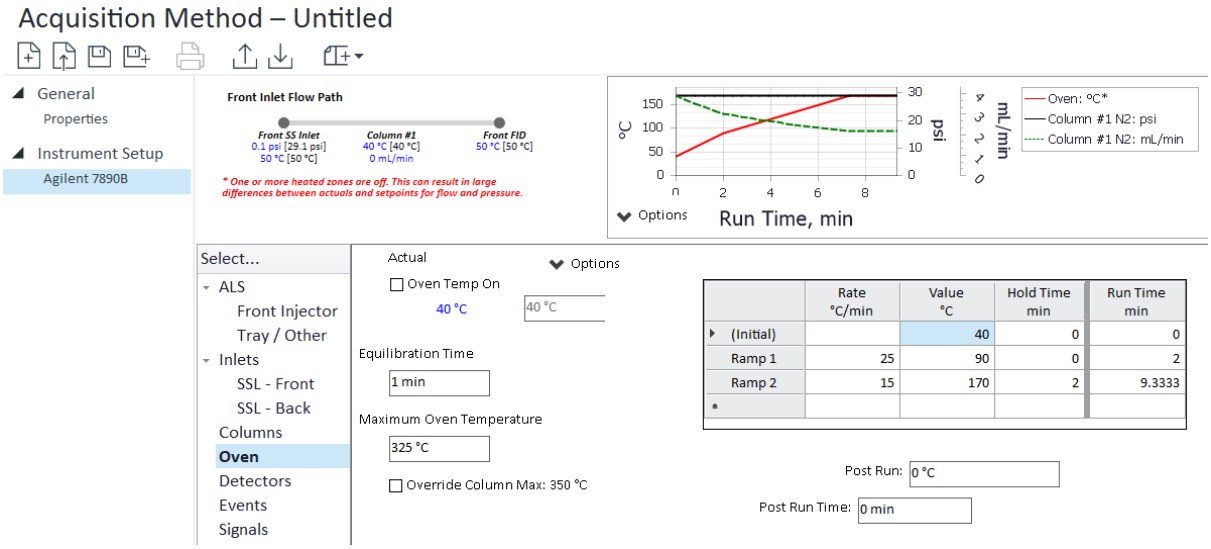


1. เลือกหัวข้อ **Method** > (**New Method**) จะปรากฏหน้าต่างดังรูป

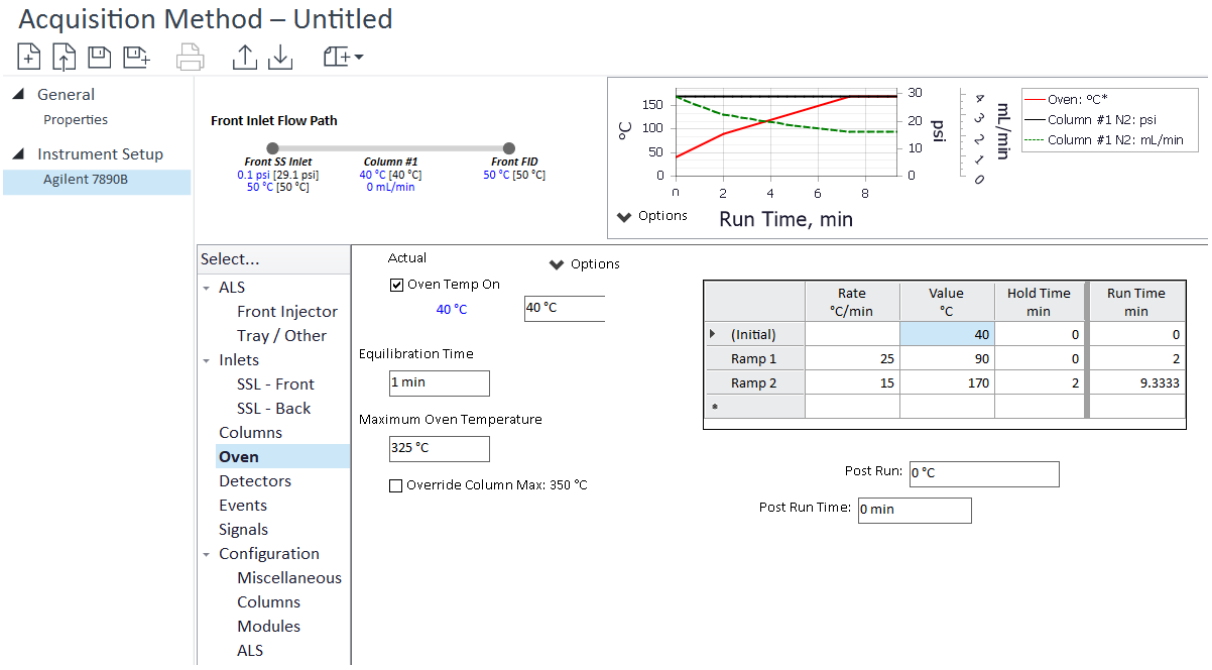


2. ถ้าถามว่าต้องการ save method เดิมหรือไม่ ควรกด NO

3. เลือก **Instrument setup ด้านซ้ายมือ** > เลือกเครื่อง GC จะปรากฏหน้า Instrument set up ดังรูป



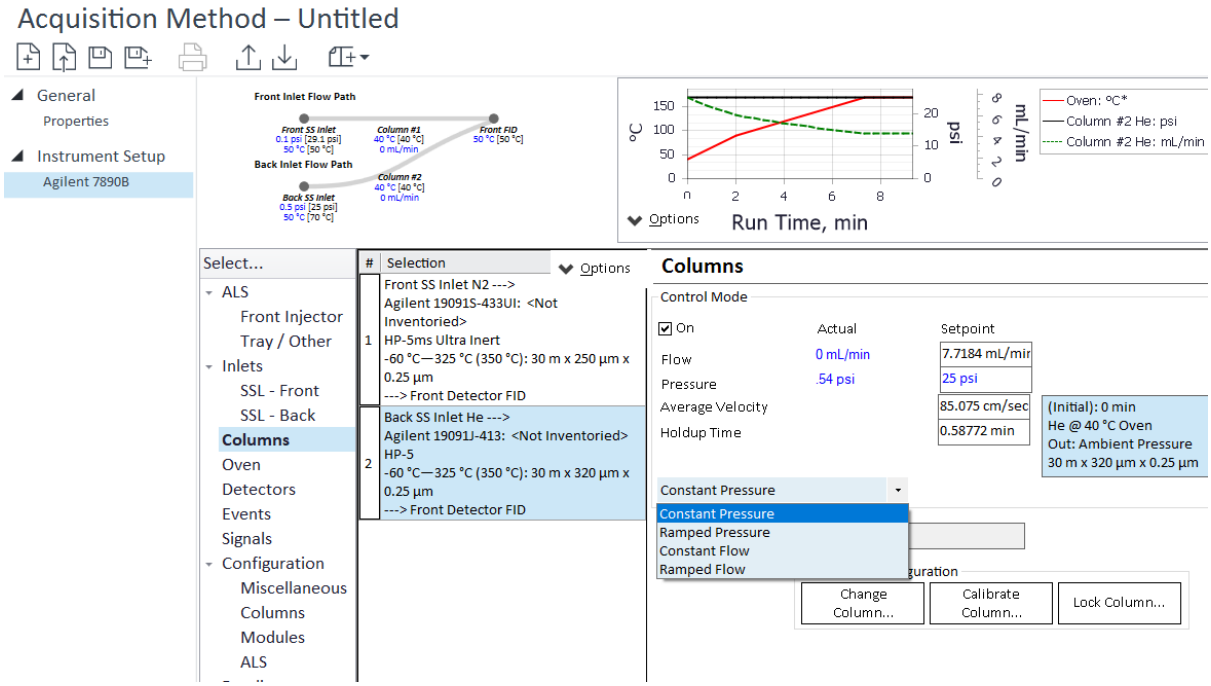
4. เลือก **Oven icon** เพื่อตั้งค่าใช้งานตามต้องการ



- ☑ **Oven temp on** เพื่อให้ Oven ทำอุณภูมิ ตามที่ได้ตั้งค่าไว้
- ในตาราง แถวแรก **(Initial)** ช่อง **Value °C** ให้ระบุอุณหภูมิเริ่มต้น
- ในช่อง **Hold Time min** ให้ระบุเวลาที่ต้องการให้คงอุณหภูมิตามที่ตั้งไว้
- หากต้องการทำ Temperature Program ให้ระบุอัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ ที่แถว **Ramp 1, 2, 3,…** ช่อง **Rate °C/min**
- หากต้องการใช้ Post Run ให้ตั้งค่าอุณหภูมิ และ เวลา ที่หัวข้อ **Post Run** และ **Post Run Time**

***ในช่อง **Equilibration Time** ควรกำหนดค่าเวลาระหว่าง 1-3 min เพื่อคงอุณหภูมิให้คงที่ก่อนเริ่มการฉีดตัวอย่างถัดไป และ **Maximum oven temperature** คือ* อุณหภูมิสูงสุดที่ Column เราสามารถทนได้

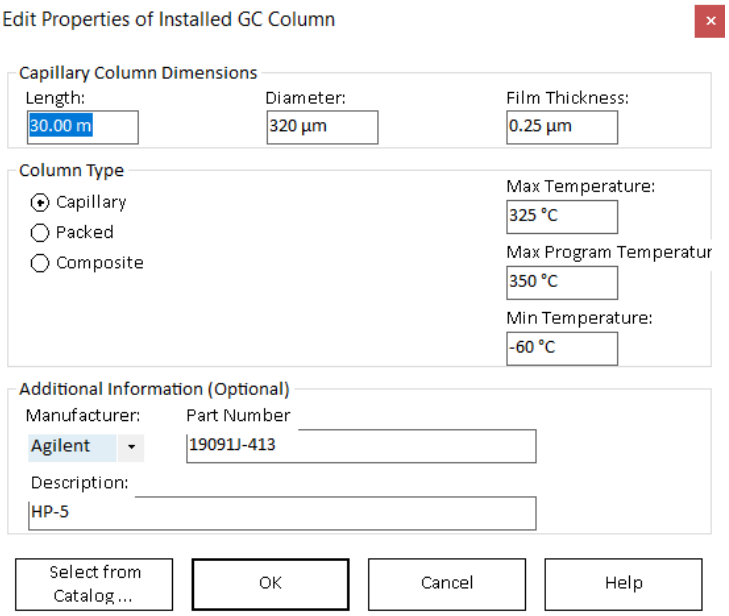
5. **Column Icon** เลือก Column #1 หรือ #2 ที่ต้องการ (หน้าต่างด้านซ้าย) จากนั้นเลือก Set up ค่า **Flow** หรือ **Pressure** ตามต้องการที่หน้าต่างด้านขวา



5.1 อย่าลืมเลือกโหมดในการวิเคราะห์ว่าเป็นแบบ **Constant Pressure** หรือ **Constant Flow**

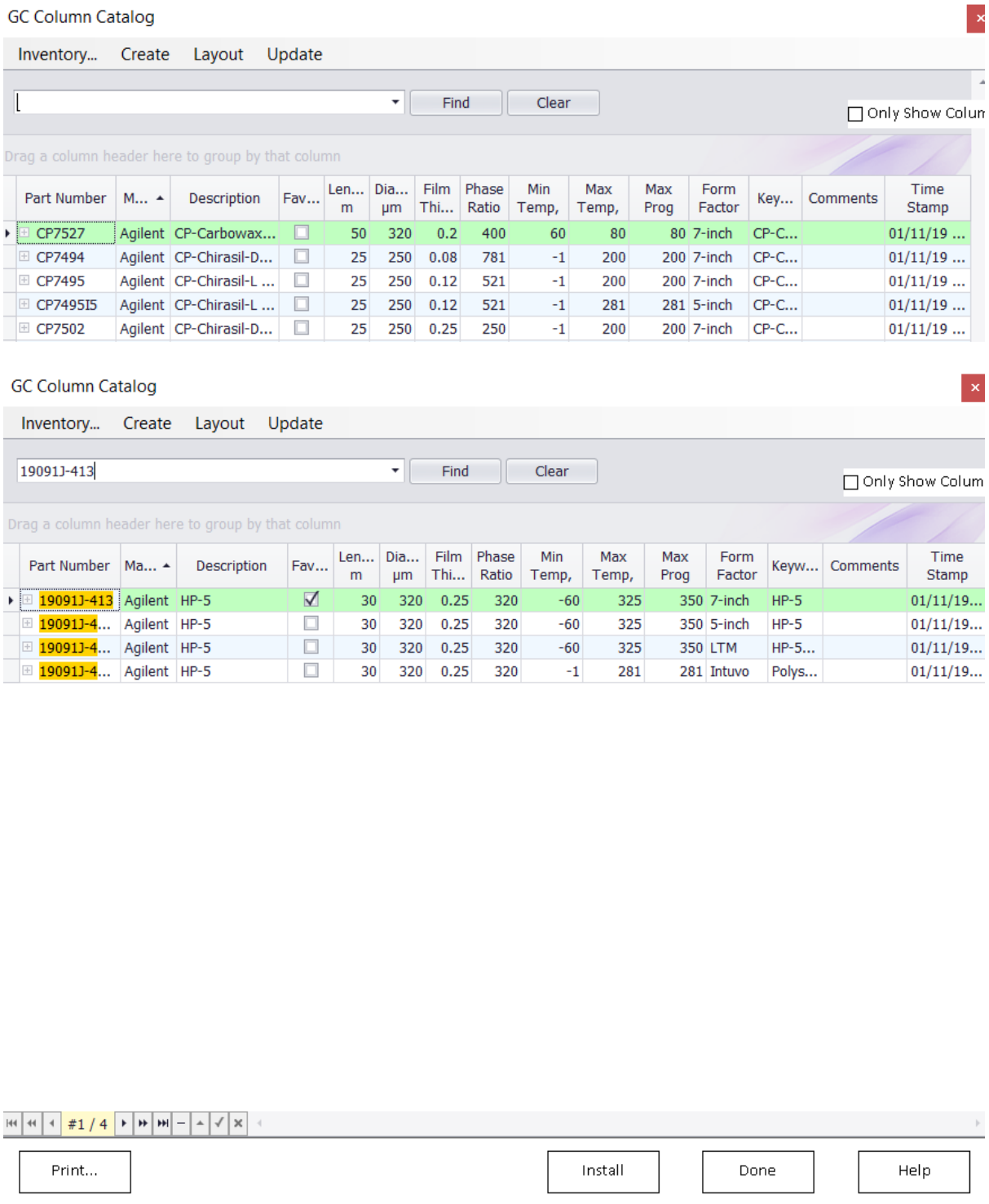
5.2 สังเกตุรายละเอียด Column ที่หน้าต่าง Selection ด้านซ้ายมือถูกต้องหรือไม่

5.3 หากรายละเอียด Column ไม่ถูกต้อง ให้กด **Change Column** ด้านล่างขวา จะปรากฏหน้าต่างดังรูป



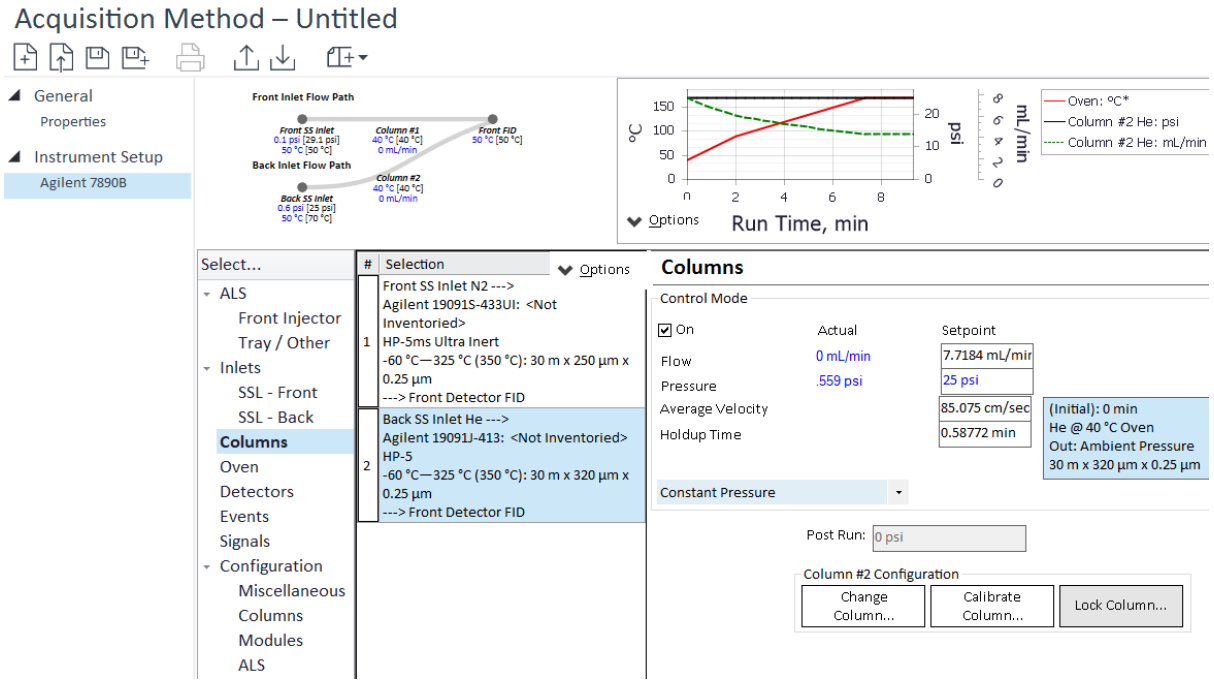
5.4 ทำการใส่รายละเอียด Column ให้ถูกต้องตามรายละเอียดข้างกล่อง Column

5.5 หรือกด **Select from Catalog** เพื่อกรอก **Part number** ให้ software กรอกข้อมูล Column ให้เองดังรูป

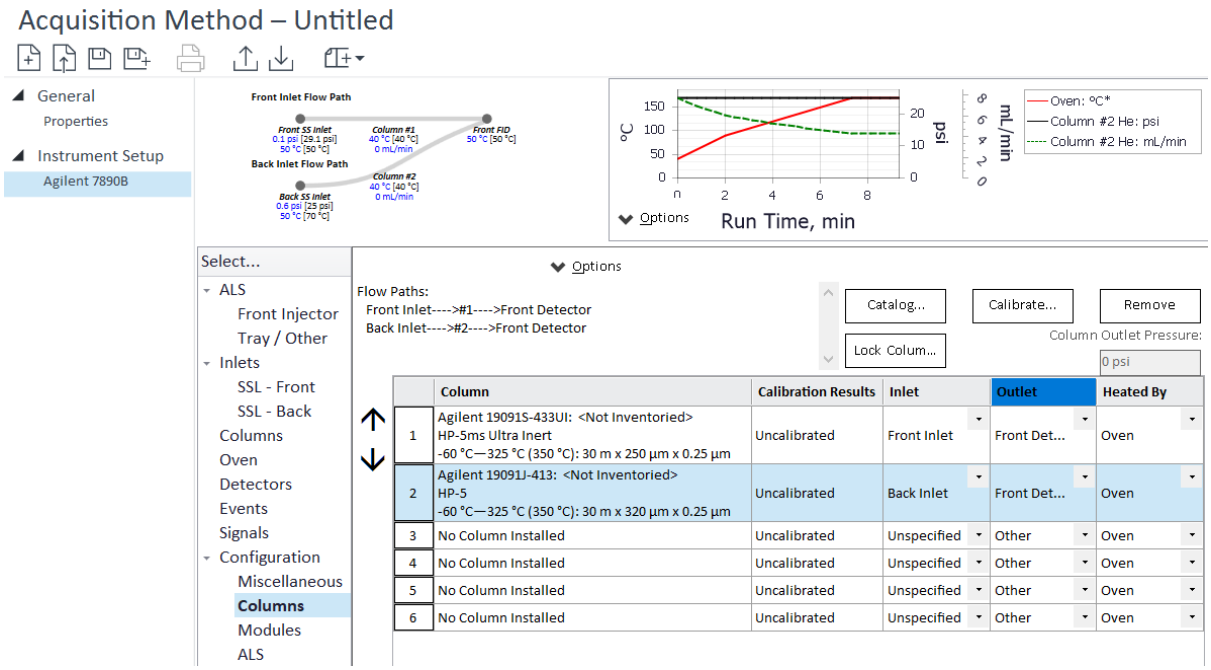


5.6 กด **Install > Use This** จากนั้น Software จะทำการอัพเดต Column ให้ตาม Part Number ที่ได้กรอกไป

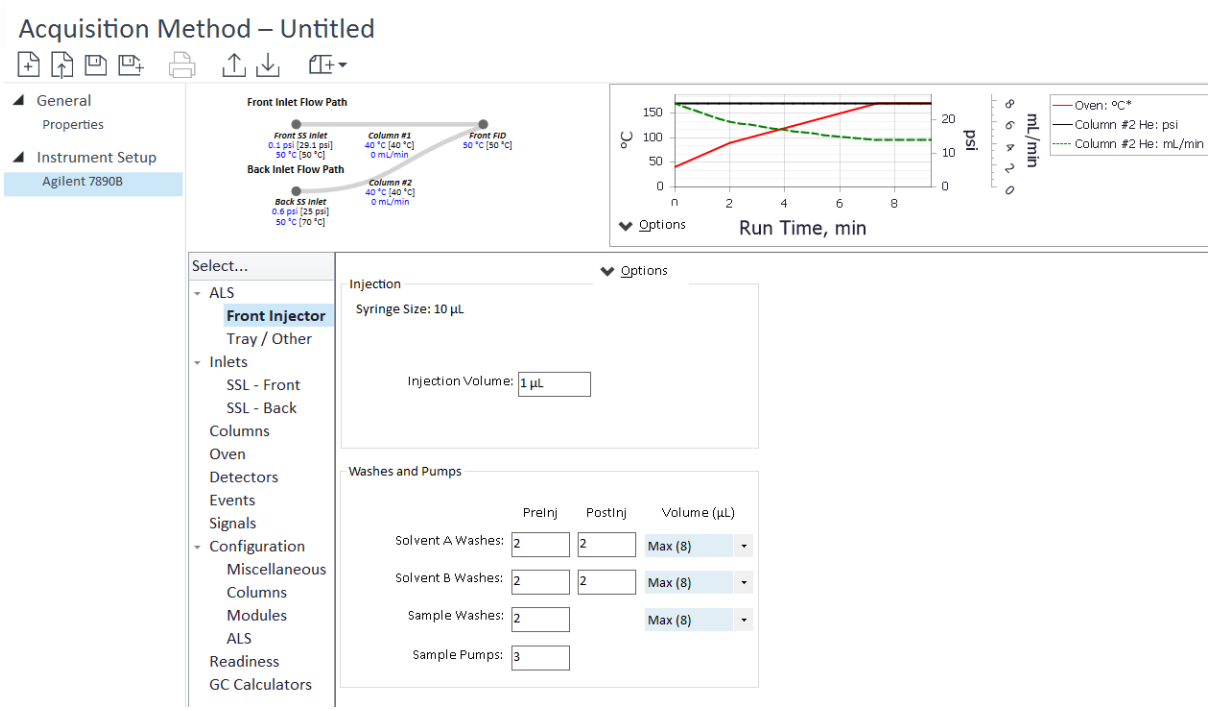
5.7 จากนั้น กด **Lock Column**



5.8 หากต้องการเปลี่ยน Inlet หรือ Outlet Column ให้เลือก **Configuration** > **Column** จะปรากฏหน้าต่างดังรูปด้านล่าง



6. เลือก **ALS Icon** แล้วเลือกตำแหน่ง Front หรือ Back เพื่อตั้งค่าใช้งานตามต้องการ (หากเป็นการฉีดแบบ Manual ให้รอจน **System Status READY** จึงฉีดสารตัวอย่าง เข้าทาง **Inlet** พร้อมทั้งกด**ปุ่ม START ที่เครื่อง GC** อย่างรวดเร็ว)



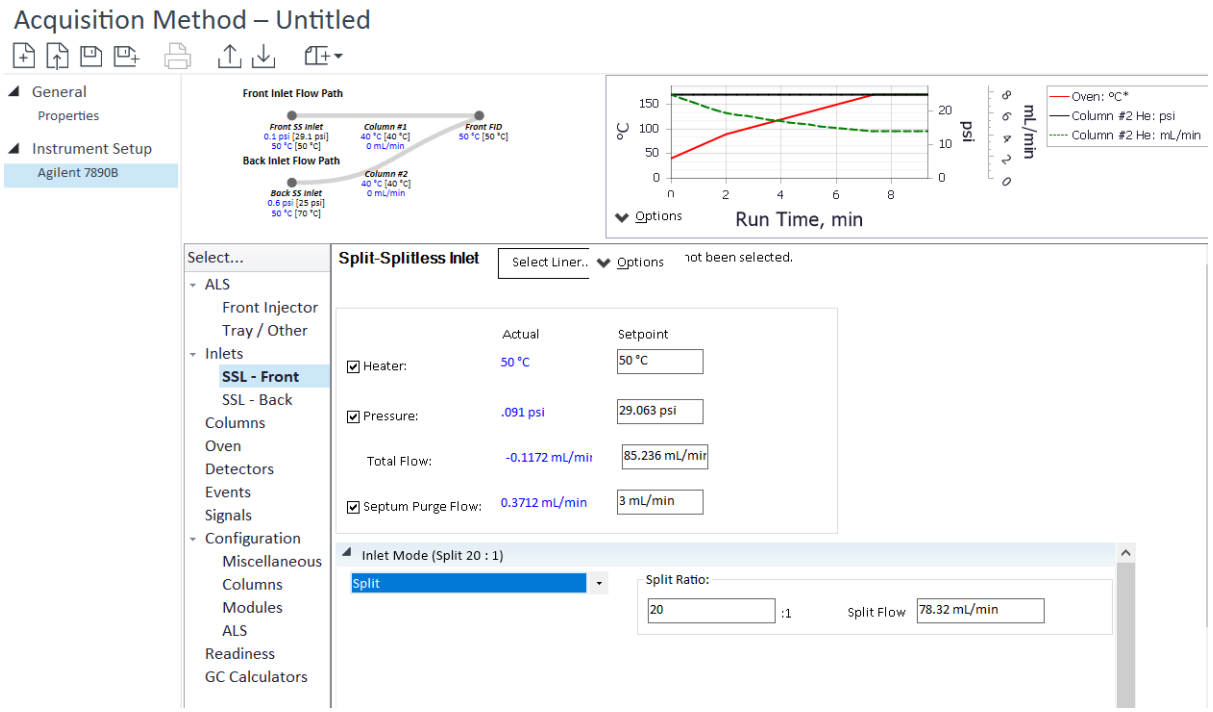
6.1 เลือกปริมาตรสารตัวอย่างที่ต้องการฉีดเข้าระบบในช่อง **Injection Volume (µl)**

PreInj **Solvent A Washes** กำหนดจำนวนครั้งการล้างเข็มด้วยสารในขวด A ก่อนการฉีดตัวอย่าง
Solvent B Washes กำหนดจำนวนครั้งการล้างเข็มด้วยสารในขวด B ก่อนการฉีดตัวอย่าง
Sample Washes กำหนดจำนวนครั้งการล้างเข็มด้วยสารตัวอย่างเอง ก่อนการฉีดตัวอย่าง
Sample Pumps กำหนดจำนวนครั้งการไล่ฟองอากาศด้วยการดูด-ปล่อยสารตัวอย่างก่อนการฉีดตัวอย่าง

PostInj **Solvent A Washes** กำหนดจำนวนครั้งการล้างเข็มด้วยสารในขวด A หลังการฉีดตัวอย่าง
Solvent B Washes กำหนดจำนวนครั้งการล้างเข็มด้วยสารในขวด B หลังการฉีดตัวอย่าง

6.2 กำหนดปริมาตร Solvent A, B ในการล้างเข็มก่อน และ หลังการฉีดในช่อง **Volume (µl)**

7. เลือก **Inlets Icon** แล้วเลือกตำแหน่ง **Front** หรือ **Back** เพื่อตั้งค่าใช้งานตามต้องการ



Heater: ระบุอุณหภูมิที่ต้องการ (ไม่เกิน 400°C)

Pressure: จะแสดงค่าตัวเลขซึ่งสัมพันธ์กันกับค่าที่ตั้งไว้ในหน้า Set up Column

Total Flow: จะแสดงค่าตัวเลขซึ่งสัมพันธ์กันกับค่าที่ตั้งไว้ในหน้า Set up Column

Septum Purge Flow: ควรตั้งไว้ที่ค่ามาตรฐาน 3 ml/min

Mode: มีอยู่ 4 mode ให้เลือกใช้ตามต้องการ

Split: ใช้เมื่อสารที่นำมาวิเคราะห์มีความเข้มข้นมาก ต้องใส้ Split ratio เช่น 50:1, 100:1, 200:1 เป็นต้น โดยค่านี้จะสัมพันธ์กับ **Split flow** และ **Total flow** หากเลือก **Split ratio** สูงเกินไป เมื่อ running อาจเกิด Peaks ไม่ค่อยสูง ให้แก้ไขด้วยการลดอัตราส่วน Split ให้น้อยลง

Splitless: ใช้เมื่อสารที่นำมาวิเคราะห์มีความเข้มข้นต่ำ ๆ **purge time** ควรมีการค่า 0.75 min เมื่อครบเวลาที่กำหนด ระบบจะกลับไปทำงานที่ Mode Split ดังเดิม

Pulsed split: และ **Pulsed splitless:** สามารถ Set pressure ของ Inlet ให้ Split หรือ Splitless เป็นจังหวะได้ตามต้องการ

Gas Saver: หากเลือกจะใช้ควรตั้งไว้ที่ค่ามาตรฐาน **20 ml/min** After **2 min** เพื่อประหยัด Carrier Gas

8. เลือก **Detectors Icon** แล้วเลือกตำแหน่ง **Front** หรือ **Back** เพื่อตั้งค่าใช้งานตามต้องการ

Heater: ระบุอุณหภูมิที่ต้องการ (ห้ามต่ำกว่า 150°C)

H_2 Flow: ระบุอัตราเร็วของ **H_2** ที่เหมาะต่อ Detector นั้น เช่น FID 30 - 50 ml/min

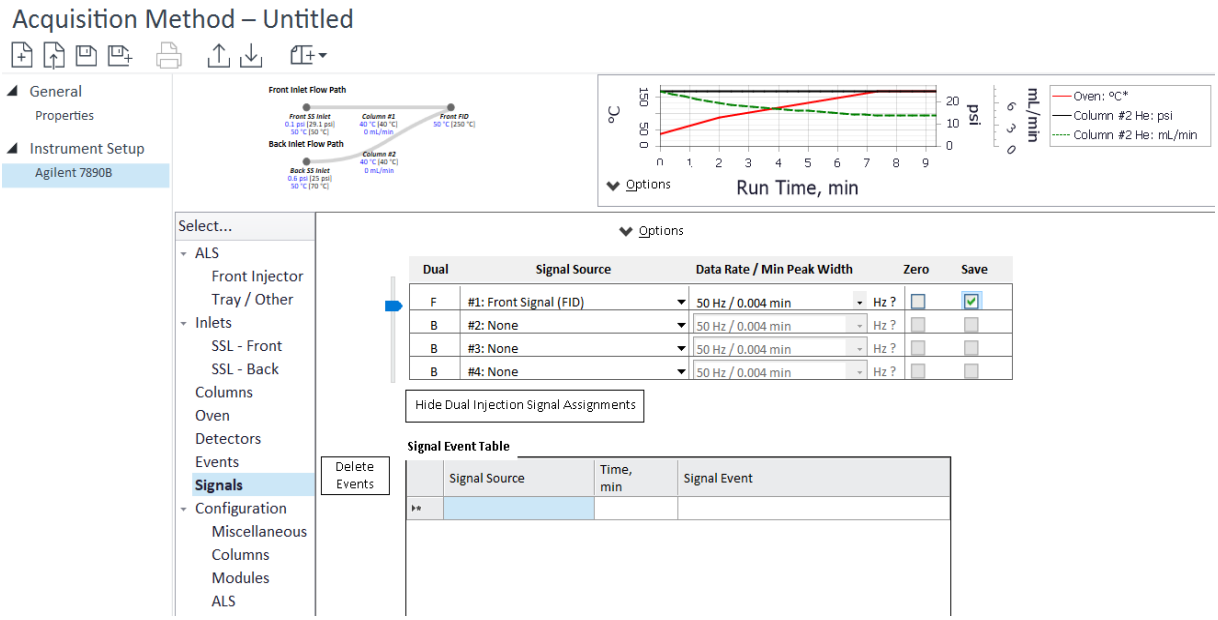
Air Flow: ระบุอัตราเร็วของ **Air** ที่เหมาะต่อ Detector นั้น เช่น FID 400 - 450 ml/min

Makeup Flow: ระบุอัตราเร็วของ **Makeup Gas** ที่ต้องการ (5 - 60 ml/min) ขึ้นอยู่กับ ID ของ Column

Const Col + Makeup: กำหนดให้อัตราเร็ว **Carrier Gas** ที่ออกจาก Column + อัตราเร็วของ **Makeup Gas** คงที่

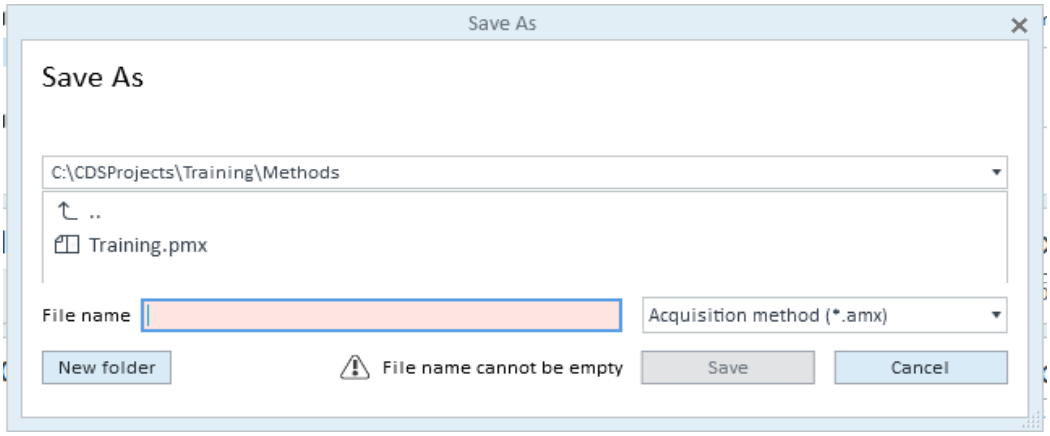
Flame: Mark ไว้เพื่อทำการ Activate Detector

9. เลือก **Signals Icon**

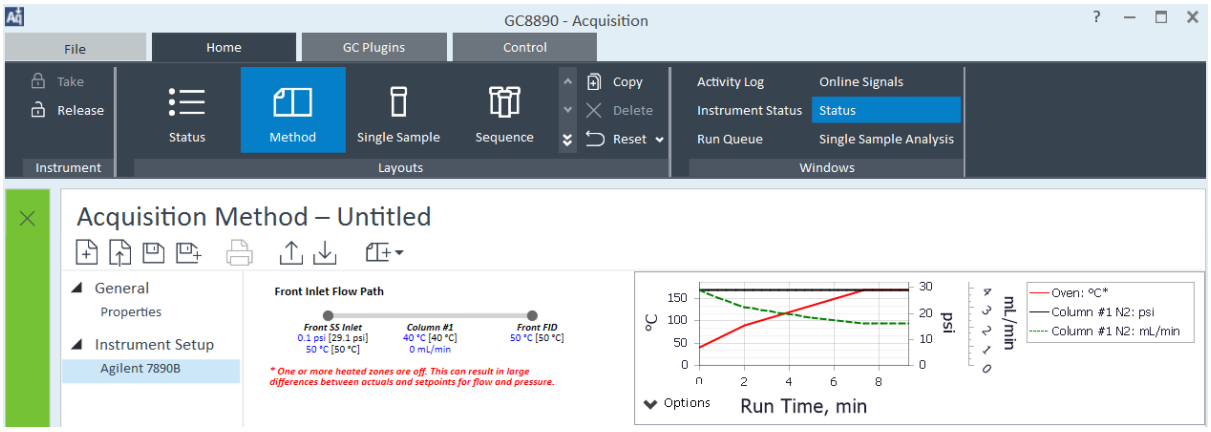


- เลือกรับสัญญาณโครมาโตแกรมจาก Detector ที่ต้องการที่ตาราง **Signal Source** (Front Signal, Back Signal)
- เลือกความถี่ของสัญญาณที่ตาราง **Data Rate / Min Peak width** (ควรเลือกที่ความถี่ 20 Hz หรือ 50 Hz)
- **อย่าลืม** ทำเครื่องหมายในช่อง **Save** ให้ตรงกับสัญญาณ Detector ที่ต้องการเก็บโครมาโตแกรม ไม่เช่นนั้นจะไม่มีโครมาโตแกรมเก็บไว้เลย

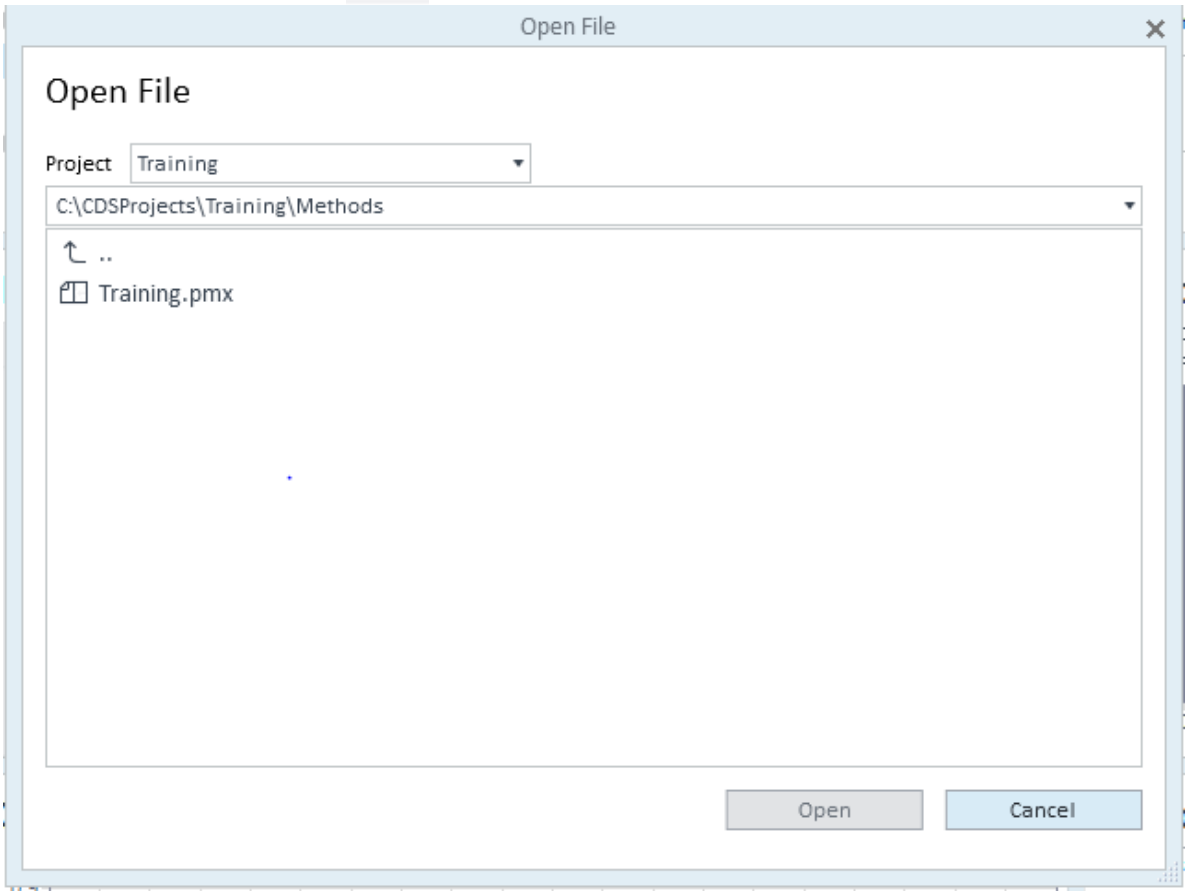
10. กด เพื่อ **Save as** จากนั้นตั้งชื่อ Method ตามต้องการ



ขั้นตอนการนำ Method เดิม มาใช้งาน หรือ เพื่อแก้ไข



1. เลือกหัวข้อ **Method** > **(Open Method)** จะปรากฏหน้าต่างดังรูป

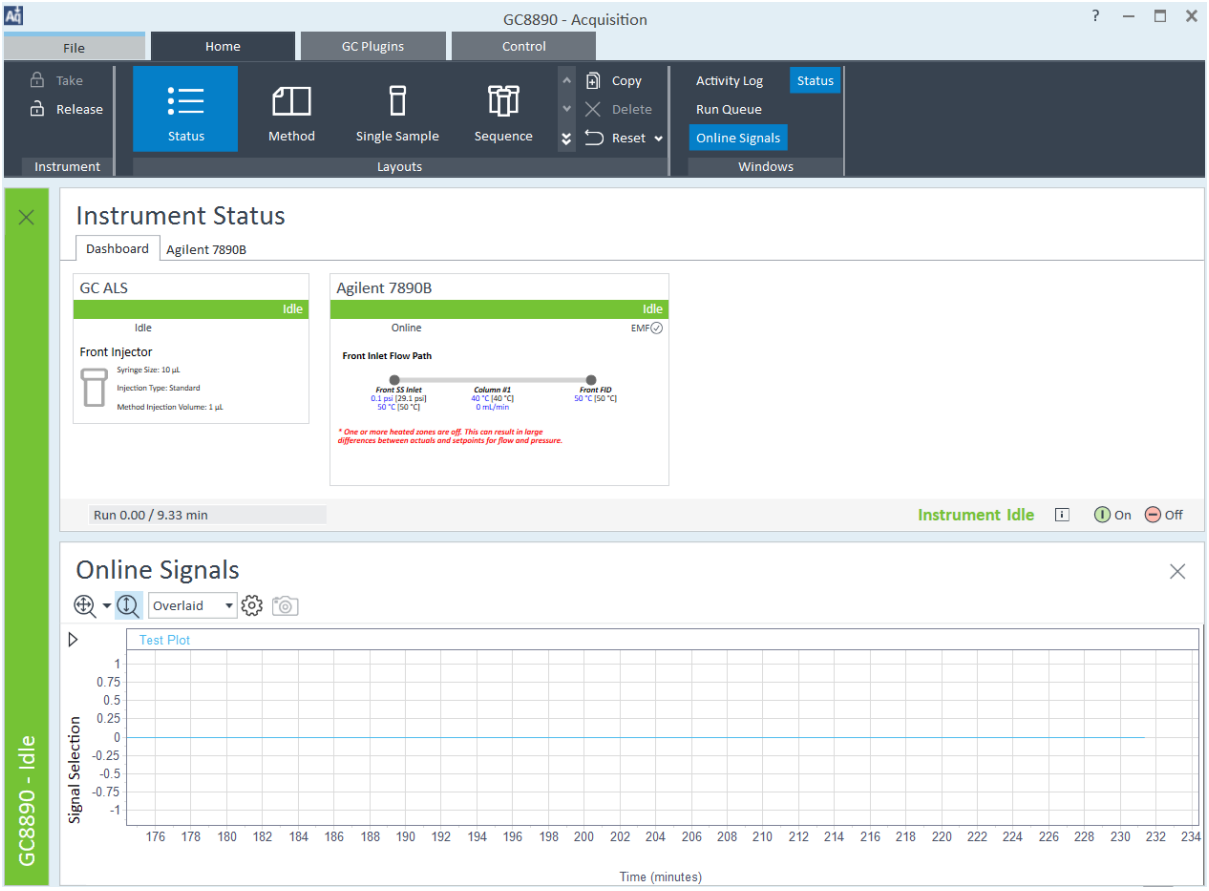


2. กด **Open** จากนั้นทำการแก้ไข Method ที่ **Instrument set up** ตามต้องการ
3. กด เพื่อ **Save as** แล้วตั้งชื่อใหม่ตามต้องการ หรือ กด เพื่อ **Save Method** ในชื่อเดิม

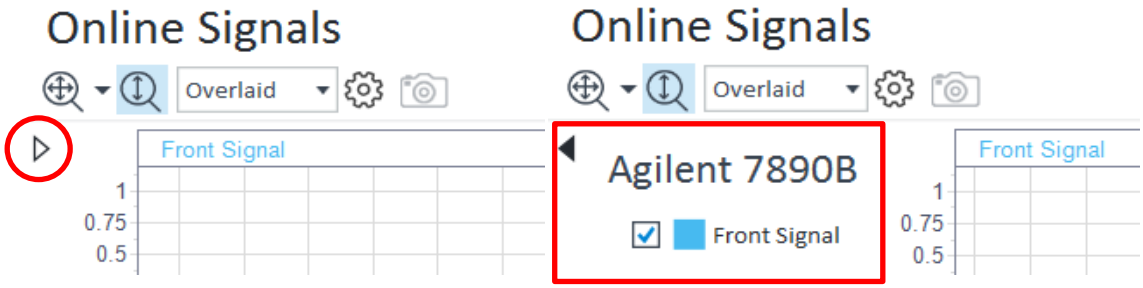
การสั่ง Run Chromatogram

ก่อนทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง ต้องทำการตรวจสอบ **Status** ว่าเครื่อง GC อยู่ในสถานะพร้อมใช้งาน

1. **Click Method >** **(Open Method)**
2. **Download Method**

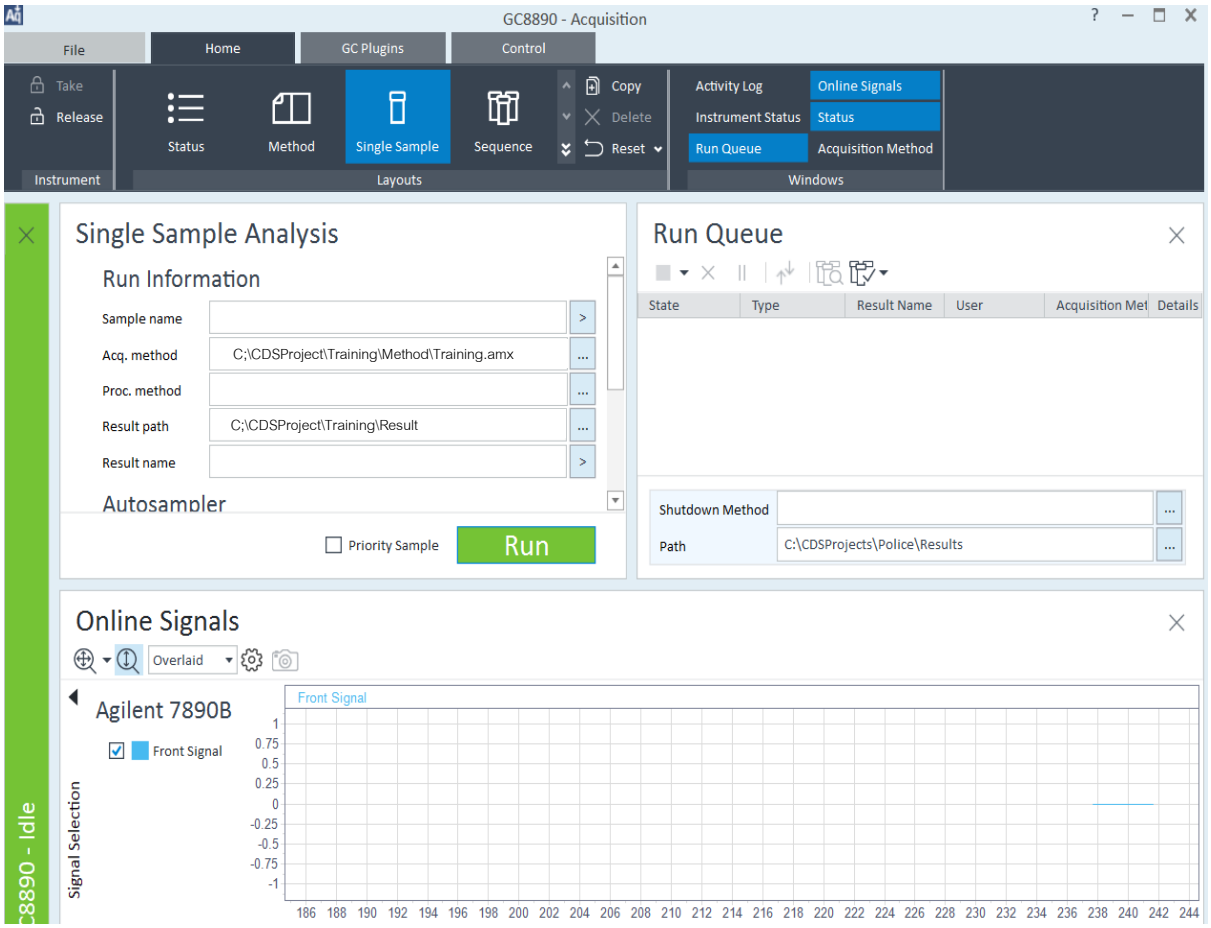


- **Status ต้องเป็นสีเขียว**
- **Baseline ต้องเรียบ**
- **สามารถเลือก Signal ใน window online signal โดยกด**



ขั้นตอนการ Run Chromatogram แบบ Single Run

1. Click **Single Sample**



ทำการใส่ข้อมูลและรายละเอียด

Sample Name - **เป็นการระบุชื่อของตัวอย่างที่อยู่ใน vial นั้น**

Acq. Method - **Method ใช้สั่ง Run เพื่อเก็บผลการวิเคราะห์**

Proc. Method - **Method ใช้ออกผลการวิเคราะห์ (หากไม่ทราบ ไม่ใส่ก็ได้)**

Result Path - **การเก็บข้อมูลที่ Project**

Result Name - **การตั้งชื่อ Folder เพื่อเก็บผล Chromatogram ในแต่ละการวิเคราะห์**

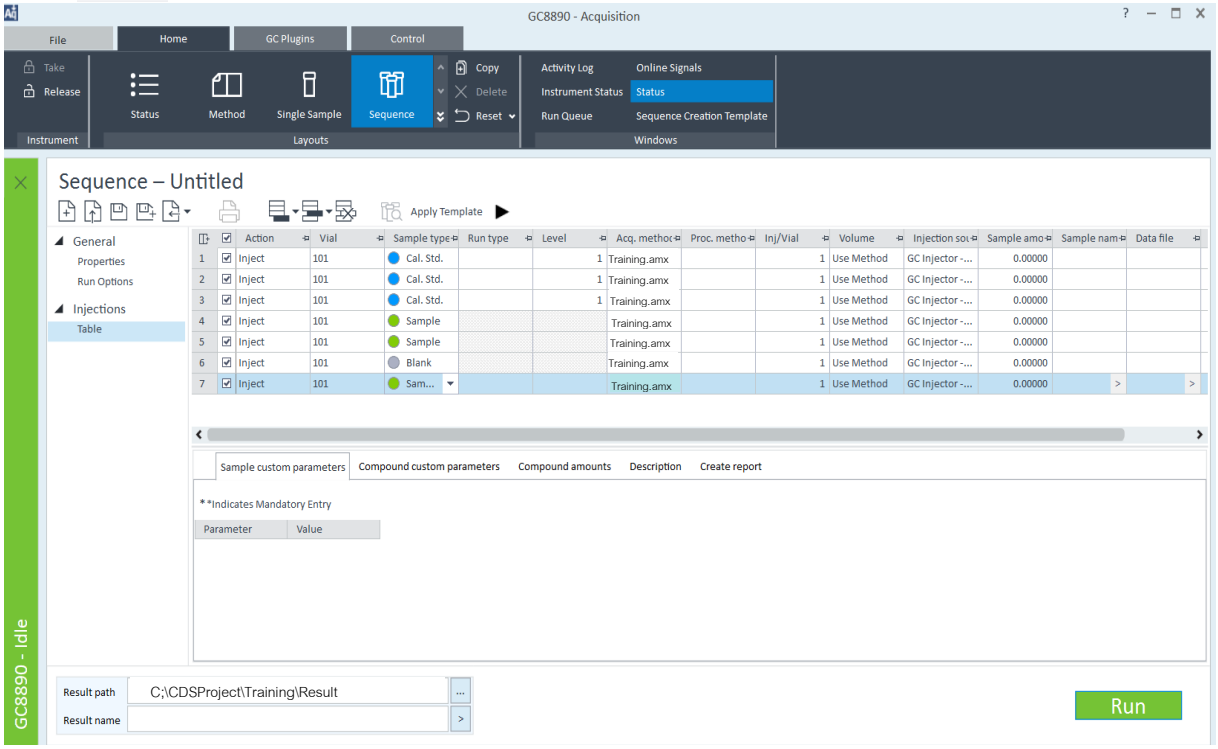
2. กด Run **เพื่อ Start Single run**

ขั้นตอนการ Run Chromatogram แบบ Sequence Run

การสร้าง Sequence

1. Click **Sequence**

2. กด **(New Sequence)**



ทำการใส่ข้อมูลและรายละเอียด

Vial - **หมายเลขขวด**

Sample Type - **Cal. Std สำหรับ Standard และ Sample สำหรับสารตัวอย่าง**

Acq. Method - **Method ใช้สั่ง Run เพื่อเก็บผลการวิเคราะห์**

Proc. Method - **Method ใช้ออกผลการวิเคราะห์ (หากไม่ทราบ ไม่ใส่ก็ได้)**

Inj/Vial - **จำนวนครั้งที่จะฉีดสำหรับ vial นั้นๆ**

2. หากต้องการเพิ่มจำนวนบรรทัด สามารถ Click ขวา Copy และ Paste ได้เลย

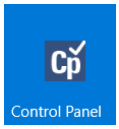
3. กด เพื่อ **Save as** แล้วตั้งชื่อใหม่ตามต้องการ

Result Path - **การเก็บข้อมูลที่ Project**

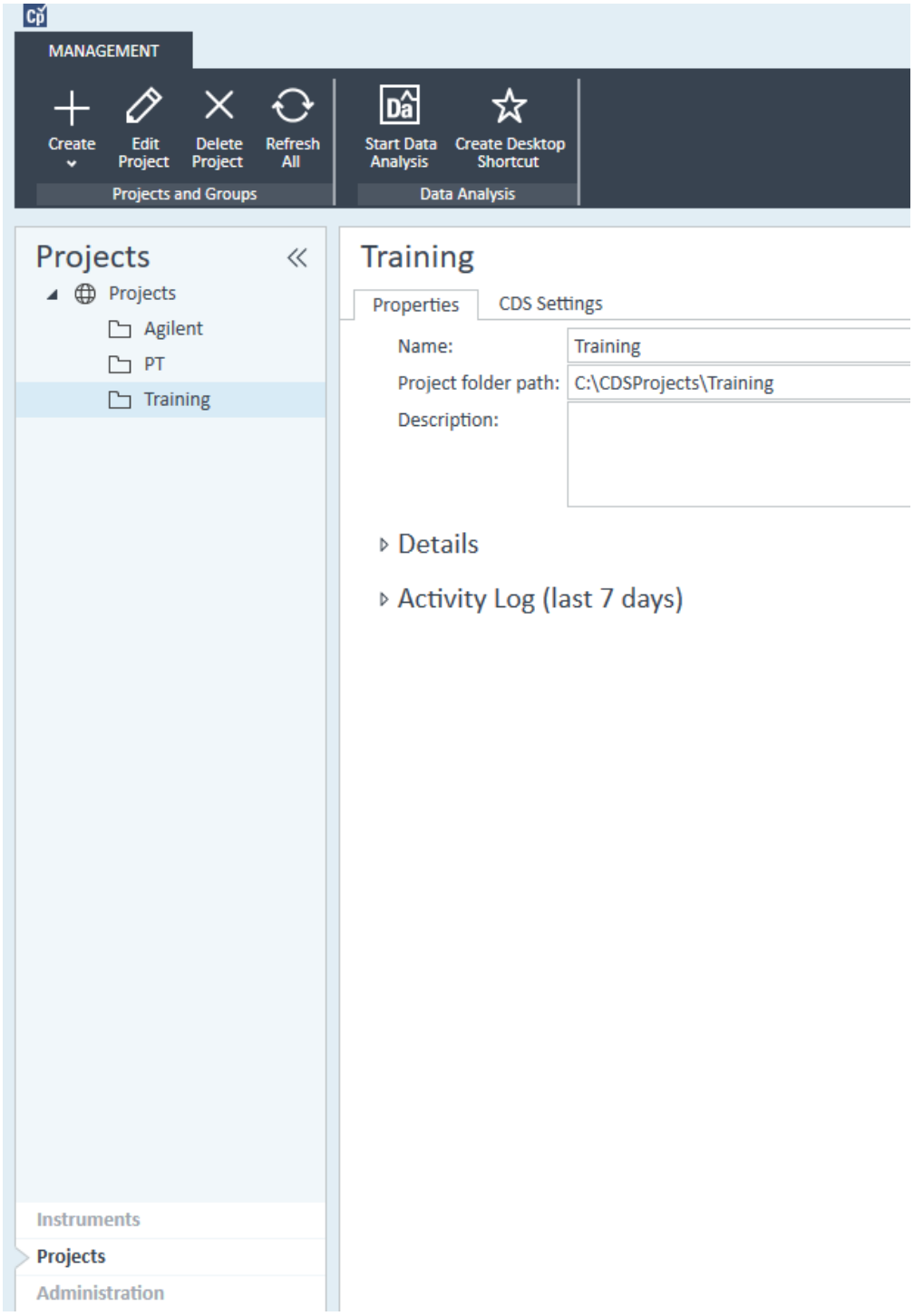
Result Name - **การตั้งชื่อ Folder เพื่อเก็บผล Chromatogram ในแต่ละการวิเคราะห์**

4. กด **เพื่อ Start Sequence Run**

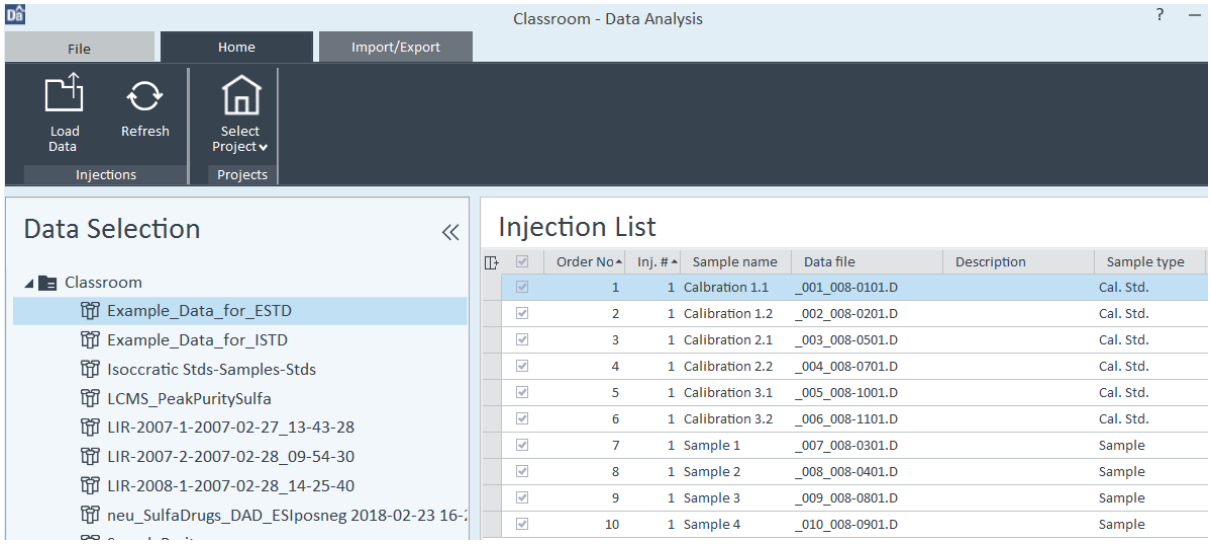
การเรียกโครมาโทแกรมที่ต้องการออกมาวิเคราะห์

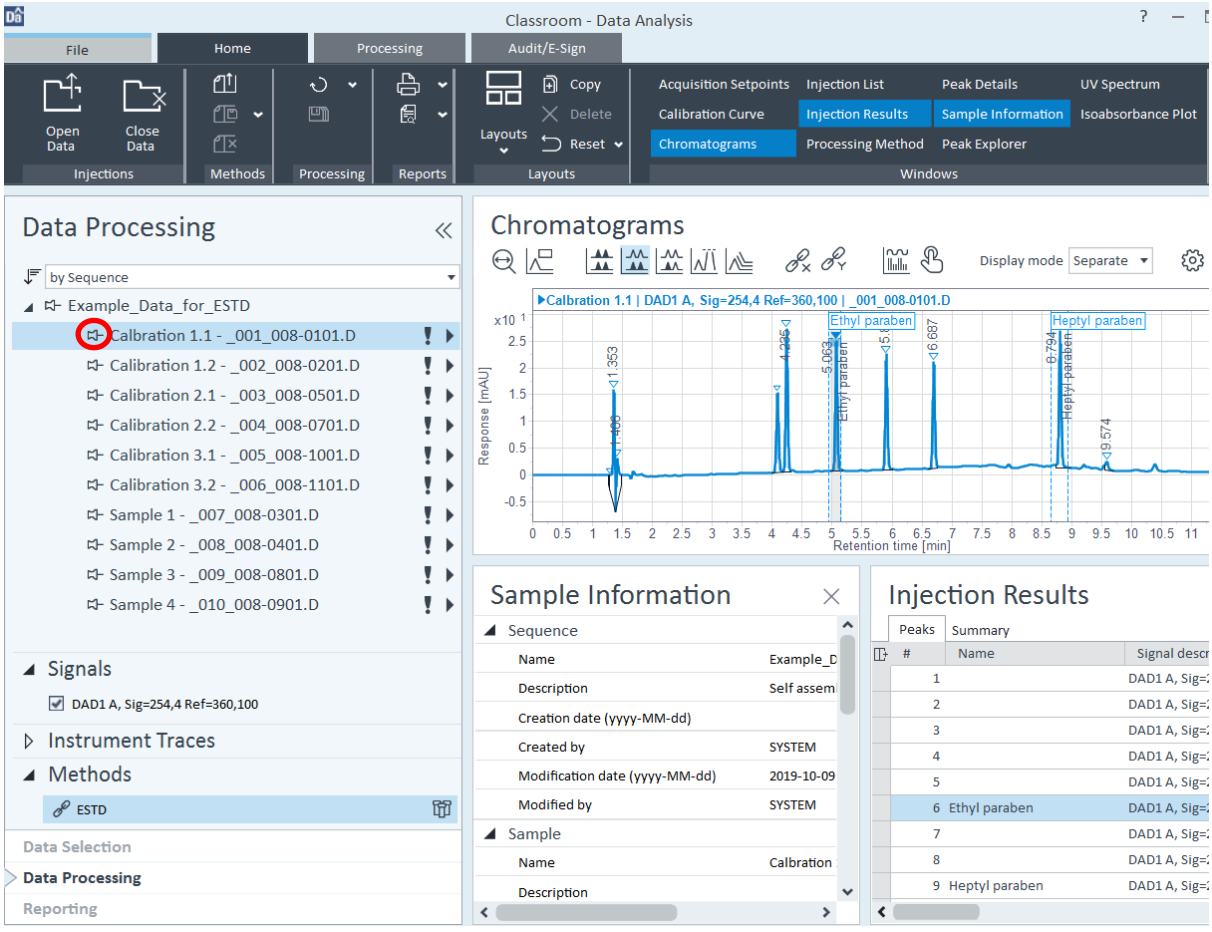
1. **Double Click OpenLab Control Panel** 

2. เลือก **Project ด้านซ้ายล่าง > เลือก Project ที่ต้องการ > Start Data Analysis**



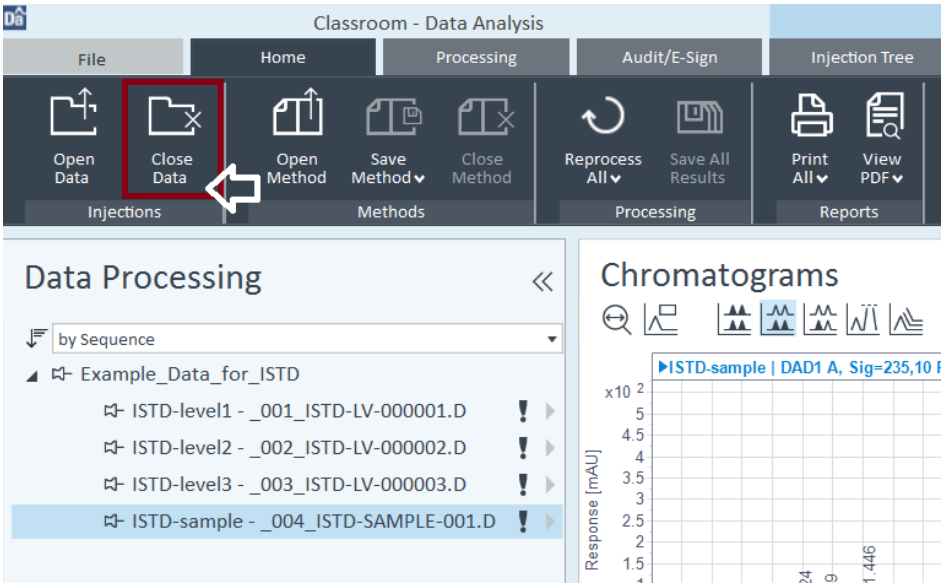
3. เลือก Data ที่จะวิเคราะห์ด้านซ้ายมือแล้ว Double Click จะปรากฏต่างดังรูป

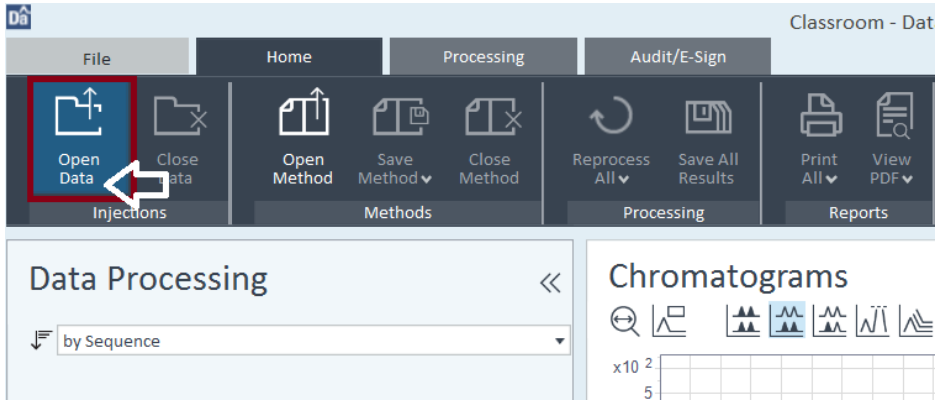


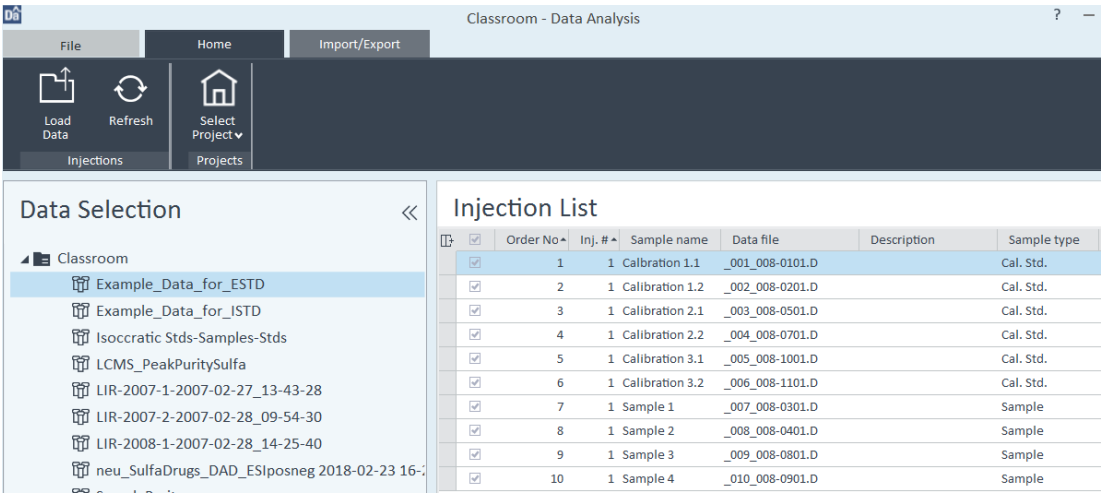


หมายเหตุ: *หากต้องการ Overlay Chromatogram ให้ Click* *หน้า Data ที่ต้องการ*

4. หากเปิด Data ผิด สามารถเปิดใหม่ได้ตามรูปด้านล่าง







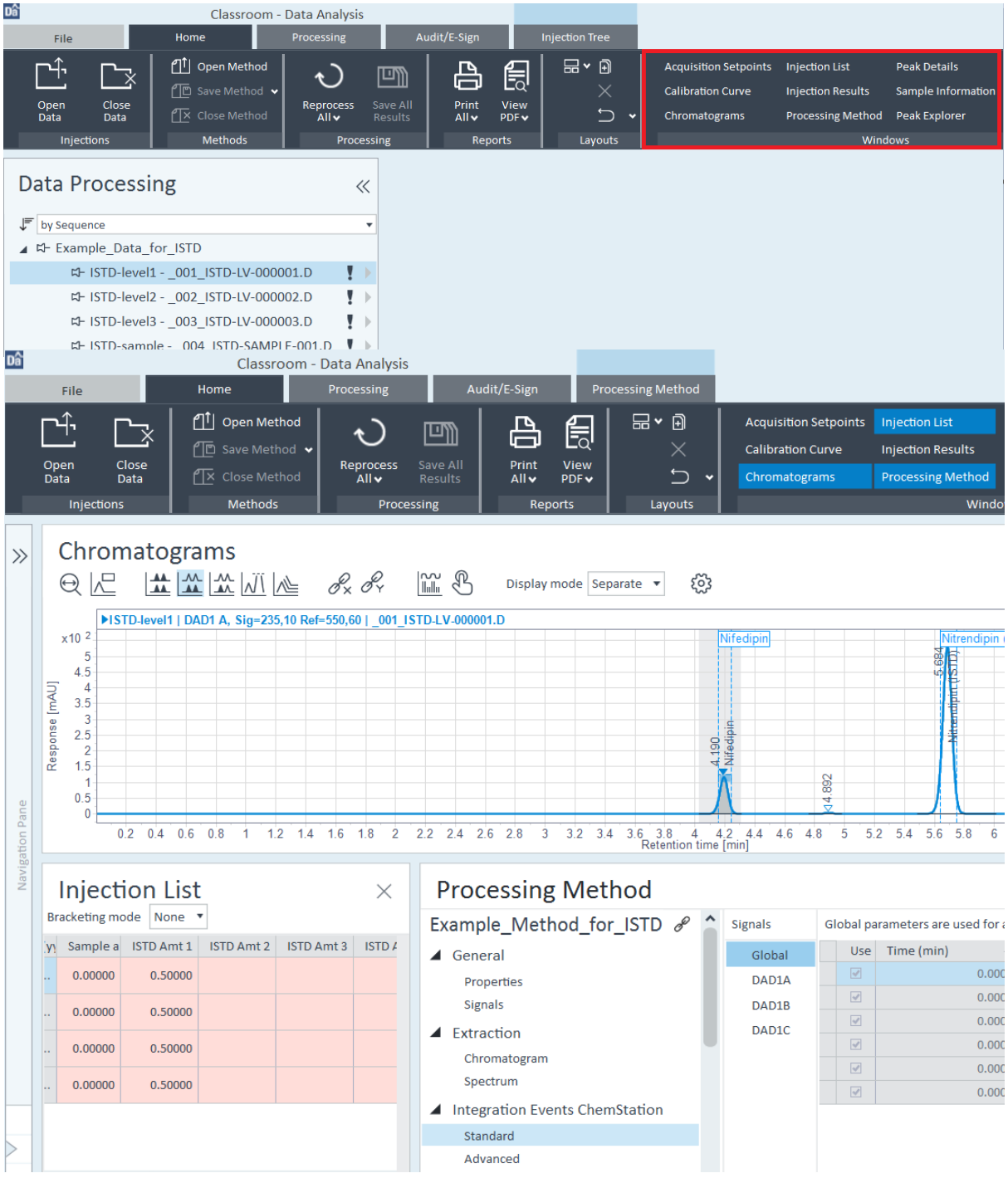
การเลือกหน้าต่างแสดงผลการวิเคราะห์

แนะนำให้เลือกหน้าต่างแสดงผลดังนี้

Chromatogram - เพื่อแสดงกราฟผลการวิเคราะห์

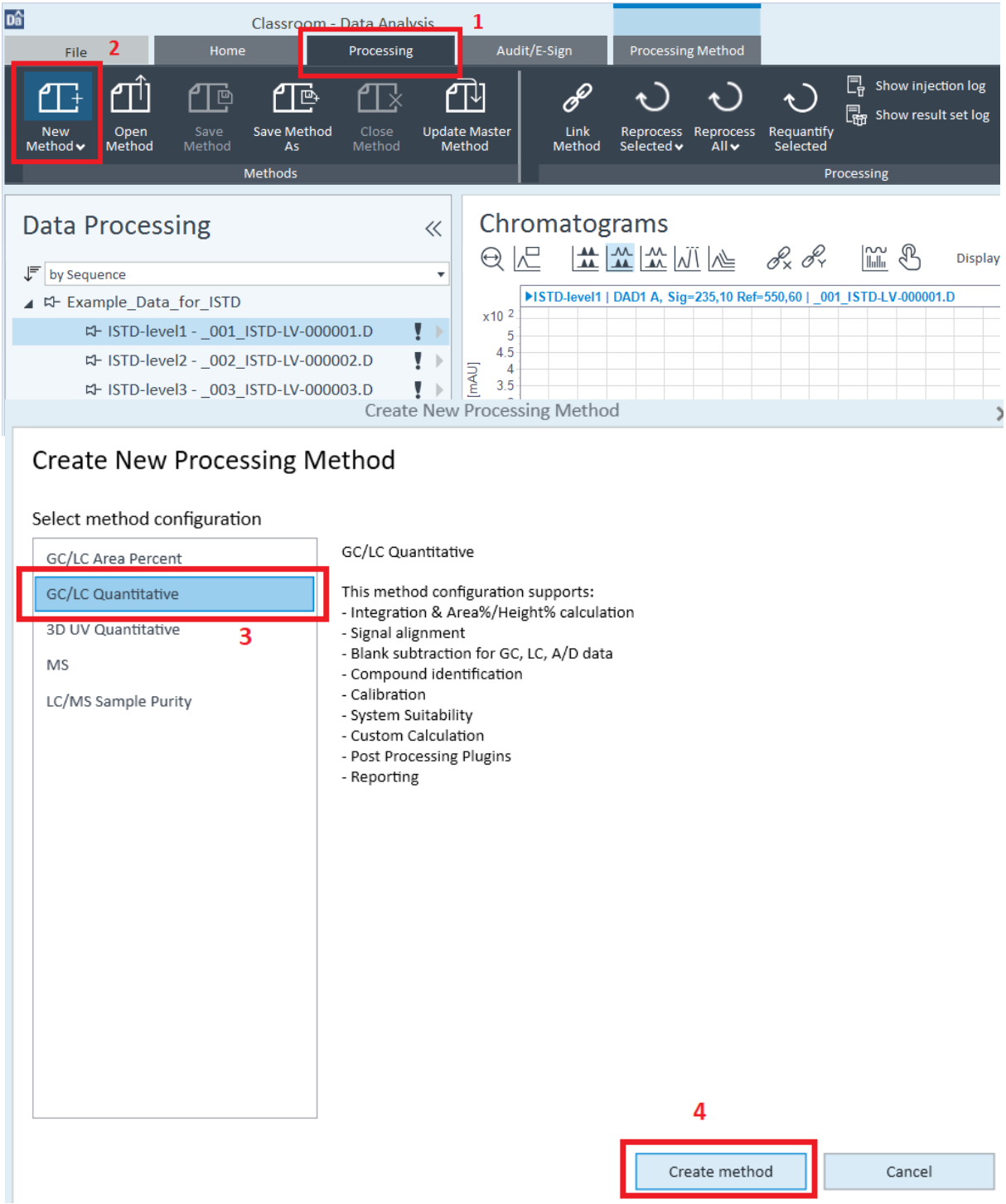
Processing Method - เพื่อตั้งค่า Method รายงานผลการวิเคราะห์

Injection List - เพื่อตั้งค่าการคำนวณผลตัวอย่าง

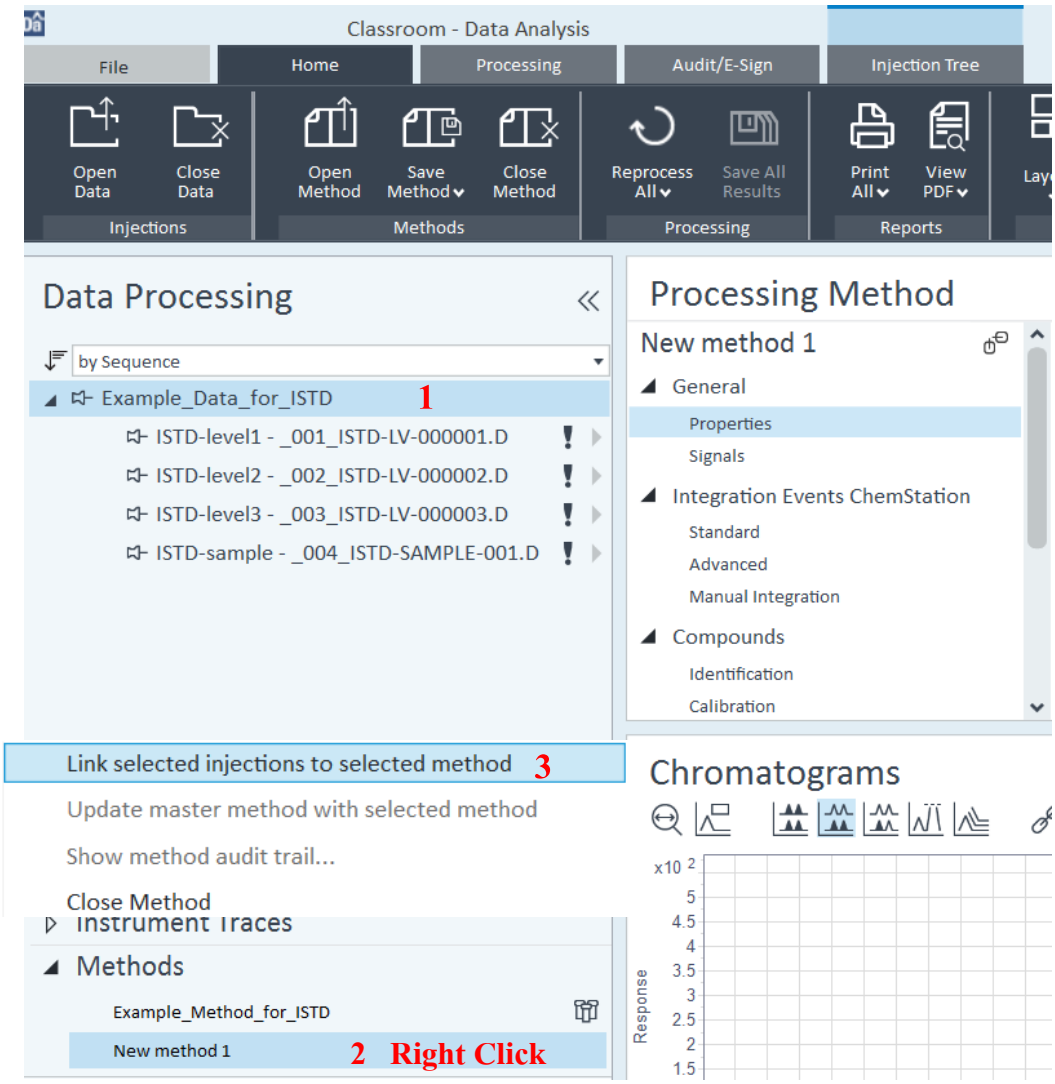


การตั้งค่า Processing Method เพื่อรายงายผลการวิเคราะห์

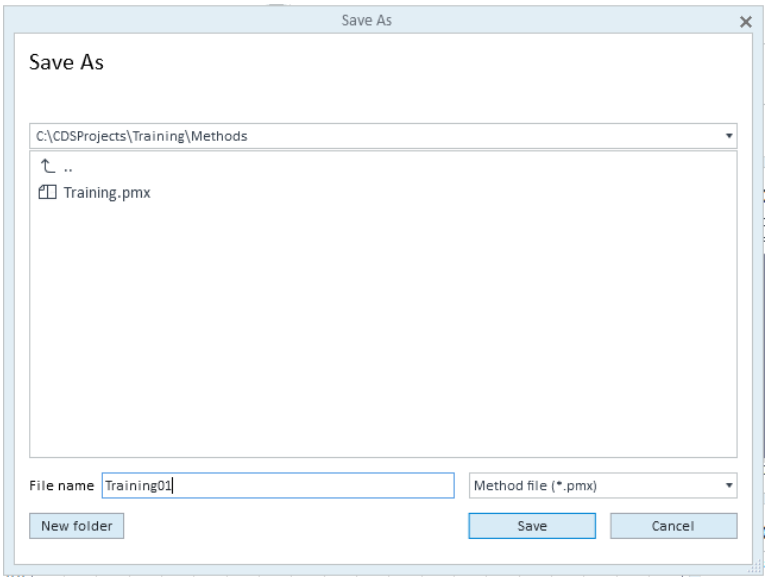
1. **Start Data Analysis > Data selection > Load data > Data Processing**
2. **เลือก Tab Processing > New Method**



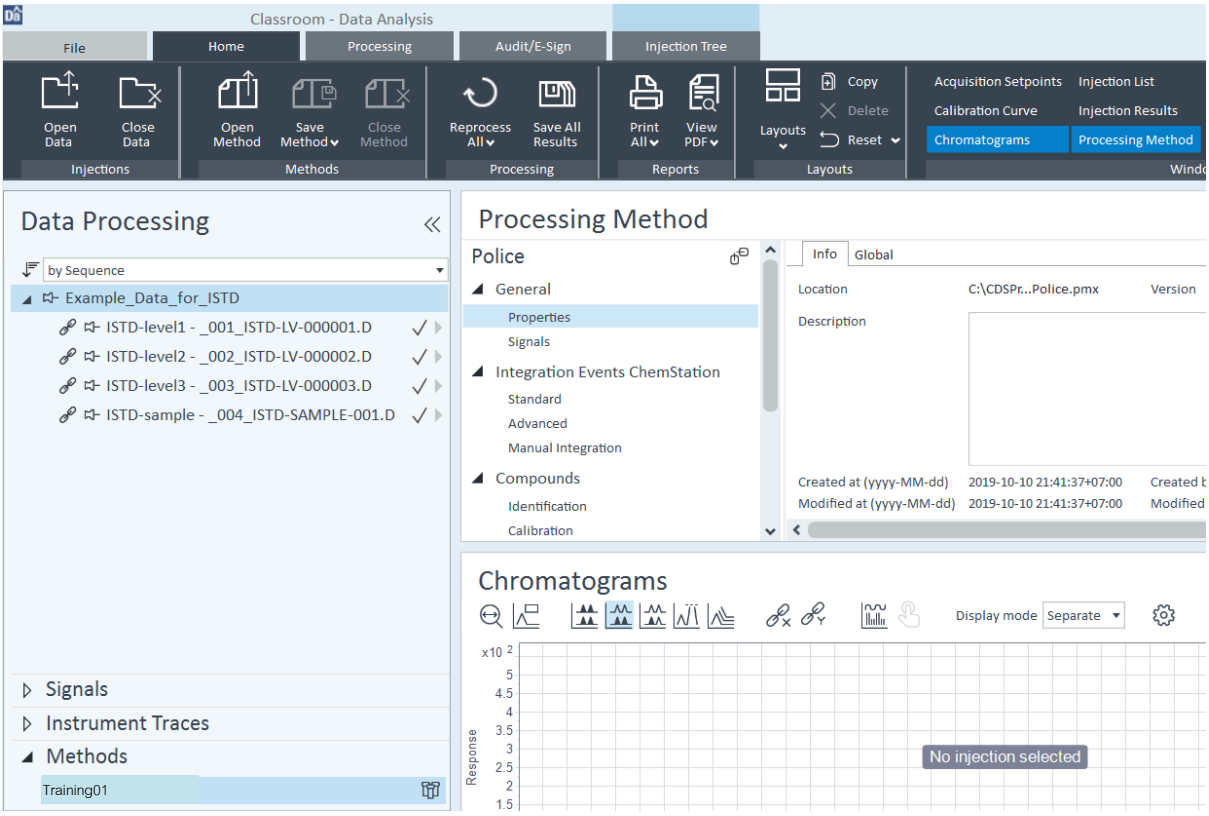
3. จะปรากฏหน้าต่าง **Processing Method Set up** ดังรูป และทำการ **Linked Method**



4. ทำการตั้งชื่อ **Processing Method** ตามต้องการแล้วกด **Save**

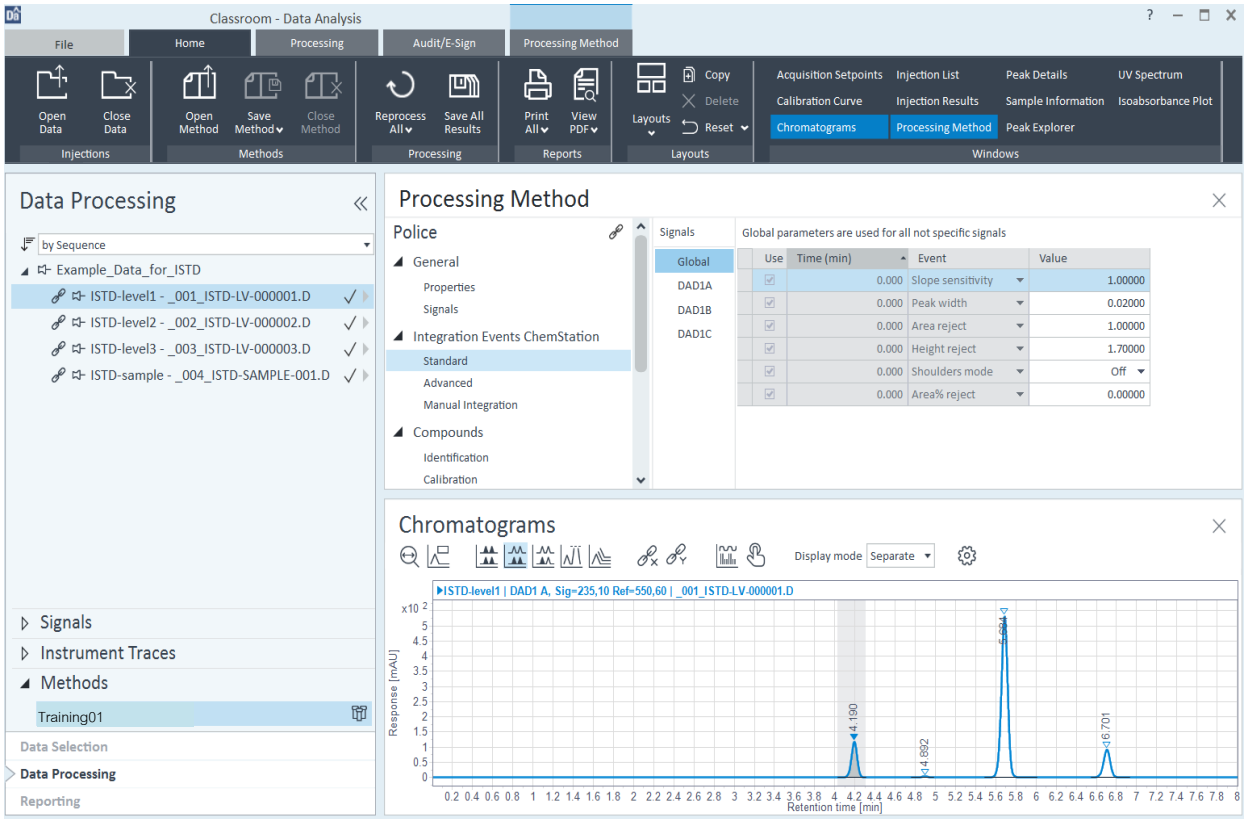


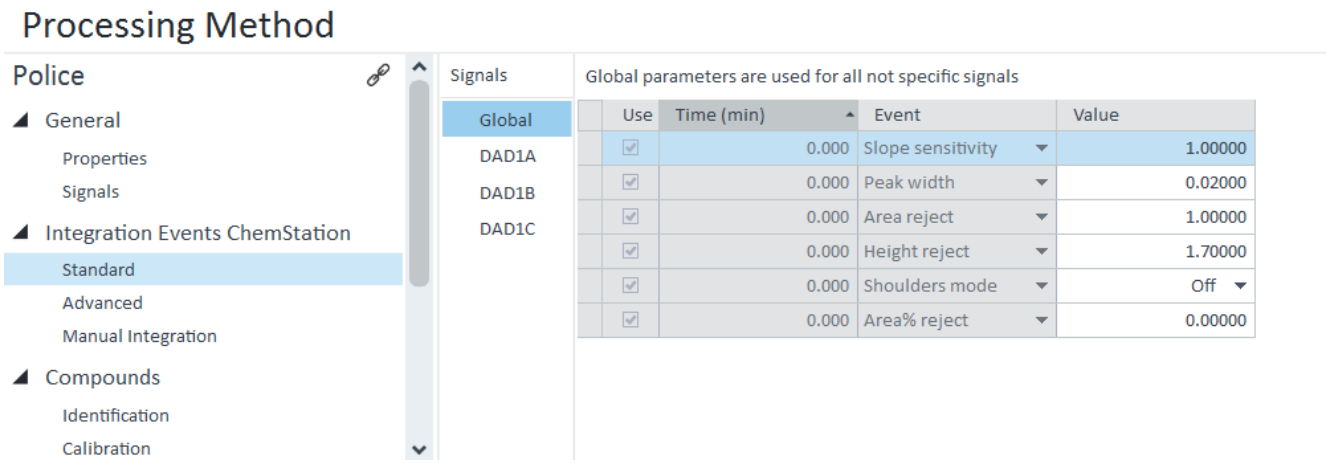
5. หาก Processing Method Linked เรียบร้อยจะปรากฏหน้าต่างดังรูป **ถ้าไม่ Linked กลับไปข้อ 3**



Integration

1. **Start Data Analysis > Data selection > Load data > Data Processing**
2. **เลือก Tab Home > Open Method > Linked Method**
3. เลือกหน้าต่าง **Processing Method** > เลือกหัวข้อ **Integration Events ด้านซ้าย** > **Standard** > **Global**



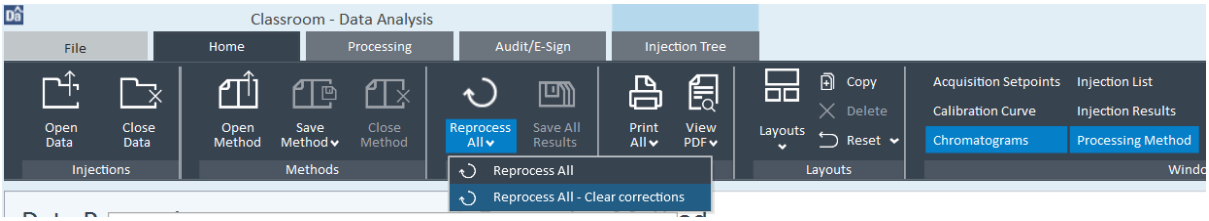


ตั้งค่าตัวแปรตามต้องการ

Slope Sensitivity	ความชันของ Base line
Peak Width	ความกว้างของ peak (ที่ความสูงครึ่งหนึ่ง)
Area Reject	พื้นที่ peak ที่ไม่ต้องการให้ Integrate
Height Reject	ความสูงของ peak ที่ไม่ต้องการให้ Integrate
Shoulder	Peak ที่มีลักษณะเหมือนมีไหล่ คล้ายเป็น 2 peaks 35

ข้อแนะนำ

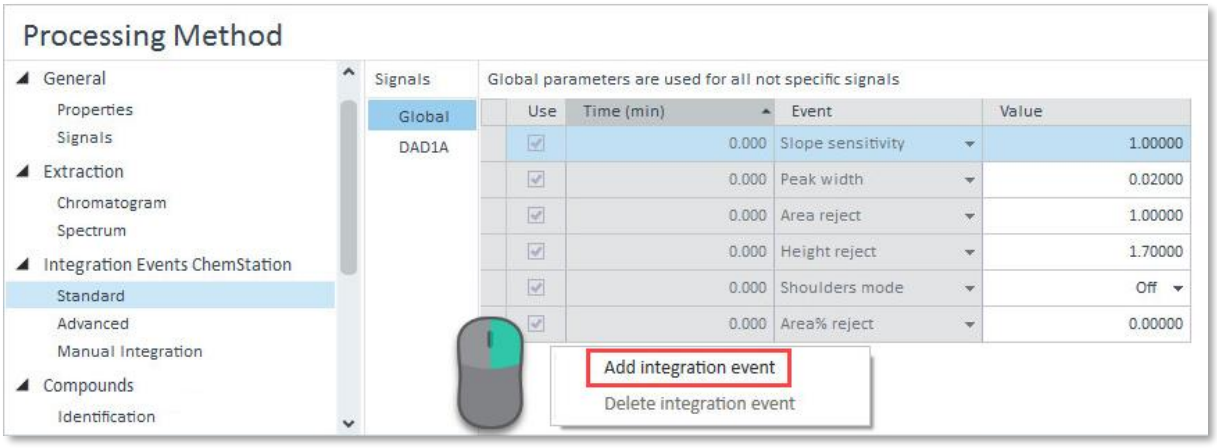
- Peak ที่มีค่าต่าง ๆ ในแต่ละตัวแปรน้อยกว่าค่าที่กำหนดไว้จะไม่ถูกนำมากำหนดเป็น peak
- การกำหนดค่าตัวแปรต่างๆ นี้ขึ้นอยู่กับความชำนาญของผู้วิเคราะห์ในการพิจารณา
- หากสามารถทำการวิเคราะห์ที่ให้โครมาโทแกรมที่ดีแล้ว การ Integrate ก็จะไม่ยาก



กด Reprocess > Reprocess All – Clear corrections ทุกครั้งที่มีการแก้ไขค่า Integrate

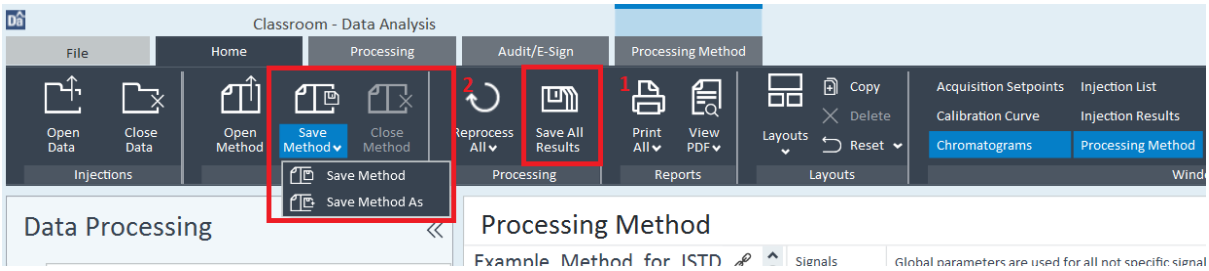
4. หากต้องการ**เพิ่ม Integrate Event** ใน **Integration event table** ให้กด

Integration Events ChemStation > Standard > Global, right-click next to table > Add integration



5. กด Reprocess > Reprocess All – Clear corrections

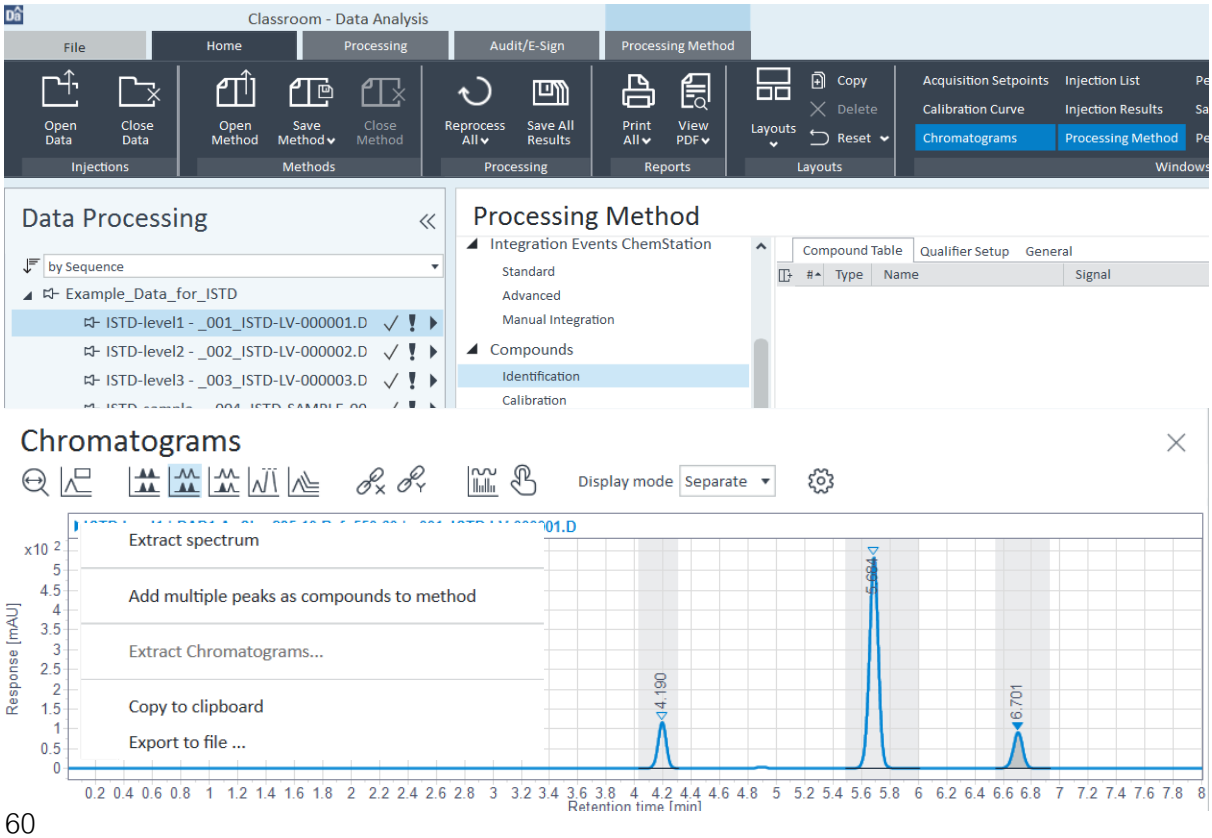
6. หากทำการตั้งค่า Integrate เสร็จเรียบร้อยแล้วให้ทำการ กด Save all result และ Save method

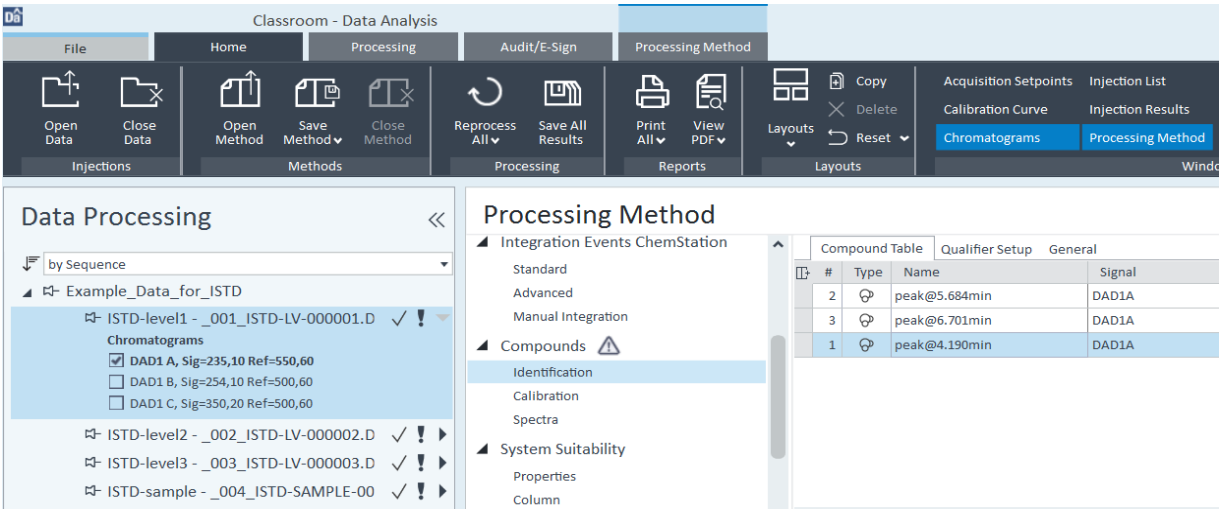


การสร้างกราฟเทียบมาตรฐาน (Calibration Curve)

ก่อนที่จะทำการสร้างกราฟมาตรฐาน ต้องทำการ run สารมาตรฐานทุกความเข้มข้นก่อน โดยทำการ Run จากความเข้มข้นต่ำไปจนถึงความเข้มข้นสูงสุดตามลำดับ

1. **Start Data Analysis > Data selection > Load data > Data Processing**
2. **เลือก Tab Home > Open Method > Linked Method**
3. **เลือกหน้าต่าง Processing Method > เลือกหัวข้อ Compounds > Identification > Compound Table**
4. **ใช้ mouse Click ซ้าย + Shift เพื่อเลือก Peak ตามต้องเพื่อระบุชื่อ > Add multiple peaks as compounds to method**

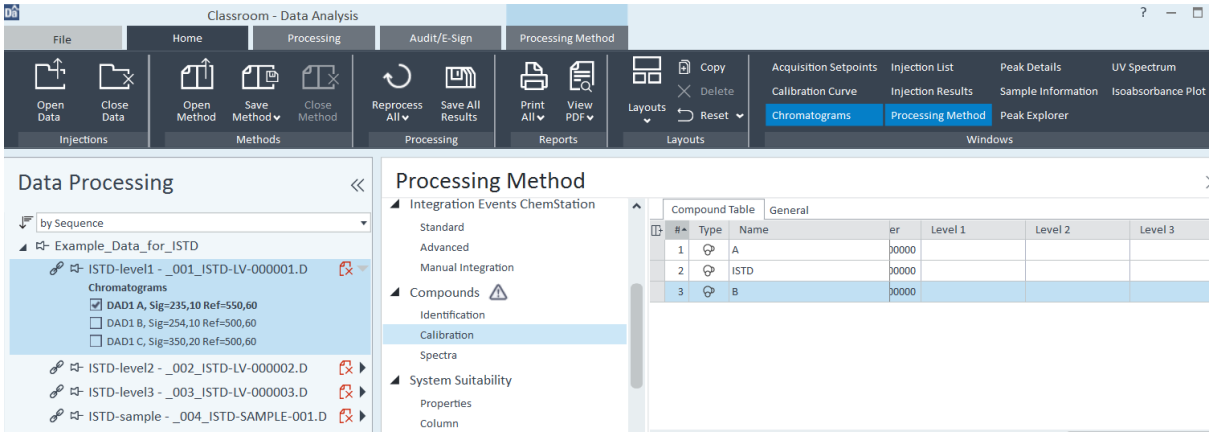




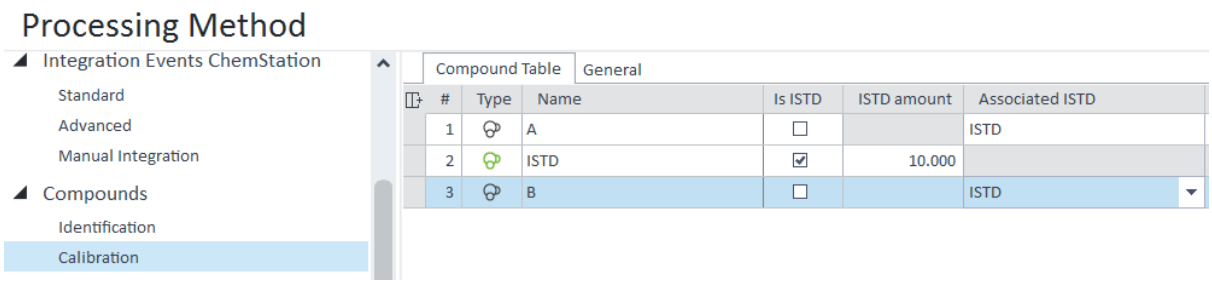
5. ทำการตั้งชื่อ **Compounds ในช่อง Name** ได้ตามต้องการ

6. **กด Reprocess > Reprocess All – Clear corrections**

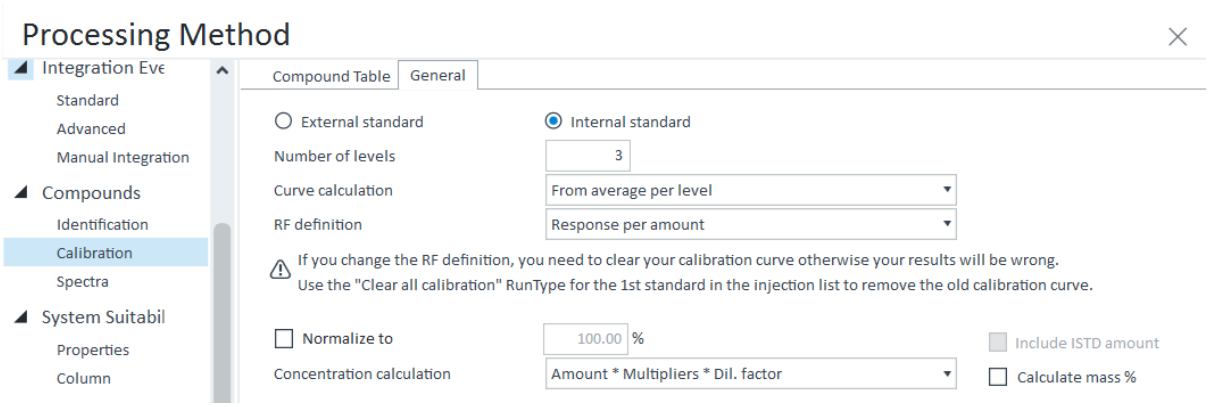
7. **ใส่ความเข้มข้นแต่ละ Compounds โดย เลือกหน้าต่าง Processing Method > เลือกหัวข้อ Compounds > Calibration > Compound Table > Level 1, . . . , Level xx**



8. **หากมีการใช้ ISTD ให้ เลือกหน้าต่าง Processing Method > เลือกหัวข้อ Compounds > Calibration > Compound Table > ☑ ISTD และใส่ความเข้มข้นของ ISTD** ดังรูปด้านล่าง



9. ทำการต้องการค่าของ **Calibration** โดย เลือกหน้าต่าง **Processing Method > เลือกหัวข้อ Compounds > Calibration > General**



9.1 เลือกประเภท **Calibration curve** ว่าแบบ External standard หรือ Internal standard

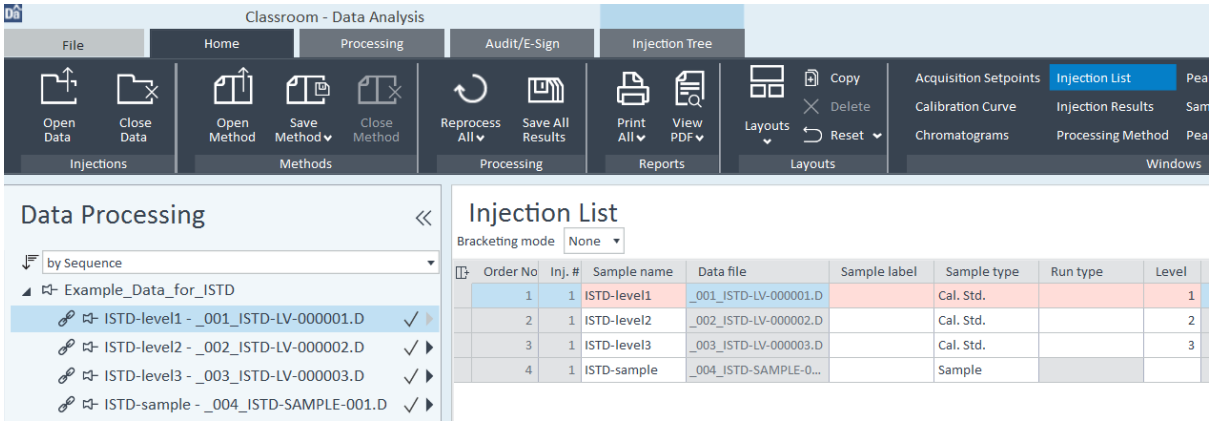
9.2 **Number of Levels** คือจำนวนความเข้มข้มข้นของ Standard ที่ Inject

9.3 **Curve calculation** คือการกำหนดการเฉลี่ย ในกรณีมีการฉีด Standard ซ้ำ

9.5 **RF definition** คือการกำหนดลักษณะการ Plot calibration curve ว่าเป็นแบบ Response per Amount หรือ Amount per response

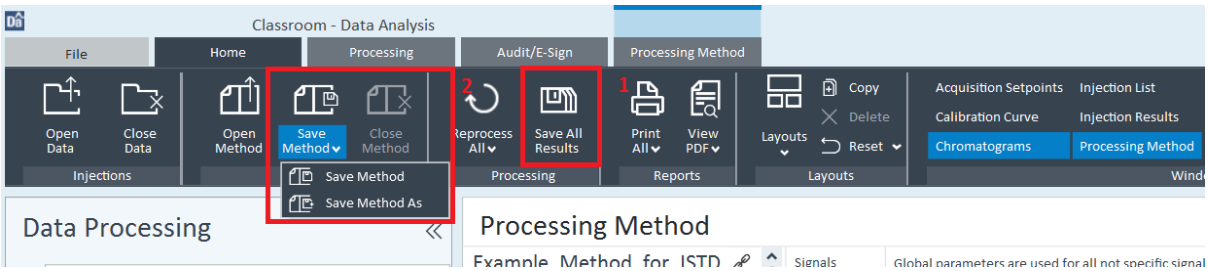
9.6 **Concentration Calculation** คือการกำหนด Factor ในการคำนวณ Amount * Multipliers * Dil.Factor หรือ Amount * Multipliers / Dil.Factor

10. **เลือก Tab Home > เลือกหน้าต่าง Injection list เพื่อระบุ Data ให้ตรงกับ Calibration curve ที่กำหนดไว้**



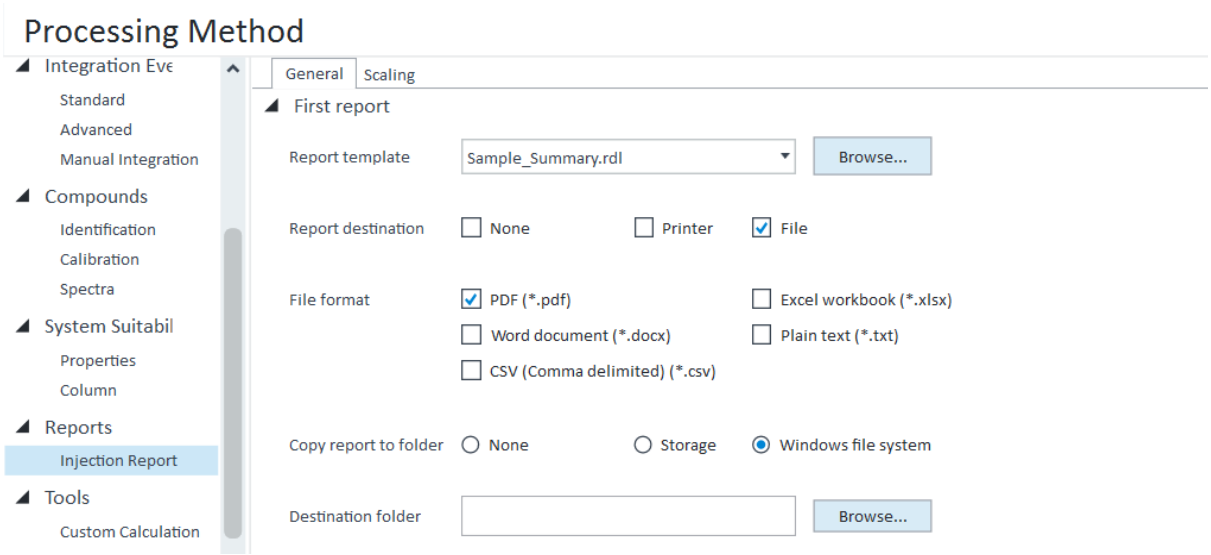
11. **กด Reprocess > Reprocess All – Clear corrections**

12. **หากทำการตั้งค่า Calibration เสร็จเรียบร้อยแล้วให้ทำการ กด Save all result และ Save method**



การวิเคราะห์คำนวณปริมาณของสารตัวอย่างและการรายงานผล (Calculate & Report)

1. **Start Data Analysis > Data selection > Load data > Data Processing**
2. **เลือก Tab Home > Open Method > Linked Method**
3. **เลือกหน้าต่าง Processing Method > เลือกหัวข้อ Reports > Injection report > General**



Report Template - Browse report template ตามต้องการ

Report Destination - ☑ Printer ออกเป็นกระดาษ ☑ File ออกเป็น PDF

File Format - ระบุนามสกุลไฟล์ที่ต้องการ

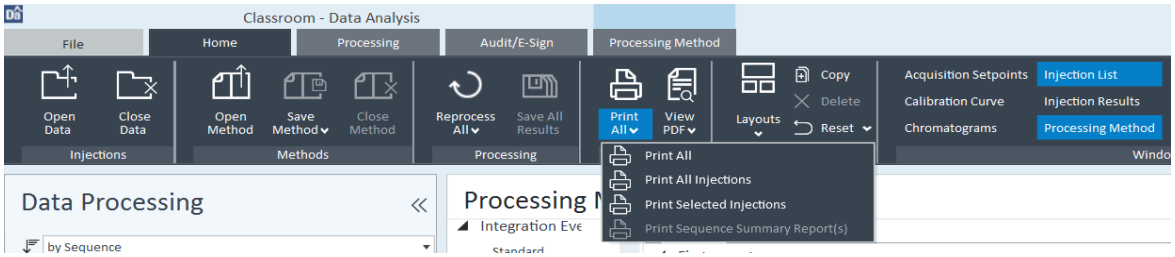
Copy report Folder - แนะนำให้เลือก Window file system

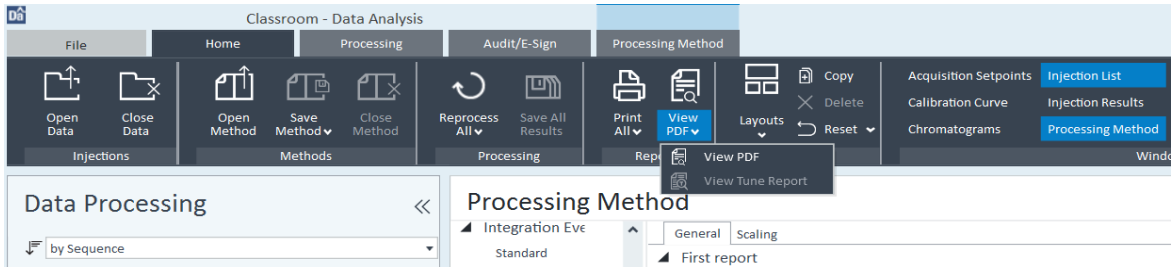
Destination Folder - ระบุ Path Folder ที่ต้องการ Save file

4. **กด Reprocess > Reprocess All – Clear corrections**

5. หากทำการตั้งค่า Reports เสร็จเรียบร้อยแล้วให้ทำการ กด Save all result และ Save method

6. กด Print All > View PDF

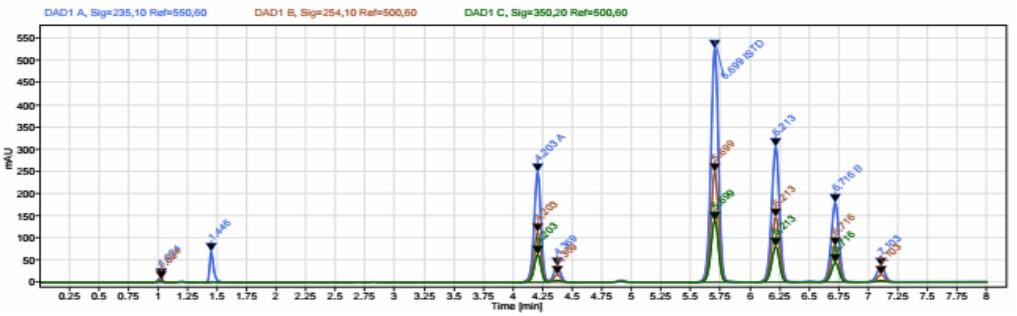




Single Injection Report

Agilent Technologies

Sample name:	ISTD-sample		
Data file:	_004_ISTD-SAMPLE-001.D	**Operator:**	Marketing
Instrument:	Instrument 1	**Injection date:**	2005-10-14 15:34:53+07:00
Inj. volume:	2.000	**Location:**	Vial 4
Acq. method:		**Type:**	Sample
Processing method:	Example_Method_for_ISTD.pmx	**Calib Level:**	
		Sample amount:	0.00
Manually modified:	None		



Signal: DAD1 A, Sig=235,10 Ref=550,60

Name	RT [min]	RF	Area	Amount []	Concentration []	ISTD Name	Group
A	4.203	0.015	1011.979	14.629	14.629	ISTD	
ISTD	5.699	1.000	2349.167	0.500	0.500	** ISTD ***	
B	6.716	0.013	829.032	13.535	13.535	ISTD	

วิธี ESTD : การคำนวณแบบ External Standard มีสูตรการคำนวณดังนี้

Absolute Amt of x = Responsex * RFx * M * D

Responsex is the response of peak X

RFx is the response factor for component X, (= Amountx / Responsex)

M is the multiplier

D is the dilution factor

วิธี ESTD% : มีสูตรการคำนวณดังนี้

Relative Amt of x = {(Absolute Amt of x) * 100} / Sample Amount

Responsex is the response of peak X

RFx is the response factor for component X, (= Amountx / Responsex)

M is the multiplier

D is the dilution factor

***จะเห็นว่าปริมาณสารตัวอย่างที่กำหนดใส่ค่าไว้ใน sample info นั้นจะถูกนำมาใช้ในสูตรด้วย

วิธี Norm% : มีสูตรการคำนวณดังนี้

Norm% of x = {(Responsex * RFx * 100 * M * D) / Σ(Response * RF)}

Responsex is the area (or height) of peak X

RFx is the response factor

M is the multiplier

D is the dilution factor

Σ*(Response* RF)}* is the total of all the (RESPONSE)(RF) products for all peaks including peak x

***จะเห็นว่าปริมาณสารตัวอย่างที่กำหนดใส่ค่าไว้ใน sample info นั้นจะถูกนำมาใช้ในสูตรด้วย

วิธี ISTD : การคำนวณแบบ Internal Standard มีสูตรการคำนวณดังนี้

Actual Amt of x = (Response Ratio * RFx) * (Actual Amount of ISTD) * M * D

Response Ratio is Responsex / ResponseISTD

RFx is the response factor for component X

M is the multiplier

D is the dilution factor

วิธี ISTD% : มีสูตรการคำนวณดังนี้

Relative Amt of x = {(Actual Amount of x) * 100} / Sample Amount

***จะเห็นว่าปริมาณสารตัวอย่างที่กำหนดใส่ค่าไว้ใน sample info นั้นจะถูกนำมาใช้ในสูตรด้วย

ขั้นตอนการปิดเครื่อง 8890GC

1. ลดอุณหภูมิตำแหน่งที่มีการให้อุณหภูมิ ดังนี้

    1.1 อุณหภูมิ Inlet 50 °C

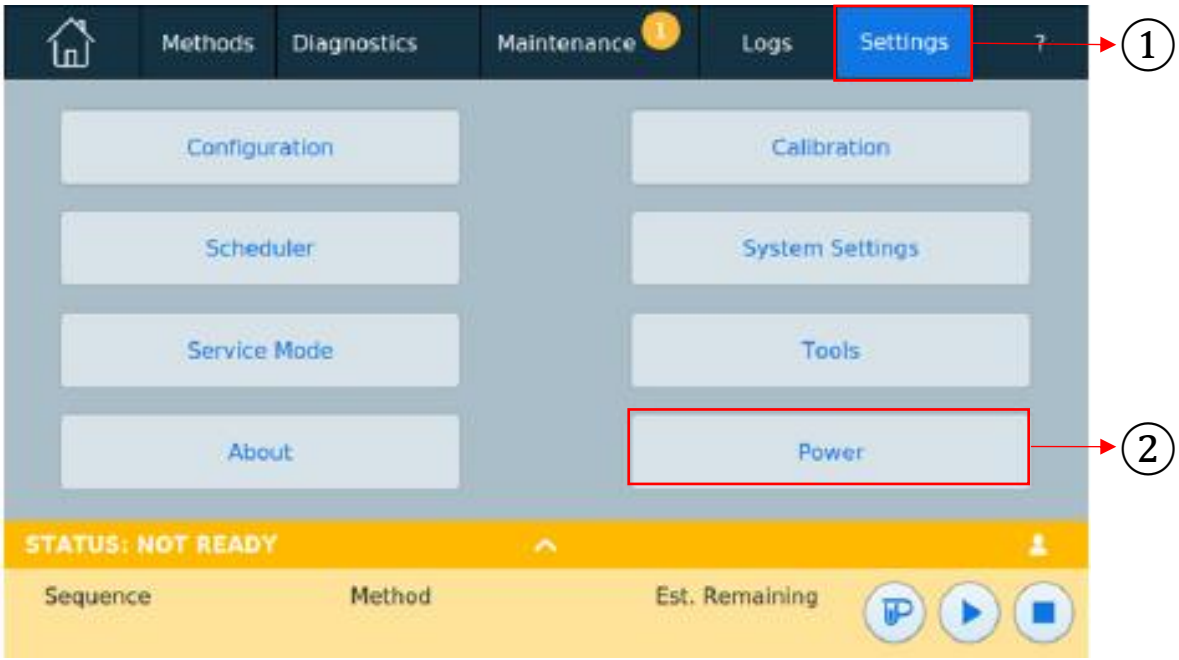
    1.2 อุณหภูมิ Oven 50 °C

    1.3 อุณหภูมิ Detector 50 °C

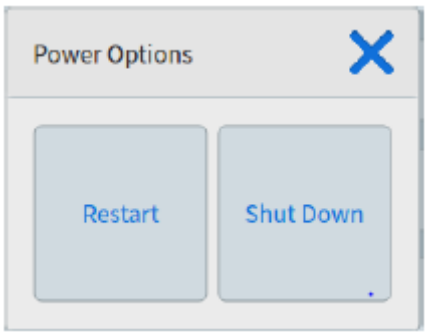
2. ปิด Software
3. ไปที่หน้าจอ Touchscreen

    3.1 กดแถบเมนู Settings

    3.2 กด Power



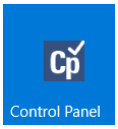
4. เมื่อปรากฏหน้าต่าง Power Options แล้วจึงกด Shut Down



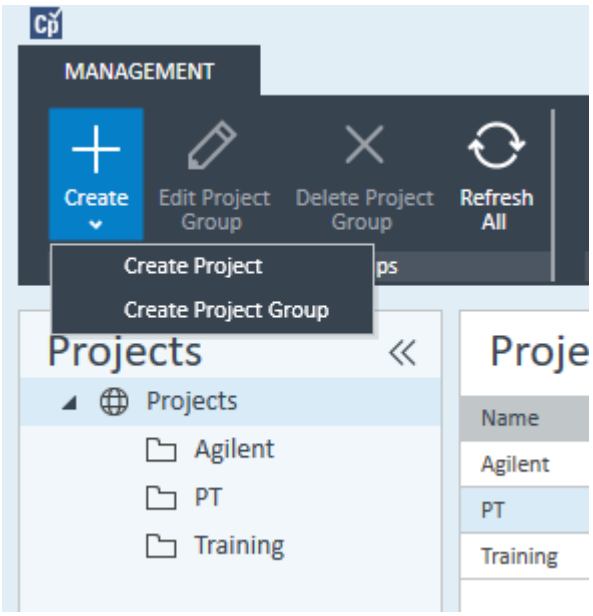
5. ปิดเครื่อง 8890GC
6. ปิดคอมพิวเตอร์ และปิดระบบไฟ หรือ UPS
7. ปิดวาวล์ท่อแก๊สทุกถัง

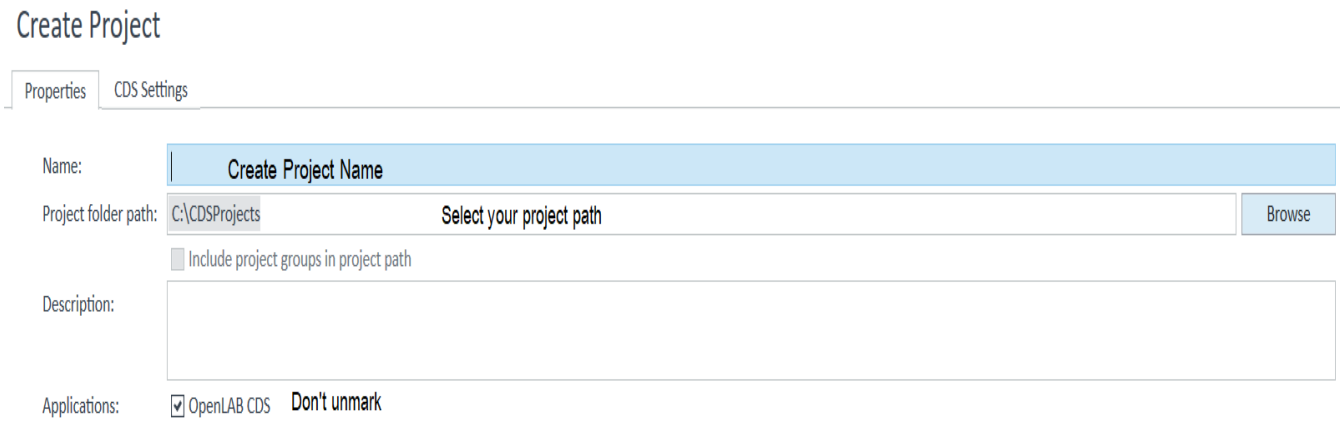
ข้อแนะนำ: เพื่อความสะดวกในการใช้งาน สามารถสร้างเป็น Method สำหรับ Cool down เพื่อลดอุณหภูมิของ GC

การสร้าง Project เพื่อกำหนด Path Folder เก็บข้อมูล

1. Double Click OpenLab Control Panel 

2. เลือก Project มุมซ้ายล่าง > Create มุมซ้ายบน > Create Project ดังรูป

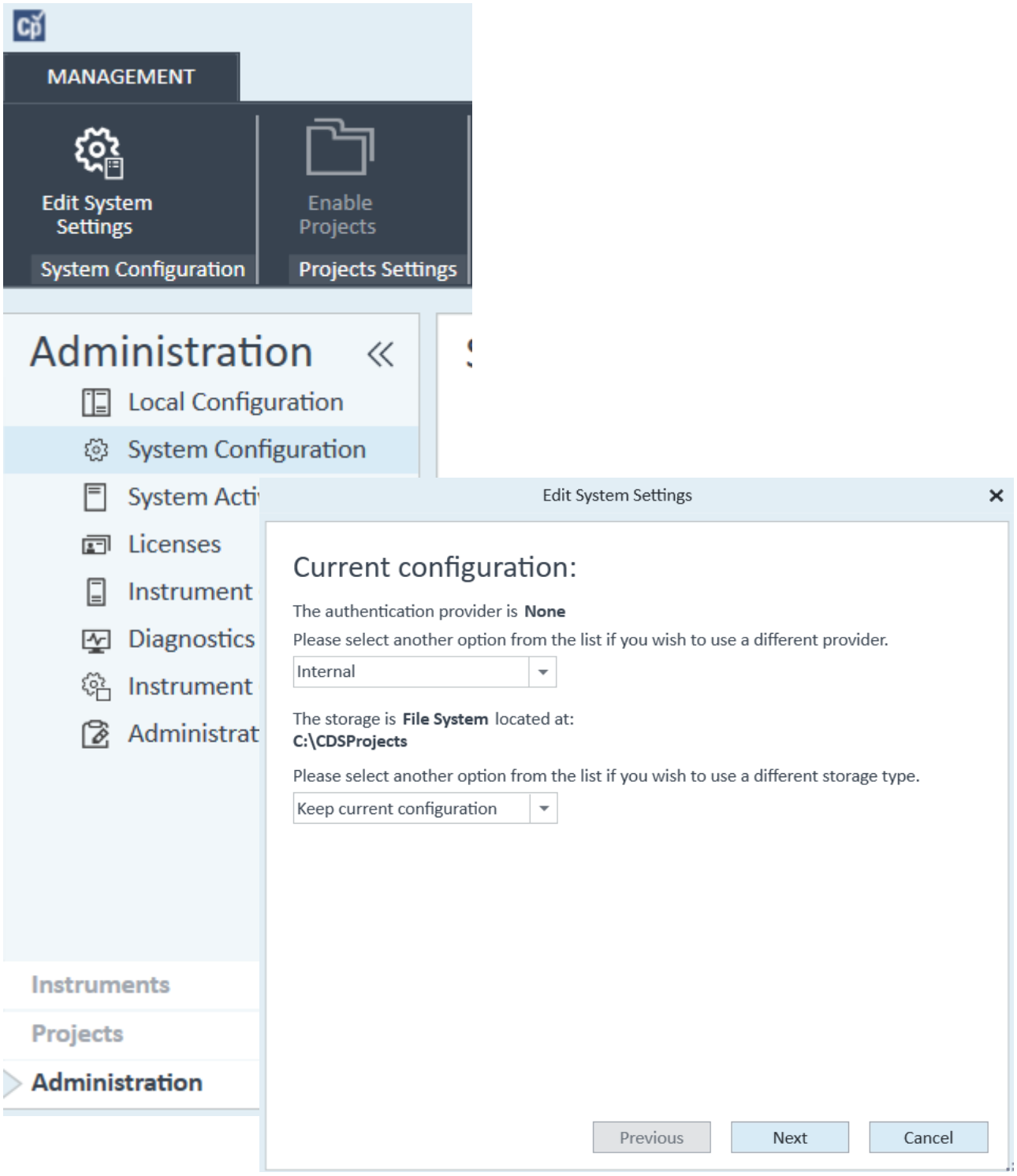




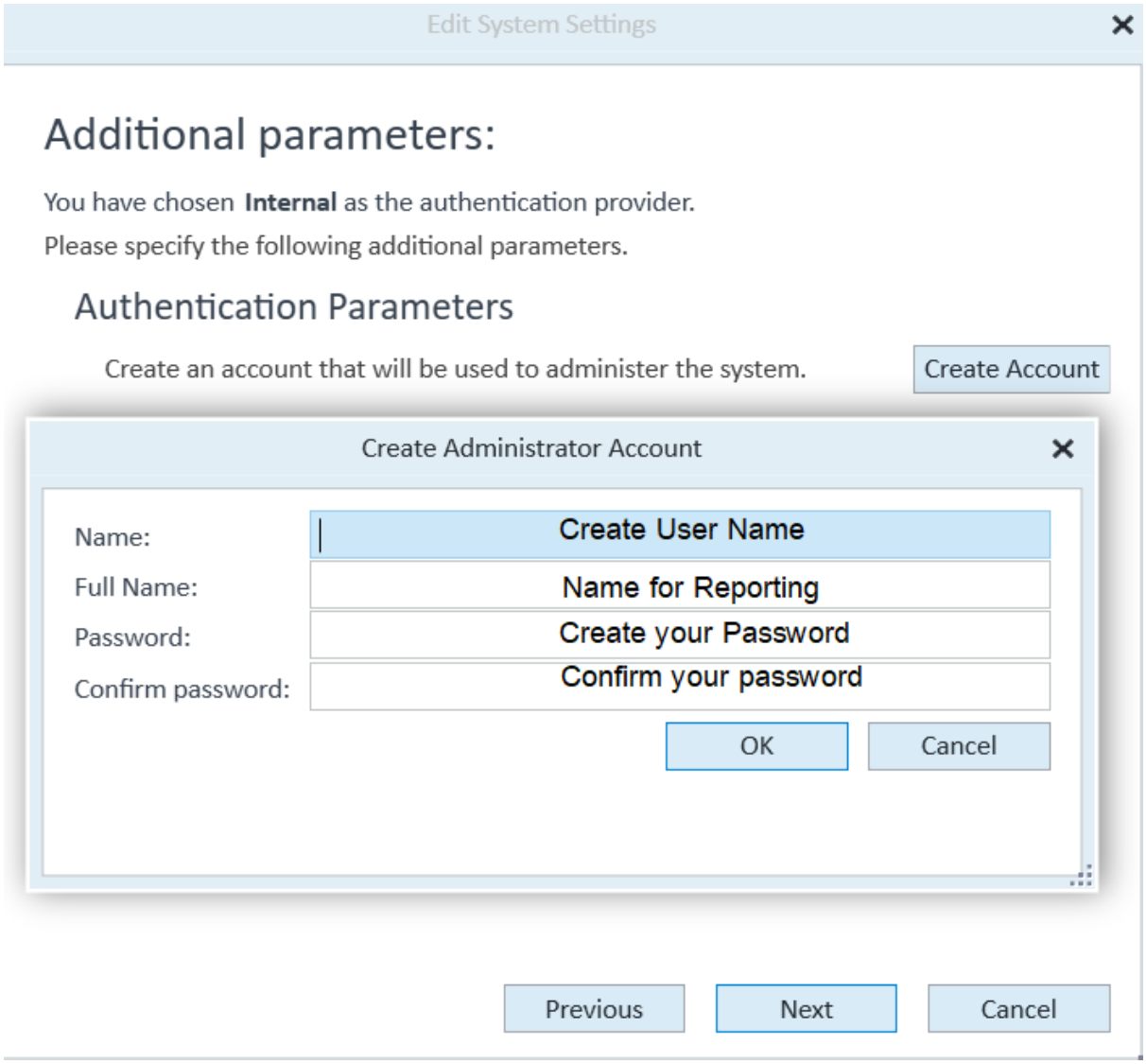
การสร้าง User Name Password สำหรับเข้า Software CDS 2.x

1. **Double Click OpenLab Control Panel**

2. **กด Administration มุมซ้ายล่าง > System Configuration มุมซ้ายบน > Edit System setting**



3. **กด Next > Create Account**



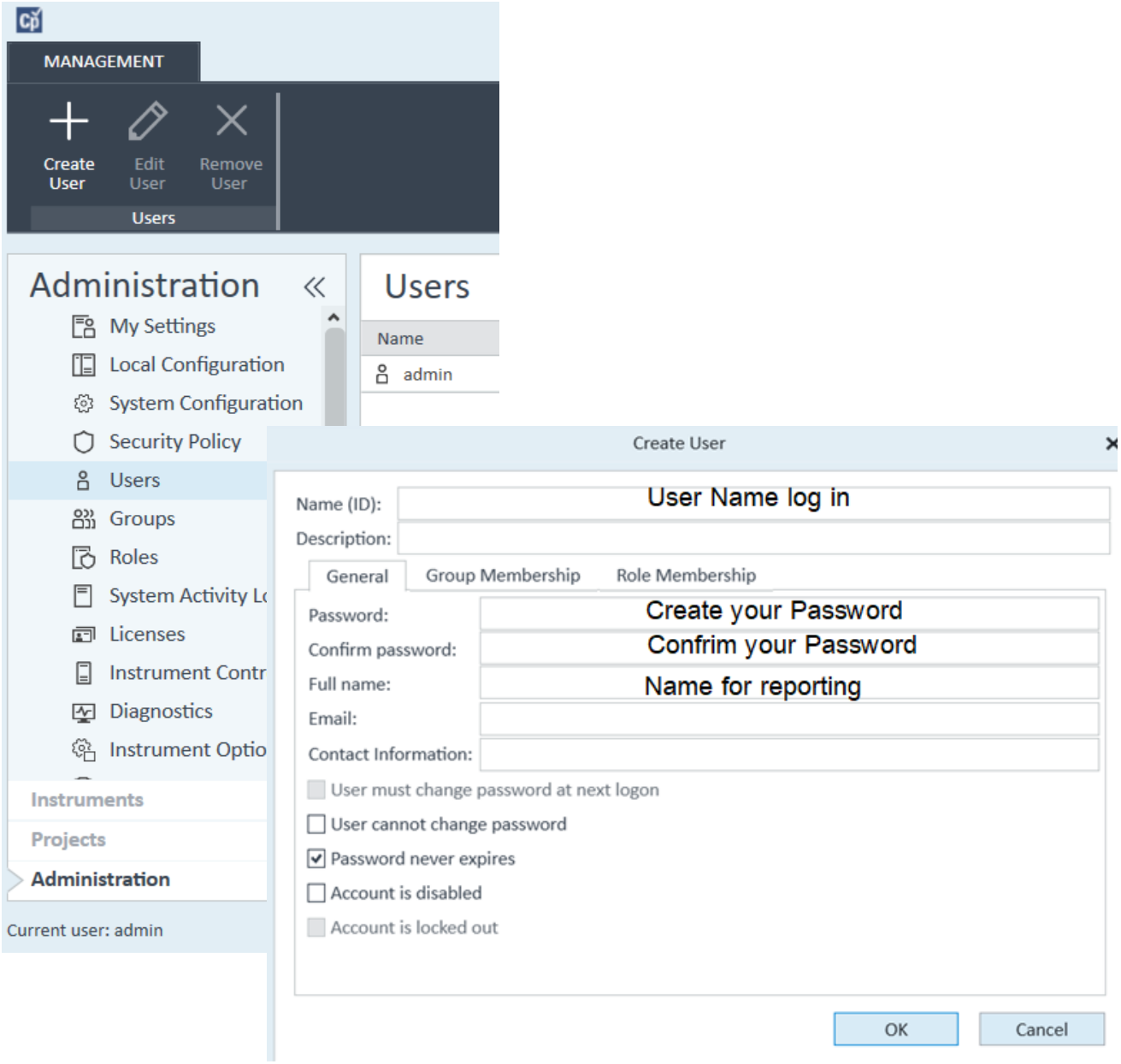
4. **กด Ok > Next > Apply > Ok**

5. **Log in software ตาม User name ที่ได้กำหนดก่อนหน้า**

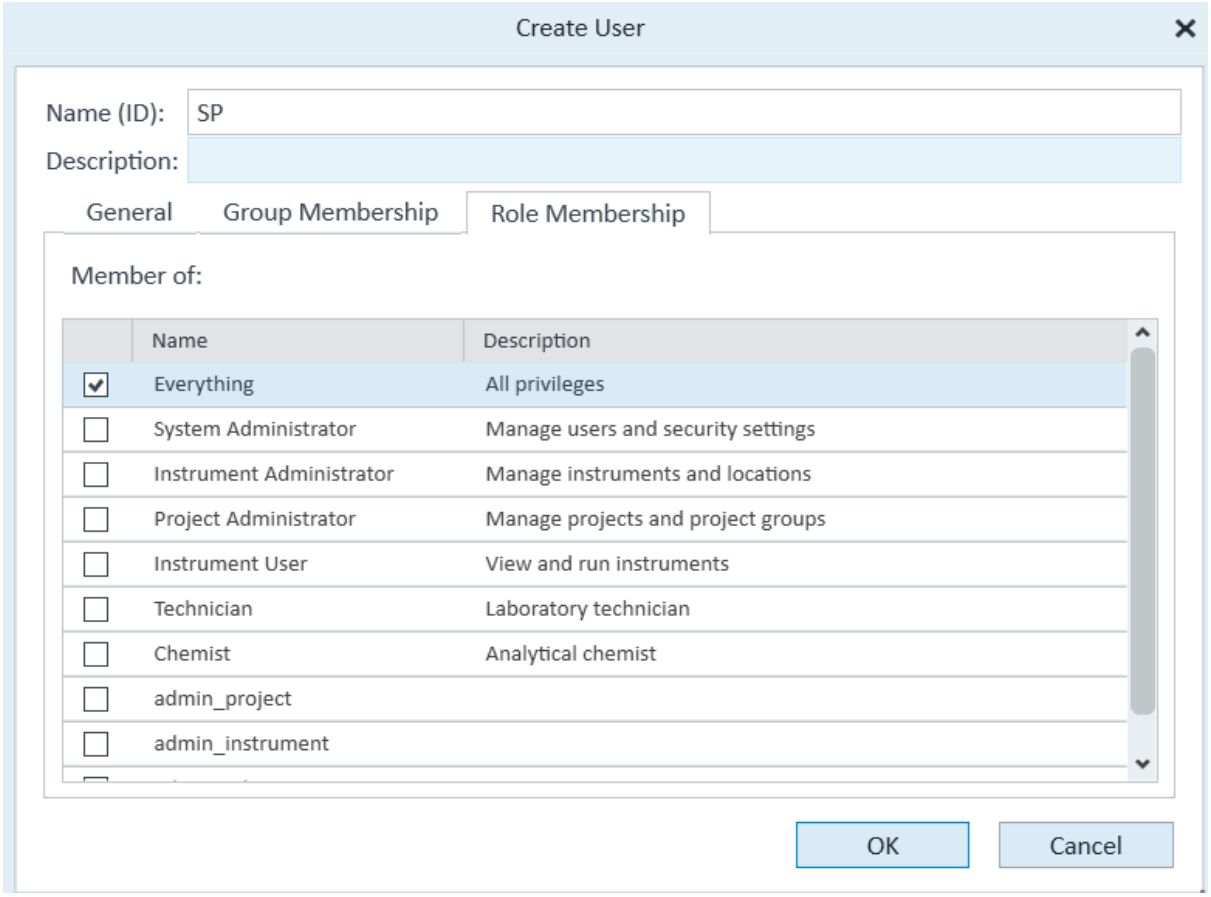
การเพิ่ม User Name Password สำหรับเข้า Software CDS 2.x

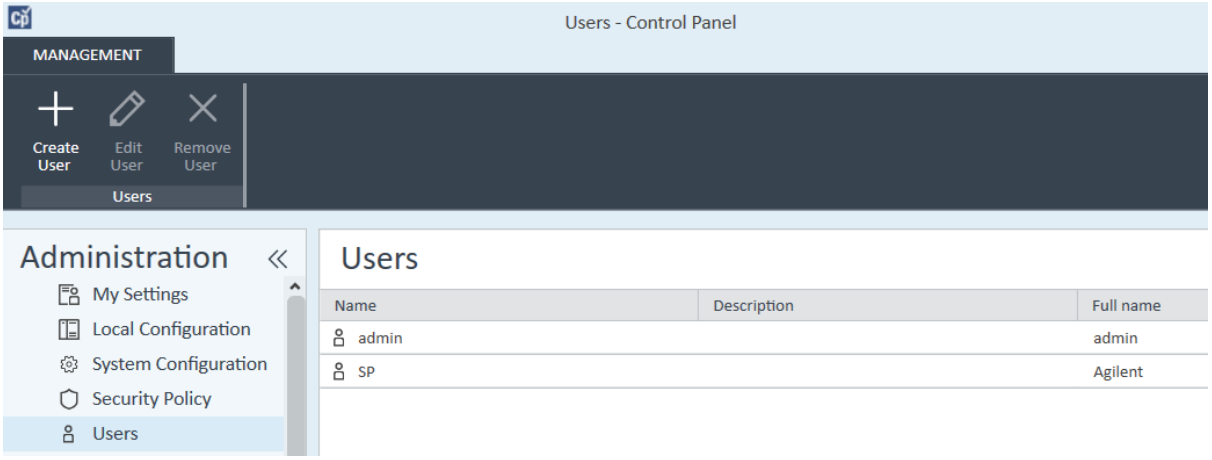
1. **Double Click OpenLab Control Panel**

2. **กด Administration มุมซ้ายล่าง > User ซ้ายบน > Create User มุมซ้ายบน** ดังรูป



3. **เลือก Tab Role membership > Everything > กด Ok** ดังรูป

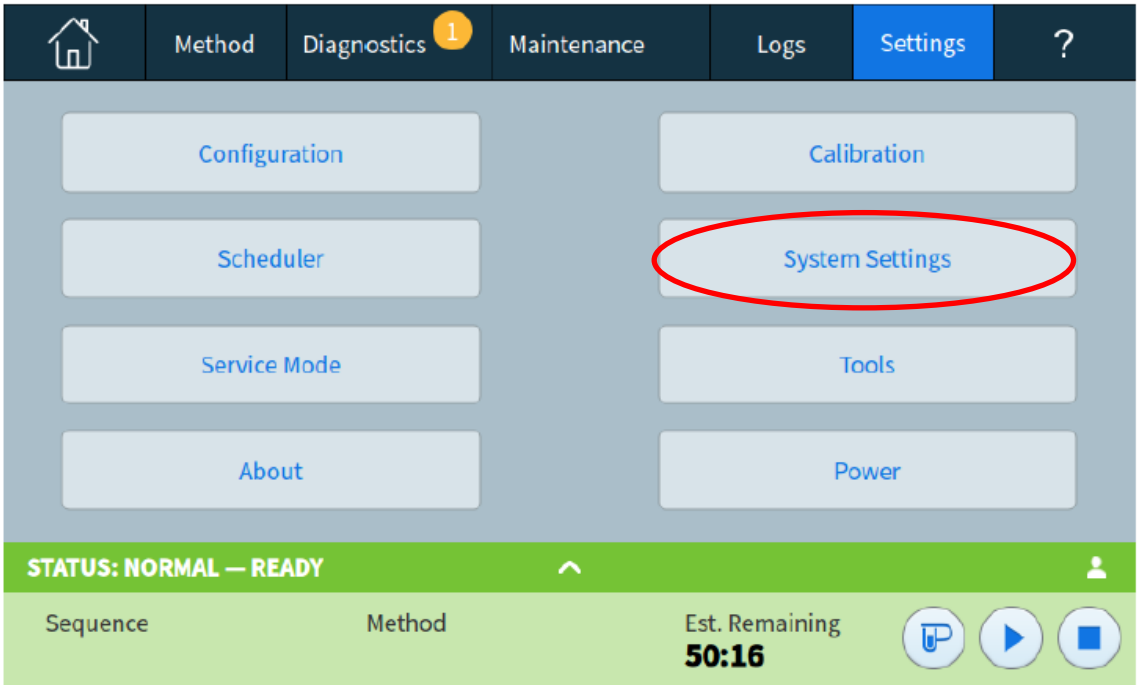




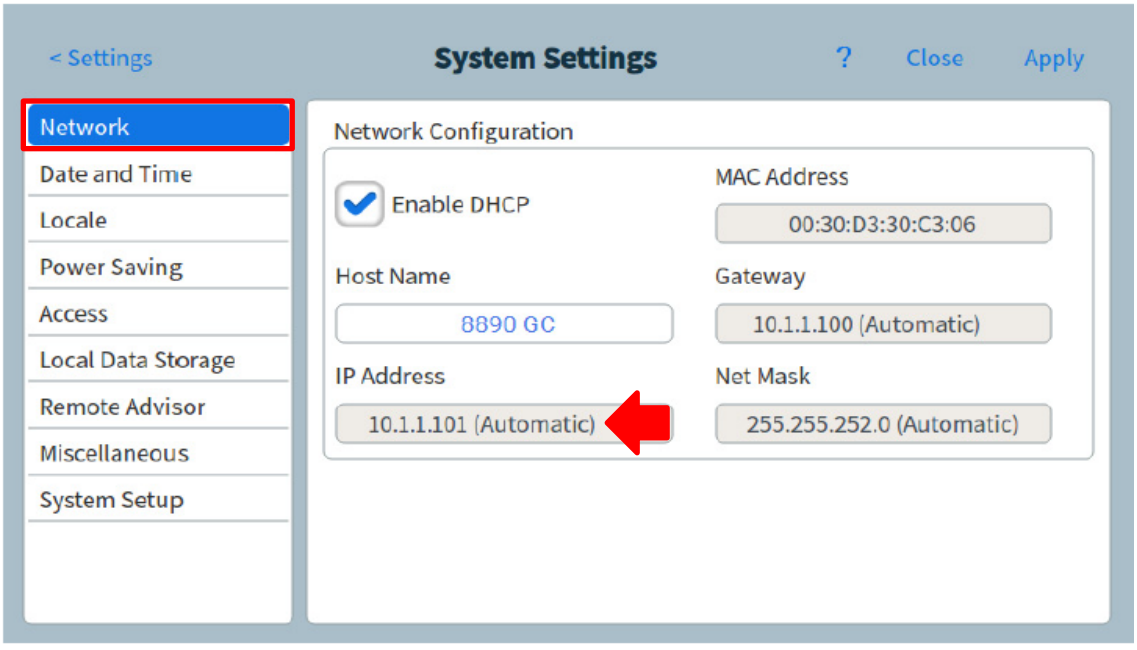
วิธีการเชื่อมต่อเครื่อง GC ผ่านเว็บบราวเซอร์

8890GC สามารถสั่งการใช้งานผ่านเว็บบราวเซอร์ โดยมีวิธีการเชื่อมต่อ ดังนี้

1. เช็ค IP Address ของเครื่อง GC โดยไปที่หน้าจอสัมผัส กดเลือก **Settings > System Settings**



2. เลือก Network และทำการจดบันทึก IP Address ของเครื่อง GC ไว้



3. ทำการเข้าหน้าเว็บบราวเซอร์ โดยสามารถเลือกใช้ได้ทั้ง Internet Explorer, Firefox และ Google Chrome จากนั้นพิมพ์ IP Address ของเครื่อง GC แล้ว Enter จะปรากฏหน้าต่างดังรูป

หมายเหตุ: การเชื่อมต่อผ่านการใช้เว็บบราวเซอร์นั้น GC และอุปกรณ์ที่ใช้ในการเข้าถึง GC (อุปกรณ์มือถือ แท็บเล็ต หรือคอมพิวเตอร์) จะต้องอยู่ในวงเครือข่ายเดียวกัน

ตารางการบำรุงรักษาเครื่อง GC

รายการบำรุงรักษา	ทุกวัน	ทุก สัปดาห์	ทุก เดือน	ทุกหก เดือน	ทุก หนึ่งปี	ตามการ ใช้งาน	หมายเหตุ
Auto Liquid Sampler							
ทำความสะอาด Syringe	√						
ทำความสะอาด Turret				√			
เปลี่ยน Solvent สำหรับล้าง Syringe	√						
ทำความสะอาดขวด Solvent wash		√					
Inlet (Split/Splitless)							
เปลี่ยน Septum		√					หรือทุก 100 injects
เปลี่ยน Liner						√	
เปลี่ยน O-ring Liner						√	
เปลี่ยน Gold plate					√		
เปลี่ยน Split vent Trap					√		
Column							
ตัดปลายคอลัมน์						√	
เปลี่ยน Ferrule						√	
FID Detector							
ทำความสะอาด Jet				√			
เช็ค Igniter plug				√			
ทำความสะอาด Collector					√		