

进样体积对进样量及检测结果的影响

侯建军

(北京雪迪龙科技股份有限公司, 北京 100000)

色谱分析, 色谱条件要求一般是比较高的, 比如液相色谱往往有进样量的要求, 比如 10 μ l, 20 μ l。有的分析需要做多点校准曲线, 正常的话那就得配制各个点浓度的标准品溶液, 曲线几个点, 标准品溶液就得配制几个。但有的客户不想配那么多, 比如有的客户用的是自动进样器进样, 他配制一个最高浓度的标准品, 计算进样量, 计算出各浓度点需要进样的体积, 按这个体积进样, 用进样结果 (标准品色谱峰峰面积) 做校准曲线。

这样操作有人认为是可以的, 也有人认为不符合色谱进样要求, 比如液相色谱紫外检测器, 它是浓度型检测器, 同一实验要求进样体积相同, 否则色谱峰宽可能不一样, 峰高峰面积也会有差异。其实这个也看情况, 如果自动进样器进样体积没问题, 一般情况下是可以的, 影响不会大。但有时不行, 比如校准曲线用的这些浓度点, 浓度都非常低, 而且较接近, 都比检出限浓度大不了多少, 这样色谱峰宽就会有影响, 甚至影响到校准曲线。比如该仪器的检出限是 1 μ g/ml, 校准曲线的浓度点是 1 μ g/ml、5 μ g/ml、10 μ g/ml、20 μ g/ml、30 μ g/ml, 这样结果就会有不小影响。另外像进样体积有严格要求的, 自动进样器进样体积线性不好的, 对检测结果要求非常高的等情况, 这种方式也不行。

手动进样, 用微量进样器的, 如果对检测结果要求不高的这种情况勉强可以用, 要求高的不能用。因为手动进样, 靠进样阀的定量管来定量, 一般要求过量进样, 也就是每次进样都是要将进样阀的定量管装满样品的, 这样进样误差会小一些, 如果按计算的体积进样, 进样结果就会有不小的误差, 一般不建议。有的实验室或方法明确不允许用这种方法做校准曲线。当然, 如果对检测结果要求不高的那就另说了。

总之, 进样体积对进样量 (样品的量) 影响不大, 对进样结果影响得看情况, 有的影响不大, 有的有较大影响。方法的选择也得看实验要求, 要求不高那种方法都行, 要求高的就只能进相同体积的样品了。