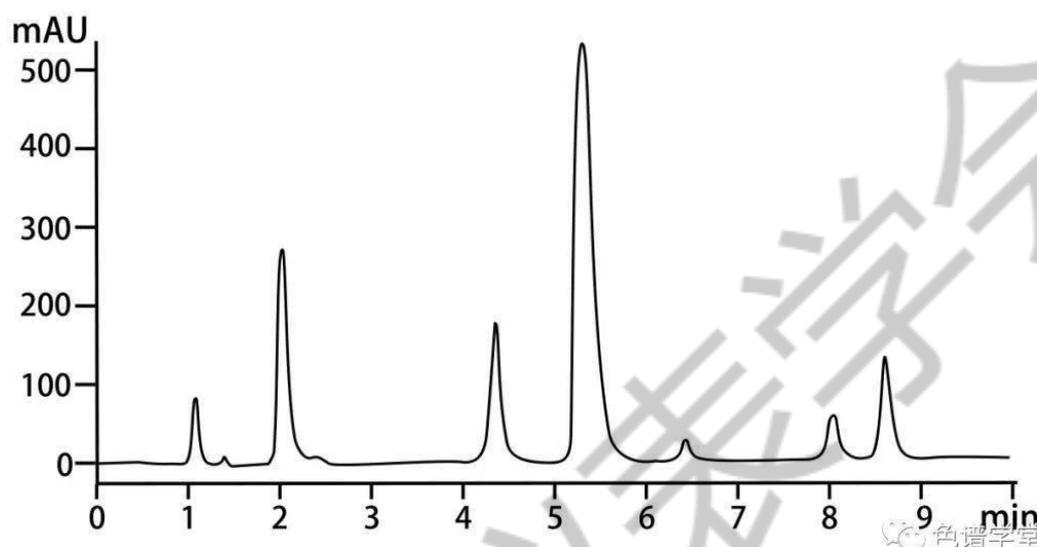


液相色谱分析中进样量对测定结果的影响

刘炜

(富美实(上海)化学技术有限公司, 上海 200000)

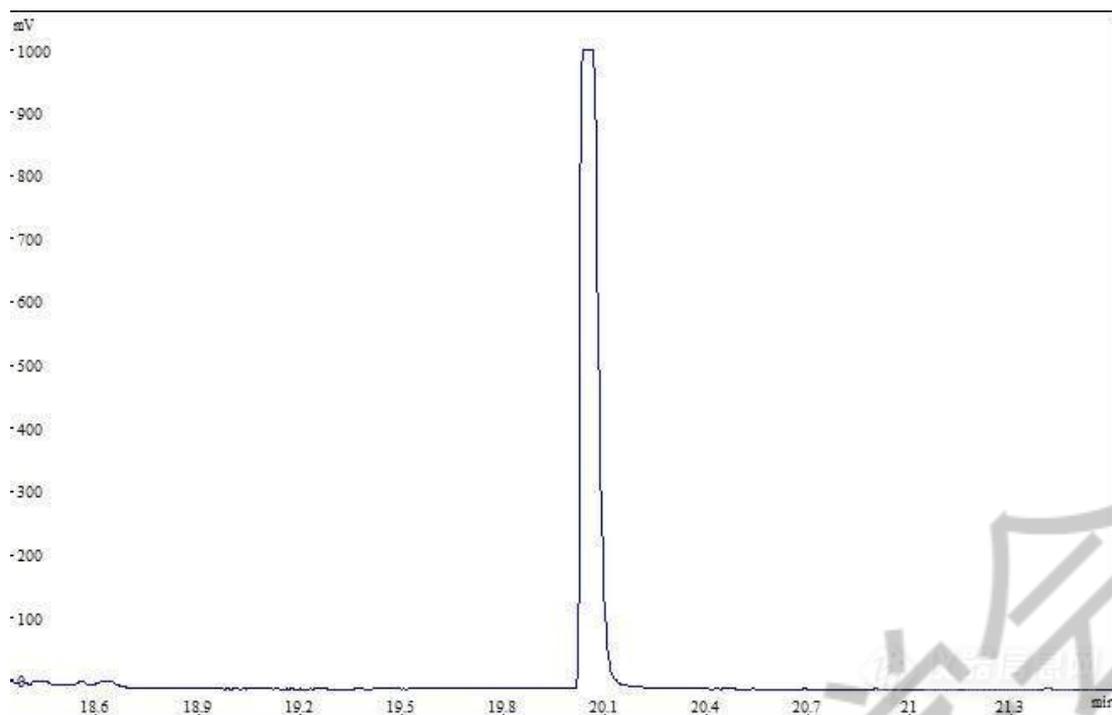
在液相色谱分析中, 样品进样量的选择直接关系到我们色谱出峰的好坏, 一旦进样量过高, 出峰就会异常, 进而会导致目标物组分无法准确定量和定性分析。正常的出峰色谱图是一种对称的, 峰宽合适, 峰顶部尖锐的符合正态分布的图形, 如下所示:



液相色谱分析中进样量对色谱出峰的影响主要分为以下两类:

1 进样体积超载

在日常分析样品过程中, 对于一个未知浓度的样品, 我们往往无法准确估计其浓度大小, 因而为了保险起见, 都会进行大体积进样, 确保其在色谱上有响应, 能够正常出峰。然后对于浓度较小的试样来说, 大体积进样对出峰影响不大, 但是对于浓度较高的样品, 仅仅是进样 10 μ l, 甚至是 5 μ l, 色谱出峰就会异常, 如下图所示:



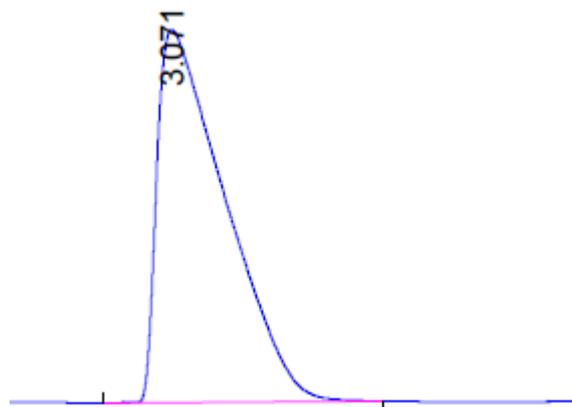
我们可以从图中清楚的看到色谱峰的峰宽正常，峰高也正常，但在峰顶点除处会出现一个平台，我们常常将其称之为“平头峰”。

其实这是液相色谱进样量过大导致信号过大，信号超过记录仪的最大测量值，不再上升而出现平头峰。遇到这种情况我们应该从以下几个方面来解决：

- a. 减少进样体积，液相不像气相可以通过调整分流比来减小进样量，液相进样通过定量环进样，因而可以在软件中设置小的进样体积，比如设置 1 μ l、2 μ l 的进样体积；
- b. 适当调节检测器信号衰减，改变记录仪量程；
- c. 增大色谱仪上衰减倍数，减小灵敏度；

2 试样质量超载

试样质量超载也是过载的一种，尽管我们选择的进样体积很小，但也有可能因为试样中目标物组分的质量太高或者说浓度太高，同样也会造成柱过载，导致样品峰展变宽，峰型改变，保留时间漂移。



这种情况下的色谱出峰一般为前倾峰，随着样品浓度的增加，峰会前倾的越来越严重，直至变成一个类似于直角三角形得峰型。

以上两种出峰情况都是不正常的出峰（鉴定杂质故意使其过载除外），如果在实际分析中遇到这两种情况，我们只需要对样品进行稀释减小浓度或者减小进样体积就能避免类似情况的发生。

中国仪器仪表教学网