

色谱仪的色谱定性分析和定量分析

色谱仪的色谱分析包括色谱定性分析和定量分析。

一、色谱定性分析：

色谱定性分析是确定各色谱峰所代表的化合物。在相同条件下保留值作为一种定性指标，但保留值并非专属的。

- 1、利用纯物质对照定性。
- 2、相对保留值法。
- 3、加入已知物增加峰高法。
- 4、双柱保留定性法。

二、色谱定量分析：

1、色谱定量原理：

当操作条件一致时，被测组分的质量（或浓度）与检测器给出的响应信号成正比。

$$m_i = f_i \times A_i$$

式中： m_i 为组分质量， A_i 为组分峰面积， f_i 为组分校正因子。

(1) 峰面积测量方法：

峰面积是色谱图提供的基本定量数据，峰面积测量的准确与否直接影响定量结果。对于不同峰形的色谱峰采用不同的测量方法。

- 1) 对称峰面积：峰高乘以半峰宽，即 $A = 1.065 \times h \times W_{0.05}$
- 2) 不对称峰面积：峰高乘以平均峰宽，即 $A = 1/2 \times h (W_{0.15} + W_{0.85})$

(2) 校正因子 f_i ：

峰面积与组分的质量有关。校正因子非常数，分绝对校正因子和相对校正因子。

- 1) 绝对校正因子：组分 i 质量与峰面积之比，即 $f_i = m_i/A_i$
- 2) 相对校正因子：组分 i 的相对校正因子 f_i' 为组分 i 与标准物质 s 的绝对校正因子之比，即 $f_i' = f_i/f_s$

2、色谱定量方法：

(1) 归一化法：

把所有出峰组分的含量之和按 100% 计的定量方法。

$$P_i\% = (m_i/m) \times 100\% = A_i f_i' / (\sum A_i f_i') \times 100\%$$

式中： $P_i\%$ 为被测组分 i 的百分含量， $A_1、A_2 \cdots A_n$ 为组分 1~ n 的峰面积， $f_1'、f_2' \cdots f_n'$ 为组分 1~ n 的相对校正因子。

特点：简单，操作条件变化时对定量结果影响不大。但要求所有组分必须出峰，测量低含量尤其是微量组分时误差较大。

(2) 内标法：

当样品各组分不能全部流出、有些组分在检测器上无信号或只需对样品中某几个出现色谱峰的组分进行定量时，可采用内标法。

(3) 外标法:

外标法就是常用的标准曲线法。

样品测定时，与绘制标准曲线完全相同的色谱条件下准确进样，根据所得的峰面积或峰高，从曲线上查出被测组分的含量。

来源: <http://www.fudizao.com>