气相色谱进样重复性差的原因

在使用气相色谱仪进行分析的过程中，定量重复性显得非常的重要，但是往往会遇到重复性不好的情况，严重影响仪器定量分析。日前，总结了日常分析中遇到的重复性不好的几个情况，分享给大家。

前段时间在进行 FID 进行分析时，采用毛细柱分流进样，样品的重复性总是不好，进行了以下排查：

(1)重现性差的谱图

(2)因为仪器进行过保养，首先怀疑的是毛细柱没有安装好，重新测量了毛细柱装入的长度和位置，重新进行了分析，结果依然不如意，

(3)取出衬管之后，发现使用的是不分流衬管，于是将不分流衬管反装，并重新测定了重复性。

分流衬管与不分流衬管，

左边的为不分流衬管，右边的为分流直通型衬管。将不分流衬管反装之后(细头朝上)，重新进行了重复性分析，效果依然不理想。

(4)到此，主要考虑了毛细柱安装和衬管使用的情况，另外也私下考虑了分流比不稳定的原因，但是一番折腾之后，没有效果。最终还是将问题回归到样品的气化上，可能是由于气化不均匀等造成的重复性不好——因为在另外一台同样的仪器上，使用的是螺旋形分流衬管，重复性一直很好。

接下来，换了直通型的分流衬管，并加装了石英棉，重复性结果如下：

计算了一下 RSD，在 3%以内。

总结：这个案例的分析中，仪器的重复性不好，首先是归结于衬管使用的不合适：将衬管由不分流衬管反装作为分流衬管使用，效果不明显;通过与其他仪器的对比，通过加装石英棉，改变气化室气化效果，从而改进了重复性。

上面说到了衬管和样品气化对于进样重复性的影响，很多时候，仪器的重复性不好，极少是仪器本身的原因，比如进样口设计有缺陷、机械阀或者 EPC 故障等，更多情况下是细节和个人手法问题。

前段时间做 ECD 一个两组分样品的含量测定，发现重复进样得到的样品的含量差别较大。

进样时候，感觉进样时毫无阻力，同时拔针时似乎又有气体反冲的感觉，稍稍紧了四分之一圈进样帽，重新进样，重复性良好

进样垫过松会造成重复性差，过紧也会造成重复性差，

进样垫过紧时，进样针(主要是 1 微升)比较难插入进样垫中进样，还容易造成针头弯折等情况。

总而言之，进样垫的松紧程度对仪器的重现性，尤其是毛细柱的重现性影响较大，填充柱也会有影响;因为这个原因很难定量的描述，还得分析人员自己根据经验把握。

在分析样品时，除了仪器硬件的原因之外，有时候样品的处理对重现性也是有影响的。比如说，溶剂选择不合适拖尾严重，会影响到重现性

实际上，溶质峰(细峰)的积分面积的 RSD 在 3%以内，但是溶质峰的 峰形重复性实在不怎么样，更改溶剂为醇类之后，整体的重复性，不管是峰面积还是峰形，都会好很多，分离度也不错，如下图所示：

实际上，对于重复性而言，很多时候原因并不在于仪器本身的性能上。多说一句，和一些同事交流时候，有些说法是用了自动进样器就如何如何好，实际情况是不用自动进样器也能有好的分析结论，用了也未必好，关键还在于对于细节的把握上。(http://www.shhuifen.com)