

分析技术丛书 ③

色谱分析

SEPU FENXI

湖南大学组织编写

王玉枝◎编

 中国纺织出版社

内 容 提 要

本书为分析技术丛书之三,色谱分析部分。

本书从色谱分析的特点出发,较全面地介绍了从事色谱分析工作的人员应具备的基本知识和基本技能。全书包括十一章:色谱法概述、柱色谱法、纸色谱法、薄层色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法、离子交换色谱法、其他色谱法简介、色谱分析仪器简介、纸上电泳分离法、毛细管电泳法。书末附有与色谱分析有关的附录。

本书内容通俗易懂,实用性强。可作为色谱分析工作者的自学读物,也可供石油、轻工、医药卫生、生物工程、材料及环境保护等部门的分析化验人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

色谱分析/湖南大学组织编写. —北京:中国纺织出版社,
2008.6

(分析技术丛书;3)

ISBN 978-7-5064-4957-1

I. 色… II. 湖… III. 色谱法—化学分析 IV. O657.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 059937 号

策划编辑:秦丹红	责任编辑:安茂华	特约编辑:秦 伟
责任校对:余静雯	责任设计:李 歆	责任印制:何 艳

中国纺织出版社出版发行

地址:北京东直门南大街 6 号 邮政编码:100027

邮购电话:010—64168110 传真:010—64168231

<http://www.c-textilep.com>

E-mail: faxing@c-textilep.com

北京画中华印刷有限公司印刷 各地新华书店经销

2008 年 6 月第 1 版第 1 次印刷

开本:710×1000 1/16 印张:15

字数:229 千字 定价:30.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页,由本社市场营销部调换

序

分析化学这一古老的学科经历了 20 世纪的大发展后,以新的面貌跨入了 21 世纪。分析化学的发展,其核心是各种新的分析技术的涌现与原有分析技术的进步,正是这些分析技术使分析化学能够承担对人类文明社会肩负的许多重责:从食品安全检验到药物质量控制;从生化分析到疾病早期诊断;从饮用水、空气洁净度监测到环境生态污染跟踪;从法医分析到刑事犯罪侦查;从生产过程分析到各类产品质量监控等。

有人估计,西方经济的总量中约有 5% 直接与分析检测相关。这显然是比较保守的估计。近几年在我国出口贸易过程中,出现的服装甲醛含量超标、食品添加剂问题、玩具材料含毒素或有毒物质等问题,在国际上造成了不良的影响,这些问题本应该在生产过程中和产品出厂前依靠分析技术进行检测把关而避免。从我国分析化学教育工作者的角度看,如何提高分析技术人员的素质,做好产品质量监控工作,的确是一个不容忽视的问题。

湖南大学分析化学学科王玉枝等教授应邀编写了“分析技术丛书”。这套丛书对分析化学技术人才的培训有重要参考价值。读者能借助它们获取有关分析技术较系统的基础知识,同时也能了解相关研究的发展前沿。即使是已经有一定工作经验的分析工作者,也能在工作需要时从本丛书获取有用的参考信息。丛书出版之际,编者让我写几句话,是为序。

俞汝勤

2008 年 3 月于长沙

前言

色谱法与化学及其有关的广泛领域有着各式各样的联系。从柱色谱、气相色谱(GC)发展到高效液相色谱(HPLC),从吸附色谱、离子交换色谱进而到凝胶色谱法,目前已发展到研究不使用填料的液相色谱法以及兼备GC和HPLC两方面性质的色谱法的阶段。

色谱分离分析方法已获得广泛应用,分析工作者若不掌握各种色谱分析的特点,则很难对自己的分析样品该采用什么方法分离做出选择。实际上,要完全精通色谱分析方法又是很难的。

本书从经典色谱法开始写起,以各种类型的色谱分析方法及实例为中心进行叙述,使分析工作者能够从中选择适合自己样品的色谱法进行分离。全书共分十一章,力求做到内容全面,概念清晰,深入浅出。随着色谱理论的系统化,会有更适合于样品的性质、化学结构及分离目的的分离系统出现,希望本书能成为今后发展的一个立足点。本书若在色谱法的应用方面对读者有所帮助的话,我们将感到不胜荣幸。

本书在编写过程中,参考了一些相关的文献,受益匪浅。本书在编写过程中得到了中国纺织出版社的领导、编辑人员、我的老师陈贻文教授等的大力支持,在此深表谢意。

限于编者水平,无论是在内容取舍,还是在难易程度的把握等方面都具有一定的试探性,书中如有错误和不妥之处,恳请读者和同行指正。

编 者

2008年2月于湖南大学

目录

第一章 色谱法概述	1
第一节 色谱法的发展简史	1
第二节 色谱法的分类和特点	3
一、色谱法的分类	3
二、色谱法的特点	6
第三节 色谱法的比较	6
一、适用的样品	7
二、分析速度	8
三、灵敏度	8
第四节 色谱法的选择和应用	9
一、样品的前处理和衍生化	9
二、根据样品状态选择色谱方法	12
三、根据分析目的选择色谱方法	18
四、色谱法在分子添加剂分析中的应用	23
第五节 色谱法的发展趋势	29
一、新型固定相和检测器的研究	29
二、色谱新技术的研究	29
第二章 柱色谱法	31
第一节 柱色谱法的分类	31
一、液—固吸附柱色谱法	31
二、液—液分配柱色谱法	32
三、离子交换柱色谱法	33
第二节 柱色谱的实验方法及应用示例	34
一、实验方法	34
二、应用示例	35

第三章 纸色谱法	38
第一节 纸色谱法的分离原理	38
第二节 纸色谱的实验方法及应用示例	39
一、实验方法	39
二、应用示例	43
第四章 薄层色谱法	45
第一节 薄层色谱法的基本原理及特点	45
一、基本原理	45
二、特点	49
第二节 薄层色谱的实验方法及应用示例	50
一、实验方法	50
二、应用示例	55
第三节 高效薄层色谱法和薄层扫描法简介	58
一、高效薄层色谱法	58
二、薄层扫描法	58
第五章 气相色谱法	62
第一节 气相色谱法的分类及特点	62
一、分类	62
二、特点	63
第二节 气相色谱固定相	64
一、固体固定相	64
二、固定液	65
三、载体	70
第三节 气相色谱检测器	71
一、热导检测器	71
二、氢火焰离子化检测器	73
三、电子捕获检测器	73
四、火焰光度检测器	74
五、检测器的性能指标	74
第四节 气相色谱基本理论	76
一、色谱流出曲线及保留值	76

二、塔板理论	79
三、速率理论	81
第五节 气相色谱操作条件的选择	83
一、载气种类及其流速的选择	84
二、柱温的选择	84
三、载体和固定液的选择	85
四、进样条件的选择	85
第六节 气相色谱定性、定量分析方法	86
一、定性分析方法	86
二、定量分析方法	87
第七节 气相色谱法的应用	92
一、在药物分析中的应用	92
二、在生物学中的应用	94
三、在测定农药残留量方面的应用	95
四、在环境监测中的应用	95
五、在食品检验中的应用	96
六、在气体分析中的应用	97
七、其他应用	99
第八节 衍生化气相色谱法和毛细管柱气相色谱法简介	101
一、衍生化气相色谱法	101
二、毛细管柱气相色谱法	102
第六章 高效液相色谱法	106
第一节 高效液相色谱法的特点及基本原理	106
一、特点	106
二、基本原理	106
第二节 高效液相色谱法的类型	112
一、液—固吸附色谱法	112
二、液—液分配色谱法	113
三、化学键合相色谱法	114
四、离子交换色谱法	114
五、凝胶色谱法	115
第三节 高效液相色谱检测器	116

一、紫外光度检测器	116
二、差示折光检测器	117
三、荧光检测器	117
四、电导检测器	117
第四节 高效液相色谱法应用示例	117
 第七章 离子交换色谱法	121
第一节 离子交换色谱法的分类	121
一、离子交换淋洗色谱法	121
二、离子交换置换色谱法	122
三、离子交换前沿色谱法	122
第二节 离子交换色谱技术	123
一、交换柱的制备	123
二、淋洗	123
三、流出液的分析	124
第三节 离子交换色谱法的应用	124
第四节 高压离子交换色谱法简介	126
 第八章 其他色谱法简介	129
第一节 离子色谱法简介	129
一、离子交换色谱的局限性	129
二、离子色谱的优缺点	130
三、离子色谱的基本原理	130
四、淋洗液的选择	132
五、离子色谱的仪器设备	132
六、离子色谱技术的应用	133
第二节 离子对色谱法简介	133
一、离子对色谱法的基本原理	134
二、键合相反相离子对色谱法	134
第三节 萃取色谱法简介	135
一、萃取色谱载体及涂层制备	136
二、萃取色谱固定相	138
三、萃取色谱淋洗剂	138

四、萃取色谱的影响因素及优缺点	138
第四节 凝胶色谱法简介	139
一、分类	139
二、基本原理	140
第五节 超临界流体色谱法简介	140
一、基本原理	141
二、应用示例	142
第六节 亲和色谱法和手性色谱法简介	144
一、亲和色谱法	144
二、手性色谱法	145
第七节 色谱分离方法的选择	145
一、根据相对分子质量选择	145
二、根据溶解度选择	145
三、根据分子结构选择	146
第九章 色谱分析仪器简介	147
第一节 色谱仪的构造	147
一、常用色谱仪构造比较	147
二、填充剂粒径分布	150
第二节 气相色谱仪	151
一、气路及进样系统	152
二、分离系统	152
三、检测系统	153
四、记录和温控系统	153
五、进样操作要点	154
六、典型气相色谱仪的操作步骤	154
第三节 高效液相色谱仪	159
一、高压输液系统	159
二、进样系统	160
三、分离系统	160
四、检测系统	161
五、附属系统	164
六、典型仪器操作方法	165

第四节 离子色谱仪	169
一、简介	169
二、YSIC—1 型阴离子色谱仪操作步骤	172
第五节 超临界流体色谱仪	175
一、仪器结构	175
二、色谱柱、固定相和流动相	175
三、检测器	176
第六节 凝胶渗透色谱仪和薄层扫描仪	176
一、凝胶渗透色谱仪	176
二、薄层扫描仪	177
第七节 色谱数据工作站	177
一、色谱工作站的特点	177
二、色谱工作站的操作要领	178
第八节 色谱联用技术	178
一、气相色谱—质谱联用仪	178
二、液相色谱—质谱联用仪	180
第十章 纸上电泳分离法	185
第一节 纸上电泳分离法的基本原理	185
一、离子迁移率	186
二、纸上电泳分离法的影响因素	186
第二节 纸上电泳分离法的操作技术及应用示例	188
一、电泳仪构造及操作技术	188
二、应用示例	189
第十一章 毛细管电泳法	191
第一节 毛细管电泳法的基本原理及毛细管电泳仪	191
一、基本原理	191
二、毛细管电泳仪	192
第二节 毛细管电泳法实验条件与方法	194
一、实验条件	194
二、定性与定量分析方法	194
第三节 毛细管电泳法分离模式及应用示例	195

一、毛细管区带电泳	196
二、胶束电动毛细管色谱	197
三、环糊精电动毛细管色谱	199
四、毛细管电色谱	200
五、毛细管凝胶电泳	202
主要参考文献	203
附录	204
附录 1 某些气体与蒸气的热导系数(λ)	204
附录 2 气相色谱常用固定液	206
附录 3 常用的硅藻土担体	211
附录 4 常用的气-液色谱载体	214
附录 5 常用的气相色谱吸附剂	216
附录 6 常用的吸附剂性能及活化方法	220
附录 7 常用的液-液分配色谱担体	221
附录 8 高效液相色谱中常用溶剂的性质	223
附录 9 气相色谱相对质量校正因子(f)	224

第一章 色谱法概述

第一节 色谱法的发展简史

所谓分析,就是要确定是什么(定性)和有多少(定量)。定性分析中,若只要求确定元素的组成(如无机定性分析),则用像发射光谱分析那样的方法一次测定就可以得到多种元素的分析结果。但一般而言,分析对象是由各种元素组成的化合物,为数不多的几种元素即可组成许多化合物,尤其在有机化合物中,由碳、氢、氮、氧、硫和卤素等几种元素可以组成数百万种化合物。仅用一种分析装置就能分析这些混合物的仪器至今还没有发明。为分析混合物,必须利用组分之间某种物理和化学行为的差异,逐一分离各组分,测定其构成元素的种类、各元素原子的数目、结合状态、分子的立体构型和相对分子质量等,再鉴定其组分。若能分离出需要量(几十毫克)的纯化合物组分,则用现代鉴定方法(如质谱分析、核磁共振分析、红外吸收分析、元素分析、X 射线分析等)就能确定结构。反之,当在测定样品中有多种化合物共存时,即使用上述方法,也不可能对各种组分进行识别和鉴定。因此,在使用这些分析仪器之前,除去干扰物,分离出分析仪器鉴定极限以上的纯品量的前处理工作是必不可少的。

直到 19 世纪色谱法才被化学家所使用。对色谱法首先进行详细描述的是俄国植物学家茨维特(Tswett)。1906 年,茨维特在研究植物色素的组成时,把含植物色素——叶绿素的石油醚提取液注入一根装有 CaCO_3 颗粒的竖直玻璃管中,提取液中的色素被吸附在 CaCO_3 颗粒上,然后再加入纯石油醚,任其自由流下,经过一段时间以后,叶绿素中的各种成分就逐渐相互分开,在玻璃管中形成了不同颜色的谱带,“色谱”(即“有色的谱带”)一词由此而得名。用机械方法将吸附色素的区带依次推出,各个区带的色素再分别用适当的溶剂洗脱下来。这种分离方法被命名为色谱法,这根玻璃管称为色谱柱。

上述分离方法实际上属于吸附色谱法。他用这一方法证明了叶绿素不是一种单纯的物质,而是一种混合物。这一出色的工作,不仅破除了当时普遍认为叶绿素是一种单一物质的陈腐观念,而且为色谱法的创立奠定了坚实的科学基础。茨维特

将色谱分析法定义为:当混合物溶液滤经吸附剂柱时,色素即被分成不同颜色的区带。复杂色素中的各个成分依次有规律地分布在色谱柱上,这样就有可能对它们进行定性和定量分析,而将这种分析方法称为色谱分析法。

色谱法(Chromatography)这一名词由希腊字“Chromatus”(颜色)和“Graphein”(记录)合并而成。以后的研究和应用说明,无颜色的物质也可以用色谱法分离。

茨维特的这一发现引起了人们的注意,人们对这种分离技术进行了不断的研究与应用。1935年人工合成离子交换树脂的成功,为离子交换色谱的广泛应用提供了物质基础。1938年苏联的Izmailov等人创立了薄层色谱法,并将此法用于药物分析。然而,薄层色谱法用于无机物的分析则是从20世纪50年代末开始的,而应用于稀土元素的分离则是1964年由Pierce开始的。

1941年马丁(Martin)和辛格(Synge)把含有一定量水分的硅胶填充到色谱柱中,然后将氨基酸的混合物溶液加入柱中,再用氯仿淋洗,结果各种氨基酸得到分离。这种实验方法与茨维特的方法在形式上相同,但其分离原理完全不同,他们把这种分离方法称为分配色谱法。

1944年,Consden、Cordon和Martin首先描述了纸上色谱法。马丁和辛格用此法成功地分离了氨基酸的各种成分。

1947年美国的Boyd和Speding等人发表了一系列论文,报告了他们应用离子交换色谱法分离裂变产物和稀土元素混合物的情况。

1952年马丁和辛格研究成功气-液色谱法,并将蒸馏塔板理论应用到色谱分离中,进一步推动了色谱法的发展,目前这一方法已在科学研究和工业上得到了广泛应用,特别是在有机物的分析方面应用更加普遍。马丁和辛格由于在色谱法的研究中作出了重大贡献而荣获1952年的诺贝尔奖。

1956年荷兰著名学者范第姆特(Van Deemter)在总结前人经验的基础上提出范第姆特方程,使气相色谱的理论更加完善。1957年,戈雷(Golay)发明了高效能的毛细管柱,使色谱分离效能显著提高。20世纪50年代末,霍姆斯(Holmes)将气相色谱与质谱联用,这是近代仪器分析发展的重要标志之一。

虽然经典的柱液色谱法能够分离性质相近的元素,但由于柱效低,分离速度慢,不能适应现代科学技术迅速发展的需要。20世纪60年代末,法国的G. Aubouin和美国的Scott等人,几乎同时各自创立了高效液相色谱法。高效液相色谱法是由现代高压技术与传统的液相色谱法相结合,加上高效柱填充物和高灵敏检测器所发展起来的新型分离分析技术。由于它具有高效、快速、高灵敏度以及宽的适应范围和大的工作容量等一系列特点,为分析化学中广泛应用柱液相色谱法开拓了广阔的前

景。高效液相色谱法与分光光度、库仑、荧光和电导等测定方法联用,可以使分离和检测实现自动化,现在 14 个镧系元素可以在 17min 内达到定量分离。由于各种新的色谱填充剂的研制成功以及新的色谱技术的发展,高效液相色谱法已发展成为一种强有力的分离和分析手段,其发展速度已超过气相色谱,并实现了高效液相色谱—质谱联用。由于开发了高效液相色谱法并用于医学化学、药学、环境化学等领域,近年来色谱法已成为极其有效的分析方法,对科学的发展做出了重大的贡献。

色谱法与其他分析方法的联用,促使分析灵敏度提高、鉴别能力增强、分析速度加快,而得到的大量数据需要电子计算机进行计算和存储,这样使联用技术与电子计算机紧密结合起来,进一步促进了色谱与其他分析仪器联用技术的发展。

应用色谱法的目的是进行定量分析和单个分离纯物质。实际研究工作者根据分析目的,可采用气相色谱法、液相色谱法和薄层色谱法中的一种或相互联用之。由于色谱法分析技术的不断发展,这些方法所得信息的差别逐渐消失。例如,气相色谱法中填充柱的理论塔板数为 1000 ~ 2000 塔板/m,柱长一般 2 ~ 3m。高效液相色谱法的理论塔板数为 20000 ~ 60000 塔板/m,柱长一般 15 ~ 30cm。所以,实际上两者大体上均用理论塔板数为 4000 塔板/m 左右的色谱柱分离组分,仅从色谱峰的形状看,所得到的色谱图也没有太大差别。但是,在适于分析的物质、检测方法及其他分析仪器联用等方面,每种方法各有特点。

20 世纪 50 年代初我国的科技工作者就开展了气相色谱的研究与应用工作,50 多年来在薄层色谱、气相色谱、毛细管色谱、高效液相色谱、联用技术、毛细管电泳色谱以及智能色谱等方面都取得了很大的成就,在科学研究和国民经济建设中发挥了重要作用。

第二节 色谱法的分类和特点

色谱法是利用在固定相和流动相之间相互作用的平衡场内物质行为的差异,从多组分混合物中使单一组分互相分离,继而进行定性检出和鉴定、定量测定和记录的分析方法。

一、色谱法的分类

色谱法的类型较多,关于色谱法的分类有好几种,而各种分类方法的依据或出发点是不一样的。根据流动相和固定相组合方式的不同,可分为液相色谱和气相色

谱等;按照操作技术的不同,色谱法又可分为洗脱法、顶替法和迎头法等;按照色谱法的分离机理,则可分为吸附色谱法、离子交换色谱法、分配色谱法、沉淀色谱法和排阻色谱法等。

在实际工作中,色谱方法的分类,一部分是根据两相状态的不同,而另一部分是根据色谱的分离机理的不同。

1. 按两相的状态分类

在色谱分析中有流动相和固定相两相。所谓流动相就是色谱分析过程中携带组分向前移动的物质。固定相就是色谱分析过程中不移动的具有吸附活性的固体或是涂渍在载体表面上的液体。用液体作为流动相的称为液相色谱法,用气体作为流动相的称为气相色谱法。又因固定相也有两种状态,按照使用流动相和固定相的不同,可将色谱法分为液—固色谱法,即流动相为液体,固定相为具有吸附活性的固体;液—液色谱法,即流动相为液体,固定相为液体;气—固色谱法,即流动相为气体,固定相为具有吸附活性的固体;气—液色谱法,即流动相为气体,固定相为液体。

2. 按色谱分离机理分类

(1) 吸附色谱法。固定相为吸附剂,利用吸附剂对不同组分吸附性能的差别进行色谱分离和分析的方法。这种色谱法根据使用的流动相不同,又可分为气—固吸附色谱法和液—固吸附色谱法。

(2) 分配色谱法。利用不同组分在流动相和固定相之间分配系数(或溶解度)的不同而进行分离和分析的方法。根据使用的流动相不同,又可分为液—液分配色谱法和气—液分配色谱法。

(3) 离子交换色谱法。用一种能交换离子的材料为固定相来分离离子型化合物的色谱方法。这种色谱法广泛应用于无机离子、生物化学中各种核酸衍生物、氨基酸等的分离。

(4) 凝胶色谱法。利用某些凝胶对不同组分分子的大小不同而产生不同的滞留作用,达到分离的色谱方法。这种色谱法主要用于较大分子的分离,也称为筛析色谱法和尺寸(空间)排阻色谱法。

3. 按固定相的性质分类

(1) 柱色谱法。这种色谱法可分为两大类。一类是将固定相装入色谱柱内,称为填充柱色谱法。另一类是将固定相涂在一根毛细管内壁而毛细管中心是空的,称为开管型毛细管柱色谱法。如果先将固定相填满一根管子,再将管子拉成毛细管或再将固定液涂于管内载体上,这称为填充型毛细管柱色谱法。

(2) 纸色谱法。以纸为载体,以纸纤维吸附的水分(或吸附的其他物质)为固定相,样品点在纸条的一端,用流动相展开以进行分离和分析的色谱法。

(3)薄层色谱法。将吸附剂(或载体)均匀地铺在一块玻璃板或塑料板上形成薄层,在此薄层上进行色谱分离的方法。按分离机理可分为吸附法、分配法、离子交换法等。

4. 按色谱操作技术分类

(1)冲洗法。将试样加在色谱柱的一端,选用在固定相上被吸附或溶解能力比试样组分弱的气体或液体冲洗柱子,由于混合物中各组分在固定相上被吸附或溶解能力的差异,而使各组分被冲洗出来的顺序不同,从而达到分离的目的。其色谱流出曲线如图 1-1 所示。

这种方法的分离效能较高,适合于多组分混合物的分离,是一种使用最广泛的色谱方法。

(2)迎头法。使多组分的混合物连续地进入色谱柱,混合物中吸附或溶解能力最弱的组分最先流出色谱柱,其次是最弱的与吸附、溶解能力稍强的组分的混合物流出色谱柱,然后是最弱的、稍强的、较强的三个组分的混合物流出色谱柱,依此类推。其色谱流出曲线如图 1-2 所示。利用这种色谱法分离多组分的混合物时,所得到的第一个组分为纯品,其余的均为非纯品。因此,它只适用于从复杂组分中分离某一纯组分的分离与分析,也用于测定某些物理常数。

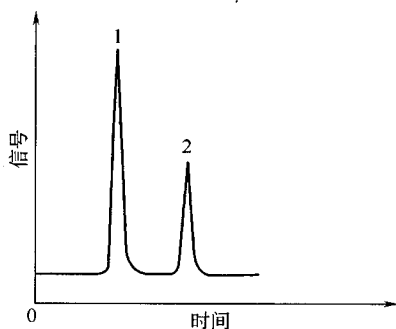


图 1-1 冲洗法色谱流出曲线

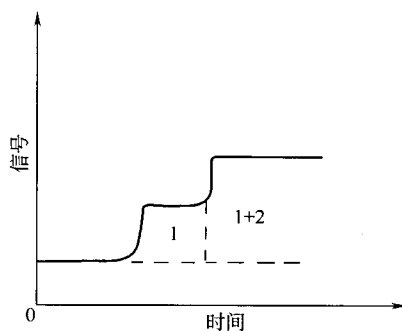


图 1-2 迎头法色谱流出曲线

(3)顶替法。将混合物试样加入色谱柱,将选择的顶替剂加入惰性流动相中,这种顶替剂对固定相的吸附或溶解能力比试样中所有组分都强,当含顶替剂的惰性流动相通过柱子后,试样中各组分依吸附或溶解能力的强弱顺序被顶替出色谱柱,最弱者最先流出,最强者最后流出,其色谱流出曲线如图 1-3 所示。利用这种方法可从混合物中分离出几种纯品,有利于族分析。该法的分离效果优于迎头法。

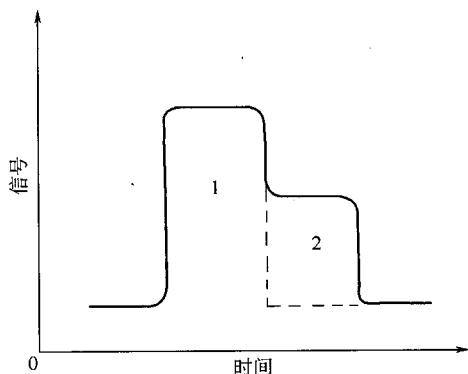


图 1-3 顶替法色谱流出曲线

二、色谱法的特点

色谱法与其他分析方法相比,其显著特点是能在分析过程中分离出纯物质,并测定该物质的含量。所以,对一种组分,用色谱法可以得到该组分的两种信息,即从注入到检出的保留值和质量。当然,色谱法也可用作定性分析。但一般而言,色谱法的定性能力较差,而作为定量方法却是非常重要的手段。色谱仪与质谱仪或傅里叶变换红外光

谱仪联用,可以提高其定性能力。气相和液相色谱法已有十分完善的联用仪器在市场上出售。

色谱法在使用上的特点是:仅用所购置的仪器还不能得到满意的数据。其他仪器如红外光谱仪和质谱仪等,若制备好样品并置于样品架,开动仪器就能得到有用的数据。对于这些仪器,即使完全不懂分析仪器的工作原理,只要操作方法没有错误,就能得到所需的信息。但是,色谱仪与上述仪器不同。分析工作者必须自己根据分析目的,选择固定相和流动相的种类和组成以及检测器,并组成分析系统。而且从理论上选择的分析系统也不能保证是最佳的,只能通过大量试验加以证实。有时即使重复试验文献记载的分析条件,也得不到完全相同的分离能力和灵敏度。这是因为,往往存在未记载的分析条件,或不可能记载的分析条件,以及分析工作者没有认识到的分析条件,例如流动相纯度、化学键合硅胶中残余的硅醇基含量、柱外死体积、标准样品的纯度、试液的稳定性、仪器的温度差异、仪器配件系统的污染程度等,均会影响分离。所以,在重复试验文献的方法而得不到满意结果时,分析工作者必须具备改善分析条件获得良好数据的能力。为此,要求分析工作者必须理解色谱法的理论,从逻辑上探讨错误的原因,并不断积累相关经验。

第三节 色谱法的比较

将色谱分析系统的必要条件分为实用性、分析速度、灵敏度和重现性等几方面,比较气相色谱法、高效液相色谱法和薄层色谱(TLC)法,结果见表 1-1。