

关于自动进样器的进样方式

LC 用自动进样器大致分为 2 种进样方式。一种是注入来自试样瓶的经计量的试样的「全量进样方式」，另一种是将来自试样瓶的经计量的试样的一部分注入试样环路进行进样的「部分进样方式」。本文分别说明这两种进样方式。

(1) 关于全量进样方式对 SIL-HT 时

全量进样方式是将来自试样瓶通过采样针经过计量的试样的全量由进样口注入。由流路图（图 1）的高压阀（右侧阀）的 1 号口经试样环路至 4 号口的流路上没有泄漏，计量后的试样可全量进入分析流路。因此，只要试样计量部的计量精度好，进样精度和进样线性也随之提高。另外，与试样环路、采样针等试样连接的流路部的里面，由于在分析时间内流动相经常处于高压下流动，也可减低进样的试样残留在流路上引起的交叉污染。表 1 表示全量进样方式的分析结果，由此表可知，即使在进样量少时，也可取得良好的重现性、取得各进样量的线性。

表 1 SIL-HT 的进样面积值的线性和重现性 (试样: 萘)

| 进样量 | 面积值 | 重现性 (%RSD) | 误差 (%) |
|------------------|---------|------------|--------|
| 1 μL | 308461 | 0.43% | -1.5% |
| 2 μL | 619707 | 0.24% | -1.06% |
| 5 μL | 1568067 | 0.12% | 0.15% |
| 10 μL | 3131589 | 0.05% | 0% |

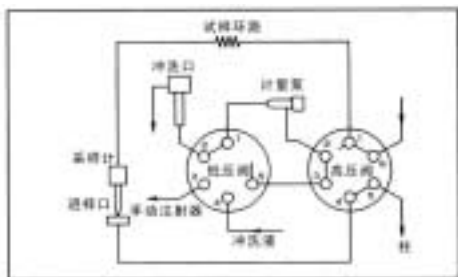


图 1 SIL-HT 的流路

(2) 关于部分进样方式对 SIL-10AF 时

部分进样方式是将来自试样瓶通过采样针经过计量的试样的一部分填入试样环路后注入到分析流路。部分进样方式流路如图 2 所示，由于由进样口至计量注射器的流路与流动相流路分开，无法形成大的流路压力。因此，具有更新部件等的维修简便，而且因计量部的构造简单，产品成本低的优点。

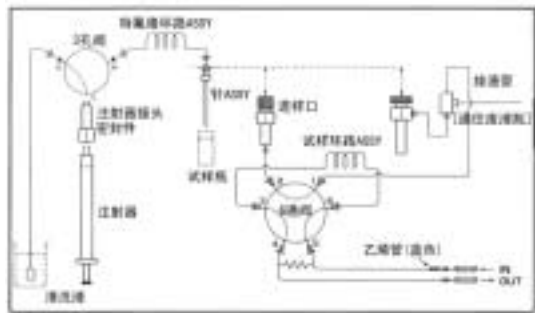


图 2 SIL-10AF 的流路

但是，部分进样方式中，试样来自试样瓶进行计量时，通过装满清洗液的特氟隆管，使用计量注射器进行计量。这时管子的状态如图 3 所示。计量时和注入试样环路时，由试样瓶吸出的试样溶剂在管中活动，这时在管内的清洗液和试样的界面上引起稀释。为减少影响，在试样和清洗液用空气隔开。

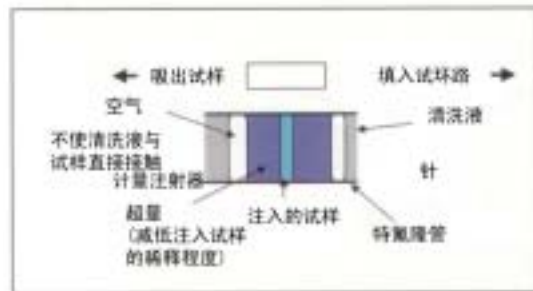


图 3 部分进样方式的液体状态



SIL-HT



SIL-10AF

再有，在部分进样方式中增加分析流路的进样量，从试样瓶吸出进样时+（超量）的量。超量越多，稀释程度就越低。表 2 是采用手动进样器进样时的以进样面积值为基准的稀释程度，表 3 是采用全量进样方式与部分进样方式的差异。

部分进样方式与全量进样方式或手动进样相比较时，可以看出，进样面积值偏低。

另外，超量（从试样瓶吸出多余量）加大时，进样面积值按比例下降，但可以看出，因稀释的面积值下降不能达到完全没有。

表 2 手动进样与部分进样方式的进样面积值的比较（试样：萘）

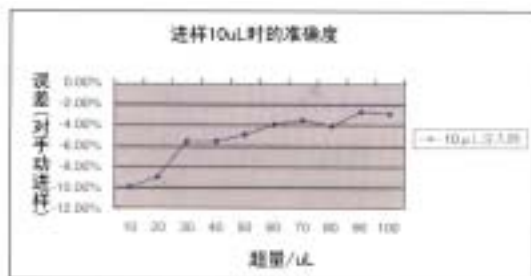


表 4 各进样方式间的比较

| 进样方式 | 优点 | 缺点 |
|--------|--|---|
| 全量进样方式 | <ul style="list-style-type: none"> · 进样时的准确度、进样线性优良(进样量的准确度误差，在计量 50 μL 时为 1%程度。) · 由于来自试样瓶的经计量的试样全量注入，因此没有试样损失。 | <ul style="list-style-type: none"> · 由于计量部的容量小，进样 mL 单位的大量进样时，进样时间延长 · 成本稍高 |
| 部分进样方式 | <ul style="list-style-type: none"> · 由于试样计量部上使用耐高压部件少，更换部件等维修方便 · 成本低 · 由于试样计量部主要使用注射器，更换部件可适合于由 μL 到 mL 单位的进样量 | <ul style="list-style-type: none"> · 进样准确度比全量进样方式差 · 进样时损失的试样量大 |

表 3 进样方式间的比较（试样（萘）

| | SIL-10AF 部分进样方式 | SIL-HT 全量进样方式 |
|------|-----------------|---------------|
| 1 | 3033842 | 3115424 |
| 2 | 3023367 | 3118628 |
| 3 | 3032162 | 3120098 |
| 4 | 3037083 | 3117847 |
| 5 | 3018029 | 3117300 |
| 6 | 3026067 | 3115781 |
| 7 | 3028584 | 3117899 |
| 8 | 3023704 | 3116096 |
| 9 | 3025484 | 3115593 |
| 10 | 3037102 | 3113487 |
| 平均值 | 3028539 | 3116815 |
| 误差 | 97% | 100% |
| %RSD | 0.21% | 0.06% |

(3) 结论

进样方式上，「全量进样方式」与「部分进样方式」相比较时，「全量进样方式」取得较好的进样精度，但是，流路的气密性和计量机构的准确度很重要。

「部分进样方式」虽然精度较差，但是，由于需要像流动相流动的流路那样的高压部分少，便于维护。因此，根据各进样方式的优缺点，按使用目的进行选择非常重要。

最后，表 4 列出各进样方式的优缺点，请参照。