

气相色谱技术在化学计量分析中的应用 与误差控制策略研究

艾贤嵩*

(甘肃省计量研究院, 兰州 730050)

摘要: 在气相色谱技术应用于化学计量分析的过程中, 误差是影响分析精度的重要因素。为解决这一问题, 本文构建了一套系统的误差控制体系, 通过引入先进的硬件设备, 如高精度气体流量控制器, 并与智能软件及数据库相结合, 实现了多维度、精细化的架构设计。为了有效监控和评估误差情况, 该体系运用传感器进行实时监测, 并采取了定期分析标准样品的方法。当误差监测结果显示超出预设范围时, 体系将自动触发纠正机制, 包括更换关键部件、优化分析方法等, 以确保分析过程的准确性和可靠性。同时, 纠正措施的实施效果将被详细记录并进行验证, 以确保问题得到根本解决。该误差控制体系的建立, 显著提升了气相色谱技术在化学计量分析领域的分析准确性, 为推动其精准应用奠定了坚实基础, 并对化学计量分析领域的持续发展具有重要意义。

关键词: 气相色谱; 化学计量分析; 误差控制

0 引言

在现代化学计量分析领域, 气相色谱技术凭借其高效分离与精准检测的优势, 成为众多行业不可或缺的分析手段, 误差如同隐匿在精密仪器中的“暗礁”, 时刻威胁着分析结果的准确性^[1]。新发展理念对分析精度提出更高要求, 构建科学有效的误差控制体系迫在眉睫, 本文将深入剖析气相色谱误差控制体系的架构设计、监控评估及纠正记录等关键环节, 为提升分析质量提供新思路。

1 气相色谱在化学计量分析中的应用概述

1.1 气相色谱技术原理简述

气相色谱技术原理不断优化升级, 载气选用高纯度惰性气体, 如氮气、氦气等, 凭借其稳定的化学性质, 能确保不与样品发生反应, 为分离提供稳定的环境^[2]。样品经进样口气化后, 被载气带入填充有固定相的色谱柱。固定相可根据分析需求选择不同物质, 如气-固色谱中的活性吸附剂, 或气-液色谱中的高沸点有机化合物^[3]。在色谱柱内, 各组分因与固定相相互作用强弱不同, 在载气推动下迁移速度产生差异, 从而实现分离。

1.2 化学计量分析中气相色谱的应用范畴

在绿色发展理念驱动下的环境监测方面, 可精准测定

大气、水体及土壤中的挥发性有机污染物, 如苯、甲苯等, 为环境质量评估提供关键数据, 助力环保决策^[4]。在可持续发展的食品行业, 用于检测食品中的农药残留、添加剂以及风味物质, 保障食品安全与品质。在新材料研发中, 能对聚合物单体、残留溶剂等进行分析, 推动材料性能优化。在能源领域, 可分析石油化工产品的组分, 助力能源高效利用与新能源开发。

2 气相色谱在化学计量分析中的流程及潜在误差剖析

2.1 样品采集环节的潜在误差分析

在环境监测中, 大气挥发性有机化合物的采样点的选择极为关键。若采样点靠近污染源, 所采集样品中的污染物浓度会显著高于区域平均水平, 导致分析结果偏离真实情况^[5]。相关研究表明, 在某化工园区周边不同采样点采集的大气样品中, 苯系有机物浓度的最高值与最低值相差可达数倍之多。这表明单一采样点的监测数据无法准确反映整个区域的污染状况。

采样时间同样不容忽视。对于具有昼夜变化规律的污染物, 如光化学反应产生的臭氧前体物, 仅在白天或夜间采样将无法准确反映其全天的平均浓度。因此, 新发展理念强调全面、准确的监测, 要求采用多点位、多时段的采

* 通信作者: 艾贤嵩, 硕士, 副高级工程师, 研究方向为环境化学计量、石油化工计量。E-mail: 670105598@qq.com

样策略。具体而言，运用网格化采样技术，将监测区域划分为多个网格，在每个网格内设置采样点，增加采样点数量至数十个甚至上百个^[6]。

2.2 样品前处理阶段的误差隐患探讨

在食品农药残留检测中，固相萃取技术是常用的方法之一，但萃取柱的选择对检测结果有着显著影响。对于极性较弱的有机氯农药，若选用极性较强的萃取柱，其回收率可能仅为30%~50%，远低于理想水平。这是因为萃取柱的极性与目标农药的极性不匹配，导致目标农药在萃取过程中无法有效吸附和解吸。此外，洗脱过程中的洗脱剂用量和洗脱速度也至关重要。洗脱剂用量不足时，目标物无法被完全洗脱，从而使检测结果偏低；而洗脱速度过快则可能导致目标物与杂质分离不彻底，进而影响检测的准确性^[7]。研究表明，当洗脱速度从1 mL/min提高到3 mL/min时，某些农药的检测误差可增加20%~30%。

在绿色发展理念的推动下，新型的样品前处理技术如分散液-液微萃取逐渐兴起。这种技术具有萃取效率高、溶剂用量少等优点，能够有效减少前处理阶段的误差。由于其高效的萃取能力以及对溶剂用量的优化，能够显著提高分析结果的可靠性，为食品农药残留检测提供了一种更为环保且精准的前处理方法。

2.3 仪器进样过程的误差因素研究

在石油化工产品的微量组分分析中，进样体积的准确性对检测结果有着重要影响。普通手动进样针的进样体积误差可达 $\pm 0.5 \mu\text{L}$ ，这种误差在分析微量组分时可能导致检测结果出现较大波动。相比之下，高精度的自动进样器能够将进样体积误差控制在 $\pm 0.1 \mu\text{L}$ 以内，从而显著提高分析结果的精确性和可重复性。这是因为自动进样器是一种通过机械装置而制成的精确的控制系统，能够以高度一致的方式将样品引入分析仪器，减少了人为操作带来的不确定性^[8]。

进样口温度的稳定性同样不容忽视。若进样口温度波动 $\pm 5^\circ\text{C}$ ，样品的气化效果将受到显著影响。部分样品可能无法完全气化，导致在色谱分析中出现峰形拖尾、峰面积不准确等问题。在某项研究中，当进样口温度不稳定时，同一批样品中目标物峰面积的相对标准偏差可达10%~15%。这表明温度波动直接影响了样品的气化效率和后续的分离分析过程。

2.4 色谱分离环节的误差产生原因解析

使用超过1000次的毛细管色谱柱，对某些复杂混合物的分离度可降低30%~40%，原本能清晰分离的峰可能出现重叠现象。载气流速的稳定性也至关重要，当载气流速波动 $\pm 0.5 \text{ mL/min}$ 时，不同组分的保留时间会发生

明显变化，导致定性分析结果出现偏差。在某复杂样品分析中，载气流速不稳定使得部分组分保留时间偏差达到 $\pm 0.2 \text{ min}$ ，影响了对这些组分的准确识别。在可持续发展理念下，开发新型高性能色谱柱以及精准控制载气流速的技术成为研究热点，如采用新型固定相材料制备的色谱柱，可在保证分离效果的同时延长使用寿命，减少因色谱柱问题导致的误差^[9]。

2.5 数据处理阶段的误差风险分析

在基线校正过程中，若采用的算法不合适，会导致基线漂移校正不准确，对于含有大量杂质峰的复杂样品，简单的线性基线校正方法可能使目标峰的积分面积偏差20%~30%。峰识别算法的准确性也至关重要，当样品中存在峰形相似的干扰峰时，错误的峰识别会导致定量结果出现严重偏差。在某药物分析中，因峰识别错误，目标药物的含量测定结果比实际值高出50%以上，在新发展理念下，利用人工智能和机器学习技术开发的智能数据处理软件逐渐应用于气相色谱分析^[10]。

3 基于误差分析确定关键控制点

3.1 关键控制点确定的原则与依据

关键控制点确定的核心原则是准确性，要求所选控制点能精准反映分析过程的关键环节，确保分析结果与真实值高度吻合。在环境污染物分析过程中，采样点位选择直接关乎数据准确性，需依据污染源分布、气象条件等多因素确定，比如在某城市的大气污染监测中，根据污染源扩散模型及长期气象数据，在不同功能区设置了数十个采样点，确保能全面准确捕捉污染物信息。可靠性原则也不可或缺，控制点应在不同时间、不同操作人员及仪器条件下，保持稳定可重复的结果^[11]。以药品残留溶剂分析为例，仪器进样系统的稳定性是关键，高精度自动进样器能将进样体积误差控制在极小范围，多次重复进样的峰面积相对标准偏差可低至0.5%以内。依据则来源于对分析流程各环节的深入研究，包括从样品采集到数据处理的全流程，结合行业标准与前沿研究成果，精准定位易引入误差且对结果影响显著的环节作为关键控制点，以满足新发展理念下对分析质量的高要求。

3.2 明确气相色谱化学计量分析的关键控制点

在样品采集环节，采样频率是关键。如在水质动态监测中，依据水体污染程度及水流变化特性，对于污染较重且水流变化大的区域，将采样频率从每天一次提升至每4小时一次，可更准确地捕捉污染物浓度变化，及时反映水质真实情况。在样品前处理阶段，萃取时间对目标物回收率影响明显，在某农产品农药残留检测中，研究发现特定

农药的最佳萃取时间为 30 min，在此时间下回收率可达 90% 以上，能有效避免因萃取不足或过度导致的误差^[12]。仪器进样环节，进样口压力稳定性至关重要，压力波动 ± 0.1 psi (1 psi = 6894.76 Pa) 就可能影响样品气化与传输，导致峰形畸变、保留时间漂移，进而影响定性定量分析^[13]。色谱分离时，柱温程序是关键控制点，对于复杂样品分析，优化柱温程序可显著提高分离度，例如在某多组分香料分析中，合理调整柱温升温速率与恒温时间，使原本难以分离的组分分离度从 1.2 提升至 1.8 以上，实现精准分析。数据处理阶段，校准曲线的线性范围与相关性是重点，良好的校准曲线相关系数应达到 0.995 以上，确保定量结果准确可靠，这些关键控制点的有效把控，符合新发展理念，能极大提升气相色谱化学计量分析质量。

4 针对关键控制点的误差控制策略

4.1 样品相关关键控制点的误差控制措施

在土壤污染检测中，根据土壤类型、地形地貌及污染源分布，利用全球定位系统精准定位，采用梅花形布点法，在每个采样区域设置 5~10 个采样点，混合采集土壤样品，以降低空间异质性带来的误差。在样品保存环节，温度和时间是关键因素。研究表明，某些易挥发有机污染物在常温下保存 24 h 后，浓度可降低 20%~30%。因此，需将样品置于低温环境，如在 4 °C 的冷藏条件下，减缓样品变化。对于样品前处理，以固相微萃取技术为例，纤维头的选择和萃取时间的优化至关重要^[14]。在分析水样中的痕量多环芳烃时，选用合适的聚二甲基硅氧烷纤维头，萃取时间控制在 40~60 min，可使目标物的萃取效率达到 80%~90%，有效减少因前处理不当导致的误差，符合新发展理念下对精准分析的要求。

4.2 仪器操作关键控制点的误差防控手段

在进样环节，进样针的选择和维护至关重要，高精度的微量进样针，如容积为 1~10 μ L 的进样针，可将进样体积误差控制在极小范围内。定期对进样针进行清洗和校准，能保证其进样的重复性，经过校准的进样针，连续进样 10 次，峰面积的相对标准偏差可控制在 0.3~0.5 之间。进样口温度的稳定控制也不容忽视，采用高精度的温控系统，可将温度波动控制在 ± 0.5 °C 以内^[15]。在某复杂有机化合物分析中，稳定的进样口温度使样品气化均匀，峰形对称，保留时间的偏差小于 ± 0.05 min。对于色谱柱，要根据分析对象选择合适的类型和规格。在分析高沸点化合物时，选用长柱和厚液膜的毛细管色谱柱，可提高分离效果，定期对色谱柱进行老化处理，能延长其使用寿命，保持良好的分离性能，一根经过定期老化的色谱柱，在连续

使用 500~800 次后，仍能保持较高的分离度，有效防控仪器操作环节的误差。

4.3 数据处理关键控制点的误差减少方法

在基线校正方面，采用先进的算法，如小波变换算法，能有效去除基线漂移和噪声干扰，以某复杂样品的气相色谱分析为例，使用小波变换算法进行基线校正后，目标峰的积分面积误差降低了 30%~40%。峰识别与积分过程中，利用人工智能 (artificial intelligence, AI) 技术辅助分析，可提高识别的准确性，通过训练的 AI 模型对含有多种重叠峰的样品进行分析，正确识别率可达 90%~95%，相比传统方法显著减少了误判。校准曲线的建立也十分关键，增加校准点数量可提高曲线的准确性^[16]。一般建议设置 5~7 个校准点，且浓度范围应覆盖样品中目标物的预期浓度。在校准曲线的线性拟合中，选用合适的拟合方法，如最小二乘法，使相关系数达到 0.998 以上，确保定量分析的准确性。

5 构建气相色谱化学计量分析误差控制体系

5.1 误差控制体系的架构设计

在硬件层面，引入先进的仪器设备与辅助装置，配备高精度的气体流量控制器，可将载气流量波动精确控制在 ± 0.05 mL/min 以内，为色谱分离提供稳定的流动相环境。选用具备智能温控功能的进样口与柱温箱，确保温度稳定性在 ± 0.3 °C 范围内，减少因温度变化导致的样品气化与分离异常。在软件方面，开发专业的分析控制软件，集成实时数据采集、处理与分析功能^[17]。该软件能够对仪器运行参数进行精准调控，并对采集到的数据进行初步筛选与预处理，降低数据噪声干扰，建立完善的数据库，用于存储仪器参数、样品信息、分析结果及历史数据等，通过数据挖掘技术，可从海量历史数据中提取规律，为优化分析方法与控制误差提供依据，通过分析过往 1000 余次实验数据，总结出特定样品在不同条件下的最佳分析参数组合，有效提升分析准确性，符合新发展理念下对高效、精准分析的追求^[18]。

5.2 监控与评估机制的建立

在实时监控方面，利用传感器技术对仪器关键部位进行监测，在进样口安装压力传感器，实时监测进样口压力变化，当压力波动超出 ± 0.1 psi 设定范围时，系统自动发出警报，提示操作人员检查仪器状态，通过在线监测色谱柱的分离效果，如每 10 次进样后对典型样品的分离度进行评估，若分离度低于设定阈值 (如 1.5)，则启动对色谱柱的维护流程^[19]。定期评估方面，每月选取标准样品进行分析，依据标准样品的已知浓度与测定结果，计算误差范

围,连续3个月对某标准物质进行分析,测定值与真值的偏差均控制在 $\pm 0.05 \mu\text{g/mL}$ 以内,表明仪器性能稳定,分析方法可靠,定期邀请外部专业机构对实验室的分析能力进行评估,根据评估结果针对性地改进误差控制措施,不断提升分析质量。

5.3 纠正措施与记录验证体系

针对仪器故障导致的误差,如进样针堵塞影响进样量准确性,立即更换进样针,并对新进样针进行校准,确保将进样体积误差控制在极小范围^[20]。对于分析方法问题,若发现某类样品在特定条件下分析结果偏差较大,重新优化分析方法,如调整柱温程序、改变载气流量等,通过多次实验验证,确定最佳分析条件。在纠正措施实施后,需对结果进行记录验证。详细记录每次误差发生的时间、原因、采取的纠正措施及最终验证结果,在某次分析中发现样品峰面积异常,经排查是进样口温度不稳定所致,调整温控系统后,连续进样5次,峰面积的相对标准偏差小于0.5,记录该过程并保存相关数据。

6 结束语

气相色谱技术在化学计量分析中具有重要应用,但误差问题不容忽视。本文通过构建误差控制体系,从硬件、软件、监控、评估及纠正措施等方面入手,显著提升了分析准确性。未来,应持续优化该体系,结合新兴技术,推动气相色谱技术在化学计量分析领域更精准的应用,助力行业高质量发展。

参考文献

- [1] 岳丽,张英仙,祖力皮牙·买买提,等.基于顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱和顶空-气相色谱-离子迁移谱技术结合化学计量法分析茺菁冻干片挥发性成分[J].食品与发酵工业,2025,51(2):300-310.
- [2] 吴史博,刘延奇,李超,等.气相色谱结合化学计量在核桃油、菜籽油掺伪混合物含量判别分析中的应用[J].食品与机械,2024,40(2):63-68+73.
- [3] 张文玉,李雅,马赫,等.气相色谱-质谱联用结合化学计量法分析不同干燥方式对茺菁风味物质的影响[J].食品与发酵工业,2024,50(4):294-301.
- [4] 陈丽兰,陈祖明,袁灿.气相色谱-离子迁移谱结合化学计量法分析不同炒制时间对郫县豆瓣酱挥发性化合物的影响[J].食品科学,2023,44(14):283-290.
- [5] 孙细珍,左可成,唐娟,等.基于气相色谱-嗅闻-质谱技术结合化学计量法分析小曲清香型白酒醛异味成分[J].食品与发酵工业,2021,47(16):263-270.
- [6] 李军,李琴,刘婷婷,等.GC-MS结合化学计量法分析全

- 缘金粟兰的挥发性成分[J].华西药学杂志,2024,39(4):437-441.
- [7] 童红,杨世帅.顶空固相微萃取气相色谱和化学计量法用于薰衣草花的辨别分析[J].国际药学研究杂志,2020,47(11):1015-1020.
- [8] 林君峰,熊贝贝,麦宝华,等.加速溶剂萃取-气相色谱-负化学电离源质谱法测定纸尿裤中短链氯化石蜡的含量[J].分析科学学报,2025,41(1):73-78.
- [9] 游金清,高云逸,许静,等.顶空固相微萃取-气相色谱-质谱结合化学计量学分析非烟草味电子烟挥发性成分[J].分析科学学报,2024,40(6):605-612.
- [10] 杨静,邬言,李月,等.基于全二维气相色谱-飞行时间质谱技术对上海农田土壤中有机污染物的高通量筛查[J].华东师范大学学报(自然科学版),2024,(6):52-61.
- [11] 郭滕,苏振.探究气相色谱-质谱-数据系统(GC/MS/DS)分析鉴定环境水样中有机污染物[J].中国战略新兴产业,2024,(33):103-105.
- [12] 王景华,李敏,于延新,等.基于应用型人才培养的教学设计在分析化学实验教学中的探索——以气相色谱分析实验教学为例[J].广州化工,2024,52(18):170-173+177.
- [13] 李原琨,黄超因,周乾,等.基于共价有机骨架材料的磁固相萃取-气相色谱-负化学电离源质谱法测定环境水体中3种得克隆类物质[J].色谱,2024,42(10):979-989.
- [14] 阳亚玲,曾平,魏盼中.气相色谱法测定3种化学驱蚊成分[J].农药,2024,63(11):820-821+848.
- [15] 吴晓云,高天阳,谢强胜,等.气相色谱-质谱法测定牙膏中7种薄荷类化学成分[J].化学分析计量,2024,33(9):74-79.
- [16] 蒋武,翁振杰,张达,等.气相色谱-负化学离子源质谱法测定中链氯化石蜡3种定量方法比较研究[J].浙江化工,2024,55(8):49-54.
- [17] 戚燕,张楠,赵旭东,等.液相色谱-气相色谱质谱联用法分析氯氰菊酯农药手性异构体[J].首都公共卫生,2024,18(4):217-221.
- [18] 郭锦材,谢辉,肖体敢,等.顶空-气相色谱法测定医用口罩中4种挥发性化学物质的残留量[J].理化检验-化学分册,2024,60(8):837-840.
- [19] 吴晓云,王迅,王丹丹,等.基于顶空-气相色谱-离子迁移谱法的地黄与酒炖熟地黄及蒸制熟地黄挥发性化学成分表征及差异性研究[J].中国现代应用药学,2024,41(16):2228-2236.
- [20] 杨嘉凌,覃永华,覃静婷,等.观光木不同部位挥发油化学成分气相色谱-质谱联用分析[J].热带农业科学,2024,44(5):84-93.