

## 高效液相色谱紫外和荧光检测器现状

共2页 P1

液相色谱仪是一种对有机化合物的样品进行定性定量分析和检测的仪器，被广泛应用于石化、医疗、环保、食品、中/西药、饮料、生化和保健产品等对样品组分进行检测和分析。目前，液相色谱仪主要有高效液相色谱仪、离子色谱仪、毛细管色谱仪、凝胶渗透色谱仪等，其中，高效液相色谱仪（HPLC）的应用最为广泛。

高效液相色谱仪主要包括高压输液泵、高压进样系统、色谱分离柱、各种检测器、与电脑相连的数据处理系统。在分析检测前，首先应该对多元组合的流动相进行混合、搅拌和脱气；将样品配制成样品溶液，样品溶液进入高压进样系统，并通过高压输液泵输送至色谱分离柱中。由于样品溶液中各组分在两相中具有不同的分配系数，经过反复多次的吸附—解析的分配过程，使样品经过色谱分离柱后按时间不同被分离成单个组分的谱峰，便于定性分析，然后依此从色谱分离柱流出直接进入检测器中进行检测。在检测器中，样品各组分不同浓度被转换成不同大小的电压信号，进行放大、调零等应有的技术处理后输出的电压信号由数据处理系统与电脑相连，将样品各组分分析检测结果以色谱的谱图和数据形式保存、显示和打印。由上述内容可知，检测器的稳定性和检测能力是整台色谱仪的关键，检测器的技术性能的好坏直接决定了整台色谱仪的技术性能优劣，是样品正确地进行定性定量分析的重要前提。

现有技术中，紫外可见光检测器是最早最广泛使用的检测器，但是，至今都存在较大的技术弊端：现有的紫外可见光检测器都无法克服和解决客观存在的世界性技术难点：1，因仪器的光学构件中三个主要的元器件——发光的灯、单色器分光的光栅和接收的光敏二极管产生的光电信号都是随不同的波长而变化并相差悬殊，仪器是遵照物理学的比耳吸收定律：吸收单位 AU 值 = LOG 入射光的光电信号 / 出射光的光电信号 = 吸收系数 × 样品浓度，其中三个参数中等号右边的分母是未知数，分子是变数，因此，现有该产品都无法求得全波长范围各波长的 AU 的值？因此只能检验和测算一个光学波长的吸收单位 AU 值，而其他几百个波长无法正确地计算、标定、检验和考核，而标志仪器稳定性的噪声和漂移主要技术指标都由吸收单位 AU 值来推算和标定，由于 99% 以上的波长客观存在无法正确标定和考核，又没有采用自动增益的技术措施，因此，只能以一个波长的技术指标容易错误地充当其他几百个波长的技术指标，检验机构人员也无法检验和考核如此多的波长；2，由于没有特别的技术，只是一般用的对微弱光电信号作放大处理，因信号和噪声、漂移同时一起放大是无法解决灵敏度和稳定性相排斥和对立长期客观存在的世界性技术难点（即无法提高信噪比），因此目前在使用和生产的该产品，灵敏度和稳定性都不高，应该检测的样品而得不到检测时有发生，难以避免产生普遍存在的宣传说/写得好，而实际做不到的以次充好、虚假不实现象，甚至有的波长区间（190~220NM）不符合标准都不能使用，成为不能用于全部波长的‘残疾仪器’。更值得注意的是科技人员近年来已发现大量进口到世界各国高等院校和科研检测机构的美国和日本产的用于高效液相色谱的‘DAD 二极管阵列紫外检测器’实质是违背和滥用中学物理学的‘比耳吸收定律’的理论：其一，在以往的展销会上也自以为是地介绍——去掉了样品检测池前（实际和经典非有不可）的单色器分光机构，实际产品也可找到证实；只好在样品检测池后（为了成千上百个二极管复盖所有波长）必须设有经典正规产

品没有的单色分光机构，将这分光后的波长‘移花接木’手段充当样品检测池前的波长，事实上，这种滥用和作假也可从理论和实践中得以证实这是无奈的唯一选择，因为如像经典正确的设置应该是样品检测池前的单色分光机构，一个光敏二极管紧靠样品检测池后即可，也没有必要加上成千上百个光敏二极管的阵列，这将说明阵列元器件没有实用的意义；其二，样品检测池前成为各种波长的混合光入射到样品检测池，实质是把光学仪器的技术指标：如波长准确度、精度和重复性成为虚设的假指标，实质已成为非真实的光学仪器；其三，大量非分析的其他波长因都对样品具有吸收而产生的虚假光电信号，也都充当分析波长的光电信号叠加值而造成假的高灵敏度的骗局（从说明书中图6—实施例1的两个不同波长对同一萘样品都有灵敏的吸收峰信号可证实）；其四，增加很多非分析波长的吸收系数，将产生AU值与浓度之间的校正曲线与经典正规产品会产生较大误差，引起定量分析的结果与经典产品不同的错误；其五，产生更多其他波长对样品中未知杂质的谱峰，误认为检测能力高的假象。

荧光分光检测器分为：低档的一个单色器和高档的两个单色器的分光机构，由于高档的双单色器的分光机构远难于紫外检测器一个单色器的分光机构，因二次发射的波长产生极微弱（低于紫外4-5个数量级）的光电流信号，因此，就产生更小的信噪比和极差的稳定性，研制的难度极大，技术性能更难以达到所需的标准，难怪，现有技术中，中国还没有用于液相色谱的高档荧光研制成功的产品，国外也罕见具有高性能液相色谱双单色器分光的荧光检测器，大多只是低档的只有一个单色器的荧光检测器，因没有特殊的消除噪声和漂移的技术，难以提高信噪比，无疑技术性能比紫外更差，即使需要大浓度样品才出现检测谱图也不能正确地判定激发波长或发射波长，两个应具有波长知其一不知其二，这对科研工作者进行较多的未知样品的定性分析带来很大困难。

为了克服和解决现有技术中紫外检测器普遍存在的技术指标残缺不全和性能不佳的弊病，必须分别采用自动增益技术和自动消除仪器的噪声和漂移的技术；后者又是提高荧光检测器的技术性能的最有效方法，我国上海悦特公司已有该两个液相色谱最广泛使用的检测器的专利技术，解决了紫外检测器产品全波长范围技术指标完整无缺、易测可验；并紫外和荧光两个检测器都具优异的技术性能，完满地解决了灵敏度和稳定性相排斥和对立的世界性的技术难题。至于大量进口到世界各高等院校和科研检测机构由美国和日本产的液相色谱‘DAD二极管阵列紫外检测器’为什么是伪科学产品，已多个方面进行揭示和分析，对科学技术上这个误区，如不被识破、清理，将严重影响科研和食品药品等各种样品的检测和分析结果的错误，带来人类健康和安全的严重危害，相信为维持科学技术的纯洁性和严肃性，广大的科技工作者和专家学者会引起重视，不远的将来能清除科技事业上的这类障碍。