

全自动溶液配制仪与常规方法比较

<http://www.instrument.com.cn/netshow/SH103741/>



作者：孔繁强
上海兰博贸易有限公司
2013年9月

目 录

一、前言-----	3
二、指标比较-----	4
三、实验-----	5
四、实验结果-----	7
五、移液误差因素总结-----	8
六、附件 1 Orem-2000 测量与校正-----	9
七、附件 2 不同溶剂混合体积变化-----	11

一、前言

本文介绍了一款 Orem-2000 全自动溶液配制仪与常规玻璃器皿、移液枪进行溶液配制的数据比较，通过实验以及参考相关的文献分析了移液过程中不同方法的各个环节误差来源，实验数据表明 Orem-2000 全自动溶液配制仪可以满足常规溶液配制的标准要求，不但数据准确可靠、重复性好，而且也可以大量节省实验室人员的工作时间、以及实验室标品、化学试剂的用量。值得推广。

二、指标比较

Orem-2000 全自动溶液配制仪采用高精密度注射泵来定量移取固定体积的溶液，注射器体积为 1ml，参照国标 JJG196-2006 玻璃仪器检定规程、JJG646-2006 移液器检定规程，整理表格比较各项指标如下，

容积 (ml)	Orem-2000		移液管 (A 级)		移液器	
	允许误差 ± (%)	重复性 ≤ (%)	允许误差 ± (%)	重复性 ≤ (%)	允许误差 ± (%)	重复性 ≤ (%)
0.05	1	0.5	-----	-----	3	1.5
0.1	0.8	0.4	2	-----	2	1
0.2	0.6	0.3	1.5	-----	1.5	1
0.25	0.5	0.3	1.6	-----	1.5	1
0.5	0.4	0.2	1	-----	1	0.5
1	0.4	0.2	0.8	-----	1	0.5
2	-----	-----	0.6	-----	-----	-----
2.5	-----	-----	-----	-----	0.5	0.2

备注：

- 1、Orem-2000 数据测量和计量校正信息见附件 1
- 2、移液管参照分度吸量管标准

实验需要的 A 级别容量瓶指标

容积 (ml)	允许误差/ml ±
25	0.03
100	0.1
200	0.15
500	0.25
1000	0.4

三、实验

参照国标 GB/T22388-2008 三聚氰胺液相色谱检测方法，配制标准溶液，以液相作为检测工具，建立标准曲线。

3.1 实验试剂

GB/T 6682 规定的一级水

甲醇：色谱纯

乙腈：色谱纯

离子对试剂缓冲液：准确称取 2.10 g 柠檬酸和 2.16 g 辛烷磺酸钠，加入约 980 mL 水溶解，调节 pH 至 3.0 后，定容至 1L 备用

三聚氰胺标准品：CAS 108-78-01，纯度大于 99.0%

三聚氰胺标准储备液：准确称取 100 mg（精确到 0.1 mg）三聚氰胺标准品于 100 mL 容量瓶中，用甲醇水溶液溶解并定容至刻度，配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备液。

3.2 实验设备

Orem-2000 全自动溶液配制仪、配 1ml 注射器，Labhands 计量校正（参照 ASTM E1154）

A 级别移液管 1ml、2ml、已检定

A 级别容量瓶 25ml、100ml、1000ml，已检定

Eppendorf 单通道可调移液器、量程 500-2500ul

梅特勒分析天平 XP205(0.01mg)

Agilent1200 液相色谱仪、配备四元梯度泵、二极管阵列检测器、柱温箱

3.3 样品准备

3.3.1 移液管，移液器配制溶液方法如下，稀释液为离子对试剂缓冲液-乙腈（90+10，体积比）

标准溶液浓度 (ug/ml)	移液管、移液器
1000	母液
80	取 2ml 母液定容到 25ml 容量瓶
40	取 1ml 母液定容到 25ml 容量瓶
20	取 2ml 母液定容到 100ml 容量瓶
2	取 2ml 母液定容到 1000ml 容量瓶
0.8	取 1ml 浓度 20ug/ml 溶液定容到 25ml 容量瓶

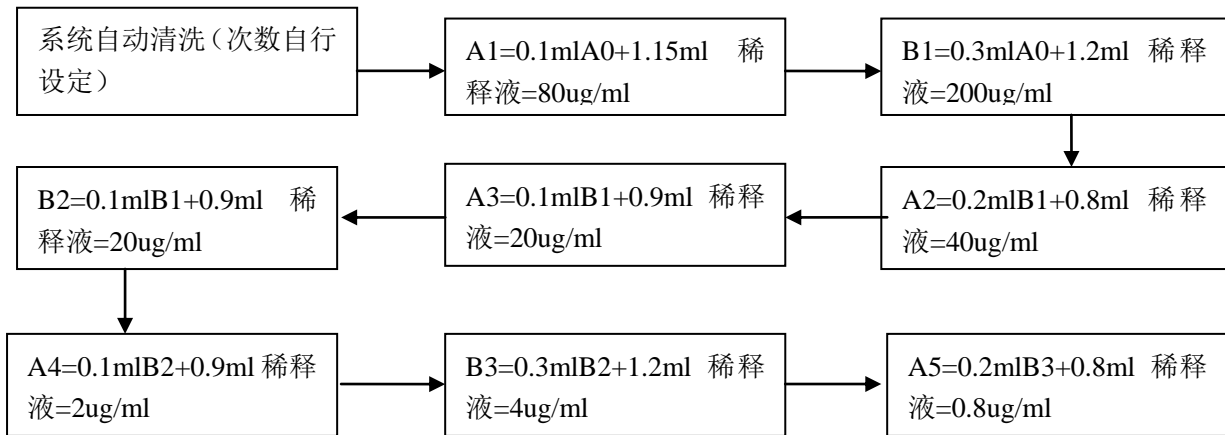
3.3.2 Orem-2000 操作流程如下

取 1ml 左右母液到 2ml 样品瓶内，盖紧，

输入母液浓度和目标溶液浓度

根据界面提示放置密封好的样品瓶，按开始即可。

仪器工作流程如下（A0 放置母液、A1、A2、A3、A4、A5 为目标溶液位置、B1、B2、B3 过渡浓度）



3.4 液相色谱条件

色谱柱：SB-C18 250mm×4.6mm，5um

流动相：离子对试剂缓冲液（3.2.10）-乙腈（90+10，体积比）

流速：1ml/min

波长：240nm

进样量：20ul

四、实验结果

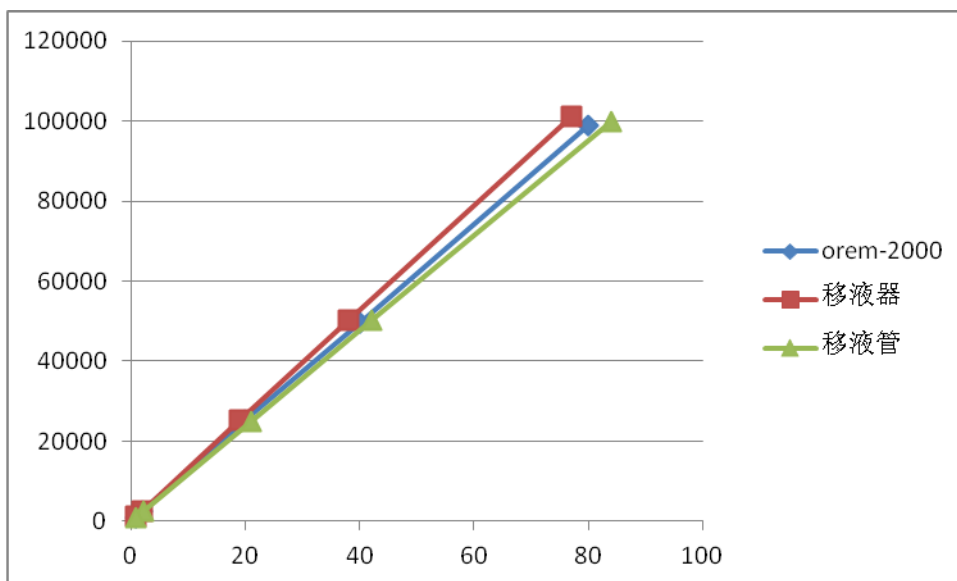
4.1 不同移液方法试剂用量和工作时间对比

	Orem-2000	移液管+容量瓶	移液器+容量瓶
标准品用量 (ml)	0.4	7	7
稀释液用量 (ml)	50	1175	1175
配液完成用时 (min)	12	15	13
配液人工时间 (min)	3	15	13
清洗人工时间 (min)	0	15	0
总人工时间(min)	3	30	13

Orem-2000 配制溶液比移液管方法节省人工时间 27 分钟、节省标准品 6.6ml、节省稀释液 1125ml

Orem-2000 配制溶液比移液器方法节省人工时间 10 分钟、节省标准品 6.6ml、节省稀释液 1125ml

4.2 各溶液标准曲线



Orem-2000 标准曲线 $R^2=0.999659$ ；移液器标准曲线 $R^2=0.993672$ ；移液管标准曲线 $R^2=0.999115$

五、移液过程误差因素总结

参照国标 JJG196-2006 玻璃仪器检定规程、JJG646-2006 移液器检定规程、ISO8655-6 移液器国际标准、ASTM E1154 活塞式容量测量仪标准等文献总结标准溶液配制过程中的影响因素如下：

影响因素	Orem-2000	移液器	移液管
气压变化	没有影响	有影响，误差可达 0.2%	没有影响
被移取液体与水密度不同	没有影响	有影响，误差可达 1%	没有影响
被移取液体与水的水汽压力不同	没有影响	有影响，误差可达 2%，参阅 ISO8655-6	有影响，需要充分预润湿管嘴
被取液体的粘性、表面流动性	有影响，需要调整吸吐液速度	有影响	有影响，增加吸液和放液等待时间
活塞系统漏液	有影响	有影响	无
取液过程不均匀（指同一次取液时快时慢）	没有影响，注射泵速度均匀	有影响，误差可达 1.5%	有影响
吸液管嘴在待取液体内的深度和角度	没有影响	影响误差可达 1%，操作规范参阅 ISO8655-6	有影响
移液嘴与容器内壁擦拭方法不正确	没有影响	有影响，误差可达 3%，操作规范参阅 ISO8655-6	有影响
管嘴没有预润湿或测试区周围空气湿度发生变化	没有影响	有影响，误差可达 2%操作规范参阅 ISO8655-6	有影响
溶液混合后体积定容	影响很小，不同溶剂混合后体积变化不同，详细信息参考附件 2	影响很小（来源于容量瓶刻度误差和读数误差）	影响很小（来源于容量瓶刻度误差和读数误差）
交叉污染	影响很小，溶剂自动清洗程序可将污染降到最低	更换吸嘴，没有影响	如果重复使用有影响

附件 1

Orem-2000 数据测量与校正

Labhands 工厂对 Orem-2000 全自动溶液配制仪产品的检测和计量标准参照国际 ASTM E1154 活塞式容量测量仪标准, 用户可以根据自己的需要自行设定吸吐液速度、体积等参数来获取最优的准确度和精密度, 每一台新仪器在产品手册中都有 Labhands 的质量部门针对此台仪器的测试数据报告。

1、实验环境、设备、试剂

1.1 天平 梅特勒 XP205 分析天平 测量范围 220g、可读性 0.01mg 已检定

1.2 放置天平的试验台为专用或等同, 附近避免强光

1.3 温度计, 已检定

1.4 玻璃瓶, 容积为测试液体体积的 10 到 50 倍, 最好带盖

1.5 钳子或镊子, 用来转移玻璃瓶

1.6 去离子水 (脱气更好), 密度值参考 JJG196-2006 标准

1.7 测试环境湿度 45-75%

1.8 测试环境温度 20°C 变化 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$

1.9 天平与移液设备尽可能近距离放置, 保证每个样品称量一致

2、Orem-2000 仪器参数设置

2.1 吸液速度: 14 (范围: 8-20)

2.2 吐液速度: 8 (范围: 2-20)

2.3 方法运行前洗针次数: 3 (范围: 1-10)

2.4 方法运行中洗针次数: 2 (范围: 1-10)

2.5 进样针在样品瓶内深度: 12 (范围: 2-14)

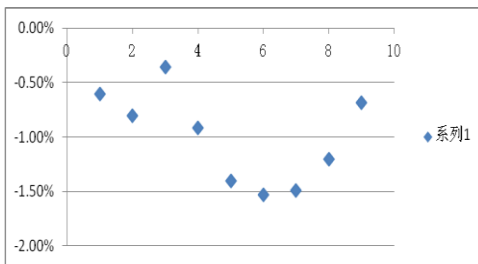
2.6 注射器 1ml

2.7 校正因子: 0.7% (范围-3%-3%)

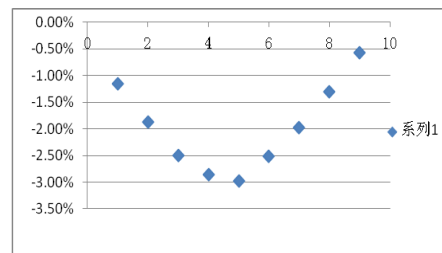
3、本实验所用 Orem-2000 仪器参数测量, 分别移取 0.05ml、0.1ml、0.2ml、0.25ml、0.5ml、1ml 体积水各称量 6 次, 参照标准方法计算数据准确度和重复性, 水的密度值参考 JJG196-2006 标准上面提供的数据。

体积 (ml)	重量 (g)	平均值 (g)	准确度 (%)	重复性 (%)
0.05	0.04942	0.0498	-0.68	0.47
	0.04971			
	0.04988			
	0.04979			
	0.05010			
	0.04966			
0.1	0.09933	0.0998	-0.48	0.26
	0.09971			
	0.10011			
	0.09988			
	0.09985			
	0.09976			
0.2	0.19980	0.1996	-0.48	0.19
	0.19981			
	0.19948			
	0.19886			
	0.19992			
	0.19970			
0.25	0.25012	0.2496	-0.44	0.22
	0.24965			
	0.24977			
	0.25008			
	0.24885			
	0.24893			
0.5	0.49904	0.4998	-0.32	0.10
	0.50002			
	0.50046			
	0.49936			
	0.49978			
	0.49987			
1	1.00204	1.001	-0.18	0.097
	1.00186			
	1.00174			
	1.00008			
	1.00025			
	1.00002			

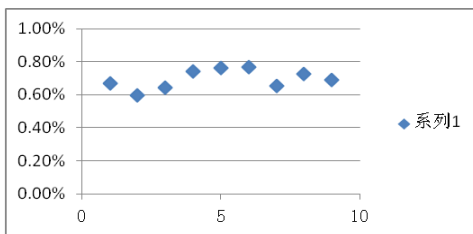
附件 2
不同溶剂混合后体积变化举例



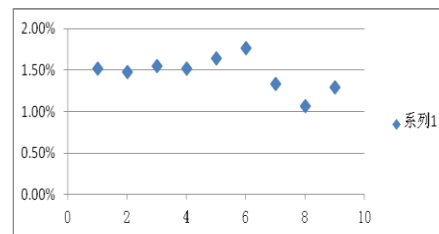
乙腈：水



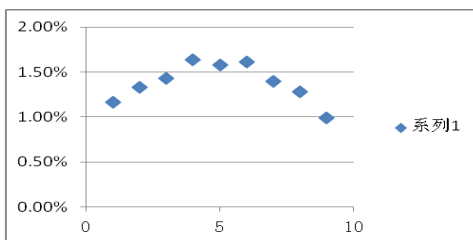
甲醇：水



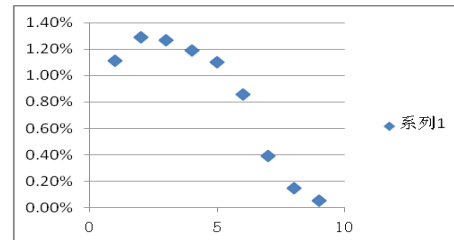
正己烷：环己烷



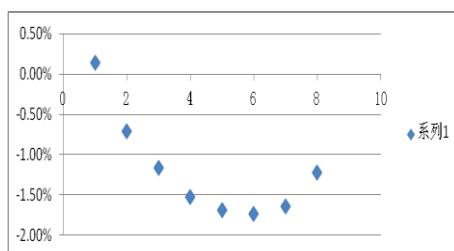
甲醇：乙醇



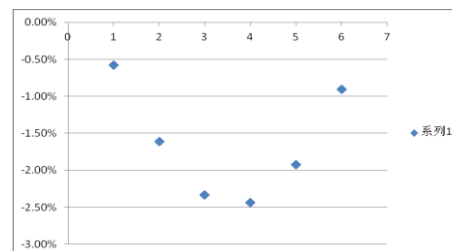
正己烷：二氯甲烷



正己烷：丙酮



甲醇 (2)：乙醇：水



甲醇 (6)：乙醇：水