

内标法是一种间接或相对的校准方法。在分析测定样品中某组分含量时，加入一种内标物质以校准和消除由于操作条件的波动而对分析结果产生的影响，以提高分析结果的准确度。

内标法在气相色谱定量分析中是一种重要的技术。使用内标法时，在样品中加入一定量的标准物质，它可被色谱柱所分离，又不受试样中其它组分峰的干扰，只要测定内标物和待测组分的峰面积与相对响应值，即可求出待测组分在样品中的百分含量。采用内标法定量时，内标物的选择是一项十分重要的工作。理想地说，内标物应当是一个能得到纯样的已知化合物，这样它能以准确、已知的量加到样品中去，它应当和被分析的样品组分有基本相同或尽可能一致的物理化学性质(如化学结构、极性、挥发度及在溶剂中的溶解度等)、色谱行为和响应特征，最好是被分析物质的一个同系物。当然，在色谱分析条件下，内标物必须能与样品中各组分充分分离。需要指出的是，在少数情况下，分析人员可能比较关心化合物在一个复杂过程中所得到的回收率，此时，他可以使用一种在这种过程中很容易被完全回收的化合物作内标，来测定感兴趣化合物的百分回收率，而不必遵循以上所说的选择原则。

在使用内标法定量时，有哪些因素会影响内标和被测组分的峰高或峰面积的比值？

影响内标和被测组分峰高或峰面积比值的主要因素有化学方面的、色谱方面的和仪器方面的三类。

由化学方面的原因产生的面积比的变化常常在分析重复样品时出现。

化学方面的因素包括：

- 1、内标物在样品里混合不好；
- 2、内标物和样品组分之间发生反应，
- 3、内标物纯度可变等。

对于一个比较成熟的方法来说，色谱方面的问题发生的可能性更大一些，色谱上常见的一些问题(如渗漏)对绝对面积的影响比较大，对面积比的影响则要小一些，但如果绝对面积的变化已大到足以使面积比发生显著变化的程度，那么一定有某个重要的色谱问题存在，比如进样量改变太大，样品组分浓度和内标浓度之间有很大的差别，检测器非线性等。进样量应足够小并保持不变，这样才不致于造成检测器和积分装置饱和。如果认为方法比较可靠，而色谱固看来也是正常的话，应着重检查积分装置和设置、斜率和峰宽定位。对积分装置发生怀疑的最有力的证据是：面积比可变，而峰高比保持相对恒定，

在制作内标标准曲线时应注意什么？

在用内标法做色谱定量分析时，先配制一定重量比的被测组分和内标样品的混合物做色谱分析，测量峰面积，做重量比和面积比的关系曲线，此曲线即为标准曲线。在实际样品分析时所采用的色谱条件应尽可能与制作标准曲线时所用的条件一致，因此，在制作标准曲线时，不仅要注明色谱条件(如固定相、柱温、载气流速等)，还应注明进样体积和内标物浓度。在制作内标标准曲线时，各点并不完全落在直线上，此时应求出面积比和重量比的比值与其平均位的标准偏差，在使用过程中应定期进行单点校正，若所得值与平均值的偏差小于2，曲线仍可使用，若大于2，则应重作曲线，如果曲线在较短时期内即产生变动，则不宜使用内标法定量。