

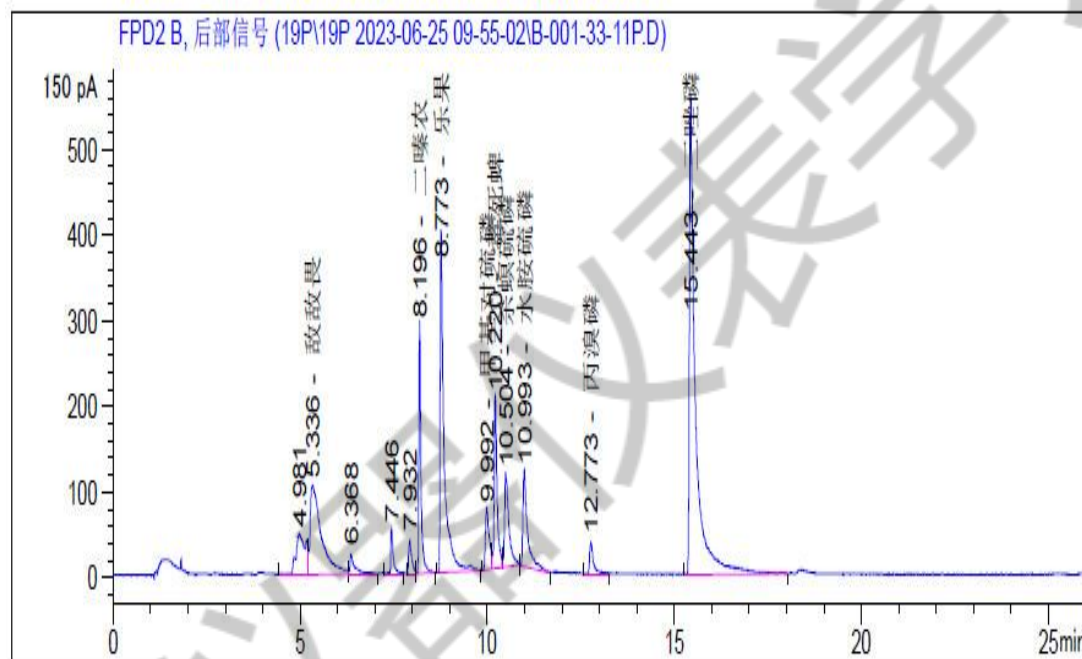
水胺硫磷不出峰的原因

张斌

(鹤壁市产品质量检验检测中心, 河南 鹤壁 458030)

我们单位日常工作就是农产品中农药残留的检测,通常我们用气相色谱仪、气质联用仪、液质联用仪来完成任务。气相色谱仪主要做的是十种有机磷混标,在进标液的时候我发现水胺硫磷消失不见了,经过以下几个操作步骤进行排查,终于找到了原因。今天我把这个经验分享给大家。

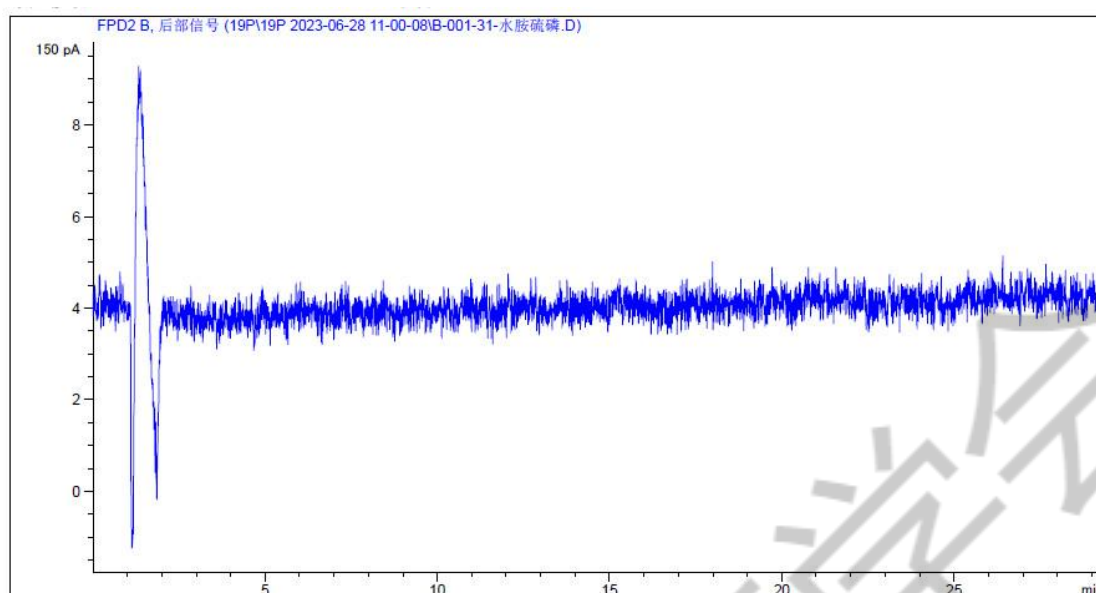
出现故障,我在配置十种有机磷混标以后,进到气相色谱仪里,第一天还是比较正常的,第二天我再重新进标液的时候发现所有的峰都减少了,水胺硫磷直接消失不见,这是什么原因造成的呢?



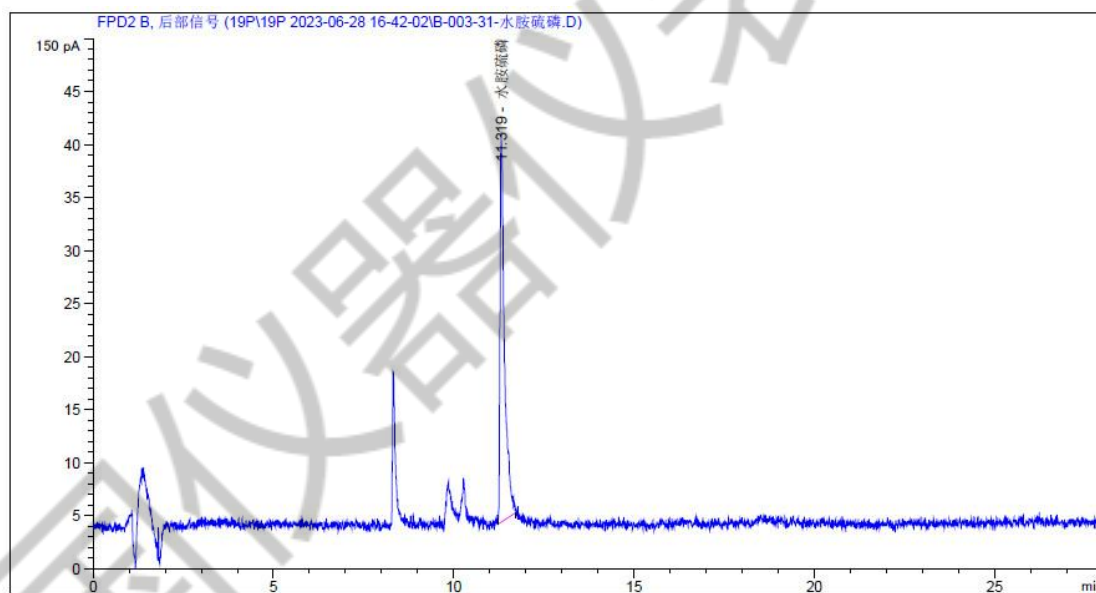
解决的办法:

1. 我检查清洗了进样针,发现进样针没有问题。
2. 我又检查了进样口,把进样塔搬下来,把进样垫和衬管卸下来检查,进样垫不漏气,衬管无污染,说明也不是这方面的问题。
3. 我又把气象色谱仪的温度降下来,打开柱箱门,把柱子接进样口的那一端卸下来检查,发现进样口的石墨垫坏掉了,换了一个新的石墨垫安上。
4. 进样以后发现 10P 里面其它的峰面积已经和以前相差不大,但是水胺硫磷仍然消失不见。

5. 我又配了水胺硫磷的单标，0.2 微克每毫升，是用丙酮配制的，进到仪器上后仍然没有出峰，但是前面走的 10P 其他都出峰了，这说明仪器状态已经是很好了，但是水胺硫磷没有出峰。



6. 我在水胺硫磷和丙酮里面又加了 40 微升分析保护剂，水胺硫磷出峰，至此故障排除。



总结：1. 这次水胺硫磷消失不见，我们首先从仪器方面找原因，石墨垫漏气造成了一些峰面积减少，排除了这个原因以后，水胺硫磷还是没有出峰。

2. 由于各种农药性质不同，水胺硫磷更容易受到衬管中污染物的吸附，造成其他农药出峰而它不出峰，所以这时候我们需要加入分析保护剂来减少衬管对它的吸附，使它能进入色谱柱出峰。

3. 有机磷农药在衬管上有一些农药吸附力比较大，衬管要时常保持清洁，但是成本会比较高。所以我们建议做有机磷的时候不管是样品还是标液，都要加分析保护剂，使它们能够顺利通过衬管的吸附出峰正常。

中国仪器仪表杂志