

记一次加标考核异常的排查

蒋力民

(浙江鑫晟环境检测有限公司, 浙江 温州 325000)

做环境检测的人对加标考核都不陌生, 加标考核是资质认定现场试验考核的常见方式, 也是日常质量控制的重要手段。

一次单位进行 CMA 评审, 现场考核的项目有一项是水和废水中二甲基甲酰胺 (DMF), 考核的形式是盲样 (加标) 考核/自备。水和废水中二甲基甲酰胺没有国标方法, 扩项依据的标准是工作场所空气有毒物质测定 酰胺类化合物 GBZ/T160.62-2004, 采样方法: 污水监测技术规范 HJ91.1-2019。限值范围: 仅限合成革与人造革行业废水。

1 仪器与试剂

气相色谱仪: GC-2010 Plus 带 FID 检测器, 2ml 安捷伦进样小瓶, 微量进样针 100 μ l、500 μ l(高鸽), 5ml 容量瓶, 娃哈哈纯净水, 水中二甲基甲酰胺 500 μ g/ml 标准溶液 (坛墨质检科技股份有限公司)

2 标准曲线的绘制

配制水中二甲基甲酰胺 0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 μ g/mL 浓度的标准系列溶液。直接进样 0.5 μ l。

3 气相色谱条件

毛细柱 DB-WAX UI(30m \times 0.53mm \times 1 μ m), 柱温: 50 $^{\circ}$ C 以 20 $^{\circ}$ C/min 升至 120 $^{\circ}$ C 保持 5min, 检测器: 230 $^{\circ}$ C 进样器: 200 $^{\circ}$ C, 恒线速度模式 N₂ 52cm/s。

4 加标

评审老师要求带有本底的加标, 于是在 5ml 容量瓶配制含二甲基甲酰胺 25 μ g 的底样两份 (未定容)。水中二甲基甲酰胺 500 μ g/ml 标液装入 2ml 安捷伦进样小瓶作为加标液。准备了 100 μ l 微量进样针, 给老师加标, 老师加标完成后我来定容摇匀, 上机测定空白、底样和底样加标样, 计算加标回收率。

上机结果标准曲线相关系数 0.9999, 空白未检出, 底样和底样加标浓度一致。这样计算的加标回收率为 0%这怎么可能! 于是进行排查。取下自动进样针没有堵塞, 抽吸正常, 检查隔垫, 衬管, O 型圈都是考核前新换的, 色谱柱也老化过基线正常。整个系统检查没有漏

气。一筹莫展之际想起用那根微量进样针加标试试。结果进样针插入溶液抽上去挺费劲的仔细一看竟然抽的是空气！原因找到啦：原来是加标用的微量进样针堵塞，导致加标考核吸取的是空气而不是标液。于是换一根微量进样针，吸液的时候确认吸的是标液而不是空气。做出的加标回收率 85.6%符合要求。

5 总结

加标方式用微量进样针直接穿刺进样小瓶隔垫吸取标液，优点是防止标液挥发，然而在这个过程中隔垫碎屑可能会堵住微量进样针导致抽吸的不是标液而是空气。用微量进样针加标的时候务必确认好吸的是标液而不是空气，如果抽的特别费劲就要引起注意了，还可以多吸一些倒置进样针退回些观察针尖是否有液体来确认。

中国仪器仪表学会