

检测多溴联苯及多溴联苯醚的
整体解决方案以及方法包介绍



赛默飞世尔科技

三重四极杆串接气质

禹重科技® ÜZONGLAB
成分分析仪器|表面测试仪器|样品前处理仪器

Thermo
SCIENTIFIC



目录

一 . 方法包简介	4
-----------	---

二 . 仪器简介	5
----------	---

三 . 化合物简介	6
-----------	---

四 . 相关政策及法规	7
-------------	---

五 . 样品前处理方法	8
-------------	---

六 . 仪器和设备	9
-----------	---

七 . 方法包使用简介	10
-------------	----

八 . 应用文章	16
----------	----

一. 方法包简介

方法包是赛默飞世尔科技色谱质谱部应用部门针对客户需求提出的简易仪器使用流程，方法包内所涉及的化合物均为常见的能在 GC/MS 上检测的化合物，如农药残留、多环芳烃、多氯联苯、多溴联苯和多溴联苯醚、邻苯二甲酸酯等。方法包的作用就是能使客户更快更简便地使用仪器，尽快上手。

方法包包括进样方法、数据处理方法（TraceFinder 方法文件夹）、相关应用文章、相关标准、色谱柱信息、前处理方法、数据文件等，客户可以直接调用进样方法和数据处理方法完成化合物的定性定量分析。

由于 Thermo Scientific™ TSQ 8000 Evo 采用 T-SRM 进样方法而不是分时间段的扫描方法，原来的进样的方法可以直接调用，即使保留时间会有微小的偏差，也不会影响最终的结果。另外，TraceFinder 软件自带的数据库可以直接编辑数据处理方法，数据库里包括化合物的名称、离子对、碰撞能量、定量离子、定性离子、CAS 号等信息。同时，TraceFinder 软件可以根据数据处理方法自动关联生成 TSQ 8000 Evo 的方法文件。这样应用 TraceFinder 就可以直接生成数据处理方法和进样方法。整个过程都是自动化的，几乎不需要操作者手动输入任何操作信息。

方法包 (Method Kit)

对于常用分析化合物，我们可以提供方法包。

包括：邻苯二甲酸酯、PCB、PAH、PBDE、农残筛查、GB2763、烟草中农残、PM2.5、香港规管方案、药典中农残检测、亚硝胺、二恶英等。

目的：上手方便，直接使用。



二. 仪器简介

TSQ 8000 Evo 三重四极杆串接气质联用仪



秉承着在气相色谱三重四极杆质谱中技术的一贯领先优势，Thermo Fisher Scientific 在推出 TSQ 8000 之后再次创新，推出了更新的一款气相串接质谱仪 TSQ 8000 Evo，该款高效的 GC/MS/MS 提供了永不停机的生产率，其出色的灵敏度，超快的扫描速度，简便的 MSMS 功能，满足最苛刻的定量定性分析要求，为食品安全、环境分析、法医和制药应用分析提供基础。

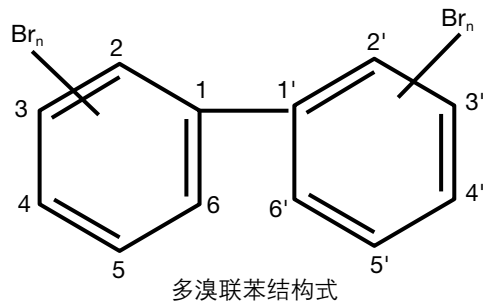
TSQ 8000 Evo 主要特点：

- AutoSRM 功能自动优化二级离子对信息；
- 定时保留时间 SRM 功能（T-SRM）和定时保留时间 SIM 功能（T-SIM）使高通量检测成为可能，并且优化方法设置参数，无需分配时间段；
- 最新的 TraceFinder 软件，提供最新的技术平台，界面友好的色谱分析软件，可以直接调用数据库信息自动建立数据处理方法及进样方法；
- 高达 800 MRM/s 的扫描速度，即使在极限高速扫描条件下仍不会过多损失灵敏度
- 在质谱不泄真空的情况下，更换整个离子源，节省常规系统维护时间，简化操作；
- 双灯丝设计，并且灯丝在同一侧；
- 离子源上具有双加热区，有效去除基质对离子源的污染，节省维护时间；
- 弯曲的预四极杆，有效去除中性噪音，减少背景并提高灵敏度。
- 方法桥，可以读取 Thermo Scientific™ ISQ 单四极杆气质联用仪的方法或者其他公司的 SRM 方法。

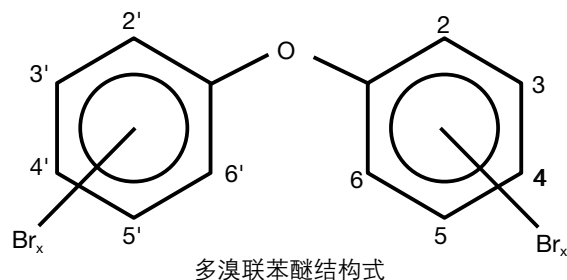
三. 化合物简介

多溴联苯，（polybrominated biphenyls，简称 PBBs），根据苯环上溴原子的个数和位置不同，总共有 209 种同系物，市场上一般以一组不同溴代原子数的联苯混合物作为商品出售，总称为多溴联苯。

多溴联苯醚（Poly Brominated Diphenyl Ethers，简称 PBDEs），根据苯环上溴原子的个数和位置不同，总共有 209 种同系物。其商品多溴联苯醚是一组溴原子数不同的联苯醚混合物，因此被总称为多溴联苯醚。



多溴联苯和多溴联苯醚都属于溴化阻燃剂，溴化阻燃剂是普遍使用的工业化学制剂，被广泛用于印刷电路板、塑料、涂层、电线电缆及树脂类电子元件中。多溴联苯及多溴联苯醚属于持久性有机污染物（POPs）的一种，它在环境中的残留周期长、难分解、不易挥发、易在生物以及人体脂肪中蓄积，对人体的主要危害为影响免疫系统、致癌、损害大脑及神经组织等。



四. 相关法规及政策

多溴联苯醚作为阻燃聚合物添加剂，广泛应用在原材料中，例如电子产品和电器、纺织品、涂料以及家具。因为这些物质没有经过化学合成，因而他们很容易从聚合产品中“泄漏”。因此，含有多溴联苯醚的这些产品会通过生产、使用以及产品的循环来侵害环境。公布的数据表明在环境中、动物体内以及人体内都普遍存在多溴联苯醚。由于污染环境以及关系到人体健康，欧盟在 2003 年 2 月发布了两条环境管理规定：

1. 废弃电器和电子产品的规定（WEEE Directive 2002/96/EC）；
2. 限制有害物质在电器和电子产品中的使用的规定（ROHS Directive 2002/95/EC）。多溴联苯醚是 RoHS 中六个高危害性物质之一。

2008 年 12 月 3 日，欧盟发布了 WEEE 指令（2002/96/EC）和 RoHS 指令（2002/95/EC）的修订提案。限制的六种有害物质没有变化，但四种物质——六溴环十二烷（HBCDD）、邻苯二甲酸（2-乙基己基酯）（DEHP）、邻苯二甲酸丁苄酯（BBP）和邻苯二甲酸二丁酯（DBP）——要求进行优先评估，以便考察将来是否纳入限制物质的范畴。

另一方面，由于多溴联苯以及多溴联苯醚迁移到环境或者人体中，会对人体健康造成影响，在 2004 年 8 月，欧盟在一份题为“化学污染：委员会想从世界上清除更多的肮脏物质”的新闻稿中提议扩大持久性有机污染物（POPs）的名单，拟在《斯德哥尔摩公约》中加入下列 9 种新 POPs：开蓬、六溴联苯、六六六（包括林丹）、多环芳烃、六氯丁二烯、八溴联苯醚、十溴联苯醚、五氯苯、多氯化萘（PCN）和短链氯化石蜡。所以，常规的 PBDE 检测不仅仅针对电子产品或者工业用品，也开始在环境、水、土壤等领域开展起来。

五. 样品前处理

电子产品或者工业产品的前处理有下面几种方法，以电子产品为例：

1. 将电子产品中拆分的样品破碎成小于 1 cm * 1 cm 的小块，经液氮冷冻后用粉碎机破碎成粒径小于 1 mm 的颗粒。

2. 提取净化

索氏提取法 (SNT 2005.2-2005, EPA3540C)：称取第一步中的样品 (0.5–5.0 g) 精确到 0.0001 g，放入纤维素套管中，放置于安装好的索氏提取装置中，加入 1.5 倍虹吸管体积和甲苯到接受瓶中，抽提 3 h 以上，将提取液浓缩至 5 mL，加入浓硫酸 5 mL 振荡，用 3000 r/min 离心 15 min，取出甲苯提取液，再用 5 mL 甲苯分别洗涤浓硫酸层，合并甲苯提取液。

用硅胶层析柱将提取液进行净化，层析柱上下两层装 1 cm 高无水硫酸钠，用 30 mL 甲苯淋洗，收集淋洗液，用氮气吹至近干，用甲苯定容上机。

超声萃取方法 (EPA3550B)：称取 0.5–5.0 g 样品，加入 20 mL 甲苯，超声提取，重复 3 次，合并提取液，将提取液浓缩至 10 mL 后 (旋蒸)，用索氏提取中的净化方法净化。

微波萃取法 (EPA3546)：称取 0.5–5.0 g 样品，加入到微波萃取仪的萃取管中，加入一定量的甲苯后进行萃取，萃取后将萃取液过滤或离心并收集。将提取液浓缩至 10 ml 后 (旋蒸)，用索氏提取中的净化方法净化。



六. 仪器和设备

仪器：Thermo Scientific™ TSQ 8000 Evo 气相色谱三重四极杆串接质谱仪。

设备：涡旋混合器、离心机、旋转蒸发仪、氮吹仪等。

色谱柱：TG-5HT (15 m*0.25 mm*0.1 μm) 毛细管色谱柱 (Thermo Fisher Scientific) ; 或者 TR-5MS (15 m*0.25 mm*0.1 μm) 毛细管色谱柱 (Thermo Fisher Scientific)

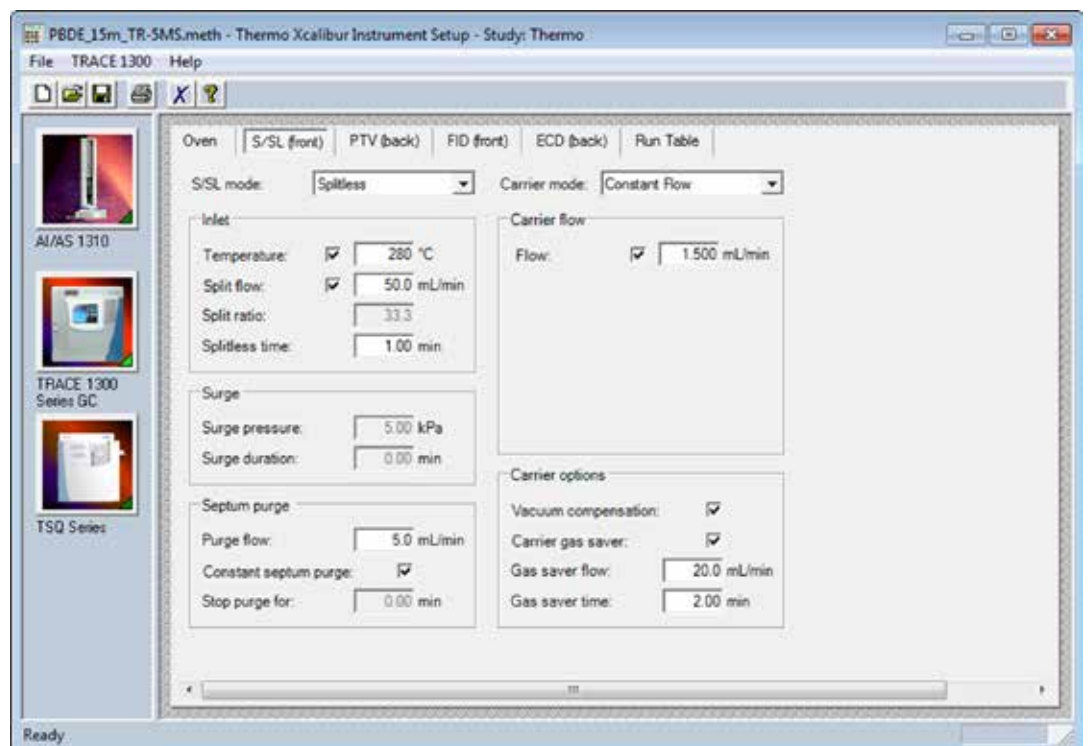
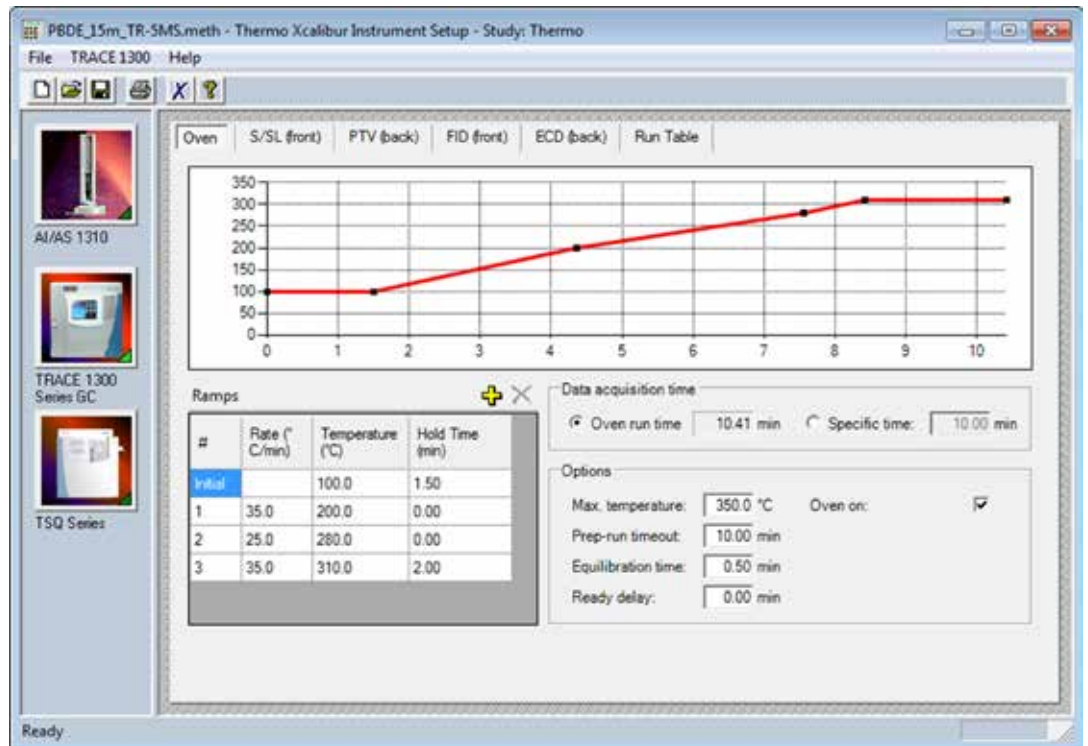


七. 方法包的使用

1. 进样方法使用:

1.1 直接使用方法包中 meth 结尾的文件 **PBDE_15m_TR-5MS** , 进行进样分析。


不同仪器配置可能稍有不同, 可以参考以下方法截图。



PBDE_15m_TR-SMS.meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup - Study: Thermo

File AI-AS 1300 Help

Autosampler Method



Status: The autosampler is not responding.

Sampling

Sample volume (uL): 2.00

Plunger strokes: 8

Viscous sample: Yes

Sampling depth in vial: Bottom

Injection

Pre-injection

Solvent: A

Cycles: 5

Sample

Rinses: 1

Post-injection

Injection depth: Standard

Pre-inj dwell time (sec): 0.10

Post-inj dwell time (sec): 0.10

Ready

PBDE_15m_TR-SMS.meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup - Study: Thermo

File TSQ Series Help

Method Setup

Method type: Acquisition - Timed Use timed acquisition methods to acquire timed SRM or SIM data.

MS transfer line temp.: 280 °C Ionization mode: EI

Ion source temp.: 300 °C CI gas type: Methane

Acquisition threshold: 1000 CI gas flow: 1.00 mL/min

Scans

Scan type: SRM Link to external file

Name	RT	Ion Polarity	Window (min)	Mass	Product Mass	Collision Energy
BDE28	5.29	Positive	1.00	405.8	246	10
BDE28	5.29	Positive	1.00	407.8	248	15
BDE47	6.04	Positive	1.00	326.8	247.9	10
BDE47	6.04	Positive	1.00	485.7	325.7	15
BDE47	6.04	Positive	1.00	487.7	325.9	15
BDE77std	6.35	Positive	1.00	486	326	15
BDE100	6.60	Positive	1.00	403.8	296.9	30
BDE100	6.60	Positive	1.00	563.6	403.8	20
BDE99	6.79	Positive	1.00	405.8	296.9	25
BDE99	6.79	Positive	1.00	565.6	405.8	20
BDE154	7.24	Positive	1.00	485.7	376.8	30
BDE154	7.24	Positive	1.00	643.8	485.7	10

Total compounds: 17

View Tune Report

Scan settings

Time summary

Resulting total scan time: 0.250 sec

SRM/SIM Time: 0.250 sec

Lowest dwell time: 0.02718 sec

Window optimization

Optimize

Desired min dwell time: 10.0 ms

Desired window: 0.5 min

Minimum window: 0.3 min

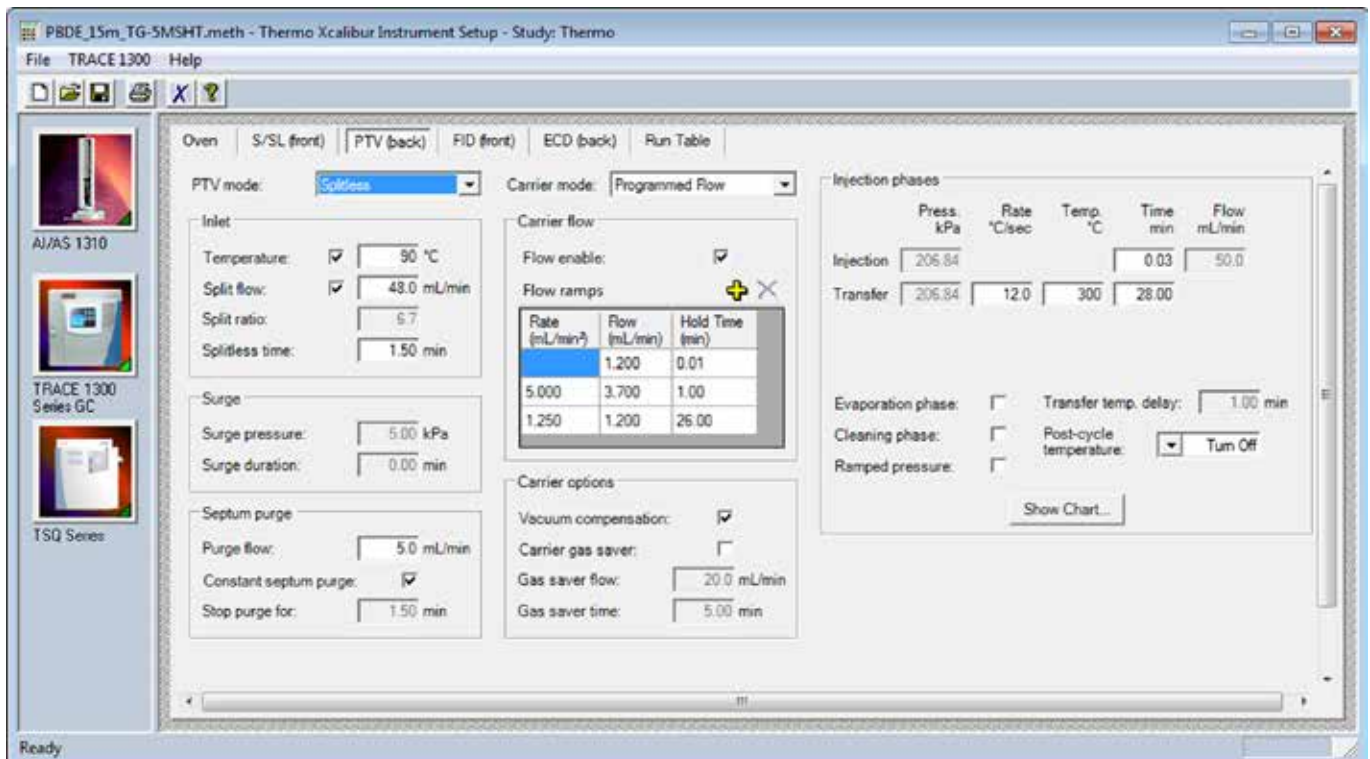
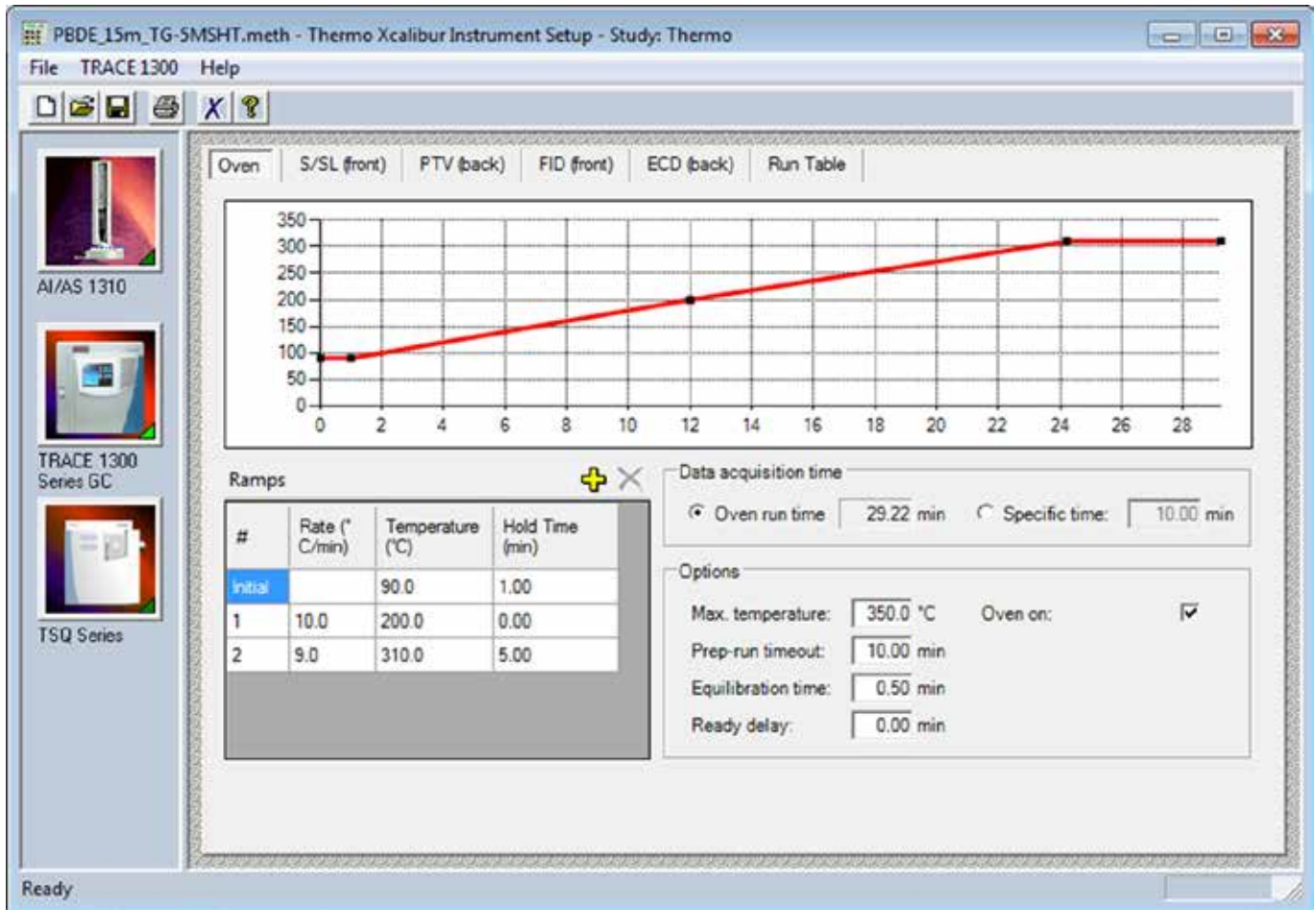
Peak width

Min. baseline peak width: 3.0 sec

Ready

1.2 如果采用 15m TG-5MSHT (15 m*0.25 mm*0.1 μm) 进行进样分析, 则直接使用方法包中 meth 结尾的文件


PBDE_15m_TG-5MSHT, 或者参考下面方法截图设定参数。



PBDE_15m_TG-SMSHT.meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup - Study: Thermo

File AI-AS 1300 Help

Autosampler Method



Status: The autosampler is not responding.

Sampling

Sample volume (uL): 2.00
 Plunger strokes: 8
 Viscous sample: Yes
 Sampling depth in vial: Bottom

Injection

Pre-injection
 Solvent: A
 Cycles: 5

Sample
 Rinses: 1

Post-injection
 Solvent: B
 Cycles: 5

Ready

PBDE_15m_TG-SMSHT.meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup - Study: Thermo

File TSQ Series Help

Method Setup

Method type: Acquisition - Timed Use timed acquisition methods to acquire timed SRM or SIM data.

MS transfer line temp.: 320 °C Ionization mode: EI
 Ion source temp.: 300 °C CI gas type: Methane
 Acquisition threshold: 1000 CI gas flow: 1.00 mL/min

Scans

Scan type: SRM Link to external file

Name	RT	Ion Polarity	Window (min)	Mass	Product Mass	Collision Energy
BDE17	11.88	Positive	3.00	405.8	246	15
BDE17	11.88	Positive	3.00	407.8	248	15
BDE28	12.24	Positive	3.00	405.8	246	15
BDE28	12.24	Positive	3.00	407.8	248	15
BDE47	14.34	Positive	3.00	326.8	247.9	15
BDE47	14.34	Positive	3.00	485.7	325.7	15
BDE47	14.34	Positive	3.00	487.7	325.9	15
CB200	14.41	Positive	3.00	357.8	287.9	35
CB200	14.41	Positive	3.00	427.8	357.8	35
BDE66	14.68	Positive	3.00	326.8	247.9	20
BDE66	14.68	Positive	3.00	485.7	325.7	20
BDE66	14.68	Positive	3.00	487.7	325.9	20

Total compounds: 45
 View Tune Report

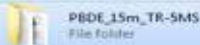

Peak width
 Min. baseline peak width: 3.0 sec
 Desired scans per peak: 12

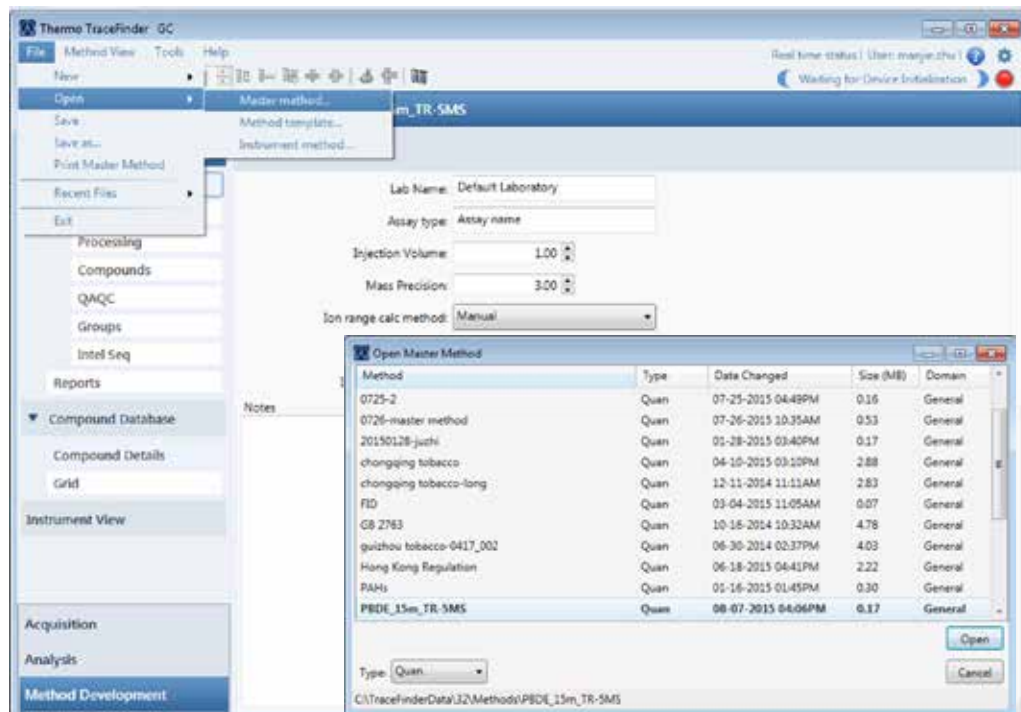
SRM Resolution
 Set resolution for each unique transition scan
 Precursor (Q1): Widest (2.5)
 Product (Q3): Normal

Acquisition options
 Allow for asymmetric acquisition windows
 Allow dwell time prioritization High priority

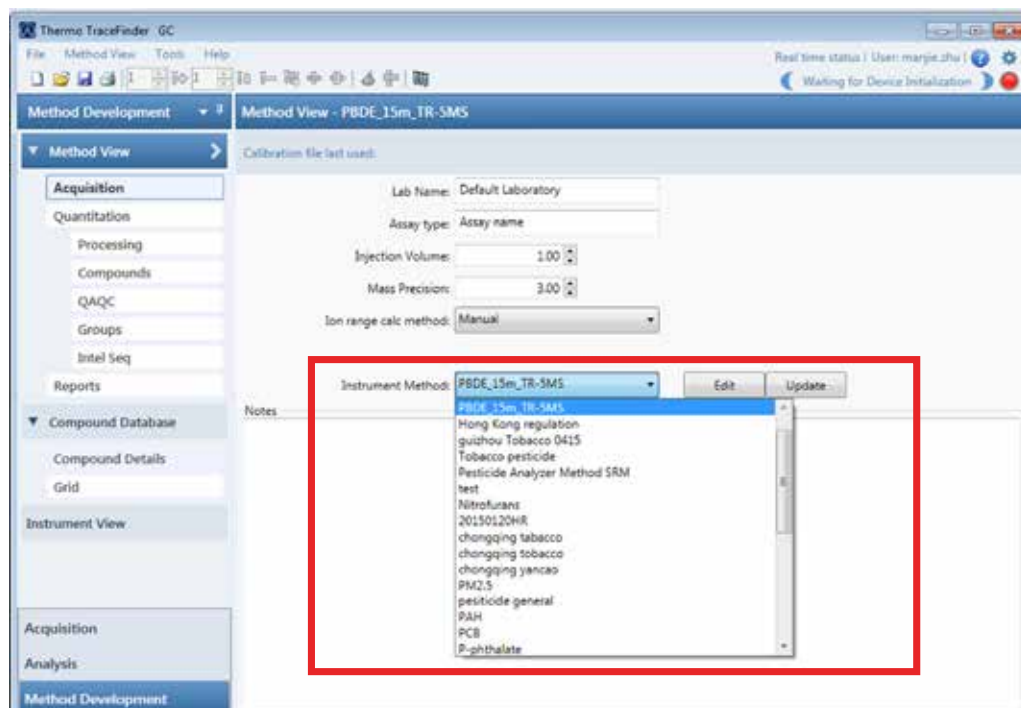
Full scan
 Use full scan with mass range: 50

Ready NOT SAVED

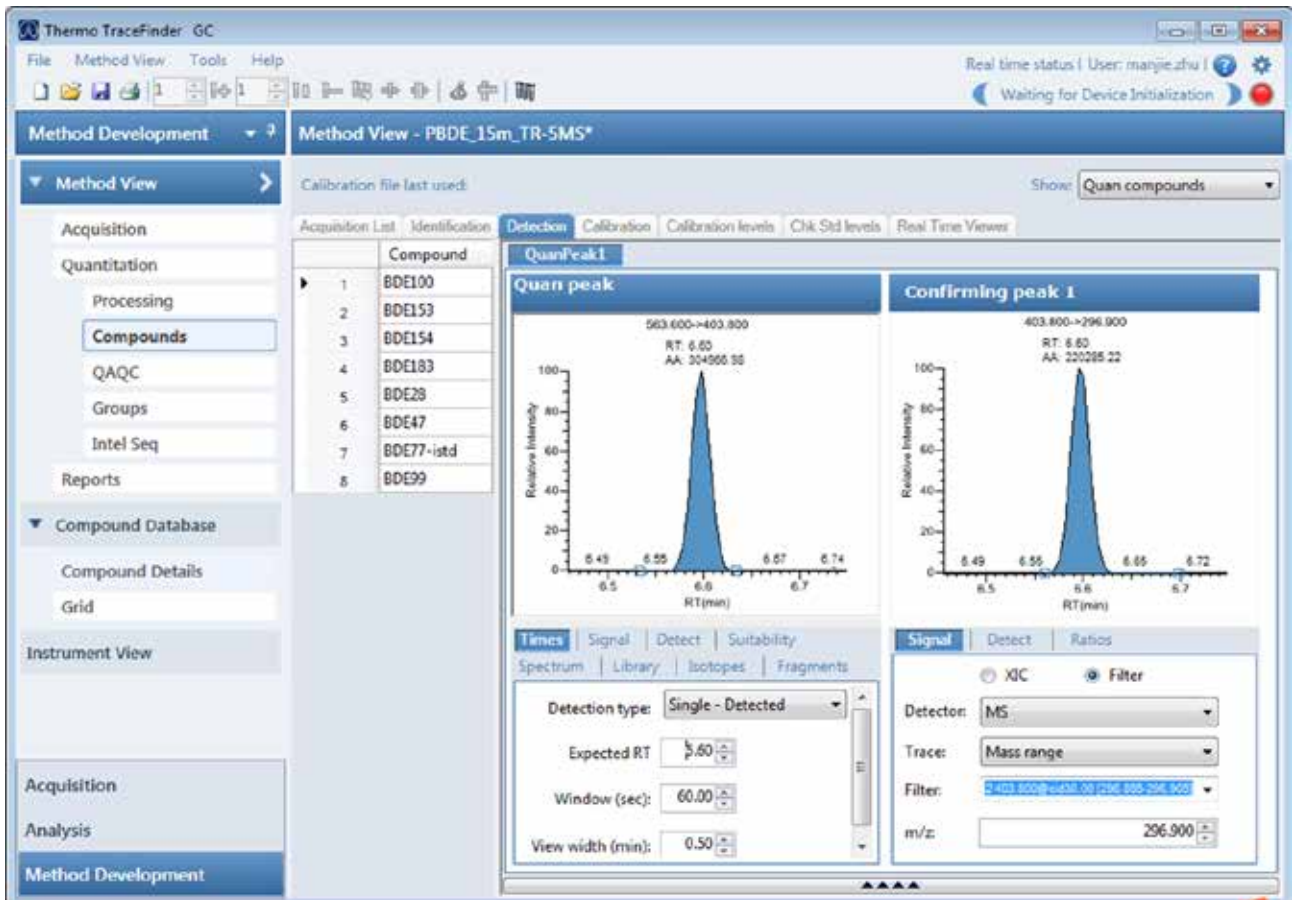
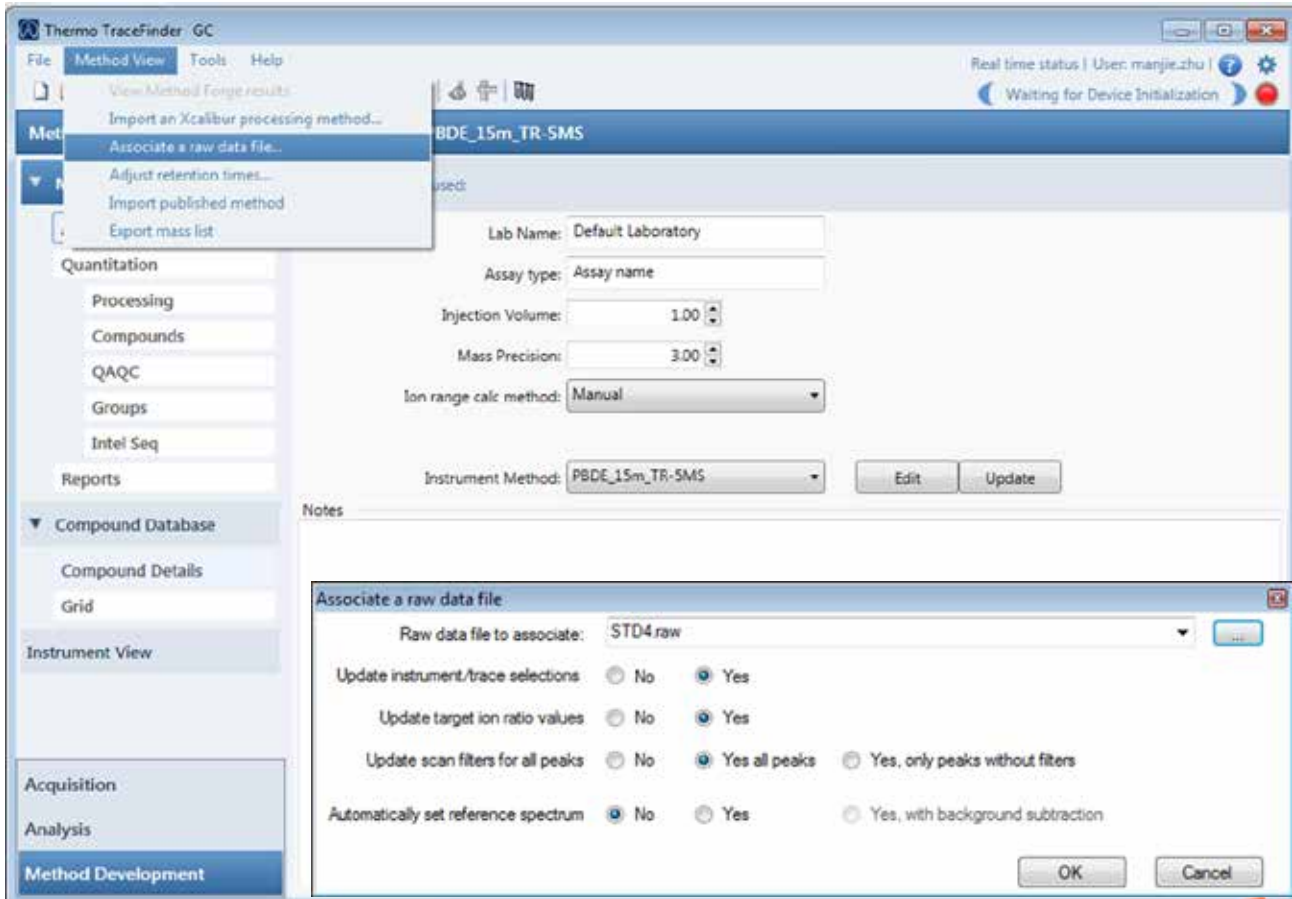
2. 数据处理方法建立：直接拷贝方法包中的文件夹  或者  到 C:\TraceFinderData\32\Methods 中，方法就可以直接在 TraceFinder 软件中打开，这个方法包括数据处理方法和进样方法。



3. 将步骤 1 中的进样方法拷贝粘贴到 C:\TraceFinderData\ InstrumentMethods 中，在 Instrument Methods 中选择这个文件，然后保存这个 TraceFinder 的 Master Method。



4. 将按照步骤 1 进样完成的数据文件与 TraceFinder 方法相关联，得到完整的数据处理方法。按需要更改保留时间等参数进一步对数据处理方法进行优化，得到准确的数据处理方法。整个过程无需输入化合物信息，离子对信息，挑选离子对信息找到化合物，所有的步骤均是自动完成，一点即可，极大得提高分析效率，简化方法流程。



最终只需要再输入定量的标准曲线的浓度点和具体浓度即可完成数据处理方法的建立。

八. 应用文章



气相色谱三重四极质谱联用法 (TSQ8000)

测定水产品中 7 种多溴联苯醚 (PBDEs)

李春丽

赛默飞世尔科技 (中国) 有限公司

摘要

本文建立了一种运用三重四极杆气质联用仪 (GC-MS/MS) 来检测水产品中多溴联苯醚的分析方法。试样中加入内标物 BDE-77 后进行索氏提取, 提取液经自动 GPC 系统除脂, 多层硅胶层析柱净化后, 在 15 m 长的毛细管气相色谱柱上分离, 采用 GC-MS/MS 的多反应监测模式 (Timed-SRM), 以保留时间和离子对 (母离子和子离子) 信息来定性, 以响应值高的离子对进行定量。结果表明, 该方法的检测限为 0.1 pg/ul, 相对标准偏差为 2.29-5.58%。

前言

多溴联苯醚 (polybrominated diphenyl ethers, PBDEs) 属于溴代阻燃剂 (brominated flame retardants, BFRs) 的一种, 由于其优良的阻燃效率、热稳定性而被广泛地应用于建材、纺织、化工、电子电器等行业。近 10 年来全世界对 PBDEs 的需求量大幅增加, 我国自 20 世纪 80 年代初以来, 十溴联苯醚已经成为国内产量最大的含溴阻燃剂。

作为一种添加型的阻燃剂, PBDEs 易于从产品中特别是在电子废品堆放及回收利用过程中向环境中释放。1981 年在瑞典的梭鱼、鳎鲷和海鲑中发现了 PBDEs 的存在^[1], 之后又在海鱼、贻贝、底泥中检测到了 PBDEs^[2]。1987 年, Jansson 等人^[3]首次提出把 PBDEs 归结为一类全球性的环境污染物, 自此不断有报道从空气、水和人体中检出 PBDEs, 并且最近几年在世界范围环境中其含量呈快速上升趋势^[4-6]。一个对瑞典母乳中 POPs 比较详细的调查显示, 母乳中其他 POPs 如多氯联苯从 20 世纪 70 年代至 90 年代呈减少趋势, 但是 PBDEs 含量一直处于递增趋势^[9]。此后, 欧洲、北美、日本、中国等地区相继开展了关于人体中 PBDEs 污染的研究。

本研究采用自动 GPC 结合多层硅胶层析柱净化技术进行样品的前处理 - 气相色谱三重四极杆质谱, 建立测定水产品中多溴联苯醚的方法。本文介绍了采用赛默飞世尔科技全新一代三重四级杆气相色谱质谱联用仪 (TSQ 8000) 分析检测水产品中 7 种多溴联苯醚的方法。通过二级质谱扫描大大降低了复杂基质样品中的背景干扰影响, 提高了目标化合物的检测灵敏度, 该方法具有灵敏度低、稳定性好、线性范围宽等优点。

1. 实验部分

仪器和试剂

质谱仪器: TSQ 8000 质谱仪 (赛默飞世尔科技, 美国);
气相色谱仪: Trace1310 GC 配 AI 1310 自动进样器 (赛默飞世尔科技, 美国);

色谱柱: TG-5MS 15 m*0.25 mm*0.1 μm 毛细管色谱柱;

试剂: 二氯甲烷, 乙酸乙酯, 环己烷, 正己烷: 农残级;

仪器方法

气相方法:

柱温箱: 100°C (维持 1.5 min), 35°C/min 到 200°C, 25°C/min 到 280°C (维持 5min); 进样口: 不分流进样, 不分流时间: 1 min, 衬管: 惰性不分流 (货号: 453A1925), 进样口温度为 280°C; 载气: 恒流, 1.5 ml/min; 传输线: 280°C 质谱方法:

离子源温度为 300°C, 采用 Acquisition-Timed 方法, SRM 扫描, 具体检测离子对如表 1 所示:

表 1.7 种多溴联苯醚及内标物的质谱条件

Name	RT	Window	Mass	Product Mass	Collision Energy
BDE28	5.29	0.6	405.8	246	10
BDE28	5.29	0.6	407.8	248	15
BDE47	6.04	0.6	326.8	247.9	10
BDE47	6.04	0.6	485.7	325.7	15
BDE47	6.04	0.6	487.7	325.9	15
BDE77-ISTD	6.35	0.6	486	326	15
BDE77-ISTD	6.35	0.6	486	377	25
BDE100	6.6	0.6	403.8	296.9	30
BDE100	6.6	0.6	563.6	403.8	20
BDE99	6.79	0.6	405.8	296.9	25
BDE99	6.79	0.6	565.6	405.8	20
BDE154	7.24	0.6	485.7	376.8	30
BDE154	7.24	0.6	643.8	485.7	10
BDE153	7.5	0.6	485.7	376.8	30
BDE153	7.5	0.6	643.8	485.7	10
BDE183	8.14	0.6	485.7	376.8	30
BDE183	8.14	0.6	561.6	454.7	35
BDE183	8.14	0.6	721.4	561.6	10

前处理方法

提取：准确称取匀质后的鱼肉试样 5.0g（精确至 0.01g）置于纤维素提取套筒中，加入相当于 1ng 内标 BDE-77 标准溶液，再加入适量无水硫酸钠，以玻璃棉覆盖，用 200 mL 正己烷/丙酮（1:1, v/v）溶液进行索氏提取 12h 以上（约回流 4 次/h）。索氏提取后旋蒸提取液至干，以重量法计算脂肪含量。再用乙酸乙酯/环己烷（1:1, v/v）溶液溶解残渣，定容至 6mL，待 GPC 净化。

GPC 净化：将上述提取液转移至自动凝胶净化系统，该系统采用低压填充柱，柱规格为 2cm × 50cm，填料为 50 g Bio-Beads S-X3，进样管定容至 6mL，进样 5mL。流动相为乙酸乙酯/环己烷（1:1, v/v）溶液，流速 5 mL/min，等度洗脱。紫外检测波长为 240nm。采用自动溶剂蒸发系统收集 20 ~ 40min 的流出组分并减压蒸发至近干，加入 2mL 正己烷复溶，待下一步净化。

多层硅胶柱净化：在 1.5cm × 10cm 的玻璃柱内填入适量玻璃棉，然后从下往上依次填入 1 cm 高无水硫酸钠、1g 中性硅胶、3g 酸化硅胶、1g 中性硅胶和 1 cm 高无水硫酸钠。用 10mL 正己烷预淋洗，将 GPC 净化液转移至层析柱内，先用 20mL 正己烷洗脱，再用 20mL 正己烷/二氯甲烷（1:1, v/v）溶液洗脱。收集全部洗脱液并旋转蒸发至少量体积，将其转移到进样小瓶中，用氮气吹干，加入 100 μL 正己烷复溶后转移至内插管进样测定。

实验结果分析

目标物二级质谱优化 -AUTO SRM 效果展示：

AUTO SRM 只需要配制目标物混标，全过程自动化进行，无需复杂的仪器方法编辑和数据浏览，优化结果直观体现，特定化合物的特定离子对，按照碰撞能量进行优化，系统自动按照离子对响应的高低进行排序，我们只需要选择响应最高的通道即可。见下图所示，以 BDE28 为例，一针进样对 CE 碰撞能量做了 5-50 的梯度实验，并自动按离子对响应强度大小排顺，系统已选出了响应最高的碰撞能量，也就是最优的二级质谱信息。

同时，一次实验可以优化 40 种以上目标物，优化得到的离子对信息，可直接导入到仪器方法编辑界面进行数据采集，大大提高了工作效率。

色谱分离结果

通过 Auto-SRM 模式优化碰撞能量可以确定每个化合物 SRM 质谱条件（母离子 - 子离子 - 碰撞能量）见表 1，在该条件下运行样品可得到 7 种多溴联苯醚的 SRM 色谱质谱图见图 2。

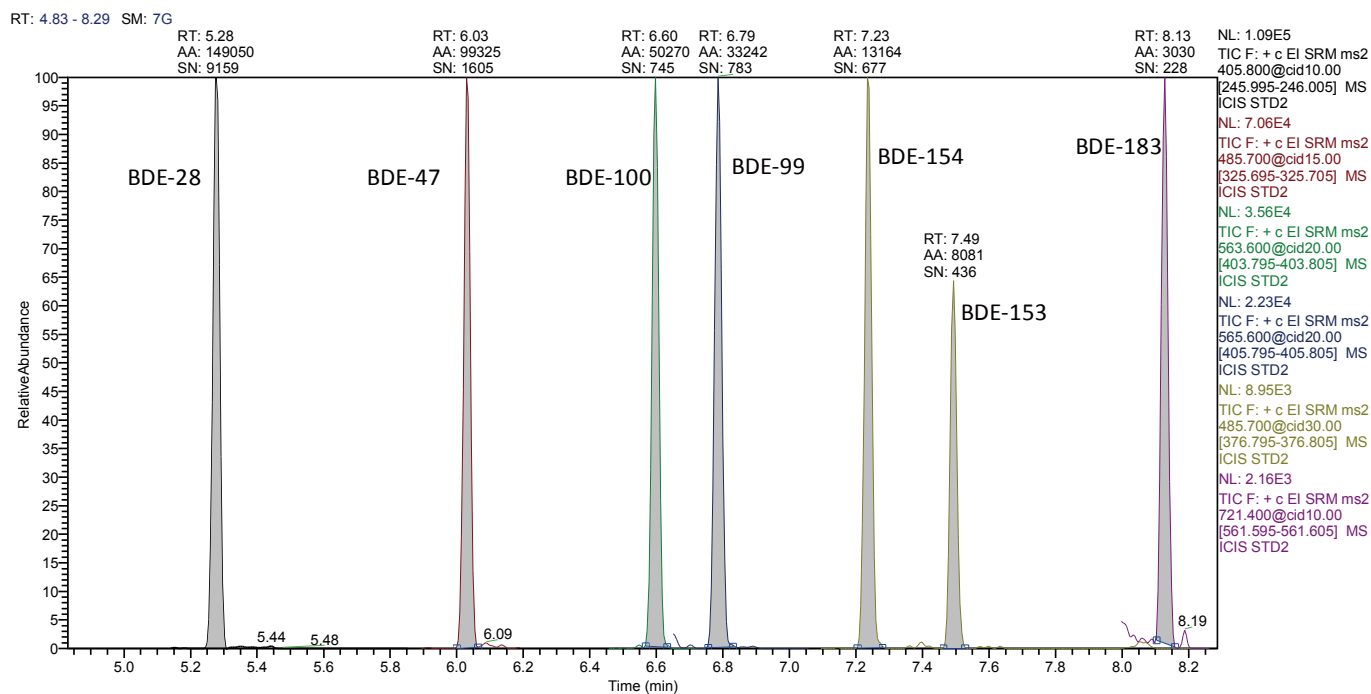
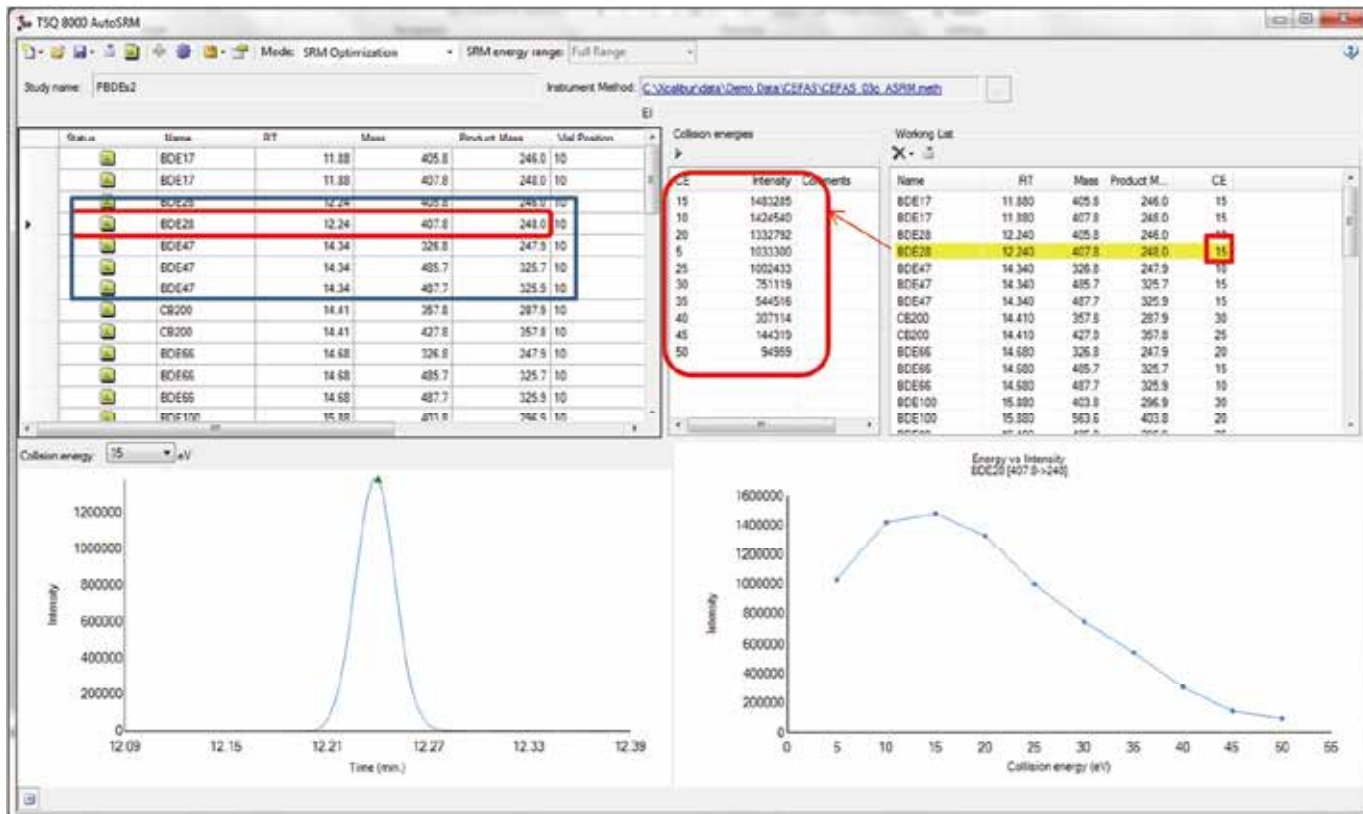


图 2. 1pg/ul 7 种多溴联苯醚的色谱图

标准曲线及最低定量限

按欧盟标准，在阴性试样中加入标准物质和内标物 (PBDE-77, 10 pg/ul)，添加 PBDEs 浓度为 0.5pg/ul, 1pg/ul, 2pg/ul, 5pg/ul，按照 2.2 进行色谱-质谱分析。以 S/N=3 为检出限，检出限谱图示于图 3。由图 3 可以看出，7 种 PBDEs 的 S/N= 均大于 3。以标准溶液浓度为横坐标 (X)，定量离子对的色谱峰面积为纵坐标 (Y)，求得回归方程。7 种 PCBs 在 0.5pg/ul ~ 5pg/ul 范围内线性关系良好，相关系数均大于 0.991，线性方程示于图 4。本方法的检出限优于文献报道值，可保证样品中 7 种 PBDEs 残留的定性定量检测。

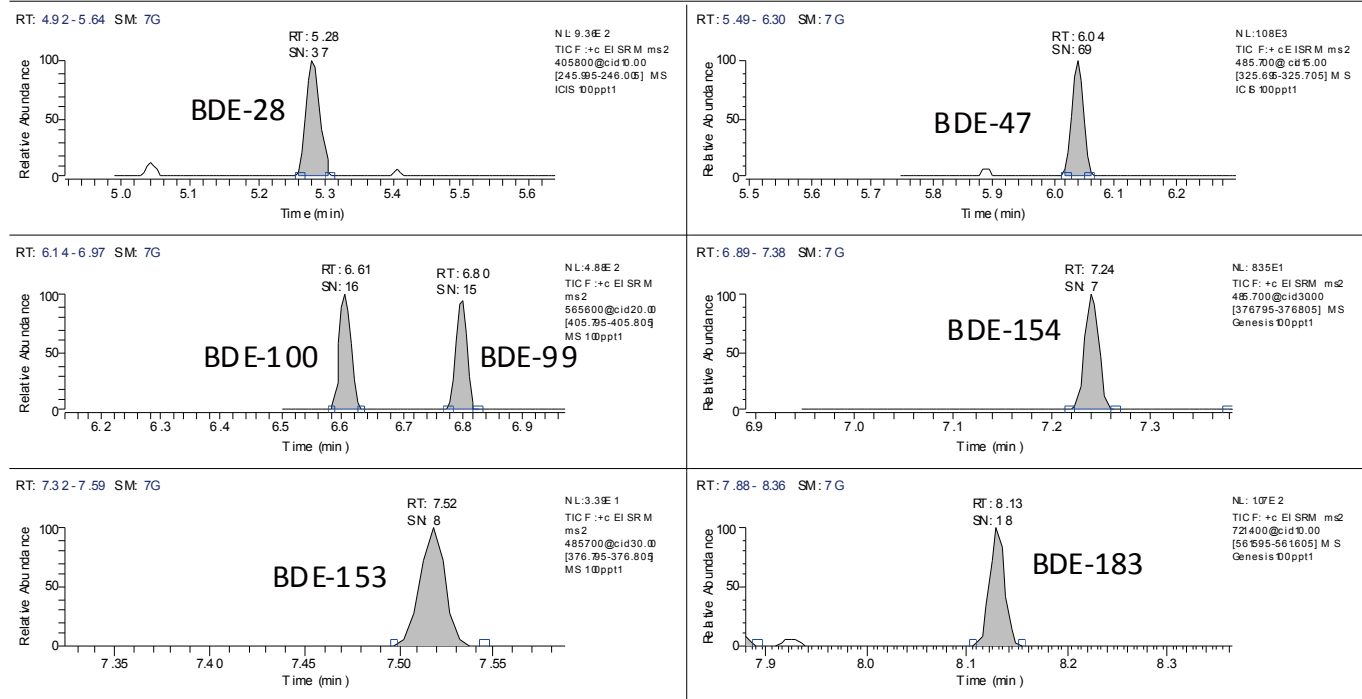
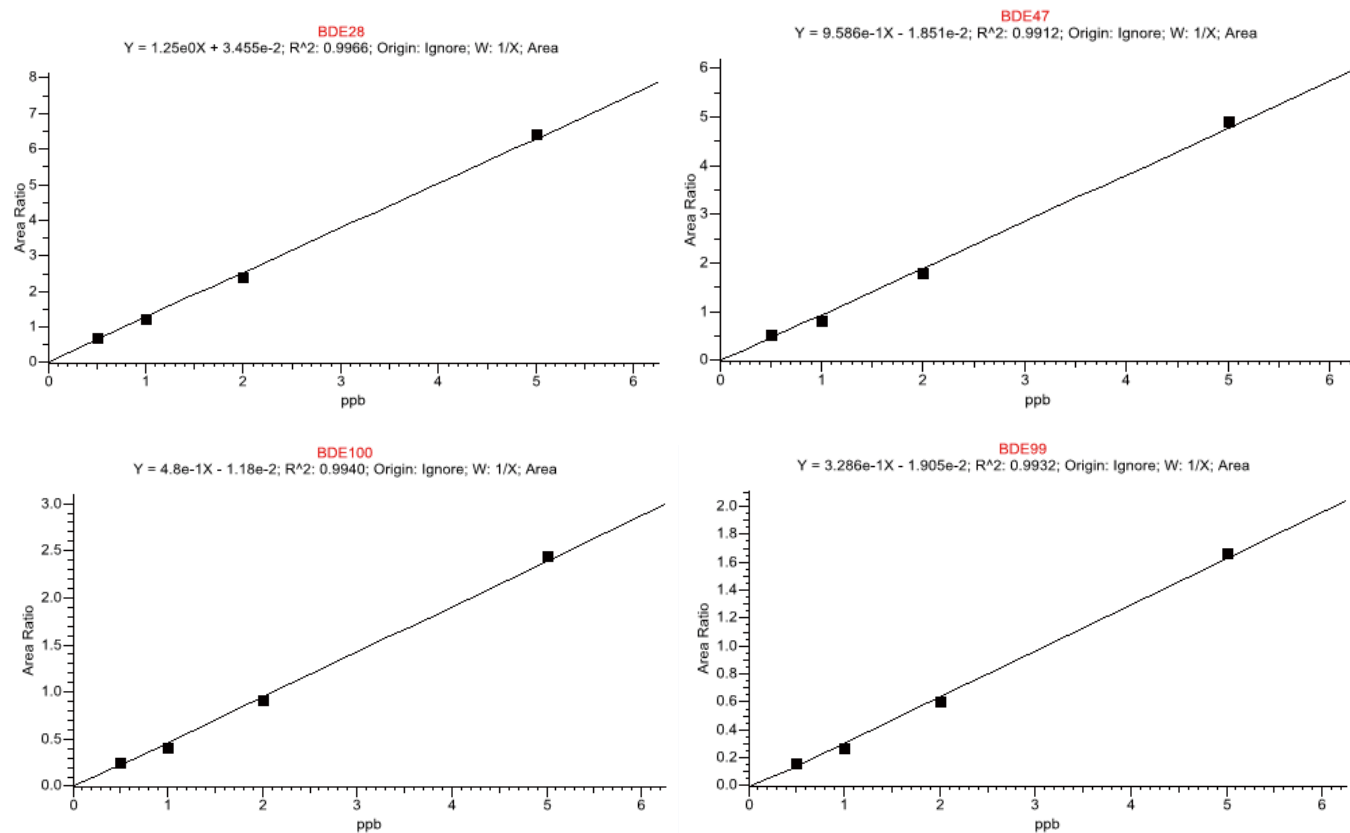


图 3. 0.1pg/ul 7 种多溴联苯醚的色谱图



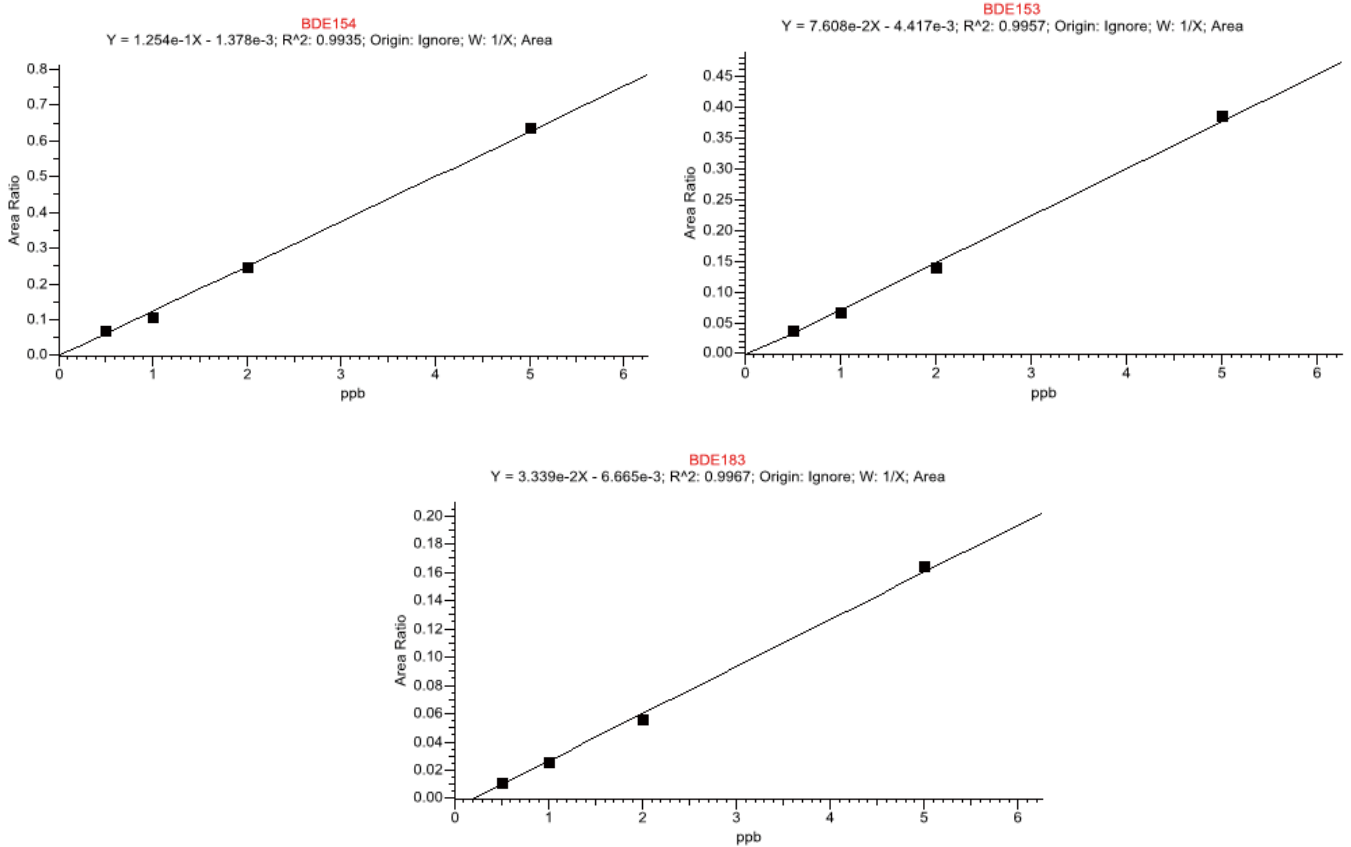


图 4. 7 种多溴联苯醚的方法线性关系图

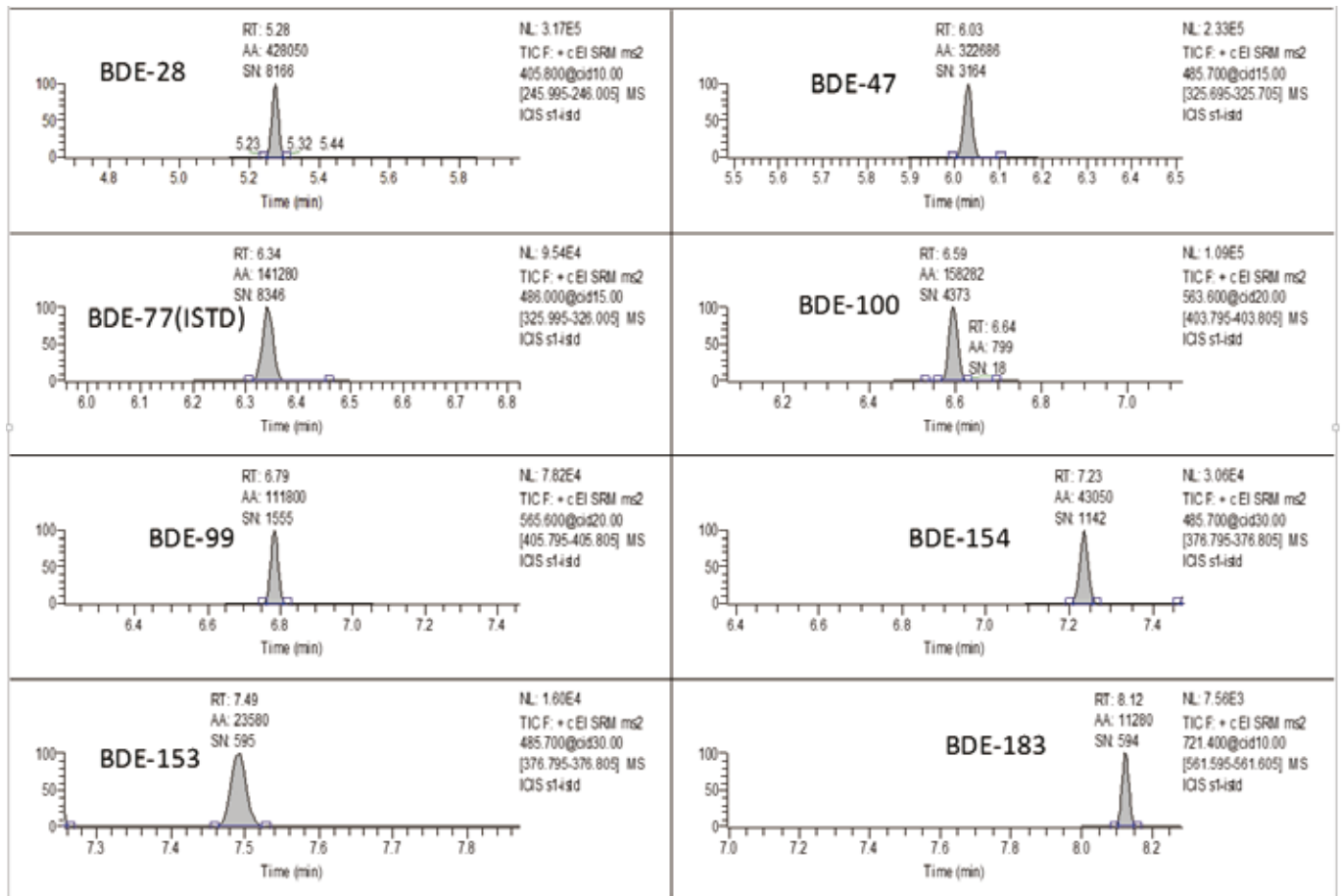


图 5. 样品 1 中检测出的各目标物的色谱图

实际样品检测和方法精密度的测定

按照本实验方法对 2 个实际样品进行分析检测，并对每个样品分别连续进样 7 针，计算每个化合物的相对标准偏差 RSD%。实验结果表 2 表明，2 个样品中均不同程度含有目标有机污染物，该测试方法的相对标准偏差 (RSD, n=7) 为 2.29-5.58%。

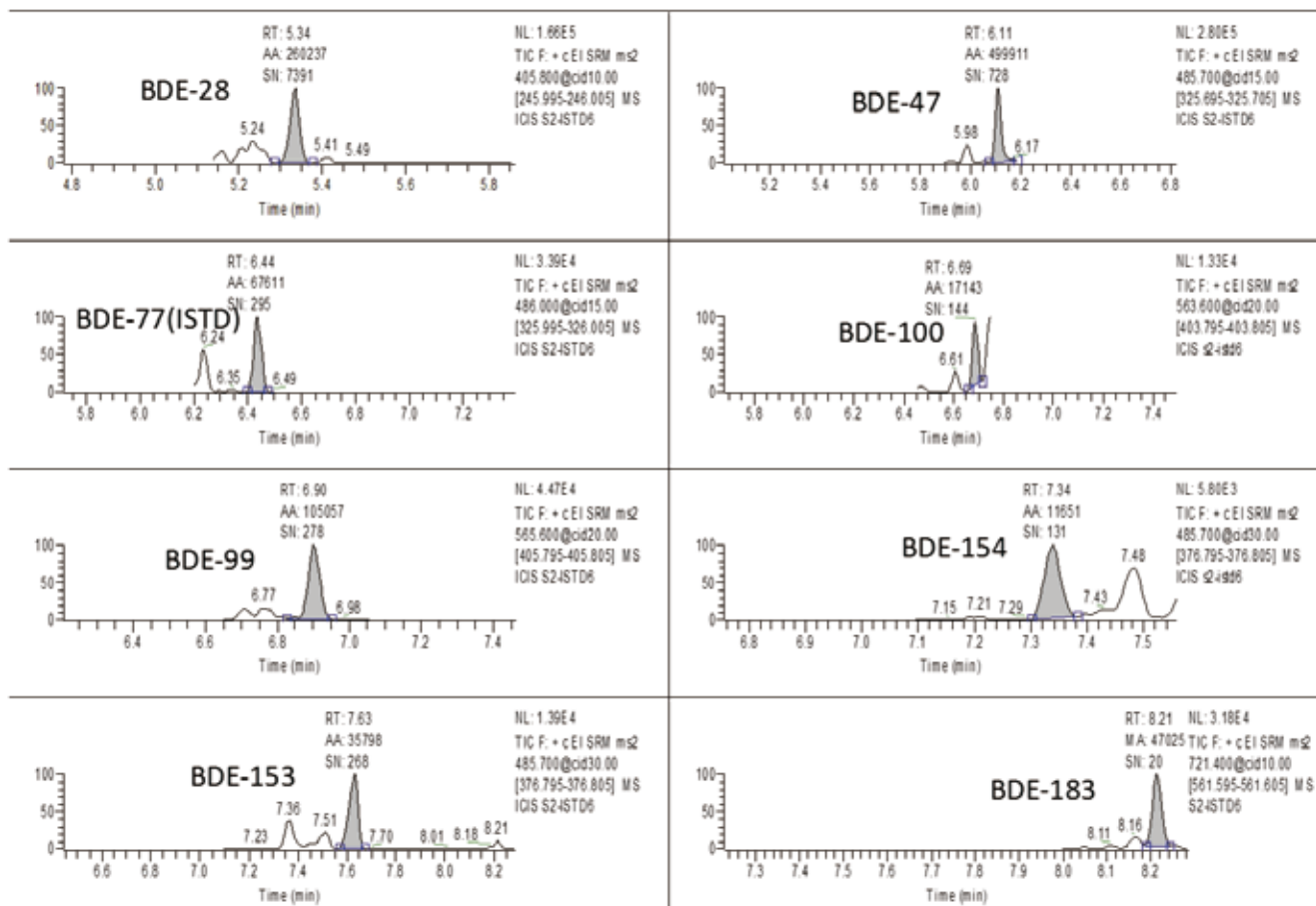


图 6. 样品 2 中检测出的各目标物的色谱图

表 2. 样品测试结果和方法的精密密度

序号	化合物	样品 1	样品 2	样品 1-RSD%	样品 2-RSD%
1	2,4,4'- 三溴联苯醚	3.13	3.09	2.66	5.46
2	2,2',4,4'- 四溴联苯醚	3.38	6.65	2.51	3.43
3	2,2',4,4',6'- 五溴联苯醚	3.20	0.64	2.29	5.42
4	2,2',4,4',5'- 五溴联苯醚	3.30	4.59	2.97	2.79
5	2,2',4,4',5,6'- 六溴联苯醚	3.02	1.69	2.60	3.24
6	2,2,4,4,5,5'- 六溴联苯醚	3.17	5.97	3.05	4.94
7	2,2',3,4,4',5,6'- 七溴联苯醚	2.76	19.28	2.88	5.58

3. 结论

本方法采用 ThermoFisher 公司全新一代三重四级杆质谱 TSQ8000 测定水产品中 7 种多溴联苯醚的残留, 样品提取率高, 操作方便。仪器具有选择性好, 线性范围宽, 灵敏度高等优点。同时 TSQ8000 提供的离子对扫描可以极大得去除假阳性的干扰, 从而使检测结果更加准确。在复杂基质中, 仪器的相对标准偏差 (RSD, n=7) 为 2.29-5.58%。该分析测试方法中所涉及的 7 种多溴联苯醚最低检测限为 0.1 pg/ul。完全可以满足欧盟及各国对多溴联苯醚类物质的检测要求。

参考文献

1. Andersson Ö, Blomkvist G. Polybrominated aromatic pollutants found in fish in Sweden. *Chemosphere*, 1981, 10: 1051-1060.
2. Watanabe I, Kashimoto T, Tatsukawa R. Polybrominated biphenyl ethers in marine fish, shellfish and river and marine sediments in Japan. *Chemosphere*, 1987, 16: 2389-2396.
3. Jansson B, Asplund L, Olsson M. Brominated flame retardants ubiquitous environmental pollutants? *Chemosphere*, 1987, 16:2343-2349.
4. Li A, Rockne K J, Sturchio N, et al. Polybrominated diphenyl ethers in the sediments of the Great Lakes. 4. Influencing factors, trends, and implications. *Environ Sci Technol*, 2006, 40:7528-7534.
5. Rayne S, Ikonou M G, Antcliffe B. Rapidly increasing polybrominated diphenyl ether concentrations in the Columbia River System from 1992 to 2000. *Environ Sci Technol*, 2003, 37:2847-2854.
6. Song W, Ford J C, Li A, et al. Polybrominated diphenyl ethers in the sediments of the Great Lakes 3 Lakes Ontario and Erie. *Environ Sci Technol*, 2005, 39: 5600-5605.
7. Kim B H, Ikonou M G, Lee S J, et al. Concentrations of polybrominated diphenyl ethers, polychlorinated dibenzo-pdioxins and dibenzofurans, and polychlorinated biphenyls in human blood samples from Korea. *Sci Total Environ*, 2005, 336:45-56.
8. Thomsen C, Lundanes E, Becher G. Brominated flame retardants in archived serum samples from Norway: A study on temporal trends and the role of age. *Environ Sci Technol*, 2002, 36: 1414-1418.
9. Sudaryanto A, Kajiwaru N, Takahashi S, et al. Geographical distribution and accumulation features of PBDEs in human breast milk from Indonesia. *Environ Pollut*, 2007, 151: 130-138.

更安全

ThermoFisher
SCIENTIFIC

更清洁

更健康

赛默飞致力于帮助您使世界变得

关于赛默飞世尔科技

赛默飞世尔科技（纽约证交所代码：TMO）是科学服务领域的世界领导者。公司年销售额 170 亿美元，在 50 个国家拥有约 50,000 名员工。我们的使命是帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。我们的产品和服务帮助客户加速生命科学领域的研究、解决在分析领域所遇到的复杂问题与挑战，促进医疗诊断发展、提高实验室生产力。借助于首要品牌 Thermo Scientific、Applied Biosystems、Invitrogen、Fisher Scientific 和 Unity Lab Services，我们将创新技术、便捷采购方案和实验室运营管理的整体解决方案相结合，为客户、股东和员工创造价值。

赛默飞世尔科技中国

赛默飞世尔科技进入中国发展已有 30 多年，在中国的总部设于上海，并在北京、广州、香港、台湾、成都、沈阳、西安、南京、武汉等地设立了分公司，员工人数约 3700 名。我们的产品主要包括分析仪器、实验室设备、试剂、耗材和软件等，提供实验室综合解决方案，为各行各业的客户服务。为了满足中国市场的需求，现有 8 家工厂分别在上海、北京和苏州运营。我们在全中国共设立了 6 个应用开发中心，将世界级的前沿技术和产品带给国内客户，并提供应用开发与培训等多项服务；位于上海的中国创新中心结合国内市场需求和国外先进技术，研发适合中国的技术和产品；我们拥有遍布全国的维修服务网点和特别成立的中国技术培训团队，在全国有超过 2000 名专业人员直接为客户提供服务。我们致力于帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。

禹重科技® ÜZONGLAB

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼

电话：021-8039 4499 传真：021-5433 0867

上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港

全国销售和售后服务电话：400-808-4598

邮编：201104, China

邮箱：shanghai@uzong.cn

更多信息请访问：www.uzong.cn

Thermo
SCIENTIFIC

A Thermo Fisher Scientific Brand



了解我们



微信公众号