

加速溶剂萃取-高效液相色谱法检测瓦楞纸箱(板)中的多溴二苯醚

李锦花^{1*}, 李赛花², 许海峰¹, 陈丹超¹, 马明¹

(1. 宁波出入境检验检疫局技术中心, 宁波 315012; 2. 通标标准技术服务有限公司宁波分公司, 宁波 315040)

摘要: **目的** 建立一种加速溶剂萃取提取多溴二苯醚的高效液相色谱检测方法。**方法** 将多层瓦楞纸箱(板)剪至1 cm×1 cm大小, 取适量样品, 以乙醇-丙酮(1:1, V:V)为萃取溶剂, 加速溶剂萃取温度为150 ℃, 萃取压力为1500 psi, 静态萃取10 min, 重复萃取3次后, 用甲醇-水为流动相, 进行梯度洗脱, 226 nm波长进行检测。**结果** 对8种PBDEs的回收率在95%~105%之间, 精密度试验($n=6$)的RSD<3%, 检测限为0.1~0.2 μg/mL, 线性回归系数>0.999。**结论** 建立的方法与标准方法GB/Z 21276-2007检测结果无明显差异, 可以用于瓦楞纸箱(板)中的PBDEs检测。

关键词: 加速溶剂萃取; 高效液相色谱; 瓦楞纸箱(板); 多溴二苯醚

Determination of polybrominated diphenyl ethers in corrugated box (cardboard) by accelerated solvent extraction-high performance liquid chromatography

LI Jin-Hua^{1*}, LI Sai-Hua², XU Hai-Feng¹, CHEN Dan-Chao¹, MA Ming¹

(1. *Technology Center of Ningbo Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Ningbo 315012, China*; 2. *Societe Generale de Surveillance S.A.-China Standard Technology Development Corp. Standards Technical Services Co., Ltd. Ningbo Branch, Ningbo 315040, China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) in corrugated box (cardboard) by high performance liquid chromatography (HPLC) with accelerated solvent extraction. **Methods** The corrugated box (cardboard) was cut to 1 cm×1 cm. The PBDEs were extracted with ethanol: acetone (1:1, V:V) as extraction solvent in 10 min with static extraction mode and repeated three times by accelerated solvent extraction (ASE) at 150 ℃ and pressure of 1500 psi. The extraction was analyzed by HPLC after using a gradient elution program of methanol-H₂O as mobile phase, and detected at 226 nm. **Results** The recoveries of 8 PBDEs were 95%~105%, the relative standard deviations (RSDs) were under 3% ($n=6$), the limits of detection were 0.1~0.2 μg/mL, and the linear regression coefficients were above 0.9991. **Conclusion** The analysis results of PBDEs were satisfied by comparing with the standard method GB/Z 21276-2007. It can be used for the detection of PBDEs in the corrugated box (cardboard).

KEY WORDS: accelerated solvent extraction; high performance liquid chromatography; corrugated box (cardboard); polybrominated diphenyl ethers

基金项目: 国家质量监督检验检疫总局科研项目(2013IK210、2014IK075)

Fund: Supported by Scientific Research Project of National Quality Supervision, Inspection and Quarantine Bureau (2013IK210, 2014IK075)

*通讯作者: 李锦花, 工程师, 主要研究方向为危险货物运输包装以及包装材料安全性。E-mail: lijh@nbciq.gov.cn

*Corresponding author: LI Jin-Hua, Engineer, Technical Center of Ningbo Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Ningbo 315012, China. E-mail: lijh@nbciq.gov.cn

1 引言

多溴二苯醚 (polybrominated diphenyl ethers, PBDEs) 是一系列含溴原子的芳香族化合物, 根据苯环上溴原子的个数和位置的不同, 共有 209 种同分异构体。PBDEs 因其独特的结构性质, 最大的用途是作为阻燃剂, 添加到复合材料中去。目前, PBDEs 已被广泛用于电子电器设备、自动控制设备、建筑材料和纺织品、包装材料等商品化产品^[1]。然而, PBDEs 具有与持久性有机污染物相似的理化性质, 不易降解, 容易在生物体内积累, 还会对甲状腺、肝脏组织、神经系统和免疫系统造成影响^[2], 具有较强的致癌作用^[3]。由于 PBDEs 的大量使用, 目前已经在很多生物体内检测到了 PBDEs^[4-6]。因此, 世界多个国家和地区都出台了相应的指令禁止或限制使用 PBDEs, 如欧盟的 WEEE 指令^[7]和 RoHS 指令^[8]等。PBDEs 大多是采用合适的溶剂对样品进行提取, 再利用气相色谱法(GC)、气相色谱质谱联用法(GC-MS)、液相色谱法(LC)、液相色谱质谱联用法(LC-MS)等分离检测方法进行分离检测。目前, 国内外 PBDEs 的检测标准中大多是利用甲苯或正己烷等非极性溶剂进行索氏提取, 然后再利用 GC-MS 或高效液相色谱质谱联用法(HPLC-MS)进行检测, 索氏提取的提取率高, 但耗时较长。为了提高萃取速度, 李左卿等^[9]将样品进行冷冻粉碎, 然后用甲苯超声提取 12 min, 再用高效液相色谱串联质谱法(HPLC-MS/MS)进行检测, 取得了令人满意的结果, 杨运云等^[1]研究了不同溶剂利用微波辅助萃取方式对 PBDEs 的提取效率, 结果表明, 使用甲苯-四氢呋喃(1:1, V:V)混合溶剂的提取效率最高。加速溶剂萃取(ASE)是一种新型的样品提取方法, 对于固体样品中的有机化合物提取具有提取效率高、周期短、消耗溶剂少等优点, 在提取农药^[10,11]、生物成分^[12]、纺织品添加剂^[13]、多环芳烃^[14]等已经获得了成功的应用。黄英等^[15]研究了加速溶剂萃取技术提取十溴二苯醚, 结果表明, 丙酮-正己烷(1:1, V:V)的提取效率较好, 但是对于其它多溴二苯醚的提取效果并未进行研究, 而且, 依然使用了毒性较大的正己烷为溶剂。

瓦楞纸板因其较好的机械性能、加工性能和缓冲性能, 被广泛用于包装材料。但由于其材质为纸纤维, 阻燃性能较差, 部分瓦楞纸箱(板)生产企业向瓦楞纸板(箱)的原料中加入一定量的阻燃剂, 甚至有厂商直

接加入多溴二苯醚作为阻燃剂。因此建立瓦楞纸箱(板)中多溴二苯醚的检测方法具有重要的意义。

2 材料与方法

2.1 材料

2.1.1 试验材料

样品为宁波当地瓦楞纸箱厂生产的瓦楞纸箱(板), 其中瓦楞纸箱成品 7 个, 瓦楞纸板 3 个; 固相萃取小柱为 ProElut Silica; 0.45 μm 微孔滤膜(水系、油系)。

2.1.2 仪器与试剂

加速溶剂萃取仪(ASE 300, 美国 Dionex 公司), 配带 34 mL 萃取池; 高效液相色谱仪(Alliance 2695e-2998, 美国 Waters 公司); 旋转蒸发仪(R-210, 瑞士 BUCHI 公司); Milli-Q 超纯水仪(A-10, 美国 Millipore 公司)。

乙醇、乙酸、正己烷、乙酸乙酯、丙酮、正己烷均为分析纯试剂, 购自国药集团; 甲醇、异辛烷和甲苯为色谱级试剂, 购自迪马科技公司; 多溴二苯醚混合标准溶液购自美国 AccuStandard 公司(含 2,4,4'-三溴二苯醚 19.94 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 2,2',4,4'-四溴二苯醚 20.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 2,2',4,4',5'-五溴二苯醚 19.84 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 2,2',4,4',6'-六溴二苯醚 20.38 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚 19.92 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 2,2',4,4',5,6'-六溴二苯醚 20.06 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 2,2',3,4,4',5',6'-七溴二苯醚 20.38 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-十溴二苯醚 39.36 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

水为经 Milli-Q 超纯水仪净化的超纯水, 电导率 18.2 $\text{M}\Omega$ 。

2.2 方法

2.2.1 标准曲线

将多溴二苯醚混合标准溶液用 V(异辛烷): V(甲苯)=4: 1 的混合溶剂稀释至如表 1 所示浓度, 在优化的色谱分离条件下进行分离检测, 以峰面积对浓度作图, 得到标准曲线。

2.2.2 色谱分离条件

色谱柱为 SunFire TMC₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 采用梯度洗脱, 洗脱程序如下: 0~10 min 90% 甲醇(V:V), 流速为 1 mL/min; 10~18 min 线性梯度上升至 100% 甲醇, 流速为 1 mL/min; 18~28 min 100% 甲醇, 流速为 1 mL/min; 28~32 min 线性梯度下降至 90% 甲醇(V:V), 流速为 1 mL/min。检测波长为 226 nm, 柱温为 35 $^{\circ}\text{C}$, 进样量为 10 μL , 采用外标法定量。

表 1 标准曲线多溴二苯醚浓度
Table 1 Concentration of polybrominated diphenyl ethers for standard curve

多溴二苯醚(PBDEs)	浓度梯度 1 ($\mu\text{g/mL}$)	浓度梯度 2 ($\mu\text{g/mL}$)	浓度梯度 3 ($\mu\text{g/mL}$)	浓度梯度 4 ($\mu\text{g/mL}$)	浓度梯度 5 ($\mu\text{g/mL}$)
2,4,4'-tribromodiphenyl ether	0.997	4.985	9.97	14.955	19.94
2,2',4,4'-tetrabromodiphenyl ether	1.004	5.02	10.04	15.06	20.08
2,2',4,4',5-pentabromodiphenyl ether	0.992	4.96	9.92	14.88	19.84
2,2',4,4',6-pentabromodiphenyl ether	1.019	5.095	10.19	15.285	20.38
2,2',4,4',5,5'-hexabromodiphenyl ether	0.996	4.98	9.96	14.94	19.92
2,2',4,4',5,6'-hexabromodiphenyl ether	1.003	5.015	10.03	15.045	20.06
2,2',3,4,4',5',6'-heptabromodiphenyl ether	1.019	5.095	10.19	15.285	20.38
2,2',3,3',4,4',5,5',6'-decabromodiphenyl ether	1.968	9.84	19.68	29.52	39.36

2.2.3 加速溶剂萃取

将样品剪至 1 cm×1 cm 大小的块状, 称取 1.0 g 样品放入 34 mL 萃取池中, 拧上盖子; 萃取溶剂为 V(乙醇): V(丙酮)=1: 1, 萃取温度 150 °C, 萃取压力 1500 psi, 预热 7 min, 静态萃取 10 min, 萃取 3 次, 最后用氮气吹扫收集所有提取液。

2.2.4 固相萃取净化

收集到的提取液在 50 °C 下旋转蒸发至剩余溶液约 5 mL, 加入 10 mL 正己烷, 然后用硅胶填料固相小柱萃取净化提取液, 再次将提取液在 50 °C 下旋转蒸发至近干, 用 V(异辛烷): V(甲苯)=4: 1 的混合溶剂定容至 10 mL。

2.2.5 对照实验

根据 GB/Z 21276-2007^[16]的方法进行对照实验。

3 结果与分析

3.1 色谱条件的优化

PBDEs 属于比较典型的非极性化合物, 因此在 C₁₈ 反相色谱柱上的保留性能较好, 为了使 PBDEs 能够在较短的时间内完成分析, 因此比较适宜使用有机相含量较高的流动相。经优化, 采用 2.2.2 所列的梯度洗脱模式可以获得最佳分离效果。

3.2 加速溶剂萃取条件的优化

3.2.1 萃取溶剂的选择

根据文献的报道, 对于 PBDEs 的提取, 溶剂对 PBDEs 的提取效率顺序为甲苯 > 乙酸乙酯 > 正己烷

> 二氯甲烷^[9]。由于 PBDEs 是典型的非极性化合物, 因此, 非极性溶剂的提取效率要由于极性溶剂的提取效率, 然而, 这些非极性溶剂往往对人体有较大的毒性作用, 特别是最常使用的甲苯、二氯甲烷、正己烷等。PBDEs 加速溶剂萃取是利用在高温高压下, 溶剂溶解 PBDEs 的容量增加, 从而实现用一些弱极性或中等极性溶剂对 PBDEs 的提取目的。分别选择以下溶剂进行提取效率实验: ①甲苯、②乙酸乙酯、③乙醇、④丙酮、⑤乙酸乙酯+乙醇(1:1, V:V)、⑥丙酮+乙醇(1:1, V:V)、⑦乙酸乙酯+丙酮(1:1, V:V)。结果表明, 甲苯、乙酸乙酯, 乙酸乙酯+乙醇(1:1, V:V)、丙酮+乙醇(1:1, V:V)以及乙酸乙酯+丙酮(1:1, V:V)作为溶剂与对照实验相比, PBDEs 的提取效率无明显差异; 然而, 如果仅用乙醇作为溶剂, 十溴二苯醚的萃取效率较低, 约为对照试验的 70%左右, 仅用丙酮作为溶剂, 则四溴二苯醚等低溴二苯醚类化合物的萃取效率较低, 而使用丙酮+乙醇(1:1, V:V)则可以克服二者的缺点, 实现多溴二苯醚的高效率萃取, 考虑到甲苯、乙酸乙酯等溶剂的毒性较大, 本文选择丙酮+乙醇(1:1, V:V)为萃取溶剂进行试验。

3.2.2 萃取温度对萃取效率的影响

温度是影响加速溶剂萃取的重要因素, 升高温度能够增加被分析物在溶剂中的溶解度, 加快被分析物在溶剂中的扩散, 提高萃取效率。以丙酮+乙醇(1:1, V:V)为萃取溶剂, 分别试验了 80 °C~175 °C 对多溴二苯醚的萃取效率, 以对照试验的萃取效率为 100%计算, 结果见图 1。

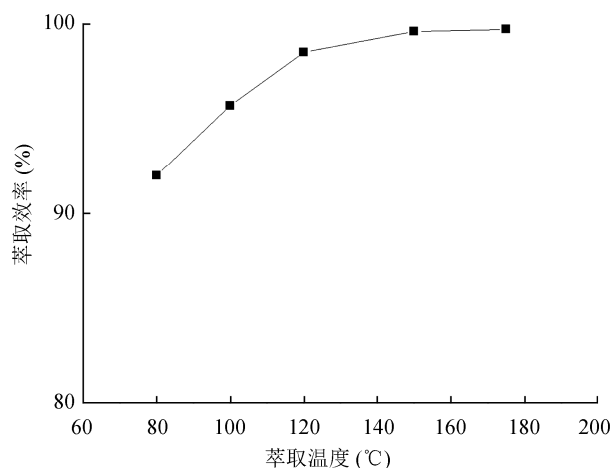


图1 温度对萃取效率的影响

Fig. 1 Effect of extraction temperature on extraction efficiency

由图1可知,当温度达到120℃时,萃取效率可达98%以上,当温度达到150℃以上时,萃取效率达到99%以上,温度的继续增加对萃取效率的增加无显著影响,故选择150℃作为最佳提取温度。

3.2.3 萃取次数对萃取效率的影响

萃取次数越多, PBDEs 的提取率越高, 经试验, 经过3次萃取后, 萃取效率不再明显增加, 选择3次萃取作为最佳萃取次数。

3.2.4 萃取时间对萃取效率的影响

增加萃取时间有助于被分析物充分扩散到萃取溶剂中, 以丙酮+乙醇(1:1, V:V)为萃取溶剂, 萃取温度为150℃, 萃取3次, 分别研究了萃取时间为3、5、8、10、15 min 对萃取效率的影响, 以对照试验的萃

取效率为100%计算, 结果表明, 静态萃取时间 < 5 min 时, 萃取率 < 95%, 静态萃取8 min 以上后, 萃取率达到99%以上, 且趋于稳定, 说明萃取效率最大, 因此, 选择10 min 作为优化的萃取时间。

3.3 标准曲线、线性范围、相关系数、检出限和重现性

利用 PBDEs 混合标准溶液根据表1稀释至一系列浓度梯度的 PBDEs 混合工作溶液, 在优化的色谱条件下进行标准曲线的绘制和线性范围、检出限和重现性试验, 结果见表2。

由表2可见, 8种多溴二苯醚的线性回归系数均大于0.999, 除2,2',4,4'-四溴二苯醚和2,2',4,4',5-五溴二苯醚为0.2 μg/mL外, 其他多溴二苯醚的检测限均为0.1 μg/mL, RSD < 3%。由于试验中购置的标准溶液中多溴二苯醚的浓度除2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-十溴二苯醚外均为约20 μg/mL, 因此线性范围的上限仅做到20 μg/mL(十溴二苯醚为40 μg/mL)。

3.4 样品检测

取不同生产厂家生产的瓦楞纸箱样品10种, 在优化的加速溶剂萃取条件下对样品进行 PBDEs 的萃取, 经固相萃取小柱净化后用 HPLC 分析其 PBDEs 的含量并进行加标回收试验, 仅有1种检测到了十溴二苯醚。图2a, 2b 分别是标准溶液的色谱图和样品的色谱图, 同时, 根据 GB/Z 21276-2007 对样品进行索氏提取, 并按照该标准要求用 GC/MS 分析样品中 PBDEs 的含量作为对照, 结果见表3。

表2 标准曲线、线性范围、相关系数、检出限和重现性
Table 2 Linear equation, linear range, correlation coefficient, LOD and RSD

PBDEs	标准曲线	相关系数 (r^2)	线性范围 (μg/mL)	检出限 (μg/mL)	RSD (% , n=6)
2,4,4'-tribromodiphenyl ether	$Y=11222+30676X$	0.9999	0.5~20	0.1	2.89
2,2',4,4'-tetrabromodiphenyl ether	$Y=17704+13538X$	0.9999	1~20	0.2	2.03
2,2',4,4',5-pentabromodiphenyl ether	$Y=30087+32906X$	1.0000	1~20	0.2	1.98
2,2',4,4',6-pentabromodiphenyl ether	$Y=20735+35185X$	0.9999	0.5~20	0.1	2.82
2,2',4,4',5,5'-hexabromodiphenyl ether	$Y=23178+36917X$	0.9995	0.5~20	0.1	2.97
2,2',4,4',5,6'-hexabromodiphenyl ether	$Y=88348+33021X$	0.9991	0.5~20	0.1	2.43
2,2',3,4,4',5',6'-heptabromodiphenyl ether	$Y=32318+44332X$	0.9996	0.5~20	0.1	2.64
2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-decabromodiphenyl ether	$Y=247999+230271X$	0.9999	0.5~40	0.1	2.34

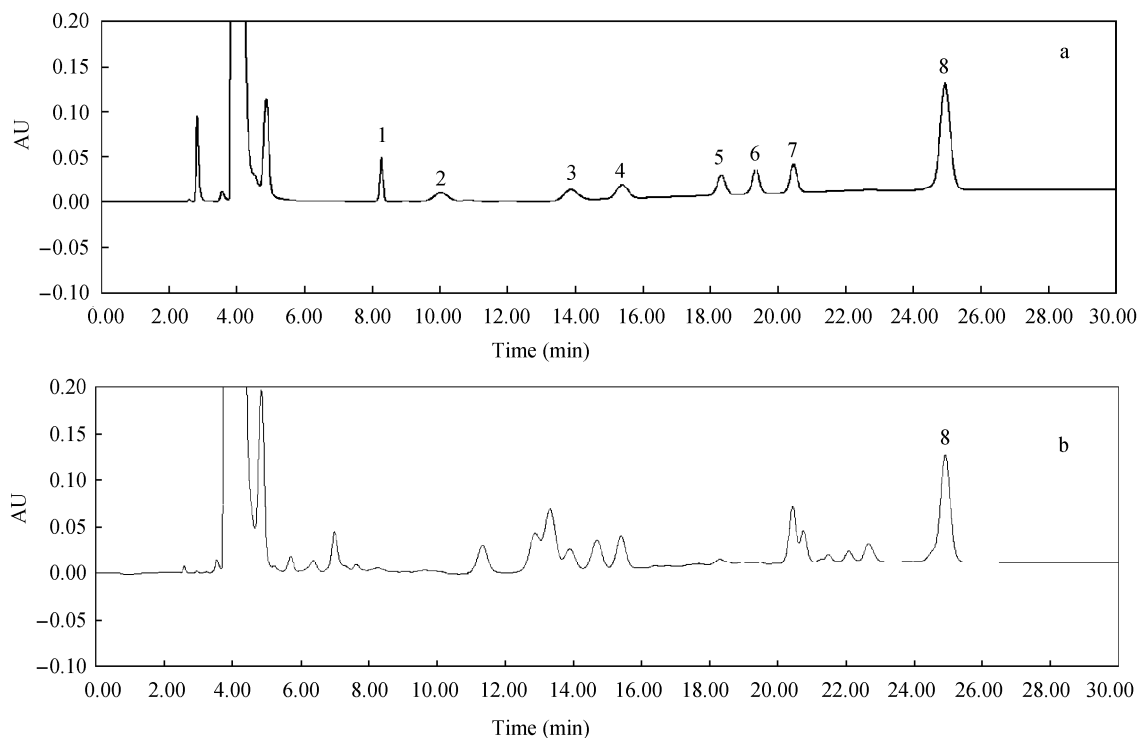


图 2 多溴二苯醚标准溶液色谱图(a)和样品色谱图(b)

Fig. 2 Chromatograms of PBDEs standards solution(a) and sample(b)

(1-2,4,4'-三溴二苯醚; 2-2,2',4,4'-四溴二苯醚; 3-2,2',4,4',5-五溴二苯醚; 4-2,2',4,4',6-五溴二苯醚; 5-2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚;
6-2,2',4,4',5,6'-六溴二苯醚; 7-2,2',3,4,4',5',6-七溴二苯醚; 8-2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-十溴二苯醚)

(1-2,4,4'-tribromodiphenyl ether; 2-2,2',4,4'-tetrabromodiphenyl ether; 3-2,2',4,4',5-pentabromodiphenyl ether; 4-2,2',4,4',6-pentabromodiphenyl ether; 5-2,2',4,4',5,5'-hexabromodiphenyl ether; 6-2,2',4,4',5,6'-hexabromodiphenyl ether; 7-2,2',3,4,4',5',6-heptabromodiphenyl ether; 8-2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-decabromodiphenyl ether)

表 3 加速溶剂萃取-高效液相色谱法分析瓦楞纸中多溴二苯醚含量的结果(n=6)

Table 3 Results of PBDEs concentration in corrugated box (cardboard) by ASE-HPLC (n=6)

PBDEs	ASE-HPLC					结果对照* (mg/kg)
	检测结果 (mg/kg)	添加浓度 (mg/kg)	检测值 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)	
2,4,4'-tribromodiphenyl ether	N.D.	20.0	21.0	105	2.89	N.D.
2,2',4,4'-tetrabromodiphenyl ether	N.D.	20.0	19.0	95.0	2.03	N.D.
2,2',4,4',5-pentabromodiphenyl ether	N.D.	20.0	20.0	100	1.98	N.D.
2,2',4,4',6-pentabromodiphenyl ether	N.D.	20.0	19.0	95.0	2.82	N.D.
2,2',4,4',5,5'-hexabromodiphenyl ether	N.D.	20.0	20.0	100	2.97	N.D.
2,2',4,4',5,6'-hexabromodiphenyl ether	N.D.	20.0	21.0	105	2.43	N.D.
2,2',3,4,4',5',6-heptabromodiphenyl ether	N.D.	20.0	21.0	105	2.64	N.D.
2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-decabromodiphenyl ether	10.6	20.0	30.5	99.5	2.34	10.6

*: 根据 GB/Z 21276-2007, N.D.表示未检出

由表 3 可知, 8 种多溴二苯醚的回收率在 95%~105%之间, 与国标相比, 检测结果无明显差异, 说明建立的 ASE-HPLC 方法可以用于瓦楞纸中的 PBDEs 检测。

4 结 论

本研究建立了一种加速溶剂萃取提取, 高效液相色谱法检测瓦楞纸箱(板)中 PBDEs 的方法。该方法以低毒性的乙醇-丙酮(1:1, V:V)为萃取溶剂, 替代 PBDEs 常用的二甲苯等高毒性有机溶剂, 萃取温度为 150 °C, 萃取压力为 1500 psi, 静态萃取 10 min, 重复萃取 3 次后, 用甲醇-水为流动相, 进行梯度洗脱, 226 nm 波长进行检测。该方法对 8 种 PBDEs 的回收率在 95%~105%之间, 精密度试验($n=6$)的 RSD < 3%, 检测限为 0.1~0.2 $\mu\text{g/mL}$ 。结果表明, 建立的方法具有快速、低毒低消耗等优势, 与 PBDEs 标准方法 GB/Z 21276-2007 的检测结果无明显差异, 可以用于瓦楞纸箱(板)中的 PBDEs 检测。

参考文献

- [1] 杨运云, 刘玉竹, 李攻科, 等. 微波辅助萃取/气相色谱-质谱法对电子电气产品中多溴二苯醚的测定[J]. 分析测试学报, 2008, 27(7): 762-765.
Yang YY, Liu YZ, Li GK, *et al.* Determination of polybrominated diphenyl ethers in electrical and electronic products by microwave-assisted extraction and gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2008, 27(7): 762-765.
- [2] Hallgren S, Darnerud PO. Effects of polybrominated diphenyl ethers, polychlorinated biphenyl and chlorinated paraffins on thyroid hormone levels and enzyme activities in rats [J]. Organohalogen Compd, 1998, 35: 391-394.
- [3] Cynthia ADW. An overview of brominated flame retardants in the environment [J]. Chemosphere, 2002, 46(5): 583-624.
- [4] Robert CH, Mark JLG, Ellen H, *et al.* Potential role of fire retardant-treated polyurethane foam as a source of brominated diphenyl ethers to the US environment [J]. Chemosphere, 2002, 46(5): 729-735.
- [5] 向彩虹, 孟祥周, 陈社军, 等. 鱼肉组织中多溴联苯醚的定量分析[J]. 分析科学学报, 2006, 25(6): 14-48.
Xiang CH, Meng XZ, Chen SJ, *et al.* Determination of polybrominated diphenyl ethers in fish tissue [J]. J Instrum Anal, 2006, 25(6): 14-48.
- [6] 梁淑轩, 赵茜, 杨中军. 电子垃圾污染地区生物样品中痕量多溴二苯醚的检测[J]. 河北大学学报(自然科学版), 2009, 29(5): 511-517.
- [7] Liang SX, Zhao Q, Yang ZJ. Quantification of trace polybrominated diphenyl ether in biota samples from an electronic waste recycling area [J]. J Hebei Univ (Nat Sci Ed), 2009, 29(5): 511-517.
- [8] 2002/96/EC The directive on waste electrical and electronic equipment (WEEE) [S].
- [9] 2002/95/EC The Directive on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment (RoHS) [S].
- [9] 李左卿, 俞雪钧, 殷居易. 电子电器产品中多溴联苯和多溴二苯醚的高效液相色谱/串联质谱法测定[J]. 分析科学学报, 2007, 23(4): 421-424.
Li ZQ, Yu XJ, Yin JY. Determination of polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in electrical and electronic equipments by liquid chromatography/tandem mass spectrum [J]. J Anal Sci, 2007, 23(4): 421-424.
- [10] 胡贝贞, 宋伟华, 谢丽萍, 等. 加速溶剂萃取/凝胶渗透色谱-固相萃取净化、气相色谱-质谱法测定茶叶中残留的 33 种农药[J]. 色谱, 2008, 26(1): 22-28.
Hu BZ, Song WH, Xie LP, *et al.* Determination of 33 pesticides in tea by accelerated solvent extraction-gel permeation and solid-phase extraction purification-gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2008, 26(1): 22-28.
- [11] 杨琳, 温裕云, 弓振斌. 加速溶剂萃取-液相色谱-串联质谱法测定近岸及河口沉积物中的拟除虫菊酯农药[J]. 分析化学, 2010, 38(7): 968-972.
Yang L, Wen YY, Gong ZB. Determination of pyrethroid pesticides in estuarine and coastal sediments by accelerated solvent extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2010, 38(7): 968-972.
- [12] 李文龙, 陈军辉, 殷月芬, 等. 加速溶剂萃取-高效液相色谱-电喷雾飞行时间质谱联用分析莲子心中生物碱[J]. 分析化学, 2008, 36(1): 79-82.
Li WL, Chen JH, Yin YF, *et al.* Analysis of alkaloids in semen nelumbinis by accelerated solvent extraction-high performance liquid chromatography-diode array detection-electrospray ionization-time of flight-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2008, 36(1): 79-82.
- [13] 马强, 王超, 王星, 等. 加速溶剂萃取-固相萃取-硅胶吸附色谱-电喷雾质谱法测定纺织品中的烷基酚聚氧乙烯醚[J]. 分析化学, 2009, 37(1): 46-52.
Ma Q, Wang C, Wang X, *et al.* Determination of alkylphenol ethoxylates in textiles by accelerated solvent extraction-solid phase extraction-silica adsorption chromatography-electrospray mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2009, 37(1): 46-52.

- [14] 李庆玲, 徐晓琴, 黎先春, 等. 加速溶剂萃取/气相色谱-质谱测定海洋沉积物中的痕量多环芳烃[J]. 分析测试学报, 2006, 25(5): 33-37.

Li QL, Xu XQ, Li XC, *et al.* The determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in sediments with ASE/GC-MS [J]. J Instrum Anal, 2006, 25(5): 33-37.

- [15] 黄英, 杭义萍. 加速溶剂萃取-高效液相色谱/紫外检测电子电器塑料中十溴联苯醚[J]. 分析试验室, 2009, 28(1): 96-100.

Huang Y, Hang YP. Determination of decabrominated diphenyl ether in electronic and electrical equipments with ASE-HPLC/UV [J]. Chin J Anal Lab, 2009, 28(1): 96-100.

- [16] GB/Z 21276-2007 电子电器产品中限用物质 多溴联苯

(PBBs)、多溴二苯醚(PBDEs)检测方法[S].

GB/Z 21276-2007 Determination of restricted substances (polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers) in electrical and electronic equipment [S].

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



李锦花, 硕士, 工程师, 主要研究方向为危险货物运输包装以及包装材料安全性。

E-mail: lijh@nbcic.gov.cn