

# 气相色谱-串联质谱法测定蔬菜中8种多溴联苯醚

王建国<sup>1\*</sup>, 廖珊珊<sup>2</sup>, 王芳<sup>1</sup>, 张国峰<sup>1</sup>, 王艳春<sup>1</sup>, 常虹<sup>3</sup>

(1. 北京市通州区疾病预防控制中心, 北京 101100; 2. 河北北方学院医学检验学院, 张家口 075000;  
3. 北京市通州区妇幼保健院, 北京 101101)

**摘要: 目的** 建立气相色谱-串联质谱法测定蔬菜中8种多溴联苯醚的分析方法。**方法** 样品采用正己烷:丙酮(1:1, V:V)提取, 用25 mg N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)、150 mg MgSO<sub>4</sub>净化, 利用气相色谱-串联质谱在多反应离子监测模式下进行检测, 外标法定量。**结果** 8种多溴联苯醚的相关系数(*r*)均大于0.99, 方法检出限范围为0.0001~0.0009 mg/kg。在3种不同蔬菜基质中3个添加水平(0.005、0.020、0.200 mg/kg)的平均回收率为91.1%~114.0%, 相对标准偏差为1.7%~8.7%。**结论** 该方法前处理简单快速、灵敏度高, 具有良好的回收率和稳定性, 适用于不同种蔬菜中8种多溴联苯醚的测定。

**关键词:** 蔬菜; 气相色谱-串联质谱法; 多溴联苯醚

## Determination of 8 kinds of polybrominated diphenyl ethers in vegetables by gas chromatography-tandem mass spectrometry

WANG Jian-Guo<sup>1\*</sup>, LIAO Shan-Shan<sup>2</sup>, WANG Fang<sup>1</sup>, ZHANG Guo-Feng<sup>1</sup>,  
WANG Yan-Chun<sup>1</sup>, CHANG Hong<sup>3</sup>

(1. Beijing Tongzhou District Center for Disease Control and Prevention, Beijing 101100, China; 2. College of Medical Laboratory, Hebei North University, Zhangjiakou 075000, China; 3. Tongzhou District Maternal and Child Health Care Hospital, Beijing 101101, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish an analytical method for the determination of 8 kinds of polybrominated diphenyl ethers in vegetables by gas chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The samples were extracted with *n*-hexane: Acetone (1:1, V:V) and purified with 25 mg of primary secondary amine (PSA) and 150 mg MgSO<sub>4</sub>. The samples were detected by gas chromatography-tandem mass spectrometry in multi-reaction ion monitoring mode, and quantified by external standard method. **Results** The correlation coefficients (*r*) of the 8 kinds of polybrominated diphenyl ethers were greater than 0.99, and the limits of detection were 0.0001–0.0009 mg/kg. The average recoveries were 91.1%–114.0% and the relative standard deviations were 1.7%–8.7% at the 3 kinds of levels (0.005, 0.020, 0.200 mg/kg) in 3 kinds of different vegetable matrices. **Conclusions** This method is simple, rapid, sensitive, with good recovery and stability, and is suitable for the determination of 8 kinds of polybrominated diphenyl ethers in different vegetables.

**KEY WORDS:** vegetables; gas chromatography-tandem mass spectrometry; polybrominated diphenyl ethers

\*通信作者: 王建国, 硕士, 副主任技师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 13466526743@163.com

\*Corresponding author: WANG Jian-Guo, Master, Associate Chief Technician, Beijing Tongzhou District Center for Disease Control and Prevention, Beijing 101100, China. E-mail: 13466526743@163.com

## 0 引言

多溴联苯醚(polybrominated diphenyl ethers, PBDEs)是一类优良的添加型溴系阻燃剂,常作为一种添加型阻燃剂被广泛地应用在电子、化工、建材、纺织、石油、采矿等领域<sup>[1]</sup>。研究表明,在现有生产技术条件下,每生产 1 t PBDEs 将会向当地大气排放约 22 kg PBDEs<sup>[2]</sup>,多溴联苯醚具有环境持久性、迁移性、生物富集性和生物放大作用等特性,对生物体具有多种毒性效应。一些动物毒理学研究已发现,五溴联苯醚的毒性最大,主要损害神经系统,浓度为 0.6~0.8 mg/kg 时表现出毒性,浓度在 6.0~10.0 mg/kg 时对后代甲状腺激素产生影响;而八溴联苯醚浓度 $\geq 2.0$  mg/kg 时就会对胎儿产生毒性和致畸性;十溴联苯醚浓度 80 mg/kg 时会导致成熟动物的甲状腺、肝和肾形态的改变<sup>[3]</sup>。PBDEs 还可以和芳香烃受体结合,诱导基因表达,改变酶活性,具有类似二噁英的致毒作用。大气、水体、土壤中的 PBDEs 可沿食物链逐级放大,对人类和高级生物的健康造成危害。蔬菜作为日常大量食用的食品,由于其生长过程与大气、水体、土壤密不可分而有可能受到 PBDEs 污染,因此蔬菜中 PBDEs 的污染状况值得关注。

目前文献中已有一些多溴联苯醚测定方法的研究,多采用气相色谱-电感耦合等离子体质谱法<sup>[4]</sup>、气相色谱法<sup>[5-8]</sup>、气相色谱-单四极杆质谱法<sup>[9-10]</sup>、气相色谱-串联质谱法<sup>[11-16]</sup>、液相色谱法<sup>[17-18]</sup>、液相色谱-质谱法<sup>[19-21]</sup>,检测基质涵盖禽肉、牡蛎、水产品、土壤、植物样品、水、食品、生物体内、塑料制品、电子电器产品等,不过文献中关于蔬菜中多溴联苯醚测定方法的研究较少,卢俊文等<sup>[22]</sup>建立了蔬菜中多溴联苯醚和多溴联苯醚检测方法。蔬菜中 PBDEs 残留量很低,直接测定非常困难,建立多种 PBDEs 同时检测方法是很有必要的。本研究对样品的前处理技术和仪器条件进行了优化,采用 QuEChERS-气相色谱-串联质谱法对蔬菜样品中 8 种 PBDEs 进行检测,以期满足蔬菜中多种 PBDEs 同时进行筛查的检测需求。

## 1 材料与amp;方法

### 1.1 主要仪器

7000B 气相色谱-三重四极杆质谱仪(美国 Agilent 公司); 3-18K 高速台式冷冻离心机(德国 Sartorius-Sigma 公司); TTL-DCII 型多功能氮吹仪(北京同泰联科技发展有限公司)。

### 1.2 主要材料与试剂

8 种 PBDE 标准品(PBDE2、PBDE3、PBDE7、PBDE10、PBDE12、PBDE13、PBDE15、PBDE25)(50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,上海安谱实验科技股份有限公司);乙腈、丙酮、正己烷、乙酸乙酯(色谱纯)、提取盐包: Cleanert MAS-Q (4 g  $\text{MgSO}_4$ 、1 g  $\text{NaCl}$ 、1 g  $\text{NaAC}$ )、净化管: Cleanert MAS-Q [75 mg  $\text{N}$ -丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)、150 mg  $\text{MgSO}_4$ ](天

津博纳艾杰尔科技有限公司); ProElut QUE EN Extraction Salt [4 g  $\text{MgSO}_4$ 、1 g  $\text{NaCl}$ 、1 g 柠檬酸钠(citrate sodium, TSCD)、0.5 g 柠檬酸氢二钠(disodium hydrogen citrate, DHS)](北京迪马科技有限公司); QuEChERS Extraction Pouch EN Method (4 g  $\text{MgSO}_4$ 、1 g  $\text{NaCl}$ 、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 三水合二柠檬酸二钠)、5021 (25 mg PSA、150 mg  $\text{MgSO}_4$ )、5321 [25 mg PSA、7.5 mg 石墨炭黑(graphite carbon black, GCB)、150 mg  $\text{MgSO}_4$ ]、5121 (25 mg PSA、25 mg  $\text{C}_{18}$ 、150 mg  $\text{MgSO}_4$ )(美国安捷伦公司)。

胡萝卜、白菜、菠菜、黄瓜、茄子 5 种蔬菜 20 件样品来自市售。

### 1.3 标准溶液的配制

分别吸取 8 种农药标准品各 100  $\mu\text{L}$  于 5.0 mL 棕色容量瓶中,丙酮定容,配制成混合标准储备溶液 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,分别选取有代表性的胡萝卜、白菜、菠菜 3 种蔬菜空白基质溶液稀释,配制 7 个不同质量浓度的混合标准液,分别是 0.001、0.002、0.005、0.010、0.050、0.100、0.200、0.400  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的基质混合标准工作溶液。

### 1.4 仪器条件

#### 1.4.1 气相色谱条件

色谱柱: DB-5MS 色谱柱(30  $\text{m} \times 0.25$  mm, 0.25  $\mu\text{m}$ ); 程序升温: 初始温度 60  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 1 min, 40  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升到 170  $^{\circ}\text{C}$ ,再以 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升到 260  $^{\circ}\text{C}$ , 50  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升到 310  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 1 min; 进样口温度为 280  $^{\circ}\text{C}$ ; 进样量: 1  $\mu\text{L}$ ; 进样方式: 不分流进样; 柱流量: 1.1  $\text{mL}/\text{min}$ 。

#### 1.4.2 质谱条件

离子源温度为 300  $^{\circ}\text{C}$ ; 质谱传输接口温度为 280  $^{\circ}\text{C}$ ; 溶剂延迟时间为 3.917 min; 四极杆温度为 150  $^{\circ}\text{C}$ ; 碰撞气为氮气( $\text{N}_2$ ), 流速为 1.5  $\text{mL}/\text{min}$ ; 猝灭气为氦气( $\text{He}$ ), 流速为 2.25  $\text{mL}/\text{min}$ 。

### 1.5 样品前处理

将蔬菜样品用均质仪进行粉碎,准确称取混合均匀试样 5.0 g 于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 正己烷:丙酮(1:1, V:V),涡旋混匀,加入 4 g  $\text{MgSO}_4$ 、1 g  $\text{NaCl}$ 、1 g TSCD、0.5 g DHS,振荡 1 min,以 10000  $\text{r}/\text{min}$  离心 5 min; 吸取上清液 3 mL 于 15 mL 离心管中,氮吹至近干,将洗涤液移入含有 25 mg PSA、150 mg  $\text{MgSO}_4$  的 2 mL 净化管中,充分混匀,以 10000  $\text{r}/\text{min}$  离心 5 min,吸取上清液,经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤至色谱进样瓶中,供气相色谱-串联质谱仪分析。

## 2 结果与分析

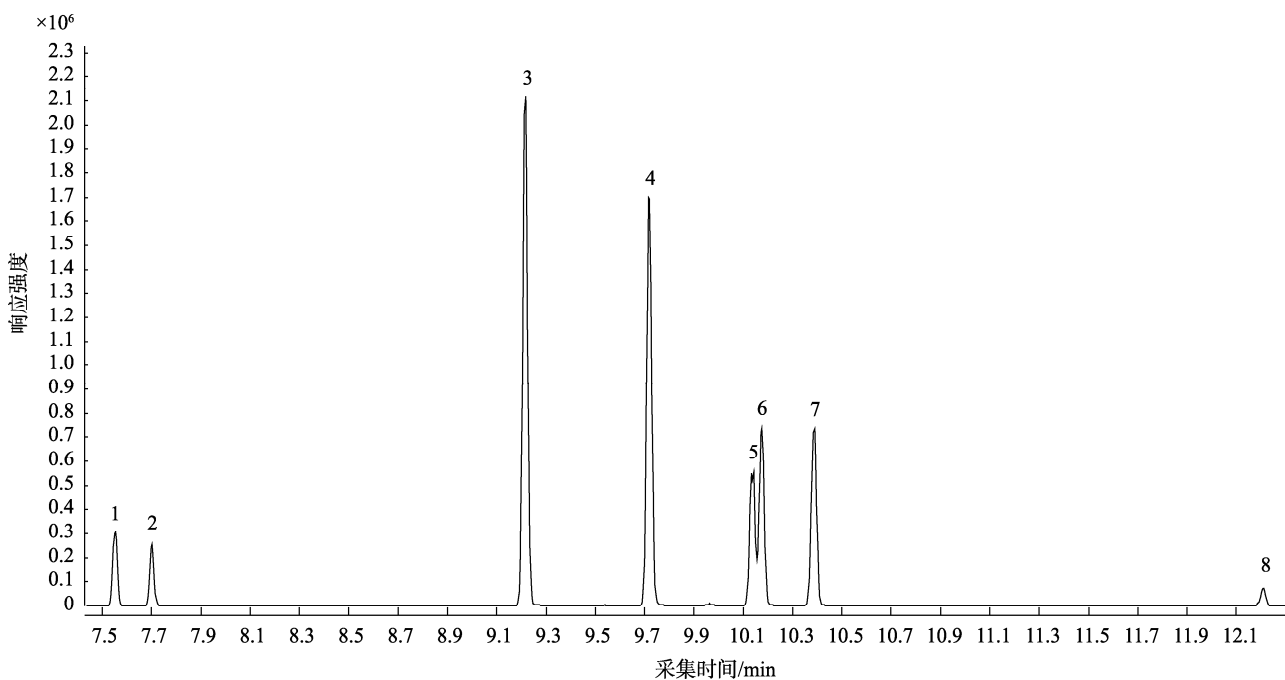
### 2.1 质谱参数的优化

在 Scan 扫描基础上确定 8 种多溴联苯醚的保留时间,采用多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式优化碰撞能量、定性离子和定量离子,最终确定质谱参数,具体见表 1,8 种多溴联苯醚总离子流图见图 1。

表1 8种多溴联苯醚的保留时间及特征离子  
Table 1 Retention time and characteristic ions of 8 kinds of polybrominated diphenyl ethers

序号	化合物	CAS号	保留时间/min	母离子( $m/z$ )	子离子( $m/z$ )	碰撞能量/eV
1	PBDE2	6876-00-1	7.552	248.0	168.9*	5
				248.0	141.1	10
2	PBDE3	101-55-3	7.702	248.0	168.9	10
				248.0	140.8*	5
3	PBDE10	51930-04-2	9.214	328.0	168.1	10
				168.0	139.2*	20
4	PBDE7	171977-44-9	9.720	328.0	168.1	15
				168.1	139.1*	20
5	PBDE12	189084-59-1	10.137	327.8	167.7	25
				168.0	139.2*	25
6	PBDE13	83694-71-7	10.177	327.9	220.8	15
				327.8	167.6*	15
7	PBDE15	2050-47-7	10.387	327.6	218.6	15
				168.1	139.0*	20
8	PBDE25	147217-77-4	12.210	407.8	247.7	10
				245.9	138.7*	15

注: \*代表定量离子。



注: 1: PBDE2; 2: PBDE3; 3: PBDE10; 4: PBDE7; 5: PBDE12; 6: PBDE13; 7: PBDE15; 8: PBDE25。

图1 8种多溴联苯醚的总离子流图

Fig.1 Total ion chromatogram of 8 kinds of polybrominated diphenyl ethers

## 2.2 提取溶剂的选择

本研究选用胡萝卜、白菜、菠菜 3 种蔬菜基质, 分别考察了正己烷、丙酮、乙腈、乙酸乙酯以及正己烷:丙酮(1:1, V:V) 5 种溶剂的提取效果, 在基质样品中加入浓度为 0.020 mg/kg 的 8 种多溴联苯醚混合标准溶液, 每组实验平行测定 3 次, 通过比较各组的平均加标回收率确定最佳提取溶剂。结果表明, 3 种蔬菜基质中乙腈与正己烷:丙酮(1:1, V:V) 2 种溶剂的提取效果较好且相差不大, 平均加标回收率在 90.0%~104.0%之间, 其他 3 种溶剂的提取效果不理想, 平均加标回收率在 81.0%~91.0%之间, 回收率偏低; 但由于乙腈对人体有一定危害, 故本研究最终选择正己烷:丙酮(1:1, V:V)作为提取溶剂。

## 2.3 提取盐包的选择

本研究选用胡萝卜、白菜、菠菜 3 种蔬菜基质, 分别考察 CleanertMAS-Q、ProElut QUE EN Extraction Salt、QuEChERS Extraction Pouch EN Method 3 种盐包的提取效果, 在基质样品中加入浓度为 0.020 mg/kg 的 8 种多溴联苯醚混合标准溶液, 每组实验平行测定 3 次, 通过比较各组的平均加标回收率确定最佳提取盐包。结果显示, 3 种蔬菜基质中 CleanertMAS-Q 平均加标回收率在 109.0%~122.0%之间, 回收率整体偏高, ProElut QUE EN Extraction Salt 平均加标回收率在 90.0%~97.0%之间, 回收率较好, QuEChERS Extraction Pouch EN Method 平均加标回收率在 91.0%~113.0%之间, 其中白菜中 PBDE12 回收率高达 113.0%, 菠菜中 PBDE12 回收率高达 112.0%。综合考虑, 本研究选用 ProElut QUE EN Extraction Salt 作为样品前处理方法的提取盐包。

## 2.4 净化剂的优化

QuEChERS 方法常用的固体吸附剂有 PSA、GCB、C<sub>18</sub> 和中性氧化铝等。PSA 对样品中的有机酸、脂肪酸、糖类、色素等具有良好的净化效果; GCB 能去除色素; C<sub>18</sub> 主要用于吸附溶液中的油脂等弱极性干扰物; 中性氧化铝

表面呈中性, 易保留芳香烃和有机胺等富电化合物。

本研究选用胡萝卜、白菜、菠菜 3 种蔬菜基质, 分别考察 Cleanert MAS-Q、5021、5321、5121 4 种净化剂的净化效果。在基质样品中加入浓度为 0.020 mg/kg 的 8 种多溴联苯醚混合标准溶液, 每组实验平行测定 3 次, 通过比较各组的平均加标回收率确定最佳净化剂。本研究结果显示, 白菜基质中 5021 净化效果最好, 平均加标回收率为 94.0%~109.0%, 回收率好于 Cleanert MAS-Q、5121、5321; 胡萝卜基质中, 5021 净化效果最好, 平均加标回收率为 92.0%~107.0%, 回收率好于 Cleanert MAS-Q、5121、5321; 菠菜基质中, 5021 平均加标回收率为 101.0%~106.0%, 5321 平均加标回收率为 94.0%~112.0%, 两者的回收率较好, 相差不多, 优于 Cleanert MAS-Q、5321, 由于白菜和胡萝卜基质中 5021 净化效果最好, 综合考虑本研究最终选取 5021 作为净化剂。

## 2.5 方法学验证

### 2.5.1 线性范围、方法检出限与定量限

以 3 倍信噪比测得各化合物的方法检出限, 10 倍信噪比测得方法定量限。本研究所得相关系数( $r$ )、检出限(limit of detection, LOD)、定量限(limit of quantitation, LOQ)结果见表 2, 从表 2 中可以看出各组分在相应的浓度范围内线性良好, 其相关系数均大于 0.99, 以取样 5 g 计算, 8 种多溴联苯醚的方法检出限在 0.0001~0.0009 mg/kg 之间, 定量限在 0.0004~0.0030 mg/kg 之间。

### 2.5.2 加标回收率与精密度

选用胡萝卜、白菜、菠菜 3 种蔬菜进行加标回收实验, 考察本研究的回收率与精密度。称取空白样品 5 g, 分别添加 0.005、0.020、0.200 mg/kg 3 个水平的多溴联苯醚混合标准溶液, 按 1.5 节进行前处理后进行气相色谱-串联质谱分析, 测定后计算平均回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。8 种多溴联苯醚的平均回收率为 91.1%~114.0%, RSD 为 1.7%~8.7%, 说明方法的准确度和精密度较高, 重现性好, 结果见表 3。

表 2 8 种多溴联苯醚的相关系数、检出限与定量限

Table 2 Correlation coefficients, detection limits and quantitation limits of 8 kinds of polybrominated diphenyl ethers

化合物	$r$	LOD/(mg/kg)			LOQ/(mg/kg)		
		胡萝卜	白菜	菠菜	胡萝卜	白菜	菠菜
PBDE2	0.9982	0.0006	0.0001	0.0002	0.0020	0.0005	0.0008
PBDE3	0.9979	0.0007	0.0002	0.0004	0.0020	0.0007	0.0010
PBDE10	0.9979	0.0005	0.0002	0.0002	0.0020	0.0006	0.0006
PBDE7	0.9974	0.0006	0.0001	0.0003	0.0020	0.0004	0.0010
PBDE12	0.9976	0.0009	0.0009	0.0006	0.0030	0.0030	0.0020
PBDE13	0.9968	0.0007	0.0004	0.0002	0.0020	0.0010	0.0008
PBDE15	0.9970	0.0009	0.0004	0.0002	0.0030	0.0010	0.0005
PBDE25	0.9962	0.0004	0.0004	0.0003	0.0010	0.0010	0.0010

表 3 胡萝卜、白菜、菠菜基质 3 个添加量的加标平均回收率和 RSDs  
Table 3 Average recoveries and RSDs of carrot, cabbage and spinach

化合物	添加量 (mg/kg)	胡萝卜		白菜		菠菜	
		平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
PBDE2	0.005	99.3	6.9	97.7	4.2	112.0	5.3
	0.020	97.8	5.3	99.9	8.0	96.1	4.2
	0.200	97.0	2.3	95.1	3.5	103.0	2.6
PBDE3	0.005	101.0	4.4	103.0	5.9	112.0	3.1
	0.020	98.5	3.9	95.8	4.5	98.2	3.6
	0.200	95.8	6.3	98.7	2.2	91.5	3.4
PBDE10	0.005	113.0	3.3	104.0	5.9	112.0	1.7
	0.020	104.0	6.7	97.4	2.7	99.8	4.5
	0.200	94.4	4.5	101.0	4.7	91.9	4.8
PBDE7	0.005	113.0	4.8	99.7	7.9	112.0	3.4
	0.020	98.9	6.8	94.8	6.9	98.3	3.4
	0.200	96.2	4.7	97.9	4.8	95.7	2.2
PBDE12	0.005	111.0	4.9	98.0	8.6	110.0	6.4
	0.020	103.0	6.5	103.0	3.8	99.7	3.7
	0.200	99.1	4.6	101.0	8.1	101.0	7.6
PBDE13	0.005	106.0	3.8	108.0	6.7	110.0	8.7
	0.020	94.3	6.3	109.0	7.6	94.2	3.3
	0.200	94.2	4.2	102.0	4.0	94.9	4.7
PBDE15	0.005	107.0	7.2	91.3	6.7	96.0	5.9
	0.020	104.0	3.5	99.5	7.5	96.8	3.1
	0.200	98.7	6.2	105.0	7.2	96.3	4.2
PBDE25	0.005	113.0	4.0	98.7	7.7	114.0	3.1
	0.020	104.0	6.6	96.8	7.8	95.8	4.4
	0.200	102.0	5.2	101.0	3.9	91.1	4.4

## 2.6 实际样品测定

应用所建立的分析方法对胡萝卜、白菜、菠菜、黄瓜、茄子 5 种蔬菜 20 件样品进行了筛查检测, 在胡萝卜 1 中检出 PBDE7, 含量为 0.0007 mg/kg, 白菜 3 中检出 PBDE7, 含量为 0.0003 mg/kg, 其他 18 件样品未检出。

## 3 结论

本研究建立了测定蔬菜中 8 种多溴联苯醚的气相色谱-串联质谱法, 样品前处理方法简单快速, 该方法灵敏度高, 精密度和准确度良好, 抗杂质干扰能力强, 适合于不同种蔬菜中多种多溴联苯醚的筛查和检验。

## 参考文献

- [1] WU Z, HAN W, YANG X, *et al.* The occurrence of polybrominated diphenyl ether (PBDE) contamination in soil, water/sediment and air [J]. *Environ Sci Pollut Res Int*, 2019, 26(23): 219–241.
- [2] CHEN Y, LI J, TAN Q. Trends of production, consumption and environmental emissions of decabromo diphenyl ether in mainland China [J]. *Environ Pollut*, 2020, 260: 114022.
- [3] ROSS PS, COUILLARD CM, IKONOMOU MG, *et al.* Large and growing environmental reservoirs of Deca-BDE present an emerging health risk for fish and marine mammals [J]. *Mar Pollut Bull*, 2009, 58(1): 7–10.
- [4] NOVAK P, ZULIANI T, MILA IR, *et al.* Development of an analytical procedure for the determination of polybrominated diphenyl ethers in environmental water samples by GC-ICP-MS [J]. *Anal Chim Acta*, 2014, 827: 64–73.
- [5] 马仕豪, 饶钦雄, 张其才, 等. 酸性硅胶柱净化-气相色谱法测定禽肉中 8 种多溴联苯醚污染物含量[J]. *江西农业大学学报*, 2020, 42(5): 1050–1057.
- [6] MA SH, RAO QX, ZHANG QC, *et al.* Determination of eight polybrominated diphenyl ethers in poultry meat by acid silica gel column purification and gas chromatography [J]. *Acta Agric Univ Jiangxiensis*, 2020, 42(5): 1050–1057.
- [7] 刘奇, 柯常亮, 莫梦松, 等. 气相色谱法测定牡蛎中多溴联苯醚[J]. *分析实验室*, 2019, 38(11): 1339–1344.
- [8] LIU Q, KE CL, MO MS, *et al.* Determination of polybrominated diphenyl

- ethers in oyster samples by gas chromatography [J]. *Chin J Anal Lab*, 2019, 38(11): 1339-1444.
- [7] 张龙飞, 于慧娟, 田良良, 等. 水产品中六溴联苯测定方法的建立及应用分析[J/OL]. *食品科学*: 1-12. [2021-07-23]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.TS.20200313.0950.006.html>
- ZHANG LF, YU HJ, TIAN LL, *et al.* Establishment of hexabromobiphenyls determination method in aquatic products and application analysis [J/OL]. *Food Sci*: 1-12. [2021-07-23]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.TS.20200313.0950.006.html>
- [8] 由宗政, 孔德洋, 许静, 等. 加速溶剂萃取-气相色谱法测定土壤、植物样品中 13 种多溴联苯醚[J]. *环境化学*, 2013, 32(7): 1410-1416.
- YOU ZZ, KONG DY, XU J, *et al.* Accelerated solvent extraction-GC determination of 13 PBDEs in soil and plant samples [J]. *Environ Chem*, 2013, 32(7): 1410-1416.
- [9] 杨芳, 张宪臣, 卢俊文, 等. 气相色谱-质谱法测定水中多溴联苯醚残留量[J]. *食品科学*, 2016, 37(16): 254-257.
- YANG F, ZHANG XC, LU JW, *et al.* Determination of polybrominated diphenyl ethers residues in water by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2016, 37(16): 254-257.
- [10] 董黎静, 戴玄吏, 滕加泉, 等. SBSE-TDU-GC/MS 法同步测定饮用水源水中 16 种多溴联苯化合物[J]. *环境监控与预警*, 2015, 7(5): 37-41.
- DONG LJ, DAI XL, TENG JQ, *et al.* Simultaneous determination of 16 PBBs in drinking source water by stir bar sorptive extraction-thermal desorption-gas chromatography/mass spectrometry [J]. *Environ Monit Forewarn*, 2015, 7(5): 37-41.
- [11] 张付海, 陈鑫, 田丙正, 等. 加速溶剂同时萃取和净化-气相色谱-三重四极杆串联质谱测定土壤和沉积物中 8 种多溴联苯醚[J]. *中国环境监测*, 2019, 35(4): 141-148.
- ZHANG FH, CHEN X, TIAN BZ, *et al.* Determination of 8 PBDEs in soil and sediment by accelerated solvent simultaneous extraction and clean-up with gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. *Environ Monit China*, 2019, 35(4): 141-148.
- [12] 李振, 周家斌, 王霞, 等. 以 ZIF-8 为固相微萃取涂层分析环境水样中痕量多溴联苯醚[J]. *分析测试学报*, 2018, 37(8): 871-878.
- LI Z, ZHOU JB, WANG X, *et al.* Analysis of polybrominated diphenyl ethers in environmental water samples using zeolitic imidazolate framework-8 as solid phase microextraction coating [J]. *Chin J Anal Lab*, 2018, 37(8): 871-878.
- [13] 张莉莉, 彭淑女, 赵汝松, 等. 食品中多溴联苯醚残留的气相色谱-串联质谱分析方法研究[J]. *分析测试学报*, 2010, 29(6): 603-607.
- ZHANG LL, PENG SN, ZHAO RS, *et al.* Study on the analysis of pbdes residues in food by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2010, 29(6): 603-607.
- [14] 梁淑轩, 李立勇, 张国峰, 等. 微波辅助萃取-气相色谱质谱法检测生物体内的多溴联苯醚[J]. *分析试验室*, 2010, 29(4): 115-118.
- LIANG SX, LI LY, ZHANG GF, *et al.* Determination of polybrominated diphenyl ethers in biota by microwave-assisted extraction and gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2010, 29(4): 115-118.
- [15] 张艳君. GC-MS/MS 法快速测定塑料制品中 18 种多溴二苯醚的含量[J]. *塑料科技*, 2019, 47(11): 134-139.
- ZHANG YJ. Rapid determination of 18 polybrominated diphenyl ethers in plastic products by GC-MS/MS [J]. *Plas Technol*, 2019, 47(11): 134-139.
- [16] 梁多多, 伞桂艳. GC-MS/MS 法同时测定塑料制品中 15 种多溴二苯醚的含量[J]. *现代化工*, 2019, 39(12): 237-242, 247.
- LIANG DD, SAN GY. Simultaneous determination of 15 polybrominated diphenyl ethers in plastic products by GC-MS/MS method [J]. *Mod Chem Ind*, 2019, 39(12): 237-242, 247.
- [17] 张瑞, 张志辉, 刘卓钦, 等. 高效液相色谱法测定皮革中 20 种溴代阻燃剂[J]. *分析实验室*, 2014, 33(1): 73-77.
- ZHANG R, ZHANG ZH, LIU ZQ, *et al.* Determination of 20 kinds of brominated flame retardants in leather by HPLC method [J]. *Chin J Anal Lab*, 2014, 33(1): 73-77.
- [18] 贾永娟, 邵明武, 李蕾. 高效液相色谱法检测丙烯腈-丁二烯-苯乙烯塑料中多溴联苯醚[J]. *分析试验室*, 2010, 29(12): 63-65.
- JIA YJ, SHAO MW, LI L. HPLC analysis of polybrominated diphenylethers in acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer [J]. *Chin J Anal Lab*, 2010, 29(12): 63-65.
- [19] 白雅琛, 同帆, 吴晟旻, 等. 太湖水体及沉积物中羟基化多溴联苯醚的检测及风险评估[J]. *西安工程大学学报*, 2021, 35(1): 16-23.
- BAI YC, TONG Z, WU SM, *et al.* Detection and risk assessment of hydroxyl polybrominated diphenyl ethers in surface waters and sediments of Taihu lake [J]. *J Xi'an Polytech Univ*, 2021, 35(1): 16-23.
- [20] 陈书鑫, 王静, 冯鸿儒, 等. 超高效液相色谱-三重四极杆质谱法同时分析沉积物中 6 种溴代阻燃剂[J]. *中国环境监测*, 2020, 36(4): 139-144.
- CHEN SX, WANG J, FENG HR, *et al.* Determination of 6 brominated flame retardants in sediment by ultra-high performance liquid chromatography tandem triple quadrupole mass spectrometry [J]. *Environ Monit China*, 2020, 36(4): 139-144.
- [21] 李佐卿, 俞雪钧, 殷居易, 等. 电子电气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, *et al.* Determination of polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in electronic and electrical products by high performance liquid chromatography/tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Sci*, 2007, 23(4): 421-424.
- [22] 卢俊文, 张宪臣, 杨芳, 等. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法测定蔬菜中多溴联苯和多溴联苯醚[J]. *食品科学*, 2017, 38(12): 253-259.
- LU JW, ZHANG XC, YANG F, *et al.* Rapid quantification of 20 polybrominated biphenyls (PBBs) and polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) in vegetables using QuEChERS coupled with gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2017, 38(12): 253-259.

(责任编辑: 张晓寒 于梦娇)

## 作者简介



王建国, 硕士, 副主任技师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: 13466526743@163.com