

学校编码: 10384  
学号: 19120051301809

分类号 \_\_\_\_\_ 密级 \_\_\_\_\_  
UDC \_\_\_\_\_

厦 门 大 学

硕 士 学 位 论 文

食品中多溴联苯醚残留的气相色谱-质谱与气相色谱-串联质谱的分析方法研究与应用

Study and Application of Analytical Method for Polybrominated diphenyl ethers Residue in Food by Gas Chromatography-Mass Spectrometry and Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

张 莉 莉

指导教师姓名: 林竹光 副教授

专业名称: 分析化学

论文提交日期: 2008年5月

论文答辩时间: 2008年6月

学位授予日期: 2008年 月

答辩委员会主席: \_\_\_\_\_

评 阅 人: \_\_\_\_\_

2008年5月

厦门大学博硕士学位论文摘要库

厦门大学博硕士学位论文摘要库

**Thesis for Master of Analytical Chemistry**

**Study and Application of Analytical Method for  
Polybrominated diphenyl ethers Residue in Food by Gas  
Chromatography-Mass Spectrometry and Gas  
Chromatography-Tandem Mass Spectrometry**

By

Lili Zhang

Supervised by

Associate Professor Zhuguang Lin

College of Chemistry & Chemical Engineering

Xiamen University

May, 2008

厦门大学博硕士学位论文摘要库

## 厦门大学学位论文原创性声明

兹提交的学位论文，是本人在导师指导下独立完成的研究成果。本人在论文写作中参考的其他个人或集体的研究成果，均在文中以明确方式标明。本人依法享有和承担由此论文产生的权利和责任。

声明人（签名）：

年 月 日

厦门大学博硕士学位论文摘要库

## 厦门大学学位论文著作权使用声明

本人完全了解厦门大学有关保留、使用学位论文的规定。厦门大学有权保留并向国家主管部门或其指定机构送交论文的纸质版和电子版，有权将学位论文用于非赢利目的的少量复制并允许论文进入学校图书馆被查阅，有权将学位论文的内容编入有关数据库进行检索，有权将学位论文的标题和摘要汇编出版。保密的学位论文在解密后适用本规定。

本学位论文属于

- 1、保密（ ），在 年解密后适用本授权书。
- 2、不保密（ ）

（请在以上相应括号内打“√”）

作者签名： 日期： 年 月 日

导师签名： 日期： 年 月 日



厦门大学博硕士学位论文摘要库

摘要 .....	i
ABSTRACT .....	iii
<b>第 1 章 食品中多溴联苯醚残留分析的研究进展 .....</b>	<b>1</b>
1.1 溴系阻燃剂简介 .....	1
1.2 溴的生产及应用 .....	2
1.3 BFR 分类 .....	4
1.4 多溴联苯醚 (PBDEs) .....	5
1.4.1 PBDEs 简介 .....	5
1.4.2 PBDEs 的环境特征 .....	7
1.4.3 PBDEs 的暴露水平 .....	9
1.4.4 PBDEs 的毒性 .....	13
1.4.5 PBDEs 的分析方法研究 .....	17
1.5 本课题研究背景及内容 .....	19
1.6 研究展望 .....	20
参考文献 1 .....	22
<b>第 2 章 食品中 PBDEs 的 GC-NCI/MS 分析方法建立 .....</b>	<b>31</b>
2.1 仪器与试剂 .....	31
2.1.1 主要仪器 .....	31
2.1.2 仪器测定条件 .....	32
2.1.3 主要试剂 .....	33
2.2 PBDEs 分析方法的建立 .....	34
2.2.1 样品前处理方法选择 .....	34

2.2.2 GC 分析方法建立 .....	37
2.2.3 MS 分析方法建立 .....	37
2.3 分析方法的质量控制 .....	46
2.3.1 方法检测限 .....	46
2.3.2 准确度 .....	46
2.3.3 精密度 .....	47
2.3.4 线性范围 .....	47
2.3.5 全程分析空白监控 .....	47
2.3.6 GC-MS 分析系统的质量控制 .....	48
参考文献 2 .....	49
<b>第 3 章 动物肝脏和海产品中 PBDEs 的 GC-NCI/MS SIM 分析 .....</b>	<b>53</b>
3.1 引言 .....	53
3.2 动物肝脏中 9 种 PBDEs 残留量的分析 .....	54
3.2.1 仪器与试剂 .....	54
3.2.2 GC-NCI/MS 的分析条件 .....	54
3.2.3 实验部分 .....	54
3.3 海产品中 9 种 PBDEs 残留量的分析 .....	64
3.3.1 仪器与试剂 .....	64
3.3.2 GC-NCI-MS 的分析条件 .....	64
3.3.3 实验部分 .....	64
3.4 动物肝脏和海产品中 PBDEs 残留的分析结果比较 .....	70
3.5 小结 .....	71
参考文献 3 .....	72
<b>第 4 章 食品中 PBDEs 残留的 GC-EI/MS/MS 分析方法研究 .....</b>	<b>75</b>
4.1 实验条件 .....	75

4.1.1 仪器与试剂 .....	75
4.1.2 GC-EI/MS/MS 分析条件 .....	76
4.2 MS/MS 方法简介 .....	77
4.2.1 MS/MS 的分类 .....	78
4.2.2 MRM 监测方式 .....	80
4.3 PBDEs 的 GC-EI/MS/MS 分析方法建立 .....	81
4.3.1 离子化方式的选择 .....	81
4.3.2 母离子的选择 .....	82
4.3.3 母离子的存储 .....	83
4.3.4 CID 电压的设定 .....	84
4.3.5 EI/MS/MS 谱图解析及定量离子碎片的选择 .....	85
4.3.6 离子阱温度的选择 .....	92
4.3.7 其他 EI/MS/MS 参数的选择 .....	93
4.3.8 GC-EI/MS/MS 分析 .....	95
4.4 EI/MS/MS 分析方法的指标 .....	96
4.4.1 方法检测限 .....	96
4.4.2 线性范围 .....	97
4.4.3 加标回收率、准确度和精密度 .....	98
4.5 EI/MS/MS 分析方法的特点 .....	98
4.6 小结 .....	102
参考文献 4 .....	103
<b>结束语 .....</b>	<b>105</b>
<b>发表的论文和会议论文 .....</b>	<b>107</b>
<b>致谢 .....</b>	<b>109</b>

厦门大学博硕士学位论文摘要库

## CATALOGUE

<b>Abstract(Chinese)</b> .....	<b>i</b>
<b>Abstract(English)</b> .....	<b>iii</b>
<b>Chapter 1 Current progress of Polybrominated diphenyl ethers residue analysis in food</b> .....	<b>1</b>
1.1 Introduction of Brominated Flame Retardant.....	1
1.2 Production and use of Bromine.....	2
1.3 BFR's classification.....	4
1.4 Polybrominated diphenyl ethers(PBDEs).....	5
1.4.1 Introduction of PBDEs.....	5
1.4.2 Environmental character of PBDEs.....	7
1.4.3 Exposure of PBDEs.....	9
1.4.4 Toxicity of PBDEs.....	13
1.4.5 Detection technology of PBDEs analysis.....	17
1.5 Background and Content of the research.....	19
1.6 Research trend.....	20
Reference 1.....	22
<b>Chapter 2 Development of a method for analyzing PBDEs residue in food by GC-NCI/MS</b> .....	<b>31</b>
2.1 Instrument and Chemicals.....	31
2.1.1 Main instrument.....	31
2.1.2 Instrumental analytical conditions.....	32
2.1.3 Main chemicals.....	33
2.2 Analytical method research for PBDEs.....	34

2.2.1 Sample pretreatment method	34
2.2.2 Research of GC conditions	37
2.2.3 Research of MS conditions	37
2.3 Quality Control of Analytical Processes	46
2.3.1 Method Detection Limit	46
2.3.2 Accurary	46
2.3.3 Precision	47
2.3.4 Linear Range	47
2.3.5 Blank Control	47
2.3.6 Quality control for GC-MS analytical system	48
Reference 2	49

### **Chapter 3 Establishment of GC-NCI/MS SIM analytical method for PBDEs residues in animal liver and seafood**.....53

3.1 Introduction	53
3.2 Analyze of 9 PBDEs in animal liver	54
3.2.1 Instrumentation and chemicals	54
3.2.2 GC-NCI/MS condition	54
3.2.3 Experiment	54
3.3 Analyze of 9 PBDEs in seafood	64
3.3.1 Instrumentation and chemicals	64
3.3.2 GC-NCI/MS condition	64
3.3.3 Experiment	64
3.4 Compartion of 9 PBDEs analytical result in animal liver and seafood	70
3.5 Brief summary	71
Reference 3	72

### **Chapter 4 Research of GC-EI/MS/MS analytical method for PBDEs residues in food**.....75

---

4.1 Experimental condition	75
4.1.1 Instrumentation and chemicals	75
4.1.2 GC-EI/MS/MS condition	76
4.2 MS/MS introduction	77
4.2.1 Classification of MS/MS	78
4.2.2 MRM monitor mode	80
4.3 Establishment of PBDEs GC-EI/MS/MS method	81
4.3.1 Ionization mode	81
4.3.2 Precursor ions selection	82
4.3.3 Precursor ions storage	83
4.3.4 CID voltage selection	84
4.3.5 EI/MS/MS spectrum unscrambling and daughter ions selection	85
4.3.6 Ion trap temperature selection	92
4.3.7 Other EI/MS/MS parameters	93
4.3.8 GC-EI/MS/MS analysis	95
4.4 EI/MS/MS method performance	96
4.4.1 Method detection limit	96
4.4.2 Linear range	97
4.4.3 Recovery、Accuracy and Precision	98
4.5 Advantage of EI/MS/MS method	98
4.6 Brief summary	102
Reference 4	103
<b>Conclusions</b>	<b>105</b>
<b>Publications during M. Sc. Study</b>	<b>107</b>
<b>Acknowledgements</b>	<b>109</b>



Degree papers are in the "[Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database](#)". Full texts are available in the following ways:

1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <http://etd.calis.edu.cn/> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to [etd@xmu.edu.cn](mailto:etd@xmu.edu.cn) for delivery details.

厦门大学博硕士论文摘要库