

学校编码: 10384

分类号_____密级_____

学 号: 200408012

UDC_____

厦 门 大 学

硕 士 学 位 论 文

近海沉积物和食品中多溴联苯醚与多溴联苯的
GC-NCI/MS 分析方法研究与应用

**Study and Application of Analytical Method for
Polybrominated Diphenyl Ethers and Polybrominated
Biphenyls in both Sediment and Food by Gas
Chromatography-Negative Chemical Ionization / Mass
Spectrometry**

马 玉

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: 2007 年 5 月

论文答辩时间: 2007 年 6 月

学位授予日期: 2007 年 月

答辩委员会主席: _____

评 阅 人: _____

2007 年 5 月

近海沉积物和食品中多溴联苯醚与多溴联苯的 GC-NCI/MS 分析方法研究与应用

马 玉

指导教师

林竹光 副教授

厦 门 大 学

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 and Polybrominated
Biphenyls in both Sediment and Food by Gas
Chromatography-Negative Chemical Ionization / Mass
Spectrometry**

By
Yu Ma

Supervised by
Associate Professor Zhuguang Lin

College of Chemistry & Chemical Engineering
Xiamen University

May, 2007

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

摘要.....	ix
Abstract.....	xi
第 1 章 绪论.....	1
1.1 阻燃剂简介.....	1
1.1.1 阻燃剂的分类.....	1
1.1.2 阻燃剂研究的发展.....	2
1.2 溴系阻燃剂.....	3
1.2.1 溴系阻燃剂的现状.....	3
1.2.2 溴系阻燃剂的阻燃机理.....	4
1.3 多溴联苯醚和多溴联苯.....	6
1.3.1 多溴联苯醚和多溴联苯简介.....	6
1.3.2 PBDEs 和 PBBs 的危害.....	7
1.4 环境样品中 PBDEs 和 PBBs 分析的前处理技术研究进展.....	9
1.4.1 液-液萃取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	10
1.4.2 固相萃取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	10
1.4.3 索氏提取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	11
1.4.4 固相微萃取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	12
1.4.5 超声辅助提取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	12
1.4.6 基质固相分散萃取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	13
1.4.7 微波辅助萃取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	14
1.4.8 加速溶剂萃取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	15
1.4.9 超临界流体萃取法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	16
1.4.10 凝胶渗透色谱法在 PBDEs 和 PBBs 分析中的应用.....	17

1.5 PBDEs 和 PBBs 的分析检测技术	18
1.5.1 GC-ECD 法	19
1.5.2 GC-EI/HRMS 法	20
1.5.3 GC-NCI/LRMS 法	20
1.6 本论文研究的背景和内容	20
1.6.1 论文研究的背景	20
1.6.2 论文研究的内容	21
参考文献 1	22
第 2 章 多溴联苯醚和多溴联苯残留的 GC-NCI/MS 分析方法的建立	27
2.1 仪器与试剂	27
2.1.1 主要仪器	27
2.1.2 主要试剂	28
2.2 样品前处理方法的优化与选择	29
2.2.1 目标物的提取	29
2.2.2 提取液的净化	30
2.2.3 洗脱液浓缩方法的选择	31
2.3 GC-MS 分析方法的建立	31
2.3.1 GC 分析条件的选择	31
2.3.2 MS 分析条件的选择	36
2.3.3 谱图解析	40
2.4 质量保证	41
2.4.1 空白监控	41
2.4.2 样品和基体加标的精密度监控	42
2.4.3 检测限	42
2.4.4 准确度	42
2.4.5 精密度	42
2.4.6 线性范围	43
参考文献 2	44

第 3 章 茶叶五种多溴联苯醚残留的 GC-NCI/MS 分析	47
3.1 引言.....	47
3.2 实验部分.....	47
3.2.1 仪器与试剂.....	47
3.2.2 茶叶样品的提取与净化.....	47
3.2.3 GC-NCI/MS 的分析条件.....	48
3.3 结果与讨论.....	49
3.3.1 前处理条件的优化与选择.....	49
3.3.2 GC-NCI/MS 分析条件的优化与选择.....	51
3.3.3 线性方程、相关系数与方法检测限.....	54
3.3.4 加标回收率及相对标准偏差.....	54
3.3.5 茶叶样品的分析.....	55
3.4 小结.....	55
参考文献 3.....	56
第 4 章 鱼类和贝类样品中多溴联苯醚和多溴联苯残留的 GC-NCI/MS 分析	57
4.1 引言.....	57
4.2 实验部分.....	57
4.2.1 仪器与试剂.....	57
4.2.2 样品前处理.....	57
4.2.3 GC-NCI/MS 分析条件.....	58
4.3 结果与讨论.....	59
4.3.1 前处理条件的优化与选择.....	59
4.3.2 线性方程、相关系数与方法检测限.....	63
4.3.3 加标回收率及相对标准偏差.....	66
4.3.4 实际样品的分析.....	69
4.4 小结.....	71
参考文献 4.....	72

第 5 章 近海沉积物中多溴联苯醚与多溴联苯残留的 GC-NCI/MS 和 GC-ECD

分析	73
5.1 引言	73
5.2 实验部分	74
5.2.1 仪器与试剂	74
5.2.2 样品采集	74
5.2.3 近海沉积物样品的前处理	75
5.2.4 GC-NCI/MS 分析条件	76
5.2.5 GC-ECD 分析条件	76
5.3 结果与讨论	77
5.3.1 前处理条件的优化与选择	77
5.3.2 GC-ECD 分析	80
5.3.3 线性方程、相关系数与方法检测限	80
5.3.4 加标回收率及相对标准偏差	81
5.3.5 沉积物样品的分析	83
5.4 小结	85
参考文献 5	86
发表的论文和交流的论文	87
致谢	89

Abstract	ix
Abstract	xi
Chapter 1 Prolegomenon	1
1.1 Flame Retardant Introduction.....	1
1.1.1 Classification of Flame Retardant.....	1
1.1.2 Development of Flame Retardant.....	2
1.2 Brominated Flame Retardant.....	3
1.2.1 Present of Brominated Flame Retardant.....	3
1.2.2 Retardant Mechanism of Brominated Flame Retardant.....	4
1.3 PBDEs and PBBs.....	6
1.3.1 Introduction of PBDEs and PBBs.....	6
1.3.2 Harmfulness of PBDEs and PBBs.....	7
1.4 Progress of Sample Pretreatment Technology.....	9
1.4.1 Application of Liquid-Liquid Extraction on Analysis of PBDEs and PBBs.....	10
1.4.2 Application of Solid Phase Extraction on Analysis of PBDEs and PBBs.....	10
1.4.3 Application of Soxhlet Extraction on Analysis of PBDEs and PBBs.....	11
1.4.4 Application of Solid Phase Micro-Extraction on Analysis of PBDEs and PBBs.....	12
1.4.5 Application of Ultrasonic Assisted Extraction on Analysis of PBDEs and PBBs.....	12
1.4.6 Application of Matrix Solid Phase Dispersion on Analysis of PBDEs and PBBs.....	13
1.4.7 Application of Microwave Assisted Extraction on Analysis of PBDEs and PBBs.....	14
1.4.8 Application of Accelerated Solvent Extraction on Analysis of PBDEs and PBBs.....	15

1.4.9 Application of Supercritical Fluid Extraction on Analysis of PBDEs and PBBs	16
1.4.10 Application of Gel Permeation Chromatography on Analysis of PBDEs and PBBs	17
1.5 Development of Detection Technology on PBDEs and PBBs Analysis	18
1.5.1 Gas Chromatography-Electron Capture Detector	19
1.5.2 Gas Chromatography-Electron Ionization/High Resolution Mass Spectrometry	20
1.5.3 Gas Chromatography-Negative Chemical Ionization/Low Resolution Mass Spectrometry	20
1.6 Background and Content of the Thesis	20
1.6.1 Background of the Thesis	20
1.6.2 Content of the Thesis	21
Reference 1	22

Chapter2 Development of a Method for Analyzing PBDEs and PBBs

by GC-NCI/MS	27
2.1 Instrumentation and Chemicals	27
2.1.1 Main Instrumentation	27
2.1.2 Main Chemicals	28
2.2 Optimization and Choice of Pretreatment Method	29
2.2.1 Extraction of Target Substance	29
2.2.2 Clean-up of Extraction	30
2.2.3 Choice of Concentration Method	31
2.3 Development of the Analytical Method for GC-MS	31
2.3.1 Choice of GC Conditions	31
2.3.2 Choice of MS Conditions	36
2.3.3 Spectrum Unscrambling	40
2.4 Quality Assurance	41
2.4.1 Blank Control	41
2.4.2 Precision Control	42
2.4.3 Limit of Detection	42

2.4.4 Accuracy.....	42
2.4.5 Precision.....	42
2.4.6 Linear Range.....	43
Reference 2.....	44
Chapter 3 Determination of Five PBDEs in Tea Leaf by GC-NCI/MS.....	47
3.1 Prolegomenon.....	47
3.2 Experimental Part.....	47
3.2.1 Instrumentation and Chemicals.....	47
3.2.2 Extraction and Clean-up of Tea Leaf Samples.....	47
3.2.3 GC-NCI/MS Conditions.....	48
3.3 Result and Discussion.....	49
3.3.1 Optimization and Choice of Pretreatment Conditions.....	49
3.3.2 Optimization and Choice of GC-NCI/MS Conditions.....	51
3.3.3 Linear Equation, Correlation Coefficient and Method Detection Limit.....	54
3.3.4 Average Recovery and Relative Standard Deviation.....	54
3.3.5 Analysis of Tea Leaf Samples.....	55
3.4 Summary.....	55
Reference 3.....	56
Chapter4 Determination of PBDEs and PBBs in both Fish and	
Shellfish by GC-NCI/MS.....	57
4.1 Prolegomenon.....	57
4.2 Experimental Part.....	57
4.2.1 Instrumentation and Chemicals.....	57
4.2.2 Pretreatment of Samples.....	57
4.2.3 GC-NCI/MS Conditions.....	58
4.3 Result and Discussion.....	59
4.3.1 Optimization and Choice of Pretreatment Conditions.....	59
4.3.2 Linear Equation, Correlation Coefficient and Method Detection Limit.....	63

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 for delivery details.

廈門大學博碩