

高分辨气相色谱-质谱法同时测定食用油中二噁英和呋喃的多氯(溴)代二苯并衍生物的含量

李晓明¹, 张莉娜^{1*}, 牟靖芳¹, 陈佩²

(1. 广东产品质量监督检验研究院, 广州 510330;

2. 中国科学院广州地球化学研究所 有机地球化学国家重点实验室, 广州 510640)

摘要: 提出了用高分辨气相色谱-质谱法同时测定食用油中 17 种多氯取代以及 8 种多溴取代的苯并二噁英和苯并呋喃含量的方法。食用油样品依次经过酸性硅胶床、多段硅胶柱及 Florisil 柱净化。净化中分别用正己烷、正己烷-二氯甲烷(97+3)混合液、正己烷-二氯甲烷(40+60)和单一的二氯甲烷作为淋洗剂, 洗脱上述化合物, GC-MS 测定。各化合物的检出限(3S/N)在 0.022 3~1.67 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 之间。用标准加入法测得多氯代化合物的回收率在 97.8%~118% 之间, 多溴代化合物的回收率在 96.5%~113% 之间, 测定值的相对标准偏差($n=5$)分别为 4.9%~6.7% 和 6.6%~17% 之间。

关键词: 高分辨气相色谱-质谱法; 多氯代二苯并二噁英; 多氯代二苯并呋喃; 多溴代二苯并二噁英; 多溴代二苯并呋喃; 食用油

中图分类号: O657.63

文献标志码: A

文章编号: 1001-4020(2014)02-0235-06

Simultaneous Determination of Polychloro(bromo)-Dibenzo Derivatives of Dioxin and Furan in Edible Oil by HRGC-MS

LI Xiao-ming¹, ZHANG Li-na^{1*}, MU Jing-fang¹, CHEN Pei²

(1. Guangdong Research Institute for Supervision and Testing of Product Quality, Guangzhou 510330, China;

2. State Key Laboratory of Organic Geochemistry, Guangzhou Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences, Guangzhou 510640, China)

Abstract: HRGC-MS was applied to simultaneous determination of 17 polychloro- as well as 8 polybromo-substituted dibenzodioxins and dibenzofurans in edible oil. The oil sample was purified by passing through acid silica gel bed, multilayer silica gel column and Florisil column successively, in which eluants of $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$, mixture of $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ and CH_2Cl_2 (97+3), mixture of $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ + CH_2CH_2 (40+60) and CH_2Cl_2 in single were used respectively. The eluates used for GC-MS analysis. Detection limits (3S/N) found for the 25 compounds were in the range of 0.022 3–1.67 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$. Values of recovery found were in the ranges of 97.8%–118% with RSD's ($n=5$) ranged from 4.9%–6.7% and 96.5%–113% with RSD's ($n=5$) ranged from 6.6%–17%, for the polychloro-substituted compounds and polybromo-substituted compounds respectively.

Keywords: HRGC-MS; PCDD's; PCDF's; PBDD's; PBDF's; Edible oil

收稿日期: 2013-02-18

基金项目: 食品中氯代和溴代二噁英同步分析方法的研究(2009ZZ04)

作者简介: 李晓明(1975-), 男, 广东湛江人, 博士研究生, 主要从事 POPs 研究及食品风险评估工作。

* 联系人。E-mail: zhangln1234@126.com

多氯代二苯并二噁英(PCDD's)和多氯代二苯并呋喃(PCDF's)和多溴代二苯并二噁英(PBDD's)和多溴代二苯并呋喃(PBDF's)是两类结构相同、性质相似的共平面三环芳香类有机污染物, 由氯或溴原子取代苯环上的氢原子形成, 其结构式见图 1^[1]。

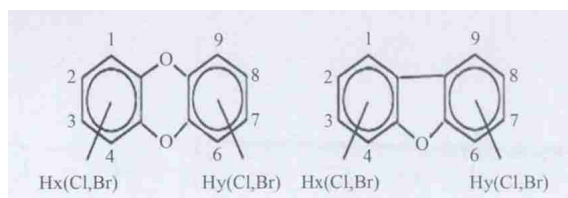


图1 PCDD's、PBDD's、PCDF's及PBDF's的分子结构

Fig. 1 Molecular structures of PCDD's, PBDD's, PCDF's and PBDF's

理论上多氯代二苯并二噁英(PCDD's)和多溴代二苯并二噁英(PBDD's)各有75种单体,多氯代二苯并呋喃(PCDF's)和多溴代二苯并呋喃(PBDF's)各有135种同分异构体,除PCDD's和PCDF's及PBDD's和PBDF's外,还有大量的混合卤代的二噁英和呋喃(PXDD和PXDF's)存在。PCDD's和PCDF's及PBDD's和PBDF's都具有强烈的“三致”效应,尤其是2,3,7,8位取代的化合物,其中,2,3,7,8-TCDD是迄今已知毒性最强的化合物,与PCDD's和PCDF's相比,PBDD's和PBDF's具有较小的蒸气压、较大的相对分子质量、较强的脂溶性及相似或较强的毒性^[2]。PCDD's和PCDF's及PBDD's和PBDF's主要来源于溴和氯存在下的燃烧过程,生成的二噁英通过“全球蒸馏效应”及“蚱蜢效应”传播并沉降到土壤、水及沉积物等各种环境介质中,经呼吸作用、食物链等途径富集进入人体,威胁人的生命活动,因此研究氯代及溴代二噁英的污染具有重要的意义^[3]。

目前,国际上已有关于PCDD's和PCDF's的标准分析方法,但是对于PBDD's和PBDF's的研究还较少,还没有统一的标准方法。PCDD's和PCDF's及PBDD's和PBDF's种类繁多,要对其

单体逐一分析非常困难,且由于在环境中浓度较低,基体复杂,所以PCDD's和PCDF's及PBDD's和PBDF's的同时测定也需要严格的分离净化步骤及高精密度的仪器^[4-8]。本工作在实验室原有基础上,结合U. S. EPA1613^[9]和TO-9A^[10]的方法,建立了食品样品中PCDD's和PCDF's及PBDD's和PBDF's同时测定气相色谱-质谱同位素稀释法。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

Finnigan MAT 95 XP型高分辨气相色谱-高分辨质谱仪,BF-2000型氮吹浓缩仪,Heidolph Labo-rot 4000 efficient型旋转蒸发仪。

甲醇、甲苯、丙酮、二氯甲烷、正己烷、硫酸、氢氧化钠均为农残级。中性硅胶(粒径0.065~0.24 mm),碱性氧化铝,Florisil土。

PCDD's和PCDF's的Surrogate标准样品:15种¹³C标记的2,3,7,8-PCDD's和PCDF's;PCDD's和PCDF's进样内标(¹³C₁₂-1,2,3,4-TCDD,¹³C₁₂-1,2,3,7,8,9-HxCDD);PCDD's和PCDF's及PBDD's和PBDF's标准曲线系列CS₁-CS₅溶液,质量浓度分别见表1和表2;PCDD's和PCDF's及PBDD's和PBDF's的PAR标准样品;PBDD's和PBDF's的Surrogate标准样品:5种¹³C标记2,3,7,8-PBDD's和PBDF's(1,2,3,7,8-PeBDD,2,3,7,8-TBDF,1,2,3,7,8-PeBDF,2,3,4,7,8-PeBDF,1,2,3,4,7,8-HxBDF);进样内标(¹³C₁₂-2,3,7,8-TBDD,1,2,3,6,7,8-HxBDD,¹³C₁₂-1,2,3,7,8,9-HxBDD)等。

表1 PCDD's和PCDF's工作曲线的标准溶液系列

Tab. 1 Standard solutions of working curves of PCDD's and PCDF's

化合物	质量浓度 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$					化合物	质量浓度 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$				
	CS ₁	CS ₂	CS ₃	CS ₄	CS ₅		CS ₁	CS ₂	CS ₃	CS ₄	CS ₅
2,3,7,8-TCDD	0.5	2	10	40	200	OCDF	5	20	100	400	2 000
2,3,7,8-TCDF	0.5	2	10	40	200	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD	100	100	100	100	100
1,2,3,7,8-PeCDD	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDF	100	100	100	100	100
1,2,3,7,8-PeCDF	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	100	100	100	100
2,3,4,7,8-PeCDF	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	100	100	100	100
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	100	100	100	100
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	100	100	100	100
1,2,3,7,8,9-HxCDD	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	100	100	100	100
1,2,3,4,7,8-HxCDF	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100

表 1(续)

化合物	质量浓度 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$					化合物	质量浓度 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$				
	CS ₁	CS ₂	CS ₃	CS ₄	CS ₅		CS ₁	CS ₂	CS ₃	CS ₄	CS ₅
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	100	100	100	100
2,3,4,6,7,8-HxCDF	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	100	100	100	100
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	100	100	100	100
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.5	10	50	200	1 000	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	100	100	100	100
OCDD	5	20	100	400	2 000	¹³ C ₁₂ -OCDD	100	100	100	100	100

表 2 PBDD's 和 PBDF's 工作曲线的标准溶液系列

Tab. 2 Standard solutions of working curve of PBDD's and PBDF's

化合物	质量浓度 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$				
	CS ₁	CS ₂	CS ₃	CS ₄	CS ₅
2,3,7,8-TBDD	1	2	5	10	20
1,2,3,7,8-PeBDD	5	10	25	50	100
1,2,3,4,7,8-HxBDD	5	10	25	50	100
1,2,3,6,7,8-HxBDD	5	10	25	50	100
1,2,3,7,8,9-HxBDD	5	10	25	50	100
2,3,7,8-TBDF	1	2	5	10	20
1,2,3,7,8-PeBDF	5	10	25	50	50
2,3,4,7,8-PeBDF	5	10	25	50	50
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeBDF	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TBDF	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeBDF	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxBDF	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TBDD	40	40	40	40	40
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxBDD	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxBDD	30	30	30	30	30

1.2 仪器工作条件

1) PCDD's 和 PCDF's 测定条件 DB-5MS 色谱柱(60 m×0.25 mm,0.25 μm);载气为氦气,载气流量为 0.8 mL·min⁻¹;不分流进样,进样量为 1 μL。升温程序:初始温度 90 °C,保持 1 min;以 76 °C·min⁻¹ 速率升至 200 °C,保持 7 min;再以 1.2 °C·min⁻¹ 速率升至 275 °C;最后以 1.7 °C·min⁻¹ 速率升至 300 °C。电子轰击离子源(EI⁺),选择离子监测模式(SIM),分辨率不小于 10 000;电子发射能为 55 eV,灯电流为 0.80 mA。进样口、离子源和传输线温度分别是 260 °C,250 °C,305 °C。

2) PBDD's 和 PBDF's 测定条件 DB-5MS 色谱柱(30 m×0.25 mm,0.1 μm);载气为氦气,载气流量为 1.0 mL·min⁻¹;不分流进样,进样量为

1 μL。升温程序:初始温度 150 °C,保持 2 min;以 40 °C·min⁻¹ 速率升至 220 °C;再以 7.4 °C·min⁻¹ 速率升至 300 °C,保持 5 min。电子轰击离子源(EI⁺),选择离子监测模式(SIM),分辨率不小于 10 000;电子发射能为 50 eV,灯电流为 0.75 mA。进样口、离子源、传输线温度分别为 250 °C,250 °C,305 °C。

1.3 试验方法

分别称取试样 5.00 g 置于 500 mL 平底烧瓶中,加入 PCDD's 和 PCDF's 及 PBDD's 和 PBDF's 的 Surrogate 标准溶液后依次经过酸性硅胶床、多段混合硅胶柱、Florisil 柱净化,氮吹至 20 μL,按仪器工作条件进行测定。

1) 酸性硅胶床 30 g 酸性硅胶/样品,室温下磁力搅拌反应 2 h,用 60 mL 正己烷洗脱过滤收集所有洗脱液,旋蒸至约 2 mL。

2) 多段硅胶柱 干法装柱,从下到上分别为 2 cm 无水硫酸钠、1 g 中性硅胶、4 g 碱性硅胶、1 g 中性硅胶、10 g 酸性硅胶、2 g 中性硅胶、2 cm 无水硫酸钠,150 mL 正己烷-二氯甲烷(97+3)混合溶剂冲洗柱,旋蒸至约 2 mL。

3) Florisil 柱 2 cm 无水硫酸钠、1 g Florisil 土、2 cm 无水硫酸钠从下往上依次装柱,100 mL 正己烷淋洗去杂质,80 mL 正己烷-二氯甲烷(40+60)混合溶剂及 80 mL 二氯甲烷洗脱 PCDD's 和 PCDF's 及 PBDD's 和 PBDF's,洗脱液经旋转蒸发、氮吹至 20 μL,加内标进样,待测。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线及检出限

分别进样 PCDD's 和 PCDF's 及 PBDD's 和 PBDF's 标准溶液 CS₁-CS₅,以各 PCDD's 和 PCDF's 及 PBDD's 和 PBDF's 化合物的质量浓度对相应的

峰面积绘制标准曲线,相关系数均为 1.000,其他线性参数见表 3。方法的检出限(3S/N)结果见表 3。

表 3 线性参数及检出限

Tab. 3 Linearity parameters and detection limits

峰号	化合物	线性范围 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	线性回归方程	检出限 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$
1	2,3,7,8-TCDF	0.5~200	$y=1.0647x+0.1342$	0.0274
2	2,3,7,8-TCDD	0.5~200	$y=0.9696x-0.2574$	0.0223
3	1,2,3,7,8-PeCDF	2.5~1000	$y=1.0308x+0.0167$	0.0724
4	2,3,4,7,8-PeCDF	2.5~1000	$y=0.9637x+0.0415$	0.0952
5	1,2,3,7,8-PeCDD	2.5~1000	$y=1.0529x+0.0293$	0.100
6	1,2,3,4,7,8-HxCDF	2.5~1000	$y=0.8317x+0.015$	0.101
7	1,2,3,6,7,8-HxCDF	2.5~1000	$y=0.8493x-0.0152$	0.0898
8	2,3,4,6,7,8-HxCDF	2.5~1000	$y=0.857x-0.0006$	0.105
9	1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.5~1000	$y=0.9013x+0.0113$	0.0920
10	1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.5~1000	$y=1.1102x+0.0015$	0.103
11	1,2,3,7,8,9-HxCDD	2.5~1000	$y=1.1267x+0.0076$	0.106
12	1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.5~1000	$y=0.888x+0.0088$	0.0611
13	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	2.5~1000	$y=0.7083x-0.5092$	0.0889
14	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2.5~1000	$y=1.0292x+0.0337$	0.136
15	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.5~1000	$y=0.711x+0.0341$	0.0851
16	OCDD	0.5~200	$y=1.0793x+0.0528$	0.146
	OCDF	5~2000	$y=0.9197x+0.0009$	0.143
17	2,3,7,8-TBDF	1~20	$y=1.0202x-0.0003$	0.278
18	2,3,7,8-TBDD	1~20	$y=1.0883x-0.0237$	0.333
19	1,2,3,7,8-PeBDF	5~50	$y=1.0391x+0.0166$	0.556
20	2,3,4,7,8-PeBDF	5~50	$y=1.0395x+0.03$	0.556
21	1,2,3,7,8-PeBDD	5~100	$y=1.0379x-0.0288$	1.11
22	1,2,3,4,7,8-HxBDF	5~100	$y=1.047x+0.0025$	1.67
23	1,2,3,4(6),7,8-HxBDD	5~100	$y=1.0468x+0.0404$	1.67
24	1,2,3,7,8,9-HxBDD	5~100	$y=1.0535x-0.0072$	1.67

2.2 方法的精密度与回收率

在平底烧瓶中加入一定量 PCDD's 和 PCDF's

及 PBDD's 和 PBDF's 的 PAR 及 Surrogate 标准溶液,按试验方法处理,分析 5 个样品,结果见表 4。

表 4 精密度与回收试验结果(n=5)

Tab. 4 Results of test for precision and recovery

化合物	加标量 m/pg	回收量 m/pg	回收率 /%	RSD /%	化合物	加标量 m/pg	回收量 m/pg	回收率 /%	RSD /%
2,3,7,8-TCDF	20	23.6	118	6.6	1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	106	106	6.7
1,2,3,7,8-PeCDF	100	107	107	5.6	1,2,3,7,8,9-HxCDD	100	102	102	6.7
2,3,4,7,8-PeCDF	100	97.8	97.8	5.8	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	105	105	5.2
1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	103	103	5.5	OCDD	200	214	107	6.2
1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	101	101	5.4	2,3,7,8-TBDF	100	102	102	10
2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	106	106	4.9	1,2,3,7,8-PeBDF	500	494	98.7	9.2
1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	102	102	5.5	2,3,4,7,8-PeBDF	500	540	108	13
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	104	104	5.3	2,3,7,8-TBDD	100	106	106	17

表 4(续)

化合物	加标量 m/pg	回收量 m/pg	回收率 /%	RSD /%	化合物	加标量 m/pg	回收量 m/pg	回收率 /%	RSD /%
OCDF	200	224	112	5.3	1,2,3,4,7,8-HxBDF	1 000	965	96.5	6.6
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	103	103	6.4	1,2,3,7,8-PeBDD	500	565	113	11
2,3,7,8-TCDD	20	21.2	106	5.4	1,2,3,4(6),7,8-HxBDD	1 000	1 040	104	16
1,2,3,7,8-PeCDD	100	99.1	99.1	5.1	1,2,3,7,8,9-HxBDD	500	530	106	13
1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	98.6	98.6	5.5					

由表 4 可知:PCDD's 和 PCDF's 的平均回收率均在 97.8%~118%之间,相对标准偏差(RSD)为 4.9%~6.7%;PBDD's 和 PBDF's 的平均回收率均在 96.5%~113%之间,RSD 为 6.6%~17%,均符合 U. S. EPA 1613^[9] 及 TO-9A^[10] 的要求。

2.3 方法空白

平底烧瓶中只加入 2,3,7,8-PCDD's/PCDF's 及 2,3,7,8-PBDD's/PBDF's 的 Surrogate 标准溶液,按照与样品净化相同的步骤进行前处理,分析 5 个样品。结果显示,空白样品中没有检出 2,3,7,8-PBDD's/PBDF's 和 2,3,7,8-PCDD's/

PCDF's 的存在。

2.4 样品分析

经前处理后的花生油、玉米油、豆油及 OPR-花生油样品分别进行 HRGC-MS 测定。结果显示,可持续精密度与回收率试验中各¹²C-PCDD's 和 PCDF's 及¹²C-PBDD's 和¹²C-PBDF's 回收率分别在 97.7%~101%,94.5%~105%之间。所测 3 份植物油样品中 PCDD's 和 PCDF's 的毒性当量浓度(WHO-TEQ)分别为 0.142,0.335,0.115 pg·g⁻¹, PBDD's 和 PBDF's 均未检出,结果见表 5,花生油加标样品的色谱图见图 2 和图 3。

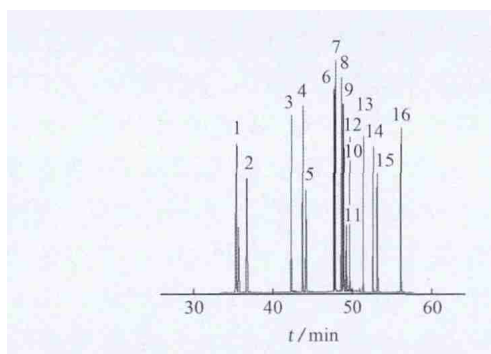
表 5 OPR 花生油及样品分析结果

Tab. 5 Analytical results of OPR peanut oil samples

化合物	OPR-花生油			测定值 ω /(pg·g ⁻¹)		
	加标量 m/pg	测定量 m/pg	回收率 /%	花生油	玉米油	豆油
2,3,7,8-TCDF	60	60.20	100	0.007 80	—	—
1,2,3,7,8-PeCDF	300	300.6	100	—	—	—
2,3,4,7,8-PeCDF	300	300.5	100	0.109	0.312	—
1,2,3,4,7,8-HxCDF	300	298.6	99.5	0.022 6	—	—
1,2,3,6,7,8-HxCDF	300	300.9	100	—	0.010 1	0.020 6
2,3,4,6,7,8-HxCDF	300	301.3	100	—	0.011 3	—
1,2,3,7,8,9-HxCDF	300	298.9	99.6	—	—	—
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	300	302.5	101	0.002 36	0.001 26	—
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	300	298.5	99.5	—	—	—
OCDF	600	606.2	101	—	—	—
2,3,7,8-TCDD	60	59.90	99.8	—	—	0.094 0
1,2,3,7,8-PeCDD	300	301.3	100	—	—	—
1,2,3,4,7,8-HxCDD	300	298.9	99.6	—	—	—
1,2,3,6,7,8-HxCDD	300	300.1	100	—	—	—
1,2,3,7,8,9-HxCDD	300	298.7	99.6	—	—	—
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	300	303.0	101	—	—	—
OCDD	600	586.3	97.7	—	—	—
2,3,7,8-TBDF	200	189.0	94.5	—	—	—
1,2,3,7,8-PeBDF	1 000	987.0	98.7	—	—	—

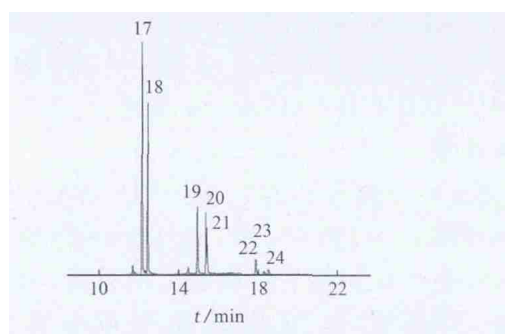
表 5(续)

化合物	OPR-花生油			测定值 $w/(pg \cdot g^{-1})$		
	加标量 m/pg	测定量 m/pg	回收率 /%	花生油	玉米油	豆油
2,3,4,7,8-PeBDF	1 000	1024	102	—	—	—
2,3,7,8-TBDD	200	211.0	105	—	—	—
1,2,3,7,8-PeBDD	1 000	977.0	97.7	—	—	—
1,2,3,4,7,8-HxBDF	2 000	2 028	101	—	—	—
1,2,3,4(6),7,8-HxBDD	2 000	2 041	102	—	—	—
1,2,3,7,8,9-HxBDD	1 000	973.0	97.3	—	—	—



峰号 1~16 所对应的化合物同表 3

图 2 花生油样品加入标准后 PCDD's 和 PCDF's 的色谱图
Fig. 2 Spectrogram of peanut oil sample with addition of standard solutions of PCDD's and PCDF's



峰号 17~24 所对应的化合物同表 3

图 3 花生油样品加入标准后 PBDD's 和 PBDF's 的色谱图
Fig. 3 Spectrogram of peanut oil sample with addition of standard solutions of PBDD's and PBDF's

本工作建立了 PCDD's 和 PCDF's 及 PBDD's 和 PBDF's 的 HRGC-MS 同位素稀释同时分析的方法,经过初始精密度与回收率、方法空白等质控验证及实际样品的分析,证明本方法可应用于食品分析。

参考文献:

[1] 李会茹. 典型污染源区及沪穗两市大气中含氯和含溴二噁英的初步研究[D]. 广州:中科院广州地球化学研究所博士学位论文, 2007.

[2] 王英,金军,彭浩. 我国普通人群二噁英类化合物暴露风险评估[J]. 环境与健康杂志, 2006,23(4):372-375.

[3] 余丽萍. 广州大气中二噁英的深度分布和几种典型二噁英排放源的初步研究[D]. 广州:中科院广州地球化学研究所博士学位论文, 2007.

[4] 李会茹,余莉萍,张素坤,等. 大气样品中氯代和溴代二噁英/呋喃同位素稀释分析方法的建立及应用[J]. 分析化学, 2008,36(2):150-156.

[5] 吴广枫,孙晨星,石英. 食品中二噁英检测方法的研究进展[J]. 食品科技, 2007,11:23-27.

[6] VYACHESLAV N F, GREGORY D M, LESTER L

L, et al. Comparison of a variety of gas chromatographic columns with different polarities for the separation of chlorinated dibenzo-*p*-dioxins a-dibenzofurans by high-resolution mass spectrometry[J]. Chromatography A, 2007,1139:285-300.

[7] ASHIZUKA Y, NAKAGAWA R, TOBIISHI K, et al. Determination of polybrominated diphenyl ethers a polybrominated dibenzo-*p*-dioxins/dibenzofurans in marine products [J]. Agric Food Chem, 2005, 53: 3807-3813.

[8] ASSUNCAO J V, PESQUERO C R, BRUNS R E, et al. Dioxins a furans in the atmosphere of Sao Paulo City, Brazil[J]. Chemospher, 2005,58:1391-1398.

[9] US EPA Method 1613 B-1997 Tetra-through octa-chlorinated dioxins a furans by isotope dilution HRGC/PHRMS; Revision B [S].

[10] US EPA Method TO-9A-1999 Determination of polychlorinated, polybrominated a brominated/chlorinated dibenzo-*p*-dioxins a dibenzofurans in ambient air [S].