

环境检测

基于三重四极杆 GC-MS/MS 系统对环境和食品基质中的 PBDE 进行低水平一致性分析

作者

Kjell Hope¹, Giulia Riccardino², Adam Ladak³ 和 Paul Silcock³

¹Pacific Rim Laboratories Inc., Canada

²Thermo Fisher Scientific, Milan, IT

³Thermo Fisher Scientific, Hemel Hempstead, UK

关键词

多溴二苯醚 (PBDE)、食品、环境、气相色谱质谱、GC-MS、三重四极杆、TSQ 9610 质谱仪、NeverVent AEI 源、TRACE 1610 GC、程序升温雾化进样口、PTV、AI/AS 1610

目的

本应用文档旨在展示 Thermo Scientific™ TSQ™ 9610 三重四极杆质谱仪与 Thermo Scientific™ TRACE™ 1610 GC 联用测定环境和食品样品中多溴二苯醚 (PBDE) 的性能。

前言

PBDE 是一类多溴碳氢化合物，以具有相似分子结构但化学和物理性质不同的同系物混合而成（例如，溴原子数较少的同系物往往比溴含量较高的同系物更易挥发且生物累积量更多）。¹这些化合物通常广泛用作各类产品（例如塑料、家具、室内装潢、电气设备、电子设备、纺织品和其他家用产品）的阻燃剂。由于它们能够释放溴自由基，因此，降低了高温下的燃烧速率和火势蔓延。¹这些化合物通常通过生产过程排放、各种含 PBDE 产品的挥发、回收废物及废物处理场渗滤液进入环境。由于分析人员已在空气颗粒物中检测到这类化合物的存在，因此它们被认为是普遍存在的持久性污染物，并与沉积物、地表水、鱼类和其他海洋动物发生结合，对人类健康构成威胁。因此，禁止使用某些与癌症和内分泌紊乱相关的有毒 PBDE（包括五溴二苯醚、四溴二苯醚和十溴二苯醚），这类物质目前已被列入斯德哥尔摩公约持久性有机污染物清单。²

食品和环境样品中的 PBDE 分析存在许多挑战。首先，必须始终实现可靠一致的低水平检测。鉴于分析基质的复杂性，若要实现这一点可能非常困难。其次，由于 PBDE 同系物具有相似的结构并且是同量异位化合物，因此在不延长运行时间的情况下，对这些化合物进行色谱分离可能很困难。分析实验室必须及时向客户提供结果，并避免仪器不必要停机。传统上，气相色谱与电子捕获检测（GC-ECD）、质谱（GC-MS）或高分辨质谱（GC-HRMS）相结合是分析 PBDE 的首选技术。与三重四极杆质谱（GC-MS/MS）相结合，提供了去除基质中可能导致假阳性错误结果干扰的高选择性，进而提高了超痕量 PBDE 检测的灵敏度。

本研究采用 TSQ 9610 三重四极杆 GC-MS/MS 系统分析鱼油和环境（水和土壤）样品中的 PBDE。使用 Thermo Scientific™ TraceGOLD™ PDBE 色谱柱对同分异构体进行色谱分离；采用选择反应监测（SRM）模式进行数据采集，确保基质样品分析具有适当的选择性和灵敏度。评估了所有化合物的线性和仪器检测限（IDL），并通过对基质样品进行 n=100 次进样进行了扩展耐用性研究，评估了 PDBE 痕量检测的重现性。

实验

本实验采用 TSQ 9610 三重四极杆质谱仪与 TRACE 1610 气相色谱仪联用系统进行分析，配置 Thermo Scientific™ NeverVent™ AEI源、Thermo Scientific™ iConnect™ 程序升温进样口和 Thermo Scientific™ AI/AS 1610 自动进样器。TRACE 1610 GC 配置即时连接进样口和检测器模块，允许在几分钟内重新配置仪器以适应不同分析流程。NeverVent 技术支持在不破坏仪器真空度的情况下进行离子源清洁、灯丝更换和色谱柱更换，确保实验室工作流程的停机时间最短。AI/AS 1610 GC 有助于确保高通量实验室工作的简便性和成本效益。

采用 TraceGOLD TG-PBDE 毛细管柱，15 m × 0.25 mm × 0.10 μm（P/N 26061-0350）进行色谱分离。TraceGOLD PDBE 色谱柱的开发旨在确保快速分析 PBDE，并提供出色的同分异构体（PBDE-49 和 PBDE-71）分离，超出了美国 EPA 方法 1614 的分离标准，其拥有的薄膜相和高热稳定性特性（温度高达 360°C）可提高高沸点 PBDE（例如 PBDE-209）的洗脱速度并改善峰形。

GC-MS/MS 和自动进样器其他参数以及目标化合物完整列表分别详见表 1 和附录 1。

表 1. PBDE 分析使用的 GC-MS/MS 和自动进样器实验条件

AI/AS 1610 自动进样器参数	
进样类型	标准
样品模式	标准
填充冲程	10
样品深度	底部
进样模式	快速
进样前延迟时间（s）	0
进样后延迟时间（s）	0
进样前清洗循环	0
进样前溶剂清洗体积（μL）	6.0
进样后清洗循环	4
进样后溶剂清洗体积（μL）	6.0
样品清洗循环	1
样品清洗体积（μL）	1.0
进样量（μL）	1.0
iConnect-PTV 参数	
进样温度（°C）	65
衬管	PTV 6 挡板 Siltek™ 衬管（ P/N 453T2120 ）
进口模块和模式	PTV，不分流
进样时间（min）	0.1
传输速率（°C/s）	5.0
传输温度（°C）	330
传输时间（min）	1.50
清洁速率（°C/s）	14.5
清洁温度（°C）	330
清洁次数（次）	5.00
清洁分流速度（mL/min）	75
循环后温度	维持
分流速度（mL/min）	50
隔垫吹扫流速（mL/min）	5，恒定
载气，流速（mL/min）	He, 1.5

表 1 续. PBDE 分析使用的 GC-MS/MS 和自动进样器实验条件

Trace 1610 GC 参数	
柱温箱升温程序	
温度 (°C)	100
保持时间 (min)	2.00
升温速率 (°C/min)	30
温度 2 (°C)	330
保持时间 (min)	3
GC 运行时间 (min)	12.67
色谱柱	
TraceGOLD TG-PBDE	15 m, 0.25 mm, 1.0 µm (P/N 26061-0350)
TSQ 9610 质谱仪参数	
传输线温度 (°C)	300
离子源类型和温度 (°C)	NeverVent AEI, 300
离子源类型	EI
发射电流 (µA)	50
采集模式	T-SRM
Q1 和 Q3 分辨率	Mono-hepta BDE 常规 (0.7 amu) Octa-deca BDE 宽 (1.2 amu)
调谐参数	AEI 智能调谐
碰撞气及压力 (psi)	氩气, 70

数据采集、处理和报告

采用 Thermo Scientific™ Chromeleon™ 色谱数据系统 (CDS) 7.3 采集、处理并报告数据。集成仪器控制功能可确保分析工作流程的完全自动化, 结合直观的用户界面进行数据分析、报告定制和数据存储, 符合美国联邦药物管理局第 21 篇联邦法规第 11 部分 (Title 21 CFR Part 11) 中的要求。值得说明的是, PBDE 定量分析需要进行同位素稀释, 该功能在 Chromeleon CDS 7.2.9 及更高版本中可用。

标准品和样品制备

标准品制备

校正溶液试剂盒购自 Wellington Laboratories, Inc. (P/N BDE-CVS-G), 内含天然及 ¹³C 标记的 PBDE 同系物和标记的 PBDE 内标, 包括五个校正浓度水平 (CS1 到 CS5)。最低校正浓度 (CS1) 样品使用壬烷进一步稀释 1:2 和 1:4, 将校正曲线浓度范围从 0.25 扩展到 2,000 ng/mL。为了计算 IDL, 连续稀释 1:4 CS1 校正标准品, 制备浓度范围为 0.03-1.25 ng/mL 的标准品溶液。

样品制备

水、土壤和鱼油样品均由加拿大 Pacific Rim Laboratories Inc. 公司萃取和提供。图 1 报告了样品制备工作流程的示意图。样品在装运前已干燥处理, 可使用 50 µL 壬烷复溶, 在超声浴中超声处理几分钟并涡旋, 然后注入色谱系统。



图 1. 水、固体、半固体和多相样品的样品制备流程

结果与讨论

色谱分析

TraceGOLD TG-PBDE 毛细管柱的高选择性可确保目标分析物的色谱分离时间 < 13 min, 包括同分异构体 PBDE-49/PBDE-71, 其在峰谷处的分离度为 5%, 超出了美国 EPA 方法 1614 要求 (<40%)。³此外, 高分子化合物 PBDE-209 (MW=952.2) 的色谱峰呈高斯峰形, 不对称因子为 1.1, 如图 2 所示。定时选择反应监测 (t-SRM) 采集方法允许高选择性地分离目标化合物和复杂基质, 确保对分析物进行可靠和高选择性定性分析。例如, 图 3 显示了在 EI、全扫描 (FS, m/z 40-1,000) 模式下采集环境和鱼油样品获得的总离子流图 (TIC), 其中显示了基质的复杂性和 SRM 采集的选择性。

线性、仪器检测限 (IDL) 和定量限 (LOQ)

TSQ 9610 NeverVent AEI 配置 Thermo Scientific™ XLXR™ 检测器, 该检测器是一种电子倍增器, 可提供更长的检测器寿命和扩展动态范围。校正曲线范围为 0.25-2,000 ng/mL, 详见 *标准品制备* 部分。每个校正水平重复进样三次。天然 PBDE 同系物通过同位素稀释定量方法, 使用其相应的同位素进行定量分析。目标分析物呈线性相关, 相关系数 (R^2) > 0.990, 残留值 (平均响应因子的 %RSD, AvCF %RSD) < 15%。结果表明, 其可轻松扩展线性范围, 如附录 2 所示。图 4 显示了 PBDE-47 (0.25-400 ng/mL)、PBDE-183 (0.5-800 ng/mL) 和 PBDE-209 (1.25-2,000 ng/mL) 的全范围校正曲线及放大图 (分别为 0.25-5.0 ng/mL、0.5-10.0 ng/mL 和 1.25-25.0 ng/mL) 示例。

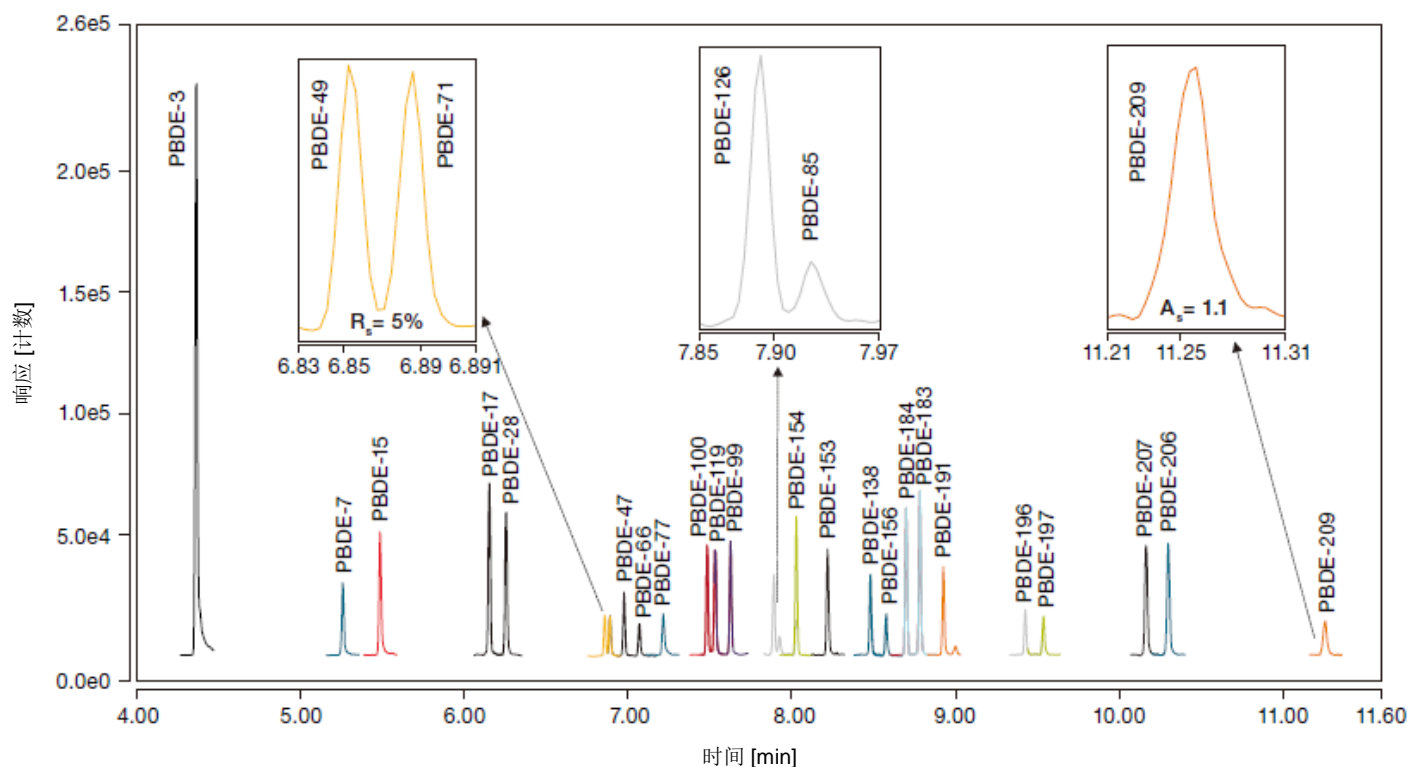


图 2. t-SRM 模式下的采集谱图, 显示了 CS1 溶剂标准品 (1.0-5.0 ng/mL) 中分析化合物的基线色谱分离。插图显示了关键离子对的分离度及高沸点同系物 (PBDE-209) 的不对称因子。

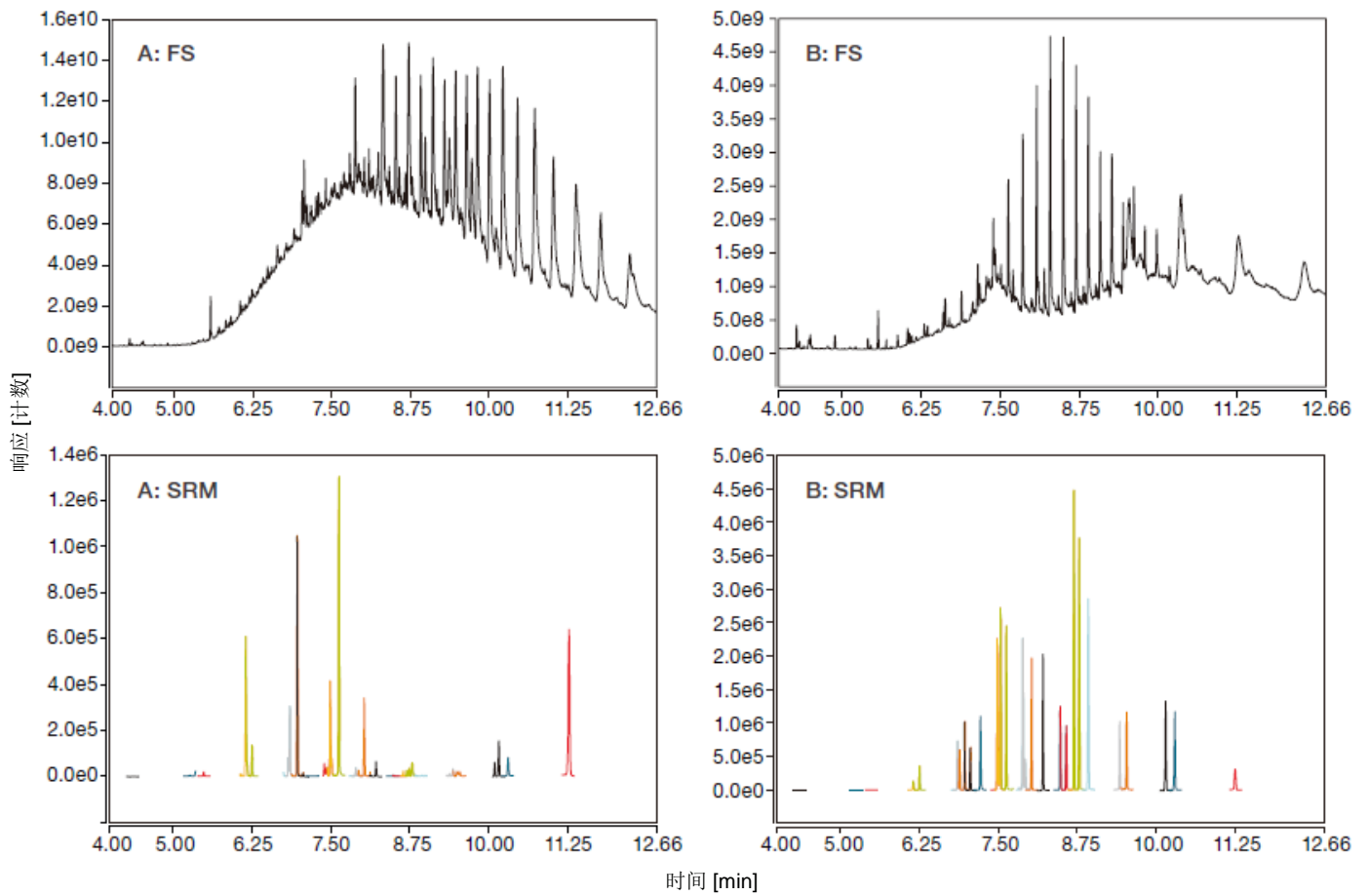


图 3. 环境 (A-左图) 和鱼油 (B-右图) 样品萃取物 (含 PBDE) 的 TIC (FS: m/z 40-1,000) 和 SRM 采集谱图, 图中显示了基质的复杂性 (FS 采集) 和 SRM 采集的选择性。

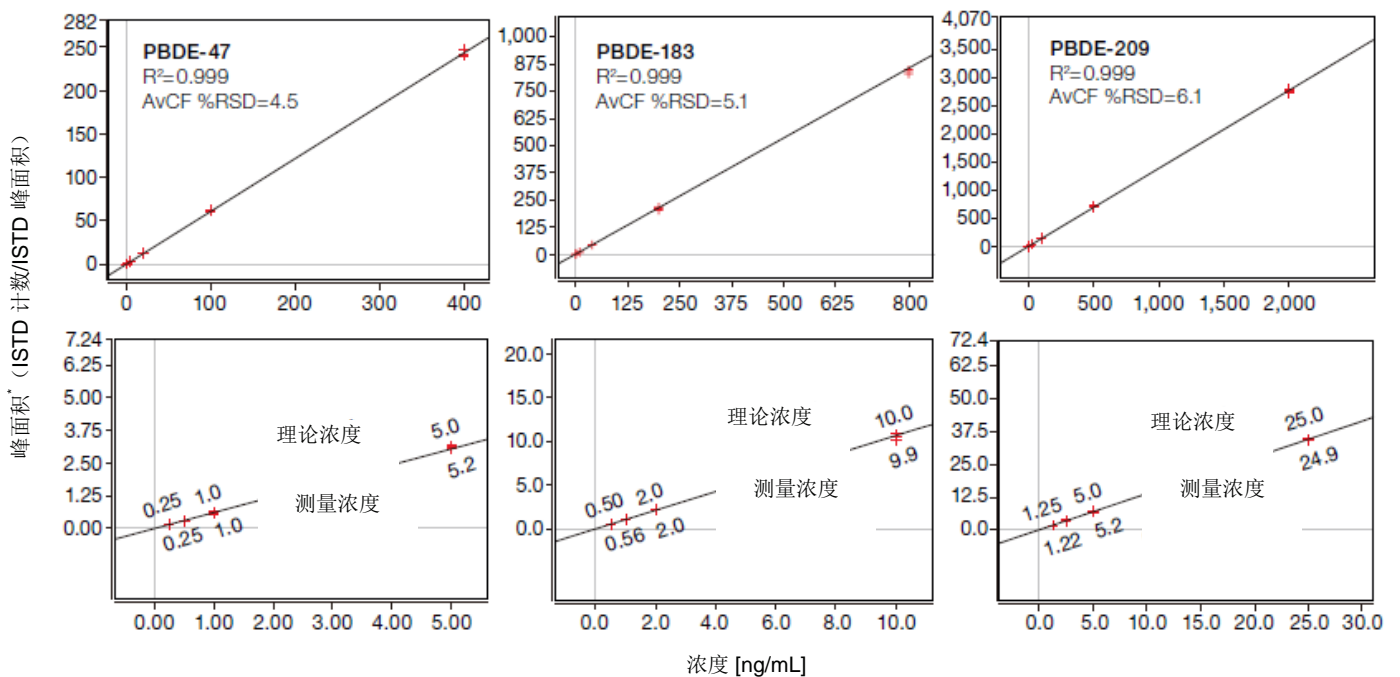


图 4. PBDE-47 (全范围: 0.25-400 ng/mL, 放大图: 0.25-5.0 ng/mL)、PBDE-183 (全范围: 0.5-800 ng/mL, 放大图: 0.5-10.0 ng/mL) 以及 PBDE-209 (全范围: 1.25-2,000 ng/mL, 放大图: 1.25-25.0 ng/mL) 的溶剂 (壬烷) 校正曲线示例。每个校正水平重复进样三次。标注测定系数 (R^2) 和 AvCF %RSD 值。

通过 (n=10) 溶剂标准品进样, 测定所有目标化合物的仪器检测限, 范围为 0.03-1.25 ng/mL, 相当于 1.5 pg/L-62.5 pg/L 水样和 0.15-6.25 ng/kg 土壤和鱼油样品。计算 IDL 时, 参考 99% 置信度和相应 n-1 自由度下的单尾 Student's *t* 检验值、浓度值及每种分析物的绝对峰面积 %RSD (<15%)。IDL 计算值范围为 5 fg-122 fg 柱上量 (OC), 相当于 0.25 pg/L-6.10 pg/L 水样和 0.025-0.61 ng/kg 土壤和鱼油样品 (图 5)。PBDE LOD 标准品浓度必须满足以下条件: (i) 离子比在 0.25-2,000 ng/mL 范围内校正曲线平均值的 $\pm 30\%$ 范围内, (ii) 绝对峰面积重复性 <15 %RSD, 以及 (iii) 相对响应因子 (RRF) 在校正曲线平均值的 $\pm 30\%$ 以内。

分析化合物的 LOQ 计算值及离子比、峰面积 %RSD 和 RRF 详见附录 3。图 6 显示了一些选定 PBDE 化合物的 RRF 一致性结果示例。

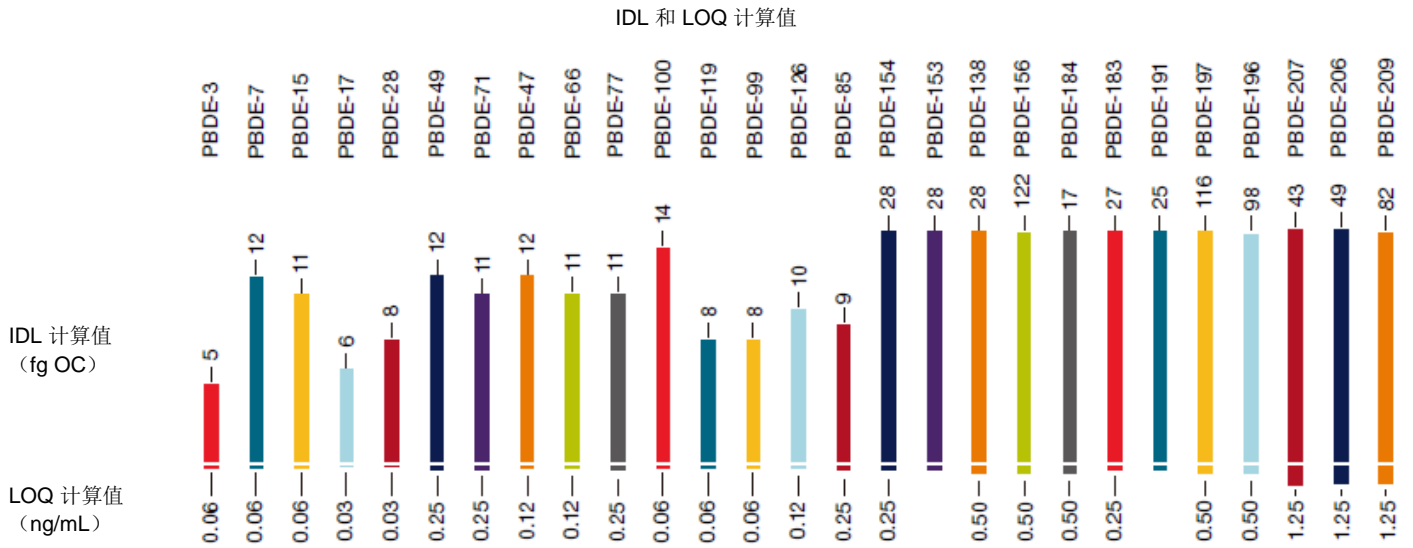


图 5. 所有 PBDE 分析化合物的 IDL 和 LOQ 计算值。IDL 的计算值范围为 5 fg-122 fg 柱上量 (OC), 相当于 0.25 pg/L-6.10 pg/L 水样和 0.025-0.61 ng/kg 土壤和鱼油样品。LOQ 的计算值范围为 0.03-1.25 ng/mL, 相当于 1.5 pg/L-62.5 pg/L 水样和 0.15-6.25 ng/kg 土壤和鱼油样品。

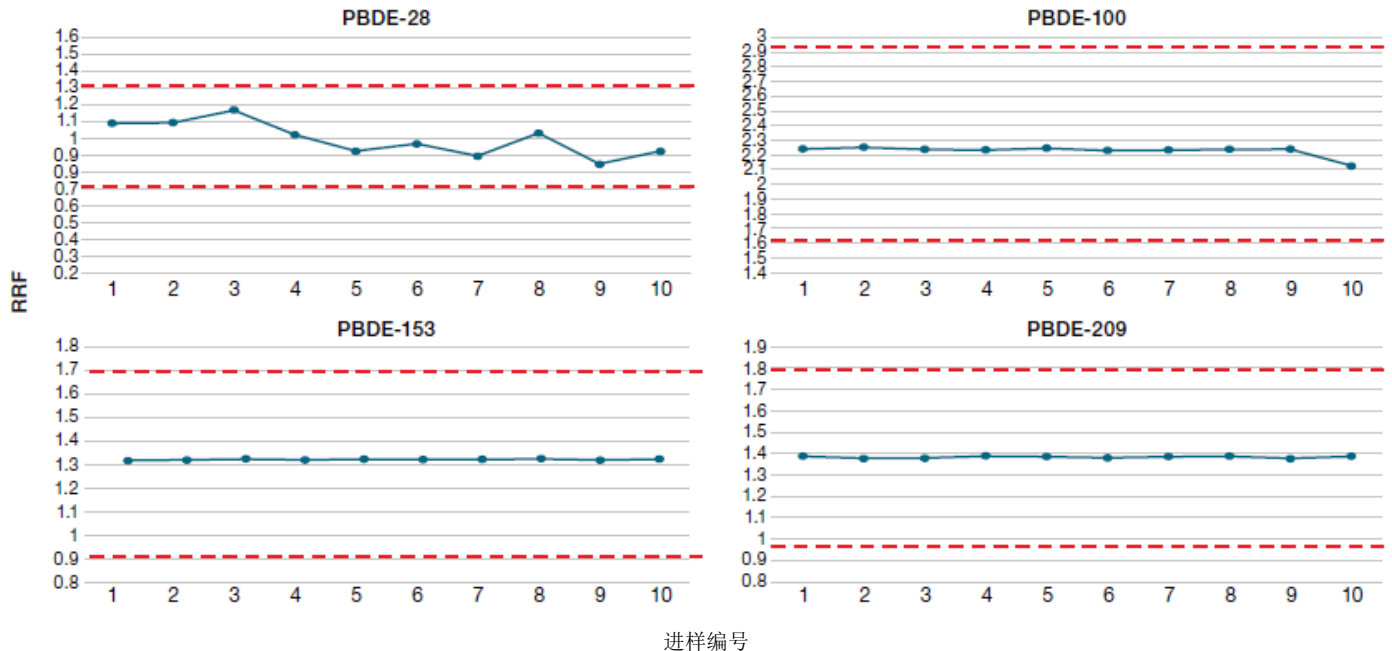


图 6. 选定 PBDE 化合物的 RRF 一致性结果示例。RRF 在校正曲线平均值的 $\pm 30\%$ 以内。琥珀色虚线表示可接受限度。

n=100 次环境和鱼油基质进样中 PBDE QC 的稳定性

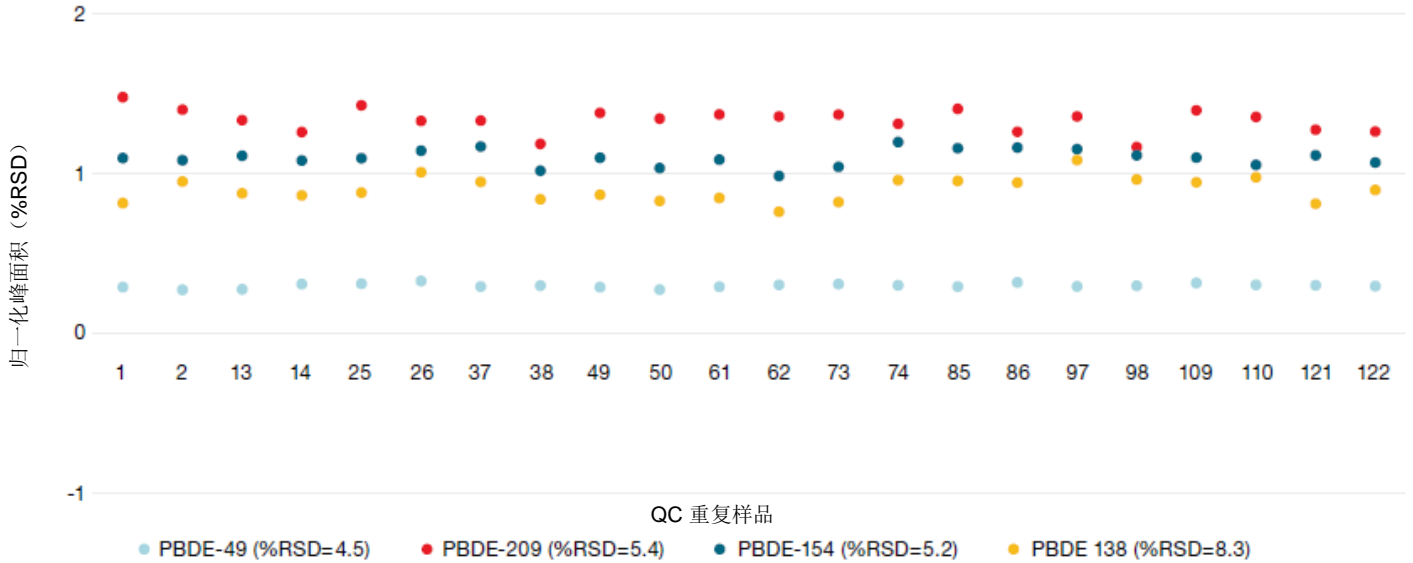


图 7. n=100 次不同环境和鱼油萃取物进样得到的 QC 归一化峰面积 %RSD

耐用性

分析检测实验室每天需要处理大量样品；因此，仪器性能能够始终保持一致对他们来说极其关键。此外，质量数校准和分辨率调谐是确保系统性能的两个最重要方面。Thermo Scientific™ SmartTune™ 功能允许用户只需点击几下鼠标即可轻松、快速检查系统的调谐状态。通过反复注入不同环境和鱼油萃取物（n = 100）评估仪器常规分析和定量性能的稳健性。每运行 10 个样品，重复进样两次 QC 质量控制标准品（溶剂为壬烷，浓度为 5.0-25.0 ng/mL），监测系统的稳定性。SmartTune 功能用于在序列开始、中间和结束时检查仪器状态。它使用初始调谐时建立的 MS 参数和清洁离子源，智能地评估系统性能，只有在 MS 性能不佳时才重新进行调谐。在耐用性评价期间，无需进样或进行任何 MS 维护或重新调谐。QC 样品在整个进样过程中都呈现出稳定的响应，离子比始终在校正曲线平均值的 30% 以内，并且 QC 归一化峰面积 %RSD<20%（图 7）。

结论

这些实验结果表明，TSQ 9610 质谱仪（配置 NeverVent AEI 离子源）与 TRACE 1610 GC（配置 AI/AS 1610 液体自动进样器）联用系统可为环境和食品样品中的 PBDE 分析提供一致且可靠的分析性能。

- TraceGOLD TG-PBDE 色谱柱的高选择性可确保目标分析物的色谱分离时间 < 12 min。同分异构体 PBDE-49/PBDE-71 峰谷处的分离度为 5%，超过了美国 EPA 方法 1614 要求 (<40%)。此外，毛细管柱的薄膜相和高温稳定性（温度高达 360°C）确保高沸点 PBDE 化合物（例如 PBDE-209）得到了有效洗脱，并且峰形得到了改善。
- XLXR 检测器可提供扩展的线性范围（0.25-2,000 ng/mL），相关系数 $R^2 > 0.99$ ，AvCF %RSD<20。此外，Chromleon CDS 先进的后处理能力允许进行同位素稀释定量分析。
- NeverVent AEI 离子源的工程设计和改进的灵敏度可提供较低的仪器检测限（5 fg-122 fg OC），相当于 0.25 pg/L-6.10 pg/L 水样，0.025-0.61 ng/kg 土壤和鱼油样品。水样的 LOQ 计算值为 1.5 pg/L-62.5 pg/L，土壤和鱼油样品为 0.15-6.25 ng/kg。即使在非常低的分析物浓度下，离子比和 RRF 也都在校正曲线平均值（预期值）的 ±30% 以内。
- AI/AS 1610 液体自动进样器拥有增强的稳定性和可靠性，结合分析物通过 PTV 进样口的高效转移、流路的惰性以及 NeverVent AEI 离子源的稳定性，允许在不对 MS 或进样口进行任何系统重新调谐或维护的情况下进行 n=100 次基质进样。

参考资料

1. United States Environmental Protection Agency, U.S. EPA, Technical Fact Sheet – Polybrominated Diphenyl Ethers (PBDEs), November 2017. https://www.epa.gov/sites/default/files/2014-03/documents/ffrrofactsheet_contaminant_perchlorate_january2014_final_0.pdf
2. Guidance for the inventory of polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) listed under the Stockholm Convention on POPs. <http://chm.pops.int/Implementation/NationalImplementationPlans/Guidance/GuidancefortheinventoryofPBDEs/tabid/3171/Default.aspx>
3. United States Environmental Protection Agency, U.S. EPA, Method 1614A Brominated Diphenyl Ethers in Water, Soil, Sediment, and Tissue by HRGC/HRMS, May 2010. https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-08/documents/method_1614a_2010.pdf

附录 1. 目标分析物、保留时间 (RT, min) 以及定量和定性离子 (m/z) 列表

化合物	RT (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 1 (m/z)	定性离子 2 (m/z)
PBDE-3	4.37	248.00/141.20	250.00/115.10	250.00/141.10
PBDE-3L C13	4.37	260.00/124.20	260.00/152.20	262.00/152.20
PBDE-7	5.26	325.90/139.20	325.90/168.20	327.90/168.20
PBDE-15	5.49	325.90/139.20	325.90/168.20	327.90/168.20
PBDE-15L C13	5.49	337.90/180.20	339.90/150.20	339.90/180.20
PBDE-17	6.16	405.80/139.20	405.80/246.10	407.80/248.10
PBDE-28	6.25	405.80/139.20	405.80/246.10	407.80/248.10
PBDE-28L C13	6.25	417.80/150.20	417.80/258.10	419.80/260.10
PBDE-49	6.85	483.70/217.10	483.70/326.00	485.70/325.90
PBDE-71	6.88	483.70/217.10	483.70/326.00	485.70/325.90
PBDE-47	6.97	483.70/217.10	483.70/326.00	485.70/325.90
PBDE-47L C13	6.97	495.70/336.00	495.70/338.00	497.70/338.00
PBDE-79L C13	7.02	495.80/228.10	497.80/230.10	497.80/338.00
PBDE-66	7.07	483.70/217.10	483.70/326.00	485.70/325.90
PBDE-77	7.21	483.70/217.10	483.70/326.00	485.70/325.90
PBDE-100	7.48	403.80/137.10	563.60/403.80	565.60/405.90
PBDE-100L C13	7.48	575.70/307.90	575.70/415.50	577.70/415.90
PBDE-119	7.54	403.80/137.10	563.60/403.80	565.60/405.90
PBDE-99	7.63	403.80/137.10	563.60/403.80	565.60/405.90
PBDE-99L C13	7.63	575.70/307.90	575.70/415.50	577.70/415.90
PBDE-85	7.89	403.80/137.10	563.60/403.80	565.60/405.90
PBDE-126	7.93	403.80/137.10	563.60/403.80	565.60/405.90
PBDE-126L C13	7.93	575.70/307.90	575.70/415.50	577.70/415.90
PBDE-154	8.03	641.50/481.70	641.50/483.70	643.50/483.70
PBDE-154L C13	8.03	653.60/493.80	653.60/495.80	655.60/495.80
PBDE-153	8.22	483.70/323.90	641.50/481.70	641.50/483.70

附录 1 续 目标分析物、保留时间 (RT, min) 以及定量和定性离子 (m/z) 列表

化合物	RT (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 1 (m/z)	定性离子 2 (m/z)
PBDE-153L C13	8.22	653.60/493.80	653.60/495.80	655.60/495.80
PBDE 138L C13	8.48	495.70/336.00	653.60/493.80	653.60/495.80
PBDE-138	8.48	641.50/481.70	641.50/483.70	643.50/483.70
PBDE-156	8.58	641.50/481.70	641.50/483.70	643.50/483.70
PBDE-184	8.7	721.40/561.60	721.40/563.60	723.40/563.50
PBDE-183	8.78	721.40/561.60	721.40/563.60	723.40/563.50
PBDE-183L C13	8.78	733.50/573.70	733.50/575.70	735.50/575.70
PBDE-191	8.93	721.40/561.60	721.40/563.60	723.40/563.50
PBDE-197	9.43	641.50/481.70	799.30/639.40	801.30/641.50
PBDE-197L C13	9.43	811.40/651.40	813.40/653.70	813.40/655.20
PBDE-196	9.54	641.50/481.70	799.30/639.40	801.30/641.50
PBDE-207L C13	10.17	733.50/573.60	891.30/731.20	893.30/733.20
PBDE-207	10.17	879.30/719.20	879.30/721.30	881.30/721.30
PBDE-206L C13	10.3	733.50/573.60	891.30/731.20	893.30/733.20
PBDE-206	10.3	879.30/719.20	879.30/721.30	881.30/721.30
PBDE-209	11.26	797.30/637.30	797.30/639.40	799.50/639.20
PBDE-209L C13	11.26	809.40/649.80	811.40/651.30	971.20/811.30

附录 2. 目标分析物、校正浓度范围、测量系数 (R^2) 和残留值 (平均响应因子的 %RSD, AvCF %RSD) 列表

峰名称	保留时间 (min)	校正浓度范围 (ng/mL)	相关系数 (R^2)	AvCF %RSD
PBDE-3	4.37	0.25-400	0.9974	9.9
PBDE-7	5.26	0.25-400	0.9968	6.9
PBDE-15	5.49	0.25-400	0.9977	7.0
PBDE-17	6.15	0.24-384	0.9990	5.0
PBDE-28	6.25	0.25-400	0.9990	3.5
PBDE-49	6.85	0.25-400	0.9946	7.4
PBDE-71	6.88	0.25-400	0.9984	7.0
PBDE-47	6.97	0.25-400	0.9990	4.5
PBDE-66	7.07	0.25-400	0.9965	7.1
PBDE-77	7.22	0.25-400	0.9920	8.9
PBDE-100	7.48	0.25-400	0.9986	5.4
PBDE-119	7.54	0.25-400	0.9963	7.2
PBDE-99	7.63	0.25-400	0.9990	4.4
PBDE-126	7.89	0.25-400	0.9913	8.6

附录 2 续. 目标分析物、校正浓度范围、测量系数 (R^2) 和残留值 (平均响应因子的 %RSD, AvCF %RSD) 列表

峰名称	保留时间 (min)	校正浓度范围 (ng/mL)	相关系数 (R^2)	AvCF %RSD
PBDE-85	7.93	0.25–400	0.9943	14.4
PBDE-154	8.03	0.50–800	0.9903	8.9
PBDE-153	8.22	0.50–800	0.9974	4.4
PBDE-138	8.48	0.50–800	0.9991	5.1
PBDE-156	8.58	0.50–800	0.9984	7.1
PBDE-184	8.70	0.50–800	0.9953	8.6
PBDE-183	8.78	0.50–800	0.9994	5.1
PBDE-191	8.93	0.50–800	0.9924	7.3
PBDE-197	9.43	0.50–800	0.9925	7.3
PBDE-196	9.54	0.50–800	0.9993	4.7
PBDE-207	10.17	1.25–2,000	0.9930	5.9
PBDE-206	10.30	1.25–2,000	0.9949	6.2
PBDE-209	11.26	1.25–2,000	0.9990	6.1

附录 3. 分析化合物的 IDL (fg OC) 和 LOQ (ng/mL) 计算值、离子比 (预期保留时间和测量保留时间)、峰面积 %RSD 以及 LOQ 计算值下的 RRF

峰名称	定量离子	进样量 (pg OC)	峰面积 RSD% (n = 10)	预期保留时间	平均测量保留时间	IDL 计算值 (fg OC)	LOQ 计算值 (ng/mL)
PBDE-3	248.00/141.20	0.06	6.1	46	44	5	0.06
PBDE-7	325.90/139.20	0.06	9.6	430	444	12	0.06
PBDE-15	325.90/139.20	0.06	13.5	120	115	11	0.06
PBDE-17	405.80/139.20	0.03	10.9	133	139	6	0.03
PBDE-28	405.80/139.20	0.03	9.0	158	156	8	0.03
PBDE-49	483.70/217.10	0.25	5.9	178	174	12	0.25
PBDE-71	483.70/217.10	0.25	7.1	182	193	11	0.25
PBDE-47	483.70/217.10	0.12	9.6	160	160	12	0.12
PBDE-66	483.70/217.10	0.12	12.4	197	184	11	0.12
PBDE-77	483.70/217.10	0.25	8.2	43	44	11	0.25
PBDE-100	403.80/137.10	0.06	13.6	116	122	14	0.06
PBDE-119	403.80/137.10	0.06	10.1	75	70	8	0.06
PBDE-99	403.80/137.10	0.06	13.1	92	91	8	0.06
PBDE-126	403.80/137.10	0.12	11.3	85	85	10	0.12
PBDE-85	403.80/137.10	0.25	6.4	183	168	9	0.25
PBDE-154	641.50/481.70	0.25	11.5	75	78	28	0.25
PBDE-153	483.70/323.90	0.25	7.0	86	86	28	0.25

附录 3 续 分析化合物的 IDL (fg OC) 和 LOQ (ng/mL) 计算值、离子比 (预期保留时间和测量保留时间)、峰面积 %RSD 以及 LOQ 计算值下的 RRF

峰名称	定量离子	进样量 (pg OC)	峰面积 RSD% (n = 10)	预期保留时间	平均测量保 留时间	IDL 计算值 (fg OC)	LOQ 计算值 (ng/mL)
PBDE-138	641.50/481.70	0.50	6.2	77	75	88	0.50
PBDE-156	641.50/481.70	0.50	7.4	81	79	122	0.50
PBDE-184	721.40/561.60	0.50	6.1	50	51	17	0.50
PBDE-183	721.40/561.60	0.25	9.2	49	51	27	0.25
PBDE-191	721.40/561.60	0.25	10.8	50	53	25	0.25
PBDE-197	641.50/481.70	0.50	8.2	172	138	116	0.50
PBDE-196	641.50/481.70	0.50	7.1	139	115	98	0.50
PBDE-207	879.30/719.20	1.25	7.5	50	48	43	1.25
PBDE-206	879.30/719.20	1.25	7.3	48	46	49	1.25
PBDE-209	797.30/637.30	1.25	7.3	57	58	82	1.25

 有关更多信息, 请访问 [thermofisher.com](https://www.thermofisher.com)

仅供研究使用。不可用于诊断程序。© 2021 Thermo Fisher Scientific Inc. 保留所有权利。Siltek 是 SilcoTek Corporation 的商标。所有其他商标均为 Thermo Fisher Scientific Inc. 及其子公司所有。此信息为展示 Thermo Fisher Scientific 产品功能的一个示例。其无意鼓励以任意可能侵犯他人知识产权的方式使用这些产品。规格、条款和价格可能有所变化, 恕不另行通知。并非所有产品在所有国家 (地区) 均有销售。有关具体细节, 请咨询本地销售代表。AN000493-EN 1221C