

# Agilent 7000 三重串联四级杆 GC/MS 测定食品和动物饲料中二噁英类和非二 噁英类多氯联苯同系物

## 应用摘要

食品安全

### 作者

Prof. Dr. Peter F ü rst  
Dr. Thorsten Bernsmann  
Dominik Baumeister  
Chemical and Veterinary Analytical  
Institute  
M ü nsterland-Emscher-Lippe  
(Chemisches und Veterinär-  
untersuchungsamt, CVUA-MEL)  
Joseph-König-Str. 40  
48147 M ü nster  
Germany

Chris Sandy  
Agilent Technologies UK Ltd  
610 Wharfedale Road  
Winnersh Triangle  
Wokingham  
Berkshire  
RG41 5TP  
UK

### 摘要

应用 Agilent 7000 三重串联四级杆 GC/MS 开发了两个用于测定食品和动物饲料中不同多氯联苯 (PCB) 同系物的方法。方法在所需浓度范围内呈现线性响应, 另外, 对二噁英类 PCB 同系物 (dl-PCB) 的定量可低至 pg TEQ/g 水平, 对非二噁英类 PCB 同系物 (ndl-PCB) 的定量可低至 1 ng/g, 与 GC/高分辨率质谱 (GC-HRMS) 测定结果相吻合。该应用论述了 12 种 dl-PCB 同系物——包括 8 个单邻位取代 PCBs (# 105, 114, 118, 123, 156, 157, 167 和 189) 和 4 个非邻位取代 PCBs (# 77, 81, 126 和 169)——以及 6 种被称为“PCB 指示剂”的 ndl-PCB 同系物 (# 28, 52, 101, 138, 153 和 180) 的测定方法。



Agilent Technologies

## 介绍

多氯联苯(PCB)是一种高毒性的持久性有机污染物(POP)。其对人体的危害主要表现在诱发癌症, 干扰内分泌和造成生殖系统紊乱。直到二十世纪末才明令其禁止使用, 此前 PCBs 广泛生产用于数百种工业和商业产品, 包括电气产品、液压设备以及作为涂料、塑料和橡胶制品的增塑剂。排放到环境中的 PCB 同系物, 可以在动物体内发生生物蓄积从而进入到人类的食物链。

美国[1]和欧盟[2],[5]的现行法规规定采用同位素稀释毛细管气相色谱-高分辨质谱(GC-HRMS)分析食品和动物饲料中多氯二苯并对二噁英(PCDD)、多氯二苯并呋喃(PCDF)和二噁英类多氯联苯同系物(di-PCB)。安捷伦之前的应用文献记载了气相色谱-三重串联四级杆质谱测定食品和动物饲料中的二噁英和呋喃的方法[3]。

欧盟法规专门规定了食品和动物饲料中允许 PCDD、PCDF 和 di-PCB 的最大浓度[4],[6]。di-PCB 同系物中每个化合物都根据自身毒性与 2,3,7,8-四氯二苯并对二噁英(TCDD)的关系被赋予了一个毒性当量因子(TEF), TCDD 的 TEF 为 1。di-PCB 中每个化合物在食品和动物饲料样品中的浓度乘以其各自的 TEF 再加和得总浓度, 以毒性当量(TEQ)表示, 表达为  $\mu\text{g TEQ/g 脂肪}$ ,  $\mu\text{g TEQ/g 鲜重(鱼)}$  或  $\text{ng TEQ/kg 干燥程度 88\%的饲料}$ 。

世界卫生组织(WHO)国际化学品安全规划署(IPCS)的专家组在 1998 年最初建立了 PCDD、PCDF 和 di-PCB 的 TEF 值, 后来又在 2005 年进行了重新评估, 对一些化合物的 TEF 值做了修改。所以对 TEF 值以及相应的 TEQ 值以首次发表年份做下标, 进行明确标示区分, 如  $\text{TEF}_{\text{WHO98}}$  和  $\text{TEF}_{\text{WHO05}}$ ,  $\text{TEQ}_{\text{WHO98}}$  和  $\text{TEQ}_{\text{WHO05}}$ 。PCDD、PCDF 和 di-PCB 的 TEF 值分别列于表 1。

表 2 为欧盟法规规定的特定食物中 PCDD、PCDF 和 di-PCB 的最大限量值(基于  $\text{TEF}_{\text{WHO98}}$ )。

表 1. WHO 于 1998 年和 2005 年对 PCDD、PCDF 和 di-PCB 的 TEF 评估值列表 (斜体为改动后的数值)

化合物	TEF WHO <sub>98</sub>	TEF WHO <sub>05</sub>	化合物	TEF WHO <sub>98</sub>	TEF WHO <sub>05</sub>
<b>PCDD</b>			<b>非邻位取代 PCB</b>		
2378-TCDD	1	1	PCB-77	0.0001	0.0001
12378-PeCDD	1	1	PCB-81	0.0001	<i>0.0003</i>
123478-HxCDD	0.1	0.1	PCB-126	0.1	0.1
123678-HxCDD	0.1	0.1	PCB-169	0.01	<i>0.03</i>
123789-HxCDD	0.1	0.1			
1234678-HpCDD	0.01	0.01			
OCDD	0.0001	<i>0.0003</i>			
<b>PCDF</b>			<b>非邻位取代 PCB</b>		
2378-TCDF	0.1	0.1	PCB-105	0.0001	<i>0.00003</i>
12378-PeCDF	0.05	<i>0.03</i>	PCB-114	0.0005	<i>0.00003</i>
23478-PeCDF	0.5	<i>0.3</i>	PCB-118	0.0001	<i>0.00003</i>
123478-HxCDF	0.1	0.1	PCB-123	0.0001	<i>0.00003</i>
123678-HxCDF	0.1	0.1	PCB-156	0.0005	<i>0.00003</i>
234678-HxCDF	0.1	0.1	PCB-157	0.0005	<i>0.00003</i>
123789-HxCDF	0.1	0.1	PCB-167	0.00001	<i>0.00003</i>
1234678-HpCDF	0.01	0.01	PCB-189	0.0001	<i>0.00003</i>
1234789-HpCDF	0.01	0.01			
OCDF	0.0001	<i>0.0003</i>			

表 2. 欧盟法规 (No 1881/2006) 规定的特定食物中 PCDD、PCDF 和 dl-PCB 同系物的最大值 (上限浓度)

食品	最大浓度 二噁英总量 (WHO-PCDD/F-TEQ)	最大浓度 二噁英和 dl-PCB 总量 (WHO-PCDD/F-PCB-TEQ)
下列动物的肉及肉制品 (不包括可食用内脏)		
- 牛和羊	3.0 pg/g 脂肪	4.5 pg/g 脂肪
- 家禽	2.0 pg/g 脂肪	4.0 pg/g 脂肪
- 猪	1.0 pg/g 脂肪	1.5 pg/g 脂肪
- 原料奶及奶制品, 含乳脂	3.0 pg/g 脂肪	6.0 pg/g 脂肪
- 鸡蛋和蛋制品	3.0 pg/g 脂肪	6.0 pg/g 脂肪

表 3 和表 4 分别列出了欧盟对 12 种 dl-PCB 同系物在某些食品和饲料中总浓度的限量值。

6 种 ndl-PCB 同系物没有 TEF 值, 其结果简单地以 6 种化合物含量的代数和表示。

图 1 和图 2 分别是 12 种 dl-PCB 同系物和 6 种 ndl-PCB 同系物的化学结构式。

该应用主要阐述了使用 Agilent 7000 三重串联四级杆 GC/MS 对食品和动物饲料中二噁英类和非二噁英类多氯联苯同系物进行筛查, 其灵敏性和重复性完全可以满足欧盟法规对于检测方法的要求。

表 3. 特定食品中 dl-PCB 同系物总量的限值 (上限浓度), 数据来自欧盟委员会 2006/88

食品	dl-PCB 限量值 (TEQ <sub>WHO98</sub> )
肉及肉制品	
反刍类动物 (牛和羊)	1.0 pg/g 脂肪
圈养家禽类	1.5 pg/g 脂肪
猪	0.5 pg/g 脂肪
陆生动物的肝脏及衍生产品	4.0 pg/g 脂肪
除鳗鱼类外的鱼肉和海产品及其制品	3.0 pg/g 鲜重
欧洲鳗鱼 (Anguilla anguilla) 肉及其制品	6.0 pg/g 鲜重
奶及奶制品, 含乳脂	2.0 pg/g 脂肪
鸡蛋及蛋制品	2.0 pg/g 脂肪

表 4. 特定动物饲料中 dl-PCB 同系物总量的限值 (上限浓度), 数据来自欧盟法规 2002/32/EC

动物饲料原料	每 kg 饲料 (含水量 12%) 的限量值
除植物油及其副产品外的植物饲料	0.35 ng TEQ/kg
植物油及其副产品	0.5 ng TEQ/kg
矿源饲料	0.35 ng TEQ/kg
动物脂肪, 包括乳脂和蛋脂	0.75 ng TEQ/kg
其他陆生动物制品, 包括奶和奶制品, 蛋和蛋制品	0.35 ng TEQ/kg
鱼油	14.0 ng TEQ/kg

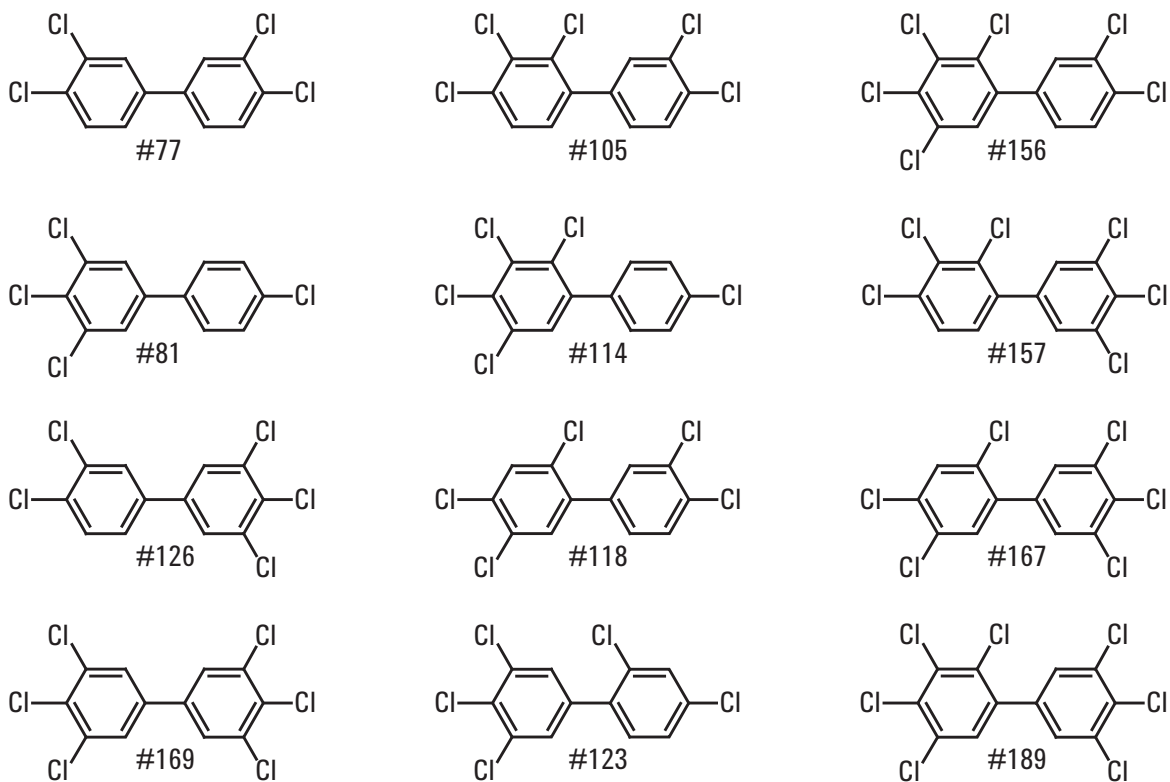


图 1. di-PCB 同系物的化学结构式

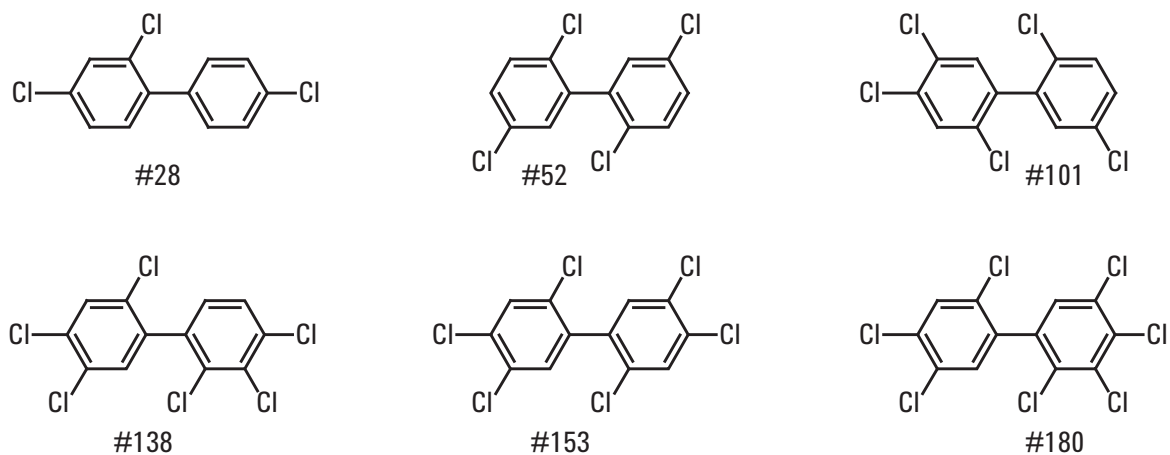


图 2. ndl-PCB 同系物的化学结构式

## 实验

### 校准曲线

PBC 同系物混标和  $^{13}\text{C}$  标记的同位素内标分别来自 Cambridge Isotope Laboratories 和 Wellington Laboratories 公司。

### 样品制备和分析

测定食品和动物饲料中的 PCDD、PCDF 和 dl-PCB 同系物最通常的前处理步骤首先是进行脂肪提取（用有机溶剂进行索氏提取），接着用不同的柱色谱法如：酸性硅胶，硅藻土，氧化铝和活性炭等进行净化。最终的萃取液通过不同的溶剂分三部分收集，分别为单邻位取代 PCB 同系物和 PCB 指示剂同系物（1a，图 3），非邻位取代 PCB 同系物（1b，图 3），和 PCDD/F（2，图 3）。向萃取液中加入一定量的  $^{13}\text{C}$  标记的同位素内标后，通过小流量氮气吹扫至干，再分别以不同体积的甲苯（PCDD/F 20  $\mu\text{L}$ ，非邻位取代 PCB 40  $\mu\text{L}$ ，单邻位取代 PCB/PCB 指示剂 250  $\mu\text{L}$ ）进行溶解，进行 GC/MS/MS 测定。

图 3 为样品前处理步骤的流程图

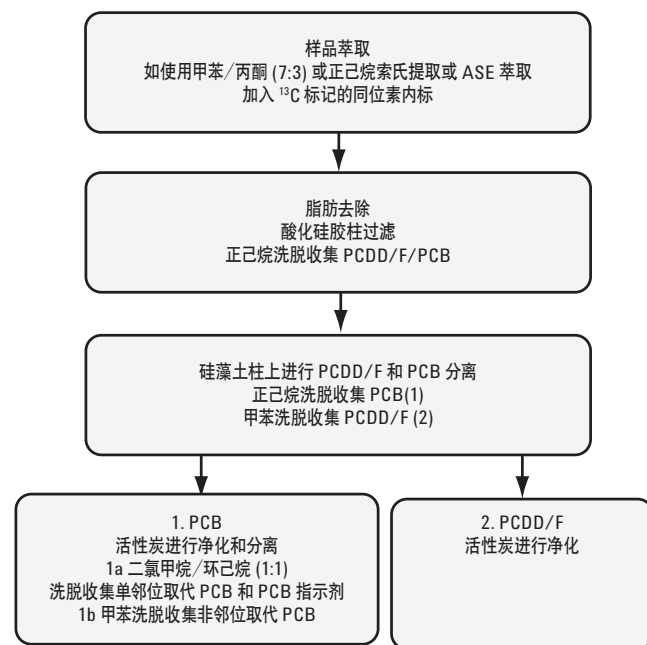


图 3. 样品萃取和净化的处理流程

样品分析使用 Agilent 7890 GC 和 Agilent 7000 三重串联四级杆液质联用系统。7890 系列气相色谱配备带液态  $\text{CO}_2$  冷却功能的多模式进样口 (MMI) 和 HT-8 50 m  $\times$  0.22 mm, 0.25  $\mu\text{m}$  的毛细管色谱柱。

表 5 列出了单邻位取代 PCB 的气相色谱分析参数，表 6 为非邻位取代 PCB 的气相色谱分析参数。表 7 为通用的质谱分析参数。7000 三重串联四级杆 GC/MS 采用 MS/MS-EI 电离源和多反应监测模式 (MRM)。通过测定两个不同的母离子和两个不同的子离子，实现对每个化合物和相应的  $^{13}\text{C}$  内标 (ISTD) 的定量。

表 5. 单邻位取代 PCB 和 PCB 指示剂的气相色谱条件

色谱柱	HT-8 50 m $\times$ 0.22 mm, 0.25 $\mu\text{m}$
进样口	2 $\mu\text{L}$ 冷却不分流进样, $\text{CO}_2$ 制冷, 多模式进样口 (MMI)
进样口衬管	4 mm 内径, 非填充
进样口温度	100 $^\circ\text{C}$ 保持 0.02 min, 500 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 速率升到 300 $^\circ\text{C}$
分流阀吹扫	50 mL/min 吹扫 1.0 min
载气	He 气, 1.2 mL/min, 恒流
柱温	80 $^\circ\text{C}$ (3.0 min), 20 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温到 160 $^\circ\text{C}$ (0 min), 4 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 到 300 $^\circ\text{C}$ (8 min), 运行总时间 50min
MS 传输线温度	280 $^\circ\text{C}$

表 6. 非邻位取代 PCB 的气相色谱条件

色谱柱	HT-8 50 m $\times$ 0.22 mm, 0.25 $\mu\text{m}$
进样口	2 $\mu\text{L}$ 冷却不分流进样, $\text{CO}_2$ 制冷, 多模式进样口 (MMI)
进样口衬管	4 mm 内径, 填充玻璃毛
进样口温度	100 $^\circ\text{C}$ 保持 0.02 min, 500 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 速率升到 300 $^\circ\text{C}$
分流阀吹扫	50 mL/min 吹扫 1.0 min
载气	He 气, 1.2 mL/min, 恒流
柱温	120 $^\circ\text{C}$ (2.0 min), 40 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温到 160 $^\circ\text{C}$ (0 min), 7 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 到 300 $^\circ\text{C}$ (10 min), 运行总时间 33min
MS 传输线温度	280 $^\circ\text{C}$

表 7. 所有 PCB 化合物的 MS 参数设置

裂解电压	-78 EV
调谐	EI Autotune
电子倍增器增益	100
MS1 分辨率	Unit
MS2 分辨率	Wide
定量/定性离子	表 8/表 9
驻留时间	表 8/表 9
碰撞能量	表 8/表 9
碰撞池气体流量	氮气 1.5 mL/min, 氦气 2.25 mL/min
MS 温度	离子源 280 $^\circ\text{C}$ , MS1 150 $^\circ\text{C}$ , MS2 150 $^\circ\text{C}$

单邻位取代 PCB/ PCB 指示剂和非邻位取代 PCB 各化合物的保留时间 (RT)、MRM 设置和驻留时间分别列于表 8 和表 9 中。

Agilent 7693A ALS 用于自动进样, 其样品盘可冷却至 5 °C, 使用 10 µL 微量注射器 2 µL 不分流冷却进样。

表 8. 单邻位取代 PCB/ PCB 指示剂同系物和 <sup>13</sup>C 标记内标的 MS/MS 设置 (PCB 指示剂以加粗斜体表示)

序号	扫描开始时间 (min)	化合物	RT (min)	定量母离子	子离子	驻留时间 (ms)	CE (V)	定性母离子	子离子	驻留时间 (ms)	CE (V)
1	22.0	<i><sup>13</sup>C-PCB 28</i>	<i>24.34</i>	<i>268.0</i>	<i>198.1</i>	<i>25</i>	<i>26</i>	<i>270.0</i>	<i>198.1</i>	<i>25</i>	<i>26</i>
		<i>PCB 28</i>	<i>24.35</i>	<i>256.0</i>	<i>186.0</i>	<i>75</i>	<i>26</i>	<i>258.0</i>	<i>186.0</i>	<i>75</i>	<i>26</i>
		<i><sup>13</sup>C-PCB 52</i>	<i>25.66</i>	<i>302.0</i>	<i>232.0</i>	<i>25</i>	<i>28</i>	<i>304.0</i>	<i>234.0</i>	<i>25</i>	<i>28</i>
		<i>PCB 52</i>	<i>25.67</i>	<i>289.9</i>	<i>220.0</i>	<i>75</i>	<i>28</i>	<i>291.9</i>	<i>222.0</i>	<i>75</i>	<i>28</i>
2	29.0	<i><sup>13</sup>C-PCB 101</i>	<i>30.15</i>	<i>335.9</i>	<i>266.0</i>	<i>25</i>	<i>28</i>	<i>337.9</i>	<i>268.0</i>	<i>25</i>	<i>28</i>
		<i>PCB 101</i>	<i>30.16</i>	<i>323.9</i>	<i>253.9</i>	<i>75</i>	<i>28</i>	<i>325.9</i>	<i>255.9</i>	<i>75</i>	<i>28</i>
		<sup>13</sup> C-PCB 123	33.55	335.9	266.0	25	28	337.9	268.0	25	28
		PCB 123	33.56	323.9	253.9	75	28	325.9	255.9	75	28
		<sup>13</sup> C-PCB 118	33.76	335.9	266.0	25	28	337.9	268.0	25	28
		PCB 118	33.77	323.9	253.9	75	28	325.9	255.9	75	28
		<sup>13</sup> C-PCB 141	34.00	371.9	301.9	25	28	369.9	299.9	25	28
		<sup>13</sup> C-PCB 114	34.19	335.9	266.0	25	28	337.9	268.0	25	28
		PCB 114	34.20	323.9	253.9	75	28	325.9	255.9	75	28
		<i><sup>13</sup>C-PCB 153</i>	<i>34.50</i>	<i>371.9</i>	<i>301.9</i>	<i>25</i>	<i>28</i>	<i>369.9</i>	<i>299.9</i>	<i>25</i>	<i>28</i>
		<i>PCB 153</i>	<i>34.51</i>	<i>359.8</i>	<i>289.9</i>	<i>75</i>	<i>28</i>	<i>357.8</i>	<i>287.9</i>	<i>75</i>	<i>28</i>
		<sup>13</sup> C-PCB 105	35.15	335.9	266.0	25	28	337.9	268.0	25	28
		PCB 105	35.16	323.9	253.9	75	28	325.9	255.9	75	28
		<i><sup>13</sup>C-PCB 138</i>	<i>35.88</i>	<i>371.9</i>	<i>301.9</i>	<i>25</i>	<i>28</i>	<i>369.9</i>	<i>299.9</i>	<i>25</i>	<i>28</i>
<i>PCB 138</i>	<i>35.89</i>	<i>359.8</i>	<i>289.9</i>	<i>75</i>	<i>28</i>	<i>357.8</i>	<i>287.9</i>	<i>75</i>	<i>28</i>		
<sup>13</sup> C-PCB 167	37.64	371.9	301.9	25	28	369.9	299.9	25	28		
PCB 167	37.65	359.8	289.9	75	28	357.8	287.9	75	28		
3	38.5	<sup>13</sup> C-PCB 156	38.78	371.9	301.9	25	28	369.9	299.9	25	28
		PCB 156	38.79	359.8	289.9	75	28	357.8	287.9	75	28
		<sup>13</sup> C-PCB 157	39.06	371.9	301.9	25	28	369.9	299.9	25	28
		PCB 157	39.07	359.8	289.9	75	28	357.8	287.9	75	28
		<i><sup>13</sup>C-PCB 180</i>	<i>39.17</i>	<i>407.8</i>	<i>337.9</i>	<i>25</i>	<i>30</i>	<i>405.8</i>	<i>335.9</i>	<i>25</i>	<i>30</i>
		<i>PCB 180</i>	<i>39.18</i>	<i>393.8</i>	<i>323.9</i>	<i>75</i>	<i>30</i>	<i>395.8</i>	<i>325.9</i>	<i>75</i>	<i>30</i>
		<sup>13</sup> C-PCB 189	42.43	407.8	337.9	25	30	405.8	335.9	25	30
		PCB 189	42.44	393.8	323.9	75	30	395.8	325.9	75	30

表 9. 非邻位取代 PCB 和 <sup>13</sup>C 标记内标的 MS/MS 设置

序号	扫描开始时间 (min)	化合物	RT (min)	定量母离子	子离子	驻留时间 (ms)	CE (V)	定性母离子	子离子	驻留时间 (ms)	CE (V)
1	19.0	<sup>13</sup> C-PCB 81	20.74	301.9	232.0	25	28	303.9	234.0	25	28
		PCB 81	20.75	289.9	220.0	125	28	291.9	222.0	125	28
		<sup>13</sup> C-PCB 77	21.12	301.9	232.0	25	28	303.9	234.0	25	28
		PCB 77	21.13	289.9	220.0	125	28	291.9	222.0	125	28
2	22.0	<sup>13</sup> C-PCB 126	23.55	335.9	265.9	25	28	337.9	267.9	25	28
		PCB 126	23.56	323.9	253.9	125	28	325.9	255.9	125	28
3	25.0	<sup>13</sup> C-PCB 169	26.26	371.9	301.9	25	28	369.9	299.9	25	28
		PCB 169	26.27	359.9	289.9	125	28	357.8	287.9	125	28

## 结果与讨论

### 色谱图

单邻位取代 PCB 和 PCB 指示剂的多反应监测模式 (MRM) 色谱图见图 4, 分析运行时间共计 50 min。非邻位取代 PCB 的多反应检测模式 (MRM) 色谱图见图 5, 分析运行时间共计 30 min。

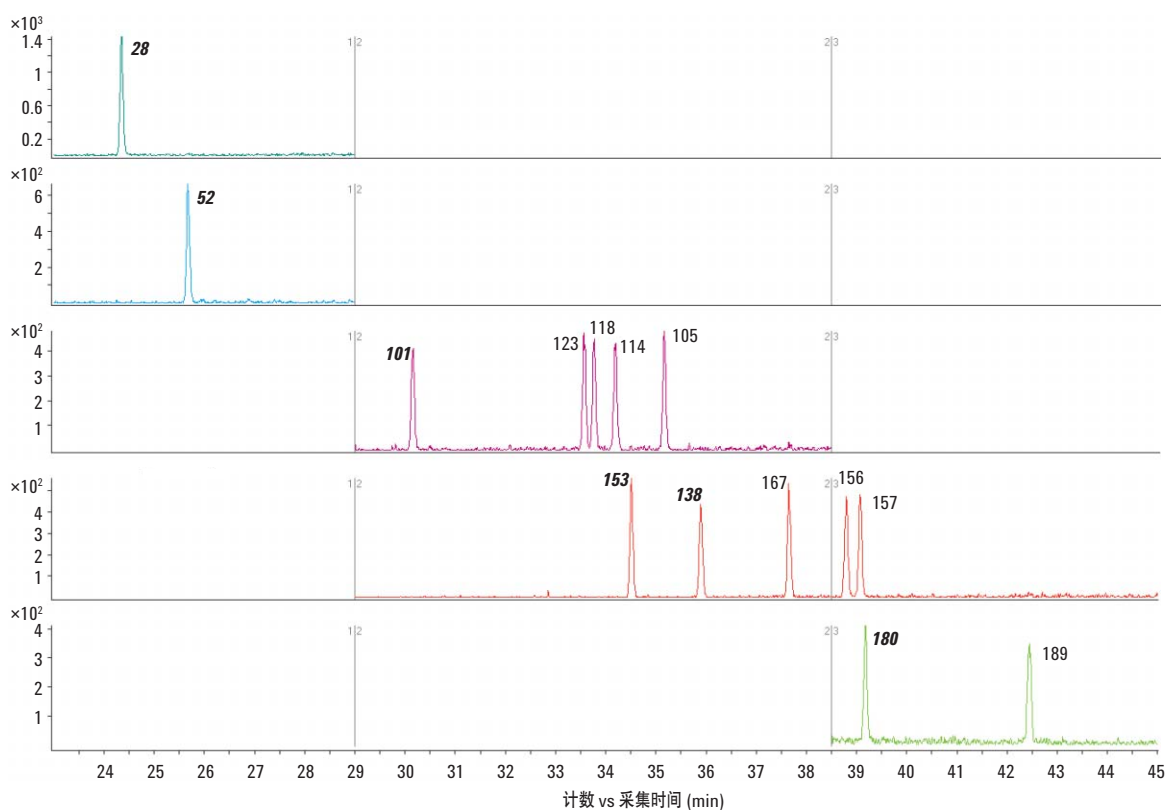


图 4. 单邻位取代 PCB/PCB 指示剂的 MRM 色谱图 (PCB 指示剂以加粗斜体表示)

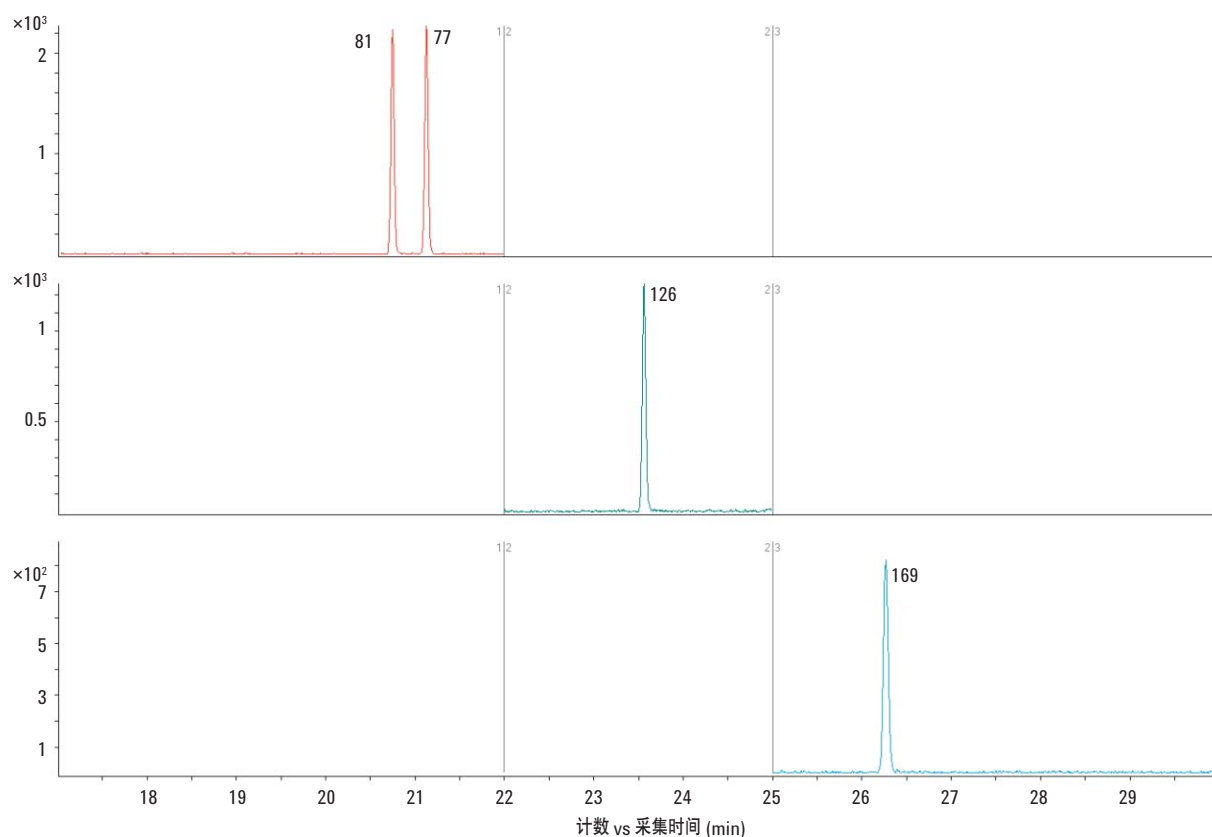


图 5. 非邻位取代 PCB 的 MRM 色谱图

## 线性响应

所有 PCB 同系物均以  $^{13}\text{C}$  同位素标记的内标 (ISTD) 计算, 校准曲线分别由表 10 和表 11 中 7 个不同浓度, 含内标的标准溶液绘制而成。

表 10. 单邻位取代 PCB/PCB 指示剂及其  $^{13}\text{C}$  同位素标记的内标浓度列表

单邻位取代 PCB	未标记 $\text{pg}/\mu\text{L}$	$^{13}\text{C}$ 标记 $\text{pg}/\mu\text{L}$	$^{13}\text{C}$ (PCB 180, 153, 138 141 = recovery) $\text{pg}/\mu\text{L}$
M1	0.05	5.00	50.0
M2	0.15	5.00	50.0
M3	0.50	5.00	50.0
M4	1.50	5.00	50.0
M5	5.00	5.00	50.0
M6	15.00	5.00	50.0
M7	50.00	5.00	50.0

表 11. 非邻位取代 PCB 及其  $^{13}\text{C}$  同位素标记的内标浓度列表

非邻位取代 PCB	未标记 $\text{pg}/\mu\text{L}$	$^{13}\text{C}$ 标记 $\text{pg}/\mu\text{L}$
C1	0.10	2.50
C2	0.25	2.50
C3	0.50	2.50
C4	1.00	2.50
C5	2.50	2.50
C6	5.00	2.50
C7	10.00	2.50

所有 PCB 同系物在要求范围内均获得良好的线性响应。图 6 和图 7 分别例举了 PCB 126 和 PCB 169 的校正曲线。



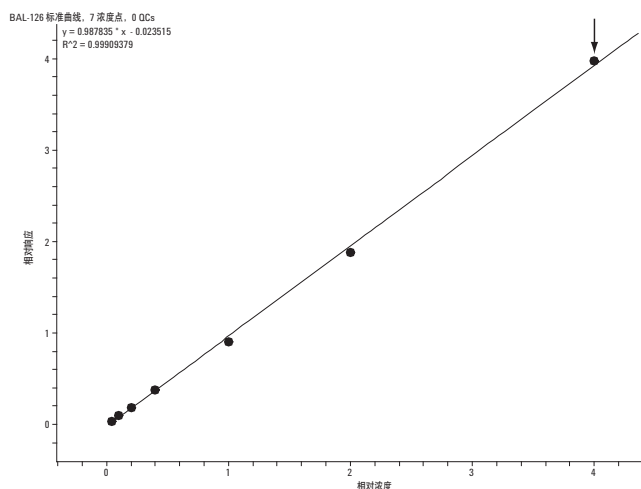


图 6. PCB 126 的 7 点线性拟合校准曲线

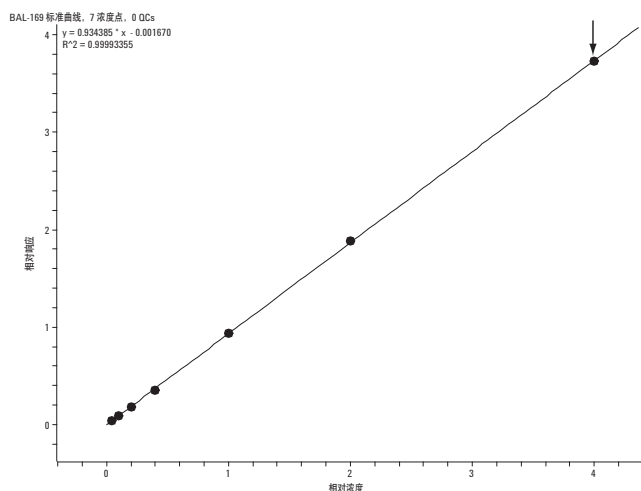


图 7. PCB 169 的 7 点线性拟合校准曲线

所有 PCB 同系物的校准曲线线性数据参见表 12。所有化合物的线性相关系数  $R^2 > 0.998$ 。

## 样品分析

4 种不同的食物和饲料的 80 个样品: 动物饲料 ( $n = 45$ ), 牛奶 ( $n = 11$ ), 肉 ( $n = 19$ ) 和肝脏 ( $n = 5$ ), 样品经前处理后先进行分辨率

表 12. 单邻位取代 PCB/PCB 指示剂在  $0.05 \text{ pg}/\mu\text{L} \sim 50 \text{ pg}/\mu\text{L}$  和非邻位取代 PCB 在  $0.1 \text{ pg}/\mu\text{L} \sim 10 \text{ pg}/\mu\text{L}$  范围内的各 7 个浓度的校准曲线的相关系数, 进样体积  $2 \mu\text{L}$

单邻位取代 PCB	$R^2$	非邻位取代 PCB	$R^2$
PCB 28	0.9999	PCB 81	0.9992
PCB 52	0.9993	PCB 77	0.9991
PCB 101	0.9991	PCB 126	0.9991
PCB 123	0.9997	PCB 169	0.9999
PCB 118	0.9994		
PCB 114	0.9998		
PCB 153	0.9997		
PCB 105	0.9999		
PCB 138	0.9993		
PCB 167	0.9988		
PCB 156	0.9985		
PCB 157	0.9987		
PCB 180	0.9995		
PCB 189	0.9990		

10000 的 GC-HRMS 分析, 然后对相同的样品瓶进行 Agilent 7000 三重串联四级杆 GC/MS 测定。

图 8 是对 GC-HRMS 和 GC/MS/MS 两种仪器测定结果 (总 TEQ-dl-PCB, 上限浓度) 的对比, 差别以 GC/MS/MS 结果相对于 GC-HRMS 结果的百分数表示。

dl-PCB 总浓度超过  $1 \text{ pg TEQ/g}$  的食品和饲料中, GC-HRMS 和 GC/MS/MS 的测定误差小于  $\pm 10\%$ 。

图 9 为两种测定方法测定总 dl-PCB 值小于  $1.2 \text{ TEQ pg/g}$  的 68 种食品 and 饲料中的结果对比。

dl-PCB 总浓度从  $0.1$  到  $1 \text{ pg TEQ/g}$  的食品和饲料中, GC-HRMS 和 GC/MS/MS 的测定误差小于  $\pm 15\%$ 。只有 dl-PCB 总浓度小于  $0.1 \text{ TEQ pg/g}$  的食品和饲料, GC-HRMS 和 GC/MS/MS 测定误差大于  $15\%$ 。

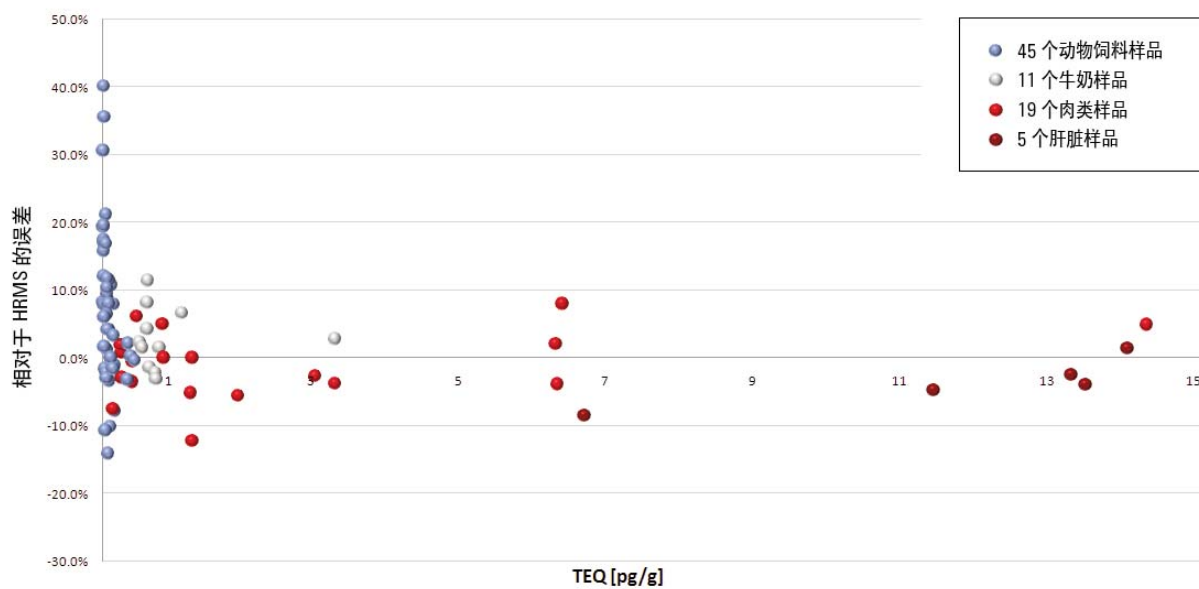


图 8. GC-HRMS 和 GC/MS/MS 测定 80 个食品和饲料样品的 dI-PCB 总浓度 (TEQWHO98 上限浓度) 的对比结果

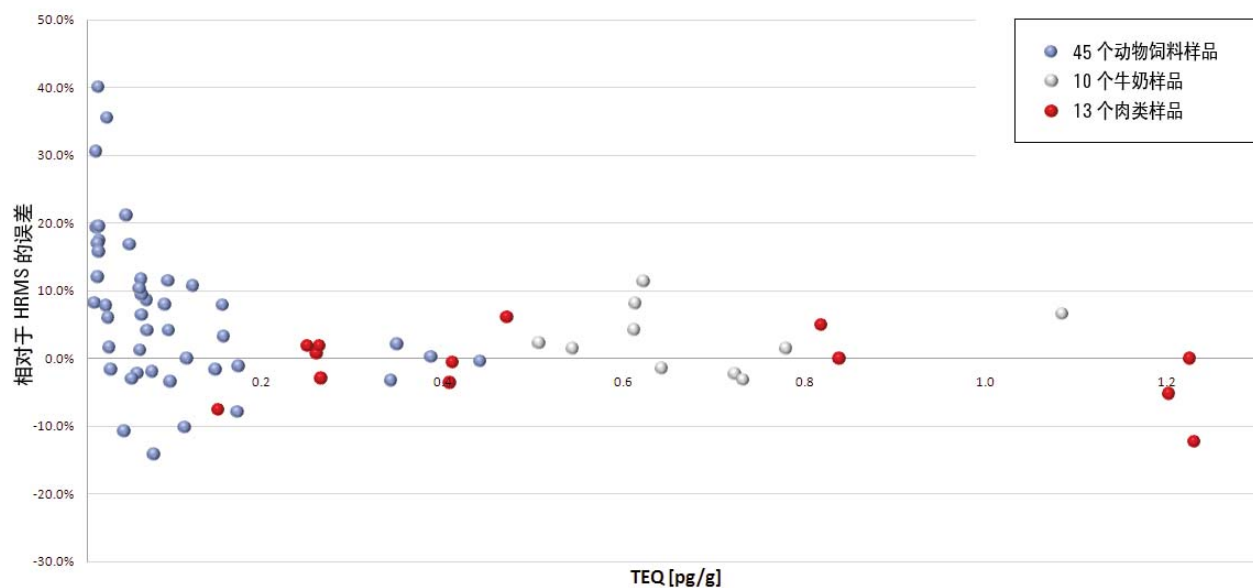


图 9. GC-HRMS 和 GC/MS/MS 测定 dI-PCB 总浓度 (TEQWHO98 上限浓度) 小于 1.2 pg TEQ/g 的 68 个食品和饲料样品的结果对比

图 10 是对 GC-HRMS 和 GC/MS/MS 两种仪器测定结果 (总 ndl-PCB, 上限浓度) 的对比, 差别以 GC/MS/MS 结果相对于 GC-HRMS 结果的百分数表示。

ndl-PCB 总浓度从 0.5 到 10 ng /g 的食品和饲料中, GC-HRMS 和 GC/MS/MS 的测定误差小于  $\pm 10\%$ 。ndl-PCB 总浓度小于 0.5 TEQ pg/g 的食品和饲料, GC-HRMS 和 GC/MS/MS 测定误差大于 10%。

## 结论

Agilent 7000 三重串联四级杆 GC/MS 系统可以测定含量低于 pg TEQ/g 级的食品和动物饲料中的 dl-PCB, 方法灵敏度高, 线性和重现性良好。与 GC-HRMS 测定结果的对比说明 Agilent 7000 三重串联四级杆 GC/MS 完全可以胜任食品和饲料中 dl-PCB 的常规分析, 并且完全满足欧盟法规的要求。

另外, Agilent 7000 三重串联四级杆 GC/MS 系统在测定含量 1 ng/g 及以下的动物和饲料中的 ndl-PCB 方面也完全可以媲美高分辨率的 GC-HRMS。

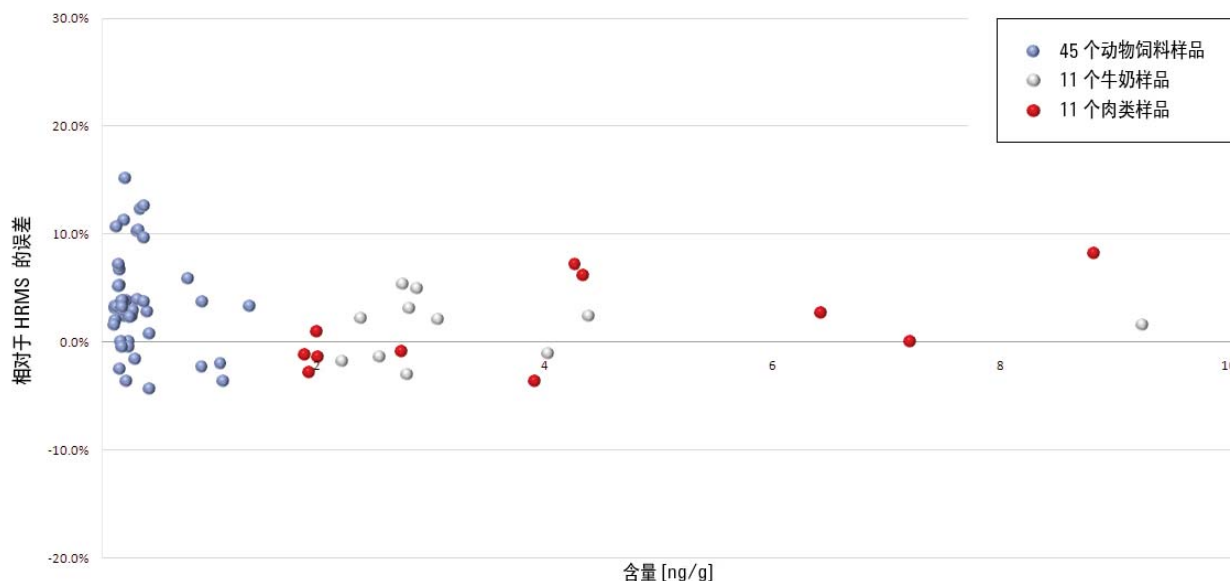


图 10. GC-HRMS 和 GC/MS/MS 测定 ndl-PCB 总浓度 (上限浓度) 小于 10 ng/g 的 67 种食品和饲料的结果对比

## 参考文献

1. EPA Method 1668, Revision A: Chlorinated Biphenyl Congeners in Water, Soil, Sediment and Tissue by HRGC/HRMS.
2. Commission Regulation (EC) No 1883/2006 of December 19, 2006, Laying down methods of sampling and analysis for the official control of levels of dioxins and dioxin-like PCBs in certain foodstuffs.”
3. C Sandy, “Determination of Polychlorinated Dibenzop-dioxins (PCDD) and Polychlorinated Dibenzofurans (PCDF) in Foodstuffs and Animal feed using the Agilent 7000 Triple Quadrupole GC/MS System,” Agilent Technologies publication 5990-6594EN (2010).
4. Commission Regulation (EC) No 1881/2006 of December 19, 2006 Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs.
5. Commission Regulation (EC) No 152/2009 Annex V letter B of January 27, 2009 Laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feed.
6. Directive 2002/32/EC of the European Parliament and of the Council of 7 May 2002, on undesirable substances in animal feed.

## 更多信息

若需了解更多有关我们产品和服务的信息，请访问我们的网站：  
[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

安捷伦科技公司对本资料中可能包含的错误，以及由于使用本资料所引起的相关损失不承担责任。

本书中的信息、说明和性能指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司，2011  
中国印刷  
2011年3月18日  
5990-6950CHCN