

超声提取-固相萃取-GC-MS/MS 测定灰尘中10种有机磷阻燃剂

李静¹, 王俊霞^{1,2}, 顾海东^{1,2}, 张丽君^{1*}, 张占恩¹, 张磊^{1,2}, 姚坚³

(1. 苏州科技大学环境科学与工程学院, 江苏 苏州 215009;

2. 苏州科技大学江苏省环境科学与工程重点实验室, 江苏 苏州 215009;

3. 苏州高新区环境监测站, 江苏 苏州 215129)

摘要: 基于超声提取和固相萃取技术建立了灰尘样品中10种有机磷阻燃剂(OPFRs)的前处理方法, 采用气相色谱串联三重四级杆质谱法进行定性定量分析。优化了超声提取的溶剂种类及用量、时间、频率、温度以及固相萃取的活化与洗脱溶剂的种类和用量等条件。优化实验条件下, 10种OPFRs在相应浓度范围内线性良好, 相关系数 R 为0.999 0~0.999 8。检出限($S/N=3$)为0.44~11.08 ng/g。灰尘样品平均加标回收率为51.4%~123.5%, RSD 为3.0%~13.7%。该方法操作简单、灵敏度高、检出限低, 适用于灰尘样品中多种有机磷阻燃剂的同时测定。

关键词: 超声提取; 固相萃取; GC-MS/MS; 灰尘; 有机磷阻燃剂

中图分类号: X131

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2018)08-0239-06

DOI: 10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2018.08.053

Determination of 10 organophosphate flame retardants in dust by ultrasonic extraction and solid phase extraction coupled with GC-MS/MS

LI Jing¹, WANG Jun-xia^{1,2}, GU Hai-dong^{1,2}, ZHANG Li-jun^{1*}, ZHANG Zhan-en¹,
ZHANG Lei^{1,2}, YAO Jian³

(1. School of Environmental Science and Engineering, Suzhou University of Science and Technology, Suzhou 215009, China; 2. Jiangsu Key Laboratory of Environmental Science and Engineering, Suzhou University of Science and Technology, Suzhou 215009, China; 3. Environmental Monitoring Station, Suzhou High Tech Zone, Suzhou 215129, China)

Abstract: An effective method is established for the simultaneous determination of ten organophosphate flame retardants (OPFRs) in dust by triple quadrupole gas chromatography-mass spectrometer (GC-MS/MS) combined with ultrasonic extraction (UE) and solid phase extraction (SPE). The conditions of UE and SPE, such as variety and dosage of solvents, temperature, frequency and time are optimized. Under the optimized experimental conditions, good linearities of ten OPFRs can be achieved when the analytes are in the corresponding concentration range, with correlation coefficients (R) ranging from 0.999 0 to 0.999 8. The detection limits ($S/N=3$) of these 10 OPFRs range from 0.44 to 11.08 ng·g⁻¹. The average recoveries of 10 OPFRs in dust at three spiked concentration levels range from 51.4% to 123.5% with RSD less than 13.7%. The proposed method has the characteristics of simple operation, high sensitivity and low detection limit, which makes it suitable for the detection of varies OPFRs in dust.

Key words: ultrasonic extraction; solid phase extraction; GC-MS/MS; dust; organophosphorus flame retardants

有机磷阻燃剂(organophosphate flame retardants, OPFRs)作为溴代阻燃剂的主要替代品,广泛应用于纺织品、建筑材料和电子设备中^[1]。该类阻燃剂主要以物理添加的方式与材料结合,且普遍具有较低的蒸汽压和半挥发性,其在产品的生产、使用和回收

过程中易于释放到环境中^[2-3], OPFRs具有亲脂疏水性,易与大气颗粒物及灰尘结合,人们通过呼吸、摄入和皮肤接触等途径产生暴露^[4]。相关研究表明,多种OPFRs具有神经毒性、生殖毒性、致癌性和基因毒性^[5-7]。因此,建立灰尘中多种OPFRs快速

收稿日期: 2018-01-05; 修回日期: 2018-06-21

基金项目: 江苏省高校自然科学基金重大项目(5KJA610003); 苏州市科技计划项目(SS201612); 相城科技计划项目(XJ201641); 苏州市水利水务科技项目(2017002); 昆山市科技项目(KS1713)

作者简介: 李静(1992-), 女, 硕士研究生, 研究方向为环境监测分析技术, jingli9212@qq.com; 张丽君(1964-), 女, 理学硕士, 副教授, 研究方向为分析化学, 通讯联系人, szzhanglijun@163.com。

测定方法具有重要意义。

目前关于灰尘中 OPFRs 的提取方法主要有索氏提取法^[8]、超声提取法^[9-11]、加速溶剂萃取法^[12]和微波辅助萃取法^[13]等。索氏提取法需要消耗大量有机溶剂,且耗时较长;加速溶剂萃取法提取效率高,但其设备成本较高;超声提取法由于具有操作简便、成本低廉、可批量处理样品等优点而被广泛使用^[14]。灰尘样品基质复杂,通常超声提取液需经固相萃取进一步净化和分离。相对于样品前处理,该类物质仪器检测方法的研究较少,OPFRs 的检测方法通常有气相色谱法、气相色谱-质谱法、液相色谱-质谱法等^[15-17],三重四级杆气质联用仪(GC-MS/MS)的多反应监测模式(MRM)可以减少基体杂质的干扰和假阳性现象^[18]。因此,笔者采用超声提取-固相萃取法提取净化灰尘中的 10 种 OPFRs (TEP、TPrP、TiBP、TBP、TCEP、TCPP、TDCPP、TBEP、TPhP 和 TEHP),结合 GC-MS/MS 的 MRM 模式进行定性定量分析,优化了超声提取条件和固相萃取条件。该方法操作简便、检出限较低、准确度较高,能够满足实际灰尘样品中

OPFRs 的分析。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

三重四级杆气质联用仪,德国布鲁克 SCION TQ 生产;SPE 固相萃取装置(12 位,CNW),Florisil 柱(1 000 mg,6 mL),岛津技途公司生产;TTL-DCI 型氮吹仪,北京同泰联科技公司生产;SK-1 快速混匀器,金坛市盛蓝仪器制造公司生产;AL204 天平,瑞士梅特勒-托利多公司生产;800 型离心沉淀器,上海精科实业公司生产;KQ-300VDE 型三频数控超声波清洗器,昆山市超声仪器公司生产;F48010-33CN 马弗炉,赛默飞世尔公司生产。

正己烷,色谱纯;乙酸乙酯、丙酮、乙腈、甲醇、二氯甲烷,分析纯。10 种目标化合物标准品信息如表 1 所示。回收率指示物为氘代磷酸三丁酯(TBP-D27),纯度为 98%~99%,美国剑桥同位素实验室生产;内标物为 2,2',3,4,5,5'-六氯联苯(2,2',3,4,5,5'-HexaCB,PCB-141),纯度为 99%,40 μg/mL 溶于壬烷,剑桥同位素实验室生产。

表 1 10 种 OPFRs 基本信息

名称	缩写	分子式	CAS 号	纯度/%	生产商	MW	lg K_{ow} ^[19]
磷酸三乙酯	TEP	C ₆ H ₁₅ O ₄ P	78-40-0	>98	TCI	182.16	0.80
磷酸三丙酯	TPrP	C ₉ H ₂₁ O ₄ P	513-08-6	99	Sigma Aldrich	224.23	1.87
磷酸三异丁酯	TiBP	C ₁₂ H ₂₇ O ₄ P	126-71-6	>99.5	Fluoro Chem	266.32	3.60
磷酸三丁酯	TBP	C ₁₂ H ₂₇ O ₄ P	126-73-8	>99.5	aladdin	266.32	4.00
磷酸三(2-氯乙基)酯	TCEP	C ₆ H ₁₂ Cl ₃ O ₄ P	115-96-8	>97	TCI	285.48	1.44
磷酸三(2-氯丙基)酯	TCPP	C ₉ H ₁₈ Cl ₃ O ₄ P	13674-84-5	异构体混合物	aladdin	327.57	2.59
磷酸三(1,3-二氯异丙基)酯	TDCPP	C ₉ H ₁₅ Cl ₆ O ₄ P	13674-87-8	>95	TCI	430.89	3.65
磷酸三(丁氧基乙基)酯	TBEP	C ₁₈ H ₃₉ O ₇ P	78-51-3	93	Dr. Ehrenstorfer GmbH	398.48	3.75
磷酸三苯酯	TPhP	C ₁₈ H ₁₅ O ₄ P	115-86-6	>99	TCI	326.29	4.59
磷酸三辛酯	TEHP	C ₂₄ H ₅₁ O ₄ P	78-42-2	98	Dr. Ehrenstorfer GmbH	434.65	9.49

(上接第 238 页)

- [15] Motoc S, Manea F, Iacob A, *et al.* Electrochemical selective and simultaneous detection of diclofenac and ibuprofen in aqueous solution using HKUST-1 metal-organic framework-carbon nanofiber composite electrode [J]. *Sensors*, 2016, 16(10): 1719-1731.
- [16] Birhanu Mekassa, Merid Tessema, Bhagwan Singh Chandravanshi, *et al.* Square wave voltammetric determination of ibuprofen at poly(L-Aspartic Acid) modified glassy carbon electrode [J]. *IEEE Sensors Journal*, 2018, 18(1): 37-44.
- [17] Sorina Motoc, Adriana Remes, Aniela Pop, *et al.* Electrochemical detection and degradation of ibuprofen from water on multi-walled carbon nanotubes-epoxy composite electrode [J]. *Journal of Environmental Sciences*, 2013, 25(4): 838-847.
- [18] Rodrigo H O Montes, Ana P Limaa, Rafael R Cunha, *et al.* Size effects of multi-walled carbon nanotubes on the electrochemical ox-

dation of propionic acid derivative drugs: Ibuprofen and naproxen [J]. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 2016, 775: 342-349.

- [19] 张东霞,黑莎莎,张永明.基于聚 L-精氨酸修饰玻碳电极的抗坏血酸电化学传感器的研究[J]. *现代化工*, 2015, 35(8): 187-189.
- [20] 朱琪,邓振旭.聚谷氨酸修饰电极测定食品中的麦芽酚[J]. *食品工业科技*, 2017, 38(11): 305-308.
- [21] 杨武,王艳妮,郭昊,等.基于聚 L-亮氨酸/DNA 双层纳米薄膜的对乙酰氨基酚电化学传感器[J]. *西北师范大学学报(自然科学版)*, 2017, 53(3): 51-57.
- [22] 韩海霞,弓巧娟,秦建芳,等.聚 L-半胱氨酸/还原氧化石墨烯/Nafion 修饰玻碳电极对芦丁的电化学传感行为研究[J]. *分析科学学报*, 2018, (2): 49-252.
- [23] Liu G, Wang Y M, Sun D M. Simultaneous determination of vitamins B₂, B₆ and C using silver-doped poly(L-arginine)-modified glassy carbon electrode [J]. *Journal of Analytical Chemistry*, 2016, 71(1): 102-109. ■

1.2 样品前处理

称取0.1 g灰尘样品,加入6.0 mL乙酸乙酯:丙酮混合液(体积比为3:2)为萃取剂,涡旋1 min,于30℃、100 kHz频率超声提取20 min,以3 000 r/min离心5 min,取出上清液,再加入6.0 mL萃取剂重复上述操作2次,将萃取液合并后氮吹至近干,用1.0 mL正己烷回溶。萃取液用Florisil柱净化,先用6.0 mL乙酸乙酯和12.0 mL正己烷活化,上样后用3.0 mL正己烷淋洗小柱以去除杂质,6.0 mL乙酸乙酯洗脱,溶液通过固定相的流速均控制在2.0 mL/min左右,收集洗脱液氮吹至干,用0.3 mL正己烷回溶后,过0.22 μm有机相滤膜,置于棕色进样瓶,加入内标物,待仪器检测。

1.3 GC-MS/MS 条件

1.3.1 色谱条件

色谱柱:BR-5MS(30 m×0.25 mm×0.50 μm, Bruker Daltonics)毛细管柱;载气为高纯氦气,流速为1.0 mL/min;不分流自动进样1 μL;进样口和传输线温度均为280℃;升温程序:初始温度为80℃(保持1 min),以20℃/min升至200℃,以5℃/min升至215℃,以30℃/min升至260℃,以3℃/min升至270℃(保持3 min)。

1.3.2 质谱条件

离子源:EI源,电离电压为-20 eV,碰撞气:高纯氦气,碰撞压力为0.266 Pa。离子源温度:250℃;检测模式:MRM模式,10种OPFRs目标物、替代物和内标物的MRM监测模式参数如表2所示,10种OPFRs的总离子流色谱图如图1所示。

表2 目标物的多反应监测条件

化合物	保留时间/ min	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	碰撞能量/ eV
TEP	4.93	155	127	5
			99	5
			81	5
TPtP	6.90	99	141	5
			141	5
			125	5
TiBP	7.88	99	81	5
			155	5
			139	5
TnBP-D27	8.88	103	102	5
			83	5
			167	5

TBP	9.06	99	81	5
		155	99	5
		249	249	5
TCEP	10.32	249	187	5
		251	125	5
		99	81	5
TCPP	10.63	125	99	5
		209	99	5
		191	75	5
TDCPP	14.78	191	99	5
		372	302	30
		374	302	30
TBEP	15.32	85	67	5
		199	101	5
		199	57	5
TPhP	15.62	153	125	5
		326	325	5
		326	215	5
TEHP	15.90	327	326	10
		99	81	5
		113	71	5
		113	57	5

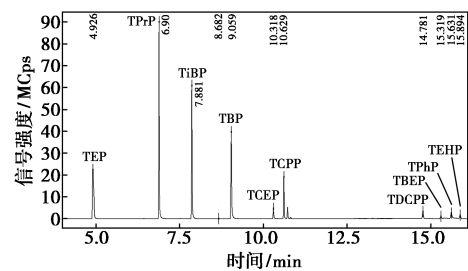


图1 10种OPFRs标准溶液的总离子流色谱图(1 000 μg/L)

2 结果与讨论

2.1 超声提取条件优化

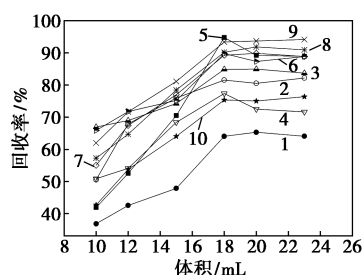
所选用10种OPFRs性质差异较大,选择合适的萃取剂是关键。对丙酮、乙酸乙酯、二氯甲烷、甲醇、丙酮:正己烷混合液(体积比为1:1)、乙酸乙酯:丙酮混合液(体积比为3:2,)等多种溶剂的超声提取效果进行比较,结果如表3所示。

由表3可以看出,在其他条件相同的情况下,混合溶剂乙酸乙酯:丙酮(体积比为3:2,)的提取效果较好,且该溶剂挥发性较强,为减少后续氮吹时间,

表 3 不同类型超声萃取剂对 OPFRs 回收率的影响 %

萃取剂 类型	丙酮	乙酸 乙酯	二氯 甲烷	甲醇	V(乙酸乙酯): V(丙酮): V(正己烷)	
					V(丙酮) (3:2)	V(正己烷) (1:1)
TEP	33.29	26.49	15.98	18.97	33.9	14.41
TPrP	56.17	76.50	40.51	13.01	78.87	44.08
TiBP	78.25	69.77	43.48	55.42	82.51	33.01
TBP	66.48	50.36	68.79	33.08	76.05	79.36
TCEP	63.01	80.66	63.99	53.81	87.67	75.75
TCPP	76.53	85.54	85.12	81.73	95.86	84.01
TDCPP	67.35	79.06	77.84	75.81	88.12	57.70
TBEP	75.83	94.36	77.69	61.434	96.06	94.48
TPhP	90.1	84.13	90.26	75.24	91.14	101.65
TEHP	50.74	52.61	42.62	33.25	59.75	74.98

实验采用乙酸乙酯:丙酮(体积比为 3:2)作为超声萃取剂。进一步考察了不同体积(10.0、12.0、15.0、18.0、20.0 mL 和 23.0 mL)萃取剂的提取效果,结果如图 2 所示。随着萃取剂用量的增加,提取效率随之升高,并在 18.0 mL 达到最大值,超过 18.0 mL 之后提取效率不再升高,说明 18.0 mL 萃取剂基本能将分析物提取完全。同时还考察了提取次数对效率的影响,结果表明,分 3 次提取能够获得更好的提取效率。因此,实验选用 18.0 mL 乙酸乙酯:丙酮(体积比为 3:2,)分 3 次进行超声提取。

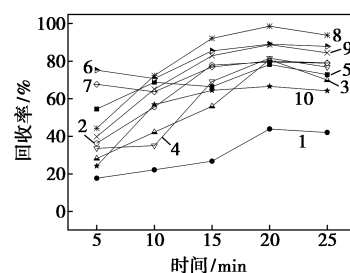


1—TEP; 2—TPrP; 3—TiBP; 4—TBP; 5—TCEP; 6—TCPP;
7—TDCPP; 8—TBEP; 9—TPhP; 10—TEHP

图 2 超声萃取剂体积的影响

考察了分析物在超声 5~25 min 内的提取效率,结果如图 3 所示。由图 3 可以看出,在 20 min 时提取效率趋于稳定,选择超声时间为 20 min。

实验所用超声波清洗器可提供 45、80 kHz 和 100 kHz 3 种频率的超声波。随着超声频率的增加,提取效率增加,实验条件选择 100 kHz 频率。考察超声提取温度(20、30、40、50℃ 和 60℃)对提取效率



1—TEP; 2—TPrP; 3—TiBP; 4—TBP; 5—TCEP; 6—TCPP;
7—TDCPP; 8—TBEP; 9—TPhP; 10—TEHP

图 3 超声提取时间的影响

的影响,结果表明,温度对分析物的提取效率没有明显影响,与相关研究结论一致^[20-21],因此,选择超声提取温度为 30℃。

2.2 固相萃取条件优化

在固相萃取过程中,为了创造一个固定相与样品溶剂相容的环境,并去除柱内潜在杂质,通常先用与洗脱剂相同强度或强于洗脱剂的溶剂来预淋洗固定相,再用弱于样品溶剂的溶剂建立一个使分析物有合适保留值的固定相环境^[22]。采用 6.0 mL 乙酸乙酯对萃取柱进行预淋洗,然后用正己烷进行活化,考察活化溶剂的用量,结果表明,12.0 mL 正己烷能够达到建立合适固定相环境的要求。

将正己烷溶解的样品加入固相萃取小柱,使样品溶剂以大约 2.0 mL/min 的流速通过固定相,分析物和少量干扰物保留在固定相上,用 3.0 mL 正己烷淋洗以去除干扰物,用适当溶剂将分析物从固定相上洗脱下来。考察了二氯甲烷、乙酸乙酯、乙腈和甲醇等 4 种溶剂的洗脱效果。结果表明,乙腈洗脱效果最佳,乙酸乙酯次之,二氯甲烷效果最差。考虑到乙腈的毒性和实验的经济性,选用乙酸乙酯进行洗脱,进一步考察洗脱溶剂的用量。用 10.0 mL 乙酸乙酯进行洗脱,每 2.0 mL 为一个馏分测定回收率,结果如表 4 所示。由表 4 可以看出,4.0~6.0 mL 乙酸乙酯几乎将分析物洗脱完全,因此,选定 6.0 mL 乙酸乙酯作为洗脱溶剂。

表 4 洗脱溶剂用量对回收率的影响 %

洗脱组分	馏分 1	馏分 2	馏分 3	馏分 4	馏分 5
TEP	31.43	12.79	4.72	0.82	0
TPrP	37.11	27.45	16.94	1.81	0
TiBP	42.39	27.62	13.00	0.23	0.82
TBP	57.11	27.31	6.24	1.18	0.20
TCEP	42.24	38.64	17.52	0.35	0

续表

洗脱组分	馏分1	馏分2	馏分3	馏分4	馏分5
TCPP	56.29	21.66	10.54	1.57	0.66
TDCPP	62.60	34.25	4.11	0.65	0
TBEP	61.92	34.28	9.87	0.62	0
TPhP	52.13	28.40	10.22	2.18	0.13
TEHP	39.34	15.74	8.25	2.96	0

提取灰尘样品中 OPFRs 时是否使用 SPE 净化过程的色谱对比图如图 4 所示。由图 4 可以看出,超声萃取液经固相萃取柱净化后的色谱图[如图 4 (b)所示]相较于未使用 SPE 净化的色谱图[如图 4 (a)所示]干扰峰显著减少,说明 SPE 可有效去除分析干扰物,提高检测灵敏度。

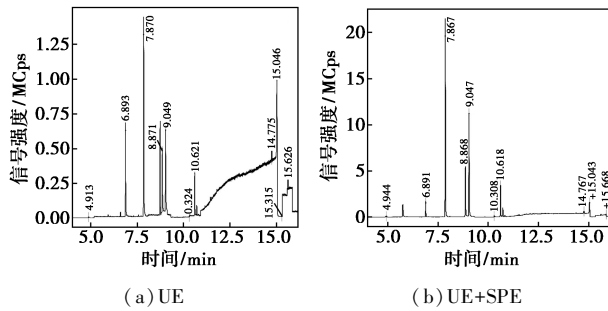


图 4 UE 和 UE+SPE 提取灰尘样品中 OPFRs 的总离子流色谱图

2.3 方法的线性范围与检出限

配制质量浓度分别为 1.0、2.0、10.0、20.0、50.0、100.0、500.0、600.0、800.0、1 000.0 $\mu\text{g/L}$ (TBEP 均为 10 倍质量浓度) 的系列标准溶液,在仪器最佳条件下进行测定,以待测组分质量浓度 ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$) 为横坐标,以分析物与内标物的峰面积比值 (RF) 为纵坐标进行线性拟合。各分析物在表中所述浓度范围内呈良好线性关系,相关系数均不低于 0.999 0,10 种 OPFRs 物质的检出限为 0.44 ~ 11.08 $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$,如表 5 所示。

表 5 10 种 OPFRs 的标准曲线、线性范围、相关系数及检出限

分析物	标准曲线	线性范围/ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	R	检出限/ ($\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$)
TEP	$y=0.0141x-0.0750$	1~500	0.9991	0.654
TPrP	$y=0.0687x+0.2839$	1~1000	0.9998	0.540
TiBP	$y=0.1120x-0.7333$	1~1000	0.9998	0.441
TBP	$y=0.1028x-0.5439$	1~600	0.9997	1.998

TCEP	$y=0.0007x-0.0012$	1~500	0.9995	11.076
TCPP	$y=0.0218x-0.0060$	1~1000	0.9997	4.233
TDCPP	$y=0.0037x+0.0045$	1~800	0.9998	3.591
TBEP	$y=0.0017x-0.2143$	10~10000	0.9993	3.498
TPhP	$y=0.0182x-0.0810$	1~800	0.9997	2.418
TEHP	$y=0.0378x-0.2013$	1~500	0.9990	4.245

2.4 回收率与精密度

将灰尘样品用丙酮溶剂洗涤并移去溶剂,自然晾干,于马弗炉中 400 $^{\circ}\text{C}$ 加热 1 h,以去除灰尘中的有机物,将该灰尘为空白样品,分别添加 3 种质量分数(100、500、2 000 $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$) 的混合标准溶液,按上述实验条件进行测定,每个浓度水平测试 5 次。平均加标回收率为 51.4% ~ 123.5%, RSD 为 3.0% ~ 13.7%,结果如表 6 所示。

表 6 样品中 10 种 OPFRs 加标回收率及精密度

化合物	100 $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$		500 $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$		2000 $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$	
	回收率/%	RSD / %	回收率/%	RSD / %	回收率/%	RSD / %
TEP	51.4	13.7	70.3	9.5	85.7	6.3
TPrP	79.5	3.9	90.6	3.3	93.8	3.0
TiBP	78.2	5.8	94.0	4.9	98.3	4.2
TBP	83.2	3.9	94.4	3.9	96.8	3.8
TCEP	86.6	4.9	92.8	5.7	97.1	4.4
TCPP	89.6	8.6	96.3	6.4	98.7	7.1
TDCPP	79.5	5.0	92.7	4.1	96.8	3.8
TBEP	91.8	9.8	104.6	6.5	123.5	6.6
TPhP	87.2	3.4	98.8	3.5	116.8	3.5
TEHP	67.9	10.2	85.9	8.4	90.7	6.0

2.5 实际样品测定

用甲醇清洗并晾干的软毛刷在道路、办公室和某工厂车间分别采集 3 个灰尘样品,将样品避光晾干后过 100 目不锈钢筛,加入回收率指示物,避光放置 3 h,用已建立的分析方法对样品进行测定。在办公室灰尘样品中有 9 种 OPFRs 检出,TEHP 均未检出,结果如表 7 所示。实际灰尘样品的总离子流色谱图如图 5 所示。

表 7 实际灰尘样品中 OPFRs 的质量分数 $\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$

样品来源	道路	办公室	工厂车间
TEP	ND	55.978	4.313
TPrP	ND	3.338	ND

续表

样品来源	道路	办公室	工厂车间
TiBP	33.465	273.237	113.460
TBP	17.704	133.953	57.190
TCEP	ND	412.032	296.256
TCPP	56.425	132.763	216.821
TDCPP	16.214	212.094	89.864
TBEP	68.044	82.151	71.989
TPhP	7.004	766.534	650.417
TEHP	ND	ND	ND

注:ND 表示未检出。

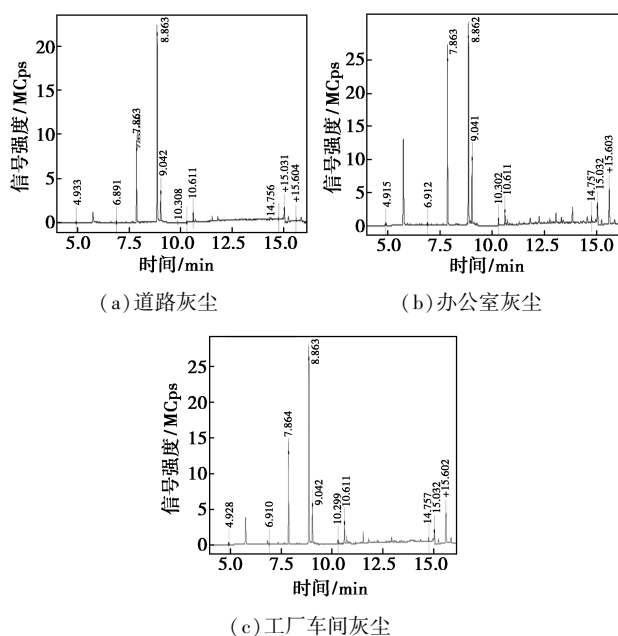


图 5 3 个灰尘样品的总离子流色谱图

3 结论

以乙酸乙酯:丙酮(体积比为 3:2)为萃取剂,30℃超声提取灰尘样品中多种有机磷阻燃剂,提取液经 Florisil 柱净化,结合三重四极杆气质联用仪进行检测。该方法快速简便、灵敏度高、检出限低,可满足灰尘样品中多种有机磷阻燃剂的同时测定。

参考文献

- [1] 王晓伟,刘景富,阴永光.有机磷酸酯阻燃剂污染现状与研究进展[J].化学进展,2010,22(10):1983-1992.
- [2] Wei G L, Li D Q, Zhuo M N, *et al.* Organophosphorus flame retardants and plasticizers; Sources, occurrence, toxicity and human exposure[J]. Environmental Pollution, 2015, 196:29-46.
- [3] 胡晓辉,仇雁翎,朱志良,等.环境中有机磷酸酯阻燃剂分析方法的研究进展[J].环境化学,2014,33(12):2076-2086.
- [4] 丁锦建.典型有机磷阻燃剂人体暴露途径与蓄积特征研究[D].杭州:浙江大学,2016.
- [5] Chen G L, Jin Y X, Wu Y, *et al.* Exposure of male mice to two kinds of organophosphate flame retardants (OPFRs) induced oxidative stress and endocrine disruption[J]. Environmental Toxicology and Pharmacology, 2015, 40(1):310-318.
- [6] 王伟,耿存珍.室内环境中的有机磷酸酯及环境毒理研究[J].环境科学与管理,2015,40(10):85-88.
- [7] 严小菊,何欢,彭英,等.固相萃取-气相色谱质谱法检测水体中典型有机磷酸酯阻燃剂[J].分析化学,2012,40(11):1693-1697.
- [8] Ren G, Chen Z, Feng J, *et al.* Organophosphate esters in total suspended particulates of an urban city in East China[J]. Chemosphere, 2016, 164:75-83.
- [9] 鹿建霞,季雯,马盛韬,等.气相色谱/质谱法检测灰尘、土壤和沉积物中有机磷酸酯[J].分析化学,2014(6):859-865.
- [10] 曹治国,董星依,石玉盟,等.3种磷代阻燃剂在室内外灰尘中的粒径分布规律及人体暴露评估[J].环境科学学报,2017,37(7):2759-2766.
- [11] Eede N V D, Dirtu A C, Ali N, *et al.* Multi-residue method for the determination of brominated and organophosphate flame retardants in indoor dust[J]. Talanta, 2012, 89(2):292-300.
- [12] He C, Wang X, Thai P, *et al.* Development and validation of a multi-residue method for the analysis of brominated and organophosphate flame retardants in indoor dust[J]. Talanta, 2016, 164:503-510.
- [13] García M, Rodríguez I, Cela R. Microwave-assisted extraction of organophosphate flame retardants and plasticizers from indoor dust samples[J]. Journal of Chromatography A, 2007, 1152(1-2):280-286.
- [14] 曾铭,苏小东,蒋小良,等.有机磷酸酯阻燃剂分析方法研究进展[J].化学试剂,2013,35(5):423-426.
- [15] 高立红,厉文辉,史亚利,等.有机磷酸酯阻燃剂分析方法及其污染现状研究进展[J].环境化学,2014,1(10):1750-1761.
- [16] 吴刚,汤富彬,赵珊红,等.加速溶剂萃取-气相色谱测定纺织品中磷酸酯类增塑剂[J].丝绸,2014,51(3):29-33.
- [17] 张楠,张斌,禹伟腾,等.超高效液相色谱-质谱法测定纺织品中禁用的9种有机磷阻燃剂[J].分析实验室,2015,34(12):1411-1414.
- [18] 王成云,李丽霞,谢堂堂,等.超声萃取/气相色谱-串联质谱法同时测定纺织品中6种禁用有机磷阻燃剂[J].分析测试学报,2011,30(8):917-921.
- [19] Reemtsma T, Quintana J B, Rodil R, *et al.* Organophosphorus flame retardants and plasticizers in water and air I. Occurrence and fate[J]. Trends in Analytical Chemistry, 2008, 27(9):727-737.
- [20] 温裕云,陈志华,欧延,等.纺织品中9种有机磷酸酯类阻燃剂的超高效液相色谱-串联质谱快速测定方法[J].分析化学,2015(9):1342-1348.
- [21] 曾铭,喻零春,尹君玲.超声波提取-气相色谱法测定食品包装材料中的有机磷酸酯[J].包装与食品机械,2014(4):70-72.
- [22] 张玉奎,张维冰,邹汉法.分析化学手册(第二版)第六分册液相色谱分析[M].北京:化学工业出版社,2000:155-157. ■