

学校编码: 10384  
学 号: B200325012

分类号 \_\_\_\_\_ 密级 \_\_\_\_\_  
UDC \_\_\_\_\_

厦 门 大 学

博 士 学 位 论 文

# 海洋环境中有机污染物的分析与示踪技术研究

**Analysis of Trace Organic Pollutants in Coastal Marine Environment  
and a Feasibility Study Utilizing GC/MS Chromatographic  
Fingerprinting Techniques for Pollution Source Identification**

徐 晓 琴

指导教师姓名: 王 小 如 教授

Frank S. C. Lee 教授

专业 名称: 分 析 化 学

论文提交日期: 2007 年 1 月

论文答辩时间: 2007 年 4 月

学位授予日期: 2007 年 月

答辩委员会主席: \_\_\_\_\_

评 阅 人: \_\_\_\_\_

2007 年 1 月

厦门大学博硕士学位论文摘要库

**ANALYSIS OF TRACE ORGANIC POLLUTANTS IN  
COASTAL MARINE ENVIRONMENT AND A FEASIBILITY  
STUDY UTILIZING GC/MS CHROMATOGRAPHIC  
FINGERPRINTING TECHNIQUES FOR POLLUTION  
SOURCE IDENTIFICATION**

A Dissertation Presented

By

**Xiao-Qin XU**

Directed by

**Prof. Dr. Xiao-Ru WANG**

**Prof. Dr. Frank Sen-Chun LEE**

Submitted to the Graduate School of Xiamen University for the

Degree of

**DOCTOR OF PHILOSOPHY**

January 2007

**Department of Chemistry, Xiamen University**

# 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

# 厦门大学学位论文著作权使用声明

本人完全了解厦门大学有关保留、使用学位论文的规定。厦门大学有权保留并向国家主管部门或其指定机构送交论文的纸质版和电子版，有权将学位论文用于非赢利目的的少量复制并允许论文进入学校图书馆被查阅，有权将学位论文的内容编入有关数据库进行检索，有权将学位论文的标题和摘要汇编出版。保密的学位论文在解密后适用本规定。

本学位论文属于

- 1、保密（ ），在 年解密后适用本授权书。
- 2、不保密（ ）

（请在以上相应括号内打“√”）

作者签名：

日期： 年 月 日

导师签名：

日期： 年 月 日

摘要(中文).....	I
摘要(英文).....	V

## 第一章 绪论

1.1 研究背景、意义及主要内容.....	1
1.1.1 研究背景 .....	1
1.1.2 本工作的研究意义和主要内容 .....	2
1.2 本工作所研究的几类重要环境污染物的分析方法及污染现状.....	4
1.2.1 木质素的性质及分析表征方法 .....	4
1.2.2 酰胺类除草剂的表征方法及污染现状 .....	8
1.2.3 有机氯类农药的污染概况 .....	12
1.3 海洋污染物示踪技术概述.....	13
1.3.1 示踪技术的发展与应用 .....	13
1.3.2 GC-MS 指纹图谱示踪中的化学计量学方法.....	15
1.4 石油污染及溢油鉴别方法概述.....	21
1.4.1 研究海域石油污染状况 .....	21
1.4.2 溢油鉴别方法 .....	22
1.5 研究海区环境污染概述.....	24
1.5.1 渤海及莱州湾污染状况 .....	24
1.5.2 青岛胶州湾的污染状况 .....	25
1.6 样品的采集.....	25
1.6.1 样品的采集和预处理方法 .....	25
1.6.2 水样的贮存及注意事项 .....	29
参考文献 .....	29

## 第二章 沉积物中多酚类化合物木质素分析方法的建立

2.1 引言.....	37
2.2 实验部分.....	39
2.2.1 仪器与试剂 .....	39
2.2.2 色谱、质谱条件 .....	40
2.2.3 样品前处理方法 .....	41
2.3 结果与讨论.....	42
2.3.1 沉积物中木质素的降解及其产物衍生化 .....	42
2.3.2 液液萃取及酚类化合物衍生化方法的优化 .....	44
2.3.3 固相微萃取条件的优化及顶空衍生化方法的发展 .....	53
2.3.4 固相萃取技术及柱上衍生化方法的发展 .....	64
2.4 结论.....	70
参考文献 .....	71

### 第三章 海水中酰胺类除草剂分析方法的建立及环境含量分析

3.1 引言 .....	73
3.2 实验部分 .....	73
3.2.1 仪器与试剂 .....	73
3.2.2 色谱、质谱条件 .....	73
3.2.3 样品前处理方法 .....	74
3.3 SPME 分析方法的建立 .....	75
3.3.1 SPME 分析参数的优化 .....	75
3.3.2 定量分析的影响因素 .....	83
3.3.3 分析方法的评价 .....	88
3.3.4 实际水样分析 .....	90
3.4 液液萃取方法的建立及除草剂在莱州湾与胶州湾中的含量分析 .....	91
3.4.1 分析方法的建立及评价 .....	91
3.4.2 除草剂在海水中的分布 .....	92
3.4.3 除草剂在莱州湾与胶州湾海水中的浓度 .....	93
3.4.4 除草剂在沉积物样品中的分析 .....	95
3.5 结论 .....	96
参考文献 .....	97

### 第四章 莱州湾、胶州湾海水及沉积物中有机氯类农药的分析

4.1 引言 .....	100
4.2 实验部分 .....	100
4.2.1 仪器和试剂 .....	100
4.2.2 样品前处理方法 .....	101
4.2.3 色谱、质谱条件 .....	102
4.2.4 质量控制 .....	102
4.3 结果与讨论 .....	103
4.3.1 分析方法的建立 .....	103
4.3.2 GC-ECD 分析中可疑色谱峰的确证方法 .....	105
4.3.3 胶州湾与莱州湾环境中有机氯类农药残留的现状 & 来源分析 .....	108
4.4 结论 .....	119
参考文献 .....	119

### 第五章 GC-MS 分析海水中的有机化合物及其在示踪方面的应用

5.1 引言 .....	122
5.2 实验部分 .....	122
5.2.1 仪器与试剂 .....	122
5.2.2 样品采集及前处理方法 .....	122
5.2.3 色谱、质谱条件 .....	123
5.3 结果与讨论 .....	123
5.3.1 各污染源典型的 GC-MS 指纹图谱 .....	123

5.3.2 利用偏最小二乘法对各污染源进行聚类分析 .....	126
5.3.3 向量夹角余弦接近度法对污染源进行识别 .....	131
5.3.4 贡献率计算模型的建立 .....	132
<b>5.4 结论 .....</b>	<b>137</b>
<b>参考文献 .....</b>	<b>138</b>

## 第六章 海洋溢油鉴别方法研究

<b>6.1 引言 .....</b>	<b>140</b>
<b>6.2 实验部分 .....</b>	<b>140</b>
6.2.1 仪器、试剂及材料 .....	140
6.2.2 色谱、质谱条件 .....	140
6.2.3 样品前处理方法 .....	141
<b>6.3 溢油鉴别指纹图谱方法的建立及鉴别流程 .....</b>	<b>141</b>
6.3.1 石油烷烃组分的 GC-MS 指纹图及指示参数 .....	141
6.3.2 生物标志物、石油芳烃、金刚烷类化合物的 GC-MS 指纹图谱及诊断比值 .....	143
6.3.3 样品前处理技术 .....	151
6.3.4 溢油鉴别流程 .....	154
<b>6.4 石油自然风化、加热、生物降解组分变化研究 .....</b>	<b>156</b>
6.4.1 风化实验样品描述 .....	156
6.4.2 烃类化合物的组分变化 .....	157
6.4.3 生物标志物的变化及诊断比值的选取 .....	159
<b>6.5 溢油鉴别案例分析及溢油鉴别方法的发展 .....</b>	<b>162</b>
6.5.1 烃类化合物指纹图谱及判别 .....	162
6.5.2 芳烃、生物标志物、金刚烷类化合物的判别及方法研究 .....	164
6.5.3 本案例鉴别结论 .....	171
<b>6.6 结论 .....</b>	<b>171</b>
<b>参考文献 .....</b>	<b>171</b>

## 结论与展望

研究结论 .....	174
研究工作的创新点 .....	175
研究展望 .....	176

附录一 缩略语注释 .....	177
-----------------	-----

附录二 在学期间发表的论文 .....	180
---------------------	-----

致谢 .....	183
----------	-----



# CONTENTS

<b>Abstract (<i>in Chinese</i>)</b> .....	<b>I</b>
<b>Abstract (<i>in English</i>)</b> .....	<b>V</b>
<b>Chapter 1. Objectives and background of the research</b>	
<b>1.1 Introduction and significance of research</b> .....	<b>1</b>
1.1.1 Background of the study .....	1
1.1.2 Major topics and significance of this study .....	2
<b>1.2 Analysis and pollution status of trace organic pollutants selected in this study</b> .....	<b>4</b>
1.2.1 Property of lignin and methods for lignin analysis in environmental samples .....	4
1.2.2 Determination methods and pollution status of herbicides .....	8
1.2.3 Pollution status of OCPs .....	12
<b>1.3 Method of pollution source identification and apportionment</b> .....	<b>13</b>
1.3.1 Development and application of the method.....	13
1.3.2 Chemometrics method for pollution source identification and apportionment.....	15
<b>1.4 Petroleum pollution and oil spill identification</b> .....	<b>21</b>
1.4.1 Status of petroleum pollution in the study area .....	21
1.4.2 Techniques for oil spill identification .....	22
<b>1.5 Overview of environmental pollution in the study area</b> .....	<b>24</b>
1.5.1 Pollution in Laizhou bay .....	24
1.5.2 Pollution in Jiaozhou bay .....	25
<b>1.6 Sampling, sample pre-treatment and sample preservation</b> .....	<b>25</b>
1.6.1 Method and protocols for sampling and sample pretreatment .....	25
1.6.2 Method and protocols for sample preservation .....	29
<b>References</b> .....	<b>29</b>
<b>Chapter 2. Analysis of lignin in marine surface sediment</b>	
<b>2.1 Introduction</b> .....	<b>37</b>
<b>2.2 Experimental</b> .....	<b>39</b>
2.2.1 Instruments and reagents .....	39
2.2.2 GC-MS conditions .....	40
2.2.3 Sample preparation .....	41
<b>2.3 Results and discussion</b> .....	<b>42</b>
2.3.1 Cupric oxide oxidation and lignin-derived phenols .....	42
2.3.2 LLE and inlet silylation method.....	44
2.3.3 SPME and head space silylation method .....	53
2.3.4 SPE and on-column silylation method.....	64
<b>2.4 Conclusion</b> .....	<b>70</b>
<b>References</b> .....	<b>71</b>

<b>Chapter 3. Analysis of chloroacetanilide herbicides in coastal environment</b>	
3.1 Introduction.....	73
3.2 Experimental .....	73
3.2.1 Instruments and reagents .....	73
3.2.2 GC-MS conditions .....	73
3.2.3 Sample preparation.....	74
3.3 Evaluation of SPME method.....	75
3.3.1 Optimization of SPME extraction process .....	75
3.3.2 Matrix effect on SPME extraction .....	83
3.3.3 Linearity, precision, recovery and detection limits.....	88
3.3.4 Application to seawater samples .....	89
3.4 The distribution of herbicides in Laizhou bay and Jiaozhou bay.....	91
3.4.1 LLE method development .....	91
3.4.2 Occurrence and distribution of herbicides in seawater .....	92
3.4.3 Concentrations of herbicides of Laizhou bay and Jiaozhou bay.....	93
3.4.4 Determination of herbicides in sediment samples .....	95
3.5 Conclusion .....	96
References.....	97
<b>Chapter 4. Residues of OCPs in coastal waters and surface sediments of Laizhou bay and Jiaozhou bay</b>	
4.1 Introduction.....	100
4.2 Experimental .....	100
4.2.1 Instruments and reagents .....	100
4.2.2 Sample preparation.....	101
4.2.3 GC-MS conditions.....	102
4.2.4 Quality control.....	102
4.3 Results and discussion .....	103
4.3.1 Method development.....	103
4.3.2 Peak confirmation method in GC-ECD analysis.....	105
4.3.3 Characteristics of OCP contamination in Laizhou bay and Jiaozhou bay .....	108
4.4 Conclusion .....	119
References.....	119
<b>Chapter 5. Analysis of organic compounds in seawater by GC-MS and the application of GC/MS fingerprinting technique for source identification</b>	
5.1 Introduction.....	122
5.2 Experimental .....	122
5.2.1 Instruments and reagents .....	122
5.2.2 Sample preparation.....	122
5.2.3 GC-MS conditions .....	123

<b>5.3 Results and discussion</b> .....	123
<b>5.3.1 Fingerprinting of pollution sources</b> .....	123
<b>5.3.2 Clustering method</b> .....	126
<b>5.3.3 Pollution source identification method</b> .....	131
<b>5.3.4 Methods for pollution source apportionment</b> .....	132
<b>5.4 Conclusion</b> .....	137
<b>References</b> .....	138
<b>Chapter 6. Chemical fingerprinting techniques in oil spill identification</b>	
<b>6.1 Introduction</b> .....	140
<b>6.2 Experimental</b> .....	140
<b>6.2.1 Instruments and reagents</b> .....	140
<b>6.2.2 GC-MS conditions</b> .....	140
<b>6.2.3 Sample preparation</b> .....	141
<b>6.3 GC-MS oil spill identification technique</b> .....	141
<b>6.3.1 GC-MS fingerprinting of alkanes</b> .....	141
<b>6.3.2 Fingerprints of biomarkers, PAHs, diamondoids and related diagnostic ratios</b> ....	143
<b>6.3.3 Sample treatment</b> .....	151
<b>6.3.4 Flow chart of oil spill identification</b> .....	154
<b>6.4 Compositional changes of crude oils under different weathering conditions</b> .....	156
<b>6.4.1 Description of samples for weathering experiments</b> .....	156
<b>6.4.2 Weathering properties of n-alkanes</b> .....	157
<b>6.4.3 Weathering properties of biomarkers and the selection of diagnostic ratios</b> .....	159
<b>6.5 A case study to illustrate the development of source identification methods</b> .....	162
<b>6.5.1 Identification by n-alkanes fingerprint</b> .....	162
<b>6.5.2 Source identification by diagnostic ratios</b> .....	164
<b>6.5.3 Summary of results</b> .....	171
<b>6.6 Conclusion</b> .....	171
<b>References</b> .....	171
<b>Conclusions and future work</b>	
<b>Conclusions of this study</b> .....	174
<b>Innovation</b> .....	175
<b>Future work</b> .....	176
<b>Appendix 1. Explanation of abbreviations</b> .....	177
<b>Appendix 2. Publications during author's PhD study</b> .....	180
<b>Acknowledgements</b> .....	183

## 摘 要

随着社会经济的快速发展和海洋开发活动的不断增加,近岸海域的环境污染问题也越来越严重。本文针对近岸海域的污染现状,以气相色谱-质谱(Gas Chromatography-Mass Spectrometry, GC-MS)技术为主要手段,建立了几类重要有机污染物的分析方法,发展了海洋污染物监测的新技术,并对近岸海域污染现状进行了调查;发展了海水中有机的 GC-MS 指纹图谱技术,结合化学计量学模型,对所监测海域的污染来源进行判别,并计算各污染源对污染海域的贡献率;将示踪技术应用于海洋溢油的鉴别,拓展了溢油判别的思路,增强了判别方法的可靠性。具体的内容及其研究结果如下:

第一章对本工作的研究背景、意义与主要内容进行了描述。综述了几种重要环境污染物木质素、除草剂和有机氯类农药的分析方法及污染现状,对海洋污染示踪技术的发展与应用,以及溢油鉴别的方法进行了系统介绍。阐述了研究海区的污染状况和示踪技术中用到的化学计量学方法的原理。

第二章建立了沉积物中木质素的 GC-MS 分析方法。沉积物在碱性条件下用 CuO 氧化后,采用液液萃取(Liquid-Liquid Extraction, LLE)、固相微萃取(Solid-phase Microextraction, SPME)及固相萃取(Solid-phase Extraction, SPE)技术对氧化产物中的酚类化合物进行萃取,萃取物用 N,O-双三甲基硅烷基三氟乙酰胺(N,O-bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide, BSTFA)进行衍生化处理,GC-MS 进行分析。采用 LLE 萃取时,对进样口衍生化和溶剂中衍生化两种方法进行了比较,结果表明进样口衍生化方法灵敏度更高且节省衍生化试剂,故采用其作为 LLE 的衍生化方法。采用 SPME 萃取时,对进样口衍生化和顶空法纤维涂层中衍生两种方法进行了比较,结果表明顶空衍生法对带羧基的酚类和丁香类化合物具有较高的衍生效率,其余酚类衍生效率略低,由于此法重现性更好,选择其作为 SPME 的衍生化方法。采用 SPE 萃取时,同样比较了两种衍生化方法:柱上衍生和柱后衍生。柱上衍生效率略低,但操作简单,因此仍选用其作为 SPE 的衍生化方法。对 LLE、SPME 和 SPE 的参数进行了一系列的优化,并将优化的方法用于实际样品分析,取得了较好的结果。对莱州湾及胶州湾 31 个沉积物样品进行分析发现,所有样品中均检出了木质素,说明整个区域都受到了陆源输入的影响,大多数样品中对羟基苯丙烯酸类化合物未检出或含量较低,表明该区域木质素主

要来源于木质的维管束植物。

第三章建立了海水及沉积物中酰胺类除草剂(乙草胺、异丙甲草胺和丁草胺)的 SPME-GC-MS 分析方法。对 SPME 萃取参数进行了优化并比较了不同模式下的萃取效果,结果表明,选择 100  $\mu\text{m}$ -PDMS 萃取纤维,在盐度为 120 g/L、pH = 3、最大搅拌速度、室温、60 min 的萃取时间条件下能获得良好的萃取效果,而顶空(Head Space, HS)固相微萃取的效率较低,只用于基体干扰过大的样品分析中。考察了 SPME 中定量分析的影响因素:在溶解有机物(Dissolved Organic Matter, DOM)的存在下,萃取效率会降低,计算了不同 DOM 浓度下除草剂在溶解有机物和水间的分配系数  $\log K_{DOM}$ ,对实际样品分析进行校正;以有机氯作为基体干扰物考察其他共萃有机物的存在对萃取效率的影响,结果表明,当有机氯的浓度 10 倍于除草剂的浓度时,仍然不干扰除草剂的分析。采用 LLE 的方法对莱州湾及胶州湾海水和沉积物中的除草剂进行处理并进行了 GC-MS 测定,结果发现,沉积物中均未出现三种除草剂,乙草胺和异丙甲草胺在水样中的检出频率分别为 56%和 25%,平均浓度为 16 ng/L 和 2.2 ng/L,各采样点间含量差异较大,说明部分采样点可能受到新鲜输入的影响,而丁草胺仅在一个站点检出。和全球其它区域相比,本地区除草剂的污染情况并不严重。

第四章建立了气相色谱与不同检测器联用测定海水及沉积物中 15 种有机氯类农药(Organochlorine Pesticides, OCPs)的分析方法,考察了莱州湾和胶州湾环境中 OCPs 的污染状况。比较了不同检测器及不同检测模式对目标化合物分析的优劣,由于电子捕获检测器(Electron Capture Detection, ECD)对于 OCPs 的检测十分灵敏,故选择其作为有机氯农药分析的检测器。为解决 ECD 定性能力较差的问题,采用了三种可行的确证方法(双柱法、质谱法和化学反应法)对可疑峰进行确证。对莱州湾及胶州湾海水的分析结果表明,有机氯的污染在该区域仍然普遍存在,15 种有机氯类农药的平均含量在莱州湾为“未检出”~3.8 ng/L,胶州湾为 0.1~3.9 ng/L,均低于美国环保署(United States Environmental Protection Agency, USEPA)对突发污染的限量标准及中国国标的限量标准。对六六六和滴滴涕各异构体的比例分析表明该海域有机氯的污染可能来自于长距离的大气沉降及风化土壤的传输。和历史数据相比,20 年来该地区有机氯的含量大大降低了。沉积物中发现了较多的六六六类化合物,但其含量仍然低于我国国标的规定,其他种类的有机氯含量较少。

第五章发展了海水中有机的 GC-MS 指纹图谱分析技术。建立了各个污染源的指纹图谱数据库,不同污染源样品间差异比较明显,而相同污染源各样品间具有一定的共性。由美国国家标准与技术研究院(National Institute of Standards and Technology, NIST)谱库对照可找出一些在各污染源中均普遍存在的化合物以及某些污染源的标志化合物。采用偏小二乘法建立了不同区域海水样品的分类模型,将各个污染源的样品进行聚类分析,得到的预报结果准确率在 97%以上。采用向量夹角余弦接近度判别法对各污染源进行识别,区域匹配的正确率为 80%,能够较好地达到区分样品来源的目的。模拟 2-4 个污染源对污染海域的共同作用,采用两种方法计算污染源对污染海域的贡献率:利用全谱数据进行计算时采用线性方程矢量系数拟合法,得到的结果和实际值的相关系数在 0.9884 以上;利用共有峰信息进行计算时采用多元线性回归法,建立的模型预测出的贡献率与实际混合比例的误差平方和为 0.001027,误差平均值为 0.002526。两种方法均能较好地预测一个混合污染样品中各个污染源的贡献率。

第六章研究了石油的 GC-MS 指纹图谱,对其中正构烷烃(包括姥鲛烷、植烷)、多环芳烃、生物标志物、金刚烷类化合物进行定性鉴别,提取油指纹图谱中的有用信息,找出溢油鉴别中常用的指示参数。系统地比较了硅胶柱层析前后各组分谱图的变化,结果表明柱层析对于正构烷烃、生物标志物、金刚烷类化合物的分析影响不大,但对于多环芳烃类化合物的分析十分有利,可减少干扰,使得定量更加准确。以 Nordtest 法为基础,发展了一套溢油鉴别流程。考察了各比值指标在生物降解、风化及加热条件下的变化,筛选出稳定、准确的比值指标用于溢油来源的判别。将溢油鉴别流程应用于实际案例分析,并发展了相关分析、*t*-检验法及特征谱图相似度分析法对溢油的来源进行判别,相关分析可全面、直观地判别两样品的相似程度,*t*-检验法及特征谱图相似度分析法可作为相关分析法的有益补充,进一步对结果进行确证,这些方法在实际案例分析中获得了良好的应用。

本论文的主要贡献在于:1、建立了海洋环境中三类重要有机污染物木质素、酰胺类除草剂和有机氯类农药的分析方法并对其在莱州湾及胶州湾环境中的含量、分布和来源进行了讨论。解决了酚类化合物在气相色谱分析中难以气化、分析灵敏度低的问题,解决了海水中酰胺类除草剂分析时 DOM 的基体干扰问题,发展了 GC-ECD 分析有机氯类农药时可疑色谱峰的确证方法;2、建立了有机污染物指纹图谱技术,首次采用三维 GC-MS 图谱表征海水样品。采用化学计量学

方法分析谱图数据，建立了污染源聚类、识别及污染源对污染海域贡献率计算的模型；3、发展了海洋溢油溯源的方法，筛选出合适的比值参数做为溢油鉴别指标，将  $t$ -检验法和特征离子谱图相似度分析用于溢油鉴别，取得了较好的结果。

**关键词：**气相色谱—质谱；木质素；农药；溢油；示踪

厦门大学博硕士论文摘要库

## Abstract

With the rapid development of economy and the accelerating effort in the exploitation of marine resources, the pollution of the coastal environment is becoming increasingly serious. In this study, we have developed several methods for the analysis of several classes of common marine contaminants including lignin, chloroacetanilide herbicides and organochlorine pesticides. Utilizing these methods, we have investigated the pollution status of Laizhou bay and Jiaozhou bay by these pollutants. Next, chemical fingerprinting technology as well as chemometrics methods were applied to seawater samples collected in the two regions aiming at the development of pollution source identification and apportionment methods. Finally, methods for the source identification of oil spills have also been developed.

This thesis comprises of six parts:

In chapter 1, the analytical methods for the determination of lignin, chloroacetanilide herbicides and organochlorine pesticides, and methods for pollution source identification and apportionment are reviewed. The background of the investigated area and the theory of chemometrics methods are introduced. The sampling method and the storage of the sample are explained. The objectives of the study are also described in this part.

Chapter 2 describes the development of a sensitive, reproducible method for the characterization of lignin in sediment samples. The entire sample is first treated with alkaline cupric oxide at 170 °C to degrade the lignins to small phenolic molecules. The latter species are then extracted with liquid-liquid extraction (LLE), solid phase microextraction (SPME) and solid phase extraction (SPE) procedures, followed by silylation and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) analysis on a HP-17 MS column. The methods for silylation during different extraction procedure were discussed. When the extraction method was LLE, the inlet silylation technique was appropriate. The suitable methods for SPME and SPE are headspace (HS)-silylation and on-column silylation, respectively. The different parameters that can affect the extraction process have been evaluated and optimized. A suite of 11 phenols has been



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](mailto:etd@xmu.edu.cn) for delivery details.

厦门大学博硕士论文摘要库