

微乳液相色谱法同时测定 4 种脂溶性维生素

杨建锐, 黄丽娜, 黄光亮, 李 宁*

(广东药学院, 广东 广州 510006)

摘要: 建立了一种新的微乳体系, 并成功地应用于微乳液相色谱法 (MELC) 快速分析脂溶性维生素 V_A 、 V_{D_2} 、 V_{D_3} 和 V_E 。通过对影响分离选择性的主要因素进行考察, 得到最佳微乳体系组成为 98% (v/v) (50 g/L 十二烷基硫酸钠 (SDS) +10% (质量分数) 正丁醇+1.0% (质量分数) 正辛烷+84% 水(质量分数)) +2% (v/v) 乙腈。该微乳体系中, 表面活性剂类型 and 浓度、油相正辛烷的含量、有机添加剂乙腈对脂溶性维生素的分离起到了重要的作用。以 Venusil ASB C_{18} 色谱柱 (150 mm \times 4.6 mm, 5 μ m) 为分离柱, 流速为 0.7 mL/min, 检测波长为 265 nm, 柱温为 40 $^{\circ}$ C, V_A 、 V_{D_2} 、 V_{D_3} 和 V_E 在 20 min 内达到基线分离。4 种脂溶性维生素的保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD) ($n=5$) 分别小于 2.3% 和 3.0%; V_A 、 V_{D_2} 、 V_{D_3} 和 V_E 的线性范围分别为 22.0 ~ 88.0 mg/L、20.2 ~ 81.0 mg/L、24.3 ~ 97.2 mg/L 和 125.0 ~ 500.0 mg/L, 相应的线性相关系数 r^2 分别为 0.999 6、0.999 4、0.999 8、0.999 8; 检出限 ($S/N=3$) 分别为 0.37、0.34、0.41 和 2.12 mg/L。本方法已成功应用于多维元素片 (21) 中 V_A 与 V_E 的测定, 结果令人满意。

关键词: 微乳液相色谱; 微乳流动相; 脂溶性维生素

中图分类号: O658

文献标识码: A

文章编号: 1000-8713(2011)10-0995-05

Simultaneous determination of four fat-soluble vitamins by microemulsion liquid chromatography

YANG Jianrui, HUANG Lina, HUANG Guangliang, LI Ning*

(Guangdong College of Pharmacy, Guangzhou 510006, China)

Abstract: A novel system was developed for the rapid determination of fat-soluble vitamins A, D_2 , D_3 and E with microemulsion liquid chromatography (MELC). The effects of operating parameters on the separation selectivity were investigated. The optimized microemulsion system consisted of 98% (v/v) of 50 g/L sodium dodecyl sulfate (SDS) +10% (w/w) *n*-butanol+1.0% (w/w) *n*-octane+84% water (w/w) and 2% (v/v) acetonitrile. The type and content of surfactant, the content of oil phase and the organic additive (acetonitrile) were found to play important roles in the separation of four fat-soluble vitamins. The four analytes were baseline separated within 20 min on a Venusil ASB C_{18} column (150 mm \times 4.6 mm, 5 μ m) with a flow rate of 0.7 mL/min and the detection wavelength of 265 nm at 40 $^{\circ}$ C. The relative standard derivations (RSDs, $n=5$) of retention times and peak areas of the analytes were less than 2.3% and 3.0%, respectively. The linear ranges of vitamins A, D_2 , D_3 and E were 22.0 – 88.0 mg/L, 20.2 – 81.0 mg/L, 24.3 – 97.2 mg/L and 125.0 – 500.0 mg/L, with their correlation coefficients (r^2) of 0.999 6, 0.999 4, 0.999 8 and 0.999 8, respectively. The detection limits ($S/N=3$) were 0.37, 0.34, 0.41 and 2.12 mg/L, respectively. This method was successfully applied to the determination of commercial Vitamins with Minerals Tablets (21), and the results were satisfactory.

Key words: microemulsion liquid chromatography (MELC); microemulsion mobile phase; fat-soluble vitamins

* 通讯联系人: 李 宁, 副教授, 从事药物分析及色谱学应用研究. Tel: (020) 39352136, E-mail: godhs@tom.com.

基金项目: 国家自然科学基金项目 (81173525).

收稿日期: 2011-04-11

维生素也称维他命,是动物体及人类正常物质代谢和某些特殊生理功能不可缺少的低分子有机化合物,主要参与各种酶的组成^[1-2]。通常按溶解性把维生素分为脂溶性和水溶性两大类。维生素 A (vitamin A, V_A)、维生素 D₂ (vitamin D₂, V_{D_2})、维生素 D₃ (vitamin D₃, V_{D_3})、维生素 E (vitamin E, V_E) 是 4 种最常见的脂溶性维生素,它们对人体生理活动有非常重要的作用,因此建立这 4 种脂溶性维生素的同时检测方法十分必要。脂溶性维生素的分析现多采用高效液相色谱法 (HPLC),一般使用紫外检测器 (UV)^[2]、二极管阵列检测器 (DAD)^[3]、荧光检测器 (FID)^[4] 和蒸发光散射检测器 (ELSD)^[5] 等。传统的 HPLC 法流动相需要使用近乎 100% 的有机溶剂^[3],对于多种维生素的分离选择性小,毒性大。

微乳液相色谱 (microemulsion liquid chromatography, MELC) 是在胶束液相色谱 (micellar liquid chromatography, MLC)^[6] 基础上发展起来的一种液相色谱新技术。自从 1992 年 Berhod 等^[7-8] 首次将微乳应用到 HPLC 中, MELC 便以独特的分离选择性和广泛的适用性引起人们的极大关注。应用较多的是水包油型反相 MELC,其分离机制是溶质在固定相、伪固定相 (表面活性剂在固定相的吸附层)、多相分散相 (微乳液滴) 和水相进行的动态吸附-解吸过程。由于分离过程的复杂性,可控参数较多,使得具有不同极性的组分在等度洗脱下短时间内达到有效的分离。目前, MELC 中所用的微乳体系多数是参考微乳电动色谱 (microemulsion electrokinetic chromatography, MEEKC) 而来的^[9], MELC 主要应用在多组分的分离^[10-12]、药物及其杂质的分离检测^[13-15] 以及生物样品的检测^[16] 等。采用 MEEKC 分离脂溶性维生素和水溶性维生素已有多篇报道^[17-20], 而采用 MELC 分离脂溶性维生素的文献报道很少。Momenbeik 等^[21] 以 73.6 mmol/L 十二烷基硫酸钠 (SDS) -3.64% (v/v) 正丁醇-0.48% (v/v) 二乙醚为流动相测定多种脂溶性维生素的含量,采用人工神经网络对影响分离选择性和效率的主要因素进行优化,但维生素 E 与维生素 K 没有达到基线分离,维生素 A 的柱效低,且样品图谱背景干扰较大。本文运用 MELC 分离了 4 种脂溶性维生素,在 20 min 内达到基线分离;通过对表面活性剂和油相含量、有机添加剂等影响因素的考察,发现流动相中正辛烷和乙腈含量对 V_A 、 V_{D_2} 和 V_{D_3} 的分离度影响较大;通过进一步优化实验条件及方法学验证,所得分析结果符合要求。应用所建立的方法对多种脂溶

性维生素进行了测定,结果表明该方法简便、快速、准确、绿色环保。

1 实验部分

1.1 仪器、药品与试剂

高效液相色谱仪:包括 LC-40ATVP 泵和 SPD-10AVP 紫外检测器 (日本 Shimadzu 公司);色谱工作站:HW-2000 (南京千谱软件有限公司);ELGA 超纯水仪 (威立雅水处理技术 (上海) 有限公司);HS6150 超声波清洗器 (天津恒奥科技发展有限公司);QT-330 柱温箱 (天津旗美科技有限公司);AUW220D 十万分之一天平 (日本 Shimadzu 公司)。

V_A (Sigma 公司, 99.7%); V_{D_2} 、 V_{D_3} 、 V_E (中国药品生物制品检定所);多维元素片 (21) (杭州民生药业集团有限公司);水为色谱用超纯水;甲醇、乙腈均为色谱纯 (Dikma 公司);十二烷基硫酸钠 (SDS 纯度为 99.9%, Sigma 公司);聚氧乙烯月桂醇 (Brij 35 纯度为 99.9%, Amresco 公司);正丁醇、异丙醇、正辛烷、正辛醇、四氢呋喃等均为分析纯。

1.2 色谱条件

色谱柱为 Venusil ASB C₁₈ (150 mm × 4.6 mm, 5 μm);柱温为 40 °C;检测波长为 265 nm;微乳流动相为 98% (v/v) (50 g/L 十二烷基硫酸钠 (SDS) - 10% (质量分数) 正丁醇-1.0% (质量分数) 正辛烷-84% 水 (质量分数)) -2% (v/v) 乙腈;流速为 0.7 mL/min;进样量为 10 μL。

1.3 溶液的制备

1.3.1 对照品溶液的制备

精密称取真空干燥至恒重的 V_A 、 V_{D_2} 、 V_{D_3} 和 V_E 对照品各适量,分别置于 10 mL 棕色量瓶中,加适量正丁醇超声溶解,并稀释至刻度,摇匀,作为对照品贮备液。

1.3.2 供试品溶液的制备

精密称取多维元素片粉末适量,置于 10 mL 棕色量瓶中,加适量正丁醇超声 30 min,并稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μm 滤膜过滤,取续滤液作为供试液。

1.3.3 微乳流动相的配制

将微乳成分表面活性剂 (SDS, 50 g/L)、油相 (正辛烷, 1.0% (质量分数))、助表面活性剂 (正丁醇, 10% (质量分数)) 及水 (84% (质量分数)) 按顺序添加混合,超声 30 min,即得透明稳定的微乳液。将微乳液与乙腈按 98:2 的体积比混匀作为流动相。

2 结果与讨论

2.1 不同色谱柱对分离的影响

分别考察了 Venusil ASB C₁₈ (150 mm × 4.6 mm, 5 μm)、Diamonsil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 和 Venusil ASB C₈ (200 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱对 4 种脂溶性维生素的分离效果。结果表明, Venusil ASB C₈ 柱分析时间较短, 但 V_{D3}、V_{D2} 和 V_A 三者不能达到理想分离; Diamonsil C₁₈ 柱分析时间较长; 而 Venusil ASB C₁₈ 色谱柱不仅能保证分离度, 还能缩短分析时间。故选择 Venusil ASB C₁₈ 色谱柱作为分离柱。

2.2 不同表面活性剂及 SDS 浓度对分离的影响

表面活性剂是微乳形成的必需物质, 其主要作用是降低界面张力形成界面膜, 促使形成微乳。分别采用 SDS-正辛烷-正丁醇和 Brij 35-正辛烷-正丁醇微乳体系为流动相, 在微乳稳定浓度范围内, SDS 与 Brij 35 分别选择较高质量浓度 50 g/L 和 60 g/L。结果显示不同表面活性剂对 4 种脂溶性维生素的保留因子 (*k*) 的影响不同, SDS 微乳流动相的洗脱能力强, 4 个组分在较短时间内被洗脱下来, 而 Brij 35 的洗脱能力相对较弱, 分析时间较长, 4 个组分均被强保留, 60 min 仍不能被洗脱出来。故选择 SDS 为表面活性剂。

按 1.3.3 节所述方法配制 SDS 质量浓度分别为 50、45 和 40 g/L 的微乳流动相, 考察不同 SDS 质量浓度对 4 种脂溶性维生素分离选择性的影响 (见图 1)。从图 1 可以看出, 随着 SDS 质量浓度增加, 各组分的保留时间明显减少; 当 SDS 小于 50 g/L 时, 4 个组分柱效低, 不能达到基线分离且峰形差, 尤其是 V_E 峰展宽严重; 而当 SDS 为 50 g/L 时, 4 个组分能在较短时间内出峰, 且达到基线分离, 峰形较好。故选择 SDS 质量浓度为 50 g/L。

2.3 油相种类及含量对分离的影响

以正辛醇、正辛烷作为油相考察了油相种类对分离的影响。结果表明, 正辛烷对 4 种脂溶性维生素的洗脱能力大于正辛醇, 且采用正辛烷作为油相时, 各组分的分离度优于采用正辛醇, 故选择正辛烷作为流动相的油相。

按 1.3.3 节所述方法配制正辛烷质量分数分别为 1.2%、1.0%、0.8% 和 0.72% 的微乳流动相, 考察正辛烷含量对 4 种脂溶性维生素分离选择性的影响, 结果如表 1 所示, 随着正辛烷质量分数增加, 各组分的保留时间缩短, V_A 和 V_E 较明显。当正辛烷质量分数大于或者小于 1.0% 时, V_A 和 V_{D2} 没有达

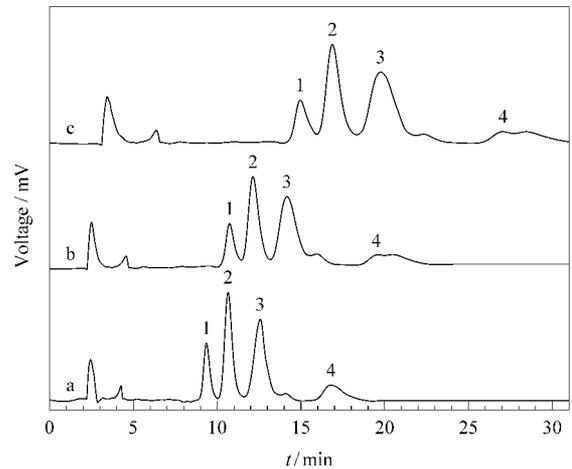


图 1 微乳液中 SDS 质量浓度对 4 种脂溶性维生素分离的影响

Fig. 1 Effect of SDS mass concentration in microemulsion on the separation of four fat-soluble vitamins

a. 50 g/L SDS; b. 45 g/L SDS; c. 40 g/L SDS.

Experimental conditions: microemulsion, SDS=0.0% (w/w) *n*-butanol-1.0% (w/w) *n*-octane; column, Venusil ASB C₁₈ (150 mm × 4.6 mm, 5 μm); column temperature, 40 °C; flow rate, 0.7 mL/min; detection wavelength, 265 nm; sample volume, 10 μL.

Peaks: 1. V_{D3}; 2. V_{D2}; 3. V_A; 4. V_E.

到基线分离; 当正辛烷质量分数等于 1.0% 时, V_A 和 V_{D2} 得到较好的分离, 而 V_{D2} 和 V_{D3} 分离度降低。综合考虑, 选择正辛烷的质量分数为 1.0%。

表 1 微乳液中正辛烷的质量分数对 4 种脂溶性维生素分离的影响

Table 1 Effect of octane content in microemulsion on the separation of four fat-soluble vitamins

Octane content / %	$t_{R, V_{D3}}$	$t_{R, V_{D2}} / R_s, V_{D2-V_{D3}}$	$t_{R, V_A} / R_s, V_A-V_{D2}$	$t_{R, V_E} / R_s, V_A-V_E$
0.72	3.35	3.81/1.53	4.40/0.77	7.15/7.61
0.8	3.14	3.60/1.68	4.26/1.41	6.61/4.09
1.0	3.00	3.42/1.51	4.14/1.65	6.12/3.47
1.2	2.93	3.37/1.60	3.95/1.24	5.68/3.03

Experimental conditions: microemulsion, 50 g/L SDS-10% (w/w) *n*-butanol-*n*-octane; other conditions are the same as in Fig. 1.

2.4 有机添加剂对分离的影响

在微乳流动相中加入一定量的有机溶剂, 如异丙醇、甲醇、乙醇等, 可以提高对固定相的浸润能力, 同时也使被测组分的保留值增加, 因此可以提高该方法的柱效及选择性。采用 SDS-正辛烷-正丁醇-水微乳流动相, 分别向流动相中加入适量的有机溶剂: 甲醇、异丙醇、乙腈和四氢呋喃, 考察其效果。结果显示, 加入有机添加剂乙腈和四氢呋喃对 V_A、V_{D2}、V_{D3} 三者的分离度影响较大, 尤其以乙腈较为明显。如表 2 所示, 当乙腈的体积分数为 5% 时, V_{D2} 和 V_{D3} 的分离度达到 3.0, 但 V_A 和 V_{D2} 达不到基线分离; 当

乙腈为 2% 时, V_A 和 V_{D2} 达到理想分离, V_{D2} 和 V_{D3} 分离度降低。表明乙腈使这 3 种维生素的保留因子均增大, 但对 V_{D3} 的影响大于 V_A 和 V_{D2} , 这可能是由于 V_{D3} 分子结构的特点对柱表面的吸附性较强所致; 而正辛烷浓度增加, 使得各组分保留因子减少, V_A 更明显, 这是由于 V_A 脂溶性较强, 更易溶于油相。

综合 2.3 和 2.4 节所述, 选择正辛烷质量分数为 1.0%, 有机添加剂乙腈的含量为 2% (v/v)。

表 2 微乳液中正辛烷及乙腈含量对 4 种维生素分离度的影响

Table 2 Effects of the contents of octane and acetonitrile in microemulsion on the resolution of four vitamins

R_s	0.8% Octane		1.0% Octane	
	5%	2%	5%	2%
	Acetonitrile	Acetonitrile	Acetonitrile	Acetonitrile
$R_{s, V_{D2}-V_{D3}}$	2.99	1.76	2.57	1.67
$R_{s, V_A-V_{D2}}$	0.83	1.11	0.97	1.55

Experimental conditions: microemulsion, 50 g/L SDS-10% (w/w) *n*-butanol-*n*-octane; other conditions are the same as in Fig. 1.

2.5 柱温对分离的影响

采用 SDS-正辛烷-正丁醇-水微乳流动相, 分别在 20、30、40、45 和 50 °C 的条件下考察柱温对微乳液相色谱分离选择性的影响。结果表明, 随着柱温升高, 各组分的保留因子减小。当柱温低于 40 °C 时, 各组分的峰宽较大, 柱效较低; 当柱温等于或高于 40 °C 时, 各组分的峰形较好, 柱效明显提高。考虑到色谱柱对温度的耐受性, 选择柱温为 40 °C。

2.6 标准曲线、检出限和重复性

取标准储备液, 用正丁醇稀释成一系列质量浓度的标准溶液, 按 1.2 节所述条件进行分析。以峰面积 y 对质量浓度 x (mg/L) 进行线性回归, 得到 V_A 、 V_{D2} 、 V_{D3} 和 V_E 的回归方程见表 3。以信噪比为 3

表 3 MELC 法测定 4 种脂溶性维生素标准品的标准曲线和检出限 ($n=5$)

Table 3 Calibration equations, linear ranges, correlation coefficients (r^2) and LODs of 4 fat-soluble vitamin standards ($n=5$)

Vitamin	Linear range/ (mg/L)	Calibration equation	r^2	LOD/ (mg/L)
V_A	22.0 - 88.0	$y = 16117x - 15679$	0.9996	0.37
V_{D2}	20.2 - 81.0	$y = 9159.1x + 2413.1$	0.9994	0.34
V_{D3}	24.3 - 97.2	$y = 9231.6x - 5030.8$	0.9998	0.41
V_E	125.0 - 500.0	$y = 825.62x - 7306.3$	0.9998	2.12

y : peak area; x : mass concentration of vitamin, mg/L. Experimental conditions: microemulsion system, 98% (v/v) of 50 g/L sodium dodecyl sulfate (SDS) -10% (w/w) *n*-butanol-1.0% (w/w) *n*-octane-84% water (w/w) and 2% (v/v) acetonitrile; column, a Venusil ASB C_{18} column (150 mm \times 4.6 mm, 5 μ m); flow rate: 0.7 mL/min; detection wavelength, 265 nm; column temperature, 40 °C; sample volume, 10 μ L.

确定检出限 (LOD), 结果见表 3。考察 V_A 、 V_{D2} 、 V_{D3} 和 V_E 保留时间和峰面积的日内和日间相对标准偏差 (RSD, $n=5$) 结果见表 4。维生素保留时间和峰面积的重现性良好。4 种维生素标准品混合物的色谱图见图 2a。

表 4 MELC 分离 4 种维生素的保留时间和峰面积的重复性 (RSD) ($n=5$)

Table 4 Relative standard deviations (RSDs) of retention times and peak areas of the four vitamins by MELC ($n=5$)

Vitamin	Retention time		Peak area	
	Intra-day	Inter-day	Intra-day	Inter-day
V_A	2.0	2.3	2.5	3.0
V_{D2}	1.4	1.8	1.1	1.9
V_{D3}	1.4	1.9	1.2	2.0
V_E	1.1	2.2	2.1	2.4

Experimental conditions are the same as in Table 3.

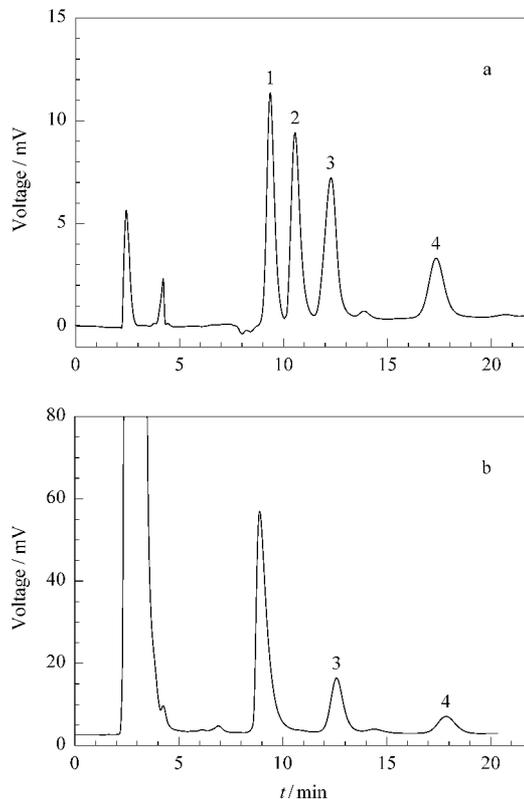


图 2 (a) 4 种维生素混合标准溶液和 (b) 多维元素片的色谱图

Fig. 2 Chromatograms of (a) the mixture of 4 vitamin standards and (b) a Vitamins with Minerals Tablets (21) sample

Experimental conditions are the same as in Table 3.

Peaks: 1. V_{D3} ; 2. V_{D2} ; 3. V_A ; 4. V_E .

2.7 回收率试验和样品测定

2.7.1 回收率试验

精密称取已知 2 种维生素 (V_A 和 V_E) 含量的供试品适量, 按低、中、高 3 个水平加入对照品, 按照已确定的最佳条件进行提取和测定, 每个添加水平平

行测定 6 份 结果见表 5。

表 5 维生素 A 和维生素 E 的添加回收率 ($n=6$)

Table 5 Spiked recoveries of vitamin A and vitamin E ($n=6$)

Compound	Original/ (mg/L)	Added/ (mg/L)	Found/ (mg/L)	Recovery/ %	RSD/ %
Vitamin A	36.6	22.0	58.0	99.0	1.2
		33.0	67.5	97.0	1.7
		44.0	82.1	101.9	2.5
Vitamin E	315.7	250	560.6	99.1	1.3
		312.5	630.1	100.3	2.0
		375	688.5	99.7	1.6

Experimental conditions are the same as in Table 3.

2.7.2 样品测定

按 1.2 节所述的色谱条件和 1.3.2 节所述的供试品溶液制备方法,对 3 批多维元素片中的维生素 A 和维生素 E 的含量进行测定(见图 2b)。分别取 3 个不同批号(109A191、109A192、109A193)的样品溶液,每个测定 3 次,测定结果如表 6 所示,测定结果与标示值基本相符。

表 6 多维元素片(21)中维生素的含量测定结果($n=3$)

Table 6 Results of determination of vitamins in Vitamins with Minerals Tablets (21) samples ($n=3$)

Batch number	Percentage of labeled amount/%	
	Vitamin A	Vitamin E
109A191	96.7	99.6
109A192	97.1	101.3
109A193	96.2	98.4

Experimental conditions are the same as in Table 3.

3 结论

本研究通过考察表面活性剂的类型和浓度、油相含量、有机添加剂乙腈对脂溶性维生素的分离影响,确定最佳微乳流动相体系为 98% (50 g/L 十二烷基硫酸钠(SDS)-10% 正丁醇-1.0% 正辛烷-84% 水)-2% 乙腈。将此微乳体系应用于液相色谱分离脂溶性维生素 V_A 、 V_{D2} 、 V_{D3} 和 V_E 4 种维生素在 20 min 内得到基线分离。在优化的实验条件下对多维元素片(21)中 V_A 与 V_E 的含量进行测定,结果与标示值基本相符。

参考文献:

- [1] Tan H P, Ye S R, Zou Y, et al. China Measurement & Testing Technology (谭和平, 叶善蓉, 邹燕, 等. 中国测试技术), 2008, 34(3): 4
- [2] Ha S E, Ta Y E. Spectroscopy and Spectral Analysis (海沙尔, 塔依尔. 光谱学与光谱分析), 2002, 22(4): 693
- [3] Zeng J F, Song J C, Li Y Q. China Pharmacist (曾俊芬, 宋金春, 李韵秋. 中国药师), 2008, 11(4): 417
- [4] Kan J Q. Acta Nutrimenta Sinica (阚健全. 营养学报), 1990, 12(1): 46
- [5] Li F, Jiang D F, Fan G L. Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis (李方, 姜东峰, 范国梁. 药物分析杂志), 2005, 25(5): 541
- [6] Berthod A, Garcia-Alvarez-Coque C. Micellar Liquid Chromatography. [S. l.]: CRC Press, 2000
- [7] Berthod A, Laserna J J, Carretero I. J Liq Chromatogr, 1992, 15(17): 3115
- [8] Berthod A, De Carvalho M. Anal Chem, 1992, 64: 2267
- [9] Liu J F, Sun J, He Z G. Chinese Journal of Analytical Chemistry (刘建芳, 孙进, 何仲贵. 分析化学), 2007, 35(10): 1529
- [10] Marsh A, Clark B J, Altria K D. Chromatographia, 2004, 59: 531
- [11] Marsh A, Clark B J, Altria K D. Chromatographia, 2005, 61: 539
- [12] Li N, Huang G L, Li Y L, et al. Chinese Journal of Analytical Chemistry (李宁, 黄光亮, 李玉兰, 等. 分析化学), 2009, 37(12): 1791
- [13] McEvoy E, Donegan S, Power J, et al. Chromatographia, 2008, 68: 49
- [14] Andelijam M, Darko I, Mirjana M, et al. J Chromatogr A, 2006, 1131: 67
- [15] He S, Zhang Z Y, Zhang S Y. Journal of Instrumental Analysis (贺帅, 张忠义, 张守尧. 分析测试学报), 2008, 27(6): 654
- [16] Jancic B, Ivanovic D, Medenica M, et al. J Chromatogr A, 2005, 1088: 187
- [17] Yin C N, Cao Y H, Ding S D, et al. J Chromatogr A, 2008, 1193: 172
- [18] Bustamante-Rangel M, Delgado-Zamarreno M M, Sanchez-Perez A, et al. J Chromatogr A, 2006, 1125: 270
- [19] Sanchez J M, Salvado V. J Chromatogr A, 2002, 950: 241
- [20] Altria K D. J Chromatogr A, 1999, 844: 371
- [21] Momenbeik F, Roosta M, Nikoukar A A. J Chromatogr A, 2010, 1217: 3770