

在线富集-微乳液毛细管电动色谱法分析食品塑料袋中 邻苯二甲酸酯类化合物

肖 佳¹, 黄 颖^{1*}, 王敏毅², 陈国南³

(1. 福建师范大学化学与化工学院, 福建 福州 350007; 2. 福州职业技术学院技术工程系, 福建 福州 350108; 3. 福州大学 食品安全分析与检测教育部重点实验室, 福建 福州 350002)

摘要: 建立了微乳液毛细管电动色谱(MEEKC)模式下,采用常规样品堆积模式(normal stacking mode, NSM)和反向极性堆积模式(reversed electrode polarity stacking mode, REPSM)两种在线富集邻苯二甲酸酯类化合物(phthalate esters, PAEs)的简便、有效方法。与常规 MEEKC 方法相比, REPSM-MEEKC 方法使 4 种 PAEs 的检测灵敏度提高了 937.5 ~ 7 143 倍。考察了常规 MEEKC 的分离条件,分别对影响两种富集过程的一些因素进行了研究,同时对两种富集方法的重现性和检出限等进行了考察。NSM-MEEKC 和 REPSM-MEEKC 对邻苯二甲酸酯类化合物的检出限(按信噪比(S/N) = 3 计)分别为 0.021 ~ 0.33 mg/L 和 0.7 ~ 4 μ g/L。其中,灵敏度更高的 REPSM-MEEKC 方法已成功应用于食品塑料袋中邻苯二甲酸酯类化合物的测定,加标回收率为 89.1% ~ 105.6%,结果令人满意。

关键词: 微乳液毛细管电动色谱; 常规样品堆积; 反向极性堆积; 邻苯二甲酸酯类化合物; 塑料袋

中图分类号: O658

文献标识码: A

文章编号: 1000-8713(2012)09-0951-06

Analysis of phthalate esters in plastic-packaging bags by on-line sample stacking-microemulsion electrokinetic chromatography

XIAO Jia¹, HUANG Ying^{1*}, WANG Minyi², CHEN Guonan³

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Fujian Normal University, Fuzhou 350007, China;

2. Department of Technology and Engineering, Fuzhou Polytechnic, Fuzhou 350108, China;

3. Key Laboratory of Analysis and Detection for Food Safety, Ministry of Education, Fuzhou University, Fuzhou 350002, China)

Abstract: Two convenient, effective, and reproducible methods using microemulsion electrokinetic chromatography (MEEKC) -normal stacking mode (NSM) and reversed electrode polarity stacking mode (REPSM) were developed for the on-line sample stacking of phthalate esters (PAEs). REPSM coupled with MEEKC increased the sensitivity of 937.5 to 7 143 times for four PAEs compared to the conventional MEEKC. The separating conditions in the MEEKC method were studied, and many factors influencing the two sample stacking processes were investigated in detail. The optimum sample matrices for the two stacking methods were as follows: 30 mmol/L sodium cholate (SC) and 30.0 mmol/L borate (pH 8.5). Additionally, sample injections as large as 3.45 kPa $\times$ 40 s and 3.45 kPa $\times$ 90 s were applied for NSM-MEEKC and REPSM-MEEKC, respectively. The linear relationship and reproducibility were also examined. Under the optimum conditions, the detection limits ($S/N = 3$) of the PAEs were in the ranges of 0.021 - 0.33 mg/L and 0.7 - 4 μ g/L for NSM-MEEKC and REPSM-MEEKC, respectively. The proposed REPSM-MEEKC has been successfully applied to determine PAEs in plastic-packaging bags, and the spiked recoveries were in the range of

* 通讯联系人: 黄 颖, 博士, 教授, 主要研究方向为电分析化学与毛细管电泳. E-mail: huangying@fjnu.edu.cn.

基金项目: 福建省属高校科研专项基金项目(JK2010008)、福建省教育厅项目(JA09282)、福州大学食品安全分析与检测教育部重点实验室开放基金项目(FS11003)、福建师范大学本科生课外科技计划项目(BKL2010-026)和福建省大学生创新性实验计划项目(Fjnu2010-006)。

收稿日期: 2012-05-18

89.1%–105.6% with satisfactory results.

Key words: microemulsion electrokinetic chromatography; normal stacking mode; reversed electrode polarity stacking mode; phthalate esters; plastic-packaging bags

广泛应用于塑料、化妆品、香料、农药与涂料等生产过程中的邻苯二甲酸酯类化合物(PAEs)是一类重要的全球性环境有机污染物和内分泌干扰物,其中邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)、邻苯二甲酸二辛酯(DOP)与邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)(结构式见图1)已被美国国家环境保护局列为优先控制环境污染物^[1-2]。PAEs多属于半挥发性有机污染物,且多为中性物质,气相色谱(GC)^[3-6]和高效液相色谱(HPLC)^[7-9]是分析PAEs的常用方法。相比之下,毛细管电泳(CE)具有微量、高效、分离模式多、分析对象广以及环境友好等优点而成为分离分析的强有力手段,近年来也被应用于PAEs的分离与检测。Takeda等^[10]以十二烷基磺酸钠(SDS)为胶束相,使用胶束电动色谱(MEKC)测定了PAEs。Guo等^[11]以胆酸钠(SC)为胶束相,采用MEKC对土壤中的5种PAEs进行了检测。Lin^[12]建立了分析PAEs的微

乳液毛细管电动色谱(MEEKC)新方法,分离检测了土壤中的PAEs。

由于毛细管电泳-紫外检测(CE-UV)的灵敏度较低,使其在痕量分析中的应用受到限制。结合各种在线富集技术可以有效地提高CE-UV的检测灵敏度^[13-23]。Huang等^[17]采用常规样品堆积模式(normal stacking mode, NSM)在线富集了6种青霉素类抗生素,与流体动力学进样相比,灵敏度提高了12倍。Hsu等^[18]采用反向极性堆积模式(reversed electrode polarity stacking mode, REPSM)测定了三聚氰胺及其相关副产物,检出限为2.4~5.0 μg/L。Liu^[19]采用REPSM在线富集了2种纳米金,与常规CE相比,它们的灵敏度分别提高了20和100倍。迄今,有关PAEs的在线富集尚未见报道。本文研究了NSM和REPSM两种在线富集技术,考察并优化了在线富集的条件,并将灵敏度较高的富集技术应用于实际样品中邻苯二甲酸酯类化合物的测定。

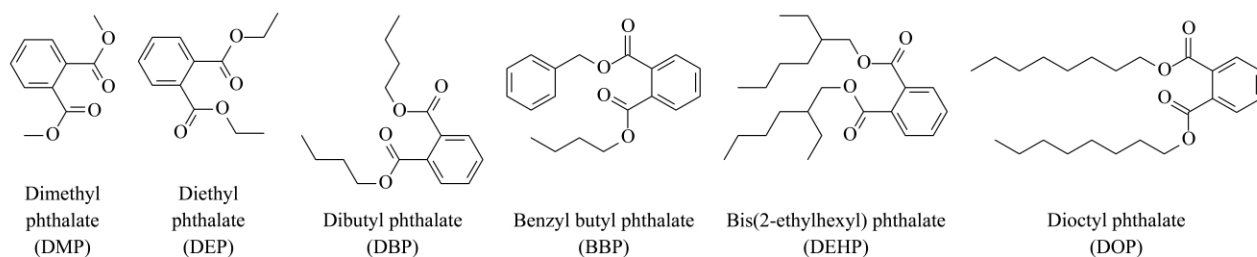


图1 6种邻苯二甲酸酯类化合物的结构式
Fig. 1 Chemical structures of six phthalate esters (PAEs)

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

Beckman P/ACE MDQ 毛细管电泳系统(Beckman, USA),配备紫外(UV)检测器(检测波长为200、214、254、280 nm),32 Karat 色谱工作站。未涂层石英毛细管(河北永年光纤厂),KQ-400型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),Milli-Q超纯水系统(Millipore, USA),PHS-3C型精密酸度计(上海大普仪器有限公司)。

2 000 mg/L DMP、DEP、DBP、BBP、DEHP和DOP的混合标准溶液购于百灵威公司。胆酸钠为Sigma公司产品(纯度99%)。四硼酸钠、硼酸、正丁醇、正辛烷、氢氧化钠均为分析纯,购于国药集团化

学试剂有限公司;甲醇为色谱纯,购自上海化学试剂公司。所有实验用水均为Milli-Q超纯水。

1.2 标准溶液及微乳液的配制

将6种PAEs混合标准溶液以甲醇稀释成200 mg/L的标准储备液,避光置于4℃冰箱中密封储存,使用前用样品基质再稀释成一定的浓度。微乳液由105.0 mmol/L胆酸钠、6.0%(v/v)正丁醇、0.5%(v/v)正辛烷和30.0 mmol/L硼砂缓冲液(pH 8.5)组成,超声处理至各组分混合均匀,得到光学透明、稳定的微乳液,用0.45 μm滤膜过滤后备用。

1.3 实际样品的制备

参照文献^[24]制备样品,准确称取3.75 g白色食品塑料袋(购于当地商店),剪碎,放入经煮沸的200

mL 超纯水中(超纯水由 Milli-Q 系统制得后,未接触过塑料容器),加入 50 mL 甲醇,密封,超声后放置数天。样品经过滤,取一定体积稀释于 30 mmol/L 胆酸钠和 30.0 mmol/L 硼砂(pH 8.5)的混合溶液中,用 0.45 μm 滤膜过滤后进行分析。

1.4 MEEKC 测定条件

未涂层石英毛细管 60 cm(有效长度 50 cm) $\times$ 50 μm 紫外检测波长 214 nm,分离电压 18 kV,分离温度 25 $^{\circ}\text{C}$,进样压力 3.45 kPa,进样时间 5 s。毛细管使用前依次用水冲洗 5 min、0.1 mol/L 氢氧化钠冲洗 10 min、水冲洗 5 min,用微乳液平衡 15 min。两次测定运行间依次用水、0.1 mol/L NaOH 溶液、水和微乳液各冲洗毛细管 3 min。

1.5 NSM 富集条件

取一定体积的 PAEs 储备液,以适当的样品基质稀释成一定的浓度。进样压力为 3.45 kPa,进样时间 40 s,富集电压 +18 kV(规定进样端为“+”,出口端为“-”极性为正向),分离电压 +18 kV,分离温度 25 $^{\circ}\text{C}$,紫外检测波长 214 nm。

1.6 REPSM 富集条件

取一定体积的 PAEs 储备液,以适当的样品基质稀释成一定的浓度。进样压力 3.45 kPa,进样时间 90 s,富集电压 -9 kV,分离电压 +18 kV,分离温度 25 $^{\circ}\text{C}$,紫外检测波长 214 nm。

2 结果与讨论

2.1 MEEKC 的分离和检出限

在 1.2 节所述的微乳液组成条件下,未经富集的 MEEKC 方法中 DMP、DEP、DBP、BBP、DEHP 和 DOP 的检出限(以信噪比(S/N) = 3) 计分别为 3.33、3.33、3.75、3.75、5.0、5.0 mg/L; 6 种 PAEs 的电泳谱图见图 2。

2.2 NSM 在线富集

2.2.1 胆酸钠浓度对 NSM 富集的影响

6 种 PAEs 为中性物质,需借助荷电的胶束携带实现富集。因此,表面活性剂的浓度大小将决定富集的效果。本实验考察了样品基质中 0 ~ 70 mmol/L SC 对 6 种 PAEs 富集的影响(见图 3)。由图 3 可见,当 SC 浓度达到 30 mmol/L 时,6 种 PAEs 的峰高和峰面积达到最大。继续增加 SC 浓度,6 种 PAEs 的峰展变宽,峰高也不再增加。综合 6 种组分的峰形和峰面积,确定基质中胆酸钠浓度为 30 mmol/L。

2.2.2 硼砂浓度对 NSM 富集的影响

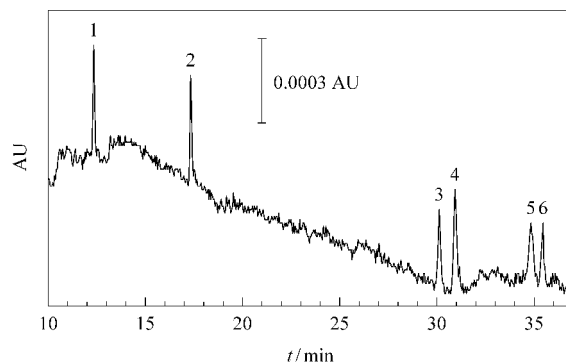


图 2 PAEs 的 MEEKC 电泳谱图

Fig. 2 Electropherogram of PAEs by MEEKC

Sample matrix: 30 mmol/L borate (pH 8.5); 30 mmol/L SC; the concentration of all the PAEs, 10.0 mg/L. MEEKC conditions: microemulsion, 105.0 mmol/L SC, 30.0 mmol/L borate (pH 8.5), 6.0% (v/v) *n*-butyl alcohol and 0.5% (v/v) *n*-octane; capillary column, uncoated quartz capillary (60 cm (available length 50 cm) $\times$ 50 μm); detection wavelength, 214 nm; separation voltage, 18 kV; separation temperature, 25 $^{\circ}\text{C}$; injection, 3.45 kPa $\times$ 5 s.

Peak identifications: 1. DMP; 2. DEP; 3. DBP; 4. BBP; 5. DEHP; 6. DOP.

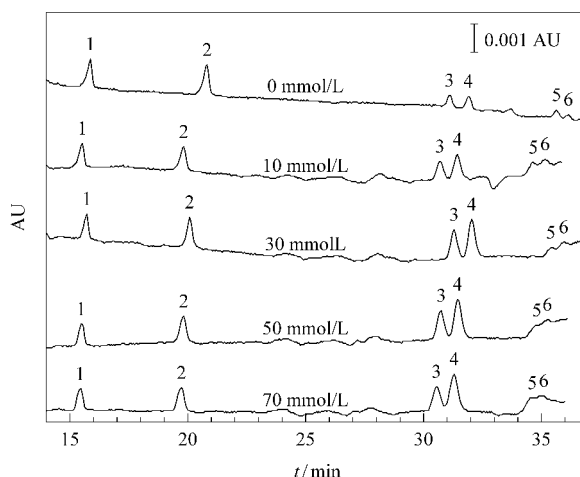


图 3 样品基质中 SC 浓度对 6 种 PAEs 峰高和峰形的影响

Fig. 3 Effect of SC concentration in the sample matrix on peak heights and shapes of six PAEs

Sample matrix: 10 mmol/L borate (pH 8.5); different concentrations of SC; the concentration of all the PAEs, 5.0 mg/L. NSM experimental conditions: sample injection, 3.45 kPa $\times$ 20 s; stacking voltage, 18 kV. MEEKC separation conditions and peak identifications were the same as in Fig. 2.

样品基质中硼砂的存在与否及其浓度大小对 NSM 富集影响非常显著,它将导致溶液电导和离子强度的不同,从而影响富集过程中场强的差异。本实验考察了基质中硼砂浓度在 0 ~ 40 mmol/L 范围内对 6 种 PAEs 富集的影响。由图 4 可看出,当基质中不存在硼砂时,6 种 PAEs 的富集倍数较低,尤其是 DEHP 和 DOP 组分。增加硼砂含量时,DMP 和 DEP 组分的富集倍数缓慢增加,其他 4 种组分的峰

高明显增加,当硼砂浓度达到 30 mmol/L 时 6 种组分的峰高达到最大,且 DEHP 和 DOP 组分的峰形和分离度达到最优。继续增加硼砂浓度,各组分的峰变宽,峰高也不再增加,DEHP 和 DOP 组分的分离度变差。综合考虑 6 种 PAEs 的峰形和峰高,选择 30 mmol/L 硼砂作为最佳的样品基质组分。

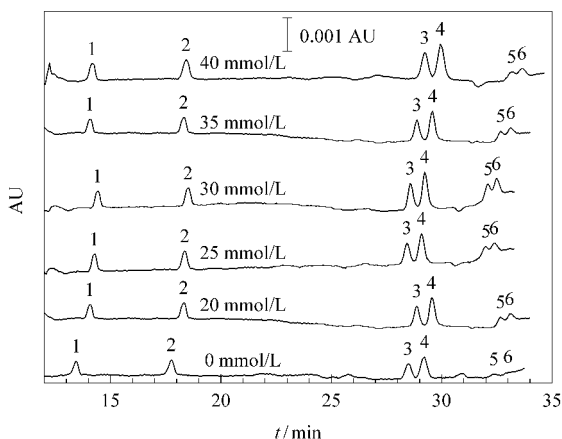


图 4 样品基质中硼砂浓度对 6 种 PAEs 峰高和峰形的影响
Fig. 4 Effect of borate concentration in the sample matrix on peak heights and shapes of six PAEs

Sample matrix: 30 mmol/L SC; different concentrations of borate (pH 8.5); the concentration of all the PAEs, 5.0 mg/L. MEEKC separation conditions and peak identifications were the same as in Fig. 2.

2.2.3 进样量对 NSM 富集的影响

进样量大小直接影响 NSM 富集效率的高低。通过实验发现,随着进样量的逐渐增加,6 种 PAEs 的峰高逐渐增高。当进样时间达到 40 s 时,各组分的峰高达到最大;继续增加进样量时,DEHP 和 DEP 的峰形明显展宽,柱效降低。综合考虑 6 种 PAEs 的峰形和富集效率,确定 3.45 kPa × 40 s 为最佳的进样量。

2.2.4 NSM-MEEKC 的重现性和检出限

在优化条件下,对 2.5 mg/L 的 6 种 PAEs 混合标准溶液重复进行 NSM-MEEKC 分析,得到各组分的迁移时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD) ($n = 5$) 分别为 0.8% ~ 1.4% 和 2.92% ~ 3.97%。且在此条件下,DEHP、DEP、DBP、BBP、DEHP 和 DOP 的检出限(以 $S/N = 3$ 计)分别为 0.33、0.25、0.075、0.046、0.083、0.021 mg/L。由此可见,经 NSM 富集后,6 种组分的检出限较常规的 MEEKC 低。但受进样量的限制,NSM 的富集效率有限。

2.3 REPSM 在线富集

为了进一步降低 PAEs 的检出限,本实验将重点探索 REPSM 在线富集。REPSM 富集方法对样品基质的要求与 NSM 富集方法相同^[13,16],我们通过

实验对此进行了验证。故进行 REPSM 富集时,将重点考察反向富集电压和进样量对富集效果的影响。

通过实验发现,在 REPSM 富集时,增加进样量,DEHP 和 DEP 的峰高没有增高,相反峰变宽、柱效降低。这可能是由于 DEHP 和 DEP 在结构上与其他 4 种组分有较大的性质差异,导致其疏水性和水-醇系数的差异,使二者在胶束相中的分配系数和迁移速率与后 4 种 PAEs 有较大的不同。

综合考虑峰形、富集效果,在进行 REPSM 在线富集时,将重点对后 4 种组分进行考察,优化影响富集的因素,以期获得对后 4 种 PAEs 更高的检测灵敏度。

2.3.1 进样量对 REPSM 富集的影响

考察进样量对 PAEs 在线富集效率的影响时发现,固定进样压力为 3.45 kPa,随着进样时间的增加,4 种 PAEs 的峰高均逐渐增加。当进样时间由 70 s 增至 90 s 时,DEHP 和 DOP 的峰高略有增加,而 DBP 和 BBP 的峰已有展宽的趋势。综合考虑 4 种组分的峰形和峰高,确定进样时间为 90 s。

2.3.2 富集电压对 REPSM 富集的影响

进行 REPSM 时,存在排基质(即排除较大体积样品进样带来的样品基质)的过程,反向富集电压的大小将决定排基质的快慢。过低的富集电压,会使胶束到达界面时的速率骤降程度不高,致使富集效果不明显;而过高的电压,会使排基质时间太短,导致样品部分被排出。由图 5 可看出,随着富集电压的降低,4 种 PAEs 的峰高随之增加。当富集电压达到 -9 kV 时,4 种 PAEs 组分的峰高达到最大,

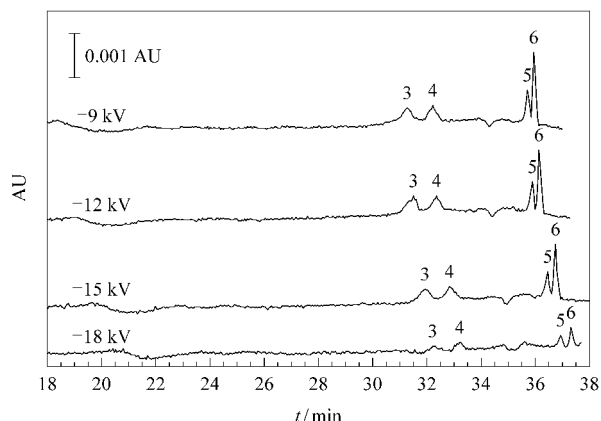


图 5 富集电压对 PAEs 峰高的影响

Fig. 5 Effect of stacking voltage on peak heights of PAEs

Sample matrix: 30 mmol/L borate (pH 8.5); 30 mmol/L SC; the concentration of all the PAEs, 0.1 mg/L. REPSM experimental conditions: sample injection, 3.45 kPa × 90 s. MEEKC separation conditions and peak identifications were the same as in Fig. 2.

峰形也较好。从图 5 的变化趋势看,继续降低富集电压,组分的峰高无明显的变化,同时将使胶束相迁移速度过低,影响富集效果。因此,选择 -9 kV 为 REPSM 的最佳富集电压。

2.3.3 REPSM-MEEKC 的重现性、线性关系、检出限与富集倍数

在优化条件下,对 0.1 mg/L 的 4 种 PAEs 混合标准溶液进行重复测定,4 种组分的迁移时间和峰面积的 RSD ($n = 5$) 分别为 1.37% ~ 2.65% 和 4.85% ~ 5.17%。对质量浓度范围为 0.005 ~ 1.0 mg/L 的 4 种 PAEs 混合标准溶液的线性关系、检出限进行了考察,结果见表 1。DBP、BBP、DEHP 和 DOP 的检出限 ($S/N = 3$) 为 0.7 ~ 4 $\mu\text{g/L}$ 。由相关报道可知,采用气相色谱-质谱 (GC-MS) 结合分散液-液微萃取对 DMP、BBP、DEHP、DBP、邻苯二甲酸二环己酯 (DCHP) 和邻苯二甲酸二丙酯 (DAP) 的检出限为 2 ~ 8 $\mu\text{g/L}$ ^[3]; 采用 HPLC 结合微萃取技术对 DMP、DBP、DOP 和 DCHP 的检出限为 0.7 ~ 3.7 $\mu\text{g/L}$ ^[7]; 采用 HPLC 结合微萃取技术对 DMP、DBP 和 DEP 的检出限为 1.2 ~ 2.2 $\mu\text{g/L}$ ^[8]。可见,经简单的 REPSM 在线富集后,PAEs 的检测灵敏度可达到 GC-MS 和 HPLC 结合繁琐的萃取技术所得检出限相当的数量级。由相应物质在常规 MEEKC 时获得的检出限除以在线富集方法时获得的检出限可得到 REPSM 方法对 4 种 PAEs 的富集倍数为 937.5 ~ 7 143 (见表 1)。可见,4 种 PAEs 经在线 REPSM 富集后,检测灵敏度较常规的 UV 检测有了显著的提高。

表 1 REPSM-MEEKC 测定 4 种 PAEs 的线性回归方程、相关系数、检出限和富集倍数

Table 1 Regression equations, correlation coefficients, detection limits and enrichment factors of four PAEs by REPSM-MEEKC

PAE	Regression equation ¹⁾	Correlation coefficient	Detection limit/ ($\mu\text{g/L}$)	Enrichment factor ²⁾
DBP	$Y = 25134X + 2247.5$	0.9960	4	937.5
BBP	$Y = 31625X + 2474.0$	0.9967	4	937.5
DEHP	$Y = 39959X + 4652.8$	0.9994	0.9	5555
DOP	$Y = 48481X + 7109.3$	0.9980	0.7	7143

1) Y: peak area; X: mass concentration, mg/L. 2) enrichment factor: ratio of detection limits obtained separately by conventional MEEKC and REPSM-MEEKC.

2.4 食品塑料袋中 PAEs 的测定

按 1.3 节方法处理塑料袋后,分别采用 NSM-MEEKC 和 REPSM-MEEKC 两种方法进行测定。实验发现,NSM-MEEKC 方法不能检测出样品中的 PAEs,而 REPSM-MEEKC 可以检测出其中存在的

DBP、BBP、DEHP 和 DOP。根据称取塑料袋的质量,可计算出 DBP、BBP、DEHP 和 DOP 在塑料袋中的含量分别为 0.727、0.727、0.436 和 0.594 $\mu\text{g/g}$ 。采用 REPSM-MEEKC 测定该样品中添加 DBP、BBP、DEHP 和 DOP 的回收试验结果见表 2。图 6 为最佳实验条件下,采用 REPSM-MEEKC 方法测定标准溶液和实际样品的电泳谱图。

表 2 食品塑料袋中 4 种 PAEs 的质量浓度及其添加回收率 ($n = 5$)

Table 2 Mass concentrations and spiked recoveries of four PAEs in food-packaging bags ($n = 5$)

PAE	Original/ (mg/L)	Spiked/ (mg/L)	Found/ (mg/L)	Recovery/ %	RSD/ %
DBP	0.006	0.05	0.058	103.5	6.3
BBP	0.006	0.05	0.051	91.1	5.7
DEHP	0.003	0.05	0.056	105.6	5.6
DOP	0.005	0.05	0.049	89.1	7.7

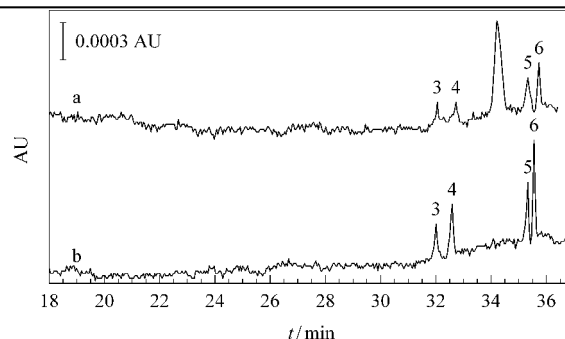


图 6 (a) 食品塑料袋中 PAEs 和 (b) PAEs 标准溶液的电泳谱图

Fig. 6 Electropherograms of PAEs of (a) a food-packaging bag and (b) standard phthalate esters by REPSM-MEEKC

Sample matrix: 30 mmol/L borate (pH 8.5); 30 mmol/L SC; the concentration of all PAEs, 0.02 mg/L. REPSM conditions: sample injection, 3.45 kPa $\times$ 90 s; stacking voltage, -9 kV. MEEKC separation conditions and peak identifications were the same as in Fig. 2.

3 结论

建立了 NSM 和 REPSM 两种在线富集 PAEs 的 MEEKC 方法。考察了 MEEKC 分离条件,详细研究了影响 NSM 和 REPSM 富集效率的因素。最佳实验条件下,PAEs 经富集后,与未经富集的 MEEKC 比较,检测灵敏度最多提高了 7 143 倍。受进样量的限制,NSM 方法的富集效果低于 REPSM。所建立的 REPSM-MEEKC 已成功应用于食品塑料袋中 PAEs 的测定。

参考文献:

[1] Balafas D, Shaw K J, Whitfield F B. Food Chem, 1999, 65: 279

- [2] Deng M X, Chen X G. Foreign Medical Sciences: Section Hygiene (邓茂先, 陈祥贵. 国外医学: 卫生学分册), 2000, 27(2): 65
- [3] Hadi F, Parviz N, Rassoul D, et al. J Chromatogr A, 2007, 1172: 105
- [4] Liu P Y, Gao L, Shen J, et al. Chinese Journal of Chromatography (刘芃岩, 高丽, 申杰, 等. 色谱), 2010, 28(5): 517
- [5] Li H, Tian F L, Ren X D, et al. Chinese Journal of Chromatography (李红, 田福林, 任雪冬, 等. 色谱), 2011, 29(6): 563
- [6] Fu S L, Ding L, Zhu S H, et al. Chinese Journal of Chromatography (付善良, 丁利, 朱绍华, 等. 色谱), 2011, 29(8): 737
- [7] Su R Y, Zhao X W, Li Z Y, et al. Anal Chim Acta, 2010, 676(1/2): 103
- [8] Yao J R, Xu H, Lü L L, et al. Anal Chim Acta, 2008, 616: 42
- [9] Zhang C Y, Wang H, Zhang X H, et al. Chinese Journal of Chromatography (张春雨, 王辉, 张晓辉, 等. 色谱), 2011, 29(12): 1236
- [10] Takeda S, Wakida S, Yamane M, et al. Anal Chem, 1993, 65(14): 2489
- [11] Guo B Y, Wen B, Shan X Q, et al. J Chromatogr A, 2005, 1095: 189
- [12] Lin Z A, Zhang J H, Cui H M, et al. J Sep Sci, 2010, 33: 3717
- [13] Quirino J P, Terabe S. J Chromatogr A, 1997, 781: 119
- [14] Quirino J P. J Chromatogr A, 2008, 1214: 171
- [15] Liu Z Y, Patrick S, Sarath R S, et al. J Chromatogr A, 1994, 673: 125
- [16] Quirino J P, Terabe S. J Chromatogr A, 1997, 791: 255
- [17] Huang H Y, Liu W L, Singco B, et al. J Chromatogr A, 2011, 1218: 7663
- [18] Hsu Y F, Chen K T, Liu Y W, et al. Anal Chim Acta, 2010, 673: 206
- [19] Liu F K. Anal Chim Acta, 2011, 694: 167
- [20] Wang Z, Liu C, Kang J. J Chromatogr A, 2011, 1218: 1775
- [21] Liang Z, Zhang Y. J Chromatogr B, 2011, 879(11/12): 804
- [22] Quirino J P, Guidote J A M. J Chromatogr A, 2011, 1218: 1004
- [23] Sarazin C, Delaunay N, Varenne A, et al. J Chromatogr A, 2010, 1217: 6971
- [24] Wang C Y, Li B F, Li G K. Journal of Instrumental Analysis (王超英, 李碧芳, 李攻科. 分析测试学报), 2005, 24(5): 35