

2019年8月
August 2019

色 谱
Chinese Journal of Chromatography

Vol.37 No.8
918~923

庆祝中国科学院大连化学物理研究所建所 70 周年专刊·研究论文

DOI : 10.3724/SP.J.1123.2019.01027

磁固相萃取-液相色谱法测定环境水样中有机紫外防晒剂

刘程, 陈蕾, 叶子雯, 黄晓佳*

(厦门大学环境与生态学院近海环境化学与毒理研究中心, 福建 厦门 361005)

摘要 采用自制的聚离子液体功能化磁性材料有效富集有机紫外防晒剂, 并与高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)联用, 建立了环境水样中痕量有机紫外防晒剂的检测方法。研究系统考察了解吸溶剂、吸附和解吸时间、样品 pH 值、离子强度等因素对萃取性能的影响。在最佳萃取条件下, 水杨酸辛酯的线性范围为 0.5~200.0 $\mu\text{g/L}$, 其他有机紫外防晒剂的线性范围为 0.2~200.0 $\mu\text{g/L}$; 6 种目标物的检出限(LOD, $S/N=3$)和定量限(LOQ, $S/N=10$)分别为 0.009~0.13 $\mu\text{g/L}$ 和 0.031~0.43 $\mu\text{g/L}$ 。所建方法成功用于实际环境水样中有机紫外防晒剂的测定, 不同加标水平下目标物的加标回收率为 71.4%~120%, 相对标准偏差均低于 10%。研究表明, 所建方法具有操作简便、萃取速度快、灵敏度高和环境友好等特点, 可用于环境水样中有机紫外防晒剂的检测。

关键词 磁固相萃取; 液相色谱; 聚离子液体; 有机紫外防晒剂; 环境水样

中图分类号: O658 文献标识码: A 文章编号: 1000-8713(2019)08-0918-06

Determination of organic ultraviolet filters in environmental waters by magnetic solid phase extraction-high performance liquid chromatography

LIU Cheng, CHEN Lei, YE Ziwen, HUANG Xiaojia*

(Center for Marine Environmental Chemistry and Toxicology, College of the Environment and Ecology, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

Abstract : A method for the determination of organic ultraviolet filters (OUFs) in water samples was developed by the combination of polymeric ionic liquid-based magnetic solid-phase extraction (PIL-MSPE) and high performance liquid chromatography-diode array detection (HPLC-DAD). To achieve the optimum extraction performance for the target analytes, several key variables, including desorption solvent, adsorption and desorption time, sample pH value and ionic strength in the sample matrix, were investigated in detail. Under the most favorable extraction conditions, linear behaviors were observed in the ranges of 0.5–200.0 $\mu\text{g/L}$ for octyl salicylate and 0.2–200.0 $\mu\text{g/L}$ for the other analytes. The limits of detection (LODs, $S/N=3$) and limits of quantification (LOQs, $S/N=10$) for the target OUFs were in the ranges of 0.009–0.13 $\mu\text{g/L}$ and 0.031–0.43 $\mu\text{g/L}$, respectively. The developed PIL/MSPE-HPLC-DAD method was successfully applied to detect trace OUFs in real water samples. The spiked recoveries at different spiked levels were 71.4%–120%, and the RSDs were below 10% for all the compounds in all the samples. The proposed method has some unique merits including simple operation, fast extraction procedure, high sensitivity and environmental friendliness. It can become a useful method

收稿日期 2019-01-18

* 通讯联系人. E-mail: hxj@xmu.edu.cn.

基金项目: 国家重点研发计划(2018YFC1406306); 国家自然科学基金(21777133, 21577111); 厦门大学校长基金本科生项目(20720182006).

Foundation item : National Key R & D Program of China (No. 2018YFC1406306); National Natural Science Foundation of China (Nos. 21777133, 21577111); Fundamental Research Funds for the Central Universities (No. 20720182006).

for the monitoring of trace OUFs in water samples.

Key words : magnetic solid-phase extraction (MSPE) ; liquid chromatography (LC) ; polymeric ionic liquid (PIL) ; organic ultraviolet filters ; environmental water

有机紫外防晒剂 (organic ultraviolet filters, OUFs) 由单个或多个苯环及一些疏水基团组合而成, 是一类对紫外线具有较好吸收的化合物^[1]。此类化合物被广泛应用于防晒霜、口红和洗发水等个人护理品的生产中, 以减少紫外线对人体皮肤的伤害^[2]。随着 OUFs 使用量的日益增加, 在生产和使用过程中, OUFs 会通过多种途径进入水环境。已有的研究表明, OUFs 对人类具有内分泌干扰效应、遗传毒性和生殖毒性等潜在危害^[3]。因此急需发展可用于环境水样中痕量 OUFs 的高灵敏检测方法。

目前, 常用于检测 OUFs 的方法主要包括高效液相色谱法 (HPLC)^[4-6] 和气相色谱法 (GC)^[7], 其中 HPLC 的应用更为广泛。为了避免基底的干扰, 同时实现对目标物的富集, 在色谱分离测定之前需进行合适的样品前处理。迄今为止, 用于 OUFs 分析所采取的前处理方法主要包括固相萃取法 (solid phase extraction, SPE)^[8-9]、固相微萃取法 (solid phase microextraction, SPME)^[10]、分散液-液微萃取法 (dispersive liquid-liquid microextraction, DLLME)^[11] 等。但是 SPE 操作过程较为繁琐, 而 SPME 和 DLLME 萃取容量相对较低。因此发展新的萃取方式对于 OUFs 的检测具有重要的实际应用价值。磁固相萃取 (magnetic solid-phase extraction, MSPE) 由于操作简便、萃取速度快、有机溶剂用量少等优点, 受到人们的广泛关注^[12-15]。

聚离子液体 (PIL) 由离子液体聚合而成, 因此兼具聚合物和离子液体的优良性质, 如热稳定性、化学稳定性及离子导电性强等, 目前已成为理想的萃取介质^[16, 17]。本实验室在前期研究中以 1-烯丙基-3-甲基咪唑双三氟磺酰亚胺盐为单体, 制备了一种新型聚离子液体功能化磁性材料 ($\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{PIL}$), 由于其表面具有丰富的活性官能团, 如咪唑基团、苯环和烷基等, 因而该吸附剂展现了多重作用力机制, 可实现对极性化合物的有效萃取^[18]。基于 OUFs 的检测现状及 MSPE 的诸多优点, 本研究将自制的 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{PIL}$ 在 MSPE 模式下, 用于萃取环境水样中 6 种有机紫外防晒剂, 并与高效液相色谱-二极管阵列检测器 (HPLC-DAD) 联用, 建立了检测环境水样

中痕量 OUFs 的高灵敏检测方法。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与材料

1260 高效液相色谱仪 (美国 Agilent 公司), 配备四元泵、二极管阵列检测器, RE3725i 手动进样器 (美国 Rheodyne 公司) 配备 20 μL 定量环; Thermo C18 色谱柱 (250 mm \times 4.6 mm, 5 μm)。

异丙醇、乙腈和甲醇 (色谱纯) 均购自美国 Tedia 公司, 超纯水取自 Milli-Q 制水机 (美国 Millipore 公司)。标准品: 2, 2', 4, 4'-四羟基二苯甲酮 (2, 2', 4, 4'-tetrahydroxy benzophenol, BP-2, 纯度 > 95%), 2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮 (2-hydroxy-4-methoxy-benzophenone, BP-3, 纯度 > 99%), 4-甲基苯亚甲基樟脑 (3-(4'-methyl benzylidene) camphor, 4-MBC, 纯度 98%), 对甲氧基肉桂酸-2-乙基己酯 (octyl 4-methoxycinnamate, OMC, 纯度 98.5%), 二甲氨基苯酸辛酯 (2-ethylhexyl 4-dimethylaminobenzoate, EDP, 纯度 98.4%), 水杨酸辛酯 (octyl salicylate, OS, 纯度 98.6%) 等均购自上海安谱实验科技股份有限公司。环境水样分别采自漳州九龙江、厦门芙蓉湖和茂林湖。磁性材料 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{PIL}$ 由本课题组自制, 其详细的合成可参考文献^[18], 该材料粒径在 35 nm 左右, 饱和磁化强度为 33.7 emu/g。 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{PIL}$ 的结构见图 1。

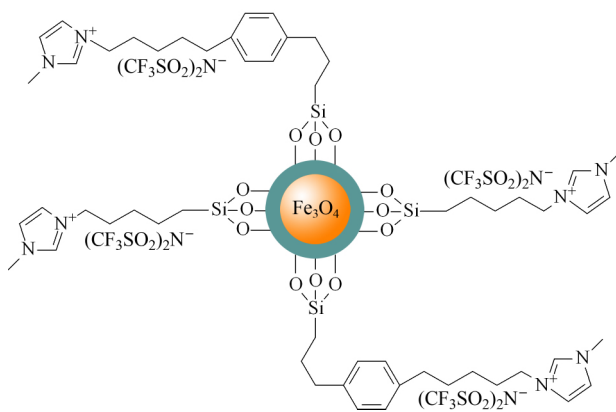


图 1 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{PIL}$ 磁性粒子的结构式

Fig. 1 Structural formula of $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{PIL}$

PIL: polymeric ionic liquid.

1.2 标准溶液配制

分别称取 6 种有机紫外防晒剂标准品各 10.0 mg,用 10 mL 甲醇溶解,制得质量浓度为 1000 mg/L 的单标准储备液,再分别取 1 mL 单标准储备液,用甲醇稀释为 100 mg/L 的混合标准使用液,于 4 °C 保存备用。

1.3 萃取过程

将 20 mg Fe₃O₄@PIL 磁性粒子置于 100 mL 离心管中,用 1.0 mL 甲醇和 1.0 mL 超纯水活化后,加入 50 mL 样品溶液,在室温下以 200 r/min 的速率振荡 12.0 min,待吸附完全后,借助外置磁铁将粒子与样品溶液分离。然后加入 500 μL 解吸溶剂乙醇,以 170 r/min 的速率振荡 1.0 min,所得的解吸液经 0.22 μm 尼龙滤头过滤后,取 20 μL 直接进行 HPLC-DAD 检测。Fe₃O₄@PIL 磁性粒子则用甲醇和超纯水洗涤后供下次使用。

1.4 色谱条件

色谱柱:Thermo C18 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 柱温:25 °C;流动相:A 为 0.1% (v/v) 甲酸水 B 为乙腈,流速:1.0 mL/min。梯度洗脱程序:0~5.0 min,10% B~70% B;5.0~10.0 min,70% B~90% B;10.0~18.0 min,90% B;18.0~20.0 min,90% B~10% B;20.0~25.0 min,10% B。进样体积 20 μL,检测波长 311 nm。

2 结果与讨论

2.1 萃取条件的优化

2.1.1 解吸溶剂

实验首先考察了甲醇、乙醇和乙腈 3 种不同溶剂的解吸效果 (见图 2a)。结果显示,乙醇和乙腈的解吸效果较为接近且优于甲醇,考虑到乙醇较乙腈更为低毒、环保,因此选择乙醇作为解吸溶剂。

本实验考察乙醇-1% (v/v) 甲酸水的体积比对萃取效果的影响。图 2b 为乙醇的体积分数对解吸效果的影响,除 BP-2 (几乎不受影响)外,其他目标物的解吸效果随乙醇体积分数的降低出现了不同程度的减弱。因此,在后续实验中选择纯乙醇作为解吸溶剂。

2.1.2 吸附和解吸附时间

本实验以 2.0 min 为间隔考察了吸附时间为 2.0~14.0 min 时对吸附效果的影响 (见图 3)。结果显示,当吸附时间从 2.0 min 增至 10.0 min 时,Fe₃O₄@PIL 磁性粒子对 6 种紫外防晒剂的吸附效

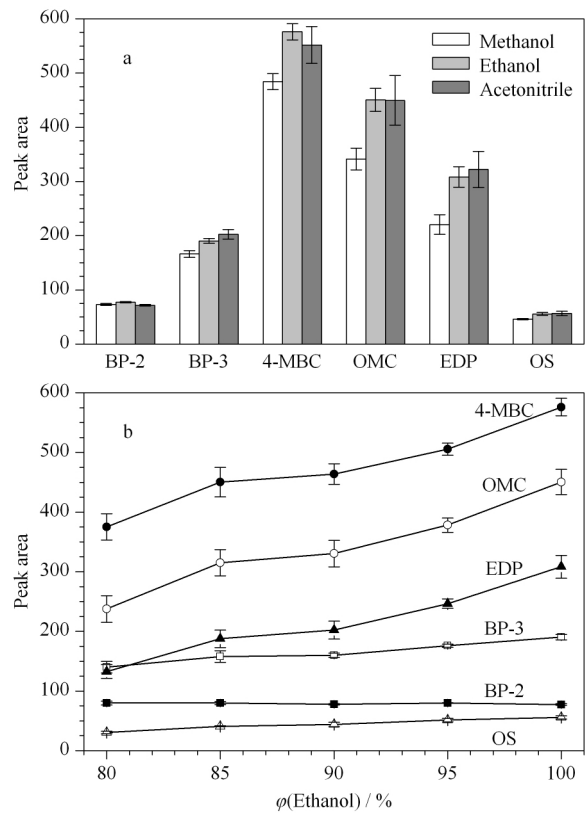


图 2 (a)不同解吸溶剂和 (b)解吸溶剂中乙醇的体积分数对萃取效果的影响 (n=3)

Fig. 2 Effect of (a) different elution solvents and the volume percentages of ethanol in the desorption solvent on the extraction performance (n=3)

BP-2: 2,2',4,4'-tetrahydroxy benzophenol; BP-3: 2-hydroxy-4-methoxy-benzophenone; 4-MBC: 3-(4'-methyl benzylidene) camphor; OMC: octyl 4-methoxycinnamate; EDP: 2-ethylhexyl 4-dimethylaminobenzoate; OS: octyl salicylate.

Conditions: amount of Fe₃O₄@MAIDB, 10 mg; adsorption time, 10 min; desorption time, 5 min; the spiked content: 100 μg/L.

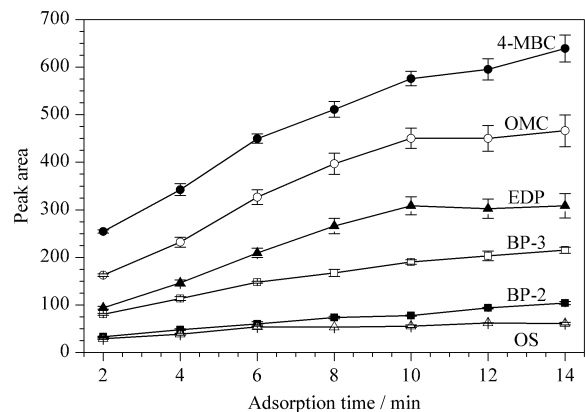


图 3 吸附时间对萃取效果的影响 (n=3)

Fig. 3 Effect of adsorption time on the extraction performance (n=3)

Using 500 μL ethanol as the desorption solvent. The other conditions were the same as those in Fig. 2.

果明显增强 ;当吸附时间超过 10.0 min 时 ,除 EDP 外 ,其他物质的吸附效果仍有缓慢上升的趋势。综合考虑灵敏度和所需时间 ,确定选择 12.0 min 为最佳吸附时间。

同时对解吸附时间进行了考察 ,结果表明 ,解吸附 1.0 min 足以使目标物解吸完全。

2.1.3 样品 pH 值

样品 pH 值可影响目标化合物和 Fe₃O₄@ PIL 中所含极性官能团的存在形态 ,从而影响萃取效果。图 4 为萃取效果在 pH 为 2.0~9.0 时目标化合物的变化趋势。结果显示 ,pH 为 7.0 时吸附效果最佳 ,原因可能是低 pH 值时 ,吸附剂表面的咪唑基团质子化 ,因此 Fe₃O₄@ PIL 主要通过 $\pi-\pi$ 作用和疏水作用吸附目标化合物。当 pH 值升高后 ,吸附剂的咪唑基团去质子化 ,这时氢键和偶极-偶极作用也参与萃取 ,因此萃取效率随之升高。但当样品 pH 值高于目标物的 pK_a 值时 (pK_a 7.6~8.1) ,OUFs 中的酚羟基解离 ,目标物呈离子状态而易溶于水 ;同时 ,样品溶液中过多的 OH⁻ 会削弱吸附剂与目标物间氢键和偶极-偶极作用 ,这两方面因素导致萃取性能的下降。因此 ,根据实验结果和上述讨论 ,最佳样

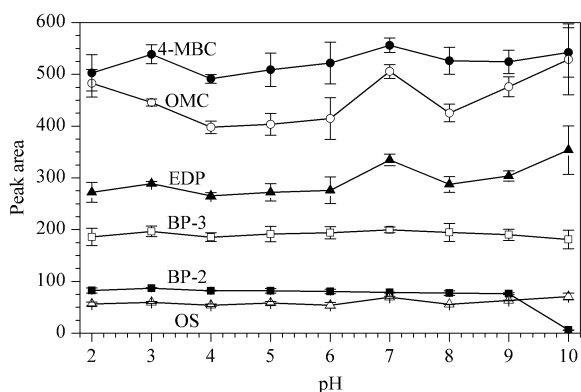


图 4 样品 pH 值对萃取效果的影响 (n=3)

Fig. 4 Effect of sample pH values on the extraction performance (n=3)

Adsorption and desorption time were 12.0 min and 1.0 min , respectively. The other conditions were the same as those in Fig. 3.

表 1 6 种有机紫外防晒剂的线性范围、相关系数、检出限、定量限和精密度

Table 1 Linear ranges , correlation coefficients (R²) , LODs , LOQs and precisions of the six organic ultraviolet filters

Compound	Linear range/ ($\mu\text{g/L}$)	R ²	LOD/ ($\mu\text{g/L}$)	LOQ/ ($\mu\text{g/L}$)	Intra-day RSDs (n=4)/%		Inter-day RSDs (n=4)/%	
					1.0	100.0	1.0	100.0
BP-2	0.2-200.0	0.9971	0.053	0.18	6.8	3.5	4.0	2.2
BP-3	0.2-200.0	0.9982	0.022	0.073	9.0	5.0	9.1	1.8
4-MBC	0.2-200.0	0.9993	0.0091	0.031	6.9	3.0	6.6	2.1
OMC	0.2-200.0	0.9977	0.014	0.047	7.9	5.5	9.7	2.6
EDP	0.2-200.0	0.9938	0.023	0.077	9.7	4.9	2.4	2.2
OS	0.5-200.0	0.9994	0.13	0.43	7.4	4.9	8.9	2.8

品 pH 值设为 7.0。

2.1.4 离子强度

本实验还考察了 100 mL 水样中 NaCl 的加入量 (5~20 g)对萃取效果的影响。由图 5 可知 ,NaCl 的加入抑制了目标物的吸附 ,这可能是因为溶液离子强度的增加 ,使得目标物与溶液间的静电作用力增强 ,目标物在溶液中的溶解增加从而导致萃取效果的下降。因此后续实验选择不调节样品的离子强度。

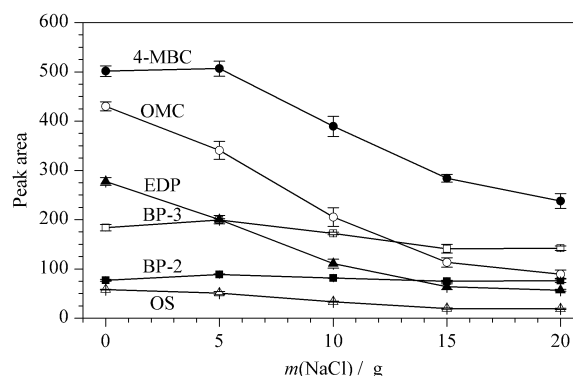


图 5 离子强度对萃取效果的影响 (n=3)

Fig. 5 Effect of ionic strength on the extraction performance (n=3)

The pH value of matrix was set at 7.0. The other conditions were the same as those in Fig. 4.

2.2 方法评价

在最佳萃取条件下 ,以超纯水为基底 ,配制系列质量浓度为 0.2、0.5、1.0、5.0、10.0、50.0、100.0 和 200.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准工作液 ,建立标准工作曲线 ,对方法的线性范围、检出限 (LOD)、定量限 (LOQ)等参数进行考察 ,结果见表 1。结果表明 ,除 OS (线性范围为 0.5~200.0 $\mu\text{g/L}$)外 ,其他有机紫外防晒剂的线性范围为 0.2~200.0 $\mu\text{g/L}$,线性相关性良好 ,相关系数 (R²)均 >0.993 ; LOD (S/N=3)和 LOQ (S/N=10)分别为 0.0091~0.13 $\mu\text{g/L}$ 和 0.031~0.43 $\mu\text{g/L}$;日内、日间重复性良好 ,相对标准偏差 (RSD)均小于 10%。

另外,研究对 Fe₃O₄@PIL 的制备重复性进行了考察,不同批次制备得到的吸附剂对 BP-2、BP-3、4-MBC、OMC、EDP 和 OS 萃取性能的 RSD 值分别为 3.2%、5.6%、1.9%、5.2%、6.3% 和 3.3%,良好的制备重复性有利于所建方法的推广使用。

2.3 实际样品测定及加标回收率

将本方法应用于九龙江水和两处湖水中目标防晒剂类化合物的检测,测定结果见表 2。除 BP-2 外,其他目标物均有检出,含量为 0.25~0.57 μg/L。考察样品加标含量分别为 1.0、10.0 和 100.0 μg/L 时的加标回收率,结果显示,目标化合物的加标回收率为 71.4%~120%,RSD 为 0.53%~9.4%。

表 2 实际样品中 6 种有机紫外防晒剂的含量和加标回收率
Table 2 Contents and recoveries of the six organic ultraviolet filters in real samples

Analyte	Spiked level/ (μg/L)	Detected/ (μg/L)/recoveries (RSDs, n=3)/%		
		River water	Lake water 1	Lake water 2
BP-2	0	ND	ND	ND
	1.0	1.00/100 (9.1)	0.95/94.9 (9.4)	1.03/103 (5.1)
	10.0	7.62/76.2 (3.6)	9.23/92.3 (7.4)	8.50/85.0 (9.2)
	100.0	97.8/97.8 (2.5)	88.2/88.2 (6.6)	91.7/91.7 (4.3)
BP-3	0	0.35	ND	0.32
	1.0	1.11/75.6 (2.0)	1.04/104 (3.6)	1.34/102 (8.8)
	10.0	8.54/81.9 (0.9)	11.1/111 (1.9)	9.75/94.3 (4.7)
	100.0	107/107 (2.8)	102/102 (1.2)	119/119 (1.1)
4-MBC	0	0.29	0.31	ND
	1.0	1.11/81.9 (2.0)	1.39/108 (3.5)	1.15/115 (3.5)
	10.0	8.86/85.7 (3.0)	11.2/109 (1.0)	9.97/99.7 (7.8)
	100.0	101/101 (0.53)	94.3/94.0 (1.7)	118/118 (1.0)
OMC	0	0.51	0.25	0.35
	1.0	1.22/71.4 (1.3)	1.45/120 (3.2)	1.37/102 (2.3)
	10.0	9.10/85.9 (5.6)	9.91/96.6 (5.3)	10.1/97.3 (7.7)
	100.0	88.5/88.0 (7.2)	75.8/75.5 (8.6)	106/106 (2.8)
EDP	0	0.57	0.48	0.50
	1.0	1.32/75.4 (4.5)	1.31/82.5 (5.9)	1.40/89.7 (0.98)
	10.0	9.13/85.6 (5.6)	9.55/90.7 (7.4)	10.2/96.8 (7.9)
	100.0	90.1/89.5 (7.6)	75.7/75.2 (8.6)	107/106 (2.9)
OS	0	0.43	0.44	0.51
	1.0	1.47/104 (8.5)	1.53/109 (3.8)	1.33/82.1 (4.7)
	10.0	9.39/89.6 (3.7)	9.63/91.9 (6.5)	9.88/93.7 (2.3)
	100.0	90.7/90.3 (7.2)	81.3/80.9 (6.2)	113/112 (5.9)

ND : not detected.

图 6 为最佳萃取条件下,加标 100.0 μg/L 的实际水样经 Fe₃O₄@PIL-MSPE 富集前后的色谱图。结果表明,经富集后,目标化合物的峰高明显增加,同时富集后没有杂峰干扰。

2.4 与其他方法比较

为了进一步说明方法的特点,将本方法的萃取时间、有机溶剂用量、检出限和加标回收率与其他方法进行比较,结果见表 3。与搅拌棒分散微萃取 (SBSD_μE)^[13] 和 SPME^[10,16-19] 等前处理方法相比,本方法萃取快速,仅需 13 min;与 SPE^[14] 和 SPME^[9,16,19] 方法相比,本方法有机溶剂消耗量少,更符合绿色化学的要求。此外,本方法的检出限低于相同检测器所得的 LOD 值^[2,10,16-20],甚至低于采用 SBSD_μE-GC/MS 时的 LOD 值^[13]。因此本方

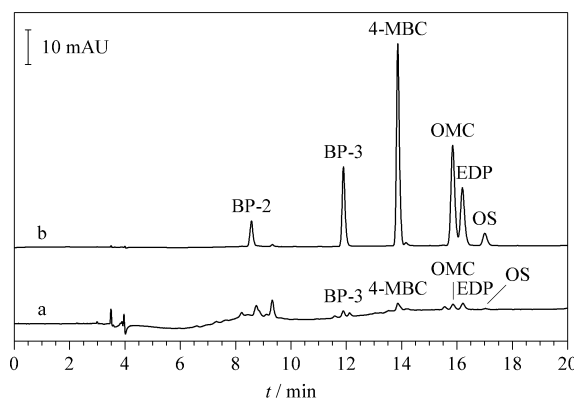


图 6 经 Fe₃O₄@PIL 富集后 6 种有机紫外防晒剂类的色谱图
Fig. 6 Chromatograms of the six organic ultraviolet filters treated with Fe₃O₄@PIL
a. blank sample; b. spiked sample (100.0 μg/L).

表 3 本方法与其他方法的比较
Table 3 Comparison of the present method with other methods

Method	Extraction time/min	Organic solvent	LOD/ (ng/L)	Recovery/%	Ref.
SBSD _μ E-GC/MS	40	thermal desorption	0.023-0.148	80.0-116	[13]
SPE-LC-MS/MS	not given	30 mL methanol	0.007-0.046	63.0-102	[14]
SPME-HPLC/UV	56	5.16 mL methanol	0.006-0.061	86.1-119	[16]
SPME-HPLC/UV	70	0.2 mL methanol	0.58-1.86	81.5-102	[17]
SPME-HPLC/UV	46	5.16 mL methanol	0.025-0.056	92.1-106	[18]
SPME-HPLC/UV	34	3.6 mL methanol	0.032-0.082	72.3-116	[10]
IT-SPME-HPLC/DAD	40.6	not given	0.02-0.05	82.0-115	[20]
IT-SPME-HPLC/DAD	19	0.1 mL methanol	0.03-0.26	70.5-119	[2]
Fe ₃ O ₄ @PIL-MSPE-HPLC/DAD	13	0.5 mL ethanol	0.009-0.13	71.4-119	this work

SBSD_μE : stir bar sorptive-dispersive microextraction ; IT : in-tube ; MSPE : magnetic solid-phase extraction ; DAD : diode array detection.

法适用于环境水样中痕量有机紫外防晒剂类物质的快速高灵敏检测。

3 结论

本研究采用自制的新型功能化磁性材料 Fe₃O₄@PIL 萃取环境水样中 6 种有机紫外防晒剂,并与高效液相色谱联用,建立了检测环境水样中痕量有机紫外防晒剂的 MSPE-HPLC/DAD 方法,在优化萃取条件下取得了令人满意的结果。研究结果表明,所建方法具有操作简便、萃取速度快、成本低廉、灵敏度高和环境友好等优点,具有较好的应用前景。

参考文献:

- [1] Giokas D L, Salvador A, Chisvert A. Trends Anal Chem, 2007, 26 (5) : 360
- [2] Mei M, Huang X J. J Chromatogr A, 2017, 1525 : 1
- [3] Li L P, Wei D B, Li M, et al. Environ Chem 2012, 31 (2) : 150
李立平,魏东斌,李敏,等. 环境化学, 2012, 31 (2) : 150
- [4] Wang J L, Xiao X F, Chen T, et al. J Chromatogr A, 2016, 1451 : 58
- [5] Wang H Z, Hu L, Liu X Y, et al. J Chromatogr A, 2017, 1516 : 1
- [6] Vila M, Facorro R, Lamas J P, et al. Anal Methods, 2016, 8 : 6787
- [7] Negreira N, Rodriguez I, Rubi E, et al. J Chromatogr A, 2011, 1218 (2) : 211
- [8] Giokas D L, Sakkas V A, Albanis T A. J Chromatogr A, 2004, 1026 (1/2) : 289
- [9] Ding Y R, Huang Y, Zhao T T, et al. Chinese Journal of Chromatography, 2014, 32 (6) : 629
丁怡然,黄云,赵婷婷,等. 色谱, 2014, 32 (6) : 629
- [10] Li Y, Zhang M, Yang Y X, et al. J Chromatogr A, 2014, 1358 : 60
- [11] Wu J W, Chen H C, Ding W H. J Chromatogr A, 2013, 1302 (15) : 20
- [12] Chen F J, Song Z Y, Nie J, et al. RSC Adv, 2016, 6 : 81877
- [13] Benede J L, Chisvert A, Giokas D L, et al. Talanta, 2016, 147 : 246
- [14] Rodil R, Benito Quintana J, Lopez-Mahia P, et al. Anal Chem, 2008, 80 (4) : 1307
- [15] Deng Y L, Li A T, Wang Y F, et al. Chinese Journal of Chromatography, 2018, 36 (3) : 253
邓玉兰,李傲天,王燕飞,等. 色谱, 2018, 36 (3) : 253
- [16] Wang T, Guo M, Song W, et al. Anal Methods, 2015, 7 (8) : 3385
- [17] Li J, Ma L, Tang M, et al. J Chromatogr A, 2013, 1298 : 1
- [18] Liu C, Liao Y M, Huang X J. J Chromatogr A, 2017, 1524 : 13
- [19] Yang Y, Li Y, Liu H, et al. J Chromatogr A, 2014, 1372 : 25
- [20] Bu Y N, Feng J J, Wang X Q, et al. J Chromatogr A, 2017, 1483 : 48