

高效液相色谱法手性分离联萘二酚苯甲酸酯对映体

王丽莉, 徐小静, 陈贵阳, 阮源萍*

(厦门大学化学化工学院化学系, 分析化学重点实验室, 福建 厦门 361005)

摘要:采用 Chirex (S)-LEU & (S)-NEA, Chiralcel OD-H 和 Chiraldak AD-H 手性色谱柱直接拆分了 2'-羟基-1, 1'-联萘-2-苯甲酸酯 (HBNB)、1, 1'-联萘-2, 2'-二苯甲酸酯 (BNDB) 和 2'-甲氧基-1, 1'-联萘-2-苯甲酸酯 (MBNB) 对映体。分别考察了流动相组成、柱温和化合物结构对手性分离的影响。结果表明: 3 对联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chiraldak AD-H 柱上的拆分效果最好。当采用正己烷/异丙醇 (40/60, v/v) 为流动相时, HBNB、BNDB 和 MBNB 对映体的分离因子 (α) 和分离度 (R_s) 分别为 1.76、1.74、1.40 和 6.47、7.81、4.75。对比联萘二酚 (BN) 的分离, 从联萘分子中 2 位取代基、对映体出峰顺序和热力学参数等方面探讨了相关手性分离机理。

关键词:高效液相色谱法; 对映体分离; 手性固定相; 联萘二酚苯甲酸酯

中图分类号: O658 文献标识码: A 文章编号: 1000-8713(2010)03-0305-06

Enantioseparation of 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates using high performance liquid chromatography

WANG Lili XU Xiaojing CHEN Guiyang RUAN Yuanping*

(Department of Chemistry, College of Chemistry and Chemical Engineering, Xiamen University,
Key Laboratory of Analytical Chemistry, Xiamen 361005, China)

Abstract The enantioseparations of 2'-hydroxy-1, 1'-binaphthyl-2-yl benzoate (HBNB), 1, 1'-binaphthyl-2, 2'-diyl dibenzoate (BNDB) and 2'-methoxy-1, 1'-binaphthyl-2-yl benzoate (MBNB) were studied on Chirex (S)-LEU & (S)-NEA cellulose tris(3, 5-dimethylphenylcarbamate) (Chiralcel OD-H) and amylose tris(3, 5-dimethylphenylcarbamate) (Chiraldak AD-H) columns respectively using high performance liquid chromatography. The effects of mobile phase, column temperature and compound structures on the enantioseparations were discussed. The Chiraldak AD-H exhibited stronger capability of enantioseparation in comparison with those of Chirex (S)-LEU & (S)-NEA and Chiralcel OD-H for 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates. When using the mobile phase of n-hexane/2-propanol (40/60, v/v), the chiral selectivities of HBNB, BNDB and MBNB were 1.76, 1.74 and 1.40 respectively. Moreover, in comparison with that of 1, 1'-bi-2-naphthol (BN), the mechanisms of the enantioseparation of 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates related to the substituted groups at 2-position, the elution orders and thermodynamic parameters were also discussed.

Keywords high performance liquid chromatography (HPLC); enantioseparation; chiral stationary phase; 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates

1, 1'-联萘-2, 2'-二酚 (联萘二酚, BN) 及其衍生物是一类典型的 C₂轴不对称化合物, 它们具有独特的立体化学结构, 在手性配体、手性诱导剂和手性催化剂以及不对称合成上得到了广泛应用^[1]。在分析测试中, 这类化合物还用于手性拆分剂^[2]、手性

固定相^[3]和手性分子识别传感器^[4]等研究。其中, 2取代联萘二酚衍生物不仅是联萘二酚进行 3, 3'-位取代时的关键中间产物^[5], 也是某些不对称反应的特殊试剂, 如联萘二酚芳酯是一类重要的二级醇不对称酰化试剂^[6]。因此, 开展联萘对映体的色谱

* 通讯联系人: 阮源萍, 教授. Tel (0592)2181521 E-mail ypruan@xmu.edu.cn

基金项目: 国家基础科学人才培养基金项目 (No. J0630429).

收稿日期: 2009-08-20

拆分研究, 不仅可以准确测定它们的对映体纯度, 而且对探讨相关的手性色谱拆分机理也有重要的参考意义。

$1,1'$ -联萘化合物的手性分离分析方法有高效液相色谱法(HPLC)^[7-13]和毛细管电泳^[14]等, 其中以联萘二酚及其某些衍生物对映体的手性高效液相色谱法报道最多, 如 Pirkle 手性柱^[7,8]、多糖类衍生物手性柱(Chiralcel OJ^[9]、Chiralcel OD^[9-11]和 Chiraldak AD^[12])等被用于联萘二酚及其某些衍生物对映体的分离。但对于联萘二酚苯甲酸酯对映体的色谱分析尚未见报道。

本文分别采用 Chirex (S)-LEU & (S)-NEA、Chiralcel OD-H 和 Chiraldak AD-H 3 种手性色谱柱对 3 对联萘二酚苯甲酸酯对映体进行分离, 研究了它们的色谱拆分行为, 并与联萘二酚对比, 从 BN 分子中 2 位取代基、对映体出峰顺序和温度效应等方面探讨了色谱拆分过程的手性识别机理。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

日本岛津公司高效液相色谱仪, 包括 LC-10ATVP 高压梯度泵、SPD-M 10AVP 二极管阵列检测器、CTO-10ASVP 柱温箱、Rheodyne 7725 进样阀、CLASS-VP 色谱工作站。美国 Phenomenex 公司的 Pirkle 脍型手性柱(Chirex (S)-LEU & (S)-NEA, 250 mm × 4.0 mm)。日本 Daicel 公司的纤维素-三(3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)手性柱(Chiralcel OD-H, 250 mm × 4.6 mm, 5 μm)和直链淀粉-三(3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)手性柱(Chiraldak AD-H, 250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 均带 10 mm 保护柱。薄层色谱硅胶板(烟台市芝罘黄务硅胶开发试验厂)。日本 Jasco 公司的 J-810 型圆二色光谱仪。

正己烷、乙醇、异丙醇均为国产分析纯试剂, 重蒸后使用。R-联萘二酚(R-BN)(纯度>99%)购自江苏无锡必胜化工有限公司。

1.2 联萘二酚苯甲酸酯的制备

BN 2'-羟基-1,1'-联萘-2-苯甲酸酯(HBNB)、1,1'-联萘-2,2'-二苯甲酸酯(BNDB)和2'-甲氧基-1,1'-联萘-2-苯甲酸酯(MBNB)的结构如图 1 所示。外消旋化合物由厦门大学化学化工学院陈安齐教授提供, R-HBNB 和 R-BNDB 标准样品由 R-BN 和苯甲酰氯反应合成, 所有样品均经硅胶柱纯化、红外光谱(IR)和核磁共振氢谱(^1H NMR)确认化学结构。单一的 MBNB 对映体采用 Chiraldak AD-H 柱分

离, 正己烷/乙醇(40/60 v/v)流动相洗脱进行微量制备, 并对其乙醇溶液进行圆二色光谱表征(见图 2), 其中在 230 nm 处, (+)-MBNB 呈正的 Cotton 效应, 而(-)-MBNB 呈负的 Cotton 效应, 对应的圆二色光谱曲线呈现镜像对称, 表明它们是一对对映体。硅胶薄层色谱实验(展开剂为石油醚-乙酸乙酯, 10:1, v/v)测得上述 4 个化合物的 R_f 值分别为 0.17, 0.33, 0.51 和 0.53, 表明它们的极性大小为 BN> HBNB> BNDB≈ MBNB。

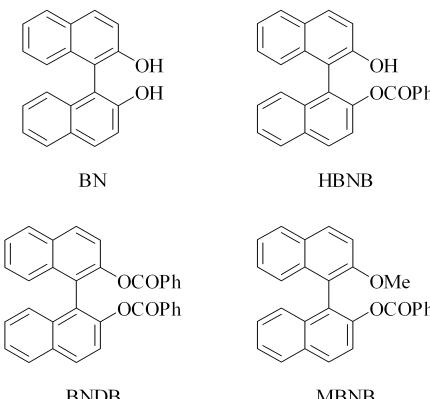


图 1 联萘二酚和联萘二酚苯甲酸酯的化学结构

Fig. 1 Structures of 1,1'-bi-2-naphthol and

1,1'-bi-2-naphthylbenzoates

BN: 1,1'-bi-2-naphthol; HBNB: 2-hydroxy-1,1'-binaphthyl-2-yl benzoate; BNDB: 1,1'-binaphthyl-2,2'-diyl dibenzoate; MBNB: 2-methoxy-1,1'-binaphthyl-2-yl benzoate

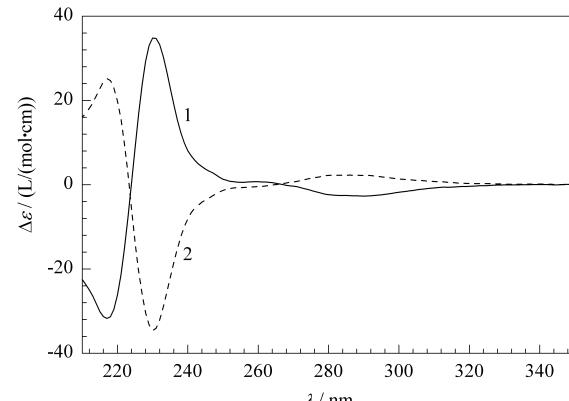


图 2 MBNB 乙醇溶液的圆二色光谱图

Fig. 2 Circular dichroism spectra of

MBNB in ethanol solution

1. (+)-MBNB 2. (-)-MBNB

1.3 色谱条件

Chirex (S)-LEU & (S)-NEA 手性柱分离的色谱条件: 分别采用三元流动相(正己烷/1,2-二氯乙烷/乙醇)和二元流动相(正己烷/乙醇), 流速 1.0 mL/m in, 以乙酸乙酯测定死时间。柱温 30 °C, 进样量 20 μL, 检测波长 275 nm。所有流动相经 0.45 μm 微孔膜过滤, 超声波脱气后使用。

Chiralcel OD-H 或 Chiraldak AD-H 手性柱分离的色谱条件: 采用二元流动相(正己烷 / 乙醇或异丙醇), 流速 0.75 mL/min, 以不保留的溶剂峰确定死时间。其他同 Chirex (S)-LEU & (S)-NEA 手性柱分离的色谱条件。

2 结果与讨论

2.1 Chirex (S)-LEU & (S)-NEA 柱的分离

当采用正己烷 / 1, 2-二氯乙烷 / 乙醇三元流动相时, 联萘二酚在 Chirex (S)-LEU & (S)-NEA 手性柱^[7]上得到了很好的分离; 改用正己烷 / 乙醇二元流动相时, 联萘二酚也很容易达到基线分离。在此基础上, 分别采用正己烷 / 1, 2-二氯乙烷 / 乙醇三元

流动相和正己烷 / 乙醇二元流动相两种流动相体系考察联萘二酚苯甲酸酯对映体的拆分行为, 结果见表 1。可见采用正己烷 / 1, 2-二氯乙烷 / 乙醇三元流动相的拆分效果略好于正己烷 / 乙醇二元流动相, 联萘化合物的保留顺序为 BN > HBNB > BNDB 拆分能力为 HBNB > BN > BNDB。降低流动相中乙醇(或 1, 2-二氯乙烷)的比例, 虽然可以延长保留时间, 但 BNDB 还是难以达到基线分离。这表明溶质的萘羟基不仅对保留作用贡献大, 而且是重要的手性识别位点。采用单一对映体标准样品对照, HBNB 和 BNDB 的对映体出峰顺序正好与 BN 相反, 均是 S-构型对映体先出峰。图 3 给出了部分联萘化合物手性拆分的色谱图。

表 1 联萘二酚及其衍生物对映体在 Chirex (S)-LEU & (S)-NEA 柱上拆分的色谱数据

Table 1 Data of enantioseparations of 1, 1'-bi-2-naphthol and its derivatives on a Chirex (S)-LEU & (S)-NEA column

Solute	MP I [*]					MP II [*]				
	Composition	k_1	k_2	α	R_s	Composition	k_1	k_2	α	R_s
BN	82/16/2	1.19	1.56	1.31	4.26	95/5	1.44	1.80	1.25	2.93
HBNB	94/6/0.05	4.49	8.26	1.84	6.00	95/5	0.85	1.09	1.28	2.96
BNDB	94/6/0.05	2.70	3.02	1.12	1.11	95/5	0.51	0.51	1.00	-
MBNB	94/6/0.05	3.09	3.09	1.00	-	95/5	0.47	0.47	1.00	-

* MP (mobile phase): I. n-hexane/1, 2-dichloroethane/ethanol (v/v/v); II. n-hexane/ethanol (v/v).

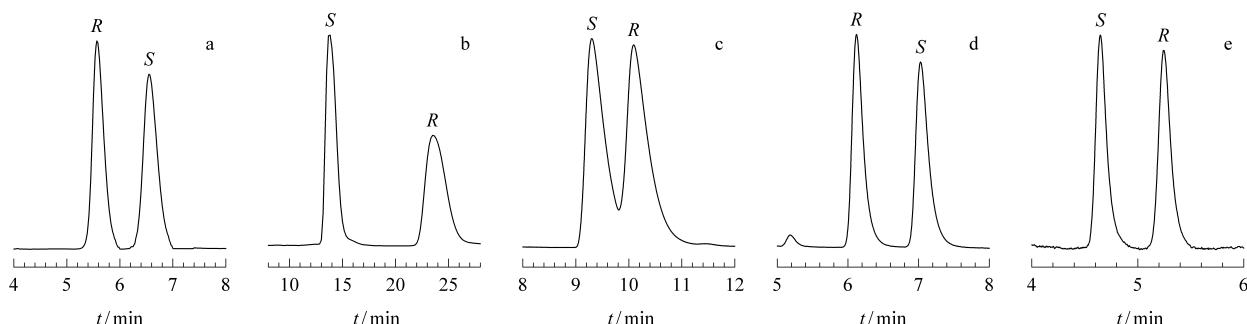


图 3 联萘二酚和联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chirex (S)-LEU & (S)-NEA 柱上拆分的色谱图

Fig. 3 Chromatograms of racemic 1, 1'-bi-2-naphthol and 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates on a Chirex (S)-LEU & (S)-NEA column

Mobile phases n-hexane/1, 2-dichloroethane/ethanol (v/v/v): a 82/16/2 for BN; b 94/6/0.05 for HBNB; c 94/6/0.05 for BNDB; n-hexane/ethanol (v/v): d 95/5 for BN; e 95/5 for HBNB.

2.2 Chiralcel OD-H 柱的分离

对于纤维素手性固定相, 文献上多采用 Chiralcel OJ 手性柱拆分联萘二酚^[9]。若采用正己烷 / 乙醇(或异丙醇)流动相, 联萘二酚在 Chiralcel OD-H 柱上难于达到良好的基线分离^[10]。表 2 给出联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chiralcel OD-H 柱上的拆分结果。以正己烷 / 乙醇 (85/15 v/v)流动相为例, 联萘化合物的保留顺序为: BN > HBNB > BNDB, 说明萘羟基与 Chiralcel OD-H 柱之间的氢键是最主要的作用力^[10]; 羟基中氢原子被苯甲酰基取代, 导致氢键能力减弱, 使保留时间缩短。就分离效果而言, HBNB 要好于 BN。改用正己烷 / 异丙醇 (90/

10 v/v)流动相, 其保留顺序不变, 但保留时间明显延长, 而 HBNB 的分离效果反而变差。这说明除了氢键作用外, 偶极-偶极、π-π 电子作用和手性固定相螺旋沟槽的包夹作用也会影响联萘对映体的手性拆分过程^[15]。在正己烷 / 乙醇 (95/5 v/v)为流动相的条件下, BNDB 和 MBNB 均有一定的拆分效果, 但仍未能达到基线分离; 改用正己烷 / 异丙醇 (95/5 v/v)为流动相, MBNB 的拆分效果得到明显的改善。无论采用乙醇还是异丙醇作为极性调节剂, 联萘对映体的出峰顺序均不会变化, 都是 R-BN, R-HBNB, S-BNDB 和 (+)-MBNB 对映体先流出(见图 4)。

表 2 联萘二酚和联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chiracel OD-H 柱上拆分的色谱数据

Table 2 Data of enantioseparations of 1, 1'-bi-2-naphthol and 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates on a Chiracel OD-H column

Solute	Composition	M Pl *				M PlI *				
		k_1	k_2	α	R_s	k_1	k_2	α	R_s	
BN	85/15	1.45	1.64	1.13	1.47	90/10	3.54	4.08	1.15	1.51
HBNB	85/15	0.83	1.08	1.30	2.43	90/10	1.51	1.68	1.11	1.23
BNDB	85/15	0.72	0.72	1.00	—	90/10	1.19	1.19	1.00	—
	95/5	1.15	1.22	1.06	0.66	95/5	1.68	1.68	1.00	—
MBNB	85/15	0.68	0.68	1.00	—	90/10	1.13	1.31	1.16	1.69
	95/5	1.11	1.19	1.07	0.84	95/5	1.60	1.90	1.19	2.18

* MP (mobile phases): I. n-hexane/ethanol (v/v); II. n-hexane/2-propanol (v/v).

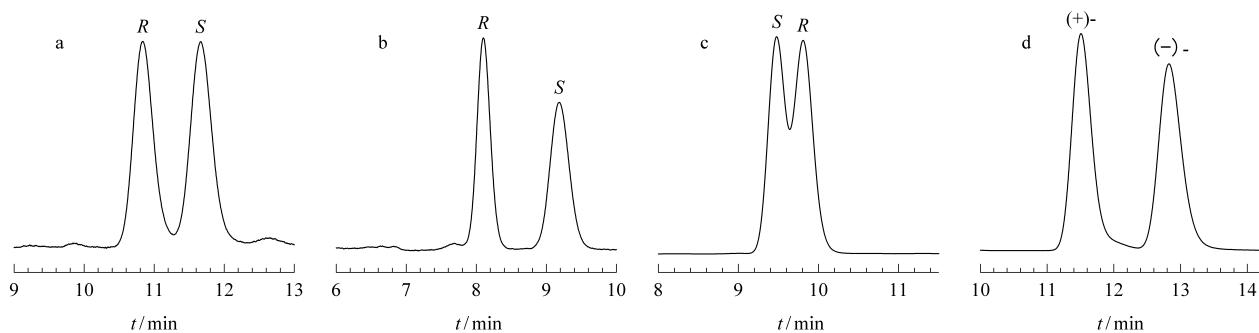


图 4 联萘二酚和联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chiracel OD-H 柱上拆分的色谱图

Fig. 4 Chromatograms of racemic 1, 1'-bi-2-naphthol and 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates on a Chiracel OD-H column

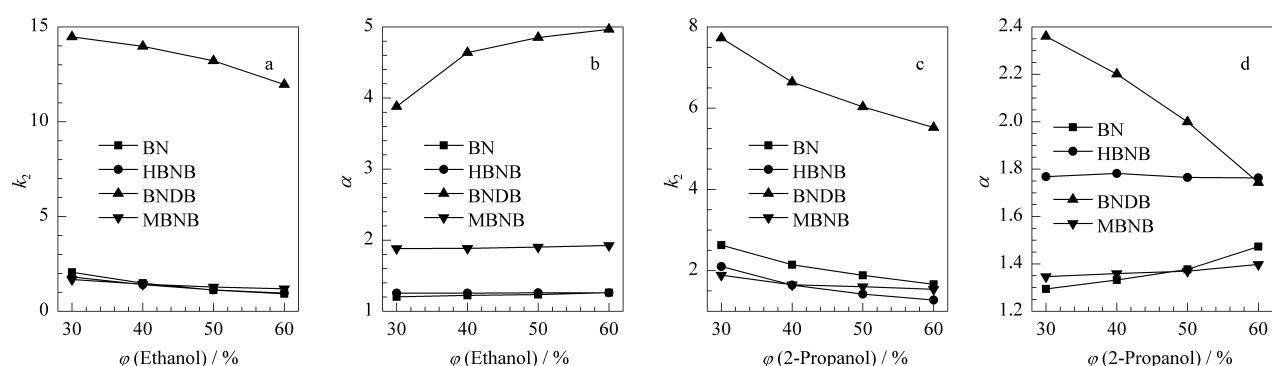
Mobile phases n-hexane/ethanol (v/v): a 85/15 for BN; b 85/15 for HBNB; c 95/5 for BNDB; n-hexane/2-propanol (v/v): d 95/5 for MBNB

2.3 Chiralkpak AD-H 柱的分离

Chiralkpak AD 可用于 BN^[12] 和某些 3, 3' 联萘二酚酸酯等对映体^[10] 的拆分。本文分别采用正己烷 / 乙醇和正己烷 / 异丙醇流动相体系, 考察联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chiralkpak AD-H 柱的色谱拆分行为。结果表明它们在 Chiralkpak AD-H 柱上均能得到很好的基线拆分。

图 5 给出流动相中乙醇或异丙醇含量对 4 对联萘化合物的 k_2 和 α 的影响。随着醇溶剂含量的增加, 联萘化合物的保留时间缩短; 除 BNDB 外, α 值变化不大。BN、HBNB 和 MBNB 的对映体出峰顺序

序保持不变, 均是 R-BN, R-HBNB 和 (+)-MBNB 先流出。值得注意的是: 与 Chiracel OD-H 柱分离不同, BNDB 在 Chiralkpak AD-H 柱上的保留因子和手性分离因子明显大于 BN 和 HBNB; 当采用正己烷 / 异丙醇 (40/60 v/v) 为流动相时, BNDB 的 k_R , k_S 和 α 分别为 3.17(S), 5.52(R) 和 1.74, 而以正己烷 / 乙醇 (40/60 v/v) 为流动相时, k_R , k_S 和 α 分别为 2.41(R), 11.96(S) 和 4.96。可见, 极性调节剂由异丙醇改为乙醇时, BNDB 在 Chiralkpak AD-H 柱上的拆分过程发生了一些戏剧性变化: 对映体出峰顺序发生逆转, k_R 明显减小, 而 k_S 明显增大, α 高达

图 5 醇含量对联萘二酚和联萘二酚苯甲酸酯对映体的保留因子 (k_2) 和分离因子 (α) 的影响Fig. 5 Influences of alcohols in mobile phases on retention factor (k_2) and separation factor (α) of racemic 1, 1'-bi-2-naphthol and 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates

Mobile phases a and b n-hexane/ethanol; c and d n-hexane/2-propanol

4.96 这些实验现象还难以用溶质和醇溶剂的极性解释, 可能是由于醇调节剂改变 Chiraldak AD-H 手性固定相的螺旋沟槽大小和立体环境^[15, 16], 引起色

谱保留机理和手性识别位点发生变化所致。图 6 给出了联萘对映体在 Chiraldak AD-H 柱上的拆分色谱图。

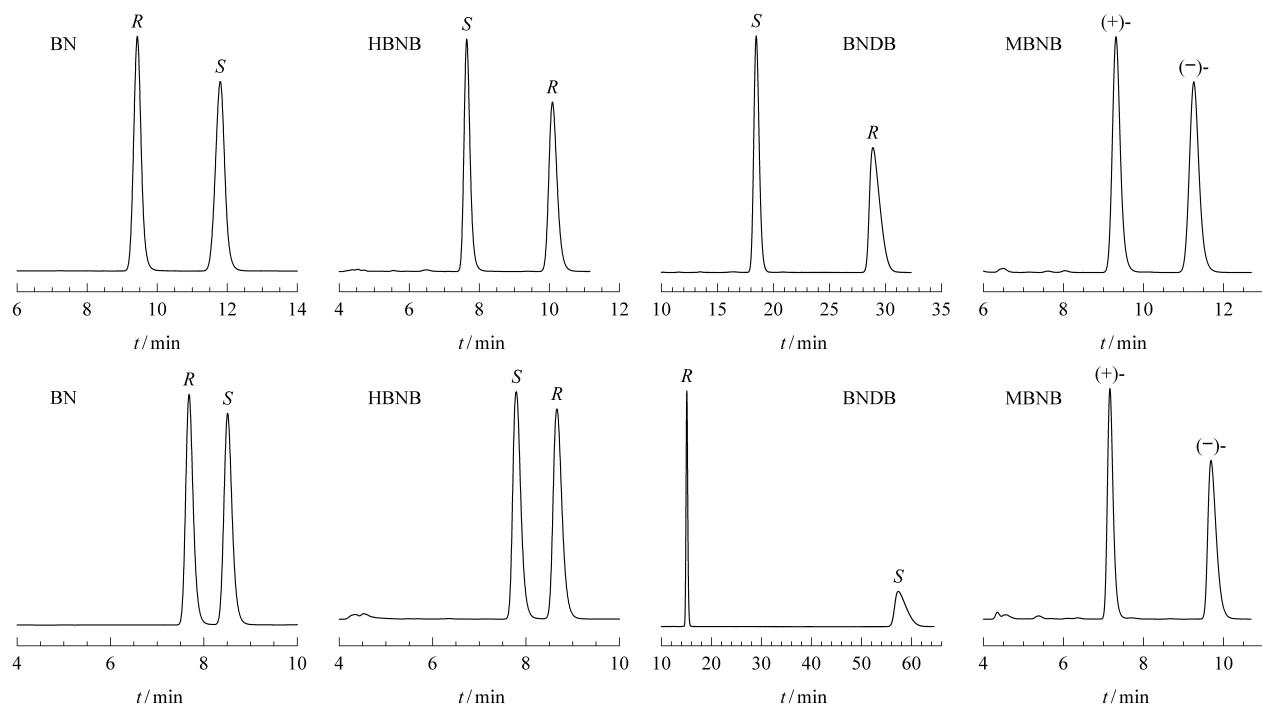


图 6 联萘二酚和联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chiraldak AD-H 上拆分的色谱图

Fig. 6 Chromatograms of racem 1, 1'-bi-2-naphthol and 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates on a Chiraldak AD-H column
Mobile phases n-hexane/2-propanol (40/60, v/v) for upper figures n-hexane/ethanol (40/60, v/v) for lower figures

2.4 柱温对手性分离的影响

分别在 15, 20, 25, 30 和 35 ℃下考察了联萘二酚和联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chiraldak AD-H 柱上拆分的温度效应。结果表明, 柱温 (T) 对它们的手性分离的影响不尽相同。随着柱温的升高, 对映体的 k 值均减小, 但 α 和 R_s 却有不同的变化。用 $\ln \alpha$ 对 $1/T$ 作图得到的 Van't Hoff 曲线呈现良好的线性关系 ($r > 0.99$), 由直线斜率和截距计算手性拆分过程的热力学参数 $\Delta(\Delta H^0)$ 和 $\Delta(\Delta S^0)$, 结果列于表 3。

采用正己烷 / 乙醇 (40/60, v/v) 作流动相, 除 HBNB 外, 其他 3 对对映体的 $\Delta(\Delta H^0)$ 和 $\Delta(\Delta S^0)$ 均为负值, 说明手性拆分过程为焓驱动, 柱温升高, α 和 R_s 值下降。其中, BNDB 的 $\Delta(\Delta H^0)$ 最大, 表明柱温对其 α 值影响最为明显, 柱温从 15 ℃升至 35

℃, α 值由 6.45 变为 4.68 减少 27%; HBNB 的 $\Delta(\Delta H^0)$ 和 $\Delta(\Delta S^0)$ 均为正值, 说明手性拆分过程为熵驱动, α 和 R_s 值均随着柱温的升高而略有增大。然而, 采用正己烷 / 异丙醇 (40/60, v/v) 作流动相, BN 的 α 值随着柱温的升高缓慢下降, $\Delta(\Delta H^0)$ 和 $\Delta(\Delta S^0)$ 均为负值, 表明分离过程仍然是焓控过程; HBNB 和 MBNB 的 α 值随着柱温的升高缓慢下降, $\Delta(\Delta H^0)$ 和 $\Delta(\Delta S^0)$ 值一负一正, 说明焓和熵对手性拆分均有贡献; BNDB 的 $\Delta(\Delta H^0)$ 和 $\Delta(\Delta S^0)$ 均为正值, 说明手性拆分过程为熵驱动, α 值随着柱温的升高明显减小, 柱温从 15 ℃升至 35 ℃, α 值由 1.51 变为 1.85 增加 22%。可见, Chiraldak AD-H 柱的温度效应是比较复杂的, 手性拆分驱动形式不仅与溶质的性质有关, 而且与醇类极性调节剂的性质有关^[17, 18]。

表 3 联萘二酚和联萘二酚苯甲酸酯对映体在 Chiraldak AD-H 柱上的表观热力学参数

Table 3 Thermodynamic parameters for 1, 1'-bi-2-naphthol and 1, 1'-bi-2-naphthol benzoates on a Chiraldak AD-H column

Solute	n-Hexane/ethanol (40/60, v/v)			n-Hexane/2-propanol (40/60, v/v)		
	$\Delta(\Delta H^0)$ / (kJ/mol)	$\Delta(\Delta S^0)$ / (J/(K·mol))	r	$\Delta(\Delta H^0)$ / (kJ/mol)	$\Delta(\Delta S^0)$ / (J/(K·mol))	r
BN	-1.25	-2.16	0.991	-2.49	-4.99	0.994
HBNB	0.75	4.49	0.991	-0.75	2.24	0.997
BNDB	-12.72	-28.52	0.994	7.48	29.51	0.995
MBNB	-4.74	-9.98	0.979	0.50	1.00	0.990

3 结论

对于 2'-羟基-1, 1'-联萘-2-苯甲酸酯、1, 1'-联萘-2, 2'-二苯甲酸酯和 2'-甲氧基-1, 1'-联萘-2-苯甲酸酯对映体, 在 Chiralpak AD-H 手性柱上呈现最好的拆分效果。采用正己烷 / 乙醇或正己烷 / 异丙醇流动相, 它们均能得到很好的基线分离。

在 Chirex (S)-LEU & (S)-NEA 手性柱上, 联萘对映体中的萘羟基对其手性拆分有重要的影响; 在 Chiralcel OD-H 手性柱上, 除了萘羟基的氢键作用外, 手性固定相的螺旋沟槽的包夹作用也会影响联萘对映体的手性拆分; 在 Chiralpak AD-H 手性柱上, 改变醇类调节剂可能会影响联萘对映体的出峰顺序和手性拆分驱动形式。

参考文献:

- [1] Brunel JM. Chem Rev. 2007, 107: 1
- [2] Cui X, Fu F M, Zhu J, et al. Chinese Journal of Analytical Chemistry (崔欣, 付芳敏, 朱槿, 等. 分析化学), 2002, 30(12): 1494
- [3] Lin X D, Ding J Y, Gao L X. Chinese Journal of Chromatography (刘旭东, 丁金英, 高连勋. 色谱), 2005, 23(2): 146
- [4] Beer G, Rurack K, Daub J. Chem Commun. 2001(12): 1138
- [5] Guo Q S, Lu Y N, Liu B, et al. J Organomet Chem, 2006, 691(6): 1282
- [6] Matsubara J, Otsubo K, Kawano Y, et al. Heterocycles, 2000, 52(1): 81
- [7] Ruan Y P, Ao X P, Chen A Q, et al. Journal of Xiamen University Natural Science (阮源萍, 敖小平, 陈安齐, 等. 厦门大学学报: 自然科学版), 2002, 41(2): 217
- [8] Wang W, Fan W J, Zhu Q, et al. Journal of Instrumental Analysis (翁文, 范文静, 朱钦, 等. 分析测试学报), 2008, 27(7): 721
- [9] Nakajima M, Miyoshi I, Kanayama K, et al. J Org Chem, 1999, 64: 2264
- [10] Li C P, Yang H L, Li J H, et al. Chinese Journal of Analytical Chemistry (李成平, 杨会来, 李景华, 等. 分析化学), 2006, 34(8): 1133
- [11] Loukotková L, Rambousková M, Bosáková Z, et al. Chirality, 2008, 20: 900
- [12] Meca L, Reha D, Havlas Z. J Org Chem, 2003, 68: 5677
- [13] Li L H, Lin L, Luo Y, et al. Chinese Journal of Chromatography (李丽虹, 刘岚, 罗勇, 等. 色谱), 2006, 24(6): 574
- [14] Mofaddel N, Kraján H, Villén I D, et al. J Chromatogr A, 2008, 1211: 142
- [15] Wang T, Chen Y W, Vailaya A. J Chromatogr A, 2000, 902: 345
- [16] Hehny R, Wang T. J Sep Sci, 2005, 28: 189
- [17] Wang F, O'Brien T, Dowling T, et al. J Chromatogr A, 2002, 958: 69
- [18] Wang W, Yao B X, Chen X Q, et al. Progress in Chemistry (翁文, 姚碧霞, 陈秀琴, 等. 化学进展), 2006, 18(7/8): 1056