

液相色谱法测定化妆品中4种禁用酚类物质

吴楚森, 王斌, 梁明, 冼燕萍, 吴玉奎*, 王莉,
陈杰锋, 郭新东, 刘冬虹

(广州质量监督检测研究院, 广东 广州 511447)

摘要:建立了水基类、乳液类、膏霜类、粉类和蜡基类化妆品中4种禁用酚类物质(间苯三酚、4-硝基愈创木酚、酚酞和地乐酚)含量测定的液相色谱方法。样品经溶剂萃取, 氮吹浓缩后采用优化的定容液定容, 以液相色谱保留时间和紫外吸光度定性, 外标法定量。结果表明, 4种禁用酚类物质在一定浓度范围内线性关系良好, $r^2 > 0.99$, 方法的检出限(LOD)为1.5~6.0 mg/kg, 定量下限(LOQ)为5.0~20.0 mg/kg。4种禁用酚类物质的平均回收率为81.3%~100%, 相对标准偏差(RSD)为1.0%~8.2%。方法前处理简单、操作性强, 适用于化妆品中4种禁用酚类物质的检测。

关键词:液相色谱法; 化妆品; 禁用酚类物质

中图分类号: O657.72; TQ457.25 文献标识码: A 文章编号: 1004-4957(2019)08-0985-05

Determination of 4 Banned Phenols in Cosmetics by High Performance Liquid Chromatography

WU Chu-sen, WANG Bin, LIANG Ming, XIAN Yan-ping, WU Yu-luan*, WANG Li,
CHEN Jie-feng, GUO Xin-dong, LIU Dong-hong

(Guangzhou Quality Supervision and Testing Institute, Guangzhou 511447, China)

Abstract: A high performance liquid chromatographic (HPLC) method was developed for the determination of 4 banned phenols, i. e. phloroglucinol, 4-nitroguaiacol, phenolphthalein and dinoseb in water-based, emulsions, creams, powder and waxy-based cosmetics. After a clean-up process of vortex extraction and nitrogen blowing concentration, the analytes were redissolved with optimized solvent. The qualitative analysis was based on retention time and ultraviolet absorbance, while quantitative analysis was performed by the external standard method. There existed good linear relationships for four analytes in the certain concentration range, with correlation coefficients (r^2) more than 0.99. The limits of detection (LOD) and limits of quantitation (LOQ) for 4 banned phenols were in the ranges of 1.5 - 6.0 mg/kg and 5.0 - 20.0 mg/kg, respectively. The spiked recoveries for four analytes were in the range of 81.3% - 100% with relative standard deviations (RSD) of 1.0% - 8.2%. The developed method was applicable for the determination of 4 banned phenols in cosmetic with simple pretreatment and easy operation.

Key words: high performance liquid chromatography (HPLC); cosmetic; banned phenols

我国化妆品行业迅速发展, 近两年来一直保持18%~20%增长, 化妆品已经成为人们生活的必需品, 我国现也成为仅次于美国的全球第二大化妆品市场^[1]。其中, 美白类化妆品的产量得到快速增长, 2019年将占据半壁江山^[2]。研究表明, 酪氨酸酶是人体内参与黑色素合成的关键酶, 因此可通过抑制酪氨酸酶的活性来阻断黑色素生成, 从而达到美白效果。带有酚羟基的化合物(如间苯三酚、4-硝基愈创木酚、酚酞、地乐酚)因具有与酪氨酸酶相似的结构特征, 多用作酪氨酸酶的抑制剂^[3], 从而起到一定的美白效果。但间苯三酚具有致敏性, 可引起呕吐等急性中毒。酚酞会引起口腔炎症。4-硝基愈创木酚和地乐酚对皮肤均有一定的刺激性, 且地乐酚有剧毒。因此, 我国现行的《化妆品安全技术规范》(2015年版)对化妆品中禁、限用组分进行了明确规定, 其中间苯三酚、4-硝基愈创木酚、酚酞和

收稿日期: 2019-04-11; 修回日期: 2019-05-10

基金项目: 2016年广东省地方标准制修订计划项目(第一批)(粤质监标函[2016]666号)

*通讯作者: 吴玉奎, 博士, 教授级高级工程师, 研究方向: 食品相关产品质量安全、风险预警研究, E-mail: docwu@126.com

地乐酚列为禁用组分^[4], 欧盟 REACH 法规还将酚酞和地乐酚列入高关注物质清单^[5]。

巨大的市场发展潜力对化妆品产品质量控制和产品安全性能提出了更高的要求。现阶段化妆品、环境水样及保健品中酚类物质的检测方法已有报道, 如液相色谱法^[6-7]、气相色谱-质谱法^[8]、液相色谱-串联质谱法^[9-10]、离子色谱法^[11-12]等。但化妆品中间苯三酚、4-硝基愈创木酚、酚酞和地乐酚的同时检测方法未见报道。

由于化妆品形态多样(包括固体、液体、乳状等), 各类样品基体不同, 成分复杂, 基质干扰多, 需根据检测目标选择合适的样品前处理技术^[13]。本文采用溶剂萃取的方式, 氮气吹干后用溶剂复溶, 再采用高效液相色谱(HPLC)测定, 优化了提取溶剂与复溶溶剂的种类, 建立了水基类、乳液类、膏霜类、粉类及蜡基类化妆品中间苯三酚、4-硝基愈创木酚、酚酞和地乐酚的液相色谱检测方法。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与材料

高效液相色谱仪: 配二极管阵列检测器(1260, 美国安捷伦科技公司); 分析天平: 感量 0.01 g (M22002/02, 瑞士梅特勒托利多公司)和 0.1 mg (XP105, 瑞士梅特勒托利多公司); 涡旋振荡器(MS3 型, 德国艾卡公司): 最高转速不低于 3 000 r/min; 离心机(KDC-40, 科大中仪公司): 最高转速不低于 4 000 r/min; 超声波清洗仪(KQ-500E, 昆山市超声仪器公司); 氮吹浓缩仪(N-EVAP 112, 美国 Organomation 公司); 超纯水仪(PURELAB Pulse, 英国 ELGA 公司)。

间苯三酚、地乐酚、4-硝基愈创木酚和酚酞标准品(纯度大于 96%, 德国 Dr. Ehrenstorfer 公司); 乙腈(色谱纯, 美国 Fisher 公司), 甲醇、乙酸乙酯、丙酮、氯化钠、四氢呋喃、磷酸、乙酸铵(分析纯, 广州化学试剂厂), 超纯水(18.2 M Ω ·cm)。

1.2 标准工作溶液的配制

用 1 mL 丙酮溶解适量的间苯三酚、地乐酚、4-硝基愈创木酚和酚酞标准品, 再用乙腈配成质量浓度为 5 000.0 mg/L 的单标标准贮备液。分别吸取 4 种化合物单标贮备液各 2 mL, 用乙腈定容至 10 mL, 配成质量浓度为 1 000.0 mg/L 混合标准中间液, 置于 4 °C 避光保存。临用前, 用乙腈将混合标准中间液逐级稀释至所需浓度的系列标准工作溶液。

1.3 样品处理

1.3.1 水基类、乳液类、膏霜类、粉类 称取试样 0.2 g(精确至 0.01 g)于 15 mL 具塞塑料离心管中, 加入 2.0 mL 提取溶剂(水基类: 乙酸乙酯; 膏霜类: 甲醇; 乳液类、粉类: 甲醇+丙酮(1:1, 体积比)), 3 000 r/min 涡旋振荡 2 min。粉类化妆品提取液 11 000 r/min 离心 3 min, 取上清液过 0.45 μ m 滤膜, 待测定。水基类、膏霜类和乳液类化妆品则取提取液上清液, 40 °C 氮吹至干。依次加入 100 μ L 乙腈和 900 μ L 水, 分别涡旋复溶取出, 合并溶液, 11 000 r/min 离心 3 min, 取上清液过 0.45 μ m 滤膜, 待测定。

1.3.2 蜡基类 称取试样 0.1 g(精确至 0.01 g)于 15 mL 具塞塑料离心管中, 加入 1 mL 四氢呋喃, 涡旋溶解后加入 2 mL 甲醇, 3 000 r/min 涡旋振荡 2 min, 4 000 r/min 离心 3 min, 取上清液, 40 °C 氮吹至干, 依次加入 100 μ L 四氢呋喃和 900 μ L 甲醇+丙酮(1:1)溶剂, 分别涡旋复溶取出, 合并溶液, 11 000 r/min 离心 3 min, 取上清液过 0.45 μ m 滤膜, 待测定。

1.4 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C₁₈柱, 5 μ m, 250 mm \times 4.6 mm(i. d.); 流速: 0.8 mL/min; 流动相 A: 乙腈, B: 10 mmol/L 乙酸铵(含 0.2% 磷酸); 流动相梯度: 0~1 min, 10% A; 1~5 min, 10%~25% A; 5~7 min, 25%~40% A; 7~9 min, 40%~70% A; 9~12 min, 70% A; 12~15.01 min, 70%~95% A; 15.01~17 min, 95% A; 17~17.01 min, 95%~10% A; 17.01~20 min, 10% A; 柱温: 40 °C; 检测波长: 230 nm; 进样量: 10 μ L。

2 结果与讨论

2.1 流动相选择

比较了分别以乙腈+水和乙腈+10 mmol/L 乙酸铵为流动相时 4 种酚类的分离效果。结果表明, 4

种酚类在乙腈 + 10 mmol/L 乙酸铵的流动相体系中可获得更好的分离度,但地乐酚的峰形较差,这是由于酚羟基易解离出氢离子,离子态的地乐酚易导致其色谱峰展宽。通过加入 0.2% 磷酸,调节溶液 pH 值至 3.0,地乐酚在此缓冲盐体系下呈分子态,经 C_{18} 柱分离后峰形尖锐、对称。综合考虑,选择乙腈 + 10 mmol/L 乙酸铵(含 0.2% 磷酸)为流动相体系。

2.2 梯度洗脱程序的优化

液相色谱通常采用梯度洗脱以使复杂样品中的各组分能按各自适宜的容量因子(k)达到良好的分离效果。本实验考察了乙腈 + 10 mmol/L 乙酸铵(含 0.2% 磷酸)为流动相的梯度洗脱程序。按“1.4”的优化梯度洗脱程序可使 4 种酚类物质达到基线分离,其液相色谱图见图 1。

2.3 检测波长的选择

考察了 4 种酚类物质的紫外吸收光谱图。结果显示,间苯三酚的最大紫外吸收波长为 225 nm,4-硝基愈创木酚在 240 nm 和 340 nm 有最大紫外吸收,酚酞在 230 nm 和 280 nm 处有最大紫外吸收,地乐酚的最大紫外吸收波长为 270 nm。为了兼顾 4 种酚类的紫外吸收,且获得比例合理的各峰强度,最终选择检测波长为 230 nm。

2.4 提取溶剂种类的优化

2.4.1 水基类、乳液类及膏霜类化妆品 针对水基类、乳液类及膏霜类化妆品,选取甲醇、乙腈、乙酸乙酯、水 + 丙酮(1:1,体积比)、丙酮 + 甲醇(1:1,体积比)和丙酮作为提取溶剂,考察了不同提取溶剂对 4 种化合物提取回收率的影响,结果如图 2 所示。数据表明,乙酸乙酯对水

基类化妆品中 4 种酚类的提取效果优于甲醇和乙腈,且乙酸乙酯与水不互溶,简单离心后即可实现分离。对于乳液类化妆品,由于其不溶于乙酸乙酯,涡旋提取时聚成团状,溶剂无法渗透样品,导致 4 种酚类物质的回收率均较低;但采用甲醇、水 + 丙酮(1:1)时,间苯三酚和地乐酚的回收率也较低,无法满足检测需求;而采用丙酮 + 甲醇(1:1)混合溶剂时,乳液类化妆品可在溶剂中分散,4 种酚类的回收率较高。膏霜类化妆品中,乙酸乙酯对 4 种酚类物质的提取效果差、回收率低;甲醇和丙酮对 4 种酚类的回收率相近;采用丙酮提取时,共萃杂质多、色谱基线高、干扰峰多。综合考虑,分别采用乙酸乙酯、丙酮 + 甲醇(1:1)、甲醇作为水基类、乳液类和膏霜类化妆品的提取溶剂。

2.4.2 粉类化妆品 由于粉类化妆品呈细微粉末状,本实验选择丙酮 + 甲醇(1:1)溶剂进行提取,此时丙酮分子能有效浸润粉末,减小溶剂进入样品基体的阻滞,增加甲醇进入样品基体的扩散,从而使得甲醇能有效地提取 4 种酚类物质。

2.4.3 蜡基类化妆品 蜡基类化妆品因常加入蜂蜡等蜡质,呈粘性块状。由于其样品基质复杂,直接采用常规溶剂提取效果不佳。采用四氢呋喃可有效溶解蜡质样品,使其分散。由于蜡不溶于甲醇等极性溶剂,加入四氢呋喃分散后再加入甲醇,在提取目标物的同时可使蜡质形成沉淀除去。

2.5 样品待测液复溶条件的优化

样品经溶剂萃取后,为提高检测灵敏度,将待测液 40 °C 氮吹至干后选用合适的溶剂进行复溶,定容至 1 mL 待测。针对水基类、乳液类和膏霜类化妆品,考察了乙腈、甲醇、乙腈 + 水(1:9)3 种溶剂的复溶效果。结果显示,采用单纯有机相进行复溶时,间苯三酚的色谱出峰时间前移,色谱响应低。选择乙腈 + 水(1:9)混合溶剂进行复溶时,间苯三酚的色谱出峰时间无漂移,且色谱峰响应高,但地乐酚的色谱峰响应降低至纯溶剂提取时的 20% 以下。3 种提取溶剂对 4-硝基愈创木酚和酚酞的色谱峰

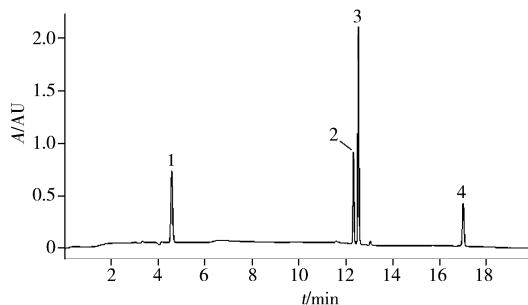


图 1 4 种酚类物质的高效液相色谱图

Fig. 1 Chromatogram of 4 phenols

1. phloroglucinol, 2. 4-nitroguaiacol, 3. phenolphthalein, 4. dinoseb

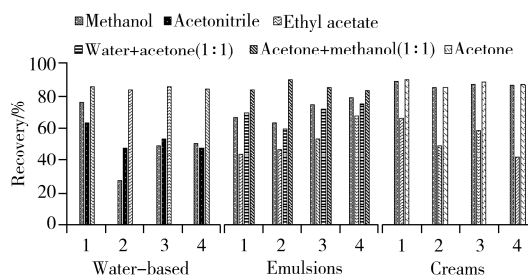


图 2 不同提取溶剂对 4 种酚类的提取回收率

Fig. 2 Extraction recoveries of 4 phenols by different solvents

1. phloroglucinol, 2. dinoseb, 3. 4-nitroguaiacol, 4. phenolphthalein

形和响应均无显著影响。由于单独使用纯有机溶剂和水对间苯三酚和地乐酚有显著影响, 拟先加入 100 μL 乙腈对样品进行复溶后取出, 再加入 900 μL 水复溶取出, 合并两次溶液。实验结果显示, 采用该方法可以兼顾间苯三酚和地乐酚, 获得良好的色谱峰形和响应。

蜡基类化妆品待测液在氮吹至干后, 仍有少量蜡质残留, 加入乙腈 + 水(1 : 9)溶液复溶后, 溶液浑浊, 离心后测定, 4 种酚类物质的色谱峰响应降低。拟加入少量四氢呋喃复溶, 再加入乙腈 + 水(1 : 9)复溶合并, 复溶液浑浊, 各化合物的回收率低。选用丙酮 + 甲醇(1 : 1)进行复溶合并时, 复溶液澄清, 各化合物的回收率高。因此, 最终复溶方式为先加入 100 μL 四氢呋喃对样品进行复溶后取出, 再加入 900 μL 丙酮 + 甲醇(1 : 1)复溶取出, 合并两次复溶液。

粉类化妆品采用 1 mL 丙酮 + 甲醇(1 : 1)直接提取, 无须进行氮吹和复溶操作, 实验步骤简单快捷。

2.6 线性范围、检出限与定量下限

采用优化方法对 4 种酚类物质进行线性与灵敏度考察, 并分别按信噪比(S/N)为 3 和 10 计算检出限(LOD)和定量下限(LOQ)。以目标化合物浓度(x , mg/kg)为横坐标, 响应值的峰面积(y)为纵坐标建立标准曲线, 计算目标化合物的线性范围、线性方程及相关系数。结果显示, 4 种待测物在 5 ~ 500 mg/kg 范围内线性良好, $r^2 > 0.99$, LOD 为 1.5 ~ 6.0 mg/kg , LOQ 为 5.0 ~ 20.0 mg/kg (见表 1)。

表 1 4 种酚类物质的线性范围、线性方程、相关系数(r^2)、检出限及定量下限
Table 1 Linear ranges, linear equations, correlation coefficients(r^2), LOD and LOQ of four phenols

Matrix type	Compound	Linear range (mg/kg)	Linear equation	r^2	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)
Water-based	Phloroglucinol	10 ~ 500	$y = 22.726x + 7.4136$	0.9987	3.0	10.0
	4-Nitroguaiacol	5 ~ 500	$y = 67.963x - 7.5695$	0.9987	1.5	5.0
	Phenolphthalein	5 ~ 500	$y = 19.461x + 6.5509$	0.9994	1.5	5.0
	Dinoseb	5 ~ 500	$y = 29.660x + 59.112$	0.9936	1.5	5.0
Emulsions	Phloroglucinol	10 ~ 500	$y = 30.041x + 24.885$	0.9985	3.0	10.0
	4-Nitroguaiacol	5 ~ 500	$y = 84.848x - 19.172$	0.9985	1.5	5.0
	Phenolphthalein	5 ~ 500	$y = 36.637x - 27.554$	0.9978	1.5	5.0
	Dinoseb	5 ~ 500	$y = 29.457x + 22.692$	0.9948	1.5	5.0
Creams	Phloroglucinol	10 ~ 500	$y = 31.751x + 22.350$	0.9985	3.0	10.0
	4-Nitroguaiacol	10 ~ 500	$y = 71.031x - 117.14$	0.9932	3.0	10.0
	Phenolphthalein	10 ~ 500	$y = 20.207x - 17.052$	0.9962	3.0	10.0
	Dinoseb	10 ~ 500	$y = 26.090x + 8.4953$	0.9987	3.0	10.0
Powder	Phloroglucinol	10 ~ 500	$y = 18.653x - 5.9760$	0.9914	3.0	10.0
	4-Nitroguaiacol	10 ~ 500	$y = 74.272x + 10.514$	0.9910	3.0	10.0
	Phenolphthalein	10 ~ 500	$y = 20.133x + 9.5796$	0.9998	3.0	10.0
	Dinoseb	10 ~ 500	$y = 30.884x - 0.80960$	0.9970	3.0	10.0
Waxy-based	Phloroglucinol	20 ~ 500	$y = 19.822x + 4.3692$	0.9997	6.0	20.0
	4-Nitroguaiacol	10 ~ 500	$y = 73.653x - 14.719$	0.9972	3.0	10.0
	Phenolphthalein	10 ~ 500	$y = 19.301x + 11.025$	0.9989	3.0	10.0
	Dinoseb	10 ~ 500	$y = 30.464x + 22.306$	0.9984	3.0	10.0

2.7 回收率与精密度

选取阴性水基类、乳液类、膏霜类、粉类及蜡基类化妆品样品, 按本方法进行 3 个水平(1LOQ、2LOQ、10LOQ)的加标回收实验。每个水平平行测定 6 次, 回收率与相对标准偏差(RSD)见表 2。由实验可知, 在加标水平范围内, 间苯三酚的平均回收率为 81.3% ~ 99.7%, RSD 为 1.3% ~ 8.2%; 4-硝基愈创木酚的平均回收率为 81.9% ~ 94.2%, RSD 为 1.0% ~ 6.4%; 酚酞的平均回收率为 82.9% ~ 100%, RSD 为 1.8% ~ 6.9%; 地乐酚的平均回收率为 81.9% ~ 99.0%, RSD 为 1.5% ~ 7.1%。

2.8 实际样品的检测

随机抽取市售的 31 个化妆品, 其中水基类化妆品 6 个, 乳液类化妆品 8 个, 膏霜类化妆品 10 个, 粉类化妆品 4 个, 蜡基类化妆品 3 个, 按本方法进行检测, 31 个化妆品均未检出间苯三酚、4-硝基愈创木酚、酚酞及地乐酚。

表2 4种酚类物质的加标浓度、回收率及相对标准偏差
Table 2 Spiked levels, recoveries and RSDs of four phenols

Matrix type	Compound	Spiked (mg/kg)	Recovery (%)	RSD (%, n=6)
Water-based	Phloroglucinol	10.0, 20.0, 100.0	85.2, 82.0, 81.3	5.4, 3.2, 2.3
	4-Nitroguaiacol	5.0, 10.0, 50.0	86.0, 83.7, 81.9	5.1, 3.7, 3.7
	Phenolphthalein	5.0, 10.0, 50.0	84.7, 84.6, 82.9	3.2, 4.4, 3.9
	Dinoseb	5.0, 10.0, 50.0	85.1, 81.9, 84.7	1.6, 3.2, 3.7
Emulsions	Phloroglucinol	10.0, 20.0, 100.0	83.7, 83.6, 81.9	4.0, 8.2, 1.7
	4-Nitroguaiacol	5.0, 10.0, 50.0	83.1, 84.0, 88.1	1.0, 2.8, 6.1
	Phenolphthalein	5.0, 10.0, 50.0	85.6, 83.1, 91.5	5.0, 3.0, 1.8
	Dinoseb	5.0, 10.0, 50.0	90.7, 84.1, 99.0	2.4, 1.6, 2.9
Creams	Phloroglucinol	10.0, 20.0, 100.0	83.7, 90.4, 99.7	1.3, 4.6, 5.7
	4-Nitroguaiacol	10.0, 20.0, 100.0	88.4, 86.7, 89.1	5.0, 3.4, 1.4
	Phenolphthalein	10.0, 20.0, 100.0	85.1, 82.9, 100	6.9, 3.3, 1.6
	Dinoseb	10.0, 20.0, 100.0	84.1, 85.6, 86.0	1.9, 2.1, 3.3
Powder	Phloroglucinol	10.0, 20.0, 100.0	82.4, 83.4, 84.1	7.6, 1.3, 4.3
	4-Nitroguaiacol	10.0, 20.0, 100.0	85.7, 91.7, 94.2	6.4, 6.1, 3.1
	Phenolphthalein	10.0, 20.0, 100.0	87.2, 96.7, 97.5	2.9, 5.4, 3.8
	Dinoseb	10.0, 20.0, 100.0	88.2, 91.7, 94.6	7.1, 6.4, 5.9
Waxy-based	Phloroglucinol	20.0, 40.0, 200.0	85.1, 86.4, 99.4	3.7, 5.9, 6.4
	4-Nitroguaiacol	10.0, 20.0, 100.0	86.1, 92.7, 91.8	1.8, 1.9, 1.6
	Phenolphthalein	10.0, 20.0, 100.0	83.4, 85.2, 87.6	3.8, 4.6, 5.7
	Dinoseb	10.0, 20.0, 100.0	81.9, 88.4, 90.2	6.1, 5.5, 1.5

3 结 论

本研究建立了化妆品中禁用的间苯三酚、4-硝基愈创木酚、酚酞和地乐酚的检测方法。样品经溶剂提取、氮气吹干、复溶后采用高效液相色谱法测定,外标法定量。本方法前处理简单、灵敏度高,适用于水基类、乳液类、膏霜类、粉类及蜡基类化妆品中地乐酚等4种禁用物质的检测。

参考文献:

- [1] Xing S X, Wang G L. *Chin. J. Health Lab. Technol.* (邢书霞, 王钢力. 中国卫生检验杂志), **2017**, (22): 158-161.
- [2] Yang Y M, Wu X P. *Qual. Standard.* (杨轶眉, 吴秀萍. 质量与标准化), **2017**, (4): 41-44.
- [3] Zhang L Y, Li Q Y, Wang X B, Liu Y, Yu H Y. *Flavour Fragrance Cosmetics* (张良雨, 李启艳, 王小兵, 刘莹, 于海英. 香料香精化妆品), **2019**, (1): 69-73.
- [4] Year 2015 No. 268. Bulletin of State Food and Drug Administration (国家食品药品监督管理总局关于发布化妆品安全技术规范(2015年版)的公告(2015年第268号)). [2015-12-23]. <http://www.sda.gov.cn/WS01/CL0053/140161.html>
- [5] European Chemicals Agency: Candidate List of Substances of Very High Concern for Authorisation (欧盟化学品管理局: 需授权高度关注物质候选清单). [2012-12-19]. <https://echa.europa.eu/candidate-list-table>.
- [6] Zhao K X, Su Y, Chen X Y, Ge B K. *J. Instrum. Anal.* (赵孔祥, 苏毅, 陈旭艳, 葛宝坤. 分析测试学报), **2011**, 30(6): 701-704.
- [7] Zhang Y Q, Li H Z, Jia W, Quan W Y, Luan Y. *Chin. J. Health Lab. Technol.* (张玉黔, 李宏志, 贾薇, 权伍英, 栾燕. 中国卫生检验杂志), **2008**, (8): 1548-1550.
- [8] Chen J, Jiao H, Ye H Y, Bi Y J, Liu C, Zheng X, Zhan J, Lai W. *J. Instrum. Anal.* (陈捷, 焦红, 叶弘毅, 毕英杰, 刘超, 郑璇, 战静, 赖唯. 分析测试学报), **2012**, 31(3): 261-266.
- [9] Guo X D, Xian Y P, Chen L W, Wu W H, Luo H Y, Wu Y L. *J. Instrum. Anal.* (郭新东, 洗燕萍, 陈立伟, 吴文海, 罗海英, 吴玉奎. 分析测试学报), **2012**, 31(7): 848-852.
- [10] Liu J, Ji X N, Zuo Y, Qu H, Qiu X. *J. Mol. Sci.* (刘晶, 纪晓娜, 左妍, 曲红, 邱雪. 分子科学学报), **2014**, 30(3): 256-259.
- [11] Wu H W, Chen M L, Shou D, Zhu Y. *Chin. J. Anal. Chem.* (吴宏伟, 陈梅兰, 寿旦, 朱岩. 分析化学), **2012**, 40(11): 1747-1751.
- [12] Zhang X X, Li L, Gao Y N, Du L J, Yang Y Q, Zhao Y Y, Zhang Q. *Phys. Test. Chem. Anal.: Chem. Anal.* (张鑫鑫, 李霖, 郜雅楠, 杜利君, 杨燕强, 赵悠悠, 张琪. 理化检验-化学分册), **2018**, 54(12): 1419-1424.
- [13] Zhang Y S, Lin Z H, Hu Y L, Li G K. *J. Instrum. Anal.* (张艳树, 林振华, 胡玉玲, 李攻科. 分析测试学报), **2016**, 35(2): 127-136.

(责任编辑: 龙秀芬)