

CdTe 量子点同步荧光法测定番茄中链霉素残留

Determination of streptomycin residue by in tomatoes by Synchronous fluorescence of CdTe quantum dots

毛永强¹ 胡美娜¹ 李娜¹ 张丹¹ 毛晶²

MAO Yong-qiang¹ HU Mei-na¹ LI Na¹ ZHANG Dan¹ MAO Jing²

(1. 辽宁工程技术大学理学院, 辽宁 阜新 123000; 2. 天津大学材料科学与工程学院, 天津 300072;

3. 天津市材料复合与功能化重点实验室, 天津 300072)

(1. College of Science, Liaoning Technical University, Fuxin 123000, China;

2. School of Materials Science and Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, China;

3. Tianjin Key Laboratory of Composite and Functional Materials, Tianjin 300072, China)

摘要:采用水热法制备巯基乙酸修饰的 CdTe 量子点, 基于链霉素对 CdTe 量子点同步荧光强度的增强效应, 建立一种测定链霉素含量的同步荧光法, 并对测定条件如缓冲溶液 pH 值、量子点浓度和反应时间进行优化。样品经甲醇超声提取后, 加入含 1.0 mL CdTe 量子点溶液 (3.5×10^{-5} mol/L) 和 1.0 mL Tris—HCl 缓冲溶液 (pH=6.0) 的溶液中, 室温反应 10 min 后, 测定反应体系在 345 nm 处的同步荧光强度 ($\Delta\lambda=230$ nm)。结果表明, 链霉素浓度在 $5.0 \times 10^{-7} \sim 1.0 \times 10^{-5}$ mol/L 时与体系相对同步荧光强度存在良好的线性关系, 相关系数为 0.999 7, 检出限为 1.0×10^{-8} mol/L。该方法操作简单、快速、灵敏度高, 可用于番茄样品中链霉素残留的测定。

关键词: CdTe 量子点; 链霉素; 同步荧光法; 番茄

Abstract: Thioglycolic acid capped CdTe quantum dots (QDs) was prepared via hydrothermal synthesis method. Based on the synchronous fluorescence enhancement of CdTe QDs in the presence of streptomycin, a synchronous fluorescence method for the determination of streptomycin residue was established. Influence factors including pH value of buffer solution, concentration of CdTe QDs and reaction time were investigated. The samples were extracted with methanol by ultrasonic processing, and were added into the solution which was composed of 1.0 mL of CdTe quantum dots (3.5×10^{-5} mol/L) and 1.0 mL of Tris—HCl buffer solution (pH=6.0). After standing for 10 min, the synchronous fluorescence intensity were measured at

345 nm ($\Delta\lambda=230$ nm). The relative synchronous fluorescence intensity showed good lined relationship to streptomycin concentration in the range of $5.0 \times 10^{-7} \sim 1.0 \times 10^{-5}$ mol/L with the correlation coefficient of 0.999 7. The detection limit was 1.0×10^{-8} mol/L. With the advantages of simple, rapid and high sensitivity, the proposed method can be used in the determination of streptomycin residue in tomatoes samples.

Keywords: CdTe quantum dots; streptomycin residue; synchronous fluorescence method; tomatoes

链霉素 (streptomycin) 属氨基糖苷类抗生素, 对革兰氏阴性菌、部分阳性菌及结核分枝杆菌具有良好的抗菌活性, 已广泛用于多种蔬菜病害的防治^[1-2]。人类若长期食用链霉素污染的蔬菜, 可能会对人体的耳、肾功能造成严重损害^[3-4]。目前链霉素的测定方法主要有酶联免疫法^[5-6]、液相色谱法^[7]、液相色谱串联质谱法^[8-9]等。酶联免疫法易产生假阳性, 仅用于普通筛查; 液相色谱法和液相色谱串联质谱法灵敏度虽高, 但存在操作复杂、仪器昂贵、检测成本高等缺点^[10]。

近年来, 量子点 (quantum dots, QDs) 以其激发光谱宽、发射光谱窄、量子产率高和光稳定性好等优点, 引起研究者的广泛关注^[11-12]。与常规荧光法相比, 同步荧光法具有窄化光谱、选择性高和光散射干扰少等特点, 已经广泛应用于生化药物等分析检测领域^[13-14]。目前以量子点为荧光探针测定链霉素残留的研究较少。元晓云等^[15]基于链霉素使 TGA—CdTe 量子点荧光强度增强的特性, 建立测定链霉素含量的荧光法, 并成功用于黄瓜中链霉素残留的检测; 与标准方法相比, 该方法具有简单快速、灵敏度高、检出限低等优点。本试验在前人研究基础上, 以巯基乙酸为稳定剂水热制

基金项目: 国家科技支撑计划 (编号: 2013BAK06B07); 辽宁省教育厅科学研究项目 (编号: L2013138)

作者简介: 毛永强, 男, 辽宁工程技术大学讲师, 博士。

通讯作者: 李娜 (1976—), 女, 辽宁工程技术大学副教授, 硕士。

E-mail: linamaoyongqiang@126.com

收稿日期: 2015-10-25

备具有良好荧光性能的 CdTe 量子点,利用链霉素与量子点发生配位、氢键作用造成体系同步荧光强度增强与链霉素浓度的关系,建立测定链霉素含量的同步荧光法,并对测定条件进行优化,提高测定结果的准确度和可靠性,具有较强的实际意义。

1 材料与方法

1.1 试验试剂与仪器

碲粉(Te)、氯化镉(CdCl₂·2.5H₂O):分析纯,天津市科密欧化学试剂开发中心;

硼氢化钠(NaBH₄):分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

巯基乙酸(TGA):分析纯,天津市光复精细化工研究所;

氢氧化钠(NaOH):分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

链霉素(streptomycin):分析纯,阿拉丁试剂公司;

试验用水为二次蒸馏水;

荧光分光光度计:F-4500 型,日本日立公司;

紫外可见分光光度计:UV-3010 型,日本日立公司;

pH 计:pHS-3C 型,上海精密科学仪器;

恒温加热磁力搅拌器:DF-101S 型,山东鄞城华鲁电热仪器有限公司;

高速台式冷冻离心机:3-30K 型,德国西格玛有限公司;

数控超声波清洗器:KQ5200DB 型,昆山市超声仪器有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 CdTe 量子点的制备 根据文献[16]。称取 0.043 g 硼氢化钠和 0.080 g 碲粉溶于 5 mL 蒸馏水中,冰浴中反应 8 h,得到碲化氢钠溶液。称取 0.285 mg 氯化镉溶于 100 mL 蒸馏水中,磁力搅拌下加入 230 μL 巯基乙酸,用 1.0 mol/L 氢氧化钠调节溶液 pH 值至 11.0。将混合溶液加入 500 mL 三口烧瓶中,在氮气保护下,注入新制备的碲化氢钠溶液,100 ℃加热回流 2.0 h,即可得到巯基乙酸修饰的 CdTe 量子点。加入乙醇使 CdTe 量子点沉降,12 000 r/min 离心后除去上清液,沉淀重溶于蒸馏水中,4 ℃冰箱中保存备用。

1.2.2 波长差的选择 取 1.0 mL CdTe 量子点溶液和 1.0 mL Tris—HCl 缓冲溶液(pH=6.0)置于 10 mL 比色管中,然后加入 0.5 mL 的链霉素标准溶液(1.0×10⁻⁴ mol/L),蒸馏水定容至刻度,摇匀。另取 10 mL 比色管,不加链霉素标准溶液,同前法操作依次加入各种试剂并定容作空白。室温下反应 10 min 后,在波长差分别为 200,210,220,230,240,250 nm 条件下(激发和发射狭缝宽度均为 5 nm),测定反应体系同步荧光强度 *F* 和空白溶液的同步荧光强度 *F*₀,计算体系相对同步荧光强度 Δ*F*=*F*—*F*₀,并以 Δ*F* 对波长差绘制曲线,确定反应体系的最佳波长差和最大发射波长。

1.2.3 pH 值的选择 其它试剂不变,分别加入 pH 值为 5.0,5.5,6.0,6.5,7.0,7.5,8.0,8.5,9.0 的 Tris—HCl 缓冲溶液 1.0 mL,测定反应体系同步荧光强度 *F* 和空白溶液的同步荧光强度 *F*₀,计算体系相对同步荧光强度 Δ*F*,以 Δ*F* 对

Tris—HCl 缓冲溶液 pH 值绘制曲线,确定 Tris—HCl 缓冲溶液的最佳 pH 值。

1.2.4 量子点浓度的选择 其它试剂不变,分别加入浓度为 5.0×10⁻⁶,1.0×10⁻⁵,1.5×10⁻⁵,2.0×10⁻⁵,2.5×10⁻⁵,3.0×10⁻⁵,3.5×10⁻⁵,4.0×10⁻⁵ mol/L 的 CdTe 量子点溶液 1.0 mL,测定反应体系同步荧光强度 *F* 和空白溶液的同步荧光强度 *F*₀,计算体系相对同步荧光强度 Δ*F*,以 Δ*F* 对量子点浓度绘制曲线,确定量子点浓度的最佳浓度。

1.2.5 反应时间的选择 其它试剂不变,室温下分别反应 0,5,10,15,20,25,30 min 后,测定反应体系同步荧光强度 *F* 和空白溶液的同步荧光强度 *F*₀,计算体系相对同步荧光强度 Δ*F*,以 Δ*F* 对反应时间绘制曲线,确定最佳的反应时间。

1.2.6 标准曲线的绘制 取 1.0 mL CdTe 量子点溶液和 1.0 mL Tris—HCl 缓冲溶液(pH=6.0)置于 10 mL 比色管中,然后分别加入 0.0,0.1,0.2,0.3,0.4,0.5,0.6,0.7,0.8,0.9,1.0 mL 的链霉素标准溶液(1.0×10⁻⁴ mol/L),蒸馏水定容至刻度,摇匀。另取 10 mL 比色管,不加链霉素标准溶液,同前法操作依次加入各种试剂并定容作空白。室温下反应 10 min 后,在波长差为 230 nm 条件下(激发和发射狭缝宽度均为 5 nm),在 345 nm 处测定反应体系同步荧光强度 *F* 和空白溶液的同步荧光强度 *F*₀,计算体系相对同步荧光强度 Δ*F*,以 Δ*F* 为对链霉素浓度绘制标准曲线。

1.2.7 样品的预处理 新鲜番茄购于当地超市,组织搅碎机搅碎后充分混匀。准确称取 5.0 g 样品置于 100 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 甲醇,超声提取 10 min(功率 300 W,温度 20 ℃),离心后取上清液。沉淀转移至 100 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 甲醇超声(功率 300 W,温度 20 ℃)提取 2 次。上清液合并后转移至烧瓶,减压浓缩至 10 mL,转入 100 mL 容量瓶中,蒸馏水定容至刻度,置于 4 ℃冰箱中保存备用。

1.2.8 共存物质的影响 取 1.0 mL CdTe 量子点溶液(3.5×10⁻⁵ mol/L)、1.0 mL Tris—HCl 缓冲溶液(pH=6.0)和 0.5 mL 的链霉素标准溶液(1.0×10⁻⁴ mol/L)置于 10 mL 比色管中,然后分别加入 K⁺、Na⁺、Mg²⁺、Ca²⁺、Zn²⁺、Fe²⁺、V_A、V_C、V_E、烟酸各 1.0 mL,蒸馏水定容至刻度,摇匀。另取 10 mL 比色管,不加各种共存物质,同前法操作依次加入各种试剂并定容作空白。室温下反应 10 min 后,在波长差为 230 nm 条件下(激发和发射狭缝宽度均为 5 nm),在 345 nm 处测定反应体系同步荧光强度 *F* 和空白溶液的同步荧光强度 *F*₀,考察番茄中共存物质对链霉素含量测定的影响。

1.2.9 样品中链霉素的测定 采用测定一系列链霉素标准溶液相同的条件,测定样品提取液的同步荧光强度,根据标准曲线方程计算样品中链霉素含量。同时在样品提取液中加入一定体积的链霉素标准溶液(1.0×10⁻⁴ mol/L),测定体系的同步荧光强度,并计算加标回收率。

2 结果与讨论

2.1 反应体系的光谱性质

图 1 为所制备 CdTe 量子点的紫外—可见吸收光谱、荧

光光谱、同步荧光光谱和 CdTe 量子点—链霉素体系的同步荧光光谱。由图 1 可知, CdTe 量子点的紫外—可见吸收光谱中第一激子吸收峰明显, 其最大吸收峰位于 430 nm。当激发波长为 350 nm 时, CdTe 量子点的荧光发射峰位于 450 nm; 而当波长差为 230 nm 时, CdTe 量子点的同步荧光发射峰位于 345 nm。与荧光光谱相比, 同步荧光光谱的峰形更窄、更对称, 荧光强度也更强。同时, 当少量链霉素加入 CdTe 量子点溶液后, CdTe 量子点的同步荧光峰位不变, 但同步荧光强度显著增强, 据此建立测定链霉素含量的同步荧光法。

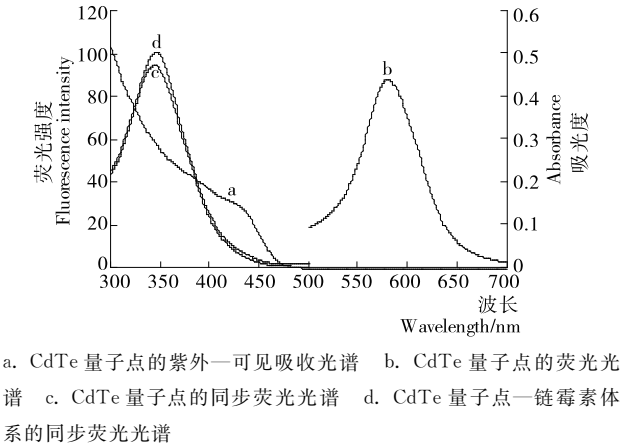


图 1 CdTe 量子点的紫外—可见吸收光谱、荧光光谱、同步荧光光谱和 CdTe 量子点—链霉素体系的同步荧光光谱

Figure 1 Absorbance spectrum, fluorescence spectrum and synchronous fluorescence spectrum of CdTe QDs and synchronous fluorescence spectrum of CdTe QDs-streptomycin system

2.2 测定条件的优化

2.2.1 波长差的选择 在不同波长差条件下, 分别测定 CdTe 量子点、链霉素及 CdTe 量子点—链霉素体系的同步荧光强度。结果发现, 当波长差为 230 nm 时, CdTe 量子点同步荧光发射峰位于 345 nm, 链霉素对 CdTe 量子点同步荧光的增强效应最大且分辨率较高。因此试验选择波长差为 230 nm 进行同步荧光强度测定。

2.2.2 pH 值的选择 考察 Tris—HCl 缓冲溶液 pH 值对体系相对同步荧光强度 ΔF 的影响, 结果见图 2。由图 2 可知, 随着缓冲溶液 pH 值的增加, ΔF 先增后减; 当 pH 值 6.0 时, ΔF 达到最大值。这是因为当 pH 值为 6.0 时, CdTe 量子点表面部分巯基乙酸因质子化作用脱离其表面, 量子点同步荧光强度显著降低; 同时链霉素分子中氨基 ($-NH_2$) 质子化形成铵盐 ($-NH_3^+$), 提高其与 CdTe 量子点表面过量 Cd^{2+} 的配位作用和量子点表面巯基乙酸的羧基 ($-COOH$) 的氢键作用, 链霉素对 CdTe 量子点同步荧光强度的增强效应显著。当 pH 值小于 6.0 时, CdTe 量子点表面大部分巯基乙酸因质子化作用脱离其表面, 量子点不稳定, 同步荧光强度显著降低; 而当 pH 值大于 6.0 时, 链霉素分子中氨基 ($-NH_2$) 仅小部分质子化形成铵盐 ($-NH_3^+$), 与 CdTe 量子点表面 Cd^{2+} 的配位作用和量子点表面巯基乙酸的羧基 ($-COOH$)

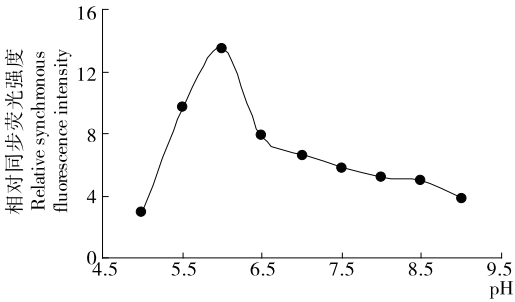


图 2 pH 值对体系相对同步荧光强度的影响

Figure 2 Effect of pH value on relative synchronous fluorescence intensity

的氢键作用降低, 链霉素对 CdTe 量子点同步荧光强度的增强效应不明显。因此试验选择在 pH 值 6.0 的 Tris—HCl 缓冲溶液中进行。

2.2.3 量子点浓度的选择 由图 3 可知, ΔF 随 CdTe 量子点浓度的增加先增加后减小, 当 CdTe 量子点浓度为 3.5×10^{-6} mol/L 时, ΔF 达到最大。这是因为量子点浓度过低时, 链霉素对 CdTe 量子点同步荧光强度的增强效应显著, 灵敏度高但线性范围较窄。而当量子点浓度过大时, 链霉素对 CdTe 量子点同步荧光强度的增强效应不明显, 导致测定灵敏度低。考虑到线性范围和灵敏度, 后续试验选择 CdTe 量子点浓度为 3.5×10^{-6} mol/L。

2.2.4 反应时间的选择 由图 4 可知, 体系反应 10 min 后达到平衡, ΔF 也趋于稳定, 并维持 20 min 不变。因此试验选择 10 min 后测定体系同步荧光强度。

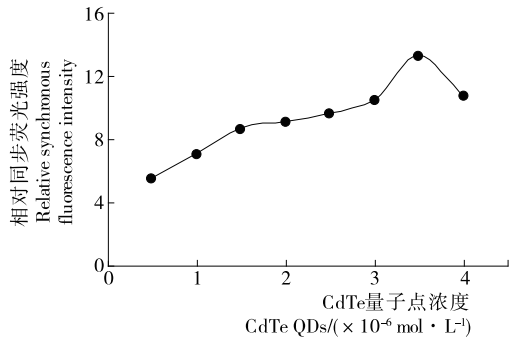


图 3 CdTe 量子点浓度对体系相对同步荧光强度的影响

Figure 3 Effect of CdTe QDs concentration on relative synchronous fluorescence intensity

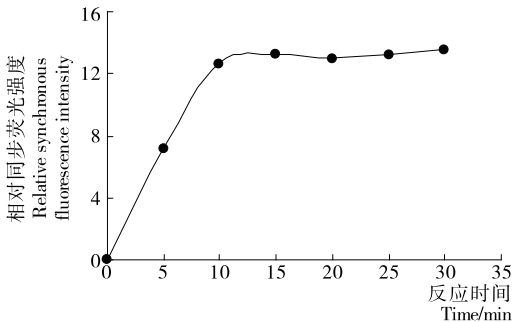
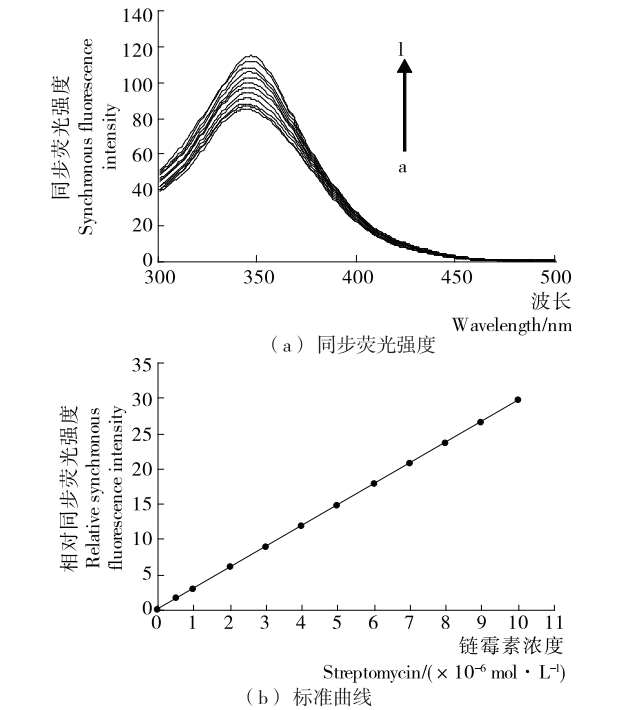


图 4 反应时间对体系相对同步荧光强度的影响

Figure 4 Effect of reaction time on relative synchronous fluorescence intensity

2.3 线性范围与检出限

在最佳试验条件下,考察链霉素浓度对体系同步荧光强度的影响,结果见图5。由图5可知,随着链霉素浓度的增加,体系同步荧光强度逐渐增加;且体系相对同步荧光强度(ΔF)与链霉素浓度(c)在 $5.0\times 10^{-7}\sim 1.0\times 10^{-5}$ mol/L 范围内呈良好的线性关系,其标准曲线方程为 $\Delta F=2.954\ 4c+0.176\ 8$,相关系数为 0.999 7,根据公式 $3S_0/K$ (S_0 为空白对照的相对标准偏差, K 为校准曲线的斜率)计算出本方法的检出限为 1.0×10^{-8} mol/L。



a~1. 链霉素浓度分别为 0.5×10^{-7} , 1.0×10^{-6} , 2.0×10^{-6} , 3.0×10^{-6} , 4.0×10^{-6} , 5.0×10^{-6} , 6.0×10^{-6} , 7.0×10^{-6} , 8.0×10^{-6} , 9.0×10^{-6} , 1.0×10^{-5} mol/L

图5 链霉素浓度对体系同步荧光强度的影响和标准曲线
Figure 5 Synchronous fluorescence spectra of CdTe QDs in the presence of streptomycin and linear relationship between intensity of CdTe QDs and concentration of streptomycin

2.4 共存物质的影响

在最佳试验条件下,当链霉素浓度为 5.0×10^{-6} mol/L 时,考察番茄中共存物质对体系同步荧光强度的影响。结果表明,当允许误差为 $\pm 5\%$ 时,100 倍的 K^+ 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{2+} , 50 倍的 V_A 、 V_C 、 V_E 、烟酸等对链霉素测定结果无明显干扰。

2.5 番茄样品中链霉素的测定

取适量番茄提取液,按试验方法测定样品中链霉素残留量,并加入一定体积的链霉素标准溶液进行回收率试验,结果见表1。由表1可知,所售番茄样品未检出链霉素,加标回收率为 $96.5\%\sim 104.6\%$ 。

2.6 CdTe 量子点与链霉素的作用机理

在 pH 值 6.0 的 Tris—HCl 缓冲溶液中,CdTe 量子点表

表1 样品中链霉素的测定结果

番茄	测定值/ ($\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)	加标量/ ($\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)	测得总量/ ($\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)	回收 率/%	RSD/ %
1#	—	2.0	1.93	96.5	1.4
2#	—	4.0	4.18	104.6	2.1
3#	—	6.0	5.93	98.8	2.3
4#	—	8.0	8.26	103.2	1.6

面部分巯基乙酸因质子化作用脱离其表面,量子点表面悬键增多,引起量子点团聚,导致其同步荧光强度明显降低。当链霉素加入到 CdTe 量子点后,链霉素分子中氨基($-NH_2$)因质子化作用形成氨盐($-NH_3^+$),并与量子点表面的过量 Cd^{2+} 发生配位作用,同时链霉素分子中氨盐($-NH_3^+$)与量子点表面巯基乙酸的羧基($-COOH$)发生氢键作用,这不仅减少量子点表面悬键,也使团聚的量子点重新分散,从而显著增强 CdTe 量子点的同步荧光强度。

3 结论

本试验对 CdTe 量子点同步荧光法测定番茄中链霉素残留的条件进行优化,与液相色谱—串联质谱法^[17]相比,该方法具有操作简单、反应迅速、灵敏度高等优点,适合于大批量样品中链霉素含量的测定;但试验所用 CdTe 量子点具有较强荧光强度,操作者应具有熟练的加样技能,否则会給试验结果带来误差。

参考文献

[1] 巩志国,苏敏,员丽娟,等.液相色谱法测定番茄制品中链霉素和双氢链霉素的残留量[J].化学分析计量,2012,21(3):35-38.

[2] 赵志祥,严婉荣,陈圆,等.海南生姜青枯病菌对农用链霉素的敏感性测定[J].西南农业学报,2016,29(3):570-573.

[3] 陈怡,刘利娟,高杨,等.硫酸链霉素分子印迹传感器的研究[J].分析化学,2014,42(1):113-117.

[4] Manyanga V, Dhulipalla R L, Hoogmartens J, et al. Improved liquid chromatographic method with pulsed electrochemical detection for the analysis of kanamycin[J]. Journal of Chromatography A, 2010, 1 217(24): 3 748-3 753.

[5] 员丽娟,万宇平,季新成,等.酶联免疫吸附法测定番茄酱中链霉素和双氢链霉素的含量[J].理化检验:化学分册,2012,48(10):1 143-1 145.

[6] Chen Yi-qiang, Wang Zhi-qin, Wang Zhan-hui, et al. Rapid enzyme-linked immunosorbent assay and colloidal gold immunoassay for kanamycin and tobramycin in Swine tissues[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2008, 56(9): 2 944-2 952.

[7] 谢新民,刘志刚. HPLC 法测定链麻滴鼻液中硫酸链霉素和盐酸麻黄碱的含量[J].西北药学杂志,2014,29(1):31-34.

[8] 黄娟,殷耀,徐锦忠,等.液相色谱—串联质谱法测定花粉中的链霉素和双氢链霉素[J].色谱,2014,32(6):566-572.

(下转第 164 页)

[2] Guan Wen-qiang, Li Shu-fen, Yan Rui-xiang, et al. Comparison of composition and antifungal activity of *Artemisia argyi* Lévl. et Vant inflorescence essential oil extracted by hydrodistillation and supercritical carbon dioxide[J]. Natural Product Research: Formerly Natural Product Letters, 2006, 20(11): 992-998.

[3] Hageman R H, Waygood E R. Methods for the extraction of enzymes from cereal leaves with especial reference to the triosephosphate dehydrogenases[J]. Plant Physiology, 1959, 34(4): 396-400.

[4] 张春红, 许宁, 杨悦, 等. 微波辅助法提取野生软枣猕猴桃茎黄酮的工艺优化[J]. 食品工业科技, 2011, 32(12): 335-337.

[5] Delazar A, Nahar L, Hamedeyazdan S, et al. Microwave-assisted extraction in natural products isolation[J]. Methods in Molecular Biology, 2012, 864: 89-115.

[6] Afoakwah A N, Owusu J, Adomako C, et al. Microwave assisted extraction (MAE) of antioxidant constituents in plant materials [J]. Global Journal of Bio-Science & Biotechnology, 2012, 1(2): 132-140.

[7] Viorica L A, Richard Y, Werner F B. Microwave-assisted extraction of organic compounds from standard reference soils and sediments [J]. Analytical Chemistry, 1994, 66(7): 1 097-1 106.

[8] 汪志慧, 孙智达, 谢笔钧. 响应曲面法优化双酶法提取莲房原花青素[J]. 食品科学, 2011, 32(4): 64-68.

[9] 周小楠, 董群. 正交试验优化酶法提取金银花多糖工艺[J]. 食品科学, 2012, 33(22): 119-121.

[10] Nanna R K, Marcel T A, Anne S M. Seaweed Hydrocolloid Production: An Update on enzyme assisted extraction and modification technologies[J]. Marine Drugs, 2015, 13(5): 3 340-3 359.

[11] Zuorro A, Lavecchia R. Mild enzymatic method for the extraction of lycopene from tomato paste[J]. Biotechnology & Biotechnological Equipment, 2010, 24(2): 1 854-1 857.

[12] 蔡延渠, 朱盛山, 李润泽. 新型提取联用技术在中药提取中的应用进展[J]. 中成药, 2011, 33(5): 863-866.

[13] 揭广川, 陈红杰, 李必金. 微波辅助复合酶法提取草菇中的风味物质[J]. 食品与机械, 2015, 31(1): 164-166.

[14] 陈健, 欧阳玥, 闫静. 磷酸盐缓冲溶液对邻二氮菲—Fe²⁺氧化法测定羟基自由基的影响[J]. 分子科学学报, 2012, 28(4): 350-352.

[15] 孙玉亮, 池建淮, 万毅. 艾叶挥发油提取工艺的研究进展[J]. 淮海医药, 2012, 30(4): 374-375.

[16] 洪宗国, 魏海胜, 张令令, 等. 不同采集期艾叶挥发油含量和化学成分的研究[J]. 中南民族大学学报: 自然科学版, 2013, 32(2): 32-35.

[17] 童红, 唐军, 张正方. 响应面法优化微波辅助水蒸气提取薰衣草挥发油的工艺研究[J]. 中国调味品, 2013, 38(10): 61-65.

[18] 李灵凤, 翟新, 金光远, 等. 真空微波破裂植物细胞壁的力学模型[J]. 食品与机械, 2014, 30(6): 18-22.

[19] 席彩彩, 张文芳, 侯明月, 等. 微波技术在植物胞内有效成分提取中的应用[J]. 中国药业, 2014, 23(3): 94-96.

[20] 孟利娜, 于敏, 许静. 酶法辅助提取北苍术挥发油的工艺及成分分析[J]. 中成药, 2013, 35(4): 844-847.

[21] Yu Xian-chun, Sun De-lin, Li Xiang-su. Preparation of furfural through the hydrolysis of rice hull using a combined biological and chemical approach[J]. Asian Journal of Chemistry, 2012, 24(4): 1 743-1 746.

(上接第 68 页)

[9] Zhu Wei-xia, Yang Ji-zhou, Liu Ya-feng, et al. Simultaneous determination of 13 aminoglycoside residues in foods of animal origin by liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry with two consecutive solid-phase extraction steps[J]. Journal of Chromatography A, 2008, 1 207(1/2): 29-37.

[10] 宋佩, 孟萌, Sergei A Eremin, 等. 荧光偏振免疫分析方法快速检测沙拉沙星残留[J]. 分析化学, 2012, 40(8): 1 247-1 251.

[11] 王书源, 李忠海, 付湘晋, 等. 高荧光 CdTe 量子点荧光探针测定 Cu²⁺ [J]. 食品与机械, 2015, 31(2): 125-129.

[12] 李萌立, 李忠海, 李节, 等. 量子点荧光探针技术在食源性致病菌检测中的应用[J]. 食品与机械, 2013, 29(5): 241-244.

[13] 毛永强, 李卓然, 王继仁, 等. 基于 CdTe 量子点内滤效应同步荧光猝灭法测定四环素[J]. 分析测试学报, 2015, 34(1): 96-100.

[14] Vaishnavi E, Renganathan R. CdTe quantum dot as a fluorescence probe for vitamin B₁₂ in dosage form[J]. Spectrochimica Acta Part A, 2013, 115(11): 603-609.

[15] 元晓云, 王天伦, 关婷婷, 等. 以 CdTe 量子点为荧光探针测定黄瓜中链霉素的残留量[J]. 分析测试学报, 2015, 34(4): 463-467.

[16] Ge Shen-guang, Lu Juan-juan, Ge Lei, et al. Development of a novel deltamethrin sensor based on molecularly imprinted silica nanospheres embedded CdTe quantum dots[J]. Spectrochimica Acta Part A, 2011, 79(5): 1 704-1 709.

[17] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 22969—2008 奶粉和牛奶中链霉素、双氢链霉素和卡那霉素残留量的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.

(上接第 153 页)

[18] 郭守军, 杨永利, 黄惠萍, 等. 乌榄种仁油的提取工艺及脂肪酸组成[J]. 食品与机械, 2013, 29(2): 88-92.

[19] 蔡红燕, 齐玉堂, 刘英. 燕麦油理化性质及成分分析[J]. 食品科学, 2012, 33(18): 202-205.

[20] Tong Li-tao, Zhong Kui, Liu Li-ya, et al. Oat oil lowers the plasma and liver cholesterol concentrations by promoting the excretion of faecal lipids in hypercholesterolemic rats[J]. Food Chem. , 2014, 142: 129-134.

[21] Shewry P R, Piironen V, Lampi A M, et al. Phytochemical and fiber components in oat varieties in the HEALTHGRAIN diversity screen[J]. J. Agr. Food Chem. , 2008, 56(21): 9 777-9 784.

[22] Emmons C L, Peterson D M, Paul G L. Antioxidant capacity of oat (*Avena sativa* L.) extracts. 2. In vitro antioxidant activity and contents of phenolic and tocol antioxidants[J]. J. Agr. Food Chem. , 1999, 47(12): 4 894-4 898.

[23] 李林, 张大顺. 不同方法萃取的燕麦油脂脂肪酸组成及清除 DP-PH 自由基活性研究[J]. 食品科学, 2010, 31(7): 146-149.