

流动注射化学发光法在线检测饮用水中 脱氧雪腐镰刀菌烯醇

On-line determination of emergency pollution of deoxynivalenol in drinking
water by flow injection chemiluminescence

杨盼盼¹ 唐书泽¹ 吴事正¹ 李 梁¹ 滕久委²

YANG Pan-pan¹ TANG Shu-ze¹ WU Shi-zheng¹ LI Liang¹ TENG Jiu-wei²

(1. 暨南大学理工学院食品科学与工程系, 广东 广州 510632; 2. 暨南大学国际学院, 广东 广州 510632)

(1. Department of Food Science and Engineering, Jinan University, Guangzhou, Guangdong 510632, China;

2. International College, Jinan University, Guangzhou, Guangdong 510632, China)

摘要:为应对突发性脱氧雪腐镰刀菌烯醇污染饮用水事件的发生,基于脱氧雪腐镰刀菌烯醇对鲁米诺—过氧化氢体系的促进作用,建立流动注射化学发光在线检测脱氧雪腐镰刀菌烯醇的新方法。在优化的试验条件下,该方法测定脱氧雪腐镰刀菌烯醇的线性范围为 0.001~4.000 mg/L;检出限($S/N=3$)为 0.001 mg/L;相对标准偏差(RSD, $n=11$)为 1.89%;不同加标水平下的加标回收率为 67.33%~94.50%;相对标准偏差($n=3$)小于 2.34%。该方法具有灵敏度高、分析速度快及操作简便等优点,可应用于突发性脱氧雪腐镰刀菌烯醇污染的在线快速检测和应急预警。

关键词:流动注射;化学发光;脱氧雪腐镰刀菌烯醇;在线检测

Abstract: A rapid, simple and sensitive flow injection chemiluminescence (CL) method was developed for the determination of deoxynivalenol in drink water. The method was based on the enhancement effect of deoxynivalenol on the CL reaction of luminol- H_2O_2 in alkaline medium. The influences of various experimental factors, including sodium hydroxide, luminol, hydrogen peroxide, Tween 80 concentrations were investigated. Under the optimum conditions, the enhanced CL intensity was linearly related to the concentration of deoxynivalenol in the range of 0.001~4.000 mg/L with a detection limit (3σ) of 0.001 mg/L. The precision was calculated by analyzing sample containing 0.2 mg/L deoxynivalenol ($n=11$) and the relative standard deviation (RSD) was 1.89%. The recovery rates were 67.33%~94.50% under different standard levels. This technique method could be applied to the on-line detection and emergency warning of sudden contamination of deoxynivalenol.

基金项目: 粤港联合创新项目(编号:2016A050503031)

作者简介: 杨盼盼,女,暨南大学在读硕士研究生。

通信作者: 唐书泽(1957—),男,暨南大学教授,博士。

E-mail: tangsz@jnu.edu.cn

收稿日期: 2018-01-11

Keywords: flow injection; chemiluminescence; deoxynivalenol; on-line detection

近年来,突发性水污染事故及人为水中投毒时有发生。中国环境保护部调查显示,1996~2006年共有558起水污染事故,其中52%是突发性事件^[1-3]。建立应对突发性水污染的快速在线检测方法,是饮用水安全预警,科学判断,正确处理,预防重大食品安全突发事件急需研究的课题。

脱氧雪腐镰刀菌烯醇(deoxynivalenol, DON)又名呕吐毒素,属于B族单端孢霉烯族化合物,由禾谷镰刀菌、黄色镰刀菌等真菌产生,主要来源于受污染的谷物^[4-5]。人与动物食用少量受DON污染的食物后,会产生中毒症状,例如体重减少、拒食、恶心、呕吐等,长期摄入可导致免疫功能受损,甚至引发更严重疾病^[6-7]。DON溶于水,易在谷物中富集,是饮用水的一种潜在污染毒素^[8-9]。

检测DON的方法主要有高效液相色谱法(HPLC)^[10-11]、气相色谱—质谱联用法(GC-MS)^[12]、酶联免疫法(ELISA)^[13]、高光谱图像^[14]、化学发光磁酶免疫法^[15]等。这些方法存在仪器价格昂贵、耗时、重复性差等缺点。流动注射化学发光法具有检测限低,灵敏度高,检测速度快、线性范围宽等优点^[16-17]。本课题组前期研究开发了针对秋水仙碱^[18]、3-硝基丙酸^[19]、黄绿青霉素^[20]等毒素的流动注射化学发光快速检测方法。本研究拟基于DON对鲁米诺—过氧化氢化学发光体系的增强作用,建立一种用于饮用水中DON突发性污染的快速在线检测方法。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

1.1.1 主要仪器设备

蠕动泵: BT100-1F型, 保定兰格恒流泵有限公司;

微弱发光测量仪:BPCL-K型,北京亚泊斯科技有限公司;

六通阀:C22Z型,美国VICI公司;

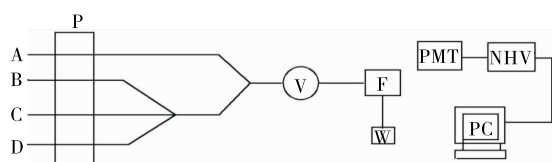
紫外、可见、近红外分光光度计:UV-3600Plus型,日本岛津有限公司。

1.1.2 主要试剂

鲁米诺、脱氧雪腐镰刀菌烯醇:分析纯,美国Sigma公司。

1.2 试验方法

1.2.1 进样方法 DON流动注射化学发光测定流程图见图1。过氧化氢溶液、鲁米诺溶液、表面活性剂溶液及样品DON溶液在蠕动泵的推动下进入六通阀,通过调节六通阀,使各流路在流通池中均匀混合,并发生化学发光反应,光电倍增管捕捉并扩大发光信号,然后通过信号分析器,将光信号转换成电信号后,输送至计算机,利用计算机内所装的微弱发光测量系统专用软件,对样品进行发光强度测量,从而进行样品DON分析。



A. 过氧化氢溶液 B. 鲁米诺溶液 C. 表面活性剂溶液 D. DON溶液 P. 蠕动泵 V. 六通阀 F. 流通池 PMT. 光电倍增管 NHV. 负高压 W. 废液

图1 流动注射化学发光流程图

Figure 1 Schematic diagram of flow-injection chemiluminescence system

1.2.2 流路及其参数选择

(1) 蠕动泵泵前管路选择:在流速17 mL/min,过氧化氢浓度0.1 mol/L,氢氧化钠浓度0.1 mol/L,鲁米诺浓度 1×10^{-5} mol/L,表面活性剂浓度10%,DON浓度0.2 mg/L的条件下,分别调节泵前长度20,30,40 cm,观察液体能否从烧杯进入到软管中。

(2) 蠕动泵流速选择:在泵前长度30 cm,过氧化氢浓度0.1 mol/L,氢氧化钠浓度0.1 mol/L,鲁米诺浓度 1×10^{-5} mol/L,表面活性剂浓度10%,DON浓度0.2 mg/L的条件下,分别调节泵速为5,7,9,11,13,15,17 mL/min,观察化学发光所需的时间及化学发光强度,确定最佳的流速。

1.2.3 表面活性剂选择 在光电倍增管负高压为750 V,过氧化氢浓度0.1 mol/L,氢氧化钠浓度0.1 mol/L,鲁米诺浓度 1×10^{-5} mol/L,DON浓度0.2 mg/L的条件下,表面活性剂分别选择10%吐温80、10%卵磷脂、10%十二烷基硫酸钠(Sodium dodecyl sulfate, SDS)、10%十六烷基三甲基溴化铵(Hexadecyl trimethyl ammonium bromide, CTAB),考察不同表面活性剂对化学发光强度的影响。

1.2.4 单因素试验 影响化学发光强度的主要因素有氢氧化钠浓度、鲁米诺浓度、过氧化氢浓度、吐温80浓度。单因素试验流程和参数分别见1.2.1、1.2.2,光电倍增管负高压750 V,分别考察各因素对化学发光强度的影响。

(1) 氢氧化钠浓度的选择:在过氧化氢浓度0.1 mol/L,鲁米诺浓度 1×10^{-5} mol/L,吐温80浓度10%、DON浓度0.2 mg/L的条件下,分别考察氢氧化钠在0.01,0.02,0.03,0.04,0.05 mol/L时的化学发光强度。

(2) 鲁米诺浓度的选择:在过氧化氢浓度0.1 mol/L,氢氧化钠浓度0.02 mol/L,吐温80浓度10%,DON浓度0.2 mg/L的条件下,分别考察鲁米诺在 2×10^{-4} , 4×10^{-4} , 6×10^{-4} , 8×10^{-4} , 1×10^{-3} mol/L时的化学发光强度。

(3) 过氧化氢浓度的选择:在氢氧化钠浓度0.02 mol/L,鲁米诺浓度 8×10^{-4} mol/L,吐温80浓度10%,DON浓度0.2 mg/L的条件下,分别考察过氧化氢浓度0.2,0.4,0.6,0.8,1.0 mol/L时的化学发光强度。

(4) 吐温80浓度的选择:在氢氧化钠浓度0.02 mol/L,过氧化氢浓度0.6 mol/L,鲁米诺浓度 8×10^{-4} mol/L,DON浓度0.2 mg/L的条件下,分别考察吐温80浓度为2%,4%,6%,8%,10%时的化学发光强度。

1.2.5 响应面设计 依据单因素试验结果,利用Box-Behnken中心组合设计原理,对试验有影响的4个因素,即氢氧化钠浓度、鲁米诺浓度、过氧化氢浓度和吐温80浓度进行四因素三水平响应面优化试验,用Design Expert 8.0软件对试验数据进行回归分析。

1.2.6 标准曲线绘制、精密度及检出限确定 在优化试验条件下,测定DON浓度在0.001~4.000 mg/L时的化学发光强度。以DON的浓度为横坐标,发光强度为纵坐标绘制标准曲线,并计算精密度和检出限。

1.2.7 回收率测定 在优化试验条件下,分别在自来水和蒸馏水中加入定量的DON,测定回收率,并对自来水中的干扰离子进行分析。

2 结果与讨论

2.1 反应机理探讨

鲁米诺-过氧化氢体系在碱性溶液中的发光机理已有报道^[21-23]。在本试验中,为了探讨发光机理,利用紫外、可见、近红外分光光度计在190~400 nm下对4种溶液进行紫外吸收光谱分析,结果见图2。鲁米诺-过氧化氢分别在289,345 nm处有2个峰,分别加入DON和吐温80后,峰的位置基本没有变化,也无其他峰出现,说明加入DON和吐温80后没有生成新的物质,DON和吐温80在这一体系中可能起到催化的作用。反应机制可能为:① 鲁米诺和过氧化氢在碱性的条件下,形成阴离子;② 由于吐温80的存在,改变了化学发光反应的微环境;③ 由于微环境中胶束的存在,3-氨基邻苯二甲酸根被富集,导致激发态中间体的寿命延长和产率增加^[24],从而增强体系的化学发光强度。

2.2 流路及其参数的选择

2.2.1 蠕动泵泵前管路的选择 试验使用的驱流装置为蠕动泵,在试验过程中,蠕动泵前管路过长或者过短,都会由于压力的原因使液体无法进入管中。因此试验得到蠕动泵前管路最佳长度为30 cm。

2.2.2 蠕动泵流速选择 蠕动泵的流速是影响试验的重要参数。由图3可知,在流动注射过程中,在泵速13 mL/min

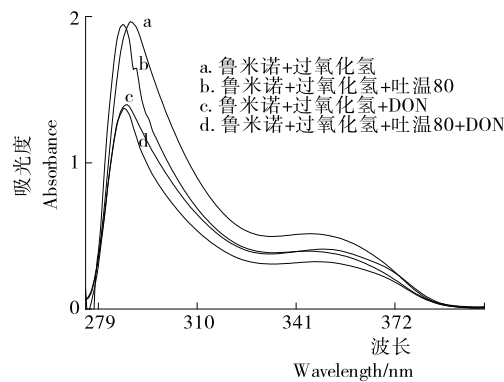


图 2 紫外-可见吸收光谱图
Figure 2 UV-Vis absorption spectrum of CL system

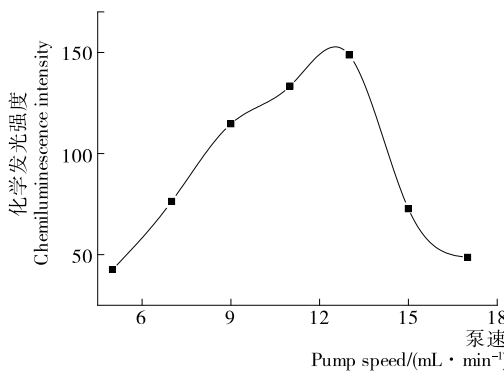


图 3 蠕动泵流速的选择
Figure 3 Selection of peristaltic pump flow rate

时,化学发光强度达到最大值,在泵速较慢或较快的情况下,化学发光强度偏低。原因可能是当泵速较慢时,化学发光反应已经在流路中发生,因此检测器捕捉不到或只能捕捉到较小的发光信号;当泵速过快时,溶液没有完全发生反应而被流走,因此得到最佳泵速为 13 mL/min。

2.3 表面活性剂的选择

表面活性剂具有增溶、提高灵敏度、改变溶液介电常数和增强体系稳定的作用^[25]。由表 1 可知,在 DON 0.2 mg/L 时,吐温 80、卵磷脂、SDS 和 CTAB 对鲁米诺—过氧化氢体系有增敏作用,吐温 80 增敏效果最为显著。CTAB 在反应过程中出现白色沉淀,可能是由于反应的产物不能溶解于该体系,这与文献^[26]报道一致。因此选择吐温 80 作为该体系的增敏剂。

2.4 化学发光动力学曲线

鲁米诺—过氧化氢的化学体系见图 4。在鲁米诺—过氧

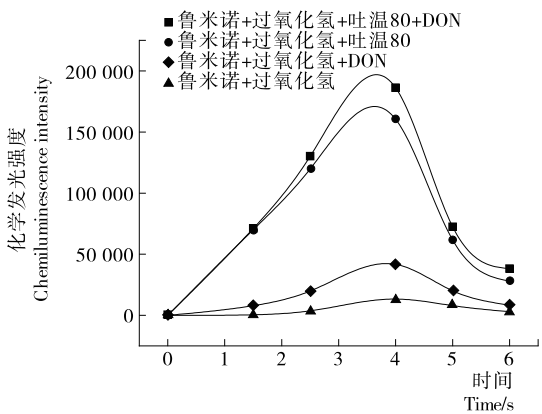


图 4 化学发光动力学曲线
Figure 4 Curve of the chemiluminescence system

化氢体系中加入 DON,化学发光强度增加,说明 DON 对该体系有促进作用。吐温 80 作为增敏剂,添加到鲁米诺—过氧化氢—DON 体系中,有显著促进作用,因此,试验选择鲁米诺—过氧化氢—吐温 80 体系对 DON 进行检测。

2.5 单因素试验

2.5.1 氢氧化钠浓度的选择 在碱性条件下,鲁米诺发生化学发光反应,因此采用氢氧化钠作为碱溶液^[27]。由图 5 可知,当氢氧化钠浓度为 0.02 mol/L 时,化学发光强度最大,随后发光强度降低,可能加入吐温 80 以后,在静电作用和胶束作用下,溶液中的氢氧根离子被局部富集,胶束中的碱性增强,反应所需的 pH 降低^[25]。因此选择 0.02 mol/L 为氢氧化钠的最适浓度。

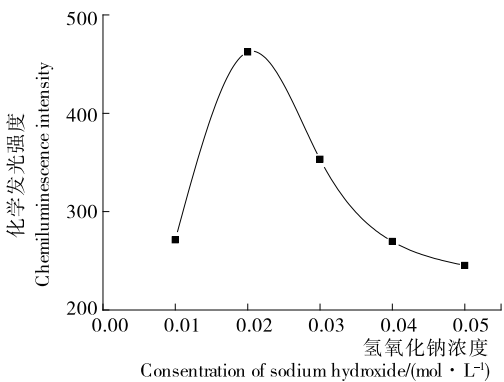


图 5 氢氧化钠浓度与化学发光强度的关系
Figure 5 Relationship between sodium hydroxide concentration and chemiluminescence intensity

2.5.2 鲁米诺浓度的选择 鲁米诺浓度对化学发光强度的影响见图 6,在鲁米诺浓度 $2 \times 10^{-4} \sim 8 \times 10^{-4}$ mol/L 时,化学发光强度随鲁米诺浓度增大而增强,当鲁米诺浓度为 8×10^{-4} mol/L 时,化学发光强度达到最大,因此选择鲁米诺浓度为 8×10^{-4} mol/L。

2.5.3 过氧化氢浓度的选择 过氧化氢在化学发光体系中作为氧化剂,直接影响发光强度。如图 7 所示,体系的发光强度随过氧化氢浓度先升高再降低,在过氧化氢浓度为 0.6 mol/L 时,化学发光强度达到最大值,可能由于在碱性条件下,过氧化氢易分解形成阴离子,同时,鲁米诺以阴离子

表 1 表面活性剂对 DON 的化学发光强度的影响

Table 1 Effect of surfactants on chemiluminescence of DON

表面 活性剂	化学发光强度		增敏倍数
	空白	DON	
吐温 80	80 587.33±3.40	120 958.33±3.40	1.50
卵磷脂	572 223.67±17.97	807 141.67±105.59	1.40
SDS	2 332.00±11.43	509.67±9.10	0.21
CTAB	155.00±3.56	218.67±2.62	1.40

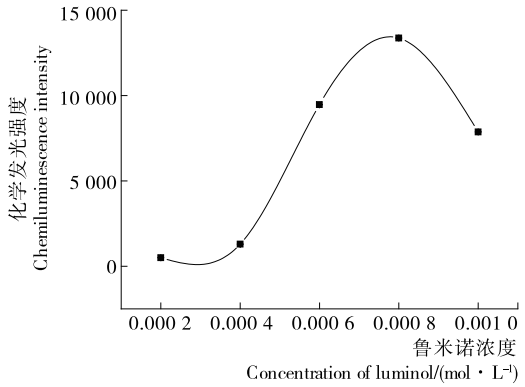


图6 鲁米诺浓度与化学发光强度的关系

Figure 6 Relationship between luminol concentration and chemiluminescence intensity

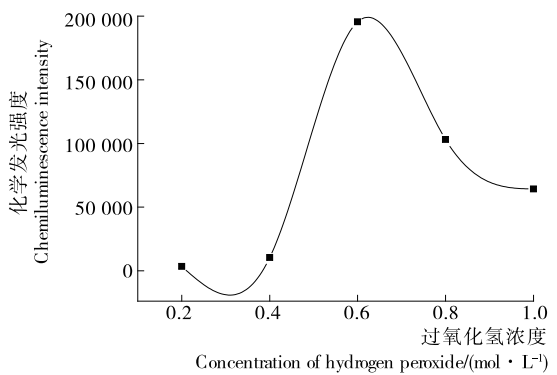


图7 过氧化氢浓度与化学发光强度的关系

Figure 7 Relationship between hydrogen peroxide concentration and chemiluminescence intensity

的形式存在,离子在吐温 80 表面聚集,导致周围离子浓度升高,反应速率会提升,所以发光强度迅速升高,而浓度过高会产生抑制作用,导致发光强度的降低。因此,选取 0.6 mol/L 为过氧化氢最适浓度。

2.5.4 吐温 80 浓度的选择 由图 8 可知,发光强度随着吐温 80 浓度的增加而上升,当吐温 80 浓度达到 8% 时,化学发光强度达到最大,随后发光强度迅速下降,其原因可能是浓度过高的吐温 80 改变了化学发光的微环境,并且吐温 80 浓度增加,黏稠度增加,不利于鲁米诺与过氧化氢的混合,导致

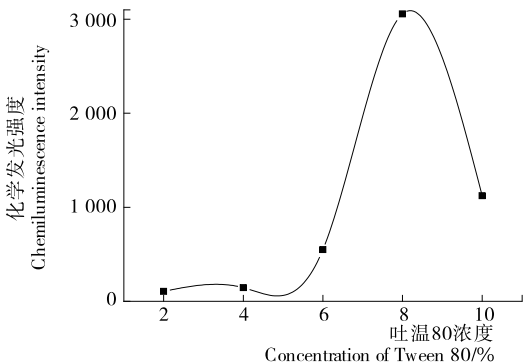


图8 吐温 80 浓度与化学发光强度的关系

Figure 8 Relationship between Tween 80 concentration and chemiluminescence intensity

发光强度的降低。因此,选择吐温 80 最适浓度为 8%。

2.6 响应面试验结果

2.6.1 响应面模型建立 根据单因素试验结果,以氢氧化钠浓度、鲁米诺浓度、过氧化氢浓度、吐温 80 浓度 4 个因素为自变量,以化学发光强度为响应值,进行响应面的分析试验。试验方案和结果分别见表 2、3。

2.6.2 多元二次响应面回归模型建立与分析 对表 3 试验结果通过 Design-Expert 软件程序进行二次回归响应面分析,建立多元二次响应面模型:

表 2 响应面优化试验的因素和水平

Table 2 Factors and levels of response surface design

水平	A 氢氧化钠/ (mol · L ⁻¹)	B 鲁米诺浓度/ (mol · L ⁻¹)	C 过氧化氢浓度/ (mol · L ⁻¹)	D 吐温 80 浓度/%
-1	0.015	6 × 10 ⁻⁴	0.5	7
0	0.020	8 × 10 ⁻⁴	0.6	8
1	0.025	1 × 10 ⁻³	0.7	9

表 3 响应面试验设计及结果

Table 3 Response surface experimental design and results

试验号	A	B	C	D	化学发光强度
1	-1	-1	0	0	153 466.3
2	1	-1	0	0	203 282.7
3	-1	1	0	0	100 959.0
4	1	1	0	0	436 723.3
5	0	0	-1	-1	1 238.7
6	0	0	1	-1	4 389.3
7	0	0	-1	1	15 540.0
8	0	0	1	1	20 334.0
9	-1	0	0	-1	3 230.0
10	1	0	0	-1	14 400.7
11	-1	0	0	1	19 381.3
12	1	0	0	1	113 604.0
13	0	-1	-1	0	329 546.7
14	0	1	-1	0	19 381.3
15	0	-1	1	0	233 719.0
16	0	1	1	0	275 243.3
17	-1	0	-1	0	158 697.7
18	1	0	-1	0	225 111.3
19	-1	0	1	0	146 092.0
20	1	0	1	0	418 545.0
21	0	-1	0	-1	96 420.0
22	0	1	0	-1	12 403.0
23	0	-1	0	1	121 127.0
24	0	1	0	1	106 930.7
25	0	0	0	0	374 318.3
26	0	0	0	0	427 088.0
27	0	0	0	0	314 700.0
28	0	0	0	0	285 105.0
29	0	0	0	0	296 098.0

$$Y = -1.612\ 96 \times 10^7 + 5.827\ 54 \times 10^7 A - 1.128\ 89 \times 10^9 B + 3.644\ 39 \times 10^6 C + 3.54\ 120 \times 10^{10} D + 5.301\ 97 \times 10^7 AB + 4.152\ 60 \times 10^6 AC + 1.964\ 75 \times 10^9 AD + 8.716\ 33 \times 10^7 BC + 4\ 108.333\ 33 CD - 3.343\ 38 \times 10^9 A^2 - 8.698\ 98 \times 10^{11} B^2 - 5.944\ 02 \times 10^6 C^2 - 2.360\ 98 \times 10^5 D^2。$$
 (1)

表 4 为回归方程分析结果。模型 $P=0.000\ 2<0.010\ 0$, 表明该拟合模型极显著。失拟项为 $P=0.390\ 5>0.050\ 0$, 即模型失拟度不显著, 说明该方程对试验的拟合程度好, 具有较高的准确度, 可用于给定条件下化学发光强度的测量。而模型中一次项 A 的 P 值 <0.01 , 说明氢氧化钠浓度对试验结果影响极显著, 交互项中 BC 的 P 值 <0.05 , 说明鲁米诺浓度与过氧化氢浓度交互作用显著。

2.6.3 响应面分析 图 9 中(a)~(f)直观反映了任何两个因素交互作用对化学发光强度的影响。由图 9 可知, 氢氧化钠浓度对应的响应面坡度相对陡峭, 说明其对发光强度影响较大。这与表 4 中的分析结果一致。

2.6.4 响应面中最优检测条件预测和验证 通过软件的最优化预测功能, 得到理论上的最佳检测条件: 氢氧化钠浓度 $0.02\ \text{mol/L}$, 鲁米诺浓度 $1 \times 10^{-3}\ \text{mol/L}$, 过氧化氢浓度 $0.7\ \text{mol/L}$, 吐温 80 浓度 8.13% , 该条件下化学发光强度为 465 378。为满足实际操作需求, 将检测条件调整: 氢氧化钠浓度 $0.02\ \text{mol/L}$, 鲁米诺浓度 $1 \times 10^{-3}\ \text{mol/L}$, 过氧化氢浓度 $0.7\ \text{mol/L}$, 吐温 80 浓度 8% 。在此条件下进行 5 次平行检测试验, 得到化学发光强度平均值为 459 116.3, 与预测值相比, 相对标准差为 2.9% 。因此响应面建立的模型真实可

靠, 可用于脱氧雪腐镰刀菌烯醇的检测。

2.7 标准曲线、精密度及检出限

在优化试验条件下, 以 DON 浓度为横坐标, 化学发光强度为纵坐标绘制标准曲线(图 10)。试验结果表明, DON 浓度在 $0.001 \sim 4.000\ \text{mg/L}$ 时, 具有良好的线性关系, 线性方程: $y=55\ 903.54x+426\ 996.48, R^2=0.998$ 。同时对 $0.2\ \text{mg/L}$ 的 DON 进行 11 次平行测定, 相对标准差(RSD)为 1.89% 。根据 IUPAC 的规定, 计算出检出限为 $0.001\ \text{mg/L}$ 。

2.8 加标回收试验结果

以屈臣氏蒸馏水、实验室自来水在试验优化条件下测定样本中 DON 含量, 再通过加入标准样品测定回收率, 结果见表 5。加标回收率为 $67.33\% \sim 94.50\%$, 自来水回收率较差,

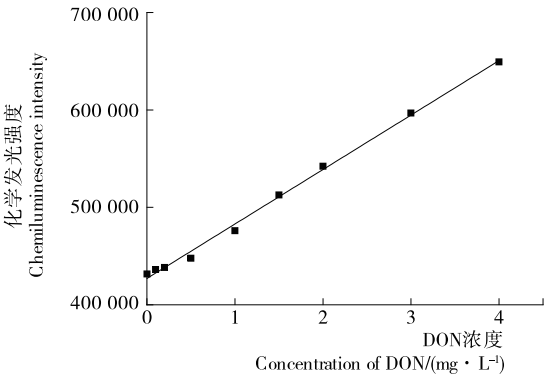


图 10 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的标准曲线
Figure 10 Calibration graphs for DON

表 4 回归方程方差分析结果[†]
Table 4 Analysis of variance from regression equation

方差来源	自由度	平方和	均方	F 值	P 值	显著性
模型	14	5.151×10^{11}	3.679×10^{10}	7.85	0.000 2	* *
A	1	5.739×10^{10}	5.739×10^{10}	12.25	0.003 5	* *
B	1	2.881×10^9	2.881×10^9	0.61	0.446 0	
C	1	1.041×10^{10}	1.041×10^{10}	2.16	0.163 4	
D	1	5.845×10^9	5.845×10^9	1.25	0.282 8	
AB	1	2.044×10^{10}	2.044×10^{10}	4.36	0.055 5	
AC	1	1.061×10^{10}	1.061×10^{10}	2.27	0.154 5	
AD	1	1.724×10^9	1.724×10^9	0.37	0.553 7	
BC	1	3.092×10^{10}	3.092×10^{10}	6.60	0.022 3	*
BD	1	1.219×10^9	1.219×10^9	0.26	0.618 0	
CD	1	6.752×10^5	6.752×10^5	1.441×10^{-4}	0.990 6	
A ²	1	1.971×10^{10}	1.971×10^{10}	4.21	0.059 5	
B ²	1	1.208×10^{10}	1.208×10^{10}	2.58	0.130 6	
C ²	1	3.487×10^{10}	3.487×10^{10}	7.44	0.016 3	*
D ²	1	3.680×10^{11}	3.680×10^{11}	78.55	0.000 1	* *
残差	14	6.558×10^{10}	4.658×10^9			
失拟项	10	5.124×10^{10}	5.124×10^9	1.43	0.390 5	
纯误差	4	1.434×10^{10}	3.585×10^9			
总和	28	5.807×10^{11}				

[†] * 表示差异显著, $P<0.05$; * * 表示差异极显著, $P<0.01$ 。

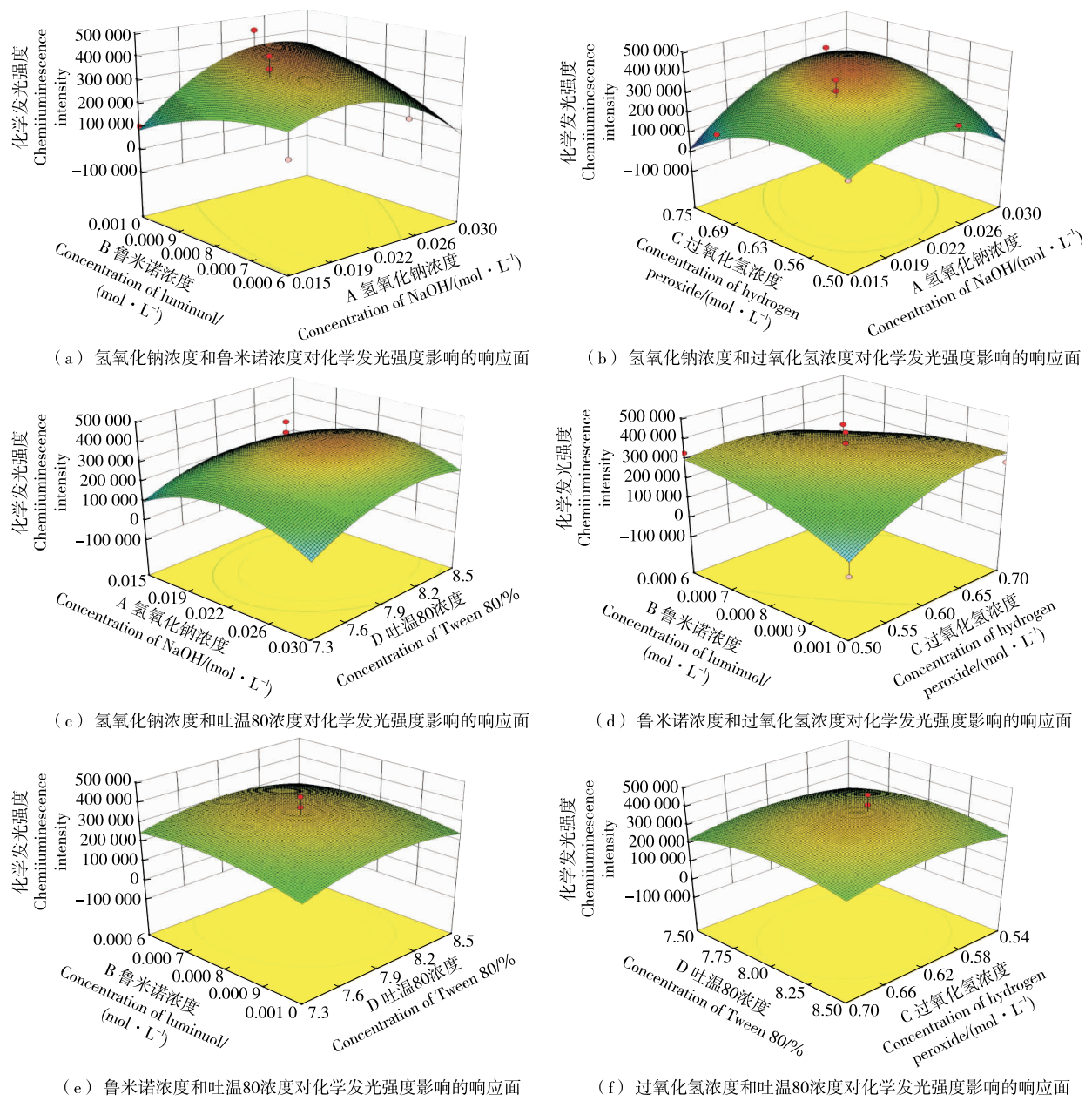


图 9 4 种因素交互作用的响应面分析结果

Figure 9 Response surface analysis of interaction of four factors

表 5 样品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的加标回收率试验

Table 5 Results for the determination of DON in water sample($n=3$)				
样品	加标量/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	检出值/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	回收率/ %	RSD/ %
自来水	0.0	0.000		
	0.2	0.134 ± 0.000	67.33	2.34
	4.0	3.002 ± 0.010	75.55	0.25
屈臣氏蒸馏水	0.0	0.000		
	0.2	0.189 ± 0.003	94.50	1.08
	4.0	3.620 ± 0.010	90.61	0.33

原因可能是自来水中含有次氯酸根离子与部分的鲁米诺发生反应,导致鲁米诺被消耗,检测到的发光强度降低。此外还存在一些金属离子对发光体系的干扰,为了消除干扰作用,根据本课题组之前的研究结果,可以在每 100 mL 样品溶液中添加 0.007 5 mg 的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)作为掩蔽剂^[19]。

3 结论

本试验利用 DON 对鲁米诺-过氧化氢体系的促进作用,建立了一种流动注射化学发光检测 DON 的新方法。与现有检测方法相比,流动注射化学发光法具有操作简便、快速、效率高、在线连续检测等优点,可应用于 DON 突发性水污染快速检测。目前,流动注射化学发光法只能监测单一的物质,不能检测混合物。后续可通过质谱、核磁等技术手段对化学

发光反应机理作进一步探究,以期解决混合物检测的问题。

参考文献

- [1] TANG Cai-hong, YI Yu-jun, YANG Zhi-feng, et al. Risk forecasting of pollution accidents based on an integrated Bayesian Network and water quality model for the South to North Water Transfer Project[J]. *Ecological Engineering*, 2016, 96: 109-116.
- [2] DONG Lei, LIU Jing, DU Xi, et al. Simulation-based risk analysis of water pollution accidents combining multi-stressors and multi-receptors in a coastal watershed[J/OL]. *Ecological Indicators*. (2017-06-11) [2018-01-30]. <https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2017.06.018>.
- [3] JIANG Yong. China's water security: Current status, emerging challenges and future prospects[J]. *Environmental Science & Policy*, 2015, 54: 106-125.
- [4] YU Miao, CHEN Liang-kai, ZHAO Peng, et al. Mechanism of deoxynivalenol effects on the reproductive system and fetus malformation: Current status and future challenges[J]. *Toxicology in Vitro An International Journal Published in Association with Bibra*, 2017, 41: 150-158.
- [5] HE Jian-wei, YANG Ray-mond, ZHOU-Ting, et al. Purification of deoxynivalenol from *Fusarium graminearum* rice culture and mouldy corn by high-speed counter-current chromatography[J]. *Journal of Chromatography A*, 2007, 1151(1): 187-192.
- [6] PINTON P, OSWALD I P. Effect of Deoxynivalenol and Other Type B Trichothecenes on the Intestine: A Review[J]. *Toxins*, 2014, 6(5): 1615-1643.
- [7] DAI Yu-jian, XIE Hai-qiang, XU Yin-xue. Evaluation of deoxynivalenol-induced toxic effects on mouse endometrial stromal cells: Cell apoptosis and cell cycle [J]. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 2017, 483(1): 572-577.
- [8] ZHAO Xiu-mei, LI Rong-jia, ZHOU Chuang, et al. Separation and purification of deoxynivalenol (DON) mycotoxin from wheat culture using a simple two-step silica gel column chromatography[J]. *Journal of integrative agriculture*, 2016, 15(3): 694-701.
- [9] BAI Xiao-juan, SUN Chang-po, LIU Di, et al. Photocatalytic degradation of deoxynivalenol using graphene/ZnO hybrids in aqueous suspension [J]. *Applied Catalysis B Environmental*, 2017, 204: 11-20.
- [10] RAHMANI M, GHASEMI E, SASANI M. Application of response surface methodology for air assisted-dispersive liquid-liquid microextraction of deoxynivalenol in rice samples prior to HPLC-DAD analysis and comparison with solid phase extraction cleanup[J]. *Talanta*, 2017, 165: 27-32.
- [11] PALACIOS S A, ERAZO J G, CIASCA B, et al. Occurrence of deoxynivalenol and deoxynivalenol-3-glucoside in durum wheat from Argentina[J]. *Food Chemistry*, 2017, 230: 728-734.
- [12] JI Jian, ZHU Pei, CUI Fang-chao, et al. The disorder metabolic profiling in kidney and spleen of mice induced by mycotoxins deoxynivalenol through gas chromatography mass spectrometry[J]. *Chemosphere*, 2017, 180: 267-274.
- [13] 侯霄煜. ELISA 检测小麦粉中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的优化[J]. *现代预防医学*, 2015, 42(3): 512-514.
- [14] BARBEDO J G A, TIBOLA C S, LIMA M I P. Deoxynivalenol screening in wheat kernels using hyperspectral imaging[J]. *Bio-systems Engineering*, 2017, 155: 24-32.
- [15] 丁丽华, 于斐, 张冠军, 等. 脱氧雪腐镰刀菌烯醇的高灵敏化学发光磁酶免疫法检测[J]. *郑州大学学报: 医学版*, 2017, 52(2): 134-137.
- [16] KHATAEE A, LOTFI R, HASANZADEH A, IRANIFAM M, et al. Comparison of two methods for selegiline determination: A flow-injection chemiluminescence method using cadmium sulfide quantum dots and corona discharge ion mobility spectrometry [J]. *Spectrochimica Acta Part A Molecular & Biomolecular Spectroscopy*, 2016, 153: 273-280.
- [17] KHATAEE A, HASANZADEH A, LOTFI R, et al. Enhanced chemiluminescence of carminic acid-permanganate by CdS quantum dots and its application for sensitive quenchometric flow injection assays of cloxacillin[J]. *Talanta*, 2016, 152: 171-178.
- [18] 朱曜, 刘爽, 张旭辉, 等. 饮用水中秋水仙碱含量预警的在线监测方法[J]. *湖南农业大学学报*, 2015, 41(5): 538-543.
- [19] 张旭辉, 唐书泽, 邓小玲, 等. 流动注射化学发光法在线检测饮用水中的 3-硝基丙酸[J]. *食品与机械* 2016, 32(11): 45-49.
- [20] 吴事正, 张旭辉, 杨盼盼, 等. 流动注射化学发光法对饮用水中黄绿青霉素的在线检测 [J]. *食品科学*, 2017, 38(24): 253-259.
- [21] KHATAEE A, IRANIFAM M, FATHINIA M, et al. Flow-injection chemiluminescence determination of cloxacillin in water samples and pharmaceutical preparation by using CuO nanosheets-enhanced luminol-hydrogen peroxide system [J]. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2015, 134: 210-217.
- [22] YANG Dong-qin, HE Yan-yan, SUI Yan-yan, et al. Determination of catechol in water based on gold nanoclusters-catalyzed chemiluminescence[J]. *Journal of Luminescence*, 2017, 187: 186-192.
- [23] KHATAEE A R, HASANZADEH A, IRANIFAM M, et al. CuO nanosheets-enhanced flow-injection chemiluminescence system for determination of vancomycin in water, pharmaceutical and human serum[J]. *Spectrochimica Acta Part A Molecular & Biomolecular Spectroscopy*, 2014, 122(6): 737-743.
- [24] 赵丹华. 鲁米诺-过氧化氢在表面活性剂胶束中化学发光行为研究及几种巯基化合物的流动注射-化学发光法检测[D]. 芜湖: 安徽师范大学, 2003: 19.
- [25] CAO Jun-tao, WANG Hui, LIU Yan-ming. Determination of l-thyroxine in pharmaceutical preparations by flow injection analysis with chemiluminescence detection based on the enhancement of the luminol-KMnO₄ reaction in a micellar medium[J]. *Spectrochimica Acta Part A Molecular & Biomolecular Spectroscopy*, 2015, 140(10): 162-165.
- [26] TOEMSHEND A, YOUNGVISES N, WHEATLEY R A, et al. Flow-injection determination of cinnarizine using surfactant-enhanced permanganate chemiluminescence [J]. *Analytica Chimica Acta*, 2003, 499(1): 223-233.
- [27] HINZE W L, RIEHL T E, SINGH H N, et al. Micelle-enhanced chemiluminescence and application to the determination of biological reductants using lucigenin[J]. *Anal Chem*, 1984, 56(12): 180-219.