DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251229007
引用格式: 汪慧, 李承谦, 罗晓羽, 等. 碳点荧光探针检测食品中的土霉素残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(9): 225–232.
WANG H, LI CQ, LUO XY, *et al*. Detection of oxytetracycline residues in food by carbon dots fluorescent probes [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(9): 225–232. (in Chinese with English abstract).

碳点荧光探针检测食品中的土霉素残留

汪 慧[1#*], 李承谦[1,2#], 罗晓羽[1,2], 韩 雍[1*]

(1. 陇东学院农业与生物工程学院, 庆阳 745000; 2. 兰州理工大学生命科学与工程学院, 兰州 730050)

摘 要: 目的 建立碳点(carbon dots, CDs)荧光探针快速检测动物源性食品中的土霉素(oxytetracycline, OTC)残留的方法。**方法** 本研究以水杨酸和邻苯二胺为前驱体, 采用一步水热法合成了蓝色荧光碳点(blue-emissive carbon dots, B-CDs), 并构建了用于 OTC 检测的荧光探针。**结果** B-CDs 呈近球形, 分布均匀, 具有良好的水分散性和荧光稳定性, OTC 可选择性猝灭 B-CDs 的蓝光。在优化条件下, 该荧光探针对 0~1.00 mg/kg 范围内的 OTC 呈现良好的线性响应和灵敏度(Y=1070.95–673.35X, r^2=0.9959), 检出限低至 3.60 μg/kg, 定量限为 11.99 μg/kg。在实际样品加标回收实验中, 回收率范围为 94.00%~102.00%, 相对标准偏差范围为 0.17%~2.25%。**结论** 本方法具有操作简便、灵敏度高、准确性可靠、成本经济等优势, 在食品中 OTC 残留的快速筛查领域展现出良好的应用潜力。

关键词: 碳点; 荧光探针; 快速检测; 土霉素

Detection of oxytetracycline residues in food by carbon dots fluorescent probes

WANG Hui[1#*], LI Cheng-Qian[1,2#], LUO Xiao-Yu[1,2], HAN Yong[1*]

(1. *School of Agriculture and Bioengineering*, *Longdong University*, *Qingyang* 745000, *China*; 2. *College of Life Sciences and Engineering*, *Lanzhou University of Technology*, *Lanzhou* 730050, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for rapid detection oxytetracycline (OTC) residues in animal-derived foods by carbon dots (CDs) fluorescent probe. **Methods** Blue-emissive carbon dots (B-CDs) were synthesized via a one-step hydrothermal method using salicylic acid and o-phenylenediamine as precursors, and a fluorescent probe for OTC detection was constructed. **Results** The as-prepared B-CDs exhibited near-spherical morphology, uniform size distribution, good water dispersibility and stable fluorescence. The fluorescence of B-CDs could be selectively quenched by OTC. Under optimized conditions, the fluorescent probe exhibited good linear response and sensitivity for OTC in the range of 0–1.00 mg/kg (Y=1070.95–673.35X, r^2=0.9959), with a limit of

收稿日期: 2025-12-29
基金项目: 国家自然科学基金项目(32060571); 甘肃省重点人才项目(2025RCXM013); 甘肃省高校产业支撑项目(2025CYZC-063); 庆阳市联合基金重大项目(2025LZ1012)
#汪慧和李承谦为共同第一作者
第一作者/*通信作者: 汪慧(1985—), 女, 硕士, 副教授, 主要研究方向为食品安全控制。E-mail: whui0850@qq.com
第一作者: 承谦(2000—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为食品安全快速检测。E-mail: 3169752914@qq.com
***通信作者:** 韩雍(1980—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为食品安全控制。E-mail: hy0850@qq.com

detection as low as 3.60 μg/kg and a limit of quantitation of 11.99 μg/kg. In spiked recovery tests using real samples, recoveries ranged from 94.00% to 102.00%, with relative standard deviations between 0.17% and 2.25%. **Conclusion** The proposed method is simple to operate, highly sensitive, reliable and cost-effective, demonstrating promising potential for rapid screening of OTC residues in food samples.

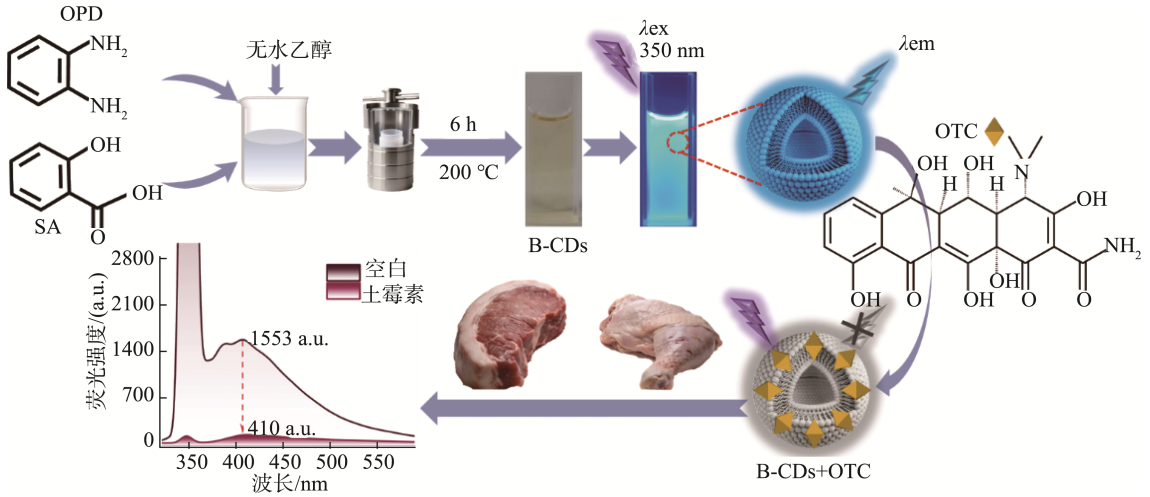
KEY WORDS: carbon dots; fluorescent probe; rapid detection; oxytetracycline

0 引 言

食品安全是维系社会健康稳定与可持续发展的关键所在，其漫长而复杂的产业链中任何一个环节的疏漏都可能引发严重后果。为应对集约化养殖中的疾病风险并提升效益，抗生素被广泛使用，然而不规范用药导致的残留超标问题日益突出。这些残留物可通过食物链在人体内蓄积，损害健康并加剧细菌耐药性这一全球性危机[1]。在众多抗生素中，土霉素(oxytetracycline，OTC)作为四环素类药物的代表之一，因其广谱抗菌、成本低廉及使用简便等特点，在养殖业中应用尤为普遍。其性质稳定，水溶性高且环境半衰期较长，导致在养殖环境与动物体内容易残留并难以快速降解[2]。当人们长期摄入残留 OTC 的食品后，它会在体内不断蓄积，可能引发肝肾损伤、过敏反应及肠道菌群紊乱等多种健康问题。更为严峻的是，OTC 的残留还会助长携带抗性基因的细菌滋生与扩散，削弱临床医疗中抗生素的治疗效果，对公共卫生构成持久威胁[3]。因此，建立高效灵敏的 OTC 残留检测方法对于保障食品安全和人类健康具有迫切的现实意义。

抗生素残留的检测是保障动物性食品安全的关键环节。目前常见的检测手段包括高效液相色谱法[4]、液相色谱-质谱法[5]以及免疫层析技术[6]等。这些方法虽各具优势，却普遍存在对仪器设备依赖性强、样品前处理复杂、操作环境要求高、成本昂贵等局限，难以实现现场快速与大范围筛查[7]。因此，发展一种简单、灵敏、高效的快速检测技术显得尤为迫切。荧光传感技术因其操作简便、响应迅速、灵敏度高等特点而备受关注，其中基于纳米材料的荧光探针更是在检测领域展现出巨大潜力[8]。碳点(carbon dots，CDs)作为一种新兴的零维碳基纳米材料，粒径通常小于 10 nm[9]，表面富含羧基(-COOH)、羟基(-OH)等亲水官能团，具有良好的水分散性与生物相容性。其独特的光致发光性质、可调控的发光行为以及易于功能化的表面特性，使其在抗生素检测、小分子识别及生物成像等领域广泛应用[10]。CDs 的制备方法主要分为自上而下与自下而上两类，其中自下而上的水热法或溶剂热法因操作简便、条件温和、原料易得而成为常用合成策略，尤其适于通过选择不同前驱体调控 CDs 的光学性能与表面化学特性[11]。在检测机制方面，CDs 与目标物之间的相互作用常引发荧光强度的变化，其中荧光猝灭是常见的响应模式，其机理可能涉及内滤效应[12]、荧光共振能量转移、静态或动态猝灭等过程，这为构建高选择性传感平台提供了理论基础[13]。

研究人员已开展了基于无机纳米材料的荧光探针用于 OTC 检测，但在配体修饰及环保安全等方面存在一定局限。本研究拟开发一种适用于食品中 OTC 残留快速筛查的荧光检测新方法为目标，通过简便的绿色合成策略(图 1)，以 OPD 和 SA 为前驱体，利用一步溶剂热法制备具有优异荧光



注：邻苯二胺(o-phenylenediamine，OPD)；水杨酸(salicylic acid，SA)；蓝色荧光碳点(blue-emissive carbon dots，B-CDs)；λex 表示激发波长；λem 表示发射波长。

图 1 B-CDs 的制备及其与 OTC 响应的示意图

Fig.1 Schematic diagram of the preparation of B-CDs and their response to OTC

性能的 B-CDs, 在激发波长为 350 nm 的条件下, B-CDs 的发射波长为 400 nm。在此基础上, 系统研究 B-CDs 与 OTC 之间的相互作用机制, 并致力于构建一个基于 B-CDs 的简易、灵敏、快速的传感平台。该研究的核心在于探索无需复杂仪器、操作简便的检测方案, 旨在为现场及基层环境下 OTC 残留的即时筛查提供一种可靠且成本低廉的技术思路。

1　材料与方法

1.1　材料与试剂

猪肉与鸡肉购于本地市场。

OPD、SA、OTC、四环素(tetracycline, TC)、盐酸金霉素(chlortetracycline hydrochloride, CTC)、恩诺沙星(enrofloxacin, ENR)、阿莫西林(amoxicillin, AMX)(分析纯, 上海阿拉丁生化科技有限公司); 氢氧化钠、硼酸、乙腈、无水乙醇(分析纯, 天津市天力化学试剂有限公司); 冰醋酸(分析纯, 天津市大茂化学试剂厂); 磷酸(分析纯, 烟台市双双化工有限公司); 实验用水为纯净水。

1.2　仪器与设备

JEM-2100 透射电子显微镜(transmission electron microscope, TEM)(日本 JEOL 公司); UV-2300II紫外可见分光光度计(ultraviolet and visible spectrophotometer, UV-vis)(上海天美科学仪器有限公司); F97Pro 荧光分光光度计(fluorescence spectrophotometer, FL)(上海棱光技术有限公司); KH5200DE 超声仪(江苏昆山禾创超声仪器有限公司); DGG-9030B 电热恒温鼓风干燥箱(上海森信实验仪器有限公司); H1850 离心机(最高转速 18500 r/min, 湖南湘仪实验室仪器开发有限公司); ST2100 pH 计、PR224ZH/E 电子天平(精度 0.1 mg)(常州奥豪斯仪器有限公司)。

1.3　方　法

1.3.1　B-CDs 的制备

精确称取 OPD 和 SA 各 0.50 g 置于烧杯, 以 40.00 mL 乙醇为溶剂, 经过超声处理使其完全溶解。然后, 将混合溶液转移至 50 mL 特佛龙反应釜, 置于烘箱中 200 ℃下经过 6 h 反应后, 自然冷却使反应体系达到室温, 随后以 8000 r/min 离心分离 15 min, 将较大的杂质颗粒沉降分离, 取上清液在 0.22 μm 的滤膜下过滤, 除去沉淀物, 最后将得到的 B-CDs 溶液放入试管中, 储存以备后续试验。

1.3.2　B-CDs 表征

采用 TEM 对 B-CDs 的形貌进行观察, 并通过 Image J (Win 64)软件统计分析其粒径分布。利用 FL 表征 B-CDs 的光学性质, 将 B-CDs 储备液稀释 100 倍, 涡旋混匀后取 3.00 mL 置于比色皿中, 在 330~370 nm 激发波长范围内进行全波段扫描, 采集 310~560 nm 发射波长区间的荧光光谱, 据此确定最佳激发波长与特征发射峰, 并记录相应荧光强度。进一步使用 UV-vis 对稀释后的 B-CDs 进行光谱测定, 以纯净水作为参比, 在 300~580 nm 波长范围内扫描吸收光谱, 设置参数(扫描间隔 1 nm, 狭缝宽度 2 nm), 扫描速度为中速结合 FL 光谱数据综合分析其光致发光特性。

1.3.3　检测条件的优化

为优化检测条件, 首先对 B-CDs 的稀释倍数进行筛选。其原液浓度过高会导致荧光信号降低[14], 本研究将其按 10、20、50、100、200 及 500 倍梯度进行稀释, 在相同荧光光谱测定条件下分别检测各浓度溶液的荧光强度, 据此选择适宜稀释倍数用于后续实验。进一步考察 pH 对 B-CDs 荧光性能的影响。分别取 1.00 mL 优化稀释后的 B-CDs 溶液, 与相同体积, pH 3.0~11.0 的 Britton-Robinson (BR)缓冲溶液(由 0.04 mol/L 硼酸、磷酸和冰醋酸混合配制而成, 用 0.02 mol/L 氢氧化钠溶液将 pH 调节至所需值)(各组分浓度 0.04 mol/L)混合, 以 1.00 mL 纯水代替缓冲液作为空白对照。各体系在室温下孵育 10~15 min 后, 使用荧光分光光度计测定荧光强度, 通过对比不同 pH 条件下的信号变化, 确定 B-CDs 的最佳检测 pH。

1.3.4　构建 B-CDs 荧光探针

在确定的最佳检测条件下, 将 OTC 标准溶液稀释为 1.000000、0.500000、0.250000、0.125000、0.062500、0.031250、0.015625 及 0 mg/kg 系列浓度。分别取 1.00 mL 各浓度溶液, 依次加入 1.00 mL 按最佳倍数稀释的 B-CDs 溶液和 1.00 mL pH 6.0 的 BR 缓冲溶液, 以纯净水代替 OTC 标准溶液作为空白对照。各混合体系经涡旋混匀后, 于室温反应 15 min, 随后在优化后的激发波长下扫描获得荧光光谱, 记录特征荧光强度值。所有操作均进行 3 次平行实验。基于所得数据, 利用分析软件建立荧光强度与 OTC 浓度之间的标准曲线, 得到线性回归方程及决定系数(r^2), 检出限(limit of detection, LOD)依据公式 LOD=3σ/k 计算, 定量限(limit of quantitation, LOQ)依据公式 LOQ=10σ/k 计算, 其中 σ 为 9 组空白实验荧光强度的标准偏差, k 为标准曲线的斜率[15–16]。通过以上分析评估该 B-CDs 荧光探针检测 OTC 的灵敏度与可行性。

1.3.5　B-CDs 对抗生素的选择性

为评估所合成 B-CDs 荧光探针对 OTC 检测的选择性, 研究选取了四环素类抗生素中其他抗生素(TC、CTC)、ENR 与 AMX 作为干扰抗生素, 其标准溶液浓度均设定为 1.00 mg/kg。以等体积的纯净水代替抗生素溶液作为空白对照, 分别取 2.00 mL 稀释后的 B-CDs 溶液与 1.00 mL 各抗生素标准溶液于试管中混合, 涡旋均质 10~15 min, 形成均匀的检测体系。随后, 使用荧光分光光度计测定各混合溶液的荧光光谱。上述操作均进行 3 次平行试验, 系统记录 B-CDs 与不同抗生素共存情况下的荧光特征数据。

1.3.6　实际样品中 OTC 检测

为评估该检测方法在实际样品中的应用性能, 选取

猪肉与鸡肉作为代表性动物源性食品。准确称取 5.00 g 经搅碎的样品，加入 20.00 mL 乙腈，涡旋振荡 5 min 后超声提取 30 min。随后在 8000 r/min 条件下离心 15 min，收集上清液，并经 0.22 μm 滤膜过滤，以去除样品基质中的大分子杂质。进一步采用加标回收实验进行验证，分别向样品溶液中加入 1.00 mL 浓度为 0、0.50 及 1.00 mg/kg 的 OTC 溶液，并加入 1.00 mL pH 6.0 的 BR 缓冲溶液，混匀后进行检测。使用荧光光谱仪测定各加标样品的荧光响应，由拟合的线性方程算出样品中 OTC 的实际浓度、加标回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)[17]，评估该方法在实际样品中对 OTC 残留的检测能力与可靠性。加标回收率计算如公式(1)所示：

$$加标回收率/\%=(N_1-N_2)/N_3\times 100\% \quad (1)$$

式中：N_1 为加标样品测定值所求浓度，μg/kg；N_2 为样品测定值初始浓度，μg/kg；N_3 为加标浓度，μg/kg。

1.4 数据处理

所有数据绘图均使用 Origin 2024 软件处理绘制，使用 Excel 2016 整理数据制表，每次实验重复 3 次。

2 结果与分析

2.1 B-CDs 的形貌表征

B-CDs 的形貌与粒径分布如图 2 所示，TEM 图像(图 2a)显示，B-CDs 呈现良好的分散性，颗粒形状近似球形，分布较为均匀，符合典型荧光碳纳米材料的结构特征。基于 TEM 图像，通过 Image J (Win 64)软件统计绘制了粒径分布直方图(图 2b)。结果表明，B-CDs 的粒径主要分布在 1.62~4.36 nm 之间，平均粒径为 3.08 nm，处于 CDs 常见的尺寸范围(<10 nm)[18]。

2.2 光学性能分析

采用 UV-vis 光谱与 FL 光谱对所合成 B-CDs 的光学性质进行了表征。结果如图 3a 所示，B-CDs 的 UV-vis 光谱在 313、355、480 和 544 nm 处呈现 4 个特征吸收峰。其中，313 nm 附近的吸收峰可归属为碳核 sp^2 杂化域的 π-π* 电子跃迁；355 nm 处的吸收可能源于表面羰基或羧基的 *n*-π*跃迁；而 480 nm 与 544 nm 处的较宽吸收带，通常与表面态或分子内电荷转移有关，反映了 B-CDs 表面官能团对光吸收的贡献[19]。为便于应用 B-CDs 表面官能团，促进 B-CDs 对 OTC 的灵敏响应，选择 350 nm 为 B-CDs 激发波长，以其相应的 400 nm 发射波长为检测信号[20]。在日光下，B-CDs 溶液呈红棕色，而在 365 nm 紫外灯激发下发出明亮的蓝色荧光。FL 光谱表明(图 3b)，B-CDs 的发射峰出现明显的右移，说明其具有一定的激发依赖性[21]，发射峰的强度都随激发波长的变化出现了显著的变动，为了防止激发光与发射光之间的干扰现象[22]，综合分析后选择 350 nm 作为激发波长，相应的 400 nm 发射作为检测信号，稳定其光学性能，实现高精度测量。上述光学特征表明，该 B-CDs 的发光行为由其碳核共轭结构与表面官能团共同调控，使其具备构建荧光探针的良好光学基础。

2.3 检测条件优化

为优化检测性能，系统考察了稀释倍数与 pH 对 B-CDs 荧光强度的影响。在 350 nm 激发波长下，测定了不同稀释倍数(10~500 倍)B-CDs 溶液的荧光强度变化。如图 4 所示，随着稀释倍数增加，荧光强度呈现先升高后降低的趋势，从 10 倍稀释至 50 倍时荧光逐渐增强，而在 50 倍至 500 倍范围内则逐渐减弱，该现象可能与 B-CDs 在高浓度下的聚集诱导导致自身荧光猝灭，适当稀释有助于减弱聚集效应，提高荧光效率[23]，但过度稀释会导致单位体积内发光中心数量减少，从而使总体荧光信号下降[24]。考虑到 50 倍与 100 倍稀释下的荧光光谱曲线较为接近，兼顾信号强度与试剂用量，最终选择稀释 100 倍的 B-CDs 用于后续实验。进一步评估了缓冲体系 pH (3~11)对 B-CDs 荧光行为的影响。结果显示，在 pH 3~5 范围内荧光强度波动较为明显；在 pH 6~8 的中性至弱碱性区间内，荧光信号

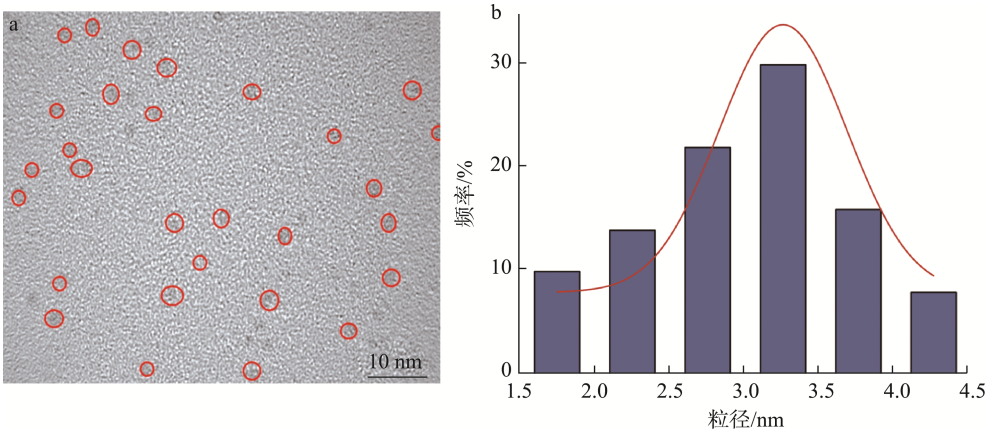
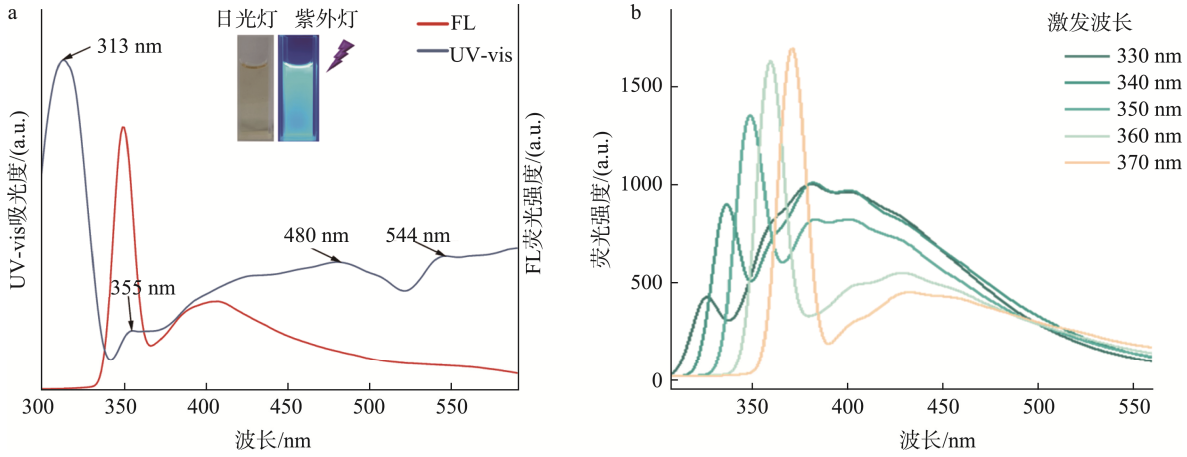


图 2 B-CDs 的 TEM 图像(a)和粒度分布直方图(b)

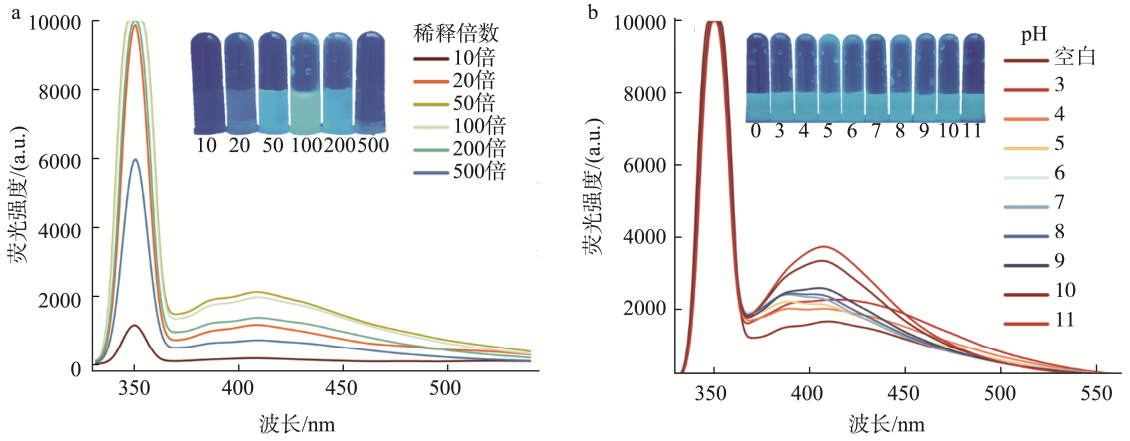
Fig.2 TEM image (a) and particle size distribution histogram (b) of B-CDs



注：图 a 插图为 B-CDs 日光灯和 365 nm 紫外灯下的照片。

图 3　B-CDs 的 UV-vis 和 FL 光谱图(a)和不同激发波长下 B-CDs 的荧光光谱图(b)

Fig. 3　UV-vis and FL spectra of B-CDs (a) and fluorescence emission spectra of B-CDs under different excitation wavelengths (b)



注：a. 不同稀释倍数对荧光强度的影响；b. BR 缓冲液 pH 对荧光强度的影响；各图插图为相应的紫外灯照射下的实物图。

图 4　B-CDs 光学性能

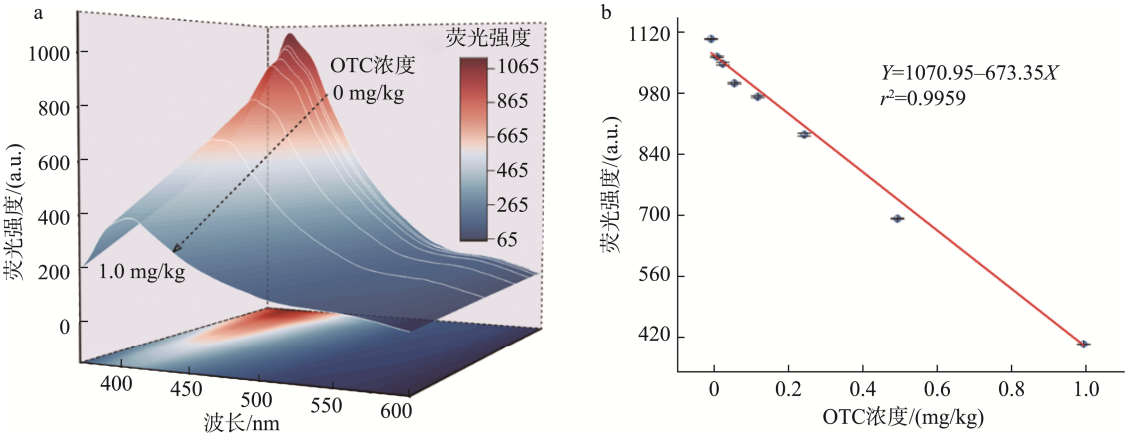
Fig.4　Optical properties of B-CDs

保持相对稳定；而在 pH 9~11 的碱性条件下，荧光强度显著增强。该变化可能与 B-CDs 表面官能团(如-COOH、-NH_2 等)在不同 pH 环境中的质子化状态有关，从而影响其电子结构与发光性质[25]。尽管碱性条件下荧光更强，但为接近多数实际样品的基质环境并确保检测体系的普遍适用性与稳定性，最终选择 pH 6 的 BR 缓冲溶液作为后续检测条件。

2.4　灵敏度分析

在最优 pH 6 的缓冲体系条件下，通过测定不同浓度 OTC 标准溶液与 B-CDs 相互作用的荧光光谱，建立了 OTC 的定量检测标准曲线。如图 5a 所示，随着 OTC 浓度在 0~1.00 mg/kg 范围内逐渐增加，B-CDs 在 400 nm 处的荧光强度呈系统性下降，表明 OTC 对 B-CDs 具有明显的荧光猝灭效应。进一步分析显示，在此浓度区间内，荧光强度值与 OTC 浓度之间呈现良好的线性关系(图 5b)，拟合得到线性回归方程为 Y=1070.95–673.35X (X 为 OTC 浓度，单位 mg/kg)，r^2=0.9959。以上结果表明，所构建的 B-CDs 荧光探针在灵敏度与合规性方面具备良好的应用潜力，适用于食品中 OTC 残留的快速检测。

本研究构建的 B-CDs 荧光探针在 0~1.00 mg/kg 范围内对 OTC 表现出良好的线性响应，整个检测过程仅需 15 min。该方法的 LOD 和 LOQ 分别为 3.60 μg/kg 和 11.99 μg/kg (表 1)，明显低于 GB 31650—2019《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》中对猪肉和鸡肉中 OTC 的残留限量规定(200 μg/kg)。与高效液相色谱法、表面增强拉曼光谱法、电化学法及其他文献报道方法相比，本方法在灵敏度方面具有明显优势，能够实现更低的 LOD 和 LOQ。此外，由于在较窄的线性区间内，OTC 浓度的微小变化即可引起荧光信号的显著改变，该方法不仅提升了检测灵敏度，也简化了样品前处理流程。实验中无需进行复杂的多级稀释，从而减少了因稀释偏差和移液操作引入的人为误差，进一步提高了方法的重复性和再现性[31]。



注: a. 不同 OTC 浓度下的荧光发射光谱; b. 荧光强度与 OTC 浓度的线性关系。

图 5 B-CDs 荧光探针对 OTC 的灵敏度检测

Fig.5 Sensitivity detection of OTC by B-CDs fluorescent probe

表 1 B-CDs 荧光探针与一些检测 OTC 的方法比较(n=3)

Table 1 Comparison of B-CDs fluorescent probe with some methods of OTC detection (n=3)

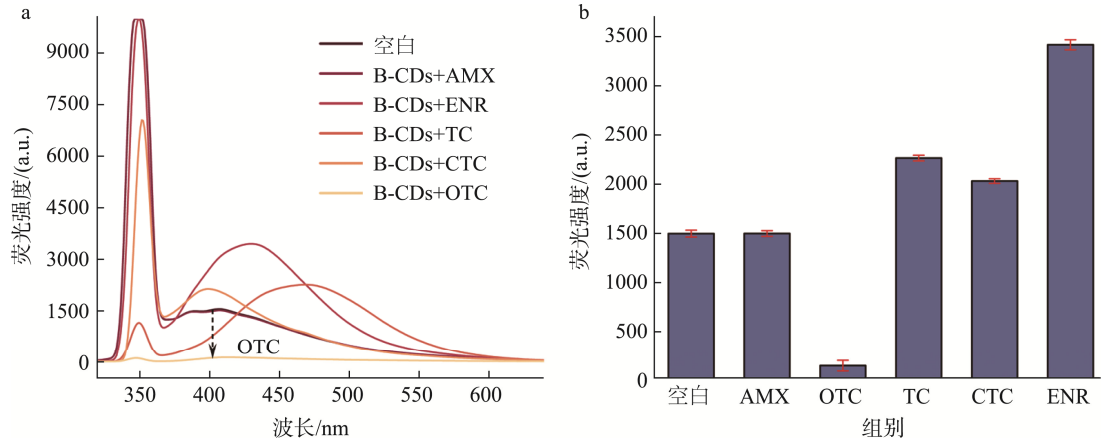
检测类型	线性范围/(μg/kg)	LODs/(μg/kg)	LOQs/(μg/kg)	参考文献
高效液相色谱法	5.00×10^2~4.00×10^3	2.00×10^3	6.67×10^3	[26]
表面增强拉曼光谱法	2.00×10^2~2.20×10^4	2.00×10^2	6.67×10^2	[27]
免疫层析法	未明确	15.00	49.94	[28]
氮掺杂碳点荧光法	9.20×10^2~2.70×10^4	73.67	245.32	[29]
电化学传感法	4.60×10^3~2.30×10^3	4.60×10^3	15.32×10^3	[30]
B-CDs 荧光法	0~1.00×10^3	3.60	11.99	本研究

2.5 B-CDs 的选择性评价

通过测定多种抗生素共存体系下 B-CDs 的荧光响应，评价了其对 OTC 的选择性识别能力。在相同浓度条件下，对干扰物质进行对比实验。如图 6 所示，仅 OTC 能够引起 B-CDs 在特征发射波长处发生显著的荧光猝灭，而其他抗生素处理组的荧光强度与空白对照组相比均未发生明显猝灭。该结果表明，所制备的 B-CDs 对 OTC 具有较高的选择性识别能力，在复杂样品体系中区分并检测 OTC 残留方面展现出良好的应用前景。

2.6 实际样品检测

为验证所构建荧光探针在实际样品中的适用性，选取猪肉与鸡肉作为代表性基质进行加标回收实验。样品经前处理后，分别添加低、中、高 3 个浓度的 OTC 溶液(0、0.50、1.00 mg/kg)，按照确定的最佳检测条件进行测定。结果如表 2 所示，加标回收率介于 94.00%~102.00%之间，RSDs 范围为 0.17%~2.25%。该结果表明，本方法具有良好的准确度与精密度，B-CDs 荧光探针在实际食品样品 OTC 残留检测中具备可靠性与实际应用潜力。



注: a. 荧光光谱变化; b. 荧光强度对比。

图 6 B-CDs 荧光探针对 OTC 与不同抗生素的荧光响应

Fig. 6 Fluorescence responses of B-CDs fluorescent probes to OTC and different antibiotics

表 2　B-CDs 荧光探针在实际样品中对 OTC 的加标回收试验(n=3)

Table 2　Spiked recovery test of OTC in actual samples using B-CDs fluorescent probe (n=3)

样品	加标量/(mg/kg)	检测量/(mg/kg)	回收率/%	RSDs/%
猪肉	0	<LOD	-	-
	0.50	0.51±0.05	102.00	0.48
	1.00	1.00±0.06	99.50	1.49
鸡肉	0	<LOD	-	-
	0.50	0.47±0.04	94.00	0.17
	1.00	0.98±0.01	98.10	2.25

注: -表示无此项。

3　结　论

本研究以 OPD 与 SA 为原料, 通过一步溶剂热法成功合成了 B-CDs, 并构建了用于特异性检测 OTC 的荧光探针。UV-vis 光谱与 FL 光谱分析表明, OTC 可选择性猝灭 B-CDs 的荧光, 在 0~1.00 mg/kg 浓度范围内, OTC 与 B-CDs 的荧光强度呈现良好的线性关系, 方法 LOD 低至 3.60 μg/kg, LOQ 为 11.99 μg/kg, 灵敏度显著优于现有常规方法。在实际猪肉与鸡肉样品中进行加标回收实验, 回收率范围为 94.00%~102.00%, RSDs 为 0.17%~2.25%, 表明该方法具有良好的准确度与重复性, 适用于复杂食品基质中痕量 OTC 的检测。但本研究仅对 B-CDs 用于 OTC 检测荧光探针的构建, 对其响应机制和高灵敏响应需要进一步完善。本研究建立的 B-CDs 荧光探针具有合成简便、响应快速、灵敏度高、选择性好等优点, 不仅为食品中 OTC 残留的快速筛查提供了一种分析手段, 也为基于 CDs 的荧光传感技术在食品安全检测领域的实际应用提供了参考。

参考文献

[1] CHEN PF, KHAN MI, QIN MW, *et al*. Advances in lateral flow assays for sensitive detection of antibiotic residues: An intelligent tool for food safety monitoring [J]. Trends in Analytical Chemistry, 2025, 193: 118462.

[2] HEBBAL AM, LATHA C, MENON VK, *et al*. Occurrence of oxytetracycline residues in milk samples from Palakkad, Kerala, India [J]. Veterinary World, 2020, 13(6): 1056–1064.

[3] 徐秋桐, 鲍陈燕, 章明奎. 土壤中土霉素对 12 种农作物幼苗毒性阈值研究[J]. 安徽农学通报, 2014, 20(9): 16–17, 36.
XU QT, BAO CY, ZHANG MK. Study on toxicity thresholds of oxytetracycline in soil to seedlings of 12 crop species [J]. Anhui Agricultural Science Bulletin, 2014, 20(9): 16–17, 36.

[4] 闲少玲. 高效液相色谱法测定鸭肉中土霉素, 四环素, 金霉素及强力霉素残留量的研究[J]. 食品安全导刊, 2022(13): 96–98, 102.
XIAN SL. Study on the determination of oxytetracycline, tetracycline, chlortetracycline and doxycycline residues in duck meat by HPLC [J]. China Food Safety Magazine, 2022(13): 96–98, 102.

[5] 梅英杰, 史新宇, 董瑾, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时检测鸡肉中氯霉素、四环素、金霉素和土霉素[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(8): 240–245.
MEI YJ, SHI XY, DONG J, *et al*. Ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for simultaneous detection of chloramphenicol, tetracycline, chlortetracycline and oxytetracycline in chicken meat [J]. Food and Fermentation Industries, 2017, 43(8): 240–245.

[6] 栗慧, 于苗, 刘培, 等. 胶体金免疫层析法快速检测动物源性食品中土霉素残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(5): 1524–1530.
LI H, YU M, LIU P, *et al*. Rapid detection of oxytetracycline residues in animal-derived foods by colloidal gold immunochromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2022, 13(5): 1524–1530.

[7] 唐海波, 齐维, 唐时幸. 荧光定量法快速检测鲜奶中四环素类总量残留[J]. 现代食品科技, 2012, 28(11): 1600–1602.
TANG HB, QI W, TANG SX. Rapid detection of total residues of tetracyclines in fresh milk by fluorescence quantitative method [J]. Modern Food Science and Technology, 2012, 28(11): 1600–1602.

[8] 王莹, 贾纪萍, 张卉, 等. 碳点荧光探针技术在食品中四环素类抗生素残留检测中的应用研究进展[J]. 食品科技, 2022, 47(8): 301–306.
WANG Y, JIA JP, ZHANG H, *et al*. Research progress on the application of carbon dot fluorescent probe technology in the detection of tetracycline antibiotic residues in food [J]. Food Science and Technology, 2022, 47(8): 301–306.

[9] OZYURT D, KOBAISI MA, HOCKING RK, *et al.* Properties, synthesis, and applications of carbon dots: A review [J]. Carbon Trends, 2023, 12: 100276.

[10] 柴佩君, 宋志花, 刘万卉, 等. 碳点在抗生素分析检测中的应用[J]. 色谱, 2021, 39(8): 816–826.
CHAI PJ, SONG ZH, LIU WH, *et al*. Application of carbon dots in antibiotic analysis and detection [J]. Chinese Journal of Chromatography Chromatography, 2021, 39(8): 816–826.

[11] WANG P, CHEN CM, REN HW, *et al.* A review of carbon dots in synthesis strategies, photoluminescence mechanisms, and applications in wastewater treatment [J]. Chinese Chemical Letters, 2025, 36(9): 110725.

[12] 张蕾, 王婷, 张正伟. 荧光碳点在分析传感中的应用进展[J]. 分析试验室, 2023, 42(11): 1540–1551.
ZHANG L, WANG T, ZHANG ZW. Progress in the application of fluorescent carbon dots in analytical sensing [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2023, 42(11): 1540–1551.

[13] HAO YM, WEN XL, ZHENG XF, *et al*. Dual-mechanism detecting fluoride and tetracycline in food matrices using red-emitting carbon dots [J]. Talanta, 2025, 293: 128126.

[14] 曲彦霏, 李迪, 曲松楠. 抗聚集诱导荧光猝灭的固态发光碳纳米点: 制

备、光物理性质及应用[J]. 发光学报, 2021, 42(8): 1141–1154.
QU YF, LI D, QU SN. Aggregation-induced fluorescence quenching resistant solid-state luminescent carbon nanodots: Preparation, photophysical properties, and applications [J]. Chinese Journal of Luminescence, 2021, 42(8): 1141–1154.

[15] HU J, MA YS, WU SG. Synthesis and application of optically stable red fluorescent carbon dots for sensitive and selective detection of ceftazidime [J]. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2025, 327: 125341.

[16] JAMPILEK J, DOLOWY M, ALINA PP. Estimating limits of detection and quantification of ibuprofen by TLC-densitometry at different chromatographic conditions [J]. Processes, 2020, 8(8): 919.

[17] GUO XQ, LIU Y, DONG WJ, *et al*. Azithromycin detection in cells and tablets by N,S co-doped carbon quantum dots [J]. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2021, 252: 119506.

[18] KHAVLYUK PD, STEPANIDENKO EA, BONDARENKO DP, *et al*. The influence of thermal treatment conditions (solvothermal versus microwave) and solvent polarity on the morphology and emission of phloroglucinol-based nitrogen-doped carbon dots [J]. Nanoscale, 2021, 13(5): 3070–3078.

[19] ARROYAVE JM, AMBRUSI RE, ROBEIN Y, *et al*. Carbon dots structural characterization by solution-state NMR and UV-visible spectroscopy and DFT modeling [J]. Applied Surface Science, 2021, 564: 150195.

[20] 王倩, 汪慧, 李忠宏, 等. 碳点荧光可视化检测肉制品中的氯化血红素[J]. 食品科学, 2025, 46(12): 297–305.
WANG Q, WANG H, LI ZH, *et al*. Fluorescent visual detection of hemin in meat products using carbon dots [J]. Food Science, 2025, 46(12): 297–305.

[21] WALUYO R, MANOPO J, ISNAENI, *et al*. Unraveling excitation-dependent fluorescence of nitrogen and sodium co-doped carbon dots for dual detection of Fe^{3+} and Ag^{+} [J]. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2025, 707: 135810.

[22] BAVYA DK, SUGUNA P, RAJI A, *et al*. Eco-friendly *Coccinia grandis*-derived excitation-dependent fluorescence of carbon dots for *in-vivo* bioimaging and fluorescent ink applications [J]. Materials Science & Engineering B, 2024, 303: 117300.

[23] YOO JH, KWAK EB, KIM HD. Self-quenching origin of carbon dots and the guideline for their solid-state luminescence [J]. The Journal of Physical Chemistry C, 2019, 123(44): 27124–27131.

[24] LI, B, GUO YL, DONG YP, *et al*. Insight into excitation-related luminescence properties of carbon dots: Synergistic effect from photoluminescence centers in the carbon core and on the surface [J]. RSC Advances, 2016, 6(109): 107263–107269.

[25] ZHANG L, HAO YM, LIU Y, *et al.* Nickel doping: Improving the optical properties of carbon dots and increasing the sensitivity for detecting pH and water [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2024, 976: 173131.

[26] 贾涛. 高效液相色谱法检测饲料中的土霉素[J]. 畜牧产业, 2016(7): 51–54.
JIA T. Detection of oxytetracycline in feed by high performance liquid chromatography [J]. Animal Agriculture, 2016(7): 51–54.

[27] 郭红青, 刘木华, 袁海超, 等. 表面增强拉曼光谱技术快速检测鸭肉中的土霉素[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(1): 169–176.
GUO HQ, LIU MH, YUAN HC, *et al.* Rapid detection of oxytetracycline in duck meat by surface-enhanced Raman spectroscopy technology [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2017, 8(1): 169–176.

[28] ABDUL A, BUSHRA A, FAQIR M, *et al*. Development of a lateral-flow immunochromatographic strip for the detection of oxytetracycline residues in biological fluids [J]. ACS Omega, 2023, 8(39): 36237–36244.

[29] 谢建新, 朱艺, 吴云英, 等. 海带衍生荧光碳点灵敏检测环境水样中土霉素残留[J]. 广州化学, 2025, 50(3): 75–78.
XIE JX, ZHU Y, WU YY, *et al.* Sensitive detection of oxytetracycline residues in environmental water samples using kelp-derived fluorescent carbon dots [J]. Guangzhou Chemistry, 2025, 50(3): 75–78.

[30] XIE SW, XU JX, DU JJ, *et al*. Electrochemical sensors based on Ni-Co alloy electrodes for detection of oxytetracycline in alkaline medium [J]. Journal of Bionanoscience, 2016, 10(4): 288–292.

[31] 董彪. 标准溶液逐级稀释和一步稀释的误差探讨[J]. 纺织标准与质量, 2024(2): 32–34.
DONG B. Discussion on errors in stepwise dilution and one-step dilution of standard solutions [J]. Textile Standards and Quality, 2024(2): 32–34.

(责任编辑: 安香玉 蔡世佳)