

一种流动注射电致化学发光检测系统的建立

王建¹, 池毓务¹, 陈曦², 陈国南¹

(1. 福州大学化学系, 福建 福州 350002; 2. 厦门大学化学系, 福建 厦门 361005)

摘要: 讨论了一种流动注射电致化学发光检测系统的研制, 并用 Luminol 对其性能进行了测试.

关键词: 电致化学发光; 流动注射; 鲁米诺

中图分类号: O657. 3

文献标识码: A

电致化学发光检测系统的研制报道较少^[1-3], 我们建立了一种新的流动注射电致化学发光检测系统, 其中的电致化学发光检测器可直接与流动注射、高效液相色谱等联用.

1 流动注射电致化学发光检测系统的基本结构

本流动注射电致化学发光系统由 LZ- 2000 型流动注射仪, HFC- I 型化学发光测试仪及 Model- 400 型电化学检测器, XWT- 104 型台式自动平衡记录仪等组成. 系统的基本结构及流路设计参见图 1.

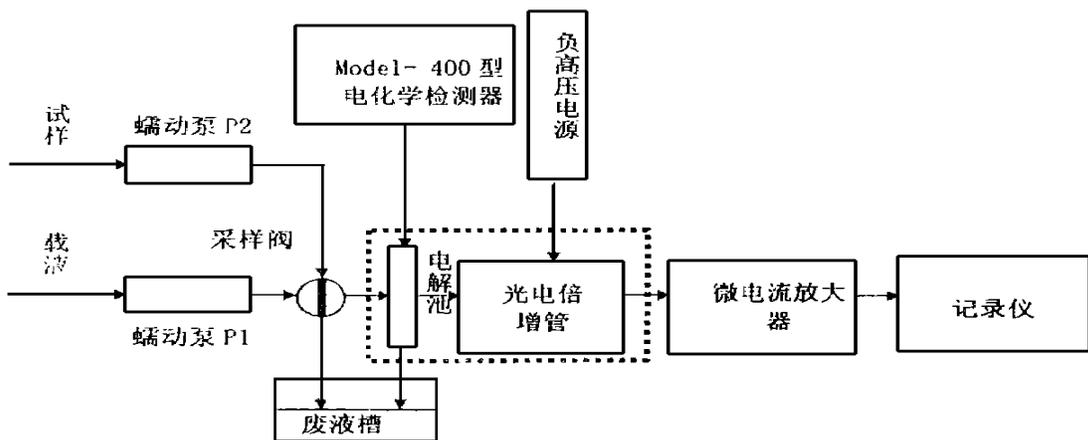


图 1 流动注射- 电致化学发光检测实验示意图

电致化学发光检测器中的薄层流动电解池结构如图 2 所示. 中间挖孔的 Teflon 薄膜被夹在一块有机玻璃和一块石英窗之间, 形成一体积很小的电解池, 该膜厚度约为 0.05mm, 中间的空洞形状与玻碳工作电极 (GCE) 的形状相同, 约为 22.1mm². 整个电解池体积约为 1.1mm³. 电极采用的是三电极系统, 辅助电极是一不锈钢导管, 置于电解池出口处, 电解池出口处还有一个 Ag/AgCl 参比电极.

收稿日期: 1999- 06- 01

作者简介: 王建 (1973-), 男, 助教, 硕士.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (296750003); 福建省自然科学基金资助项目 (B9810006)

Model-400 型电化学检测器 (美国 Princeton 应用研究所) 被利用来对电解池施加不同的电压信号. 它可提供直流模式、扫描模式和脉冲模式的电压信号.

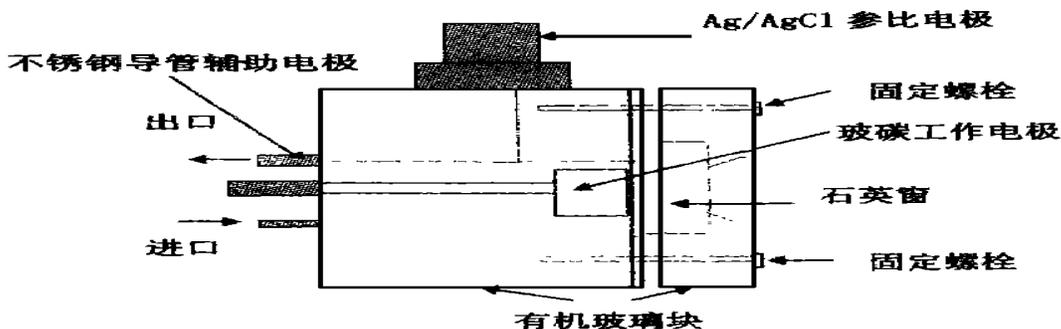


图2 薄层流动电解池结构简图

2 鲁米诺在脉冲电压下的电致化学发光行为

建立的流动注射电致化学发光检测系统具有自动化程度高, 线性响应范围宽, 灵敏度高, 功能多等优点. 该系统的电信号发生部分, 可根据不同的研究对象, 选择正矩型脉冲、正负矩型脉冲、线性扫描、直流等电信号来研究体系的电致化学发光.

将该系统用于研究鲁米诺的电致化学发光行为, 发现在脉冲电压下, 鲁米诺产生的电致化学发光在稳定性和灵敏度方面都大大优于使用直流电压时的情况. 由于在流动注射状态下, 三角波脉冲电压难以控制, 所以采用常规方波脉冲. 在最佳条件下, 鲁米诺的最低检测限为 1.6 nmol/L , $0.1 \mu\text{mol/L}$ 的鲁米诺测定的相对标准偏差是 0.91% ($n = 11$). 本文还讨论了在脉冲电压作用下, 鲁米诺电致化学发光反应机理.

参考文献:

- [1] 游新奎, D J Malcolm-Lawes. 液相色谱的交流电致化学发光检测系统的研制. 色谱, 1995, 13 (3): 166~169.
- [2] 郑行望, 章竹君. 一种新的流动注射电致化学发光分析方法及硫高子的分析测定研究. 高等学校化学学报, 1999, 20 (2): 209~213.
- [3] Skotty D R, Lee W Y, Nieman T A. Determination of dansyl amino acids and oxalate by HPLC with electro-generated chemiluminescence detection using tris (2, 2'-bipyridyl) ruthenium (II) in the mobile phase. Anal Chem. 1996, 68: 1530~1535.

The Establishment of a FIA System with ECL Detection

WANG Jian¹, CHI Yu-wu¹, CHEN Xi², CHEN Gou-nan¹

(1. Department of Chemistry, Fuzhou University, Fujian Fuzhou 350002, China; 2. Department of Chemistry, Xiamen University, Fujian Xiamen 361005, China)

Abstract: A novel ECL detection system for HPLC and FIA has been set-up. The performance of our detection system has been studied with luminol.

Keywords: electrochemiluminescence detection system; flow injection analysis; luminol