



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101893576 A

(43) 申请公布日 2010. 11. 24

(21) 申请号 201010210460. 9

(22) 申请日 2010. 06. 18

(71) 申请人 北京欧凯纳斯科技有限公司
地址 100094 北京市海淀区北清路 103 号

(72) 发明人 刘迎春 高源

(74) 专利代理机构 北京路浩知识产权代理有限公司 11002

代理人 张庆敏 王朋飞

(51) Int. Cl.

G01N 21/78 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 5 页

(54) 发明名称

一种重金属检测试纸及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种重金属检测试纸,其为用显色剂溶液浸泡后的滤纸,所述显色剂溶液的成分包括二氧化氯、重金属螯合剂及二氧化氯显色剂,其摩尔比为 1~5 : 1 : 1~10。本发明还提供了上述试纸的制备方法及应用。本发明的优点和有益效果在于:(1) 制作简单、成本低、价格低廉;(2) 灵敏度高,最低检测线达到 0.004mg/L;(3) 使用简单方便、检测速度快,可广泛应用于食品、中草药提取物、水体或其它领域中重金属总含量的快速检测;(4) 干扰少,不受样品 pH 值的影响。

1. 一种重金属检测试纸,其为用显色剂溶液浸泡后的滤纸,其特征在于,所述显色剂溶液的成分包括二氧化氯、重金属螯合剂及二氧化氯显色剂,其摩尔比为 $1 \sim 5 : 1 : 1 \sim 10$ 。

2. 根据权利要求 1 所述的重金属检测试纸,其特征在于,所述重金属螯合剂包括乙二胺四乙酸、乙二醇二乙醚二胺四乙酸、聚乙烯吡咯烷酮、8-羟基喹啉、三乙醇胺、乙二胺四丙酸或三乙撑四胺。

3. 根据权利要求 2 所述的重金属检测试纸,其特征在于,所述重金属螯合剂为乙二胺四乙酸或聚乙烯吡咯烷酮。

4. 根据权利要求 1 所述的重金属检测试纸,其特征在于,所述二氧化氯显色剂包括碘化钾 / 淀粉、氯酚红、若丹明 B、亚甲基蓝、N,N-二乙基 - 对苯二胺或酪氨酸。

5. 根据权利要求 4 所述的重金属检测试纸,其特征在于,所述二氧化氯显色剂为碘化钾 / 淀粉或 N,N-二乙基 - 对苯二胺。

6. 一种制备权利要求 1-5 任意一项所述重金属检测试纸的方法,其包括如下步骤:

1) 制备显色剂溶液:向二氧化氯的饱和水溶液中加入重金属螯合剂,通入高纯氮气至黄绿色消失,然后在 $30 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 温度下保温 $5 \sim 20\text{min}$ 后冷却到室温;然后加入二氧化氯显色剂,搅拌均匀即制得显色剂溶液;

2) 滤纸浸泡:将滤纸放入上述显色剂溶液中常温下浸泡 $1 \sim 3\text{h}$;

3) 干燥:将浸泡后的滤纸取出,自然晾干。

7. 根据权利要求 6 所述的制备方法,其特征在于,步骤 1) 中二氧化氯、重金属螯合剂及二氧化氯显色剂的摩尔比为 $1 \sim 5 : 1 : 1 \sim 10$ 。

8. 根据权利要求 6 或 7 所述的制备方法,其特征在于,步骤 1) 中所述重金属螯合剂包括乙二胺四乙酸、乙二醇二乙醚二胺四乙酸、聚乙烯吡咯烷酮、8-羟基喹啉、三乙醇胺、乙二胺四丙酸或三乙撑四胺;所述二氧化氯显色剂包括碘化钾 / 淀粉、氯酚红、若丹明 B、亚甲基蓝、N,N-二乙基 - 对苯二胺或酪氨酸。

9. 根据权利要求 8 所述的制备方法,其特征在于,步骤 1) 中所述重金属螯合剂为乙二胺四乙酸或聚乙烯吡咯烷酮;所述二氧化氯显色剂为碘化钾 / 淀粉或 N,N-二乙基 - 对苯二胺。

10. 权利要求 1-5 任意一项所述的重金属检测试纸在检测重金属总含量方面的应用。

一种重金属检测试纸及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及重金属的检测技术,具体地说,涉及一种基于二氧化氯的重金属检测试纸及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 重金属污染在我国已经成为一个不可忽视的问题。随着我国工业的飞速发展,尤其是乡镇企业的迅猛发展,大量的含有重金属的工业废水及其废弃物未经处理直接排入水体,造成江、河、湖、海、地下水等水源的污染,其造成的直接影响是:水产品的食用安全质量受到威胁。同时,由于我国很多地区存在着大片的污灌区,造成了重金属在一些污灌区的农田中长期积累,农田重金属污染案件频发。大多数重金属都能抑制生物酶的活性,破坏正常的生物化学反应,并且生物体从环境中摄取重金属,经过食物链的生物放大作用,逐级在较高级生物体内成千万倍地富集起来,然后通过食物链进入人体,进而产生急性或慢性毒性反应,包括致畸、致癌和致突变等潜在危害。

[0003] 目前重金属的检测方法主要有:1)原子吸收光度法;2)原子荧光法;3)比色法;4)阳极溶出伏安法;5)示波极谱法;6)EDTA(乙二胺四乙酸)滴定法。这些方法虽然灵敏、准确,但是所需仪器复杂、需要专门的分析技术人员,且标准品价格昂贵,前处理麻烦,不能同时检测大量样品,不适合现场及大规模的推广应用。为此,建立一套切实可行、覆盖面广的环境快速检测技术以满足现场快速检测需要成为当务之急。

[0004] 试纸法具有检测灵敏、准确、价格低廉、使用方便等特点,作为一种快速的现场检测方法,试纸法在食品、医疗卫生、室内空气监测等领域得到了广泛应用。关于重金属的快速试纸检测技术也有了飞快的发展,目前发展比较成熟的主要有两种技术,一是利用某种重金属离子和某些特殊显色剂的显色反应,另一种是根据免疫学检测原理,利用抗体识别某种重金属。这两种试纸虽然可以选择性的检测某一种重金属离子含量,但是价格昂贵,而且无法测定重金属总含量是否超标。

[0005] 二氧化氯分子由一个氯原子和两个氧原子构成,外电子层共有19个电子,是奇电子化合物,具有很强的氧化性,其氧化能力是氯气的2.63倍。综合有关络合物的理论及二氧化氯分子的微观结构和特性可知,二氧化氯分子中存在着能量较低的3d轨道和4s轨道,这种特殊的结构为它与络合剂的络合反应提供了可能,即二氧化氯分子是缺电子化合物,可以接受外来的孤对电子,也可以与多齿配位体形成螯合物,从而得到性质更稳定的二氧化氯溶液。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种基于二氧化氯的重金属检测试纸,该检测试纸解决了现有技术的缺点,操作简单、携带方便、成本低廉,能快速检测重金属总含量是否超标。

[0007] 本发明的另一目的在于提供上述重金属检测试纸的制备方法。

[0008] 本发明的目的还在于提供上述重金属检测试纸在快速检测重金属总含量方面的

应用。

[0009] 为了实现上述目的,本发明的重金属检测试纸,其为用显色剂溶液浸泡后的滤纸,所述显色剂溶液的成分包括二氧化氯、重金属整合剂及二氧化氯显色剂,其摩尔比为 1 ~ 5 : 1 : 1 ~ 10。

[0010] 其中,所述重金属整合剂是指能与重金属形成稳定螯合物的有机物,其通常含有含氮、硫或氧等元素的功能基团,包括乙二胺四乙酸 (EDTA)、乙二醇二乙醚二胺四乙酸 (EGTA)、聚乙烯吡咯烷酮 (PVP)、8- 羟基喹啉、三乙醇胺、乙二胺四丙酸或三乙撑四胺等;其中,优选的是乙二胺四乙酸 (EDTA) 或聚乙烯吡咯烷酮 (PVP)。

[0011] 所述二氧化氯显色剂包括碘化钾 / 淀粉、氯酚红、若丹明 B、亚甲基蓝、N, N- 二乙基 - 对苯二胺或酪氨酸等;其中,优选的是碘化钾 / 淀粉或 N, N- 二乙基 - 对苯二胺。

[0012] 本发明所述的重金属检测试纸,其为基于二氧化氯的重金属检测试纸,采用的检测原理如下:二氧化氯属于缺电子化合物,能与具有供电子能力的金属整合剂络合,从而形成性质更稳定的二氧化氯溶液;络合后的二氧化氯对酸、碱和温度都特别稳定,只能通过络合能力更强的重金属离子的置换加以释放;释放后的二氧化氯分子与二氧化氯显色剂发生显色反应,通过与标准色阶进行比较,从而定性、定量地检测出样品溶液中的重金属总含量是否超标;并且,由于重金属离子与金属整合剂的络合常数远高于二氧化氯与金属整合剂的络合常数,因此重金属离子可将二氧化氯完全置换出来,即试纸的检测线完全取决于所用的二氧化氯显色剂的检测线。

[0013] 此外,本发明还提供上述重金属检测试纸的制备方法,包括如下步骤:

[0014] 1) 制备显色剂溶液:向二氧化氯的饱和水溶液中加入重金属整合剂,通入高纯氮气至黄绿色消失,然后在 30 ~ 80°C 温度下保温 5 ~ 20min 后冷却到室温;然后加入二氧化氯显色剂,搅拌均匀即制得显色剂溶液;

[0015] 2) 滤纸浸泡:将滤纸放入上述显色剂溶液中常温下浸泡 1 ~ 3h,使滤纸上下都得到充分浸泡;

[0016] 3) 干燥:将浸泡后的滤纸取出,自然晾干。

[0017] 其中,步骤 1) 中二氧化氯、重金属整合剂及二氧化氯显色剂的摩尔比为 1 ~ 5 : 1 : 1 ~ 10。

[0018] 所述重金属整合剂是指能与重金属形成稳定螯合物的有机物,其通常含有含氮、硫或氧等元素的功能基团,包括乙二胺四乙酸 (EDTA)、乙二醇二乙醚二胺四乙酸 (EGTA)、聚乙烯吡咯烷酮 (PVP)、8- 羟基喹啉、三乙醇胺、乙二胺四丙酸或三乙撑四胺等;其中,优选的是乙二胺四乙酸 (EDTA) 或聚乙烯吡咯烷酮 (PVP)。

[0019] 所述二氧化氯显色剂包括碘化钾 / 淀粉、氯酚红、若丹明 B、亚甲基蓝、N, N- 二乙基 - 对苯二胺或酪氨酸等;其中,优选的是碘化钾 / 淀粉或 N, N- 二乙基 - 对苯二胺。

[0020] 另外,本发明制备方法还包括步骤 4) 成品及保存:上述晾干后的滤纸即为快速检测重金属总含量的试纸成品,将该试纸成品剪切成条,装订包装,置于避光阴凉干燥处保存,室温下可保存三年以上。

[0021] 本发明的重金属检测试纸可广泛应用于食品、中草药提取物、水质或其它方面的重金属总含量的快速检测,特别地,非水溶液样品需要进行前处理,变成水溶液状态。

[0022] 基于此,本发明还提供了上述试纸在检测重金属总含量方面的应用,包括如下步

骤：

[0023] 1) 准备待测样品溶液：将待测固体样品溶于水或进行消解处理后制成水溶液；待测水样不需要处理，可直接进行下述检测；

[0024] 2) 样品检测：用滴管或微量取液器吸取 30 ~ 100 μ L 待测样品，滴加到本发明的重金属检测试纸上，60 ~ 180 秒内与标准色阶比较，得到检测结果；特别地，本发明的重金属检测试纸在 10min 后读数无效。

[0025] 本发明的重金属检测试纸，其检测线取决于所用的二氧化氯显色剂的检测线，显色深浅与重金属总浓度呈正相关，在实际操作中可以制备标准色阶进行定量检测，不同二氧化氯显色剂的检测线如表 1 所示。

[0026] 表 1 不同二氧化氯显色剂的检测线

[0027]

二氧化氯显色剂	试纸检测线
碘化钾 / 淀粉	0.055mg/L
氯酚红	0.5mg/L
若丹明 B	0.02mg/L
亚甲基蓝	0.02mg/L
N, N- 二乙基 - 对苯二胺	0.004mg/L
酪氨酸	0.05mg/L

[0028] 我国对食品、中草药提取物和污水排放水质等领域中重金属含量的要求如表 2 所示（以危害最大的铅、镉、汞为例）。

[0029] 表 2 我国对食品、中草药提取物和污水排放水质中重金属含量的要求

[0030]

重金属	食品要求	污水排放	中草药提取物
铅	0.05 ~ 0.08mg/L	1.0mg/L	5.0mg/L
汞	0.01mg/L	0.05mg/L	0.2mg/L
镉	0.03 ~ 0.05mg/L	0.1mg/L	0.3mg/L

[0031] 由表 1 及表 2 可以看出，本发明的重金属检测试纸，其检测线完全能满足实际应用需要，并且可以根据检测的领域不同，选择合适的最低检测线。

[0032] 本发明的优点和有益效果在于：(1) 制作简单、成本低、价格低廉；(2) 灵敏度高，最低检测线达到 0.004mg/L；(3) 使用简单方便、检测速度快，可广泛应用于食品、中草药提取物、水体或其它领域中重金属总含量的快速检测；(4) 干扰少，不受样品 pH 值的影响。

具体实施方式

[0033] 以下实施例用来进一步说明本发明,但不限制本发明的范围。

[0034] 实施例 1

[0035] 1) 制备显色剂溶液:向含有 1mol 二氧化氯的饱和水溶液中加入 0.8mol EDTA,通入高纯氮气至黄绿色消失,然后在 50℃温度下保温 10min 后冷却到室温;然后加入 0.8mol 碘化钾/淀粉,搅拌均匀即制成显色剂溶液;

[0036] 2) 滤纸浸泡:将滤纸放入上述显色剂溶液中常温下浸泡 3h,使滤纸上下都得到充分浸泡;

[0037] 3) 干燥:将浸泡好的滤纸取出,自然晾干;

[0038] 4) 成品及保存:上述晾干后的滤纸即为快速检测重金属总含量的试纸成品,将该试纸成品剪切成条,装订包装,置于阴凉干燥处保存。

[0039] 实施例 2

[0040] 1) 制备显色剂溶液:向含有 0.8mol 二氧化氯的饱和水溶液中加入 0.8mol EGTA,通入高纯氮气至黄绿色消失,然后在 50℃温度下保温 10min 后冷却到室温;然后加入 4mol 氯酚红,搅拌均匀即制成显色剂溶液;

[0041] 步骤 2) ~ 步骤 4) 与实施例 1 相同。

[0042] 实施例 3

[0043] 1) 制备显色剂溶液:向含有 1.6mol 二氧化氯的饱和水溶液中加入 0.8mol PVP,通入高纯氮气至黄绿色消失,然后在 50℃温度下保温 10min 后冷却到室温;然后加入 1.6mol 亚甲基蓝,搅拌均匀即制成显色剂溶液;

[0044] 步骤 2) ~ 步骤 4) 与实施例 1 相同。

[0045] 实施例 4

[0046] 1) 显制备色剂:向含有 2.4mol 二氧化氯的饱和水溶液中加入 0.8mol 8-羟基喹啉,通入高纯氮气至黄绿色消失,然后在 50℃温度下保温 10min 后冷却到室温;然后加入 6.4mol N,N-二乙基-对苯二胺,搅拌均匀即制成显色剂溶液;

[0047] 步骤 2) ~ 步骤 4) 与实施例 1 相同。

[0048] 实施例 5

[0049] 1) 制备显色剂溶液:向含有 4mol 二氧化氯的饱和水溶液中加入 0.8mol 三乙醇胺,通入高纯氮气至黄绿色消失,然后在 50℃温度下保温 10min 后冷却到室温;然后加入 8mol 酪氨酸,搅拌均匀即制成显色剂溶液;

[0050] 步骤 2) ~ 步骤 4) 与实施例 1 相同。

[0051] 实施例 6 重金属检测试纸在检测食品中重金属总含量方面的应用

[0052] 1) 准备待测样品溶液:称取 25g 小白菜于 150ml 锥形瓶中,加入 20ml 浓硝酸与高氯酸(体积比 3:1)的混酸,加热至微沸,加热 2h 后冷却至室温;

[0053] 2) 样品检测:用微量取液器吸取 30 μ L 待测样品滴加到实施例 1 制得的试纸上,60 ~ 180 秒内与标准色阶比较定量,10min 后读数无效。

[0054] 实施例 7 重金属检测试纸在污水排放水质监测中的应用

[0055] 1) 准备待测样品溶液:量取 25ml 水样于 150ml 锥形瓶中,加入 20ml 浓硝酸与高

氯酸（体积比 3 : 1）的混酸，加热至微沸，加热 2h 后冷却至室温；

[0056] 2) 样品检测：用微量取液器吸取 50 μ L 待测样品滴加到实施例 2 制得的试纸上，60 ~ 180 秒内与标准色阶比较定量，10min 后读数无效。

[0057] 实施例 8 重金属检测试纸在检测中草药提取物中重金属总含量方面的应用

[0058] 1) 准备待测样品溶液：称取 25g 板蓝根提取物于 150ml 锥形瓶中，加入 20ml 浓硝酸与高氯酸（体积比 3 : 1）的混酸，加热至微沸，加热 2h 后冷却至室温；

[0059] 2) 样品检测：用微量取液器吸取 100 μ L 待测样品滴加到实施例 3 制得的试纸上，60 ~ 180 秒内与标准色阶比较定量，10min 后读数无效。

[0060] 虽然，上文中已经用一般性说明及具体实施方案对本发明作了详尽的描述，但在本发明基础上，可以对之作一些修改或改进，这对本领域技术人员而言是显而易见的。因此，在不偏离本发明精神的基础上所做的这些修改或改进，均属于本发明要求保护的范围。