



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104931491 B

(45)授权公告日 2018.03.27

(21)申请号 201510293981.8

(22)申请日 2015.06.02

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104931491 A

(43)申请公布日 2015.09.23

(73)专利权人 北京福德安科技有限公司

地址 100083 北京市海淀区天秀路10号中

国农大国际创业园1号楼B607室

专利权人 中国农业大学

(72)发明人 许文涛 黄昆仑 程楠 翟百强

董凯

(51)Int.Cl.

G01N 21/78(2006.01)

(56)对比文件

CN 104345058 A,2015.02.11,

CN 104345058 A,2015.02.11,

CN 103163093 A,2013.06.19,

CN 1024666639 A,2012.05.23,

CN 103776822 A,2014.05.07,

CN 1286402 A,2001.03.07,

US 2013059391 A1,2013.03.07,

CN 203758918 U,2014.08.06,

胡国军等.丁二酮肟分光光度法测定硝酸镍生产废水中的镍.《化学工程师》.2005,(第1期),
丁二酮肟分光光度法测定硝酸镍生产废水中的镍.

审查员 李新科

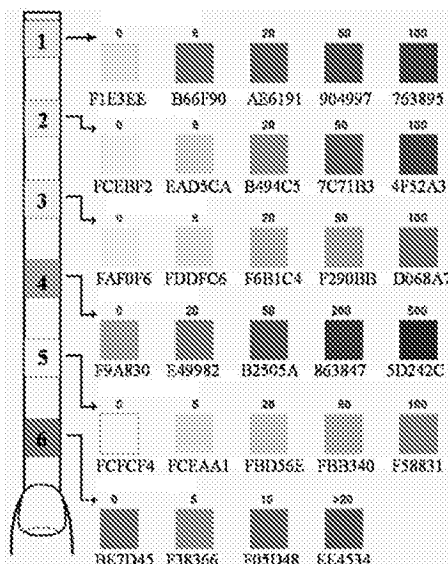
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种用于重金属残留快速检测的6合1试纸

(57)摘要

本发明涉及一种快速、灵敏、便捷的重金属残留快速检测6合1试纸,包括汞、镉、铅、铜、铬、镍6项重金属指标,属于食品和环境水质监测领域。本发明仅由纸基和显色纸片两部分组成,结构和操作都很简单;以3mm层析滤纸为载体,使试纸能够在1-3min内对食品、环境和水质中汞、镉、铅、铜、铬、镍6种重金属含量的进行快速检测;依靠目力观察即可得出准确的定量检测结论,不用用贵重仪器显示,使用者不需专门训练就能掌握;同时价格便宜,生产成本低,为一次性使用且无需检修维护,精确度较高,重复性也好,非常适宜于现场实时快速检测和监测。



1. 一种用于重金属残留快速检测的6合1试纸,其特征在于:由纸基和6块显色纸片组成,所述的纸基和所述6块显色纸片固定连接;

所述的6块显色纸片,包括1号纸片、2号纸片、3号纸片、4号纸片、5号纸片、6号纸片,分别用于检测汞、镉、铅、铜、铬、镍6种重金属;

所述的1号纸片:(1)事先经过反应液1的浸泡,浸泡时间为10-20s,于温度50-60℃、真空度100-110 Pa的环境下烘干30-40min;(2)反应液1的溶剂为80-120ml热乙醇,溶质为0.8-1.2g二苯碳酰二肼、5-10g聚乙烯吡咯烷酮、20-30ml的10%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH8.5-9.5;

所述的2号纸片:(1)事先经过反应液2的浸泡,浸泡时间为10-20s,于温度50-60℃、真空度100-110 Pa的环境下烘干30-40min;(2)反应液2的溶剂为80-120ml乙醇,溶质为0.3-0.5g氢氧化钠、5-10g聚乙烯吡咯烷酮、0.1-0.3g镉试剂、20-30ml的10%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH6.5-7.5;

所述的3号纸片:(1)事先经过反应液3的浸泡,浸泡时间为10-20s,于温度50-60℃、真空度100-110 Pa的环境下烘干30-40min;(2)反应液3的溶剂为80-120ml超纯水,溶质为0.3-0.5g玫瑰红酸钠、5-10g聚乙烯吡咯烷酮、3-5g坏血酸钠、20-30ml的5%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH1.5-2.5;

所述的4号纸片:(1)事先经过反应液4的浸泡,浸泡时间为10-20s,于温度50-60℃、真空度100-110 Pa的环境下烘干30-40min;(2)反应液4的溶剂为80-120ml超纯水,溶质为0.1-0.3g铜试剂、5-10g聚乙烯吡咯烷酮、20-30ml的5%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH 6.5-7.5;

所述的5号纸片:(1)事先经过反应液5A的浸泡,浸泡时间为10-20s,于温度50-60℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30-40min;再经过反应液5B的浸泡,浸泡时间为10-20s,于温度50-60℃、真空度100-110Pa的环境下烘干50-60min;(2)反应液5A的溶剂为80-120ml超纯水,溶质为0.07-0.15g十六烷基三甲基溴化铵、9-11g柠檬酸,超声溶解,调节pH 6.5-7.5;(3)反应液5B的溶剂为80-120ml热乙醇,溶质为1-3g二苯碳酰二肼、5-10g聚乙烯吡咯烷酮,超声溶解,调节pH 6.5-7.5;

所述的6号纸片:(1)事先经过反应液6A的浸泡,浸泡时间为10-20s,于温度30-40℃、真空度100-110Pa的环境下烘干50-60min;再经过反应液6B的浸泡,浸泡时间为10-20s,于温度30-40℃、真空度100-110Pa的环境下烘干50-60min;(2)反应液6A的溶剂为80-120ml超纯水,溶质为2.5-3.5g氢氧化钠、1.0-1.5g过硫酸铵,超声溶解,调节pH 6.5-7.5;(3)反应液6B的溶剂为80-120ml热乙醇,溶质为1-3g丁二酮肟、5-10g聚乙烯吡咯烷酮,超声溶解,调节pH6.5-7.5。

一种用于重金属残留快速检测的6合1试纸

技术领域

[0001] 本发明涉及一种快速、灵敏、便捷的重金属残留快速检测的6合1试纸,包括汞、镉、铅、铜、铬、镍6项重金属指标,属于食品和环境水质监测领域。

背景技术

[0002] 重金属是指元素周期表中密度大于4.5的金属,共45种,最常见的重金属有铜、铅、锌、锡、镍、钴、镉、汞、镉和铋。重金属污染是指由于重金属超标而对人或者环境造成破坏的现象。重金属污染问题在其他国家由来已久,如1956年日本水俣湾发生的重金属汞引起的水俣病,1955年至1972年日本富士县发生数起镉引起的骨痛病案例。随着我国经济的发展,我国的重金属污染问题也日益凸显。过去几十年由于煤和其他的化石燃料的开采和使用向环境和生态系统中排入了大量的重金属,一些违法的企业管理不当,违规操作,没有很好的重金属废弃物、废水等的管理治理条例,任意排放,使得大量的重金属进入了河流和土地中。重金属是不能够被生物降解的,同时具有生物累积性,因此它们将在生态系统和食物链中长久的保存下来,在食物链的最顶层(即人和人的生活)表现出高水平的重金属污染。

[0003] 重金属的检验方法很多,目前权威机构的检验仍然主要以大型仪器检验为主,而且在方法上和材料上均有很大的发展。大型仪器方法检验结果准确可行,但是耗时长、技术与设备要求高、成本高等特点不适合现场快速抽检。因此,重金属残留快速、灵敏检测是我国食品工业发展和水质安全监测迫切需要解决的关键技术难题,具有重要的现实意义和应用前景。

[0004] 近年来,“试纸”是一个非常令人关注的食品安全快速检测平台。试纸检测方法具有简单、成本低等特点适合现场快速检测。它不仅克服了仪器分析样品处理繁杂、仪器使用成本高的局限,更提供了一种快速、灵敏而且操作简单的分析方法,在重金属快速检测中有广泛的应用。目前专利200510013377.1公布了用快速检测重金属汞的试纸、制备方法和应用,专利201210028922.4公布了一种定性和半定量铅检测试纸及其应用,专利201020288154.2公布了一种铜离子的快速检测试纸,但是这些试纸仅限检测某一种指标,单独使用时无法实现对一个样品进行多重指标检测。也有专利201020521531.2公布了一种检测多种重金属的检测卡,但是该检测卡属于胶体金免疫层析传感器,需制备特异性强的单克隆抗体,还涉及样品垫,金标垫,检测垫和吸收垫的优化和组装,不仅步骤复杂,而且成本偏高。因此,必须寻找一种灵敏度高、响应时间短、生产周期短、稳定性强、保存期长、拥有很强的市场竞争力的技术,用来快速、定量检测食品和环境水质中的重金属残留量。

发明内容

[0005] 本发明公开了一种快速、灵敏、便捷重金属残留快速检测的6合1试纸,可以方便、快捷地对市场销售的各种食品以及环境水质中汞、镉、铅、铜、铬、镍6种重金属的残留量进行判定,在1-3min读取检测结果。

[0006] 本发明的组成:包括纸基和6个显色纸片两部分,所述的显色纸片先经过反应液的

浸泡、烘干、剪切后和所述的基片固定连接。

[0007] 本发明的的制备步骤:

[0008] (1) 反应液的配制:配制反应液1-6,其中反应液1的溶剂为80-120ml热乙醇,溶质为0.8-1.2g二苯碳酰二肼、5-10g聚乙烯吡咯烷酮、20-30ml的10%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH 8.5-9.5;反应液2的溶剂为80-120ml乙醇,溶质为0.3-0.5g氢氧化钠、5-10g聚乙烯吡咯烷酮、0.1-0.3g镉试剂、20-30ml的10%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH 6.5-7.5;反应液3的溶剂为80-120ml超纯水,溶质为0.3-0.5g玫瑰红酸钠、5-10g聚乙烯吡咯烷酮、3-5g环血酸钠、20-30ml的5%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH 1.5-2.5;反应液4的溶剂为80-120ml超纯水,溶质为0.1-0.3g铜试剂、5-10g聚乙烯吡咯烷酮、20-30ml的5%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH 6.5-7.5;反应液5分为反应液5A和反应液5B,反应液5A的溶剂为80-120ml超纯水,溶质为0.07-0.15g十六烷基三甲基溴化铵、9-11g柠檬酸,超声溶解,调节pH 6.5-7.5,反应液5B的溶剂为80-120ml热乙醇,溶质为1-3g二苯碳酰二肼、5-10g聚乙烯吡咯烷酮,超声溶解,调节pH 6.5-7.5;反应液6分为反应液6A和反应液6B,反应液6A的溶剂为80-120ml超纯水,溶质为2.5-3.5g氢氧化钠、1.0-1.5g过硫酸铵,超声溶解,调节pH 6.5-7.5,反应液6B的溶剂为80-120ml热乙醇,溶质为1-3g丁二酮肟、5-10g聚乙烯吡咯烷酮,超声溶解,调节pH 6.5-7.5。

[0009] (3) 滤纸的裁剪:用裁纸器把3mm层析滤纸(以下简称滤纸)裁剪成10cm×15cm的矩形纸片,便于后续浸液和烘干;

[0010] (4) 反应液的浸泡:把配置好的反应液1-6倒入专用玻璃皿中,用镊子夹住滤纸1-6分别在反应液1-6中浸泡10-20s,用夹子挂在干燥箱板上;

[0011] (5) 滤纸的烘干:为防止空气中的干扰使试纸降低使用功能,将完成浸液的滤纸放入真空干燥箱内烘干。1号纸片于温度50-60℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30-40min。2号纸片于温度50-60℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30-40min。3号纸片于温度50-60℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30-40min。4号纸片于温度50-60℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30-40min。5号纸片事先经过反应液5A,于温度50-60℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30-40min;在经过反应液5B的浸泡于温度50-60℃、真空度100-110Pa的环境下烘干50-60min。6号纸片事先经过反应液6A,于温度30-40℃、真空度100-110Pa的环境下烘干50-60min;在经过反应液6B的浸泡,于温度30-40℃、真空度100-110Pa的环境下烘干50-60min。

[0012] (6) 显色纸片的贮藏:干燥好的滤纸1-6即为显色纸片1-6号,将其裁剪成1cm×15cm的显色条1-6号,每张可裁剪为10条,封在自封袋内,放入盛有干燥剂的干燥器中留存待检;

[0013] (7) 纸基的制作:用裁纸器把PP合成纸裁剪成7cm×15cm的矩形纸片,便于后续纸基和显色片的黏合和试纸条的切割。

[0014] (8) 纸基和显色片的黏合:将裁剪好的1cm×15cm的显色纸片1-6,用粘合剂黏合在7cm×15cm的纸基片上,成为试纸片;

[0015] (9) 试纸条的切割:用切纸机将黏合好的试纸片均匀切割为0.55cm×7cm的试纸条;

[0016] (10) 试纸条的贮藏:密封在4-20℃干燥环境内贮存,不得受到阳光直射。

[0017] 本发明的适用范围:食品和环境水质中汞、镉、铅、铜、铬、镍6种重金属含量的快速

检测。

[0018] 本发明的检测范围：汞0-100mg/L、镉0-20mg/L、铅0-500mg/L、铜0-100mg/L、铬0-100mg/L、镍0-100mg/L。

[0019] 本发明的样品处理：液体样品可直接检测；取1g固体样品（可食部分）将其粉碎，与1mL蒸馏水混合，浸泡5min，搅拌均匀即可对其进行检测。

[0020] 本发明的操作方法：取适量的样品于洁净的干燥容器，以浸没试纸的显色片区域为标准，浸没后立即取出，将显色片朝上水平放置，可在1-3min后进行定量判定。

[0021] 本发明的结果判定：将试纸的颜色与标准比色卡进行比较进行初步判定，与比色卡颜色相同的色阶对应的数值即为本样品的检测值，如试纸的颜色在两个色阶之间即取两者的中间值。

[0022] 本发明的特点：仅由纸基和显色纸片两部分组成，结构和操作都很简单；以3mm层析滤纸为载体，使试纸能够在1-3min内对食品和环境水质中汞、镉、铅、铜、铬、镍6种重金属含量的进行快速检测；依靠目力观察即可得出准确的定量检测结论，不需用贵重仪器显示，使用者不需专门训练就能掌握；同时价格便宜，生产成本低，为一次性使用且无需检修维护，精确度较高，重复性也好，非常适宜于现场实时快速检测和监测。

附图说明

[0023] 图1为本发明的俯视结构示意图；

[0024] 图2为本发明的侧视结构示意图；

[0025] 图3为本发明的标准比色卡（mg/L），比色对应十六进制颜色码。

具体实施方式

[0026] 制备实施例

[0027] 实施例1

[0028] 首先配制反应液1，其溶剂为100ml热乙醇，溶质为1g二苯碳酰二肼、5g聚乙烯吡咯烷酮、20ml的10%曲拉通X-100，超声溶解，调节pH 8.5，得到反应液1。将3mm层析滤纸在反应液1中浸泡，浸泡时间为10s，于温度50℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30min。将处理好的试纸片密封在放入盛有干燥剂的干燥器中，不得受到阳光直射。

[0029] 实施例2

[0030] 首先配制反应液2，其溶剂为100ml乙醇，溶质为0.3g氢氧化钠、5g聚乙烯吡咯烷酮、0.1g镉试剂、20ml的10%曲拉通X-100，超声溶解，调节pH 6.5，得到反应液2。将3mm层析滤纸在反应液2中浸泡，浸泡时间为10s，于温度50℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30min。将处理好的试纸片密封在放入盛有干燥剂的干燥器中，不得受到阳光直射。

[0031] 实施例3

[0032] 首先配制反应液3，其溶剂为100ml超纯水，溶质为0.3g玫瑰红酸钠、5g聚乙烯吡咯烷酮、3g坏血酸钠、20ml的5%曲拉通X-100，超声溶解，调节pH 1.5，得到反应液3。将3mm层析滤纸在反应液3中浸泡，浸泡时间为10s，于温度50℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30min。将处理好的试纸片密封在放入盛有干燥剂的干燥器中，不得受到阳光直射。

[0033] 实施例4

[0034] 首先配制反应液4,其溶剂为溶剂为100ml超纯水,溶质为0.1g铜试剂、5g聚乙烯吡咯烷酮、20ml的5%曲拉通X-100,超声溶解,调节pH 6.5,得到反应液4。将3mm层析滤纸在反应液4中浸泡,浸泡时间为10s,于温度50℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30min。将处理好的试纸片密封在放入盛有干燥剂的干燥器中,不得受到阳光直射。

[0035] 实施例5

[0036] 首先配制反应液5A,其溶剂为100ml超纯水,溶质为0.07g十六烷基三甲基溴化铵、10g柠檬酸,超声溶解,调节pH 6.5,得到反应液5A。将3mm层析滤纸在反应液5A中浸泡,浸泡时间为10s,于温度50℃、真空度100-110Pa的环境下烘干30min。再配制反应液5B,其溶剂为100ml热乙醇,溶质为1g二苯碳酰二肼、5g聚乙烯吡咯烷酮,超声溶解,调节pH 6.5,得到反应液5B。将3mm层析滤纸在反应液5B中浸泡,浸泡时间为10s,于温度50℃、真空度100-110Pa的环境下烘干60min。将处理好的试纸片密封在放入盛有干燥剂的干燥器中,不得受到阳光直射。

[0037] 实施例6

[0038] 首先配制反应液6A,其溶剂为100ml超纯水,溶质为2.5g氢氧化钠、1.0g过硫酸铵,超声溶解,调节pH 7.5。将3mm层析滤纸在反应液6A中浸泡,浸泡时间为10s,于温度50℃、真空度100-110Pa的环境下烘干60min。再配制反应液6B,其溶剂为100ml热乙醇,溶质为1g二苯碳酰二肼、5g聚乙烯吡咯烷酮,超声溶解,调节pH 6.5,得到反应液6B。将3mm层析滤纸在反应液6B中浸泡,浸泡时间为10s,于温度50℃、真空度100-110Pa的环境下烘干60min。将处理好的试纸片密封在放入盛有干燥剂的干燥器中,不得受到阳光直射。

[0039] 实施例7

[0040] 用裁纸器把PP合成纸裁剪成7cm×15cm的矩形纸片作为基板,将显色纸片1-6号分别裁剪为1cm×15cm的长条并依此贴于基板,成为试纸片;用切纸机将黏合好的试纸片均匀切割为0.55cm×7cm的试纸条,密封在4-20℃干燥环境内贮存,不得受到阳光直射。

[0041] 检测实施例

[0042] 实施例8

[0043] 采购自超市的饮用水样品5份,以浸没试纸的显色片区域为标准,浸没后立即取出,将显色片朝上水平放置,可在3min后进行定量判定,与比色卡颜色相同的色阶对应的数值即为本样品的检测值,如试纸的颜色在两个色阶之间即取两者的中间值。测得5份饮用水样品中汞、镉、铅、铜、铬、镍6项重金属残留量均为0mg/L,为合格样品。

[0044] 实施例9

[0045] 将上述5份饮用水样品进行加标实验,在样品中添加汞、镉、铅、铜、铬、镍6种重金属的标准物质,浓度均为20mg/L。以浸没试纸的显色片区域为标准,浸没后立即取出,将显色片朝上水平放置,可在3min后进行定量判定,与比色卡颜色相同的色阶对应的数值即为本样品的检测值,如试纸的颜色在两个色阶之间即取两者的中间值。测得5份饮用水样品中汞、镉、铅、铜、铬、镍6项重金属残留量均为20mg/L,与所添加的标准物质浓度一致。

[0046] 另外,根据我国水质中重金属检测的国家标准方法GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》分光光度法对上述5份饮水样品进行验证,具体标准如下:汞采用GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》中8.3双硫脲分光光度法;镉采用GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》中9.3双硫脲分光光度法;铅采用GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》中11.3双硫脲

分光光度法；铜采用GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》中4.3二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法；铬采用GB/T 5750《生活饮用水标准检验方法》中10.1二苯碳酰二肼分光光度法；镍采用GB11910-1989《水质镍的测定中丁二酮肟分光光度法》。检测结果与本发明的试纸结果一致，证明了本发明的实用性和准确性。



图1



图2

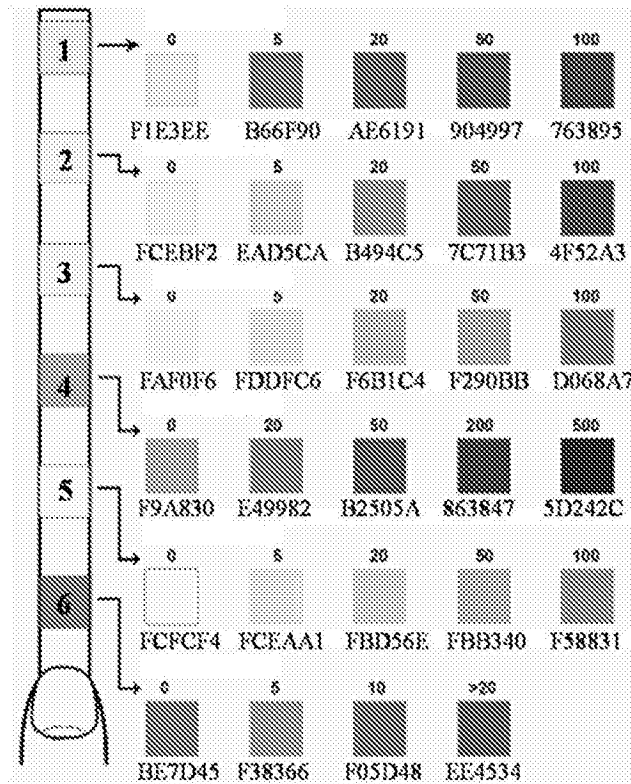


图3