



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 107917904 B

(45) 授权公告日 2021.06.22

(21) 申请号 201711140355.0

(22) 申请日 2017.11.16

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 107917904 A

(43) 申请公布日 2018.04.17

(73) 专利权人 山东大学
地址 250199 山东省济南市历城区山大南
路27号

(72) 发明人 王灯旭 孙瑞雪 冯圣玉 刘鸿志

(74) 专利代理机构 济南金迪知识产权代理有限
公司 37219

代理人 张宏松

(51) Int. Cl.

G01N 21/64 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 106749356 A, 2017.05.31

CN 107167462 A, 2017.09.15

Huanhuan Liu etc. Selective dye adsorption and metal ion detection using multifunctional silsesquioxane-based tetraphenylethene-linked nanoporous polymers. 《JOURNAL OF MATERIALS CHEMISTRY A》. 2017, 第5卷 (第19期),

审查员 邓南林

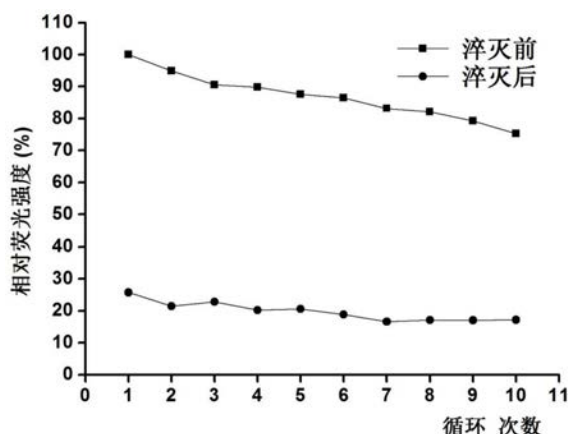
权利要求书2页 说明书6页 附图4页

(54) 发明名称

一种快速检测Fe³⁺的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种快速检测Fe³⁺的方法,使用Fe³⁺检测试纸进行,用于固体中或溶液中的Fe³⁺的微量检测,Fe³⁺检测最低浓度为10⁻⁷mol/L,所述的Fe³⁺检测试纸为滤纸上负载荧光材料的检测试纸,Fe³⁺检测试纸在重复使用2次之后,荧光强度能保持初始强度的90%以上,在重复使用10次之后荧光强度仍能保持初始荧光强度在75%以上。本发明的检测方法准确、快速,灵敏度高,对Fe³⁺具有很强的选择性,可以排除其他金属离子的干扰,使用的Fe³⁺检测试纸负载的荧光材料不溶于水相或有机相,检测过程中试纸自身的荧光强度及灵敏度保持不变,能进行微量检测。



1. 一种快速检测 Fe^{3+} 的方法,具体方法如下:

待检测液制备:配置不同浓度的 Fe^{3+} 溶液: Fe^{3+} 溶液浓度分别为: 1×10^{-2} mol/L、 1×10^{-3} mol/L、 1×10^{-4} mol/L、 1×10^{-5} mol/L、 1×10^{-6} mol/L、 1×10^{-7} mol/L;

检测方法:液体检测:将待测溶液滴到 Fe^{3+} 荧光检测试纸条上,或将试纸条浸入到不同浓度梯度的待测溶液中,取出后,待试纸条晾干;固体检测:将固体粉末或颗粒涂抹至试纸条上;在365nm紫外灯波长光照射,该试纸条对不同浓度的 Fe^{3+} 溶液呈现出不同程度的猝灭现象,从而实现对污水中 Fe^{3+} 的定性检测,

检测结束后将试纸条在100mL无水乙醇中浸泡4min, Fe^{3+} 溶解在乙醇中,试纸条荧光强度恢复,可继续用于下一次检测;

可重复利用的 Fe^{3+} 荧光试纸条是按如下方法制得:

(1) 荧光多孔材料HPP-6的制备:

在氩气保护下,将1mmol的八乙烯基倍半硅氧烷633mg与0.4mmol的催化剂Pd(OAc)₂90mg,0.94mmol的助催化剂P(o-CH₃Ph)₃193mg,酸吸收剂Et₃N15mL溶解在干燥的N,N-二甲基甲酰胺45mL中,室温下磁力搅拌0.5h,然后加入2mmol的2,2',7,7'-四溴-9,9'-螺二苄1.264g,120°C下反应72h;

后处理:抽滤,分别用四氢呋喃,氯仿,水,甲醇,丙酮洗涤,然后用四氢呋喃和甲醇分别索氏提取24h,70°C下真空干燥48h后得到黄色固体;产率为100%;

(2) 荧光检测试纸条的制备

取一定量的荧光多孔材料HPP-6在研钵中研磨均匀,在无水乙醇中分散,配制成40mL的0.5mg/mL悬浮液,超声分散30min使其分散均匀;然后将滤纸放入溶液中,使 Fe^{3+} 荧光材料均匀地沉积在滤纸上,取出后自然晾干;最后将滤纸剪成长5cm、宽1cm的试纸条。

2. 一种快速检测 Fe^{3+} 的方法,具体方法如下:

待检测液制备:配置不同浓度的 Fe^{3+} 溶液: Fe^{3+} 溶液浓度分别为: 1×10^{-2} mol/L、 1×10^{-3} mol/L、 1×10^{-4} mol/L、 1×10^{-5} mol/L、 1×10^{-6} mol/L、 1×10^{-7} mol/L;

检测方法:将 Fe^{3+} 荧光检测试纸条分别浸入不同浓度梯度的 Fe^{3+} 溶液中,待试纸条干燥后,在365nm紫外灯波长光照射,该试纸条对不同浓度的 Fe^{3+} 溶液呈现出不同程度的猝灭现象,从而实现对污水中 Fe^{3+} 的定性检测,

检测结束后将试纸条在100mL无水乙醇中浸泡4min, Fe^{3+} 溶解在乙醇中,试纸条荧光强度恢复,可继续用于下一次检测;

可重复利用的 Fe^{3+} 荧光试纸条是按如下方法制得:

(1) 荧光多孔材料HPP-1的制备:

在氩气保护下,将1mmol的八乙烯基倍半硅氧烷633mg与0.4mmol的催化剂Pd(OAc)₂90mg,0.94mmol的助催化剂P(o-CH₃Ph)₃193mg,16mmol的酸吸收剂K₂CO₃2.2g溶解在干燥的N,N-二甲基甲酰胺45mL中,室温下磁力搅拌0.5h,然后加入2mmol的4,4'-二溴联苯1.248g,120°C下反应72h;

后处理:抽滤,分别用四氢呋喃,氯仿,水,甲醇,丙酮洗涤,然后用四氢呋喃和甲醇分别索氏提取24h,70°C下真空干燥48h后得到白色固体,产率为100%;

(2) 荧光检测试纸条的制备

取一定量的荧光多孔材料HPP-1在研钵中研磨均匀,在无水乙醇中分散,配制成40mL的

0.5mg/mL悬浮液,超声分散30min使其分散均匀;然后将滤纸放入溶液中,使荧光材料均匀地沉积在滤纸上,取出后自然晾干;最后将滤纸剪成长5cm、宽1cm的试纸条。

一种快速检测Fe³⁺的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种快速检测Fe³⁺的方法,属于金属离子检测技术领域。

背景技术

[0002] 铁离子(Fe³⁺)在细胞中是一种无处不在的金属离子,在各种细胞功能中起着至关重要的作用。因为铁离子易发生氧化还原反应并且和氧元素有很强的亲和力,导致其在DNA和RNA代谢以及电子转移过程起到重要作用。存在于体内大量的铁离子与多种酶和特定蛋白质的运输与储存有着密切的联系,在有机阴离子(磷酸盐和羧酸盐)、多重配体(即生成螯合物、多肽)、细胞膜表面组成或细胞外基质(聚糖和磺酸盐)中也存在少量的Fe³⁺。正常情况下肝脏储存及固定大量的铁元素,如铁在肝脏出现过剩沉着则可能引起肝细胞损害和肝纤维化,通过氧化应激诱导、肿瘤生长促进和免疫系统修饰等3个机制而参与致癌过程,同时还可能引起严重的并发症。由于铁离子在生物系统和环境中的重要作用,关于铁离子的研究引起了人们的研究兴趣。如何定性或者定量的测定铁离子的浓度在临床、医学、环境以及其他工业样品中具有重要的研究意义。

[0003] 目前已有许多检测方法用于铁离子的检测,如电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)、原子吸收光谱测定法、伏安法、电化学法、比色法、火焰光度法和荧光法等。这些方法中荧光法以它突出的优点备受关注,具有灵敏度高、稳定性好等优势。然而传统荧光检测方法所使用的荧光检测仪器昂贵,携带不方便,且无法排除铜离子(Cu²⁺)和钴离子(Co²⁺)等离子的干扰,因此在Fe³⁺的快速定性检测方面显现出明显的弊端。并且传统的荧光试纸用荧光材料均为可溶性的(参见:Biosensors and Bioelectronics,2017,99,303-311.),但是这些基于可溶性荧光材料试纸检测水相或有机相中的Fe³⁺时,材料容易溶解在水相或有机相中而引起材料的损失或稀释从而造成试纸自身荧光强度的减弱,从而降低试纸的灵敏度。

发明内容

[0004] 针对现有技术的不足,本发明提供一种快速检测Fe³⁺的方法,该检测方法可以检测水相、有机相或固体中的Fe³⁺,检测过程中排除了其他金属离子的干扰,克服了传统金属离子检测的局限性,对Fe³⁺具有很强的选择性,提高了检测灵敏度,检测方法快速、灵敏,使用的Fe³⁺检测试纸具有很好的可重复利用性能。

[0005] 本发明的技术方案如下:

[0006] 一种快速检测Fe³⁺的方法,使用Fe³⁺检测试纸进行,用于固体中或溶液中Fe³⁺的微量检测,Fe³⁺检测最低浓度为10⁻⁷mol/L,所述的Fe³⁺检测试纸为滤纸上负载荧光材料的检测试纸,荧光材料为基于多面体倍半硅氧烷的荧光多孔材料,Fe³⁺检测试纸在重复使用2次之后,荧光强度能保持初始强度的90%以上,在重复使用10次之后荧光强度仍能保持初始荧光强度在75%以上。

[0007] 根据本发明优选的,快速检测Fe³⁺的方法,包括步骤:

[0008] 检验Fe³⁺检测试纸是否有效步骤;

[0009] 使用 Fe^{3+} 检测试纸检测被检测物步骤；

[0010] 将 Fe^{3+} 溶解，检测试纸恢复步骤。

[0011] 根据本发明优选的，所述的检验 Fe^{3+} 检测试纸是否有效步骤是：将 Fe^{3+} 检测试纸置于紫外光下观察是否发出荧光，试纸在紫外光下发出肉眼可见的明显荧光，说明试纸有效，直接进行检测。

[0012] 根据本发明优选的，所述的使用 Fe^{3+} 检测试纸检测被检测物步骤是：将待测 Fe^{3+} 溶液或固体与 Fe^{3+} 检测试纸相接触，室温下静置10~20秒，取出 Fe^{3+} 检测试纸，待 Fe^{3+} 检测试纸晾干后，置于紫外光下肉眼观察试纸的荧光变化，若试纸发生了荧光猝灭现象，则判断样品中含有 Fe^{3+} ，若试纸无荧光猝灭现象，则判断样品中不含 Fe^{3+} 。

[0013] 进一步优选的，待测 Fe^{3+} 溶液与荧光试纸接触方式为：将待测溶液滴到试纸上，或将试纸浸入到待测溶液中； Fe^{3+} 固体与荧光试纸的接触方式为：将固体粉末或颗粒涂抹至试纸上。

[0014] 根据本发明优选的，所述的将 Fe^{3+} 溶解，检测试纸恢复步骤是：将检测过 Fe^{3+} 的试纸放入纯溶剂中浸泡使 Fe^{3+} 溶解在溶剂中，将试纸取出晾干后，放在紫外灯下观察，荧光试纸的荧光恢复，可进行下一次检测。

[0015] 进一步优选的，检测过的 Fe^{3+} 检测试纸放入纯溶剂浸泡时间为1~10min。

[0016] 进一步优选的，纯溶剂为溶解 Fe^{3+} 的溶剂，选自水、甲醇、乙醇、二氯甲烷、三氯甲烷或丙酮中的一种。

[0017] 根据本发明优选的，紫外光的波长为365nm。

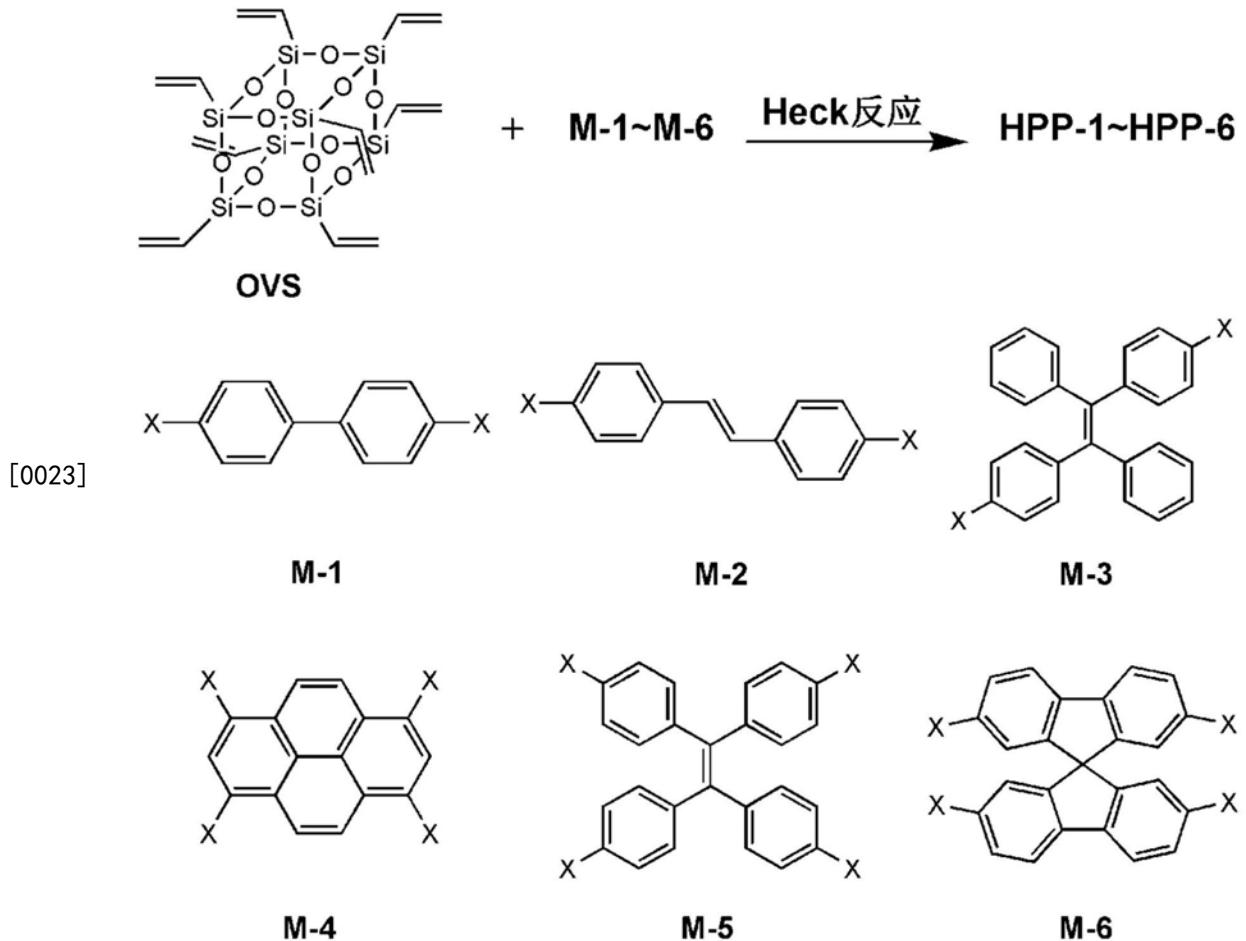
[0018] 根据本发明优选的， Fe^{3+} 检测试纸是按如下方法制备得到的：

[0019] (1) 将荧光多孔材料充分研磨后，加入溶剂作为分散剂，超声分散均匀得到悬浮液，将荧光材料负载到滤纸上，自然晾干；

[0020] (2) 将试纸放入浸泡溶剂中浸泡，除去滤纸表面多余的荧光多孔材料粉末，取出滤纸，自然晾干，剪成试纸条即得 Fe^{3+} 检测试纸。

[0021] 根据本发明优选的，步骤(1)中所述的荧光多孔材料为基于多面体倍半硅氧烷的荧光多孔材料，基于多面体倍半硅氧烷的荧光多孔材料为八乙烯基倍半硅氧烷(OVS)与卤代芳香化合物通过Heck反应制得的荧光多孔聚合物，Brunauer-Emmett-Teller (BET)比表面积为 $200\sim 2000\text{m}^2\text{g}^{-1}$ ，孔体积为 $0.4\sim 1.5\text{cm}^3\text{g}^{-1}$ 。

[0022] 八乙烯基倍半硅氧烷(OVS)与卤代芳香化合物反应式如下：



[0024] $x = \text{Br}, \text{I}$

[0025] 根据本发明优选的,步骤(1)中,荧光材料的负载量为 $0.5 \sim 0.8 \text{mg}/\text{cm}^2$,最为优选的,荧光材料负载量为 $0.6 \text{mg}/\text{cm}^2$ 。

[0026] 根据本发明优选的,步骤(1)中,分散溶剂选自乙醇、甲醇、四氢呋喃、二氯甲烷、三氯甲烷或丙酮中的其中一种或任意两种以上混合。

[0027] 根据本发明优选的,步骤(1)中,荧光材料与分散剂的的摩尔体积比为: $0.3 \sim 0.8: 1 \text{mg}/\text{mL}$ 。

[0028] 根据本发明优选的,步骤(1)中,超声分散时间为 $0.5 \sim 2 \text{h}$ 。

[0029] 根据本发明优选的,步骤(1)中,荧光材料负载到滤纸上的负载方式为:通过真空抽滤在滤纸表面均匀固载一层荧光材料,继续抽滤 $1 \sim 2 \text{min}$ 。

[0030] 根据本发明优选的,步骤(2)中,浸泡溶剂选自乙醇、甲醇、四氢呋喃、二氯甲烷、三氯甲烷或丙酮中的其中一种或任意两种以上混合。

[0031] 根据本发明优选的,步骤(2)中,浸泡时间为 $1 \sim 10 \text{min}$ 。

[0032] Fe^{3+} 检测试纸检测机理:通过笼形POSS与卤代芳香化合物的Heck交联反应来合成荧光多孔材料,笼形POSS结构的引入抑制荧光材料的聚集而提高材料的发光效率。并且,材料的多孔结构能够进一步提高荧光材料的发光强度。由于笼形POSS是一种结构稳定、刚性的有机-无机杂化骨架材料,POSS分子可通过Heck反应同时被多个共价键连接形成交联结构,所形成的多孔材料不溶于水相和有机相。当含有交联结构的聚合物在检测过程中与被检测物质的相互作用过程中产生的电荷和能量能够沿共轭分子链进行有效传递,成倍放大

这种作用,从而有效提高了检测灵敏度,这比相应的小分子荧光化合物更有优越性。当体系中有 Fe^{3+} 存在时,由于 Fe^{3+} 对紫外光的吸收,荧光材料无法被吸收紫外,从而无法被激发产生荧光,导致肉眼可观察到的荧光猝灭现象。由于此荧光多孔材料不溶于水和有机溶剂,而 Fe^{3+} 易溶于水和有机溶剂,因此将使用过的荧光检测试纸浸泡在水或者纯溶剂中,可将试纸上残留的 Fe^{3+} 溶解,因而试纸的荧光性能恢复,可重复进行 Fe^{3+} 检测。

[0033] 本发明的有益效果如下:

[0034] 1、本发明的检测方法准确、快速,灵敏度高,对 Fe^{3+} 具有很强的选择性(见图1所示),可以排除其他金属离子的干扰,使用的 Fe^{3+} 检测试纸负载的荧光材料不溶于水相或有机相,检测过程中试纸自身的荧光强度及灵敏度保持不变,能进行微量检测, Fe^{3+} 检测最低浓度为 10^{-7}mol/L 。

[0035] 2、本发明的检测方法使用的 Fe^{3+} 检测试纸在重复使用2次之后,荧光强度能保持初始强度的90%以上,在重复使用10次之后荧光强度仍能保持初始荧光强度在75%以上,具有优异的可重复利用性能。原料易得,制作方法简便,负载的荧光材料不溶于水相或有机相,作为荧光指示剂,避免由溶剂对荧光材料的稀释所引起的试纸自身荧光强度削弱的影响。

[0036] 3、本发明的检测方法检测速度快,将待测 Fe^{3+} 溶液或固体与 Fe^{3+} 检测试纸相接触,室温下静置10~20秒,待试纸晾干后,在紫外光下观察,立刻产生明显的肉眼可见的荧光猝灭现象。

[0037] 4、本发明的检测方法成本低,检测方法直观,不需要复杂仪器设备,只需要一部手提紫外灯便可进行现场实时裸眼快捷检测。

[0038] 5、本发明的检测方法使用的 Fe^{3+} 检测试纸具有良好的可重复利用性能,使用过的试纸可经过在水或有机溶剂清洗过后进行多次检测,进一步节约了生产成本。

附图说明

[0039] 图1为浓度为 0.1mg/mL HPP-6悬浮液中加入相同浓度($1 \times 10^{-3}\text{mol/L}$)的不同金属离子后溶液的荧光猝灭常数柱形图。(猝灭常数计算公式: $I_0/I=1+K_{SV}[M]$,其中 I_0 为初始荧光强度, I 为猝灭后荧光强度, K_{SV} 为荧光猝灭常数, $[M]$ 为 Fe^{3+} 浓度。)

[0040] 图2为实施例1制得的荧光多孔材料HPP-6的氮气吸附脱附曲线。

[0041] 图3为实施例1制得的检测试纸荧光强度与 Fe^{3+} 浓度分别为 $1 \times 10^{-2}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-3}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-4}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-5}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-6}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-7}\text{mol/L}$ 、 0mol/L 时的荧光响应曲线。

[0042] 图4为实施例1制得的检测试纸浸入 Fe^{3+} 溶液后发生肉眼可观测的荧光猝灭现象图。

[0043] 图5为实施例1制得的检测试纸的可重复使用性能图。(Fe^{3+} 浓度为 $1 \times 10^{-3}\text{mol/L}$,以试纸初次使用的荧光强度为100%计算相对值。)

[0044] 图6为实施例2制得的检测试纸荧光强度与 Fe^{3+} 浓度分别为 $1 \times 10^{-2}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-3}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-4}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-5}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-6}\text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-7}\text{mol/L}$ 、 0mol/L 时的荧光响应曲线。

[0045] 图7为实施例2制得的检测试纸浸入 Fe^{3+} 溶液后发生肉眼可观测的荧光猝灭现象

图。

具体实施方式

[0046] 下面通过具体实施例并结合附图,对本发明做进一步的说明,但不限于此。

[0047] 下述实施例中所用的材料、试剂等,如无特殊说明,均可从商业途径得到。

[0048] 实施例1

[0049] 一种快速检测 Fe^{3+} 的方法,具体方法如下:

[0050] 待检测液制备:配置不同浓度的 Fe^{3+} 溶液: Fe^{3+} 溶液浓度分别为: $1 \times 10^{-2} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-3} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-4} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-5} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-6} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-7} \text{mol/L}$;

[0051] 进一步优选的,待测 Fe^{3+} 溶液与荧光试纸接触方式为:将待测溶液滴到试纸上,或将试纸浸入到待测溶液中; Fe^{3+} 固体与荧光试纸的接触方式为:将固体粉末或颗粒涂抹至试纸上。

[0052] 检测方法:液体检测:将待测溶液滴到 Fe^{3+} 荧光检测试纸条上,或将试纸条浸入到不同浓度梯度的待测溶液中,取出后,待试纸条晾干;固体检测:将固体粉末或颗粒涂抹至试纸上;在365nm紫外灯波长光照射,该试纸条对不同浓度的 Fe^{3+} 溶液呈现出不同程度的猝灭现象,从而实现对污水中 Fe^{3+} 的定性检测,检测结果如图3、图4所示。

[0053] 检测结束后将试纸在100mL无水乙醇中浸泡4min, Fe^{3+} 溶解在乙醇中,试纸荧光强度恢复,可继续用于下一次检测;检测试纸的可重复使用性能如图5所示。

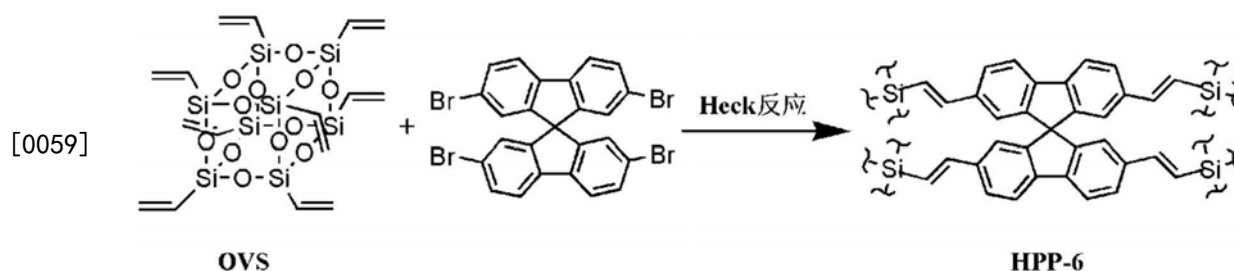
[0054] 可重复利用的 Fe^{3+} 荧光试纸条是按如下方法制得:

[0055] (1) 荧光多孔材料HPP-6的制备:

[0056] 在氩气保护下,将八乙烯基倍半硅氧烷(OVS) (633mg, 1mmol) 与催化剂 $\text{Pd}(\text{OAc})_2$ (90 mg, 0.4mmol), 助催化剂 $\text{P}(\text{o-CH}_3\text{Ph})_3$ (193mg, 0.94mmol), 酸吸收剂 Et_3N (15mL) 溶解在干燥的N,N-二甲基甲酰胺(45mL)中,室温下磁力搅拌0.5h,然后加入2,2',7,7'-四溴-9,9'-螺二芴(1.264g, 2mmol), 120°C下反应72h。

[0057] 后处理:抽滤,分别用四氢呋喃,氯仿,水,甲醇,丙酮洗涤,然后用四氢呋喃和甲醇分别索氏提取24h,70°C下真空干燥48h后得到黄色固体。产率约为100%。

[0058] 八乙烯基倍半硅氧烷(OVS)与2,2',7,7'-四溴-9,9'-螺二芴制备荧光多孔聚合物的合成路线如下:



[0060] 用全自动比表面积及微孔分析仪对HPP-6进行比表面积和孔隙度分析,氮气吸附脱附曲线如图2所示,BET比表面积为 $650 \text{m}^2 \text{g}^{-1}$,孔体积为 $0.53 \text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ 。

[0061] 利用荧光分光光度计对HPP-6进行荧光分析,最大荧光发射波长为485nm,在紫外灯下发绿色荧光。

[0062] (2) 荧光检测试纸的制备

[0063] 取一定量的荧光多孔材料HPP-6在研钵中研磨均匀,在无水乙醇分散,配制成40mL的 0.5mg/mL悬浮液,超声分散30min使其分散均匀;然后将滤纸放入溶液中,使 Fe^{3+} 荧光材料均匀地沉积在滤纸上,取出后自然晾干;最后将滤纸剪成长5cm、宽1cm的试纸条。

[0064] 实施例2

[0065] 一种快速检测 Fe^{3+} 的方法,具体方法如下:

[0066] 待检测液制备:配置不同浓度的 Fe^{3+} 溶液: Fe^{3+} 溶液浓度分别为: $1 \times 10^{-2} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-3} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-4} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-5} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-6} \text{mol/L}$ 、 $1 \times 10^{-7} \text{mol/L}$;

[0067] 检测方法:将 Fe^{3+} 荧光检测试纸条分别浸入不同浓度梯度的 Fe^{3+} 溶液中,待试纸条干燥后,在365nm紫外灯波长光照射,该试纸条对不同浓度的 Fe^{3+} 溶液呈现出不同程度的猝灭现象,从而实现对污水中 Fe^{3+} 的定性检测,检测结果如图6、图7所示。

[0068] 检测结束后将试纸在100mL无水乙醇中浸泡4min, Fe^{3+} 溶解在乙醇中,试纸荧光强度恢复,可继续用于下一次检测。

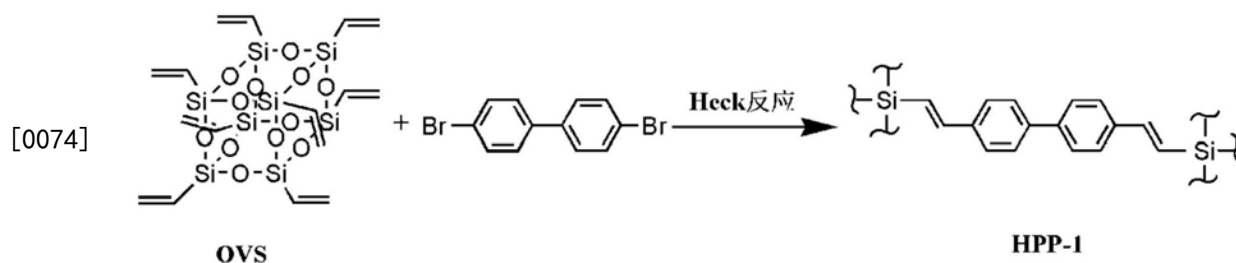
[0069] 可重复利用的 Fe^{3+} 荧光试纸条是按如下方法制得:

[0070] (1) 荧光多孔材料HPP-1的制备:

[0071] 在氩气保护下,将OVS (633mg, 1mmol) 与催化剂 $\text{Pd}(\text{OAc})_2$ (90mg, 0.4mmol), 助催化剂 $\text{P}(\text{o-CH}_3\text{Ph})_3$ (193mg, 0.94mmol), 酸吸收剂 K_2CO_3 (2.2g, 16mmol) 溶解在干燥的N,N-二甲基甲酰胺(45mL)中,室温下磁力搅拌0.5h,然后加入4,4'-二溴联苯(1.248g, 2mmol), 120°C 下反应72h。

[0072] 后处理:抽滤,分别用四氢呋喃,氯仿,水,甲醇,丙酮洗涤,然后用四氢呋喃和甲醇分别索氏提取24h, 70°C 下真空干燥48h后得到白色固体。产率约为100%。

[0073] 八乙烯基笼型倍半硅氧烷(OVS)与4,4'-二溴联苯制备荧光检测试纸的方法,合成路线如下:



[0075] 用全自动比表面积及微孔分析仪对HPP-1进行比表面积和孔隙度分析,BET比表面积为 $592 \text{m}^2 \text{g}^{-1}$,孔体积为 $0.79 \text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ 。

[0076] 利用荧光分光光度计对HPP-1进行荧光分析,最大荧光发射波长为428nm,在紫外灯下发蓝色荧光。

[0077] (2) 荧光检测试纸的制备

[0078] 取一定量的荧光多孔材料HPP-1在研钵中研磨均匀,在无水乙醇分散,配制成40mL的 0.5mg/mL悬浮液,超声分散30min使其分散均匀;然后将滤纸放入溶液中,使荧光材料均匀地沉积在滤纸上,取出后自然晾干;最后将滤纸剪成长5cm、宽1cm的试纸条。

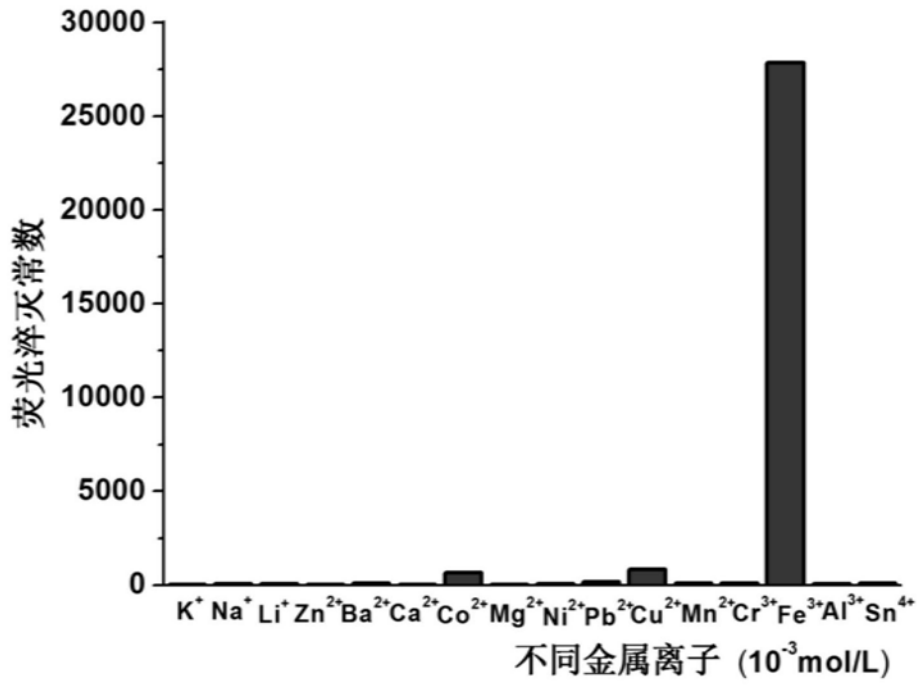


图1

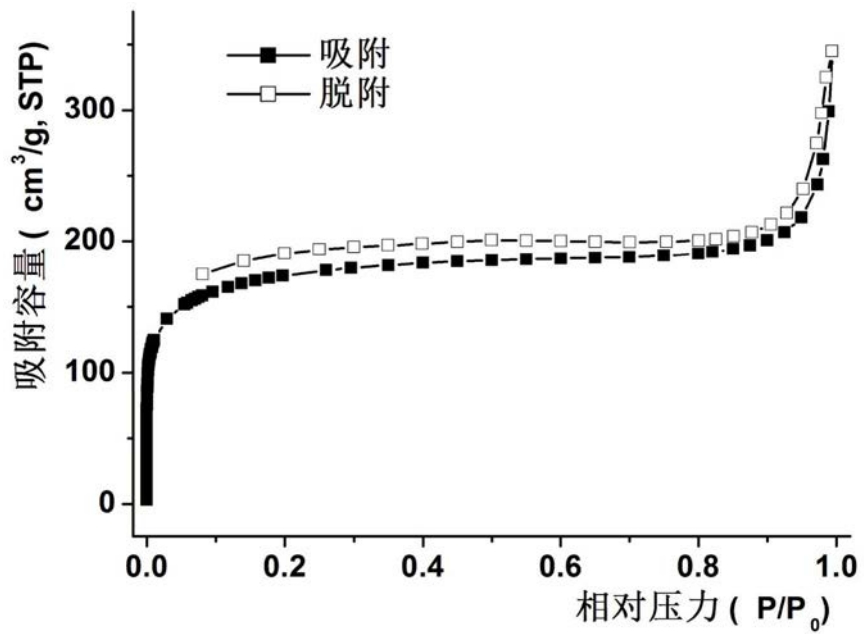


图2

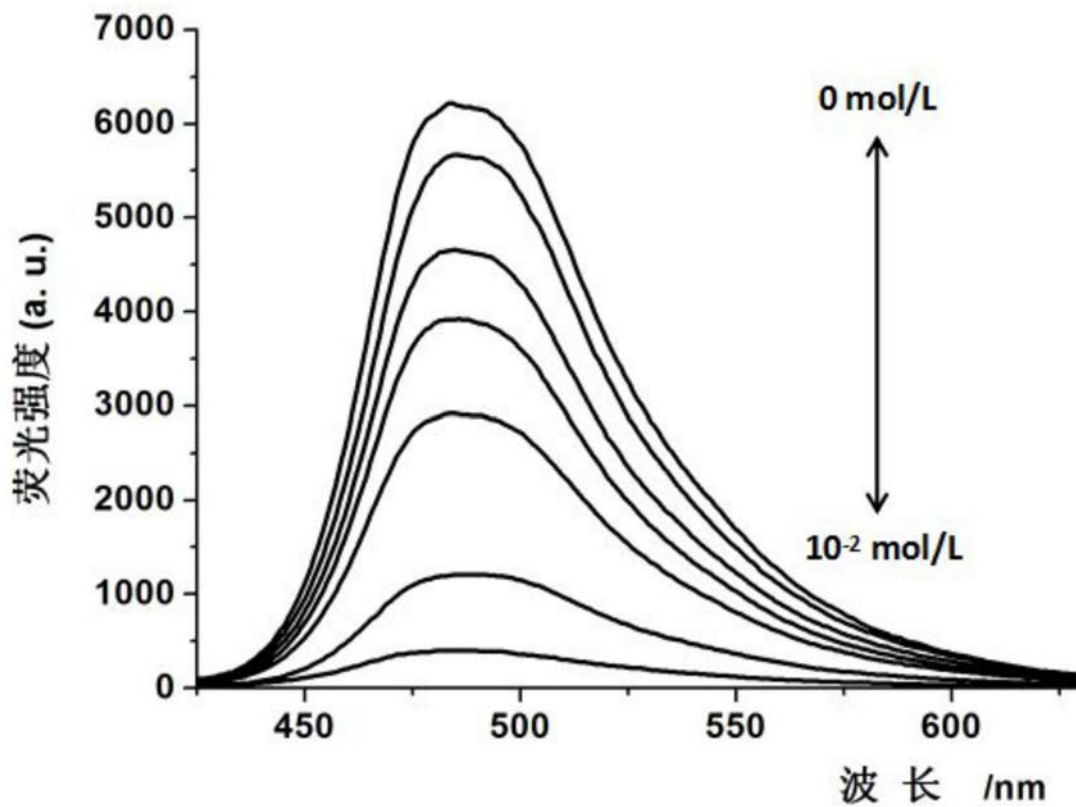


图3

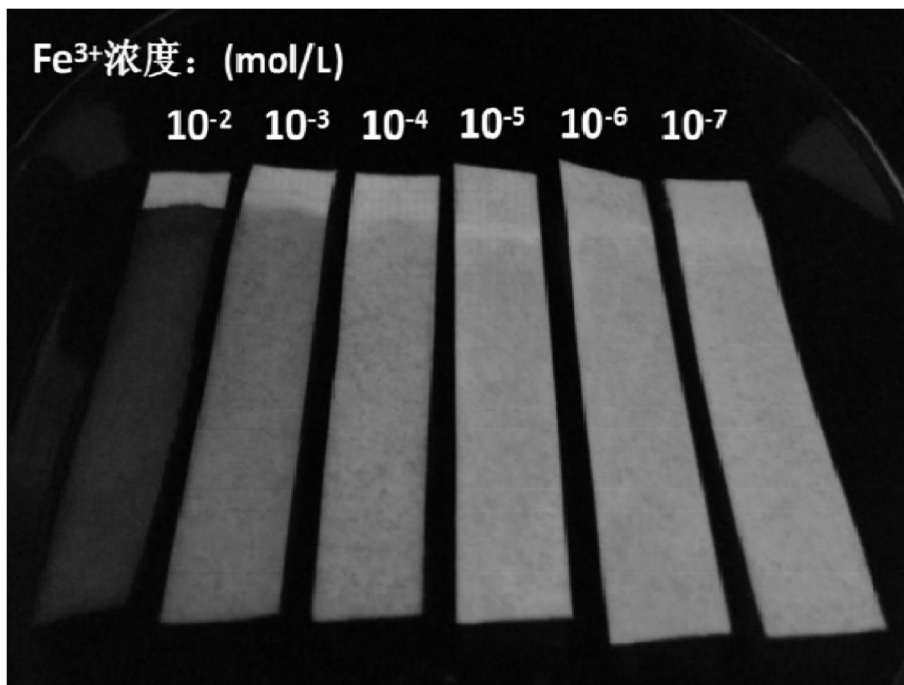


图4

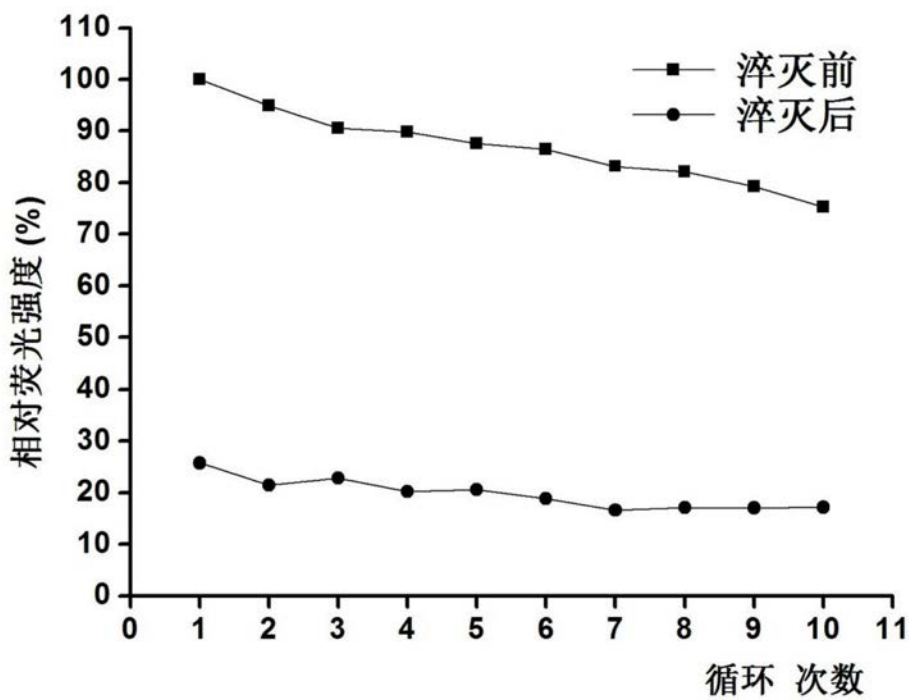


图5

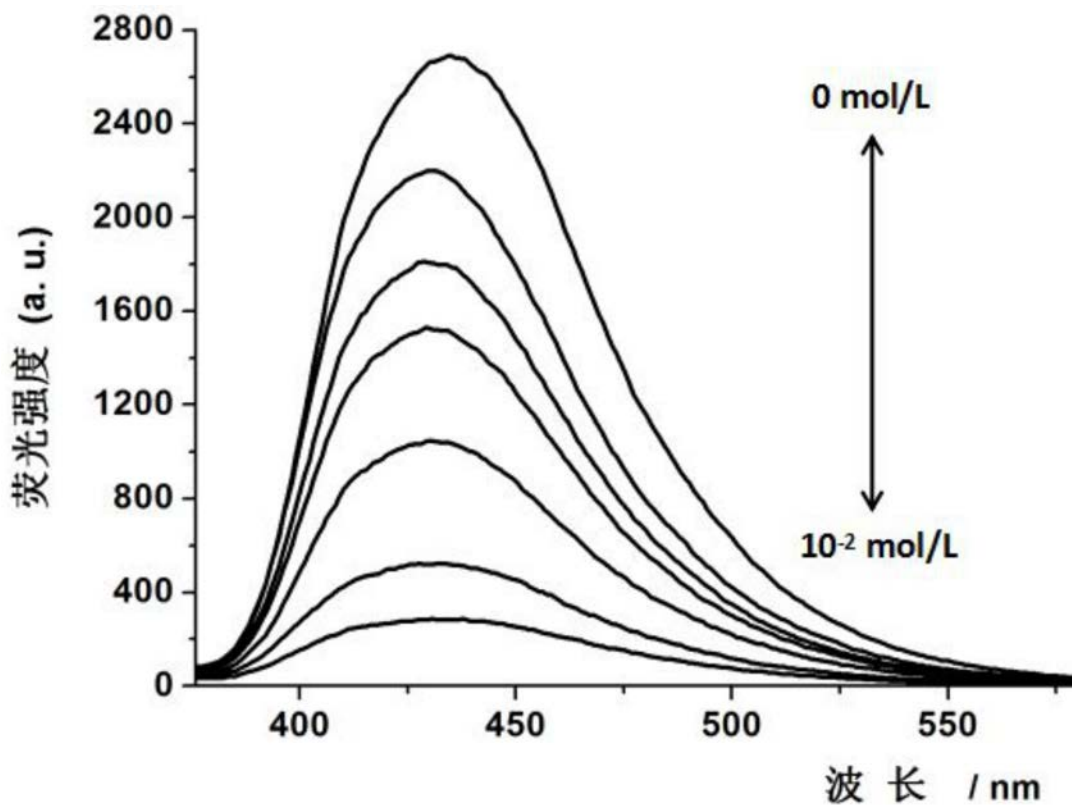


图6

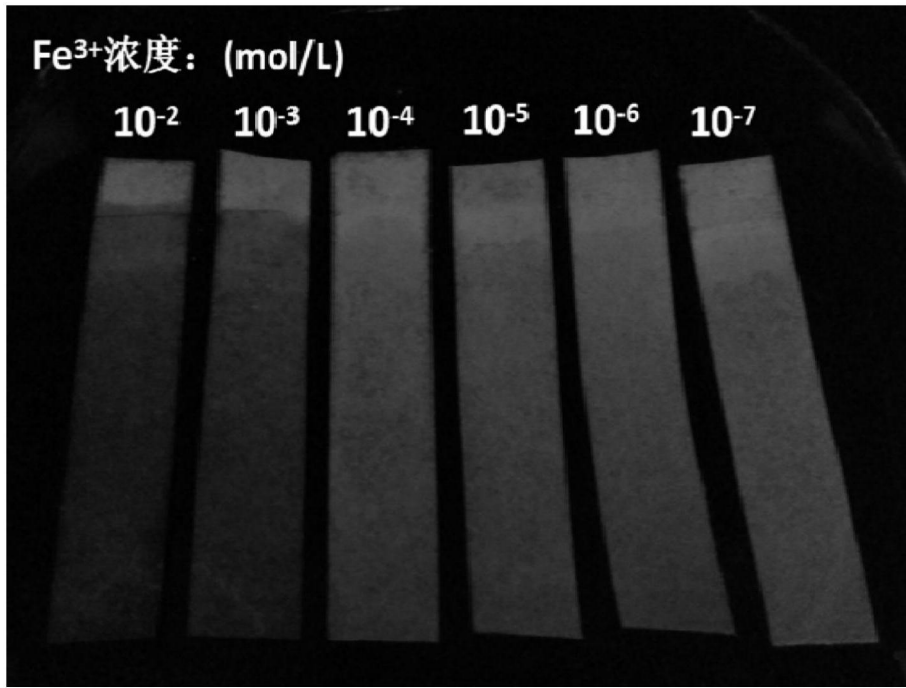


图7