



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101949855 A

(43) 申请公布日 2011. 01. 19

(21) 申请号 201010251278. 8

(22) 申请日 2010. 08. 10

(71) 申请人 中国科学院宁波材料技术与工程研究所

地址 315201 浙江省宁波市镇海区庄市大道
519 号

(72) 发明人 张付强 吴爱国 曾乐勇 崔平

(74) 专利代理机构 杭州天勤知识产权代理有限公司 33224

代理人 刘诚午

(51) Int. Cl.

G01N 21/78 (2006. 01)

G01N 21/33 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,利用 VA 族或 VIA 族元素化合物与被检测金属阳离子相互作用,在金纳米粒子表面形成了以金纳米粒子为核,以 VA 族或 VIA 族元素化合物与被检测金属阳离子相互作用形成的化合物为壳的核壳结构,引起了金纳米粒子的表面等离子体共振吸收峰发生改变,导致溶液的颜色发生变化,从而可以直接通过肉眼或简单仪器设备判别溶液颜色的变化,实现快速地检测溶液体系中的被检测金属阳离子。该方法具有操作简单方便、检测成本低廉、检测灵敏度高且取样量少,适用范围广的优点。

1. 一种利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,包括步骤:

(1) 在四氯合金酸水溶液中加入表面保护剂和还原剂,制得含有表面保护剂修饰的金纳米粒子的检测液;

(2) 提供两份相同且等量的上述检测液;将等体积的不含所述金属阳离子的溶液和被检测溶液分别加入所述两份检测液中,形成相应的第一混合溶液和第二混合溶液;

其中,不含所述金属离子的溶液与被检测溶液的溶剂相同,选自水或乙醇;

(3) 分别向所述第一混合溶液和第二混合溶液中加入等量的 VA 族或 VIA 族元素化合物水溶液,形成相应的第三混合溶液和第四混合溶液;根据第四混合溶液的颜色相对于第三混合溶液的颜色变化或者根据第四混合溶液相对于第三混合溶液紫外可见吸收强度的变化,判断被检测溶液中是否存在所述金属阳离子。

2. 根据权利要求 1 所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的表面保护剂选自十六烷基三甲基溴化铵、含巯基的化合物中的一种或多种;

或者,所述的还原剂选自硼氢化钠。

3. 根据权利要求 2 所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的含巯基的化合物选自巯基乙酸、谷胱甘肽中的一种或两种。

4. 根据权利要求 1 所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的金属阳离子为 Pb^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Cr^{6+} 中的一种或多种。

5. 根据权利要求 1 至 4 任一项所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的金属阳离子为 Pb^{2+} ,所述的 VA 或 VIA 元素化合物选自可溶性硒代硫酸盐。

6. 根据权利要求 5 所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的可溶性硒代硫酸盐为 Na_2SeSO_3 、 K_2SeSO_3 、 Li_2SeSO_3 、 $MgSeSO_3$ 、 $CaSeSO_3$ 中的一种。

7. 根据权利要求 5 所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的检测液的 pH 值为 3 至 8。

8. 根据权利要求 1 至 4 任一项所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的金属阳离子为 Cr^{3+} 或 Cr^{6+} ,所述的 VA 或 VIA 元素化合物选自可溶性磷酸盐。

9. 根据权利要求 8 所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的可溶性磷酸盐为 Na_3PO_4 、 K_3PO_4 、 Li_3PO_4 、 $Mg_3(PO_4)_2$ 、 $Ca_3(PO_4)_2$ 中的一种。

10. 根据权利要求 8 所述的利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,其特征在于,所述的检测液的 pH 值为 5 至 10。

利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及金属阳离子的检测领域,特别涉及一种利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法。

背景技术

[0002] 目前,工业技术快速发展的同时也带来了环境的恶化。例如,工矿开采业、化工、电池、电镀等行业将含有大量重金属离子的废水不加处理或者稍加处理便排放到水体中,导致水体重金属含量增加,使水质明显恶化,污染饮用水。例如,在铬废水中, Cr^{6+} 在低浓度时有致敏作用,高浓度时对皮肤粘膜有刺激性和腐蚀性作用。同时,铬进入动物体后可影响动物体内的氧化、还原和水解过程,并可使蛋白质变性,沉淀核酸和核蛋白,干扰酶系统。铬进入血液后形成氧化铬,致使血红蛋白变成高铁血红蛋白,使红细胞携带氧的功能发生障碍,导致细胞缺氧。

[0003] 随着人们生活水平的不断提高,城市汽车的拥有量也越来越大,汽车排出大量含铅的尾气,使空气中的铅含量逐渐增加。铅是一种重金属元素,它在尘土、空中飘浮物、汽车尾气、油漆、儿童玩具、一些彩釉陶瓷制品以及塑料增塑剂中含量较高。铅有较强的毒性,其中以神经毒性为主。众所周知,人的思想和行为受神经系统的控制,一旦神经系统遭到破坏,其后果是非常严重的。儿童正处于神经系统发育完善期,是受铅污染威胁的主要群体,铅污染可以造成儿童身高降低、学习能力减弱,对其智力、行为、能力以及身体发育等多方面都有严重的不可逆性的危害。由于铅对人类健康可能构成的长期危害,世界卫生组织已经将饮用水中铅含量上限标准设定为 $10 \mu\text{g/L}$ 。此外,其它毒性阳离子在人体内累积到一定浓度,同样会造成人体器官和组织的损伤,引起人体中毒甚至是死亡,严重威胁人类的生命安全。

[0004] 我国治理重金属污染目前主要采用以防为主、防治结合的方针。虽然现在有专门检测金属离子的设备如原子吸收光谱仪(AAS)、原子荧光光谱仪(AFS)和感应耦合等离子体-质谱连用仪(ICP-MS)等,但是这些仪器价格昂贵,而且检测金属离子时往往存在样品制备步骤复杂、样品水溶性差、离子干扰严重等缺陷。鉴于各个地方的经济发展差异,很多条件不具备或技术不成熟的单位或个体无法采用上述高级设备对重金属进行常规、快速检测和实时监测,导致污染扩大;另外,利用仪器检测的方法也不能实现对水质的实时、实地检测和监控。

[0005] 为了减少环境污染,保证人类生活健康和保持经济的可持续发展,做到早检测、早治理,降低污染治理的成本,将重金属离子污染对人类的危害控制在最低程度,必须要做到快速、实时检测环境中的毒性金属离子。因此,研发一种灵敏度高、选择性好、操作简单、取样量少,且成本低廉的快速直接检测毒性金属离子的方法显得十分迫切和必要。

[0006] 目前,国内外利用简单的变色反应,采用贵金属纳米粒子(如金纳米粒子/银纳米粒子)与核酸或蛋白质形成的杂化体系作为传感器应用于环境分析、生物分析和医学分析中;或者不采用复杂的贵金属纳米粒子与核酸或蛋白质杂化体系,仅采用通常的络合方法,

检测含有 Hg^{2+} 、 Pb^{2+} 和 Co^{2+} 等的体系。但是上述各种方法真正应用于实际待检体系,还有许多问题需要解决,例如实际待检体系中金属阳离子的种类复杂,存在选择性差、检测灵敏度低以及检测样品的现场及时性不好等问题。

发明内容

[0007] 本发明提供了一种利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,能够简单、快速和灵敏地检测 Pb^{2+} 、 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 等毒性金属阳离子。

[0008] 一种利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子的方法,包括步骤:

[0009] (1) 在四氯合金酸水溶液中加入表面保护剂和还原剂,制得含有表面保护剂修饰的金纳米粒子的检测液;

[0010] (2) 提供两份相同且等量的上述检测液;将等体积的不含所述金属阳离子的溶液和被检测溶液分别加入所述两份检测液中,形成相应的第一混合溶液和第二混合溶液;

[0011] 其中,不含所述金属离子的溶液与被检测溶液的溶剂相同,选自水或乙醇;

[0012] (3) 分别向所述第一混合溶液和第二混合溶液中加入等量的 VA 族或 VIA 族元素化合物水溶液,形成相应的第三混合溶液和第四混合溶液;根据第四混合溶液的颜色相对于第三混合溶液的颜色变化或者根据第四混合溶液相对于第三混合溶液紫外可见吸收强度的变化,判断被检测溶液中是否存在所述金属阳离子。

[0013] 本发明利用 VA 族或 VIA 族元素化合物与毒性金属阳离子相互作用,在溶液中现场形成一种以金纳米粒子为核,以 VA 族或 VIA 族元素化合物与毒性金属阳离子相互作用形成的化合物为壳的核壳结构,一般 VA 族或 VIA 族元素化合物中所含的 VA 族或 VIA 族元素 R 和金属离子 M^{n+} 反应,在金纳米粒子表面形成化合物,即 $\text{M}^{n+} + \text{R}^y = \text{M}_x\text{R}_n$, 或 $\text{M}^{n+} + (\text{R}_x\text{A}_y)^{z-} = \text{M}_z(\text{R}_x\text{A}_y)_n$, 其中, n、x、y 和 z 均表示价位数,各自独立的取 1-6 的整数, R 表示 VA 族或 VIA 族元素, M 表示金属元素, A 表示化学领域的各种化学基团,从而使金纳米粒子的表面等离子体共振吸收峰发生改变,导致溶液的颜色发生变化,可快速检测常见的毒性金属阳离子。

[0014] 所述的表面保护剂选自十六烷基三甲基溴化铵 (CTAB)、含巯基的化合物中的一种或多种;使用不同的表面保护剂可得到表面带所需要的不同电荷的金纳米粒子,可以选择性地检测被测金属阳离子并减小其它非被测金属阳离子的干扰。

[0015] 所述的含巯基的化合物优选巯基乙酸、谷胱甘肽中的一种或两种。

[0016] 所述的还原剂选自硼氢化钠 (NaBH_4)。

[0017] 所述的金属阳离子选自 Pb^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Cr^{6+} 中的一种或多种。

[0018] 所述的被检测溶液可以是环境中的水样也可以是其他环境样品溶于水或有机溶剂形成的溶液,如气态的环境样品、固态的环境样品、生物学中的尿液、血液等溶解在水或乙醇中形成的溶液;也可是将尿液、血液等经氧化剂氧化有机组分后溶解在水或乙醇中形成的溶液。

[0019] 步骤 (1) 中,所述的含有表面保护剂修饰的金纳米粒子的检测液用酸或碱调节 pH 值后,进行其余操作。调节检测液的 pH 值,可以满足不同的体系对 pH 值的最佳要求,适当的 pH 值不但可以节省检测时间和排除非检测物质的干扰,而且还可以进一步提高检测限和检测灵敏度。

[0020] 如果所述的金属阳离子为 Pb^{2+} , 则所述的 VA 族或 VIA 族元素化合物选自能够和

Pb^{2+} 易形成沉淀化合物的元素盐类, 优选可溶性硒代硫酸盐, 如 Na_2SeSO_3 、 K_2SeSO_3 、 Li_2SeSO_3 、 $MgSeSO_3$ 、 $CaSeSO_3$ 等中的一种。所述的检测液的 pH 值优选为 3 至 8, 可用盐酸水溶液或氢氧化钠水溶液调节 pH 值, 以进一步提高检测限。

[0021] 如果所述的金属阳离子为 Cr^{3+} 或 Cr^{6+} , 则所述的 VA 族或 VIA 族元素化合物选自能够与 Cr^{3+} 或 Cr^{6+} 易形成沉淀化合物的元素盐类, 优选可溶性磷酸盐, 如 Na_3PO_4 、 K_3PO_4 、 Li_3PO_4 、 $Mg_3(PO_4)_2$ 、 $Ca_3(PO_4)_2$ 等中的一种。所述的检测液的 pH 值优选为 5 至 10, 可用盐酸水溶液或氢氧化钠水溶液调节 pH 值, 以进一步提高检测限。该方法可以直接用于检测 Cr^{3+} , 当用于检测 Cr^{6+} 时, 一般采用本领域现有的技术预先将 Cr^{6+} 还原成 Cr^{3+} 。

[0022] 所述的 VA 族或 VIA 族元素化合物在第四混合溶液中的浓度越高, 第四混合溶液的颜色变化所需的时间越短, 检测金属阳离子的灵敏度越高, 但 VA 族或 VIA 族元素化合物在第四混合溶液中的浓度过高, 则会影响金纳米粒子的稳定性, 所以利用 VA 族或 VIA 族元素化合物检测金属阳离子时可通过多次实验进行优选, 即: 按照本发明的方法, 在只改变 VA 族或 VIA 族元素化合物在第四混合溶液中的浓度, 其它条件不变的前提下, 寻找检测金属阳离子所需的 VA 族或 VIA 族元素化合物的最佳浓度。

[0023] 根据第四混合溶液相对于第三混合溶液紫外可见吸收强度变化, 可按照本领域现有的标准工作曲线法计算被检测溶液中所述金属阳离子的含量, 具体包括:

[0024] 预先按照所述第四混合溶液的配制方法配制一系列金属阳离子不同浓度的溶液, 分别在 200nm-1200nm 检测紫外可见和近红外波长的吸收强度, 以各溶液的紫外可见和近红外波长的吸收强度为纵坐标, 各溶液的浓度为横坐标, 绘制标准工作曲线。

[0025] 在相同条件下检测第四混合溶液的紫外可见和近红外波长的吸收强度, 通过标准工作曲线得出第四混合溶液中金属阳离子的浓度 (即含量)。

[0026] 本发明具有如下优点:

[0027] 本发明基于金纳米粒子体系, 利用 VA 族或 VIA 族元素化合物与被检测金属阳离子相互作用, 在金纳米粒子表面形成了以金纳米粒子为核, 以 VA 族或 VIA 族元素化合物与被检测金属阳离子相互作用形成的化合物为壳的核壳结构, 引起了金纳米粒子的表面等离子体共振吸收峰发生改变, 导致溶液的颜色发生变化, 从而可以直接通过肉眼或简单仪器设备判别溶液颜色的变化, 实现快速地检测溶液体系中的被检测金属阳离子。被检测样品中所含被检测金属阳离子量的不同, 使金纳米粒子表面形成壳的厚度不同, 从而使金纳米粒子溶液的颜色变化时间长短和颜色深浅不同, 依此来实现对被检测的金属阳离子的检测。

[0028] 本发明方法可实现 Pb^{2+} 、 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 等毒性金属阳离子的检测, 具有操作简单方便、检测成本低廉、选择性好、检测灵敏度高且取样量少的特点。适合于湖泊河流水质调查、污水排水口水质检测、户外活动紧急用水安全检测、生活用水和食品样品等各种样品的检测, 同时也可用于临床医学中血液和尿液中的金属阳离子的检测。

具体实施方式

[0029] 实施例 1 检测液的制备

[0030] 取 5mmol/L 的四氯合金酸水溶液 5mL 加入到 71mL 的去离子水中, 在搅拌条件下加入 0.5mmol/L 的 CTAB 水溶液 24mL, 然后缓慢地向其中加入 1.6mL 1mmol/L 的硼氢化钠水溶液, 在室温条件下持续搅拌 30 分钟, 即可得到含有 CTAB 修饰的金纳米粒子的检测液。

[0031] 实施例 2 水样中 Pb^{2+} 的检测

[0032] 1) Na_2SeSO_3 溶液的制备

[0033] 0.0158g 的 Se 粉和 4mL 0.2mol/L 的 Na_2SO_3 溶液按 $[Se] : [SO_3^{2-}] = 1 : 4$ 的摩尔比比加入到 95mL 去离子水中加热到 $80^\circ C$ 溶解, 制得 $[SeSO_3^{2-}]$ 浓度为 $2 \times 10^{-3} mol/L$ 的 Na_2SeSO_3 溶液, 然后将 Na_2SeSO_3 溶液放置到 $4^\circ C$ 冰箱备用。

[0034] 2) Pb^{2+} 的检测

[0035] 首先, 取 10mL 实施例 1 制备的金纳米粒子检测液, 用 0.1mol/L 的盐酸水溶液调节 pH 值到 4.0, 获得 pH 值为 4.0 的含金纳米粒子的检测液。

[0036] 然后, 准备两个同样规格的试管 A 和试管 B; 分别向试管 A 和试管 B 中加入相同且等体积 (1mL) 的上述 pH 值为 4.0 的检测液。

[0037] 再次, 分别向试管 A 和试管 B 中加入等体积的 1mL 超纯水和 1mL 待检测水样, 接着分别向试管 A 和试管 B 中加入 1mL 上述 Na_2SeSO_3 溶液。

[0038] 最后, 将试管 A 和试管 B 放置在室温条件下, 观察试管 A 和试管 B 中溶液的颜色变化情况。

[0039] 10 分钟内, 如果试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液颜色发生变化即变紫色或颜色加深, 则判定水样中含有 Pb^{2+} , 且水样中 Pb^{2+} 浓度大于或等于 $5.0 \times 10^{-5} mol/L$ 。

[0040] 如果 10 分钟后试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色没有发生变化即未见变紫色或颜色未加深, 继续在室温条件下放置 30 分钟, 再观察颜色变化, 若试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色发生变化即变紫色或颜色加深, 则判定水样中含有 Pb^{2+} ; 如果试管 B 中溶液的颜色没有变化, 则判定水样中不含 Pb^{2+} 。

[0041] 实施例 3 水样中 Pb^{2+} 的检测

[0042] 1) K_2SeSO_3 溶液的制备

[0043] 0.0158g 的 Se 粉和 4mL 0.2mol/L 的 K_2SO_3 溶液按 $[Se] : [SO_3^{2-}] = 1 : 4$ 的摩尔比比加入到 95mL 去离子水中, 然后加热到 $80^\circ C$ 反应, 直到固体体全部溶解, 制得 $[SeSO_3^{2-}]$ 浓度为 $2 \times 10^{-3} mol/L$ 的 K_2SeSO_3 溶液, 然后将 K_2SeSO_3 溶液放置到 $4^\circ C$ 冰箱备用。

[0044] 2) Pb^{2+} 的检测

[0045] 除了将 Na_2SeSO_3 溶液替换成上述 K_2SeSO_3 溶液之外, 其余操作同实施例 2。

[0046] 10 分钟内, 如果试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液颜色发生变化即变紫色或颜色加深, 则判定水样中含有 Pb^{2+} , 且水样中 Pb^{2+} 浓度大于或等于 $5.0 \times 10^{-5} mol/L$ 。

[0047] 如果 10 分钟后试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色没有发生变化即未见变紫色或颜色未加深, 继续在室温条件下放置 30 分钟, 再观察颜色变化, 若试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色发生变化即变紫色或颜色加深, 则判定水样中含有 Pb^{2+} ; 如果试管 B 中溶液的颜色没有变化, 则判定水样中不含 Pb^{2+} 。

[0048] 实施例 4 血样中 Pb^{2+} 的检测

[0049] 1) 血样的处理

[0050] 通过加入强氧化试剂浓度为 3mol/L 的硝酸水溶液, 使血液样品中的有机组分被完全氧化, 硝酸水溶液与血液的体积比为 1 : 5, 过滤所得滤液即为经预处理的血样。

[0051] 2) Pb^{2+} 的检测

[0052] 首先, 取 10mL 实施例 1 制备的金纳米粒子检测液, 然后用 0.1mol/L 的盐酸水溶液

调节 pH 值到 4.0, 获得 pH 值为 4.0 的金纳米粒子检测液。

[0053] 然后, 准备两个同样规格的试管 A 和试管 B; 分别向试管 A 和试管 B 中加入相同且等体积 (1mL) 的上述 pH 值为 4.0 的检测液。

[0054] 再次, 分别向试管 A 和试管 B 中加入等体积的 1mL 超纯水和 1mL 待检测的经预处理的血样, 接着分别向试管 A 和试管 B 中加入 1mL 实施例 2 制备的 Na_2SeSO_3 溶液。

[0055] 最后, 将试管 A 和试管 B 放置在室温条件下, 观察试管 A 和试管 B 中溶液的颜色变化情况。

[0056] 10 分钟内, 如果试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液颜色发生变化即变紫色或颜色加深, 则判定水样中含有 Pb^{2+} ; 且经预处理的血样中 Pb^{2+} 浓度大于或等于 $5.0 \times 10^{-5} \text{mol/L}$ 。

[0057] 如果 10 分钟后试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色没有发生变化即未见变紫色或颜色未加深, 继续在室温条件下放置 30 分钟, 再观察颜色变化, 若试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色发生变化即变紫色或颜色加深, 则判定经过处理后的血样中含有 Pb^{2+} ; 如果试管 B 中溶液的颜色没有变化, 则判定经预处理的血样中不含 Pb^{2+} 。

[0058] 实施例 5 水样中 Cr^{3+} 的检测

[0059] 首先, 取 10mL 实施例 1 制备的金纳米粒子的检测液, 然后用 0.1mol/L 的盐酸水溶液调节 pH 值到 8.0, 获得 pH 值为 8.0 的金纳米粒子检测液。

[0060] 然后, 准备两个同样规格的试管 A 和试管 B; 分别向试管 A 和试管 B 中加入相同且等体积 (1mL) 的上述 pH 值为 8.0 的检测液。

[0061] 再次, 分别向试管 A 和试管 B 中加入等体积的 1mL 超纯水和 1mL 待检测的水样, 接着分别向试管 A 和试管 B 中加入 1mL 0.1mol/L 的 Na_3PO_4 水溶液。

[0062] 最后, 将试管 A 和试管 B 放置在室温条件下, 观察试管 A 和试管 B 中溶液的变化情况。

[0063] 10 分钟内, 如果试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液颜色发生变化即变橙色或颜色加深, 则判定水样中含有 Cr^{3+} ; 且水样中 Cr^{3+} 浓度大于或等于 10^{-5}mol/L 。

[0064] 如果 10 分钟后试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色没有发生变化即未见变橙色或颜色未加深, 继续在室温条件下放置 30 分钟, 再观察颜色变化, 若试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色发生变化即变橙色或颜色加深, 则判定水样中含有 Cr^{3+} ; 如果试管 B 中溶液的颜色没有变化, 则判定水样中不含 Cr^{3+} 。

[0065] 实施例 6 血样中 Cr^{3+} 的检测

[0066] 1) 血样的处理

[0067] 通过加入强氧化试剂浓度为 3mol/L 的硝酸水溶液, 使血液样品中的有机组分被完全氧化, 硝酸水溶液与血液的体积比为 1 : 5, 加乙醇后过滤所得滤液即为经预处理的血样。

[0068] 2) Cr^{3+} 的检测

[0069] 首先, 取 10mL 实施例 1 制备的金纳米粒子的检测液, 然后用 0.1mol/L 的盐酸水溶液调节 pH 值到 8.0, 获得 pH 值为 8.0 的金纳米粒子检测液。

[0070] 然后, 准备两个同样规格的试管 A 和试管 B; 分别向试管 A 和试管 B 中加入相同且等体积 (1mL) 的上述 pH 值为 8.0 的检测液。

[0071] 再次,分别向试管 A 和试管 B 中加入等体积的 1mL 乙醇和 1mL 待检测的经预处理的血样,接着分别向试管 A 和试管 B 中加入 1mL 0.1mol/L 的 Na_3PO_4 水溶液。

[0072] 最后,将试管 A 和试管 B 放置在室温条件下,观察试管 A 和试管 B 中溶液的变化情况。

[0073] 10 分钟内,如果试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液颜色发生变化即变橙色或颜色加深,则判定经过处理后的血样中含有 Cr^{3+} ;且 Cr^{3+} 浓度大于或等于 10^{-5}mol/L 。

[0074] 如果 10 分钟后试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色没有发生变化即未见变橙色或颜色未加深,继续在室温条件下放置 30 分钟,再观察颜色变化,若试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色发生变化即变橙色或颜色加深,则判定血样中含有 Cr^{3+} ;如果试管 B 中溶液的颜色没有变化,则判定血样中不含 Cr^{3+} 。

[0075] 实施例 7 血样中 Cr^{3+} 的检测

[0076] 1) 血样的处理

[0077] 同实施例 6 中的操作。

[0078] 2) Cr^{3+} 的检测

[0079] 除了将 Na_3PO_4 溶液替换成 K_3PO_4 溶液之外,其余操作同实施例 6。

[0080] 10 分钟内,如果试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液颜色发生变化即变橙色或颜色加深,则判定经过处理后的血样中含有 Cr^{3+} ;且 Cr^{3+} 浓度大于或等于 10^{-5}mol/L 。

[0081] 如果 10 分钟后试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色没有发生变化即未见变橙色或颜色未加深,继续在室温条件下放置 30 分钟,再观察颜色变化,若试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色发生变化即变橙色或颜色加深,则判定血样中含有 Cr^{3+} ;如果试管 B 中溶液的颜色没有变化,则判定血样中不含 Cr^{3+} 。

[0082] 实施例 8 水样中 Cr^{6+} 的检测

[0083] 用 1mol/L 的硼氢化钠 (NaBH_4) 水溶液先将待测水样处理 30 分钟,将待测水样中的 Cr^{6+} 还原成 Cr^{3+} 。其它操作与实施例 4 相同。

[0084] 10 分钟内,如果试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液颜色发生变化即变橙色或颜色加深,则判定水样中含有 Cr^{6+} ;且水样中 Cr^{6+} 浓度大于或等于 10^{-5}mol/L 。

[0085] 如果 10 分钟后试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色没有发生变化即未见变橙色或颜色未加深,继续在室温条件下放置 30 分钟,再观察颜色变化,若试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色发生变化即变橙色或颜色加深,则判定水样中含有 Cr^{6+} ;如果试管 B 中溶液的颜色没有变化,则判定水样中不含 Cr^{6+} 。

[0086] 实施例 9 食品样中 Cr^{6+} 的检测

[0087] 将待测食品溶于水得到食品样品,先在食品样品中加入强氧化试剂体积百分浓度为 98% 的浓硝酸,浓硝酸的毫升数与食品样品的克数之比为 1 : 1,使食品样品中的有机组分被完全氧化,然后再用 1mol/L 的硼氢化钠 (NaBH_4) 水溶液将食品样品处理 30 分钟,将食品样品中的 Cr^{6+} 还原成 Cr^{3+} 。其它操作与实施例 4 相同。

[0088] 10 分钟内,如果试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液颜色发生变化即变橙色或颜色加深,则判定水样中含有 Cr^{6+} ;且水样中 Cr^{6+} 浓度大于或等于 10^{-5}mol/L 。

[0089] 如果 10 分钟后试管 B 中溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色没有发生变化即未见变橙色或颜色未加深,继续在室温条件下放置 30 分钟,再观察颜色变化,若试管 B 中

溶液的颜色相对于试管 A 中溶液的颜色发生变化即变橙色或颜色加深,则判定水样中含有 Cr^{6+} ;如果试管 B 中溶液的颜色没有变化,则判定水样中不含 Cr^{6+} 。