



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109187706 A

(43)申请公布日 2019.01.11

(21)申请号 201810829535.8

(22)申请日 2018.07.25

(71)申请人 安徽理工大学

地址 232000 安徽省淮南市泰丰大街168号

(72)发明人 陶玉仑 曹朕宇

(74)专利代理机构 合肥市长远专利代理事务所
(普通合伙) 34119

代理人 傅磊

(51)Int.Cl.

G01N 27/48(2006.01)

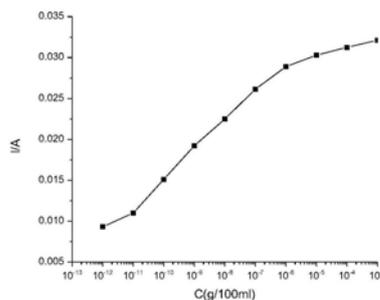
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法

(57)摘要

本发明公开了一种利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,所述方法通过测定聚苯胺芯片在若干个钠离子浓度梯度的电导率得到电流-浓度标准曲线,再根据所述标准曲线检测地沟油。本发明选用聚苯胺芯片,将钠离子掺杂在本来不导电的聚苯胺芯片中,通过多次测定不同钠离子浓度下的聚苯胺芯片的电导率,可以做出一个在一定电压下,不同钠离子浓度的电流-浓度曲线,利用这个曲线即可辨别不同程度的地沟油和食用油,实现了快速高效且广泛检测地沟油的目的。



1. 一种利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,其特征在于,所述方法通过测定聚苯胺芯片在若干个钠离子浓度梯度的电导率得到电流-浓度标准曲线,再根据所述标准曲线检测地沟油。

2. 根据权利要求1所述的利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(1) 浓度-电流标准曲线的制作:首先利用电化学工作站的三探针电极,加在聚苯胺叉指电极芯片上,工作电极和参比电极在一侧,对电极在对应的另一侧,以肥皂溶液作待测溶液;再选择CV-Cyclic Voltammetry,利用循环伏安法,对不同肥皂溶液浓度进行扫描测试,整理数据得出所述浓度-电流标准曲线;

(2) 地沟油测试:首先取100ml去离子水,向其中加入1-5mg聚苯胺和1~2滴地沟油样品,充分搅拌混合;取混合好的地沟油滴于聚苯胺电极芯片上,烘干,反复操作2~3次;最后利用电化学站测试在-0.15V电压下,相应的电流-时间图谱,根据上述浓度-电流标准曲线进行实验结果分析。

3. 根据权利要求2所述的利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,其特征在于,步骤(1)中,循环伏安法设置电压范围为-0.8V~0.8V,扫描速率为0.05V/s。

4. 根据权利要求1、2或3所述的利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,其特征在于,所述聚苯胺芯片的制备过程包括以下步骤:

S1、利用电子天平称取0.0010g肥皂固体,溶于100ml去离子水中,用玻璃棒搅拌至完全溶解,记为溶液A;

S2、用10ml量筒于溶液A中取10ml肥皂溶液,加入90ml去离子水中,用玻璃棒轻微搅拌,记为溶液B;

S3、用10ml量筒于溶液B中取10ml肥皂溶液,加入90ml去离子水中,用玻璃棒轻微搅拌,记为溶液C;

S4、以此类推,分别制得溶液D、溶液E、溶液F、溶液G、溶液H、溶液I、溶液J;

S5、分别从溶液A~J中取5ml溶液,加入1-5mg苯胺粉末,震荡搅匀后,超声10~15分钟,所制得的溶液分别记为溶液a、溶液b、溶液c、溶液d、溶液e、溶液f、溶液g、溶液h、溶液i、溶液j;

S6、将溶液a~j分别滴于叉指电极上使溶液铺满叉指电极,放入烘箱干燥3~5分钟,取出烘干的叉指电极后再次一一对应滴加溶液a~j,放入烘箱干燥3~5分钟,如此反复2~3次,制备得到不同浓度钠离子掺杂的聚苯胺叉指电极芯片。

5. 根据权利要求4所述的利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,其特征在于,所述聚苯胺的制备方法包括以下步骤:A、称量苯胺单体加入去离子水的烧杯中,用玻璃棒搅拌至溶液澄清,得到浓度为16~17g/L的苯胺溶液;称量过硫酸铵溶于去离子水的烧杯中,用玻璃棒轻微搅拌,得到浓度为4.1~4.2g/L的过硫酸铵溶液;B、将等体积过硫酸铵溶液滴加到苯胺溶液中,搅拌反应5-6小时;C、将上述反应产物用乙醇和去离子水洗涤,并干燥得到所述聚苯胺。

一种利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及地沟油检测技术领域,尤其涉及一种利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法。

背景技术

[0002] 随着时代的发展、科技的进步,人们对于饮食口味及健康越来越重视。但是,人们在食用食物时,很难判断出正常油和食用油的差别,时至今日,还没有推出一个精准且公认的识别鉴别地沟油的方法,致使地沟油对人们的身体健康有着极大的危害。

[0003] 地沟油大多为使用之后的食用油抽取提炼而来,其中必然使用过食用盐,而食用盐中必不可少的存在钠离子,这种钠离子将会一直伴随在地沟油中无法去除;另一方面,地沟油由于其中存在的大量物质而显明显的酸性,为了去除地沟油中的酸性而使用碳酸钠或碳酸氢铵等,而这其中也存在的大量的钠离子。这些钠离子的存在通常未食用过的食用油中是不会出现的,推出这样的一个基于检测地沟油中因钠离子而有的导电率来鉴别地沟油。

[0004] 聚苯胺是一种高分子合成材料,俗称导电塑料。它是一类特种功能材料,具有塑料的密度,又具有金属的导电性和塑料的可加工性,还具备金属和塑料所欠缺的化学和电化学性能,在国防工业上可用作隐身材料、防腐材料,民用上可用作金属防腐蚀材料、抗静电材料、电子化学品等。

[0005] 目前国内外针对地沟油无法研究出一种合理、有效、快速的方法检测方法的主要原因在于无法确定一个明确有说服力的地沟油标记物来鉴别地沟油。本发明针对于地沟油中的钠离子来做根源性元素来实施对于地沟油的鉴别,选用聚苯胺芯片,将钠离子掺杂在本来不导电的聚苯胺芯片中,利用电化学工作站,检测其导电性。以如此方法,通过多次测定不同钠离子浓度下的聚苯胺芯片的电导率,可以做出一个在一定电压下,不同钠离子浓度的电流-浓度曲线,利用这个曲线即可辨别不同程度的地沟油和食用油。

发明内容

[0006] 基于背景技术存在的技术问题,本发明提出了一种利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,选用聚苯胺芯片,将钠离子掺杂在本来不导电的聚苯胺芯片中,通过多次测定不同钠离子浓度下的聚苯胺芯片的电导率,可以做出一个在一定电压下,不同钠离子浓度的电流-浓度曲线,利用这个曲线即可辨别不同程度的地沟油和食用油,实现了快速高效且广泛检测地沟油的目的。

[0007] 本发明提出的一种利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,所述方法通过测定聚苯胺芯片在若干个钠离子浓度梯度的电导率得到电流-浓度标准曲线,再根据所述标准曲线检测地沟油。

[0008] 作为优选,所述方法包括以下步骤:

[0009] (1) 浓度-电流标准曲线的制作:首先利用电化学工作站的三探针电极,加在聚苯

胺叉指电极芯片上,工作电极和参比电极在一侧,对电极在对应的另一侧,以肥皂溶液作待测溶液;再选择CV-Cyclic Voltammetry,利用循环伏安法,对 不同肥皂溶液浓度进行扫描测试,整理数据得出所述浓度-电流标准曲线;

[0010] (2)地沟油测试:首先取100ml去离子水,向其中加入1-5mg苯胺和1~2滴地沟油样品,充分搅拌混合;取混合好的地沟油滴于聚苯胺电极芯片上,烘干,反复操作2~3次;最后利用电化学站测试在-0.15V电压下,相应的电流-时间图谱,根据上述浓度-电流标准曲线进行实验结果分析。

[0011] 作为优选,步骤(1)中,循环伏安法设置电压范围为-0.8V~0.8V,扫描速率为0.05V/s。

[0012] 作为优选,所述聚苯胺芯片的制备过程包括以下步骤:

[0013] S1、利用电子天平称取0.0010g肥皂固体,溶于100ml去离子水中,用玻璃棒搅拌至完全溶解,记为溶液A;

[0014] S2、用10ml量筒于溶液A中取10ml肥皂溶液,加入90ml去离子水中,用玻璃棒轻微搅拌,记为溶液B;

[0015] S3、用10ml量筒于溶液B中取10ml肥皂溶液,加入90ml去离子水中,用玻璃棒轻微搅拌,记为溶液C;

[0016] S4、以此类推,分别制得溶液D、溶液E、溶液F、溶液G、溶液H、溶液I、溶液J;

[0017] S5、分别从溶液A~J中取5ml溶液,加入1-5mg聚苯胺粉末,震荡搅匀后,超声10~15分钟,所制得的溶液分别记为溶液a、溶液b、溶液c、溶液d、溶液e、溶液f、溶液g、溶液h、溶液i、溶液j;

[0018] S6、将溶液a~j分别滴于叉指电极上使溶液铺满叉指电极,放入烘箱干燥3~5分钟,取出烘干的叉指电极后再次一一对应滴加溶液a~j,放入烘箱干燥3~5分钟,如此反复2~3次,制备得到不同浓度钠离子掺杂的聚苯胺叉指电极芯片。

[0019] 作为优选,所述聚苯胺的制备方法包括以下步骤:A、称量苯胺单体加入去离子水的烧杯中,用玻璃棒搅拌至溶液澄清,得到浓度为16~17g/L的苯胺溶液;称量过硫酸铵溶于去离子水的烧杯中,用玻璃棒轻微搅拌,得到浓度为4.1~4.2 g/L的过硫酸铵溶液;B、将等体积过硫酸铵溶液滴加到苯胺溶液中,搅拌反应5-6小时;C、将上述反应产物用乙醇和去离子水洗涤,并干燥得到所述聚苯胺。

[0020] 本发明对溶液a~j分别制作了聚苯胺芯片a~j,与之相对的分别是聚苯胺中掺杂了 10^{-3} g/100ml、 10^{-4} g/100ml、 10^{-5} g/100ml、 10^{-6} g/100ml、 10^{-7} g/100ml、 10^{-8} g/100ml、 10^{-9} g/100ml、 10^{-10} g/100ml、 10^{-11} g/100ml及 10^{-12} g/100ml浓度下的肥皂溶液,这样便形成了一个稳定降低的钠离子浓度,不同离子浓度下的掺杂,对掺杂后的聚苯胺导电性有着不同的影响,这样便会出现不同的C-V曲线,最后对各浓度钠离子掺杂下的聚苯胺C-V曲线作对比、合成及分析。本发明技术方案能够实现有效、快速的检测出地沟油及其含量,且方法简单易于实现。

附图说明

[0021] 图1为本发明在-0.15V电压下不同浓度肥皂溶液制备的聚苯胺芯片i-c图。

[0022] 图2为本发明地沟油样品一i-t曲线。

[0023] 图3为本发明地沟油样品二*i-t*曲线。

具体实施方式

[0024] 下面,通过具体实施例对本发明的技术方案进行详细说明。实施例所用试剂均为常规试验或市购获得。

[0025] 实施例1:

[0026] 一种利用聚苯胺芯片检测精炼地沟油的方法,包括以下步骤:

[0027] 1.1制备无酸聚苯胺

[0028] (1) 取一个100ml烧杯,用电子天平称量0.5000g苯胺单体加入盛有30ml去离子水的烧杯中,用玻璃棒搅拌至溶液澄清;

[0029] (2) 另取100ml烧杯,用电子天平称量1.2500g过硫酸铵溶于盛有30ml去离子水的烧杯中,用玻璃棒轻微搅拌;

[0030] 利用电动搅拌器搅拌苯胺溶液,并用胶头滴管吸取配置好的过硫酸铵溶液缓慢滴加于苯胺溶液中(利用冰袋控制温度在零摄氏度左右),

[0031] (3) 滴加完成后,待溶液反应5-6小时;

[0032] (4) 用乙醇和去离子水对反应完成的聚苯胺溶液进行抽滤,交叉反复三次;

[0033] (5) 将抽滤完成的聚苯胺溶液进行烘干;烘干完成后,得到聚苯胺纳米棒。

[0034] 1.2聚苯胺芯片的制作

[0035] (1) 利用电子天平称取0.0010g肥皂固体,溶于100ml去离子水中,用玻璃棒搅拌至完全溶解,记为溶液A;

[0036] (2) 用10ml量筒于溶液A中取10ml肥皂溶液,加入90ml去离子水中,用玻璃棒轻微搅拌,记为溶液B;

[0037] (3) 用10ml量筒于溶液B中取10ml肥皂溶液,加入90ml去离子水中,用玻璃棒轻微搅拌,记为溶液C;

[0038] (4) 重复上两步步骤,分别制得溶液D、溶液E、溶液F、溶液G、溶液H、溶液I、溶液J;

[0039] (5) 分别从溶液A~J中取5ml溶液,加入2mg聚苯胺粉末,震荡搅匀后,超声10~15分钟,所制得的溶液分别记为溶液a、溶液b、溶液c、溶液d、溶液e、溶液f、溶液g、溶液h、溶液i、溶液j

[0040] (6) 利用滴管从溶液a中取出微量溶液滴于叉指电极上,放入烘箱烘干3-5分钟。取出后再次滴溶液a后放入烘箱3-5分钟,如此反复2~3次;

[0041] (7) 重复第六步步骤,直到制成15~20个同样的聚苯胺芯片;

[0042] (8) 重复第六步第七步步骤,利用溶液b~j制作同样的聚苯胺芯片待用。制成的聚苯胺叉指电极芯片分别记为芯片a~j;

[0043] (9) 整理实验仪器,聚苯胺芯片标记好整理后,待下一步运用。

[0044] 1.3浓度-电流标准曲线的制作

[0045] (1) 利用电化学工作站的三探针电极,加在制备好的聚苯胺叉指电极芯片上,工作电极和参比电极在一侧,对电极在另一侧;

[0046] (2) 选择CV-Cyclic Voltammetry,利用循环伏安,设置电压范围在-0.8V~0.8V,扫描圈数为一圈,扫描速率为0.05V/s,进行扫描;

[0047] (3) 重复上述步骤,对之前制备好的聚苯胺芯片进行扫描测试;

[0048] (4) 整理仪器,归纳整理并分析数据;

[0049] (5) 利用OriginPro作图,合成不同肥皂溶液浓度下的电流曲线。

[0050] 1.4地沟油测试

[0051] (1) 取100ml去离子水,向其中加入4mg合成好的聚苯胺纳米棒和1~2滴地沟油一号样品,充分搅拌混合;

[0052] (2) 取混合好的地沟油滴于电极片上,烘干3~5min,反复操作2~3次;

[0053] (3) 利用电化学站测试在-0.15V电压下,制成的地沟油芯片的*i-t*图像;

[0054] (4) 对地沟油二号样品重复上述三步步骤,数据图像整理待用。

[0055] 根据以上测试结果,为了更高效更准确的测试地沟油,本实施例取浓度为横坐标,-0.15V下的电流值为纵坐标,制成一个在-0.15V电压下的不同浓度所对应的电流曲线(工作曲线),如图1所示,在恒定电压-0.15V下,随着肥皂溶液浓度的升高,其所对应的电流值也随之升高,在 10^{-5} g/100ml~ 10^{-3} g/100ml过程中,曲线有趋近平缓趋势,在 10^{-12} g/100ml~ 10^{-11} g/100ml过程下,也存在近平缓趋势,因为肥皂溶液为0的时候,所对应的电流值是0,所以趋于平缓是合理现象,而曲线右上角趋于平缓很可能的原因是浓度增大到一定值时,钠离子掺杂程度区分度不大,导致导电性差别度没有中间趋于明显。

[0056] 为了验证此实验结果的可行性,从学校食堂采集了地沟油一号样品和二号样品,代替肥皂溶液采取相同的实验步骤进行试验操作,最终给芯片加上恒定的-0.15V电压,观察其电流大小,如图2和3所示,当给定电压为-0.15V的时候,一号样品呈现出一个稳定的电流值,将此值与之前的工作曲线*i-c*图进行比较,样品一及样品二所对应的钠离子浓度约为肥皂溶液的浓度在 10^{-11} g/100ml~ 10^{-12} g/100ml下的钠离子浓度。在此曲线下,我们知道利用此方法测量地沟油是基本可行的。

[0057] 以上所述,仅为本发明较佳的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,根据本发明的技术方案及其发明构思加以等同替换或改变,都应涵盖在本发明的保护范围之内。

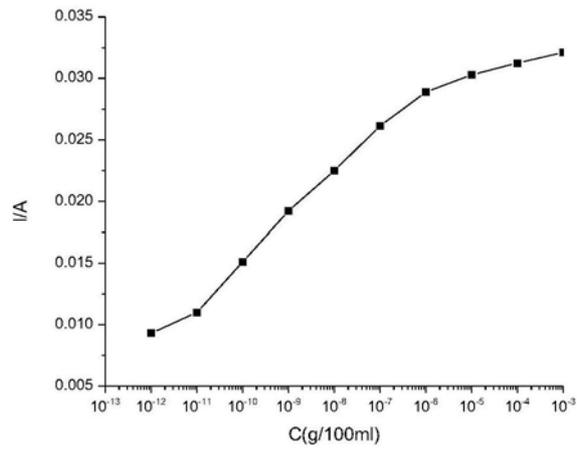


图1

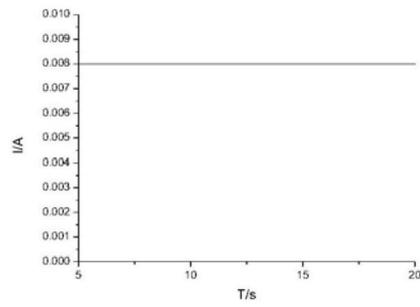


图2

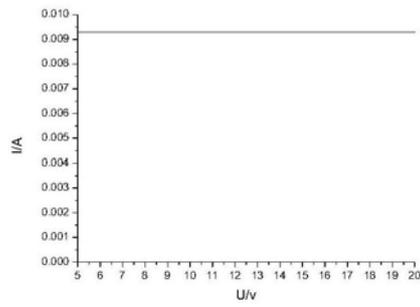


图3