



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103512939 A

(43) 申请公布日 2014. 01. 15

(21) 申请号 201310478666. 3

(22) 申请日 2013. 10. 14

(71) 申请人 桂林理工大学

地址 541006 广西壮族自治区桂林市建干路
12 号

(72) 发明人 刘峥 赖丽燕 李巍

(51) Int. Cl.

G01N 27/327(2006. 01)

G01N 33/53(2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯
电化学免疫传感器的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯电化学免疫传感器的制备方法。取氧化石墨烯和 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物溶于 DMF 中, 超声分散制得悬浮液; 悬浮液滴加到金电极上, 红外烘干, 制得 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯修饰金电极; 再滴加 EDAC 与 NHS 的混合溶液, 水平放置 2 小时, 得活化金电极; 再将 h-IgG 溶液通过滴涂固定在活化金电极上; 最后用 BSA 对活性位点进行封闭, 红外烘干, 制得 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯电化学免疫传感器。本发明方法具有操作简单和重现性好的优点, 且制得的电化学免疫传感器综合性能优异。

1. 一种 3, 5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯电化学免疫传感器的制备方法, 其特征在于具体步骤为:

(1) 取 10 毫克氧化石墨烯和 0.05 毫摩尔 3, 5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物溶于 DMF 即 N, N-二甲基甲酰胺中, 超声分散 2 小时制得 3, 5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯悬浮液;

(2) 将金电极在放有 Al_2O_3 粉末的麂皮上抛光后用二次水淋洗, 再依次在无水乙醇和二次水中分别超声清洗 3 分钟, 红外烘干, 然后在金电极上滴加步骤 (1) 制得的 3, 5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯悬浮液, 经红外烘干, 制得 3, 5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯修饰金电极, 记为 L1 电极;

(3) 滴加 10 微升浓度为 1.0 毫克/毫升的 EDAC 即 1-(3-二甲氨基丙烷)-3-乙基碳二亚胺与 NHS 即羟基琥珀酰亚胺的混合溶液到步骤 (2) 制得的 L1 电极上, 水平放置 2 小时, 得到活化的 3, 5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯修饰金电极, 记为 L2 电极, 置于 4°C 的冰箱中保存待用;

(4) 用 10 微升浓度为 1.0 毫克/毫升的 h-IgG 溶液滴涂在步骤 (3) 制得的 L2 电极上, 制得固定了 h-IgG 的 3, 5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯修饰金电极, 记为 L3 电极, 置于 4°C 的冰箱中保存待用;

(5) 在步骤 (4) 制得的 L3 电极表面滴加 10 微升浓度为 1 毫克/毫升的 BSA 即牛血清白蛋白溶液, 对 L3 电极表面的活性位点进行封闭, 红外烘干, 记为 L4 电极, 置于 4°C 的冰箱中保存待用, L4 电极即为制得的 3, 5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯电化学免疫传感器。

3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯电化学免疫传感器的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于电化学免疫传感器技术领域,特别涉及一种 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯电化学免疫传感器的制备方法。

背景技术

[0002] 席夫碱化合物用于分析测试已有许多报道,但是双席夫碱做为电活性物质在分析化学中的应用研究则相对地较少,考虑到双席夫碱配合物中较多的配位点,有望成为良好的修饰电极中配合物修饰剂。利用石墨烯和氧化石墨烯独特的电学性质对一些材料进行修饰以及制备性能更好的复合新材料是当前的研究热点,采用石墨烯和氧化石墨烯与一些材料进行复合,复合后具有很好的导电性及生物相容性,在化学传感器的制备及应用中有着广泛的前景。本发明制备了 3, 5- 二溴水杨醛双席夫碱镍配合物,将此双席夫碱镍配合物与氧化石墨烯结合研制了电化学免疫传感器,利用循环伏安法和交流阻抗法对免疫传感器制备过程进行电化学性表征,目前未见文献报道。

发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯电化学免疫传感器的制备方法。

[0004] 具体步骤为:

(1) 取 10 毫克氧化石墨烯和 0.05 毫摩尔 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物溶于 DMF 即 N, N- 二甲基甲酰胺中,超声分散 2 小时制得 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯悬浮液。

[0005] (2) 将金电极在放有 Al_2O_3 粉末的麂皮上抛光后用二次水淋洗,再依次在无水乙醇和二次水中分别超声清洗 3 分钟,红外烘干,然后在金电极上滴加步骤 (1) 制得的 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯悬浮液,经红外烘干,制得 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯修饰金电极,记为 L1 电极。

[0006] (3) 滴加 10 微升浓度为 1.0 毫克 / 毫升的 EDAC 即 1- (3- 二甲氨基丙烷)-3- 乙基碳二亚胺与 NHS 即羟基琥珀酰亚胺的混合溶液到步骤 (2) 制得的 L1 电极上,水平放置 2 小时,得到活化的 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯修饰金电极,记为 L2 电极,置于 4℃ 的冰箱中保存待用。

[0007] (4) 用 10 微升浓度为 1.0 毫克 / 毫升的 h-IgG 溶液滴涂在步骤 (3) 制得的 L2 电极上,制得固定了 h-IgG 的 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯修饰金电极,记为 L3 电极,置于 4℃ 的冰箱中保存待用。

[0008] (5) 在步骤 (4) 制得的 L3 电极表面滴加 10 微升浓度为 1 毫克 / 毫升的 BSA 即牛血清白蛋白溶液,对 L3 电极表面的活性位点进行封闭,红外烘干,记为 L4 电极,置于 4℃ 的冰箱中保存待用,L4 电极即为制得的 3, 5- 二溴水杨醛席夫碱镍配合物 - 氧化石墨烯电化

学免疫传感器。

[0009] 本发明方法制备电化学免疫传感器具有操作简单和重现性好的优点,且制得的 3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯电化学免疫传感器综合性能优异。

具体实施方式

[0010] 实施例:

(1) 取 10 毫克氧化石墨烯和 0.05 毫摩尔 3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物溶于 DMF 即 N,N-二甲基甲酰胺中,超声分散 2 小时制得 3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯悬浮液。

[0011] (2) 将金电极在放有 Al_2O_3 粉末的麂皮上抛光后用二次水淋洗,再依次在无水乙醇和二次水中分别超声清洗 3 分钟,红外烘干,然后在金电极上滴加步骤 (1) 制得的 3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯悬浮液,经红外烘干,制得 3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯修饰金电极,记为 L1 电极。

[0012] (3) 滴加 10 微升浓度为 1.0 毫克/毫升的 EDAC 即 1-(3-二甲氨基丙烷)-3-乙基碳二亚胺与 NHS 即羟基琥珀酰亚胺的混合溶液到步骤 (2) 制得的 L1 电极上,水平放置 2 小时,得到活化的 3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯修饰金电极,记为 L2 电极,置于 4°C 的冰箱中保存待用。

[0013] (4) 用 10 微升浓度为 1.0 毫克/毫升的 h-IgG 溶液滴涂在步骤 (3) 制得的 L2 电极上,制得固定了 h-IgG 的 3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯修饰金电极,记为 L3 电极,置于 4°C 的冰箱中保存待用。

[0014] (5) 在步骤 (4) 制得的 L3 电极表面滴加 10 微升浓度为 1 毫克/毫升的 BSA 即牛血清白蛋白溶液,对 L3 电极表面的活性位点进行封闭,红外烘干,记为 L4 电极,置于 4°C 的冰箱中保存待用,L4 电极即为制得的 3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯电化学免疫传感器。

专利名称(译)	3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯电化学免疫传感器的制备方法		
公开(公告)号	CN103512939A	公开(公告)日	2014-01-15
申请号	CN201310478666.3	申请日	2013-10-14
[标]申请(专利权)人(译)	桂林理工大学		
申请(专利权)人(译)	桂林理工大学		
当前申请(专利权)人(译)	桂林理工大学		
[标]发明人	刘峥 赖丽燕 李巍		
发明人	刘峥 赖丽燕 李巍		
IPC分类号	G01N27/327 G01N33/53		
其他公开文献	CN103512939B		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明公开了一种3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯电化学免疫传感器的制备方法。取氧化石墨烯和3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物溶于DMF中，超声分散制得悬浮液；悬浮液滴加到金电极上，红外烘干，制得3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯修饰金电极；再滴加EDAC与NHS的混合溶液，水平放置2小时，得活化金电极；再将h-IgG溶液通过滴涂固定在活化金电极上；最后用BSA对活性位点进行封闭，红外烘干，制得3,5-二溴水杨醛席夫碱镍配合物-氧化石墨烯电化学免疫传感器。本发明方法具有操作简单和重现性好的优点，且制得的电化学免疫传感器综合性能优异。