



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105842438 B

(45)授权公告日 2017.12.29

(21)申请号 201610184955.6

G01N 27/327(2006.01)

(22)申请日 2016.03.28

审查员 舒霏霏

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105842438 A

(43)申请公布日 2016.08.10

(73)专利权人 南京邮电大学

地址 210023 江苏省南京市栖霞区文苑路9号

(72)发明人 樊春海 苏邵 韩小彦 汪联辉

晁洁 邹敏 曹文芳 张池 刘巍  
卢在伟

(74)专利代理机构 南京知识律师事务所 32207

代理人 汪旭东

(51)Int.Cl.

G01N 33/53(2006.01)

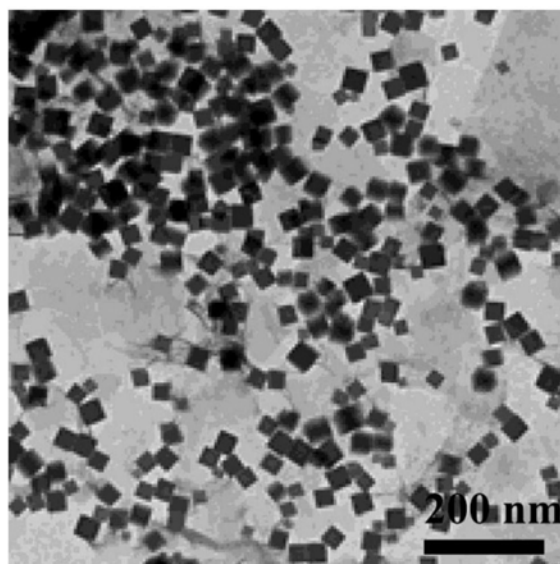
权利要求书2页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法

(57)摘要

本发明属于纳米材料和生物传感领域。本发明提供了一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料及其制备方法和应用,所述纳米复合材料以聚乙烯吡咯烷酮为表面活性剂和还原剂,利用卤素为形貌控制剂,将二硫化钼溶液和铁氰化钾溶液以及三氯化铁溶液混合,经湿化学还原法、提纯得到普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料。所述复合材料可用于构造无标记免疫传感器。所述符合材料具有良好的分散性和生物相容性;经湿化学还原法一步制备,所述复合材料具有快速,高效的催化性能,在电化学领域的电催化、电化学传感器等方面具有巨大的应用潜力;用于构建无标记的电化学免疫传感器,能实现对肿瘤标志物高灵敏、特异性的检测。



1. 一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料,其特征在于,所述纳米复合材料以二硫化钼为连续相,以普鲁士蓝为分散相,所述普鲁士蓝呈立方形,并以纳米级别均匀分散在二硫化钼纳米片上;所述纳米复合材料以聚乙烯吡咯烷酮为表面活性剂和还原剂,利用卤素为形貌控制剂,将二硫化钼溶液和铁氰化钾溶液以及三氯化铁溶液混合,经湿化学还原法、提纯得到普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料。

2. 一种如权利要求1所述的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法,其特征在于,所述方法具体步骤以下:

(1) 配置以下溶液:浓度为0.1-0.3mol/L的铁氰化钾水溶液、浓度为0.1-0.3mol/L氯化铁水溶液、浓度为1~3mol/L的氯化钾水溶液和质量分数为5~10%的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及浓度为0.025~0.1mmol/L的二硫化钼水溶液;

(2) 室温下,取40~60uL上述配置的铁氰化钾水溶液和100~3000uL的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及100~200uL氯化钾溶液加入到容器中,室温搅拌5~10min;

(3) 搅拌条件下,将配置好的上述二硫化钼溶液加入到步骤(2)获得的混合溶液中,室温搅拌15~30min;

(4) 搅拌条件下,将配置好的氯化铁溶液取与铁氰化钾相同体积加入步骤(3)获得的混合液中,室温搅拌5~10min;

(5) 将步骤(4)获得的混合溶液在20~150℃条件下微波反应5~150min,离心提纯弃上清,将沉淀产物重分散在超纯水中。

3. 根据权利要求2所述的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,铁氰化钾与二硫化钼的摩尔浓度比为4:1~1:2。

4. 根据权利要求2所述的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(4)中,铁氰化钾与氯化铁摩尔浓度比为1:1。

5. 根据权利要求2所述的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(5)中,离心的参数为:5000r/min、15min,将离心产物重分散在超纯水中,置于4℃冰箱储存。

6. 一种如权利要求1所述的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料在电化学免疫传感器领域的应用,其特征在于,所述普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料可用于构造无标记免疫传感器,具体构造过程为:

(a) 清理电极表面:将玻碳电极用0.3μm和0.05μm的磨粉打磨,在超纯水中超声2min,再用氮气吹干;

(b) 将已制备好的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料滴在表面洁净的玻碳电极上,待干燥;

(c) 用超纯水配置质量分数为2%的壳聚糖溶液、浓度为0.1mol/L的PB缓冲液以及质量分数为1%的牛血清白蛋白(BSA),然后用配置的PB缓冲液来稀释抗原和抗体使其各自的质量浓度分别为1ng/mL和10ng/mL;

(d) 取5uL步骤(c)配置的壳聚糖溶液滴在步骤(b)制好的玻碳电极上,待干燥;

(e) 取5uL,浓度为10ng/ml抗体溶液滴在步骤(d)制备好的玻碳电极上,放在37℃恒温箱培育1h;

(f) 把多余的抗体冲洗掉,轻轻吹干,在电极上加入1%的BSA溶液,培育1h;

- (g) 把多余的BSA冲洗掉,轻轻吹干,在电极上加入5uL步骤(c)配置的的抗原溶液,培育1h;
- (h) 把多余的抗原冲洗掉,轻轻吹干,即可得到无标记免疫传感器,进行检测。

## 一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于纳米材料和生物传感领域,涉及一种二硫化钼纳米材料的制备及应用,尤其涉及一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼复合材料的制备方法及其在生物传感器方面的应用。

### 背景技术

[0002] 自18世纪一位名为狄斯巴赫的德国人发现普鲁士蓝以来,普鲁士蓝就越来越受到大家的关注。普鲁士蓝又名亚铁氰化钾、华蓝等,英文名为Prussian blue,是一种古老的蓝色染料,是最早发现的配位化合物。具有低毒、磁性、可逆氧化还原等性能,可广泛应用于生物燃料电池、传感器、医学治疗等领域。不过,普鲁士蓝应用于生物传感器方面备受关注,最初是用于对小分子的检测(如 $H_2O_2$ 、乙醇、葡萄糖等),这主要是因为普鲁士蓝是一种理想的电子媒介体,普鲁士蓝的氧化形式能催化 $H_2O_2$ 氧化,还原形式能催化 $H_2O_2$ 还原,并且采用的电压较低,还避免了干扰。随着时间的发展,普鲁士蓝可以应用于构建无标记的电化学免疫传感器,实现对肿瘤标志物高灵敏、特异性的检测,能有效降低生物传感器的标记成本。但是,普鲁士蓝在中性或碱性中会分解,可能原因是铁离子在pH值大于6.4的情况下形成 $Fe(OH)_3$ ,从而导致 $Fe-CN-Fe$ 键的破坏,信号泄露,使信号强度降低,影响普鲁士蓝在电催化或相应生物传感器的实际应用。因此,普鲁士蓝的不稳定性限制了它的应用,所以,我们需要用高活性的载体来固定普鲁士蓝纳米颗粒。

[0003] 二硫化钼由S-Mo-S层通过范德华力键构成的,具有和石墨烯相似的层状结构,由于层与层之间的范德华力较弱,因此,很容易脱落成单层或多层片状。二硫化钼因晶体层数不同而呈现不同的禁带宽度,其中多层的二硫化钼的禁带宽度为1.2eV,单层二硫化钼的禁带宽度为1.8eV,是一种性能优良的半导体材料。同时二硫化钼是一种过渡金属层状硫化物,因具有优越的力学、电学、热学、大的比表面积以及良好的生物相容性等性能引起人们的关注(如新加坡张华的团队构造以二硫化钼为主体的传感器,应用于NO、多巴胺和葡萄糖检测)Fabrication of Single-and Multilayer MoS<sub>2</sub> Film Based Field-Effect Transistors for Sensing NO at Room Temperature. *small* 2012,8,No.1,63-67)。纳米级别的二硫化钼边缘结构复杂,具有很高的不饱和性,反应活性高,是固定普鲁士蓝纳米材料的极佳基材。

[0004] 由此可见,虽然普鲁士蓝是一种理想的电子媒介体,但其中性或碱性环境中不稳定,大大影响了其在生物分子检测领域的应用,如何克服这一难题,使得在各种环境中都能体现出普鲁士蓝的检测效果,是现有技术中急需解决的技术问题。

### 发明内容

[0005] 鉴于现有技术中存在上述技术问题,本发明提供一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料及其制备方法,所述普鲁士蓝立方块修饰二硫化钼纳米复合材料克服了普鲁士蓝稳定性差,易团聚的缺点,结合普鲁士蓝与二硫化钼的双重效应,实现对抗原-抗体的

快速、无标记、灵敏的检测。为了实现上述目的,本发明采用以下技术方案:

[0006] 本发明提供一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料,所述纳米复合材料以二硫化钼片为连续相,以普鲁士蓝为分散相,所述普鲁士蓝呈立方形,并以纳米级别均匀分散在二硫化钼的纳米片上。所述纳米复合材料以聚乙烯吡咯烷酮为表面活性剂和还原剂,利用卤素为形貌控制剂,将二硫化钼溶液和铁氰化钾溶液以及三氯化铁溶液混合,经湿化学还原法、提纯得到普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料。

[0007] 本发明采用操作简单,设备要求低的湿化学还原法合成形貌可控的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料,这种纳米复合材料,结合两者的优势,发挥其共同的长处,既克服了普鲁士蓝稳定性差的缺点,又利用大的表面积和优异电子传导性能的二硫化钼与普鲁士蓝立方块之间的协同效应,使得纳米复合材料可以实现构建无标记的电化学免疫传感器,实现对抗原-抗体快速、无标记、灵敏的检测。

[0008] 在实际操作中,通过控制二硫化钼和铁氰化钾的摩尔比、反应温度、反应时间及pH值变化,无需种子、模板,经湿化学还原法,一步制备稳定性强、分散性好的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料。通过透射电子显微镜表征结果表明普鲁士蓝立方块均匀,稳定的修饰在二硫化钼片上,利用普鲁士蓝与二硫化钼的协同效应,将该纳米复合材料修饰在电极上,构建无标记的电化学免疫传感器,实现对肿瘤标志物高灵敏、特异性的检测,能有效降低生物传感器的标记成本。本发明还提供一种上述普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法,所述普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料,采用如下制备步骤:

[0009] (1) 配置以下溶液:浓度为 $0.1\sim 0.3\text{mol/L}$ 的铁氰化钾水溶液、浓度为 $0.1\sim 0.3\text{mol/L}$ 氯化铁水溶液、浓度为 $1\sim 3\text{mol/L}$ 的氯化钾水溶液和质量分数为 $5\sim 10\%$ 的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及浓度为 $0.025\sim 0.1\text{mmol/L}$ 的二硫化钼水溶液;

[0010] (2) 室温下,取 $40\sim 60\text{uL}$ 上述配置的铁氰化钾水溶液和 $100\sim 3000\text{uL}$ 的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及 $100\sim 200\text{uL}$ 氯化钾溶液加入到容器中,室温搅拌 $5\sim 10\text{min}$ ;

[0011] (3) 搅拌条件下,将配置好的上述二硫化钼溶液加入到步骤(2)获得的混合溶液中,室温搅拌 $15\sim 30\text{min}$ ;

[0012] (4) 搅拌条件下,将配置好的氯化铁溶液取与铁氰化钾相同体积加入步骤(3)获得的混合液中,室温搅拌 $5\sim 10\text{min}$ ;

[0013] (5) 将步骤(4)获得的混合溶液在 $20\sim 150^\circ\text{C}$ 条件下微波反应 $5\sim 150\text{min}$ ,离心提纯弃上清,将沉淀产物重分散在超纯水中。

[0014] 由此可见,本发明提供的是一种通过湿化学还原法提供一种形貌可控、灵敏度更高的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法。通过改变还原剂的量,反应温度,反应时间等影响因素,快速制备形貌可控的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料。

[0015] 进一步的,步骤(3)中铁氰化钾与二硫化钼与摩尔浓度比为 $4:1\sim 1:2$ 。

[0016] 步骤(4)中,铁氰化钾与氯化铁摩尔浓度比为 $1:1$ 。

[0017] 步骤(5)中,离心参数为: $5000\text{r/min}$ 、 $15\text{min}$ ,最后将离心产物重分散在超纯水中,置于 $4^\circ\text{C}$ 冰箱储存。

[0018] 本发明还提供一种使用上述普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料在电化学免疫传感器领域的应用。所述普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料可用于构造无标记免疫传感器,具体构造过程为:

[0019] (a) 清理电极表面：将玻碳电极用 $0.3\mu\text{m}$ 和 $0.05\mu\text{m}$ 的磨粉打磨，在超纯水中超声2min，再用氮气吹干；

[0020] (b) 将已制备好的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料滴在表面洁净的玻碳电极上，待干燥；

[0021] (c) 用超纯水配置质量分数为2%的壳聚糖溶液、浓度为 $0.1\text{mol/L}$ 的PB缓冲液以及质量分数为1%的牛血清白蛋白(BSA)，然后用配置的PB缓冲液来稀释抗原和抗体使其各自的质量浓度分别为 $1\text{ng/mL}$ 和 $10\text{ng/mL}$ ；

[0022] (d) 取5uL步骤(c)配置的壳聚糖溶液滴在步骤(b)制好的玻碳电极上，待干燥；

[0023] (e) 取5uL，浓度为 $10\text{ng/mL}$ 抗体溶液滴在步骤(d)制备好的玻碳电极上，放在 $37^\circ\text{C}$ 恒温箱培育1h；

[0024] (f) 把多余的抗体冲洗掉，轻轻吹干，在电极上加入1%的BSA溶液，培育1h；

[0025] (g) 把多余的BSA冲洗掉，轻轻吹干，在电极上加入5uL步骤(c)配置的抗原溶液，培育1h；

[0026] (h) 把多余的抗原冲洗掉，轻轻吹干，即可得到无标记免疫传感器，进行检测。

[0027] 本发明利用透射电子显微镜表征制备得到的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的形貌，循环伏安法表征材料构建无标记的电化学免疫传感器。

[0028] 本发明利用抗原为检测对象，结合普鲁士蓝本身是一种信号分子，以及二硫化钼大的表面积和优异电子传导性能，这使得二硫化钼与普鲁士蓝纳米立方块之间具有协同催化效应。利用这些特点可以用来构建无标记的电化学免疫传感器。

[0029] 本发明所述的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法及其应用具有以下有益效果：

[0030] (1) 制备获得的复合材料具有形貌和均一的尺寸；粒子之间无团聚，具有良好的分散性和生物相容性；

[0031] (2) 该复合材料的制备不需要任何的种子，合成模板；

[0032] (3) 该复合材料具有快速，高效催化性能，在电化学领域的电催化、电化学传感器等方面具有巨大的应用潜力；

[0033] (4) 该复合材料的制备过程工艺简单易操作，设备要求低；制备得到的复合材料的杂质含量少，产量高。

## 附图说明

[0034] 图1为普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料合成示意图；

[0035] 图2为实施例1在聚乙烯吡咯烷酮不同使用量条件下制得到的普鲁士蓝立方块/二硫化钼复合材料的TEM图

[0036] 图3为实例2与实例3普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的TEM图；

[0037] 图4为实例4无标记的电化学免疫传感器构造传感器的过程。

[0038] 图5为实例4无标记的电化学免疫传感器循环伏安法检测。

## 具体实施方式

[0039] 以下结合实施例对本发明作进一步详细说明：

**[0040] 实施例1**

[0041] 实施例1为不同体积聚乙烯吡咯烷酮下,普鲁士蓝立方块形貌可调的普鲁士蓝立方块/二硫化钼复合材料的制备方法如下:

[0042] (1)配置以下溶液:浓度为0.2mol/L的铁氰化钾水溶液、浓度为0.2mol/L的氯化铁水溶液、浓度为2mol/L的氯化钾水溶液和质量分数为5%的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及浓度为0.025mmol/L的二硫化钼水溶液;

[0043] (2)室温下,取40uL上述配置的铁氰化钾水溶液和体积分别为100uL、500uL、2000uL的聚乙烯吡咯烷酮水溶液混合,编号分别为a、b、c、,用盐酸调pH值,室温搅拌5min;在剧烈搅拌下,分别向3组溶液中加入200uL的氯化钾溶液,室温搅拌5min;

[0044] (3)搅拌条件下,按照铁氰化钾与二硫化钼与摩尔浓度比为1:2,将配置好的二硫化钼溶液加入到步骤(2)获得的3组混合溶液中,室温搅拌30min;

[0045] (4)搅拌条件下,按照铁氰化钾与氯化铁摩尔浓度比为1:1,将配置好的氯化铁溶液取与铁氰化钾相同体积加入步骤(3)获得的3组混合溶液中,室温搅拌10min;

[0046] (5)将步骤(4)获得的3组混合溶液在60℃条件下微波反应30min,溶液从灰黑色变成深青色,反应结束,离心提纯,其中离心提纯参数为5000rpm,15min,离心三次,最终得到的产物分散在超纯水中,4℃存储。

[0047] 通过透射电子显微镜表征本实施例制备获得的普鲁士蓝立方块/二硫化钼复合材料的形貌,如图2所示,其中,图2a为聚乙烯吡咯烷酮100μL条件下制得的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的TEM图;图2b为聚乙烯吡咯烷酮500μL条件下制得的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的TEM图;图2c为聚乙烯吡咯烷酮2000μL条件下制得的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的TEM图。结果如图2所示,从TEM图结果可见:本实施例制备获得的普鲁士蓝立方块/二硫化钼复合材料在聚乙烯吡咯烷酮体积较少时,反应不完全,且分散性较差,随着聚乙烯吡咯烷酮体积的增加,反应逐渐完全,且分散性良好增强。

**[0048] 实施例2**

[0049] 本实施例中,普鲁士蓝立方块形貌可调的普鲁士蓝立方块/二硫化钼复合材料的制备方法如下:

[0050] (1)配置以下溶液:浓度为0.1mol/L的铁氰化钾水溶液、浓度为0.1mol/L氯化铁水溶液、浓度为1mol/L的氯化钾水溶液和质量分数为10%的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及浓度为0.025mmol/L的二硫化钼水溶液;

[0051] (2)室温下,取60uL上述配置的铁氰化钾水溶液和100uL的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及200uL氯化钾溶液加入到容器中,室温搅拌5min;

[0052] (3)搅拌条件下,按照铁氰化钾与二硫化钼与摩尔浓度比为1:2,将配置好的上述二硫化钼溶液加入到步骤(2)获得的混合溶液中,室温搅拌15min;

[0053] (4)搅拌条件下,按照铁氰化钾与氯化铁摩尔浓度比为1:1,将配置好的氯化铁溶液取与铁氰化钾相同体积加入步骤(3)获得的混合液中,室温搅拌5min;

[0054] (5)将步骤(4)获得的混合溶液在20℃条件下微波反应150min,当溶液从灰黑色变成深青色,反应结束,采用离心提纯法浓缩反应溶液,离心参数为:5000r/min、15min,离心三次,最后将离心产物重分散在超纯水中,置于4℃冰箱储存。

**[0055] 实施例3**

[0056] 本实施例中,普鲁士蓝立方块形貌可调的普鲁士蓝立方块/二硫化钼复合材料的制备方法如下:

[0057] (1) 配置以下溶液:浓度为0.3mol/L的铁氰化钾水溶液、浓度为0.3mol/L氯化铁水溶液、浓度为3mol/L的氯化钾水溶液和质量分数为5%的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及浓度为0.1mmol/L的二硫化钼水溶液;

[0058] (2) 室温下,取40uL上述配置的铁氰化钾水溶液和3000uL的聚乙烯吡咯烷酮水溶液以及100uL氯化钾溶液加入到容器中,室温搅拌10min;

[0059] (3) 搅拌条件下,按照铁氰化钾与二硫化钼与摩尔浓度比为4:1,将配置好的上述二硫化钼溶液加入到步骤(2)获得的混合溶液中,室温搅拌30min;

[0060] (4) 搅拌条件下,按照铁氰化钾与氯化铁摩尔浓度比为1:1,将配置好的氯化铁溶液取与铁氰化钾相同体积加入步骤(3)获得的混合液中,室温搅拌10min;

[0061] (5) 将步骤(4)获得的混合溶液在150℃条件下微波反应5min,当溶液从灰黑色变成深青色,反应结束,采用离心提纯法浓缩反应溶液,离心参数为:5000r/min、15min,离心三次,最后将离心产物重分散在超纯水中,置于4℃冰箱储存。

[0062] 通过透射电子显微镜表征本实施例制备获得的普鲁士蓝立方块/二硫化钼复合材料的形貌,如图3所示,图3a为实例2条件下的TEM图,从图中可以看出当反应温度太低时,此温度不足以形成普鲁士蓝立方块,因此形成的普鲁士蓝立方块数量很少,并且二硫化钼分散性也不好,图3b为实例3条件下的TEM图,当铁氰化钾与二硫化钼比例较高,由于铁氰化钾具有强的氧化作用,在铁氰化钾太多时,可能会把二硫化钼纳米片给氧化掉,且反应温度较高时,二硫化钼会团聚,因此应选合适的反应温度和适当的铁氰化钾与二硫化钼比例。

[0063] 实施例4

[0064] 实施例4为使用实施例中制备的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料构造无标记免疫传感器。具体的构造步骤如下所示。

[0065] (a) 清理电极表面:将玻碳电极用0.3 $\mu$ m和0.05 $\mu$ m的磨粉打磨,在超纯水中超声2min,再用氮气吹干;

[0066] (b) 将已制备好的普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料滴在表面洁净的玻碳电极上,待干燥;

[0067] (c) 用超纯水配置质量分数为2%的壳聚糖溶液、浓度为0.1mol/L的PB缓冲液以及质量分数为1%的牛血清白蛋白(BSA),然后用配置的PB缓冲液来稀释抗原和抗体使其各自的质量浓度分别为1ng/mL和10ng/mL;

[0068] (d) 取5uL步骤(c)配置的壳聚糖溶液滴在步骤(b)制好的玻碳电极上,待干燥;

[0069] (e) 取5uL,浓度为10ng/ml抗体溶液滴在步骤(d)制备好的玻碳电极上,放在37℃恒温箱培育1h;

[0070] (f) 把多余的抗体冲洗掉,轻轻吹干,在电极上加入1%的BSA溶液,培育1h;

[0071] (g) 把多余的BSA冲洗掉,轻轻吹干,在电极上加入5uL步骤(c)配置的的抗原溶液,培育1h;

[0072] (h) 把多余的抗原冲洗掉,轻轻吹干,即可得到无标记免疫传感器,进行检测。

[0073] 通过循环伏安法结果表示:其中a为裸地电极(GCE),b为复合材料修饰的电极(PBNCs@MoS<sub>2</sub>/GCE),c为抗体和复合材料共同修饰的电极(Antibody+PBNCs@MoS<sub>2</sub>/GCE),d为牛

血清白蛋白与抗体和复合材料共同修饰的电极 (BSA+Antibody+PBNCs@MoS<sub>2</sub>/GCE), e 为抗原和牛血清白蛋白和抗体和复合材料共同修饰的电极 (Antigen+BSA+Antibody+PBNCs@MoS<sub>2</sub>/GCE), 从图中可以看出当抗体共轭在电极上后, 峰电流有明显的降低, 当抗原被捕获时, 峰电流有明显的降低, 暗示了特定的免疫反应迟钝的电子传递后免疫复合物形成了, 根据这种结果, 说明这种材料修饰的电极可以用来检测抗原。

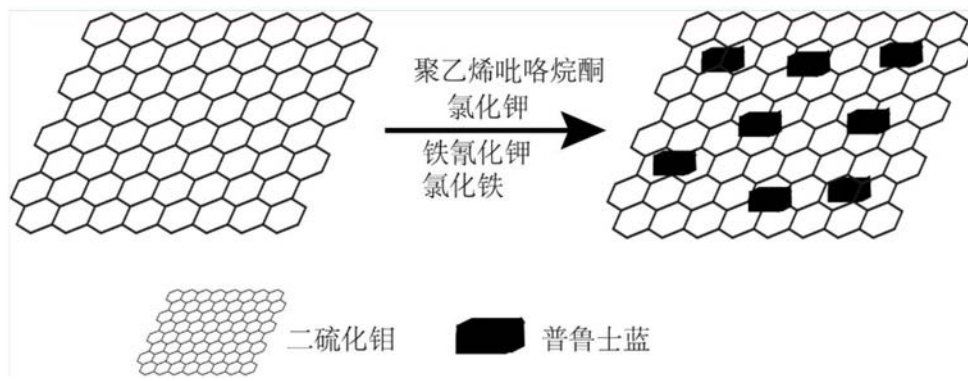


图1

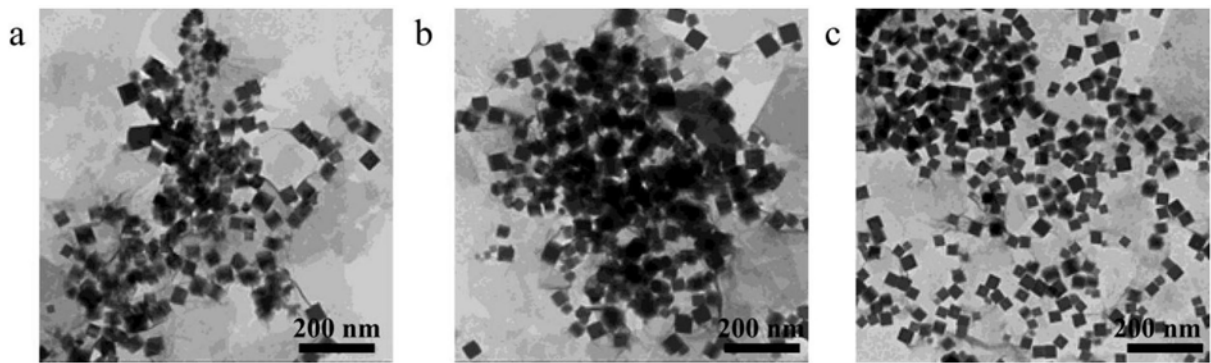


图2

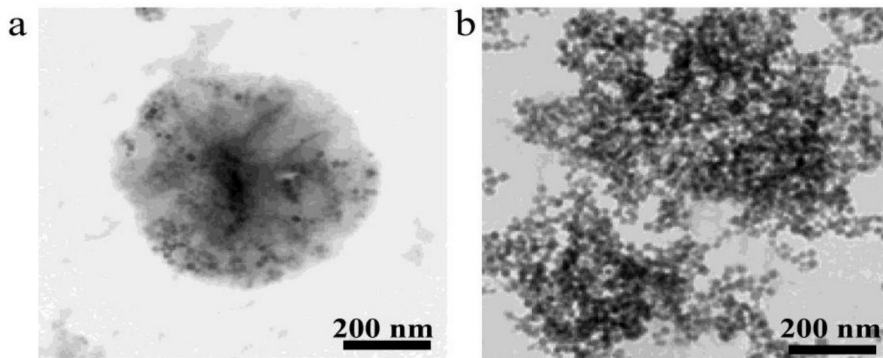


图3

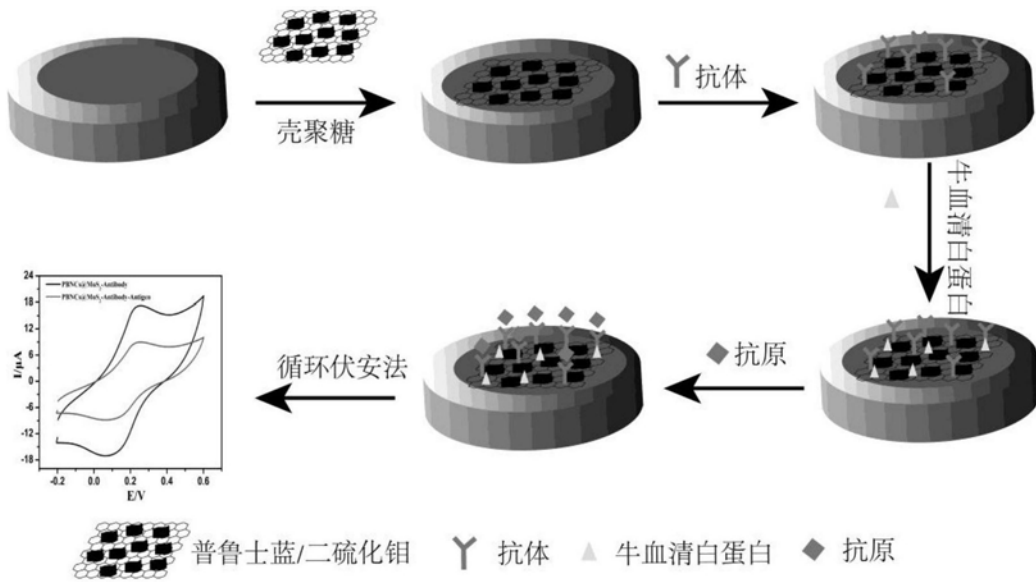


图4

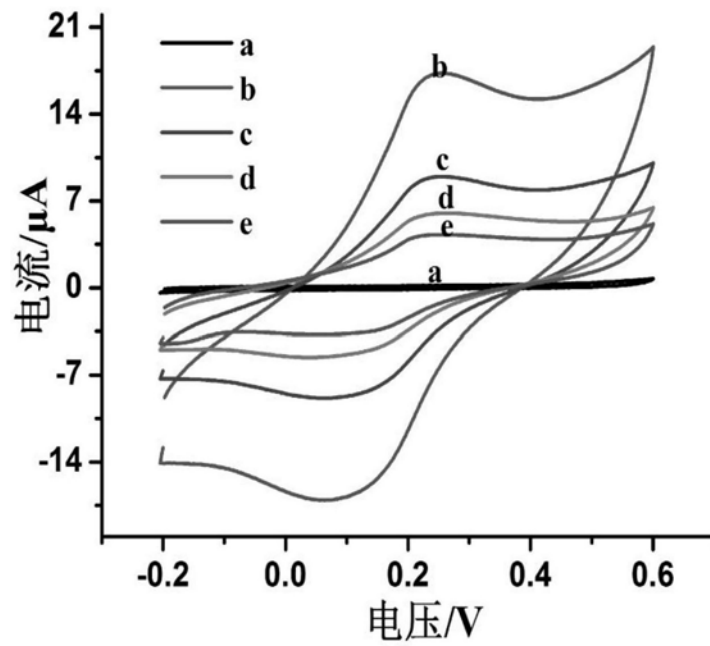


图5

专利名称(译)	一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料的制备方法		
公开(公告)号	<a href="#">CN105842438B</a>	公开(公告)日	2017-12-29
申请号	CN201610184955.6	申请日	2016-03-28
[标]申请(专利权)人(译)	南京邮电大学		
申请(专利权)人(译)	南京邮电大学		
当前申请(专利权)人(译)	南京邮电大学		
[标]发明人	樊春海 苏邵 韩小彦 汪联辉 晁洁 邹敏 曹文芳 张池 刘巍 卢在伟		
发明人	樊春海 苏邵 韩小彦 汪联辉 晁洁 邹敏 曹文芳 张池 刘巍 卢在伟		
IPC分类号	G01N33/53 G01N27/327		
CPC分类号	G01N27/327 G01N33/53		
代理人(译)	汪旭东		
其他公开文献	CN105842438A		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

#### 摘要(译)

本发明属于纳米材料和生物传感领域。本发明提供了一种普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料及其制备方法和应用，所述纳米复合材料以聚乙烯吡咯烷酮为表面活性剂和还原剂，利用卤素为形貌控制剂，将二硫化钼溶液和铁氰化钾溶液以及三氯化铁溶液混合，经湿化学还原法、提纯得到普鲁士蓝立方块/二硫化钼纳米复合材料。所述复合材料可用于构造无标记免疫传感器。所述符合材料具有良好的分散性和生物相容性；经湿化学还原法一步制备，所述复合材料具有快速，高效的催化性能，在电化学领域的电催化、电化学传感器等方面具有巨大的应用潜力；用于构建无标记的电化学免疫传感器，能实现对肿瘤标志物高灵敏、特异性的检测。

