

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
B01J 20/20 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510017012.6

[43] 公开日 2006年2月22日

[11] 公开号 CN 1736581A

[22] 申请日 2005.7.29

[21] 申请号 200510017012.6

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 徐国宝 史立红 刘晓庆 李海娟

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司

代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称

碳陶瓷用作吸附材料

[57] 摘要

本发明涉及碳陶瓷用作吸附材料，属于吸附材料领域。碳陶瓷可根据需要制成所需形状的固相萃取吸附材料、固相微萃取吸附材料或色谱柱的填充材料。如果碳陶瓷是可以导电，就可将碳陶瓷制成所需尺寸和形状的电极，运用该电极对样品进行固相萃取或固相微萃取后，便可用于电化学测定镍铁之外的具有电化学活性的物质。通过选择不同的碳材料、陶瓷材料和相应的修饰剂，可以得到性质各异的碳陶瓷材料，满足对各种无机物和有机物萃取的需要。碳陶瓷用作固相萃取材料具有制备条件温和、适用范围广、萃取速度快、萃取效率高、萃取过程容易跟踪和易于批量生产等优点。

1. 碳陶瓷，其特征在于它用作吸附材料。
2. 如权利要求1所述的碳陶瓷用作吸附材料，其特征在于其可用作固相萃取的吸附材料。
3. 如权利要求1所述的碳陶瓷用作吸附材料，其特征在于其可用作固相微萃取的吸附材料。
4. 如1-3任意一个权利要求所述的碳陶瓷用作吸附材料，其特征在于选择有导电性的碳陶瓷可以作为固相萃取吸附材料兼作电极。
5. 如1-3任意一个权利要求所述的碳陶瓷用作吸附材料，其特征在于选择有导电性的碳陶瓷可以作为，固相微萃吸附材料兼作电极。
- 6 如权利要求1所述的碳陶瓷用作吸附材料，其特征在于其可以作为各种色谱柱的填充材料。
7. 如1、2、3或6任意一个权利要求所述的碳陶瓷用作吸附材料，其特征在于所使用的碳粉为石墨粉、无定形碳粉、玻碳粉、碳纤维粉、碳纳米管、碳纳米粉、金刚石粉、碳气凝胶、六方金刚石粉、碳纳米泡沫或富勒烯。

碳陶瓷用作吸附材料

技术领域

本发明涉及碳陶瓷用作吸附材料，属于吸附材料领域。

背景技术

吸附材料被广泛用于固相萃取、固相微萃取、色谱分离和电化学分析。固相萃取是从溶液或气体中萃取和分离分析物的一种技术。由于其具有操作简单、使用灵活、回收率高、消耗溶剂少、易于自动化等优点，被许多实验室和分析工作者所采用。但是此法操作繁琐、空白值高、易堵塞吸附柱而导致重现性不够理想。固相微萃取是与固相萃取原理相似，但操作完全不同的一种样品制备与前处理技术。该技术由加拿大Waterloo大学Pawliszyn研究组于1989年在加拿大水污染研究杂志首次提出（R. G. Belardi, J. Pawliszyn, Water Pollution Research J. Canada. 1989, 24, 179）。固相微萃取保留了固相萃取的大部分优点，又克服了固相萃取的一些缺点，它将取样、萃取、富集分离和进样结合为一体，易于与气相色谱、高效液相色谱、毛细管电泳、质谱以及紫外分光光度等多种分离分析技术联用。萃取头是整个固相微萃取装置的核心。目前商品化萃取头涂层种类较少，主要由Supelco公司研制并生产，包括均相聚合物涂层，如聚二甲基硅氧烷（PDMS）和聚丙烯酸酯（PA）；多相聚合物涂层，如聚二甲基硅氧烷/二乙烯基苯（PDMS/DVB）、聚乙二醇/模板树脂（CW/TPR）和碳分子筛/二乙烯基苯（Carboxen/DVB）。这些涂层的制备都是将高聚物通过光固化或高温加热的方法固定在直径几百微米熔融石英纤维表面，它的选择性较差，使用温度偏低（200—280℃），使用寿命短（一般为40—100次），价格昂贵，其应用受到限制。为了解决这些问题，最近出现多种非商品化涂层材料，其制备技术有物理涂渍、溶胶—凝胶、电化学聚合、分子烙印技术等。这些材料存在萃取速度慢或萃取量少等问题，发展高选择性、高稳定性和高效的萃取头涂层材料及其相关的制备技术，拓宽样品范围，是固相微萃取技术发展的关键。1994年，以色列希伯莱大学Lev等首次在美国分析

化学上报道将溶胶—凝胶技术用于碳陶瓷复合材料的制作(M. Tsionsky, G. Guan, V. Glezer, O. Lev, Anal. Chem., 1994, 66, 1747~1753)。但是, 碳陶瓷至今主要被用作电极材料用于电化学研究, 仅Wang研究组和Guadalupe研究组先后于1997年和1999年在电分析化学报道了用添加有络合剂的碳陶瓷作为电极用于镍和铁的萃取电化学测定(J. Wang, P. V. A. Pamidi, V. B. Nascimento, L. Angnes, Electroanalysis, 1997, 9, 689; Z. Q. Ji, A. R. Guadalupe, Electroanalysis, 1999, 11, 167)。由于碳陶瓷具有多孔性, 异质性及碳粉的吸附性, 碳陶瓷允许很多无机、有机化合物在其中快速扩散并大量吸附, 可用作固相萃取和微萃取的吸附剂、和作为色谱柱的填充材料。当所使用的碳陶瓷材料具有导电性时, 可作为吸附材料兼作电极用于电化学测定镍铁之外的其它物质。

发明内容

本发明的目的是将碳陶瓷材料作为一种新型的吸附材料。由于很容易制备各种形状和组分, 碳陶瓷材料可以广泛用于固相萃取吸附材料、固相微萃取吸附材料和作为各种色谱柱的填充材料。同时由于有的碳陶瓷材料具有良好的导电性, 一方面, 可以运用碳陶瓷材料对样品进行固相萃取, 然后直接进行电化学检测镍铁之外的具有电化学活性的物质; 另一方面, 可以通过电化学方法对固相萃取过程进行调控, 如通过施加一定的电位就可以加速萃取或加速被萃取物从固相萃取的吸附剂上脱附。

为实现上述目的, 本发明所采用的技术方案为: 将溶胶和碳粉以适当的比例混合均匀, 接着将混合物制成各种形状的颗粒、涂层或电极, 固化后即可用于固相萃取吸附材料、固相微萃取吸附材料和作为各种色谱柱的填充材料。其中制备碳陶瓷所使用的碳粉为石墨粉、无定形碳粉、玻碳粉、碳纤维粉、碳纳米管、碳纳米粉、金刚石粉、碳气凝胶、六方金刚石粉、碳纳米泡沫或富勒烯。选择上述混合物中有导电性的材料, 就可将上述混合物制成电极, 运用该电极对样品进行固相萃取后, 便可进行电化学测量镍铁之外的具有电化学活性的物质。

本发明中以溶胶—凝胶方法制备的碳陶瓷材料具有相互交联的三维网状结构, 是一种多孔材料, 有效面积大, 而碳和陶瓷材料之间性质差异较大, 导致物质在碳陶瓷材料具有较快的传质速率, 从而可以实现快速高

效萃取。同时以溶胶—凝胶方法制备的碳陶瓷材料应力较小，因此能用于制备具有较大厚度或较大尺寸的固相萃取材料。而通过选择不同的碳材料、陶瓷材料及相应的修饰剂，可以得到性质各异的碳陶瓷材料，满足对各种无机物和有机物萃取的需要。

本发明材料具有制备条件温和、适用范围广、萃取速度快、萃取效率高、萃取过程容易跟踪和易于批量生产等优点。

具体实施方式

实施例 1：取 100 微升由 5 至 80 微升三甲氧基甲基硅烷制成的溶胶、1 毫克月桂酸与 25 毫克碳粉混合均匀，然后将混合物涂于石英纤维表面，固化后，即可用于固相微萃取吸附材料。

实施例 2：取 100 微升由 5 至 80 微升三甲氧基苯基硅烷制成的溶胶与 25 毫克碳粉混合均匀，然后将制成颗粒，固化后，即可用于固相萃取将混合物涂于石英纤维表面，固化后，即可用于固相微萃取。

实施例 3：将溶胶和碳粉以适当的比例混合均匀，制成颗粒，使干燥的碳陶瓷中的碳粉的含量在 10%，所制得的碳陶瓷即可用作色谱柱的填充材料。

实施例 4：将溶胶和碳粉以适当的比例混合均匀，制成颗粒，使干燥的碳陶瓷中的碳粉的含量在 50%，所制得的碳陶瓷即可用作色谱柱的填充材料。

实施例 5：将溶胶和碳粉以适当的比例混合均匀，制成颗粒，使干燥的碳陶瓷中的碳粉的含量在 90%，所制得的碳陶瓷即可用作色谱柱的填充材料。

实施例 6：取 100 微升由 5 至 25 微升三甲氧基甲基硅烷制成的溶胶与 25 毫克导电的碳粉混合均匀，然后将混合物制成电极。将经抛光的电极浸入样品中萃取后，取出用二次水冲洗，然后进行电化学测量。