

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101875006 A

(43) 申请公布日 2010. 11. 03

(21) 申请号 201010160288. 0

(22) 申请日 2010. 04. 30

(71) 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130000 吉林省长春市人民大街 5625 号

(72) 发明人 徐国宝 袁亚利 李海娟 胡连哲 韩双

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227
代理人 魏晓波 逯长明

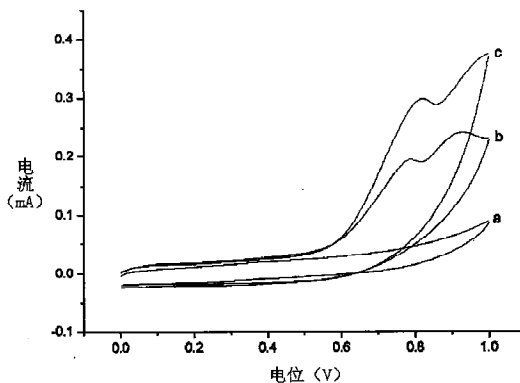
(51) Int. Cl.
B01J 20/282 (2006. 01)
B01D 15/08 (2006. 01)
B01D 11/00 (2006. 01)
H01M 4/62 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 2 页

(54) 发明名称
固相微萃取材料组合物及电极材料组合物

(57) 摘要

本发明提供了一种固相微萃取材料组合物, 由水泥、水和基质材料组成; 所述基质材料为无机固相微萃取材料、有机固相微萃取材料或溶胶凝胶类固相微萃取材料。本发明还提供了一种电极材料组合物, 由水泥、水和导电材料组成。与现有技术相比, 本发明将水泥、水和常用的固相微萃取材料, 如石墨粉、聚醚砜等混合制成固相微萃取材料组合物, 所述组合物经固化后直接用于固相微萃取。由于水泥较为廉价易得, 本发明提供的固相微萃取材料组合物降低了固相微萃取材料的成本, 使所述材料更适于一次性使用。同时, 由于水泥具有多孔结构, 在普通固相微萃取材料中添加水泥, 提高了萃取容量, 缩短了萃取时间, 提高了萃取分析的效率。



1. 一种固相微萃取材料组合物,其特征在于,由水泥、水和基质材料组成;
所述基质材料为无机固相微萃取材料、有机固相微萃取材料或溶胶凝胶类固相微萃取材料。
2. 根据权利要求1所述的固相微萃取材料组合物,其特征在于,所述水泥占所述水泥、水和基质材料总质量的10% -50%。
3. 根据权利要求1所述的固相微萃取材料组合物,其特征在于,所述水与所述水泥的质量比为1 : 1-2。
4. 根据权利要求1所述的固相微萃取材料组合物,其特征在于,所述无机固相微萃取材料为石墨、活性炭纤维、介孔二氧化硅或 γ - Al_2O_3 。
5. 根据权利要求1所述的固相微萃取材料组合物,其特征在于,所述有机固相微萃取材料为全氟离子交换树脂、甲基聚硅氧烷、聚丙烯酸树脂、聚酰亚胺、聚吡咯或聚氨酯丙烯酸树脂。
6. 根据权利要求1所述的固相微萃取材料组合物,其特征在于,所述溶胶凝胶类固相微萃取材料为聚酰亚胺-二氧化硅溶胶凝胶、聚乙二醇溶胶凝胶或聚酰亚胺-二氧化钛溶胶凝胶。
7. 一种电极材料组合物,其特征在于,由水泥、水和导电材料组成。
8. 根据权利要求7所述的电极材料组合物,其特征在于,所述水泥占所述水泥、水和导电材料总质量的10% -50%。
9. 根据权利要求7所述的电极材料组合物,其特征在于,所述水泥占所述水泥、水和导电材料总质量的20% -30%。
10. 根据权利要求7所述的电极材料组合物,其特征在于,所述水与所述水泥的质量比为1 : 1-2。

固相微萃取材料组合物及电极材料组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及复合材料技术领域,尤其涉及一种固相微萃取材料组合物和一种电极材料组合物。

背景技术

[0002] 固相微萃取是一种非溶剂型选择性萃取法,具体过程是将样品中的分析组分通过吸附、吸收或离子交换等方式萃取到固相介质上,然后将浓缩的分析组分解吸并送入分析仪器中,从而实现与分析组分的检测分析。固相微萃取克服了固相萃取需要溶剂和容易发生堵漏等缺点,广泛应用于环境监测、食品技术与生物医药等领域。

[0003] 由固相微萃取技术的工作过程可知,作为固相介质的材料必须满足以下条件:极性与分析组分的极性相匹配;具有适宜的孔结构和表面结构;具有良好的机械强度;不与分析组分或其他介质发生化学反应。现有技术已经公开了多种材料用作固相微萃取材料,如活性炭纤维、石墨等无机物、甲基硅氧烷等有机物和聚酰亚胺-二氧化硅等溶胶凝胶类材料。

[0004] 水泥是一种建筑材料和工程材料,广泛用于建筑、水里、道路、石油、化工以及军事工程中。水泥具有如下特性:(1)水泥具有多孔结构;(2)水泥与水发生反应后,可以作为粘结剂将其他材料粘结;(3)水泥廉价易得。基于水泥的上述特性,本发明人考虑将水泥与其他固相微萃取材料制备成固相微萃取材料组合物,以降低固相微萃取材料的制备成本。

[0005] 此外,本发明人还考虑将水泥与导电材料混合得到电极材料组合物以降低电极的生产成本,同时提高电极的机械性能。

发明内容

[0006] 有鉴于此,本发明所要解决的技术问题在于提供一种固相微萃取材料组合物及电极材料组合物,本发明提供的固相微萃取材料组合物成本较低,更适于一次性使用;本发明提供的电极材料组合物成本较低,机械性能较好。

[0007] 本发明提供了一种固相微萃取材料组合物,由水泥、水和基质材料组成;

[0008] 所述基质材料为无机固相微萃取材料、有机固相微萃取材料或溶胶凝胶类固相微萃取材料。

[0009] 优选的,所述水泥占所述水泥、水和基质材料总质量的 10% -50%。

[0010] 优选的,所述水与所述水泥的质量比为 1 : 1-2。

[0011] 优选的,所述无机固相微萃取材料为石墨、活性炭纤维、介孔二氧化硅或 γ - Al_2O_3 。

[0012] 优选的,所述有机固相微萃取材料为全氟离子交换树脂、甲基聚硅氧烷、聚丙烯酸树脂、聚酰亚胺、聚吡咯或聚氨酯丙烯酸树脂。

[0013] 优选的,所述溶胶凝胶类固相微萃取材料为聚酰亚胺-二氧化硅溶胶凝胶、聚乙二醇溶胶凝胶或聚酰亚胺-二氧化钛溶胶凝胶。

[0014] 与现有技术相比,本发明将水泥、水和常用的固相微萃取材料,如石墨粉、甲氧基

硅烷等混合制成固相微萃取材料组合物,所述组合物经固化后直接用于固相微萃取。由于水泥较为廉价易得,本发明提供的固相微萃取材料组合物降低了固相微萃取材料的成本,使所述材料更适于一次性使用。同时,由于水泥具有多孔结构,在普通固相微萃取材料中添加水泥,提高了萃取容量,缩短了萃取时间,提高了萃取分析的效率。

[0015] 本发明还提供了一种电极材料组合物,由水泥、水和导电材料组成。

[0016] 优选的,所述水泥占所述水泥、水和导电材料总质量的 10% -50%。

[0017] 优选的,所述水泥占所述水泥、水和导电材料总质量的 20% -30%。

[0018] 优选的,所述水与所述水泥的质量比为 1 : 1-2。

[0019] 本发明将水泥、水和导电材料混合制备得到复合电极材料组合物,降低了电极的生产成本。同时,由于水泥强度大、稳定性好,得到的复合电极也具有良好的机械性能和稳定性,能够在较高压强下使用且使用寿命较长。

附图说明

[0020] 图 1 为本发明实施例提供的电极的循环伏安曲线图 ;

[0021] 图 2 为本发明实施例提供的奋乃静水溶液的标准曲线图 ;

[0022] 图 3 为本发明实施例提供的奋乃静尿液的标准曲线图。

具体实施方式

[0023] 本发明提供了一种固相微萃取材料组合物,由水泥、水和基质材料组成 ;

[0024] 所述基质材料为无机固相微萃取材料、有机固相微萃取材料或溶胶凝胶类固相微萃取材料。

[0025] 由于水泥为多孔结构,能够起到吸附作用,本发明在基质材料中加入水泥以提高固相微萃取材料的萃取能力。同时,水泥具有粘结性,本发明利用水将水泥和基质材料混合得到固相微萃取材料组合物。

[0026] 按照本发明,所述水泥优选为所述水泥、水和基质材料总质量的 10% -50%,更优选为 20% -30%。本发明对所述水泥没有特殊限制,包括但不限于波兰特水泥、铝酸盐水泥、硫铝酸盐水泥、铁铝酸盐水泥和氟铝酸盐水泥,优选为波兰特水泥。

[0027] 由于所述材料用于固相微萃取中的固相介质,水的作用是与水泥发生化学作用,使水泥固化的同时将基质材料粘结,所述水与所述水泥的质量比优选为 1 : 1-2。

[0028] 本发明对所述基质材料没有特殊限制,除土木沙石之外的、具有吸附能力、可以用作固相微萃取介质的材料均可作为基质材料,包括无机固相微萃取材料、有机固相微萃取材料或溶胶凝胶类固相微萃取材料。所述无机固相微萃取材料包括但不限于 γ - Al_2O_3 、石墨、石墨化碳黑、活性炭纤维、介孔二氧化硅等,优选为石墨 ;所述有机固相微萃取材料包括但不限于全氟离子交换树脂、甲基聚硅氧烷、聚丙烯酸树脂、聚酰亚胺、聚吡咯、聚氨酯丙烯酸树脂等,优选为全氟离子交换树脂 ;所述凝胶溶胶类固相微萃取材料包括但不限于聚酰亚胺-二氧化硅溶胶凝胶、聚乙二醇溶胶凝胶、聚酰亚胺-二氧化钛溶胶凝胶、四甲氧基硅烷-氨水溶胶凝胶等,优选为聚酰亚胺-二氧化硅溶胶凝胶。

[0029] 当基质材料为无机固相微萃取材料时,本发明优选直接将水泥、水和粉末状的无机固相微萃取材料混合,得到固相微萃取材料组合物 ;当基质材料为有机固相微萃取材料

时,本发明优选将所述基质材料溶解,向基质材料的溶液中加入水泥和水充分混合,得到固相微萃取材料组合物;当基质材料为凝胶溶胶类固相微萃取材料时,本发明优选直接向溶胶凝胶类材料中加入水泥和水充分混合,得到固相微萃取材料组合物。

[0030] 将所述微萃取材料组合物填充或涂覆在固相微萃取探针的表面或空腔内,固化后即可作为固相微萃取材料用于富集样品中的分析组分。本发明对所述固化方法没有特殊限制,可以为在室温下固化,也可以为加热固化。

[0031] 本发明中的固相微萃取材料组合物在进行萃取时,能够萃取的分析组分与所述组合物中添加的基质材料有关:当基质材料为极性物质时,所述固相微萃取材料组合物可以用于萃取极性的分析组分;当基质材料为非极性物质时,所述固相微萃取材料组合物可以用于萃取非极性的分析组分。

[0032] 与现有技术相比,本发明将水泥、水和常用的固相微萃取材料,如石墨粉、聚醚砜等混合制成固相微萃取材料组合物,所述组合物经固化后直接用于固相微萃取。由于水泥较为廉价易得,本发明提供的固相微萃取材料组合物降低了固相微萃取材料的成本,使所述材料更适于一次性使用。同时,由于水泥具有多孔结构,在普通固相微萃取材料中添加水泥,提高了萃取容量,缩短了萃取时间,提高了萃取分析的效率。

[0033] 本发明还提供了一种电极材料组合物,由水泥、水和导电材料组成。

[0034] 水泥强度大、稳定性好,同时廉价易得,以导电材料混合制备的电极的成本较低,且能够满足较高压强下使用的要求。因此,本发明将水泥掺杂在常用的导电材料中制备电极组合物,以降低电极的生产成本。

[0035] 按照本发明,水泥优选占电极材料组合物总质量的 10% -50%,更优选为 20% -30%。本发明对所述水泥没有特殊限制,优选为波兰特水泥。

[0036] 所述组合物用作电极材料,水的作用是使水泥固化的同时将导电材料粘结,因此,所述水与所述水泥的质量比优选为 1 : 1-2。

[0037] 本发明对所述导电材料没有特殊限制,可以为金、银等金属导电材料,也可以为石墨、碳纳米管等非金属导电材料,本发明中的导电材料优选为石墨。

[0038] 本发明将水泥、导电材料和水混合后,得到电极材料组合物,将所述组合物涂覆在电极空腔内或电极表面上,固化后即可得到电极。

[0039] 本发明对所述固化没有特殊限制,可以为在室温下固化,也可以为加热固化。

[0040] 与现有技术相比,本发明将水泥、水和导电材料混合制备得到电极材料组合物,降低了电极的生产成本。同时,由于水泥强度大、稳定性好,得到的复合电极也具有良好的机械性能和稳定性,能够在较高压强下使用且使用寿命较长。

[0041] 为了进一步理解本发明,下面结合实施例对本发明提供的固相微萃取材料组合物及电极材料组合物进行详细描述。

[0042] 实施例 1

[0043] 将 30mg 普通市售波兰特水泥、50mg 普通市售石墨粉和 60mg 二次水混合均匀,得到混合物,将混合物转移至直径为 2mm、腔深为 3mm 的电极空腔内,在室温下固化 2 天,得到电极。所述电极既可作为固相微萃取材料使用,也可以作为电极使用。

[0044] 实施例 2

[0045] 以 0.05M pH8.0 磷酸缓冲液配制浓度为 10 μ M 的奋乃静水溶液;

[0046] 取实施例 1 制备的电极,使用上海辰华 CH1800B 型号的电化学分析仪对电极进行循环伏安扫描,扫描速率为 50mV/s,得到循环伏安曲线图,参见图 1 中的曲线 a,图 1 为本发明实施例提供的电极的循环伏安曲线图,其中,曲线 a 为未在奋乃静水溶液浸泡的电极的循环伏安曲线图;

[0047] 将实施例 1 制备的电极在上述奋乃静水溶液中浸泡 4min,使用上海辰华 CH1800B 型号的电化学分析仪对电极进行循环伏安扫描,扫描速率为 50mV/s,得到循环伏安曲线图,参见图 1 中的曲线 b,曲线 b 为在奋乃静水溶液浸泡 4min 的电极的循环伏安曲线图;

[0048] 将实施例 1 制备的电极在上述奋乃静水溶液中浸泡 10min,使用上海辰华 CH1800B 型号的电化学分析仪对电极进行循环伏安扫描,扫描速率为 50mV/s,得到循环伏安曲线图,参见图 1 中的曲线 c,曲线 c 为在奋乃静水溶液浸泡 10min 的电极的循环伏安曲线图;

[0049] 由图 1 可知,实施例 1 制备的电极能富集吸附奋乃静,可以作为固相微萃取材料。

[0050] 实施例 3

[0051] 以 0.05M pH8.0 磷酸缓冲液分别配制浓度为 1×10^{-9} mol/L、 3×10^{-9} mol/L、 1×10^{-8} mol/L、 3×10^{-8} mol/L、 1×10^{-7} mol/L、 3×10^{-7} mol/L、 1×10^{-6} mol/L、 3×10^{-6} mol/L 的奋乃静溶液,将实施例 1 制备的电极分别在上述奋乃静溶液中浸泡 4min,将中国科学院生物物理所研发的 BPCL 超弱发光分析仪和上海辰华 CHI800B 型号的电化学分析仪联用,分别对萃取后的电极进行联吡啶钌电化学发光检测,电化学检测选择时间-电流法,电位为 1.35V,得到光强值与奋乃静浓度关系标准曲线,参见图 2,图 2 为本发明实施例提供的奋乃静溶液中光强值与奋乃静浓度关系的标准曲线图。

[0052] 使用相同的仪器设备和实验条件对浓度为 3×10^{-7} mol/L 的奋乃静溶液进行六次重复实验,其光强值的相对标准偏差为 3.6%。

[0053] 实施例 4

[0054] 取健康实验人员的尿液,在室温下储存 5h 后,用 pH 为 8.0 的磷酸缓冲液按 1 : 4 稀释,以稀释后的尿液分别配制浓度为 3×10^{-9} mol/L、 1×10^{-8} mol/L、 3×10^{-8} mol/L、 1×10^{-7} mol/L、 3×10^{-7} mol/L、 1×10^{-6} mol/L 的奋乃静尿溶液。将实施例 1 制备的电极分别在上述奋乃静尿溶液中浸泡 4min,将中国科学院生物物理所研发的 BPCL 超弱发光分析仪和上海辰华 CHI800B 型号的电化学分析仪联用,分别对萃取后的电极进行电化学发光检测,电化学检测选择时间-电流法,电位为 1.35V,得到光强值与奋乃静浓度关系标准曲线,参见图 3,图 3 为本发明实施例提供的奋乃静尿溶液中光强值与奋乃静浓度关系的标准曲线图。

[0055] 使用相同的仪器设备和实验条件对浓度为 3×10^{-8} mol/L 的奋乃静尿溶液进行六次重复实验,其光强值的相对标准偏差为 4.1%。

[0056] 使用相同的仪器设备和实验条件,用补偿法对 3×10^{-8} mol/L 的奋乃静尿溶液进行 3 次平行检测,平均回收率为 101.8%,标准偏差为 3.1%。

[0057] 实施例 5

[0058] 将 50mg 水泥加入到 60 μ L 市售的 20% 的 Nafion 溶液中充分混合,将组合物转移至直径为 2mm、腔深为 3mm 的空腔内,在室温下固化 2 天,得到固相微萃取材料。

[0059] 将所述材料在 0.01mM 的联吡啶钌溶液中浸泡 3min,使用中国科学院生物物理所研发的 BPLC 超弱发光分析仪和上海辰华 CH1800B 型号的电化学分析仪对萃取后的联吡啶

钉溶液进行电化学发光检测,萃取后的溶液光强值较萃取前有明显下降,证明所述固相微萃取材料能够富集萃取联吡啶钉,可以作为固相微萃取材料。

[0060] 以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想。应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以对本发明进行若干改进和修饰,这些改进和修饰也落入本发明权利要求的保护范围内。

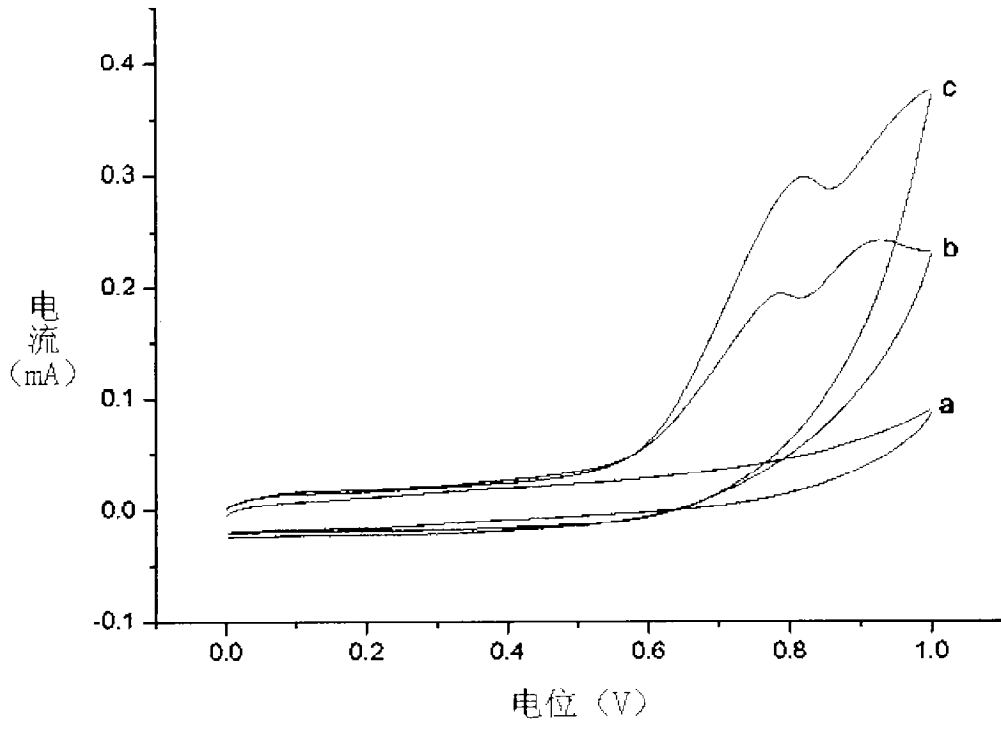


图 1

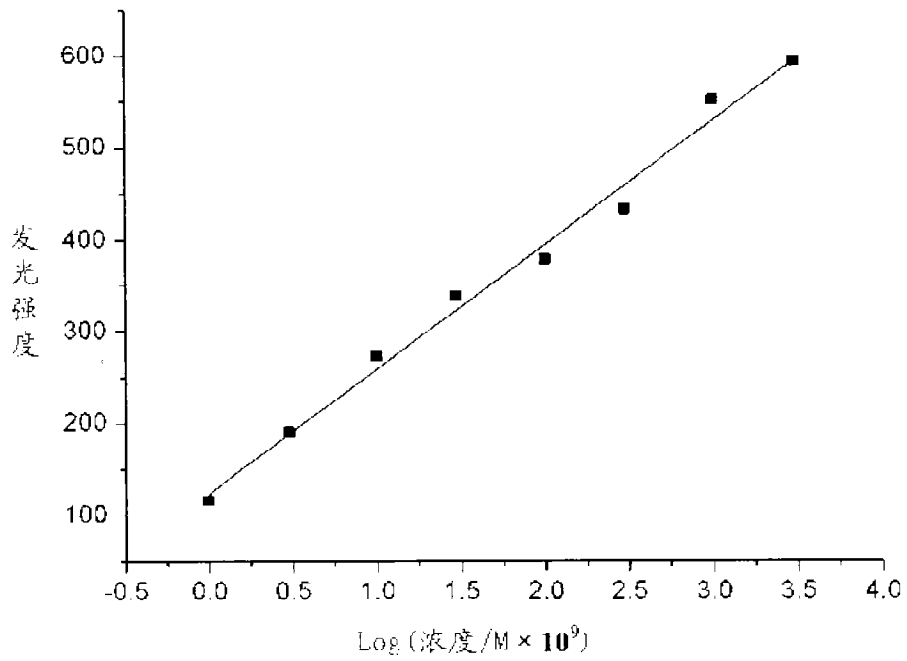


图 2

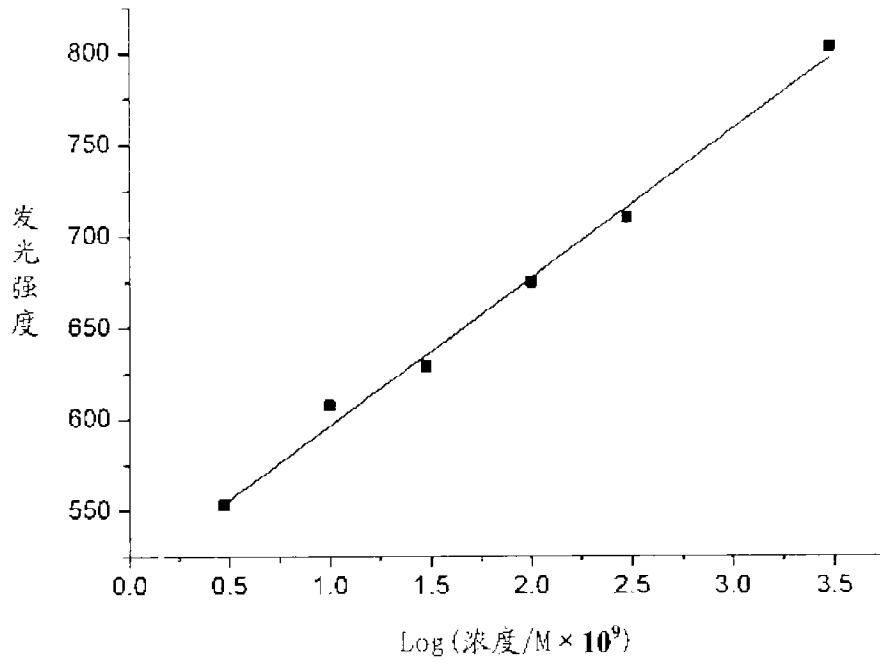


图 3