



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106824099 B

(45)授权公告日 2019.07.12

(21)申请号 201710141769.9

(22)申请日 2017.03.10

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106824099 A

(43)申请公布日 2017.06.13

(73)专利权人 郑州大学
地址 450001 河南省郑州市高新技术开发
区科学大道100号

(72)发明人 张书胜 潘艳 陈彦龙 杨志聪
徐改改 刘山崎 殷丹 马雪
张文芬 邓志芬 赵无垚

(74)专利代理机构 郑州红元帅专利代理事务所
(普通合伙) 41117
代理人 杨妙琴

(51)Int.Cl.

B01J 20/22(2006.01)

B01J 20/28(2006.01)

B01J 20/282(2006.01)

B01J 20/30(2006.01)

B01D 15/08(2006.01)

审查员 李娇

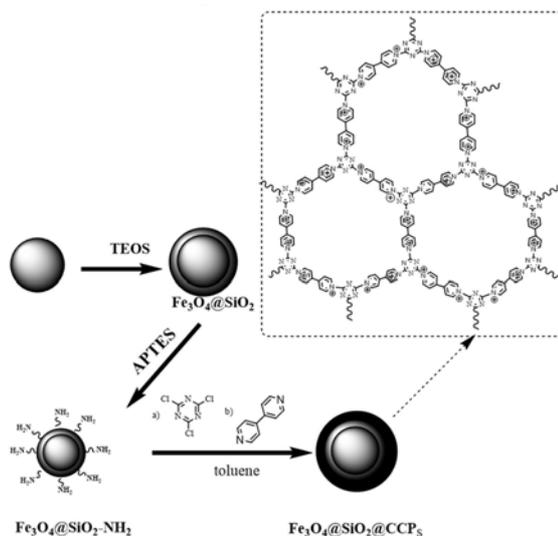
权利要求书2页 说明书6页 附图5页

(54)发明名称

一种磁性CCPs固相萃取剂及其制备方法和应用

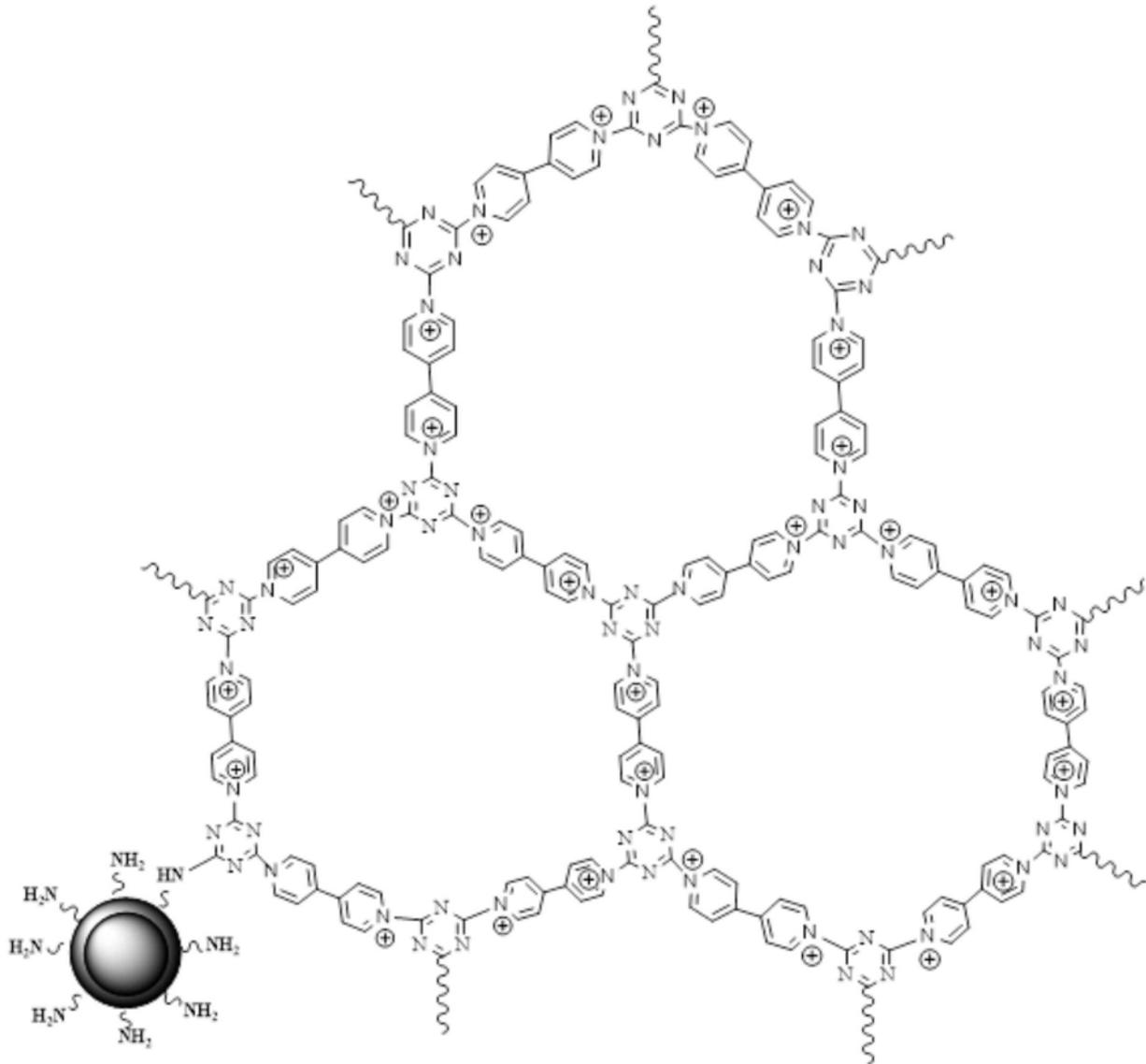
(57)摘要

本发明提供了一种磁性CCPs固相萃取剂及其制备方法和应用,所述磁性CCPs固相萃取剂由三层结构组成,由内向外依次是磁性Fe₃O₄内核,所述磁性Fe₃O₄内核外依次包裹SiO₂层和CCPs层,所述CCPs层含有C=N和C=C键;本发明中采用原位合成方法制备所述磁性CCPs固相萃取剂,制得的磁性CCPs固相萃取剂可作为吸附食品中致癌物的吸附材料应用。本发明的磁性CCPs固相吸附剂合成方法简单,所需原料成本低,具有环境友好及可大量复制和重复使用的优点。



1. 一种磁性CCPs固相萃取剂,所述磁性CCPs固相萃取剂由三层结构组成,由内向外依次是磁性 Fe_3O_4 内核,所述磁性 Fe_3O_4 内核外依次包裹 SiO_2 层和CCPs层,所述CCPs层含有 $\text{C}=\text{N}$ 和 $\text{C}=\text{C}$ 键;

所述磁性CCPs固相萃取剂的结构如下:



其特征在于,所述磁性CCPs固相萃取剂作为吸附食品中致癌物的吸附材料应用;

所述磁性CCPs固相萃取剂的制备方法,包括以下步骤:

(1) 采用水合热法制备磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒;

(2) 以上述步骤(1)制备的磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒为核,采用柠檬酸溶液对磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒进行表面修饰,然后以四乙氧基硅烷为偶联剂按照 **Stöber** 法在含有磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒的醇水体系中直接用氨水水解四乙氧基硅烷,制备具有核壳结构的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$ 颗粒;

(3) 将上述步骤(2)制备的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$ 颗粒超声分散至有机溶剂中,搅拌条件下加入3-氨丙基三乙氧基硅烷,然后升温,反应数小时后,洗涤、干燥,得到氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒;

(4) 将上述步骤(3)制备的氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒超声分散于有机溶剂中,加入缚酸

剂、4,4联吡啶和三聚氯氰,程序升温反应数小时后,洗涤、干燥,得到磁性CCPs固相萃取剂;

在所述步骤(4)中,将所述步骤(3)中制得的氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒与缚酸剂、4,4联吡啶和三聚氯氰按照质量比1:1:1:1.5~1:1.5:1.5:2加入无水甲苯溶剂中,混合均匀后按照程序升温在0℃反应2h,50℃反应3h,110℃反应12h,反应完毕后固液分离,用甲苯和丙酮交替洗涤3次,再用乙醇和高纯水分别洗涤2次,最后用乙醇洗涤2次,洗涤完毕后在70℃干燥12h。

2. 根据权利要求1所述的一种磁性CCPs固相萃取剂的制备方法,其特征在于,在所述步骤(2)中,将所述步骤(1)制备的磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒与柠檬酸溶液以质量比计为1:150~1:200超声混合均匀,40℃搅拌条件下反应12h,反应完毕后固液分离,将分离后的固体用乙醇、水交替洗涤,得到的固体溶解在乙醇溶液中,然后以质量比计按照磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒:四乙氧基硅烷:质量分数为25%的氨水溶液为1:1.5:2.5~1:2:3加入四乙氧基硅烷,质量分数为25%的氨水溶液,40℃搅拌条件下继续反应12h,反应完成后固液分离,洗涤后在50℃下真空干燥12h,制得具有核壳结构的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 颗粒。

3. 根据权利要求2所述的一种磁性CCPs固相萃取剂的制备方法,其特征在于,所述柠檬酸溶液的浓度为0.5mol/L。

4. 根据权利要求2所述的一种磁性CCPs固相萃取剂的制备方法,其特征在于,所述乙醇溶液中乙醇与水体积比为4:1。

5. 根据权利要求1所述的一种磁性CCPs固相萃取剂的制备方法,其特征在于,在所述步骤(3)中,将所述步骤(2)制备的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 颗粒超声分散在无水甲苯溶剂中,以质量比计按照磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 颗粒:3-氨丙基三乙氧基硅烷为1:1.5~1:2加入3-氨丙基三乙氧基硅烷,搅拌均匀后迅速升温至115℃,氮气气氛下反应12h,反应完毕后,固液分离,洗涤,在50℃真空干燥12h,制得氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒。

6. 根据权利要求5所述的一种磁性CCPs固相萃取剂的制备方法,其特征在于,所述搅拌条件的转速30-50转/分。

7. 根据权利要求1所述的一种制备磁性CCPs固相萃取剂的方法,其特征在于,所述缚酸剂为N,N-二异丙基乙胺。

一种磁性CCPs固相萃取剂及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明属于固相萃取剂制备领域,具体涉及一种磁性CCPs固相萃取剂及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 烧烤肉作为一类传统风味食品备受广大消费者喜爱。烧烤工艺赋予了肉制品特殊的风味和色泽,但是同样在烧烤过程中不可避免的给肉制品带来了一定的安全隐患,随着加热过程产生以苯并(a)芘(Ba P)为代表的多环芳香烃类化合物(PAHs)是烧烤肉制品中主要危害因素。

[0003] 目前利用高效液相色谱法、气相色谱-质谱联用法检测苯并(a)芘含量技术已相对成熟,结果准确,回收率高。但是在杂质含量较高的烧烤类食品中萃取出苯并(a)芘还有一定难度,所以必要的前处理方法尤为重要。通常采用固相萃取结合超声波萃取,加速溶剂萃取,索氏提取等其他手段优化萃取效果,提高萃取效率。早期许多学者采用索式提取为主的方法提取肉制品中的苯并(a)芘,虽然可以保证较好的萃取效果以及较高的回收率,但是该方法操作复杂,处理单个样品耗时多。还有一些磁性碳基质的材料(如材料表面修饰葡萄糖等小分子)、磁性金属有机骨架材料也可用于食品中苯并(a)芘的去除。由于修饰的磁性固相萃取剂具有操作简便、材料可以重复回收利用等优点,很大程度上节省了人力和物力。但是由于这类被修饰的材料比表面积小、作用位点少、耐酸碱性强等,实际使用时又限制了其应用。

[0004] 磁性纳米材料具有独特的结构和磁性能,在催化、生物分离和医学等领域得到了广泛应用。近年来,功能化磁性纳米材料及其复合材料在分析化学领域如污染物去除和萃取净化方面显示了巨大的应用潜力。

[0005] 多孔有机骨架材料(POFs)具有与无机分子筛相似的性质,常被称为“有机分子筛”。它们的共同特点是:(1)通过共价键结合具有良好的化学稳定性和热稳定性;(2)材料的组成元素为常见的轻质元素(C、O、B、N、Si),材料的密度较低;(3)材料为晶形材料,结构规整,孔道均一,孔径分布窄细;(4)含有大的共轭体系,具有刚性结构。多孔有机骨架材料的单体种类多样,合成方法简单,该材料在气体吸附、光电、催化等方面具有潜在的应用。特别是在吸附性能方面,与活性炭、分子筛、沸石等传统的吸附剂材料相比,多孔有机骨架具有明显的优势,主要体现在:合成单体种类多,可形成不同的结构类型以及可以引入特殊的官能团,从而达到对一些物质特异性的识别和吸附;材料表面孔径大小可调控,具有较大的比表面积。这些特点使多孔有机骨架材料在分子识别和吸附等相关领域内应用潜力很大,尤其在样品预处理中应用前景更大。

[0006] 基于磁性纳米材料的快速分离和多次重复使用的优点,结合多孔有机骨架材料比表面积大、多孔及结构稳定的优点,合成磁性共价有机骨架复合材料,用于复杂样品的前处理,具有广泛的应用价值和潜在的社会价值。

发明内容

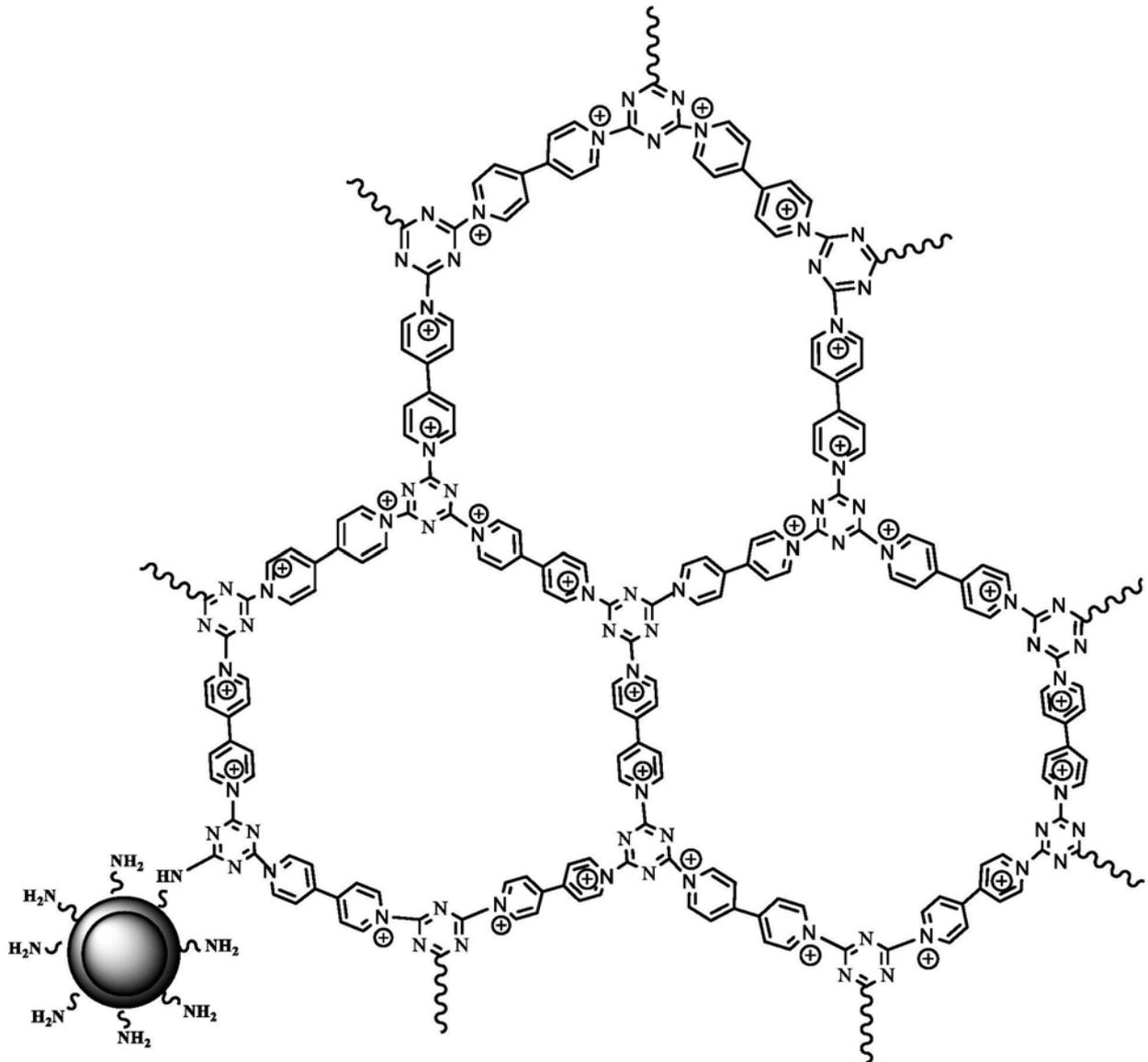
[0007] 为解决上述技术问题,本发明提供了一种磁性CCPs固相萃取剂及其制备方法,主要用作吸附材料,用于吸附食品中的致癌物,本发明中采用原位合成方法制备环境友好型磁性CCPs多孔复合吸附材料,其合成工艺简单。CCPs为 $\text{Fe}_3\text{O}_4@(\text{SiO}_2-\text{NH}_2)$ 三聚氰氯和4,4联吡啶($\text{Fe}_3\text{O}_4@(\text{SiO}_2-\text{NH}_2)$ nanoparticles with cyanuric chloride and 4,4-bipyridine groups)英文首字母的组合。

[0008] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为:

[0009] 一种磁性CCPs固相萃取剂,由三层结构组成,由内向外依次是磁性 Fe_3O_4 内核,所述磁性 Fe_3O_4 内核外依次包裹 SiO_2 层和CCPs层,所述CCPs层含有 $\text{C}=\text{N}$ 和 $\text{C}=\text{C}$ 键;

[0010] 所述磁性CCPs固相萃取剂的结构如下:

[0011]



[0012] 一种所述磁性CCPs固相萃取剂的制备方法,包括以下步骤:

[0013] (1) 采用水合热法制备磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒;

[0014] (2) 以上述步骤(1)制备的磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒为核,采用柠檬酸溶液对磁性 Fe_3O_4

纳米颗粒进行表面修饰,然后以四乙氧基硅烷为偶联剂按照 Stöber 法在含有磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒的醇水体系中直接用氨水水解四乙氧基硅烷,制备具有核壳结构的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 颗粒;

[0015] (3) 将上述步骤(2)制备的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 颗粒超声分散至有机溶剂中,搅拌条件下加入3-氨丙基三乙氧基硅烷,然后升温,反应数小时后,洗涤、干燥,得到氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒;

[0016] (4) 将上述步骤(3)制备的氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒超声分散于有机溶剂中,加入缚酸剂、4,4联吡啶和三聚氯氰,程序升温反应数小时后,洗涤、干燥,得到磁性CCPs固相萃取剂。

[0017] 采用水合热法制备磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒的技术在实际生产中已得到广泛应用,制备过程为:将 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 固体溶解于乙二醇溶剂中,加入无水乙酸钠和聚乙二醇,超声混合均匀,随后将混合溶液转移到高压反应釜中,在 200°C 下反应12小时,反应完成后用乙醇和水交替洗涤3次,在 100°C 下干燥2小时,制得 Fe_3O_4 纳米颗粒。

[0018] 优选的,在所述步骤(2)中,将所述步骤(1)制备的磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒与柠檬酸溶液以质量比计为1:150~1:200超声混合均匀, 40°C 搅拌条件下反应12h,反应完毕后固液分离,将分离后的固体用乙醇、水交替洗涤,得到的固体溶解在乙醇溶液中,然后以质量比计按照磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒:四乙氧基硅烷:质量分数为25%的氨水溶液为1:1.5:2.5~1:2:3加入四乙氧基硅烷,质量分数为25%的氨水溶液, 40°C 搅拌条件下继续反应12h,反应完成后固液分离,洗涤后在 50°C 下真空干燥12h,制得具有核壳结构的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 颗粒。

[0019] 优选的,所述柠檬酸溶液的浓度为0.5mol/L。

[0020] 优选的,所述乙醇溶液中乙醇与水体积比为4:1。

[0021] 优选的,在所述步骤(3)中,将所述步骤(2)制备的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 颗粒超声分散在无水甲苯溶剂中,以质量比计按照磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 颗粒:3-氨丙基三乙氧基硅烷为1:1.5~1:2加入3-氨丙基三乙氧基硅烷,搅拌均匀后迅速升温至 115°C ,氮气气氛下反应12h,反应完毕后,固液分离,洗涤,在 50°C 下真空干燥12h,制得氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒。

[0022] 优选的,所述搅拌条件的转速30~50转/分。

[0023] 优选的,在所述步骤(4)中,将所述步骤(3)中制得的氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒与缚酸剂、4,4联吡啶和三聚氯氰按照质量比1:1:1:1.5~1:1.5:1.5:2加入无水甲苯溶剂中,混合均匀后按照程序升温在 0°C 反应2h, 50°C 反应3h, 110°C 反应12h,反应完毕后固液分离,用甲苯和丙酮交替洗涤3次,再用乙醇和高纯水分别洗涤2次,最后用乙醇洗涤2次,洗涤完毕后在 70°C 干燥12h。

[0024] 优选的,所述缚酸剂为N,N-二异丙基乙胺。

[0025] 所述磁性CCPs固相萃取剂可作为吸附食品中致癌物的吸附材料应用。

[0026] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:

[0027] (1) 本发明的磁性CCPs固相吸附剂具有较强的磁性,这样在对食品中致癌物吸附后,还可以借助外部的磁场作用实现与液相的快速分离,可避免离心或者过滤分离操作带来的不便,大大降低了操作的难度和成本,提高了吸附效率;

[0028] (2) 本发明的磁性CCPs固相吸附剂比表面积大,孔径分布均匀,表面带有季胺基功能团,对一些极性小分子可以特异性吸附;

[0029] (3) 本发明的磁性CCPs固相吸附剂合成方法简单,所需原料成本低,具有环境友好及可大量复制和重复使用的优点;

[0030] (4) 本发明首次将多孔骨架材料通过共价键键合到磁性纳米粒子表面,为磁性材料与多孔有机骨架材料(POFs)等多孔材料的键合研究提供了技术参考;

[0031] (5) 本发明制备的磁性固相萃取剂对食品中多环芳烃达到吸附平衡仅需要3分钟,相比现有技术中的磁性纳米颗粒对水中多环芳烃的吸附时间为30分钟来说,短时间就可以达到吸附平衡。

附图说明

[0032] 图1为实施例1中氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒合成示意图;

[0033] 图2为实施例1中磁性CCPs固相萃取剂合成示意图;

[0034] 图3为实施例1中制得的磁性CCPs固相萃取剂傅里叶红外光谱图;

[0035] 图4为实施例1中制得的磁性CCPs固相萃取剂磁滞回线;

[0036] 图5为实施例1中制得的磁性CCPs固相萃取剂扫描电镜图;

[0037] 图6为实施例1中制得的磁性CCPs固相萃取剂XRD图;

[0038] 图7为实施例1中制得的磁性CCPs固相萃取剂对苯并(a)芘的吸附结果示意图;

[0039] 图8为实施例1中制得的磁性CCPs固相萃取剂重复使用结果示意图。

具体实施方式

[0040] 下面结合实施例对本发明作进一步的详细说明。

[0041] 实施例1

[0042] 一种磁性CCPs固相萃取剂的制备方法,包括以下步骤:

[0043] (1) 水合热法制备磁性 Fe_3O_4 纳米颗粒

[0044] 称取2.7g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 固体于100ml烧杯中,加入80ml乙二醇,超声使其溶解,然后加入7.2g无水乙酸钠和2.0g的聚乙二醇,超声20分钟,随后将混合溶液转移到100ml高压反应釜中,在200℃下反应12小时,反应制得的 Fe_3O_4 用乙醇和水交替洗涤3次,在100℃下干燥2小时,制得 Fe_3O_4 纳米颗粒,存储于干燥器中备用;所制得的 Fe_3O_4 纳米颗粒粒径在100-200nm之间,单分散性好。

[0045] (2) 制备具有核壳结构的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$ 纳米颗粒

[0046] 称取2.0g上述步骤(1)制得的 Fe_3O_4 纳米颗粒于500ml三口圆底烧瓶中,加入200ml 0.5mol/L柠檬酸溶液超声10分钟,在40℃搅拌反应12小时,反应完成后用磁铁分离,依次用乙醇、水交替洗涤3次,最后将处理后的 Fe_3O_4 纳米颗粒转移到250ml三口圆底烧瓶中,加入160ml乙醇溶液(乙醇/水=4/1,V/V)超声10分钟,加入6ml质量分数为25%的氨水溶液剧烈搅拌20分钟后,逐滴加入4ml四乙氧基硅烷(TEOS)溶液,在40℃搅拌反应12小时,反应完成后用磁铁分离,向分离后得到的固体中加入50ml 0.1mol/L的盐酸溶液,超声10分钟,用磁铁分离弃去盐酸溶液,依次用乙醇、丙酮、二次重蒸水、乙醇洗涤,然后在50℃下真空干燥12小时,即得到 $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$ 纳米颗粒,存储于干燥器中备用;

[0047] (3) 制备氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒

[0048] 称取1.0g上述步骤(2)制得的 $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$ 纳米颗粒于250ml三口圆底烧瓶中,加入

60ml新蒸馏的无水甲苯,超声20分钟后在机械搅拌条件下逐滴加入2ml 3-氨丙基三乙氧基硅烷(ATPES),迅速升温至115℃后加快搅拌速度,在氮气气氛下回流8小时,反应结束后用磁铁分离出固体,依次用甲苯、甲醇、丙酮、二次重蒸水、乙醇洗涤,然后在50℃下真空干燥12小时,即得到氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒($\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2-NH_2$)储于干燥器中备用,反应式如图1所示;

[0049] (4) 制备磁性CCPs固相萃取剂

[0050] 称取1.0g上述步骤(3)制得的 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2-NH_2$ 纳米颗粒于250ml三口圆底烧瓶中,加入50ml新蒸馏的无水甲苯和1.5ml N,N-二异丙基乙胺,超声30分钟后在机械搅拌条件下加入0.56g三聚氰氨,记为A液;0.75g 4,4联吡啶溶解于10ml无水甲苯,将其转移到100ml的恒压滴液漏斗中,记为B液;在机械搅拌条件下,将B液逐滴加入到A液中,在0℃下反应2小时,然后升温至50℃反应3小时,最后升温至110℃在氮气气氛下反应12小时,反应结束后用磁铁分离出固体,依次用甲苯、丙酮、二次重蒸水、乙醇洗涤,然后在70℃下真空干燥12小时,即得到磁性CCPs固相萃取剂($\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2@CCPs$)。

[0051] 上述实施例1中磁性CCPs固相萃取剂的合成示意图如图2所示。

[0052] 采用FT-IR光谱仪对实施例1中制备的氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒及所制备的磁性CCPs固相萃取剂进行表征,其傅里叶红外光谱图如图3所示,氨基修饰的 Fe_3O_4 纳米颗粒($\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2-NH_2$)在 2910cm^{-1} 出现了 $-CH_2-CH_2-CH_2-NH_2$ 的碳氢键伸缩振动吸收峰,说明3-氨丙基三乙氧基硅烷(ATPES)已经成功修饰到 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 粒子表面。磁性CCPs固相萃取剂在 1312cm^{-1} 和 1571cm^{-1} 出现了 $-C=N-$ 和 $-C=C-$ 的碳氢键伸缩振动吸收峰,说明CCPs成功修饰到氨基修饰的 Fe_3O_4 粒子表面。

[0053] 采用振动样品磁强计(VSM)表征磁性CCPs固相萃取剂的磁性,其磁滞回线如图4所示, Fe_3O_4 纳米颗粒的饱和磁化强度为 110emu/g , $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 纳米颗粒的饱和磁化强度为 50emu/g ,磁性功能化 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2@CCPs$ 的饱和磁化强度为 35emu/g 。虽然复合材料 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2@CCPs$ 的饱和磁化强度相比 Fe_3O_4 纳米颗粒及 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 纳米颗粒降低,但仍具有较高的饱和磁化强度和顺磁性,易被外磁场磁化,在外加磁场的作用下可以快速、高效地从溶液中分离出来,当撤掉外磁场后,材料又可以很快的重新分散到溶液中。

[0054] 采用扫描电镜(SEM)观察实施例1制备的CCPs固相萃取剂,其微观结构示意图如图5所示,从图5可以看出所制备的磁性 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2@CCPs$ 纳米颗粒为球形结构,磁功能化纳米粒子大小均一、分散性良好。

[0055] 利用X-射线衍射仪(XRD)表征磁性纳米粒子的晶体类型,其XRD图如图6所示,由图6可知,制备的 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2$ 纳米颗粒,以及 $\text{Fe}_3\text{O}_4@SiO_2@CCPs$ 纳米颗粒的XRD衍射峰均出现了6个特征峰,特征峰位置 2θ 分别为 30.1° 、 35.5° 、 43.1° 、 53.4° 、 57.0° 、 62.6° ,分别对应 Fe_3O_4 的(220)、(311)、(400)、(422)、(511)、(440)晶面,因此可以认为合成的磁性纳米材料内核都是 Fe_3O_4 ,表明 Fe_3O_4 表面修饰了 SiO_2 和CCPs后仍保持立方尖晶石结构。

[0056] 对上述实施例1中制备的磁性CCPs固相萃取剂的吸附性能测试,测试过程如下:

[0057] 1、对烧烤制品中苯并(a)芘的吸附

[0058] 取40mg实施例1中制备的磁性CCPs固相萃取剂于50ml烧杯中,加入10ml浓度为 $0.1\mu\text{g/ml}$ 的苯并(a)芘样品,设置超声吸附时间分别为1、3、5、7、10和12min,然后利用磁铁进行磁分离,待溶液澄清后在磁铁吸附力作用下弃去上清液,再加入5ml乙醇超声解析3min,利

用磁铁分离收集解析液至玻璃管中,利用氮气吹干后加入1ml复溶液(乙腈:水=88:12,V/V),滤液过0.22 μ m有机滤膜,用高效液相色谱测定溶液中苯并(a)芘的浓度。实施例1中磁性CCPs固相萃取剂对苯并(a)芘的吸附结果如图7所示,由图7可以看出,本发明磁性CCPs固相萃取剂对苯并(a)芘随着吸附时间的延长而增大,在3分钟时吸附效率达到92%,3分钟后对苯并(a)芘回收率不再随着时间的增加而增大,也就是说经过3分钟,磁性CCPs固相萃取剂对苯并(a)芘的吸附达到平衡,并且吸附率达到92%,时间短,吸附效率高。所述吸附效率,简称为吸附率,也可以用苯并(a)芘回收率表示磁性CCPs固相萃取剂的吸附率。

[0059] 2、本发明磁性CCPs吸附剂的重复利用率

[0060] 将用过的磁性CCPs固相萃取剂经过甲醇、高纯水、乙腈交替清洗后再利用,分别测试了磁性CCPs固相萃取剂在使用一次、两次、三次、四次、五次后对苯并(a)芘的吸附率,实施例1中磁性CCPs固相萃取剂重复使用结果如图8所示。由图8可以看出,该材料在使用五次后对苯并(a)芘的吸附率并无显著差异,对苯并(a)芘仍然具有较高吸附量,说明磁性CCPs固体萃取剂作为吸附剂具有良好的可再生性。

[0061] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。

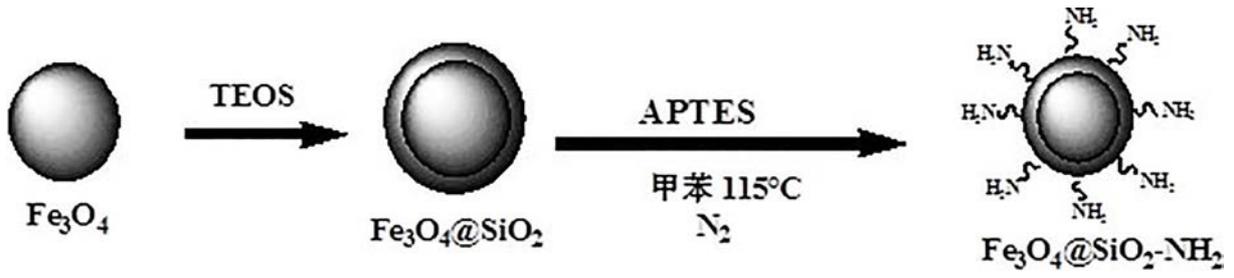


图1

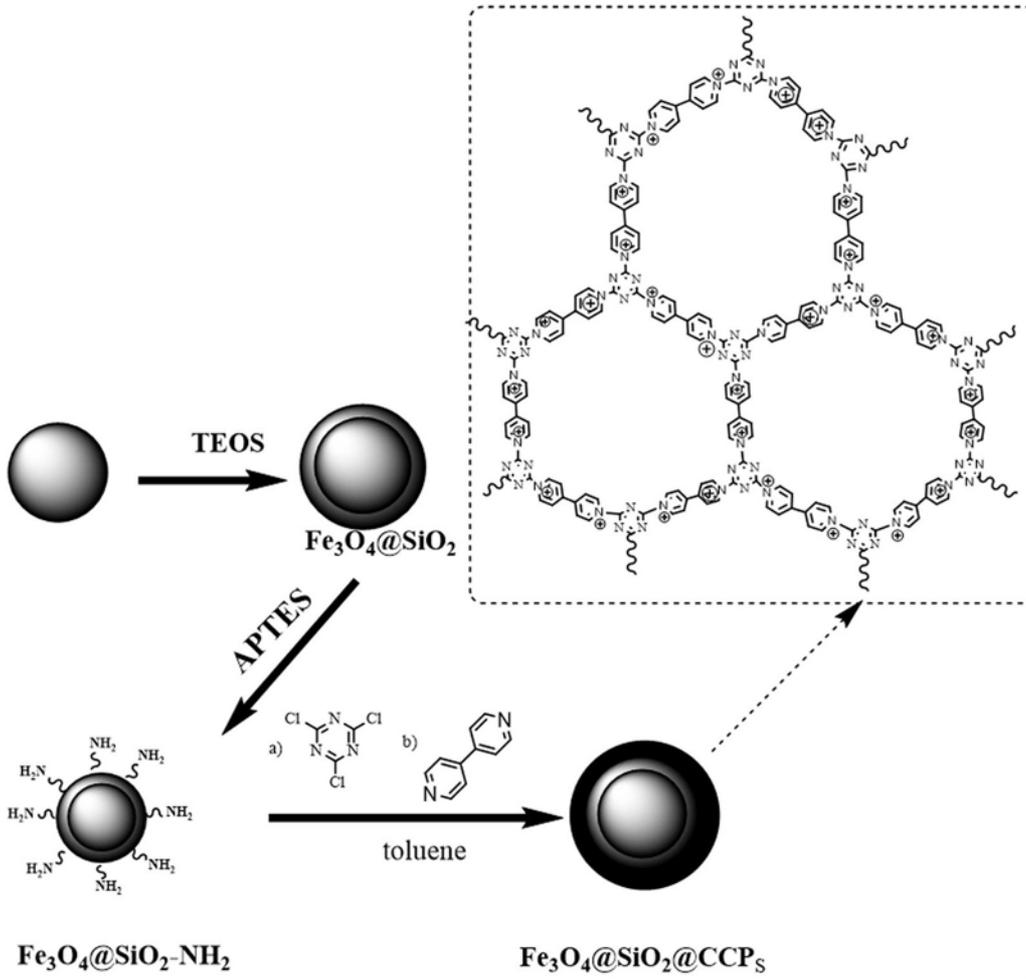


图2

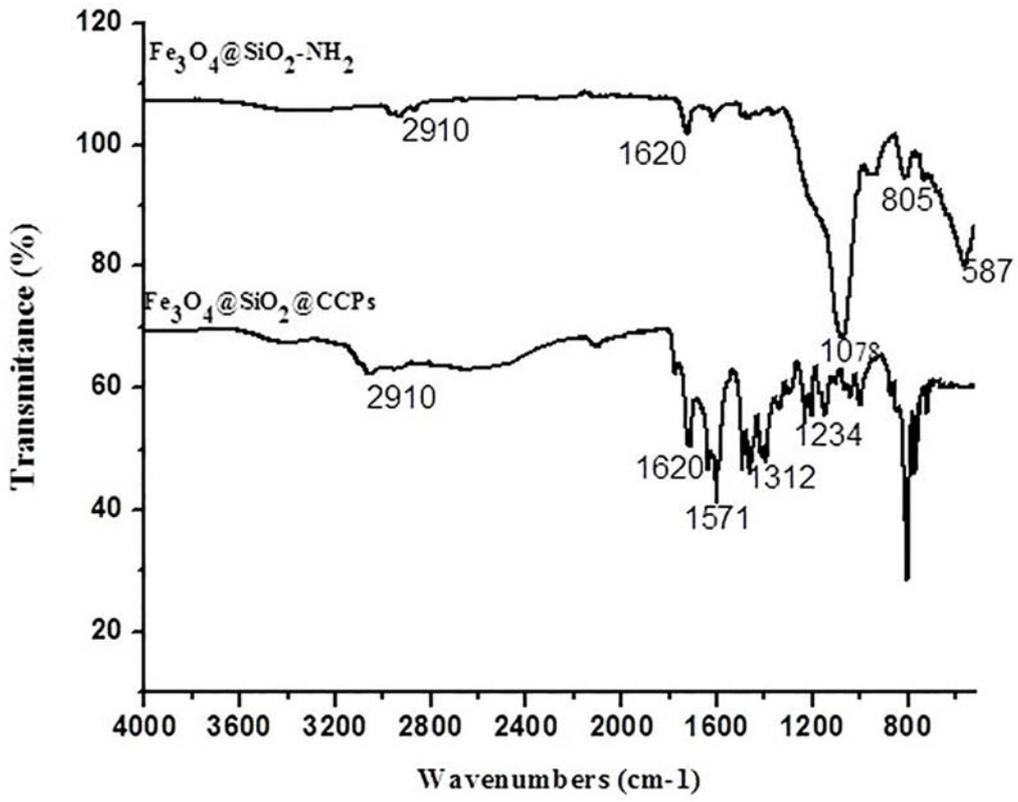


图3

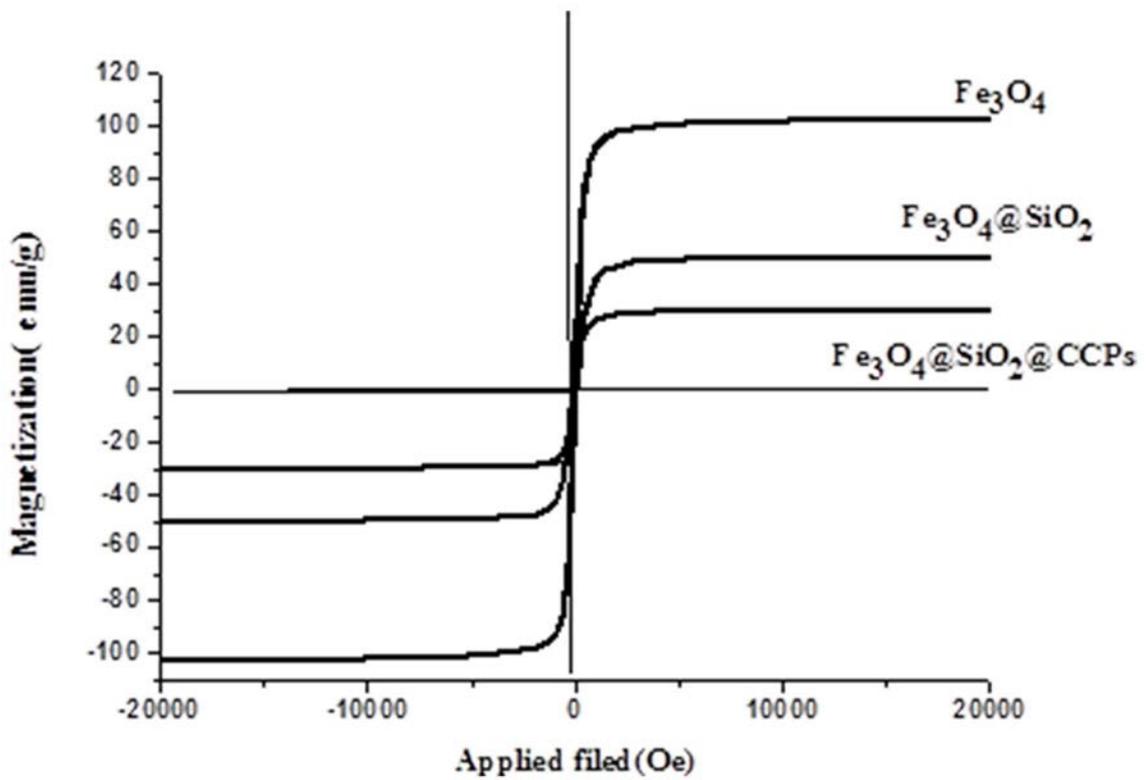


图4

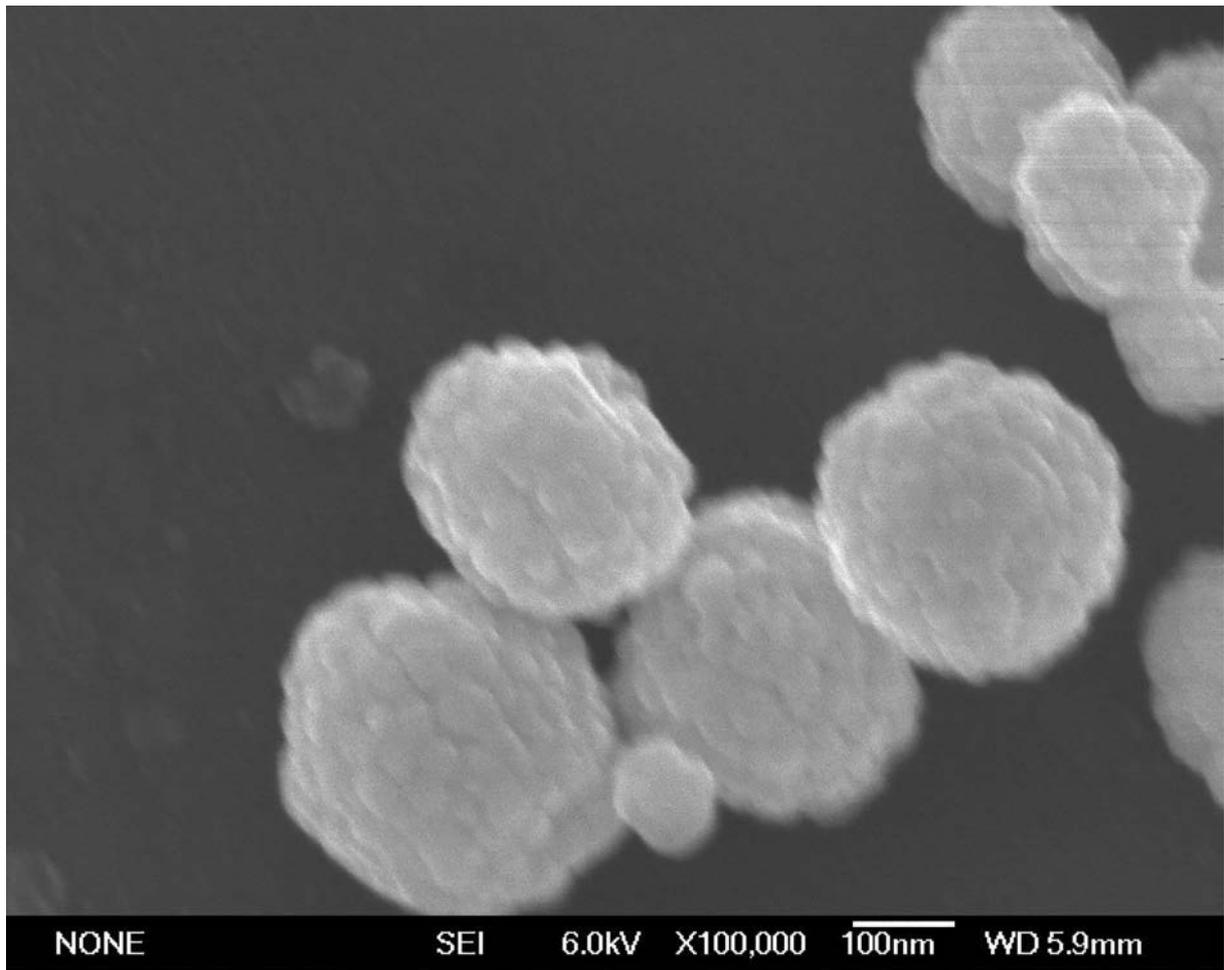


图5

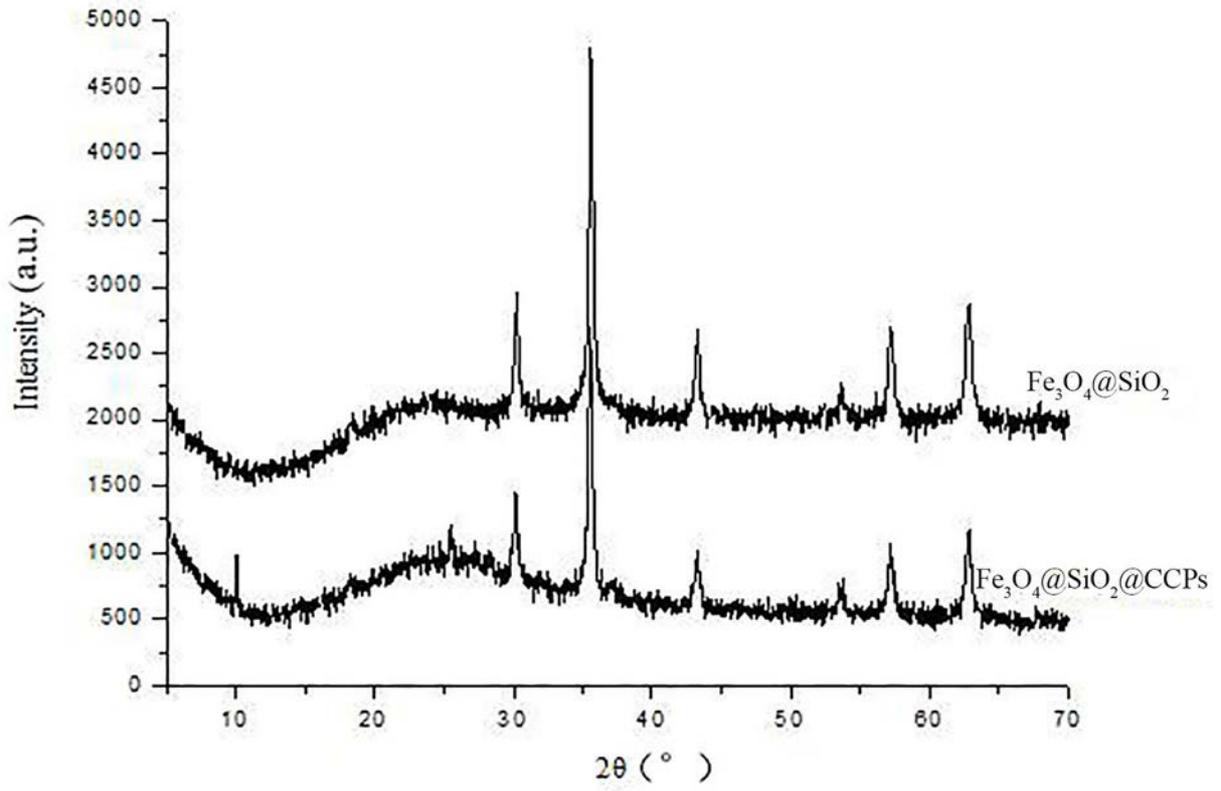


图6

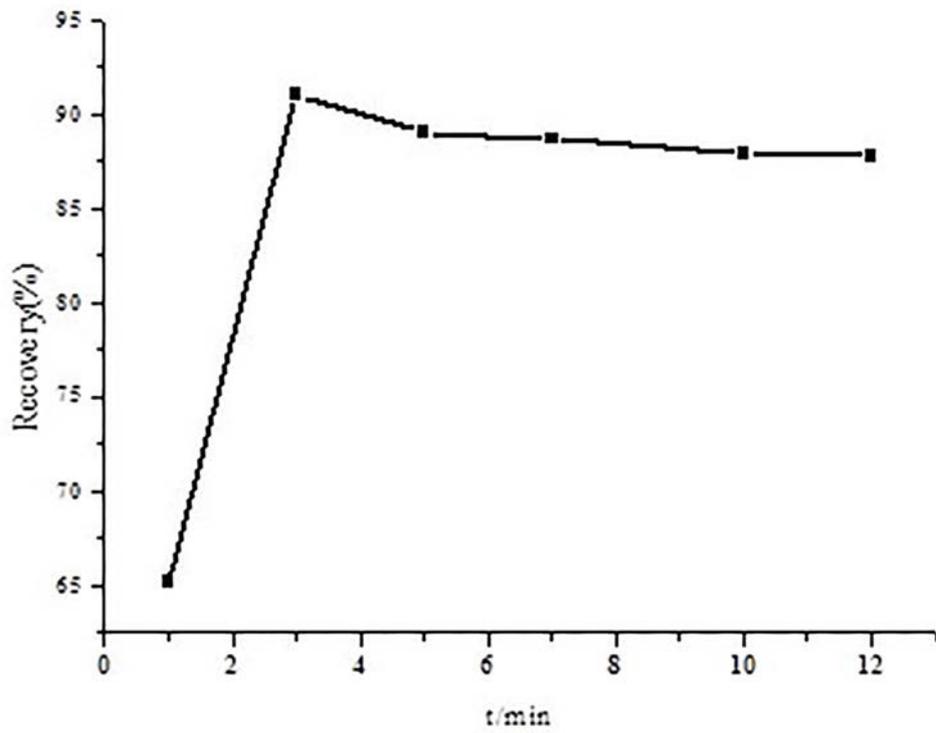


图7

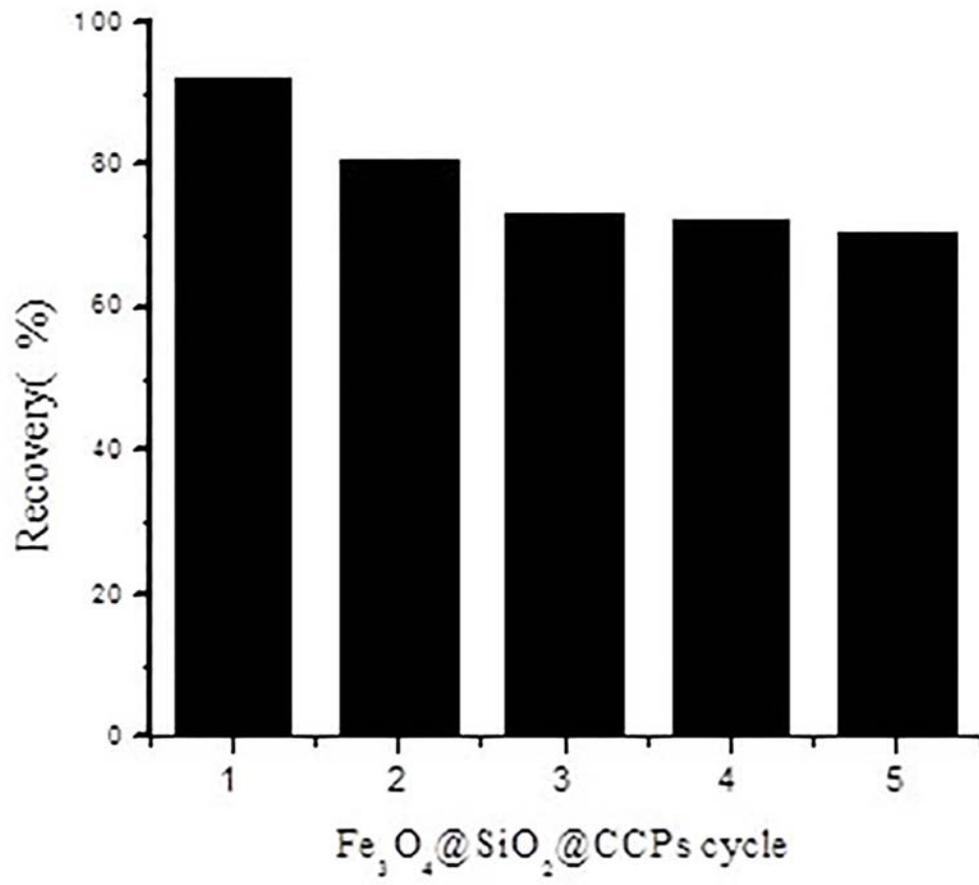


图8