

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
G01N 30/02 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810204210.7

[43] 公开日 2009年5月20日

[11] 公开号 CN 101435803A

[22] 申请日 2008.12.9

[21] 申请号 200810204210.7

[71] 申请人 中国科学院上海应用物理研究所
地址 201800 上海市嘉定区嘉罗公路2019号

[72] 发明人 李玉峰 李晴暖 黄庆 李文新

[74] 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司
代理人 邓琪

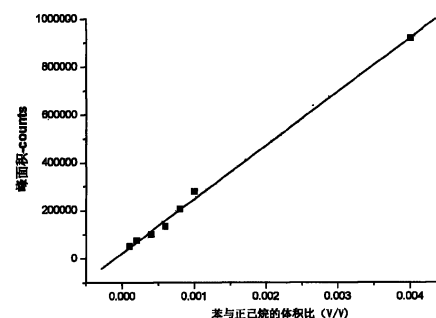
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

[54] 发明名称

一种测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法

[57] 摘要

本发明公开了一种测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，包括：首先利用超滤膜过滤苯溶液中反应后的碳纳米管，得到含有苯的滤液，作为实验组，以未加入碳纳米管的纯水苯溶液作为对照组；以环烷烃类为萃取剂萃取所述实验组和对照组溶液中的苯，萃取后的萃取液进样气相色谱分析，得到苯的峰面积；并建立苯与环烷烃类萃取剂不同体积比的峰面积的标准曲线，根据标准曲线中峰面积与他们的体积比之间的关系来确定萃取液中苯的体积；最后利用所述实验组和对照组的苯浓度的变化，得出单位质量的碳纳米管吸附苯的量。应用本发明的测量方法，可高效快捷的测量水相中碳纳米管吸附苯的量，为研究纳米材料的吸附性能提供科学数据和分析方法。



1.一种测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，包括如下步骤：

(1)利用超滤膜过滤苯溶液中反应后的碳纳米管，得到含有苯的滤液，作为实验组，以未加入碳纳米管的纯水苯溶液作为对照组；

(2)以环烷烃类为萃取剂萃取所述实验组和对照组溶液中的苯，萃取后的萃取液进样气相色谱分析，得到苯的峰面积；

(3)建立苯与环烷烃类萃取剂不同体积比的峰面积的标准曲线，根据标准曲线中峰面积与他们的体积比之间的关系来确定萃取液中苯的体积；

(4)利用所述实验组和对照组中苯浓度的变化，得出单位质量的碳纳米管吸附苯的量。

2.根据权利要求1所述的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，其特征在于，所述步骤(3)中建立苯与环烷烃类萃取剂不同体积比的峰面积的标准曲线包括

(1)配制苯与环烷烃类萃取剂的溶液；

(2)选取苯与环烷烃类萃取剂的若干体积比，用气相色谱测定相对应的峰面积，并以体积比为横坐标，峰面积为纵坐标；

(3)应用作图工具拟合出苯与环烷烃类萃取剂不同体积比的峰面积的标准曲线。

3.根据权利要求1或2所述的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，其特征在于，所述步骤(2)中的环烷烃类萃取剂是正己烷。

4.根据权利要求3所述的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，其特征在于，所述步骤(1)中苯溶液置于密闭容器中。

5.根据权利要求4所述的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，其特征在于，还包括将所述苯溶液经超声使其充分分散均匀。

6.根据权利要求5所述的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，其特征在于，还进一步包括将所述苯溶液在磁力搅拌器上室温搅拌16小时。

7.根据权利要求6所述的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，其特征在于，所述苯溶液中苯的含量是0.176g/100ml，碳纳米管的量是100mg。

8. 根据权利要求6所述的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法, 其特征在于, 所述苯溶液中苯的含量是 0.0879g/50ml, 碳纳米管的量是 10mg。

9. 根据权利要求6所述的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法, 其特征在于, 所述苯溶液中苯的含量 0.0435g/50ml, 碳纳米管的量是 5mg。

一种测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法

技术领域

本发明涉及一种纳米材料吸附性能测量方法，具体的说，涉及一种测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法。

背景技术

碳纳米管(Carbon Nanotube)是由碳原子形成的石墨烯片层卷成的无缝、中空的管体的一维量子材料，具有典型的层状中空结构特征，管身由六边形碳环微结构单元组成，端帽部分由含五边形的碳环组成的多边形结构。碳纳米管因其独特的结构(巨大的长径比，表面积比等)，而具有优异的电性质、吸附性和力学性能，在电子领域、储氢和复合材料方面具有广阔的应用前景。

目前，碳纳米管作为新型吸附剂用于吸附水溶液中有毒小分子有机物质已经受到科学家的关注。研究碳纳米管吸附性能，为提高其吸附性能提供科学数据，定量分析已经成为不可或缺的方法。然而，目前文献报道的涉及水相中测定碳纳米管吸附有机分子(特别是苯)的方法，大多是理论计算或紫外分光光度法。实际水相中碳纳米管和苯处在一个较理论计算设定边界复杂得多的环境，理论计算并不能真实反映碳纳米管的实际吸附性质及吸附量。而苯在水相中是不均一溶质，紫外分光光度计并不能准确测量其浓度，特别是在苯的含量极其少的情况下。

发明内容

本发明的目的在于提出一种新的测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，以便能准确的测量水相中苯的浓度，准确反应碳纳米管的实际吸附性质及吸附量。

为了达到上述目的，本发明的技术方案如下：

一种测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，包括如下步骤：

- (1) 利用超滤膜过滤苯溶液中反应后的碳纳米管，得到含有苯的滤液，作为实验组，以未加入碳纳米管的纯水苯溶液作为对照组；
- (2) 以环烷烃类为萃取剂萃取所述实验组和对照组溶液中的苯，萃取后的萃取液进样气相色谱分析，得到苯的峰面积；
- (3) 建立苯与环烷烃类萃取剂不同体积比的峰面积的标准曲线，根据标准曲线中峰面积与他们的体积比之间的关系来确定萃取液中苯的体积；
- (4) 利用所述实验组和对照组中苯浓度的变化，得出单位质量的碳纳米管吸附苯的量。

其中，步骤(2)中的环烷烃类萃取剂为正己烷。

应用本发明的测量方法，可高效快捷的测量水相中碳纳米管吸附苯的量，为研究纳米材料的吸附性能提供科学数据和分析方法。

附图说明

图 1：苯和正己烷的体积比与气相色谱中对应峰面积的关系标准曲线示意图。

具体实施方式

下面结合附图，给出本发明的较佳实施例，并予以详细描述，使能更好地理解本发明的功能、特点。

本发明中，测量水相中碳纳米管吸附苯量的方法，包括如下步骤：

首先，将一定量的碳纳米管超声分散于水溶液中，加入一定量的苯，密闭封口，超声分散。磁力搅拌器上室温搅拌 16 小时，使其充分作用。利用超滤膜过滤溶液中反应后的碳纳米管，得到的含有剩余苯的滤液，作为实验组。以未加入碳纳米管的纯水苯溶液作为对照组；然后，以环烷烃类为萃取剂分别萃取所述实验组和对照组溶液中的苯，萃取 3-5 次。收集萃取液，进样气相色谱分析。环烷烃类的萃取剂是正己烷，正己烷是很好的有机溶剂萃取剂，其优点在于毒性小，安全，苯在正己烷中有较大的溶解度，回收率高，可以达到实验要求。

其次，建立苯与正己烷不同体积比的峰面积的标准曲线，标准曲线是根

据苯与正己烷不同体积比对应的气相色谱中的峰面积值拟合出来的。参阅附图 1, 配制苯与环烷烃类萃取剂的溶液；选取苯与正己烷的溶液的若干体积比，分别为 0.0001, 0.0002, 0.0004, 0.0006, 0.0008, 0.001, 0.004, 用气相色谱测定相对应的峰面积，并以体积比为横坐标，峰面积为纵坐标；应用作图工具 Origin Pro 软件拟合出苯与正己烷不同体积比的峰面积的标准曲线。

具体数据如下：

苯与正己烷的体积比	峰面积值
0.0001	50244
0.0002	74566
0.0004	100554
0.0006	132917
0.0008	204463
0.001	277264
0.004	919223

实施例 1：单位质量多壁纳米管吸附苯量的测定

称取 100mg 多壁碳纳米管，直径为 20-40nm，长 2 μ m，加入装有 100ml 超纯水的闭口烧瓶，作为实验组。以装有 100ml 超纯水，且未加入碳纳米管的闭口烧瓶作为对照组。密封后超声 15 分钟，使其充分分散均匀，然后各加入 0.176g 苯，旋紧瓶塞，再次超声 5 分钟。溶液中苯的含量应既可以满足碳纳米管对苯的充分吸附，也不会大量剩余。将含有苯的水溶液在磁力搅拌器上室温搅拌 16 小时后，用超滤膜过滤实验组溶液中的碳纳米管，得到含有剩余苯的滤液。由于苯具有挥发性，所以装置要密闭性好，闭口烧瓶具有很好的密封性，可防止苯的挥发；较长时间的充分搅拌使苯在碳纳米管上达到吸附平衡。

用正己烷萃取实验组和对照组溶液中的苯，萃取后的萃取液分别进样气相色谱后，在相应的保留时间可以得到苯的峰面积，将对照组和实验组各自的苯的峰面积(Y)值代入标准曲线的拟合方程 $Y=23441.25+2.25 \times 10^8 X$ ，可以分别得到对照组和实验组中苯的体积分数(X)，若萃取剂为 50ml，则可知苯的

绝对量为 50X ml, 也就可以得出苯在对照组溶液中的浓度 C_0 和苯在实验组溶液中的浓度 C_e 。根据苯在对照组和实验组中浓度的变化, 通过下面的公式可求出每毫克多壁碳纳米管 (MWCNTs) 所吸附的苯的量 (q_e)。

$$q_e = (C_0 - C_e)V/m$$

V 是萃取液的总体积, m 是多壁碳纳米管的总重量。

本实施例中萃取液的体积 V 是 100ml, 对照组萃取液苯浓度设定为 C_0 , 实验组萃取液苯的浓度设定为 C_e 。通过标准曲线确定 C_0 和 C_e 。经过对本实施例的三次重复实验, 取三次实验结果的平均值, 每毫克多壁碳纳米管所吸附的苯的量是 0.1070 ± 0.038 mg ($n = 3$)。

实施例 2: 单位质量多壁碳纳米管吸附苯量的测定

称取 10mg 多壁碳纳米管放入装有 50ml 超纯水的闭口烧瓶中作为实验组, 以装有 50ml 超纯水, 且未加入碳纳米管的闭口烧瓶作为对照组。密封后超声 15 分钟, 然后各加入 0.0879g 苯, 旋紧瓶塞, 再次超声 5 分钟。实验步骤和计算方法同实施例 1。本实施例中萃取液的体积 V 是 50ml, 经过对本实施例的三次重复实验, 取三次实验结果的平均值, 每毫克多壁碳纳米管所吸附的苯的量是 0.1758 ± 0.012 mg ($n = 3$)。

实施例 3: 单位质量多壁碳纳米管吸附苯量的测定

称取 5mg 多壁碳纳米管放入装有 50ml 超纯水的闭口烧瓶中作为实验组, 以装有 50ml 超纯水, 且未加入碳纳米管的闭口烧瓶作为对照组。密封后超声 15 分钟, 然后各加入 0.0435g 苯, 旋紧瓶塞, 再次超声 5 分钟。实验步骤和计算方法同实施例 1。本实施例中萃取液的体积 V 是 50ml, 经过对本实施例的三次重复实验, 取三次实验结果的平均值, 每毫克多壁碳纳米管所吸附的苯的量是 0.1326 ± 0.023 mg ($n = 3$)。

以下为三个实施例的数据, 均为平均值。

实施例	C_0	C_e	V	m	q_e
1	0.1612mg/ml	0.1505mg/ml	100ml	100mg	0.1070 ± 0.038 mg
2	0.1843mg/ml	0.1492mg/ml	50ml	10mg	0.1758 ± 0.012 mg
3	0.0843mg/ml	0.0710mg/ml	50ml	5mg	0.1326 ± 0.023 mg

上述三个实施例的碳纳米管的量和苯的量各不同，由于不同量的碳纳米管和苯的反应体系对他们之间的相互作用会有影响，所以结果会不同，因此可考察不同浓度的碳纳米管和苯的吸附性质，应用本发明中的方法可以定量分析不同浓度的反应体系。本发明中的方法实用性强，操作方便，且准确度高。在分子量在 400 以下的物质，紫外的检测精度是 10^{-6} - 10^{-4} g/ml，而气相色谱的检测精度可以达到 10^{-11} - 10^{-13} g/ml。

前面提供了对较佳实施例的描述，以使本领域内的任何技术人员可使用或利用本发明。对该较佳实施例，本领域内的技术人员在不脱离本发明原理的基础上，可以作出各种修改或者变换。应当理解，这些修改或者变换都不脱离本发明的保护范围。

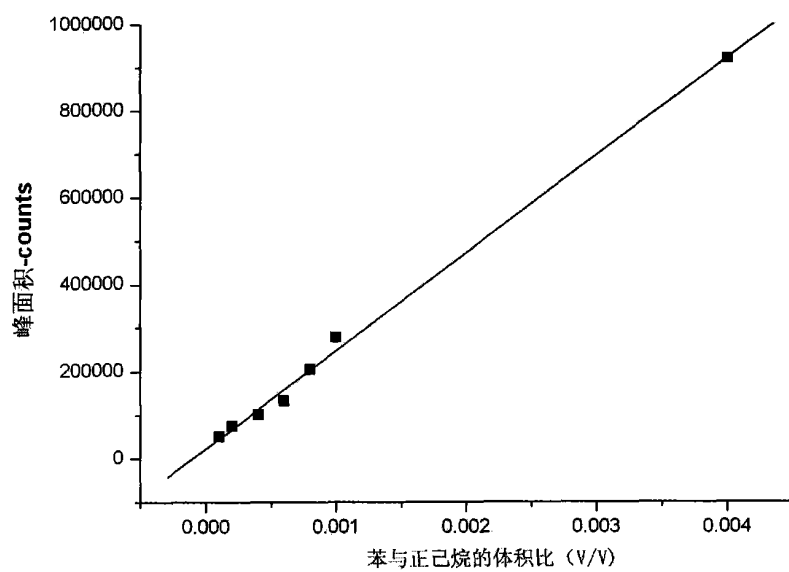


图 1