



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 13 180 T2** 2004.09.09

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 115 483 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 13 180.4**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US99/21113**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 945 665.0**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/15331**

(86) PCT-Anmeldetag: **13.09.1999**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **23.03.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **18.07.2001**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **26.11.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **09.09.2004**

(51) Int Cl.⁷: **B01J 20/28**
B01D 11/02, B01D 17/02

(30) Unionspriorität:
100242 P 14.09.1998 US

(73) Patentinhaber:
**3M Innovative Properties Co., Saint Paul, Minn.,
US**

(74) Vertreter:
**Patentanwälte von Kreisler, Selting, Werner et col.,
50667 Köln**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH, DE, FR, GB, IT, LI

(72) Erfinder:
**PERMAN, A., Craig, Woodbury, US; ANSERA, K.,
Taib, Saint Paul, US; WISTED, E., Eric, Apple
Valley, US; BERRIGAN, R., Michael, Oakdale, US;
JACOBSON, R., Jason, Cottage Grove, US;
BAYER, H., Glen, Cottage Grove, US**

(54) Bezeichnung: **EXTRAKTIONSEINHEITEN UND VERFAHREN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] Diese Erfindung betrifft Extraktionsartikel, insbesondere einen einstückigen mehrschichtigen Artikel zur Verwendung bei der Festphasenextraktion bei Isolierungs-, Trenn- und Analysetechniken. Die Erfindung bezieht sich auch auf Trenn- und Analyseverfahren unter Verwendung der Artikel sowie auf Verfahren zur Herstellung des einstückigen mehrschichtigen Artikels.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Im Allgemeinen hat die Technik der Trennverfahren, die Extraktion und Chromatographie beinhaltet, zwei Hauptziele. Eines ist Extraktion mit hoher Ausbeute und Rückgewinnung eines ins Auge gefassten Analyten, und das andere ist eine hohe Extraktions- und Elutionsgeschwindigkeit. Ein spezieller Typ der Extraktion, der für die Trennung verwendet wird, ist die Festphasenextraktion, die auch als SPE bekannt ist. SPE ist ein Verfahren der Probenvorbereitung, bei dem ein Analyt durch Absorption oder Adsorption an einem Festphasenmedium, das nur einmal verwendet wird, aus einer flüssigen Probe entfernt und konzentriert wird. Dann erfolgt die Elution des Analyten mit einem für die Analyse geeigneten Lösungsmittel. Zwei Vorrichtungen, die vermarktet werden, um die beiden oben beschriebenen konkurrierenden Zielsetzungen bei der SPE in ein ausgewogenes Verhältnis zu bringen, sind Kartuschen (wie diejenigen, die unter der Handelsbezeichnung Bakerbond Speedisk von J. T. Baker, Phillipsburg, NJ, erhältlich sind) und Scheiben (wie diejenigen, die unter der Handelsbezeichnung DFP-Scheiben von Whatman, Inc., Clifton, NJ, erhältlich sind).

[0003] Festphasenextraktionskartuschen bestehen typischerweise aus einer Säule von losem Sorbensmaterial als Extraktionsmedium. Dieses Sorbensmaterial hat eine ausreichende spezifische Oberfläche, um die Probleme der Probenverarbeitung unter Verwendung von Schwerkraft oder Vakuum zu reduzieren. Dieser Entwurf hat bestimmte inhärente Nachteile. Zum Beispiel können solche Kartuschen typischerweise eine kleine Querschnittsfläche der Extraktionsmedien, was zu einer langsamen Verarbeitung führt, sowie Kanalbildung, was die Retention des Analyten reduziert, aufweisen. Festphasenextraktionsscheiben weisen diese Nachteile nicht auf.

[0004] Kommerzielle Festphasenextraktionsscheiben enthalten teilchenbeladene Membranen mit verschiedenen Durchmessern als Extraktionsmedium. Eine solche Scheibe umfasst zum Beispiel eine Membran, die Sorbenteilchen (z. B. C8- und C18-gebundene Siliciumoxidteilchen) enthält, die in einem Vlies aus Poly(tetrafluorethylen)-(PTFE)-Mikrofibrillen immobilisiert sind. Eine andere solche Scheibe enthält ein Vlies aus Glasmikrofasern, die mit chemisch gebundenen Siliciumoxidsorbentien, wie C18-Aliphaten, imprägniert sind. Für die allgemeine Verwendung können SPE-Scheiben auf einer Glas- oder Polymerfrittscheibe als Träger in einer Standardfiltrationsapparatur verwendet werden, wobei man ein Vakuum verwendet, um den gewünschten Strom der Probe durch die Scheibe zu erzeugen.

[0005] Die meisten kommerziellen SPE-Produkte sind zur Verwendung mit einem getrennten Vorfilter vorgesehen, wenn die interessierende Probe (z. B. Abwasser) eine wesentliche Menge an festem Material (z. B. suspendierte Feststoffe) enthält, das das SPE-Medium verstopfen könnte. Kommerzielle Vorfilter sind typischerweise aus Naturfasern, wie Cellulosen, Glasfasern oder synthetischen thermoplastischen Fasern, wie Polypropylen, Polyester und Polyethylenterephthalat, aufgebaut. Typischerweise sollen diese Vorfilter verhindern, dass das SPE-Medium verstopft wird. Die Vorfilter werden typischerweise getrennt von den SPE-Produkten geliefert.

[0006] Es werden immer noch SPE-Produkte benötigt, die in der Lage sind, hohe Ausbeuten von Analyten aus einer flüssigen Probe zu erreichen, während hohe Probendurchsatzraten mit wenig oder keiner Verstopfung der Scheibe während der Verwendung aufrechterhalten werden. Letzteres Problem kann eine effektive Analyse verhindern. Dies gilt insbesondere für die Extraktion von unpolaren, kohlenwasserstoffextrahierbaren Analyten aus Wasser. Die leichte Verwendung und Einfachheit des Verfahrens sind ebenfalls wichtige Aspekte für den Endverbraucher. Weitere Faktoren, die der Verbraucher bei der Wahl der Extraktionsmedien vielleicht berücksichtigt, sind die Fähigkeit zur Verwendung mit einer Vielzahl von Geräten und Glaswaren einschließlich einer automatischen Analyseapparatur. Die vorliegende Erfindung stellt eine Extraktionsscheibe bereit, die eines oder mehrere dieser Merkmale aufweist.

Kurzbeschreibung der Erfindung

[0007] Diese Erfindung stellt einen einstückigen mehrschichtigen Artikel zur Verwendung bei Extraktions-, Isolierungs-, Trenn- und Analysetechniken bereit. In einem Aspekt stellt die Erfindung einen Artikel bereit, der eine erste poröse Trägerschicht umfasst, die an wenigstens einer Befestigungsstelle thermomechanisch an einer zweiten porösen Trägerschicht befestigt (vorzugsweise zusammengeschweißt) ist, wobei dazwischen ein

Festphasen-Extraktionsmedium mit einem Fluorpolymer (vorzugsweise in Form einer Membran) angeordnet ist. Vorzugsweise besteht wenigstens eine der porösen Trägerschichten aus einem thermoplastischen Material.

[0008] Obwohl die hier speziell beschriebenen Extraktionsartikel drei Schichten umfassen, können gewünschtenfalls auch mehr als drei Schichten in die Artikel eingebaut werden, solange von den hier beschriebenen drei Schichten (erste poröse Trägerschicht, zweite poröse Trägerschicht und SPE-Medium) jeweils wenigstens eine vorhanden ist. Die hier speziell beschriebenen mehrschichtigen Artikel können in einer Vielzahl von Gestalten und Formen einschließlich kreisförmiger Scheiben, Quadrate, Ovale usw. auftreten.

[0009] Das Fluorpolymer-Festphasenextraktions-(SPE)-Medium kann in einer Vielzahl von Formen vorliegen, wie Fasern, teilchenförmiges Material, Membran, anderes poröses Material mit einer hohen spezifischen Oberfläche oder Kombinationen davon. Vorzugsweise liegt das SPE-Medium in Form einer Membran vor, die eine Fibrillenmatrix mit darin verstrickten saugfähigen Teilchen umfasst. Die Fibrillenmatrix ist typischerweise eine verwirte Masse von Mikrofasern mit offener Struktur. Die saugfähigen Teilchen bilden typischerweise das aktive Material. "Aktiv" bedeutet, dass das Material in der Lage ist, einen interessierenden Analyten einzufangen und entweder durch Adsorption oder Absorption festzuhalten. Die Fibrillenmatrix selbst kann ebenfalls das aktive Material bilden, obwohl dies typischerweise nicht so ist. Weiterhin kann die Fibrillenmatrix für erhöhte Fließgeschwindigkeiten auch inaktive Teilchen, wie Glaskügelchen oder andere Materialien, enthalten.

[0010] Die porösen Trägerschichten können aus einer Vielzahl von porösen Materialien bestehen, die den Fluss der Flüssigkeit der interessierenden Probe nicht wesentlich behindern. Typischerweise sind diese Materialien solche, die in der Lage sind, das Festphasenextraktionsmedium während der Handhabung und Verwendung vor Abrieb und Verschleiß zu schützen. Das Material sollte ausreichend porös sein, damit die flüssige Probe hindurchfließen kann, und vorzugsweise sollte es in der Lage sein, innerhalb des SPE-Mediums enthaltene Teilchen zurückzuhalten. Vorzugsweise bestehen die Trägerschichten aus einem Vliesmaterial. Es ist außerdem bevorzugt, dass die erste und die zweite Trägerschicht eine sehr ähnliche Zusammensetzung (im Gegensatz zu Struktur) haben und besonders bevorzugt identisch sind.

[0011] In einer bevorzugten Ausführungsform ist eine der porösen Trägerschichten eine Vorfilterschicht, die vorzugsweise aus einem Vliesmaterial besteht. (Zur leichteren Beschreibung wird hier die erste poröse Trägerschicht als bevorzugte poröse Trägerschicht, die ein Vorfilter ist, bezeichnet; jedoch kann entweder die erste oder die zweite poröse Trägerschicht ein Vorfilter sein.) Besonders bevorzugt ist die erste poröse Trägerschicht ein Vlies aus geblasenen Mikrofasern, am meisten bevorzugt schmelzgeblasene Mikrofasern. Solche "schmelzgeblasenen Mikrofasern" oder "BMF" sind diskrete feine Fasern, die hergestellt werden, indem man ein flüssiges faserbildendes Material durch feine Öffnungen in einer Düse extrudiert, das extrudierte Material in einen schnell strömenden Gasstrom leitet, um es abzuschrecken, und dann die Masse der Fasern verfestigt und auffängt. In bevorzugten Ausführungsformen umfasst die Vorfilterschicht ein Vlies aus schmelzgeblasenen Polyolefinfasern, insbesondere Polypropylenfasern.

[0012] In Ausführungsformen, bei denen eine der porösen Trägerschichten ein Vorfilter ist, hat der Vorfilter vorzugsweise die folgenden Merkmale: eine Festigkeit von nicht mehr als etwa 20%, eine Dicke von wenigstens etwa 0,5 Millimeter (mm) und eine flächenbezogene Masse von wenigstens etwa 70 g/m². Der hier verwendete Ausdruck "Festigkeit" bezieht sich auf die Menge an festem Material in einem gegebenen Volumen und wird berechnet, indem man die Beziehung zwischen Gewicht und Dickenmessungen von Vliesen verwendet. Das heißt, Festigkeit ist gleich der Masse eines Vlieses, dividiert durch die Polymerdichte, dividiert durch das Volumen des Vlieses und wird als Prozentanteil des Volumens angegeben. Die Dicke bezieht sich auf die Abmessung des Vorfilters, durch den die interessierende Probe fließt, und wird in mm angegeben. Die flächenbezogene Masse bezieht sich auf die Masse des Materials pro Flächeneinheit und wird in g/m² angegeben.

[0013] Die einstückigen mehrschichtigen Extraktionsscheiben können in einer Vielzahl von Festphasenextraktionsverfahren verwendet werden, um ein breites Spektrum von Analyten aus einer Vielzahl von flüssigen Proben (die gegebenenfalls teilchenförmiges Material enthalten) zu entfernen. Vorzugsweise werden sowohl das Festphasenextraktionsmedium als auch das Vorfilter so gewählt, dass der interessierende Analyt entfernt wird. Das heißt, in bestimmten bevorzugten Extraktionsverfahren wird ein Vorfilter so gewählt, dass es das Einfangen des ins Auge gefassten Analyten unterstützt, wodurch die Ausbeute erhöht wird. In bestimmten bevorzugten Ausführungsformen ist der Artikel der Erfindung für die Entfernung von kohlenwasserstoffextrahierbaren Stoffen (z. B. unpolaren Kohlenwasserstoffen, wie Öl und Fett) aus einer flüssigen Probe (z. B. Wasser) zu entfernen. Eine solche Ausführungsform beinhaltet eine Vorfilterschicht, eine Fibrillenmatrix aus Polytetrafluorethylen (PTFE, wie Teflon), die sowohl C18-gebundene Siliciumoxidteilchen als auch Glaskügelchen enthält, und eine Trägerschicht. Der Vorfilter ist ein Vlies aus einer aus einem Polyolefin (z. B. Polypropylen oder Polyethylen) geblasenen Mikrofaser, das sowohl als Tiefenfilter wie auch als Medium zur Unterstützung des Einfangens der kohlenwasserstoffextrahierbaren Stoffe wirken kann. Diese Kombination eines Vorfilters mit der PTFE-Fibrillenmatrix und den C18-gebundenen Siliciumoxidteilchen führt zu Extraktionen mit hoher Effizienz. Obwohl diese Vorfiltergestaltung nicht auf die Kohlenwasserstoffanalyse beschränkt ist, resultiert ein synergistischer Effekt aus der Verwendung eines Vorfilters, der in der Lage ist, zusammen mit einer C18-PTFE-Mem-

bran unpolare Kohlenwasserstoffmaterialien aus Wasser zu sorbieren. In anderen Anwendungen beruht die Wirkung des Vorfilters vielleicht nur auf seiner Fähigkeit, zum Beispiel als Filter für suspendierte Feststoffe und nicht als Hilfsmittel für die Sorptionsfähigkeiten des Festphasenextraktionsmediums zu fungieren.

[0014] Die vorliegende Erfindung stellt auch Verfahren zum Extrahieren eines Analyten aus einer Probe unter Verwendung des einstückigen mehrschichtigen Festphasen-Extraktionsartikels sowie Verfahren zur Herstellung des Artikels bereit.

[0015] Das Verfahren zur Herstellung eines einstückigen mehrschichtigen Extraktionsartikels der vorliegenden Erfindung beinhaltet die thermomechanische Befestigung der ersten porösen Trägerschicht an der zweiten porösen Trägerschicht. In einer bevorzugten Ausführungsform wird ein Ultraschallschweißgerät verwendet, um die thermomechanische Befestigungsstelle zwischen den beiden Trägerschichten zu bilden. Das SPE-Medium ist innerhalb der thermomechanischen Befestigungsstelle gebunden. Vorzugsweise werden bei dem Schweißverfahren im Wesentlichen gleichzeitig die porösen Trägerschichten aneinander befestigt, während das SPE-Medium eingefangen wird, und der Artikel in seine Form und Abmessung gebracht.

[0016] In einer bevorzugten Ausführungsform stellt die vorliegende Erfindung ein Verfahren zum Ultraschallschweißen eines einstückigen mehrschichtigen Extraktionsartikels bereit, das die folgenden Schritte umfasst: a) Stapeln einer ersten porösen Trägerschicht, einer zweiten porösen Trägerschicht und dazwischen einer Schicht aus Festphasen-Extraktionsmedium, die ein Fluorpolymer umfasst, b) Positionieren des Stapels von Schichten in einem Ultraschall-Schweißgerät, das einen Amboss und ein Ultraschallhorn umfasst, und c) Einklemmen des Stapels von Schichten zwischen dem Amboss und dem Horn unter Bildung einer thermomechanischen Befestigungsstelle zwischen der ersten und der zweiten porösen Trägerschicht, wobei das Festphasen-Extraktionsmedium innerhalb der thermomechanischen Befestigungsstelle gebunden ist.

Kurzbeschreibung der Zeichnungen

[0017] **Fig. 1** ist ein Querschnitt eines einstückigen mehrschichtigen Extraktionsartikels der vorliegenden Erfindung.

[0018] **Fig. 2** ist eine Querschnittsansicht eines Teils einer Ultraschall-Schweißapparatur zur Herstellung eines einstückigen mehrschichtigen Extraktionsartikels vor dem Schweißen.

[0019] **Fig. 3** ist eine Querschnittsansicht eines Teils einer Ultraschall-Schweißapparatur zur Herstellung eines einstückigen mehrschichtigen Extraktionsartikels während des Schweißens.

[0020] **Fig. 4** ist eine Explosionsansicht des Abschnitts A von **Fig. 3**.

Ausführliche Beschreibung von bevorzugten Ausführungsformen

[0021] Wir beziehen uns nun auf **Fig. 1**. Die vorliegende Erfindung stellt einen einstückigen mehrschichtigen Extraktionsartikel **10** bereit, der eine erste poröse Trägerschicht **12** und eine zweite poröse Trägerschicht **14**, die an wenigstens einer Befestigungsstelle thermomechanisch daran befestigt ist, wobei dazwischen ein Festphasen-Extraktionsmedium **18** angeordnet ist. Das Festphasen-Extraktionsmedium umfasst ein Fluorpolymer, und wenigstens entweder die erste poröse Trägerschicht **12** oder die zweite poröse Trägerschicht **14** besteht aus einem thermoplastischen Material. Sowohl die erste poröse Trägerschicht **12** als auch die zweite poröse Trägerschicht **14** befinden sich in innigem Kontakt mit dem SPE-Medium **18**. Vorzugsweise befindet sich die thermomechanische Befestigungsstelle am Umfang **16** des Artikels **10**. Das Festphasen-Extraktionsmedium **18** umfasst vorzugsweise eine Fibrillenmatrix **20** und darin verstrickte sorptive Teilchen **22**. Gegebenenfalls, aber vorzugsweise, kann die Fibrillenmatrix **20** auch inaktive (d. h. nichtsorptive) Teilchen, wie Glaskügelchen, enthalten. Die Fibrillenmatrix **20** ist eine verwirte Masse von Mikrofasern mit offener Struktur. Die sorptiven Teilchen **22** sind in der Lage, einen interessierenden Analyten entweder durch Adsorption oder durch Absorption aufzunehmen und festzuhalten.

[0022] Die erste poröse Trägerschicht **12** kann aus einer Vielzahl von porösen Materialien bestehen. Es handelt sich vorzugsweise um ein Vlies und besonders bevorzugt ein geblasenes Mikrofaservlies. Vorzugsweise umfasst das geblasene Mikrofaservlies Polyolefinfasern und besonders bevorzugt Polypropylenfasern obwohl gegebenenfalls auch andere Polymere verwendet werden können.

[0023] In einer bevorzugten Ausführungsform ist die erste poröse Trägerschicht ein Vorfilter, das teilchenförmiges Material, wie suspendierte Feststoffe, aus einer interessierenden Probe, wie Abwasser, entfernt. Der Vorfilter reduziert vorzugsweise die Verstopfung des Festphasenextraktionsmediums, die ansonsten die Extraktionszeiten erhöhen würde. Vorzugsweise und bedeutsamerweise unterstützt der Vorfilter in bestimmten Ausführungsformen auch das Einfangen des interessierenden Analyten, wie unpolarer kohlenwasserstoffextrahierbarer Stoffe, was die Sorptionskapazität der einstückigen mehrschichtigen Extraktionsscheibe erhöht. Bei dieser Anordnung bestehen der Vorfilter und das innere Festphasenextraktionsmedium aus Materialien, die ähnliche Sorptionseigenschaften für den interessierenden Analyten haben. Alternativ dazu kann der Vorfilter auch verwendet werden, um Kontaminanten abzufangen, die die Analyse des gewünschten Analyten, der

durch das innere Festphasenextraktionsmedium eingefangen wird, stören könnten. Bei dieser Anordnung bestehen der Vorfilter und das innere Festphasenextraktionsmedium aus Materialien, die unterschiedliche Sorptionseigenschaften für den interessierenden Analyten aufweisen.

[0024] Die zweite poröse Trägerschicht **14** unterstützt die Reduktion des Abriebs des inneren Festphasenextraktionsmediums, während die Scheibe verwendet und gehandhabt wird. Die Trägerschicht **14** kann eine Vielzahl von porösen Materialien enthalten. Typischerweise handelt es sich um ein Vlies und vorzugsweise ein MikrofaserVLies, besonders bevorzugt ein schmelzgeblasenes MikrofaserVLies. Für eine effektivere Bindung durch Ultraschallschweißen enthält das Material der ersten und der zweiten porösen Trägerschicht vorzugsweise ähnliche Typen von polymerem Material. Vorzugsweise bestehen die Trägerschichten aus demselben polymeren Material.

[0025] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden die beiden porösen Trägerschichten **12** und die Schicht **14** durch Ultraschallschweißen miteinander verbunden, wobei ein Festphasenextraktionsmedium dazwischen eingeschlossen wird, und bilden eine einstückige integrale Einheit. Die zwei (oder mehr) äußeren Schichten können alternativ dazu auch unter Verwendung einer HeiÙpresse miteinander verbunden werden. Vorzugsweise können beide Verfahren verwendet werden, um die Kanten zu schneiden und unter Bildung einer einzigen Einheit miteinander zu verschmelzen.

[0026] Bei bevorzugten Ausführungsformen war die Fähigkeit, eine Befestigungsstelle zu schaffen, in die eine Schicht mit niedriger Oberflächenenergie (z. B. PTFE) zusammen mit Schichten mit höherer Oberflächenenergie (z. B. Polypropylen) eingebaut ist, unerwartet. Es wurde angenommen, dass die Anwesenheit des Materials mit der niedrigen Oberflächenenergie eine effektive Bindung zwischen den zwei (oder mehr) äußeren Schichten verhindert oder hemmt.

Poröse Trägerschichten

[0027] Der einstückige mehrschichtige SPE-Artikel der Erfindung umfasst eine erste und eine zweite poröse Trägerschicht. Gegebenenfalls kann eine der Trägerschichten ein Textilstoff, d. h. eine dünne poröse Trägerschicht, sein. Als Textilstoff sorgt die Trägerschicht für eine Unterstützung des SPE-Mediums und hilft dabei, das SPE-Medium vor einem potentiell beschädigenden Abrieb während Transport und Handhabung zu schützen. Diese Unterstützung und der Schutz werden erreicht, indem man die porösen Trägerschichten innig mit dem SPE-Medium in Kontakt bringt und indem man die erste und die zweite Trägerschicht mit dem dazwischen angeordneten SPE-Medium thermomechanisch aneinander befestigt. Vorzugsweise befindet sich die thermomechanische Befestigung an einem Rand des Artikels. In einer bevorzugten Ausführungsform, bei der der Artikel in Form einer kreisförmigen Scheibe vorliegt, befindet sich die thermomechanische Befestigung am Umfang der Scheibe, besonders bevorzugt um den gesamten Umfang der Scheibe herum. Vorzugsweise ist wenigstens ein Teil des SPE-Mediums zwischen den beiden porösen Trägerschichten eingeklemmt oder eingekleilt, um die Verzerrung des SPE-Mediums, während es gehandhabt wird, zu reduzieren.

[0028] Die porösen Trägerschichten können aus jedem geeigneten Material bestehen, das das Fließen von Wasser oder einer anderen Probenflüssigkeit durch das Vlies nicht übermäßig einschränkt oder die Funktion des SPE-Mediums in irgendeiner anderen Weise beeinträchtigt. Das Material für die beiden porösen Trägerschichten sollte so gewählt werden, dass sie thermomechanisch aneinander befestigt werden können. Vorzugsweise besteht wenigstens eine der porösen Trägerschichten aus einem thermoplastischen polymeren Material. Besonders bevorzugt umfassen sowohl die erste als auch die zweite poröse Trägerschicht einen ähnlichen Typ von thermoplastischem polymerem Material, und am meisten bevorzugt bestehen die Schichten aus demselben thermoplastischen polymeren Material. Zu den geeigneten thermoplastischen polymeren Materialien gehören Polycarbonate, Polyester, Polyamide und Polyolefine, wie Polyethylen, Polypropylen, Ethylen/Propylen-Copolymere und Gemische davon. Die Copolymere umfassen hier statistische, Block-, gepropfte usw. Polymere, die aus zwei oder mehr verschiedenen Typen von Monomeren hergestellt werden.

[0029] Das thermoplastische polymere Material wird vorzugsweise in Form eines Faservlieses bereitgestellt. Ein solches Fasermaterial kann entweder aus spinngelbondeten oder spinngellegten Fasern, geblasenen Mikrofaseren oder dergleichen bestehen. Ein Vlies aus schmelzgeblasener Mikrofaser (BMF) ist besonders bevorzugt.

[0030] Vorzugsweise besteht wenigstens eine der porösen Trägerschichten aus Polypropylen mit einer flächenbezogenen Masse von etwa 14 g/m² bis etwa 70 g/m² und besonders bevorzugt etwa 17 g/m² bis etwa 34,0 g/m². Die Dicke ist typischerweise kleiner als etwa 1 mm.

[0031] Die porösen Trägerschichten können geprägt sein, wenn dies für eine erhöhte Festigkeit gewünscht wird. Zum Beispiel kann eine HeiÙprägung an Punkten mit einer Fläche von ungefähr 0,006 cm², deren Mitten ungefähr 1,25 mm voneinander entfernt sind, durchgeführt werden. Die porösen Trägerschichten sollten ausreichend Porosität haben, um ein ungehindertes Fließen zu ermöglichen. Zu den Materialien, die für die Trägerschichten geeignet und kommerziell erhältlich sind, gehört ein Vlies, das von BBA Nonwovens in Simpsonville, SC, unter dem Produktnamen Celestra erhältlich ist.

[0032] In einer bevorzugten Ausführungsform ist eine der porösen Trägerschichten ein Vorfilter. Es gibt zwei Grundtypen von mechanischen Filtermechanismen, Oberflächen- und Tiefenfiltration. Filtration findet statt, wenn die Porosität eines Filtermediums die Trägerflüssigkeit durch die Poren des Mediums selbst treten lässt, während größere Teilchen (Schmutz oder suspendierte Feststoffe) auf der stromaufwärts gelegenen Fläche des Filtermediums zurückgehalten werden. Wenn die Teilchen nicht durch den verschlungenen Weg des Filtermediums treten können, bleiben sie in dem Filter stecken, was die Gesamtporosität für das Fließen von Flüssigkeit reduziert.

[0033] Die Oberflächenfiltration funktioniert durch direktes Abfangen der Teilchen, was die effektive Porengröße des Filters reduziert. Ein Kuchen oder eine Schicht aus den Teilchen bildet sich auf der Oberfläche und bildet ein Filtrationsmedium mit einer immer kleineren Porengröße, bis das Fließen der Flüssigkeit schließlich aufhört und der Filter als verstopft angesehen wird.

[0034] Tiefenfiltration findet statt, wenn eine erhebliche Menge der Dicke oder des Hohlraumvolumens (oder der Schmutzhaltekapazität) durch das Filtermedium bereitgestellt wird, so dass ein längerer und zufälliger Weg für das Fließen der Flüssigkeit auftritt. Dadurch entstehen mehr Möglichkeiten zum Zurückhalten der Teilchen sowie zum direkten Abfangen dieser Teilchen innerhalb der Dicke des Filtermaterials. Ein Tiefenfilter ist effektiver beim Reduzieren der Verstopfung, da es mehr Tiefenbeladung der Teilchen (Schmutz) anstelle des Abfangens an der Oberfläche und anschließender Kuchenentwicklung gibt. Die Trägerflüssigkeit ist noch in der Lage, einen Weg durch das Filtrationsmedium zu finden. In einem tiefen Filter werden im Allgemeinen größere Teilchen häufig zuerst abgefangen, während die kleineren Teilchen tiefer in die Poren des Filtermediums eindringen, bevor sie darin stecken bleiben.

[0035] Die Vorfilter-Trägerschicht der vorliegenden Erfindung kann als Tiefenfilter fungieren. Dadurch ist sie besonders gut für die Bewertung von Wasser aus der Umwelt oder von biologischen Proben, die suspendierte Feststoffe mit einer breiten Teilchengröße-Verteilung enthalten, geeignet.

[0036] Um die Funktion der Vorfilter-Trägerschicht als Tiefenfilter zu verstärken, werden verschiedene Eigenschaften in ein ausgewogenes Verhältnis gebracht, um ein Verstopfen zu vermeiden und die Filtration zu verstärken. Zu diesen Merkmalen gehören Festigkeit, Dicke, flächenbezogene Masse, internes Porenvolumen, Faserdurchmesser usw.

[0037] Zum Beispiel ergibt ein kleinerer Faserdurchmesser eine größere spezifische Oberfläche, die für die Ölextraktion zur Verfügung steht. Fasern mit kleineren Durchmessern bilden jedoch weniger dichte Vliese, und die Fasern können zerbrechlicher sein. Fasern mit größeren Durchmessern ergeben eine größere Festigkeit und eine bessere Retention der Form. Vorzugsweise haben die Fasern der Vorfilter-Trägerschicht einen Durchmesser von wenigstens etwa 0,1 µm, besonders bevorzugt 1 µm und am meisten bevorzugt 7 µm. Vorzugsweise ist der Faserdurchmesser nicht größer als etwa 20 µm, besonders bevorzugt 15 µm und am meisten bevorzugt 12 µm.

[0038] Vorzugsweise hat die Vorfilter-Trägerschicht eine Festigkeit von nicht mehr als etwa 20%, besonders bevorzugt nicht mehr als etwa 15% und am meisten bevorzugt nicht mehr als etwa 10%. Vorzugsweise beträgt die Festigkeit wenigstens etwa 5%. Vorzugsweise hat der Vorfilter eine Dicke von wenigstens etwa 0,5 mm, besonders bevorzugt wenigstens etwa 1 mm und am meisten bevorzugt wenigstens etwa 2 mm. Vorzugsweise ist die Dicke nicht größer als etwa 0,5 mm. Vorzugsweise hat der Vorfilter eine flächenbezogene Masse von wenigstens etwa 70 g/m², besonders bevorzugt wenigstens etwa 100 g/m² und am meisten bevorzugt wenigstens etwa 200 g/m². Vorzugsweise ist die flächenbezogene Masse nicht größer als etwa 300 g/m².

[0039] Diese Parameter tragen zum Hohlraumvolumen des Vorfilters bei. Zum Beispiel trägt eine Dicke von wenigstens etwa 0,5 mm dazu bei, ein hohes internes Hohlraumvolumen aufrechtzuerhalten. Ein hohes internes Hohlraumvolumen erlaubt eine große spezifische Oberfläche und verschlungene Wege für den Analyten mit wenig oder keinem Druckabfall.

[0040] Eine Vielzahl von Fasermaterialien kann verwendet werden, um die Vorfilter-Trägerschicht der vorliegenden Erfindung herzustellen. Die Wahl des Materials, das bei der Herstellung des Vorfilters verwendet wird, kann zum Beispiel in Bezug auf die Polarität an den extrahierten Analyten angepasst werden, wenn man wünscht, die Extraktion zu verstärken. Alternativ dazu kann sie auch an Kontaminanten angepasst werden, die die quantitative oder qualitative Bewertung des interessierenden Analyten beeinträchtigen können. Zur Verstärkung der Abtrennung und Analyse von hexanextrahierbaren Stoffen, wie Öl und Fett, sind zum Beispiel Polyolefine, wie Polypropylen, Polyethylen, Polybutylen, halogenierte Derivate davon und Gemische oder Copolymere davon geeignet. Polypropylen ist ein besonders bevorzugtes Material, da es sich leicht verarbeiten lässt. Weitere geeignete Materialien sind Polycarbonate, Polyester, Polystyrol, Polyamid und dergleichen. Gemische oder Copolymere von verschiedenen Materialien können ebenfalls verwendet werden.

[0041] Die Vorfilter-Trägerschicht kann aus spinngebondeten Fasern, kandierte Fasern, spinngelegten oder spinngeflochtenen Fasern, geblasenen Mikrofasern oder dergleichen bestehen. Ein Vlies aus geblasener Mikrofaser (BMF) ist bevorzugt. Zur Herstellung eines BMF-Vlieses ist ein Harz mit einem Schmelzflussindex von etwa 43 bis etwa 400 besonders bevorzugt. Kommerziell erhältliche Beispiele für Harze können von Fina Petroleum in Houston, TX, erhalten werden. Ein bevorzugtes Polypropylenharz ist unter der Handelsbezeichnung

FINA 3860 erhältlich.

[0042] Mikrofaservliese werden im Allgemeinen durch Schmelzblastetechniken gebildet, wie sie bei Wente, Van A., Super Fine Thermoplastic Fibers, Industrial Engineering Chemistry, 342, Volume 48, Seite 1342 ff (1956), sowie in den US-Patenten Nr. 2,464,301 (Francis), 2,612,679 (Ladisch) und 3,073,735 (Till et al.), beschrieben sind. Spezielle Beispiele für Materialien, die als Vorfilterschichten geeignet sind, sind weiterhin diejenigen, die in den US-Patenten Nr. 3,764,527 (Sohl), 4,052,306 (Schwartz et al.) und 4,103,058 (Humlicek) beschrieben sind. Kurz gesagt, ein Harz wird entweder in einem Ein- oder in einem Doppelschneckenextruder über seine Schmelztemperatur hinaus erhitzt und durch eine Düse unter hohem Druck zugeführt. Am Ausgang der Düse werden Fasern gebildet und mit einer solchen Geschwindigkeit auf einen Kollektor geblasen, dass eine endlose Vliesbahn mit einer gewünschten flächenbezogenen Masse entsteht.

[0043] Die flächenbezogene Masse des Vlieses variiert je nach der Geschwindigkeit, mit der der Kollektor durch den Gasstrom bewegt wird. Ein Beispiel für kommerziell erhältliche Materialien, die für die Vorfilter-Trägerschicht der Erfindung geeignet sind, ist ein ölsorbierendes Polypropylen-BMF-Vlies, das von der 3M Co. in St. Paul, MN, unter der Produktbezeichnung Oilsorb T-151 BMF erhältlich ist.

[0044] Gegebenenfalls kann entweder die erste oder die zweite poröse Trägerschicht oder beide mehrere Schichten von porösem Material umfassen, solange wenigstens eine der mehreren Schichten von porösem Material in innigem Kontakt mit dem SPE-Medium ist.

Festphasen-Extraktionsmedium

[0045] Das Festphasen-Extraktionsmedium kann eine Vielzahl von Materialien in verschiedenen Formen umfassen. Zum Beispiel kann es in Form von Teilchen, die lose oder immobilisiert sein können, Fasern, einer Membran oder eines anderen porösen Materials, das eine hohe spezifische Oberfläche hat, vorliegen. In einer bevorzugten Ausführungsform ist das SPE-Medium eine Fibrillenmatrix, in die Sorbenteilchen verstrickt sind. Solche Sorbenteilchen bilden insofern das "aktive" Element des Mediums, als sie den interessierenden Analyten abfangen.

[0046] Die Fibrillenmatrix kann eine Vielzahl von Fasern enthalten. Zu den geeigneten Fasern gehören Glasfasern, Polyolefinfasern, insbesondere Polypropylen- und Polyethylen-Mikrofasern, Aramidfasern, Polytetrafluorethylenfasern und natürliche Cellulosefasern. Es können auch Gemische von Fasern verwendet werden, die selbst aktiv oder inaktiv sein können. Die Matrix bildet ein Vlies, das vorzugsweise etwa 15 mm bis etwa 40 mm dick ist.

[0047] Die sorbierenden (aktiven) Teilchen sind typischerweise in einer wässrigen oder organischen Flüssigkeit unlöslich. Sie können aus einem einzigen Material oder aus einer Kombination von Materialien, wie bei einem beschichteten Teilchen, bestehen. Sie können quellfähig oder nichtquellfähig sein, obwohl sie vorzugsweise in Wasser und organischen Flüssigkeiten nicht quellfähig sind. Sie werden aufgrund ihrer Affinität zum Zielanalyten gewählt. Wasserquellfähige Teilchen sind in den US-Patenten Nr. 4,565,663 (Errede et al.), 4,460,642 (Errede et al.) und 4,373,519 (Errede et al.) beschrieben. Teilchen, die in Wasser nichtquellfähig sind, sind in den US-Patenten Nr. 4,810,381 (Hagen et al.), 4,906,378 (Hagen et al.), 4,971,736 (Hagen et al.) sowie in 5,279,742 (Markell et al.) beschrieben. Gemische von sorbierenden (aktiven) Teilchen können ebenfalls verwendet werden.

[0048] In einer bevorzugten Ausführungsform können beschichtete Teilchen in dem SPE-Medium verstrickt sein. Die Grundteilchen können anorganische Oxide, wie Siliciumoxid, Aluminiumoxid, Titanoxid, Zirkoniumoxid usw. umfassen, an die organische Gruppen kovalent gebunden sind. Für die Analyse von mit unpolaren Kohlenwasserstoffen (z. B. Hexan) extrahierbaren Verbindungen können zum Beispiel kovalent gebundene organische Gruppen, wie aliphatische Gruppen unterschiedlicher Kettenlänge (C2-, C4-, C8- oder C18-Gruppen), verwendet werden. Bevorzugte C18-gebundene Siliciumoxidteilchen sind von Varian Sample Preparation Products, Harbor City, CA, erhältlich.

[0049] Gegebenenfalls können im Festphasenextraktionsmedium inaktive Teilchen oder andere Materialien oder Gemische davon verwendet werden. Zu diesen Materialien gehören zum Beispiel Glaskugeln und Siliciumoxidteilchen. Massive Glaskugeln sind besonders bevorzugt, da sie eine hohe Druckfestigkeit und Oberflächenhärte haben. Das Festphasenextraktionsmedium hat also eine höhere Druckfestigkeit und Oberflächenhärte, wenn massive Glaskugeln in der Fibrillenmatrix verstrickt sind. Massive Glaskugeln ermöglichen auch eine bessere Spannungsverteilung und bessere Durchflusseigenschaften gegenüber den Medien, wenn während Extraktion und Elution ein Vakuum oder Druckabfall angewendet wird. Geeignete massive Glaskugeln können von Potters Industries Inc. in Parsippany, NJ, unter dem Produktnamen Spheriglass oder von der 3M Co. (St. Paul, MN) unter dem Produktnamen Tungo Beads erhalten werden. Ihre Teilchengröße (d. h. die größte Abmessung, bei der es sich typischerweise um den Durchmesser handelt) liegt vorzugsweise in einem Bereich von etwa 52 µm bis 105 µm, und sie haben vorzugsweise eine mittlere Volumenteilchengröße von etwa 70 µm. Die Teilchengröße wird durch Lichtstreuungsmethoden bestimmt.

[0050] Bevorzugte Ausführungsformen für das SPE-Medium der einstückigen mehrschichtigen Extraktions-

scheiben der vorliegenden Erfindung beinhalten sowohl aktive als auch inaktive Teilchen. Die aktiven Teilchen sind in dem SPE-Medium vorzugsweise in einer Menge von etwa 3 Gew.-% bis etwa 10 Gew.-% vorhanden, bezogen auf das Gesamtgewicht der Teilchen. Die inaktiven Teilchen sind in dem SPE-Medium vorzugsweise in einer Menge von etwa 90 Gew.-% bis etwa 97 Gew.-% vorhanden, bezogen auf das Gesamtgewicht der Teilchen.

[0051] Beispiele für geeignete SPE-Medien sind in den US-Patenten Nr. 5,279,742 (Markell et al.), 4,906,378 (Hagen et al.), 4,153,661 (Ree et al.), 5,071,610 (Hagen et al.), 5,147,539 (Hagen et al.), 5,207,915 (Hagen et al.) und 5,238,621 (Hagen et al.) beschrieben. Ein besonders bevorzugtes SPE-Medium besteht aus C18-gebundenen Siliciumoxidkügelchen (ungefähr 5–6 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Kügelchen), die Kohlenwasserstoffverbindungen aus Wasser sorbieren, und Glaskügelchen mit einer mittleren Volumenteilchengröße von etwa 70 µm (ungefähr 94–95 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Kügelchen), die zu hohen Durchflussraten beitragen, verstrickt in PTFE (ungefähr 1–2 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des SPE-Mediums).

[0052] Die PTFE-Matrix kann nach dem Verfahren hergestellt werden, das im US-Patent Nr. 4,906,378 (Hagen et al.) beschrieben ist. Kurz gesagt, dieses beinhaltet die Schritte des Vermischens des teilchenförmigen Materials mit einer wässrigen Polytetrafluorethylen-Dispersion in Gegenwart von ausreichend Wasser als Gleitmittel, so dass die Absorptionsfähigkeit der Feststoffe überschritten wird und dennoch eine kittartige Konsistenz erhalten bleibt, des intensiven Mischens der kittartigen Masse bei einer Temperatur von etwa 50°C bis etwa 100°C, so dass eine Anfangsfibrillierung der Polytetrafluorethylen-Teilchen bewirkt wird, des biaxialen Kalanderns der kittartigen Masse, so dass eine zusätzliche Fibrillierung der Polytetrafluorethylen-Teilchen bewirkt wird, während derselbe Wassergehalt erhalten bleibt, und des Trocknens des resultierenden Flächegebildes.

[0053] Gegebenenfalls kann die SPE-Schicht mehrere Schichten aus geeignetem Material beinhalten. In solchen Fällen befindet sich vorzugsweise eine dritte poröse Trägerschicht zwischen Schichten des SPE-Mediums.

[0054] In der vorliegenden Erfindung können auch andere SPE-Produkte verwendet werden. Solche Produkte sind von Whatman, Inc., in Clifton, NJ, CPI International in Santa Rosa, CA, und J. T. Baker, Phillipsburg, NJ, erhältlich. Diese Produkte enthalten typischerweise Siliciumoxidteilchen mit Beschichtungen aus kovalent gebundenen aliphatischen Kohlenwasserstoffen. Bei einigen der Produkte sind die Teilchen in Glasfasern verstrickt. Die letzteren Produkte können durch einen äußeren Textilstoff geschützt sein, welcher in den Konstruktionen der vorliegenden Erfindung verwendet werden kann oder auch nicht.

Verfahren zur Herstellung einer einstückigen Scheibenkonstruktion

[0055] Der einstückige mehrschichtige SPE-Artikel kann unter Verwendung einer Vielzahl von Techniken hergestellt werden. In einem Aspekt werden die äußeren Ränder der beiden äußersten Schichten, d. h. die erste und die zweite poröse Trägerschicht, an ihren Rändern thermomechanisch befestigt. Dies ist jedoch ein besonders schwieriges Verfahren, wenn das innere SPE-Medium eine PTFE-Matrix umfasst, in die teilchenförmiges Material verstrickt ist. Für bevorzugte Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beinhaltet ein Konstruktionsverfahren also das Verschweißen der beiden porösen Trägerschichten mit Ultraschall. Vorzugsweise ist wenigstens ein Teil des SPE-Mediums innerhalb der Befestigungsstelle gebunden. In diesem Fall kann das SPE-Medium in der Verschweißung physikalisch eingeschlossen oder eingekeilt sein. Vorzugsweise wird die thermomechanische Befestigung durch Ultraschallverschweißen der Trägerschichten und im Wesentlichen gleichzeitiges Schneiden der Schichten in eine gewünschte Form und Abmessung gebildet.

[0056] Aufgrund der niedrigen Oberflächenenergie von PTFE ist es typischerweise beständig gegenüber dem Fließen von geschmolzenem Harz und hat daher eine minimale Fähigkeit, verbunden zu werden. Diese Beständigkeit verhindert also die Bildung einer permanenten Schweißnaht. Es wurde jedoch überraschend folgendes gefunden: Indem man Vorteil aus den verschiedenen Materialeigenschaften zwischen den mehreren Schichten zieht, kann Ultraschallenergie unter Druck zwischen einem Amboss und einem Horn durch die PTFE-Schicht hindurch angewendet werden, wodurch die Sperre entfernt wird, die dafür verantwortlich ist, dass die Bildung der Schweißnaht verhindert wird. Da die Schweißnaht weiterhin in hohem Maße lokalisiert ist, ist es möglich, die PTFE-Membran über den nutzbaren inneren Durchmesser zwischen den beiden äußersten Schichten einzuschließen, ohne das innere Vlies zu beschädigen oder zu zerkleinern. Das Ergebnis ist eine einstückige mehrschichtige Extraktionsscheibe, die eine gute Extraktion und gute Durchflussraten liefern kann.

[0057] Wir beziehen uns jetzt auf **Fig. 2**. In einer bevorzugten Ausführungsform befindet sich ein Vlies oder eine Membran aus SPE-Medium **18**, das vorzugsweise eine mit C18-beschichteten Teilchen beladene PTFE-Matrix **20** umfasst, zwischen zwei porösen Trägerschichten **12** und **14**. Gegebenenfalls kann die PTFE-Matrix **20** auch inaktive (d. h. nichtsorbierende) Teilchen, wie Glaskügelchen, umfassen. Vorzugsweise bestehen die porösen Trägerschichten **12** und **14** aus einem Polyolefinmaterial. Die Vliese **12**, **14** und **18** befinden sich über einem Cut-and-Seal-Ultraschall-Schweißamboss **30** eines Ultraschallschweißgeräts (z. B. Branson 900 Series Ultrasonic Welder, erhältlich von Branson Ultrasonics, Inc., in Danbury, CT). Der Luftdruck

des Schweißgeräts wird typischerweise auf etwa 3,4 bar (50 psi) bis etwa 6,9 bar (100 psi), vorzugsweise etwa 4,7 bar (68 psi) bis etwa 4,9 bar (70 psi), eingestellt.

[0058] Der Schweißamboss **30** wandelt die Schichten durch eine Kombination von im Wesentlichen gleichzeitigen Stech- und Schweißoperationen in ein einstückiges mehrschichtiges Format um. Dieses Verfahren liefert eine thermomechanische Befestigungsstelle zwischen den beiden porösen Trägerschichten **12** und **14**. Während der Stech-Schweiß-Operation läuft ein flaches Ultraschallhorn **32** aus gehärtetem Stahl durch und drückt die drei Schichten **12**, **14** und **18** gegen eine Schweißfläche **34**, die sich auf dem Amboss **30** befindet. Der Amboss **30** weist außerdem einen Schneidwinkel α von nicht weniger als etwa 20°, vorzugsweise etwa 25°, auf. Der Schneidwinkel α darf nicht größer als etwa 40°, vorzugsweise nicht größer als etwa 35°, sein. Die Schweißfläche **34** misst nicht weniger als etwa 0,01 cm, vorzugsweise nicht weniger als etwa 0,02 cm in der Breite. Außerdem ist die Schweißfläche **34** nicht größer als etwa 0,04 cm, vorzugsweise nicht größer als etwa 0,03 cm in der Breite.

[0059] In Fig. 3 ist gezeigt, dass die Schichten **12**, **14** und **18** während einer Klemm- und Schweißoperation zusammengedrückt werden. Während der Klemmoperation wird unter Druck Ultraschallenergie angewendet. Die Schweißzeit kann auf eine niedrige Einstellung von etwa 0,5 Sekunden, vorzugsweise etwa 0,9 Sekunden, eingestellt werden. Eine hohe Einstellung der Schweißzeit kann 1,5 Sekunden, vorzugsweise etwa 1,0 Sekunden, sein. Die Ultraschallenergie aus dem Schweißgerät schmilzt und verbindet dann die beiden äußeren Vliesstoffe **12** und **14** so zusammen, dass das geschmolzene Material um den Umfang des Artikels herum eine lokalisierte Schweißnaht **36** bildet. Siehe Fig. 4. Die Haltezeit kann auf etwa 0 Sekunden am unteren Ende und vorzugsweise etwa 0,15 Sekunden eingestellt werden. Am oberen Ende des Haltezeitbereichs kann der Haltezeitparameter für das Schweißgerät etwa 0,25 Sekunden, vorzugsweise etwa 0,17 Sekunden, betragen. Um die Schneidwirkung zu ergänzen, wird das geschmolzene Material um den äußeren Rand der Scheibe herum zusammengedrückt, was bewirkt, dass das überschüssige Material **38** von der Fläche wegfließt, was zu einer Abtrennung des versiegelten Artikels von dem umgebenden Laminatmaterial führt.

[0060] Ziele und Vorteile dieser Erfindung werden weiter durch die folgenden Beispiele veranschaulicht, aber die in diesen Beispielen genannten besonderen Materialien und ihre Mengen sowie andere Bedingungen und Einzelheiten sollten nicht als diese Erfindung ungerechtfertigterweise einschränkend angesehen werden. Alle Teile und Prozentsätze sind gewichtsbezogen, wenn nichts anderes angegeben ist.

Beispiele

Testverfahren

Allgemeine Bestimmung von Öl und Fett

[0061] Richtlinien für die Bestimmung von Öl und Fett und Gesamterdölkohlenwasserstoffe durch Extraktion sind skizziert im EPA-Verfahren (EPA = Environmental Protection Agency) 1664 ("N-Hexane Extractable Material (HEM) and Silica Gel Treated N-Hexane Extractable Material (SGT-HEM) by Extraction and Gravimetry (Öl and Grease and Total Petroleum Hydrocarbons)"), wie es im April 1995 von der EPA veröffentlicht wurde.

SAE-Test zur Bestimmung der Feinstaub-Fließgeschwindigkeit

[0062] Die Wirkung des Feststoffgehalts einer Probe auf die Fließgeschwindigkeit des Probenaliquots durch die SPE-Scheibe oder die Kombination von SPE-Scheibe und Vorfilter wurde charakterisiert, indem die SPE-Scheibe, der Vorfilter und einstückige SPE-Artikel der vorliegenden Erfindung mit einer bekannten Menge von in Wasser suspendiertem SAE Fine Dust getestet wurden. Proben mit suspendiertem Feststoff, die 100, 150 bzw. 200 \pm 5 mg Feststoffe enthielten, wurden hergestellt, indem man SAE (Society of Automotive Engineers) Fine Dust (erhältlich von Powder Technology Inc., Burnsville, MN, unter dem Produktnamen ISO 12103-1, A2 Fine Test Dust) in einem Liter entionisiertem Wasser suspendierte. Ein Vakuum wurde an die Extraktionsapparatur angelegt, der gesamte Inhalt (ein Liter) der Testsuspension wurde in das Reservoir der Extraktionsapparatur eingeführt, und die Fließzeit für den vollständigen Durchtritt von Wasser durch die SPE-Scheibe, den Vorfilter und den einstückigen SPE-Artikel wurde für jede Testsuspension aufgezeichnet.

Allgemeine Verfahren

Herstellung einer SPE-Scheibe

[0063] Eine PTFE-Membran mit einer Polytetrafluorethylen-(PTFE)-Matrix mit darin verstrickten C18-gebundenen Siliciumoxidteilchen (mittlere Volumenteilchengröße = 55 μ m, von Varian oder United Chemical Technologies) und Glaskügelchen wurde im Wesentlichen so hergestellt, wie es im US-Patent Nr. 4,906,378 (Hagen

et al.) beschrieben ist. Das Gewicht der C18-beschichteten Kügelchen betrug 4–10 Gew.-% des Gewichts der 70 µm großen Glaskügelchen (von der 3M Company unter der Handelsbezeichnung Tungo). Die C18-beschichteten Teilchen wurden zu den Glaskügelchen gegeben, und eine PTFE-Dispersion (von ICI Americas, Inc., unter der Handelsbezeichnung Fluron, 1,5–4,0 Gew.-%, bezogen auf das kombinierte Gewicht des Gemischs der Kügelchen) wurde zu den Kügelchen gegeben. Das resultierende Gemisch wurde manuell gemischt, wobei ein Teig entstand, der auf ein beheiztes Walzwerk mit zwei Walzen gelegt und wiederholt kalandriert wurde, wobei ein dünner Film gebildet wurde, der eine PTFE-Matrix umfasste, die dispergierte Glaskügelchen (0,038–0,102 cm dick) enthielt, wobei der Film anschließend in Scheibenformate mit 47 bzw. 90 mm Durchmesser geschnitten wurde.

[0064] Die spezielle Zusammensetzung und die Eigenschaften der in der vorliegenden Erfindung verwendeten SPE-Scheiben sind in Tabelle 1 gezeigt, doch können auch andere Variationen der Komponenten verwendet werden.

Tabelle 1

Varian C18	6 Gew.-%
PTFE	2 Gew.-%
Dicke	0,064 cm
Walzdurchläufe	8
Durometer	35

[0065] Walzdurchläufe sind die Zahl, die angibt, wie oft der PTFE-Teig zwischen den Walzen des Walzwerks mit den zwei Walzen durchgeführt wurde. Der Durometer-Wert, eine Härtemessung, fiel im Allgemeinen zwischen 20 und 60.

Ultraschallschweißverfahren

[0066] Ein Branson-Ultraschallschweißgerät (Modell 901AE, erhältlich von Branson Ultrasonics, Danbury, CT), das mit einem Cut-and-Seal-Ultraschall-Schweißamboss ausgestattet war, der mit einer kleinen, 0,025 bis 0,25 mm (0,001 inch bis 0,01 inch) breiten Schweißfläche auf seiner Oberfläche konfiguriert war, wurde verwendet, um die einstückigen mehrschichtigen Festphasen-Extraktionsartikel der vorliegenden Erfindung herzustellen. Ein Schichtaufbau mit einer SPE-Membran, die sich zwischen zwei porösen thermoplastischen Polyolefin-Deckschichten befindet, wurde durch eine mit dem Amboss verbundene Führungshülse gefädelt, Ultraschallenergie wurde an das Horn angelegt, und das Horn wurde zum Amboss geführt, wodurch der Schichtaufbau zusammengeklemt wurde. Die mittlere SPE-Schicht wurde in der Verbindungslinie des Artikels eingeschlossen, als die äußeren Polyolefinschichten während der Schweißoperation miteinander verbunden wurden.

Verfahren zur Verwendung einer einstückigen mehrschichtigen Extraktionsscheibe für die Öl- und Fettextraktion

Probenvorbehandlung

[0067] Der pH-Wert der Probe wurde durch Zugabe von 6 N HCl oder H₂SO₄ auf weniger als 2,0 eingestellt. Man ließ suspendierte Feststoffe sich absetzen (über Nacht, falls notwendig), und der flüssige Teil der Probe wurde von den Feststoffen dekantiert.

Aufbau des Rohrverteilungssystems

[0068] Die Filtrationsrohrverzweigung wurde nach Standardverfahren aufgebaut, wobei man die Extraktionsscheibe auf der Basis der Filtrationsapparatur zentrierte und das Reservoir auf die Scheibe klemmte, wobei man eine einzige Rohrverzweigung für 47-mm-Scheiben (erhältlich von der 3M Company, St. Paul, MN) verwendete. Ein Vakuum von 0,68 bis 0,85 bar Hg (20–25 inch) wurde für die Scheibenkonditionierung und die Analysetrennungen verwendet.

Scheibenkonditionierung

[0069] Die SPE-Scheibe und die Reservoirseiten wurden mit n-Hexan (ungefähr 5– 10 ml; ausreichendes Lösungsmittelvolumen, um die Oberseite der Scheibe zu bedecken) gewaschen, und das Hexan wurde durch Anlegen eines Vakuums an den Auffangkolben durch die Scheibe gesaugt. Man ließ die Scheibe ungefähr eine Minute lang unter Vakuum trocknen, und dann wurde das Vakuum weggenommen.

[0070] Methanol (10 ml) wurde in das Reservoir gegeben, Vakuum wurde an den Auffangkolben angelegt, und wenige Tropfen Methanol wurden durch die SPE-Scheibe gesaugt, dann wurde das Vakuum weggenommen, wobei genug Methanol im Reservoir verblieb, um die Oberfläche der Scheibe abzudecken. Man ließ sich die Scheibe 60 Sekunden lang in dem Methanol vollsaugen, um die Konditionierung abzuschließen.

Probenextraktion

[0071] Die Probe wurde in das Reservoir gegossen oder dekantiert, und sofort wurde ein Vakuum an den Sammelkolben angelegt, wobei die Probe so schnell wie möglich durch die SPE-Scheibe gesogen wurde. (Wenn in der Probe suspendierte Feststoffe vorhanden waren, wurde darauf geachtet, so viel wie möglich der flüssigen Komponente der Probe in das Reservoir einzuführen, bevor man die Feststoffkomponente einführte.) In dem Falle, dass Feststoffe anwesend waren, ließ man die Scheibe nicht trocken werden, bevor die Feststoffe hinzugefügt wurden. (Es wurde darauf geachtet, eine möglichst maximale Übertragung von Wasser aus dem Probenbehälter zu gewährleisten.) Nachdem die gesamte Flüssigkeit durch die SPE-Scheibe getreten war, wurde das Vakuum maximal 5 Minuten lang aufrechterhalten, um die Scheibe zu trocknen.

Probenelution

[0072] Das Filtrationssystem war mit einem sauberen Glasröhrchen zum Auffangen des Eluats ausgestattet. Hexan (10 ml) wurde zu dem ursprünglichen Probenbehälter gegeben, und der geschlossene Behälter wurde mehrmals auf den Kopf gedreht, um zu gewährleisten, dass alle inneren Oberflächen des Behälters mit Hexan gewaschen wurden. Das Hexan wurde unter Verwendung einer Einweg-Glaspipette aus dem Probenbehälter auf die Scheibe übertragen, wobei darauf geachtet wurde, vorher die Seiten des Reservoirs herunterzuspülen. Ein Vakuum wurde sorgfältig an den Auffangkolben angelegt, um wenige Tropfen Hexan durch die Scheibe zu ziehen, und dann wurde das Vakuum weggenommen. Man ließ die Scheibe nicht länger als 2 Minuten lang sich in dem Hexan, das im Reservoir verblieben war, vollsaugen, und dann wurde es langsam durch die SPE-Scheibe gesaugt, indem man vorsichtig ein Vakuum an den Auffangkolben anlegte. Nachdem das gesamte Hexan durch die Scheibe getreten war, wurde das Vakuum ungefähr 2 Minuten lang aufrechterhalten, um die Scheibe zu trocknen. Der Hexanextraktionsschritt wurde ein zweites Mal wiederholt, wobei man ein anderes Aliquot (10 ml) Hexan verwendete. Dann wurden die Seiten des Glasreservoirs mit einem weiteren Aliquot (10 ml) Hexan gewaschen, das Hexan wurde durch Anlegen eines Vakuums durch die SPE-Scheibe gesogen, und die Scheibe wurde getrocknet, indem man das Vakuum ungefähr 5 Minuten lang aufrechterhielt, nachdem das gesamte Hexan durch die Scheibe getreten war.

[0073] Dann wurde die Kombination von Eluat und Waschlösungen getrocknet, indem man sie über wasserfreies Natriumsulfat (5 g) filtrierte, das in einem Trichter gehalten wurde. Das Natriumsulfat und die damit verbundene Glasware wurden jeweils anschließend mit Aliquoten (5 ml) gespült, um eine quantitative Übertragung von Eluenten zu gewährleisten.

Gravimetrische Analyse

[0074] Gravimetrische Standardtechniken wurden verwendet, um den Öl- und Fettgehalt der Kombination von Eluat und Waschlösungen zu bestimmen.

Beispiel 1 und Vergleichsbeispiele C-1 und C-2

[0075] Ein SPE-Scheibensystem wurde hergestellt, wobei man folgendes verwendete: eine SPE-Schicht, die so hergestellt wurde, wie es oben in "Herstellung einer SPE-Scheibe" beschrieben wurde, eine erste poröse Trägerschicht, Oilsorb™ T-151 BMF, erhältlich von 3M Co., St. Paul, MN, und eine zweite poröse Trägerschicht Celestra™, erhältlich von BBA Nonwovens, Simpsonville, SC. Die drei Schichten wurden unter Verwendung des oben beschriebenen Ultraschallschweißverfahrens zu einem einstückigen SPE-Scheibenartikel (47 mm Durchmesser) verfestigt, wobei sich die SPE-Scheibe zwischen den beiden geblasenen Mikrofaservliesen befand. Der Artikel wurde im Wesentlichen gemäß dem oben beschriebenen EPA-Verfahren 1664 getestet, außer dass die 40 mg Lösung durch 10 mg Suspension von 50 : 50 Hexadecan/Stearinsäure ersetzt wurden. Die Ergebnisse, die einen Mittelwert von sieben Proben darstellen, sind in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2

Ausbeute	Standardabweichung	MDL	ML
98%	0,216	0,679	2,159

versetzt mit 10 mg/l

[0076] MDL ist die Nachweisgrenze des Verfahrens. Sie ist definiert als die minimale Konzentration einer Substanz, die gemessen werden kann, und wird mit 99% Zuverlässigkeit angegeben, dass die Analytenkonzentration größer als Null ist (entnommen aus "Report of the Method 1664 Validation Studies", EPA April 1995). Der ML-Wert ist das Niveau, bei dem ein gesamtes analytisches System ein erkennbares Signal und einen annehmbaren Eichpunkt erzeugt. Es wird bestimmt, indem man MDL mit 3,18 multipliziert und den resultierenden Wert auf das nächste 1, 2 oder 5×10^n rundet, wobei n eine ganze Zahl ist. Der Wert 3,18 ist das Verhältnis des Multiplikators von 10, der in der ACS-Berechnung der Quantifizierungsgrenze verwendet wird, zu dem Student-t-Multiplikator von 3,143, der verwendet wird, um MDL zu bestimmen. Die Standardabweichung ist die Standardabweichung der prozentualen Ausbeute.

[0077] Der BMF-Vorfilter (Vergleichsbeispiel C-1), ein SPE-Medium, das PTFE ohne den Vorfilter enthielt (Vergleichsbeispiel C-2) und der einstückige Artikel von Beispiel 1 wurden ebenfalls getestet und in Bezug auf die Ausbeute verglichen, wie es oben skizziert ist, wobei man die EPA-Standardlösung 50/50 Hexadecan/Stearinsäure verwendete. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Tabelle 3

Beispiel	Zahl der Proben	Prozentuale Ausbeute
C-1	2	27,5
C-2	2	72,5
Beispiel 1	> 10	88-98

Vergleichsbeispiele C-3 bis C-5

[0078] Die Leistungsfähigkeit mehrerer kommerziell erhältlicher SPE-Medien wurde mit der Leistungsfähigkeit des einstückigen Artikels von Beispiel 1 verglichen, wenn man sie mehreren Tests mit Abwasser aussetzte. Die Ausbeutedaten wurden mit Hilfe des "Verfahrens zur Verwendung eines SPE-Scheibe" bestimmt, wie es oben beschrieben ist. Die Daten zur Fließgeschwindigkeit wurden bestimmt, indem man die Zeit für das Fließen von 1-Liter-Proben der Abwassertestflüssigkeiten durch die SPE-Konstruktionen maß. Die Tabellen 4–7 fassen die Ergebnisse zusammen.

[0079] Wir beziehen uns nun auf die Tabellen 5–7. Beispiel "C-3" ist ein kommerziell erhältliches SPE-Medium, das ein poröses Glasfasermaterial verwendet, das die C18-Sorbensteilchen enthalten soll; das Beispiel "C-4" ist eine kommerziell erhältliche SPE-Medium-Kartusche, die in einer laminaren Konfiguration innerhalb eines Polymergehäuses vormontiert ist; sie enthält einen Glasfaser-Vorfilter über ungefähr 1000 mg losen C18-Sorbensteilchen auf einem Trägermaterial, das verhindert, dass die C18-Teilchen freigesetzt werden; Beispiel "C-5" ist eine kommerziell erhältliche Scheibe aus Borosilicat-Fasern, zwischen denen C18-Sorbensteilchen eingeschlossen, aber nicht fixiert sind, zwischen zwei Polypropylenvliesträgern.

[0080] "SD" ist die Standardabweichung der Ausbeutedaten. "P" zeigt an, dass der Filter während des Analyseverfahrens verstopft wurde. Der SIC-Code (Standard Industry Classification) ist eine EPA-Bezeichnung, die eine Art von Geschäftsaktivität beschreibt, die besondere Abwässer erzeugt. Bei diesen Abwasserproben handelte es sich um Abflusswasser. Die Daten stellen den Mittelwert von 5 getrennten Tests für jedes SIC dar.

[0081] Zu den getesteten SIC-Codes gehören: 7219 – Wäsche und Kleiderreinigung, 4952 – Kanalsysteme, 2911 – Erdöl, 4173 – Buswartung, 3499 – Metallfertigung, 2024 – Lebensmittelherstellung, wie Eiscreme. Der Ausbeutevergleich beruht auf dem typischen Öl- und Fetttest, wie er oben skizziert wurde.

Tabelle 4
Ausbeute- und Fließeigenschaften von Beispiel 1

SIC	Fließen (min)	Ausbeute (mg)	SD
7219	43,00	38,40	5,20
4952	2,80	3,49	1,39
2911	4,00	330,88	15,40
4173	8,60	35,11	5,82
3499	26,60	6,78	2,24
2024	9,00	23,03	1,16

Tabelle 5
Ausbeute- und Fließeigenschaften von Vergleichsbeispiel C-3

SIC	Fließen (min)	Ausbeute (mg)	SD
7219	65,80	27,38	6,85
4952	2,40	6,14	1,26
2911	2,20	299,88	33,80
4173	33,20	21,27	2,39
3499	6,40	6,02	1,94
2024	2,60	3,12	1,72

Tabelle 6
Ausbeute- und Fließeigenschaften von Vergleichsbeispiel C-4

SIC	Fließen (min)	Ausbeute (mg)	SD
7219	44,00	34,79	8,42
4952	4,00	0,40	0,12
2911	6,00	368,21	21,76
4173	5,00	23,40	3,56
3499	19,00	7,38	1,94
2024	65,30	18,45	14,40

Tabelle 7
Ausbeute- und Fließeigenschaften von Vergleichsbeispiel C-5

SIC	Fließen (min)	Ausbeute (mg)	SD
7219	P	P	P
4952	5,20	0,73	0,14
2911	67,80	251,12	18,50
4173	5,00	12,86	2,99
3499	74,50	6,19	4,53
2024	P	P	P

[0082] Aus den Tabellen 4–7 geht hervor, dass mit dem einstückigen mehrschichtigen Extraktionsscheibenformat kohlenwasserstoffextrahierbare Stoffe effizient aus allen SIC-Abwassertestflüssigkeiten gewonnen wurde. Weiterhin hat sich gezeigt, dass die einstückige Scheibe bei keiner der Testflüssigkeiten verstopfte. Was die Fließzeiten betrifft, so lieferte, wenn man sich wieder auf die Tabellen 4–7 bezieht, das einstückige mehrschichtige Extraktionsscheibenformat insgesamt kurze Fließzeiten.

Beispiel 3 und Vergleichsbeispiel C-6

[0083] Mehrere schmelzgeblasene Mikrofaservliese mit einem Bereich von Faserdurchmessern und Festigkeiten wurden hergestellt, wobei man ein Polypropylenharz (erhältlich unter der Handelsbezeichnung Escorene 3505G, erhältlich von Exxon Corp.) verwendete, im Wesentlichen, wie es in Wente, Van A., "Superfine Thermoplastic Fibers", Industrial Engineering Chemistry, Volume 48, Seite 1342–1346, beschrieben ist. Die Vliese wurden auf einem einzigen Trommelkollektor aufgefangen, der auf ungefähr 25 cm von der Düsenspitze eingestellt war. Der effektive Faserdurchmesser wurde gemäß den Verfahren berechnet, die in Davies, C. N., "The Separation of Airborne Dust and Particles", Institution of Mechanical Engineers, London, Proceedings 1B, 1952, dargelegt sind. Die Messungen der Vliesdicke erfolgten unter Verwendung einer Kraft von 100 Gramm pro 10 Quadratzentimeter auf den Vliesen. Die Festigkeit der Vliese wurde aus der Gewichts- und Dickenmessung von Vliesen unter Verwendung der folgenden Beziehung berechnet: Festigkeit gleich Vliesmasse dividiert durch Polymerdichte dividiert durch Volumen des Vlieses.

[0084] Mehrere BMF-Vorfilter (Beispiele 2–4 in Tabelle 8) mit verschiedenen physikalischen Eigenschaften wurden hergestellt und individuell ohne ein SPE-Medium (d. h. nur als Vorfilter) auf Fließzeiten getestet, wobei man 150 mg/l SAE-Feinstaub verwendete. Zusätzlich wurde ein kommerziell erhältlicher BMF-Vorfilter getestet (Vergleichsbeispiel C-6). Die Fließzeitdaten zeigen die Wirkung an, die die Dicke, die flächenbezogene Masse und die Festigkeit auf die Kapazität des Vorfilters, ein rasches Fließen ohne Verstopfung aufrechtzuerhalten, haben. Kürzere Fließzeiten zeigten eine bessere Leistungsfähigkeit an. Auf der Grundlage dieser Daten wurde geschlossen, dass eine geringere Festigkeit, höhere flächenbezogene Massen und dickere Vorfilter eine maximale Leistungsfähigkeit (kurze Fließzeit) ergaben.

Tabelle 8
Leistungsfähigkeit des Vorfilters

Produkt	Dicke (mm)	Flächenbezogene Masse (g/m ²)	% Festigkeit	Fließzeit (s)
Beispiel 1 Vorfilter	3,5	220	5,1	24
Beispiel 2	2,3	106,0	4,7	26
Beispiel 3	1,8	173,0	9,6	32
Beispiel 4	1,4	99,0	6,3	36
C-6	0,3	71,5	19,5	330

[0085] Verschiedene Modifikationen und Veränderungen dieser Erfindung werden dem Fachmann einfallen, ohne vom Umfang dieser Erfindung abzuweichen, und man sollte sich darüber im Klaren sein, dass diese Erfindung nicht ungerechtfertigterweise auf die hier dargelegten veranschaulichenden Ausführungsformen eingeschränkt werden soll.

Patentansprüche

1. Einstückiger mehrschichtiger Festphasen-Extraktionsartikel, umfassend:
 - a) eine erste poröse Trägerschicht;
 - b) eine zweite poröse Trägerschicht, die an wenigstens einer thermomechanischen Befestigungsstelle an der ersten porösen Schicht befestigt ist; und
 - c) eine Schicht aus Festphasen-Extraktionsmedium, die zwischen der ersten und der zweiten porösen Trägerschicht und in innigem Kontakt mit diesen angeordnet ist, so dass ein Teil des Festphasen-Extraktionsmediums innerhalb der thermomechanischen Befestigungsstelle gebunden ist.
2. Artikel gemäß Anspruch 1, wobei wenigstens entweder die erste oder die zweite poröse Trägerschicht ein thermoplastisches Material ist.
3. Artikel gemäß Anspruch 1, wobei die thermomechanische Befestigungsstelle durch Ultraschallschweißen gebildet ist.
4. Artikel gemäß Anspruch 1, wobei die erste poröse Trägerschicht ein Vorfilter mit einer Festigkeit von nicht mehr als etwa 20%, einer Dicke von wenigstens etwa 0,5 mm und einer flächenbezogenen Masse von wenigstens etwa 70 g/m² ist.
5. Artikel gemäß Anspruch 1, wobei die erste poröse Trägerschicht ein Vliesstoff ist.
6. Artikel gemäß Anspruch 5, wobei der Vliesstoff thermoplastische Mikrofasern umfasst.
7. Artikel gemäß Anspruch 6, wobei die Mikrofasern schmelzgeblasen sind.
8. Artikel gemäß Anspruch 7, wobei die schmelzgeblasenen Mikrofasern einen Durchmesser von nicht weniger als etwa 0,1 µm und nicht mehr als etwa 20 µm haben.
9. Artikel gemäß Anspruch 1, wobei die erste poröse Trägerschicht mehrere Schichten aus porösem Material umfasst, wobei sich wenigstens eine der mehreren Schichten aus porösem Material in innigem Kontakt mit der Schicht aus Festphasen-Extraktionsmedium befindet.
10. Artikel gemäß Anspruch 2, wobei die zweite poröse Trägerschicht mehrere Schichten aus porösem Material umfasst, wobei sich wenigstens eine der mehreren Schichten aus porösem Material in innigem Kontakt mit der Schicht aus Festphasen-Extraktionsmedium befindet.

11. Artikel gemäß Anspruch 1, wobei das Festphasen-Extraktionsmedium eine Fibrillenmatrix umfasst, die das Fluoropolymer mit darin verstrickten saugfähigen Teilchen umfasst.
12. Artikel gemäß Anspruch 11, wobei die saugfähigen Teilchen Siliciumoxidteilchen umfassen, die mit einem aliphatischen Kohlenwasserstoff beschichtet sind.
13. Artikel gemäß Anspruch 11, wobei das Festphasen-Extraktionsmedium weiterhin Glasteilchen umfasst, die innerhalb der Fibrillenmatrix verstrickt sind.
14. Artikel gemäß Anspruch 1, der in Form einer Kreisscheibe oder eines Vielecks vorliegt.
15. Artikel gemäß Anspruch 14, wobei sich die thermomechanische Befestigungsstelle am Umfang befindet.
16. Artikel gemäß Anspruch 14, wobei das Festphasen-Extraktionsmedium innerhalb der thermomechanischen Befestigungsstelle an wenigstens einem Punkt innerhalb des Umfangs gebunden ist.
17. Artikel gemäß Anspruch 2, wobei das thermoplastische polymere Material aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Polyolefin, Polycarbonat, Polyester und Polyamid besteht.
18. Artikel gemäß Anspruch 2, wobei das thermoplastische polymere Material ein Polyolefin ist, das aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Polyethylen, Polypropylen, Ethylen/Propylen-Copolymeren und Gemischen davon besteht.
19. Artikel gemäß Anspruch 1, wobei die erste und die zweite poröse Trägerschicht dasselbe thermoplastische polymere Material umfassen.
20. Verfahren zum Extrahieren eines Analyten aus einer Probe, umfassend:
a) Bereitstellen eines einstückigen mehrschichtigen Festphasen-Extraktionsartikels, der folgendes umfasst:
I. eine erste poröse Trägerschicht;
II. eine zweite poröse Trägerschicht, die an wenigstens einer thermomechanischen Befestigungsstelle an der ersten porösen Schicht befestigt ist; und
III. eine Schicht aus Festphasen-Extraktionsmedium, die zwischen der ersten und der zweiten porösen Trägerschicht und in innigem Kontakt mit diesen angeordnet ist, so dass ein Teil des Festphasen-Extraktionsmediums innerhalb der thermomechanischen Befestigungsstelle gebunden ist; und
b) Durchleiten der Probe durch den einstückigen mehrschichtigen Festphasen-Extraktionsartikel.
21. Verfahren gemäß Anspruch 20, wobei die erste poröse Trägerschicht ein Vorfilter mit einer Festigkeit von nicht mehr als etwa 20%, einer Dicke von wenigstens etwa 0,5 mm und einer flächenbezogenen Masse von wenigstens etwa 70 g/m² ist.
22. Verfahren gemäß Anspruch 20, wobei wenigstens entweder die erste oder die zweite poröse Trägerschicht ein thermoplastisches Material umfasst.
23. Verfahren zur thermomechanischen Herstellung eines einstückigen mehrschichtigen Extraktionsartikels, umfassend:
a) Stapeln einer ersten porösen Trägerschicht, einer zweiten porösen Trägerschicht und dazwischen einer Schicht aus Festphasen-Extraktionsmedium;
b) Positionieren des Stapels von Schichten in einem Ultraschall-Schweißgerät, wobei das Schweißgerät einen Amboss und ein Ultraschallhorn umfasst; und
c) Einklemmen des Stapels von Schichten zwischen dem Amboss und dem Horn unter Bildung wenigstens einer thermomechanischen Befestigungsstelle zwischen der ersten und der zweiten porösen Trägerschicht, wobei wenigstens ein Teil des Festphasen-Extraktionsmediums innerhalb der thermomechanischen Befestigungsstelle gebunden ist.
24. Verfahren gemäß Anspruch 23, wobei der Amboss einen ausreichenden Schneidwinkel umfasst, um den Stapel von Schichten im Wesentlichen zur gleichen Zeit zu schneiden, wie die thermomechanische Befestigungsstelle gebildet wird.
25. Verfahren gemäß Anspruch 23, wobei wenigstens entweder die erste oder die zweite poröse Trägerschicht

schicht ein thermoplastisches Material umfasst.

26. Verfahren gemäß Anspruch 23, wobei die erste poröse Trägerschicht ein Vorfilter mit einer Festigkeit von nicht mehr als etwa 20%, einer Dicke von wenigstens etwa 0,5 mm und einer flächenbezogenen Masse von wenigstens etwa 70 g/m² ist.

27. Verfahren gemäß Anspruch 23, wobei die erste poröse Trägerschicht einen Vliesstoff umfasst.

28. Verfahren gemäß Anspruch 27, wobei der Vliesstoff Mikrofasern umfasst.

29. Verfahren gemäß Anspruch 28, wobei die Mikrofasern schmelzgeblasen sind.

30. Verfahren gemäß Anspruch 29, wobei die schmelzgeblasenen Mikrofasern einen Durchmesser von nicht weniger als etwa 0,1 µm und nicht mehr als etwa 20 µm haben.

31. Verfahren gemäß Anspruch 23, wobei die erste und die zweite poröse Trägerschicht dasselbe thermoplastische polymere Material umfassen.

32. Verfahren gemäß Anspruch 25, wobei das thermoplastische polymere Material aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Polyolefin, Polycarbonat, Polyester und Polyamid besteht.

33. Verfahren gemäß Anspruch 25, wobei das thermoplastische polymere Material ein Polyolefin ist, das aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Polyethylen, Polypropylen, Ethylen/Propylen-Copolymeren und Gemischen davon besteht.

34. Artikel gemäß Anspruch 1, wobei das Festphasen-Extraktionsmedium ein Fluorpolymer umfasst.

35. Verfahren gemäß Anspruch 23, wobei das Festphasen-Extraktionsmedium ein Fluorpolymer umfasst.

36. Verfahren gemäß Anspruch 35, wobei das Festphasen-Extraktionsmedium eine Fibrillenmatrix umfasst, die das Fluorpolymer mit darin verstrickten saugfähigen Teilchen umfasst.

37. Verfahren gemäß Anspruch 36, wobei die saugfähigen Teilchen Siliciumoxidteilchen umfassen, die mit einem aliphatischen Kohlenwasserstoff beschichtet sind.

38. Verfahren gemäß Anspruch 36, wobei das Festphasen-Extraktionsmedium weiterhin Glasteilchen umfasst, die innerhalb der Fibrillenmatrix verstrickt sind.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

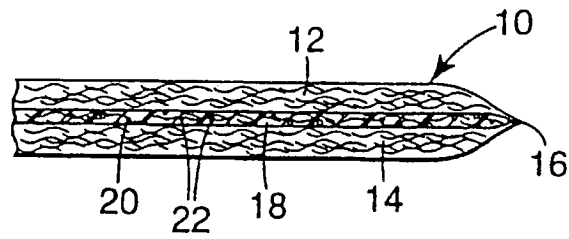


Fig. 1

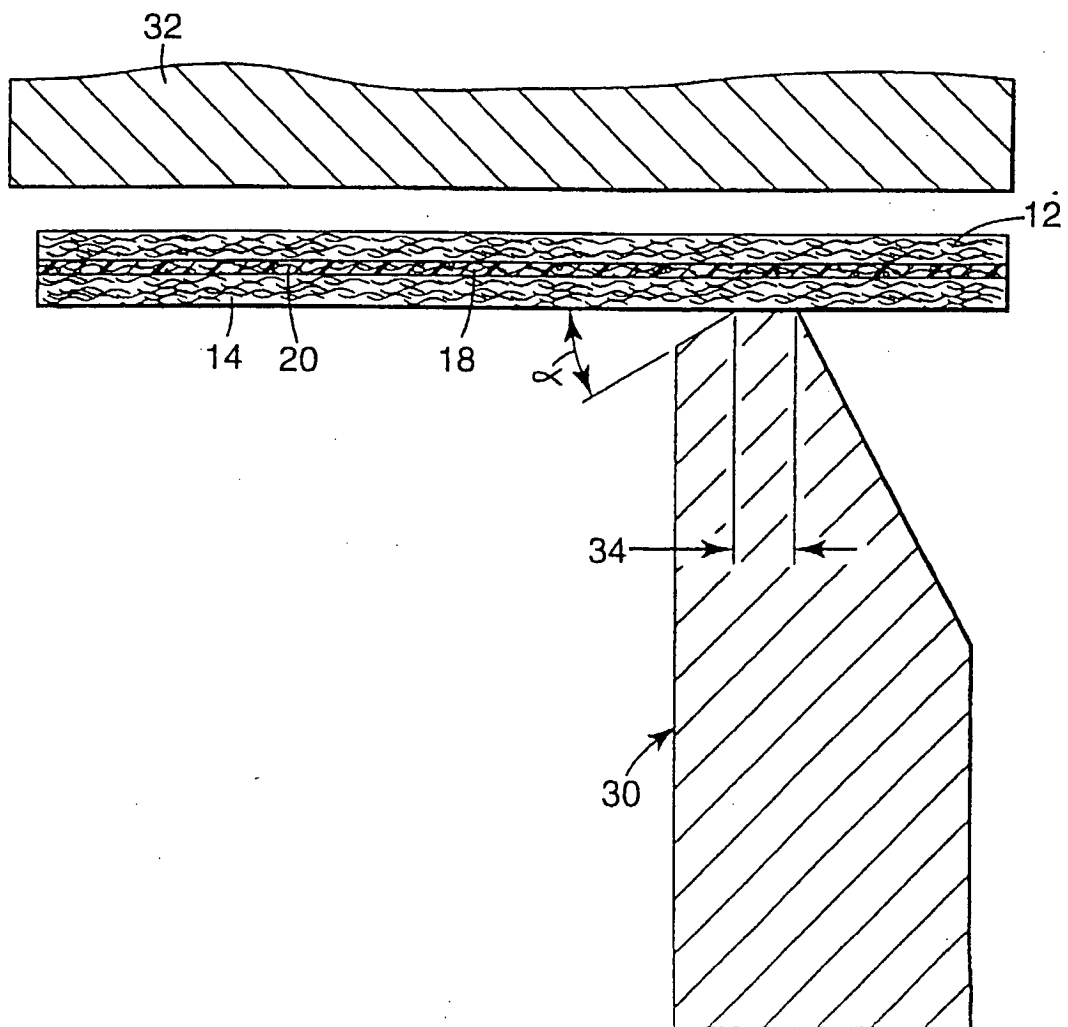


Fig. 2

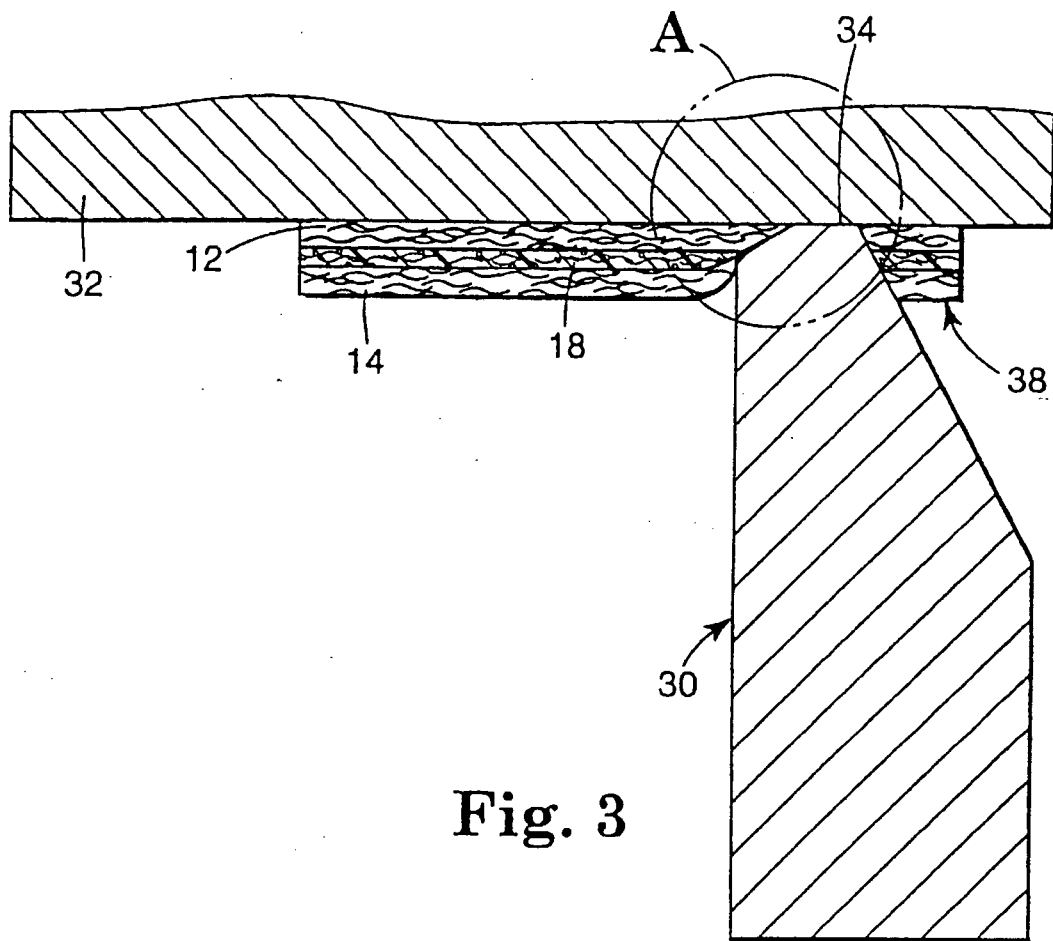


Fig. 3

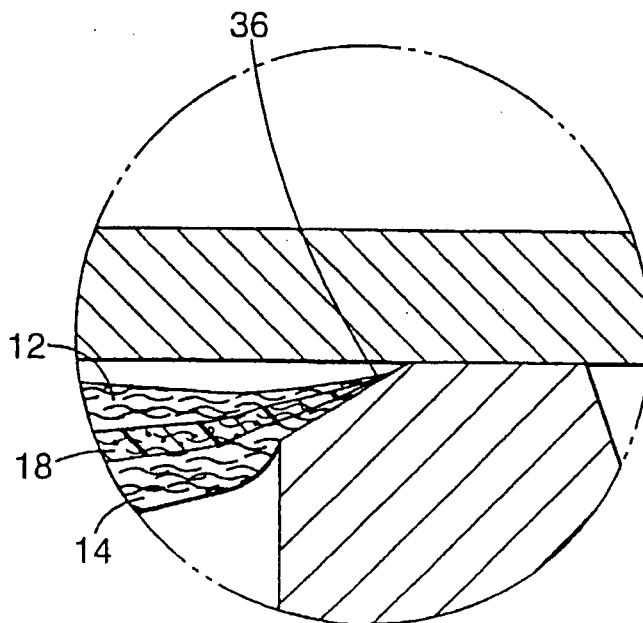


Fig. 4