

在线衍生化反应器的开发和应用例

[背景] 反应热裂解GC/MS法是代表聚酯纤维的缩聚型高分子材料的结构解析中作为有效的方法而被使用，一般和反应试剂的反应在开放式接近常压的环境中进行。然而，聚酰胺等的高分子分解，衍生化反应不完全的时候也很多。作为替代方法在密闭容器中加热，加压下进行的反应分解法时需要考虑反应装置的安全性，并且在线分析为中心。在这里将报告新开发的，微量样品和反应试剂加到玻璃胶囊中后封管，在密闭的高温高压下进行反应，产物通过在线GC/MS分析用多功能热裂解器的反应器。作为应用例将介绍，尼龙66在开放状态和高温高压下的反应热裂解法所得到的结果进行的比较。

[方法] 衍生化反应器(PY1-1050)的结构图如图1所示。作为样品使用尼龙66(40 μg)，作为反应试剂使用氢氧化四甲铵(TMAH 25 wt% 甲醇溶液 10 μL)并把它们加到玻璃胶囊(外径 2.5 mm,长度 30-35 mm, 容量 76 μL)封管后装到反应器顶端并安装在多功能热裂解器(EGA/PY-3030D)。反应器往下压后，玻璃胶囊导入到已设定为300 °C的裂解炉中反应一个小时。反应结束后，上面的旋钮旋转至向下，在玻璃胶囊管破碎的同时的产物导入到GC分离色谱柱，进行分析。开放态的反应热裂解分析是按照使用热裂解器的通常的方法进行。

[结果] 代表聚酰胺的尼龙66的开放态的热裂解法测定的色谱图如图2a所示。因反应不完全几乎没有观测到反应产物峰。另外使用衍生化反应器的，在密闭态进行的反应热裂解法所得到的色谱图如图2b所示，明确观测到尼龙66的各个甲基化单体。

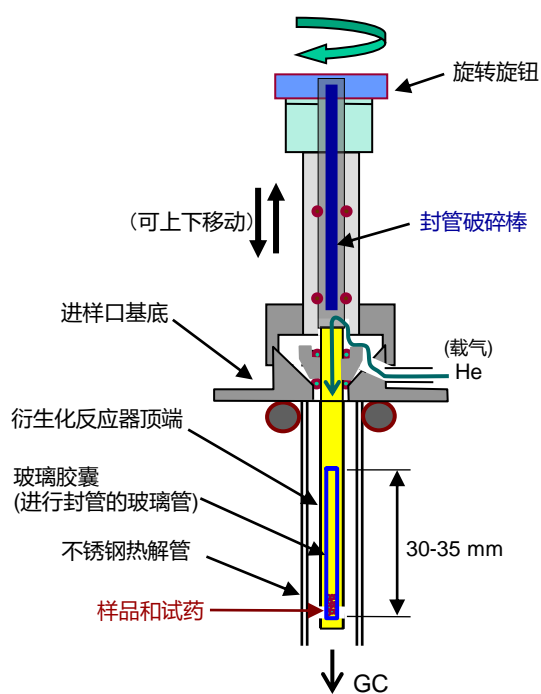


Fig. 1 在线衍生化反应器的构造图.

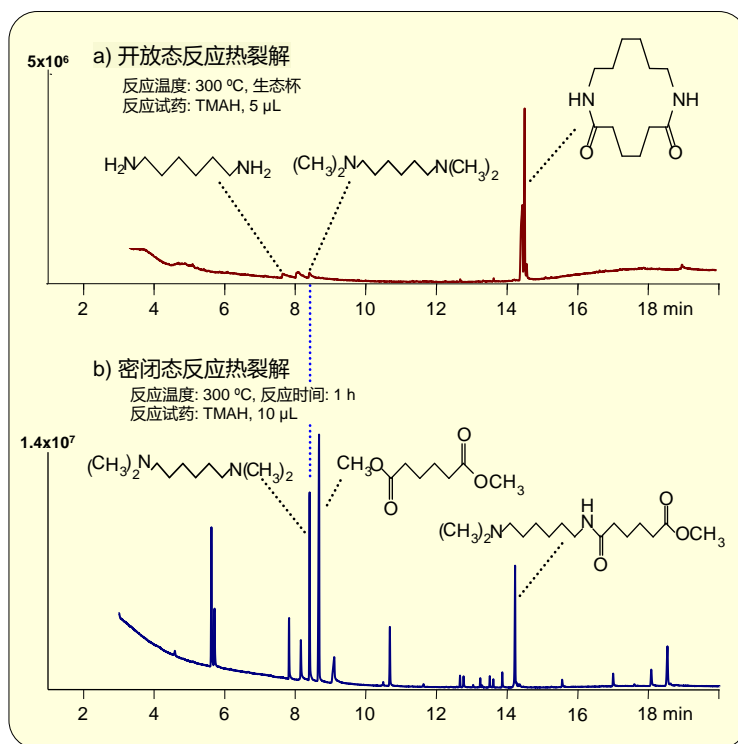


Fig. 2 尼龙66的反应热裂解在开放态和密闭态的比较.

Keywords : 在线衍生化反应器, 反应热裂解, TMAH, 缩聚型高分子, 尼龙66

使用产品 : 多功能热裂解器, 在线衍生化反应器, GC/MS免放空接口

应用领域 : 高分子材料, 组分分析, 生物质

关联的技术笔记 : [PYA2-030C](#)

如有任何查询, 请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**
 Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102
www.frontier-lab.com/cn