

## 使用在线衍生生化反应器组分分析尼龙66的化学分解产物

**[背景]** 尼龙作为常见的高分子材料，在法医学领域对于未知尼龙样品进行组分分析是十分重要的。各种热分析法和Py-GC/MS法一般作为它们的鉴别方法经常使用。另外，氢氧化四甲铵(TMAH)等有机碱试剂的共存下的反应热裂解GC/MS法作为Py-GC/MS法的补充方法，也当作缩聚物结构的解析方法备受瞩目。然而，尼龙为首的聚酰胺的分析中，反应裂解-衍生化不完全的问题存在。为了解决这个问题，用密闭容器在加热加压的条件下进行化学分解，并且进行了一般反应液的离线分析。在这里以多功能热裂解器为基础，在加热加压的条件下，使用在线衍生生化反应器<sup>1)</sup>进行尼龙的组分分析。

**[方法]** 尼龙样品约50 μg和25 %的TMAH甲醇溶液10 μL采取到玻璃管内(i.d. 1.9 mm, od. 2.4 mm, L=40 mm),封管后在300 °C的马弗炉内进行化学分解反应一个小时。然后把反应后的玻璃管装到在线衍生生化反应器内，并安装在GC/MS进样口结多功能热裂解器(EGA/PY-3030D)的系统，在He为载气的气氛下，破碎玻璃管后导入到GC的反应产物进行分析。

**[结果]** 9种尼龙样品通过化学分解反应的产物进行的测定，观测到所有样品结构单体的甲酯体。作为例尼龙-66的热裂解GC/MS法得到的热解图和使用在线衍生生化反应器得到的化学分解产物的色谱图分别如Fig. 1和Fig. 2所示。加热加压条件下的化学分解是，作为结构单体的六亚甲基二胺的四甲基衍生物(M1)以及己二酸的二甲基衍生物(M2)，此外它们二聚体的甲酯体(D1)也明确的观测到。关于M1和M2的峰面积比的再现性，得到相对标准偏差(RSD%)为2 % (n=3)的结果，也可能实现定量分析结构单体。由上可知，用在线衍生生化反应器在密闭态的化学分解法对于尼龙的组分分析是有效的。

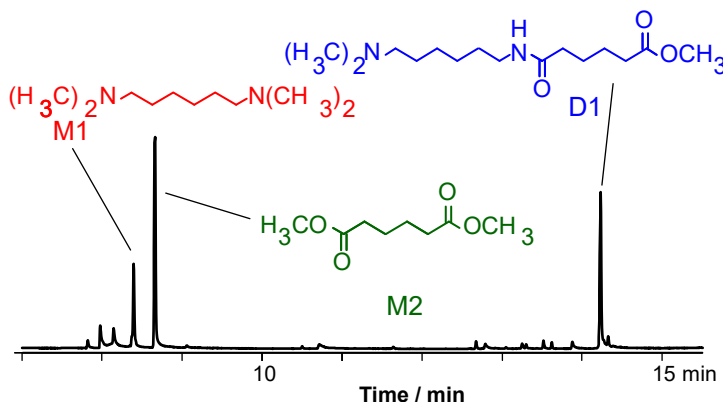


Fig. 2 使用在线衍生生化反应器的尼龙-66化学分解产物的色谱图

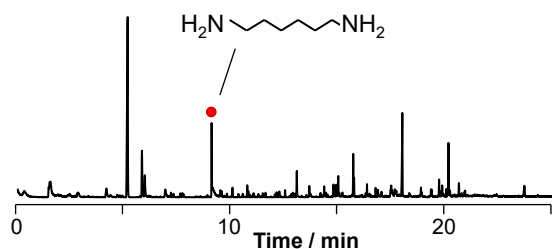


Fig. 1 尼龙-66的通过热裂解GC/MS法得到的热解图 (裂解炉温度: 600 °C)

反应温度: 300°C (1小时), 样品量: 50 μg  
 分离色谱柱: Ultra ALLOY+-5 (5 %联苯 95 %二甲基聚硅氧烷, L= 30 m, i.d.= 0.25 mm, df.= 0.25 μm)  
 柱流量: 1 mL/min, 分流比: 1/50  
 检测器: 四极杆MS

Table 1 单体产率的再现性

n	M1/M2
1	0.410
2	0.422
3	0.405
Average	0.412
RSD (%)	2.1

Ref. 穗坂明彦 等, 第18回法科学会

**Keywords :** 尼龙, 反应热裂解GC/MS, 在线衍生生化反应器, 化学分解法

**使用产品 :** 多功能热裂解器, 在线衍生生化反应器, 免放空接口, F-Search

**应用领域 :** 高分子分析, 法医界

**关联的技术笔记 :** [PYA2-029C<sup>1\)</sup>](#), [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](http://www.frontier-lab.com/cn)