

論文審査の結果の要旨

氏名：穂坂 明彦

博士の専攻分野の名称：博士（工学）

論文題名：熱分解ガスクロマトグラフィー / 質量分析(Py-GC/MS)システムの高分子材料分析
における応用分野の拡張とそのための関連装置の開発

審査委員：（主査）教授 根本 修克

（副査）教授 平山 和雄 教授 沼田 靖

東北大学名誉教授 寺前 紀夫

熱分解ガスクロマトグラフィー/質量分析(Py-GC/MS)法は、殆ど試料の前処理を必要とせず、あらゆる形態の高分子材料についてマイクログラムオーダーの微量な試料量で測定・分析が行えるなどの優れた特徴を持ち、近年では、高分子材料のキャラクタリゼーションを始めとして幅広い分野で使用されている。ここで用いられるPy-GC/MSシステムの中でも加熱炉型の熱分解装置を用いたPy-GC/MSシステムは、高分子材料の主成分である高分子成分の分析に留まらず、添加剤などの低分子成分を分析する目的で行われる熱脱着(TD-)GC/MS法や、材料の熱特性を調べる目的で行われる熱測定法の一つである発生ガス分析(EGA)法にも用いられ、その応用分野を広げている。

本論文は「熱分解ガスクロマトグラフィー/質量分析(Py-GC/MS)システムの高分子材料分析における応用分野の拡張とそのための関連装置の開発」と題し、六章から構成される。

第一章は序論であり、Py-GC/MSシステムを用いたPy-GC/MS法とTD-GC/MS法およびEGA法について、今日までの発展の経緯や既報の適用例について概説し、本論文の目的、意義および構成について述べている。

第二章は、臭素系難燃剤の一つであるデカブロモジフェニルエーテル(DeBDE)をTD-GC/MS法により測定するための分析条件の最適化について検討している。DeBDEは、分子量が959(m/z)であり、GC/MSで測定を行う化合物としては大きく沸点が高いことと、熱的に不安定であることから、TD-GC/MS法により分析された報告例がなかったが、分析条件を最適化することにより、高い精度で分析できることを示し、TD-GC/MS法の応用分野をさらに拡張できる可能性について述べている。

第三章は、Py-GC/MSシステムを用いたEGA法において、試料から生成した発生ガス中の任意の温度画分を、選択的に分離カラムへ導入することができるシステムの開発について述べている。また、開発したシステムを低分子領域から高分子領域までの様々な有機化合物が混ざり合った複雑な組成からなる試料の詳細な組成分析に適用することで、Py-GC/MSシステムの応用分野の拡張について新たな可能性を示している。

第四章は、従来の加熱炉型熱分解装置の問題点であった死空間の影響を最小限に留めるための新しい試料容器の開発について述べている。従来の試料容器を用いて、低いキャリアガス流量の条件でPy-GC/MS測定を行った場合には、熱分解生成物の二次分解や低分子成分のピークバンドの広がりといった問題が生じたが、これらを解決し、Py-GC/MS測定で適用できる分析条件の制約を解消している。

第五章は、熱分解生成物として、主に強極性の化合物を生成するために、従来のPy-GC/MS法では精度の高い測定が困難であり、応用例が少ないポリアミド樹脂の新しい分析法について述べている。ポリアミド樹脂をGC/MSのオンラインにおいて、密閉系内の高温・高圧条件下で化学分解-誘導体化することで、高い精度で分析することができるシステム開発が可能であり、そのシステムの基本性能について述べている。

第六章は、本研究で得られた結果を総括して述べている。

上記のような成果が得られたのは、論文提出者の豊富な学識と優れた研究能力を裏付けるものである。

よって本論文は、博士（工学）の学位を授与されるに値するものと認められる。

以 上

平成26年10月9日