

専攻		学籍番号		指導教官氏名	神野清勝教授
申請者氏名	渡辺 忠 一				高山雄二教授
					平田幸夫助教授

論文要旨

論文題目	キャピラリー-ガスクロマトグラフィーの研究
------	-----------------------

ガスクロマトグラフィー(GC)は分離分析の一手法として非常に有用な方法であり過去30年以上に渡り広く使用されてきている。この中でキャピラリーカラムは従来の充填カラムに置き代わり現在では分離カラムの主流を占めるようになった。ひるがえって過去をながめてみるとそれが発明された1956年以来悩まされてきたキャピラリーカラムの諸問題は1970年代の終わり頃に至り一応の解決をみた。キャピラリーGCが汎用な手段となった結果その定量性に問題があり、その主な原因は試料の注入法にあることがわかった。これらを含めた種々の問題点も近年多くの研究者の努力によってほぼ解決され今日に至っている。キャピラリーGCにおいては分離カラムと注入法が非常に重要であり、GCの開発はこれに尽きると言っても過言ではない。本論文においては次の3つのキャピラリーGCの研究について報告する。

1) 分離カラムの研究：キャピラリーカラムの材質はステンレスからガラスに移行し現在では主に溶融シリカが使用されている。本研究において筆者はガラスを材質としたキャピラリーカラムの研究を行なった。その主なる焦点は長さ 30m、内径0.3mm のガラスキャピラリーの内表面のシラノール基をいかにして不活性化するか、さらに固定相液体(液相)の 0.3 μ m 程度の薄膜をいかにして高温まで安定で、均一かつ平滑に保つ事ができるかという点である。考案した処理法はシラノール基を覆い、かつ固定相液体の濡れを改良するために塩化ナトリウムの溶液を塗布後その微結晶(大きさは1 μ m 以下でその密度は約500,000 個/cm²)をカラム全長に均一に再結晶させ、さらに残存シラノール基を化学修飾後、種々の液相を塗布しカラムとしたものである。その結果極性液相も安定に高性能(理論値の80%以上の塗布効率)で塗布可能となり、化学的活性さも非常に小さくかつ優れた耐熱性を示すようになった。

2) 試料注入法及びGC/MS インターフェイスの研究：注入口として不適であった充填カラム注入口を改良しさらに新しく考案した流路により従来の100倍(100 μ l)もの試料注入が可能となった。結果として希薄濃度試料の分析が容易となり最小検出濃度は10~100倍、再現性が5~10倍改善し、炭素数40程度までの高沸点成分分析が可能となった。さらに大量の溶媒をイオン源の手前で除去するGC/MS減圧インターフェイスの開発により超微量分析が可能となった。

3) 熱分解注入法の研究：ポリマー分析法の一方法として新しく熱抽出法と熱分解GC法を組合せた二段階熱分解GC法を考案した。この方法は一つのポリマーから二つの異なった情報(添加剤等の揮発性成分とポリマーの熱分解による構造情報)を得るものであり、結果としてデータ解釈が非常に容易となった。以上の研究項目は現在の水準から議論し、さらに残されている問題点及びその解決法についても論じた。