

京都工芸繊維大学

氏 名	じゃふあーりあ じゃーふある Jafariah Jaafar
学位(専攻分野)	博 士 (学 術)
学 位 記 番 号	博 乙 第 1 7 0 号
学 位 授 与 の 日 付	平成 21 年 3 月 25 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第 3 条第 4 項該当
学 位 論 文 題 目	Development of separation media for ionic substances and the application for the separation of arsenic compounds (イオン性物質の分離媒体の開発およびそのヒ素化合物の分離への応用)
審 査 委 員	(主査)教授 田中信男 教授 柄谷 肇 教授 前田耕治 兵庫県立大学名誉教授 寺部 茂

論文内容の要旨

この論文は、環境中のヒ素化合物のモニタリングおよび動態解析法の高速・高精度化を目的として、ヒ素化合物のための分離媒体、および、分離・分析法の開発に関する研究を行った結果を報告している。すなわち、(1)イオン対法を用いる逆相モードの液体クロマトグラフィー(HPLC)、(2)キャピラリー電気泳動(CE)、(3) Field Enhanced Sample Injection 法を用いる CE、(4) Dynamic pH Junction 法を用いる CE、(5)イオン交換型シリカモノリスカラムを用いるミクロ HPLC、(6)イオン交換型シリカモノリスカラムを用いるキャピラリー電気クロマトグラフィー(CEC)を検討した結果である。それぞれの分離・分析法の開発において、

(1)イオン対逆相 HPLC 法は、有機ヒ素化合物に対してよい分離をもたらすが、分析時間が長いことと、多量の移動相溶媒を必要とする短所があり、検出限界(22-870 ppb)も環境基準(10 ppb)に及ばない、

(2)キャピラリー電気泳動(CE)法は、有機および無機ヒ素化合物の分離を達成するが、三価のヒ素化合物の検出限界(193 ppb)が環境基準に及ばない、

(3) Field Enhanced Sample Injection 法を用いる CE 法は有機および無機ヒ素化合物の分離を達成するが、検出限界(20-70 ppb)が環境基準に及ばず、また、分析条件の安定性に課題が残る、

(4) Dynamic pH Junction 法を用いる CE 法は試料バンドを濃縮し、検出限界を従来法の 100 ~ 800 分の 1 (0.44 - 1.93 ppb)まで下げるこを可能として現時点で最も有効な分析方法を提供する、

(5) 新規アニオントリマー(*N*-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]アクリルアミド-塩化メチル-四級塩: DMAPAA-Q)シリカモノリスキャピラリーカラムは、粒子充填型カラムより優れた分離性能をもたらし、有機および無機ヒ素化合物の分離媒体として利用できる、

(6)DMAPAA-Q イオン交換型シリカモノリスカラムを用いる CEC は、イオンの高性能分離に有効であり、ヒ素由来のアニオントリマーに対し理論段高 4 μm 程度の性能を示した。これは過去の報告例と比較してはるかに優れた分離性能であり、この分離媒体の有用性を示している、

などを報告し、ヒ素関連化合物及びイオンのための分離媒体と分離・分析法の開発に指針を与えた。

論文審査の結果の要旨

申請者は、環境中のヒ素化合物のモニタリングおよび動態解析法の高速・高精度化を目的として、ヒ素化合物のための分離媒体、および、分離・分析法の開発に関する研究を行い、CE 法により、有機および無機ヒ素化合物の分離を達成し、Field Enhanced Sample Injection 法や Dynamic pH Junction 法を用いる試料バンドの濃縮効果を示した上で、後者を採用することにより、検出限界を従来法の 100~800 分の 1 (0.44 – 1.93 ppb)まで小さくすることを可能として、現時点でも最も有効な分析方法を提供した。また、HPLC 用の新規アニオン交換型(*N*-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]アクリルアミド–塩化メチル–四級塩: DMAPAA-Q)シリカモノリスキャピラリーカラムを調製し、このカラムが従来の粒子充填型カラムより優れた分離性能をもたらし、有機および無機ヒ素化合物の分離媒体として利用できること、および、DMAPAA-Q イオン交換型シリカモノリスカラムを用いる CEC がイオンの高性能分離に有効であり、ヒ素由来のアニオンに対し理論段高 4 μm 程度の性能を与えることを示した。これは過去の報告例と比較してはるかに優れた分離性能である。

以上のように申請者の研究は、高性能分離分析法である HPLC ならびに CE の一層の高性能化に寄与し、ヒ素化合物のための分離媒体ならびに分離・分析法の開発に指針を与えたものと考えられる。また、これらの結果は以下の論文として公表（あるいは公表予定）されており、学位授与に関する内規（運用方針）における基準を満たしている。

1. J. Jaafar, Separation of phenylarsonic compounds by ion-pairing-reversed phase-high performance liquid chromatography. Jurnal Teknologi C UTM, 35(C), 71- 80 (2001).
2. J. Jaafar, R. Ahamad, Nasrullah, Z. Irwan, Optimization of CE separation of roxarsone and several arsenic compounds. Jurnal Teknologi UTM, 44(C), 77- 88 (2006).
3. J. Jaafar, Z. Irwan, R. Ahamad, S. Terabe, T. Ikegami, N. Tanaka, Online preconcentration of arsenic compounds by dynamic pH junction-capillary electrophoresis. J. Sep. Sci. 30, 391- 398 (2007).
4. T. Ikegami, K. Horie, J. Jaafar, K. Hosoya, N. Tanaka, Preparation of highly efficient monolithic silica capillary columns for the separations in weak cation-exchange and HILIC modes. J. Biochem. Biophys. Methods 70, 31-37 (2007).
5. J. Jaafar, Y. Watanabe, T. Ikegami, K. Miyamoto, N. Tanaka, Anion exchange silica monolith for capillary liquid chromatography. Anal. Bioanal. Chem. 391, 2551-2556 (2008).
6. J. Jaafar, Z. Irwan, R. Ahamad, S. Terabe, T. Ikegami, N. Tanaka, Field enhanced sample injection for the separation and indirect detection of arsenic compounds by capillary electrophoresis using SMIL coated capillary, Chromatographia 印刷中