

USP<611>に準拠した消毒用エタノールの アルコール濃度測定

アルコール濃度の測定法は、USP（米国薬局方）General Chapters<611> ALCOHOL DETERMINATION に規定されており、蒸留法とガスクロマトグラフィーによる測定法があります。USP<611>における Method II-ガスクロマトグラフィーによる測定法には、パックドカラムを用いた方法 (Method II a) とキャピラリーカラムを用いた方法 (Method II b) が規定されています。

本稿では、USP<611>Method II b のキャピラリーカラムを用いた方法における、消毒用エタノールのアルコール濃度測定についてご紹介します。

N. Iwasa, T. Wada

■ 標準溶液および試料溶液の調製

標準溶液として、2%(v/v) Ethanol*1 と 2%(v/v) Acetonitrile*1 (内部標準物質) を 5 mL ずつ分取し、水を加えて 25 mL にメスアップを行い、0.4%(v/v) の標準溶液を調製しました。

実試料として、市販の消毒用アルコールジェル（約 80%(v/v)）を用意し、約 2%(v/v) になるように水で希釈しました。その後、希釈した実試料と 2%(v/v) Acetonitrile を 5 mL ずつ分取し、水を加えて 25 mL にメスアップを行い、約 0.4%(v/v) の試料溶液を調製しました。

*1 USP<611>では、標準溶液として USP Alcohol Determination-Alcohol RS (2%(v/v) Ethanol) と USP Alcohol Determination-Acetonitrile RS (2%(v/v) Acetonitrile) の使用が記載されています。

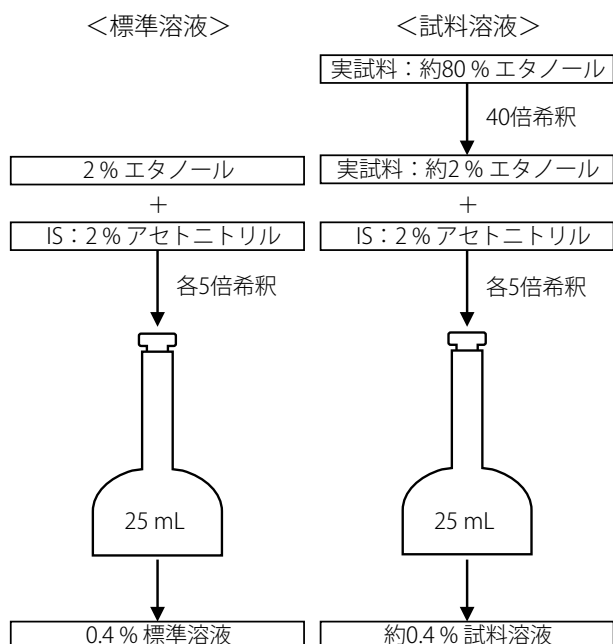


図1 試料調製方法

■ 分析条件

USP<611>ALCOHOL DETERMINATION Method II b に準拠し、ガスクロマトグラフ Nexis™ GC-2030 を用いて、標準溶液および試料溶液を測定しました。本試験の装置構成および分析条件を表 1 に示します。

表 1 装置構成と分析条件

Model	: Nexis GC-2030 + AOC-20i Plus
Detector	: 水素炎イオン化検出器 FID-2030
Column	: SH-Rtx™-624 (0.53 mm I.D.×30 m, d.f.= 3 μm)
Column Temperature	: 50 °C (5min) – 10 °C/min – 200 °C (4min) Total 24 min
Injection Temperature	: 210 °C
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 1:5
Carrier Gas Controller	: 線速度 (He)
Linear Velocity	: 34 cm/sec
Detector Temperature	: 280 °C
FID H2 Flow Rate	: 32 mL/min
FID Make up Flow Rate	: 24 mL/min (He)
FID Air Flow Rate	: 200 mL/min
Injection Volume	: 0.2 μL
Syringe	: Elastic Syringe, AOC (P/N: 221-49548)*2

*2 水溶媒試料を AOC 用標準シリンジで分析すると、使用中にプランジャ動作が重くなり、再現性が悪化する場合があります。チタン製プランジャを使用したエラストリックシリンジ AOC を用いることで、安定した試料導入が可能です。

本分析では、USP<611>のシステム適合性テストの規定をクリアするために、図 2 のようなインサートを用いました。スプリット用インサートへ不活性化処理したグラスウール 20 mg を上から 20 mm の位置に詰めて分析しました。ウールの量を通常 (10 mg) より多くし、ウールの充填位置を標準位置 (上から 22 mm) より上の位置に設定することで、良好な再現性を得ることができました。

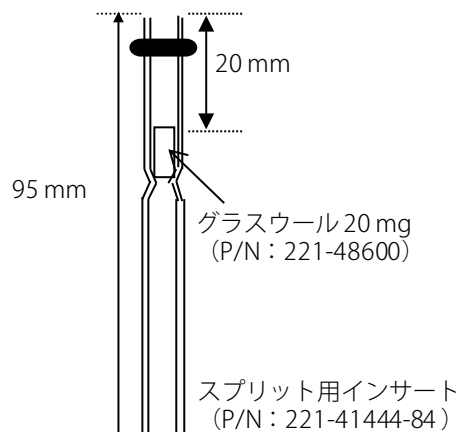


図2 インサート中のウールの位置と量

■ 標準溶液のクロマトグラムと検量線

標準溶液のクロマトグラムを図3に、検量線を図4に、標準溶液のシステム適合性結果を表2に示しました。

USP<611>では、システム適合性テストの規定に以下の3点が定められています。

- ・ アルコールのテーリングファクターが2.0以下であること
- ・ アルコールと内部標準物質の分離度が4以上であること
- ・ アルコールと内部標準物質の面積比の相対標準偏差 %RSD (n=6) が4.0%以下であること

標準溶液の分析結果より、上記規定を満たしており、良好な再現性が得られました。

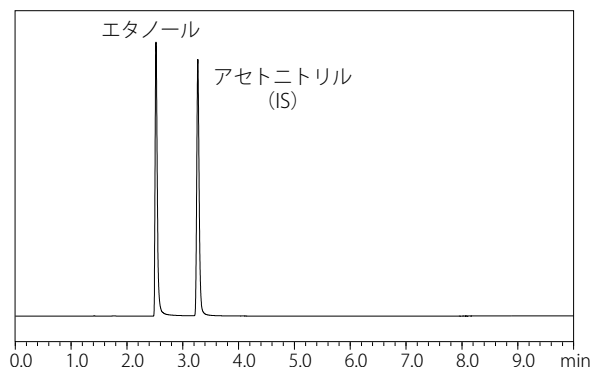


図3 標準溶液のクロマトグラム

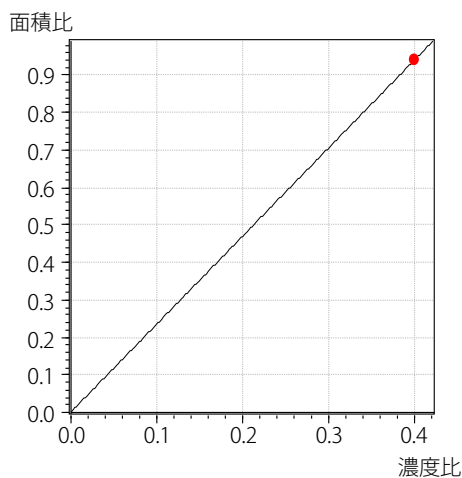


図4 検量線

表2 標準溶液のシステム適合性 (n=6)

化合物	面積値	面積比	面積比 %RSD	シンメトリ (テーリング) 係数	分離度 (USP)
エタノール	627440	0.941074	0.405	1.467	---
アセトニトリル (IS)	666723	---	1.255	10.265	10.265

表2において、システム適合性テストの規定項目については赤字で記しました。

注) 記載している値は参考値であり、保証値ではありません。

■ 試料溶液のクロマトグラムとエタノールの定量結果

試料溶液のクロマトグラムを図5に、定量結果と再現性 (n=3) を表3に示しました。

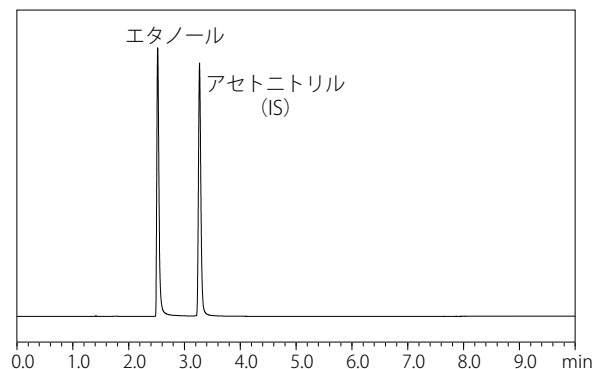


図5 試料溶液のクロマトグラム

表3 エタノールの定量値と再現性 (n=3)

	面積比	定量値 (%)
データ1	0.929279	78.997
データ2	0.925411	78.668
データ3	0.929298	78.998
平均	0.927996	78.888
%RSD	0.241	0.241

注) 記載している値は参考値であり、保証値ではありません。

■ まとめ

USP<611>Method II bのキャピラリーカラムを用いたアルコール濃度測定を行った結果、システム適合性テストの規格を十分に満たしており、良好な分析結果が得られました。

Nexis は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。
Rtx は、Restek Corporation の米国およびその他の国における商標または登録商標です。

注) 本稿では2020年4月24日時点の最新版 USP-NF に基づいて実験を行いました。