

消毒用エタノール中のメタノールの分析

エタノール中のメタノール含有量の分析について、複数の試験法が存在します。ガスクロマトグラフ (GC) を用いた試験法として、日本工業規格 Japanese Industrial Standards (JIS) K8101:2006、アルコール協会規格 JAAS001:2012、国税庁所定分析法 11 項があります。これらの試験法は、昨今の消毒用エタノール需要増加に伴う消毒用エタノール中のメタノール含有量の分析に活用できます。消毒用エタノール中のメタノールの含有量は、U.S. Food and Drug Administration (FDA) には 630 ppm 以下と規定されています。

本稿では、上記 3 つの試験法を参考に、消毒用エタノール (ジェルを含む) 中のメタノールが 630 ppm 以下かどうかを確認しました。

N. Iwasa

■ 標準試料および実試料の調製

メタノール標準試料は、各試験法の調製方法を参考にして調製しました。実試料には、液状の試料である市販の消毒用エタノールと酒造メーカーの消毒用エタノールを、ジェル状の試料である消毒用エタノールジェルを用意しました。

標準試料および実試料の調製方法を表 1 にまとめました。

○日本工業規格およびアルコール協会規格

標準試料として、630 ppm Methanol および 16 ppm Methanol を 99.5 % Ethanol を用いて希釈調製しました。実試料については、液状の消毒用エタノールは原液を使用し、ジェル状の消毒用エタノールは 99.5 % Ethanol を用いて 40 倍に希釈しました。

○国税庁所定分析法

標準試料として、630 ppm Methanol および 63 ppm Methanol を 80 % Ethanol および 8 % Ethanol を用いて希釈調製しました。実試料については、液状の消毒用エタノールは原液を使用し、ジェル状の消毒用エタノールは水を用いて 10 倍に希釈しました。

表 1 試料調製方法

	消毒用エタノール (液状)		消毒用エタノール (ジェル状)	
	標準試料	実試料	標準試料	実試料
日本工業規格 JIS K8101	630 ppm MeOH (99.5 % EtOH で希釈)	希釈無し	16 ppm MeOH (99.5 % EtOH で希釈)	99.5 % EtOH を用いて 40 倍希釈
アルコール協会規格 JAAS001				
国税庁所定分析法 11 項	630 ppm MeOH (80 % EtOH で希釈)		63 ppm MeOH (8 % EtOH で希釈)	水を用いて 10 倍希釈

■ 日本工業規格

日本工業規格 JIS K8101: 2006 を参考にし、ガスクロマトグラフ Nexis™ GC-2030 を用いて測定しました。本試験の装置構成および分析条件を表 2 に示します。

日本工業規格の条件を参考に、消毒液 (消毒用エタノールおよび酒造メーカーの消毒用エタノール) を測定した結果を図 1 に、消毒ジェル (消毒用エタノールジェル) を測定した結果を図 2 に示し、それぞれメタノール含有量基準値の標準試料クロマトグラムと比較しました。

表 2 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	: 40 °C (5 min) – 5 °C/min – 90 °C (2 min) Total 17 min
Injection Temperature	: 150 °C
Injection Mode	: 全量注入法 (WBI)
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Controller	: カラム流量一定 (3 mL/min)
Detector Temperature	: 150 °C
FID H ₂ 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

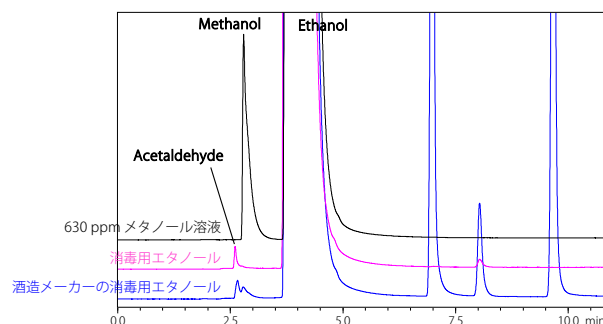


図 1 消毒液のクロマトグラム (表 2 の条件)

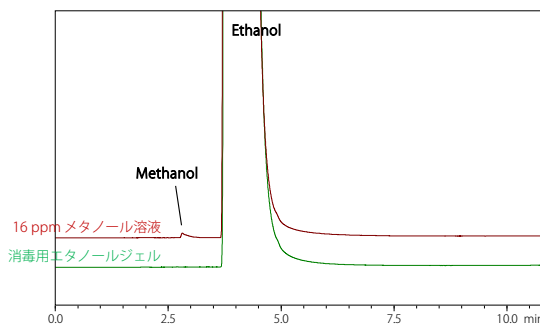


図 2 消毒ジェルのクロマトグラム (表 2 の条件)

■ アルコール協会規格

アルコール協会規格 JAAS001: 2012 を参考にし、ガスクロマトグラフ Nexis GC-2030 を用いて測定しました。本試験の装置構成および分析条件を表 3 に示します。

アルコール協会規格の条件を参考に、消毒液を測定した結果を図 3 に、消毒ジェルを測定した結果を図 4 に示し、それぞれメタノール含有量基準値の標準試料クロマトグラムと比較しました。

表 3 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™-Q-BOND (0.53 mm I.D.×30 m, d.f.= 20 μm)
Column Temperature	: 40 °C – 5 °C/min – 200 °C (5 min) Total 37 min
Injection Temperature	: 200 °C
Injection Mode	: 全量注入法 (WBI)
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Controller	: カラム流量一定 (15 mL/min)
Detector Temperature	: 200 °C
FID H ₂ Flow Rate	: 32 mL/min
FID Make up Flow Rate	: 24 mL/min (He)
FID Air Flow Rate	: 200 mL/min
Injection Volume	: 1.0 μL

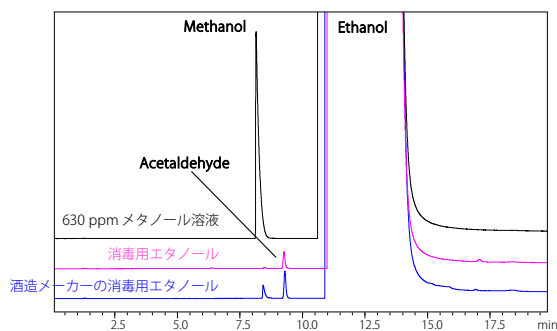


図 3 消毒液のクロマトグラム (表 3 の条件)

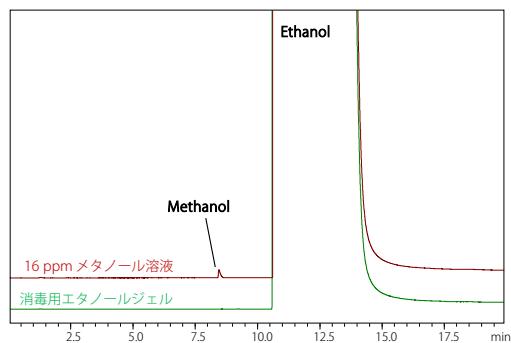


図 4 消毒ジェルのクロマトグラム (表 3 の条件)

■ 国税庁所定分析法

国税庁所定分析法 11 項を参考にし、ガスクロマトグラフ Nexis GC-2030 を用いて測定しました。本試験の装置構成および分析条件を表 4 に示します。

国税庁所定分析法の条件を参考に、消毒液を測定した結果を図 5 に、消毒ジェルを測定した結果を図 6 に示し、それぞれメタノール含有量基準値の標準試料クロマトグラムと比較しました。

表 4 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™-WAX (0.32 mm I.D.×30 m, d.f.= 0.50 μm)
Column Temperature	: 40 °C (5 min) – 10 °C/min – 100 °C (2 min) Total 13 min
Injection Temperature	: 250 °C
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 1 : 100
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Controller	: カラム流量一定 (1 mL/min)
Detector Temperature	: 250 °C
FID H ₂ Flow Rate	: 32 mL/min
FID Make up Flow Rate	: 24 mL/min (He)
FID Air Flow Rate	: 200 mL/min
Injection Volume	: 1.0 μL

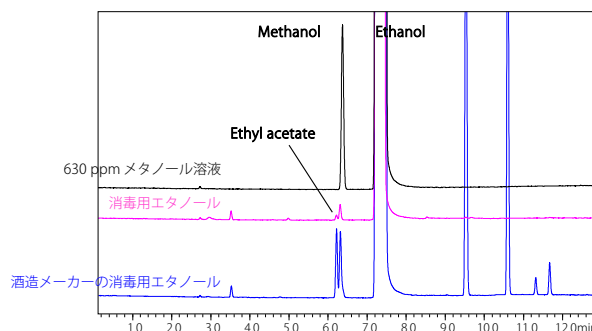


図 5 消毒液のクロマトグラム (表 4 の条件)

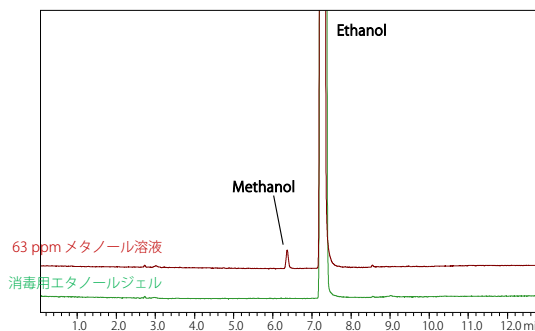


図 6 消毒ジェルのクロマトグラム (表 4 の条件)

■ まとめ

日本工業規格 JIS K8101: 2006、アルコール協会規格 JAAS001: 2012、国税庁所定分析法 11 項すべての試験法において、消毒用エタノール中のメタノールの分析は可能であり、測定した消毒用エタノール中に 630 ppm を超えるメタノールは検出されませんでした。

※ 本稿は基準値のメタノールのクロマトグラムと比較したものであり、正確な定量は行っていません。定量方法は各試験法によって異なりますので、詳細については各試験法をご確認ください。

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 および Rt 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。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年9月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。