SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. G332

ガスクロマトグラフィー

Nexis™ GC-2030 パックドカラム対応 日本薬局方　アルコール数測定（FID）

アルコール数測定法は、チンキ剤又はその他のエタノールを含む製剤について、第 1 法 蒸留法か第 2 法 ガスクロマトグラフィーで測定した 15 ℃における試料 10 mL 当たりのエタノール層の量（mL）を求める測定法です。第 2 法 ガスクロマトグラフィーではパックドカラムを用います。

本稿では、新たにパックドカラムにも対応した Nexis GC-2030 を用いた日本薬局方で規定されているアルコール数測定の例を紹介します。

K. Kawamoto

■GC-2030 のパックドカラム対応

アプリケーションニュース No.G320、321、322、323 などでお知らせしました通り、Nexis GC-2030 がパックドカラムに対応しました。対応した検出器は FID と TCD です。

GC-17 や GC-2010 で使われているガラスカラムが取り付け可能です。SUS カラムであれば、GC-17、GC-2010、GC-14 或いは GC-2014 で使用されている SUS カラムが全て取付け可能で、部品の共用が図れます。

FID-2030 は、FID-2030Packed kit（P/N：S221-85191-41）を使って簡単な改造をするだけで、パックドカラム用にもキャピラリカラム用にも切り替えることが出来ます。

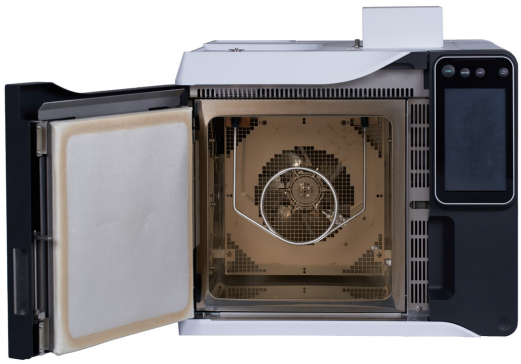

図 1　ガラスカラムの取付け例

■1 台で消毒用エタノール分析に対応

日本薬局方では、消毒用エタノールの分析に関連して、ガラスパックドカラムを用いるアルコール数測定とキャピラリカラムを用いる消毒用エタノール純度試験が規定されています。キャピラリ分析にもパックド分析にも対応できる Nxis GC-2030 は、装置 1 台で消毒用エタノール分析に対応可能で、設置スペースの節約や生産性向上にも貢献します。

■試料調製

試料は日本薬局方に従い調製しました。詳細は、日本薬局方の一般試験方法「1.01 アルコール数測定法」をご参照ください。

試料溶液は、エタノール 5 mL に対応する量の試料に水を加えて 50 mL にメスアップし、この水溶液 25 mL に内部標準溶液（アセトニトリル水溶液）を 10 mL を加えた後に水を加えて 100 mL にメスアップします。

標準溶液は、エタノール 5 mL に水を加えて 50 mL にメスアップし、この液 25 mL に内部標準溶液 10 mL を加えた後に水を加えて 100 mL にメスアップします。

試料溶液や標準溶液のバイアルは、室温で 1 時間以上放置した水に 30 分間浸漬し、そのヘッドスペース 1 mL を採取して分析しました。

本測定では、エタノール濃度を 60、70、80（vol%）に調製した疑似試料を測定してアルコール数を求めました。

■分析条件

本測定の装置構成および分析条件を表 1 に示しました。

局方にある通り、カラム流量は、エタノールの保持時間が 5～10 分となるように調整します。カラムは、エタノールと内標物質（アセトニトリル）の分離度が 2.0 以上のものを使います。

表 1　装置構成と分析条件

Model	: Nexis GC-2030 +SINJ-2030+FID-2030Packed Kit
Injection Mode	: Direct
Injection Volume	: 1.0 mL
Injection Temp.	: 110 ℃
Carrier Gas	: N_2
Carrier Gas Control	: 35 mL/min（参考値）＊
Column	: Porapak™ Q　80/100（1.5 m×3 mm I.D.）
Column Temp.	: 110 ℃
Detector	: 水素炎イオン化検出器（FID）
Detector Temp.	: 150 ℃
Detector Gas	: H_2　32.0 mL/min, Air　200 mL/min Make Up：5 mL/min

＊　カラムの状態によって設定流量は変化します。

■標準溶液の分析結果

標準溶液のクロマトグラムを図 2 に示します。
エタノールとアセトニトリルの分離度は 2.56 でした。

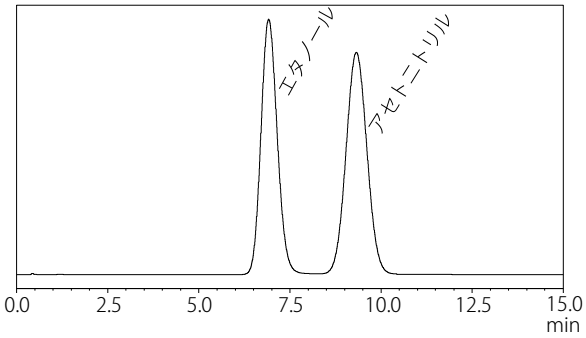

図 2　標準溶液のクロマトグラム

連続 5 回測定した結果、内部標準物質（アセトニトリル）のピーク高さに対するエタノールのピーク高さの比：Qs は表 2 の通りでした。

表 2　5 回測定の Qs

n=1	1.149
n=2	1.148
n=3	1.149
n=4	1.149
n=5	1.149

■試料溶液の分析結果

図 3 はエタノールを 60 %、70 %、80 %とした試料溶液のクロマトグラムを重ね書きしたものです。

注）「エタノール 5 mL に対応する量の試料」が試料採取量なので、試料溶液調製後の各ピークの強度は比較的近似します。

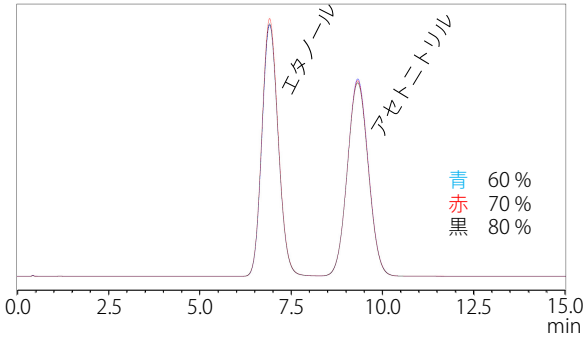

図 3　試料溶液 60 %、70 %、80 %のクロマトグラム

■アルコール数

測定結果から求めた各試料溶液のアルコール数を表 3 に示します。

■まとめ

Nexis GC-2030 を用いて、日本薬局方で規定されているパックドカラムを用いたアルコール数測定を行いました。

Nexis GC-2030 の FID は簡単な改造でパックドカラム分析にもキャピラリカラム分析にも対応可能ですので、薬局方の「エタノール純度試験」（キャピラリカラムを使用）と「アルコール数測定」（パックドカラムを使用）が 1 台の装置で対応可能です。

なお、エタノール純度試験については、アプリケーションニュース No.G331「薬局方（JP、USP、EP）に準じた無水エタノールと消毒用エタノールの純度試験、揮発性混在物の分析」をご参照ください。

表 3　試料溶液のアルコール数

試料溶液の エタノール濃度	Q_T *1	Q_S 平均値（n=5）	試料量（mL）	エタノール含量 （vol%）*2	アルコール数 *3
60 %	1.273	1.149	9	99.5	6.51
70 %	1.318	1.149	8	99.5	7.59
80 %	1.306	1.149	7	99.5	8.59

＊1 Q_Tは試料溶液の内部標準物質（アセトニトリル）のピーク高さに対するエタノールのピーク高さの比です。
＊2 標準溶液の調製に用いるアルコール数測定用エタノール中のエタノール含量（vol%）です。
＊3 「アルコール数」は次の計算式で求めます。

$$\text{アルコール数} = \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{5(mL)}{\text{試料の量}(mL)} \times \frac{\text{アルコール数測定用エタノール中の エタノール}(C_2H_5OH)\text{の含量}(\text{vol\%})}{9.406}$$

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。
Porapak は、Waters Corporation の商標です。

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
島津コールセンター　0120-131691
(075) 813-1691

初版発行：2020 年 7 月

※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。

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

Nexis™ GC-2030
ガスクロマトグラフ

関連分野

- 低分子医薬品
- 石油・化学工業

- 価格お問い合わせ
- 製品お問い合わせ
- 技術お問い合わせ
- その他お問い合わせ