

## 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。

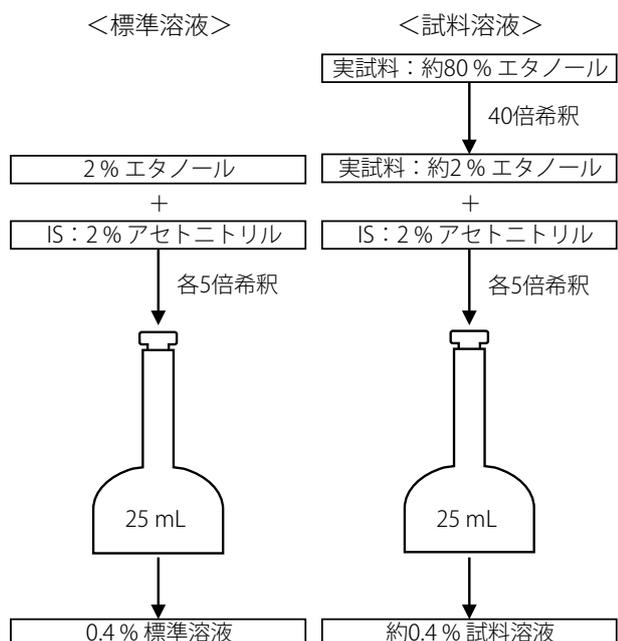


図1 試料調製方法

### ■ 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-624 (0.53 mm I.D.×30 m, d.f.= 3 μm) *1
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

\*1 P/N : 221-76158-30

\*2 水溶媒試料を AOC 用標準シリンジで分析すると、使用中にプランジヤ動作が重くなり、再現性が悪化する場合があります。チタン製プランジヤ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ガラスウール 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。

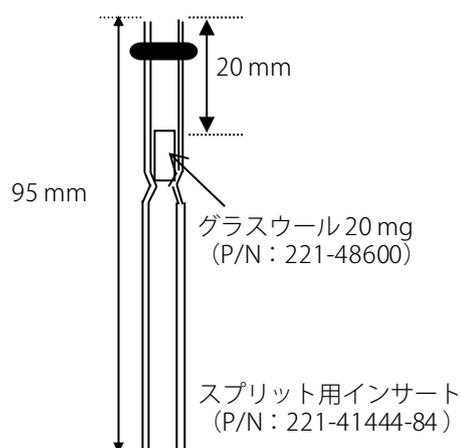


図2 インサート中のウールの位置と量

## ■ 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。

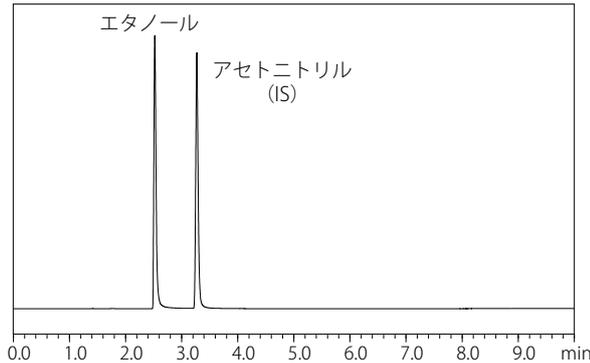


図3 標準溶液のクロマトグラム

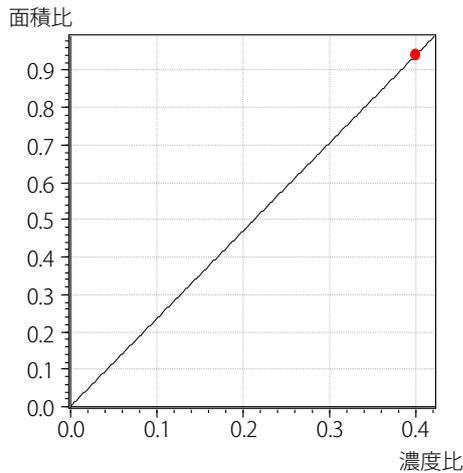


図4 検量線

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。

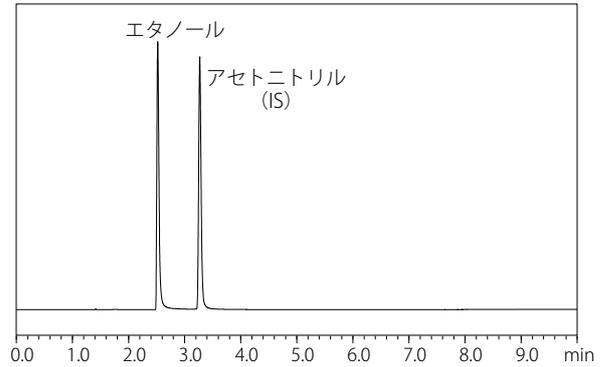


図5 試料溶液のクロマトグラム

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またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

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。