

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

*1 P/N : 221-76158-30

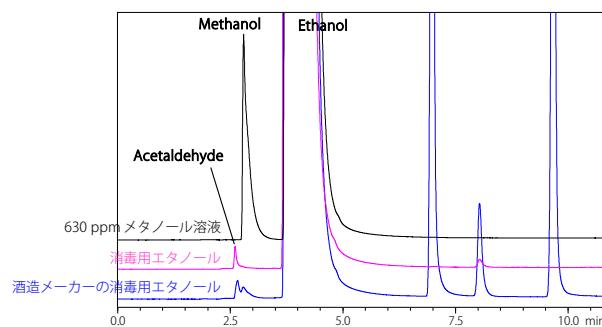


図 1 消毒液のクロマトグラム (表 2 の条件)

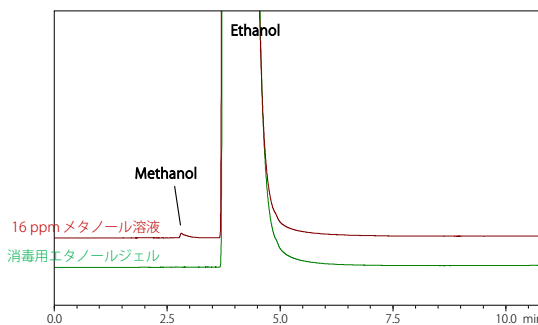


図 2 消毒ジェルのクロマトグラム (表 2 の条件)

■ 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-Q-BOND (0.53 mm I.D.×30 m, d.f.= 20 μm)*1
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

*1 P/N : 221-75765-30

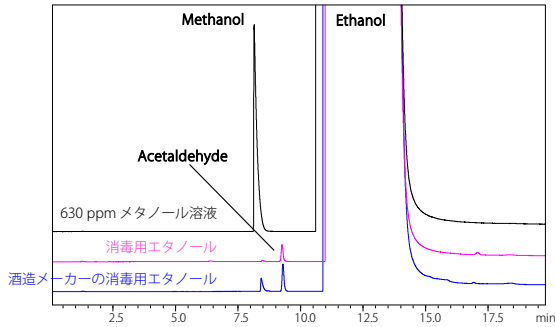


図 3 消毒液のクロマトグラム (表 3 の条件)

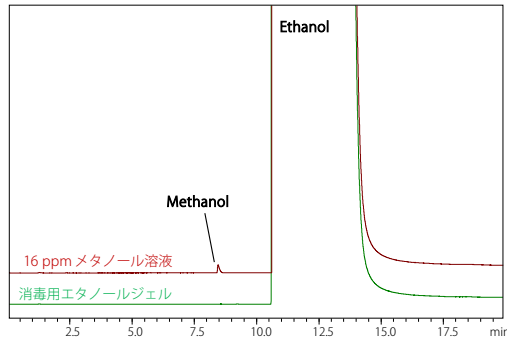


図 4 消毒ジェルのクロマトグラム (表 3 の条件)

■ 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-WAX (0.32 mm I.D.×30 m, d.f.= 0.50 μm)*1
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

*1 P/N : 221-75896-30

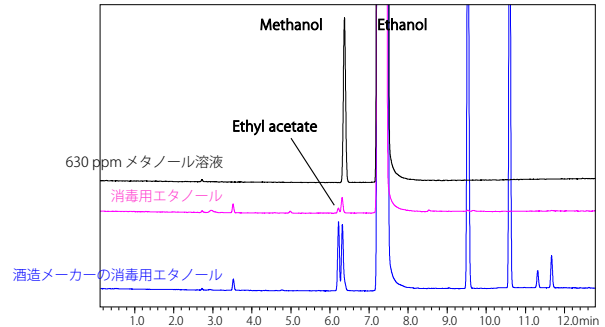


図 5 消毒液のクロマトグラム (表 4 の条件)

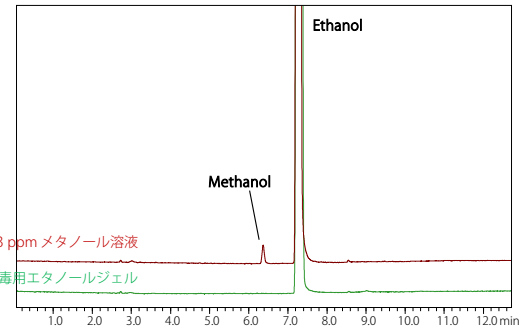


図 6 消毒ジェルのクロマトグラム (表 4 の条件)

■ 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。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

初版発行：2020年9月
A 改訂版発行：2023年3月
島津コールセンター ☎ 0120-131691

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。本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していません。