

# 消毒用アルコールジェル中のエタノール定量分析の検討

岩本 卓治(化学技術部 環境安全グループ)

## 1. はじめに

新型コロナウイルス感染症の発生に伴い、医薬品および医薬部外品の手指消毒用エタノールの需要が高まる一方で、国内製造販売業者の供給が追いつかず、消毒液不足が続いている。こうした逼迫した需給状態を少しでも改善するため、手指消毒用エタノール以外の高濃度エタノール製品を用いた手指消毒について、令和2年3月23日付けで厚生労働省医政局経済課、医薬・生活衛生局医薬品審査管理課、医薬・生活衛生監視指導・麻薬対策課連名で事務連絡として「新型コロナウイルス感染症の発生に伴う高濃度エタノール製品の使用について」が周知され、その後、4月10日、4月22日<sup>1)</sup>と2度の改定が行われた。この取扱いには臨時的・特例的な対応であり、高濃度エタノール製品を手指消毒用エタノールの代替品として用いることに差し支えないとするものであるが、今後の流行状況の変化等によっては、この取扱いは変更・廃止されるものとなっている<sup>1)</sup>。

高濃度エタノール製品の要件は、エタノール濃度が原則70 vol%～83 vol%の範囲内であること(70 vol%以上のエタノールが入手困難な場合には、手指消毒用として60 vol%台のエタノールを使用しても差し支えないこと)と、含有成分にメタノールが含まれないこととしている<sup>1)</sup>。

ジェルタイプの高濃度エタノール製品は粘性があり、微量ではあるがグリセリン、カルボキシビニルポリマー等の保湿剤、増粘剤が成分として含まれていることが多く、精製水が10 vol%のオーダーで存在する。このような成分を含む試料をガスクロマトグラフ(GC)で分析した場合、分析条件によっては酸化されず、装置を汚す原因となる可能性やカラム劣化の一因となる可能性が考えられた。そこで本研究ではこれらの装置への負担の可能性を極力減らすため、ヘッドスペースGC(HS-GC)を用いて、アルコールジェル中のエタノールを定量する検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 分析カラムの検討

高濃度エタノール製品を分析するにあたって分離カラムの検討を行った。高濃度エタノール製品にはメタノールが含まれていないこととする要件があることと、消毒用エタノールには2-プロパノール(IPA)を添加した規格もあるため、これら3成分を分離できるカラムの検討を行った。具体的には3成分の標準試薬を使って極性カラムのDB-WAXETRと中極性カラムのDB-624で検討した。HS-GCの測定条件を表1に示す。

表1 HS-GC測定条件

装置	Hewlett Packard(現 Agilent) HS部: HP-7694型、GC部: HP-5890II型	
HS加熱条件	60℃、20min	
移動相ガス	He	
分離 カラム	①	J&W DB-624 長さ60m 内径0.32mm 膜厚1.8μm
	②	J&W DB-WAXETR 長さ60m 内径0.32mm 膜厚0.5μm
カラム温度	40℃(5min) → (10℃/min) → 120℃	
検出器	水素炎イオン化検出器(FID)	

### 2.2 エタノール定量分析の検討

ジェルタイプの高濃度エタノール製品(指定医薬部外品)を精製水で希釈し、標準添加法で定量することを試みた。

高濃度エタノール製品を1g以上の重量で正確に秤量し、内標準物質として水と混和する*tert*-ブタノール(TBA)を添加した。これに精製水を加え、ゆっくりと攪拌することでジェルを溶かし、分析試料とした。ジェルは透明で水に溶けたかどうかはわかりづらいため、注意が必要であった。

ヘッドスペース用のバイアル瓶に分析試料を5mL、既知濃度に調整したエタノール水溶液を2mL、500℃で2時間焼成した塩化ナトリウムを3.0g添加して密閉した。この分析試料を表1に示す測定条件(カラム①を使用)で測定し、製品中に含まれるエタノール重量濃度を求めた。標準添加法による検量線は3点検量とした。

手指消毒用エタノールのエタノール濃度は体積濃度で表示されるため、HS-GCで得られたエタノール重量濃度から(1)式を使って、体積濃度に換算した。

$$\text{エタノール体積濃度(vol\%)} = \text{エタノール重量濃度(wt\%)} \times \frac{\text{製品の密度(g/cm}^3\text{)}}{\text{エタノール密度(g/cm}^3\text{)}} \quad \dots(1)$$

ここで、製品の密度は15.0℃における密度を、エタノール密度も15.0℃における密度を表している。製品の密度は恒温器(エスベック製LU-113)を用いて、高濃度エタノール製品を15.0℃に温調し、密度比重計(京都電子工業製DA-110)で実測した。15℃におけるエタノール密度は文献値(0.79351 g/cm<sup>3</sup>)<sup>2)</sup>を用いた。

## 3. 結果及び考察

### 3.1 分析カラムの検討

図1にDB-624を分離カラムに用いた時のクロマトグラムを、図2にDB-WAXETRを用いた時の結果を示す。DB-WAXETRの場合、IPAとエタノールのピークが近接し、分離が悪いのに対し、DB-624の場合はメタノール、エタノール、IPAともにピークが分離されていた。また、内標準物質として考えたTBAとも分離が良いことを確認した(図1)。よって、これ以後の測定はDB-624を使用し、エタノールの定量分析を検討した。

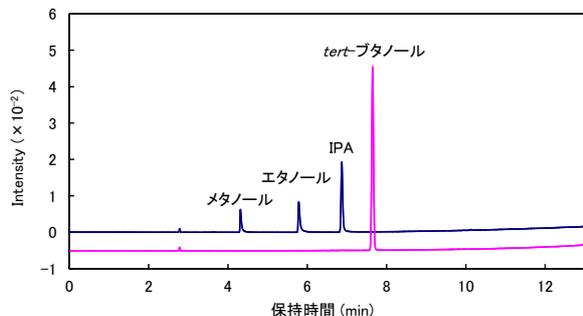


図1 DB-624を用いた時のクロマトグラム

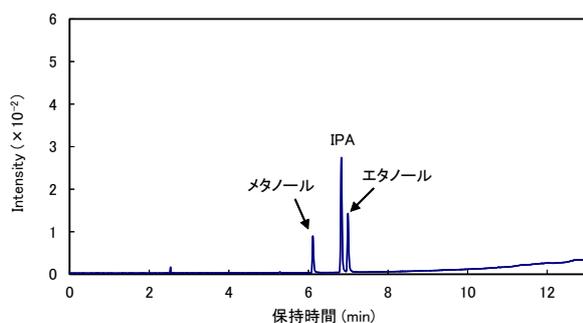


図2 DB-WAXETRを用いた時のクロマトグラム

### 3.2 塩析効果の検討

表2に塩析あり(NaCl 3.0g)と塩析なしの場合のエタノールと内標準物質のTBAの検出感度の比較を示す。エタノール、TBAともに塩析の効果を確認でき、塩析なしと比較してピーク面積値は1.4倍となった。この時のエタノールとTBAのピーク面積比は塩析ありとなしで同じ0.83であったため、それぞれの成分に同様の塩析効果があったといえる。これらのことから検出感度を上げるために塩析は効果的であるということが確認できた。

表2 塩析の有無による各成分の検出感度の比較

	ピーク面積値		比率 <sup>※1</sup>
	塩析あり	塩析なし	
エタノール	33290	24299	1.4
TBA	39869	29105	1.4
ピーク面積比 <sup>※2</sup>	0.83	0.83	-

※1) 塩析ありのピーク面積値/塩析なしのピーク面積値

※2) エタノールのピーク面積値/TBAのピーク面積値

### 3.3 HS-GCによるアルコールジェル中のエタノール分析

図3に標準添加法により得られた検量線を示す。決定係数( $R^2$ )は0.9999で、検量線は良好な直線関係にあった。この検量線を外挿し、X軸との交点から分析試料中のエタノールとTBAの濃度比を求め、既知のTBA濃度を乗じることで試料中のエタノールの重量濃度70.5wt%が得られた。一方、密度比重計を用いた15°Cにおける高濃度エタノール製品の密度は0.8725g/cm<sup>3</sup>であった。これらの実験結果から(1)式を用いてジェルタイプの高濃度エタノール製品におけるエタノールの体積濃度は77.5vol%と算出された。今回、分析の検討に用いたアルコールジェル製品は指定医薬部外品でアルコール濃度は76.9vol%~81.4vol%であることから、標準添加法を用いたHS-GC法で、アルコールジェル中のエタノールを定量することができた。

今回分析に用いたアルコールジェルにはメタノール及びIPAは含まれていなかったが、DB-624を用いることでピーク分離ができ、標準添加法を用いることでそれぞれの成分について定量ができると考えられる。

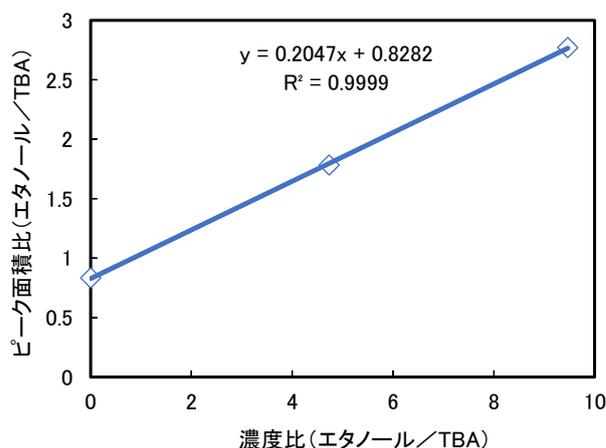


図3 検量線(標準添加法)

### 4 まとめ

アルコールジェル中のエタノールの定量分析をHS-GCを用いて試みた。その結果、カラムにはDB-624を用いることで、メタノール、エタノール、IPAを分離できることがわかった。また、NaClを用いた塩析はピーク面積値を1.4倍大きくする効果があった。TBAを内部標準に用いた標準添加法は直線性の良好な検量線が得られ、アルコールジェル中のエタノールの定量ができることがわかった。

#### 【参考文献】

- 厚生労働省、新型コロナウイルス感染症の発生に伴う高濃度エタノール製品の使用について(改訂(その2))(令和2年4月22日), <https://www.mhlw.go.jp/content/10800000/000611836.pdf> (参照日:2020年6月)
- 日本工業規格(JIS) JIS B 7548:2009. 酒精度浮ひょう 附属書A(規定) 国際アルコール表(2009)