

FTIR によるハンドウォッシュ剤の殺菌効果と安全性の確保

Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計による手軽で信頼性の高いフェノキシエタノールの定量



著者

Adam Smith
SC Johnson Professional
Ripley, UK

Rob Wills
Agilent Technologies, Inc.
Stockport, UK

概要

パーソナルケア製品のメーカーは、必要な仕様を満たしてユーザーの安全を保証し、品質管理基準に継続的に準拠する必要があります。本研究では、Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計と一回反射型ダイヤモンド減衰全反射 (ATR) モジュールによる、殺菌性ハンドウォッシュ剤のフェノキシエタノール含有量を迅速に定量するためのメソッド開発について説明します。この定量メソッドの真度、精度、選択性/特異性を評価し、殺菌性ハンドウォッシュに含まれるフェノキシエタノールのルーチン分析への適合性を確認しました。

Cary 635 FTIR対応

同じメソッドで
同等以上の結果



概要

フェノキシエタノールは化粧品で一般的に使用されている防腐剤で、殺菌剤の補助殺菌剤として使用できます。この材料の量を最終製品で定量することは、消費者向け製品の有効性と安全性を確保するために重要です。この分析には一般的に HPLC メソッドが使用されますが、FTIR を代用すると次のようなメリットがあります。

- **迅速に実行可能：**HPLC メソッドで 30 分かかるサンプル測定を数秒で実行できるため、常に時間が重要な要素となる生産ラボの QC 環境に最適です。

- **優れたコスト効率：**サンプル調製が不要なため、エラーの発生可能性を減らし、分析結果の取得時間を短縮し、分析あたりのコストを削減できます。
- **シンプルさ：**機器のメンテナンスが容易で、消耗品が不要であり、運転時適格性評価（OQ）チェックを社内で行うことができます。
- **手頃な価格：**機器の初期資本コストを下げ、運用コストを大幅に削減できます。

このアプリケーションノートでは、5 % のフェノキシエタノールを含む殺菌性ハンドウォッシュのフェノキシエタノールの定量のために、Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計（図 1 を参照）を用いて開発した FTIR ベースの分析メソッドについて説明します。また、メソッドバリデーション手順の詳細も含まれています。



図 1. Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計とダイヤモンド ATR モジュールは、ハンドウォッシュ製品に含まれるフェノキシエタノールの迅速、簡単な定量に最適です。

実験

装置構成

このアプリケーションには、Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計と一回反射型ダイヤモンド ATR モジュールを使用しました。測定パラメータを表 1 に示します。

表 1. Agilent Cary 630 FTIR-ATR の実験パラメータ

測定モード	吸光度
スペクトル範囲 (cm ⁻¹)	4000~650
バックグラウンド/サンプルスキャン回数	32
スペクトル分離能 (cm ⁻¹)	8
サンプルあたりのおおよその測定時間(秒)	10

Cary 630 FTIR は超小型設計で、堅牢性、柔軟性、高性能を兼ね備えているため、ルーチン分析に最適です。Cary 630 FTIR はサンプリングモジュールを用いてすぐに再構成でき、ユーザーによる調整は不要です。使いやすくするため、Agilent MicroLab ソフ

トウェアには、わかりやすい画像付きでステップごとのガイダンスが用意されており、分析ワークフロー全体で直感的に操作できます。このソフトウェアでは、メソッドベース方式で同定や定量用のメソッドを作成できます。分析結果は、カスタマイズ可能な制限値に基づいて色分けされ、わかりやすい形式で表示されるため、迅速かつ直感的にデータを確認できます (図 2)。

サンプル調製

殺菌性ハンドウォッシュの標準サンプルを、フェノキシエタノールの濃度がちょうど 2、3、4、5、6 % (w/w) になるようにラボで調製しました。

最終製品の仕様は、製造時点でフェノキシエタノールが 4.75 ~ 5.25 % w/w です。フェノキシエタノールは濃度が 6 % を超えると溶解しなくなるため、6 % w/w を標準セットの最高濃度として選択しました。



図 2. Agilent MicroLab ソフトウェアと Agilent FTIR 分光光度計を使用することで、3 つのシンプルな手順で分析を実行でき、メソッドを効率化して必要なトレーニングを大幅に低減できます。

結果と考察

データ品質

サンプルマトリックス中の分析対象物に対する機器応答を目視検査して、データ品質を評価しました。MicroLab Quant アプリケーションのスペクトル（図 3）が示すとおり、分析対象物に対応するピークは明確で、隣接するピークからの干渉がありません。このため、ピーク面積に基づいて分析対象物を定量測定できます。

検量線の直線性

所定の範囲でサンプルマトリックス中の分析対象物の機器応答と濃度の間に直接的な比例関係がある場合、分析範囲は線形と表現されます。直線性は、所定の範

囲における試験結果と濃度の相関関係を示します。MicroLab Quant アプリケーションを用いて、ピーク面積に基づくシンプルな Beer-Lambert の法則（図 3 を参照）を使用して、すぐに検量線（機器応答と実際の濃度の相関関係を示すプロット）を作成しました。この検量線は優れた直線性を示し、相関係数（ R^2 ）は 0.997 を上回りました（図 4）。

検量線

殺菌性ハンドウォッシュの 5 種類の標準を、それぞれ 3 回測定しました。ピーク面積と濃度の相関関係のプロットは直線になり、 R^2 値は 0.99764 でした（図 4）。この高い相関係数は、より低い/高い濃度範囲内で未知サンプルを定量的に評価するのに十分な直線性を示しています。ソフトウェアが自動的に検量線を生成し、相関係数を計算します。



図 3. Agilent MicroLab Quant アプリケーションにより、分析対象物の定量に最適なバンドを特定し、ピーク位置、ピークの開始ポイントと終了ポイントなどの分析パラメータを最適化できます。フェノキシエタノールの場合は 1250 cm^{-1} のバンドが特異的で、検量線生成に適しています。

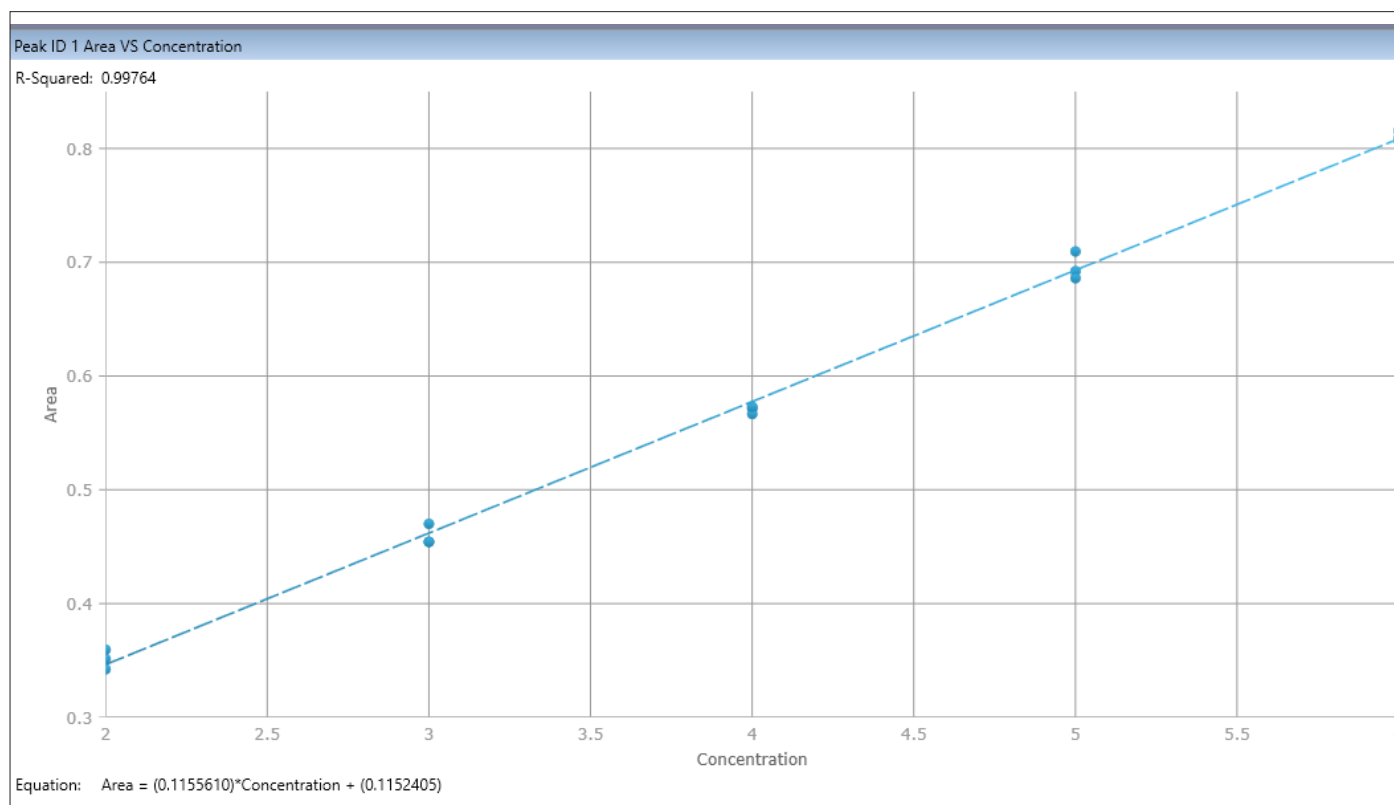


図 4. Agilent MicroLab Quant アプリケーションを使用して検量線を生成し、FTIR スペクトル応答の直線性を評価しました。図 3 のフェノキシエタノールのピーク定義を使用し、5 つの殺菌性ハンドウォッシュ標準の分析に基づいて検量線を生成しました。

真度/回収率

分析手順の真度は、真値（または許容参照値）と測定値の間の一致度と定義されます。真度は定量範囲全体で測定する必要があります。スパイクしたサンプルマトリックス中の既知の分析対象物濃度の回収率（%）が、一般的な真度測定です。

機器応答に基づく、スパイクした各サンプル中に存在する分析対象物の量を、各サンプルに添加した分析対象物の量と比較する必要があります。真度/回収率は、スパイクした分析対象物（グラム単位）から回収される分析対象物（グラム単位）の割合（%）として計算されます。ターゲット成分濃度が 5 % の場合、平均真度/回収率は理論上スパイクした分析対象物含有量の 97 ~ 103 % 以内になる必要があります。

表 2 に、フェノキシエタノールの濃度を 2 ~ 6 % w/w（1 % 間隔で増加）にして作成した殺菌性ハンドウォッシュサンプル用の FTIR メソッドの真度/回収率を示します。各サンプルを 3 回測定し、平均値を使用して真度/回収率を計算しました。すべての回収率は 100 ± 3 % 以内で、メソッドの真度が優れていることを確認できました。

表 2. 殺菌性ハンドウォッシュサンプル中のフェノキシエタノール含有量測定の理論値と平均値。分析メソッドの真度と回収率を示しています。

理論上のフェノキシエタノール含有量 (% w/w)	フェノキシエタノール含有量の平均測定値 (% w/w)	平均真度/回収率 (%)
2.00	2.06	102.77
3.00	2.98	99.26
4.00	3.93	98.33
5.00	5.03	100.54
6.00	6.01	100.24

精度（オペレータ間）

精度とは、同じサンプルまたはサンプルセットの一連の測定間の一致度です。オペレータ間の精度は、ターゲット濃度が 100 % の 6 つの個別のサロゲート溶液セットを、他の分析者に調製および分析してもらうことで評価できます。分析者、機器、実施日が異なる試験で取得した結果でも、≤ 2 % RSD の精度を満たす必要があります。

精度を検証するため、別のラボスタッフメンバーが新たに作成した FTIR メソッドを使用して、5 % w/w のフェノキシエタノールを含む殺菌性ハンドウォッシュのバッチを分析しました。このプロセスを、分析者、機器、実施日を変えて 6 回繰り返しました。結果は、RSD ≤ 1 % という優れた精度を示しました（表 3）。

表 3. 分析者、機器、実施日を変えて分析した 6 つの殺菌性ハンドウォッシュサンプルのフェノキシエタノール濃度。メソッドの優れた信頼性と真度を示しています。

サンプル番号	フェノキシエタノール含有量 (% w/w)
1	4.96
2	4.96
3	4.84
4	5.00
5	4.92
6	4.94
平均値	4.94
標準偏差	0.049
% RSD (精度)	0.99

選択性と特異性

メソッドの選択性/特異性は、（分析対象物を含まない）ブランクサンプルマトリックスの機器応答を、既知量の分析対象物をスパイクしたブランクサンプルマトリックスの機器応答と比較して測定します。ブランクサンプルマトリックスの機器応答が、分析対象物に対する機器応答に干渉しないことが理想的です。

殺菌性ハンドウォッシュのサンプルを、フェノキシエタノールなしで調製しました。このサンプルをフェノキシエタノール定量メソッドで分析すると、結果は 0 % になります。図 5 の結果は、このメソッドの特異性を示しています。

Cary 630 FTIR-ATR の定量メソッドは優れた直線性、真度/回収率、精度、選択性/特異性を示しており、フェノキシエタノールの分析に適していることがわかります。

MicroLab			
 Status: Ready		User: Admin	
		Method: Phenoxylethanol Quant April 2022 AS	
Results:			
Name	Value	Low Threshold	High Threshold
% Phenoxylethanol	0.000		

図 5. フェノキシエタノールが 0 % のブランクサンプルマトリックスの分析結果にはマトリックス干渉が見られません。これはメソッドの特異性を示しています。

殺菌性ハンドウォッシュバッチのルーチン分析

評価の成功後に、この定量モデルを MicroLab メソッドに統合し、許容基準に基づいて合格/不合格基準を確立しました。続いて図 6 のように結果を適切に色分けし、データを簡単に分析、解析できるようにしました。

Cary 630 FTIR メソッドは、5 % のフェノキシエタノールが含まれる殺菌性ハンドウォッシュバッチの QC 用として、SC Johnson Professional の QC ラボに導入されています。

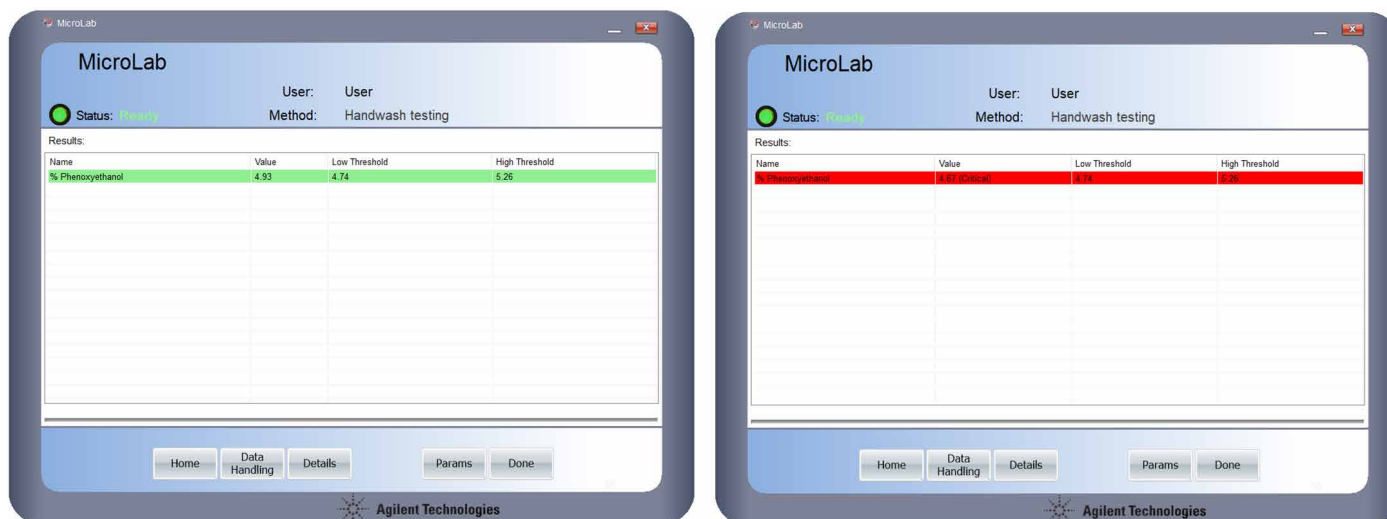


図 6. Agilent Cary 630 FTIR-ATR 定量モデルを Agilent MicroLab ソフトウェアメソッドに統合すると、殺菌性ハンドウォッシュバッチのルーチン分析を簡素化できます。データ取り込み後に、ソフトウェアが濃度（%）を測定して色分けし、実用的な分析結果として表示します。仕様内のサンプルは緑色、仕様外のサンプルは赤色で表示されます。

結論

Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計とダイヤモンド ATR モジュールを用いて、殺菌性ハンドウォッシュ剤に含まれるフェノキシエタノールを迅速に定量するための分析メソッドを作成および検証しました。

その結果、このメソッドの特異性、直線性、真度、精度が優れていることがわかりました。Cary 630 FTIR は現在、SC Johnson Professional の QC ラボで、5 % のフェノキシエタノールを含む殺菌性ハンドウォッシュ剤の製造プロセスの一部として使用されています。

FTIR メソッドは以前の HPLC メソッドの代わりに使用でき、速度が大幅に向上します。また、ラボ技術者が簡単に実行でき、溶媒が不要で化学廃棄物も出ません。分析結果はわかりやすく色分けして表示されるため、データの誤解析のリスクが解消されます。このため Cary 630 FTIR は、QC ラボの合格/不合格試験に最適なツールです。

詳細情報

- Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計
- Agilent MicroLab ソフトウェア
- Agilent MicroLab Expert ソフトウェア
- FTIR 分析およびアプリケーションガイド
- FTIR 分光分析法の基礎に関する FAQ

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

RA250605.384

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2026
Printed in Japan, August 4, 2025
5994-8408JAJP