

# ASTM D2269-10 にもとづく 白色鉍油の分析に適した UV-Vis 分光光度計

Agilent Cary 3500 マルチセル UV-Vis により時間の節約、  
測定誤差の低減、データ解析の効率化を実現



## 著者

Yasurika Heenatigala  
Agilent Technologies, Inc.

## 概要

医薬品製造に用いられる白色鉍油は、規制項目に従って厳格な純度試験に合格することが要求されます。今回の研究では、ASTM D2269-10 標準メソッドに従い、Agilent Cary 3500 マルチセル UV-Vis 分光光度計によりナフタレンを定量して、鉍物油の純度試験を実施しました。その結果から、Cary 3500 UV-Vis を用いたメソッドが ASTM D2269-10 に定められている精度基準を満たし、品質管理アプリケーションに適した信頼性を備えていることが確認されました。この試験では、3 種類の市販鉍物油サンプルを測定し、USP-NF モノグラフで定義されているナフタレン許容限度に対して評価しました。純度試験に合格したのは、3 種類の鉍物油のうち 2 種類のみでした。この研究を通して Agilent Cary UV ワークステーションソフトウェアの利点も明らかになりました。具体的には、データの取り込みおよび解析が簡素化され、効率的に試験を実施し、明確なレポートを作成することができました。

## はじめに

白色鉍油は、原油を精製することにより得られる芳香族炭化水素の複雑な液体混合物です。食品（調理）、化粧品、医薬品の製剤、産業アプリケーションなど多様な産業にわたり原材料、添加物、または賦形剤として広く使用されています<sup>1</sup>。

医薬品業界は、薬物の安全性、効能、品質を確保して公衆衛生を守るため、厳しく規制されています。その結果、製剤に使用される医薬品グレードの鉍物油には厳格な法的規制が課され、微量汚染物質に対する能動的監視と純度試験によって業界基準を満たすことが義務付けられています。欧州薬局方および米国薬局方では、紫外（UV）光分析によって鉍物油サンプル中のナフタレンや多環芳香族炭化水素などの不純物の濃度を測定することが規定されています<sup>2</sup>。また、この分析を支援するため、USP-NFではナフタレンの上限しきい値を吸光度単位（Abs）で策定しています<sup>3</sup>。

さらに、ASTM では、業界全体にわたって測定の一貫性と信頼性を維持するために、物質を評価するための標準化メソッドを定めています。その1つである ASTM D2269-10 標準試験メソッドは、参照物質に対するナフタレンの紫外吸収を測定することにより、意図した用途への白色鉍油の適合性を評価するための手順です<sup>4</sup>。米国薬局方と米国国民医薬品集（USP-NF）の規定を基準としているため、医薬品グレードの鉍物油に適しています。

今回の研究から、3種類の市販鉍物油サンプルの紫外吸光度を測定するために Cary 3500 マルチセル UV-Vis 分光光度計（図 1）と Agilent Cary UV ワークステーションソフトウェアを使用することの利点が明らかになりました。3種類の鉍物油の純度は ASTM D2269-10 標準メソッドに従って測定しました。

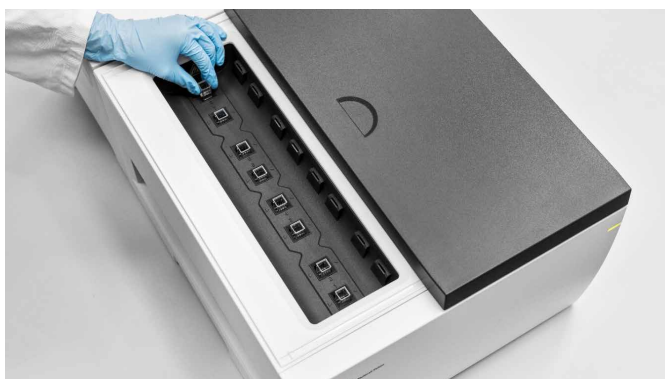


図 1. Agilent Cary 3500 マルチセル UV-Vis 分光光度計をすべての測定に使用しました。

## 実験方法

### サンプル前処理と標準液の調製

**標準液ブランク：**分光分析グレードの 2,2,4-トリメチルペンタン（イソオクタン）（Sigma-Aldrich 社、部品番号 1047182500、CAS 番号 540-84-1）

**標準液リファレンス：**清潔な乾燥した 100 mL の計量メスフラスコをはかりに載せて風袋引きし、44.3 mg のナフタレン（Sigma-Aldrich、部品番号 147141-25G、CAS 番号 91-20-3）を加えました。質量を 0.0001 g の桁まで記録した後、イソオクタンを標線まで加えて希釈し、栓をして完全に混合しました。溶解液の濃度を計算し、適切な量を採取して、イソオクタン中のナフタレン濃度が 7.0 mg/L である 20 mL の標準液を調製しました。

**サンプル：**25 mL の鉍物油（アジレント・テクノロジー、部品番号 5190-8716）と 25 mL のヘキサン（Sigma-Aldrich 社、部品番号 270504-2L、CAS 番号 110-54-3）を分液漏斗に移し、混合しました。次に、5 mL のジメチルスルホキシド（DMSO）（Sigma-Aldrich 社、部品番号 1029500500、CAS 番号 67-68-5）を加え、混合液を 1 分間激しく振とうしました。その後、下層が透明になるまで、混合液を静置しました。下層を移し、そこに 2 mL のヘキサンを加えました。混合液を振とうし、下層が透明になるまで静置しました。下層を抽出し、それを鉍物油抽出液としました。3 mL の抽出サンプルを標準の 3.5 mL、光路長 10 mm の石英製キュベット（アジレント・テクノロジー、部品番号 5061-3387）に移しました。この作業は、鉍物油の 3 つの異なるバッチに対して 3 回実行しました。

**溶媒コントロール：**5 mL の DMSO を、25 mL のヘキサンが入った分液漏斗に加えました。混合液を 1 分間激しく振とうした後、下層が透明になるまで静置しました。下層を抽出し、それを溶媒コントロールとしました。光路長 10 mm の石英製キュベットに 3 mL の抽出ブランクをそれぞれ入れた溶媒コントロールセルを 3 個用意しました。

## 装置構成

鉍物油抽出液および溶媒コントロールのセルの準備後、Cary 3500 マルチセル UV-Vis 分光光度計（図 1）で表 1 のパラメータを使用して吸光度を測定しました。この機器のマルチセル設計により、最大 7 個のサンプルと 1 つのリファレンスを同時に測定できる、最適化された効率的なワークフローが実現します。

表 1. Agilent Cary 3500 マルチセル UV-Vis で使用したデータ収集パラメータ

| パラメータ     | 設定値                 |
|-----------|---------------------|
| 波長範囲      | 260 ~ 350 nm（両値を含む） |
| 信号平均化時間   | 0.1 秒               |
| データ間隔     | 1 nm                |
| スペクトルバンド幅 | 2 nm                |

## 結果と考察

ASTM D2269-10 試験メソッドでは、鉍物油について USP-NF モノグラフで定義されている不純物（ナフタレン）吸光度しきい値の許容基準に関する概要が示されています。モノグラフでは、「指定範囲内の任意の波長におけるサンプル溶液の吸光度が標準溶液の吸光度の 1/3 を超えないこと」とされています。サンプル溶液の指定範囲は 260 ~ 350 nm と定義され、標準溶液の吸光度は 275 nm で測定します。

### 許容限度の計算

ASTM D2269-10 には、鉍物油の不純物許容限度を特定するための手順の概要が示されています。Cary UV ワークステーションには、これを遂行するための便利なツールが備わっています。例えば、「End of sequence analysis（シーケンス終了時の解析）」機能は標準メソッドの品質管理（QC）要件への適合に役立ちます。図 2 に示すように、「End of sequence analysis（シーケンス終了時の解析）」の「Analysis 1（解析 1）」として、参照標準の測定値にもとづくナフタレンの不純物吸光度しきい値の計算式を入力しました。また、不純物吸光度しきい値をスペクトル上に視覚的に生成するために、「Analysis 2（解析 2）」として「Divide Scalar（スカラー除算」（除数 3）関数を使用しました。

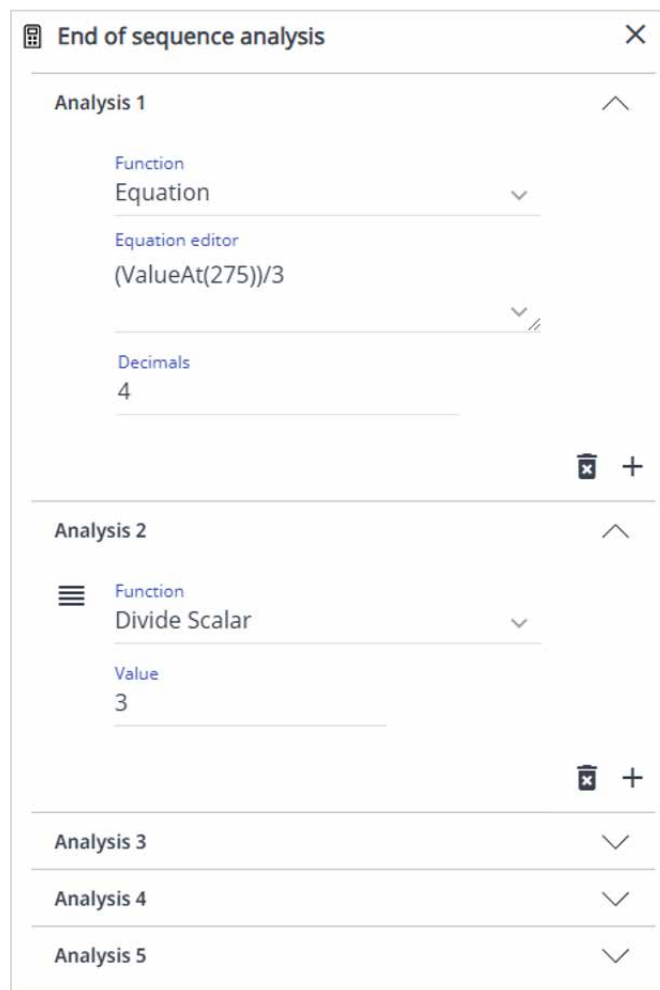


図 2. ナフタレン参照標準の測定に続き、Agilent Cary UV ワークステーションに搭載されている「End of sequence analysis（シーケンス終了時の解析）」機能により 2 つの解析が自動的に完了しました。Analysis 1（解析 1）：不純物吸光度しきい値 ( $y = (x = 275 \text{ における値})/3$ )。Analysis 2（解析 2）：Divide Scalar（スカラー除算）関数を使用して、275 nm における吸光度限度を可視化

ナフタレンの参照標準は、Cary 3500 マルチセル UV-Vis を使用して Scan アプリケーションモードで測定し、スペクトルを Cary UV ワークステーションで可視化しました。このソフトウェアによって返された不純物吸光度の許容限度は 0.0997 Abs でした。

## 定量分析

3 種類の鉱物油サンプル中のナフタレンの測定には、新しい Scan バッチを使用しました。「End of sequence analysis (シーケンス終了時の解析)」機能を使用して、指定波長範囲にわたるサンプルの吸光度を計算し、それを不純物吸光度しきい値 0.0997 Abs と比較しました。このプロセスにより、USP-NF モノグラフで定義されている許容基準をサンプルが満たしているかどうかを評価しました。

溶媒コントロールを測定してベースラインを取得した後に、Cary 3500 マルチセル UV-Vis で図 3 のシーケンスを使用して 3 種類の鉱物油サンプルのスペクトルを採取しました。

Cary UV ワークステーションにより、シーケンス設定に基づいて吸光度値のテーブルが自動的に生成されました。これらの値は、ASTM D2269-10 メソッドに規定された要件に従って報告されました。

各サンプルの最大吸光度 (式  $\text{Sample} \times (\text{YMax})$  により計算) が不純物吸光度限度 0.0977 Abs から減算されました。正の値は、サンプルが試験メソッドに合格した (ナフタレンの吸光度と濃度が有意でない) ことを示します。一方、負の値は、サンプルが不合格であった (スペクトル領域に、有意なナフタレン濃度を示す顕著な吸光度が現れている) ことを示唆します。図 4 に示すように、3 種類のうち 2 種類の鉱物油が純度の試験メソッドに合格しました。

## Results and Analysis

Calculator results (2025-03-12 19:05:18 (-07:00))

0.0997-Y Max(260,350)

| Sample name           | Results |
|-----------------------|---------|
| Mineral oil extract 1 | 0.0043  |
| Mineral oil extract 2 | 0.0069  |
| Mineral oil extract 3 | -0.0452 |

図 4. 有意でないナフタレン濃度は正の値で表されます (サンプルが純度の試験メソッドに合格したことを意味します)。一方、有意なナフタレン濃度は負の値で表され、ASTM D2269-10 では不純サンプルに該当します。

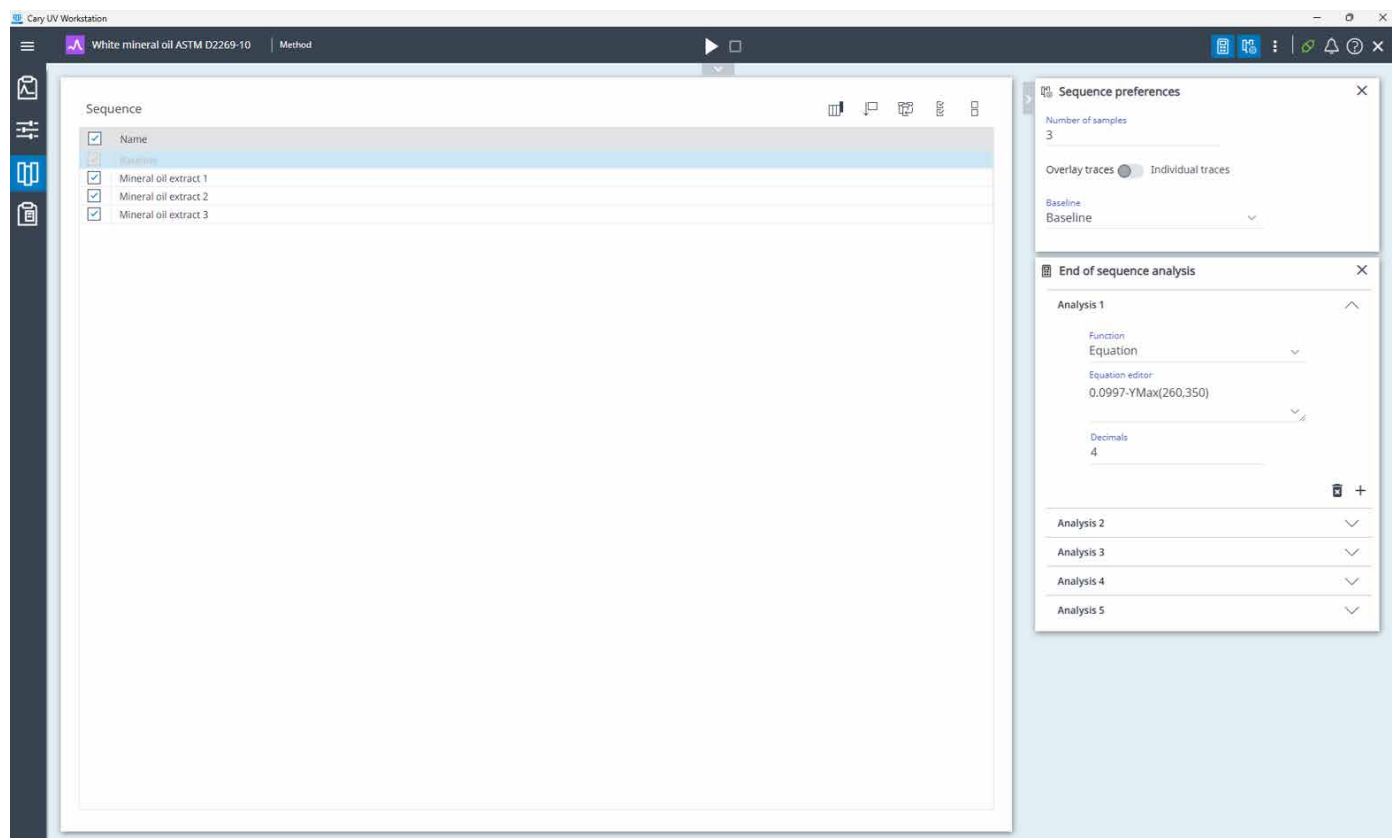


図 3. Agilent Cary 3500 マルチセル UV-Vis 分光光度計を使用した 3 種類の鉱物油サンプルの同時測定のための、Agilent Cary UV ワークステーションのシーケンス設定ページ

定性分析

「Load Spectrum (スペクトルの読み込み)」は、Scan アプリケーションによって収集されたサンプルの安全なデータベースを検索することのできるソフトウェアツールです。この機能を使用して、現在のサンプルのスペクトルに不純物吸光度しきい値のスペクトルを重ね表示しました。これを図 5 に示します。

「Load Spectrum (スペクトルの読み込み)」機能では、図 6 に示すように、使用のたびに明確な監査証跡が記録されるため、トレーサビリティを確保し、説明責任を果たすこともできます。

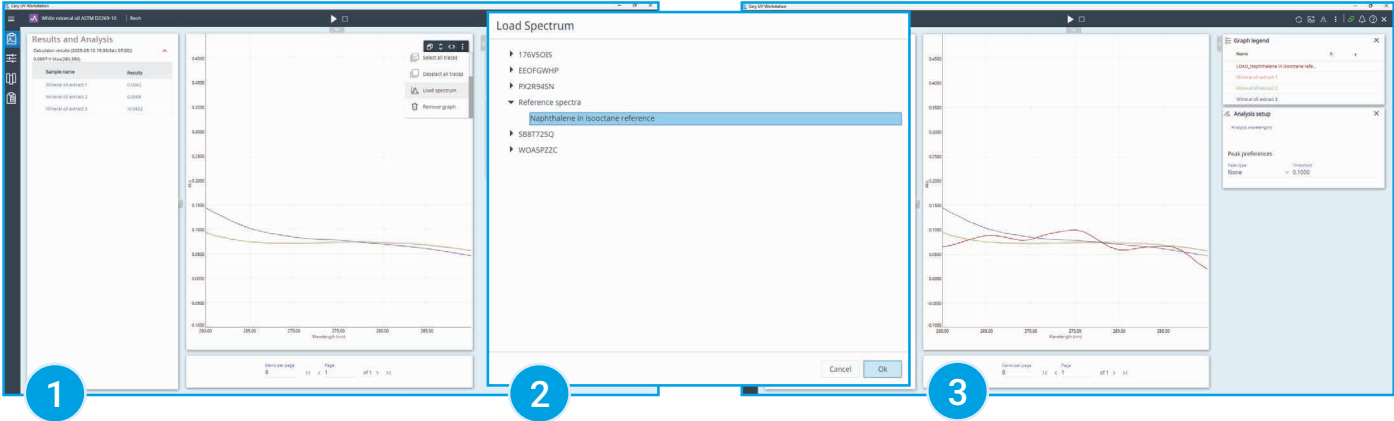


図 5. 「Load Spectrum (スペクトルの読み込み)」機能では、現在開いているバッチにソースバッチのスペクトルを読み込むことができます。バッチの参照や目的のスペクトルの選択は、ユーザーインターフェースで直感的に行えます。

Cary UV Workstation - Project - Project A

White mineral oil ASTM D2269-10 | Batch

Audit Trail

Search [ ] From [ ] To [ ] User [ ] Category [ ]

| Created by           | Date and time (yyyy-MM-dd) | Description                                                                                                 | Reason for change                      | Category | Reviewed by | Review date | Hostname        | Application                 | Data version | Project           |
|----------------------|----------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|----------|-------------|-------------|-----------------|-----------------------------|--------------|-------------------|
| John Smith (JohnS75) | 2025-04-21 22:11:05 -07:00 | Naphthalene in Isooctane reference loaded from Reference spectra as LOAD_Naphthalene in Isooctane reference | Loading naphthalene reference spectrum | Display  |             |             | DESKTOP-VPTAOTV | Cary UV Workstation 1.6.299 | N/A          | Project A (ID 14) |
| John Smith (JohnS75) | 2025-04-21 22:10:51 -07:00 | File saved as White mineral oil ASTM D2269-10                                                               | Initial Save                           | Saving   |             |             | DESKTOP-VPTAOTV | Cary UV Workstation 1.6.299 | N/A          | Project A (ID 14) |

Print Review

図 6. 「Load Spectrum (スペクトルの読み込み)」機能の使用により生成された監査証跡

Cary UV ワークステーションでは、グラフの拡大/縮小も可能なため、比較がさらに容易になります。図 5（および図 7）に示すように、波長範囲 260 ~ 290 nm が表示されるようにグラフを拡大しました。試験サンプルについて、波長領域にわたる吸光度が、275 nm における不純物吸光度限度（0.0977 Abs）を超えている場合、有意なナフタレン（不純物）濃度を示します。グラフから、鉱物油サンプル 1 および 2 に含まれるナフタレン濃度は有意ではなく、どちらのスペクトルも不純物吸光度しきい値を超えていないことがわかります。一方、サンプル 3 はこの限度を超えています。サンプル前処理プロセスでの汚染がその原因と考えられます。

## レポート作成

Cary UV ワークステーションにより、結果を 1 つのレポートにまとめました。値の解析テーブルや拡大されたグラフ、監査証跡などの関連情報を、レポートに含めるように選択しました（図 7）。最終的なレポートは自動的に PDF 形式で生成され、エクスポートされるため、情報をシームレスに転送できます。エクスポート先はユーザーが定義できます。

データ採取パラメータ、シーケンス終了時の解析の設定、レポート設定は、Cary UV ワークステーションにメソッドとして保存しました。このように最適化済みのメソッドにアクセスできるようにしておけば、計算とレポート作成（ユーザー定義の場所への自動エクスポートを含む）を自動化し、今後の鉱物油の測定を効率化できます。

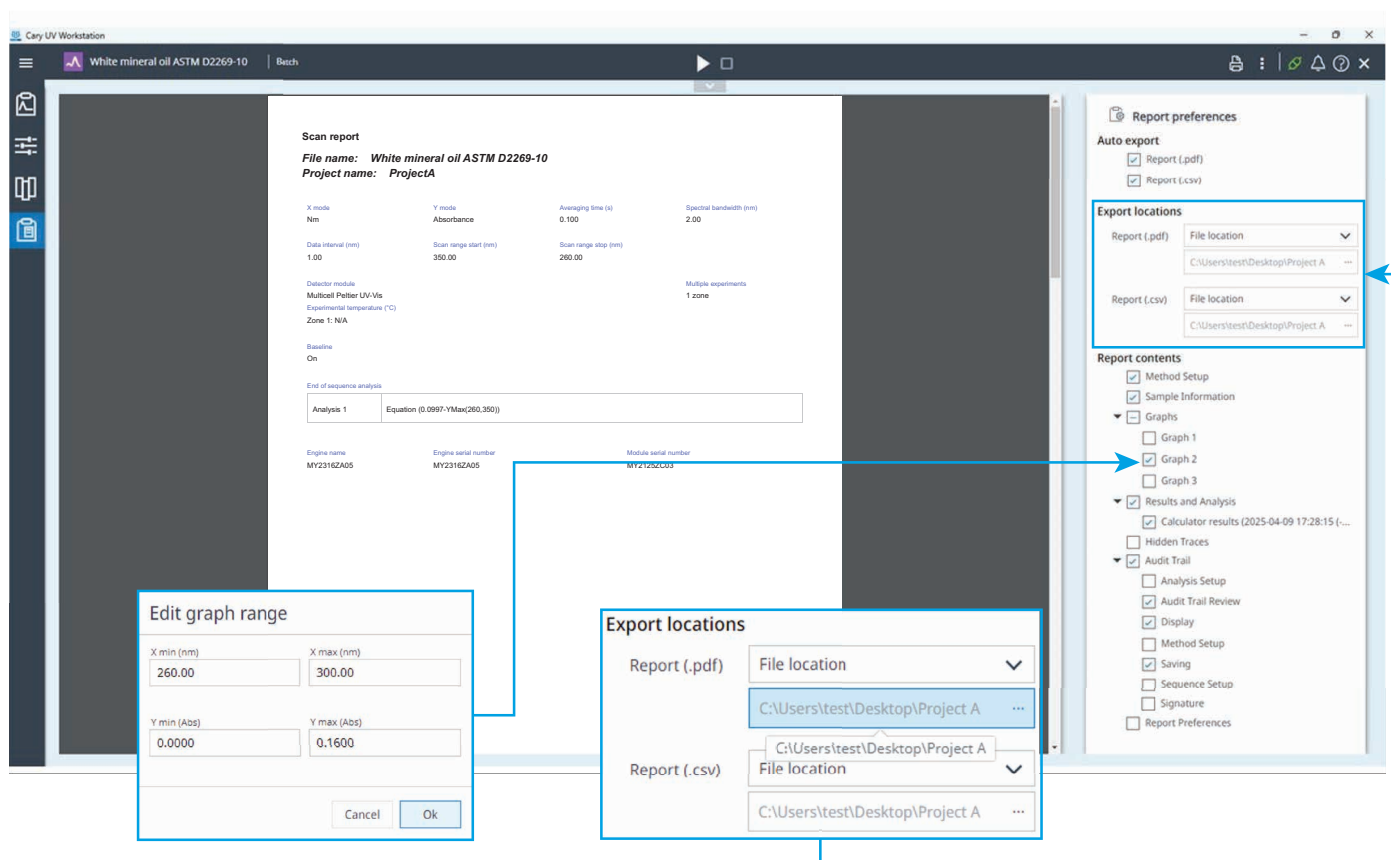


図 7. Agilent Cary UV ワークステーションでは、必要に応じてレポートの内容を選択したり選択解除したりできます。

Scan report

File name: White mineral oil ASTM D2269-10

Project name: ProjectA

X mode

nm

Y mode

Absorbance

Averaging time (s)

0.100

Spectral bandwidth (nm)

2.00

Data interval (nm)

1.00

Scan range start (nm)

350.00

Scan range stop (nm)

260.00

Detector module

Multicoil Peltier UV-Vis

Experimental temperature (°C)

Zone 1: N/A

Baseline

On

Multiple experiments

1 zone

End of sequence analysis

Analysis 1

Equation (0.0997-YMax(260,350)) Decimals: 4.

Engine name

MY2316ZA05

Engine serial number

MY2316ZA05

Module serial number

MY2125ZC03

Generated by

John Smith (JohnS75)

Generated on

2025-04-21 22:36:06 (-07:00)

Cary UV Workstation

Version 1.6

Page 1 of 4

Graph 2

Graph Legend (user-defined)

Impurity absorbance threshold

Mineral oil extract 1

Mineral oil extract 2

Mineral oil extract 3

Generated by

John Smith (JohnS75)

Generated on

2025-04-21 22:36:06 (-07:00)

Cary UV Workstation

Version 1.6

Page 2 of 4

Calculator results (2025-05-12 19:35:54 (-07:00))

0.0997-YMax(260,350)

| Sample name           | Results |
|-----------------------|---------|
| Mineral oil extract 1 | 0.0043  |
| Mineral oil extract 2 | 0.0069  |
| Mineral oil extract 3 | -0.0452 |

Generated by

John Smith (JohnS75)

Generated on

2025-04-21 22:36:06 (-07:00)

Cary UV Workstation

Version 1.6

Page 3 of 4

Audit trail

| Created by                                                                                                                                                                                      | Date and Time                | Reviewed by          | Review date | Category | Application         | Data version | Project           | Host name      |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|----------------------|-------------|----------|---------------------|--------------|-------------------|----------------|
| John Smith (JohnS75)                                                                                                                                                                            | 2025-04-21 22:11:05 (-07:00) | John Smith (JohnS75) |             | Display  | Cary UV Workstation | N/A          | Project A (ID 14) | DESKTOP-VPTAIV |
| <div>Description: Naphthalene in isooctane reference loaded from Reference spectra as LOAD_Naphthalene in isooctane reference.</div> <div>Reason: Loading naphthalene reference spectrum.</div> |                              |                      |             |          |                     |              |                   |                |
| John Smith (JohnS75)                                                                                                                                                                            | 2025-04-21 22:10:51 (-07:00) | John Smith (JohnS75) |             | Saving   | Cary UV Workstation | N/A          | Project A (ID 14) | DESKTOP-VPTAIV |
| <div>Description: File saved as White mineral oil ASTM D2269-10.</div> <div>Reason: Initial Save.</div>                                                                                         |                              |                      |             |          |                     |              |                   |                |

Generated by

John Smith (JohnS75)

Generated on

2025-04-21 22:36:06 (-07:00)

Cary UV Workstation

Version 1.6

Page 4 of 4

図 8. スキャンレポート (4 ページ構成：(1) スキャンレポート、(2) グラフ、(3) 計算結果、(4) 監査証跡)

7



メソッドの精度

3 種類すべての鉱物油サンプルについて、Cary 3500 マルチセル UV-Vis を使用して精度試験を実施しました。各サンプルでは、ASTM D2269-10 に従い、波長範囲 275 ～ 280 nm で吸光度測定を 20 回行いました。

繰り返し精度試験により、機器内の一貫性を評価しました。連続する試験結果間の差が試験基準である 0.014 Abs を超えた可能性のあるケースは、20 回の測定のうち 1 回のみでした。今回の研究では、標準偏差の計算値（n = 20）はすべて ± 0.014 Abs 以内となり、表 2 に示すように、最大ばらつき ± 1.28 × 10<sup>-3</sup> Abs は鉱物油サンプル 3 で観察されました。

表 2. スキャン波長範囲 275 ～ 280 nm（両値を含む）にわたる 20 回の測定の最大ばらつき

| サンプル     | 波長範囲 275 ～ 280 nm における<br>最大ばらつき (Abs) |
|----------|----------------------------------------|
| 鉱物油抽出液 1 | 1.93 × 10 <sup>-4</sup>                |
| 鉱物油抽出液 2 | 3.05 × 10 <sup>-4</sup>                |
| 鉱物油抽出液 3 | 1.28 × 10 <sup>-3</sup>                |

再現性試験により、機器間の一貫性を評価しました。独立した 2 つの試験結果間の差が試験基準である 0.044 Abs を超えた可能性のあるケースは、20 回の測定のうち 1 回のみでした。別々のオペレータ間の標準偏差の差（n = 20）を計算しました（ΔSD）。観察されたすべての差は ± 0.044 Abs 以内であり、表 3 に示すように、最大差異 ± 1.16 × 10<sup>-3</sup> Abs は鉱物油サンプル 3 で観察されました。

表 3. オペレータ 1 とオペレータ 2 間のばらつきの差として計算した、機器間の最大ばらつき。波長範囲 275 ～ 280 nm（両値を含む）にわたる測定を 20 回実行し、標準偏差を計算しました。

| サンプル     | 波長範囲 275 ～ 280 nm にわたるオペレータ間の<br>最大ばらつき (Abs) |
|----------|-----------------------------------------------|
| 鉱物油抽出液 1 | 3.05 × 10 <sup>-5</sup>                       |
| 鉱物油抽出液 2 | 1.79 × 10 <sup>-4</sup>                       |
| 鉱物油抽出液 3 | 1.16 × 10 <sup>-3</sup>                       |

ASTM D2269-10 試験メソッドでは、この UV-Vis 分光分析法により確実に純度を測定するための測光精度について、厳格な要件が定義されています。精度試験の結果から、鉱物油サンプルの純度試験における Cary 3500 UV-Vis の優れた信頼性が実証されました。

結論

Agilent Cary 3500 マルチセル UV-Vis 分光光度計と Agilent Cary UV ワークステーションソフトウェアを使用することで、3 種類の市販白色鉱油の純度（ナフタレン）を効率的に測定できました。鉱物油の試験には ASTM D2269-10 試験メソッドを使用し、USP-NF モノグラフで定義されているナフタレンの許容限度に適合しているかどうかを調査しました。Cary 3500 UV-Vis を用いたメソッドは、ナフタレンの測定に関して ASTM D2269-10 で規定された精度基準を満たし、医薬品グレードの油の品質管理に適していることがわかりました。

Cary 3500 UV-Vis は 8 つのセルポジションを利用できるマルチセル設計です。最大 7 個のサンプルと 1 つのリファレンスを同時に測定できるため、生産性が向上します。また、マルチセル構成により、サンプル測定間の環境、オペレータ、機器条件のばらつきを回避し、測定の真度と精度を確保できます。Cary UV ワークステーションソフトウェアでは、以前取り込んだスペクトルを読み込んで比較したり、明確なグラフを生成してレポートを作成したりできるため、実験的試験やデータ解析のための作業が簡略化されます。

今回の研究により、業界規格に適合した油系医薬品原料のルーチン純度試験に対する、Cary UV ワークステーションを搭載した Cary 3500 マルチセル UV-Vis の適合性が実証されました。



## 参考文献

1. Pirow, R.; Blume, A.; Hellwig, N.; Herzler, M.; Huhse, B.; Hutzler, C.; Pfaff, K.; Thierse, H.-J.; Tralau, T.; Vieth, B.; et al. Mineral Oil in Food, Cosmetic Products, and in Products Regulated by Other Legislations. *Critical Reviews in Toxicology* **2019**, 49(9). <https://doi.org/10.1080/10408444.2019.1694862>
2. Weber, S.; Schrag, K.; Mildau, G.; Kuballa, T.; Walch, S. G.; Lachenmeier, D. W. Analytical Methods for the Determination of Mineral Oil Saturated Hydrocarbons (MOSH) and Mineral Oil Aromatic Hydrocarbons (MOAH)—A Short Review. *Analytical Chemistry Insights* **2018**, 13. <https://doi.org/10.1177/1177390118777757>
3. The United States Pharmacopeial Convention. USP-NF Mineral Oil, 2024, Retrieved from United States Pharmacopeia: [https://doi.org/10.31003/USPNF\\_M54081\\_02\\_01](https://doi.org/10.31003/USPNF_M54081_02_01)
4. ASTM International. ASTM D2269-10 (2020) Standard Test Method for Evaluation of White Mineral Oils by Ultraviolet Absorption. ASTM Volume 05.01: Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants. doi: 10.1520/D2269-10R20

ホームページ

**[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)**

カスタムコンタクトセンタ

**0120-477-111**

**[email\\_japan@agilent.com](mailto: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。

DE-005995

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2025

Printed in Japan, April 25, 2025

5994-8265JAJP