

ヨーロッパ薬局方 (EP) にしたがった *myo*-イノシトールの確認試験

岩前 はるか

ユーザーベネフィット

- ◆ 高感度と優れた操作性を兼ね備えたIRXrossおよびコンパクトFTIRであるIRSpiritでは、標準同梱されたIR Pilot™を使用することで、確認試験をスムーズに実施できます。
- ◆ IR Pilotは最適な測定条件を簡単に設定して呼び出すことができ、確認試験をはじめとしたルーチン分析に役立ちます。
- ◆ IR Pilotに新たに追加された「ピーク指定判定」機能を用いると、設定した波数をもとに自動で合否を判定できます。

■はじめに

新製品IRXrossおよびコンパクトFTIRであるIRSpirit (図1)の装置制御・データ解析ソフトウェアLabSolutions™ IRには、確認試験、異物解析、定量分析、膜厚測定の4種類の測定・解析を簡便に行える専用プログラム (IR Pilot) が標準同梱されています。この専用プログラムでは、画面の指示に従って操作するだけで、正しい手順で測定から解析、印刷までを自動で行うことができます。23通りの専用プログラムを装備しており、測定後に一連の分析フローを登録することで、次回からはメインメニューからワンクリックで分析をスタートさせることが可能となります。

今回は、食品や医薬品添加物の一種である *myo*-イノシトールについて、EPにしたがった確認試験の例をご紹介します。



図1 IRXross (左) およびIRSpirit (右) の外観

■ *myo*-イノシトール

myo-イノシトールはIUPAC命名法では「1,2,3,5/4,6-イノシトール」もしくは「(1R,2R,3S,4S,5R,6S)-シクロヘキサン-1,2,3,4,5,6-ヘキサノール」と表記されるシクリトールの一種で、多くの動植物に普遍的に存在する化合物です。化学構造式を図2に示します。イノシトールには9つの異性体がありますが、*myo*-イノシトールはそのうち最も一般的に存在し、水溶性ビタミン様作用物質の一つとして知られています。乳児用ミルクやサプリメントなどに配合されているほか、肝臓加水分解物製剤等にも使用されています。EPや米国薬局方 (USP)、日本の医薬品添加物規格2018、第9版食品添加物公定書など、様々な規格書に記載されており、赤外スペクトルによる確認試験が規定されています。

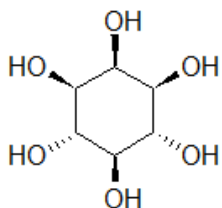


図2 *myo*-イノシトール C₆H₁₂O₆の化学構造式

■ *myo*-イノシトールの確認試験

ヨーロッパ薬局方 (European Pharmacopoeia) EP10.6の Monographs 1805において、*myo*-イノシトールの確認試験は、赤外分光法を用い、試験品と *myo*-イノシトールCRS (CAS登録番号 (CAS RN®) は87-89-8) の比較を行うよう記載されています。今回は、Wiley Science Solutions社の検索ソフトウェアKnowItAll Spectroscopyエディションに登録されている該当の赤外スペクトルを標準品の赤外スペクトルと仮定し、確認試験を行いました。なお、EP Monographs 1805には、確認するピーク波数およびずれの許容範囲に関する記述はありません。そこで今回は、主要なピーク位置12箇所を選択しました。なお、試験品と *myo*-イノシトールCRSのずれの許容範囲については、測定した分解能2 cm⁻¹より1.0 cm⁻¹以内に設定しました。

試験品のφ4 mm臭化カリウム (KBr) 錠剤を作製し、赤外スペクトルを測定しました。測定条件を表1に、取得した赤外スペクトルを図3に示します。

表1 測定条件

装置	: フーリエ変換赤外分光光度計 IRXross (KBr窓板)
分解	: 2 cm ⁻¹
積算回数	: 45
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: DLATGS

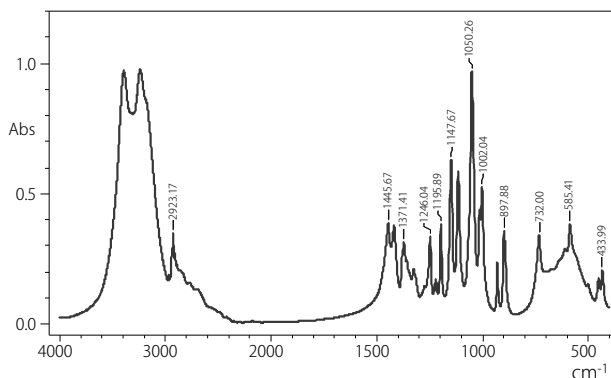
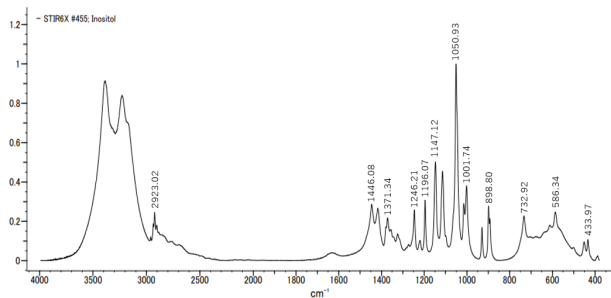


図3 試験品の赤外スペクトル

標準品と仮定した赤外スペクトルを図4に示します。また表2には、設定した主要なピーク位置12箇所におけるピーク波数位置と波数のずれをまとめました。



Name	Inositol
CAS Registry Number	87-89-8
Catalog Number	109102
Formula	C6H12O6
InChI	InChI=1S/C6H12O6/c7-1-2(8/4)10/6(12/5)11(3)13(18)14-2-3-4/5-8-
InChI Key	CDASIMWEOUEBRE-GPHVLXJGSA-N
Instrument Name	Bruker Tensor 27 FT-IR
Making Point	222 ° 227 ° C
MolWeight	180.156 g/mol
Purity	>98%
Source of Sample	Spectrochem Pvt. Ltd.
Source of Spectrum	Bio-Rad Laboratories, Inc.
Technique	KBr

図4 myo-イノシトール (CAS登録番号: 87-89-8) の赤外スペクトル (引用: 検索ソフトウェアKnowItAll Spectroscopyエディション)

表2 主要ピーク波数とずれ

図3のピーク波数 (cm ⁻¹)	図4のピーク波数 (cm ⁻¹)	波数のずれ (cm ⁻¹)
2923.17	2923.02	0.15
1445.67	1446.08	0.41
1371.41	1371.34	0.07
1246.04	1246.21	0.17
1195.89	1196.07	0.18
1147.67	1147.12	0.55
1050.26	1050.93	0.67
1002.04	1001.74	0.30
897.88	898.80	0.92
732.00	732.92	0.92
585.41	586.34	0.93
433.99	433.97	0.02

表2を見ると、同一波数にピークが確認でき、波数のずれは最大で0.93 cm⁻¹であることから、測定した試験品はmyo-イノシトールであると推察できます。

■ IR Pilotを用いた確認試験の効率化

前項では、標準品と試験品の赤外スペクトルから、ピーク位置を比較することによって確認試験を実施しました。ここでは、この操作を省力化する事例をご紹介します。

IRXrossおよびIRSpiritに標準同梱されている専用プログラムIR Pilotを用いることで、試験品の測定およびピーク検出を自動化することができます。

IR Pilotは、画面の指示に従って、①分析目的、②測定手法、③使用する付属品、④必要なデータ処理の4項目を選択するだけで、目的試料の測定、解析、印刷までを簡単に行うことができる便利なプログラムです。

画面のガイダンスに従って「薬局方に準じた確認試験」「透過法」「KBr錠剤法」と選ぶだけで表1に示すような最適な条件で測定を行うことができます。また、測定後の解析として「ピーク検出」や「ピーク指定判定」を活用することで、主要なピークの検出や検出結果を含めたレポート作成、標準品と試験品の赤外スペクトルを指定したピーク波数における比較および合否判定などを簡単に実施することが可能となります。

以下では、「ピーク指定判定」の条件設定画面を例にとってご説明します(図5参照)。ここでは、検索ソフトウェアKnowItAll Spectroscopyエディションに登録されているmyo-イノシトール (CAS登録番号: 87-89-8) の赤外スペクトルを参考に、主要なピーク位置を登録しました。実際に確認試験を行う場合には標準品をご購入いただき、赤外スペクトルを取得してください。比較するピーク波数は最大10点、ピーク強度比については最大4点設定できます。波数のずれが、ユーザーの設定する許容範囲内であれば合格と判定します。分析実施後、プログラム登録を行うことで、次回以降はバックグラウンド (BKG) 測定およびサンプル測定の操作のみで確認試験を実施することができます。各国薬局方のほか、各種公定法などの確認試験にも活用できます。

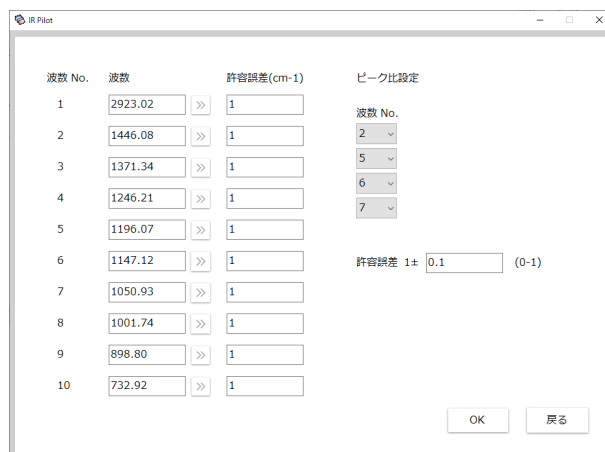


図5 ピーク指定判定の条件設定画面

■ まとめ

食品や医薬品添加物の一種であるmyo-イノシトールの確認試験を行いました。ヨーロッパ薬局方に準じた測定およびピーク検出を行い、試験品の吸収波数が標準品と仮定したスペクトルと一致することを確認しました。標準品を用意する場合は合否判定まで自動で行うことができ、確認試験をさらに省力化できます。公定法に基づく確認試験において、IR Pilotによって分析条件設定やレポート作成の手間を省き、効率的に試験を実施することができます。

<参考文献>

European Pharmacopeia (EP 10.6), Monographs, myo-inositol

IRXross、IRSpirit、IR Pilot、およびLabSolutions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
グローバルアプリケーション開発センター

01-00308-JP 初版発行: 2022年 3月

島津ホールセンター ☎ 0120-131691

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。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただけますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2022