

IR Pilot™による健康食品粉末の確認試験

■はじめに

GMPガイドラインは、製品が適切かつ安全に製造され、一定の品質が保証されるように、原料の受入から最終製品の包装・出荷にいたる全工程について、事業者が遵守すべき要件を示しています。食品や医薬品を扱う業界では以前からGMPが義務として課せられており、食品や医薬品の成分や含有量が表示どおりであるか、安全性や品質に問題がないかを確認する試験が実施されています。近年アジア諸国において、健康食品やサプリメントの製造工程にもGMPが法律で義務付けられるようになりました¹⁾。

今回は、分析をナビゲートする専用ソフトウェアIR Pilotを使った健康食品粉末の確認試験事例を紹介いたします。

E.lida

■IR Spirit™

FTIRは、試料に赤外線を照射して得られる赤外スペクトルを利用して化合物を定性・定量します。簡便で迅速にスペクトル測定ができるため、試料の確認試験に最適です。測定には、IR Spirit-Tに1回反射ATR測定装置QATR™-Sを付属したシステムを使用しました。図1に装置外観を示します。IR SpiritはA3サイズ以下の小さなボディで、簡単に持ち運びが可能です。



図1 IR Spirit™+ QATR™-Sの外観

■IR Pilot

IR Spiritの装置制御・データ解析を行うソフトウェアLabSolutions™ IRには、確認試験、異物解析、定量分析、膜厚測定の種類別の測定・解析が簡便にできる専用プログラム「IR Pilot」がインストールされています。ガイダンスに従って操作するだけで、正しい手順で測定から解析、印刷までを行うことができます。

確認試験における一致度計算は、試料測定後に行うデータ処理の一つです。正規品と対象品の赤外スペクトルを比較し、両者の各波数における吸光度を2次元プロットして一致度を求めます。一致度は0~1で示され、数値が大きいほど類似した赤外スペクトルとなり、一致度=1で赤外スペクトルが完全一致していることを意味します。一致度計算を用いて管理する方法は、食品原料、食品添加物、医薬品などの確認試験や品質管理に有効な手段の一つです。IR Pilotでは、標準品のスペクトルとしきい値を指定して一致度計算を実行すると、赤外スペクトルとスコア、判定（合格/不合格）が表示されます。

■健康食品粉末の確認試験

市販の健康食品粉末（主成分：乳タンパク）に、今回意図的に汚染物質（砂糖）を混入した試料を準備しました。砂糖のみ(a)、砂糖を30%(b)、20%(c)、10%(d)、5%(e)混入した試験品および、砂糖未混入品(f)、そして標準品である健康食品粉末(g)のATR測定を行いました。測定条件を表1に、各試料のATRスペクトルを図2に、標準品を参照とした場合の一致度計算結果と合否判定を表2に示します。

表1 測定条件

装置	: IR Spirit-T (KBr窓板) QATR-S (広帯域ダイヤモンドディスク)
分解	: 4 cm ⁻¹
積算回数	: 40
アポダイズ関数	: Sqr-Triangle
検出器	: DLATGS

砂糖(a)のATRスペクトルから砂糖由来の主なピークは、1,049 cm⁻¹ (C-O伸縮振動)、988 cm⁻¹ (C-O伸縮振動)、908 cm⁻¹ (環の振動) 付近に見られます。これらのピークは、砂糖が30%混入している場合(b)は明瞭に見られますが、20%(c)、10%(d)、5%(e)と混入濃度が低下するにしたがって、混入有無の判断が難しくなります。しかし、標準品(g)を参照とする一致度を求めると、スペクトルのピーク形状による判断だけでなく、標準品と試験品との差を数値で判断することができます。砂糖未混入の場合(f)、一致度は0.99以上で砂糖を混入した各試験品(b)~(e)と比較して一致度が高いことがわかります。

IR Pilotを用いて、標準品の赤外スペクトルと一致度を評価するためのしきい値として0.9900を登録することにより、図3に示すような、確認試験結果を得ることが可能です。

表2 一致度計算結果と合否判定

試験品	一致度	合否判定*
乳タンパク+砂糖30% (b)	0.8741	不合格
乳タンパク+砂糖20% (c)	0.9325	不合格
乳タンパク+砂糖10% (d)	0.9829	不合格
乳タンパク+砂糖 5% (e)	0.9879	不合格
乳タンパク+砂糖 0% (f)	0.9943	合格

※しきい値：0.9900

まとめ

IR Pilotの一致度計算機能を用いることで、健康食品やサプリメントの確認試験を簡便で迅速に行うことができます。予め試験条件を登録すれば、試験品を測定するだけで合否判定を行うことができ、日々の確認試験を効率的に実施できます。

IR Pilot、IR Spirit、QATRおよびLabSolutionsは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

<参考文献>

1) 一般社団法人 日本健康食品規格協会HP
<http://www.jihfs.jp/gmpn01.html>

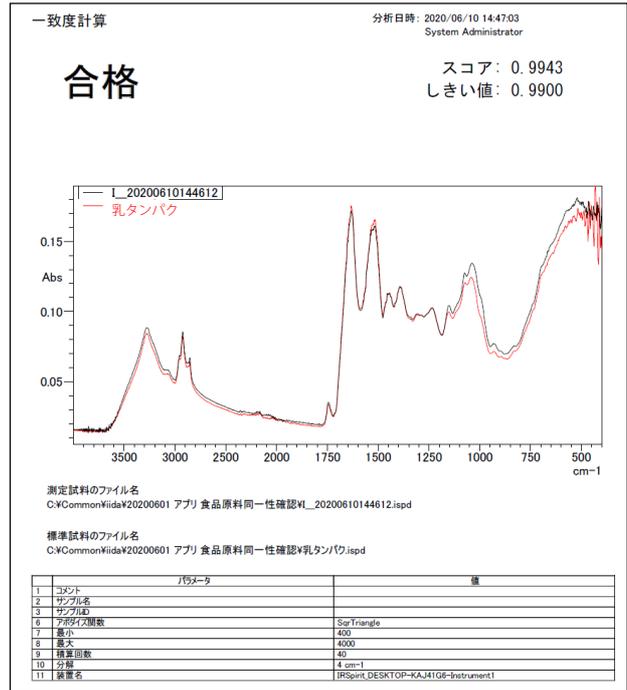


図3 確認試験結果

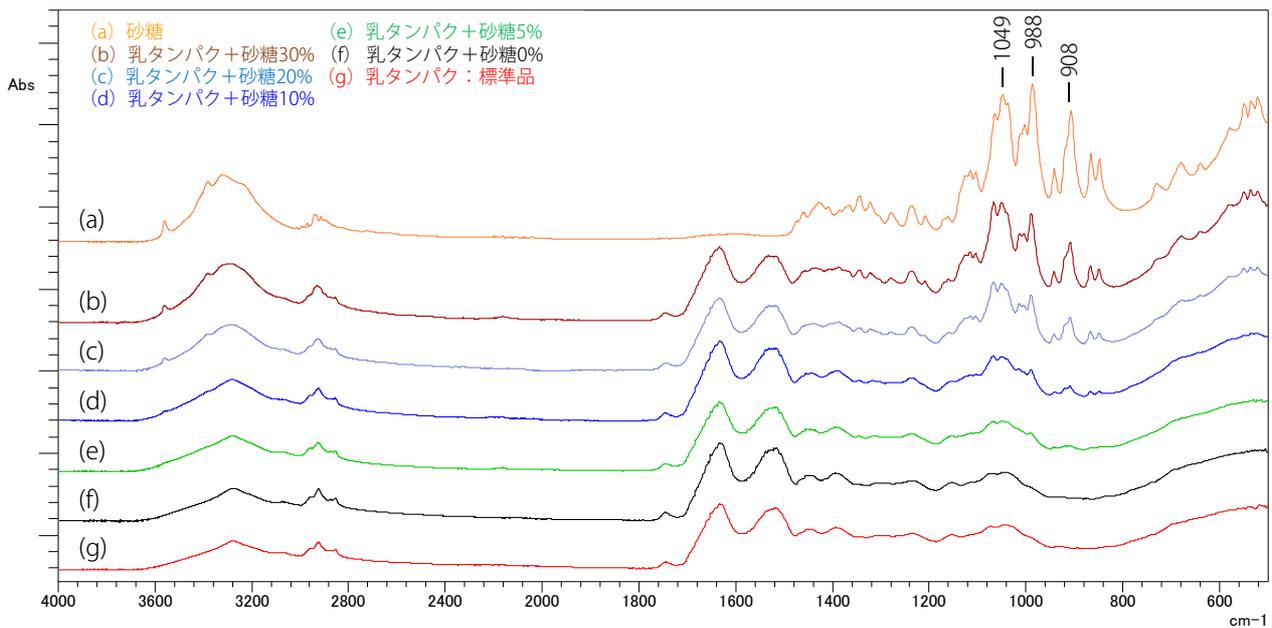


図2 各試料のATRスペクトル