

USPに準拠した栄養補助食品中ビタミンの分析

- Nexera™ XRによるシアノコバラミンの分析 -

アメリカ薬局方 (The United States Pharmacopoeia; USP) は栄養補助食品の品質管理における規格基準の一つとして用いられます。

ビタミンB₁₂はコバルトを含有するビタミンの総称です。造血や代謝に関与しますが、生体内での合成はできず、植物性食品にはほとんど含まれません。ビタミンB₁₂は不足しやすいため、多くの栄養補助食品に含有されています。¹⁾ ビタミンB₁₂の多くはシアノコバラミン相当量で表示されます。

USP40-NF35の「Oil and Water Soluble Vitamins with Mineral Tablets Cyanocobalamin」では、シアノコバラミンの分析法として、HPLCによる分析法と微生物定量法の2種類が掲載されています。²⁾

ここでは、ビタミンB₁₂を代表し、シアノコバラミンについてNexera XRを用いてUSP40-NF35に準拠したシステム適合性試験を行いました。また、マルチビタミン錠を分析し、Nexera XRとProminence™との互換性を確認しました。

K. Matsuoka, H. Yamamoto*
(* : Shimadzu Techno-Research, Inc.)

■システム適合性試験の分析例

シアノコバラミンのシステム適合性試験の分析条件を表1に、システム適合性試験基準値を表2に示します。また、図1にシアノコバラミン標準液のクロマトグラムを、表3にシアノコバラミンの繰り返し再現性の結果を示します。

ピーク面積値の相対標準偏差は基準値以下となり、Nexera XRがシステム適合性を有していることが確認されました。

表1 シアノコバラミンの分析条件

System	: Nexera XR
Column	: Shim-pack™ GIS-C18 (4.6 mm × 150 mm L; 5 μm; USP code L1)
Mobile Phase	: Methanol / water = 7/13
Flow Rate	: 0.5 mL/min
Column Temp.	: 20 °C
Injection Vol.	: 200 μL*
Detection	: PDA 550 nm (190 - 800 nm)

* : 500 μL サンプルループ追加

表2 シアノコバラミンのシステム適合性試験基準値

Relative standard deviation (%RSD) (n = 6)	≤ 3
--	-----

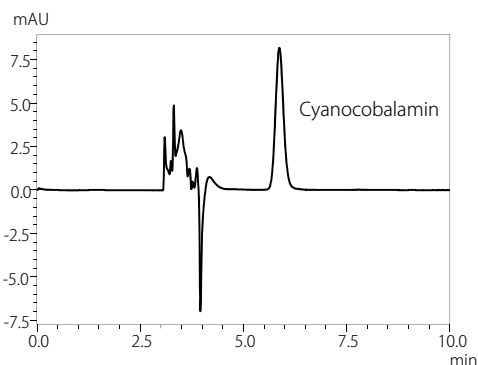


図1 シアノコバラミン (1 mg/L) のクロマトグラム

表3 シアノコバラミンの繰り返し再現性 (n=6)

	%RSD	
	保持時間	ピーク面積値*
シアノコバラミン	0.122	0.867

* : USP40-NF35の基準 : 3%以下

■市販サプリメントの分析例

市販サプリメントの「マルチビタミン錠」を分析しました。前処理フローを図4に、市販サプリメントのクロマトグラムを図2に示します。

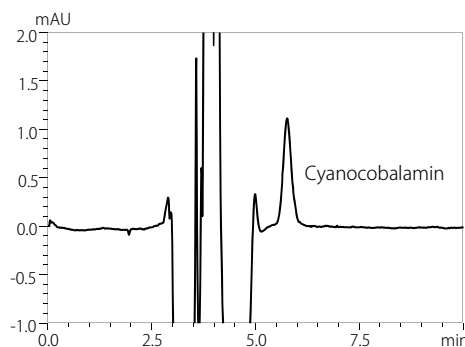


図2 市販サプリメントのクロマトグラム

■シアノコバラミンの吸収スペクトル

市販サプリメントの分析で得られたピークの保持時間、およびピークから得られるスペクトルを標準液 (図1) と比較し、同定しました。

図3に、シアノコバラミン標準液および市販サプリメント中に含有されるシアノコバラミンのスペクトルを示します。各スペクトルは比較のため、ノーマライズしています。

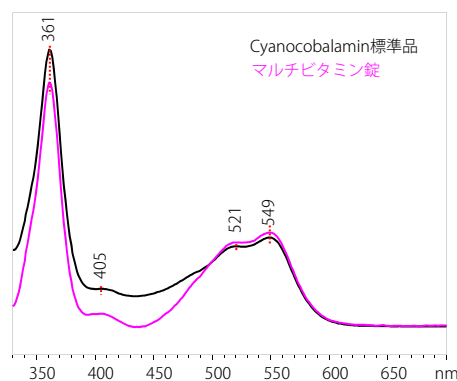


図3 シアノコバラミンのスペクトル

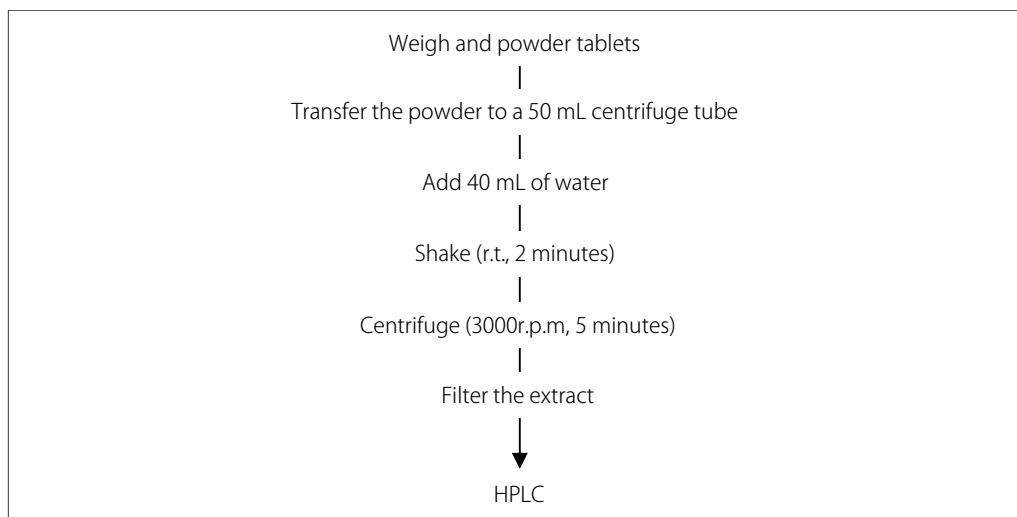


図4 シアノコバラミン分析における前処理フロー

■ Prominenceシリーズとの互換性

前述のシステム適合性試験と市販サプリメントの分析を Prominenceシリーズでも同様に行いました。分析条件及び前処理フローはそれぞれ表1、図4と同じです。

シアノコバラミン標準溶液のクロマトグラムを図5に、市販サプリメントのクロマトグラムを図6に示しました。また、表4に市販サプリメントの定量値を示しました。

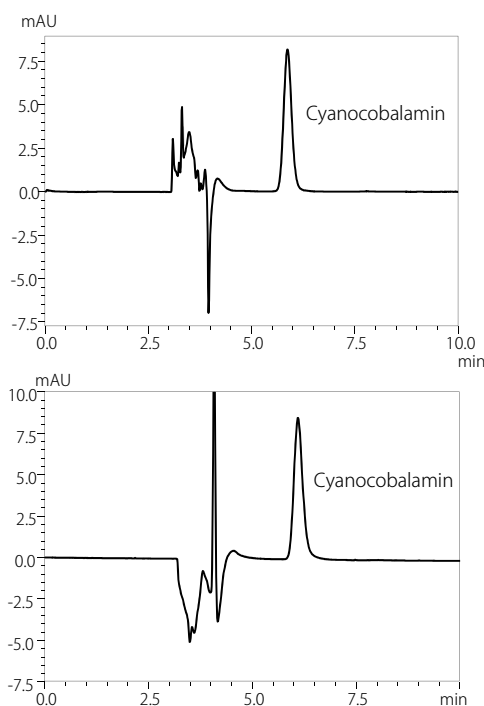


図5 シアノコバラミン (1 mg/L) のクロマトグラム (上図: Nexera XR、下図: Prominence)

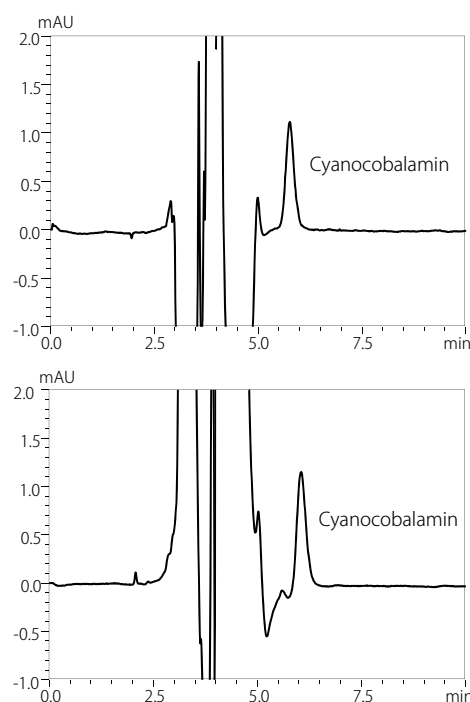


図6 市販サプリメントのクロマトグラム (上図: Nexera XR、下図: Prominence)

表4 市販サプリメントの定量値

Calculated amount/tablet	Nexera XR	0.44 µg
	Prominence	0.49 µg
Labeled amount/tablet*	0.45~1.25 µg	

* : USP40-NF35の基準 : Labeled amountの90%~150%

■ まとめ

Nexera XRを用いてビタミンB₁₂の一種であるシアノコバラミンの分析を行った結果、Nexera XRはシステム適合性条件を満たしていることがわかりました。また、Nexera XRを用いた分析においても、Prominenceと同様の結果が得られることがわかりました。

[参考文献]

- 1) 国立研究開発法人 医薬基盤・健康・栄養研究所 (<https://hfnet.nibiohn.go.jp/contents/detail177.html>)
- 2) USP pharmacopoeia 40 : 7384 "Oil and Water Soluble Vitamins with Mineral Tablets Cyanocobalamin"

Nexera、Prominence、およびShim-pack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。

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

初版発行 : 2020年3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※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。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。