

Application News

No. A597

光吸収分析

FTIR による健康食品原料の同一性確認 - GMP への対応 -

GMP (Good Manufacturing Practice、適正製造規範) 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、原料の受入れ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。製薬業界では以前から GMP が義務として課せられており、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¹⁾。

健康食品、あるいはサプリメントは、錠剤やカプセルの形状が主流で、その製造工程は医薬品と共通する点があり、最近ではアジア諸国において健康食品等についても、GMP が法律で義務付けされるようになりました²⁾。

ここでは、当社製 FTIR の制御ソフトウェア LabSolutions™ IR に標準搭載の日本薬局方確認試験プログラムを用いた同一性確認の方法を紹介します。このプログラムでは、日本薬局方に沿った試料の確認試験が簡便に行えます。また、日本薬局方に記載されている試料以外でも、特徴あるピークを指定することで、原料の受入検査や製品の出荷前検査などに使用することが可能です。

R. Fuji

■ 日本薬局方確認試験プログラム

日本薬局方は、わが国の医薬品の品質を適正に確保するために必要な規格・基準及び標準的試験法等を示す公的な規範書です。本書の通則には、「確認試験とは医薬品又は医薬品中に含有されている主成分などを、その特性に基づいて確認するための試験」との記述があります。また、「FTIR を用いた確認試験では、試料の吸収スペクトルと標準品の吸収スペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき、試料と標準品の同一性が確認される」とされています。測定方法としては、臭化カリウム (KBr) 錠剤法又は塩化カリウム (KCl) 錠剤法、溶液法、ペースト法、液膜法等の透過法が一般的ですが、第十七改正ではモンテルカストナトリウムや精製ヒアルロン酸ナトリウム点眼液など、一部の医薬品に対して ATR 法も認められました³⁾。

日本薬局方医薬品各条では、成分毎にそれぞれの試験方法が定められていることから、日本薬局方確認試験プログラムには多様な試験方法に対応するための 3 つの機能があります。1 つ目は確認事項として 10 点までのピーク位置を指定できる「ピーク検出」、2 つ目は目視にてスペクトル比較を行うための「スペクトル出力」、3 つ目は「スペクトル出力」に加えて 10 点までのピーク位置と 4 点までのピーク強度比を指定できる「レポート作成」です。

健康食品原料の同一性確認には、日本薬局方確認試験プログラムの「レポート作成」を適用することができます。「レポート作成」では、あらかじめ登録した標準スペクトルのピーク波数とピーク強度比について、試料スペクトルと比較した上でその許容値から合否判定が行えます。この評価には、最大 10 点のピーク波数とそのうちの最大 4 点のピーク強度比を用いることができます。ピーク波数と強度比の許容範囲も任意に設定することができるため、様々な原料に対して、ユーザーが必要とする条件で試験が行えます。

■ 使用装置

フーリエ変換赤外分光光度計 IRSpirit™ に、IRSpirit の試料室と一体化した 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。

IRSpirit は持ち運びができる小さなボディで、本体サイズは、390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm と A3 サイズ以下です。さらに、間口の狭い場所でも設置できるように、2 面からのアクセスを可能にしたユニークなデザインを採用しています。また、クラス最高の SN 比と分解能を兼ね揃え、当社製付属品や市販の付属品も搭載できるクラス最大幅の試料室は高い拡張性を実現しています。異物解析プログラムや異物ライブラリなど、異物分析に特化した機能もあるため、確認試験に限らず、ご活用いただけます。



図 1 IRSpirit™+QATR™-S の外観図

■ L-グルタミン酸の同一性確認試験

日本薬局方確認試験プログラムの「レポート作成」の機能を用いて、健康食品原料として使用されることのあるL-グルタミン酸の同一性確認試験を行いました。測定条件を表1に示します。

表1 測定条件

装置	: IRSpirit-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	: 20
アポダイズ関数	: Happ-Genzel
検出器	: DLATGS

日本薬局方確認試験プログラムは、図2に示すプログラムの流れに従って実行します。

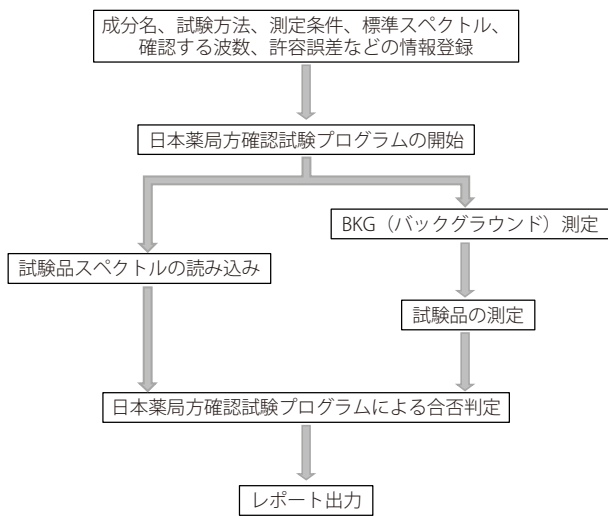


図2 日本薬局方確認試験プログラムの流れ

成分名、試験方法、測定条件、標準スペクトル、さらに確認する波数や許容誤差などの情報は、予め登録しておく必要があります。日々のルーチン分析で複数の成分を扱う場合もあるため、日本薬局方確認試験プログラムには最大20種類の成分を登録することが可能です。

必要項目を登録後、プログラムを起動し対象の成分を選択すると、試験が開始します。測定済みの赤外スペクトルを読み込むか、試験品を測定して赤外スペクトルを得ることで、合格判定が行われます。判定の結果、合格の場合はOK、不合格の場合はNGとレポート右上に表示されます。

L-グルタミン酸の同一性確認試験の結果を図3に示します。標準品と試験品のスペクトルを比較して合格判定を行った結果、図3右上に示されたとおり合格であることが確認できました。

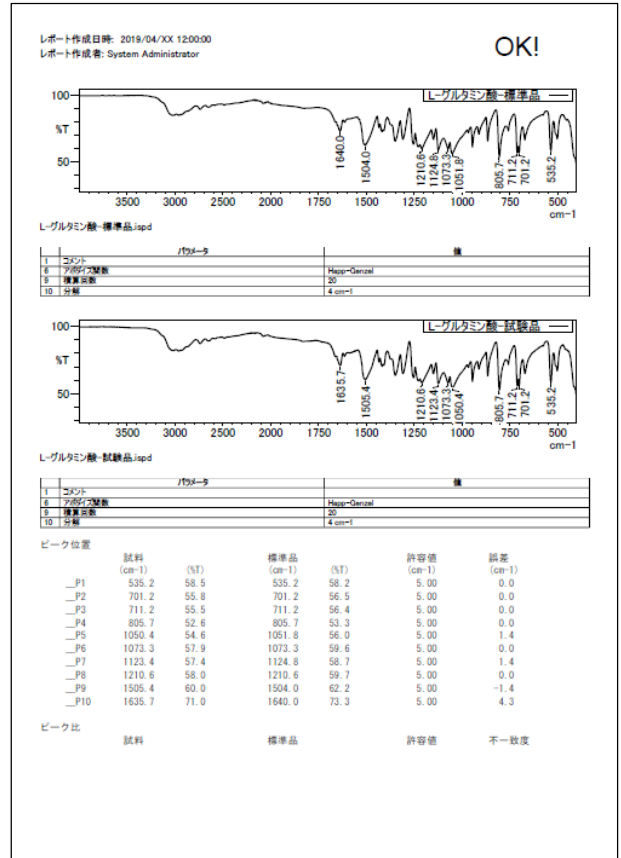


図3 同一性確認試験の結果

■ まとめ

当社製 FTIR の制御ソフトウェア LabSolutions IR に標準搭載の日本薬局方確認試験プログラムを用いることで、健康食品原料の同一性確認を簡便に行うことができました。予め登録した試験条件を用いることで、日々の確認試験を効率的に実施することが可能です。

<参考文献>

- 厚生労働省ホームページ
「健康食品の安全性の確保施策」
<https://www.mhlw.go.jp/topics/bukyoku/iyaku/syoku-anzen/hokenkinou/dl/26.pdf> (2019年5月9日参照)
- 一般社団法人 日本健康食品規格協会ホームページ
<http://www.jihfs.jp/gmpn01.html> (2019年5月9日参照)
- 厚生労働省ホームページ
「第十七改正日本薬局方」<https://www.mhlw.go.jp/file/06-Seisakujouhou-11120000-lyakushokuhinkyoku/JP17.pdf> (2019年5月9日参照)

LabSolutions、IRSpirit、および QATR 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：2019年6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。