

2Ca05

核磁気共鳴スペクトルによるβ-ニコチンアミドモノヌクレオチドの迅速かつ精確な定量法の開発

(一財)日本食品分析セ

笛木周平, 高橋賢司, 松井孝太, 湯淺友太郎, 長谷川留美, ○加藤毅

【目的】 β-ニコチンアミドモノヌクレオチド(以下「β-NMN」)は, 昨年, 厚生労働省の食薬区分に医薬品と判断しない成分本質(原材料)として登録されて以来, 健康食品等への利用が進んでいる. これらの食品に含まれるβ-NMNを迅速かつ精確に定量するために, 絶対定量が可能な定量核磁気共鳴分光法(日本工業規格 JIS K 0138:2018, 以下「qNMR」)を用いて検討を行ったので報告する.

【方法】 凍結粉碎等により均質化した健康食品(カプセル等)約 50 mg に, qNMR 用 DSS- d_6 標準物質の重水溶液(0.3 mg/mL)を 10 mL 加え, 超音波を 10 分間照射して β-NMN を抽出した. 抽出液を遠心分離し, 上清画分の ^1H NMR を qNMR 条件を用いて測定した. 得られたスペクトルを解析して β-NMN が含まれる場合は, DSS- d_6 を内標準として β-NMN を定量した. β-NMN 定量法の真度および精度は, 微結晶セルロース(プラセボ)に 10 % ~ 50 % 相当の β-NMN を添加して調製した試料を用いて評価した.

【結果】 β-NMN の ^1H NMR は δ 6.2 ppm および δ 8.2~9.5 ppm に特徴的なシグナルを示した. これらは健康食品に用いられるカプセルの基材(HPMC)や賦形剤のシグナルと分離し, 類縁物質とも識別が可能であったため, β-NMN の定量に用いるシグナルとして適切であった. 1 mg ~ 100 mg の試料を用いて試験を行うとき, 試料量と得られた β-NMN の定量値は良好な直線性($r = 0.999$)を示した. また, 添加回収試験の結果から求めた定量法の真度(95 % 以上), 並行精度(0.4 $\text{RSD}_r\%$)および室内再現精度(0.9 $\text{RSD}_R\%$)は, いずれも AOAC の栄養補助食品の分析法におけるガイドラインの要求事項を満たした. 市販の健康食品 6 種類のうち, 4 種類は表示量と同等かそれ以上の定量値が得られた(1 つは表示の 70 %, もう一つは β-NMN が見られなかった). 調製した試料溶液における β-NMN は, 室温下においてやや不安定であり, 1 日後に 1 % 程度の減少が認められたが, 本法は, 試料溶液調製から測定終了までわずか 2 時間程度である. 本法は β-NMN を安全かつ精確に定量できることから, 品質管理や安定性試験に有効である.