

いわゆる健康食品の成分分析について

医薬品課 原口那津美 志岐寿子 古川義朗

キーワード 健康食品 タダラフィル LC/TOF-MS

1 はじめに

医薬品課では、いわゆる健康食品の成分検査を、薬務課と連携した買上げにより実施している。また、医薬品製造業の振興の観点から、各種相談も受け付けている。

今回、相談業務においていわゆる健康食品の成分検査を実施し、ED 治療薬であるタダラフィルを検出したので報告する。

2 相談内容

平成20年11月に県内の医薬品製造販売業者から、他県の医薬品問屋から委託販売の依頼があつているが、医薬品成分の有無について検査可能だろうか、との相談があつた。

依頼品名：2H&2D（2カプセル/箱）

販売者：㈱丸栄バイオファーマBF

3 検査結果

当該品はカプセル製剤であつたことから、常法に従いカプセル内容物を秤量後粉末としメタノールで抽出後、LC/TOF-MSで測定した。

当所でTOF-MS用としてライブラリー化している強壯・強精剤2物質について検索した結果、該当する物質はなかつた。

結果について、相談者に報告したが、取引については現在考慮中とのことであつた。

4 その後の経過

平成21年5月にHFNet（「健康の食品」安全性・有効性情報：独立行政法人国立健康・栄養研究所）において、シンガポール保健科学庁がカプセル皮膜から医薬品成分を検出したという情報がアップされていた。

これをうけて、当所において過去に医薬品成分が検出されなかつたいわゆる健康食品について、カプセル皮膜部分の再検査を実施した。

5 再検査結果

カプセルをメタノールで抽出したが溶解せず、また抽出液からなんらピークは検出されなかつた。

そこで、アセトニトリル：水（1：1）で抽出したところ、抽出液からタダラフィルが検出された。今回定量操作は実施していないが、ピーク面積から概ね市販薬（シアリス）の4分の1量含有していることがわかつた。

6 まとめ

いわゆる健康食品の検査においては、厚生労働省作成の分析方法等に基づいて実施している。これによるとカプセル製剤については、カプセル内容物の検査を実施することとなっている。

各国で未承認無許可医薬品を摘発し販売禁止の措置をとっているが、今回の事例ではカプセル剤の内容物には医薬品成分を含有せず、皮膜部分に医薬品成分を浸透させるという新手の違反事例であった。

なお、本事例は薬務課と検討した結果、相談品による事例であったことおよび神奈川県から厚生労働省へ報告があったことから、未承認無許可医薬品発見事例として報告はしなかった。

また、相談者へ再検査の結果を報告したところ、取引はしていないとのことであった。

(参考)

試験溶液調整方法およびLC/TOF-MS分析並びに相談品の写真は次のとおりである。

(1) 試験溶液調製方法

カプセル内容物を取り出し、カプセル皮膜をメタノールで洗浄後乾燥する。カプセル皮膜を遠沈管に入れ、アセトニトリル：水（1：1）10mlを加え、10分間超音波抽出し遠心分離し（3000rpm、5分）、上澄液を分取する。残渣は同様の操作を繰り返し、上澄液をあわせ、アセトニトリル：水（1：1）を加えて25mlとする。

この液を、0.45μmメンブランフィルターでろ過したものを試験溶液原液とした。

LC/TOF-MS測定用として、試験溶液原液をアセトニトリル：水（1：1）で100倍希釈したものをを用いた。

(2) LC/TOF-MS測定条件

① 液体クロマトグラフ部

HPLC：Agilent1100series

カラム：ZORBAX Eclipse Plus C18, 2.1×100mm 3.5μm

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.1%ギ酸+2.5mM酢酸アンモニウム/15% MeCN(A)

0.1%ギ酸+2.5mM酢酸アンモニウム/85% MeCN(B)

グラジエント条件：A：B (time)

100:0 (0min) →0:100(15min)→0:100(30min)

流速：0.2mL/min

注入量：1μL

② 質量分析部

TOF-MS：AgilentG1969A

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化、Positive mode

乾燥ガス：N₂ガス、350℃、10.0L/min

ネブライザー：N₂ガス、50psig

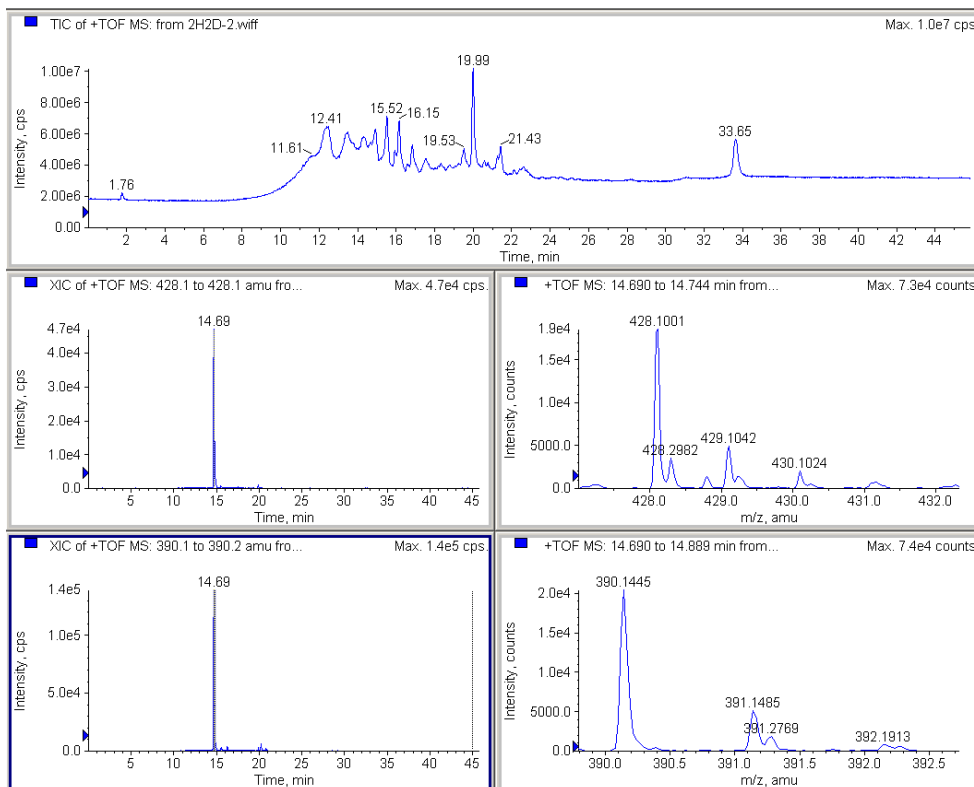
キャピラリー電圧：4,000V

フラグメンター電圧：180V

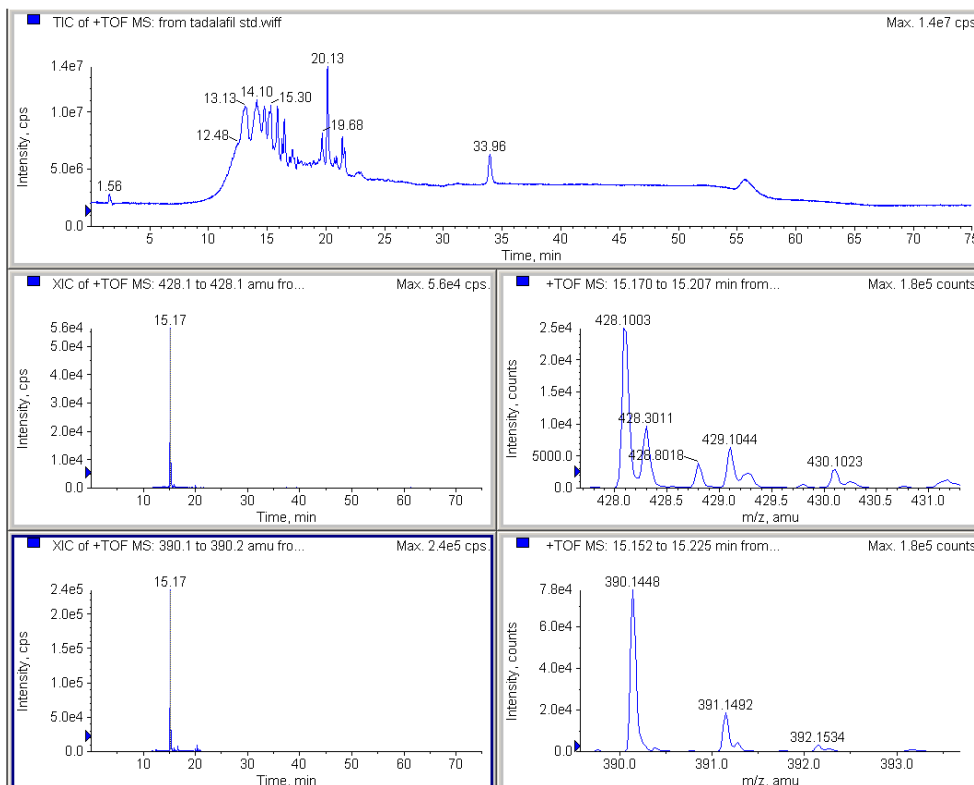
スキャン範囲：80~1,250 (m/z)

リファレンスマス：121.0509 及び 922.0098

(3) LC/TOF-MS測定結果



2H&2DのLC/TOF-MS測定チャート等



タダラフィルのLC/TOF-MS測定チャート等

(4) 相談品の写真

