

## いわゆる健康食品の成分分析について

佐賀県衛生薬業センター 原口那津美 志岐寿子 古川義朗

キーワード：健康食品 カプセル被膜 タダラフィル LC/TOF-MS

### 1 はじめに

佐賀県衛生薬業センター 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、県内の医薬品製造販売業者から、他県の医薬品問屋より以下の製品について委託販売の依頼があったため医薬品成分の有無について調べてほしい、との相談があった。

依頼品名：2H&2D (2カプセル/箱)

販売者：(株)丸栄バイオフーマ BF



### 3 検査結果

当該品はカプセル製剤であったことから、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壮・強精剤約30物質について検索した結果、該当する物質はなかった。

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った。

### 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 (HAS: Health Science Authority) 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掲載された。これを受け、当所において過去に医薬品成分が検出されなかっ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 試験溶液調製方法

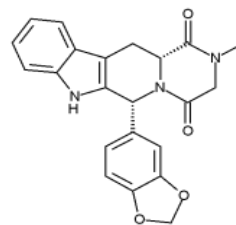
カプセル内容物を取り出し、カプセル皮膜をメタノールで洗浄後乾燥する。カプセル皮膜を遠沈管に入れ、アセトニトリル：水 (1:1) 10ml を加え、10 分間超音波抽出し遠心分離し (3000rpm、5 分)、上澄液を分取する。残渣は同様の操作を繰り返し、上澄液をあわせ、アセトニトリル：水 (1:1)

を加えて25mlとする。

この液を、0.45 $\mu$ m 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、これをアセトニトリル：水（1：1）で100倍希釈したものをLC/TOF-MS測定用とした。

## 6 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、また抽出液からのピーク検出はなかった。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（シアリス錠<sup>®</sup>）の1/4量含有していることが分かった。



タダラフィル

## 7 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 3.5 $\mu$ m

カラム温度 : 40°C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 : 1 $\mu$ L

### 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 : N<sub>2</sub>ガス、350°C、10.0L/min ネブライザー : N<sub>2</sub>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

## 8 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き、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、皮膜部分に薬剤を浸透させたケースであった。

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及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の報告はしていない。

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。