

健康食品中の強壯用無承認無許可医薬品の検査結果(2021年度)

松尾 広伸, 辻村 和也

Survey Report of Pharmaceuticals Illegally Added to Dietary Supplements for the Enhancement of Sexual Performance (2021)

Hironobu MATSUO and Kazunari TSUJIMURA

キーワード: 無承認無許可医薬品, 強壯効果, 健康食品, LC-QTOF/MS

Key words: Illegal Pharmaceuticals, Enhancement of Sexual Performance, Dietary Supplements, LC-QTOF/MS

はじめに

近年、強壯効果を標榜している健康食品に無承認無許可医薬品が含まれている事例が相次いで報告されている¹⁾。このため、これら無承認無許可医薬品による健康被害を未然に防ぐため、2003年度より県内で販売されている「いわゆる健康食品」(以下、健康食品)の医薬品成分検査を実施している。2021年度の健康食品の強壯系成分の検査結果について報告する。

調査方法

1 検体

2021年度は、県内雑貨量販店で販売されている無承認無許可医薬品にあたる強壯系成分の混入の可能性がある物品5製品6検体(液剤5、錠剤1)を購入し検体とした。1製品は液剤および錠剤が同梱されており、これらは別検体とした。

2 検査対象物質

強壯用医薬品であるシルденаフィル、ホンデナフィル、タダラフィル、バルデナフィル、ヨヒンビン、リドカインの6種類をターゲット検査対象物質とした。

また、既知情報から整理した強壯系成分58成分をスクリーニング検査の対象物質とした。

3 試薬

シルденаフィル、ホンデナフィル、タダラフィル、バルデナフィル、ヨヒンビン、リドカイン標準品は10mgをメタノールに溶解して10mLとし、標準原液(1000ppm)とした。さらに各標準原液をアセトニトリル-メタノール(1:1)で希釈して、混合標準溶液を調製した。

前処理及び標準溶液調製及び移動相に用いたア

セトニトリルはLC/MS用を用いた。その他のメタノールは関東化学株式会社製のLC/MS用、超純水及びギ酸は富士フィルム和光純薬株式会社製のLC/MS用を用いた。

4 分析装置及び条件

高速液体クロマトグラフ - 四重極飛行時間型質量分析装置(LC-QTOF/MS-DAD)として、ウォータース株式会社製 Waters ACQUITY UPLC I-CLASS / Xevo G2-XS QTOF を使用した。分析カラムはウォータース株式会社製 Waters UPLC HSS C₁₈ (2.1 mm i.d. × 100 mm、粒子径 1.8 μm)を用いた。カラム温度は45°Cとし、移動相には3 mM ギ酸アンモニウム溶液(pH 2.9) (A液)及び0.1%ギ酸-アセトニトリル(B液)を表1に示すグラジエント溶離条件で用いた。また、流速は0.3 mL/minとし、試料の注入量は1 μLとした²⁾。

表1 グラジエント溶離条件

Time, min	A 液, %	B 液, %
0 - 2.1	80	20
6.5	60	40
9.5 - 11.0	40	60
11.3 - 12.8	5	95
13.0	80	20
15.0	80	20

また、QTOF/MS分析は、Scan 範囲:m/z:50-1000、測定モードは、MS^E(Resolution)、Cone Energyを40Vとした。また、Collision Energyは、Low(0V)、High(Ramp:15-40V)とした。

ターゲット検査対象物質の名称、組成式及び精密

質量数を表 2 に示す。

表 2 ターゲット検査対象物質

物質名	組成式	精密質量数
シルデナフィル	C ₂₂ H ₃₀ N ₆ O ₄ S	474.2049
ホンデナフィル	C ₂₅ H ₃₄ N ₆ O ₃	466.2692
タダラフィル	C ₂₂ H ₁₉ N ₃ O ₄	389.1376
バルデナフィル	C ₂₃ H ₃₂ N ₆ O ₄ S	488.2206
ヨヒンビン	C ₂₁ H ₂₆ N ₂ O ₃	354.1943
リドカイン	C ₁₄ H ₂₂ N ₂ O	234.1732

5 分析検体の前処理

錠剤は乳鉢で粉末にした。液剤及び錠剤検体は、約 0.2 g を採取し、アセトニトリル-メタノール(1:1) 10 mL を加えて 1 分間攪拌した後、10 分間超音波抽出した。これらを 3000 rpm で 5 分間遠心分離した後、上清 2 mL を分取し、アセトニトリル - メタノール(1:1) で 10 mL に定容した。その溶液を 0.2 μm 遠心式フィルターユニットでろ過し、試験溶液とした。

検査結果

今回調査した健康食品からは全ての検体においてターゲット検査対象物質は未検出だった(表 3)。また、ターゲット検査対象物質以外の強壮系成分(58 成分)についても精密質量数によるターゲットスクリーニング検査で含有が疑われる検体は無かった。

参考文献

- 1) 厚生労働省医薬食品局監視指導課・麻薬対策課 報道発表資料:平成 23 年度無承認無許可医薬品等買上調査の結果について。(2012 年 6 月 22 日).
- 2) Waters Application Note:「UPLC/MS/MS for the Screening, Confirmation, and Quantification of Drugs Illegally Added to Herbal/Dietary Supplements for the Enhancement of Male Sexual Performance」, (2012).

表 3 健康食品中強壮用無承認無許可医薬品検査結果(2020)

検査項目		強壮成分検出数/検体数	備考	
ターゲット検査対象物質	シルデナフィル	0/6	液剤	5 検体(5 製品)
	ホンデナフィル	0/6		
	タダラフィル	0/6		
	バルデナフィル	0/6		
	ヨヒンビン	0/6		
	リドカイン	0/6		
スクリーニング対象物質	以外の既報強壮系成分	0/6	錠剤	1 検体(1 製品)