

資料

福岡県における健康食品買上げ検査（平成 24 年度）

高橋浩司・新谷依子・村田さつき・永島聡子・小木曾俊孝・梶原淳睦

医薬品成分を含有した無承認無許可医薬品の監視指導対策として健康食品等の買上げ検査を実施した。平成 24 年度に買上げた健康食品等を検査した結果、9 製品から医薬品成分が検出された。検出された成分は、シルデナフィル、チオアイルデナフィル、チオデナフィル、ホモシルデナフィル、ホモチオデナフィル、タダラフィル、ヨヒンビン及びビンボセチンであった。

[キーワード：健康食品、医薬品、シルデナフィル]

1 はじめに

近年、いわゆる健康食品から医薬品成分が検出される事例が数多く報告されている。福岡県では、県民の健康被害を未然に防止するため、健康食品の買上げ検査を平成 14 年度から実施している。今回、平成 24 年度に買上げを実施し、平成 25 年度までに検査が終了した結果について報告する。

2 方法

2・1 分析試料

平成 24 年度に当研究所に搬入された健康食品について検査を行った。

2・2 標準物質

標準物質は、シルデナフィルはLKT Laboratories製、チオアイルデナフィル、チオデナフィル、ホモシルデナフィル及びホモチオデナフィルはTLC Pharmachem製、ヨヒンビンは和光純薬製、ビンボセチンは東京化成製を用い、タダラフィルについてはシアリス錠を用いた。標準物質はそれぞれメタノールで希釈し、標準溶液を作製した。

2・3 分析装置及び条件

装置—LC-MS/MS：高速液体クロマトグラフWaters製 ACQUITY UPLC、検出器Waters製Xevo TQ MS、LC-PDA：高速液体クロマトグラフWaters製Alliance 2695、検出器Waters製2996 PDA

カラム—Inertsil ODS-3 (2.1×150 mm、5 μm、ジーエルサイエンス製)、カラム温度：40 °C

移動相—A：5 mM ギ酸アンモニウム緩衝液 (pH 3.5)、B：アセトニトリル、グラジエント条件：A/B 75 / 25 (0 — 3 min) — 47.5 / 52.5 (13 — 20 min) — 75 / 25 (20 — 30 min)、流速：0.2 mL/min

質量分析 (MS/MS) 条件—イオン化:ESI法 (ポジティブモード)、キャピラリー電圧:2.5 kV、乾燥ガス流量:800 L/hr、乾燥ガス温度:300 °C、対象化合物ごとの質量分析条件は表 1 のとおり。

表 1 検査対象化合物のLC-MS/MS測定条件

化合物名	プリカーサーイオン	コーン電圧 (V)	プロダクトイオン*	コリジョンエネルギー (V)
シルデナフィル	475	45	100 58	35 35
チオアイルデナフィル	505	50	113 99	38 40
チオデナフィル	491	45	100 58	35 35
ホモシルデナフィル	489	45	113 72	30 40
ホモチオデナフィル	505	45	113 72	40 45
タダラフィル	390	20	268 135	15 25
ヨヒンビン	355	40	144 212	30 25
ビンボセチン	351	40	280 266	30 30

*上段:定量イオン、下段:確認イオン

2・4 実験方法

カプセル、錠剤、顆粒及び粉末の製品について、カプセルは内容物を取り出し、錠剤は乳鉢で粉碎・均一化し、顆粒及び粉末はそのまま分析試料とした。試料 0.1 gを10 mLの試験管に精秤し、メタノール 2 mLを加えて超音波抽出した。遠心分離した後、メタノール層を採取し、再度メタノール 2 mLを加えて抽出した。遠心分離後、1 回目の抽出液とあわせてメタノールで 10 mLに定容して試料溶液とした。

ガム製品については、抽出溶媒として水 (熱湯)、水/メタノール (1:9)、メタノール及びアセトニトリルの 4

種類を検討した。試料の一部を精秤し、抽出溶媒 10 mL を加え超音波抽出を行い、遠心分離を行った後、抽出溶媒を採取した。これを 3 回繰り返した後、50 mL として試料溶液とした。

試料溶液は、適宜希釈し、5 μ L を LC-PDA または LC-MS/MS に注入し、分析を行った。

3 結果

検査の結果を表2 に示す。9 製品から医薬品成分が検出された。医薬品成分が検出された製品の形状は、カプセルが 3 製品、錠剤が 1 製品であったほか、インスタントコーヒー状の顆粒が 3 製品、インスタント飲料（スポーツドリンク）状の粉末が 1 製品及びガムが 1 製品であった。

検出された物質は、強壯系医薬品成分であるシルデナフィル、タダラフィル及びヨヒンビンのほか、類似物質であるチオアイルデナフィル、チオデナフィル、ホモシルデナフィル及びホモチオシルデナフィルであった。また、1 製品からは過去に医療用医薬品（脳循環改善薬）として用

いられていたビンボセチンが検出された。成分別の検出数は、シルデナフィルが 9 製品中 5 製品と最も多く、次いでチオアイルデナフィルが 3 製品から検出された。含有量は、通常の 1 回服用量を大幅に超えたものもあり、このような製品の服用による健康被害が懸念される。

ガム試料からはタダラフィルが検出されたが、その溶媒の違いによる抽出効率については、アセトニトリル及びメタノールでは良好であったが、水はそれらの 50 分の 1 程度しか抽出できなかった。

4 まとめ

平成 24 年度に買上げた健康食品等は、9 製品から医薬品成分が検出された。検出された成分は、シルデナフィル、チオアイルデナフィル、チオデナフィル、ホモシルデナフィル、ホモチオデナフィル、タダラフィル、ヨヒンビン及びビンボセチンであり、その含有量は通常の 1 回服用量を大幅に超えたものがあった。

表2 検査で確認された医薬品成分と含有量

No	品名	形状	検出された医薬品成分	含有量
1	TIGHT	カプセル	ヨヒンビン	4.0 mg
			ビンボセチン	4.2 mg
2	MMv3	錠剤	ヨヒンビン	0.77 mg
3	ミラクルコーヒー	顆粒 (インスタントコーヒー)	シルデナフィル	23 mg
			チオアイルデナフィル	18 mg
4	楽多(2)カプセル	カプセル	シルデナフィル	100 mg
5	ナイトカフェ	顆粒 (インスタントコーヒー)	シルデナフィル	38 mg
6	ビリリティマックス コーヒー	顆粒 (インスタントコーヒー)	シルデナフィル	0.43 mg
			チオデナフィル	95 mg
			ホモチオデナフィル	86 mg
			ホモシルデナフィル	1.5 mg
7	XKL スカイフルーツ エネルギーファイバー	粉末 (インスタント飲料)	チオアイルデナフィル	1.6 mg
8	ビリリティガンズ パーメールエンハンス	ガム	タダラフィル	35 mg*
9	VIA-MAX GOLD	カプセル	シルデナフィル	0.30 mg
			チオアイルデナフィル	110 mg

*メタノール抽出での結果