

いわゆる健康食品の試験検査結果について -平成31（令和元）年度～令和5年度-

○飛田憲至、奥村知美、江橋博恵、塚本芳江、高野里美、櫻井正晃¹、青木和子²、湯浅全世

¹現：県廃棄物規制課、²現：日立保健所

要旨

茨城県では、県内で試買した痩身系又は強壯系を示唆する『いわゆる健康食品』を対象として、医薬品成分（医薬品類似成分を含む。）が含有されていないか検査を実施している。平成31（令和元）年度から令和5年度までの5年間に、健康食品154検体の試験検査を実施した。

その結果、強壯系を示唆する健康食品1検体から医薬品成分（シルデナフィル及びタダラフィル）が検出され、痩身系を示唆する健康食品2検体から医薬品成分（センノシド）が検出された。

キーワード：健康食品、痩身系、強壯系、LC/MS/MS、HPLC、無承認無許可医薬品、センノシド、シルデナフィル、タダラフィル、ハネセンナ

はじめに

一般的な食品のうち「普通の食品よりも健康に良いと称して販売されている食品」を総称するものとして、多種多様な「いわゆる健康食品（以下「健康食品」という。）」がドラッグストアやインターネット等で流通・消費されている。なかには、医薬品にしか認められていない効能効果を標ぼうし、又は医薬品成分が添加された製品が存在する。これらは「無承認無許可医薬品」として、「医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律（医薬品医療機器等法）」の規制の対象となり、添加された医薬品成分の含有量や種類によっては重大な健康被害を受ける可能性がある^{1) 2)}。

茨城県では、健康食品による健康被害を未然に防止する目的で、無承認無許可医薬品対策事業として試買検査を行っており、今回、平成31（令和元）年度から令和5年度までの5年間に当所で実施した検査結果について報告する。

なお、各年度により試薬、測定条件等が異なる

ため、本報では代表して令和5年度の分析条件等を記載する。

1 検体

平成31（令和元）年度から令和5年度に、県各保健所、水戸市保健所及び県薬務課が試買した健康食品合計154検体の検査を行った。種類・年度別の検体数は表1のとおりである

なお、令和2年度及び3年度は、新型コロナウイルス（COVID-19）感染症の流行のため事業が縮小又は中止となった。

表1 試買検査検体数

年度	痩身系	強壯系	計
平成31年度 (令和元年度)	25	25	50
令和2年度	0	24	24
令和3年度	0	0	0
令和4年度	21	23	44
令和5年度	18	18	36
計	64	90	154

2 検査対象成分

痩身系 (8項目): エフェドリン系 (エフェドリン、ノルエフェドリン、シブトラミン、脱 N-ジメチルシブトラミン、オリスタット)、フェンフルラミン系 (フェンフルラミン、N-ニトロソフェンフルラミン)、センノシド系 (センノシド A 及びセンノシド B)

強壮系 (7項目): シルденаフィル、バルденаフィル、タダラフィル、ヒドロキシホモシルденаフィル、アミノタダラフィル、クロロプレタダラフィル、ノルカルボденаフィル

3 試薬

シブトラミン、フェンフルラミン、オリスタット、シルденаフィル、バルденаフィル及びタダラフィルは国立医薬品食品衛生研究所からの譲受品、ノルエフェドリン、脱 N-ジメチルシブトラミン、N-ニトロソフェンフルラミン、センノシド A、センノシド B 及びノルカルボденаフィルは富士フィルム和光純薬(株)製、エフェドリンは東京化成工業(株)製プソイドエフェドリン、ヒドロキシホモシルденаフィル及びクロロプレタダラフィルは Toronto Research Chemicals 社製、アミノタダラフィルは Cayman Chemical 社製の試薬をそれぞれ標準品として使用した。

アセトニトリル及びメタノールは富士フィルム和光純薬(株)製 HPLC 用又は LC/MS 用、酢酸、ギ酸及びギ酸アンモニウムは富士フィルム和光純薬(株)製 LC/MS 用、その他の試薬は富士フィルム和光純薬(株)製特級を使用した。

4 標準液調製

痩身系

(1) エフェドリン系及びフェンフルラミン系
適量をメタノールに溶解して各約 160~500

$\mu\text{g/mL}$ の混合標準原液 2 種類を調製し、これらをメタノールで段階的に希釈して用いた。

(2) センノシド系

適量を 1%炭酸水素ナトリウム水溶液に溶解して各約 $500\mu\text{g/mL}$ の混合標準原液を調製し、これらを 70%メタノールで段階的に希釈して用いた。

強壮系

各成分の適量をメタノールに溶解して各約 $500\mu\text{g/mL}$ の混合標準原液を調製し、これらをメタノールで段階的に希釈して用いた。

5 試験溶液の調製

痩身系

(1) エフェドリン系及びフェンフルラミン系

検体を粉末にした試料 0.1g (固体の場合) 又は 0.1mL (液体の場合) にメタノールを加え、振とう及び超音波を用いて抽出し、遠心分離後、上澄液を分取した。残留物にメタノールを加えてこの操作をもう一度繰り返し、上澄液を合わせ、メタノールで正確に 20mL とし、ろ過したものを試験溶液とした。

(2) センノシド系

検体を粉末にした試料 0.25g (固体の場合) 又は 0.25mL (液体の場合) に 70%メタノールを加え、振とう及び超音波を用いて抽出し、遠心分離後、上澄液を分取した。残留物に 70%メタノールを加えてこの操作をもう一度繰り返し、上澄液を合わせ、70%メタノールで正確に 25mL とし、ろ過したものを試験溶液とした。

強壮系

検体を粉末にした試料 0.2g (固体の場合) 又は 0.2mL (液体の場合) にメタノールを加え、振とう及び超音波を用いて抽出し、遠心分離後、上澄液を分取した。残留物にメタノールを加えてこの操作をもう一度繰り返し、上澄液を合わせ、メタノールで正確に 20mL とし、ろ過した

ものを試験溶液とした。

6 装置条件

瘦身系

表2 エフェドリン系5項目

項目	エフェドリン、ノルエフェドリン、シブトラミン、脱 N-ジメチルシブトラミン、オリスタット	
測定装置	高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC/MS/MS)	
LC 条件		
LC 装置	waters 社製 ACQUITY UPLC I-Class	
カラム	ACQUITY UPLC HSS C18 (2.1×150mm, 1.8 μm)	
カラム温度	40℃	
流速	0.4mL/min	
注入量	5 μL	
移動相	A 液：50mM 酢酸アンモニウム含有 0.2% 酢酸水溶液 B 液：アセトニトリル グラジエント条件：0 分(A/B=90/10)→1 分(A/B=80/20) →7 分(A/B=10/90)→10 分(A/B=2/98) →15 分(A/B=90/10)	
MS 条件		
MS 装置	waters 社製 XevoTQD	
イオン化法	ESI ポジティブ	
イオン源温度	150℃	
定量イオン	MRM	
	エフェドリン	(m/z 166→133)
	ノルエフェドリン	(m/z 152→117)
	シブトラミン	(m/z 280→125)
	脱 N-ジメチルシブトラミン	(m/z 252→125)
	オリスタット	(m/z 496.2→319)

表3 フェンフルラミン系2項目

項目	フェンフルラミン、N-ニトロソフェンフルラミン	
測定装置	高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC/MS/MS)	
LC 条件		
LC 装置	waters 社製 ACQUITY UPLC I-Class	
カラム	ACQUITY UPLC HSS T3 (2.1×100mm, 1.8 μm)	
カラム温度	40℃	
流速	0.4mL/min	
注入量	5 μL	
移動相	A 液：10mM 酢酸アンモニウム含有 0.1% 酢酸水溶液 B 液：アセトニトリル グラジエント条件：0 分(A/B=90/10)→1 分(A/B=80/20) →7 分(A/B=10/90)→10 分(A/B=2/98) →15 分(A/B=90/10)	
MS 条件		
MS 装置	waters 社製 XevoTQD	
イオン化法	ESI ポジティブ	
イオン源温度	150℃	
定量イオン	MRM	
	フェンフルラミン	(m/z 232→159)
	N-ニトロソフェンフルラミン	(m/z 261→187)

表4 センノシド系2項目

項目	センノシドA、センノシドB	
測定装置	高速液体クロマトグラフ (HPLC)	
LC 装置	株式会社日立ハイテクノロジーズ製 LaChrom ELITE	
カラム	Inertsil ODS-4 (4.6×150mm, 5 μm)	
カラム温度	50℃	
流速	1.5mL/min	
注入量	10 μL	
移動相	pH5.0 の 1M 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (1→10) : アセトニトリル (17 : 8) の総量 1L に臭化テトラ n-ヘプチルアンモニウム 2.45g 添加	
検出器	フォトダイオードアレイ (342nm)	

表5 センノシド系2項目確認試験

項目	センノシドA、センノシドB	
測定装置	高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC/MS/MS)	
LC 条件		
LC 装置	waters 社製 ACQUITY UPLC I-Class	
カラム	ACQUITY UPLC HSS C18 (2.1×150mm, 1.8 μm)	
カラム温度	40℃	
流速	0.3mL/min	
注入量	5 μL	
移動相	A 液：10mM 酢酸アンモニウム含有 0.1% 酢酸水溶液 B 液：アセトニトリル グラジエント条件：0 分(A/B=90/10)→1 分(A/B=80/20) →7 分(A/B=10/90)→12 分(A/B=90/10)	
MS 条件		
MS 装置	waters 社製 XevoTQ-S micro	
イオン化法	ESI ネガティブ	
イオン源温度	150℃	
定量イオン	MRM	
	センノシドA	(m/z 861→224)
	センノシドB	(m/z 861→224)

強壯系

表6 強壯系7項目

項目	シルデナフィル、バルデナフィル、タダラフィル、ヒドロキシホモシルデナフィル、アミノタダラフィル、クロロプレタダラフィル、ノルカルボデナフィル	
測定装置	高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC/MS/MS)	
LC 条件		
LC 装置	waters 社製 ACQUITY UPLC I-Class	
カラム	ACQUITY UPLC HSS PFP (2.1×75mm, 1.8 μm)	
カラム温度	40℃	
流速	0.3mL/min	
注入量	5 μL	
移動相	A 液：20mM 酢酸アンモニウム含有 0.2% 酢酸水溶液 B 液：アセトニトリル グラジエント条件：0 分(A/B=90/10)→2 分(A/B=80/20) →9 分(A/B=40/60)→9.5 分(A/B=10/90) →12 分(A/B=90/10)	
MS 条件		
MS 装置	waters 社製 XevoTQD	
イオン化法	ESI ポジティブ	
イオン源温度	150℃	
定量イオン	MRM	
	シルデナフィル	(m/z 475→58)
	バルデナフィル	(m/z 489→151)
	タダラフィル	(m/z 390→135)
	ヒドロキシホモシルデナフィル	(m/z 505→99)
	アミノタダラフィル	(m/z 391→262)
	クロロプレタダラフィル	(m/z 427→135)
	ノルカルボデナフィル	(m/z 439→339)

7 結果と考察

検査の結果は表7のとおり。

平成31(令和元)年度に強壯系を謳う健康食品1検体から医薬品成分シルデナフィル及びタダラフィルを1.3(1.2)mg/g、1.9(2.3)mg/g 検出した(()内は同食品の再試買品の結果)。これらは医薬品医療機器等法に違反するものであ

り、県から関係自治体へ通報を行うとともに、報道発表の上、県薬務課 HP に情報を掲載して広く注意喚起を行った³⁾。

また、令和 5 年度に瘦身系を示唆する健康食品 2 検体から総センノシド[※]を 1.6~4.3mg/g 検出した。これらの食品はいずれも「医薬品的効能効果を標ぼうしない限り医薬品と判断しない成分本質（原材料）リスト」⁴⁾に記載されているハネセンナの別名である「ゴールデンキャンドル末」又は「キャンドルブッシュ」が原材料名としてパッケージに記載されていた。規制の対象とはならないが、センノシドは緩下作用を有することから、摂取にあたっては注意が必要である。

8 参考文献

- 1) 健康被害情報・無承認無許可医薬品情報 | 厚生労働省
<https://www.mhlw.go.jp/kinkyu/diet/>
- 2) 被害関連情報 - 「健康食品」の安全性・有効性情報
<https://hfnet.nibiohn.go.jp/category/alert-info/>
- 3) 医薬品成分を含有する健康食品の発見について（令和元年 11 月 26 日）／茨城県
<https://www.pref.ibaraki.jp/hokenfukushi/yakumu/yakuji/yakumu/yakuji/musyouninmukyoka/musyouninmukyoka20191126.html>
- 4) 昭和 46 年 6 月 1 日付け薬発第 476 号（厚生省薬務局長通知）「無承認無許可医薬品の指導取締りについて」
<https://www.mhlw.go.jp/kinkyu/diet/dl/torishimari.pdf>

表 7 検査結果（医薬品成分検出状況）

年度	種類	検査 検体数	検出 検体数	検出項目	濃度 (mg/g)	備考
平成 31 年度 (令和元年度)	瘦身系	25	0	—	—	
	強壯系	25	1	シルデナフィル タダラフィル	1.3(1.2) 1.9(2.3)	医薬品医療機器等法違反 ()は同食品の再試買品の結果
令和 2 年度	瘦身系	0	—	—	—	COVID-19 感染症流行のため瘦身系の検査を実施せず。
	強壯系	24	0	—	—	
令和 3 年度	瘦身系	0	—	—	—	COVID-19 感染症流行のため検査を実施せず。
	強壯系	0	—	—	—	
令和 4 年度	瘦身系	21	0	—	—	
	強壯系	23	0	—	—	
令和 5 年度	瘦身系	18	2	総センノシド [※]	1.6~4.3	「ゴールデンキャンドル末」又は「キャンドルブッシュ」の表示あり。
	強壯系	18	0	—	—	

※ 総センノシドはセンノシド A とセンノシド B の和。