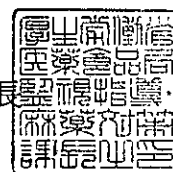


薬食監麻発 0816 第 2 号

平成 22 年 8 月 16 日

各 { 都 道 府 県
保健所設置市
特 別 区 } 衛生主管部 (局) 長 殿

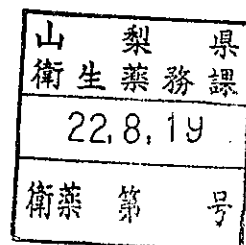
厚生労働省医薬食品局監視指導・麻薬対策課長



アセチルアシッドの分析方法について

平成 22 年 7 月 16 日付け、報道発表資料「平成 21 年度「無承認無許可医薬品等買上調査」の結果について」により公表したとおり、アセチルアシッドを含有するいわゆる健康食品（無承認無許可医薬品）の存在が確認されたところです。

今般、国立医薬品食品衛生研究所において作成されたアセチルアシッドの分析方法（別紙）を入手しましたので、貴管下関係業者に対する監視指導に当たりご活用ください。



アセチルアシッドの迅速分析法

分析試料 錠剤：乳鉢で粉碎及び均一化した試料 200 mg、カプセル剤：内容物 200 mg、
粉末等：200 mg、液体：200 μ L

1-1. 定性分析 分析試料に 1%ギ酸水溶液/アセトニトリル (1/4) 2 mLを加え、超音波下 5 分間抽出を行う。次いで遠心分離 (1500 rpm程度、3 分間) を行い、上澄を 1 mLをとり、LC/MS分析条件の移動相A液 1 mL を加え、膜ろ過を行い試料溶液とする。試料溶液の 1 μ Lを LC/MSに注入し、分析 (SCANモード) を行う。別に分析した標準試料と保持時間、UVスペクトル及びマススペクトルを比較検討する。

1-2. 定量分析* 上記の試料溶液 100 μ Lに内標準溶液 (クエン酸シルデナフィルの 1 mg/mLメタノール溶液、IS) 100 μ Lを加えた後、10 mLに定容した溶液 5 μ LをLC/MSに注入し、分析 (SIMモード) を行う。別に分析した標準試料より作成した検量線から、定量を行う。

LC/MS条件

LC条件

カラム：Inertsil ODS-3 (2.1 x 150 mm, 5 μ m, GLサイエンス)

移動相A液：アセトニトリル/5 mMギ酸アンモニウム緩衝液 (pH 3.5) 25/75

移動相B液：アセトニトリル

グラジエント条件 (A液/B液) : 100/0 (0-3 min) - 70/30 (13-20 min) - 50/50 (30-50min)

流速：0.3 mL/min

カラム恒温槽温度：40 $^{\circ}$ C

検出器：フォトダイオードアレイ検出器 (モニター波長 290 nm)

注入量：1 μ L

MS条件

イオン化法：ESIポジティブモード

乾燥ガス流量：600 L/hr

コーンガス流量：50 L/hr

乾燥ガス温度：350 $^{\circ}$ C

キャピラリー電圧：3000 V

コーン電圧：20、40、60、100、140 V (1-50 min)

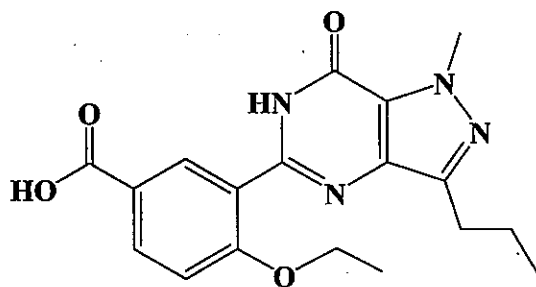
SCANモード (定性分析) : m/z 100 - 800

SIMモード (定量分析) : m/z 357 (アセチルアシッド) 、 m/z 475 (IS)

* 定性分析において、概算のアセチルアシッド含有量を算出し、①試料採取量を増減する②抽出溶液の量を増減する③試料溶液を希釈する、の3方法を適宜用いて、LC/MSに注入する溶液のアセチルアシッド濃度が検量線の範囲内になるよう調製する。

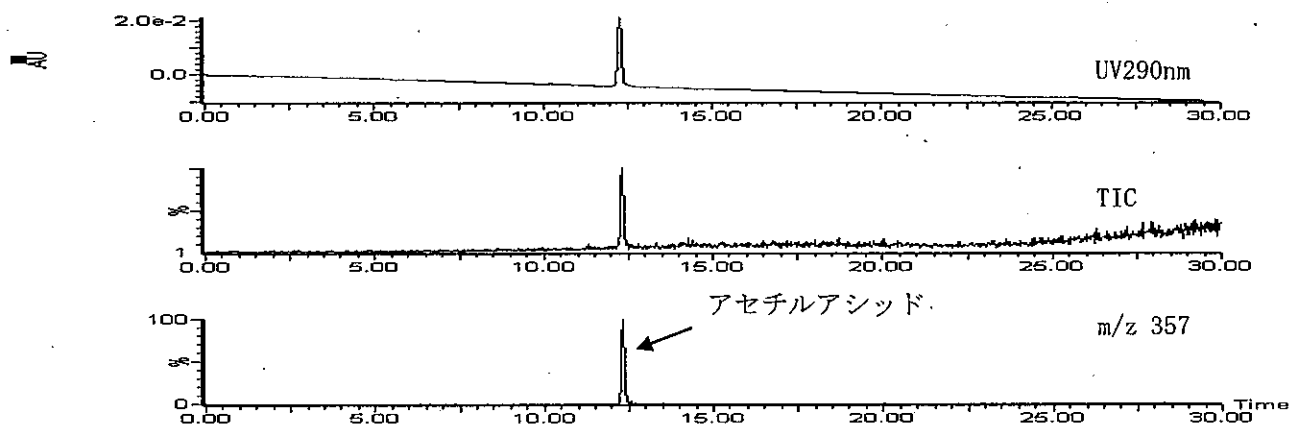
参考資料

資料1-1 アセチルアシッドの構造式



$C_{18}H_{20}N_4O_4$ MW 356.38

資料1-2 アセチルアシッド標準溶液 (0.01 mg/mL) のUVクロマトグラム、トータルイオンクロマトグラム (TIC)、マスキングクロマトグラム



資料1-3 アセチルアシッド標準試料のマススペクトル [コーン電圧40V (上段)、100V (下段)]

