

薬食監麻発第 0308001 号  
平成 18 年 3 月 8 日

各 

都 道 府 県
保健所設置市
特 別 区

 薬務主管部（局）長 殿

厚生労働省医薬食品局監視指導・麻薬対策課長



### プソイドバルデナフィルの分析方法について

平成17年11月22日付報道発表資料「医薬品成分（プソイドバルデナフィル）を含有するいわゆる健康食品（無承認無許可医薬品）の発見について」により公表したとおり、プソイドバルデナフィル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。

現在、プソイドバルデナフィルは、国内外で医薬品として承認されておらず、これまでその分析方法が確立されていなかったことから、今般、別紙のとおりプソイドバルデナフィルの分析方法を作成したので、貴管下関係業者に対する監視指導にあたり活用して下さい。



## プソイドバルデナフィルの分析

### 【試料調製】

カプセル内容物 0.2 g をねじ口試験管に量り取り、これに 28%アンモニア水 0.5 mL を加え混和した後、酢酸エチル 5 mL を加え、10 分間振とう抽出する。遠心分離後、酢酸エチル層を分取し、残渣にさらに酢酸エチル 5 mL を加え、同様に操作する。酢酸エチル層を合わせて減圧下、溶媒留去する。残渣をデシケーター中で減圧乾燥した後、メタノールで適宜希釈し、試験溶液とする。

### 【LC-PDA-MS 測定】

#### 装置

LC 部：ACQUITY UPLC システム (Waters 社)

MS 部：LCT Premier oa-TOF 型マス検出器 (Waters 社)

#### LC 条件

カラム：ACQUITY UPLC BEH C18 1.7  $\mu$ m 2.1 mm x 100 mm (Waters 社), 40 °C

移動相：0.1%ギ酸溶液 (A 液) 及び 0.1%ギ酸アセトニトリル溶液 (B 液)

グラジエント条件：0 分 (20% B) -10 分 (50% B)

流速：0.4 mL/min

フォトダイオードアレイ検出器 (PDA)：200~600nm, 1.2nm 間隔でスキャン

注入量：1  $\mu$ L

#### MS 条件

キャピラリー電圧：3.0 kV, コーン電圧：50 V

ソース温度：100°C, 脱溶媒温度：300°C

イオン化法：ESI ポジティブ

測定モード：W モード ( $m/z$  100~1,000)

ロックマス：ロイシンエンケファリン (0.4 ng/ $\mu$ L 0.1%ギ酸含有 50%アセトニトリル溶液), 5  $\mu$ L/min

別紙にプソイドバルデナフィル (保持時間 9.52 分) の UV 254 nm におけるクロマトグラム及び全イオン強度クロマトグラムならびに紫外吸収スペクトル及びマススペクトルを示す。また、本条件によるシルデナフィル、バルデナフィル、タダラフィル、アミノタダラフィル、ホンデナフィルの保持時間はそれぞれ

れ約3.2分、4.8分、6.6分、5.6分、3.6分である。これらの結果は上記装置によるものであり、装置により適切な条件は異なるものと考えられる。フォトダイオードアレイ検出器によるプソイドバルデナフィルの紫外吸収スペクトルは、バルデナフィルのそれと相似性の高いものである（別紙参照）。

(別紙)

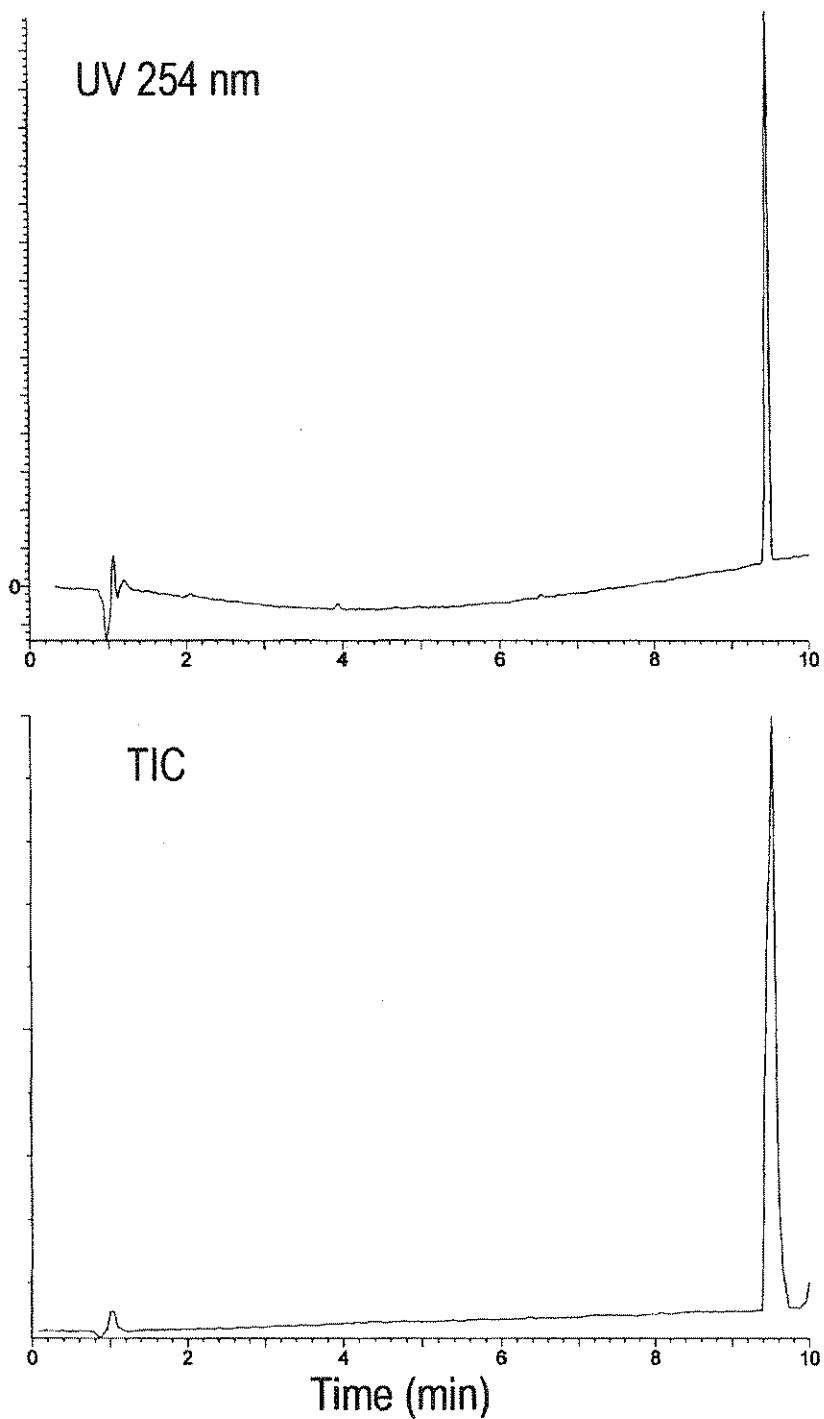


図1 プソイドバルデナフィルのクロマトグラム. 上段; 検出波長 UV 254 nm,  
下段; 全イオン強度

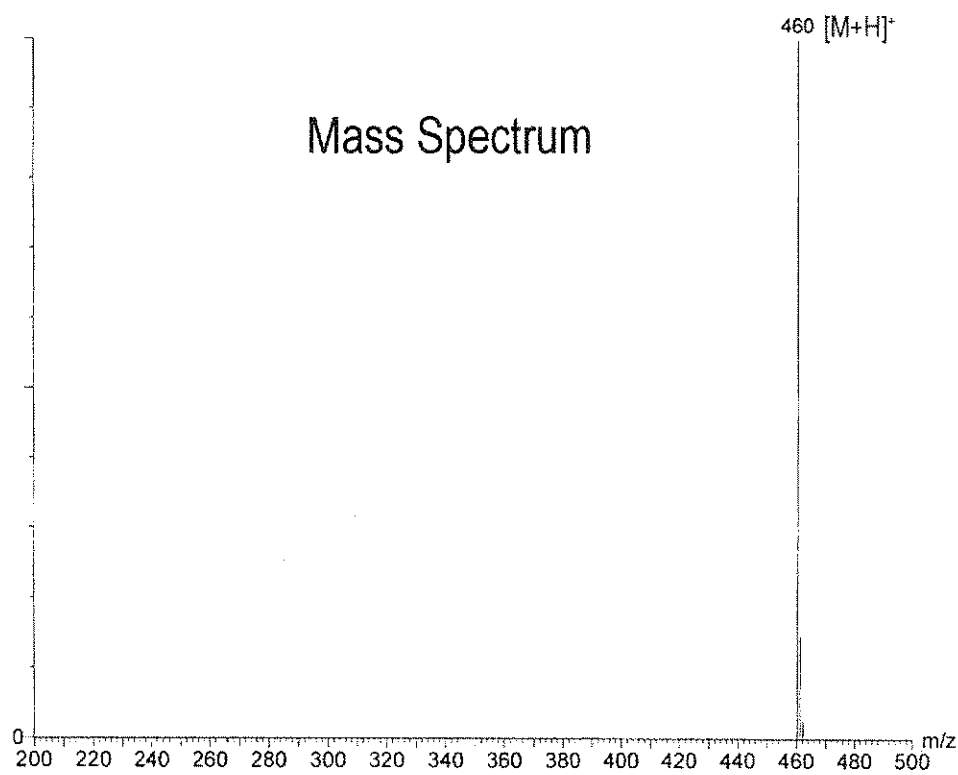
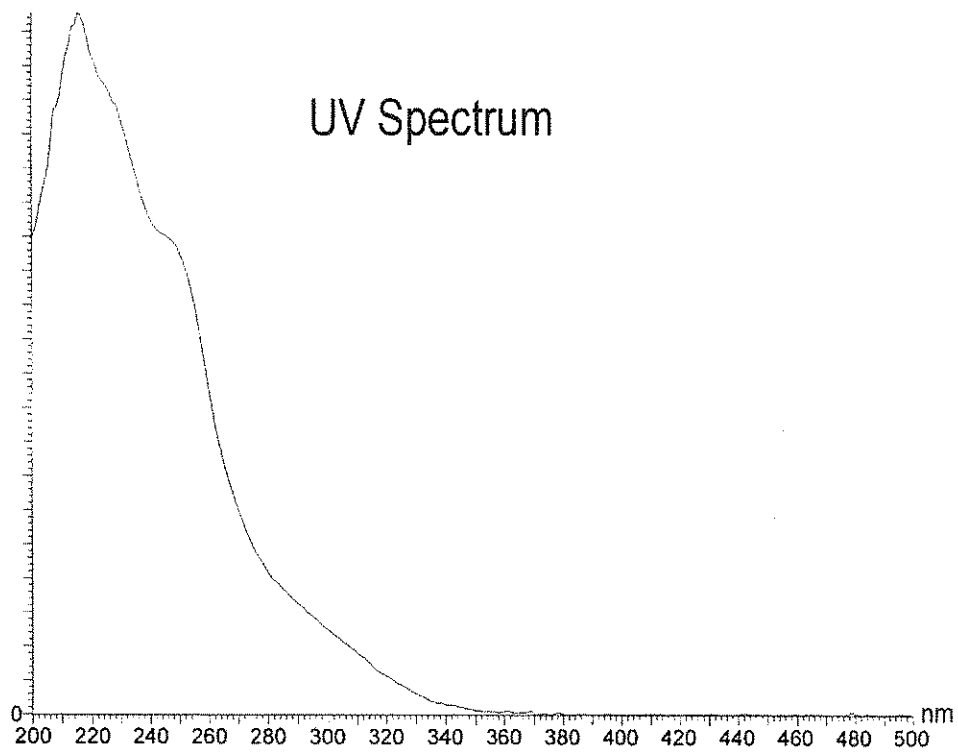


図2 プソイドバルデナフィルの紫外吸収スペクトル及びマススペクトル