

## わだまんサイエンス 依頼分析結果

## &lt;試料名&gt;

- A. 2023年7月24日受け取り胡麻若葉チップ (2023 鹿児島胡麻若葉チップ)  
 B. 2023年9月製造 胡麻若葉錠剤\*  
 (\*原料は2022年産鹿児島産胡麻若葉)

2023 鹿児島胡麻若葉チップと胡麻若葉錠剤中のアクテオンド分析を行った。

チップには乾燥茎も含まれ、秤量によるバラツキ (葉粉末と茎粉碎の割合) が予想されるため、1.0gの秤量を、錠剤は1粒250mgのため、粒によるバラツキを避けるため、8粒 (2.0g) を秤量した。

また、8粒そのままの試験区 (B1) と、粒を砕き均一化した試験区 (B2) の両方で分析を行った。

秤量から分析まで独立した3回の実験を行った。



## &lt;分析方法&gt;

チップ試料 1.0 g を量り取り、50 mL の 60%メタノールで抽出し (25mL を 2 回、終濃度 20 mg/mL)、抽出液をそのまま HPLC で分析した。(1 回目秤取量 0.95 g、2 回目秤取量 1.01 g、3 回目秤取量 1.02 g)

錠剤試料 8 粒そのまま (B1)、または均一化試料 (B2) を量り取り、100 mL の 60%メタノールで抽出し (50mL を 2 回、終濃度 20 mg/mL)、抽出液をそのまま HPLC で分析した。

(B1 の 1 回目秤取量 2.01 g、2 回目秤取量 2.03g、3 回目秤取量 2.05 g)

(B2 の 1 回目秤取量 2.02 g、2 回目秤取量 2.01g、3 回目秤取量 2.02 g)

<HPLC 条件>

Shimadzu Prominence HPLC システム

カラム : X-Bridge C18 (4.6×150mm, 5 $\mu$ m)

移動相 : A : 0.1%ギ酸水溶液

B : 0.1%ギ酸含有アセトニトリル

時間	移動相 B
0-15	5→35
15-40	35→100
40-42	100
42-43	100→5

カラム温度 : 40°C

流速 : 0.8 mL/min

検出 : PDA 検出器 (検出波長 340nm, 234nm)

注入量 : 10  $\mu$ L

<結果>

1. 2023年産鹿児島胡麻若葉チップのクロマトグラムとアクテオシド含量

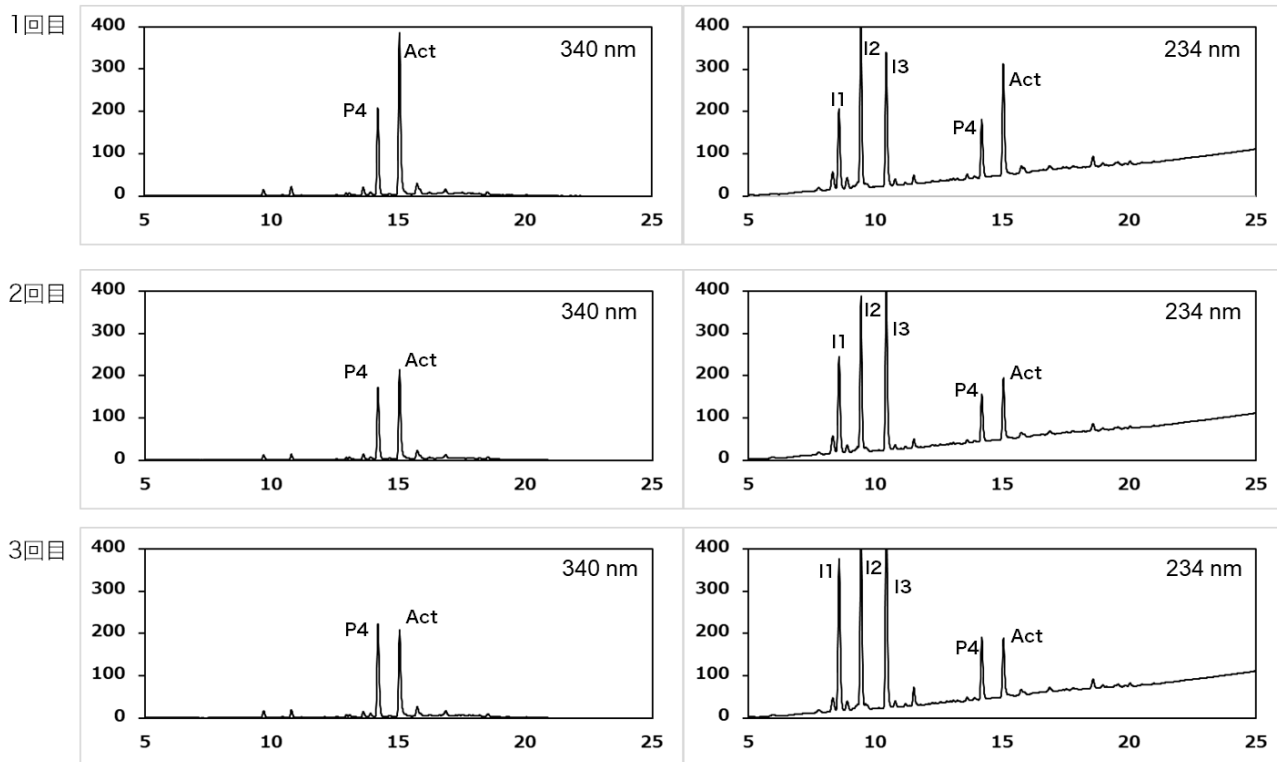


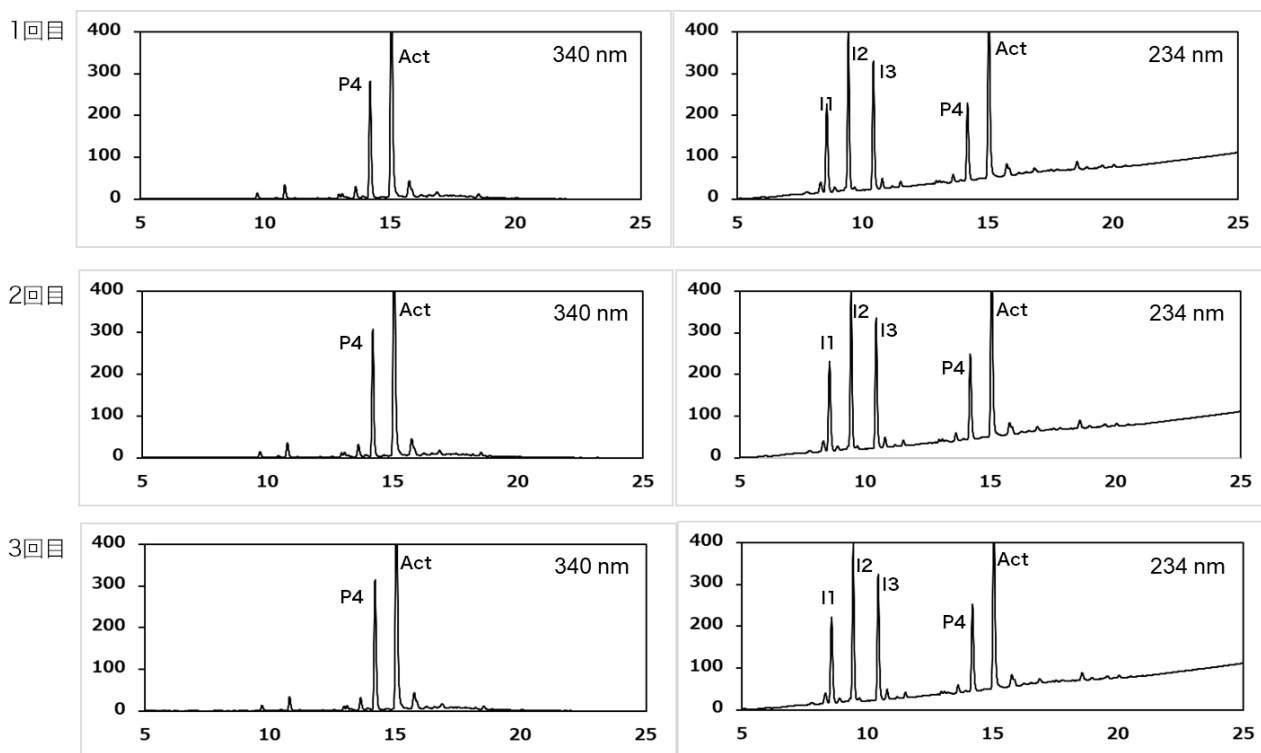
図1 2023年産鹿児島胡麻若葉チップのクロマトグラム

分析試料液はいずれも1.0 gを60%メタノール50 mLで抽出したもの（20 mg/mL）

アクテオシド含量

	1回目	2回目	3回目
Act (%)	0.74	0.40	0.39
平均 (%)	0.51		
SD	0.20		

2. 2023年9月製造胡麻錠剤そのもの(B1)のクロマトグラムとアクテオシド含量



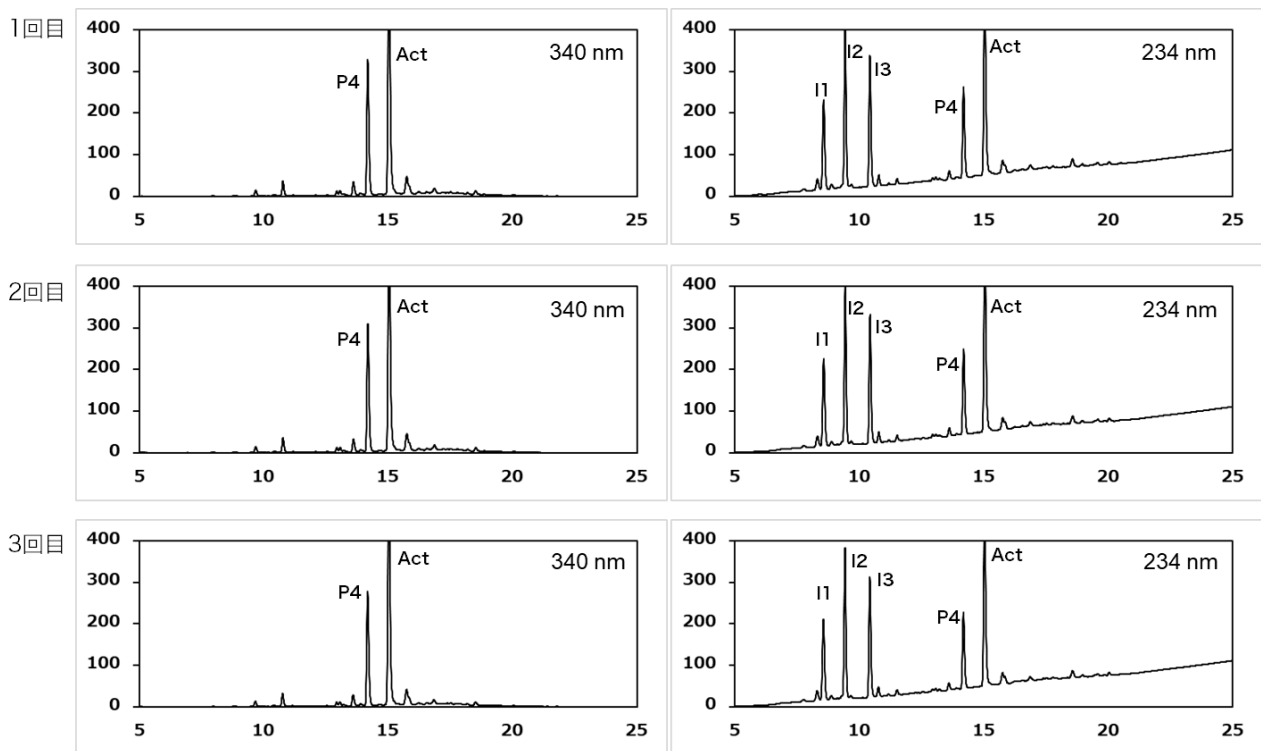
**図2 2023年9月製造 胡麻若葉錠剤(B1)のクロマトグラム**

分析試料液はいずれも2.0 gを60%メタノール100 mLで抽出したもの (20 mg/mL)

アクテオシド含量

	1回目	2回目	3回目
Act (%)	1.17	1.46	1.13
平均 (%)	1.25		
SD	0.18		

3. 2023年9月製造胡麻錠剤均一化(B2)のクロマトグラムとアクテオシド含量



**図3 2023年9月製造 胡麻若葉錠剤(B2)のクロマトグラム**

分析試料液はいずれも2.0 gを60%メタノール100 mLで抽出したもの (20 mg/mL)

アクテオシド含量

	1回目	2回目	3回目
Act (%)	1.50	1.46	1.28
平均 (%)	1.42		
SD	0.12		

錠剤1粒(250mg)中のアクテオシド量 3.55 mg

#### <コメント>

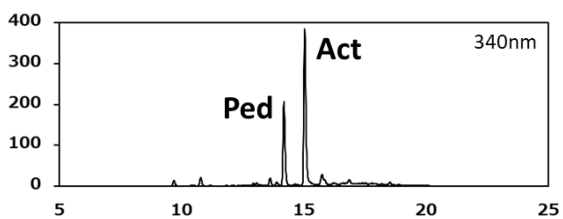
チップの分析は、試料秤取の際に茎が入るか入らないかで結果が大きくばらつく。図 1 のピークの大さが様々である。今年度は昨年 (0.50 g 秤取・10mL で抽出) よりも多く秤量 (1.0 g・50mL で抽出) したが、3 回の分析による結果の違いは大きかった (0.39~0.74%)。昨年度とクロマトグラムのには全く変わらず、含有成分は変わらないが、含量は 0.51% と少なかった。

今回、新製品として検討されている胡麻若葉錠剤のアクテオシド含量を分析した。錠剤の分析は初めてであり、手法は確立していない。薬局方などでは、「1 回服用当たりの平均質量、または平均質量を算出した後、粉末とし、分析試料とする」場合があり、また錠剤の健康食品中の分析において、均一化してから試料調製をする論文が時折見受けられる (例えば、LC-MS/MS によるいわゆる健康食品中の医薬品成分の分析 福岡市保環研報, 41, 2016)。そこで、今回 8 粒 (250mg×8=2.0g) そのものと、砕いて均一化した試料 (2.0g) を準備し、分析に供した (それぞれを B1、B2) とした。

B1 と B2 の結果 (図 2 と図 3) を見ると、B2 の方がアクテオシド量が若干多く見積もられ (B1 : 1.25%、B2 : 1.42%)、均一化した試料中のアクテオシド量 1.42% が適切な値であると考えられた。錠剤そのものを使う方が操作は簡単であるが、粉碎してから試料とする方が適切だろうと思われた。

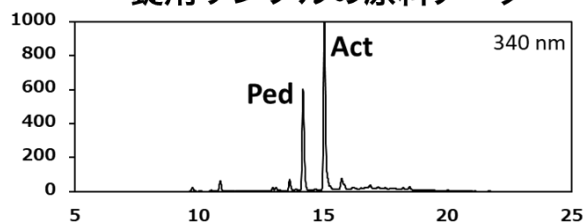
手紙によると、原料は 2022 年産の鹿児島胡麻若葉粉末 (Act 量 2.78%) で、配合は 60%。製造方法は、直打でアルコール、メタノール等での造粒はしていない (ロスが無ければ 1.6% くらい、打錠ロス 20% を見込むと 1.3% くらい) とされている。今回の錠剤中のアクテオシドは 1.42% であったことから、打錠ロスは 10% 程度と思われる。また、1 粒 250mg あたりのアクテオシド量は 3.55mg、15 粒 3.75g あたりのアクテオシド量は 53mg (53.25mg) と推定された。

### 2023鹿児島産胡麻若葉チップ



2023年産鹿児島胡麻若葉チップ(202307乾燥品)  
Act 含量 $0.51 \pm 0.20$   
(クロマトは20mg/mLのデータ)

### 錠剤サンプルの原料データ

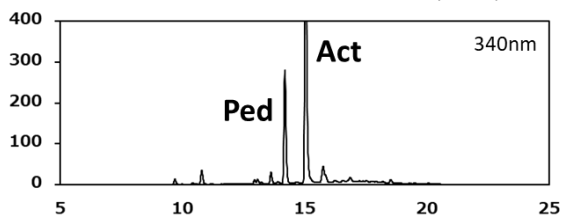


2022年産鹿児島胡麻若葉粉末(ロット220909)  
Act 含量 $2.78 \pm 0.10$   
(クロマトは20mg/mLのデータ)

錠剤化

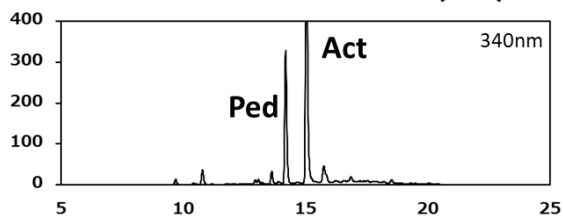
粉末化

### 2023胡麻若葉錠剤(B1)

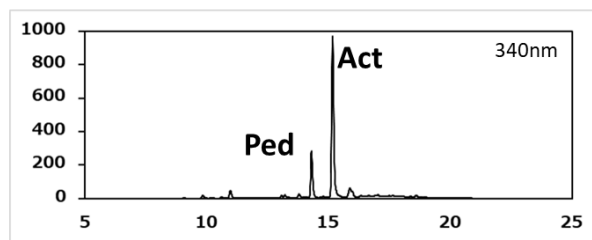


Act 含量 $1.25 \pm 0.18$   
(クロマトは20mg/mLのデータ)

### 2023胡麻若葉錠剤(B2)



Act 含量 $1.42 \pm 0.12$   
(クロマトは20mg/mLのデータ)



2022年産鹿児島胡麻若葉チップ(20220818乾燥品)  
Act 含量 $1.08 \pm 0.35$   
(クロマトは50mg/mLのデータ)