AOAC SMPR® 2019.003

ヘンプ（低 THC の大麻草品種）の植物材料中の カンナビノイド定量化のための標準試験法の性能要件（SMPRs）

使用目的:合意に基づく参考方法

1 目的

AOAC SMPR は、分析法評価で使用される最低限の推奨性能を詳述する。評価は、現場での妥当性確認、単一施設での妥当性確認、または複数施設での共同試験によるものである。SMPR は、業界、規制当局、受託研究機関、テストキット製造業者、学術機関の代表者で構成される AOAC によって作成され、採用される。AOAC SMPR は、AOAC 専門家審査委員会が、性能試験法認証または AOAC 公認分析法採用のための妥当性確認データの評価に使用し、試験室間の妥当性確認のための合格基準として使用することができる。

2 適用範囲

本法は、乾燥重量ベースで表記した植物材料中の個々のカンナビノイド(表 1 および 2 に示す)を同定し、定量することができる。この方法では、測定方法に関係なく、総 THC(本 SMPR の定義)を報告できる。

3 分析技術

目的とする分析対象物を測定する分析法であって、次に掲げる分析法の性能要件を満たすものは、いずれも許容される。

4 定義

ヘンプの植物材料：カンナビス属の低 THC 栽培品種の新鮮な又は乾燥された、完全な又は粉砕された植物材料のこと

定量限界(LOQ)：定量結果として報告できる、所定のマトリックス中の分析物の最小濃度または質量のこと。

定量法：一定量の試料中で直接的(質量または体積の列挙)または間接的(色、吸光度、インピーダンスなど)に測定された分析物の量を応答とする分析法のこと。

回収率：全ての方法を用いて試料を分析する際に回収される添加された分析物の画分またはパーセンテージのこと。

繰返し精度：同じ計測器と作業員を使用し、短時間で繰り返すことにより、条件を一定に保とうとするすべての取組みがなされた場合に生じる変動のこと。併行標準偏差(SD_r)または併行相対標準偏差($\%RSD_r$)で表記される。

再現性精度：試験室間の値から算出した標準偏差又は相対標準偏差のこと。室間再現標準偏差(SD_R)または%室間再現相対標準偏差($\%RSD_R$) で表記される。

総 THC：試料が乾燥重量ベースで得ることができる、Δ9-THC および Δ9-THCA を含む、Δ9-THC(テトラヒドロカンナビノール)の最大の潜在的割合 (w/w)のこと 。

5 試験法の性能要件

表 3 および 4 を参照のこと。

6 システム適合性試験及び分析品質管理

適切な試験法には、ブランクチェック試料、分析範囲の最低点及び中間点におけるチェック標準が含まれる。試験法の乾燥重量の手順と計算の詳細な説明が含まれていなければならない。

7 参考文献

参考文献の出典については、表 1 および表 2 を参照のこと。
附属書 F「内部標準物質の作成及び使用」参照
付録 F の資料:標準試験法のガイドライン性能要件、AOAC INTERNATIONAL の公認分析法(2019)第 21 版、AOAC INTERNATIONAL、米国メリーランド州ロックビル
入手先:http://www.eoma.aoac.org/app_f.pdf

8 妥当性確認ガイダンス

大麻草試験の最初の重要な段階は、植物材料の均質なサンプルの調製である。植物試料から再現性のある試料を調製するための詳細かつ完全な手順は、試験法の妥当性確認中に記述しなければならず、また、それらのデータは、試験法の妥当性確認に関する資料に含めなければならない。その試験法の乾燥重量の手順と計算の詳細な説明が申請資料に含まれていなければならない。

付録 D:共同試験の分析法の妥当性確認に関するガイドライン
AOAC INTERNATIONAL の公認分析方法(2019)第 21 版、AOAC INTERNATIONAL,
米国メリーランド州ロックビル
入手先:http://www.eoma.aoac.org/app_d.pdf

付録 F: 標準試験法の性能要件に関するガイドライン
AOAC INTERNATIONAL の公認分析方法(2019)第 21 版、AOAC INTERNATIONAL 米国メリーランド州ロックビル
入手先:http://www.eoma.aoac.org/app_f.pdf

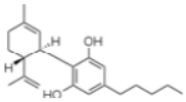
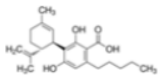
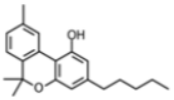
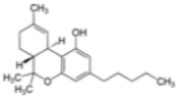
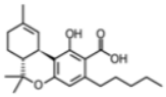
付録 K:栄養補助食品および植物性食品に関するガイドライン
AOAC INTERNATIONAL の公認分析方法(2019)第 21 版、AOAC INTERNATIONAL, 米国メリーランド州ロックビル
入手先:http://www.eoma.aoac.org/app_k.pdf

9 結果を得るまでの最大時間

特になし

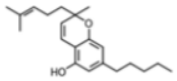
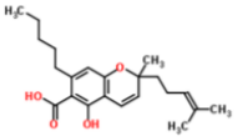
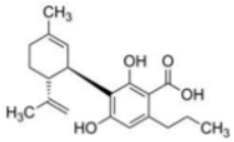
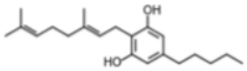
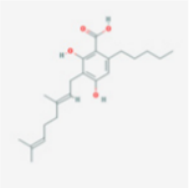
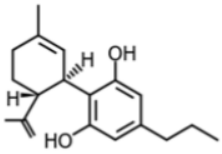
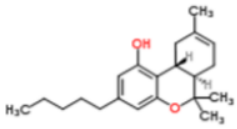
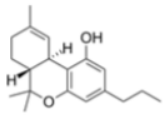
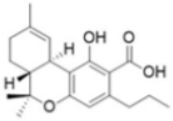
2019 年 9 月 7 日に開催された AOAC 大麻分析科学プログラム(CASP)の関係者により承認された。
最終版発行日:2019 年 10 月 3 日

表 1　要求されるカンナビノイド

一般名 Common name	省略名 Abbreviation	IUPAC 名 IUPAC name	CAS 登録番号 CAS No.	分子構造 Molecular structure	標準物質 Reference material
Cannabidiol カンナビジオール	CBD	2-[(1*R*,6*R*)-6-isopropenyl-3-methylcyclohex-2-en-1-yl]-5-pentylbenzene-1,3-diol	13956-29-1		Restek Cerilliant Sigma-Aldrich API Standards Echo Pharm Lipomed AG
Cannabidiolic acid カンナビジオール酸	CBDA	2,4-Dihydroxy-3-[(1*R*,6*R*)-3-methyl-6-prop-1-en-2-ylcyclohex-2-en-1-yl]-6-pentylbenzoic acid	1244-58-2		Cerilliant USP Restek Lipomed AG Echo Pharmaceutical
Cannabinol カンナビノール	CBN	6,6,9-Trimethyl-3-pentyl-benzo[*c*]chromen-1-ol	521-35-7		Cerilliant Restek
Tetrahydro-cannabinol テトラヒドロカンナビノール	THC	(−)-(6a*R*,10a*R*)-6,6,9-trimethyl-3-pentyl-6a,7,8,10a-tetrahydro-6*H*-benzo[*c*]chromen-1-ol	1972-08-3		Cerilliant USP Echo Pharmaceuticals
Tetrahydro-cannabinolic acid テトラヒドロカンナビノール酸	THCA	(6a*R*,10a*R*)-1-hydroxy-6,6,9-trimethyl-3-pentyl-6a,7,8,10a-tetrahydro-6h-benzo[c]chromene-2-carboxylic acid	23978-85-0		Cerilliant USP Echo Pharmaceuticals

IUPAC（国際純正および応用化学連合）

表 2　追加が望ましいカンナビノイド

一般名 Common name	省略名 Abbreviation	IUPAC 名 IUPAC name	CAS 登録番号 CAS No.	分子構造 Molecular structure	標準物質 Reference material
Cannabichromene カンナビクロメン	CBC	2-Methyl-2-(4-methylpent-3-enyl)-7-pentyl-5-chromenol	20675-51-8		Cerilliant Sigma Aldrich Echo Pharmaceuticals
Cannabichromenic acid カンナビクロメン酸	CBCA	5-Hydroxy-2-methyl-2-(4-methyl-3-penten-1-yl)-7-pentyl-2*H*-chromene-6-carboxylic acid	20408-52-0		Cerilliant
Cannabidivarinic acid カンナビジバリン酸	CBDVA	2,4-Dihydroxy-3-[(1*R*,6*R*)-3-methyl-6-prop-1-en-2-ylcyclohex-2-en-1-yl]-6-propylbenzoic acid	31932-13-5		Cerilliant
Cannabigerol カンナビゲロール	CBG	2-[(2*E*)-3,7-dimethylocta-2,6-dienyl]-5-pentyl-benzene-1,3-diol NIST: 1,3-Benzenediol, 2-(3,7-dimethyl-2,6-octadienyl)-5-pentyl-	25654-31-3 NIST: 2808-33-5		Cerilliant Lipomed AG Echo Pharmaceuticals SPEX Certiprep Tocris (UK)
Cannabigerolic acid カンナビゲロール酸	CBGA	3-[(2*E*)-3,7-dimethylocta-2,6-dienyl]-2,4-dihydroxy-6-pentylbenzoic acid	25555-57-1		Cerilliant Echo Pharmaceuticals SPEX Certiprep
Cannabidivarin カンナビジバリン	CBDV	2-((1*S*,6*S*)-3-methyl-6-(prop-1-en-2-yl) cyclohex-2-enyl)-5-propylbenzene-1,3-diol	24274-48-4		Cerilliant SPEX Certiprep
$^{\Delta 8}$Tetrahydro-cannabinol デルタ 8− テトラヒドロカンナビノール	$^{\Delta 8}$THC	6,6,9-Trimethyl-3-pentyl-6a,7,10,10a-tetrahydrobenzo[c]chromen-1-ol	5957-75-5		Cerilliant SPEX Certiprep
Tetrahydro-cannabivarin テトラヒドロカンナビバリン	THCV	6,6,9-Trimethyl-3-propyl-6a,7,8,10a-tetrahydro-6H-benzo[c]chromen-1-ol	28172-17-0		Cerilliant USP
Tetrahydrocannabivaric acid テトラヒドロカンナビバリン酸	THCVA		39986-26-0		Cerilliant

IUPAC（国際純正および応用化学連合）

表 3　カンナビノイドに関する標準試験法の性能要件（第 1 部）

パラメーター	要件*
定量限界（LOQ）%	≦0.05
分析範囲（CBD 及び CBDA）%	0.05～35
分析範囲（他の物質）%	0.05～5

*乾燥重量ベースで全て換算される

表 4　カンナビノイドに関する標準試験法の性能要件（第 2 部）

パラメーター	分析範囲　%*		
	0.05～0.5	>0.5～5	5～35**
回収率　%	85～118	90～111	95～105
併行相対標準偏差 RSDr　%	≦5	≦3	≦2
室間再現相対標準偏差 RSD_R　%	≦10	≦8	≦6

*乾燥重量ベースで全て換算される：許容限界と比較すべき実測値

:**CBD 及び CBDA のみ適用される

AOAC INTERNATIONAL について

分析科学分野で分析法のバリデーション，分析の実務，精度管理等に携わる官民の科学者，行政官，その他組織から構成されており，米国を中心に約 90 ヶ国，3,000 名以上の会員がいる。設立は 1884 年，米国内の肥料検査法統一化組織に遡り，1965 年，Association of Official Analytical Chemists となり，分野が拡大しました。1970 年には北米以外の会員加入，1980 年には地域セクションの設立と活動の場を広げ，現在（2014 年 4 月），北米，南米，欧州，アジアに 16 のセクションがある。

https://www.aoac.org/

大麻草分析科学プログラム

https://www.aoac.org/scientific-solutions/casp/