

쏘팔메토(Saw Palmetto) 열매 추출물의 이화학적인 특성 연구

이정은 · 김정욱* · 이희영** · 엄지혜** · 김종길** · 이영열** · 배현지** ·
김승우** · 윤호정** · 한수미** · 고종호*** · 국무창**** · †이영상*****

경기대학교 일반대학원 대체의학과 연구원, *관세청 중앙관세분석소 과장, **관세청 중앙관세분석소 주무관,
한국폴리텍바이오대학 바이오식품분석과 교수, *배화여자대학교 식품영양과 교수, *****관세청 중앙관세분석소 팀장

A Study on the Physicochemical Characteristics of Saw Palmetto Extract

Jeong-Eun Lee, Jung-Uk Kim*, Hee-Young Lee**, Ji-Hye Eom**, Jong-Gil Kim**,
Young-Yul Lee**, Hyeon-Ji Bae**, Seung-Woo Kim**, Ho-Jeong Yun**, Su-Mi Han**,
Jong-Ho Koh***, Moochang Kook**** and †Young-Sang Lee*****

Researcher, Dept. of Alternative Medicine, Kyonggi University, Seoul 03746, Korea

*Assistant Director, Central Customs Laboratory & Scientific Service, Korea Customs Service Jinju 52851, Korea

**Assistant Desk Officer, Central Customs Laboratory & Scientific Service, Korea Customs Service Jinju 52851, Korea

***Professor, Dept. of Bio-Food Analysis, Korea Bio-Polytechnic College, Chungnam 32940, Korea

****Professor, Dept. of Food & Nutrition, Baewha Women's University, Seoul 03039, Korea

*****Head of Team, Central Customs Laboratory & Scientific Service, Korea Customs Service, Jinju 52851, Korea

Abstract

FT-IR, GC/MS, and ATR-FT-IR analyses were performed to confirm the physicochemical characteristics of saw palmetto fruit (SPF) extract. FT-IR analysis of the standard product showed that the band corresponding to the carbonyl bond of free fatty acid was stronger than the band of acyl-glyceride. Sample E was identified as having the same trend as the standard sample. Fatty acid composition analysis revealed that the main fatty acids in the standard sample were lauric acid and oleic acid. The content of lauric acid ranged from approximately 30% to 38% in samples B, C, D, and E, while the content of oleic acid ranged from approximately 29% to 34%. The GC/MS analysis confirmed that the standard SPF extract consisted of fatty acids and fatty acid ethyl esters. Sample E demonstrated a similar pattern to the standard samples in terms of oleic acid, lauric acid, and fatty acid esters. ATR-FT-IR analysis indicated that only sample E was predicted to contain 100% saw palmetto extract. Therefore, these study findings can be considered fundamental data for analyzing the physicochemical characteristics of the composition of SPF extract.

Key words: saw palmetto fruit extract, free fatty acid, FT-IR, lauric acid, oleic acid

서론

Saw palmetto(*Serenoa repens*)는 작은 관목 형태의 야자수로 북아메리카가 원산지이며, 이 지역의 원주민들은 열매를 약용 및 식품 공급원으로 사용하였다. 성숙하고 부분적으로 말린 올리브 크기의 쏘팔메토 열매를 약용으로 사용하며, 전통적으로 기관지염, 감기와 같은 광범위한 적응증 및 남성과

여성의 비뇨 생식기 장애 치료에 사용되어왔다(Booker 등 2014). 쏘팔메토 열매 추출물은 지방산, alcohol 및 sterol의 혼합물로 구성되어 있으며, 주요 성분은 추출물의 약 90%를 구성하는 유리지방산과 β -sitosterol, stigmasterol 및 cholesterol을 포함하는 식물성 스테롤이다(Scholtyssek 등 2009).

미국 약전에서는 쏘팔메토 열매 추출물의 가격이 다른 유지보다 고가이므로 저렴한 유지를 혼합하는 것을 방지하고,

† Corresponding author: Young-Sang Lee, Head of Team, Central Customs Laboratory & Scientific Service, Korea Customs Service, Jinju 52851, Korea. Tel: +82-55-792-7321, Fax: +82-55-763-7392, E-mail: happylife2030@korea.kr

쏘팔메토 열매 추출물의 인증을 위해 자연적으로 생성되는 caprylic acid, capric acid, myristic acid, palmitic acid, stearic acid, oleic acid 및 linoleic acid과 linolenic acid/lauric acid의 비율을 지정하고 있다. 현재 국내에서도 수입한 쏘팔메토 열매 추출물을 함유하는 식품 보조제 제품들이 많이 유통되고 있으며, 국내 건강기능식품의 기준 및 규격에서는 쏘팔메토 열매 추출물의 기능 성분(또는 지표성분)의 함량을 lauric acid가 220 mg/g 이상 함유되어야 한다고 정하고 있다. Perini 등(2018)은 주성분 분석을 통해 불순물 식별 기술과 상업용 쏘팔메토 오일에 동물성 지방산이 함유되어 있음을 보고하였고, 그 이후 Gafner & Baggett(2018)은 쏘팔메토 열매 추출물에 혼합된 유지 성분을 구별하는 분석 기술을 보고한 바 있으나, 현재까지 국내에서는 쏘팔메토 열매 추출물의 유지 특성에 관한 연구가 미비한 실정이다. 따라서, 본 연구에서는 쏘팔메토 열매 추출물 표준품과 상업용 수입산 쏘팔메토 열매 추출물(100%)을 대상으로 산가(acid value), 총 지방산에 대한 각각의 조성 비율, FT-IR을 통한 분자구조 등을 분석하여 특성의 차이를 확인하고자 한다.

재료 및 방법

1. 실험재료

쏘팔메토 열매 추출물 표준품(European Pharmacopoeia Reference Standard, EDQM, Europe)은 SIGMA ALDRICH에서 구매하였으며, 시료는 쏘팔메토 열매에서 에탄올이나 초임계 추출로 얻은 것으로 쏘팔메토 열매 추출물 100%로 수입 신고된 다른 공급원의 5개 물품을 분석에 사용하였다.

2. FT-IR을 이용한 스펙트럼 분석

FT-IR(Fourier transform infrared spectroscopy) 분광 분석은 Nicolet iN10(Thermo Scientific, USA)를 이용하였으며, OMNIC(version 7) software를 이용하여 각각의 데이터를 4 cm^{-1} 의 분해능에서 32 스캔으로 $4,000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ 의 파수 범위에서 얻었다(Mahesar 등 2014). 시료는 마이크로 피펫으로 $10\text{ }\mu\text{L}$ 를 취해 KBr 셀에 떨어뜨린 후 고르게 도포 후 측정하였다.

3. Acid value 측정

시료의 산가(acid value)는 식품공전 제8 일반시험법 2. 식품성분시험법 2.1.5.3 화학적 시험의 1. 산가에 따라 측정하였다. 시료를 삼각플라스크에 넣고 중성(pH 7.0)의 ethanol과 ether 혼합액(1:2, v/v) 100 mL를 넣어 녹인 후, 이를 phenolphthalein을 지시약으로 하여 30 sec 동안 옅은 홍색이 유지되도록 한 후, 0.1N potassium hydroxide ethanolic solution으로 적정하였다. 측정된 산가는 아래와 같은 계산식으로 산출하였다.

$$\text{Acid value (mg/g)} = \frac{5.611 \times (a - b) \times f}{S}$$

S: 검체의 채취량(g)

a: 검체에 대한 0.1N potassium hydroxide ethanolic solution의 소비량(mL)

b: 공시험(ethanol과 ether 혼합액 100mL)에 대한 0.1N potassium hydroxide ethanolic solution의 소비량(mL)

f: 0.1N potassium hydroxide ethanolic solution의 역가

4. GC를 이용한 지방산 조성 분석

시료는 AOAC(1990)법을 참고하여 시료 약 0.3 g을 100 mL 평저플라스크에 담고 0.5 M 수산화 소듐 용액 6 mL를 넣어 환류 가열장치에서 열을 가하여 끓는 시점부터 7분간 가열 후 14% BF₃(boron trifluoride) 용액(boron trifluoride methanol complex methanol solution, wako, japan)을 7 mL 넣고 2분간 가열한 다음 헥세인(hexane) 5 mL를 넣고 1분간 가열하였다. 염화 소듐 포화 수용액을 평저플라스크 목부분까지 넣어 층 분리를 하고 상층부의 액을 취해 무수황산나트륨으로 잔류 수분을 제거하여 지용성 PTFE syringe filter(17 mm, 0.45 μm , Nalgene, USA)로 여과한 후 gas chromatography(GC) 법으로 지방산 조성을 분석하였다. 분석 장비는 GC(7890A, Agilent, Santa Clara, USA), 분석 칼럼은 HP-INNOWAX(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm , J&W Scientific, USA)를 사용하였다. 오븐 온도는 60°C에서 시료 주입 후 170°C까지 5°C/min의 속도로 승온하고 5 min 간 유지, 다음 185°C까지 2°C/min으로 승온 후 1 min 간 유지, 220°C까지 2°C/min으로 승온 후 20min 간 유지하였다. 시료 주입량은 1 μL , splits mode로 주입하였으며, 이동상으로는 헬륨을 2.0 mL/min으로 주입하였다. 주입구 및 검출기 온도는 250°C이며, 공기(air) 400 mL/min, 수소(H₂) 35 mL/min, 검출기는 flame ionization detector(FID)를 사용하였다.

5. GC/MS를 이용한 유리지방산 조성 분석

지방산과 triglyceride 분석을 위해 시료 0.1 g을 10 mL mass flask에 정확히 취하고 hexane에 용해 후 정용하고, 지용성 PTFE syringe filter(17 mm, 0.45 μm , Nalgene, USA)로 여과하여 gas chromatograph-mass spectrometer(GC 7890A, MS G1710FA, Agilent, Santa Clara, USA)를 사용하여 분석하였다. 칼럼은 DB-5MS(30 m \times 0.32 mm, I.d, 0.25 μm , fused silica capillary column)을 사용하였으며, 오븐 온도는 100°C에서 3 min 간 유지하고 분당 10°C씩 150°C까지 승온시킨 다음 분당 20°C씩 280°C까지 상승시켜 40.5 min 간 유지하였다. 캐리어 가스는 constant flow mode로 helium을 1.0 mL/min로 흘려주었으며, 이때 GC 주입구 온도는 280°C, 주입량은 1 μL , splits mode로

시료를 주입하였다. MS 분석조건은 electron impact mode 70eV 이온화에너지를 사용하였고 정성 분석에 scan mode로 분석하였으며 이때 ion source 온도는 230°C였다.

6. ATR-FT-IR을 이용한 쏘팔메토 추출물 함량 분석

적외선 스펙트럼은 초전기 중수소화 트리글리신 설페이트(DTGS) 검출기가 장착된 Thermo Nicolet iS50 FT-IR 분광계(Thermo Nicolet Analytical Instruments, Madison, USA)로 분석하였다. 일체형으로 장착된 다이아몬드 결정이 있는 iS50 ATR를 사용하였으며 OMNIC(version 7) software에서 실행하였다. 데이터는 스펙트럼 4,000-400 cm⁻¹의 파수 범위에서 4 cm⁻¹의 분해능으로 32 스캔으로 얻었다. 시료 분석은 10 µL를 ATR 표면에 균일하게 퍼뜨리고 측정하고 3회 반복하여 결과를 얻었으며, 각 시료 측정 전에 이전 시료의 잔류 오염을 제거하기 위해 에탄올로 세척하였다.

쏘팔메토 열매 추출물의 정량은 표준품과 다른 유지(유리 지방산 미검출, 수입 물품-A를 사용)를 비율별로 10%에서

90%까지 혼합하여 위의 분석 방법에 따라 분석한 후 이들 스펙트럼에서 C=O 스트레칭과 관련된 파수 1,746 cm⁻¹와 1,711 cm⁻¹를 기준으로 TQ Analyst 9(Thermo Nicolet Analytical Instruments, Madison, WI) software를 사용하여 각각의 최대 높이를 구하여 이들의 비(ratio 1,711 cm⁻¹ height/1,746 cm⁻¹ height)를 사용하여 엑셀에서 검량선을 작성하고, 수입 물품의 최대 높이 비(ratio)를 이 검량선에 대비하며 수입 물품에 함유된 쏘팔메토 열매 추출물의 함유량을 추정하였다.

결과 및 고찰

1. FT-IR 분광 분석

쏘팔메토 추출물 표준시료와 수입 쏘팔메토 추출물(100%)을 FT-IR 적외선 분광 분석을 이용하여 스펙트럼을 확인 후, 수입품의 진위 및 다른 식물유의 혼합 여부를 분자구조 특성으로 비교분석 하였다.

표준시료의 FT-IR 분석 결과는 Fig. 1의 STD와 같으며, 두

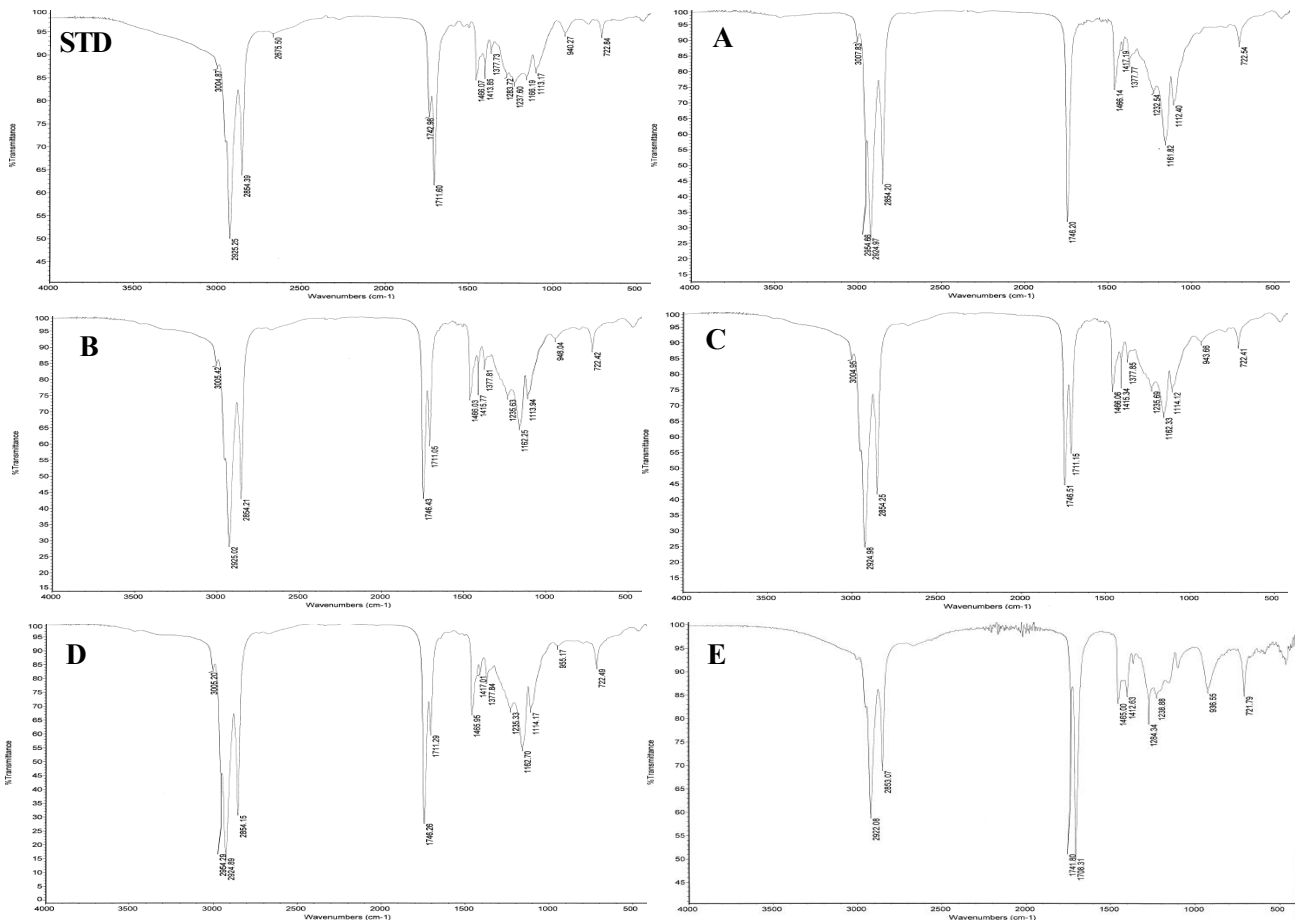


Fig. 1. FT-IR spectrum analysis of saw palmetto extract (standard) and imported sample-A, B, C, D and E. A is identified pick 1,746 cm⁻¹, but not identified of pick 1,710 cm⁻¹. B, C, D and E is identified of pick 1,711 cm⁻¹ and 1,746 cm⁻¹.

가지의 스펙트럼 범위에서 특징적인 것으로 확인되었다. 표준시료에서는 1,775~1,689 cm^{-1} 범위에서 acyl-glyceride의 carbonyl 결합에 의한 흡수에 해당하는(1,743 cm^{-1} 부근) 밴드가 아닌, 유리지방산의 carbonyl 결합(C=O)에 의한 1,711 cm^{-1} 부근에서 강한 밴드임이 확인되었고(Bertran 등 1999), 1,743 cm^{-1} 부근에서도 약한 밴드가 함께 확인되었다. 지방족 ester 결합(C-O)의 스트레칭으로 인한 밴드(1,161 cm^{-1} 부근), 메틸과 메틸렌 작용기의 비대칭 스트레칭으로 인한 밴드(1,466 cm^{-1} 부근)가 약한 특성이 확인되었으며, 카복실산 결합(O-H)에 의한 940 cm^{-1} 부근에서의 peak를 확인할 수 있었다. 이와 같은 결과는 본 연구 시료인 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료가 유리지방산으로 구성된 것으로 판단되며, 쏘팔메토 열매 추출물 표준물질을 분석한 Schantz 등(2008)의 연구에서 대체로 triglyceride의 지방산 농도보다 유리지방산의 농도가 높다고 보고하여 본 연구 결과와 유사하였다.

수입 쏘팔메토 추출물 A의 스펙트럼의 경우, 2,925 cm^{-1} (C-H 비대칭 스트레칭), 2,856 cm^{-1} (C-H 대칭 스트레칭), 1,756 cm^{-1} (C=O 스트레칭), 1,466 cm^{-1} (C-H 가위 굽힘), 1,163 cm^{-1} (C-O 스트레칭과 C-H 굽힘) 등이 확인되었는데, 이는 일반 유지류에서 확인되는 스펙트럼과 유사하며, 표준시료에서 확인되는 유리지방산의 카보닐 결합에 의한 1,711 cm^{-1} 부근에서 peak가 관찰되지 않았다(Fig. 1A). 수입 쏘팔메토 추출물 B, C와 D는 A와 같은 스펙트럼이 확인되는 동시에 표준시료에서 확인되는 유리지방산의 카보닐 결합에 의한 1,711 cm^{-1} 부근에서 peak가 관찰되었다. 그러나 표준시료는 1,711 cm^{-1} 밴드가 강하게 나타나는 반면, 수입 추출물 B, C, D는 acyl-glyceride의 carbonyl 결합(C=O) 스트레칭 1,746 cm^{-1} 부근 밴드가 강하게 나타나는 차이를 보였다. 수입 쏘팔메토 추출물 E는 유리지방산의 carbonyl 결합에 의한 1,711 cm^{-1} 부근에서 밴드가 acyl-glyceride의 carbonyl 결합(C=O) 스트레칭에 의한 밴드보다 매우 강하게 나타나 표준시료와 유사한 스펙트럼으로 확인되었다(Fig. 1E).

2. 산가(Acid value) 분석

산가는 지질 1 g을 중화하는데 필요한 수산화칼륨의 mg수를 말하며, 산가는 지방산이 glyceride로서 결합 형태로 있지 않은 유리지방산의 양을 의미한다. Gafner S(2019)는 쏘팔메토 추출물이 대부분 유리지방산으로 구성되어 있다고 보고한 바 있어 본 연구에서는 쏘팔메토 추출물 표준시료와 수입 쏘팔메토 추출물의 산가를 비교분석 하였다(data 보이지 않음).

쏘팔메토 열매 추출물 표준시료의 산가는 약 161.07 mg/g으로 확인되었으며, 특히 수입품 A의 산가는 0.22 mg/g으로 확인되어 유리지방산이 거의 존재하지 않은 것으로 판단되었으며, 수입품 B, C와 D는 각각 68.34 mg/g, 88.22 mg/g,

39.00 mg/g으로 표준시료보다 산가가 많이 낮은 것으로 확인되었다. 수입품 E는 186.60 mg/g으로 다른 수입품에 비해 높은 값으로 확인되었다. Mikaelian & Sojka(2009)의 연구에서 쏘팔메토 열매 추출물이 대부분 유리지방산으로 구성되어 있어 산가가 약 187 mg/g 정도로 높은 것으로 보고한 바 있다. 유리지방산의 함량이 증가함에 따라 쏘팔메토 열매 추출물의 산가가 높아지므로 본 연구에서 사용한 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료보다 산가가 낮은 수입품 B, C와 D는 유리지방산의 함량이 낮으면서 일반 유지류의 triglyceride 성분이 함유된 것으로 판단되고, 수입품 E는 Mikaelian & Sojka(2009)의 연구와 유사한 결과를 보여 유리지방산으로 구성된 것으로 판단된다. 산가와 유리지방산 함량으로 볼 때, 5개의 시료 중 수입품 E가 쏘팔메토 열매 추출물 100%로 확인되며, A는 triglyceride 구조를 가진 유지류, B, C와 D는 쏘팔메토 열매 추출물과는 다른 유지류가 혼합된 것으로 추정할 수 있다.

3. GC 분석

쏘팔메토 열매 추출물 표준시료와 수입품 시료의 지방산 조성 분석한 결과, 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료의 주요 지방산은 lauric acid($\text{C}_{12:0}$)와 oleic acid($\text{C}_{18:1}$)이며, 그 외 palmitic acid($\text{C}_{16:0}$), linoleic acid($\text{C}_{18:2}$)가 확인되었다(data 보이지 않음). 표준시료의 지방산 조성 비율은 Penugonda & Lindshield(2013)의 연구 결과와 유사하게 나타났다. 수입품 B, C, D와 E의 경우도 lauric acid가 약 30~38%, oleic acid가 약 29~34%로 확인되었다. Booker 등(2014)은 쏘팔메토 열매 추출물의 주요 지방산 구성은 lauric acid와 oleic acid이며, 총 지방산의 약 30~40%를 구성하고 있다고 보고한 바 있어 본 연구와 일치하였다.

반면, 수입품 A는 수입품 B, C, D 및 E와 달리 oleic acid가 약 12%로 다소 낮게 나타났고, linoleic acid가 약 15%로 표준시료(4%) 대비 높은 함량을 보였다. 이러한 결과는 Wang 등(2013)의 연구 결과 및 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료와 비교하여 높은 함량을 보였는데, 이는 지방산 구성이 다른 유지류가 함유되어 있음을 추정할 수 있다.

따라서 GC 분석 결과를 통해, 5개의 수입품 중 수입품 E를 제외한 4개(A, B, C, D)의 수입품은 유리지방산이 주성분이 아닌 것으로 생각되며, 이와 같은 결과는 FT-IR 분석 결과에서 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료와 다르게 수입품 A, B, C, D가 acyl-glyceride 구조를 포함하는 다른 유지류가 혼합되었을 가능성과 유사한 경향을 보였다.

4. GC/MS 분석

쏘팔메토 열매 추출물 표준시료를 GC/MS로 분석한 결과, 지방산 주성분에 지방산 에틸 에스터로 구성된 것을 확인하였다(Fig. 2). 이러한 결과는 Priestap 등(2011)이 쏘팔메토 열

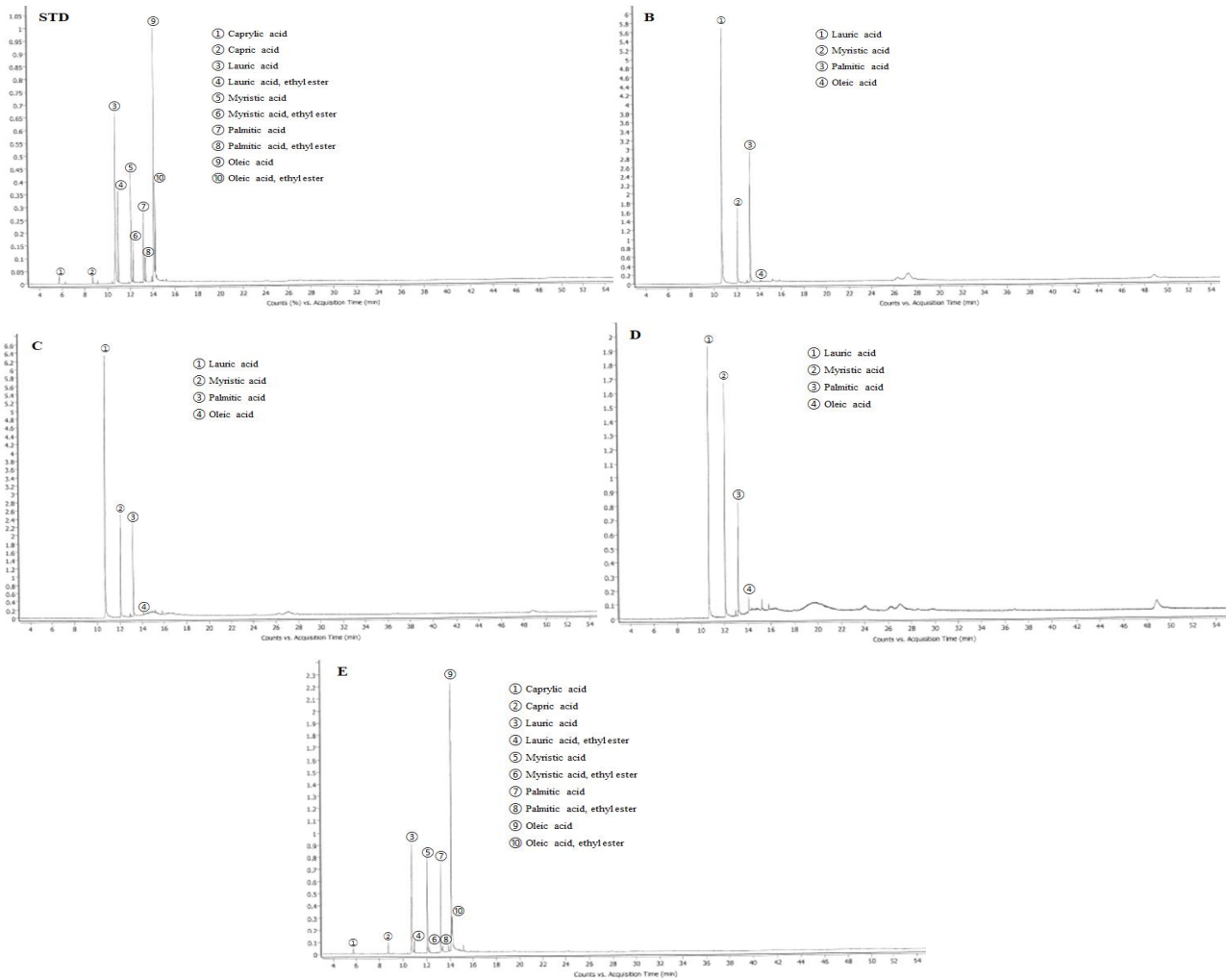


Fig. 2. GC-MS chromatogram of main fatty acid and fatty acid ester of saw palmetto extract standard and imported sample. STD; saw palmetto extract standard, B; imported sample-B, C; imported sample-C, D; imported sample-D. E; imported sample-E.

매에는 자연적으로 유리지방산 외에도 지방산의 메틸 에스터(FAMES)와 에틸 에스터(FAEEs) 등이 자연적으로 존재한다고 보고한 연구 결과와 일치한다.

수입품 5개의 주요 지방산을 GC/MS로 분석한 결과(Fig. 2), 수입품 A는 지방산 peak가 확인되지 않았으며(data 보이지 않음), 수입품 B, C 및 D는 지방산 조성 비율은 다르지만 lauric acid(C_{12:0}), myristic acid(C_{14:0}), palmitic acid(C_{16:0})가 주요 지방산으로 확인되었고, 지방산 에스터류는 검출되지 않았으며, 특히 지방산 중 oleic acid(C_{18:1})가 소량의 비율을 차지하는 것으로 확인되어 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료와는 다른 경향을 보였다. 수입품 E는 oleic acid(C_{18:1})와 lauric acid(C_{12:0})가 주요 지방산으로 다른 4개의 수입 물품과 다른 경향이 보였다. 또한 수입품 E는 지방산 에스터류가 검출되

었으며, 총 지방산과 지방산 에스터 등의 비율은 지방산 약 91%, 지방산 에스터류 약 10%로 표준시료와 유사한 경향을 보였다.

수입품 B, C, D 및 E의 지방산 조성 비율은 각각 서로 다른 조성 비율로 확인되었다. 수입품 B는 lauric acid가 약 71%, myristic acid가 약 11%, palmitic acid가 약 17%, 수입품 C는 lauric acid가 약 71%, myristic acid가 약 16%, palmitic acid가 약 13%, 수입품 D는 lauric acid가 약 50%, myristic acid가 약 33%, palmitic acid가 약 13%, 수입품 E는 lauric acid가 약 28%, myristic acid가 약 11%, palmitic acid가 약 8%, oleic acid가 약 40%이었다. Marti 등(2019)에 따르면 쏘팔메토 추출물의 지방산 중 oleic acid(C_{18:1})의 조성 비율은 일반적으로 30~35%이나, 본 연구의 GC/MS 분석 결과에서 수입품 B, C

및 D는 oleic acid($C_{18:1}$) 조성 비율이 0.4~2.4%로 확인되어 큰 차이를 보였으며, 수입품 E는 oleic acid($C_{18:1}$) 조성 비율이 약 40%로 4개의 수입 물품에 비해 높은 조성 비율로 확인되었으며, 일반적인 쏘팔메토 열매 추출물과 유사한 것으로 판단된다.

5. ATR-FT-IR을 이용한 쏘팔메토 추출물 정량 분석 결과

쏘팔메토 열매 추출물 표준시료와 다른 식물유를 10%에서 90%까지 각각 혼합하여 ATR-FT-IR로 분석한 결과, 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료와 다른 유지의 혼합 비율에 따라 $1,711\text{ cm}^{-1}$ 부근과 $1,743\text{ cm}^{-1}$ 부근에서 두 파수의 흡광도가 상호 비율적으로 변하는 특이성을 확인할 수 있었으며(Fig. 3), 유리 지방산의 carbonyl 결합에 의한 흡수에 해당하는 파수 $1,711\text{ cm}^{-1}$ 과 acyl-glyceride의 carbonyl 결합에 의한 흡수에 해당하는 파수 $1,746\text{ cm}^{-1}$ 의 최대 높이의 비(ratio)는 곡선의 추세선을 나타내므로 이차 방정식으로 표현되며, R^2 값이 0.9966으로 양호한 2차 검량선(data 보이지 않음)을 작성하였다.

수입품 A, B, C, D와 E를 ATR-FT-IR로 분석하고 해당 파수의 최대 높이와 이들 비($1,711\text{ cm}^{-1}/1,746\text{ cm}^{-1}$)를 구하여 정량한 결과는 Table 1과 같다. 수입품 A는 쏘팔메토 열매 추출물이 불검출되었고, 수입품 B는 약 44%, 수입품 C는 약 52%, 수입품 D는 약 29%로 쏘팔메토 열매 추출물이 혼합되었으며, 수입품 E는 다른 유지가 혼합되지 않은 순수한 쏘팔메토 열매 추출물로 추정된다.

요약 및 결론

쏘팔메토 열매 추출물 표준품과 상업용 수입산 쏘팔메토 열매 추출물(100%)을 대상으로 산가(acid value), 총 지방산에 대한 각각의 조성 비율, FT-IR을 통한 분자구조 등을 분석하여 특성의 차이를 확인하였다. FT-IR 분석 결과 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료에서는 유리지방산의 carbonyl 결합에 의

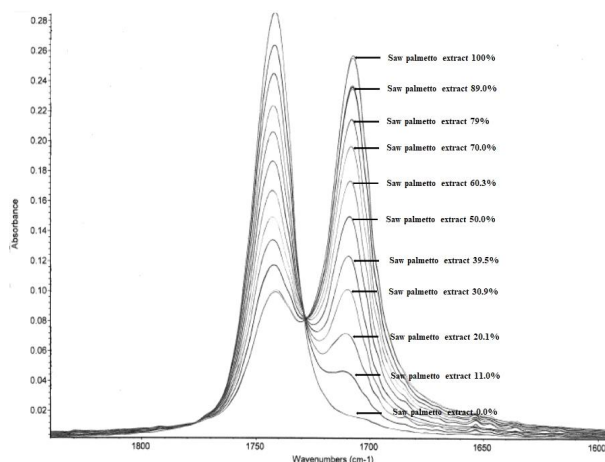


Fig. 3. The best beer's calibration model for determination of saw palmetto extract content in imported sample by Fourier transform infrared spectroscopy. Range $1,850\sim 1,730\text{ cm}^{-1}$, B: range $1,721\sim 1,650\text{ cm}^{-1}$.

한 밴드가 acyl-glyceride의 carbonyl 결합에 의한 밴드보다 강하게 나타났다. 5개의 수입품 중 수입품 E는 표준시료와 같은 경향으로 확인되었으나, 수입품 A는 유리지방산의 carbonyl 결합에 밴드가 확인되지 않았다. 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료의 산가는 약 161 mg/g 이었으며 수입품 E가 표준시료와 같은 높은 산가(186.60 mg/g)로 확인되었다. 쏘팔메토 열매 추출물의 지방산 조성 분석한 결과, 표준시료의 주요 지방산은 lauric acid($C_{12:0}$)와 oleic acid($C_{18:1}$)이었으며, 수입품 B, C, D와 E의 경우도 lauric acid가 약 30~38%, oleic acid가 약 29~34%로 확인되었다. 반면, 수입품 A는 oleic acid가 약 12%로 다소 낮게 나타났고, linoleic acid가 약 15%로 표준시료(4%) 대비 높은 함량을 보였다. 이와 같은 결과는 FT-IR 분석 결과에서 쏘팔메토 열매 추출물 표준시료와 다르게 수입품 A, B, C, D가 acyl-glyceride 구조를 포함하는 다른 유지류가 혼합되었을 가능성을 보였다. 쏘팔메토 열매 추출물 표준시

Table 1. Estimation result of saw palmetto extract content in imported sample A, B, C, D and E

Sample ¹⁾	Height of $1,711\text{ cm}^{-1}$	Height of $1,746\text{ cm}^{-1}$	$1,711\text{ cm}^{-1}/1,746\text{ cm}^{-1}$	Saw palmetto content (%)
Imported sample A	0.018	0.278	0.065	ND
Imported sample B	0.130	0.195	0.666	44.5
Imported sample C	0.155	0.179	0.866	52.2
Imported sample D	0.082	0.222	0.369	28.8
Imported sample E	0.265	0.068	3.897	pure ²⁾

¹⁾ Test sample-1: saw palmetto extract standard 34.5% + other oils 65.5%, Test sample-FA: saw palmetto extract standard 45.0% + other oils 55.0%, Test sample-3: saw palmetto extract standard 54.7% + other oils 45.3%.

²⁾ Pure mean that it content saw palmetto fruit extract 100%.

료를 GC/MS로 분석한 결과, 지방산 주성분에 지방산 에틸 에스터로 구성된 것을 확인하였다. 하지만 수입품 A는 지방산 peak가 확인되지 않았으며, 수입품 B, C 및 D는 지방산 조성 비율은 다르지만 lauric acid(C_{12:0}), myristic acid(C_{14:0}), palmitic acid(C_{16:0})가 주요 지방산으로 확인되었고, 지방산 에스터류는 검출되지 않았다. 수입품 E는 oleic acid(C_{18:1})와 lauric acid(C_{12:0}), 지방산 에스터류가 검출되어 표준시료와 유사한 경향을 보였다. ATR-FT-IR로 분석한 결과, 수입품 A는 소팔메토 열매 추출물이 불검출되었고, 수입품 B는 약 44%, 수입품 C는 약 52%, 수입품 D는 약 29%로 소팔메토 열매 추출물이 혼합되었으며, 수입품 E는 다른 유지가 혼합되지 않은 순수한 소팔메토 열매 추출물로 추정되었다. 따라서 본 연구 결과를 바탕으로 소팔메토 열매 추출물의 구성 유지의 이화학적 특성의 분석에 관한 기초자료가 될 것으로 기대할 수 있다.

References

- AOAC. 1990. Official Method of Analysis. 15th ed. Method 969.33. Association of Official Analytical Chemists
- Booker A, Suter A, Krnjic A, Strassel B, Zloh M, Said M, Heinrich M. 2014. A phytochemical comparison of saw palmetto products using gas chromatography and 1H nuclear magnetic resonance spectroscopy metabolomic profiling. *J Pharm Pharmacol* 66:811-822
- Bertran E, Blanco M, Coello J, Iturriaga H, Maspoch S, Montoliu I. 1999. Determination of olive oil free fatty acid by Fourier transform infrared spectroscopy. *J Am Oil Chem Soc* 76:611-616
- Gafner S, Baggett S. 2018. Adulteration of saw palmetto (*Serenoa repens*). Version 3. pp.1-5. Botanical Adulterants Prevention Bulletin ABC-AHP-NCNPR Botanical Adulterants Prevention Program
- Gafner S. 2019. Saw Palmetto Extract: Laboratory Guidance Document. pp.1-14. ABC-AHP-NCNPR Botanical Adulterants Prevention Program
- Mahesar SA, Kandhro AA, Khaskheli AR, Talpur MY, Sherazi STH. 2014. SB-ATR FTIR spectroscopic monitoring of free fatty acids in commercially available *Nigella sativa* (Kalonji) oil. *J Spectrosc* 2014:510890
- Marti G, Joulia P, Amiel A, Fabre B, David B, Fabre N, Fiorini-Puybaret C. 2019. Comparison of the phytochemical composition of *Serenoa repens* extracts by a multiplexed metabolomic approach. *Molecules* 24:2208
- Mikaelian G, Sojka M. 2009. Authenticating saw palmetto extract: A new approach: This communication will demonstrate a new approach for the effortless and efficient authentication and quality control of commercial saw palmetto extracts. *Nutraceut Technol* 5:24-27
- Penugonda K, Lindshield BL. 2013. Fatty acid and phytosterol content of commercial saw palmetto supplements. *Nutrients* 5:3617-3633
- Perini M, Paolini M, Camin F, Appendino G, Vitulo F, De Combarieu E, Sardone N, Martinelli EM, Pace R. 2018. Combined use of isotopic fingerprint and metabolomics analysis for the authentication of saw palmetto (*Serenoa repens*) extracts. *Fitoterapia* 127:15-19
- Priestap HA, Quirke JME, Houle P, Bennett BC. 2011. Fatty acid composition of fruits of two forms of *Serenoa repens*. *Chem Nat Compd* 47:511
- Schantz MM, Bedner M, Long SE, Molloy JL, Murphy KE, Porter BJ, Putzbach K, Rimmer CA, Sander LC, Sharpless KE, Thomas JB, Wise SA, Wood LJ, Yen JH, Yarita T, NguyenPho A, Sorenson WR, Betz JM. 2008. Development of saw palmetto (*Serenoa repens*) fruit and extract standard reference materials. *Anal Bioanal Chem* 392:427-438
- Scholtyssek C, Krukiewicz AA, Alonso JL, Sharma KP, Sharma PC, Goldmann WH. 2009. Characterizing components of the saw palmetto berry extract (SPBE) on prostate cancer cell growth and traction. *Biochem Biophys Res Commun* 379: 795-798
- Wang M, Avula B, Wang YH, Zhao J, Parcher JF, Khan IA. 2013. Fatty acid analysis of saw palmetto (*Serenoa repens*) and pygeum (*Prunus africana*) in dietary supplements by gas chromatography/mass spectrometry in the selected ion monitoring mode. *J AOAC Int* 96:560-566

Received 2 April, 2023
Revised 15 June, 2023
Accepted 16 June, 2023