

01

식품중 불법함유된 발기부전치료제성분 검출을 위한 동시분석법 연구

장재희, 김대병, 박진상, 박혜경, 구용의, 최윤주, 황인경*

서울시 은평구 녹번동 5번지 식품의약품안전청,
서울시 관악구 신림9동 산56-1 서울대학교

서론

건강에 대한 관심이 높아지면서 건강의 유지와 증진에 효과가 있거나 그렇게 기대되는 건강관련식품의 소비가 증가하고 있다⁽¹⁾. 그러나 이러한 제품들 중에는 그 효과를 높이기 위하여 식품에 사용이 금지된 약효가 강한 성분을 첨가한 것도 있으며, 이를 섭취한 소비자가 부작용을 일으키기도 한다.

본 연구에서는 국내에서 유통되는 건강관련식품 중 성기능 개선 및 효과에 대하여 광고하고 판매하고 있는 제품들에 대하여 최근 의약품으로 허가된 발기부전치료제인 sildenafil, tadalafil, vardenafil 및 sildenafil의 유사물질인 homosildenafil을 대상으로 정성과 정량을 위한 동시분석법을 개발하고 불법함유된 유통 제품 중의 함량을 분석하여 함유 실태를 파악하고자 하였다.

재료 및 방법

실험재료

시중에서 유통되고 있는 성기능개선을 광고하고 있는 건강관련식품 35종을 대상으로 하였다.

분석기기

HPLC-PDA는 (Shiseido, Japan), LC/MS-MS는 (Finigan, Germany)를 사용하였다.

표준품 및 시약

Sildenafil은 한국화이자가 제공한 sildenafil citrate (69.4%)를, vardenafil(99.8%)은 한국바이엘, tadalafil(99.9%)은 한국릴리, homosildenafil(99.9%)은 동아제약에서 제공한 표준품을 사용하였다.

HPLC/MS 조건

LC/MS 확인 분석에서 칼럼은 C₁₈(2.0X250mm I.D. 5m, Shiseido, Japan), 이동상은 물과 95% acetonitril을 사용하여 mass range 50~500mm에서 분석, 확인하였다.

HPLC/PDA 조건

HPLC/PDA분석은 capcell pak C₁₈(UG120, 4.6 X 250mm I.D. 5m, Shiseido, Japan) 칼럼을 사용하고, 이동상은 0.1% sodium 1-hexanesulfonate-용액에 phosphoric acid를 0.1%가 되게 혼합한 액과 acetonitrile을 73 : 27(v/v)이 되도록 제조하였으며 유속 1ml/min에서 표준용액과 시험용액을 10 µl 주입하여 190~400nm에서 PDA 검출기로 spectrum 형태를 확인하였으며, UV 291nm에서 정량하였다.

결과 및 고찰

ESI-LC/MS에 의한 의한 정성분석

건강관련식품중의 실데나필, 호모실데나필, 타다라필, 바데나필의 분자량 피크 확인을 위하여 양이온 모드에서 ESI interface를 사용하여 분석하였다. 2개의 이동상을 사용하여 네 가지 성분을 분리하여 분석하였으며, 실데나필의 protonated molecule은 m/z 475.3 (9.27min), 호모실데나필은 m/z 489.3 (10.34min), 타다라필은 m/z 390.1 (7.92min), 바데나필은 m/z 489.4 (9.41min) 이었다. 시료 중의 실데나필, 호모실데나필, 타다라필, 바데나필의 함유가 의심스러운 경우 분자량과 LC/MS 스펙트럼으로 성분을 확인 할 수 있었다.

HPLC/PDA에 의한 정성 및 정량분석

실데나필, 바데나필등의 단일성분 분석법은 HPLC 분석법 등 몇 가지 연구⁽²⁻³⁾가 보고되고 있으나, 식품에 불법혼입 가능성이 있는 유사성분을 동시에 검출하기 위한 동시분석법은 보고된 바 없다. 본 연구에서는 지금까지 보고된 방법을 토대로 분석조건을 수정하였으며, 분석결과, 바데나필(6.74min)이 가장 빨리 검출되었으며, 실데나필(18.55min), 호모실데나필(20.96min), 타다라필(31.38min)의 순서로 검출되었고 총 분석시간은 약 40분이 소요되었다(Fig. 1).

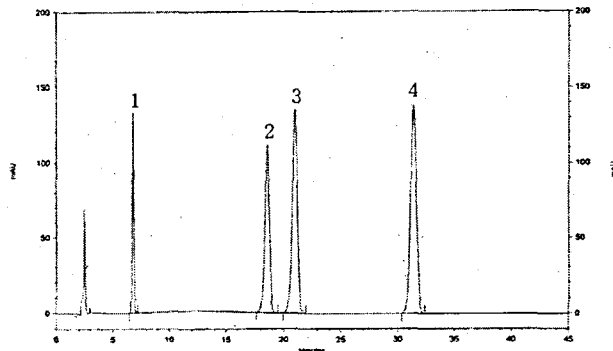


Fig 1. Chromatogram of standard mixtures of sildenafil, homosildenafil, vardenafil and tadalafil. peak identities : 1. vardenafil (6.74min, 50µg/ml), 2. sildenafil (18.55min, 50µg/ml); 3. homosildenafil (20.96min, 50µg/ml); 4. tadalafil (31.38min, 50µg/ml)

Table 1. Contents of sildenafil, homosildenafil, tadalafil and vardenafil in samples

No.	Food type	Detected Chemical	Concentration (mg/serving)
1	Extract product	Homosildenafil	66.82mg/30ml
2	Extract product	N.D.	-
3	Extract product	Homosildenafil	153mg/30ml
4	Extract product	N.D.	-
5	Extract tea	N.D.	-
6	Extract tea	N.D.	41.89mg/50ml
7	Ginseng beverages	Sildenafil	-
8	Ginseng beverages	N.D.	-
9	Ginseng capsules	N.D.	168mg/500mg
10	Ginseng capsules	Homosildenafil	9.6mg/500mg
11	Ginseng capsules	Tadalafil	41.1mg/500mg
12	Ginseng capsules	Sildenafil	138.3mg/10ml
13	Ginseng capsules	Sildenafil	83.09mg/100ml
14	Liqueur	Sildenafil	20.53mg/50ml
15	Liqueur	Sildenafil	-
16	Miscellaneous beverages	N.D.	-
17	Miscellaneous beverages	N.D.	83mg/230mg
18	Nutrient supplement products	Sildenafil	137.19mg/500mg
19	Nutrient supplement products	Homosildenafil	-
20	Nutrient supplement products	N.D.	-
21	Nutrient supplement products	N.D.	-
22	Nutrient supplement products	N.D.	-
23	Nutrient supplement products	N.D.	-
24	Pollen products	N.D.	-
25	Red ginseng beverages	N.D.	-
26	Red ginseng beverages	N.D.	-
27	Red ginseng capsules	N.D.	81mg/400mg
28	Red ginseng capsules	Sildenafil	-
29	Soft-shelled turtle products	N.D.	-
30	other product	N.D.	-
31	other product	N.D.	42.93mg/100mg
32	other product	Tadalafil	10.96mg/ml
32	other product	Homosildenafil	129.89mg/10ml
34	other product	Homosildenafil	90mg/400mg
35	other product	Homosildenafil	-

건강관련식품의 발기부전치료제 성분의 분석결과

성기능개선을 과대 광고하고 있는 유통 건강관련식품 35종을 분석한 결과, sildenafil이 7개, homosildenafil이 7개, tadalafil이 2개의 시료에서 검출되었고, 바데나필은 검출되지 않았으며, 검출량은 Table 1과 같다.

검출된 함량은 최저 0.4mg/g에서 최고 429mg/g으로 함량편차가 매우 컸으며, 같은 제품에서도 함량이 일정치 않거나 검출되지 않는 경우도 있었다. 실데나필의 경우 의약품으로 섭취할 경우 1회에 25mg을 복용하도록 되어 있는데 본 연구에서 검출된 제품 대부분이 1회섭취량당 함량이 25mg 이상 이므로 이것은 의약품적인 효과가 나타날 뿐 아니라 섭취에 따른 부작용 또한 크게 우려되는 수준이었다.

지금까지 살펴본 바와 같이 현재 국내·외에 시판되는 건강관련식품 중 의약품적인 효능효과 등을 광고하는 제품들은 그 효과를 위하여 인체에 심각한 부작용을 나타낼 수 있는 의약품성분을 무분별하게 첨가하는 것으로 확인되었으며, 이러한 제품들은 국민건강에 위해를 줄 우려가 있다. 따라서 앞으로도 발기부전치료제 성분뿐 아니라 불법 첨가할 가능성이 있는 위해성분의 데이터베이스를 구축하고 해당 성분의 분석법개발 및 모니터링이 지속적으로 이루어져야 할 것으로 판단된다.

참고문헌

1. 2000 The Study on the trend of New Technology - Functional foods, Korean Intellectual Property Office, Seoul, pp. 201-240(2000)
2. N. daraghmeh et al. : Determination of sildenafil citrate and related substances in the commercial products and tablet dosage form using HPLC, J. of pharmaceutical and Biomedical Analysis, **25**, 483-492(2001)
3. Takako Moriyasu et al. : Identification system for sildenafil in health foods, Japan Yakugaku zasshi, **121(10)**, 765-769(2001)