

## 보관조건에 따른 유통생약 지실의 품질변화 연구

이아영\* · 천진미\*\* · 장 설\*\* · 추병길\* · 이해원\* · 김호경\*†

\*한국한의약연구원 한약자원연구부, \*\*한국한의약연구원 한약품질검사팀

## Change of Quality in *Poncirus trifoliata* Rafinesque according to Storage Conditions

A Yeong Lee\*, Jin Mi Chun\*\*, Seol Jang\*\*, Byung Kil Choo\*, Hye Won Lee\*, and Ho Kyoung Kim\*†

\*Dept. of Herbal Resources Research, Korea Institute of Oriental Medicine, Daejeon 305-811, Korea.

\*\*Herbal Quality Control Team, Korea Institute of Oriental Medicine, Daejeon 305-811, Korea.

**ABSTRACT :** *Poncirus trifoliata* Rafinesque has been used as the immature fruit of the trifoliolate orange tree. This study was carried out to investigate the quality change of *Poncirus trifoliata* Rafinesque depending on packing materials (vacuum packing, PP (polypropylene) packing, gunny sack packing), storage places and storage periods up to 12 months. The change of loss on drying content, content of poncirin were measured during the 12 months. As a result, the loss on drying content was decreased rapidly in gunny sack packing after storage of 12 months at room temperature. The content of poncirin was decreased generally according to storage conditions and its average loss percent was 38.8%.

**Key Words :** *Poncirus trifoliata* Rafinesque, Poncirin, Storage conditions

### 서 언

지실 (枳實)은 운향과 (Rutaceae)의 식물 탕자나무 (*Poncirus trifoliata* Rafinesque)의 익지 않은 열매로 지름 1~2 cm의 구형이다 (KFDA, 2008). 한의학에서 지실의 효능은 가슴과 복부팽만, 수종, 소화불량, 변비 등의 치료효과이며 또한 위를 튼튼하게 하고 소화를 촉진하며 자궁수축작용 등도 있는 것으로 알려져 있다 (Chung *et al.*, 2005). 최근에는 지실의 항염효능, 항헬리코박터파이로리활성, 항과민증 효과와 지실 추출물이 암세포의 세포자멸을 유도하는 효과가 있고 (Chung *et al.*, 2005) 멜라닌 생성 억제 물질이 포함된 것으로 보고된바 있다 (Son *et al.*, 2005).

지실의 성분은 정유로 (+)-limonene, linalool, p-cymen, α-cymen, α-pinene, caryophyllene, camphene, trans-β-ocimene, 3-thijene 등이 보고되어 있으며 (Park & Chun *et al.*, 1969), flavonoid glycoside로는 naringin, hesperidin, neohesperidin 및 poncirin 등이 알려져 있다 (Kim *et al.*, 1989).

한약재는 일정기간 동안 보관하였다가 공급되므로 잘못 보관하거나 저장하면 품질저하를 일으키므로 한약재 품질관리 단계에서 적절한 보관 관리가 행해지지 않으면, 부패나 변질이 우려되고 한약재 품질 저하를 야기 시킬 수 있다. 건조품

인 한약재의 성분변화에 관한 연구는 60일간 상온과 저온 보관시 당귀의 함량변화 연구 (Choi & Kim, 2000) 보관조건에 따른 인삼의 건조감량 및 유리당 조성 (Chang *et al.*, 2005), 한약재 규격품의 포장형태 및 보관방법에 대한 연구 (Kim, 2004), 사철쑥의 재배년수에 따른 생육과 약리성분 변화 (Choi *et al.*, 2008), 건조방법에 따른 삼백초의 유효성분 함량, 항산화능 및 색도에 관한 연구 (Kim *et al.*, 2006), 저장한약재에서 발생하는 해충상 (Jo *et al.*, 2007)등이 있으나 지실에 관한 연구로는 일반 성분학적인 연구가 대부분인 실정이며 (Oh *et al.*, 1989; Park & Chun, 1969; Kim *et al.*, 1989; Chung *et al.*, 2005) 지실의 보관기준에 따른 함량 변화에 대한 연구는 보고되어 있지 않으므로 본 연구에서는 한약재의 유통시 품질에 영향을 미치는 보관 방법에 따른 지실의 함량분석 연구를 실시하였다.

### 재료 및 방법

#### 1. 실험재료

본 실험에 사용된 지실은 경북 영천산으로 옴니허브(주)를 통하여 구입하여 각 보관법에 맞게 1회 실험분량 만큼 소포장하여 사용하였다.

†Corresponding author: (Phone) +82-42-868-9502 (E-mail) hkkim@kiom.re.kr

Received May 13, 2008 / Revised June 05, 2008 / Accepted June 09, 2008

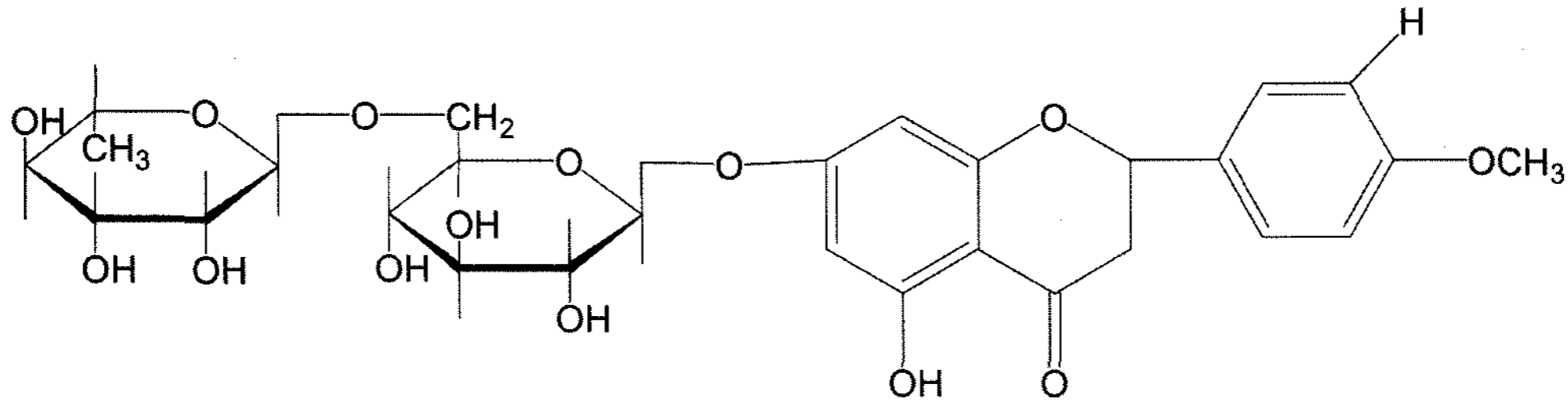


Fig. 1. Chemical structure of poncirin.

2. 시약 및 기기

본 실험에 사용된 표준물질인 poncirin은 Fluka (USA)사의 제품을 사용하였고 (Fig. 1), HPLC 분석을 위한 용매는 J.T.Baker사 (USA)의 HPLC grade제품을 사용하였다. 그 외의 시약들은 대정화금(주)의 특급시약을 사용하였다. Poncirin 함량을 분석하기 위하여 사용된 HPLC는 Shimadzu사 (Japan)의 SCL-10Avp system controller, SIL-10Avp auto injector, SPD-10Avp UV-VIS detector, LC-10ATvp liquid chromatograph를 사용하였다.

3. 보관방법 설정

건조품인 한약재를 보관할 때 품질에 영향을 주는 요인으로 포장재질, 전처리 공정, 포장방법, 저장 온도 등이 있다 (Choi & Kim, 2000). 이전 연구에서 한약 구입·보관 실태 설문조사결과 응답자의 52.4%가 일반창고에 보관한다고 답하였고, 그 다음으로 한약장, 냉장고, 저온창고 등을 답하여 (Chun et al., 2006) 본 실험시 현실성을 반영하여 보관조건을 선정하였다.

포장의 경우에는 마대포장과 비닐포장을 많이 사용하고 있으므로 본 실험에서 온도조건은 실온, 냉장 조건을 선정하였고, 포장형태는 진공포장, 규격품포장, 마대포장을 선정하여 총 12개월 동안 지실의 지표성분 함량변화를 관찰하였다. 보관은 실험실내에 1회 실험분량을 계산하여 소포장하여 실온과 냉장 보관하여 분기별로 함량을 측정하였다.

4. 건조감량

대한약전의 일반시험법에 의거 (KFDA, 2008)하여 시행하였으며, 무게를 단 칭량병에 시료 2~6g을 넣어 무게를 정밀하게 측정하여 105°C에서 6시간동안 건조하고, 데시케이터에서 방랭한 후 그 무게를 정밀하게 측정하였을 때의 감량을 건조감량 (%)으로 하였다.

5. Poncirin의 분석

지실의 함량분석은 대한약전에 의거하여 시행하였으며, 시료 약 0.5g을 정밀하게 달아 70% 메탄올 60ml를 넣고 2시

Table 1. HPLC condition (v/v, %) for separating *Poncirus trifoliata* Rafinesque

Detector	UV 313 nm
Column	Luna C <sub>18</sub> (4.6 × 250 mm, 5 μm, Phenomenex)
Mobile phase	Methanol : Water = 30 : 70 → 70 : 30 (v/v)
Flow rate	1.0 ml/min
Injection volume	10 μl

간 환류추출한 다음 여과하였다. 잔류물에 70% 메탄올 30ml를 넣어 같은 방법으로 조작하였다. 여액을 모두 합하여 70% 메탄올을 넣어 정확하게 100ml로 하여 검액으로 하였다. 따로 poncirin 표준품 약 20mg을 정밀하게 달아 70% 메탄올을 넣어 100ml로 하여 표준액으로 하였다. 검액 및 표준액 10 μl씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 각각의 액의 poncirin 피크면적 A<sub>T</sub> 및 A<sub>S</sub>를 측정하였다.

$$\text{Poncirin (C}_{28}\text{H}_{34}\text{O}_{14}\text{)의 양 (mg)} = \text{poncirin 표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

6. HPLC 분석

HPLC는 shimadzu LC 10Avp system을 사용하였고 UV detector의 측정파장은 313 nm, 컬럼은 Luna C<sub>18</sub> (4.6 × 250 mm, 5 μm, Phenomenex)을 사용하였다. 분석용매조건은 메탄올·물 혼합물 30 : 70으로부터 시작하여 20분간 메탄올의 함량을 1분당 1%씩 증가시키고 그 다음 10분간 메탄올의 함량을 1분당 2%씩 증가시켜 최종 농도비가 70 : 30이 되도록 하였다. 유속은 1.0 ml · min<sup>-1</sup>, 주입량은 10 μl로 조작하여 HPLC 함량분석을 실시하였다 (Table 1).

결과 및 고찰

1. 보관방법 설정시 온도 측정

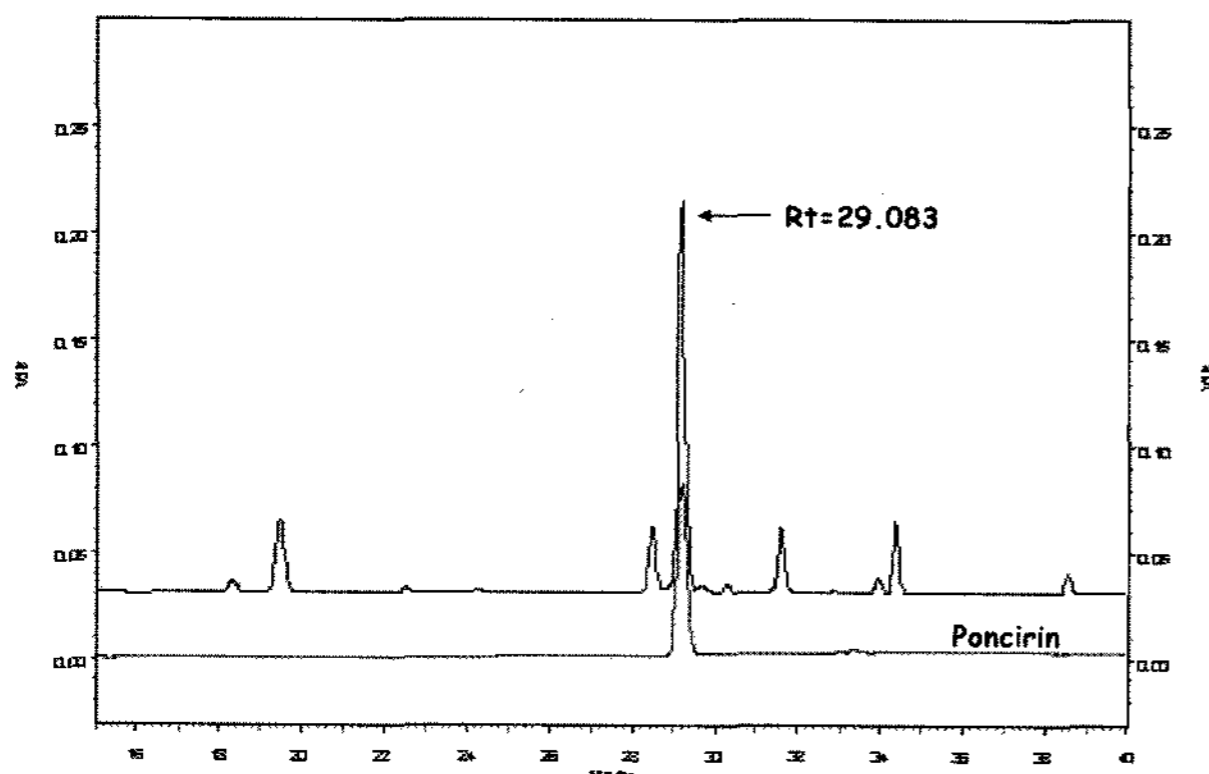
실온조건의 경우 온도는 수시로 측정하여 평균온도는 25.8 ± 2.1°C로 측정되었으며, 냉장보관의 경우 금산에 위치한 제약회

**Table 2.** Loss on drying contents of *Poncirus trifoliata* Rafinesque according storage items (unit : %)

Temperature	Package	Period				
		Start	3 months	6 months	9 months	12 months
4°C	PP	11.50 (±0.11)	11.50 (±0.11)	11.11 (±0.48)	11.95 (±0.01)	11.42 (±0.04)
	PP + Vacuum	11.50 (±0.11)	11.53 (±0.01)	10.88 (±0.11)	11.76 (±0.03)	10.50 (±0.02)
	Gunny sack	11.50 (±0.11)	10.30 (±0.02)	8.21 (±0.08)	8.78 (±0.03)	9.13 (±0.02)
Room Temp.	PP	11.50 (±0.11)	11.25 (±0.03)	10.19 (±0.48)	10.23 (±0.01)	8.96 (±0.01)
	PP + Vacuum	11.50 (±0.11)	11.81 (±0.11)	10.96 (±0.26)	10.87 (±0.02)	9.90 (±0.01)
	Gunny sack	11.50 (±0.11)	9.14 (±0.03)	5.98 (±0.04)	6.34 (±0.0002)	8.81 (±0.03)

**Table 3.** Content of poncirin for *Poncirus trifoliata* Rafinesque according to storage items (unit : %)

Temperature	Package	Period				
		Start	3 months	6 months	9 months	12 months
4	PP	23.98 (±0.14)	21.72 (±0.52)	16.94 (±1.76)	14.73 (±0.33)	15.26 (±0.27)
	PP + Vacuum	23.98 (±0.14)	19.39 (±1.26)	18.77 (±0.62)	15.25 (±0.37)	14.26 (±0.56)
	Gunny sack	23.98 (±0.14)	21.92 (±0.49)	19.57 (±0.06)	15.14 (±0.41)	14.80 (±0.10)
Room Tmp.	PP	23.98 (±0.14)	20.86 (±1.80)	19.30 (±0.78)	14.61 (±0.47)	13.89 (±0.21)
	PP + Vacuum	23.98 (±0.14)	20.31 (±1.13)	17.50 (±0.33)	14.81 (±0.16)	14.64 (±0.38)
	Gunny sack	23.98 (±0.14)	21.52 (±1.20)	18.30 (±0.08)	14.68 (±0.20)	15.28 (±0.53)



**Fig. 2.** HPLC chromatogram of *Poncirus trifoliata* Rafinesque.

사의 저온창고에 보관하였으며 온도는 항상 4°C로 유지되어 있었다.

**2. 보관조건에 따른 건조감량**

지실의 보관조건에 따른 건조감량은 초기 11.50%에서 12개월 후 8.80~11.40%로 전반적으로 감소하는 추세를 나타내었다. 보관형태별로 보면 마대포장의 경우 다른 포장형태보다 감소율이 크게 나타났는데, 실온의 마대포장이 냉장의 마대포장보다 다소 감소하는 폭이 큰 것으로 나타났다 (Table 2).

**3. 보관조건에 따른 poncirin 함량 변화**

HPLC를 통하여 지실의 주물질인 poncirin의 함량을 분석한

결과 머무름시간 29.1분에서 poncirin이 23.98%로 나타나 대한약전 기준인 2.0% (KFDA, 2008)보다 많은 함량이 검출되었다 (Fig. 2).

보관온도, 보관형태별 보관기간에 따른 지실의 poncirin 함량을 분석한 결과 초기 23.98%에서 12개월경과 후 13.89~15.28%로 나타나 대한약전 poncirin 함량기준인 2.0% 이상이었으나 시간이 경과할수록 poncirin 함량이 감소하는 경향을 나타내었고, 감소율은 평균 38.8%로 나타났다 (Table 3).

기존의 연구결과 대부분의 유통 업체에서는 상온 일반창고에서 한약을 보관하였고, 지역에 따라 차이는 있으나 일부에서는 저장창고에 보관·유통하는 곳도 있었다고 보고하였다 (Chun *et al.*, 2006; Kim, 2004). 이를 바탕으로 저장 장소는 실온과 저온창고로 선정하였다. 포장방법은 경제성과 편리성 때문에 대부분이 비닐포장으로 유통한다 (Kim, 2004)는 기존의 보고를 토대로 현재 규격포장의 대부분을 차지하는 비닐포장과 일부 약업사에서 포장 및 보관하고 있는 진공포장, 마대포장을 추가하여 실험 조건을 설정하였다.

지실의 보관조건에 따른 건조감량 및 성분함량 변화에 대한 연구결과, 규격포장과 진공포장보다는 마대포장이, 냉장조건보다 실온조건에서 건조감량의 감소폭이 크게 나타났다. 이는 통풍이 잘되는 조건인 실온 마대포장에서 미생물번식에 영향을 미치는 (Kim, 2004) 수분의 함량이 줄어든 것으로 나타났다. 지실은 열매를 약용하고 있으며 (KFDA, 2008) 과실을 사용하는 한약재를 보관할 경우, 머리대장가는납작벌레의 발생빈도가 높게 나타났다 (Jo, 2007)는 보고에서처럼 해충에 의한 오

염은 관찰할 수 없었으나 지실의 지표성분인 poncirin의 함량은 12개월이 경과함에 따라 꾸준히 감소하는 경향을 나타내었고 특히 실온의 규격비닐포장의 경우 처음 시점보다 42.1%로 가장 큰 폭으로 함량이 감소하는 것으로 나타났다.

한약재는 약용부위, 창고 내의 온도, 습도 및 한약재의 온도 및 수분함량, 공기, 빛 등과 같은 환경적인 조건에 따라 해충과 곰팡이 등이 발생할 수 있으며 보존제 및 포장재질에 따라 한약재의 품질이 결정될 수 있다 (Jo, 2007; Kim, 2004). 본 연구에서 지실은 냉장보관의 경우, 일반 규격 비닐포장에서 함량의 감소폭이 가장 적었으나, 실온보관에서는 일반 규격비닐포장에서 함량의 감소폭이 가장 큰 것으로 나타났다. 하지만 본 실험에서는 보존제, 충전제 등과 같은 요인에 대한 연구가 포함되어 있지 않아 향후 한약재의 품질에 영향을 미치는 다양한 요인을 고려하여 최적의 보관방법을 설정하는 것이 타당하다고 사료된다.

## 적 요

한약재를 보관할 때 품질에 영향을 줄 수 있는 온도, 포장 형태를 고려하여 12개월간 지실의 함량변화를 측정하였다. 온도는 현실성을 반영하여 실온보관과 저온보관을 선택하였으며, 포장형태는 일반 규격포장으로 사용하고 있는 비닐포장과 마대포장, 진공포장을 선택하였다. 12개월이 경과한 후 실온의 마대포장조건에서 건조감량의 감소율은 23.48%을 나타내었다. 지실의 poncirin 함량도 점점 감소하는 경향을 나타내었으며 초기 함량 23.98%에서 각 보관조건별로 13.89~15.28%로 감소하여 평균 38.8%의 감소율을 나타내었다.

## 사 사

본 연구는 한국한의학연구원의 기관고유 사업(과제번호 K06031)의 지원으로 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

## LITERATURE CITED

**Chang JK, Kim CS, Nho KB, Cho BG** (2005) Effects of storage conditions on weight loss and free sugar composition of fresh Ginseng. *J. Ginseng Res.* 29(2):113-118.

- Choi SH, Kim HJ** (2000) Volatile flavor components of *Angelica gigas* Nakai by the storage conditions. *Korean J. Food Sci Technol.* 32(3):513-518.
- Choi SR, You DH, Ju IO, Jang IK, Kim JY, Park CB, Ryu J** (2008) Change of pharmacological components and growth characteristics according to cultivation years of *Artemisia capillaris* Thunb. *Korean J. Medicinal Crop Sci.* 16(1):57-61.
- Chun JM, Lee AY, Jeon WK, Choo BK, Lee HW, Kim HJ, Kim HK** (2006) A survey on recognition of quality control of oriental medicines by people who work in field of oriental medicine. *J. Korean Oriental Med.* 27(2):111-121.
- Chung HS, Hwang SH, Youn KS** (2005) Physicochemical characteristic of *Poncirus trifoliata* in relation to drying treatment. *Korean J. Food Preserv.* 12(5):449-454.
- Jo HC** (2007) Inset pets occurring in storage medicinal plants. *Korean J. Medicinal Crop Sci.* 15(6):417-428.
- KFDA** (2008) The Korean Pharmacopoeia (9th ed.). KFDA, Seoul., p. 973.
- Kim MJ, Kim IJ, Nam SY, Lee CH, Yun T, Song BH** (2006) Effects of drying methods on content of active components, antioxidant activity, and color value of *Saururus chinensis* Bail. *Korean J. Medicinal Crop Sci.* 14(1):8-13.
- Kim SM** (2004) Studies on package and storage methods of standard oriental medicine, KFDA, Seoul., p. 37.
- Kim TJ, No JY, Ko JS, Lee JS** (1989) The separation and determination of flavonoid glycosides from *Poncirus trifoliata* rafia and *Citrus aurantium* L. *Analytical science & Technology.* 2(2):301-307.
- Oh CH, Kim JH, Kim KR, Ahn HJ** (1989) Flavor components of *Poncirus trifoliata*. *Korean J. Food Sci. Technol.* 21(6):749-754.
- Park MS, Chun SB** (1969) Studies on the change of chemical composition of *Poncirus trifoliata*. *Journal of Plant Biology.* 12(1):31-34.
- Son AR, Choi JY, Kim JA, Cho SH, Hua XG, Park SH, Chung SR, Chumng TC, Hahng TD, Son JK, Lee SH** (2005) Isolation of Melanogenesis inhibitors from *Poncirus trifoliata*. *Kor. J. Pharmacogn.* 36(1):1-8.