



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0062013
(43) 공개일자 2015년06월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C07C 49/255 (2006.01) C07C 45/79 (2006.01)

C07C 49/825 (2006.01) C07C 7/12 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-0146496

(22) 출원일자 2013년11월28일

심사청구일자 2013년11월28일

(71) 출원인

이화여자대학교 산학협력단

서울특별시 서대문구 이화여대길 52 (대현동, 이화여자대학교)

(72) 발명자

서은경

서울 성북구 솔샘로1길 9, (정릉동)

김윤서

경기 부천시 원미구 부흥로 237, 1317동 502호 (중동, 한신그린타운)

(74) 대리인

안소영

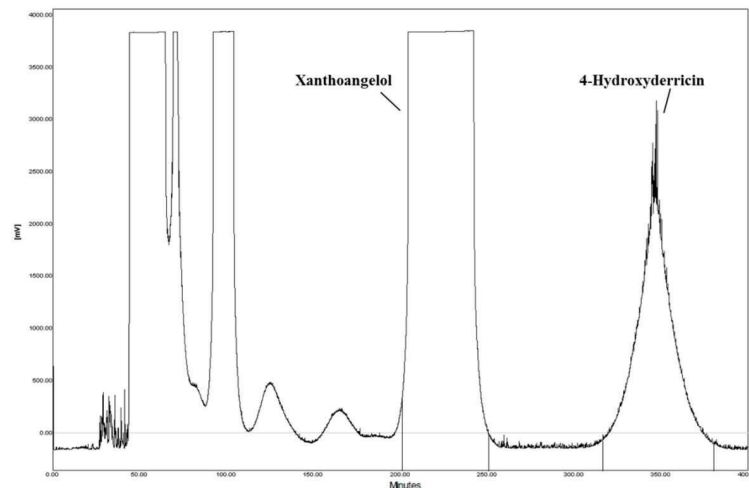
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 고속역류크로마토그래피를 이용하여 신선초로부터 잔소안제롤과 4-하이드록시테리신을 동시에 분리하는 방법

(57) 요약

본 발명은 고속역류크로마토그래피를 이용하여 신선초로부터 잔소안제롤(xanthoangelol)과 4-하이드록시테리신(4-hydroxyderricin)을 동시에 분리하는 방법에 관한 것이다. 신선초의 대표적인 주성분인 잔소안제롤과 4-하이드록시테리신은 각각 항암, 항혈전, 항궤양, 항비만, 항고혈압 등 여러 가지 유용한 약리효과를 가진 것으로 밝혀져 있으나, 이를 고속역류크로마토그래피를 이용하여 동시에 분리하는 방법에 대해서는 보고된 바 없었다. 본 발명의 방법을 이용하면 효율적으로 신선초로부터 잔소안제롤과 4-하이드록시테리신을 고순도로 분리할 수 있다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

- 1) 신선초를 물, 알코올 또는 이들의 혼합 용매로 추출하는 단계;
 - 2) 제1단계에서 얻은 추출물을 에틸아세테이트로 분획하는 단계; 및
 - 3) 제2단계에서 얻은 에틸아세테이트 분획물을 2상계 용매시스템을 사용하는 고속역류크로마토그래피를 통해 분리하는 단계를 포함하고,
- 상기 2상계 용매시스템은 n-헥산, 에틸아세테이트, 메탄올 및 물이 부피비를 기준으로 5 내지 15: 2 내지 10: 5 내지 15: 2 내지 8(n-헥산 - 에틸아세테이트 - 메탄올 - 물)로 혼합된 혼합용매인,
- 신선초로부터 잔소안제를 및 4-하이드록시테리신을 동시에 각각 분리하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 제2단계를 수행한 후 상기 제3단계를 수행하기 전에, 제2단계에서 얻은 에틸아세테이트 분획물을 알코올을 이동상으로 사용하는 크로마토그래피를 수행하는 단계를 더 포함하는 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 2상계 용매시스템은 n-헥산, 에틸아세테이트, 메탄올 및 물이 부피비를 기준으로 8 내지 12: 4 내지 8: 8 내지 12: 4 내지 6(n-헥산- 에틸아세테이트 - 메탄올 - 물)로 혼합된 혼합용매인 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 2상계 용매시스템은 n-헥산, 에틸아세테이트, 메탄올 및 물이 부피비를 기준으로 9:5:9:4(n-헥산 - 에틸아세테이트 - 메탄올 - 물)로 혼합된 혼합용매인 방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 제3단계에서 고속역류크로마토그래피는 회전 속도 400 내지 900 rpm, 유속 1.5 내지 50 ml/min으로 수행되는 방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 제3단계에서 고속역류크로마토그래피는 회전 속도 700 내지 900 rpm, 유속 1.5 내지 2.5 ml/min으로 수행되는 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 제3단계에서 고속역류크로마토그래피는 회전 속도 800 rpm, 유속 1.5 ml/min으로 수행되는 방법.

발명의 설명

기술분야

[0001]

본 발명은 고속역류크로마토그래피를 이용하여 신선초로부터 잔소안제물(xanthoangelol)과 4-하이드록시테리신(4-hydroxyderricin)을 동시에 분리하는 방법에 관한 것이다. 또한 본 발명은 고속역류크로마토그래피를 이용하여 신선초로부터 잔소안제물과 4-하이드록시테리신을 고순도로 분리하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 신선초(*Angelica keiskei* Koidzumi)는 미나리과에 속하는 내한성 다년생 초본으로서, 아열대 지방에서 주로 자생하고 우리나라에는 1970년대에 보급되어 녹즙 등의 원료로서 널리 재배되고 있다. 채소용으로 재배되며, 높이가 약 1미터이고 줄기는 곧게 자라서 가지가 갈라진다. 잎은 짙은 초록색으로 윤기가 있다. 가을에 연노랑의 작은 꽃이 차례로 피며, 향기가 독특하다. 줄기나 잎을 자르면 노란 즙이 나온다. 잎줄기를 따내면 다음날 새잎이 나올 정도로 생육이 왕성해서 '명일엽(明日葉)'이라는 이름으로도 불린다. 그 외 생약명으로는 도관초, 함초라고 부르며, 신립초라고도 한다.

[0003] 신선초에는 각종 비타민과 무기질이 풍부하고, 다양한 생리활성물질이 포함되어 있다. 특히 신선초에 포함되어 있는 생리활성물질 중 칼콘 화합물에 속하는 잔소안제롤(xanthoangelol)과 4-하이드록시테리신(4-hydroxyderricin)은 신선초의 성분 중 가장 함량이 많고 여러 가지 유용한 약리효과를 가진 것으로 보고되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본 발명의 목적은 고속역류크로마토그래피를 이용하여 신선초로부터 잔소안제롤과 4-하이드록시테리신을 동시에, 고순도로 분리하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0005] 본 발명은

[0006] 1) 신선초를 물, 알코올 또는 이들의 혼합 용매로 추출하는 단계;

[0007] 2) 제1단계에서 얻은 추출물을 에틸아세테이트로 분획하는 단계; 및

[0008] 3) 제2단계에서 얻은 에틸아세테이트 분획물을 2상계 용매시스템을 사용하는 고속역류크로마토그래피를 통해 분리하는 단계를 포함하고,

[0009] 상기 2상계 용매시스템은 n-헥산, 에틸아세테이트, 메탄올 및 물이 부피비(v/v)를 기준으로 5 내지 15: 2 내지 10: 5 내지 15: 2 내지 8(n-헥산 - 에틸아세테이트 - 메탄올 - 물)로 혼합된 혼합용매인,

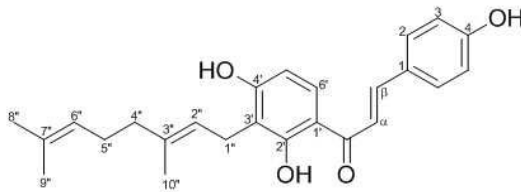
[0010] 신선초로부터 잔소안제롤 및 4-하이드록시테리신을 동시에 각각 분리하는 방법을 제공한다.

[0011] 신선초(*Angelica keiskei* Koidzumi)에는 다양한 생리활성물질이 포함되어 있는데, 이들 중 특히 플라보노이드(flavonoid)의 일종인 칼콘(chalcone) 화합물에 속하는 잔소안제롤(xanthoangelol)과 4-하이드록시테리신(4-hydroxyderricin)은 여러 가지 유용한 약리효과를 가진 것으로 보고되어 있다.

[0012] 잔소안제롤은 폐암(lung carcinoma), 신경아세포종(neuroblastoma), 백혈병 등의 암에 대한 항암 효과가 있는 것으로 보고되어 있다(Kimura, Y et al. *Intl.J.Cancer*2003, 106, 429-437, Tabata, K. et al. *Biol.Pharm.Bull.*2005, 28, 1404-1407, Montani, K et al. *Biol.Pharm.Bull.*2008, 31, 618-626). 또한 잔소안제롤은 항혈전생성 효과(Ohkura, N. et al. 2011, 37, 455-461) 및 항비만 효과(Ogawa, H. et al. *Clin.Exp.Pharmacol.Physiol.* 2007, 34, 238-243)가 있는 것으로 보고되어 있다. 4-하이드록시테리신은 항고혈압 효과가 있다고 보고되어 있다(Ogawa, H. et al, *Clin.Exp.Pharmacol.Physiol.*2005, 32, 19-23). 잔소안제롤과 4-하이드록시테리신 모두 항궤양 효과가 있는 것으로 밝혀져 있다(Murakami, S. et al, *J.Pharm.Pharmacol.*1990, 42, 723-726).

[0013] 잔소안제롤 및 4-하이드록시테리신의 구조는 각각 하기 화학식 1 및 화학식 2에 나타낸 바와 같다.

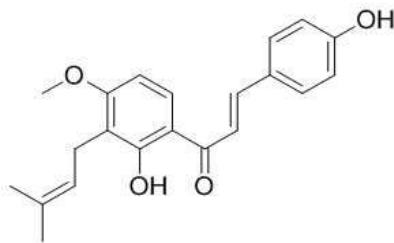
[0014] [화학식 1]



Xanthoangelol

[0015]

[0016] [화학식 2]



4-Hydroxyderricin

[0017]

[0018] 상기 1단계에서, 상기 신선초는 건조된 신선초엽, 줄기 또는 뿌리, 바람직하게는 세절된 건조된 신선초엽 또는 줄기일 수 있고, 상기 용매는 신선초의 건조 중량의 약 1 내지 20배, 바람직하게는 약 2 내지 5배 부피의 물, C₁ 내지 C₄의 저급 알코올 또는 이들의 혼합용매, 바람직하게는 물 또는 메탄올일 수 있으며, 상기 추출은 상온 (20 내지 100℃, 바람직하게는 20 내지 30℃) 추출온도에서 약 1시간 내지 10일, 바람직하게는 약 20시간 내지 30시간동안 냉침추출, 온침추출, 열수추출, 초음파 추출, 환류냉각 추출 등의 추출방법, 바람직하게는 냉침추출 추출방법을 이용하여 수득한 1 내지 10회, 바람직하게는 2 내지 7회 반복 추출한 후 감압 농축할 수 있다.

[0019] 상기 2단계에서, 상기 1단계에서 얻은 추출물은 메탄올 및 물의 혼합용매에 용해한 후 에틸 아세테이트로 분획될 수 있다. 상기 분획은 1회 내지 10회, 바람직하게는 2 내지 7회 반복해서 수행될 수 있다.

[0020] 상기 3단계에서 이용된 고속역류크로마토그래피는 어떤 흡착제(sorbent)도 필요로 하지 않는 액체-액체 분획 크로마토그래피(liquid-liquid partition chromatography)의 일종이다. 대부분의 전통적인 컬럼 크로마토그래피에서는 고체 고정상에서 시료가 비가역적으로 흡수되기 때문에 고체 고정상에 흡착되기 쉬운 물질의 경우 이용이 어려운 단점이 있는데, 고속역류크로마토그래피에서는 이러한 현상이 나타나지 않아 고체 고정상에 흡착되기 쉬운 시료도 이용하기에 적합하다. 또한 고속역류크로마토그래피를 이용하는 경우 서로 분리하기 어려운 물질도 분리할 수 있다. 또한 고속역류크로마토그래피는 물질의 대량 분리가 가능하여 공업적으로 이용하기에 적합한 기술이다.

[0021] 고속역류크로마토그래피를 이용하여 물질을 분리하는 경우에는 시료 및 물리화학적 특성에 따라 고정상 및 이동상을 구성하게 될 용매시스템 즉, 혼합용매의 종류 및 조성을 조절하는 것이 분리 성패에 결정적이다.

[0022] 본 발명의 방법에 있어서 제3단계에서 이용되는 2상계 용매시스템은 n-헥산, 에틸아세테이트, 메탄올 및 물이 부피비를 기준으로 5 내지 15: 2 내지 10: 5 내지 15: 2 내지 8, 바람직하게는 8 내지 12: 4 내지 8: 8 내지 12: 4 내지 6, 가장 바람직하게는 9:5:9:4(n-헥산 - 에틸아세테이트 - 메탄올 - 물)로 혼합된 혼합용매일 수 있다.

[0023] 상기 2상계 용매시스템은 n-헥산, 에틸아세테이트, 메탄올 및 물을 혼합한 혼합용매로서 상온에서 정치시켰을 때 생성된 두 개 층 중 상층이 고정상 용매이고, 하층이 이동상 용매가 된다.

- [0024] 종래에는 고속역류크로마토그래피를 이용하여 상기 화학식 1로 표시되는 잔소안제를, 상기 화학식 2로 표시되는 4-하이드록시테리신을 동시에 각각 분리한 사례가 없었다. 그러나 본 발명의 방법은 상기와 같은 2상계 용매시스템을 사용함으로써 물리화학적 특성이 극히 유사한 두 화합물을 동시에 각각 분리할 수 있다.
- [0025] 또한 본 발명은 상기 방법에서 상기 제2단계를 수행한 후 상기 제3단계를 수행하기 전에, 제2단계에서 얻은 에틸아세테이트 분획물을 알코올을 이동상으로 사용하는 크로마토그래피를 수행하는 단계를 더 포함하는 방법을 제공한다.
- [0026] 본 발명의 방법은 알코올을 이동상으로 사용하는 크로마토그래피를 수행하는 단계를 거침으로써 신선초에 다량 함유되어 있는 기타 물질인 엽록소와 쿠마린이 배제되고 플라보노이드가 풍부하게 포함된 분획을 수득할 수 있다. 이로써 잔소안제를 및 4-하이드록시테리신을 각각 98.7% 이상의 고순도로 분리할 수 있다. 기존에 알려진 방법으로는 본 발명의 방법과 같이 해당 화합물들을 동시에 고순도로 분리하지 못하였다.
- [0027] 또한 본 발명의 방법에 있어서, 상기 제3단계에서 고속역류크로마토그래피는 회전 속도(resolution rate) 400 내지 900 rpm, 유속 1.5 내지 50 ml/min, 바람직하게는 회전 속도 700 내지 900 rpm, 유속 1.5 내지 2.5 ml/min, 가장 바람직하게는 회전 속도 800 rpm, 유속 1.5 ml/min으로 수행될 수 있다.
- [0028] 고속역류크로마토그래피에서는 분리된 물질의 순도, 분리효율 및 시간을 향상시키기 위한 조건을 설정하는 것이 중요하다. 회전 속도 또는 유속이 너무 높은 경우에는 고정상의 체류가 낮아 분리 효율이 떨어지고, 너무 낮은 경우에는 용출시간이 길어져 공정상 문제가 있다. 본 발명의 방법은 상기 회전 속도 및 유속으로 수행됨으로써 고순도의 잔소안제 및 4-하이드록시테리신을 분리할 수 있다. 또한 주입한 시료 양에 비하여 다량의 잔소안제 및 4-하이드록시테리신을 분리할 수 있어 분리효율이 높다.

발명의 효과

- [0029] 잔소안제와 4-하이드록시테리신은 신선초의 대표적인 주성분으로 각각 항암, 항혈전, 항궤양, 항비만, 항고혈압 등 여러 가지 유용한 약리효과를 가진 것으로 밝혀져 있으나, 두 화합물을 고속역류크로마토그래피를 이용하여 동시에 분리하는 방법에 대해서는 보고된 바 없었다. 본 발명의 방법을 이용하면 고속역류크로마토그래피를 이용하여 효율적으로 신선초로부터 잔소안제와 4-하이드록시테리신을 고순도로 분리할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0030] 도 1은 신선초 조시료의 HSCCC 크로마토그램을 나타낸 도이다.
- 도 2는 신선초 에틸아세테이트 분획물의 HPLC 크로마토그램을 나타낸 도이다.
- 도 3은 신선초 조시료의 HPLC 크로마토그램을 나타낸 도이다.
- 도 4는 분리된 잔소안제의 HPLC 크로마토그램을 나타낸 도이다.
- 도 5는 분리된 4-하이드록시테리신의 HPLC 크로마토그램을 나타낸 도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0031] 본 발명의 이해를 돕기 위하여 실시예를 제시한다. 하기의 실시예는 본 발명을 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 실시예에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.

[실시예]

[0033] 실시예 1. 고속역류크로마토그래피를 이용한 잔소안제 및 4-하이드록시테리신의 동시 분리

[0034] 1-1. 고속역류크로마토그래피에 사용하기 위한 신선초 조시료의 제조

- [0035] 건조 신선초엽 및 줄기 100 g을 메탄올 250 mL에 넣고 상온에서 24시간 동안 추출하였다. 이 과정을 2회 반복하여 추출물을 모은 후, 메탄올을 진공에서 증발시켜 메탄올 추출물 32.17g을 수득하였다.

- [0036] 상기 메탄올 추출물을 메탄올 및 물의 혼합용매 (19:2, v/v) 420 mL에 현탁한 후, n-헥산 380 mL을 첨가하여 용해한 다음 n-헥산으로 분획하는 과정을 6회 반복하였다. 상층액인 n-헥산층이 분리되고 남은 하층액을 농축한 후 200 mL의 증류수에 현탁하였고, 여기에 에틸아세테이트 200 mL를 첨가하여 에틸아세테이트에 용해된 분획물을 수득하였다. 이 과정을 3회 반복 수행하여 총 3회에 걸쳐 에틸아세테이트 분획물을 수득하였다.

[0037] 상기 에틸아세테이트 분획물 2.47g으로 100% 메탄올을 용출 용매로 사용하는 Sephadex LH-20 칼럼 크로마토그래피를 수행하여, 엽록소와 쿠마린이 충분히 배제되고 플라보노이드가 풍부하게 포함된 분획물 300 mg을 수득하였다. 이를 고속역류크로마토그래피(High-speed countercurrent chromatography, 이하 HSCCC)에 사용하기 위한 조시료로 하기로 하고, -20 °C에 보관하였다.

[0038] **1-2. 고속역류크로마토그래피를 위한 2상계 용매 시스템의 결정**

[0039] 최적의 용매시스템은 분리 대상 물질 각각의 분배계수(K)와 두 화합물 간의 분리인자(α)에 의해 정해진다. K 값은 2상계 용매시스템에 조시료를 넣고 흔든 후 충분히 안정화시켰을 때 상층상, 하층상의 HPLC 크로마토그램 상 해당 화합물의 피크 면적값의 비로 계산되며, α 값은 두 화합물의 K 값의 비로 계산된다.

[0040] n-헥산 - 에틸아세테이트 - 메탄올 - 물(9:5:9:4 v/v/v/v)을 최적의 2상계 용매시스템으로 결정하였다. 이때 잔소안제를 및 4-하이드록시테리신의 K 값은 각각 0.41, 0.76이었고, α 값은 1.84로 나타났다.

[0041] **1-3. HSCCC를 이용한 잔소안제를 및 4-하이드록시테리신 분리**

[0042] n-헥산 - 에틸아세테이트 - 메탄올 - 물(9:5:9:4 v/v/v/v)을 분리 깔때기를 사용하여 충분히 교반하여 평형화시킨 후, 상층상과 하층상이 분리되도록 하고 HSCCC 수행 전에 초음파를 이용하여 탈기시켰다. 상기 1-1에서 준비한 조시료 70 mg을 20 mL의 2상계 용매시스템에 용해하여 HSCCC를 수행하였다. 구체적인 과정은 하기와 같다.

[0043] 먼저, 코일 칼럼을 고정상인 상층상으로 채우고 회전 속도 800 rpm으로 기기를 가동시켰다. 동시에 이동상인 하층상을 칼럼 내로 유속 1.5 ml/min으로 주입하였다. 유체역학적 평형이 칼럼 내에서 성립되면, HSCCC를 위해 상기 조시료를 주입하였다. 기기의 온도는 25 °C로 유지되었고, 용출액을 UV 검출기로 365 nm에서 모니터링하였다. 매 5분마다 용출액을 수집하였다. 수집된 용출액은 UV 흡수 프로파일에 따라 나누어졌다.

[0044] HSCCC 크로마토그램은 도 1에 나타내었다. 구체적인 HSCCC 조건은 하기와 같다.

[0045] <HSCCC 조건>

[0046] HSCCC 기기: 반-제조용(semi-preparative) HSCCC TBE-300B (Tauto Biotechnology, Shanghai, China)

[0047] 검출기: UV-detector 365 nm

[0048] 2상계 용매 시스템: n-헥산 - 에틸아세테이트 - 메탄올 - 물(9:5:9:4 v/v/v/v)

[0049] 회전 속도: 800 rpm

[0050] 유속: 1.5 ml/min

[0051] 주입량: 20 mL

[0052] 분리된 잔소안제를 및 4-하이드록시테리신의 양은 각각 24.84 mg 및 4.35 mg이었다.

[0053] **실시예 2. 분리된 잔소안제를 및 4-하이드록시테리신의 분석**

[0054] **2-1. HPLC 분석**

[0055] 상기 1-1에서 준비한 신선초 에틸아세테이트 분획물, HSCCC에 사용하기 위한 조시료 및 분리된 잔소안제를 및 4-하이드록시테리신 각각에 대하여 HPLC 분석을 수행하였다. 에틸아세테이트 분획물에 대한 HPLC 크로마토그램은 도 2, 조시료의 HPLC 크로마토그램은 도 3, 분리된 잔소안제를 및 4-하이드록시테리신에 대한 HPLC 크로마토그램은 도 4 및 도 5에 각각 나타내었다.

[0056] 254 nm에서 검출한 결과는 각 도의 상단에, 365 nm에서 검출한 결과는 각 도의 하단에 나타내었다. 구체적인 HPLC 조건은 하기와 같다.

[0057] <HPLC 조건>

[0058] HPLC 기기: Waters instrument (Milford, USA)

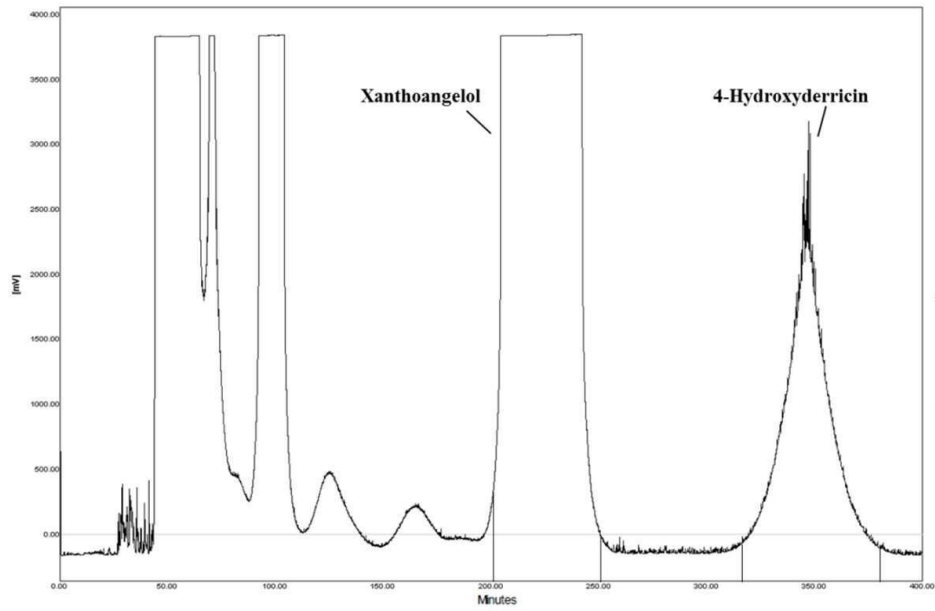
[0059] 검출기: UV-detector 254, 365 nm

[0060] 칼럼: Agilent Prep-C18 (5 μ m, 4.6 $\times$ 250 mm i.d.)

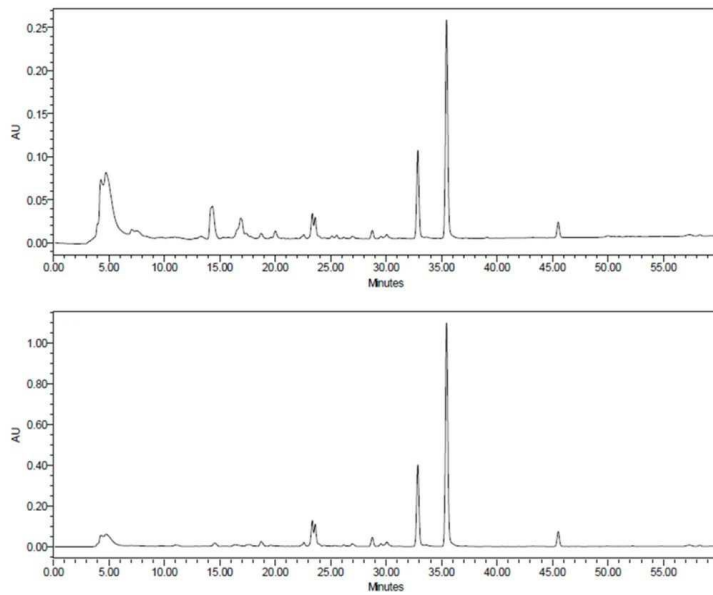
- [0061] 이동상: 메탄올 및 물을 기울기(gradient) 시스템으로 사용
- [0062] (메탄올: 0-20 분, 60-80%; 20-40 분, 80-90%; 40-60 분, 90-100%)
- [0063] 유속: 1 ml/min
- [0064] 주입량: 20 μ L
- [0065] 분리된 잔소안제물의 순도는 254 nm에서 99.9%, 365 nm에서 99.9%로 나타났다. 4-하이드록시테리신의 순도는 254 nm에서 98.7%, 365 nm에서 98.8%로 나타났다. 따라서 상기 방법에 의하여 잔소안제물 및 4-하이드록시테리신을 고순도로 분리할 수 있음을 확인하였다.
- [0066] **2-2. 분리된 잔소안제물 및 4-하이드록시테리신의 NMR 데이터 확인**
- [0067] 상기 분리된 잔소안제물 및 4-하이드록시테리신의 ^1H -NMR 및 ^{13}C -NMR 데이터를 하기와 같이 확인하였다.
- [0068] **잔소안제물:** 황색 분말.
- [0069] ^1H -NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 13.89 (1H, s, 2'-OH), 7.84 (1H, d, J = 15.2 Hz, H- β), 7.73 (1H, d, J = 9.0 Hz, H-6'), 7.57 (2H, d, J = 8.6 Hz, H-2 and H-6), 7.47 (1H, d, J = 15.2 Hz, H- α), 6.88 (2H, d, J = 8.6 Hz, H-3 and H-5), 6.43 (1H, d, J = 9.0 Hz, H-5'), 6.14 (1H, brs, 4'-OH), 5.31 (1H, brt, J = 7.0 Hz, H-2''), 5.06 (1H, m, H-6''), 3.50 (2H, d, J = 7.0 Hz, H-1''), 2.10 (2H, m, H-5''), 2.10 (2H, m, H-4''), 1.83 (3H, s, H-10''), 1.68 (3H, s, H-8''), 1.60 (3H, s, H-9'').
- [0070] ^{13}C -NMR (100 MHz, CDCl_3) δ 192.2 (carbonyl), 163.9 (C-4'), 161.8 (C-2'), 157.9 (C-4), 144.0 (C- β), 139.9 (C-3''), 132.1 (C-7''), 130.5 (C-2 and C-6), 129.2 (C-6'), 127.9 (C-1), 123.7 (C-6''), 121.0 (C-2''), 118.2 (C- α), 116.0 (C-3,5), 114.0 (C-1'), 114.0 (C-3'), 107.9 (C-5'), 39.7 (C-4''), 26.3 (C-5''), 25.7 (C-8''), 21.7 (C-1''), 17.7 (C-9''), 16.3 (C-10'').
- [0071] **4-하이드록시테리신:** 황색 분말.
- [0072] ^1H -NMR (400 MHz, CDCl_3) δ 13.44 (1H, s, 2'-OH), 7.84 (1H, d, J = 15.6 Hz, H- β), 7.79 (1H, d, J = 9.0 Hz, H-6'), 7.57 (2H, d, J = 8.4 Hz, H-2 and H-6), 7.48 (1H, d, J = 15.6 Hz, H- α), 6.88 (2H, d, J = 8.4 Hz, H-3 and H-5), 6.50 (1H, d, J = 9.0 Hz, H-5'), 5.23 (1H, brt, J = 7.0 Hz, H-2''), 3.91 (3H, s, OCH_3 -4'), 3.39 (2H, d, J = 7.0 Hz, H-1''), 1.80 (3H, s, H-5''), 1.68 (3H, s, H-4'').
- [0073] ^{13}C -NMR (100 MHz, CDCl_3) δ : 192.3 (carbonyl), 163.2 (C-4'), 163.0 (C-2'), 157.9 (C-4), 143.9 (C- β), 131.9 (C-3''), 130.5 (C-2 and C-6), 129.1 (C-6'), 127.9 (C-1), 122.0 (C-2''), 118.2 (C- α), 117.6 (C-1'), 116.0 (C-3 and C-5), 114.7 (C-3'), 102.1 (C-5'), 55.8 (OCH_3 -4'), 25.8 (C-4''), 21.7 (C-1''), 17.8 (C-5'').

도면

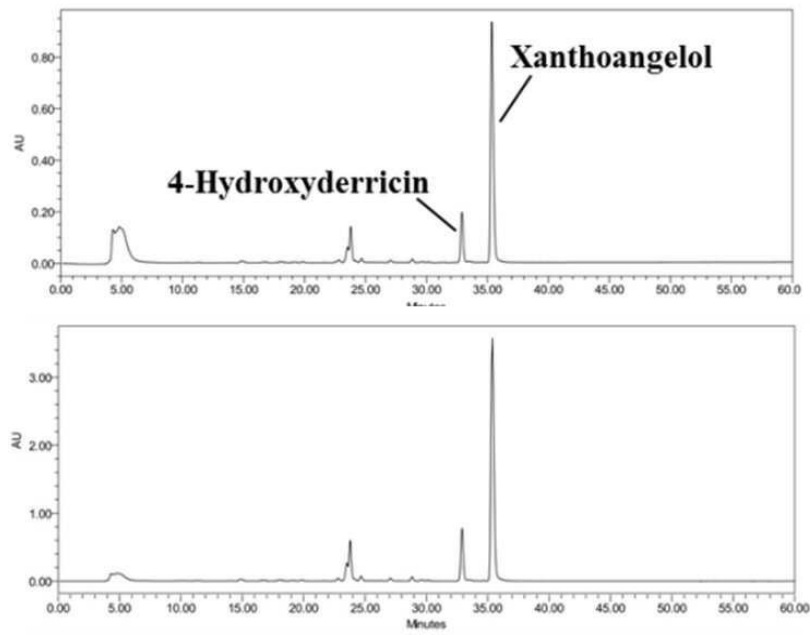
도면1



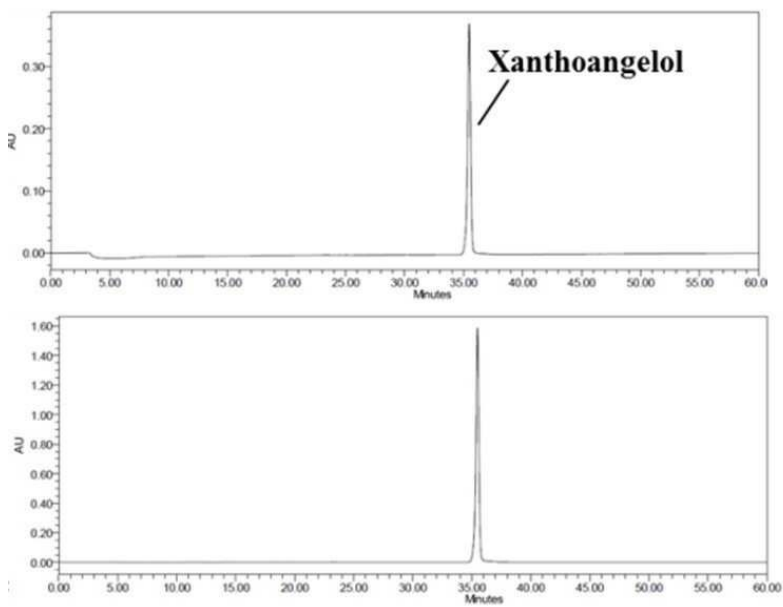
도면2



도면3



도면4



도면5

