

배롱나무의 항산화 활성 성분

우경완^{1,2} · 심미옥² · 박종일² · 김민석^{2,3} · 서원세¹ · 조현우² · 권학철⁴ · 박종철⁵ · 이강노^{1*}

¹성균관대학교 약학대학 천연물약품화학연구소, ²한약진흥재단 한약재연구팀, ³원광대학교 한의학과 병리학교실,
⁴한국과학기술연구원 천연물연구소, ⁵순천대학교 한약자원개발학과

Chemical Constituents from the Stems of *Lagerstroemia indica* and Their Anti-oxidant Effect

Kyeong Wan Woo^{1,2}, Mi Ok Sim², Eel Jong Park², Min Suk Kim^{2,3}, Won Se Suh¹, Hyun Woo Cho²,
Hak Cheol Kwon⁴, Jong Cheol Park⁵, and Kang Ro Lee^{1*}

¹Natural Product Laboratory, School of Pharmacy, Sungkyunkwan University, Suwon 16419, Korea

²Traditional Korean Medicines Research Team, National Development Institute of Korea Medicine,
288, Woodlandgil, Anyangmyeon, Jangheunggun, Jeollanamdo 59338, Korea

³Department of Pathology, College of Korean Medicine, Wonkwang University, Iksan 54538, Korea

⁴Natural Product Research Center, Korea Institute of Science and Technology, Gangneung, Gangwon-do 25451, Korea

⁵Department of Oriental Medicine Resources, Suncheon National University, Suncheon 57922, Korea

Abstract – Phytochemical investigation of the 80% MeOH extract from the stems of *Lagerstroemia indica* resulted in the isolation of eighteen compounds; four norsesquiterpenes, fourteen phenolic derivatives. Their chemical structures were characterized by spectroscopic methods to be tachioside (1), isotachioside (2), 2,4,6-trimethoxyphenyl β -D-glucopyranoside (3), gallic acid 4-methyl ether (4), protocatechuic acid (5), gallic acid (6), vanillic acid (7), vanillin (8), 2-methoxy-5-hydroxymethyl-phenyl-1-O-(6"-galloyl)- β -D-glucopyranoside (9), 2,4,6-trimethoxyphenol-1-O- β -D-(6'-O-galloyl)-glucopyranoside (10), 4-hydroxy-3-methoxyphenyl-1-O-(6'-O-galloyl)- β -D-glucopyranoside (11), vomifoliol (12), vomifoliol 9-O- β -D-glucopyranoside (13), 6R,9R-3-oxo- α -ionol-9-O- β -D-glucopyranoside (14), dihydrophaseic acid 4'-O- β -D-glucopyranoside (15), β -hydroxypropiovanillone 3-O- β -D-glucopyranoside (16), myrciaphenone A (17), and coumaric acid (18). Compounds 1-5 and 7-18 were isolated for the first time from this plant. Compounds 1-18 were investigated for their antioxidant properties using DPPH and ABTS radical scavenging capacity assay, Fe²⁺ chelating, and FRAP assay. It was found that 4, 6, and 11 possessed the highest antioxidant capacities.

Key words – Lythraceae, *Lagerstroemia indica*, Norsesquiterpene, Phenol, Anti-oxidant effect

배롱나무(*Lagerstroemia indica*)는 부처꽃과(Lythraceae)에 속하며, 낙엽교목으로 원산지는 중국이고, 우리나라에는 관상용으로 이용되고 있다.¹⁾ 주로 충청도 이남 지역에서 자생하고, 나무껍질은 연한 홍자색이며 얇은 조각으로 떨어지고 흰무늬가 생긴다. 꽃은 7~9월에 홍색으로 피고, 잎은 타원형 또는 달걀을 거꾸로 세워 놓은 모양이다.²⁾ 배롱나무는 한방에서 자미화(紫薇花), 자미근(紫薇根)으로 꽃과 뿌리를 썼으며 각각은 감기, 이노제로 사용하였다.³⁾ 배롱나무에서

연구된 식물화학적 성분으로는 phenol 성 화합물,⁴⁾ triterpene,⁵⁾ alkaloid⁶⁾ 등이 있고, 그 중 몇몇 화합물은 항염증 및 항암활성을 나타내었다.

본 연구에서는 국내에 자생하는 천연자원으로부터 활성 성분 연구의 일환으로, 배롱나무 가지 추출물에서 추가적으로 성분 연구를 진행하였다. 배롱나무 80% MeOH추출물을 극성별 용매분획하고, 각각의 분획을 column chromatography 법을 이용하여 18종의 화합물을 분리하였고, 구조는 ¹H, ¹³C NMR 그리고 MS를 이용하여 결정하였다. 분리된 화합물의 항산화 활성을 확인하기 위해 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH), 2,2'-azinobis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid)

*교신저자(E-mail): krlee@skku.edu
(Tel): +82-31-290-7710

diammonium salt(ABTS), Fe²⁺ chelating, ferric reducing antioxidant potential(FRAP)를 측정하였다.

재료 및 방법

실험재료 - 연구에 사용된 배롱나무는 2012년 5월 충북 괴산에서 채취하였으며, 교신저자인 이강노 교수가 동정하여 사용하였다. 음건하여 세절 후 사용하였으며, 표본(SKKU-NPL-1203)은 성균관대학교 약학대학 표본실에 보관하고 있다.

기기 및 시약 - ¹H NMR과 ¹³C NMR spectra는 Varian UNITY INOVA 500 NMR spectrometer를 이용하여 측정하였다. IR spectra는 Bruker IFS-66/S FT-IR spectrometer를 이용하였다. FAB mass spectra는 JEOL JMS700 mass spectrometer를 이용하였다. Semi-preparative HPLC는 Gilson 306 pump와 Shodex refractive index detector를 함께 이용하였고, column으로는 J'sphere ODS-M80 column(250×10 mm I.D.)을 이용하였다. Column chromatography에 이용된 충진제는 silica gel 60(Merk Co., 70-230 mesh), RP-C18 silica gel(YMC GEL ODS-A, 12 nm, S-75 μm)과 Sephadex LH-20(Pharmacia Co.)가 이용되었다. TLC는 Merck precoated silica gel F254 plates를 이용하였으며, RP TLC로는 RP-C18 F254s plates가 이용되었다. UV light를 이용하여 254 nm와 365 nm 파장에서 1차적으로 확인하고 anisaldehyde-sulfuric acid를 이용하여 발색 확인하였다. 2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl(DPPH), 2,2'-azinobis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) diammonium salt(ABTS), potassium persulfate, 2,4,6-tri(2-pyridyl)-s-triazine(TPTZ), iron(III) chloride hexa-hydrate(FeCl₃·6H₂O), FeSO₄·7H₂O, iron(II) chloride, ferrozine, folin-ciocalteu reagent, sodium carbonate(Na₂CO₃), aluminium nitrate, potassium acetate 등은 Sigma-Aldrich에서 구입해서 사용하였으며, ELISA microplate reader(Infinite 200 pro, TECAN, Austria)를 이용하여 흡광도 값을 측정하였다.

추출 및 분리 - 배롱나무(*L. indica*)의 가지(5 kg)는 80% MeOH 용매를 이용하여 추출 및 여과하였다. 여과된 추출액은 감압 농축기를 이용, 농축하여 MeOH 농축액(300 g)을 얻었다. MeOH 농축액을 증류수 800 ml에 녹인 후에 *n*-hexane, chloroform, ethyl acetate, *n*-butanol을 이용해 순차적인 용매분획을 시행하여 각각 17, 9, 8, 55 g을 얻었다. Chloroform 분획 9 g을 silica gel column(230-400 mesh, 360 g), chloroform/MeOH(30:1~1:1) 조건으로 진행하였고, 4개의 소분획(C1-C4)을 얻었다. 소분획 C1(2.2 g)은 silica gel column(chloroform/MeOH=60:1)을 이용하여 4개로(C11-C14)으로 나누었다. C12(1.0 g)을 RP-C₁₈ silica gel column(100% MeOH)을 진행하였고, 그 중 C121(200 mg)을 RP-

C₁₈ semi-prep HPLC(35% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **8**(13 mg)을 얻었다. C127(25 mg) 또한 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(95% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **13**(9 mg)을 얻을 수 있었다. C14(900 mg)을 RP-C₁₈ silica gel column(90% MeOH)을 진행하였고, 그 중 C141을 Sephadex(80% MeOH)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(30% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **12**(9 mg)을 얻었다. Ethyl acetate분획 8g을 RP-C₁₈ silica gel column을 90% MeOH 조건으로 진행하였고, 10개의 소분획(E1-E10)을 얻었다. 소분획 E1(1.3 g)을 silica gel column(chloroform/MeOH=7:1)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(25% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **6**(9 mg)을 얻었다. 소분획 E2(500 mg)을 Sephadex(80% MeOH)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(30% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **3**(9 mg), **5**(13 mg), 그리고 **11**(110 mg)을 얻었다. 소분획 E3(500 mg)을 Sephadex(80% MeOH)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(40% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **4**(45 mg)과 **18**(3 mg)을 얻었다. 소분획 E4(400 mg)을 Sephadex(80% MeOH)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(45% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **7**(20 mg)을 얻었다. 소분획 E5(3.2 g)을 RP-C₁₈ silica gel column(40~100% MeOH)을 진행하였고, 그 중 E51을 Sephadex(80% MeOH)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(50% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **10**(21 mg)과 **19**(10 mg)을 얻었다. Butanol분획 55 g을 HP-20을 진행하여 당부분을 제거한 B분획을 silica gel column(chloroform/MeOH=5:1)을 이용하여 4개로(B1-B4)으로 나누었다. B2(2.7 g)을 RP-C₁₈ silica gel column(90% MeOH) 조건으로 진행하였고, 9개 소분획(B21-B29)으로 분리하였다. 소분획 B21(520 mg)을 Sephadex(80% MeOH)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(10% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **1**(20 mg), **2**(15 mg) 그리고 **15**(5 mg)을 얻었다. 소분획 B22(500 mg)을 Sephadex(80% MeOH)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(15% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **16**(11 mg)을 얻었다. 소분획 B27(40 mg)을 Sephadex(80% MeOH)와 RP-C₁₈ semi-prep HPLC(30% CH₃CN) 정제과정을 거쳐 화합물 **14**(4 mg)을 얻었다.

화합물 1 - Colorless gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 6.80 (1H, d, *J*=3.0 Hz, H-2), 6.73 (1H, d, *J*=8.5 Hz, H-5), 6.57 (1H, dd, *J*=8.5, 3.0 Hz, H-6), 4.80 (1H, d, *J*=7.5 Hz, H-1'), 3.68 (3H, s, 3-OCH₃); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 152.1 (C-4), 149.7 (C-2), 141.2 (C-1), 119.4 (C-6), 106.5 (C-5), 103.2 (C-1'), 100.7 (C-3), 76.9 (C-3'), 76.6 (C-5'), 73.9 (C-2'), 70.3 (C-4'), 61.4 (C-6'), 55.6 (3-OCH₃); FAB MS: *m/z* 303 [M+H]⁺.

화합물 2 - Colorless gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 7.02 (1H, d, *J*=9.0 Hz, H-5), 6.80 (1H, d, *J*=3.0 Hz, H-2), 6.28 (1H, dd, *J*=9.0, 3.0 Hz, H-6), 4.80

(1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1'), 3.70 (3H, s, 3-OCH₃); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 153.8 (C-4), 150.9 (C-2), 139.9 (C-1), 119.4 (C-6), 106.5 (C-5), 103.2 (C-1'), 100.7 (C-3), 76.9 (C-3'), 76.6 (C-5'), 73.9 (C-2'), 70.3 (C-4'), 61.4 (C-6'), 55.4 (3-OCH₃); FAB MS: m/z 303 [M+H]⁺.

화합물 3 – Colorless gum; ¹H NMR (600 MHz, CD₃OD) δ 6.48 (2H, s, H-3, 5), 4.83 (1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1'), 3.91 (1H, dd, $J=8.0$, 3.0 Hz, H-2'), 3.80 (6H, s, OCH₃), 3.69 (3H, s, H-9), 3.65 (1H, t, $J=6.5$, 2.5 Hz, H-4'), 3.44 (2H, t, $J=6.5$, 2.5 Hz, H-3', 5'); ¹³C NMR (150 MHz, CD₃OD) δ 156.1 (C-4), 154.8 (C-2, 6), 103.2 (C-1'), 96.1 (C-3, 5), 78.4 (C-5'), 78.1 (C-3'), 75.0 (C-2'), 71.7 (C-4'), 62.7 (C-6'), 61.2 (C-9), 56.5 (OCH₃); FAB MS: m/z 347 [M+H]⁺.

화합물 4 – Colorless gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 7.07 (2H, s, H-2, 6), 3.83 (3H, s, 4-OCH₃); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 169.1 (C-7), 146.5 (C-3, 5), 139.8 (C-4), 121.5 (C-1), 110.1 (C-2, 6), 52.4 (4-OCH₃); FAB MS: m/z 185 [M+H]⁺.

화합물 5 – White amorphous powder; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 7.43 (1H, d, $J=2.0$ Hz, H-2), 7.40 (1H, dd, $J=8.0$, 2.0 Hz, H-6), 6.79 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-5); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 169.1 (C-7), 150.3 (C-4), 144.9 (C-3), 122.7 (C-6), 122.1 (C-1), 116.6 (C-2), 114.6 (C-5); FAB MS: m/z 155 [M+H]⁺.

화합물 6 – Colorless gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 7.10 (2H, s, H-2, 6); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 169.1 (C-7), 144.9 (C-3, 5), 138.2 (C-4), 120.5 (C-1), 109.0 (C-2, 6); FAB MS: m/z 171 [M+H]⁺.

화합물 7 – Colorless gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 7.60 (1H, dd, $J=8.0$, 1.5 Hz, H-6), 7.56 (1H, d, $J=1.5$ Hz, H-2), 6.92 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-5), 3.91 (3H, s, 3-OCH₃); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 167.6 (C-7), 152.1 (C-3), 148.1 (C-4), 124.9 (C-1), 122.9 (C-6), 115.6 (C-2), 113.4 (C-5), 56.3 (3-OCH₃); FAB MS: m/z 169 [M+H]⁺.

화합물 8 – White powder; ¹H NMR (500 MHz, CDCl₃) δ 9.83 (1H, s, H-7), 7.44 (1H, dd, $J=8.5$, 2.0 Hz, H-6), 7.43 (1H, d, $J=2.0$ Hz, H-2), 7.05 (1H, d, $J=8.5$ Hz, H-5), 3.97 (3H, s, 3-OCH₃); ¹³C NMR (125 MHz, CDCl₃) δ 191.1 (C-7), 151.9 (C-3), 147.3 (C-4), 130.1 (C-1), 127.7 (C-6), 114.6 (C-5), 109.0 (C-2), 56.3 (3-OCH₃); FAB MS: m/z 153 [M+H]⁺.

화합물 9 – Yellowish gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 7.10 (2H, s, H-2', 6'), 7.07 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-3), 7.03 (1H, d, $J=2.0$ Hz, H-6), 6.75 (1H, dd, $J=8.0$,

2.0 Hz, H-4), 4.89 (1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1"), 4.59 (1H, dd, $J=12.0$, 3.0 Hz, H-6a"), 4.52 (1H, s, H-7), 4.42 (1H, dd, $J=12.0$, 5.0 Hz, H-6b"), 3.86 (3H, s, 2-OCH₃), 3.73 (1H, m, H-5"), 3.54 (1H, dd, $J=9.5$, 7.5 Hz, H-2"), 3.52 (1H, t, $J=9.5$ Hz, H-3"), 3.47 (1H, t, $J=9.5$ Hz, H-4"); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 168.6 (C-7), 151.1 (C-2), 147.2 (C-1), 146.8 (C-3', 5'), 140.2 (C-4'), 138.2 (C-5), 121.0 (C-1'), 120.0 (C-4), 117.0 (C-3), 112.0 (C-6), 110.1 (C-2', 6'), 103.0 (C-1"), 77.8 (C-3"), 75.5 (C-5"), 74.7 (C-2"), 71.8 (C-4"), 64.8 (C-7, 6"), 56.7 (2-OCH₃); FAB MS: m/z 469 [M+H]⁺.

화합물 10 – Colorless gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 7.05 (2H, s, H-2', 6'), 6.37 (2H, s, H-3, 5), 4.81 (1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1"), 4.61 (1H, dd, $J=12.0$, 3.0 Hz, H-6a"), 4.41 (1H, dd, $J=12.0$, 5.0 Hz, H-6b"), 3.76 (1H, m, H-5"), 3.67 (3H, s, 2, 6-OCH₃), 3.62 (4-OCH₃), 3.50~3.33 (3H, m, glc); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 166.8 (C-1'), 154.4 (C-2, 6), 153.3 (C-4), 145.1 (C-3', 5'), 138.5 (C-4'), 133.2 (C-1), 119.9 (C-1'), 108.7 (C-2', 6'), 101.8 (C-1"), 94.8 (C-3, 5), 76.2 (C-3"), 74.4 (C-5"), 73.4 (C-2"), 70.3 (C-4"), 63.5 (C-6"), 59.5 (2, 6-OCH₃), 55.1 (4-OCH₃); FAB MS: m/z 499 [M+H]⁺.

화합물 11 – Colorless gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 7.19 (2H, s, H-2', 6'), 6.74 (1H, d, $J=2.0$ Hz, H-6), 6.68 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-2), 6.60 (1H, dd, $J=8.0$, 2.0 Hz, H-3), 4.90 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-1"), 4.70 (1H, dd, $J=12.0$, 3.0 Hz, H-6a"), 4.38 (1H, dd, $J=12.0$, 5.0 Hz, H-6b"), 3.72 (3-OCH₃), 3.76~3.47 (4H, m, glc); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 167.3 (C-7), 151.9 (C-1), 148.4 (C-3), 145.9 (C-3', 5'), 142.3 (C-4), 139.0 (C-4'), 121.1 (C-1'), 115.7 (C-5), 110.0 (C-2', 6'), 109.2 (C-6), 103.3 (C-1"), 102.7 (C-2), 77.1 (C-3"), 74.6 (C-5"), 74.2 (C-2"), 71.1 (C-4"), 64.6 (C-6"), 56.2 (3-OCH₃); FAB MS: m/z 455 [M+H]⁺.

화합물 12 – Colorless gum; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 5.87 (1H, s, H-4), 5.79 (1H, dd, $J=15.5$, 6.5 Hz, H-8), 5.78 (1H, d, $J=15.5$ Hz, H-7), 4.31 (1H, m, H-9), 2.47 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-2b), 2.15 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-2a), 1.90 (3H, s, H-13), 1.23 (3H, d, $J=6.5$ Hz, H-10), 1.03 (3H, s, H-11), 1.00 (3H, s, H-12); ¹³C NMR (125 MHz, CD₃OD) δ 200.8 (C-3), 161.5 (C-5), 136.9 (C-8), 130.0 (C-7), 125.9 (C-4), 79.9 (C-6), 68.7 (C-9), 49.9 (C-2), 42.2 (C-1), 24.7 (C-12), 23.8 (C-10), 23.5 (C-11), 20.0 (C-13); FAB MS: m/z 225 [M+H]⁺.

화합물 13 – Amorphous powder; ¹H NMR (500 MHz, CD₃OD) δ 5.88 (1H, s, H-4), 5.79 (1H, dd, $J=15.5$, 6.5

Hz, H-8), 5.78 (1H, d, $J=15.5$ Hz, H-7), 4.41 (1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1'), 4.31 (1H, m, H-9), 3.85 (1H, dd, $J=12.5, 2.0$ Hz, H-6a'), 3.62 (1H, dd, $J=12.5, 5.0$ Hz, H-6b'), 3.36 (1H, m, H-3'), 3.28 (2H, m, H-4', 5'), 3.15 (1H, t, $J=8.5$ Hz, H-2'), 2.47 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-2b), 2.15 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-2a), 1.90 (3H, s, H-13), 1.23 (3H, d, $J=6.5$ Hz, H-10), 1.03 (3H, s, H-11), 1.01 (3H, s, H-12); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD) δ 201.2 (C-3), 167.3 (C-5), 135.3 (C-8), 131.5 (C-7), 127.2 (C-4), 102.7 (C-1'), 79.9 (C-6), 78.0 (C-3', 5'), 77.3 (C-9), 75.2 (C-2'), 71.6 (C-4'), 62.8 (C-6'), 50.7 (C-2), 42.4 (C-1), 24.5 (C-12), 23.8 (C-11), 21.2 (C-10), 19.6 (C-13); FAB MS: m/z 387 $[\text{M}+\text{H}]^+$.

화합물 14 – Amorphous powder; ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD) δ 5.87 (1H, s, H-4), 5.77 (1H, dd, $J=15.5, 6.0$ Hz, H-8), 5.63 (1H, dd, $J=15.5, 9.0$ Hz, H-7), 4.39 (1H, m, H-9), 4.34 (1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1'), 3.83 (1H, dd, $J=12.5, 2.0$ Hz, H-6a'), 3.64 (1H, dd, $J=12.5, 5.0$ Hz, H-6b'), 3.34 (1H, m, H-3'), 3.27 (2H, m, H-4', 5'), 3.13 (1H, t, $J=8.5$ Hz, H-2'), 2.67 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-2b), 2.43 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-2b), 2.03 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-2a), 1.93 (3H, s, H-13), 1.25 (3H, d, $J=6.5$ Hz, H-10), 1.02 (3H, s, H-11), 1.00 (3H, s, H-12); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD) δ 202.0 (C-3), 165.9 (C-5), 138.2 (C-8), 128.8 (C-7), 126.1 (C-4), 102.4 (C-1'), 78.1 (C-3'), 78.0 (C-5'), 77.0 (C-9), 75.2 (C-2'), 71.4 (C-4'), 62.2 (C-6'), 56.8 (C-6), 48.3 (C-2), 37.1 (C-1), 28.0 (C-12), 27.6 (C-11), 23.8 (C-13), 21.0 (C-10); FAB MS: m/z 371 $[\text{M}+\text{H}]^+$.

화합물 15 – Colorless gum; ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD) δ 7.96 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-8), 6.49 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-7), 4.36 (1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1'), 4.25 (1H, m, H-3), 3.87 (1H, dd, $J=12.5, 5.0$ Hz, H-6b'), 3.80 (1H, dd, $J=7.5, 2.0$ Hz, H-11b), 3.75 (1H, d, $J=7.5$ Hz, H-11a), 3.67 (1H, dd, $J=2.5, 2.0$ Hz, H-6a'), 3.28 (1H, m, H-5'), 3.14 (1H, dd, $J=9.0, 8.0$ Hz, H-2'), 2.19 (1H, m, H-2b), 2.07 (3H, s, H-10), 1.98 (1H, m, H-2a, 4a), 1.80 (1H, m, H-4a), 1.17 (3H, s, H-13), 0.94 (3H, s, H-12); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD) δ 150.4 (C-9), 134.6 (C-7), 132.0 (C-8), 103.1 (C-1'), 87.6 (C-5), 83.2 (C-6), 78.1 (C-3'), 78.0 (C-5'), 77.2 (C-11), 75.1 (C-2'), 73.9 (C-3), 71.7 (C-4'), 62.8 (C-6'), 49.9 (C-1), 42.9 (C-4), 42.8 (C-2), 21.2 (C-10), 19.7 (C-13), 16.3 (C-12); FAB MS: m/z 445 $[\text{M}+\text{H}]^+$.

화합물 16 – Colorless gum; ^1H NMR (600 MHz, CD_3OD) δ 7.59 (1H, d, $J=8.5$ Hz, H-6'), 7.53 (1H, s, H-2'), 6.83 (1H, d, $J=8.5$ Hz, H-5'), 4.34 (1H, d, $J=8.0$ Hz,

H-1'), 4.26 (1H, m, H-3), 3.97 (1H, m, H-3), 3.89 (3H, s, 3-OCH₃), 3.85 (1H, dd, $J=13.0, 6.0$ Hz, H-6''b), 3.68 (1H, dd, $J=13.0, 4.5$ Hz, H-6''a), 3.38 (1H, m, H-5''), 3.34 (2H, s, H-2), 3.17 (1H, dd, $J=9.0, 8.0$ Hz, H-2''); ^{13}C NMR (150 MHz, CD_3OD) δ 199.9 (C-1), 155.7 (C-3), 150.0 (C-4), 137.1 (C-1), 125.7 (C-6), 116.7 (C-2), 112.3 (C-5), 104.9 (C-1'), 78.4 (C-3'), 78.4 (C-5'), 75.4 (C-2'), 71.9 (C-4'), 66.8 (C-3), 63.9 (C-6'), 56.8 (3-OCH₃), 39.6 (C-2); FAB MS: m/z 359 $[\text{M}+\text{H}]^+$.

화합물 17 – White powder; ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD) δ 6.18 (1H, d, $J=2.0$ Hz, H-3), 5.94 (1H, d, $J=2.0$ Hz, H-5), 5.02 (1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1'), 3.91 (1H, dd, $J=12.0, 2.5$ Hz, H-6''a), 3.72 (1H, dd, $J=12.0, 5.0$ Hz, H-6''b), 2.69 (2H, s, H-8); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD) δ 204.9 (C-7), 167.8 (C-6), 166.3 (C-4), 162.7 (C-2), 106.8 (C-1), 102.1 (C-1'), 98.2 (C-5), 95.4 (C-3), 78.6 (C-5'), 78.4 (C-3'), 74.8 (C-2'), 71.2 (C-4'), 62.5 (C-6'), 33.5 (C-8); FAB MS: m/z 331 $[\text{M}+\text{H}]^+$.

화합물 18 – Colorless gum; ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD) δ 7.62 (1H, d, $J=16.5$ Hz, H-7), 7.44 (1H, d, $J=8.5$ Hz, H-2, 6), 6.89 (2H, d, $J=8.5$ Hz, H-3, 5), 6.35 (1H, d, $J=16.0$ Hz, H-8); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD) δ 167.1 (C-9), 160.2 (C-4), 145.7 (C-7), 135.5 (C-1), 130.1 (C-2, 6), 116.5 (C-3, 5), 115.7 (C-8); FAB MS: m/z 165 $[\text{M}+\text{H}]^+$.

DPPH 라디칼 소거능 – 각 시료의 전자공여능은 DPPH의 환원력을 이용하여 측정하였다. 즉 각 시료 100 μL 에 100 μM DPPH 용액 100 μL 를 첨가하여 상온에서 30분간 반응시킨 후 microplate reader를 사용하여 517 nm에서 흡광도를 측정하였다.

ABTS 저해 활성도 측정 – ABTS 용액은 7.4 mM ABTS와 2.45 mM $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 를 섞어 16시간 동안 냉암소에 보관하여 준비하였으며, 흡광도 값이 0.7-0.8 사이에 도달하게 50% 에탄올로 희석하여 사용하였다. 96 well plate에 ABTS용액과 농도별 시료를 혼합하여 실온에서 20분간 반응시킨 후, 734 nm에서 흡광도를 측정하였다. 그 활성의 크기는 시료를 넣지 않은 경우를 대조군(control)으로 하고 시료를 넣은 것은 실험군으로 하여 ABTS의 활성 저해율을 나타내었다.

Fe²⁺ Chelating – 각 화합물은 일정한 농도로 준비하였으며, 이를 test tube에 추출된 시료 50 μL 와 FeCl_2 (0.6 mM) 10 μL 증류수 90 μL 를 넣고 혼합하였다. 이 혼합물을 상온에서 5분 동안 반응시킨 후 ferrozine(5 mM) 20 μL 을 혼합물에 첨가하였고, 이 혼합물을 다시 상온에서 10분 간 반응시킨 뒤 혼합시료를 562 nm에서 흡광도를 측정하였다.

FRAP 측정 – 반응액으로 acetate buffer(pH 3.6, 300 mM): 10 mM의 TPTZ: 20 mM의 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 를 10:1:1의 비율로

혼합하여 실험직전에 만들었다. 반응액과 화합물을 각각의 비율로 혼합 한 후 10분간 상온에서 보관 후 595 nm에서 흡광도를 측정하였다.

결과 및 고찰

배롱나무(*L. Indica*) 가지의 80% MeOH 추출물을 극성별 용매 분획을 통해 얻은 분획물을 각종 column chromatography 법을 이용하여 총 18종의 화합물을 분리하였고, 이들은 기존 논문에 보고된 ^1H , ^{13}C NMR, FAB MS 데이터를 비교하여 동정하였으며, 각각 tachioside(**1**),⁷⁾ isotachioside(**2**),⁷⁾ 2,4,6-trimethoxyphenyl β -D-glucopyranoside(**3**),⁸⁾ gallic acid 4-methyl ether(**4**),⁹⁾ protocatechuic acid(**5**),¹⁰⁾ gallic acid(**6**),¹¹⁾ vanillic acid(**7**),¹²⁾ vanillin(**8**),¹³⁾ 2-methoxy-5-hydroxymethyl-phenyl-1-O-(6'-galloyl)- β -D-glucopyranoside(**9**),¹⁴⁾ 2,4,6-trimethoxyphenol-1-O- β -D-(6'-O-galloyl)-glucopyranoside(**10**),¹⁵⁾ 4-hydroxy-3-methoxyphenyl-1-O-(6'-O-galloyl)- β -D-glucopyranoside(**11**),¹⁶⁾ vomifoliol(**12**),¹⁷⁾ vomifoliol 9-O- β -D-glucopyranoside(**13**),¹⁷⁾ 6R,9R-3-oxo- α -ionol-9-O- β -D-glucopyranoside(**14**),¹⁷⁾ dihydrophaseic acid 4'-O- β -D-glucopyranoside(**15**),¹⁸⁾ β -hydroxypropiovanillone 3-O- β -D-glucopyranoside

(**16**),¹⁹⁾ myrciaphenone A(**17**),²⁰⁾ 그리고 coumaric acid(**18**)²¹⁾로 확인하였다(Fig. 1).

항산화와 산화시스템의 불균형은 많은 질병을 유발하며, 라디칼 소거능의 활성은 항산화 시스템의 중요한 요소로 많은 질병 예방에 효과적이라고 보고되어 있다.²²⁾ 본 실험에서는 배롱나무로부터 분리한 화합물(**1-18**)의 항산화 활성을 탐색함으로써, 배롱나무의 화합물의 활용가치를 증대시키고자 하였다.

배롱나무로부터 분리한 물질의 항산화능을 측정하기 위해 먼저, DPPH 실험을 실시하였다. DPPH는 안정화 라디칼 중 하나로 함황 아미노산과, aromatic amine 등에 의해서 환원되어 짙은 자색이 탈색되는 점을 이용하여, 수소 공여능 및 유리기 소거작용을 측정하는데 널리 이용되고 있는 방법 중 하나이다.²²⁾ 또한, ABTS 라디칼 소거활성은 수용성 및 지용성 물질의 항산화 측정에 모두 적용할 수 있기 때문에 식품의 항산화 활성을 측정하는데 널리 사용되는 방법 중 하나으로써, ABTS 라디칼이 시료의 항산화 물질에 의해 제거되면 특유의 색인 청록색이 탈색되는 점을 이용하였다.²³⁾ DPPH와 ABTS 두 실험에서 화합물들의 소거능이 유사한 결과를 보였으며, 특히 화합물 **4**, **10**, **11**이 DPPH와 ABTS에서 높은 소거능을 나타냈다(Table I).

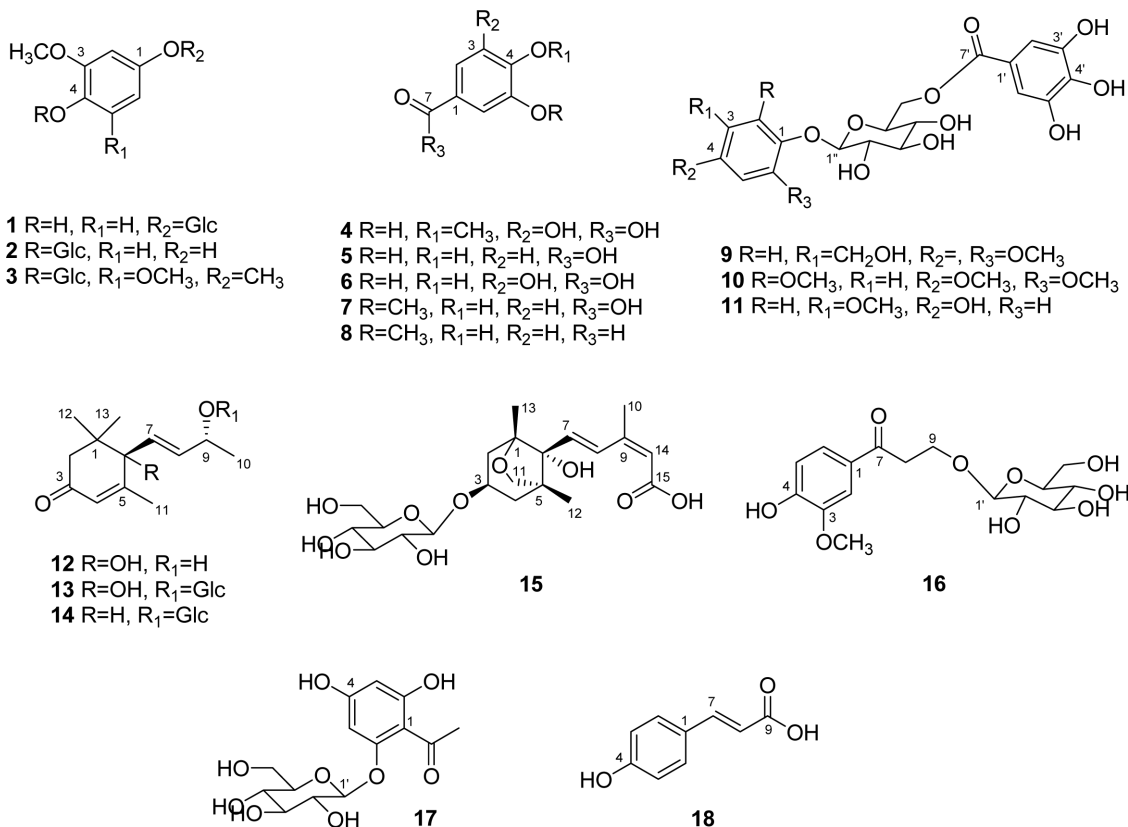


Fig. 1. Chemical structures of compounds 1-18.

Table I. DPPH, ABTS radical scavenging capacity and Fe²⁺ chelating and FRAP assay of isolated compounds (1-18)*

Compound	DPPH of IC ₅₀ (μ M)	ABTS of IC ₅₀ (μ M)	Fe ²⁺ chelating of IC ₅₀ (μ M)	FRAP (mM/M)
1	157.8 \pm 5.43	52.3 \pm 2.14	347.3 \pm 5.87	1415.6 \pm 21.31
2	>1000	87.7 \pm 3.57	137.5 \pm 1.78	2533.2 \pm 10.25
3	>1000	>1000	>1000	191.0 \pm 0.87
4	68.5 \pm 3.47	29.59 \pm 2.46	33.7 \pm 2.78	4033.7 \pm 17.57
5	198.7 \pm 7.80	60.9 \pm 5.47	172.8 \pm 1.47	2906.2 \pm 13.87
6	30.8 \pm 2.48	13.2 \pm 1.14	43.7 \pm 5.78	4478.0 \pm 10.87
7	187.5 \pm 5.43	63.5 \pm 1.18	148.5 \pm 1.78	779.1 \pm 8.79
8	>1000	81.7 \pm 1.24	>1000	595.2 \pm 9.44
9	140.6 \pm 6.78	53.3 \pm 1.03	187.8 \pm 2.87	1990.0 \pm 10.25
10	70.8 \pm 1.25	31.3 \pm 0.58	62.5 \pm 0.74	3278.7 \pm 17.57
11	31.7 \pm 2.45	18.7 \pm 2.17	34.8 \pm 6.43	4175.3 \pm 12.87
12	>1000	>1000	>1000	134.1 \pm 1.87
13	>1000	>1000	>1000	80.7 \pm 10.34
14	>1000	53.8 \pm 1.02	>1000	566.2 \pm 5.43
15	>1000	>1000	>1000	85.3 \pm 1.33
16	>1000	73.0 \pm 2.14	>1000	439.0 \pm 1.63
17	>1000	267.5 \pm 9.87	>1000	180.1 \pm 10.25
18	70.5 \pm 2.43	34.7 \pm 0.79	132.7 \pm 0.57	811.7 \pm 2.57
Vit.C	6.73 \pm 0.24	5.44 \pm 0.73	1.24 \pm 0.34	8234.7 \pm 15.73

*Data are expressed as the mean of triplicate \pm S.D.

Fe²⁺ chelating 활성은 생체내의 철 이온 과잉으로 발생할 수 있는 hydrogen peroxide 와의 fenton reaction에 의해 단백질 발현의 손상, 산화적 스트레스를 통한 DNA손상, 세포의 노화 등의 원인으로 알려진 강력한 활성 산소종의 억제를 위한 Fe²⁺ chelating 반응을 이용한 것이다.²⁴⁾ 각 추출물 모두 농도가 높을수록 chelating활성이 높았으며, 특히 화합물 4, 6, 11이 가장 높은 활성을 나타내었다(Table I).

환원력은 일반적으로 전자나 수소, 산소 등의 전자의 이동이나 공여가 가능한 물질들과 관련이 높은 것으로 알려져 있으므로, 산화반응 촉매제로 작용하는 금속이온을 환원시키는 효력을 측정하는 방법 중 하나인 FRAP 법을 이용하여 각 화합물들의 환원력을 측정하였다. 그 중 화합물 4, 6, 11이 가장 높은 환원력을 나타냈으며, 이는 Fe²⁺ chelating 과도 유사한 결과를 나타내었다(Table I).

결 론

배롱나무의 가지 MeOH 추출물로부터 컬럼크로마토그래피를 실시하여 18종의 화합물을 분리하였고, spectroscopy 법을 이용하여 구조 동정하였다. 이들 화합물 중 DPPH, ABTS, Fe²⁺ chelating, FRAP모두 유사한 결과를 나타내었

는데, 화합물 4, 6, 11이 환원력 및 라디칼 소거능에서 가장 높은 활성을 나타내었으며, 이는 이러한 화합물들이 질병 치료에 효과적일 수 있는 물질이자 미백활성이 있을 것으로 사료되며, 기능성 화장품 소재 및 식품으로 사용 가능할 것으로 사료된다.

사 사

이 논문은 2013년도 정부(교육부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업임(2013R1A1A2A10005315).

인용문헌

1. Lee, B. G., Kim, J. H., Ham, S. G. and Lee, C. E. (2014) Study on biological activities of extracts for cosmeceutical development from *Lagerstroemia indica* L. branch. *Korean J. Plant Res.* **27**: 29-34.
2. 이창복 (2003) 원색대한식물도감, 789, 향문사, 서울.
3. Lee, I. S., Youn, U. J., Kim, H. J., Min, B. S., Kim, J. S. and Bae, K. H. (2011) Biphenyl and biphenyl ether quinolizidine N-oxide alkaloids from *Lagerstroemia indica* L. *Planta Med.*

- 77: 2037-2041.
4. Woo, K. W., Suh, W. S., Subedi, L., Kim, S. Y., Choi, S. U., Kim, K. H. and Lee, K. R. (2015) Phenolic derivatives from the stems of *Lagerstroemia indica* and their biological activity. *Heterocycles* **91**: 2355-2366.
 5. Woo, K. W., Cha, J. M., Choi, S. U. and Lee, K. R. (2016) A new triterpene glycoside from the stems of *Lagerstroemia indica*. *Arch. Pharm. Res.* **39**: 631-635.
 6. Kim, H. J., Lee, I. S., Youn, U. J., Chen, Q. C., Ngoc, T. M., Ha, D. T., Liu, H., Min, B. S., Lee, J. Y., Seong, R. S. and Bae, K. H. (2009) Biphenylquinolizidine alkaloids from *Lagerstroemia indica*. *J. Nat. Prod.* **72**: 749-752.
 7. Cho, H. K., Suh, W. S., Kim, K. H., Kim, S. Y. and Lee, K. R. (2014) Phytochemical constituents of *Salsola komarovii* and their effects on NGF induction. *Nat. Prod. Sci.* **20**: 95-101.
 8. Chang, R., Wang, C., Zeng, Q., Guan, B., Zhang, W. and Jin, H. (2013) Chemical constituents of the stems of *Celastrus rugosus*. *Arch. Pharm. Res.* **36**: 1291-1301.
 9. Chaubal, R., Mujumdar, A. M., Misar, A. and Deshpande, N. R. (2005) Isolation of phenolic compounds from *Acacia nilotica* with topical antiinflammatory activity. *Asian J. Chem.* **17**: 1595-1599.
 10. Lee, S. Y., Kim, K. H., Lee, I. K., Lee, K. H., Choi, S. U. and Lee, K. R. (2012) A new flavonol glycoside from *Hylomecon vernalis*. *Arch. Pharm. Res.* **35**: 415-421.
 11. Zhang, H. M., Wang, C. F., Shen, S. M., Wang, G. L., Liu, P., Liu, Z. M., Wang, Y. Y., Du, S. S., Liu, Z. L. and Deng, Z. W. (2012) Antioxidant phenolic compounds from Pu-erh tea. *Molecules* **17**:14037-14045.
 12. Sun, L. X., Fu, W., Ren, J., Xu, L., Bi, K. S. and Wang, M. W. (2006) Cytotoxic constituents from *Solanum lyratum*. *Arch. Pharm. Res.* **29**: 135-139.
 13. Kim, H., Yi, J. M., Kim, N. S., Lee, Y. J., Kim, J., Oh, D. S., Oh, S. M., Bang, O. S. and Lee, J. Cytotoxic compounds from the fruit of *Vitex rotundifolia* against human cancer cell lines. *J. Korean Soc. Appl. Biol. Chem.* **55**: 433-437.
 14. De Leo, M., Braca, A., De Tommasi, N., Norscia, I., Morelli, I., Battinelli, L. and Mazzanti, G. (2004) Phenolic compounds from *Baseonema acuminatum* leaves: isolation and antimicrobial activity. *Planta Med.* **70**: 841-846.
 15. Saijo, R., Nonaka, G. and Nishioka, I. (1989) Tannins and related compounds. Part 82. Phenol glucoside gallates from *Mallotus japonicas*. *Phytochemistry* **28**: 2443-2446.
 16. Ishimaru, K., Nonaka, G. and Nishioka, I. (1987) Tannins and related compounds. Part 54. Phenolic glucoside gallates from *Quercus mongolica* and *Q. acutissima*. *Phytochemistry* **26**: 1147-1152.
 17. Kuang, H., Yang, B., Xia, Y. and Feng, W. (2008) Chemical constituents from the flower of *Datura metel* L.. *Arch. Pharm. Res.* **31**: 1094-1097.
 18. Champavier, Y., Comte, G., Vercauteren, J., Allais, D. P. and Chulia, A. J. (1999) Nortriterpenoid and sesquiterpenoid glucosides from *Juniperus phoenicea* and *Galega officinalis*. *Phytochemistry* **80**: 1219-1223.
 19. Xiang, Y., Yang, S., Zhan, Z. and Yue, J. (2004) Terpenoids and phenols from *Taiwania flousiana*. *Acta. Bot. Sin.* **46**: 1002-1008.
 20. Lee, K. R., Hong, S. W., Kwak, J. H., Pyo, S. and Jee, O. P. (1996) Phenolic constituents from the aerial parts of *Artemisia stolonifera*. *Arch. Pharm. Res.* **19**: 231-234.
 21. Lee, S. Y., Choi, S. U., Lee, J. H., Lee, D. U. and Lee, K. R. (2010) A new phenylpropane glycoside from the rhizome of *Sparganium stoloniferum*. *Arch. Pharm. Res.* **33**: 515-521.
 22. Reis, F. S., Martins, A., Barros, L. and Ferreira, I.C. (2012) Antioxidant properties and phenolic profile of the most widely appreciated cultivated mushrooms: a comparative study between *in vivo* and *in vitro* samples. *Food. Chem. Toxicol.* **50**: 1201-1207.
 23. Kim, H. Y., Lee, Y. A. and Cho, E. J. (2012) Free radical scavenging effect and protective activity from oxidative stress of broccoli flowers and sprouts. *CNU J. Agric. Sci.* **39**: 81-86.
 24. Sakanaka, S., Tachibana, Y. and Okada, Y. (2005) Preparation and antioxidant properties of extracts of Japanese persimmon leaf tea (kakinoha-cha). *J. Food Chem.* **89**: 569-575.
- (2016. 7. 11 접수; 2016. 8. 26 심사; 2016. 8. 30 게재확정)