

## 소목 추출물의 구조분석

이상락 · 김인회 · <sup>1</sup>남성우

성균관대학교 응용화학부 텍스타일시스템공학전공  
(2002. 7. 18. 접수/2002. 8. 1. 채택)

### A Study on the Component Analysis of Sappan Wood Extracts

Sang Rag Lee, In Hoi Kim, and <sup>1</sup>Sung Woo Nam

Dept. of Textile System Eng., Sungkyunkwan Univ., Suwon, Korea  
(Received July 18, 2002/Accepted August 1, 2002)

**Abstract**—Colorants were extracted from the heartwood of sappan lin. with MeOH under reflux, and the concentrate or the powder of dye was prepared by low pressure concentration method using suitable organic solvent. Various components were isolated from sappan wood, and the chemical structure and mechanism of compound having the excellent antibacterial and deodorization properties were analyzed. The results obtained are as follows ;

The seventeen components of sappan wood were separated by HPLC chromatography, and the five components among them were existed more than 6% and the other components were existed lower than 0.6%.

The resolving powers of the non-polar solvent and polar solvent systems were evaluated by their ability to resolve the samples. It showed that chloroform-methanol-water(800:150:10) system has the best resolving power. Although the separation rate is very slow, polyamide C-100 column chromatography gives a clear separation of sappan wood.

On the basis of the spectrometric data such as IR, UV, GC-Mass, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR and <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C-NMR, the chemical structure of compound having the excellent antibacterial and deodorization properties was established as brazilin containing the functional groups such as two quaternary carbon, one benzyl carbon, methylene contiguous to oxygen and methylene caused by oxygen atom.

**Keywords** : Sappan wood, extraction, isolation, component analysis

### 1. 서 론

소목(Sappan Wood)은 콩과의 낙엽 관목으로 인도, 말레이시아 반도, 중국 남부 등 열대 아시아에 분포하며 염색에는 심재를 이용하고 있다.

소목의 심재는 옛날 문헌에 장외약물의 하나로

기재되어 있고 설사, 구토, 이질에 대한 약용으로 사용되어져 왔을 뿐만 아니라, 중약대사전<sup>1)</sup>에는 소목의 약리작용으로서 항균작용, 중추억제작용, 장혈관에 대한 작용이 기재되어 있다. 또한, 그 외의 여러 문헌에서도 소목의 항균성과 소취성에 대하여 언급하고 있고, 옛날 우리 조상들도 식물에 함유되어 있는 약용성분을 의복에 염색하여 몸에 지니고 다녔다고 알려져 있는데, 그 이유는 약초에

<sup>1</sup>Corresponding author. Tel. : +82-31-290-7313 Fax. +82-31-290-7343 ; e-mail : swnam@skku.ac.kr

함유되어 있는 약용성분이 병원균을 퇴치시켜 질병이나 고통으로부터 인체를 보호하기 때문이라고 전해지고 있다. 그러나 소목 추출물로 염색하여 얻어지는 염색물이 소목에 함유되어 있는 성분 중 어떤 성분에 의하여 항균성과 소취성이 나타나는지에 대한 연구 결과는 발표된 바 없다.

한편, 염료의 성분을 분리하기 위하여 TLC (thin layer chromatography) system<sup>2-11)</sup>을 사용하는데, 이것은 염료성분들의 이동상태와 용매의 분리능력을 판별하는 데에 있어서 중요한 분석방법이며, Masahiro Nagai<sup>12)</sup> 등은 소목으로부터 sappan chalcone이라고 명명한 chalcone methyl ether의 구조를 추정 보고한 바가 있다.

본 연구에서는 소목에 함유되어 있는 색소 성분 중에서 특히 어떤 성분이 항균, 소취성을 나타내는지 알아보기 위하여 우선 TLC와 HPLC를 이용하여 그의 성분을 분리한 다음, 견직물에 각각의 성분으로 염색한 후에 항균성과 소취성을 측정하여 가장 우수한 항균, 소취성을 나타내는 성분의 구조를 IR, UV, GC-MASS, NMR등을 이용하여 분석하였다.

## 2. 실험

### 2.1 소목

시중 약재상에서 구입한 중국산 심재를 사용하였다.

### 2.2 실험장치 및 시약

#### (1) 분취용 column

소목의 성분들을 분리하기 위해서 지름 10cm, 길이 2m인 column과 지름 2cm, 길이 70cm인 column을 제작하여 사용하였다.

#### (2) chromatography 용 충전제

Silica Gel 60(70~23 mesh, Merck)을 사용하였고, 더 순수한 물질을 얻기 위해서 polyamide C-100 (particle size 150~425  $\mu$ m)를 사용하였다.

#### (3) 전개 용매

column에서 성분들을 분리하기 전에 TLC(thin layer chromatography) plate에서 가장 잘 분리되는 혼합용매를 찾기 위해서 여러 가지 혼합 유기용매를 사용하였고, 각 유기용매는 특급 시약을 사용하였다.

### 2.3 실험 방법

#### (1) 색소 추출 및 염료분말 제조

소목을 methanol로 가열, 환류하여 색소를 추출하고, 감압, 농축하여 농축액을 제조하고, 다시 염료분말을 제조하기 위해서 rotary evaporator를 사용하여 40±2℃, 30mmHg에서 감압, 농축하였다. 이것을 ethyl acetate/water(1.1:0.9) 혼합용매에 용해시켜 여과하고, 여과된 용액은 위의 조건으로 다시 감압, 농축시켜 염료분말을 얻었다.

#### (2) 소목 성분의 분리

##### ① thin layer chromatography(TLC)

Kiel Gel 60 F 254(Merck)를 사용하였고, 10% potassium hydroxide 수용액을 분무시킨 후 254nm의 자외선에서 소목의 성분이 분리되는 것을 확인하였다.

##### ② HPLC 분석

분취한 물질의 순도를 확인하기 위해서 Waters Co.의 Model 510을 사용하였다. column은 Micro bondapak C<sub>18</sub>(size 6.5×300 mm)를 사용하였고 이동상용매로 methanol, 유속 0.8 ml/min, 온도는 25℃에서 실험하였고 U.V detector를 이용하였다.

##### (3) 항균성과 소취성 측정

###### ① 염색

항균성과 소취성을 측정할 견직물을 염색하기 위하여 위에서와 같이 분리한 각각의 성분을 이용하여 선대염색으로 다음과 같이 염색하였다.

배염 - 백반 10%(owf), L.R. 1:100, 60℃, 30분

염색 - 2ml/g, L.R. 1:100, 60℃, 60분

###### ② 항균성 측정<sup>13)</sup>

공시균으로 Staphylococcus aureus를 이용하였으며, shake flask법에 의하여 측정하였다.

###### ③ 소취성 측정<sup>13)</sup>

ammonia gas에 대한 소취성을 검지판법에 의하여 측정하였다.

#### (4) 구조 분석

##### ① 적외선 분광분석

KBr pellet을 만든 후 FT-IR Spectrophotometer(Magna-IR 550, Nicolet Co.)를 사용하여 분해능 4cm<sup>-1</sup>, 주사횟수 64회로 하여 측정하였다.

##### ② GC-Mass 분석

Varrian Co.의 Saturn 3을 이용하여 혼합물의 분리와 분자량 분석, 순수한 물질의 분자량 분석을 위해서 GC-Mass chromatogram과 spectrum을 측정하였다. column은 D.B 5(size :300 mm×

0.25mm×0.25mm)를 이용하여 이동상으로 헬륨 가스를 사용하고, 유속 1ml/min, 시작온도 60 °C, 종료 온도 290 °C, injector 온도 290 °C, transfer line 온도 250 °C로 조절하여 측정하였다

③ NMR 분석

분리한 성분들 중에서 항균효과와 소취효과가 뛰어난 성분의 구조를 확인하기 위하여 Bruker Amx500(500 MHz)을 이용하여 <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR, <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C NMR cosy spectrum 을 측정하였고, 측정용매로는 acetone-d<sub>6</sub>을 사용하여 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 색소 추출 및 분말 제조

소목 500g을 methanol 2 l로 6 회 가열 환류하여 추출하고, 전체 추출액 약 1.2 l를 감압, 농축하여 500ml의 황갈색 농축액을 제조하였으며, 염료분말을 제조하기 위해서 rotary evaporator를 사용하여 감압, 농축하여 염료분말 30g을 얻었다. 이것을 ethyl acetate/water(1.1:0.9) 혼합용매에 용해시켜 여과하고, 여과된 용액은 위의 조건으로 다시 감압, 농축시켜 염료분말 20g을 얻었다. 이것을 column chromatography-용의 검체로 사용하였다

3.2 소목성분의 분리와 분취

Fig. 1은 소목의 심재를 methanol로 추출한 후 몇 가지 성분이 혼합되어 있는가를 확인하기 위해서 측정한 HPLC chromatogram을 나타낸 것이다. 그림에서와 같이 소목의 methanol 추출물에는 17가지의 화합물이 혼합되어 있다. 이 중에서 retention time 6.47min, 6.52min, 8.72min, 9.29min, 20.77min에서의 peak를 고찰할 때, 각각의 성분들이 3% 이상 포함되어 있고, 그 외에 12가지 성분들은 각각 0.6% 미만이다.

소목의 각 성분을 분취관(column)을 이용하여 chromatography하기 전에 분리가 잘 되는 용매를 찾기 위해서 Table 1과 같이 silica gel TLC plate에서 non-polar solvent system과 polar solvent system으로 전개시켜 Table 2와 같은 결과를 얻었다.

Table 2를 보면, ethyl acetate/methanol/water, benzene/carbon tetrachloride/water, chloroform/95% ethanol/water, benzene/methanol, n-propanol/ethyl acetate/water, petroleum/ethyl

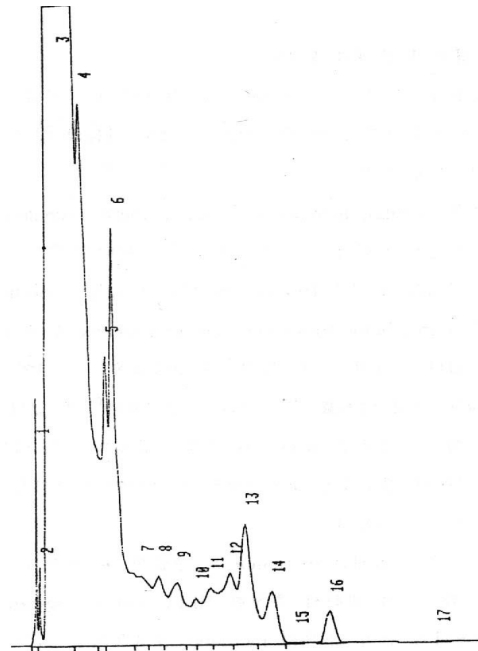


Fig. 1. HPLC chromatogram of the compounds extracted from Sappan wood with methanol.

Table 1. TLC solvent systems used for the identification of Sappan wood extracts.

no.	components	composition
I	ethyl acetate/methanol/water	100:16.5:13.5
II	isopropanol/ethyl acetate/water	40:40:30
III	benzene/carbon tetrachloride/acetic acid	50:75:0.8
IV	benzene/acetic acid	66:33
V	chloroform/95% ethanol/water	60:30:2
VI	benzene/methanol	90:10
VII	chloroform/methanol	90:10
VIII	n-propanol/ethyl acetate/water	40:40:30
IX	light petroleum (b.p. 60~80 °C)/ethyl acetate	70:30
X	n-butanol/n-propanol/2N ammonia water	10:60:30
XI	benzene/ethyl formate/formic acid	74:24:1
XII	chloroform/methanol	70:30
XIII	ethyl acetate/hexane	60:30
XIV	chloroform/methanol/water	800:150:10

acetate, n-butanol/n-propanol/2N ammonia water의 혼합용매들은 전혀 분리가 되지 않으나 그 밖의 혼합용매들은 Fig. 2와 같이 분리가 우수함을 알 수 있다.

Fig. 2는 여러 가지 혼합용매를 이용하여 TLC plate에서 전개시켜 발색시약으로 10 % potassium hydroxide solution을 분무시킨 후 254nm의 자외선을 조사시킨 전개그림이다.

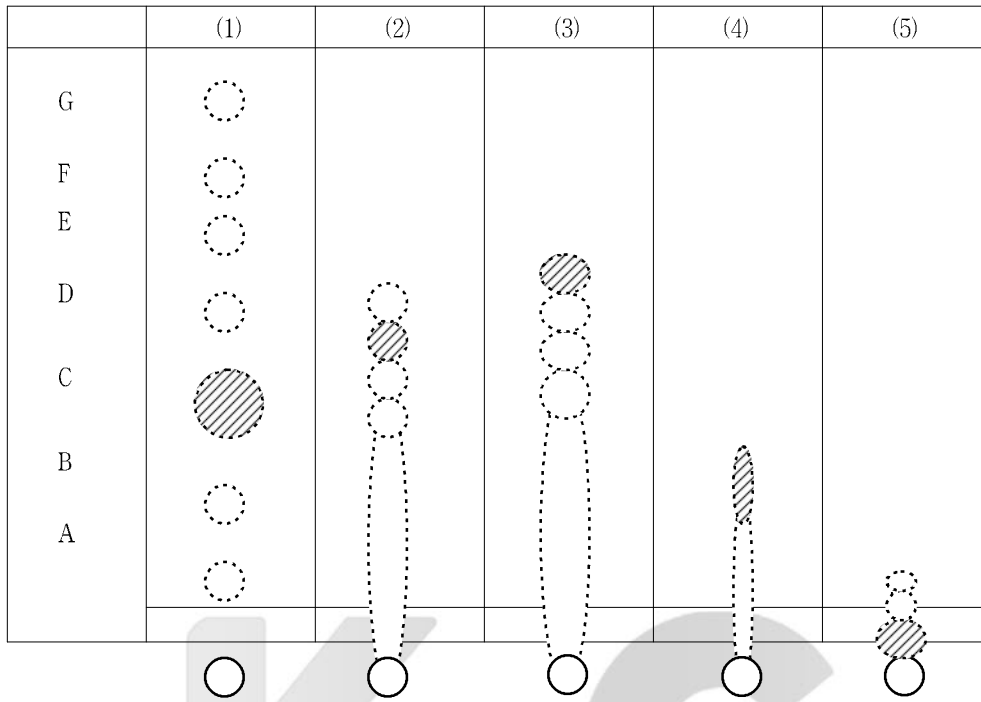


Fig. 2. Thin-layer chromatograms of the solvent (1) ~ (5) viewed at 254 nm after spraying with 10% potassium hydroxide solution.

Rf = 0.71 (compound F)	solvent system
Rf = 0.61 (compound E)	(1) chloroform/methanol/water
Rf = 0.50 (compound D)	(2) ethyl acetate/hexane
Rf = 0.44 (compound C)	(3) benzene/ethyl formate/formic acid
Rf = 0.30 (compound B)	(4) benzene/acetic acid
Rf = 0.22 (compound A)	(5) isopropanol/ethyl acetate/water

Table 2. Comparison of thin-layer chromatograms developed with the 14 solvent systems used for the identification of Sapan wood extracts.

dye	solvent system*													
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII	XIII	XIV
sappan wood	-	+-	-	+	-	-	+	-	-	-	++	-	++	+++

+++ : very good separation, ++ : separation, + : trailing at the start,

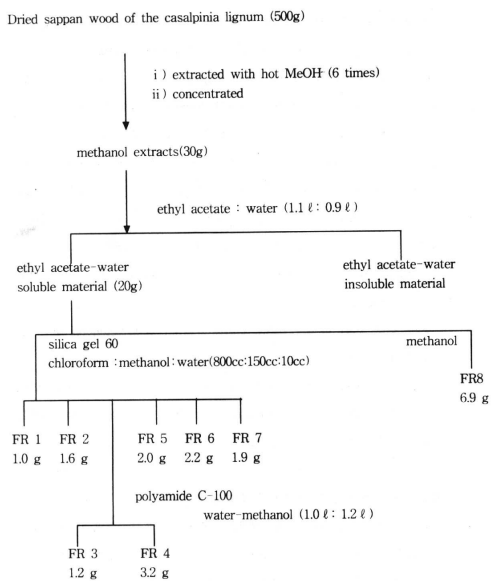
+- : moved with the solvent front, - : no separation

\* For the compositions of solvent systems I ~ XIV, see table 1.

Silica gel G used for all the solvent system as adsorbent

isopropanol/ethyl acetate/water의 혼합용매로 전개시킨 경우 색소성분의 이동없이 혼합용매만 전개되는 현상을 나타내고, benzene/acetic acid 혼합용매의 경우는 tailing 현상이 나타나고 있으며, benzene/ethyl formate/formic acid 혼합용매로 전개시킬 때에는 일부분만 분리가 되고, ethyl acetate/hexane 혼합용매의 경우에는 겹쳐서 분리가 됨을 알 수 있다. 그러나, chloroform/methanol/water 혼합용매의 경우에는 Fig. 2의 (1)과 같이 분리가 우수함을 알 수 있다. 그렇지만, TLC에 의하여 분리된 6개의 spot 중에서 compound C(Rf 0.44)는 다른 5가지 성분에 비하여 농도가 짙고, 크므로 순수한 물질을 얻기 위해서 compound C를 polyamide C-100 column에서 water/methanol(5:6) 혼합전개액으로 chromatography를 시행하여 2가지 성분을 분리한 후 각각의 성분을 농축하여 연한 황색 무정형 분말가루를 얻었다.

Scheme 1은 소목에서 추출한 성분들을 분리하는 과정을 나타낸 것이다. Scheme 1의 방법으로 처리하여 얻은 ethyl acetate/water의 가용물질 20g을 silica gel 60 column chromatography(∅10 cm×200cm, solvent : chloroform/methanol/water)를 실시하여 fraction 1(2g), fraction 2(1.6g), fraction 5(2.0g), fraction 6(2.0g), fraction 7(1.9g)과 같은 5가지의 fraction을 얻은 후, compound C를 다시



Scheme 1. Extraction and isolation procedures of the constituents contained in Sappan wood.

polyamide C-100 column chromatography(∅2 cm×70cm, solvent : H<sub>2</sub>O/methanol)을 실시하여 fraction 3(1.2g)와 fraction 4(3.2g)을 얻었고, 이 물질들의 순도를 확인하기 위해서 HPLC chromatogram을 측정하였다.

Fig. 3은 fraction 3의 HPLC chromatogram이다. retention time 3.5min과 5.5min에서 2가지 성분이 각각 83%, 15%가 존재함을 알 수 있다.

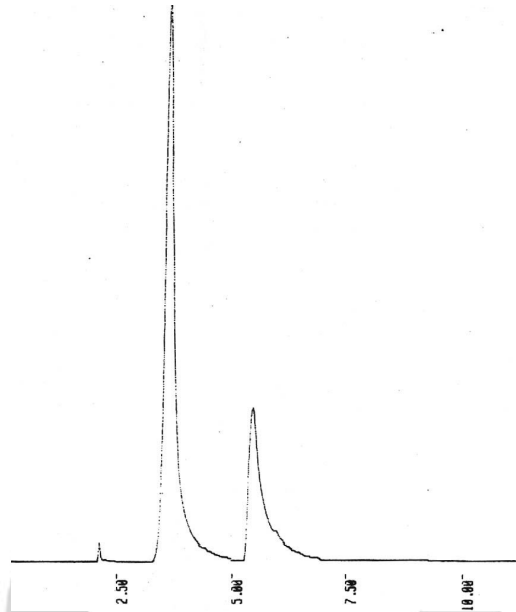


Fig. 3. HPLC chromatogram of fraction 3 isolated from Sappan wood extracts.

Fig. 4는 fraction 4의 HPLC chromatogram인데, retention time 5.5min에서 순수한 물질이 93% 존재하고, fraction 3의 retention time 5.5min에서의 peak는 fraction 4의 retention time과 같은 것으로 보아, polyamide C-100 column chromatography를 시행할 때 fraction 3에는 fraction 4의 물질이 소량 혼합되었다고 추측된다.

### 3.3 소목성분의 항균 소취성

Table 3과 Table 4에 각각의 fraction으로 염색한 견직물의 균감소율과 소취율을 측정된 결과를 나타낸 것이다.

Table 3에서 미염색견직물(no-fraction)이 61.9%의 균감소율을 나타내는 반면에 fraction 3과 4는 각각 83.5%, 88%의 높은 균감소율을 보이고 있다.

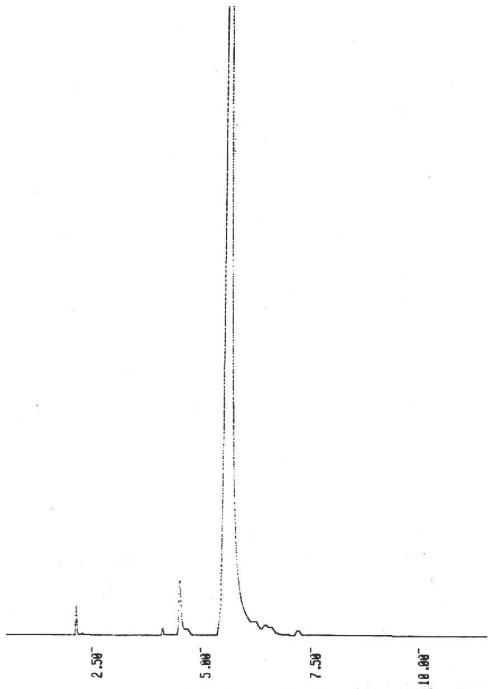


Fig. 4. HPLC chromatogram of fraction 4 isolated from Sappan wood extracts.

Table 3. Reduction rates of bacteria by shake flask test of the silk fabric dyed with various fractions isolated from Sappan wood extracts

fraction	time		average 12-hour time	average	reduction ratio(%)
	0-time	12-hour shake time			
No-Fraction	238	92	96	236	61.9
	234	100			
1-Fraction	238	70	76	236	67.8
	234	82			
2-Fraction	238	68	74	236	68.6
	234	80			
3-Fraction	238	42	39	236	83.5
	234	36			
4-Fraction	238	26	28	236	88.1
	234	30			
5-Fraction	238	50	53	236	77.5
	234	56			
6-Fraction	238	52	56	236	76.3
	234	60			
7-Fraction	238	60	64	236	72.9
	234	68			

Table 4. Deodorization rates of silk fabric dyed with various fractions isolated from Sappan wood extracts

fraction	time	blank	deodorization	
			ppm	%
No-Fraction		525	160	69.5
1-Fraction		530	88	83.4
2-Fraction		500	80	84.0
3-Fraction		520	60	88.5
4-Fraction		515	59	88.5
5-Fraction		518	58	88.8
6-Fraction		525	60	88.6
7-Fraction		520	75	85.5

또한 Table 4에서 미염색견의 소취율은 69.5%인 반면에 fraction 3과 4로 염색한 견직물의 소취율은 각각 85%, 88.5%의 높은 소취율을 보이고 있어 fraction 4의 물질이 항균성과 소취성이 가장 우수한 성분으로 예상되어 fraction 4의 구조를 분석하기로 하였다.

3.4 Fraction 4의 구조분석

Fig. 5의 IR spectrum을 보면 3400cm<sup>-1</sup>에서 강한 hydroxyl group peak가 나타나 있고, 1490, 1510, 1600 cm<sup>-1</sup>에서 benzene의 carbon double bond peak, 1100~1300cm<sup>-1</sup>에서 C-O에 기인한 peak가 나타나 있다.

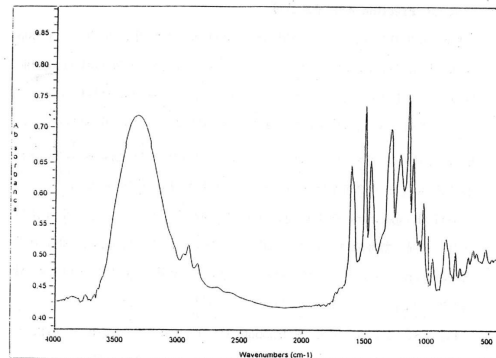


Fig. 5. IR spectrum of the fraction 4 isolated from Sappan wood extracts.

Fig. 6의 UV spectrum에서 290nm에 최대흡수 peak가 나타난 것은 benzene핵에 기인한 강한 흡

수현상이며, 가시광선 영역 450nm에서 강한 흡수를 보이는 것으로부터 아주 연한 황색인 물질임을 알 수 있다.

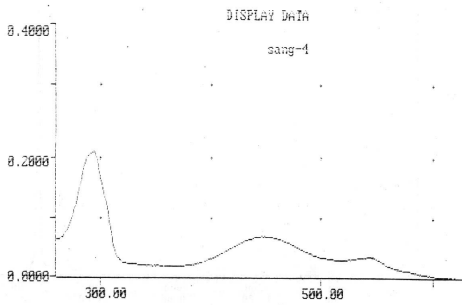


Fig. 6. UV spectrum of the fraction 4 isolated from Sappan wood extracts.

위의 IR spectrum과 UV spectrum의 분석으로부터 이 물질의 구조는 식물 중에 함유되어 있는 chalcone 유도체<sup>14,15)</sup>, flavonoid 유도체<sup>16)</sup>, dihydrofuran 유도체<sup>17)</sup> 중의 하나로 추정되어, 정확한 구조를 알아보기 위해 GC-Mass를 이용하여 분자량을 측정하였다.

Fig. 7은 compound C에 fraction 3과 fraction 4의 물질만 존재하는지를 확인하기 위해서 GC-Mass chromatogram을 측정한 결과이다. retention time 26.5min과 28.0min에서 각각 peak가 나타나 있는데, peak의 면적으로 보아 26.5min은 fraction 3(1.2g)이고, 28.0min은 fraction 4(3.2g)로 추측된다.

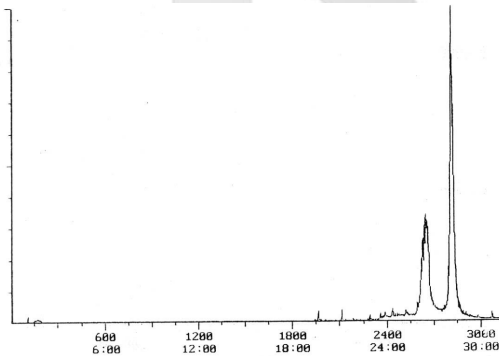


Fig. 7. GC-Mass chromatogram of the fraction 3 and 4 isolated from Sappan wood extracts.

Fig. 8과 9는 Fig. 7에서 26.5min, 28.0min에 나타난 peak를 searching 하여 각각 분자량을 측정한

spectrum이다.

Fig. 8은 EI-MS m/z 272에서 molecular ion peak가 관찰된 물질 외에 286, 299의 분자량을 가진 물질이 약간 혼합되어 있고, Fig. 9는 EI-MS m/z 286에서 molecular ion peak가 관찰된 물질 외에 299의 분자량을 가진 물질이 약간 존재하고 있음을 보이고 있다.

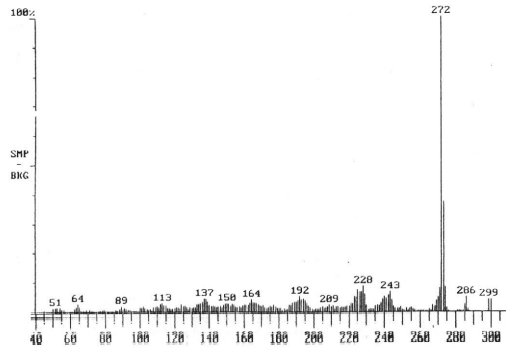


Fig. 8. Mass spectrum of the fraction 3 in mixtures of the fraction 3 and 4 isolated from Sappan wood extracts.

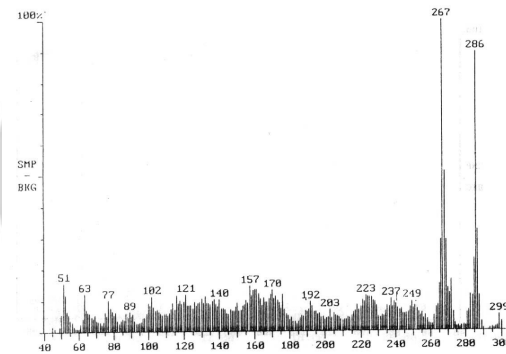


Fig. 9. Mass spectrum of the fraction 4 in mixtures of the fraction 3 and 4 isolated from Sappan wood extracts.

Fig. 10은 compound C에서 분리한 fraction 4에 대한 chromatogram이다. retention time 28.0min에서 peak가 나타나 있는데, 이것은 Fig. 7에서의 EI-MS m/z 286[M<sup>+</sup>] 물질의 retention time과 일치하므로 같은 물질로 추측된다. 이것을 확인하기 위해서 Fig. 11과 같이 분자량을 측정하여 EI-MS m/z 286[M<sup>+</sup>]이라는 것을 확인하였다.

F. Morsingh와 R. Robinson<sup>18)</sup>은 소목으로부터 Fig. 12에 보이는 caesalpin J(II)와 caesalpin P

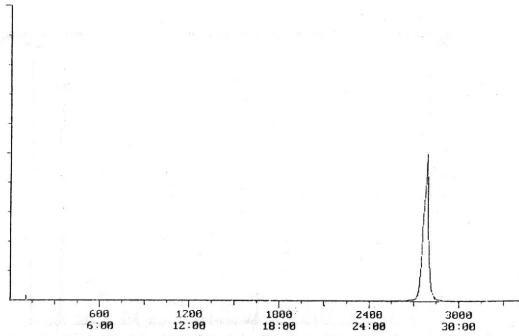


Fig. 10. GC-Mass chromatogram of the fraction 4 isolated from Sappan wood extracts.

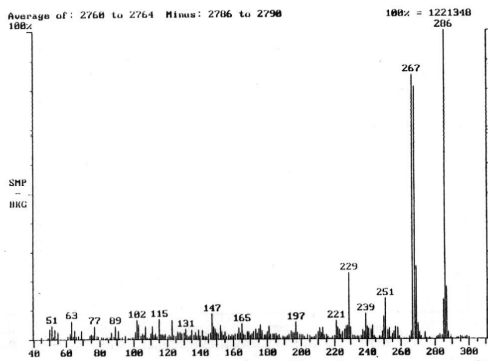


Fig. 11. Mass spectrum of the fraction 4 isolated from Sappan wood extracts.

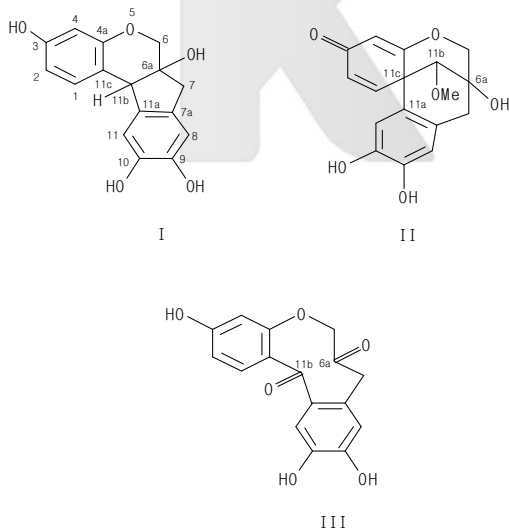


Fig. 12. Structures of the constituents isolated from Sappan wood extracts.

(III)를 분리하여 구조를 분석하였다

II는 무색이고 m/z 316에서 molecular ion peak가 나타나고, <sup>1</sup>H-NMR과 <sup>13</sup>C-NMR spectrum 으로부터 17개의 탄소원자에 기인한 functional group 임을 밝혀냈다<sup>18)</sup>.

brazilin( I)과 II와의 <sup>1</sup>H-NMR data를 비교분석하면 δ 5.42에서 II의 signal은 H-4에 있고, I은 double bond에 있는 carbonyl group에 의하여 고자장으로 0.88ppm 이동한다는 보고<sup>16)</sup>가 있다.

한편, III은 무색으로 m/z 300에서 molecular ion peak를 나타내므로, 분자식 C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub> 라는 것이 밝혀졌고, Fig. 12에서 보는 것처럼 III은 I에 관련된 화합물이라는 것을 알 수 있다.

III은 5개의 aromatic proton의 spectra가 δ 6과 7 사이에 나타났고, ketone group에 기인한 <sup>13</sup>C-NMR spectra는 δ 190.2와 206.7에서 나타났다는 것이 보고되어 있고, 또한 C-3과 C-6a는 각각 9.6 ppm, 4 ppm 저자장으로 이동하였는데, 이것은 carbonyl group에 의한 것이라고 보고되어 있다<sup>18)</sup>.

상기 보고된 data와 Fig. 13의 <sup>1</sup>H-NMR spectra, Fig. 14의 <sup>13</sup>C-NMR spectra, Fig. 15의 <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C NMR cosy spectra로부터 다음과 같이 fraction 4의 구조를 유추하였다.

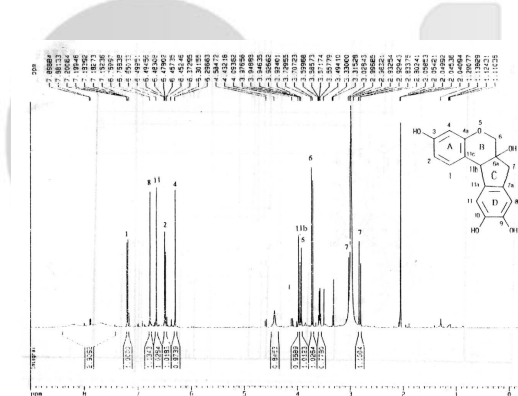


Fig. 13. <sup>1</sup>H-NMR spectrum of fraction 4 isolated from Sappan wood extracts.

Fig. 13에서 보는 바와 같이 C-7에 연결된 proton은 doubling이 일어났고, δ 2와 3 사이에 chemical shift가 하나 존재하고, C-6에 연결된 proton도 δ 3과 4 사이에 4개의 chemical shift가 일어났고, δ 6.3~7.2에서는 앞에서 언급한 III과 비슷한 다섯 개의 aromatic carbon double bond에 해당하는 chemical shift가 일어났는데, 그것은 A ring과 D ring에 존재하는 proton에 기인한다.

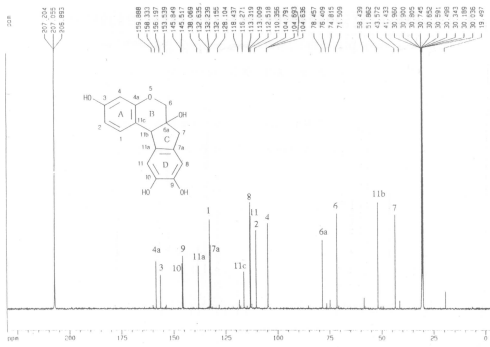


Fig. 14. <sup>13</sup>C-NMR spectrum of fraction 4 isolated from Sappan wood extracts.

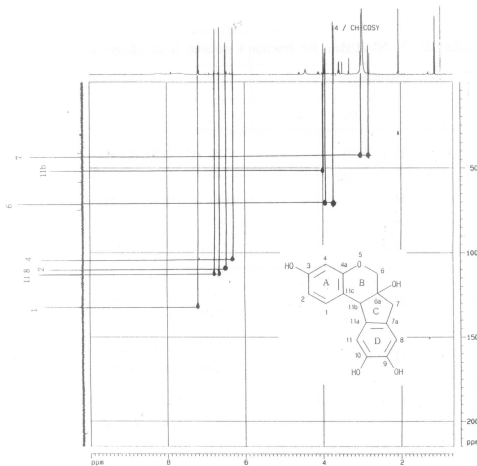


Fig. 15. <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C NMR cosy spectrum of fraction 4 isolated from Sappan wood extracts.

다섯 개의 peak 중에서 δ 6.49와 7.2에서 나타난 두 개의 double peak는 각각 H-2, H-1 proton peak이다(J=8.36Hz). 또한, δ 6.79와 6.66은 Fig. 15에 나타난 <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C cosy NMR spectra를 분석한 결과 H-8과 H-11로 결정되었고, 나머지 하나인 δ 6.3 peak는 H-4이다.

δ 3.72와 3.92에 나타난 doubling peak는 <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C cosy NMR spectra로 분석한 결과 H-6로 결정되었고(J=11.16Hz), C-6가 71.5 ppm으로 저자장 이동한 것은 C-6에 결합한 산소에 기인하기 때문이다. δ 3.07과 2.83에서 나타난 doubling peak는 <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C cosy NMR spectra를 분석한 결과 H-7으로 결정되었고(J=15.79Hz), 나머지 하나의 δ 3.98에서 나타난 peak는 H-11b로 결정되었다.

H-6, H-7은 <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C cosy NMR spectra에서 하

나의 carbon에 두 개의 proton이 관련되어 있는 것을 볼 수 있다. 그리하여 δ 3.07과 2.83에 있는 두 개의 peak는 H-7로, H-6는 δ 3.72와 3.92로 결정되었다.

C-4a, C-3, C-9, C-10, C-6a는 aromatic ring에 있는 carbon에 산소가 결합되어서 저자장으로 shift되었고, 150~170 ppm에서 phenol 성 수산기에 의한 chemical shift가 존재하고, 100~140 ppm에서 aromatic carbon double bond에 기인한 chemical shift, 50~80ppm에서 C-OH에 대한 chemical shift, 15~40 ppm에서 aliphatic carbon single bond에 해당하는 chemical shift가 존재한다.

Table 5에 <sup>1</sup>H-NMR spectra의 분석 data, Table 6에 <sup>13</sup>C-NMR spectra의 분석 data를 나타내었다.

이상과 같은 분석으로부터 종합하여 보면 아래와 같다.

IR : 3400cm<sup>-1</sup>에서 강한 hydroxy group peak, 1490, 1510, 1600 cm<sup>-1</sup>에서 benzene의 carbon double bond, 1100~1300cm<sup>-1</sup>에서 C-O에 기인한 peak가 나타났다.

UV : 290nm에서 최대흡수 peak가 benzene핵에 기인하여 나타나고, 가시광선 영역인 450 nm에서 강한 흡수를 보이므로 연한 황색물질임을 알 수 있었다.

GC-Mass : EI-MS m/z 286[M<sup>+</sup>], 268, 267, 229로 fragment가 되는 것을 알 수 있었다.

NMR : <sup>1</sup>H-NMR spectra, <sup>13</sup>C-NMR spectra와 <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C cosy NMR spectra로부터 구조를 확인하였다.

위와 같이 구조를 분석한 결과, two quaternary

Table 5. <sup>1</sup>H-NMR data for fraction 4 isolated from Sappan wood extracts

H-1	7.20, d, J=0.59, 8.36Hz
H-2	6.49, d, J=2.47, 8.22Hz
H-4	6.3, d, J=2.46Hz
H-6	3.72, d, J=11.16Hz 3.92, d, J=1.27, 11.13Hz
H-7	3.07, d, J=15.79Hz, 2.83, d, J=15.67Hz
H-8	6.79, s
H-11	6.66, s
H-11b	3.98, s

**Table 6.**  $^{13}\text{C}$ -NMR data for fraction 4 isolated from Sappan wood extracts

C-1	132.6
C-2	110.4
C-3	156.2
C-4	104.8
C-4a	158.3
C-6	71.5
C-6a	78.4
C-7	43.6
C-7a	132.2
C-8	113.3
C-9	145.8
C-10	145.5
C-11	113.0
C-11a	138.0
C-11b	51.9
C-11c	116.2

carbon, one benzyl carbon, 산소에 인접한 methylene, 산소원자에 기인한 methylene과 같은 functional group을 갖고, carbon이 16개인 dihydrofuran계의 유도체인  $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_5$ 라는 분자식을 갖는 구조임을 확인하였다.

Fig. 16은 항균효과와 소취효과가 가장 좋은 fraction 4의 구조이다. 이 구조는 소목의 색소성분인 brazilin<sup>19)</sup>과 같은 구조로 대기 중에서 산화되어 brazilein으로 변화한다고 알려져 있다. 즉 대기 중에서 hydroxyl group이 carbonyl group으

로 바뀌어 매염제와의 반응에 의하여 섬유에 염착한다고 생각된다.

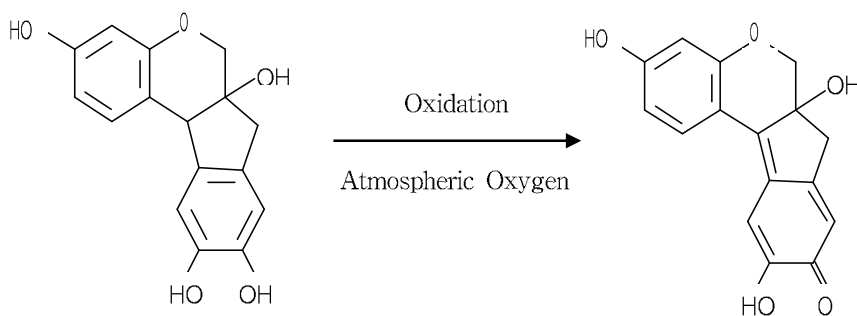
#### 4. 결 론

천연 염색재료 중의 하나인 소목으로부터 methanol을 이용하여 색소를 추출하고 그의 성분을 분리 분취하여 각 성분으로 견직물을 염색한 후에 항균성과 소취성을 측정하여 그 효과가 가장 우수한 성분의 구조를 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 소목의 심재에는 17종의 화합물이 있고, 이중 5종의 화합물은 3% 이상 존재하고 있지만 나머지 12종의 화합물은 0.6% 미만 존재한다.
2. 소목의 성분들을 분리, 분취하는데 있어서 chloroform/methanol/water(800:150:10)의 혼합용매가 적당하였다.
3. 순수한 물질을 얻기 위해서는 polyamide C-100 column chromatography를 시행하여야 한다.
4. 분리한 성분 중에서 항균성과 소취성이 우수한 성분의 구조는 brazilin이다.

#### 참고문헌

1. 江蘇新匠學術編, *中藥大辭典*, 上海人民出版社, p.1083(1977).
2. E. Masschelein-Kleiner, *Mikrochim. Acta.*, 1080~1085(1967).
3. J. H. Hofenk, De Graff, and W. G. Th. Roelofs, *On the Occurrence of Red Dyestuffs from 1450-1600*, Proceedings of the ICOM Committee on Conservation, Madrid(1972).
4. J. H. Hofenk and De Graff, "Woven



**Fig. 16.** Brazilin, the colouring principle of Sappan wood(*Caesalpinia sappan* lin.). It is oxidized in atmospheric oxygen to brazilein, responsible for the red colour in textiles.

- Bouquet*" Dyestuff Analysis on a Group of Northern Dutch Flowered Table Cloths and Tapestries of the 17th Century, ICOM Committee on Conservation, 4th Triennial Conference, Zagreb(1975).
5. H. Schweppe, *American Institute of Conservation Preprint*, Toronto, pp.122~131 (1979).
  6. E. Stanl, "*Thin Layer Chromatography - A Laboratory Handbook*", Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, and Toppan, Tokyo, 2nd ed., p.707(1969).
  7. J. B. Harborne, "*Phytochemical Methods*", Chapman and Hall, London, pp.80~85(1973).
  8. E. Stahl, "*Thin Layer Chromatography - A Laboratory Handbook*", Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, and Toppan, Tokyo, 2nd ed., p.694(1969).
  9. P. P. Rai and M. Shok, *Chromatographia*, **15**, 249(1982).
  10. T. N. Shukla, J. S. Tandon, D. S. Bhakuni and M. M. Dhar, *Phytochemistry*, **10**, 1909(1971).
  11. J. Kuper and R. P. Labadie, *Planta Med.*, **42**, 390~399(1981).
  12. Masahiro Nagai, Deisi Nagumo, Ikuyo Eguchi, Shu-Mei Lee, and Tsutomu Suzuki, *Yakugaku Zasshi*, **104**(9), 935~938(1984).
  13. Lee Sang Rak, Dr Thesis of Sungkyunkwan Univ.(1996).
  14. Itagaki, T. Kurokawa, S. Sasaki, C. T. Chang, F. C. Chen, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **39**, 538(1966).
  15. W. Heller, C. Tamm, *Progress in the Chemistry of Organic Natural Products*, Vol. 40, Springer-Verlag, Inc., New York, pp.105~152(1980).
  16. In Hye Ham, In Se Oh, Wan Kyun Whang, and Il Hyuk Kim, "Pharmaco-Constituents of Korean Cultivated Rhubarb Leaves-The Flavonoids from Leaves-", *Yakhak Hoeji*, **38**(4), 469~475(1994).
  17. J. B. Harborne, "*Phytochemical method*", London, pp.33~99(1983).
  18. F. Morsingh, R. Robinson, *Tetrahedron*, **28**, 28(1970).
  19. J. C. Craig, A. R. Naik and N. S. Bhacca, *J. Org. Chem.*, **30**, 1573(1965).