

キノコの成分研究 (第 28 報¹⁾) エゾハリタケのステロール成分について

色川 沙織, 八百板康範, 菊地 正雄

Constituents of Mushrooms. XXVIII. Sterol Constituents from the Fruiting Body of *Climacodon septentrionalis* (Fr.) Karst.

Saori IROKAWA, Yasunori YAOITA, and Masao KIKUCHI

(Received November 20, 2008)

Eleven sterols were isolated from the fruiting bodies of *Climacodon septentrionalis* (Fr.) Karst. (Climacodontaceae) and identified as (22*E*)-ergosta-5,7,9(11),22-tetraen-3 β -ol (**1**), ergosterol (**2**), ergosta-5,7-dien-3 β -ol (**3**), (22*E*)-ergosta-5,8,22-trien-3 β -ol (**4**), (22*E*)-ergosta-7,22-dien-3 β -ol (**5**), ergost-7-en-3 β -ol (**6**), ergosterol peroxide (**7**), 5 α ,8 α -epidioxy-(22*E*)-ergosta-6,9(11),22-trien-3 β -ol (**8**), 5 α ,6 α -epoxy-(22*E*)-ergosta-8(14),22-diene-3 β ,7 α -diol (**9**), 6 β -methoxy-(22*E*)-ergosta-7,22-diene-3 β ,5 α -diol (**10**), and 6 β -methoxy-(22*E*)-ergosta-7,22-diene-3 β ,5 α ,9 α -triol (**11**). Their structures were determined on the basis of spectral data. Compounds **1** – **11** have been isolated from the fruiting bodies of *C. septentrionalis* for the first time.

Key words — *Climacodon septentrionalis*; Climacodontaceae; sterol

エゾハリタケ科 (Climacodontaceae) に属する担子菌類であるエゾハリタケ *Climacodon septentrionalis* (Fr.) Karst. は、夏から秋にかけて、ブナなどの枯木の幹に発生する白色腐朽菌である。エゾハリタケの子実体は食用に供されるが、これまでにその化学成分に関する研究は行われていない。近年、担子菌類に含有されるステロール成分である ergosterol 並びに ergosterol peroxide に、抗炎症活性^{2,3)} や抗腫瘍活性³⁾ が見出され、注目されている。今回著者らは、キノコの化学成分研究の一環としてエゾハリタケのステロール成分について検討を行い、11 種の化合物 (**1** – **11**) を単離したので、それらの化学構造について報告する。

化合物 **1** は UV スペクトルにおいて、309, 322 及び 337 nm に $\Delta^{5,7,9(11)}$ 構造を有するステロールに特徴的な吸収を示した。⁴⁾ ¹H-NMR スペクトルにおいては ergostane 骨格 [δ_{H} 0.58 (3H, s, H₃-18), 0.82 (3H, d, J = 6.6 Hz, H₃-26), 0.84 (3H, d, J = 6.8 Hz, H₃-27), 0.92 (3H, d, J = 6.9 Hz, H₃-28), 1.02 (3H, d, J = 6.6 Hz, H₃-21), 1.25 (3H, s, H₃-19)] 及び二置換二重結合 [δ_{H} 5.16 (1H, dd, J = 15.2, 7.3 Hz, H-22), 5.24 (1H, dd, J = 15.2, 7.4 Hz, H-23)] に基づくシグナルが認められた。これより、本化合物は (22*E*)-ergosta-5,7,9(11),22-tetraen-3 β -ol と推定されたので、標品⁵⁾ との直接比較 (¹H-NMR スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **2** は UV スペクトルにおいて、269, 280 及び 291 nm に $\Delta^{5,7}$ 構造を有するステロールに特徴的な吸収を与えた。⁴⁾ また、¹H-NMR スペクトルは化合物 **1** に類似しているが、**1** に認められた 9 位の三置換二重結合に由来するシグナルが消失している。これより、本化合物は ergosterol と推定され、標品⁶⁾ との直接比較 (¹H-NMR スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **3** の ¹H-NMR スペクトルは化合物 **2** に類似しているが、**2** に認められた側鎖の二重結合に由来するシグナルが消失していることから、本化合物は ergosta-5,7-dien-3 β -ol と推定されたので、標品⁵⁾ との直接比較 (¹H-NMR スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **4** は、¹H-NMR スペクトル [δ_{H} 0.67 (3H, s, H₃-18), 1.19 (3H, s, H₃-19), 5.16 (1H, dd, J = 15.2, 6.9 Hz, H-22), 5.20 (1H, dd, J = 15.2, 5.6 Hz, H-23), 5.43 (1H, m, H-6)]⁷⁾ より $\Delta^{5,8,22}$ 構造を有するステロールである (22*E*)-ergosta-5,8,22-trien-3 β -ol と推定されたので、標品⁵⁾ との直接比較 (¹H-NMR スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **5** は ¹H-NMR スペクトル [δ_{H} 0.54 (3H, s, H₃-18), 0.80 (3H, s, H₃-19), 5.16 (1H, m, H-7), 5.16 (1H, dd, J = 15.3, 7.4 Hz, H-22), 5.22 (1H, dd, J = 15.3, 7.1 Hz, H-23)]⁷⁾ より $\Delta^{7,22}$ 構造を有する (22*E*)-ergosta-7,22-dien-3 β -ol と推定され、標品⁵⁾

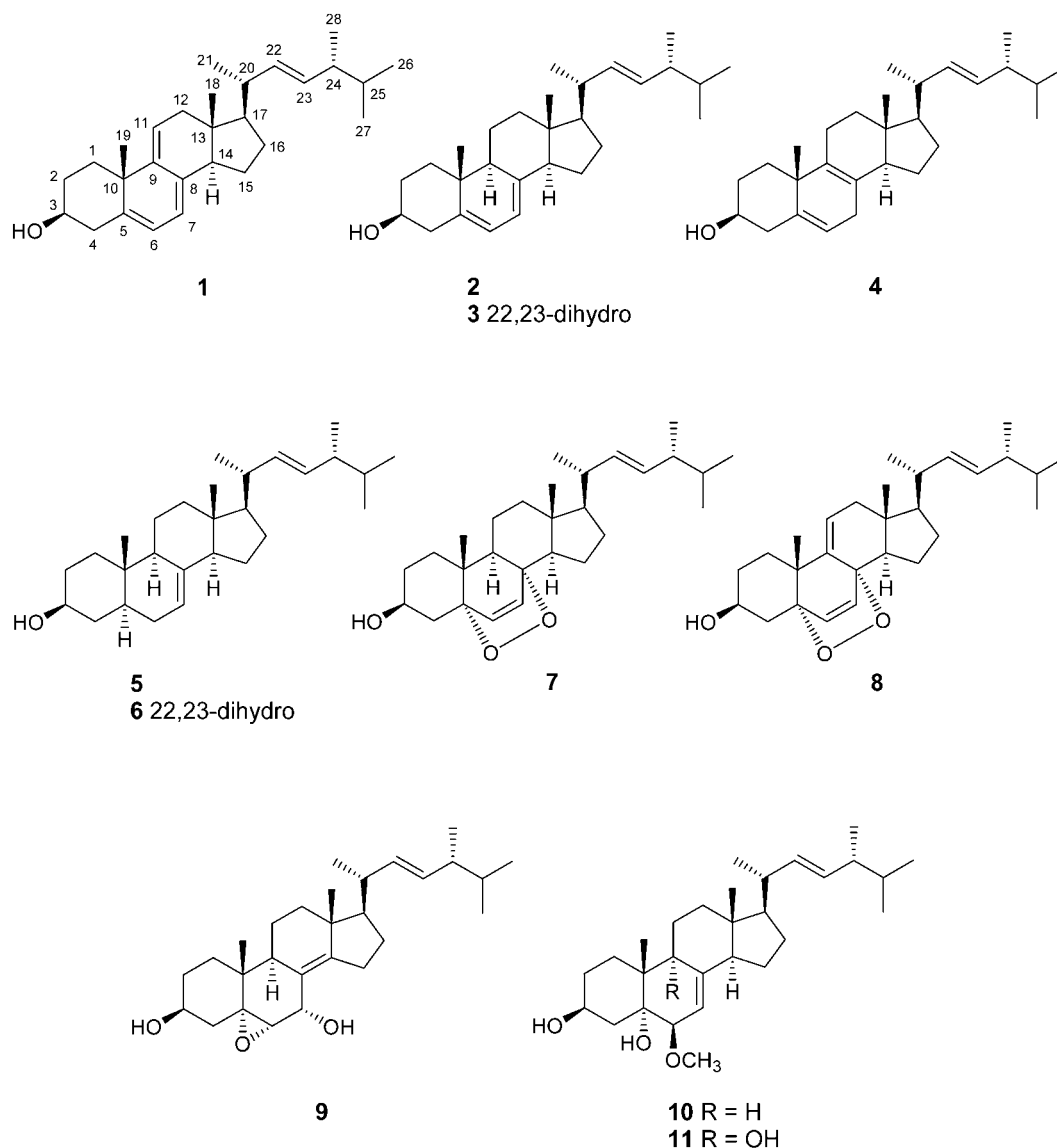


Chart 1

との直接比較 ($^1\text{H-NMR}$ スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **6** の $^1\text{H-NMR}$ スペクトルは化合物 **5** に類似しているが, **5** に認められた側鎖の二重結合に由来するシグナルが消失していることから ergost-7-en- 3β -ol と推定されたので, 標品⁵⁾ との直接比較 ($^1\text{H-NMR}$ スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **7** は電子イオン化 (EI)-MS において, m/z 396 ($\text{M}^+ - \text{O}_2$) にフラグメントイオンピークを与え, また, $^1\text{H-NMR}$ スペクトルにおいては ergostane 骨格 [δ_{H} 0.81 (3H, s, H_3 -18), 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H_3 -26), 0.83 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H_3 -27), 0.88 (3H, s, H_3 -19), 0.91 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H_3 -28), 1.00 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H_3 -21)] 及び二置換二重結

合 [δ_{H} 5.13 (1H, dd, $J = 15.3, 7.7$ Hz, H-22), 5.23 (1H, dd, $J = 15.3, 7.1$ Hz, H-23), 6.24 (1H, d, $J = 8.6$ Hz, H-6), 6.50 (1H, $J = 8.6$ Hz, H-7)] に由来するシグナルが認められた。これより, 本化合物は ergosterol peroxide と推定されたので, 標品⁸⁾ との直接比較 ($^1\text{H-NMR}$ スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **8** の $^1\text{H-NMR}$ スペクトルは化合物 **7** に類似しているが, 新たに三置換二重結合 [δ_{H} 5.43 (1H, dd, $J = 5.9, 2.1$ Hz, H-11)] に基づくシグナルが認められることから, $5\alpha,8\alpha$ -epidioxy-(22 E)-ergosta-6,9(11),22-trien- 3β -ol と推定され, 標品⁸⁾ との直接比較 ($^1\text{H-NMR}$ スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **9** は $^1\text{H-NMR}$ スペクトル [δ_{H} 0.86 (6H, s, H₃-18, H₃-19), 3.14 (1H, d, $J = 3.6$ Hz, H-6), 5.17 (1H, dd, $J = 15.2, 7.4$ Hz, H-22), 5.23 (1H, dd, $J = 15.2, 6.8$ Hz, H-23)]⁷⁾ より $\Delta^{8(14),22}$ 構造及びエポキシ基を有する 5 α ,6 α -epoxy-(22*E*)-ergosta-8(14),22-diene-3 β ,7 α -diol と推定されたので, 標品⁸⁾ との直接比較 ($^1\text{H-NMR}$ スペクトル, HPLC) により同定した。

化合物 **10** の $^1\text{H-NMR}$ スペクトルは, マイタケ子実体より報告されている (22*E*)-ergosta-7,22-diene-3 β ,5 α ,6 β -triol⁹⁾ に類似しているが, 新たに, メトキシ基 [δ_{H} 3.39 (3H, s, CH₃O-6)] に基づくシグナルが認められる。これより, 本化合物は 6 β -methoxy-(22*E*)-ergosta-7,22-diene-3 β ,5 α -diol と推定され, 文献値¹⁰⁾ (EI-MS 及び $^1\text{H-NMR}$ スペクトル) との比較により同定した。

化合物 **11** は, 化合物 **10** に類似した $^1\text{H-NMR}$ スペクトルを与えるが, 19 位のメチル基の化学シフト値が 0.06 ppm 低磁場にシフトして観察されていること並びに 7 位の三置換二重結合の分裂様式が double doublet に変化していることから, 6 β -methoxy-(22*E*)-ergosta-7,22-diene-3 β ,5 α ,9 α -triol と推定されたので, 文献値¹¹⁾ (EI-MS 及び $^1\text{H-NMR}$ スペクトル) との比較により同定した。

以上, 化学成分に関する報告がなかったエゾハリタケのステロール成分について検討を行い, 11 種の ergostane 型ステロールの存在を初めて明らかにすることができた。

実験の部

UV スペクトルは Beckman DU-64 型を用いて測定した。EI-MS は日本電子 JMS-700 型を用いて測定した。NMR スペクトルは日本電子 JNM-EX 270 型を使用し, 内部標準物質に tetramethylsilane (TMS) を用いて測定した (略語: s = singlet, d = doublet, dd = double doublet, ddd = double double doublet, m = multiplet)。化学シフトは δ 値 (ppm) で示し, 結合定数 (J) は Hz で表した。シリカゲルカラムクロマトグラフィーには充填剤として Kieselgel 60 (Merck, 230 - 400 mesh) を使用した。分取 HPLC には, 東ソー製装置 [ポンプ, CCPS; 検出器, RI-8020; カラム恒温槽, CO-8020; カラム, TSKgel ODS-120T (7.8 mm i.d. \times 30 cm); カラム温度, 40 $^{\circ}\text{C}$] を使用した。

抽出及び分離 2005 年 9 月に, 福島県会津山間部において採集したエゾハリタケの子実体 (1.8 kg) を MeOH で抽出し, MeOH エキス (41.3 g) を得た。これを水に懸濁し, CHCl₃ で抽出を行い, CHCl₃ 可溶部 (4.5 g) を得た。CHCl₃ エキスをシリカゲルカラムクロマトグラフィー [*n*-hexane - AcOEt (7:3 - 1:7), MeOH] に付して分画を行い, フラクション (fr.) 1 - 32 を得た。このうちの fr. 7 を分取 HPLC (mobile phase, MeOH; flow rate, 1.0 ml/min) に付し, 化合物 **1** (9.0 mg), 化合物 **2** (184.0 mg), 化合物 **3** (0.6 mg), 化合物 **4** (1.0 mg), 化合物 **5** (3.0 mg) 及び化合物 **6** (1.6 mg) を単離した。また, fr. 10 を分取 HPLC [mobile phase, MeOH - H₂O (9:1); flow rate, 1.5 ml/min] に付すことにより化合物 **7** (46.9 mg) 及び化合物 **8** (3.1 mg) を単離した。Fr. 17 を分取 HPLC [mobile phase, MeOH - H₂O (9:1); flow rate, 1.5 ml/min] に付すことにより化合物 **10** (6.0 mg) を単離した。更に, fr. 26 を分取 HPLC [mobile phase, MeOH - H₂O (9:1); flow rate, 1.5 ml/min] に付し, 化合物 **9** (1.7 mg) 及び化合物 **11** (0.6 mg) を単離した。

(22*E*)-Ergosta-5,7,9(11),22-tetraen-3 β -ol (**1**) 無晶形粉末。UV λ_{max} (MeOH) nm: 309, 322, 337。 $^1\text{H-NMR}$ (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.58 (3H, s, H₃-18), 0.82 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-26), 0.84 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.92 (3H, d, $J = 6.9$ Hz, H₃-28), 1.02 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-21), 1.25 (3H, s, H₃-19), 3.61 (1H, m, H-3), 5.16 (1H, dd, $J = 15.2, 7.3$ Hz, H-22), 5.24 (1H, dd, $J = 15.2, 7.4$ Hz, H-23), 5.42 (1H, m, H-7), 5.52 (1H, m, H-6), 5.67 (1H, m, H-11)。標品⁵⁾ と HPLC により比較し同定 (mobile phase, MeOH; flow rate, 1.0 ml/min; $t_{\text{R}} = 30.5$ min)。

Ergosterol (**2**) 無晶形粉末。UV λ_{max} (MeOH) nm: 269, 280, 291。 $^1\text{H-NMR}$ (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.63 (3H, s, H₃-18), 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.84 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.92 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 0.95 (3H, s, H₃-19), 1.04 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-21), 3.64 (1H, m, H-3), 5.16 (1H, dd, $J = 15.2, 7.4$ Hz, H-22), 5.23 (1H, dd, $J = 15.2, 6.9$ Hz, H-23), 5.38 (1H, ddd, $J = 5.6, 2.8, 2.6$ Hz, H-7), 5.57 (1H, dd, $J = 5.6, 2.1$ Hz, H-6)。標品⁶⁾ と HPLC により比較し同定 (mobile phase, MeOH; flow rate, 1.0 ml/min; $t_{\text{R}} = 40.0$ min)。

Ergosta-5,7-dien-3 β -ol (**3**) 無晶形粉末。 $^1\text{H-NMR}$ (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.62 (3H, s, H₃-18), 0.78

(3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 0.79 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.86 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.94 (3H, s, H₃-19), 0.94 (3H, d, $J = 6.3$ Hz, H₃-21), 3.64 (1H, m, H-3), 5.39 (1H, m, H-7), 5.57 (1H, m, H-6). 標品⁵⁾ と HPLC により比較し同定 (mobile phase, MeOH; flow rate, 1.0 ml/min; $t_R = 46.5$ min).

(22*E*)-Ergosta-5,8,22-trien-3 β -ol (**4**) 無晶形粉末. ¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.67 (3H, s, H₃-18), 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.84 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.91 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 1.03 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-21), 1.19 (3H, s, H₃-19), 3.54 (1H, m, H-3), 5.16 (1H, dd, $J = 15.2, 6.9$ Hz, H-22), 5.20 (1H, dd, $J = 15.2, 5.6$ Hz, H-23), 5.43 (1H, m, H-6). 標品⁵⁾ と HPLC により比較し同定 (mobile phase, MeOH; flow rate, 1.0 ml/min; $t_R = 39.5$ min).

(22*E*)-Ergosta-7,22-dien-3 β -ol (**5**) 無晶形粉末. ¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.54 (3H, s, H₃-18), 0.80 (3H, s, H₃-19), 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.83 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.91 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 1.02 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-21), 3.60 (1H, m, H-3), 5.19 (1H, m), 5.16 (1H, dd, $J = 15.3, 7.4$ Hz, H-22), 5.22 (1H, dd, $J = 15.3, 7.1$ Hz, H-23). 標品⁵⁾ と HPLC により比較し同定 (mobile phase, MeOH; flow rate, 1.0 ml/min; $t_R = 42.5$ min).

Ergost-7-en-3 β -ol (**6**) 無晶形粉末. ¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.53 (3H, s, H₃-18), 0.776 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 0.782 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.79 (3H, s, H₃-19), 0.85 (3H, d, $J = 6.9$ Hz, H₃-27), 0.92 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-21), 3.60 (1H, m, H-3), 5.16 (1H, m, H-7). 標品⁵⁾ と HPLC により比較し同定 (mobile phase, MeOH; flow rate, 1.0 ml/min; $t_R = 50.0$ min).

Ergosterol Peroxide (**7**) 無晶形粉末. EI-MS m/z (rel. int., %): 428 (M^+ , 34), 410 ($M^+ - H_2O$, 20), 396 ($M^+ - O_2$, 97), 303 ($M^+ - \text{side chain}$, 19), 285 ($M^+ - H_2O - \text{side chain}$, 28). ¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.81 (3H, s, H₃-18), 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.83 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.88 (3H, s, H₃-19), 0.91 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 1.00 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-21), 3.97 (1H, m, H-3), 5.13 (1H, dd, $J = 15.3, 7.7$ Hz, H-22), 5.23 (1H, dd, $J = 15.3, 7.1$ Hz, H-23), 6.24 (1H, d, $J = 8.6$ Hz, H-6), 6.50 (1H, $J = 8.6$ Hz, H-7). 標品⁸⁾ と HPLC により比較し同定 [mobile phase, MeOH - H₂O (9 : 1); flow rate, 1.5 ml/min; $t_R = 37.5$ min].

5 $\alpha,8\alpha$ -Epidioxy-(22*E*)-ergosta-6,9(11),22-trien-3 β -ol (**8**) 無晶形粉末. ¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.74 (3H, s, H₃-18), 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.84 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-27), 0.91 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 1.00 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-21), 1.09 (3H, s, H₃-19), 4.01 (1H, m, H-3), 5.15 (1H, dd, $J = 15.3, 7.7$ Hz, H-22), 5.25 (1H, dd, $J = 15.3, 7.1$ Hz, H-23), 6.29 (1H, d, $J = 8.6$ Hz, H-6), 6.60 (1H, $J = 8.6$ Hz, H-7), 5.43 (1H, dd, $J = 5.9, 2.1$ Hz, H-11). 標品⁸⁾ と HPLC により比較し同定 [mobile phase, MeOH - H₂O (9 : 1); flow rate, 1.5 ml/min; $t_R = 31.5$ min].

5 $\alpha,6\alpha$ -Epoxy-(22*E*)-ergosta-8(14),22-diene-3 $\beta,7\alpha$ -diol (**9**) 無晶形粉末. ¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.83 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.86 (6H, s, H₃-18, H₃-19), 0.91 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 1.01 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-21), 1.78 (1H, d, $J = 9.6$ Hz, OH-7), 3.14 (1H, d, $J = 3.6$ Hz, H-6), 3.91 (1H, m, H-3), 4.42 (1H, dd, $J = 9.6, 3.6$ Hz, H-7), 5.17 (1H, dd, $J = 15.2, 7.4$ Hz, H-22), 5.23 (1H, dd, $J = 15.2, 6.8$ Hz, H-23). 標品⁸⁾ と HPLC により比較し同定 [mobile phase, MeOH - H₂O (9 : 1); flow rate, 1.5 ml/min; $t_R = 23.5$ min].

6 β -Methoxy-(22*E*)-ergosta-7,22-diene-3 $\beta,5\alpha$ -diol (**10**) 無晶形粉末. EI-MS m/z (rel. int., %): 444 (M^+ , 3), 426 ($M^+ - H_2O$, 100), 412 ($M^+ - CH_3OH$, 14), 394 ($M^+ - H_2O - CH_3OH$, 28), 376 ($M^+ - 2H_2O - CH_3OH$, 8), 301 ($M^+ - H_2O - \text{side chain}$, 2), 269 ($M^+ - H_2O - CH_3OH - \text{side chain}$, 8), 251 ($M^+ - 2H_2O - CH_3OH - \text{side chain}$, 13). ¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.60 (3H, s, H₃-18), 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.84 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.92 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-28), 1.00 (3H, s, H₃-19), 1.02 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-21), 3.17 (1H, br d, $J = 4.8$ Hz, H-6), 3.39 (3H, s, CH₃O-6), 4.05 (1H, m, H-3), 5.16 (1H, dd, $J = 15.2, 7.4$ Hz, H-22), 5.23 (1H, dd, $J = 15.2, 7.3$ Hz, H-23), 5.40 (1H, ddd, $J = 4.8, 2.1, 2.1$ Hz, H-7).

6 β -Methoxy-(22*E*)-ergosta-7,22-diene-3 $\beta,5\alpha,9\alpha$ -triol (**11**) 無晶形粉末. EI-MS m/z (rel. int., %): 442 ($M^+ - H_2O$, 100), 424 ($M^+ - 2H_2O$, 26), 410 ($M^+ - H_2O - CH_3OH$, 49), 392 ($M^+ - 2H_2O - CH_3OH$, 35), 374 ($M^+ - 3H_2O - CH_3OH$, 16), 299 ($M^+ - 2H_2O - \text{side chain}$, 11), 267 ($M^+ - 2H_2O - CH_3OH - \text{side chain}$, 32), 249 ($M^+ - 3H_2O - CH_3OH - \text{side chain}$, 28). ¹H-NMR (270 MHz, CDCl₃) δ : 0.61 (3H, s, H₃-

18), 0.82 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-26), 0.84 (3H, d, $J = 6.8$ Hz, H₃-27), 0.92 (3H, d, $J = 6.9$ Hz, H₃-28), 1.02 (3H, d, $J = 6.6$ Hz, H₃-21), 1.06 (3H, s, H₃-19), 2.90, 3.56 (each 1H, s, OH-5, OH-9), 3.23 (1H, dd, $J = 5.1, 2.3$ Hz, H-6), 3.41 (3H, s, CH₃O-6), 4.11 (1H, m, H-3), 5.16 (1H, dd, $J = 15.2, 7.4$ Hz, H-22), 5.24 (1H, dd, $J = 15.2, 7.1$ Hz, H-23), 5.49 (1H, dd, $J = 5.1, 2.3$ Hz, H-7).

謝辞 本研究にあたり、MS 及び NMR スペクトルを測定して頂いた本学中央機器センターの方々
に深謝致します。

REFERENCES

- 1) Part XXVII: Toi K., Yaoita Y., Kikuchi M., *J. Tohoku Pharmaceutical University*, **54**, 49 – 52 (2007).
- 2) Yasukawa K., Akihisa T., *Nihon Yukagakkaishi*, **49**, 571 – 582 (2000).
- 3) Kobori M., Yoshida M., Ohnishi-Kameyama M., Shinmoto H., *British J. Pharmacol.*, **150**, 209 – 219 (2007).
- 4) Good L. F., Akihisa T., “Analysis of Sterols,” Chapman & Hall, London, 1997, pp. 144 – 151.
- 5) Ishizuka T., Yaoita Y., Kikuchi M., *Natural Medicines*, **52**, 276 – 278 (1998).
- 6) Ueno T., Yaoita Y., Kakuda R., Machida K., Kikuchi M., *J. Tohoku Pharmaceutical University*, **46**, 71 – 76 (1999).
- 7) Wilson W. K., Sumpter R. M., Warren J. J., Rogers P. S., Ruan B., Schroeffer G. J., Jr., *J. Lipid Res.*, **37**, 1529 – 1555 (1996).
- 8) Ishizuka T., Yaoita Y., Kikuchi M., *Chem. Pharm. Bull.*, **45**, 1756 – 1760 (1997).
- 9) Ohta K., Yaoita Y., Matsuda N., Kikuchi M., *Natural Medicines*, **50**, 179 – 181 (1996).
- 10) Kawagishi H., Katsumi R., Sazawa T., Mizuno T., Hagiwara T., Nakamura T., *Phytochemistry*, **27**, 2777 – 2779 (1988).
- 11) Valisolalao J., Luu B., Ourisson G., *Tetrahedron*, **39**, 2779 – 2785 (1983).