

รายงานโครงการวิจัยฉบับสมบูรณ์

(1 สิงหาคม 2540 – 31 กรกฎาคม 2543)

การเสาะหาสารเคมีชนิดใหม่เพื่อการเกษตร

(Searching for New Agrochemicals)

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรินทร์ ขวศิริ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ศาสตราจารย์ ดร.อุดม กักพล

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายงานโครงการวิจัยฉบับสมบูรณ์

(1 สิงหาคม 2540 – 31 กรกฎาคม 2543)

การเสาะหาสารเคมีชนิดใหม่เพื่อการเกษตร

(Searching for New Agrochemicals)

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรินทร์ ขวศิริ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ศาสตราจารย์ ดร.อุดม ถักผล

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สัญญาเลขที่ PDF/56/2540
รายงานโครงการวิจัยฉบับสมบูรณ์

ชื่อโครงการ การเสาะหาสารเคมีชนิดใหม่เพื่อการเกษตร
ชื่อหัวหน้าโครงการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรินทร์ ชวศิริ
รายงานโครงการวิจัยฉบับสมบูรณ์ 1 สิงหาคม 2540 – 31 กรกฎาคม 2543

1. Executive Summary

การดำเนินงานวิจัยและผลงานวิจัยโดยย่อ

งานวิจัยที่ได้ศึกษาต่อเนื่องตลอดระยะเวลา 3 ปี เริ่มต้นจากการคัดเลือกพันธุ์ไม้ไทยโดยการสกัดพืชตัวอย่าง 19 ชนิดและทดสอบฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝิ่งขนาดใหญ่ (*Galleria mellonella* Linn.) เบื้องต้น พบว่า พันธุ์ไม้ 3 ชนิดให้ผลการทดสอบฤทธิ์เบื้องต้นที่น่าสนใจ จึงได้ดำเนินการศึกษาต่อเพื่อค้นหาสารออกฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝิ่งขนาดใหญ่ พันธุ์ไม้ที่แสดงฤทธิ์ทั้ง 3 ชนิดได้แก่ ผลตะบูนขาว *Xylocarpus granatum* Koen., เหง้าไพล *Zingiber cassumunar* Roxb. และรากโศดทะนงแดง *Trigonostemon reidiodes* (Kurz) Craib.

ได้สกัดผลตะบูนขาวด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม ได้แก่ ไดคลอโรมีเทนและเอทานอล และได้แยกองค์ประกอบของผลตะบูนขาวในส่วนที่แสดงฤทธิ์ทางชีวภาพต่อหนอนผีเสื้อกินใบฝิ่งขนาดใหญ่ คือ สกัดไดคลอโรมีเทนด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟีได้สารทั้งสิ้น 7 ชนิด ได้แก่ ของผสมของเอสเทอร์โซ่ตรง, ของผสมแอลกอฮอล์โซ่ตรง (C_{25} , C_{27-30}), ของผสมสเตียรอยด์ (β -sitosterol, stigmasterol และ campesterol), ของผสมกรดคาร์บอกซิลิกโซ่ตรง (C_{17-25} , C_{27}), ของผสมสเตียรอยด์ไกลโคไซด์ และสารลิโมนอยด์สองชนิด ชนิดหนึ่งพิสูจน์ทราบสูตรโครงสร้างว่าเป็น 7-oxo-7-deacetoxy gedunin อีกชนิดหนึ่งพบว่าเป็นสารลิโมนอยด์ชนิดใหม่ จากการยืนยันสูตรโครงสร้างด้วยข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีต่างๆ รวมทั้งข้อมูลจาก X-ray crystallography ให้ชื่อลิโมนอยด์ใหม่นี้ว่า xylococcensin K ลิโมนอยด์ทั้งสองชนิดแสดงฤทธิ์ทางชีวภาพในระดับที่น่าสนใจ

จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝิ่งขนาดใหญ่จากเหง้าไพล พบว่า สามารถแยกสารที่แสดงฤทธิ์ทางชีวภาพได้สองชนิดคือ veratraldehyde และ curcumin นอกจากนี้ได้ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างของ veratraldehyde และสารที่เกี่ยวข้อง พบว่า นำไปสู่การค้นพบสารที่แสดงฤทธิ์ดีกว่าสารต้นแบบ คือ piperonal และ 3,4-dihydroxybenzaldehyde

นอกจากนี้ยังได้ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและค้นหาสารออกฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝิ่งขนาดใหญ่จากสิ่งสกัดจากรากโศดทะนงแดง พบว่า สารออกฤทธิ์ได้แก่ acetyl alueritolic acid และของผสมสเตียรอยด์

การศึกษาครั้งนี้ ทำให้ค้นพบสารออกฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝิ่งขนาดใหญ่หลายชนิด ซึ่งคาดว่าจะสามารถนำไปประยุกต์เป็นสารด้านการกินของแมลงที่เป็นปัญหาคอพิษเศรษฐกิจของไทยต่อไปในอนาคตได้

2. ผลงานวิจัย

2.1 บทนำ

ประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม ประชากรส่วนใหญ่ของประเทศเป็นเกษตรกร วิธีการที่จะทำให้กระบวนการผลิตทางการเกษตรมีประสิทธิภาพสูงขึ้นวิธีการหนึ่งเกี่ยวข้องกับการใช้สารเคมีเพื่อการเกษตรในการป้องกันแมลง จุลชีพ และวัชพืช ซึ่งเป็นศัตรูต่อพืชปลูกหรือสัตว์เลี้ยง สารเคมีเพื่อการเกษตรที่ใช้ในประเทศไทยร้อยละ 99 เป็นสารเคมีนำเข้าจากต่างประเทศ ทำให้ประเทศไทยเสียเงินตราออกจากประเทศปีละมากกว่า แปดพันเจ็ดร้อยล้านบาท (ข้อมูลปี 2001)

นอกเหนือจากการสูญเสียเงินตราออกนอกประเทศ การใช้สารเคมีเพื่อฆ่าแมลงและจุลชีพซึ่งเป็นสารเคมีสังเคราะห์ที่มีอยู่ในท้องตลาดเป็นเวลานาน จะทำให้เกิดผลเสียต่อระบบนิเวศทั้งทางกายภาพและชีวภาพแล้ว และอาจทำให้เกิดการสะสมของสารเคมีที่ตกค้างได้ นอกจากนี้เป็นที่ยอมรับว่าแมลงหรือจุลชีพหลายชนิดมีการปรับปรุงสายพันธุ์เพื่อต้านสารเคมีที่ใช้ ซึ่งทำให้สารเคมีสังเคราะห์ดังกล่าวไม่สามารถใช้ประโยชน์ได้อย่างมีประสิทธิภาพอีกต่อไป ดังนั้นการเสาะหาสารเคมีเพื่อการเกษตรชนิดใหม่โดยมีพื้นฐานจากผลิตภัณฑ์ธรรมชาติควบคู่กับการทดสอบฤทธิ์ทางชีวภาพของสาร จะเป็นแนวทางที่มีศักยภาพที่จะนำไปสู่การค้นพบสารเคมีเพื่อการเกษตรชนิดใหม่เพื่อการพัฒนาประเทศที่ยั่งยืนต่อไป ทั้งนี้เนื่องจากสารเคมีที่มีที่มาจากผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ มักแสดงฤทธิ์ทางชีวภาพอย่างจำเพาะเจาะจง และย่อยสลายได้เองตามกระบวนการทางธรรมชาติ

วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เพื่อศึกษาฤทธิ์ทางชีวภาพของสิ่งสกัดจากพันธุ์ไม้และวัชพืชของไทยบางชนิดเบื้องต้น
2. เพื่อเสาะหาสารเคมีที่มีฤทธิ์ทางชีวภาพจากพันธุ์ไม้และวัชพืชดังกล่าว เพื่อใช้เป็นสารเคมีเพื่อการเกษตร
3. เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ของสูตร โครงสร้างและฤทธิ์ทางชีวภาพของสารออกฤทธิ์ทางการเกษตร
4. เป็นการพัฒนาองค์ความรู้ใหม่ โดยการผนวกความรู้เคมีผลิตภัณฑ์ธรรมชาติและเคมีสังเคราะห์เพื่อนำไปสู่ความเข้าใจถึงโครงสร้างที่สำคัญของสารออกฤทธิ์ทางการเกษตร

2.2 การรวบรวมพันธุ์ไม้และการสกัดเพื่อทดสอบฤทธิ์ทางชีวภาพเบื้องต้น

ได้รวบรวมพันธุ์ไม้และวัชพืชที่มีประวัติที่น่าสนใจ 19 ชนิด ได้แก่ ประยงค์ *Aglaia odorata* Lour. ส่วนใบ, น้อยหน่า *Annona squamosa* Linn. ส่วนใบ, สะเดาไทย *Azadirachta indica* var *Siamensis* Valetton ส่วนลำต้น, ตรีโครีหอม *Cymbopogon nardus* Rendel. ทั้งต้น, เถาวัลย์เปรียง *Derris scandens* Benth. ส่วนลำต้น, กานพลู *Eugenia caryophyllus* Bullock & Harrison ส่วนดอก, สาบเสือ *Epatorium odoratum* Linn. ทั้งต้น, หญ้าหาง *Euphorbia hirta* Linn. ทั้งต้น, น้านมราชสีห์ *Euphorbia hypericifolia* Linn. ทั้งต้น, หญ้าคา *Imperata cylindrica* Beauv. ส่วนรากและลำต้น, กำแพงเจ็ดชั้น *Litosanthes biflora* Blume. ส่วนเนื้อไม้, จันทน์ชะมด *Mansonia gagei* Drumm. ส่วนเนื้อไม้, แก้ว *Murraya paniculata* Jack. ส่วนใบ, ทองพันชั่ง *Rhinacanthus communis* Nees ทั้งต้น, หญ้าค้อนกลอง *Sphaeranthus africanus* Linn. ทั้งต้น, โลดทะนงแดง *Trigonostemon reidioides* (Kurz) Craib ส่วนราก, ตะบูนขาว *Xylocarpus granatum* Koen. ส่วนใบและผล, ตะบูนดำ *Xylocarpus mulluccensis* Roem. ส่วนเนื้อไม้ และไพล *Zingiber cassumunar* Roxb. ส่วนเหง้า นำมาตากแห้ง แยกส่วนและบดละเอียด สกัดเบื้องต้นโดยการแช่เอทานอลที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลานาน 7 วัน ทำซ้ำๆ กัน 2-3 ครั้ง กรองและระเหยตัวทำละลายออก จะได้สิ่งสกัดเอทานอล นำสิ่งสกัดเอทานอลที่ได้มาทดสอบฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินไขผึ้งขนาดใหญ่

2.3 การทดสอบฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินไขผึ้งขนาดใหญ่เบื้องต้น

ดำเนินการทดสอบฤทธิ์ทางชีวภาพตามวิธีการที่ได้รายงานไว้ ผลการทดลองเบื้องต้นแสดงไว้ในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ผลการทดสอบฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝั่ขนาดใหญ่ของสิ่งสกัดเอทานอลจากพันธุ์ไม้และวัชพืชไทย

Family	Plant	Plant part	Antifeedant activity
Acanthaceae	<i>Rhinacanthus communis</i> Nees	Whole plant	++
Anonaceae	<i>Annona squamosa</i> Linn.	Leaves	++
Compositae	<i>Eupatorium odoratum</i> Linn.	Whole plant	++
	<i>Sphaeranthus africanus</i> Linn.	Whole plant	+++
Euphorbiaeae	<i>Euphorbia hirta</i> Linn.	Whole plant	++
	<i>Euphorbia hypericifolia</i> Linn.	Whole plant	++
	<i>Trigonostemon reidioides</i> (Kurz) Craib	Root	+++
Gramineae	<i>Cymbopogon nardus</i> Rendel	Whole plant	++
	<i>Imperata cylindrica</i> Beauv	Root	+
		Stem	+++
Leguminosae	<i>Derris scandens</i> Benth	Stem	-
Meliaceae	<i>Aglaia odorata</i> Lour	Leaves	++
	<i>Azadirachta indica</i>	Branch	+
		Stem	++
	<i>Xylocarpus granatum</i> Koen.	Leaves	++
		Fruits	+++
	<i>Xylocarpus mulluccensis</i> Roem.	Heartwoods	+++
Myrtaceae	<i>Eugenia caryophyllus</i>	Flower	+++
Rubiaceae	<i>Litodanthes biflora</i> Blume	Whole plant	-
Rutaceae	<i>Murraya paniculata</i> Jack	Leaves	+
Sterculiaceae	<i>Mansonia gagei</i> Drumm.	Heartwoods	-
Zingiberaceae	<i>Zingiber cassumunar</i> Roxb.	Rhizomes	+++

หมายเหตุ +++ high activity (71-100%) ++ medium activity (41-70%)
 + low activity (11-40%) - no activity (0-10%)

จากผลการทดสอบเบื้องต้น จึงมุ่งศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของผลตะบูนขาว เหง้าไพลและราก โคลงหนงแดง เพื่อเสาะหาสารด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝั่ขนาดใหญ่

ส่วนที่ 1 การเสาะหาสารด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝิ่งขนาดใหญ่จากผลตะบูนขาว

เก็บผลตะบูนขาว จากอำเภอคลองเตย จังหวัดสมุทรสงคราม ตากแห้งและบดละเอียด จำนวน 9 กิโลกรัม สกัดด้วยไดคลอโรมีเทนและเอทานอล ตามลำดับ นำสิ่งสกัดเอทานอลที่ได้มาสกัดต่อด้วยบิวทานอล จะได้สิ่งสกัดรวมทั้งสิ้นสี่ส่วน คือ สิ่งสกัดไดคลอโรมีเทน (I) สิ่งสกัดบิวทานอล (II) ชั้นของแข็ง (III) และสิ่งสกัดเอทานอลที่เหลือ (IV) นำสิ่งสกัดแต่ละส่วนไปทดสอบฤทธิ์ด้านการกินของหนอนฯ อีกครั้ง เพื่อตามฤทธิ์ทางชีวภาพ น้ำหนักของสิ่งสกัดในแต่ละส่วนและผลการทดสอบฤทธิ์ด้านการกินของหนอนฯ แสดงไว้ในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 น้ำหนักของของสิ่งสกัดที่ได้, เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับพืชเริ่มต้น และผลการทดสอบฤทธิ์ด้านการกิน

สิ่งสกัด	น้ำหนัก (กรัม), % yield เทียบกับพืชเริ่มต้น	Antifeedant activity
ไดคลอโรมีเทน (I)	158, 1.76%	+++
บิวทานอล (II)	85, 0.94%	++
ส่วนของแข็ง (III)	397, 4.41%	+
เอทานอลที่เหลือ (IV)	53, 0.60%	+

หมายเหตุ +++ high activity (71-100%) ++ medium activity (41-70%)
 + low activity (11-40%) - no activity (0-10%)

จากการทดสอบพบว่า สิ่งสกัดไดคลอโรมีเทนแสดงฤทธิ์ด้านการกินของหนอนผีเสื้อกินใบฝิ่งขนาดใหญ่ ที่น่าสนใจที่สุด จึงดำเนินการแยกและศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของสิ่งสกัดไดคลอโรมีเทนเพื่อเสาะหาสารที่แสดงฤทธิ์ทางชีวภาพดังกล่าว

จากการแยกสิ่งสกัดไดคลอโรมีเทน (I) ด้วยเทคนิคคอลัมน์โครมาโทกราฟี ทำให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกหรือทำคอลัมน์โครมาโทกราฟีซ้ำ หรือใช้เทคนิคโครมาโทกราฟีอื่นๆ เช่น โครมาโทกราฟี หรือ medium pressure liquid chromatography สามารถแยกสารได้ 7 ชนิด และได้ดำเนินการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารทั้งเจ็ดโดยอาศัยสมบัติทางกายภาพ และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี และการเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน พบว่าเป็นของผสมของเอสเทอร์ไฮโดรเจน (1), ของผสมแอลกอฮอล์ไฮโดรเจน (C_{25} , C_{27-30}) (2), ของผสมสเตียรอยด์ (β -sitosterol, stigmasterol และ campesterol) (3), ของผสมกรดคาร์บอกซิลิกไฮโดรเจน (C_{17-25} , C_{27}) (4), ของผสมสเตียรอยด์ไกลโคไซด์ (5), และลิโมนอยด์สองชนิด (6 และ 7) โดยมีรายละเอียดเกี่ยวกับการพิสูจน์สูตรโครงสร้างเพิ่มเติมดังนี้

สาร (6) แยกได้จากสิ่งสกัดไดคลอโรมีเทน โดยการชะคอลัมน์ด้วย 80% ไดคลอโรมีเทน-เฮกเซน เมื่อตกผลึกด้วยเมทานอลหลายครั้งจะได้ของแข็งสีขาวแวววาวจำนวน 50 มิลลิกรัม จุดหลอมเหลว 258-260 °C ข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีแสดงไว้ข้างล่างนี้

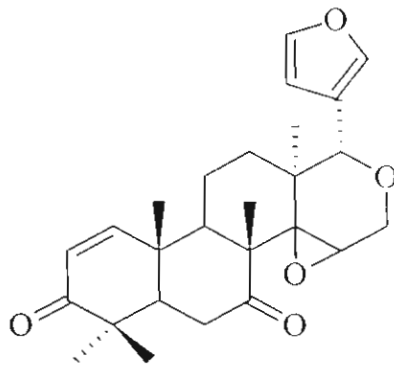
UV-Vis λ_{max} (CH_2Cl_2): 232 nm ($\log \epsilon = 4.61$)

IR (KBr) 3120-3020, 1740, 1710, 1670 และ 1290-1000 cm^{-1}

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ (ppm): 1.13 (3H, s, CH_3), 1.14 (3H, s, CH_3), 1.16 (3H, s, CH_3), 1.27 (3H, s, CH_3), 1.40 (3H, s, CH_3), 1.48 (1H, m, H-12), 1.84 (1H, m, H-11, H-12), 2.01 (1H, m, H-9), 2.20 (2H, m, H-5, H-11), 2.41 (1H, dd, $J = 13.7$ and 3.1 Hz, H-6), 2.93 (1H, dd, $J = 14.6$ and 4.8 Hz, H-6), 3.88 (1H, s, H-15), 5.47 (1H, s, H-17), 5.92 (1H, d, $J = 10.10$ Hz, H-2), 6.37 (1H, d, $J = 1.2$ Hz, H-22), 7.14 (1H, d, $J = 10.07$ Hz, H-1), 7.39 (1H, d, $J = 1.5$ Hz, H-21) และ 7.42 (1H, s, H-23)

$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3) δ (ppm): 17.1 (1C, C-11), 17.3 (1C, C-18), 19.8 (1C, C-25), 20.6 (1C, C-19), 20.8 (1C, C-26), 26.9 (1C, C-24), 32.1 (1C, C-12), 36.7 (1C, C-6), 37.7 (1C, C-13), 39.5 (1C, C-10), 45.6 (1C, C-4), 47.5 (1C, C-5), 53.3 (1C, C-8), 53.6 (1C, C-15), 54.6 (1C, C-9), 65.6 (1C, C-14), 77.9 (1C, C-17), 109.7 (1C, C-22), 120.1 (1C, C-20), 126.3 (1C, C-2), 140.9 (1C, C-23), 143.1 (1C, C-21), 155.9 (1C, C-1), 166.8 (1C, C-16), 203.2 (1C, C-3) และ 208.2 (1C, C-7)

จากสมบัติทางกายภาพ, ข้อมูลสเปกโทรสโกปีและการค้นคว้าจากเอกสารอ้างอิงพบว่า ลิโมนอยด์ (6) คือ 7-Oxo-7-deacetoxy gedunin^{2,3}



อย่างไรก็ดี จากการพิจารณาข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีอย่างละเอียดพบว่าการรายงานค่า chemical shift ของสาร (6) ในเอกสารอ้างอิง³ มีบางตำแหน่งไม่ถูกต้อง จึงได้เสนอค่า chemical shift ณ ตำแหน่งดังกล่าวใหม่ โดยอาศัยข้อมูลยืนยันจาก two dimension NMR spectrum (COSY, NOESY) ดังแสดงในตารางที่

ตารางที่ 3 ข้อมูล ^1H และ ^{13}C -NMR ของ 7-oxo-7-deacetoxy gedunin และ สาร 6³

Position	7-oxo-7-deacetoxy gedunin			6
	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C}	δ_{H} (<i>J</i> in Hz)
1	156.0	7.09	155.9	7.14, <i>d</i> , 1H (10.1)
2	126.3	5.88	126.3	5.92, <i>d</i> , 1H (10.1)
3	203.2	-	203.2	-
4	45.2	-	45.6	-
5	47.6	*	47.5	2.20, <i>m</i> , 1H
6	36.7	*	36.7	2.93, <i>dd</i> , 1H (14.6, 4.8)
				2.41, <i>dd</i> , 1H (13.7, 3.1)
7	202.3	-	208.2	-
8	53.4	-	53.3	-
9	53.7	*	54.5	2.18, <i>dd</i> , 1H (14.7, 3.4)
10	40.0	-	39.5	-
11	17.1	*	17.1	2.01, 1.80 (1H each, <i>m</i>)
12	32.1	*	32.1	1.85, 1.50 (1 H each, <i>m</i>)
13	37.7	-	37.7	-
14	65.7	-	65.6	-
15	54.5	3.85	53.6	3.88, <i>s</i>
16	166.9	-	166.8	-
17	78.0	5.44	77.9	5.47, <i>s</i>
20	120.3	-	120.1	-
21	143.1	7.37	143.1	7.39, <i>d</i> , 1H (1.5)
22	109.8	6.34	109.7	6.37, <i>d</i> , 1H (1.2)
23	141.0	7.37	140.9	7.42, <i>d</i> , 1H (1.5)
CH ₃	17.4	1.22	17.3	1.27 (C-18)
	20.7	1.14	20.6	1.16 (C-19)
	27.0	1.14	26.9	1.14 (C-24)
	19.7	1.35	19.8	1.40 (C-25)
	20.9	1.14	20.8	1.13 (C-26)

* not reported

สาร (7) แยกได้จากสิ่งสกัดไดคลอโรมีเทน โดยการชะคอลัมน์ด้วย 2% เมทานอลในไดคลอโรมีเทน เมื่อตกผลึกของแข็งที่ได้ด้วยเมทานอลหลายครั้ง จะได้ของแข็งรูปลูกบาศก์สีขาวแวววาวจำนวน 6.5 กรัม จุดหลอมเหลว 235-237 °C สมบัติทางกายภาพและข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีแสดงไว้ข้างล่างนี้

$$[\alpha]_D^{20} +10.74^\circ \text{ (c 7.35\%, CH}_2\text{Cl}_2\text{)}$$

$$\text{UV-Vis } \lambda_{\text{max}} \text{ (CH}_2\text{Cl}_2\text{): 232 nm (log } \epsilon = 3.21\text{)}$$

IR (KBr) 3570, 3120, 1735, 1500, 1300-1100 และ 880 cm^{-1}

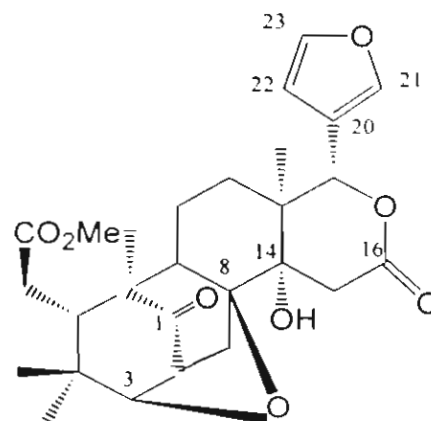
$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ (ppm): 0.66 (3H, s, H-18), 0.94 (3H, s, H-25), 0.99 (3H, s, H-19), 1.11 (3H, s, H-24), 1.46 (1H, m, H-11), 1.50 (1H, ddd, $J = 14.0, 1.5, 1.5$ Hz, H-12), 1.70 (1H, ddd, $J = 14.0, 14.0, 4.0$ Hz, H-12), 1.77 (1H, s, H-O), 1.97 (1H, dd, $J = 12.5, 5.0$ Hz, H-9), 2.04 (1H, d, $J = 12.0$ Hz, H-26), 2.10 (1H, m,

H-11), 2.14 (1H, dd, $J = 17.0, 2.0$ Hz, H-6), 2.24 (1H, dd, $J = 17.0, 11.0$ Hz, H-6), 2.52 (1H, dd, $J = 12.0, 7.0$ Hz, H-26), 2.54 (1H, d, $J = 18.0$ Hz, H-15), 2.96 (3H, dd, $J = 12.2, 6.0$ Hz, H-2), 3.05 (1H, dd, $J = 11.0, 2.0$ Hz, H-5), 3.13 (1H, d, $J = 17.7$ Hz, H-15), 3.70 (3H, s, H-31, H-27), 4.22 (1H, d, $J = 5.8$ Hz, H-3), 6.28 (1H, s, H-17), 6.48 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-22), 7.55 (1H, s, H-23) และ 7.45 (1H, dd, $J = 2.0, 2.0$ Hz, H-21)

$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3) δ (ppm): 16.0 (1C, C-25), 16.9 (1C, C-19), 17.8 (1C, C-11), 19.9 (1C, C-18), 27.9 (1C, C-24), 28.6 (1C, C-12), 32.5 (1C, C-6), 36.8 (1C, C-15), 37.1 (1C, C-13), 39.9 (1C, C-4), 42.4 (1C, C-26), 42.9 (1C, C-5), 48.9 (1C, C-2), 50.9 (1C, C-10), 51.8 (1C, C-27), 51.9 (1C, C-9), 74.1 (1C, C-14), 76.7 (1C, C-17), 85.4 (1C, C-8), 91.3 (1C, C-3), 109.9 (1C, C-22), 120.6 (1C, C-20), 140.7 (1C, C-23), 142.9 (1C, C-21), 170.7 (1C, C-16), 174.2 (1C, C-7) และ 215.2 (1C, C-1).

EIMS (M^+) m/z 486 (29.0) [M^+], 348 (100.0) [$M^+ - \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$], 330 (19.4) [$M^+ - \text{C}_4\text{H}_8\text{O}_4$] และ 121 (30.0) [$M^+ - \text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{O}$].

จากสมบัติทางกายภาพและข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีรวมทั้งการศึกษากาออกสารอ้างอิงเปรียบเทียบค่า chemical shift กับ 3 β -*n*-butyryloxy-1-oxomeliace 8(14)-enate¹ (ตารางที่ 4) ยืนยันได้ว่าสารดังกล่าวเป็นลิโมนอยด์ใหม่ ให้ชื่อว่า Xyloccensin K



7: Xyloccensin K