



ANALYSIS OF NMR RESULTS FOR THE ALKALOID SKIMMIANINE

Jalolov Iqboljon Jamolovich

Dolimova Umidaxon Arabjon qizi

Dolimov Xayotjon Xakimjon o'g'li

1.Fergana State University 2.Fergana Medical Institute Public Health

ABSTRACT

This work develops a research methodology based on modern NMR spectroscopy techniques for the complete structural characterization of Skimmianine, a furoquinoline alkaloid isolated from plants of the Rutaceae family. Experiments were conducted in a DMSO-d₆ + CCl₄ solvent mixture at a frequency of 600 MHz. The ¹H and ¹³C NMR chemical shifts (δ , ppm) of the compound, as well as long-range proton-carbon correlations from the HMBC (Heteronuclear Multiple Bond Correlation) spectrum, were analyzed in detail. The HMBC experiment unambiguously determined the connectivity of the furan ring (H-2, H-3) to the quinoline skeleton, the position of the ortho-substituted protons (H-5, H-6) on the benzene ring, and most importantly, the precise positions of the three methoxy groups (4-OCH₃, 7-OCH₃, 8-OCH₃). For example, the HMBC correlations demonstrated 4-OCH₃ (4.44 ppm) with C-4 (156.34 ppm), 7-OCH₃ (3.98 ppm) with C-7 (151.49 ppm), and 8-OCH₃ (3.96 ppm) with C-8 (141.51 ppm).

The presented methodology demonstrates the advantage of combining 1D NMR with 2D NMR (HSQC, HMBC) methods for elucidating the structure of complex natural compounds. This approach ensures the complete and reliable structural assignment of polymethoxylated furoquinoline alkaloids such as Skimmianine and also allows for the correction of previous misassignments found in the literature.

Keywords: Skimmianine, furoquinoline alkaloid, ¹H NMR, ¹³C NMR, HMBC, HSQC, structural analysis, methoxy group position determination, 2D NMR spectroscopy.



SKIMMIANIN ALKALOIDINING YaMR NATIJALARI TAHLILI.

ANNOTATSIYA. Ushbu ishda Rutaceae oilasiga mansub o‘simliklardan ajratib olinadigan furoxinololin alkaloidi — Skimmianin ning to‘liq strukturaviy karakterizatsiyasi uchun zamonaviy NMR spektroskopiya usullari asosida tadqiqot metodologiyasi ishlab chiqilgan. Tajribalar DMSO-d₆ + CCl₄ erituvchilar aralashmasida, 600 MGts chastotada o‘tkazilgan. Birikmaning ¹H va ¹³C NMR kimyoviy siljishlari (δ, ppm), shuningdek, HMBC (Heteronuclear Multiple Bond Correlation) spektridagi uzoq masofali proton-uglerod korrelyatsiyalari batafsil tahlil qilingan. HMBC tajribasi natijasida furan halqasining (H-2, H-3) xinolin skeletiga ulanish tartibi, benzol halqasidagi orto-orin almashgan protonlarning (H-5, H-6) joylashuvi va eng muhimi, uchta metoksiguruhning (4-OCH₃, 7-OCH₃, 8-OCH₃) aniq o‘rni bir ma’noda aniqlangan. Masalan, 4-OCH₃ (4.44 ppm) C-4 (156.34 ppm) bilan, 7-OCH₃ (3.98 ppm) C-7 (151.49 ppm) bilan va 8-OCH₃ (3.96 ppm) C-8 (141.51 ppm) bilan HMBC korrelyatsiyasi namoyish etgan.

Taqdim etilgan metodologiya 1D NMR bilan bir qatorda 2D NMR (HSQC, HMBC) usullarining murakkab tabiiy birikmalar strukturasi aniqlashdagi ustunligini ko‘rsatadi. Ushbu yondashuv Skimmianin kabi polimetoksillangan furoxinololin alkaloidlarining to‘liq va ishonchli strukturaviy tayinlanishini ta’minlaydi, shuningdek, ilgari adabiyotlarda uchraydigan noto‘g‘ri tayinlashlarni tuzatishga imkon yaratadi.

Kalit so‘zlar: Skimmianin, furoxinololin alkaloidi, ¹H NMR, ¹³C NMR, HMBC, HSQC, strukturaviy tahlil, metoksiguruhlarning o‘rnini aniqlash, 2D NMR spektroskopiyasi.

KIRISH. Skimmianin (4,7,8-trimetoksifuro[2,3-b]xinolin) — bu asosan Rutaceae (sadoqatdoshlar) oilasiga mansub o‘simliklardan ajratib olingan tabiiy furoxinololin alkaloidi. Ushbu birikma o‘zining xilma-xil biologik faolligi, jumladan, sitotoksik, antikanser va antioksidant xususiyatlari bilan ilmiy tadqiqotlarda katta



“KELAJAK TEKNOLOGIYALARI VA SUN’IY INTELLEKT”
nomli respublika ilmiy-amaliy masofaviy konferensiyasi
VOLUME-1, ISSUE-2, 2026

qiziqish uyg‘otadi. Dastlabki tadqiqotlarda uning strukturasi an’anaviy usullar (UV, IR, 1D NMR) yordamida aniqlangan bo‘lsa-da, ba’zi adabiyotlarda uglerod va vodorod atomlarining signallari noto‘g‘ri tayinlangan holatlar mavjud.

1990-yilda Jackson va boshqalar tomonidan olib borilgan ikki o‘lchovli (2D) NMR spektroskopiyasi (HETCOR va Long-range HETCOR, HMBC ning oldingi versiyasi) tadqiqotlari Skimmianin kabi murakkab alkaloidlarning to‘liq va aniq strukturaviy tayinlanishida inqilob qildi. Ushbu usullar yordamida proton va uglerod atomlari orasidagi qisqa va uzoq masofali (2-3 bog‘) korrelyatsiyalarni aniqlash orqali molekulaning to‘liq skeletini qayta qurish mumkin. Zamonaviy tadqiqotlarda esa, HMBC (Heteronuclear Multiple Bond Correlation) va HSQC (Heteronuclear Single Quantum Coherence) kabi 2D NMR texnikalari standart usulga aylangan. Bizning tadqiqotimizda aynan shu ilg‘or usullardan foydalanib, DMSO-d₆+CCl₄ erituvchilar aralashmasida va 600 MGts chastotada olingan ma’lumotlar asosida Skimmianin strukturasi batafsil tahlil qilamiz.

TADQIQOT METODI. Tadqiqot obyekti sifatida tozalangan Skimmianin birikmasi ishlatiladi. Birikma Rutaceae oilasiga mansub o‘simliklardan (masalan, *Toddalia asiatica* yoki *Araliopsis soyauxii*) standart fitokimyoviy usullar — ekstraksiya (maseratsiya), turli xil xromatografik usullar (ustun xromatografiyasi, radial xromatografiyasi) yordamida ajratib olinadi va tozalanadi. Tayyorligi TLC (yupqa qatlamli xromatografiya) orqali tekshiriladi. So‘ngra, namunaning 10-20 mg miqdori DMSO-d₆ (deyterlangan dimetil sulfoksid) va CCl₄ (uglerod tetraklorid) aralashmasida (ma’lum nisbatda) eritiladi va 5 mm li NMR kyuvetasiga quyiladi.

Barcha NMR tajribalari 600 MGts ish chastotasiga ega zamonaviy spektrometrdagi (masalan, Agilent VNMRS 600) xona haroratida o‘tkaziladi. Kimyoviy siljishlar (δ , ppm) tetrametilsilan (TMS) yoki erituvchining qoldiq signaliga nisbatan o‘lchanadi. Quyidagi tajribalar o‘tkaziladi:



“KELAJAK TEKNOLOGIYALARI VA SUN’IY INTELLEKT”
nomli respublika ilmiy-amaliy masofaviy konferensiyasi
VOLUME-1, ISSUE-2, 2026

^1H NMR: Protonlarning kimyoviy siljishlarini, ularning multiplitetligini (dublet, singlet va h.k.) va o‘zaro ta’sir qilish doimiylarini (J, Gts) aniqlash uchun.

^{13}C NMR va DEPT-135: Uglerod atomlari sonini va ularning turini (CH_3 , CH_2 , CH va kvaterner C) aniqlash.

HSQC (^1H - ^{13}C Heteronuclear Single Quantum Coherence): Bir xil uglerod atomiga bog‘langan proton va uglerod juftligini to‘g‘ridan-to‘g‘ri (^1JCH) bog‘lanish orqali aniqlash. Bu tajriba vodorod va unga bevosita bog‘liq bo‘lgan uglerod signalini moslashtirish imkonini beradi.

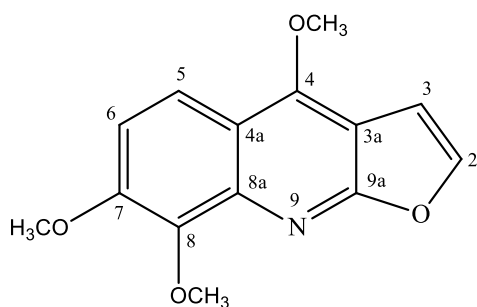
HMBC (^1H - ^{13}C Heteronuclear Multiple Bond Correlation): Proton va undan 2-3 bog‘ uzoqlikda joylashgan uglerod atomlari orasidagi korrelyatsiyani aniqlash. Bu molekuladagi atomlarning bog‘lanish ketma-ketligini va qo‘shnilik munosabatlarini, ayniqsa, bir-biriga bevosita bog‘lanmagan kvaterner uglerodlar va protonlar orasidagi aloqani o‘rnatishda muhim rol o‘ynaydi.

Skimmianin birikmasining ^1H va ^{13}C YaMR kimyoviy siljishi (DMSO- d_6 + CCl_4 , d, ppm, 600 MGts) va HMBC tajriba ma’lumotlari

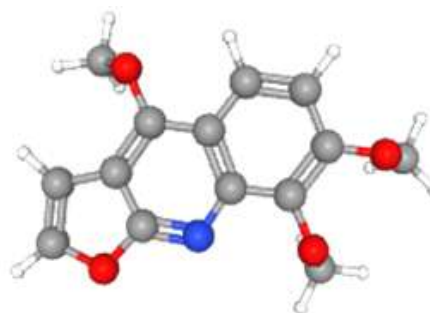
Atom C	δ_C	δ_H (J/Gts)	HMBC (H→C)
2	142.85	7.76, d (2.8)	3, 3a, 9a
3	104.71	7.27, d (2.8)	3a, 2, 9a
3a	101.47		
4	156.34		
4a	114.20		
5	117.44	7.92, d (9.3)	4, 7, 8a
6	111.99	7.23, d (9.3)	4a, 7, 8
7	151.49		
8	141.51		

8a	140.77		
9a	163.50		
4-OCH ₃	58.76	4.44, c	4
7-OCH ₃	56.21	3.98, c	7
8-OCH ₃	60.38	3.96, c	8

NATIJARLAR TAXLILI. Skimmianin – furo[2,3-b]xinolina skeletiga ega bo‘lgan tabiiy alkaloid bo‘lib, asosan *Skimmia*, *Dictamnus*, *Zanthoxylum* kabi o‘simliklar tarkibida uchraydi. Ushbu birikmaning tuzilishini aniqlashda zamonaviy NMR spektroskopiyasi, xususan ¹H NMR, ¹³C NMR va HMBC usullari keng qo‘llaniladi. Quyida DMSO-d₆ + CCl₄ erituvchilar aralashmasida, 600 MHz chastotada olingan spektral ma’lumotlar asosida batafsil tahlil keltirilgan.



Chemical Formula: C₁₄H₁₃NO₄



Skimmianin yoki sistematik nomi 4,7,8-trimetoksifuro[2,3-b]xinolin

¹³C NMR kimyoviy siljishlarining tahlili: C2: 142.85 ppm – Furan halqasining kislorodga tutash uglerodi (O–CH=), elektron tortuvchi ta’sir tufayli past maydonda, C3: 104.71 ppm – Furan halqasidagi =CH– guruhi, C2 va C3a orasida, nisbatan yuqori maydonda, C3a: 101.47 ppm – Furan va xinolin tutashgan kvaterner uglerod; juda yuqori maydon aromatik halqalar orasidagi bog‘lanish xarakteristikasi, C4: 156.34 ppm – Xinolinning 4-pozitsiyasi, OCH₃ birikkan uglerod; kislorod ta’sirida kuchli past maydon, C4a: 114.20 ppm – Xinolinning C4 va C5 orasidagi kvaterner aromatik uglerod, C5: 117.44 ppm – Aromatik CH (H5 bilan bog‘langan, J=9.3 Hz), C6: 111.99



“KELAJAK TEKNOLOGIYALARI VA SUN’IY INTELLEKT”
nomli respublika ilmiy-amaliy masofaviy konferensiyasi
VOLUME-1, ISSUE-2, 2026

ppm – Aromatik CH (H6 bilan bog‘langan, $J=9.3$ Hz), C7: 151.49 ppm – Aromatik C7 – OCH₃ birikkan, kuchli past maydon, C8: 141.51 ppm – C8 – OCH₃ birikkan, past maydon, C8a: 140.77 ppm – Xinolinning C8 va azot orasidagi kvaterner uglerod, C9a: 163.50 ppm – Furan va xinolin tutashgan ikkinchi kvaterner uglerod; kislorod va azot ta’sirida eng past maydon, 4-OCH₃: 58.76 ppm – Metoksi, kislorodga tutash, normal diapazon, 7-OCH₃: 56.21 ppm – Metoksi, 8-OCH₃: 60.38 ppm – Metoksi; 8-pozitsiyadagi sterik to‘siq tufayli biroz pastroq maydonga siljigan, C3a (101.47) va C9a (163.50) orasidagi katta farq furan halqasining yo‘nalishini (furo[2,3-b]xinolina ekanligini) tasdiqlaydi. Uchta metoksi guruhining δC farqlari ularning turli aromatik muhitda joylashganini ko‘rsatadi. ¹H NMR kimyoviy siljishlari va spin-spin konstantalarining tahlili. H2: 7.76 ppm, dublet, $J=2.8$ Hz – Furan halqasidagi H2; H3 bilan meta-bog‘lanish (furanga xos kichik konstanta), H3: 7.27 ppm, dublet, $J=2.8$ Hz – Furan halqasidagi H3; H2 bilan bir xil J – ular bir-biriga juftlashgan, H5: 7.92 ppm, dublet, $J=9.3$ Hz – Xinolinning A halqasidagi H5; H6 bilan orto bog‘lanish (tipik aromatik orto J), H6: 7.23 ppm, dublet, $J=9.3$ Hz – Xinolinning H6; H5 bilan orto bog‘lanish; 7-OCH₃ elektron beruvchi ta’sir tufayli nisbatan yuqori maydonda, 4-OCH₃: 4.44 ppm, singlet – 4-pozitsiyadagi metoksi; qo‘shni proton yo‘q, 7-OCH₃: 3.98 ppm, singlet – 7-OCH₃, aromatik metoksi, 8-OCH₃: 3.96 ppm, singlet – 8-OCH₃, aromatik metoksi, H5 va H6 o‘rtasidagi $J = 9.3$ Hz – orto bog‘lanishning aniq belgisi, H2 va H3 o‘rtasidagi $J = 2.8$ Hz – furan halqasiga xos bo‘lib, aromatik halqadagi katta konstantalardan farq qiladi. Bu furan-xinolina tuzilmasini qo‘llab-quvvatlaydi. Eng past maydonda H5 (7.92 ppm) – C4 metoksi va C7 metoksi ta’sirida. Eng yuqori maydonda H6 (7.23 ppm) – C7 va C8 metoksilari orasida ekranlangan.

HMBC (¹H–¹³C Heteronuclear Multiple Bond Correlation) tahlili. HMBC 2–3 bog‘ orqali proton va uglerod o‘rtasidagi korrelyatsiyalarni ko‘rsatadi. Quyida har bir proton uchun kuzatilgan muhim korrelyatsiyalar keltirilgan. H2 (7.76 ppm, d, $J=2.8$ Hz)



“KELAJAK TEKNOLOGIYALARI VA SUN’IY INTELLEKT”
nomli respublika ilmiy-amaliy masofaviy konferensiyasi
VOLUME-1, ISSUE-2, 2026

bilan HMBC korrelyatsiyalari, C3 (104.71 ppm) – ^3J bog‘lanish (H2–C2–C3 orqali), C3a (101.47 ppm) – ^3J bog‘lanish (H2–C2–C3a orqali) – furan halqasini xinolinga biriktiradi. C9a (163.50 ppm) – ^2J yoki ^3J bog‘lanish – eng muhim korrelyatsiya: H2 ning C9a bilan korrelyatsiyasi furan halqasining 2-pozitsiyasini xinolinning 9a uglerodi bilan bog‘laydi, bu tuzilmaning asosiy dalili hisoblanadi. H3 (7.27 ppm, d, $\text{J}=2.8$ Hz) bilan HMBC korrelyatsiyalari. C2 (142.85 ppm) – ^3J bog‘lanish (H3–C3–C2 orqali), C3a (101.47 ppm) – ^2J bog‘lanish, C9a (163.50 ppm) – ^3J bog‘lanish (H3–C3–C3a–C9a orqali) H5 (7.92 ppm, d, $\text{J}=9.3$ Hz) bilan HMBC korrelyatsiyalari. C4 (156.34 ppm) – ^3J bog‘lanish (H5–C5–C4a–C4 orqali) – 4-metoksi bog‘lanish joyini tasdiqlaydi, C8a (140.77 ppm) – ^3J bog‘lanish (H5–C5–C4a–C8a orqali), C4a (114.20 ppm) – ^3J bog‘lanish. H6 (7.23 ppm, d, $\text{J}=9.3$ Hz) bilan HMBC korrelyatsiyalari. C4a (114.20 ppm) – ^3J bog‘lanish (H6–C6–C5–C4a orqali), C7 (151.49 ppm) – ^3J bog‘lanish (H6–C6–C7 orqali) – juda muhim: 7-OCH₃ ning C7 ga birikkanligini isbotlaydi, C8 (141.51 ppm) – ^3J bog‘lanish (H6–C6–C7–C8 orqali) – 8-OCH₃ ning C8 ga birikkanligini tasdiqlaydi. Metoksi guruhlarining HMBC korrelyatsiyalari. 4-OCH₃ (4.44 ppm, singlet) – C4 (156.34 ppm) ga ^2J bog‘lanish orqali korrelyatsiya beradi (o‘z uglerodiga), 7-OCH₃ (3.98 ppm, singlet) – C7 (151.49 ppm) ga ^2J bog‘lanish orqali korrelyatsiya beradi, 8-OCH₃ (3.96 ppm, singlet) – C8 (141.51 ppm) ga ^2J bog‘lanish orqali korrelyatsiya beradi

H2 (7.76 ppm) → C3a (101.47) va C9a (163.50) bilan korrelyatsiya beradi. Bu furan halqasining xinolinga 2,3-b usulida anellanganligini isbotlaydi. H3 (7.27 ppm) → C2 (142.85) va C3a (101.47) bilan korrelyatsiya beradi. Bu furan halqasini to‘ldiradi. H5 (7.92 ppm) → C4 (156.34) va C8a (140.77) bilan korrelyatsiya beradi. Bu 4-OCH₃ ning joyini va A halqasining pozitsiyalarini belgilaydi. H6 (7.23 ppm) → C7 (151.49) va C8 (141.51) bilan korrelyatsiya beradi. Bu 7 va 8-OCH₃ larning aniq joylashuvini belgilaydi. 4-OCH₃ (4.44 ppm) → C4 (156.34) ga korrelyatsiya beradi – metoksi



“KELAJAK TEKNOLOGIYALARI VA SUN’IY INTELLEKT”
nomli respublika ilmiy-amaliy masofaviy konferensiyasi
VOLUME-1, ISSUE-2, 2026

bog‘lanishini tasdiqlaydi. 7-OCH₃ (3.98 ppm) → C7 (151.49) ga korrelyatsiya beradi – metoksi bog‘lanishini tasdiqlaydi. 8-OCH₃ (3.96 ppm) → C8 (141.51) ga korrelyatsiya beradi – metoksi bog‘lanishini tasdiqlaydi.

XULOSA

Ushbu ¹H NMR, ¹³C NMR va HMBC spektral tahlil asosida quyidagi xulosalar chiqariladi: Skimmianin – furo[2,3-b]xinolina skeletiga ega birikma ekanligi tasdiqlandi. Furan halqasining 2 va 3 pozitsiyalaridagi protonlar o‘zaro J = 2.8 Hz orqali bog‘langan, bu furan halqasiga xos kichik konstanta hisoblanadi. Xinolinning A halqasi 5,6,7,8 pozitsiyalarida almashtirilgan: 5 va 6 pozitsiyalarida protonlar mavjud (J = 9.3 Hz – orto bog‘lanish), 7 va 8 pozitsiyalarida metoksi guruhlari birikkan. 4-pozitsiyada metoksi guruhi (δC 156.34, δH 4.44) joylashgan. Uning HMBC korrelyatsiyasi C4 bilan birikkanligini ko‘rsatadi. 7-OCH₃ (δC 56.21, δH 3.98) va 8-OCH₃ (δC 60.38, δH 3.96) larning δC farqi hamda ularning H6 protoni bilan HMBC korrelyatsiyalari ularning o‘rnini aniq belgilaydi. C9a ning juda past maydonda (163.50 ppm) bo‘lishi – bu uglerodning furan va xinolinning birlashmasida, azot va kislorod ta’sirida ekanligini ko‘rsatadi. HMBC tahlili birikmaning furo[2,3-b]xinolina tuzilmasini boshqa mumkin bo‘lgan izomerlardan (masalan, furo[2,3-c]xinolina yoki furo[3,2-c]xinolina) farqlashda hal qiluvchi ahamiyatga ega. Ayniqsa H2 ning C9a va C3a bilan, H5 ning C4 va C8a bilan, H6 ning C7 va C8 bilan korrelyatsiyasi bir qiymatli tasdiqlaydi.

Adabiyotlar ro‘yxati

1. Ninh The Son. Skimmianine: Natural Occurrence, Biosynthesis, Synthesis, Pharmacology and Pharmacokinetics // Medicinal Chemistry. – 2023. – Vol. 19, No. 6. – P. 556-569.
2. Mora S., Castro V., Poveda L., Chavarría M., Murillo R. Chemical constituents from *Zanthoxylum setulosum* (Rutaceae) // Boletín Latinoamericano y del



“KELAJAK TEKNOLOGIYALARI VA SUN’IY INTELLEKT”
nomli respublika ilmiy-amaliy masofaviy konferensiyasi
VOLUME-1, ISSUE-2, 2026

- Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas. – 2011. – Vol. 10, No. 2. – P. 155-158.
3. Parhoodeh P., Rahmani M., Hashim N.M., Sukari M.A., Ee G.C.L. Alkaloid Constituents of *Haplophyllum laeviusculum* (Rutaceae) // Sains Malaysiana. – 2012. – Vol. 41, No. 1. – P. 47-52.
 4. Mashimbye M.J., Maumela M.C., Raphulu M.C. The X-Ray structure and the ¹³C NMR data of chelerythrine acetate from *Zanthoxylum davyi* // Nigerian Journal of Natural Products and Medicine. – 2000. – Vol. 4. – P. 57-61.
 5. Corrêa D.B., et al. Structural confirmation of dihydrocinnamic acids from *Adiscanthus fusciflorus* by ¹³C NMR // Phytochemistry. – 1980. – Vol. 19. – P. 659-662.
 6. Adamska-Szewczyk A., Glowniak K., Baj T. Furochinoline alkaloids in plants from Rutaceae family – a review // Current Issues in Pharmacy and Medical Sciences. – 2016. – Vol. 29, No. 1. – P. 33-38.
 7. Matsuo M., Yamazaki M., Kasida Y. Biosynthesis of skimmianine // Biochemical and Biophysical Research Communications. – 1966. – Vol. 23, No. 5. – P. 679-682.
 8. Murugan N., Srinivasan R., Murugan A., Kim M., Natarajan D. *Glycosmis pentaphylla* (Rutaceae): A natural candidate for the isolation of potential bioactive arborine and skimmianine compounds for controlling multidrug-resistant *Staphylococcus aureus* // Frontiers in Public Health. – 2020. – Vol. 8. – P. 176.
 9. BioCrick. Skimmianin: CAS 83-95-4 – High Purity for Research Use. – URL: <https://biocrick.com> (murojaat sanasi: 21.05.2026).
 10. YM-SW. Skimmianine – Product Specification. – URL: <http://www.ym-sw.com> (murojaat sanasi: 21.05.2026).