



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ

CENTRO DE CIÊNCIAS

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÂNICA E INORGÂNICA

CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA ORGÂNICA

CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO QUÍMICO DE

PLANTAS DO NORDESTE DO BRASIL:

Cordia trichotoma Vell. e *Cordia globosa* Jack. (Kunth.)

JANE EIRE SILVA ALENCAR DE MENEZES

FORTALEZA - CEARÁ

2005

CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO QUÍMICO DE

PLANTAS DO NORDESTE DO BRASIL:

Cordia trichotoma Vell. e *Cordia globosa* Jack. (Kunth.)

JANE EIRE SILVA ALENCAR DE MENEZES

Tese submetida à Coordenação do Curso de Pós-Graduação em
Química Orgânica como requisito parcial para a obtenção do grau de Doutor.

Trabalho realizado sob a orientação da Professora Otilia Deusdênia
Loiola Pessoa do Departamento de Química Orgânica e Inorgânica
do Centro de Ciências da Universidade Federal do Ceará.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ

CENTRO DE CIÊNCIAS

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÂNICA E INORGÂNICA

FORTALEZA - CEARÁ

2005

Esta Tese foi aprovada como parte dos requisitos necessários à obtenção do Grau de Doutor em Química Orgânica, outorgado pela Universidade Federal do Ceará, em cuja Biblioteca de Ciências e Tecnologia/UFC encontra-se à disposição dos interessados.

Jane Eire Silva Alencar de Menezes

0

TESE APROVADA EM: 08/04/2005

EXAMINADORES:

Profa. Dra. Otília Deudênia Loiola P. Cavalcante
Universidade Federal do Ceará - UFC

Prof. Dr. Francisco José Queiroz Monte
Universidade Federal do Ceará - UFC

Profa. Dra. Maria Goretti de Vasconcelos Silva
Universidade Federal do Ceará - UFC

Prof. Dr. Dirceu Martins
Universidade Federal da Bahia -UFBA

Prof. Dr. José Arimatéia Dantas Lopes
Universidade Federal do Piauí-UFPI

AGRADECIMENTOS

À professora Otilia Deusdênia Loiola Pessoa pela amizade, compreensão, dedicação e principalmente orientação na elaboração deste trabalho.

Aos professores que enriqueceram através de seus conhecimentos este trabalho: Edilberto Rocha Silveira, Telma Leda Gomes de Lemos (Universidade Federal do Ceará) e Raimundo Braz-Filho (Universidade Estadual do Norte Fluminense).

Aos botânicos Edson Paula Nunes e Antônio Sérgio Nogueira de Castro pela identificação das plantas.

A curadora do Herbário Prisco Bezerra, Francisca Simões Cavalcanti, pelo auxílio na coleta das plantas.

As professoras Gilvandete Maria P. Santiago do Departamento de Farmácia e Letícia V. Costa Lotufo do Departamento de Fisiologia e Farmacologia da Universidade Federal do Ceará pela realização dos testes biológicos.

Ao professor Ronaldo F. Nascimento do Departamento de Química Analítica e Físico-Química da Universidade Federal do Ceará pela realização dos experimentos CG-DIC.

A todos os professores do Curso de Pós-Graduação em Química Orgânica, pelos ensinamentos e amizade, os quais foram imprescindíveis para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos funcionários da Pós-Graduação pelo apoio e amizade.

A aluna de Iniciação Científica Francisca Elane Alves Machado pela valiosa colaboração no trabalho de isolamento de alguns dos metabólitos nesta Tese relatados.

Aos amigos que fiz durante a realização deste trabalho, que de uma forma ou outra fazem parte desta minha vitória: Cléia, Hélcio, Mundinha, Lana, Furtado, Renata, Lobinha, Rose Jane, Davina, Leo e Andreza.

À CAPES, CNPq, FUNCAP, FINEP e PADCT, pelo suporte financeiro e bolsa concedida.

ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS	xiii
LISTA DE TABELAS	xx
LISTA DE FLUXOGRAMAS	xxv
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	xxvi
RESUMO	xxviii
ABSTRACT	xxx
INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 1 - CONSIDERAÇÕES BOTÂNICAS	5
1.1. Taxonomia da família Boraginaceae.....	6
1.2. Taxonomia do gênero <i>Cordia</i>	7
1.3. Considerações botânicas sobre a espécie <i>Cordia trichotoma</i> Vell.....	8
1.4. Considerações botânicas sobre a espécie <i>Cordia globosa</i> (Jack.) Kunth.....	11
CAPÍTULO 2 - LEVANTAMENTO BIBLIOGRÁFICO DE SESQUITERPENOS NATURAIS DE ESQUELETO EUDESMANO E OPOSITANO	13
2.1. Introdução.....	14
2.2. Sesquiterpenos de esqueleto eudesmano e opositano.....	15
CAPÍTULO 3 – IDENTIFICAÇÃO DOS ÓLEOS ESSENCIAIS	71
3.1. Análise dos óleos essenciais.....	72
3.1.1. CG-EM.....	72
3.1.2. CG-DIC.....	72
3.1.3. Extração dos óleos essenciais.....	72
3.1.4. Identificação dos constituintes.....	73
3.2. Estudo dos componentes químicos voláteis de <i>C. trichotoma</i> Vell.	73
3.3. Identificação dos componentes químicos voláteis de <i>C. globosa</i> (Jack..) Kunth.	78

3.4. Atividade antimicrobiana do óleo essencial das folhas de <i>C. globosa</i> no período de floração frente aos microorganismos: <i>Staphylococcus aureus</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Pseudomonas aeruginosas</i> , <i>Salmonellaa cholerae-suis</i> e a levedura <i>Candida albicans</i>	80
3.5. Atividade larvicida do óleo essencial das folhas de <i>C. globosa</i> frente às larvas do mosquito transmissor da dengue (<i>Aedes aegypti</i>).....	81
CAPÍTULO 4 - DETERMINAÇÃO ESTRUTURAL	99
4.1. Determinação estrutural dos constituintes não voláteis de <i>C. trichotoma</i>	100
4.1.1. Determinação estrutural de FJ-1 (238).....	100
4.1.2. Determinação estrutural de FJ-2 (239).....	106
4.1.3. Determinação estrutural de FJ-3 (240).....	112
4.1.4. Determinação estrutural de FJ-4 (241).....	118
4.1.5. Determinação estrutural de FJ-5 (242).....	125
4.1.6. Determinação estrutural de FJ-6 (243).....	134
4.1.7. Determinação estrutural de FJ-7 (244).....	142
4.1.8. Determinação estrutural de FJ-8 (245).....	150
4.1.9. Determinação estrutural de FJ-9 (246).....	158
4.1.10. Determinação estrutural de FJ-10 (247).....	165
4.1.11. Determinação estrutural de FJ-11 (248)	171
4.1.12. Determinação estrutural de FJ-12 (249)	178
4.1.13. Determinação estrutural de FJ-13 (250)	182
4.1.14. Determinação estrutural de FJ-14 (251)	186
4.1.15. Determinação estrutural de FJ-15 (252)	194
4.1.16. Determinação estrutural de FJ-16 (253)	198
4.1.17. Determinação estrutural de FJ-17 (254)	203
4.2. Determinação estrutural dos constituintes não voláteis de <i>C. globosa</i>	207
4.2.1. Determinação estrutural de MD-1 (249)	207

4.2.2. Determinação estrutural de MD-2 (255)	208
4.2.3. Determinação estrutural de MD-3 (238)	217
4.2.4. Determinação estrutural de MD-4 (256)	218
4.2.5. Determinação estrutural de MD-5 (257A e 257B)	229
4.2.6. Determinação estrutural de MD-6 (239)	238
4.2.7. Determinação estrutural de MD-7 (252)	238
4.2.8. Determinação estrutural de MD-8 (258)	239
CAPÍTULO 5 - PARTE EXPERIMENTAL	243
5.1. Material vegetal	244
5.2. Métodos cromatográficos	244
5.2.1. Cromatografia líquida em coluna (CC)	244
5.2.2. Cromatografia de camada delgada (CCD)	245
5.3. Métodos físicos.	245
5.3.1. Espectrometria na região do infravermelho (IV).....	245
5.3.2. Espectroscopia de massa (EM).....	245
5.3.3. Espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN).....	246
5.3.4. Determinação do ponto de fusão (p.f.).....	247
5.3.5. Rotação ótica.....	247
5.4. Estudo dos componentes voláteis dos óleos de <i>C. trichotoma</i> e <i>C. globosa</i>	247
5.4.1. Obtenção dos óleos essenciais do alburno e cerne de <i>C. trichotoma</i>	247
5.4.2. Obtenção dos óleos essenciais das folhas de <i>C. globosa</i>	248
5.5. Estudo dos componentes não voláteis de <i>C. trichotoma</i>	251
5.5.1. Isolamento dos metabólitos secundários do alburno e cerne de <i>C. trichotoma</i>	251
5.5.1.1. Obtenção dos extratos etanólico do cerne (FJEc) e alburno (FJEa).....	251

5.5.1.2. Fracionamento cromatográfico do extrato etanólico do cerne (FJEc).....	251
5.5.1.3. Tratamento cromatográfico da fração clorofórmica (FJEcC) e isolamento de FJ-1, FJ-2, FJ-3, FJ-4, FJ-5, FJ-6 e FJ-7.....	252
5.5.1.4. Tratamento cromatográfico da fração FJEcC/Ac e isolamento de FJ-8 e FJ-9.....	256
5.5.1.5. Tratamento cromatográfico da fração FJEcAc e isolamento de FJ-10.....	258
5.5.2. Fracionamento cromatográfico do extrato FJEa.....	259
5.5.2.1. Tratamento cromatográfico da fração FJEaH e isolamento de FJ-11 e FJ-12.....	259
5.5.2.2. Tratamento cromatográfico da fração FJEaC e isolamento de FJ-12, FJ-2, FJ-3 e FJ-4.....	261
5.5.3. Obtenção do extrato etanólico das flores (FJEf)	264
5.5.3.1. Fracionamento cromatográfico do extrato FJEf.....	264
5.5.3.2. Fracionamento cromatográfico da fração FJEfH e isolamento de FJ-12.....	265
5.5.3.3. Fracionamento cromatográfico da fração FJEfAc e isolamento de FJ-13, FJ-14 e FJ-15.....	266
5.5.3.4. Tratamento da fração FJEfAcet e isolamento de FJ-16.....	267
5.5.3.5. Tratamento da fração FJEfM e isolamento de FJ-17.....	267
5.6. Estudo dos constituintes não voláteis de <i>Cordia globosa</i>	270
5.6.1. Isolamento dos metabólitos secundários de <i>C. globosa</i>	270
5.6.1.1. Obtenção dos extratos hexânico (MDHr) e etanólico (MDEr) das raízes de <i>C. globosa</i>	270
5.6.1.2. Fracionamento cromatográfico do extrato hexânico (MDHr).....	270
5.6.1.3. Fracionamento cromatográfico da fração MDHrDc e isolamento de MD-1.....	271
5.6.1.4. Fracionamento cromatográfico da fração MDHrC e isolamento de MD-2	272
5.6.1.5. Fracionamento cromatográfico do extrato MDEr.....	273
5.6.1.6. Fracionamento cromatográfico da fração MDErDc e isolamento de MD-3, MD-4 e MD-5.....	273

5.6.1.7. Tratamento da fração MDErC e isolamento de MD-6.....	275
5.6.1.8. Tratamento da fração MDErAc e isolamento de MD-7.....	276
5.6.1.9. Tratamento da fração MDErM e isolamento de MD-8.....	276
5.7. Ensaio biológicos.....	278
5.7.1. Citotoxicidade frente às larvas do mosquito <i>Aedes aegypti</i> , no terceiro estágio.....	278
5.7.2. Avaliação da atividade antimicrobiana.....	278
5.7.3. Medida de inibição da atividade de acetilcolinesterase (AChE)	279
5.7.4. Avaliação da atividade citotóxica frente a tipos diferentes de células de câncer.....	279
CAPÍTULO 6 - CONCLUSÃO.....	281
CAPÍTULO 7 - CONSTANTES FÍSICAS E DADOS ESPECTROMÉTRICOS DAS SUBSTÂNCIAS ISOLADAS.....	285
7.1. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-1 / MD-3 (238).....	286
7.2. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-2 / MD-6 (239).....	287
7.3. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-3 (240).....	288
7.4. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-4 (241).....	289
7.5. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-5 (242)	290
7.6. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-6 (243).....	291
7.7. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-7 (244).....	292
7.8. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-8 (245).....	293
7.9. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-9 (246).....	294
7.10. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-10 (247).....	295
7.11. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-11 (248)	296
7.12. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-12 / MD-1 (249)	297
7.13. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-13 (250)	298
7.14. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-14 (251)	299
7.15. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-15 / MD-7 (252)	290

7.16. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-16 (253)	301
7.17. Constantes físicas e dados espectrométricos de FJ-17 (254)	302
7.18. Constantes físicas e dados espectrométricos de MD-2 (255)	303
7.19. Constantes físicas e dados espectrométricos de MD-4 (256)	304
7.20. Constantes físicas e dados espectrométricos de MD-5 (257A e 257B)	305
7.21. Constantes físicas e dados espectrométricos de MD-8 (258)	306
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	307
ANEXOS	323

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fotografias de <i>Cordia trichotoma</i> Vell., em seu habitat natural, destacando flores e frutos.....	10
Figura 2 - Fotografias de <i>Cordia globosa</i> Jack. (Kunth.), com destaque para ramos e frutos.....	12
Figura 3 - Biossíntese de sesquiterpenos.....	15
Figura 4 - Cromatograma do óleo essencial do alburno de <i>C. trichotoma</i> (Serra de Maranguape).....	76
Figura 5 - Cromatograma do óleo essencial do cerne de <i>C. trichotoma</i> (Serra de Maranguape).....	76
Figura 6 - Cromatograma do óleo essencial do cerne de <i>C. trichotoma</i> (Acarape).....	77
Figura 7 - Cromatograma do óleo essencial do alburno de <i>C. trichotoma</i> (Acarape).....	77
Figura 8 - Cromatograma do óleo essencial das folhas no estágio de floração de <i>C. globosa</i>	83
Figura 9 - Cromatograma do óleo essencial das folhas no estágio de frutificação de <i>C. globosa</i>	83
Figura 10 - Espectro de massa do α -pineno (193).....	84
Figura 11 - Espectro de massa do sabineno (194).	84
Figura 12 - Espectro de massa do β -pineno (195).	84
Figura 13 - Espectro de massa do mirceno (196).	85
Figura 14 - Espectro de massa do limoneno (197).....	85
Figura 15 - Espectro de massa do β - <i>E</i> -ocimeno (198).....	85
Figura 16 - Espectro de massa do γ -terpineno (199).....	86
Figura 17 - Espectro de massa do linalol (200).....	86
Figura 18 - Espectro de massa do terpinen-4-ol (201).....	86
Figura 19 - Espectro de massa do α -terpineol (202).....	87
Figura 20 - Espectro de massa do δ -elemeno (203).....	87
Figura 21 - Espectro de α -cubeneno (204).....	87
Figura 22 - Espectro de massa do β -bourboneno (205).....	88

Figura 23 - Espectro de massa do β -elemeno (206).....	88
Figura 24 - Espectro de massa do β -cariofileno (207).....	88
Figura 25 - Espectro de massa do aromadendreno (208).....	89
Figura 26 - Espectro de massa do α -humulene (209).....	89
Figura 27 - Espectro de massa do <i>allo</i> -aromadendreno (210).....	89
Figura 28 - Espectro de massa do γ -amorfeno (211).....	90
Figura 29 - Espectro de massa do 9- <i>epi-E</i> -cariofileno (212).....	90
Figura 30 - Espectro de massa do γ -muuroleno (213).....	90
Figura 31 - Espectro de massa do germacreno D (214).....	91
Figura 32 - Espectro de massa do β -selineno (215).....	91
Figura 33 - Espectro de massa do biciclogermacreno (216).....	91
Figura 34 - Espectro de massa do 1,11-epoxido de calameneno (217).....	92
Figura 35 - Espectro de massa do α -muuroleno (218).....	92
Figura 36 - Espectro de massa do γ -cadineno (219).....	92
Figura 37 - Espectro de massa do δ -cadinene (220).....	93
Figura 38 - Espectro de massa do <i>trans</i> -cadina-1(2),4-dieno (221).....	93
Figura 39 - Espectro de massa do germacreno B (222).....	93
Figura 40 - Espectro de massa do α -cadineno (223).....	94
Figura 41 - Espectro de massa do α -calacoreno (224).....	94
Figura 42 - Espectro de massa do epoxido de italiceno (225).....	94
Figura 43 - Espectro de massa do <i>E</i> -nerolidol (226).....	95
Figura 44 - Espectro de massa do spathulenol (227).....	95
Figura 45 - Espectro de massa do oxido de cariofileno (228).....	95
Figura 46 - Espectro de massa do globulol (229).....	96
Figura 47 - Espectro de massa do <i>epi</i> - α -cadinol (230).....	96
Figura 48 - Espectro de massa do 1,10-di- <i>epi</i> -cubenol (231).....	96
Figura 49 - Espectro de massa do 1- <i>epi</i> -cubenol (232).....	97
Figura 50 - Espectro de massa do <i>epi</i> - α -muurolol (233).....	97
Figura 51 - Espectro de massa do α -muurolol (234).....	97
Figura 52 - Espectro de massa do α -cadinol (235).....	98
Figura 53 - Espectro de massa do guaia-3,10(14)-dien-11-ol (236).....	98
Figura 54 - Espectro de massa do occidenol (237).....	98

Figura 55 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-1 (238).....	104
Figura 56 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-1 (238).....	105
Figura 57 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-1 (238).....	104
Figura 58 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, DMSO) de FJ-2 (239).....	111
Figura 59 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, DMSO) de FJ-2 (239).....	111
Figura 60 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-2 (239).....	110
Figura 61 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, DMSO) de FJ-2 (239).....	110
Figura 62 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-3 (240).....	115
Figura 63 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-3 (240).....	116
Figura 64 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-3 (240).....	117
Figura 65 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-3 (240).....	115
Figura 66 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-3 (240).....	116
Figura 67 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CD_3OD) de FJ-4 (241).....	122
Figura 68 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CD_3OD) de FJ-4 (241).....	122
Figura 69 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD) de FJ-4 (241).....	123
Figura 70 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-4 (241).....	121
Figura 71 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-4 (241).....	121
Figura 72 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de FJ-4 (241).....	123
Figura 73 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de FJ-4 (241).....	124
Figura 74 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-5 (242).....	130
Figura 75 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242).....	131
Figura 76 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242).....	131
Figura 77 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242).....	132
Figura 78 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-5 (242).....	130
Figura 79 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de FJ-5 (242).....	132
Figura 80 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de FJ-5 (242).....	133
Figura 81 - Correlações heteronucleares a longa distância observadas no experimento HMBC de FJ-5 (242).....	127

Figura 82 - Espectro bidimensional de correlação homonuclear de hidrogênio e hidrogênio (^1H , ^1H) – NOESY de FJ-5 (242).....	133
Figura 83 - Interação dipolar observada no experimento NOESY de FJ-5 (242).....	127
Figura 84 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-6 (243).....	138
Figura 85 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CD_3OD) de FJ-6 (243).....	139
Figura 86 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD) de FJ-6 (243).....	140
Figura 87 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-6 (243).....	138
Figura 88 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CD_3OD) de FJ-6 (243).....	139
Figura 89 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de FJ-6 (243).....	140
Figura 90 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de FJ-6 (243).....	141
Figura 91 - Correlações heteronucleares a longa distância observadas no experimento HMBC de FJ-5 (243).....	135
Figura 92 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-7 (244).....	146
Figura 93 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CD_3OD) de FJ-7 (244).....	147
Figura 94 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CD_3OD) de FJ-7 (244).....	147
Figura 95 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD) de FJ-7 (244).....	148
Figura 96 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-7 (244).....	146
Figura 97 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de FJ-7 (244).....	148
Figura 98 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de FJ-7 (244).....	149
Figura 99 - Correlações heteronucleares a longa distância observadas no experimento HMBC de FJ-5 (244).....	143
Figura 100 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-8 (245).....	154
Figura 101 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245).....	155
Figura 102 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245).....	156
Figura 103 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-8 (245).....	154
Figura 104 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de FJ-8 (245).....	157

Figura 105 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245).....	155
Figura 106 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de FJ-8 (245).....	157
Figura 107 - Espectro bidimensional de correlação homonuclear de hidrogênio e hidrogênio (^1H , ^1H) - COSY de FJ-8 (245).....	156
Figura 108 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-9 (246).....	162
Figura 109 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, DMSO) de FJ-9 (246).....	163
Figura 110 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, DMSO) de FJ-9 (246).....	164
Figura 111 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-9 (246).....	162
Figura 112 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, DMSO) de FJ-9 (246).....	163
Figura 113 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-10 (247).....	169
Figura 114 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, DMSO) de FJ-10 (247).....	170
Figura 115 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, DMSO) de FJ-10 (247).....	170
Figura 116 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, DMSO) de FJ-10 (247).....	169
Figura 117 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-11 (248).....	175
Figura 118 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-11 (248).....	176
Figura 119 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-11 (248).....	177
Figura 120 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-11 (248).....	175
Figura 121 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-11 (248).....	176
Figura 122 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-12 (249).....	180
Figura 123 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-12 (249).....	180
Figura 124 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-12 (249).....	181
Figura 125 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-12 (249).....	181
Figura 126 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CD_3COCD_3) de FJ-13 (250).....	184
Figura 127 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3COCD_3) de FJ-13 (250).....	185
Figura 128 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CD_3COCD_3) de FJ-13 (250).....	184
Figura 129 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-14 (251).....	190
Figura 130 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CD_3OD) de FJ-14 (251).....	191
Figura 131 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de FJ-14 (251).....	192
Figura 132 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (75 MHz, CD_3OD) de FJ-14 (251).....	191
Figura 133 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CD_3OD) de FJ-14 (251).....	190

Figura 134 - Espectro bidimensional de correlação homonuclear de hidrogênio e hidrogênio (^1H , ^1H) – COSY de FJ-14 (251).....	192
Figura 135 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de FJ-14 (251).....	193
Figura 136 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-15 (252).....	196
Figura 137 - Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) de FJ-15 (252) acetilado.....	196
Figura 138 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (75 MHz, CDCl_3) de FJ-15 (252) acetilado.....	197
Figura 139 - Espectro de RMN ^{13}C -DEPT 135° (75 MHz, CDCl_3) de FJ-15 (252) acetilado.....	197
Figura 140 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-16 (253).....	200
Figura 141 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, DMSO) de FJ-16 (253).....	201
Figura 142 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, DMSO) de FJ-16 (253).....	202
Figura 143 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-16 (253).....	200
Figura 144 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, DMSO) de FJ-16 (253).....	201
Figura 145 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-17 (254).....	205
Figura 146 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, D_2O) de FJ-17 (254).....	206
Figura 147 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, D_2O) de FJ-17 (254).....	206
Figura 148 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, D_2O) de FJ-17 (254).....	205
Figura 149 - Espectro de absorção na região do IV de MD-2 (255).....	213
Figura 150 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de MD-2 (255).....	214
Figura 151 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de MD-2 (255).....	215
Figura 152 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de MD-2 (255).....	213
Figura 153 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de MD-2 (255).....	214
Figura 154 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de MD-2 (255).....	215
Figura 155 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de MD-2 (255).....	216
Figura 156 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de MD-4 (256).....	226
Figura 157 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de MD-4 (256).....	225
Figura 158 - Espectro de absorção na região do IV de MD-4 (256).....	225
Figura 159 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de MD-4 (256).....	226
Figura 160 - Espectro de RMN ^{13}C - DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de MD-4 (256).....	227

Figura 161 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de MD-4 (256).....	228
Figura 162 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de MD-4 (256).....	227
Figura 163 - Espectro bidimensional de correlação homonuclear de hidrogênio e hidrogênio (^1H , ^1H) – NOESY de MD-4 (256).....	228
Figura 164 - Interação dipolar observada no experimento NOESY de MD-4 (256).....	220
Figura 165 - Espectro de absorção na região do IV de MD-5 (257A e 257B).....	234
Figura 166 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de MD-5 (257A e 257B).....	235
Figura 167 - Espectro de RMN ^{13}C -DEPT 135° de MD-5 (257A e 257B).....	236
Figura 168 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) de MD-5 (257A e 257B).....	236
Figura 169 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de MD-5 (257A e 257B).....	235
Figura 170 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de MD-5 (257A e 257B).....	234
Figura 171 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) de MD-5 (257A e 257B).....	237
Figura 172 - Espectro de absorção na região do IV de MD-8 (258).....	241
Figura 173 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, D_2O) de MD-8 (258).....	242
Figura 174 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, D_2O) de MD-8 (258).....	242
Figura 175 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, D_2O) de MD-8 (258).....	241

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Estruturas e propriedades físico-químicas de sesquiterpenos de esqueleto eudesmano e opositano isolados e registrados na literatura.....	17
Tabela 2- Constituintes químicos identificados nos óleos essenciais do cerne (amostras I e III) e alburno (amostras II e IV) de <i>C. trichotoma</i> Vell.....	75
Tabela 3- Composição química dos óleos essenciais das folhas de <i>C. globosa</i> Jack. (Kunth.), em diferentes estágios ontogenéticos.....	79
Tabela 4- Atividade antimicrobiana do óleo essencial das folhas de <i>C. globosa</i> no período de floração (OECGFL).....	81
Tabela 5- Atividade larvicida do óleo essencial das folhas de <i>C. globosa</i> (OECGFL) frente às larvas de <i>Aedes aegypti</i>	82
Tabela 6- Deslocamentos químicos (δ) de carbono - ^{13}C para FJ-1 obtidos dos espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3).....	102
Tabela 7- Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C de FJ-1 (238), com aqueles registrados na literatura para o acetato do ácido oleanólico (Mahato e Kundu, 1994).....	103
Tabela 8- Deslocamentos químicos (δ) de carbono - ^{13}C para FJ-2 obtidos dos espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3).....	108
Tabela 9- Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C de FJ-2 (239), com aqueles registrados na literatura para o ácido oleanólico (Pouchurt e Behnke, 1993).....	109
Tabela 10- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de FJ-3.....	113
Tabela 11- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CDCl_3 , 500 e 125 MHz) de FJ-3 (240).....	114
Tabela 12- Atribuição dos sinais de carbonos não hidrogenado, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-4.....	120

Tabela 13- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-4 (241).....	120
Tabela 14- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-5.....	128
Tabela 15- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-5 (242).....	129
Tabela 16- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-6.....	136
Tabela 17- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-6 (243).....	137
Tabela 18- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-7.....	144
Tabela 19- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-7 (244).....	145
Tabela 20- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CD_3Cl), para dedução da fórmula molecular de FJ-8.....	152
Tabela 21- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3Cl , 500 e 125 MHz) de FJ-8 (245).....	153
Tabela 22- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, DMSO), para dedução da fórmula molecular de FJ-9.....	160
Tabela 23- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (DMSO, 500 e 125 MHz) de FJ-9 (246).....	161

Tabela 24- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, DMSO), para dedução da fórmula molecular de FJ-10.....	167
Tabela 25- Dados comparativos de RMN ^1H e ^{13}C (DMSO, 500 e 125 MHz) para FJ-10 (247) e glaziovianol (Costa et al., 1999).....	168
Tabela 26- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de FJ-11.....	173
Tabela 27- Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C de FJ-11 (248) com aqueles registrados na literatura para o α -cadinol (Chalchat et al., 1985) e dados de RMN ^1H de FJ-11 (248).....	174
Tabela 28- Análise comparativa dos deslocamentos químicos (δ_{C}) de RMN ^{13}C (CDCl_3) de FJ-12 (249) com aqueles registrados na literatura para as substâncias β -sitosterol e estigmasterol acetilado (Coxon et al., 1977).....	179
Tabela 29- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3COCD_3 , 500 e 125 MHz) de FJ-13 (250).....	183
Tabela 30- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-14.....	188
Tabela 31- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-14 (251).....	189
Tabela 32- Análise comparativa dos deslocamentos químicos (δ_{C}) de RMN ^{13}C de FJ-15 (252) com aqueles registrados na literatura para a substância β -sitosterol glicosilado (Macari, 1990).....	195
Tabela 33- Análise comparativa dos deslocamentos químicos (δ) de RMN ^1H e ^{13}C de FJ-16 (253) com aqueles registrados na literatura para a substância alantoína (Coxon et al., 1977).....	199
Tabela 34- Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C (δ_{C}) de FJ-17 (254) com aqueles registrados na literatura para o manitol (Pouchurt e Behnke, 1993) e dados de RMN ^1H (δ_{H}) de FJ-17.....	204

Tabela 35- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de MD-2.....	211
Tabela 36- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CDCl_3 , 500 e 125 MHz) de MD-2 (255).....	212
Tabela 37- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de MD-4.....	221
Tabela 38- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CDCl_3 , 500 e 125 MHz) de MD-4 (256).....	222
Tabela 39- Atividade citotóxica da benzoquinona MD-4 frente a linhagem de células tumorais. Doxorrubicina foi usada como controle positivo. Dados são representados com valores de IC_{50} e um intervalo de confiança de 95%, obtidos por regressão linear para células tumorais de leucemia (HL-60 e CEM), mama (MCF-7), colon (HCT-8) e pele (B-16) a partir de três experimentos independentes.....	223
Tabela 40- Dados da inibição de acetilcolinesterase (AChE) em ensaios de microplacas.....	224
Tabela 41- Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de MD-5.....	232
Tabela 42- Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CDCl_3 , 500 e 125 MHz) de MD-5 (257A e 257B).....	233
Tabela 43- Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C (δ_{C}) de MD-8 (258) com os dados descritos na literatura para sacarose (Pfeffer et al., 1979)...	240
Tabela 44- Dados resultantes do tratamento cromatográfico de FJec.....	252
Tabela 45- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJecC.....	252
Tabela 46- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 16-18 de FJecC...	253
Tabela 47- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 22-27 de FJecC...	254
Tabela 48- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 28-40 de FJecC...	255
Tabela 49- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 66-70 de FJecC...	256

Tabela 50- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEcC/Ac.....	257
Tabela 51- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEcAc.....	258
Tabela 52- Dados resultantes do tratamento cromatográfico de FJEa.....	259
Tabela 53- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEaH.....	260
Tabela 54- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEaC.....	261
Tabela 55- Dados resultantes do tratamento cromatográfico de FJEf.....	264
Tabela 56- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEfH.....	265
Tabela 57- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEfAc.....	266
Tabela 58- Dados resultantes do tratamento cromatográfico de MDHr.....	271
Tabela 59- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração MDHrDc.....	271
Tabela 60- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração MDHrC.....	272
Tabela 61- Dados resultantes do tratamento cromatográfico de MDEr.....	273
Tabela 62- Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração MDErDc.....	274
Tabela63-Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 35-50 de MDErDc.....	273

LISTA DE FLUXOGRAMAS

Fluxograma 1 - Método de extração do óleo essencial do cerne e alburno de <i>C. trichotoma</i>	249
Fluxograma 2 - Método de extração dos óleos essenciais das folhas de <i>C. globosa</i>	250
Fluxograma 3 - Obtenção dos extratos etanólicos do cerne (FJEc) e alburno (FJEa) de <i>C. trichotoma</i> e isolamento de seus constituintes químicos.....	263
Fluxograma 4 - Obtenção do extrato etanólico das flores (FJEf) de <i>C. trichotoma</i> e isolamento dos seus constituintes químicos.....	269
Fluxograma 5 - Obtenção dos extratos hexânico (MDHr) e etanólico (MDEr) das raízes de <i>C. globosa</i> e isolamento de seus constituintes químicos.....	277

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AchE	Acetilcolinesterase
BB	Broad Band
CC	Cromatografia em coluna
CCD	Cromatografia em camada delgada
CG/EM	Cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa
CG/DIC	Cromatografia gasosa equipada com detector de ionização de chama
COSY	CORrelation SpectroscopY
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarization Transfer
DL ₅₀	Dose Letal que mata 50% da população
EM	Espectrometria de Massas
FJEa	Extrato etanólico do alburno de <i>C. trichotoma</i>
FJEc	Extrato etanólico do cerne de <i>C. trichotoma</i>
FJEf	Extrato etanólico das flores de <i>C. trichotoma</i>
FJEaC	Fração clorofórmica do extrato etanólico do alburno de <i>C. trichotoma</i>
FJEaH	Fração hexano do extrato etanólico do alburno de <i>C. trichotoma</i>
FJEcAc	Fração acetato de etila do extrato etanólico do cerne de <i>C. trichotoma</i>
FJEcC	Fração clorofórmica do extrato etanólico do cerne de <i>C. trichotoma</i>
FJEcC/Ac	Fração clorofórmio e acetato de etila do extrato etanólico do cerne de <i>C. trichotoma</i>
FJEfAc	Fração acetato de etila do extrato etanólico das flores de <i>C. trichotoma</i>
FJEfAcet	Fração acetona do extrato etanólico das flores de <i>C. trichotoma</i>
FJEfH	Fração hexano do extrato etanólico das flores de <i>C. trichotoma</i>
FJEM	Fração metanólica do extrato etanólico das flores de <i>C. trichotoma</i>
FM	Fórmula Molecular
GS	Experimento de RMN usando gradiente
HMBC	Heteronuclear Multiple Bond Connectivity
HMQC	Heteronuclear Multiple Quantum Coherence
IDH	Índice de deficiência de hidrogênio
IE	Ionização por elétrons
IK	Índice de Kovats

IUPAC	International Union Pure and Applied Chemistry
IV	Infravermelho
<i>J</i>	Constante de acoplamento
MDEr	Extrato etanólico das raízes de <i>C. globosa</i>
MDHr	Extrato hexânico das raízes de <i>C. globosa</i>
MDErAc	Fração acetato de etila do extrato etanólico das raízes de <i>C. globosa</i>
MDErDc	Fração diclorometano do extrato etanólico das raízes de <i>C. globosa</i>
MDErC	Fração clorofórmio do extrato etanólico das raízes de <i>C. globosa</i>
MDErM	Fração metanol do extrato etanólico das raízes de <i>C. globosa</i>
MDHrC	Fração clorofórmio do extrato hexânico das raízes de <i>C. globosa</i>
MDHrDc	Fração diclorometano do extrato hexânico das raízes de <i>C. globosa</i>
NOE	Nuclear Overhauser Effect
NOESY	Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy
OECGFL	Óleo essencial das folhas de <i>C. globosa</i> no período da floração
OECGFR	Óleo essencial das folhas de <i>C. globosa</i> no período da frutificação
OECTC	Óleo essencial do cerne de <i>C. trichotoma</i>
OECTA	Óleo essencial do alburno de <i>C. trichotoma</i>
p.f.	Ponto de fusão
PM	Peso molecular
ppm	Parte por milhão
RMN	Espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear
RMN ¹ H	Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio
RMN ¹³ C	Ressonância Magnética Nuclear de Carbono-13
TR	Tempo de Retenção
δ	Deslocamento químico
1D	Unidimensional
2D	Bidimensional

RESUMO

Este trabalho descreve a investigação fitoquímica de *Cordia trichotoma* Vell. e *Cordia globosa* (Jack.) Kunth. (Boraginaceae), popularmente conhecidas no Nordeste brasileiro como “frei jorge” e “moleque duro”, respectivamente. Os óleos essenciais das duas espécies foram obtidos por hidrodestilação e analisados por CG-EM e CG-DIC. Um total de dezesseis constituintes químicos foram identificados nos óleos do alburno e cerne de *C. trichotoma*. Em ambas amostras os sesquiterpenos foram os constituintes predominantes. Os constituintes majoritários foram δ -cadineno (11,9 e 9,7%), α -muurolool (25,1 e 13,4%) e guaia-3,10(14)-dien-11-ol (10,7 e 9,6%). Os óleos essenciais das folhas de *C. globosa* em dois diferentes estágios ontogenéticos (floração e frutificação) foram também analisados, sendo identificados um total de trinta e dois terpenoides. Em ambas amostras, os principais constituintes foram biciclogermacreno (22,7 e 13,1%), β -cariofileno (11,9 e 11,6%) e δ -elemeno (9,0 e 6,8%). O estudo químico dos extratos etanólicos do cerne e alburno de *C. trichotoma* resultou no isolamento de metabólitos secundários pertencentes a diferentes classes de compostos como triterpenos, flavonóides, esteróides, fenilpropanóides e principalmente, sesquiterpenos e benzoquinonas meroterpenoides com esqueleto C₁₆. Os compostos isolados foram caracterizados como: α -cadinol, trichotomol, (+)-1 β ,4 β ,6 α -triidroxiudesmano, 1 β ,4 β ,7 α -triidroxiudesmano, 1 β ,4 β ,11-triidroxi-opositano, *rel*-8 α ,11 α -9 α ,11 α -diepoxi-1,4-diidroxi-2-metoxi-8 $\alpha\beta$ -metil-5,6,8,8a,9,10,10a-octaidro-antraceno-10-ona, oncalyxona A, glaziovianol, ácido oleanólico, acetato do ácido oleanólico, mistura de β -sitosterol e estigmasterol e ácido 3-(2',4',5'-trimetoxifenil)propiónico. Enquanto a investigação química dos extratos das flores de *C. trichotoma* conduziu ao isolamento e caracterização da mistura de β -sitosterol e estigmasterol, ácido 4-hidroxi-benzóico, tilirosídeo, β -sitosterol glicosídeo, alantoína e manitol.

O estudo químico dos extratos hexânico e etanólico das raízes de *C. globosa* resultou no isolamento de diferentes classes de compostos como esteróides, triterpenos e quinonas. Os metabólitos secundários isolados foram caracterizados como a mistura de β -sitosterol e estigmasterol, ácido oleanólico, acetato do ácido oleanólico, microphyllaquinona, 1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octaidrociclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-*b*]naftaleno-3,6-diona, β -sitosterol glicosilado, sacarose, além de uma mistura de cromenos.

O composto (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octaidrociclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-*b*]naftaleno-3,6-diona mostrou inibição da atividade de acetilcolinesterase e relevante potencial citotóxico frente a células leucêmicas (CEM e HL-60) e de câncer de pele (B16). O óleo essencial das folhas de *C. globosa* no período de floração mostrou atividade larvicida e antimicrobiana. Na determinação estrutural dos compostos isolados, foram utilizadas técnicas espectrométricas como: IV, EM e RMN 1D (¹H, ¹³C e DEPT) e 2D (COSY, HMQC, HMBC e NOESY) e ainda, comparação com dados espectrométricos de compostos análogos descritos na literatura.

ABSTRACT

This work describes the phytochemical investigation of *Cordia trichotoma* Vell. and *Cordia globosa* (Jack.) Kunth. (Boraginaceae), popularly known in the Brazilian northeastern as “frei-jorge” and “moleque-duro”, respectively. The essential oils of the two species were obtained by hydrodistillation and analyzed by GC-MS and GC-FID. A total of sixteen volatile components were identified in the oils of heartwood and sapwood of *C. trichotoma*. The sesquiterpenes were the predominant constituents in both oil samples. δ -Cadinene (11.9 and 9.7%), α -muurolol (25.1 and 13.4%) and guaia-3,10(14)-dien-11-ol (10.7 and 9.6%) were the main compounds. The leaf essential oils of *C. globosa* in two different ontogenetic stages (flowering and fructification) were also investigated and, a total of thirty-two terpenoids were identified. In both oils the main compounds were bicyclogermacrene (22.7 - 13.1%), β -caryophyllene (11.9 - 11.6%) and δ -elemene (9.0 - 6.8%). The chemical studies of ethanol extracts from heartwood and sapwood of *C. trichotoma* resulted in the isolation and characterization of several compounds such as steroids, triterpenes, flavonoids, phenylpropanoids, sesquiterpenes and meroterpenoid benzoquinones with C₁₆ skeleton. The isolated compounds were characterized as: α -cadinol, trichotomol, (+)-1 β ,4 β ,6 α -trihydroxyeudesmane, 1 β ,4 β ,7 α -trihydroxyeudesmane, 1 β ,4 β ,11-trihydroxy-oppositane, *rel*-8 α ,11 α -9 α ,11 α -diepoxy-1,4-dihydroxy-2-methoxy-8 $\alpha\beta$ -methyl-5,6,8,8a,9,10,10a-octahydroanthracen-10-one, oncalyxone A, glaziovianol, oleanolic acid, oleanolyl acetate, the mixture of β -sitosterol e stigmasterol and 3-(2',4',5'-trimethoxyphenyl)-propionic acid. While the chemical investigation of extracts from flowers of *C. trichotoma* afforded the isolation and characterization of the β -sitosterol and stigmasterol mixture, 4-hydroxy-benzoic acid, tiliroside, β -sitosterol glucoside, alantoin and mannitol.

The chemical studies of the hexane and ethanol extracts from roots of *C. globosa* lead to the isolation of steroids, triterpenes and quinones. The isolated secondary metabolites were β -sitosterol and stigmasterol mixture, oleanolic acid, oleanolyl acetate, microphyllaquinone, (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimethoxy-1a,7a-dimethyl-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahydrocyclopropa[3,4]cyclopenta[1,2-*b*]naphthalene-3,6-dione, β -sitosterol glucoside, saccharose and a mixture of cromenes.

The compound (1a*S**,1b*S**,7a*S**,8a*S**)-4,5-dimethoxy-1a,7a-dimethyl-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahydrocyclopropa[3,4]cyclopenta[1,2-*b*]naphthalene-3,6-dione showed on TLC acetylcholinesterase inhibitory effect and potent cytotoxic activity. The oil of *C. globosa* in flowering stage showed larvicidal and antimicrobial activities. The molecular structures of compounds were established by IR, MS, 1D NMR (¹H, ¹³C and DEPT) and 2D NMR (COSY, HMQC, HMBC, NOESY) and by comparison with published data.

C. trichotoma

C. globosa

INTRODUÇÃO

INTRODUÇÃO

Plantas medicinais são aquelas que apresentam atividades biológicas, possuindo um ou mais princípios ativos, úteis à saúde humana. A utilização de plantas como medicamento é bastante antiga. Há registros de que esta prática medicinal originou-se nas tradições milenares da China e Índia. No entanto, alguns pesquisadores acreditam que surgiu quando o homem, ainda primitivo, ao procurar plantas para seu sustento alimentar, foi descobrindo o poder de cura destas, adotando-as como solução para os males do corpo.

O uso de plantas medicinais tem sido significativo nos últimos tempos. Dados da Organização Mundial de Saúde (OMS) mostram que cerca de 80% da população mundial faz uso de algum tipo de erva buscando o alívio de alguma sintomatologia dolorosa ou desagradável. É importante destacar que deste total, aproximadamente 30% deu-se por indicação médica. A utilização de plantas como medicamentos, prática tradicional existente entre os povos de todo o mundo, tem inclusive recebido incentivo da própria OMS, uma vez que são muitos os fatores que estimulam o desenvolvimento desta prática de saúde, principalmente econômicos e sociais.

Von Martius definiu bem a capacidade de nossas ervas medicinais com a frase, “As plantas medicinais brasileiras não curam apenas, fazem milagres”. Segundo o autor, é provável que dentre as 55.000 espécies vegetais que possam existir no Brasil, pelo menos a metade pode ter alguma propriedade terapêutica útil à população, entretanto não chega a 1% o número de espécies vegetais estudadas adequadamente (Martins, 2000).

O Brasil encontra-se entre os países chamados de megadiversos, devido a sua biodiversidade excepcionalmente rica e ainda por ter o privilégio de se distinguir por extensas áreas vegetais, pouco ou ainda não exploradas. O nordeste do Brasil abriga em seus ecossistemas grande biodiversidade, com a peculiaridade de possuir plantas, as quais tem sido exploradas há séculos, como opção de sustento e/ou medicamento natural.

Diversos estudos químicos e/ou farmacológicos realizados com espécies de *Cordia* (Boraginaceae), ressaltaram as potencialidades da utilização de várias delas como fitoterápicos, bem como a necessidade de maiores estudos químicos. Com base na literatura observou-se que cerca de 90% das plantas que compõem este gênero, ainda não foi estudada do ponto de vista químico. Dentre as espécies de *Cordia* com uso medicinal popular destaca-se: *C. verbenaceae*, antiinflamatória, cicatrizante, expulsão de tumores uterinos e inibição de crescimento microbiano, sendo indicada ainda para o tratamento de artrite, reumatismo e

problemas de coluna (Sertié et al, 1990; Jorge et al, 1998). *C. gortzei*, usada no tratamento de malária, hanseníase e abscessos, cicatrizante e fungicida (Marston et al, 1988). *C. mixa*, utilizada no tratamento de infecções urinárias, doenças do pulmão, baço, gripe, febre, úlceras, dispepsia, verminoses, enxaquecas, diurético e antihelmíntico (Tiwari et al, 1967). *C. ecalyculata*, diurético, emagrecedor, cicatrizante, emoliente e antitussígeno (Saito, 1986) e *C. salicifolia*, emagrecedor, já comercializada como fitoterápico. Motivados pelas atividades e pelas classes de compostos característicos – benzoquinonas e hidroquinonas meroterpenóides e naftoquinonas, resolvemos continuar a investigar as espécies de *Cordia* nativas do Ceará, em especial *Cordia trichotoma* (Vell), cujos estudos foram iniciados no mestrado e *Cordia globosa* Jack. (Kunth.), com o objetivo de isolar e identificar os metabólitos secundários produzidos pelas plantas, assim como concomitantemente avaliar o potencial farmacológico das substâncias isoladas neste trabalho de pesquisa.

Este trabalho descreve a investigação química de exemplares das espécies *C. trichotoma* e *C. globosa*, abrangendo a composição química volátil e não-volátil de ambas as espécies.

A grande ocorrência de *C. globosa* na região, aliado ao interesse de dar continuidade ao estudo fitoquímico da espécie *C. trichotoma*, iniciado no Mestrado, justificou a escolha destes materiais de estudo para este trabalho.

Durante o desenvolvimento deste trabalho foram utilizadas técnicas cromatográficas tais como cromatografia gravitacional em sílica gel, cromatografia por exclusão molecular, cromatografia flash e cromatografia em camada delgada analítica. Técnicas espectroscópicas como infravermelho (IV), espectrometria de massa (EM) e ressonância magnética nuclear de hidrogênio (RMN ^1H) e carbono-13 (RMN ^{13}C), incluindo técnicas bidimensionais como COSY, NOESY, HMQC e HMBC.

O presente trabalho encontra-se dividido em:

- Introdução, onde é descrito um breve comentário sobre a importância de plantas medicinais.
- Capítulo 1, no qual descreve-se dados das considerações botânicas sobre a família Boraginaceae, o gênero *Cordia* e as espécies *Cordia trichotoma* e *Cordia globosa*.
- Capítulo 2, onde registra-se uma revisão bibliográfica sobre sesquiterpenos com esqueleto eudesmano e opositano, abordando dados espectroscópicos e fonte de isolamento.
- Capítulo 3, no qual se realiza a identificação dos constituintes químicos

voláteis presentes nos óleos essenciais das espécies em estudo.

- Capítulo 4, Determinação estrutural dos constituintes não-voláteis isolados a partir dos extratos das espécies *C. trichotoma* e *C. globosa*.
- Capítulo 5, Parte experimental, onde estão descritos os dados das coletas das plantas, especificações dos aparelhos utilizados, técnicas utilizadas, ensaios biológicos e procedimentos para obtenção dos óleos essenciais e isolamento dos constituintes químicos não-voláteis das espécies investigadas.
- Capítulo 6, Conclusões.
- Capítulo 7, Constantes físicas e dados espectrométricos das substâncias isoladas.
- Referências bibliográficas.
- Anexo, contendo cópias dos trabalhos publicados divulgando os resultados obtidos com o estudo das referidas plantas.

A apresentação desta Tese, bem como das referências bibliográficas utilizadas na mesma, seguem as regras e normas básicas da ABNT: NBR 10520 de 1992 e NBR 6023 de 2000.

CAPÍTULO 1

C. trichotoma

C. globosa

**CONSIDERAÇÕES
BOTÂNICAS**

1. Considerações Botânicas

1.1. Taxonomia da família Boraginaceae

A família Boraginaceae pertence à ordem Lamiales, a sub-classe Asteridae e a classe Magnoliatae. Constitui uma grande família de plantas predominantemente arbóreas ou arbustivas (Cronquist, 1970). Para esta família são conhecidos cerca de 130 gêneros distribuídos em 2600 espécies difundidas nos trópicos, subtropicos, regiões temperadas e árticas, com centros de dispersão maiores localizados nas regiões mediterrâneas e nos Estados Unidos da América (Brummitt, 1992).

No Brasil, a família Boraginaceae é representada pelos gêneros *Cordia* L., *Auxemma*,, *Patagonula*, *Lepidocordia*, *Rotula*, *Tournerfortia*, *Borago*, *Cynoglossum*, *Echium*, *Symphytum* L., *Thaumatocaryum* e *Moritzia* (Barroso, 1986).

Vários gêneros são reconhecidos regionalmente ou localmente por sua importância econômica. Alguns por apresentarem frutos comestíveis, outros por apresentarem folhas, raízes ou flores com propriedades medicinais, e ainda aquelas que se destacam por serem produtoras de madeira de boa qualidade. Algumas ervas tais como miosótis e língua de cão são cultivadas em jardins; poucas árvores, como por exemplo as do gênero *Cordia*, são plantadas em parques e ao longo de avenidas por causa de suas flores e folhagens atrativas e ainda pelo valor da madeira, importante na construção civil e marcenaria. A importância da madeira de algumas espécies de *Cordia* é reconhecida desde longas datas. Por exemplo, os povos Egípcios há muito tempo faziam uso extensivo de madeiras de *Cordia myxa* L., uma árvore nativa do Egito, Pérsia, Arábia e Índia (Joly, 1977).

Segundo Barroso (1986), a família Boraginaceae é composta por plantas com as seguintes características.

“São ervas, subarbustus, arbustos rasteiros ou árvores, com folhas simples, alternas, opostas ou verticiladas, sem estípulas, inflorescências, predominantemente, de tipos cimosos. As flores são andróginas ou unisexuadas, por aborto, diclamídeas, actinomorfas ou zigomorfas. Cálice gamossépalo, tubuloso, com lobos curtos ou mais ou menos profundos, ou, em determinados gêneros, o cálice, com sépalas só unidas na base, tem forma radial. Corola tubulosa, infundibuliforme, campanulada, hipocrateriforme

ou rotácea, com ou sem apêndices fauciais, com bordos regular ou irregularmente lobados. Os apêndices da corola podem apresentar-se como saliências carnosas, de vários tipos, originados de dobras ou invaginações do tecido das pétalas, e localizar-se na fauce, ou constituir campos pilosos formados de cerdas uncinadas ou retas. Androceu geralmente formado de cinco estames livres, exsertos ou não, com filetes curtos ou longos, filiformes ou mais ou menos robustos, com ou sem apêndices, anteras biloculares, rimosas, com lóculos globosos, ovóides e oblongos. Gineceu composto de dois a quatro carpelos, constituindo ovário súpero, com dois a quatro lóculos, uniovulados, ou, raramente, uniloculares, com quatro óvulos. O óvulo anátropo, pêndulo do ápice do lóculo; estilete terminal ou ginobásico dividido em dois a quatro ramos ou lobos ou dois estiletos. Fruto indeiscente, carnososo, constituindo uma drupa com dois a quatro lóculos ou unilocular por aborto ou um esquizocarpo dissolvido em quatro núculas livres ou concrecidas duas a duas, com estrutura drupácea; raramente o fruto é seco, unilocular, com pericarpo tênue. Semente com ou sem endosperma. Embrião reto ou curvo, com cotilédones planos ou dobrados”.

1.2. Taxonomia do gênero *Cordia*

O gênero *Cordia*, representado por árvores, arbustos e sub-arbustos, é constituído por aproximadamente 250 espécies. De distribuição pantropical, possui o maior centro de diversidade taxonômica no novo mundo, sendo particularmente bem representado no Brasil, onde são encontradas aproximadamente um quarto do total (Taroda e Gibbs, 1986).

Este gênero é composto por três subgêneros: *Varronia* (L), *Cordia* e *Myxa* Taroda, sendo este último subdividido em três seções: seção *Myxa* (Endl.) D.C., seção *Gerascanthus* (Brousne) Don. e seção *Superbiflorae* Taroda (Taroda e Gibbs, 1987). No Brasil, o subgênero *Varronia* é representado por trinta espécies, o subgênero *Myxa* é representado por trinta e

cinco espécies, enquanto o subgênero *Cordia* não possui nenhuma espécie nativa (Taroda e Gibbs, 1986).

Apesar da importância econômica e etnofarmacológica apresentada por algumas espécies do gênero *Cordia* e do crescente número de trabalhos em fitoquímica, pouco se conhece sobre as ações farmacológicas, embora várias espécies sejam bastante utilizadas nos sistemas de medicina tradicionais de várias partes do mundo.

O gênero *Cordia* tem demonstrado ser uma rica fonte de metabólitos secundários estruturalmente diversos, tendo sido isolados esteróides, flavonóides, sesquiterpenos, triterpenos, cromenos, carboidratos, alcalóides, arilpropanóides, quinonas e hidroquinonas. Pela frequência com que foram isolados, indica que as duas últimas classes de compostos, seguidos pelos triterpenos são as substâncias que caracterizam o gênero.

Segundo Reitz (Reitz, 1970), o gênero *Cordia* apresenta as seguintes características:

“Inflorescência de cimas e bractesdas, geralmente carimbosas mas as vezes espigardas ou capitadas, mas nunca escorpióides. Flores em regra pentâmeras; sépalas alto-conatos; branca, amarela, cor de laranja ou vermelha; estilete delgado, aforquilhado duas vezes com quatro estigmas. Fruto como drupa, em regra arredondado pelo ápice. Arbustos na maior parte das espécies, mas as vezes árvores, lianas ou ervas subfrutescentes. Apresenta como área de dispersão as regiões tropicais do mundo”.

1.3. Considerações botânicas sobre *Cordia trichotoma* (Vell.).

Cordia trichotoma (Vell.) (sinonímias *Cordiada trichotoma* Vell., *Gerascanthus excelsa* Mart., *Cordia excelsa* A. DC., *Cordia chamissoniana* Steub., *Cordia hypoleuca* DC., *Cordia asterophora* Mart. Ex. Fresen. e *Cordia hassleriana* Chodat), é uma árvore de vasta dispersão, não só pelas matas do sul da Bahia, como também pelas matas pluviais ao longo da costa brasileira, sendo encontrada desde o Ceará até o Rio Grande do sul. Segundo consta, seu cultivo não exige maiores cuidados e seu desenvolvimento se processa de maneira bastante rápida, além de ser indiferente quanto às condições físicas dos solos, sendo por isso, uma das melhores árvores para serem aproveitadas nos reflorestamentos. A madeira é considerada uma das melhores, com largas aplicações na confecção de taboados em geral, móveis de luxo,

esquadrias, carpintaria, persianas, réguas, freios de locomotivas, especial para balisas, obras hidráulicas, esteios, postes, obras expostas à ação do tempo e confecção de pequenas embarcações. Apresenta ainda qualidades ornamentais podendo ser utilizada no paisagismo em geral (Lorenzi, 1992).

No Nordeste do Brasil é conhecida popularmente como frei jorge ou simplesmente freijó, em outras regiões recebe denominações populares como louro, louro-pardo, louro-batata, canela-batata, ajuí, peterebi e cascudinho (Smith, 1970).

De acordo com Smith (1970), a referida espécie é descrita como:

“ÁRVORE ou ARVORETA de 6-25 m de altura. FOLHAS opostas até alternas, ovadas até elípticas ou oblongas, agudas pela base e pelo ápice, 9-14 cm de comprimento, 3-8 cm de largura, inteiras, acima glabras e fulgentes até tomentosas, na face inferior densamente até escassamente estrelado-tomentosas com tricomas pálidos; pecíolos delgados, 1-4 cm de comprimento. (Fig. 5, p. 12). INFLORESCÊNCIA cimoso-paniculada, 8-30 cm de diâmetro, ± densamente estrelado-tomentosa; pedicelos robustos, até 1 mm de comprimento. CÁLICE obcônico, fortemente sulcado, truncado com 5 dentes miúdos, 6-9 mm de comprimento; corola perfumada, marcescente e caindo com o fruto para que serve como paraquedas, branca secando até morena, infundibuliforme; o tubo apenas superando o cálice; lobos estreitamente obovados, largamente arredondados, 6-9 mm de comprimento; estames fixos abaixo da fauce da corola, subigualando os lobos da corola; anteras ovadas, apiculadas, 2 mm de comprimento. FRUTO subcilíndrico, totalmente encerrado pelo tubo da corola e pelo cálice, encimado pela base ampliada persistente do estilete”.

Figura 1 – Fotografias de *Cordia trichotoma* Vell., em seu habitat natural, destacando flores e frutos.



1.4. Considerações botânicas sobre *Cordia globosa* (Jack.) Kunth.

Cordia globosa (Jack.) Kunth. (syn. *Varronia globosa* Jacq.), trata-se de uma espécie que deve ser cultivada em locais protegidos dos ventos fortes, pois os ramos quebram-se com facilidade. Pode ser plantada isoladamente ou em grupos, formando renques ou conjuntos em pleno sol. Suporta bem os solos pobres e secos. Não tolera baixas temperaturas, tendo assim seu cultivo restrito aos trópicos. Trata-se de uma planta muito florífera e ornamental e devido a esta qualidade é amplamente cultivada com este objetivo em várias regiões do país (Lorenzi, 1992).

Ainda de acordo com Lorenzi (1992), a espécie *C. globosa* floresce quase que integralmente durante o ano todo, produzindo flores em inflorescência que se assemelham aos cravos brancos. Sua inflorescência é efêmera, contudo é prontamente substituída por outra.

Segundo Taroda (Taroda e Gibbs, 1986), esta espécie também encontra-se distribuída na Flórida, América Central, ilhas do Caribe e Nordeste da América do Sul.

No Nordeste do Brasil é conhecida como moleque duro, negro-duro ou cravo do norte. Esta espécie trata-se de um arbusto de folhas aromáticas, utilizada em medicina popular no tratamento de reumatismo, dispepsia e cólicas menstruais.

De acordo com Lorenzi (1992), a referida espécie é descrita como:

“Arbusto perene, ereto, florífero, caducifólio de 1-2 m de altura, muito ramificado, de ramos lenhosos, nativo dos solos mais férteis da caatinga do nordeste brasileiro. Folhas simples, inteiras, alternadas, com pecíolo piloso de menos de 1 cm de comprimento, com lâmina cartácea, áspera, de cor verde-esbranquiçada na face inferior, de 4-11 cm de comprimento. Flores imaculadamente brancas, reunidas em pequeno número de inflorescência capituliformes terminais. Multiplica-se tanto por sementes como por estacas. Frutos drupáceos, sub-piramidais, de cor vermelha e de pequeno tamanho”.

Figura 2 - Fotografias de *Cordia globosa* Jack. (Kunth.), com destaque para ramos e frutos.



CAPÍTULO 2

C. trichotoma

C. globosa

**LEVANTAMENTO
BIBLIOGRÁFICO**

2. Levantamento bibliográfico de sesquiterpenos naturais de esqueleto eudesmano e opositano

2.1. Introdução

O termo terpeno, utilizado para denominar os hidrocarbonetos que ocorrem nas essências vegetais. São substâncias líquidas ou sólidas, voláteis e de odor agradável e característico. Estão distribuídas em uma grande variedade de sistemas, tais como plantas, microorganismos e alguns insetos. Alguns destes compostos apresentam funções essenciais à vida dos organismos que os sintetizam e outros exibem importantes atividades farmacológicas. A diversidade estrutural destes compostos tem atraído ao longo dos anos a atenção de muitos pesquisadores (Nakanishi, 1974).

Os terpenóides constituem a maior e mais variada classe de produtos do metabolismo secundário, termo este empregado para designar todas as substâncias cuja origem biossintética deriva de unidades do isopreno, que por sua vez, origina-se a partir do ácido mevalônico (Simões, 1999).

O mevalonato é formado pela condensação de uma unidade de acetoacetil-CoA com uma molécula de acetil-CoA. Após esta condensação, ocorre hidrólise originando 3-hidróxi-3-metilglutaril-CoA que é reduzido a mevalonato, convertido posteriormente em isopentenil-pirofosfato, unidade básica para a formação dos terpenos e esteróides. A molécula de isopentenil-pirofosfato e seu isômero dimetilalil-pirofosfato formam o *trans*-geranil-pirofosfato, precursor de todos os terpenos. Novas ligações entre *trans*-geranil-pirofosfato e isopentenil-pirofosfato resultarão nos sesquiterpenos (Figura 3, p. 15), objetivo maior desse estudo (Dewick, 2002).

Os sesquiterpenos são terpenos com quinze átomos de carbono (C₁₅) e esses são encontrados principalmente em plantas e fungos. A diversidade de seus esqueletos carbônicos é marcante, quando comparados com outras classes de terpenóides. Os esqueletos mais comuns dos sesquiterpenos são: farneseno, biciclofarneseno, aristolano, aromadendreno, germacreno, biciclogermacreno, eudesmano, opositano, bisabolano, laurano, cubebeno, ilangeno, santaleno, gurjuneno, longipinano, logibornano, longifolano, himachalano, santaleno, calacorano, selinano, copaeno, cedreno, bulgarano, muurolano, amorfano, cadinano, cedrano, cariofilano, humuleno, elemano, guaiano, patchuleno, entre outros (Nakanishi, 1974).

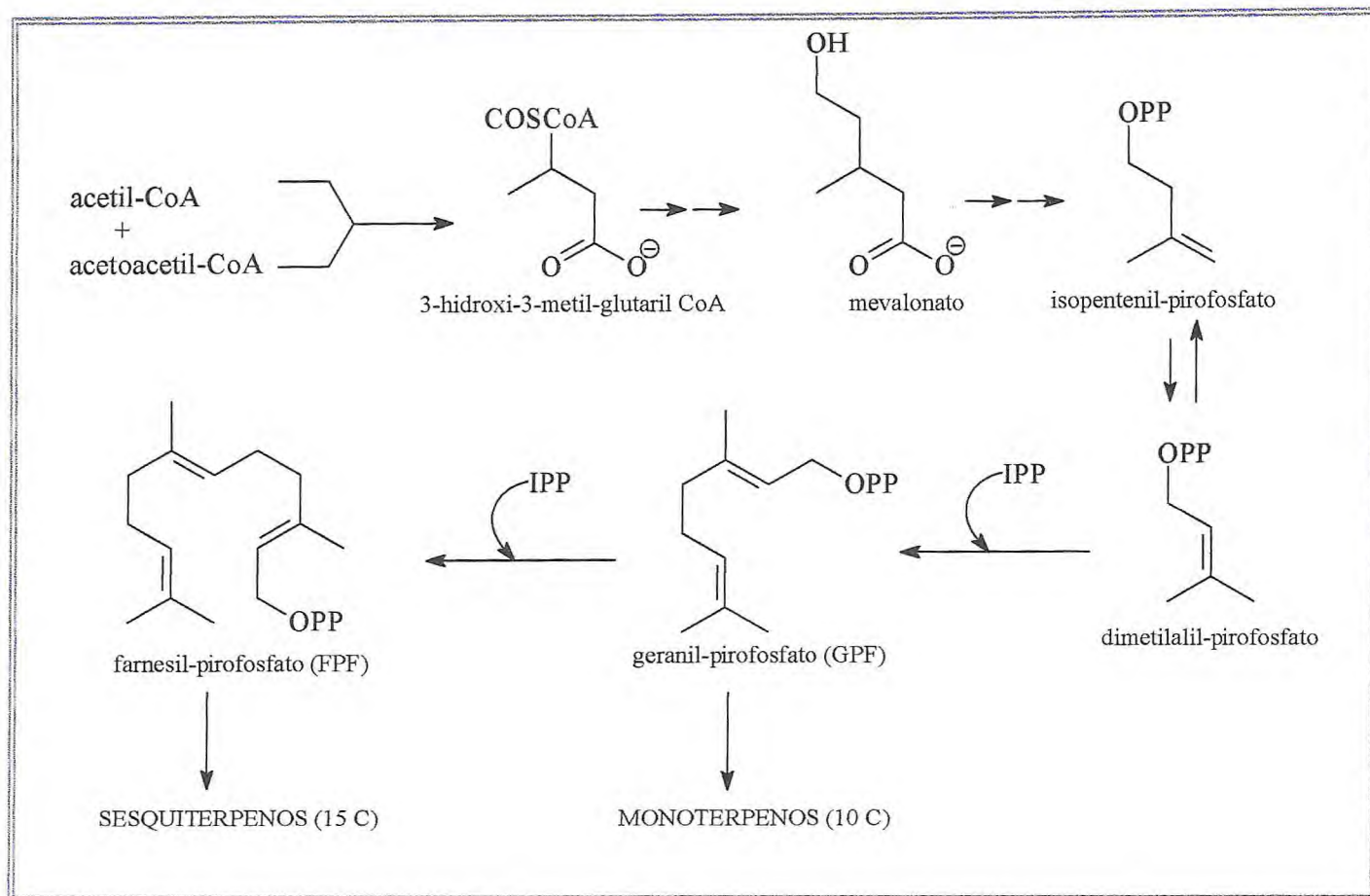


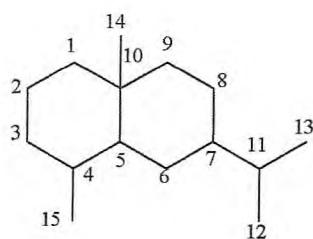
Figura 3 – Esquema biossintético de sesquiterpenos.

2.2. Sesquiterpenos de esqueleto eudesmano e opositano

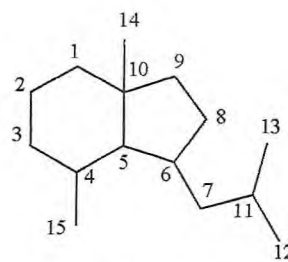
Dentre os diversos tipos de esqueletos de sesquiterpenos, foi realizado um exaustivo levantamento bibliográfico em fontes usuais de pesquisa, sobre os esqueletos **eudesmano** e **opositano**, por tratarem-se de esqueletos estruturais de sesquiterpenos isolados nesse trabalho de pesquisa. Sesquiterpenos do tipo eudesmano são bastante comuns, especialmente como constituintes de óleos essenciais, entretanto, a ocorrência de sesquiterpeno do tipo opositano é bastante rara. Vale aqui ressaltar, que estes últimos são na verdade 8(7→6)-abeoeudesmano e são encontrados tanto em plantas como em

organismos marinhos. Os dados colhidos a partir do levantamento realizado encontram-se dispostos na Tabela 1, p. 17. Um total de cento e noventa e dois (192) compostos foram encontrados neste levantamento bibliográfico, sendo que apenas cinco são de esqueleto opositano. As fórmulas estruturais destes sesquiterpenos e algumas de suas respectivas propriedades físico-químicas, encontram-se representadas na Tabela a seguir.

Verificou-se que não há uma uniformidade para a numeração dos átomos da cadeia carbônica, de forma que foi escolhida a mais citada, conforme ilustrada nas estruturas a seguir.



esqueleto eudesmano



esqueleto opositano

Tabela 1- Estruturas e propriedades físico-químicas de sesquiterpenos de esqueleto eudesmano e opositano isolados e registrados na literatura.

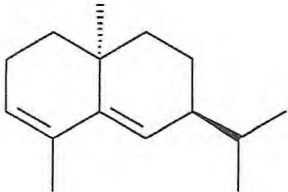
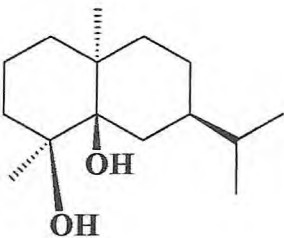
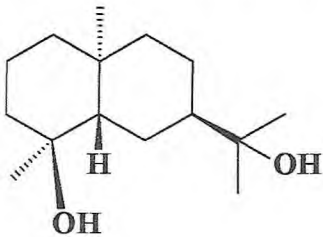
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(1) 10-<i>epi</i>-eudesma-3,5-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 IV ν_{max} cm^{-1}: 1635 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,27 (m, H-2α), 2,04 (ddd, H- H-2β), 5,51 (d, H-3), 5,56 (d, H-6), 1,95 (m, H-7), 2,55 (ddd, H-8α), 2,78 (d, H-8β), 3,09 (t, H-9), 1,61 (dq, H-11), 0,94 (d, H-12), 0,90 (d, H-13), 1,78 (ddd, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 37,1 (C-1), 22,9 (C-2), 124,1 (C-3), 131,2 (C-4), 132,0 (C-5), 123,7 (C-6), 40,7 (C-7), 20,8 (C-8), 35,7 (C-9), 32,3 (C-10), 33,2 (C-11), 20,8 (C-12), 20,7 (C-13), 20,1 (C-14), 23,0 (C-15) Fonte: <i>Ursinia trifida</i> Less., Compositae (Jakupovic et al, 1992)</p>
 <p>(2) 4β,5β-diidroxio-10-<i>epi</i>-eudesmano</p>	<p>$C_{15}H_{28}O_2$, EM m/z: 240 IV ν_{max} cm^{-1}: 3600 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,67-1,48 (m, H-1α), 0,97 (m, H-1β), 1,67-1,48 (m, H-2), 1,86 (ddd, H-3α), 1,45 (m, H-3β), 1,89 (ddd, H-6α), 1,66 (dd, H-6β), 1,34 (m, H-7), 1,71 (dddd, H-8α), 1,62 (m, H-8β), 1,86 (ddd, H-9α), 0,88 (ddd, H-9β), 2,01 (dq, H-11), 0,93 (d, H-12), 0,89 (d, H-13), 1,27 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 33,7 (C-1), 19,2 (C-2), 37,0 (C-3), 74,6 (C-4), 78,8 (C-5), 26,0 (C-6), 40,5 (C-7), 22,4 (C-8), 34,7 (C-9), 37,6 (C-10), 29,3 (C-11), 21,9 (C-12), 22,9 (C-13), 22,7 (C-14), 24,8 (C-15) Fonte: <i>Ursinia trifida</i> Less., Compositae (Jakupovic et al, 1992)</p>
 <p>(3) 4β,11-diidroxio-10-<i>epi</i>-eudesmano</p>	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 IV ν_{max} cm^{-1}: 3610 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,29 (m, H-1α), 1,05 (m, H-1β), 1,50-1,40 (m, H-2), 1,68 (d, H-3α), 1,40 (m, H-3β), 1,66 (dd, H-5), 2,03 (d, H-6α), 1,33 (m, H-6β), 1,57 (m, H-7), 1,72-1,57 (m, H-8), 1,50 (m, H-9α), 1,08 (d, H-9β), 1,23 (s, H-12), 1,21 (s, H-13), 1,02 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 41,4 (C-1), 20,1 (C-2), 43,5 (C-3), 77,0 (C-4), 48,5 (C-5), 20,5 (C-6), 41,7 (C-7), 21,3 (C-8), 41,5 (C-9), 34,2 (C-10), 74,6 (C-11), 29,9 (C-12), 29,5 (C-13), 18,4 (C-14), 21,8 (C-15) Fonte: <i>Ursinia trifida</i> Less., Compositae (Jakupovic et al, 1992)</p>

Tabela 1- Continuação.

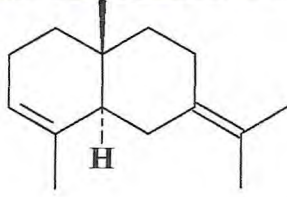
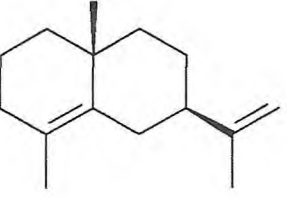
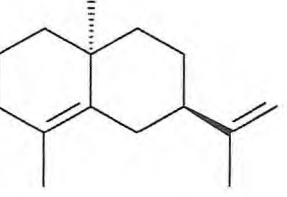
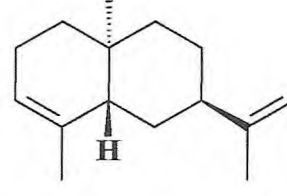
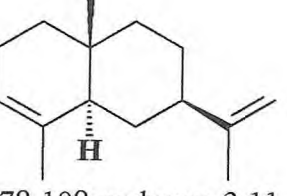
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="183 633 638 667">(4) 5α,10β-eudesma-3,7(11)-dieno</p>	<p data-bbox="715 434 995 468">C₁₅H₂₄, EM <i>m/z</i>: 204</p> <p data-bbox="715 472 1358 506">IV ν_{\max} cm⁻¹: 797, 1172, 1210, 1380, 1430, 2920</p> <p data-bbox="715 510 1473 580">Fonte: <i>Humulus lupulus</i>, Cannabinaceae (Hartley e Fawcett, 1969)</p>
 <p data-bbox="204 943 619 976">(5) 7β,10β-eudesma-4,11-dieno</p>	<p data-bbox="715 703 995 736">C₁₅H₂₄, EM <i>m/z</i>: 204</p> <p data-bbox="715 741 895 775">[α]_D²⁰ + 54,5°</p> <p data-bbox="715 779 1273 813">IV ν_{\max} cm⁻¹: 2990, 1650, 1470, 1390, 797</p> <p data-bbox="715 817 1473 931">RMN ¹H (CDCl₃): 1,04 (s, H-14), 1,62 (s, H-15), 1,77 (s, H-12), 1,22-2,22 (m, 18H), 2,57 (d, H-6α), 4,73 (sl, H-13)</p> <p data-bbox="715 936 1473 1005">Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer e Grieder, 1977)</p>
 <p data-bbox="183 1279 635 1312">(6) 7β,10-<i>epi</i>-eudesma-4,11-dieno</p>	<p data-bbox="715 1039 995 1072">C₁₅H₂₄, EM <i>m/z</i>: 204</p> <p data-bbox="715 1077 895 1111">[α]_D²⁰ - 108,6°</p> <p data-bbox="715 1115 1107 1149">IV ν_{\max} cm⁻¹: 885, 1640, 3080</p> <p data-bbox="715 1153 1473 1223">RMN ¹H (τ, CDCl₃): 5,27 (q, 2H), 7,10-8,20 (m, 5H), 8,32 (t, 3H), 8,40 (s, 3H), 8,94 (s, 3H), 8,20-9,10 (m, 8H)</p> <p data-bbox="715 1227 1473 1296">Fonte: <i>Dipterocarpus alatus</i>, <i>Dipterocarpus</i> spp., Dipterocarpaceae (Klein e Rojahn, 1970)</p>
 <p data-bbox="199 1585 655 1619">(7) 5β,7β,10α-eudesma-3,11-dieno</p>	<p data-bbox="715 1352 1214 1386">C₁₅H₂₄, EM <i>m/z</i>: 204, pf: 195-196 °C</p> <p data-bbox="715 1391 863 1424">[α]_D²⁰ + 2,1°</p> <p data-bbox="715 1429 1246 1462">IV ν_{\max} cm⁻¹: 799, 885, 1638, 3020, 3080</p> <p data-bbox="715 1467 1473 1581">RMN ¹H (CDCl₃): 4,72 (m, 1H), 5,10 (m, 2H), 7,60 (m, 1H), 7,80-8,35 (m, 7H), 8,26 (q, 3H), 8,42 (t, 3H), 8,50-9,00 (m, 4H), 9,13 (s, 3H)</p> <p data-bbox="715 1585 1473 1655">Fonte: <i>Dipterocarpus alatus</i>, <i>Dipterocarpus</i> spp., Dipterocarpaceae (Klein e Rojahn, 1970)</p>
 <p data-bbox="177 1883 633 1917">(8) 5α,7β,10β-eudesma-3,11-dieno</p>	<p data-bbox="715 1688 995 1722">C₁₅H₂₄, EM <i>m/z</i>: 204</p> <p data-bbox="715 1727 879 1760">[α]_D²⁰ - 14,5°</p> <p data-bbox="715 1765 1267 1798">IV ν_{\max} cm⁻¹: 2990, 1650, 1470, 1390, 797</p> <p data-bbox="715 1803 1473 1872">RMN ¹H (CDCl₃): 0,80 (s, H-14), 1,62 (s, H-15), 1,77 (s, H-12), 1,06-2,33 (m, 18H), 4,73 (sl, H-13), 5,33 (sl, H-3)</p> <p data-bbox="715 1877 1473 1991">Fonte: Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer e Grieder, 1977), <i>Fitchia speciosa</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>

Tabela 1- Continuação.

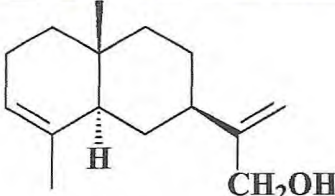
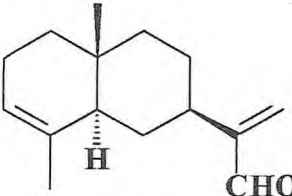
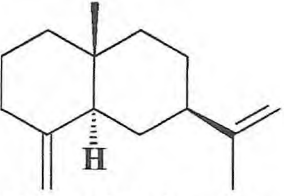
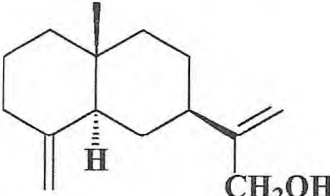
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(9) 12-hidroxi-5α,7β,10β-eudesma-3,11-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₄O , EM <i>m/z</i>: 220 $[\alpha]_D^{20} - 12,4^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 3400, 2990, 1650, 1470, 1390, 1070, 797 RMN ¹H (CDCl₃): 0,82 (s, H-14), 1,62 (s, H-15), 1,00-2,30 (m, 16H), 4,19 (d, H-12), 4,98 e 5,07 (s, H-13) 5,35 (m, H-3) Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer e Grieder, 1977), <i>Thujopsis dolabrata</i>, Sieb. (Itô et al, 1965)</p>
 <p>(10) 12-carbaldeído-5α,7β,10β-eudesma-3,11-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₂O , EM <i>m/z</i>: 218 $[\alpha]_D^{20} - 7,2^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 2990, 1700, 1470, 1390, 930 RMN ¹H (CDCl₃): 0,83 (s, H-14), 1,58 (m, H-15), 1,10-2,20 (m, 14H), 2,40-2,78 (m, H-7), 5,33 (m, H-3), 6,00 e 6,30 (s, H-13) 9,54 (s, H-12) Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer, 1977), <i>Fitchia speciosa</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980), <i>Thujopsis dolabrata</i>, Sieb. (Itô et al, 1965)</p>
 <p>(11) 5α,7β,10β-eudesma-4 (15),11-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₄ , EM <i>m/z</i>: 204 $[\alpha]_D^{20} + 54,6^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 2990, 1650, 1470, 1390, 797 RMN ¹H (CDCl₃): 0,73 (s, H-14), 1,77 (sl, H-12), 1,10-2,50 (m, 17H), 4,73 (sl, H-14), 4,73 (sl, H-13) 5,35 (m, H-3) Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer, 1977), <i>Fitchia speciosa</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>
 <p>(12) 12-hidroxi-5α,7β,10β-eudesma-4 (15),11-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₄O , EM <i>m/z</i>: 220 $[\alpha]_D^{20} + 31,5^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 3400, 2990, 1650, 1470, 1390, 1070, 797 RMN ¹H (CDCl₃): 0,76 (s, H-14), 1,10-2,50 (m, 15H), 4,18 (d, H-12), 4,46 e 4,75 (m, H-15), 4,99 e 5,09 (m, H-13) Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer, 1977), <i>Thujopsis dolabrata</i>, Sieb. (Itô et al, 1965)</p>

Tabela 1-Continuação.

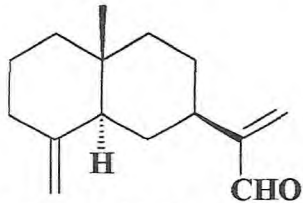
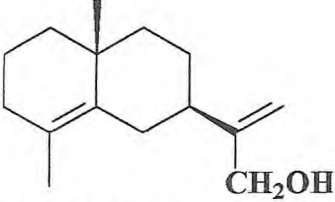
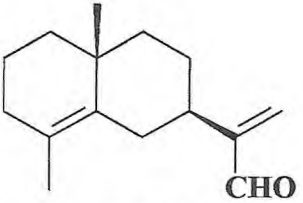
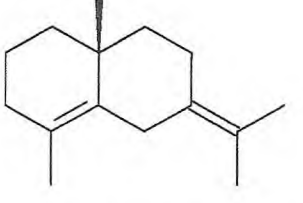
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(13) 12-carbaldeído-5α,7β,10β-eudesma-4(15),11-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₂O , EM <i>m/z</i>: 218 $[\alpha]_D^{20} + 29,5^\circ$ IV ν_{\max} cm⁻¹: 2990, 1700, 1650, 1470, 1390, 950, 890 RMN ¹H (CDCl₃): 0,73 (s, H-14), 1,13-2,78 (m, 14H), 4,38 e 4,70 (m, H-15) 6,00 e 6,30 (s, H-13), 9,54 (s, H-12) Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer, 1977), <i>Fitchia speciosa</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980), <i>Thujopsis dolabrata</i>, Sieb. (Itô et al, 1965)</p>
 <p>(14) 12-hidroxi-7β,10β-eudesma-4,11-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₄O , EM <i>m/z</i>: 220 $[\alpha]_D^{20} + 37,0^\circ$ IV ν_{\max} cm⁻¹: 3350, 2990, 1610, 1470, 1390, 1050, 897 RMN ¹H (CDCl₃): 1,05 (s, H-14), 1,61 (sl, H-15), 1,10-2,10 (m, 16H), 2,60 (d, H-6), 4,17 (d, H-12), 4,97 e 5,07 (sl, H-13) Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer e Gieber, 1977)</p>
 <p>(15) 12-carbaldeído-7β,10β-eudesma-4,11-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₂O , EM <i>m/z</i>: 218 $[\alpha]_D^{20} + 71,5^\circ$ IV ν_{\max} cm⁻¹: 2990, 1700, 1650, 1470, 1390, 930, 900 RMN ¹H (CDCl₃): 1,06 (s, H-14), 1,61 (s, H-15), 1,20-2,10 (m, 14H), 2,20-2,70 (m, H-6), 2,20-2,70 (m, H-7), 6,00 e 6,29 (s, H-13), 9,54 (s, H-12) Fonte: <i>Saussurea lappa</i> Clarke., Compositae (Maurer e Gieber, 1977), <i>Fitchia speciosa</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>
 <p>(16) 10β-eudesma-4,7(11)-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₄ , EM <i>m/z</i>: 204 $[\alpha]_D^{20} + 34,0^\circ$ IV ν_{\max} cm⁻¹: 2960, 2920, 2860, 1450, 1370, 1230, 1120, 875 RMN ¹H (CDCl₃): 1,11 (s, H-14), 1,64 (s, H-12), 1,64 (s, H-13), 1,71 (s, H-15), 2,05 (t, H-8β), 2,32 (d, H-6β), 2,44 (d, H-8α), 3,46 (dd, H-6α), 4,50 (d, H-9), 7,11 (d, H-1) RMN ¹³C (CDCl₃): 32,9 (C-1), 29,9 (C-2), 34,8 (C-3), 131,7 (C-4), 135,2 (C-5), 26,1 (C-6), 123,7 (C-7), 24,5 (C-8), 39,7 (C-9), 42,2 (C-10), 119,8 (C-11), 20,1 (C-12), 20,1 (C-13), 19,1 (C-14), 19,4 (C-15) Fonte: <i>Laurencia nidifica</i>, Rhodomelaceae (Sun e Erickson, 1978)</p>

Tabela 1- Continuação.

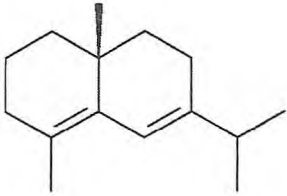
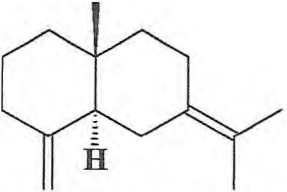
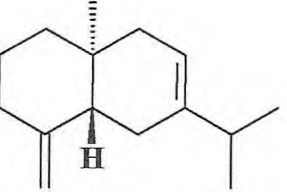
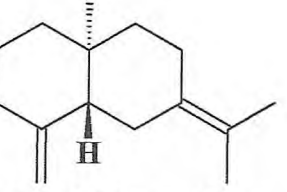
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(17) 10β-eudesma-4,6-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 $[\alpha]_D^{20} + 196,0^\circ$ IV $\nu_{max} \text{ cm}^{-1}$: 2960, 2920, 2870, 1620, 1480, 1370, 1210, 870 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,94 (s, H-14), 1,05 (d, H-12), 1,06 (d, H-13) 1,69 (s, H-15), 6,12 (s, H-6) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 32,8 (C-1), 23,3 (C-2), 37,7 (C-3), 131,7 (C-4), 135,2 (C-5), 117,0 (C-6), 123,7 (C-7), 23,3 (C-8), 35,6 (C-9), 42,2 (C-10), 38,1 (C-11), 18,7 (C-12), 18,7 (C-13), 21,4 (C-14), 21,5 (C-15) Fonte: <i>Laurencia nidifica</i>, Rhodomelaceae (Sun e Erickson, 1978)</p>
 <p>(18) 5α,10β-eudesma-4(15),7(11)-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 IV $\nu_{max} \text{ cm}^{-1}$: 3070, 1640, 1435, 1370, 880 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,78 (s, H-14), 0,95-2,80 (m, 19H), 4,42 e 4,67 (s, 2H-15) Fonte: <i>Humulus lupulus</i>, Cannabinaceae (Hartley e Fawcett, 1969; Brown et al, 1975; Posner et al, 1975)</p>
 <p>(19) 5β,10α-eudesma-4(15),7-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 IV $\nu_{max} \text{ cm}^{-1}$: 3070, 1640, 1435, 1370, 880 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,64 (s, H-14), 1,15-2,50 (m, 19H), 4,57 e 4,76 (s, 2H-15), 1,03 (d, H-12), 1,03 (d, H-13), 5,24 (t, H-8) Fonte: <i>Vetiveria zizanoides</i> Stapf., Compositae (Andersen, 1970; Andersen et al, 1970; Homma et al, 1970)</p>
 <p>(20) 5β,10α-eudesma-4(15),7(11)-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 IV $\nu_{max} \text{ cm}^{-1}$: 3070, 1640, 1435, 1370, 880 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,82 (s, H-14), 1,10-2,40 (m, 19H), 4,45 e 4,70 (s, 2H-15) Fonte: <i>Vetiveria zizanoides</i> Stapf., Compositae (Andersen et al, 1970)</p>

Tabela 1- Continuação.

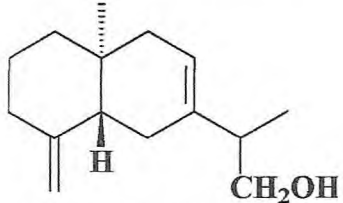
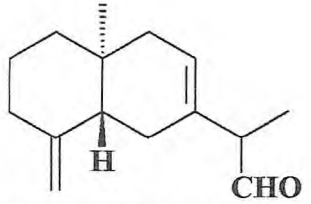
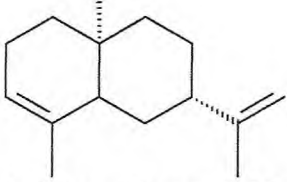
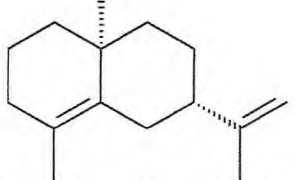
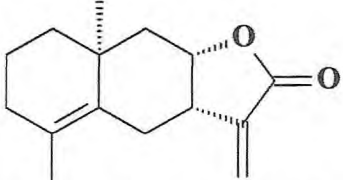
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(21) 12-hidroxi-5β,10α-eudesma-4(15),7-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220 $[\alpha]_D^{20} - 22,0^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3380, 3083, 1643, 1030, 890 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,69 (s, H-14), 1,01 (d, H-13), 3,52 (d, H-12), 3,57 (sl, H-12), 4,54 (sl, H-15), 4,78 (s, H-15), 5,43 (m, H-8) Fonte: <i>Vetiveria zizanooides</i> Stapf., Compositae (Andersen et al, 1970; Homma et al, 1970)</p>
 <p>(22) 12-carbaldeído-5β,10α-eudesma-4(15),7-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{22}O$, EM m/z: 218 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3070, 2700, 1728 1640, 1435, 1370, 880 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,70 (s, H-14), 1,21 (d, H-13), 2,98 (q, H-11), 4,53 (sl, H-15), 4,78 (s, H-15), 5,50 (m, H-8), 9,51 (d, H-12) Fonte: <i>Vetiveria zizanooides</i> Stapf., Compositae (Andersen et al, 1970)</p>
 <p>(23) 7α,10α-eudesma-3,11-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 $[\alpha]_D^{20} - 3,4^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 799, 885, 1638, 3020, 3080 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,80 (s, H-14), 1,59 (s, H-15), 1,74 (s, H-12), 4,67 (s, H-13), 5,28 (s, H-13) Fonte: <i>Diplophyllum albicans</i>, <i>D. taxifolium</i>, Hepaticae (Ohta e Andersen, 1977)</p>
 <p>(24) 7α,10α-eudesma-4,11-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 $[\alpha]_D^{20} - 15,1^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 800, 895, 1630, 3030, 3090 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,04 (s, H-14), 1,59 (s, H-15), 1,74 (s, H-12), 4,68 (s, H-13) Fonte: <i>Diplophyllum albicans</i>, <i>D. taxifolium</i>, Hepaticae (Ohta e Andresen, 1977)</p>
 <p>(25) 12,8-olideo-7α,8α,10α-eudesma-4,11(13)-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232, pf: 30,0-31,5 °C $[\alpha]_D^{20} - 108,0^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 810, 1002, 1115, 1260, 1660, 1767, 3090 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,09 (s, H-14), 1,67 (s, H-15), 2,65-3,20 (m, 2H), 4,48 (q, H-8), 5,59 e 6,19 (d, H-12) Fonte: <i>Diplophyllum albicans</i>, <i>D. taxifolium</i>, Hepaticae (Ohta e Andersen, 1977)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 800, 895, 1630, 3030, 3090 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,90 (s, H-14), 1,00 (d, H-12), 1,00 (d, H-13), 4,68 e 4,60 (m, H-15), 5,11 (d, H-6) Fonte: <i>Scapania undulata</i>, Hepaticae (Andersen et al, 1977)</p>
	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 $[\alpha]_D^{20} - 100^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 805, 900, 1610, 3020, 3070 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,89 (s, H-14), 1,68 (s, H-12), 4,68 (sl, H-13), 4,68 (sl, H-15) Fonte: <i>Scapania undulata</i>, Hepaticae (Andersen et al, 1977)</p>
	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 800, 905, 1640, 3040, 3080 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,88 (s, H-14), 1,68 (s, H-12), 1,72 (s, H-15), 4,68 (m, H-13), 5,25 (dd, H-3) Fonte: <i>Scapania undulata</i>, Hepaticae (Andersen et al, 1977)</p>
	<p>$C_{15}H_{24}$, EM m/z: 204 , pf: 121-122 °C $[\alpha]_D^{20} + 61^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 799, 885, 1638, 3020, 3080 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,72 (s, H-14), 1,72 (s, H-12), 4,37 (m, H-15), 4,63 (m, H-13) Fonte: <i>Cyperus rotundus</i>, Cyperaceae (Sulser et al, 1971)</p>

Tabela 1 - Continuação.

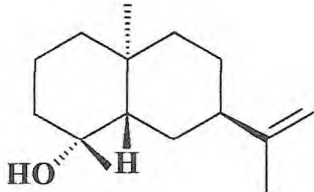
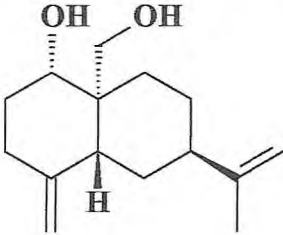
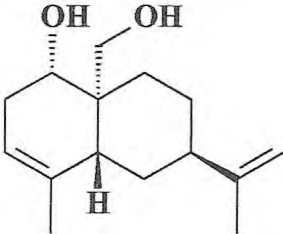
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 234 , pf: 85-86 °C $[\alpha]_D^{20} - 71,6^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 890, 1635, 3090, 3480, 3612 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,93 (s, H-14), 1,04 (s, H-15), 1,74 (s, H-12), 4,84 (s, H-13) Fonte: <i>Cyperus rotundus</i>, Cyperaceae (Sulser et al, 1971)</p>
<p>(30) 4α-hidroxi-5β,7β,10α-eudesma-11-eno</p>	
	<p>$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3630 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,56 (dd, H-1), 1,95 (m, H-2α), 1,84 (m, H-2β), 2,35 (ddd, H-3α), 2,13 (ddd, H-3β), 1,95 (d, H-5), 1,57 (ddd, H-6α), 1,86 (m, H-6β), 2,44 (s, H-7), 1,75 (ddd, H-8α), 1,94 (m, H-8β), 2,28 (ddd, H-9α), 1,29 (ddd, H-9β), 1,72 (s, H-12), 4,93 (ddq, H-13), 3,81 (d, H-14), 4,74 (ddd, H-15), 3,10 (s, OH-1), 3,36 (d, OH-14) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 81,1 (C-1), 31,9 (C-2), 34,1 (C-3), 147,9 (C-4), 40,6 (C-5), 25,3 (C-6), 38,0 (C-7), 22,6 (C-8), 26,3 (C-9), 42,2 (C-10), 146,4 (C-11), 111,0 (C-12), 22,4 (C-13), 60,1 (C-14), 106,8 (C-15) Fonte: <i>Polyachyrus sphaerocephalus</i>, Mutisieae (Pritschow et al, 1991)</p>
<p>(31) 1α,14-diidroxi 5β,10α-eudesma-4(15),11-dieno</p>	
	<p>$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,70 (dd, H-1), 2,25 (m, H-2α), 2,44 (m, H-2β), 5,30 (s, H-3), 2,14 (d, H-5), 1,30 (ddd, H-6α), 1,99 (d, H-6β), 2,42 (s, H-7), 1,97 (m, H-8α), 1,84 (dddd, H-8β), 2,28 (ddd, H-9α), 1,31 (ddd, H-9β), 4,94 (s, H-12), 1,74 (s, H-13), 3,99 (dd, H-14), 1,57 (s, H-15), 2,75 (d, OH-1), 2,48 (d, OH-14) Fonte: <i>Polyachyrus sphaerocephalus</i>, Mutisieae (Pritschow et al, 1991)</p>
<p>(32) 1α,14-diidroxi 5β,10α-eudesma-3,11-dieno</p>	

Tabela 1 - Continuação.

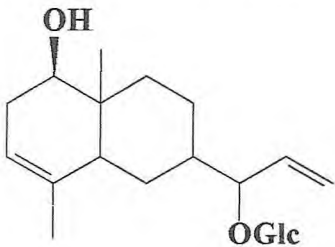
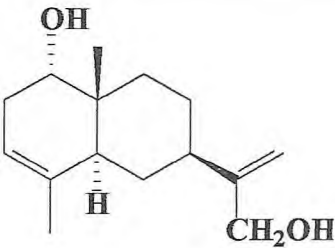
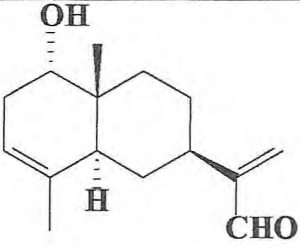
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(33) 1β-hidroxi-β-costol-12-O-β-D-glicopiranosídeo</p>	<p>$C_{15}H_{22}O$, EM m/z: 218 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 3450, 1620 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,57 (dd, H-1), 1,95 (m, H-2α), 2,34 (m, H-2β), 5,26 (ddq, H-3), 1,95 (m, H-5), 1,75 (d, H-6α), 1,24 (q, H-6β), 1,95 (m, H-7), 1,63 (d, H-8α), 1,41 (dq, H-8β), 1,08 (dt, H-9α), 1,95 (m, H-9β), 4,08 (s, H-12), 5,01 (s, H-13α), 4,88 (s, H-13β), 0,78 (s, H-14), 1,55 (s, H-15), 4,28 (d, H-1'), 3,25 (m, H-2'), 3,44 (m, H-3'), 3,44 (m, H-4'), 3,81 (dd, H-6$_1$'), 3,73 (dd, H-6$_2$')</p> <p>RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 81,8 (C-1), 29,0 (C-2), 118,9 (C-3), 153,8 (C-4), 47,2 (C-5), 28,6 (C-6), 41,5 (C-7), 26,9 (C-8), 35,5 (C-9), 36,6 (C-10), 135,2 (C-11), 64,8 (C-12), 108,0 (C-13), 10,4 (C-14), 20,6 (C-15), 100,0 (C-1'), 73,4 (C-2'), 76,2 (C-3'), 70,1 (C-4'), 75,2 (C-5'), 62,0 (C-6')</p> <p>Fonte: <i>Jurinea leptoloba</i>, Compositae (Rustaiyan et al, 1991)</p>
 <p>(34) 1α,12-diidroxi-5α,7β,10β-eudesma-3,11(13)-diene</p>	<p>$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3620, 1640, 905 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,55 (dd, H-1β), 2,00 (m, H-2α), 2,30 (m, H-2β), 5,29 (s, H-3), 1,91 (ddd, H-6α), 2,53 (ddd, H-7α), 4,16 (s, H-12), 5,07 e 4,95 (m, H-13), 0,79 (d, H-14), 1,60 (s, H-15)</p> <p>Fonte: <i>Cnicothamnus lorentzii</i> Griseb., Compositae (Bohlmann e Zdero, 1979)</p>
 <p>(35) 1α-hidroxi,12-carbaldeído-5α,7β,10β-eudesma-3,11(13)-diene</p>	<p>$C_{15}H_{22}O_2$, EM m/z: 234 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3610, 2710, 1700, 1625 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,58 (dd, H-1β), 2,02 (m, H-2α), 2,33 (m, H-2β), 5,30 (s, H-3), 1,93 (ddd, H-6α), 2,54 (ddd, H-7α), 9,55 (s, H-12), 6,30 e 6,00 (m, H-13), 0,81 (d, H-14), 1,58 (s, H-15)</p> <p>Fonte: <i>Cnicothamnus lorentzii</i> Griseb., Compositae (Bohlmann e Zdero, 1979)</p>

Tabela 1 - Continuação.

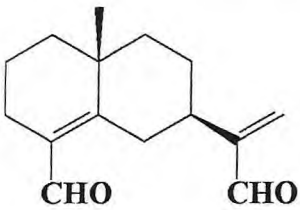
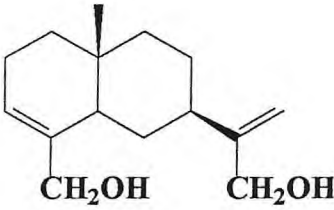
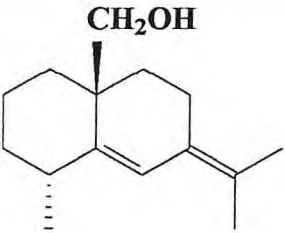
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(36) 12,15-dicarbaldeído-7β,10β-eudesma-4,11(13)-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 2770, 2710, 1700, 1670, 1620 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,12 (m, H-3α), 2,37 (d, H-3β), 3,42 (dd, H-6α), 2,12 (dddd, H-6β), 2,63 (dddd, H-7), 1,71 (m, H-8α), 1,71 (m, H-8β), 1,38 (dd, H-9α), 1,60 (m, H-9β), 9,56 (s, H-12), 6,35 (d, H-13α), 6,07 (s, H-13β), 1,12 (s, H-14), 10,16 (s, H-15) Fonte: <i>Libanothamnus granatesianus</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>
 <p>(37) 12,15-diidroxi-7β,10β-eudesma-3,11(13)-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3640, 3330, 3090, 1660 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,11 (m, H-2), 5,64 (ddd, H-3β), 1,92 (d, H-5α), 1,27 (m, H-6β), 2,11 (m, H-7), 1,63 (m, H-8α), 1,40 (m, H-8β), 1,30 (m, H-9α), 1,51 (ddd, H-9β), 4,17 (s, H-12), 5,05 (dt, H-13α), 4,95 (t, H-13β), 0,82 (s, H-14), 4,11-3,97 (d, H-15) Fonte: <i>Libanothamnus granatesianus</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>
 <p>(38) 14-hidroxi-4-epi-eudesma-5,7(11)-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220 $[\alpha]_D^{20} - 168,7^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1620 RMN 1H (C_6D_6): 1,05 (dddd, H-1α), 1,89 (ddd, H-1β), 1,46 (m, H-2α), 1,60 (m, H-2β), 0,96 (dddd, H-3α), 1,60 (m, H-3β), 2,06 (m, H-4), 6,33 (d, H-6), 2,40 (ddd, H-8α), 2,24 (ddd, H-8β), 1,30 (dddd, H-9α), 1,98 (ddd, H-9β), 1,64 (s, H-12), 1,76 (d, H-13), 1,02 (d, H-14), 4,31-4,22 (d, H-15) RMN ^{13}C (C_6D_6): 36,3 (C-1), 22,9 (C-2), 37,1 (C-3), 34,0 (C-4), 142,5 (C-5), 120,6 (C-6), 128,2 (C-7), 23,0 (C-8), 34,4 (C-9), 39,0 (C-10), 125,5 (C-11), 20,7 (C-12), 19,7 (C-13), 19,1 (C-14), 64,8 (C-15) Fonte: <i>Alcyonium coralloides</i>, Alcyonacea (D' Ambrosio et al, 1987)</p>

Tabela 1 - Continuação.

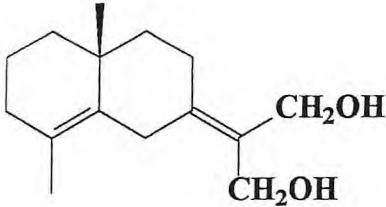
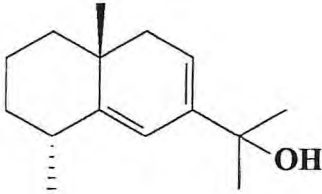
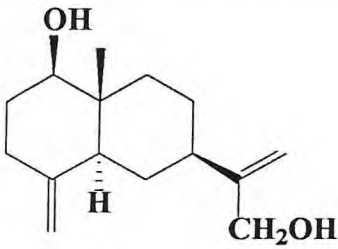
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="284 734 608 808">(39) 12,13-diidroxi-10β-eudesma-4,7(11)-dieno</p>	<p data-bbox="746 443 1070 477">$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236</p> <p data-bbox="746 477 938 510">$[\alpha]_D^{20} - 14,1^\circ$</p> <p data-bbox="746 510 1078 544">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1620</p> <p data-bbox="746 544 1497 745">RMN 1H (C_6D_6): 1,25 (H-1α), 1,43 (H-1β), 1,61 (m, H-2α), 1,40 (m, H-2β), 1,88 (H-3α), 1,73 (H-3β), 3,65 (dd, H-6α), 2,40 (d, H-6β), 2,50 (dddd, H-8α), 2,04 (ddd, H-8β), 1,23 (H-9α), 1,39 (H-9β), 4,82 (s, H-12), 4,89 e 4,99 (2H-13), 1,59 (s, H-14), 0,99 (s, H-15)</p> <p data-bbox="746 745 1497 891">RMN ^{13}C (C_6D_6): 42,1 (C-1), 19,3 (C-2), 33,1 (C-3), 133,5 (C-4), 147,8 (C-5), 30,6 (C-6), 125,7 (C-7), 26,8 (C-8), 39,5 (C-9), 34,9 (C-10), 120,6 (C-11), 62,3 (C-12), 62,1 (C-13), 19,3 (C-14), 24,5 (C-15)</p> <p data-bbox="746 891 1497 965">Fonte: <i>Alcyonium coralloides</i>, Alcyonacea (D' Ambrosio et al, 1987)</p>
 <p data-bbox="277 1290 600 1361">(40) 11-hidroxi-4α,10β-eudesma-5,7-dieno</p>	<p data-bbox="740 1016 1206 1050">$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220 , pf: 55 °C</p> <p data-bbox="740 1050 932 1084">$[\alpha]_D^{20} + 305^\circ$</p> <p data-bbox="740 1084 1072 1120">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1620</p> <p data-bbox="740 1120 1497 1319">RMN 1H (C_6D_6): 1,26 (H-1α), 1,44 (H-1β), 1,45 (H-2α), 1,56 (H-2β), 1,02 (m, H-3α), 1,56 (H-3β), 2,10 (m, H-4), 5,98 (dd, H-6), 5,58 (ddd, H-8), 2,15 (dd, H-9α), 1,94 (dd, H-9β), 1,26 (s, H-12), 1,29 (s, H-13), 1,09 (d, H-14), 0,97 (s, H-15)</p> <p data-bbox="740 1319 1497 1464">RMN ^{13}C (C_6D_6): 42,8 (C-1), 22,7 (C-2), 35,7 (C-3), 33,2 (C-4), 149,6 (C-5), 115,5 (C-6), 142,8 (C-7), 114,1 (C-8), 40,9 (C-9), 34,9 (C-10), 71,4 (C-11), 29,5 (C-12), 29,3 (C-13), 18,7 (C-14), 22,4 (C-15)</p> <p data-bbox="740 1464 1497 1541">Fonte: <i>Alcyonium coralloides</i>, Alcyonacea (D' Ambrosio et al, 1987)</p>
 <p data-bbox="225 1872 639 1946">(41) 1β,12-diidroxi-5α,7β,10β-eudesma-4(15),11(13)-dieno</p>	<p data-bbox="735 1585 1281 1619">$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236 , pf: 149-150 °C</p> <p data-bbox="735 1619 1361 1653">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3560, 3360, 1630, 1430, 880, 850</p> <p data-bbox="735 1653 1497 1765">RMN 1H ($CDCl_3$): 3,43 (dd, H-1), 2,31 (dddd, H-5), 4,15 (s, H-12), 5,05 (s, H-13a), 4,95 (s, H-13b), 0,71 (s, H-14), 4,76 (s, H-15)</p> <p data-bbox="735 1765 1497 1832">Fonte: <i>Gonospermum fruticosum</i>, Asteraceae (González , 1992)</p>

Tabela 1 - Continuação.

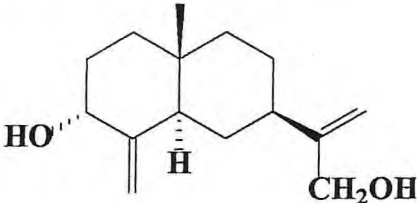
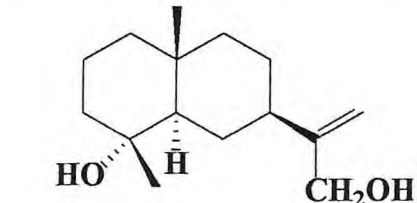
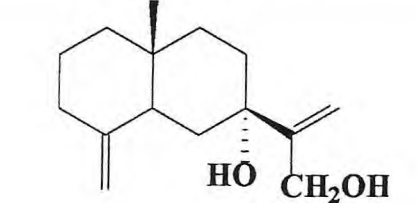
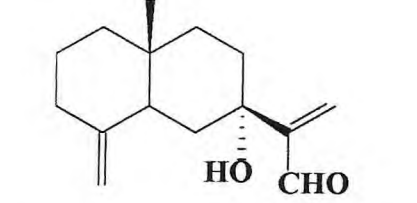
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3560, 3380, 1630, 1440, 1360, 1130, 1080, 890 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,23 (t, H-3), 2,30 (d, H-5), 4,08 (s, H-12), 4,99 (s, H-13a), 4,87 (s, H-13b), 0,66 (s, H-14), 4,87 (s, H-15a), 4,51 (s, H-15b) Fonte: <i>Gonospermum fruticosum</i>, Asteraceae (González, 1992)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238 , pf: 192-193 °C IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3575, 3380, 1630, 1160, 1080, 1005, 895 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,12 (s, H-12), 5,00 (d, H-13a), 4,90 (d, H-13b), 0,88 (s, H-14), 1,09 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 42,2 (C-1), 20,2 (C-2), 43,5 (C-3), 72,2 (C-4), 55,0 (C-5), 27,3 (C-6), 41,1 (C-7), 26,6 (C-8), 44,7 (C-9), 34,7 (C-10), 154,1 (C-11), 65,3 (C-12), 107,9 (C-13), 18,7 (C-14), 22,7 (C-15) Fonte: <i>Gonospermum fruticosum</i>, Asteraceae (González, 1992)</p>
	<p>$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236 , pf: 87-88 °C $[\alpha]_D^{20} + 15^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3575, 3380, 1630, 1160, 1080, 1005, 895 Fonte: <i>Ipomoea batatas</i>, Convolvulaceae (Wijnberg et al, 1985)</p>
<p>(44) 7α,12-dihidroxi-7β,10β-eudesma-4(15),11(13)-dieno</p>	
	<p>$C_{15}H_{22}O_2$, EM m/z: 234 , pf: 123-124 °C $[\alpha]_D^{20} + 2^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3580, 3350, 1620, 1700, 1100, 1010, 900 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,00-2,50 (m, 13H), 3,77 (s, OH-7), 4,47 (s, H-15a), 4,43 (s, H-15b), 0,80 (d, H-14), 6,17 (s, H-13a), 6,50 (s, H-13b), 9,51 (s, H-12) Fonte: <i>Ipomoea batatas</i>, Convolvulaceae (Wijnberg et al, 1985)</p>
<p>(45) 7α-hidroxi-12-carbaldeído-7β,10β-eudesma-4(15),11(13)-dieno</p>	

Tabela 1 - Continuação.

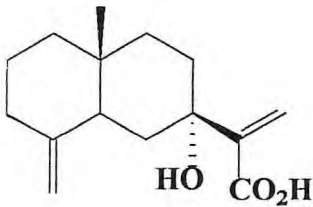
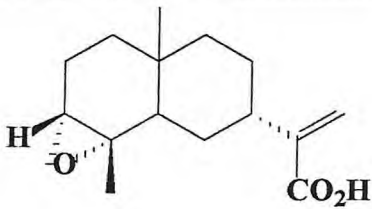
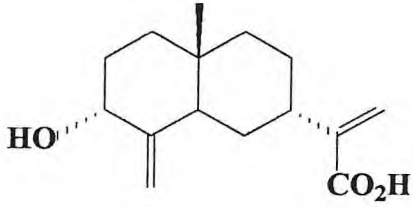
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(46) 7α-hidroxi-12-carboxi-7β,10β-eudesma-4(15),11(13)-diene</p>	<p>$C_{15}H_{22}O_3$, EM m/z: 250, pf: 220 °C $[\alpha]_D^{20} + 21^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 3500-2600, 1700, 1650 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,33 (m, H-1α), 1,45 (m, H-1β), 1,60 (m, H-2α), 1,60 (m, H-2β), 2,04 (ddd, H-3α), 2,31 (dt, H-3β), 2,37 (dd, H-5), 1,62 (m, H-6α), 1,62 (m, H-6β), 1,33 (m, H-8α), 1,75 (m, H-8β), 1,87 (m, H-9α), 1,40 (m, H-9β), 6,38 (s, H-13a), 5,94 (s, H-13b), 0,73 (s, H-14), 4,71 (q, H-15a), 4,38 (q, H-15b) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 41,3 (C-1), 23,4 (C-2), 36,8 (C-3), 150,3 (C-4), 43,7 (C-5), 34,3 (C-6), 72,9 (C-7), 31,3 (C-8), 35,9 (C-9), 35,4 (C-10), 146,7 (C-11), 167,8 (C-12), 123,3 (C-13), 15,4 (C-14), 105,1 (C-15) Fonte: <i>Cnicothammus lorentzii</i> Griseb., Compositae (Zdero et al, 1987)</p>
 <p>(47) 12-carboxi-3α,4β-epoxi-eudesm-11(13)-eno</p>	<p>$C_{15}H_{22}O_3$, EM m/z: 250 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 2950, 2840, 2600, 1695, 1620, 1445, 1380, 1100, 1050, 980, 820, 750 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,95 (d, H-3β), 2,02 (d, H-5), 2,95 (d, H-7β), 6,32 (s, H-13a), 5,69 (s, H-13b), 1,22 (s, H-14), 0,82 (s, H-15) Fonte: <i>Imula viscosa</i>, Compositae (Ulubelen et al, 1987)</p>
 <p>(48) 3α-hidroxi-12-carboxi-7α,10β-eudesma-4(15),11(13)-diene</p>	<p>$C_{15}H_{22}O_3$, EM m/z: 250 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3400, 2960, 2840, 2600, 1690, 1620, 1450, 1375, 1150, 1040, 990, 900, 820 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,37 (t, H-3β), 2,44 (d, H-5), 2,57 (tt, H-7β), 6,31 (s, H-13a), 5,68 (s, H-13b), 0,73 (s, H-14), 4,94 (s, H-15a), 4,56 (s, H-15b) Fonte: <i>Imula viscosa</i>, Compositae (Ulubelen et al, 1987)</p>

Tabela 1 - Continuação.

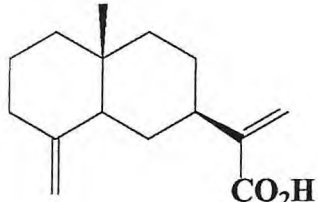
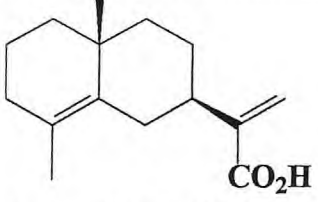
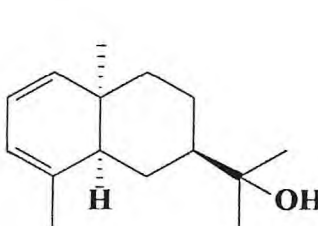
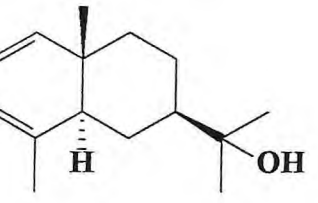
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="255 705 638 795">(49) 12-carboxy-7β,10β-eudesma-4(15),11(13)-diene</p>	<p data-bbox="750 448 1260 481">$C_{15}H_{22}O_2$, EM m/z: 234 , pf: 87-88 °C</p> <p data-bbox="750 481 925 526">$[\alpha]_D^{20} + 23,4^\circ$</p> <p data-bbox="750 526 1468 571">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 3500-2600, 1700, 1650, 1100, 900</p> <p data-bbox="750 571 1500 761">RMN 1H (CDCl₃): 2,49 (dt, H-3α), 2,18 (ddd, H-3β), 2,08 (dd, H-6α), 1,63 (t, H-6β), 2,86 (tt, H-7), 1,70 (m, H-8α), 1,50 (m, H-8β), 1,50 (m, H-9α), 1,14 (m, H-9β), 6,18 (s, H-13a), 5,60 (s, H-13b), 1,07 (s, H-14), 5,27 (s, H-15a), 5,01 (s, H-15b)</p> <p data-bbox="750 761 1468 828">Fonte: <i>Apalochlamys spectabilis</i>, Compositae (Zdero et al, 1990)</p>
 <p data-bbox="255 1064 638 1131">(50) 12-carboxy-7β,10β-eudesma-4,11(13)-diene</p>	<p data-bbox="750 873 1069 907">$C_{15}H_{22}O_2$, EM m/z: 234</p> <p data-bbox="750 907 1308 952">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 3500-2600, 1700, 1650</p> <p data-bbox="750 952 1500 1108">RMN 1H (CDCl₃): 5,54 (sl, H-3α), 5,54 (sl, H-3β), 1,94 (dt, H-6α), 1,49 (t, H-6β), 2,30 (t, H-7), 1,58 (d, H-8α), 1,42 (m, H-8β), 1,42 (m, H-9α), 1,24 (m, H-9β), 6,17 (s, H-13a), 5,57 (s, H-13b), 1,03 (s, H-14), 1,80 (dt, H-15)</p> <p data-bbox="750 1108 1500 1176">Fonte: <i>Apalochlamys spectabilis</i>, Compositae (Zdero et al, 1990)</p>
 <p data-bbox="255 1478 638 1556">(51) 11-hidroxi-5α,7β,10-<i>epi</i>-eudesma-1,3-dieno</p>	<p data-bbox="750 1220 1244 1254">$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220 , pf: 94-96 °C</p> <p data-bbox="750 1254 925 1299">$[\alpha]_D^{20} + 361^\circ$</p> <p data-bbox="750 1299 1276 1344">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3300, 1650, 1590, 850, 720</p> <p data-bbox="750 1344 1500 1433">RMN 1H (CDCl₃): 5,28 (d, H-1), 5,82 (dd, H-2), 5,56 (m, H-3), 1,14 (s, H-12), 1,14 (s, H-13), 0,88 (d, H-14), 1,79 (s, H-15)</p> <p data-bbox="750 1433 1500 1579">RMN ^{13}C (CDCl₃): 133,2 (C-1), 123,5 (C-2), 116,8 (C-3), 139,8 (C-4), 47,7 (C-5), 27,3 (C-6), 47,3 (C-7), 24,8 (C-8), 39,1 (C-9), 35,7 (C-10), 72,8 (C-11), 26,9 (C-12), 27,1 (C-13), 22,2 (C-14), 26,0 (C-15)</p> <p data-bbox="750 1579 1468 1624">Fonte: <i>Nicotinia rustica</i>, Solanaceae (Uegaki et al, 1985)</p>
 <p data-bbox="255 1915 638 1993">(52) 11-hidroxi-5α,7β,10β-eudesma-1,3-dieno</p>	<p data-bbox="750 1668 1053 1702">$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220</p> <p data-bbox="750 1702 1276 1747">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3300, 1650, 1590, 850, 720</p> <p data-bbox="750 1747 1500 1814">RMN 1H (CDCl₃): 5,50-5,80 (, H-1, H-2, H-3), 1,23 (s, H-12), 1,23 (s, H-13), 0,80 (d, H-14), 1,78 (s, H-15)</p> <p data-bbox="750 1814 1468 1859">Fonte: <i>Nicotinia rustica</i>, Solanaceae (Uegaki et al, 1985)</p>

Tabela 1 - Continuação.

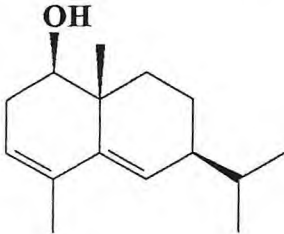
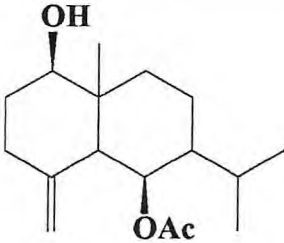
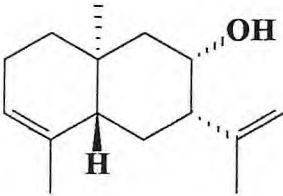
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220, pf: 48-50 °C $[\alpha]_D^{20} - 7^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3400, 1600, 1060, 860 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,50 (dd, H-1), 5,52 (d, H-6), 0,92 (m, H-12), 0,92 (m, H-13), 0,92 (m, H-14), 1,75 (d, H-15) Fonte: <i>Sideritis varoi</i>, Labiatae (Granados et al, 1985)</p>
<p>(53) 1β-hidroxi-7β,10β-eudesma-3,5-dieno</p>	
	<p>$C_{17}H_{28}O_3$, EM m/z: 280 $[\alpha]_D^{20} + 62,6^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3450, 3080, 1740, 1650, 1250, 1240, 895 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,49 (dt, H-3α), 2,18 (ddd, H-3β), 2,08 (dd, H-6α), 1,63 (t, H-6β), 2,86 (tt, H-7), 1,70 (m, H-8α), 1,50 (m, H-8β), 1,50 (m, H-9α), 1,14 (m, H-9β), 6,18 (s, H-13a), 5,60 (s, H-13b), 1,07 (s, H-14), 5,27 (s, H-15a), 5,01 (s, H-15b) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 79,6 (C-1), 30,6 (C-2), 34,5 (C-3), 145,2 (C-4), 51,7 (C-5), 71,1 (C-6), 50,1 (C-7), 21,8 (C-8), 37,4 (C-9), 40,3 (C-10), 28,1 (C-11), 20,4 (C-12), 20,4 (C-13), 12,79 (C-14), 108,5 (C-15), 21,83 ($\underline{C}H_3CO$), 170,7 (MeCO) Fonte: <i>Sideritis varoi</i>, Labiatae (Granados et al, 1985)</p>
<p>(54) 1β-hidroxi-6β-acetoxi-eudesm-4(15)-eno</p>	
	<p>$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220 $[\alpha]_D^{20} + 40,5^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3560, 1415, 1375, 980, 935, 900, 840 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,29 (m, H-1α), 1,41 (dd, H-1β), 2,10 (m, H-2α), 1,96 (m, H-2β), 5,32 (sl, H-3), 1,96 (m, H-5), 1,61 (m, H-6α), 1,56 (m, H-6β), 2,13 (ddd, H-7), 4,05 (m, H-8β), 1,31 (dd, H-9α), 1,90 (dd, H-9β), 1,80 (s, H-12), 4,87 (s, H-13a), 5,02 (s, H-13b), 1,04 (d, H-14), 1,66 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 22,6 (C-1), 22,9 (C-2), 35,7 (C-3), 121,1 (C-4), 51,0 (C-5), 38,1 (C-6), 47,2 (C-7), 66,8 (C-8), 45,5 (C-9), 32,2 (C-10), 134,6 (C-11), 22,7 (C-12), 112,0 (C-13), 17,7 (C-14), 21,2 (C-15) Fonte: <i>Bazzania spiralis</i>, Hepaticae (Kondo et al, 1990)</p>
<p>(55) <i>ent</i>-8α-hidroxi-5β,7α,10α-eudesma-3,11-dieno</p>	

Tabela 1 - Continuação.

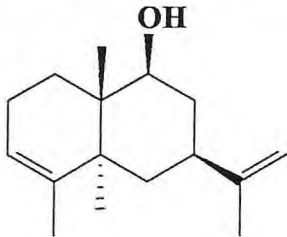
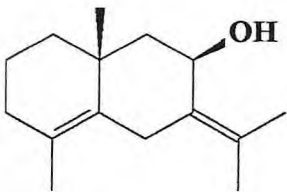
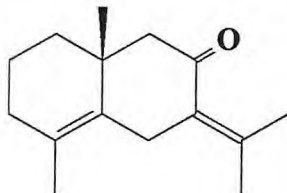
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="201 707 687 775">(56) 9β-hidroxi-5α,7β,10β-eudesma-3,11-dieno</p>	<p data-bbox="743 443 1062 477">$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220</p> <p data-bbox="743 479 919 517">$[\alpha]_D^{20} + 1,8^\circ$</p> <p data-bbox="743 519 1469 557">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3300, 3080, 3040, 1645, 1155, 1000, 890</p> <p data-bbox="743 560 1485 752">RMN 1H ($CDCl_3$): 1,25 (dt, H-1α), 2,02 (m, H-2α), 2,10 (m, H-2β), 1,93 (m, H-5α), 1,77 (m, H-6α), 1,16 (dt, H-6β), 2,12 (tt, H-7α), 1,82 (dt, H-8α), 1,56 (dt, H-8β), 3,38 (dd, H-9α), 1,76 (s, H-12), 4,74 (dd, H-13a), 5,35 (dd, H-13b), 0,81 (s, H-14), 1,63 (s, H-15)</p> <p data-bbox="743 754 1485 898">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 33,0 (C-1), 22,4 (C-2), 121,1 (C-3), 133,8 (C-4), 45,1 (C-5), 28,1 (C-6), 43,6 (C-7), 35,0 (C-8), 78,1 (C-9), 37,6 (C-10), 149,3 (C-11), 20,8 (C-12), 109,0 (C-13), 10,0 (C-14), 21,7 (C-15)</p> <p data-bbox="743 900 1497 965">Fonte: <i>Aquilaria agollocha</i>, Thymelaeacea (Ishihara et al, 1991)</p>
 <p data-bbox="284 1301 587 1373">(57) 8β-hidroxi-10β-eudesma-4,7(11)-dieno</p>	<p data-bbox="743 1010 1246 1048">$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220, pf: 59-60 °C</p> <p data-bbox="743 1050 903 1088">$[\alpha]_D^{20} - 10^\circ$</p> <p data-bbox="743 1090 1501 1162">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3350, 1440, 1380, 1230, 1030, 960, 900, 815, 760</p> <p data-bbox="743 1164 1485 1267">RMN 1H ($CDCl_3$): 3,42 (m, H-3), 3,42 (s, H-6), 1,85 (s, H-12), 1,85 (s, H-13), 1,70 (s, H-14), 1,93 (s, H-15), 4,84 (s, OH-8)</p> <p data-bbox="743 1270 1501 1413">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 34,4 (C-1), 40,1 (C-2), 32,7 (C-3), 123,7 (C-4), 134,7 (C-5), 25,5 (C-6), 133,1 (C-7), 67,6 (C-8), 48,5 (C-9), 35,5 (C-10), 125,1 (C-11), 19,5 (C-12), 19,8 (C-13), 18,5 (C-14), 20,6 (C-15)</p> <p data-bbox="743 1415 1406 1451">Fonte: <i>Nephthea sp.</i>, Nephtheidae (Coll et al, 1985)</p>
 <p data-bbox="264 1709 603 1783">(58) 8-oxo-10β-eudesma-4,7(11)-dieno</p>	<p data-bbox="735 1491 1054 1529">$C_{15}H_{22}O$, EM m/z: 218</p> <p data-bbox="735 1532 895 1570">$[\alpha]_D^{20} + 99^\circ$</p> <p data-bbox="735 1572 1437 1610">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 1675, 1600, 1435, 1370, 1280, 985, 688</p> <p data-bbox="735 1612 1469 1715">RMN 1H ($CDCl_3$): 3,04 (m, H-1), 2,30 (s, H-6), 3,40 (m, H-9), 1,70 (s, H-12), 1,90 (s, H-13), 1,10 (s, H-14), 2,12 (s, H-15)</p> <p data-bbox="735 1718 1497 1861">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 38,0 (C-1), 38,0 (C-2), 32,1 (C-3), 130,7 (C-4), 143,5 (C-5), 29,6 (C-6), 130,1 (C-7), 202,3 (C-8), 55,4 (C-9), 35,5 (C-10), 125,6 (C-11), 22,4 (C-12), 22,9 (C-13), 18,8 (C-14), 25,6 (C-15)</p> <p data-bbox="735 1863 1406 1899">Fonte: <i>Nephthea sp.</i>, Nephtheidae (Coll et al, 1985)</p>

Tabela 1 - Continuação.

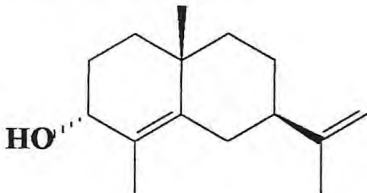
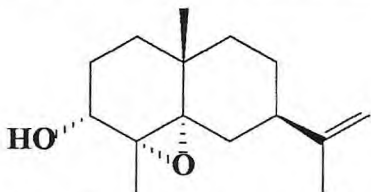
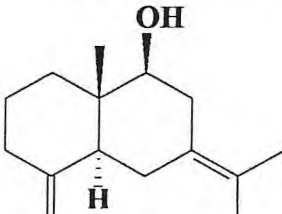
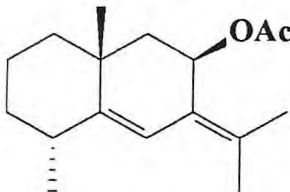
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: , pf: 115,5-112 °C $[\alpha]_D^{20} + 131,4^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3450, 3080, 1644, 1100, 886 Fonte: <i>Cyperus rotundus</i>, Cyperaceae (Hikino e Aota, 1976)</p>
<p>(59) 3α-hidroxi-7β,10β-eudesma-4,11(13)-dieneo</p>	
	<p>$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236, pf: 61,5 °C $[\alpha]_D^{20} + 37,3^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3450, 3080, 1644, 1038, 886 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,64 (m, H-3), 1,74 (s, H-12), 4,68 (sl, H-13), 1,04 (s, H-14), 1,38 (s, H-15) Fonte: <i>Cyperus rotundus</i>, Cyperaceae (Hikino e Aota, 1976)</p>
<p>(60) 3α-hidroxi-4α,5α-epoxi-7β,10β-eudesma-11(13)-eno</p>	
	<p>$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220, pf: 91-92 °C IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 1675, 1600, 1435, 1370, 1280, 985, 688 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,08-3,35 (m, H-9), 1,78 (s, H-12), 1,78 (s, H-13), 0,75 (s, H-14), 4,50 (sl, H-15a), 4,70 (sl, H-15b) Fonte: <i>Streptomyces fradiae</i> IMRU. (Gerber, 1972)</p>
<p>(61) 9β-hidroxi-5α,10β-eudesma-4(15),7(11)-dieneo</p>	
	<p>$C_{17}H_{26}O_2$, EM m/z: 262 $[\alpha]_D^{20} + 225^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 2917, 1734, 1457, 1244, 1030, 760 RMN 1H (C_6D_6): 1,10-1,70 (m, H-1, H-2, H-3), 2,18 (m, H-4), 6,19 (s, H-6), 6,15 (dd, H-8), 1,50 (dd, H-9α), 2,12 (dd, H-9β), 1,67 (s, H-12), 1,67 (s, H-13), 1,25 (s, H-14), 1,05 (s, H-15), 1,73 (s, $COCH_3$) RMN ^{13}C (C_6D_6): 43,0 (C-1), 22,1 (C-2), 33,6 (C-3), 133,8 (C-4), 147,3 (C-5), 115,4 (C-6), 131,4 (C-7), 67,9 (C-8), 44,2 (C-9), 34,3 (C-10), 127,4 (C-11), 18,9 (C-12), 25,2 (C-13), 20,6 (C-14), 19,6 (C-15), 169,5 ($COCH_3$), 21,0 ($COCH_3$) Fonte: <i>Alcyonium coralloides</i>, Alcyonacea (Guerriero et al, 1986)</p>
<p>(62) 8β-acetiloxi-4-epi-10β-eudesma-5,7(11)-dieneo</p>	

Tabela 1 - Continuação.

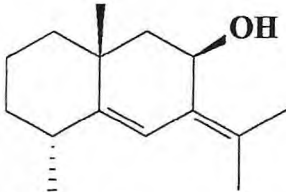
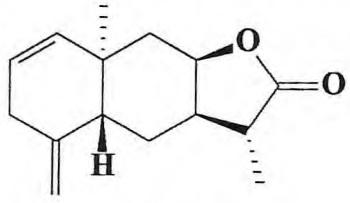
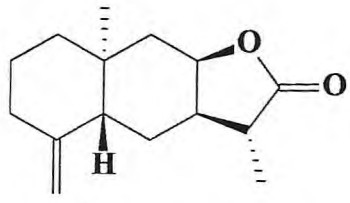
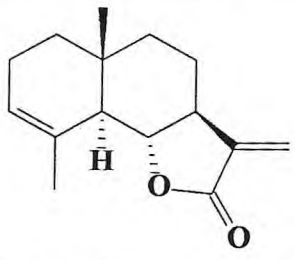
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="263 627 622 705">(63) 8β-hidroxi-4-<i>epi</i>-10β-eudesma-5,7(11)-dieno</p>	<p data-bbox="742 403 1061 436">$C_{15}H_{24}O$, EM m/z: 220</p> <p data-bbox="742 436 933 481">$[\alpha]_D^{20} + 262^\circ$</p> <p data-bbox="742 481 1492 627">RMN 1H (C_6D_6): 1,00-1,90 (m, H-1, H-2, H-3, H-9α, OH), 2,20 (m, H-4), 6,16 (sl, H-6), 4,72 (dd, H-8), 1,96 (dd, H-9β), 1,69 (s, H-12), 1,69 (s, H-13), 1,43 (s, H-14), 1,08 (s, H-15)</p> <p data-bbox="742 627 1492 772">RMN ^{13}C (C_6D_6): 43,6 (C-1), 22,1 (C-2), 37,7 (C-3), 33,6 (C-4), 147,7 (C-5), 114,6 (C-6), 131,8 (C-7), 65,5 (C-8), 46,7 (C-9), 34,5 (C-10), 128,8 (C-11), 19,0 (C-12), 25,8 (C-13), 20,2 (C-14), 19,8 (C-15)</p> <p data-bbox="742 772 1508 851">Fonte: <i>Alcyonium coralloides</i>, Alcyonacea (Guerriero et al, 1986)</p>
 <p data-bbox="199 1108 678 1187">(64) 12,8-olideo-5β,7β,8β,10α,11α-eudesma-1,4(15)-dieno</p>	<p data-bbox="742 884 1332 929">$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232, pf: 163,5-164,5 °C</p> <p data-bbox="742 929 901 974">$[\alpha]_D^{20} - 41^\circ$</p> <p data-bbox="742 974 1460 1008">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3070, 1760, 1650, 1380, 1295, 1170, 895</p> <p data-bbox="742 1008 1492 1153">RMN 1H ($CDCl_3$): 5,45 (d, H-1), 5,56 (dd, H-2), 2,81 (m, H-3a), 2,97 (m, H-3b), 4,70 (m, H-8) 1,37 (dd, H-9a), 2,07 1,50 (dd, H-9b), 2,50 (m, H-11) 1,21 (d, H-12), 0,84 (s, H-14), 4,47 (sl, H-15a), 4,97 (sl, H-15b)</p> <p data-bbox="742 1153 1460 1232">Fonte: <i>Callitris columellaris</i> F. Muell., Compositae (Brecknell e Carman, 1978; Brecknell e Carman, 1979)</p>
 <p data-bbox="199 1489 678 1568">(65) 12,8-olideo-5β,7β,8β,10α,11α-eudesm-4(15)-eno</p>	<p data-bbox="742 1265 1284 1310">$C_{15}H_{22}O_2$, EM m/z: 220, pf: 127-128 °C</p> <p data-bbox="742 1310 901 1355">$[\alpha]_D^{20} - 39^\circ$</p> <p data-bbox="742 1355 1444 1388">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 1675, 1600, 1435, 1370, 1280, 985, 688</p> <p data-bbox="742 1388 1460 1489">RMN 1H ($CDCl_3$): 4,70 (m, H-8) 1,37 (dd, H-9a), 2,07 1,50 (dd, H-9b), 2,50 (m, H-11) 1,21 (d, H-12), 0,76 (s, H-14), 4,51 (sl, H-15a), 4,78 (sl, H-15b)</p> <p data-bbox="742 1489 1492 1568">Fonte: <i>Callitris columellaris</i> F. Muell., Compositae (Brecknell e Carman, 1978)</p>
 <p data-bbox="215 1859 646 1937">(66) 12,6-olideo-5α,6α,7β,10β-eudesma-3,11(13)-dieno</p>	<p data-bbox="742 1601 1252 1646">$C_{17}H_{20}O_2$, EM m/z: 232, pf: 80-82 °C</p> <p data-bbox="742 1646 917 1691">$[\alpha]_D^{20} + 116^\circ$</p> <p data-bbox="742 1691 1220 1724">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 1760, 1650, 1050, 760</p> <p data-bbox="742 1724 1492 1792">RMN 1H ($CDCl_3$): 5,37 (d, H-3), 3,87 (t, H-6), 5,37 (d, H-13a), 6,04 (d, H-13b) 0,90 (s, H-14), 1,84 (s, H-15)</p> <p data-bbox="742 1792 1492 1870">Fonte: <i>Moquinea velutina</i>, Compositae (Tomassini, 1972)</p>

Tabela 1 - Continuação.

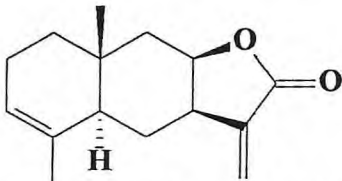
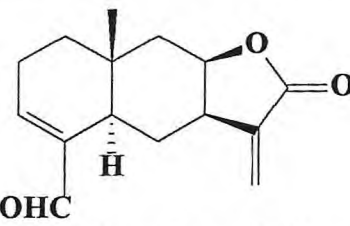
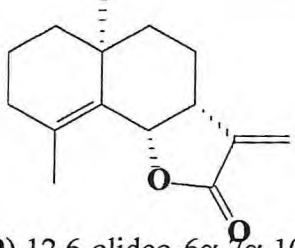
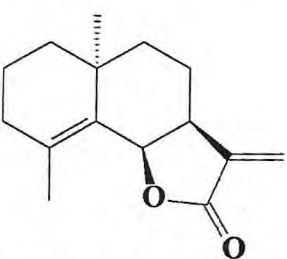
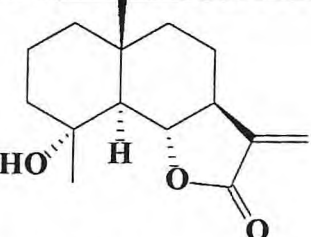
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(67) 12,8-olideo-5α,7β,8β,10β-eudesma-3,11(13)-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₀O₂ , EM <i>m/z</i>: 232 , pf: 70 °C $[\alpha]_D^{20} + 98^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 1760, 1660, 1645, 1260, 1145, 945, 845 RMN ¹H (CDCl₃): 5,39 (m, H-3), 4,76 (m, H-8), 5,54 (sl, H-13a), 6,28 (sl, H-13b), 0,94 (s, H-14), 1,68 (sl, H-15) Fonte: <i>Imula racemosa</i>, Compositae (Kaur, 1985), <i>Artemisia iwayomogi</i>, Compositae (Greger et al, 1986)</p>
 <p>(68) 12,8-olideo-15-carbaldeido-5α,7β,8β,10β-eudesma-3,11(13)-dieno</p>	<p>C₁₅H₁₈O₃ , EM <i>m/z</i>: 246 , pf: 160 °C IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 3430, 2890, 1725, 1450, 1375, 1257, 895 RMN ¹H (CDCl₃): 6,75 (sl, H-3), 4,48 (m, H-8), 5,65 (sl, H-13a), 6,10 (sl, H-13b), 0,94 (s, H-14), 9,34 (s, H-15) Fonte: <i>Imula racemosa</i>, Compositae (Kaur e Kalsi, 1985)</p>
 <p>(69) 12,6-olideo-6α,7α,10α-eudesma-4,11(13)-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₀O₂ , EM <i>m/z</i>: 232 , pf: 76,5-77 °C $[\alpha]_D^{20} - 113^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 1757, 1715, 1666, 1644 RMN ¹H (CDCl₃): 2,11 (m, H-3), 5,28 (t, H-6), 2,98 (m, H-7), 5,60 (d, H-13a), 6,18 (d, H-13b), 1,09 (s, H-14), 1,76 (s, H-15) Fonte: <i>Frullania tamarisci</i>, Hepaticae (Perold et al, 1972; Connolly e Thornton, 1973)</p>
 <p>(70) 12,6-olideo-6β,7β,10α-eudesma-4,11(13)-dieno</p>	<p>C₁₇H₂₀O₂ , EM <i>m/z</i>: 232 , pf: 76,5-77 °C $[\alpha]_D^{20} + 114^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 1757, 1715, 1666, 1644 RMN ¹H (CDCl₃): 2,11 (m, H-3), 5,28 (t, H-6), 2,98 (m, H-7), 5,60 (d, H-13a), 6,18 (d, H-13b), 1,09 (s, H-14), 1,76 (s, H-15) Fonte: <i>Frullania dilatata</i>, Hepaticae (Clive e Joussef, 1990)</p>
 <p>(71) 12,6-olideo-4α-hidroxi-5α,6α,7α,10β-eudesma-11(13)-eno</p>	<p>C₁₇H₂₂O₂ , EM <i>m/z</i>: 232 , pf: 76,5-77,5 °C IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 3556, 1768, 1663, 1644 RMN ¹H (CDCl₃): 1,81 (d, H-5), 4,05 (d, H-6), 2,58 (t, H-7), 5,46 (d, H-13a), 6,07 (d, H-13b), 0,99 (s, H-14), 1,32 (s, H-15), 2,99 (s, OH-4) Fonte: <i>Frullania tamarisci</i>, Hepaticae (Connolly e Thornton, 1973), <i>Artemisia arbusculata</i> Nutt., Tridentatae (Irwin e Geissman, 1969)</p>

Tabela 1 - Continuação.

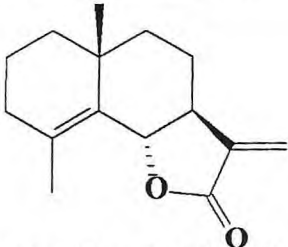
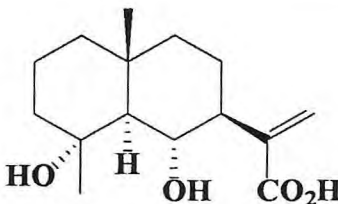
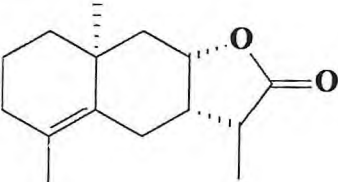
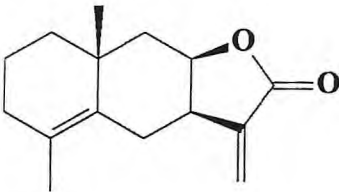
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(72) 12,6-olideo-6α,7β,10β-eudesma-4,11(13)-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₀O₂, EM <i>m/z</i>: 232, pf: 86,5-88 °C $[\alpha]_D^{20} + 47,3^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 1762, 1663, 1645, 1260, 1145, 945, 845 RMN ¹H (CDCl₃): 4,52 (d, H-6), 2,53 (t, H-7), 5,52 (d, H-13a), 6,09 (d, H-13b), 1,11 (s, H-14), 1,86 (s, H-15) Fonte: <i>Frullania tamarisci</i>, Hepaticae (Connolly e Thornton, 1973), <i>Artemisia arbusculata</i> Nutt., Tridentatae (Irwin e Geissman, 1969)</p>
 <p>(73) 4α,6α-diidroxi-12-carboxi-5α,7β,10β-eudesm-11(13)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₄O₄, EM <i>m/z</i>: 268, pf: 160-161 °C $[\alpha]_D^{20} + 3^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 3569, 3345, 2650, 1693, 1620 RMN ¹H (CDCl₃): 1,43 (d, H-5), 4,08 (d, H-6), 3,80 (sl, OH-6), 5,69 (d, H-13a), 6,23 (d, H-13b), 0,96 (s, H-14), 1,32 (sl, H-15), 3,80 (sl, OH-4) Fonte: <i>Frullania tamarisci</i>, Hepaticae (Connolly e Thornton, 1973), <i>Artemisia arbusculata</i> Nutt., Tridentatae (Irwin e Geissman, 1969)</p>
 <p>(74) 12,8-olideo-7α,8α,10α-eudesm-4-eno</p>	<p>C₁₅H₂₂O₂, EM <i>m/z</i>: 234 $[\alpha]_D^{20} - 43,8^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 1770, 1160, 950 RMN ¹H (C₆D₆): 3,90 (sl, H-11), 1,13 (s, H-13), 1,01 (s, H-14), 1,50 (sl, H-15) Fonte: <i>Diplophyllum albicans</i>, Hepaticae (Asakawa et al, 1979)</p>
 <p>(75) 12,8-olideo-7β,8β,10β-eudesma-4,11(13)-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₀O₂, EM <i>m/z</i>: 232 $[\alpha]_D^{20} + 35,2^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 1780, 1670 RMN ¹H (CDCl₃): 1,45-1,75 (m, H-1α, H-1β, H-2α, H-2β), 1,97 (m, H-3α, H-3β), 2,81 (dd, H-6α), 1,97 (m, H-6β), 3,05 (dddd, H-7α), 4,50 (ddd, H-8), 1,74 (d, H-9α, H-9β), 6,24 (d, H-13a), 5,60 (d, H-13b), 1,08 (s, H-14), 1,66 (sl, H-15) Fonte: <i>Inula helenium</i>, <i>Inula racemosa</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1978)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232 $[\alpha]_D^{20} - 100^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3090, 1760, 1650, 900 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,65 (m, H-3), 2,01 (m, H-5), 2,67 (dd, H-6α), 2,26 (dd, H-6β), 5,05 (dd, H-8), 2,38 (m, H-9a, H-9b), 1,84 (dd, H-13), 0,69 (s, H-14), 4,91 (ddd, H-15a), 4,66 (ddd, H-15b) Fonte: <i>Aster umbellatus</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>
	<p>$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232 $[\alpha]_D^{20} + 471,6^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3090, 1770, 1650, 900 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,35 (m, H-3), 2,00 (m, H-5), 2,74 (dd, H-6α), 2,30 (dd, H-6β), 4,84 (dd, H-8), 2,35 (m, H-9a, H-9b), 1,83 (dd, H-13), 0,90 (s, H-14), 4,88 (ddd, H-15a), 4,61 (ddd, H-15b) Fonte: <i>Aster umbellatus</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>
	<p>$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3090, 1805, 1769, 1647, 985 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,39 (d, H-3), 2,00-2,20 (m, H-5, H-6α, H-6β), 2,00-2,20 (m, H-9a, H-9b), 3,15 (m, H-12), 1,34 (d, H-13), 0,80 (s, H-14), 4,84 (ddd, H-15a), 4,60 (ddd, H-15b) Fonte: <i>Aster umbellatus</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>
	<p>$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3090, 1805, 1769, 1647, 985 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,39 (d, H-3), 2,00-2,20 (m, H-5, H-6α, H-6β), 2,00-2,20 (m, H-9a, H-9b), 3,15 (m, H-12), 1,33 (d, H-13), 0,80 (s, H-14), 4,84 (ddd, H-15a), 4,60 (ddd, H-15b) Fonte: <i>Aster umbellatus</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>

Tabela 1- Continuação.

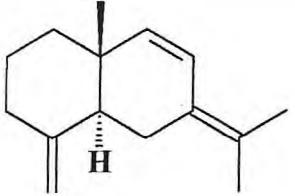
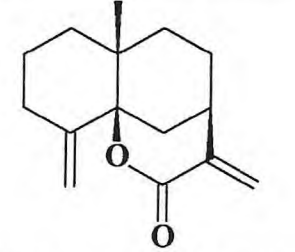
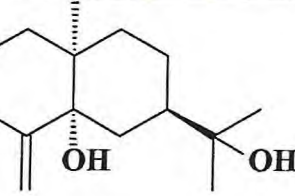
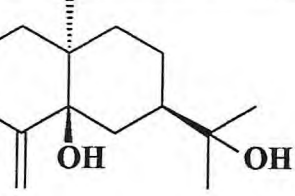
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(80) 5α,10β-eudesma-4(15),7(11),8-trieno</p>	<p>C₁₅H₂₂, EM <i>m/z</i>: 202 $[\alpha]_D^{20} + 290^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 3080, 1647, 895 RMN ¹H (CDCl₃): 2,49 (d, H-3), 1,95-2,35 (m, H-5, H-6α, H-6β), 6,31 (d, H-8), 5,40 (d, H-9a, H-9b), 1,79 (sl, H-12), 1,77 (sl, H-13), 0,80 (s, H-14), 4,81 (ddd, H-15a), 4,59 (ddd, H-15b) Fonte: <i>Aster umbellatus</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1980)</p>
 <p>(81) 12,5-olideo-5β,7β,10β-eudesma-4(15),11(13)-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₀O₂, EM <i>m/z</i>: 232 IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 1720 RMN ¹H (CDCl₃): 1,65-1,55 (m, H-2a, H-2b), 2,34 (dddd, H-3a), 2,24 (m, H-3b), 2,53 (dd, H-6a), 1,63 (dd, H-6b), 2,91 (dddd, H-7), 1,97 (m, H-8a), 1,57 (m, H-8b), 6,48 (d, H-13a), 5,55 (dd, H-13b), 0,97 (s, H-14), 5,21 (dd, H-15a), 4,87 (dd, H-15b) Fonte: <i>Jasonia montana</i>, Compositae (Ahmed e Jakupovic, 1990)</p>
 <p>(82) 5α,11-diidroxi-7β,10α-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O₂, EM <i>m/z</i>: 238 IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 3600 RMN ¹H (CDCl₃): 1,55 (m, H-2a, H-2b), 2,47 (dddd, H-3a), 2,17 (dddd, H-3b), 2,04 (dd, H-6a), 1,63 (dd, H-6b), 1,74 (dddd, H-7), 1,57 (m, H-8a, H-8b), 1,22 (s, H-12, H-13), 1,02 (s, H-14), 4,95 (sl, H-15a, H-15b) Fonte: <i>Jasonia montana</i>, Compositae (Ahmed et al, 1990)</p>
 <p>(83) 5β,11-diidroxi-7β,10α-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O₂, EM <i>m/z</i>: 238 IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 3600 RMN ¹H (CDCl₃): 1,63 (m, H-2a, H-2b), 2,60 (dddd, H-3a), 2,12 (dddd, H-3b), 1,63 (m, H-6a, H-6b), 1,90 (m, H-7), 1,60 (m, H-8a), 1,38 (dddd, H-8b), 1,23 (s, H-12), 1,22 (s, H-13), 0,86 (s, H-14), 4,82 (dd, H-15a), 4,70 (dd, H-15b) Fonte: <i>Jasonia montana</i>, Compositae (Ahmed et al, 1990)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{17}H_{24}O_5$, EM m/z: 308 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1770, 1740 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,14 (dd, H-1), 1,86 (dddd, H-2a), 1,56 (m, H-2b), 2,70 (dddd, H-3a), 2,16 (ddd, H-3b), 4,39 (d, H-6), 2,34 (m, H-7), 1,90 (dddd, H-8a), 1,51 (dddd, H-8b), 1,78 (ddd, H-9a), 1,62 (ddd, H-9b), 2,34 (m, H-11), 1,25 (d, H-13), 1,15 (s, H-14), 5,10 (d, H-15a), 5,07 (d, H-15b) Fonte: <i>Artemesia herba-alba</i>, Compositae (Ahmed et al, 1990)</p>
	<p>$C_{15}H_{22}O_4$, EM m/z: 266 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1800 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,88 (dd, H-1), 1,79 (dddd, H-2a), 1,50-1,70 (m, H-2b), 2,32 (ddd, H-3a), 2,07 (ddd, H-3b), 2,02 (d, H-5), 4,00 (dd, H-6), 1,50-1,70 (m, H-7), 2,07 (ddd, H-8a), 1,50-1,70 (m, H-8b), 3,83 (dd, H-9), 2,37 (dq, H-11), 1,22 (d, H-13), 0,92 (s, H-14), 5,02 (s, H-15a), 4,85 (s, H-15b) Fonte: <i>Artemesia herba-alba</i>, Compositae (Ahmed et al, 1990)</p>
	<p>$C_{15}H_{20}O_5$, EM m/z: 280 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3610, 1790 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,97 (m, H-2), 2,81 (m, H-3a), 2,42 (m, H-3b), 3,88 (d, H-5), 4,17 (dd, H-6), 1,63 (m, H-7), 1,99 (ddd, H-8a), 1,91 (ddd, H-8b), 4,39 (dd, H-9), 2,68 (dq, H-11), 1,32 (d, H-13), 5,87 (s, H-14a), 5,82 (s, H-14b), 5,47 (sl, H-15a), 5,27 (sl, H-15b) Fonte: <i>Artemesia herba-alba</i>, Compositae (Ahmed et al, 1990)</p>

Tabela 1 - Continuação.

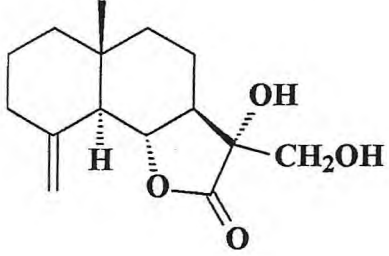
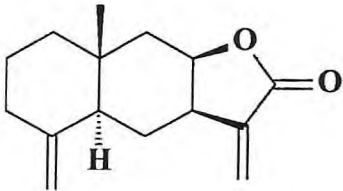
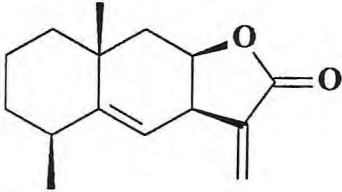
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="220 741 662 815">(87) 12,6-olideo-11α,13-dihidroxi-5α,6α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p data-bbox="743 443 1295 477">$C_{15}H_{22}O_2$, EM m/z: 238 , pf: 113-114 °C</p> <p data-bbox="743 477 927 510">$[\alpha]_D^{20} + 198^\circ$</p> <p data-bbox="743 510 1155 544">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 1760, 1200, 1005</p> <p data-bbox="743 544 1505 741">RMN 1H ($CDCl_3$): 1,70-1,30 (m, H-2a, H-2b), 2,00 (ddd, H-3a), 2,32 (ddd, H-3b), 2,15 (d, H-5), 4,21 (t, H-6β), 2,11 (dddd, H-7), 1,70-1,30 (m, H-8a, H-8b, H-9a, H-9b), 2,62 (dq, H-11), 1,20 (d, H-13), 0,84 (s, H-14), 4,92 (d, H-15a), 4,76 (d, H-15b)</p> <p data-bbox="743 741 1505 891">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 41,8 (C-1), 22,9 (C-2), 36,0 (C-3), 144,9 (C-4), 54,9 (C-5), 78,8 (C-6), 48,4 (C-7), 20,5 (C-8), 39,9 (C-9), 38,4 (C-10), 38,8 (C-11), 180,2 (C-12), 9,7 (C-13), 18,0 (C-14), 108,9 (C-15)</p> <p data-bbox="743 891 1505 965">Fonte: <i>Artemesia herba-alba</i>, Compositae (Sanz et al, 1990)</p>
 <p data-bbox="228 1238 643 1312">(88) 12,8-olideo-5α,7β,8β,10β-eudesma-4(15),11(13)-dieno</p>	<p data-bbox="743 1003 1283 1037">$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232 , pf: 112-113 °C</p> <p data-bbox="743 1037 927 1070">$[\alpha]_D^{20} + 172^\circ$</p> <p data-bbox="743 1070 1505 1182">RMN 1H ($CDCl_3$): 4,55 (d, H-4a), 4,76 (d, H-4b), 4,45 (ddd, H-8), 6,02 (d, H-13a), 5,55 (d, H-13b), 0,82 (s, H-14)</p> <p data-bbox="743 1182 1505 1256">Fonte: <i>Inula helenium</i>, <i>Inula racemosa</i>, Compositae (Marshall et al, 1964; Tsuda et al, 1957)</p>
 <p data-bbox="228 1585 643 1659">(89) 12,8-olideo-4β,7β,8β,10β-eudesma-5,11(13)-dieno</p>	<p data-bbox="743 1350 1246 1384">$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232 , pf: 78-80 °C</p> <p data-bbox="743 1384 927 1417">$[\alpha]_D^{20} + 175^\circ$</p> <p data-bbox="743 1417 1505 1496">RMN 1H ($CDCl_3$): 5,14 (d, H-6), 3,53 (m, H-7), 4,73 (m, H-8), 1,18 (s, H-14), 1,11 (d, H-15)</p> <p data-bbox="743 1496 1505 1570">Fonte: <i>Inula helenium</i>, <i>Inula racemosa</i>, Compositae (Marshall et al, 1964; Tsuda et al, 1957)</p>

Tabela 1 - Continuação.

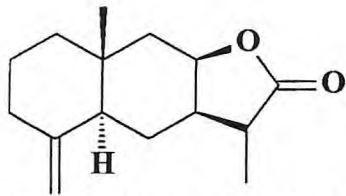
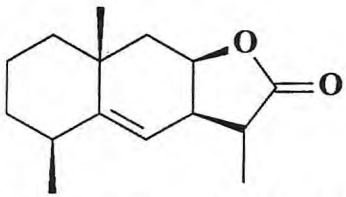
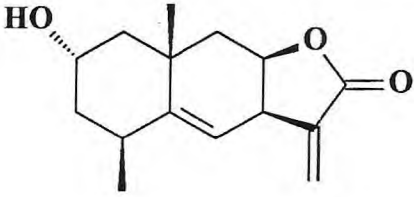
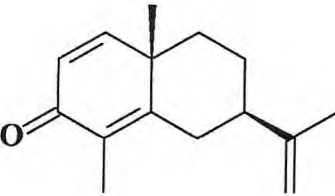
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(90) 12,8-olideo-5α,7β,8β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₂O₂ , EM <i>m/z</i>: 234 , pf: 172-173 °C RMN ¹H (CDCl₃): 4,51 (d, H-4a), 4,78 (d, H-4b), 4,30-4,60 (m, H-8), 1,17 (d, H-13), 0,82 (s, H-14) Fonte: <i>Inula helenium</i>, <i>Inula racemosa</i>, Compositae (Marshall et al, 1964; Tsuda et al, 1957)</p>
 <p>(91) 12,8-olideo-4β,7β,8β,10β-eudesm-5-eno</p>	<p>C₁₅H₂₂O₂ , EM <i>m/z</i>: 234 RMN ¹H (CDCl₃): 5,18 (d, H-6), 4,50-4,80 (m, H-8), 1,17 (d, H-13), 1,22 (s, H-14), 1,17 (s, H-15) Fonte: <i>Inula helenium</i>, <i>Inula racemosa</i>, Compositae (Marshall et al, 1964; Tsuda et al, 1957)</p>
 <p>(92) 12,8-olideo-2α-hidroxi-4β,7β,8β,10β-eudesma-5,11(13)-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₆O₃ , EM <i>m/z</i>: 248 , pf: 104 °C [α]_D²⁰ + 156,3° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3360, 2900, 1740, 1640 RMN ¹H (CDCl₃): 1,07 (dd, H-1α), 1,93 (ddd, H-1β), 4,20 (dddd, H-2β), 1,46 (ddd, H-3α), 1,89 (dddd, H-3β), 2,62 (qdd, H-4), 5,23 (d, H-6), 3,60 (dddd, H-7α), 4,82 (ddd, H-8α), 1,56 (dd, H-9α), 2,17 (dd, H-9β), 6,22 (d, H-13a), 5,65 (d, H-13b), 1,22 (s, H-14), 1,13 (d, H-15), 1,58 (s, H-O) RMN ¹³C (CDCl₃): 50,3 (C-1), 63,2 (C-2), 41,8 (C-3), 38,5 (C-4), 146,8 (C-5), 119,7 (C-6), 39,5 (C-7), 75,7 (C-8), 42,4 (C-9), 33,6 (C-10), 139,4 (C-11), 170,3 (C-12), 122,1 (C-13), 29,6 (C-14), 23,4 (C-15) Fonte: <i>Francoeuria crispa</i>, Compositae (Al-Yahya et al, 1984)</p>
 <p>(93) 3-oxo-7β,10β-eudesma-1,4,11(13)-trieno</p>	<p>C₁₅H₂₀O , EM <i>m/z</i>: 216 [α]_D²⁰ - 172,4° IV ν_{\max} cm⁻¹: 1658, 1629, 1603, 886, 829 RMN ¹H (CDCl₃): 6,24 (d, H-1), 6,76 (d, H-2), 4,82 (m, H-12), 1,80 (s, H-13), 1,92 (s, H-14), 1,25 (s, H-15) Fonte: <i>Lycium chinense</i>, Solanaceae (Sannai et al, 1982)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{22}O_2$, EM m/z: 234 , pf: 216 °C IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1670, 1610 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,81 (ddd, H-1α), 1,70 (m, H-1β), 2,40 (ddd, H-2α), 2,52 (ddd, H-2β), 2,78 (m, H-6α), 2,12 (m, H-3β), 2,12 (m, H-7), 1,70 (m, H-8, H-9β), 1,45 (m, H-9α), 4,18 (sl, H-12), 5,00 (sl, H-13a), 5,13 (sl, H-13b), 1,23 (s, H-14), 1,74 (d, H-15) Fonte: <i>Artemesia afra</i>, Compositae (Jakupovic et al, 1988)</p>
	<p>$C_{15}H_{22}O$, EM m/z: 218 , pf: 177 °C $[\alpha]_D^{20} + 138^\circ$ RMN 1H ($CDCl_3$): 1,00-2,90 (m, 11H), 4,74 (s, H-12), 1,76 (d, H-13), 1,19 (s, H-14), 1,76 (d, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 37,4 (C-1), 26,8 (C-2), 199,1 (C-3), 162,1 (C-4), 149,1 (C-5), 41,9 (C-6), 33,8 (C-7), 32,9 (C-8), 42,4 (C-9), 35,8 (C-10), 128,8 (C-11), 20,6 (C-12), 109,2 (C-13), 10,9 (C-14), 22,5 (C-15) Fonte: <i>Cyperus rotundus</i>, <i>C. scariosus</i>, Cyperaceae (Haaksma et al, 1992)</p>
	<p>$C_{15}H_{22}O$, EM m/z: 218 , pf: 177 °C $[\alpha]_D^{20} - 138^\circ$ RMN 1H ($CDCl_3$): 1,00-2,90 (m, 11H), 4,74 (s, H-12), 1,76 (d, H-13), 1,19 (s, H-14), 1,76 (d, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 37,4 (C-1), 26,8 (C-2), 199,1 (C-3), 162,1 (C-4), 149,1 (C-5), 41,9 (C-6), 33,8 (C-7), 32,9 (C-8), 42,4 (C-9), 35,8 (C-10), 128,8 (C-11), 20,6 (C-12), 109,2 (C-13), 10,9 (C-14), 22,5 (C-15) Fonte: <i>Marchantia polymorpha</i>, Hepaticae (Asakawa et al, 1990)</p>

Tabela 1 - Continuação.

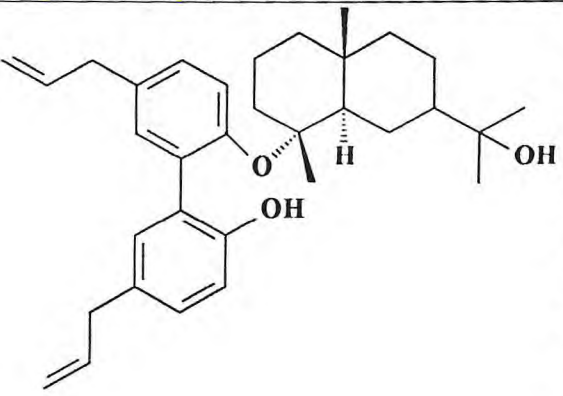
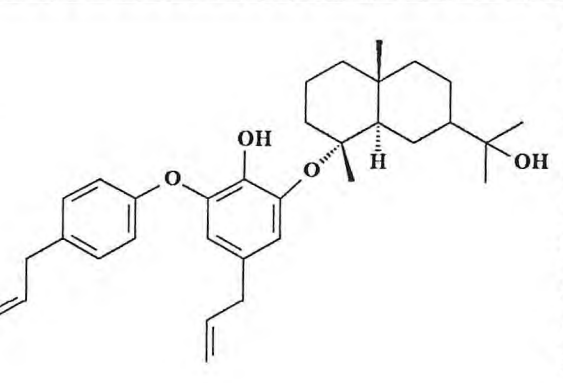
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{33}H_{44}O_3$, EM m/z: 488 $[\alpha]_D^{20} - 74,8^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3610, 3250, 1650, 1500, 1400 RMN 1H (C_5D_5N): 0,80 (m, H-1α), 0,81 (s, H-14), 1,16 (m, H-1β), 1,22 (s, H-15), 1,26 (m, H-2β), 1,32 (m, H-8β), 1,38 (m, H-2α), 1,40 (ddd, H-6β), 1,43 (s, H-12), 1,44 (m, H-3α), 1,45 (s, H-13), 1,51 (m, H-3β), 1,59 (dd, H-5), 1,66 (dddd, H-7), 1,82 (ddd, H-8α), 2,56 (ddd, H-6α), 3,35 (d, H-7'), 3,45 (m, H-7''), 5,01 (dd, H-9'), 5,10 (dd, H-9''), 5,14 (dd, H-9'''), 5,97 (ddt, H-8'), 6,01 (ddt, H-8''), 7,13 (dd, H-4'), 7,19 (dd, H-4''), 7,24 (d, H-3'), 7,26 (d, H-3''), 7,35 (d, H-6''), 7,44 (d, H-6')</p> <p>RMN ^{13}C (C_5D_5N): 40,2 (C-1), 19,6 (C-2), 37,6 (C-3), 84,9 (C-4), 51,5 (C-5), 21,8 (C-6), 49,8 (C-7), 22,3 (C-8), 44,7 (C-9), 34,3 (C-10), 70,9 (C-11), 27,5 (C-12), 27,2 (C-13), 18,7 (C-14), 20,8 (C-15), 135,1 (C-1'), 150,6 (C-2'), 124,7 (C-3'), 127,6 (C-4'), 134,5 (C-5'), 132,0 (C-6'), 39,1 (C-7'), 137,4 (C-8'), 115,2 (C-9'), 128,1 (C-1''), 153,4 (C-2''), 116,8 (C-3''), 128,5 (C-4''), 130,3 (C-5''), 131,9 (C-6''), 39,1 (C-7''), 138,2 (C-8''), 114,7 (C-9'')</p> <p>Fonte: <i>Magnolia obovata</i>, Magnoliaceae (Fukuyama et al, 1992)</p>
	<p>$C_{33}H_{44}O_4$, EM m/z: 504 $[\alpha]_D^{20} - 46,1^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1640, 1600, 1500 RMN 1H (C_5D_5N): 0,93 (s, H-14), 1,01 (ddd, H-1α), 1,23 (ddd, H-9α), 1,29 (ddd, H-1β), 1,42 (s, H-15, H-11, H-12), 1,40-1,50 (m, H-2), 1,48 (ddd, H-6β), 1,53 (m, H-8β), 1,66 (dddd, H-7), 1,83 (m, H-8α), 1,94 (dd, H-5), 2,00 (m, H-3a), 2,14 (m, H-3b), 2,95 (ddd, H-6α), 3,31 (d, H-7'), 3,26 (m, H-7''), 5,03 (dd, H-9'), 5,04 (dd, H-9''), 5,08 (dd, H-9'''), 5,10 (dd, H-9'''), 6,01 (ddt, H-8'), 5,91 (ddt, H-8''), 6,84 (dd, H-5'), 7,02 (d, H-3'), 7,11 (d, H-3'', H-5''), 7,05 (d, H-2'', H-6''), 7,44 (d, H-6')</p> <p>RMN ^{13}C (C_5D_5N): 40,4 (C-1), 19,6 (C-2), 38,6 (C-3), 84,4 (C-4), 51,9 (C-5), 22,0 (C-6), 49,8 (C-7), 22,4 (C-8), 44,9 (C-9), 34,5 (C-10), 70,9 (C-11), 27,5 (C-12), 27,3 (C-13), 18,7 (C-14), 19,7 (C-15), 143,6 (C-1'), 144,7 (C-2'), 122,0 (C-3'), 129,6 (C-4'), 116,2 (C-5'), 145,0 (C-6'), 39,1 (C-7'), 137,6 (C-8'), 115,1 (C-9'), 156,7 (C-1''), 116,7 (C-2''), 129,4 (C-3''), 133,4 (C-4''), 129,4 (C-5''), 116,7 (C-6''), 38,8 (C-7''), 137,5 (C-8''), 115,1 (C-9'')</p> <p>Fonte: <i>Magnolia obovata</i>, Magnoliaceae (Fukuyama et al, 1992)</p>

Tabela 1 - Continuação.

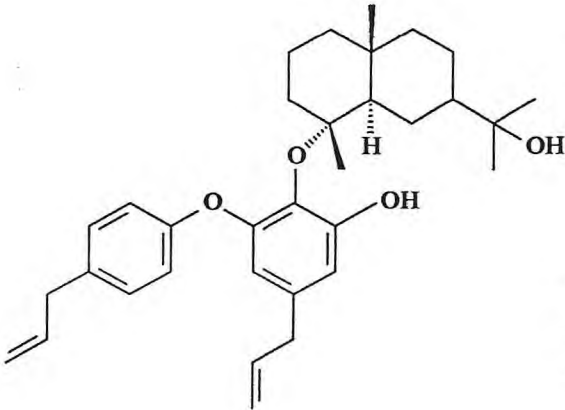
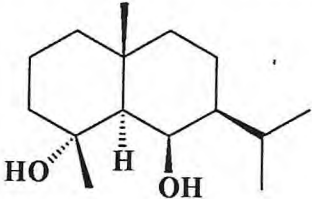
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{33}H_{44}O_4$, EM m/z: 504 $[\alpha]_D^{20}$ $-26,1^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3520, 1640, 1610, 1500 RMN 1H (C_5D_5N): 0,92 (s, H-14), 1,04 (ddd, H-1α), 1,19 (ddd, H-9α), 1,29 (s, H-11, H-12), 1,29 (m, H-1β), 1,38 (ddd, H-6β), 1,50 (m, H-7), 1,54 (m, H-8β), 1,58 (s, H-15), 1,82 (m, H-8α), 2,06 (dd, H-5), 2,10 (m, H-3α), 2,12 (m, H-3β), 2,65 (ddd, H-6α), 3,25 (d, H-7'), 3,33 (m, H-7''), 4,96-5,06 (m, H-9', H-9''), 5,94 (ddt, H-8'), 5,98 (ddt, H-8''), 6,61 (d, H-3'), 6,99 (d, H-5''), 7,10 (d, H-6'', H-2''), 7,17 (d, H-3'', H-5'') RMN ^{13}C (C_5D_5N): 40,6 (C-1), 20,2 (C-2), 38,5 (C-3), 87,5 (C-4), 53,0 (C-5), 21,8 (C-6), 49,5 (C-7), 22,5 (C-8), 44,9 (C-9), 35,1 (C-10), 72,6 (C-11), 27,2 (C-12), 26,5 (C-13), 19,1 (C-14), 21,2 (C-15), 132,4 (C-1'), 152,2 (C-2'), 110,9 (C-3'), 136,7 (C-4'), 112,4 (C-5'), 150,4 (C-6'), 39,8 (C-7'), 136,9 (C-8'), 116,0 (C-9'), 155,8 (C-1''), 117,5 (C-2''), 129,4 (C-3''), 134,2 (C-4''), 129,4 (C-5''), 117,5 (C-6''), 39,4 (C-7''), 137,5 (C-8''), 115,8 (C-9'') Fonte: <i>Magnolia obovata</i>, Magnoliaceae (Fukuyama et al, 1992)</p>
(99) eudesobovatol B	
	<p>$C_{15}H_{28}O_2$, EM m/z: 240, pf: 96-97 °C $[\alpha]_D^{20}$ -35° IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3420, 1465, 1380, 1370, 1030, 910 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,10 (d, H-5), 4,20 (sl, H-6), 1,60 (m, H-7), 1,58 (m, H-11), 0,96 (d, H-12), 0,93 (d, H-13), 1,16 (s, H-14), 1,50 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 45,3 (C-1), 20,3 (C-2), 43,9 (C-3), 72,9 (C-4), 57,7 (C-5), 66,3 (C-6), 50,9 (C-7), 21,1 (C-8), 45,3 (C-9), 34,9 (C-10), 28,8 (C-11), 20,8 (C-12), 20,8 (C-13), 21,7 (C-14), 25,1 (C-15) Fonte: <i>Verbenia sublodata</i>, <i>V. gigantea</i>, <i>V. myriocephala</i>, <i>V. virginica</i>, Compositae (Herz e Kumar, 1981)</p>
(100) 4 α ,6 β -diidroxi-5 α ,7 β ,10 β -eudesmano	

Tabela 1 - Continuação.

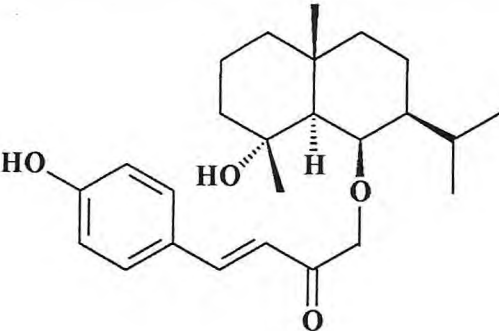
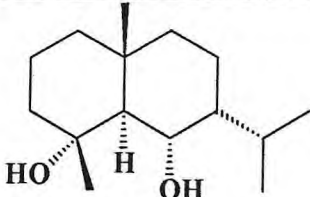
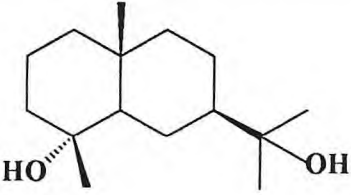
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="172 869 641 936">(101) 4α-hidroxi-6β-(4-hidroxi-cinamoiloxi)-5α,7β,10β-eudesmano</p>	<p data-bbox="715 488 1040 519">$C_{24}H_{34}O_4$, EM m/z: 386</p> <p data-bbox="715 524 865 555">$[\alpha]_D^{20}$ - 23°</p> <p data-bbox="715 560 1433 591">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3350, 1690, 1635, 1605, 1592, 1270, 840</p> <p data-bbox="715 595 1471 703">RMN 1H ($CDCl_3$): 1,43 (d, H-5), 5,86 (sl, H-6), 1,43 (m, H-11), 0,90 (d, H-12), 0,90 (d, H-13), 1,16 (s, H-14), 1,19 (s, H-15)</p> <p data-bbox="715 707 1471 927">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 45,2 (C-1), 19,9 (C-2), 43,7 (C-3), 72,8 (C-4), 56,8 (C-5), 69,3 (C-6), 50,0 (C-7), 21,4 (C-8), 43,1 (C-9), 34,9 (C-10), 28,7 (C-11), 21,2 (C-12), 21,2 (C-13), 20,7 (C-14), 24,5 (C-15), 169,2 (C-1'), 114,5 (C-2'), 146,1 (C-3'), 125,9 (C-4'), 130,2 (C-5', C-9'), 116,1 (C-6', C-8'), 159,3 (C-7')</p> <p data-bbox="715 931 1471 1003">Fonte: <i>Verbenia myriocephala</i>, Compositae (Herz e Kumar, 1981)</p>
 <p data-bbox="261 1263 545 1330">(102) 4α,6α-diidroxi-5α,7α,10β-eudesmano</p>	<p data-bbox="715 1048 1248 1079">$C_{15}H_{28}O_2$, EM m/z: 240, pf: 107-108 °C</p> <p data-bbox="715 1084 865 1115">$[\alpha]_D^{20}$ + 14,7°</p> <p data-bbox="715 1120 1433 1151">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3350, 1465, 1385, 1340, 1270, 1160, 975</p> <p data-bbox="715 1155 1471 1240">RMN 1H ($CDCl_3$): 0,93 (d, H-12), 1,11 (d, H-13), 0,94 (s, H-14), 1,32 (s, H-15), 4,24 (dd, H-5)</p> <p data-bbox="715 1245 1471 1375">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 42,2 (C-1), 19,4 (C-2), 41,6 (C-3), 73,4 (C-4), 51,4 (C-5), 73,4 (C-6), 47,4 (C-7), 22,8 (C-8), 39,8 (C-9), 36,2 (C-10), 25,1 (C-11), 22,2 (C-12), 23,3 (C-13), 19,7 (C-14), 24,7 (C-15)</p> <p data-bbox="715 1379 1471 1451">Fonte: <i>Frullanai tamarisci</i>, Hepaticae (Toyota e Asakawa, 1990)</p>
 <p data-bbox="261 1733 539 1800">(103) 4α,11-diidroxi-7β,10β-eudesmano</p>	<p data-bbox="715 1503 1184 1534">$C_{15}H_{28}O_2$, EM m/z: 240, pf: 138 °C</p> <p data-bbox="715 1538 865 1570">$[\alpha]_D^{20}$ - 33,3°</p> <p data-bbox="715 1574 1471 1704">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 41,1 (C-1), 20,2 (C-2), 43,6 (C-3), 72,3 (C-4), 54,9 (C-5), 21,5 (C-6), 50,7 (C-7), 22,5 (C-8), 44,7 (C-9), 34,6 (C-10), 73,0 (C-11), 27,4 (C-12), 27,2 (C-13), 18,7 (C-14), 22,7 (C-15)</p> <p data-bbox="715 1709 1471 1780">Fonte: <i>Cymbopogon proximus</i>, Gramineae (Evans et al, 1982)</p>

Tabela 1 - Continuação.

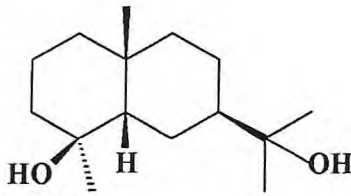
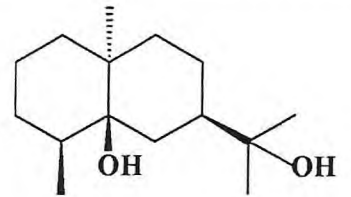
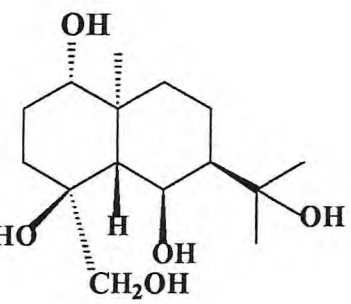
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="272 678 564 752">(104) 4β,11-diidroxi- 5β,7β,10β-eudesmano</p>	<p data-bbox="715 443 1206 479">$C_{15}H_{28}O_2$, EM m/z: 240, pf: 104 °C</p> <p data-bbox="715 479 906 515">$[\alpha]_D^{20} + 66,6^\circ$</p> <p data-bbox="715 515 1050 551">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3500, 1385</p> <p data-bbox="715 551 1466 741">RMN 1H ($CDCl_3$): 1,15 (m, H-1), 1,48-1,52 (m, H-2), 1,34 (m, H-3), 1,63 (dd, H-5), 2,01 (m, H-6α), 2,05 (m, H-6β), 1,65 (m, H-7), 1,72 (m, H-8), 1,78 (m, H-9), 1,26 (s, H-12), 1,27 (s, H-13), 0,89 (s, H-14), 1,08 (s, H-15)</p> <p data-bbox="715 741 1466 887">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 41,5 (C-1), 20,3 (C-2), 43,7 (C-3), 72,7 (C-4), 48,8 (C-5), 20,7 (C-6), 41,9 (C-7), 21,4 (C-8), 41,7 (C-9), 34,3 (C-10), 74,7 (C-11), 29,5 (C-12), 29,8 (C-13), 18,7 (C-14), 21,9 (C-15)</p> <p data-bbox="715 887 1466 925">Fonte: <i>Pluchea arguta</i>, Compositae (Ahmad et al, 1992)</p>
 <p data-bbox="272 1200 564 1279">(105) 5β,11-diidroxi- 4β,7β,10α-eudesmano</p>	<p data-bbox="715 965 1262 1001">$C_{15}H_{28}O_2$, EM m/z: 240, pf: 120-121 °C</p> <p data-bbox="715 1001 863 1037">$[\alpha]_D^{20} - 9^\circ$</p> <p data-bbox="715 1037 1437 1072">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3450, 3310, 2980, 1468, 1380, 1125, 950</p> <p data-bbox="715 1072 1466 1151">RMN 1H ($CDCl_3$): 1,25 (s, H-12), 1,25 (d, H-13), 1,05 (s, H-14), 0,85 (d, H-15)</p> <p data-bbox="715 1151 1466 1296">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 34,2 (C-1), 20,8 (C-2), 29,7 (C-3), 34,7 (C-4), 74,3 (C-5), 29,7 (C-6), 40,8 (C-7), 20,5 (C-8), 34,2 (C-9), 36,8 (C-10), 73,1 (C-11), 29,5 (C-12), 30,6 (C-13), 20,1 (C-14), 14,8 (C-15)</p> <p data-bbox="715 1296 1466 1373">Fonte: <i>Cymbopogon distans</i>, Gramiineae (Mathela et al, 1989)</p>
 <p data-bbox="197 1765 616 1843">(106) 1α,4β,6β,15-tetrahidroxi- 5β,7β,10α-eudesmano</p>	<p data-bbox="715 1413 1249 1449">$C_{15}H_{28}O_4$, EM m/z: 272, pf: 179-180 °C</p> <p data-bbox="715 1449 874 1485">$[\alpha]_D^{20} + 11^\circ$</p> <p data-bbox="715 1485 959 1520">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3193</p> <p data-bbox="715 1520 1466 1599">RMN 1H (DMSO): 4,23 (m, H-6), 4,07 (t, H-5), 3,52 (d, H-15), 1,04 (d, H-12), 0,87 (d, H-13), 0,80 (s, H-14)</p> <p data-bbox="715 1599 1466 1675">Fonte: <i>Verbesina rupestris</i>, Compositae (Box e Bardouille, 1977)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{28}O_3$, EM m/z: 256, pf: 149-150,5 °C $[\alpha]_D^{20} - 13,5^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3560, 3320 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,18 (m, H-6), 1,42 (t, H-5), 1,20 (d, H-15), 1,26 (d, H-12), 1,34 (d, H-13), 0,87 (s, H-14), 5,20, 6,40, 5,65 (s, H-O) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual, 1980), <i>Artemisia pygmaea</i>, Compositae (Irwin e Geissman, 1973)</p>
	<p>$C_{17}H_{30}O_4$, EM m/z: 298, pf: 84 °C $[\alpha]_D^{20} + 6,3^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3400, 1720, 1450, 1370, 1110, 1015, 960 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,26 (t, H-6), 1,42 (t, H-5), 1,51 (s, H-15), 1,24 (s, H-12), 1,30 (s, H-13), 0,84 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>
	<p>$C_{15}H_{28}O_4$, EM m/z: 272, pf: 185 °C $[\alpha]_D^{20} + 5,7^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3330, 1450, 1380, 1290, 1050, 960 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,20 (t, H-6), 3,71 (sl, H-5), 1,18 (s, H-15), 1,25 (s, H-12), 1,38 (s, H-13), 0,75 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>

Tabela 1 - Continuação.

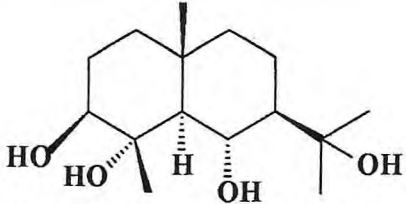
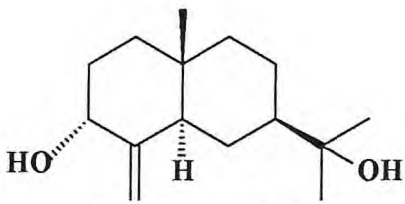
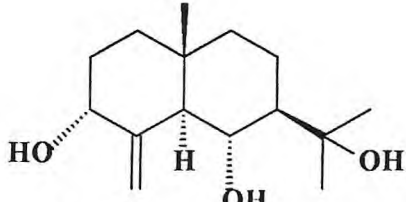
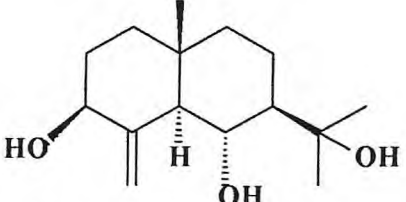
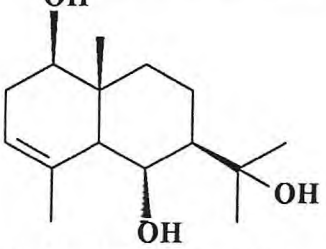
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(110) 3β,4α,6α,11-tetrahydroxi-5α,7β,10β-eudesmano</p>	<p>C₁₅H₂₈O₄, EM <i>m/z</i>: 272, pf: 197 °C [α]_D²⁰ + 19° IV ν_{max} cm⁻¹: 3330, 1450, 1370, 1175, 1030, 870, 830 RMN ¹H (CDCl₃): 4,20 (t, H-6), 3,71 (dd, H-5), 1,32 (s, H-15), 1,24 (s, H-12), 1,30 (s, H-13), 0,88 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>
 <p>(111) 3α,11-diidroxi-5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O₂, EM <i>m/z</i>: 238, pf: 107-108 °C [α]_D²⁰ - 4,5° IV ν_{max} cm⁻¹: 3280, 3080, 1645, 1450, 1380, 1060, 970 RMN ¹H (CDCl₃): 4,10 (m, H-6), 4,63 (s, H-15a), 4,87 (s, H-15b), 1,18 (s, H-12), 1,18 (s, H-13), 0,74 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>
 <p>(112) 3α,6α,11-trihidroxi-5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O₃, EM <i>m/z</i>: 254, pf: 136-137 °C [α]_D²⁰ - 30° IV ν_{max} cm⁻¹: 3300, 3090, 1640, 1450, 1160, 1050, 950 RMN ¹H (CDCl₃): 4,10 (m, H-6), 4,63 (s, H-15a), 4,87 (s, H-15b), 1,34 (s, H-12), 1,34 (s, H-13), 0,70 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>
 <p>(113) 3β,6α,11-trihidroxi-5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O₃, EM <i>m/z</i>: 254, pf: 163 °C [α]_D²⁰ - 12° IV ν_{max} cm⁻¹: 3300, 3080, 1640, 1450, 1370, 1090, 960 RMN ¹H (CDCl₃): 4,00 (t, H-6), 2,46 (d, H-5), 4,18 (dd, H-3), 4,81 (s, H-15a), 5,10 (s, H-15b), 1,24 (s, H-12), 1,26 (s, H-13), 0,73 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>
 <p>(114) 1β,6β,11-trihidroxi-7β,10β-eudesm-3-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O₃, EM <i>m/z</i>: 254, pf: 110 °C [α]_D²⁰ + 35° IV ν_{max} cm⁻¹: 3400, 1450, 1370, 1040, 970, 910 RMN ¹H (CDCl₃): 4,28 (t, H-6), 4,20 (d, H-5), 4,48 (d, H-3), 1,70 (s, H-15), 1,19 (s, H-12), 1,24 (s, H-13), 1,02 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>

Tabela 1 - Continuação.

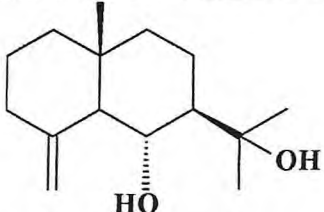
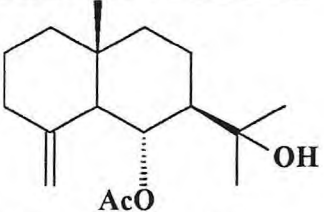
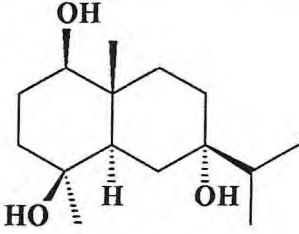
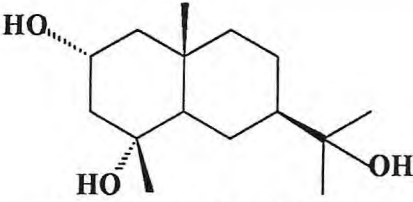
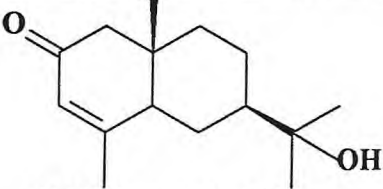
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(115) 6α,11-dihidroxi-7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O₂ , EM <i>m/z</i>: 238 , pf: 168 °C [α]_D²⁰ + 115° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3280, 3060, 1645, 1470, 1380, 1040, 970 RMN ¹H (CDCl₃): 4,10 (m, H-6), 4,63 (s, H-15a), 4,87 (s, H-15b), 1,18 (s, H-12), 1,18 (s, H-13), 0,74 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>
 <p>(116) 6α-acetoxi-11-hidroxi-7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₇H₂₈O₃ , EM <i>m/z</i>: 280 , pf: 68 °C [α]_D²⁰ - 38° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3400, 3230, 1705, 1640, 1370, 1160, 960 RMN ¹H (CDCl₃): 5,15 (t, H-6), 4,50 (s, H-15a), 4,72 (s, H-15b), 1,22 (s, H-12), 1,26 (s, H-13), 0,75 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium botrys</i>, Salsolaceae (Pascual et al, 1980)</p>
 <p>(117) 1β,4β,7α-trihidroxi-5α,7β,10β-eudesmano</p>	<p>C₁₅H₂₈O₃ , EM <i>m/z</i>: 256 , pf: 135-141 °C [α]_D²⁰ - 7,2° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3605, 3450, 1470, 1380, 1020, 910 RMN ¹H (CD₃OD): 3,21 (dd, H-1α), 1,10 (s, H-15), 0,944 (d, H-12), 0,94 (d, H-13), 0,96 (s, H-14) RMN ¹³C (CD₃OD): 80,5 (C-1), 40,1 (C-2), 40,6 (C-3), 72,1 (C-4), 46,1 (C-5), 29,3 (C-6), 74,8 (C-7), 30,1 (C-8), 27,7 (C-9), 35,8 (C-10), 40,5 (C-11), 17,4 (C-12), 17,4 (C-13), 22,2 (C-14), 29,9 (C-15) Fonte: <i>Homolomena aromatica</i>, Araceae (Sung et al, 1992)</p>
 <p>(118) 2α,4α,11-trihidroxi-7β,10β-eudesmano</p>	<p>C₁₅H₂₈O₃ , EM <i>m/z</i>: 256 , pf: 168 °C [α]_D²⁰ - 38° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3530 RMN ¹H (CDCl₃): 3,21 (dddd, H-2β), 1,17 (s, H-15), 1,20 (d, H-12), 1,20 (d, H-13), 0,85 (s, H-14) Fonte: <i>Pterocarpus santelinus</i>, Leguminosae (Kumar et al, 1974)</p>
 <p>(119) 2-oxo-11-hidroxi-7β,10β-eudesm-3-eno</p>	<p>C₁₅H₂₄O₂ , EM <i>m/z</i>: 236 [α]_D²⁰ + 47,0° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3509, 1668, 1658, 820 RMN ¹H (CDCl₃): 2,30 (d, H-1), 5,80 (sl, H-3), 1,90 (d, H-15), 1,15 (s, H-12), 1,15 (s, H-13), 0,82 (s, H-14) Fonte: <i>Pterocarpus santelinus</i>, Leguminosae (Kumar et al, 1974)</p>

Tabela 1 - Continuação.

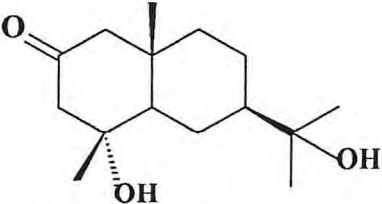
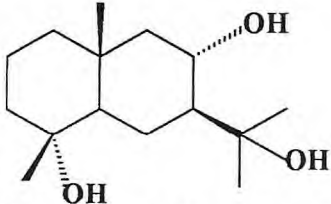
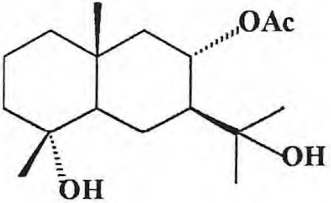
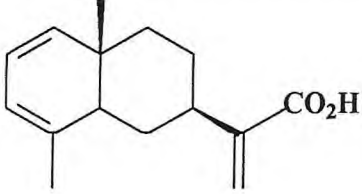
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(120) 2-oxo-4α,11-diidroxi-7β,10β-eudesmano</p>	<p>$C_{17}H_{26}O_3$, EM m/z: 254 $[\alpha]_D^{20} + 11,0^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3436, 1692 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,10 (sl, H-1), 2,45 (sl, H-3), 1,17 (d, H-15), 1,12 (s, H-12), 1,12 (s, H-13), 0,85 (s, H-14) Fonte: <i>Pterocarpus santelinus</i>, Leguminosae (Kumar et al, 1974)</p>
 <p>(121) 4α,8α,11-trihidroxi-7β,10β-eudesmano</p>	<p>$C_{15}H_{28}O_3$, EM m/z: 256 , pf: 133,5-134,5 °C IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3605, 3450, 1470, 1380, 1020, 910 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,21 (dd, H-8β), 1,09 (s, H-15), 1,19 (s, H-12), 1,19 (s, H-13), 0,85 (s, H-14) Fonte: <i>Chenopodium graveolens</i>, Chenopodiaceae (Mata et al, 1987)</p>
 <p>(122) 8α-acetoxi-4α,11-diidroxi-7β,10β-eudesmano</p>	<p>$C_{17}H_{30}O_4$, EM m/z: 254 , pf: 70 °C $[\alpha]_D^{20} + 0,1^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3691, 3597, 1731, 1387, 1116, 910 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,03 (dd, H-8β), 1,10 (s, H-15), 1,21 (s, H-12), 1,21 (s, H-13), 0,96 (s, H-14), 2,01 (s, CH_3-CO) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 40,0 (C-1), 22,2 (C-2), 29,6 (C-3), 70,3 (C-4), 52,9 (C-5), 35,1 (C-6), 51,6 (C-7), 70,6 (C-8), 43,0 (C-9), 50,1 (C-10), 70,1 (C-11), 21,5 (C-12), 27,9 (C-13), 18,6 (C-14), 21,0 (C-15), 169,6 (CH_3CO), 19,5 (CH_3CO) Fonte: <i>Chenopodium graveolens</i>, Chenopodiaceae (Mata et al, 1987)</p>
 <p>(123) 12-carboxi-7β,10β-eudesma-1,3-dieno</p>	<p>$C_{15}H_{20}O_2$, EM m/z: 232 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,54 (d, H-1), 5,77 (dd, H-2a), 5,67 (m, H-3), 2,34 (dd, H-5a), 1,55 (m, H-6), 2,55 (m, H-7), 1,55 (m, H-8), 2,04 (m, H-9a), 1,63 (m, H-9b), 6,35 (sl, H-13a), 5,72 (sl, H-13b), 0,85 (s, H-14), 1,76 (sl, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 138,4 (C-1), 122,4 (C-2), 119,6 (C-3), 138,0 (C-4), 39,8 (C-5), 29,1 (C-6), 46,2 (C-7), 27,4 (C-8), 34,5 (C-9), 37,8 (C-10), 145,0 (C-11), 172,4 (C-12), 125,1 (C-13), 14,4 (C-14), 20,1 (C-15) Fonte: <i>Helianthus annuus</i>, Asteraceae (Alfatafta e Mullin, 1992)</p>

Tabela 1 - Continuação.

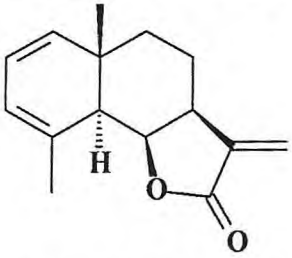
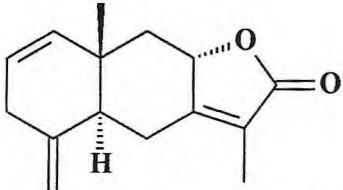
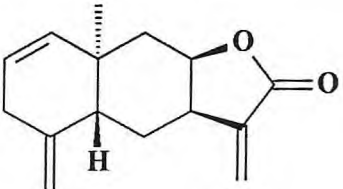
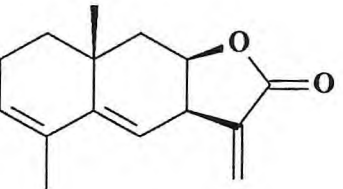
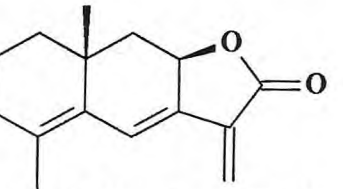
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{18}O_2$, EM m/z: 230 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3040, 1780, 1650 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,55 (d, H-1), 5,82 (dd, H-2), 5,72 (dddq, H-3), 2,68 (d, H-5α), 4,03 (dd, H-6β), 2,54 (dddd, H-7α), 2,03 (m, H-8α), 6,09 (d, H-13a), 5,40 (d, H-13b), 0,92 (s, H-14), 2,00 (sl, H-15) Fonte: <i>Gazania krebsiana</i>, Compositae (Bohlmann e Zdero, 1979)</p>
	<p>$C_{15}H_{18}O_2$, EM m/z: 230, pf: 100-105 °C $[\alpha]_D^{20} + 189,1^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3086, 1753, 1693, 1656, 888 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,80 (s, H-3), 5,03 (s, H-6), 1,90 (s, H-13), 0,98 (s, H-14), 5,75-5,60 (d, H-15) Fonte: <i>Lindera strychnifolia</i> Vill., Lauraceae (Takeda et al, 1968; Tada et al, 1971)</p>
	<p>$C_{15}H_{18}O_2$, EM m/z: 230 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 1770 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,39 (dt, H-1), 5,52 (dt, H-2), 2,89 (d, H-3a), 2,74 (d, H-3b), 2,10 (d, H-5α), 2,10 (dd, H-6a), 1,93 (ddd, H-6b), 3,33 (m, H-7), 4,80 (ddd, H-8), 2,15 (d, H-9), 6,32 (d, H-13a), 5,54 (d, H-13b), 0,80 (s, H-14), 4,93 (sl, H-15a), 4,71 (sl, H-15b) Fonte: <i>Spilanthes leiocarpa</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1985)</p>
	<p>$C_{15}H_{18}O_2$, EM m/z: 230, pf: 82 °C IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 1760, 1650, 810 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,60 (m, H-3), 5,31 (d, H-6), 4,85 (m, H-8), 5,60 (sl, H-13a), 6,22 (sl, H-13b), 1,05 (s, H-14), 1,75 (sl, H-15) Fonte: <i>Inula racemosa</i>, Compositae (Kalsi et al, 1989)</p>
	<p>$C_{15}H_{18}O_2$, EM m/z: 230 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 1760, 1660, 810 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,83 (m, H-6), 4,80 (m, H-8), 5,77 (sl, H-13a), 6,43 (sl, H-13b), 0,98 (s, H-14), 1,83 (sl, H-15) Fonte: <i>Inula racemosa</i>, Compositae (Kalsi et al, 1989)</p>

Tabela 1 - Continuação.

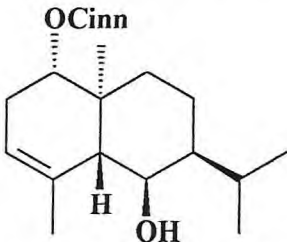
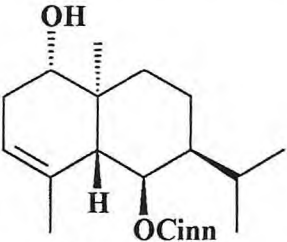
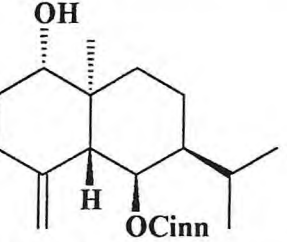
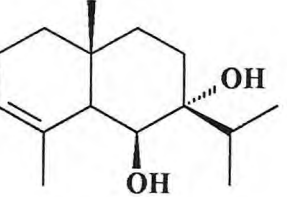
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(129) 1α-cinamoiloxi-6β-hidroxi-5β,7β,10α-eudesm-3-eno</p>	<p>$C_{24}H_{32}O_3$, EM m/z: 368 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1700, 1640 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,91 (dd, H-1), 5,35 (sl, H-3), 2,20 (d, H-5), 6,23 (dd, H-6), 1,75 (m, H-11), 1,06 (d, H-12), 0,96 (d, H-13), 1,07 (s, H-14), 1,89 (sl, H-15) / <u>OCOR</u> 7,66 (d), 7,52 (m), 7,39 (m), 6,43 (d) Fonte: <i>Ambrosia artemisioides</i>, Compositae (Jakupovic et al, 1988)</p>
 <p>(130) 1α-hidroxi-6β-cinamoiloxi-5β,7β,10α-eudesm-3-eno</p>	<p>$C_{24}H_{32}O_3$, EM m/z: 368 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3520, 1700, 1640 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,66 (dd, H-1), 5,32 (sl, H-3), 2,56 (d, H-5), 5,34 (dd, H-6), 1,99 (m, H-11), 1,01 (d, H-12), 0,95 (d, H-13), 0,94 (s, H-14), 1,68 (sl, H-15) / <u>OCOR</u> 7,68 (d), 7,53 (m), 7,39 (m), 6,43 (d) Fonte: <i>Ambrosia artemisioides</i>, Compositae (Jakupovic et al, 1988)</p>
 <p>(131) 1α-hidroxi-6β-cinamoiloxi-5β,7β,10α-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>$C_{24}H_{32}O_3$, EM m/z: 368 IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1700, 1640 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,52 (dd, H-1), 2,30 (ddd, H-3a), 2,13 (ddd, H-3b), 2,38 (d, H-5), 5,36 (dd, H-6), 2,04 (m, H-11), 1,01 (d, H-12), 0,96 (d, H-13), 0,87 (s, H-14), 4,85 (sl, H-15a), 4,36 (sl, H-15b) / <u>OCOR</u> 7,65 (d), 7,52 (dq), 7,37 (m), 6,40 (d) Fonte: <i>Ambrosia artemisioides</i>, Compositae (Jakupovic et al, 1988)</p>
 <p>(132) 6β,7α-diidroxi-7β,10β-eudesm-3-eno</p>	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 94-95 °C $[\alpha]_D^{20} + 34,6^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3640, 2960, 1462, 1380, 1140, 1030, 850 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,38 (ddd, H-1α), 1,24 (ddd, H-1β), 1,96 (ddd, H-2α), 2,13 (m, H-2β), 5,49 (m, H-3), 2,46 (m, H-5α), 3,89 (ddd, H-6α), 1,61 (m, H-8α), 1,79 (m, H-8β), 1,46 (m, H-9α), 1,30 (ddd, H-9β), 2,00 (dd, H-11), 0,95 (d, H-12), 0,92 (d, H-13), 1,02 (sl, H-14), 1,78 (sl, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 39,3 (C-1), 27,8 (C-2), 124,3 (C-3), 132,8 (C-4), 32,8 (C-5), 71,7 (C-6), 74,9 (C-7), 23,0 (C-8), 35,3 (C-9), 31,5 (C-10), 45,3 (C-11), 15,9 (C-12), 15,9 (C-13), 18,1 (C-14), 20,5 (C-15) Fonte: <i>Lepidozia reptans</i>, Hepaticae (Connolly et al, 1986)</p>

Tabela 1 - Continuação.

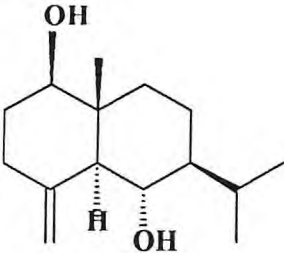
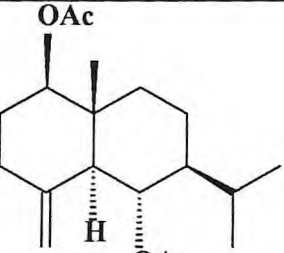
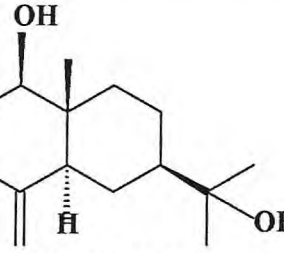
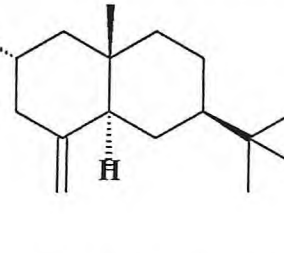
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238 $[\alpha]_D^{20} + 7^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,25 (dd, H-1α), 1,87 (dddd, H-2α), 2,13 (ddd, H-2β), 2,10 (ddd, H-3), 1,77 (d, H-5), 3,73 (dd, H-6β), 1,46 (m, H-9α), 1,30 (ddd, H-9β), 0,90 (d, H-12), 1,00 (d, H-13), 0,75 (sl, H-14), 5,03 (sl, H-15a), 4,79 (sl, H-15b) Fonte: <i>Senecio microglassus</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1983) <i>Ageratina glechonophylla</i>, Compositae (González et al, 1989)</p>
	<p>$C_{19}H_{30}O_4$, EM m/z: 322, pf: 99,5-100,5 °C IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3520, 1700, 1640 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,20-2,30 (11H), 0,91 (d, H-12), 0,86 (d, H-13), 0,73 (s, H-14), 4,80 (sl, H-15a), 4,70 (sl, H-15b), 2,00 (s, CH_3CO), 2,10 (s, CH_3CO) Fonte: <i>Lepidotrichilia volensii</i> Leroy., Meliaceae (Hoffmann e Cole, 1978)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 156-157 °C $[\alpha]_D^{20} + 56,4^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3340, 1650, 885 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,40 (q, H-1), 1,20 (s, H-12), 1,20 (s, H-13), 0,68 (s, H-14), 4,77 (sl, H-15a), 4,50 (sl, H-15b) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 79,1 (C-1), 31,5 (C-2), 34,2 (C-3), 148,6 (C-4), 48,9 (C-5), 24,8 (C-6), 47,5 (C-7), 22,2 (C-8), 37,0 (C-9), 40,1 (C-10), 72,5 (C-11), 27,0 (C-12), 27,2 (C-13), 10,2 (C-14), 108,0 (C-15) Fonte: <i>Pterocarpus marsupium</i>, Leguminosae (Adinarayana e Syamasundar, 1982)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 104-105 °C $[\alpha]_D^{20} + 39^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3000, 1650, 890 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,18 (s, H-12), 1,18 (s, H-13), 0,73 (s, H-14), 4,75 (sl, H-15a), 4,52 (sl, H-15b) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 30,9 (C-1), 79,4 (C-2), 34,2 (C-3), 148,6 (C-4), 48,9 (C-5), 24,8 (C-6), 47,5 (C-7), 22,2 (C-8), 37,0 (C-9), 40,1 (C-10), 72,5 (C-11), 27,0 (C-12), 27,2 (C-13), 10,2 (C-14), 112,0 (C-15) Fonte: <i>Pterocarpus macrocarpus</i>, <i>P. santalinus</i>, Leguminosae (Bahl et al, 1968)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 160 °C $[\alpha]_D^{20} + 73^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3360, 1650 RMN 1H (C_6D_6): 1,67 (dt, H-1α), 1,36 (d, H-1β), 1,51 (m, H-2α,H-2β), 1,93 (dt, H-3α), 2,27 (dddd, H-3β), 1,68 (d, H-5), 1,51 (m, H-6α), 1,04 (q, H-6β), 1,49 (q, H-7), 3,97 (dt, H-8), 1,31 (t, H-9a), 1,77 (dd, H-9b), 1,23 (s, H-12), 1,20 (s, H-13), 0,72 (s, H-14), 4,82 (q, H-15a), 4,51 (q, H-15b) Fonte: <i>Laggera alata</i>, Compositae (Zdero e Bohlmann, 1989)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 90 °C $[\alpha]_D^{20} + 72,9^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3390, 3060, 1640, 1145, 1040, 880 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,38 (dd, H-12a), 3,52 (dd, H-12b) 1,11 (s, H-13), 0,69 (s, H-14), 4,42 (s, H-15a), 4,69 (s, H-15b) Fonte: <i>Jasonia glutinosa</i>, Compositae (Pascual et al, 1978)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238 $[\alpha]_D^{20} + 50,4^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3400, 1640, 890 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,99 (ddd, H-3α), 2,30 (d, H-3β), 1,77 (d, H-5α), 1,60 (m, H-7α), 3,59 (d, H-12a), 3,44 (d, H-12b), 1,33 (s, H-13), 0,70 (s, H-14), 4,70 (ddd, H-15a), 4,40 (ddd, H-15b) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 41,2 (C-1), 23,8 (C-2), 36,9 (C-3), 150,8 (C-4), 45,0 (C-5), 25,3 (C-6), 49,9 (C-7), 21,4 (C-8), 41,9 (C-9), 36,0 (C-10), 75,0 (C-11), 68,4 (C-12), 20,1 (C-13), 16,3 (C-14), 105,5 (C-15) Fonte: <i>Flourensia heterolepis</i>, Compositae (Bohlmann e Bohlmann, 1979).</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 106-107 °C $[\alpha]_D^{20} - 51,9^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3424, 3055, 1668, 909, 803, 771 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,18 (s, H-12), 1,18 (s, H-13), 0,73 (s, H-14), 1,90 (sl, H-15) Fonte: <i>Oplopanax japonicus</i>, Araceae (Minato e Ishikawa, 1966)</p>

Tabela 1 - Continuação.

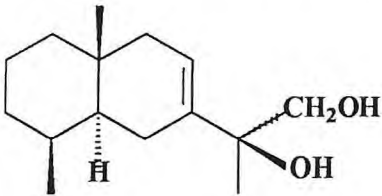
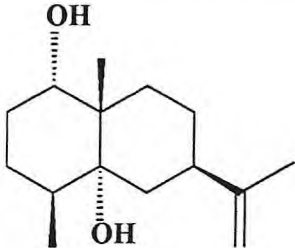
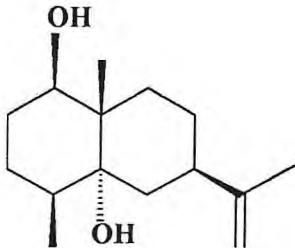
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="231 705 566 779">(141) 11,12-diidroxi-4β,5α,10β-eudesm-7-eno</p>	<p data-bbox="699 472 1029 506">$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238</p> <p data-bbox="699 510 853 544">$[\alpha]_D^{20} + 8^\circ$</p> <p data-bbox="699 548 1284 582">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3460, 1440, 1385, 1350, 1130</p> <p data-bbox="699 586 1463 734">RMN 1H ($CDCl_3$): 1,42 (m, H-4), 2,00 (m, H-5), 2,27 (dd, H-6α), 3,13 (ddd, H-6β), 5,33 (ddd, H-8), 2,03 (m, H-9a), 1,93 (d, H-9b), 3,57 (d, H-12a), 3,43 (d, H-12b), 1,09 (s, H-13), 0,94 (s, H-14), 0,88 (d, H-15)</p> <p data-bbox="699 739 1463 801">Fonte: <i>Epaltes brasiliensis</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1982)</p>
 <p data-bbox="188 1214 592 1288">(142) 1α,5α-diidroxi-4β,7β,10β-eudesm-11(13)-eno</p>	<p data-bbox="699 846 1029 880">$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238</p> <p data-bbox="699 884 853 918">$[\alpha]_D^{20} + 43^\circ$</p> <p data-bbox="699 922 1428 956">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3304, 3081, 2926, 1643, 1381, 1104, 886</p> <p data-bbox="699 960 1463 1339">RMN 1H ($CDCl_3$): 3,47 (dd, H-1β), 2,09 (dddd, H-2α), 1,62 (dddd, H-2β), 2,38 (dddd, H-3α), 1,23 (dddd, H-3β), 1,70 (qdd, H-4β), 1,77 (dd, H-6α), 1,22 (ddd, H-6β), 2,58 (dddd, H-7α), 1,52 (dddd, H-8α), 1,65 (dddd, H-8β), 2,38 (ddd, H-9α), 0,96 (ddd, H-9β), 4,71 (m, H-12a), 4,72 (m, H-12b), 1,74 (m, H-13), 1,04 (d, H-14), 1,03 (s, H-15)</p> <p data-bbox="699 1191 1463 1339">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 74,2 (C-1), 26,5 (C-2), 26,9 (C-3), 41,3 (C-4), 77,3 (C-5), 38,2 (C-6), 39,8 (C-7), 26,1 (C-8), 33,4 (C-9), 41,9 (C-10), 150,2 (C-11), 108,6 (C-12), 21,0 (C-13), 15,5 (C-14), 16,8 (C-15)</p> <p data-bbox="699 1344 1463 1411">Fonte: <i>Cyperus articulatus</i>, <i>C. corymbosus</i>, Cyperaceae (Nyasse et al, 1988; Garbarino e Gambaro, 1985)</p>
 <p data-bbox="180 1818 592 1892">(143) 1β,5α-diidroxi-4β,7β,10β-eudesm-11(13)-eno</p>	<p data-bbox="699 1451 1029 1485">$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238</p> <p data-bbox="699 1489 853 1523">$[\alpha]_D^{20} + 25^\circ$</p> <p data-bbox="699 1527 1428 1561">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3500, 3081, 2926, 1450, 1380, 1100, 864</p> <p data-bbox="699 1565 1463 1944">RMN 1H ($CDCl_3$): 3,83 (dd, H-1α), 1,65 (dddd, H-2α), 1,57 (dddd, H-2β), 2,12 (dddd, H-3α), 1,23 (dddd, H-3β), 1,45 (qdd, H-4β), 1,86 (dd, H-6α), 1,16 (ddd, H-6β), 2,40 (dddd, H-7α), 1,38 (dddd, H-8α), 1,57 (dddd, H-8β), 1,68 (ddd, H-9α), 1,49 (ddd, H-9β), 4,65 (m, H-12a), 4,66 (m, H-12b), 1,68 (m, H-13), 0,97 (d, H-14), 0,96 (s, H-15)</p> <p data-bbox="699 1796 1463 1944">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 76,2 (C-1), 24,8 (C-2), 22,4 (C-3), 41,4 (C-4), 77,7 (C-5), 38,2 (C-6), 39,8 (C-7), 26,0 (C-8), 32,7 (C-9), 39,7 (C-10), 150,0 (C-11), 108,4 (C-12), 21,1 (C-13), 17,0 (C-14), 21,8 (C-15)</p> <p data-bbox="699 1948 1463 2016">Fonte: <i>Cyperus articulatus</i>, <i>C. corymbosus</i>, Cyperaceae (Nyasse et al, 1988; Garbarino e Gambaro, 1985)</p>

Tabela 1 - Continuação.

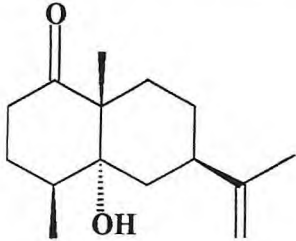
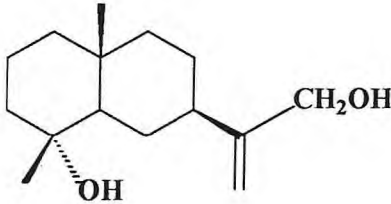
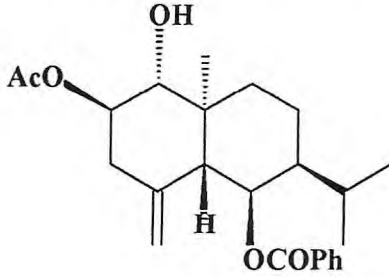
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="245 775 564 846">(144) 1-oxo-5α-hidroxi-4β,10β-eudesm-7-eno</p>	<p data-bbox="708 416 1278 450">$C_{15}H_{24}O_2$, EM m/z: 236, pf: 136,5-137 °C</p> <p data-bbox="708 454 900 488">$[\alpha]_D^{20} + 57,9^\circ$</p> <p data-bbox="708 492 1437 526">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3430, 3080, 2959, 1639, 1456, 1370, 995</p> <p data-bbox="708 530 1471 757">RMN 1H ($CDCl_3$): 2,68 (ddd, H-2α), 2,42 (m, H-2β), 1,68 (m, H-3α), 2,39 (m, H-3β), 1,86 (m, H-4β), 1,89 (dd, H-6α), 1,44 (ddd, H-6β), 2,32 (dddd, H-7α), 1,37 (dddd, H-8α), 1,68 (m, H-8β), 1,90 (ddd, H-9α), 1,60 (ddd, H-9β), 4,75 (s, H-12a), 4,75 (s, H-12b), 1,75 (s, H-13), 1,19 (d, H-14), 1,24 (s, H-15)</p> <p data-bbox="708 761 1471 902">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 215,5 (C-1), 34,1 (C-2), 30,1 (C-3), 40,5 (C-4), 78,5 (C-5), 27,9 (C-6), 39,3 (C-7), 25,4 (C-8), 37,2 (C-9), 51,2 (C-10), 149,4 (C-11), 108,8 (C-12), 20,9 (C-13), 20,3 (C-14), 17,7 (C-15)</p> <p data-bbox="708 907 1471 972">Fonte: <i>Cyperus articulatus</i>, <i>C. corymbosus</i>, Cyperaceae (Nyasse et al, 1988; Garbarino e Gambaro, 1985)</p>
 <p data-bbox="217 1301 580 1375">(145) 4α,12-diidroxi-7β,10β-eudesm-11(13)-eno</p>	<p data-bbox="708 1016 1251 1050">$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 134-135 °C</p> <p data-bbox="708 1055 900 1088">$[\alpha]_D^{20} - 43,3^\circ$</p> <p data-bbox="708 1093 1267 1126">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3500, 1640, 1170, 1050, 890</p> <p data-bbox="708 1131 1471 1196">RMN 1H ($CDCl_3$): 4,90 (d, H-12a), 5,01 (s, H-12b), 4,10 (s, H-13), 0,90 (s, H-14), 1,10 (ddd, H-15), 2,13 (s, O-H)</p> <p data-bbox="708 1200 1471 1240">Fonte: <i>Flourensia oolepis</i>, Compositae (Guerreiro, 1979)</p>
 <p data-bbox="140 1800 644 1872">(146) 1α-hidroxi-2-acetoxi-6-benzoil-5β,7β,10α-eudesm-4(15)-eno</p>	<p data-bbox="695 1413 1027 1447">$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254</p> <p data-bbox="695 1451 887 1485">$[\alpha]_D^{20} - 28,5^\circ$</p> <p data-bbox="695 1489 1342 1523">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3630, 1750, 1720, 1660, 1245, 910</p> <p data-bbox="695 1527 1471 1789">RMN 1H ($CDCl_3$): 3,47 (d, H-1β), 4,82 (ddd, H-2α), 2,69 (dd, H-3α), 2,16 (dd, H-3β), 2,54 (d, H-5β), 5,46 (dd, H-6α), 2,05 (dddd, H-7α), 1,75 (m, H-8α, H-8β), 1,85 (d, H-9α), 1,41 (ddd, H-9β), 2,07 (m, H-11), 0,96 (d, H-12), 0,94 (d, H-13), 0,93 (s, H-14), 4,94 (sl, H-15a), 4,48 (sl, H-15b), 2,10 (s, $\underline{CH_3CO}$), 7,99 7,54, 7,42 (dd, ddd, dd, OCOPh)</p> <p data-bbox="695 1794 1471 1827">Fonte: <i>Iva annua</i>, Compositae (Bohlmann e Zdero, 1979)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254 $[\alpha]_D^{20} + 43,9^\circ$ RMN 1H (C_5D_5N): 3,79 (dd, H-1), 4,50 (dd, H-3), 1,43 (s, H-12) 1,43 (s, H-13), 1,08 (s, H-14), 4,99 (sl, H-15a), 5,80 (sl, H-15b) RMN ^{13}C (C_5D_5N): 77,2 (C-1), 42,9 (C-2), 70,9 (C-3), 154,5 (C-4), 45,9 (C-5), 23,1 (C-6), 50,2 (C-7), 25,4 (C-8), 38,4 (C-9), 41,1 (C-10), 71,7 (C-11), 27,8 (C-12), 28,3 (C-13), 11,3 (C-14), 103,8 (C-15) Fonte: <i>Pluchea indica</i>, Compositae (Uchiyama et al, 1991)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254 $[\alpha]_D^{20} + 14,2^\circ$ RMN 1H (C_5D_5N): 4,11 (dt, H-2), 4,34 (d, H-3), 1,39 (s, H-12) 1,40 (s, H-13), 0,86 (s, H-14), 4,97 (sl, H-15a), 5,87 (sl, H-15b) RMN ^{13}C (C_5D_5N): 49,8 (C-1), 73,5 (C-2), 79,6 (C-3), 152,3 (C-4), 48,5 (C-5), 22,6 (C-6), 49,3 (C-7), 25,6 (C-8), 41,3 (C-9), 35,5 (C-10), 71,5 (C-11), 27,7 (C-12), 28,1 (C-13), 17,8 (C-14), 104,8 (C-15) Fonte: <i>Pluchea indica</i>, Compositae (Uchiyama et al, 1991)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254 $[\alpha]_D^{20} - 28,5^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3630, 1750, 1720, 1660, 1245, 910 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,88 (sl, H-6), 0,95 (d, H-12), 0,90 (d, H-13), 1,02 (s, H-14), 5,15 (sl, H-15a), 5,00 (sl, H-15b), 2,00 (s, CH_3CO) Fonte: <i>Sidertis varoi</i>, Labiatae (Cabrera et al, 1988)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254, pf: 176-177 °C $[\alpha]_D^{20} + 95^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3500, 3420, 3330, 1640 RMN 1H (C_5D_5N): 5,45 (ddd, H-8), 1,28 (s, H-12), 1,28 (s, H-13), 0,95 (s, H-14), 4,60 (sl, H-15a), 6,00 (sl, H-15b), 2,00 (s, CH_3CO) Fonte: <i>Artemisia longiloba</i>, Compositae (Shafizadeh e Bhadane, 1973)</p>

Tabela 1 - Continuação.

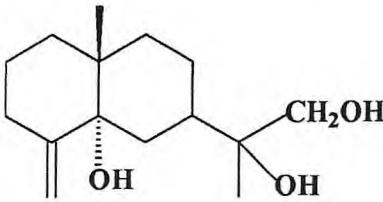
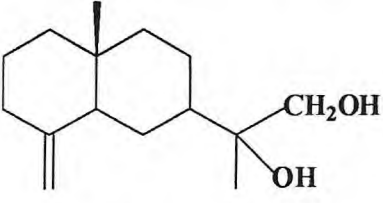
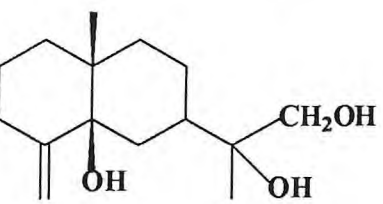
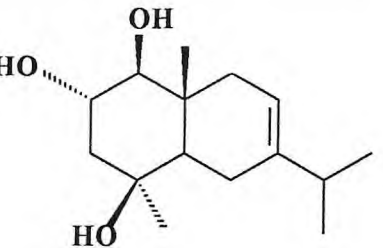
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254 $[\alpha]_D^{20} + 76,5^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3570, 3400, 3060, 1640, 1095, 1040, 900 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,40 (d, H-12a), 3,56 (d, H-12b), 1,06 (s, H-13), 0,83 (s, H-14), 4,65 (sl, H-15a), 4,76 (sl, H-15b) Fonte: <i>Jasonia glutinosa</i>, Compositae (Pascual et al, 1980; Harapanhalli, 1988)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 90 °C $[\alpha]_D^{20} + 72,9^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3390, 3060, 1640, 1045, 880 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,38 (d, H-12a), 3,52 (d, H-12b), 1,11 (s, H-13), 0,69 (s, H-14), 4,42 (sl, H-15a), 4,69 (sl, H-15b) Fonte: <i>Jasonia glutinosa</i>, Compositae (Pascual et al, 1980; Harapanhalli, 1988)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254 $[\alpha]_D^{20} - 10,4^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3570, 3400, 3060, 1635, 1020, 900 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,35 (d, H-12a), 3,55 (d, H-12b), 1,13 (s, H-13), 0,99 (s, H-14), 4,90 (sl, H-15a), 4,90 (sl, H-15b) Fonte: <i>Jasonia glutinosa</i>, Compositae (Pascual et al, 1980)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254, pf: 120-121 °C $[\alpha]_D^{20} - 21,1^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3400, 1640, 1580 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,15 (d, H-1), 3,75 (ddd, H-2), 1,65 (dd, H-3α), 3,27 (dd, H-3β), 5,35 (m, H-8), 1,60 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 84,1 (C-1), 67,7 (C-2), 41,6 (C-3), 83,8 (C-4), 49,3 (C-5), 23,4 (C-6), 141,9 (C-7), 116,1 (C-8), 21,4 (C-9), 38,4 (C-10), 34,9 (C-11), 21,9 (C-12), 21,6 (C-13), 13,6 (C-14), 24,9 (C-15) Fonte: <i>Verbesina virgata</i>, Compositae (Martínez et al, 1983)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O_3$, EM m/z: 254, pf: 133-135 °C $[\alpha]_D^{20}$ - 24,6° IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 340, 1640, 1580 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,85 (dd, H-1), 2,10 (m, H-2), 4,82 (sl, H-3β), 5,35 (m, H-8), 1,65 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 73,6 (C-1), 41,1 (C-2), 69,6 (C-3), 84,6 (C-4), 42,9 (C-5), 33,9 (C-6), 142,0 (C-7), 116,2 (C-8), 33,9 (C-9), 37,7 (C-10), 34,9 (C-11), 21,8 (C-12), 21,3 (C-13), 12,3 (C-14), 22,9 (C-15) Fonte: <i>Verbesina virgata</i>, Compositae (Martínez et al, 1983)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238 IV $\nu^{Cl_4} cm^{-1}$: 3600, 1470, 1380, 1050, 900 RMN 1H ($CDCl_3$): 3,33 (dd, H-1), 1,90 (ddd, H-2α), 1,84 (ddd, H-2β), 3,39 (dd, H-3), 1,21 (dd, H-5), 2,16 (m, H-6a), 2,07 (m, H-6b), 5,34 (d, H-8), 1,82 (m, H-9α), 2,07 (m, H-9β), 2,20 (m, H-11), 1,04 (d, H-12), 1,03 (d, H-13), 0,95 (s, H-14), 1,25 (s, H-15) Fonte: <i>Pallenis spinosa</i>, Compositae (Ahmed et al, 1990)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 $[\alpha]_D^{20}$ - 35° IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3500, 1465, 1380, 1210, 1040, 970 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,40 (m, H-1α), 2,05 (m, H-1β), 2,05 (m, H-2α), 1,40 (m, H-2β), 5,36 (sl, H-3), 2,07 (d, H-5), 3,96 (dd, H-6), 1,60 (m, H-7), 1,40 (m, H-8a), 1,60 (m, H-8b), 1,50 (m, H-9a), 1,30 (m, H-9b), 1,78 (m, H-11), 0,95 (d, H-12), 1,03 (d, H-13), 0,96 (s, H-14), 1,87 (sl, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 84,1 (C-1), 23,0 (C-2), 122,6 (C-3), 134,9 (C-4), 50,4 (C-5), 70,1 (C-6), 27,3 (C-7), 37,5 (C-8), 20,3 (C-9), 31,7 (C-10), 45,7 (C-11), 21,5 (C-12), 21,6 (C-13), 22,5 (C-14), 22,7 (C-15) Fonte: <i>Bazzania fauriana</i>, Hepaticae (Toyota e Asakawa, 1988)</p>

Tabela 1 - Continuação.

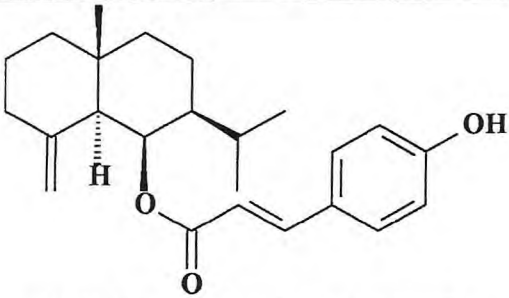
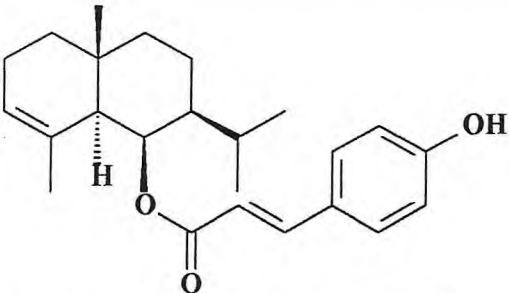
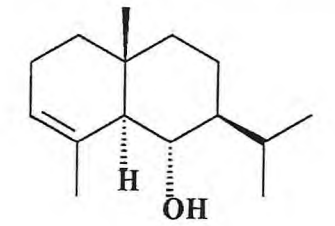
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="199 683 646 750">(158) 6β-(4-hidroxi-cinamoiloxi)-5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p data-bbox="726 414 1236 448">$C_{24}H_{32}O_3$, EM m/z: 368 , pf: 82-83 °C</p> <p data-bbox="726 448 917 481">$[\alpha]_D^{20} - 15,3^\circ$</p> <p data-bbox="726 481 1484 638">RMN 1H ($CDCl_3$): 2,32 (d, H-3), 1,98 (sl, H-5α), 5,38 (sl, H-6α), 1,04 (d, H-12), 0,87 (d, H-13), 1,07 (s, H-14), 4,74 (sl, H-15a), 4,60 (sl, H-15b), 6,45 (sl, O-H) / <u>OCOR</u> 7,63 (d), 6,27 (d), 7,41 (d), 6,85 (d)</p> <p data-bbox="726 638 1484 705">Fonte: <i>Verbesina virginica</i>, Compositae (Gardner et al, 1961; Bohlmann e Zdero, 1979)</p>
 <p data-bbox="199 1097 646 1164">(159) 6β-(4-hidroxi-cinamoiloxi)-5α,7β,10β-eudesm-3-eno</p>	<p data-bbox="726 795 1268 828">$C_{24}H_{32}O_3$, EM m/z: 368 , pf: 116-122 °C</p> <p data-bbox="726 828 917 862">$[\alpha]_D^{20} + 49^\circ$</p> <p data-bbox="726 862 1117 896">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 340, 1640, 1580</p> <p data-bbox="726 896 1484 1052">RMN 1H ($CDCl_3$): 5,75 (sl, H-3), 2,12 (sl, H-5α), 5,38 (sl, H-6α), 1,04 (d, H-12), 0,87 (d, H-13), 1,14 (s, H-14), 1,67 (sl, H-15), 6,45 (sl, O-H) / <u>OCOR</u> 7,60 (d), 6,23 (d), 7,41 (d), 6,85 (d)</p> <p data-bbox="726 1052 1484 1120">Fonte: <i>Verbesina virginica</i>, Compositae (Gardner et al, 1961; Bohlmann e Zdero, 1979)</p>
 <p data-bbox="247 1467 582 1545">(160) 6α-hidroxi-5α,7β,10β-eudesm-3-eno</p>	<p data-bbox="726 1209 1220 1243">$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 , pf: 53-54 °C</p> <p data-bbox="726 1243 917 1276">$[\alpha]_D^{20} + 48^\circ$</p> <p data-bbox="726 1276 1420 1310">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3420, 3015, 1450, 1380, 1015, 975, 835</p> <p data-bbox="726 1310 1484 1400">RMN 1H ($CDCl_3$): 3,63 (dt, H-6), 0,85 (d, H-12), 0,93 (d, H-13), 0,71 (s, H-14), 4,64 (d, H-15a), 4,95 (d, H-15b)</p> <p data-bbox="726 1400 1484 1545">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 39,8 (C-1) 23,1 (C-2), 123,5 (C-3), 135,0 (C-4), 52,6 (C-5), 70,4 (C-6), 53,5 (C-7), 18,5 (C-8), 38,2 (C-9), 34,7 (C-10), 26,1 (C-11), 16,7 (C-12), 21,4 (C-13), 16,2 (C-14), 24,6 (C-15)</p> <p data-bbox="726 1545 1484 1612">Fonte: <i>Bazzania fauriana</i>, Compositae (Cardona et al, 1992)</p>

Tabela 1 - Continuação.

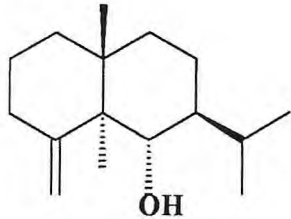
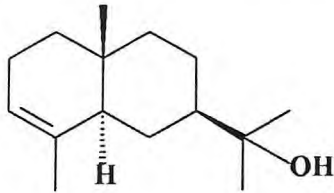
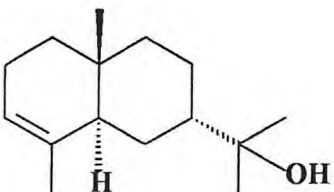
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="225 741 614 817">(161) 6α-hidroxi-5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p data-bbox="719 443 1233 477">$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 62-64 °C</p> <p data-bbox="719 479 911 515">$[\alpha]_D^{20} + 23,1^\circ$</p> <p data-bbox="719 517 1482 553">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3420, 3015, 1450, 1380, 1015, 975, 835</p> <p data-bbox="719 555 1482 672">RMN 1H ($CDCl_3$): 2,22 (d, H-2α), 2,03 (d, H-2β), 5,34 (sl, H-3), 1,83 (d, H-5), 3,49 (t, H-6), 0,84 (d, H-12), 0,93 (d, H-13), 0,75 (s, H-14), 1,89 (d, H-15)</p> <p data-bbox="719 674 1482 817">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 40,3 (C-1), 24,0 (C-2), 41,9 (C-3), 148,3 (C-4), 58,3 (C-5), 67,2 (C-6), 49,8 (C-7), 18,3 (C-8), 37,9 (C-9), 37,6 (C-10), 26,0 (C-11), 17,5 (C-12), 21,1 (C-13), 16,2 (C-14), 106,3 (C-15)</p> <p data-bbox="719 819 1482 887">Fonte: <i>Bazzania fauriana</i>, Compositae (Cardona et al, 1992)</p>
 <p data-bbox="225 1193 614 1265">(162) 11-hidroxi-5α,7β,10β-eudesm-3-eno</p>	<p data-bbox="719 929 1222 963">$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 74-75 °C</p> <p data-bbox="719 965 911 1001">$[\alpha]_D^{20} + 28,5^\circ$</p> <p data-bbox="719 1003 1198 1039">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3608, 3590, 1650, 800</p> <p data-bbox="719 1041 1482 1158">RMN 1H ($CDCl_3$): 5,45 (m, H-3), 2,12 (sl, H-5α), 5,38 (sl, H-6α), 1,22 (s, H-12), 1,22 (s, H-13), 0,79 (s, H-14), 1,63 (sl, H-15), 1,47 (s, O-H)</p> <p data-bbox="719 1160 1331 1193">Fonte: <i>Eucalyptus oil</i> (Humber e Pinder, 1966)</p>
 <p data-bbox="225 1579 614 1653">(163) 11-hidroxi-5α,7α,10β-eudesm-3-eno</p>	<p data-bbox="719 1339 1031 1373">$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222</p> <p data-bbox="719 1375 879 1411">$[\alpha]_D^{20} + 10^\circ$</p> <p data-bbox="719 1413 1114 1449">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 340, 1640, 1580</p> <p data-bbox="719 1451 1482 1529">RMN 1H ($CDCl_3$): 2,62 (ddd, H-3), 1,20 (s, H-12), 1,20 (s, H-13), 1,01 (s, H-14), 1,60 (sl, H-15)</p> <p data-bbox="719 1532 1482 1675">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 40,3 (C-1), 19,2 (C-2), 33,2 (C-3), 124,5 (C-4), 134,9 (C-5), 26,4 (C-6), 50,6 (C-7), 23,3 (C-8), 42,3 (C-9), 34,5 (C-10), 72,8 (C-11), 27,2 (C-12), 26,9 (C-13), 19,2 (C-14), 24,7 (C-15)</p> <p data-bbox="719 1677 1482 1744">Fonte: <i>Amyris balsamifera</i>, Rutaceae (Van Beek et al, 1989)</p>

Tabela 1 - Continuação.

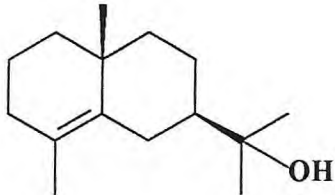
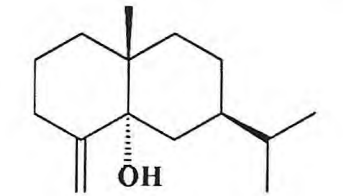
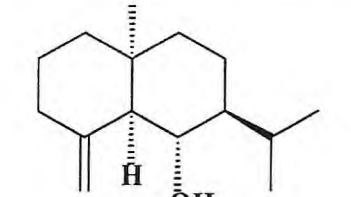
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 , pf: 83-86 °C $[\alpha]_D^{20} + 66,7^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3420, 3015, 1450, 1380, 1015, 975, 835 RMN 1H ($CDCl_3$): 2,12-2,18 (d, H-6), 1,22 (s, H-12), 1,22 (s, H-13), 0,85 (s, H-14), 1,62 (sl, H-15), 5,29 (sl, O-H) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 38,7 (C-1), 20,8 (C-2), 121,0 (C-3), 135,4 (C-4), 42,6 (C-5), 24,0 (C-6), 41,0 (C-7), 23,1 (C-8), 37,6 (C-9), 31,3 (C-10), 74,2 (C-11), 28,8 (C-12), 28,1 (C-13), 18,4 (C-14), 20,9 (C-15) Fonte: <i>Amyris balsamifera</i>, Rutaceae (Van Beek et al , 1989; Marshall et al, 1966)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 $[\alpha]_D^{20} + 97,2^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3450, 3060, 1645, 1382, 1020, 895, 858 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,90-2,20 (m, 14H), 2,60 (m, H-11), 0,90 (d, H-12), 0,92 (d, H-13), 0,90 (s, H-14), 4,67 (dd, H-15a), 4,77 (dd, H-15b) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 40,3 (C-1) 24,0 (C-2), 41,9 (C-3), 152,6 (C-4), 76,4 (C-5), 67,2 (C-6), 40,8 (C-7), 18,3 (C-8), 37,9 (C-9), 38,1 (C-10), 29,0 (C-11), 22,2 (C-12), 22,1 (C-13), 20,2 (C-14), 106,9 (C-15) Fonte: <i>Laurencia nipponica</i>, Rhodomelaceae (Suzuki et al, 1985)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 , pf: 31 °C $[\alpha]_D^{20} + 85,7^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3608, 3590, 1650, 800 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,45 (m, H-3), 2,12 (sl, H-5α), 3,52 (t, H-6), 0,85 (d, H-12), 0,93 (d, H-13), 0,89 (s, H-14), 4,79 (d, H-15a), 4,93 (d, H-15b) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 30,8 (C-1) 22,7 (C-2), 30,2 (C-3), 146,8 (C-4), 60,3 (C-5), 67,4 (C-6), 48,9 (C-7), 18,5 (C-8), 39,8 (C-9), 35,5 (C-10), 26,3 (C-11), 16,1 (C-12), 20,8 (C-13), 20,4 (C-14), 112,3 (C-15) Fonte: <i>Chamaecyparis formosense</i>, Cupressaceae (Thomas et al, 1976)</p>

Tabela 1 - Continuação.

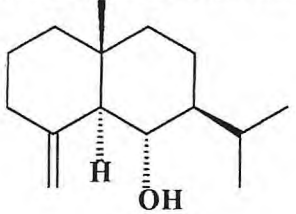
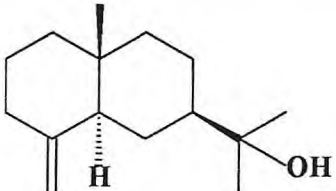
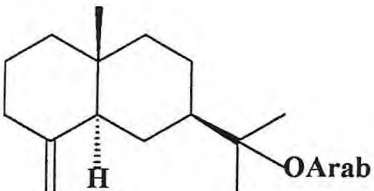
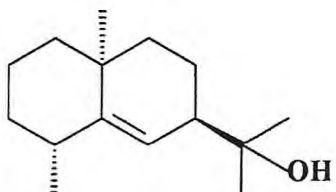
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(167) 6α-hidroxi-5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 62,5-63 °C $[\alpha]_D^{20} + 52^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3500, 1645, 885 Fonte: <i>Canarium strictum</i> Roxb., Burseraceae (Hinge et al, 1965)</p>
 <p>(168) 11-hidroxi-5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 80-82 °C $[\alpha]_D^{20} + 56,9^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3420, 3015, 1450, 1380, 1015, 975, 835 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,90-2,20 (m, 14H), 2,60 (m, H-11), 1,22 (s, H-12), 1,22 (s, H-13), 0,68 (s, H-14), 4,40 (sl, H-15a), 4,77 (sl, H-15b) / OR 4,40 (m, H-1'), 3,40-4,10 (m, H-2',H-3',H-4'), 3,40-4,10 (sl, H-5') Fonte: <i>Eucalyptus oil</i> (Vite e Spencer, 1988)</p>
 <p>(169) 11-O-α-L-arabopiranosideo 5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>$C_{20}H_{34}O_5$, EM m/z: 354, pf: 129-130 °C $[\alpha]_D^{20} + 37,1^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3450, 3060, 1645, 1382, 1020, 895, 858 RMN 1H (DMSO): 1,22 (s, H-12), 1,22 (s, H-13), 0,68 (s, H-14), 4,40 (sl, H-15a), 4,77 (sl, H-15b) / OR 4,40 (m, H-1'), 3,40-4,10 (m, H-2',H-3',H-4'), 3,40-4,10 (sl, H-5') Fonte: <i>Machaeranthera tanacetifolia</i> H.B.K., Compositae (Yoshioka et al, 1969)</p>
 <p>(170) 11-hidroxi-4α,7β,10α-eudesm-5-eno</p>	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 84 °C $[\alpha]_D^{20} + 105^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3300, 3070, 887 RMN 1H ($CDCl_3$): 1,25 (s, H-12), 1,25 (s, H-13), 0,73 (s, H-14), 1,22 (sl, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 39,6 (C-1) 17,7 (C-2), 33,6 (C-3), 38,8 (C-4), 133,2 (C-5), 121,0 (C-6), 45,4 (C-7), 20,3 (C-8), 41,3 (C-9), 34,4 (C-10), 73,5 (C-11), 27,2 (C-12), 27,4 (C-13), 22,4 (C-14), 27,8 (C-15) Fonte: <i>Rubus rosifolius</i>, Rosaceae (Southwell, 1977)</p>

Tabela 1 - Continuação.

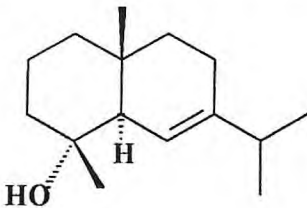
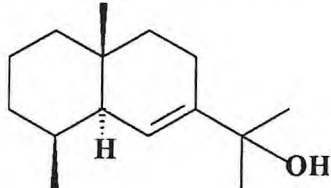
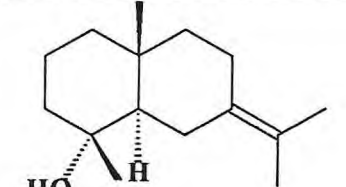
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="272 696 568 763">(171) 4α-hidroxi-5α,10β-eudesm-6-eno</p>	<p data-bbox="719 445 1225 479">$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 , pf: 89-90 °C</p> <p data-bbox="719 483 906 517">$[\alpha]_D^{20} + 15,5^\circ$</p> <p data-bbox="719 521 1118 555">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3500, 1640, 900</p> <p data-bbox="719 560 1481 633">RMN 1H ($CDCl_3$): 5,53 (sl, H-6), 2,21 (m, H-11), 1,01 (d, H-12), 1,01 (d, H-13), 0,80 (s, H-14), 1,11 (s, H-15)</p> <p data-bbox="719 638 1481 775">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 40,7 (C-1) 20,4 (C-2), 43,2 (C-3), 72,3 (C-4), 54,4 (C-5), 117,2 (C-6), 143,8 (C-7), 23,4 (C-8), 39,5 (C-9), 33,8 (C-10), 35,0 (C-11), 21,8 (C-12), 21,6 (C-13), 17,6 (C-14), 22,3 (C-15)</p> <p data-bbox="719 779 1481 846">Fonte: <i>Ageratina saltillensis</i>, Compositae (Fang et al, 1988)</p>
 <p data-bbox="248 1160 579 1227">(172) 11-hidroxi-4β,5α,10β-eudesm-6-eno</p>	<p data-bbox="715 891 1225 925">$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 , pf: 49-50 °C</p> <p data-bbox="715 929 901 963">$[\alpha]_D^{20} + 5,1^\circ$</p> <p data-bbox="715 967 1294 1001">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3400, 2980, 1380, 1370, 1140</p> <p data-bbox="715 1005 1481 1229">RMN 1H (C_6D_6): 1,03 (dt, H-1α), 1,41 (m, H-1β), 1,31 (m, H-2α), 1,72 (m, H-2β), 1,52 (m, H-3α), 1,47 (m, H-3β), 1,80 (dtq, H-4α), 2,01 (m, H-5α), 5,52 (ddd, H-6), 2,09 (m, H-8α), 2,05 (m, H-8β), 1,25 (m, H-9α), 1,28 (m, H-9β), 1,22 (s, H-12), 1,23 (s, H-13), 0,88 (s, H-14), 0,93 (s, H-15)</p> <p data-bbox="715 1234 1481 1370">RMN ^{13}C (C_6D_6): 40,7 (C-1) 17,6 (C-2), 43,2 (C-3), 32,6 (C-4), 46,4 (C-5), 122,9 (C-6), 142,9 (C-7), 39,9 (C-8), 32,9 (C-9), 32,5 (C-10), 72,8 (C-11), 29,1 (C-12), 29,2 (C-13), 14,8 (C-14), 18,5 (C-15)</p> <p data-bbox="715 1375 1481 1447">Fonte: <i>Laurencia nipponica</i>, Rhodomelaceae (Fukuzawa et al, 1990)</p>
 <p data-bbox="233 1666 579 1742">(173) 4α-hidroxi-5α,10β-eudesm-7(11)-eno</p>	<p data-bbox="708 1491 1023 1525">$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222</p> <p data-bbox="708 1529 1190 1563">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 1650, 1380, 850</p> <p data-bbox="708 1568 1481 1675">RMN 1H ($CDCl_3$): 2,81 (ddd, H-6α), 1,60 (m, H-6β), 2,49 (dddd, H-8α), 2,39 (dd, H-8β), 1,69 (sl, H-12), 1,66 (sl, H-13), 0,95 (s, H-14), 1,13 (s, H-15)</p> <p data-bbox="708 1680 1481 1747">Fonte: <i>Acritopappus prunifolius</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1982)</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 40-41 °C $[\alpha]_D^{20} + 2^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3400, 1650, 930, 908, 805 RMN 1H ($CDCl_3$): 5,03 (d, H-12), 1,78 (s, H-13), 0,93 (s, H-14), 1,25 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 41,4 (C-1) 20,2 (C-2), 43,6 (C-3), 72,1 (C-4), 49,2 (C-5), 40,5 (C-6), 39,4 (C-7), 236 (C-8), 40,4 (C-9), 35,3 (C-10), 146,9 (C-11), 110,9 (C-12), 22,8 (C-13), 22,3 (C-14), 18,5 (C-15) Fonte: <i>Cymbopogon flexuosos</i>, Gramineae (Thappa et al, 1979)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 94-96 °C $[\alpha]_D^{20} - 18^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3300, 3080, 1630, 890 RMN 1H ($CDCl_3$): 4,66 (m, H-12), 1,07 (s, H-13), 0,90 (s, H-14), 1,75 (s, H-15) Fonte: <i>Podocarpus dactyloides</i>, Podocarpaceae (Corbett e Smith, 1967)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 47-48 °C $[\alpha]_D^{20} + 10,7^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3450, 1670, 1380, 1005, 900 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,80-1,89 (m, 13H), 2,03 (m, H-5α), 2,40 (m, H-7), 4,84 (sl, H-12a), 4,88 (sl, H-12b), 1,72 (s, H-13), 0,90 (s, H-14), 1,06 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 72,0 (C-1) 17,6 (C-2), 43,2 (C-3), 40,7 (C-4), 46,4 (C-5), 39,7 (C-6), 49,1 (C-7), 39,9 (C-8), 32,3 (C-9), 35,2 (C-10), 142,9 (C-11), 110,7 (C-12), 22,7 (C-13), 18,4 (C-14), 22,2 (C-15) Fonte: <i>Bothriochloa intermedia</i>, Poaceae; <i>Citrus spp.</i>, Rutaceae (Huffman, 1973; Kesselmans et al, 1991; Chetty et al, 19680)</p>

Tabela 1 - Continuação.

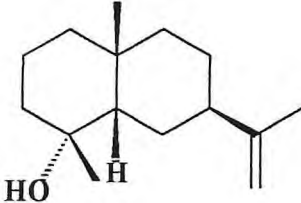
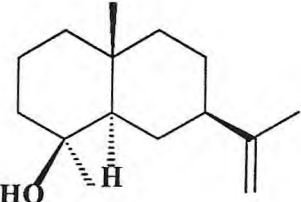
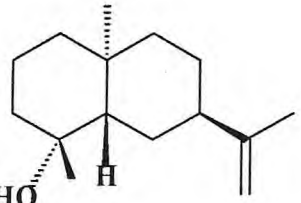
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222 $[\alpha]_D^{20} + 8^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3500, 1660, 1370, 895 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,96-2,09 (m, 13H), 2,64 (dddd, H-5α), 2,40 (m, H-7), 4,66 (sl, H-12a), 4,68 (sl, H-12b), 1,72 (s, H-13), 0,94 (s, H-14), 1,22 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 32,8 (C-1) 17,4 (C-2), 43,2 (C-3), 73,5 (C-4), 46,4 (C-5), 40,9 (C-6), 47,7 (C-7), 39,9 (C-8), 32,3 (C-9), 35,2 (C-10), 151,8 (C-11), 107,6 (C-12), 31,2 (C-13), 20,9 (C-14), 29,5 (C-15) Fonte: <i>Amitermes excellens</i> (Naya et al, 1982; Kesselmans et al, 1991)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 85-87 °C $[\alpha]_D^{20} + 7,5^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3460, 1650, 1380, 960, 825 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,95-2,05 (m, 15H), 2,64 (dddd, H-5α), 2,40 (m, H-7), 4,66 (m, H-12a), 4,69 (m, H-12b), 1,12 (s, H-13), 1,03 (s, H-14), 1,71 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 32,8 (C-1) 18,3 (C-2), 43,2 (C-3), 71,6 (C-4), 46,7 (C-5), 41,2 (C-6), 51,8 (C-7), 41,6 (C-8), 43,9 (C-9), 33,7 (C-10), 150,8 (C-11), 108,3 (C-12), 30,2 (C-13), 18,7 (C-14), 20,7 (C-15) Fonte: <i>Bothriochloa intermédia</i>, Rutaceae (Kesselmans et al, 1991)</p>
	<p>$C_{15}H_{26}O$, EM m/z: 222, pf: 85-87 °C $[\alpha]_D^{20} + 7,5^\circ$ IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3350, 1450, 890 RMN 1H ($CDCl_3$): 0,80-2,00 (m, 15H), 4,78 (sl, H-12a), 4,88 (sl, H-12b), 1,71 (sl, H-13), 1,06 (s, H-14), 1,13 (s, H-15) RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 39,4 (C-1) 17,8 (C-2), 41,6 (C-3), 71,8 (C-4), 39,1 (C-5), 41,0 (C-6), 45,8 (C-7), 23,1 (C-8), 32,3 (C-9), 34,1 (C-10), 146,9 (C-11), 110,3 (C-12), 29,8 (C-13), 18,3 (C-14), 22,6 (C-15) Fonte: <i>Bothriochloa intermédia</i>, Rutaceae (Kesselmans et al, 1991)</p>

Tabela 1 - Continuação.

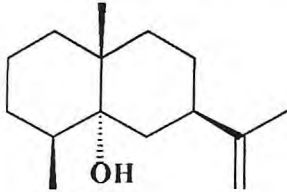
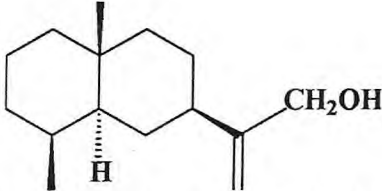
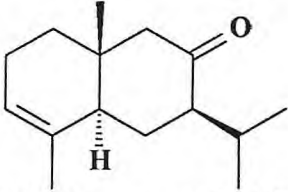
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(180) 5α-hidroxi-4β,7β,10β-eudesm-11(12)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O , EM <i>m/z</i>: 222 $[\alpha]_D^{20} + 32,8^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 3500, 1380, 1050, 900 RMN ¹H (CDCl₃): 1,56 (ddd, H-1α), 1,72 (ddd, H-1β), 1,70 (dddd, H-2α), 1,40 (dddd, H-2β), 2,02 (dddd, H-3α), 1,32 (dddd, H-3β), 1,59 (m, H-4); 1,86 (dd, H-6α), 1,19 (dd, H-6β), 2,50 (dddd, H-7), 1,49 (dddd, H-8α), 1,02 (dddd, H-8β), 1,75 (ddd, H-9α), 0,90 (ddd, H-9β), 4,71 (m, H-12a), 4,69 (m, H-12b), 1,73 (sl, H-13), 1,07 (s, H-14), 1,02 (s, H-15) RMN ¹³C (CDCl₃): 26,1 (C-1) 17,1 (C-2), 28,1 (C-3), 41,2 (C-4), 75,7 (C-5), 37,6 (C-6), 39,9 (C-7), 34,9 (C-8), 38,4 (C-9), 36,7 (C-10), 150,5 (C-11), 108,2 (C-12), 20,9 (C-13), 21,6 (C-14), 16,7 (C-15) Fonte: <i>Kleinia pendula</i>, Compositae (Elmi et al, 1987)</p>
 <p>(181) 12-hidroxi-4α,5β,7β,10β-eudesm-11(13)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₆O , EM <i>m/z</i>: 222 , pf: 117 °C $[\alpha]_D^{20} - 21,8^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 3322, 1650, 1380, 885 Fonte: <i>Aquilaria agallocha</i>, Compositae (Jain e Bhattacharyya, 1959)</p>
 <p>(182) 8-oxo-5α,7β,10β-eudesm-3-eno</p>	<p>C₁₅H₂₄O , EM <i>m/z</i>: 220 $[\alpha]_D^{20} - 17,0^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$: 1720, 1655, 900 RMN ¹H (CDCl₃): 5,42 (sl, H-3), 2,50 (d, H-5α), 3,03 (dd, H-7α), 4,66 (m, H-12a), 2,27 (d, H-9a), 2,19 (d, H-9b), 1,78 (dd, H-12), 4,77 (dq, H-13), 0,79 (s, H-14), 1,69 (ddd, H-15) Fonte: <i>Conyza ulmifolia</i>, Compositae (Bohlmann e Jakupovic, 1979)</p>

Tabela 1 - Continuação.

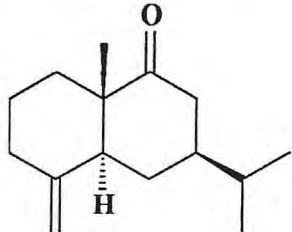
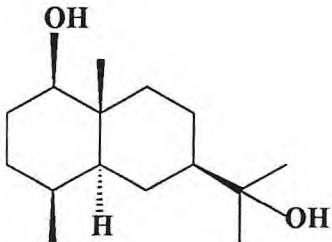
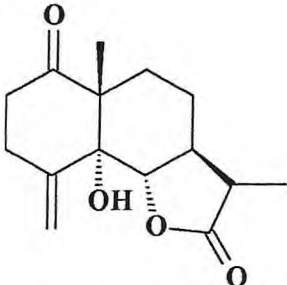
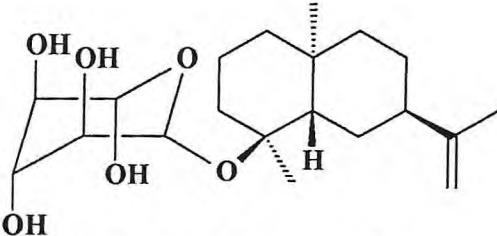
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(183) 9-oxo-5α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₄O , EM m/z: 220 , pf: 98-105 °C $[\alpha]_D^{20} + 34,8^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 3080, 1700, 1642, 885 RMN ¹H (CDCl₃): 0,94 (d, H-12), 0,94 (d, H-13), 0,93 (s, H-14), 4,60 (s, H-15a), 4,82 (s, H-15b) Fonte: <i>Canarium strictum</i>, Burseraceae (Lacoume e Zalkow, 1966)</p>
 <p>(184) 1β,11-diidroxi-4β,5α,7β,10β-eudesmano</p>	<p>C₁₅H₂₈O₂ , EM m/z: 240 , pf: 158-160 °C $[\alpha]_D^{20} + 10,5^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 3300, 2925, 1380, 1140, 1025, 920 RMN ¹H (CDCl₃): 3,22 (m, H-1), 1,20 (s, H-12), 1,20 (s, H-13), 0,90 (s, H-14), 0,88 (d, H-15) RMN ¹³C (CDCl₃): 72,8 (C-1), 14,8 (C-2), 27,4 (C-3), 41,2 (C-4), 31,6 (C-5), 39,3 (C-6), 40,3 (C-7), 34,9 (C-8), 38,4 (C-9), 49,8 (C-10), 80,6 (C-11), 26,5 (C-12), 27,0 (C-13), 22,6 (C-14), 14,0 (C-15) Fonte: <i>Balanites roxburghii</i>, Balanitaceae (Anglea e Pinder, 1987)</p>
 <p>(185) 12,6-olideo-5α-hidroxi-1-oxo-6α,7β,10β-eudesm-4(15)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₀O₄ , EM m/z: 264 IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 1790, 1725 RMN ¹H (CDCl₃): 2,43 (ddd, H-2α), 2,67 (ddd, H-2β), 2,92 (m, H-3a), 2,52 (dd, H-3b), 4,59 (d, H-6), 2,31 (m, H-7), 1,92 (m, H-8α), 1,44 (m, H-8β), 2,11 (m, H-9α), 1,62 (ddd, H-9β), 2,36 (dq, H-11), 1,25 (d, H-13), 1,17 (s, H-14), 5,26 (d, H-15a), 5,21 (d, H-15b) Fonte: <i>Artemisia santolinifolia</i>, Compositae (Jakupovic et al, 1991)</p>
 <p>(186) 4β-D-glicopiranosideo-5β,7β,10α-eudesm-11(12)-eno</p>	<p>C₁₅H₂₄O , EM m/z: 220 , pf: 179 °C $[\alpha]_D^{20} - 13,6^\circ$ IV $\nu_{\max} \text{cm}^{-1}$: 3510, 3450, 3080, 1640, 1105, 1030, 890 RMN ¹H (DMSO): 4,88 (sl, H-12b), 1,72 (s, H-13), 0,93 (s, H-14), 1,05 (s, H-15), 4,50 (d, H-1'), 4,20-4,30 (m, H-3'), 3,10-3,50 (m, H-4'), 1,08 (d, H-6') Fonte: <i>Carthamus lanatus</i>, Compositae (Feliciano et al, 1990)</p>

Tabela 1 - Continuação.

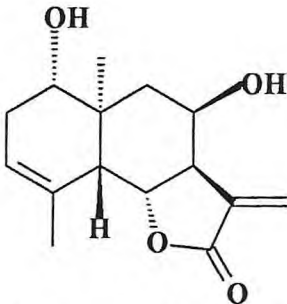
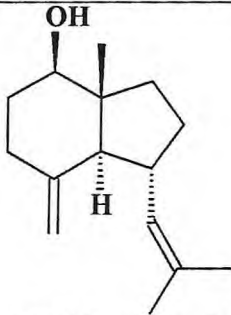
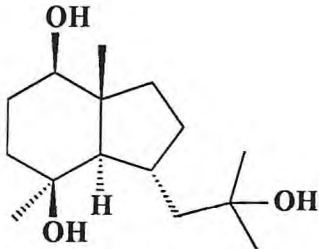
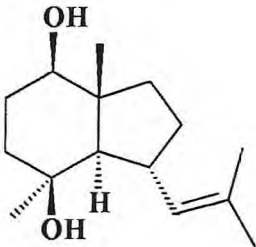
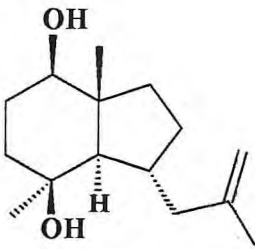
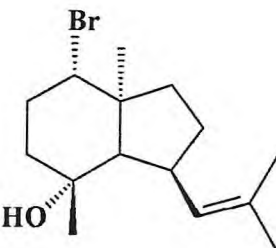
SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p>(187) 12,6-olideo-1α,8β-diidroxi-5β,6α,7β,10α-eudesm-3-eno</p>	<p>C₁₅H₂₄O , EM <i>m/z</i>: 220 , pf: 211 °C $[\alpha]_D^{20}$ - 101,0° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3620, 3420, 1770 RMN ¹H (CDCl₃): 3,63 (dd, H-1), 2,33 (d, H-2a), 1,94 (d, H-2b), 5,40 (sl, H-3), 2,59 (d, H-5), 4,61 (dd, H-6), 3,41 (dddd, H-7), 4,33 (ddd, H-8), 2,01 (dd, H-9a), 1,78 (dd, H-9b), 6,38 (d, H-13a), 5,94 (d, H-13b), 0,90 (s, H-14), 1,86 (dddd, H-15a, H-15b) Fonte: <i>Pegolettia senegalensis</i>, Compositae (Bohlmann et al, 1983)</p>
 <p>(188) 1β-hidroxi-5α,6α,10β-oposita-4(15),7(11)-dieno</p>	<p>C₁₅H₂₄O , EM <i>m/z</i>: 220 $[\alpha]_D^{20}$ + 29,3° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3350, 1655, 900 RMN ¹H (CDCl₃): 4,97 (d, H-7), 1,66 (d, H-12), 1,66 (d, H-13), 0,68 (s, H-14), 4,47 (sl, H-15a), 4,79 (sl, H-15b) Fonte: <i>Torilis japonica</i>, Apiaceae (Niwa et al, 1978)</p>
 <p>(189) 1β,4β,11-trihidroxi-5α,6α,10β-opositano</p>	<p>C₁₅H₂₈O₃ , EM <i>m/z</i>: 256 , pf: 179,5-181,5 °C $[\alpha]_D^{20}$ + 45,3° IV ν_{\max} cm⁻¹: 3350, 3300, 1105, 890 RMN ¹H (CD₃OD): 3,30 (dd, H-1), 2,90 (m, H-5), 2,24 (dd, H-7), 1,22 (s, H-12), 1,22 (s, H-13), 1,00 (s, H-14), 1,27 (s, H-15) RMN ¹³C (CD₃OD): 80,7 (C-1), 40,2 (C-2), 42,0 (C-3), 72,4 (C-4), 60,3 (C-5), 33,0 (C-6), 52,1 (C-7), 33,5 (C-8), 28,6 (C-9), 48,1 (C-10), 72,6 (C-11), 32,0 (C-12), 30,4 (C-13), 15,1 (C-14), 30,0 (C-15) Fonte: <i>Annona bullata</i>, Annonaceae (Kutschabsky et al, 1985), <i>Homalomena aromatica</i>, Araceae (Sung et al, 1992).</p>

Tabela 1 - Continuação.

SESQUITERPENOS	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS
 <p data-bbox="256 723 576 797">(190) 1β,4β-diidroxí-5α,6α,10β-oposit-7-eno</p>	<p data-bbox="715 434 1046 472">$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238</p> <p data-bbox="715 472 906 510">$[\alpha]_D^{20} + 33,2^\circ$</p> <p data-bbox="715 510 1198 548">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3600, 3450, 1000, 850</p> <p data-bbox="715 548 1482 658">RMN 1H ($CDCl_3$): 3,36 (dd, H-1), 2,92 (m, H-5), 5,05 (d, H-7), 1,63 (m, H-12), 1,63 (s, H-13), 1,03 (d, H-14), 1,10 (s, H-15)</p> <p data-bbox="715 658 1482 808">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 80,0 (C-1), 36,7 (C-2), 40,7 (C-3), 71,8 (C-4), 59,1 (C-5), 35,0 (C-6), 132,2 (C-7), 29,6 (C-8), 28,0 (C-9), 47,2 (C-10), 128,7 (C-11), 30,7 (C-12), 25,8 (C-13), 14,2 (C-14), 18,1 (C-15)</p> <p data-bbox="715 808 1482 875">Fonte: <i>Homalomena aromatica</i>, Araceae (Sung et al, 1992)</p>
 <p data-bbox="220 1198 608 1272">(191) 1β,4β-diidroxí-5α,6α,10β-oposit-11(13)-eno</p>	<p data-bbox="715 913 1230 952">$C_{15}H_{26}O_2$, EM m/z: 238, pf: 78-81 °C</p> <p data-bbox="715 952 906 990">$[\alpha]_D^{20} + 20,4^\circ$</p> <p data-bbox="715 990 1278 1028">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3610, 3460, 3080, 1650, 900</p> <p data-bbox="715 1028 1482 1137">RMN 1H ($CDCl_3$): 4,62 (dd, H-1), 2,30 (m, H-5), 2,57 (d, H-7), 1,71 (m, H-12), 4,67 (m, H-13a), 4,72 (m, H-13b), 1,03 (d, H-14), 1,27 (s, H-15)</p> <p data-bbox="715 1137 1482 1288">RMN ^{13}C ($CDCl_3$): 79,8 (C-1), 38,4 (C-2), 41,0 (C-3), 71,9 (C-4), 59,1 (C-5), 33,4 (C-6), 45,9 (C-7), 28,1 (C-8), 27,8 (C-9), 47,8 (C-10), 145,5 (C-11), 110,9 (C-12), 31,2 (C-13), 14,6 (C-14), 22,7 (C-15)</p> <p data-bbox="715 1288 1482 1355">Fonte: <i>Homalomena aromatica</i>, Araceae (Sung et al, 1992)</p>
 <p data-bbox="164 1758 647 1825">(192) 4α-hidroxi-1α-bromo-6β,10α-oposit-7(11)-eno</p>	<p data-bbox="715 1435 1246 1473">$C_{15}H_{23}OBr$, EM m/z: 300, pf: 54-55 °C</p> <p data-bbox="715 1473 906 1512">$[\alpha]_D^{20} - 232^\circ$</p> <p data-bbox="715 1512 1270 1550">IV $\nu_{max} cm^{-1}$: 3623, 1450, 1370, 1140, 895</p> <p data-bbox="715 1550 1482 1624">RMN 1H ($CDCl_3$): 5,01 (d, H-7), 1,66 (d, H-12), 1,66 (d, H-13), 0,74 (s, H-14), 1,70 (sl, H-15)</p> <p data-bbox="715 1624 1482 1736">Fonte: <i>Laurencia subopposita</i>, <i>L. pinnata</i> Yamada, Rhodomelaceae (Hall e Faulkner, 1973; Fukuzawa et al, 1987)</p>

CAPÍTULO 3

C. trichotoma

C. globosa

***IDENTIFICAÇÃO
DOS ÓLEOS
ESSENCIAIS***

3. IDENTIFICAÇÃO DOS ÓLEOS ESSENCIAIS

3.1. Análise dos óleos essenciais

A análise qualitativa dos constituintes químicos dos óleos essenciais foi realizada por CG-EM, enquanto que a quantificação dos constituintes individuais foi realizada por CG-DIC.

3.1.1. CG-EM

Os espectros de massa dos óleos essenciais foram obtidos em espectrômetro de massa Hewlett-Packard, modelo HP-5971 A, acoplado a cromatógrafo gás-líquido, modelo HP-5890 A, série II, provido de coluna capilar de metil-fenil silicone DB-5 com 25,0 m de comprimento e 0,20 mm de diâmetro interno. Um gradiente de aumento de temperatura de 4 °C/min de 50 a 180 °C e de 20 °C/min de 180 a 280 °C foi empregado, sendo a temperatura do injetor de 250 °C e a do detector da interface de 200 °C.

3.1.2. CG-DIC

A análise quantitativa dos óleos foi realizada em cromatógrafo Shimadzu 17-A, equipado com detetor de ionização de chama (CG-DIC), usando uma coluna capilar apolar de sílica. O gás utilizado foi hidrogênio e a temperatura da coluna foi programada a uma velocidade de 4 °C/min a partir de 35 °C a 180 °C e depois de 17°C/min até 280 °C e mantido a esta temperatura por 10 min. A temperatura do injetor e detetor foi de 250 °C.

3.1.3. Extração dos óleos essenciais

Os óleos essenciais foram extraídos por hidrodestilação em aparelho doseador do tipo Cleavenger, modificado por Gottlieb (Gottlieb e Magalhães, 1960), (Ítems 5.4.1. e 5.4.2., p. 247 e 248).

3.1.4. Identificação dos constituintes

A identificação de cada componente químico foi realizada por pesquisa em biblioteca de padrões provida de espectros de massa de substâncias autênticas armazenadas no sistema, comparação dos índices de Kovats, por comparação visual de cada espectro de massa com aqueles registrados na literatura, levando-se em conta principalmente o padrão de fragmentação de cada substância (Alencar, Craveiro e Matos, 1990 ; Adams, 1989).

3.2. Estudo dos componentes químicos voláteis de *C. trichotoma* Vell.

A identificação da composição química volátil de *C. trichotoma* foi realizada utilizando amostras de óleos essenciais obtidos do alburno e cerne da madeira do caule de exemplares coletados em diferentes localidades. Na Serra de Maranguape à uma altitude de 250 m e em Acarape, situada a 28 m de altitude em relação ao nível do mar.

As quatro amostras de óleos analisados foram essencialmente constituídas por sesquiterpenos e poucas diferenças foram observadas, tanto do ponto de vista quantitativo como qualitativo. Entretanto, o rendimento dos óleos obtidos a partir das amostras do cerne foram superiores em relação aos óleos obtidos das amostras do alburno (cerne 2,27 g – 0,28%, 1,32 g – 0,17%; alburno 0,60 g – 0,08%, 0,62 g - 0,08%).

No óleo essencial do alburno (Figuras 4 e 6, p. 76 e 77) foram identificados dezesseis compostos. Entre os constituintes identificados destacamos como principais o α -cadinol (20,4 e 18,4%), δ -cadineno (10,2 e 9,7%), α -muurolol (5,3 e 16,0%) e guaia-3,10(14)-dien-11-ol (9,1 e 8,0%), nas duas coletas e ainda o constituinte *epi*- α -muurolol (20,9%), presente apenas em uma das amostras. Este último pode ser considerado como um marcador químico para a espécimen coletada na serra de Maranguape. Ele é também importante na atribuição do esqueleto bicíclico para os sesquiterpenos do tipo cadineno (1,6-dimetil-4-isopropil-decahidronaftaleno), com poucas exceções para os sesquiterpenos tricíclicos e bicíclicos, tendo um ciclo com sete ou mais membros, tais como italiceno, cariofileno, globulol, e guaiadieno. A composição química do óleo das amostras está

sumarizada na Tabela 2, p. 75, onde os compostos estão listados em ordem de eluição em coluna DB – 5.

Dos constituintes visualizados no cromatograma (Figuras 5 e 7, p. 76 e 77) dos óleos essenciais do cerne de *C. trichotoma*, foram identificados dezesseis componentes, onde destacam-se como principais o α -cadinol (15,8 e 26,5%), α -muurolol (13,4 e 25,1%), δ -cadineno (11,9 e 4,5%) e guaia-3,10(14)-dien-11-ol (10,7 e 9,6%), nas duas coletas. As composições químicas dos óleos das amostras analisadas estão sumarizadas na Tabela 2, p. 75, onde os compostos estão listados em ordem de eluição em coluna DB – 5 e índice de Kovats.

A identificação deste óleo faz parte de um trabalho publicado na revista *Flavour and Fragrance Journal*, v. 20 (2), p. 149-151, 2004, intitulado “Volatile constituents of *Cordia trichotoma* Vell. from the northeast of Brazil”, e uma cópia deste encontra-se nos anexos desta tese.

Tabela 2 – Constituintes químicos identificados nos óleos essenciais do cerne (amostras I e III) e alburno (amostras II e IV) de *C. trichotoma* Vell.

compostos	IK ^a	I ^b	II ^b	III ^c	IV ^c
		cerne (%)	alburno (%)	cerne (%)	alburno (%)
β-cariofileno (207)	1419	0,6	1,1	-	-
γ-muuroleno (213)	1478	2,8	2,2	0,9	2,2
1,11-epoxido de calameneno (217)	1492	0,9	0,8	2,0	3,0
α-muuroleno (218)	1503	4,1	3,7	2,0	3,6
γ-cadineno (219)	1517	5,6	5,0	2,8	5,9
δ-cadineno (220)	1528	11,9	10,2	4,5	9,7
α-cadineno (223)	1539	1,9	1,1	1,4	0,9
α-calacoreno (224)	1547	1,9	-	-	-
epoxido de italiceno (225)	1549	1,8	1,4	1,0	3,1
globulol (229)	1581	1,4	0,8	-	-
1,10-di- <i>epi</i> -cubenol (231)	1612	-	-	2,6	3,3
1- <i>epi</i> -cubenol (232)	1625	2,5	2,8	8,4	5,0
<i>epi</i> -α-muurolol (233)	1643	-	20,9	-	-
α-muurolol (234)	1646	13,4	5,3	25,1	16,0
^d α-cadinol (235)	1658	15,8	20,4	26,5	18,4
guaia-3,10(14)-dien-11-ol (236)	1672	10,7	9,1	9,6	8,0
occidenol (237)	1674	1,6	1,4	1,5	1,0

^aIK = Índice de Kovats simulado.

^bAmostras de *C. trichotoma* coletadas na Serra de Maranguape, em uma altitude de 250 m.

^cAmostras de *C. trichotoma* coletadas em Acarape, em uma altitude de 28 m.

^dIdentificado por EM e RMN ¹H e ¹³C.

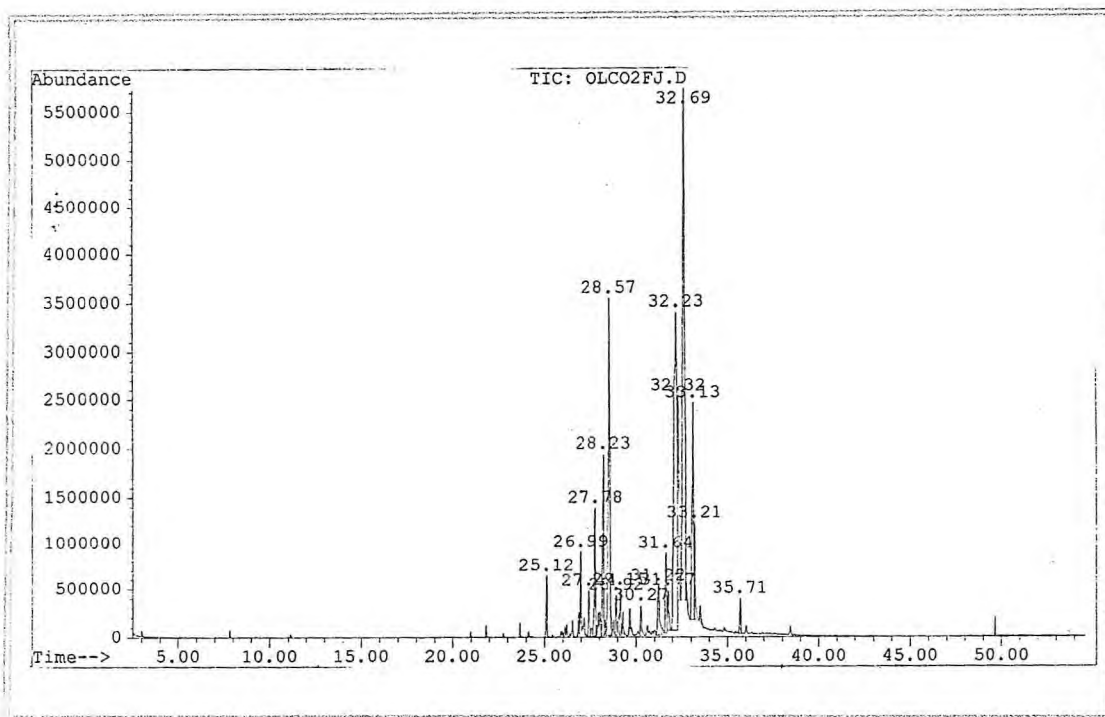


Figura 4 - Cromatograma do óleo essencial do albúrco de *C. trichotoma* (Serra de Maranguape).

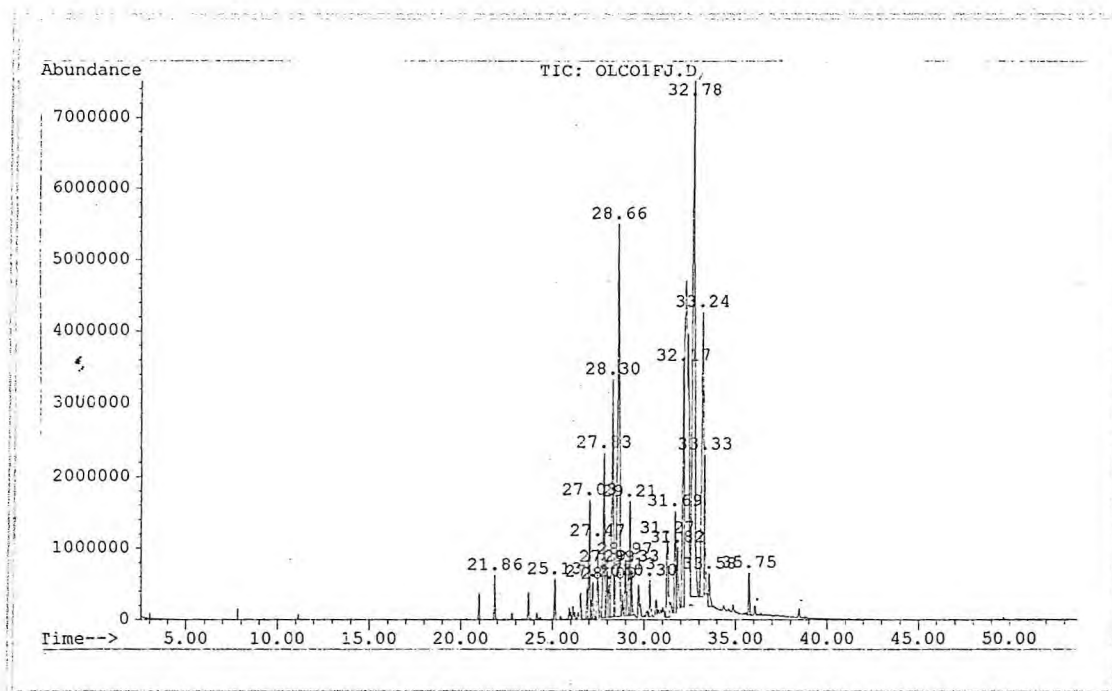


Figura 5 - Cromatograma do óleo essencial do cerne de *C. trichotoma* (Serra de Maranguape).

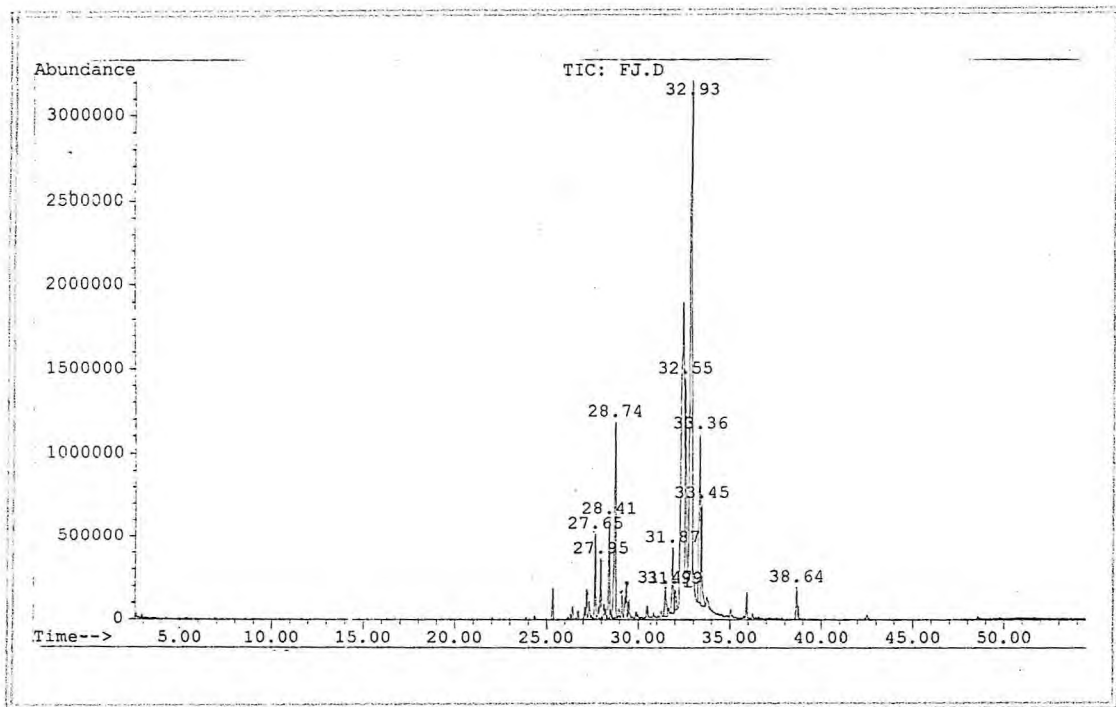


Figura 6 - Cromatograma do óleo essencial do cerne de *C. trichotoma* (Acarape).

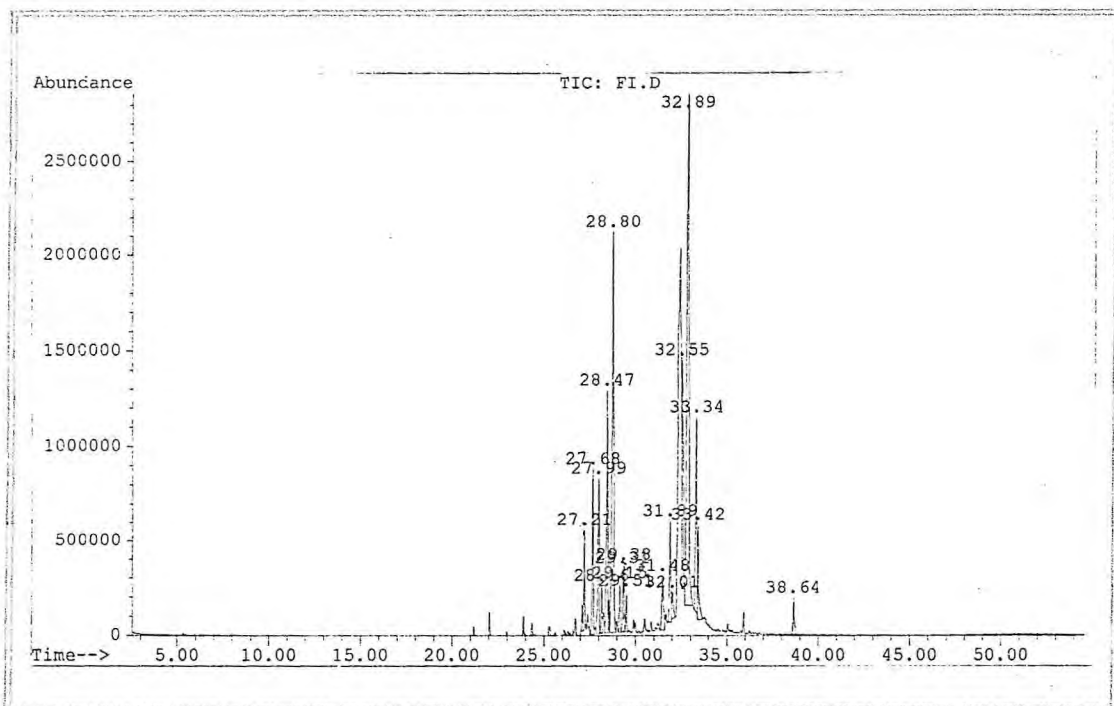


Figura 7 - Cromatograma do óleo essencial do alburno de *C. trichotoma* (Acarape).

3.3. Identificação dos componentes químicos voláteis de *C. globosa* Jack. (Kunth.).

Dando continuidade aos estudos de óleos essenciais de espécies de *Cordia*, foi realizada a análise dos óleos das folhas de *C. globosa* em dois diferentes estágios ontogenéticos (floração e frutificação), com o intuito de estabelecer um perfil sobre a composição química volátil da espécie a partir das amostras de óleos analisados (Figuras 8 e 9, p. 83).

Um total de trinta e dois terpenoides foram identificados e encontram-se arranjados de acordo com a ordem de eluição em coluna apolar DB – 5. Conforme pode ser observado a partir da Tabela 3, p. 79, é evidente que as duas amostras mostraram diferenças qualitativas e quantitativas na composição química dos óleos nos diferentes estágios, floração (óleo I) e frutificação (óleo II). Vinte e três constituintes (88,5%) foram identificados no óleo I, representado por 10 monoterpenos e 13 sesquiterpenos. No óleo II, vinte e seis constituintes (93,6%) foram identificados, sendo 7 monoterpenos e 19 sesquiterpenos. Os principais constituintes foram biciclogermacreno (22,7 e 13,1%), β -cariofileno (11,9 e 11,6%) e δ -elemeno (9,0 e 6,8%) em ambos estágios ontogenéticos. *Allo*-aromadendreno (7,1%) é um dos principais componentes do óleo no período de frutificação, porém completamente ausente no óleo, quando a planta encontra-se no período de floração. γ -Terpineno, terpinen-4-ol, α -terpineol, β -bourborneno, globulol e *epi*- α -cadinol foram somente encontrados no óleo no período de floração, enquanto que aromadendreno, 9-*epi*-*E*-cariofileno, germacreno D, β -selineno, γ -cadineno, *trans*-cadinol(2),4-dieno, *E*-nerolidol e óxido de cariofileno foram encontrados somente na amostra do óleo no período de frutificação. Deste modo, os resultados revelaram distintos perfis metabólicos para os diferentes estágios ontogenéticos, os quais podem ser explicados por diversos fatores principalmente clima, condições de solos e mudança na bioquímica da planta.

Tabela 3 – Composição química dos óleos essenciais das folhas de *C. globosa* Jack. (Kunth.), em diferentes estágios ontogenéticos.

compostos	IK*	I (Floração) / (%)	II (Frutificação) / (%)
α -pineno (193)	933	0,5	0,8
sabineno (194)	971	1,3	3,1
β -pineno (195)	974	3,7	0,5
mirreno (196)	989	0,5	2,3
limoneno (197)	1026	0,9	0,6
β -E-ocimeno (198)	1047	1,1	2,4
γ -terpineno (199)	1057	0,5	-
linalol (200)	1100	3,2	1,3
terpinen-4-ol (201)	1193	2,8	-
α -terpineol (202)	1193	1,4	-
δ -elemeno (203)	1342	9,0	6,8
α -cubeneno (204)	1376	1,8	3,2
β -bourboneno (205)	1385	1,0	-
β -elemeno (206)	1392	5,0	1,9
β -cariofileno (207)	1419	11,9	11,6
aromadendreno (208)	1440	-	3,9
α -humulene (209)	1448	4,8	4,8
allo-aromadendreno (210)	1460	-	7,1
γ -amorfenol (211)	1473	1,2	1,9
9- <i>epi</i> -E-cariofileno (212)	1475	-	3,8
germacreno D (214)	1479	-	4,7
β -selineno (215)	1484	-	4,6
biciclogermacreno (216)	1487	22,7	13,1
γ -cadineno (219)	1509	-	3,1

Tabela 3 – Continuação.

δ -cadineno (220)	1516	4,2	5,2
<i>trans</i> -cadin-1(2),4-dieno (221)	1524	-	1,1
germacreno B (222)	1538	5,5	1,7
<i>E</i> -nerolidol (226)	1551	-	2,4
spatulenol (227)	1556	2,5	0,9
óxido de cariofileno (228)	1560	-	0,8
globulol (229)	1560	1,9	-
<i>epi</i> - α -cadinol (230)	1591	1,1	-

*IK = índice de Kovats simulado

3.4. Atividade antimicrobiana do óleo essencial das folhas de *C. globosa* no período de floração frente aos microorganismos: *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella cholerae-suis* e a levedura *Candida albicans*.

Os ensaios frente aos microrganismos foram realizados com o óleo essencial das folhas de *C. globosa* no período de floração. A metodologia para a realização deste teste encontra-se descrita no Ítem 5.7.2, p. 278.

As bactérias Gram (+) *Staphylococcus aureus* e Gram (-) *Escherichia coli*, conhecidas por apresentarem resistência a muitas drogas comercializadas e serem causas frequentes de infecções hospitalares, mostraram-se sensíveis ao óleo essencial testado. O microorganismo mais sensível ao referido óleo, foi a bactéria *E. Coli*, como pode ser visto na Tabela 4, p. 81.

O óleo essencial embora não tenha inibido o crescimento de *Salmonella cholerae-suis*, inibiu fortemente o crescimento de *S. aureus* e *E. Coli* com valores de diluição muito reduzido, cujo poder inibitório foi mais eficaz do que a neltemicina, droga conhecida por sua eficiência contra esse patógeno.

Os outros dois microorganismos testados, *Pseudomonas aeruginosas* e a levedura *Candida albicans*, apresentaram resultados moderados em relação aos demais.

Os resultados alcançados nesses testes ressaltam a importância deste óleo na inibição de cepas de *S. aureus* e *E. Coli*, resistentes e de diferentes procedências.

Tabela 4- Atividade antimicrobiana do óleo essencial das folhas de *C. globosa* no período de floração (OECGFL).

	<i>S. aureus</i>	<i>E. coli</i>	<i>P.aeruginosas</i>	<i>S. cholerae-suis</i>	<i>C. albicans</i>
OECGFL 30µg	1,1 mm	0,7 mm	1,4 mm	-	1,5 mm
clindamicina 30µg	2,5 mm	*	*	*	*
neltemicina 30µg	*	2,4 mm	*	2,3 mm	*
carbenicilina 30µg	*	*	2,0 mm	*	*
cetoconazol 30µg	*	*	*	*	1,9 mm
clorofórmio 30µL	*	*	*	*	*

– resistência.

3.5. Atividade larvicida do óleo essencial das folhas de *C. globosa* frente às larvas do mosquito transmissor da dengue (*Aedes aegypti*).

O teste larvicida frente às larvas de *Aedes aegypti* foi realizado com o óleo essencial das folhas de *C. globosa* no período de floração. Este apresentou atividade relevante, como pode ser visto na Tabela 5, p. 82. A metodologia para a realização deste teste encontra-se descrita no Ítem 5.7.1, p. 278.

Este ensaio biológico revelou o potencial larvicida do óleo testado, uma vez que o mesmo apresentou um valor de $DL_{50} = 28,1$ ppm.

Os resultados alcançados nesse teste sugere a importância deste óleo como possível agente larvicida natural.

Tabela 5 - Atividade larvicida do óleo essencial das folhas de *C. globosa* (OECGFL) frente às larvas de *Aedes aegypti*.

	% Morte/ Menor Conc. (ppm) testada	DL ₅₀ (ppm)
OECGFL 30µg	30% - 10	28,1
DMSO/ H ₂ O	0% - 25	Controle +

Os resultados deste ensaio, bem como a identificação da composição química deste óleo fazem parte do trabalho intitulado “Chemical composition and larvicidal activity of the essential oil from leaves of *Cordia globosa* (Jack.) H. B. K. from northeast of Brazil”, já aceito no *Journal Essential Oil Research*, e cuja cópia encontra-se nos anexos desta tese.

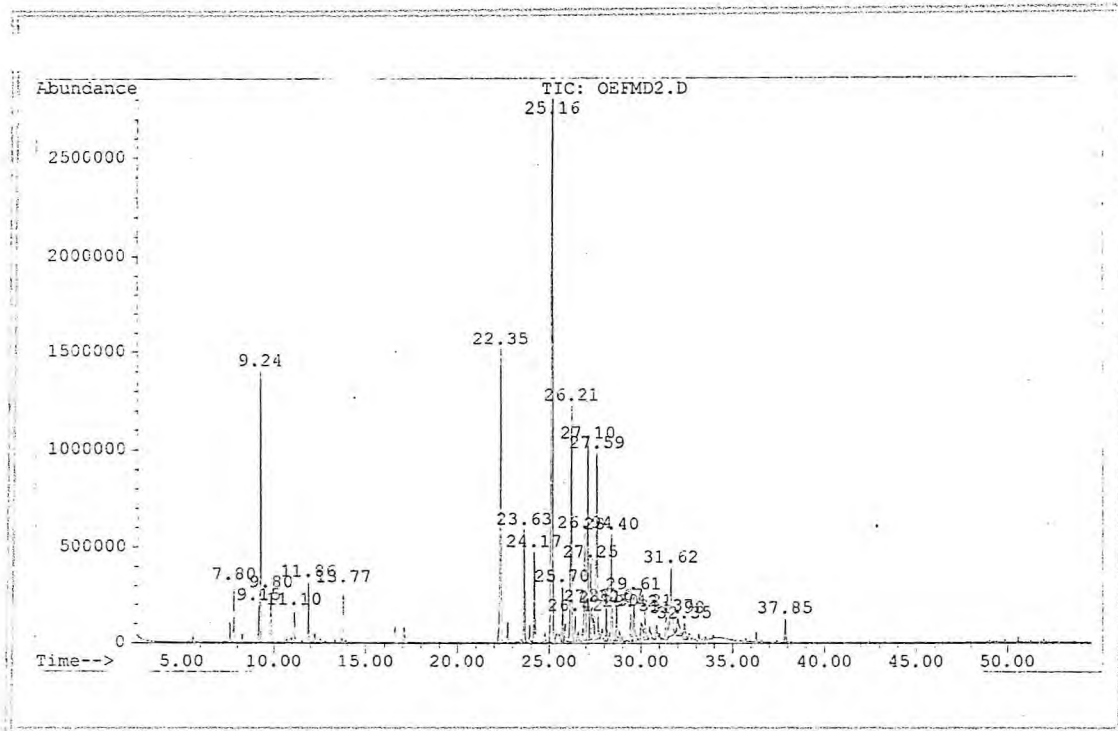


Figura 8 - Cromatograma do óleo essencial das folhas no estágio de floração de *C. globosa*.

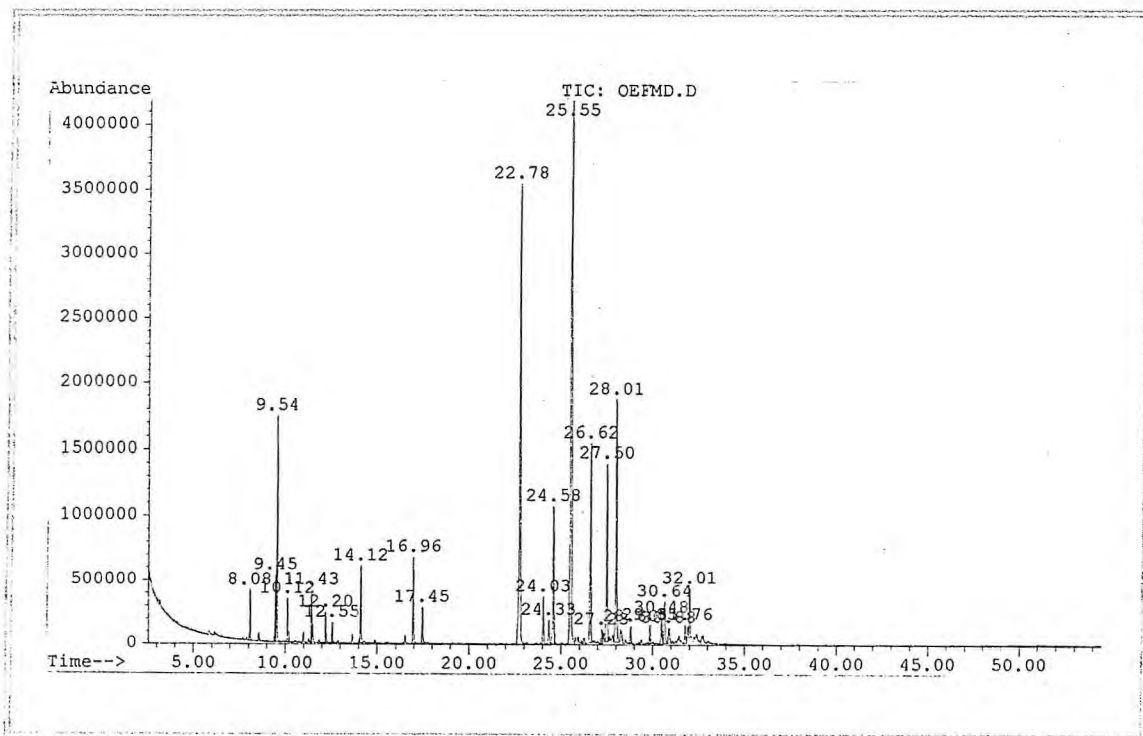


Figura 9 - Cromatograma do óleo essencial das folhas no estágio de frutificação de *C. globosa*.

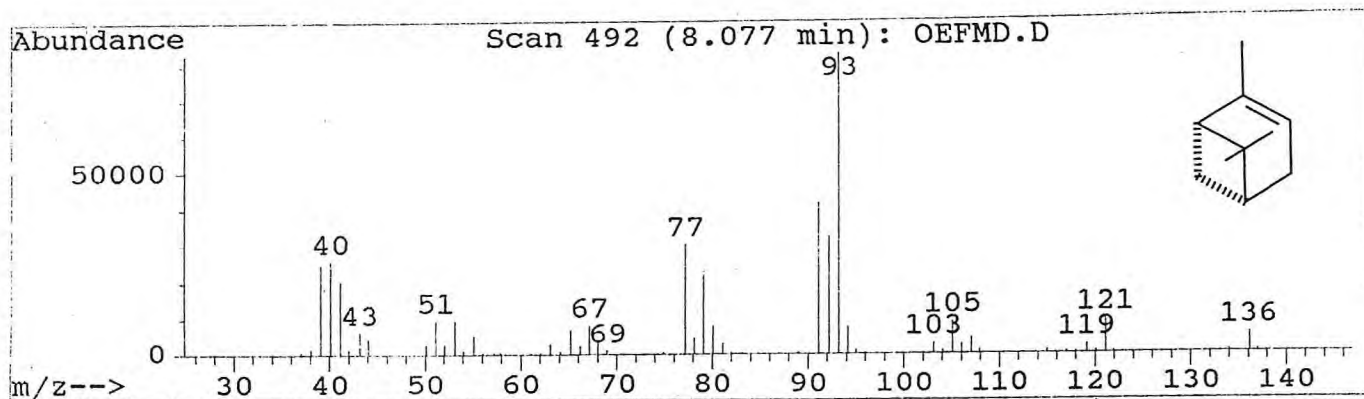


Figura 10 - Espectro de massa do α -pineno (193)

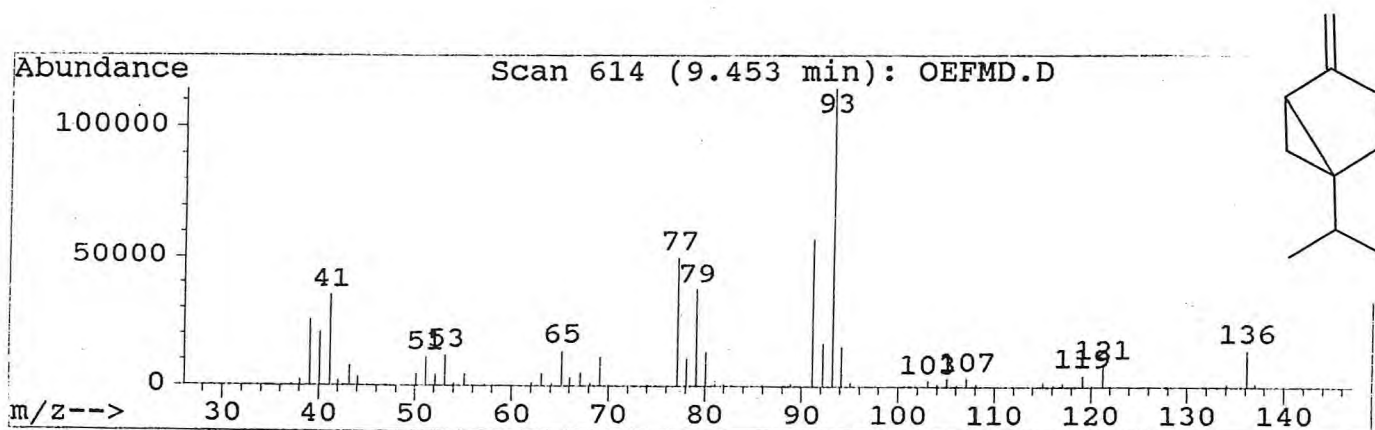


Figura 11 - Espectro de massa do sabineno (194)

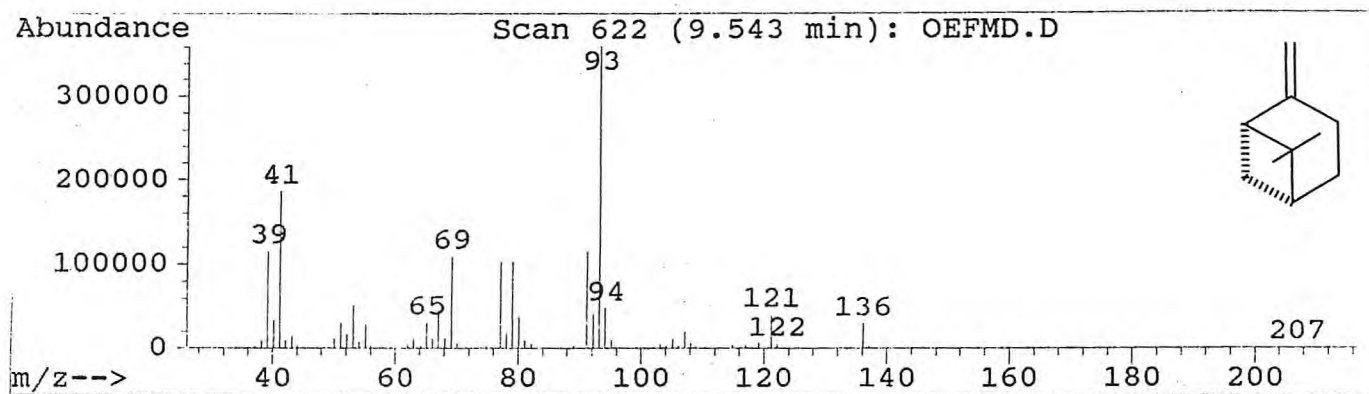


Figura 12 - Espectro de massa do β -pineno (195)

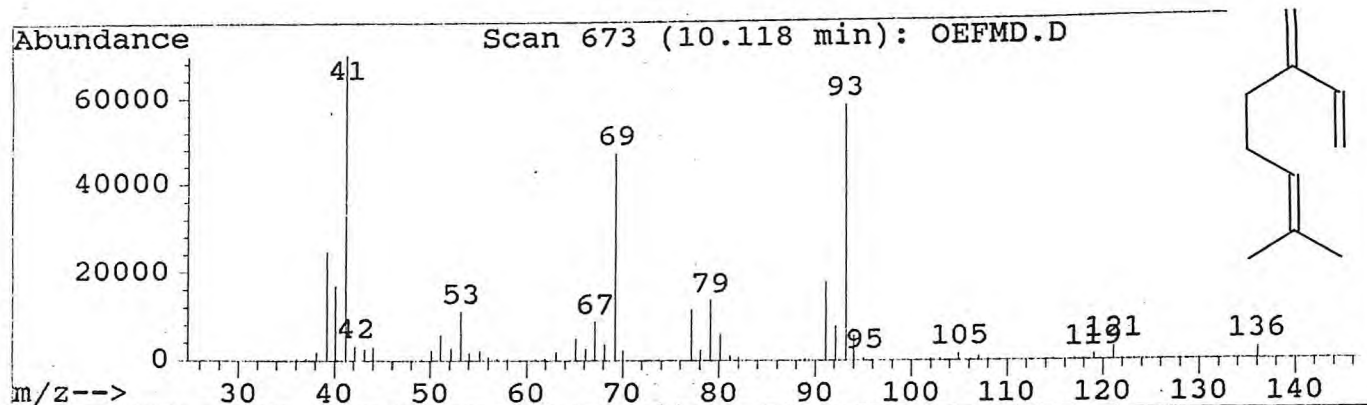


Figura 13 - Espectro de massa do mirceno (196)

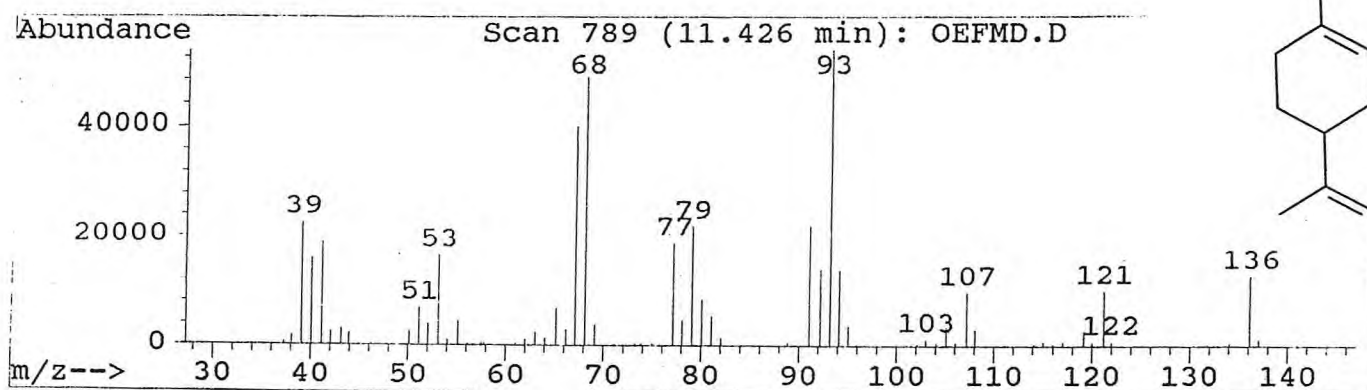


Figura 14 - Espectro de massa do limoneno (197)

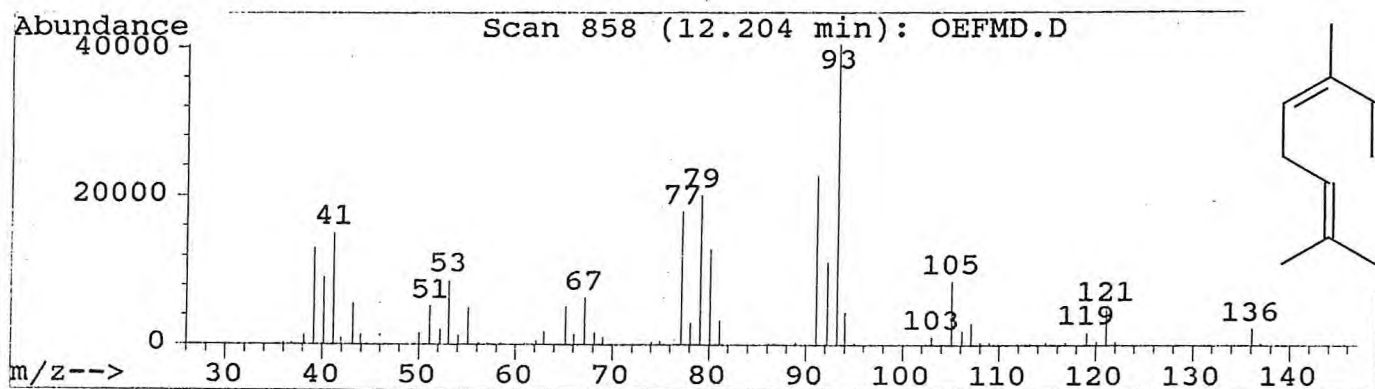


Figura 15 - Espectro de massa do β -E-ocimeno (198)

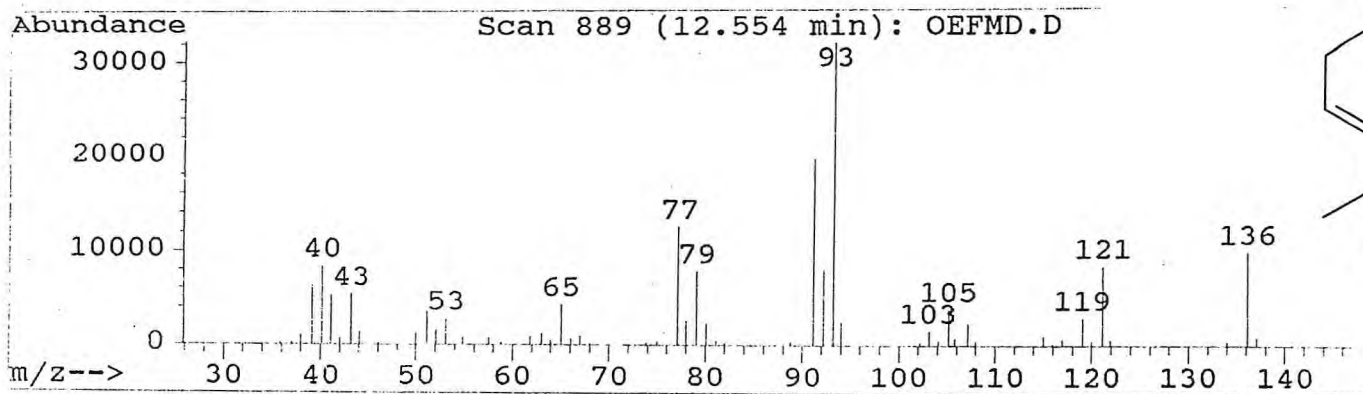


Figura 16 - Espectro de massa do γ -terpineno (199)

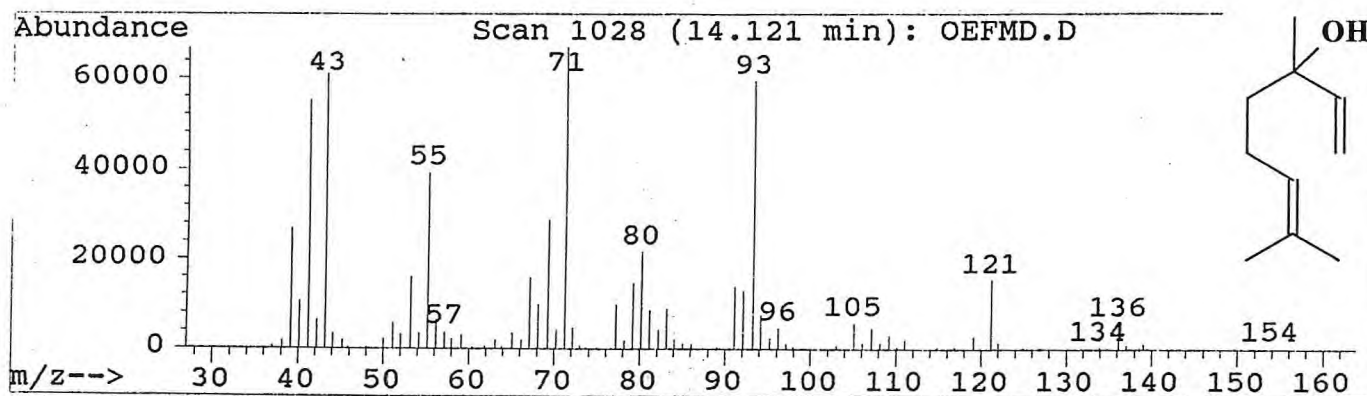


Figura 17 - Espectro de massa do linalol (200)

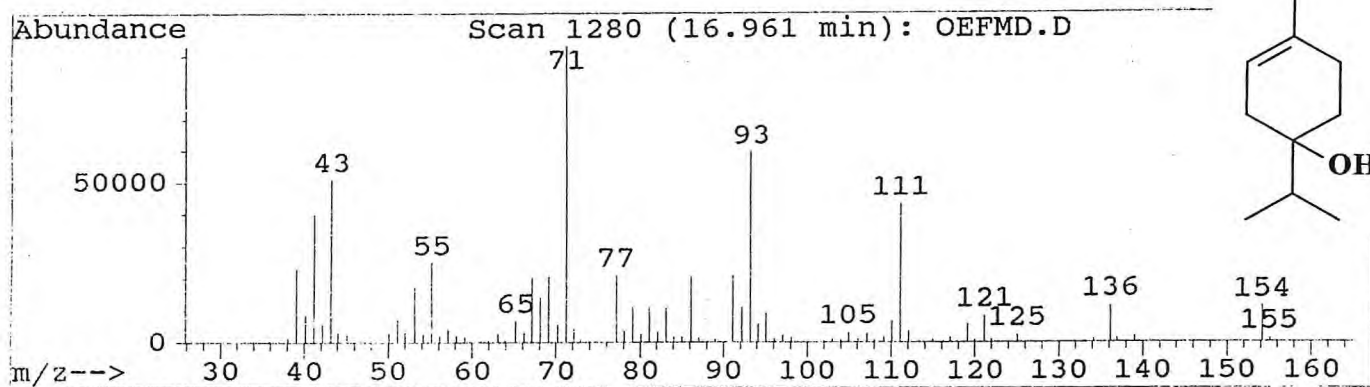


Figura 18 - Espectro de massa do terpinen-4-ol (201)

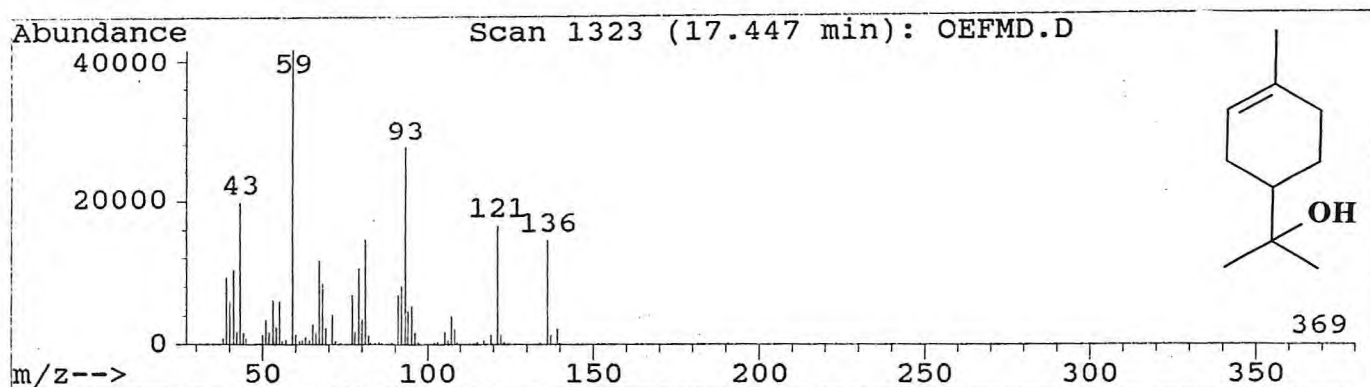


Figura 19 - Espectro de massa do α -terpineol (202)

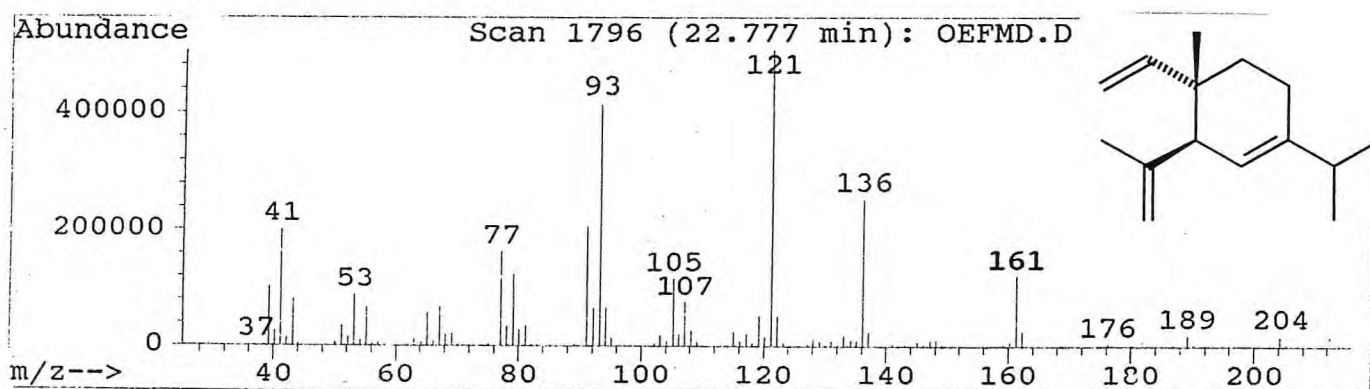


Figura 20 - Espectro de massa do δ -elemeno (203)

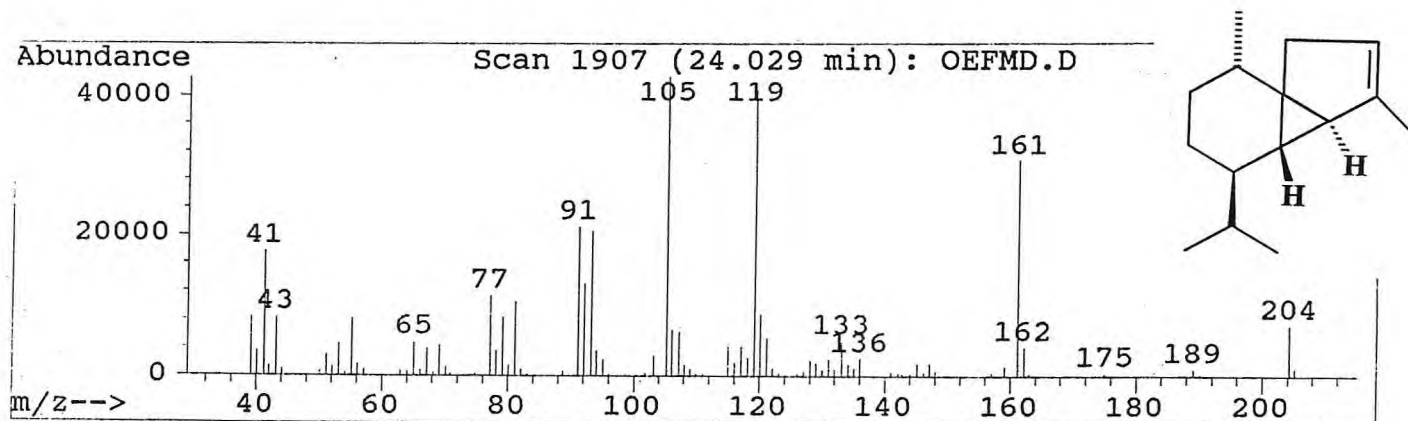


Figura 21 - Espectro de α -cubebena (204)

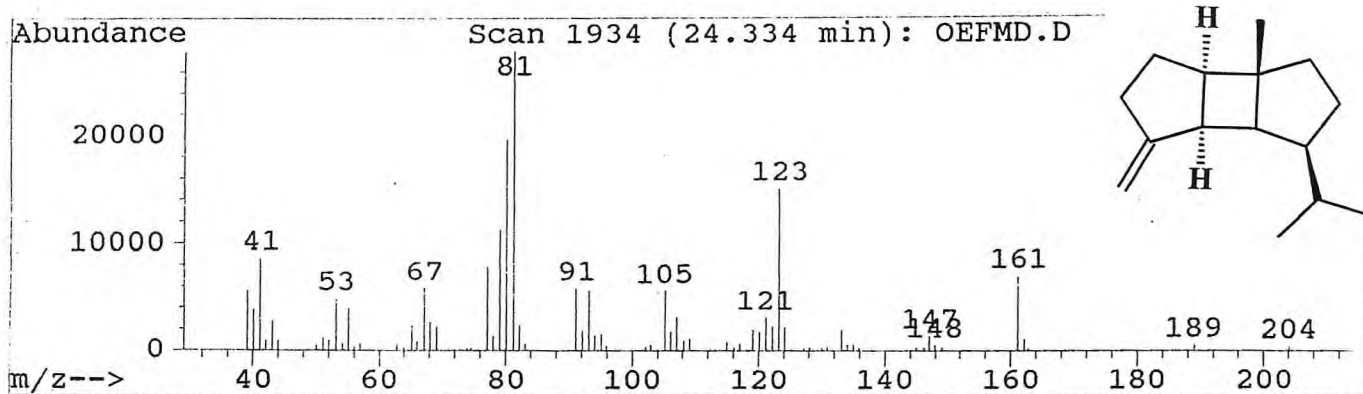


Figura 22 - Espectro de massa do β -bourboneno (205)

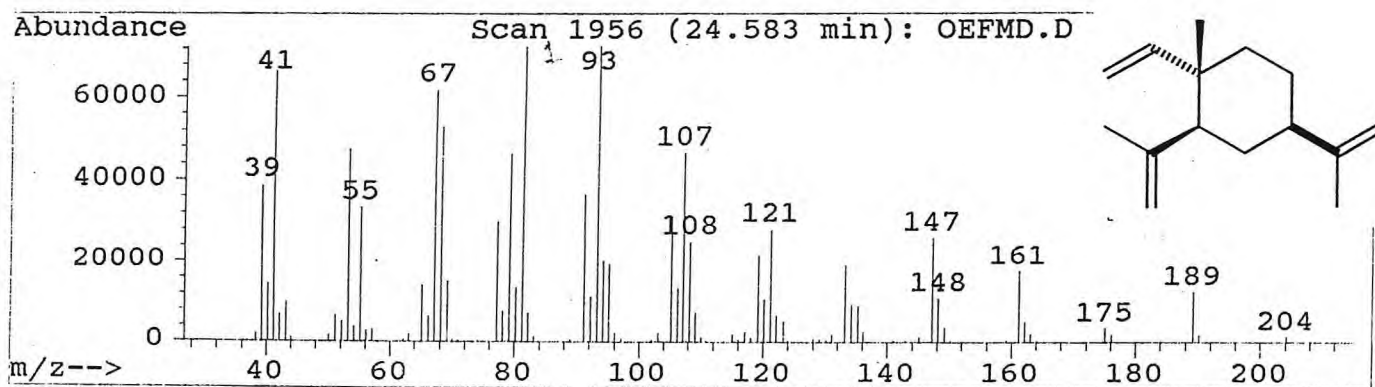


Figura 23 - Espectro de massa do β -elemeno (206)

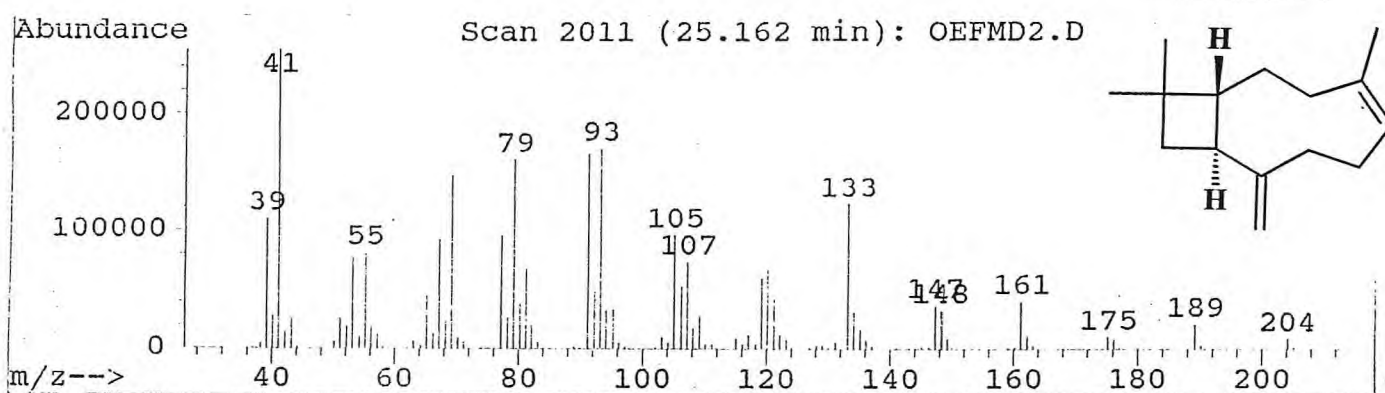


Figura 24 - Espectro de massa do β -cariofileno (207)

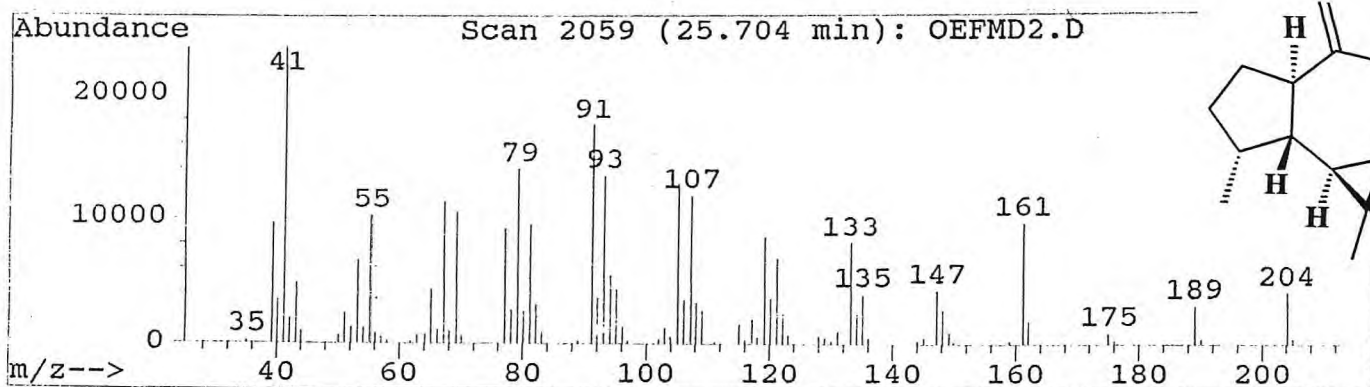


Figura 25 - Espectro de massa do aromadendreno (208)

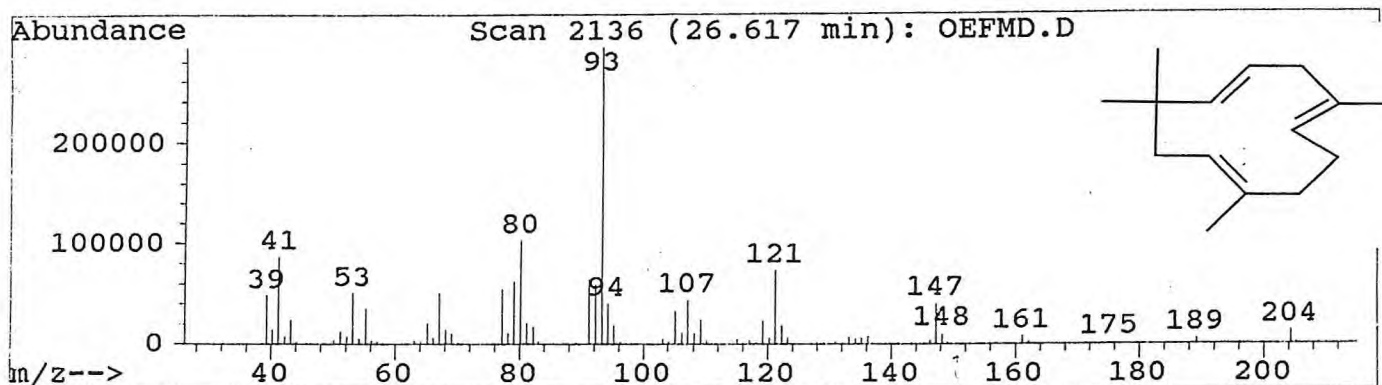


Figura 26 - Espectro de massa do α -humulene (209)

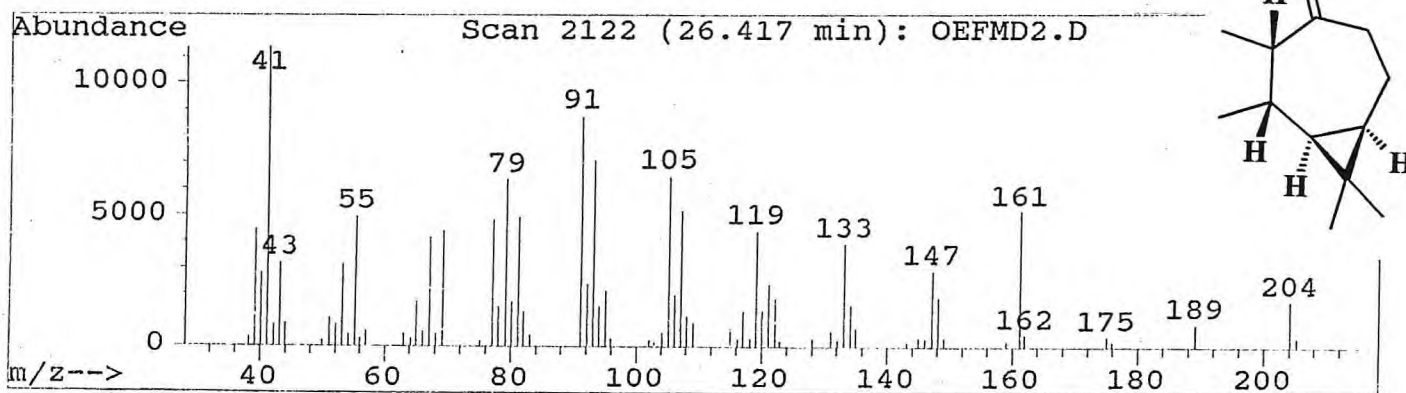


Figura 27 - Espectro de massa do *allo*-aromadendreno (210)

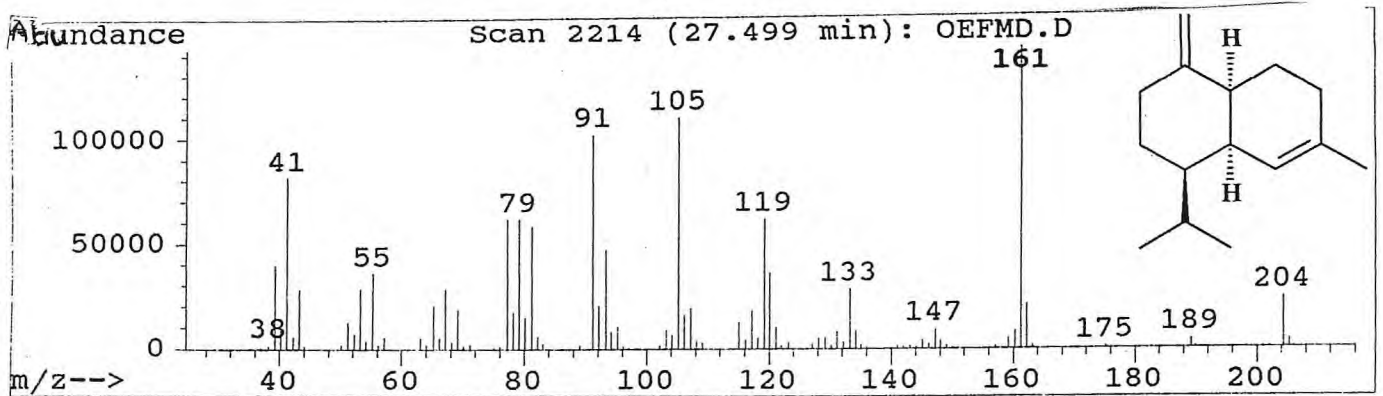


Figura 28 - Espectro de massa do γ -amorfeno (211)

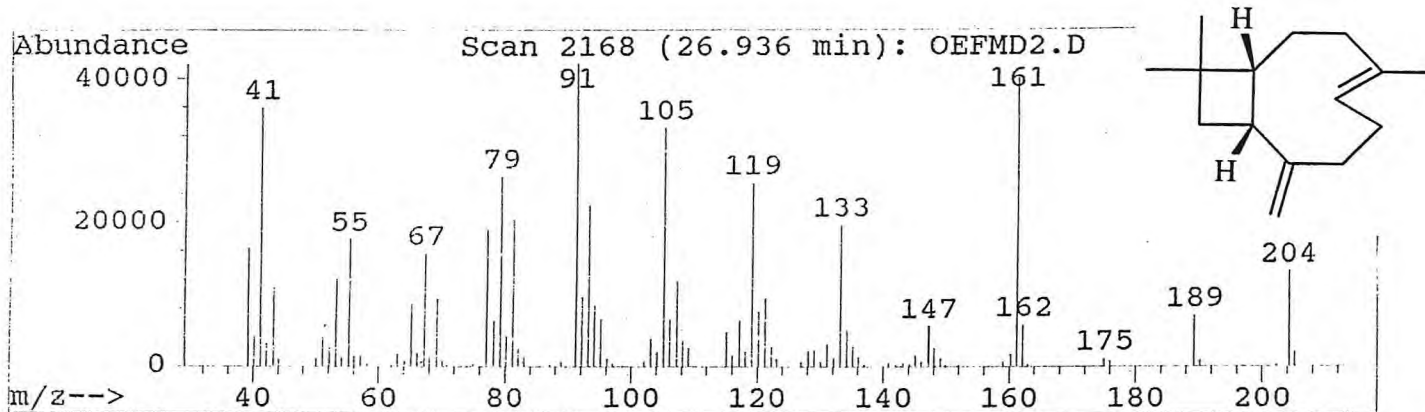


Figura 29 - Espectro de massa do 9-*epi-E*-cariofileno (212)

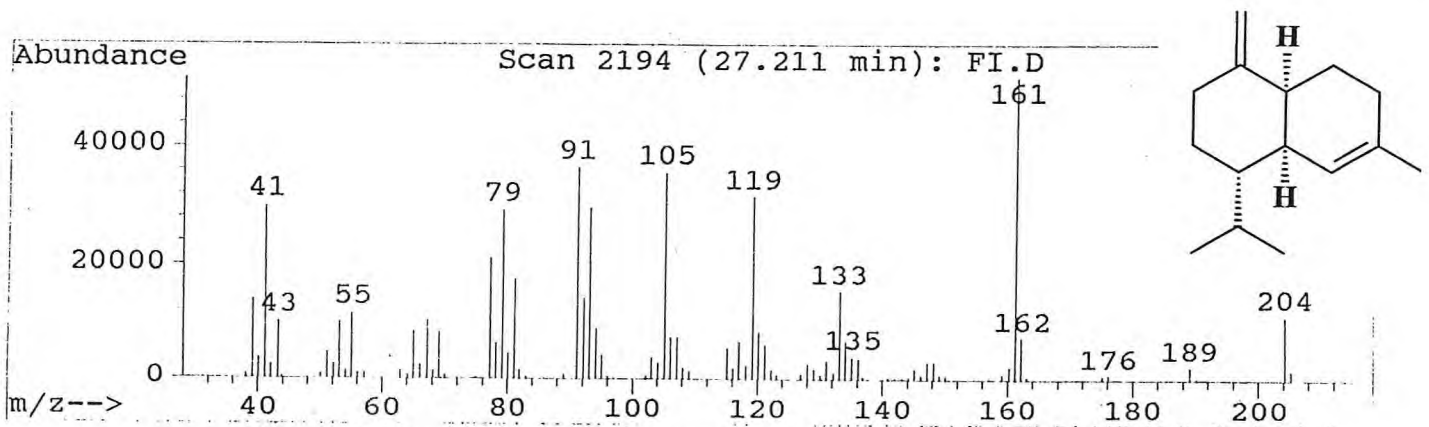
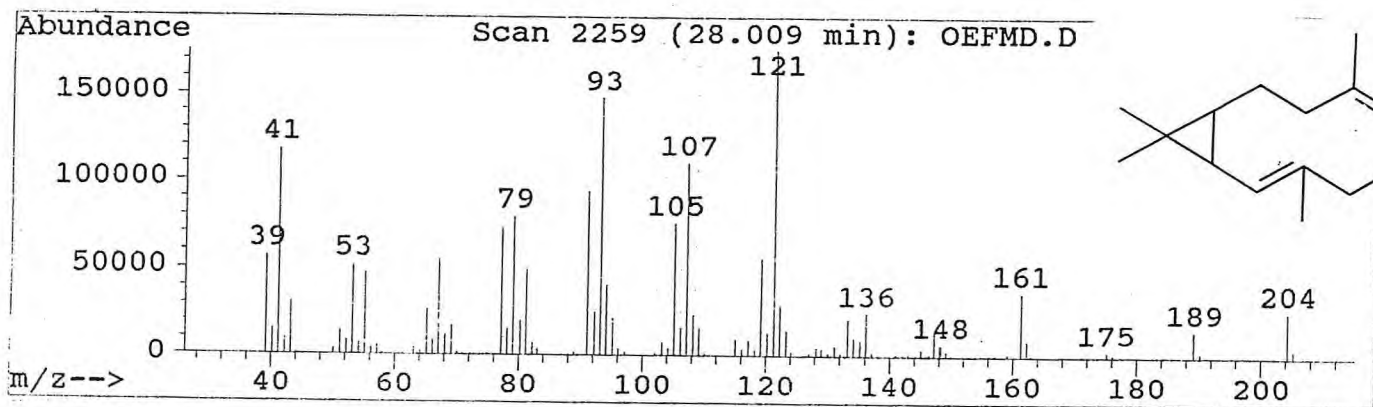
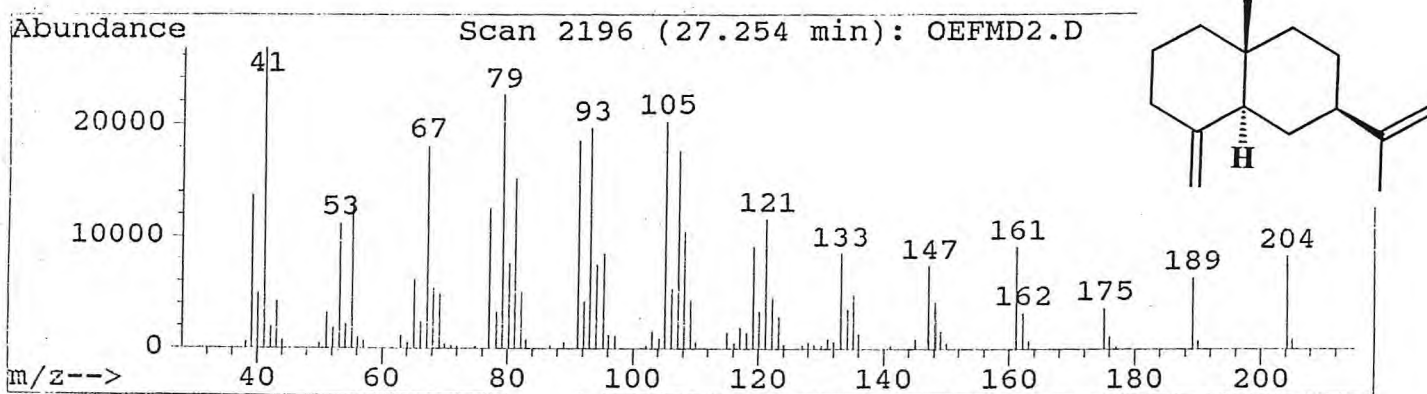
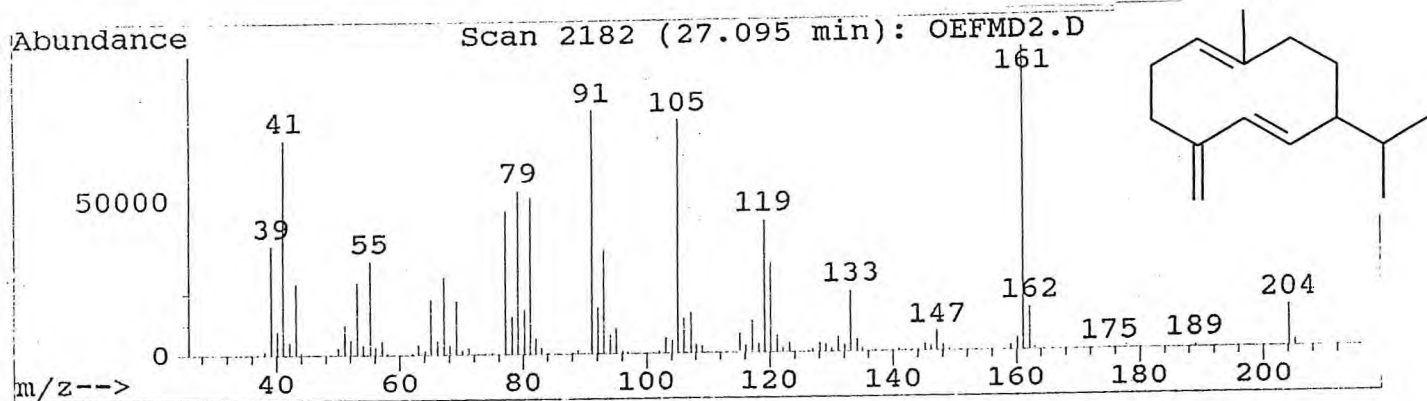


Figura 30 - Espectro de massa do γ -muroleno (213)



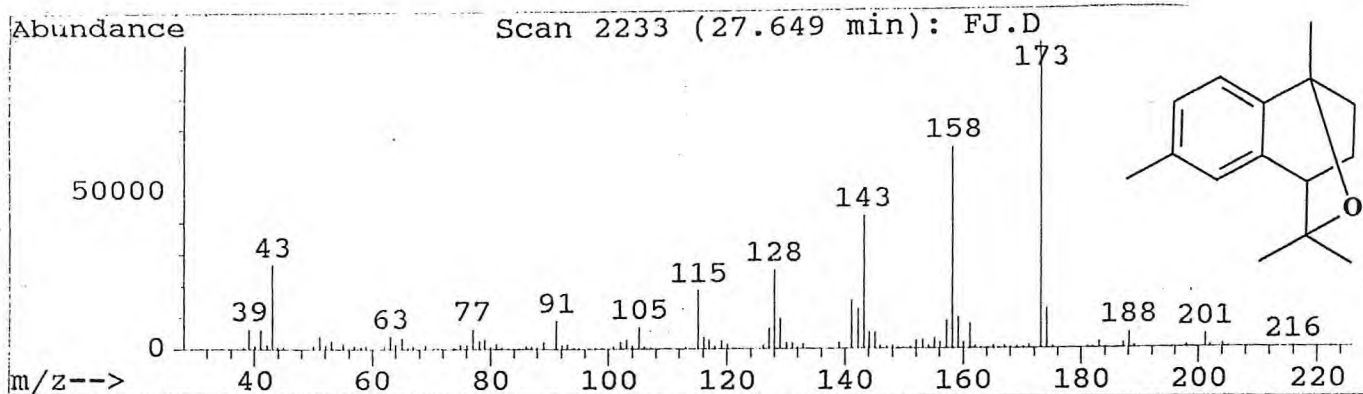


Figura 34 - Espectro de massa do 1,11-epoxido de calameno (217)

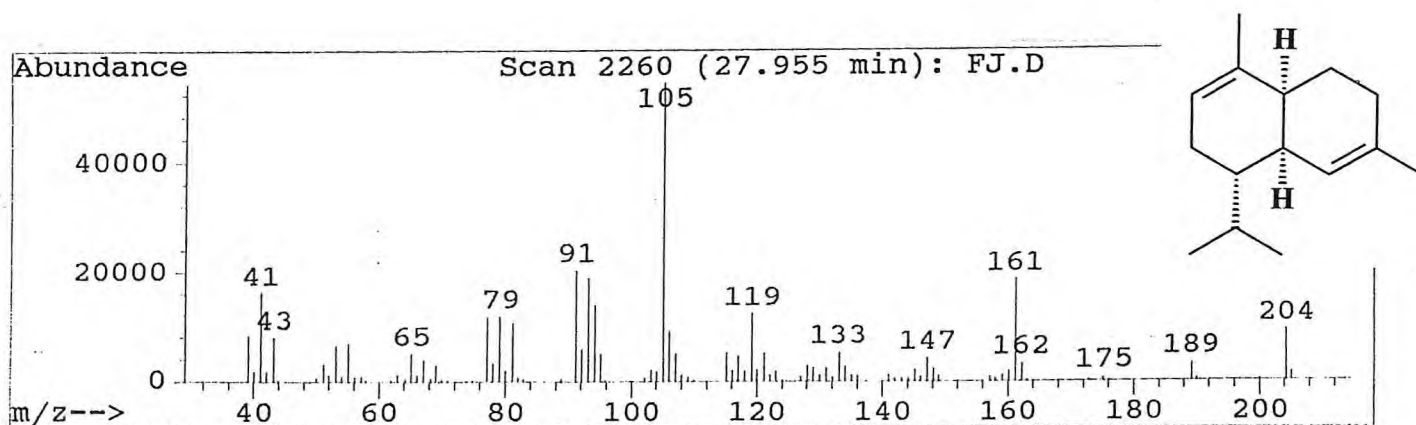


Figura 35 - Espectro de massa do α -muureleno (218)

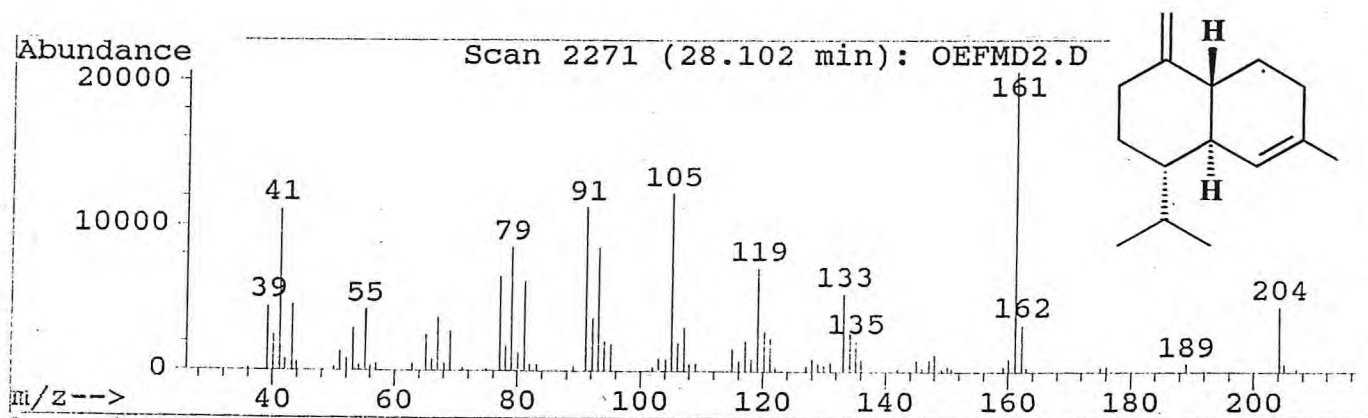


Figura 36 - Espectro de massa do γ -cadineno (219)

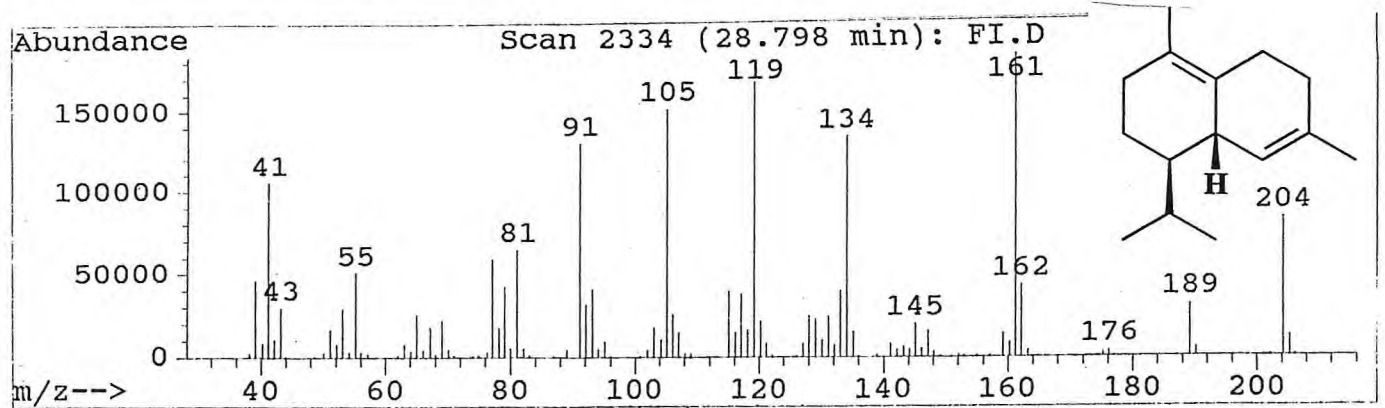


Figura 37 - Espectro de massa do δ -cadinene (220)

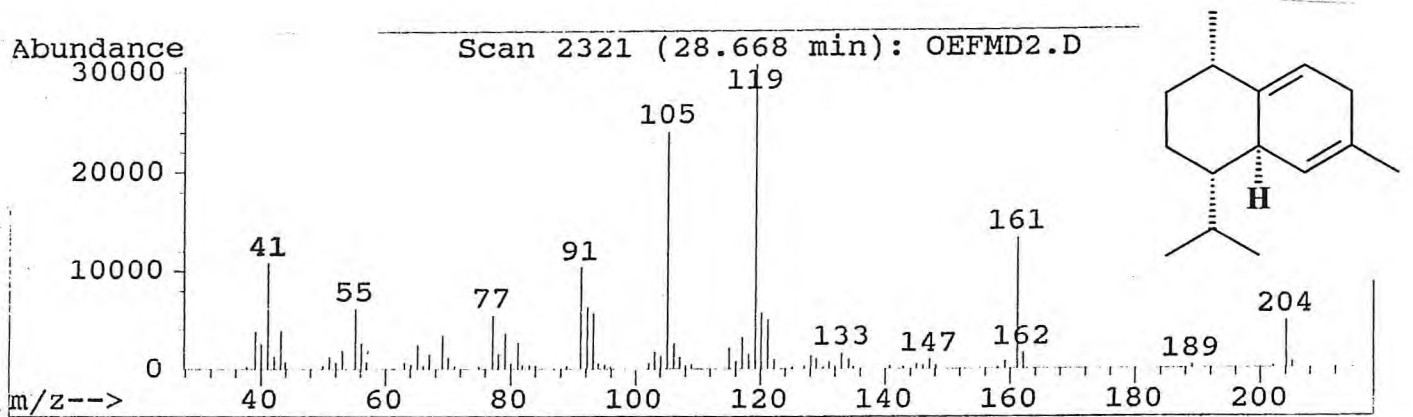


Figura 38 - Espectro de massa do *trans*-cadina-1(2),4-dieno (221)

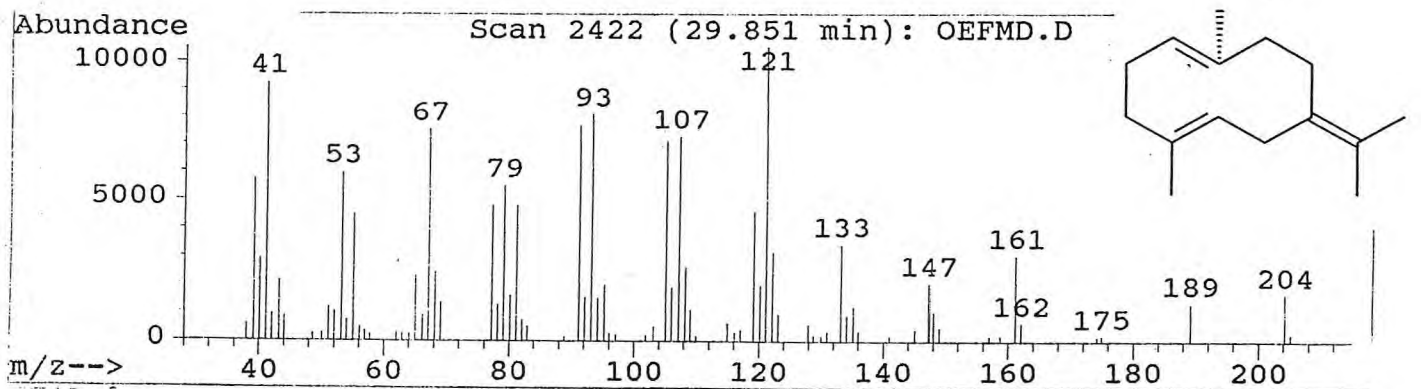


Figura 39 - Espectro de massa do germacreno B (222)

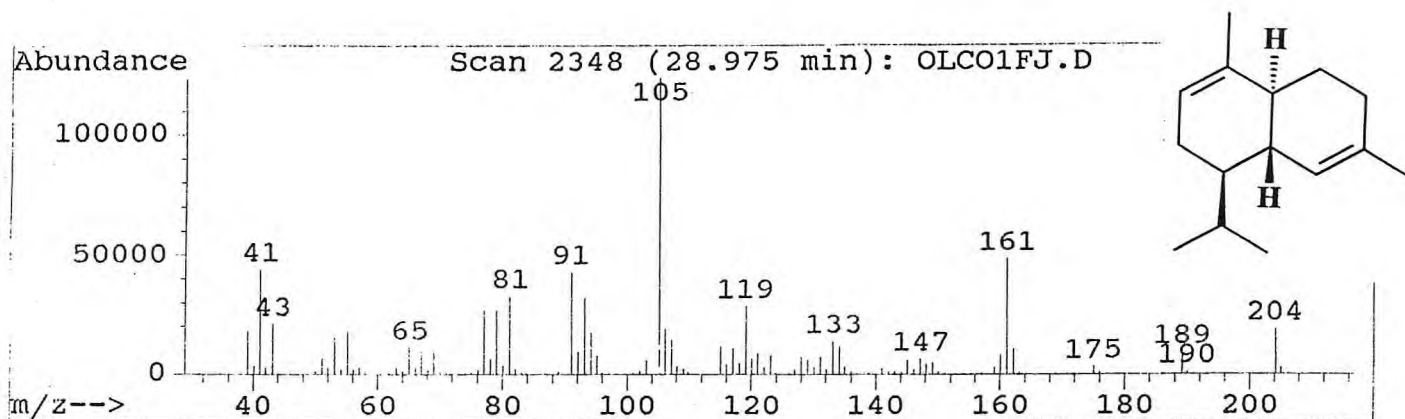


Figura 40 - Espectro de massa do α -cadineno (223)

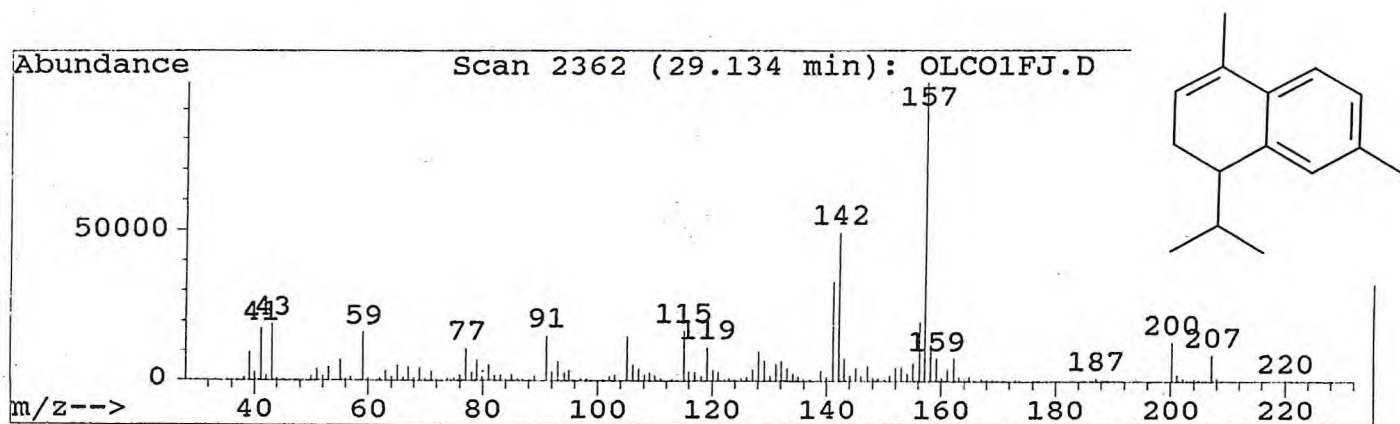


Figura 41 - Espectro de massa do α -calacoreno (224)

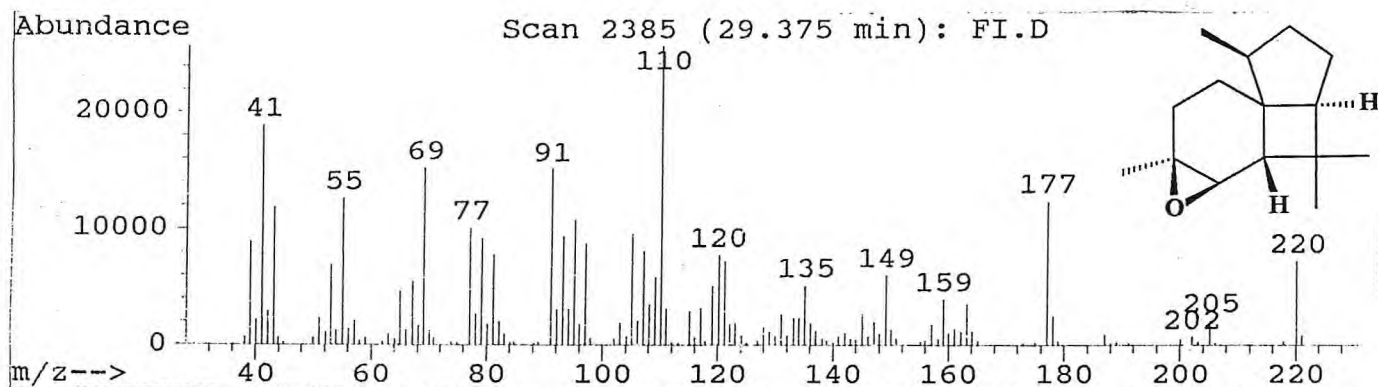


Figura 42 - Espectro de massa do epoxido de italiceno (225)

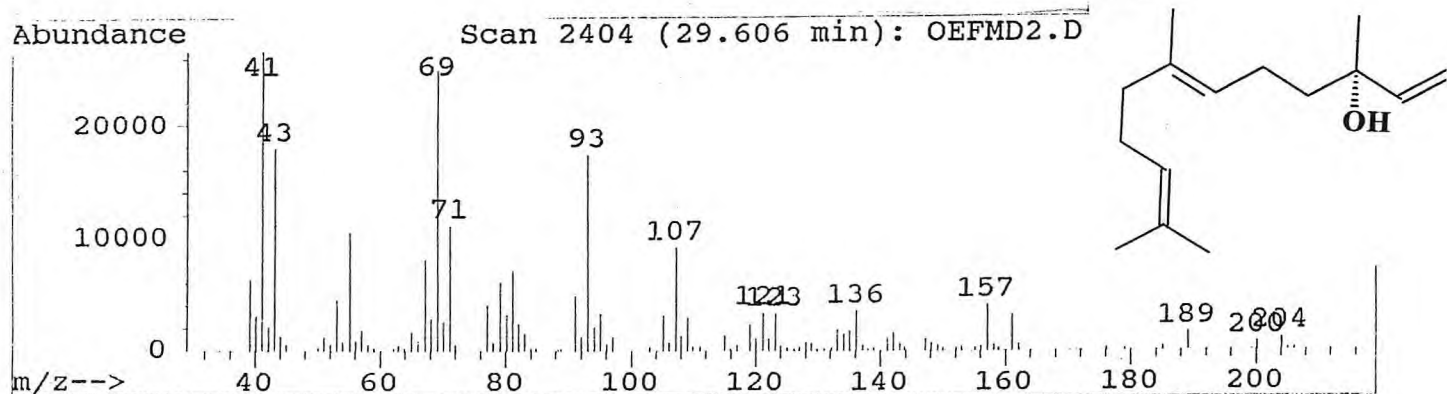


Figura 43 - Espectro de massa do *E*-nerolidol (226)

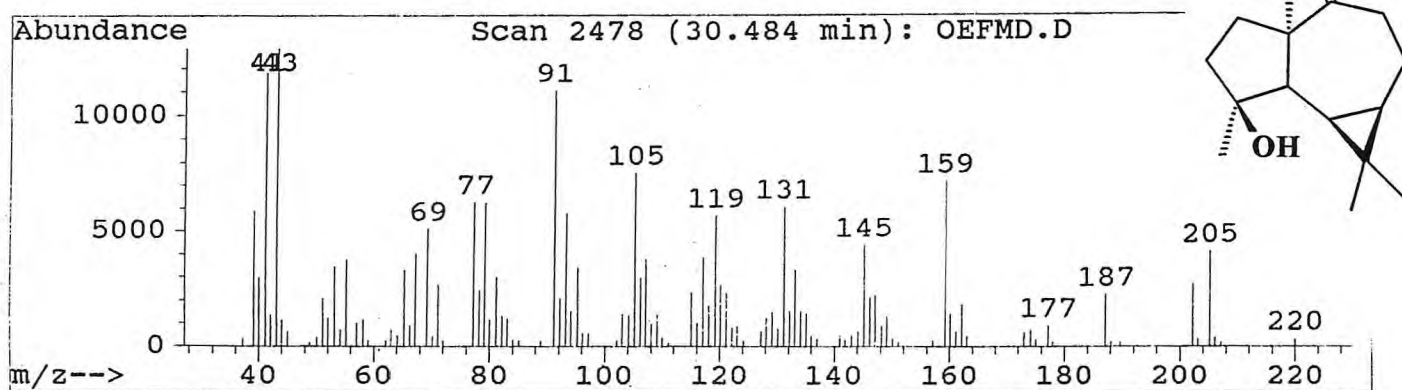


Figura 44 - Espectro de massa do spatulenol (227)

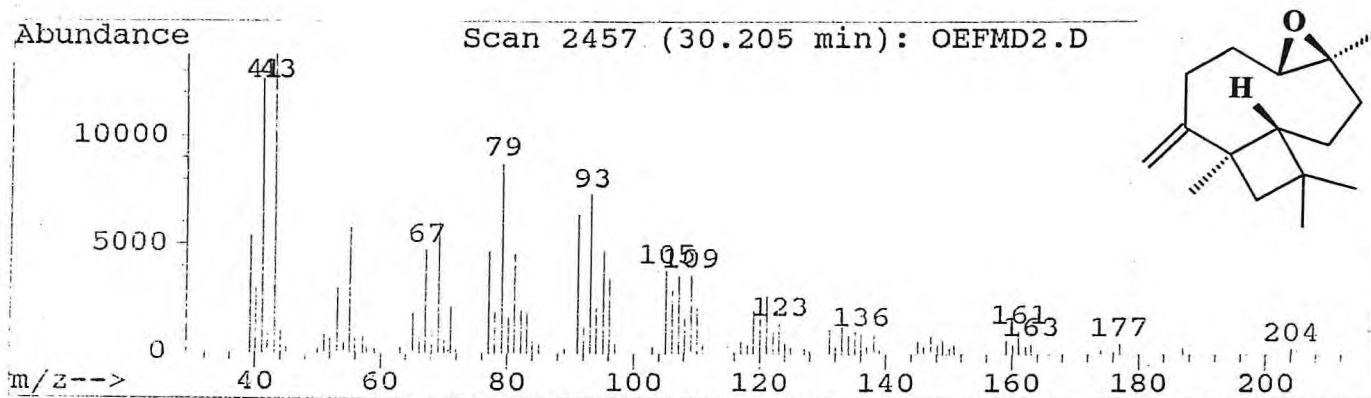


Figura 45 - Espectro de massa do 9,10-óxido de cariofileno (228)

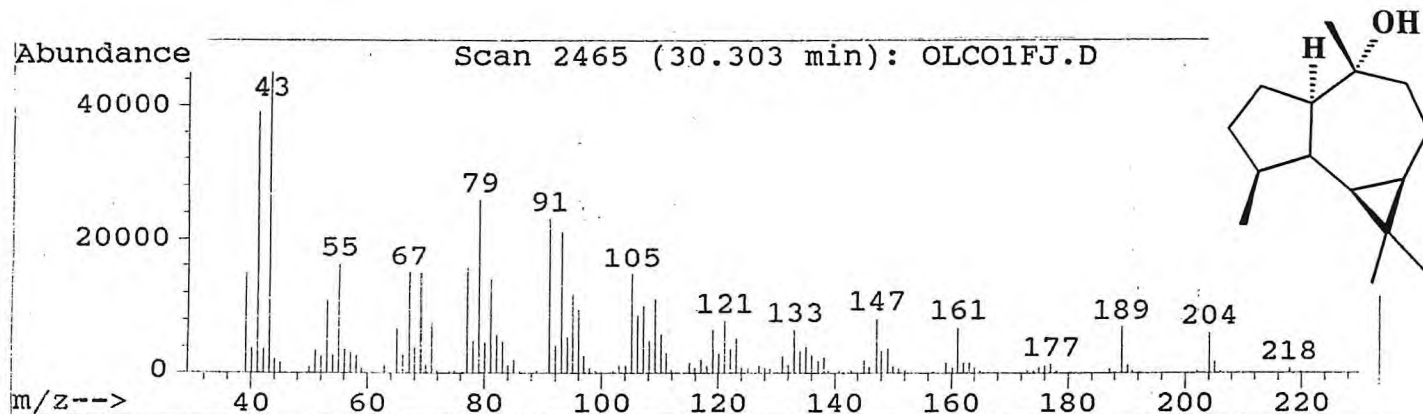


Figura 46 - Espectro de massa do globulol (229)

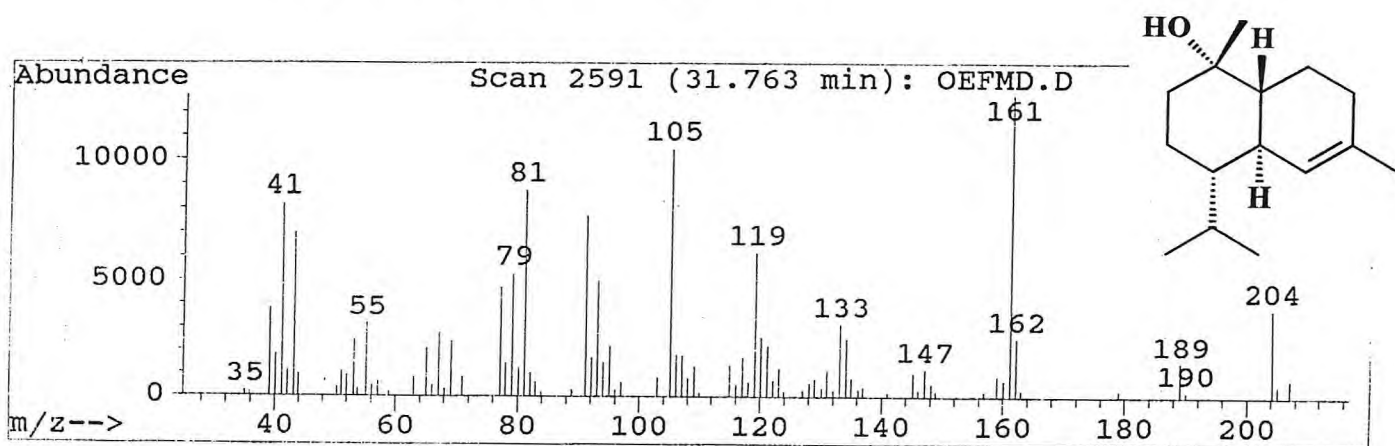


Figura 47 - Espectro de massa do epi-α-cadinol (230)

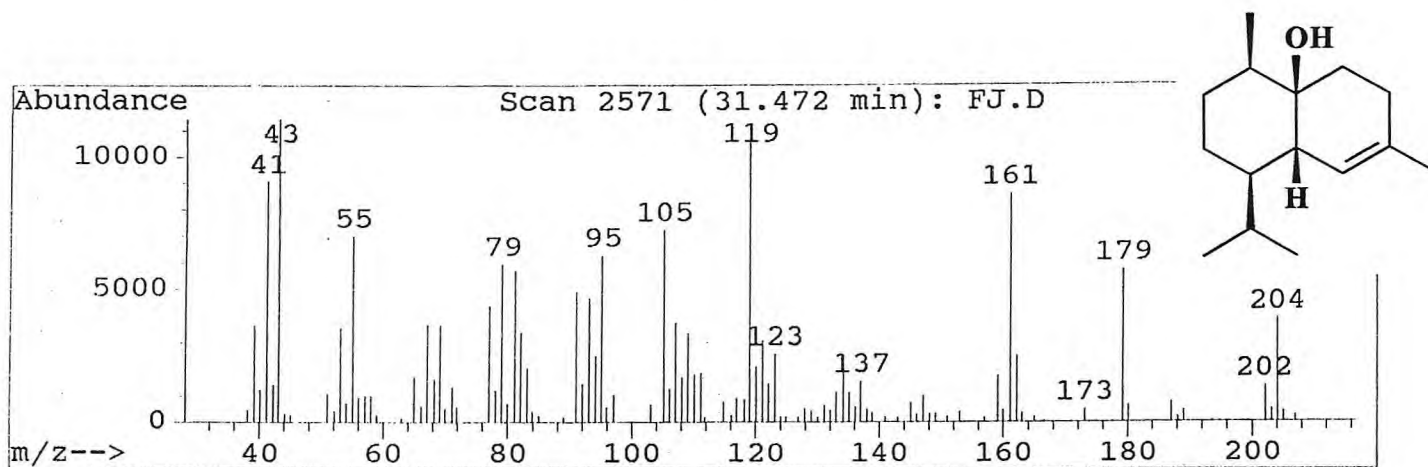
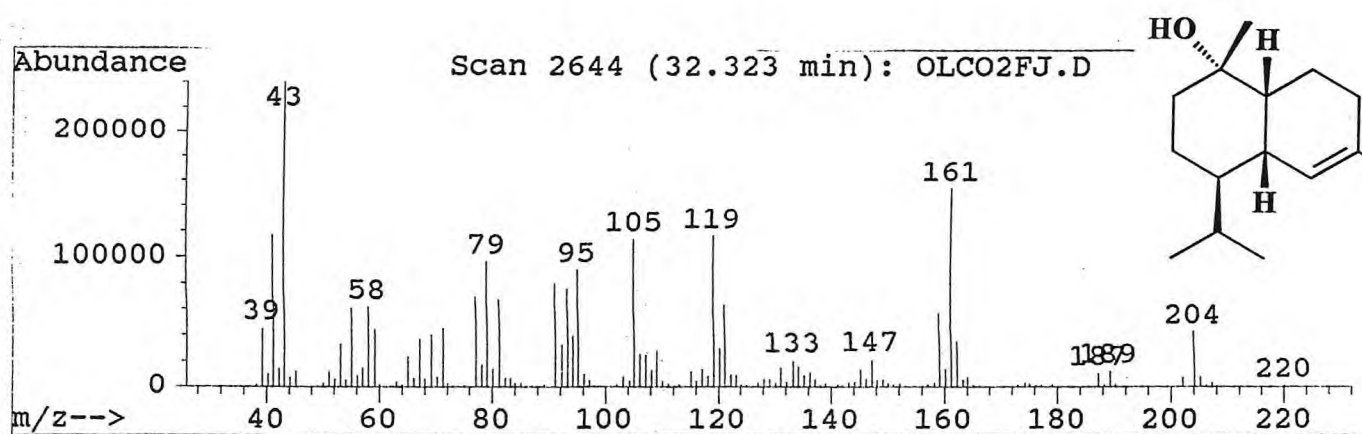
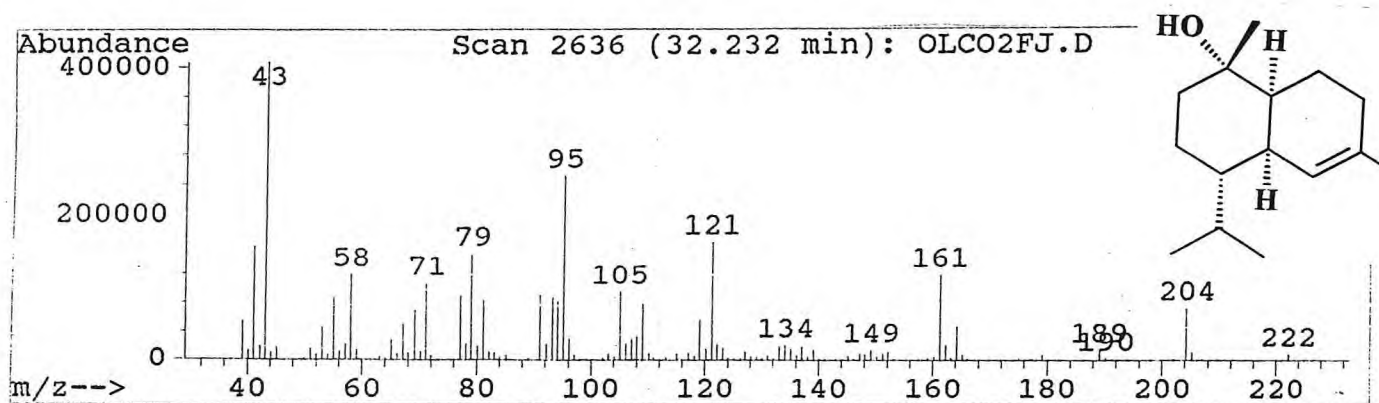
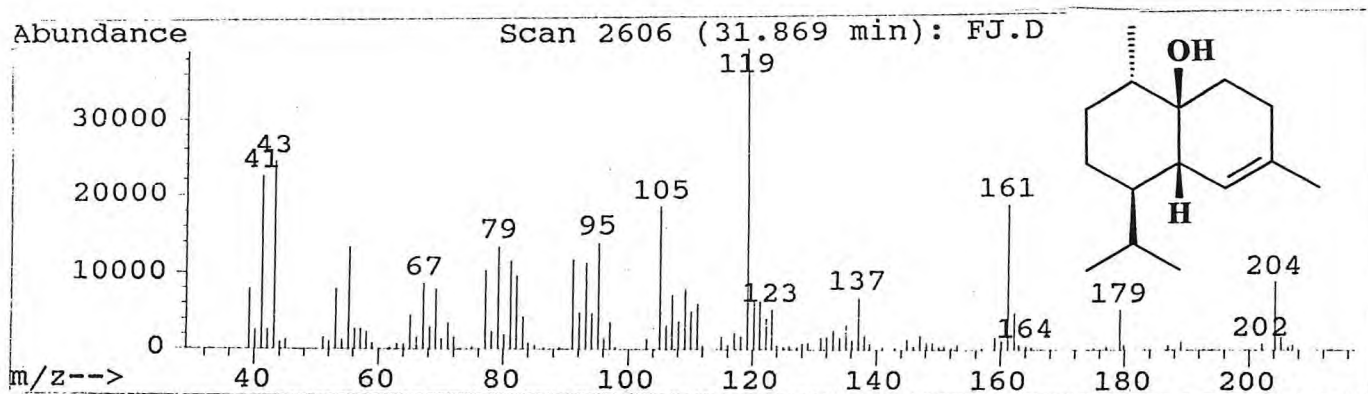


Figura 48 - Espectro de massa do 1,10-di-epi-cubicol (231)



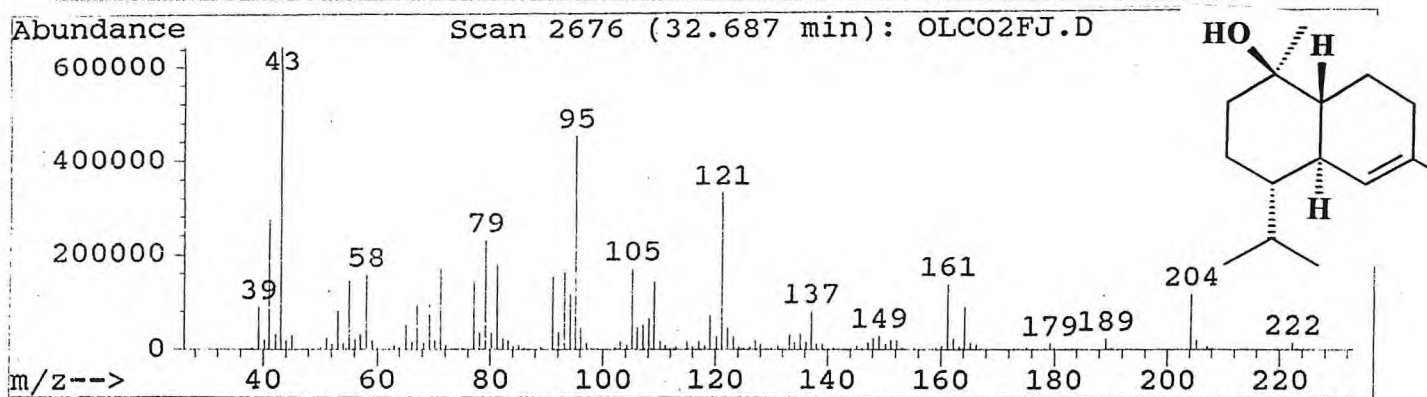


Figura 52 - Espectro de massa do α -cadinol (235)

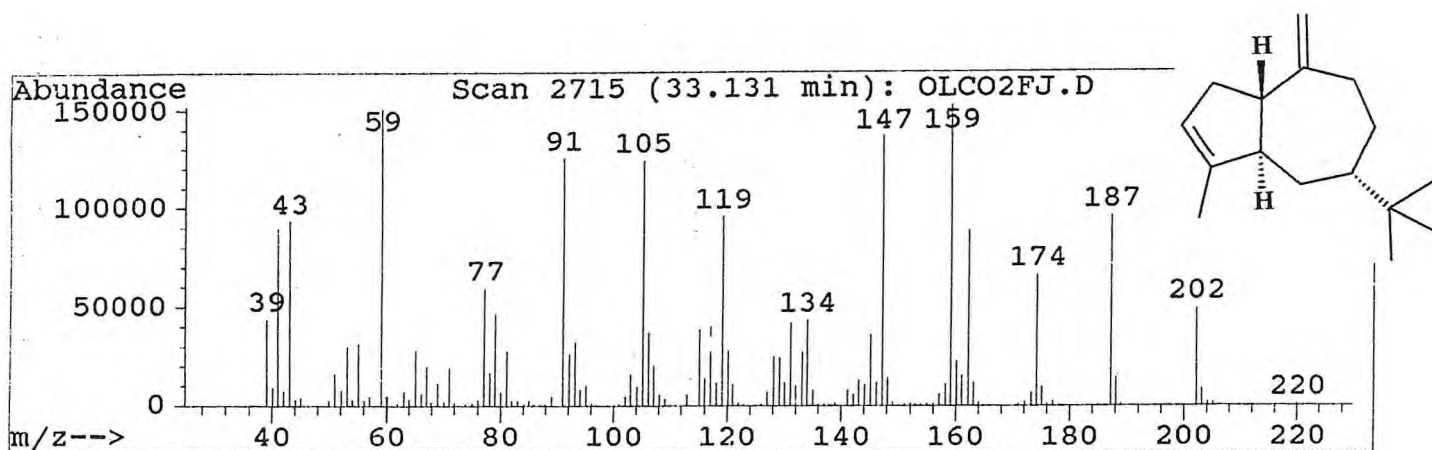


Figura 53 - Espectro de massa do guaia-3,10(14)-dien-11-ol (236)

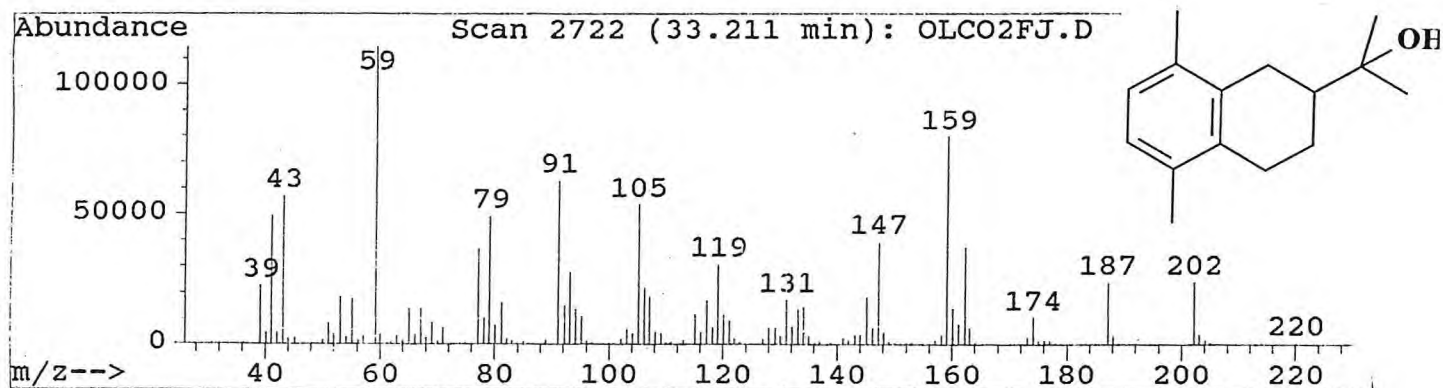


Figura 54 - Espectro de massa do occidenol (237)

CAPÍTULO 4

C. trichotoma

C. globosa

***DETERMINAÇÃO
ESTRUTURAL***

4. DETERMINAÇÃO ESTRUTURAL

4.1. Determinação estrutural dos constituintes não-voláteis de *Cordia trichotoma*.

4.1.1. Determinação Estrutural de FJ-1

O tratamento cromatográfico da fração clorofórmio do ceme da madeira (FJecC), forneceu por eluição com hexano/acetato de etila 10%, a fração F-16/18, a qual foi recromatografada para fornecer a substância denominada FJ-1 (Item 5.5.1.3, p. 252), um sólido amorfo branco, com p.f. 255-257 °C e $[\alpha]_D^{25} = +74,0^\circ$ (*c* 0,5; CHCl₃).

Considerando o número de linhas espectrais revelado pelo espectro de RMN ¹³C-BB (Figura 55, p. 104), e com o auxílio do espectro de RMN ¹³C-DEPT (Figura 56, p. 105), foi possível identificar a presença de dez grupos metilênicos, cinco grupos metínicos, oito grupos metilas e nove átomos de carbonos não hidrogenados, sugerindo um composto de natureza triterpênica. Dos nove carbonos não hidrogenados, três são de carbonos insaturados sp² δ_C (183,2; 171,4 e 143,9) e seis são carbonos saturados δ_C (38,1; 37,4; 39,7; 42,0; 46,9 e 31,0); dos cinco carbonos metínicos, um é carbono insaturado sp² δ_C (122,9) e quatro são carbonos saturados δ_C (81,3; 55,7; 47,9 e 41,4), ver Tabela 6, p. 102.

Pelos dados obtidos a partir da análise dos espectros de RMN ¹³C-BB e DEPT 135° e utilizando a teoria do deslocamento químico, pode-se facilmente assinalar os sinais em δ_C 183,2 e 171,4 como sendo de carbonos carbonílicos de ácido carboxílico e éster, respectivamente. Os sinais em δ_C 143,9 (C) e 122,9 (CH) foram atribuídos aos carbonos de uma ligação dupla carbono-carbono trissubstituída, enquanto o sinal em δ_C 81,3 foi correlacionado a um carbono metínico oxigenado.

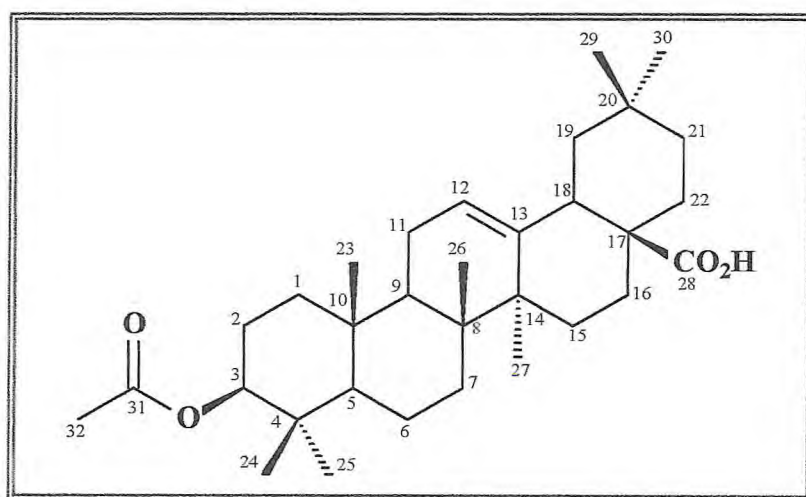
Baseado nas informações discutidas acima sugere-se para FJ-1 a fórmula molecular C₃₂H₅₀O₄, que apresenta índice de deficiência de hidrogênio (IDH) igual a oito. Como FJ-1 apresenta apenas três ligações dupla, uma carbono-carbono e duas carbono-oxigênio, as cinco insuficiências de hidrogênio restantes foram atribuídas a cinco carbociclos, confirmando o caráter triterpênico e evidenciando ser este pentacíclico.

O espectro de RMN ¹H (Figura 57, p. 104) mostrou um conjunto de sinais na região de δ_H 0,74 a 2,10 característico de triterpenos, já referendada no espectro de RMN ¹³C-BB.

Revelou também através do valor e da integração, que o sinal em δ_H 5,29 (t, $J = 7,1$ Hz) corresponde a um átomo de hidrogênio olefínico e que o sinal em δ_H 2,06 (s), é compatível com um grupo metila ligado a carbonila de éster, indicando a presença de um substituinte acetil na molécula.

Os grupos representativos de triterpenos pentacíclicos são o lupano, oleanano, ursano, taraxerano, friedelano, glutinano e taraxastano. Os dez carbonos metilênicos saturados, somados aos sete carbonos metílicos, cujos sinais aparecem como singletos no espectro de RMN 1H , além do grupo metila ligado a carbonila já citado acima e mais a presença de um carbono metínico oxigenado, permitem enquadrar FJ-1 no grupo de triterpenos com esqueleto oleanano.

O conjunto de dados apresentados até aqui e após análise comparativa dos dados espectrométricos deste composto com os descritos na literatura (Mahato e Kundu, 1994), permitem concluir que o composto FJ-1 trata-se do ácido 3 β -acetil-olean-12-en-28-óico, comumente conhecido como acetato do ácido oleanólico, conforme descrito na Tabela 7, p. 103. O referido composto apesar de ser uma estrutura bastante conhecida, trata-se de uma substância inédita para o gênero *Cordia*.



FJ-1 (238), acetato do ácido oleanólico

Tabela 6 - Deslocamentos químicos (δ) de carbono - 13 para FJ-1 obtidos dos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3).

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
183,2	122,9	46,3	33,4	
171,4	81,3	38,5	28,4	
143,9	55,7	34,2	26,3	
46,9	47,9	32,9	23,9	
42,0	41,4	32,8	21,7	
39,7		28,1	17,5	
38,1		23,9	17,1	
37,4		23,8	15,8	
31,0		23,3		
		18,6		
$\text{C}_9\text{O}_3^{\text{a}}$	$\text{C}_5\text{H}_5\text{O}^{\text{b}}$	$\text{C}_{10}\text{H}_{20}$	C_8H_{24}	$\text{C}_{32}\text{H}_{49}\text{O}_4 + \text{H}^{\text{c}} = \text{C}_{32}\text{H}_{50}\text{O}_4$

^a Oxigênios pertencentes a um grupo carbonila (C=O) de ácido e de éster.

^b Oxigênio pertencente a um grupo éster (O=C-O-CH).

^c Hidrogênio pertencente a um grupo hidroxila (OH) de ácido.

Tabela 7 - Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C de FJ-1 (238), com aqueles registrados na literatura para o acetato do ácido oleanólico (Mahato e Kundu, 1994).

C	δ_{C} , FJ-1	δ_{C} , acetato do ácido oleanólico
1	38,5	38,5
2	28,0	27,4
3	81,3	81,1
4	38,1	38,7
5	55,7	55,2
6	18,6	18,3
7	32,8	32,6
8	39,7	39,3
9	47,9	47,6
10	37,4	37,0
11	23,3	23,1
12	122,9	122,1
13	143,9	143,4
14	42,0	41,6
15	28,0	27,4
16	23,8	23,4
17	46,9	46,6
18	41,4	41,3
19	46,3	45,8
20	31,0	32,3
21	34,2	33,8
22	32,9	32,3
23	28,4	28,1
24	17,0	16,8
25	15,8	15,3
26	17,5	16,9
27	26,3	26,0
28	183,2	181,7
29	33,4	33,2
30	23,9	23,6
31	171,4	171,5
32	21,7	21,3

* Dados espectrais obtidos em CDCl_3 .

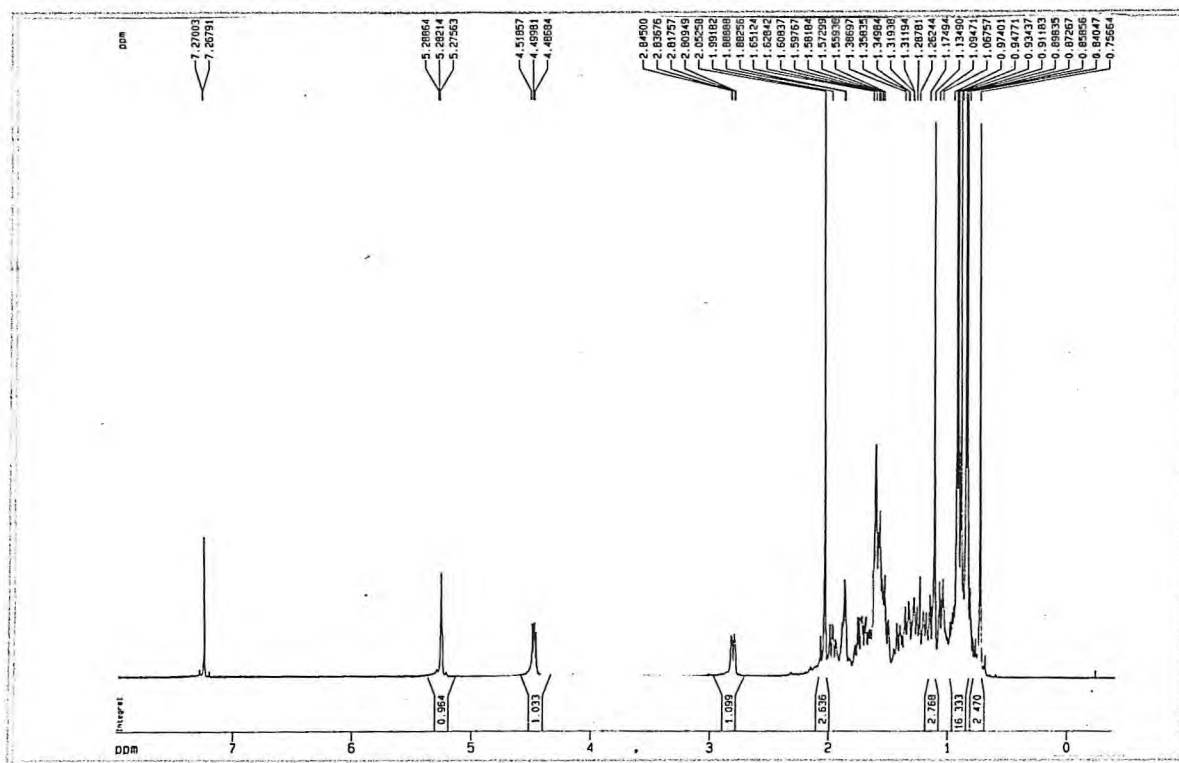


Figura 57 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-1 (238)

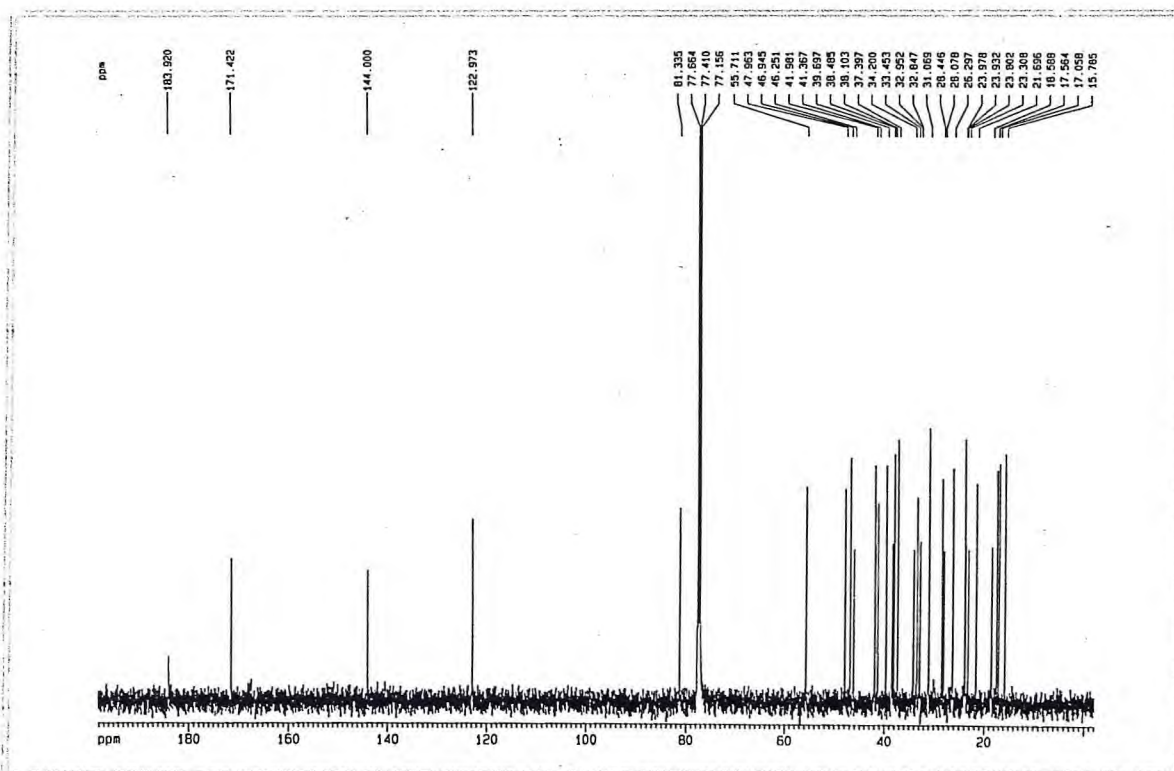


Figura 55 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-1 (238)

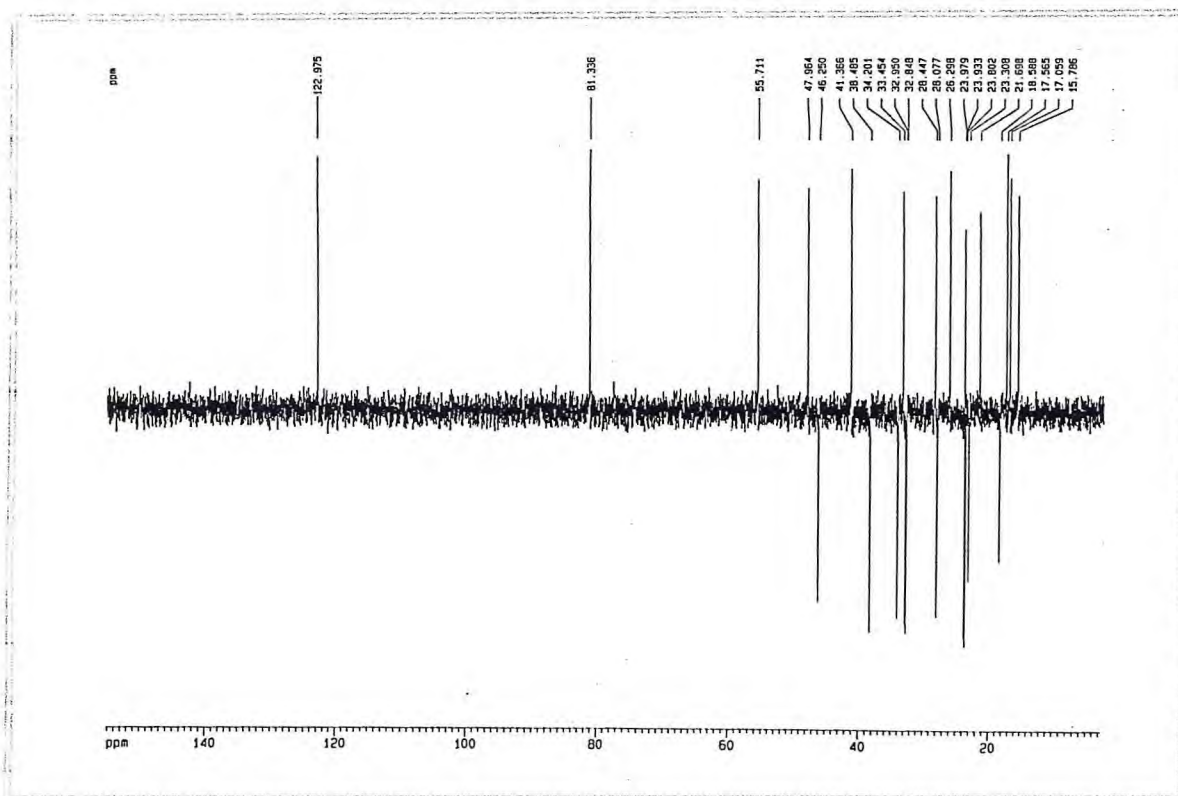


Figura 56 - Espectro de RMN ^{13}C - DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-1 (238)

4.1.2. Determinação Estrutural de FJ-2

O composto denominado FJ-2 foi obtido a partir do tratamento cromatográfico da fração clorofórmio do cerne da madeira (FJecC), (Itens 5.5.1.3 e 5.2.2.2, p. 252 e 261).

FJ-2 apresentou-se como um sólido amorfo, de cor branca, com p.f. 199-200 °C e $[\alpha]_D^{25} = +85,1^\circ$ (*c* 0,5; DMSO).

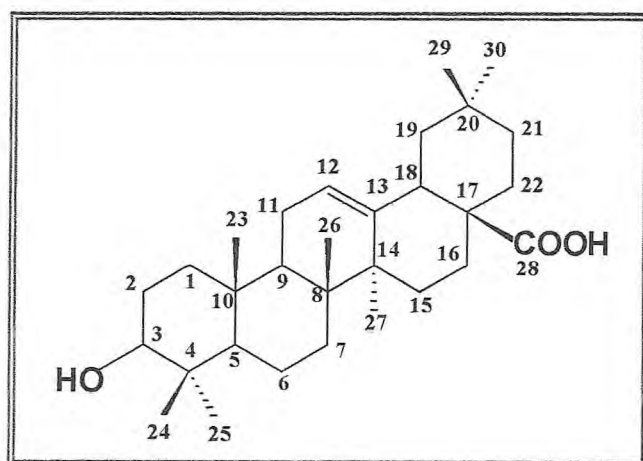
O espectro de RMN ^{13}C -BB de FJ-2 (Figura 58, p. 111) mostrou trinta linhas espectrais, das quais vinte e sete referem-se a carbonos saturados e três a carbonos insaturados. A comparação do espectro de RMN ^{13}C -BB com o espectro DEPT 135° (Figura 59, p. 111) revelou a presença de oito carbonos não hidrogenados (C), cinco carbonos metínicos (CH), dez carbonos metilênicos (CH_2) e sete carbonos metílicos (CH_3), conforme está expresso na (Tabela 8, p. 108). Dos oito carbonos não hidrogenados, dois são de carbonos insaturados sp^2 δ_{C} (183,1 e 143,6) e seis são carbonos saturados δ_{C} (38,8; 37,1; 39,4; 41,6; 46,6 e 30,6); dos cinco carbonos metínicos, um é carbono insaturado sp^2 δ_{C} (122,6) e quatro são carbonos saturados δ_{C} (79,1; 55,3; 47,7 e 41,1).

Pelos dados obtidos a partir da análise dos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° de FJ-2 e utilizando a teoria do deslocamento químico, pode-se facilmente assinalar o sinal em δ_{C} 183,1 como sendo de um carbono carbonílico de ácido carboxílico, confirmado pelo espectro de absorção na região do IV (Figura 60, p. 110) através da absorção intensa e aguda em 1695 cm^{-1} de deformação axial C=O, juntamente com a banda larga em 3429 a 2649 cm^{-1} de deformação axial de O-H. Os sinais em δ_{C} 143,6 (C) e 122,6 (CH) foram atribuídos aos carbonos de uma ligação dupla carbono-carbono trissubstituída, enquanto o sinal em δ_{C} 79,1 foi correlacionado com um carbono metínico oxigenado. O caráter oxigenado foi confirmado ainda pela absorção em 1181 cm^{-1} de deformação axial C-O de álcool no espectro de IV.

Baseado nas informações discutidas acima sugere-se para FJ-2 a fórmula molecular $\text{C}_{30}\text{H}_{48}\text{O}_3$, que apresenta índice de deficiência de hidrogênio (IDH) igual a sete. Como FJ-2 apresenta apenas duas ligações dupla, uma carbono-carbono e outra carbono-oxigênio, as cinco insuficiências de hidrogênio restantes foram atribuídas a cinco carbociclos, indicando que FJ-2, assim como FJ-1 trata-se de um triterpeno pentacíclico.

O espectro de RMN ^1H (Figura 61, p. 110) revelou uma única absorção na região de hidrogênios olefinicos, confirmando a presença de uma dupla ligação trissubstituída. Ainda neste espectro foram observados a presença de sete singletos em δ_{H} 0,73; 0,75; 0,88; 0,89; 0,91; 0,96 e 1,11. Os dados espectrais de RMN deste composto foram semelhantes à aqueles obtidos para FJ-1, sendo compatíveis com a estrutura do ácido oleanólico.

No entanto, a confirmação final desta estrutura baseou-se na comparação dos deslocamentos químicos de carbono obtidos para FJ-2 com aqueles registrados na literatura (Pouchurt e Behnke, 1993) para o ácido oleanólico, conforme descrito na Tabela 9, p. 109). Este composto apesar de não ser inédito, está sendo citado pela primeira vez para a espécie *C. trichotoma*.



FJ-2 (239), ácido oleanólico

Tabela 8 - Deslocamentos químicos (δ) de carbono - 13 para FJ-2 obtidos dos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3).

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
183,1	122,6	45,9	33,1	
143,6	79,1	38,5	28,1	
46,6	55,3	33,8	26,0	
41,6	47,7	32,7	23,6	
39,4	41,1	32,5	17,1	
38,8		27,7	15,6	
37,1		27,2	15,3	
30,6		23,4		
		23,0		
		18,3		
$\text{C}_8\text{O}_2^{\text{a}}$	$\text{C}_5\text{H}_5\text{O}^{\text{b}}$	$\text{C}_{10}\text{H}_{20}$	C_7H_{21}	$\text{C}_{30}\text{H}_{46}\text{O}_2 + \text{H}^{\text{c}} + \text{H}^{\text{d}} = \text{C}_{30}\text{H}_{48}\text{O}_2$

^a Oxigênio pertencente a um grupo carbonila (C=O) de ácido.

^b Oxigênio pertencente a um grupo hidroxila (OH) de álcool.

^c Hidrogênio pertencente a um grupo hidroxila (OH) de ácido.

^d Hidrogênio pertencente a um grupo hidroxila (OH) de álcool.

Tabela 9 - Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C de FJ-2 (239), com aqueles registrados na literatura para o ácido oleanólico (Pouchurt e Behnke, 1993).

C	δ_{C} FJ-3	δ_{C} ácido oleanólico
1	38,5	38,3
2	27,2	27,1
3	79,1	77,2
4	38,8	38,5
5	55,3	55,0
6	18,3	18,1
7	32,7	32,6
8	39,4	39,0
9	47,7	47,4
10	37,1	36,7
11	23,0	22,8
12	122,6	122,0
13	143,6	143,7
14	41,6	41,4
15	27,7	27,4
16	23,4	23,1
17	46,6	46,0
18	41,1	41,0
19	45,9	45,7
20	30,6	30,4
21	33,8	33,6
22	32,5	32,2
23	28,1	28,2
24	15,6	15,8
25	15,3	15,2
26	17,1	16,9
27	26,0	25,7
28	183,1	179,0
29	33,1	33,0
30	23,6	23,4

* Dados espectrais obtidos em CDCl_3 .

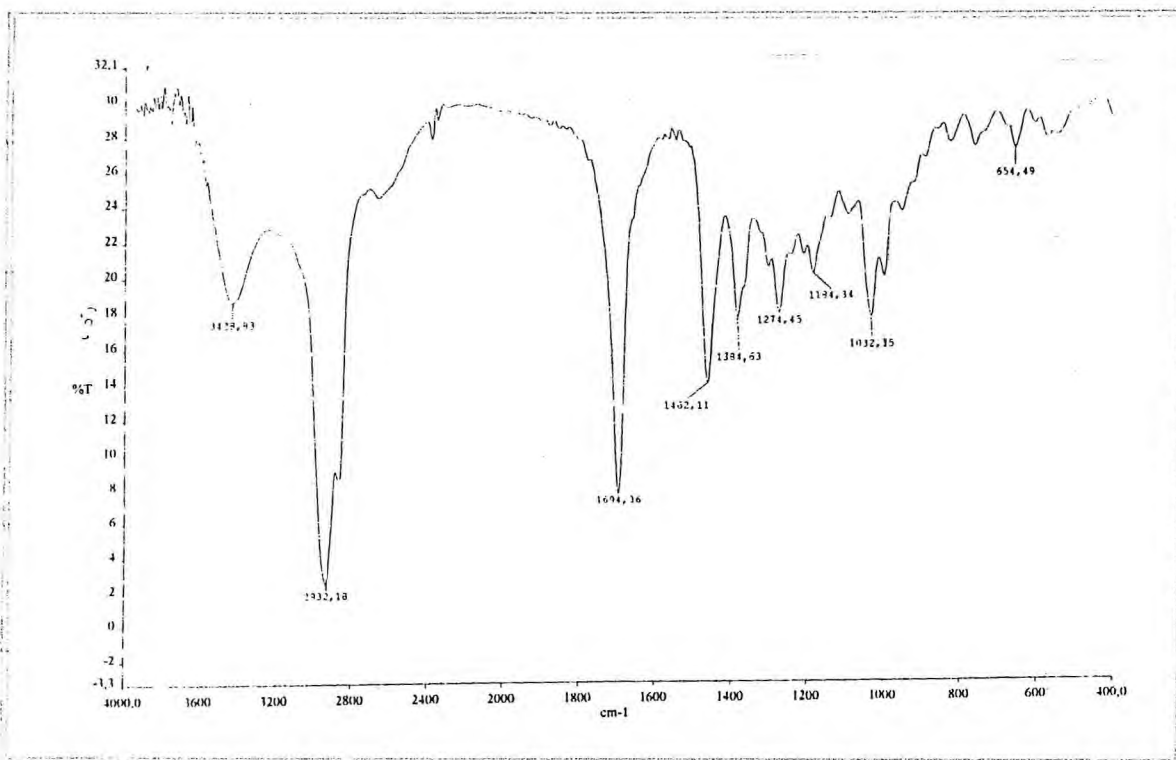


Figura 60 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-2 (239)

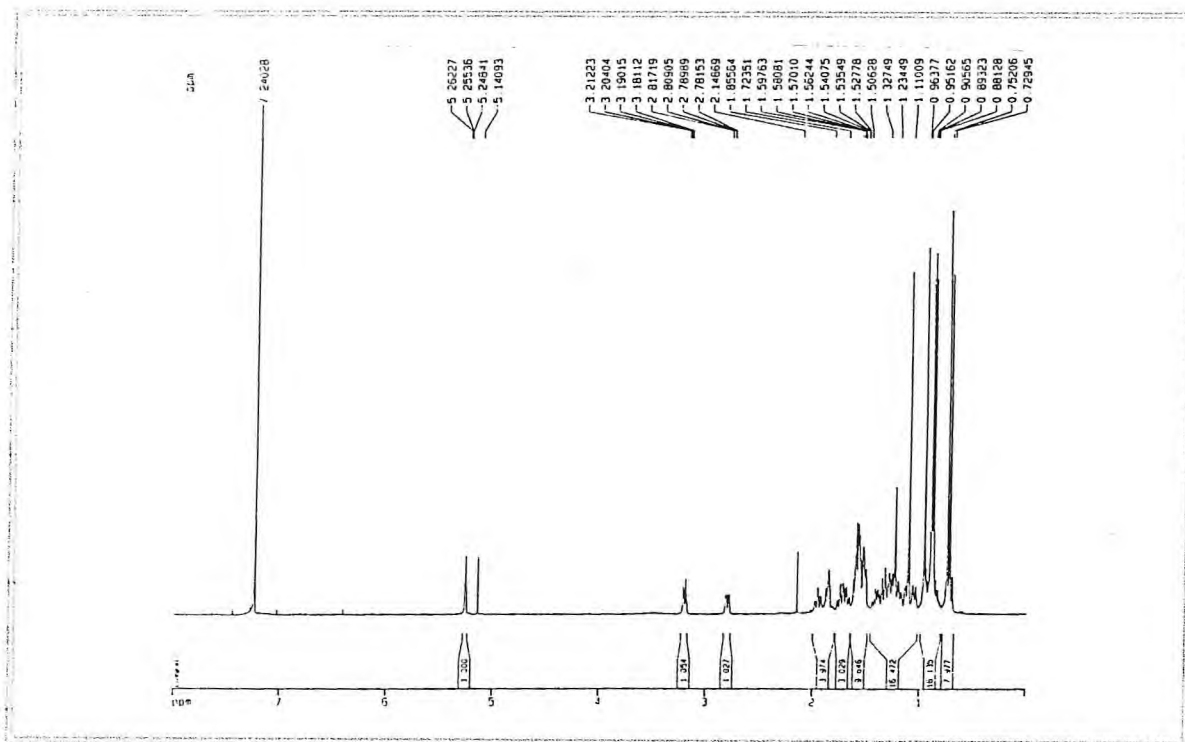


Figura 61 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-2 (239)

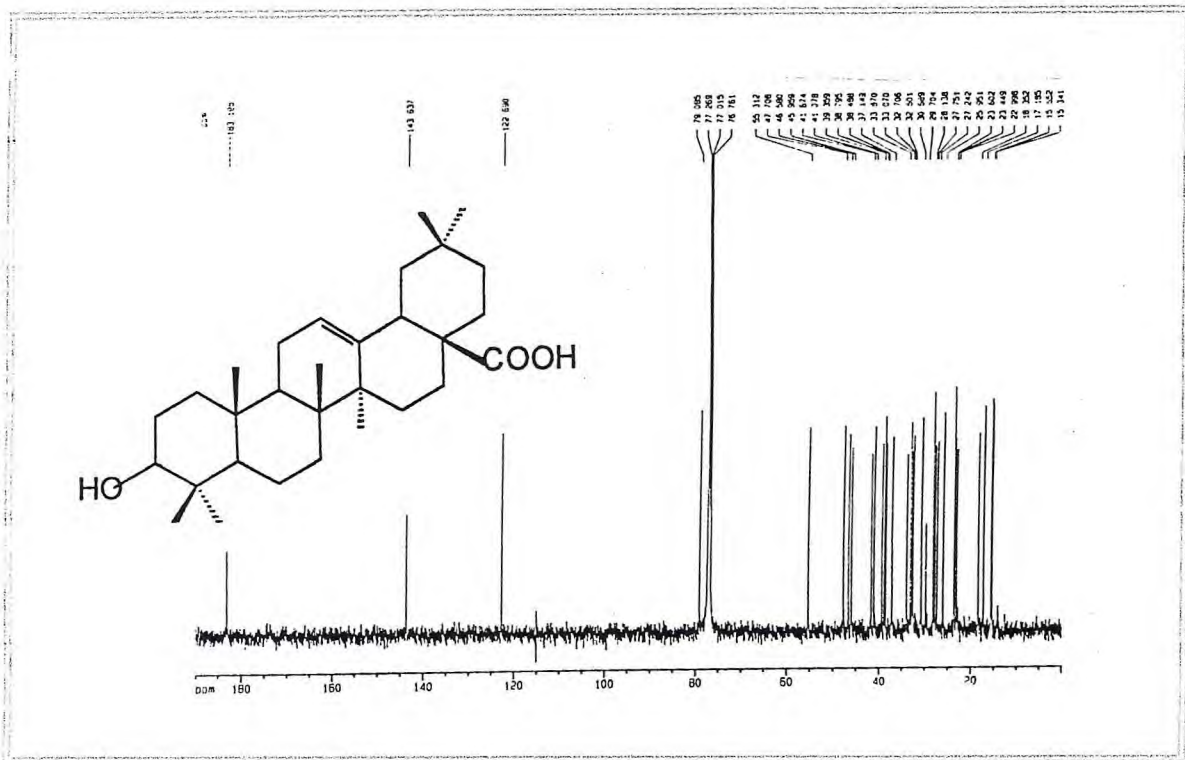


Figura 58 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-2 (239)

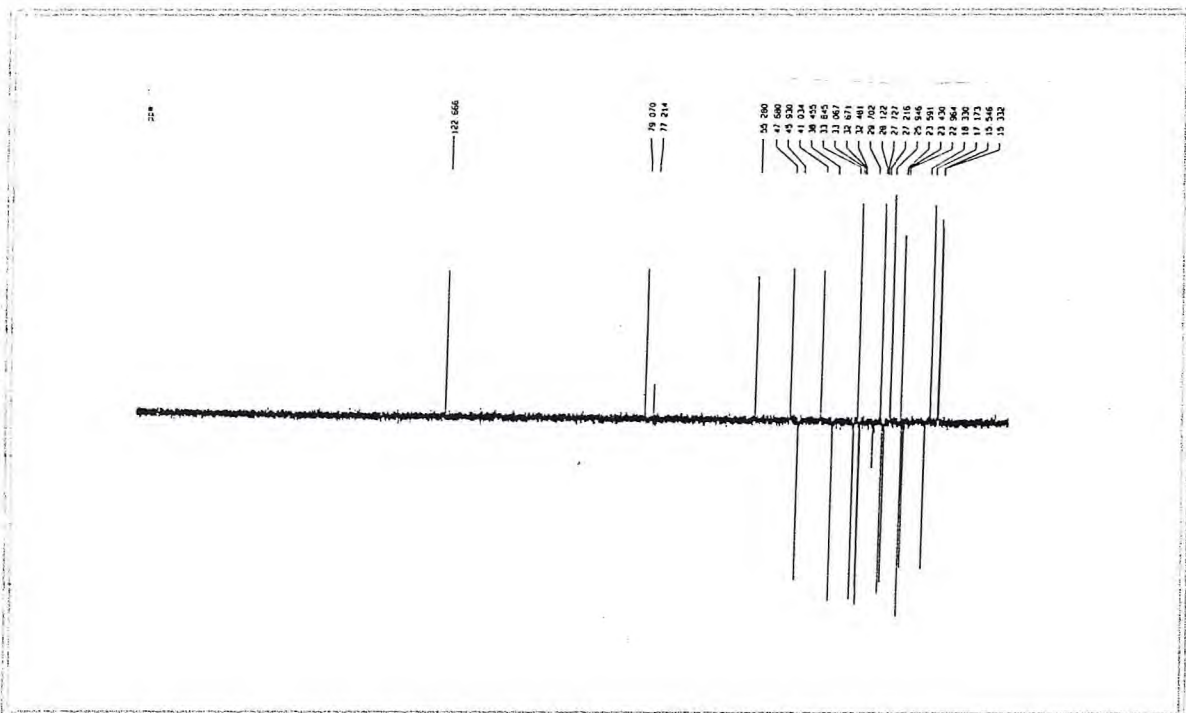


Figura 59 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-2 (239)

4.1.3. Determinação Estrutural de FJ-3

O fracionamento cromatográfico da fração clorofórmio do ceme da madeira (FJecC), forneceu por eluição com hexano/acetato de etila 20%, a fração F-28/40, a qual foi submetida à cromatografia em coluna para fornecer a substância denominada FJ-3 (Itens 5.5.1.3 e 5.2.2.2, p. 252 e 261), que apresentou-se como uma substância cristalina, com p.f. 158,9-159,9 °C e $[\alpha]_D^{25} = -17,14^\circ$ (*c* 0,7; CHCl₃).

O espectro de absorção na região do infravermelho (IV) (Figura 62, p. 115), apresentou claramente bandas características de deformação axial em 3353 cm⁻¹ (ν O-H) e em 1116 cm⁻¹ (ν C-O), evidenciando o caráter carbinólico.

A fórmula molecular C₁₅H₂₆O₂, a qual indica três deficiências de hidrogênio, foi deduzida dos espectros de RMN ¹³C-BB (Figura 63, p. 116), DEPT 135° (Figura 64, p. 117) e espectro de massa (EM) (Figura 65, p. 115) obtido por impacto eletrônico a 70 eV.

Os espectros de RMN ¹³C (BB e DEPT 135°), mostraram sinais correspondentes a quatro carbonos metínicos, quatro metilênicos, quatro metílicos e três carbonos não hidrogenados. Sinais de ressonância devido a dois carbonos olefínicos em δ_C 134,3 (C) e 124,7 (CH) justificam apenas um grau de insaturação, sugerindo que FJ-3 deve tratar-se de um composto bicíclico. Dois dos carbonos saturados não hidrogenados, encontram-se em campo alto δ_C 72,1 e 74,2, indicando que estes estão ligados a átomos de oxigênio (Tabela 10, p. 113)

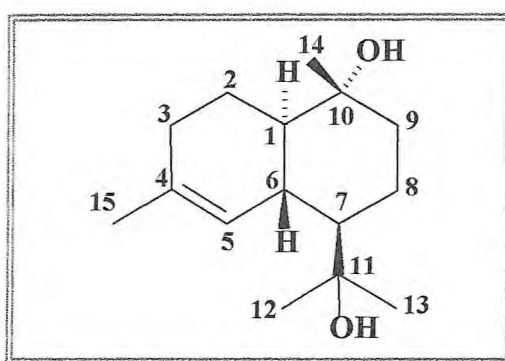
O espectro de massa (EM), não apresentou o pico correspondente ao íon molecular [M]⁺, *m/z* 238 daltons, entretanto mostrou os picos em *m/z* 220 (C₁₅H₂₆O₂ - H₂O, C₁₅H₂₄O) e o pico em *m/z* 202 (C₁₅H₂₆O₂ - 2H₂O, C₁₅H₂₂), compatíveis com a presença de dois grupos hidroxilas.

O espectro de RMN ¹H (Figura 66, p. 116) de FJ-3, revelou os sinais correspondentes aos quatro grupos metila, três dos quais estão ligados a átomos de carbonos que suportam grupos hidroxila em δ_H 1,20 (s), 1,19 (s) e 1,09 (s), enquanto o outro sinal correspondente aos hidrogênios do quarto grupo metila, observado em δ_H 1,64 (s), é característico de grupo metila ligado a carbono de dupla ligação.

Uma análise comparativa dos dados espectrais e físicos deste composto com aqueles registrado para o sesquiterpeno denominado trichotomol, previamente isolado da planta em

estudo, mostrou tratar-se do mesmo composto. Baseado nestes dados, a estrutura de FJ-3 foi determinada e definida como 10 α ,11-diidroxí-4-cadineno (Tabela 11, p. 114).

O isolamento e caracterização deste composto encontra-se publicado no periódico *Journal Brazilian Chemical Society*, v. 12 (6), p. 787-790, 2001, intitulado "Trichotomol, a new cadinenediol from *Cordia trichotoma*", e uma cópia deste encontra-se nos anexos desta tese.



FJ-3 (240), trichotomol

Tabela 10 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135 $^{\circ}$ (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de FJ-3.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
134,3	124,5	42,3	32,1	
74,2	53,0	30,6	24,1	
72,1	49,8	27,1	24,1	
	40,8	22,7	20,7	
C ₃ O ₂ ^a	C ₄ H ₄	C ₄ H ₈	C ₄ H ₁₂	C ₁₅ H ₂₄ O ₂ + 2H ^b = C ₁₅ H ₂₆ O ₂

^a Oxigênios pertencentes aos grupos hidroxila (R₃C-OH).

^b Hidrogênios pertencentes aos grupos hidroxila (OH).

Tabela 11 – Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CDCl_3 , 500 e 125 MHz) de FJ-3 (240).

C	$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ -HMQC		$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ -HMBC	
	δ_{C}	δ_{H}	$^2\text{J}_{\text{CH}}$	$^3\text{J}_{\text{CH}}$
1	49,8	1,26	H-6	H-5 e 3H-14
2	22,7	1,99 (2 α) 1,25 (2 β)	H-1 -	H-6 -
3	30,6	1,98 (3 β) 1,92 (3 α)	H-2 -	3H-15, H-5 -
4	134,3	-	3H-15, H-3	H-6
5	124,7	6,14 (sl)	-	3H-15, H-3
6	40,8	1,93	-	2H-2, H-8 β
7	53,0	1,21	H-9 α	3H-12, 3H-13, H-9 β
8	27,1	1,75 (8 α) 1,03 (8 β)	- 2H-9	- -
9	42,3	1,78 (dt, $J=3,4$ e 12,5; 9 β) 1,46 (dt, $J=3,4$ e 12,5; 9 α)	H-8 β -	3H-14 -
10	72,1	-	3H-14, 2H-9	H-2
11	74,2	-	3H-12, 3H-13	-
12	24,1	1,19 (s)	-	3H-13, HO-11
13	32,1	1,20 (s)	-	3H-12, HO-11
14	20,7	1,09 (s)	-	HO-10
15	24,1	1,64 (s)	-	H-5
OH-10	-	4,04 (s)	-	-
OH-11	-	4,11 (s)	-	-

*deslocamento químico (δ) em ppm e constante de acoplamento (J) em Hz.

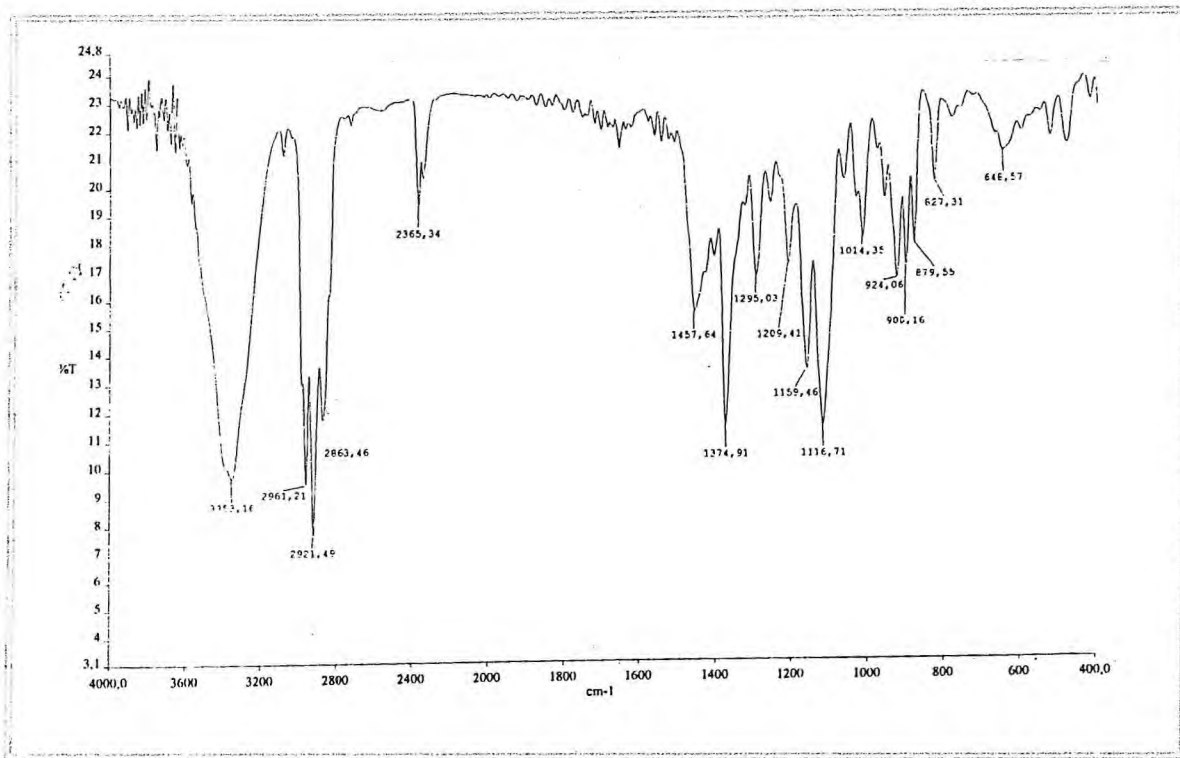


Figura 62 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-3 (240)

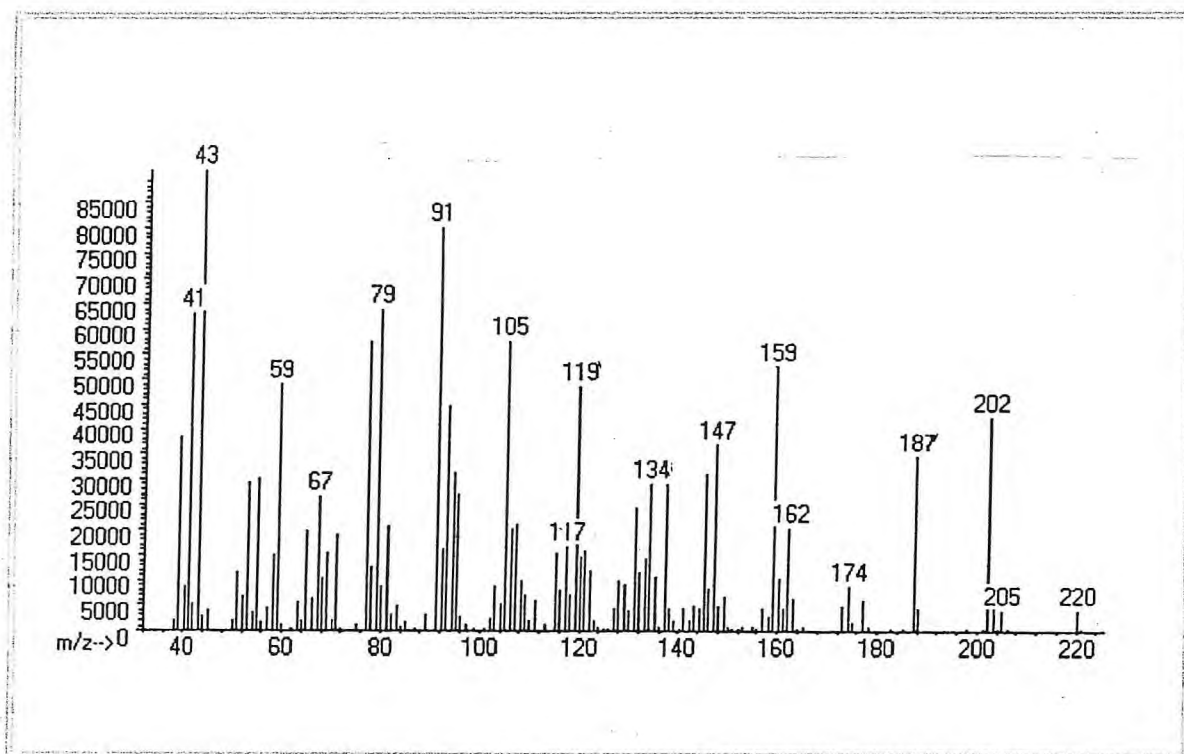


Figura 65 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-3 (240)

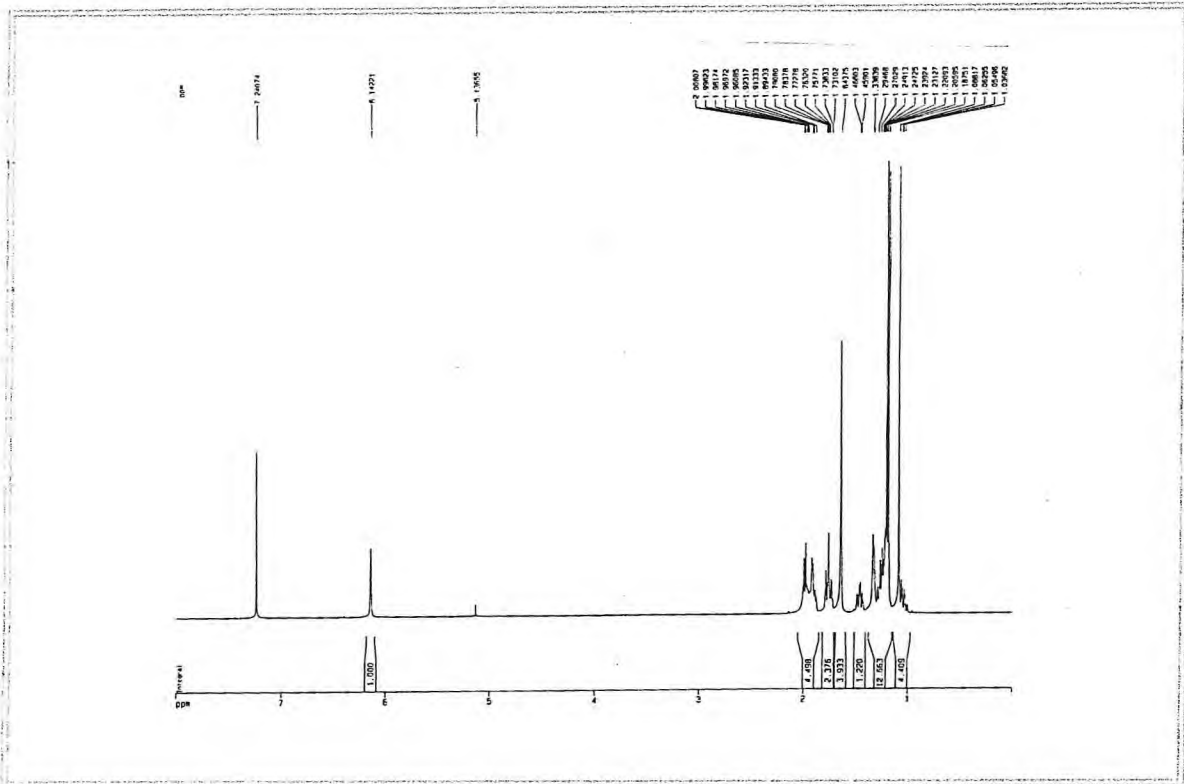


Figura 66 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-3 (240)

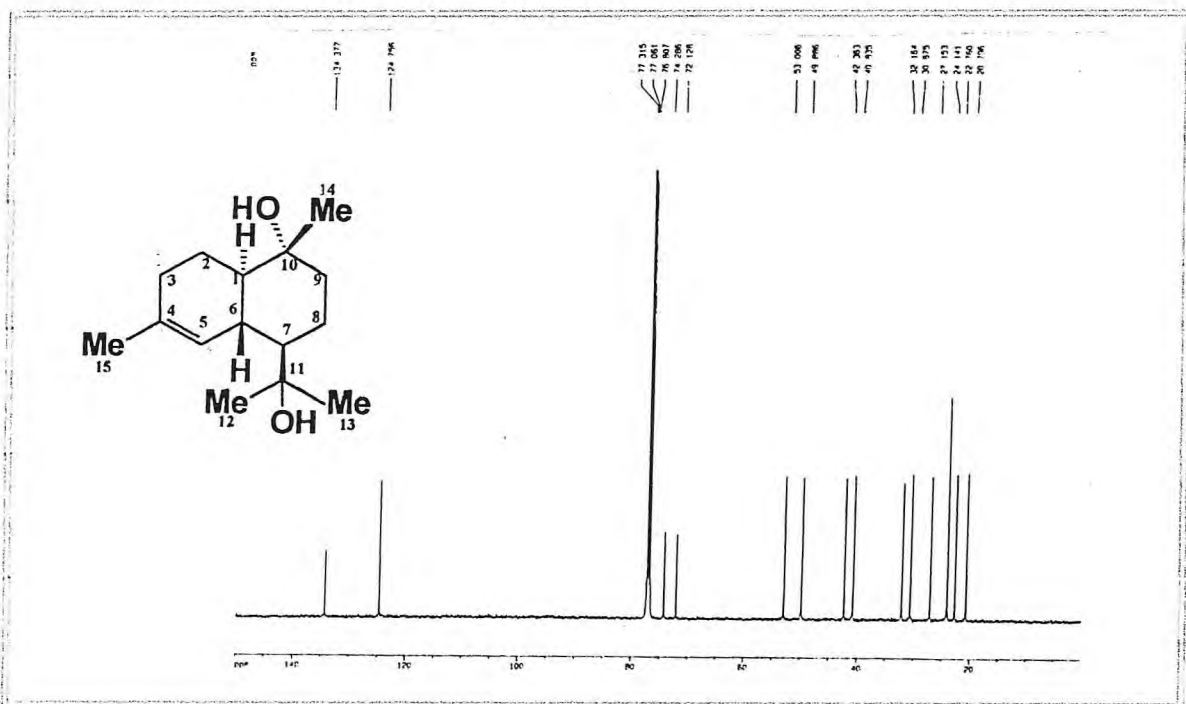


Figura 63 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-3 (240)

4.1.4. Determinação Estrutural de FJ-4

A partir do fracionamento cromatográfico da fração clorofórmio do cerne da madeira (FJecC), foi obtido por eluição com hexano/acetato de etila 20%, a fração F-41/46, a qual foi recristalizada em hexano/acetato de etila para fornecer a substância denominada FJ-4 (Itens 5.5.1.3 e 5.2.2.2, p. 252 e 261).

O composto FJ-4, foi isolado como um sólido cristalino incolor e com p.f. 95-96 °C.

O espectro de RMN ^1H (Figura 67, p. 122) mostrou três singletos para grupos metoxila em δ_{H} 3,80, 3,78 e 3,73, dois tripletos em δ_{H} 2,79 (2H, t, $J = 7,9$ Hz) e 2,49 (2H, t, $J = 7,9$ Hz) compatíveis com hidrogênios de dois grupos metilênicos adjacentes e dois singletos em δ_{H} 6,77 e 6,60 consistente com a presença de dois hidrogênios aromáticos *para* posicionados, evidenciando um anel aromático 1,2,4,5-tetrasubstituído.

Os espectros de RMN ^{13}C -BB (Figura 68, p. 122) e DEPT - 135° (Figura 69, p. 123), mostraram sinais correspondentes a três metoxilas, dois metilenos, seis carbonos aromáticos (dois metínicos e quatro não hidrogenados) e um grupo carbonila em δ_{C} 177,3 consistente com ácido carboxílico corroborando com o espectro de IV (Figura 70, p. 121), o qual apresenta absorção em 1705 cm^{-1} , característica daquela função.

Estes dados espectrais foram consistentes com a fórmula molecular $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_5$, conforme sumarizado na Tabela 12, p. 120, a qual foi confirmada através do espectro de massa (EM) (Figura 71, p. 121) obtido por impacto eletrônico a 70 eV, onde se observa o pico do íon molecular em m/z 240 $[\text{M}]^+$, bem como o pico base em m/z 181 correspondente ao íon 1,2,4-trimetoxitropílio.

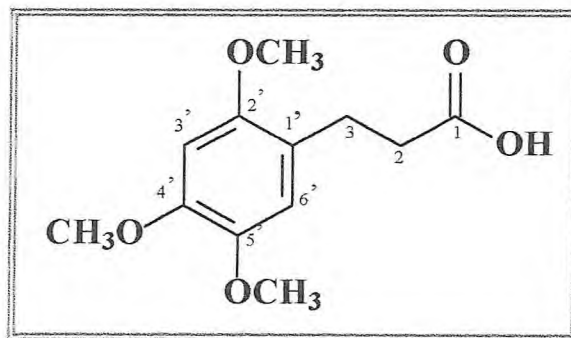
Baseado nos dados espectrais acima discutidos a estrutura de FJ-4 foi estabelecida como a do ácido 3-(2',4',5'-trimetoxifenil)-propiónico.

Os espectros de HMQC (Figura 72, p. 123) e HMBC (Figura 73, p. 124), foram utilizados para confirmar a estrutura de FJ-4 e para assinalar sem ambiguidade os deslocamentos químicos de hidrogênio e carbono-13, os quais podem ser encontrados na Tabela 13, p. 120. Por exemplo, no experimento HMBC, o grupo substituinte adicional no anel aromático ligado a C-1' foi confirmado através da correlação a longa distância observada entre os hidrogênios em δ_{H} 2,49 ($^3J_{\text{CH}}$, 2H-2) e 2,79 ($^2J_{\text{CH}}$, 2H-3) com o sinal do

carbonos em δ_C 122,0 (C-1'). Foram observados ainda os acoplamentos destes hidrogênios com o sinal do carbono em δ_C 177,3 (C-1) do ácido carboxílico evidenciado no espectro de IV.

Em levantamento bibliográfico no *Chemical Abstract* foi encontrado o derivado éster metílico, o qual havia sido isolado a partir das raízes de *Cordia alliodora* (Ioset et al., 2000), mas não FJ-4.

Assim, este produto natural denominado ácido 3-(2',4',5'-trimetoxifenil)-propiónico, trata-se de um composto inédito no gênero e foi recentemente publicado na revista *Z Naturforsch*, p. 19-22, 2004, intitulado "Sesquiterpenes and a Phenylpropanoid from *Cordia trichotoma*". Uma cópia deste trabalho encontra-se nos anexos desta tese.



FJ-4 (241), ácido 3-(2',4',5'-trimetoxifenil)propiónico

Tabela 12 - Atribuição dos sinais de carbonos não hidrogenado, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-4.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
177,3	116,6	35,6	57,7	
153,5	99,4	26,7	56,9	
149,9			56,7	
144,2				
122,0				
$\text{C}_5\text{O}_2\text{H}^{\text{a}}$	C_2H_2	C_2H_4	$\text{C}_3\text{H}_9\text{O}_3^{\text{b}}$	$\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_5$

^a Oxigênios e hidrogênio pertencentes ao grupo carboxila (R_2COOH).

^b Oxigênios pertencentes aos grupos metoxila ($-\text{OCH}_3$).

Tabela 13 – Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-4 (241).

C	^1H , ^{13}C -HMQC	
	δ_{C}	δ_{H}
1	177,3	-
2	35,6	2,49 (t, $J = 7,9$ Hz, 2H-2)
3	26,7	2,79 (t, $J = 7,9$ Hz, 2H-3)
1'	122,0	-
2'	153,5	-
3'	99,4	6,60 (s)
4'	149,9	-
5'	144,2	-
6'	116,6	6,77 (s)
OCH_3 (C-2')	56,7	3,78 (s)
OCH_3 (C-4')	56,9	3,80 (s)
OCH_3 (C-5')	57,7	3,73 (s)

Contribuição ao Estudo Químico de Plantas do Nordeste do Brasil: *Cordia trichotoma* e 121 *Cordia globosa*

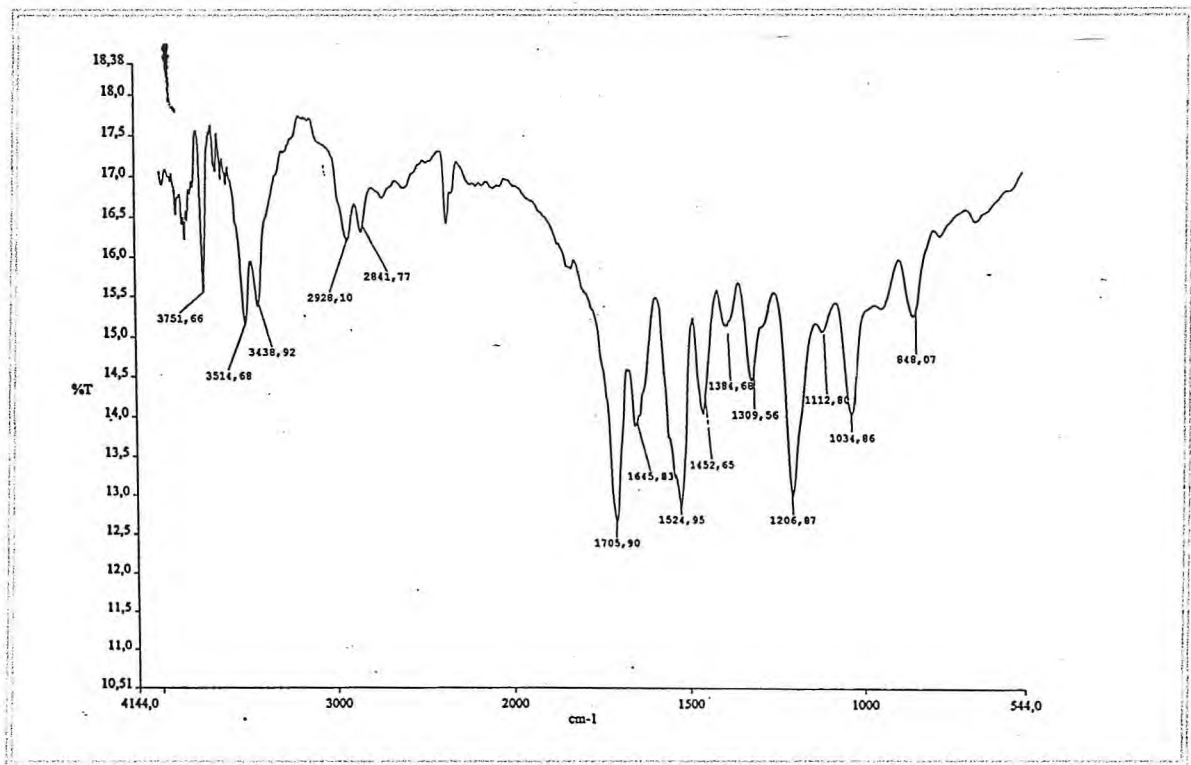


Figura 70 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-4 (241)

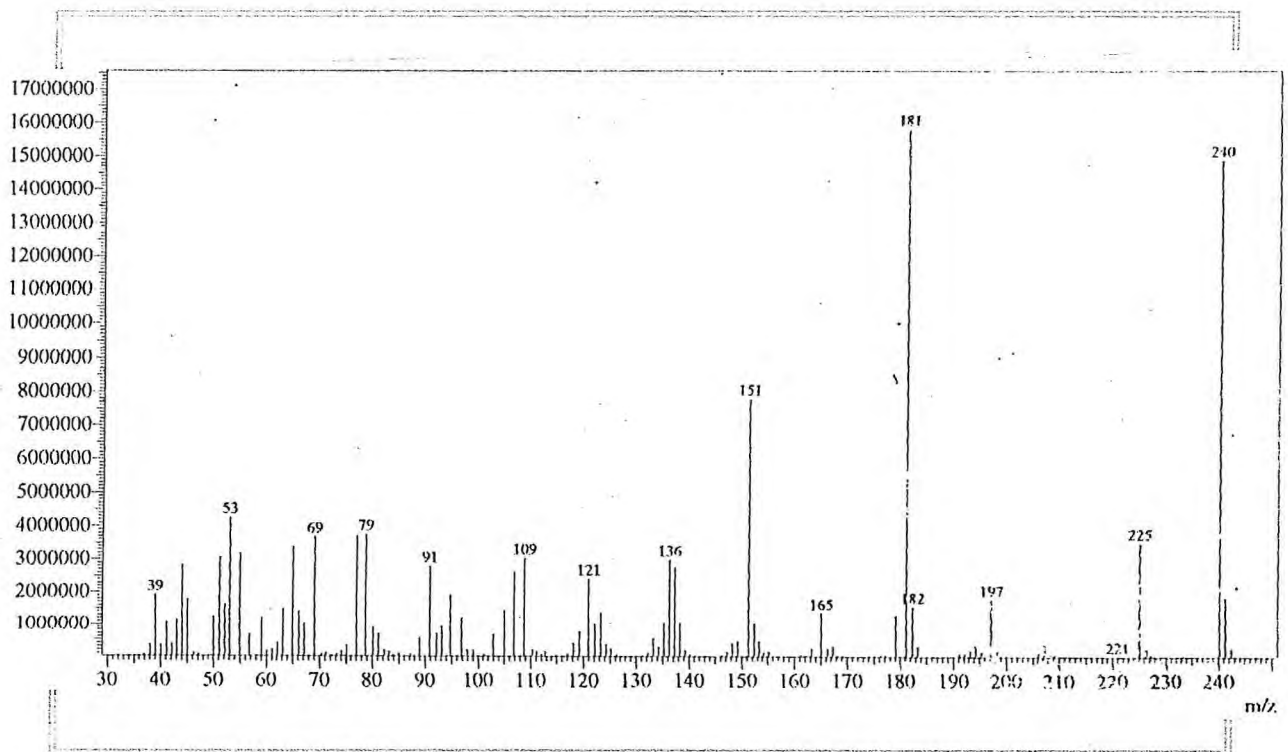


Figura 71 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-4 (241)

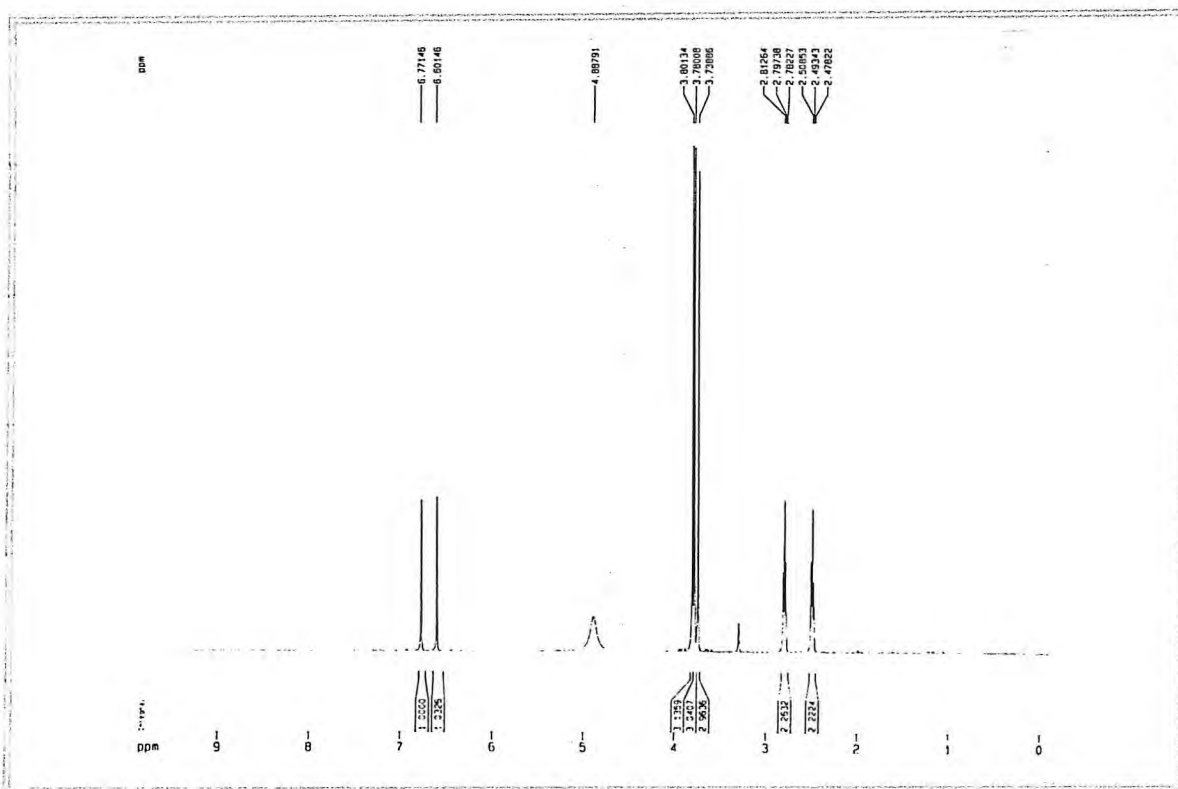


Figura 67 - Espectro de RMN ¹H (500 MHz, CD₃OD) de FJ-4 (241)

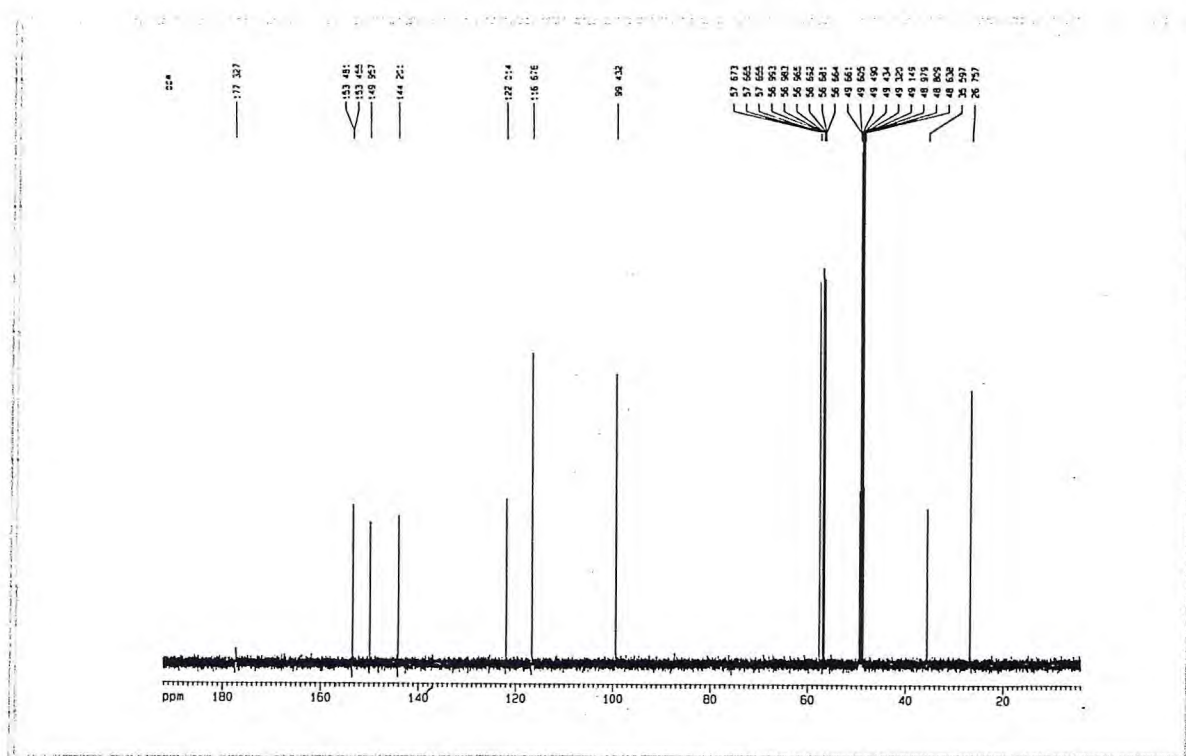


Figura 68 - Espectro de RMN ¹³C – BB (125 MHz, CD₃OD) de FJ-4 (241)

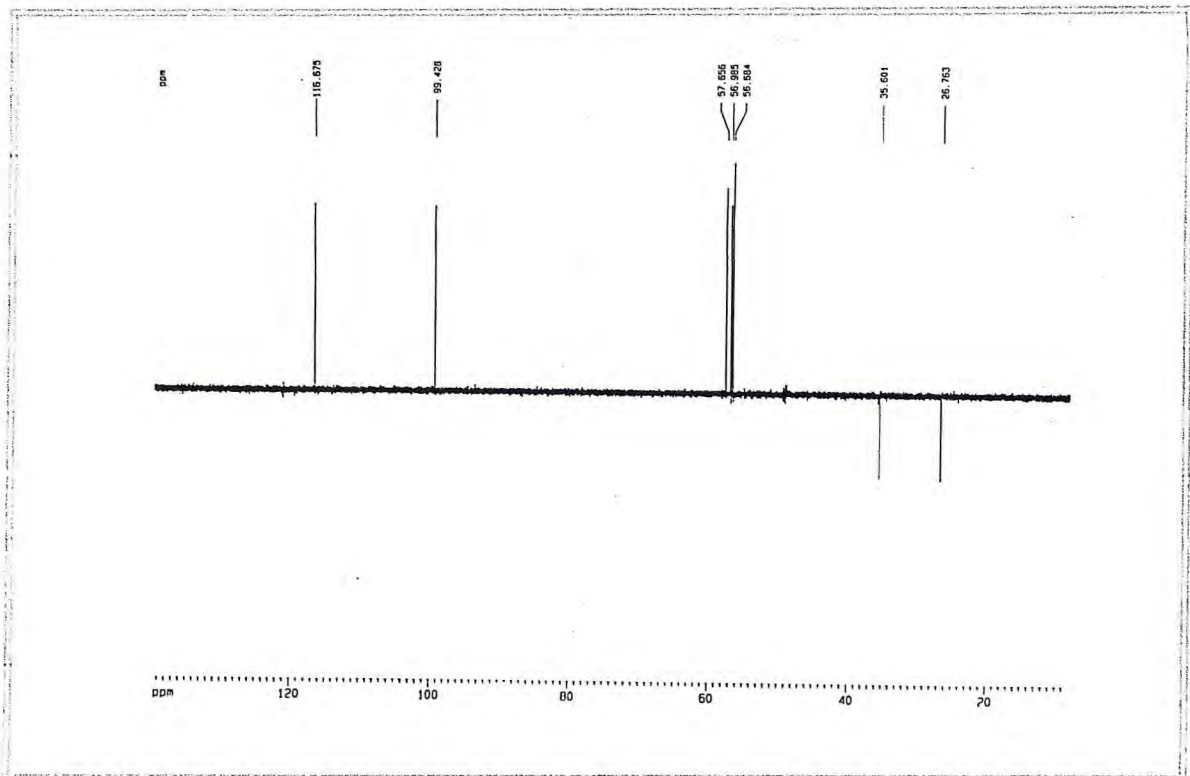


Figura 69 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD) de FJ-4 (241)

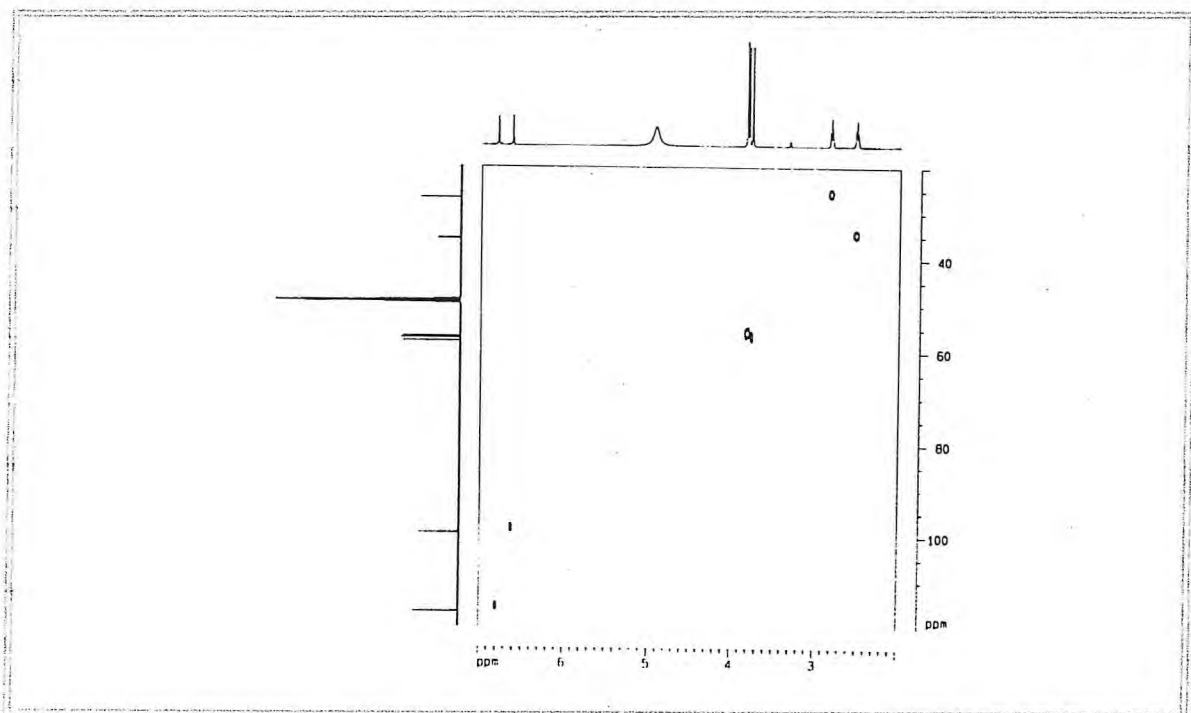


Figura 72 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-4 (241)

4.1.5. Determinação Estrutural de FJ-5

A partir do tratamento cromatográfico da fração clorofórmio do ceme da madeira (FJecC), foi obtido por eluição com hexano/acetato de etila 40%, a fração F-61/65, a qual foi recristalizada em hexano/acetato de etila (1:1) para fornecer a substância denominada FJ-5 (Item 5.5.1.3, p. 252).

FJ-5, foi isolado como uma substância cristalina incolor, com p.f. 95-96 °C e $[\alpha]_D^{25} = +42^\circ$ (c 0,05, CH₃OH).

Seu espectro de absorção na região do infravermelho (Figura 74, p. 130), apresentou uma forte absorção em ν_{\max} 3415 cm⁻¹ (O-H), além de bandas características de deformação axial na faixa de ν_{\max} 1116-1074 cm⁻¹ (C-O), sugerindo a presença de grupo hidroxila.

Os espectros de RMN ¹H (Figura 75, p. 131) e RMN ¹³C-BB (Figura 76, p. 131) de FJ-5, indicam claramente que este composto apresenta características de um sesquiterpeno poli-hidroxilado.

Quinze linhas espectrais todas correspondentes a átomos de carbono sp³ foram observadas no espectro de RMN ¹³C-BB, as quais foram caracterizadas por comparação com o experimento DEPT 135° (Figura 77, p. 132), como sinais correspondentes a cinco carbonos metínicos, dos quais dois são oxigenados, quatro metilênicos, quatro metílicos e dois carbonos não hidrogenados, um deles ligado a oxigênio.

Estes dados quando associados com aqueles fornecidos pelo espectro de massa (EM) (Figura 78, p. 130), obtido por impacto eletrônico a 70 eV, o qual mostra o pico do íon molecular em m/z 256, foram consistente com a fórmula molecular C₁₅H₂₈O₃. Os picos em m/z 241 ([M-CH₃]⁺), m/z 223 ([241-H₂O]⁺) e m/z 205 ([241-2H₂O]⁺), revelam a eliminação de um grupo metila e duas moléculas de H₂O, respectivamente.

A presença exclusiva de carbono sp³ sugere classificar FJ-5 como um sesquiterpeno bicíclico, para atender às duas deficiências de hidrogênios apresentadas pela fórmula molecular, C₁₅H₂₈O₃.

O espectro de RMN ¹H exibiu sinais para dois grupos metilas geminados pertencentes a um sistema isopropílico em δ_H 0,98 (d, $J = 7,0$ Hz, 3H-12) e 0,91 (d, $J = 7,0$ Hz, 3H-13), uma metila angular em δ_H 1,02 (s, 3H-14) e um grupo metila ligado a um carbono oxigenado em δ_H 1,46 (s, 3H-15).

Com o auxílio do espectro HMQC (Figura 79, p. 132) foram correlacionados cinco hidrogênios metínicos em δ_H 3,90 (t, $J = 10,3$ Hz, H-6), 3,18 (dd, $J = 10,7$ e $4,1$ Hz, H-1), 2,35 (m, H-11), 1,33 (m, H-7) e 1,07 (d, $J = 10,3$ Hz, H-5), bem como aqueles devido aos grupos metilênicos, os quais aparecem na região de δ_H 1,97-1,37 ppm. Estes dados espectrais foram usados para propor um esqueleto eudesmano para FJ-5.

Os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT - 135° , mostraram a presença de três átomos de carbono hidroxilados, dois metínicos em δ_C 80,4 (CH-1) e 70,3 (CH-6) e um átomo de carbono não hidrogenado em δ_C 73,1 (C-4). Todos os assinalamentos de hidrogênio e carbono foram atribuídos sem ambiguidade com a ajuda do experimento HMQC, conforme pode ser observado na Tabela 14, p. 128.

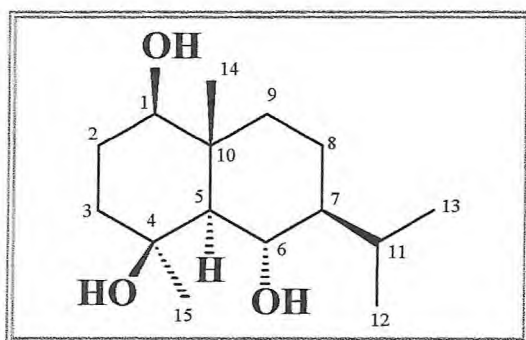
A localização dos grupos hidroxila em C-1, C-4 e C-6 foi estabelecida através do experimento HMBC (Figura 80, p. 133), e por comparação com dados descritos na literatura para um sesquiterpeno análogo (Zhao et al., 1997). O grupo hidroxila ligado a C-1 foi confirmado através da correlação a longa distância observada entre os hidrogênios do grupo metila angular em δ_H 1,02 (3H-14) com o sinal do carbono em δ_C 80,4 (CH-1, $^3J_{\text{CH}}$). Adicionalmente foram também observadas as correlações do sinal dos hidrogênios desta metila com os sinais dos carbonos em δ_C 42,4 (C-10, $^2J_{\text{CH}}$) e 58,1 (CH-5, $^3J_{\text{CH}}$). O segundo grupo hidroxila foi localizado em C-4, baseado nas correlações observadas entre os hidrogênios metílicos em δ_H 1,46 (3H-15, $^2J_{\text{CH}}$) com os sinais dos carbonos em δ_C 73,1 (C-4, $^2J_{\text{CH}}$) e 58,1 (CH-5, $^3J_{\text{CH}}$). O grupo hidroxila restante, o qual foi posicionado em C-6 (δ_C 70,3) foi justificado pela correlação a longa distância observada entre o hidrogênio metilênico em δ_H 1,07 (H-5, $^2J_{\text{CH}}$) com o sinal daquele carbono. Algumas das correlações heteronucleares a longa distância observadas estão mostradas na Figura 81, p. 127.

A estereoquímica de FJ-5 foi estabelecida por uma combinação de constantes de acoplamento (J) dos átomos de carbono quirais CH-1, CH-5, CH-6 e CH-7 e a partir dos efeitos NOE revelados no experimento ^1H , ^1H -NOESY (Figura 82, p. 133). Os valores das constantes de acoplamento (J) correspondentes aos hidrogênios vicinais, bem como as interações espaciais observadas entre H-1 (dd, $J = 10,7$ e $4,1$ Hz) com H-2 (dt, $J = 10,7$ e $3,1$ Hz); H-5 (d, $J = 10,3$ Hz) com H-6 (t, $J = 10,3$ Hz) e deste último com H-7 são

consistentes com a configuração relativa mostrada na Figura 83, p. 127, compatíveis com as informações extraídas do espectro NOESY.

Desta forma, a estrutura de FJ-5 foi determinada como sendo o (+)-1 β ,4 β ,6 α -triidroxieudesmano, um novo sesquiterpeno isolado de *C. trichotoma*. A Tabela 15, p. 129 a seguir mostra todos os dados de RMN ^1H e ^{13}C para o referido composto.

Este composto também faz parte do trabalho publicado na revista *Z Naturforsch*, p. 19-22, 2004, intitulado “Sesquiterpenes and a Phenylpropanoid from *Cordia trichotoma*”, e uma cópia deste encontra-se nos anexos desta tese.



FJ-5 (242), (+)-1 β ,4 β ,6 α -triidroxieudesmano

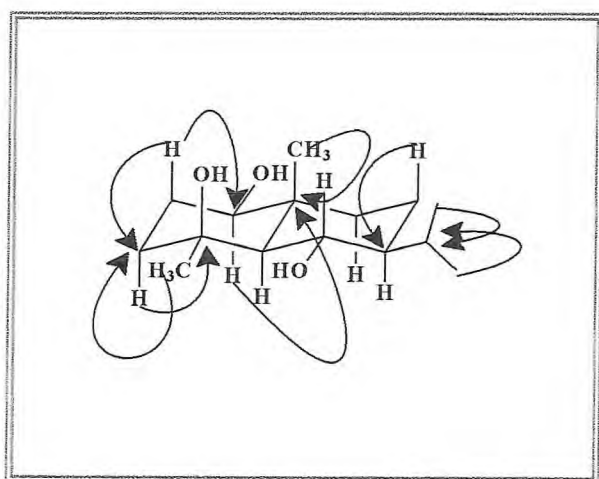


Figura 81 - Correlações heteronucleares a longa distância observadas no experimento HMBC (500, 125 MHz, CD₃OD) de FJ-5 (242)

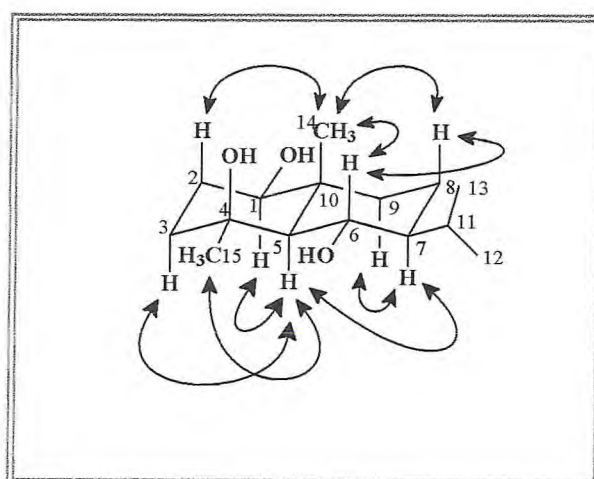


Figura 83 - Interação dipolar observada no experimento NOESY (500, 125 MHz, CD₃OD) de FJ-5 (242)

Tabela 14 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135 ° (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-5.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
73,1	80,4	42,7	34,8	
42,4	70,3	39,5	21,9	
	58,1	27,9	16,4	
	53,3	19,7	14,2	
	27,3			
$\text{C}_2\text{O}^{\text{a}}$	$\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_2^{\text{b}}$	C_4H_8	C_4H_{12}	$\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{O}_3 + 3\text{H}^{\text{c}} = \text{C}_{15}\text{H}_{28}\text{O}_3$

^a Oxigênio pertencente ao grupo hidroxila ($\text{R}_3\text{C-OH}$).

^b Oxigênios pertencentes aos grupos hidroxila ($\text{R}_2\text{CH-OH}$).

^c Hidrogênios pertencentes aos grupos hidroxila (OH).

Tabela 15 – Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-5 (242).

C	^1H , ^{13}C -HMQC		^1H , ^{13}C -HMBC	
	δ_{C}	δ_{H}	$^2J_{\text{CH}}$	$^3J_{\text{CH}}$
1	80,4	3,18 (dd, $J=10,7$ e $4,1$), H-1 α	2H-2	H-3ax; H-5; 3H-14
2	27,9	1,97 (dt, $J=10,7$ e $3,1$), H-2 α 1,56 (m, H-2 β)	-	-
3	42,7	1,68 (m, H-3 β) 1,58 (m, H-3 α)	2H-2	3H-15
4	73,1	-	2H-3; 3H-15	-
5	58,1	1,07 (d, $J=10,3$)	H-6	H-3eq; 3H-14; 3H-15
6	70,3	3,90 (t, $J=10,3$)	H-5	
7	53,3	1,33 (m)	H-6; 2H-8	H-5, H-9eq; 3H-12; 3H-13
8	19,7	1,52 (m, H-8 β) 1,37 (m, H-8 α)	2H-9	-
9	39,5	1,91 (td, $J=12,9$, $3,1$ e $3,1$), H-9 β 1,04 (H-9 α)	-	H-5; 3H-14
10	42,4	-	H-5; 3H-14	-
11	27,3	2,35 (m)	3H-12; 3H-13	H-6
12	21,9	0,98 (d, $J=7,1$)	-	3H-13
13	16,4	0,91 (d, $J=6,9$)	-	3H-12
14	14,2	1,02 (s)	-	H-1; H-5
15	34,8	1,46 (s)	-	-

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

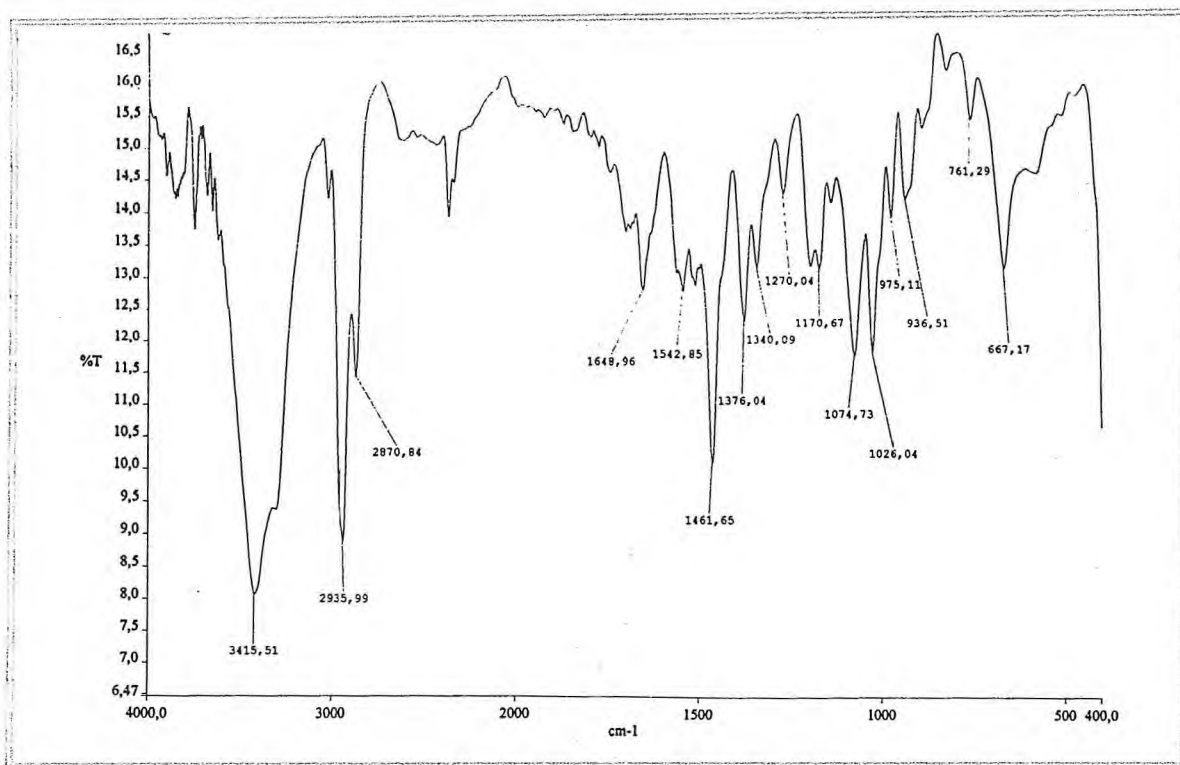


Figura 74 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-5 (242)

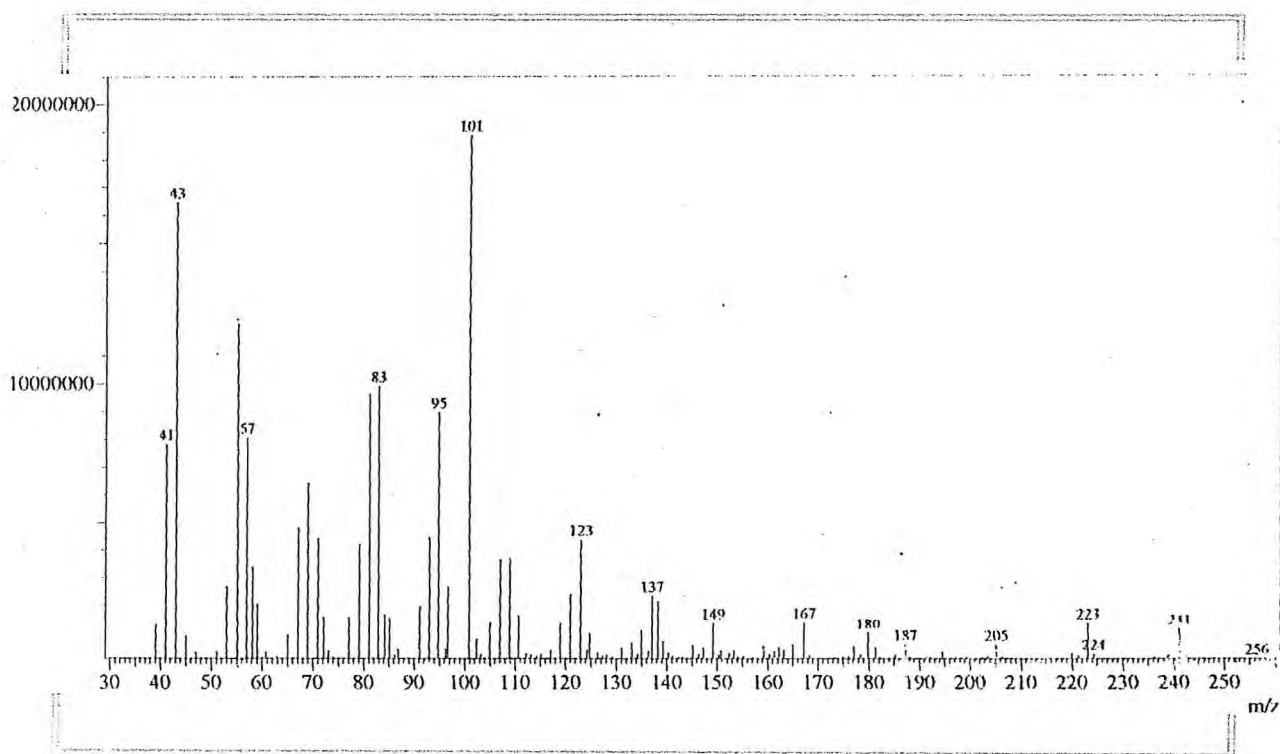


Figura 78 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-5 (242)

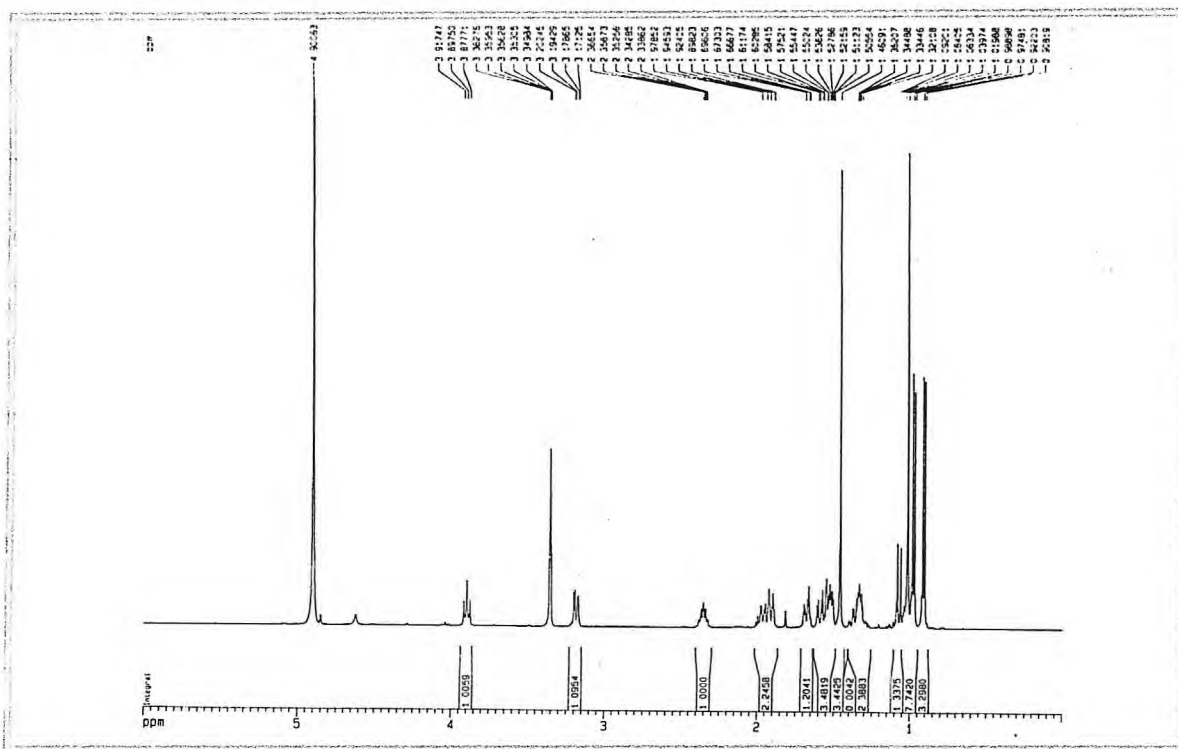


Figura 75 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242)

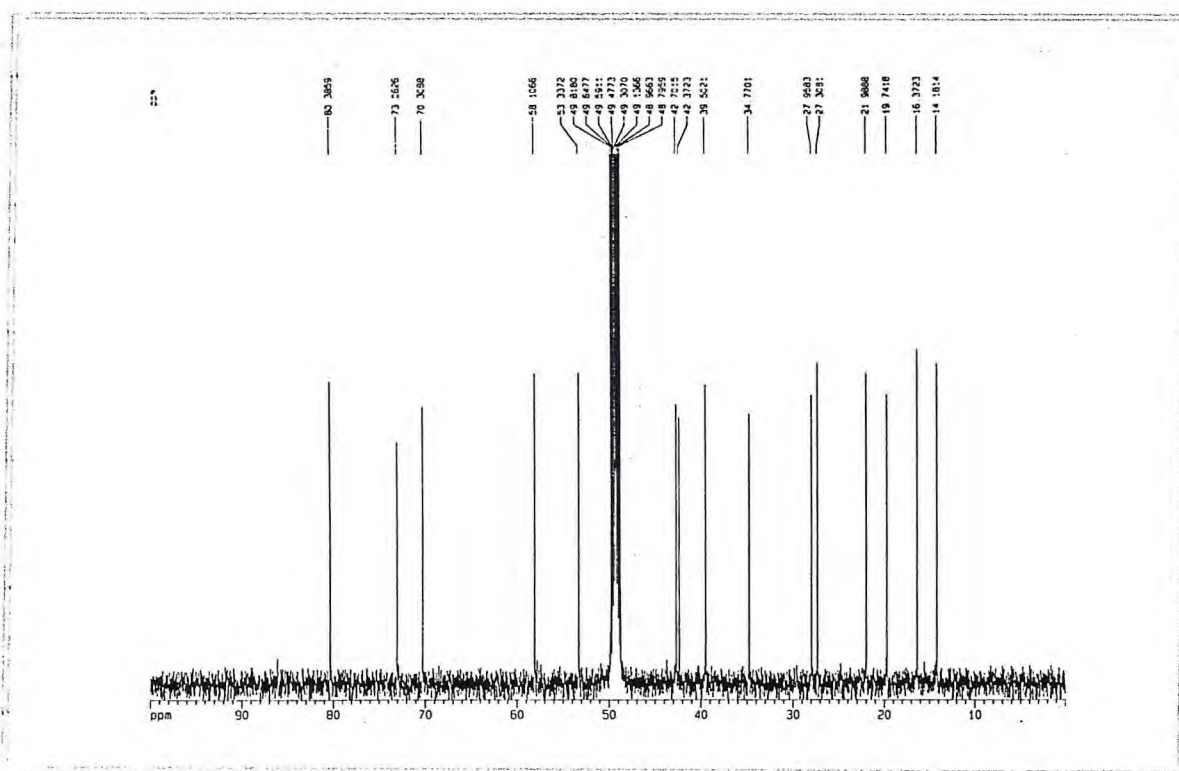


Figura 76 - Espectro de RMN ^{13}C - BB (125 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242)

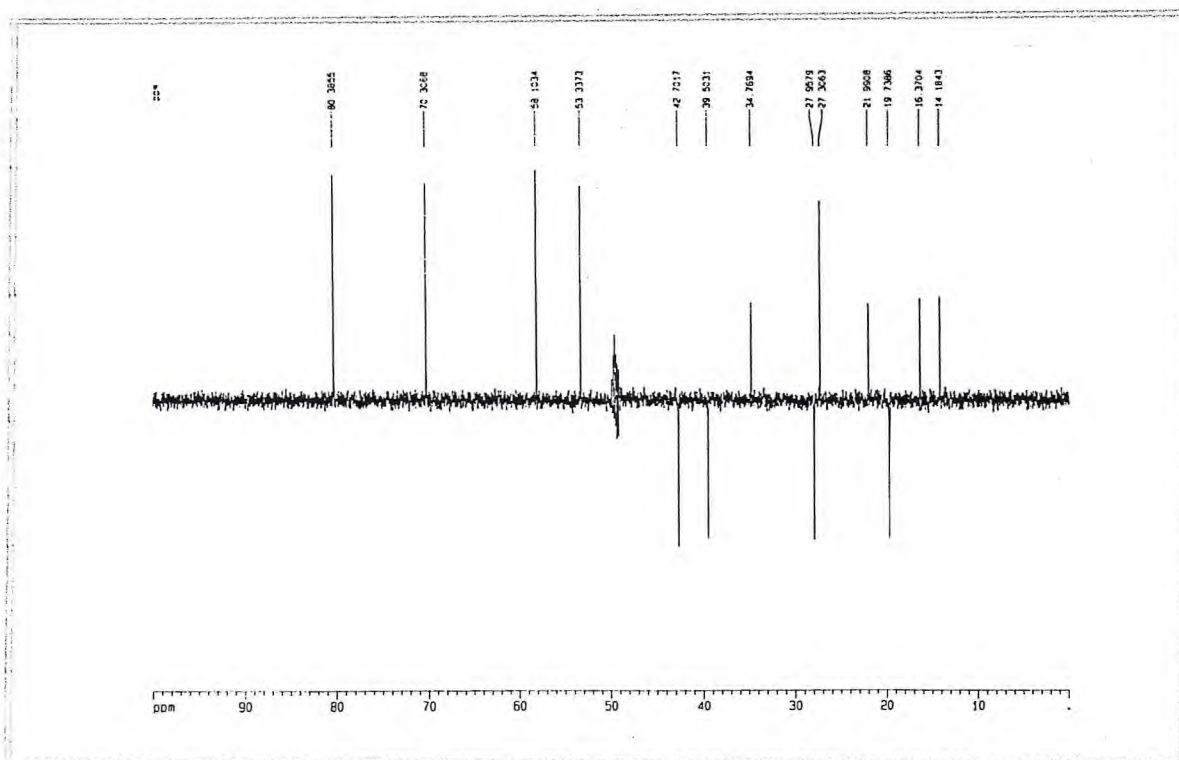


Figura 77 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242)

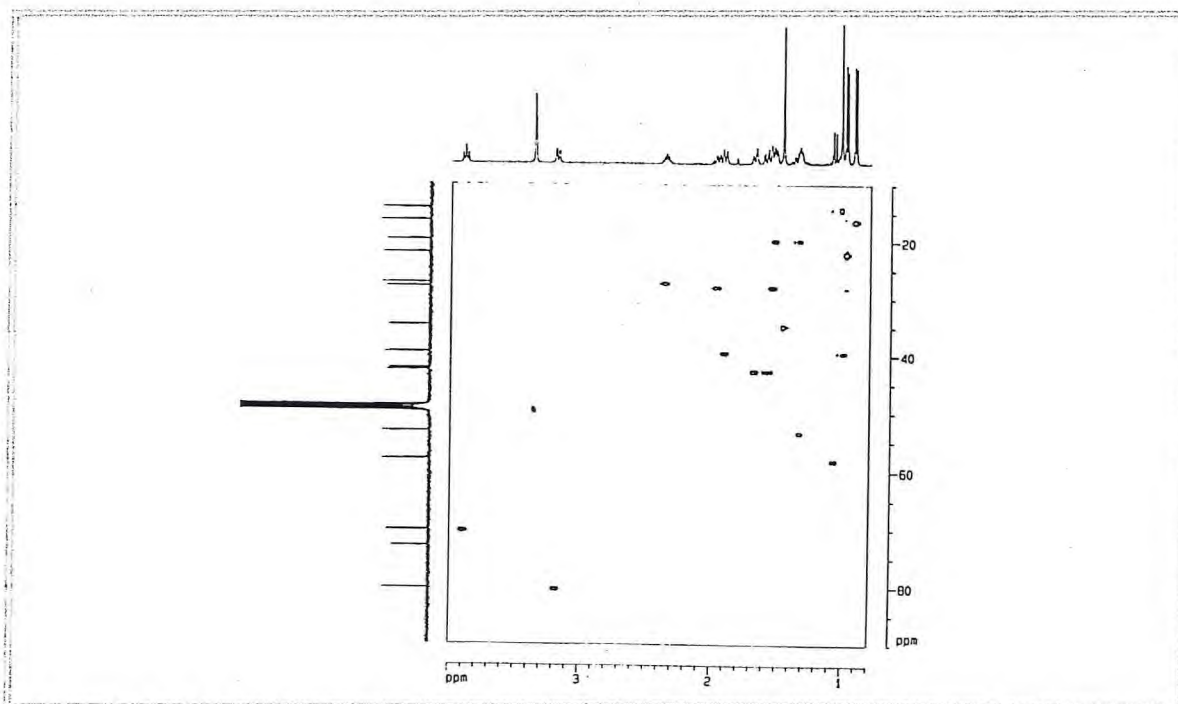


Figura 79 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242)

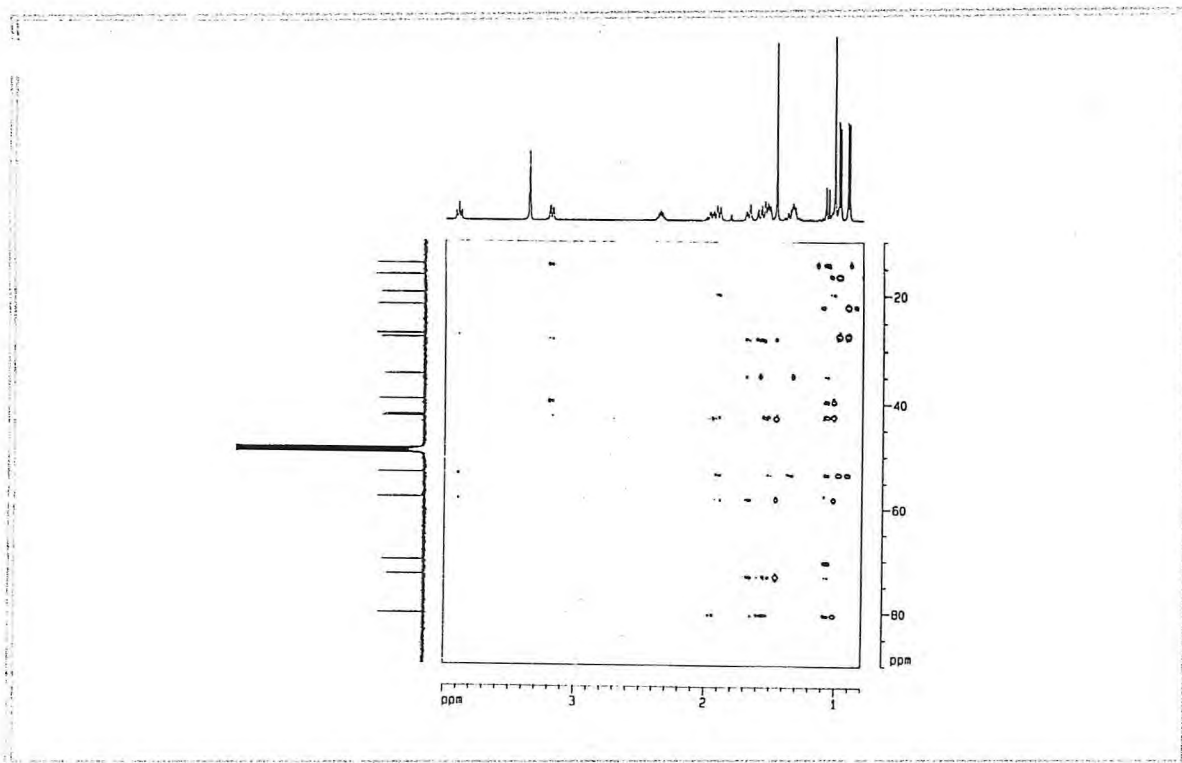


Figura 80 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242)

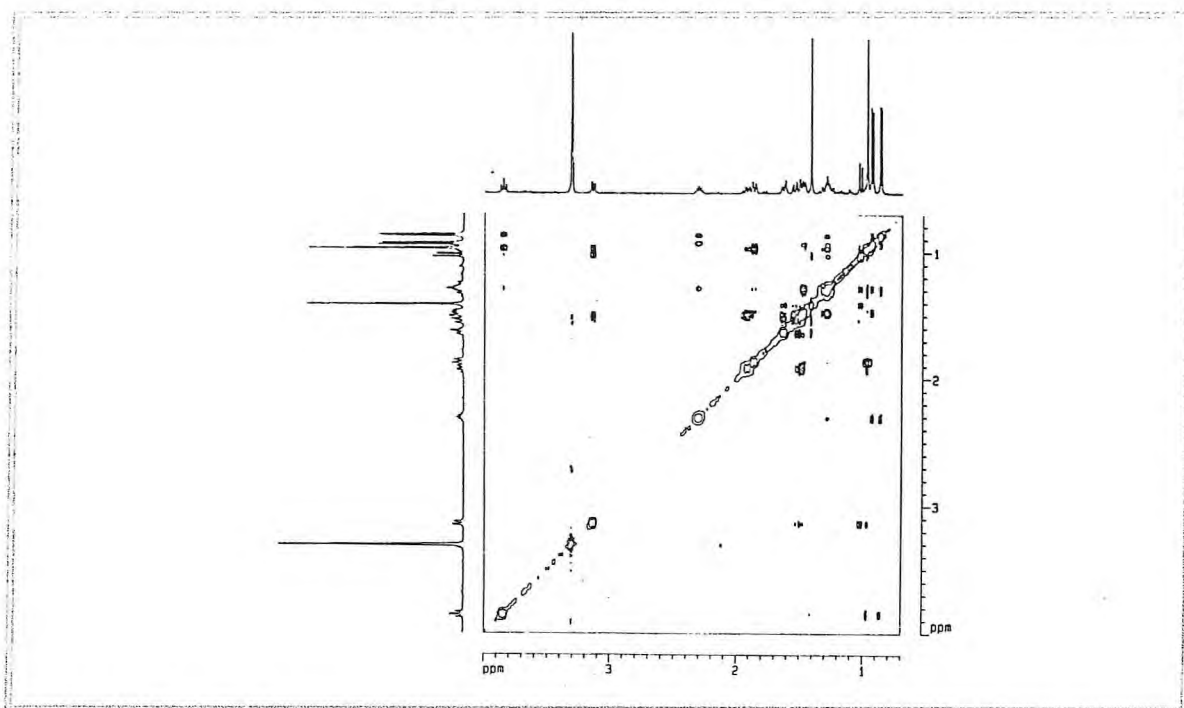


Figura 82 - Espectro bidimensional de correlação homonuclear de hidrogênio e hidrogênio (^1H , ^1H) – NOESY (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-5 (242)

4.1.6. Determinação Estrutural de FJ-6

O fracionamento cromatográfico da fração clorofórmio do ceme da madeira (FJecC), forneceu por eluição com hexano/acetato de etila 40%, a fração F- 66/70, que foi recromatografada para fornecer a substância denominada FJ-6 (Item 5.5.1.3, p. 252).

FJ-6 apresentou-se como cristais incolores em forma de agulhas, com p.f. 138,0-141,0 °C e $[\alpha]_D^{25} = -1,1^\circ$ (c 0,05, CH₃OH).

O espectro de absorção na região do infravermelho (IV) (Figura 84, p. 138), apresentou absorções em ν_{\max} 3435 cm⁻¹ (O-H) e em ν_{\max} 1027 cm⁻¹ (C-O), sugerindo a presença de grupos hidroxila.

O espectro de RMN ¹³C (Figura 85, p. 139) apresentou quinze linhas espectrais, todas relativas a átomos de carbono sp³, as quais foram caracterizadas por comparação com o experimento DEPT 135° (Figura 86, p. 140), como sinais correspondentes a três carbonos metínicos, sendo um oxigenado em δ_C 80,7, cinco metilênicos, quatro metílicos e três carbonos não hidrogenados, entre os quais dois oxigenados em δ_C 72,3 e 75,0 sugerindo o esqueleto de um composto sesquiterpênico polihidroxilado.

Estes dados levaram a estabelecer a fórmula molecular C₁₅H₂₈O₃ (Tabela 16, p. 136), compatível com o pico do íon molecular em m/z 256 exibido pelo espectro de massa (Figura 87, p. 138) obtido por impacto eletrônico a 70 eV. Adicionalmente também foram registrados os picos em m/z 213 ([256-C₃H₇]⁺), m/z 195 ([213-H₂O]⁺), m/z 177 ([213-2H₂O]⁺) e m/z 43 ([C₃H₇]⁺), compatíveis com grupos isopropila e hidroxila.

O espectro de RMN ¹H (Figura 88, p. 139), mostrou sinais para dois grupos metilas ligados a carbono não hidrogenado em δ_H 0,97 (s, 3H-14) e 1,10 (s, 3H-15), um grupo isopropila em δ_H 1,60 (m, H-11), 0,95 (d, $J = 6,9$ Hz, 3H-12) e 0,96 (d, $J = 6,9$ Hz, 3H-13) e ainda um hidrogênio metínico geminal a um grupo hidroxila em δ_H 3,21 (dd, $J = 11,9$ e 3,9 Hz, H-1).

Todos os assinalamentos de hidrogênio e carbono foram atribuídos sem ambiguidade com a ajuda do experimento HMQC (Figura 89, p. 140), conforme pode ser observado na Tabela 17, p. 137.

O correto assinalamento dos grupos hidroxila em C-1, C-4 e C-7 foi estabelecido através do experimento HMBC (Figura 90, p. 141), o qual foi facilitado pela comparação com dados já descritos na literatura para sesquiterpeno do tipo eudesmano (Sung et al., 1992).

O grupo hidroxila ligado a C-1 foi confirmado através da correlação a longa distância entre os hidrogênios do grupo metil angular em δ_H 0,97 (3H-14) com os sinais dos carbonos em δ_C 80,7 (CH-1, $^3J_{CH}$), 40,8 (C-10, $^2J_{CH}$) e 46,3 (CH-5, $^3J_{CH}$). O segundo grupo hidroxila foi localizado em C-4, baseado nas correlações observadas entre os hidrogênios metílicos em δ_H 1,10 (3H-15) com os sinais dos carbonos em δ_C 40,8 (CH₂-3, $^3J_{CH}$), 72,3 (C-4, $^2J_{CH}$) e 46,3 (CH-5, $^3J_{CH}$). O grupo hidroxila restante foi posicionado em C-7 (δ_C 75,0) por meio da correlação a longa distância observada entre hidrogênios metílicos em δ_H 0,95 (3H-12, $^3J_{CH}$) e 0,96 (3H-13, $^3J_{CH}$) com o sinal daquele carbono. Algumas das correlações heteronucleares a longa distância observadas estão mostradas na Figura 91, a seguir.

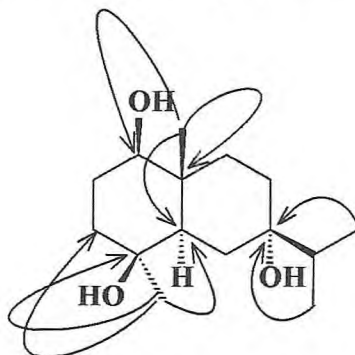
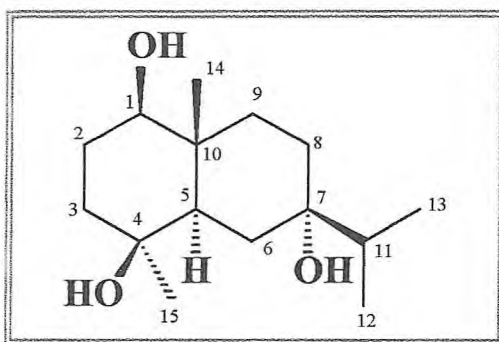


Figura 91 - Correlações heteronucleares a longa distância observadas no experimento HMBC (500, 125 MHz, CD₃OD) de FJ-6 (243)

Os deslocamentos químicos dos carbonos CH₂-9, CH₃-12 e CH₃-13 quando comparados com os valores observados para FJ-5, revelaram a existência de efeito γ de proteção do grupo hidroxila localizado no C-7. Da mesma forma, o deslocamento químico do CH-5 está de acordo com a ausência do efeito β de desproteção do grupo hidroxila sustentado pelo carbono C-6 em FJ-6, passando então a sentir o efeito γ de proteção do grupo hidroxila localizado no C-7.

Desta forma, a estrutura de FJ-6 foi determinada como sendo o 1 β ,4 β ,7 α -trihidroieudesmano, um sesquiterpeno inédito no gênero *Cordia* e anteriormente isolado da espécie *Homalomena aromatica* (Sung et al., 1992).

Vale ressaltar que este composto também faz parte do trabalho publicado na revista *Z Naturforsch*, p. 19-22, 2004, intitulado “Sesquiterpenes and a Phenylpropanoid from *Cordia trichotoma*”, e uma cópia deste encontra-se nos anexos desta tese.



FJ-6 (243), 1 β ,4 β ,7 α -trihidroxieudesmano

Tabela 16 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135 $^{\circ}$ (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-6.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
75,0	80,7	40,8	30,0	
72,3	46,3	35,9	17,7	
40,2	40,7	30,2	17,5	
		29,5	12,3	
		27,8		
$\text{C}_3\text{O}_2^{\text{a}}$	$\text{C}_3\text{H}_3\text{O}^{\text{b}}$	C_5H_{10}	C_4H_{12}	$\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{O}_3 + 3\text{H}^{\text{c}} = \text{C}_{15}\text{H}_{28}\text{O}_3$

^a Oxigênios pertencentes aos grupos hidroxila ($\text{R}_3\text{C-OH}$).

^b Oxigênio pertencente ao grupo hidroxila ($\text{R}_2\text{CH-OH}$).

^c Hidrogênios pertencentes aos grupos hidroxila (OH).

Tabela 17 – Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-6 (243).

C	$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ -HMQC		$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ -HMBC	
	δ_{C}	δ_{H}	$^2J_{\text{CH}}$	$^3J_{\text{CH}}$
1	80,7	3,21 (dd, $J = 11,9$ e $3,9$), H-1 α	-	3H-14
2	27,8	1,92, H-2 β 1,55 (m, H-2 α)	-	-
3	40,8	1,69, H-3 β 1,50, H-3 α	2H-2	3H-15
4	72,3	-	3H-15	-
5	46,3	1,46	-	3H-14; 3H-15
6	29,5	1,58, H-6 β 1,43, H-6 α	-	-
7	75,0	-	-	3H-12; 3H-13
8	30,2	1,62, H-8 β 1,58, H-8 α	-	-
9	35,9	1,65, H-9 β 1,42, H-9 α	-	-
10	40,2	-	3H-14	-
11	40,7	1,60	3H-12; 3H-13	-
12	17,7	0,95 (d, $J = 6,9$)	H-11	-
13	17,5	0,96 (d, $J = 6,9$)	H-11	-
14	12,3	0,97 (s)	-	-
15	30,0	1,10 (s)	-	-

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

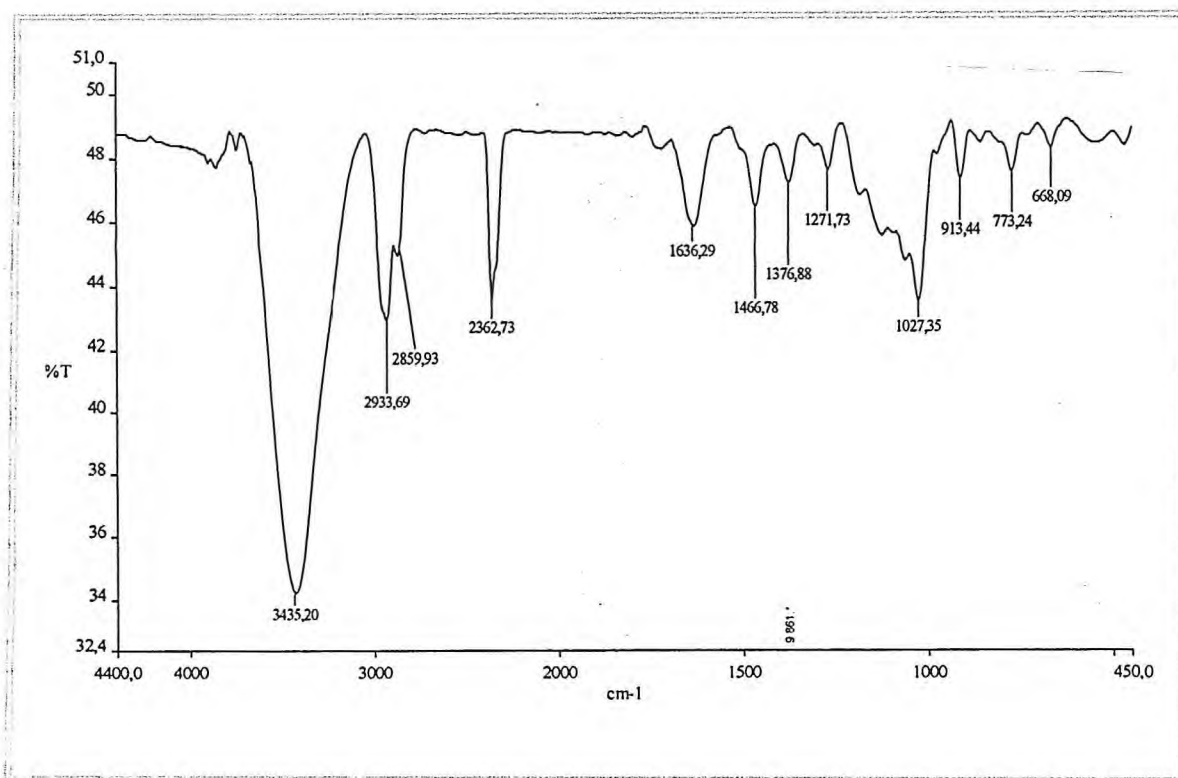


Figura 84 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-6 (243)

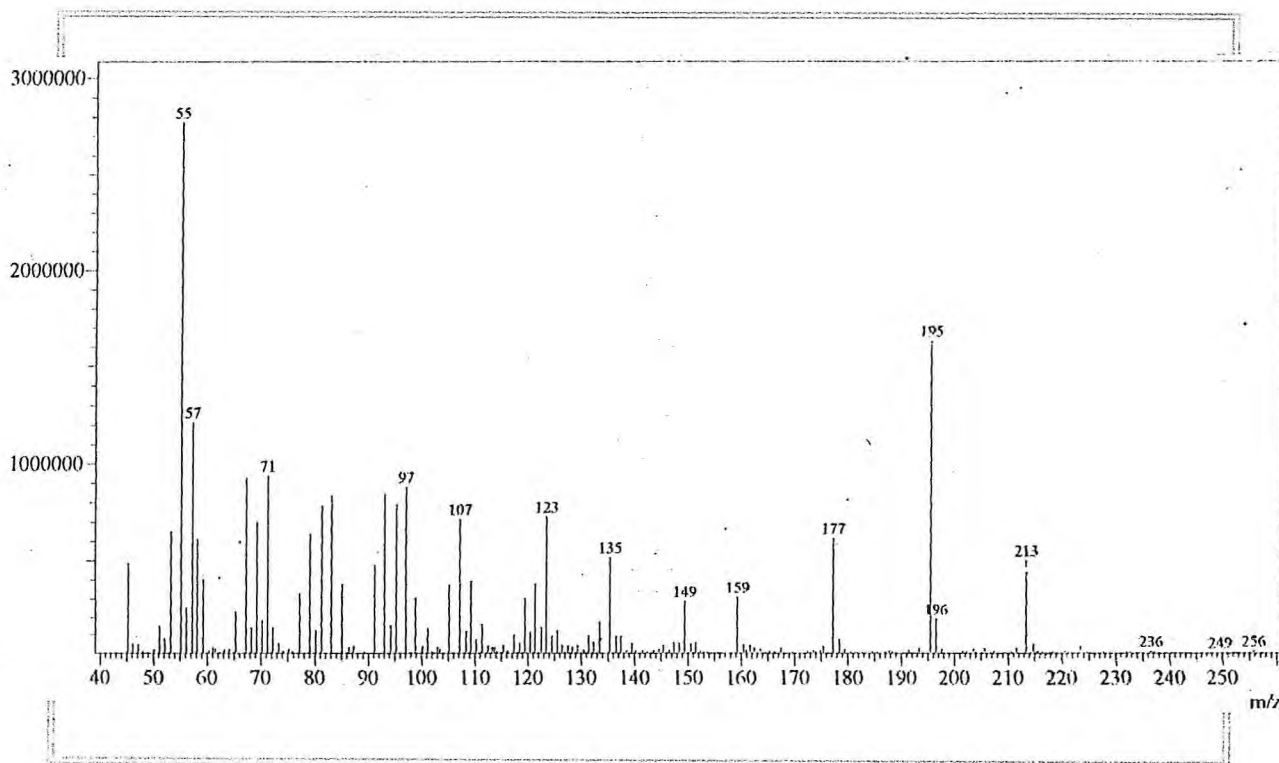


Figura 87 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-6 (243)

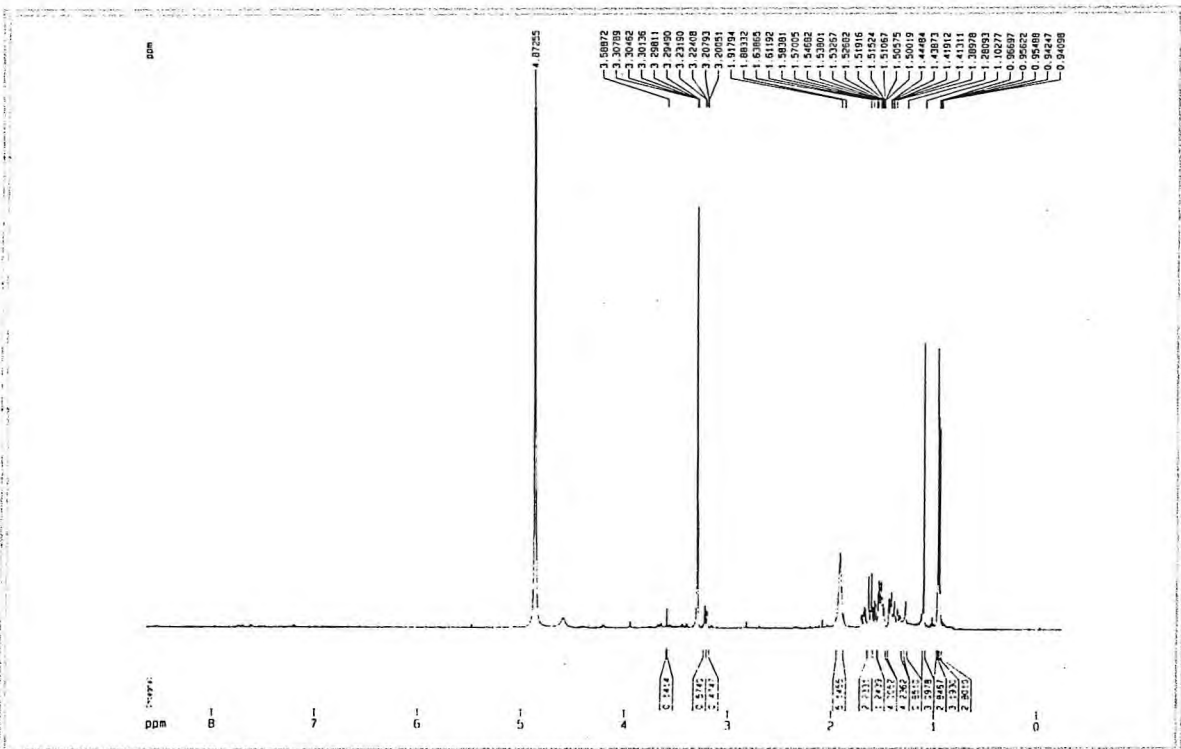


Figura 88 - Espectro de RMN ¹H (500 MHz, CD₃OD) de FJ-6 (243)

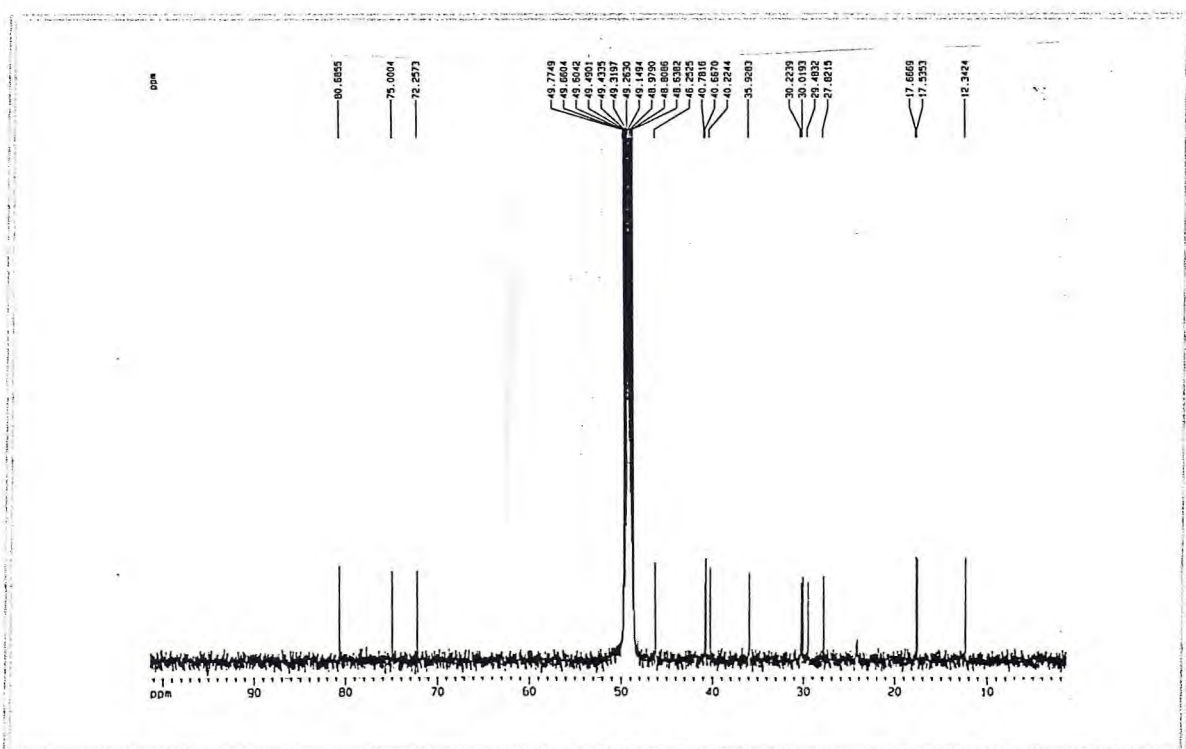


Figura 85 - Espectro de RMN ¹³C – BB (125 MHz, CD₃OD) de FJ-6 (243)

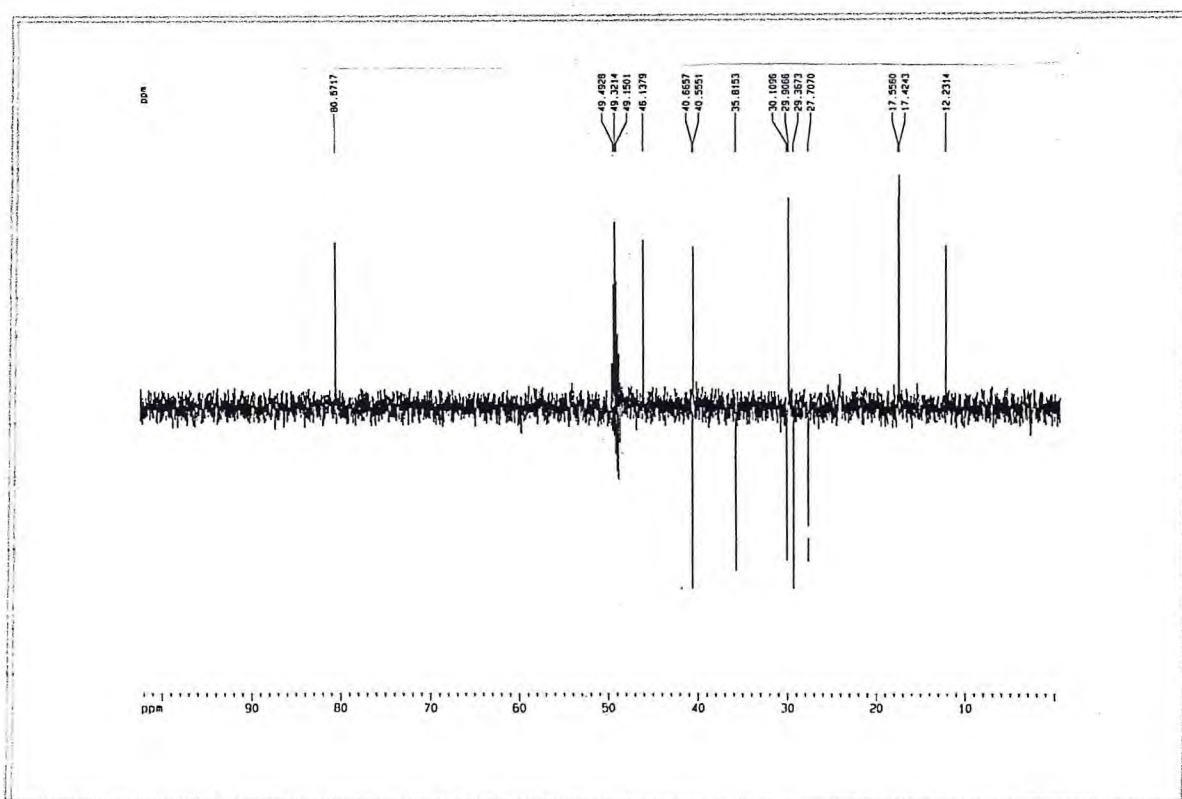


Figura 86 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD) de FJ-6 (243)

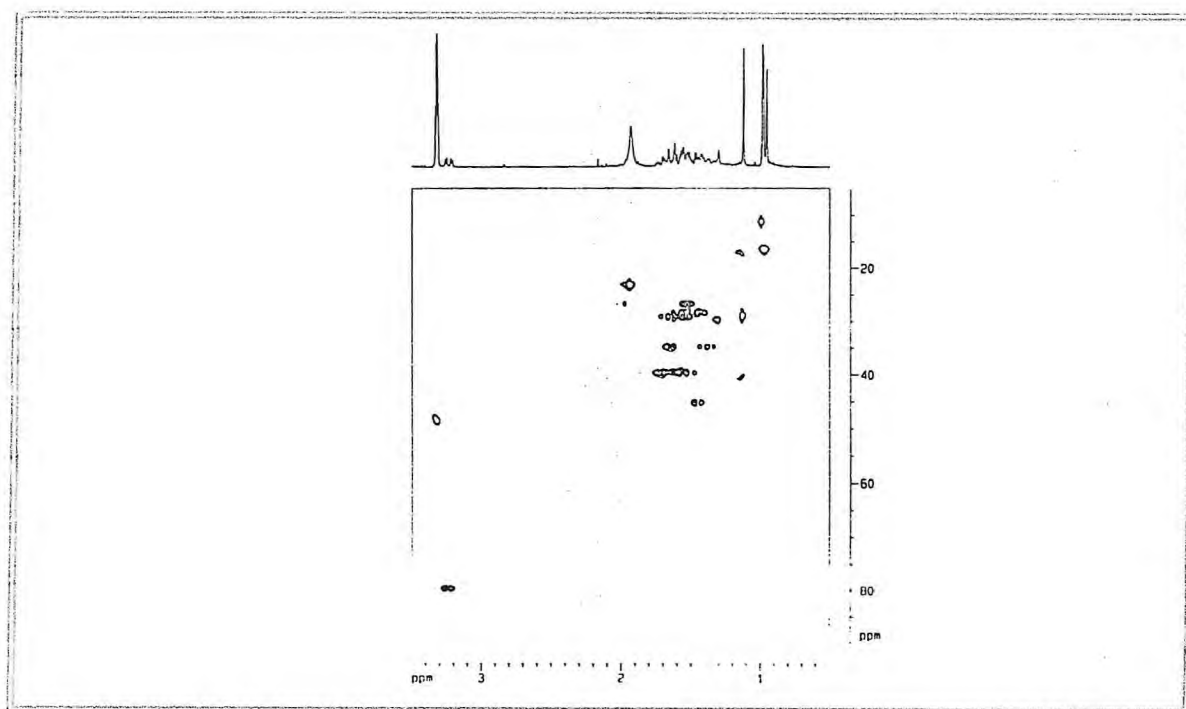


Figura 89 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-6 (243)

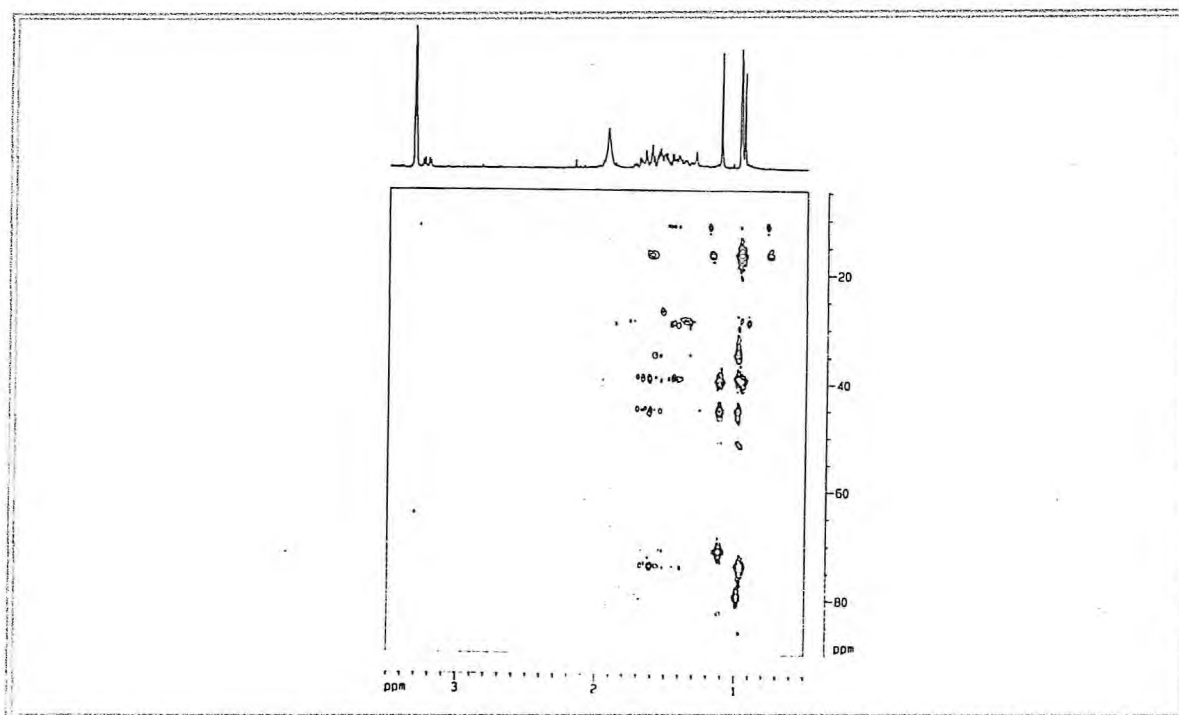


Figura 90 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-6 (243)

4.1.7. Determinação Estrutural de FJ-7

Do fracionamento cromatográfico da fração clorofórmio do cerne da madeira (FJecC), foi obtida por eluição com hexano/acetato de etila 50%, a fração F- 74/80, a qual foi recristalizada em acetato de etila para fornecer a substância denominada de FJ-7 (Item 5.5.1.3, p. 252).

FJ-7 apresentou-se como um material na forma de cristais agulha incolores, com p.f. 179,0-180,0 °C e $[\alpha]_D^{25} = +12^\circ$ (c 0,05, CH₃OH).

O espectro de absorção na região do infravermelho (Figura 92, p. 146) apresentou uma absorção centrada em ν_{\max} 3353 cm⁻¹ (O-H), bem como bandas características de deformação axial na faixa de ν_{\max} 1185-1024 cm⁻¹ (C-O), compatíveis com grupos hidroxila.

O espectro de RMN ¹³C (Figura 93, p. 147) mostrou sinais correspondentes a quinze átomos de carbono, todos com hibridização sp³. Baseada na interpretação de seus espectros de RMN ¹H (Figura 94, p. 147) e RMN de ¹³C, incluído o experimento DEPT 135° (Figura 95, p. 148), o referido composto possui três carbonos não hidrogenados [δ 73,3 (C-4), 48,8 (C-10) e 73,1 (C-11)], três carbonos metínicos [δ 81,4 (C-1), 60,9 (C-5), 33,7 (C-6)], cinco carbonos metilênicos [δ 29,3 (C-2), 42,7 (C-3), 52,8 (C-7), 34,1 (C-8) e 40,9 (C-9)] e quatro carbonos metílicos [δ 30,9 (C-12), 30,6 (C-13), 15,7 (C-14) e 32,6 (C-15)], conforme visto na Tabela 18, p. 144.

Considerando estes dados e também a teoria do deslocamento químico foi possível estabelecer a fórmula molecular C₁₅H₂₈O₃, compatível com o pico do íon molecular em m/z 256 apresentado pelo espectro de massa (Figura 96, p. 146) obtido por impacto eletrônico a 70 eV. Outros íons relevantes foram registrados em m/z 241 ([256-CH₃]⁺), m/z 223 ([241-H₂O]⁺), m/z 205 ([241-2H₂O]⁺) e m/z 179 ([M-C₃H₇O-H₂O]⁺).

Como esperado o espectro de RMN ¹H exibiu somente sinais de hidrogênios ligados a carbono sp³ (δ_H 0,94-3,32). Todos os assinalamentos de hidrogênio e carbono foram inequivocamente assinalados com a ajuda do experimento HMQC (Figura 97, p. 148), conforme pode ser observado na Tabela 19, p. 145.

O experimento HMBC (Figura 98, p. 149), foi utilizado principalmente para definir o correto assinalamento dos grupos hidroxila em C-1, C-4 e C-11, facilitado ainda pela comparação com dados já descritos na literatura (Sung et al., 1992).

O grupo hidroxila ligado em C-1 foi confirmado através da correlação a longa distância entre o hidrogênio carbinólico em δ_H 3,32 (H-1) com os sinais dos carbonos em δ_C 48,8 (C-10, $^2J_{CH}$), 40,9 (CH₂-9, $^3J_{CH}$) e 15,7 (CH₃-14). O grupo hidroxila ligado em C-4 (δ_C 73,3), foi confirmado através da correlação a longa distância observada entre os hidrogênios metílicos em δ_H 1,29 (3H-15) com o sinal daquele carbono, enquanto o grupo hidroxila ligado em C-11 (δ_C 73,3) foi justificado através das correlações a duas ligações entre este carbono e os sinais dos hidrogênios em δ_H 1,24 (3H-12), 1,25 (3H-13), 2,11 (H-7 β) e 1,36 (H-7 α). Algumas das correlações heteronucleares a longa distância observadas estão mostradas na Figura 99, a seguir.

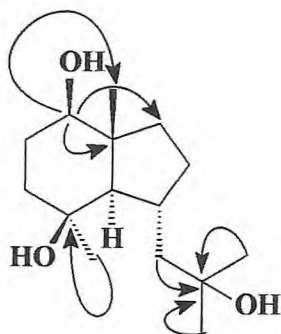
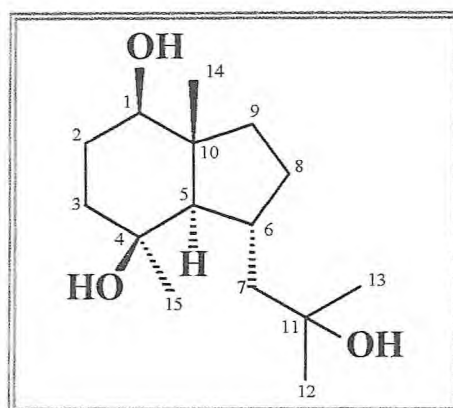


Figura 99 - Correlações heteronucleares a longa distância observadas no experimento HMBC (500, 125 MHz, CD₃OD) de FJ-7 (244)

Assim, a estrutura de FJ-7 foi determinada como sendo o 1 β ,4 β ,11-trihidroxiopositano ou 1 β ,4 β ,11-trihidroxi-8(7 \rightarrow 6)-abeo-eudesmano, um sesquiterpeno de raro esqueleto e inédito no gênero *Cordia*. Este sesquiterpeno foi isolado a partir das espécies *Annona bullata* e *Homalomena aromatica* (Kutschabsky et al., 1985; Sung et al., 1992).

O trabalho publicado no periódico *Z Naturforsch*, p. 19-22, 2004, intitulado “Sesquiterpenes and a Phenylpropanoid from *Cordia trichotoma*”, cuja cópia encontra-se nos anexos desta tese, traz os dados completos de RMN 1H e ^{13}C de FJ-7, devido correções realizadas para os deslocamentos químicos dos átomos de alguns carbonos.



FJ-7 (244), 1 β ,4 β ,11-trihidroxiopositano ou
1 β ,4 β ,11-trihidroxi-8(7 \rightarrow 6)-abeoeudesmano

Tabela 18 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135 $^{\circ}$ (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-7.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
73,3	81,4	42,7	32,6	
73,1	60,9	40,9	30,9	
48,8	52,8	34,1	30,6	
	33,7	29,3	15,7	
$\text{C}_3\text{O}_2^{\text{a}}$	$\text{C}_4\text{H}_4\text{O}^{\text{b}}$	C_4H_8	C_4H_{12}	$\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{O}_3 + 3\text{H}^{\text{c}} = \text{C}_{15}\text{H}_{28}\text{O}_3$

^a Oxigênios pertencentes aos grupos hidroxila ($\text{R}_3\text{C-OH}$).

^b Oxigênio pertencente ao grupo hidroxila ($\text{R}_2\text{CH-OH}$).

^c Hidrogênios pertencentes aos grupos hidroxila (OH).

Tabela 19 - Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-7 (244).

C	^1H , ^{13}C -HMQC		^1H , ^{13}C -HMBC	
	δ_{C}	δ_{H}	$^2J_{\text{CH}}$	$^3J_{\text{CH}}$
1	81,4	3,32 (dd, $J = 4,3$ e $10,7$)	H-2 α	H-5; 3H-14
2	29,3	1,87 (d, $J = 13,4$ e $4,5$, H-2 β) 1,55 (m, H-2 α)	2H-3	
3	42,7	1,64 (m, H-3 β) 1,47 (dt, $J = 13,4$ e $4,8$, H-3 α)	2H-2	3H-15
4	73,3	-	3H-15	H-6
5	60,9	0,94 (d, $J = 10,9$)	H-6	H-3 α , H-7 α ; H-9 α , 3H-14, 3H-15
6	33,7	2,27 (dq, $J = 10,9$ e $3,8$)	H-8	H-9 α
7	52,8	2,11 (d, $J = 14,1$, H-7 β) 1,36 (dd, $J = 14,1$ e $10,9$, H-7 α)	H-6	H-5; H-8 β ; 3H-12; 3H-13
8	34,1	2,10 (m) 1,41 (m)	2H-7	
9	40,9	1,59 (dd, $J = 11,9$ e $7,9$, H-9 β) 1,22 (m, H-9 α)	H-8 β	H-1; 3H-14
10	48,8	-	H-1; H-5; 3H-14; H-9 α	H-8 β
11	73,1	-	2H-7; 3H-12; 3H-13	
12	30,9	1,24 (s)		H-7 α ; 3H-13
13	30,6	1,25 (s)		H-7 α ; 3H-12
14	15,7	1,03 (s)		H-1; H-5; 2H-9
15	32,6	1,29 (s)		

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

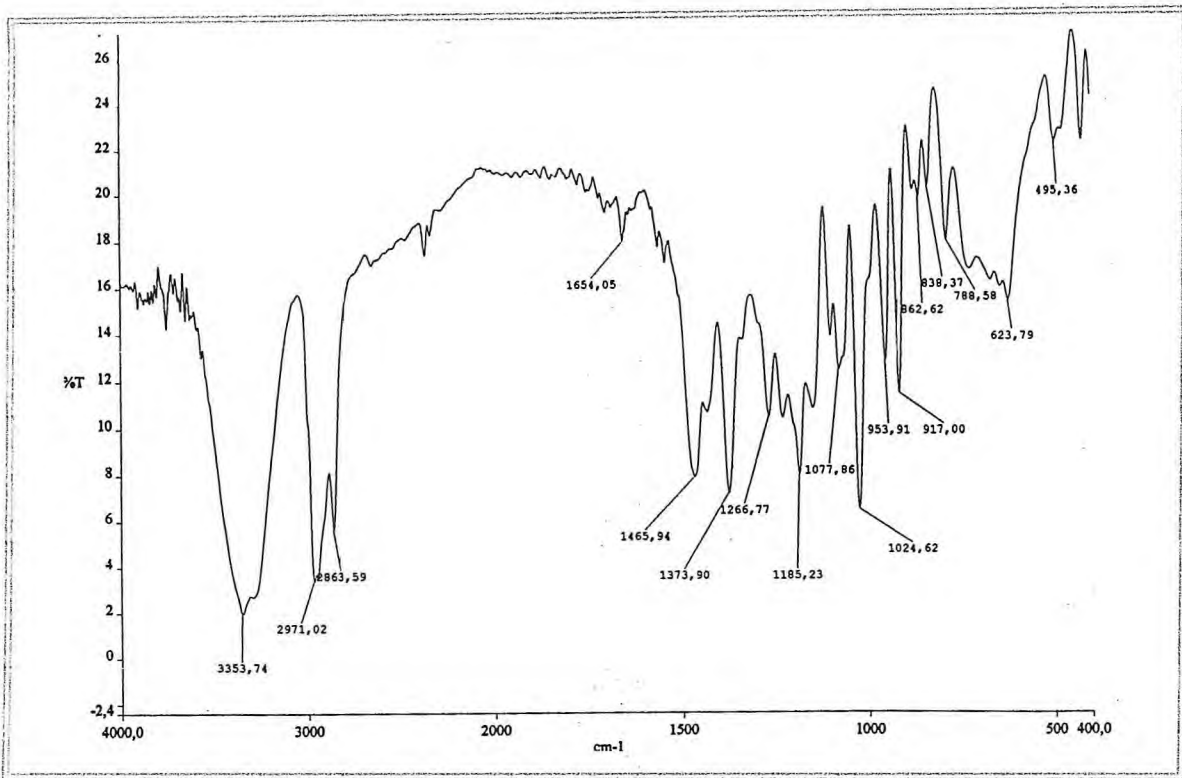


Figura 92 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-7 (244)

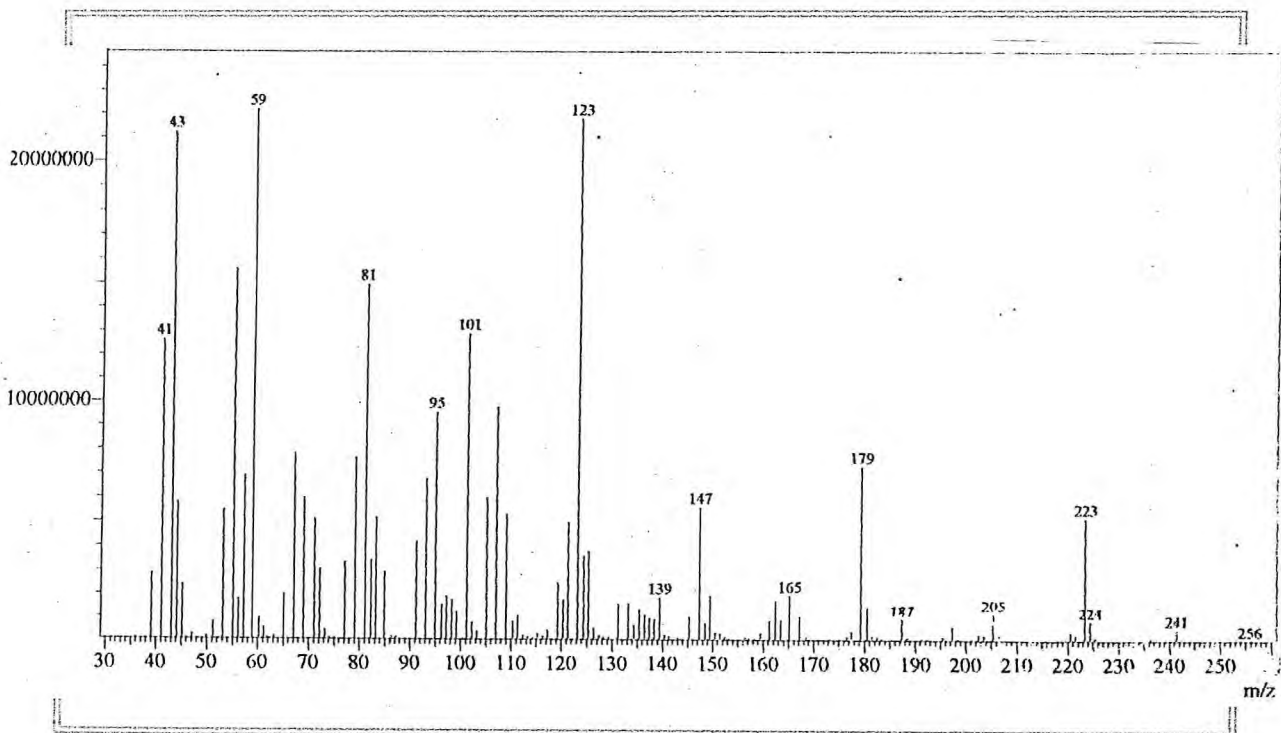


Figura 96 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-7 (244)

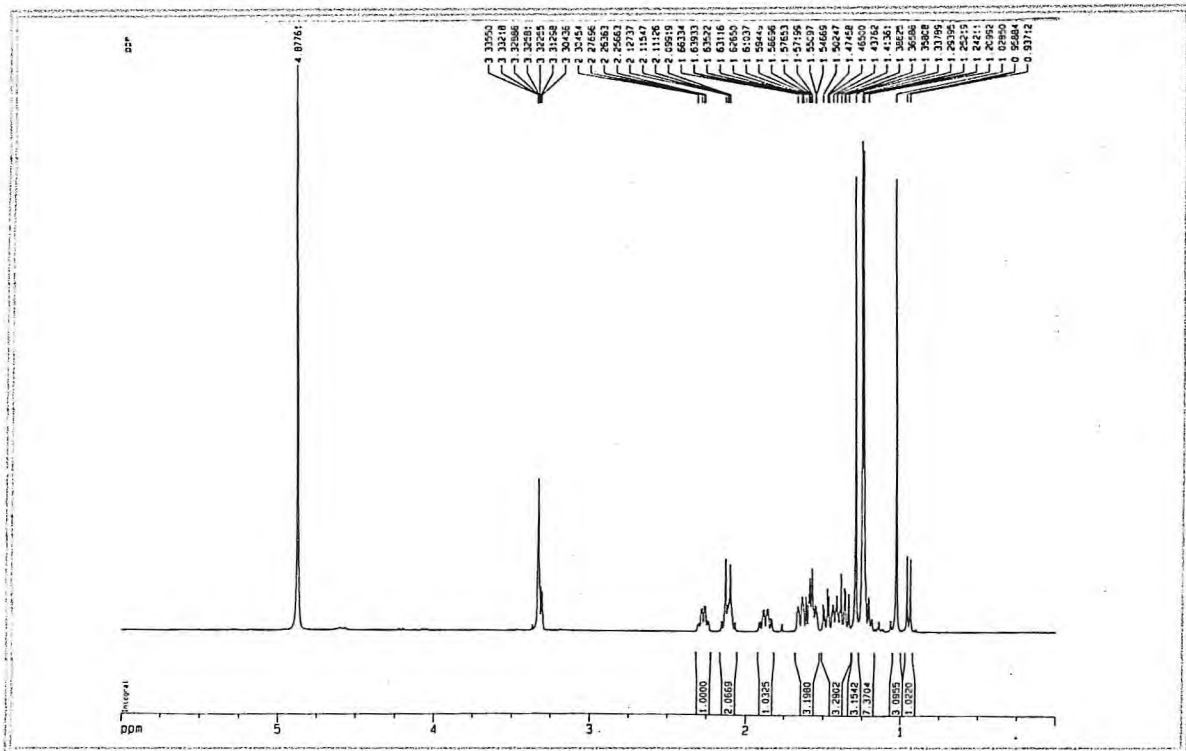


Figura 94 - Espectro de RMN ¹H (500 MHz, CD₃OD) de FJ-7 (244)

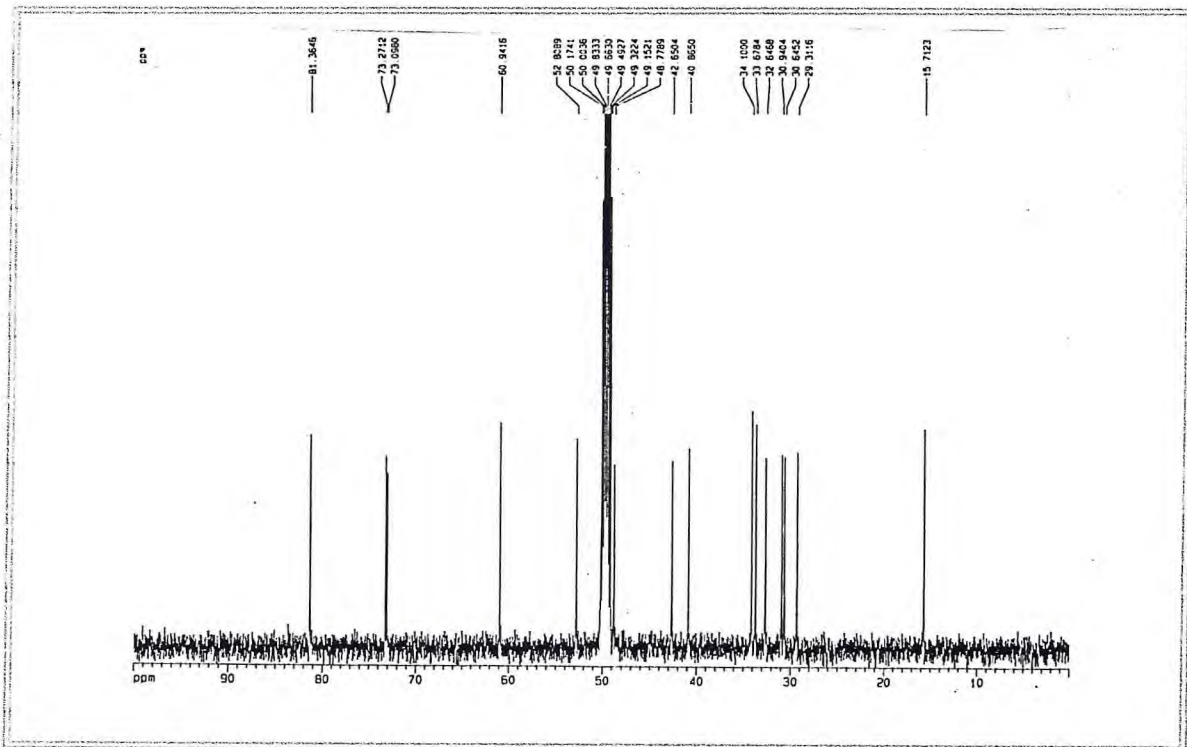


Figura 93 - Espectro de RMN ¹³C – BB (125 MHz, CD₃OD) de FJ-7 (244)

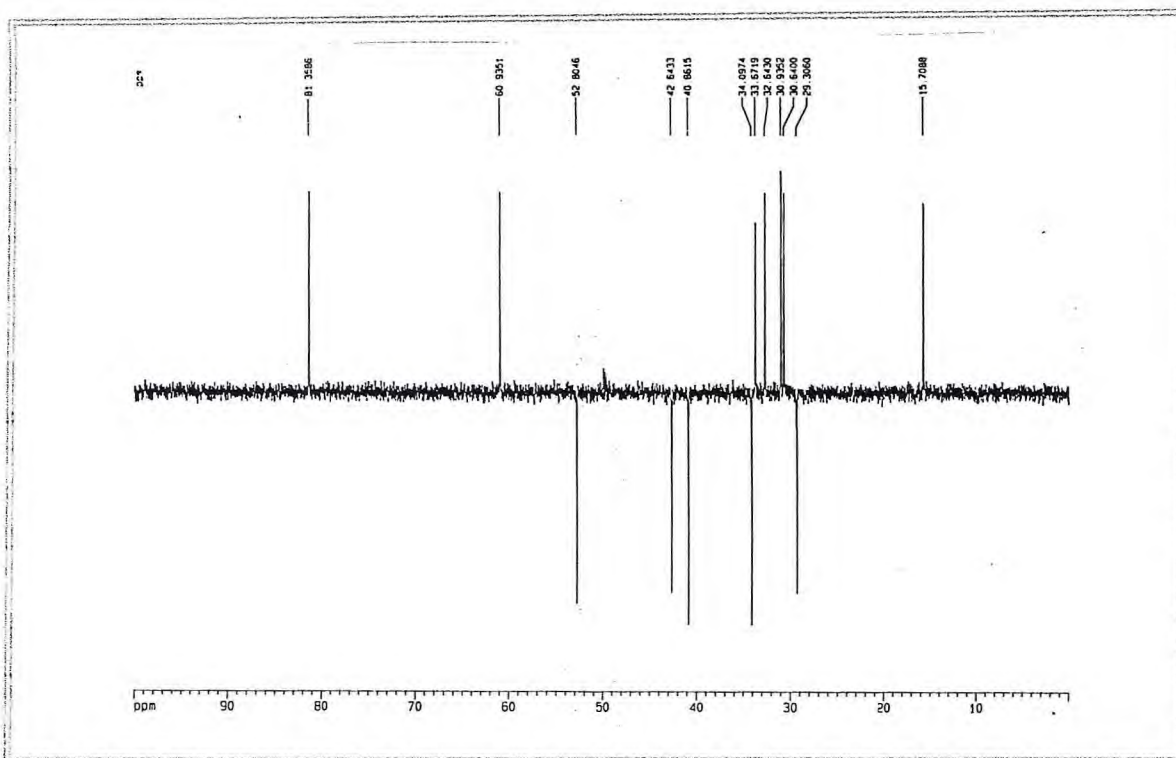


Figura 95 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD) de FJ-7 (244)

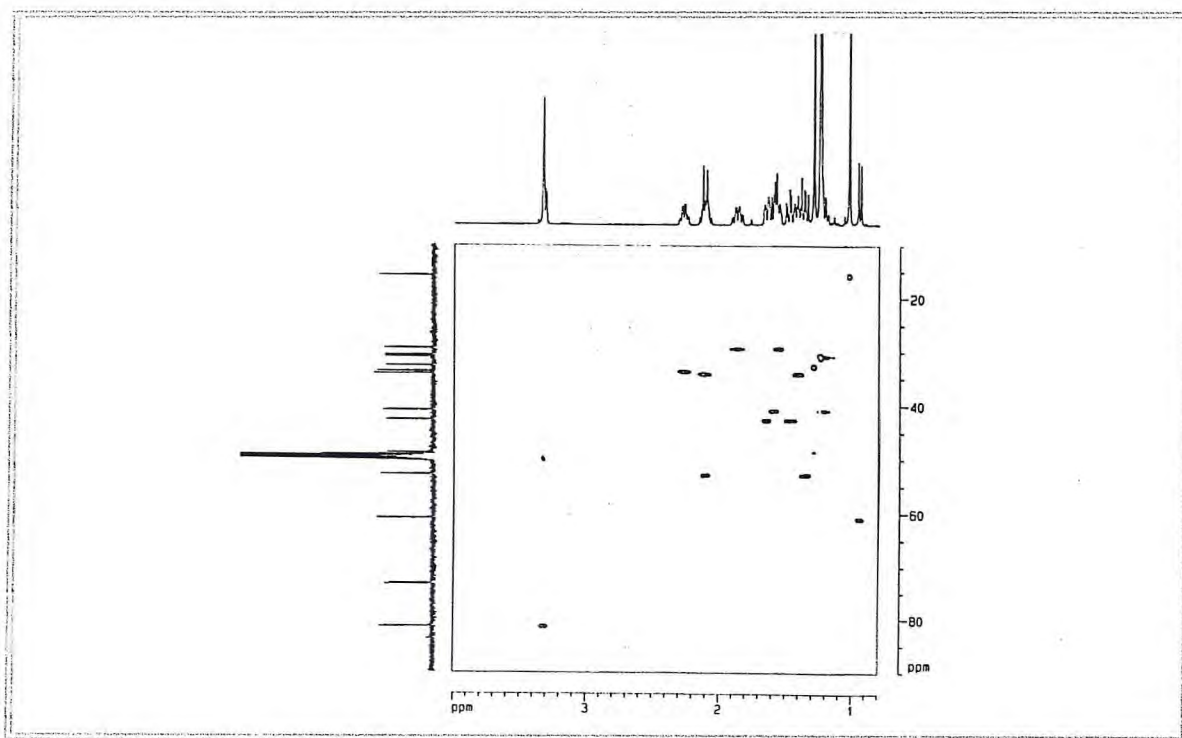


Figura 97 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-7 (244)

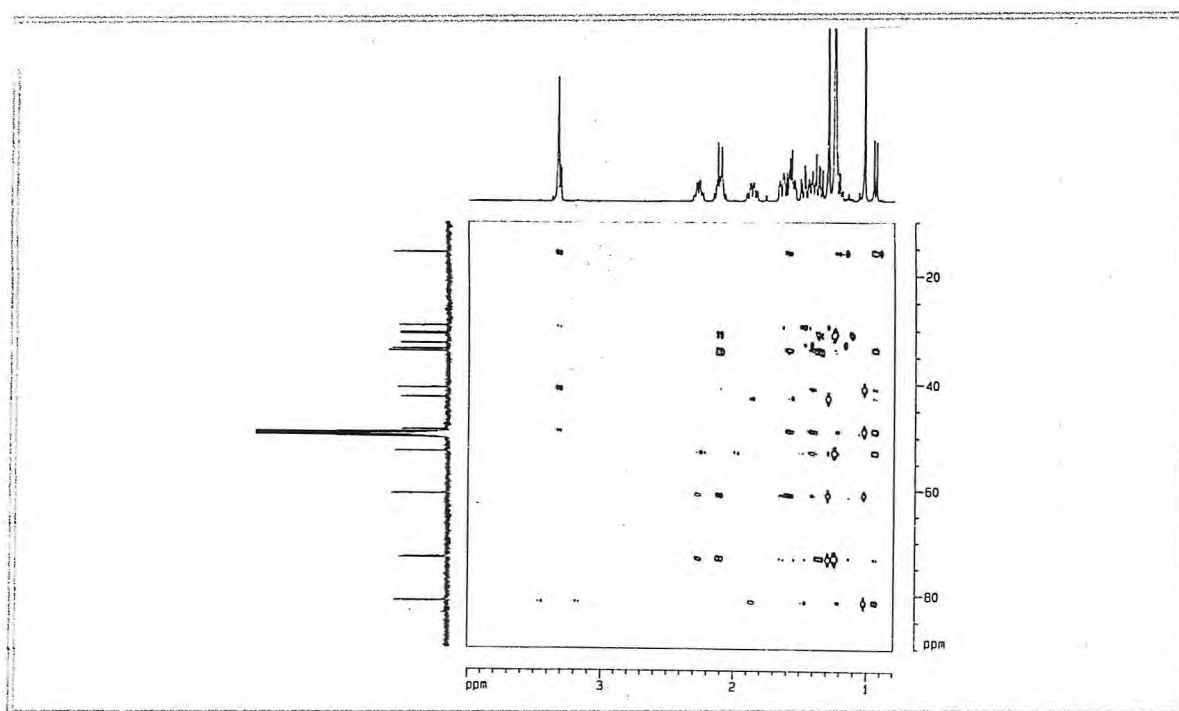


Figura 98 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-7 (244)

4.1.8. Determinação Estrutural de FJ-8

A partir do fracionamento cromatográfico da fração clorofórmio/acetato de etila (1:1) do cerne da madeira (FJecC/Ac), foi obtido por eluição com hexano/acetato de etila 40%, a fração F- 21/40, a qual foi submetida a cromatografia para fornecer a substância denominada FJ-8 (Item 5.5.1.4, p. 256).

O composto FJ-8, foi isolado como um sólido amorfo amarelo, e com p.f. 233,8-236,9 °C.

O espectro de absorção na região do infravermelho (IV) (Figura 100, p. 154) de FJ-8, apresentou uma banda larga centrada em ν_{\max} 3400 cm^{-1} relacionada ao estiramento de um ou mais grupos hidroxila (O-H), uma absorção em ν_{\max} 1620 cm^{-1} referente a carbonila conjugada (C=O) e provavelmente envolvida em ponte de hidrogênio intramolecular, uma absorção em ν_{\max} 1490 cm^{-1} característica de sistema aromático (C=C), além de absorções na faixa de ν_{\max} 1220 e 1020 cm^{-1} características de estiramento (C-O).

A fórmula molecular $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{O}_6$ foi estabelecida conforme pode ser visto na Tabela 20, p. 152, a partir dos dados espectrais de RMN ^{13}C -BB (Figura 101, p. 155) e DEPT 135° (Figura 102, p. 156), e confirmada através do seu espectro de massa obtido à 70 eV (Figura 103, p. 154), o qual revelou o pico do íon molecular em m/z 318 ($[\text{M}]^+$). Adicionalmente a este também estavam presentes picos importantes em m/z 272 ($[\text{M}-\text{HCOOH}]^+$) e m/z 257 ($[\text{272}-\text{CH}_3]^+$).

Baseado na interpretação de seus espectros de RMN ^{13}C -BB, DEPT 135° e incluído o experimento HMQC (Figura 104, p. 157), o composto em discussão possui sete carbonos não hidrogenados [δ_{C} 136,2 (C-1), 154,6 (C-2), 158,8 (C-4), 108,1 (C-4a), 39,9 (C-8a), 124,1 (C-9a) e 204,6 (C-10)], seis carbonos metínicos [δ_{C} 99,6 (C-3), 39,1 (C-5), 74,7 (C-8), 67,9 (C-9), 49,1 (C-10a) e 95,8 (C-11)], dois carbonos metilênicos [δ_{C} 20,7 (C-6) e 22,4 (C-7)] e dois carbonos metílicos [δ_{C} 18,2 (C-12) e 56,8 (C-13)]. Todos os assinalamentos de hidrogênio e carbono foram corretamente atribuídos com a ajuda do experimento HMQC, conforme pode ser observado na Tabela 21, p. 153

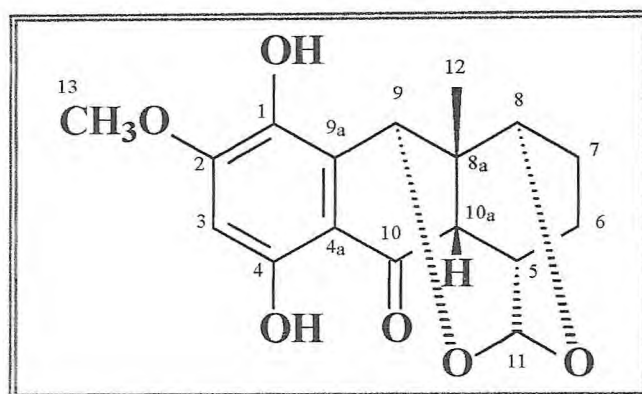
A análise do espectro de RMN ^1H (Figura 105, p. 155) revelou sinais correspondentes a dois grupos hidroxílicos, absorvendo em δ_{H} 5,98 (s, HO-1) e 11,96

(s, HO-4), este último apresentando significativa desproteção, devido a ponte de hidrogênio intramolecular, envolvendo o grupo carbonílico em δ_C 204,6 ppm. Examinando ainda os valores das absorções no espectro de RMN 1H , e levando em consideração a integração e a multiplicidade dos sinais, pode-se verificar que os sinais em δ_H 3,88 (s, O-CH₃) e 6,42 (s, H-3), sendo este último o único hidrogênio aromático evidenciado no espectro, pertencem a um anel benzênico com padrão de substituição análogo ao sistema 2-metoxi-*p*-quinona, estrutura parcial muito comum em espécies do gênero *Cordia* (Torssel, 1983).

FJ-8 mostrou em seu experimento de RMN bidimensional HMBC (Figura 106, p. 157), correlação a longa distância entre o hidrogênio em δ_H 2,26 (H-10a) com os sinais dos carbonos em δ_C 39,1 (CH-5, $^2J_{CH}$), 67,9 (CH-9, $^3J_{CH}$), 95,8 (CH-11, $^3J_{CH}$) e 204,6 (C-10, $^2J_{CH}$); o hidrogênio em δ_H 5,47 (H-9) com os sinais dos carbonos em δ_C 95,8 (CH-11, $^2J_{CH}$), 108,1 (C-4a, $^3J_{CH}$) e 124,1 (C-9a, $^2J_{CH}$) e os hidrogênios do grupo metoxila em δ_H 3,88 (3H-13) com o sinal do carbono em δ_C 154,6 (C-2, $^3J_{CH}$). Ainda com base neste experimento observou-se que o carbono que absorve em δ_C 67,9 (C-9, $^3J_{CH}$) interage com os hidrogênios em δ_H 0,87 (3H-12).

O experimento de RMN bidimensional COSY (Figura 107, p. 156) de FJ-9, mostrou os respectivos acoplamentos de H-5 (δ_H 2,58) com H-11 (δ_H 5,06) e de H-8 (δ_H 3,97) com 2H-7 (δ_H 2,02-1,67). Verificou-se ainda a interação do hidrogênio H-10a em δ_H 2,26 (d, $J = 1,7$ Hz) com o hidrogênio H-9 que absorve em δ_H 5,47 (d, $J = 1,7$ Hz), tal acoplamento entre H-10a e H-9 resulta de interação em "W", que está de acordo com o valor apresentado pela constante de acoplamento ($J = 1,7$ Hz) observado nos sinais de ambos os hidrogênios.

Desta forma, determinou-se a estrutura de FJ-8, como *rel*-8 α ,11 α -9 α ,11 α -diepoxi-1,4-diidroxil-2-metoxi-8 β -metil-5,6,8,8a,9,10,10a-octahidro-10-antraceno-9,10-diona, uma substância pertencente a classe das hidroquinonas e que foi anteriormente isolada a partir de *Auxemma oncocalyx*, sendo portanto inédita para o gênero *Cordia*.



FJ-8 (245), *rel*-8 α ,11 α -9 α ,11 α -diepoxi-1,4-diidroxi-2-metoxi-8 β -metil-5,6,8,8 α ,9,10,10 α -octahidro-10-antracenoa

Tabela 20 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135 $^\circ$ (125 MHz, CD_3Cl), para dedução da fórmula molecular de FJ-8.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
204,6	39,1	20,7	18,2	
158,8	49,1	22,4	56,8	
154,6	67,9			
136,2	74,7			
124,1	95,8			
108,1	99,6			
39,9				
$\text{C}_7\text{O}_3^{\text{a}}$	$\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2^{\text{b}}$	C_2H_4	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}^{\text{c}}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{O}_6 + 2\text{H}^{\text{d}} = \text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{O}_6$

^a Oxigênios pertencentes a um grupo carbonila (C=O) e dois grupos hidroxila (C-OH).

^b Oxigênios pertencente ao grupo epóxido (-OCHO-).

^c Oxigênio pertencente ao grupo metoxila (-OCH₃).

^d Hidrogênio pertencente ao grupo hidroxila (O-H).

Tabela 21 - Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3Cl , 500 e 125 MHz) de FJ-8 (245).

C	^1H , ^{13}C -HMQC		^1H , ^{13}C -HMBC		^1H , ^1H -COSY
	δ_{C}	δ_{H}	$^2J_{\text{CH}}$	$^3J_{\text{CH}}$	
1	136,2	-	HO-1	H-3	-
2	154,6	-	H-3	3H-13	-
3	99,6	6,42 (s)	-	HO-4	-
4	158,8	-	H-3	-	-
4a	108,1	-	-	H-3, H-9	-
5	39,1	2,58 (t, $J = 3,7$)	H-10a	-	H-11
6	20,7	2,02-1,67 (m)	-	-	-
7	22,4	2,02-1,67 (m)	-	-	H-8
8	74,7	3,97 (d, $J = 5,0$)	-	-	2H-7
8a	39,9	-	3H-12	-	-
9	67,9	5,47 (d, $J = 1,7$)	-	H-10a, 3H-12	H-10a
9a	124,1	-	H-9	HO-1	-
10	204,6	-	H-10a	-	-
10a	49,1	2,26 (d, $J = 1,7$)	-	3H-12	H-9
11	95,8	5,06 (d, $J = 4,8$)	-	H-10a, H-9	H-5
12	18,2	0,87 (s)	-	H-9	-
13	56,8	3,88 (s)	-	-	-
HO-1	-	5,98 (s)	-	-	-
HO-4	-	11,96 (s)	-	-	-

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

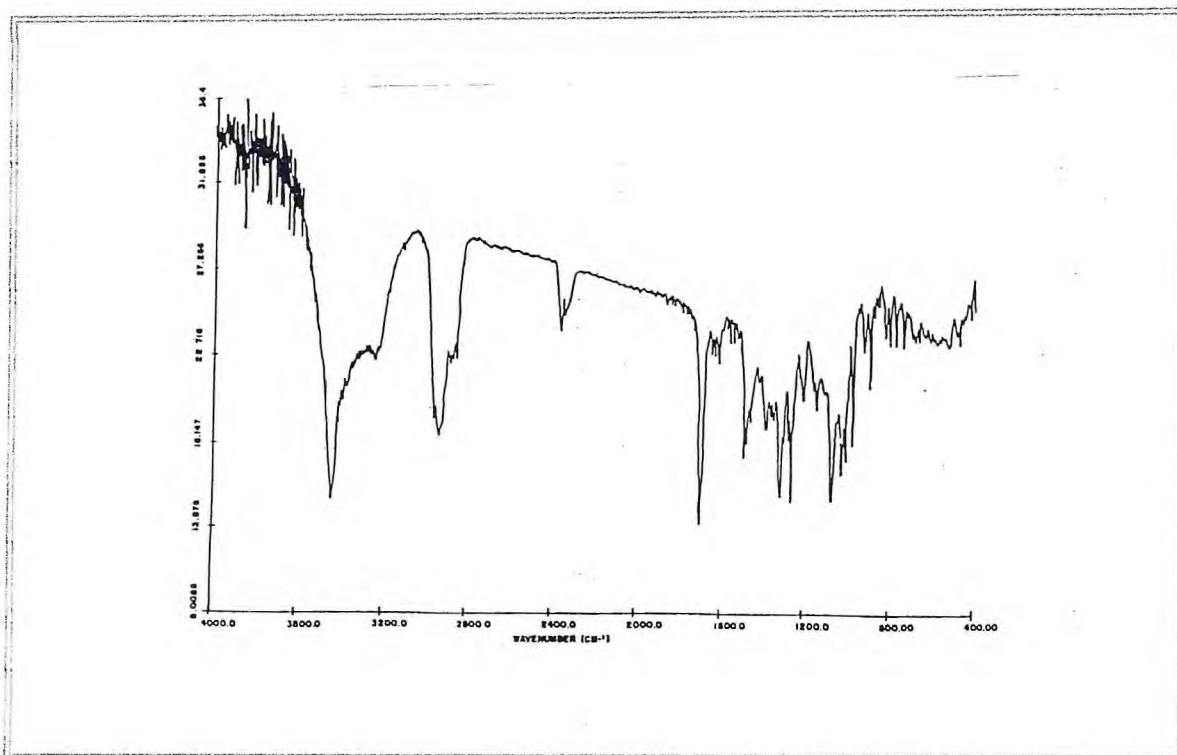


Figura 100 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-8 (245)

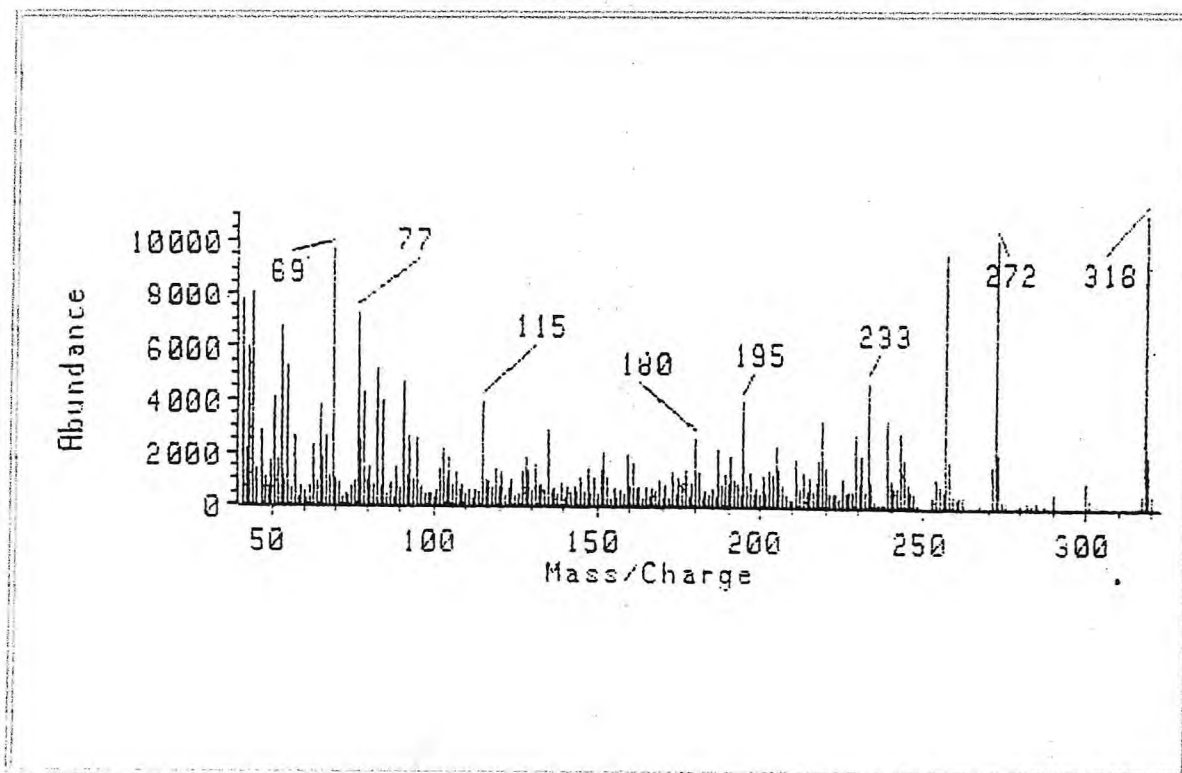


Figura 103 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-8 (245)

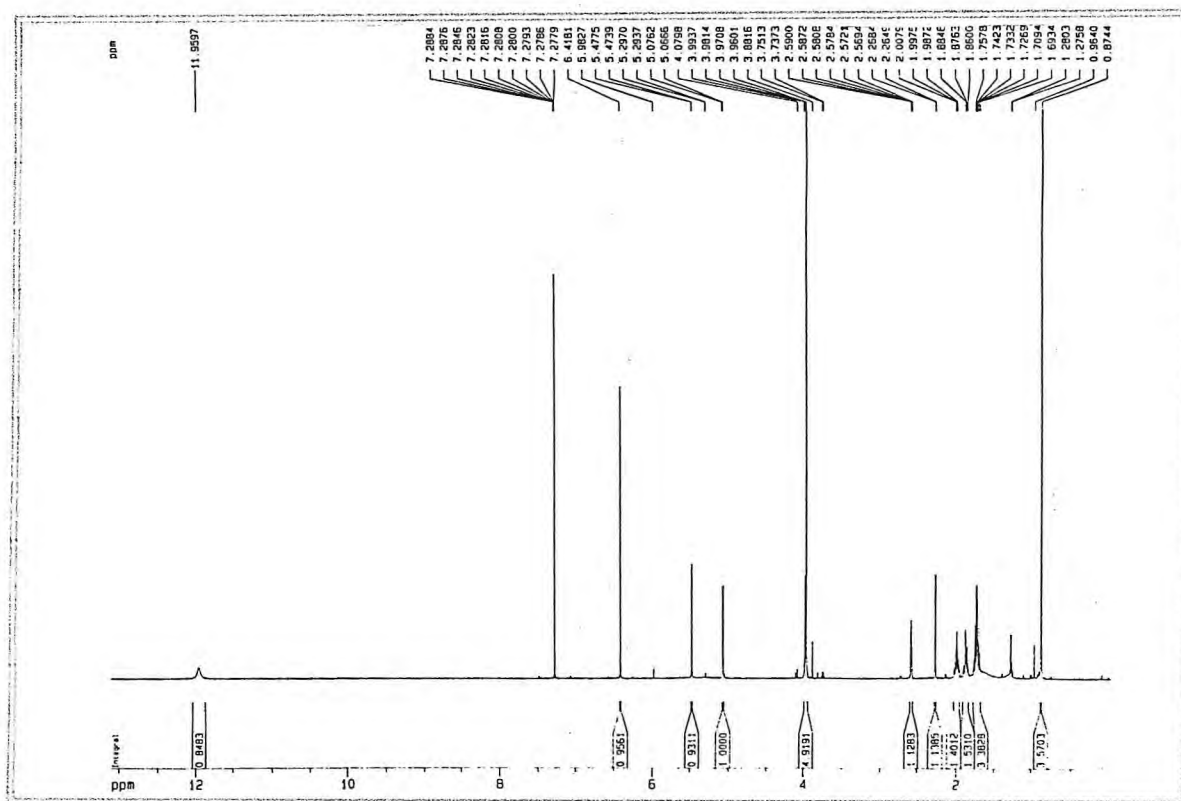


Figura 105 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245)

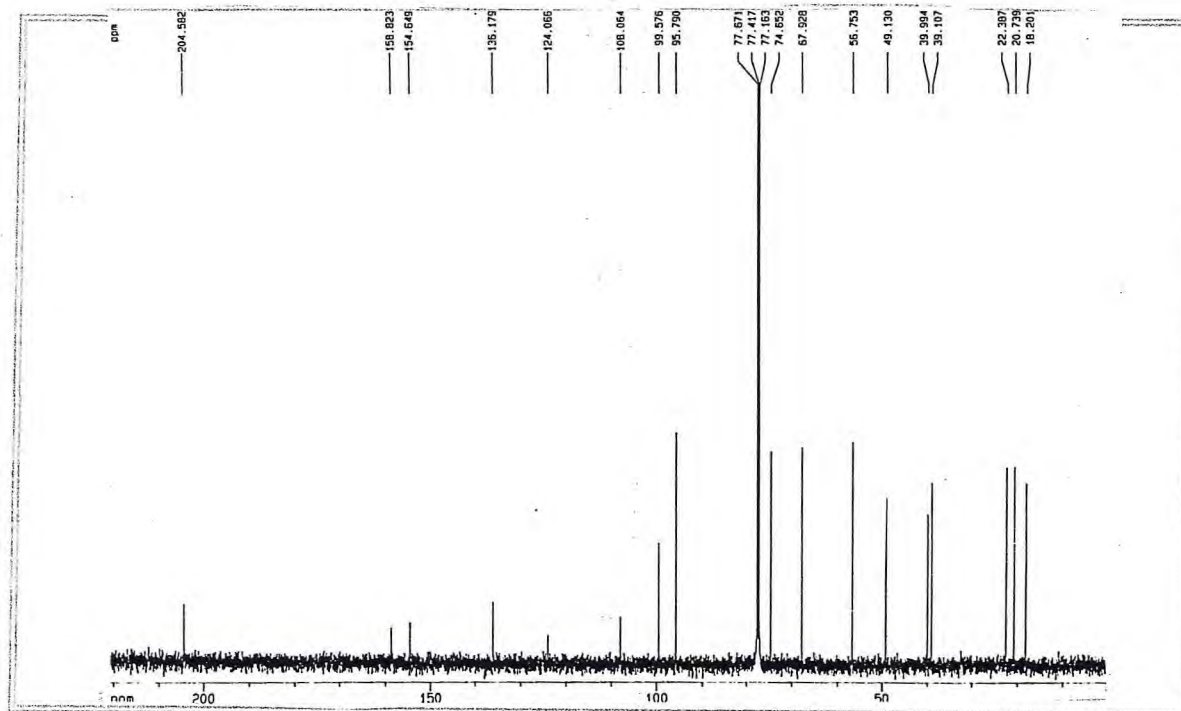


Figura 101 - Espectro de RMN ^{13}C - BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245)

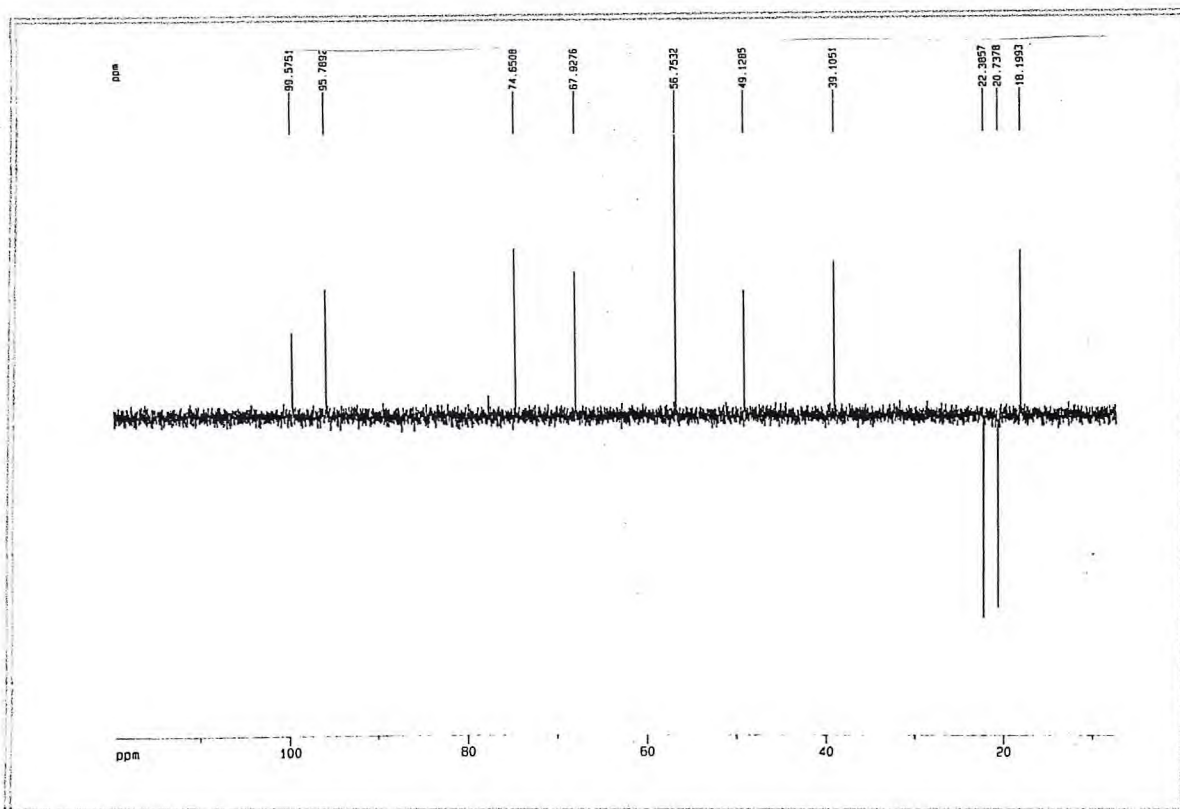


Figura 102 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245)

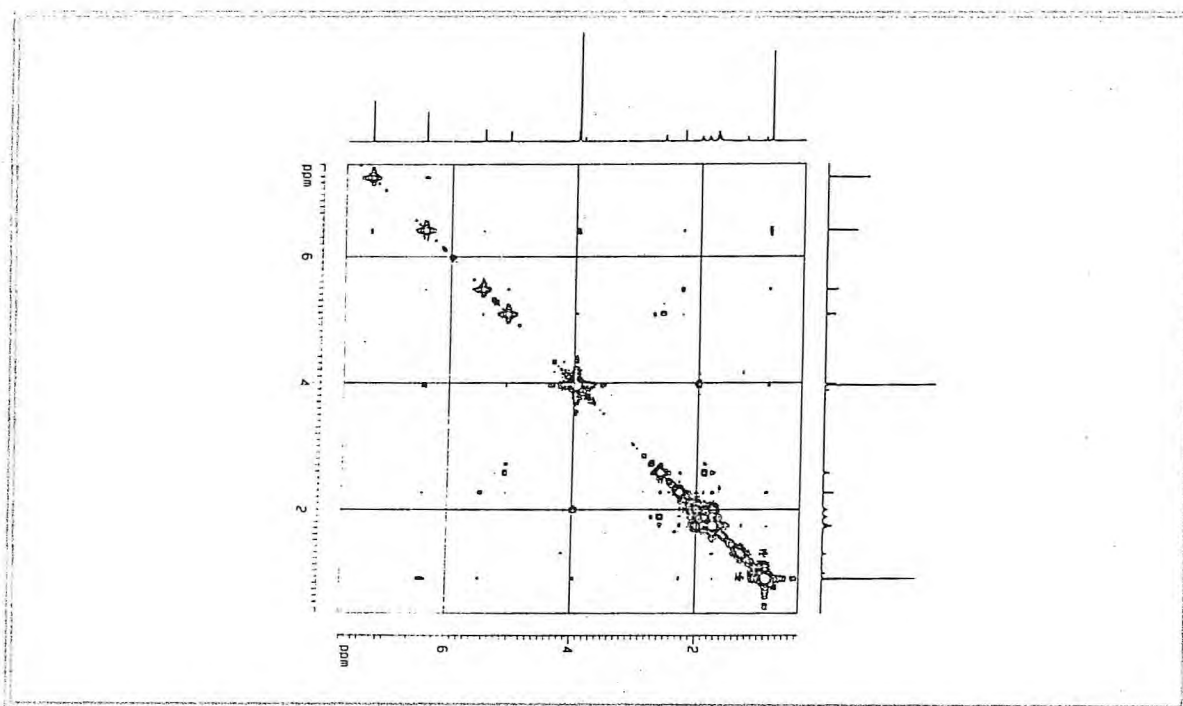


Figura 107 - Espectro bidimensional de correlação homonuclear de hidrogênio e hidrogênio (^1H , ^1H) – COSY (500 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245)

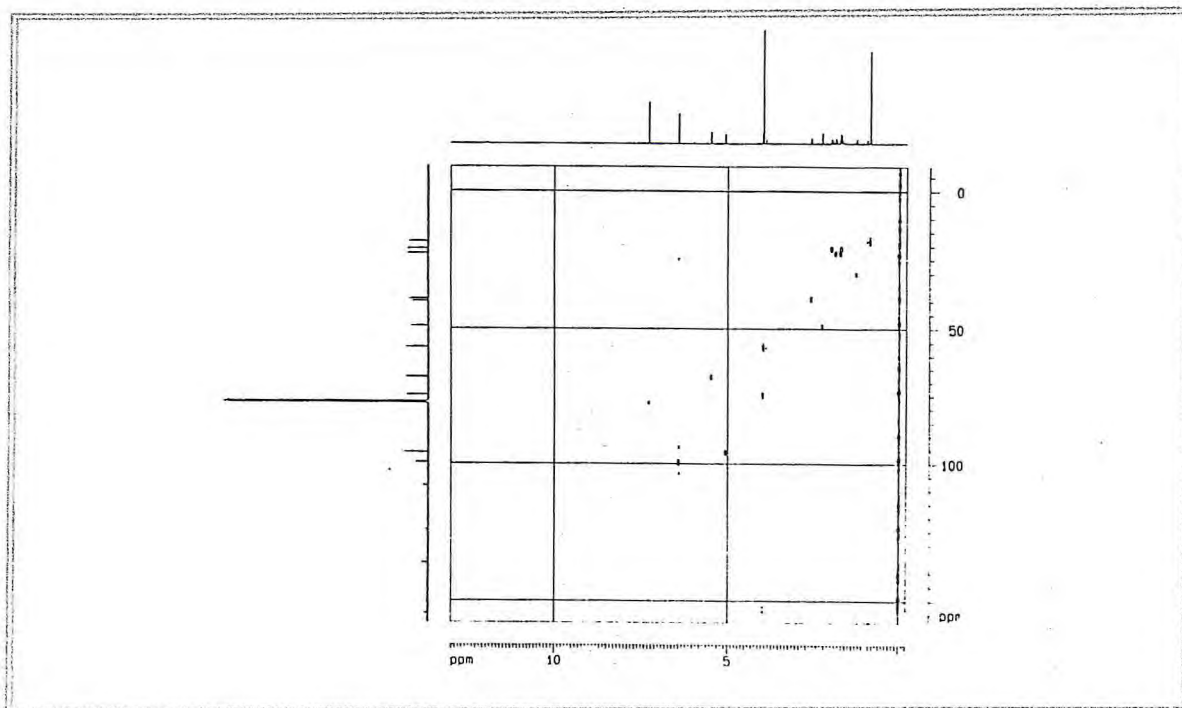


Figura 104 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245)

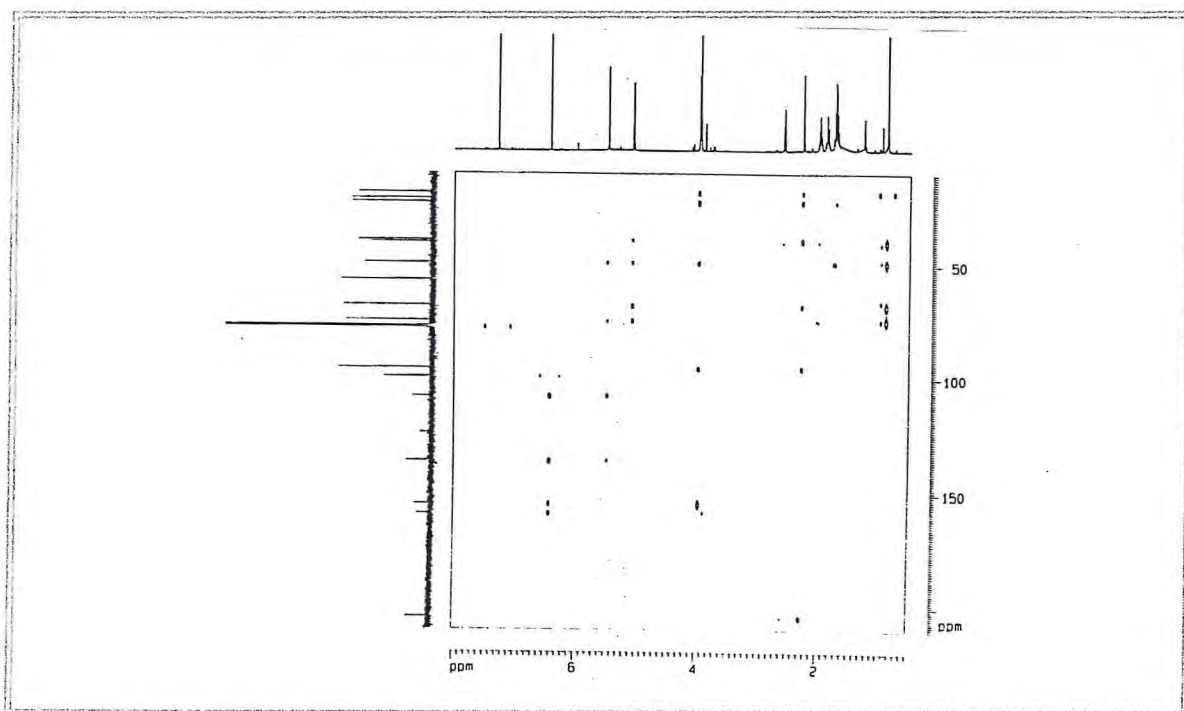


Figura 106 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) (500, 125 MHz, CDCl_3) de FJ-8 (245)

4.1.9. Determinação Estrutural de FJ-9

A partir do tratamento cromatográfico da fração clorofórmio/acetato de etila 50% do cerne da madeira (FJecC/Ac), obteve-se por eluição com hexano/acetato de etila 40%, a fração F- 61/100, a qual foi recristalizada com acetona, fornecendo a substância FJ-9 (Item 5.5.1.4, p. 256).

FJ-9 é um sólido amorfo, de cor vinho escura, com p.f. 208,4 - 209,8°C e $[\alpha]_D^{25} = +985,71^\circ$ (c 0,5, DMSO).

O espectro de absorção na região do I.V. (Figura 108, p. 162) apresentou absorções características de grupo hidroxila (O-H) em ν_{\max} 3447 - 3346 cm^{-1} , carbonila conjugada (C=O) em ν_{\max} 1650 cm^{-1} ; dupla ligação carbono-carbono (C=C) em ν_{\max} 1601 cm^{-1} e 848 cm^{-1} e carbono-oxigênio (C-O) em ν_{\max} 1235 - 1032 cm^{-1} .

O espectro de RMN ^{13}C -BB (Figura 109, p. 163) apresentou dezessete linhas espectrais, sendo dez sinais correspondentes a carbonos insaturados, incluindo dois grupos carbonila, e sete correspondentes a carbonos saturados, dos quais três são oxigenados. A comparação dos sinais espectrais observados nos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (Figura 110, p. 164), revelou a presença de oito carbonos não hidrogenados, quatro metínicos, três metilênicos e dois metílicos, ver Tabela 22, p. 160. Baseado nestes dados e no valor do deslocamento químico chegou-se a fórmula molecular $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{O}_5$.

O espectro de massa (Figura 111, p. 162), obtido por impacto eletrônico a 70 eV, corroborou aquela fórmula molecular, quando revelou o pico correspondente ao íon molecular ($[\text{M}]^+$) em m/z 302. Os picos adicionais em m/z 284 ($[\text{M}-\text{H}_2\text{O}]^+$), m/z 256 ($[\text{284}-\text{CO}]^+$) e m/z 241 ($[\text{256}-\text{CH}_3]^+$), sugerem a presença de grupos hidroxila, carbonila e metila.

Com base na teoria do deslocamento químico, pode-se atribuir os sinais em δ_{C} 185,5 (C-4) e 180,7 (C-1) a carbonos carbonílicos de cetonas conjugadas, especialmente de 1,4-benzo- ou naftoquinonas (Moir e Thomson, 1973), bem como reconhecer o carácter oxigenado dos sinais em δ_{C} 159,3; 69,6; 61,1 e 56,2, como mencionado acima.

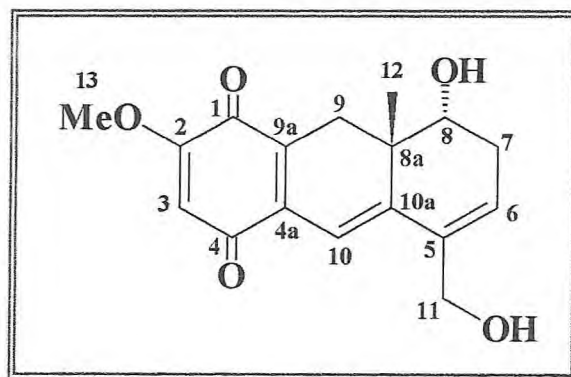
Por comparação com os dados de RMN ^{13}C já registrados na literatura (Pessoa, 1994), os sinais em δ_{C} [185,5 (C-4), 180,7 (C-1), 159,3 (C-2), 134,1 (C-4a), 132,6 (C-9a), 106,0 (C-3) e 56,2 ($\text{CH}_3\text{O}-2$)] foram correlacionados com um sistema 2-metoxi-*p*-quinona.

No espectro de RMN ^1H (Figura 112, p. 163), observa-se os sinais simples correspondentes aos hidrogênios do grupo metoxila em δ_{H} 3,74 (s) e ao hidrogênio olefínico H-3 em δ_{H} 5,97, corroborando esta unidade estrutural.

Nos espectros de RMN ^1H e ^{13}C foram observados entre outros, sinais que justificam a presença adicional de duas dupla ligações formando um sistema conjugado com uma das carbonilas: δ_{H} 6,45 (s, H-10) e 6,01 (d, $J = 4,88$ Hz, H-6); δ_{C} 111,5 (C-10), 146,2 (C-10a), 135,0 (C-5) e 120,0 (C-6).

De acordo com os dados espectroscópicos (Tabela 23, p. 161) e por comparação destes com aqueles descritos na literatura para oncocalixona A (Pessoa, 1994), chegou-se a conclusão da identidade estrutural destes compostos.

Assim, FJ-9 trata-se da substância denominada oncocalixona A, de nome químico *rel-8R*-hidroxi-5-hidroxi metil-2-metoxi-8 $\alpha\beta$ -metil-7,8,8a,9-tetraidro-1,4-antracenediona, uma benzoquinona terpenóidica isolada anteriormente das espécies *Auxemma oncocalyx* e *A. glazioviana*, mais isolada pela primeira vez a partir de uma espécie de *Cordia*.



FJ-9 (246), oncocalixona A

Tabela 22 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, DMSO), para dedução da fórmula molecular de FJ-9.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
185,5	128,0	61,1	56,2	
180,7	111,5	31,5	20,8	
159,3	106,0	28,7		
146,2	69,6			
135,0				
134,1				
132,6				
40,0				
$\text{C}_8\text{O}_2^{\text{a}}$	$\text{C}_4\text{H}_4\text{O}^{\text{b}}$	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}^{\text{c}}$	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}^{\text{d}}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{O}_5 + 2\text{H}^{\text{e}} = \text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{O}_5$

^a Oxigênios pertencentes aos grupos carbonila (C=O).

^b Oxigênio pertencente a um grupo hidroxila (CH-OH).

^c Oxigênio pertencente a um grupo hidroxila (CH₂-OH).

^d Oxigênio pertencente a um grupo éter (C-O-CH₃).

^e Hidrogênios pertencentes aos grupos hidroxila (OH).

Tabela 23 - Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (DMSO, 500 e 125 MHz) de FJ-9 (246).

C	Oncocalyxona A	FJ-9	
		δ_{C}	δ_{H}
1	180,9	180,7	-
2	159,5	159,3	-
3	106,0	106,0	5,97 (s)
4	185,8	185,5	-
4a	134,2	134,1	-
5	135,1	135,0	-
6	128,1	120,0	6,01 (d, $J = 4,88$)
7	31,6	31,5	2,36 (dd, $J = 19,12$ e $4,88$, H-7 p/ax) 2,55 (d, $J = 19,12$, H-7 p/eq)
8	69,7	69,6	3,53 (s)
8a	38,9	40,0	-
9	28,8	28,7	2,32 (d, $J = 18,31$, H-9 p/eq) 2,88 (d, $J = 18,31$, H-9 p/ax)
9a	132,7	132,6	-
10	111,5	111,5	6,45 (s)
10a	146,4	146,2	-
11	61,3	61,1	-
12	20,9	20,8	4,13 (d) 4,14(d)
13	56,4	56,2	0,70 (s)
HO-8	-	-	3,74 (s)
HO-11	-	-	4,88 (d, $J = 4,49$)

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

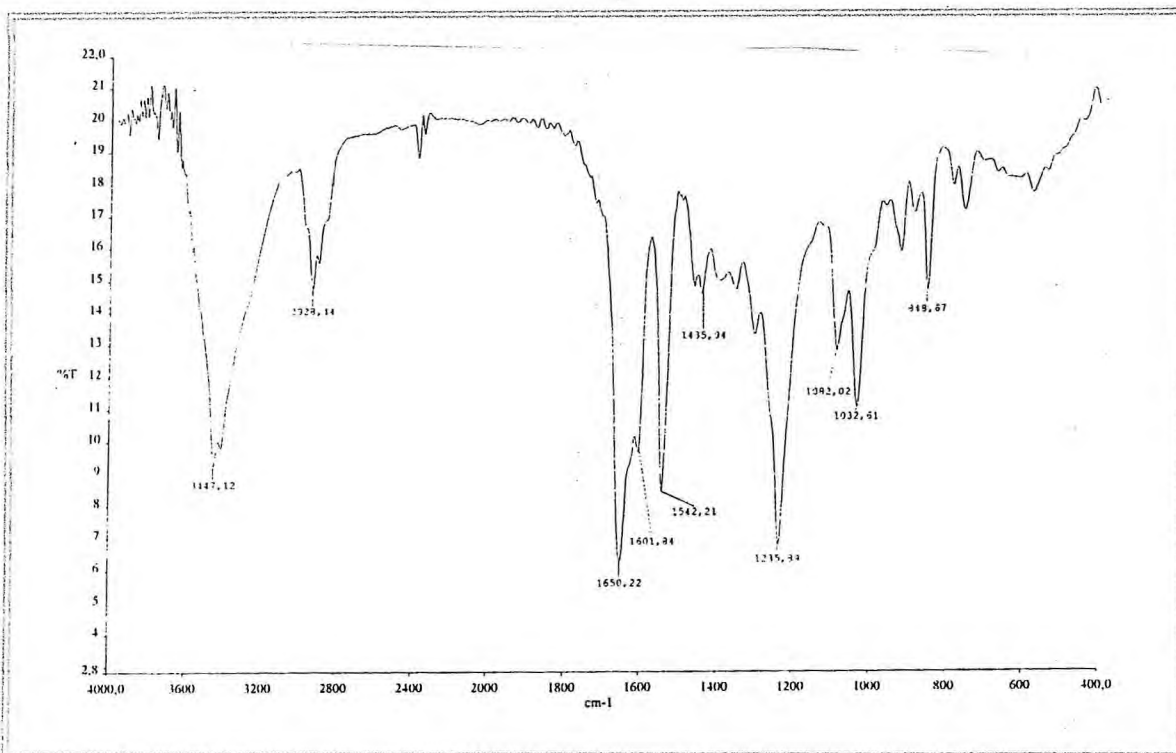


Figura 108 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-9 (246)

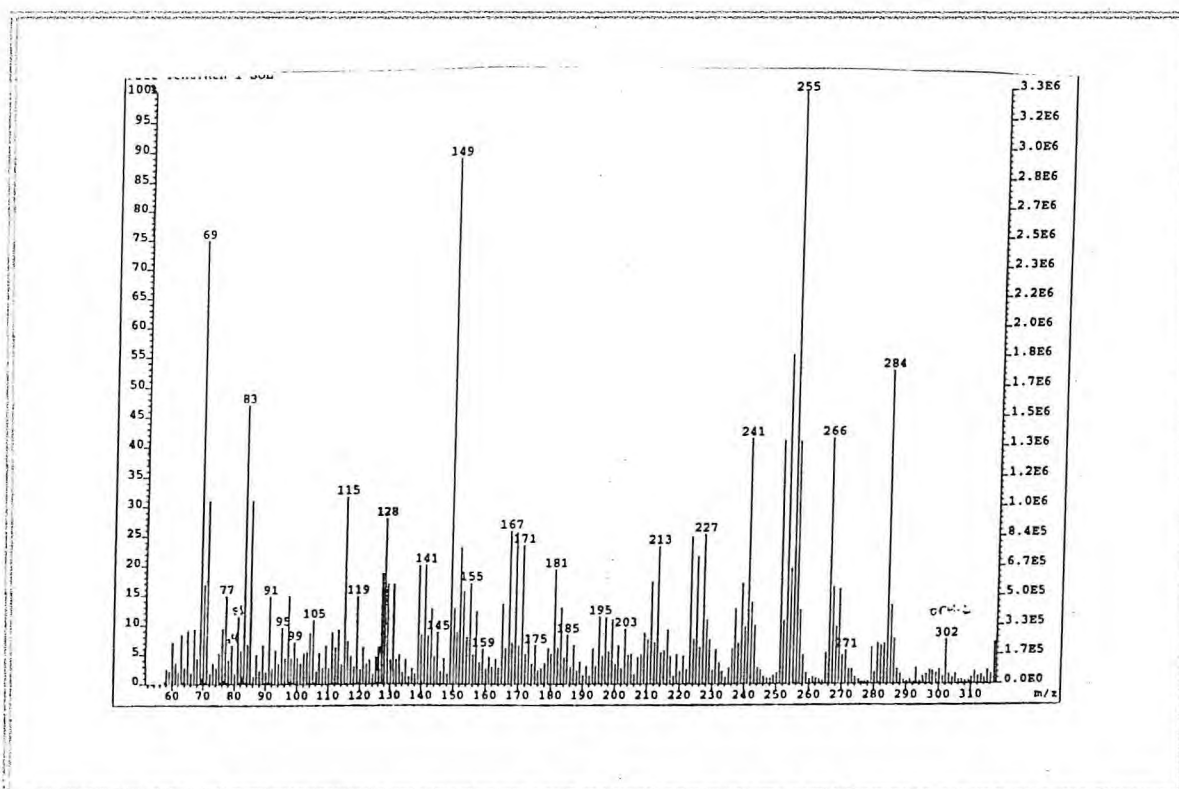


Figura 111 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-9 (246)

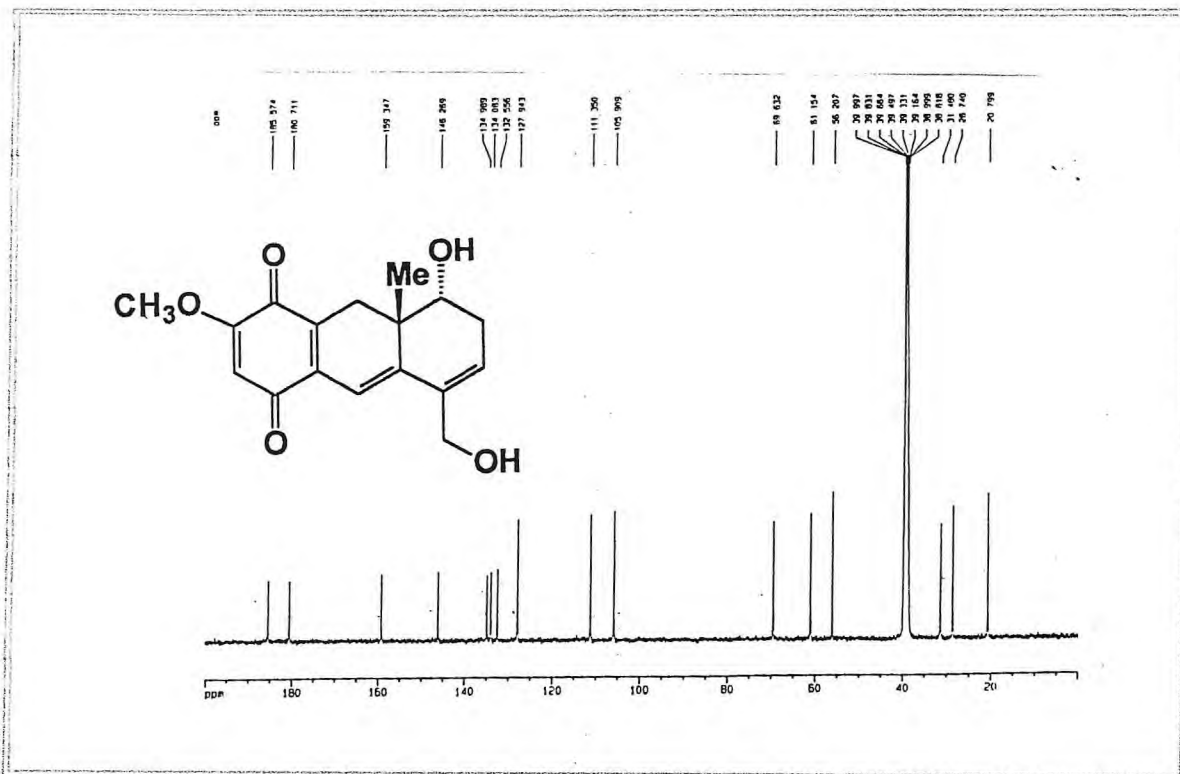


Figura 112 - Espectro de RMN ¹H (500 MHz, DMSO) de FJ-9 (246)

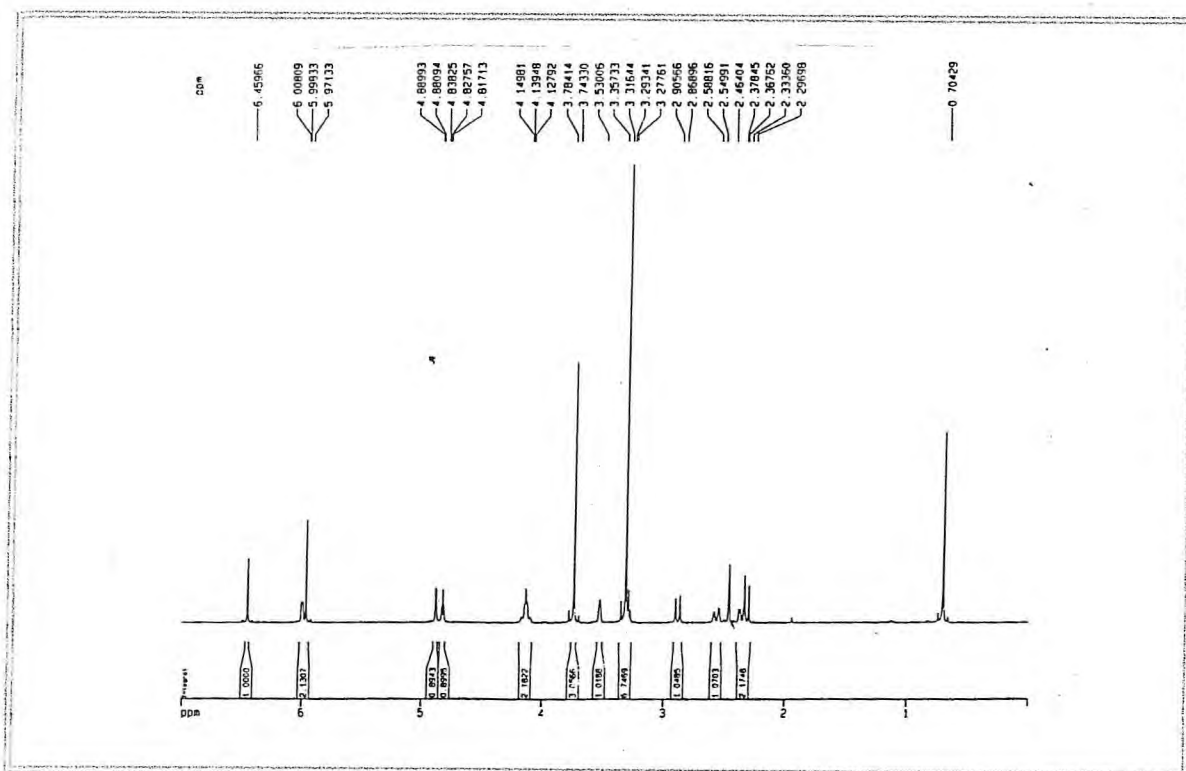


Figura 109 - Espectro de RMN ¹³C – BB (125 MHz, DMSO) de FJ-9 (246)

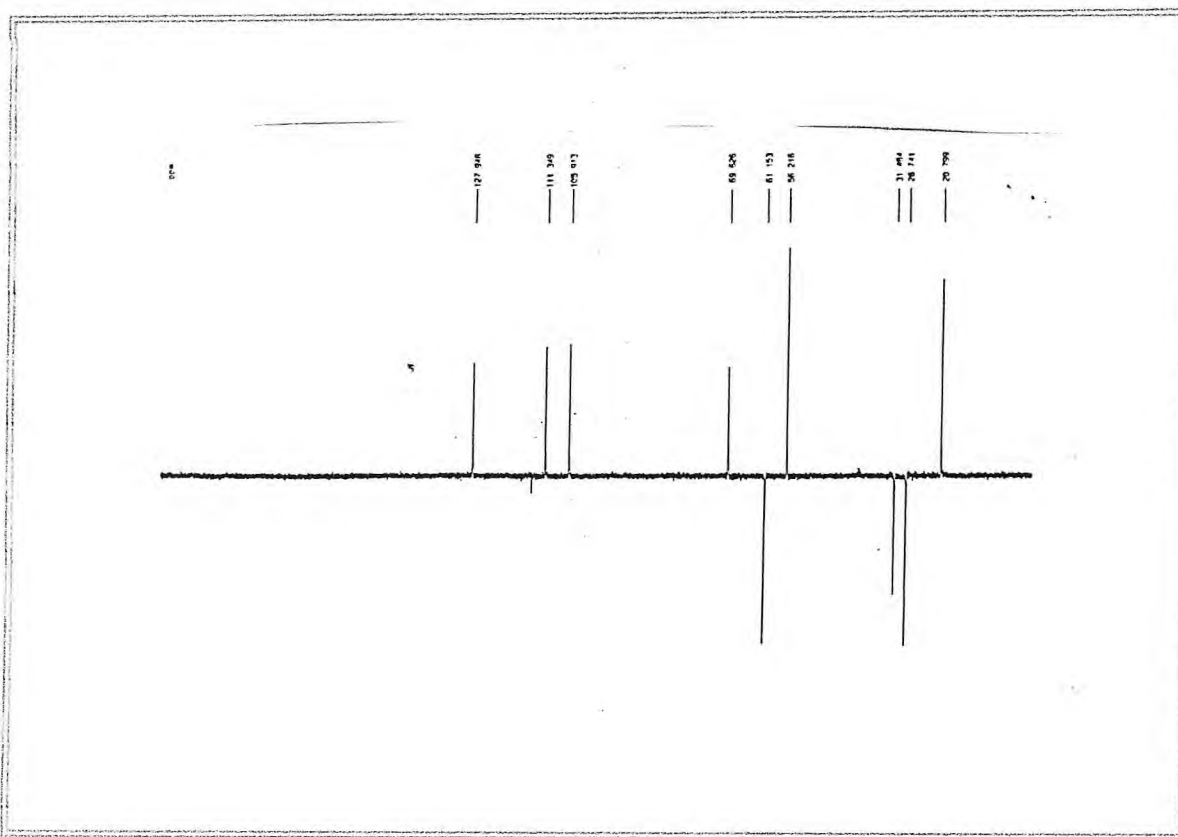


Figura 110 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, DMSO) de FJ-9 (246)

4.1.10. Determinação Estrutural de FJ-10

Tratamento cromatográfico da fração acetato de etila do cerne da madeira (FJecAc), resultou por eluição com hexano/acetato de etila 80%, a fração F-36/57, a qual foi submetida a recristalização com acetato de etila, para fornecer a substância FJ-10 (Item 5.5.1.5, p. 258).

FJ-10 apresentou-se como um sólido amorfo de cor branca, com p.f. 293-296 °C e $[\alpha]_D^{25} = -98,4^\circ$ (c 0,05, DMSO).

No espectro de absorção na região do I.V. (Figura 113, p. 169), observou-se uma banda larga em ν_{\max} 3436 cm^{-1} , característica de estiramento de grupo hidroxila (O-H); absorção em ν_{\max} 1698 cm^{-1} de carbonila conjugada (C=O); absorções em ν_{\max} 1618, 1483 e 1312 cm^{-1} de duplas ligações carbono-carbono (C=C), além de absorção em ν_{\max} 1207 cm^{-1} de ligação carbono-oxigênio (C-O).

O espectro de RMN ^{13}C -BB (Figura 114, p. 170) apresentou dezesseis linhas espectrais, sendo sete sinais correspondentes a carbonos insaturados e nove correspondentes a carbonos saturados. A subtração dos sinais espectrais observados nos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (Figura 115, p. 170), revelou a presença de sete carbonos não hidrogenados em δ_C 149,5 (C-1), 147,6 (C-4), 124,7 (C-4a), 78,4 (C-5), 214,7 (C-8), 41,1 (C-8a) e 122,9 (C-9a), quatro carbonos metínicos em δ_C 114,9 (C-2), 112,7 (C-3), 72,8 (C-10) e 52,6 (C-10a), quatro carbonos metilênicos em δ_C 81,8 (C-11), 35,3 (C-6), 32,6 (C-7) e 32,2 (C-9) e apenas um grupo metila em δ_C 19,1 (C-12), ver Tabela 24, p. 167. Baseado nestes dados e no valor do deslocamento químico dos átomos de carbono chegou-se a fórmula molecular $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_5$ para FJ-10.

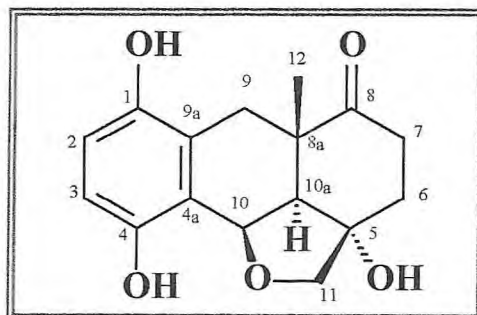
O espectro de RMN ^1H (Figura 116, p. 169) de FJ-10 revelou a existência de três sinais indicativos da presença de grupos hidroxila em δ_H 5,25 (s, HO-5), 8,46 (s, HO-4) e 8,62 (s, HO-1). Neste experimento foram evidenciados sinais correspondentes a hidrogênios aromáticos *orto* posicionados em δ_H 6,59 (d, $J = 8,1$ Hz, H-2) e 6,49 (d, $J = 8,1$ Hz, H-3), justificando assim um anel aromático tetrassubstituído.

No espectro de RMN ^1H , foram observados sinais correspondentes a dois hidrogênios metínicos vicinais, um deles ligado a carbono oxigenado em δ_{H} 5,05 (d, $J = 3,3$ Hz, H-10) e o outro em δ_{H} 2,14 (d, $J = 3,3$ Hz, H-10a), quatro grupos metilênicos, dois dos quais isolados, sendo um ligado a oxigênio em δ_{H} 3,87 (s, 2H-11) e outro adjacente a anel aromático em δ_{H} 2,06 (d, $J = 16,6$ Hz, H-9) e 2,97 (d, $J = 16,6$ Hz, H-9). Além destes, foi observado um sinal referente a um grupo metila angular em δ_{H} 0,95 (s, 3H-12).

Como foi anteriormente visto, os constituintes característicos do gênero *Cordia* são em grande parte quinonas e hidroquinonas terpenoídicas, ficando evidente com o isolamento de FJ-8, FJ-9 (oncocalyxona A) e agora FJ-10. Entretanto a ausência do grupo metoxila em C-2 na estrutura da substância em discussão diferencia este composto das demais substâncias isoladas de *C. trichotoma*.

De acordo com os dados espectroscópicos (Tabela 25, p. 168) e por comparação com aqueles descritos na literatura para a hidroquinona denominada glaziovianol (Costa et al., 1999), chegou-se a conclusão da identidade estrutural destes compostos.

Este composto foi inicialmente isolado a partir do cerne do caule de *Auxemma glazioviana* e recebeu o nome químico de 1,4-diidroxi-5,10-epoxi-8a-metil-5,6,7,8,8a,9,10a-octaidro-8-antraceno, este apesar de não ser inédito na literatura, está sendo registrado pela primeira vez no gênero *Cordia*.



FJ-10 (247), glaziovianol

Tabela 24 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, DMSO), para dedução da fórmula molecular de FJ-10.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
214,7	114,9	81,8	19,1	
149,5	112,7	35,3		
147,6	72,8	32,6		
124,7	52,6	32,2		
122,9				
78,4				
41,1				
C ₇ O ₄ ^a	C ₄ H ₄ O ^b	C ₄ H ₈	CH ₃	C ₁₆ H ₁₅ O ₅ + 3H ^c = C ₁₆ H ₁₈ O ₅

^a Oxigênios pertencentes aos grupos carbonila (C=O) e a três grupos hidroxila (C-OH).

^b Oxigênio pertencente a um grupo éter (CH-O-CH₃).

^c Hidrogênios pertencentes aos grupos hidroxila (OH).

Tabela 25 - Dados comparativos de RMN ^1H e ^{13}C (DMSO, 500 e 125 MHz) para FJ-10 (247) e glaziovianol (Costa et al., 1999).

C	glaziovianol		FJ-10	
	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C}	δ_{H}
1	148,1	-	149,5	-
2	115,4	6,58 (d, $J = 8,2$)	114,9	6,59 (d, $J = 8,1$)
3	113,2	6,49 (d, $J = 8,2$)	112,7	6,49 (d, $J = 8,1$)
4	149,6	-	147,6	-
4a	124,5	-	124,7	-
5	78,9	-	78,4	-
6	36,2	2,35 (d, $J = 14,2$) 2,08 (m)	35,3	2,36 (d, $J = 14,2$) 2,27 (m)
7	33,9	2,64 (m) 2,30 (m)	32,6	2,65 (m) 2,31 (m)
8	215,1	-	214,7	-
8a	41,6	-	41,1	-
9	33,1	2,97 (d, $J = 16,7$) 2,07 (d, $J = 16,7$)	32,2	2,97 (d, $J = 16,6$) 2,06 (d, $J = 16,6$)
9a	122,9	-	122,9	-
10	73,3	5,05 (d, $J = 3,4$)	72,8	5,06 (d, $J = 3,3$)
10a	53,1	2,13 (d, $J = 3,4$)	52,6	2,14 (d, $J = 3,3$)
11	82,3	3,86 (s)	81,8	3,87 (s)
12	19,5	0,94 (s)	19,1	0,95 (s)
HO-1	-	8,61 (s)	-	8,62 (s)
HO-4	-	8,45 (s)	-	8,46 (s)
HO-5	-	5,24 (s)	-	5,25 (s)

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

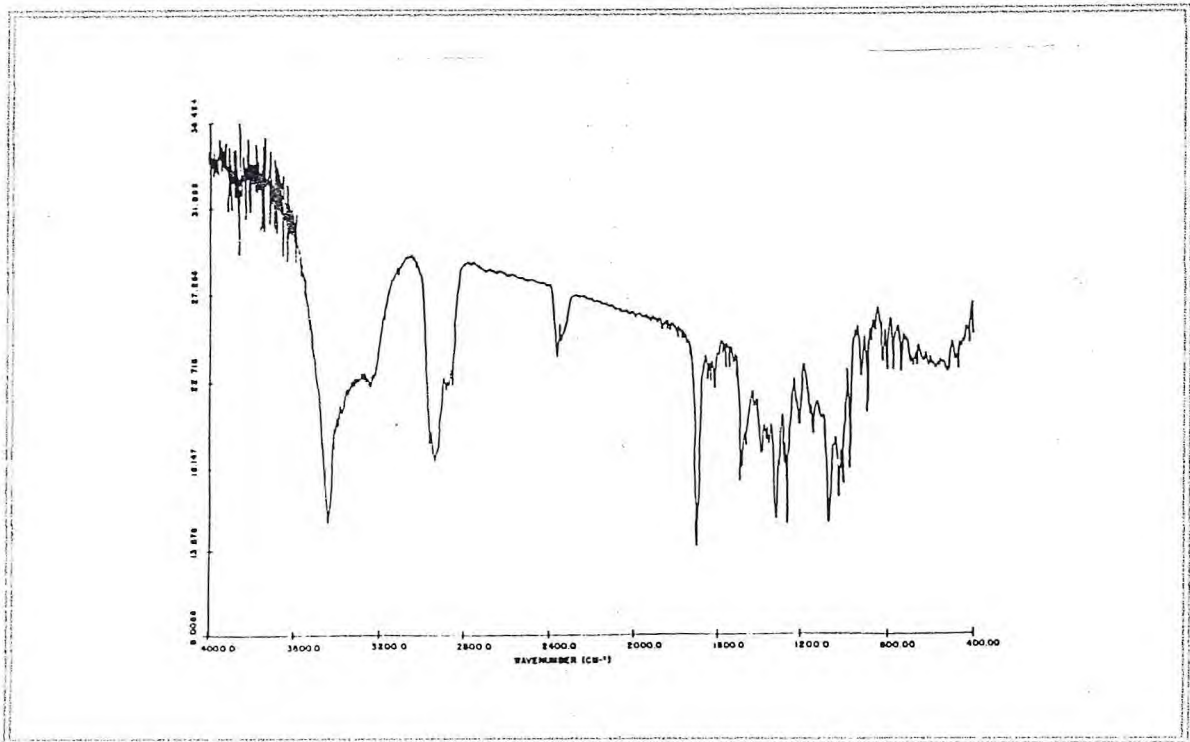
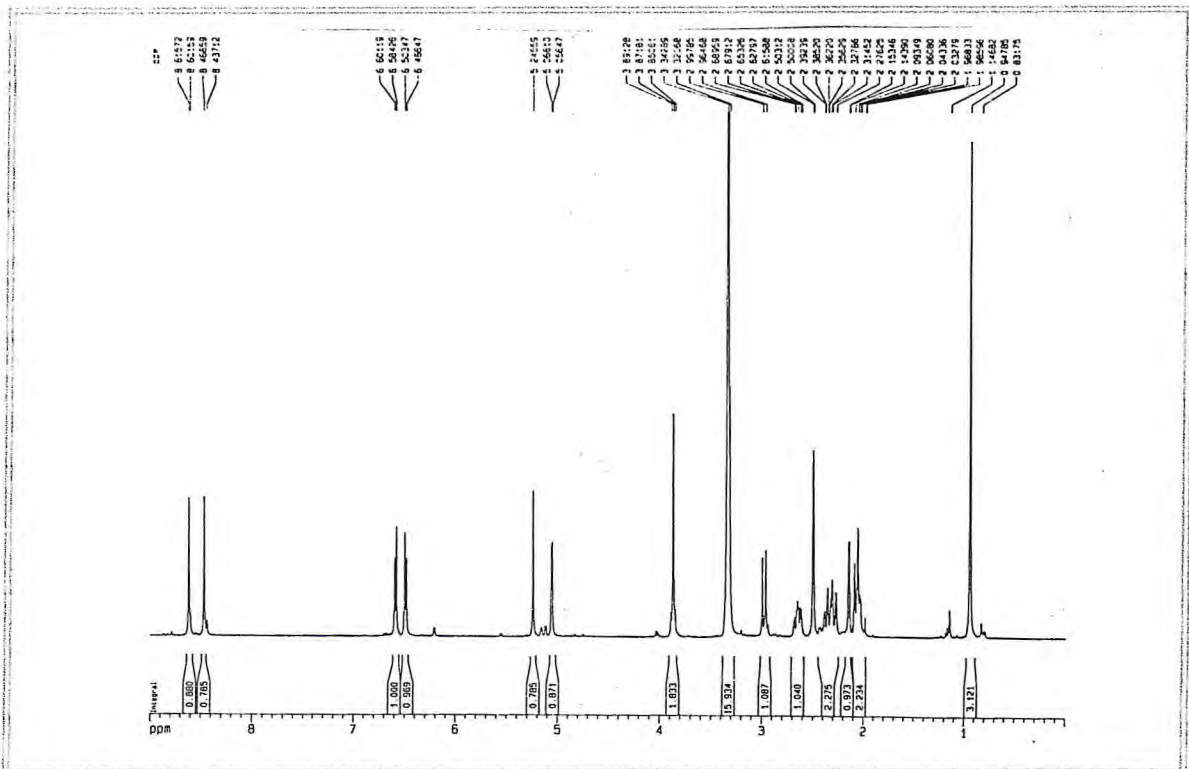


Figura 113 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-10 (247)



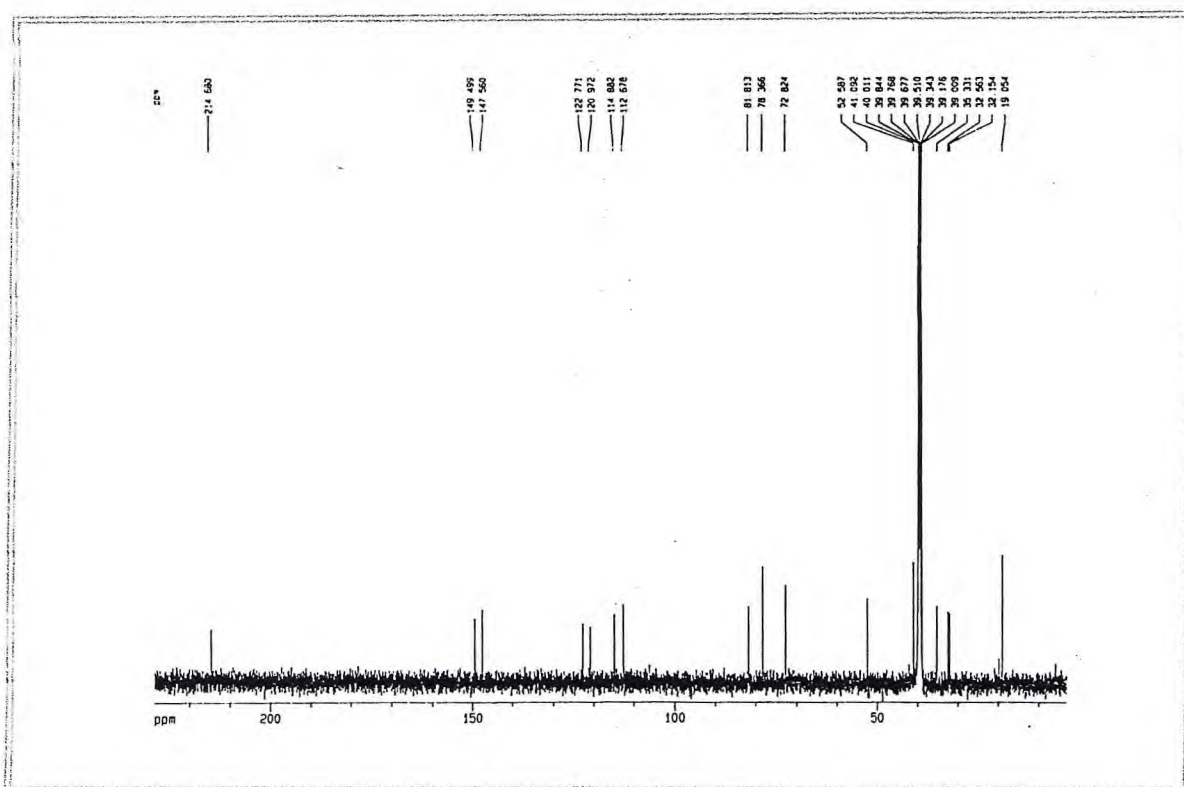


Figura 114 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, DMSO) de FJ-10 (247)

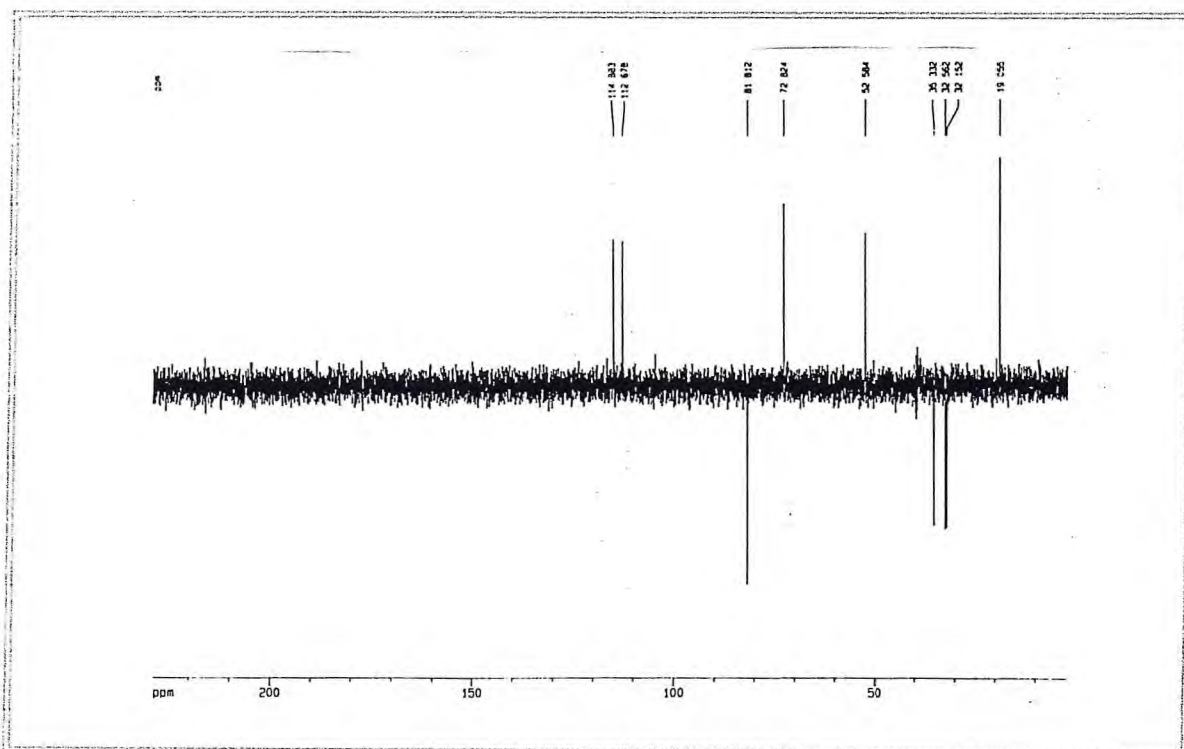


Figura 115 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, DMSO) de FJ-10 (247)

4.1.11. Determinação Estrutural de FJ-11

Do tratamento cromatográfico da fração hexânica do albumo de *C. trichotoma*, a partir das frações 19-22, obtidas por eluição com hexano e acetato de etila 10%, foi isolada uma substância cristalina denominado FJ-11 (Item 5.5.2.1, p. 259).

FJ-11, apresentou-se como cristais incolores na forma de agulhas, com p.f. 73-74 °C e $[\alpha]_D^{25} = -49,0^\circ$ (*c* 0,7, CHCl₃).

O espectro de absorção na região do infravermelho (Figura 117, p. 175) apresentou uma absorção larga centrada em ν_{\max} 3346 cm⁻¹, associada a deformação axial de grupo hidroxila (OH), absorções de deformação axial (C-H) em ν_{\max} 2959-2869 cm⁻¹, uma absorção em ν_{\max} 1451 cm⁻¹ compatível com a presença de dupla ligação carbono-carbono (C=C). O caráter carbinólico é confirmado pela absorção em ν_{\max} 1127 cm⁻¹ de deformação axial (C-O) de álcool terciário.

O espectro de RMN ¹³C-BB (Figura 118, p. 176), revelou sinais correspondentes a quinze átomos de carbono. A análise comparativa entre os espectros de RMN ¹³C-BB e DEPT° (Figura 119, p. 177), permitiu reconhecer o padrão de hidrogenação correspondente a cada átomo de carbono: cinco carbonos metínicos, sendo um com hibridização sp², quatro carbonos metilênicos e quatro metílicos. A diferença entre os sinais de carbono observada entre estes espectros, indicou a existência de dois átomos de carbono não hidrogenados. Estas deduções encontram-se resumidas na Tabela 26, p. 173 e permitiu inferir a fórmula molecular C₁₅H₂₆O.

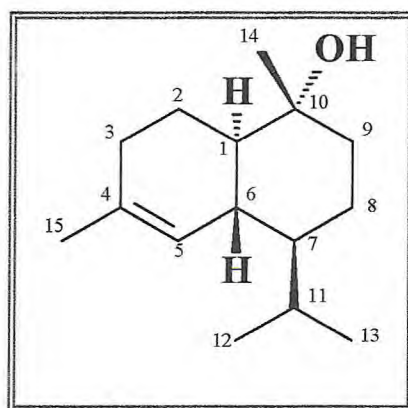
O espectro de massa (Figura 120, p. 175) obtido por impacto eletrônico a 70 eV forneceu o pico correspondente ao íon molecular ([M]⁺) em *m/z* 222, confirmando a fórmula molecular. Adicionalmente a este foi possível observar os picos em *m/z* 204 compatível com a perda de uma molécula de água ([M-H₂O]⁺) e *m/z* 179 compatível com a perda de um grupo isopropila ([M-C(CH₃)₂]⁺).

O espectro de RMN ¹H (Figura 121, p. 176) revelou a presença de quatro sinais correspondentes a hidrogênios metílicos, confirmando os dados fornecidos pelos espectros de RMN ¹³C. Dois dos sinais correspondentes aos hidrogênios metílicos apareceram como singletos, indicando que estes estão ligados a carbonos não hidrogenados em δ_H 1,64

(s, 3H-15) e 1,07 (s, 3H-14), enquanto os dois outros grupos estão ligados a um carbono metínico, já que seus respectivos sinais aparecem como dubletos em δ_H 0,89 (d, $J = 7,2$ Hz, 3H-13) e 0,73 (d, $J = 7,2$ Hz, 3H-12). Este espectro revelou também uma absorção em δ_H 5,47 (sl, H-5), a qual foi atribuída a um hidrogênio olefínico. As demais absorções, observadas no espectro de RMN 1H encontram-se em região de campo alto (proteção), revelando a natureza alifática de FJ-11.

A partir da análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C de FJ-11 com aqueles registrados na literatura para o α -cadinol (Chalchat et al., 1985), chegou-se a conclusão da identidade estrutural destes compostos (Tabela 27, p. 174).

FJ-11 trata-se portanto do sesquiterpeno α -cadinol, de nome sistemático 10 α -hidroxi-4-cadineno, um sesquiterpeno de esqueleto cadinano previamente isolado do cerne da madeira de *C. trichotoma*.



FJ-11 (248), α -cadinol

Tabela 26 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de FJ-11.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
134,9	122,3	42,2	23,6	
72,4	50,0	30,9	21,8	
	46,7	22,7	20,7	
	39,9	22,0	15,1	
	26,0			
C ₂ O ^a	C ₅ H ₅	C ₄ H ₈	C ₄ H ₁₂	C ₁₅ H ₂₅ O + H ^b = C ₁₅ H ₂₆ O

^a Oxigênio pertencente a um grupo hidroxila (C-OH).

^b Hidrogênio pertencente a um grupo hidroxila (OH).

Tabela 27 - Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C de FJ-11 (**248**) com aqueles registrados na literatura para o α -cadinol (Chalchat et al., 1985) e dados de RMN ^1H de FJ-11 (**248**).

C	FJ-11		α -cadinol
	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C}
1	50,0	1,20	50,3
2	22,7	1,96 (2 α) 1,20 (2 β)	22,9
3	30,9	1,96	31,3
4	134,9	-	134,8
5	122,3	5,47 (sl)	122,9
6	39,9	1,68	40,2
7	46,7	1,03	47,0
8	22,0	1,58	22,3
9	42,2	1,77 (dt, $J = 3,2$ e $12,3$; 9 β) 1,39 (dt, $J = 3,2$ e $12,3$; 9 α)	42,7
10	72,4	-	71,7
11	26,0	2,13 (dq)	26,2
12	21,8	0,73 (d, $J = 7,2$)	21,7
13	15,1	0,89 (d, $J = 7,2$)	15,3
14	20,7	1,07 (s)	20,9
15	23,6	1,64 (s)	24,1

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

* experimentos realizados em CDCl_3 .

Contribuição ao Estudo Químico de Plantas do Nordeste do Brasil: *Cordia trichotoma* e 175 *Cordia globosa*

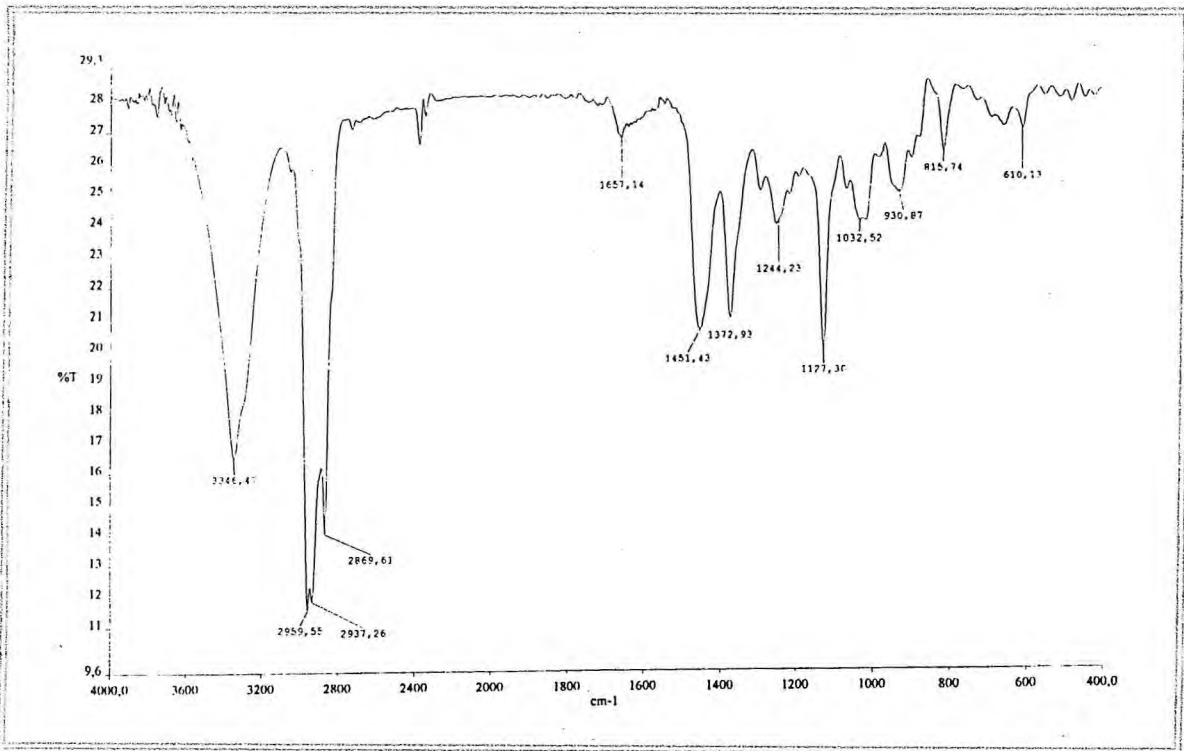


Figura 117 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-11 (248)

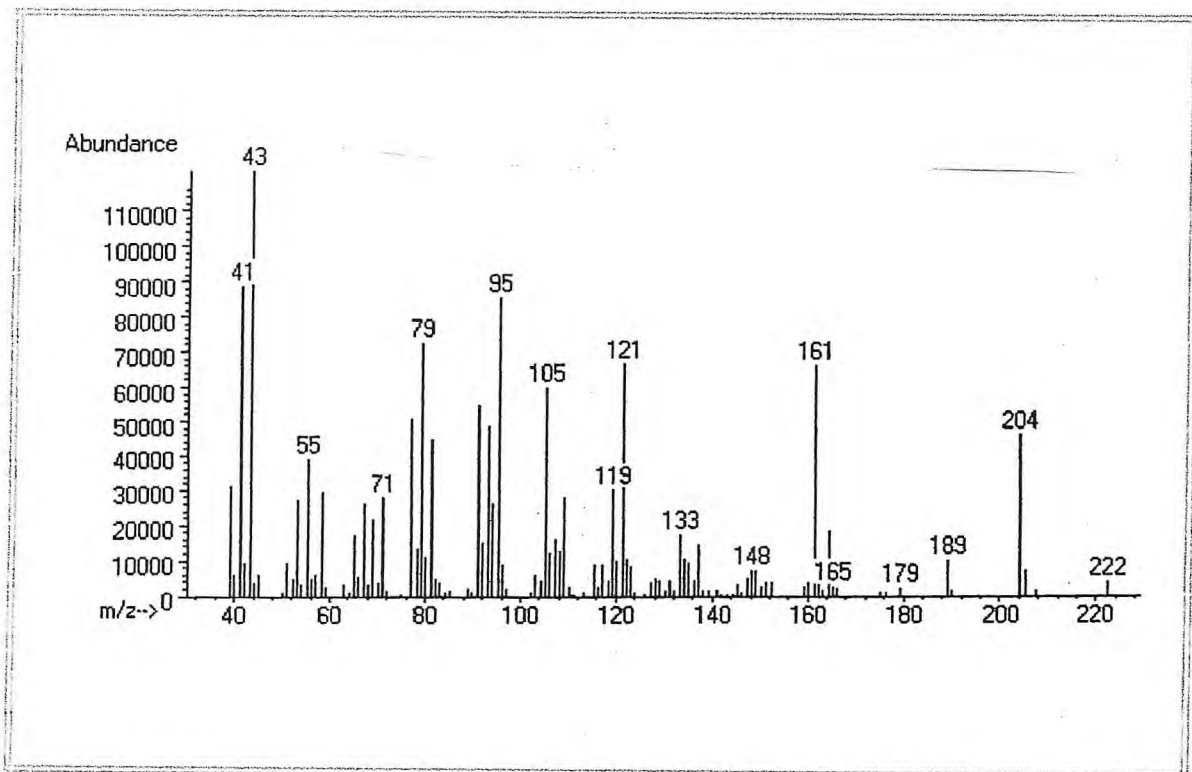


Figura 120 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-11 (248)

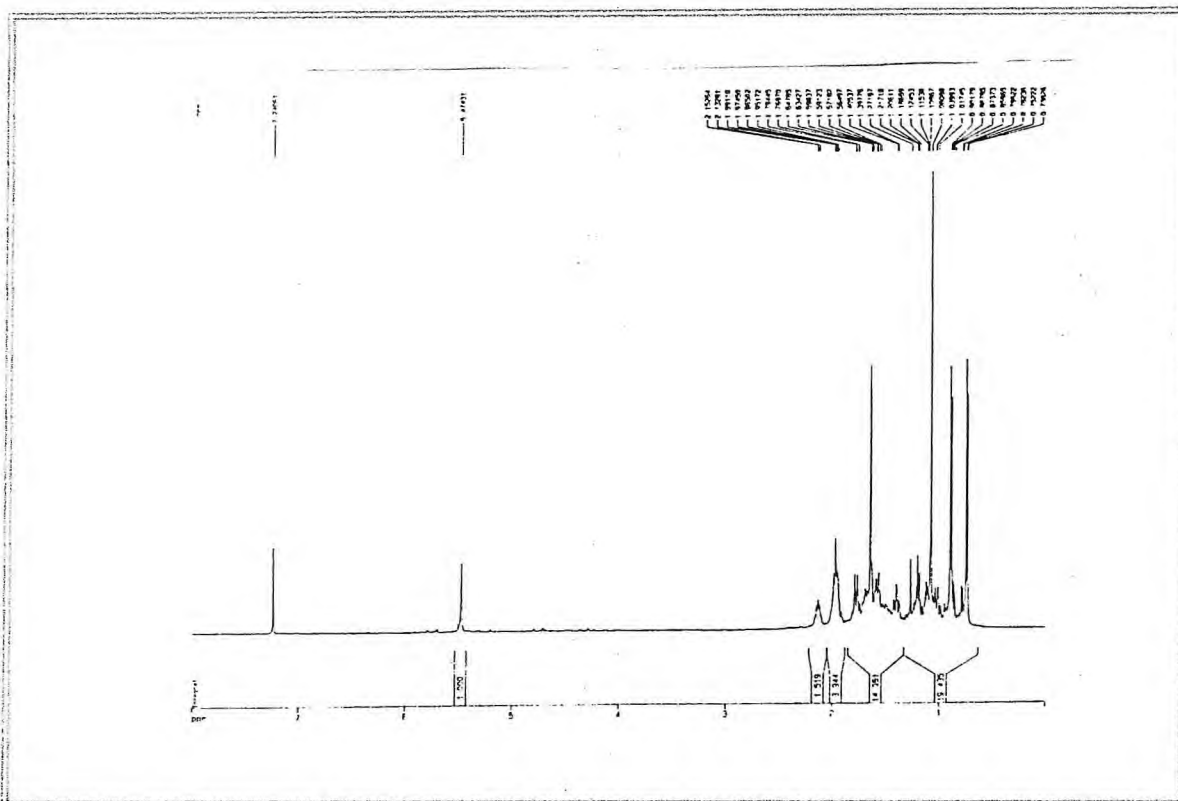


Figura 121 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de FJ-11 (248)

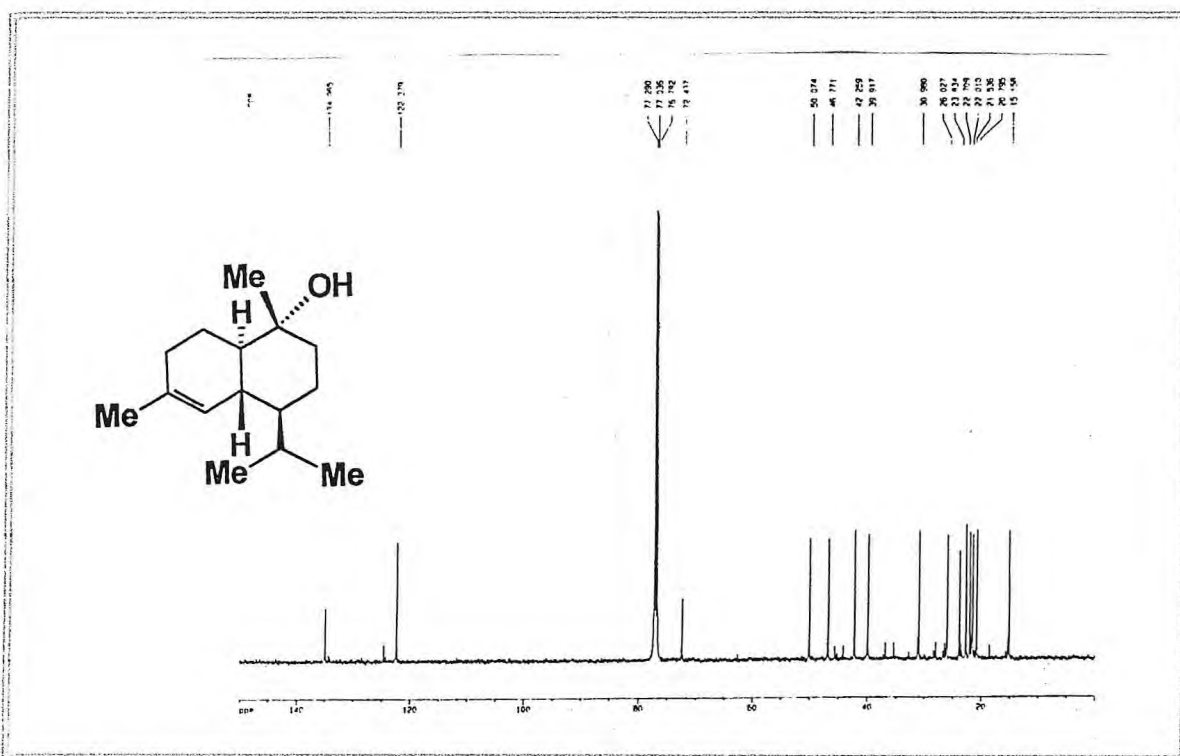


Figura 118 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CDCl_3) de FJ-11 (248)

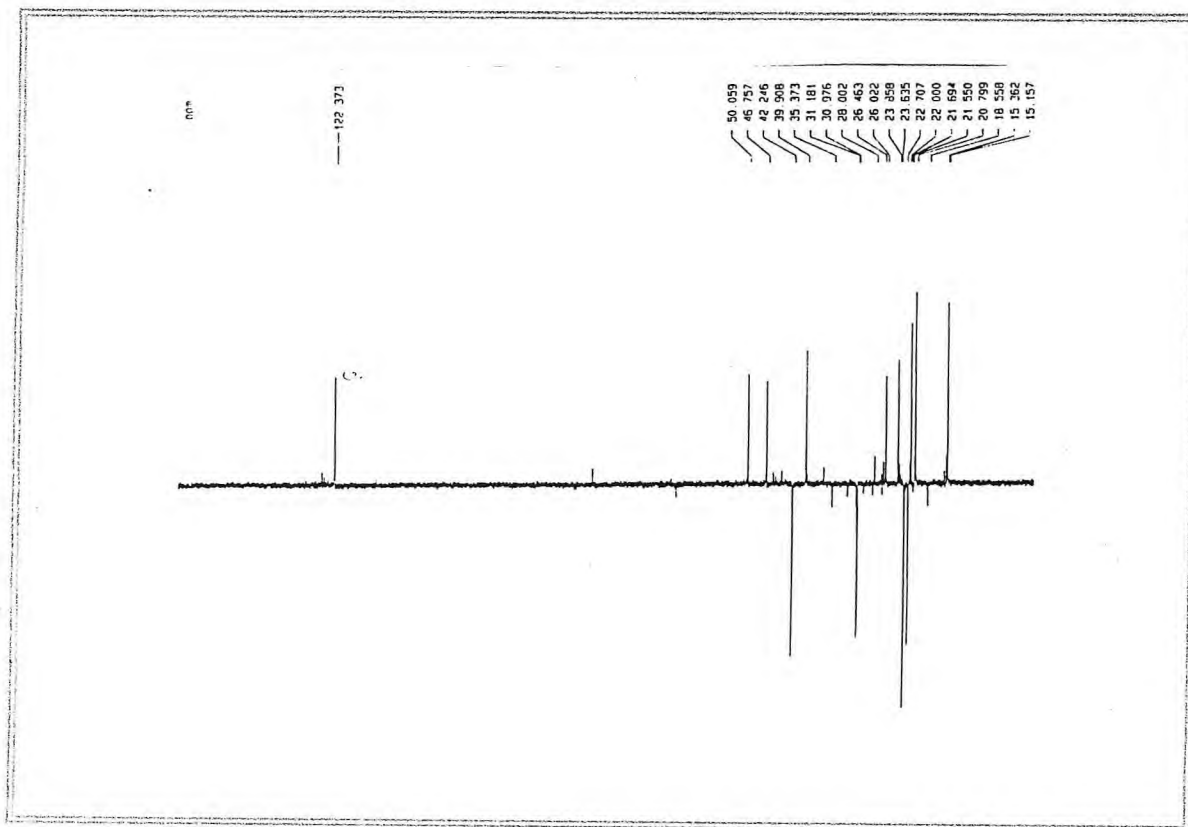


Figura 119 - Espectro de RMN ^{13}C - DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de FJ-11 (248)

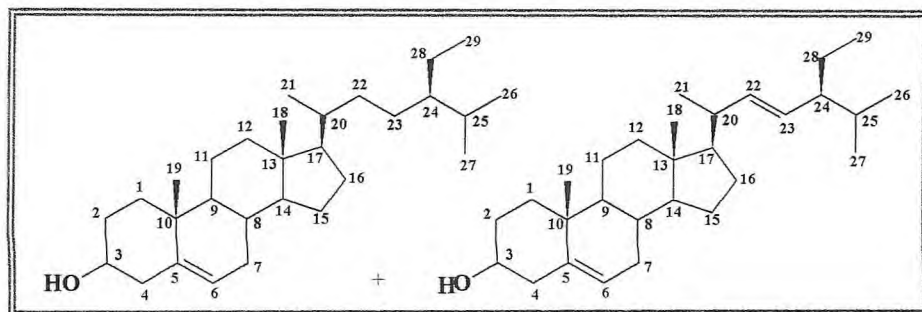
4.1.12. Determinação Estrutural de FJ-12

O tratamento cromatográfico da fração hexânica do albumo, forneceu por eluição com hexano e acetato de etila 20% a fração F- 25/30, a qual forneceu a substância FJ-12 (Itens 5.5.2.1, 5.5.2.2 e 5.5.3.2, p. 259, 261 e 265), um material na forma de cristais agulhas incolores e com p.f. 162,0-164,0 °C.

O espectro de absorção na região do I.V. (Figura 122, p. 180), apresentou uma banda em ν_{\max} 3428 cm^{-1} compatível com deformação axial de grupo hidroxila (OH), absorção em ν_{\max} 1054 cm^{-1} associada à deformação axial de ligação C-O, confirmando o caráter oxigenado do composto (Silverstein, 2000).

Os espectros de RMN ^1H (Figura 123, p. 180) e ^{13}C -BB (Figura 124, p. 181) revelaram claramente que FJ-12 tratava-se de uma mistura binária esteroidal. No espectro de RMN ^{13}C -BB observou-se vinte e nove linhas espectrais majoritárias. A análise dos espectros BB e DEPT 135° (Figura 125, p. 181), revelou a presença de um carbono não-hidrogenado em δ_{C} (140,7) e três carbonos metínicos δ_{C} (121,7; 129,3 e 138,3). Observou-se também a presença de uma absorção correspondente a carbono metínico oxigenado em δ_{C} (71,8). Estes dados em conjunto com aqueles observados no espectro de RMN ^1H , o qual revelou os sinais em δ_{H} 5,35, 5,17 e 5,02 relativos a átomos de hidrogênios olefínicos e um número significativo de sinais característicos de hidrogênios ligados a carbono hibridizados sp^3 , revelando o caráter alifático e sua natureza esteroidal. Estes dados quando somados àqueles observados no espectro de RMN ^{13}C levaram à conclusão de que FJ-12 é constituído da mistura dos esteróides sitosterol e estigmasterol.

A confirmação final da identidade de FJ-12 como sendo a mistura de β -sitosterol e estigmasterol foi realizada principalmente por comparação com dados de RMN ^{13}C -BB descritos na literatura (Coxon et al., 1977), ver Tabela 28, p. 179 e por comparação com amostra padrão, em CCD.



FJ-12 (249), β -sitosterol + estigmasterol

Tabela 28 - Análise comparativa dos deslocamentos químicos (δ_C) de RMN ^{13}C (CDCl_3) de FJ-12 (249) com aqueles registrados na literatura para as substâncias β -sitosterol e estigmasterol acetilado (Coxon et al., 1977).

C	δ_C , FJ-12	δ_C , β -sitosterol	δ_C , FJ-12	δ_C , estigmasterol/Ac
1	37,3	37,2	37,3	37,4
2	29,8	31,6	29,8	31,7
3	71,7	71,8	71,7	74,1
4	42,3	42,3	42,3	38,3
5	140,7	140,7	140,7	139,8
6	121,7	121,7	121,7	122,8
7	31,6	31,9	31,6	32,0
8	31,9	31,9	31,9	32,0
9	50,1	50,1	50,1	50,3
10	36,5	36,5	36,5	36,7
11	21,1	21,1	21,1	21,1
12	39,8	39,8	39,8	39,8
13	42,3	42,3	42,3	42,3
14	56,8	56,7	56,8	56,9
15	24,3	24,3	24,3	24,5
16	28,3	28,2	28,3	28,9
17	56,1	56,0	56,1	56,1
18	11,9	11,8	11,9	12,1
19	19,4	19,4	19,4	19,3
20	36,1	36,1	36,1	40,6
21	19,1	19,0	19,1	21,1
22	33,9	33,9	138,4	138,5
23	26,1	26,1	129,3	129,5
24	45,8	45,8	45,8	51,4
25	29,1	29,1	29,1	32,0
26	18,8	18,7	18,8	19,0
27	19,9	19,8	19,9	21,1
28	23,1	22,0	23,1	25,5
29	12,0	11,9	12,0	12,2
CH_3C	-	-	-	21,3
CH_3C	-	-	-	170,5

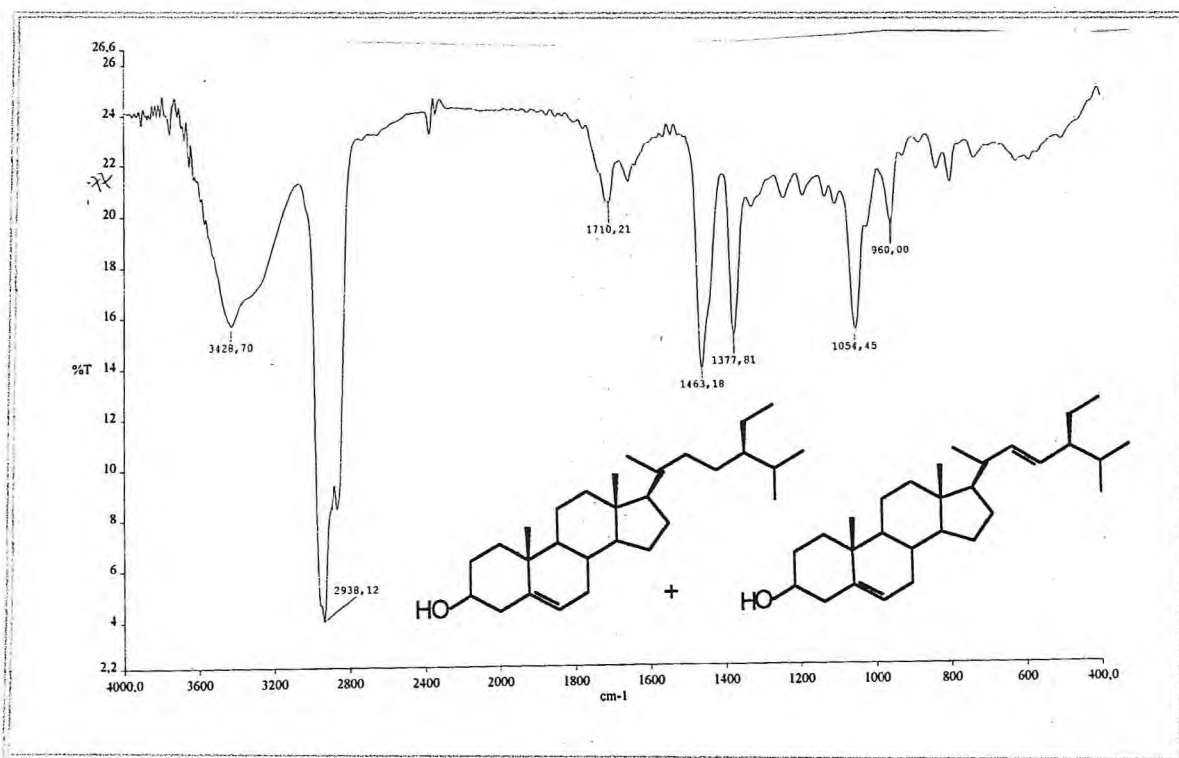


Figura 122 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-12 (249)

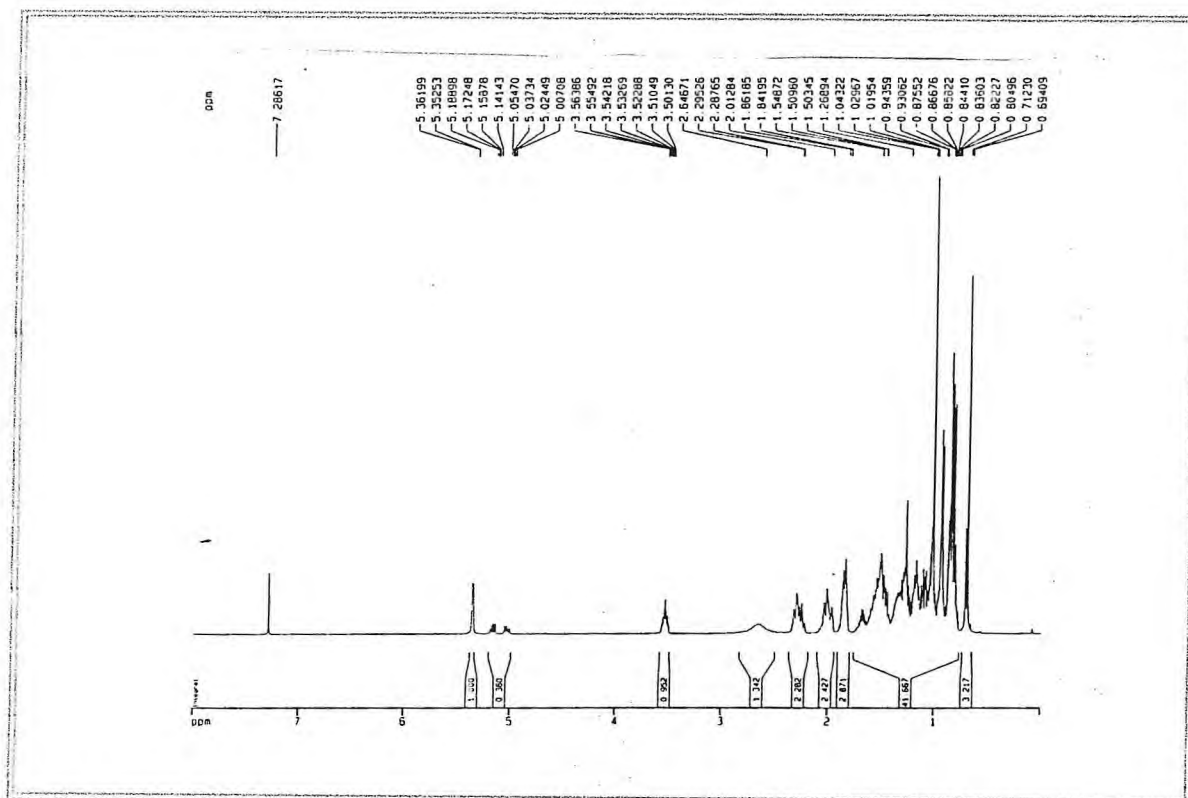


Figura 123 - Espectro de RMN ¹H (500 MHz, CDCl₃) de FJ-12 (249)

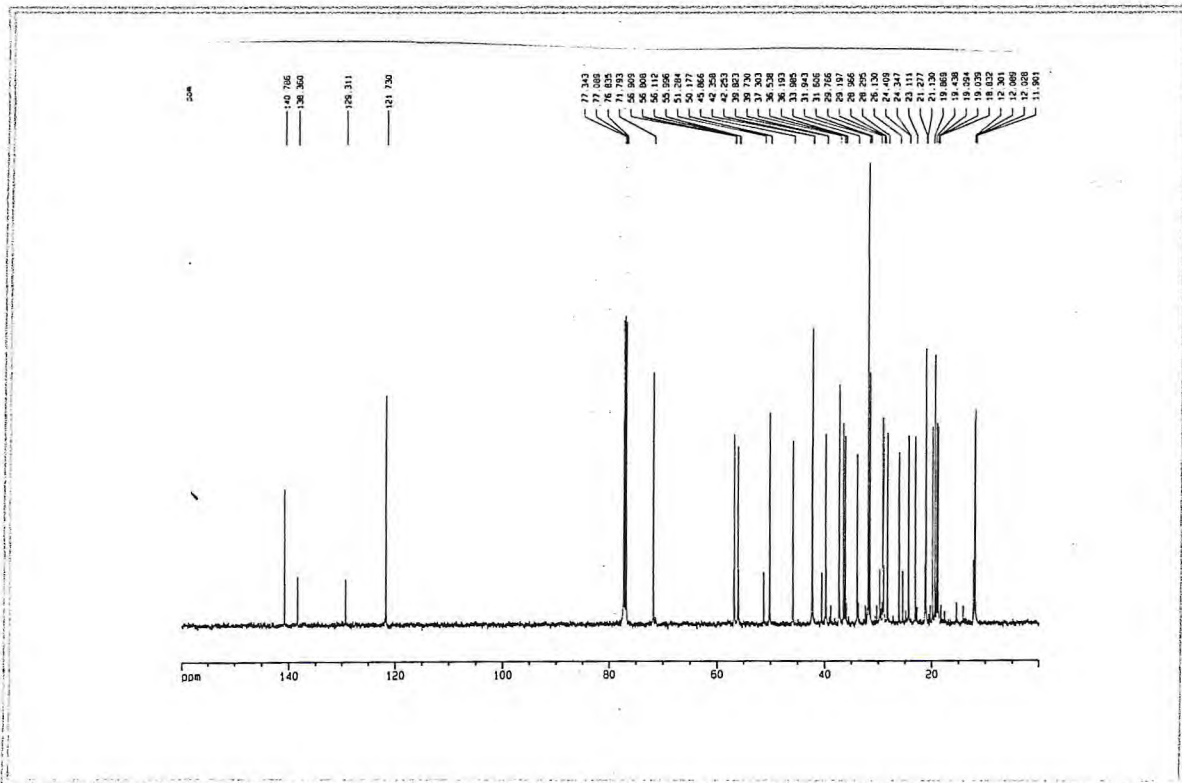


Figura 124 - Espectro de RMN ¹³C – BB (125 MHz, CDCl₃) de FJ-12 (249)

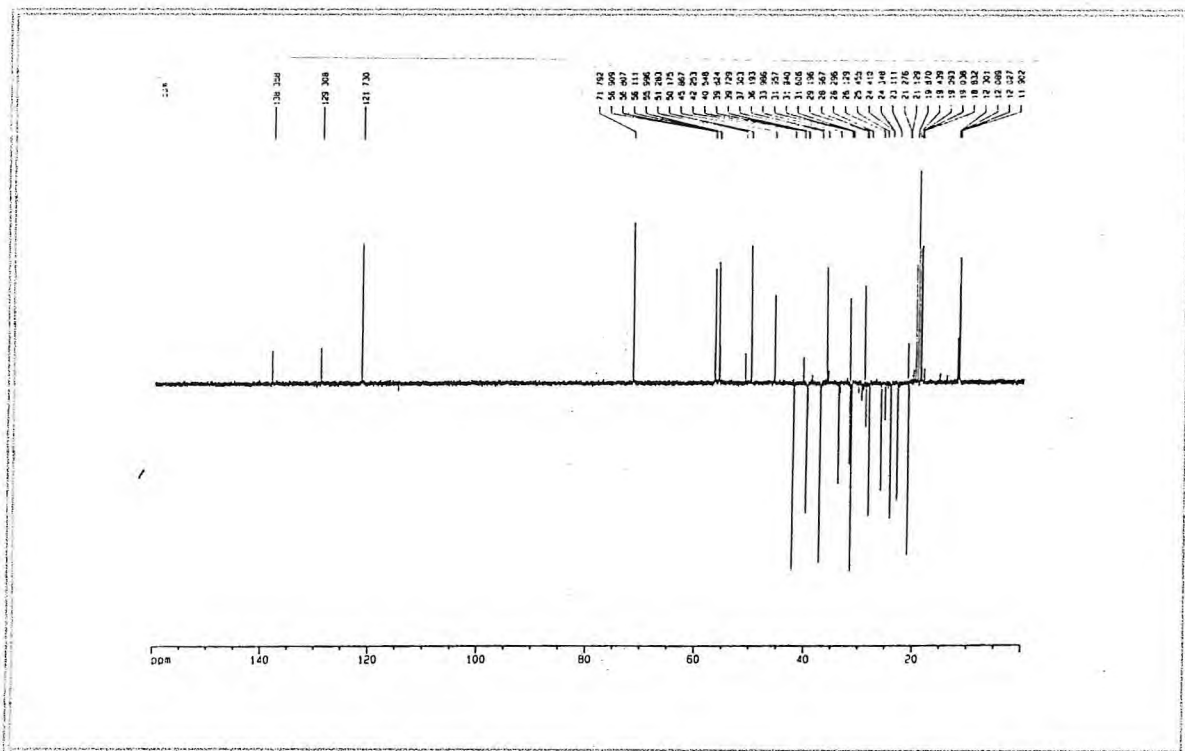


Figura 125 - Espectro de RMN ¹³C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl₃) de FJ-12 (249)

4.1.13. Determinação Estrutural de FJ-13

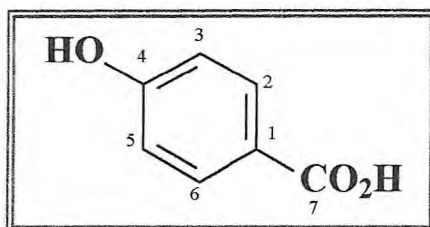
O tratamento cromatográfico da fração acetato de etila do extrato etanólico das flores de *C. trichotoma* (FJEfAc) forneceu por eluição com diclorometano e acetato de etila nas concentrações 20, 40 e 60% as frações 43-55, 56-60 e 61-64, respectivamente, nas quais se observava um precipitado amarelado. Este foi filtrado e lavado com diclorometano, resultando no isolamento da substância denominada FJ-13 (Item 5.3.3.3, p. 266), um sólido amorfo branco e com p.f. 124-127 °C.

O espectro de RMN ^{13}C -BB (Figura 126, p. 184) de FJ-13 revelou apenas a presença de cinco linhas espectrais, entretanto as intensidades relativamente altas das linhas espectrais em δ_{C} 115,5 e 132,3 sugerem a possibilidade de que cada uma dessas linhas corresponda a dois átomos de carbonos. Assim, FJ-13 teria na realidade sete átomos de carbonos em sua composição molecular, todos com hibridização sp^2 . A subtração dos sinais espectrais observados nos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (Figura 127, p. 185), revelou a presença de três carbonos não hidrogenados, dois desses oxigenados em δ_{C} 162,2 e 167,4, sendo o último atribuído a um grupo carboxila de ácido. Baseado nestes dados e no valor do deslocamento químico chegou-se a fórmula molecular $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$.

O espectro de RMN ^1H (Figura 128, p. 184), exibiu somente os sinais em δ_{H} 6.91 (dd, $J = 1,9$ e $1,7$, H-3 e H-5) e 7,91 (dd, $J = 1,8$ e $6,9$, H-2 e H-6). Estes dados são condizentes com a estrutura do ácido benzóico substituído na posição *para* por um grupo hidroxila.

A confirmação final da estrutura deste composto, envolveu principalmente a comparação dos deslocamentos químicos dos átomos de carbonos e o padrão de hidrogenação dos sinais correspondentes, obtidos respectivamente pelos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° com valores descritos na literatura (Pouchurt e Behnke, 1993) para uma substância de esqueleto semelhante.

Todos os assinalamentos de hidrogênio e carbono podem ser observados na Tabela 29, p. 183. Desta forma, a estrutura de FJ-13 foi elucidada e recebeu a denominação de ácido 4-hidroxi-benzóico, que apesar de ser uma estrutura relativamente simples, trata-se de uma substância inédita para o gênero *Cordia*.



FJ-13 (250), ácido 4-hidroxi-benzóico

Tabela 29 - Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3COCD_3 , 500 e 125 MHz) de FJ-13 (250).

C	FJ-13	
	δ_{C}	δ_{H}
1	122,1	-
2	132,3	7,91 (dd, $J = 1,8$ e $6,9$, H-2)
3	115,5	6,91 (dd, $J = 1,9$ e $1,7$, H-3)
4	162,2	-
5	115,5	6,91 (dd, $J = 1,9$ e $1,7$, H-5)
6	132,3	7,91 (dd, $J = 1,8$ e $6,9$, H-6)
7	167,4	-

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

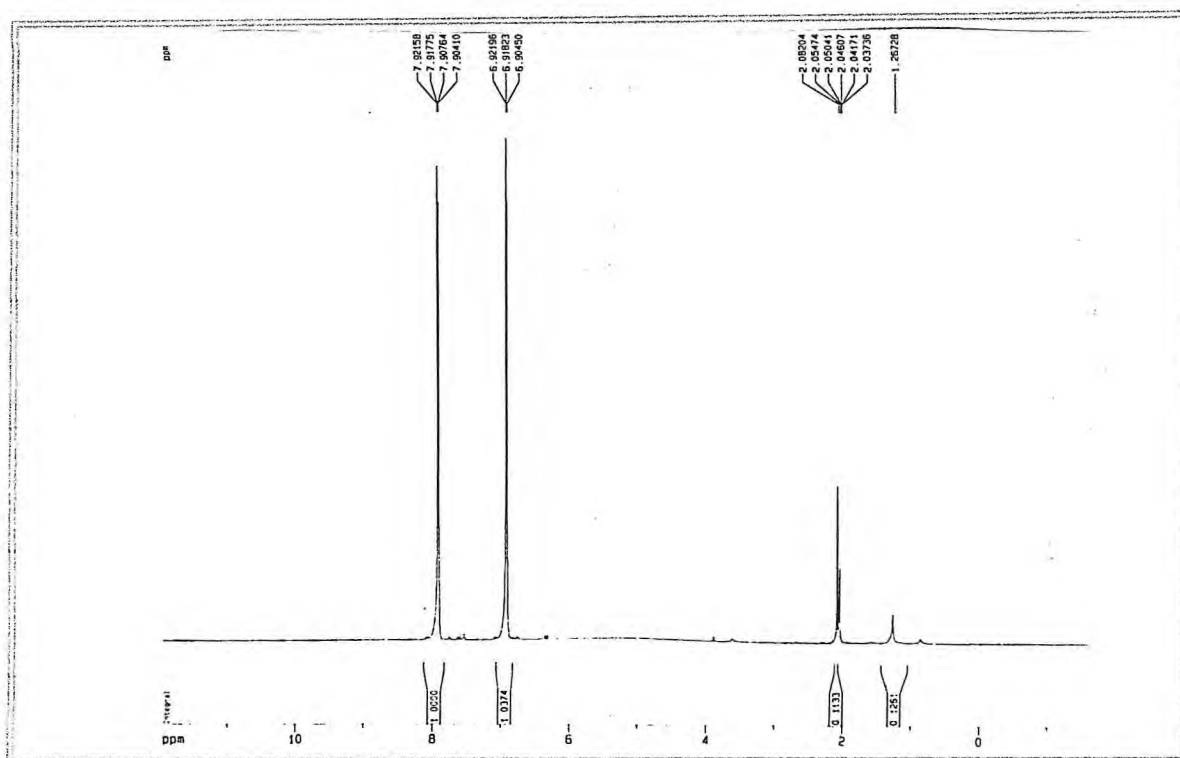


Figura 128 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CD_3COCD_3) de FJ-13 (250)

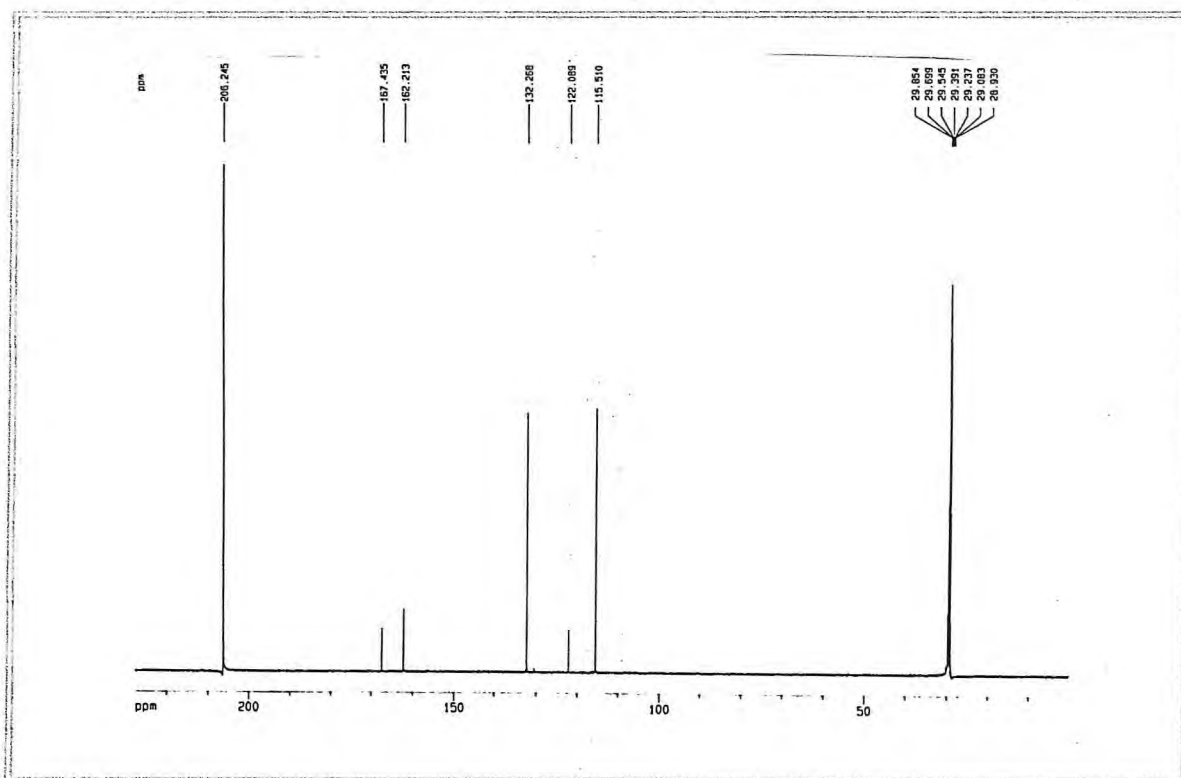


Figura 126 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, CD_3COCD_3) de FJ-13 (250)

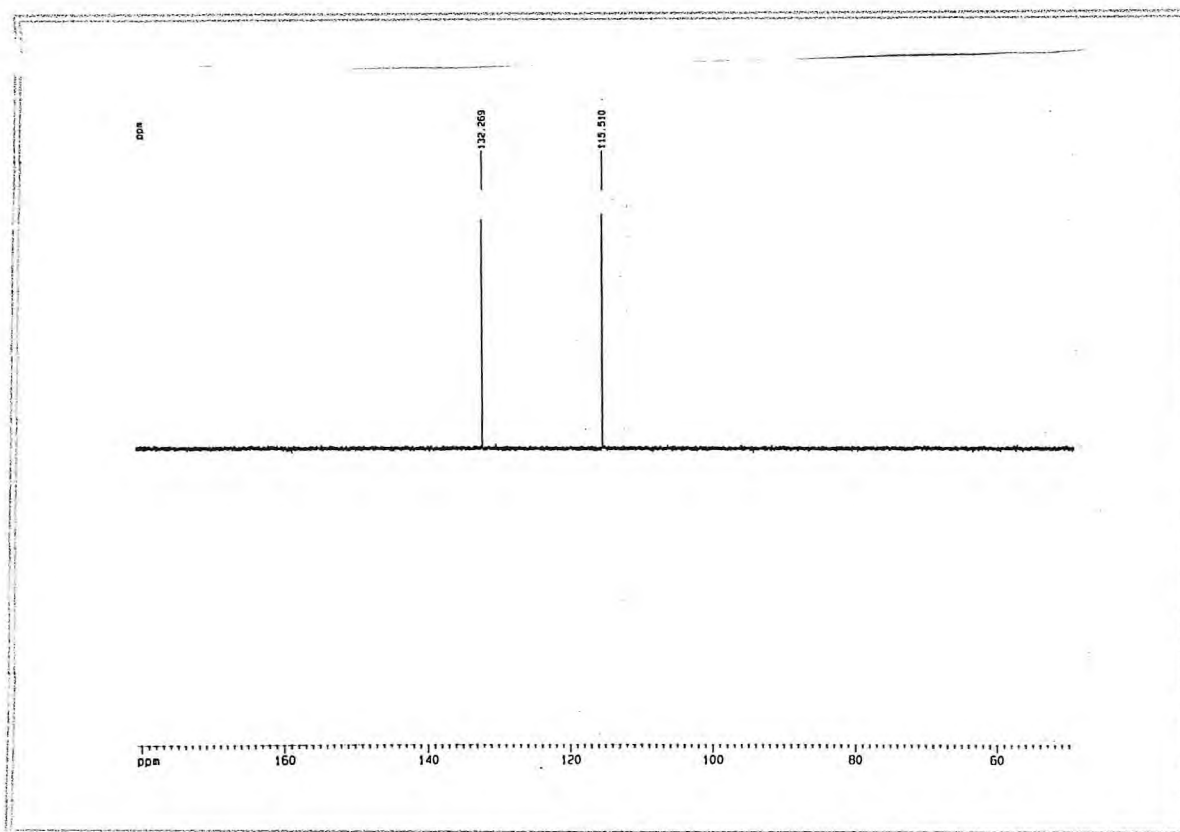


Figura 127 - Espectro de RMN ^{13}C - DEPT 135° (125 MHz, CD_3COCD_3) de FJ-13 (250)

4.1.14. Determinação Estrutural de FJ-14

A fração acetato de etila do extrato etanólico das flores de *C. trichotoma* (FJEfAc), forneceu entre outras as frações 69-72, obtidas por eluição com acetato de etila, nas quais foi visualizada a presença de um precipitado de cor amarela, o qual foi submetido à recristalização com acetato de etila, resultando em um sólido amorfo, amarelo claro, cromatograficamente puro, solúvel em metanol e com p.f. 209,4-212,2 °C, o qual foi denominado FJ-14 (Item 5.3.3.3, p. 266).

O espectro de I.V. (Figura 129, p. 190), revelou a presença de uma absorção larga em ν_{\max} 3458 cm^{-1} , associada à deformação axial compatível com grupo hidroxila (OH), uma absorção intensa em ν_{\max} 1685 cm^{-1} atribuída a ligação dupla carbono-oxigênio, provavelmente de uma carbonila conjugada (C=O). O caráter oxigenado foi confirmado pelas absorções na faixa de ν_{\max} 1182-1068 cm^{-1} representativas de deformação axial de álcool e/ou éter (C-O). Foram visualizadas ainda absorções na faixa de ν_{\max} 1607-1502 cm^{-1} , as quais indicam a presença de anel aromático na molécula (C=C).

O espectro de RMN ^{13}C -BB de FJ-14 (Figura 130, p. 191) revelou a presença de vinte e seis linhas espectrais, entretanto as intensidades relativamente altas das linhas em δ_{C} 114,7; 115,4; 129,8 e 130,8 sugerem que cada uma delas represente dois átomos de carbono. Assim, FJ-14 teria na realidade trinta átomos de carbono em sua composição molecular. Esta suposição foi confirmada através do espectro HMQC (Figura 131, p. 192), onde cada uma destas linhas foi correlacionada a sinais correspondentes a dois átomos de hidrogênios.

A análise dos espectros de RMN ^{13}C BB e DEPT 135° (Figura 132, p. 191), revelou a presença de doze carbonos não-hidrogenados, todos carbonos sp^2 , sendo nove desses carbonos oxigenados; dezessete carbonos metínicos, dos quais doze são sp^2 e cinco são sp^3 e oxigenados, além de um carbono metilênico oxigenado. Baseado nestes dados e no valor do deslocamento químico dos átomos de carbono chegou-se a fórmula molecular $\text{C}_{30}\text{H}_{26}\text{O}_{13}$. Estas deduções encontram-se resumidas na Tabela 30, p. 188.

O espectro de RMN ^1H (Figura 133, p. 190), registrou as absorções em δ_{H} 6,13 (d, $J = 1,6$ Hz, H-6) e 6,30 (d, $J = 1,6$ Hz, H-8), que de acordo com os valores das constantes

de acoplamentos (J), caracterizam acoplamentos do tipo *meta* em anel aromático. Foram observados ainda no espectro de RMN ^1H , sinais em δ_{H} 7,98 (d, $J = 8,2$ Hz, H-2' e H-6'); 6,85 (d, $J = 8,2$ Hz, H-3' e H-5'); 7,28 (d, $J = 8,8$ Hz, H-13 e H-17) e 6,79 (d, $J = 8,8$ Hz, H-14 e H-16) compatíveis com hidrogênios aromáticos em anéis *para* substituídos. Este espectro mostrou também sinais correspondentes aos hidrogênios de uma unidade de açúcar, cuja absorção em δ_{H} 5,25 (d, $J = 5,9$ Hz, H-1''), é característica de hidrogênio anomérico de uma unidade de glicose, correlacionada através do espectro HMQC com o sinal de carbono em δ_{C} 102,6 (C-1''). Também foram observados sinais de hidrogênios em δ_{H} 6,05 (d, $J = 16,0$ Hz) e 7,38 (d, $J = 16,0$ Hz), compatíveis com uma dupla ligação *trans*.

O espectro COSY (Figura 134, p. 192), mostrou os acoplamentos entre os hidrogênios aromáticos, bem como os acoplamentos dos hidrogênios pertencentes a unidade de açúcar em δ_{H} 5,25 (d, $J = 7,5$ Hz, H-1'') com H-2'' e H-5'' em δ_{H} 3,52-3,45 ppm.

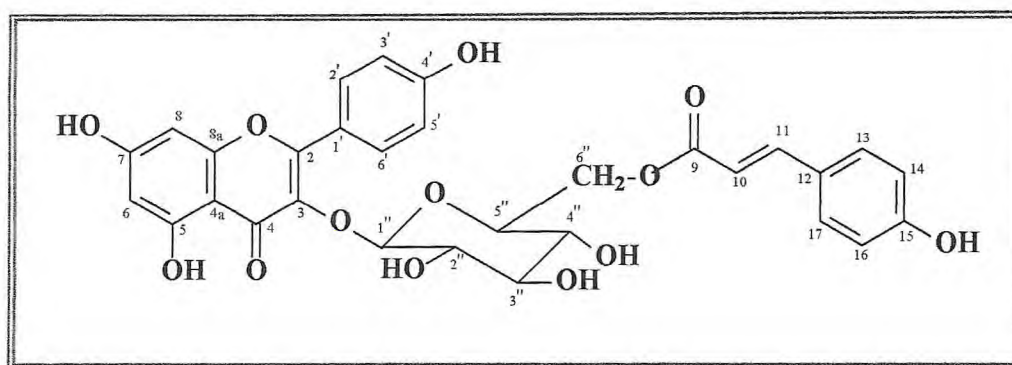
Com base nos dados acima discutidos pode-se dizer que FJ-14 trata-se de um composto flavonoídico glicosilado.

No espectro de RMN ^{13}C as linhas espectrais em 167,4; 113,4 e 145,2 foram consistentes com uma carbonila α,β -insaturada ligada a um anel aromático *p*-substituído.

O experimento HMBC (Figura 135, p. 193), foi utilizado para definir o correto assinalamento dos átomos de carbono, bem como as conectividades da unidade de açúcar e da unidade derivada do ácido cinâmico através das correlações entre o hidrogênio anomérico em δ_{H} 5,25 (d, $J = 7,5$ Hz, H-1'') com o sinal do carbono em δ_{C} 133,8 (C-3), e o acoplamento a três ligações (J_{CH^3}) dos hidrogênios em δ_{H} 4,30 e 4,19 (2H-6'') com o carbono em δ_{C} 167,4 (C-9), atribuída a carbonila do ácido cinâmico esterificado.

Todos os assinalamentos de hidrogênio e carbono foram atribuídos sem ambiguidade com a ajuda dos experimentos HMQC e HMBC, conforme pode ser observado na Tabela 31, p. 189.

Após análise dos dados espectrais, pode-se concluir que FJ-14 trata-se de um flavonóide glicosilado denominado caempferol 3-*O*- β -D-(6''-*E*-*p*-cumaril)glicopiranosídeo ou tilirosídeo, que apesar de conhecido na literatura está sendo relatado pela primeira vez no gênero.



FJ-14 (251), tilirosídeo

Tabela 30 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CD_3OD), para dedução da fórmula molecular de FJ-14.

C	CH	CH ₂	TOTAL
178,1	145,2	62,9	
167,4	130,8 (2)		
164,5	129,8 (2)		
161,6	115,4 (2)		
160,2	114,7 (2)		
159,8	113,4		
157,9	102,6		
157,0	98,6		
133,8	93,4		
125,7	76,6		
121,4	74,4		
104,2	74,3		
	70,3		
$\text{C}_{12}\text{O}_9^{\text{a}}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{17}\text{O}_3^{\text{b}}$	$\text{CH}_2\text{O}^{\text{c}}$	$\text{C}_{30}\text{H}_{19}\text{O}_{13} + 7\text{H}^{\text{d}} = \text{C}_{30}\text{H}_{26}\text{O}_{13}$

^a Oxigênios pertencentes a dois grupos carbonila (C=O) e quatro grupos hidroxila (C-OH) e três grupos éter (C-O-C).

^b Oxigênios pertencentes a três grupos hidroxila (CH-OH).

^c Oxigênios pertencentes a um grupo éster (CH₂-O-CO).

^d Hidrogênios pertencentes a sete grupos hidroxila (OH).

Tabela 31 -Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CD_3OD , 500 e 125 MHz) de FJ-14 (251).

C	^1H , ^{13}C -HMQC		^1H , ^{13}C -HMBC		^1H , ^1H -COSY
	δ_{C}	δ_{H}	$^2J_{\text{CH}}$	$^3J_{\text{CH}}$	
2	160,2	-	-	H-2'	-
3	133,8	-	-	-	-
4	178,1	-	-	-	-
4a	104,2	-	-	H-6, H-8	-
5	161,6	-	H-6	-	-
6	98,6	6,13 (d, $J = 1,6$)	-	H-8	-
7	164,5	-	H-6, H-8	-	-
8	93,4	6,30 (d, $J = 1,6$)	-	H-6	-
8a	157,0	-	H-8	-	-
9	167,4	-	H-10	2H-6'', H-11	-
10	113,4	6,05 (d, $J = 16,0$)	-	-	-
11	145,2	7,38 (d, $J = 16,0$)	-	H-13; H-17	-
12	125,7	-	H-11	H-14; H-16; H-10	-
13 = 17	129,8	7,28 (d, $J = 8,8$)	H-14=H-16	H-11	-
14 = 16	115,4	6,79 (d, $J = 8,8$)	H-13=H-17	-	-
15	159,8	-	-	H-14; H-16	-
1'	121,4	-	-	H-3'; H-5'	-
2' = 6'	130,8	7,98 (d, $J = 8,2$)	-	-	-
3' = 5'	114,7	6,85 (d, $J = 8,2$)	-	-	-
4'	157,9	-	-	H-2'; H-6'	-
1''	102,6	5,25 (d, $J = 7,5$)	-	-	H-2'', H-5''
2''	74,3	3,52-3,45 (m)	-	-	H-1''
3''	76,6	3,52-3,45 (m)	-	-	-
4''	70,3	3,35 (m)	-	-	-
5''	74,4	3,52-3,45 (m)	-	-	H-1''
6''	62,9	4,30 (m) 4,19 (m)	-	-	-

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

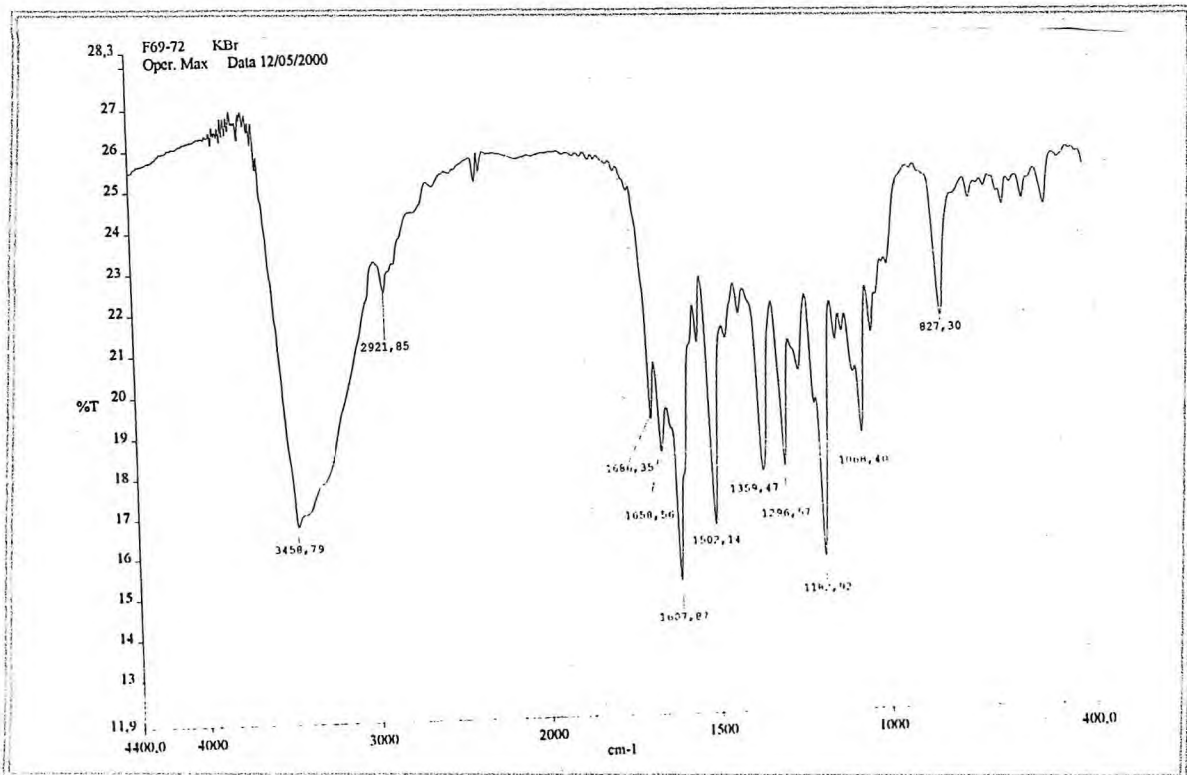


Figura 129 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-14 (251)

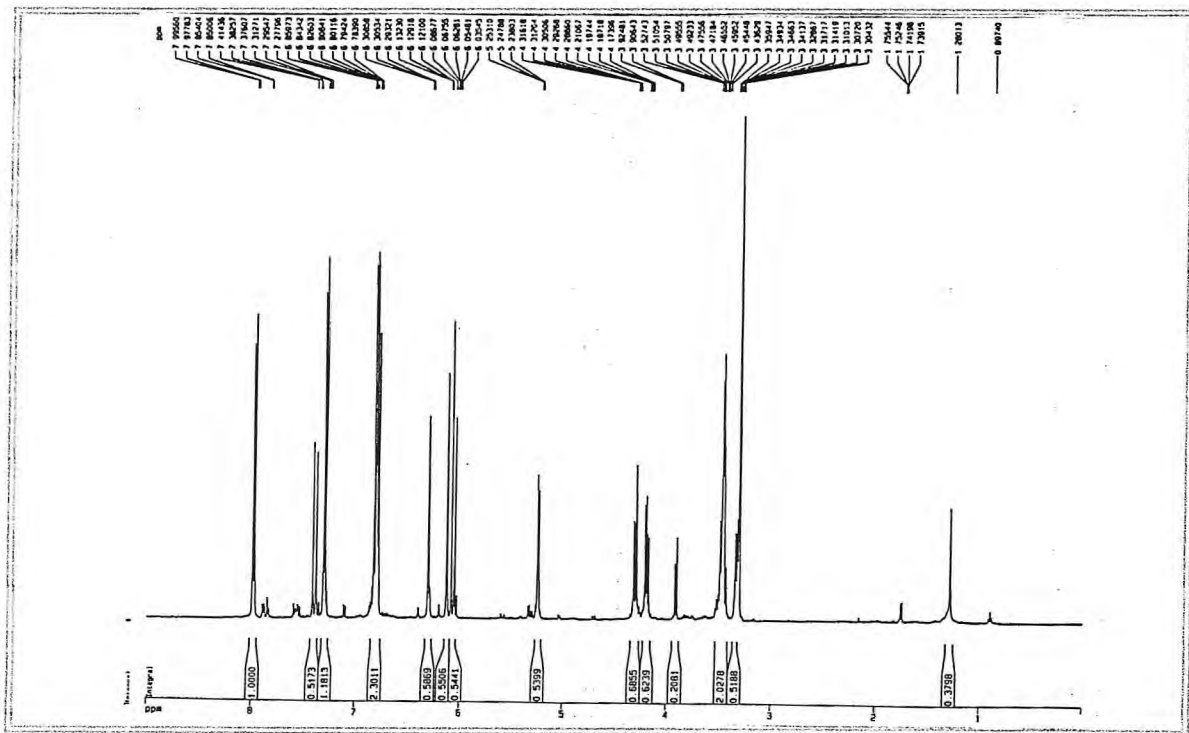


Figura 133 - Espectro de RMN ¹H (500 MHz, CD₃OD) de FJ-14 (251)

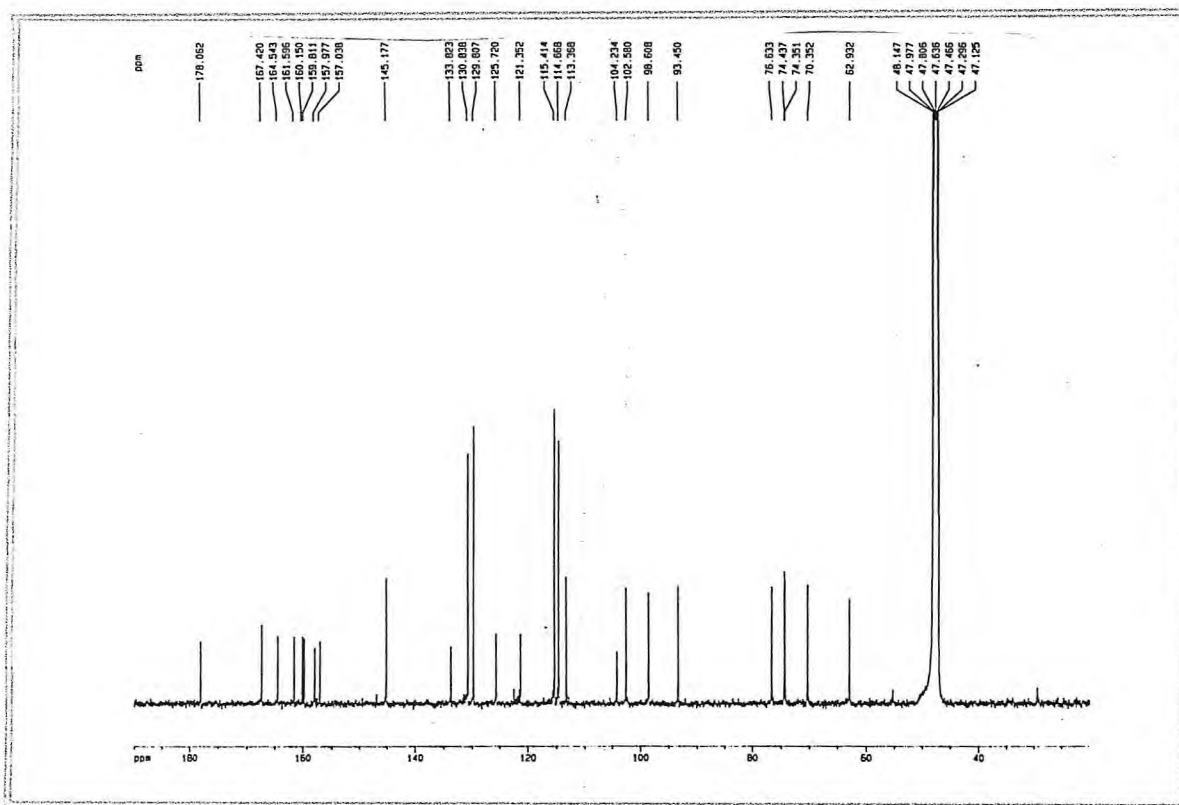


Figura 130 - Espectro de RMN ¹³C – BB (125 MHz, CD₃OD) de FJ-14 (251)

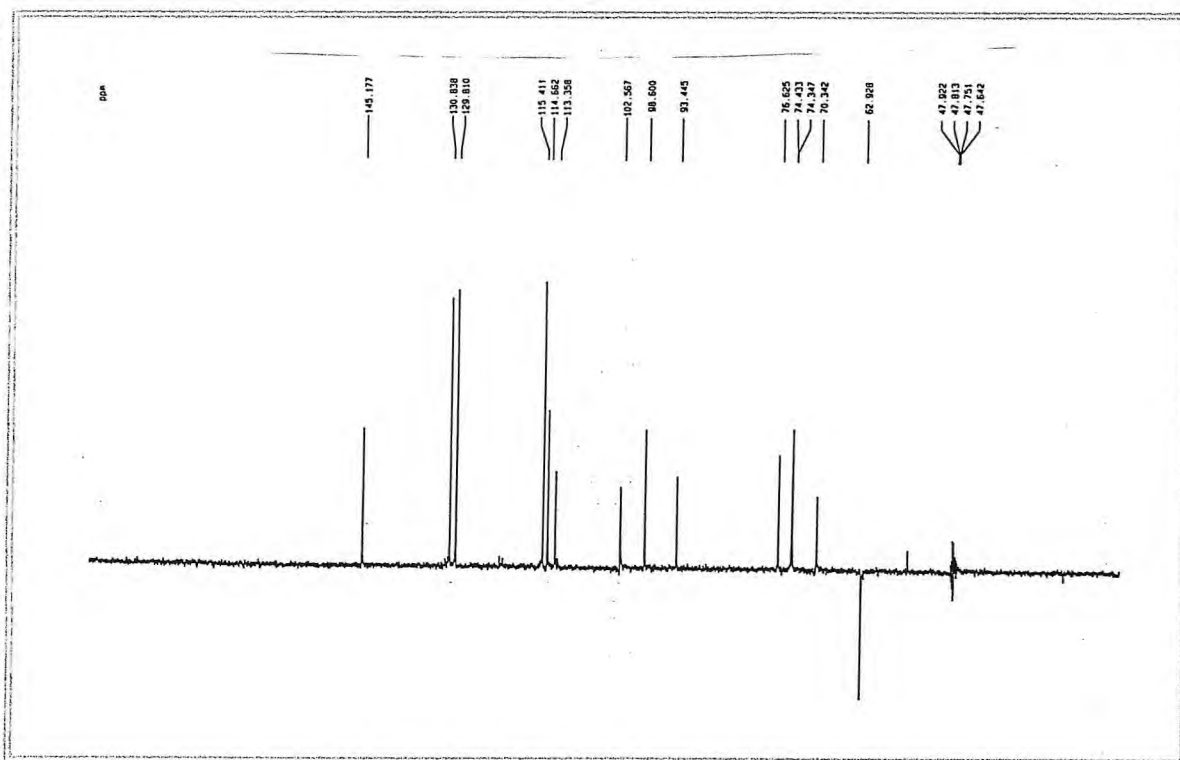


Figura 132 - Espectro de RMN ¹³C – DEPT 135° (75 MHz, CD₃OD) de FJ-14 (251)

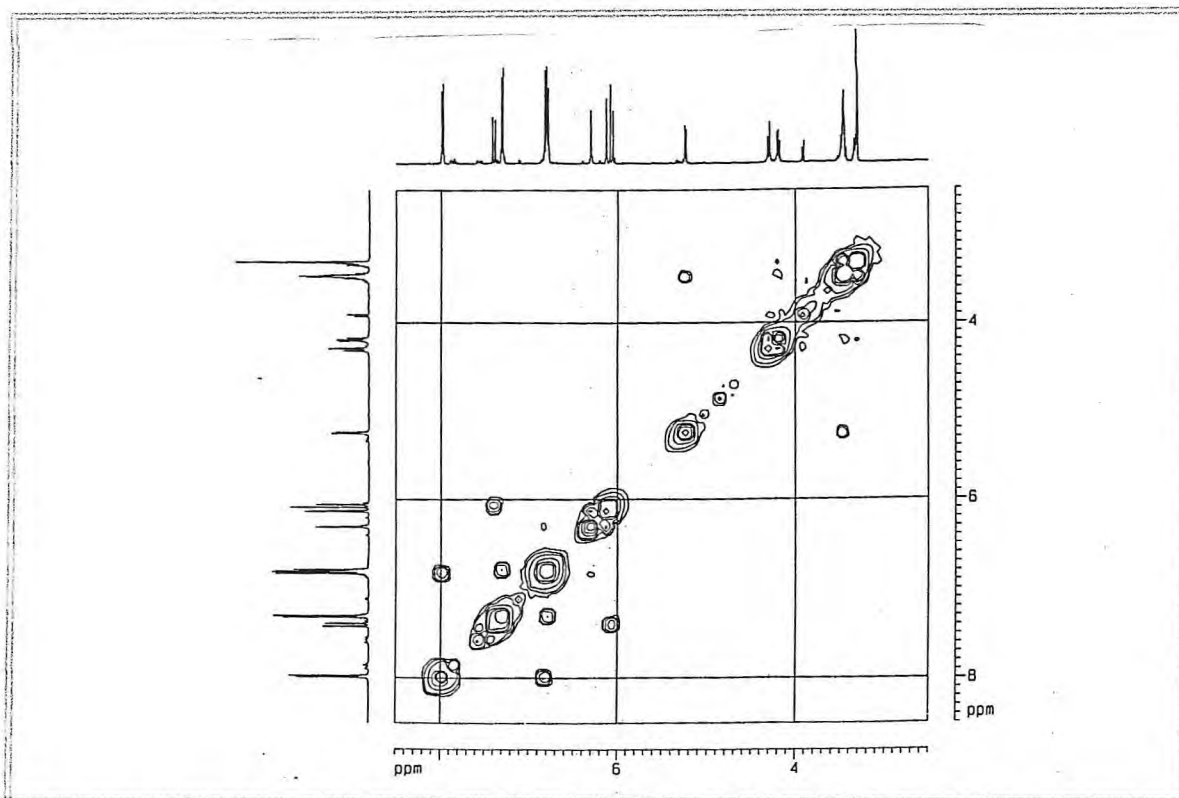


Figura 134 - Espectro bidimensional de correlação homonuclear de hidrogênio e hidrogênio (^1H , ^1H) – COSY (500 MHz, CD_3OD) de FJ-14 (251)

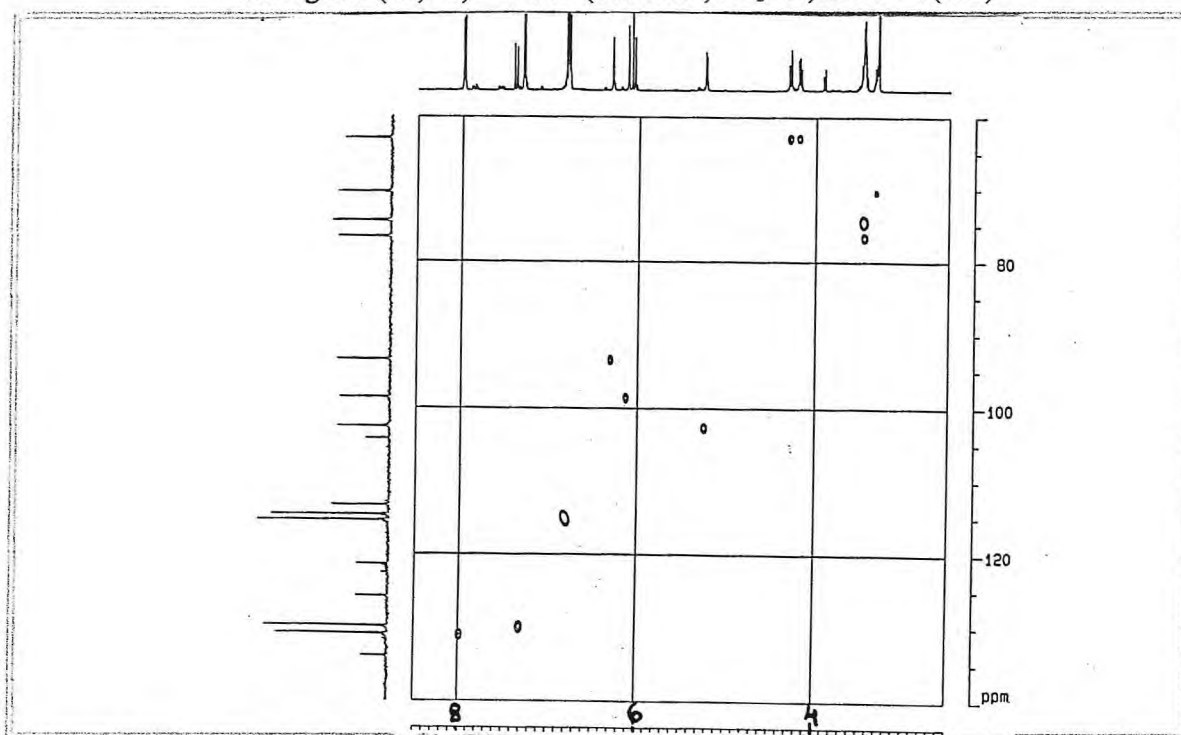


Figura 131 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-14 (251)

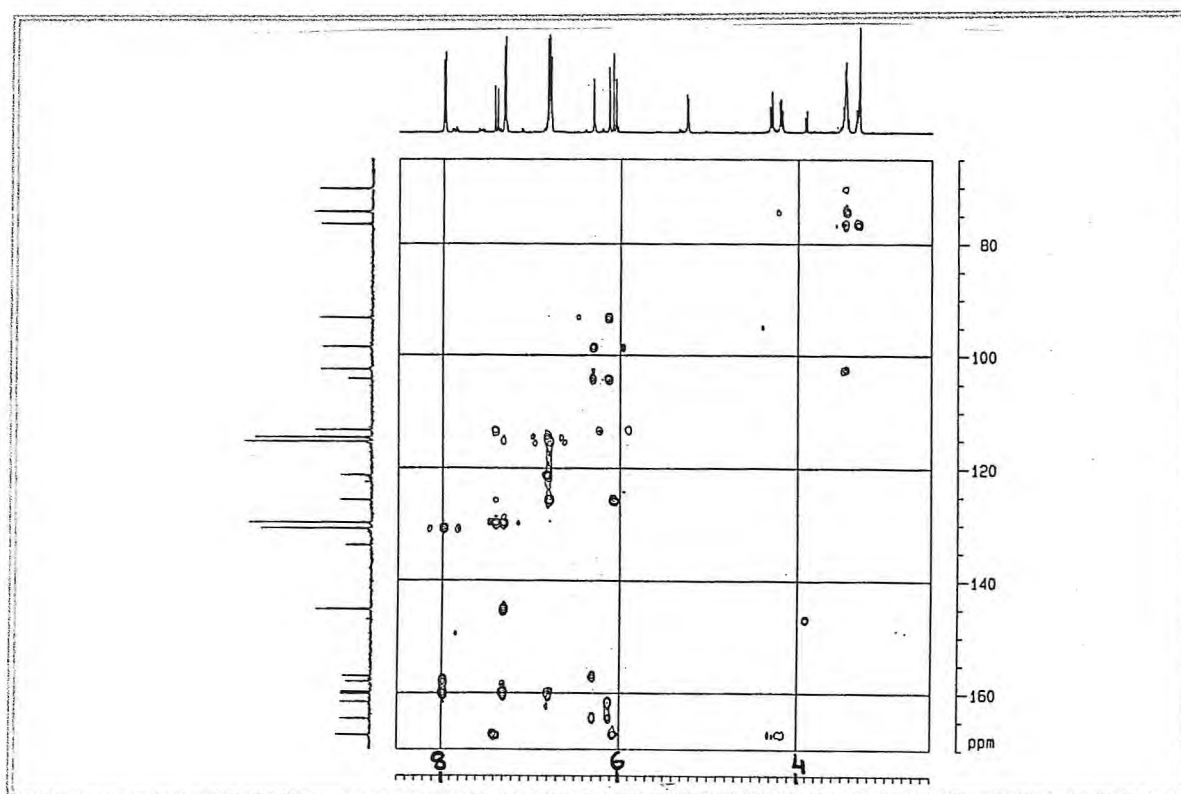


Figura 135 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) (500, 125 MHz, CD_3OD) de FJ-14 (251)

4.1.15. Determinação Estrutural de FJ-15

A fração acetato de etila do extrato etanólico das flores de *C. trichotoma* (FJEfAc) forneceu por eluição com acetato de etila e metanol 50% as frações 76-82, as quais continham um precipitado e que após comparadas em CCD, foram reunidas e submetidas a uma filtração com metanol, resultando na substância denominada FJ-15 (Item 5.3.3.3, p. 266).

O composto codificado de FJ-15 apresentou-se como um sólido amorfo branco, com p.f. 289-292 °C e $[\alpha]_D^{25} = +65,5^\circ$ (c 0,5, C₅H₅N).

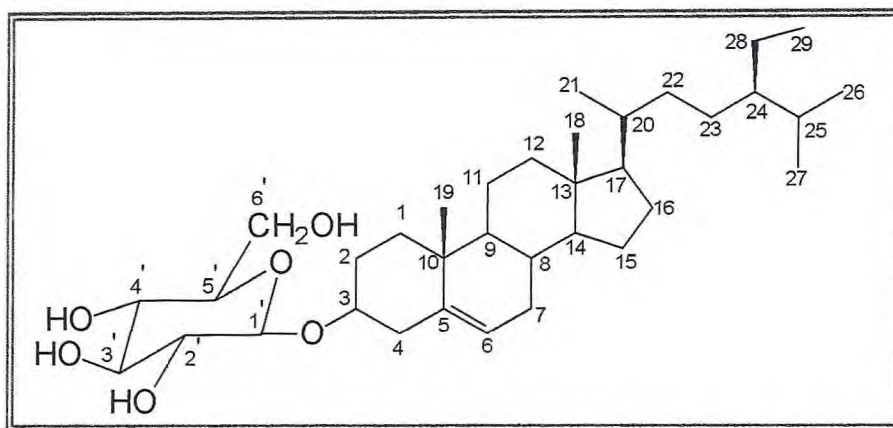
O espectro de absorção na região do I.V. (Figura 136, p. 196), revelou uma banda intensa e larga em ν_{\max} 3368 cm⁻¹, associada à deformação axial de grupo hidroxila (OH), uma absorção forte em ν_{\max} 2924 cm⁻¹ atribuída a deformação axial de ligação carbono-hidrogênio (CH), além de absorções em ν_{\max} 1067 e 1024 cm⁻¹ representativa de deformação axial de álcool e/ou éter (C-O).

O metabólito secundário FJ-15, após ser comparado com amostra padrão, em CCD, foi identificado como sendo o glicosídeo do β -sitosterol, que devido à pouca solubilidade nos solventes orgânicos usuais, foi submetido à acetilação em mistura de piridina e anidrido acético, para obtenção dos espectros de RMN ¹H (Figura 137, p. 196) e ¹³C (Figura 138, p. 197).

No espectro de RMN ¹³C-BB, foram observadas trinta e cinco linhas espectrais, sendo seis referentes a carbonos metílicos (CH₃), doze de carbonos metilênicos (CH₂), quatorze de carbonos metínicos (CH), dos quais seis encontram-se na região de carbonos alifáticos ligados a átomos de oxigênio e três de carbonos não hidrogenados (C), caracterizando um composto triterpênico ou esteróidico.

O espectro de RMN ¹H, registrou sinais referentes a uma unidade de glicose na faixa de δ_H 3,66-5,19, bem como sinais característicos de esqueleto terpênico.

A confirmação final da estrutura deste composto, envolveu principalmente a comparação dos deslocamentos químicos dos átomos de carbonos e as multiplicidades dos sinais correspondentes, obtidos respectivamente pelos espectros de RMN ¹³C-BB e DEPT 135° (Figura 139, p. 1197) com valores descritos na literatura (Macari, 1990), ver Tabela 32, p. 195.



FJ-15 (252), glicosídeo do β -sitosterol

Tabela 32 - Análise comparativa dos deslocamentos químicos (δ_c) de RMN ^{13}C de FJ-15 (252) com aqueles registrados na literatura para a substância β -sitosterol glicosilado (Macari, 1990).

C	FJ-15	β -sitosterol glic/Ac	C	FJ-15	β -sitosterol glic/Ac
1	37,2	37,2	19	19,3	19,2
2	29,4	29,5	20	36,1	36,0
3	80,1	80,0	21	18,7	18,7
4	38,9	38,9	22	34,0	34,0
5	140,3	140,3	23	26,0	26,1
6	122,1	122,0	24	45,8	45,8
7	31,9	31,8	25	29,1	29,1
8	31,8	31,8	26	19,8	19,7
9	50,2	50,2	27	19,0	18,9
10	36,7	36,5	28	23,1	23,0
11	20,7	20,9	29	11,8	11,0
12	39,7	39,7	1'	99,6	99,6
13	42,3	42,3	2'	71,7	71,7
14	56,7	56,7	3'	72,9	73,0
15	24,2	24,2	4'	68,5	68,7
16	28,2	28,1	5'	71,5	71,5
17	56,0	56,1	6'	62,1	61,9
18	12,0	11,9	CH ₃ C ₀ ₂ R	21,0;20,7;20,6;20,5	21,0;20,8;20,7;20,6
			CH ₃ C ₀ ₂ R	170,7;170,3;169,4;169,3	170,7;170,4;169,4;169,3

* Os espectros foram obtidos utilizando CDCl₃ como solvente.

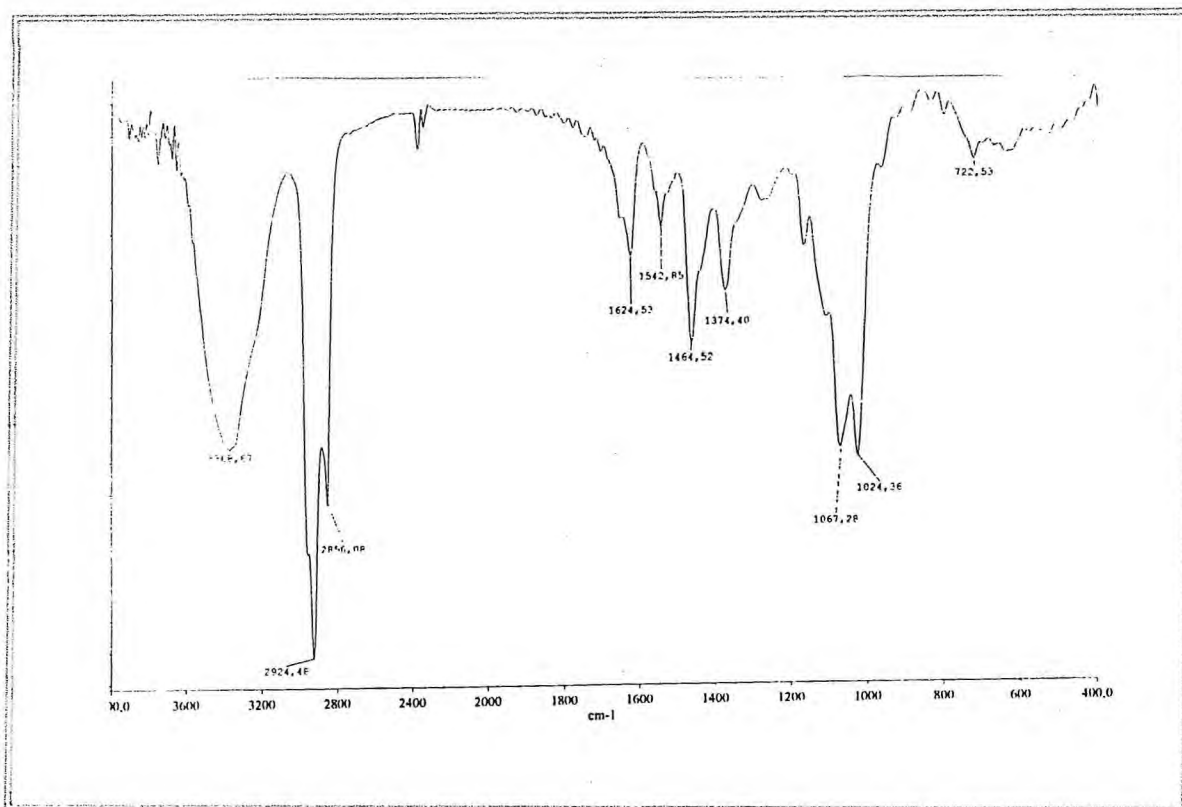


Figura 136 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-15 (252)

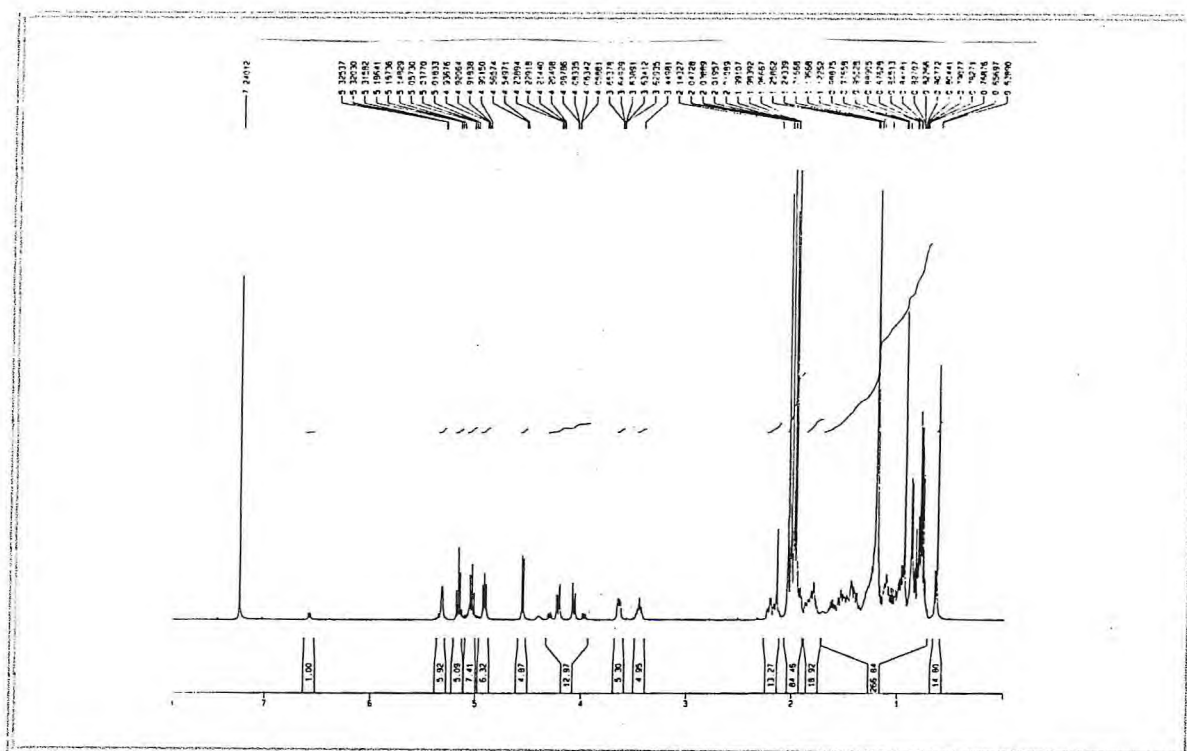


Figura 137 - Espectro de RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃) de FJ-15 (252) acetilado

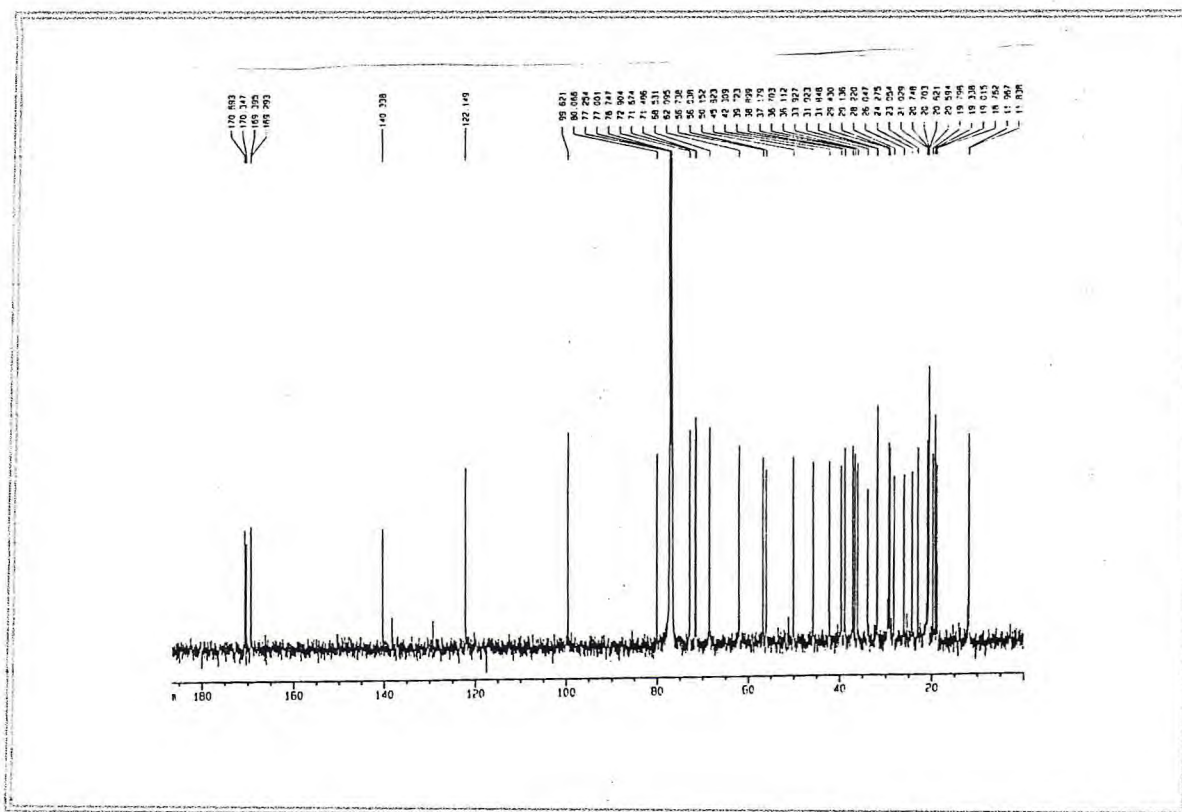


Figura 138 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (75 MHz, CDCl_3) de FJ-15 (252) acetilado

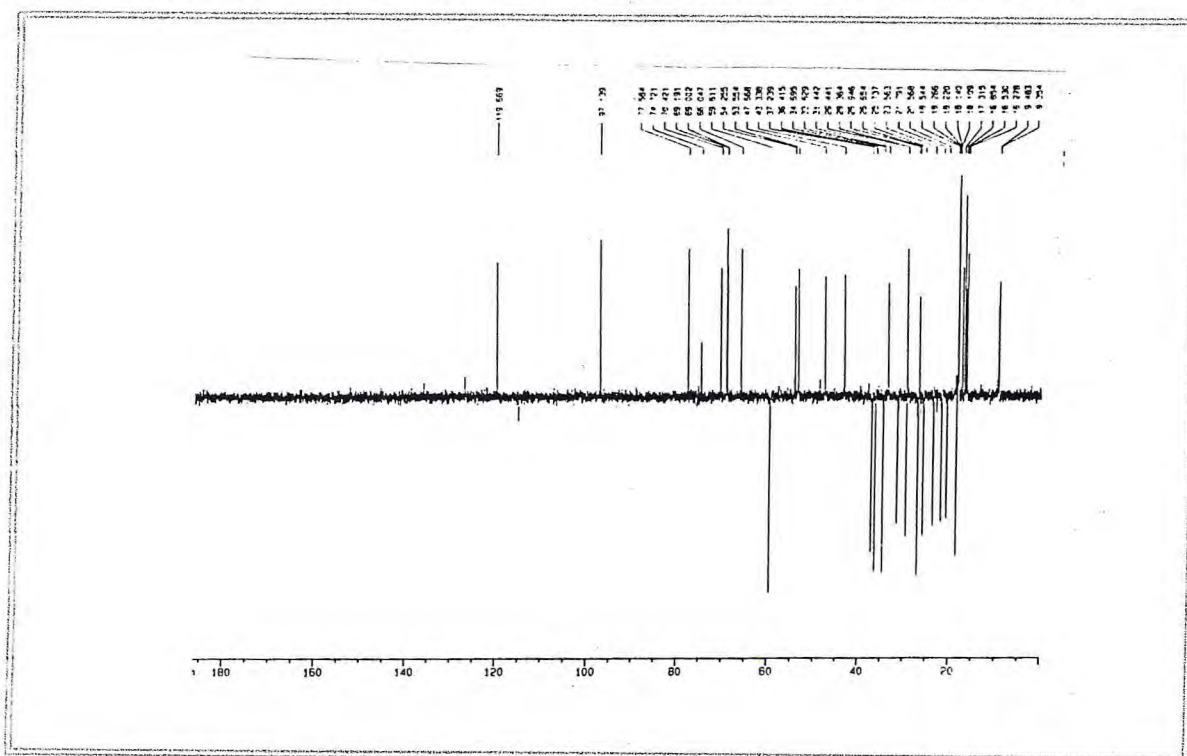


Figura 139 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (75 MHz, CDCl_3) de FJ-15 (252) acetilado

4.1.16. Determinação Estrutural de FJ-16

Nas frações, obtidas por eluição com acetona do extrato etanólico das flores de *C. trichotoma* (FJEfAcet), ocorreu a formação de um material sólido. Este foi submetido a filtração com metanol, resultando em um sólido amorfo de cor bege; com p.f. 230,8 - 232,1°C e com $[\alpha]_D^{25} = +26,6^\circ$ (*c* 0,5, DMSO), o qual foi denominado FJ-16 (Ítem 5.5.3.4, p. 267).

No espectro de absorção na região do I.V. (Figura 140, p. 200) observou-se a presença de bandas compatíveis com grupo amida: (O=C-N-H) em ν_{\max} 3441 – 3346 cm^{-1} (N-H) e 1782 – 1716 cm^{-1} (C=O). O caráter nitrogenado é confirmado pelas absorções em ν_{\max} 1660-1532 e 1185 cm^{-1} , representativa de deformação axial de ligação carbono-nitrogênio (C-N).

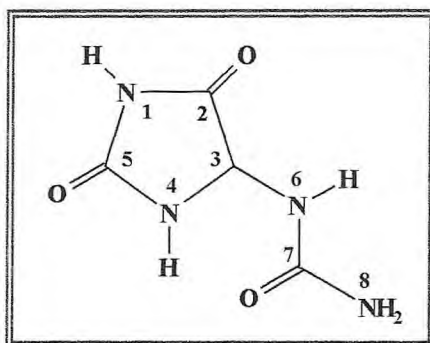
O espectro de RMN ^{13}C -BB (Figura 141, p. 201) apresentou apenas quatro linhas espectrais, este quando comparado com o experimento DEPT 135° (Figura 142, p. 202), permitiu reconhecer que três destes sinais correspondem a carbonos não-hidrogenados e o outro, representa um carbono metínico sp^3 . Com base nos valores dos deslocamentos químicos dos átomos de carbono pode-se atribuir o sinal em δ_{C} 173,7 (C-4) a carbonila de amida, enquanto os sinais em δ_{C} 157,6 (C-7) e 156,9 (C-5), são compatíveis com carbonila de carbamida, onde o carbono carbonílico é duplamente protegido por efeito mesomérico dos átomos de nitrogênio.

O espectro de massa (Figura 143, p. 200) de FJ-16 apresentou um pico em m/z 141, valor muito alto para apenas quatro átomos de carbono. Entretanto, justifica a incorporação dos heteroátomos oxigênio e nitrogênio, confirmando desta maneira as informações obtidas no espectro de IV.

Estas informações, somadas à aquelas obtidas do espectro de RMN ^1H (Figura 144, p. 201), levou a fórmula molecular $\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_4\text{O}_3$, cuja massa molecular 158 daltons, justifica o pico em m/z 141 ($[\text{M} - \text{NH}_3]^+$).

Baseado no valor do deslocamento químico e integração, os sinais na forma de singleto em δ_{H} 10,5 (s, H-4); 8,0 (s, H-1) e 5,76 (s, 2H-8) foram correlacionados a hidrogênios ligados a nitrogênio de um grupo NH_2 , enquanto o sinal em δ_{H} 6,87, d, $J = 8,1\text{Hz}$, H-6) foi atribuído ao hidrogênio N-H ligado ao carbono C-3 do anel imidazólico.

Estes dados, quando comparados com aqueles descritos na literatura, para a alantoína (Coxon et al., 1977), alcaloíde de fórmula molecular $C_2H_6N_4O_3$ (Tabela 33, p. 199) frequentemente encontrado em espécies de *Cordia*, mostraram-se semelhantes, entretanto, está sendo relatado pela primeira vez na espécie em estudo.



FJ-16 (253), alantoína

Tabela 33 - Análise comparativa dos deslocamentos químicos (δ) de RMN 1H e ^{13}C de FJ-16 (253) com aqueles registrados na literatura para a substância alantoína (Coxon et al., 1977).

C	alantoína	H	FJ-16	H
1	-	8,05 (s)	-	8,00 (s)
2	173,4	-	173,7	-
3	62,3	5,22 (d, $J = 8,1$)	62,6	5,20 (d, $J = 8,0$)
4	-	10,53 (s)	-	10,50 (s)
5	156,7	-	156,9	-
6	-	6,91 (d, $J = 8,1$)	-	6,87 (d, $J = 8,1$)
7	157,4	-	157,6	-
8	-	5,80 (s)	-	5,76 (s)

* Os espectros foram obtidos utilizando DMSO como solvente.

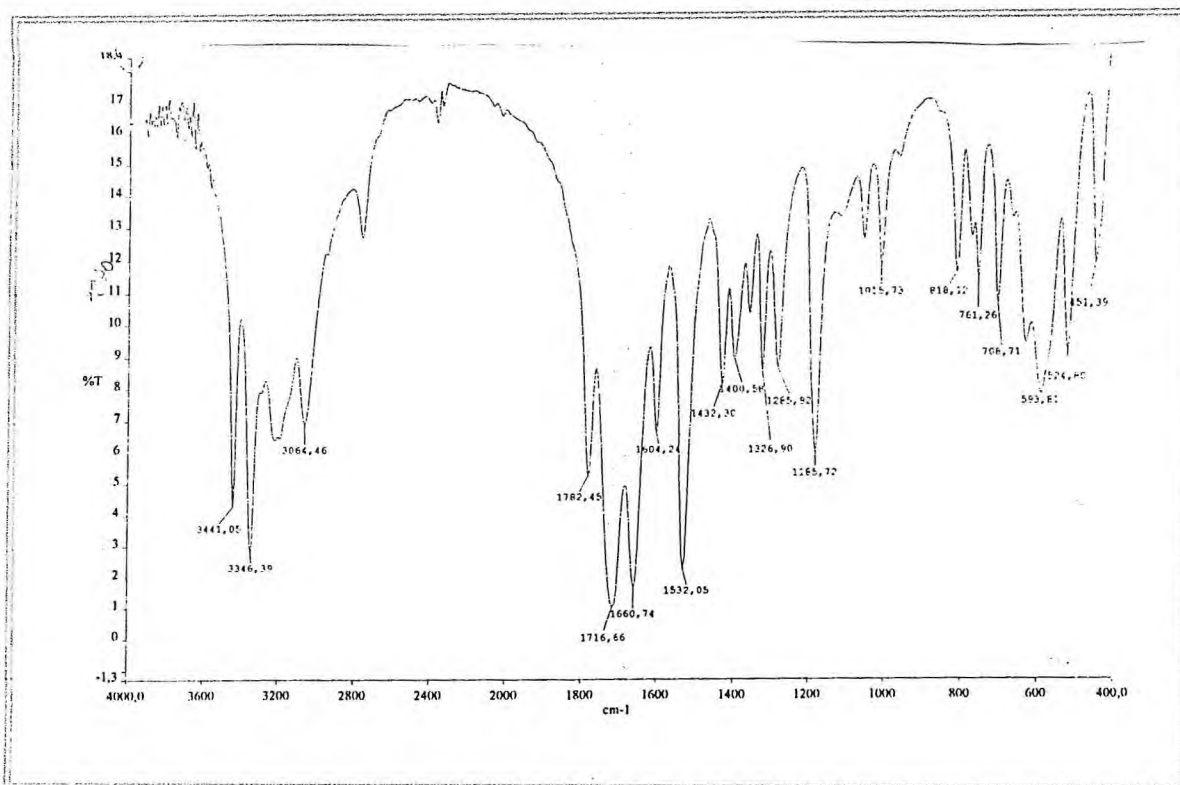


Figura 140 - Espectro de absorção na região do IV de FJ-16 (253)

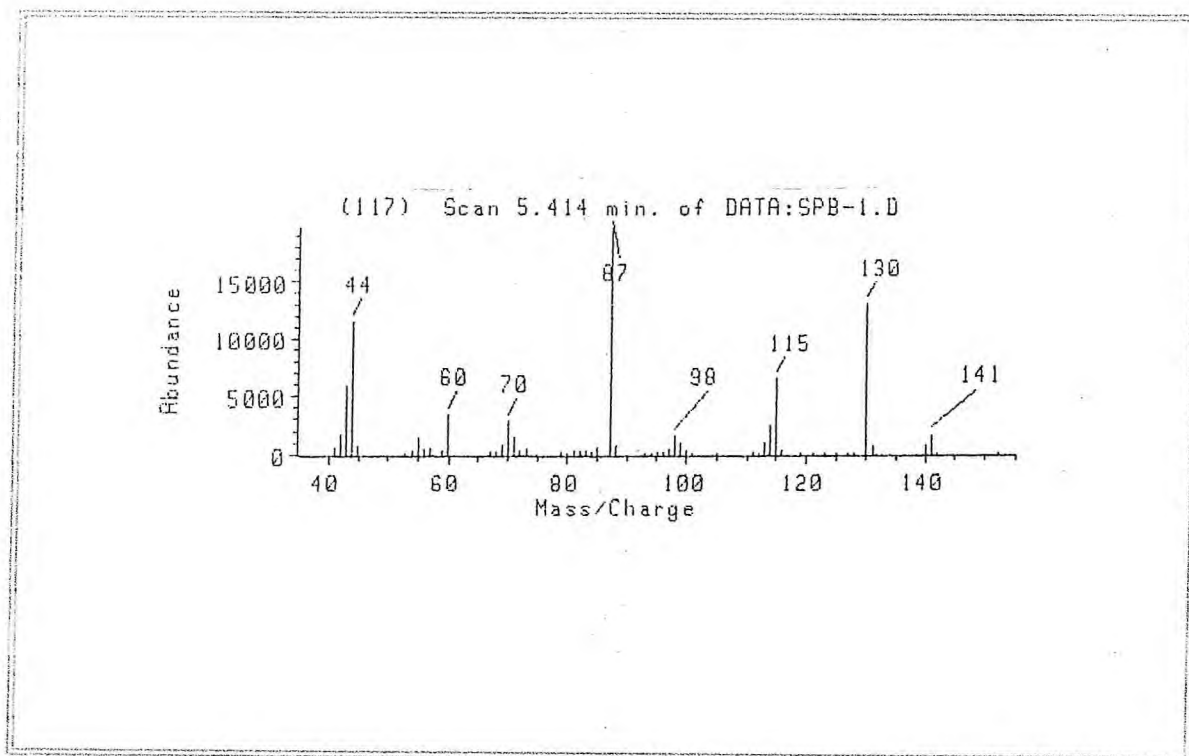


Figura 143 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de FJ-16 (253)

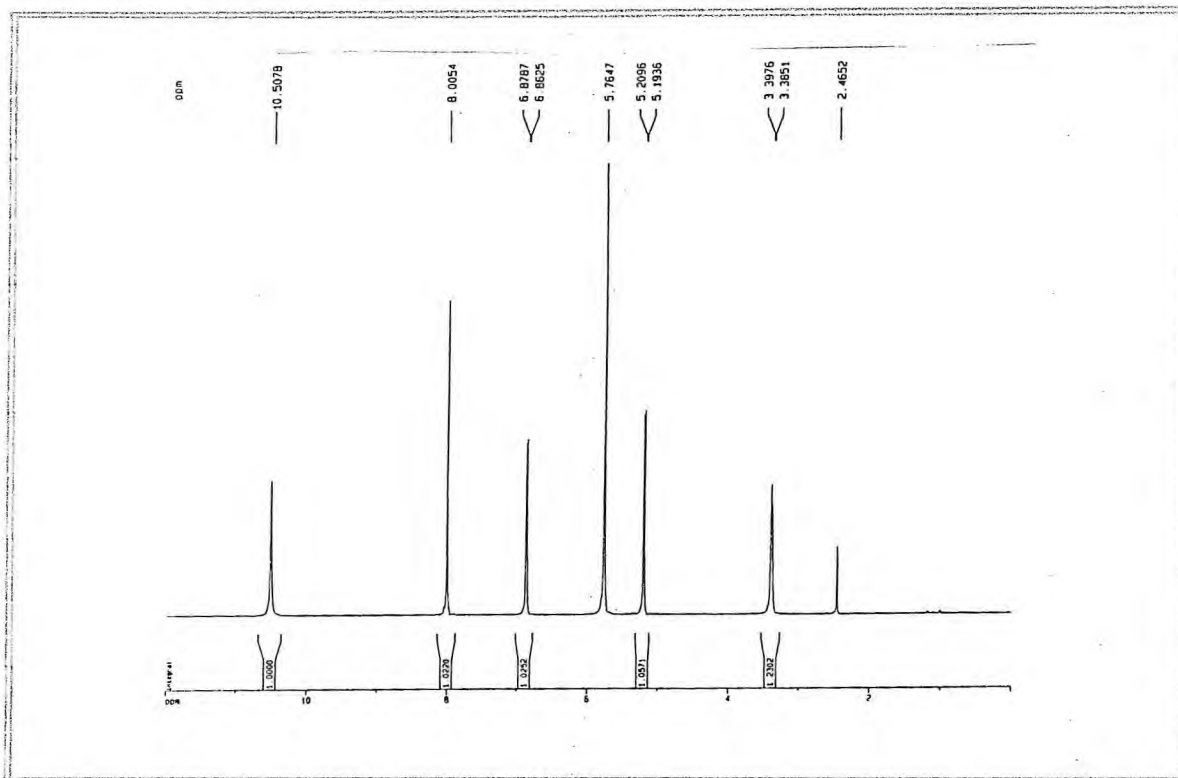


Figura 144 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, DMSO) de FJ-16 (253)

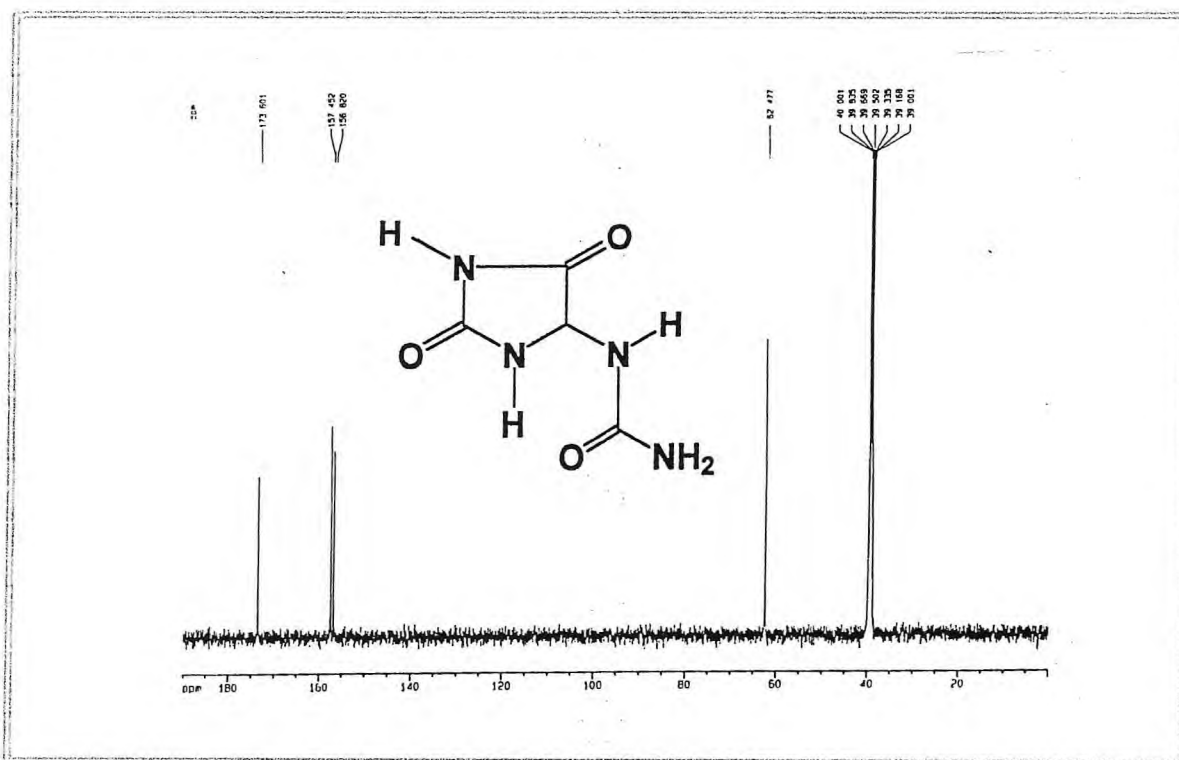


Figura 141 - Espectro de RMN ^{13}C - BB (125 MHz, DMSO) de FJ-16 (253)

4.1.17. Determinação Estrutural de FJ-17

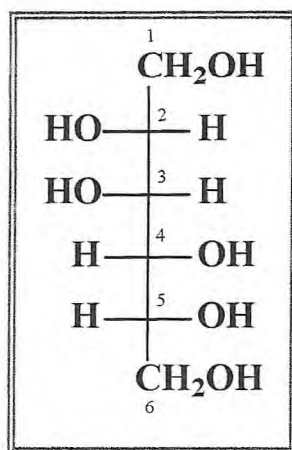
Observou-se na fração eluída com metanol (FJEfM), quando do tratamento cromatográfico do extrato etanólico das flores de *C. trichotoma*, a presença de um material sólido cristalino, o qual foi filtrado e lavado com metanol, resultando em um composto na forma de cristais incolores e com p.f. 165,0-166,2 °C, denominado FJ-17 (Ítem 5.5.3.5, p. 267).

No espectro de absorção na região do infravermelho (IV) (Figura 145, p. 205), foi observada uma intensa absorção em ν_{\max} 3293 cm^{-1} (O-H), sugerindo a presença de um ou mais grupos hidroxila. O experimento ainda apresenta bandas características de deformação axial em ν_{\max} 2935 cm^{-1} (C-H) e em ν_{\max} 1087 e 1024 cm^{-1} (C-O), compatíveis com um composto polihidroxilado.

O espectro de RMN ^{13}C -BB (Figura 146, p. 206) apresentou apenas a presença de três linhas espectrais, entretanto as intensidades relativamente altas das linhas espectrais em δ_{C} 71,2; 69,6 e 63,6 sugerem que cada uma dessas linhas espectrais possa ser atribuída a dois átomos de carbono. Desse modo, FJ-17 teria na realidade seis átomos de carbono em sua composição molecular, todos carbonos sp^3 e oxigenados. A subtração dos sinais espectrais observados nos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (Figura 147, p. 206), revelou a presença de quatro carbonos metínicos em δ_{C} 71,2 (CH, C-3 e C-5) e 69,6 (CH, C-2 e C-4) e dois carbonos metilênicos em δ_{C} 63,6 (CH_2 , C-1 e C-6). Baseado nestes dados e nos valores dos deslocamentos químicos chegou-se a fórmula molecular $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$.

O espectro de RMN ^1H (Figura 148, p. 205) apresentou absorções somente na região de δ_{H} 3,90-3,67 ppm, sinais esses característicos de hidrogênios ligados à átomos de carbono oxigenados em acordo com o espectro de I.V e RMN ^{13}C -BB.

Com base nos dados acima relatados e por comparação com aqueles descritos na literatura, para o manitol (Pouchurt e Behnke, 1993), açúcar frequentemente encontrado em espécies de *Cordia* (Tabela 34, p. 204), verificou-se que estes mostraram-se semelhantes, inclusive o ponto de fusão (p.f. Lit. 169 °C). Este é o primeiro relato deste composto para a espécie *C. trichotoma*.



FJ-17 (254), manitol

Tabela 34 - Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C (δ_{C}) de FJ-17 (254) com aqueles registrados na literatura para o manitol (Pouchurt e Behnke, 1993) e dados de RMN ^1H (δ_{H}) de FJ-17.

C	FJ-17	manitol
	δ_{C}	δ_{C}
1	63,6	64,4
2	71,2	72,0
3	69,6	70,5
4	69,6	72,0
5	71,2	73,8
6	63,6	65,9

* Os espectros foram obtidos utilizando D_2O como solvente.

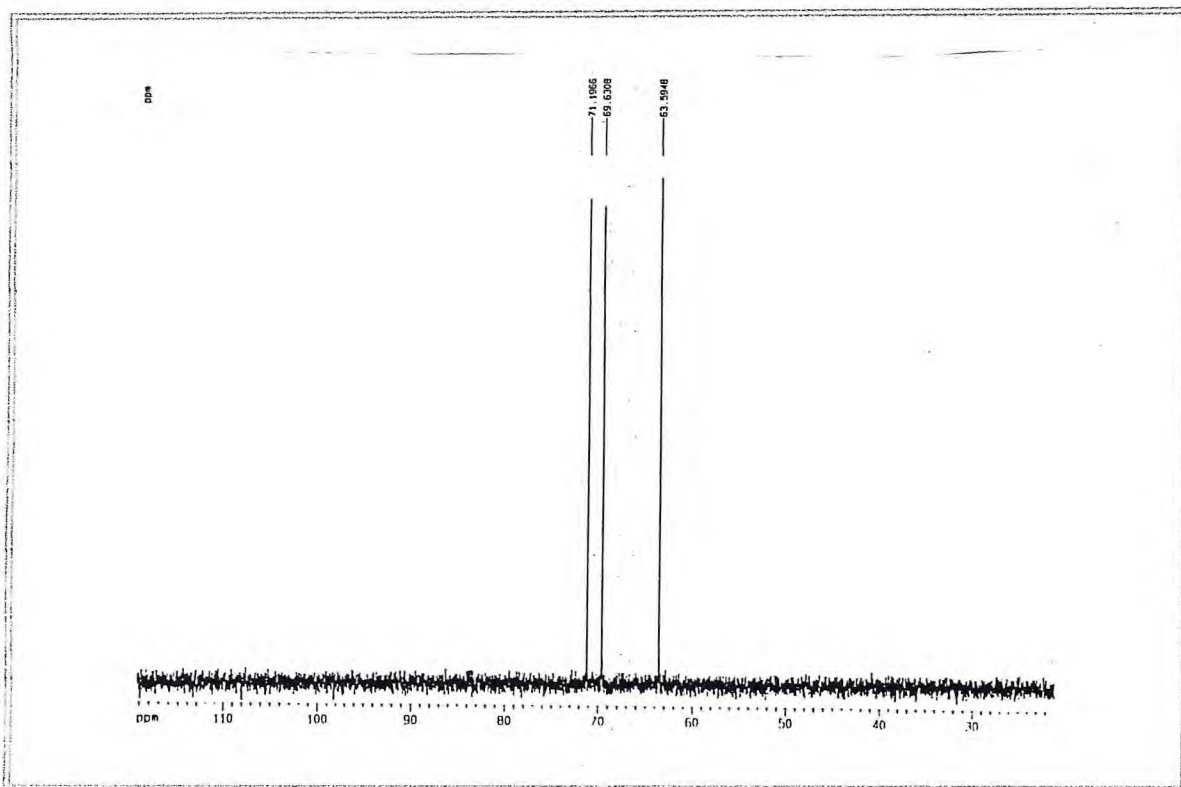


Figura 146 - Espectro de RMN ^{13}C – BB (125 MHz, D_2O) de FJ-17 (254)

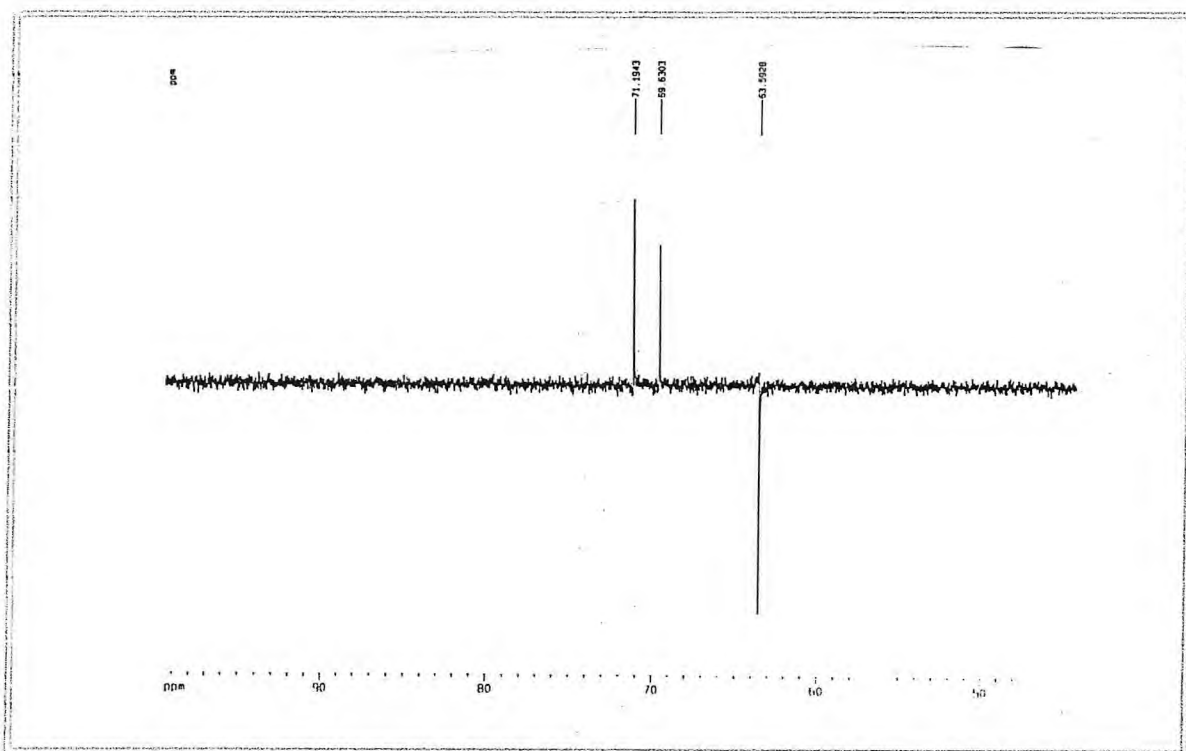


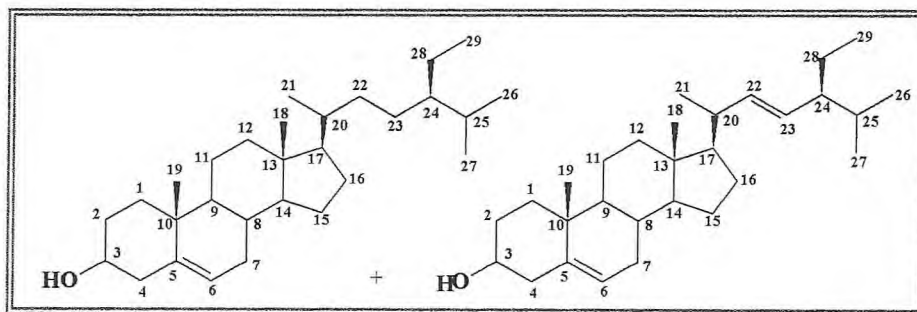
Figura 147 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, D_2O) de FJ-17 (254)

4.2. Determinação estrutural dos constituintes não-voláteis de *Cordia globosa*.

4.2.1. Determinação Estrutural de MD-1

Do tratamento cromatográfico da fração diclorometano do extrato hexânico das raízes de *C. globosa* (MDHrDc), por eluição com hexano e acetato de etila 20%, obteve-se nas frações 50-58 um material cristalino, denominado MD-1 (Item 5.6.1.3, p. 271).

Este composto, após ser comparado com amostra padrão, em CCD e análise de seus dados de RMN ^1H e ^{13}C , foi identificado como sendo uma mistura de β -sitosterol e estigmasterol, o qual foi previamente isolado e cuja determinação foi apresentada na p. 178.



MD-1 (249), β -sitosterol e estigmasterol

4.2.2. Determinação Estrutural de MD-2

O tratamento cromatográfico da fração clorofórmio do extrato hexânico das raízes (MDHrC), forneceu por eluição com diclorometano as frações 33-42, nas quais foi verificada a presença de um precipitado avermelhado. Estas frações foram reunidas e o precipitado filtrado e submetido à recristalização com hexano, resultando em um composto cromatograficamente puro, quando analisado por CCD e denominado MD-2 (Item 5.6.1.4, p. 272).

MD-2 foi isolado na forma de um sólido cristalino vermelho, com p.f. 196,0-199,2 °C e $[\alpha]_D^{25} = -3^\circ$ (c 0,05, CHCl_3).

No espectro de absorção na região do infravermelho (Figura 149, p. 213), foi observado uma intensa absorção em ν_{\max} 3403 cm^{-1} (O-H), sugerindo a presença de grupos hidroxila, uma absorção intensa em ν_{\max} 1665 cm^{-1} atribuída a ligação dupla carbono-oxigênio, provavelmente de carbonila conjugada (C=O). O experimento ainda apresentou bandas características de deformação axial em ν_{\max} 2913 cm^{-1} (C-H) e em ν_{\max} 1104 e 1034 cm^{-1} (C-O). Foram visualizadas ainda as bandas referentes a deformações angulares (C=C) em ν_{\max} 1595, 1439 e 850 cm^{-1} , as quais indicam a presença de anel aromático na molécula.

O espectro de RMN ^{13}C -BB (Figura 150, p. 214), revelou sinais correspondentes a vinte e sete átomos de carbono. A análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (Figura 151, p. 215), permitiu reconhecer o padrão de hidrogenação correspondente a cada átomo de carbono. Desta maneira observou-se para MD-2, a presença de dez carbonos metínicos, com exceção de apenas um os demais apresentam hibridização sp^2 e três carbonos metílicos. A diferença entre os sinais de carbono observada entre os espectros de RMN ^{13}C - BB e DEPT 135°, indicou a existência de quatorze átomos de carbono não hidrogenados, todos com hibridização sp^2 .

A fórmula molecular de MD-2 foi estabelecida como $\text{C}_{27}\text{H}_{20}\text{O}_6$, conforme pode ser visto na Tabela 35, p. 211, a partir dos dados espectrais de RMN ^{13}C , DEPT 135° e análise do seu espectro de massa à 70 eV (Figura 152, p. 213), o qual revelou o íon do pico molecular em m/z 440 ($[\text{M}]^+$). Adicionalmente a este estavam presentes os picos em m/z 425 ($[\text{M}-\text{CH}_3]^+$), m/z 408 ($[\text{M}-\text{CH}_3\text{OH}]^+$) e m/z 381 ($[\text{M}-\text{COOCH}_3]^+$).

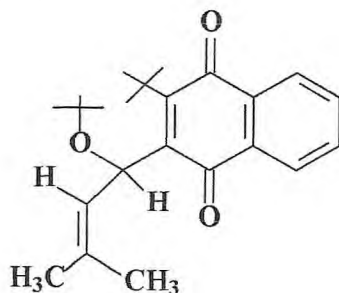
Pelos dados obtidos a partir da análise dos espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° e utilizando o conhecimento da teoria do deslocamento químico, pode-se facilmente assinalar os sinais em δ_{C} 184,7, 182,4 e 171,2 como sendo de carbonilas, corroborando com os dados observados no espectro de IV. As duas primeiras absorções são características de carbonilas de quinonas, enquanto a outra é compatível com a função éster. Os sinais em δ_{C} 52,1 e δ_{H} 3,72 referentes a um grupo metoxila se adequam a um éster metílico.

A análise do espectro de RMN ^1H (Figura 153, p. 214), revelou um sinal em δ_{H} 11,27 (s, HO-1), correspondente a um grupo hidroxílico presente na molécula e envolvido em ligação de hidrogênio intramolecular. Examinando os valores das absorções no espectro de RMN ^1H , e levando em consideração a integração e a multiplicidade dos sinais, pode-se verificar que os sinais de hidrogênios que absorvem em δ_{H} 8,44-7,68 pertencem a anéis aromáticos. Adicionalmente foram observados sinais em δ_{H} 1,69 (s, 3H-14') e 2,10 (s, 3H-15') compatíveis com dois grupos metílicos ligados a carbono sp^2 , além das absorções em δ_{H} 6,52 (d, $J = 9,2$ Hz, H-11') e 5,59 (d, $J = 9,4$ Hz, H-12') relativos a dois átomos de hidrogênios vicinais.

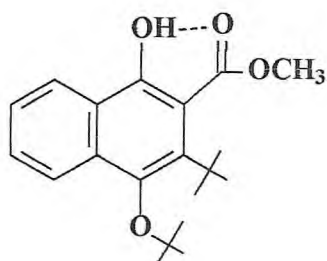
Os espectros de HMQC (Figura 154, p. 215) e HMBC (Figura 155, p. 216), foram utilizados para confirmar a estrutura de MD-2 e para assinalar sem ambiguidade os deslocamentos químicos de hidrogênio e carbono.

Estes dados permitiram deduzir uma unidade 1,4 naftoquinona e uma dupla ligação trissubstituída, onde dois dos grupos são metilas, além de uma unidade naftalênica.

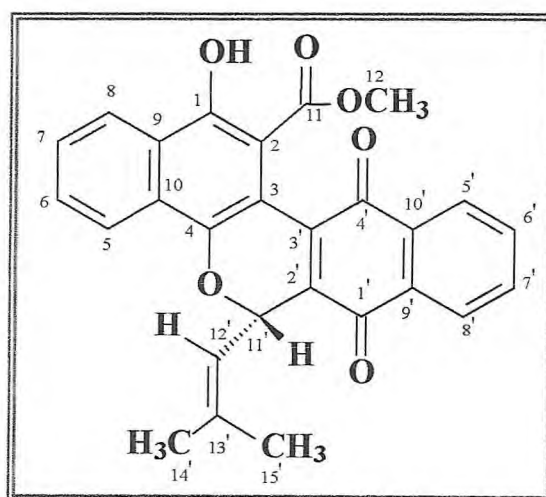
O acoplamento vicinal entre os hidrogênios que absorvem em δ_{H} 5,59 e 6,52 foi facilmente observado através dos valores de J . A correlação entre o hidrogênio em δ_{H} 5,59 (d, $J = 9,4$ Hz, H-12') com o carbono em δ_{C} 133,1 ($^3J_{\text{CH}}$, C-2') e do sinal em δ_{H} 6,52 (d, $J = 9,2$ Hz, H-11') com o carbono em δ_{C} 137,2 ($^3J_{\text{CH}}$, C-3') permitiu deduzir o fragmento estrutural abaixo.



Os doze sinais de carbonos restantes, incluindo aqueles correspondentes ao grupo metoxila, associados aos sinais de hidrogênio permitiu determinar a outra estrutura parcial a seguir.



Com estas duas unidades definidas, chegou-se a estrutura de MD-2, cujos assinalamentos de hidrogênio e carbono foram determinados (Tabela 36, p. 212) e confirmados com dados previamente registrados na literatura para microphyllaquinona (Santos et al., 2001). Este produto natural foi isolado a partir das raízes de *Lippia microphylla*, porém trata-se de uma substância que apesar de não ser inédita na literatura, é inédita no gênero *Cordia*.



MD-2 (255), microphyllaquinona

Tabela 35 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de MD-2.

C	CH	CH ₃	TOTAL
184,7	134,1	52,1	
182,4	133,9	26,3	
171,2	129,7	19,2	
154,8	128,9		
147,6	126,7		
142,7	126,3		
137,2	124,5		
133,3	123,3		
133,1	117,7		
132,6	68,0		
128,4			
127,5			
109,6			
105,0			
$\text{C}_{14}\text{O}_4^{\text{a}}$	$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}^{\text{b}}$	$\text{C}_3\text{H}_9\text{O}^{\text{c}}$	$\text{C}_{27}\text{H}_{19}\text{O}_6 + \text{H}^{\text{d}} = \text{C}_{27}\text{H}_{20}\text{O}_6$

^a Oxigênios pertencentes a três grupos carbonila (C=O) e um grupo hidroxila (C-OH).

^b Oxigênio pertencente a um grupo éster (C-O-CH).

^c Oxigênio pertencente a um grupo metoxila (CH₃-O).

^d Hidrogênio pertencente a um grupo hidroxila (OH).

Tabela 36 - Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CDCl_3 , 500 e 125 MHz) de MD-2 (255).

$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ - HMQC			$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ - HMBC	
C	δ_{C}	δ_{H}	$^2\text{J}_{\text{CH}}$	$^3\text{J}_{\text{CH}}$
1	154,8	-	-	H-8
2	105,0	-	-	
3	109,6	-	-	
4	147,6	-	-	H-11', H-5
5	123,3	8,26 (d, $J = 9,3$)	-	H-7
6	129,7	7,68 (m)	-	H-8
7	128,9	7,68 (m)	-	H-5
8	124,5	8,44 (d, $J = 9,3$)	-	H-6
9	127,5	-	-	H-5, H-7
10	128,4	-	-	H-6, H-8
11	171,2	-	-	MeO-11', HO-1
1'	182,4	-	-	H-11', H-8'
2'	133,1	-	-	H-11'
3'	137,2	-	-	H-11'
4'	184,7	-	-	H-5'
5'	126,7	8,10 (d, $J = 8,5$)	-	H-7'
6'	133,9	7,77 (m)	-	H-8'
7'	134,1	7,77 (m)	-	H-5'
8'	126,3	8,15 (d, $J = 7,5$)	-	H-6'
9'	132,4	-	-	H-7', H-5'
10'	133,3	-	-	H-6'
11'	68,0	6,52 (d, $J = 9,2$)	H-12'	-
12'	117,7	5,59 (d, $J = 9,2$)	H-11'	3H-14', 3H-15'
13'	142,7	-	3H-14', 3H-15'	H-11'
14'	26,3	1,69 (s)	-	H-12', 3H-15'
15'	19,2	2,10 (s)	-	H-12', 3H-14'
MeO-11	52,1	3,72 (s)	-	-
HO-1	-	11,27 (s)	-	-

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

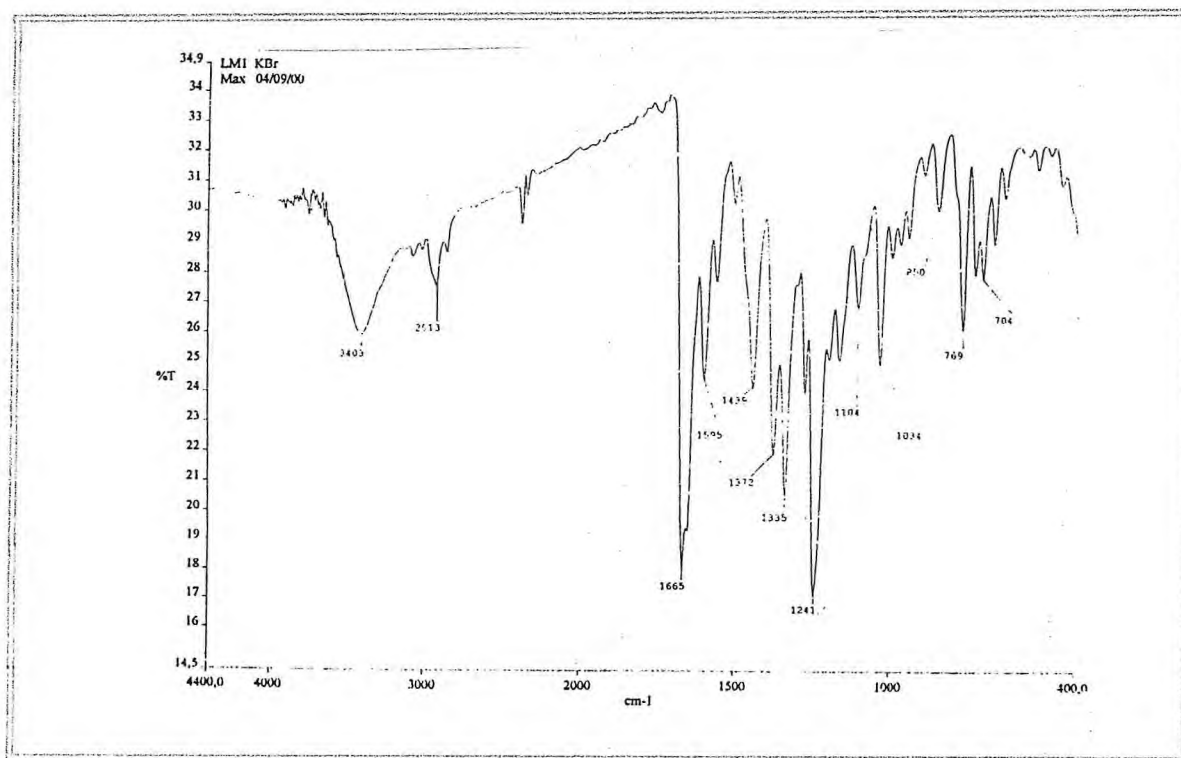


Figura 149 - Espectro de absorção na região do IV de MD-2 (255)

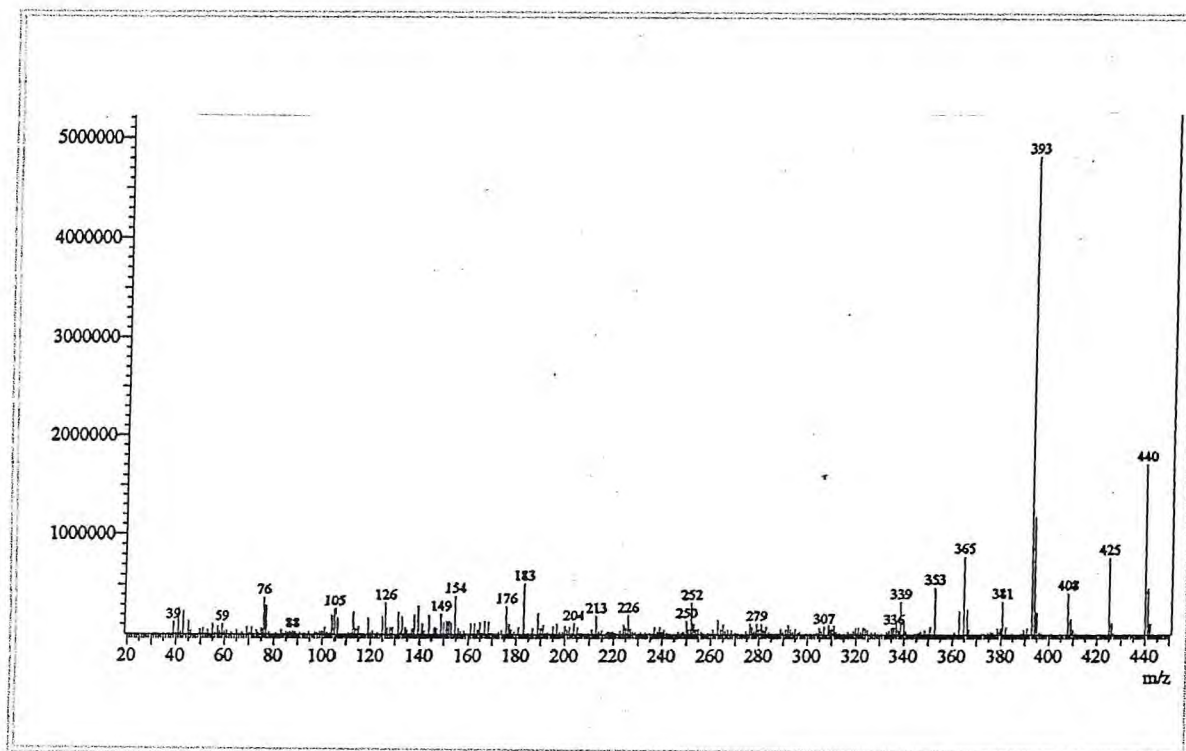


Figura 152 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de MD-2 (255)

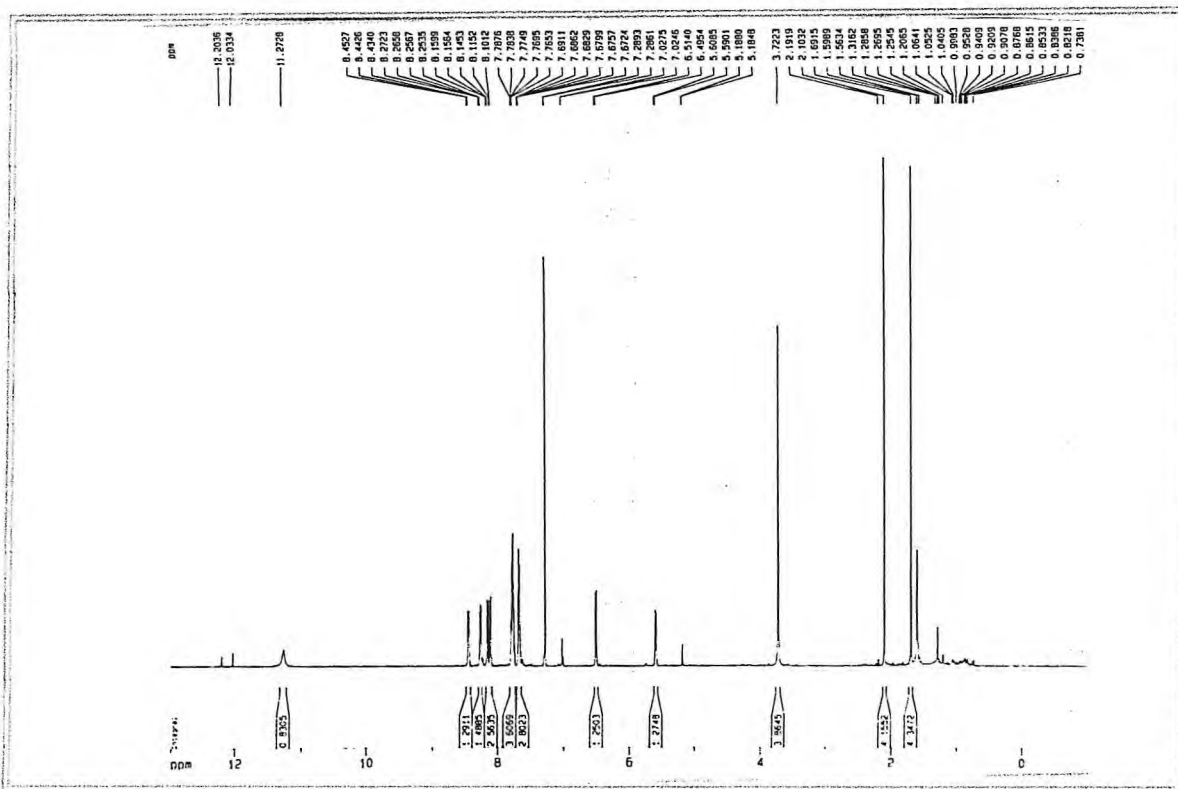


Figura 153 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) de MD-2 (255)

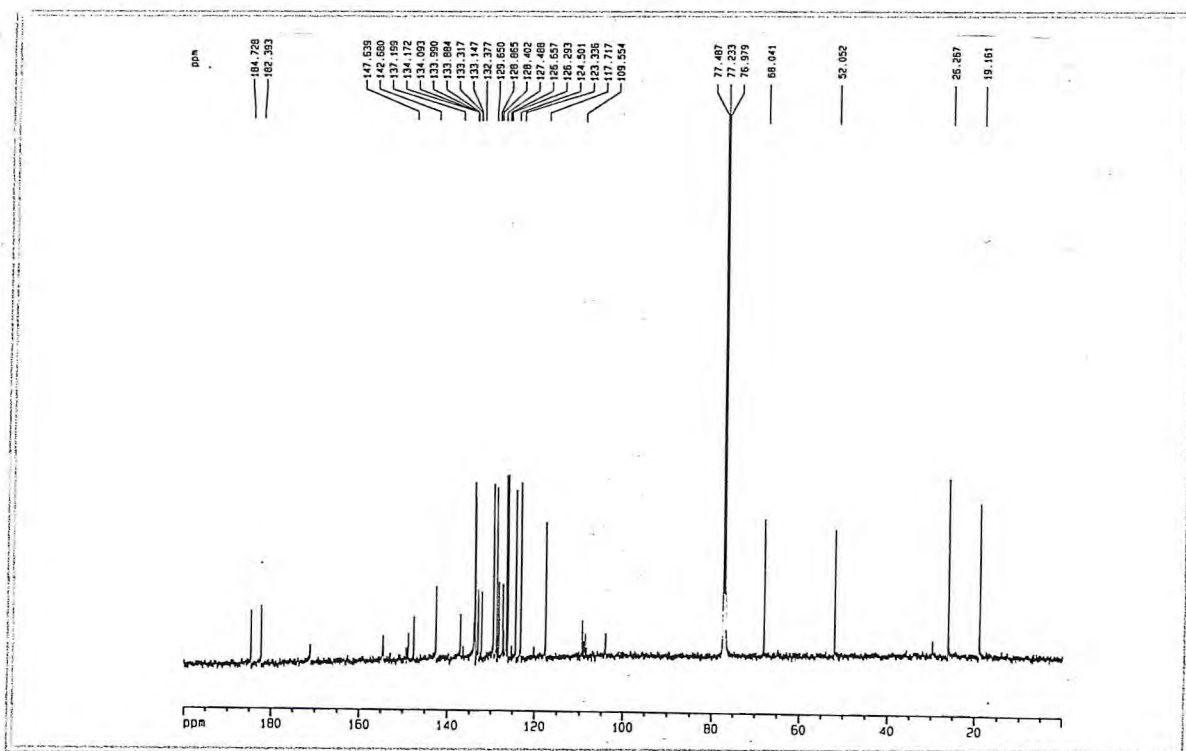


Figura 150 - Espectro de RMN ^{13}C - BB (125 MHz, CDCl_3) de MD-2 (255)

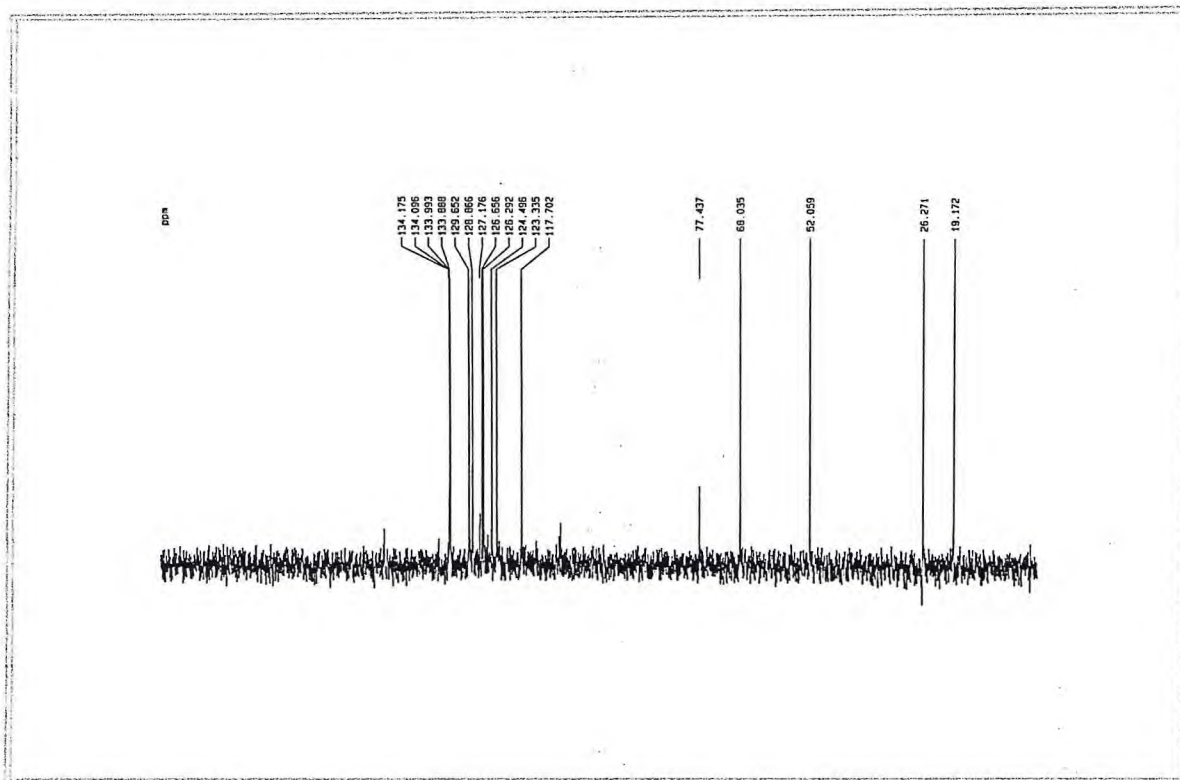


Figura 151 - Espectro de RMN ^{13}C - DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de MD-2 (255)

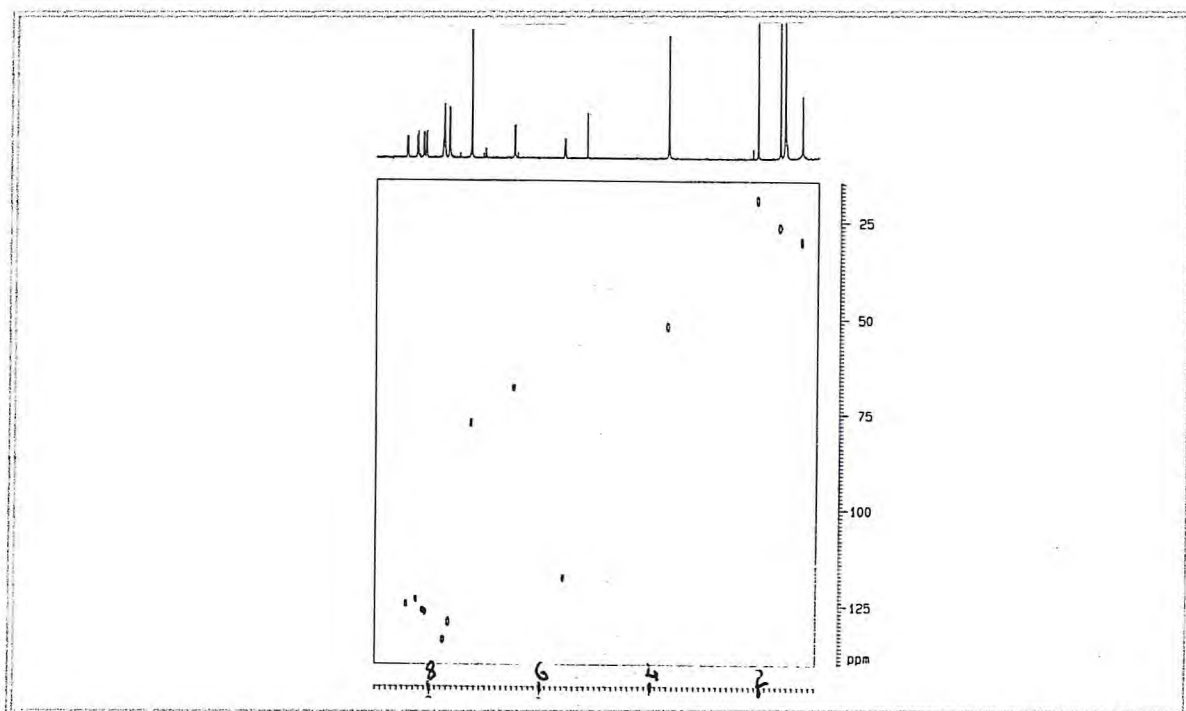


Figura 154 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CDCl_3) de MD-2 (255)

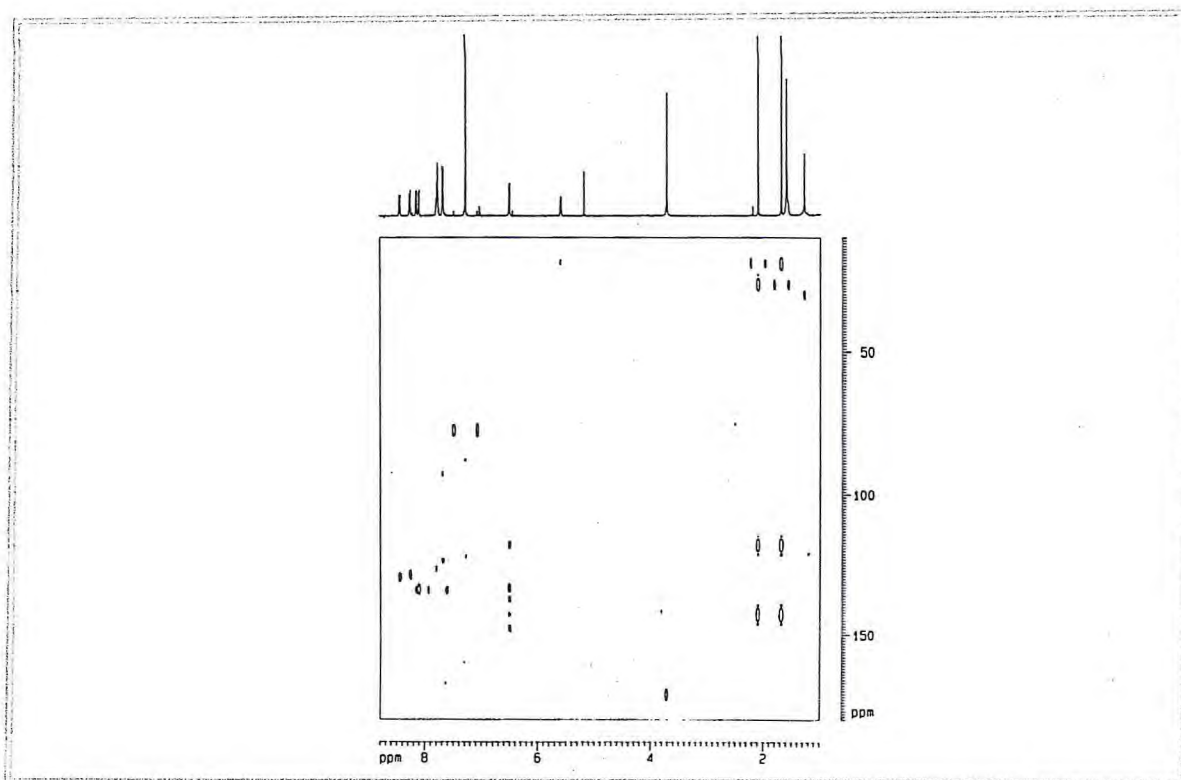
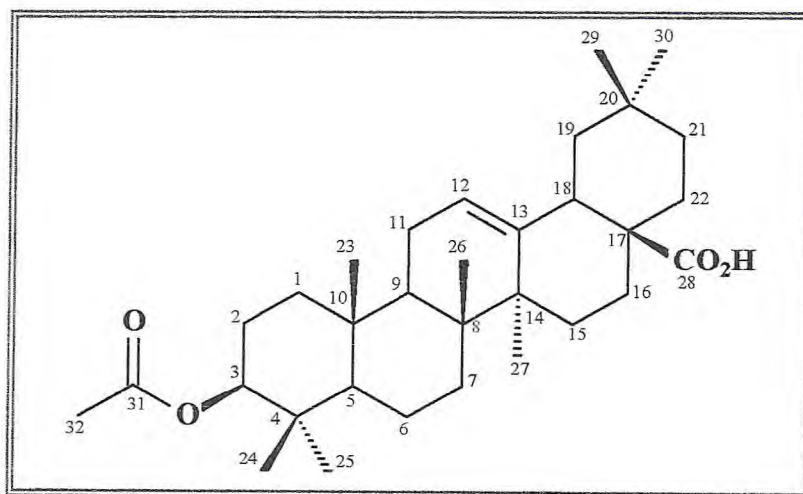


Figura 155 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) (500, 125 MHz, CDCl_3) de MD-2 (255)

4.2.3. Determinação Estrutural de MD-3

Tratamento cromatográfico da fração diclorometano do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MDErDc), forneceu por eluição com diclorometano um precipitado, o qual foi submetido a recristalização resultando em um sólido amorfo branco, com p.f. 255-257 °C, denominado MD-3 (Item 5.6.1.6, p. 273).

Este após análise por CCD com amostra autêntica e por comparação dos dados de RMN ¹³C foi identificado como sendo o acetato do ácido oleanólico, isolado também de *C. trichotoma* e cuja determinação já foi relatada na p. 100.



MD-3 (238), acetato do ácido oleanólico

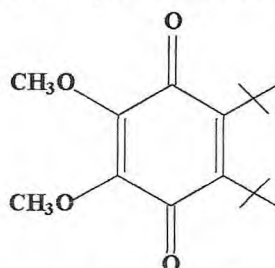
4.2.4. Determinação Estrutural de MD-4

A partir da fração diclorometano do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MDErDc) foi isolado como um óleo avermelhado, o composto MD-4 e com $[\alpha]_D^{25} = +4,8^\circ$ (c 0,05, CHCl_3), (Item 5.6.1.6, p. 273).

Sua fórmula molecular foi estabelecida como $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{O}_4$, conforme pode ser visto na Tabela 37, p. 221, construída a partir dos dados espectrais de RMN ^{13}C (Figura 156, p. 226) e análise do seu espectro de massa à 70 eV (Figura 157, p. 225), o qual revelou o pico do íon molecular em m/z 302 ($[\text{M}]^+$).

O espectro de IV (Figura 158, p. 225), mostrou uma banda intensa em ν_{max} 1647 cm^{-1} , característica de estiramento de carbonila (C=O) de quinonas. Foram também observadas bandas em ν_{max} 1609 e 1513 cm^{-1} , correspondentes à dupla ligação (C=C), além de absorções na faixa de ν_{max} 1230-1016 cm^{-1} característica de estiramento de ligação carbono-oxigênio (C-O).

O espectro de RMN ^1H (Figura 159, p. 226), exibiu somente sinais de hidrogênios ligados a carbono sp^3 os quais absorvem na faixa de δ_{H} 0,34 – 4,01, além de sinais correspondentes a dois grupos metoxila em δ_{H} 4,01 (s) e 3,98 (s). Enquanto seu espectro de RMN ^{13}C mostrou sinais correspondentes a dezoito átomos de carbono. Baseada na interpretação de seus espectro de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (Figura 160, p. 227), o referido composto possui em sua estrutura dois grupos carbonila (δ_{C} 184,8 e 184,9), quatro carbonos sp^2 não hidrogenados (δ_{C} 141,2, 141,4, 144,9 e 145,1) e dois grupos metoxila (δ_{C} 61,6 e 61,7). Esses dados são consistentes com a estrutura parcial 2,3-dimetoxi-1,4-benzoquinona (Guntern et al., 2001) mostrada a seguir.



Adicionalmente, o espectro de RMN ^{13}C de MD-4 revelou sinais correspondentes a dez átomos de carbono sp^3 , sendo dois não hidrogenados em δ_{C} 26,9 (C-1a) e 49,8 (C-7a),

dois carbonos metínicos em δ_C 27,1 (C-8a) e 50,8 (C-1b), quatro carbonos metilênicos em δ_C 33,9 (C-1), 45,2 (C-8), 36,7 (C-7) e 23,1 (C-2) e dois carbonos metílicos em δ_C 19,8 (C-9) e 20,1 (C-10). Conseqüentemente, após subtração da unidade benzoquinona, uma composição parcial elementar de $C_{10}H_{16}$ correspondente a três deficiências de hidrogênio, pode ser calculada para os átomos restantes da molécula. Isto revelou o caráter terpenoídico de MD-4, em acordo com a presença de quinonas terpenoídicas previamente isoladas de espécies de *Cordia* (Moir et al., 1973; Ioset et al., 2000), inclusive de *C. trichotoma* (Menezes et al., 2001).

O espectro de RMN 1H mostrou a presença de dois singletos para dois grupos metila angular em δ_H 0,85 (3H-10) e 1,21 (3H-9), e sinais em δ_H 0,94 e 0,34 (t, $J = 3,9$ Hz) ambos correlacionados ao mesmo carbono em δ 33,9, portanto hidrogênios geminais de um grupo metilênico, característico de anel ciclopropânico. O sinal da metila angular em δ_H 0,85 (3H-10), característico de benzo- e naftoquinonas previamente isoladas de algumas espécies de *Cordia*, mostrou correlações no experimento HMBC (Figura 161, p. 228) com C-8 (δ_C 45,2), C-7 (δ_C 36,7) e C-1b (δ_C 50,8) estabelecendo a posição do átomo de carbono C-7a (δ_C 49,8), enquanto que a segunda metila angular, que absorve em δ_H 1,21 (3H-9) mostrou correlação com C-1 (δ_C 33,9), C-8a (δ_C 27,1) e C-1b (δ_C 50,8) determinando a posição do carbono C-1a (δ 26,9) e, ao mesmo tempo, revelando proximidade com o anel ciclopropânico.

Todos os deslocamentos de hidrogênio e carbono foram atribuídos sem ambigüidade com a ajuda do experimento HMQC (Figura 162, p. 227), conforme pode ser observado na Tabela 38, p. 222.

A configuração relativa *trans* para a junção dos anéis B/C foi determinada pelo deslocamento químico em δ 0,85 correspondente a metila angular (3H-10), e também apoiada pelas correlações observadas no experimento NOESY (Figura 163, p. 228). O grupo metila ligado em C-7a (3H-10) mostrou NOE com H-7 β (δ_H 2,59) e H-8 β (δ_H 2,03). Similarmente, a orientação do grupo metila ligado a C-5 (3H-9) foi também determinada como sendo β devido a existência de correlações com H-2 β (δ_H 2,21) e H-8 β (δ_H 2,03). Além disso, a orientação do anel ciclopropano foi estabelecida como α através das

correlações observadas entre os sinais dos hidrogênios em δ_H 0,34, correspondente a um hidrogênio do grupo metilênico (H-1 α), com H-1b α (δ_H 1,17), o que foi confirmado pelo efeito NOE observado para ambos os grupos metilas C-9 e C-10. Algumas correlações observadas no experimento NOESY estão mostradas na Figura 164, a seguir.

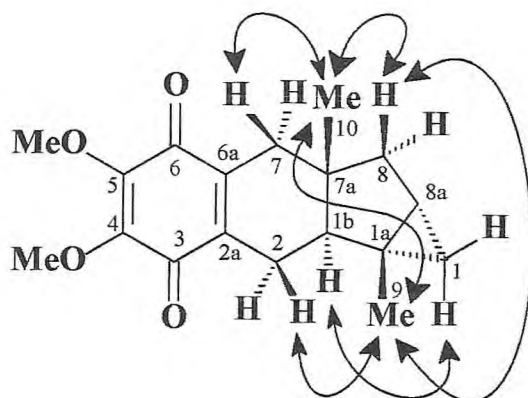
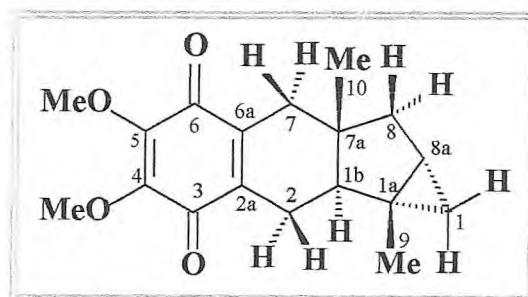


Figura 164 - Interação dipolar observada no experimento NOESY (500, 125 MHz, CDCl₃) de MD-4 (256)

Desta forma, a estrutura de MD-4 foi elucidada e recebeu a denominação de (1a*S**,1b*S**,7a*S**,8a*S**)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-*b*]naftaleno-3,6-diona e segundo levantamento bibliográfico realizado trata-se de uma substância inédita na literatura.



MD-4 (256), (1a*S,1b*S**,7a*S**,8a*S**)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-*b*]naftaleno-3,6-diona**

Tabela 37 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de MD-4.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
185,0	50,8	45,2	61,7	
184,8	27,1	36,7	61,6	
145,1		33,9	20,1	
144,9		23,1	19,8	
141,4				
141,2				
49,8				
26,9				
$\text{C}_8\text{O}_2^{\text{a}}$	C_2H_2	C_4H_8	$\text{C}_4\text{H}_{12}\text{O}_2^{\text{b}}$	$\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{O}_4$

^a Oxigênio pertencente a dois grupos carbonila (C=O).

^b Oxigênio pertencente a dois grupos metoxila (OCH₃).

Tabela 38 - Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CDCl_3 , 500 e 125 MHz) de MD-4 (256).

Carbono	δ_{C}	$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ - HMQC		$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ - HMBC	
		δ_{H}		$^2J_{\text{CH}}^{\text{b}}$	$^3J_{\text{CH}}^{\text{b}}$
1	33,9	0,94, H β 0,34 (t, $J = 3,9$), H α	-	H-7a; H-1b; 3H-9	
1a	26,9	-	H-1b; 3H-9	-	
1b	50,8	1,17 (dd, $J = 12,8$ e $5,3$), H β	3H-9; 3H-10	-	
2	23,1	2,84 (ddd, $J = 19,3, 5,3$ e $2,5$), H α 2,21, H β	H-1b	-	
2a	141,4	-	-	-	
3	185,0	-	-	-	
4	145,1	-	-	-	
5	144,9	-	-	-	
6	184,8	-	-	-	
6a	141,2	-	-	-	
7	36,7	2,59 (dd, $J = 18,9$ e $2,20$), H β 2,06, H α	3H-10	-	
7a	49,8	-	3H-10	H-6a	
8	45,2	2,03 (dd, $J = 12,6$ e $6,80$), H β 1,00, H α	-	3H-10	
8a	27,1	1,22	2H-1	H-1b; 3H-9	
9	19,8	1,21 (s)	-	H-1b	
10	20,1	0,85 (s)	-	2H-8; H-1b	
OMe	61,7	3,98 (s)	-	-	
OMe	61,6	4,01 (s)	-	-	

^a Todos assinalamentos foram baseados nos experimentos DEPT, COSY, HMQC, HMBC e NOESY. Constantes de acoplamentos (J) em Hz.

^b $^2J_{\text{CH}}$ e $^3J_{\text{CH}}$ se referem as correlações heteronucleares a longa distância observadas através do experimento HMBC.

O potencial citotóxico de MD-4, foi avaliado frente a um painel constituído de cinco linhagens de células tumorais: B16 (pele), MCF-7 (mama), HCT-8 (colon), HL-60 e CEM (leucemia). A metodologia para a realização deste ensaio encontra-se descrita no Item 5.7.4, p. 279.

De acordo com os resultados, o referido composto apresentou considerável atividade citotóxica, revelando valores de IC₅₀ na faixa de 1,24 a 5,04. Os melhores resultados foram obtidos quando utilizou-se células leucêmicas (CEM e HL-60) e de câncer de pele (B16), evidenciando a importância da sua seletividade citotóxica por estes tipos de células. Os resultados deste ensaio estão sumarizados na Tabela 39, p. 223 e fazem parte de um trabalho publicado na revista *Planta Médica*, intitulado “Cytotoxic Meroterpenoid Benzoquinone from Roots of *Cordia globosa*”, cuja cópia deste encontra-se nos anexos desta tese.

Tabela 39 - Atividade citotóxica da benzoquinona MD-4 frente a linhagens de células tumorais. Doxorrubicina foi usada como controle positivo. Dados são representados com valores de IC₅₀ e um intervalo de confiança de 95%, obtidos por regressão linear para células tumorais de leucemia (HL-60 e CEM), mama (MCF-7), colon (HCT-8) e pele (B-16) a partir de três experimentos independentes.

Linhagem de células	MD-4	Doxorrubicina
	IC ₅₀ µg/mL (µM)	IC ₅₀ µg/mL (µM)
B16	1,30 (4,30)	0,03 (0,05)
	1,06 – 1,6	0,02 – 0,04
MCF-7	5,04 (16,70)	0,20 (0,34)
	4,24 – 5,99	0,17 – 0,24
HCT-8	2,49 (8,21)	0,04 (0,06)
	2,07 – 2,99	0,03 – 0,05
HL-60	1,56 (5,16)	0,02 (0,03)
	1,16 – 2,1	0,01 – 0,02
CEM	1,24 (4,07)	0,02 (0,03)
	0,86 – 1,78	0,01 – 0,02

O mal de Alzheimer é uma doença degenerativa, que atinge o sistema nervoso, de causa ainda pouco conhecida, caracterizando-se pela deterioração intelectual progressiva, onde a memória, percepção e orientação são alterados no estágio mais avançado da doença.

Os pesquisadores deste assunto vêm utilizando no tratamento desta doença, a inibição direta de acetilcolinesterase (AChE).

Desta forma, foram realizados testes inibitórios segundo metodologia desenvolvida por Rhee (Rhee, 2001), com as amostras, entre elas os extratos hexânico e etanólico de *C. globosa*, juntamente com a substância (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-b]naftaleno-3,6-diona (md-4) isolada do segundo extrato mencionado acima, cujos valores das concentrações capazes de inibir a atividade de acetilcolinesterase encontram-se descritos na Tabela 40, p. 224. A metodologia para a realização deste teste encontra-se descrita no Item 5.7.3, p. 279

Tabela 40 - Dados da inibição de acetilcolinesterase (AChE) em ensaios de microplacas.

AMOSTRAS	CONCENTRAÇÃO INIBITÓRIA (mg/mL)		
	1 mg/mL	5 mg/mL	IC ₅₀
MD-4	21,96	100,00	0,16 mg
EHMD	0,00	53,91	0,43 mg
EEMD	0,00	87,87	0,65 mg
EEFJ	0,00	98,66	0,30 mg
galantamina	Controle +		0,37 mg

Os resultados obtidos com os extratos mostram que o gênero *Cordia* é bastante promissor para estudos fitoquímicos nesta área, e a atividade inibitória apresentada pela substância codificada de MD-4, faz dela uma forte candidata a inibidor de acetilcolinesterase (AChE).

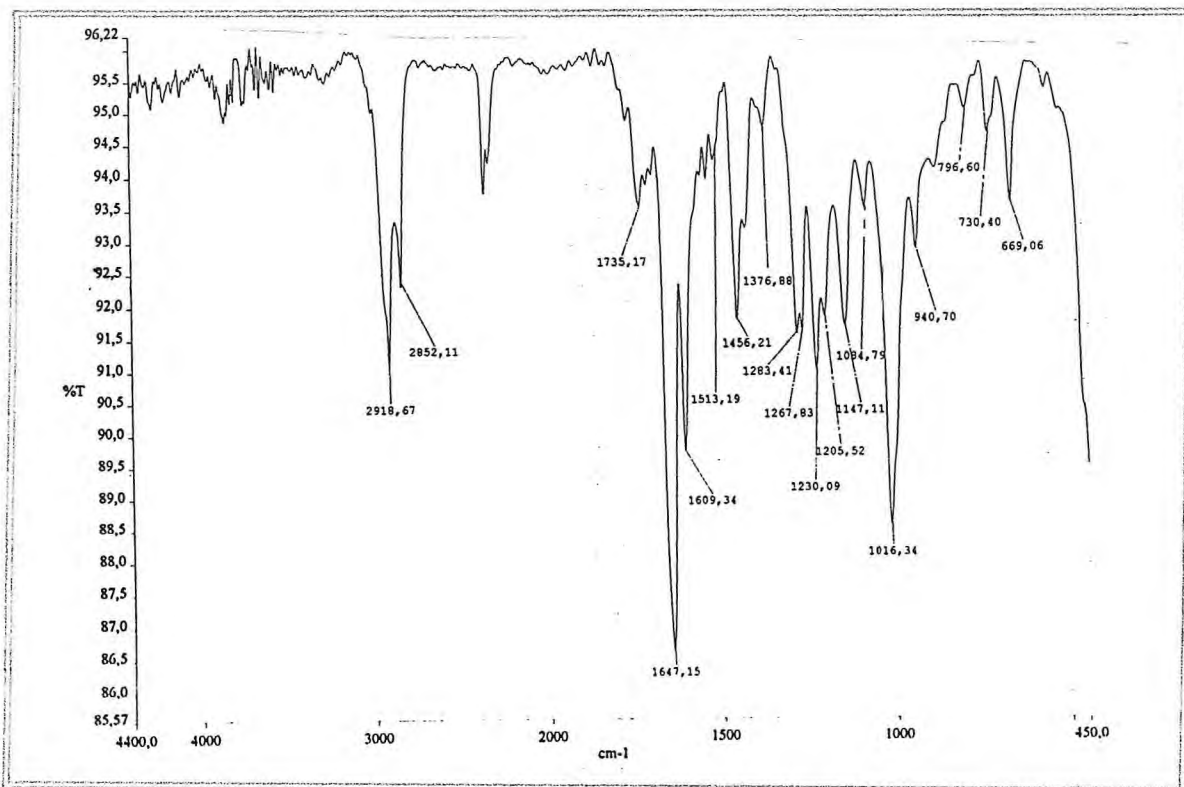


Figura 158 - Espectro de absorção na região do IV de MD-4 (256)

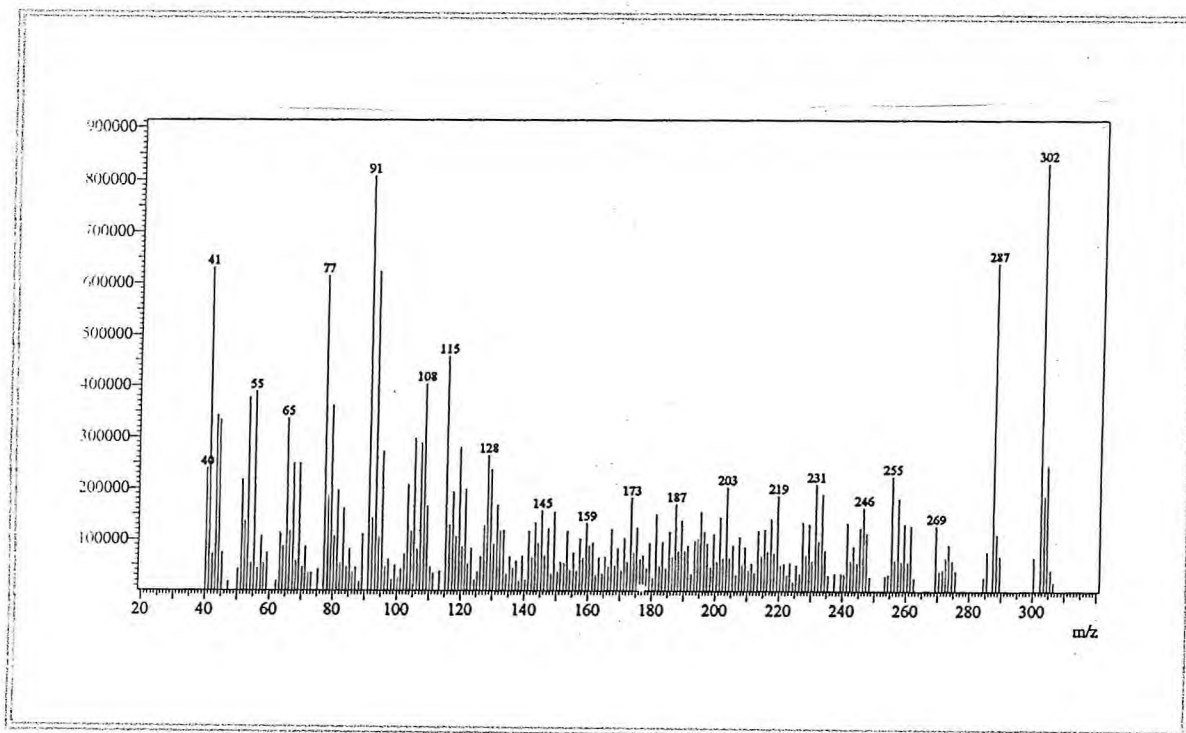


Figura 157 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de MD-4 (256)

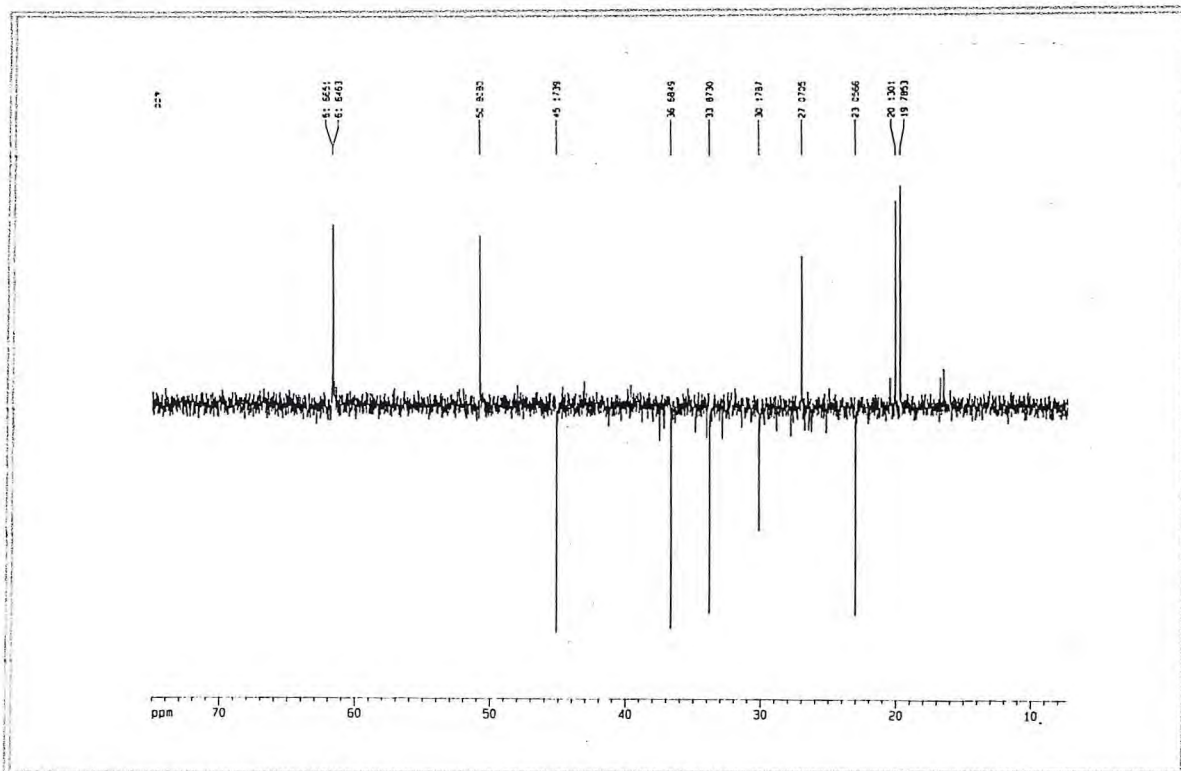


Figura 160 - Espectro de RMN ^{13}C - DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de MD-4 (256)

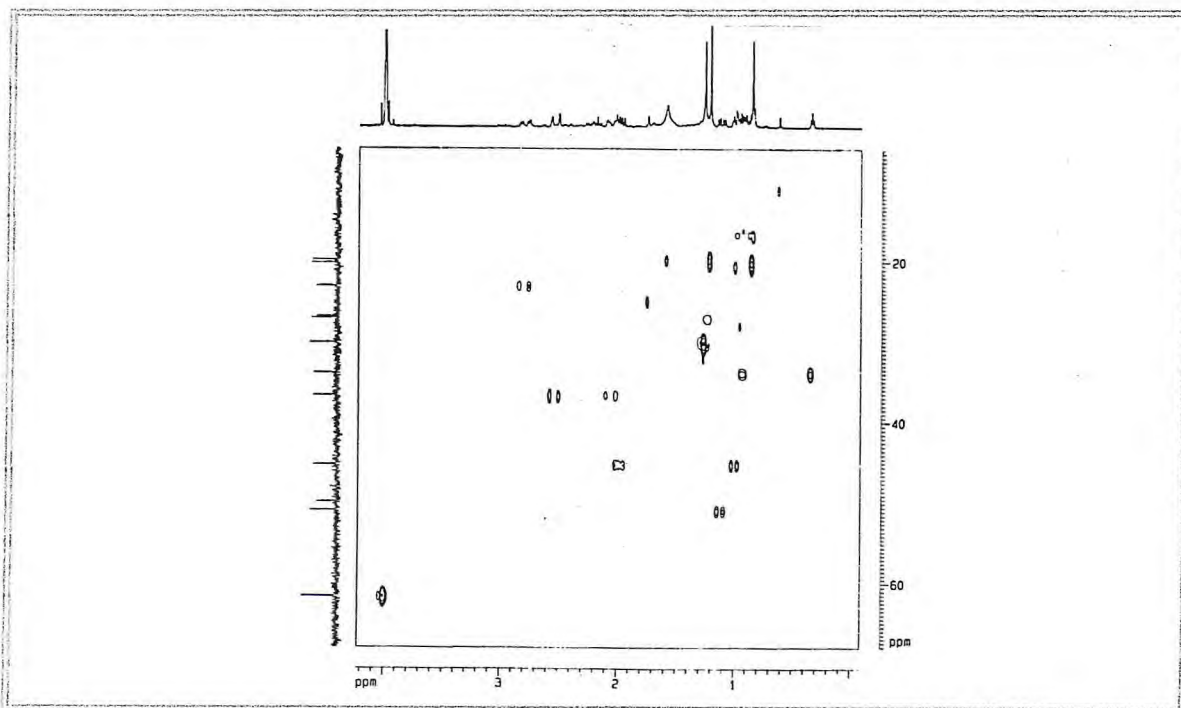


Figura 162 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CDCl_3) de MD-4 (256)

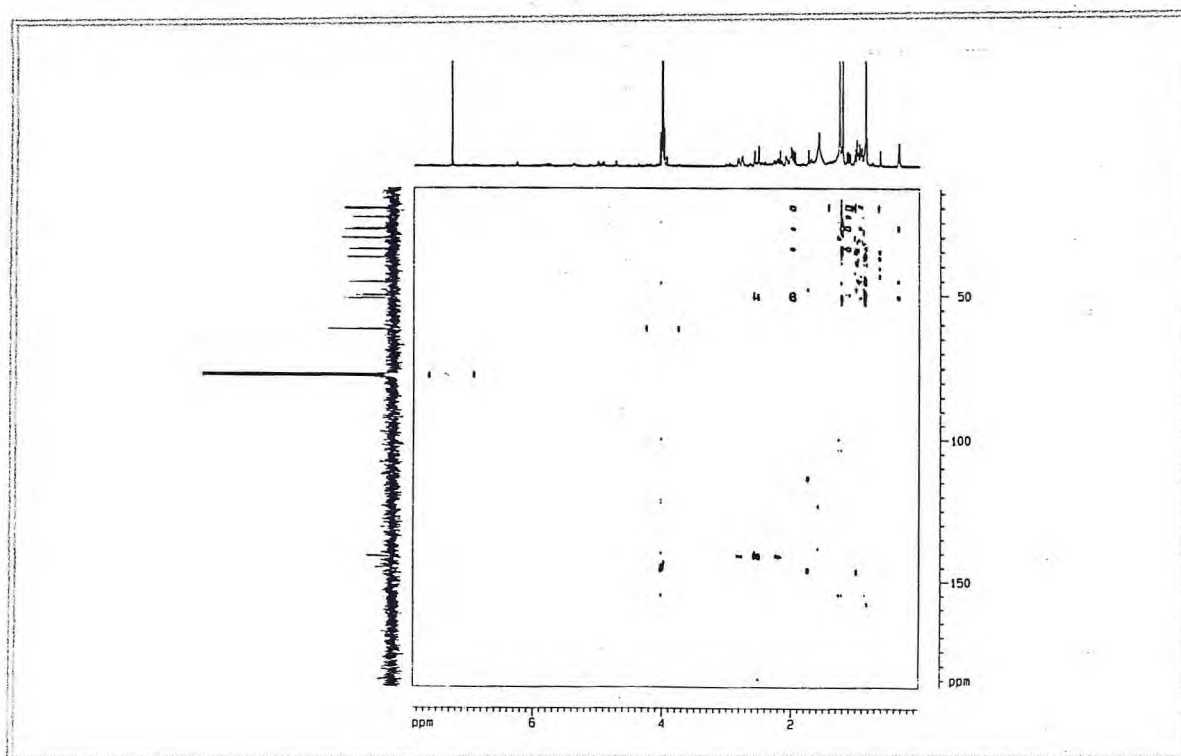


Figura 161 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) (500, 125 MHz, CDCl_3) de MD-4 (256)

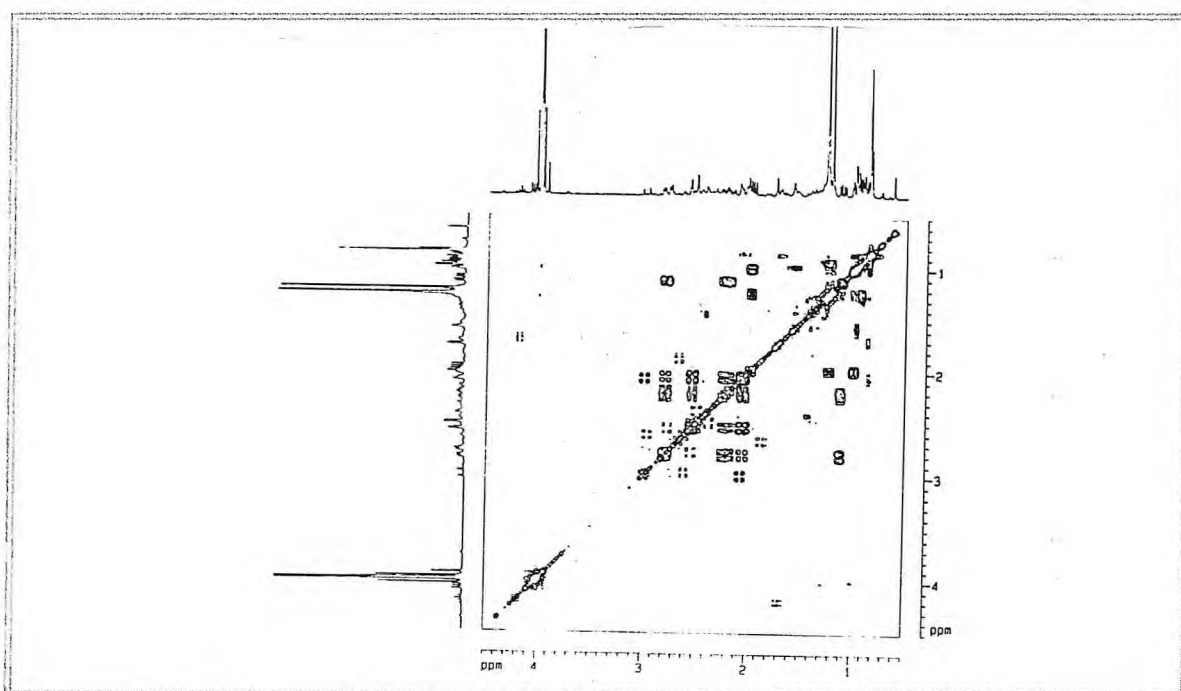


Figura 163 - Espectro bidimensional de correlação homonuclear de hidrogênio e hidrogênio (^1H , ^1H) – NOESY (500 MHz, CDCl_3) de MD-4 (256)

4.2.5. Determinação Estrutural de MD-5

O tratamento cromatográfico da fração diclorometano do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MDErDc), forneceu por eluição com hexano/acetato de etila 25% a fração F- 45/60, a qual apresentou-se em CCD como uma mancha uniforme de cor roxa intensa, justificando desta forma a realização de nova cromatografia. Este material foi então recromatografado, resultando em um filme amarelo, denominado de MD-5 (Item 5.6.1.6., p. 273).

O espectro de absorção na região do IV (Figura 165, p. 234), revelou uma banda larga em ν_{\max} 3417 cm^{-1} associada a deformação axial de grupo hidroxila (O-H), bandas em ν_{\max} 2921-2853 cm^{-1} de deformação axial de carbono saturado (C-H), uma banda em ν_{\max} 1487 cm^{-1} correspondente à dupla ligação (C=C), além de absorções na faixa de ν_{\max} 1209-1057 cm^{-1} característica de ligação carbono-oxigênio (C-O).

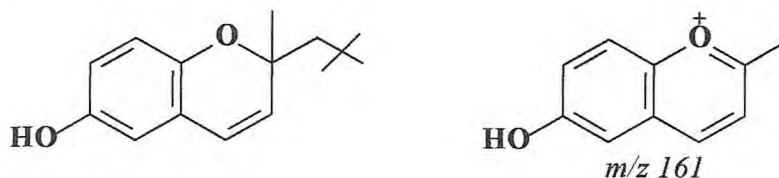
O espectro de RMN ^{13}C -BB (Figura 166, p. 235) apresentou sinais, na grande maioria duplicados, totalizando trinta e seis linhas espectrais. Isto levou-nos a cogitar a possibilidade de uma mistura de epímeros ou de isômeros conformacionais. A análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (Figura 167, p. 236) revelou a presença de doze carbonos metilênicos, considerando os deslocamentos químicos em δ_{C} 115,75 e 35,88 como representantes de dois átomos de carbono, cada. Foram também observados sinais correspondentes a dez carbonos metilênicos, dois dos quais oxigenados (δ_{C} 63,53 e 63,49), e seis carbonos metílicos. Entre os sinais correspondentes a carbonos não hidrogenados, aqueles em δ_{C} 149,78/149,70, 147,08 e 78,56 são relativos a carbonos oxigenados.

O espectro de massa à 70 eV (Figura 170, p. 234) de MD-5 apresentou o sinal correspondente ao íon molecular em m/z 330 ($[\text{M}]^+$), valor este inferior ao que seria esperado para o número de átomos de carbonos observado nos espectros de RMN ^{13}C . Este dado fortaleceu ainda mais a possibilidade da presença de uma mistura de epímeros ou de isômeros conformacionais. Entretanto, como todos os sinais de carbono e hidrogênio apareceram muito próximos, descartou-se a possibilidade de epímeros.

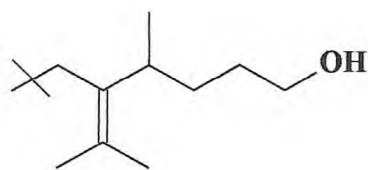
O espectro de RMN ^1H (Figura 169, p. 235) apresentou sinais em δ_{H} 6,27 (d, $J = 9,8$ Hz) e 5,61 (d, $J = 9,8$ Hz) compatíveis com acoplamentos de hidrogênios olefinicos em

configuração *cis*. Sinais em δ_H 6,49/6,48 (sl), 6,67/6,65 (d, $J = 8,5$ Hz) e 6,59/6,57 (dd) característicos de hidrogênios aromáticos e sinais em δ_H 1,40/1,39 (s) correspondentes a grupos metilas ligados a carbono oxigenado. O espectro HMQC (Figura 168, p. 236) foi utilizado para atribuir os deslocamentos químicos dos átomos de carbono e hidrogênio ligados entre si (Tabela 41, p. 232).

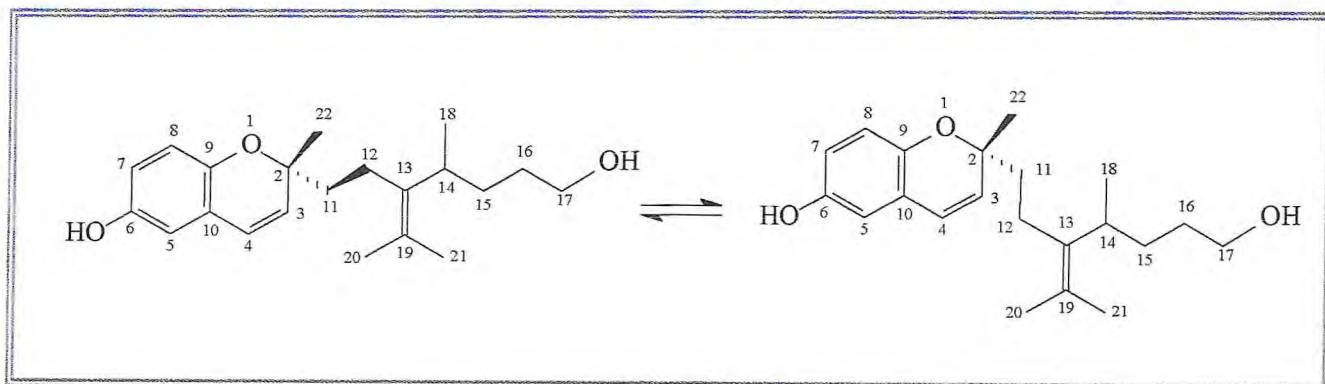
O espectro HMBC (Figura 171, p. 237) apresentou correlações a longa distância entre os sinais em δ_H 1,40/1,39 (3H-22), 1,70 (2H-11), 5,61 (H-3) e 6,28/6,27 (H-4) com o sinal de carbono em δ_C 78,56 (C-2), bem como as correlações dos sinais em δ_H 6,49/6,48 (H-5) com os sinais de carbonos em δ_C 147,08 (C-9), 123,97 (C-4), 122,97 (C-4) e 115,75 (C-7); correlação do sinal em δ_H 6,67/6,65 (d, $J = 8,5$ Hz, H-8) com os sinais de carbono em δ_C 149,78/149,70 (C-6) e 122,29/122,12 (C-10). O conjunto destes dados aliados ao pico base no espectro de massa em m/z 161 ($[M-C_{11}H_{21}O]^+$) permitiu a construção do fragmento estrutural a seguir.



O espectro de RMN ^{13}C apresentou sinais relativos a uma dupla ligação tetrassubstituída em δ_C 125,70/125,64 (C-19) e 135,23 (C-13), sinais para dois grupos metilas em δ_C 21,08 (C-21) e 20,23/20,25 (C-20) / δ_H 1,63 (s, 3H-21) e 1,61 (3H-20) característicos de metilas ligadas a carbono de dupla, além de um sinal de um grupo metila adicional em δ_C 19,86/19,90 (C-18) os quais correlacionam-se aos sinais dos hidrogênios em δ_H 0,89 (3H-18) e 0,94 (3H-18), respectivamente. No espectro HMBC os sinais dos hidrogênios relativos a este grupo metila (CH_3 -18) apresentaram correlações com os carbonos em δ_C 35,88 (C-14); 31,75/31,61 (C-15) e 135,23 (C-13). Neste experimento foi também observada a correlação entre os sinais correspondentes aos hidrogênios de um grupo oxi-metilênico com o carbono metilênico (CH_2 -15). Estes dados foram suficientes para propor a estrutura parcial abaixo, a qual foi também confirmada por comparação com dados descritos na literatura (Bieber *et al.*, 1990).



A união destas estruturas parciais permitiu estabelecer a estrutura de MD-5 como sendo a de um cromeno. A duplicação ou superposição de sinais sugere que MD-5 trata-se de uma mistura de isômeros conformacionais. O isolamento de cromenos têm sido registrados em espécies de *Cordia*, como por exemplo a partir de *C. alliodora* (cordiacromeno A) e *C. elaeagnoides* (elaegina) (Bieber *et al.*, 1990). Entretanto este está sendo o primeiro relato dessa classe de compostos para a espécie em estudo.



MD-5 (257A e 257B)

Tabela 41 - Atribuição dos sinais de átomos de carbono não hidrogenados, metínicos, metilênicos e metílicos com base na análise comparativa entre os espectros de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3), para dedução da fórmula molecular de MD-5.

C	CH	CH ₂	CH ₃	TOTAL
149,8/149,7	131,2/130,9	63,6/63,5	26,1/25,8	
147,1	123,1/122,9	41,0/40,5	21,1	
135,2	116,9/116,9	31,8/31,6	20,2	
125,7/125,6	115,8	31,3/31,2	19,9	
122,3/122,1	113,2/113,2	21,9/21,6		
78,6	35,9			
$\text{C}_6\text{O}_2^{\text{a}}$	C_6H_6	$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}^{\text{b}}$	C_4H_{12}	$\text{C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_3 + 2\text{H}^{\text{c}} =$ $\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_3$

^a Oxigênios pertencentes a um grupo hidroxila (C-OH) e um grupo éter (C-O-C).

^b Oxigênio pertencente a um grupo hidroxila (CH₂-OH).

^c Hidrogênios pertencentes a dois grupos hidroxila (OH).

Tabela 42 - Deslocamentos químicos de RMN ^1H e ^{13}C (CDCl_3 , 500 e 125 MHz) de MD-5 (257A e 257B).

C	$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ - HMQC		$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ - HMBC	
	δ_{C}	δ_{H}	$^2\text{J}_{\text{CH}}$	$^3\text{J}_{\text{CH}}$
2	78,6	-	H-3; 2H-11; 3H-22	H-4
3	131,2/130,9	5,61 (d, $J = 9,8$)	3H-22	
4	123,1/122,9	6,28 (d, $J = 9,8$)/ 6,27 (d, $J = 9,8$)		H-5
5	113,2/113,2	6,49 (sl)/6,48 (sl)		H-4
6	149,8/149,7	-		H-8
7	115,8	6,57 (dd)/6,59 (dd)		H-5
8	116,9/116,9	6,65 (d, $J = 8,5$)/ 6,67 (d, $J = 8,5$)		
9	147,1	-	H-8	H-4; H-5
10	122,3/122,1	-	H-4	H-3; H-8
11	41,0/40,5	1,70 (m)	2H-12	3H-22
12	21,9/21,6	2,06 (m)		H-14
13	135,2	-	2H-12; H-15	3H-18; 3H-20; 3H-21
14	35,9	2,66 (m)	3H-18	2H-12
15	31,8/31,6	1,35 (m)	H-14	3H-18
16	31,3/31,2	1,47 (m)	2H-15	
17	63,6/63,5	3,57 (t, $J = 6,4$)/ 3,48 (t, $J = 6,6$)		
18	19,9	0,89 (d, $J = 6,9$)/ 0,94 (d, $J = 6,9$)	H-14	
19	125,7/125,6	-	3H-20; 3H-21	2H-12; H-14
20	20,2	1,61 (s)		3H-21
21	21,1	1,63 (s)		3H-20
22	26,1/25,8	1,40 (s)/1,39 (s)		

* deslocamentos químicos (δ) em ppm e constantes de acoplamentos (J) em Hz.

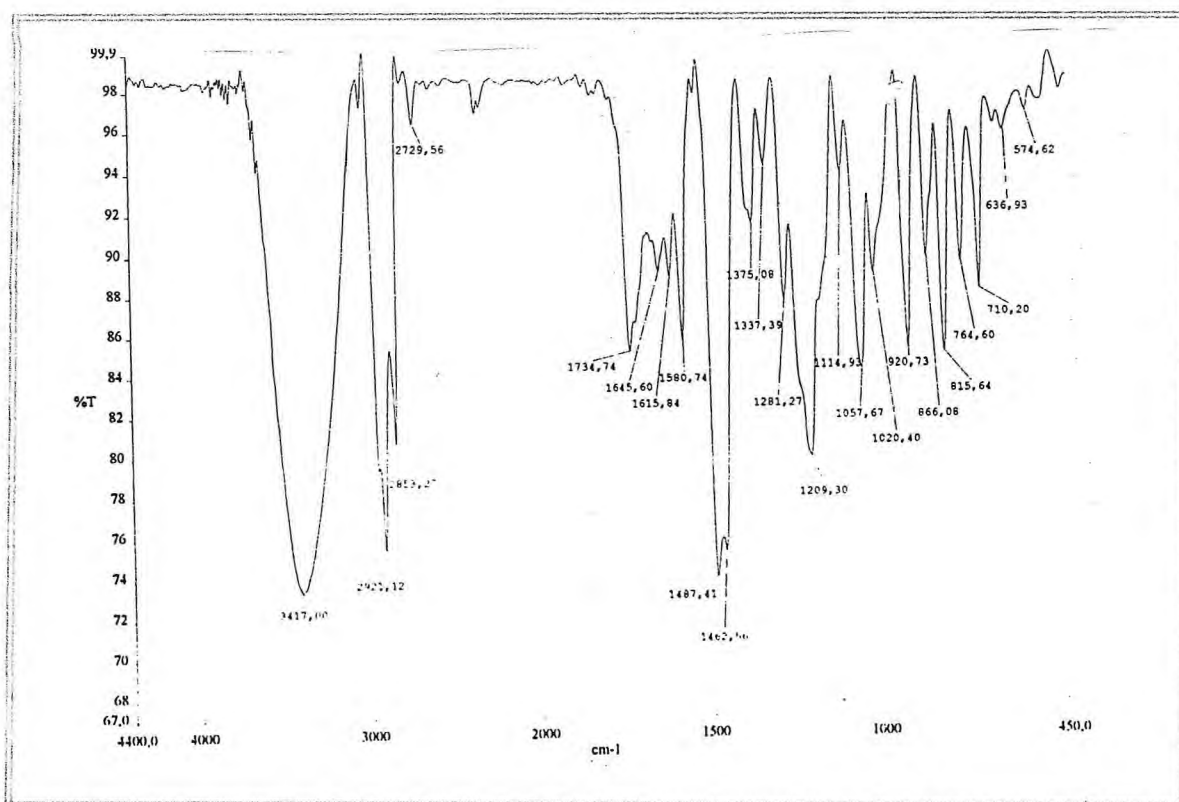


Figura 165 - Espectro de absorção na região do IV de MD-5 (257A e 257B)

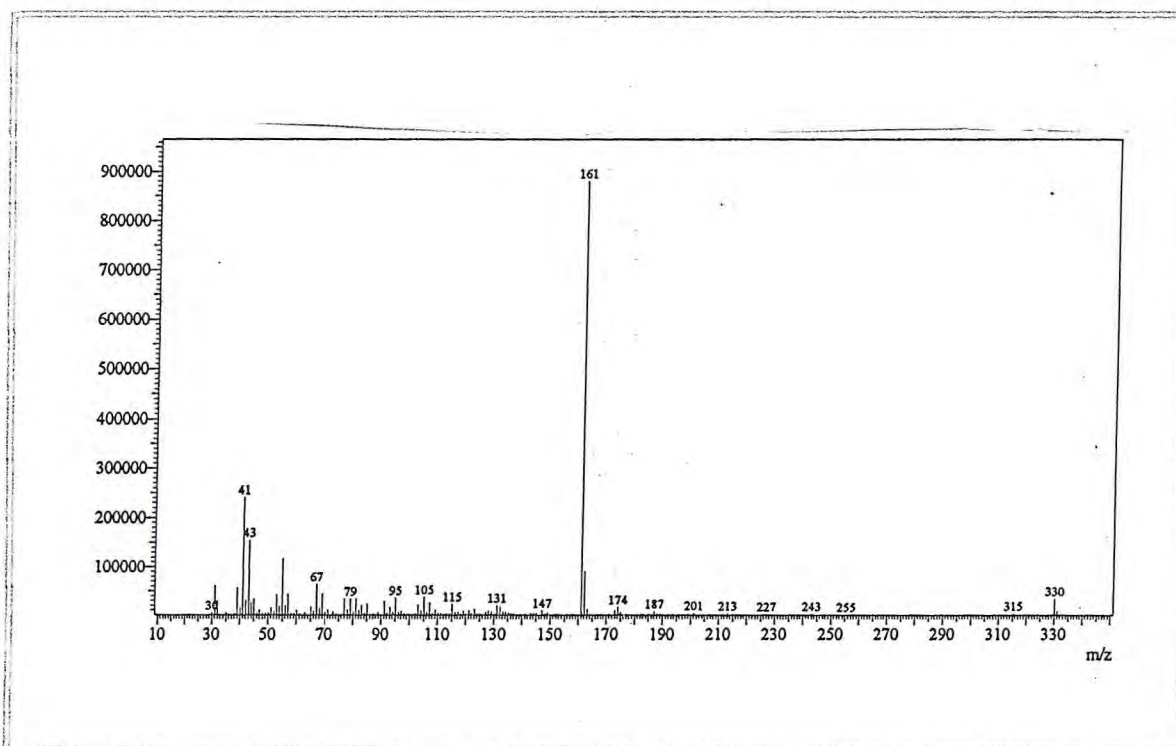


Figura 170 - Espectro de massa (I.E. 70 eV) de MD-5 (257A e 257B)

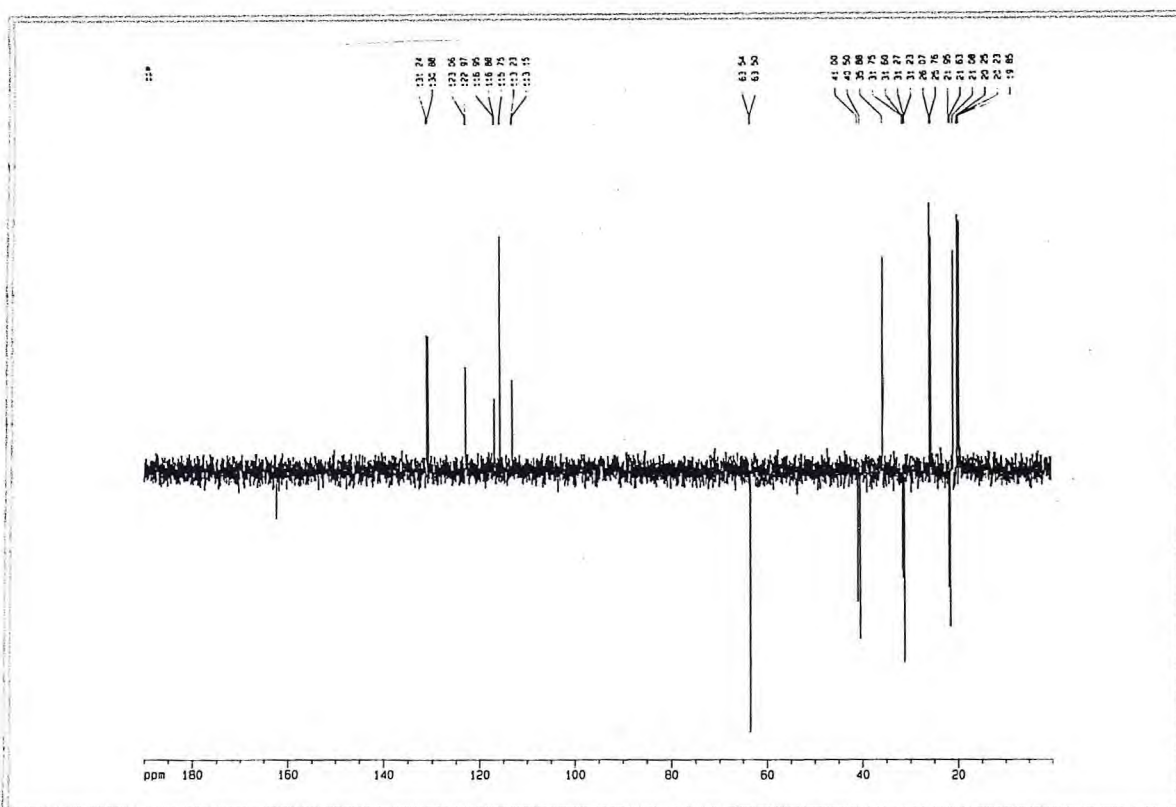


Figura 167 - Espectro de RMN ^{13}C – DEPT 135° (125 MHz, CDCl_3) de MD-5 (257A e 257B)

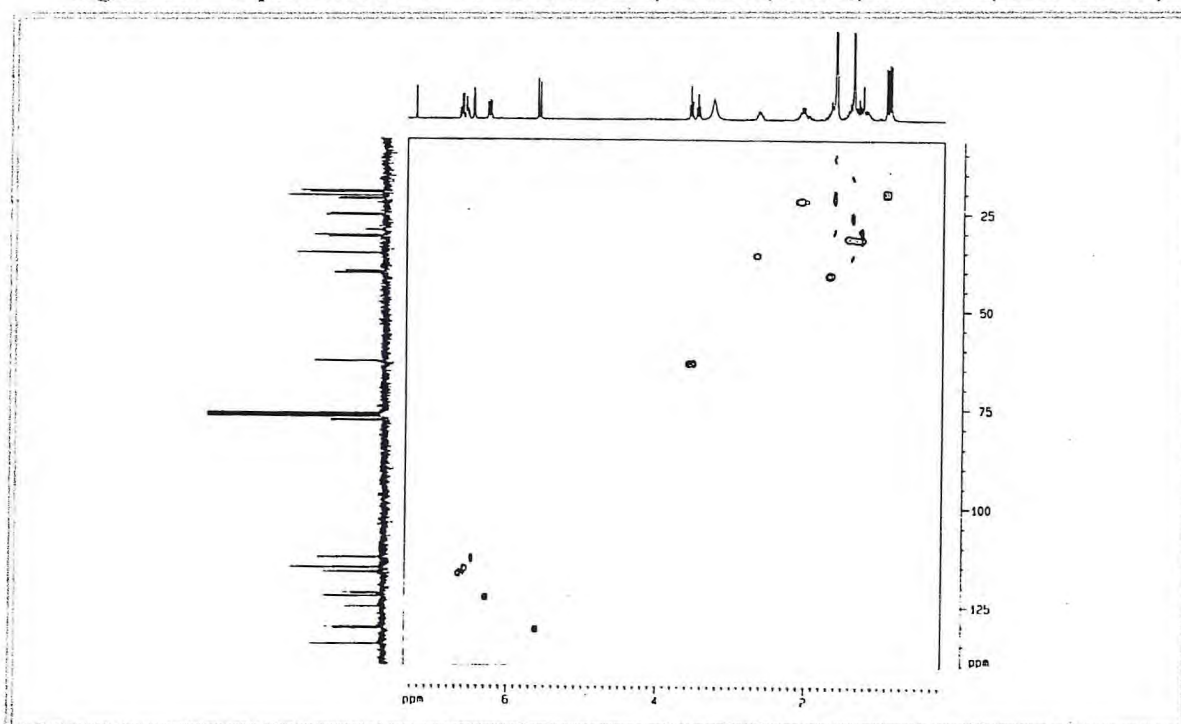
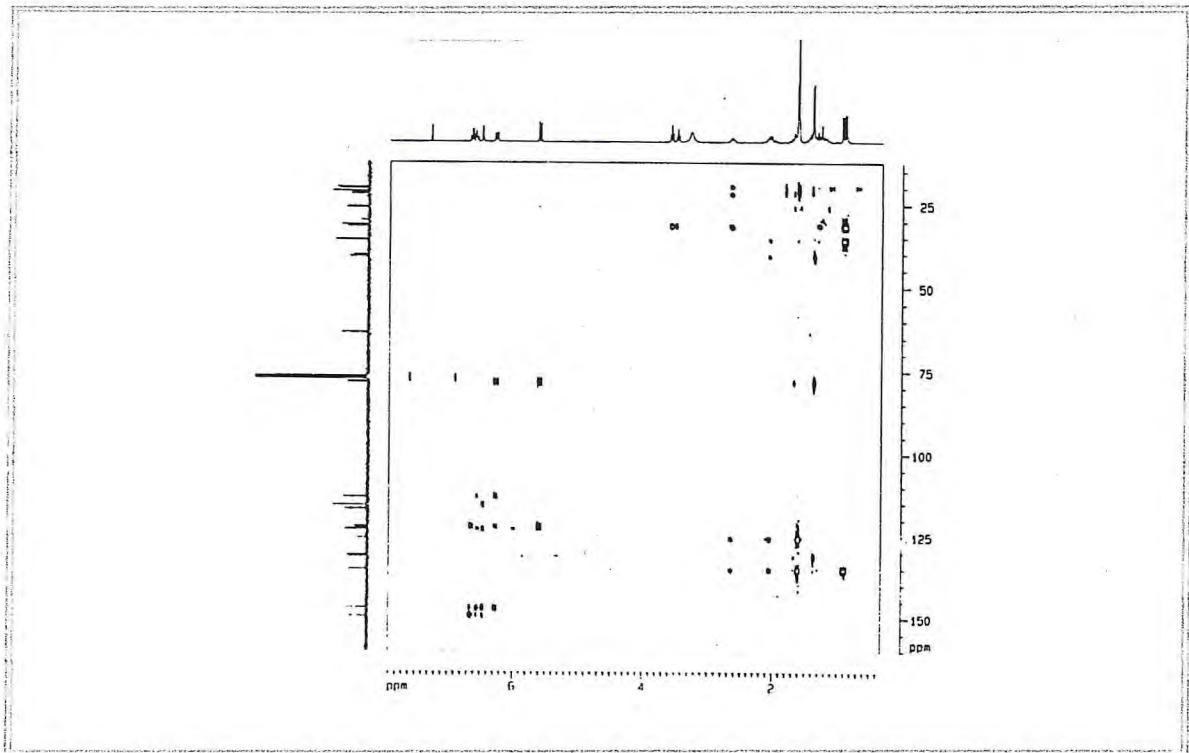


Figura 168 - Espectro bidimensional de correlação de deslocamentos heteronuclear (^1H , ^{13}C) a uma ligação (HMQC) (500, 125 MHz, CDCl_3) de MD-5 (257A e 257B)

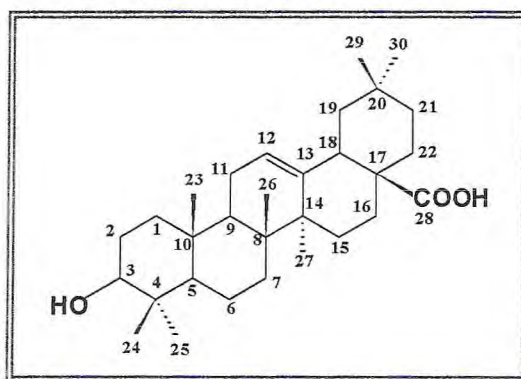


(^1H , ^{13}C) a mais de uma ligação (HMBC) (500, 125 MHz, CDCl_3) de MD-5 (257A e 257B)

4.2.6. Determinação Estrutural de MD-6

O tratamento cromatográfico da fração clorofórmio do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MDErDc), forneceu um precipitado que após filtração e lavagem com acetato de etila, resultou em um sólido amorfo branco, com p.f.199-200 °C, o qual foi denominado MD-6 (Item 5.6.1.7, p. 275).

Este após análise dos dados espectrais e ainda por CCD foi identificado como sendo o ácido oleanólico, cuja determinação foi descrita na p. 106.

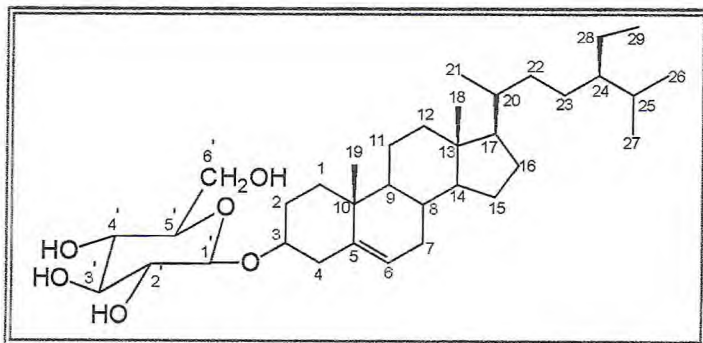


MD-6 (239), ácido oleanólico

4.2.7. Determinação Estrutural de MD-7

Durante a eluição com acetato de etila do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MDErAc), foi obtido um material sólido. Este foi lavado com metanol, fornecendo um material de cor branca, com p.f. 289-292 °C, o qual foi denominado MD-7 (Item 5.6.1.8, p. 276).

Este após análise em CCD com composto padrão e análise de seus dados espectrais de RMN ^1H e ^{13}C , foi identificado como sendo o glicosídeo do β -sitosterol, cuja determinação foi realizada na p. 194.



MD-7 (252), glicosídeo do β -sitosterol

4.2.8. Determinação Estrutural de MD-8

Durante o processo de fracionamento cromatográfico do extrato etanólico das raízes de *C. globosa*, formou-se na fração obtida por eluição com metanol (MDErM), um material sólido cristalino, o qual foi lavado várias vezes com metanol, resultando no composto denominado MD-8 (Item 5.6.1.9, p. 276).

MD-8 apresentou-se na forma de cristais cúbicos incolores, com p.f. 185-186 °C e $[\alpha]_D^{25} = + 65,3^\circ$ (*c* 0,5, H₂O).

O espectro de absorção na região do IV (Figura 172, p. 241) revelou uma banda larga em ν_{\max} 3382 - 3232 cm⁻¹ associada a deformação axial de grupo hidroxila de álcool (O-H), uma banda em ν_{\max} 2898 cm⁻¹ de deformação axial de carbono saturado (C-H). O caráter oxigenado foi ainda confirmado pelas absorções observadas na faixa de ν_{\max} 1106 - 995 cm⁻¹ relativas a deformação axial de álcoois e/ou éter (C-O).

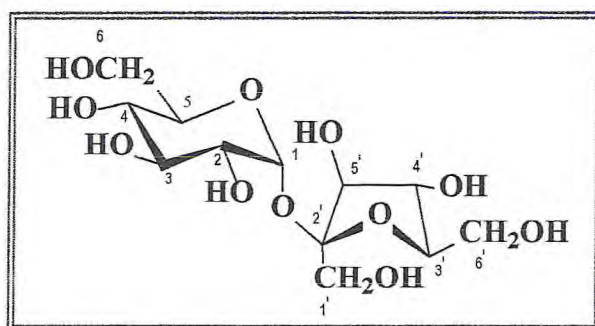
O espectro de RMN ¹³C-BB (Figura 173, p. 242) revelou doze linhas espectrais, as quais de acordo com regras empíricas para deslocamento químico de carbono-13, correspondem a carbonos monoxigenados δ_C (62,7 - 81,7) e dioxigenados δ_C (92,5 e 104,0). Comparação entre os espectros de RMN ¹³C-BB e DEPT 135° (Figura 174, p. 242), permitiu reconhecer que três destes sinais são de carbonos metilênicos δ_C 60,5 (C-6); 61,7 (C-1'); 62,7 (C-6'); dois sinais são relativos a carbonos dioxigenados, sendo que um deles é metínico e absorve em δ_C 92,5 (C-1) e o outro é um carbono não hidrogenado e absorve em δ_C 104,0 (C-2'); os demais sinais espectrais referem-se a carbonos metínicos oxigenados em δ_C 69,6 (C-4); 71,4 (C-2); 73,3 (C-5); 73,8 (C-3); 74,4 (C-4'); 81,8 (C-3') e 76,9 (C-5').

O espectro de RMN ¹H (Figura 175, p. 241) comprovou o alto grau de oxigenação de MD-8 quando revelou absorções na faixa de δ_H 3,08-5,36.

Este composto, após ser comparado com amostras padrões de açúcares, em CCD, foi identificado como sendo a sacarose, um dissacarídeo muito comum em plantas, também identificado como α -D-glicopiranosil- β -D-frutofuranosídeo.

A confirmação final deste composto no entanto, envolveu principalmente a comparação dos deslocamentos químicos dos átomos de carbonos, obtidos pelos espectros

de RMN ^{13}C -BB e DEPT 135° , com valores descritos na literatura (Pfeffer et al., 1979), ver Tabela 43, p. 240.



MD-8 (258), sacarose

Tabela 43 - Análise comparativa dos deslocamentos químicos de RMN ^{13}C (δ_{C}) de MD-8 (258) com os dados descritos na literatura para sacarose (Pfeffer et al., 1979).

C	MD-10	Sacarose
1	92,6	92,9
2	72,7	72,0
3	73,8	73,4
4	69,6	70,1
5	73,3	73,3
6	60,5	61,1
1'	62,7	63,3
2'	104,1	104,4
3'	81,8	82,2
4'	74,4	74,9
5'	76,9	77,4
6'	62,8	63,4

* Os espectros foram obtidos utilizando D_2O como solvente.

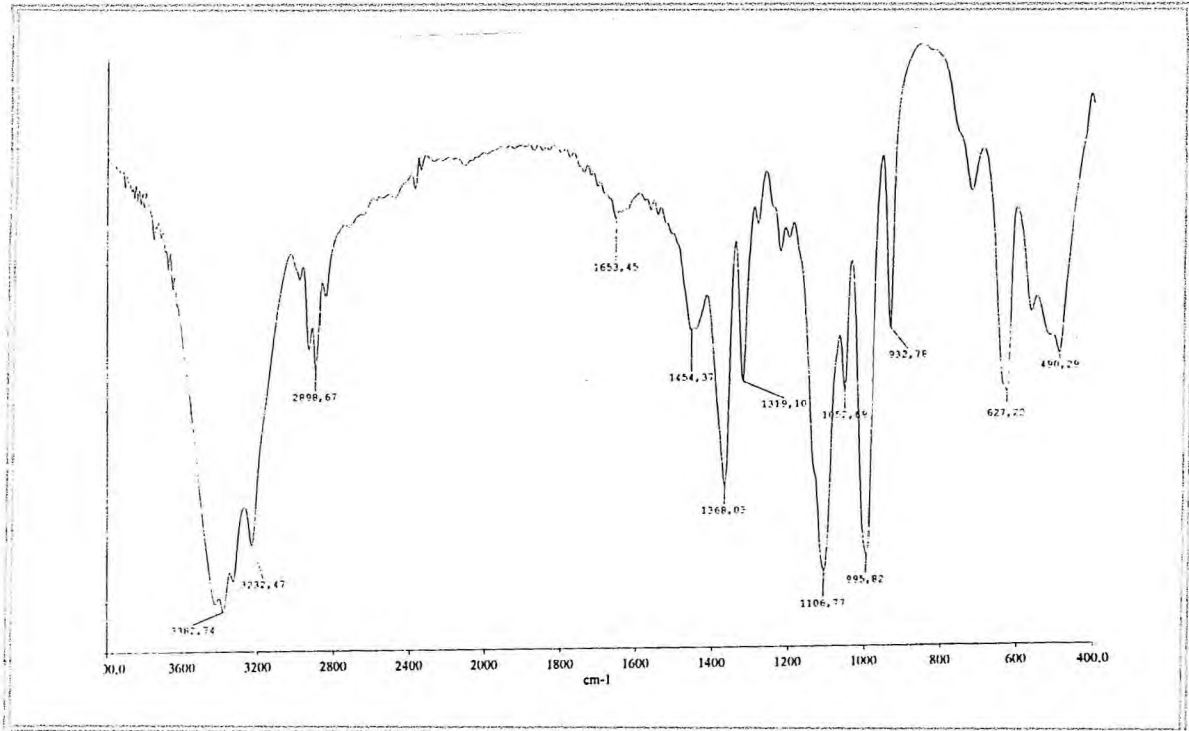


Figura 172 - Espectro de absorção na região do IV de MD-8 (258)

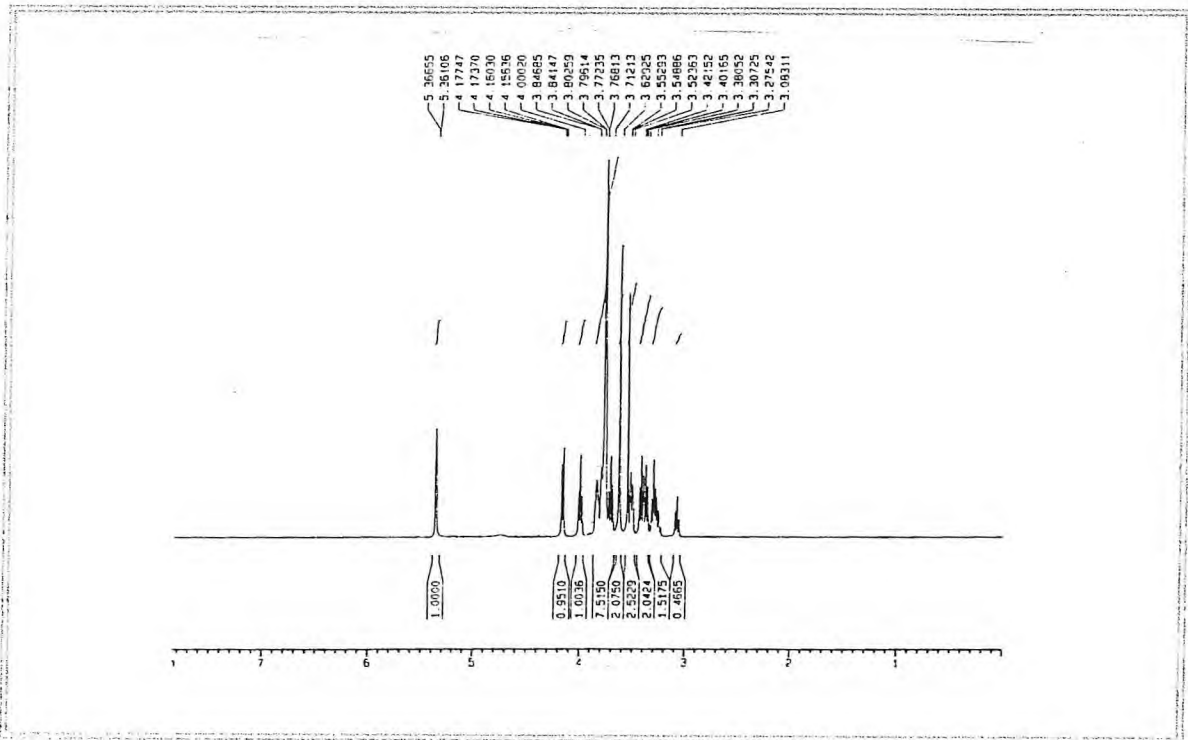


Figura 175 - Espectro de RMN ^1H (500 MHz, D_2O) de MD-8 (258)

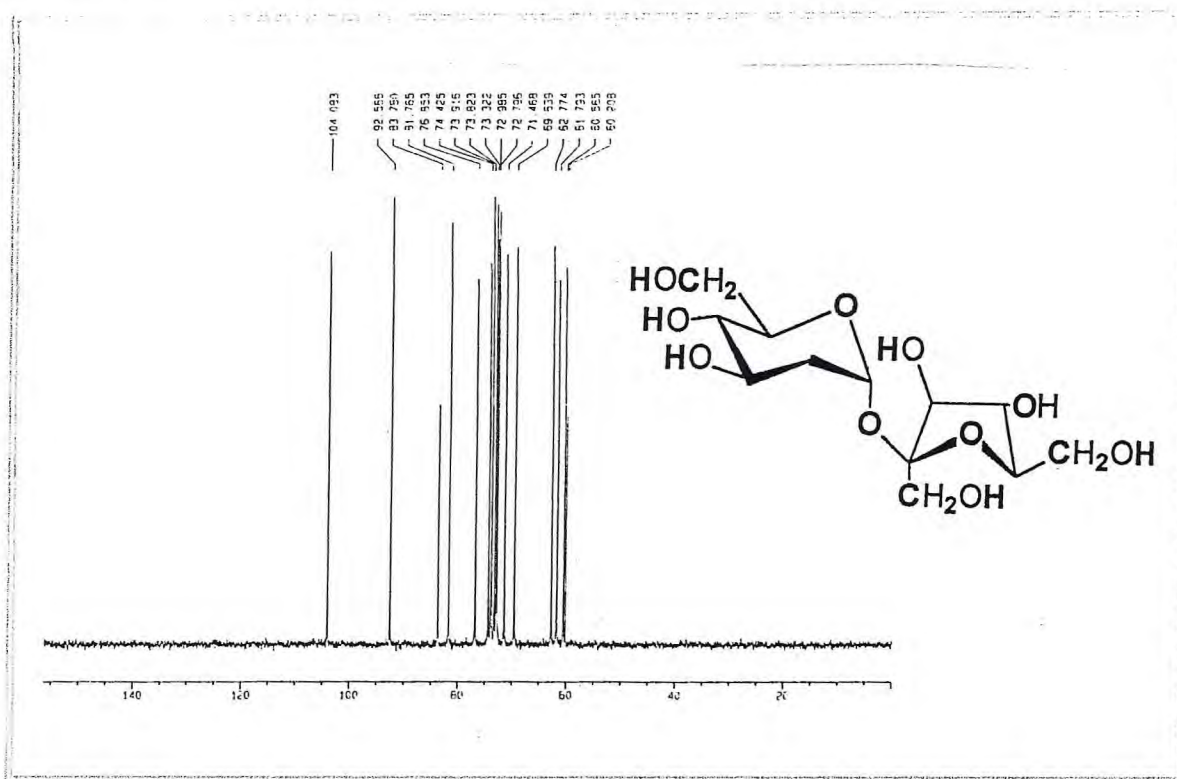


Figura 173 - Espectro de RMN ¹³C – BB (125 MHz, D₂O) de MD-8 (258)

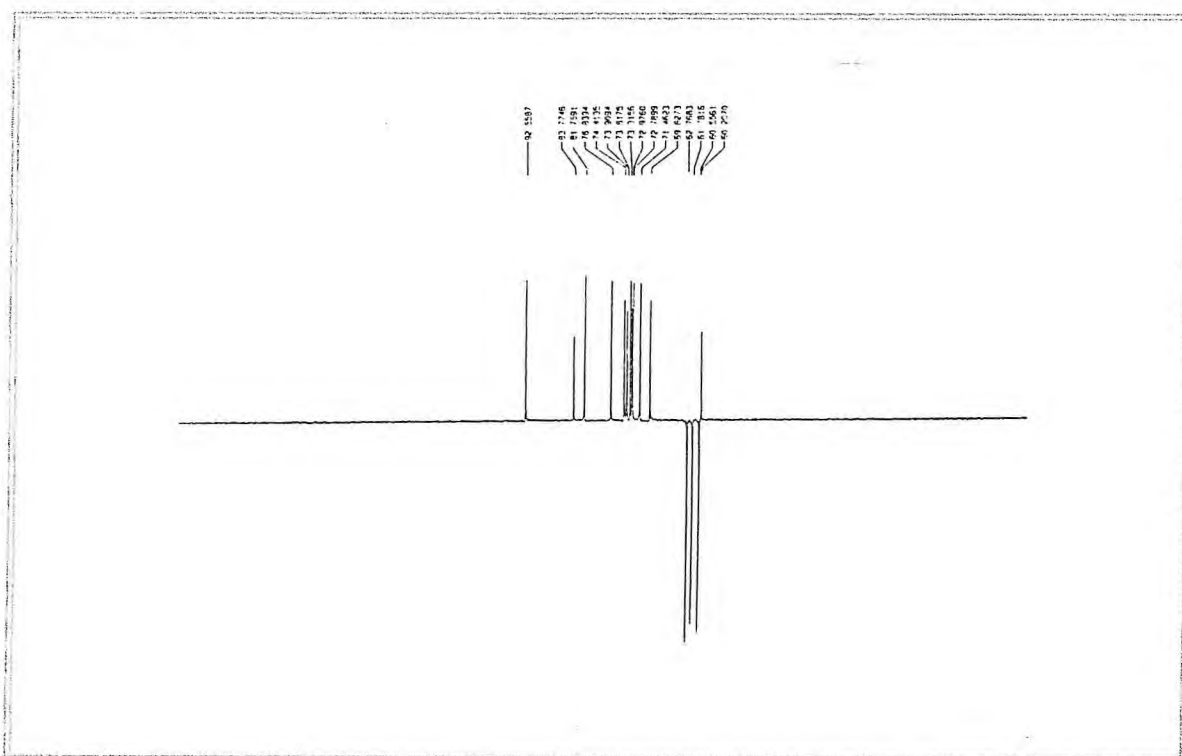


Figura 174 - Espectro de RMN ¹³C – DEPT 135° (125 MHz, D₂O) de MD-8 (258)

CAPÍTULO 5

C. trichotoma

C. globosa

**PARTE
EXPERIMENTAL**

5. PARTE EXPERIMENTAL

5.1. Material Vegetal

Cordia trichotoma foi coletada em fevereiro/2000 e junho/2000 na serra da Meruóca - Sobral e Acarape, respectivamente, ambas localidades situadas no estado do Ceará. Enquanto as raízes de *C. globosa* foram coletadas em agosto/2001, no município de Acarape.

A autenticidade das espécies *C. trichotoma* e *C. globosa*, foi realizada pelos botânicos Antônio Sérgio Nogueira de Castro e Prof. Edson Paula Nunes do Departamento de Biologia da Universidade Federal do Ceará.

As exsiccatas de ambas as espécies encontram-se depositadas no Herbário Prisco Bezerra (EAC) do Departamento de Biologia da Universidade Federal do Ceará, sob os números de registros 25.165 e 30.005, respectivamente.

5.2. Métodos Cromatográficos

5.2.1. Cromatografia líquida em coluna (CC)

As cromatografias de adsorção em coluna foram realizadas utilizando-se gel de sílica 60 da Merck (\varnothing μm 63-200) Art. 7734 e gel de sílica da Carlo Erba (\varnothing μm 50-200) cod. 453336. Enquanto as cromatografias por exclusão molecular foram realizadas em Sephadex LH-20.

O comprimento e o diâmetro das colunas, assim como as quantidades de adsorventes variaram de acordo com as quantidades das amostras a serem cromatografadas.

Nas cromatografias realizadas ao longo deste trabalho foram utilizados os eluentes, éter de petróleo, hexano, diclorometano, clorofórmio, acetato de etila, etanol e metanol, puros ou como misturas binárias de solventes, em ordem crescente de polaridade. Todos os solventes utilizados para a realização deste trabalho eram de qualidade P.A ou previamente destilados.

5.2.2. Cromatografia de camada delgada (CCD)

Para as cromatografias em camada delgada (CCD) utilizou-se gel de sílica 60 G F254 (Carlo Erba) e cromatoplasmas de gel de sílica 60 sobre alumínio (MERCK), com indicador de fluorescência na faixa de 254 nm.

As revelações das substâncias nas cromatografias de camada delgada foram realizadas através da exposição destas em lâmpada de irradiação na faixa do ultravioleta (UV), Vilber Lourmat, modelo CN-15LM, em dois comprimentos de onda 312 e 365 nm; pela aspersão com solução de vanilina (C₈H₈O₃)/ácido perclórico (HClO₄)/etanol (C₂H₆O) ou com solução de orcinol, seguido de aquecimento em estufa à aproximadamente 100 °C, por um período de aproximadamente 5 minutos; ou ainda pela exposição em câmara saturada com vapores de iodo.

5.3. MÉTODOS FÍSICOS

Os espectros apresentados neste trabalho foram obtidos em aparelhos pertencentes a Central Analítica do Curso de Pós-Graduação em Química Orgânica do Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Universidade Federal do Ceará.

5.3.1. Espectroscopia na região do infravermelho (IV)

Os espectros de absorção na região do infravermelho (IV), foram obtidos em espectrômetro Perkin-Elmer, modelo FT-IR Spectrum 1000. Os espectros das substâncias sólidas foram obtidos utilizando-se pastilhas de brometo de potássio (KBr), enquanto os espectros das substâncias líquidas foram obtidos sob pastilhas na forma de filme de KBr.

5.3.2. Espectrometria de massa (EM)

Os espectros de massa das substâncias isoladas foram obtidos por impacto eletrônico a 70 eV, em espectrômetro de baixa resolução SHIMADZU, modelo QP 5000, DI-50. Enquanto, os espectros de massa dos constituintes voláteis foram obtidos em espectrômetro Hewlett-Packard, modelo HP-5971 A, acoplado a cromatógrafo gás-líquido, modelo HP-5890 A, série II (CG/EM), provido de coluna capilar apolar DB-5 (30 m de comprimento x 0,25 mm de diâmetro interno), utilizando hélio como gás de arraste e um gradiente crescente de

temperatura de 4°C/min de 50 a 180 °C, e 20 °C/min de 180 a 280 °C, sendo a temperatura do injetor de 250 °C e a do detector de 200 °C.

5.3.3. Espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN)

Os espectros de ressonância magnética nuclear de hidrogênio (RMN ^1H) e carbono-13 (RMN ^{13}C), uni- e bidimensionais, foram registrados em espectrômetro Bruker, modelos DRX-300 e DPX-500, operando na frequência de 300,13 e 500,13 MHz para hidrogênio e 75,47 e 125,75 MHz para carbono-13, respectivamente.

Os solventes utilizados nas dissoluções das substâncias foram: clorofórmio (CDCl_3), metanol (CD_3OD), piridina ($\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$), dimetilsulfóxido ($\text{DMSO-}d_6$), acetona (CD_3COCD_3) e água (D_2O).

Quantidades variadas de amostras foram dissolvidas em 0,5 mL do solvente deuterado apropriado e acondicionadas em tubos de RMN de 5mm a 303 K e pressão atmosférica.

Os deslocamentos químicos (δ) foram expressos em partes por milhão (ppm) e foram referenciados para RMN ^1H pelo pico de hidrogênio pertencente a fração não-deuterada dos solventes: clorofórmio- d_1 δ (7,26), acetona- d_6 δ (2,04), piridina- d_5 δ (7,19; 7,55 e 8,71), metanol- d_4 δ (3,30 e 4,78) e dimetilsulfóxido- d_6 δ (2,49) e para RMN ^{13}C pelos picos de carbonos-13, clorofórmio- d_1 δ (77,0), acetona- d_6 δ (29,8 e 206,5), piridina- d_5 δ (123,5; 135,5 e 149,9), metanol- d_4 δ (49,0) e dimetilsulfóxido- d_6 δ (39,7).

As multiplicidades das absorções foram indicadas segundo a convenção: s (singleto), sl (singleto largo), d (dubleto), dd (duplo dubleto), ddd (dubleto de dubleto de dubleto), t (tripleto), dt (duplo tripleto), q (quarteto), dq (duplo quarteto) e m (multipletto).

O padrão de hidrogenação dos carbonos foi determinado através da utilização da técnica DEPT (Distortionless Enhancement by Polarization Transfer), com ângulo de nutação 135°, mostrando os sinais correspondentes aos grupos metínicos (CH) e metílicos (CH_3) em oposição aos metilênicos (CH_2), os quais foram descritos de acordo com a convenção: C (carbono não-hidrogenado), CH (carbono metínico), CH_2 (carbono metilênico) e CH_3 (carbono metílico). Os carbonos não-hidrogenados foram caracterizados através da subtração dos sinais espectrais observados nos espectros BB (Broad Band) e DEPT 135°.

As seqüências de pulsos usadas para os experimentos unidimensionais e bidimensionais foram:

RMN ¹ H: zg30	GS-HMQC: inv4gstp
RMN ¹³ C: zgpg30	HMBC: inv4lplrnd
DEPT: dept135	GS-HMBC: inv4gslplrnd
COSY: cosydftp	HETCOR: hxco
NOESY: noesytp	COLOC: coloc
HMQC: invbtp	

5.3.4. Determinação do ponto de fusão (p.f.)

Os pontos de fusão das substâncias isoladas foram obtidos em equipamento da Micro Química modelo MQAFP 301. As determinações foram realizadas a uma velocidade de aquecimento de 2 °C/min e não foram corrigidas.

5.3.5. Rotação ótica

A determinação da rotação ótica foi realizada em Polarímetro digital (341) da Perkin-Elmer.

5.4. ESTUDO DOS COMPONENTES VOLÁTEIS DOS ÓLEOS ESSENCIAIS DE *C. TRICHOTOMA* E *C. GLOBOSA*

Neste trabalho investigou-se a composição química volátil dos óleos essenciais do cerne e alburno da madeira do caule de *C. trichotoma* e os óleos essenciais das folhas de *C. globosa*, em diferentes períodos ontogenéticos, floração e frutificação.

5.4.1. Obtenção dos óleos essenciais do alburno e cerne de *C. trichotoma*

A madeira do caule de *C. trichotoma* foi separada em cerne e alburno, ambos 500 g. Estes materiais ainda frescos foram triturados e acondicionados em balão de 5 L, juntamente com 2,5 L de água e mantidas em ebulição por três horas, em aparelho doseador tipo Cleavenger modificado por Gottlieb (Gottlieb e Magalhães, 1960). Os óleos obtidos foram secos com sulfato de sódio anidro (Na₂SO₄), filtrados e pesados, resultando em 4,0 mL

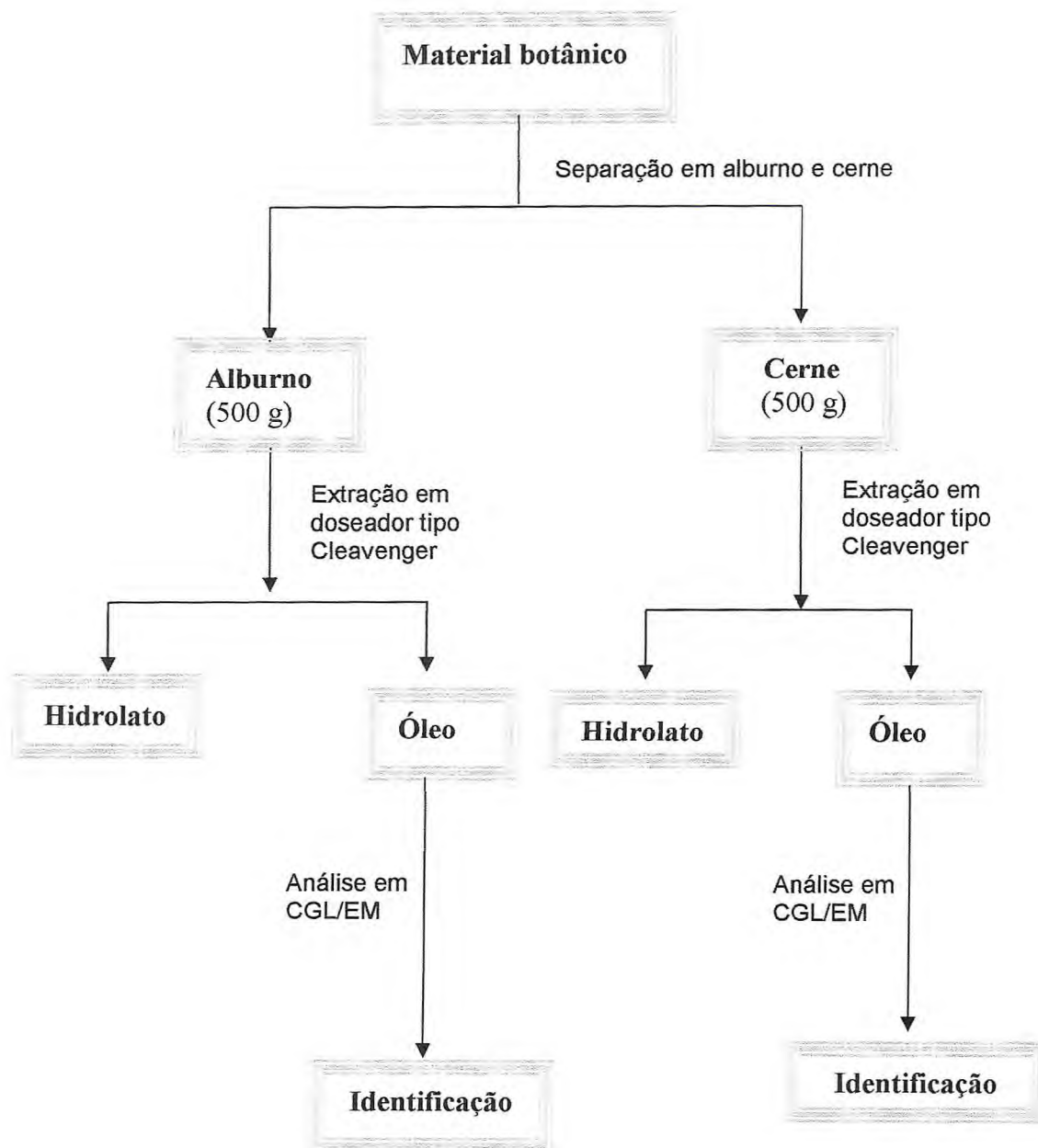
(2,28 g-0,28%) e 2,0 mL (596 mg-0,08%), respectivamente. Os óleos foram armazenados em frascos de vidro, vedados e mantidos sob refrigeração antes de serem analisados (Fluxograma 1, p. 249).

Através de um cromatógrafo gás-líquido acoplado a espectrômetro de massa foi possível fazer a análise dos constituintes destes óleos. Suas identificações foram feitas por pesquisa em espectroteca de padrões e ainda por comparação com espectros da literatura (Alencar et al, 1990; Adams, 2001). Os cromatogramas, os espectros de massa de cada componente químico, bem como a relação dos componentes químicos identificados encontram-se descritos no Capítulo 4, p. 75.

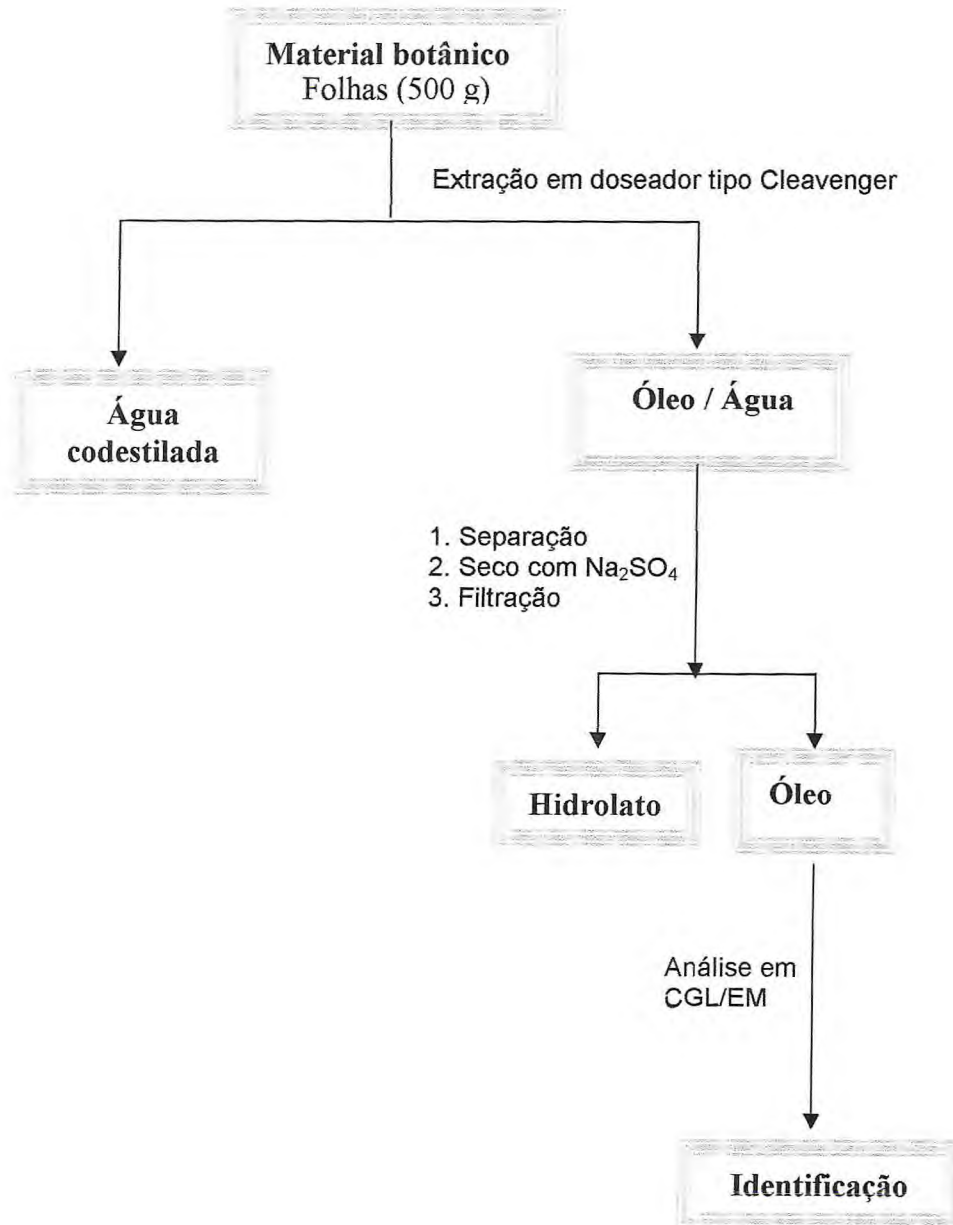
5.4.2. Obtenção dos óleos essenciais das folhas de *C. globosa*

Amostras de 550 g de folhas frescas, coletadas nos períodos de floração e frutificação foram depositadas em balão de vidro de 5 L, juntamente com 2 L de água e mantidas em ebulição por duas horas, para extração de seus óleos essenciais seguindo o mesmo protocolo anteriormente descrito. Os óleos, após secos com Na₂SO₄, foram obtidos nos rendimento 1,3 e 1,5%, respectivamente (Fluxograma 2, p. 250). O resultado da identificação dos componentes químicos destes óleos encontram-se descritos na Tabela 3, p. 79.

Fluxograma 1 - Método de extração do óleo essencial do cerne e alburno de *C. trichotoma*.



Fluxograma 2 - Método de extração dos óleos essenciais das folhas de *Cordia globosa*



5.5. ESTUDO DOS CONSTITUINTES NÃO VOLÁTEIS DE *CORDIA TRICHOTOMA*

5.5.1. Isolamento dos metabólitos secundários de *C. trichotoma*

Esta seção está dividida em duas partes, resultado de duas coletas de material botânico para estudo. A primeira parte descreve o estudo químico realizado com as madeiras do cerne e alburno, individualmente, enquanto a segunda parte relata o estudo químico realizado com as flores.

Primeira parte

Tendo conhecimento de que, para o gênero *Cordia*, diversos compostos de interesse biológico têm sido isolados da madeira do caule, tratou-se de fazer coleta de material vegetal, para que com os mesmos, fossem obtidos extratos para estudos.

O material para a elaboração desses extratos foi coletado na localidade de Meruoca em 06/02/2000.

5.5.1.1. Obtenção dos extratos etanólicos do cerne (FJEC) e alburno (FJEa)

Fluxograma 3 (p. 263)

A madeira do caule de *C. trichotoma* foi inicialmente separada em cerne e alburno, os quais foram secos à temperatura ambiente e triturados mecanicamente. O cerne (4,48 kg) foi submetido à extração exaustiva com etanol a frio (3X) e a solução resultante foi destilada à pressão reduzida, fornecendo 192,72 g de um extrato escuro e de aroma agradável (FJEC). De maneira semelhante, a madeira do alburno (2,86 kg) foi submetida à extração exaustiva com etanol a frio, resultando em 102,83 g de extrato (FJEa).

5.5.1.2. Fracionamento cromatográfico do extrato etanólico do cerne (FJEC)

192,72 g do extrato FJEC foram misturados à 200,00 g de gel de sílica, pulverizados em gral de porcelana e acondicionados sobre 90,00 g de gel de sílica em coluna de 1.000 mL. O sistema foi eluído exaustivamente com os solventes hexano, clorofórmio, acetato de etila e

metanol, e concentrado em evaporador rotativo, obtendo-se desta maneira as respectivas frações conforme sumarizado na Tabela 44, p. 252.

Tabela 44 - Dados resultantes do tratamento cromatográfico de FJec.

ELUENTE	FRAÇÃO	PESO (g)	RENDIMENTO (%)
hexano	FJecH	38,10	19,77
clorofórmio	FJecC	87,96	45,64
clorofórmio/acetato de etila (1:1)	FJecC/Ac	30,02	15,98
acetato de etila	FJecAc	2,61	1,35
metanol	FJecM	30,38	15,76
TOTAL	-	189,07	98,50

5.5.1.3. Tratamento cromatográfico da fração clorofórmica (FJecC) e isolamento de FJ-1, FJ-2, FJ-3, FJ-4, FJ-5, FJ-6 e FJ-7

A fração FJecC (87,96 g) foi submetida a cromatografia utilizando 130,00 g de gel de sílica em coluna de 1000 ml. A eluição foi realizada com uma mistura binária de hexano/acetato de etila em escala crescente de polaridade, fornecendo 90 frações de 100 mL cada como disposto na Tabela 45, p. 252. As frações foram monitoradas por CCD e reunidas de acordo com suas semelhanças.

Tabela 45 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJecC.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-15
hexano/Acetato de etila 10%	16-30 *
hexano/Acetato de etila 20%	31-46 *
hexano/Acetato de etila 30%	47-60
hexano/Acetato de etila 40%	61-71 *
hexano/Acetato de etila 50%	72-80 *
acetato de etila	81-90

* Frações investigadas cromatograficamente.

As frações 16-18 (102,6 mg) extraídas com hexano/acetato de etila 10% foram reunidas após análise comparativa por CCD. Este material foi adsorvido sobre 10 g de gel de sílica em coluna cromatográfica e eluída com hexano e acetato de etila puros ou em misturas binárias em ordem crescente de polaridade.

Foram obtidas 80 frações de 10 mL cada (Tabela 46, p. 253). Da eluição com hexano/acetato de etila 5% isolou-se um sólido branco (32,5 mg) codificado como FJ-1 e identificado como sendo o acetato do ácido oleanólico após análise comparativa dos dados espectrométricos deste composto com aqueles descritos na literatura (Pouchurt & Behnke, 1993). Seus dados físicos encontram-se descritos na p. 286.

Tabela 46 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 16-18 de FJecC.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-10
hexano/Acetato de etila 5%	11-20 *
hexano/Acetato de etila 10%	21-30
hexano/Acetato de etila 15%	31-40
hexano/Acetato de etila 20%	41-50
hexano/Acetato de etila 30%	51-60
hexano/Acetato de etila 40%	61-70
hexano/Acetato de etila 50%	71-80

* Substância FJ-1

As frações 22-27 (hexano/acetato de etila 10%), foram reunidas resultando em 89,5 mg de material, o qual foi submetido à cromatografia. Este material foi misturado com 60 mg de gel de sílica, que após pulverizados em gral de porcelana, foi acondicionado sobre 20,0 g de gel de sílica em coluna de 50 mL, procedendo eluições sucessivas com hexano e acetato de etila (Tabela 47, p. 254). Da eluição com hexano e acetato de etila 5%, destacou-se um sólido branco que após filtrado e lavado com hexano, forneceu 65 mg de um composto denominado FJ-2. A comparação desta substância com um padrão do ácido oleanólico, em CCD, mostrou-se semelhante. A confirmação final da identidade destes compostos foi obtida por comparação dos dados espectrométricos obtidos com aqueles descritos na literatura para o ácido oleanólico (Pouchurt & Behnke, 1993), um triterpeno de esqueleto oleanano. Seus dados físicos e espectrométricos encontram-se descritos na p. 287.

Tabela 47 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 22-27 de FJecC.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-10
hexano/Acetato de etila 5%	11-20 *
hexano/Acetato de etila 10%	21-30
hexano/Acetato de etila 15%	31-40
hexano/Acetato de etila 20%	41-50
hexano/Acetato de etila 25%	51-60
hexano/Acetato de etila 30%	61-70
hexano/Acetato de etila 35%	71-80
hexano/Acetato de etila 40%	81-90
hexano/Acetato de etila 45%	91-100
hexano/Acetato de etila 50%	101-110

* Substância FJ-2

Nas frações 28-40 (1,64 g), observou-se através de CCD a presença de uma mancha uniforme de cor róxa, justificando desta forma a realização de uma cromatografia. Estas frações foram reunidas e concentradas sob pressão reduzida e posteriormente acondicionadas sobre 20,00 g de gel de sílica em coluna de 50 ml. A coluna foi eluída com hexano e acetato de etila, puro ou em misturas binárias de polaridade crescente.

Foram coletadas 120 frações de 10 ml cada, conforme descrito na Tabela 48, p. 255). Nas frações 89-100 (385,2 mg) foi visualizado a presença de um material sólido, que após recristalização com hexano / acetona (1 gota), resultou em 224,7 mg de um material cristalino incolor, de ponto de fusão 158,9 - 159,9 °C, que foi denominada de FJ-3. A comparação desta substância com um padrão do trichotomol, em CCD, mostrou-se semelhante. Entretanto a confirmação final da identidade destes compostos foi obtida por comparação dos dados espectrométricos (Menezes, 2001), um sesquiterpeno de esqueleto cadinano. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 288.

Tabela 48 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 28-40 de FJecC.

ELUENTE	FRAÇÃO
Hexano 100%	1-20
Hexano/Acetato de etila 10%	21-30
Hexano/Acetato de etila 20%	31-40
Hexano/Acetato de etila 30%	41-60
Hexano/Acetato de etila 50%	51-60
Hexano/Acetato de etila 60%	61-70
Hexano/Acetato de etila 70%	71-80
Hexano/Acetato de etila 80%	81-100 *
Acetato de etila 100%	101-120

* Substância FJ-3

As frações 41-46 (514 mg), apresentaram-se como uma mistura de um óleo amarelado e um sólido branco. A recristalização com hexano e acetato de etila (gotas) desta fração forneceu 314 mg de um cristais agulha incolores, de ponto de fusão 95,0 – 96,0 °C, que foi denominada de FJ-4. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 289.

Nas frações 61-65 (134,9 mg), observou-se a presença de um sólido, o qual foi lavado com uma mistura de hexano e acetato de etila (1:1), obtendo-se 63 mg de uma substância pura, denominada FJ-5 e com ponto de fusão 220,0 – 221,0 °C. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram relatados na p. 290.

Análise cromatográfica por CCD da fração 66-70 (49,3 mg), revelou ser esta uma mistura do composto FJ-5 e um outro composto de maior polaridade.

Estas frações foram reunidas e concentradas sob pressão reduzida e posteriormente acondicionadas sobre 2,0 g de gel de sílica em coluna de 30 ml. A coluna foi eluída com hexano e acetato de etila, puros ou em misturas binárias em ordem de polaridade crescente.

Foram coletadas 110 frações de 10 ml cada, as quais foram reunidas conforme descrito na Tabela 49, p. 256. Nas frações 91-98 (24,2 mg) foi isolado um material cristais agulha incolores, de ponto de fusão 138,0 - 141,0 °C, que foi denominada de FJ-6. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 291.

Tabela 49 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 66-70 de FJecC.

ELUENTE	FRAÇÃO
Hexano/Acetato de etila 15%	1-10
Hexano/Acetato de etila 16%	11-22
Hexano/Acetato de etila 17%	23-33
Hexano/Acetato de etila 18%	34-41
Hexano/Acetato de etila 19%	42-52
Hexano/Acetato de etila 20%	53-60
Hexano/Acetato de etila 21%	61-70
Hexano/Acetato de etila 22%	71-77
Hexano/Acetato de etila 23%	78-84
Hexano/Acetato de etila 24%	85-99 *
Hexano/Acetato de etila 50%	100-105
Acetato de etila 100%	106-110

* Substância FJ-6

As frações 74-80 (195,4 mg, Tabela 45, p. 252) eluídas com hexano e acetato de etila 50% revelaram a presença de um precipitado. Este sofreu sucessivas lavagens com acetato de etila para remoção de todo material solúvel neste sistema de solvente. Esta operação resultou em 136 mg de um cristais agulha incolores, denominado de FJ-7, com ponto de fusão 179,0 - 180,0 °C, cujos dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 292.

5.5.1.4. Tratamento cromatográfico da fração FJecC/Ac e isolamento de FJ-8 e FJ-9

A fração FJecC/Ac (30,02 g), resultante da eluição com clorofórmio e acetato de etila na proporção de 1:1, foram adsorvidos a 14,90 g de gel de sílica, pulverizados em grau de porcelana e acondicionados em coluna de 500 mL, sobre 50,00 g de gel de sílica. A eluição foi iniciada com hexano, seguido de misturas binárias de polaridade crescente de hexano e acetato de etila.

100 frações de 30 mL cada, foram obtidas conforme encontram-se relatadas na Tabela 50, p. 257.

Tabela 50 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJecC/Ac.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano/acetato de etila 20%	1-15
hexano/acetato de etila 40%	16-40*
hexano/acetato de etila 60%	41-60
hexano/acetato de etila 80%	61-80**
acetato de etila	81-100**

* Substância FJ-8

** Substância FJ-9

A análise comparativa por CCD, revelou que as frações 21-40, apresentavam majoritariamente a presença de duas substâncias com Rf muito próximos. Resolveu-se então fazer uma coluna cromatográfica em gel de sílica sob pressão, para tentar purificar estas substâncias.

As frações 21-40 (40,0 mg) foram então adsorvidas em 50,0 mg de gel de sílica e submetida a cromatografia flash em coluna de 2 cm de diâmetro sobre 16,0 g de gel de sílica. A coluna foi eluída isocraticamente com diclorometano e acetato de etila 5%, eluente este que se mostrou o mais adequado para a separação das substâncias.

Foram coletadas 80 frações de 8 mL cada, reunidas de acordo com as semelhanças observadas por CCD. O composto obtido (15 mg), na forma de um sólido amorfo amarelo de ponto de fusão 233,8-236,9°C, foi denominado de FJ-8. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 293.

As frações 61-100 quando foram submetidas à análise por CCD, mostraram-se semelhantes e foram reunidas, fornecendo 360 mg de um material escuro. Este material foi lavado com acetona, resultando em 90 mg de um composto sólido amorfo de cor vinho escuro, o qual foi denominado FJ-9. A comparação desta substância com um padrão do composto oncocalyxona A, em CCD, mostrou-se semelhante. A confirmação final da identidade destes compostos foi obtida por comparação dos dados espectrométricos com aqueles descritos na literatura para aquele composto. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 294.

5.5.1.5. Tratamento cromatográfico da fração FJecAc e isolamento de FJ-10

2,61 g da fração FJecAc, resultante da eluição com acetato de etila do extrato etanólico do cerne de *C. trichotoma*, foram adsorvidos a 1,60 g de gel de sílica, pulverizados em grau de porcelana e acondicionados em coluna de 125 mL, sobre 30,3 g de gel de sílica. A eluição foi iniciada com hexano, seguido de misturas binárias de polaridade crescente de hexano, acetato de etila e metanol.

Foram coletadas 73 frações de 50 mL cada, conforme encontra-se descrito na Tabela 51, p. 258.

Tabela 51 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJecAc.

ELUENTE	FRAÇÃO
Hexano	1-3
hexano/acetato de etila 10%	4-5
hexano/acetato de etila 20%	6-11
hexano/acetato de etila 30%	12-18
hexano/acetato de etila 40%	19-22
hexano/acetato de etila 50%	23-27
hexano/acetato de etila 60%	28-34
hexano/acetato de etila 80%	35-60*
acetato de etila	61-70*
metanol	71-73

* Substância FJ-10

Observou-se nas frações 40-57, a presença de um precipitado amarelado, que em análise por CCD, mostrou-se ainda estar com uma certa quantidade de impureza. Recristalização em acetato de etila forneceu 18 mg de um composto sólido amorfo de cor branca, com ponto de fusão na faixa de 293-296 °C, que foi denominado de FJ-10. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram expostos na p. 295.

5.5.2. Fracionamento cromatográfico do extrato FJEa

102,83 g do extrato FJEa foram misturados à 130,00 g de gel de sílica e acondicionado sobre 20,30 g de gel de sílica em coluna de 1.000 mL. O sistema foi eluído exaustivamente com os solventes hexano, clorofórmio, acetato de etila e metanol, puros e concentrado em evaporador rotativo, obtendo-se desta maneira as respectivas frações conforme registrado na Tabela 52, p. 259.

Tabela 52 - Dados resultantes do tratamento cromatográfico de FJEa.

ELUENTE	FRAÇÃO	PESO (g)	RENDIMENTO (%)
hexano	FJEcH	7,26	7,10
clorofórmio	FJEcC	8,01	7,80
acetato de etila	FJEcAc	29,15	28,35
metanol	FJEcM	48,38	47,05
TOTAL	-	92,80	90,30

5.5.2.1. Tratamento cromatográfico da fração FJEaH e isolamento de FJ-11 e FJ-12

7,26 g da fração FJEaH foram adsorvidos a 9,37 g de gel de sílica e acondicionados em coluna de 500 mL, sobre 20,00 g de gel de sílica. A eluição procedeu usando os solventes hexano e acetato de etila, puros ou em misturas binárias de polaridade crescente.

50 frações de 50 mL foram obtidas, conforme encontram-se relatadas na Tabela 53, p. 260.

Tabela 53 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEaH.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-13
hexano/acetato de etila 10%	14-24*
hexano/acetato de etila 20%	25-32**
hexano/acetato de etila 30%	33-38
hexano/acetato de etila 50%	39-42
hexano/acetato de etila 80%	43-45
acetato de etila	46-50

* Substância FJ-11

** Substância FJ-12

Verificou-se a exemplo da fração hexânica do cerne de *C. trichotoma*, que algumas frações apresentavam odor agradável e amadeirado, indicativo da presença de terpenos.

Nas frações 19-22 (3,70 g), obtidas por eluição com hexano e acetato de etila 10%, verificou-se a presença de um material cristalino. Este composto foi então denominado FJ-11. A comparação desta substância com um padrão do composto α -cadinol, em CCD, mostrou-se semelhante. A confirmação final da identidade destes compostos foi obtida por comparação dos dados espectrométricos obtidos com aqueles descritos na literatura para o α -cadinol (Chalchat, Garry e Michet, 1985), um sesquiterpeno de esqueleto cadinano, previamente isolado de *C. trichotoma*. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 296.

Da eluição com hexano e acetato de etila 20% obteve-se as frações (25-30) contendo cristais em forma de agulhas. Estas frações após comparação em CCD foram reunidas e lavadas com hexano, obtendo-se 989,0 mg de material cristalino na forma de agulhas, denominado FJ-12. Com a obtenção dos dados espectrométricos e por comparação com o padrão do β -sitosterol e ainda dados de RMN de ^{13}C descritos na literatura (Pessoa, 1994), foi identificado como sendo o referido composto, esteróide comumente encontrado em plantas. Seus dados físicos e espectrométricos encontram-se descritos na p. 297.

5.5.2.2. Tratamento cromatográfico da fração FJEaC e isolamento de FJ-12, FJ-2, FJ-3 e FJ-4

8,01 g da fração FJEaC foram adsorvidos a 11,30 g de gel de sílica e acondicionados em coluna de 500 mL, sobre 50,00 g de gel de sílica. A eluição procedeu usando os solventes hexano, clorofórmio, acetato de etila e metanol, puros ou em misturas binárias de polaridade crescente.

Foram obtidas 133 frações de 50 mL cada, estas foram reunidas conforme encontra-se relatado na Tabela 54, p. 261.

Tabela 54 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEaC.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-5
hexano/clorofórmio 10%	6-10
hexano/clorofórmio 20%	11-31
hexano/clorofórmio 30%	32-38
hexano/clorofórmio 40%	39-41
hexano/clorofórmio 50%	42-54
hexano/clorofórmio 80%	55-64*
clorofórmio	65-91*
clorofórmio/ acetato de etila 20%	92-104
clorofórmio/ acetato de etila 40%	105-112**
clorofórmio/ acetato de etila 60%	113-119**
clorofórmio/ acetato de etila 80%	120-121
acetato de etila	122-128
metanol	129-133

* Substância FJ-12

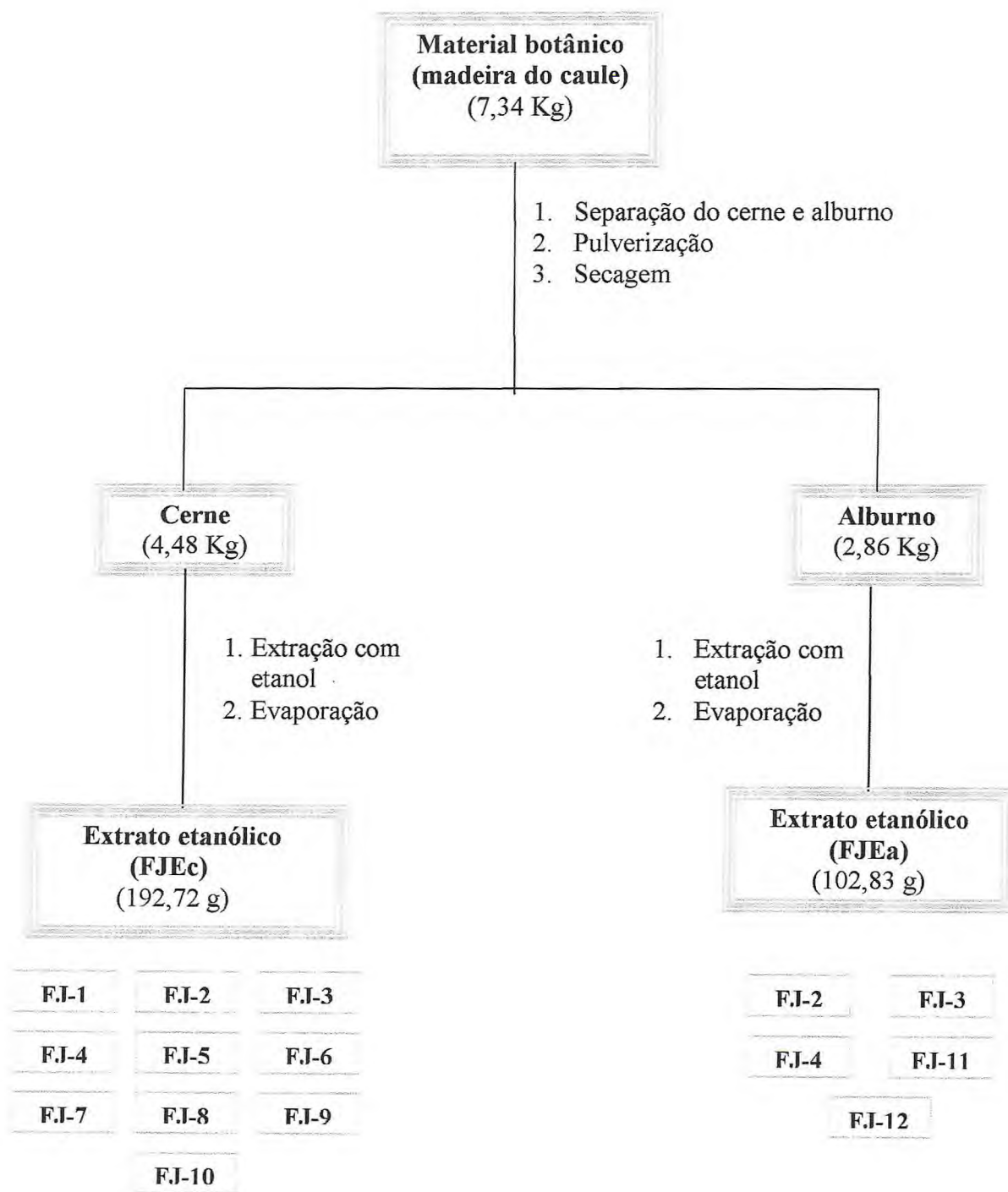
** Substâncias FJ-2, FJ-3 e FJ-4

Nas frações 53-69, observou-se a presença de um material cristalino. Estas frações após comparação em CCD foram reunidas e lavadas com hexano, obtendo-se 217,5 mg de cristais na forma de agulhas, que por comparação com o padrão do β -sitosterol, foi

identificado como sendo o referido composto. Vale ressaltar que este composto já havia sido isolado na fração hexânica do alburno e recebido a denominação FJ-12.

As frações 105-119 foram reunidas após análise comparativa por CCD e foram submetidas à colunas cromatográficas sucessivas, possibilitando o isolamento de substâncias previamente isoladas do cerne de *C. trichotoma*. Desta fração foram isolados 76,4 mg de FJ-2 (ácido oleanólico) e 33,0 mg de FJ-3 (trichotomol). Foi isolado também, 12,6 mg de uma substância de aspecto sólido amorfo, de cor branca, com ponto de fusão 94,8-96,3°C, que foi previamente isolada da fração clorofôrmica do cerne da madeira (p. 252) e denominada de FJ-4. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram expostos na p. 289.

Fluxograma 3 - Obtenção dos extratos etanólicos do cerne (FJec) e albarno (FJEa) de *C. trichotoma* e isolamento de seus constituintes químicos.



Segunda parte

Dando continuidade ao estudo fitoquímico da espécie *Cordia trichotoma*, iniciou-se o estudo com as flores da referida espécie. O material para a elaboração desses extratos foi coletado no Município de Acarape em 08/06/2000.

5.5.3. Obtenção do extrato etanólico das flores (FJEf)**Fluxograma 4 (p. 269)**

As flores (1,06 Kg) de *C. trichotoma* foram secas à temperatura ambiente e submetidas à extração exaustiva com etanol a frio. A solução resultante foi destilada à pressão reduzida, fornecendo 86,61 g de um extrato de coloração marrom claro e de aroma agradável (FJEf).

5.5.3.1. Fracionamento cromatográfico do extrato FJEf

86,61 g de FJEcf foram misturados à 66,11 g de gel de sílica, pulverizados em gral de porcelana e acondicionado sobre 100,30 g de gel de sílica em um funil cilíndrico de 1.000 mL. O sistema foi eluído exaustivamente com os solventes hexano, clorofórmio, acetato de etila, acetona e metanol, e as frações resultantes foram concentradas em evaporador rotativo, obtendo-se desta maneira as respectivas frações conforme registrado na Tabela55, p. 264.

Tabela 55 - Dados resultantes do tratamento cromatográfico de FJEf.

ELUENTE	FRAÇÃO	PESO (g)	RENDIMENTO (%)
hexano	FJEfH	1,41	1,63
clorofórmio	FJEfC	10,42	12,03
acetato de etila	FJEfAc	16,87	19,50
acetona	FJEfAcet	21,84	25,22
metanol	FJEcM	19,56	22,60
TOTAL	-	70,10	80,98

5.5.3.2. Fracionamento cromatográfico da fração FJEfH e isolamento de FJ-12

A fração FJEfH (1,41 g) foi misturada a 4,90 g de gel de sílica, que após pulverizados foram cromatografados sobre 20,00 g de gel de sílica em coluna de 500 mL. A eluição procedeu usando os solventes hexano e acetato de etila, puros ou em misturas binárias de polaridade crescente. Foram coletadas 100 frações de 50 mL cada, conforme encontram-se relatadas na Tabela 56, p. 265.

Tabela 56 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEfH.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-20
hexano/acetato de etila 10%	21-30
hexano/acetato de etila 20%	31-40
hexano/acetato de etila 30%	41-50
hexano/acetato de etila 50%	51-70*
hexano/acetato de etila 80%	71-90
acetato de etila	91-100

* Substância FJ-12

568,30 mg da fração 51-70, resultante da cromatografia de FJEfH, foram cromatografadas sobre 20,00 g de gel de sílica em coluna de 125 mL. A coluna foi eluída com os solventes hexano e acetato de etila, puros ou em misturas binárias de polaridade crescente.

Foram coletadas 90 frações de 10 mL cada e estas foram reunidas de acordo com suas semelhanças, após análise comparativa por CCD.

Nas frações eluídas com hexano e acetato 50%, verificou-se a presença de um precipitado que após ser separado por filtração sofreu sucessivas lavagens com hexano e em seguida com metanol, até remoção de todo material solúvel neste sistema. Esta operação resultou em 123,7 mg de um material cristalino em forma de agulhas, codificado como FJ-12 e identificado como sendo o β -sitosterol após comparação em CCD e composto padrão. Seus dados físicos encontram-se descritos na p. 297.

5.5.3.3. Fracionamento cromatográfico da fração FJEfAc e isolamento de FJ-13, FJ-14 e FJ-15

16,87 g de FJEfAc, foram misturados a 22,00 g de gel de sílica, macerados em gral de porcelana e colocados sobre 60,00 g de gel de sílica em coluna de 500 mL. A eluição foi realizada com os solventes hexano, diclorometano, acetato de etila e metanol, puros ou em misturas binárias com escala crescente de polaridade. Foram coletadas 100 frações de 75 mL cada, que após analisadas em CCD, foram reunidas conforme encontra-se descrito na Tabela 57, p. 266.

Tabela 57 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração FJEfAc.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-8
hexano/diclorometano 10%	9-11
hexano/diclorometano 20%	12-15
hexano/diclorometano 30%	16-19
hexano/diclorometano 50%	20-26
hexano/diclorometano 70%	27-32
diclorometano	33-42
diclorometano/ acetato de etila 20%	43-55*
diclorometano/ acetato de etila 40%	56-60
diclorometano/ acetato de etila 60%	61-64
diclorometano/ acetato de etila 80%	65-68
acetato de etila	69-81**
acetato de etila/ metanol	82-89***
metanol	90-100

* Substância FJ-13

* Substância FJ-14

* Substância FJ-15

As frações 43-55 (1,54 g), 56-60 (586,2 mg) e 61-64 (1,41 g) eluidas com diclorometano e acetato de etila nas concentrações 20, 40 e 60%, respectivamente, foram reunidas e recromatografadas.

O tratamento cromatográfico das frações acima reunidas (43-64; 3,54 g) em gel de sílica e monitorado por CCD, resultou na formação de um precipitado amarelado. Nas frações eluídas com diclorometano e acetato de etila 20%. O material sólido foi lavado com diclorometano, fornecendo 25,6 mg de um sólido amorfo branco com ponto de fusão 124-127 °C, denominado FJ-13. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram dispostos na p. 298.

Nas frações 69-72 (23,6 mg), foi visualizada a presença de um precipitado de cor amarela, o qual foi submetido à sucessivas lavagens com acetato de etila, resultando em 12,8 mg de um sólido amarelo claro cromatograficamente puro com ponto de fusão 209,4-212,2°C, que foi denominado de FJ-14. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 299.

Da eluição com acetato de etila e metanol 50% foram obtidas as frações 76-82, que após comparadas em CCD, foram reunidas obtendo-se 85,00 mg de um material sólido. Este material foi lavado com metanol, resultando em 54,3 mg de um sólido de cor branca, denominado FJ-15. Este após análise espectrométrica e comparação com dados da literatura (Mafezoli, 1996), foi identificado como sendo o glicosídeo do β -sitosterol. Seus dados físicos e espectrométricos encontram-se dispostos na p. 300.

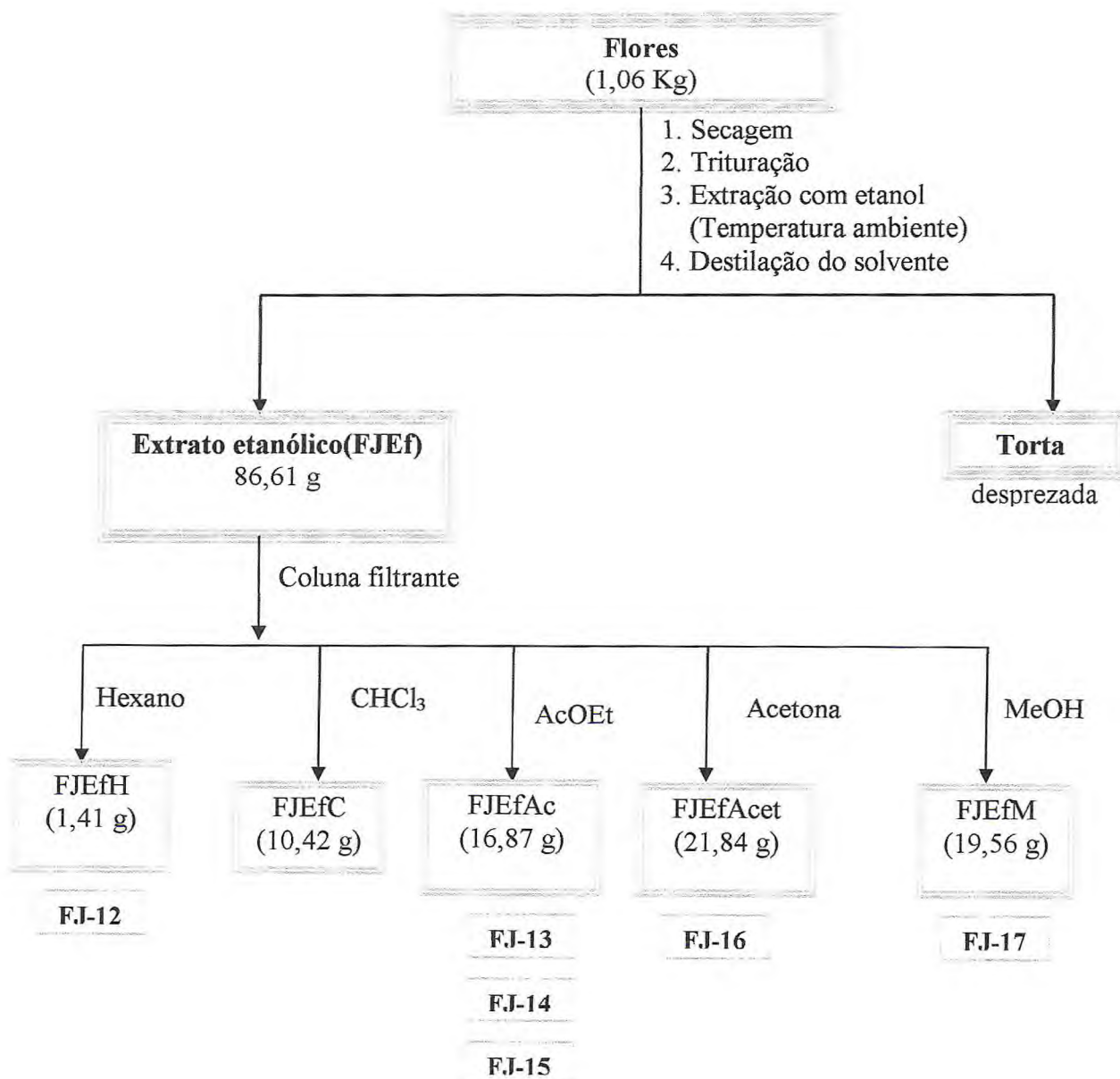
5.5.3.4. Tratamento da fração FJEfAcet e isolamento de FJ-16

Observou-se nas frações obtidas por eluição com acetona (FJEfAcet, 21,84 g), a presença de um material sólido. Estas frações foram reunidas e concentradas sob pressão reduzida. A adição de metanol ao material concentrado, conduziu a precipitação de um sólido, que após filtrado forneceu 210,0 mg de um material sólido amorfo bege, com ponto de fusão 230,8-232,1 °C, denominado FJ-16. Este, após análise espectrométrica e comparação com dados da literatura, foi identificado como sendo a alantoína, um alcalóide de esqueleto imidazólico, cujos dados físicos e espectrométricos encontram-se relatados na p. 301.

5.5.3.5. Tratamento da fração FJEfM e isolamento de FJ-17

Após a completa evaporação do solvente, observou-se na fração eluída com metanol (FJEfM, 19,56 g), a presença de um material sólido cristalino, o qual foi várias vezes lavado

Fluxograma 4 - Obtenção do extrato etanólico das flores (FJEf) de *C. trichotoma* e isolamento dos seus constituintes químicos.



5.6. ESTUDO DOS CONSTITUINTES NÃO VOLÁTEIS DE *CORDIA GLOBOSA*

5.6.1. Isolamento dos metabólitos secundários de *Cordia globosa*

Tendo conhecimento de ser esta espécie do gênero *Cordia*, bastante utilizada em países da América Latina como Cuba e Jamaica no tratamento de gripe, congestão nasal, cólica menstrual, entre outros males. Aliado a isso a não existência de um estudo fitoquímico para a espécie, resolveu-se ampliar o estudo das espécies de *Cordia*. Desta forma, tratou-se de fazer coleta de material vegetal, para que com os mesmos, fossem obtidos extratos para estudos.

O material para a elaboração desses extratos foi coletado na localidade de Acarape em 12/08/2001.

5.6.1.1. Obtenção dos extratos hexânico (MDHr) e etanólico (MDEr) das raízes de *C. globosa* - Fluxograma 5 (p. 277)

As raízes (1,50 Kg), foram secas à temperatura ambiente e trituradas mecanicamente. O material foi então submetido à extração exaustiva com hexano seguido de etanol a frio. As soluções resultantes foram destiladas à pressão reduzida, fornecendo 17,00 g de extrato hexânico (MDHr) e 61,79 g de extrato etanólico (MDEr).

5.6.1.2. Fracionamento cromatográfico do extrato hexânico (MDHr)

17,00 g do extrato MDHr foram misturados à 20,00 g de gel de sílica, pulverizados em gral de porcelana e empacotado com 53,30 g de gel de sílica em coluna de 500 mL. O sistema foi eluído exaustivamente com os solventes éter de petróleo, hexano, diclorometano, clorofórmio, acetato de etila e metanol, puros e concentrado em evaporador rotativo, obtendo-se desta maneira as respectivas frações, conforme registrado na Tabela 58, p. 271.

Tabela 58 - Dados resultantes do tratamento cromatográfico de MDHr.

ELUENTE	FRAÇÃO	PESO (g)	RENDIMENTO (%)
éter de petróleo	MDHrE	2,00	11,76
hexano	MDHrH	8,68	51,06
diclorometano	MDHrDc	1,97	11,60
clorofórmio	MDHrC	2,98	17,53
acetato de etila	MDHrAc	0,15	0,88
metanol	MDHrM	0,19	1,12
TOTAL	-	15,97	93,95

5.6.1.3. Fracionamento cromatográfico da fração MDHrDc e isolamento de MD-1

1,97 g da fração MDHrDc, foram misturados a 7,00 g de gel de sílica, pulverizados em gral de porcelana e cromatografados sobre 30,00 g de gel de sílica em coluna de 250 mL . A eluição foi realizada com os solventes hexano e acetato de etila, puros ou em misturas binárias com escala crescente de polaridade. Fornecendo 74 frações de 30 mL cada, conforme descrito na Tabela 59, p. 271.

Tabela 59 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração MDHrDc.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-5
hexano/acetato de etila 10%	6-31
hexano/acetato de etila 15%	32-49
hexano/acetato de etila 20%	50-58**
hexano/acetato de etila 50%	59-68
hexano/acetato de etila 80%	69-73
acetato de etila	74

* Substância MD-1

Da eluição com hexano e acetato de etila 20%, obteve-se as frações 50-58 (245,90 mg) contendo cristais. Estas frações após comparação em CCD foram reunidas e lavadas com hexano, obtendo-se 143,00 mg de material cristalino na forma de agulhas, denominado MD-1. Com a obtenção dos dados espectrométricos e por comparação em CCD com o padrão do β -sitosterol e ainda dados de RMN de ^{13}C descritos na literatura, foi identificado como sendo o referido composto.

5.6.1.4. Fracionamento cromatográfico da fração MDHrC e isolamento de MD-2

A fração MDHrC (2,98 g), foi misturada à 5,30 g de gel de sílica e em seguida pulverizados em gral de porcelana. Cromatografia deste material sobre 23,00 g de gel de sílica, em coluna de 500 mL e eluição com os solventes hexano, diclorometano e acetato de etila, puros ou em misturas binárias de polaridade crescente, forneceu 80 frações de 50 mL cada, ilustradas na Tabela 60, p. 272.

Tabela 60 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração MDHrC.

ELUENTE	FRAÇÃO	
hexano	1-5	
hexano/diclorometano 10%	6-8	
hexano/diclorometano 20%	9-11	
hexano/diclorometano 30%	12-15	
hexano/diclorometano 50%	16-22	
hexano/diclorometano 70%	23-32	
diclorometano	33-42*	
diclorometano/ acetato de etila 10%	43-50	
diclorometano/ acetato de etila 20%	51-657	
diclorometano/ acetato de etila 30%	58-66	
diclorometano/ acetato de etila 50%	67-72	
acetato de etila/ acetato de etila 80%	73-74	*
acetato de etila	73-74	substância
		MD-2

Nas frações 33-42 (28,7 mg) eluidas com diclorometano, foi visualizada em CCD a presença de uma mancha correspondente a um composto majoritário. Estas frações foram reunidas e submetidas à sucessivas colunas cromatográficas usando hexano e acetato de etila em mistura binárias como solvente, resultando em 18,0 mg de um material cristalino vermelho, cromatograficamente puro, quando analisado por CCD, e com ponto de fusão 196,0-199,2°C, que foi denominado de MD-2. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 303.

5.6.1.5. Fracionamento cromatográfico do extrato MDEr

61,79 g do extrato MDEr foram misturados à 58,70 g de gel de sílica, pulverizados em gral de porcelana e adsorvido sobre 75,00 g de gel de sílica em funil cilíndrico de 1000 mL. O sistema foi eluído exaustivamente com os solventes diclorometano, clorofórmio, acetato de etila, acetona e metanol, puros e concentrado em evaporador rotativo, obtendo-se desta maneira as respectivas frações conforme registrado na Tabela 61, p. 273.

Tabela 61 - Dados resultantes do tratamento cromatográfico de MDEr.

ELUENTE	FRAÇÃO	PESO (g)	RENDIMENTO (%)
diclorometano	MDErDc*	8,24	13,34
clorofórmio	MDErC	20,12	32,56
acetato de etila	MDErAc	0,510	0,83
acetona	MDErAcet	3,53	5,71
metanol	MDErM	27,92	45,20
TOTAL	-	15,97	97,64

* Substância MD-3

5.6.1.6. Fracionamento cromatográfico da fração MDErDc e isolamento de MD-3, MD-4 e MD-5

Observou-se nas frações obtidas por eluição com diclorometano do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MDErDc, 8,24 g), a presença um sólido branco, o qual foi filtrado resultando em 34,7 mg de material.

A adição de hexano a este material, conduziu ao isolamento de um sólido, que após filtrado forneceu 12,4 mg de um composto branco e amorfo, com ponto de fusão 255-257 °C, denominado MD-3 e identificado como sendo o acetato do ácido oleanólico após análise comparativa dos dados espectrométricos obtidos para este composto com aqueles descritos na literatura (Mahato e Kundu, 1994). Seus dados físicos encontram-se descritos na p. 286.

O material restante da fração MDErDc (7,89 g) foi submetida a cromatografia utilizando 73,00 g de gel de sílica em coluna de 500 mL. A eluição foi realizada com éter de petróleo/acetato de etila em em uma mistura binária de gradiente de (6:1 → 0:1), fornecendo 110 frações de 10 mL cada, de acordo com o disposto na Tabela 62, p. 274.

Tabela 62 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração MDErDc.

ELUENTE	FRAÇÃO
éter de petróleo	1-10
éter de petróleo/acetato 10%	11-20*
éter de petróleo/acetato 20%	21-31*
éter de petróleo/acetato 30%	32-42**
éter de petróleo/acetato 40%	43-52**
éter de petróleo/acetato 50%	53-62
éter de petróleo/acetato 60%	63-72
éter de petróleo/acetato 70%	73-82
éter de petróleo/acetato 80%	83-92
acetato de etila	93-110

* Substância MD-4

** Substância MD-5 impura

As frações 15-26 (1,60 g) extraídas com éter de petróleo/acetato de etila, nas concentrações 10-20% foram reunidas após análise comparativa por CCD. Foi visualizado nestas frações a existência de uma mancha intensa avermelhada. Visto que esta fração estava contaminada com β -sitosterol, resolveu-se fazer uma coluna em sephadex para tentar retirar tal contaminante. Este material foi adsorvido sobre 10 g de sephadex em coluna cromatográfica e eluída isocraticamente com diclorometano e metanol na proporção (1:1).

Foram obtidas 50 frações de 5 mL cada. Após análise por CCD, foi observado a existência de um composto puro avermelhado. Estas frações 51-52, foram reunidas e

forneceram 29,0 mg de um óleo vermelho, codificado MD-4. Seus dados físicos e espectrométricos encontram-se descritos na p. 304.

As frações 35-50 mostraram-se semelhantes em CCD e foram reunidas resultando em 2,30 g de material, o qual foi submetido à nova cromatografia. A este material foi misturado 1,03 g de gel de sílica, que após pulverizados em gral de porcelana, foram acondicionados sobre 20,0 g de gel de sílica em coluna de 125 mL, procedendo eluições sucessivas com hexano e acetato de etila em diferentes concentrações.

Foram coletadas 120 frações de 20 mL cada, como representado na Tabela 163, p. 275.

Tabela 63 - Dados referentes ao fracionamento cromatográfico da fração 35-50 de MD_{Er}Dc.

ELUENTE	FRAÇÃO
hexano	1-5
hexano/acetato de etila 10%	6-15
hexano/acetato de etila 15%	16-31
hexano/acetato de etila 20%	32-43
hexano/acetato de etila 25%	44-56*
hexano/acetato de etila 30%	57-73*
hexano/acetato de etila 35%	74-88
hexano/acetato de etila 40%	89-97
hexano/acetato de etila 50%	98-104
hexano/acetato de etila 80%	105-112
acetato de etila	113-120

* Substância MD-5

Nas frações 45-53 (661 mg), observou-se através de CCD a presença de uma mancha uniforme de cor roxa intensa, justificando desta forma a realização de nova cromatografia. Estas frações foram reunidas e concentradas sob pressão reduzida e submetidas a cromatografias sucessivas, resultando em 28,0 mg de um material na forma de um óleo amarelo, que foi denominada de MD-5. Seus dados físicos e espectrométricos se encontram descritos na p. 305.

5.6.1.7. Tratamento da fração MD_{ErC} e isolamento de MD-6

Observou-se nas frações obtidas por eluição com clorofórmio do extrato etanólico das raízes de *C. globosa*, (MD_{ErC}, 20,12 g), a presença de um material sólido. Estas frações foram reunidas e concentradas sob pressão reduzida. A adição de acetato de etila ao material concentrado, conduziu a precipitação de um sólido, que após filtrado forneceu 97,4 mg de um material sólido amorfo branco, com ponto de fusão 199-200 °C, denominado MD-6 e identificado como sendo o ácido oleanólico, após análise comparativa dos dados espectrométricos obtidos para este composto com aqueles descritos na literatura. Seus dados físicos encontram-se descritos na p. 287.

5.6.1.8. Tratamento da fração MD_{ErAc} e isolamento de MD-7

Quando da eluição com acetato de etila do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MD_{ErAc}, 510 mg), foi visualizada a presença de um precipitado, o qual foi submetido a filtração, fornecendo 80,50 mg um material sólido.

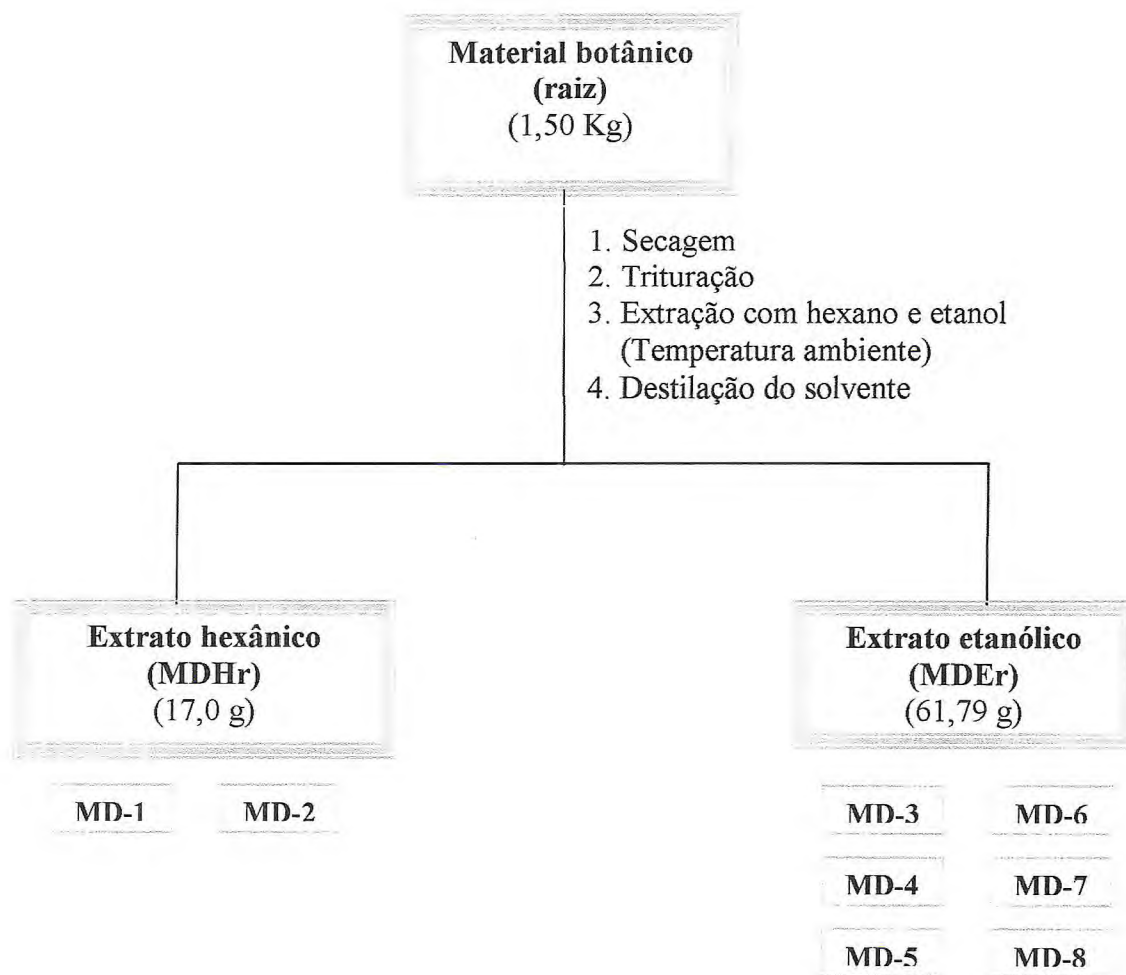
Este sólido foi lavado com metanol, fornecendo 57,60 mg de um material de cor branca, denominado MD-7. Esta substância, após análise espectrométrica e comparação com dados da literatura, foi identificado como sendo o glicosídeo do β -sitosterol. Seus dados físicos e espectrométricos encontram-se dispostos na p. 300.

5.6.1.9. Tratamento da fração MD_{ErM} e isolamento de MD-8

Foi visualizado na fração eluída com metanol do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MD_{ErM}, 19,56 g), a presença de um material sólido cristalino, o qual foi várias vezes lavado com metanol, resultando em 110,40 mg de um composto em forma de cristais cúbicos, que foi denominado MD-8.

Esta substância somente foi solúvel em água e por isso foi comparada, em CCD, com padrões de açúcares, revelando semelhança com a sacarose. A análise dos dados espectrométricos deste composto, especialmente de RMN de carbono-13, confirmou a identidade destes compostos. Seus dados físicos e espectrométricos encontram-se descritos na p. 306.

Fluxograma 5 - Obtenção dos extratos hexânico (MDHr) e etanólico (MDEr) das raízes de *C. globosa* e isolamento de seus constituintes químicos.



5.7. ENSAIOS BIOLÓGICOS

5.7.1. Citotoxicidade frente às larvas do mosquito *Aedes aegypti*, no terceiro estágio

Este teste foi realizado no Laboratório de Entomologia, pertencente ao Núcleo de Endemias da Secretaria de Saúde do Estado do Ceará, pela Profa. Gilvandete Maria P. Santiago do Departamento de Análises Clínicas e Toxicológicas da Faculdade de Farmácia – UFC.

No teste, os ovos foram eclodidos em água isenta de cloro. Em condições normais, ovos maduros eclodem após alguns minutos quando submersos em meio líquido e apresentam quatro estágios larvário. São selecionadas para o bioensaio as larvas do mosquito transmissor da dengue no terceiro estágio (terceiro dia de vida).

Para tal teste foi utilizado o óleo essencial das folhas de *Cordia globosa* no período de floração (OECGFL), que foi inicialmente solubilizado em dimetilsulfóxido (DMSO) e posteriormente diluído em H₂O, para a obtenção das soluções nas concentrações de 500, 250, 100, 50 e 10 ppm, com as quais foram feitas triplicatas em frascos de vidros transparentes, para melhor visualização dos resultados e colocadas 50 larvas em cada frasco. Após 24 horas, foi realizada a análise da mortalidade, pela contagem das larvas sobreviventes. Os resultados obtidos encontram-se descritos na Tabela 5, p. 82.

5.7.2. Avaliação da atividade antimicrobiana

O teste da atividade antimicrobiana foi realizado no Laboratório de Microbiologia do Departamento de Análises Clínicas e Toxicológicas da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará. Utilizou-se a técnica de difusão em meio sólido de acordo com a Farmacopéia Brasileira (Farmacopéia Brasileira, 1998).

Suspensões microbianas constituídas de cinco espécies de microorganismos, a levedura *Cândida albicans* (ATCC 10231) e as bactérias *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 15442), *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538P), *Salmonella cholerae-suis* (ATCC 10708) e *Escherichia coli* (ATCC 1053C), obtidas a partir de culturas em caldo BHI com densidades ajustadas à turvação do tubo com 0,5 da escala de McFarland (10^8 UFC/ML) foram semeadas na superfície de agar Muller-Hinton, com auxílio de “swab” estéril de modo a obter-se um crescimento uniforme e confluyente. Sobre o meio semeado foram feitos poços com diâmetro

de 5mm. Nesses poços foram aplicados 25 μ L das diferentes concentrações do óleo essencial de *C. globosa*, bem como o controle negativo e positivo.

As placas permaneceram incubadas por um período que variou entre 18 à 20 horas a uma temperatura de 35 °C, com a leitura dos halos de inibição feita com régua especial, através do fundo da placa, com iluminação contra um fundo escuro. Os resultados desta avaliação encontram-se descritos na Tabela 4, p. 81.

5.7.3. Medida de inibição da atividade de acetilcolinesterase (AChE)

Os testes foram realizados no Departamento de Química Orgânica e Inorgânica da Universidade Federal do Ceará, de acordo com a metodologia desenvolvida por Rhee (Rhee et al, 2001).

As amostras, entre elas os extratos hexânico e etanólico de *C. globosa*, juntamente com a substância (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-*b*]naftaleno-3,6-diona isolada do segundo extrato mencionado acima e extrato etanólico do cerne de *C. trichotoma*, foram dissolvidas em solvente apropriado e feitas diluições até um fator de 1 μ g/mL e aplicadas em uma placa cromatográfica de alumínio (5.0 μ L). Borrifou-se a placa com as soluções de 1 μ M de ácido 5,5'-ditiobis-[2-nitrobenzóico] (reagente de Ellman, DTNB) e iodeto de acetilcolina (ACTI) 1 μ m, após 3 minutos borrifou-se a enzima acetilcolinesterase (AChE) 3u/ML, e após haver decorrido um tempo de 10 minutos ocorreu o aparecimento de uma coloração amarela contrastando com a zona onde houve inibição da enzima. Os dados provenientes desta avaliação encontram-se descritos na Tabela 40, p. 224.

5.7.4. Avaliação da atividade citotóxica frente a tipos diferentes de células de câncer

Os ensaios de citotoxicidade foram realizados no Departamento de Fisiologia e Farmacologia da Universidade Federal do Ceará, pela professora Leticia V. Costa Lotufo.

Os testes foram realizados para mostrar a ação citotóxica *in vitro* e, conseqüentemente, o potencial antitumoral, utilizando o método do MTT. São considerados resultados satisfatórios aqueles que apresentarem IC₅₀ igual ou menor que 10 μ g/mL.

O potencial citotóxico de (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-*b*]naftaleno-3,6-diona, substância isolada da fração diclorometano do extrato etanólico das raízes de *C. globosa* (MDErDc), foi avaliado frente a um painel constituído de cinco linhagens de células tumorais: B16 (pele), MCF-7 (mama), HCT-8 (colon), HL-60 e CEM (leucemia).

As células foram tratadas com a substância acima citada por três horas a temperatura de 37 °C sobre condições aeróbicas (ar). A substância foi então removida e as células mantidas em proliferação por três dias, antes da realização do ensaio MTT. Os experimentos foram realizados em triplicatas. Doxorubicina, droga já utilizada na terapêutica anticâncer, foi usada como controle positivo.

Os resultados deste ensaio encontra-se descritos na Tabela 39, p. 223.

CAPÍTULO 6

C. trichotoma

C. globosa

CONCLUSÃO

6. CONCLUSÃO

Este trabalho relatou a investigação fitoquímica envolvendo os componentes voláteis e não voláteis de *Cordia trichotoma* Vell. e *Cordia globosa* (Jack.) Kunth. (Boraginaceae), popularmente conhecidas no Nordeste brasileiro como “frei jorge” e “moleque duro”, respectivamente.

Os óleos essenciais, obtidos por hidrodestilação, a partir do alburno e cerne do caule de espécimes de *C. trichotoma* coletadas em duas localidades, foram analisados por CG-EM e CG-FID. Um total de dezesseis componentes voláteis foram identificados, prevalecendo em todas as amostras analisadas os sesquiterpenos. As composições químicas dos óleos apresentaram-se semelhantes, principalmente do ponto de vista qualitativo. Dos componentes voláteis do alburno destacamos como principais o α -cadinol (20,4 e 18,4%), δ -cadineno (10,2 e 9,7%), α -muurolol (5,3 e 16,0%) e guaia-3,10(14)-dien-11-ol (9,1 e 8,0%), nas duas coletas respectivamente e ainda o constituinte *epi*- α -muurolol (20,9%), presente apenas em uma das amostras. Dos constituintes visualizados no cromatograma dos óleos essenciais obtidos a partir do cerne de *C. trichotoma*, destacam-se como principais o α -cadinol (15,8 e 26,5%), α -muurolol (13,4 e 25,1%), δ -cadineno (11,9 e 4,5%) e guaia-3,10(14)-dien-11-ol (10,7 e 9,6%), nas duas coletas respectivamente.

A análise cromatográfica do extrato etanólico da madeira do caule e extrato etanólico das flores de *C. trichotoma* resultou no isolamento de dezessete metabólitos secundários pertencentes a diferentes classes de compostos como triterpenos, flavonóides, esteróides, fenilpropanóides e principalmente, sesquiterpenos e benzoquinonas. Os compostos isolados foram caracterizados como: α -cadinol, trichotomol, (+)-1 β ,4 β ,6 α -triidroxieudesmano, 1 β ,4 β ,7 α -triidroxieudesmano, 1 β ,4 β ,11-triidroxi-opositano, *rel*-8 α ,11 α -9 α ,11 α -diepoxi-1,4-diidroxi-2-metoxi-8 $\alpha\beta$ -metil-5,6,8,8a,9,10,10a-octahidro-10-antracenona, onocalixona A, glaziovianol, ácido oleanólico, acetato do ácido oleanólico, mistura de β -sitosterol e estigmasterol, glicosídeo do β -sitosterol, ácido 4-hidroxi-benzóico, ácido 3-(2',4',5'-trimetoxifenil) propiônico, tilirosídeo, alantoína e manitol.

Os óleos essenciais das folhas de *C. globosa* em dois diferentes estágios ontogenéticos (floração e frutificação) foram investigados e um total de trinta e dois

terpenoides foram identificados. Os resultados mostraram diferenças qualitativas e quantitativas na composição química dos óleos. Entretanto os principais constituintes foram biciclogermacreno (22,7 e 13,1%), β -cariofileno (11,9 e 11,6%) e δ -elemeno (9,0 e 6,8%) em ambos estágios.

Allo-aromadendreno (7,1%) apareceu como um dos principais componentes do óleo no período de frutificação, porém completamente ausente no óleo, quando a planta encontra-se no período de floração. Deste modo, os resultados revelaram distintos perfis metabólicos para os diferentes estágios ontogenéticos, os quais podem ser explicados por diversos fatores como clima, condições de solos e mudança na bioquímica da planta.

O potencial larvicida do óleo essencial das folhas de *C. globosa* no período de floração foi avaliado frente à larvas de *Aedes aegypti* apresentando moderada toxicidade, com valor de $DL_{50} = 28,1$ ppm. A atividade antimicrobiana do referido óleo foi bastante significativa, frente a bactérias e fungos nas cepas em que foram testados, sendo que a atividade frente a bactéria Gram (-) *E. coli* foi entre todas a mais relevante.

A análise cromatográfica dos extratos hexânico e etanólico das raízes de *C. globosa* resultou no isolamento de oito metabólitos secundários, e estes foram caracterizados como: mistura de β -sitosterol e estigmasterol, ácido oleanólico, acetato do ácido oleanólico, microphyllaquinona, (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-b]naftaleno-3,6-diona), glicosídeo do β -sitosterol, sacarose, além de uma mistura de cromenos (MD-5).

O isolamento dos sesquiterpenos, (+)-1 β ,4 β ,6 α -triidroxiudesmano, 1 β ,4 β ,7 α -triidroxiudesmano e 1 β ,4 β ,11-triidroxi-opositano, o primeiro inédito na literatura e os dois últimos inéditos no gênero, despertou para a realização de levantamento bibliográfico sobre os dados de RMN 1H e ^{13}C de sesquiterpenos com esqueleto eudesmano e opositano.

A identificação das naftoquinonas, microphyllaquinona, *rel*-8 α ,11 α -9 α ,11 α -diepoxi-1,4-diidroxi-2-metoxi-8a β -metil-5,6,8,8a,9,10,10 $\alpha\beta$ -octahidro-10-antraceno e glaziovianol, inéditas para o gênero e das benzoquinonas oncocalyxona A, inédita para o gênero, e (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-b]naftaleno-3,6-diona, inédita na literatura,

confirmou a expectativa do isolamento deste tipo de composto, sugerindo desta forma a possibilidade destes poderem vir a ser marcadores quimiossistemáticos para o gênero *Cordia*.

Os testes de inibição da atividade de acetilcolinesterase realizados com a substância (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-*b*]naftaleno-3,6-diona, extratos hexânico e etanólico (*C. globosa*) e extrato etanólico (*C. trichotoma*) mostraram que estes eram bastante promissores, fazendo com que as duas espécies citadas, fossem consideradas importantes para um estudo mais apurado para esta finalidade.

O potencial citotóxico de (1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa[3,4]ciclopenta[1,2-*b*]naftaleno-3,6-diona, foi avaliado frente a um painel constituído de cinco linhagens de células tumorais: B16 (pele), MCF-7 (mama), HCT-8 (colon), HL-60 e CEM (leucemia). De acordo com os resultados o referido composto apresentou considerável atividade citotóxica, revelando valores de IC₅₀ na faixa de 1,24 a 5,04. Os melhores resultados foram obtidos quando utilizou-se células leucêmicas (CEM e HL-60) e de câncer de pele (B16).

Assim, o estudo químico-farmacológico de espécies do gênero *Cordia* estimula a extensão da investigação de outras espécies do gênero, e constitui um passo para a continuidade do processo de busca de novas moléculas que possam vir a ser promissores agentes bioativos.

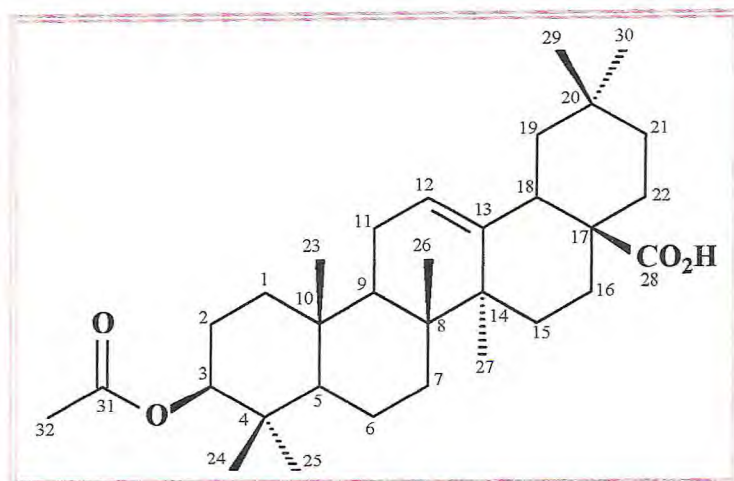
CAPÍTULO 7

C. trichotoma

C. globosa

CONSTANTES

7.1. FJ-1 / MD-3 (238)

F.M.: C₃₂H₅₀O₄

P.M.: 498 daltons

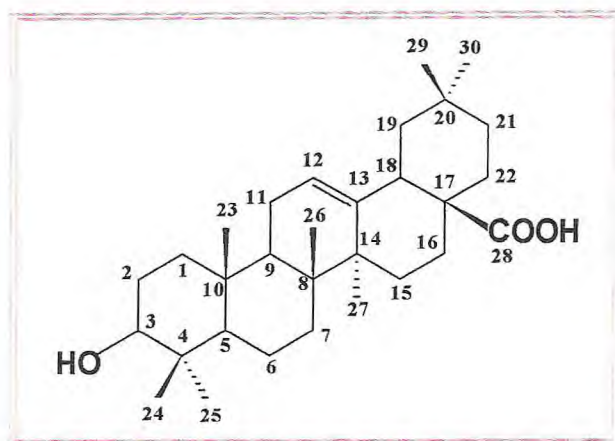
Aspecto: sólido amorfo branco

p.f.: 255-257 °C

[α]_D²⁵ = + 74,0°**ácido 3-acetoxi-olean-12-en-28-óico****(acetato do ácido oleanólico)**

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CDCl₃) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 38,5 (CH₂, C-1); 28,0 (CH₂, C-2); 81,3 (CH, C-3); 38,1 (C, C-4); 55,7 (CH, C-5); 18,6 (CH₂, C-6); 32,8 (CH₂, C-7); 39,7 (C, C-8); 47,9 (CH, C-9); 37,4 (C, C-10); 23,3 (CH₂, C-11); 122,9 (CH, C-12); 143,9 (C, C-13); 42,0 (C, C-14); 28,0 (CH₂, C-15); 23,8 (CH₂, C-16); 46,9 (C, C-17); 41,4 (CH, C-18); 46,3 (CH₂, C-19); 31,0 (C, C-20); 34,2 (CH₂, C-21); 32,9 (CH₂, C-22); 28,4 (CH₃, C-23); 17,0 (CH₃, C-24); 15,8 (CH₃, C-25); 17,5 (CH₃, C-26); 26,3 (CH₃, C-27); 183,2 (C, C-28); 33,4 (CH₃, C-29); 23,9 (CH₃, C-30); 171,4 (C, C-31); 21,7 (CH₃, C-32).

7.2. FJ-2 / MD-6 (239)



F.M.: C₃₀H₄₈O₃

P.M.: 456 daltons

Aspecto: sólido amorfo branco.

p.f.: 199-200 °C

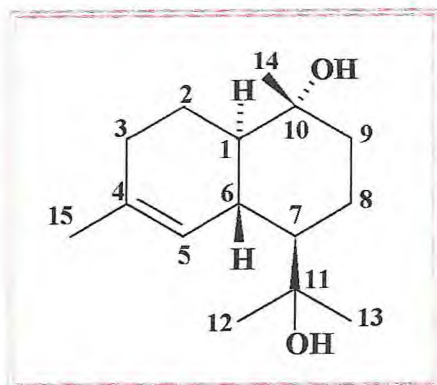
[α]_D²⁰ = + 85,1°

ácido 3-hidroxi-olean-12-en-28-óico (ácido oleanólico)

Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm⁻¹): 3429, 2936, 2649, 1695, 1462, 1181, 1033.

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, DMSO) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 38,5 (CH₂, C-1); 27,2 (CH₂, C-2); 79,1 (CH, C-3); 38,8 (C, C-4); 55,3 (CH, C-5); 18,3 (CH₂, C-6); 32,7 (CH₂, C-7); 39,9 (C, C-8); 47,7 (CH, C-9); 37,1 (C, C-10); 23,0 (CH₂, C-11); 122,6 (CH, C-12); 143,6 (C, C-13); 41,6 (C, C-14); 27,7 (CH₂, C-15); 23,4 (CH₂, C-16); 46,6 (C, C-17); 41,1 (CH, C-18); 45,9 (CH₂, C-19); 30,6 (C, C-20); 33,8 (CH₂, C-21); 32,5 (CH₂, C-22); 28,1 (CH₃, C-23); 15,6 (CH₃, C-24); 15,3 (CH₃, C-25); 17,1 (CH₃, C-26); 26,0 (CH₃, C-27); 183,1 (C, C-28); 33,1 (CH₃, C-29); 23,6 (CH₃, C-30).

7.3. FJ-3 (240)

F.M.: C₁₅H₂₆O₂

P.M.: 238 daltons

Aspecto: cristais agulhas incolores.

p.f.: 158,9 - 159,9 °C.

[α]_D²⁵ = - 17,1°**10α,11-dihidroxi-4-cadineno****(trichotamol)**

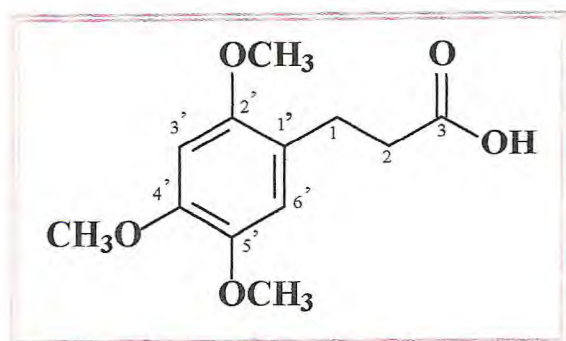
Espectroscopia na região do IV (v_{max} cm⁻¹): 3353, 2961, 2921, 2863, 1457, 1374, 1116.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z: 220, 202, 187, 162, 147, 134, 119, 117, 92, 91, 59, 43.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CDCl₃) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 1,26 (H-1); 1,99 (H-2α); 1,25 (H-2β); 1,98 (H-3β); 1,92 (H-3α); 6,14 (sl, H-5); 1,93 (H-6); 1,21 (H-7); 1,75 (H-8α); 1,03 (H-8β); 1,46 (dt, J = 3,4 e 12,5, H-9α); 1,78 (dt, J = 3,4 e 12,5, H-9β); 1,19 (s, 3H-12); 1,20 (s, 3H-13); 1,09 (s, 3H-14); 1,64 (s, 3H-15).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CDCl₃) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 49,8 (CH, C-1); 22,7 (CH₂, C-2); 30,6 (CH₂, C-3); 134,3 (C, C-4); 124,7 (CH, C-5); 40,8 (CH, C-6); 53,0 (CH, C-7); 27,1 (CH₂, C-8); 42,3 (CH₂, C-9); 72,1 (C, C-10); 74,2 (C, C-11); 24,1 (CH₃, C-12); 32,1 (CH₃, C-13); 20,7 (CH₃, C-14); 24,1 (CH₃, C-15).

7.4. FJ-4 (241)



F.M.: $C_{12}H_{16}O_5$

P.M.: 240 daltons

Aspecto: sólido amorfo branco.

p.f.: 95-96 °C.

ácido 3-(2',4',5'-trimetoxifenil)-propiónico

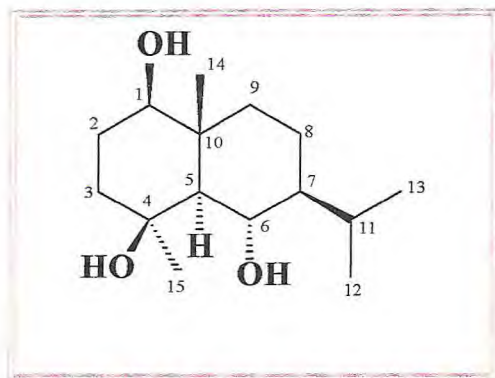
Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm^{-1}): 3514, 3438, 1705, 1645, 1524, 1452, 1206, 1034.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z : 240, 225, 197, 181, 151.

Espectroscopia de RMN ^1H (500 MHz, CD_3OD) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 6,77 (s, H-6'); 6,60 (s, H-3'); 3,80 (s, 4'- OCH_3); 3,78 (s, 2'- OCH_3); 3,73 (s, 5'- OCH_3); 2,79 (t, $J = 7,92$, H-3); 2,49 (t, $J = 7,92$, H-2).

Espectroscopia de RMN ^{13}C (125 MHz, CD_3OD) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 177,3 (C, C-1); 35,6 (CH_2 , C-2); 26,7 (CH_2 , C-3); 122,0 (C, C-1'); 153,5 (C, C-2'); 99,4 (C, C-3'); 149,9 (C, C-4'); 144,2 (C, C-5'); 116,6 (C, C-6'); 56,7 (CH_3 , 2'- OCH_3); 56,9 (CH_3 , 4'- OCH_3); 57,7 (CH_3 , 5'- OCH_3).

7.5. FJ-5 (242)

**(+)-1 β ,4 β ,6 α -trihidroxi-eudesmano**F.M.: C₁₅H₂₈O₃

P.M.: 256 daltons

Aspecto: cristais agulhas incolores.

p.f.: 220-221 °C.

[α]_D²⁵ = + 42°

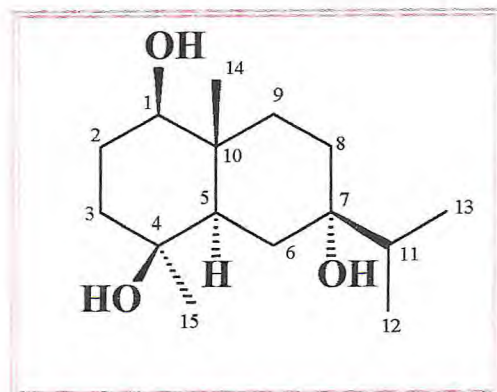
Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm⁻¹): 3415, 2935, 2870, 1461, 1376, 1116, 1074.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z : 256, 241, 223, 205, 123, 101, 81, 55, 43

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CD₃OD) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 3,18 (dd, $J = 4,1$ e $10,7$, H-1); 1,56 (m, H-2 α); 1,97 (dt, $J = 3,1$ e $10,7$, H-2 β); 1,58 (m, H-3 α); 1,68 (m, H-3 β); 1,07 (d, $J = 10,3$, H-5); 3,90 (t, $J = 10,3$, H-6); 1,33 (m, H-7); 1,37 (m, H-8 α); 1,52 (m, H-8 β); 1,04 (m, H-9 α); 1,91 (td, $J = 12,9$; $3,1$ e $3,1$, H-9 β); 2,35 (m, H-11), 0,98 (d, $J = 7,1$, 3H-12); 0,91 (d, $J = 6,9$, 3H-13); 1,02 (s, 3H-14); 1,46 (s, 3H-15).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CD₃OD) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 80,4 (CH, C-1); 27,9 (CH₂, C-2); 42,7 (CH₂, C-3); 73,1 (C, C-4); 58,1 (CH, C-5); 70,3 (CH, C-6); 53,3 (CH, C-7); 19,7 (CH₂, C-8); 39,5 (CH₂, C-9); 42,4 (C, C-10); 27,3 (CH, C-11); 21,9 (CH₃, C-12); 16,4 (CH₃, C-13); 14,2 (CH₃, C-14); 34,8 (CH₃, C-15).

7.6. FJ-6 (243)



1β,4β,7α-triidroxi-eudesmano

F.M.: C₁₅H₂₈O₃

P.M.: 256 daltons

Aspecto: cristais agulhas incolores.

p.f.: 138-141 °C.

[α]_D²⁵ = - 1,1°

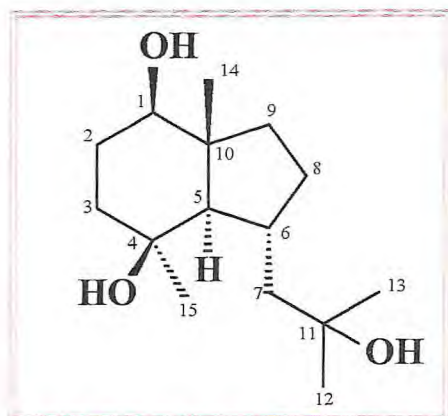
Espectroscopia na região do IV (ν_{max} cm⁻¹): 3435, 2933, 2859, 1466, 1376, 1271, 1027.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z: 256, 213, 195, 177, 43

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CD₃OD) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 3,21 (dd, J = 3,9 e 11,9, H-1); 1,55 (m, H-2α); 1,92 (m, H-2β); 1,50 (m, H-3α); 1,69 (m, H-3β); 1,46 (m, H-5); 1,43 (m, H-6α); 1,58 (m, H-6β); 1,58 (m, H-8α); 1,62 (m, H-8β); 1,42 (m, H-9α); 1,65 (m, H-9β); 1,60 (m, H-11), 0,95 (d, J = 6,9, 3H-12); 0,96 (d, J = 6,9, 3H-13); 0,97 (s, 3H-14); 1,10 (s, 3H-15).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CD₃OD) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 80,7 (CH, C-1); 27,8 (CH₂, C-2); 40,8 (CH₂, C-3); 72,3 (C, C-4); 46,3 (CH, C-5); 29,5 (CH₂, C-6); 75,0 (C, C-7); 30,2 (CH₂, C-8); 35,9 (CH₂, C-9); 40,2 (C, C-10); 40,7 (CH, C-11); 17,7 (CH₃, C-12); 17,5 (CH₃, C-13); 12,3 (CH₃, C-14); 30,0 (CH₃, C-15).

7.7. FJ-7 (244)

F.M.: C₁₅H₂₈O₃

P.M.: 256 daltons

Aspecto: cristais agulhas incolores.

p.f.: 179-180 °C.

[α]_D²⁵ = + 12°**1β,4β,11-triidroxi-8(7→6)-abeoeudesmano****(1β,4β,11-triidroxi-opositano)**

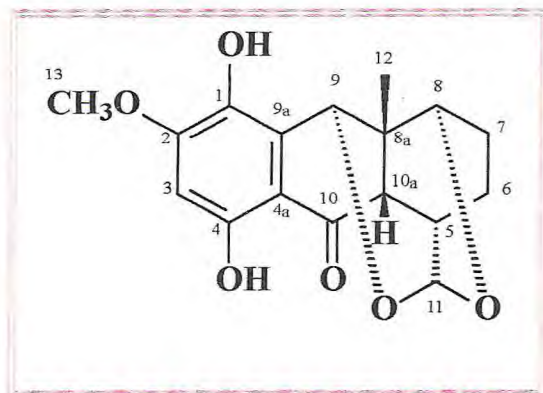
Espectroscopia na região do IV (v_{max} cm⁻¹): 3353, 2971, 2863, 1465, 1373, 1266, 1185, 1024.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z: 256, 241, 223, 205, 179, 147, 123, 59, 43

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CD₃OD) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 3,32 (dd, J = 4,3 e 10,7, H-1); 1,55 (m, H-2α); 1,87 (t, J = 4,5 e 13,4, H-2β); 1,47 (dt, J = 4,8 e 13,4, H-3α); 1,64 (m, H-3β); 0,94 (d, J = 10,9, H-5); 2,27 (dq, J = 3,8 e 10,9, H-6); 1,36 (dd, J = 10,9 e 14,1, H-7α); 2,11 (d, J = 14,1, H-7β); 1,41 (m, H-8α); 2,10 (m, H-8β); 1,22 (m, H-9α); 1,59 (dd, J = 7,9 e 11,9, H-9β); 1,24 (s, 3H-12); 1,25 (s, 3H-13); 1,03 (s, 3H-14); 1,29 (s, 3H-15).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CD₃OD) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 81,4 (CH, C-1); 29,3 (CH₂, C-2); 42,7 (CH₂, C-3); 73,3 (C, C-4); 60,9 (CH, C-5); 33,7 (CH, C-6); 52,8 (CH₂, C-7); 34,1 (CH₂, C-8); 40,9 (CH₂, C-9); 48,8 (C, C-10); 73,1 (C, C-11); 30,9 (CH₃, C-12); 30,6 (CH₃, C-13); 15,7 (CH₃, C-14); 32,6 (CH₃, C-15).

7.8. FJ-8 (245)



F.M.: C₁₇H₁₈O₆

P.M.: 318 daltons

Aspecto: sólido amorfo amarelo.

p.f.: 233,8-236,9 °C.

rel-8α,11α-9α,11α-diepoxi-1,4-dihidroxi-2-metoxi-8αβ-metil-5,6,8,8a,9,10,10a-octahidro-10-antracenona

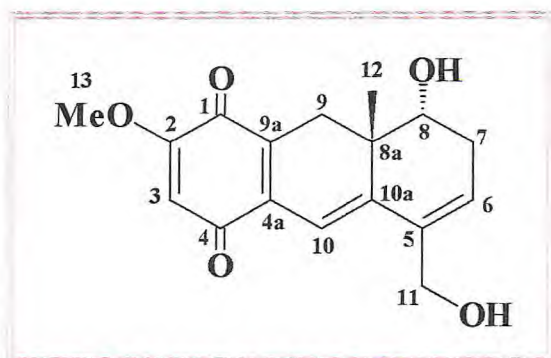
Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm⁻¹): 3400, 1620, 1490, 1220, 1020.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z (%): 318, 272, 257.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CDCl₃) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 6,42 (s, H-3); 2,58 (t, $J = 3,7$, H-5); 2,02-1,67 (m, H-6); 2,02-1,67 (m, H-7); 3,97 (d, $J = 5,0$, H-8); 5,47 (d, $J = 1,7$, H-9); 2,26 (d, $J = 1,4$, H-10a); 5,06 (d, $J = 4,8$, H-11); 0,87 (s, H-12); 3,88 (s, 3H-13); 5,98 (s, HO-1); 11,96 (s, HO-4).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CDCl₃) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 136,2 (C, C-1); 154,6 (C, C-2); 99,6 (CH, C-3); 158,8 (C, C-4); 108,1 (C, C-4a); 39,1 (CH, C-5); 20,7 (CH₂, C-6); 22,4 (CH₂, C-7); 74,7 (CH, C-8); 39,9 (C, C-8a); 67,9 (CH, C-9); 124,1 (C, C-9a); 204,6 (C, C-10); 49,1 (CH, C-10a); 95,8 (CH, C-11); 18,2 (CH₃, C-12); 56,8 (CH₃, C-13).

7.9. FJ-9 (246)

F.M.: C₁₇H₁₈O₅

P.M.: 302 daltons

Aspecto: sólido amorfo vinho escuro.

p.f.: 208,4 - 209,8 °C

[α]_D²⁵ = + 985,7°

rel-8R-hidroxi-5-hidroximetil-2-metoxi-8aβ-metil-
7,8,8a,9-tetrahidro-1,4-antracenodiona
(oncocalyxona A)

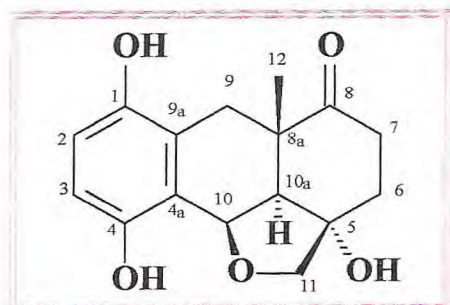
Espectroscopia na região do IV (ν_{max} cm⁻¹): 3447, 3346, 1650, 1601, 1542, 1235, 1032, 848.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) *m/z* (%): 302, 284, 269, 256, 255, 254, 253, 241, 225, 213, 211, 197.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, DMSO) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 6,00 (s, H-3); 6,01 (d, *J* = 4,8, H-6); 2,36 (dd, *J* = 19,1 e 4,8, H-7 p/ax); 2,55 (dd, *J* = 19,1, H-7 p/eq); 3,53 (sl, H-8); 2,32 (d, *J* = 18,3, H-9 p/eq); 2,88 (d, *J* = 18,4, H-9 p/ax); 6,45 (s, H-10); 4,13 (s, 2H-11); 0,70 (s, 3H-12); 3,74 (s, 3H-13); 4,90 (d, *J* = 4,5, HO-8), 4,80 (t, *J* = 5,3, HO-11).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, DMSO) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 180,7 (C, C-1); 159,3 (C, C-2); 106,0 (CH, C-3); 185,5 (C, C-4); 134,1 (C, C4a); 135,0 (C, C-5); 120,0 (CH, C-6); 31,5 (CH₂, C-7); 69,6 (CH, C-8); 40,0 (C, C-8a); 28,7 (CH₂, C-9); 111,5 (CH, C-10); 146,2 (C, C-10a); 61,1 (CH₂, C-11); 20,8 (CH₃, C-12); 56,2 (CH₃, C-13).

7.10. FJ-10 (247)



F.M.: C₁₆H₁₈O₅

P.M.: 290 daltons

Aspecto: sólido amorfo branco.

p.f.: 293-296 °C

[α]_D²⁵ = - 98,4°

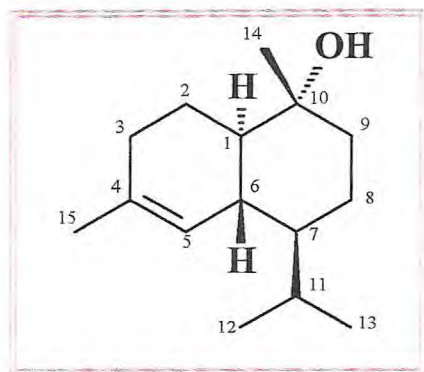
**1,4-diidroxi-5,10-epoxi-8a-metil-
5,6,7,8,8a,9,10a-octahidro-8-antracenona
(glaziovianol)**

Espectroscopia na região do IV (ν_{max} cm⁻¹): 3436, 3225, 1698, 1618, 1483, 1312, 1207.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, DMSO) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 6,59 (d, *J* = 8,1, H-2); 6,49 (d, *J* = 8,1, H-3); 2,36 (d, *J* = 14,2, H-6); 2,27 (m, H-6); 2,65 (m, H-7); 2,31 (m, H-7); 2,97 (d, *J* = 16,6, H-9); 2,06 (d, *J* = 16,6, H-9); 5,06 (d, *J* = 3,3, H-10); 2,14 (d, *J* = 3,3, H-10a); 3,87 (s, 2H-11); 0,95 (s, 3H-12); 8,62 (s, HO-1), 8,46 (s, HO-4); 5,25 (s, HO-5).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, DMSO) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 149,5 (C, C-1); 114,9 (CH, C-2); 112,7 (CH, C-3); 147,6 (C, C-4); 124,7 (C, C4a); 78,4 (C, C-5); 35,3 (CH₂, C-6); 32,6 (CH₂, C-7); 214,7 (C, C-8); 41,1 (C, C-8a); 32,2 (CH₂, C-9); 122,9 (C, C-9a); 72,8 (CH, C-10); 52,6 (CH, C-10a); 81,8 (CH₂, C-11); 19,1 (CH₃, C-12).

7.11. FJ-11 (248)

10 α -hidroxi-4-cadineno(α -cadinol)F.M.: C₁₅H₂₆O

P.M.: 222 daltons

Aspecto: cristais agulhas brancos.

p.f.: 73-74 °C

[α]_D²⁵ = - 49,0°

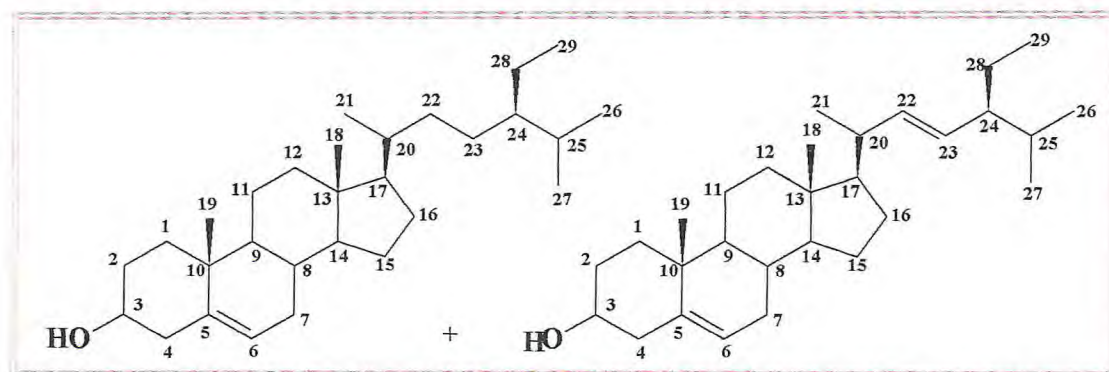
Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm⁻¹): 3346, 2959, 2937, 2869, 1451, 1372, 1244, 1127.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z : 222, 206, 205, 204, 189, 179, 161, 136, 134, 133, 121, 119, 105, 95, 79, 71, 55, 43.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CDCl₃) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 1,20 (H-1); 1,96 (H-2 α); 1,20 (H-2 β); 1,96 (2H-3); 5,47 (sl, H-5); 1,68 (H-6); 1,03 (H-7); 1,58 (2H-8); 1,39 (dt, $J = 3,2$ e 12,3, H-9 α); 1,77 (dt, $J = 3,2$ e 12,3, H-9 β); 2,13 (dq, H-11); 0,73 (d, $J = 7,2$, 3H-12); 0,89 (d, $J = 7,2$, 3H-13); 1,07 (s, 3H-14); 1,64 (s, 3H-15); 4,04 (s, HO-10).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CDCl₃) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 50,0 (CH, C-1); 22,7 (CH₂, C-2); 30,9 (CH₂, C-3); 134,9 (C, C-4); 122,3 (CH, C-5); 39,9 (CH, C-6); 46,7 (CH, C-7); 22,0 (CH₂, C-8); 42,2 (CH₂, C-9); 72,4 (C, C-10); 26,0 (CH, C-11); 15,1 (CH₃, C-12); 20,7 (CH₃, C-13); 18,5 (CH₃, C-14); 23,6 (CH₃, C-15).

7.12. FJ-12 / MD-1 (249)



β -sitosterol

stigmasterol

F.M.: $C_{29}H_{50}O$

P.M.: 414 daltons

F.M.: $C_{29}H_{48}O$

P.M.: 412 daltons

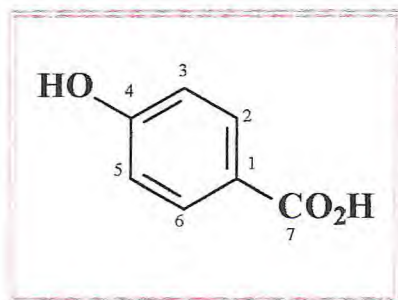
p.f.: 162-164 °C

Aspecto: cristais agulhas incolores.

Espectroscopia na região do IV ($\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$): 3428, 2938, 1463, 1377, 1054, 960.

Espectroscopia de RMN ^{13}C (125 MHz, CDCl_3) - δ (correlação estrutural): Tabela 28 (p. 179).

7.13. FJ-13 (250)



F.M.: C₇H₆O₃

P.M.: 138 daltons

Aspecto: sólido amorfo branco.

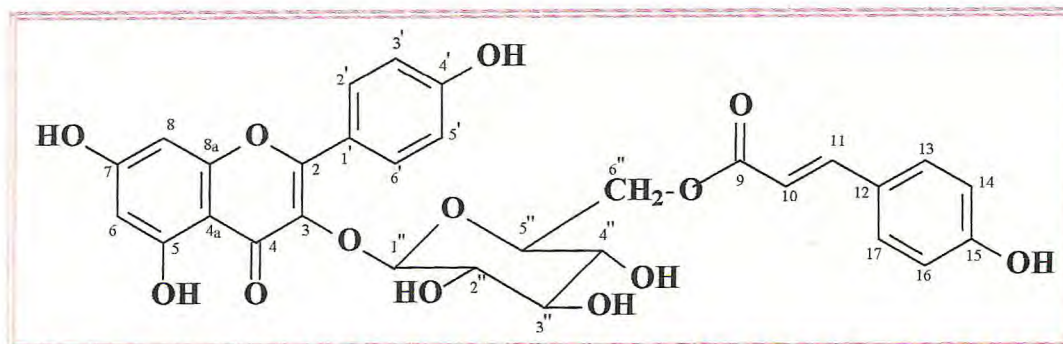
p.f.: 124-127 °C.

ácido 4-hidroxi-benzóico

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CD₃COCD₃) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 7,91 (dd, *J* = 1,8 e 6,9, H-2); 6,91 (dd, *J* = 1,9 e 1,7, H-3); 6,91 (dd, *J* = 1,9 e 1,7, H-5); 7,91 (dd, *J* = 1,8 e 6,9, H-6).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CD₃COCD₃) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 122,1 (C, C-1); 132,3 (CH, C-2); 115,5 (CH, C-3); 162,2 (C, C-4); 115,5 (CH, C-5); 132,3 (CH, C-6); 167,4 (C, C-7).

7.14. FJ-14 (251)



caempferol 3-*O*- β -D-(6''-*E*-*p*-cumaril)-glucopiranosídeo
(tilirosídeo)

F.M.: C₃₀H₂₆O₁₃

P.M.: 594 daltons

Aspecto: sólido amorfo amarelo.

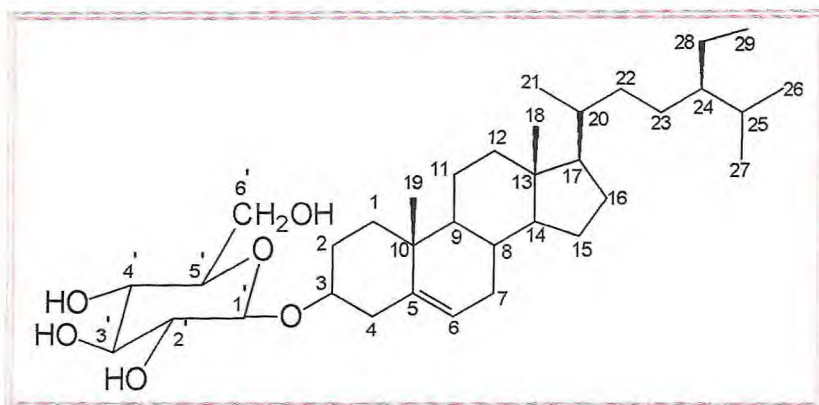
p.f.: 209,4-212,2 °C

Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm⁻¹): 3458, 1685, 1607, 1502, 1359, 1182, 1068, 827.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CD₃OD) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 6,13 (d, J = 1,6, H-6); 6,30 (d, J = 1,6, H-8); 6,05 (d, J = 16,0, H-10); 7,38 (d, J = 16,0, H-11); 7,28 (d, J = 8,8, H-13); 6,79 (d, J = 8,8, H-14); 6,79 (d, J = 8,8, H-16); 7,28 (d, J = 8,8, H-17); 7,98 (d, J = 8,2, H-2''); 6,85 (d, J = 8,2, H-3''); 6,85 (d, J = 8,2, H-5''); 7,98 (d, J = 8,2, H-6''); 5,25 (d, J = 7,5, H-1''); 3,52-3,45 (m, H-2''); 3,52-3,45 (m, H-3''); 3,35 (m, H-4''); 3,52-3,45 (m, H-5''); 4,30 (m, H-6''); 4,19 (m, H-6'').

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CD₃OD) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 160,2 (C, C-2); 133,8 (C, C-3); 178,1 (C, C-4); 104,2 (C, C-4a); 161,6 (C, C-5); 98,6 (CH, C-6); 164,5 (C, C-7); 93,4 (CH, C-8); 157,0 (C, C-8a); 167,4 (C, C-9); 113,4 (CH, C-10); 145,2 (CH, C-11); 125,7 (CH, C-12); 129,8 (CH, C-13); 115,4 (CH, C-14); 159,8 (C, C-15); 115,4 (CH, C-16); 129,8 (CH, C-17); 121,4 (C, C-1''); 130,8 (CH, C-2''); 114,7 (CH, C-3''); 157,9 (C, C-4''); 114,7 (CH, C-5''); 130,8 (CH, C-6''); 102,6 (CH, C-1''); 74,3 (CH, C-2''); 76,6 (CH, C-3''); 70,3 (CH, C-4''); 74,4 (CH, C-5''); 62,9 (CH₂, C-6'').

7.15. FJ-15 / MD-7 (252)

F.M.: $C_{35}H_{60}O_6$

P.M.: 576 daltons

p.f.: 289-292 °C

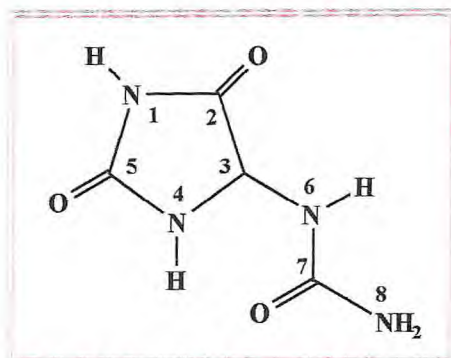
Aspecto: sólido amorfo branco.

 $[\alpha]_D^{25} = +65,5^\circ$ glicosídeo do β -sitosterol

Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm^{-1}): 3368, 2924, 1624, 1542, 1464, 1374, 1067, 1024.

Espectroscopia de RMN ^{13}C (125 MHz, CDCl_3) - δ (correlação estrutural): Tabela 32 (p. 195).

7.16. FJ-16 (253)



F.M.: C₂H₆N₄O₃

P.M.: 158 daltons

Aspecto: sólido amorfo bege.

p.f.: 230,8 - 232,1 °C

[α]_D²⁹ = + 26,6°

2,5-dioxo-4-imidazolidinil-uréeia
(alantoína)

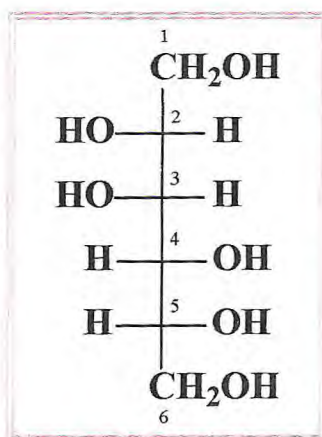
Espectroscopia na região do IV (ν_{max} cm⁻¹): 3441, 3346, 1782, 1716, 1660, 1532, 1185.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z (%): 141, 130, 115, 98, 87, 44.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, DMSO) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 8,0 (s, H-1); 5,20 (d, J = 8,0, H-3); 10,50 (s, H-4); 6,87 (d, J = 8,0, H-6); 5,76 (s, 2H-8).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, DMSO) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 173,7 (C, C-2); 62,6 (CH, C-3); 156,9 (C, C-5); 157,6 (C, C-7).

7.17. FJ-17 (254)

F.M.: $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$

P.M.: 182 daltons

Aspecto: cristais agulhas incolores.

p.f.: 165,0-166,2 °C

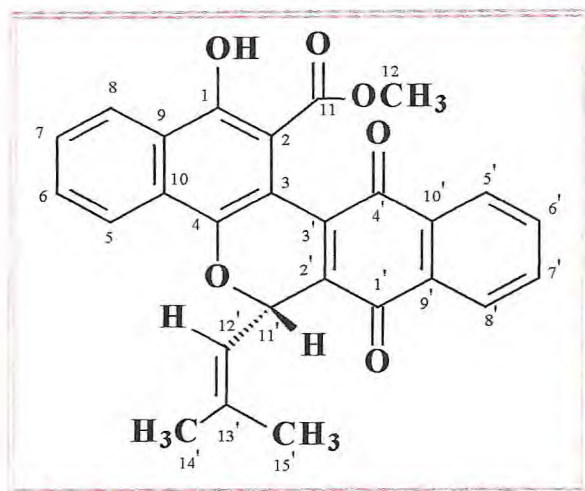
(manitol)

Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm^{-1}): 3293, 2935, 1638, 1458, 1087, 1023, 931.

Espectroscopia de RMN ^1H (500 MHz, D_2O) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 3,90 – 3,67 (m, 14H).

Espectroscopia de RMN ^{13}C (125 MHz, D_2O) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 64,4 (CH_2 , C-1); 72,0 (CH, C-2); 70,5 (CH, C-3); 69,6 (CH, C-4); 71,2 (CH, C-5); 63,6 (CH_2 , C-6).

7.18. MD-2 (255)



(microfilaquinona)

F.M.: $C_{27}H_{20}O_6$

P.M.: 440 daltons

Aspecto: sólido cristalino vermelho.

p.f.: 196,0-199,2 °C

$[\alpha]_D^{25} = -3^\circ$

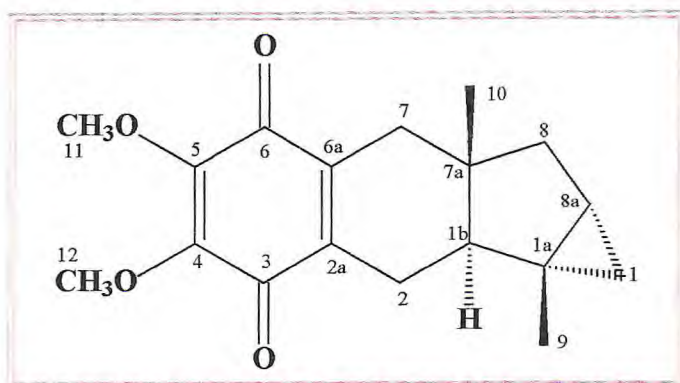
Espectroscopia na região do IV ($\nu_{\max} \text{ cm}^{-1}$): 3403, 2913, 1665, 1595, 1439, 1372, 1104, 1034, 850.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z (%): 440, 425, 408, 393, 381, 365, 353, 339, 252, 183, 154, 126, 105, 76, 59, 39.

Espectroscopia de RMN ^1H (500 MHz, CDCl_3) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 8,26 (d, $J = 9,3$, H-5); 7,68 (m, H-6); 7,68 (m, H-7); 8,44 (d, $J = 9,3$, H-8); 3,72 (s, 3H-12); 8,10 (d, $J = 8,5$, H-5'); 7,77 (m, H-6'); 7,77 (m, H-7'); 8,15 (d, $J = 7,5$, H-8'); 6,52 (d, $J = 9,2$, H-11'); 5,59 (d, $J = 9,4$, H-12'); 1,69 (s, 3H-14'); 2,10 (s, 3H-15'); 11,27 (s, HO-1).

Espectroscopia de RMN ^{13}C (125 MHz, CDCl_3) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 154,8 (C, C-1); 105,0 (C, C-2); 109,6 (C, C-3); 147,6 (C, C-4); 123,3 (CH, C-5); 129,7 (CH, C-6); 128,9 (CH, C-7); 124,5 (CH, C-8); 127,5 (C, C-9); 128,4 (C, C-10); 171,2 (C, C-11); 52,1 (CH_3 , C-12); 182,4 (C, C-1'); 133,1 (C, C-2'); 137,2 (C, C-3'); 184,7 (C, C-4'); 126,7 (CH, C-5'); 133,9 (CH, C-6'); 134,1 (CH, C-7'); 126,3 (CH, C-8'); 132,4 (C, C-9'); 133,3 (C, C-10'); 68,0 (CH, C-11'); 117,7 (CH, C-12'); 142,7 (C, C-13'); 26,3 (CH_3 , C-14'); 19,2 (CH_3 , C-15').

7.19. MD-4 (256)

F.M.: C₁₈H₂₂O₄

P.M.: 302 daltons

Aspecto: óleo vermelho.

[α]_D²⁵ = + 4,8°

(1a*S,1b*S**,7a*S**,8a*S**)-4,5-dimetoxi-1a,7a-dimetil-
1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahidro-ciclopropa
[3,4]-ciclopenta[1,2-*b*]-naftaleno-3,6-diona**

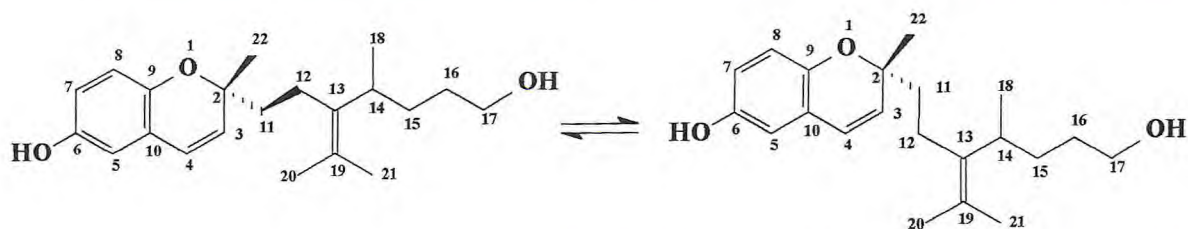
Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm⁻¹): 2918, 1647, 1609, 1456, 1016, 940, 669.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z (%): 302, 287, 255, 231, 203, 128, 115, 91.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CDCl₃) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 0,34 (t, $J = 3,9$, H-1 α); 0,94 (H-1 β); 1,17 (dd, $J = 12,8$ e $5,3$, H-1b); 2,84 (ddd, $J = 19,3$, $5,3$ e $2,5$, H-2 α); 2,21 (H-2 β); 2,06 (H-7 α); 2,59 (dd, $J = 18,9$ e $2,2$, H-7 β); 1,00 (H-8 α); 2,03 (dd, $J = 12,6$ e $6,8$, H-8 β); 1,22 (H-8a); 1,21 (s, H-9); 0,85 (s, H-10); 3,98 (s, H-11); 4,01 (s, H-12).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CDCl₃) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 33,9 (CH₂, C-1); 26,9 (C, C-1a); 50,8 (CH, C-1b); 23,1 (CH₂, C-2); 141,4 (C, C-2a); 184,9 (C, C-3); 145,1 (C, C-4); 144,9 (C, C-5); 184,8 (C, C-6); 141,2 (C, C-6a); 36,7 (CH₂, C-7); 49,8 (C, C-7a); 45,2 (CH₂, C-8); 27,1 (CH, C-8a); 19,8 (CH₃, C-9); 20,1 (CH₃, C-10); 61,7 (CH₃, C-11); 61,6 (CH₃, C-12).

7.20. MD-5 (257A e 257B)



F.M.: C₂₁H₃₀O₃

P.M.: 330 daltons

Aspecto: óleo amarelo.

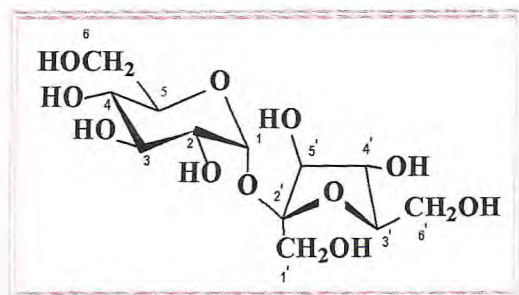
Espectroscopia na região do IV (ν_{\max} cm⁻¹): 3417, 2921, 2853, 1487, 1209, 1057, 920, 815, 710.

Espectroscopia de massa (IE 70 eV) m/z (%): 330, 315, 187, 174, 161, 147, 115, 105, 95, 79, 67, 55, 23, 41.

Espectroscopia de RMN ¹H (500 MHz, CDCl₃) - δ (multiplicidade, constante de acoplamento em Hz, correlação estrutural): 5,61 (d, $J = 9,8$, H-3); 6,28/6,27 (d, $J = 9,8$, H-4); 6,49/6,48 (sl, H-5); 6,59/6,57 (dd, $J = 9,3$ e $2,5$, H-7); 6,67/6,65 (d, $J = 8,5$, H-8); 1,70 (m, H-11); 2,06 (m, H-12); 2,66 (m, H-14); 1,35 (m, H-15); 1,47 (m, H-16); 3,57/3,48 (t, $J = 6,6$, H-17); 0,94/0,89 (d, $J = 6,9$, H-18); 1,61 (s, H-20); 1,63 (s, H-21); 1,40/1,39 (s, H-22).

Espectroscopia de RMN ¹³C (125 MHz, CDCl₃) - δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 78,56 (C, C-2); 131,23/130,88 (CH, C-3); 123,06/122,97 (CH, C-4); 113,22/113,15 (CH, C-5); 149,78/149,70 (C, C-6); 115,75 (CH, C-7); 116,95/116,88 (CH, C-8); 147,08 (C, C-9); 122,29/122,12 (C, C-10); 41,00/40,50 (CH₂, C-11); 21,95/21,64 (CH₂, C-12); 135,23 (C, C-13); 35,88 (CH, C-14); 31,75/31,61 (CH₂, C-15); 31,27/31,24 (CH₂, C-16); 63,57/63,50 (CH₂, C-17); 19,86 (CH₃, C-18); 125,70/125,64 (C, C-19); 20,23 (CH₃, C-20); 21,08 (CH₃, C-21); 26,07/25,77 (CH₃, C-22).

7.21. MD-8 (258)

F.M.: C₁₂H₂₂O₁₁

P.M.: 342 daltons

Aspecto: cristais cúbicos incolores.

p.f.: 185-186 °C

[α]_D²⁰ = + 65,3°

α-D-glicopiranosil-β-D-frutofuranosídeo
(sacarose)

Espectroscopia na região do IV (ν_{max} cm⁻¹): 3382, 3232, 2898, 1454, 1368, 1319, 1106, 1052, 995, 932, 627, 490.

Espectroscopia de RMN¹³C (125 MHz, D₂O) -δ (padrão de hidrogenação, correlação estrutural): 92,6 (CH, C-1); 72,7 (CH, C-2); 73,8 (CH, C-3); 69,6 (CH, C-4); 73,3 (CH, C-5); 60,5 (CH₂, C-6); 62,7 (CH₂, C-1'); 104,1 (C, C-2'); 81,8 (CH, C-3'); 74,4 (CH, C-4'); 76,9 (CH, C-5'); 62,8 (CH₂, C-6').

C. trichotoma

C. globosa

***REFERÊNCIAS
BIBLIOGRÁFICAS***

Referências Bibliográficas

- ADINARAYANA, D.; SYAMASUNDAR, K. V., A new sesquiterpene alcohol from *Pterocarpus marsupium*. **Phytochemistry**, v. 21, n. 5, p. 1083-1085, 1982.
- ADAMS, R. P., Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Quadrupole Mass Spectroscopy. Carol Stream: Allured Publishing Corporation, 2001.
- AHMAD, V. U., FAROOQUI, T. A.; FIZZA, K.; SULTANA, A.; KHATOON, R., Three new eudesmane sesquiterpenes from *Pluchea arguta*. **J. Nat. Prod.**, v. 55, n. 6, p. 730-735, 1992.
- AHMED, A. A.; JAKUPOVIC, J.; BOHLMANN, F., Dihydroxypallenone, a sesquiterpene with a new carbon skeleton from *Pallennis spinosa*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 10, p. 3355-3358, 1990.
- AHMED, A. A.; JAKUPOVIC, J., Sesqui- and monoterpenes from *Jasonia montana*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 11, p. 3658-3661, 1990.
- AHMED, A. A.; ABOU-EL-ELA, M.; JAKUPOVIC, J.; SEIF EL-DIN, A. A.; SABRI, N., Eudesmanolides and other constituents from *Artemisia erba-alba*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 11, p. 3661-3663, 1990.
- ALENCAR, J. W.; CRAVEIRO, A. A.; MATOS, F. J. A., Kovats indices simulation in Essential Oil analysis. **Quím. Nova**, v. 13 (4), p. 282-284, 1990.
- ALFATAFTA, A. A.; MULLIN, C., Epicuticular terpenoids and an aurone from flowers of *Helianthus annuus*. **Phytochemistry**, v. 31, n. 12, p. 4109-4113, 1992.
- AL-YAHYA, M. A.; KHAFAGY, S.; SHIHATA, A., Phytochemical and Biological screening of Saudi medicinal plants, part 6. **J. Nat. Prod.**, v. 47, n. 6, p. 1013-1017, 1984.
- ANDERSEN, N. H., The structures of zizanol and vetiselinol. **Tetrahedron Lett.**, n. 21, p. 1755-1758, 1970.
- ANDERSEN, N. H.; FALCONE, M. S.; SYRDAL, D. D., Structures of vetivenenes and vetispirenes. **Tetrahedron Lett.**, n. 21, p. 1759-1762, 1970.
- ANDERSEN, N. H.; BISSONETTE, P.; LIU, C. B.; SHUNK, B.; OHTA, Y.; TSENG, C. W.; MOORE, A.; HUNECK, S., Sesquiterpenes of nine European liverwoets from the Genera, *Anastrepta*, *Bazzania*, *Jungermannia*, *Lepidozia* and *Scapania*. **Phytochemistry**, v. 16, p. 1731-1751, 1977.

- ANGLEA, T. A.; PINDER, A. R., Total synthesis of (+)-balanitol and of (+)-selin-4(15)-ene-1 β ,11-diol. **Tetrahedron**, v. 43, n. 23, p. 5537-5543, 1987.
- ASAKAWA, Y.; TOYOTA, M.; TAKEMOTO, T.; SUIRE, C., Pungente sesquiterpene lactones of the European liverworts *Chiloscyphus polyanthus* and *Diplophyllum albicans*. **Phytochemistry**, v. 18, p. 1007-1009, 1979.
- ASAKAWA, Y., TORI, Y.; MASUYA, T.; FRAHM, J., *Ent*-sesquiterpenoids and cyclic bis(bibenzylic) from the German liverworts *Marchantia polymorpha*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 5, p. 1577-1584, 1990.
- BAHL, C. P.; PARTHASARATHY, M. R.; SESHADRI, T. R., Constitution of pterocarpol. **Tetrahedron**, v. 24, p. 6231-6235, 1968.
- BARROSO, G. M., Sistemática de Angiospermas do Brasil. Imprensa Universitária 1ª ED. Universidade Federal de Viçosa, MG, 1986.
- BIEBER, L. W.; MESSANA, J.; LINS, S. C. N.; SILVA FILHO, A. A.; CHIAPPETA, A. A.; MELLO, J. F., Meroterpenoid from *Cordia corymbosa*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 6, p. 1955-1959, 1990.
- BOHLMANN, F., New sesquiterpene lactones from *Inula* species. **Phytochemistry**, v. 17, p. 1165-1172, 1978.
- BOHLMANN, F.; ZDERO, C., Neue germacranolide und andere inhaltsstoffe aus vertretern der subtribus Gochinatiinae. **Phytochemistry**, v. 18, p. 95-98, 1979.
- BOHLMANN, F.; ZDERO, C., Neue eudesmanolide aus *Gazania krebsiana*. **Phytochemistry**, v. 18, p. 332-333, 1979.
- BOHLMANN, F.; JAKUPOVIC, J., Neue sesquiterpene, triterpene, flavanone und andere aromatische verbindungen aus *Flourensia heterolepis*. **Phytochemistry**, v. 18, p. 1189-1194, 1979.
- BOHLMANN, F.; JAKUPOVIC, J., 8-oxo- α -selinen und neue scopoletin-derivate aus *Conyza*-Arten. **Phytochemistry**, v. 18, p. 1367-1370, 1979.
- BOHLMANN, F.; ZDERO, C., Zur konfiguration von α - und β -verbesinolcumarat. **Phytochemistry**, v. 18, p. 1751-1752, 1979.
- BOHLMANN, F.; ZDERO, C., Zwei neue eudesman-derivate aus *Iva annua*. **Phytochemistry**, v. 18, p. 2034-2035, 1979.
- BOHLMANN, F.; DUTTA, L. N.; KNAUF, W.; ROBINSON, H.; KING, R. M., Neue sesquiterpenlactone aus *Aster umbellatus*. **Phytochemistry**, v. 19, p. 433-436, 1980.

- BOHLMANN, F.; ZDERO, C.; ROBINSON, H.; KING, R. M., New sesquiterpene lactones and other constituents from *Fitchia speciosa*. **Phytochemistry**, v. 19, p. 1141-1143, 1980.
- BOHLMANN, F.; ZDERO, C.; CUATRECASAS, J.; ROBINSON, H.; KING, R. M., Neue sesquiterpene und norditerpene aus vertretern der gattung *Libanothamnus*. **Phytochemistry**, v. 19, p. 1145-1148, 1980.
- BOHLMANN, F.; ZDERO, C.; ROBINSON, H.; KING, R. M., Humulene derivatives from *Acritopappus prunifolius*. **Phytochemistry**, v. 21, n. 1, p. 147-150, 1982.
- BOHLMANN, F.; BORTHAKUR, N.; ROBINSON, H.; KING, R. M., Eudesmane derivatives from *Epaktes brasiliensis*. **Phytochemistry**, v. 21, n. 7, p. 1795-1797, 1982.
- BOHLMANN, F.; JAKUPOVIC, J.; SCHUSTER, A., 8-hydroxypegolettiole, a sesquiterpene lactone with a new carbon skeleton and further constituents from *Pegolettia senegalensis*. **Phytochemistry**, v. 22, n. 7, p. 1637-1644, 1983.
- BOHLMANN, F.; ATES, N.; ROBINSON, H.; KING, R. M., Two sesquiterpenes from *Senecio* species. **Phytochemistry**, v. 22, n. 7, p. 1675-1677, 1983.
- BOHLMANN, F.; JAKUPOVIC, J.; ROBINSON, H.; KING, R. M., A further steiractinolide derivative from *Spilanthes leiocarpa*. **Phytochemistry**, v. 24, n. 5, p. 1100-1101, 1985.
- BOX, V. G. S.; BARDOUILLE, V.; Chan, W. R., Enantio-eudesmane sesquiterpenes from *Verbesina rupestris*. **Phytochemistry**, v. 16, p. 987-990, 1977.
- BRECKNELL, D. J.; CARMAN, R. M., Callitrin, callitrisin, dihydrocallitrisin, columellarin and dihydrocolumellarin, new sesquiterpene lactone from the heartwood of *Callitris columellaris*. **Tetrahedron**, n. 1, p. 73-76, 1978.
- BRECKNELL, D. J.; CARMAN, R. M., Novel sesquiterpene lactones from *Callitris columellaris* heartwood. **Aust. J. Chem.**, v. 32, p. 2455-2471, 1979.
- BROWN, E. D.; SAM, T. W.; SUTHERLAND, J. M.; TORRE, A., Medium-ring 1,5-dienes. Part **J. Chem. Soc. Perkin I**, p. 2326-2332, 1975.
- BRUMMITT, R. K. Vascular Plant Families and Genera. Royal Botanic Garden, Kew, 1992.
- CABRERA, E.; GRANADOS, A. G.; QUECUTY, M. A., Terpenoids from *Sidertis varoi*. **Phytochemistry**, v. 27, n. 1, p. 183-185, 1988.

- CARDONA, L.; GARCIA, B.; GIMÉNEZ, J. E.; PEDRO, J. R., A shorter route to the synthesis of (+)-junenol, isojunenol, and their coumarate esters from (-)-santonin. **Tetrahedron**, v. 48, n. 5, p. 851-860, 1992.
- CHALCHAT, J. C.; GARRY, R. PH.; MICHET, A., Sesquiterpenes of the Essential Oil of *Pinus sylvestris*. **Planta Med.**, v. 3, p. 285-291, 1985.
- CHETTY, G. L.; ZALKOW, V. B.; ZALKOW, L. H., The synthesis and absolute configuration of juniper camphor and selin-11-en-4 α -ol. **Tetrahedron Lett.**, n. 28, p. 3223-3225, 1968.
- CLIVE, D. L. J.; JOUSSEF, A. C., Synthesis of (\pm)-frullanolide: An application of radical closure. **J. Org. Chem.**, v. 55, p. 1096-1098, 1990.
- COLL, J. C.; BOWDEN, B. F.; TAPIOLAS, D. M.; WILLIS, R. H.; DJURA, P.; STREAMER, M.; TROTT, L., The terpenoid chemistry of soft corals and its implications. **Tetrahedron**, v. 41, n. 6, p. 1085-1092, 1985.
- CONNOLLY, J. D.; THORNTON, M. S., Sesquiterpenoid lactone from the liverwort *Frullania tamarisci*. **Phytochemistry**, v. 12, p. 631-632, 1973.
- CONNOLLY, J. D.; HARRISON, L. J.; HUNECK, S.; RYCROFT, D. S., (+)-eudesm-3-ene-6 β ,7 α -diol from the liverwort *Lepidozia reptans*. **Phytochemistry**, v. 25, n. 7, p. 1745-1747, 1986.
- CORBETT, R. E.; SMITH, R. A. J., Selin-11-en-4 α -ol from the Essential Oil of *Podocarpus dacrydioides*. **Tetrahedron Lett.**, n. 11, p. 1009-1012, 1967.
- COSTA, G. M.; LEMOS, T. L. G.; PESSOA, O. D. L.; MONTE, F. J. Q.; BRAZ-FILHO, R., Glaziopianol, a new terpenoid hydroquinone from *Auxemma glaziouviana*. **J. Nat. Prod.**, v. 62, p. 1044-1045, 1999.
- COXON, B.; FATIADI, A. J.; SNIEGOSKI, L. T.; HERTZ, H. S., **J. Org. Chem.**, v. 42, p. 3132-3139, 1977.
- CRONQUIST, A., The evolution and classification of flowering plants, 2^a Ed., New York-USA, The New York Botanical Garden, 1970.
- D'AMBROSIO, M.; GUERREIRO, A.; PIETRA, F., Coralloidin C, D, and E: Novel eudesmane sesquiterpenoids from the Mediterranean alcyonacean *Alcyonium coralloides*. **Helv. Chim. Acta**, v. 70, p. 612-620, 1987.

- DEWICK, P. M., Medicinal natural products: a biosynthetic approach, John Wiley & Sons, LTD, 2002.
- ELMI, A. H., FARAH, M. H.; FATTORUSSO, E.; MAGNO, S.; MAYOL, L., Volatile mono- and sesquiterpenoids from *Kleinia pendula*. **Phytochemistry**, v. 26, n. 11, p. 3069-3071, 1987.
- EVANS, F. E.; MILLER, D. W.; CAIRNS, T.; BADDELEY, V.; WENKERT, E., Structure analysis of proximadiol (cryptomeridiol) by ¹³C NMR Spectroscopy. **Phytochemistry**, v. 21, n. 4, p. 937-938, 1982.
- FANG, N.; YU, S.; MABRY, T. J.; ABBOUD, K. A.; SIMONSEN, S. H., Terpenoids from *Ageratina saltillensis*. **Phytochemistry**, v. 27, n. 10, p. 3187-3196, 1988.
- FARMACOPÉIA BRASILEIRA, Parte 1, 4ª Ed., São Paulo: Editora Ateneu LTDA, 1988.
- FELICIANO, A. S.; MEDARDE, M.; DEL REY, B.; DEL CORRAL, J. M. M.; BARRERO, A. F., Eudesmane glycosides from *Carthamus lanatus*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 10, p. 3207-3211, 1990.
- FINNEY, D. J., Probit Analysis, 3rd Ed, Cambridge: Cambridge University Press, 1971.
- FUKUYAMA, Y.; OTOSHI, Y.; MIYOSHI, K.; NAKAMURA, K.; KODAMA, M.; NAGASAWA, M.; HASEGAWA, T.; OKAZAKI, H.; SUGAWARA, M., Neurotrophic sesquiterpene-neolignans from *Magnolia obovata*: Structure and neurotrophic activity. **Tetrahedron**, v. 48, n. 3, p. 377-392, 1992.
- FUKUZAWA, A.; SATO, H.; MASAMUNE, T., Synthesis of (±)-prepinnaterpene from the red alga *Laurencia pinnata*. **Tetrahedron Lett.**, v. 28, n. 37, p. 4303-4306, 1987.
- FUKUZAWA, A.; AYE, M.; TAKAYA, Y.; MASAMUNE, T.; MURAI, A., A sesquiterpene alcohol from the red alga *Laurencia nipponica*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 7, p. 2337-2339, 1990.
- GARBARINO, J. A.; GAMBARO, V.; CHAMY, M. C., The structure of corymbolone, an eudesmane sesquiterpenoid keto-alcohol from *Cyperus corymbosus*. **J. Nat. Prod.**, v. 48, n. 2, p. 323-325, 1985.
- GARDNER, P. D.; PARK, G. J.; ALBERS, C. C., α- and β-verbesinol. Sesquiterpene alcohols of the *cis*-decalin series. **J. Am. Chem. Soc.**, v. 83, p. 1511-1512, 1961.
- GERBER, N. N., Sesquiterpenoids from actinomycetes. **Phytochemistry**, v. 11, p. 385-388, 1972.

- GONZALEZ, A. G.; BARRERA, J. B.; YANES, A. C.; DIAZ, J. G.; PEREZ, E. M. R., Chromenes and benzofurans from *Ageratina glechonophylla*. **Phytochemistry**, v. 28, n. 9, p. 2520-2422, 1989.
- GONZALEZ, A. G.; BARRERA, J. B.; MENDEZ, J. T.; SANCHEZ, M. L.; MARTINEZ, J. L. E., Sesquiterpene alcohols from *Gonospermum fruticosum*. **Phytochemistry**, v. 31, n. 5, p. 1816-1817, 1992.
- GOTTLIEB, O. R.; MAGALHÃES, M. T., Modified Distillation trap. **Chemist. Analyst.**, v. 49, p. 114, 1960.
- GRANADOS, A. G.; MOLINA, A.; BURUAGA, A. S.; BURUAGA, J. M. S., Sesquiterpenes from two subspecies of *Sideritis varoi*. **Phytochemistry**, v. 24, n. 1, p. 97-101, 1985.
- GREGER, H.; ZDERO, C.; BOHLMANN, F., Eudesman-12,8 β -olides and other terpenes from *Artemisia* species. **Phytochemistry**, v. 25, n. 4, p. 891-897, 1986.
- GUERREIRO, E.; KAVKA, J.; GIORDANO, O. S.; GROS, E. G., Sesquiterpenoids and flavonoids from *Flourensia oolepis*. **Phytochemistry**, v. 18, p. 1235-1237, 1979.
- GUERRIERO, A.; DEMATTE, B.; D'AMBROSIO, M.; PIETRA, F., (+)-coralloidin-A and (-)-coralloidin-B, two new sesquiterpenoids from the Mediterranean alcyonacean *Alcyonium coralloides*. **J. Nat. Prod.**, v. 49, n. 4, p. 608-613, 1986.
- GUNTERN, A.; IOSET, J. R.; QUEIROZ, E. F.; FOGGIN, C. M.; HOSTETTMANN, K., Quinones from *Heliotropium ovalifolium*. **Phytochemistry**, v. 58, p. 631-635, 2001.
- HAAKSMA, A. A.; JANSEN, B. J. M.; GROOT, A., Lewis acid catalyzed Diels-Alder reactions of S-(+)-carvone with silyloxy dienes. **Tetrahedron**, v. 48, n. 15, p. 3121-3130, 1992.
- HALL, S. S.; FAULKNER, D. D., Oppositol, a brominated sesquiterpene alcohol of a new skeletal class from the red alga, *Laurencia subopposita*. **J. Am. Chem. Soc.**, v. 95, p. 7187-7189, 1973.
- HARAPANHALLI, R. S., Approach to the synthesis of side-chain eudesmanediols: Synthesis of kudtrial from 1-(α)-santonin. **J. Chem. Soc. Perkin Trans I**, p. 3149-3154, 1988.
- HARTLEY, R. D.; FAWCETT, C. H., The separation and identification of selina-4(14),7(11)-diene, a new sesquiterpene from hops (*Humulus lupulus*). **Phytochemistry**, v. 8, p. 637-643, 1969.

- HERZ, W.; KUMAR, N., Aromatic and other constituents of four *Verbesina* species: Structure and stereochemistry of verbesindiol. **Phytochemistry**, v. 20, p. 247-250, 1981.
- HIKINO, H.; AOTA, K., 4 α ,5 α -oxidoeudesm-11-en-3 α -ol, sesquiterpenoid of *Cyperus rotundus*. **Phytochemistry**, v. 15, p. 1265-1266, 1976.
- HINGE, V. K., WAGH, A. D.; PAKNIKAR, S. K.; BHATTACHARYYA, S. C., Constituents of Indian black dammar resin. **Tetrahedron**, v. 21, p. 3197-3203, 1965.
- HOFFMANN, J. J.; COLE, J. R., Voleneol diacetate: a new sesquiterpenoid from *Lepidotrichilia volensii* Leroy (Meliaceae). **J. Org. Chem.**, v. 43, n. 6, p. 1254-1256, 1978.
- HOMMA, A., KATO, M.; WU, M. D.; YOSHIKOSHI, A., Minor sesquiterpene alcohols of Vetiver Oil. **Tetrahedron Lett.**, n. 3, p. 231-234, 1970.
- HOSTETTMANN, K.; IOSET, J. R.; MARSTON, A.; GUPTA, M. P., Antifungal and larvicidal cordiaquinones from the roots of *Cordia curassavica*. **Phytochemistry**, v. 53, p. 613-617, 2000.
- HUFFMAN, J. W., The structure of paradisiol and its identity to intermedeol. **Tetrahedron Lett.**, n. 10, p. 751-754, 1973.
- HUMBER, D. C.; PINDER, A. R., Synthesis of (+)- α -eudesmol. **Tetrahedron Lett.**, n. 41, p. 4985-4987, 1966.
- IOSET, J. R.; MARSTON, A.; GUPTA, M. P.; HOSTETTMANN, K., Antifungal and larvicidal cordiaquinones from the roots of *Cordia curassavica*. **Phytochemistry**, v. 53, p. 613-617, 2000.
- IRWIN, M. A.; GEISSMAN, T. A., Sesquiterpene lactones of *Artemisia* species. **Phytochemistry**, v. 8, p. 2411-2416, 1969.
- IRWIN, M. A.; GEISSMAN, T. A., Sesquiterpene alcohols from *Artemisia pygmaea*. **Phytochemistry**, v. 12, p. 849-852, 1973.
- ISHIHARA, M.; TSUNEYA, T.; SHIGA, M.; UNEYAMA, K., Three sesquiterpenes from agarwood. **Phytochemistry**, v. 30, n. 2, p. 563-566, 1991.
- ITÔ, S.; ENDO, K.; HONMA, H.; OTA, K., New constituents of *Thujopsis dolabrata*. **Tetrahedron Lett.**, n. 42, p. 3777-3781, 1965.
- JAIN, T. C.; BHATTACHARYYA, S. C., Structure, stereochemistry and absolute configuration of agarol, a new sesquiterpene alcohol from agarwood oil. **Tetrahedron Lett.**, n. 9, p. 13-17, 1959.

- JAKUPOVIC, J.; KLEMEYER, H.; BOHLMANN, F.; GRAVEN, E. H., Glaucolides and guaianolides from *Artemisia afra*. **Phytochemistry**, v. 27, n. 4, p. 1129-1133, 1988.
- JAKUPOVIC, J.; JAENSCH, M.; BOHLMANN, F.; DILLON, M. O., Eudesmanolides, 5,10-bis-*epi*-eudesmanes and oplpanone derivatives from *Ambrosia artemisioides*. **Phytochemistry**, v. 27, n. 11, p. 3551-3556, 1988.
- JAKUPOVIC, J.; TAN, R. X.; BOHLMANN, F.; JIA, Z. J.; HUNECK, S., *Seco*- and *nor*-sesquiterpene lactones with a new carbon skeleton from *Artemisia santolinifolia*. **Phytochemistry**, v. 30, n. 6, p. 1941-1946, 1991.
- JAKUPOVIC, J.; GANZER, U.; PRITSCHOW, P.; BOHLMANN, F.; KING, R. M., Sesquiterpene lactones and other constituents from *Ursinia* species. **Phytochemistry**, v. 31, n. 3, p. 863-880, 1992.
- JOLY, A. B., Botânica-Introdução a Taxonomia Vegetal, 7^a Ed., p. 484-487, São Paulo. Companhia Editora Nacional, 1985.
- JORGE, L. I. F., MARKAMAN, B. E. O., GONZALEZ, E.; FERRO, V. O., Identificação de *Cordia verbenaceae* DC (erva baleeira) como fitoterápico. **Rev. Bras. Farm.**, v.79 (3/4), p. 69-75, 1998.
- KALSI, P. S., GOYAL, R.; TALWAR, K. K.; CHHABRA, B. R., Stereostructures of two biologically active sesquiterpene lactones from *Inula racemosa*. **Phytochemistry**, v. 28, n. 8, p. 2093-2096, 1989.
- KAUR, B.; KALSI, P. S., Stereostructures of inunal and isoalloalantolactone, two biologically active sesquiterpene lactones from *Inula racemosa*. **Phytochemistry**, v. 24, n. 9, p. 2007-2010, 1985.
- KESSELMANS, R. P. W.; WIJNBERG, J. B. P. A.; MINNAARD, A. J.; WALINGA, R. E.; GROOT, A., Synthesis of all stereoisomers of eudesm-11-en-4-ol. Synthesis of amiteol. **J. Org. Chem.**, v. 56, p. 7237-7244, 1991.
- KLEIN, E.; ROJAHN, W., (-)-7 β ,10 α -selina-4,11-dien und (+)-5 β ,7 β ,10 α -selina-3,11-dien zwei neue sesquiterpene der eudesmanreihe. **Tetrahedron Lett.**, n.4, p. 279-282, 1970.
- KNIGHTS, B. A.; MIDDLEDITCH, B. S., α -cyclocostunolide and dihydro- β -cyclocostunolide from *Moquinea velutina*. **Phytochemistry**, v. 11, p. 1177-1179, 1972.

- KONDO, K.; TOYOTA, M.; ASAKAWA, Y., *Ent*-eudesmane-type sesquiterpenoids from *Bazzania* species. **Phytochemistry**, v. 29, n. 7, p. 2197-2199, 1990.
- KUMAR, N.; RAVINDRANATH, B.; SESHADRI, T. R., Terpenoids of *Pterocarpus santalinus* heartwood. **Phytochemistry**, v. 13, p. 633-636, 1974.
- KUTSCHABSKY, L.; SANDOVAL, D.; RIPPERGER, H., Bullatantriol, a sesquiterpene from *Annona bullata*. **Phytochemistry**, v. 24, n. 11, p. 2724-2725, 1985.
- LACOUME, B.; ZALKOW, L. H., A stereo selective synthesis of 7 α (H)-eudesm-4(14)-en-9-one. **Tetrahedron Lett.**, n. 47, p. 5881-5886, 1966.
- LORENZI, H., Árvores Brasileiras. Manual de Identificação e Cultivo de Plantas Árboreas Nativas do Brasil, 1^a Ed., São Paulo: Editora Plantarum LTDA, 1992.
- MACARI, P. A. T.; EMERENCIANO, V. P.; FERREIRA, Z. M. G. S., Identificação dos triterpenos de *Miconia albicans* triana através de análise por microcomputador. **Quím. Nova**, v. 13, n. 4, p. 260-262, 1990
- MCLAUGHLIN, J. L., London: Academic Press, 1991.
- MCLAUGHLIN, J. L., SAIZARBITORIA, T. C.; ANDERSON, J. E., **Soc. Ven. Quím.**, v. 18 (4), p.13-25, 1995.
- MAHATO, S. B.; KUNDU, A. P., ¹³C NMR spectra of pentacyclic triterpenoids – A compilation and some salient features. **Phytochemistry**, v. 37, n. 6, p. 1517-1575, 1994.
- MARSHALL, J. A.; COHEN, N., The structure of alantolactone. **J. Org. Chem.**, v. 29, p. 3727-3729, 1964.
- MARSHALL, J. A.; PIKE, M. T.; CARROL, R. D., Studies leading to the stereoselective total synthesis of *dl*- β -eudesmol, *dl*- β -selinene, *dl*-costol, and related naturally occurring sesquiterpenes. **J. Org. Chem.**, v. 31, p. 2933-2941, 1966.
- MARSHALL, J. A.; PIKE, M. T., The stereoselective total synthesis of racemic γ -eudesmol. **Tetrahedron Lett.**, v. 41, p. 4989-4992, 1966.
- MARSTON, A., ZAGORSKI, M. G.; HOSTETTMANN, K., Antifungal polyphenols from *Cordia goetzei* Gurke. **Helv. Chim. Acta.**, v. 71, p.1210-1219, 1988.
- MARTINEZ, M., VIVAR, A. R.; ORTEGA, A.; QUINTERO, M. L.; GARCIA, C.; FRONCZEK, F. R., Eudesmane triols from *Verbesina virgata*. **Phytochemistry**, v. 22, n. 4, p. 979-982, 1983.

- MARTINS, E. R.; CASTRO, D. M.; CASTELLANI, D. C.; DIAS, J. E., Plantas Medicinais, Viçosa-MG: UFV, 2000.
- MATA, R.; NAVARRETE, A.; ALVAREZ, L.; MIRANDA, R. P.; DELGADO, G.; VIVAR, A. R., Flavonoids and terpenoids of *Chenopodium graveolens*. **Phytochemistry**, v. 26, n. 1, p. 191-193, 1987.
- MATHELA, C. S.; MELKANI, A. B.; PANT, A.; DEV, V.; NELSON, T. E.; HOPE, H.; BOTTINI, A. T., A eudesmanediol from *Cymbopogon distans*. **Phytochemistry**, v. 28, n. 3, p. 936-938, 1989.
- MAURER, B.; GRIEDER, A., Sesquiterpenoids from Costus root oil (*Saussurea lappa* Clarke). **Helv. Chim. Acta**, v. 60, n. 7, p. 2177-2190, 1977.
- MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; SILVEIRA, E. R.; BRAZ-FILHO, R.; PESSOA, O. D. L., Trichotomol, a new cadinenediol from *Cordia trichotoma*, **J. Braz. Chem. Soc.**, v. 12, n. 6, p. 787-790, 2001.
- MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; PESSOA, O. D. L., Constituintes químicos de *Cordia trichotoma*: atividade citotóxica e larvicida, **Rev. Bras. Farm.**, v. 82, n. 1/2, p. 3-4, 2001.
- MENEZES, J. E. S. A.; MACHADO, F. E. A.; LEMOS, T. L.; SILVEIRA, E. R.; BRAZ-FILHO, R.; PESSOA, O. D. L., Sesquiterpenes and a Phenylpropanoid from *Cordia trichotoma*, **Z Naturforsch**, p. 19-22, 2004.
- MINATO, H.; ISHIKAWA, M., Studies on sesquiterpenoids. Part XV. Structure and absolute configuration of oplodiol, a new sesquiterpene alcohol from *Oplodianax japonicus* (Nakai) Nakai. **J. Chem. Soc. (C)**, p. 423-427, 1966.
- MOIR, M.; THOMSON, R. H., Naturally occurring quinones. Part XXII. Terpenoid quinones in *Cordia* spp. **J. Chem. Soc. Perkin I**, p. 1352-1357, 1973.
- NAKANISHI, K.; GOTO, T.; ITÔ, S.; NATORI, S.; NOZOE, S., **Natural Products Chemistry**, v. 1, Academic Press, Inc., London, 1974.
- NAYA, Y.; PRESTWICH, G. D.; SPANTON, S. G., Sesquiterpenes from termite soldiers. Structure of amiteol, a new 5 β ,7 β ,10 β -eudesmane from *Amitermes excellens*. **Tetrahedron Lett.**, v. 23, n. 30, p. 3047-3050, 1982.
- NIWA, M.; IGUCHI, M.; YAMAMURA, S., Biomimetic reactions of epoxygermacrene-D. **Tetrahedron Lett.**, n. 42, p. 4043-4046, 1978.

- NYASSE, B.; TIH, R. G.; SONDEGAM, B. L.; MARTIN, M. T.; BODO, B., Isolation of α -corymbolol, an eudesmane sesquiterpene diol from *Cyperus articulatus*. **Phytochemistry**, v. 27, n. 1, p. 179-181, 1988.
- OHTA, Y.; ANDERSEN, N. H.; LIU, C. B., Sesquiterpene constituents of two liverworts of genus *Diplophyllum*. **Tetrahedron**, v. 33, p. 617-628, 1977.
- PASCUAL, J. T.; BARRERO, A. F.; FELICIANO, A. S.; GRANDE, M.; MEDARDE, M., Kudtdiol, a new sesquiterpene alcohol from *Jasonia glutinosa* D. C. **Tetrahedron Lett.**, n. 43, p. 4141-4144, 1978.
- PASCUAL, J. T.; BELLIDO, I. S.; GONZALEZ, M. S., Chenopodiaceae components: Polyoxygenated sesquiterpenes from *Chenopodium botrys*. **Tetrahedron**, v. 36, p. 371-376, 1980.
- PASCUAL, J. T.; BARRERO, A. F.; FELICIANO, A. S.; MEDARDE, M., Eudesmane alcohols from *Jasonia glutinosa*. **Phytochemistry**, v. 19, p. 2155-2157, 1980.
- PEROLD, G. W.; MULLER, J. C.; OURISSON, G., Structure D'une lactone allergisante: Le frullanolide-I. **Tetrahedron**, v. 28, p. 5797-5803, 1972.
- PESSOA, O. D. L., Contribuição ao Conhecimento Químico de Plantas Nativas do Nordeste - *Auxemma oncocalyx* Taub. **Tese de Doutorado (Química Orgânica)**, Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará-UFC, 1994.
- PFEFFER, P. E.; VALENTINE, K. M.; PARRISH, F. W., **J. Am. Chem. Soc.**, v. 107, p. 1265-1273, 1979.
- POSNER, G. H.; LOOMIS, G. L.; SAWAYA, H. S., An efficient method for dibromomethylation and isopropylideneation of ketones. **Tetrahedron Lett.**, n. 16, p. 1373-1376, 1975.
- POUCHURT, C. J.; BEHNKE, J., The Aldrich Library of ^{13}C and ^1H NMR Spectra, 1^a Ed., v. 2, New York-USA, 1993.
- PRITSCHOW, P.; JAKUPOVIC, J.; BOHLMANN, F.; BITTNER, M.; NIEMEYER, H. M., Highly oxygenated sesquiterpenes from *Polyachyrus sphaerocephalus* and further constituents from Chilean Mutisieae. **Phytochemistry**, v. 30, n. 3, p. 893-898, 1991.
- REITZ, P. R., Flora Ilustrada Catarinense. Instituto Brasileiro de Desenvolvimento Florestal, Herbário Barbosa Rodrigues, Itajaí-SC, 1970.

- RHEE, I. K.; MEENT, M. V.; INGGANINAN, K.; VERPORTE, R., Screening for acetylcholinesterase inhibitors from Amaryllidaceae using silica gel thin-layer chromatography in combination with bioactivity staining. **J. Chromatog. A.**, v. 915, p. 217-223, 2001.
- RUSTAIYAN, A.; SABERI, M.; HABIBI, Z.; JAKUPOVIC, J., Melampolides and other constituents from *Jurinea leptoloba*. **Phytochemistry**, v. 30, n. 6, p. 1929-1932, 1991.
- SAITO, M. L.; OLIVEIRA, F., Características físicas e químicas do extrato fluido de *Cordia ecalyculata* Vell. **Rev. Bras. Farm.**, v. 1, p. 3-7, 1986.
- SANNAL, A.; FUJIMORI, T.; KATO, K., Isolation of (-)-1,2-dehydro- α -cyperone and solavetivone from *Lycium chinense*. **Phytochemistry**, v. 21, n. 12, p. 2986-2987, 1982.
- SANTOS, H. S., Contribuição ao Conhecimento Químico de Plantas do Nordeste do Brasil – *Lippia microphylla* Cham., **Dissertação de Mestrado (Química Orgânica)**, Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará- UFC, 2001.
- SANZ, J. F.; CASTELLANO, G.; MARCO, J. A., Sesquiterpene lactones from *Artemisia herba-alba*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 2, p. 541-545, 1990.
- SERTIE, J. A. A., BASILE, A. C., PANIZZA, S., MATIDA, A. K.; ZELNIK, R., Anti-inflammatory activity and sub-acute toxicity of artemetin. **Planta Med.**, v. 56, p. 36-40, 1990.
- SHAFIZADEH, F.; BHADANE, N. R., Longilobol, a new sesquiterpene triol from *Artemisia longiloba* (Osterhout) Beetle. **Tetrahedron Lett.**, n. 24, p. 2171-2174, 1973.
- SILVERSTEIN, R. M., BASSILER, G. C. & MORRILL, T. C., Introdução Espectrométrica de Compostos Orgânicos, 4ª ed., Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A, 2000.
- SIMÕES, C. M. O.; SCHENKEL, E. P.; GOSMANN, G.; MELLO, J. C. P.; MENTZ, L. A.; PETROVICK, P. R., Farmacognosia: da planta ao medicamento, 2ª Ed., Editora da UFSC, P. 387, 2000.
- SMITH, L. B., Boragináceas, 1ª Ed., Washington-USA. U. S. National Museum, Smithsonian Institution, 1970.
- SOUTHWELL, I. A., Biogenetically significant sesquiterpenoids from *Rubus rosifolius* oil. **Tetrahedron Lett.**, n. 10, p. 873-876, 1977.

- SULSER, H.; SCHERER, J. R.; STEVENS, K. L., The structure of paradisiol, a new sesquiterpene alcohol from grapefruit oil. **J. Org. Chem.**, v. 36, n. 17, p. 2422-2426, 1971.
- SUN, H. H.; ERICKSON, K. L., Sesquiterpenoids from the Hawaiian marine alga *Laurencia nidifica*. **J. Org. Chem.**, v. 43, n. 8, p. 1613-1614, 1978.
- SUNG, T. V.; STEFFAN, B.; STEGLICH, W.; KLEBE, G.; ADAM, G., Sesquiterpenoids from the roots of *Homalomena aromatica*. **Phytochemistry**, v. 31, n. 10, p. 3515-3520, 1992.
- SUZUKI, M.; SEGAWA, M.; KIKUCHI, H.; SUZUKI, T.; KUROSAWA, E., (5*S*,7*R*,10*R*)-selin-4(14)-en-5 α -ol, a sesquiterpene alcohol from the red alga *Laurencia nipponica*. **Phytochemistry**, v. 24, n. 9, p. 2011-2112, 1985.
- TADA, H.; MINATO, H.; TAKEDA, K., Components of the root of *Lindera strychnifolia* Vill. Part XVIII. **J. Chem. Soc. (C)**, p. 1070-1073, 1971.
- TAKEDA, K.; HORIBE, I.; MINATO, H., Components of the root of *Lindera strychnifolia* Vill. Part XIV. **J. Chem. Soc. (C)**, p. 569-572, 1968.
- TARODA, N.; GIBBS, P. E., Studies on the genus *Cordia* L. (Boraginaceae) in Brazil. **Revta. Brasil. Bot.**, v. 9, p. 31-40, 1986.
- TARODA, N.; GIBBS, P. E., A revision of the brazilian species of *Cordia* subgenus *Varronia* (Boraginaceae). **Notes RGB Edinb.**, v. 44 (1), p. 105-112, 1986.
- TARODA, N.; GIBBS, P. E., Studies on the genus *Cordia* L. (Boraginaceae) in Brazil. **Hoehnea**, v. 14, p. 31-43, 1987.
- THAPPA, R. K.; DHAR, K. L.; ATAL, C. K., Isointermedeol, a new sesquiterpene alcohol from *Cymbopogon flexuosus*. **Phytochemistry**, v. 18, p. 671-672, 1979.
- THOMAS, A. F.; OZAINNE, M.; DECORZANT, R.; NAF, F., 10-epijunenol, a new *cis*-eudesmane sesquiterpenoid. **Tetrahedron**, v. 32, p. 2261-2264, 1976.
- TIWARI, R. D., SRIVASTAVA, K. C., SHUKLA, S.; BAJPAI, R. K., Chemical examination of the fixed oil from the seeds of *Cordia myxa*. **Planta Med.**, v. 15 (3), p. 240-248, 1967.
- TOMASSINI, T. C. B.; GILBERT, B., α -cyclocostunolide and dihydro- β -cyclocostunolide from *Moquinea velutina*. **Phytochemistry**, v. 11, p. 1177-1179, 1972.
- TORSSEL, K. B. G., Natural Product Chemistry. A Mechanistic and Biosynthetic Approach to Secondary Metabolism, John Wiley, New York, 1983.

- TOYOTA, M.; ASAKAWA, Y., Sesquiterpenoids from the liverwort *Bazzania fauriana*. **Phytochemistry**, v. 27, n. 7, p. 2155-2159, 1988.
- TOYOTA, M.; ASAKAWA, Y., An eudesmane-type sesquiterpene alcohol from the liverwort *Frullania tamarisci*. **Phytochemistry**, v. 29, n. 11, p. 3664-3665, 1990.
- TSUDA, K.; TANABE, K.; IWAI, I.; FUNAKOSHI, K., The structure of alantolactone. **J. Am. Chem. Soc.**, v. 79, p. 5721-5725, 1957.
- UCHIYAMA, T.; MIYASE, T.; UENE, A.; USMANGHANI, K., Terpene and lignan glycosides from *Pluchea indica*. **Phytochemistry**, v. 30, n. 2, p. 655-657, 1991.
- UEGAKI, R.; FUJIMORI, T.; KUBO, S.; KATO, K., Stress compounds from *Nicotianarustica* inoculated with TMV. **Phytochemistry**, v. 24, n. 10, p. 2445-2447, 1985.
- ULUBELEN, A.; ÖKSUZ, S.; GOREN, N., Sesquiterpene acids from *Imula viscosa*. **Phytochemistry**, v. 26, n. 4, p. 1223-1224, 1987.
- VAN BEEK, T. A.; KLEIS, R.; POSTHUMUS, M. A.; VAN VELDHUIZEN, A., Essential oil of *Amyris balsamifera*. **Phytochemistry**, v. 28, n. 7, p. 1909-1911, 1989.
- VITE, G. D.; SPERCER, T., Exploration of a novel cyclization reaction. A synthesis of (\pm)- β -eudesmol. **J. Org. Chem.**, v. 53, p. 2555-2560, 1988.
- WIJNBERG, J. B. P. A.; JONGEDIJK, G.; GROT, A., A simple acid-catalyzed isomerization of γ -hydroxy enones into γ -diones. **J. Org. Chem.**, v. 50, p. 2650-2654, 1985.
- YOSHIOKA H.; MABRY, T. J.; HIGO, A., (+)- β -eudesmol O- α -L-arabopyranoside. A new sesquiterpene glycoside from *Machaeranthera tanacetifolia* (H. B. K.) Ness (Compositae). **J. Org. Chem.**, v. 34, n. 11, p. 3697-3699, 1969.
- ZDERO, C.; BOHLMANN, F.; KING, R. M.; ROBINSON, H., Pyrone derivatives from *Podolepis hieracioides* and sesquiterpene acids from *Cassinia longifolia*. **Phytochemistry**, v. 26, n. 1, p. 187-190, 1987.
- ZDERO, C.; BOHLMANN, F., Furoeudesmanes and other constituents from representatives of the *Pluchea* group. **Phytochemistry**, v. 28, n. 11, p. 3097-3100, 1989.
- ZDERO, C.; BOHLMANN, F.; KING, R. M., Eudesmane derivatives and other constituents from *Apalochlamys spectabilis* and *Cassinia* species. **Phytochemistry**, v. 29, n. 10, p. 3201-3206, 1990.

C. trichotoma

C. globosa

ANEXOS

SUMÁRIO

1. Curriculum Vitae – Lates/CNPq.
2. MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; PESSOA, O. D. L., Constituintes químicos de *Cordia trichotoma*: atividade citotóxica e larvicida, **Rev. Bras. Farm.**, v. 82, n. 1/2, p. 3-4, 2001.
3. MENEZES, J. E. S. A.; MACHADO, F. E. A.; LEMOS, T. L.; SILVEIRA, E. R.; BRAZ-FILHO, R.; PESSOA, O. D. L., Sesquiterpenes and a Phenylpropanoid from *Cordia trichotoma*. **Z Naturforsch**, p. 19-22, 2004.
4. MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; SILVEIRA, E. R.; BRAZ-FILHO, R.; PESSOA, O. D. L., Trichotomol, a new cadinenediol from *Cordia trichotoma*. **J. Braz. Chem. Soc.**, v. 12, n. 6, p. 787-790, 2001.
5. MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; BRAZ-FILHO, R.; PESSOA, O. D. L.; MONTENEGRO, R. C.; WILKE, D. V.; COSTA-LOTUFO, L.; PESSOA, C.; MORAES, M. O.; SILVEIRA, E. R., Cytotoxic Meroterpenoid Benzoquinone from Roots of *Cordia globosa*. **Planta Med.**, v. 71, p. 54-58, 2005.
6. MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; SILVEIRA, E. R.; ANDRADE, M.; NASCIMENTO, R. F.; PESSOA, O. D. L., Volatile constituents of *Cordia trichotoma* Vell. from the northeast of Brazil. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 20, n. 2, p. 149-151, 2004.
7. MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; SILVEIRA, E. R.; SANTIAGO, G. M. P.; NASCIMENTO, R. F.; PESSOA, O. D. L., Chemical composition and larvicidal activity of the essential oil from leaves of *Cordia globosa* (Jack.) H.B.K. from northeast of Brazil. **J. Essent. Oil Res.** (Aceito e aguardando publicação).
8. MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; MACHADO, M. I. L.; SOUSA, C. R., Essential oil of *Croton cajucara* Benth. **J. Essent. Oil Res.**, v. 11, p. 411-412, 1999.
9. MENEZES, J. E. S. A.; LEMOS, T. L.; SILVEIRA, E. R.; BRAZ-FILHO, R.; PESSOA, O. D. L., Total assignment of ^1H and ^{13}C NMR of cordiachrome C, a terpenoid benzoquinone from *Cordia trichotoma*. **An. Ressonância Magn. Nucl.**, v. 6, p. 39-42, 1999.

Curriculum Vitae - CNPq

Outubro/2005

Dados Pessoais

Nome Jane Eire Silva Alencar de Menezes
 Nome em citações bibliográficas MENEZES, J. E. S. A.
 Sexo feminino
 Filiação JAYME ALENCAR DE OLIVEIRA e MARIA MARLENE SILVA ALENCAR
 Nascimento 18/04/1965 - FORTALEZA/CE - Brasil
 Carteira de Identidade 91025026317 SSP-CE - CE - 20/11/1991
 CPF 31580807372
 Endereço residencial Rua Tenente Marques, 395 Casa 30 Condomínio José Martins
 Presidente Kennedy - Fortaleza
 60456150, CE - Brasil
 Telefone: 85 32376250
 E-mail: janeire@uece.br
 URL da home page: http://
 Endereço profissional Universidade Estadual do Ceará, Centro de Ciências e Tecnologia, Faculdade de Educação de
 Itapipoca Facedi
 Av. Paranjana, 1700 - Campus do Itaperi
 Itaperi - Fortaleza
 60740-000, CE - Brasil
 Telefone: 85 32992500
 E-mail: janeire@uece.br
 URL da home page: http://

Formação Acadêmica/Titulação

2000 - Doutorado em Química Orgânica.
 2005 Universidade Federal do Ceará, UFC, Fortaleza, Brasil
 Título: CONTRIBUICAO AO CONHECIMENTO QUIMICO DE PLANTAS DO NORDESTE : CORDIA TRICOTHOMA E CORDIA GLOBOSA, Ano de obtenção: 2005
 Orientador: OTILIA DEUSDENIA LOIOLA PESSOA CAVALCANTE

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos químicos orgânicos

1997 - Mestrado em Química Orgânica.
 2000 Universidade Federal do Ceará, UFC, Fortaleza, Brasil
 Título: CONTRIBUICAO AO CONHECIMENTO QUIMICO DE PLANTAS DO NORDESTE: CORDIA TICHOTOMA VELL., Ano de obtenção: 2000
 Orientador: OTILIA DEUSDENIA LOIOLA PESSOA CAVALCANTE
 Bolsista do(a): Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico

Palavras-chave: cordia trichotoma, boraginaceae, CORDIACROMO, TRICHOTOMOL

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos químicos orgânicos

1986 - Graduação em Licenciatura Plena Em Química.
 1990 Universidade Estadual do Ceará, UECE, Fortaleza, Brasil

Atuação Profissional

1. Universidade Estadual do Ceará - UECE

Vínculo institucional

2003 - Vínculo: Servidor público , Enquadramento funcional: PROFESSOR EFETIVO (CLASSE ASSISTENTE V) , Carga horária: 40, Regime : Dedicção Exclusiva
 Outras informações:
 DEDICAÇÃO EXCLUSIVA

Atividades

03/2003 - 12/2003 Treinamento, FACEDI

1. Orintador de Monitoria Acadêmica da Disciplina Química Geral

3/2003 - Atual

Graduação

1. Metodologia do trabalho científico
 2. História da Química
 3. Química geral I
 4. Química orgânica III
 5. Química orgânica I
 6. Química Inorgânica I
 7. Química Geral II
 8. Química Orgânica II

4/2003 - Atual

Outra atividade técnico-científica, Centro de Ciências e Tecnologia, Faculdade de Educação de Itapipoca Facedi

Especificação

1. Orientação de Monitoria

03/2004 - Atual

Treinamento, FACEDI

1. Orientador de Monitoria Acadêmica da Disciplina Química Geral

03/2004 - Atual

Projetos de pesquisa, FACEDI

Participação em projetos

1. Estudo fitoquímico de plantas do município de Itapipoca com potencial farmacológico

06/2004 - Atual

Projetos de pesquisa, FACEDI

Participação em projetos

1. Estudo fitoquímico das plantas nativas do município de Itapipoca com potencial farmacológico e/ou de interesse sócio-econômico

09/2004 - Atual

Direção e Administração, FACEDI

Cargos Ocupados

1. Coordenador de Curso

2. Universidade Federal do Ceará - UFC

Vínculo institucional

2000 - Vínculo: ALUNO DE DOUTORADO , Carga horária: 0 Regime : Parcial

Outras informações:

DESENVOLVENDO A ETAPA FINAL DO TRABALHO EXPERIMENTAL, JÁ TENDO CONCLUÍDO TODOS OS CRÉDITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTOR. DATA PREVISTA PARA DEFESA DE TESE SERÁ EM DEZEMBRO DE 2003.

Atividades

3/2000 - Atual

Pesquisa e Desenvolvimento, Centro de Ciências, Departamento de Química Orgânica e Inorgânica

Linhas de Pesquisa

1. Estudo Fitoquímico de Espécies de Cordia

PROJETOS

- 2004 - Atual **Estudo fitoquímico de plantas do município de Itapipoca com potencial farmacológico**
 Descrição: PROJETO DE ICT-FUNCAP
 Situação: Em Andamento Natureza: Pesquisa
 Alunos envolvidos: Graduação (1);
 Integrantes: Jane Eire Silva Alencar de Menezes (Responsável); Noadias Castro Brás; Rafael Sânzio Teixeira Feitosa Veras
 Financiador(es): Fundação Cearense de Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico-FUNCAP
 Número de produções C,T & A: 1/ Número de orientações: 1;
- 2004 - Atual **Estudo fitoquímico das plantas nativas do município de Itapipoca com potencial farmacológico e/ou de interesse sôcio-econômico**
 Descrição: PROJETO DE IC-UECE
 Situação: Em Andamento Natureza: Pesquisa
 Alunos envolvidos: Graduação (1);
 Integrantes: Jane Eire Silva Alencar de Menezes (Responsável); Denise Alves dos Santos
 Financiador(es): Universidade Estadual do Ceará-UECE
 Número de produções C,T & A: 1/ Número de orientações: 1;

Áreas de atuação

- 1 Química dos Produtos Naturais

Idiomas

- Entende Inglês (Razoável) , Espanhol (Razoável)
 Fala Inglês (Razoavelmente) , Espanhol (Pouco)
 Lê Inglês (Bem) , Espanhol (Razoavelmente)
 Escreve Inglês (Bem) , Espanhol (Razoavelmente)

Prêmios e Títulos

- 2004 Segundo Lugar no Encontro de Monitoria Acadêmica, PROMAC/UECE
 2003 Primeiro lugar no Encontro de Monitoria Acadêmica, PROMAC/UECE

Artigos completos publicados em periódicos

1.
 MENEZES, J. E. S. A., PESSOA, O. D. L., SILVEIRA, E. R., LEMOS, T. L. G., BRAZFILHO, R., MORAES, M. O., COSTA-LOTUFO, L. V.
 Cytotoxic Meroterpenoid benzoquinone from roots of Cordia globosa. Planta Médica. Estados Unidos: , v.71, p.54 - 58, 2005.

Palavras-chave: CORDIA GLOBOSA, benzoquinona, boraginaceae

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos farmacêuticos

Referências adicionais : Estados Unidos/Inglês. Meio de divulgação: Impresso

2.

MENEZES, J. E. S. A., PESSOA, O. D. L., SEILVEIRA, E. R., LEMOS, T. L. G.
VOLATILE CONSTITUENTS OF *CORDIA TRICHOTOMA* FROM NORTHEAST OF BRAZIL. *Flavour and Fragrance Journal*. Escócia: , v.20, n.2, p.149 - 151, 2005.

Palavras-chave: cordia trichotoma, ESSENTIAL OIL, boraginaceae

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Escócia/Inglês. Meio de divulgação: Impresso

3.

MENEZES, J. E. S. A., PESSOA, O. D. L., LEMOS, T. L. G., SILVEIRA, E. R.
Chemical Composition and Larvicidal Activity of the Essential oil from leaves of *Cordia globosa* (Jack.) H.B.K. from Northeast of Brazil. *Journal Essential Oil Research*. , 2004.

Palavras-chave: CORDIA GLOBOSA, boraginaceae, SESQUITERPENES

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos farmacêuticos

Referências adicionais : Estados Unidos/Inglês. Meio de divulgação: Impresso
ARTIGO ACEITO AGUARDANDO PUBLICAÇÃO

4.

MENEZES, J. E. S. A., MACHADO, F. E. A., PESSOA, O. D. L., BRAZFILHO, R., SEILVEIRA, E. R., LEMOS, T. L. G.
SESQUITERPENES AND PHENYLPROPANOID FROM *CORDIA TRICHOTOMA*. *Zeitschrift Für Naturforschung C-A Journal of Biosciences*. Alemanha: , v.59 c, p.19 - 22, 2004.

Palavras-chave: cordia trichotoma, SESQUITERPENES, PHENYLPROPANOID

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Alemanha/Inglês. Meio de divulgação: Impresso

5.

MENEZES, J. E. S. A., PESSOA, O. D. L., LEMOS, T. L. G.
CONSTITUENTES QUÍMICOS DE *CORDIA TRICHOTOMA* : ATIVIDADE CITOTÓXICA E LARVICIDA. *Revista Brasileira de Farmácia*. , v.82, n.1, p.3 - 4, 2001.

Palavras-chave: ALFA-CADINOL, aedes aegypti, cordia trichotoma

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos farmacêuticos

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

6.

MENEZES, J. E. S. A., PESSOA, O. D. L., SILVEIRA, E. R., BRAZFILHO, R., LEMOS, T. L. G.
TRICHOTOMOL, A NEW CADINENEDIOL FROM *CORDIA TRICHOTOMA*. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v.12, n.6, p.787 - 790, 2001.

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Inglês. Meio de divulgação: Impresso

7.

MENEZES, J. E. S. A.
ESSENCIAL OIL OF *CROTON CRAJUCARA* BENTH.. *Journal of Essential Oil Research*. , v.11, p.411 - 412, 1999.

Palavras-chave: CROTON CRAJUCARA

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Estados Unidos/Inglês. Meio de divulgação: Impresso

8.
MENEZES, J. E. S. A.
TOTAL ASSIGNMENT OF H1 AND C13 NMR OF CORDIACHROME C, A TERPENOID BENZOQUINONE FROM CORDIA TRICHOTOMA. *Anais de Ressonancia Magnetica.* , 1999.

Referências adicionais : Brasil/Inglês. Meio de divulgação: Impresso

Trabalhos completos publicados em anais de evento

1.
MENEZES, J. E. S. A., MACHADO, F. E. A., LEMOS, T. L. G., SILVEIRA, E. R., BRAZFILHO, R., PESSOA, O. D. L. SESQUITERPENOS E FENILPROPANOÍDE ISOLADOS DO CERNE DE CORDIA TRICHOTOMA VELL In: 26ª REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 2003, POÇOS DE CALDAS - MG. **SESQUITERPENOS E FENILPROPANOÍDE ISOLADOS DO CERNE DE CORDIA TRICHOTOMA VELL.** , 2003.

Palavras-chave: cordia trichotoma, SESQUITERPENOS, FENILPROPANOÍDE

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

2.
MENEZES, J. E. S. A., MACHADO, F. E. A., PESSOA, O. D. L. CONSTITUINTES QUÍMICOS DAS RAÍZES DE CORDIA GLOBOSA In: XXI ENCONTRO UNIVERSITÁRIO DE INICIAÇÃO À PESQUISA, 2002, FORTALEZA. **CONSTITUINTES QUÍMICOS DAS RAÍZES DE CORDIA GLOBOSA.** , 2002.

Palavras-chave: CORDIA GLOBOSA, MICROPHYLAQUINIONA, boraginaceae

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

3.
MENEZES, J. E. S. A., MACHADO, F. E. A., PESSOA, O. D. L., LEMOS, T. L. G., SEILVEIRA, E. R. CONSTITUINTES VOLÁTEIS DO CERNE DE CORDIA TRICHOTOMA In: XVII SIMPOSIO DE PLANTAS MEDICINAIS, 2002, CUIABÁ - MATO GROSSO. **CONSTITUINTES VOLÁTEIS DO CERNE DE CORDIA TRICHOTOMA.** , 2002.

Palavras-chave: cordia trichotoma, ALFA-CADINOL, boraginaceae

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

4.
MENEZES, J. E. S. A., MACHADO, F. E. A., PESSOA, O. D. L., LEMOS, T. L. G., SILVEIRA, E. R. METABÓLITOS SECUNDÁRIOS ISOLADOS DAS RAÍZES DE CORDIA GLOBOSA In: XVII SIMPOSIO DE PLANTAS MEDICINAIS, 2002, CUIABÁ - MATO GROSSO. **METABÓLITOS SECUNDÁRIOS ISOLADOS DAS RAÍZES DE CORDIA GLOBOSA.** , 2002.

Palavras-chave: cordia trichotoma, boraginaceae, ÁCIDO OLEANÓLICO

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

5.
MENEZES, J. E. S. A., CARMO, R. A. METABÓLITOS SECUNDÁRIOS ISOLADOS DAS FLORES DE CORDIA TRICHOTOMA In: XIX ENCONTRO

UNIVERSITÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 2000, FORTALEZA.

METABÓLITOS SECUNDÁRIOS ISOLADOS DAS FLORES DE CORDIA TRICHOTOMA. , 2000.

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

6.
MENEZES, J. E. S. A.
TOTAL ASSIGNMENT OF H1 AND C13 NMR OF CORDIACHROME C. A TERPENOID BENZOQUINONE FROM CORDIA TRICHOTOMA VELL., VII ENCONTRO DE USUARIOS DE RESSONANCIA MAGNETICA NUCLEAR, ANGRA DOS REIS, RJ In: VII ENCONTRO DE USUARIOS DE RESSONANCIA MAGNETICA NUCLEAR, 1999, ANGRAS DOS REIS, RJ.
. , 1999.

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

Trabalhos resumidos publicados em anais de evento

1.
MENEZES, J. E. S. A., TEIXEIRA, M. A. P.
Determinação do teor de álcool na gasolina de Itapipoca In: IX Semana Universitária da UECE, 2004, Fortaleza.
Anais da IX Semana Universitária da UECE. , 2004.

Palavras-chave: teor de álcool, gasolina, ITAPIPOCA

Áreas do conhecimento : Química

Setores de atividade : Educação superior

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Meio magnético

2.
MENEZES, J. E. S. A., SANTOS, D. A.
Estudo fitoquímico de Cleome spinosa In: IX Semana Universitária da UECE, 2004, Fortaleza.
Anais da IX Semana Universitária da UECE. , 2004.

Palavras-chave: Cleome spinosa, estudo fitoquímico, aedes aegypti

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos farmacêuticos

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Meio magnético

3.
MENEZES, J. E. S. A., BRAS, N. C.
Estudo fitoquímico de Combretum leprosum In: IX Semana Universitária da UECE, 2004, Fortaleza.
Anais da IX Semana Universitária da UECE. , 2004.

Palavras-chave: estudo fitoquímico, aedes aegypti, Combretum leprosum

Áreas do conhecimento : Química Orgânica, Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos farmacêuticos

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Meio magnético

4.
MENEZES, J. E. S. A., SEILVEIRA, E. R., PESSOA, O. D. L., BRAZFILHO, R., LEMOS, T. L. G.
Nova benzoquinona citotóxica isolada de Cordia globosa In: XLIV Congresso Brasileiro de Química, 2004, Fortaleza.
Anais do XLIV Congresso Brasileiro de Química. , 2004.

Palavras-chave: CORDIA GLOBOSA, benzoquinona, citotóxica

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos químicos

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Meio magnético

5.
MENEZES, J. E. S. A., SANTOS, R. P., PESSOA, O. D. L., SEILVEIRA, E. R., BRAZFILHO, R., LEMOS, T. L. G. Saponinas de Cordia piauhiensis In: XLIV Congresso Brasileiro de Química, 2004, Fortaleza. **Anais do XLIV Congresso Brasileiro de Química.** , 2004.

Palavras-chave: CORDIA PIAUHENSIS, boraginaceae, SAPONINAS

Áreas do conhecimento : Química, Química Orgânica, Química dos Produtos Naturais

Setores de atividade : Fabricação de produtos químicos

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Meio magnético

6.
MENEZES, J. E. S. A. CONSTITUINTES QUIMICOS ISOLADOS DAS RAIZES DE CORDIA GLOBOSA In: 25a REUNIAO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUIMICA, 2002, POCOS DE CALDAS. . , 2002.

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

7.
MENEZES, J. E. S. A. A INFLUENCIA DO ESTAGIO DE INICIACAO A DOCENCAI NO DESENVOLVIMENTO DO ALUNO DE GRADUACAO NA DISCIPLINA DE QUIMICA ORGANICA In: XLI CONGRESSO BRASILEIRO DE QUIMICA, 2001, PORTO ALEGRE. . , 2001.

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

8.
MENEZES, J. E. S. A. CONSTITUINTES QUIMICOS ISOLADOS DA MADEIRA DO CAULE DE CORDIA TRICHOTOMA In: 23a REUNIAO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUIMICA, 2000, POCOS DE CALDAS. . , 2000.

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

9.
MENEZES, J. E. S. A. CONSTITUINTES QUIMICOS ISOLADOS DAS FLORES DE CORDIA TRICHOTOMA VELL. In: XVI SIMPOSIO DE PLANTAS MEDICINAIS, 2000, RECIFE. . , 2000.

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

10.
MENEZES, J. E. S. A. ESTUDO QUIMICO E AVALIACAO DA TOXICIDADE DE CORDIA TRICHOTOMA VELL. In: 22a REUNIAO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUIMICA, 1999, POCOS DE CALDAS. . , 1999.

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

11.
MENEZES, J. E. S. A. CONSTITUINTES FIXOS E VOLATEIS DE CORDIA TRICHOTOMA VELL. In: XV SIMPOSIO DE PLANTAS

MEDICINAIS, 1998, AGUAS DE LINDOIA.
 . , 1998.

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

12.
 MENEZES, J. E. S. A.
 OLEO ESSENCIAL DE CROTON CRAJUCARA BENTH. In: XV SIMPOSIO DE PLANTAS MEDICINAIS, 1998,
 AGUAS DE LINDOIA.
Anais do XV Simpósio de Plantas Medicinais. , 1998.

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

Orientações concluídas

Trabalhos de conclusão de curso de graduação Orientações concluídas

1.
 Flávio Bayer Pires. **Com o advento das novas tecnologias, o que se espera do educador?**. 2004. Curso
 (Pedagogia) - Faculdade de Educação de Itapipoca - UECE

Referências adicionais : Brasil/Português.

Demais Trabalhos

1.
 MENEZES, J. E. S. A.
**HORMÔNIOS ESTEROIDAIIS ESTROGÊNICOS: CONSIDERAÇÕES GERAIS, BIOSÍNTESE, ESPECTROSCÓPIA,
 SÍNTESE E TRH, 2003.**

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Vários

2.
 MENEZES, J. E. S. A.
ESTUDO QUIMICO E AVALIACAO DA TOXICIDADE DE CORDIA TRICHOTOMA VELL., 1999.

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Vários

Participação em banca de trabalhos de conclusão

Graduação

1.
 MENEZES, J. E. S. A., PESSOA, O. D. L., SANTOS, R. P.
 Participação em banca de Francisca Elane Alves Machado. **Constituintes químicos isolados de Maclura tinctoria,**
 2004
 (química industrial) Universidade Federal do Ceará

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português.

2.

MENEZES, J. E. S. A.

Participação em banca de Ednilson Grein. **Informática na Educação**, 2004 (Pedagogia) Faculdade de Educação de Itapipoca - UECE

Setores de atividade : Educação média de formação geral

Referências adicionais : Brasil/Português.

Participação em banca de comissões julgadoras

Concurso público

1.

Concurso Público de Provas e Títulos para professor Assistente da UECE, 2005
Universidade Estadual do Ceará

Áreas do conhecimento : Química

Referências adicionais : Brasil/Português.
Banca para professor Assistente

Outra

1.

comissão para avaliar os trabalhos do X encontro de Monitoria, 2004
Universidade Estadual do Ceará

Áreas do conhecimento : Química

Referências adicionais : Brasil/Português.

Participação em eventos

1.

MENEZES, J. E. S. A.

IX SEMANA UNIVERSITÁRIA DA UECE, 2004. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

2.

MENEZES, J. E. S. A.

X ENCONTRO DE MONITORIA ACADÊMICA DA UECE, 2004. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

3.

MENEZES, J. E. S. A.

XIII ENCONTRO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UECE, 2004. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

4.

MENEZES, J. E. S. A.

XIX SEMANA UNIVERSITÁRIA DA FACEDI, 2004. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

5.

MENEZES, J. E. S. A.

XLIV Congresso Brasileiro de Química, 2004. (Congresso, Participações em eventos)

Referências adicionais : Brasil/Português.

6.

MENEZES, J. E. S. A.

II FORUM REGIONAL DE EDUCAÇÃO, 2003. (Encontro, Participações em eventos)

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

7.

MENEZES, J. E. S. A.

IX ENCONTRO DE MONITORIA ACADÊMICA DA UECE, 2003. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

8.

MENEZES, J. E. S. A.

POLÍTICA DE INTERIORIZAÇÃO NA UECE E CONDIÇÕES DE TRABALHO NAS UNIDADES DO INTERIOR, 2003. (Encontro, Participações em eventos)

Referências adicionais : Brasil/Português. Meio de divulgação: Impresso

9.

MENEZES, J. E. S. A.

VIII SEMANA UNIVERSITÁRIA DA UECE, 2003. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

10.

MENEZES, J. E. S. A.

XII ENCONTRO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UECE, 2003. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

11.

MENEZES, J. E. S. A.

XVIII SEMANA UNIVERSITÁRIA DA FACEDI, 2003. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

12.

MENEZES, J. E. S. A.

26ª REUNIÃO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 2003. (Congresso, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

13.

MENEZES, J. E. S. A.

XVII SIMPOSIO DE PLANTAS MEDICINAIS, 2002. (Simpósio, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

14.

MENEZES, J. E. S. A.

XVII SIMPOSIO DE PLANTAS MEDICINAIS, 2002. (Simpósio, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

15.

MENEZES, J. E. S. A.

XXI ENCONTRO UNIVERSITÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 2002. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

16.

MENEZES, J. E. S. A.

25ª REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 2002. (Congresso, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

17.

MENEZES, J. E. S. A.

XLI CONGRESSO DE QUÍMICA, 2001. (Congresso, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

18.

MENEZES, J. E. S. A.

XIX ENCONTRO UNIVERSITÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 2000. (Encontro, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

19.

MENEZES, J. E. S. A.

XVI SIMPOSIO DE PLANTAS MEDICINAIS, 2000. (Simpósio, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

20.

MENEZES, J. E. S. A.

23ª REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 2000. (Congresso, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

21.

MENEZES, J. E. S. A.

22ª REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE DE QUÍMICA, 1999. (Congresso, Participações em eventos)

22.

MENEZES, J. E. S. A.

XV SIMPOSIO DE PLANTAS MEDICINAIS, 1998. (Simpósio, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

23.

MENEZES, J. E. S. A.

21ª REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 1998. (Congresso, Participações em eventos)

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Orientações em andamento

Trabalhos de conclusão de curso de graduação Orientações em andamento

1.
Mario Feitosa. **A utilização da Informática na Educação**. 2005. Curso (Pedagogia) - Faculdade de Educação de

Itapipoca - UECE

Referências adicionais : Brasil/Português.

2. Maria Nathiely. **Os cursos profissionalizantes no Município de Itapipoca**. 2005. Curso (Pedagogia) - Faculdade de Educação de Itapipoca - UECE

Referências adicionais : Brasil/Português.

Iniciação científica Orientações em andamento

1. Noadias Castro Brás. **Estudo fitoquímico de plantas do município de Itapipoca com potencial farmacológico**. 2005. Iniciação científica (Licenciatura Plena Em Química) - Universidade Estadual do Ceará

Palavras-chave: Combretum leprosum, estudo fitoquímico, aedes aegypti

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português.

Estudo fitoquímico de plantas do município de Itapipoca com potencial farmacológico

2. Denise Alves dos Santos. **Estudo fitoquímico das plantas que compõem a vegetação nativa do município de Itapipoca com potencial farmacológico e/ou de interesse sócio-econômico**. 2004. Iniciação científica (Licenciatura Plena Em Química) - Universidade Estadual do Ceará

Palavras-chave: Cleome spinosa, aedes aegypti, estudo fitoquímico

Áreas do conhecimento : Química dos Produtos Naturais

Referências adicionais : Brasil/Português.

Estudo fitoquímico das plantas que compõem a vegetação nativa do município de Itapipoca com potencial farmacológico e/ou de interesse sócio-econômico

Orientação de outra natureza Orientações em andamento

1. Antônio Flávio Oliveira Ramos. **MONITORIA EM QUÍMICA ORGÂNICA I**. 2005. Orientação de outra natureza (Licenciatura em Química) - Faculdade de Educação de Itapipoca - UECE

Referências adicionais : Brasil/Português.

Indicadores de produção

Informações complementares

Participações em banca de trabalhos de conclusão	2
Participações em banca de comissões julgadoras	2
Participações em eventos	23
Orientações em andamento	5

Produção bibliográfica

Artigos publicados em periódicos	8
Completos	8

Constituintes químicos de *Cordia trichotoma*: atividade citotóxica e larvicida

Chemical constituents from *Cordia trichotoma*: cytotoxicity and larvicidal activity

Jane Eire Silva Alencar de Menezes; Telma Leda Gomes Lemos & Otilia Deusdênia Loiola Pessoa*

RESUMO - Este trabalho tem como objetivo apresentar os resultados obtidos da avaliação citotóxica e larvicida das frações hexano, AcOEt e MeOH e os constituintes químicos oncocalyxona A e α -cadinol, obtidos do caule de *Cordia trichotoma*. Registra-se também a composição química do óleo fixo do caule, a qual foi analisada por CGL/EM.

PALAVRAS-CHAVE - *Cordia trichotoma*, Boraginaceae, *Artemia salina*, *Aedes aegypti* ácidos graxos, oncocalyxona A, α -cadinol, alantoina.

ABSTRACT - This work describes the cytotoxic and larvicidal activities from hexane, AcOEt and MeOH fractions and compounds oncocalyxone A and α -cadinol isolated from wood of *Cordia trichotoma*. GC/MS analysis of the wood fatty oil after methylation, allowed the identification of eighteen methyl esters.

KEYWORDS - *Cordia trichotoma*, Boraginaceae, *Artemia salina*, *Aedes aegypti*, fatty acids, oncocalyxone A, α -cadinol, allantoin.

INTRODUÇÃO

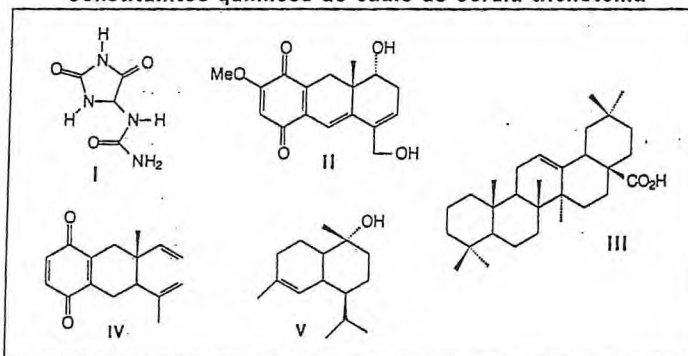
A *Cordia trichotoma* Vell. (Boraginaceae), é uma árvore de vasta dispersão, podendo ser encontrada desde o Ceará até o Rio Grande do Sul. No Nordeste é popularmente conhecida como freijó, em outras regiões recebe denominações como: louro, louro pardo, ajuf, peterebi e cascudinho¹. Embora *Cordia trichotoma*, não apresente nenhum uso em medicina popular, muitas outras espécies do gênero são utilizadas, principalmente, como cicatrizante, diurético, anti-helmítico e febrífugo; no tratamento de infecções urinárias, malária, hanseníase e doenças do pulmão²⁻⁴. Para os constituintes químicos isolados, atividades como bactericida, antifúngica, larvicida, inseticida e antiinflamatória, são citadas na literatura^{5,7}.

O estudo fitoquímico do caule de *C. trichotoma*, resultou no isolamento de sete constituintes químicos, alantoina (I), oncocalyxona A (II), ácido oleanólico (III), cordiacromo C (IV), α -cadinol (V), sacarose, sitosterol e seu respectivo glicosídeo.

O estudo da fração lipídica da madeira do caule de *C. trichotoma* forneceu uma mistura de ácidos graxos, os quais foram identificados através de seus respectivos ésteres metílicos. Os constituintes majoritários foram os ácidos hexadecanóico e 9-octadecenóico, com 31,3 e 27,4%, respectivamente (Tabela I).

Muitas são as espécies de *Cordia* utilizadas como cicatrizante. Esta atividade é atribuída a presença de alantoina, muito utilizada em dermatologia. Este composto além de cicatrizante, possui propriedade antiinflamatória, antipéptica, antiúlcero gênica, imunestimulante, queratolítica e removedora de tecidos necrosados⁸.

Constituintes químicos do caule de *Cordia trichotoma*



Uma das quinonas isoladas, oncocalyxona A, apresenta atividade antileucêmica e anti-agregante plaquetária, além de tripanossomicida e leishmanicida⁹. O ácido oleanólico foi recentemente testado contra o *Tripanossoma cruzi*, apresentando boa atividade¹⁰.

Diversos trabalhos tentam correlacionar a toxicidade contra *Artemia salina* com atividade antifúngica, viruscida, antimicrobiana, parasiticida, tripanossomicida e antitumoral¹¹. Desta forma, os compostos, frações ou extratos ativos, podem ser direcionados para estes tipos de atividade.

MATERIAIS E MÉTODOS

Material botânico

O material botânico foi coletado em março de 1998, na localidade de Meruoca-Sobral, Ceará. A identificação da planta foi efetuada pelos botânicos Antônio Sérgio Nogueira de Castro e Francisca Simões Cavalcante, do Departamento de Biologia - UFC. A exsicata, sob o registro 25.165, encontra-se depositada no Herbário Prisco Bezerra daquele departamento.

Recebido em 27/9/2000

*Departamento de Química Orgânica e Inorgânica - Universidade Federal do Ceará - Fortaleza, Ceará.

TABELA I
Ácidos graxos identificados
no caule de *Cordia trichotoma*

Ácido	T.R.	(%)
Tetradecanóico (C ₁₄ :0)	11,09	0,9
Pentadecanóico (C ₁₅ :0)	12,42	0,4
Hexadecanóico (C ₁₆ :0)	13,88	31,3
9-Hexadecenoico (C ₁₆ :1)	13,37	1,5
Heptadecanóico (C ₁₇ :0)	14,93	1,8
Octadecanóico (C ₁₈ :0)	15,18	7,01
9-Octadecenoico (C ₁₈ :1)	15,89	27,4
9,12-Octadecanodienoico (C ₁₈ :2)	15,61	2,6
Nonadecanóico (C ₁₉ :0)	17,21	1,6
Eicosanóico (C ₂₀ :0)	18,30	3,9
Henicicosanóico (C ₂₁ :0)	19,33	3,5
Docosanóico (C ₂₂ :0)	20,33	3,9
Tricosanóico (C ₂₃ :0)	21,28	3,6
Tetracosanóico (C ₂₄ :0)	22,20	3,5
Pentacosanóico (C ₂₅ :0)	23,08	1,6
Hexacosanóico (C ₂₆ :0)	23,92	0,9
Octacosanóico (C ₂₈ :0)	25,56	0,5
Tricosanóico (C ₃₀ :0)	27,16	0,6

TABELA II
Dados referentes aos testes toxicológico
e biológico utilizando frações e compostos
de *Cordia trichotoma*

Material testado	<i>Artemia salina</i>		<i>Aedes aegypti</i>	
	Conc. (ppm)	%	Conc. (ppm)	%
Fração hexânica	0,5	60	100	60
Fração AcOEt	100	60	250	70
Fração MeOH	100	40	250	40
Oncocalyxona A	1	50	250	60
α-Cadinol	1	80	-	-

Extração e isolamento

A madeira do caule (6,7 Kg) após seca e tritura-da mecanicamente, foi extraída exaustivamente com etanol à frio e concentrada sob pressão reduzida fornecendo 220 g de extrato, o qual foi fracionado sob gel de sílica, utilizando os solventes hexano, clorofórmio, acetato de etila e metanol, puros ou em misturas binárias de polaridade crescente. Cromatografias em gel de sílica das frações acima resultaram no isolamento dos sete compostos cita-dos anteriormente.

A fração lipídica, obtida do tratamento cromato-gráfico da fração hexânica e por eluição com éter de petróleo, foi submetida a hidrólise alcalina (KOH, MeOH e refluxo) e posteriormente à metilação, usando MeOH/HCl e refluxo. A análise dos constituintes da mistura de ésteres metílicos foi realizada por CGL/EM, utilizando aparelho Hewlett-Packard 5971. Os constituintes individuais foram identificados através de pesquisa em banco de dados, usando-se Índices Kovats e por comparação com padrões da literatu-ra. Foram identificados 18 ácidos graxos (Tabela I).

Atividade citotóxica

O ensaio de toxicidade usando larvas de *Artemia salina*, foi executado de acordo com a metodo-

logia proposta por McLaughlin. As diluições das amostras e do teste em branco foram feitas em água do mar (conc. de 12 ppm) e 0,5 mL de dimetilsul-fóxido (DMSO). Os testes foram feitos em triplicatas e a contagem das larvas sobreviventes foi realizada após 24 horas. Os resultados estão descritos na Tabela II.

Atividade larvívica

Este teste foi realizado utilizando larvas do mos-quito (*Aedes aegypti*) transmissor da dengue. As amostras foram inicialmente solubilizadas em MeOH e posteriormente diluídas em água, para a prepara-ção das soluções nas concentrações de 500, 250 e 100 ppm. Devido à toxicidade do metanol, as fra-ções foram deixadas em repouso por um período de 24 horas, para a completa evaporação deste sol-vente. Decorrido este período, foram feitas triplica-tas e colocadas dez larvas em cada frasco. Após 24h foi realizada a análise do índice de mortalidade através da contagem das larvas sobreviventes. Os resultados deste teste encontram-se na Tabela II.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à bióloga Francisca Simões Cavalcanti pela coleta da planta e as Instituições CNPq, CAPES e FUNCAP pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- Lorenzi, H. *Árvores brasileiras. Manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil*. São Paulo, Editora Plantarum, 1992.
- Tiwari, R. D.; Srivastava, K. C.; Shukla, S.; Bajpai, R. K. Chemical examination of the fixed oil from the seeds of *Cordia myxa*. *Planta Med.* 15(3):240-244, 1967.
- Salto, M. L. & Oliveira, F. Morfodiagnose e identificação cromatográfica em camada delgada de chá de bugre - *Cordia ecalyculata*. *Rev. Bras. Farm.* 67(1):3-10, 1986.
- Marston, A.; Zaagorki, M. G.; Hostettmann, K. Antifungal polyphenols from *Cordia goetzel* Gurke, *Helv. Chim. Acta.* 71:1210-1219, 1988.
- Sertlé, J. A. A.; Basile, A. C.; Panizza, S.; Matida, A. K.; Zelnik, R. Anti-inflammatory activity and sub-acute toxicity of Artemetin. *Planta Med.* 56:36-40, 1990.
- Bieber, L. W.; Messana, I.; Lins, S. C. N.; Silva Filho, A. A.; Chiapeta, A. A.; Mello, J. F. Meroterpenoid naphtho-quinones from *Cordia corymbosa*. *Phytochemistry*, 29(6):1955-1958, 1990.
- Marston, A.; Potterat, O.; Hostettmann, K. Isolation of bi-ologically active plant constituents by liquid chromatography. *J. Chromatogr.* 450:3-11, 1988.
- Ferreira, D. T.; Alvares, R. S. M.; Houghton, P. J.; Braz-Filho, R. Constituintes químicos das raízes de *Pyrostegia ve-nusta* e considerações sobre a sua importância medicinal. *Química Nova*, 23(1):42-46, 1998.
- Leyva, A.; Pessoa, C.; Boogaerd, F.; Sokaroski, R.; Le-mos, T. L. G.; Wetmore, L. A.; Huruta, R. R.; Moraes, M. O. Oncocalyxones A and C, 1,4-anthracenediones from *Auxem-ma oncocalyx*: comparison with anticancer 1,9-anthracenedi-ones. *Anticancer Research*. 20:1029-1032, 2000.
- Leite, J. P. V.; Lombardi, J. A.; Chiari, E.; Souza Filho, J. D.; Oliveira, A. B. XV Simpósio de Plantas Mediciniais do Bra-sil, Águas de Lindóia, Livro de resumos. 118:03-006, 1998.
- Siqueira, J. M.; Bomm, M. D.; Pereira, N. F. G.; Garcez, W. S.; Boaventura, M. A. D. Estudo fitoquímico de *Unonopsis lindmanii* - Annonaceae, biomonitorado pelo ensaio de toxici-dade sobre a *Artemia salina* Leach. *Química Nova*. 21(5):557-559, 1998.

Endereço para correspondência

Otilia Deusdênia Loiola Pessoa
Departamento de Química Orgânica e Inorgânica
Universidade Federal do Ceará
Caixa Postal 12200 - Fortaleza, Ceará - 60021-970

Sesquiterpenes and a Phenylpropanoid from *Cordia trichotoma*

Jane Eire S. A. de Menezes^a, Francisca Elane A. Machado^a, Telma Leda G. Lemos^a, Edilberto R. Silveira^a, Raimundo Braz Filho^b, and Otilia Deusdênia L. Pessoa^{a,*}

^a Curso de Pós-Graduação em Química Orgânica, Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, 12.200, Fortaleza – CE, 60021-970, Brazil. E-mail: otilia@dqi.ufc.br

^b Setor de Química de Produtos Naturais – LCQUI-CCT, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos – RJ, 28015-620, Brazil

* Author for correspondence and reprint requests

Z. Naturforsch. 59c, 19–22 (2004); received March 11/June 5, 2003

Two new secondary metabolites, the phenylpropanoid 3-(2',4',5'-trimethoxyphenyl)propanoic acid (**1**) and the sesquiterpene (+)-1 β ,4 β ,6 α -trihydroxyeudesmane (**2**) were isolated from the heartwood of *Cordia trichotoma* Vell., along with the known sesquiterpenes (-)-1 β ,4 β ,7 α -trihydroxyeudesmane (**3**) and (+)-1 β ,4 β ,11-trihydroxyoppositane (**4**). Their structures were elucidated by means of spectroscopic data interpretation, mainly 1D and 2D NMR and mass spectrometry.

Key words: *Cordia trichotoma*, Sesquiterpenes, Phenylpropanoid

Introduction

In our continuing efforts to discover bioactive metabolites from the Northeastern Brazil flora we have investigated the chemistry of some *Cordia* species. The genus *Cordia* (Boraginaceae), comprises about 250 species of trees, shrubs and subshrubs restricted to the New World. Various species of *Cordia* are common members of the Brazilian flora, with at least 65 species of this genus distributed in several Brazilian States (Taroda and Gibbs, 1986a, b). Some of them are of interest due to their use in folk medicine (Marston *et al.*, 1988; Sertié *et al.*, 1990; Ioset *et al.*, 2000a, b; Kuroyanagi *et al.*, 2001).

In a previous paper we have reported the isolation and characterization of steroids, sesquiterpenes, triterpenes and terpenoid quinones from *C. trichotoma* wood (Menezes *et al.*, 2001) whose timber is recognized for its durability in carpentry and construction (Lorenzi, 2000). In the present paper, results of an investigation of the heartwood of *C. trichotoma* are reported. The secondary metabolites, one phenylpropanoid (**1**) and three sesquiterpenes (**3–4**) were isolated and characterized by their spectral data.

Results and Discussion

Chromatography of a chloroform fraction of the heartwood of *C. trichotoma* resulted in the isolation of two novel compounds (Fig. 1), 3-(2',4',5'-

trimethoxyphenyl)propanoic acid (**1**) and the (+)-1 β ,4 β ,6 α -trihydroxyeudesmane (**2**), and two known sesquiterpenes, (-)-1 β ,4 β ,7 α -trihydroxyeudesmane (**3**) and (+)-1 β ,4 β ,11-trihydroxyoppositane (**4**).

Compound **1** was isolated as colorless needles. The ¹H NMR spectrum showed singlet signals for three methoxyl groups at δ_{H} 3.80, 3.78 and 3.73, two triplets for methylene hydrogens in a CH₂-CH₂ moiety at δ_{H} 2.79 (2H, t, J = 7.9 Hz) and 2.49 (2H, t, J = 7.9 Hz) and two aromatic hydrogens as

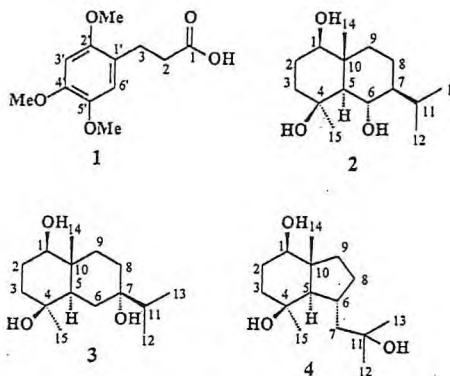


Fig. 1. Structures of 3-(2',4',5'-triethoxyphenyl)propanoic acid (**1**), (+)-1 β ,4 β ,6 α -trihydroxyeudesmane (**2**), (-)-1 β ,4 β ,7 α -trihydroxyeudesmane (**3**) and (+)-1 β ,4 β ,11 α -trihydroxyoppositane (**4**).

singlets at δ_{H} 6.77 and 6.60 consistent with a 1,2,4,5-tetrasubstituted aromatic ring. HBBD- and DEPT- ^{13}C NMR spectra showed 12 resonance lines corresponding to three methoxyl, two methylene, six aromatic carbons (two methine and four non-hydrogenated) and one carbonyl group at δ_{C} 177.3 consistent with a carboxylic acid, in agreement with the IR absorption at ν_{max} 1705 cm^{-1} . These NMR data were consistent with the molecular formula $(\text{C})_4(\text{CH})_2(\text{CH}_2)_2(\text{CO}_2\text{H})(\text{OCH}_3)_3 = \text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_5$, which was confirmed by the EIMS (m/z 240, $[\text{M}]^+$, 55.3%), with the base peak at m/z 181 corresponding to the 1,2,4-trimethoxytropylium ion. Based on these spectral data the structure of compound 1 was established as the 3-(2',4',5'-trimethoxyphenyl)propanoic acid. The HMQC and HMBC spectra were used to confirm structure 1 and to assign the ^1H and ^{13}C chemical shifts unambiguously (*vide experimental*). The methyl ester derivative, but not 1, has been previously isolated from the root bark of *C. alliodora* (Ioset *et al.*, 2000b).

Compound 2 was isolated as colorless needles; $[\alpha]_{\text{D}}^{25} + 42^\circ$ (c 0.05, MeOH). Its IR spectrum dis-

played strong absorptions at ν_{max} 3415 cm^{-1} , suggesting the presence of hydroxyl groups. The ^1H and ^{13}C NMR spectra of 2 (Table I), indicated clearly its polyhydroxylated sesquiterpene character. This conclusion was supported by the EIMS, which showed a molecular ion at m/z 256, consistent with a molecular formula $\text{C}_{15}\text{H}_{28}\text{O}_3$, and additional significant peaks at m/z 241 ($[\text{M}-\text{CH}_3]^+$), 223 ($[\text{241}-\text{H}_2\text{O}]^+$) and 205 ($[\text{241}-2\text{H}_2\text{O}]^+$), revealing the elimination of two H_2O molecules. Fifteen resonance lines of sp^3 carbon atoms were observed in the ^{13}C NMR spectrum of 2, which were characterized by DEPT 135° experiment as corresponding to four methyl, four methylene, five methine and two non-hydrogenated carbon atoms. The two double-bond equivalent and the exclusively presence of ^1H and ^{13}C signals of sp^3 carbon atoms allowed to classify 2 as a bicyclic sesquiterpene. The ^1H NMR spectrum exhibited signals for two *gem*-dimethyl of an isopropyl moiety at δ_{H} 0.98 (d, $J = 7.0$ Hz, 3H-12) and 0.91 (d, $J = 7.0$ Hz, 3H-13), an angular methyl at δ_{H} 1.02 (s, 3H-14) and a methyl attached to an oxygenated carbon at δ_{H} 1.46 (s, 3H-15), five methine hydrogens at δ_{H} 3.90 (t, $J = 10.3$ Hz, H-6), 3.18 (dd, $J = 10.7$

Table I. ^1H (500 MHz) and ^{13}C NMR (125 MHz) spectral data for compounds 2, 3 and 4, in CD_3OD . Chemical shifts in δ (ppm) and coupling constants (J , in parentheses) in Hz^* .

C	2		3		4	
	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C}	δ_{H}
1	80.4	3.18 (dd, 10.7, 4.1)	80.7	3.21 (dd, 11.9, 3.9)	80.4	3.32 (dd, 10.7, 4.3)
2	27.9	1.97 (dt, 10.7, 10.7, 3.1), H- β	27.8	1.92, H- β	29.3	1.87 (13.4, 4.5), H- β
3	42.7	1.56 (m), H- α	40.8	1.55, H- α	42.7	1.55 (m), H- α
		1.68 (m), H- β		1.69, H- β		1.64 (m), H- β
		1.58 (m), H- α		1.50, H- α		1.47 (dt, 13.4, 4.8), H- α
4	73.1	—	72.3	—	73.3	—
5	58.1	1.07 (d, 10.3)	46.3	1.46	60.9	0.94 (d, 10.9)
6	70.3	3.90 (t, 10.3)	29.5	1.58, H- β	33.7	2.27 (dq, 10.9, 3.8)
				1.43, H- α		
7	53.3	1.33 (m)	75.0	—	52.8	2.11 (d, 14.1)
						1.36 (dd, 14.1, 10.9)
8	19.7	1.52 (m), H- β	30.2	1.62, H- β	34.1	2.10 (m), H- β
		1.37 (m), H- α		1.58, H- α		1.41 (m), H- α
9	39.5	1.91 (td, 12.9, 3.1, 3.1), H- β	35.9	1.65, H- β	40.9	1.59 (dd, 11.9, 7.9), H- β
		1.04 (m), H- α		1.42, H- α		1.22 (m), H- α
10	42.4	—	40.2	—	48.8	—
11	27.3	2.35 (m)	40.7	1.60	73.1	—
12	21.9	0.98 (d, 7.1)	17.7	0.95 (d, 6.9)	30.9	1.24 (s)
13	16.4	0.91 (d, 6.9)	17.5	0.96 (d, 6.9)	30.6	1.25 (s)
14	14.2	1.02 (s)	12.3	0.97 (s)	15.7	1.03 (s)
15	34.8	1.46 (s)	30.0	1.10 (s)	32.6	1.29 (s)

* Number of hydrogens bound to carbon atoms deduced by comparative analysis of HBBD- and DEPT- ^{13}C NMR spectra. Chemical shifts and coupling constants (J) obtained from 1D ^1H NMR spectra. Homonuclear 2D ^1H - ^1H -COSY and heteronuclear 2D HMOC and HMBC spectra were also used in these assignments.

and 4.1, H-1), 2.35 (m, H-11), 1.33 (m, H-7) and 1.07 (d, $J = 10.3$, H-5), along with those due to two methylene groups, which appeared in the region at $\delta_{\text{H}} 1.97 - 1.37$ ppm. These spectral data were used to postulate an eudesmane skeleton for **2**. The ^{13}C NMR spectra (HBBD and DEPT) showed the presence of three hydroxylated carbon atoms, two methine at $\delta_{\text{C}} 80.4$ (CH-1) and 70.3 (CH-6) and one non-hydrogenated at $\delta_{\text{C}} 73.1$ (C-4). The location of the hydroxyl group at C-1, C-4 and C-6 was established by means of the HMBC experiment, which was facilitated by comparison with the data described in the literature for an analogue sesquiterpene (Zhao *et al.*, 1997). A hydroxyl group attached to C-1 was evident by the long-range correlation between the angular methyl hydrogens at $\delta_{\text{H}} 1.02$ (3H-14) with the carbon signals at $\delta_{\text{C}} 80.4$ (CH-1, $^3J_{\text{CH}}$), 42.4 (C-10, $^2J_{\text{CH}}$) and 58.1 (CH-5, $^3J_{\text{CH}}$). The second hydroxyl group was located at C-4, based on observed correlations between the methyl hydrogens at $\delta_{\text{H}} 1.46$ (3H-15, $^2J_{\text{CH}}$) with the carbon signals at $\delta_{\text{C}} 73.1$ (C-4, $^2J_{\text{CH}}$) and 58.1 (CH-5, $^3J_{\text{CH}}$). The remaining hydroxyl group was linked to C-6 ($\delta_{\text{C}} 70.3$) by the long-range correlation of the methine hydrogen at $\delta_{\text{H}} 1.07$ (H-5, $^2J_{\text{CH}}$) with the carbon signal. The stereochemistry of **2** was solved by a combination of hydrogen coupling constants (J) of the chiral carbon atoms CH-1, CH-5, CH-6 and CH-7 and from the NOE effects revealed by ^1H - ^1H -NOESY experiment (Fig. 2). The values corresponding to *vicinal* coupling of hydrogens H-1 (dd, $J = 10.7$ and 4.1) with H-2 (dt, $J = 10.7$, 10.7 and 3.1); H-5 (d, $J = 10.3$) with H-6 (t, $J = 10.3$) and this one with H-7 are consistent with the relative configuration shown in **2**, Fig. 1. Consistent with these observations, the NOESY spectrum of **2** (Fig. 2) also showed cross-peaks assigned to dipolar interaction of 3H-14 ($\delta_{\text{H}} 1.02$) with H-2 β ($\delta_{\text{H}} 1.97$), H-6 ($\delta_{\text{H}} 3.90$) and H-8 β ($\delta_{\text{H}} 1.37$); H-5 α ($\delta_{\text{H}} 1.07$)

with H-1 α ($\delta_{\text{H}} 3.18$), H-3 α ($\delta_{\text{H}} 1.58$), 3H-15 ($\delta_{\text{H}} 1.46$), H-7 α ($\delta_{\text{H}} 1.33$) and H-9 α ($\delta_{\text{H}} 1.04$). Thus, the structure of the new sesquiterpene isolated from *C. trichotoma* was determined as the (+)-1 β ,4 β ,6 α -trihydroxyeudesmane (**2**). Table I shows all ^1H and ^{13}C NMR data assignments for **2**.

Compound **3** and **4** were isolated as colorless prisms. They showed the same molecular formula, $\text{C}_{15}\text{H}_{28}\text{O}_3$, as **2**. Based on 1D and 2D (COSY, HMQC, HMBC, NOESY) NMR data and mass spectrometry the structures of the two compounds were established as (-)-1 β ,4 β ,7 α -trihydroxyeudesmane and (+)-1 β ,4 β ,11-trihydroxyoppositane, respectively. Both compounds have been previously characterized from roots of *Homalomena aromatica* (Sung *et al.*, 1992). Despite its structure determination by spectroscopic data, complete ^1H and ^{13}C NMR data were assigned due to the differences reported for some carbon atoms.

Experimental

General

Melting points were measured on a digital Mettler Toledo FP90 apparatus and were uncorrected. The optical rotations were measured on a Perkin-Elmer 341 digital polarimeter. IR spectra were recorded on a Perkin-Elmer 1000 FT-IR spectrometer. Mass spectral data were acquired on a Shimadzu spectrometer. The NMR spectra were recorded in CD_3OD on a Bruker Avance DRX-500 (500 MHz for ^1H and 125 MHz for ^{13}C) spectrometer. Proton and carbon chemical shifts were referenced to residual MeOH ($\delta_{\text{H}} 4.87$ and 3.31; $\delta_{\text{C}} 49.2$). Silica gel 60 (Merck, 70–230 mesh) was used for column chromatography. Precoated silica gel plates (Merck, kieselgel 60 F₂₅₄, 0.20 mm) were used for analytical TLC. Chromatographic fractions were monitored by TLC visualized by spraying with vanillin/perchloric acid/EtOH followed by heating.

Plant material

The heartwood of *C. trichotoma* was collected in Acarape, State of Ceara, Brasil, in April, 2002. The plant was identified by Dr. Edson P. Nunes, and a voucher specimen (No. 25165) was deposited in the Herbarium Prisco Bezerra (EAC) of the Departamento de Biologia, Universidade Federal do Ceara.

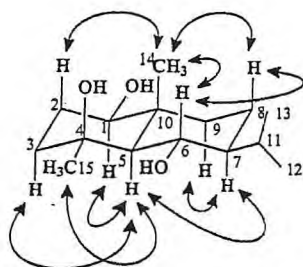


Fig. 2. Selected NOESY correlations for **2**.

Extraction and isolation

Air-dried and powdered heartwood (2.0 kg) of *C. trichotoma* was extracted with EtOH (2 × 8 l) at room temperature. The EtOH extract was taken to dryness under reduced pressure to yield 39 g of a dark brown gum. This extract was suspended in distilled H₂O/MeOH (7:3 v/v) and partitioned with CHCl₃ and *n*-BuOH. The CHCl₃ fraction (3.6 g) was chromatographed over silica gel and by elution with 0–100% EtOAc/*n*-hexane mixtures. The fractions were combined into 12 subfractions (F 01–12) based on TLC similarity. F 05 [850 mg, eluted with *n*-hexane/EtOAc (8:2 v/v)] and F 08 [150 mg, eluted with *n*-hexane/EtOAc (6:4 v/v)] yielded the two new compounds 1 (314 mg, 0.81%) and 2 (63 mg, 0.16%). While F 10 [170 mg, eluted with *n*-hexane/EtOAc (1:1 v/v)] yielded compound 4 (136 mg, 0.35%). F 09 [45 mg, eluted with *n*-hexane(EtOAc (6:4 v/v))] was rechromatographed over silica gel by elution with 20–100% EtOAc/*n*-hexane mixtures to afford 3 (7 mg, 0.02%).

3-(2',4',5'-trimethoxyphenyl)propionic acid (1): Colorless needles, m.p. 95–96° C. – IR (KBr): ν_{\max} = 3514, 3438, 1705, 1645, 1524, 1452, 1206, 1034 cm⁻¹. – EIMS: *m/z* (rel. int.) = 240 ([M]⁺, 55.3), 225 (13.4), 197 (9.8), 181 (100), 151 (33.0). – ¹H NMR (CD₃OD): δ = 6.77 (1H, s, H-6'), 6.60 (1H, s, H-3'), 3.80 (3H, s, 4'-OCH₃), 3.78 (3H, s, 2'-OCH₃), 3.73 (3H, s, 5'-OCH₃), 2.79 (2H, t, *J* = 7.92 Hz, H-3), 2.49 (2H, t, *J* = 7.92 Hz, H-2). – ¹³C NMR (CD₃OD): δ = 177.3 (C-1), 153.5 (C-2'), 149.9 (C-4'), 144.2 (C-5'), 122.0 (C-1'), 116.6

(C-6'), 99.4 (C-3'), 57.7 (5'-OCH₃), 56.9 (4'-OCH₃), 56.7 (2'-OCH₃), 35.6 (C-2), 26.7 (C-3).

(+)-1 β ,4 β ,6 α -trihydroxyeudesmane (2): Colorless needles, m.p. 220–221° C. – $[\alpha]_D^{25}$ + 42° (c 0.05, MeOH). – IR (KBr): ν_{\max} = 3415, 2935, 2870, 1461, 1376, 1074, 1026 cm⁻¹. – EIMS: *m/z* (rel. int.) = 256 ([M]⁺, < 1), 241 ([M-CH₃]⁺, 3.5), 223 ([241-H₂O]⁺, 3.8), 205 ([241-2H₂O]⁺, 2.1), 123 (7.9), 101 (46.9), 81 (23.0), 55 (28.3), 43 (100). – ¹H and ¹³C NMR spectral data: see Table I.

(-)-1 β ,4 β ,7 α -trihydroxyeudesmane (3): Colorless prisms, m.p. 138–141° C (Lit. m.p. 135–141° C). – $[\alpha]_D^{25}$ - 1.1° (c 0.05, MeOH). – IR (KBr): ν_{\max} = 3435, 2933, 2859, 1466, 1376, 1271, 1027 cm⁻¹. – EIMS: *m/z* (rel. int.) = 256 ([M]⁺, < 1), 213 ([M-CH(CH₃)₂]⁺, 17.8), 195 ([213-H₂O]⁺, 71.4), 177 ([213-2H₂O]⁺, 32.1), 43 (100). – ¹H and ¹³C NMR spectral data: see Table I.

(+)-1 β ,4 β ,11-trihydroxy-8(7→6)-abeoeudesmane (4): Colorless prisms, m.p. 179–180° C (Lit. m.p. 174–175° C). – $[\alpha]_D^{25}$ + 12° (c 0.05, MeOH). – IR (KBr): ν_{\max} = 3353, 2971, 2863, 1465, 1373, 1266, 1185, 1024 cm⁻¹. – EIMS: *m/z* (rel. int.) = 256 ([M]⁺, < 1), 241 ([M-CH₃]⁺, 1.6), 223 ([241-H₂O]⁺, 9.7), 205 ([241-2H₂O]⁺, 2.1), 179 (23.0), 147 (14.1), 123 (48.7), 59 (30.9), 43 (100). – ¹H and ¹³C NMR spectral data: see Table I.

Acknowledgements

The authors are grateful to the Brazilian Agencies CAPES, CNPq, PRONEX, FUNCAP and FAPERJ for the fellowships and financial support.

Ioset J. R., Marston A., Gupta M. P., and Hostettmann K. (2000a), Antifungal and larvicidal cordiaquinones from the roots of *Cordia corimbosa*. *Phytochemistry* 53, 613–617.

Ioset J. R., Marston A., Gupta M. P., and Hostettmann K. (2000b), Antifungal and larvicidal compounds from the root bark of *Cordia alliodora*. *J. Nat. Prod.* 63, 424–426.

Kuroyanagi M., Seki T., Hayashi T., Nagashima Y., Kawahara N., Sekita S., and Satake M. (2001), Antiandrogenic triterpenoids from the Brazilian medicinal plant, *Cordia multispicata*. *Chem. Pharm. Bull.* 49, 954–957.

Lorenzi H. (2000), Árvores Brasileiras, Manual de Identificação e Cultivo de Plantas Arbóreas Nativas do Brasil. Editora Plantarum, Nova Odessa, SP, Vol. 01, p. 74.

Marston A., Zagorski M. G., and Hostettmann K. (1988), Antifungal polyphenols from *Cordia goetzei* Gürke. *Helv. Chim. Acta* 71, 1211–1219.

Menezes J. E. S. A., Lemos T. L. G., Silveira E. R., Braz-Filho R., and Pessoa O. D. L. (2001), Trichotomol, a new cadinenediol from *Cordia trichotoma*. *J. Braz. Chem. Soc.* 12, 787–790.

Sung T. V., Steffan B., Steglich W., Klebe G., and Adam G. (1992), Sesquiterpenoids from the roots of *Homalomena aromatica*. *Phytochemistry* 24, 97–101.

Sertié J. A. A., Basile A. C., Panizza S., Matida A. K., and Zelnik R. (1990), Anti-inflammatory activity and sub-acute toxicity of artemetin. *Planta Med.* 56, 36–40.

Taroda N. and Gibbs P. (1986a), Studies on the genus *Cordia* L. (Boraginaceae) in Brazil. A new infrageneric classification and conspectus. *Rev. Bras. Bot.* 9, 31–42.

Taroda N. and Gibbs P. (1986b), A revision of the Brazilian species of *Cordia* subgenus *varronia* (Boraginaceae). *Notes Royal Botanical Garden Edinburgh* 44, 105–140.

Zhao Y., Yue J., Lin Z., Ding J., and Sun H. (1997), Eudesmane sesquiterpenes from *Laggera pterodonta*. *Phytochemistry* 44, 459–464.

Article

Trichotomol, a New Cadinenediol from *Cordia trichotoma*

Jane E. S. A. Menezes^a, Telma L. G. Lemos^a, Edilberto R. Silveira^a,
Raimundo Braz-Filho^b and Otília D. L. Pessoa^{a*}

^aDepartamento de Química Orgânica e Inorgânica, Universidade Federal do Ceará,
CP 12.200, 60455-970, Fortaleza - CE, Brazil

^bSetor de Química de Produtos Naturais - LCQUI - CCT, Universidade Estadual do
Norte Fluminense, 28015-620, Campos - RJ, Brazil

Um novo sesquiterpeno, nomeado trichotomol e compostos conhecidos como cordiachrome C, α -cadinol, ácido oleanólico, oncocalyxona A, β -sitosterol, glicosídeo do β -sitosterol, alantoina e sacarose foram isolados a partir do extrato etanólico do cerne de *Cordia trichotoma*. Suas estruturas foram determinadas por análises espectroscópicas e comparação com dados publicados para compostos estruturalmente relacionados.

A new sesquiterpene, named trichotomol, and known compounds cordiachrome C, α -cadinol, oleanolic acid, oncocalyxone A, β -sitosterol, β -sitosterol- β -D-glucoside, allantoin and sucrose were isolated from the heart wood ethanol extract of *Cordia trichotoma*. Their structures were assigned unambiguously by spectroscopic analyses and comparison with the published data for structurally related compounds.

Keywords: *Cordia trichotoma*, Boraginaceae, sesquiterpene, trichotomol, cordiachrome C

Introduction

Cordia trichotoma Vell. (Boraginaceae) is a tropical tree, popularly known as "frei jorge"¹. According to a literature survey, several uses in traditional medicine such as cicatrizant, astringent, anti-inflammatory, antihelminthic, antimalarial, diuretic and to treat urinary infections, lung diseases and leprosy have been reported for several *Cordia* species²⁻⁴. No medicinal use has been reported for *C. trichotoma*, but its wood is recognized for its durability in carpentry and construction¹. Previous phytochemical investigations of plants from this genus have described several natural products structurally related to terpenoid quinone and hydroquinones⁵⁻⁷. In the last few years, several articles have been published on this kind of compounds, from *Auxenuma* genus⁸⁻¹⁰, belonging to the same family and formerly considered synonymous of *Cordia*. To the best of our knowledge, except for a publication in which the presence of eudesmol isomers from *C. trichotoma* wood¹¹ has been recorded, there have been no other reports of any similar chemical investigation in the literature. In this paper we describe the isolation and structure elucidation of the known compounds: β -sitosterol,

sitosterol- β -D-glucoside¹², oleanolic acid¹³, allantoin¹⁴, sucrose¹⁵, α -cadinol¹⁶, oncocalyxone A⁸, cordiachrome C⁵, and a new sesquiterpene, trichotomol (1). Although cordiachrome C (2) had been previously isolated from *C. millenii*, only the partial ¹H NMR data was provided but some doubt about its stereochemistry⁵ has remained. Here the complete ¹H and ¹³C spectral data and assignments for 2 are reported for the first time and used to corroborate the stereochemical aspects.

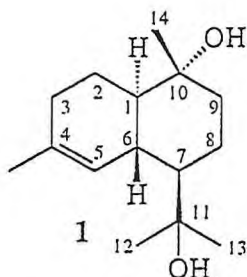
Results and Discussion

Compound 1 was obtained as colorless crystals, mp 159-160 °C and $[\alpha]_{589} = -17.1$ (c 0.7, CHCl₃, 23 °C). Its IR spectrum revealed hydroxyl (3353 cm⁻¹ and 1116 cm⁻¹) and olefinic (1657 cm⁻¹) absorptions.

The molecular formula C₁₅H₂₆O₂, which indicates three double-bond equivalents, was deduced using EIMS, ¹³C NMR, and DEPT analyses. The ¹³C NMR (BB and DEPT) spectra displayed signals corresponding to four methyl, four methylene, four methine, and three non-hydrogenated carbons. Resonances due to two olefinic carbons at δ_C 134.3 (C) and 124.7 (CH) in the ¹³C NMR spectrum accounted for one double-bond equivalent,

e-mail: otillia@dqoi.ufc.br

suggesting that **1** as a bicyclic compound. Two of the non-hydrogenated saturated carbons, δ_C 74.2 and 72.1, were shifted to high frequency indicating they were attached to oxygen atoms. The EIMS spectrum did not present the molecular ion, but showed ions at m/z 220 ($M - H_2O$) and 202 ($M - 2H_2O$), in agreement with the presence of two hydroxyl groups for **1**. The 1H NMR spectrum indicated resonances corresponding to four methyl groups, three of which were attached to carbons bearing hydroxyl groups: δ_H 1.09 (s), 1.19 (s) and 1.20 (s), while the third one (δ_H 1.64, s) due to the high frequency chemical shift seemed to be attached to a double bond. The presence of just one olefinic hydrogen δ_H 6.14 (br s), suggested the presence of a trisubstituted double bond which is in accordance with ^{13}C NMR data.



These data were similar to those reported for α -cadinol¹⁶. Except for the observed differences, especially for the carbon atoms at δ_C 53.0 (C-7), 74.2 (C-11), 24.1 (C-12) and 32.1 (C-13), of **1** in respect to those of α -cadinol, what could be explained by the existence of an additional C-11 hydroxyl group in **1**. The slight difference between the chemical shift of methyls C-12 and C-13 (δ_C 24.1 and 32.1, respectively) revealed that there is no free rotation around the single bond C₇-C₁₁, as expected. From the NOESY data it was possible to assign unambiguously the chemical shift of both carbons through the dipolar interaction of H-6 (δ_H 1.93) with the slightly more protected H-12 (δ_H 1.19) and the equatorial H-8 (δ_H 1.75) with the other one H-13 (δ_H 1.20). HMQC data it was easy to assign both carbon chemical shifts.

The relative stereochemistry of **1** was determined by analysis of the NOESY spectrum. The observed *nOes* for H-1 α , H-2 α , H-9 α and H-7 α ; for H-6 β , H-2 β and 3H-14 β were consistent with a *trans* configuration of the A/B rings. These data also suggested that the configurations of HO-10 and HO(CH₃)₂C-7 groups were α and β , respectively (Figure 1). Based on these data, the structure of **1** was determined as the 10 α ,11-dihydroxy-4-cadinene, which is a new sesquiterpene.

Compound **2** was obtained as an orange oil, and its molecular formula, C₁₆H₁₈O₂, was suggested by ^{13}C NMR,

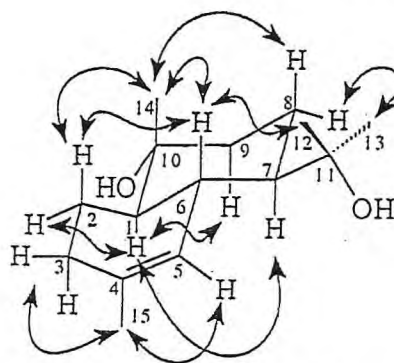


Figure 1. 1H - 1H dipolar correlations of **1** observed through NOESY experiment.

DEPT, and EIMS (m/z 242, $[M]^+$). The IR spectrum of **2** showed the presence of carbonyl (1680 cm^{-1}) and olefinic (1656 cm^{-1}) groups.

Comparative analysis of BB and DEPT - ^{13}C NMR spectra revealed six sp^3 carbons (two methyls, two methylenes, one methine and one quaternary), two carbonyl groups and eight sp^2 carbons (three non-hydrogenated, three methines and two methylenes). The presence of a 1,4-benzoquinone moiety was revealed by the chemical shifts for H-2 (δ_H 6.70, d, J 9.2 Hz) and H-3 (δ_H 6.68, d, J 9.2 Hz), and for the carbons atoms C-1 (δ_C 187.1) and C-4 (δ_C 186.9).

The 500 MHz 1H NMR spectrum presented information for all signals, including the homoallylic coupling of the methylene groups 2H-5 [δ_H 2.66 (H-5 α), 2.24 (H-5 β)], and 2H-8 [δ_H 2.60 (H-8 β), 2.44 (H-8 α)]. The signal at δ_H 2.18 (dd, J 11.1 and 5.0 Hz) was attributed to H-10a, whose coupling constant values correspond to vicinal spin-spin interaction between hydrogens H-10 and H-10a.

1H - and ^{13}C -NMR spectra (DEPT and HMQC) also showed signals related to the methylene of a vinyl group -CH=CH₂ (δ_H [5.87 (dd, J 10.9 and 17.5 Hz, H-14), 4.98 (d, J 10.9 Hz, H-15a), 4.87 (d, J 17.7 Hz, H-15b)] and the methylene of an isopropenyl group -C(CH₃)=CH₂ (δ_H [4.88 (s, H-12a), 4.74 (s, H-12b), 1.73 (s, 3H-13)]). The heteronuclear long-range interaction between the methyl carbon CH₃-13 [δ_C 23.2; δ_H 1.73 (s)] and hydrogens 2H-12 (δ_H [4.88 (s) and 4.74 (s)] and H-7 (δ_H 2.18, dd, J 11.1 and 5.0 Hz) observed in the HMBC spectrum, was also used to locate that methyl at carbon C-5 (δ_C 145.1).

The *cis* relative configuration for the double bond moieties was supported from the chemical shift at δ 1.11 corresponding to the angular methyl (CH₃-16)⁵. The proposed stereochemistry was also supported by the NOESY experiment (Figure 2), that showed correlation between H-5 β , 3H-16 and H-7. Thus, **2** was identified as 6-ethenyl-5,6,7,8-tetrahydro-6-methyl-7-(1-methyl-ethenyl)-1,4-naphthalenedione.

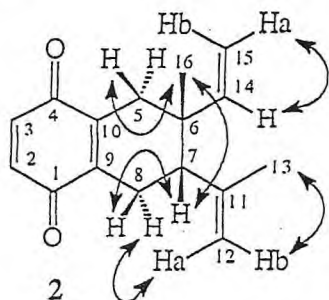


Figure 2. $^1\text{H} - ^1\text{H}$ dipolar correlations of **2** observed through NOESY experiments.

Experimental

General experimental procedures

Melting points were determined using a melting point apparatus and are uncorrected. IR spectra were obtained on a Perkin-Elmer 1000 FT-IR instrument. EIMS data were obtained using a VG-Auto Spec mass spectrometer. Optical rotations were measured in a Perkin-Elmer 341 digital polarimeter. The NMR spectra were recorded in a Bruker DRX 500 [500 MHz (^1H) and 125 MHz (^{13}C)] spectrometer. Chemical shifts were recorded in δ (ppm) from TMS relative to the solvent absorption relative to TMS, CDCl_3 δ (7.24 and 77.0 ppm), and $\text{DMSO}-d_6$ (2.49 and 39.5 ppm). Column chromatography (CC) was performed using silica gel 60 (Merck). TLC analysis were performed on precoated silica gel UV_{254} plates (Aldrich). Visualization of TLC plates was performed using a mixture of vanillin-perchloric acid-EtOH as a spray reagent. Spots were visualized by spraying the plates and then heating them at 100 °C for 1-3 min in an oven.

Plant material

Cordia trichotoma was collected in March 1998, at the Meruoca mountain, State of Ceará, Brazil, and identified by A. S. Nogueira de Castro and E. P. Nunes, botanists of the Universidade Federal do Ceará, where a voucher specimen is deposited (Herbarium Prisco Bezerra, No. 25.165).

Extraction and Isolation

The air-dried and pulverized heartwood (2.0 kg) was exhaustively extracted with EtOH at room temperature and then concentrated under vacuum to yield 124.0 g of a brown residue. The ethanol extract was first fractionated by CC with hexane, CHCl_3 , EtOAc and MeOH. The hexane fraction was subjected to CC and eluted with mixtures of hexane and EtOAc of increasing polarities to give β -sitosterol (176.0 mg, mp 162-164 °C), oleanolic acid (25.0 mg, mp

>300 °C), α -cadinol (58.0 mg, mp 73-74 °C) and the new compound **1** (186.0 mg, mp 158-160 °C). Similarly, CC of the CHCl_3 fraction, eluting with a hexane-EtOAc gradient, yielded oncocalyxone A (73.0 mg, mp 208-209 °C) and cordiachrome C (2, 32.6 mg). The EtOAc fraction gave β -sitosterol- β -D-glucoside (287.0 mg, mp 289-292 °C), after repeated CC, using EtOAc-MeOH as eluent. From the MeOH fraction a precipitate was collected and was identified as sucrose (2.96 g, mp 185-186 °C). The residue from the supernatant MeOH fraction, after evaporation, was submitted to CC. Elution with increasing polarity with $\text{CHCl}_3/\text{EtOAc}$ gave allantoin (630.0 mg, mp 230-232 °C).

Compound 1. $\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}_2$, 10 α /11-dihydroxy-4-cadinene. (185.6 mg, 1.49 %); colorless crystal, mp 159 - 160 °C (CHCl_3); $[\alpha]_{589} = -17.1$ (c 0.7, CHCl_3 , 23 °C); IR $\nu_{\text{max}}/\text{cm}^{-1}$ 3353, 2961, 2863, 1657, 1457, 1375, 1116 (KBr); ^1H NMR (CDCl_3 , 500 MHz) δ 1.26 (m, H-1), 1.99 (m, H-2 α), 1.25 (m, H-2 β), 1.98 (m, H-3 β), 1.92 (m, H-3 α), 6.14 (s, H-5), 1.93 (m, H-6), 1.21 (m, H-7), 1.75 (m, H-8 α), 1.03 (m, H-8 β), 1.46 (dq, J 3.4 and 12.5 Hz, H-9 α), 1.78 (dq, J 3.4 and 12.5 Hz, H-9 β), 1.19 (s, 3H-12), 1.20 (s, 3H-13), 1.09 (s, 3H-14), 1.64 (s, 3H-15); ^1H NMR ($\text{DMSO}-d_6$, 500 MHz) δ 4.04 (s, HO-10), 4.11 (s, HO-11); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 125 MHz) δ 49.8 (CH-1), 22.7 (CH₂-2), 30.6 (CH₂-3), 134.3 (C-4), 124.7 (CH-5), 40.8 (CH-6), 53.0 (CH-7), 27.1 (CH₂-8), 42.3 (CH₂-9), 72.1 (C-10), 74.2 (C-11), 24.1 (CH₃-12), 32.1 (CH₃-13), 20.7 (CH₃-14), 24.1 (CH₃-15); EIMS (70 eV) m/z 220 (M - H₂O, 5), 202 (M - 2H₂O, 47), 43 (100).

Compound 2. $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_2$, 6-ethenyl-5,6,7,8-tetrahydro-6-methyl-7-(1-methylethenyl)-1,4-naphthalenedione. (32.6 mg, 0.026 %); orange oil; $[\alpha]_{589} = -1.11$ (c 0.27, CHCl_3 , 23 °C); IR $\nu_{\text{max}}/\text{cm}^{-1}$ 2920, 2851, 1680, 1656, 1464, 1376, 1278, 908, 725 (film); ^1H NMR (CDCl_3 , 500 MHz) δ 6.69 (d, J 9.2 Hz, H-2), 6.67 (d, J 9.2 Hz, H-3), 2.66 (d, J 19.4 Hz, H-5 α), 2.24 (ddd, J 19.4, 4.1 and 2.4 Hz, H-5 β), 2.18 (dd, J 11.1 and 5.0 Hz, H-7), 2.60 (dd, J 19.9 and 2.6 Hz, H-8 β), 2.44 (dddd, J 19.9, 11.1, 4.1 and 2.0 Hz, H-8 α), 4.89 (s, H-12a), 4.74 (s, H-12b), 1.73 (s, Me-13), 5.87 (dd, J 17.5, and 10.9 Hz, H-14), 4.98 (d, J 10.9 Hz, H-15a), 4.87 (d, J 17.5 Hz, H-15b), 1.11 (s, Me-16); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 125 MHz) δ 186.9 (C-1), 136.3 (CH-2), 136.3 (CH-3), 187.1 (C-4), 36.2 (CH₂-5), 37.7 (C-6), 49.4 (CH-7), 26.5 (CH₂-8), 141.6 (C-9), 140.7 (C-10), 145.0 (C-11), 113.8 (CH₂-12), 23.1 (CH₃-13), 141.3 (CH-14), 113.4 (CH₂-15), 26.1 (CH₃-16); EIMS (70 eV) m/z 242 (M⁺, 15), 227 (M - CH₃, 100), 199 (19).

Acknowledgments

The authors are grateful to CNPq, CAPES, FUNCAP, and

BNB for financial support; to A. S. Nogueira de Castro and E. P. Nunes for plant identification, to CENAUREMN/UFC for the NMR spectra and to PADETEC/UFC for the MS spectra.

References

1. Lorenzi, H. *Árvores Brasileiras*; Editora Plantarum Ltda; 1992, p. 74.
2. Sertié, J. A. A.; Basile, A. C.; Panizza, S.; Matida, A. K.; Zelnik, R. *Planta Med.* 1990, 56, 36.
3. Marston, A.; Zagorski, M. G.; Hostettmann, K. *Helv. Chim. Acta* 1988, 71, 1210.
4. Tiwari, R. D.; Srivastava, K. C.; Shukla, S.; Bajpai, R. K. *Planta Med.* 1967, 15, 144.
5. Moir, M.; Thomson, R. H.; Hauson, B. M.; Simatupang, M. H. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* 1972, 363.
6. Moir, M.; Thomson, R. H. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. I*, 1973, 1352.
7. Manners, G. D.; Jurd L. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. I*, 1977, 405.
8. Pessoa, O. D. L.; Lemos, T. L. G.; Silveira, E. R.; Braz-Filho, R. *Nat. Prod. Lett.* 1993, 2, 145.
9. Pessoa, O. D. L.; Lemos, T. L. G.; Carvalho, M. G.; Braz-Filho, R. *Phytochemistry* 1995, 40, 1777.
10. Costa, G. M.; Lemos, T. L. G.; Pessoa, O. D. L.; Monte, F. J. Q.; Braz-Filho, R. *J. Nat. Prod.* 1999, 62, 1044.
11. Seikel, M. K.; Rowe, J. W. *Phytochemistry* 1964, 3, 27.
12. Macari, P. A. T.; Emerenciano, V. P.; Ferreira, Z. M. G. S. *Quim. Nova* 1990, 13, 260.
13. Pouchart, C. J.; Behnke, J. *The Aldrich Library of C^{13} and H^1 NMR Spectra* New York - USA, 1993.
14. Coxon, B.; Fatiadi, A. J.; Sniegosk, L. T.; Hertz, H. S.; Schaffer, R. *J. Org. Chem.* 1977, 42, 3132.
15. Pfeffer, P. E.; Valentine, K. M.; Parrish, F. W. *J. Am. Chem. Soc.* 1979, 107, 1265.
16. Chalchat, J. C.; Garry, R. P.; Michet, A. *Planta Med.* 1985, 3, 285.

Received: July 14, 2000

Published on the web: September 13, 2001

A Cytotoxic Meroterpenoid Benzoquinone from Roots of *Cordia globosa*

Jane Eire S. Alencar de Menezes¹
Telma Leda G. Lemos¹
Otilia Deusdênia L. Pessoa¹
Raimundo Braz-Filho²
Raquel C. Montenegro³
Diego Veras Wilke³
Letícia V. Costa-Lotuf³
Cláudia Pessoa³
Manoel Odorico de Moraes³
Edilberto R. Silveira¹

Abstract

(1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-Dimethoxy-1a,7a-dimethyl-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahydrocyclopropa[3,4]cyclopenta[1,2-b]naphthalene-3,6-dione (1), a new meroterpenoid benzoquinone, and microphyllaquinone (2), a known naphthoquinone, have been isolated from roots of *Cordia globosa*. Both structure determinations were performed by conventional spectroscopic methods, including inverse detection NMR techniques, and by comparison with data from the literature for related compounds. Compound 1 displayed considerable cytotoxic activity against several cancer cell

lines with IC₅₀ values in the range of 1.2 to 5.0 µg/mL. The cytotoxic activity seemed to be related to DNA synthesis inhibition, as revealed by the reduction of 5-bromo-2'-deoxyuridine incorporation, and apoptosis induction, as indicated by the acridine orange/ethidium bromide assay and morphological changes after 24 h of incubation on leukemic cells.

Key words

Cordia globosa · Boraginaceae · benzoquinone · naphthoquinone · cytotoxic activity

Introduction

The genus *Cordia* L. (Boraginaceae) has proven to be a prolific producer of structurally diverse secondary metabolites including triterpenes [1], sesquiterpenes [2], flavonoids [3], chromenes, hydroquinones [4] and saponins [5], besides an interesting and significant number of terpenoid naphthoquinones and benzoquinones, including, in some cases, their reduced forms [6], [7]. Many plants of this genus, for instance *C. verbenacea* DC and *C. curassavica* Roemer and Schultes, are widely used in traditional folk medicine for their medicinal properties such as wound-healing promoter, anti-inflammatory, expectorant, astringent and diuretic [3], [7]. Furthermore, several compounds originally

isolated from plants of this genus showed a broad range of biological activities, such as anti-androgenic, anti-inflammatory, anti-fungal and larvicidal properties [1], [3], [7]. To further understand the chemotaxonomy of the genus and to continue searching for novel bioactive agents from *Cordia* species, *Cordia globosa* (Jacq.) H.B.K. (syn.: *Varronia globosa* Jacq.), an annual, aromatic shrub, well dispersed among the Northeastern Brazil flora was chosen for investigation, due to its ethnopharmacological uses in the treatment of rheumatism, dyspepsia and menstrual pains [8]. Moreover, its leaves and stems have demonstrated spasmolytic and vasodilator activities [8]. As part of a collaborative program to discover cytotoxic metabolites from plant sources where several natural products from higher plants have been evaluated

Affiliation

¹ Curso de Pós-Graduação em Química Orgânica, Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil

² Setor de Química de Produtos Naturais - LCQUI - CCT, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Rio de Janeiro, Brasil

³ Departamento de Fisiologia e Farmacologia, Faculdade de Medicina, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil

Correspondence

Dr. Otilia Deusdênia L. Pessoa · Departamento de Química Orgânica e Inorgânica · Centro de Ciências · Universidade Federal do Ceará · Caixa Postal 12200 · CEP 60021-970 Fortaleza-CE · Brasil · Phone: +55-85-288-9441 · Fax: +55-85-288-9782 · E-mail: opessoa@ufc.br

Received April 19, 2004 · Accepted August 31, 2004

Bibliography

Planta Med 2005; 71: 54-58 · © Georg Thieme Verlag KG Stuttgart · New York
DOI 10.1055/s-2005-837751
ISSN 0032-0943

[9], [10], [11] we decided to investigate the roots of *C. globosa*, particularly because of its high potential as a source of quinones. The present work reports the isolation and structural determination of a new and unusual type of meroterpenoid benzoquinone (1), and also of the already known cytotoxic naphthoquinone, microphyllaquinone (2) [10]. In addition, the *in vitro* antiproliferative activity of 1 against five cancer cell lines, as well as its ability to induce apoptosis and the effect on DNA synthesis is also reported.

Materials and Methods

General experimental procedures

Melting points were determined using a digital Mettler Toledo FP90 apparatus. The optical rotations were measured on a Perkin-Elmer 341 digital polarimeter. IR spectra were obtained on a Perkin-Elmer 1000 FT-IR spectrometer. EI-MS was acquired with the direct insertion probe on a Shimadzu spectrometer at 70 eV. The NMR spectra were recorded in CDCl₃ on a Bruker Avance DRX-500 (500 MHz for ¹H and 125 MHz for ¹³C) spectrometer. ¹H-NMR and ¹³C-NMR chemical shifts were referenced to residual CHCl₃ ($\delta_{\text{H}} = 7.26$) and the central peak of CDCl₃ ($\delta_{\text{C}} = 77.0$), respectively. Silica gel 60 (70–230 mesh, VETEC) and silica gel 60 (0.063–0.200 mm, Merck) were employed for column chromatography, while TLC analyses was carried out on precoated silica gel sheets on polyethylene (F₂₅₄, 0.20 mm, MERCK). Chromatographic fractions as well as pure compounds were monitored by TLC, detected by UV light at 250 nm (UV GL-25 Mineralight lamp) and color reaction by spraying with a solution of vanillin/perchloric acid/EtOH followed by 5 min heating at 100 °C.

Plant material

The roots of *C. globosa* (Jacq.) H.B.K. were harvested from Acarape County, State of Ceará, Brazil, in August 2001 and, authenticated

by Professor Edson P. Nunes of the Departamento de Biologia, Universidade Federal do Ceará. A voucher specimen (#30.005) has been deposited at the Herbarium Prisco Bezerra (EAC), Universidade Federal do Ceará.

Extraction and isolation

Air-dried and powdered roots (1.5 kg) of *C. globosa* were extracted with hexane (2 × 9 L), followed by EtOH (2 × 9 L), at room temperature. After evaporation of the solvents, under reduced pressure, 15.0 g (1.1%) and 61.0 g (4.1%) of the crude extracts, respectively, were obtained. Both extracts were evaluated for their cytotoxic potential, but only the hexane extract was found to be active (data not shown). The hexane extract (14.0 g) was then coarsely fractionated over silica gel (50 g) employing hexane (1 L), CH₂Cl₂ (1 L), CHCl₃ (1 L) and EtOAc (0.6 L) to afford the respective fractions. Repeated flash chromatography over a silica gel (30 g) column (i.d. 2.5 cm) of the CH₂Cl₂ fraction (1.9 g) using hexane:EtOAc (9:1, 320 mL) as eluent led to the isolation of 1 (29 mg), detected by TLC (SiO₂, hexane-EtOAc 7:3, R_f = 0.40). The CHCl₃ fraction (3.0 g) was chromatographed on a silica gel (30 g) column (i.d. 3.5 cm) using a stepwise gradient solvent system consisting of hexane-CH₂Cl₂ (9:1, 8:2, 7:3, 5:5, 3:7 and 0:10) and then CH₂Cl₂-EtOAc 1:1 (10 × 8.0 mL, each), followed by MeOH (4 × 8 mL). A total of 74 subfractions (8 mL) were collected and monitored by TLC. Subfractions 33–42 yielded 2 (18 mg), detected by TLC (SiO₂, CH₂Cl₂-CHCl₃ 7:3, R_f = 0.43).

(1aS*,1bS*,7aS*,8aS*)-4,5-Dimethoxy-1a,7a-dimethyl-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahydrocyclopropa[3,4]cyclopenta[1,2-b]naphthalene-3,6-dione (1): Yellowish oil; [α]_D²⁵: +4.8 (c 0.05, CHCl₃); IR: ν_{max} = 2918, 1647, 1609, 1456, 1016 cm⁻¹; ¹H- and ¹³C-NMR (CDCl₃, 500 and 125 MHz) see Table 1; EI-MS: *m/z* = 302 (M⁺, 100), 287 (76), 255 (26), 231 (25), 203 (24), 128 (32), 115 (54), 91 (96).

Table 1 ¹H (500 MHz) and ¹³C (75 MHz) NMR spectral data^a for 1

Position	δ_{C}	δ_{H}	$^2J_{\text{CH}}$ ^b	$^3J_{\text{CH}}$ ^b
1	33.9	0.94, H β ; 0.34 (t, <i>J</i> = 3.9), H α		H-7a; H-1b; 3H-9
1a	26.9	–	H-1b; 3H-9	
1b	50.8	1.17 (dd, <i>J</i> = 12.8; 5.3), H β	3H-9; 3H-10	
2	23.1	2.84 (ddd, <i>J</i> = 19.3; 5.3; 2.5), H α ; 2.21, H β	H-1b	
2a	141.4	–		
3	184.9	–		
4	145.1	–		
5	144.9	–		
6	184.8	–		
6'	141.2	–		
7	36.7	2.59 (dd, <i>J</i> = 18.9; 2.20), H β ; 2.06, H α	3H-10	
7'	49.8	–	3H-10	H-6a
8	45.2	2.03 (dd, <i>J</i> = 12.6; 6.80), H β ; 1.00, H α		3H-10
8'	27.1	1.22	2H-1	H-1b; 3H-9
9	19.8	1.21 (s)		H-1b
10	20.1	0.85 (s)		2H-8; H-1b
OME	61.7	3.98 (s)		
OME	61.6	4.01 (s)		

^a Assignments were based on DEPT, COSY, HMQC, HMBC and NOESY experiments. Coupling constants (*J*) in Hz. Superimposed ¹H signals are described without multiplicity. ^b $^nJ_{\text{CH}}$ and $^nJ_{\text{H}}$ refer to the long-range heteronuclear correlations observed through HMBC.

phyllaquinone (2): Red crystals; m.p. 198–200 °C; $[\alpha]_D^{25}$: -3.0 (c 0.05, CHCl₃); IR: ν_{max} = 3403, 1665, 1595, 1439, 1242, 1039 cm⁻¹; EI-MS: m/z = 440 (M⁺, 35), 425 (16), 408 (9), 393 (100), 365 (16), 183 (11), 154 (9), 126 (7). ¹H- and ¹³C-NMR (CDCl₃) data, in agreement with literature values [10].

Cytotoxicity assay

The cytotoxic potential of 1 (0.39 to 25 µg/mL) was evaluated against five tumor cell lines (National Cancer Institute, Bethesda, MD, USA): B-16 (murine skin), HCT-8 (human colon), MCF-7 (human breast) and, CEM and HL-60 (human leukemias), using the 3-(4,5-dimethyl-2-thiazolyl)-2,5-diphenyl-2H-tetrazolium bromide (MTT) assay as described by Mosmann [12] after 72 h of incubation. Doxorubicin was used as positive control.

Trypan blue exclusion

Cell viability was determined by the Trypan blue dye exclusion test on HL-60 human leukemia cells after 24 h of incubation [13]. For the experiments, the cells (3 × 10⁵ cells/mL) were incubated with 1 at the concentration of 1, 2.5 and 5 µg/mL. Viability of untreated and DMSO treated cells was also assessed and was always greater than 95%. Doxorubicin (0.3 µg/mL) was used as a positive control.

Analysis of morphological changes

Untreated or meroterpenoid benzoquinone-treated (1, 2.5 and 5 µg/mL, 24 h) HL-60 cells were examined for morphological changes by microscopy. To assay the nuclear morphology, cells were harvested, placed on a glass slide using cytospin, fixed with 96% ethanol for 1 h and stained with eosin-hematoxylin. Doxorubicin (0.3 µg/mL) was used as a positive control.

Assessment of apoptosis

Acridine orange/ethidium bromide (AO/EB) staining of HL-60 cells (3 × 10⁵ cells/mL) was done to observe the apoptotic pattern induced by increasing concentrations of the compound 1 (1, 2.5 and 5 µg/mL) after 24 h of incubation according to the method described by Cury-Boaventura [14]. Doxorubicin (0.3 µg/mL) was used as a positive control. After the incubation, cells were pelleted and resuspended in 25 µL of PBS. Afterwards, each sample was mixed with 1 µL AO/EB solution (1 part of 100 µg/mL of AO in PBS; 1 part of 100 µg/mL EB in PBS) just prior to microscopic examination and quantification. The cell suspension (10 µL) was placed on a microscopic slide, covered with a glass coverslip, and at least 300 cells were examined under the fluorescence microscope using a fluorescein filter and a 40× objective lens. The percentages of viable, apoptotic and necrotic cells were then calculated.

Inhibition of DNA synthesis

HL-60 cells (3 × 10⁵ cells/mL) were plated onto 24-well tissue culture (2 mL/well) and treated with 1 for 24 h at the concentrations of 1, 2.5 and 5 µg/mL. Doxorubicin (0.3 µg/mL) was used as a positive control. Ten microliters of 5-bromo-2'-deoxyuridine (BrdU, 10 mM) was added to each well and incubated for three hours at 37 °C before the complete period of drug incubation. To assay the amount of BrdU incorporated on cell DNA, cells were harvested, placed on a glass slide using cytospin, and left to dry for 2 h at room temperature. Cells that had incorporated BrdU were labelled by direct peroxidase immunocytochemistry utilizing the chromogen DAB. Slides were counterstained with hematoxylin,

mounted, and coverslipped. Evaluation of BrdU incorporation was accomplished by microscopy [15]. Two hundred cells were counted per sample to get the percentage of positive cells.

Statistical analysis

For cytotoxicity assays, the IC₅₀ values and their 95% confidence intervals (CI 95%) were obtained by non-linear regression using the GRAPHPAD program (Intuitive Software for Science, San Diego, CA). For cell viability and apoptosis assessment, the differences between experimental groups were compared by ANOVA followed by Student Newman Keuls. For inhibition of DNA synthesis, the differences between experimental groups were compared by χ^2 . The significance level was $p < 0.05$.

Results and Discussion

Compound 1 was isolated as a yellowish oil. Its molecular formula was established as C₁₈H₂₂O₄ from ¹³C-NMR spectral data and analysis of its EI-MS, which revealed a molecular ion peak at m/z = 302 (M⁺). Its IR spectrum showed a conjugated carbonyl absorption at 1647 cm⁻¹ and olefinic absorptions at 1609 and

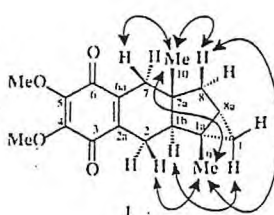


Fig. 1 Important ¹H,¹H-NOESY correlations observed for (1a5', 1b5', 7a5', 8a5')-4,5-dimethoxy-1a,7a-dimethyl-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahydrocyclopropa[3,4]cyclopenta[1,2-b]naphthalene-3,6-dione (1) and chemical structure of 2.

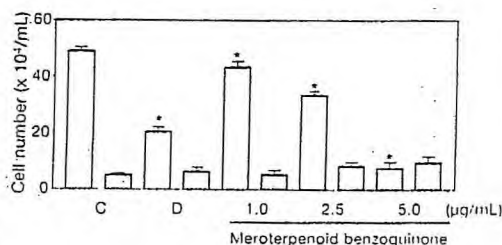
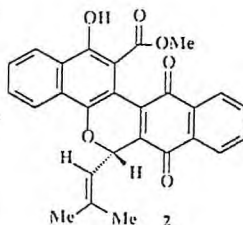


Fig. 2 Effect of 1 on HL-60 cell viability determined by trypan blue staining after 24 h incubation. Open columns show the number of viable cells and hatched columns show the number of non-viable cells. Negative control (C) was performed in the presence of vehicle used for dissolution of tested substances. Doxorubicin (0.3 µg/mL) was used as positive control (D). *, $p < 0.05$ compared to control by ANOVA followed by Student Newman Keuls. Experiments were performed in triplicate.

1513 cm⁻¹. The ¹H-NMR of **1** displayed only sp³ hydrogen signals (δ = 0.85–4.01), while its ¹³C-NMR spectrum showed eighteen carbon resonances. Based on interpretation of the ¹H- and ¹³C-NMR spectra, including a DEPT 135 experiment, the compound possessed two carbonyl groups (δ = 184.8 and 185.0), two tetrasubstituted double bonds (δ = 141.2, 141.4, 144.9, 145.1) and two methoxy groups (δ/δ_{H} = 61.6/4.01 and 61.7/3.98), consistent with a 2,3-dimethoxy-1,4-benzoquinone moiety [16]. Additionally the ¹³C-NMR spectrum of **1** revealed signals corresponding to ten sp³ carbon atoms: two non-hydrogenated [δ = 26.8 (C-1a) and 49.7 (C-7a)], two methines [δ = 27.1 (C-8a) and 50.8 (C-1b)], four methylenes [δ = 33.9 (C-1), 45.2 (C-8), 36.7 (C-7) and 23.1 (C-2)] and two methyl groups [δ = 19.8 (C-9) and 20.1 (C-1)]. Full assignments of the hydrogen and carbon signals were unambiguously ascribed with the aid of an HMQC experiment (Table 1). Consequently, after subtraction of the benzoquinone unit, a partial elemental composition of C₁₀H₁₆ could be calculated for the remaining atoms of the molecule. This revealed the terpenoid character of **1**, in agreement with the presence of terpenoid quinones previously isolated from *Cordia* species [6], [7]. The ¹H-NMR spectrum showed the presence of two singlets for two angular methyl groups at δ = 0.85 (3H-10) and 1.21 (3H-9), and signals at δ = 0.94 and 0.34 (t, J = 3.9 Hz) both correlating to the same carbon at δ = 33.9 attributed to the geminal hydrogens of the methylene characteristic of a cyclopropane ring. The angular methyl signal at δ = 0.85 (3H-10) showed HMBC correlations to C-8 (δ = 45.2), C-7 (δ = 36.7) and C-1b (δ = 50.8) establishing its position at carbon atom C-7a (δ = 49.8), while the second angular methyl signal at δ = 1.21 (3H-9) showed correlations with C-1 (δ = 33.9), C-8a (δ = 27.1) and (C-1b) (δ = 50.8) determining its position to C-1a (δ = 26.9) and, at the same time, revealing

contiguity with the cyclopropane ring. The relative *trans*-configuration for the B/C ring junction was determined by the chemical shift value at δ = 0.85 corresponding to the angular methyl (3H-10) [17], which was also supported by correlations observed in the NOESY experiment (Fig. 1). The methyl group at C-7a (3H-10) showed NOE with H-7 β (δ = 2.59) and H-8 β (δ = 2.03). Similarly, the orientation of the methyl group at C-1a (3H-9) was also assigned as β by NOE correlations with H-2 β (δ = 2.21) and H-8 β (δ = 2.03). Furthermore, the orientation of the cyclopropane ring was established as α by the observed NOE correlation between the hydrogen signals at δ = 0.34 corresponding to one hydrogen of the methylene (H-1 α) with H-1b α (δ = 1.17), what was confirmed by the NOE effect for both upward methyls C-9 and C-10. Thus, the structure of **1** was elucidated as (1aS',1bS',7aS',8aS')-4,5-dimethoxy-1a,7a-dimethyl-1,1a,1b,2,7,7a,8,8a-octahydrocyclopropa[3,4]cyclopenta[1,2-b]naphthalene-3,6-dione.

The MTT analysis showed that the isolated compound exhibited cytotoxic activities against five cancer cell lines with IC₅₀ values in the range of 1.24 to 5.04 μ g/mL after 72 h of incubation (Table 2). Analysis of HL-60 cells viability after 24 h of incubation by trypan blue exclusion revealed that compound **1** significantly reduced the number of viable cells, corroborating with the MTT analysis (Fig. 2).

Such antiproliferative effects were further investigated in order to assess the mechanism of cytotoxic action presented by the isolated meroterpenoid benzoquinone (**1**). Morphological examination of promyelocytic HL-60 leukemia treated and untreated cells revealed severe changes (data not shown). Reduction in cell volume, chromatin condensation and fragmentation of the

Table 2 Cytotoxic activity of **1** on tumor cell lines. Doxorubicin was used as positive control. Data are presented as IC₅₀ values and 95% confidence intervals obtained by non-linear regression for leukemias (HL-60 and CEM), breast (MCF-7), colon (HCT-8) and skin (B-16) cancer cells from three independent experiments.

Cell line	1 IC ₅₀ μ g/mL (μ M)	Doxorubicin IC ₅₀ μ g/mL (μ M)
B16	1.30 (4.30); 1.06–1.6	0.03 (0.05); 0.02–0.04
MCF-7	5.04 (16.70); 4.24–5.99	0.20 (0.34); 0.17–0.24
HCT-8	2.49 (8.21); 2.07–2.99	0.04 (0.06); 0.03–0.05
HL-60	1.56 (5.16); 1.16–2.1	0.02 (0.03); 0.01–0.02
CEM	1.24 (4.07); 0.86–1.78	0.02 (0.03); 0.01–0.02

Table 3 Determination of the proportion of necrotic and apoptotic HL-60 leukemic cells treated for 24 h with increasing concentrations of **1**. Doxorubicin was used as positive control. Data represent mean \pm SEM obtained from 3 different fields using fluorescence microscopy (\times 400)

	Concentration μ g/mL (μ M)	Viable Cells (%)	Apoptotic Cells (%)	Necrotic Cells (%)
Control	–	98.67 \pm 0.67	1.33 \pm 0.67	0.00 \pm 0.00
Doxorubicin	0.3 (0.52)	37.67 \pm 2.96*	61.33 \pm 3.18*	1.00 \pm 0.77
1	1.0 (3.31)	73.67 \pm 1.76*	26.33 \pm 1.76*	0.00 \pm 0.00
	2.5 (8.28)	84.00 \pm 1.73*	16.00 \pm 1.73*	0.00 \pm 0.00
	5.0 (16.56)	28.00 \pm 1.00*	70.00 \pm 1.15*	2.00 \pm 0.57*

* p < 0.05, ANOVA followed by Student Newman Keuls.

Table 4 Inhibition of 5-bromo-2'-deoxyuridine (BrdU) incorporation by 1 on HL-60 human leukemic cells. Doxorubicin was used as positive control: Data are reported as percent of Brd-U incorporation per 200 cells. T/C ratio was calculated using the % labeled cells: treated/control

	Concentration $\mu\text{g/mL}$ (μM)	BrdU incorporation (%)	T/C
Control	–	66.5	–
Doxorubicin	0.3 (0.52)	36.0	0.54*
1	1.0 (3.31)	59.5	0.89
	2.5 (8.28)	40.5	0.61*
	5.0 (16.56)	n.d.	n.d.

* $p < 0.05$ compared by χ^2 test.

n. d. = not determined because most cells are non-viable.

nuclei – a morphology consistent with apoptosis – were observed after 24 h of incubation with compound 1, beginning at a concentration of 1.0 $\mu\text{g/mL}$, and getting more intense at the higher concentrations of 2.5 and 5 $\mu\text{g/mL}$. Such morphological changes were also observed in the presence of doxorubicin at 0.3 $\mu\text{g/mL}$. The proportion of viable, apoptotic and necrotic HL-60 cells after treatment with the isolated compound (1, 2.5 and 5 $\mu\text{g/mL}$) for 24 h was determined (Table 3). Treatment with 1.0 $\mu\text{g/mL}$ showed 26.3% apoptotic cells and no necrotic cells, while at the concentration of 5.0 $\mu\text{g/mL}$, 70.0% apoptotic cells and 2% necrotic cells were observed. Therefore, under these conditions, the isolated compound leads HL-60 cells to death mainly by causing apoptosis.

The effect of compound 1 on DNA synthesis was also evaluated. The data in Table 4 show the inhibition of BrdU incorporation (11 and 39% at the concentrations of 1.0 and 2.5 $\mu\text{g/mL}$, respectively) by HL-60 cells after 24 h of incubation with 1. At the highest concentration (5 $\mu\text{g/mL}$), it was not possible to determine the amount of BrdU incorporation, due to the high number of dead cells.

Benzoquinones have been extensively studied as antitumor agents [18], and many anti-cancer drugs of clinical and research interests contain the quinone nucleus. According to several authors quinone-containing drugs generate reactive oxygen free radicals that have been implicated in drug cytotoxicity [18], [19], [20]. Moreover, a correlation was observed between the cytotoxicity and both DNA cross-link and DNA strand-break formation [18].

Acknowledgements

The authors are grateful to the Brazilian Agencies CAPES, CNPq, PRONEX, FINEP and FUNCAP for fellowship and financial support. The authors also thank the National Cancer Institute (Bethesda, MD, USA) for kindly provide the tumor cell lines used in this study. The technical assistance of Silvana França dos Santos is also acknowledged.

References

¹ Kuroyanagi M, Seki T, Hayashi T, Nagashima Y, Kawahara N, Sekita S, Satake M. Anti-androgenic triterpenoids from Brazilian medicinal plant. *Chem Pharm Bull* 2001; 49: 954–7

- ² Menezes JESA, Lemos TLG, Silveira ER, Braz-Filho R, Pessoa ODL. Trichotomol, a new cadinenediol from *Cordia trichotoma*. *J Braz Chem Soc* 2001; 12: 787–90
- ³ Sertié JAA, Basile AC, Panizza S, Matida AK, Zelnik R. Anti-inflammatory activity and sub-acute toxicity of artemetin. *Planta Medica* 1990; 56: 36–40
- ⁴ Manners GD. The hydroquinone terpenoids of *Cordia elaeagnoides*. *J Chem Soc Perkin Trans I*, 1983: 39–43
- ⁵ Santos RP, Viana FA, Lemos TLG, Silveira ER, Braz-Filho R, Pessoa ODL. Structure elucidation and total assignment of ^1H and ^{13}C NMR data for a new bisdesmoside saponin from *Cordia piauhiensis*. *Magn Reson Chem* 2003; 41: 735–8
- ⁶ Moir M, Thomson RH. Naturally occurring quinones. Part XXII. Terpenoid Quinones in *Cordia* spp. *J Chem Soc Perkin Trans I*, 1973: 1352–7
- ⁷ Ioset JR, Marston A, Gupta MP, Hostettmann K. Antifungal and larvicidal cordiaquinones from the roots of *Cordia curassavica*. *Phytochemistry* 2000; 53: 613–7
- ⁸ Silva SAS, Rodrigues MSL, Agra MF, da-Cunha EVL, Barbosa-Filho J, Silva MS. Flavonoids from *Cordia globosa*. *Biochem Syst Ecol* 2004; 32: 359–61
- ⁹ Costa-Lotufo LV, Ferreira MAD, Lemos TLG, Pessoa ODL, Viana GSB, Cunha GMA. Toxicity to sea urchin egg development of the quinone fraction obtained from *Auxemma oncocalyx*. *Braz J Med Biol Res* 2002; 35: 927–30
- ¹⁰ Santos HS, Costa SMO, Pessoa ODL, Moraes MO, Pessoa C, Fortier S, Silveira ER, Lemos TLG. Cytotoxic naphthoquinones from roots of *Lippia microphylla*. *Z Naturforsch* 2003; 58c: 517–20
- ¹¹ Veras ML, Bezerra MZB, Braz-Filho R, Pessoa ODL, Montenegro RC, Pessoa C, Moraes MO, Costa-Lotufo LV. Cytotoxic epimeric withaphysalin from leaves of *Acnistus arborescens* (Solanaceae). *Planta Med* 2004; 70: 551–5
- ¹² Mosmann T. Rapid colorimetric assay for cellular growth and survival: application to proliferation and cytotoxicity assays. *J Immunol Meth* 1983; 16: 55–63
- ¹³ Renzi D, Valtolina M, Foster R. The evaluation of a multi-endpoint cytotoxicity assay system. *ATLA* 1993; 21: 89–96
- ¹⁴ Cury-Boaventura MF, Pompéia C, Curi R. Comparative toxicity of oleic acid and linoleic acid on Jurkat cells. *Clin Nut* 2004; 23: 721–32
- ¹⁵ Pera F, Mattias P, Detzer K. Methods for determining the proliferation kinetics of cells by means of 5-bromodeoxyuridine. *Cell Tissue Kinet* 1977; 10: 255–64
- ¹⁶ Guntern A, Ioset JR, Queiroz EF, Foggin CM, Hostettmann K. Quinones from *Heliotropium ovalifolium*. *Phytochemistry* 2001; 58: 631–5
- ¹⁷ Moir M, Thomson RH, Hausen BM, Simatupang MH. Cordiachromes: a new group of terpenoid quinones from *Cordia* spp. *J Chem Soc Chem Commun*, 1972: 363–364
- ¹⁸ Fourie J, Guziec Jr F, Guziec L, Monterrosa C, Fiterman DJ, Begleiter A. Structure-activity study with bioreductive benzoquinone alkylating agents: effects on DT-diaphorase-mediated DNA crosslink and strand break formation in relation to mechanisms of cytotoxicity. *Cancer Chemother Pharmacol* 2004; 53: 191–203
- ¹⁹ Benchekroun MN, Myers CE, Sinha BK. Free radical formation by ansamycin benzoquinone in human breast tumor cells: implications for cytotoxicity and resistance. *Free Radic Biol Med* 1994; 17: 191–200
- ²⁰ Sinha BK. Free radicals in anticancer drug pharmacology. *Chem Biol Interact* 1989; 69: 293–17

De: "Otilia Deusdênia Loiola Pessoa Cavalcante" <opessoa@ufc.br>
Para: "Otilia Deusdênia Loiola Pessoa Cavalcante" <opessoa@ufc.br>
Enviada em: segunda-feira, 14 de fevereiro de 2005 17:20
Assunto: Enviando email: ABSTRACT.htm

 HOME
ABOUT US
CONTACT US
HELP

Home / Chemistry / Organic Chemistry





Flavour and Fragrance Journal

Volume 20, Issue 2, Pages 149 - 151

Published Online: 27 Jul 2004



Copyright © 2005 John Wiley & Sons, Ltd.

 [Save Title to My Profile](#)

 [Set E-Mail Alert](#)



Go to the homepage for this journal to access trials, sample articles, editorial and author information, news, and more.

 e-mail  print

SEARCH All Contents
 Publications

[Advanced Search](#)

[CrossRef / Google Search](#)

[Acronym Finder](#)

SEARCH IN THIS TITLE

Flavour and Fragrance

All Fields

SEARCH BY CITATION

Vol: Issue: Page:


SPECIAL FEATURES



Special I
Chemist
Biobio

Highlighted papers from
Flavours & Fragrance
Conference held in
Manchester.

[Click here for the Table of Contents](#)

 [Save Article to My Profile](#)

[< Previous Abstract](#) | [Next Abstract >](#)

[Abstract](#) | [References](#) | [Full Text: PDF \(70k\)](#) | [Related Articles](#)

Research Article

Volatile constituents of *Cordia trichotoma* Vell. from the northeast of Brazil

Jane Eire S. A. de Menezes¹, Telma Leda G. Lemos¹, Edilberto R. Silveira¹, Manoel Andrade-Neto¹, Ronaldo F. Nascimento², Otilia Deusdênia L. Pessoa^{1*}

¹Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Universidade Federal do Ceará, 12.200 Fortaleza-CE 60.021-970, Brazil

²Departamento de Química Analítica e Físico-Química, Universidade Federal do Ceará, 12.110 Fortaleza-CE 60.461-970, Brazil

email: Otilia Deusdênia L. Pessoa (otilia@dqoi.ufc.br)

*Correspondence to Otilia Deusdênia L. Pessoa, Curso de Pós-Graduação em Química Orgânica, Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Universidade Federal do Ceará, 12.200 Fortaleza-CE, 60.021-970, Brazil.

Funded by:

- CNPq
- CAPES
- PRONEX
- FUNCAP

KEYWORDS

Cordia trichotoma • Boraginaceae • essential oil composition • α -cadinol • α -muurolol • *epi*- α -muurolol • δ -cadinene • guaia-3 • 10(4)-dien-11-ol

ABSTRACT

Essential oils obtained by hydrodistillation from heartwood and sapwood of *Cordia trichotoma* Vell. were analyzed by GC/FID and GC/MS. The essential oil compositions were similar and characterized by their higher abundance on sesquiterpenes. The main components were: α -cadinol (26.5%), α -muurolol (25.1%), *epi*- α -muurolol (20.9%), δ -cadinene (11.9%) and guaia-3, 10(4)-dien-11-ol (10.7%). Copyright © 2004 John Wiley & Sons, Ltd.

NOW AVAILABLE

14/2/2005

Volatile constituents of *Cordia trichotoma* Vell. from the northeast of Brazil

Jane Eire S. A. de Menezes,¹ Telma Leda G. Lemos,¹ Edilberto R. Silveira,¹ Manoel A. Neto,¹ Ronaldo F. Nascimento² and Otilia Deusdênia L. Pessoa^{1*}

¹ Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Universidade Federal do Ceará, 12.200 Fortaleza-CE 60.021-970, Brazil

² Departamento de Química Analítica e Físico-Química, Universidade Federal do Ceará, 12.110 Fortaleza-CE 60.461-970, Brazil

Received 23 April 2003

Revised 30 October 2003

Accepted 16 November 2003

ABSTRACT: Essential oils obtained by hydrodistillation from heartwood and sapwood of *Cordia trichotoma* Vell. were analyzed by GC/FID and GC/MS. The essential oil compositions were similar and characterized by their higher abundance on sesquiterpenes. The main components were: α -cadinol (26.5%), α -muurolol (25.1%), *epi*- α -muurolol (20.9%), δ -cadinene (11.9%) and guaia-3, 10(4)-dien-11-ol (10.7%). Copyright © 2004 John Wiley & Sons, Ltd.

KEY WORDS: *Cordia trichotoma*; Boraginaceae; essential oil composition; α -cadinol; α -muurolol; *epi*- α -muurolol; δ -cadinene; guaia-3, 10(4)-dien-11-ol

Introduction

The genus *Cordia* (Boraginaceae), with 250 estimated species, has a major center of diversity in the New World and is particularly well represented in Brazil with approximately 65 species.¹ *Cordia* species are characterized by the presence of flavonoids, triterpenes, quinones and hydroquinone terpenoids, and some of them are of interest due to their use in folk medicine.^{2–4} In our continuing efforts to discover bioactive constituents from the northeastern Brazil flora, we have examined *C. trichotoma*, the wood of which is recognized for its durability in carpentry and construction.⁵ Our studies have resulted in the isolation of steroids, sesquiterpenes, triterpenes and terpenoid quinones.⁶ In 1964, Seikel and Rowe⁷ used a combination of preparative thin-layer gas chromatography and infrared spectra to identify the chemical composition of the feathery white crystals arising from stocked and dried veneer cut from commercially available *C. trichotoma* wood from southeastern Brazil. The main compounds identified were α -, β - and γ -eudesmol with yields of 48.0, 35.0 and 13.0%, respectively, with traces of guaiol. The aim of this work was to determine the yield and composition of the essential oil of *C. trichotoma* wood from northeastern Brazil.

* Correspondence to: O. Deusdênia L. Pessoa, Curso de Pós-Graduação em Química Orgânica, Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Universidade Federal do Ceará, 12.200 Fortaleza-CE, 60.021-970, Brazil.
E-mail: otília@dqi.ufc.br
Contract/grant sponsor: CNPq.
Contract/grant sponsor: CAPES.
Contract/grant sponsor: PRONEX.
Contract/grant sponsor: PUNCAP.

Experimental

Plant material

Plant material was collected in February 2003 from Maranguape Mountain at an altitude of 250 m and, in March 2003 from Acarape at an altitude of 28 m in the state of Ceará, northeast Brazil. *C. trichotoma* was identified by Professor Edson Paula Nunes of the Departamento de Biologia, Universidade Federal do Ceará. Voucher specimens (#25.165 and 31.684) have been deposited in the Herbarium Prisco Bezerra (EAC) of the same department.

Isolation procedure

Individual portions of ground heartwood and sapwood (800 g each) were hydrodistilled separately for 3 h using a glass Clevenger-type apparatus yielding: heartwood (sample I, 2.27 g, 0.28%; sample III, 1.32 g, 0.17%) and sapwood (sample II, 0.60 g, 0.08%; sample IV, 0.62 g, 0.08%). The oils were subsequently dried over anhydrous sodium sulfate and stored in sealed vials at low temperature before analysis.

Analysis of the essential oils

The essential oil from aerial parts of *C. trichotoma* was analyzed using GC and GC-MS. GC analysis was performed on a Shimadzu GC-17A gas chromatograph equipped with flame ionization detector using a

non-polar DB-5 fused silica capillary column (30 m × 0.25 mm i.d., 0.25 µm film thickness). Hydrogen was used as carrier gas at a flow rate of 1 ml/min and 30 psi inlet pressure; split ratio 1:30; column temperature programmed from 35 to 180 °C at a rate of 4 °C/min, then heated at a rate of 17 °C/min to 280 °C and held isothermal for 10 min; injector temperature and detector temperature were both 250 °C.

The GC-MS analysis was carried out on a Hewlett-Packard Model 5971 GC/MS using a non-polar DB-5 fused silica capillary column (30 m × 0.25 mm i.d., 0.25 µm film thickness); carrier gas helium, flow rate 1 ml/min and with split mode. The injector temperature and detector temperature were 250 and 200 °C, respectively. The column temperature was programmed from 35 to 180 °C at 4 °C/min and then from 180 to 250 °C at 10 °C/min. Mass spectral data were acquired in the scan mode in the *m/z* range from 30 to 450. Individual components were identified by matching their 70 eV mass spectra with those of the spectrometer database using the Wiley L-built library and other two computer library MS searches using retention indices as a preselection routine,^{8,9} as well as by visual comparison of the fragmentation pattern with those reported in the literature.^{10,11}

Results and Discussion

The chemical composition of the oil samples is summarized in Table 1, where the compounds are listed in order of elution on a DB-5 column. The analyzed oils were characterized by predominance of sesquiterpenes. The main hydrocarbon constituents were γ -cadinene (sample I, 5.6%; sample II, 5.0%; sample IV, 5.9%) and δ -cadinene (sample I, 11.9%; sample II, 10.2%; sample IV, 9.7%). Among the oxygenated sesquiterpenes the most representative ones were 1-*epi*-cubenol (sample II, 8.4%), *epi*- α -muurolol (sample II, 20.9%), α -muurolol (sample I, 13.4%; sample III, 25.1%; sample IV, 16.0%), α -cadinol (sample I, 15.8%; sample II, 20.4%; sample III, 26.5%; sample IV, 18.4%) and guaia-3,10(14)-dien-11-ol (sample I, 10.7%; sample II, 9.1%; sample III, 9.6%; sample IV, 8.0%). It is worth noting from Table 1 the higher percentage of *epi*- α -muurolol just from the sapwood oil (sample II), comparative to α -muurolol, another major component of the three other samples. Thus, *epi*- α -muurolol should be considered a chemomarker for the specimen collected from Maranguape Mountain at an elevation of 250 m. It is also important to point out the prevalence of the bicycle skeleton of the cadinane type sesquiterpene (1,6-dimethyl-4-isopropyl-decahydronaphthalene) with few exceptions for the tricycle and bicycle sesquiterpenes having a cycle with seven or more members (italicene, caryophyllene, globulol and guaiaiene). On the other hand we have isolated α -cadinol and a cadinene diol derivative,⁶ but also

Table 1. Percentage composition for the heartwood oils (samples I and III) and sapwood oils (samples II and IV) of *Cordia trichotoma* Taub

Compounds	IK ^a	I ^b	II ^b	III ^c	IV ^c
β -Caryophyllene	1419	0.6	1.1	—	—
γ -Muurolene	1478	2.8	2.2	0.9	2.2
Calamenene-1,11-epoxide	1492	0.9	0.8	2.0	3.0
α -Muurolene	1503	4.1	3.7	2.0	3.6
γ -Cadinene	1517	5.6	5.0	2.8	5.9
δ -Cadinene	1528	11.9	10.2	4.5	9.7
α -Cadinene	1539	1.9	1.1	1.4	0.9
α -Calacorene	1547	1.9	—	—	—
Italicene epoxide	1549	1.8	1.4	1.0	3.1
Globulol	1581	1.4	0.8	—	—
1,10-di- <i>epi</i> -Cubenol	1612	—	—	2.6	3.3
1- <i>epi</i> -Cubenol	1625	2.5	2.8	8.4	5.0
<i>epi</i> - α -Muurolol	1643	—	20.9	—	—
α -Muurolol	1646	13.4	5.3	25.1	16.0
α -Cadinol ^d	1658	15.8	20.4	26.5	18.4
Guaia-3,10(14)-dien-11-ol	1672	10.7	9.1	9.6	8.0
Occidenol	1674	1.6	1.4	1.5	1.0

^a IK = Kovats retention index in reference to C_n-C_{2n} n-alkanes on DB-5 capillary column.

^b Samples of *C. trichotoma* collected from Maranguape Mountain at an altitude of 250 m.

^c Samples of *C. trichotoma* collected from Acarape at an altitude of 28 m.

^d Identified by MS and ¹H and ¹³C NMR spectral data.

polioxygenated eudesmane sesquiterpenes¹² from the ethanol extract of the heartwood. The presence of eudesmane-type sesquiterpene is in accordance with Seikel and Rowe's work with commercial veneer cut from *C. trichotoma*.⁷ Table 1 also shows the steady qualitative and quantitative volatile composition for the specimens from both geographic sites, except for the *epi*- α -muurolol figure in sample II. Both adult specimens (young ones do not possess heartwood distinct from the sapwood) were collected during the flowering stage. One could speculate about the presence of the *epi*- α -muurolol in sample II, possibly relating it to the altitude influence on the chemical composition. There are just few reports on the volatile composition of *Cordia* species related to leaves¹³ and fruits,¹⁴ but not trunk, which unfortunately makes it impossible to establish any relationship for chemosystematic purposes of *Cordia*.

Acknowledgements—The authors acknowledge the financial support provided by the Brazilian Agencies CNPq, CAPES, PRONEX and FUNCAP.

References

1. Taroda N, Gibbs P. *Rev. Bras. Bot.*, 1986; 9: 31–42.
2. Chen TK, Ales DC, Baaenziger NC, Wiemer DF. *J. Org. Chem.*, 1983; 48: 3525–3551.
3. Sertié JAA, Basile AC, Panizza S, Matida AK, Zelnik R. *Planta Med.*, 1990; 56: 36–40.
4. Manners GD. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. I*, 1983; 39–43.
5. Lorenzi H. *Árvores Brasileiras, Manual de Identificação e Cultivo de Plantas Arbóreas Nativas do Brasil*. Instituto Plantarum: Nova Odessa, 2000; 74.

6. Menezes JESA, Lemos TLG, Silveira ER, Braz-Filho R, Pessoa ODL. *J. Braz. Chem. Soc.* 2001; 12: 787-790.
7. Seikel MK, Rowe JW. *Phytochemistry*, 1964; 3: 27-32.
8. Craveiro AA, Matos FJA, Alencar JW. *J. Nat. Prod.*, 1984; 47: 890-892.
9. Alencar JW, Craveiro AA, Matos FJA, Machado MIL. *Quím. Nova*, 1990; 13: 282-284.
10. Stenhagen E, Abrahamson S, McLafferty FW. *Registry of Mass Spectra Data*. Wiley: New York, 1974.
11. Adams RP. *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Quadrupole Mass Spectroscopy*. Allured: Carol Stream, IL, 2001.
12. Menezes JESA, Machado FEA, Lemos TLG, Silveira ER, Braz-Filho R, Pessoa ODL. *Z. Naturforsch. C.* (in press).
13. Gómez NE, Witte L, Hartmann T. *J. Chem. Ecol.*, 1999; 25: 1007-1027.
14. Pino JA, Bello A, Urquiola A, Marbot R. *J. Essent. Oil Res.*, 2002; 14: 118-119.

1

**Chemical Composition and Larvicidal Activity of the
Essential Oils from Leaves of *Cordia globosa* (Jacq.)
Kunth.**

**Jane Eire S. A. de Menezes, Telma Leda G. Lemos, Edilberto R. Silveira
and Otília Deusdênia L. Pessoa***

Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Universidade Federal do
Ceará, 12.200, Fortaleza-CE 60.021-970, Brazil.

Gilvandete Maria P. Santiago

Departamento de Farmácia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-Ce,
60430-370, Brazil

Ronaldo F. Nascimento

Departamento de Química Analítica e Físico-Química, Universidade Federal do
Ceará, 12.110, Fortaleza-CE 60.461-970, Brazil.

*Address for correspondence

Introduction

Cordia is the major genus of the family Boraginaceae. It comprises about 250 species which, although pantropical in distribution, has its major center of diversity in the New World (1). Many plants of the genus are widely used in the traditional medicine for their medicinal properties such as anti-inflammatory, cicatrizing, expectorant, astringent and diuretic (2-5). Several kinds of secondary metabolites including ant-repellent and anti-androgenic triterpenoids, antifungal and larvicidal naphthoquinones and, anti-inflammatory flavonoids have been isolated from *Cordia* species (2,6-9). However, the most characteristic compounds isolated from plants of this genus seem to be terpenoid quinones and hydroquinone (10-12). Despite of several chemical studies on *Cordia*, little is known concerning the volatile composition of plants from this genus.

In continuation of our study from *Cordia* species we have examined the essential oil of leaves from *Cordia globosa* (Jacq.) H.B.K. (syn.: *Varronia globosa* Jacq.) a deciduous shrub, found in abundance thorough Northeast of Brazil. This present study constitute the first chemical investigation of *C. globosa*, and reports the identification of volatiles components of essential oil leaves, as well as its larvicidal activity against *Aedes aegypti* larvae.

Experimental

Plant material: The fresh leaves of *C. globosa* were collected during the period of flowering and fructification in April and June 2003, respectively. Specimens of the plant, harvested from Meruóca Mountain, Sobral, Ceará State, were identified by Professor Edson P. Nunes of the Departamento de Biologia,

Universidade Federal do Ceará. Voucher specimens have been deposited in the Herbarium Prisco Bezerra (EAC), Universidade Federal do Ceará.

Hydrodistillation: The oils were obtained from fresh leaves

Analysis of the essential oils. GC analysis was performed on a Shimadzu GC-17A gas chromatograph equipped with flame ionization detector using a non-polar DB-5 fused silica capillary column (30 m x 0.25 mm i.d., 0.25 μ m film thickness). Hydrogen was used as carrier gas at a flow rate of 1 ml/min and 30 psi inlet pressure; split ratio 1:30; The column temperature was programmed from 35 °C to 180 °C at a rate of 4 °C/min, then heated at a rate of 17 °C/min to 280 °C and held isothermal for 10 min; Both injector temperature and detector temperature were 250 °C.

The GC-MS analysis was carried out on a Hewlett-Packard Model 5971 GC/MS using a non-polar DB-5 fused silica capillary column (30 m x 0.25 mm i.d., 0.25 μ m film thickness); carrier gas helium, flow rate 1 ml/min and with split mode. The injector temperature and detector temperature were 250 °C and 200 °C, respectively. The column temperature was programmed from 35 °C to 180 °C at 4 °C/min and then 180 °C to 250 °C at 10 °C/min. Mass spectral were recorded from 30 – 450 m/z . Individual components were identified by matching their 70 eV mass spectra with those of the spectrometer data base using the Wiley L-built library and other two computer libraries MS searches using retention indices as a preselection routine (13, 14) as well as by visual comparison of the fragmentation pattern with those reported in the literature (15, 16).

Bioassay: Aliquots of essential oil (5 to 500 $\mu\text{g/mL}$) were placed in a beaker (50 mL) and dissolved in $\text{H}_2\text{O/DMSO}$ 1.5%. 50 instar III larvae of *Aedes aegypti* were delivered to each beaker and, after 24 hours, at room temperature, the number of dead larvae was counted and the lethal percentage calculated. A control using DMSO and water was carried out in parallel. For each sample, three independent experiments were run. The bioassays were performed at Laboratório de Entomologia, Núcleo de Endemias da Secretaria de Saúde do Estado do Ceará, Brazil.

Results and Discussion

The identity and the percentage of each constituent are summarized in Table 1. A total of Thirty-two terpenoid compounds were identified in both sample oils and are arranged in order of elution on a DB-5 Column. As can be seen from Table 1, it is evident that the two samples shown qualitative and quantitative differences in the chemical composition during different stages, flowering and fructification. Twenty-three constituents (88.5%) were identified in the sample I, representing 10 monoterpenes and 13 sesquiterpenes. In the sample II, twenty-six constituents (93.6%) were identified, being 8 monoterpenes and 19 sesquiterpenes. The major constituents were bicyclogermacrene (22.7% and 13.1%), *E*-caryophyllene (11.9% and 11.6%) and δ -elemene (9.0% and 6.8%) during flowering and fructification, respectively. Allo-aromadendrene (7.1%) is one of the main components of the oil at fructification stage but completely absent in the oil at flowering period. Gamma-terpinene, terpinen-4-ol, alpha-terpineol, beta-bourbornene, globulol and epi-alpha-cadinol were found just in the oil at flowering stage, while aromadendrene, allo-aromadendrene, 9-epi-E-

caryophyllene, germacrene D, beta-selinene, gamma-cadinene, *trans*-cadin-1(2),4-diene, E-nerolidol and caryophyllene oxide were found just in the oil sample at fructification period. Thus, our studies on the leaves oils from *C. globosa* revealed distinct metabolic profiles at different ontogenetic stages, which could be explained by overall changes in the biochemistry of the plant.

Acknowledgments

The authors acknowledge the financial support provided by the Brazilian Agencies CNPq, CAPES, FUNCAP and PRONEX. Special thanks to Mrs. Olga Ramos (LPN/UFC) for recording the GC-MS spectra.

References

1. Taroda N, Gibbs P. *Rev. Bras. Bot.* 1986; **9**: 31-42.
2. Sertié JAA, Basile AC, Panizza S, Matida AK, Zelnik R. *Planta Med.* 1990; **56**: 36-40.
3. Marston A, Zagorski MG, Hostettmann K. *Helv. Chim. Acta* 1988; **71**, 1210-1219.
4. Nakamura N, Kojima S, Lim YA, Meselhy MR, Hattori M, Gupta MP, Correa M. *Phytochemistry* 1997, **46**, 1139-1141.
5. Ioset JR, Marston A, Gupta MP, Hostettmann K. *J. Nat. Prod.* 2000, **63**, 424-426.
6. Chen TK, Ales DC, Baenziger NC, Wiemer DF. *J. Org. Chem.* 1983, **48**, 3525-3531.
7. Kuroyanagi M, Seki T, Hayashi T, Nagashima Y, Kawahara N, Sekita S, Satake M. *Chem. Pharm. Bull.* 2001, **49**, 954-957.

8. Ioset JR, Marston A, Gupta MP, Hostettmann K. *Phytochemistry* 1998, 47, 729-734.
9. Ioset JR, Marston A, Gupta MP, Hostettmann K. *Phytochemistry* 2000, 53, 613-617.
10. Moir M, Thomson RH. *J. Chem. Soc. Perkin I*, 1973, 1352-1357.
11. Manners GD, Jurd L. *J. Chem. Soc. Perkin I*, 1977, 405-409.
12. Manners GD. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. I*, 1983, 39-43
13. Craveiro AA, Matos FJA, Alencar JW. *J. Nat. Prod.* 1984; 47: 890-892.
14. Alencar JW, Craveiro AA, Matos FJA, Machado MIL. *Quím. Nova* 1990; 13: 282-284.
15. Stenhagen E, Abrahamson S, McLafferty FW. *Registry of Mass Spectra Data*. J. Wiley & Sons, New York, 1974.
16. Adams RP. *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Quadrupole Mass Spectroscopy*. Allured Publishing Corporation, Carol Stream, Illinois, USA, 2001.

Table 1. Volatile constituents identified in the essential oils of the leaves of *Cordia globosa*

Compounds	KI	I^a	II^a
alpha-Pinene		0.5	0.8
Sabinene		1.3	3.1
beta-Pinene		3.7	0.5
Myrcene		0.5	2.3
Limonene		0.9	0.6
beta-E-Ocimene		1.1	2.4
gamma-Terpinene		0.5	-
Linalol		3.2	1.3

Terpinen-4-ol	2.8	-
alpha-Terpineol	1.4	-
delta-Elemene	9.0	6.8
alpha-Cubenene	1.8	3.2
beta-Bourbonene	1.0	-
beta-Elemene	5.0	1.9
<i>E</i> -Caryophyllene	11.9	11.6
aromadendrene	-	3.9
alpha-Humulene	4.8	4.8
Allo-aromadendrene	-	7.1
9-epi- <i>E</i> -caryophyllene	-	3.8
Germacrene D	-	4.7
Beta-selinene	-	4.6
gamma-Amorphene	1.2	1.9
Bicyclogermacrene	22.7	13.1
gamma-Cadinene	-	3.1
delta-Cadinene	4.2	5.2
Trans-cadina-1(2),4-diene	-	1.1
Germacrene B	5.5	1.7
<i>E</i> -nerolidol	-	2.4
Caryophyllene oxide	-	0.8
Spathulenol	2.5	0.9
Globulol	1.9	-
Epi-alpha-Cadinol	1.1	-
Total	88.5	

^aSamples of *C. globosa* collected in april 2003, in the locality of Meruoca-Ceará State.

^bSamples of *C. globosa* collected in May 2003, in the locality of Meruoca-Ceará State.

Essential Oil of *Croton cajucara* Benth.

Telma L.G. Lemos,* Maria I.L. Machado, Jane E.S.A. de Menezes and Cleia R. de Sousa

*Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Laboratório de Produtos Naturais
Universidade Federal do Ceará- Cx Postal 12200, Fortaleza CE 60021-970, Brazil*

Abstract

The chemical composition of aerial parts of *Croton cajucara* were analyzed by GC/MS. Twenty-two components were identified, oil with the main components being linalool (13.5%), γ -muurolene (18.4%) and (Z)-sesquilavandulol (12.6%).

Key Word Index

Croton cajucara, Euphorbiaceae, essential oil composition, linalool, γ -muurolene, (Z)-sesquilavandulol.

Plant Name

Croton cajucara Benth., popularly known as sacaca.

Source

Plant material including aerial parts were obtained from medicinal garden of Mineração-Rio Norte Empresa Vale do Rio Doce, Trombetas Para, Brazil where voucher specimen has been deposited. The plants were identified by Alexandre Gomes (Botanist).

Plant Part

Aerial parts of *Croton cajucara* were subjected to steam distillation to produce oil in (0.2%).

Previous Work

Croton cajucara Benth., popularly known as "Sacaca," is a medicinal plant from Amazon region where it is used in folk medicine in the form of infusion or pills to treat diseases like diabetes, diarrhea and as anti-inflammatory agent (1,2). Pharmacological studies demonstrated hypoglycemic and anti-ulcerogenic effects of dehydrocrotonin; insect growth inhibitory were found with nor-diterpenes (2-4).

To the best of our knowledge, nothing is known about the chemical composition of the oil of *C. cajucara*; however, phytochemical studies have led to the identification of norditerpenes such as: crotonin, cajucarinalide, isocajucarinalide, cis-dehydrocrotonin and trans-dehydrocrotonin (2-7).

Present Work

Analysis of the oil was performed on Hewlett-Packard 5971 GC/MS instrument employing the following conditions: dimethylpolysiloxane DB-1 fused silica capillary column (30 m x 0.25 mm, 0.1 μ m film thickness); carrier gas: helium 1 mL/min; injector temperature: 250°C; detector temperature 200°C; column temperature: 35°-180°C at 4°C/min, then 180°-250°C at 10°C/min; mass spectra: electronic impact 70 eV. Individual components were identified by two computer library MS

*Address for correspondence

Table I. Chemical composition of *Croton cajucara* oil

Compound	RI	Percentage	Compound	RI	Percentage
1,8-cineole	1003	0.7	γ -muurolene	1482	18.4
linalool	1080	13.5	bicyclogermacrene	1495	5.0
δ -elemene	1336	0.8	γ -cadinene	1504	1.8
α -ylangene	1359	0.7	cis-muurolol-5-en-4- α -ol	15.41	1.6
α -copaene	1374	1.0	δ -cadinene	1526	2.3
β -bourbonene	1380	2.4	germacrene B	1551	2.5
β -elemene	1392	1.3	(Z)-nerolidol	1567	4.0
β -caryophyllene	1416	9.5	(Z)-sesquilandulol	1776	12.6
β -gurjunene	1426	1.4	spathulenol	1621	1.6
α -humulene	1448	2.1	α -cadinol	1635	1.0
allo-aromadendrene	1455	0.7	drimenol	1756	8.1

RI = Retention indices

searches using retention indices as a preselection routine and visual inspection of the mass spectra from literature for confirmation (8-9). The chemical composition of the oil is reported in Table I.

Acknowledgments

We are grateful to CNPq, CAPES, FUNCAP Brazilian agencies for fellowships and financial support and to Joacy Menezes for providing the plant material.

References

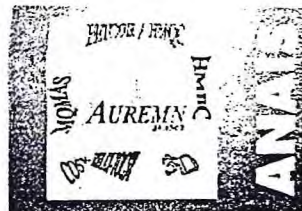
1. M. E. Berg, In: *Plantas Mediciniais da Amazonia*. Grafica Falangola Editora, Belem, Brazil (1982).
2. I. Kuto, Y. Asaka and K. Shibata, *Insect growth inhibition nor-diterpenes, cis-dehydrocrotonin and trans-dehydrocrotonin, from Croton cajucara*. *Phytochemistry*, **30**, 2545-2546 (1991).
3. R.A.F. Farias, V. S. Rao, G.S.B. Viana, E. R. Silveira, M.A.M. Maciel and A. C. Pinto, *Hypoblycemic effect of trans-dehydrocrotonin, a nor-clerodane diterpene from Croton cajucara*. *Planta Med.*, **63**, 558-560 (1997).
4. A.R.M.S. Brito, J. A. Rodriguez, C. A. Hiruma-Lima, M. Haun and D. S. Nunes, *Antitumorogenic activity of trans-dehydrocrotonin from Croton cajucara*. *Planta Med.*, **64**, 126-129 (1997).
5. H. Itokawa, Y. Ichihara, H. Kojima, K. Watanabe and K. Takeya, *Nor-clerodane diterpenes from Croton cajucara*. *Phytochemistry*, **28**, 1667-1669 (1989).
6. Y. Ichihara, Y. Takeya, Y. Hitotsuyanagi, H. Morita, S. Okuyama and H. Itokawa, *Planta Med.*, **58**, 549-551 (1992).
7. J. C. Simões, A.J.R. da Silva, H. Serruya and M.H.S. Bentes, *Desidrocrotonina, Um norditerpeno de Croton cajucara Benth (Euphorbiaceae)*. *Ciencia e Cultura*, **31**, 1140-1141 (1979).
8. A. A. Craveiro, F.J.A. Matos and J. W. Alencar, *Kovats indices as a preselection routine in mass spectra library search of volatiles*. *J. Nat. Prod.*, **47**, 890-892 (1984).
9. J. W. Alencar, A. A. Craveiro, F.J.A. Matos and M.I.L. Machado, *Kovats indices simulation in essential oil analysis*. *Quimica Nova*, **13**, 282-283 (1990).

TOTAL ASSIGNMENT OF ^1H AND ^{13}C NMR OF CORDIACHROME C, A TERPENOID BENZOQUINONE FROM *Cordia trichotoma*.

Jane Eire Silva Alencar¹, Otilia Deusdênia Loiola Pessoa*¹, Telma Lêda Gomes de Lemos¹, Edilberto Rocha Silveira¹ and Raimundo Braz Filho²

¹Departamento de Química Orgânica e Inorgânica – Universidade Federal do Ceará, CP 12200, CEP-60021-970, Fortaleza - Ceará.

²Setor de Química de Produtos Naturais-LCQUI-CCT, Universidade Estadual do Norte Fluminense, 28015-620, Campos - Rio de Janeiro.



keywords: cordia trichotoma, cordiachrome c, boraginaceae.

Introduction

The genus *Cordia* (Boraginaceae), 250 estimated species, is particularly well represented in Brazil, where exist approximately 60 species. *Cordia* is a genus of tropical trees, some of which yield valuable timber¹. Previous works with *Cordia* species has resulted in the isolation and characterization of several new natural products structurally related to terpenoid quinone and hydroquinones, reported to possess antimicrobial activity^{2,6}. A literature survey revealed no reports of this kind of secondary metabolites but sesquiterpenes from *C. trichotoma*⁷. This has led to examine the chemical constitution of *C. trichotoma*, native from Ceará State-Northeast of Brazil.

Initial investigation of the heartwood of this plant resulted in the characterization of cordiachrome C (**1**), β -sitosterol, oleanolic acid, α -cadinol, oncocalyxone A, allantoin and sucrose^{8,9}, already reported in the literature. However the stereochemistry and the ^1H NMR data of **1** has not been firmly established.

Results and Discussion

The ^{13}C NMR spectrum of **1** showed signals corresponding to sixteen carbon atoms (Table 1). Comparative analysis of BB and DEPT – ^{13}C NMR spectra revealed six sp^3 carbons (two methyls, two methylene, one methine and one quaternary), two carbonyl groups and eight sp^2 carbons (three non hydrogenated, three methine and two methylene). The ^1H NMR spectrum of **1** exhibited the presence of a vinyl and an angular methyl, seven vinyl and five allyl hydrogens. These data, in conjunction with the EI-MS (m/z 242 $[\text{M}]^+$) were consistent with the molecular formula of $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_2$.

The *p*-benzoquinone system was recognized by chemical shifts at δ_{C} 187.13 (C-1), 136.30 (CH-2), 136.35 (CH-3), 186.97 (C-4) 141.63 (C-4a) and 140.71 (C-9a) and δ_{H} 6.70 (H-2, d, $J=9.2$ Hz) and 6.68 (H-3, d, $J=9.2$ Hz).

The 500 MHz ^1H NMR spectrum (Table 1) presented good coupling information for all signals, including homoallylic coupling of the methylene groups 2H-9 [δ_{H} 2.66 (H-9 α , d, $J=19.4$ Hz), 2.24 (H-9 β , ddd, $J=19.4, 4.2, 2.4$ Hz) and 2H-10 [δ_{H} 2.60 (H-10 β , dd, $J=19.4, 2.6$ Hz), 2.44 (H-10 α , dddd, $J=19.9, 11.1, 4.1$ and 2.0 Hz)]. The signal at δ_{H} 2.18 (dd, $J=11.1$ and 5.0 Hz) was attributed to H-10a, whose coupling constant values correspond to the vicinal spin-spin interaction ($^3J_{\text{H,H}}$) between hydrogens H-10 and H-10a.

The ^1H - and ^{13}C -NMR spectra (DEPT and HMQC) also showed signals related to the methylene of a vinyl group $-\text{CH}=\text{CH}_2$ [δ_{H} 5.87 (H-8, dd, $J=10.9$ and 17.5 Hz), 4.98 (H-7a, d, $J=10.9$ Hz), 4.87 (H-7b, d, $J=17.5$ Hz)] and the methylene of an isopropenyl group $-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$ [δ_{H} 4.88 (H-6a, s), 4.74 (H-6b, s), 1.73 (3H-11, s)]. The heteronuclear long-range interaction between the methyl carbon CH₃-11 [δ_{C} 23.17; δ_{H} 1.73 (s)] and hydrogens 2H-6 [δ_{H} 4.88 (s) and 4.74 (s)] and H-10a (δ_{H} 2.18, dd, $J=11.1$ and 5.0 Hz) observed in the HMBC spectrum, was also used to locate that methyl at carbon C-5 (δ_{C} 145.07).

The *cis* configuration was supported from the chemical shift at δ_H 1.11 corresponding to the angular methyl (CH_3 -12). The *trans*-isomer³ signal was expected to appear at δ_H 0.93. The proposed stereochemistry was also supported by the NOESY experiment (Fig. 1), that showed the expected correlation between H-9 β , CH_3 -12 and H-10 α . Analysis of the HMQC spectrum allowed the correlations of all hydrogen and carbons. Finally, the HMBC data (Fig. 2) confirmed the above assignments.

Table 1: ^1H (500 MHz) and ^{13}C (125 MHz) NMR Spectral Data of Compound 1, in CDCl_3 .

C	$^1\text{H}, ^{13}\text{C}\text{-HMQC} - ^1J_{\text{CH}}$		$^1\text{H}, ^1\text{H}\text{-COSY}$
	δ_C	δ_H	
1	187.13	-	
2	136,30	6,70(d, J=9,2)	
3	136,35	6,68(d, J=9,2)	
4	186.97	-	
4 α	141,63	-	
5	145,07	-	
6	113,85	4,88(s, H-6 α) 4,74(s, H-6 β)	H-6 β , 3H-11 H-6 α , 3H-11
7	113,40	4,98(d, J=10.9, H-7 α) 4,87(J=17.5, H-7 β)	H-8 H-8
8	141.33	5.87(dd, J=10.9, 17.5)	2H-7
8 α	37,78	-	
9	36.97	2.66(d, J=19.4, H-9 α) 2.24(ddd, J=19.4, 2.4, 4.1, H-9 β)	H-9 β H-9 α
9 α	140,71	-	
10	26.57	2.60(dd, J=19.9, 2.6, H-10 β) 2.44(dddd, J=19.9, 11.1, 4.1, 2.0, H10 α)	H-10 α H-10 β
10 α	49,42	2,18(dd, J=5,0 e 11,1)	2H-10
11	23.17	1.73(s)	2H-6
12	26.17	1.11(s)	

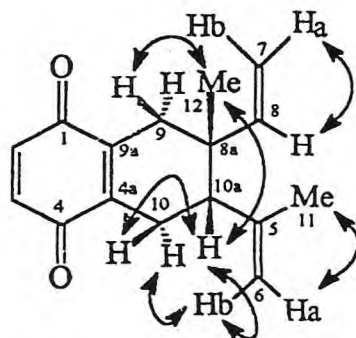


Figure 1. Double arrows showing observed nOe's through the NOESY experiment.

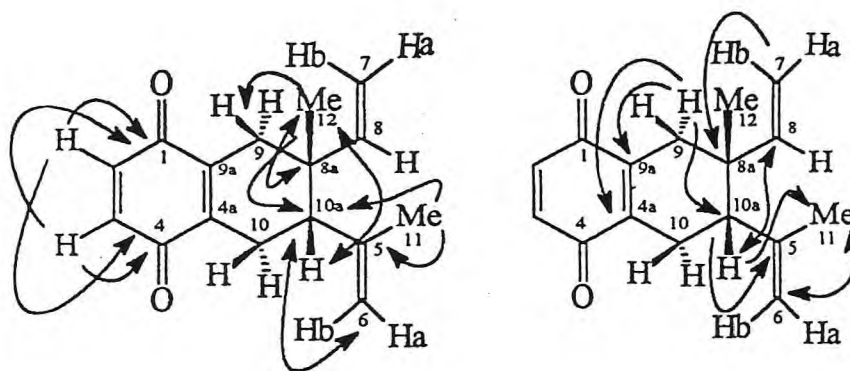


Figure 2. Arrows showing ^1H , ^{13}C long-range coupling observed through the HMBC experiment.

Experimental

PLANT MATERIAL, EXTRACTION AND ISOLATION

Cordia trichotoma Vell. was collected in July 1997 in Meruoca-Ceará, Brazil. A voucher specimen (N^o. 25.165) is deposited in the Herbarium Prisco Bezerra of the Departamento de Biologia, Universidade Federal do Ceará.

Dried and powdered heartwood of *C. trichotoma* was exhaustively extracted with EtOH at room temperature. The EtOH extract was fractionated on silica gel column using hexane, CHCl_3 , AcOEt and MeOH. Successive silica gel column chromatography of hexane and chloroform fractions yielded α -cadinol, β -sitosterol, oleanolic acid, oncocalyxone A and cordiachrome C. Allantoin and sucrose were obtained from the MeOH fraction.

NMR SPECTRA

All NMR data were obtained on a Bruker Avance DRX500 spectrometer, at room temperature, observing ^1H at 500.13 and ^{13}C at 125.77 MHz. The sample (8 mg) was dissolved in 0.5 mL of CDCl_3 and poured into a 5.0 mm NMR tube (Norell, Inc., #508-UP RB). ^1H chemical shifts were expressed in ppm (δ) relative to TMS, referenced through the central peak of the solvent absorption (77.0 ppm).

The acquisition was performed by standard Bruker's pulse programs [zg30 (^1H), zgpg30 (^{13}C -BBHD), dept135 (^{13}C -DEPT 135), cosy90 (^1H , ^1H -COSY), invbtp (HMQC), inv4|plrnd (HMBC) using either a 5 mm dual $^{13}\text{C}/^1\text{H}$ probe for normal (^{13}C) detection or 5 mm multinuclear inverse Z-gradient probe for inverse (^1H) detection. 32 and 64K data point sets, with spectral width of 12 and 31 KHz, were collected for ^1H and ^{13}C unidimensional spectra, respectively. 2D homonuclear (COSY) spectra were obtained with 5 KHz spectral width for both dimensions F2 and F1. 512x512 points data blocks were used for processing, applying senoidal multiplication in both dimensions, followed by final data matrix symmetrization. Other parameters include: number of increments in $t_1 = 256$; 8 transients and relation delay of 1 s. Inverse detected 2D heteronuclear correlated spectra were collected over 1K data points, with spectral width of 5 KHz and 256 points in F2, and 27 KHz in F1. Data processing were performed with 1Kx256 blocks, using backward linear prediction in F1 to generate the final data matrix. The NOESY spectrum was obtained with 5 KHz spectral width for both F2 and F1. 1K x 1K data blocks, with phase adjustment for both F2 and F1. Other parameters were: 256 increments in t_1 , 64 transients and relaxation delay of 1 s and a mixing time of 650 ms.

Conclusion

The application of 1D and 2D NMR techniques were used to establish the complete assignment of hydrogen and carbon-13 NMR of cordiachrome C. The results were also used to confirm ¹H NMR data already published, as well as to define the relative stereochemistry depicted in Fig.1, which has not been completely established for cordiachrome C, previously isolated from *C. millenii*^{3,4}.

Acknowledgments

The authors are grateful to Prof. A. G. Fernandes for botanic identification and Daniel Esdras de Andrade Uchôa for the NMR data.

References

1. Gibbs, P.; Taroda, N.; *Revta. Bras. Bot.* 1986, 9, 31.
2. Manners, G. D.; *J. Chem. Soc. Perkin Trans I.* 1983, 39.
3. Moir, M.; Thomson, R. H.; *J.C.S. Chem. Comm.* 1972, 363.
4. Moir, M.; Thomson, R. H.; *J.C.S. Perkin I.* 1973, 1352.
5. Bieber, L. W.; Messana, I.; Lins, S. C. N.; Silva Filho, A.A.; Chiappeta, A. A.; Mello, J. F.; *Phytochemistry*, 1990, 29, 1955.
6. Ioset, J. R.; Marston, A.; Gupta, M. P.; Hostettmann, K.; *Phytochemistry*, 1998, 47, 729.
7. Seikel, M. K.; Rowe, J. W.; *Phytochemistry*, 1964, 3, 27.
8. Pessoa, O. D. L.; Lemos, T. L. G.; Silveira, E. R.; Braz-Filho, R.; *Nat. Prod. Lett.* 1993, 2, 145.
9. Karin, A.; Karlson, B.; Norin, T.; Talvitie, A.; *Tetrahedron Lett.* 1981, 37, 425.

CNPq/CAPES/FINEP/PADCT/FUNCAP/BNB