

Correlações Inequívocas de RMN ^1H e ^{13}C da Lignana Filigenol

Zelina E. dos S. Torres¹, (PG)*, Massayoshi Yoshida^{3,4} (PQ), Sergio M. Nunomura¹ (PQ), Ana F. Teixeira^{1,4} (PG). e-mail: zelina@inpa.gov.br

¹ Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia, ² Universidade do Estado do Amazonas, ³ Centro de Biotecnologia da Amazônia e ⁴ Universidade de São Paulo.

Palavras Chave: RMN, lignana, filigenol.

Introdução

A família Myristicaceae é constituída de espécies arbóreas de grande ocorrência na Amazônia e em florestas neotropicais. Encontram-se descritos 16 gêneros, desses, cerca de 75% das espécies pertencem ao gênero *Virola*, que são conhecidas popularmente como “ucuúbas”.¹

A espécie *Virola michelii* é uma árvore que atinge 30 m de altura e ocorre em matas de terra firme. O estudo fitoquímico monitorado para atividade antioxidante com o reagente de DPPH, levou ao isolamento da lignana furofurânica identificada como filigenol², já anteriormente isolada e designadas como filigenina³ e silvatesmina⁴, que possuem a mesma estrutura, porém, com os dados de RMN incompletos, devido à sobreposição de sinais de hidrogênios aromáticos e carbinólicos. Foram realizados vários experimentos de RMN, incluindo técnicas mono e bidimensionais (gCOSY, NOE, gHSQC e gHMBC) para a atribuição completa dos seus carbonos e hidrogênios.

Resultados e Discussão

As folhas de *V. michelii* de um espécimen, localizado no Campus I do Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA), foram coletadas em dezembro de 2004. As folhas foram secas, moídas e extraídas em Soxhlet com hexano e etanol. O extrato etanólico foi solubilizado em mistura MeOH:H₂O (1:1) e extraído com acetato de etila. A fração de acetato de etila foi submetida à cromatografia em coluna, seguida de CCDP, que permitiu isolar a lignana filigenol.

Foram obtidos espectros de RMN de ^1H e ^{13}C em clorofórmio e acetonitrila deuterados, tendo o último apresentado uma melhor resolução dos sinais.

Aplicando-se a função gaussiana foi possível distinguir os hidrogênios dos anéis guaiacílico e veratrílico.

Os espectros NOE monodimensional com irradiação em δ 4,41 (H-7) permitiu situar o anel guaiacílico na posição pseudo-equatorial e a irradiação em δ 3,44 (H-8') possibilitou a interpretação de absorções de hidrogênios no anel furofurânico.

Os espectros de gHSQC e gHMBC correlacionaram os hidrogênios do filigenol com os

seus carbonos, cujos deslocamentos químicos encontram-se relacionados abaixo.

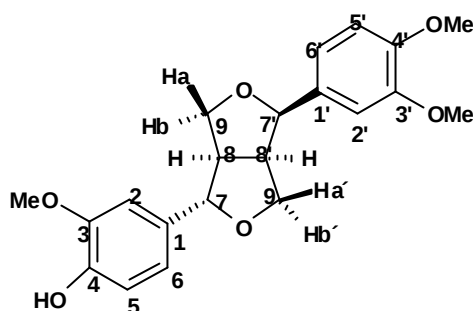


Figura 1. Estrutura do filigenol

RMN ^1H (CD₃CN, 500 MHz): 6,97 (H-2'), 6,99 (H-2), 6,87 (H-6), 6,81 (H-5), 6,94 (H-6'), 6,94 (H-5'), 4,86 (H-7'), 4,41 (H-7), 4,12 (H-9a), 3,84 (H-9b), 3,20 (H-9'a), 3,44 (H-8'), 3,80 (H-9'b), 2,92 (H-8), MeO(C-3)(3,89), MeO(C-3')(3,84), MeO(C-4')(3,82).

RMN ^{13}C (CD₃CN, 125 MHz): 145,8 (C-4), 147,4 (C-3), 149,2 (C-4'), 148,2 (C-3'), 131,9 (C-1'), 133,9 (C-1), 118,0 (C-6'), 119,1 (C-6), 111,7 (C-5'), 114,6 (C-5), 109,8 (C-2'), 109,9 (C-2), 87,8 (C-7), 81,9 (C-7'), 70,9 (C-9), 69,4 (C-9'), 54,6 (C-8), 50,1 (C-8'), MeO-C-3 (55,9), MeO-C-3' (55,5), MeO-C-4 (55,6).

Conclusões

O emprego adequado das técnicas modernas de RMN possibilitam observar e correlacionar todos os sinais dos espectros aos hidrogênios e carbonos da molécula.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, FAPESP, FAPEAM e BASA pelos apoios financeiros; ao Técnico Luiz Carlos Roque do CBA pela realização dos espectros de RMN; e, a FAPEAM pelas bolsas (A.F.T. e M.Y.).

¹ Rodrigues, W. Acta Amazonica. **1980**, 10, 1.

² Iida, T., Nakano, M., Ito, K. Phytochemistry **1982**, 21, 673-675.

³ Vidigal, M. Cristina, Cavalheiro, A.J., Kato, M.J., Yoshida, M. Phytochemistry **1995**, 40, 4.

⁴ Banerji, A. Pal, S. J. Nat. Prod. **1982**, 45, 672-675.