

Completa atribuição de dados de RMN de ^1H e de ^{13}C para eremantolídeo **1** e 15 α -4,5-diidro-eremantolídeo **2**.

Vladimir Constantino Gomes Heleno^{1*} (PQ), João Luis Callegari Lopes² (PQ), Norberto Peporine Lopes² (PQ) e Antonio Gilberto Ferreira¹ (PQ). vheleno_05@yahoo.com.br

¹ Departamento de Química – Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia – Universidade Federal de São Carlos.

² Departamento de Física e Química – Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto – USP.

Palavras Chave: eremantolídeo **1**, 15 α -4,5-diidro-eremantolídeo **2**, RMN de ^1H e de ^{13}C .

Introdução

O gênero *Lychnophora*, endêmico do Brasil, inclui várias plantas conhecidas como “arnicas”, cujos extratos hidroalcoólicos são utilizados na medicina popular como anti-inflamatórios, anti-reumáticos, etc.¹ Alguns furanoheliangolídeos extraídos de espécies de *Lychnophora* (Asteraceae) frequentemente apresentam atividades anti-inflamatória e tripanocida.² Dentre estas substâncias, pode-se destacar o eremantolídeo **1**, inicialmente isolado de *Eremanthus elaeagnus*,³ e que apresenta atividade tripanocida.¹ Em trabalho recente,² foram isolados o eremantolídeo **1** e o 15 α -4,5-diidro-eremantolídeo **2** em quantidades suficientes para ampliar os estudos das propriedades espectroscópicas destas substâncias. Neste trabalho, estamos relatando a completa e inequívoca atribuição dos dados de RMN de ^1H e de ^{13}C de **1** e **2**, inclusive com utilização de técnicas de 2D.

Resultados e Discussão

As amostras de **1** e **2** foram isoladas de *L. ericoides*, como relatado em trabalho prévio,² e foram submetidas a análises de RMN de ^1H , utilizando CDCl_3 como solvente. A sobreposição de sinais, somada à complexa multiplicidade de alguns deles, citados na literatura apenas como multipletos, constituíram os principais desafios deste trabalho. A variação de parâmetros como LB e GB no processamento do espectro de ^1H , as informações do experimento de *J-resolved* e a utilização dos programas simuladores de espectros FOMSC3 e SimEsp_NMR⁴ foram necessárias para o total esclarecimento das multiplicidades, possibilitando, inclusive, a determinação de todas as constantes de acoplamento de hidrogênio. Foram realizados, também, experimentos de RMN de ^{13}C { ^1H }, gCOSY, gHSQC e gHMBC, que possibilitaram a total e inequívoca atribuição dos dados de RMN de ^1H e de ^{13}C constantes da Tabela 1.

Figura 1. Estruturas das substâncias **1** e **2**.

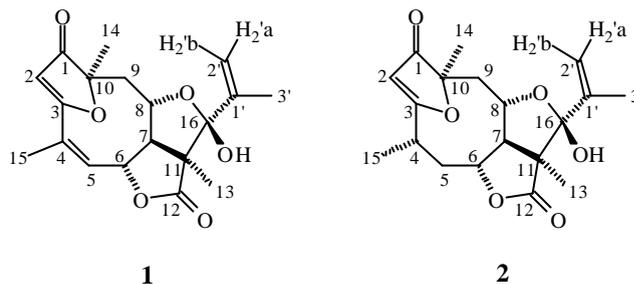


Tabela 1. Dados de RMN de **1** e **2** (400MHz, CDCl_3).

C	δC (mult.)		H	δH (integral, mult.)	
	1	2		1	2
1	205,8 (C)	206,3 (C)	---	---	---
2	115,8 (CH)	105,1 (CH)	2	5,63 (1H, s)	5,58 (1H, s)
3	187,2 (C)	193,0 (C)	---	---	---
4	130,0 (C)	33,3 (CH)	4	---	3,14 (1H, ddq)
5	134,7 (CH)	42,2 (CH ₂)	5	6,03 (1H, dq)	---
			5 α	---	1,86 (1H, ddd)
			5 β	---	2,471 (1H, ddd)
6	81,4 (CH)	81,5 (CH)	6	5,00 (1H, dddq)	4,28 (1H, ddd)
7	62,5 (CH)	66,3 (CH)	7	2,82 (1H, dd)	2,52 (1H, dd)
8	78,3 (CH)	76,8 (CH)	8	4,10 (1H, dddd)	3,98 (1H, ddd)
9	43,5 (CH ₂)	43,8 (CH ₂)	9 α	2,01 (1H, dd)	1,96 (1H, dd)
			9 β	2,47 (1H, dd)	2,473 (1H, dd)
10	90,2	90,5 (C)	---	---	---
11	59,8 (C)	60,2 (C)	---	---	---
12	175,7 (C)	176,0 (C)	---	---	---
13	21,9	22,5 (CH ₃)	13	1,18 (3H, s)	1,19 (3H, s)
14	20,5	21,0 (CH ₃)	14	1,46 (3H, s)	1,42 (3H, s)
15	20,3	18,4 (CH ₃)	15	2,05 (3H, dd)	1,31 (3H, d)
16	106,1 (C)	106,3 (C)	---	---	---
1'	142,1 (C)	142,3 (C)	---	---	---
2'	104,5 (CH ₂)	115,5 (CH ₂)	2'a	5,07 (1H, dq)	5,05 (1H, dq)
			2'b	5,30 (1H, dq)	5,29 (1H, dq)
3'	18,9	19,0 (CH ₃)	3'	1,90 (3H, dd)	1,91 (3H, dd)
			OH	4,10 (1H, s)	3,71 (1H, s)

Conclusões

Este estudo detalhado de RMN de **1** e **2** permitiu atribuição inequívoca dos sinais de ^1H e de ^{13}C , além de esclarecer as multiplicidades e obter todos os valores de *J*, fornecendo dados importantes a serem disponibilizados na literatura.

Agradecimentos

FAPESP, CAPES e CNPq.

¹ de Oliveira, A. B. et al. *Phytother. Res.* **1996**, *10*, 292.

² Sakamoto, H. T. et al. *J. Nat. Prod.* **2003**, *66*, 693.

³ Le Quesne, P. W. et al. *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1* **1978**, *12*, 1572.

⁴ <http://artemis.ffclrp.usp.br/softwareP.htm>