

**ESTUDO FITOQUÍMICO DE PLANTAS
ATIVAS CONTRA O BICHO MINEIRO DO
CAFEEIRO**

PRISCILA DE PAULA

2008

PRISCILA DE PAULA

**ESTUDO FITOQUÍMICO DE PLANTAS ATIVAS CONTRA O BICHO
MINEIRO DO CAFEEIRO**

Dissertação apresentada à Universidade Federal
de Lavras como parte das exigências do Programa
de Pós-Graduação em Agroquímica, para a
obtenção do título de “Mestre”

Orientador

Prof. Denilson Ferreira de Oliveira

LAVRAS
MINAS GERAIS – BRASIL
2008

**Ficha Catalográfica Preparada pela Divisão de Processos Técnicos da
Biblioteca Central da UFLA**

Paula, Priscila de.

Estudo fitoquímico de plantas ativas contra o bicho mineiro do cafeeiro
/ Priscila de Paula. -- Lavras : UFLA, 2008.

141 p. : il.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Lavras, 2008.

Orientador: Denilson Ferreira de Oliveira.

Bibliografia.

1. *Geonoma schottiana*. 2. *Actinostemon concolor*. 3. Café. 4. Bicho mineiro. 5. Flavonóides. 6. Poliprenóis. 7. Diidronaftoquinona. I. Universidade Federal de Lavras. II. Título.

CDD – 572.2

PRISCILA DE PAULA

**ESTUDO FITOQUÍMICO DE PLANTAS ATIVAS CONTRA O BICHO
MINEIRO DO CAFEEIRO**

Dissertação apresentada à Universidade Federal
de Lavras como parte das exigências do Programa
de Pós-Graduação em Agroquímica, para a
obtenção do título de “Mestre”

APROVADA em 01 de agosto de 2008

Prof. Matheus Puggina de Freitas UFLA

Profª. Elaine Fontes Ferreira da Cunha UFLA

Profª. Márcia Paranho Veloso UNIFAL

Prof. Denilson Ferreira de Oliveira
UFLA
(Orientador)

LAVRAS
MINAS GERAIS – BRASIL

Dedico esta dissertação
a quatro pessoas da minha vida:
Rafael, meu marido;
Mário, meu pai;
Maria, minha mãe;
Pâmela, minha irmã.

*“Porque desde a antiguidade não se
ouviu, nem com os ouvidos se percebeu,
nem com os olhos se viu um Deus além
de Ti que trabalhe para aqueles em que
Nele esperam”*

(Is. 64:3)

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, sem o qual nada seria possível.

A todos os meus familiares, em especial a meu marido, meus pais e minha irmã, por estarem sempre ao meu lado.

À Universidade Federal de Lavras e ao Departamento de Química, pela oportunidade da realização do Curso de Mestrado.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela Bolsa de Estudos.

Ao Prof. Dr. Denilson Ferreira de Oliveira, pela Orientação, Paciência e Amizade durante o Curso.

Aos membros da Banca Examinadora: Prof. Dr. Matheus Puggina de Freitas (DQI), Profa. Dra. Elaine Ferreira Fontes da Cunha (DQI) e Profa. Dra. Márcia Paranho Veloso (Departamento de Farmácia/UNIFAL).

Aos alunos do Laboratório de Produtos Naturais do Departamento de Química da UFLA pela amizade e ajuda dispensada.

Obrigada também a todos os funcionários do Departamento de Química e a todos os colegas pela amizade.

SUMÁRIO

	Página
RESUMO GERAL	i
GENERAL ABSTRACT	ii
CAPÍTULO 1: Purificação e caracterização da vitexina e da isovitexina das folhas de <i>Geonoma schottiana</i> Mart.	1
1 Introdução	3
2 Material e Métodos	4
2.1 Procedimentos Gerais	4
2.2 Coleta do Material Vegetal	5
2.3 Preparo do Extrato Vegetal	5
2.4 Teste de Oviposição	5
2.5 Fracionamento do Extrato Vegetal	6
3 Resultados e Discussão	10
4 Conclusão	16
5 Referências Bibliográficas	17
CAPÍTULO 2: Poliprenóis e uma diidronaftoquinona isolados das folhas de <i>Actinostemon concolor</i> (Spreng.) Müll. arg. ativos contra o bicho mineiro do cafeeiro	19
1 Abstract	21
2 Introdução	22
3 Materiais e Métodos	24
3.1 Procedimentos Gerais	24
3.2 Preparo do Extrato Vegetal	24
3.3 Fracionamento	25

3.4 Identificação das frações 27 (ficaprenol -10, -11 e -12) e 11(actinoquinona)	27
.....	27
3.5 Teste de oviposição.....	27
4 Resultados e Discussão.....	29
5 Resumo.....	40
6 Referências Bibliográficas.....	41
ANEXOS.....	43

RESUMO GERAL

DE PAULA, Priscila. **Estudo fitoquímico de plantas ativas contra o bicho mineiro do cafeeiro**. 2008.141p. Dissertação (Mestrado em Agroquímica) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG*.

O bicho mineiro do cafeeiro causa grande prejuízo aos cafeicultores brasileiros pois ataca suas folhas diminuindo a sua produtividade. Em decorrência, buscou-se contribuir para o desenvolvimento de métodos de controle do referido inseto pelo estudo fitoquímico das folhas de duas plantas encontradas no estado de Minas Gerais, *Geonoma schottiana* Mart. e *Actinostemon concolor* (Spreng.) Müll. Arg., cujos extratos mostraram-se ativos contra tal praga. De *G. schottiana* foram isolados os flavonóides glicosilados vitexina e isovitexina, que têm atividade inseticida conhecida. De *A. concolor* foi obtida uma mistura de poliprenóis, identificados como ficaprenol-10, -11 e -12, além de uma diidronaftoquinona inédita que, assim como a referida mistura, apresentou atividade contra o bicho mineiro do cafeeiro. Novos estudos deverão ser realizados com vistas a avaliar melhor a eficiência dos mencionados extratos e substâncias no controle de tal inseto.

*Comitê Orientador: Denilson Ferreira de Oliveira – UFLA (Orientador)

GENERAL ABSTRACT

DE PAULA, Priscila. **Phytochemical studies of plants active against the coffee leaf miner.** 2008. 141p. Dissertation (Master in Agrochemistry) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG.*

The coffee leaf miner causes great losses to Brazilian coffee farmers, since the production is reduced by the attacks of such insect to plant leaves. As a consequence, this work was aimed to contribute for the development of new methods to control the coffee leaf miner by phytochemical studies of two plants widespread in the south of Minas Gerais State: *Geonoma schottiana* Mart. and *Actinostemon concolor* (Spreng.) Müll. Arg. From the former were isolated the glycosilated flavonoids vitexin and isovitexin, which have already been described as insecticides. From *A. concolor* was obtained a new dihydroquinone and a polyprenol mixture comprising ficaprenol-10, -11 and -12, which like the quinone, was active against the coffee leaf miner. Future studies should be carried out to evaluate the above mentioned extracts and substances on the control of such insect.

*Guidance Committee: Denilson Ferreira de Oliveira – UFLA (Advisor)

CAPÍTULO 1
PURIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA VITEXINA E DA
ISOVITEXINA DAS FOLHAS DE *Geonoma schottiana* Mart.
(Preparado de acordo com as normas da revista “Ciência e Agrotecnologia”)

PRISCILA DE PAULA¹

RAFAEL CÉSAR RUSSO CHAGAS²

DENILSON FERREIRA DE OLIVEIRA³

DEJANE ALVES DOS SANTOS⁴

GERALDO ANDRADE DE CARVALHO⁵

RESUMO

A inexistência de estudos fitoquímicos sobre *Geonoma schottiana* Mart. (Arecaceae), encontrada no sul e sudeste do Brasil motivou o fracionamento do extrato metanólico das folhas de tal espécie que se mostrou ativo contra o bicho mineiro do café (*Leucoptera coffeella*). Após extração com solventes e emprego de técnicas cromatográficas, obtiveram-se dois flavonóides que,

¹Mestranda em Agroquímica – Departamento de Química/DQI - Universidade Federal de Lavras/UFLA, prisedepaulaqui@yahoo.com.br- Caixa Postal 3037 – 37200-000 Lavras, MG.

²Doutorando em Agroquímica - Departamento de Química/DQI - Universidade Federal de Lavras/UFLA, racerucha@yahoo.com.br - Caixa Postal 3037 – 37200-000 – Lavras, MG.

³Professor Associado do Departamento de Química/DQI- Universidade Federal de Lavras/UFLA, denilson@ufla.br – Caixa Postal 3037 – 37200-000 – Lavras, MG.

⁴Mestranda em Entomologia – Departamento de Entomologia/DEN- Universidade Federal de Lavras/UFLA, dejane_bio@yahoo.com.br- Caixa Postal 3037 – 37200-000 Lavras, MG.

⁵ Professor Associado do Departamento de Entomologia /UFLA, gacarval@ufla.br

segundo análises por ressonância magnética nuclear de hidrogênio e de carbono treze e por espectrometria de massas, tratam-se da vitexina e da isovitexina, cuja atividade inseticida já está comprovada na literatura.

TERMOS PARA INDEXAÇÃO: *Geonoma schottiana*, Bicho mineiro do cafeeiro, Flavonóides.

PURIFICATION AND CHARACTERIZATION OF VITEXIN AND ISOVITEXIN FROM THE LEAVES OF *Geonoma schottiana* Mart.

ABSTRACT

The lack of phytochemical studies about *Geonoma schottiana* Mart. (Arecaceae), commonly found in the south and southeast of Brazil, motivated the fractionation of the methanol extract from leaves of such plant, which presented activity against the coffee leaf miner (*Leucoptera coffeella*). After solvent extractions and chromatographic processes, two flavonoids were isolated and identified as vitexin and isovitexin according to analyses by hydrogen and carbon thirteen nuclear magnetic resonance and mass spectrometry.

INDEX TERMS: *Geonoma schottiana*, Coffee leaf miner, Flavonoids.

1 INTRODUÇÃO

O bicho mineiro do cafeeiro *Leucoptera coffeella* (Guèrin-Mèneville & Perrottett, 1842) (Lepidoptera: Lyonetiidae) é considerado praga-chave da cultura cafeeira (Moraes, 1998), pois tal inseto causa desfolha nas plantas, afetando a produtividade, o rendimento do café e a longevidade das plantas (Le Pelley, 1968; Gallo et al., 2002). Em decorrência, existe uma demanda por métodos de controle do referido inseto que talvez possa ser atendida pelo emprego de produtos de origem vegetal, já que é notória a capacidade de produção de substâncias inseticidas por algumas espécies vegetais. Alguns exemplos são descritos por: Costa (1996) e Hernández & Vendramim (1997).

Conseqüentemente, em trabalho preliminar, os extratos de várias espécies vegetais foram submetidos a testes com o bicho mineiro, o que permitiu observar-se a atividade daquele proveniente das folhas de aricanga (*Geonoma schottiana* Mart.), também conhecida como ouricana, que é pertencente à família Arecaceae. Trata-se de uma espécie pequena a média (1 a 5 metros), de apenas um tronco, com folhas em formato de foice com 60-100 cm de comprimento e 30-50 cm de largura, inflorescências marrom-avermelhadas e com frutos negros de aproximadamente 1,0 cm de diâmetro, que é encontrada em florestas tropicais montanhosas no sul e sudeste do Brasil. Considerando-se a inexistência de estudos fitoquímicos sobre *G. schottiana*, bem como a atividade preliminarmente observada do extrato da mesma contra o bicho mineiro do cafeeiro, buscou-se purificar e identificar substâncias desta planta com a intenção de contribuir para o desenvolvimento de novos inseticidas.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Procedimentos Gerais

Exceto pelo metanol e pelo ácido acético, que eram de grau UV-HPLC (VETEC, Brasil), todos os outros solventes eram de grau analítico (VETEC, Brasil). Empregou-se água ultra-pura do tipo I, 18 m Ω (Milli-Q[®]; Millipore). Todas as operações de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) foram realizadas em aparelho semi-preparativo da marca Shimadzu, equipado com detector de UV-visível do tipo DAD SPD-M20A, com duas bombas LC-6AD, injetor manual do tipo Rheodyne 7725i, coluna de sílica-C18 Phenomenex Gemini semi-preparativa (21,2 mm x 250 mm x 5 μ m) e analítica (4,6 mm x 250 mm x 5 μ m). As remoções dos solventes durante o processo de fracionamento foram feitas em evaporador rotatório e liofilizadora.

Para a obtenção de espectros de massas, as substâncias isoladas (0,5 mg) foram dissolvidas em 1,0 mL de água/metanol (1:1) e 20 μ L das soluções resultantes foram introduzidas por injeção direta em espectrômetro de massas Agilent 1100 LC/MS Trap, equipado com interface do tipo *electrospray* (ESI). Foram feitas análises no modo positivo e no modo negativo. As análises por ressonância magnética nuclear (RMN) foram realizadas em espectrômetro Varian Inova 500, operando a 500 MHz para hidrogênio (¹H) e 126 MHz para carbono treze (¹³C). As substâncias isoladas foram dissolvidas em DMSO-*d*₆. Realizaram-se experimentos unidimensionais (¹H, ¹³C, DEPT 90° e 135°) e bidimensionais (HMBC, HMQC e COSY), empregando-se os picos do solvente como referências: δ_{H} 2,49 ppm e δ_{C} 39,5 ppm.

2.2 Coleta do Material Vegetal

As folhas da espécie *Geonoma schottiana* Mart. foram coletadas no mês de junho de 2006, no fragmento florestal localizado no Campus da Universidade Federal de Lavras (UFLA), Lavras-MG, também conhecido como “Matinha da UFLA”. A vegetação é classificada como floresta estacional semidecidual montana (floresta tropical subcaducifolia) com dossel emergente (*Fme*). O material foi levado ao Laboratório de Produtos Naturais, no Departamento de Química da Universidade Federal de Lavras (UFLA), onde teve início o processamento para a identificação dos princípios ativos. Uma amostra foi encaminhada ao Departamento de Biologia (DBI) da UFLA para identificação botânica por comparações com exsicata (número 01319) depositada no Herbário ESAL.

2.3 Preparo do Extrato Vegetal

As folhas coletadas foram secas em estufa de ventilação forçada por 48 horas, a 40° C. Em seguida, o material vegetal (831,2 g) foi triturado em moinho e imerso em metanol durante 48 horas. A mistura foi então filtrada em algodão resultando na obtenção de uma fase líquida que foi concentrada em evaporador rotatório. Quanto ao resíduo da filtração, foi submetido a mais onze extrações com metanol. Ao final, o resíduo insolúvel em metanol foi descartado, enquanto as partes solúveis foram combinadas e, após remoção do solvente, resultaram em 94,17 g de um pó de coloração verde-escuro.

2.4 Teste de Oviposição

Folhas de cafeeiro (*Coffea arabica* L. cv. Topázio) sem minas do bicho mineiro foram coletadas no campo, para serem lavadas com água destilada e, em seguida, limpas com algodão úmido para a eliminação de possíveis ovos do bicho mineiro do cafeeiro. Dissolveu-se 9,0 mg do extrato vegetal em 1,0 ml de

solução aquosa de Tween 80 a 0,01 g.mL⁻¹ e pincelou-se a solução resultante nas faces superiores das folhas, sendo cada uma delas fixada em uma placa de Petri na qual já se encontrava uma folha sem qualquer tratamento. O experimento foi realizado em delineamento inteiramente casualizado, com quatro repetições, sendo Tween 80 a 0,01 g.ml⁻¹ e Lorsban® 480 BR a 0,002 g.ml⁻¹ (Dow Agrosiences Industrial Ltda) empregados como testemunha negativa e positiva, respectivamente. Cada parcela correspondeu a uma placa de Petri, que foi individualizada em uma gaiola de PVC, na qual foram colocados dois casais de adultos de *L. coffeella* com um a três dias de idade, provenientes de criação em laboratório (Reis Júnior et al., 2000). Após 72h em câmara climática (25±1°, UR 70±10% e fotofase de 14h), contaram-se os ovos nas folhas. Converteram-se os valores em percentagens (% ovos na folha tratada = 100 x número de ovos na folha tratada/número de ovos na folha tratada mais os da folha não tratada) para a realização da análise de variância e comparação das médias pelo teste de Scott & Knott (1974) a 5%.

2.5 Fracionamento do Extrato Vegetal

Parte do extrato vegetal preparado conforme descrito acima (55,0 g) foi extraído sucessivamente com hexano (6 x 250 mL), acetato de etila (4 x 250 mL) e metanol (5 x 250 mL). Após a remoção dos solventes, obtiveram-se quatro frações: solúvel em hexano (21,27 g), solúvel em acetato de etila (3,28 g), solúvel em metanol (26,66 g) e insolúvel (3,78 g).

A fração solúvel em metanol foi sucessivamente eluída através de uma coluna de 5 x 15 cm de resina Amberlite XAD-16 (Sigma), com água, metanol, acetato de etila e hexano/acetato de etila (3:1), sendo o volume de cada eluente igual a 500 mL. Uma vez removidos os solventes, obtiveram-se quatro frações: eluída com água (Fração 1; 11,96 g), com metanol (Fração 2; 6,31 g), com acetato de etila (Fração 3; 2,54 g), e com hexano/acetato de etila (Fração 4;

0,56g). A fração eluída com metanol (Fração 2) foi mais uma vez passada através da coluna de Amberlite XAD-16 nas mesmas condições, resultando na obtenção de quatro novas frações: eluída com água (Fração 5; 0,584 g), com metanol (Fração 6; 4,005 g), com acetato de etila (Fração 7; 0,489 g), e com hexano/acetato de etila (Fração 8; 0,162 g) (Figura 1).

Parte (3,005 g) da fração eluída pela segunda vez com metanol (Fração 6) foi passada através de coluna de 5 x 15 cm de sílica gel C-18 (50 μ m x 65Å, Phenomenex) com combinações de água/metanol que continham 0,1 % (v/v) de ácido acético: 80:20, 240 mL; 70:30, 240 mL; 60:40, 240 mL; 50:50, 240 mL; 40:60, 240 mL; 30:70, 240 mL; 20:80, 240 mL; 10:90, 240 mL; 0:100, 500 mL. Obtiveram-se nove frações (Tabela 1), que foram analisadas por CLAE, empregando-se como eluentes misturas de água/metanol em diferentes proporções, que continham 0,1% (v/v) de ácido acético (Figura 1).

TABELA 1. Massas das frações obtidas após eluição através de coluna de sílica gel C-18, com misturas de metanol (MeOH) e água, da fração eluída com metanol através de Amberlite XAD-16 pela segunda vez.

MeOH:água	Amostra	Massa (mg)
20:80	Fração 9	129,8
30:70	Fração 10	214,5
40:60	Fração 11	265,1
50:50	Fração 12	459,5
60:40	Fração 13	182,0
70:30	Fração 14	321,4
80:20	Fração 15	340,7
90:10	Fração 16	400,4
100:0	Fração 17	571,8

A Fração 12 (Tabela 1) foi submetida a fracionamento por CLAE, tendo combinações de água e metanol contendo 0,1% (v/v) de ácido acético como eluentes (35% de metanol durante 3 min; de 35% a 65% de metanol em 12 min; 100% de metanol durante mais 10 min) e um fluxo de 15 mL.min⁻¹. Após a remoção dos eluentes, obtiveram-se 6 frações (Fração 18: 35,5 mg; Fração 19: 43,0 mg; Fração 20: 10,6 mg; Fração 21: 70,3 mg; Fração 22: 31,7 mg e Fração 23: 16,3 mg.), dentre as quais selecionou-se as de número 21 e 22 para dar prosseguimento ao trabalho. Para tanto, ambas foram fracionadas por CLAE por eluição isocrática com acetonitrila/água (17:83) contendo 0,1% (v/v) de ácido acético. Com isso, obtiveram-se sólidos amarelos a partir da fração 21 (substância isolada: vitexina; 13,9 mg) e da fração 22 (substância isolada: isovitexina; 11,2 mg), cujas estruturas foram identificadas segundo análises por espectrometria de massas e de RMN.

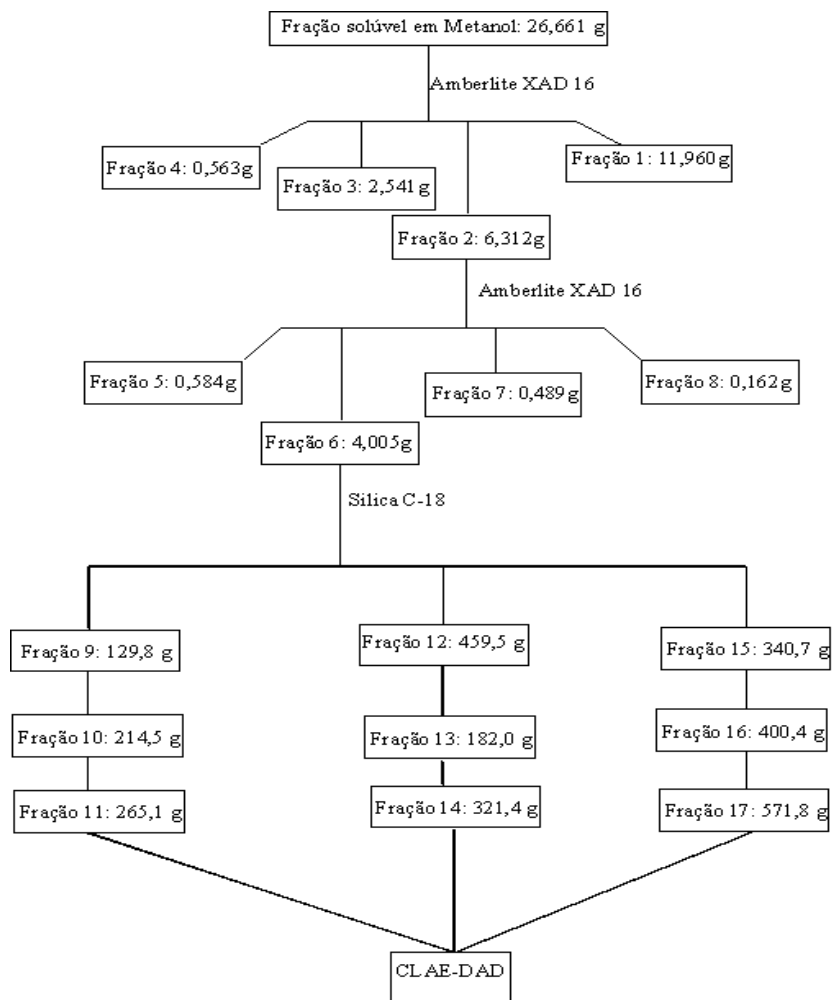


FIGURA 1. Esquema simplificado do fracionamento por cromatografia em coluna da fração solúvel em metanol do extrato de *Geonoma schottiana*.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O teste de oviposição evidenciou a influência do extrato vegetal das folhas de *G. schottiana* sobre o comportamento de *L. coffella*, já que os valores obtidos foram estatisticamente iguais aos observados para o inseticida Lorsban (Tabela 2).

TABELA 2. Efeito do extrato de *Geonoma schottiana*, Tween 80 e Lorsban sobre a oviposição de *Leucoptera coffeella*.

Tratamentos	Ovos nas folhas tratadas (%) [*]
Lorsban	0,0 ^a
Extrato vegetal	15,4 ^a
Tween 80	59,4 ^b

*Valores seguidos da mesma letra não diferem estatisticamente segundo o teste de Scott e Knott (1974) a 5 % de significância.

Em alguns casos é possível relacionar a atividade inseticida de plantas com a produção de flavonóides, como evidenciado no estudo de *Ricinus communis* L. (Euphorbiaceae). Observou-se excelente atividade contra o inseto *Callosobruchus chinensis* L. (Coleoptera: Bruchidae) por parte do extrato aquoso das folhas, o que foi atribuído à presença dos flavonóides quercetina e kaempferol (Upasani et al., 2003). Em decorrência, optou-se por trabalhar com a fração solúvel em metanol do extrato de *G. schottiana*, na qual deveria estar a

maioria dos flavonóides segundo dados descritos para outras espécies vegetais (Gobbo-Neto & Lopes, 2008).

O primeiro fracionamento da fração solúvel em metanol por passagem através de coluna de Amberlite XAD-16 teve como objetivo a remoção de carboidratos e de outras estruturas polares, que deveriam eluir com água. A fração rica em flavonóides, eluída com metanol através de Amberlite XAD-16, deu origem a várias frações ao ser passada por coluna de sílica C-18 (Tabela 1), sendo que a de menor complexidade segundo análises por CLAE era a de número 12. Esta foi escolhida para dar prosseguimento ao processo, que consistiu em novos fracionamentos por CLAE. No primeiro deles, a fração 12 deu origem a 6 frações, dentre as quais aquelas de menor complexidade segundo análises por CLAE e com massa suficiente para a continuidade do trabalho eram as de número 21 e 22 (Figura 2). Estas foram novamente fracionadas, resultando na obtenção de duas substâncias puras.

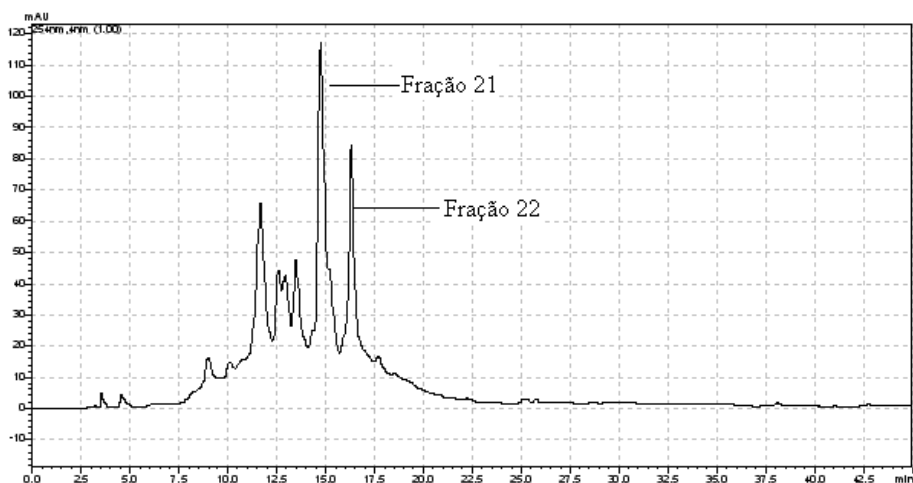


FIGURA 2. Cromatograma da Fração 12, obtido durante o processo de fracionamento por CLAE, evidenciando as frações coletadas.

Os espectros de ultravioleta (Figura 3) das substâncias isoladas (Figura 4) sugeriam estruturas de flavonas, já que apresentavam um máximo de absorção entre 240-285 nm (banda II) e outro entre 300-400 nm (banda I) (Simões et. al, 2000). Tais resultados eram corroborados pelos espectros de RMN ^1H , nos quais se observava vários sinais na região de aromáticos (Tabela 3). Ademais, também ficaram nítidas as presenças de unidades glicosídicas, já que havia vários sinais entre 4,69-3,28 ppm (vitexina) e 4,57-3,19 ppm (isovitexina).

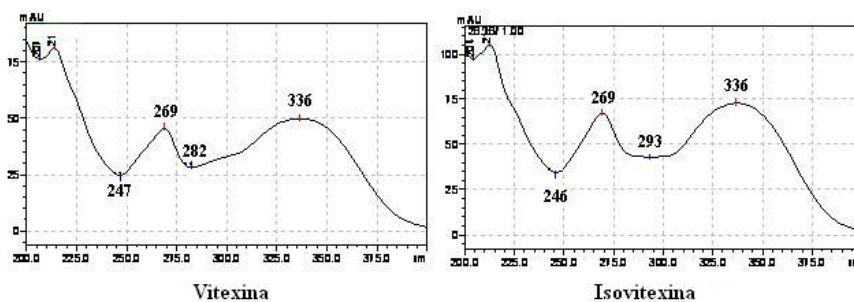


FIGURA 3. Espectros de ultravioleta da vitexina e isovitexina, obtidos durante o processo de fracionamento por CLAE.

Nos espectros de RMN ^{13}C e DEPT (90° e 135°), observou-se a presença de vinte e um sinais para cada substância, tendo sido quinze atribuídos a uma aglicona e seis a uma unidade glicosídica (Tabela 3). Apesar dos sinais referentes aos deslocamentos dos carbonos 10, 6 e 1'' para a vitexina não poderem ser observados no espectro de RMN de ^{13}C , eram nitidamente detectados nos experimentos bidimensionais, HMQC e HMBC. No caso do carbono 8 (104,6 ppm), era clara a sua interação com o hidrogênio anomérico (1'', 73,4 ppm), o que sugeria uma ligação C-glicosídica entre o carbono 8 e o carbono anomérico (1''). Já para a isovitexina, uma correlação análoga foi

observada para o carbono 6 (108,88 ppm), o que sugeria uma ligação C-glicosídica entre o referido carbono e aquele anomérico (1', 73,4 ppm) da unidade glicosídica.

TABELA 3. Deslocamentos químicos (ppm), número de hidrogênios, multiplicidade dos sinais (s: singleto; d: dubleto; t: tripleto; dd: duplo dubleto; m: multipletto) e constantes de acoplamento (J) em Hz, obtidos por ressonância magnética nuclear (RMN) de hidrogênio (^1H) e de carbono treze (^{13}C) dos flavonóides isolados do extrato de *Geonoma schottiana*.

Posição	Vitexina		Isovitexina	
	^1H	^{13}C	^1H	^{13}C
2		163,5		163,9
3	6,66 (1H;s)	102,2	6,77 (1H; s)	103,2
4		181,6		182,3
5		155,9		161,6
6	6,18 (1H;s)	98,1		109,3
7		163,5		163,6
8		104,6	6,47 (1H; s)	94,20
9		160,3		156,6
10		103,0		103,8
1'		121,5		121,5
2'	7,94 (2H; d ; J = 8,5)	128,7	7,91 (2H; d; J=8,8)	128,9
3'	6,88 (2H; d; J = 8,5)	115,1	6,91(2H; d; J=8,8)	116,4
4'		161,1		161,0
5'	6,88 (2H; d; J = 8,5)	115,1	6,91(2H; d; J=8,8)	116,4
6'	7,94 (2H; d; J = 8,5)	128,7	7,91(2H; d; J=8,8)	128,9

“...continua...”

“TABELA 3, Cont.”

1''	4,69 (1H;d; $J = 10,0$)	73,4	4,57(1H; d; $J = 9,9\text{Hz}$)	73,4
2''	3,86 (1H; dd; $J = 9; 9$)	70,9	4,02(1H; dd ; $J = 8,9;$ 8,9)	70,6
3''	3,28 (2H; m)	78,7	3,19 (1H; dd; $J = 8,5;$ 8,5)	79,3
4''	3,37 (1H; dd; $J = 8,7; 8,7$)	70,5	3,11 (1H; dd; $J = 9,2;$ 9,2)	71,0
5''	3,28 (2H; m)	81,6	3,15 (1H; m)	82,0
6''	3,76 (1H; d; $J = 11$) e 3,53 (1H; dd; $J = 5,7;$ 11,7)	61,2	3,68 (1H; dd; $J = 1;$ 10,4) e 3,40(1H; dd; J $=5,9; 10,4$)	61,5

Desse modo, a interpretação dos dados dos espectros de RMN e de ultravioleta levou à atribuição das estruturas dos flavonóides glicosilados vitexina e isovitexina (Figura 4) às substâncias isoladas, o que está de pleno acordo com os dados apresentados na literatura (Pedras et al., 2003; Zhou et al., 2005; Krafczyk & Glomb, 2008). Tais resultados foram corroborados pelas análises por espectrometria de massas, já que para ambas as estruturas foram obtidos picos com m/z (massa/carga) 431 uma $[M - H]^-$ no modo negativo e m/z 433 uma $[M + H]^+$ no modo positivo.

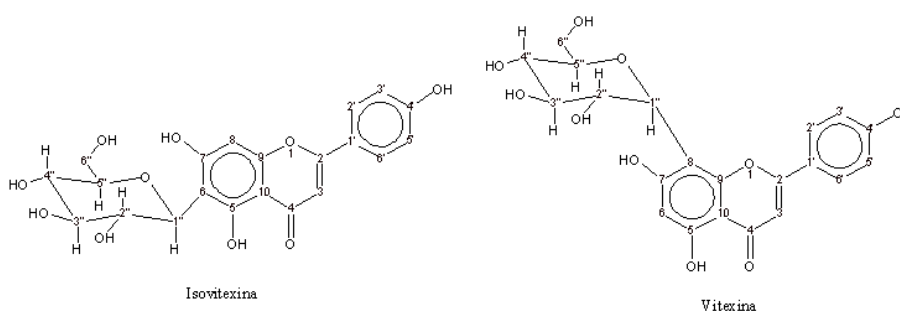


FIGURA 4. Estruturas das substâncias isoladas do extrato das folhas de *Geonoma schottiana*

Apesar de ambas as substâncias já terem sido isoladas de *Onobrychis montana* subsp. *Scardica* (Griseb.) P.W. Ball (Godevac et al., 2008), *Crataegus pinnatifida* var. *major* N.E.Br (Liu & Yu, 2006) e *Commelina communis* L. (Shibano et al., 2008), este é o primeiro relato das suas produções por uma planta do gênero *Geonoma*. Além disto, como há relatos da atividade da vitexina contra o inseto *Nilaparvata lugens* (Stal), que ataca arrozais (Kim et al., 1994), acredita-se que os flavonóides isolados (Figura 4) tenham contribuído para a atividade contra o bicho mineiro do cafeeiro observada para o extrato de *G. schottiana*.

4 CONCLUSÃO

O estudo fitoquímico do extrato metanólico das folhas de *Geonoma schottina* Mart., que apresenta atividade contra o bicho mineiro do cafeeiro (*Leucopetera coffeella*), permitiu a purificação e identificação dos flavonóides glicosilados vitexina e isovitexina, sendo estes pela primeira vez citados na espécie.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ), pelo apoio financeiro e pelas bolsas concedidas.

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- COSTA, P. C. **Efeito da variabilidade de tímós de diferentes regiões da Amazônia em *Musca domestica* L. (Diptera: Muscidae)**. 1996. 119 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal, SP.
- GALLO, D.; NAKANO, O.; SILVEIRA NETO, S.; CARVALHO, R. P. L.; BATISTA, G. C. de; BERTI FILHO, E.; PARRA, J. R. P.; ZUCCHI, R. A.; ALVES, S. B.; VENDRAMIN, J. D. **Manual de entomologia agrícola**. 2. ed. São Paulo: Agronômica Ceres, 2002. 649 p.
- GOBBO-NETO, L.; LOPES, N. P. Online identification of chlorogenic acids, sesquiterpene lactones, and flavonoids in the Brazilian arnica *Lychnophora ericoides* Mart. (Asteraceae) leaves by HPLC-DAD-MS and HPLC-DAD-MS/MS and a validated HPLC-DAD method for their simultaneous analysis. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 56, n. 4, p. 1193-1204, 2008.
- GODEVAC, D.; PEJIN, B.; ZDUNIC, G.; SAVIKIN, K.; STESEVIC, D.; VAJS, V.; MILOSAVLJEVIC, S. Flavonoids from the aerial parts of *Onobrychis montana* subsp. scardica. **Journal of the Serbian Chemical Society**, Belgrade, v. 73, n. 5, p. 525-529, 2008.
- HERNÁNDEZ, C. R.; VENDRAMIM, J. D. Avaliação da bioatividade de extratos aquosos de Meliaceae sobre *Spodoptera frugiperda* (J.E. Smith). **Revista de Agricultura**, Piracicaba, v. 72, n. 3, p. 305-318, 1997.
- KIM, C.; KOH, H.; FUKAMI, H.; IRIE, R. Antifeedants of Finger Millet, *Eleusine coracana* GAERTN, Against Brown Planthopper, *Nilaparvata lugens* (Stal). **Bioscience, Biotechnology and Biochemistry**, v. 52, n. 2, p. 380-383, 1994.
- KRAFCZYK, N.; GLOMB, M. Characterization of phenolic compound in rooibos tea. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 56, n. 9, p. 3368-3376, 2008.
- LE PELLEY, R. H. **Pests of coffee**. London: Longmans, 1968. 590 p.

LIU, R.; YU, B. Study on chemical constituents of leaves from *Crataegus pinnatifida* Bge. var. major N.E.Br. **Zhongyaocai**, Nanchang, v. 29, n. 11, p. 1169-1173, 2006.

MORAES, J. C. **Pragas do cafeeiro**: importância e métodos alternativos de controle. Lavras: UFLA/FAEPE, 1998. 45 p.

PEDRAS, M. S. C.; CHUMALA, P. B.; SUCCHY, M. Phytoalexins from *Thlaspi arvense*, a wild crucifer resistant to virulent *Leptophaeria maculans*: structures, syntheses and antifungal activity. **Phytochemistry**, New York, v. 64, p. 949-956, 2003.

REIS JUNIOR, R.; LIMA, E. R.; VILELA, E. F.; BARROS, R. S. Method for maintenance of coffee leaves in vitro for mass rearing of *Leucoptera coffeella* (Guérin-Mèneville) (Lepidoptera:Lyonetiidae). **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, Londrina, v. 29, n. 44, p. 849-854, 2000.

SCOTT, A. J.; KNOTT, M. A. A cluster analyses method for grouping means in the analyses of variance. **Biometrics**, Arlington, v. 30, p. 502-512, 1974.

SHIBANO, M.; KAKUTNI, K.; TANIGUCHI, M.; YASUDA, M.; BABA, K. Antioxidant constituents in the dayflower (*Commelina communis* L.) and their α -glucosidase-inhibitory activity. **Journal of Natural Medicines**, Heidelberg, v. 62, n. 3, p. 349-353, 2008.

SIMÕES, C. M. O.; SCHENKEL, E. P.; GOSMANN, G.; MELLO, J. C. P.; MENTZ, L. A.; PETROVICK, P. R. **Farmacognosia da planta ao medicamento**. Florianópolis: UFRGS; UFSC, 2000. 820 p.

UPASANI, S. M.; KOTKAR, H. M.; MENDKI, O. S.; MAHESHWARI, V. L. Partial characterization and insecticidal properties of *Ricinus communis* L. foliage flavonoids. **Pest Management Science**, Sussex, v. 59, n. 12, p. 1349-1354, 2003.

ZHOU, X.; PENG, J.; FAN, G.; WU, Y. Isolation and purification of flavonoid from *Trolius ledebouri* using high-speed counter-current chromatography by stepwise increasing the flow-rate of the mobile phase. **Journal of Chromatography A**, New York, v. 1092, p. 216-221, 2005.

CAPÍTULO 2
POLIPRENÓIS E UMA DIIDRONAFTOQUINONA ISOLADOS DAS
FOLHAS DE *Actinostemon concolor* (SPRENG.) MÜLL. ARG. ATIVOS
CONTRA O BICHO MINEIRO DO CAFEEIRO

(Preparado de acordo com as normas da revista “*Anais da Academia Brasileira de Ciência*”)

PRISCILA DE PAULA¹
RAFAEL CÉSAR RUSSO CHAGAS¹
MIRIAM APARECIDA ISIDRO SANTOS¹
DENILSON FERREIRA OLIVEIRA¹
ALINE AUXILIADORA TIRELLI¹
GERALDO ANDRADE DE CARVALHO²
JOSÉ ROBERTO SOARES SCOLFORO³

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Lavras, Campus Universitário, Caixa Postal 3037, Lavras/MG, CEP: 37200-000

²Departamento de Entomologia, Universidade Federal de Lavras, Campus Universitário, Caixa Postal 3037, Lavras/MG, CEP: 37200-000

³Departamento de Ciências Florestais, Universidade Federal de Lavras, Campus Universitário, Caixa Postal 3037, Lavras/MG, CEP: 37200-000

Palavras Chave: Diidroquinona, Poliprenóis, *Actinostemon concolor*, Bicho mineiro.

Título Abreviado: Poliprenóis de *Actinostemon concolor*

Seção: Química

Correspondência: Denilson Ferreira Oliveira, Departamento de Química,
Universidade Federal de Lavras, Campos Universitário, Caixa Postal 3037,
Lavras/MG, CEP: 37200-000, Tel.: (35)3829-1623, denilson@ufla.br

1 ABSTRACT

A new dihydronafthoquinone and a mixture of polyprenols characterized as ficaprenol-10, -11 and -12, were isolated from the leaves of *Actinostemon concolor* (Spreng.) Müll. Arg. The dihydronafthoquinone is linked through carbon 2 to a long chain comprising thirteen isoprenic units. The crude extract, the corresponding hexane soluble fraction and the above-mentioned substances were active against *Leucoptera coffeella*, which causes losses to Brazilian coffee farmers.

2 INTRODUÇÃO

Euphorbiaceae é uma família botânica representada por 222 gêneros e cerca de 5.970 espécies, que se destaca como uma das mais importantes economicamente. Para exemplificar, pode-se mencionar a seringueira (*Hevea brasiliensis* (Willd. ex A. Juss.) Müll. Arg.), de onde se extrai o látex usado para a manufatura de borracha natural, e a mandioca (*Manihot esculenta* Crantz.), que é fonte primária de alimento (principalmente de amido) em boa parte do nordeste brasileiro, sendo a sua farinha consumida em todo o país. Observa-se também que algumas espécies dessa família podem apresentar atividade inseticida, como é o caso de *Cleistanthus collinus* (Roxb.) Benth., cujo extrato das folhas se mostrou biocida frente a vários estágios da lagarta do tabaco, *Spodoptera litura* (Fabricius, 1775) (Lepidoptera: Nuctuidae) (Arivudainambi et al., 2006). De forma análoga, o extrato aquoso das folhas de *Ricinus communis* L, uma planta cultivada em países tropicais, mostrou excelente atividade inseticida frente à *Callosobruchus chinensis* L. (Coleoptera: Bruchidae) (Upasani et al. 2003).

Com base em tais informações, em trabalho preliminar foram feitos testes para a seleção de plantas ativas contra *Leucoptera coffeella* (Guérin-Mèneville & Perrottet, 1842) (Lepidoptera: Lyonetiidae), popularmente conhecida como bicho mineiro do cafeeiro. Tal inseto é a principal praga do cafeeiro, que é de grande importância econômica e social para o Brasil (Reis et al., 1984; Souza et al., 1998). O bicho mineiro causa significativos danos às plantas em decorrência das desfolhas que promove, podendo ocasionar perdas na produtividade em torno de 50% (Reis et al., 1984; Reis, 1990). Atualmente, seu controle vem sendo realizado principalmente por meio de inseticidas sintéticos que, além de ocasionarem a contaminação do ambiente, também podem

promover desequilíbrios ambientais, favorecendo a seleção de populações resistentes (Souza et al., 1998).

Os mencionados testes permitiram observar que os extratos das folhas de *Actinostemon concolor* (Spreng.) Müll. Arg., encontradas no Município de Iguatama/MG, no Vale do Rio São Francisco, apresentavam elevada atividade contra o inseto. Em decorrência, buscou-se neste trabalho fracionar o referido extrato para purificar e identificar as substâncias responsáveis pela atividade observada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Procedimentos Gerais

Todos os solventes empregados (metanol, etanol, hexano, acetato de etila e ácido acético) eram de grau analítico (VETEC, Brasil). Os fracionamentos por cromatografia em coluna (CC) foram realizados com sílica gel 60 (40-63 μm , Merck), empregando-se sempre eluentes contendo ácido acético a 0,5% (v/v). Durante todo o processo de purificação as remoções dos solventes das amostras foram subsequentemente realizadas em evaporador rotatório a 35°C e liofilizadora. As análises das frações obtidas por CC foram realizadas por cromatografia em camada delgada (CCD), com placas de alumínio (5 x 2 cm) cobertas com sílica gel impregnada com indicador de fluorescência (F₂₅₄) da Merck. Para visualizar as substâncias foram empregadas luz UV, iodo (VETEC) e solução de ácido fosfomolibdico (VETEC) a 5% (g.mL⁻¹) em etanol.

3.2 Preparo do Extrato Vegetal

Folhas de *Actinostemon concolor*, coletadas no Município de Iguatama/MG, foram secas em estufa de ventilação forçada a 40 °C, por 48 horas, e trituradas em moinho elétrico. Ao material resultante (360,36 g) adicionou-se o dobro do volume em metanol e, após 48 horas, a mistura foi filtrada em algodão. Concentrou-se a fase líquida em evaporador rotatório e repetiu-se o processo de extração com o resíduo insolúvel por mais 12 vezes. Ao final, juntaram-se todas as fases solúveis e, após a remoção do solvente, obteve-se um resíduo esverdeado e viscoso com massa de 38,256 g, do qual se retirou uma alíquota de 18 mg, que foi dissolvida em 2,0 mL de solução aquosa de Tween 80 a 0,01 g.mL⁻¹, para ser submetida ao teste com o bicho mineiro do cafeeiro.

3.3 Fracionamento

Parte do extrato vegetal (20,0 g) foi sucessivamente lavada com hexano (5 x 130 mL), acetato de etila (5 x 130 mL) e metanol (5 x 130 mL). Após a remoção dos solventes, obtiveram-se quatro frações: solúvel em hexano (4,909 g), solúvel em acetato de etila (2,133 g), solúvel em metanol (11,445 g) e insolúvel (0,295 g). Aliquotas (0,983 %) de todas as frações foram dissolvidas em 2,0 mL de solução aquosa de Tween 80 a 0,01 g.mL⁻¹ para serem submetidas ao teste com o bicho mineiro do cafeeiro.

Parte da fração solúvel em hexano (3,3 g) foi eluída através de coluna de 4,5 x 15 cm de sílica gel com hexano/acetato de etila (20:1, 15:1, 10:1, 8:1, 6:1, 4:1, 2:1 e 0:1; 200 mL de cada). As frações coletadas (40 mL cada) foram combinadas de acordo com as análises efetuadas e tiveram os solventes removidos, o que resultou em seis novas frações (Figura 1). Parte (513 mg) da Fração 2, obtida no procedimento acima, foi eluída através de coluna de 4,5 x 15 cm de sílica gel com hexano/acetato de etila (17:1, 14:1, 10:1, 6:1 e 0:1; 400 mL de cada). Recolheu-se frações de 50 mL que, após procedimento análogo ao anterior, resultaram em seis novas frações (Figura 1). Parte (100,2 mg) da fração de número 23 foi eluída através de coluna de 2 x 15 cm de sílica gel com 200 mL hexano/acetato de etila (7:1). Segundo as análises efetuadas, dentre as frações obtidas apenas a de número 27 (ficaprenol-10, -11 e -12, 79,6 mg) apresentava-se aparentemente pura (Figura 1).

Quanto à fração 1, foi toda eluída através da coluna de 4,5 x 15 cm de sílica gel empregando-se hexano/acetato de etila (50:1, 40:1, 30:1, 20:1, 10:1, 5:1 e 1:1, 150 mL de cada) como fase móvel. Dentre as 13 frações obtidas (Figura 1), apenas a de número 11 (5,8-diidro-6,7-dimetil-[(2*E*, 6*E*, 10*E*, 14*E*, 18*E*, 22*E*, 26*E*)-3,7,11,15,19,23,27,31-octametiltriacontil]-1,4-naftoquinona, ou simplesmente actinoquinona, 33,5 mg) encontrava-se pura.

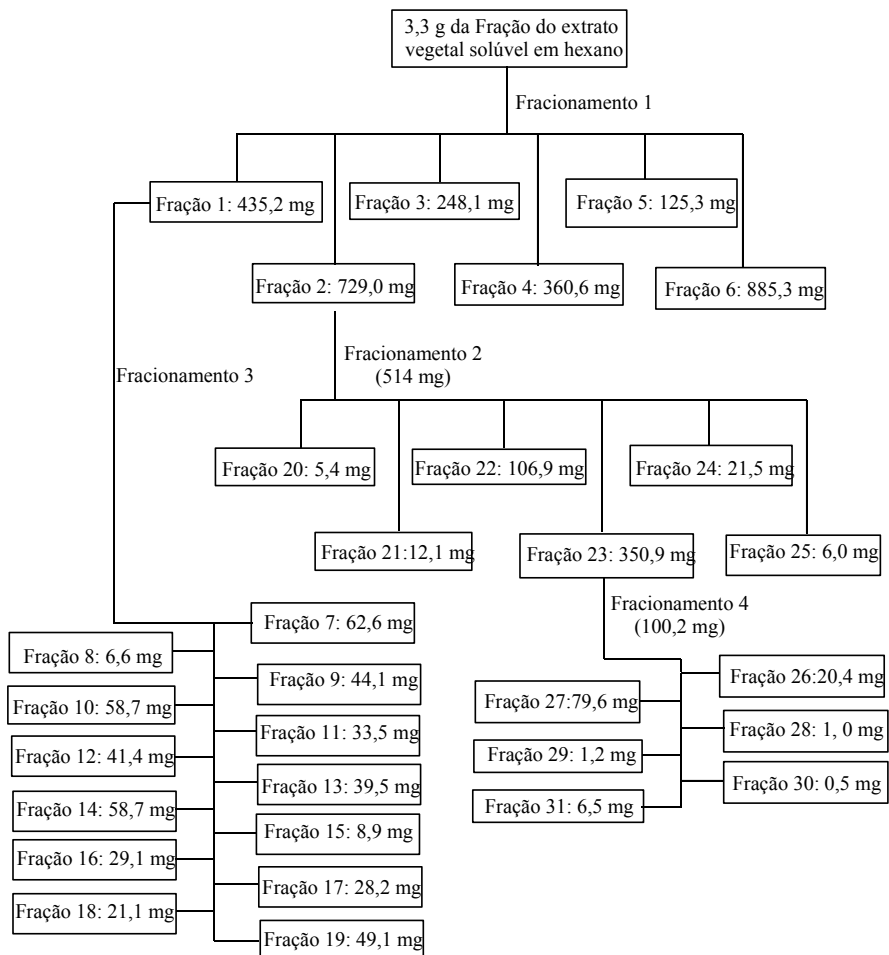


FIGURA 1. Esquema simplificado do fracionamento por cromatografia em coluna da fração solúvel em hexano do extrato de *Actinostemon concolor*.

Aliquotas (2,0 mg) das frações 27 (ficaprenol-10, -11 e -12) e 11 (actinoquinona) foram dissolvidas em 2,0 mL de solução aquosa de Tween 80 a 0,01 g.mL⁻¹, para serem submetidas ao teste com o bicho mineiro do cafeeiro.

3.4 Identificação das frações 27 (ficaprenol -10, -11 e -12) e 11(actinoquinona)

As análises por ressonância magnética nuclear (RMN) foram realizadas em espectrômetro Varian Inova 500, operando a 500 MHz para ^1H e 126 MHz para ^{13}C . As frações foram dissolvidas em CDCl_3 para a realização de experimentos unidimensionais (^1H , ^{13}C e DEPT 90° e 135°) e bidimensionais (HMQC, HMQC e COSY), empregando-se os picos do solvente como referência: δ_{H} 7,26 ppm e δ_{C} 77,0 ppm.

Para as análises por infravermelho com transformada de Fourier, as frações foram dissolvidas em hexano e aplicadas na superfície de células de Irtran-2[®] (Sigma-Aldrich). Após a remoção do solvente sob vácuo, obtiveram-se os espectros em aparelho Digilab Excalibur FTS 3000, com resolução de 4 cm^{-1} e número de onda de 4000 a 500 cm^{-1} .

Dissolveu-se 1,0 mg de cada fração em 1,0 mL de uma solução resultante da combinação metanol/propan-2-ol/água (12:8:1) e hexano/propan-2-ol (7:3) na proporção de 6:4, contendo acetato de sódio (para a fração 27) ou iodeto de potássio (para a fração 11) a $10\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$. Parte ($20\text{ }\mu\text{L}$) de cada solução resultante foi diretamente inserida em espectrômetro de massas Agilent 1100 Series LC/MSD Trap equipado com uma interface do tipo *electrospray* e analisador do tipo *ion trap*. O fluxo do gás secante e sua temperatura foram de $6,0\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ e $275\text{ }^\circ\text{C}$, respectivamente. A voltagem da agulha foi de $-6,0\text{ kV}$ para a fração 27 e $-4,5\text{ kV}$ para a fração 11. Para ambas as frações, o fluxo da fase móvel foi de $0,8\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$. Foram obtidos espectros no modo positivo.

3.5 Teste de oviposição

Folhas de café (Coffea arabica L. cv. Topázio) sem minas do bicho-mineiro foram coletadas no campo, lavadas com água destilada e limpas com algodão úmido para a eliminação de possíveis ovos do bicho mineiro do

cafeeiro. Pincelou-se cada solução a ser avaliada nas faces superiores das folhas, sendo cada uma delas fixada em uma placa de Petri na qual já se encontrava uma folha sem qualquer tratamento. O experimento foi realizado em delineamento inteiramente casualizado, com quatro repetições, sendo Tween 80 a $0,01 \text{ g.mL}^{-1}$ e Lorsban[®] 480 BR a $0,2\% \text{ g.mL}^{-1}$ (Dow Agrosiences Industrial Ltda) empregados como testemunha negativa e positiva, respectivamente. Cada parcela correspondeu a uma placa de Petri, que foi individualizada em uma gaiola de PVC, na qual foram colocados dois casais de adultos de *L. coffeella* com idade variando de um a três dias, provenientes de criação em laboratório (Reis Júnior et al., 2000). Após 72 h em câmara climática ($25\pm 1^\circ$, UR $70\pm 10\%$ e fotofase de 14 h), contaram-se os ovos nas folhas. Converteram-se os valores em percentagens ($\% \text{ ovos na folha tratada} = 100 \times \frac{\text{número de ovos na folha tratada}}{\text{número de ovos na folha tratada mais os da folha não tratada}}$) para a realização da análise de variância e comparação das médias pelo teste de Scott & Knott (1974) a 5%.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Conforme observado em trabalho preliminar, o extrato das folhas de *A. concolor* reduziu consideravelmente a oviposição de *L. coffeella* em folhas de cafeeiro. Após o fracionamento inicial de tal extrato por lavagens com solventes, observou-se que apenas aquela fração solúvel em hexano mantinha a referida atividade (Tabela 1).

TABELA 1. Efeito do extrato das folhas de *Actinostemon concolor* e de suas frações sobre a oviposição de *Leucoptera coffeella*.

Tratamentos	Ovos nas folhas tratadas (%) [*]
Lorsban	0,0 ^A
Extrato Vegetal	16,6 ^A
Fração do extrato solúvel em hexano	11,6 ^A
Fração do extrato solúvel em acetato de etila	57,3 ^B
Fração do extrato solúvel em metanol	46,6 ^B
Tween 80	56,2 ^B

*-Valores seguidos da mesma letra não diferem estatisticamente segundo o teste de Scott e Knott (1974) a 5 % de significância.

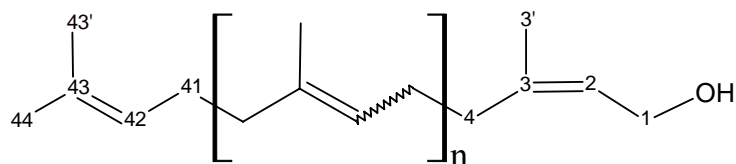
Por ter sido a única fração ativa contra o bicho mineiro (Tabela 1), aquela solúvel em hexano foi escolhida para dar prosseguimento ao trabalho, que foi realizado através de sucessivos fracionamentos por cromatografia em coluna. Durante todo o processo, buscou-se sempre trabalhar com aquelas frações que apresentavam menores complexidades e maiores massas, o que resultou na obtenção de duas substâncias aparentemente puras segundo análises por CCD: fração 27 (ficaprenol-10, -11 e -12) e fração 11 (actinoquinona).

No espectro de infravermelho da fração 27 (ficaprenol-10, -11 e -12) observava-se uma banda larga em 3400 cm^{-1} , decorrente do estiramento da ligação O-H de alcoóis. Também eram nítidas duas bandas entre $1600\text{-}1650\text{ cm}^{-1}$, que sugeriam a presença de ligações C=C conjugadas em sistemas assimétricos (Silverstein & Webster, 2000). Tais resultados estavam em consonância com as análises por RMN, já que no espectro de ^1H (Tabela 2) se observavam sinais em $\delta\ 5,05\text{ ppm}$, referentes a átomos de hidrogênio olefínicos, e em $\delta\ 4,03\text{ ppm}$, referentes aos átomos de hidrogênio do grupo metileno ligado à hidroxila. De forma análoga, o espectro de RMN ^{13}C (Tabela 2) mostrava sinais entre $\delta\ 124,0\text{-}139,0\text{ ppm}$, referentes a átomos de carbono com hibridização sp^2 , e em $\delta\ 59,0\text{ ppm}$, referente ao carbono com hibridização sp^3 ligado à hidroxila. Enfim, os dados até aqui listados e os outros espectros de RMN sugeriam que a estrutura fosse um poliprenol, o que estava de acordo com dados disponíveis na literatura (Khidyrova & Shakhidoyatov, 2002).

O espectro de massas para a fração 27 (ficaprenol-10, -11 e -12) mostrava três sinais com m/z iguais a 721, 789 e 857 uma, com relação de intensidades dos picos igual a 10:100:33. Como não foi possível obter os valores menores de m/z por fragmentação dos maiores valores, tais picos devem corresponder a $[\text{M}+\text{Na}]^+$ para poliprenóis com 10, 11 e 12 unidades isoprênicas. Ou seja, ao contrário do observado por CCD, a mencionada fração deve tratar-se de uma mistura de poliprenóis de uma série homóloga que diferem entre si por

uma unidade isoprênica, na qual o composto majoritário parece ter 11 de tais unidades (Tabela 2).

TABELA 2. Deslocamentos químicos (ppm), número de hidrogênios, multiplicidade dos sinais (*d*: duplete; *s*: singlete; *ddd*: duplo duplo duplete; *m*: multiplete) e constantes de acoplamento (*J*) em Hz, obtidos por ressonância magnética nuclear (RMN) de hidrogênio (^1H) e de carbono treze (^{13}C) da Fração 27 (ficaprenol-10, -11 e -12, com $n = 7, 8$ e 9 , respectivamente) do extrato de *Actinostemon concolor*.



Nº C	^1H	^{13}C	HMBC de H para C*
1	4,03 (2 H; <i>d</i> ; $J = 7,5$ Hz)	59,0 (CH ₂)	C-2, C-3
2	5,38 (1 H; <i>ddd</i> ; $J = 1,25$; 7,25; 7,5 Hz)	125,0 (CH)	C-1, C-4, C-3'
3	-	139,8 (C)	
4	2,03 (<i>m</i>)	32,2 ^A (CH ₂)	C-2, C-3, C-5, C-3'
5	2,03 (<i>m</i>)	26,4 ^B (CH ₂)	C-4, C-6, C-7
6	5,05 (<i>m</i>)	125,0 ^C (CH)	C-5, C-8, C-7'
7	-	136,0 ^D (C)	
8	2,03 (<i>m</i>)	32,2 ^A (CH ₂)	C-6, C-7, C-9, C-7'
9	2,03 (<i>m</i>)	26,3 ^B (CH ₂)	C-8, C-10, C-11
10	5,05 (<i>m</i>)	125,0 ^C (CH)	C-9, C-12, C-11'
11	-	135,3 ^D (C)	
12	2,03 (<i>m</i>)	32,1 ^A (CH ₂)	C-10, C-11, C-13, C-11'

“...continua...”

“TABELA 2, Cont.”

13	2,03 (m)	26,3 ^B (CH ₂)	C-12, C-14, C-15
14	5,05 (m)	124,9 ^C (CH)	C-13, C-16, C-15'
15	-	135,2 ^D (C)	
16	2,03 (m)	32,0 ^A (CH ₂)	C-14, C-15, C-17, C-15'
17	2,03 (m)	26,4 ^B (CH ₂)	C-16, C-18, C-19
18	5,05 (m)	124,9 ^C (CH)	C-17, C-20, C-19'
19	-	135,2 ^D (C)	
20	2,03 (m)	32,2 ^A (CH ₂)	C-18, C-19, C-21, C-19'
21	2,03 (m)	26,3 ^B (CH ₂)	C-20, C-22, C-23
22	5,05 (m)	124,5 ^C (CH)	C-21, C-24, C-23'
23	-	135,2 ^D (C)	
24	2,03 (m)	32,2 ^A (CH ₂)	C-22, C-23, C-25, C-23'
25	2,03 (m)	26,3 ^B (CH ₂)	C-24, C-26, C-27
26	5,05 (m)	124,4 ^C (CH)	C-25, C-28, C-27'
27	-	135,1 ^D (C)	
28	2,03 (m)	32,1 ^A (CH ₂)	C-26, C-27, C-29, C-27'
29	2,03 (m)	26,4 ^B (CH ₂)	C-28, C-30, C-31
30	5,05 (m)	124,4 ^C (CH)	C-29, C-32, C-31'
31	-	134,9 ^D (C)	
32	2,03 (m)	32,0 ^A (CH ₂)	C-30, C-31, C-33, C-31'
33	2,03 (m)	26,3 ^B (CH ₂)	C-32, C-34, C-35
34	5,05 (m)	124,2 ^C (CH)	C-33, C-36, C-35'
35	-	134,8 ^D (C)	
36	2,03 (m)	32,2 ^A (CH ₂)	C-34, C-35, C-37, C-35'
37	2,03 (m)	26,3 ^B (CH ₂)	C-36, C-38, C-39
38	5,05 (m)	124,2 ^C (CH)	C-37, C-40, C-39'
39	-	134,9 ^D (C)	
40	2,03 (m)	32,2 ^A (CH ₂)	C-38, C-39, C-41, C-39'
41	2,03 (m)	26,6 ^B (CH ₂)	C-40, C-41, C-42
42	5,05 (m)	124,1 ^C (CH)	C-41, C-44, C-43'

“...continua...”

“TABELA 2, Cont.”

43	-	131,5 (C)	
44	1,68 (largo <i>s</i>)	25,6 (CH ₃)	C-42, C-43, C-43'
3'	1,74 (3 H; largo <i>s</i>)	23,4 ^E (CH ₃)	C-2, C-3, C-4
7'	1,68 (largo <i>s</i>)	23,3 ^F (CH ₃)	C-6, C-7, C-8
11'	1,68 (largo <i>s</i>)	23,0 ^F (CH ₃)	C-10, C-11, C-12
15'	1,68 (largo <i>s</i>)	23,3 ^F (CH ₃)	C-14, C-15, C-16
19'	1,68 (largo <i>s</i>)	23,0 ^F (CH ₃)	C-18, C-19, C-20
23'	1,68 (largo <i>s</i>)	23,3 ^F (CH ₃)	C-22, C-23, C-24
27'	1,68 (largo <i>s</i>)	23,0 ^F (CH ₃)	C-26, C-27, C-28
31'	1,60 (largo <i>s</i>)	16,0 ^G (CH ₃)	C-30, C-31, C-32
35'	1,60 (12 H; largo <i>s</i>)	16,0 ^G (CH ₃)	C-34, C-35, C-36
39'	1,60 (12 H; largo <i>s</i>)	15,9 ^G (CH ₃)	C-38, C-39, C-40
37	2,03 (<i>m</i>)	26,3 ^B (CH ₂)	C-36, C-38, C-39

^{A-G}- Intercambiáveis *- Difícil atribuição devido a superposição de sinais de hidrogênio e carbono.

Com base em dados da literatura para poliprenóis (Desoky, 1995; Tanaka et al., 1995; Aoki et al., 1997; Roshchin et al., 1999; Bertrand et al., 2001; Khidyrova & Shakhidoyatov, 2002; Sakane et al., 2005), o sinal em δ 5,38 ppm (1H; *ddd*; $J = 1,3; 7,3; 7,3$ Hz) no espectro de RMN de ¹H foi atribuído ao hidrogênio olefínico acoplado a dois hidrogênios de um grupo metileno ligado ao oxigênio, cujo sinal se encontra em δ 4,03 ppm (2H; *d*; $J = 7,3$ Hz). O sinal em δ 1,60 ppm (12 H; *m*) foi atribuído aos grupos metila de resíduos isoprênicos de configuração *E* e de um dos grupos metila do resíduo prenílico terminal. Já o sinal em δ 1,68 ppm (*m*) é característico de grupos metila de resíduos isoprênicos de configuração *Z* e de um dos grupos metila do resíduo prenílico terminal. Quanto à metila da unidade isoprênica ligada à hidroxila, forneceu um sinal em δ 1,74 ppm (3H; *d*; $J = 1$ Hz), o que era decorrente de configuração *Z* da

dupla. Os sinais em δ 2,03 ppm (*m*) e δ 5,11 ppm (*m*) foram atribuídos aos grupos metileno e metínico das unidades isoprênicas internas (Tabela 2).

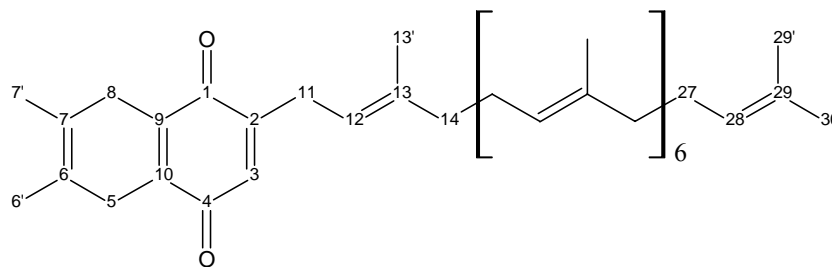
De acordo com a integração do sinal em δ 1,60 ppm, as substâncias isoladas possuíam três duplas em configuração *E* (Khidyrova & Shakhidoyatov, 2002). Entretanto, como se trata de uma mistura de poliprenóis, não é possível, utilizando a integração, determinar com precisão o número de unidades isoprênicas em configuração *Z*. Segundo Tanaka et al. (1995), a existência de duas unidades isoprênicas de configuração *E* acarreta igualdade de intensidades dos sinais de carbono dos grupos metilenos (aproximadamente δ 39,8 ppm) ligados aos átomos de carbono das duplas ligações de configuração *E* conectados ao grupo metila. Se na molécula houver três unidades de configuração *E*, a intensidade do sinal mais baixo será duas vezes maior. Como no espectro das substâncias presente na fração 27 existe uma relação próxima de 1:2 na intensidade dos picos δ 39,7 ppm e δ 39,7 ppm, acredita-se que realmente haja três duplas de configuração *E* nas suas estruturas.

Com base nos dados obtidos, acredita-se que a fração 27 corresponda a uma mistura de ficaprenol-10, -11 e -12, que são poliprenóis previamente isolados de folhas de *Ficus elastica* Roxb. (Khidyrova & Shakhidoyatov, 2002).

Quanto à fração 11 (actinoquinona), era nítida a presença de uma banda em 1720 cm^{-1} no correspondente espectro de infravermelho, o que parecia decorrente de estiramento da ligação C=O de cetonas. Também eram bastante visíveis duas bandas entre $1600\text{-}1650\text{ cm}^{-1}$, que sugeriam a presença de ligações C=C conjugadas em sistemas assimétricos (Silverstein & Webster, 2000). Tais resultados pareciam de acordo com o observado nas análises por RMN, já que no espectro de ^1H (Tabela 3) observavam-se sinais em δ 5,05 ppm, referentes a átomos de hidrogênio olefínicos. De forma análoga, no espectro de RMN ^{13}C (Tabela 3) eram nítidos os sinais em δ 187,7 ppm e 187,6 ppm, referentes a átomos de carbono de grupos carbonílicos. Os dados até aqui listados e os outros

espectros de RMN sugeriam que a estrutura fosse de uma cetona cíclica com uma longa cadeia isoprênica, o que estava de acordo com dados disponíveis na literatura para estrutura análoga (Boers et al., 2002).

TABELA 3. Deslocamentos químicos (ppm), número de hidrogênios, multiplicidade dos sinais (*s*: singleto; *d*: dubleto; *t*: tripleto; *dd*: duplo dubleto; *m*: multipletto) e constantes de acoplamento (*J*) em Hz, obtidos por ressonância magnética nuclear (RMN) de hidrogênio (¹H) e de carbono treze (¹³C) da fração 11 (actinoquinona), do extrato de *Actinostemon concolor*.



Nº C	¹ H	¹³ C	HMBC de H para C*
1	-	187,7 (C) ^A	
2	-	147,9 (C)	
3	6,46 (1 H, <i>dd</i> , <i>J</i> = 1,7; 1,7 Hz)	132,0 (CH)	C-1, C-2, C-10, C-11
4	-	187,6 (C) ^A	
5	2,04 (<i>m</i>)	39,6 (CH ₂) ^B	C-4, C-6, C-10
6	-	134,8 (C) ^C	
7	-	134,9 (C) ^C	
8	2,04 (<i>m</i>)	39,6 (CH ₂) ^B	C-1, C-7, C-9
9	-	140,5 (C) ^d	
10	-	140,9 (C) ^d	
11	3,12 (2 H, <i>dd</i> , <i>J</i> = 1,0; 7,5 Hz)	27,4 (CH ₂)	C-1, C-2, C-3, C-12
12	5,16 (1 H, <i>ddd</i> , <i>J</i> = 1,0; 2,5; 7,5)	118,1 (CH)	C-11, C-13, C-33
13	-	134,9 (C) ^E	

“...continua...”

“TABELA 3, Cont.”

14	2,04 (<i>m</i>)	39,7 (CH ₂) ^B	C-13, C-15, C-16, C-33
15	2,04 (<i>m</i>)	26,5 (CH ₂) ^F	C-14, C-16, C-17
16	5,11 (<i>m</i>)	123,8 (CH) ^G	C-14, C-15, C-34
17	-	134,9 (C) ^E	
18	2,04 (<i>m</i>)	39,7 (CH ₂) ^B	C-17, C-19, C-20, C-34
19	2,04 (<i>m</i>)	26,6 (CH ₂) ^F	C-18, C-20, C-21
20	5,11 (<i>m</i>)	124,2 (CH) ^G	C-18, C-19, C-35
21	-	135,4 (C) ^E	
22	2,04 (<i>m</i>)	39,7 (CH ₂) ^B	C-21, C-23, C-24, C-35
23	2,04 (<i>m</i>)	26,7(CH ₂) ^F	C-22, C-24, C-25
24	5,11 (<i>m</i>)	124,2 (CH) ^G	C-22, C-23, C-36
25	-	139,6 (C) ^E	
26	2,04 (<i>m</i>)	39,7 (CH ₂) ^B	C-25, C-27, C-28, C-36
27	2,04 (<i>m</i>)	26,7 (CH ₂) ^F	C-26, C-28
28	5,11 (<i>m</i>)	124,4 (CH) ^G	C-26, C-27
29	-	131,2 (C)	
30	1,67 (<i>d</i> largo, <i>J</i> = 1 Hz)	25,6 (CH ₃)	C-29, C-28, C-37
6'	2,04 (<i>m</i>)	12,3 (CH ₃) ^H	C-5, C-6, C-7
7'	2,04 (<i>m</i>)	12,0 (CH ₃) ^H	C-6, C-7, C-8
13'	1,62 (<i>m</i>)	15,9 (CH ₃) ^I	C-12, C-13, C-14
17'	1,60 (<i>m</i>)	16,0 (CH ₃) ^I	C-15, C-16 C-17, C-18
21'	1,60 (<i>m</i>)	16,0 (CH ₃) ^I	C-19, C-20, C-21, C-22
25'	1,60 (<i>m</i>)	16,1 (CH ₃) ^I	C-23, C-24, C-25, C-26
29'	1,55 (<i>s</i> largo)	17,6 (CH ₃)	C-27, C-28, C-29, C-30

^{A-I}- Intercambiáveis. *- Difícil atribuição devido à superposição de sinais de hidrogênio e carbono.

Ao examinar-se a Tabela 3, é possível notar algumas semelhanças com os dados das substâncias presentes na fração 27 (Ficaprenol-10, -11 e -12), confirmando a possibilidade dessa estrutura possuir uma cadeia isoprenóide. Tal fato pode ser corroborado por comparação dos dados com os da plastoquinona-9 (Figura 2), uma quinona que é parte importante no transporte de elétrons durante

a fotossíntese realizada por plantas, algas e cianobactérias, e que possui uma longa cadeia com nove unidades isoprênicas (Boers et al., 2002).

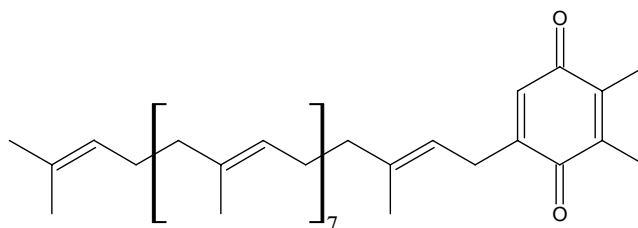


FIGURA 2. Estrutura da plastoquinona-9.

Segundo Boers et al. (2002), os sinais de hidrogênio para os grupos metila ligados ao anel quinônico têm deslocamento de δ 2,01 ppm e δ 2,03 ppm. A substância presente na fração 11 (actinoquinona) apresenta sinais de grupos metila com deslocamentos semelhantes (δ 2,04 ppm), indicando que estes grupos metila também podem estar presentes na estrutura. Enquanto no espectro da plastoquinona-9 observa-se um largo tripleto ($J = 1,7$ Hz) em δ 6,47 ppm para o hidrogênio ligado ao anel, na actinoquinona o hidrogênio correspondente ocasiona um duplo duplete ($J = 1,7; 1,7$) em δ 6,46 ppm, o que parece bastante razoável para a estrutura proposta. Outras evidências que dão suporte à proposta apresentada podem ser encontradas na região de δ 1,0 a δ 2,0 ppm, na qual o sinal mais largo para a actinoquinona se encontra em δ 1,60 ppm e foi atribuído aos grupos metila (17', 21', 25'). Valores estes de acordo com aqueles encontrados para os grupos metila semelhantes da plastoquinona-9. O sinal em δ 1,68 ppm, atribuído ao C-30, é encontrado em δ 1,68 ppm na literatura, enquanto o sinal atribuído ao C-29' (δ 1,55 ppm) aparece na literatura em δ 1,58 ppm

(Boers et al.; 2002). Já o sinal dos hidrogênios do C-13', grupo metila mais próximo ao anel, é encontrado na literatura em δ 1,62 ppm enquanto na presente substância é observado em δ 1,62 ppm (Boers et al., 2002).

O sinal de hidrogênio do grupo metileno ligado ao anel (δ 3,12 ppm) apresenta-se como um duplo dubleto com constantes de acoplamentos iguais a 1,0 e 7,5 Hz. Estes valores também são encontrados para este grupo na plastoquinona-9 (δ 3,12 ppm; $J=$ 1,7; 7,2 Hz). De forma análoga, os sinais dos outros grupos metilenos e dos grupos metínicos da cadeia isoprenóide também estão de acordo com o encontrado na literatura (Boers et al., 2002).

Entretanto, existem no espectro da actinoquinona sinais em δ 134,8 ppm e δ 134,9 ppm, que não são observados para a plastoquinona-9. Segundo o DEPT, trata-se de átomos de carbono de hibridização sp^2 que não estão ligados a hidrogênio. Há também a presença de sinais em δ 39,6 ppm (CH_2 segundo o DEPT) que estão ligados aos átomos de carbono citados acima (segundo experimento de HMBC dos hidrogênios ligados aos carbonos com sinal em δ 39,6 ppm), além dos grupos CH_3 ligados ao anel quinônico. Juntando estes fatos, pode-se inferir que a substância presente na fração 11 apresenta em sua estrutura o anel de uma diidronaftoquinona, diferente do anel da plastoquinona-9.

O espectro de massas da fração 11 apresenta um pico com m/z igual a 771 uma $[M+K]^+$, o que somado aos dados de RMN, sugere uma fórmula molecular igual a $C_{52}H_{76}O_2$. Ou seja, trata-se de oito unidades isoprenicas ligadas ao anel diidronaftoquinônico.

Quando submetidos ao teste com o bicho mineiro, observou-se que ambas as frações (27 e 11) apresentavam atividade contra o inseto, sendo a actinoquinona muito mais eficiente (Tabela 4).

TABELA 4. Efeito das substâncias isoladas de *Actinostemon concolor* sobre a oviposição de *Leucoptera coffeella*.

Tratamentos	Porcentagem de ovos (%) [*]
Lorsban	0,00 ^A
Fração 27 (ficaprenol-10, -11, -12)	10,00 ^A
Fração 11 (actinoquinona)	0,00 ^A
Tween 80	56,28 ^B

*-Valores seguidos da mesma letra não diferem estatisticamente segundo o teste de Scott e Knott (1974) a 5 % de significância.

Concluindo, o trabalho realizado confirma a ação contra o bicho mineiro do cafeeiro preliminarmente observada para o extrato das folhas de *Actinostemon concolor*. No mínimo, em parte, tal atividade deve-se à actinoquinona e a uma mistura de poliprenóis que parece composta de ficaprenol-10, -11 e -12. Estudos futuros deverão ser realizados com o objetivo de elucidar totalmente as estruturas das substâncias mencionadas e para avaliar melhor a eficiência das mesmas e do extrato bruto de *A. concolor* no controle do referido inseto.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ), pelo apoio financeiro e pelas bolsas concedidas.

5 RESUMO

Uma diidronaftoquinona inédita e uma mistura de poliprenóis caracterizados como ficaprenol-10, -11 e -12, foram isolados das folhas de *Actinostemon concolor* (Spreng.) Müll. Arg. A diidronaftoquinona possui uma cadeia com oito unidades isoprênicas ligadas ao carbono 2 do anel. O extrato vegetal, a fração solúvel em hexano do mesmo e as mencionadas substâncias mostraram-se ativas contra o inseto *Leucoptera coffeella*, que causa prejuízos aos cafeicultores brasileiros.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AOKI, T.; MATSUO, K.; SUGA, T.; OHTA, S. Arachisprenol: polyprenols possessing a Geranyl Residue from *Arachis hypogaea*. **Phytochemistry**, New York, v. 46, n. 4, p. 715-720, 1997.
- ARIVUDAINAMBI, S.; SELVAMUTHUKUMARAN, T.; BASKARAN, P. Lactone glycoside in *Cleistanthus collinus* (Euphorbiaceae), an effective insecticidal principle. **Indian Journal of Plant Protection**, Nova Delhi, v. 34, n. 2, p. 256-257, 2006.
- BERTRAND, C.; FABRE, N.; MOULIS, C. Constituents of *Pilocarpus trachylophus*. **Fitoterapia**, Milão, v. 72, p. 844-847, 2001.
- BOERS, R. B.; RANDULFE, Y. P.; HASS, H. N. S. van der; ROSSUN-BAAN, M. van; LUGTENBURG, M. Synthesis and spectroscopical characterization of 1-¹³C- and 4-¹³C-plastoquinone-9. **European Journal of Organic Chemistry**, Weinheim, v. 13, p. 2094-2108, 2002.
- DESOKY, E. K. Long-chain polyprenyl acetates in *Murray exotica*. **Phytochemistry**, New York, v. 39, n. 6, p. 1383-1385, 1995.
- KHIDYROVA, N. K.; SHAKHIDOYATOV, K. M. Plant polyprenols and their biological activity. **Chemistry of Natural Compounds**, New York, v. 38, n. 2, p. 107-121, 2002.
- REIS JUNIOR, R.; LIMA, E. R.; VILELA, E. F.; BARROS, R. S. Method for maintenance of coffee leaves in vitro for mass rearing of *Leucoptera coffeella* (Guérin-Ménéville) (Lepidoptera: Lyonetiidae). **Neotropical Entomology**, Londrina, v. 29, p. 849-854, 2000.
- REIS, P. R. Manejo integrado das pragas do cafeeiro em Minas Gerais. In: FERNANDES, O. A.; CORREA, A. C. B.; BORTOLI, S. A. (Ed.). **Manejo integrado de pragas e nematóides**. Jaboticabal: Funep, 1990. p. 39-57.
- REIS, P. R.; SOUZA, J. C.; MELLES, C. C. A. Pragas do cafeeiro. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v. 10, n. 109, p. 2-57, 1984.

ROSHCHIN, V. I.; RALDUGIN, V. A.; POVERINOVA, O. Y.; NAGIBINA, N. Y.; DEMENKOVA, L. I.; KUKINA, T. P. Seasonal dynamics of distribution of isoprenologs of bound polyprenols and dolichols in leaves and branches of *Alnus glutinosa* (L.) Gartn. **Russian Chemical Bulletin**, Moscow, v. 48, n. 5, p. 1007-1009, 1999.

SAKANE, W.; HARA, N.; FUJIMOTO, Y.; TAKAISHI, Y.; ACUÑA, R.; OSORIO, C.; DUQUE, C. Cupaniol, a new branched polyprenol, from *Cupania latifolia*. **Chemical and Pharmaceutical Bulletin**, Tokyo, v. 53, n. 8, p. 1037-1039, 2005.

SCOTT, A. J.; KNOTT, M. A. A cluster analyses method for grouping means in the analyses of variance. **Biometrics**, Arlington, v. 30, p. 502-512, 1974.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000. 460 p.

SOUZA, J. C.; REIS, P. R.; RIGITANO, R. L. O. **Bicho mineiro do cafeeiro: biologia, danos e manejo integrado**. Belo Horizonte: Epamig, 1998. 48 p.

TANAKA, Y.; KAWAHARA, S.; AIK-HWEE, E.; SHIBA, K.; OHYA, N. Initiation of biosynthesis in *Cis* polyisoprenes. **Phytochemistry**, New York, v. 39, n. 4, p. 779-784, 1995.

UPASANI, S. M.; KOTKAR, H. M.; MENDKI, O. S.; MAHESHWARI, V. L. Partial characterization and insecticidal properties of *Ricinus communis* L. foliage flavonoids. **Pest Management Science**, Sussex, v. 59, n. 12, p. 1349-1354, 2003.

ANEXOS

ANEXO A	Página
FIGURA 1A Espectro de RMN de ^1H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 500 MHz.....	52
FIGURA 2A Expansão do espectro de RMN de ^1H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 500 MHz.....	53
FIGURA 3A Expansão do espectro de RMN de ^1H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 500 MHz.....	54
FIGURA 4A Espectro de RMN de ^1H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D $_2$ O, 500 MHz.....	55
FIGURA 5A Expansão do espectro de RMN de ^1H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D $_2$ O, 500 MHz.....	56
FIGURA 6A Expansão do espectro de RMN de ^1H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D $_2$ O, 500 MHz.....	57
FIGURA 7A Espectro de RMN de ^{13}C da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 126 MHz.....	58
FIGURA 8A Expansão do espectro de RMN de ^{13}C da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 126 MHz.....	59
FIGURA 9A Correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ^1H x ^{13}C (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6	60
FIGURA 10A Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ^1H x ^{13}C (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6	61
FIGURA 11A Expansão da correlação heteronuclear de curta distância	

	(gHMQC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6	62
FIGURA 12A	Correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6	63
FIGURA 13A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6	64
FIGURA 14A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6	65
FIGURA 15A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6	66
FIGURA 16A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6	67
FIGURA 17A	Correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 500 MHz.....	68
FIGURA 18A	Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 500 MHz.....	69
FIGURA 19A	Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 500 MHz.....	70
FIGURA 20A	Correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D ₂ O, 500 MHz.....	71
FIGURA 21A	Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D ₂ O, 500 MHz...	72
FIGURA 22A	Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY)	

	da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ + D ₂ O, 500 MHz...	73
FIGURA 23A	Espectro de massas (EM-ES) da Vitexina (Artigo 1), - MS ¹ (431=M-1).....	74
FIGURA 24A	Espectro de massas (EM-ES) da Vitexina (Artigo 1), +MS ¹ (433=M+1).....	74
FIGURA 25A	Espectro de RMN de ¹ H da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 500 MHz.....	75
FIGURA 26A	Expansão do espectro de RMN de ¹ H da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 500 MHz.....	76
FIGURA 27A	Expansão do espectro de RMN de ¹ H da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 500 MHz.....	77
FIGURA 28A	Espectro de RMN de ¹ H da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ + D ₂ O, 500 MHz.....	78
FIGURA 29A	Expansão do espectro de RMN de ¹ H da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ + D ₂ O, 500 MHz.....	79
FIGURA 30A	Expansão do espectro de RMN de ¹ H da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ + D ₂ O, 500 MHz.....	80
FIGURA 31A	Espectro de RMN de ¹³ C da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 126 MHz.....	81
FIGURA 32A	DEPT 135° Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 126 MHz.....	82
FIGURA 33A	DEPT 90° Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 126 MHz.....	83
FIGURA 34A	Correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆	84
FIGURA 35A	Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) da Isovitecina	

	(Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆	85
FIGURA 36A	Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆	86
FIGURA 37A	Correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆	87
FIGURA 38A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆	88
FIGURA 39A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆	89
FIGURA 40A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆	90
FIGURA 41A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆	91
FIGURA 42A	Correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 500 MHz.....	92
FIGURA 43A	Expansão da correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 500 MHz.....	93
FIGURA 44A	Expansão da correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ , 500 MHz.....	94
FIGURA 45A	Correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY) da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ + D ₂ O, 500 MHz....	95
FIGURA 46A	Expansão da correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY)	

	da Isovitexina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ + D ₂ O, 500 MHz.....	96
FIGURA 47A	Expansão da correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY) da Isovitexina (Artigo 1) em DMSO- <i>d</i> ₆ + D ₂ O, 500 MHz.....	97
FIGURA 48A	Espectro de massas (EM-ES) da Isovitexina (Artigo 1), -MS ¹ (431=M-1).....	98
FIGURA 49A	Espectro de massas (EM-ES) da Isovitexina (Artigo 1), +MS ¹ (433=M+1).....	98
FIGURA 50A	Espectro de RMN de ¹ H dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 500 MHz.....	99
FIGURA 51A	Expansão do espectro de RMN de ¹ H dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 500 MHz.....	100
FIGURA 52A	Expansão do espectro de RMN de ¹ H dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 500 MHz.....	101
FIGURA 53A	Espectro de RMN de ¹³ C dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 126 MHz.....	102
FIGURA 54A	Expansão do espectro de RMN de ¹³ C dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ 126 MHz.....	103
FIGURA 55A	Expansão do espectro de RMN de ¹³ C dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ 126 MHz.....	104
FIGURA 56A	DEPT 135° Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 126 MHz.....	105
FIGURA 57A	Expansão do DEPT 135° Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 126 MHz.....	106
FIGURA 58A	DEPT 90° Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 126 MHz...	107
FIGURA 59A	Correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2)	

	em CDCl ₃	108
FIGURA 60A	Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃	109
FIGURA 61A	Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃	110
FIGURA 62A	Correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃	111
FIGURA 63A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo2) em CDCl ₃	112
FIGURA 64A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃	113
FIGURA 65A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo2) em CDCl ₃	114
FIGURA 66A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹ H x ¹³ C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃	115
FIGURA 67A	Correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 500 MHz.....	116
FIGURA 68A	Expansão da correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 500 MHz.....	117
FIGURA 69A	Expansão da correlação homonuclear ¹ H x ¹ H (gCOSY) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl ₃ , 500 MHz.....	118

FIGURA 70A	Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.....	119
FIGURA 71A	Espectro de massas (EM-ES) dos Poliprenóis (Artigo 2), +MS ¹ (721; 789; 851=M+Na).....	120
FIGURA 72A	Espectro de Infravermelho dos Poliprenóis (Artigo 2) em janela de Irtran-2 [®]	120
FIGURA 73A	Espectro de RMN de ^1H da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.....	121
FIGURA 74A	Expansão do espectro de RMN de ^1H da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.....	122
FIGURA 75A	Espectro de RMN de ^{13}C da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 126 MHz.....	123
FIGURA 76A	Expansão do espectro de RMN de ^{13}C da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 126 MHz.....	124
FIGURA 77A	Expansão do espectro de RMN de ^{13}C da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 126 MHz.....	125
FIGURA 78A	DEPT 135° Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 126 MHz.....	126
FIGURA 79A	Expansão do DEPT 135° Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 126 MHz.....	127
FIGURA 80A	DEPT 90° Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 126 MHz.....	128
FIGURA 81A	Correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3	129
FIGURA 82A	Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3	130

FIGURA 83A	Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3	131
FIGURA 84A	Correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3	132
FIGURA 85A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo2) em CDCl_3	133
FIGURA 86A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3	134
FIGURA 87A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo2) em CDCl_3	135
FIGURA 88A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3	136
FIGURA 89A	Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3	137
FIGURA 90A	Correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.....	138
FIGURA 91A	Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.....	139
FIGURA 92A	Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz..	140

FIGURA 93A Espectro de massas (EM-ES) da Diidronaftoquinona (Artigo 2), +MS ¹ (771=M+K).....	141
FIGURA 94A Espectro de Infravermelho da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em janela de Irtran-2 [®]	141

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: s2pul
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.085 sec
Width 7509.6 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 19 sec

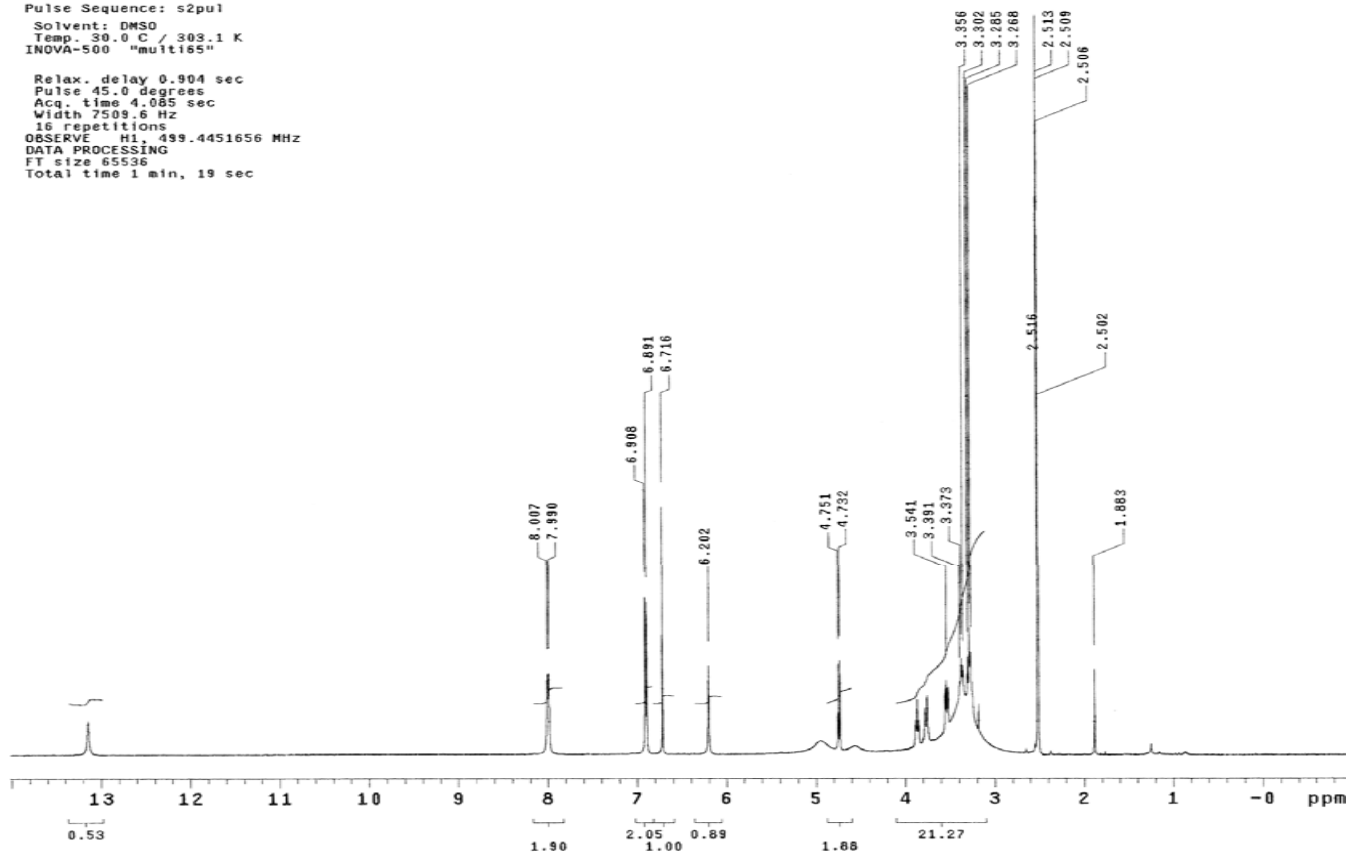


FIGURA 1A. Espectro de RMN de ^1H da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis165"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.085 sec
Width 7509.6 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1: 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 19 sec

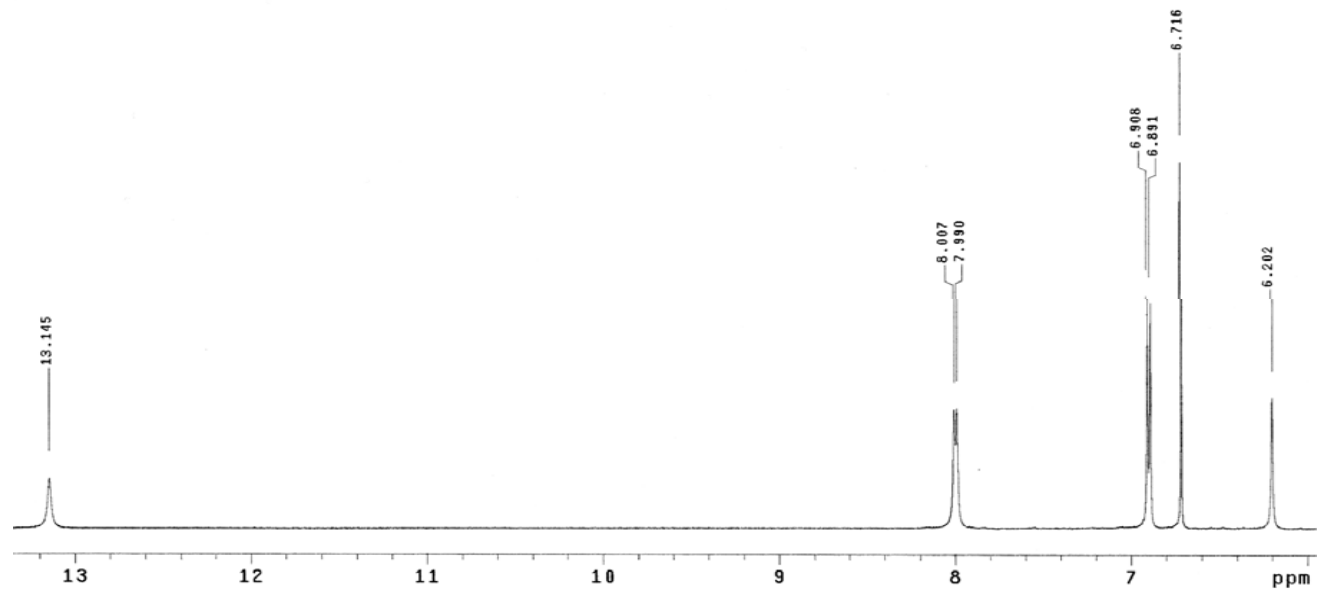


FIGURA 2A. Expansão do espectro de RMN de ¹H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO-d₆, 500 MHz.

Solvent: DMSO
Temp 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi165"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.085 sec
Width 7509.6 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 19 sec

54

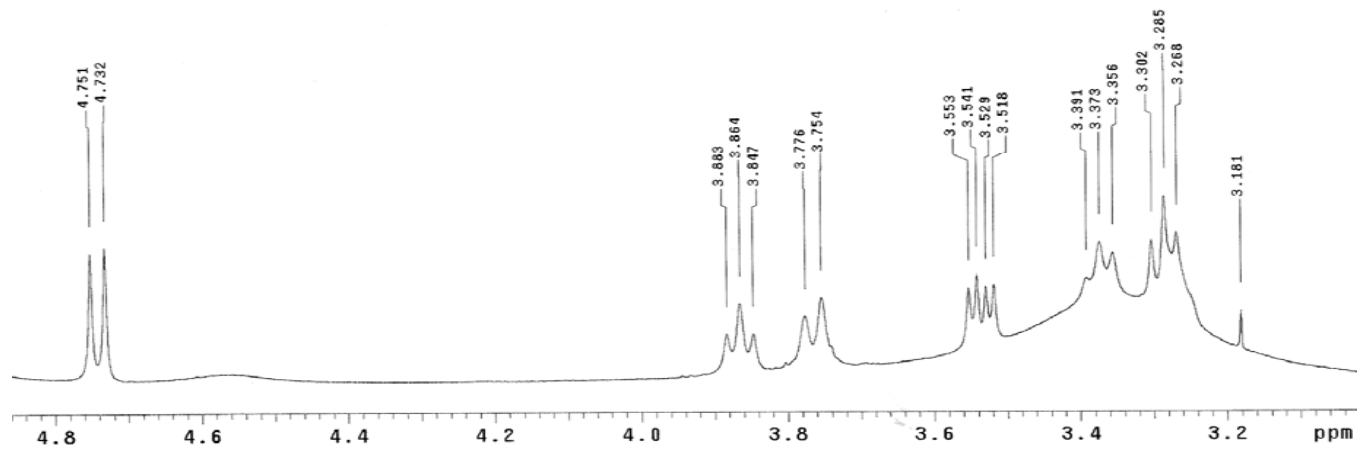


FIGURA 3A. Expansão do espectro de RMN de ¹H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO-*d*₆, 500 MHz.

Hudson PR2-3-15 20/06/08
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: DMSO-*d*₆
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 0.304 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.063 sec
Width 7509.6 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 19 sec

55

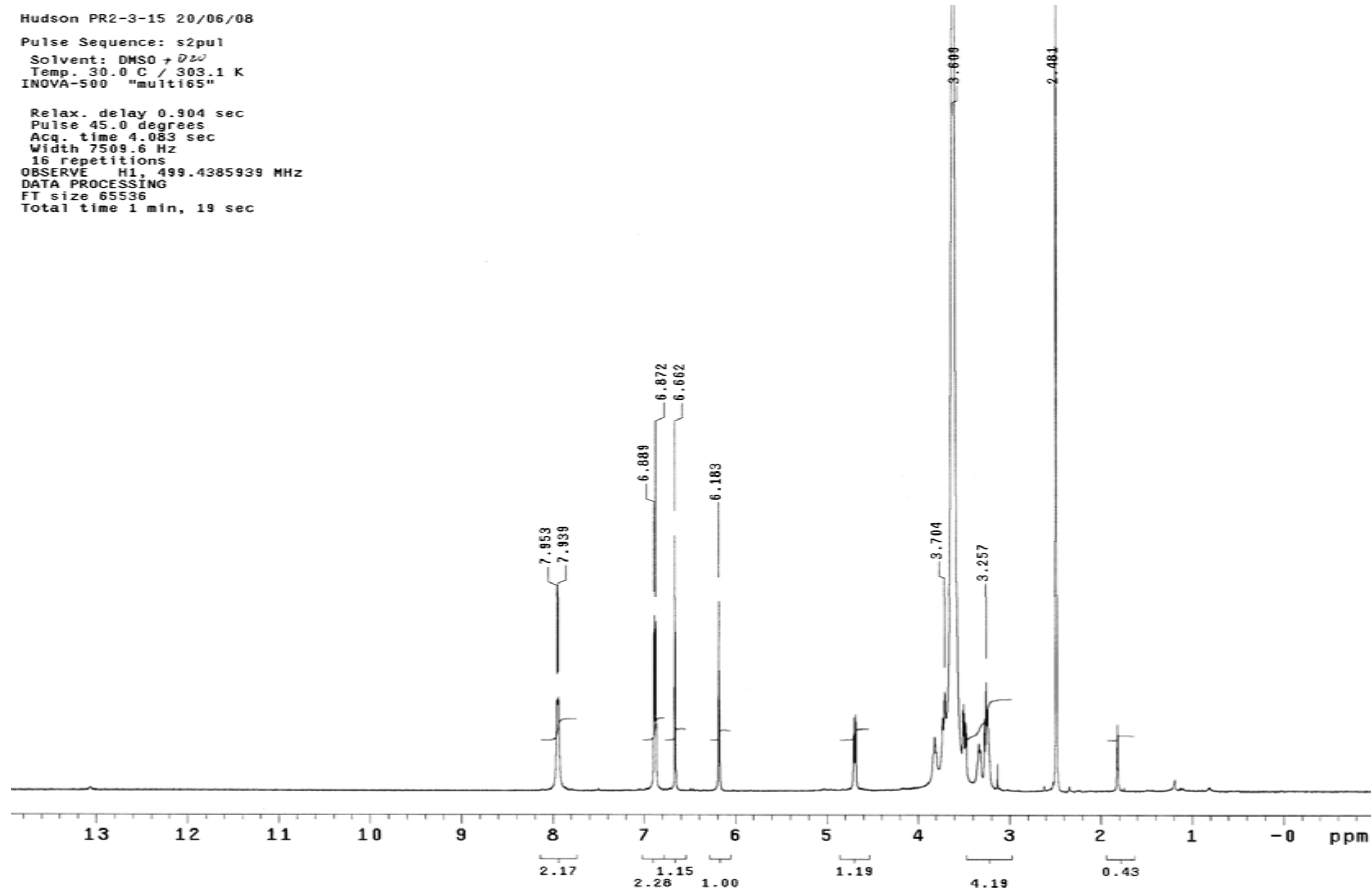


FIGURA 4A. Espectro de RMN de ¹³H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO-*d*₆ + D₂O, 500 MHz.

Hudson PR2-3-15 20/06/08
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: DMSO + D₂O
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.083 sec
Width 7509.6 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 19 sec

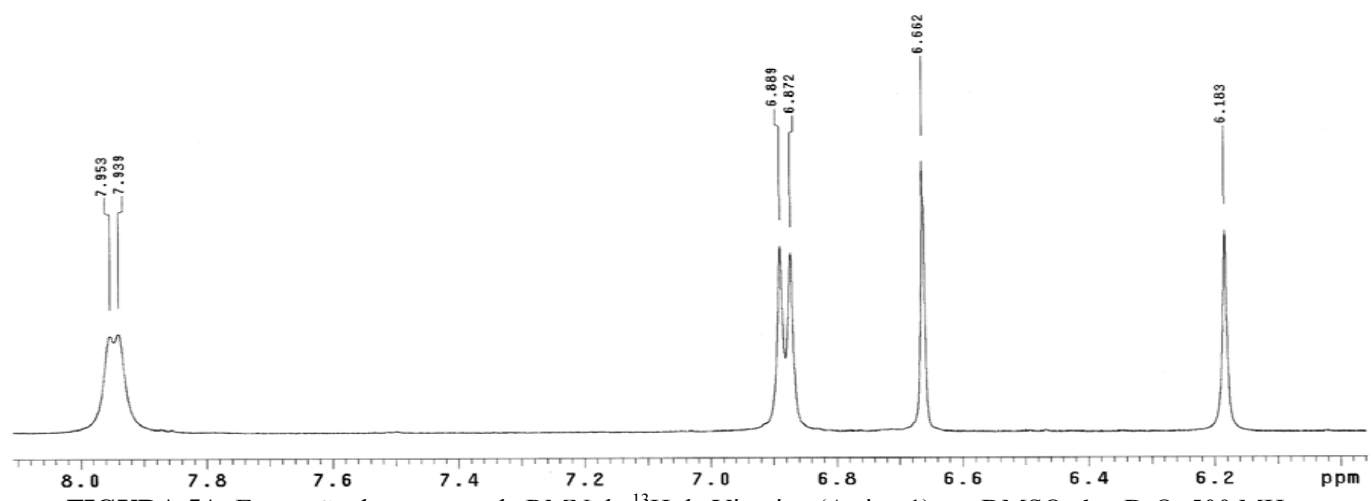


FIGURA 5A. Expansão do espectro de RMN de ¹H da Vitexina (Artigo 1) em DMSO-*d*₆ + D₂O, 500 MHz.

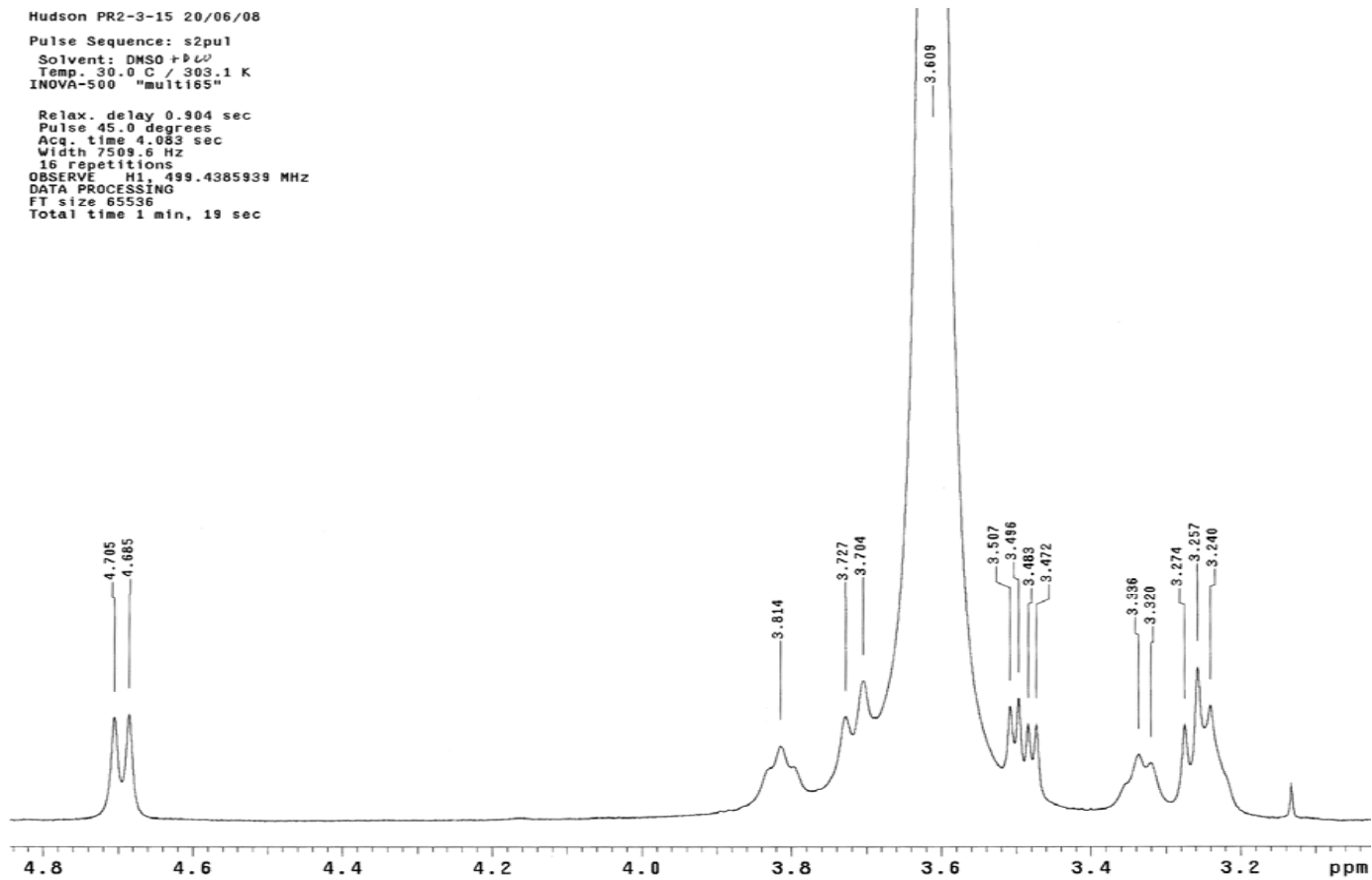


FIGURA 6A. Expansão do espectro de RMN de ^1H da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6 + \text{D}_2\text{O}$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: s2pul
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-07
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 0.957 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 29027.6 Hz
14336 repetitions
OBSERVE C13, 125.5856541 MHz
DECOUPLE H1, 499.4476629 MHz
Power 30 dB
continuously on
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 7 hr, 59 min, 48 sec

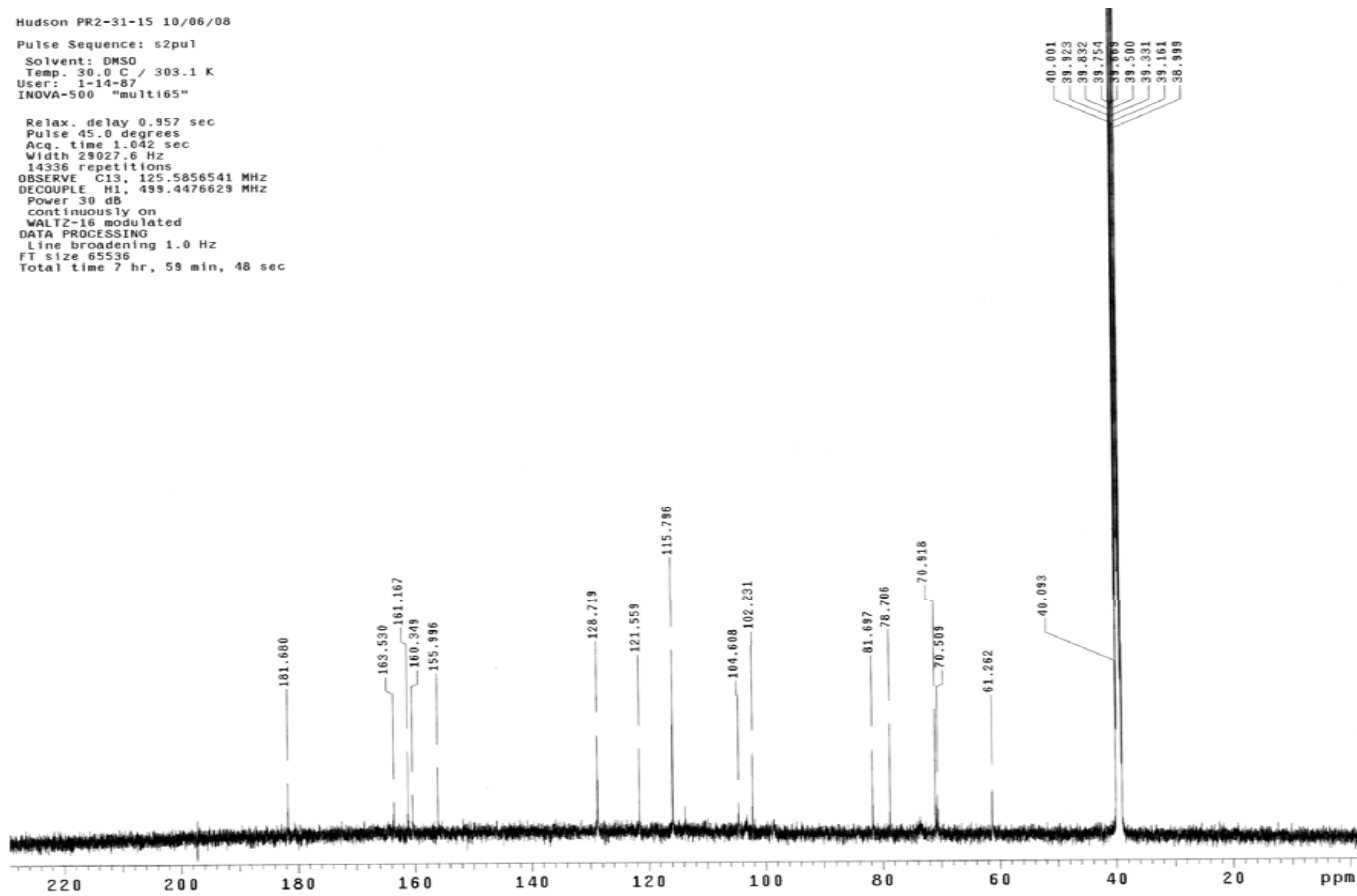


FIGURA 7A. Espectro de RMN de ^{13}C da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 126 MHz.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-07
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 0.957 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 29027.6 Hz
14336 Repetitions
OBSERVE C13, 125.5856541 MHz
DECOUPLE H1, 499.4476629 MHz
Power 30 dB
continuously on
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 7 hr, 59 min, 48 sec

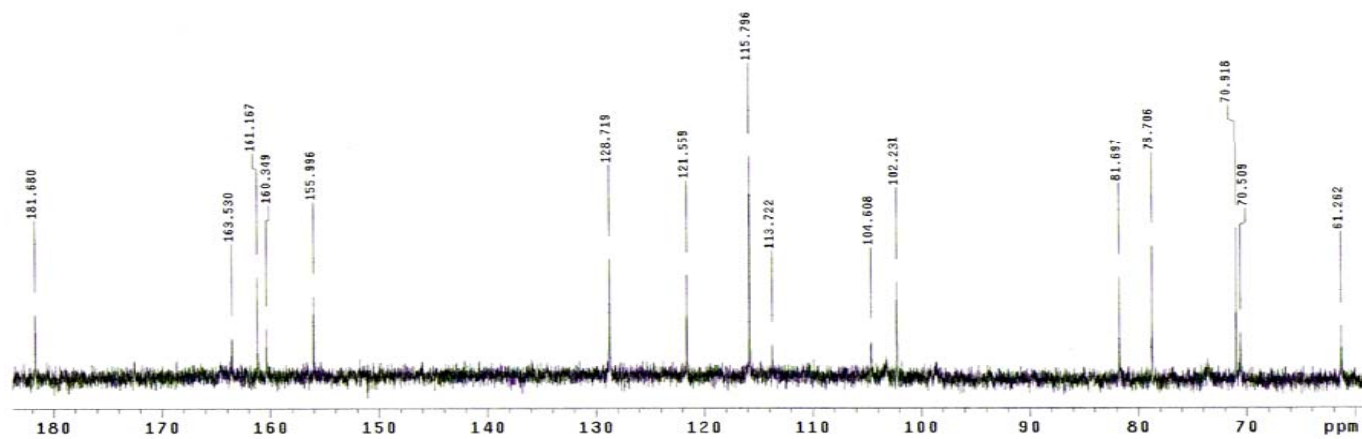


FIGURA 8A. Expansão do espectro de RMN de ^{13}C da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 126 MHz.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gHMQC
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DECOUPLE C13, 125.599364 MHz
Power 47 dB
On during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.063 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 2 hr, 43 min, 4 sec

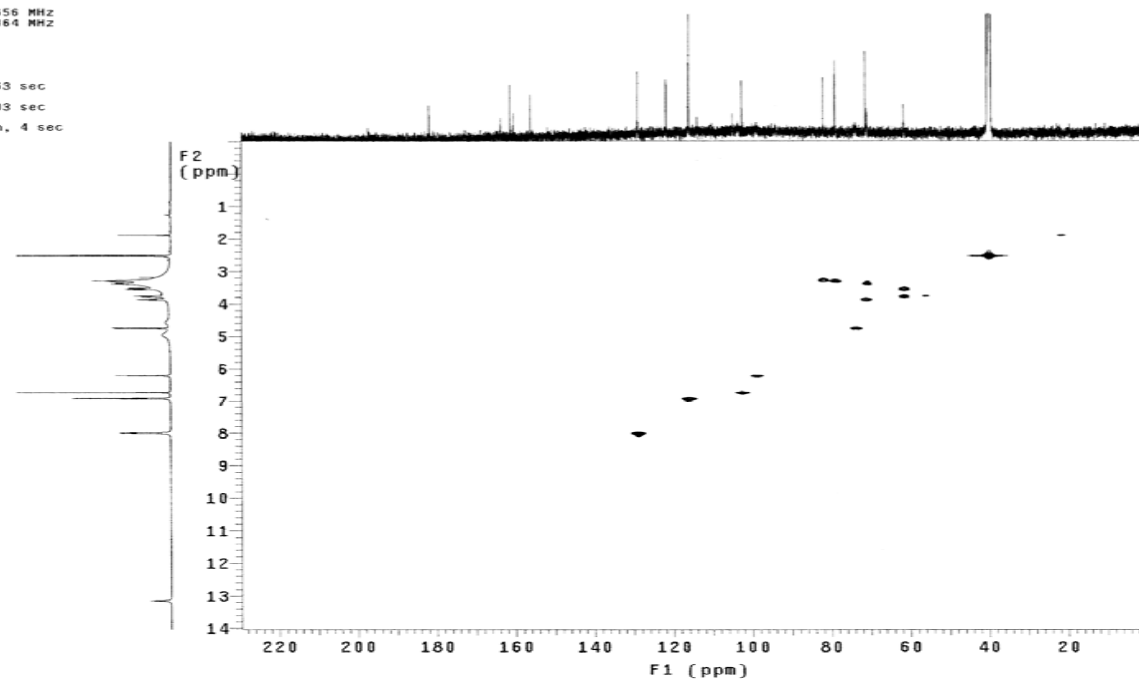


FIGURA 9A. Correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) ¹H x ¹³C (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO-*d*₆.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gHMOC
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-18-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 23027.6 Hz
32 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE H1, 499.8451656 MHz
DECOUPLE C13, 125.5999364 MHz
Power 47 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.063 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 2 hr, 43 min, 4 sec

61

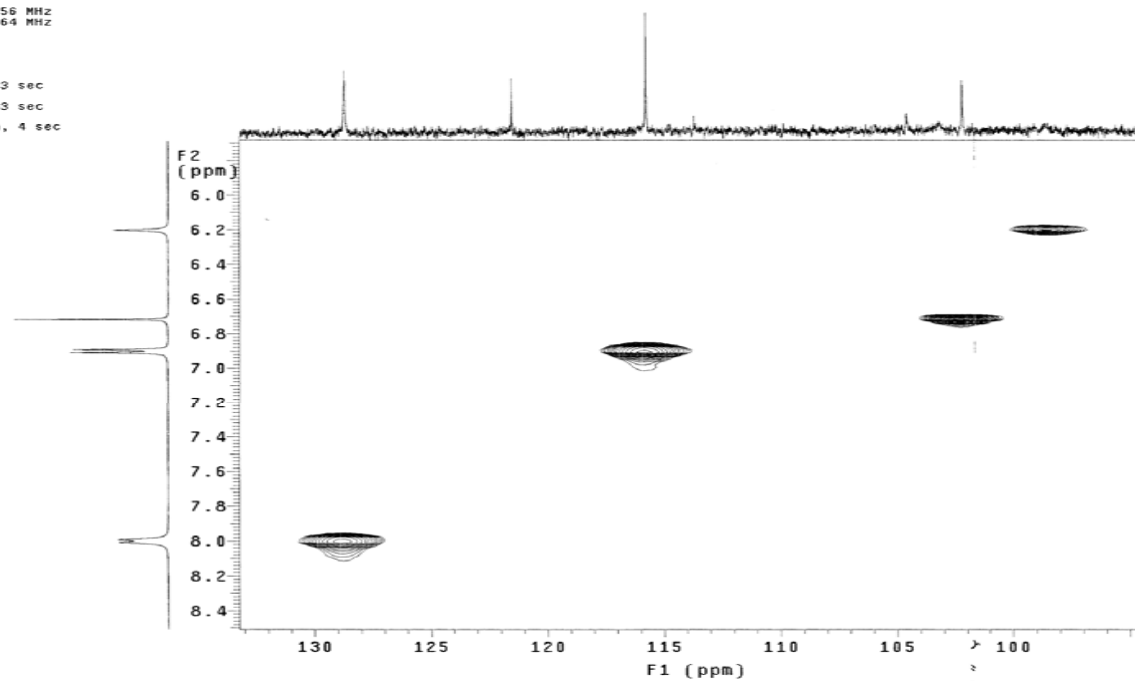
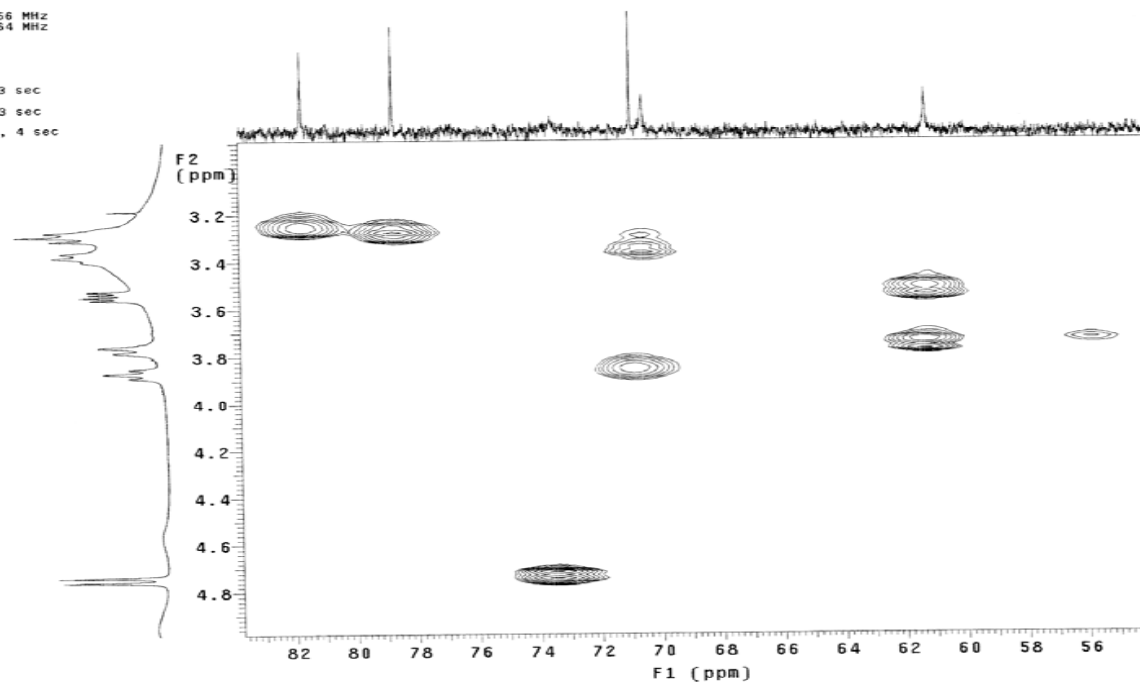


FIGURA 10A. Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

ludson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gHMOC
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
Jser: 1-14-97
[NOVA-500 "mult165"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7599.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DECOUPLE C13, 125.5999364 MHz
Power 47 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.063 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 2 hr, 43 min, 4 sec

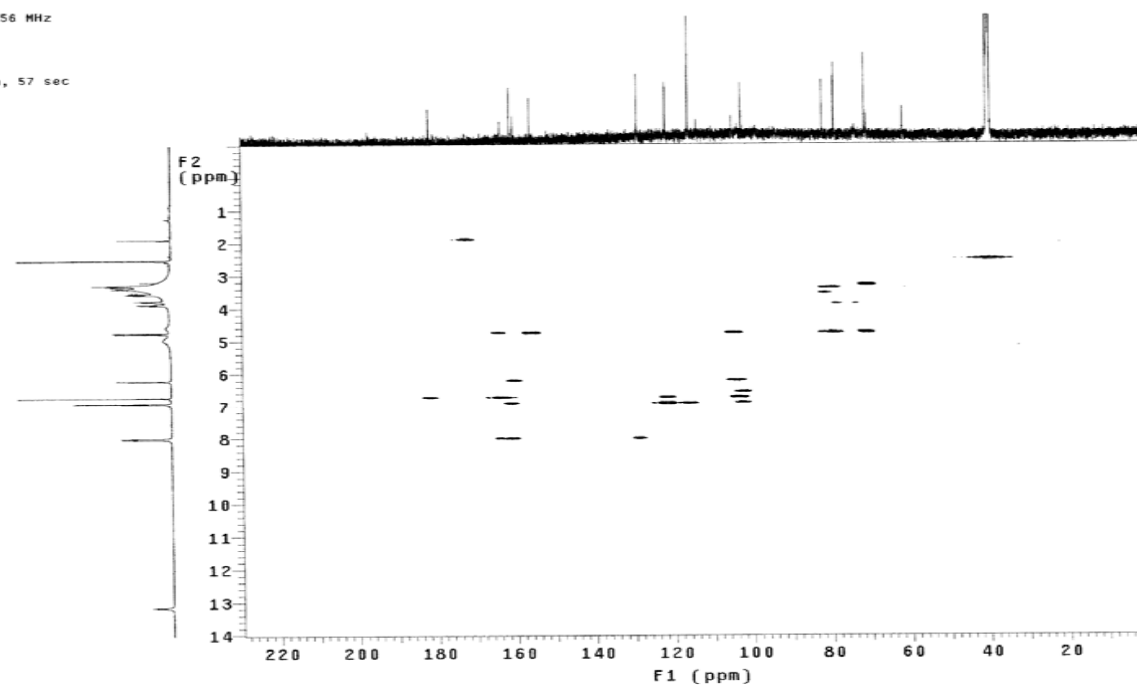


62

FIGURA 11A. Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO}-d_6$.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec



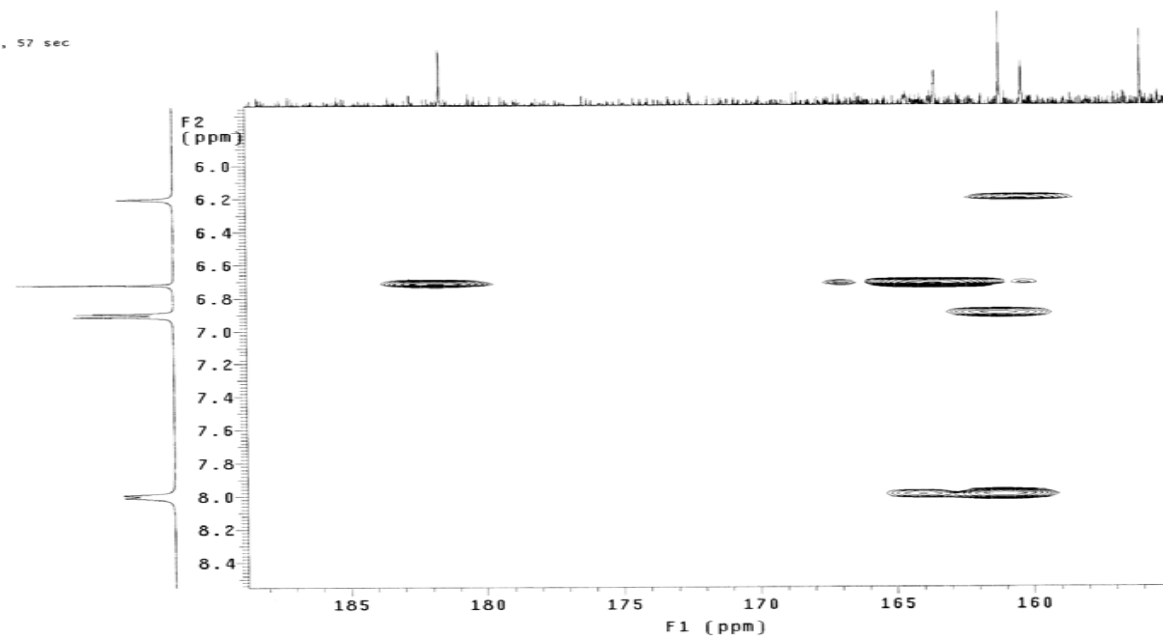
63

FIGURA 12A. Correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

tudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
Jser: 1-14-87
INNOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 23027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2046 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

Filename: _



64

FIGURA 13A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-07
INOVA-500 "multi65"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

Filename: _

65

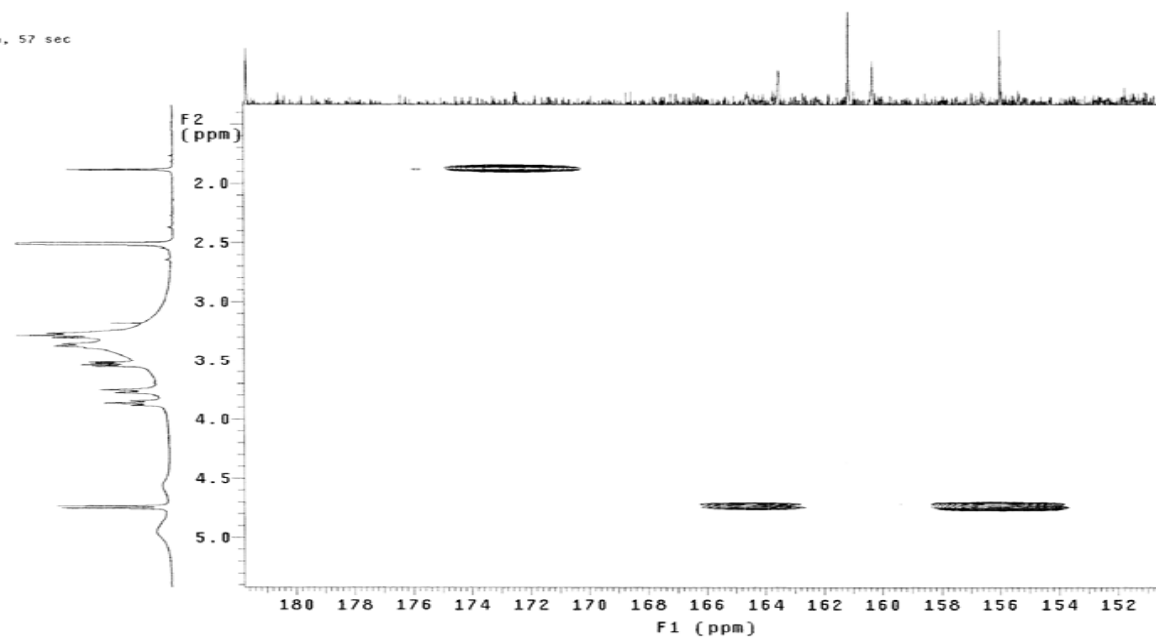


FIGURA 14A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO}-d_6$.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp.: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multis65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 28027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE Wt. 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

Filename: _

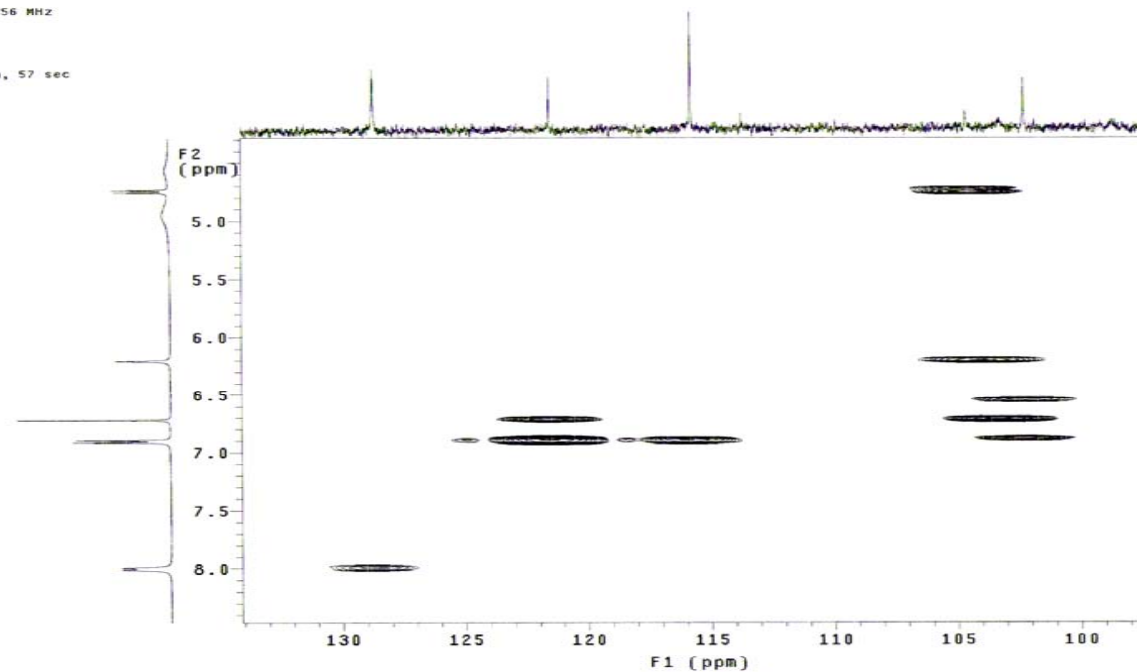
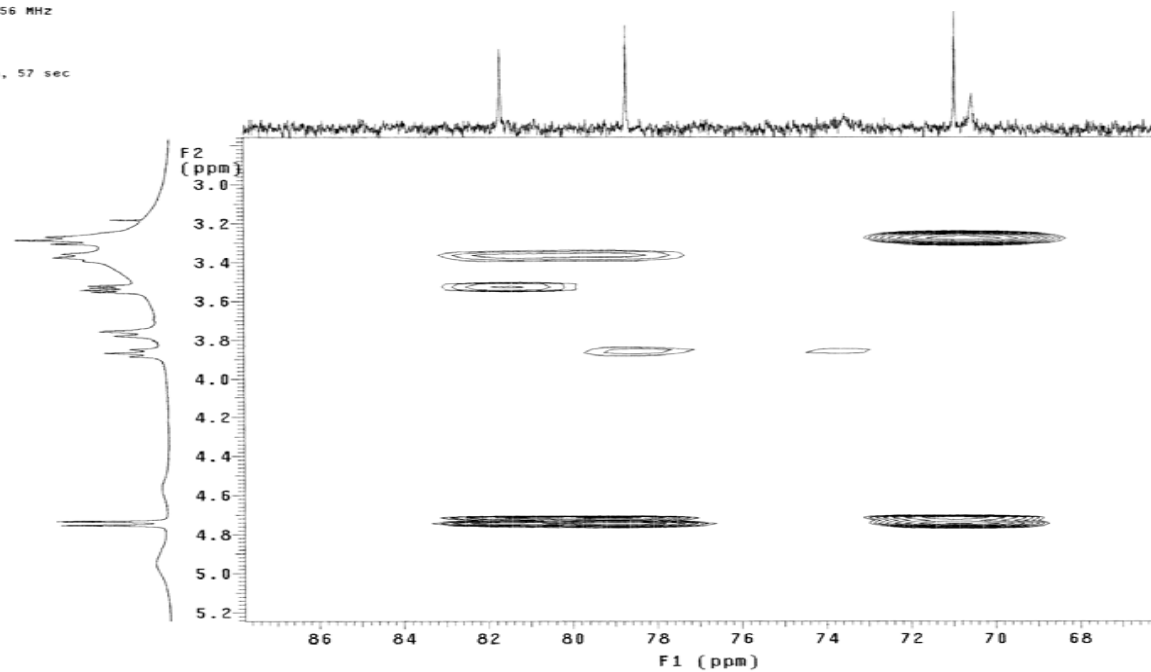


FIGURA 15A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

Filename: _



67

FIGURA 16A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO}-d_6$.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "mult165"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE F1, 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.009 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

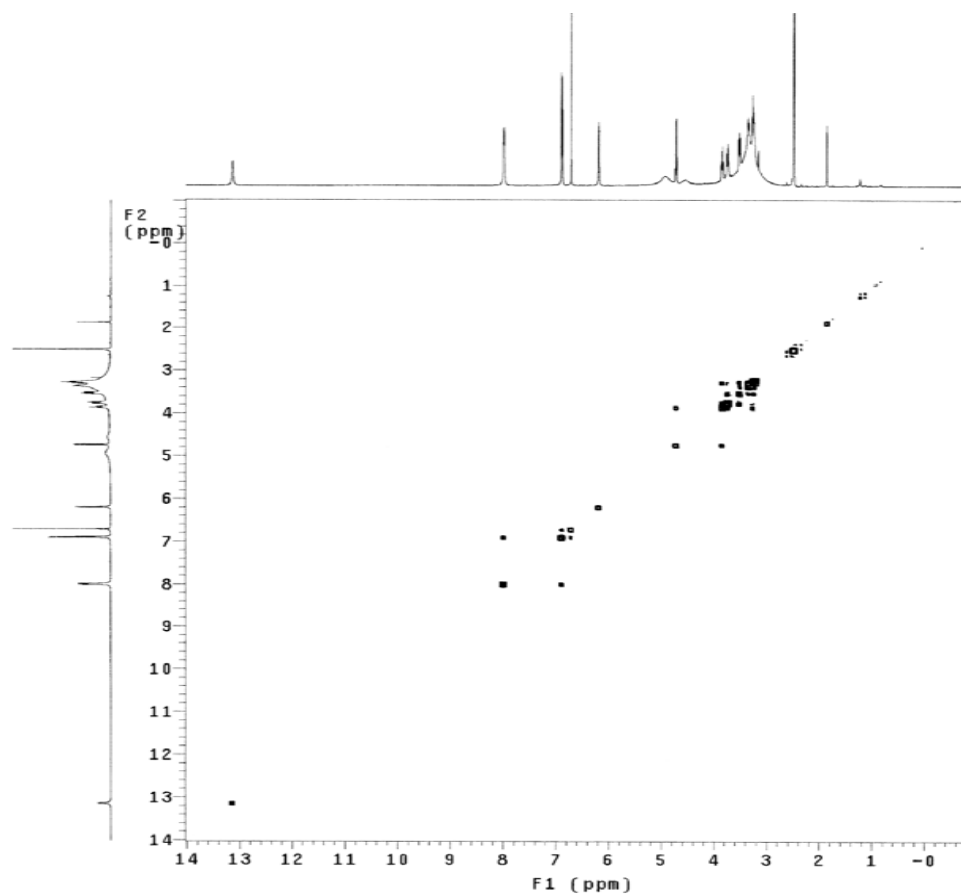


FIGURA 17A. Correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO}-d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multies"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.009 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

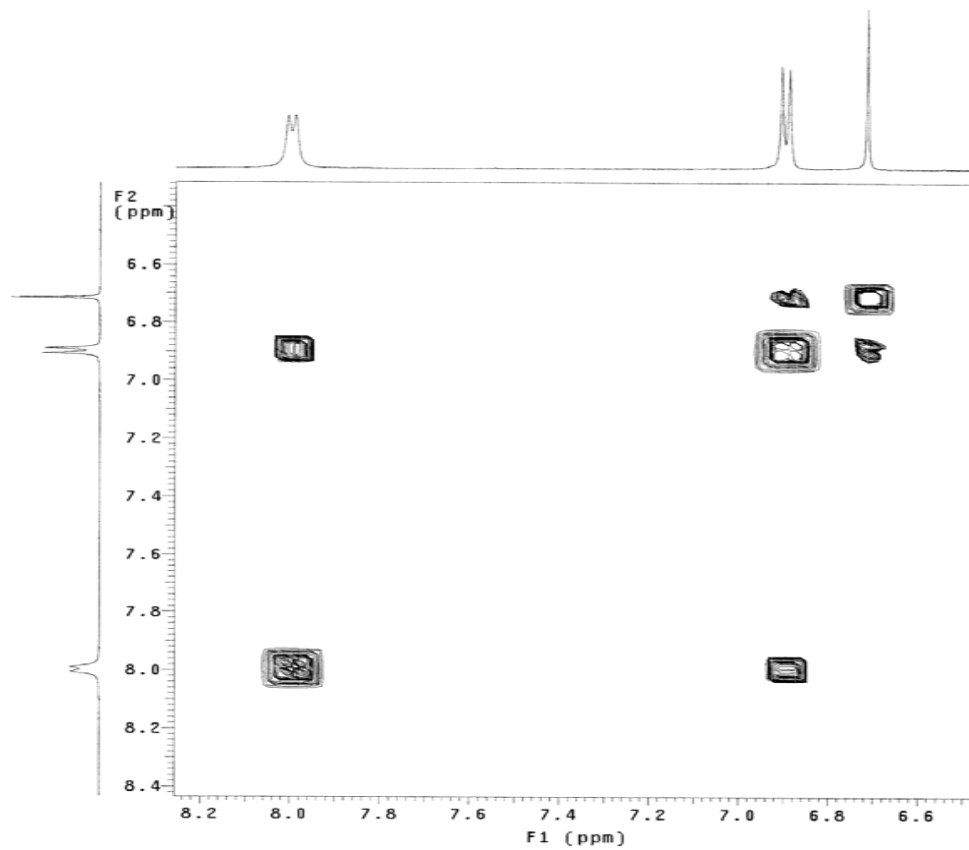
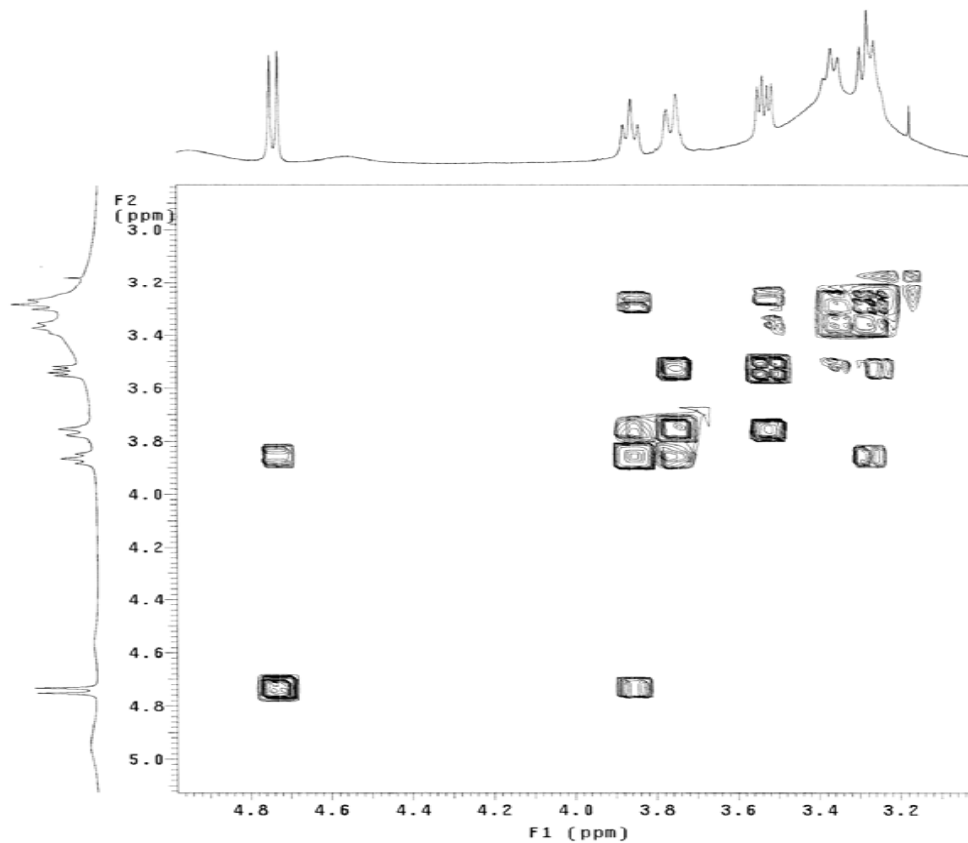


FIGURA 18A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-15 10/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE F1: 499.4451656 MHz
DATA PROCESSING
Sg, sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sg, sine bell 0.009 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

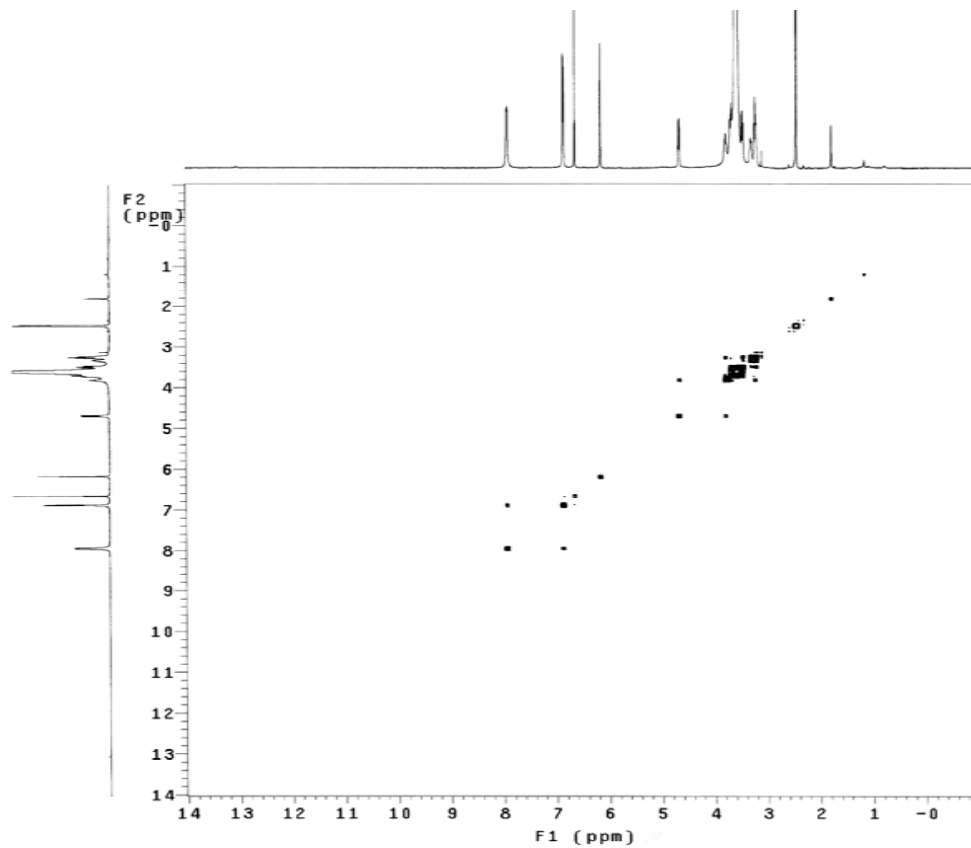


70

FIGURA 19A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-3-15 20/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO- d_6
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

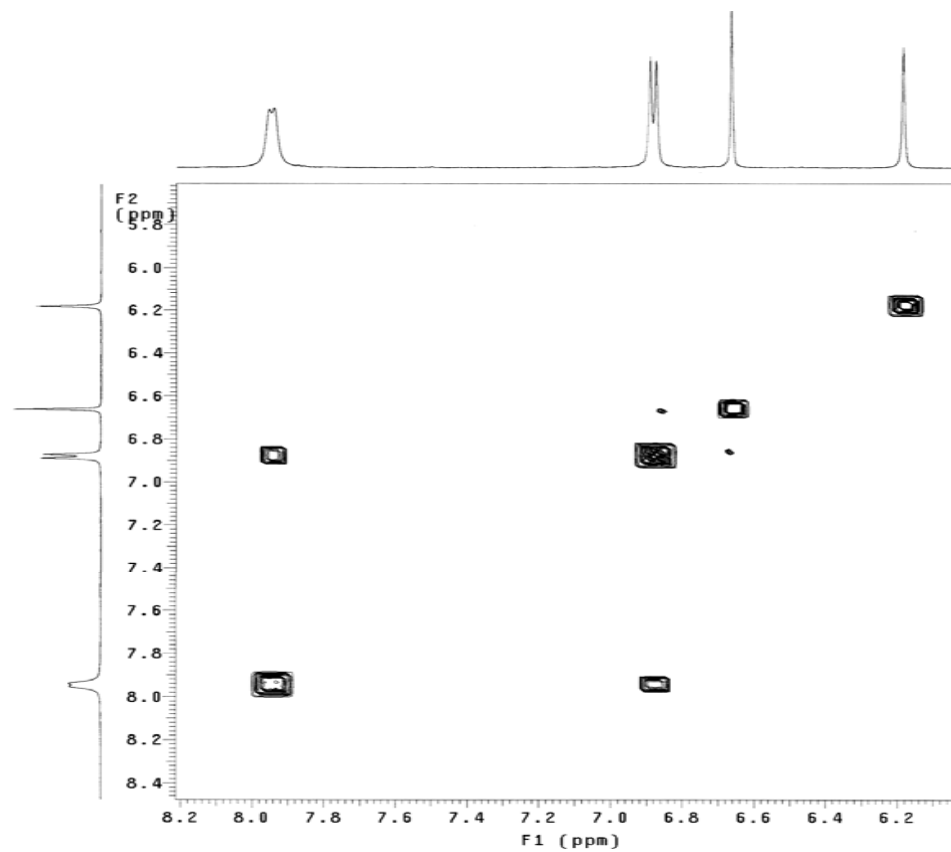
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
0 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.009 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec



71

FIGURA 20A. Correlação homonuclear ¹H x ¹H (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D₂O, 500 MHz.

Hudson PR2-3-15 20/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis" ^1H
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE H1. 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.009 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

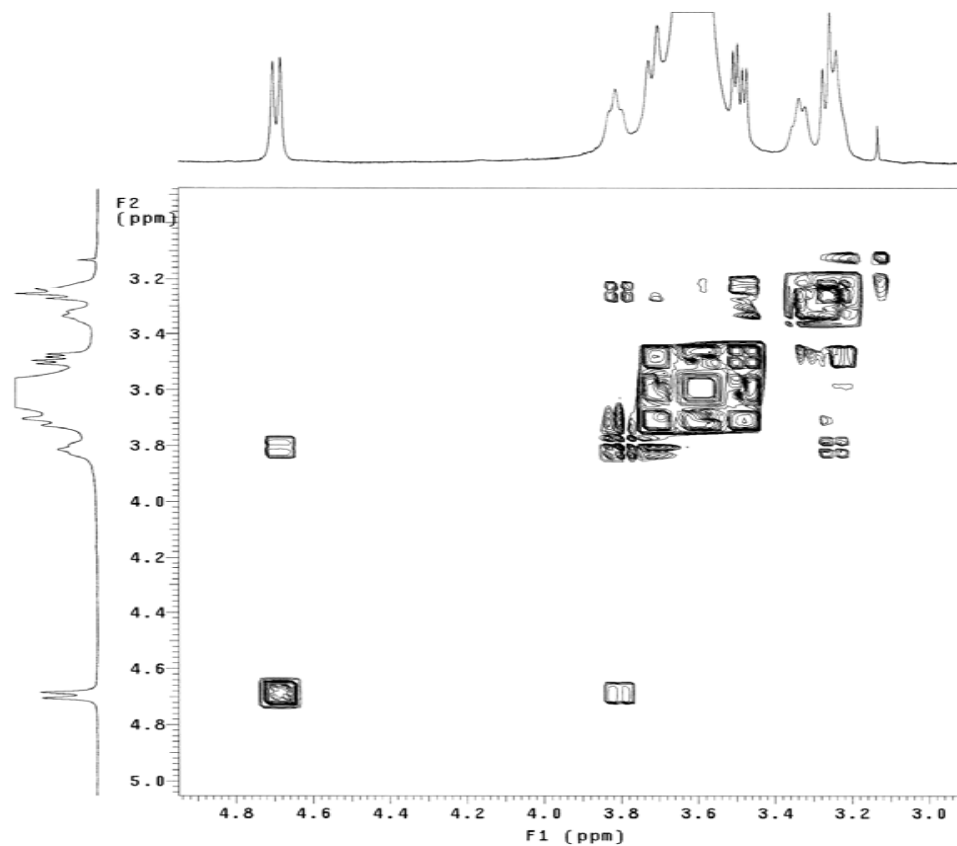


72

FIGURA 21A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6 + \text{D}_2\text{O}$, 500 MHz.

Hudson PR2-3-15 20/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO- d_6
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE H1: 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.009 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec



73

FIGURA 22A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Vitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6 + \text{D}_2\text{O}$, 500 MHz.

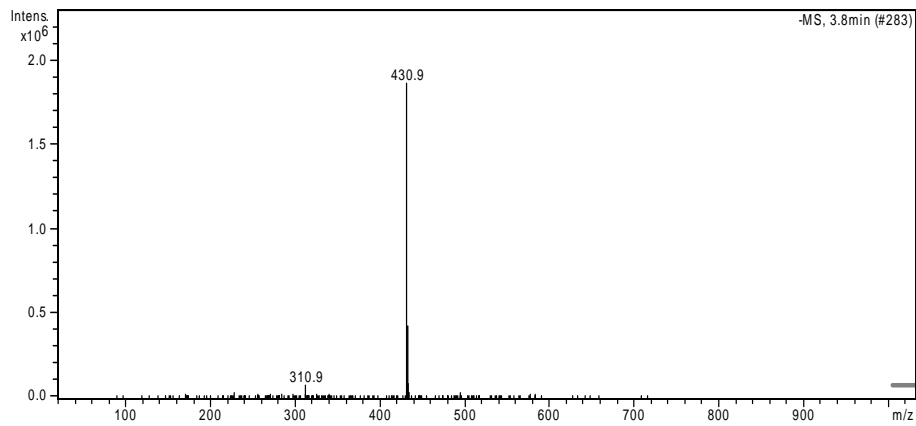


FIGURA 23A. Espectro de massas (EM-ES) da Vitexina (Artigo 1), $-MS^1$ (431=M-1).

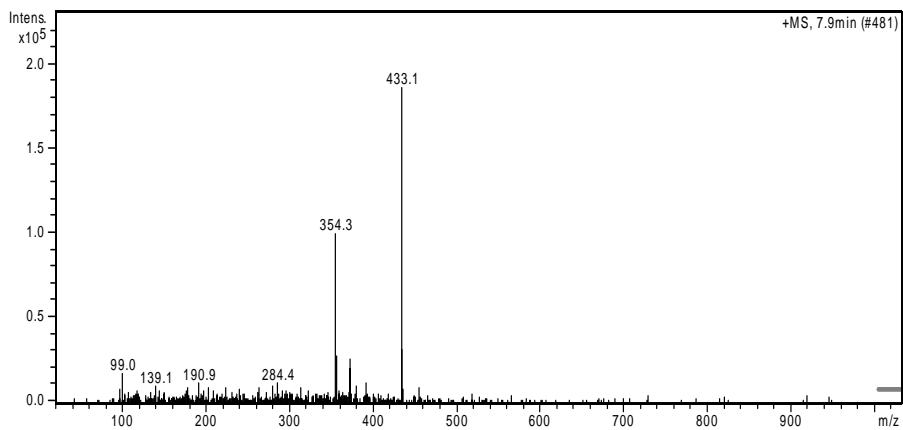


FIGURA 24A. Espectro de massas (EM-ES) da Vitexina (Artigo 1), $+MS^1$ (433=M+1).

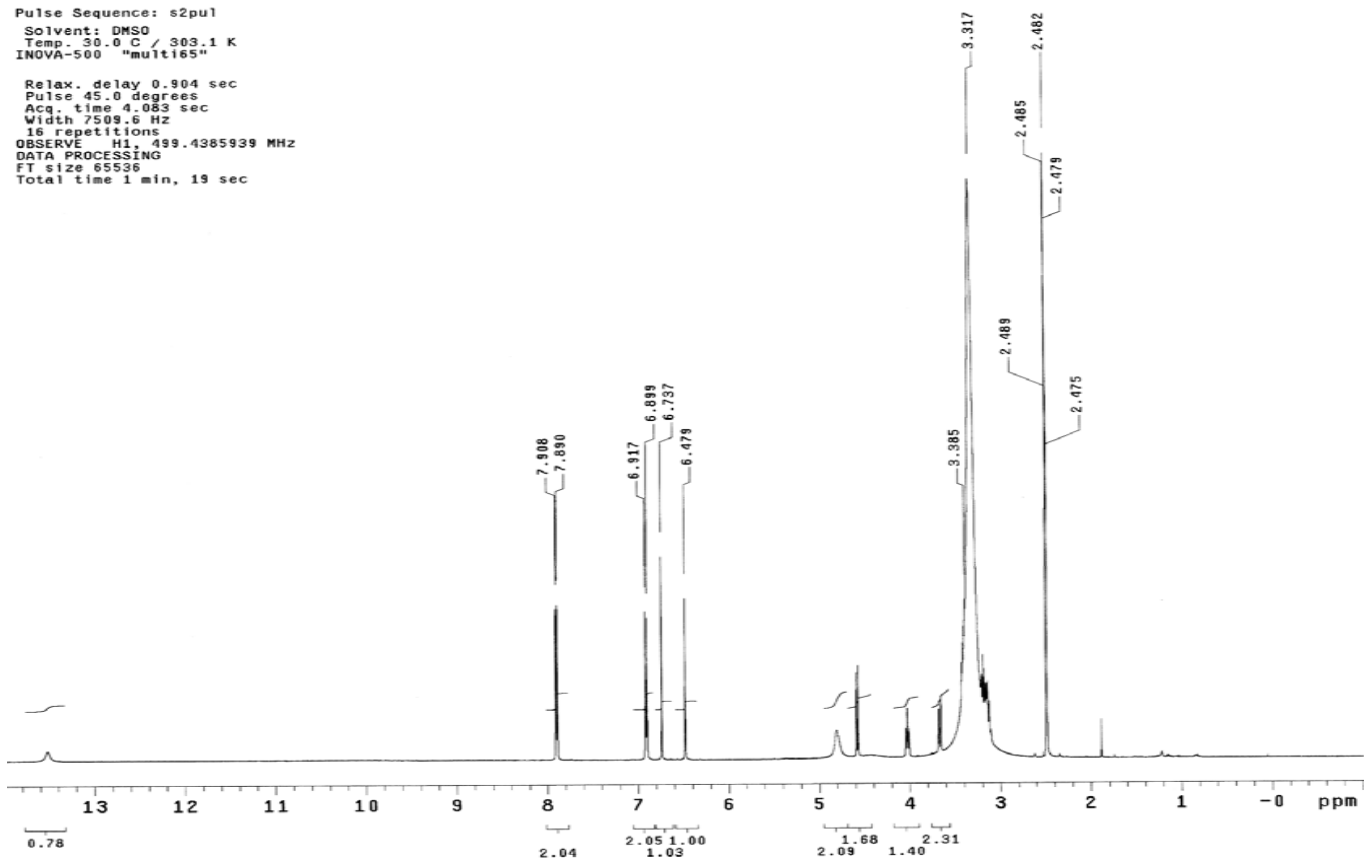
Hudson PR2-31-18 19/06/08

Pulse Sequence: s2pu1

Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.083 sec
Width 7509.6 Hz
16 repetitions

OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
F1 size 65536
Total time 1 min, 19 sec



75

FIGURA 25A. Espectro de RMN de ^1H da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08

Pulse Sequence: s2pu1

Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 0.904 sec

Pulse 45.0 degrees

Acq. time 4.083 sec

Width 7509.6 Hz

16 repetitions

OBSERVE H1 499.4385939 MHz

DATA PROCESSING

FT size 65536

Total time 1 min, 19 sec

76

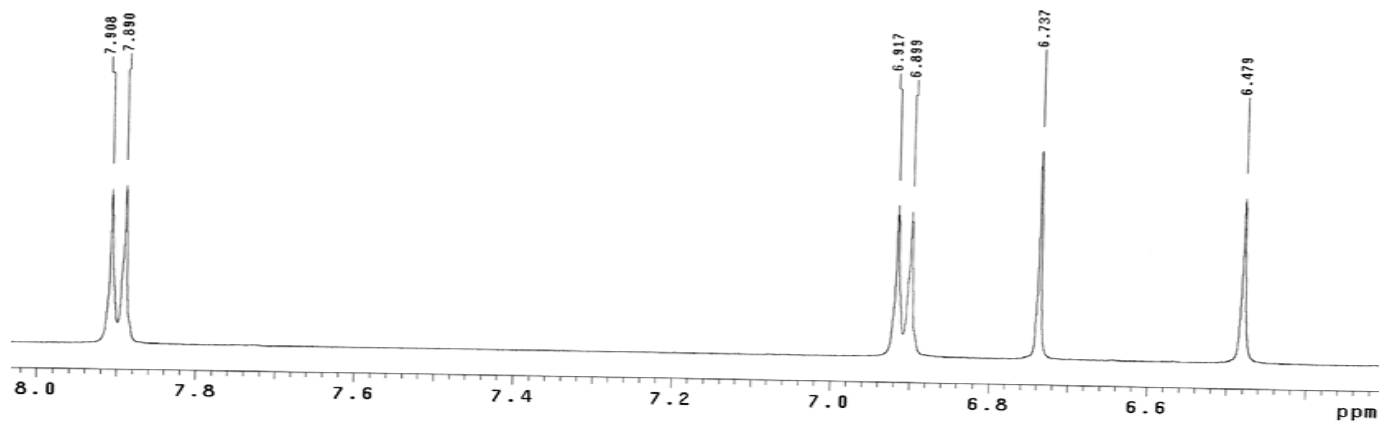


FIGURA 26A. Expansão do espectro de RMN de ^1H da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08

Pulse Sequence: s2pu1

Solvent: DMSO

Temp. 30.0 C / 303.1 K

INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 0.904 sec

Pulse 45.0 degrees

Acq. time 4.083 sec

Width 7509.6 Hz

16 repetitions

OBSERVE H1, 499.4385939 MHz

DATA PROCESSING

FT size 65536

Total time 1 min, 19 sec

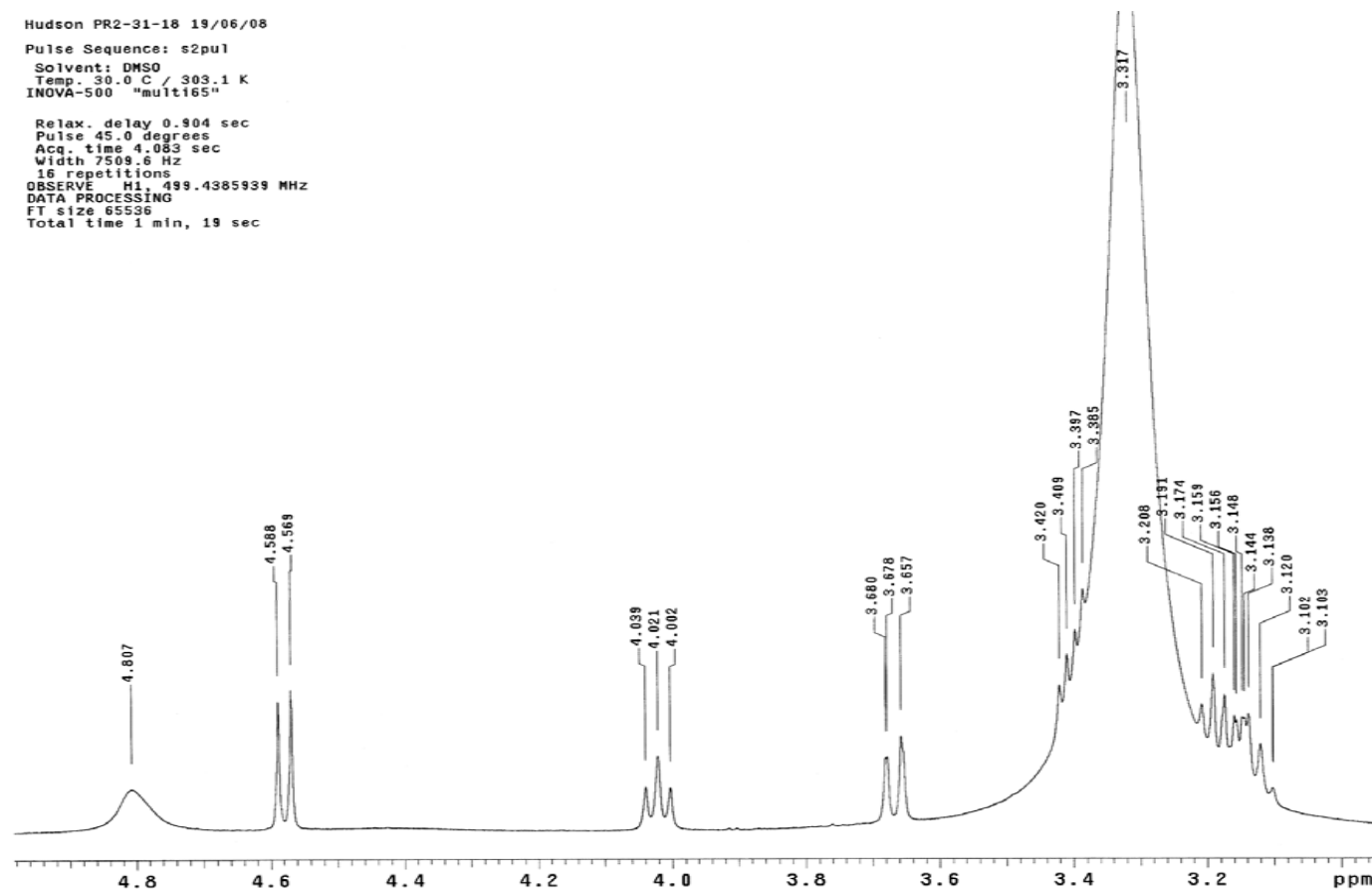


FIGURA 27A. Expansão do espectro de RMN de ^1H da Isovitecina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: s2pul
Solvent: DMSO-*d*₆
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.083 sec
Width 7509.6 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
F1 size 65536
Total time 1 min, 19 sec

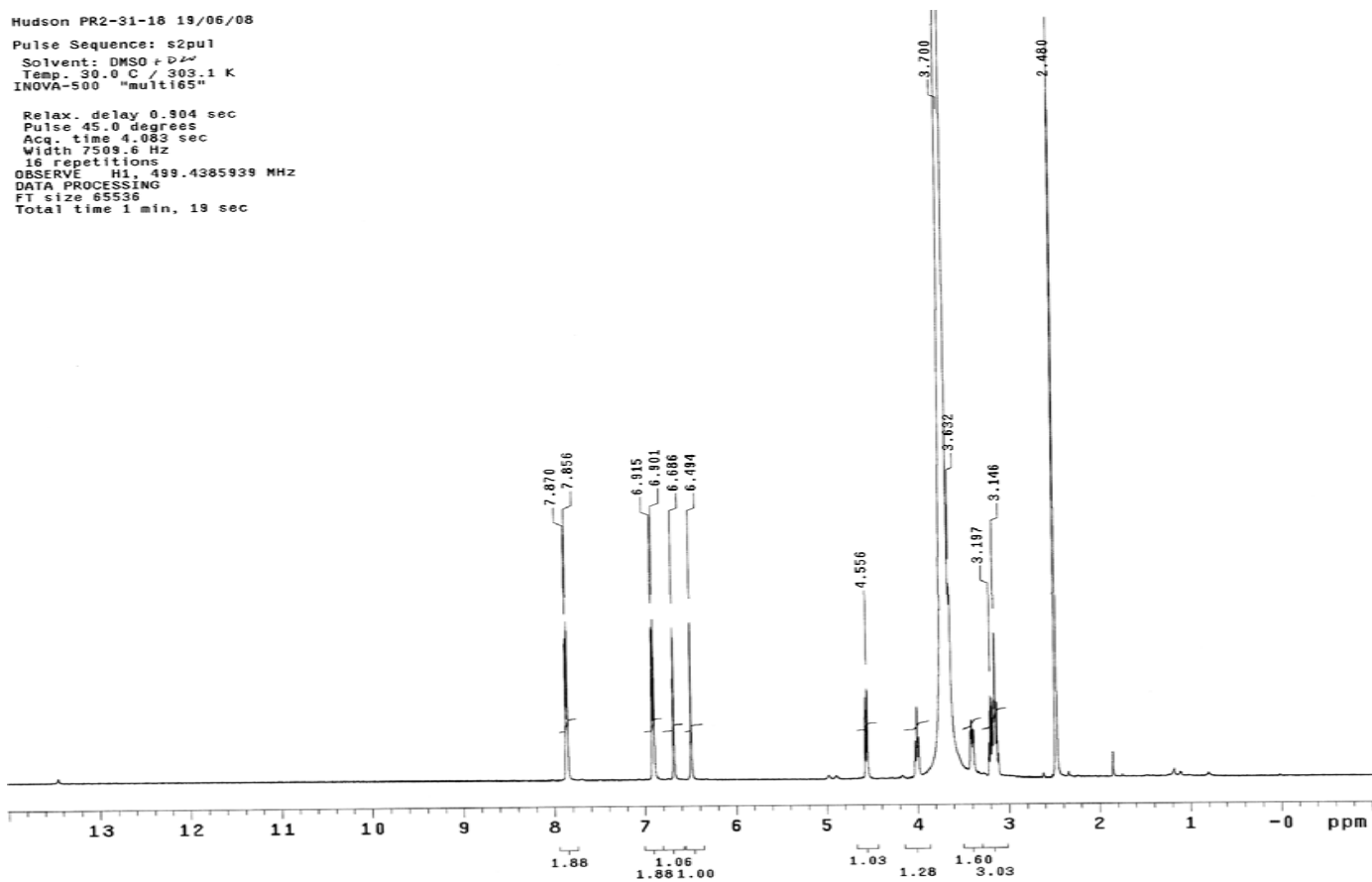


FIGURA 28A. Espectro de RMN de ¹H da Isovitexina (Artigo 1) em DMSO-*d*₆ + D₂O, 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08

Pulse Sequence: s2pu1

Solvent: DMSO- d_6 + D₂O
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.083 sec
Width 7509.6 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 19 sec

79

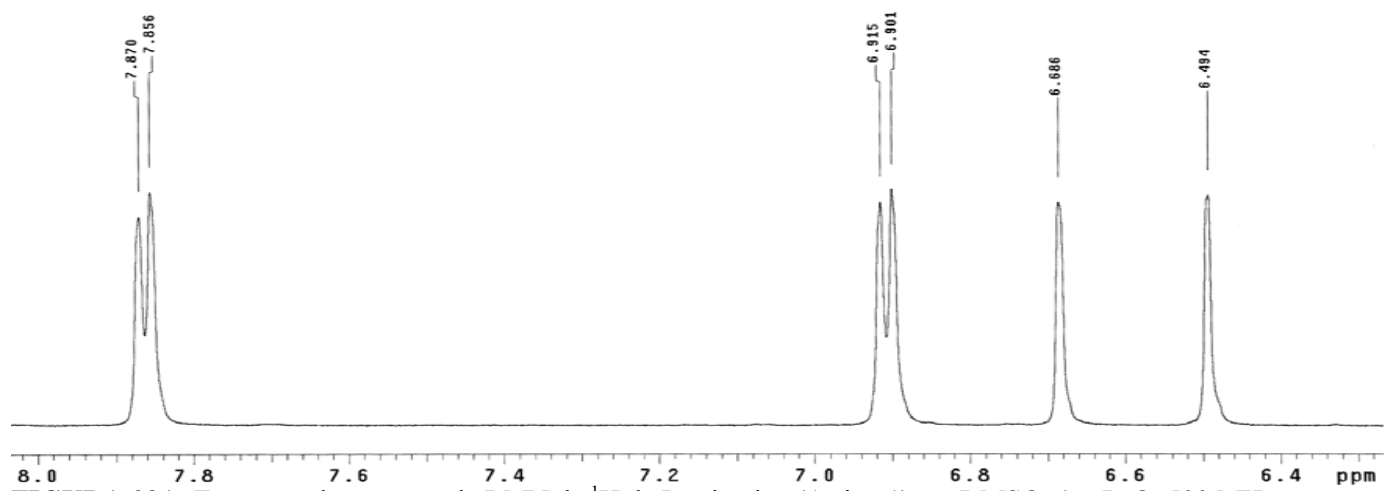


FIGURA 29A. Expansão do espectro de RMN de ¹H da Isovitecina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D₂O, 500 MHz.

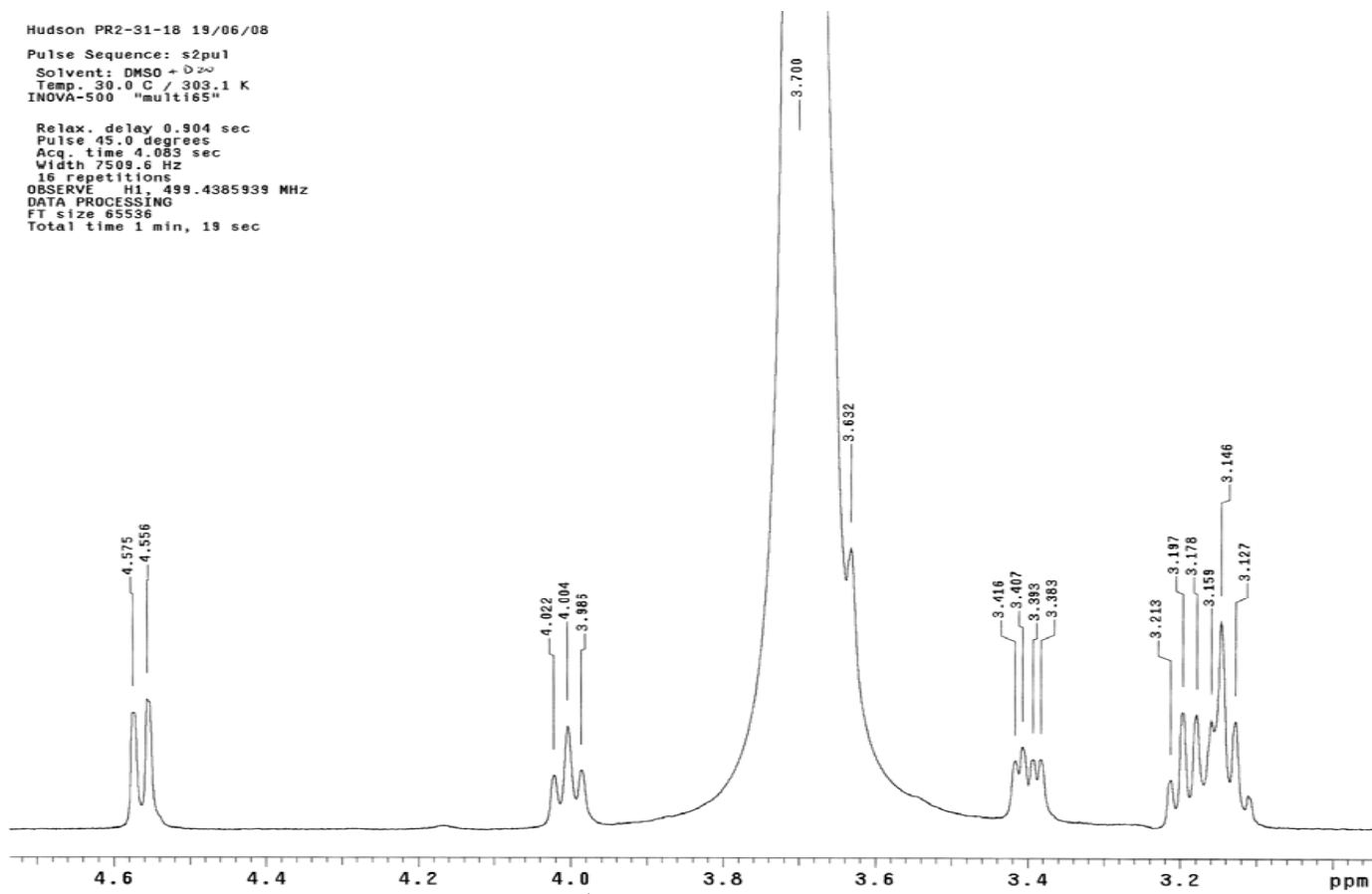


FIGURA 30A. Expansão do espectro de RMN de ^1H da Isovitecina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6 + \text{D}_2\text{O}$, 500 MHz.

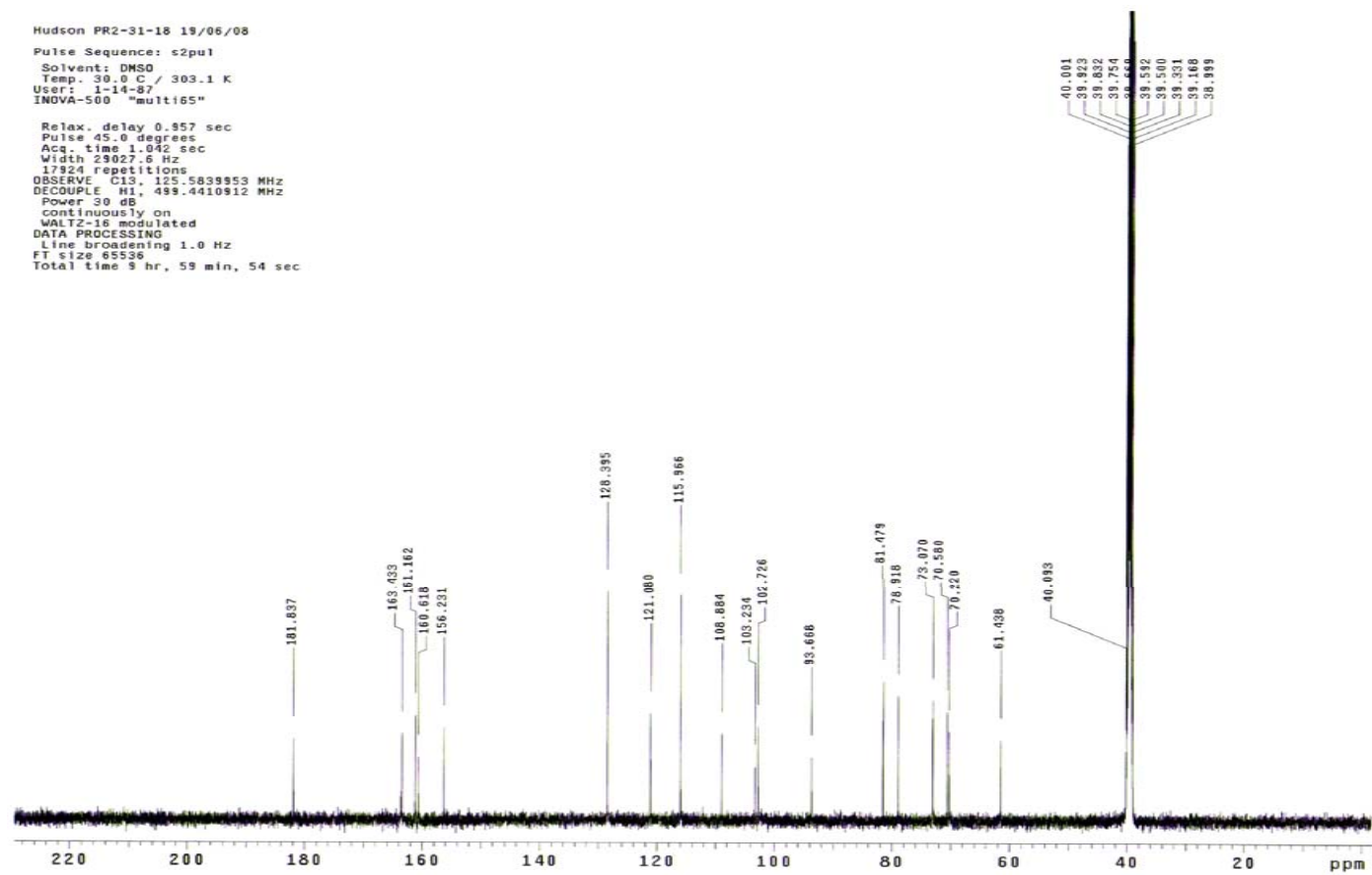


FIGURA 31A. Espectro de RMN de ^{13}C da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 126 MHz.

Pulse Sequence: DEPT-135
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INNOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Pulse 90.0 degrees
Acq. time 1.842 sec
Width 29027.6 Hz
1300 repetitions
OBSERVE C13, 125.5839953 MHz
DECOUPLE H1, 499.4410912 MHz
Power 30 dB
on during acquisition
off during delay
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 1 hr, 29 min, 46 sec

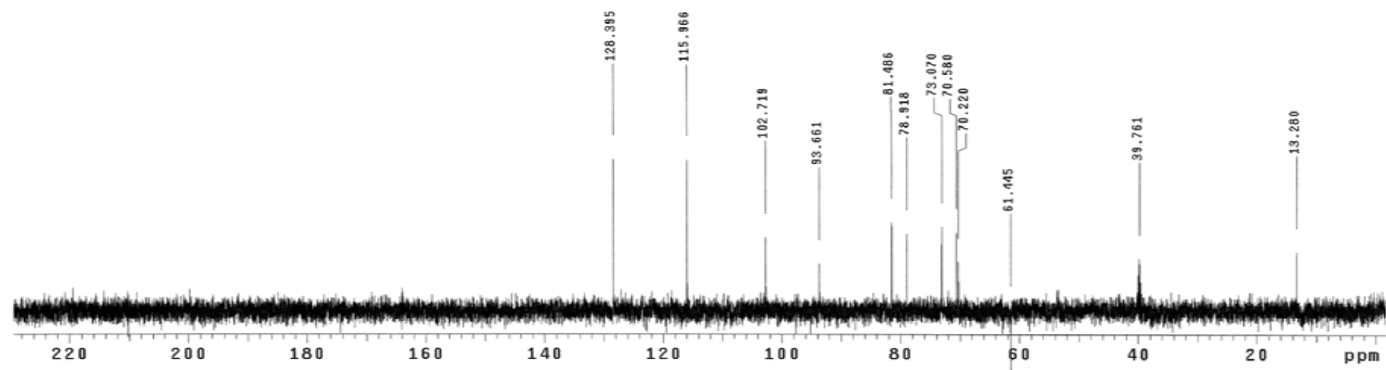


FIGURA 32A. DEPT 135° Isovixina (Artigo 1) em DMSO- d_6 , 126 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08

Pulse Sequence: DEPT⁹⁰
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Pulse 90.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 23027.6 Hz
1300 repetitions
OBSERVE C13, 125.5839953 MHz
DECOUPLE H1, 499.4410912 MHz
Power 30 dB
on during acquisition
off during delay
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 1 hr, 29 min, 46 sec

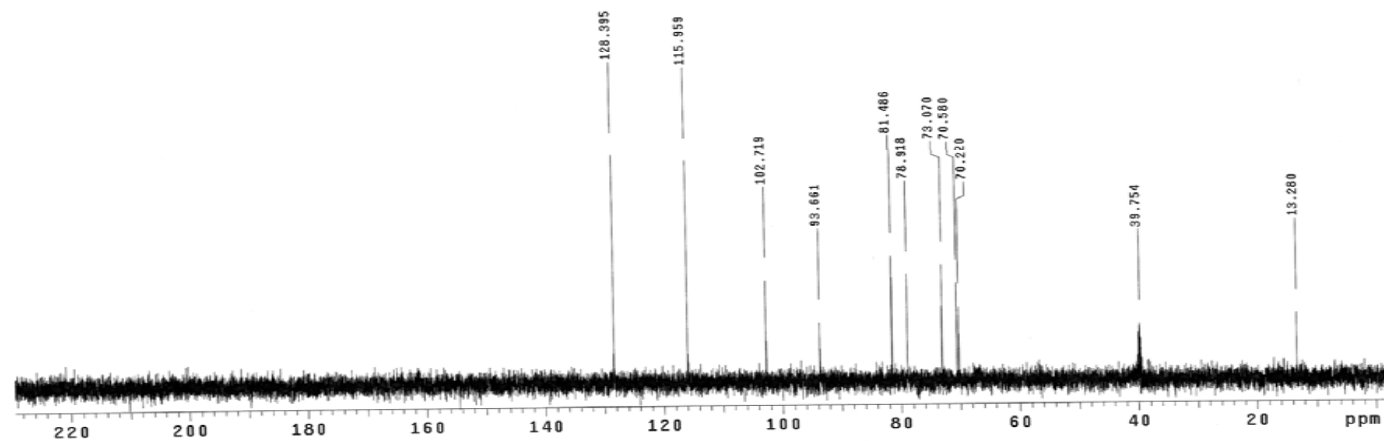


FIGURA 33A. DEPT 90° Isovitexina (Artigo 1) em DMSO-*d*₆, 126 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gHMQC
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
2 x 126 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DECOUPLE C13, 125.5982837 MHz
Power 47 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.063 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 21 min, 31 sec

84

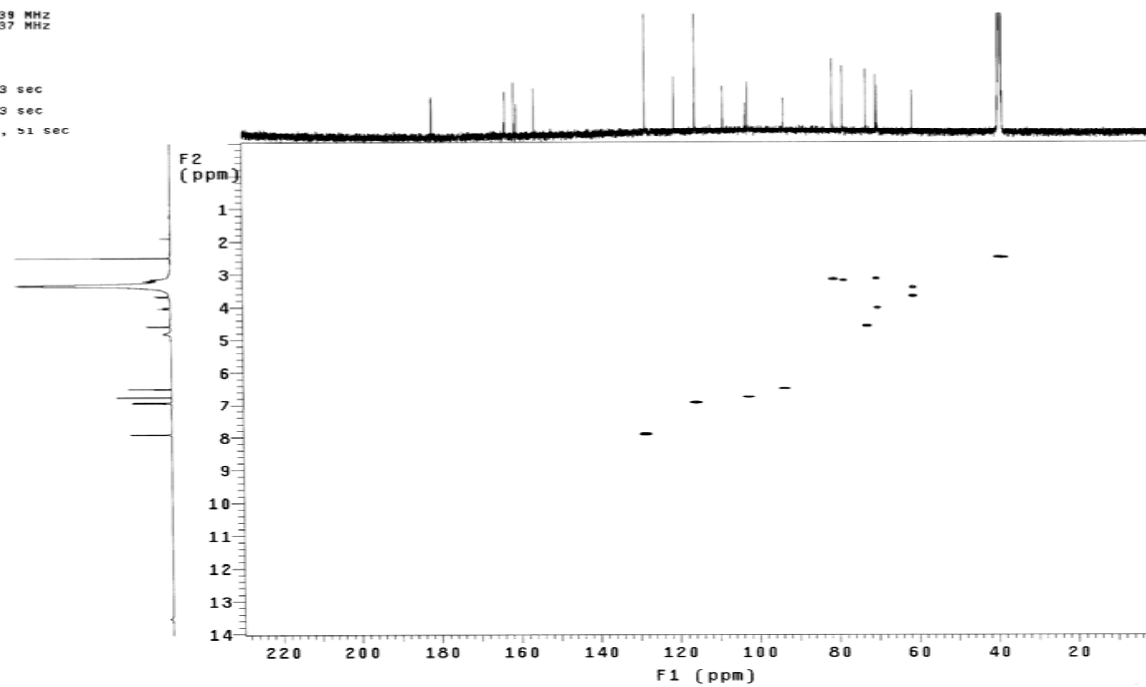
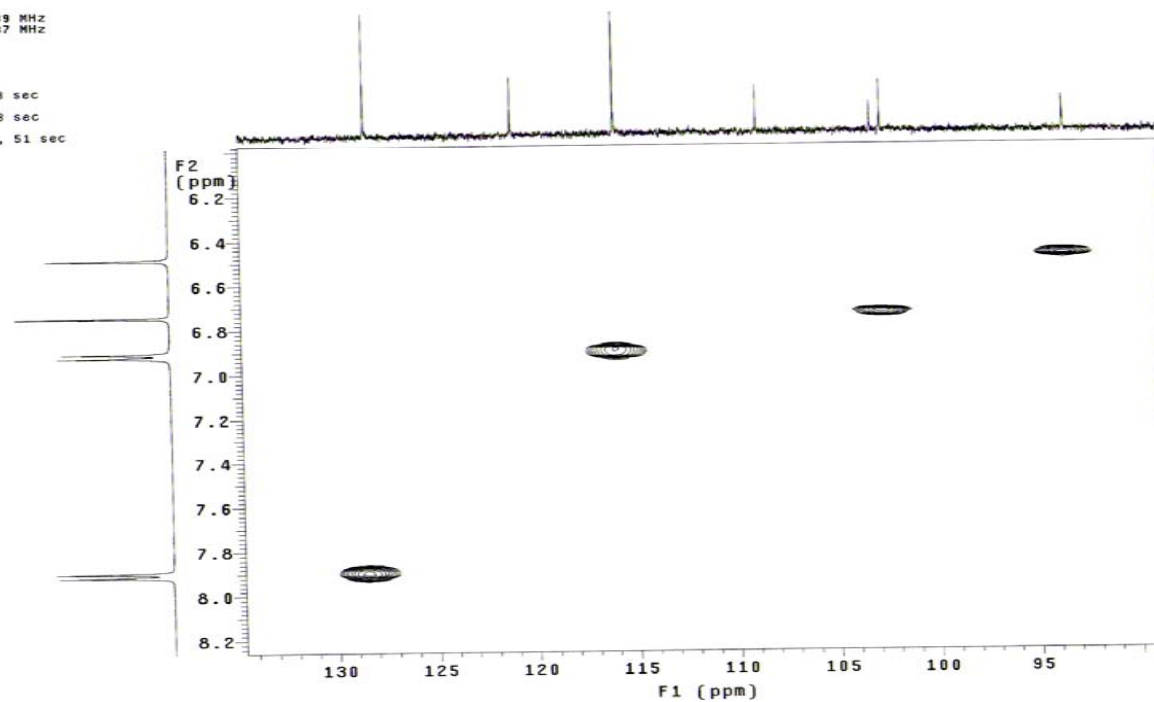


FIGURA 34A. Correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Pulse Sequence: gHMOC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DECOUPLE C13, 125.5382837 MHz
Power 47 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.063 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 21 min, 51 sec



85

FIGURA 35A. Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gHMOC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INNOVA-500 "multies"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DECOUPLE C13, 125.5982837 MHz
Power 47 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.063 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 21 min, 51 sec

98

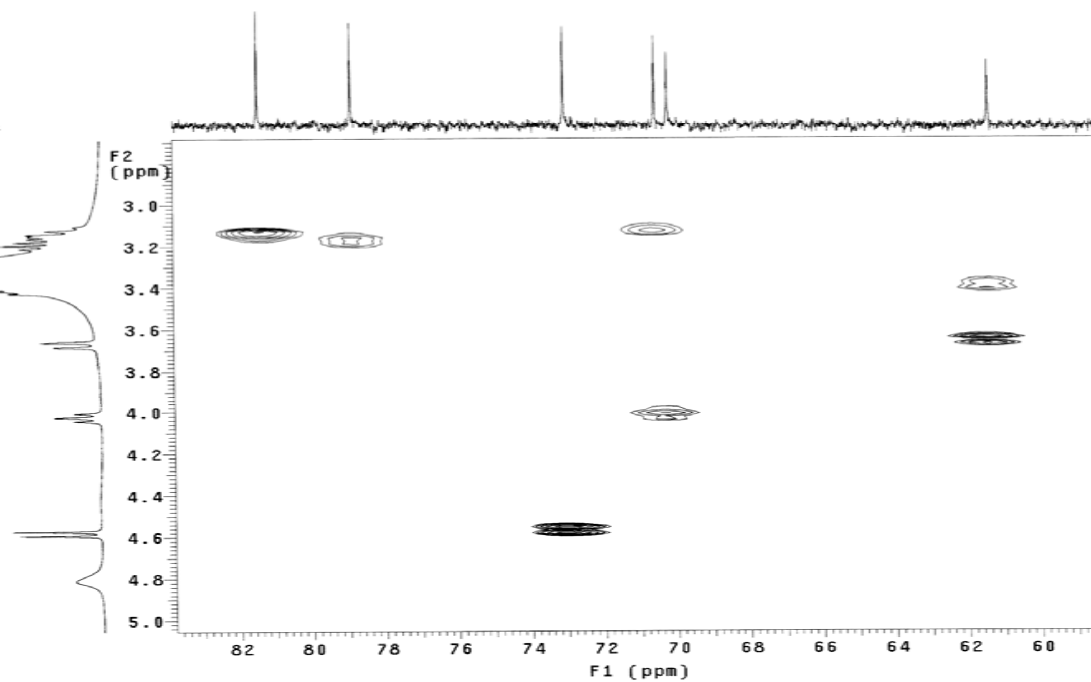


FIGURA 36A. Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.092 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

87

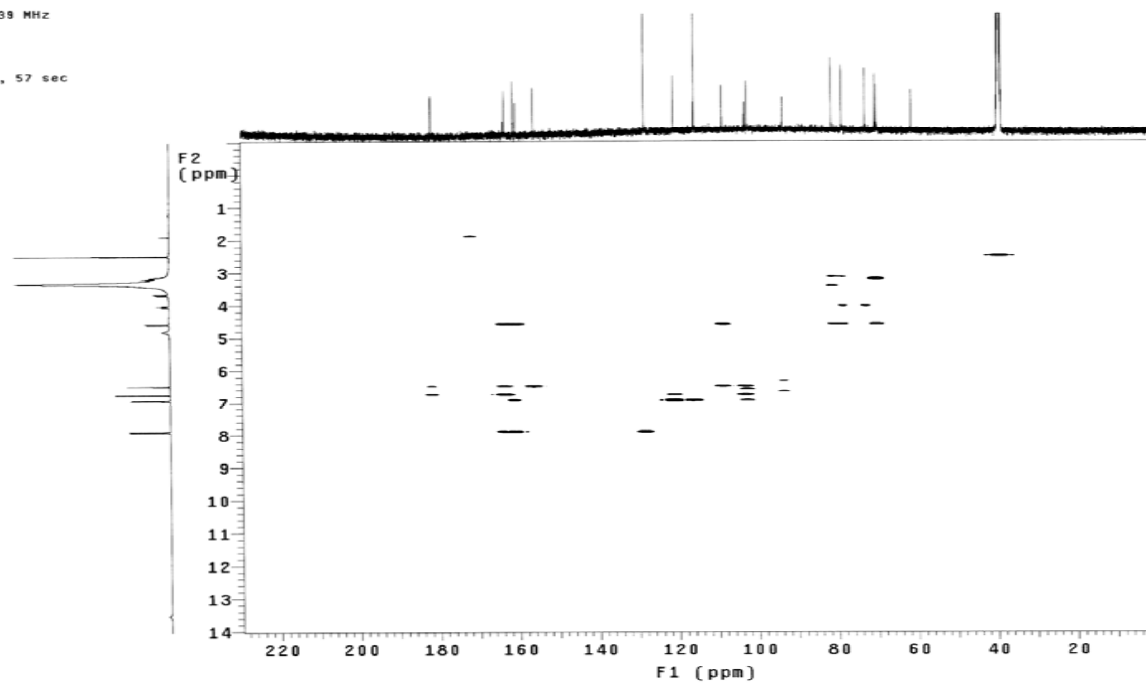


FIGURA 37A. Correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-18 19/06/08

Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7589.6 Hz
2D Width 28027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.088 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

88

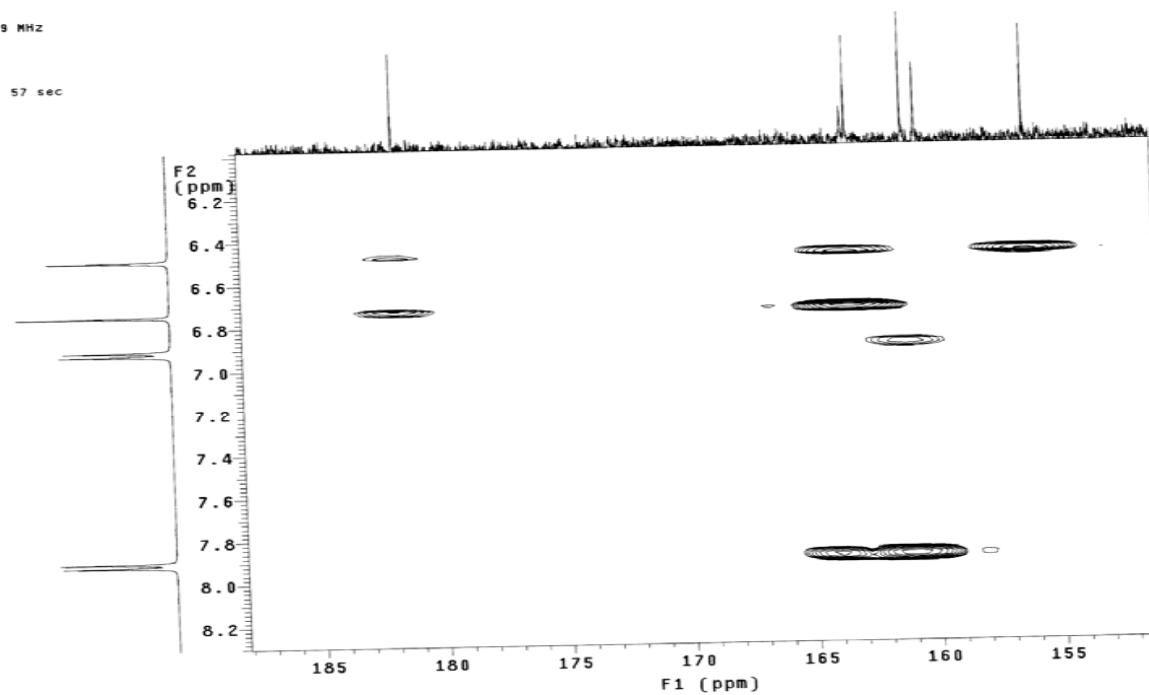


FIGURA 38A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multies"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.088 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

68

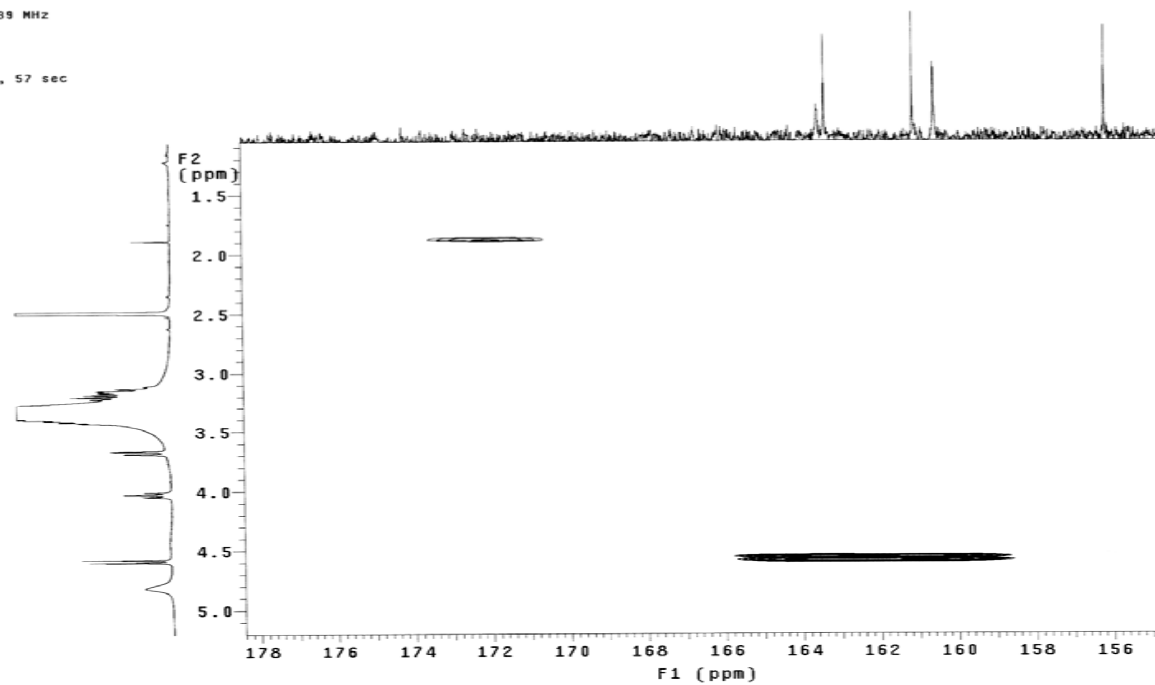


FIGURA 39A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multis5"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size: 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

06

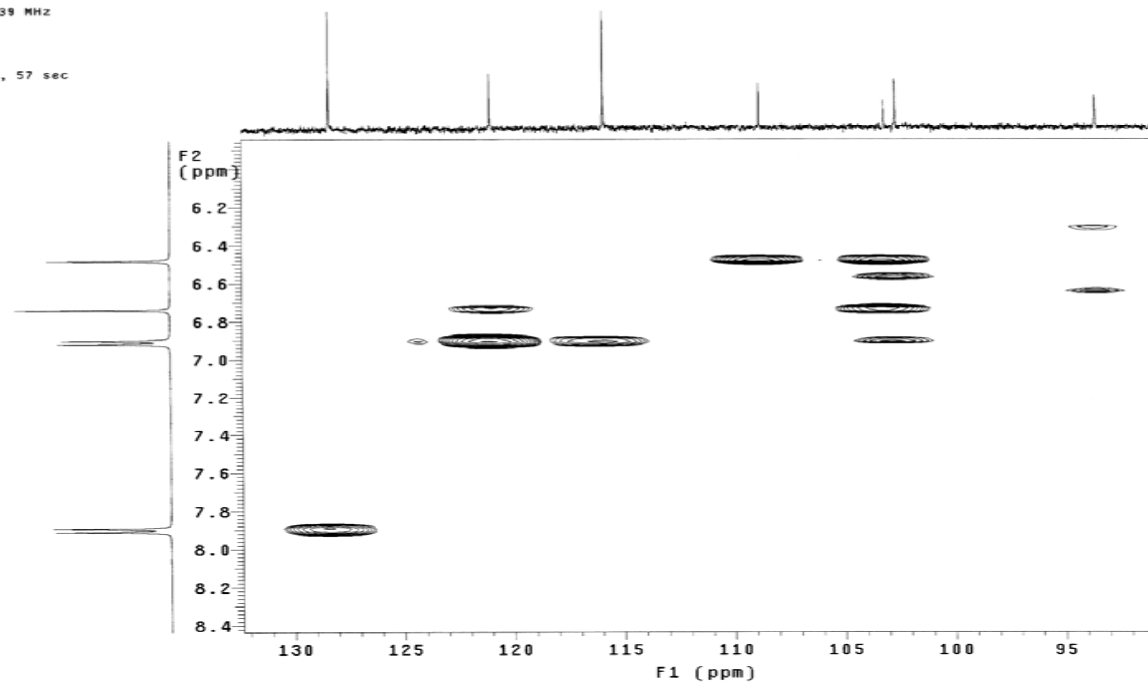


FIGURA 40A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Isovixina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 23 min, 57 sec

16

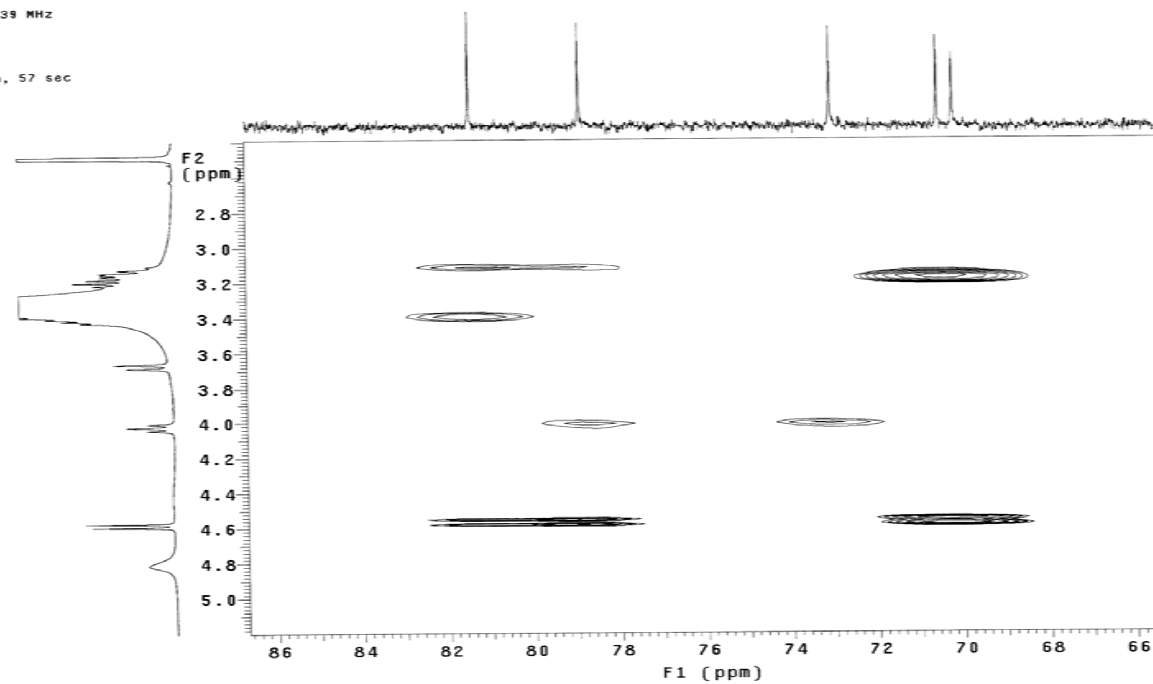


FIGURA 41A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Isovitecina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.010 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

92

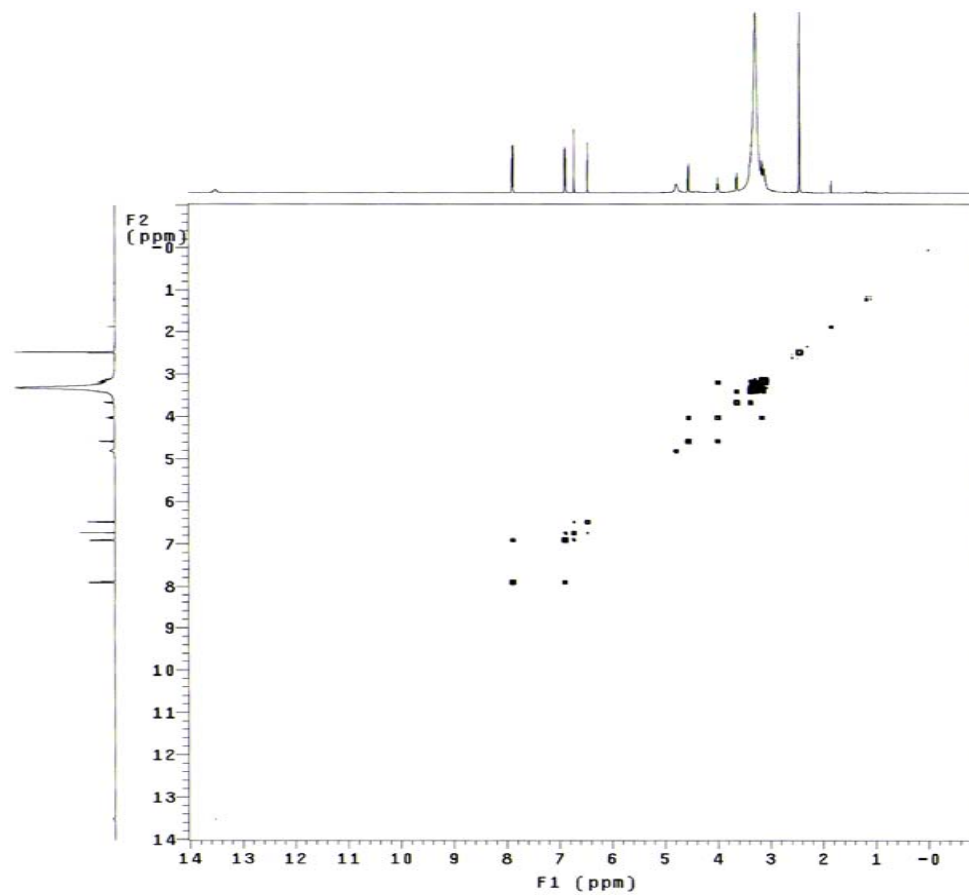


FIGURA 42A. Correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO
Temp: 30.0 °C / 303.1 K
INOVA-500 "mult165"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.010 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

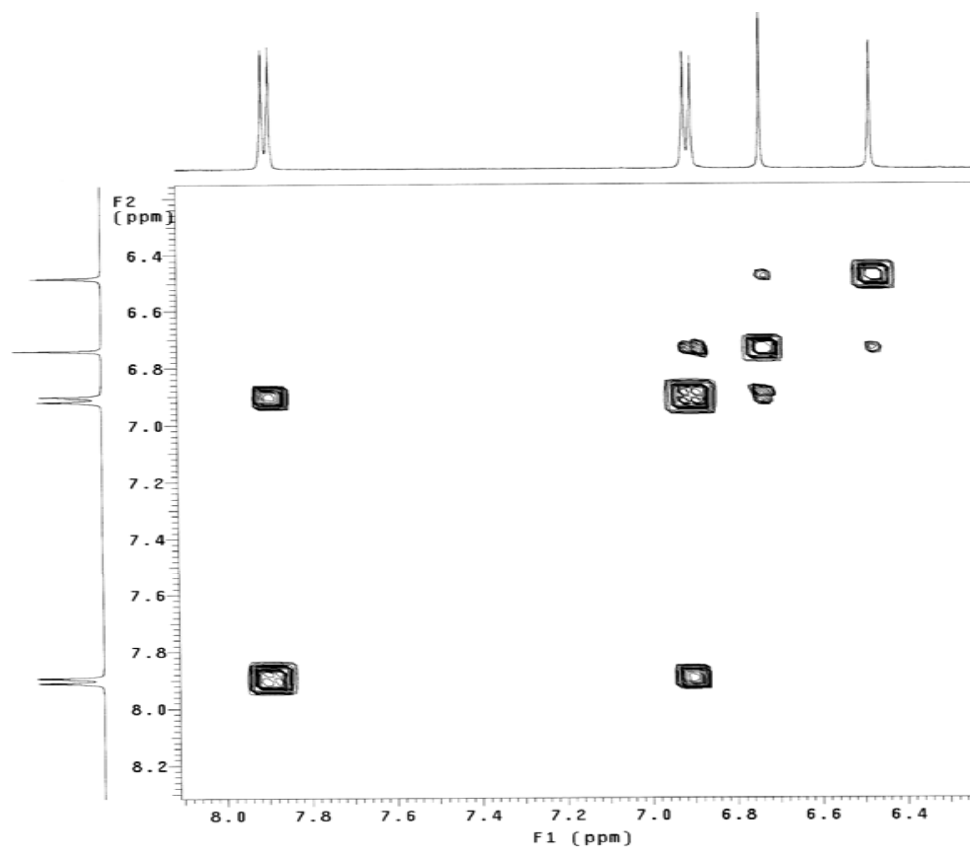


FIGURA 43A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INDVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE F1, 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.010 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

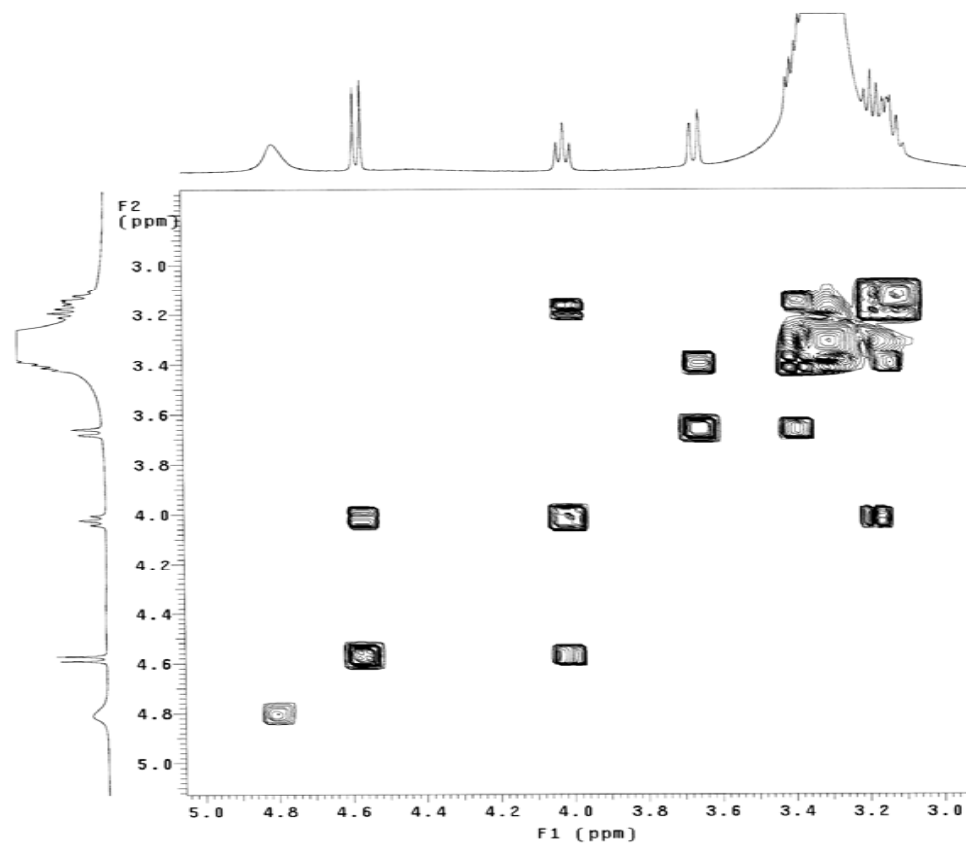


FIGURA 44A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Isovitecina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/05/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO- d_6
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INNOVA-500 "multis5"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE F1, 499.4285939 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.009 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

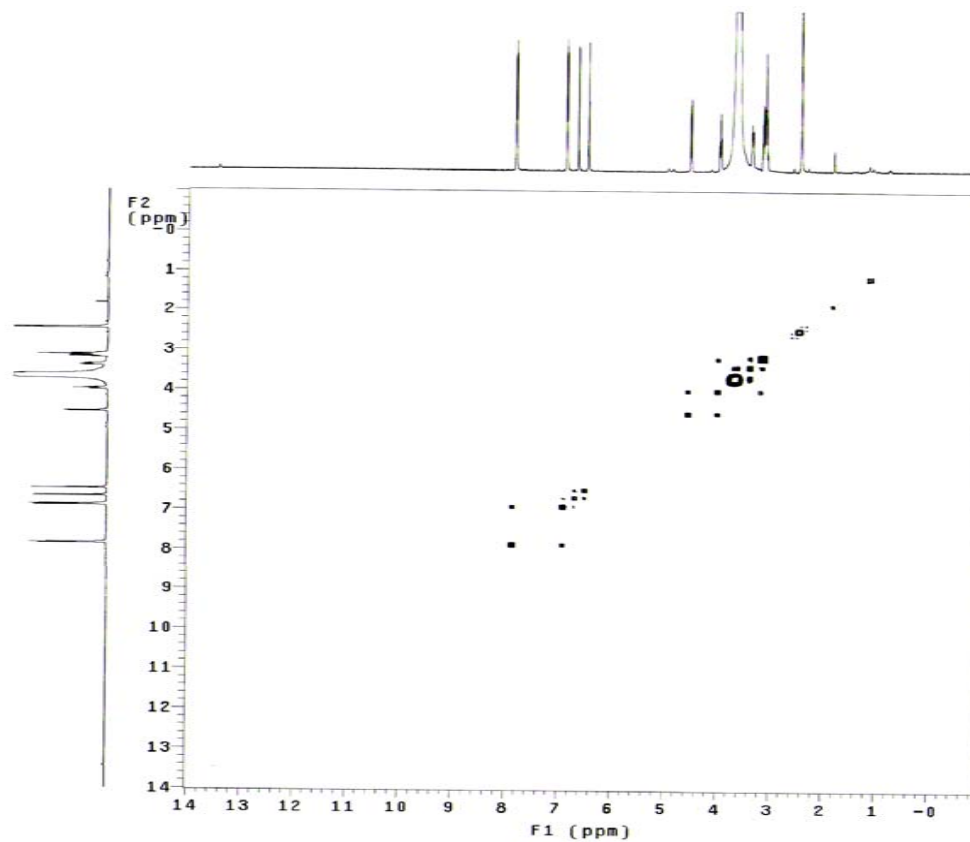


FIGURA 45A. Correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Isovitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D_2O , 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO-d₆
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE F1 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sg. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sg. sine bell 0.009 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec

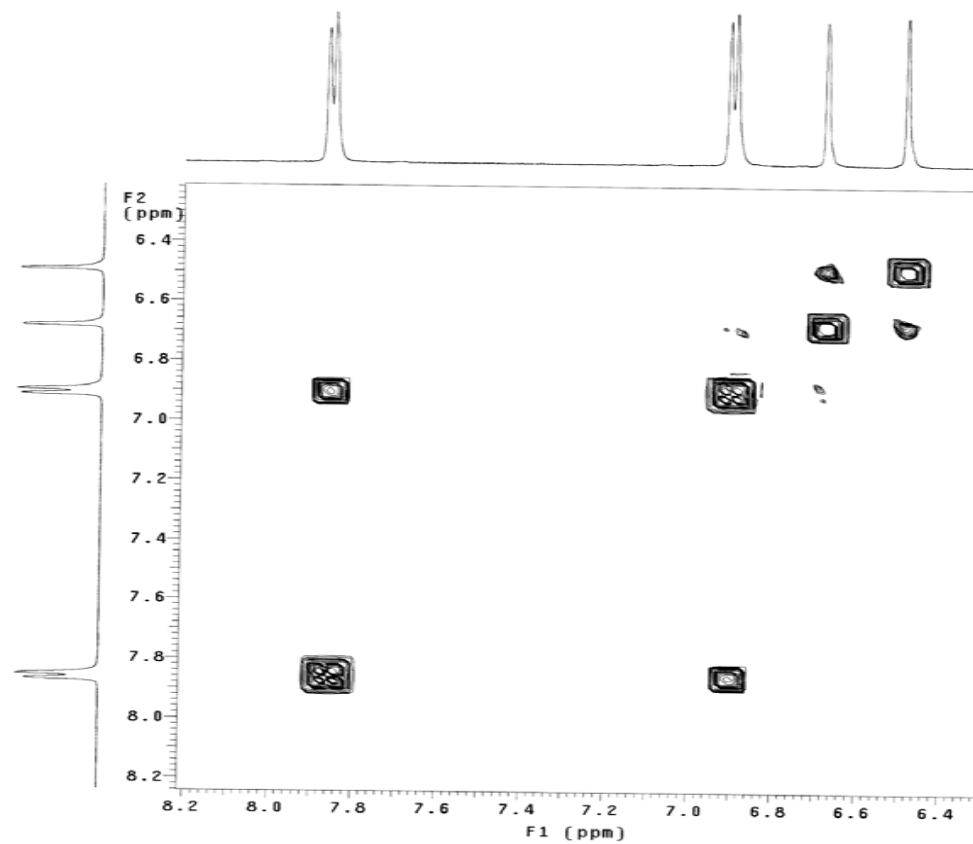
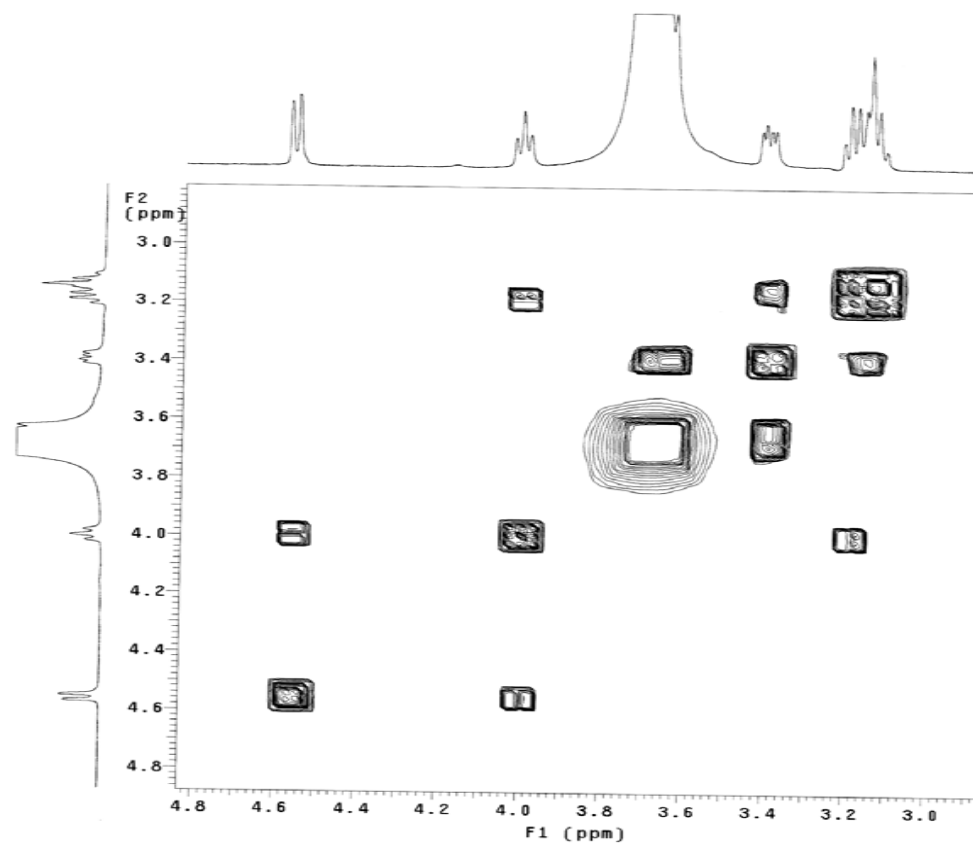


FIGURA 46A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Isovitexina (Artigo 1) em $\text{DMSO-}d_6 + \text{D}_2\text{O}$, 500 MHz.

Hudson PR2-31-18 19/06/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: DMSO- d_6
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.136 sec
Width 7509.6 Hz
2D Width 7509.6 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE M1: 499.4385939 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.068 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.009 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 20 min, 3 sec



97

FIGURA 47A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Isovitexina (Artigo 1) em DMSO- d_6 + D_2O , 500 MHz.

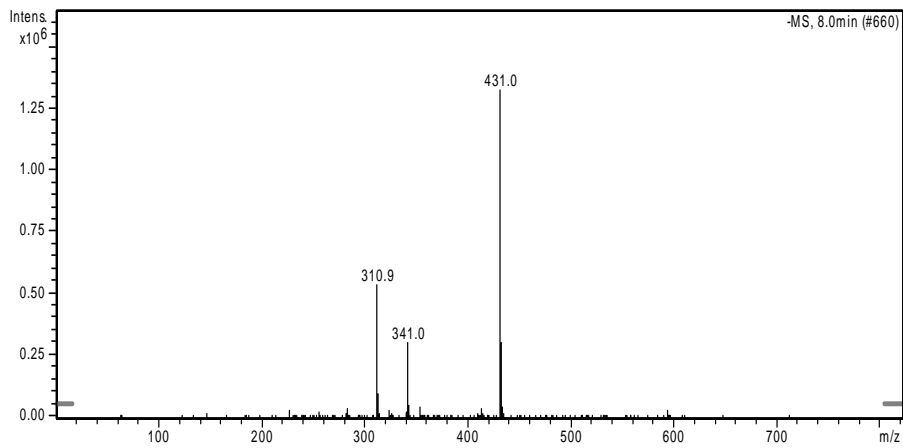


FIGURA 48A. Espectro de massas (EM-ES) da Isovitecina (Artigo 1), $-MS^1$ (431=M-1).

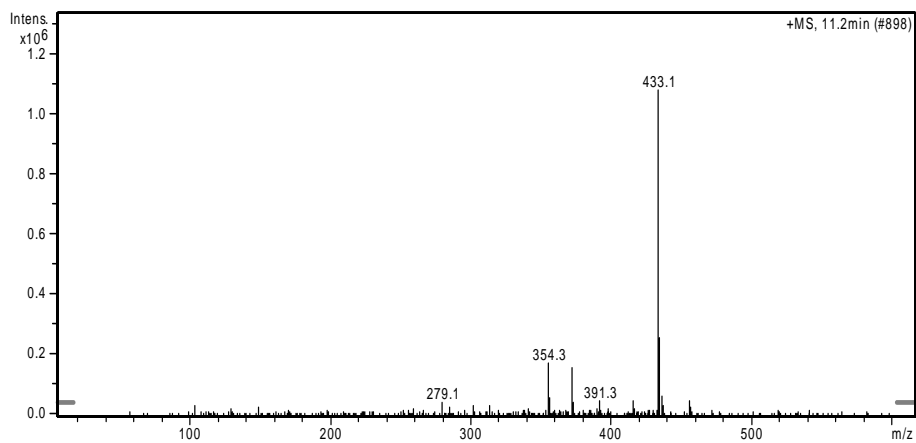


FIGURA 49A. Espectro de massas (EM-ES) da Isovitecina (Artigo 1), $+MS^1$ (433=M+1).

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.077 sec
Width 4456.3 Hz
16 repetitions
DRSERVE HI, 499.4492816 MHz
DATA PROCESSING
F1 size 65536
Total time 1 min, 13 sec

66

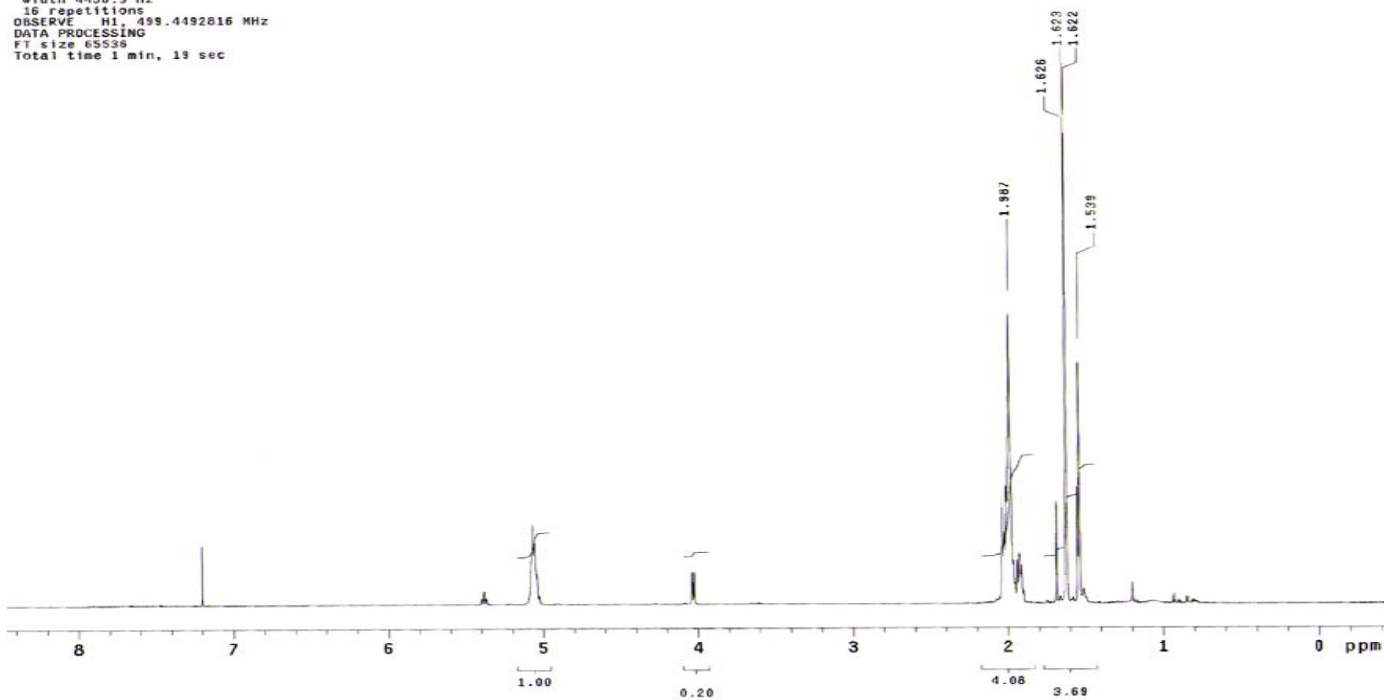


FIGURA 50A. Espectro de RMN de ^1H dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08

Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: CDCl3
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.077 sec
Width 4458.3 Hz
16 repetitions
OBSERVE N1: 499.4492816 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 19 sec

100

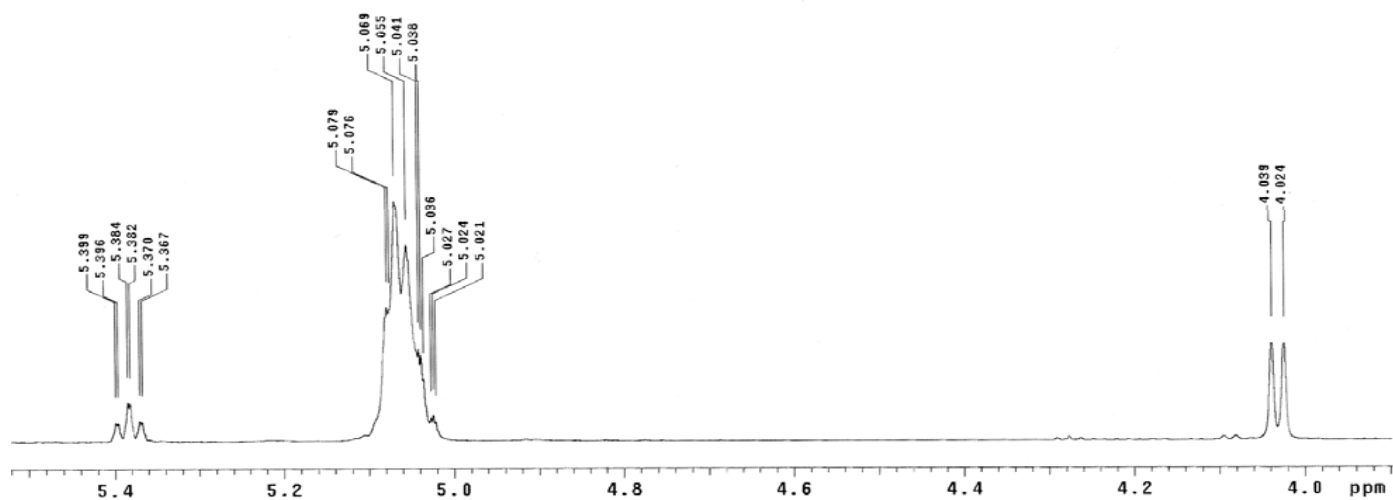


FIGURA 51A. Expansão do espectro de RMN de ^1H dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi165"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.077 sec
Width 4456.3 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4492816 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 13 sec

101

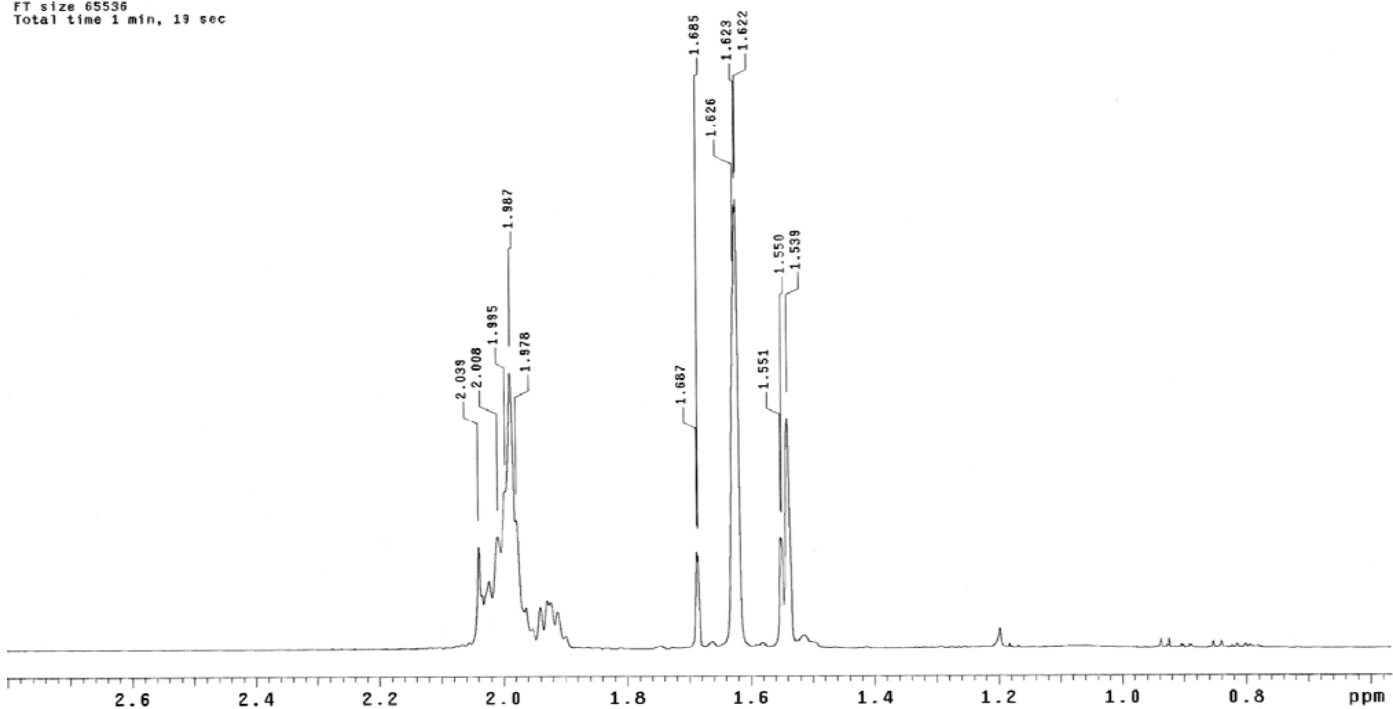


FIGURA 52A. Expansão do espectro de RMN de ^1H dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 0.957 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 25027.6 Hz
400 repetitions
OBSERVE C13, 125.5866113 MHz
DECOUPLE H1, 499.4517489 MHz
Power 30 dB
continuously on
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 13 min, 23 sec

102

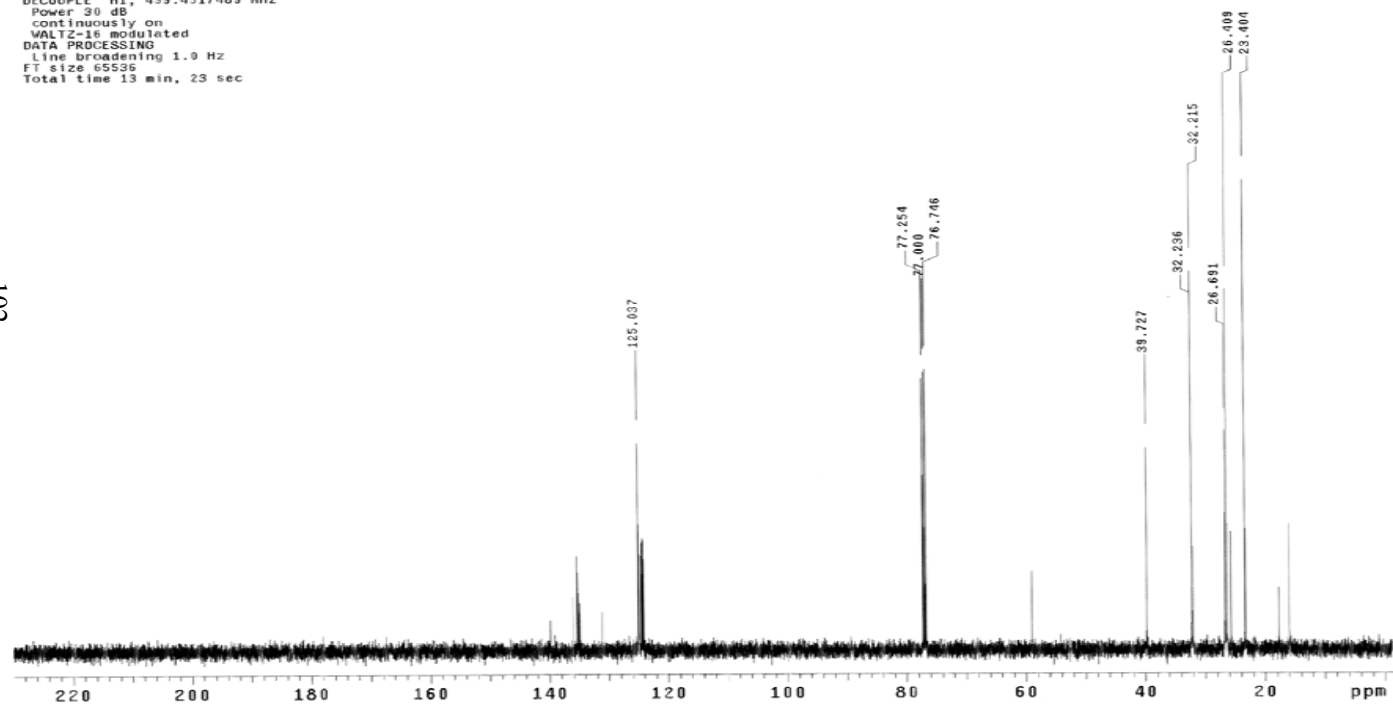


FIGURA 53A. Espectro de RMN de ^{13}C dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 126 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: s2pul
Solvent: CDCl3
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 0.957 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 23027.6 Hz
400 repetitions
OBSERVE C13, 125.5866113 MHz
DECOUPLE H1, 499.4517489 MHz
Power 30 dB
continuously on
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 13 min, 23 sec

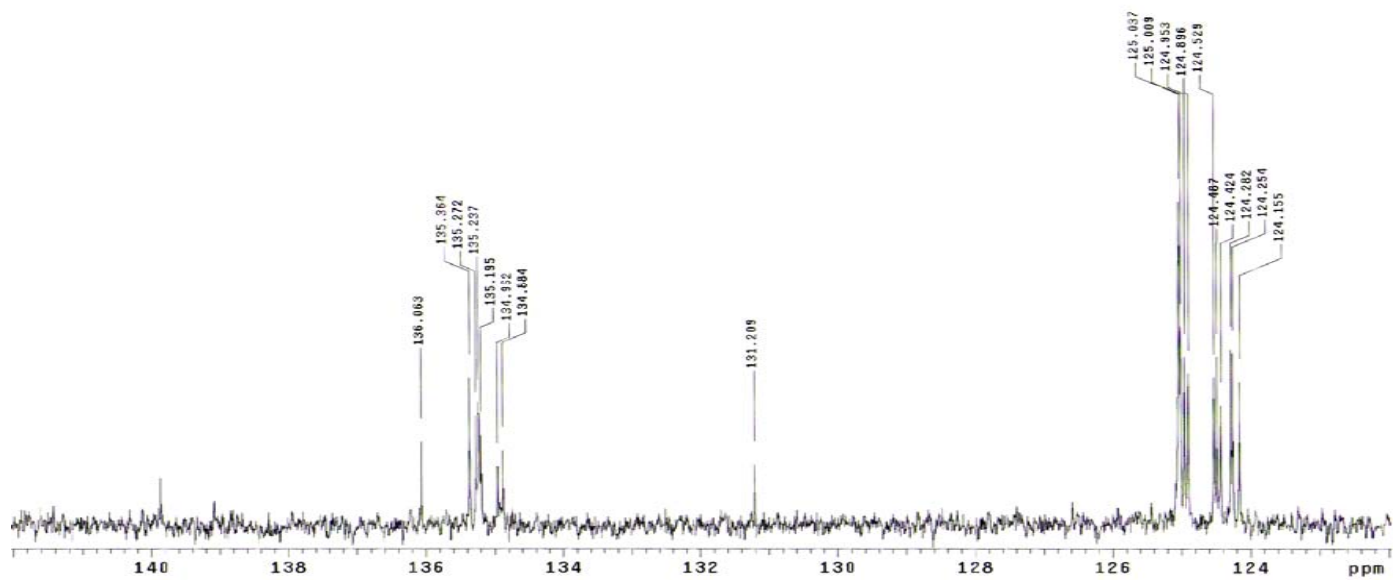


FIGURA 54A. Expansão do espectro de RMN de ^{13}C dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 126 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: s2pul
Solvent: CDCl3
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 0.957 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 23027.6 Hz
400 repetitions
OBSERVE C13, 125.5866113 MHz
DECOUPLE H1, 499.4517489 MHz
Power 30 dB
continuously on
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 13 min, 23 sec

104

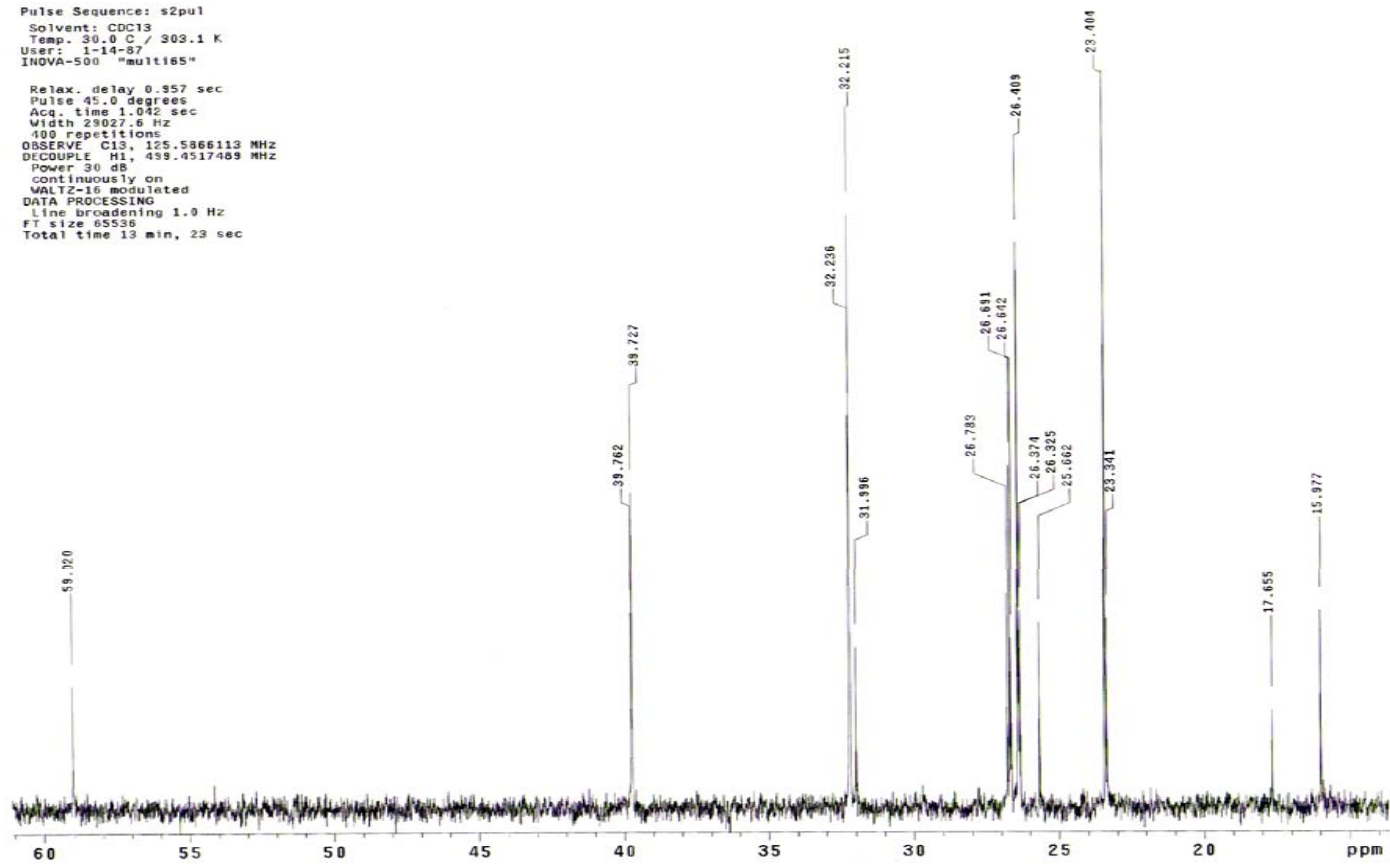


FIGURA 55A. Expansão do espectro de RMN de ^{13}C dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 126 MHz.

Pulse Sequence: DEPT135
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Pulse 90.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 29027.6 Hz
300 repetitions
OBSERVE C13, 125.5866113 MHz
DECOUPLE H1, 499.4517489 MHz
Power 30 dB
on during acquisition
off during delay
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 20 min, 55 sec

105

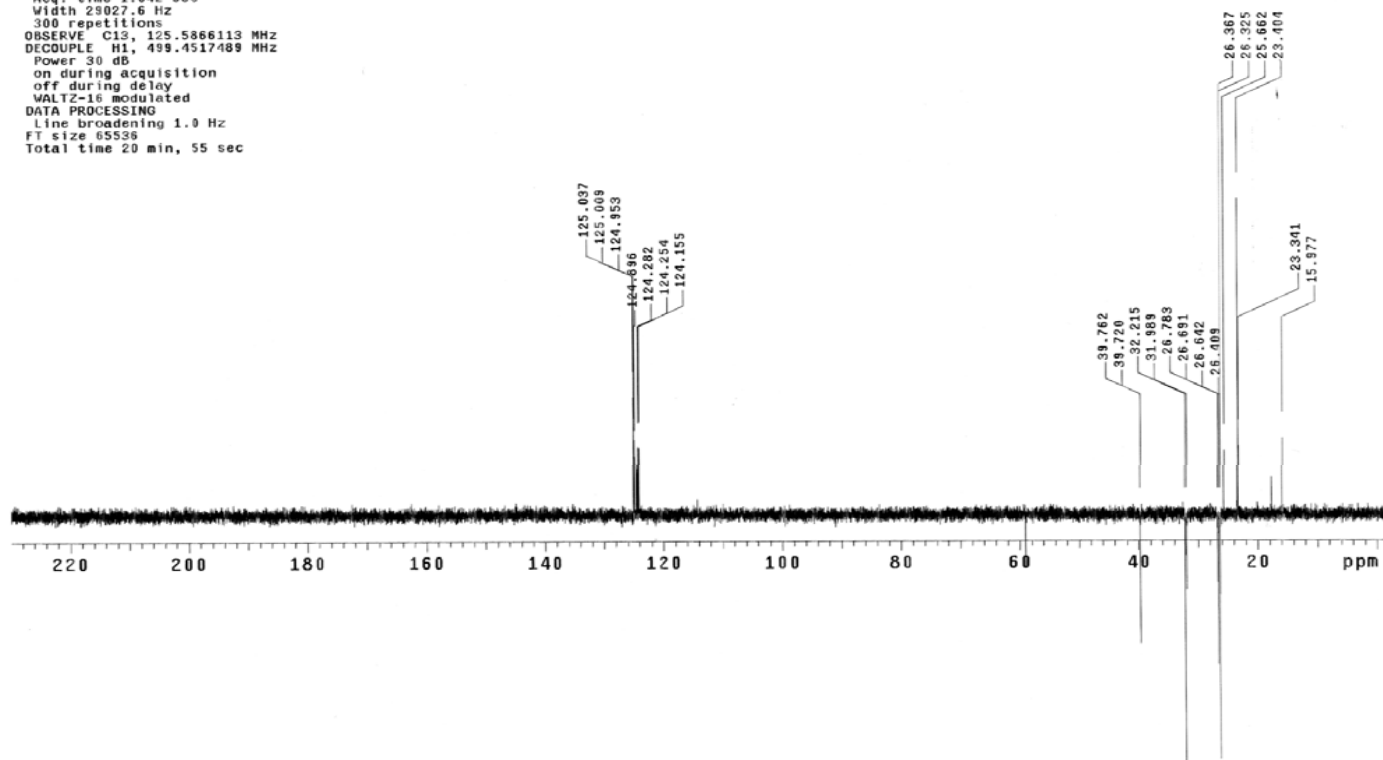


FIGURA 56A. DEPT 135° Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl₃, 126 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: DEPT135
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Pulse 30.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 29027.6 Hz
300 repetitions
OBSERVE C13, 125.5866113 MHz
DECDUPLE H1, 499.4517489 MHz
Power 30 dB
on during acquisition
off during delay
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 20 min, 55 sec

106

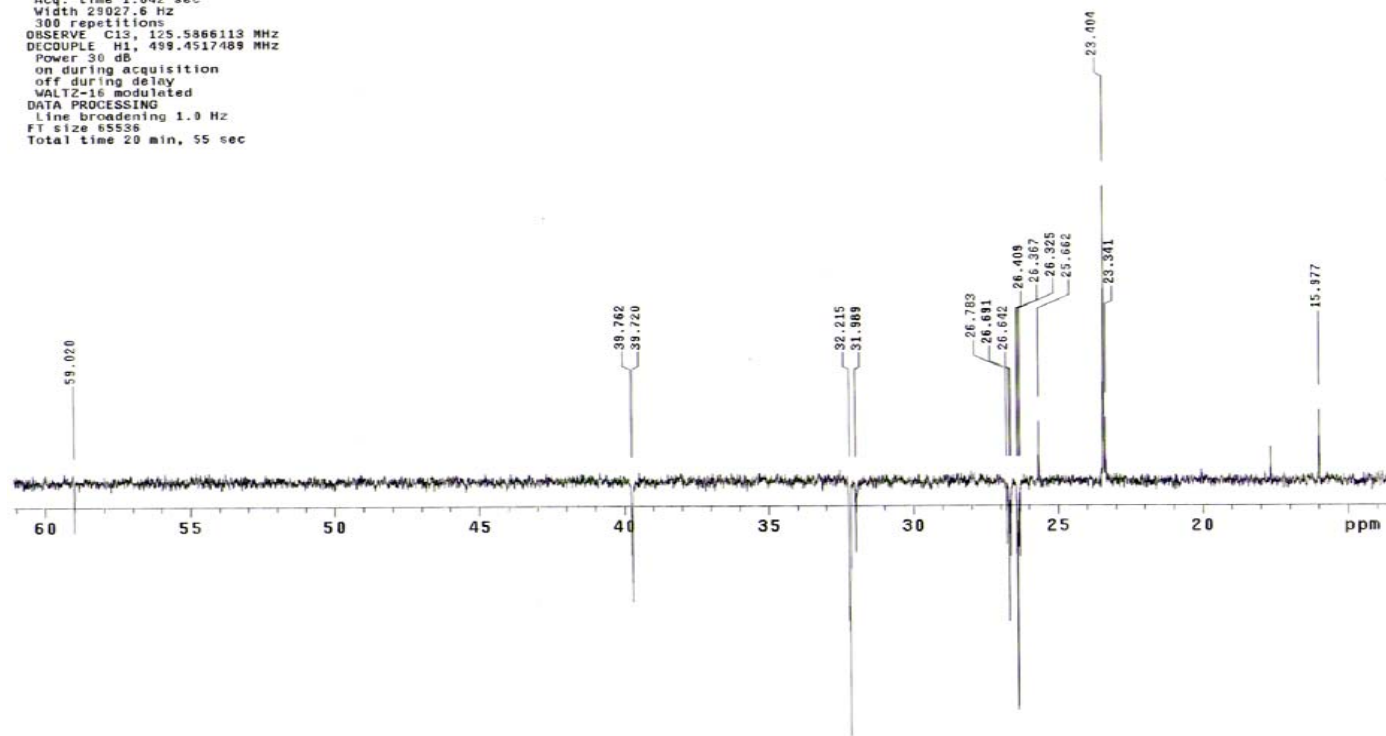


FIGURA 57A. Expansão do DEPT 135° Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl₃, 126 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: DEPT90

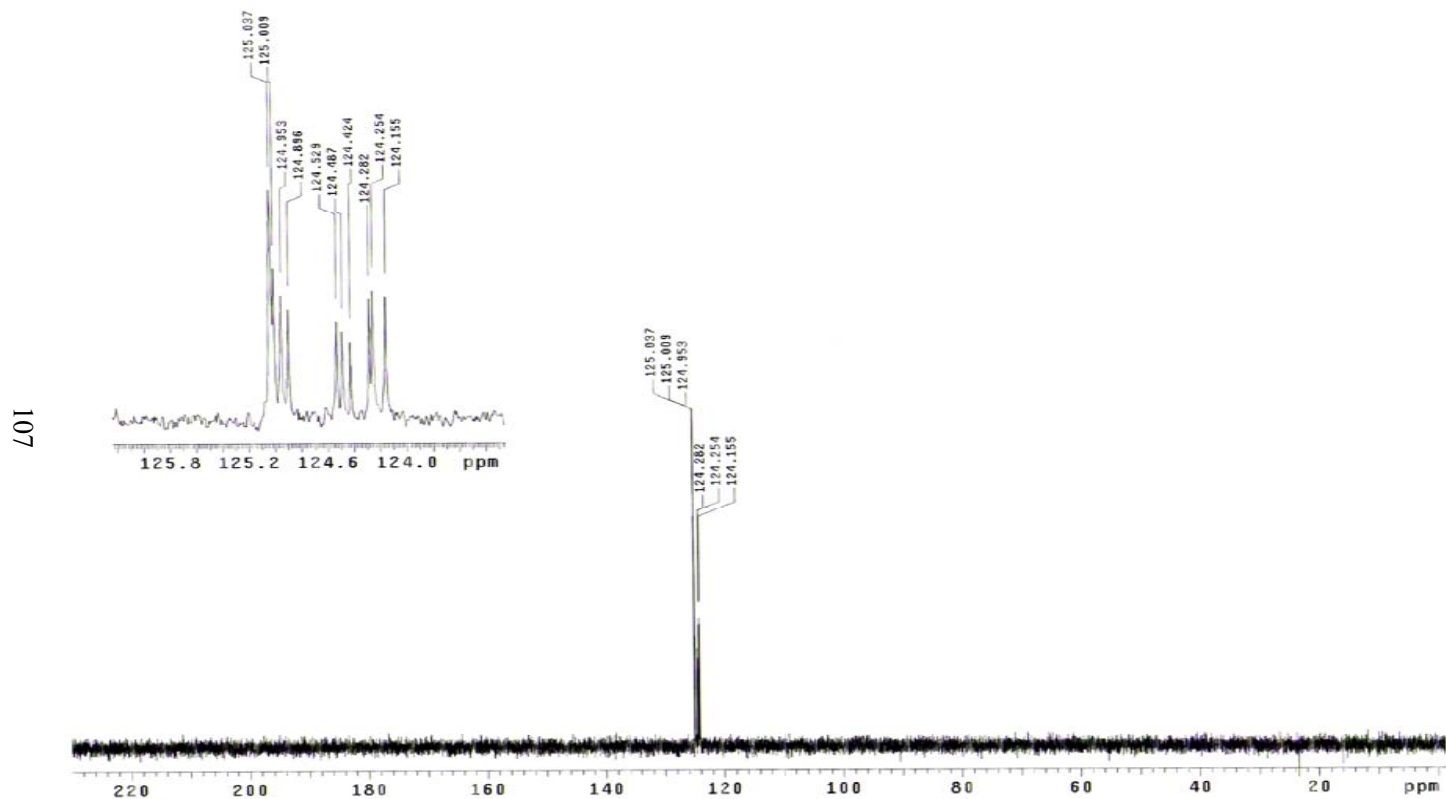


FIGURA 58A. DEPT 90° Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl₃, 126 MHz.

Hudson R2-06-01: 25/03/18
Pulse Sequence: gHMOC
Solvent: CDCl3
Temp: 10.0 C / 303.1 K
User: -14-87
INOVA-510 "mul:165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.231 sec
Width 4156.1 Hz
2D Width 29027.6 Hz
6 repetitions
2 x 121 increments
OBSERVE F1: 413.443266 MHz
DECOUPL: C13: 125.6009610 MHz
Power 17 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulation
DATA PROCESSING
Gauss modulation on 0.10: sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss modulation on 0.00: sec
F1 size 2048 x 1048
Total time 44 min, 28 sec

Filename: _

108

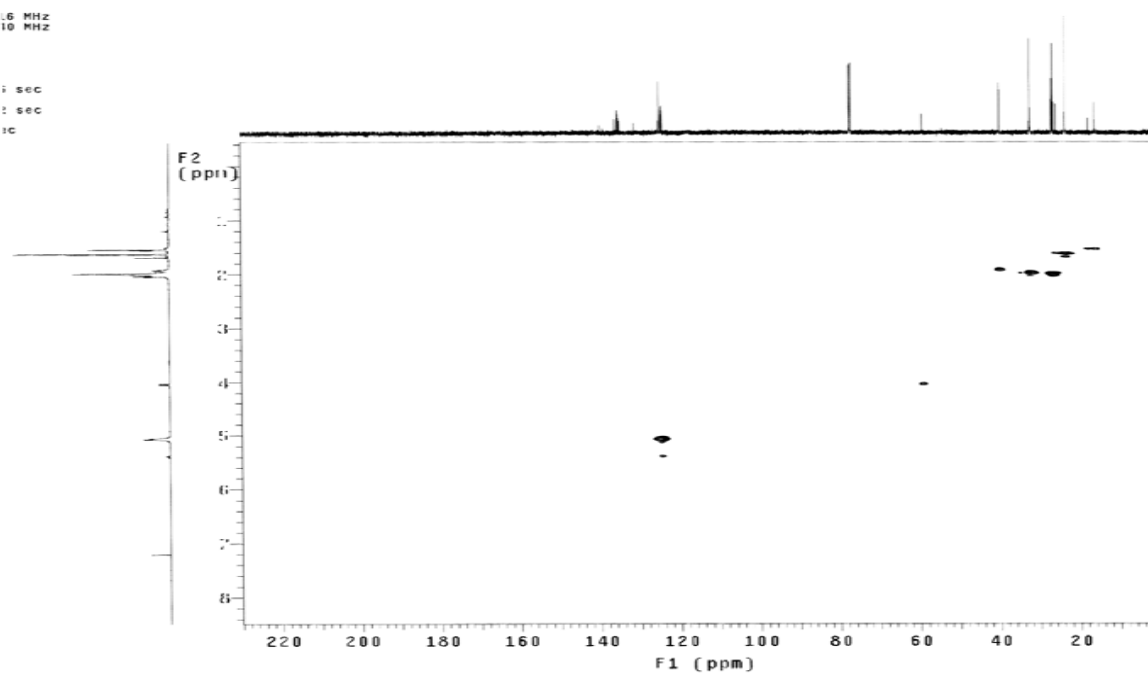


FIGURA 59A. Correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: gHMOC
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-07
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.230 sec
Width 4156.3 Hz
2D Width 25027.6 Hz
8 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE N1, 499.4192816 MHz
DECOUPLE C13, 125.6005640 MHz
Power 47 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.105 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.002 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 44 min, 28 sec

Filename: _

109

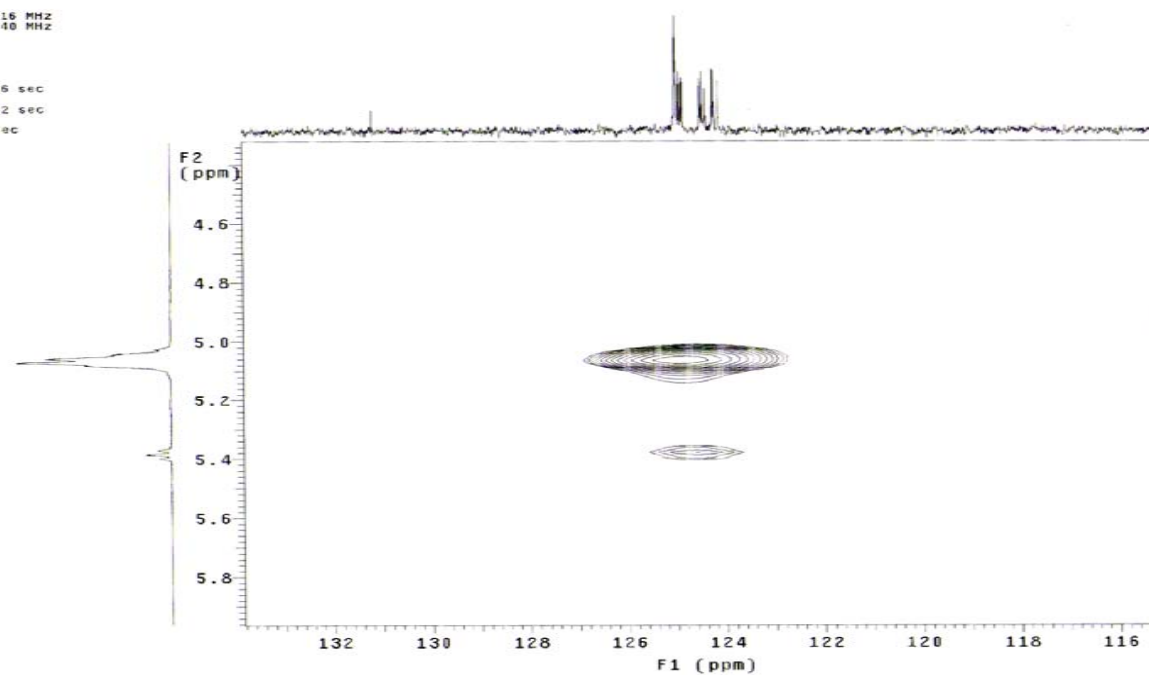


FIGURA 60A. Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-06-02 25/03/08

Pulse Sequence: gHMOC

Solvent: CDCl₃

Temp. 30.0 C / 303.1 K

User: 1-14-87

INVA-500 "multis5"

Relax. delay 1.000 sec

Acq. time 0.230 sec

Width 4156.3 Hz

2D Width 23027.6 Hz

8 repetitions

2 x 126 increments

OBSERVE H1, 499.4492616 MHz

DECOUPLE C13, 125.6009610 MHz

Power 47 dB

on during acquisition

off during delay

GAP-1 modulated

DATA PROCESSING

Gauss apodization 0.100 sec

F1 DATA PROCESSING

Gauss apodization 0.002 sec

FT size 2048 x 2048

Total time 04 min, 28 sec

110

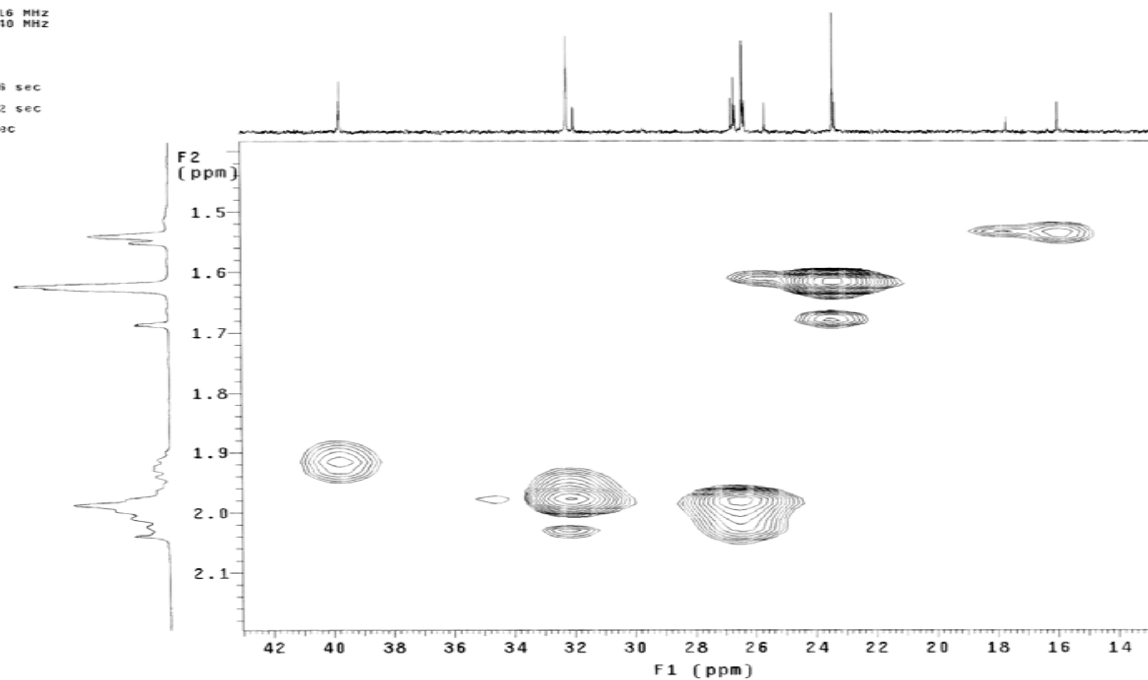


FIGURA 61A. Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) ¹H x ¹³C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl₃.

Hudson IR2-06-01 25/03/18
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl3
Temp: 10.0 C / 303.1 K
User: -14-87
INOVA-510 "mul:165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.231 sec
Width 4956 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
128 increments
OBSERVE H1 419.4492816 MHz
DATA PROCESSING
Sine bill 0.11 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bill 0.00 sec
FT size 2048 x 1048
Total time 45 min, 32 sec

111

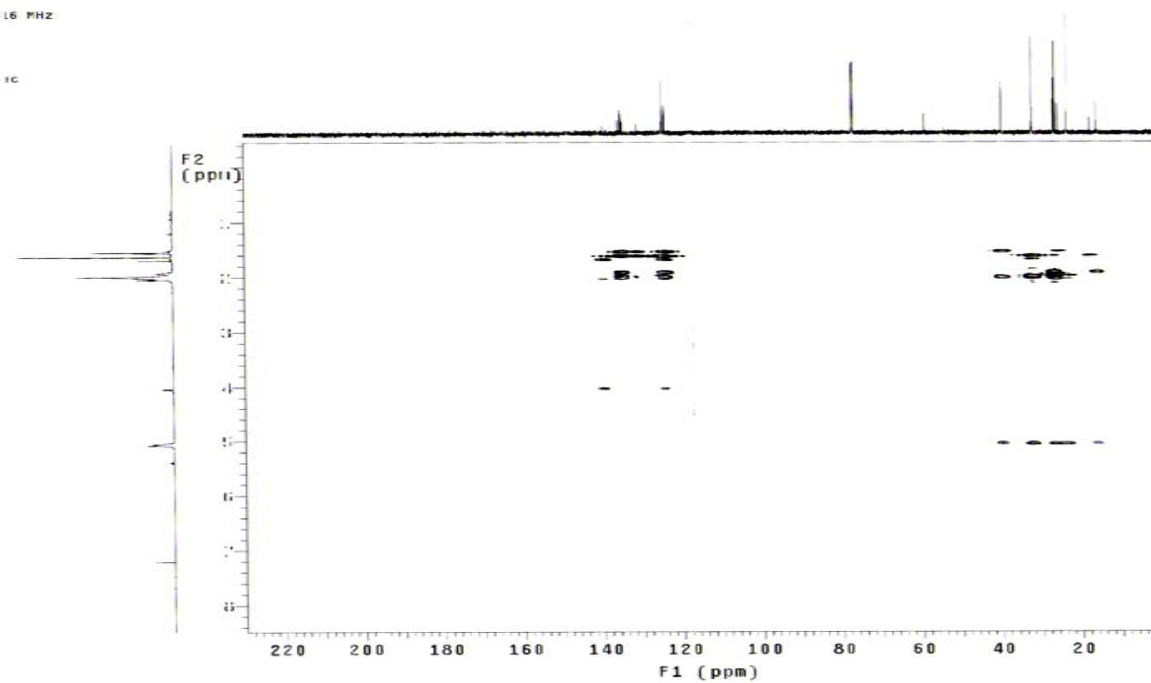


FIGURA 62A. Correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson R2-06-01 25/03/18
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl3
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: L14-87
INOVA-510 "mul:165"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.231 sec
Width 4956.3 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
128 increments
OBSERVE F1: 439.4492616 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.111 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.001 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 45 min, 32 sec

112

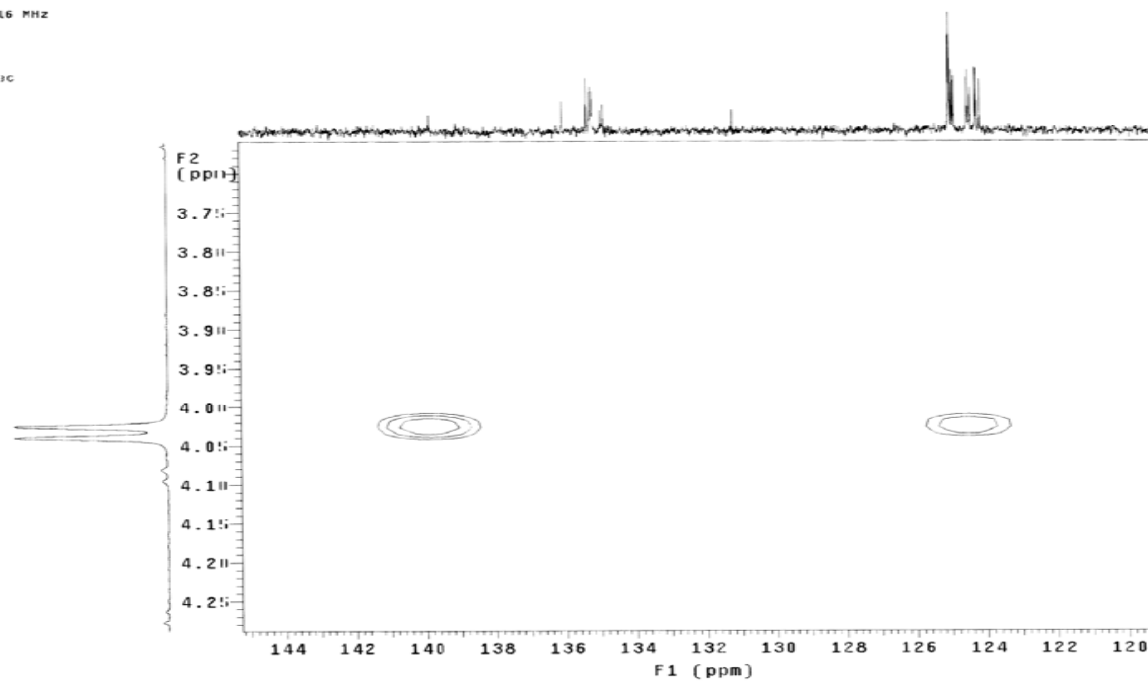


FIGURA 63A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-06-02 25/03/98
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl3
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: l-14-87
INOVA-530 "multi65"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.239 sec
Width 4456.3 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
128 increments
OBSERVE H1 499.4492816 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.115 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 45 min, 32 sec

113

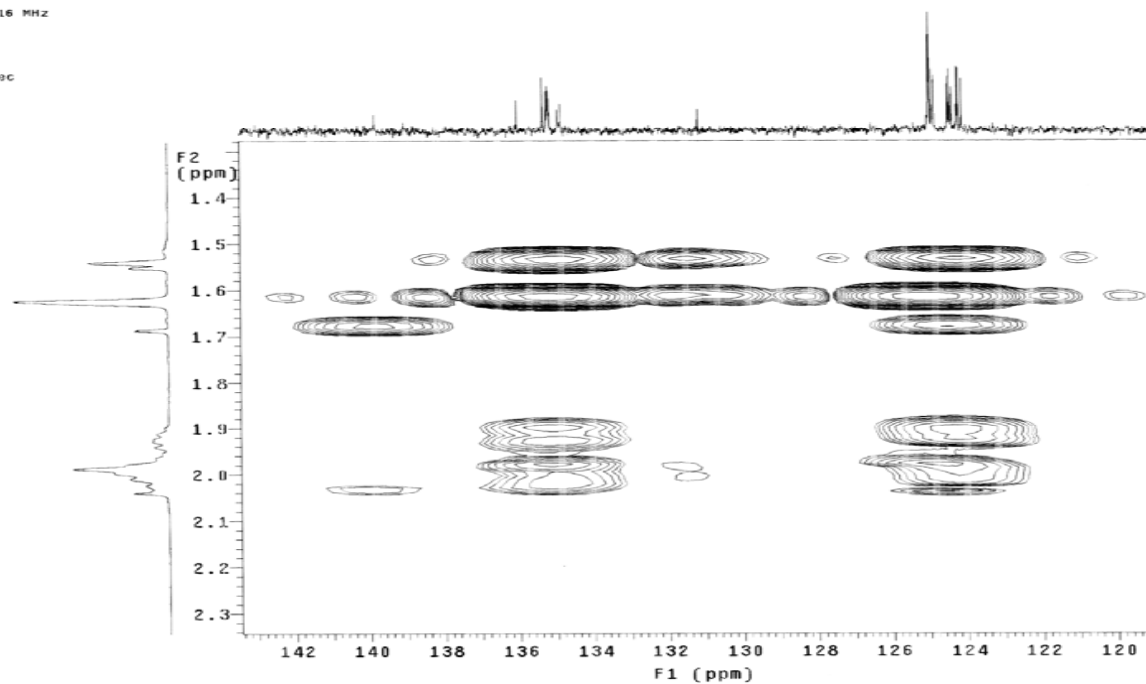


FIGURA 64A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl₃
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-07
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.230 sec
Width 4456.3 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
128 increments
DSSIRVE H1: 499.4192816 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.115 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 45 min. 32 sec

114

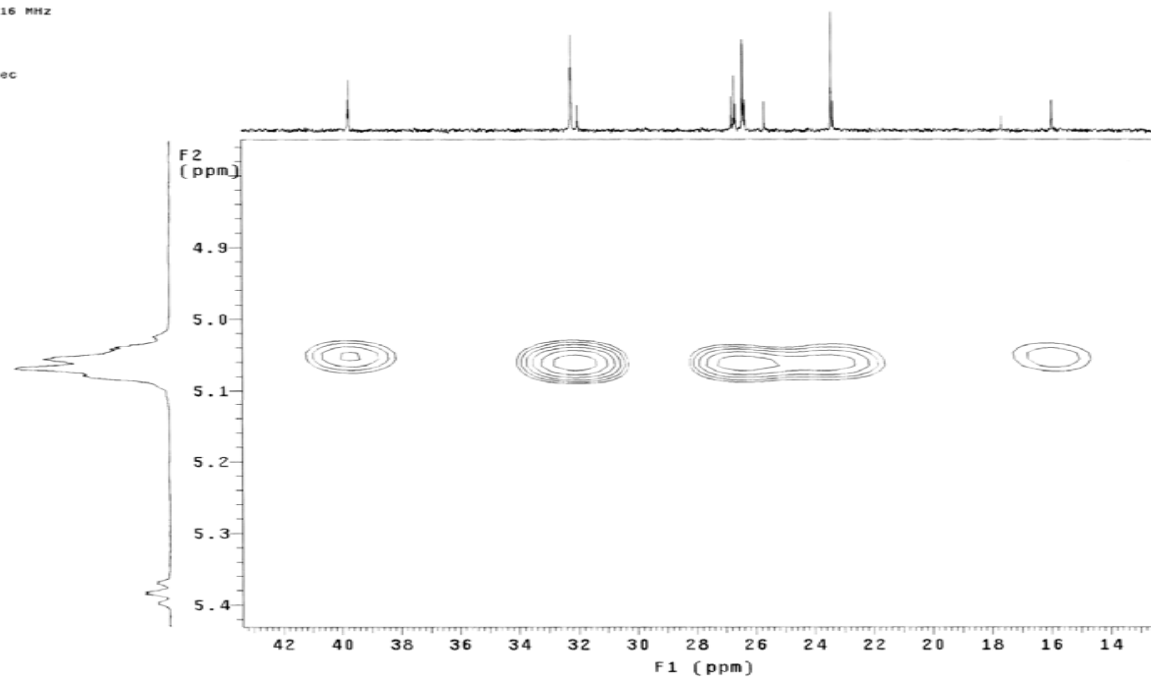
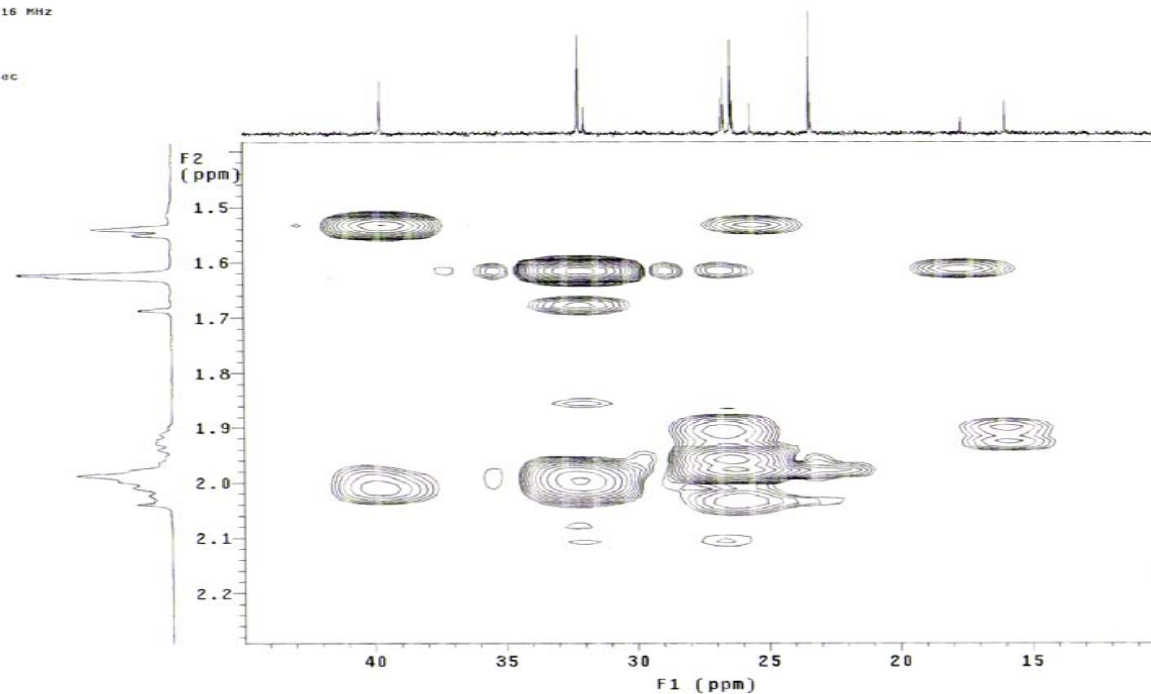


FIGURA 65A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹H x ¹³C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo2) em CDCl₃.

Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl₃
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.230 sec
Width 4456.3 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4492616 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.115 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 45 min, 32 sec



115

FIGURA 66A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹H x ¹³C (500 x 126 MHz) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl₃.

Hudson R2-06-01 25/03/18
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: CDCl3
Temp: 10.0 C / 303.1 K
INOVA-S 10 "nu1.165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.231 sec
Width 4456.8 Hz
2D Width 4456.8 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 419.449266 MHz
DATA PROCESSING
Sq. size 611 1.115 se:
F1 DATA PROCESSING
Sq. size 611 1.015 se:
F1 size 2048 x 1048
Total time 21 min, 47 sec

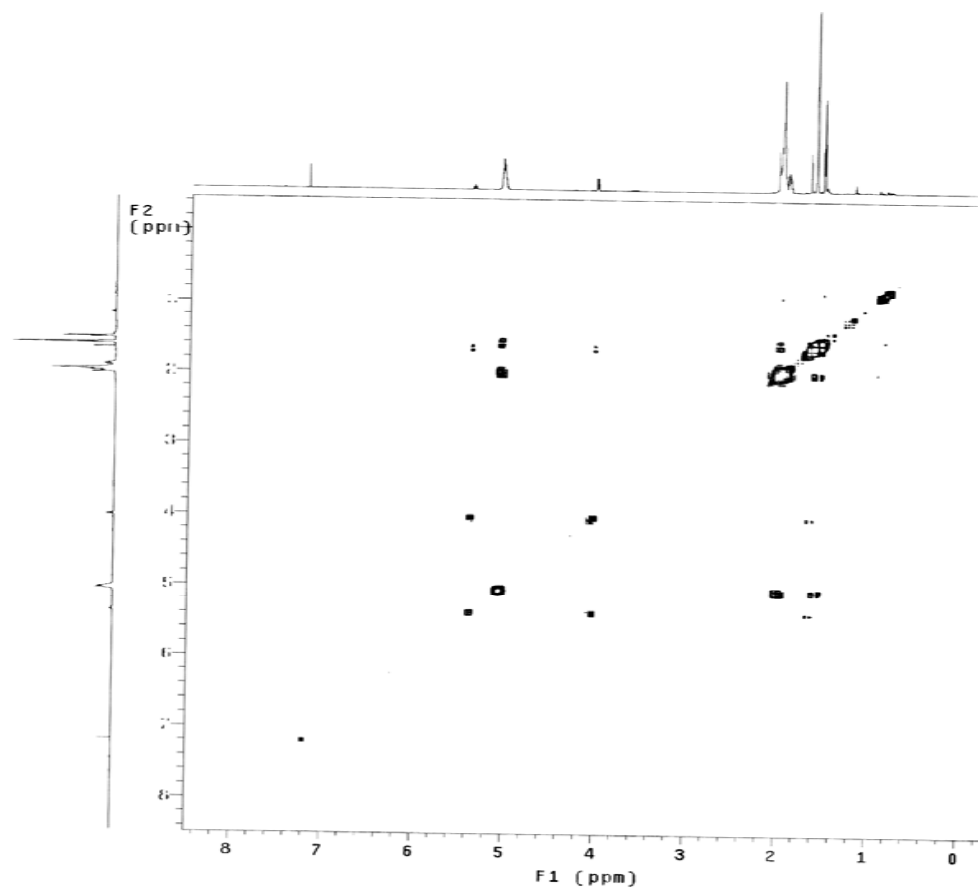
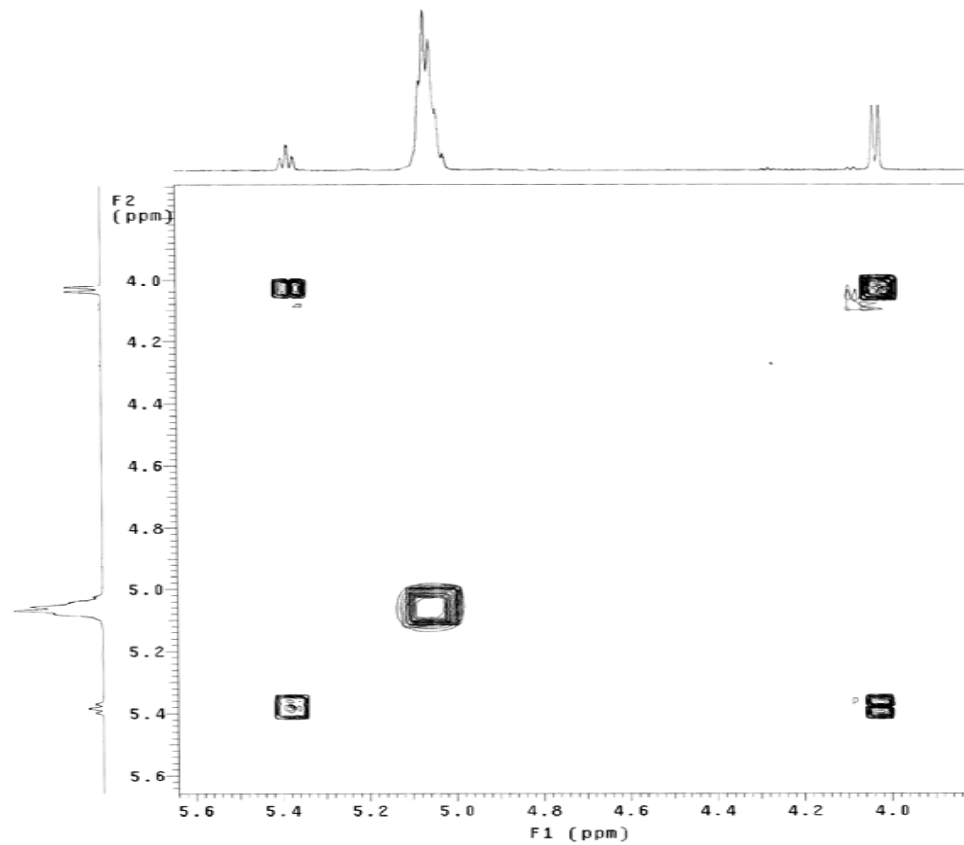


FIGURA 67A. Correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.230 sec
Width 4456.3 Hz
2D Width 4456.3 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE H1. 499.4492616 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.115 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.015 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 21 min, 47 sec



117

FIGURA 68A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: CDCl3
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis5"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.230 sec
Width 4156.3 Hz
2D Width 4156.3 Hz
6 repetitions
128 increments
OBSERVE F1: 499.4192816 MHz
DATA PROCESSING
Sq sine bell 0.115 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq sine bell 0.015 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 21 min, 47 sec

118

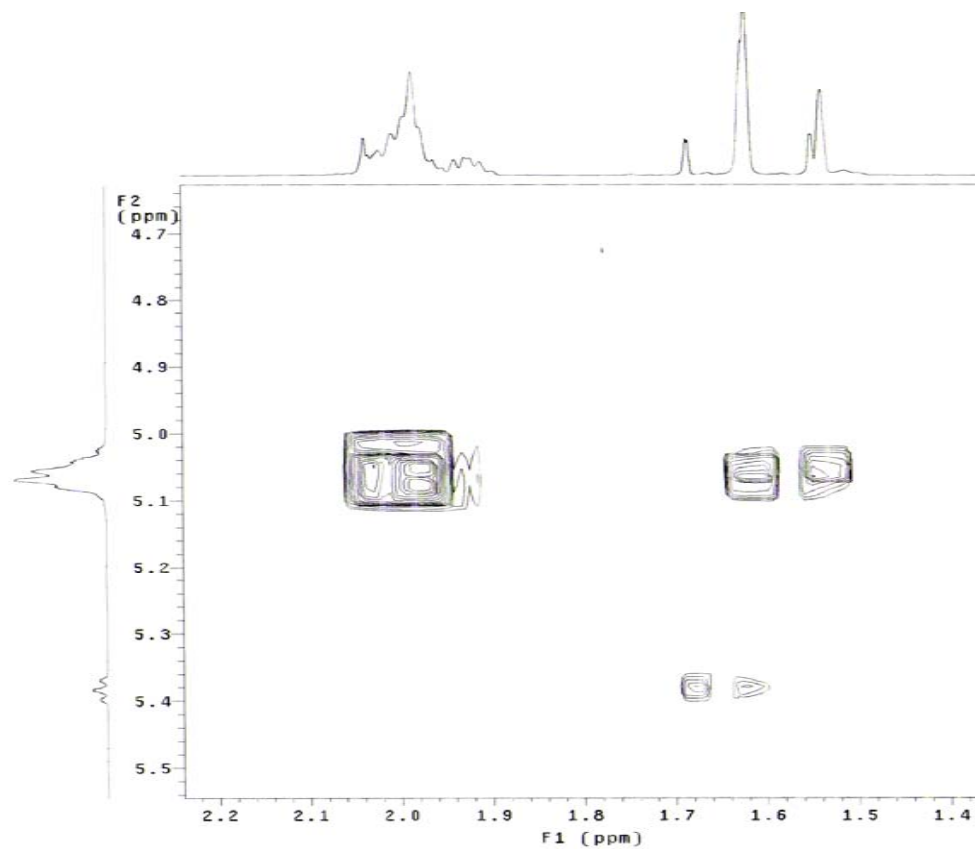


FIGURA 69A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

Hudson PR2-06-02 25/03/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "mult165"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.230 sec
Width 4456.3 Hz
2D width 4056.3 Hz
8 repetitions
128 increments
OBSERVE F1: 499.4492816 MHz
DATA PROCESSING
Sg. sine bell 0.115 sec
F1 DATA PROCESSING
Sg. sine bell 0.015 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 21 min, 47 sec

119

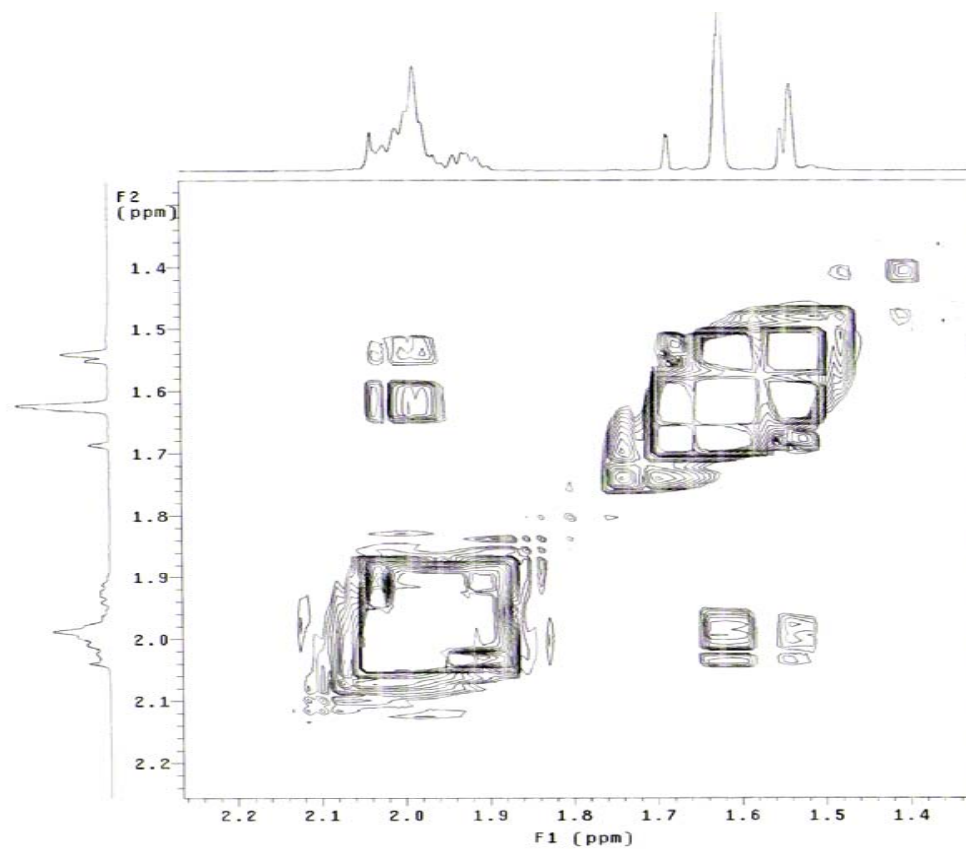


FIGURA 70A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) dos Poliprenóis (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

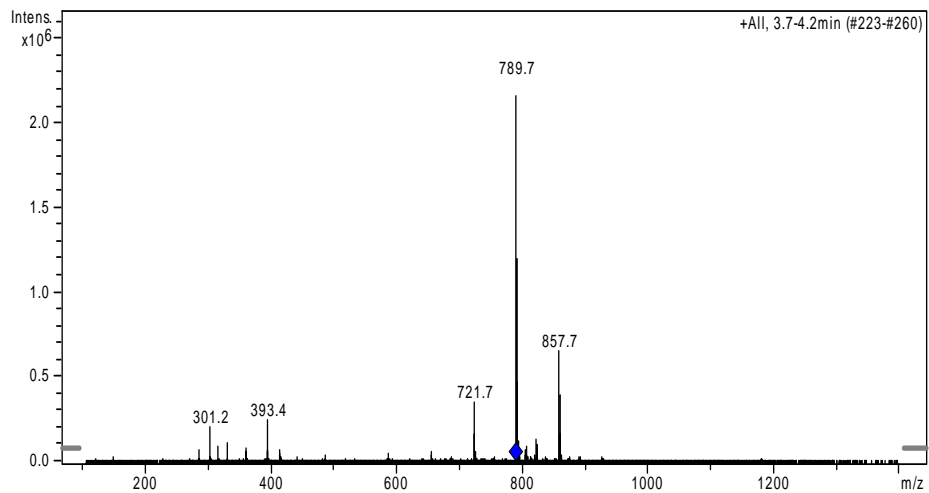


FIGURA 71A. Espectro de massas (EM-ES) dos Poliprenóis (Artigo 2), +MS¹ (721; 789; 851=M+Na).

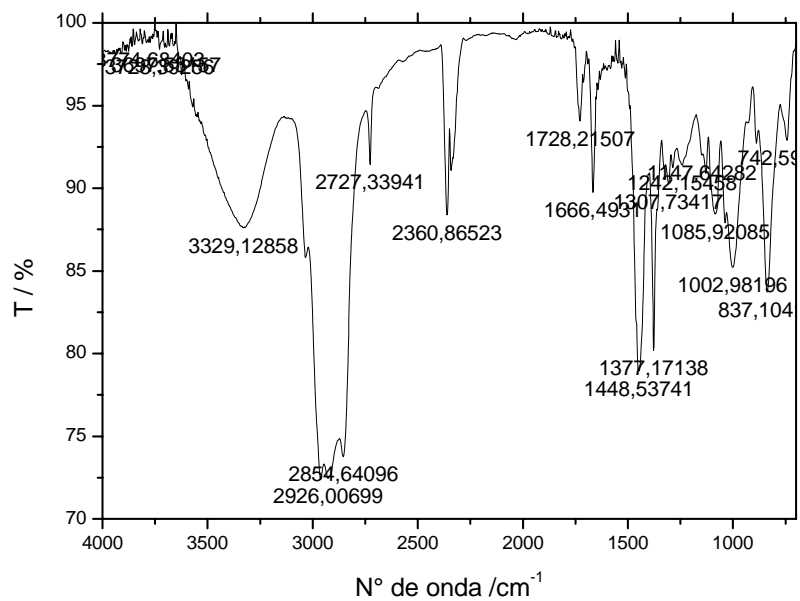
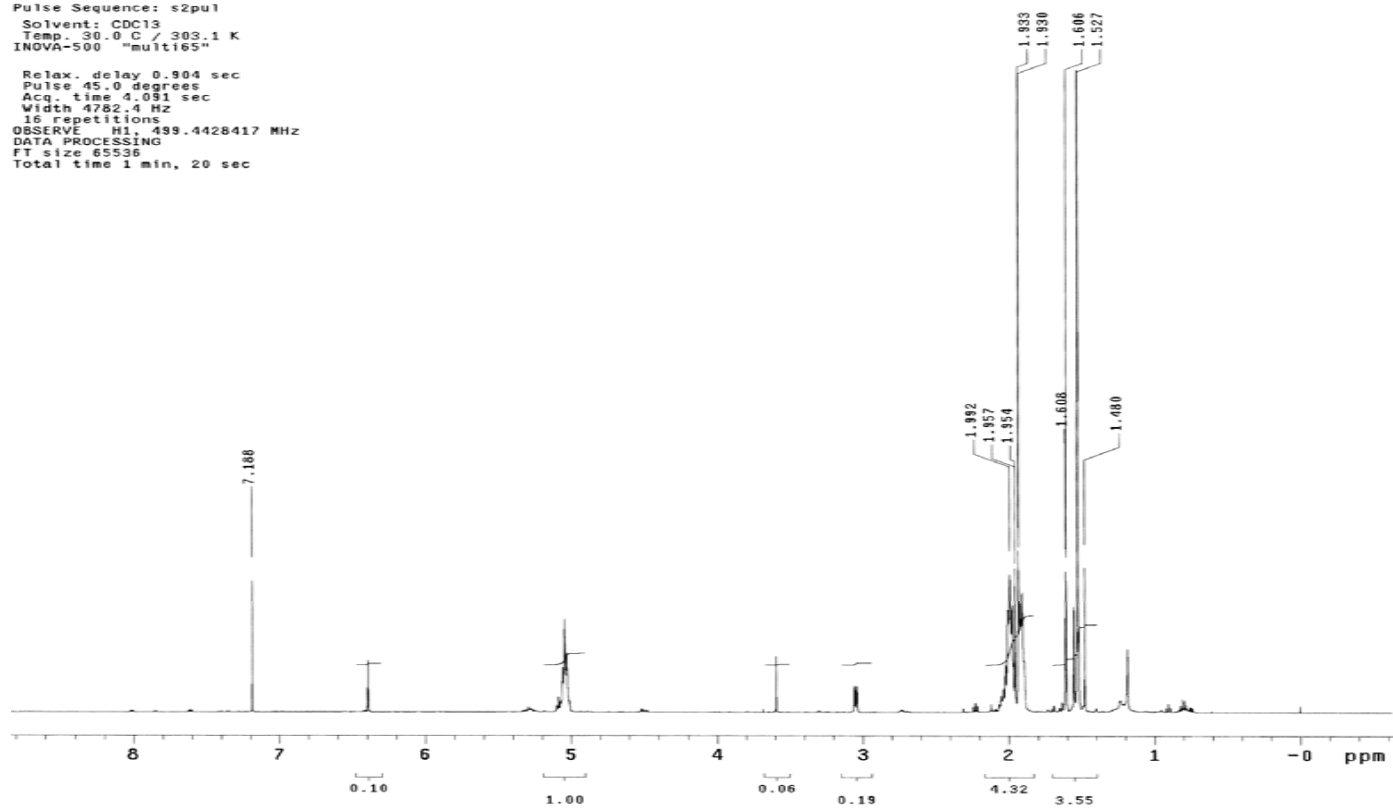


FIGURA 72A. Espectro de Infravermelho dos Poliprenóis (Artigo 2) em janela de Irtran-2[®].

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: CDCl3
Temp: 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi65"
Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.081 sec
Width 4782.4 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 20 sec



121

FIGURA 73A. Espectro de RMN de ^1H da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INNOVA-500 "mult165"

Relax. delay 0.904 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 4.091 sec
Width 4782.4 Hz
16 repetitions
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
FT size 65536
Total time 1 min, 20 sec

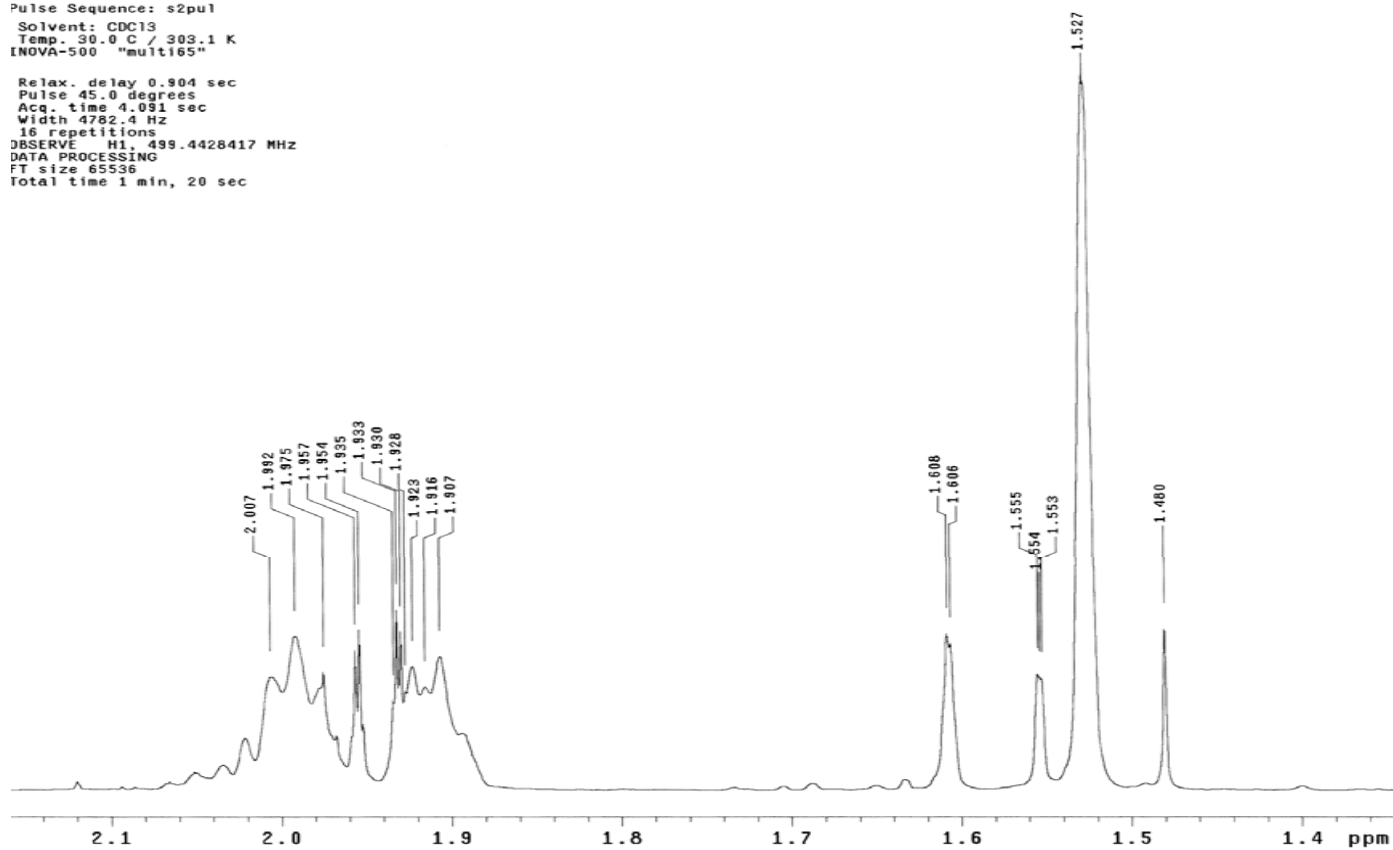


FIGURA 74A. Expansão do espectro de RMN de ¹H da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl₃, 500 MHz.

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: e2pul
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 0.957 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 23027.6 Hz
12544 repetitions
OBSERVE C13, 125.5849900 MHz
DECOUPLE H1, 499.4452906 MHz
Power 36 dB
continuously on
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 6 hr, 59 min, 50 sec

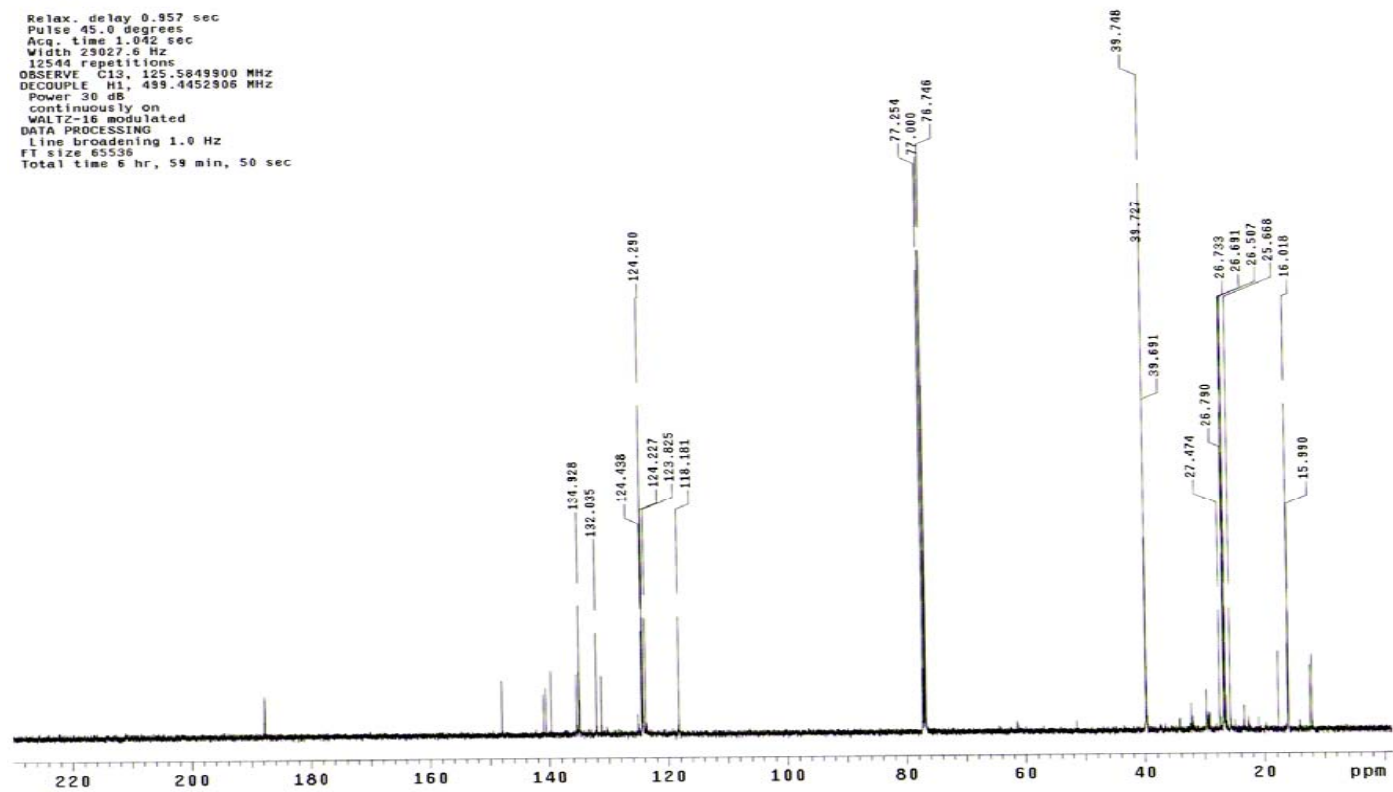


FIGURA 75A. Espectro de RMN de ^{13}C da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 126 MHz.

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: s2pu1
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: I-14-27
INOVA-500 "multis65"

Relax. delay 0.957 sec
Pulse 45.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 23027.6 Hz
12544 repetitions
OBSERVE C13, 125.5849900 MHz
DECOUPLE H1, 499.4452906 MHz
Power 30 dB
continuously on
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 6 hr, 59 min, 50 sec

124

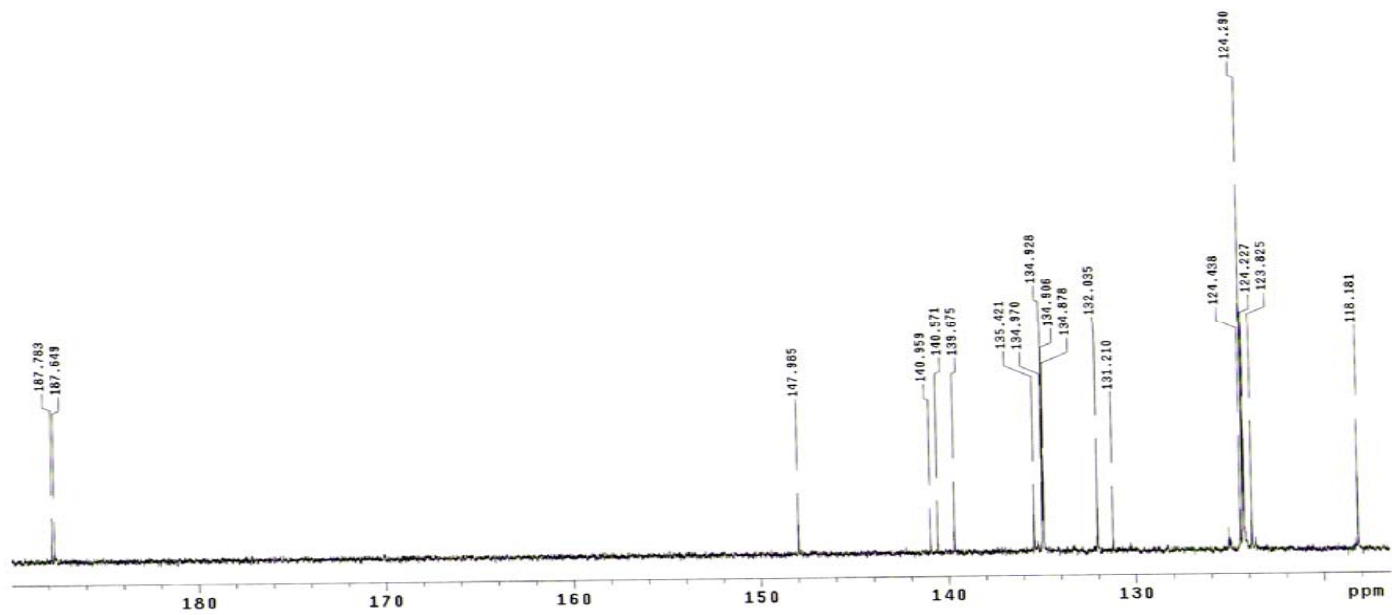


FIGURA 76A. Expansão do espectro de RMN de ^{13}C da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 126 MHz.

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: DEPT135
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Pulse 90.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 29027.6 Hz
2508 repetitions
OBSERVE C13, 125.5849900 MHz
DECOUPLE H1, 499.4452906 MHz
Power 30 dB
on during acquisition
off during delay
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FI size 65536
Total time 2 hr, 59 min, 49 sec

126

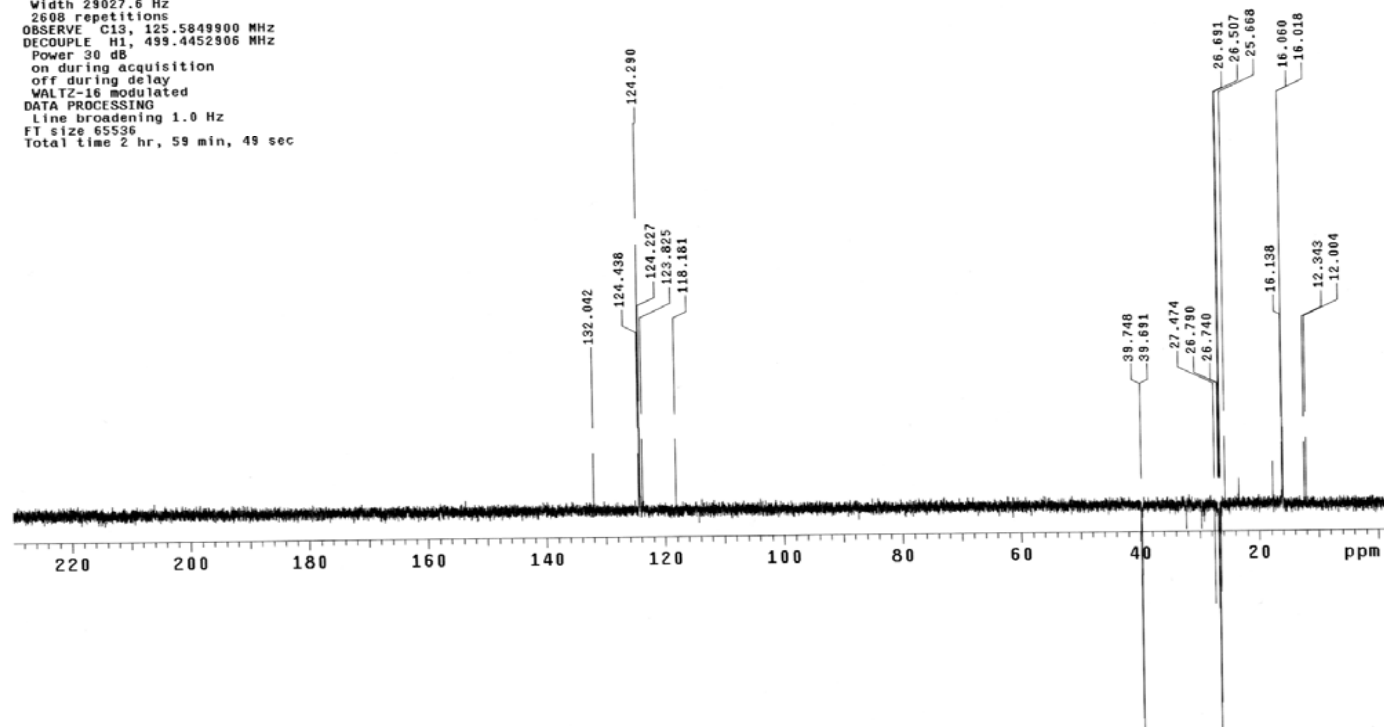


FIGURA 78A. DEPT 135° Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl₃, 126 MHz.

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: DEPT135
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "mult165"
Relax. delay 1.000 sec
Pulse 90.0 degrees
Acq. time 1.042 sec
Width 29027.6 Hz
2898 repetitions
OBSERVE C13, 125.5849900 MHz
DECOUPLE H1, 499.4452906 MHz
Power 30 dB
on during acquisition
off during delay
WALTZ-16 modulated
DATA PROCESSING
Line broadening 1.0 Hz
FT size 65536
Total time 2 hr, 59 min, 49 sec

127

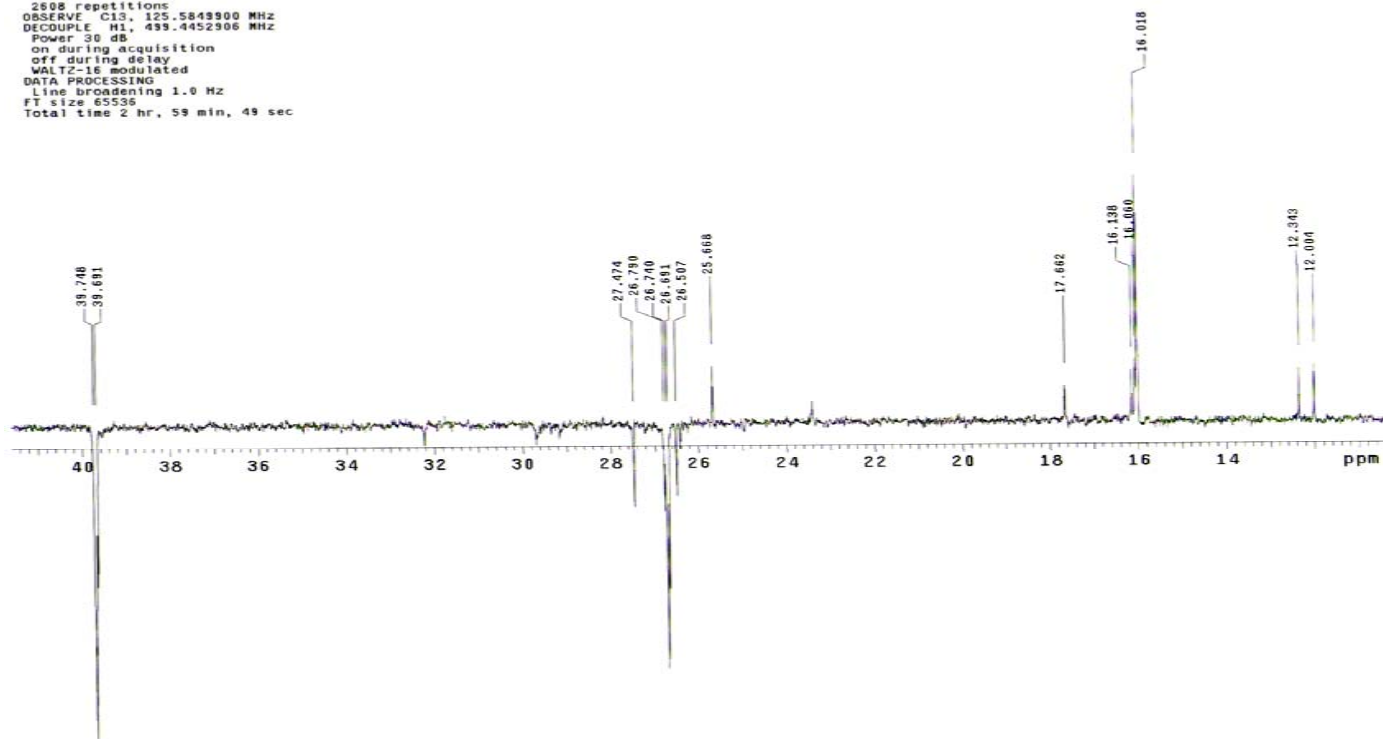


FIGURA 79A. Expansão do DEPT 135° Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl₃, 126 MHz.

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: DEPT-135

128

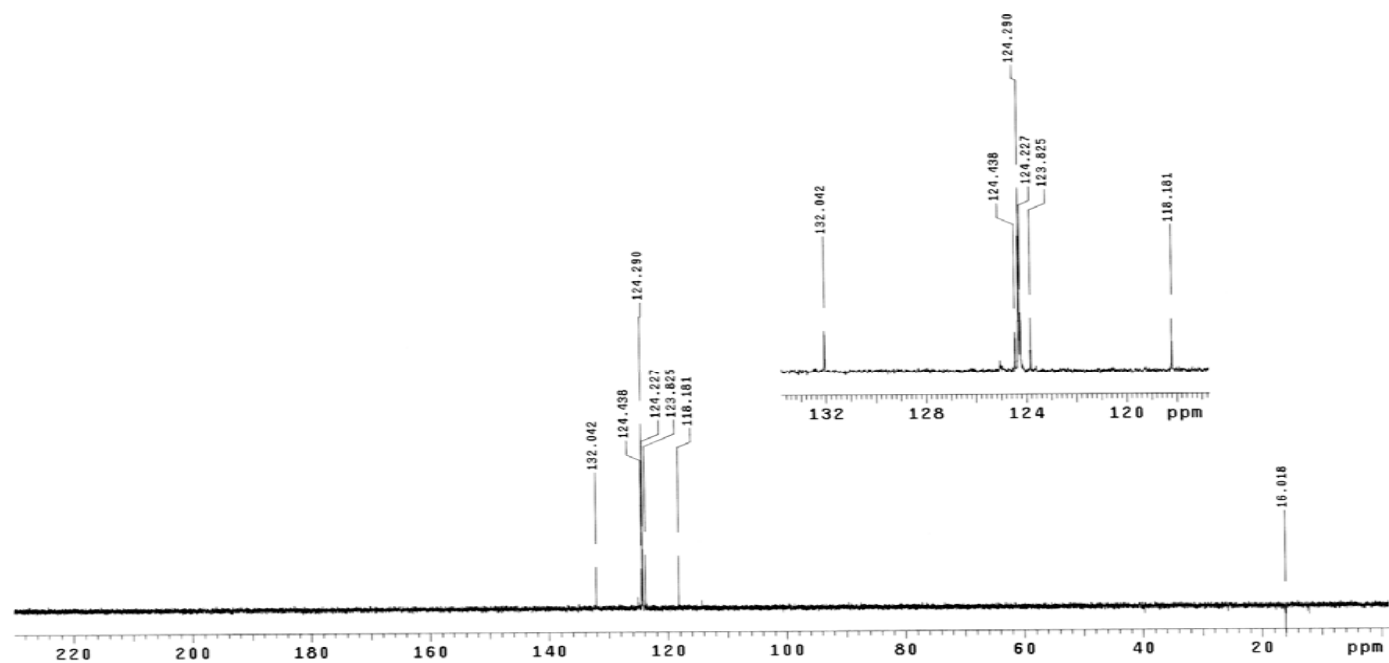
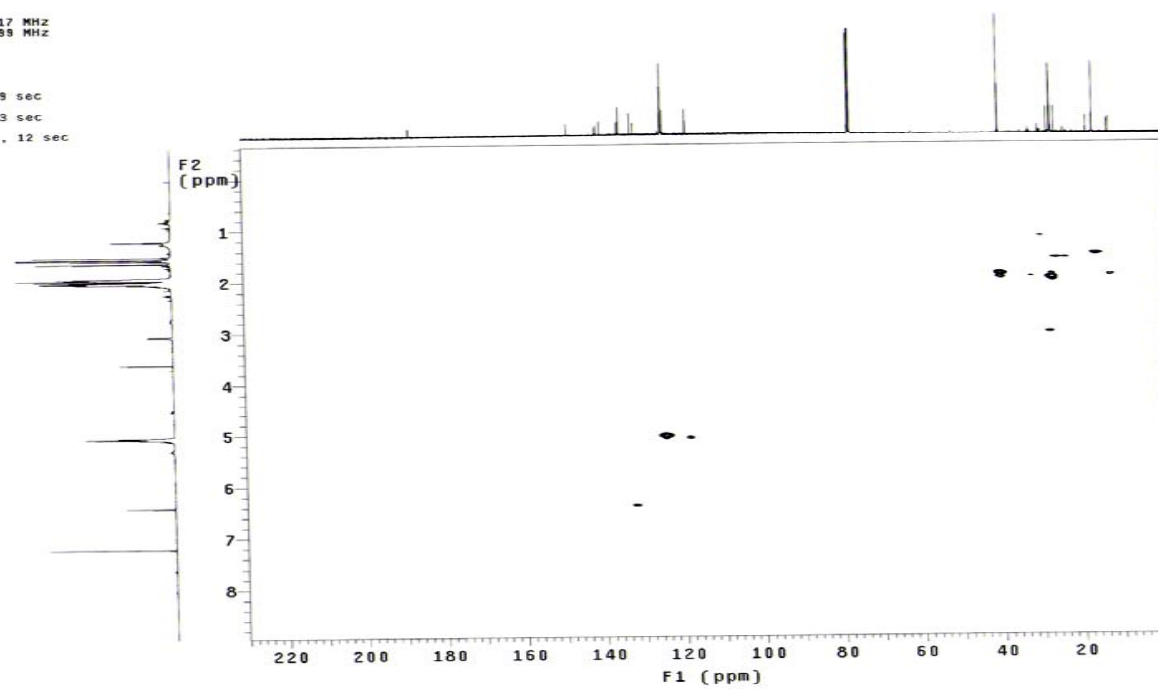


FIGURA 80A. DEPT 90° Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl₃, 126 MHz.

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gHMOC
Solvent: CDC13
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DECOUPLE C13, 125.5993399 MHz
Power 47 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.099 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 27 min, 12 sec



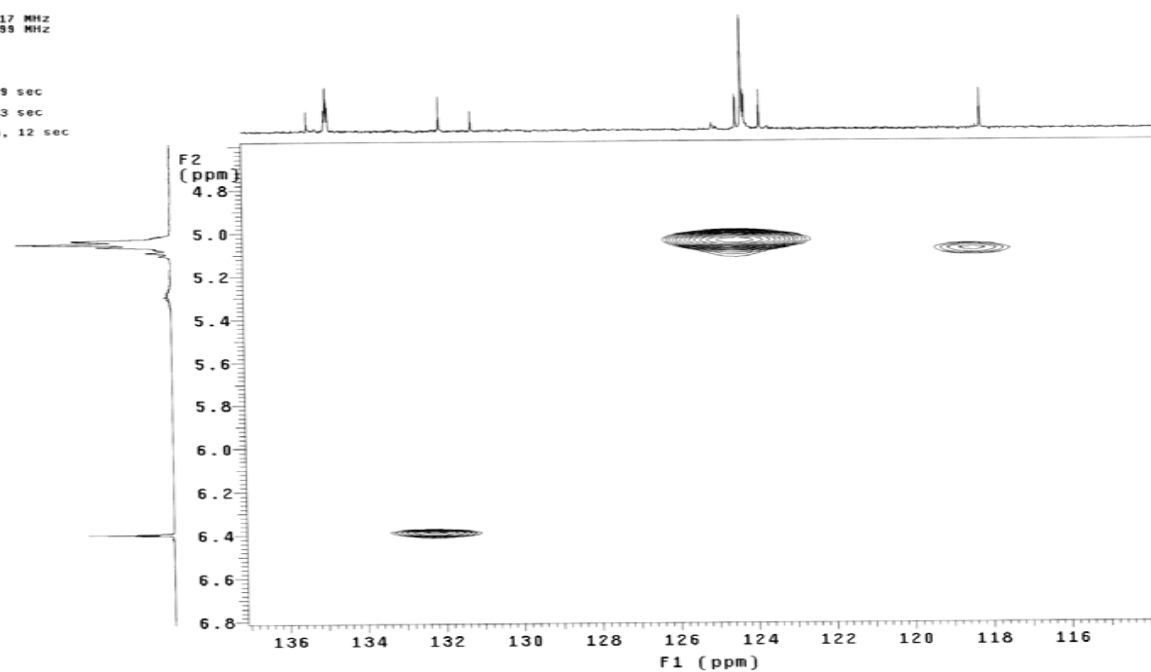
129

FIGURA 81A. Correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gHMOC
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INDVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DECOUPLE C13, 125.5993399 MHz
Power 47 dB
on during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.099 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 27 min, 12 sec

Filename: _



130

FIGURA 82A. Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMOC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gHMQC
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multis65"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
16 repetitions
2 x 128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DECOUPLE C13, 125.5993399 MHz
Power 47 dB
On during acquisition
off during delay
GARP-1 modulated
DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.099 sec
F1 DATA PROCESSING
Gauss apodization 0.003 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 27 min, 12 sec

Filename: _

131

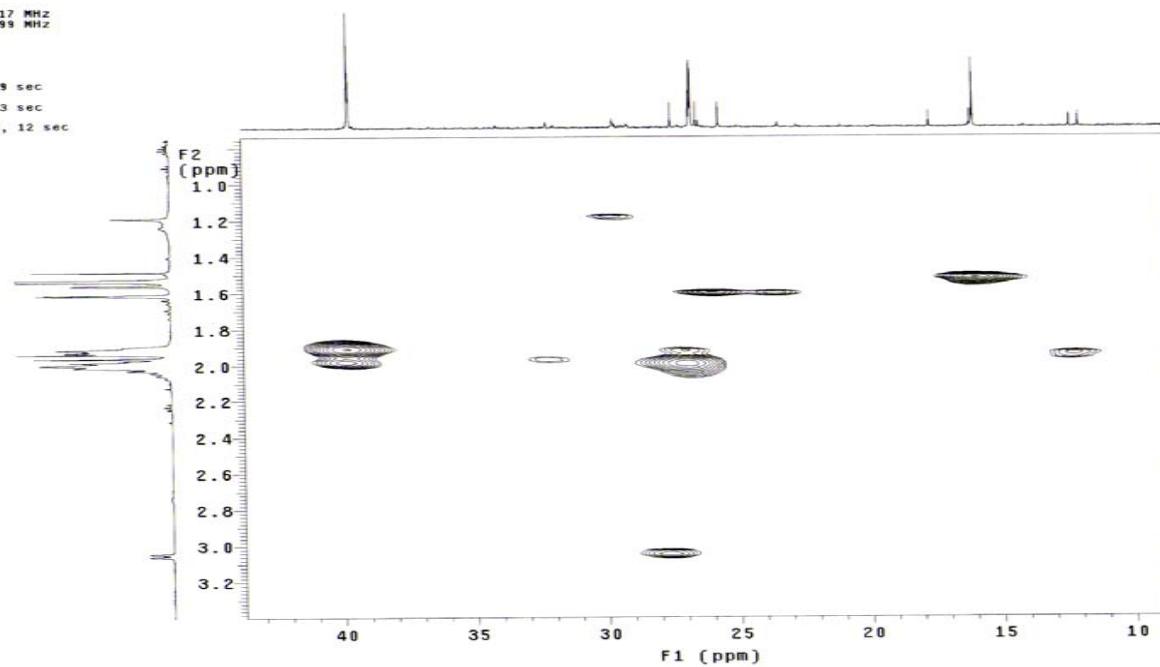
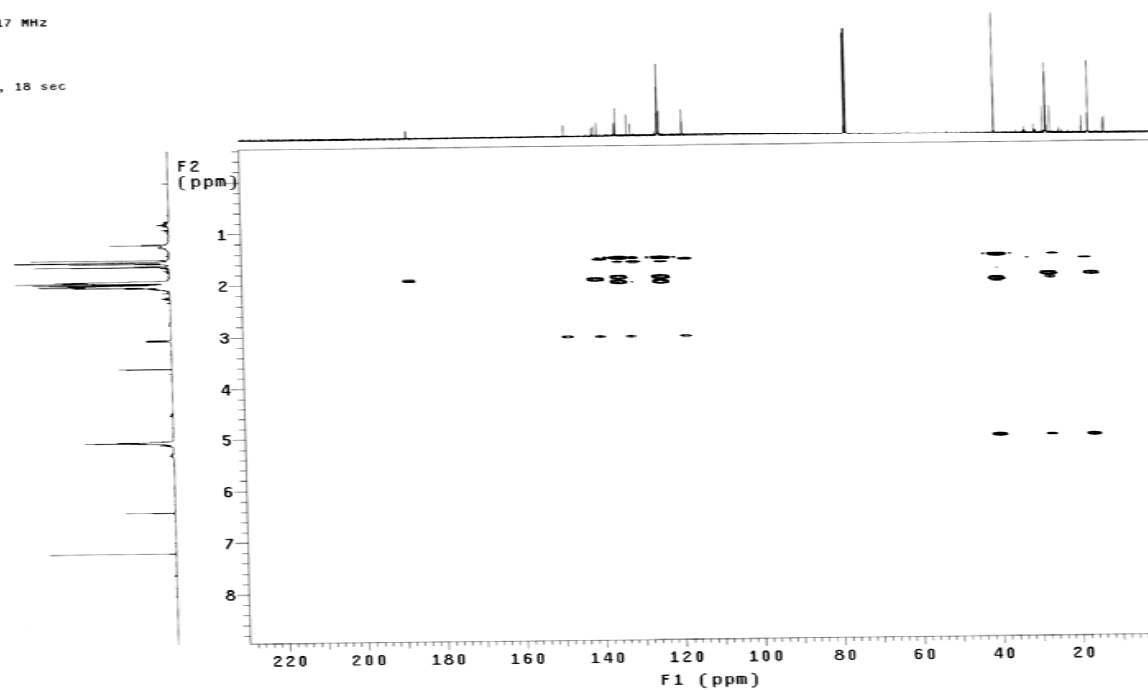


FIGURA 83A. Expansão da correlação heteronuclear de curta distância (gHMQC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl₃
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.197 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 29 min, 18 sec

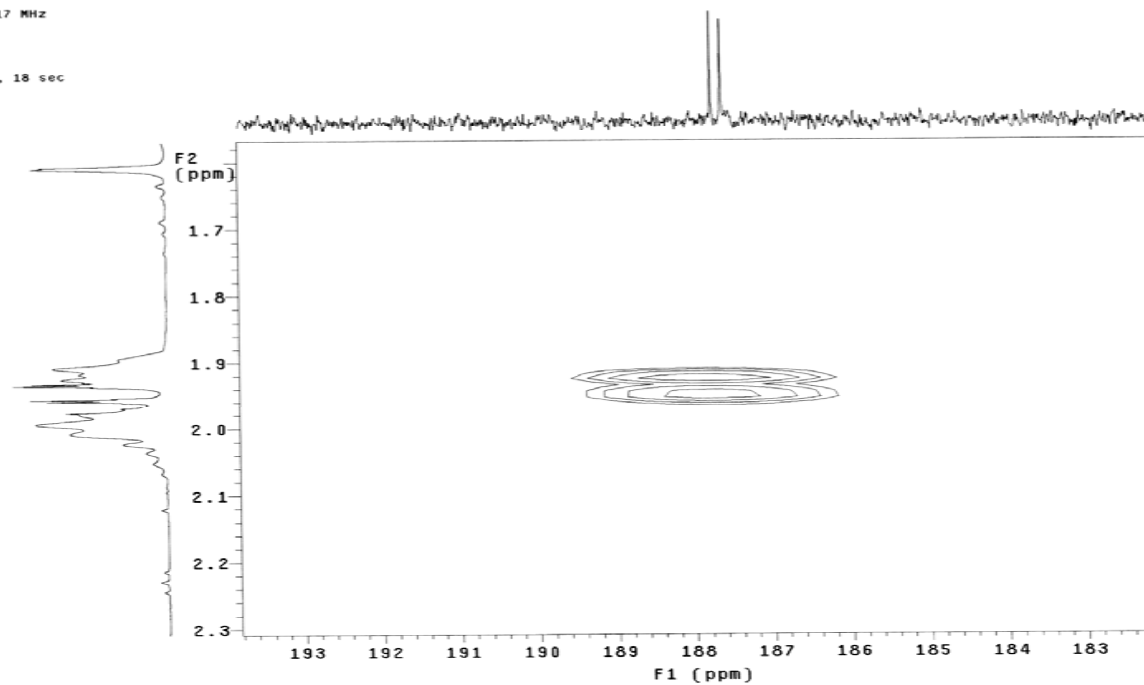


132

FIGURA 84A. Correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4762.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1. 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.197 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 29 min, 18 sec



133

FIGURA 85A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl₃
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4762.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.197 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 29 min, 18 sec

134

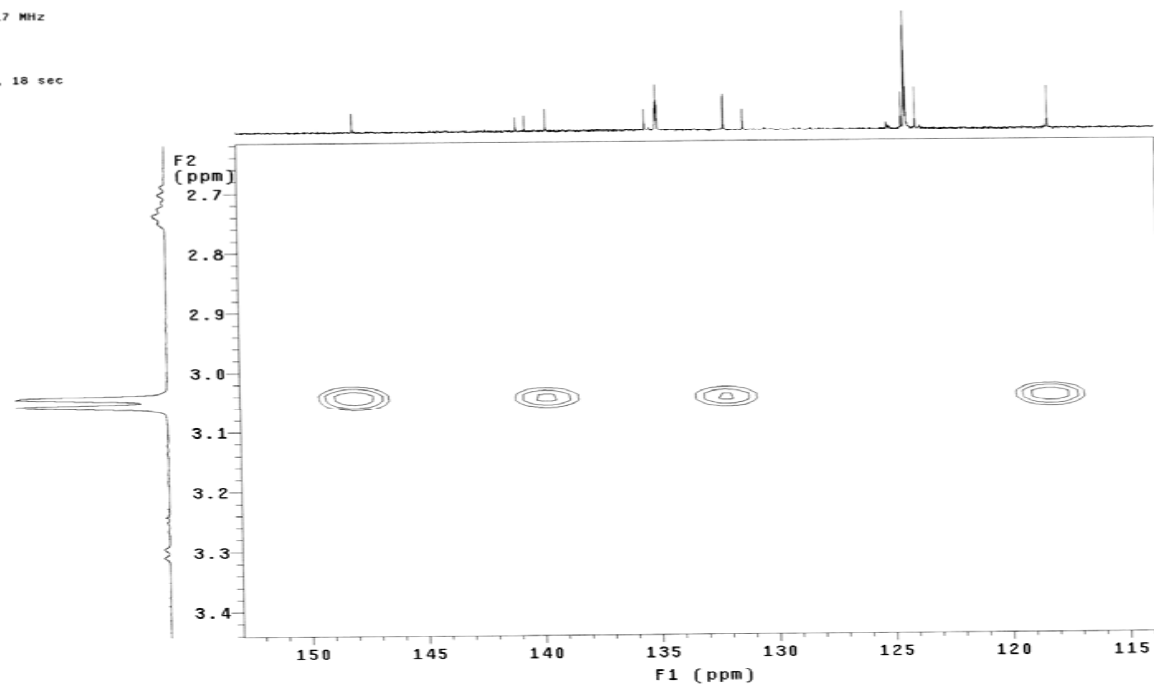
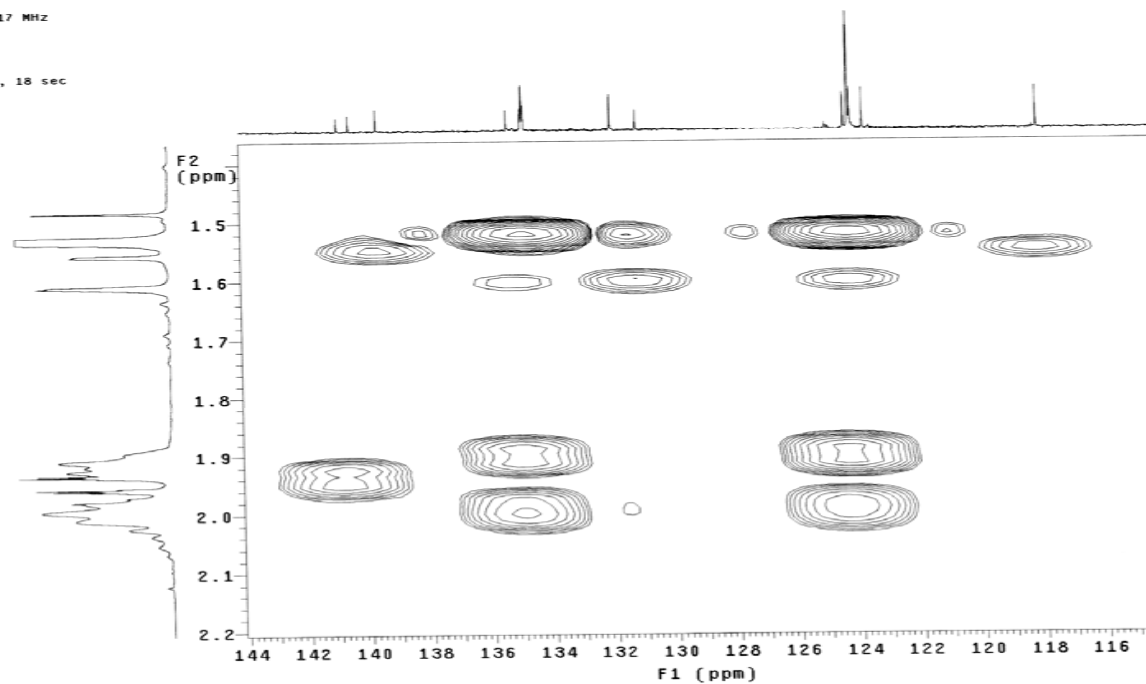


FIGURA 86A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-14-05 24/04/08

Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDC13
Temp: 30.0 C / 303.1 K
User: i-14-87
INDVA-500 "multis" "

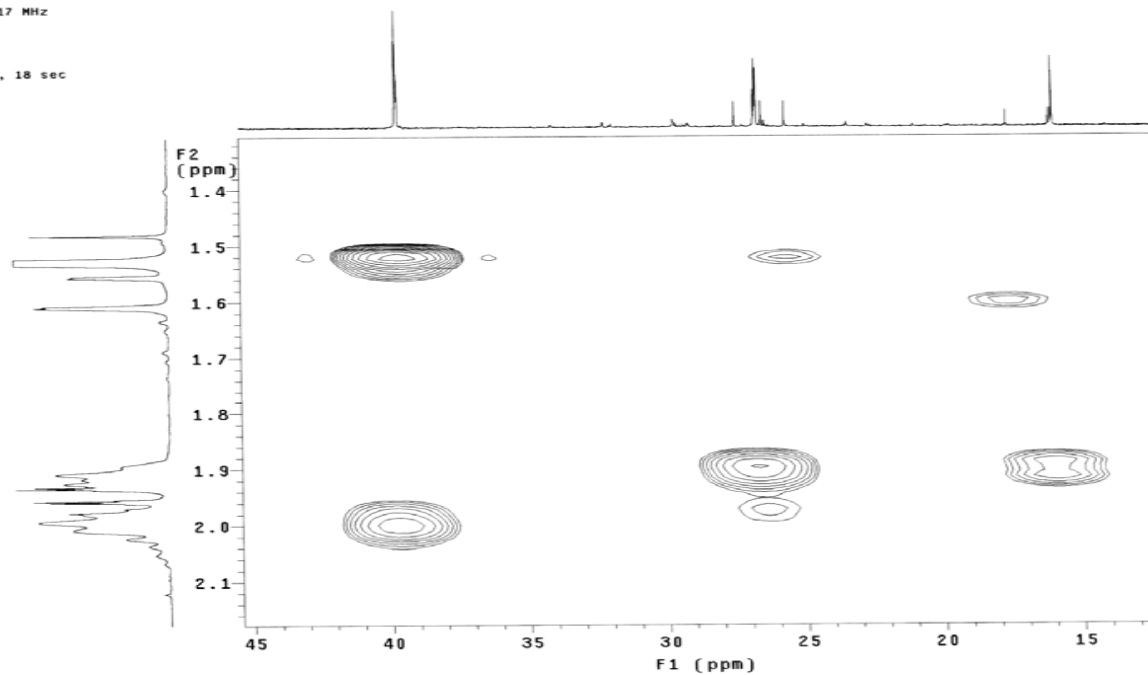
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.197 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 29 min, 18 sec



135

FIGURA 87A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDC13
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multies"
Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1. 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.187 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.092 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 29 min, 18 sec



136

FIGURA 88A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) $^1\text{H} \times ^{13}\text{C}$ (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 .

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gHMBC
Solvent: CDCl₃
Temp. 30.0 C / 303.1 K
User: 1-14-87
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 29027.6 Hz
32 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sine bell 0.197 sec
F1 DATA PROCESSING
Sine bell 0.002 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 1 hr, 29 min, 18 sec

137

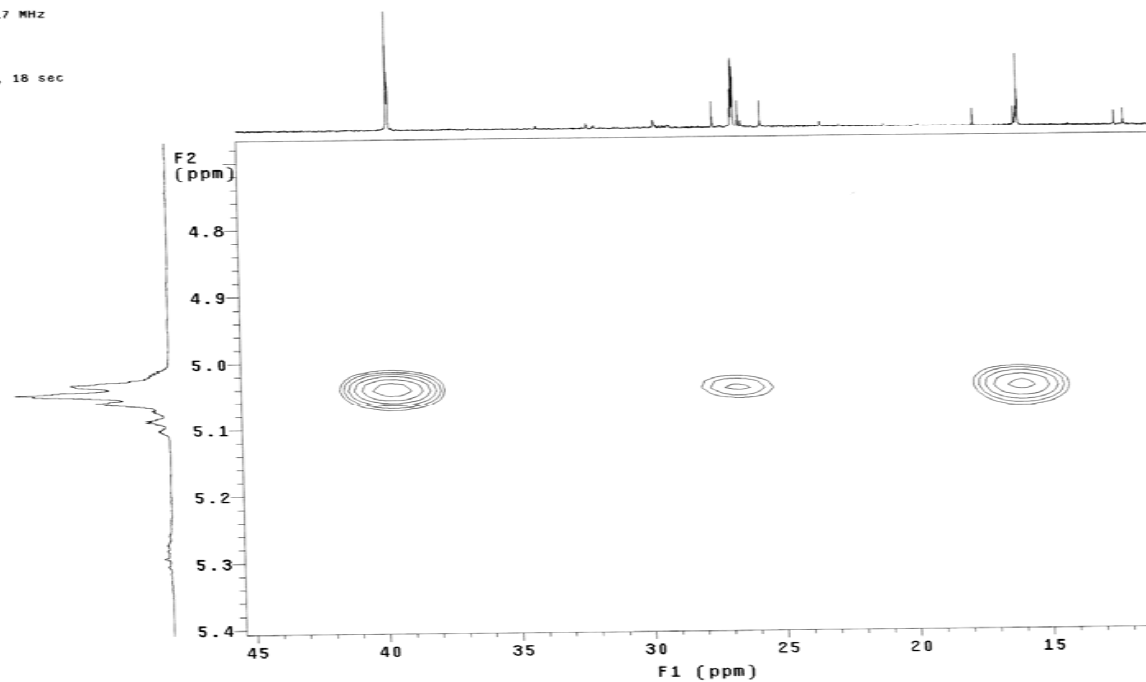
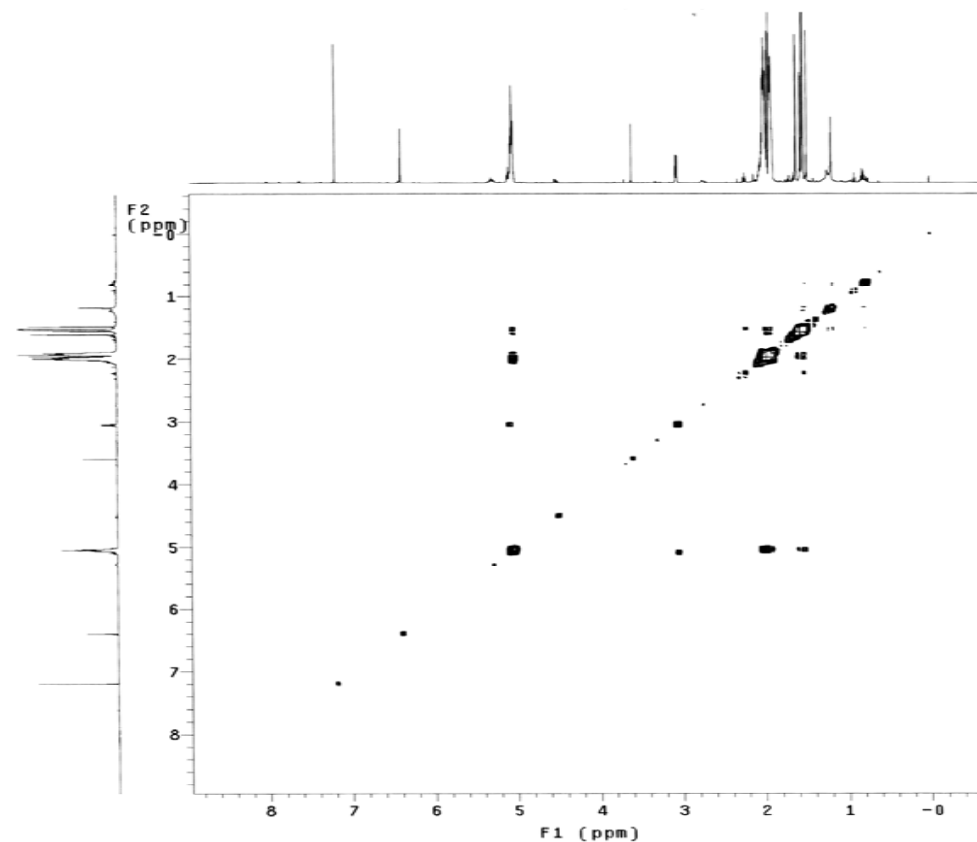


FIGURA 89A. Expansão da correlação heteronuclear de longa distância (gHMBC) ¹H x ¹³C (500 x 126 MHz) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl₃.

fudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: CDCl3
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 4782.4 Hz
16 repetitions
128 increments
DSERVE M1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.107 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.015 sec
FT size 2048 x 2048
Total time 42 min. 39 sec

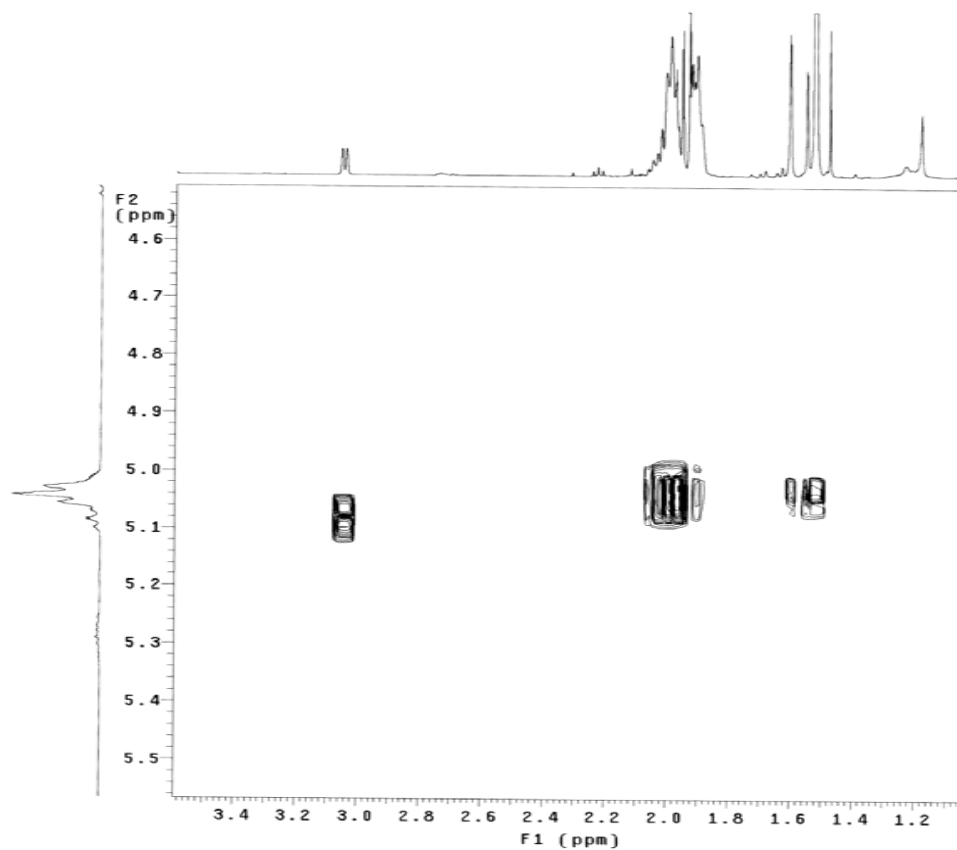


138

FIGURA 90A. Correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: CDCl₃
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INNOVA-500 "multi65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 4782.4 Hz
16 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.107 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.015 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 42 min, 39 sec



139

FIGURA 91A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

Hudson PR2-14-05 24/04/08
Pulse Sequence: gCOSY
Solvent: CDCl₃
Temp. 30.0 C / 303.1 K
INOVA-500 "multis65"

Relax. delay 1.000 sec
Acq. time 0.214 sec
Width 4782.4 Hz
2D Width 4782.4 Hz
16 repetitions
128 increments
OBSERVE H1, 499.4428417 MHz
DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.107 sec
F1 DATA PROCESSING
Sq. sine bell 0.015 sec
F1 size 2048 x 2048
Total time 42 min, 39 sec

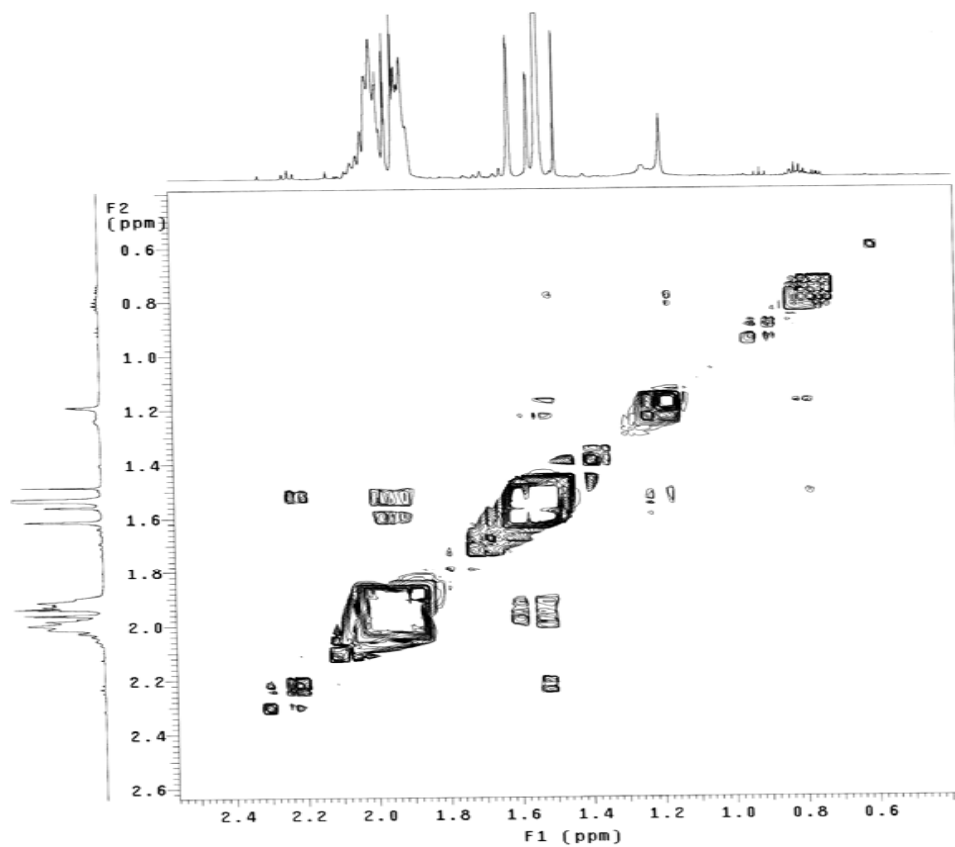


FIGURA 92A. Expansão da correlação homonuclear $^1\text{H} \times ^1\text{H}$ (gCOSY) da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em CDCl_3 , 500 MHz.

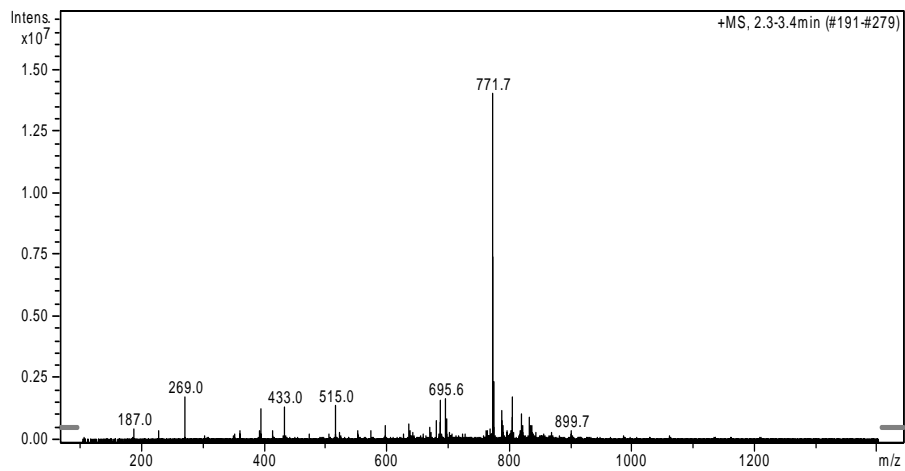


FIGURA 93A. Espectro de massas (EM-ES) da Diidronaftoquinona (Artigo 2), +MS¹ (771=M+K).

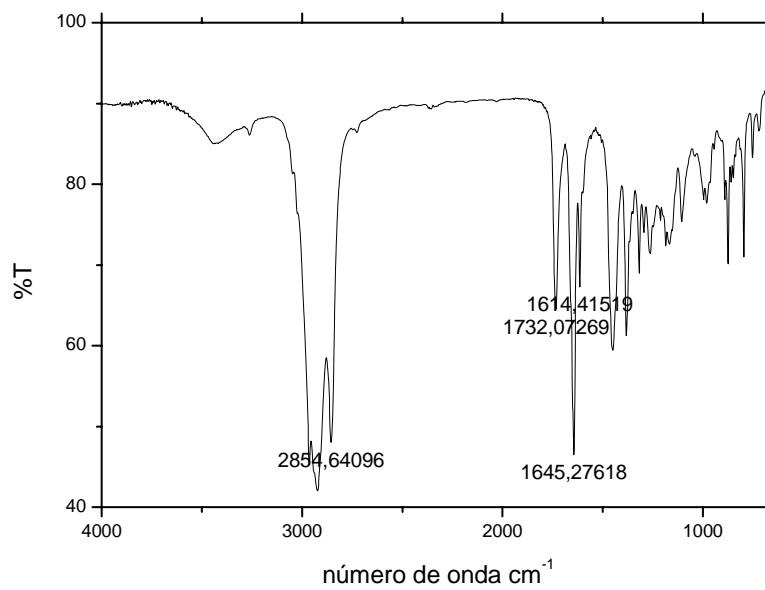


FIGURA 94A. Espectro de Infravermelho da Diidronaftoquinona (Artigo 2) em janela de Irtran-2[®]