

PREGNANOS E OUTROS CONSTITUINTES DAS RAÍZES DE *Macrosiphonia petraea* (A. St.-Hil.) Kuntze (Apocynaceae)

Luiz Roberto de Assis Junior, Fernanda Rodrigues Garcez e Walmir Silva Garcez*

Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, CP 549, 79070-900 Campo Grande – MS, Brasil

Zaira da Rosa Guterres

Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, BR 163, km 20,2, 79980-000 Mundo Novo – MS, Brasil

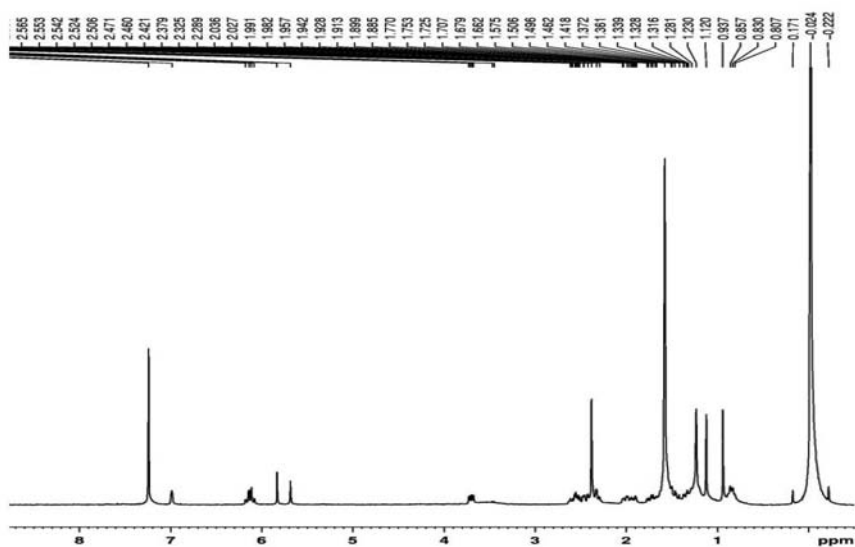


Figura 1S. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) do composto **1** (neridienona A)

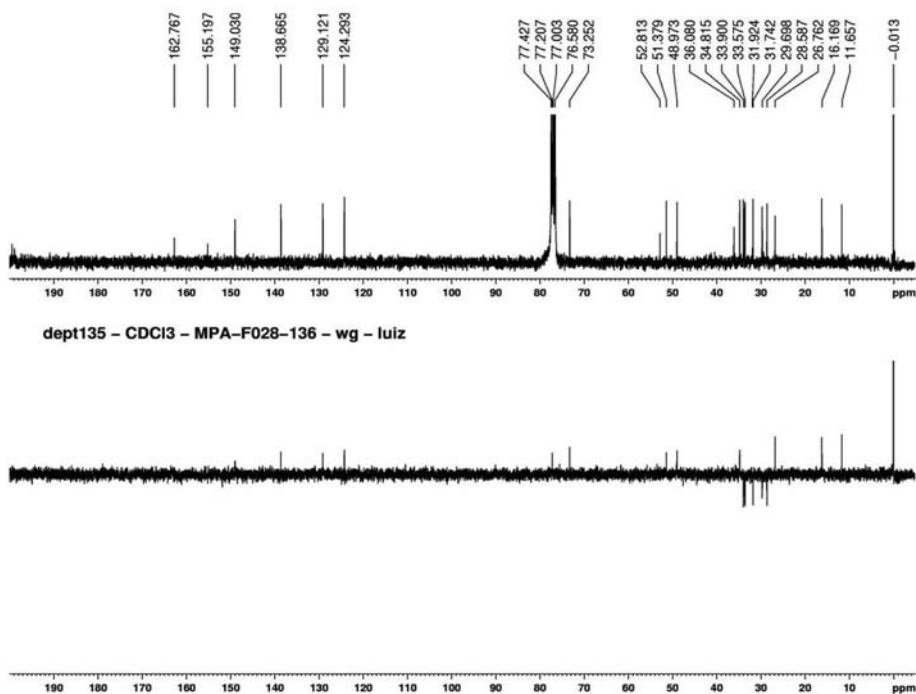


Figura 2S. Espectros de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) e DEPT 135° do composto **1** (neridienona A)

*e-mail: walmir.garcez@ufms.br

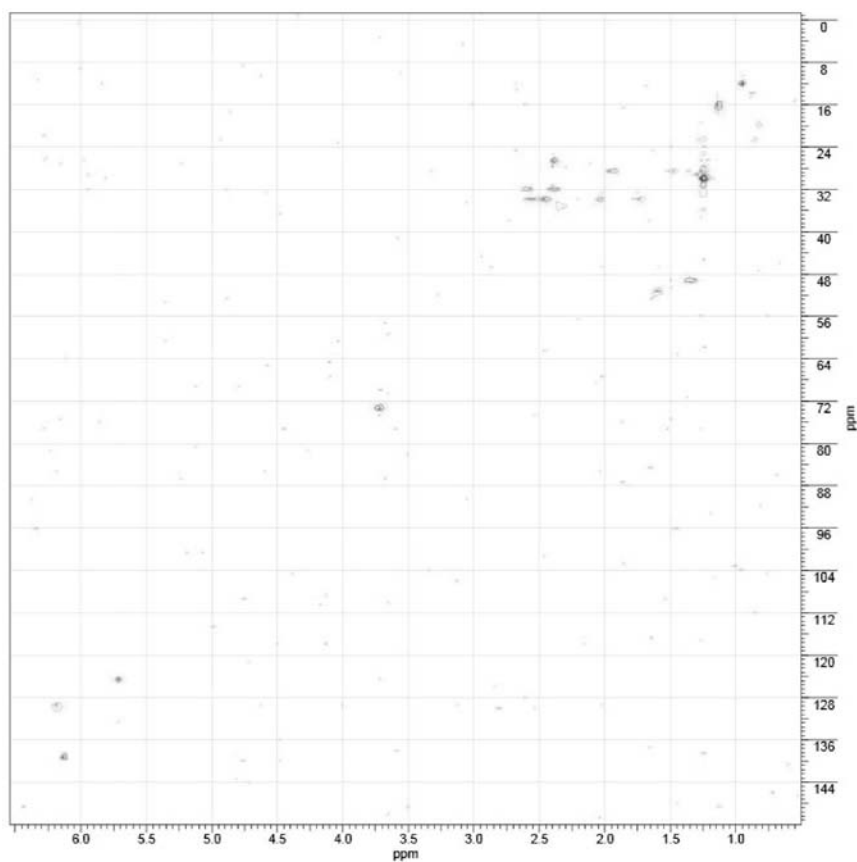


Figura 3S. Experimento HSQC (500/125 MHz, CDCl_3) do composto I (neridienona A)

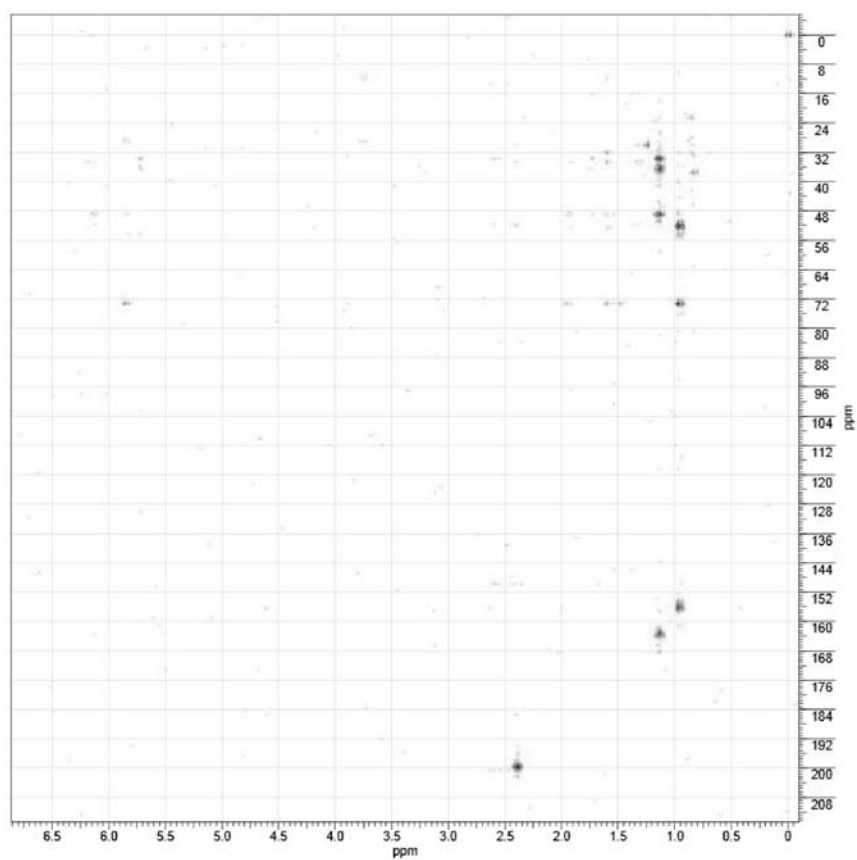


Figura 4S. Experimento HMBC (500/125 MHz, CDCl_3) do composto I (neridienona A)

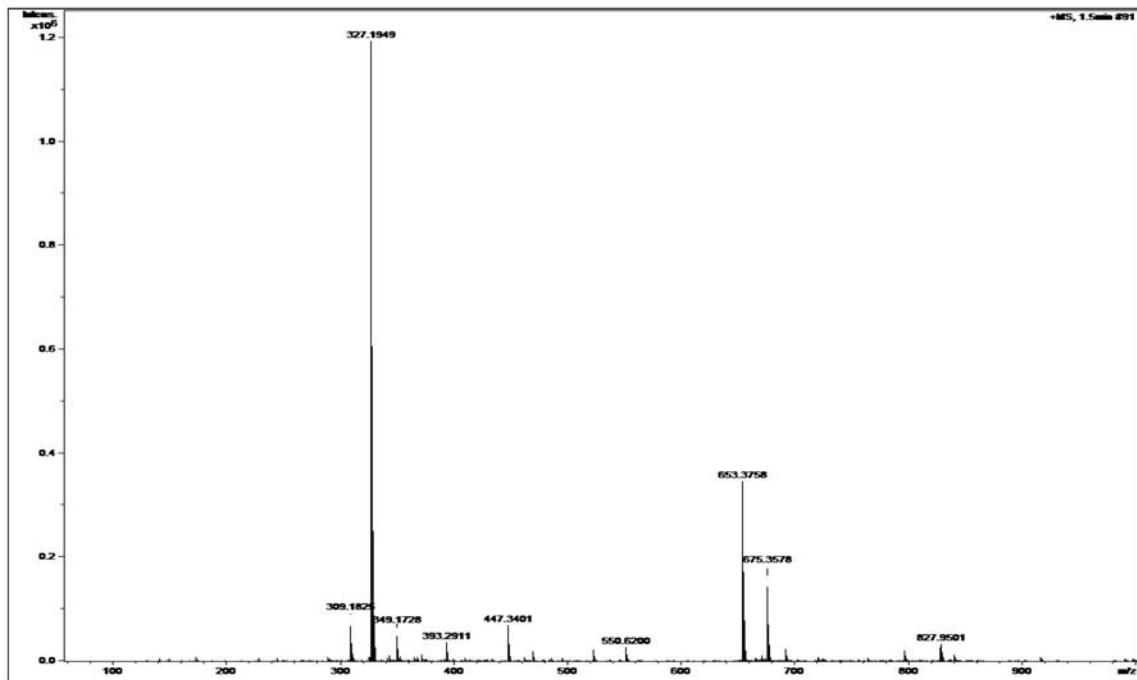


Figura 5S. Espectro de massas de alta resolução (HRESIMS) do composto 1 (neridienona A)

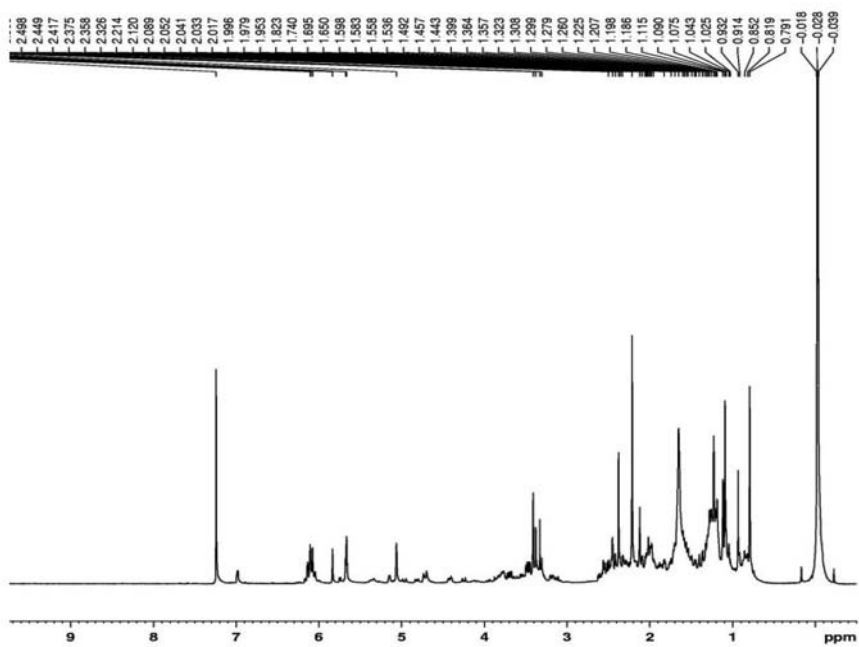


Figura 6S. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) do composto 2 (cybisterol)

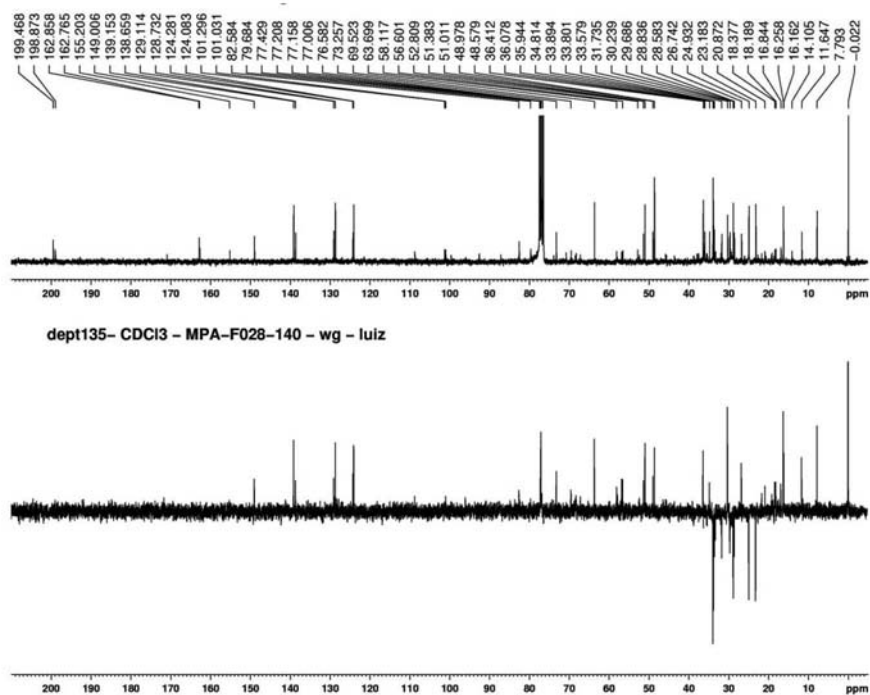


Figura 7S. Espectros de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) e DEPT 135° do composto 2 (cybisterol)

Line# 1 R.Time:11.733(Scan#:621)
MassPeaks:283
RawMode:Averaged 11.652-11.827(614-629) BasePeak:131.05(4651)
BG Mode:Averaged 10.170-11.558(487-606) Group 1 - Event 1

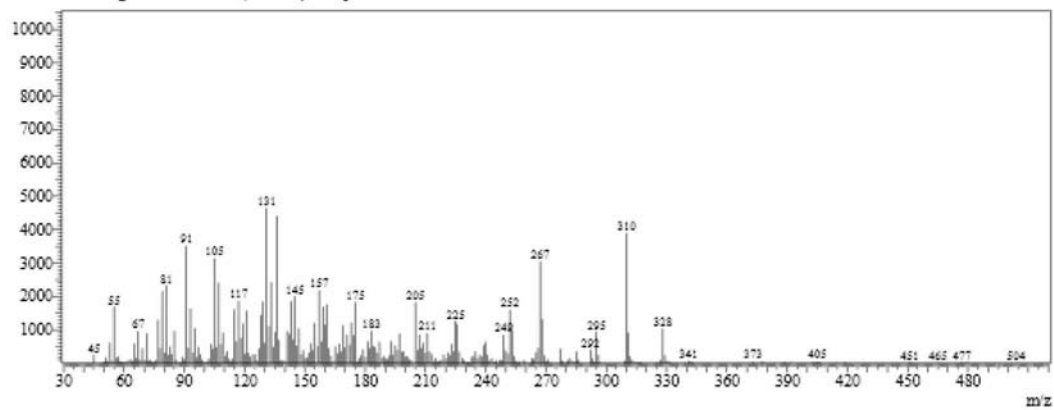


Figura 8S. Espectro de massas de baixa resolução, CG-EM, do composto 2 (cybisterol)

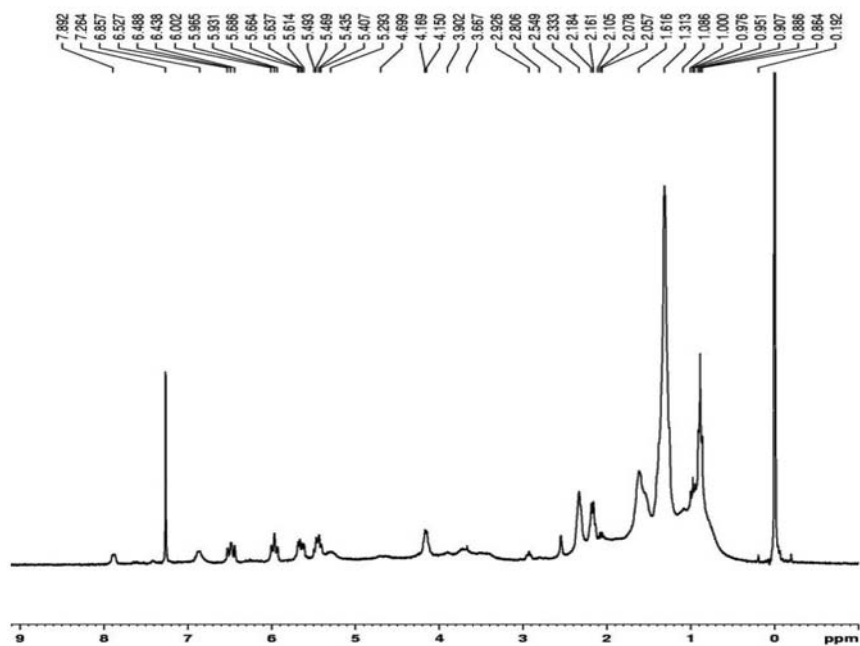


Figura 9S. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) do composto 3 (ácido 5-hidróxi-octadeca-6(E)-8(Z)-dienoico)

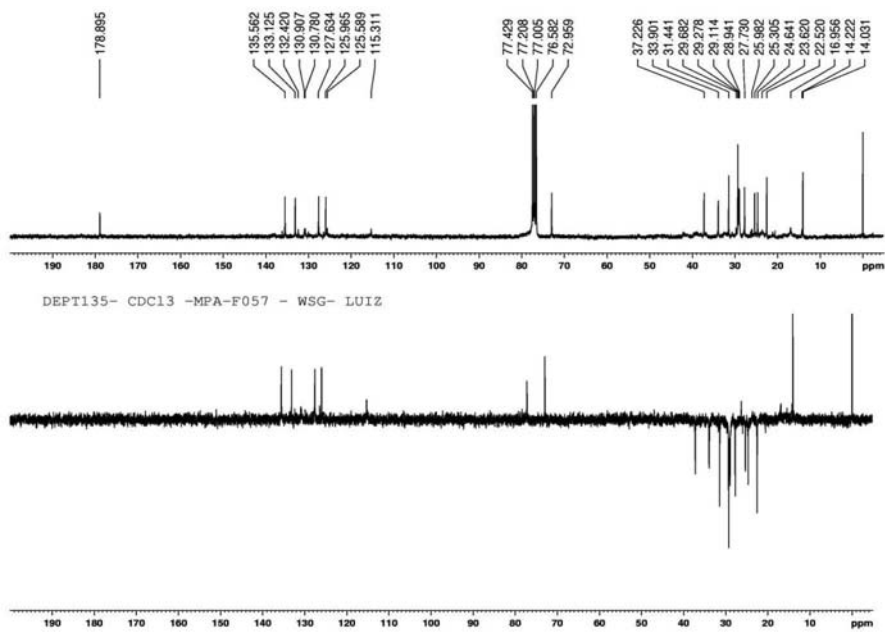


Figura 10S. Espectros de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) e DEPT 135° do composto 3 (ácido 5-hidróxi-octadeca-6(E)-8(Z)-dienoico)

Tabela 1S. Dados de RMN de ^1H e de ^{13}C (300/75 MHz, CDCl_3) do composto **3** (ácido 5-hidróxi-octadeca-6(*E*)-8(*Z*)-dienoico) e dados encontrados na literatura

Nº dos C	δ ^1H	δ ^{13}C	
		Composto 3	Literatura
1		178,9	177,8
2		33,9	35,1
3		24,6	26,3
4		37,2	38,5
5	4,14 (1H, <i>ddl</i> , $J = 12,4$ e $6,6$ Hz)	72,9	73,4
6	5,65 (1H, <i>dd</i> , $J = 14,5$ e $6,6$ Hz)	135,5	137,3
7	6,48 (1H, <i>dd</i> , $J = 14,5$ e $11,0$ Hz)	125,9	126,5
8	5,96 (1H, <i>t</i> , $J = 11,0$ Hz)	127,6	129,4
9	5,45 (1H, <i>ddd</i> , $J = 11,0$, $8,2$ e $7,5$ Hz)	133,1	132,9
10		25,3	28,4
11		27,7	30,7
12		28,9	30,7
13		29,1	30,7
14		29,2	30,7
15		29,2	30,7
16		31,4	33,0
17		22,5	23,7
18	0,89 (3H, <i>t</i> , $J = 6,7$ Hz)	14,0	14,0

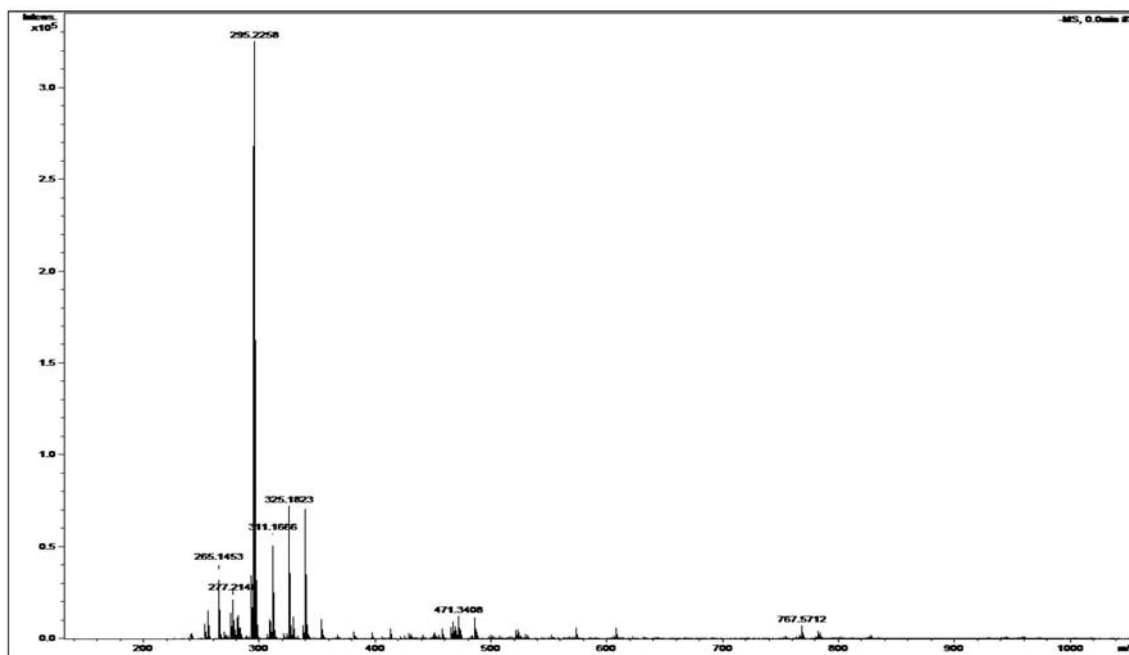


Figura 11S. Espectro de massas de alta resolução (HRESIMS) do composto **3** (ácido 5-hidróxi-octadeca-6(*E*)-8(*Z*)-dienoico)

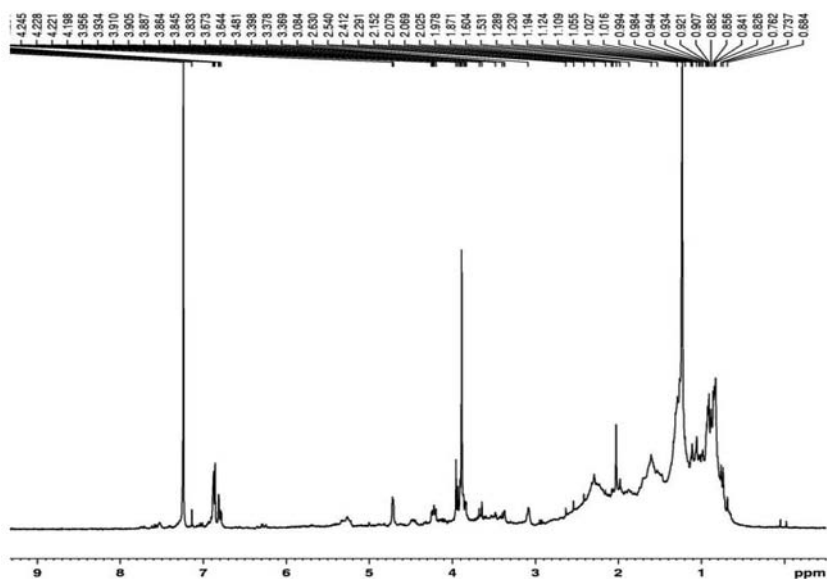


Figura 12S. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) do composto **4** (pinoresinol)

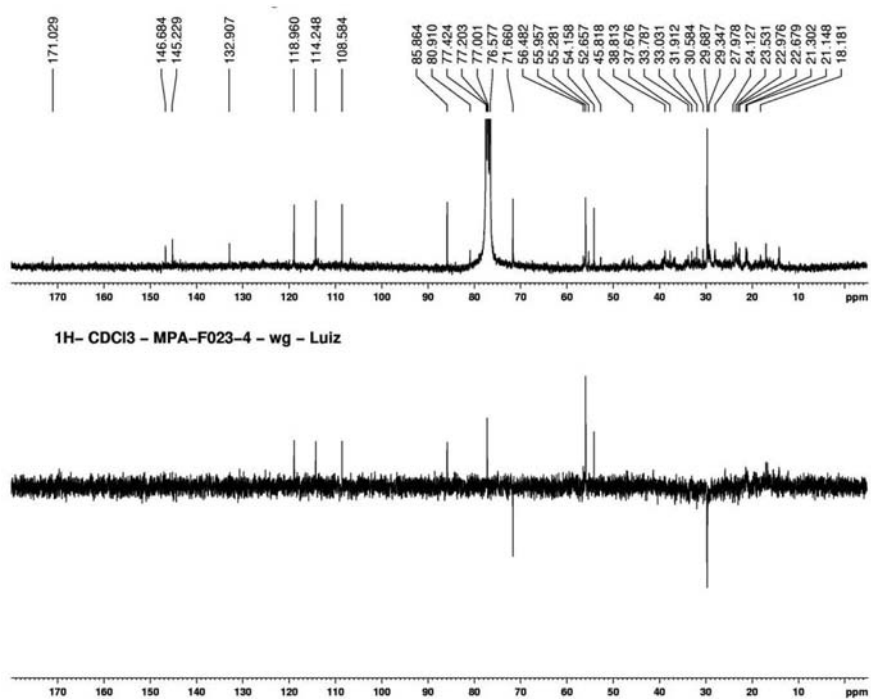


Figura 13S. Espectros de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) e DEPT 135° do composto **4** (pinoresinol)

Tabela 2S. Dados de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) do composto **4** (pinoresinol) e dados encontrados na literatura

Nº do C	$\delta^{13}\text{C}$	
	Composto 4	Pinoresinol
1 – 1'	132,9	132,8
2 – 2'	108,6	108,6
3 – 3'	145,2	145,2
4 – 4'	146,7	146,7
5 – 5'	114,2	114,3
6 – 6'	119,0	119,0
7 – 7'	85,9	85,8
8 – 8'	54,2	54,1
9 – 9'	71,7	71,6
2 CH₃ – O	56,0	56,0

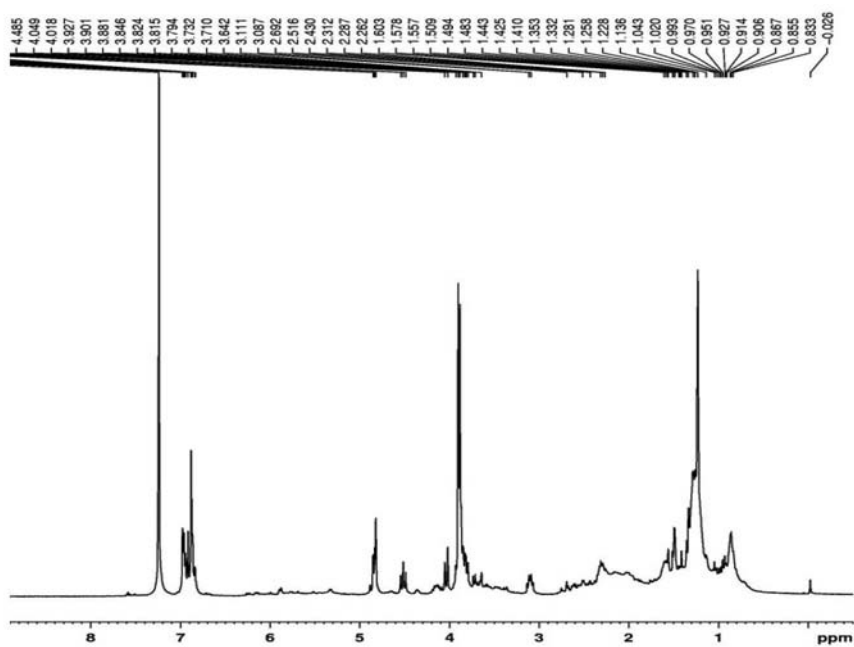


Figura 14S. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) do composto **5** (8α -hidroxipinoresinol)

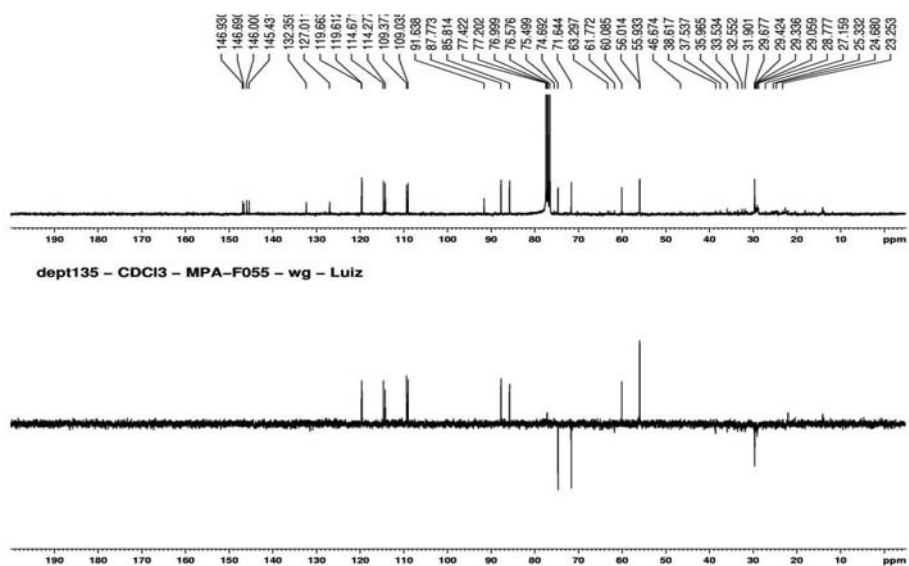
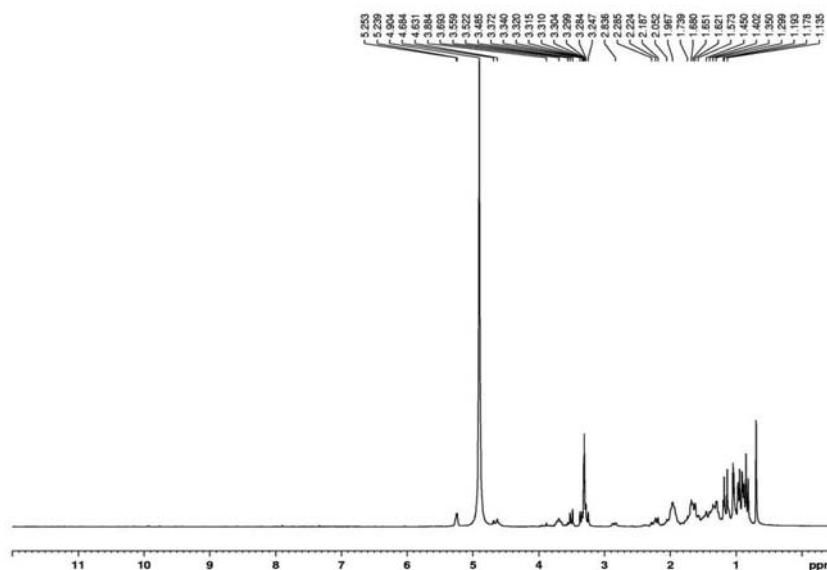


Figura 15S. Espectros de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) e DEPT 135º do composto **5** (8α -hidroxipinoresinol)

Tabela 3S. Dados de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) do composto 5 (8 α -hidroxipinoresinol) e dados encontrados na literatura

Nº dos C	$\delta^{13}\text{C}$	
	Composto 5	Literatura
1	127,0	127,3
1'	132,0	132,6
2	109,4	109,6
2'	109,0	109,3
3	146,7	146,9
3'	146,9	147,2
4	145,4	145,7
4'	146,0	146,3
5	114,3	114,5
5'	114,6	114,9
6	119,6	119,8
6'	119,7	119,9
7	87,8	88,0
7'	85,8	86,0
8	91,6	91,9
8'	60,1	60,3
9'	71,6	71,9
9	74,7	75,0
CH_3-O	55,9	56,1
CH_3-O	56,0	56,2

**Figura 16S.** Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CD_3OD) dos compostos 6 (ácido arjunólico) e 7 (ácido asiático)

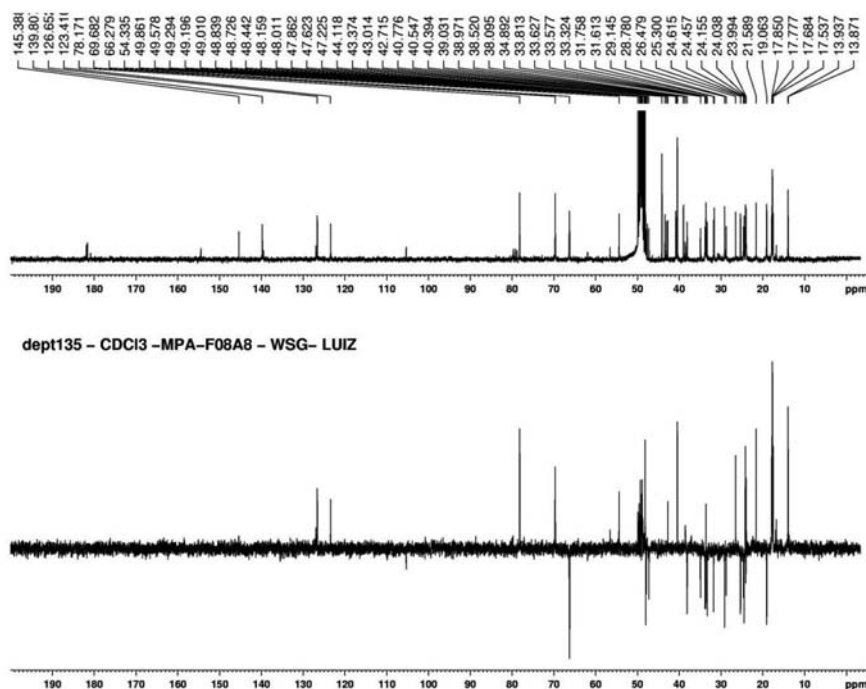


Figura 17S. Espectros de RMN ^{13}C (75 MHz, CD_3OD) e DEPT 135° dos compostos **6** (ácido arjunólico) e **7** (ácido asiático)

Tabela 4S. Dados de RMN ^{13}C (CD_3OD , 75 MHz) dos compostos **6** (ácido arjunólico) e **7** (ácido asiático) e dados obtidos da literatura

Nº dos C	$\delta^{13}\text{C}$			
	Composto 14	Ácido arjunólico	Composto 15	Ácido asiático
1	47,2	46,3	47,9	46,9
2	69,7	68,8	69,7	69,4
3	78,2	78,2	78,2	78,3
4	44,1	43,5	44,1	44,0
5	48,2	47,8	48,2	48,3
6	19,0	18,4	19,0	20,1
7	33,2	32,8	33,6	33,7
8	39,0	39,7	40,6	41,3
9	48,9	48,1	48,0	47,5
10	39,0	38,3	31,6	28,6
11	24,0	23,8	24,5	24,9
12	123,4	122,5	126,6	126,5
13	145,4	144,8	139,6	139,1
14	43,0	42,1	43,4	43,3
15	28,8	28,2	29,2	29,4
16	24,6	23,6	25,3	25,6
17	47,6	47,6	48,2	48,6
18	42,7	41,6	54,3	54,2
19	45,8	42,1	40,4	40,2
20	30,7	29,9	40,4	40,8
21	31,8	30,8	33,8	31,5
22	34,9	34,1	38,0	38,2
23	66,3	66,4	66,3	66,1
24	13,9	14,2	13,9	14,1
25	17,5	17,2	17,7	17,7
26	17,8	17,4	17,8	18,1
27	26,5	26,0	24,2	24,0
28	181,9	180,3	181,7	181,9
29	33,6	33,1	17,7	17,2
30	24,0	23,7	21,8	21,8

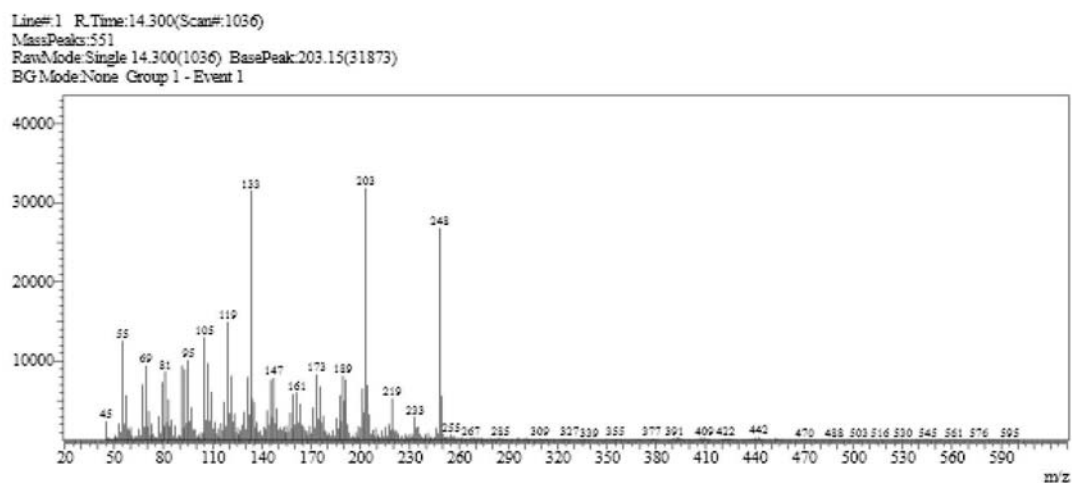


Figura 18S. Espectro de massas de baixa resolução, CG-EM, dos compostos **6** (ácido arjunólico) e **7** (ácido asiático)

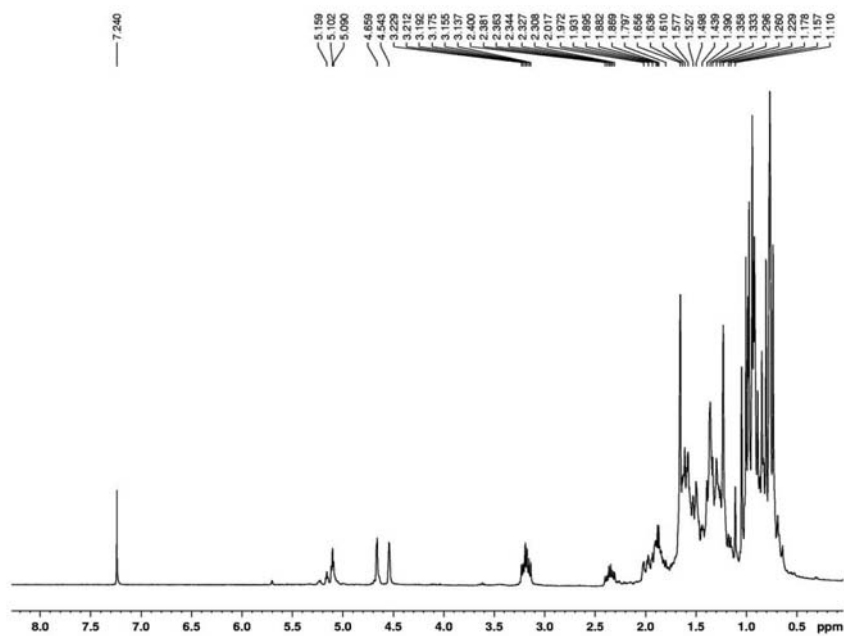


Figura 19S. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) dos compostos **8** (lupeol), **9** (α -amirina), **10** (β -amirina)

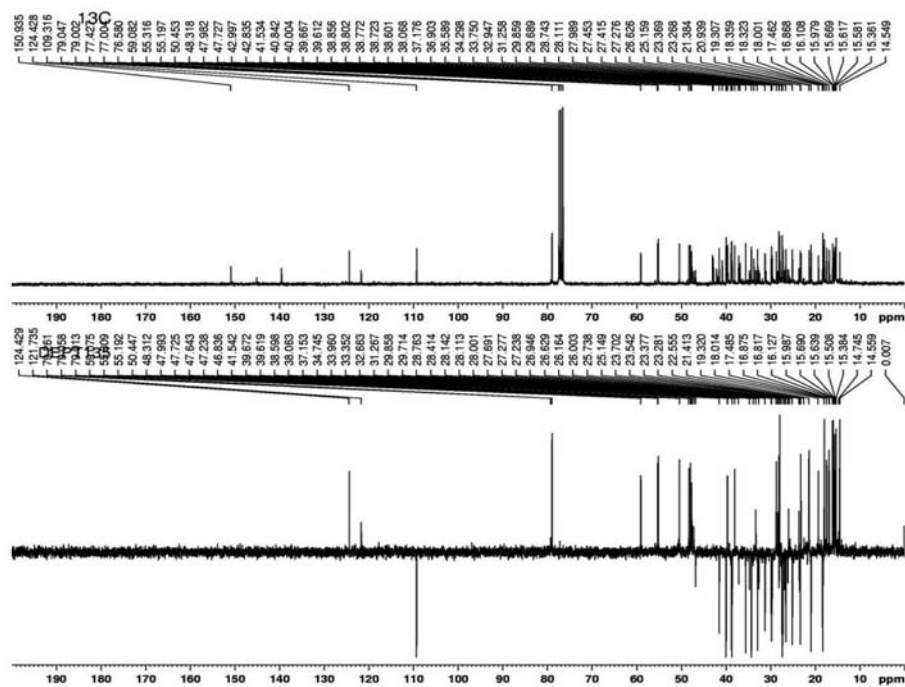


Figura 20S. Espectros de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) e DEPT 135° dos compostos **8** (lupeol), **9** (α -amirina) e **10** (β -amirina)

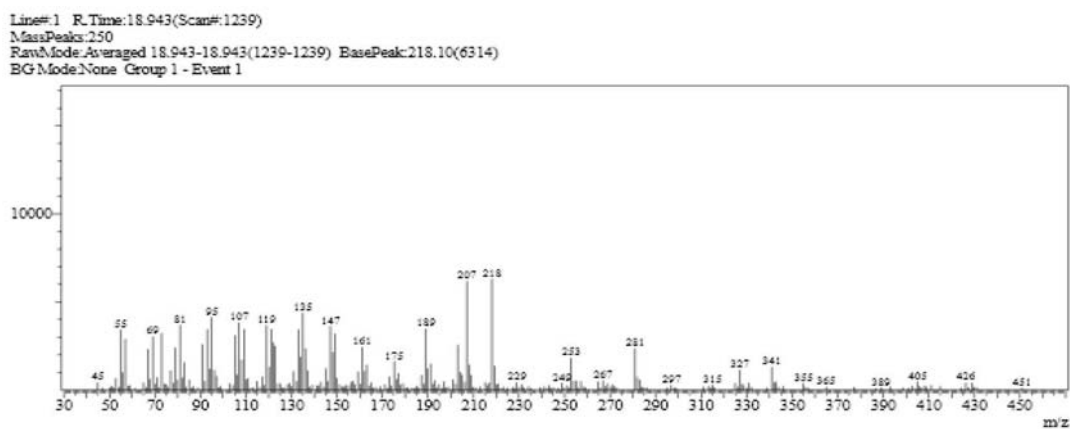


Figura 21S. Espectro de massas de baixa resolução, CG-EM, dos compostos **8** (lupeol), **9** (α -amirina) e **10** (β -amirina)

Tabela 5S. Dados de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) dos compostos **8** (lupeol), **9** (α -amirina) e **10** (β -amirina) e dados encontrados na literatura

Nº do C	$\delta^{13}\text{C}$					
	Composto 6	Lupeol	Composto 7	α -amirina	Composto 8	β -amirina
01	38,7	38,7	38,6	38,7	38,6	38,7
02	27,4	27,4	27,3	27,2	27,3	27,3
03	79,0	78,9	79,0	78,3	79,0	79,0
04	38,8	38,8	38,8	38,7	38,8	38,8
05	55,3	55,3	55,2	55,2	55,3	55,3
06	18,3	18,3	18,4	18,3	18,4	18,5
07	34,3	34,2	32,9	32,9	32,7	32,8
08	40,8	40,8	40,0	40,0	38,8	38,8
09	50,4	50,4	47,7	47,7	47,7	47,7
10	37,2	37,1	36,9	36,9	37,2	37,6
11	20,9	20,9	23,3	23,3	23,7	23,6
12	25,2	25,1	124,4	124,3	121,7	121,6
13	38,1	38,0	139,6	139,3	145,2	145,1
14	42,8	42,8	42,1	42,0	41,7	41,8
15	27,4	27,4	28,7	28,7	26,2	26,2
16	35,6	35,5	26,6	26,6	26,9	27,0
17	43,0	43,0	33,7	33,7	32,5	32,5
18	48,3	48,2	59,1	58,9	47,2	47,4
19	48,0	47,9	39,7	39,6	46,8	46,9
20	150,9	150,9	39,6	39,6	31,1	31,1
21	29,9	29,8	31,3	31,2	34,7	34,8
22	40,0	40,0	41,5	41,5	37,2	37,2
23	28,0	28,0	28,1	28,1	28,4	28,2
24	15,4	15,4	15,6	15,6	15,5	15,5
25	16,1	16,1	15,7	15,6	15,6	15,6
26	16,0	15,9	16,9	16,8	16,9	16,9
27	14,5	14,5	23,4	23,3	26,0	26,0
28	18,0	18,0	28,1	28,1	28,4	28,4
29	109,3	109,3	17,5	17,4	33,3	33,3
30	19,3	19,3	21,4	21,3	23,7	23,7

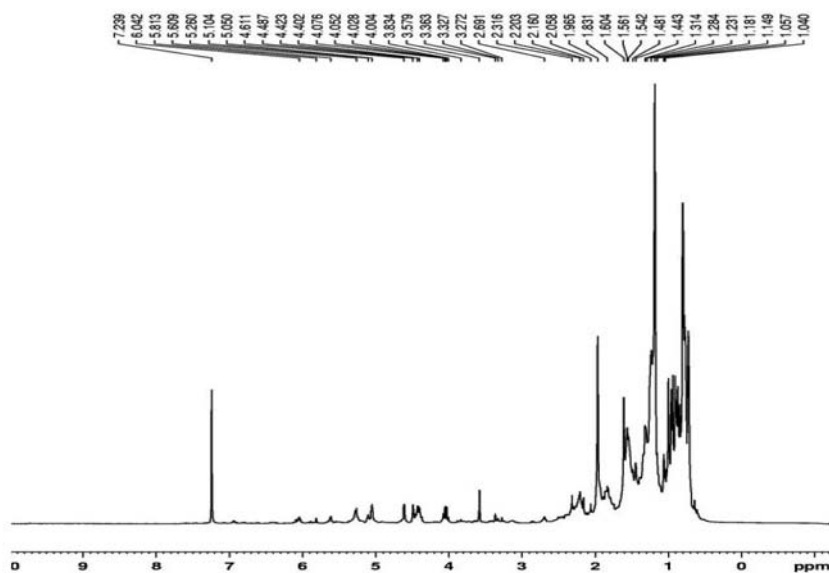


Figura 22S. Espectros de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) dos compostos acetato de lupeol (11), acetato de α -amirina (12) e acetato de β -amirina (13)

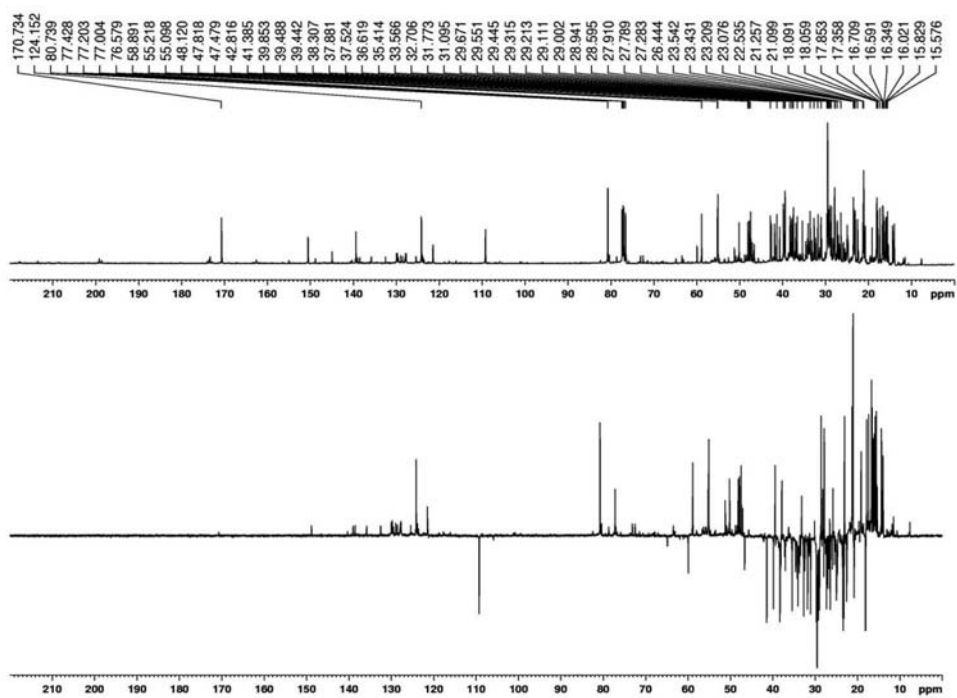
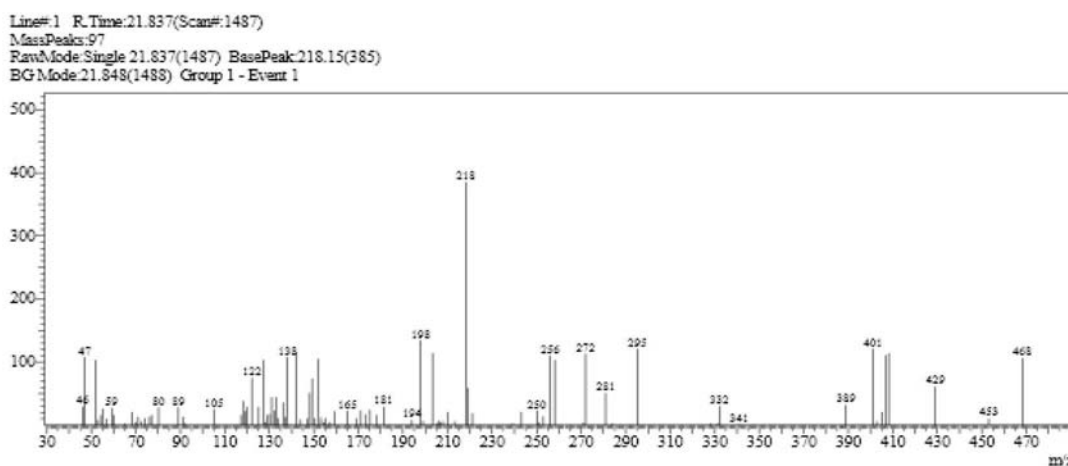


Figura 23S. Espectros de RMN ^{13}C (75MHz, CDCl_3) e DEPT 135° dos compostos acetato de lupeol (11), acetato de α -amirina (12) e acetato de β -amirina (13)

Tabela 6S. Dados de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) dos compostos **11** (acetato de lupeol), **12** (acetato de α -amirina) e **13** (acetato de β -amirina) e dados encontrados na literatura

Nº do C	$\delta^{13}\text{C}$					
	Composto 9	Literatura	Composto 10	Literatura	Composto 11	Literatura
01	38,7	38,7	38,6	38,7	38,6	38,7
02	27,4	27,4	27,3	27,2	27,3	27,3
03	79,0	78,9	79,0	78,3	79,0	79,0
04	38,8	38,8	38,8	38,7	38,8	38,8
05	55,3	55,3	55,2	55,2	55,3	55,3
06	18,3	18,3	18,4	18,3	18,4	18,5
07	34,3	34,2	32,9	32,9	32,7	32,8
08	40,8	40,8	40,0	40,0	38,8	38,8
09	50,4	50,4	47,7	47,7	47,7	47,7
10	37,2	37,1	36,9	36,9	37,2	37,6
11	20,9	20,9	23,3	23,3	23,7	23,6
12	25,2	25,1	124,4	124,3	121,7	121,6
13	38,1	38,0	139,6	139,3	145,2	145,1
14	42,8	42,8	42,1	42,0	41,7	41,8
15	27,4	27,4	28,7	28,7	26,2	26,2
16	35,6	35,5	26,6	26,6	26,9	27,0
17	43,0	43,0	33,7	33,7	32,5	32,5
18	48,3	48,2	59,1	58,9	47,2	47,4
19	48,0	47,9	39,7	39,6	46,8	46,9
20	150,9	150,9	39,6	39,6	31,1	31,1
21	29,9	29,8	31,3	31,2	34,7	34,8
22	40,0	40,0	41,5	41,5	37,2	37,2
23	28,0	28,0	28,1	28,1	28,4	28,2
24	15,4	15,4	15,6	15,6	15,5	15,5
25	16,1	16,1	15,7	15,6	15,6	15,6
26	16,0	15,9	16,9	16,8	16,9	16,9
27	14,5	14,5	23,4	23,3	26,0	26,0
28	18,0	18,0	28,1	28,1	28,4	28,4
29	109,3	109,3	17,5	17,4	33,3	33,3
30	19,3	19,3	21,4	21,3	23,7	23,7
31	170,8	170,4	170,8	170,4	170,8	170,4
32	22,6	21,2	22,6	21,2	22,6	21,2

**Figura 24S.** Espectro de massas de baixa resolução, CG-EM, dos compostos acetato de lupeol (**11**), acetato de α -amirina (**12**) e acetato de β -amirina (**13**)

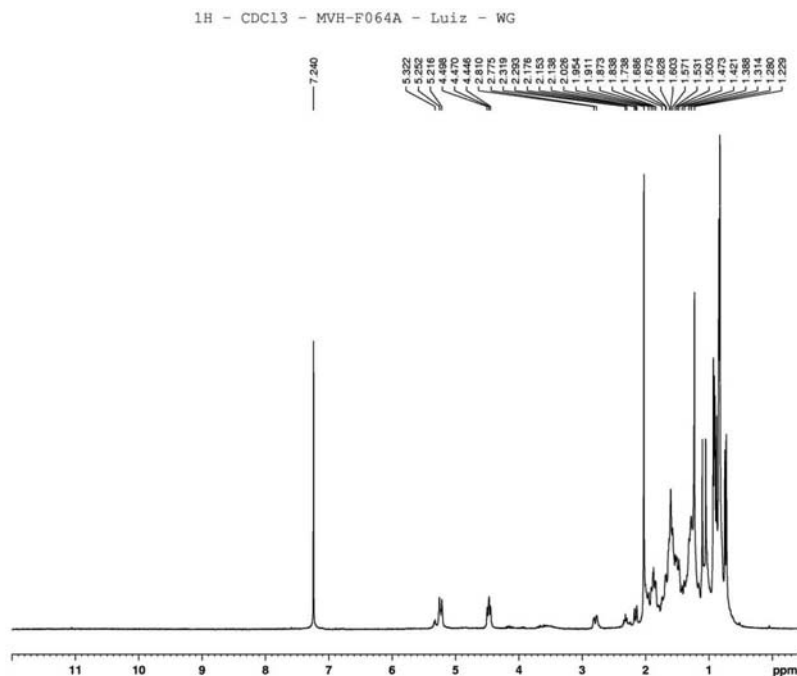


Figura 25S. Espectro de RMN ¹H (300 MHz, CDCl₃) dos compostos **14** (ácido 3-O-acetil-oleanólico) e **15** (ácido 3-O-acetil-ursólico)

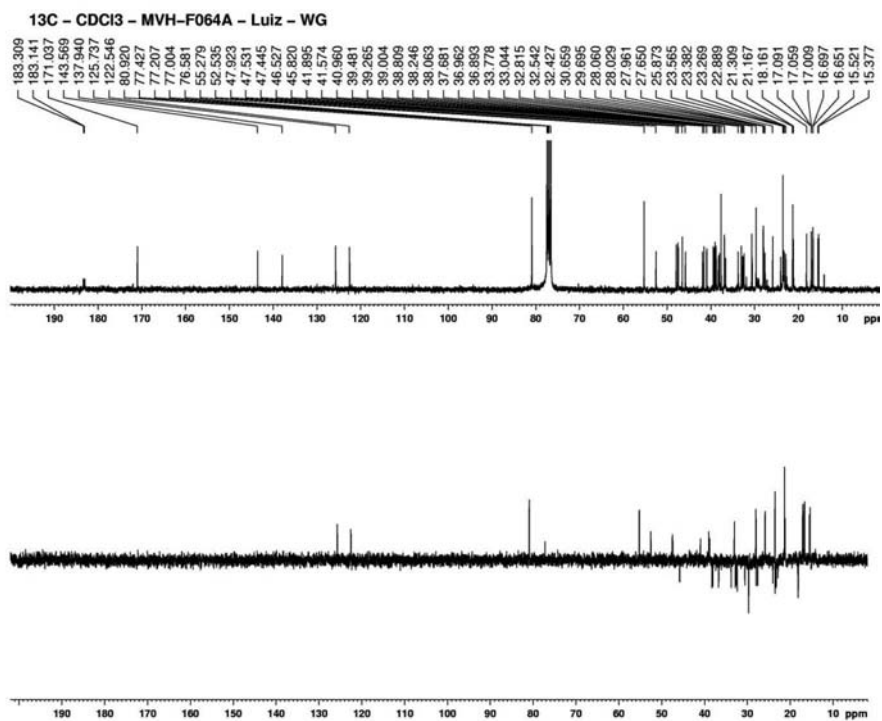


Figura 26S. Espectros de RMN ¹³C (75 MHz, CDCl₃) e DEPT 135° dos compostos **14** (ácido 3-O-acetil-oleanólico) e **15** (ácido 3-O-acetil-ursólico)

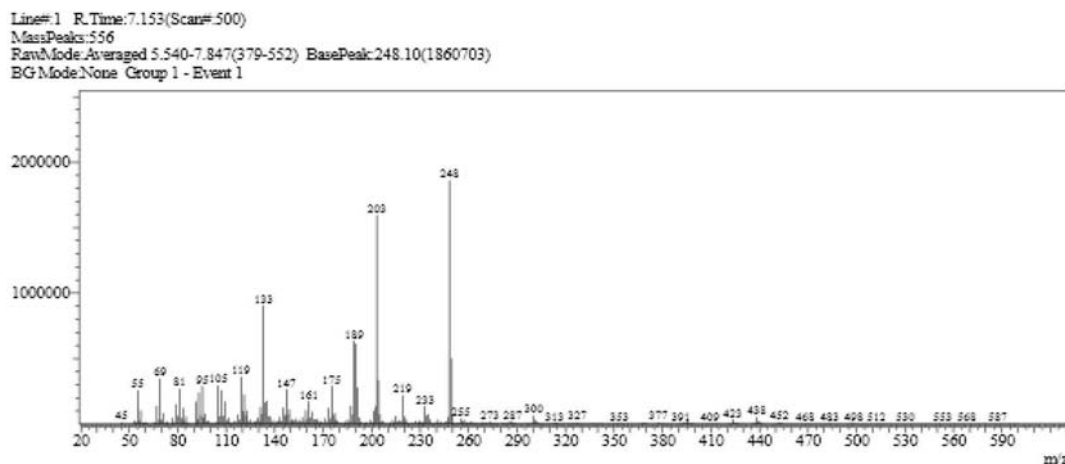


Figura 27S. Espectro de massas de baixa resolução, CG-EM, dos compostos **14** (ácido 3-O-acetil-oleanólico) e **15** (ácido 3-O-acetil-ursólico)

Tabela 7S. Dados de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) dos compostos **14** (acetato de ácido oleanólico) e do composto **15** (acetato de ácido ursólico) e dados encontrados na literatura

Nº de C	$\delta^{13}\text{C}$			
	Composto 12	Literatura	Composto 13	Literatura
1	38,2	38,4	38,1	38,7
2	23,3	23,6	23,4	23,5
3	80,9	81,1	80,9	81,1
4	37,7	37,8	37,7	37,9
5	55,3	55,4	55,3	55,4
6	18,2	18,3	18,2	18,3
7	32,5	32,7	32,4	32,9
8	39,3	39,9	39,5	40,0
9	47,4	47,6	47,5	47,7
10	36,9	37,0	36,9	36,9
11	24,1	23,6	23,5	23,3
12	122,5	123,0	125,7	124,3
13	143,6	144,4	137,9	139,3
14	41,8	41,7	41,6	42,0
15	27,7	26,6	29,7	28,7
16	22,9	23,4	27,4	26,6
17	46,5	46,6	47,9	48,1
18	38,8	41,3	52,5	52,8
19	45,8	45,8	40,9	39,1
20	30,7	30,6	39,0	38,8
21	33,8	33,8	30,6	30,7
22	32,8	32,3	36,7	36,7
23	23,6	28,1	33,0	28,2
24	16,1	15,6	17,0	15,5
25	15,5	15,3	15,4	15,7
26	17,1	16,8	17,1	16,9
27	25,9	26,0	23,6	23,6
28	183,1	181,0	183,4	181,0
29	33,6	33,1	16,6	16,9
30	21,2	23,6	21,2	21,2
31	171,0	171,3	171,0	171,3
32	21,3	21,3	21,3	21,3

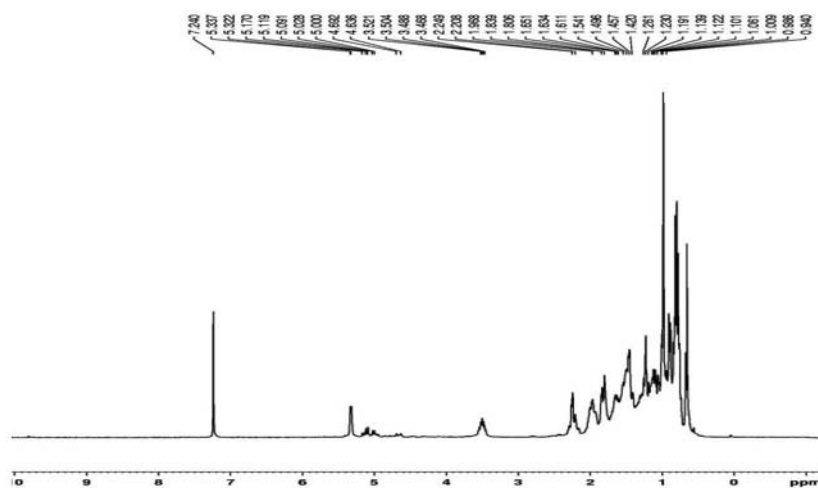


Figura 28S. Espectro de RMN ^1H (300 MHz, CDCl_3) dos compostos **16** (β -sitosterol) e **17** (estigmasterol)

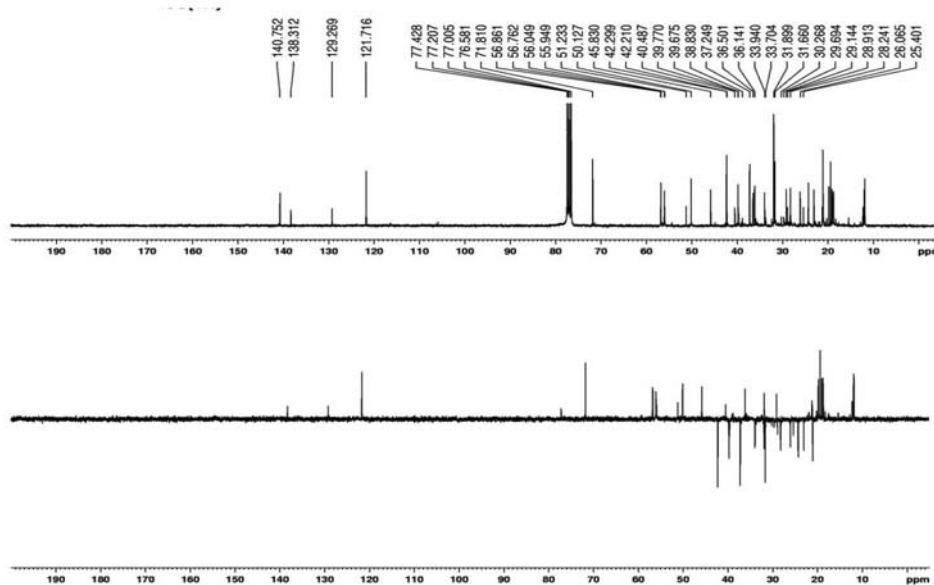


Figura 29S. Espectros de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) e DEPT 135° dos compostos **16** (β -sitosterol) e **17** (estigmasterol)

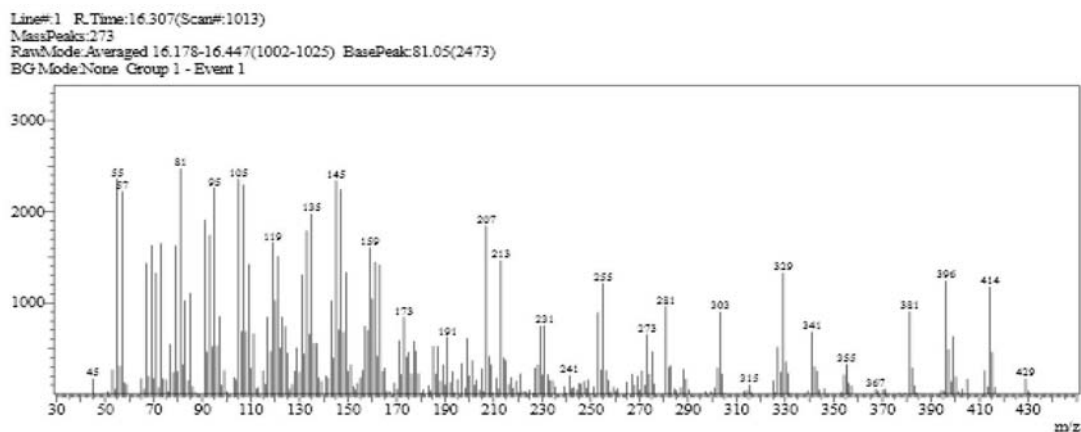


Figura 30S. Espectros de massas de baixa resolução, CG-EM, do composto **16** (β -sitosterol)

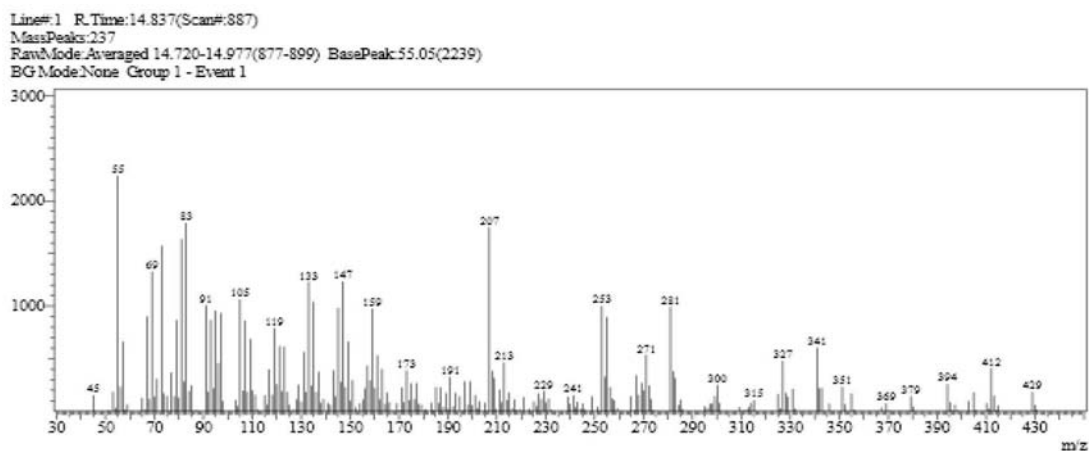


Figura 31S. Espectros de massas de baixa resolução, CG-EM, do composto 17 (stigmasterol)

Tabela 8S. Dados de RMN ^{13}C (75 MHz, CDCl_3) dos compostos 16 (β -sitosterol) e 17 (stigmasterol) e dados encontrados na literatura

Nº de C	$\delta^{13}\text{C}$			
	composto 16	β -sitosterol	composto 17	stigmasterol
01	37,2	37,3	37,2	37,2
02	31,7	31,6	31,6	31,6
03	71,8	71,7	71,8	71,8
04	42,3	42,3	42,2	42,3
05	140,7	140,8	140,7	140,7
06	121,7	121,6	121,7	121,7
07	31,9	31,9	31,9	31,9
08	31,9	31,9	31,9	31,9
09	50,3	50,2	50,1	50,1
10	36,5	36,5	36,5	36,5
11	21,1	21,1	21,2	21,2
12	39,8	39,8	39,7	39,6
13	42,3	42,3	42,3	42,3
14	56,9	56,8	56,9	56,8
15	24,3	24,3	24,3	24,3
16	28,9	28,9	28,9	28,9
17	56,0	56,1	56,0	55,9
18	11,9	11,9	12,0	12,0
19	19,4	19,4	19,4	19,4
20	36,1	36,2	40,5	40,5
21	18,8	18,8	21,2	21,2
22	33,9	34,0	138,3	138,3
23	26,1	26,1	129,3	129,2
24	45,8	45,9	51,2	51,2
25	29,1	29,2	31,9	31,9
26	19,8	19,8	21,1	21,0
27	19,0	19,1	19,0	19,0
28	23,1	23,1	25,4	25,4
29	12,2	12,3	12,2	12,2