



**UnB**

**Universidade de Brasília  
Instituto de Química**

**TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

**ESTUDOS VISANDO A INVESTIGAÇÃO DE PROPRIEDADES LÍQUIDO-  
CRISTALINAS E FOTOQUÍMICAS DE CHALCONAS E SEUS DERIVADOS**

**VINICIUS DE MOURA PEREIRA**

**Orientador**

**Prof. Dr. Wender Alves da Silva**

**BRASÍLIA, DF  
2022**



**UnB**

**Universidade de Brasília  
Instituto de Química**

VINICIUS DE MOURA PEREIRA

**ESTUDOS VISANDO A INVESTIGAÇÃO DE PROPRIEDADES LÍQUIDO-  
CRISTALINAS E FOTOQUÍMICAS DE CHALCONAS E SEUS DERIVADOS**

Trabalho de conclusão do curso de Bacharelado em Química apresentado ao Instituto de Química da Universidade de Brasília como requisito parcial de obtenção do título de bacharel em Química.

Orientador

Prof. Dr. Wender Alves da Silva

BRASÍLIA, DF.  
2022

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente aos meus pais, Cícero e Aparecida, que sempre me apoiaram em toda minha vida estudantil, desde conselhos até financiamento em tudo que eu sempre precisei para concluir todas as etapas. Além disso, ambos são grandes exemplos de dedicação e persistência, mostrando para mim e para o mundo que a educação muda vidas.

Quero agradecer também aos meus amigos da graduação, em especial ao Matheus Martins, Matheus Gurgel, Arthur Leitão e Victor Delfino. Sem eles eu tenho certeza de que esta graduação teria sido um desafio extremamente cansativo, e não um desafio cheio de alegrias e momentos maravilhosos que sem dúvidas irei levar para o resto de minha vida com muito carinho.

Agradeço ao meu professor orientado, Dr. Wender Alves da Silva, que tornou a realização deste projeto algo muito mais leve do que deveria e sempre se disponibilizou em me ajudar a engrandecer este trabalho e me acalmar nas crises de ansiedade consequentes desta etapa. Quero agradecer, também, a todos os membros da banca do Trabalho de Conclusão de Curso 1, Dr. Mauro Vicentini Correia e Dr<sup>a</sup>. Talita de Almeida Fernandes, e do Trabalho de Conclusão de Curso 2, Dr. Rafael Oliveira Rocha e Dr. Guilherme Dotto Brand, que colaboraram com diversas arguições no objetivo de melhorar este texto como um todo.

Para finalizar, quero agradecer aos órgãos de fomento – CNPq, CAPES, FAPDF, FINATEC e DPP-UnB – que nos permitem realizar pesquisas e à UnB, que abre suas portas para engrandecer a vida de tantos jovens com todo amparo e competência possíveis.

## RESUMO

As chalconas são moléculas simples e de ampla aplicabilidade sintética. Suas derivações apresentam grande destaque dentro da indústria farmacêutica, sendo utilizados, por exemplo, como agentes anticancerígenos, antifúngicos, antibacterianos, anti-inflamatórios, antitripanosomais, dentre outros. Além disso, amplas aplicabilidades comerciais podem ser empregadas à essas moléculas devido a suas propriedades fluorescentes e líquido cristalinas. Os Cristais-líquidos, por exemplo, são amplamente utilizados na indústria de alimentos, lubrificantes, mostradores de informação (conhecidos popularmente como displays), cosméticos etc. Este trabalho visa sintetizar derivados da chalcona, que serão verificados por RMN<sup>1</sup>H e RMC<sup>13</sup>C para que então sejam analisadas suas propriedades fotoquímicas e líquido cristalinas, determinadas com o auxílio de um espectrômetro de luz ultravioleta e de um microscópio de luz polarizada.

**Palavras-chave:** Chalconas; Fluorescência; Cristais-líquidos

## **ABSTRACT**

Chalcone derivatives are found widespread in natural products from pteridophytes to highly organized multicellular organisms. Beside this, there are other commercial uses for this molecule, for example, using their fluorescence and liquid crystal properties. The aim is to synthesize chalcone derivatives, which will be verified by  $^1\text{H}$ NMR,  $^{13}\text{C}$ NMR, and to analyse their liquid crystal and fluorescence properties.

**Keywords: Chalcones, Fluorescence, Liquid Crystal**

## **LISTA DE ABREVIATURAS E ACRÔNIMOS**

**D-A-D** – Doador – Aceptor – Doador

**TCI** – Transferência de Carga Interna

**CL/CLs** – Cristal Líquido/Cristais Líquidos

**CLT** – Cristais Líquidos Termotrópicos

**CLL** – Cristais Líquidos Liotrópicos

**RMN<sup>1</sup>H** – Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio

**RMN<sup>13</sup>C** – Ressonância Magnética Nuclear de Carbono-13

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<b>Figura 1</b> Estrutura geral das chalconas (CORDEIRO, 2013).....	11
<b>Figura 2.</b> Mecanismo geral da síntese de chalconas por condensação aldólica (CORDEIRO, 2013) .....	12
<b>Figura 3.</b> Mecanismo de formação aldólica na Reação de Claisen-Schmidt (produzido no software ChemDraw) .....	13
<b>Figura 4.</b> Mecanismo de desidratação na reação de Claisen-Schmidt (produzido no software ChemDraw) .....	13
<b>Figura 5.</b> Diagrama de Jablonski (Lakowicz, 2006) .....	15
<b>Figura 6.</b> Ilustração da organização molecular dos Cristais-Líquidos termotrópicos Esméticos e Nemáticos (adaptado de BECHTOLD, 2005) .....	18
<b>Figura 7.</b> Fases nemáticas uniaxiais calamítica e discótica, respectivamente (adaptadas de NETO, 2020) .....	20
<b>Figura 8.</b> Fase esmética A e C, respectivamente (adaptado de BECHTOLD, 2005) .....	20
<b>Figura 9.</b> Estrutura padrão das mesofases colestéricas (adaptado de ELY et al, 2007) .....	21
<b>Figura 10.</b> Síntese geral das chalconas. ....	23
<b>Figura 11.</b> Chalconas Sintetizadas.....	25
<b>Figura 12.</b> Expansão do espectro de RMN 1H da chalcona 1 .....	26
<b>Figura 13.</b> Acetilação das chalconas.....	26
<b>Figura 14.</b> Estrutura base do acoplamento a partir de uma chalcona com uma hidroxila posicionada na posição <i>para</i> .....	29

## LISTA DE EQUAÇÕES

- Equação 1.** Equação simplificada para o cálculo do Desvio de Stokes... 16
- Equação 2.** Uma das inúmeras formas de se calcular o rendimento quântico ..... 16
- Equação 3.** Desvio de Stokes ( $\Delta\nu$ ) entre a energia absorção ( $\nu_i$ ) e emissão ( $\nu_f$ ), onde  $\Delta f \epsilon, n$  representa a polarizabilidade do solvente em termos da constante dielétrica e do índice de refração do solvente,  $\mu_e$  e  $\mu_g$  são, respectivamente, o momento dipolo dos estados excitado e fundamental,  $c$  é a velocidade da luz no vácuo,  $h$  é a constante de Planck,  $a$  representa o raio de Onsager e  $k$  uma constante. .... 17
- Equação 4.** Polarizabilidade do solvente ( $\Delta f \epsilon, n$ ) em termos da constante dielétrica e do índice de refração do solvente, respectivamente. **Erro! Indicador não definido.**



## **LISTA DE TABELAS**

**Tabela 1.** Preparação das Chalconas ..... **Erro! Indicador não definido.**

## SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	3
RESUMO.....	4
ABSTRACT .....	5
LISTA DE ABREVIATURAS E ACRÔNIMOS .....	6
LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	7
LISTA DE EQUAÇÕES .....	8
LISTA DE TABELAS.....	9
SUMÁRIO.....	10
1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	11
1.1 - Chalconas .....	11
1.2 – Síntese das Chalconas .....	12
1.3 – Propriedades fluorescentes das Chalconas .....	14
1.4 – Efeitos do solvente nos fenômenos fotoquímicos .....	17
1.5 – Propriedades dos Cristais-Líquidos.....	17
2. OBJETIVOS .....	22
3. MATERIAIS E MÉTODOS .....	22
3.1. Observações gerais .....	22
3.2. Métodos Cromatográficos .....	23
3.3 – Síntese.....	23
3.4 – Caracterização .....	24
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	25
4.1 – Chalconas .....	25
4.2 – Acoplamentos .....	29
5. CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS .....	29
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	31

## 1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 1.1 - Chalconas

As chalconas são moléculas simples e de ampla aplicabilidade sintética. Suas derivações apresentam grande destaque dentro da indústria farmacêutica, sendo utilizados, por exemplo, como agentes anticancerígenos (ALVIM *et al.*, 2013), antifúngicos (BOECK *et al.*, 2006), antibacterianos (DIMMOCK *et al.*, 1999), anti-inflamatórios (CHIARADIA *et al.*, 2008), antitripanosomais (GOMES *et al.*, 2019), dentre outros.

Sua estrutura básica é constituída por dois anéis aromáticos conectados por meio de uma cetona  $\alpha,\beta$ -insaturada de 3 carbonos, ou seja, apresentam a estrutura geral 1,3-diarilprop-2-en-1-ona (figura 1). Em suma, são moléculas organizadas no sistema Doador - Aceptor - Doador (D-A-D), onde as fenilas são os grupos doadores e a carbonila  $\alpha,\beta$ -insaturada é aceptora; portanto, é esperado ter uma boa transferência de carga interna, especialmente quando grupos doadores mais fortes são adicionados às fenilas, como por exemplo, -OMe e -NMe<sub>2</sub> (ALVIM *et al.*, 2013).

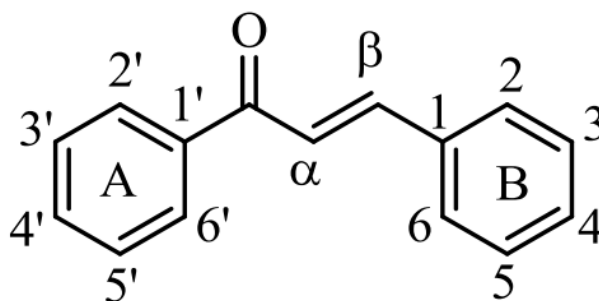
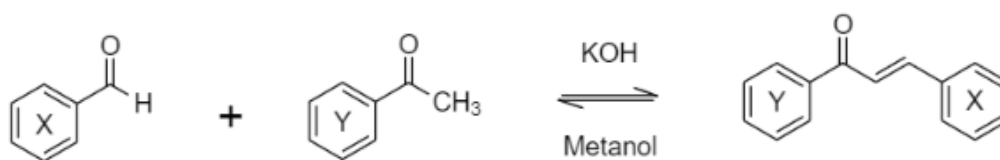


Figura 1 Estrutura geral das chalconas (CORDEIRO, 2013)

## 1.2 – Síntese das Chalconas

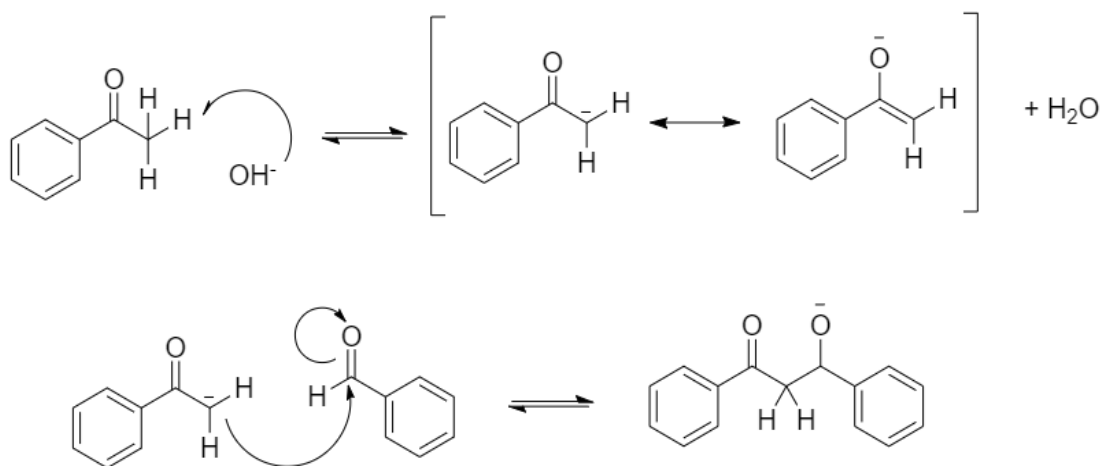
Na literatura, diversas rotas sintéticas são descritas para a produção de chalconas, porém a mais amplamente utilizada é a condensação aldólica, ou de Claisen-Schmidt, por catálise básica (NARENDER *et al.*, 2011). Outros métodos como Acilação de Fiedel-Crafts, Reação de Wittig, Rearranjo de Photo-Fries e acoplamento de Suzuki, também são utilizados nas sínteses desta substância, porém são menos empregados que a reação de Claisen Schmidt (BUKHARI *et al.*, 2012).

Na síntese por Claisen-Schmidt, o benzaldeído (ou derivados) reage com uma acetofenona e seus derivados em um solvente polar prótico (usualmente o metanol), sob catálise básica (Figura 2).



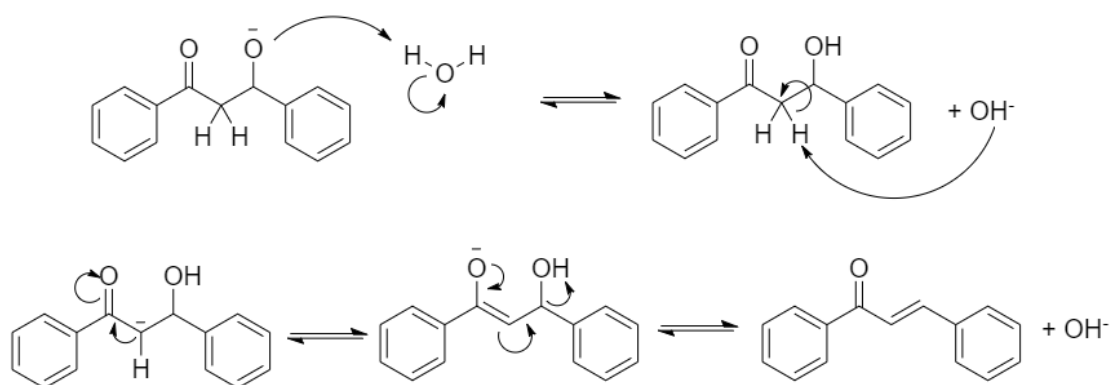
**Figura 2.** Mecanismo geral da síntese de chalconas por condensação aldólica (CORDEIRO, 2013)

A reação começa com a retirada, por parte do catalisador básico, de um dos hidrogênios localizados no carbono alfa da acetofenona, gerando um carbânion suscetível a ressonância molecular, que torna o intermediário mais estável. Após isso, a próxima etapa é o ataque nucleofílico, por parte do carbânion, à carbonila do benzaldeído, fazendo com que o alcóxido gerado retire um hidrogênio da água (figura 3), recuperando a base utilizada no início da reação.



**Figura 3.** Mecanismo de formação aldólica na Reação de Claisen-Schmidt (produzido no software ChemDraw)

Em seguida, o íon hidróxido retira o hidrogênio mais ácido, gerando mais um carbânion que, por meio de uma E1cB, elimina a hidroxila presente na molécula (figura 4).



**Figura 4.** Mecanismo de desidratação na reação de Claisen-Schmidt (produzido no software ChemDraw)

O método de Claisen-Schmidt é extremamente versátil e apresenta rendimentos que variam na faixa de 5% até 90%. Alguns estudos buscam alternativas para atingir rendimentos mais altos, como por exemplo, o uso de catalisadores calcinados de fosfato, que diminuem a energia de ativação da reação e fazem com que o fósforo haja como um ácido fraco de Brønsted, o que

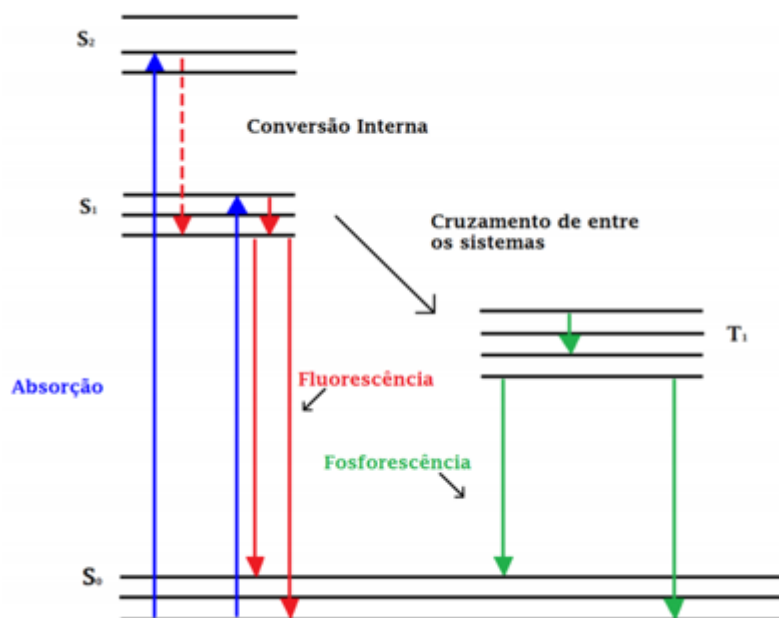
influencia positivamente no rendimento. O benefício dessa técnica está na fácil recuperação do catalisador, o que contribui com os fundamentos da química verde (TAHIR, 2006).

### **1.3 – Propriedades fluorescentes das Chalconas**

Devido à sua elevada Transferência de Carga Interna (TCI), explicada pela sua organização estrutural, os derivados da chalcona apresentam características fluorescentes. Sua estrutura D-A-D, e mais importante, a presença de fenilas em suas extremidades, permitem que muitas substituições sintéticas sejam feitas para que grupos doadores mais fortes entrem na molécula.

É válido ressaltar que a chalcona por si só, mesmo que possua uma TCI elevada, não apresenta uma atividade fluorescente muito alta. O fenômeno da fluorescência nessas moléculas depende basicamente do solvente empregado na reação e da inserção de grupos doadores mais fortes em sua estrutura geral, pois ambas as condições favorecem o aumento do desvio de Stokes (PANNIPARA *et al.*, 2014).

Porém, antes de qualquer aprofundamento, o diagrama de Jablonski (Figura 5) é um dos pontos de partida para qualquer discussão que envolva absorção e emissão de luz e é utilizado, também, para a compreensão da relaxação molecular e seus processos.



**Figura 5.** Diagrama de Jablonski (Lakowicz, 2006)

O estado eletrônico fundamental é descrito com S<sub>0</sub> e o primeiro e segundo estados excitados são descritos como os singletos S<sub>1</sub> e S<sub>2</sub>, respectivamente, e T<sub>1</sub> é o primeiro estado tripleto. O diagrama representa as formas de relaxação radiativa, fluorescência e fosforescência, nas quais as energias absorvidas são dissipadas como energia luminosa. As transições não radiativas são as conversões internas e cruzamento Inter sistemas, mecanismos físicos que ocorrem de forma concomitante e concorrente à emissão luminescente (Lakowicz, 2006; Wardle, 2009). Sendo assim, a emissão luminescente pode ser caracterizada por dois fenômenos, a fosforescência e a fluorescência.

Avaliando o diagrama de Jablonski, é possível perceber que, de modo geral, a energia de emissão é relativamente menor que a energia de absorção, logo a fluorescência ocorre em menores energias e maiores comprimentos de onda, sendo a perda de energia atribuída a relaxação vibracional. Sir. G. G. Stokes em 1852, Universidade de Cambridge, observou esse fenômeno que recebeu o nome de deslocamento de Stokes, representado matematicamente na equação 1. O deslocamento de Stokes ( $\Delta\nu$ ) se dá pela diferença entre o valor máximo da banda de absorção ( $\nu_a$ ) e o valor máximo da banda de emissão ( $\nu_e$ ) correspondente. Maiores deslocamentos de Stokes representam estados

excitados mais estáveis, proporcionando maiores comprimentos de onda na fluorescência. (Wardle, 2009).

**Equação 1.** Equação simplificada para o cálculo do Desvio de Stokes

$$\Delta\nu = \nu_a - \nu_e$$

O rendimento quântico é definido como a razão entre os fótons emitidos e os absorvidos. Esse parâmetro mantém estreita relação com o caminho de relaxação, já que a perda de energia no fenômeno fotoluminescente pode ocorrer por mecanismos n, como já mencionado anteriormente.

Segundo Skoog e colaboradores, (Skoog, 2008) o rendimento quântico de fluorescência molecular é simplesmente a razão entre o número de moléculas que fluorescem e o número total de moléculas excitadas, ou a razão entre os fótons emitidos e os fótons absorvidos.

A equação 2 descreve o rendimento quântico da fluorescência, onde  $K_f$  é a constante de velocidade de primeira ordem para a relaxação por fluorescência e  $K_{nr}$  é para a relaxação não radiativa.

**Equação 2.** Equação para cálculo do rendimento quântico

$$\Phi_f = \frac{K_f}{K_{nr} + K_f}$$

Materiais fluorescentes e fosforescentes são amplamente utilizados no mercado mundial. Como por exemplo nas lâmpadas fluorescentes, em que uma corrente elétrica excita os átomos de mercúrio do interior do tubo e assim emitem feixes de luz em comprimentos de onda do ultravioleta que passam a excitar um composto que reveste o tubo da lâmpada que, por sua vez, emitem em comprimentos de onda da luz visível. Já um exemplo muito básico de utilização de materiais fosforescentes são os interruptores de lâmpadas, que brilham no escuro por um bom tempo para facilitar sua localização, e, também, nas tintas de alguns sinalizadores.



## 1.4 – Efeitos do solvente nos fenômenos fotoquímicos

É compreendido que diferentes solventes empregados em reações interferem diretamente nas propriedades fotoquímicas de uma solução. Uma das principais características a ser observada é a polarizabilidade de um solvente (Equação 3), pois quanto mais polar o solvente, maior será o comprimento de onda de emissão do analito (TAVARES *et al.*, 2021).

**Equação 3.** Polarizabilidade do solvente ( $\Delta f(\varepsilon, n)$ ) em termos da constante dielétrica e do índice de refração do solvente, respectivamente.

$$\Delta f(\varepsilon, n) = \frac{\varepsilon - 1}{2\varepsilon + 1} - \frac{n^2 - 1}{2n^2 + 1}$$

Tal fato pode ser explicado pela equação de Lippert-Mataga (Equação 4), que denomina o desvio de Stokes em função da polarizabilidade dos solventes, onde  $\Delta f(\varepsilon, n)$  representa a polarizabilidade do solvente em termos da constante dielétrica e do índice de refração do solvente,  $\mu_e$  e  $\mu_g$  são, respectivamente, o momento dipolo dos estados excitado e fundamental,  $c$  é a velocidade da luz no vácuo,  $h$  é a constante de Planck,  $a$  representa o raio de Onsager e  $k$  uma constante (CHEN *et al.*, 2016):

**Equação 4.** Desvio de Stokes ( $\Delta\nu$ ) entre a energia absorção ( $\nu_i$ ) e emissão ( $\nu_f$ ) segundo a equação de Lippert-Mataga

$$\Delta\nu = \nu_i - \nu_f = \frac{2(\mu_e - \mu_g)^2}{hca^3} \Delta f(\varepsilon, n) + k$$

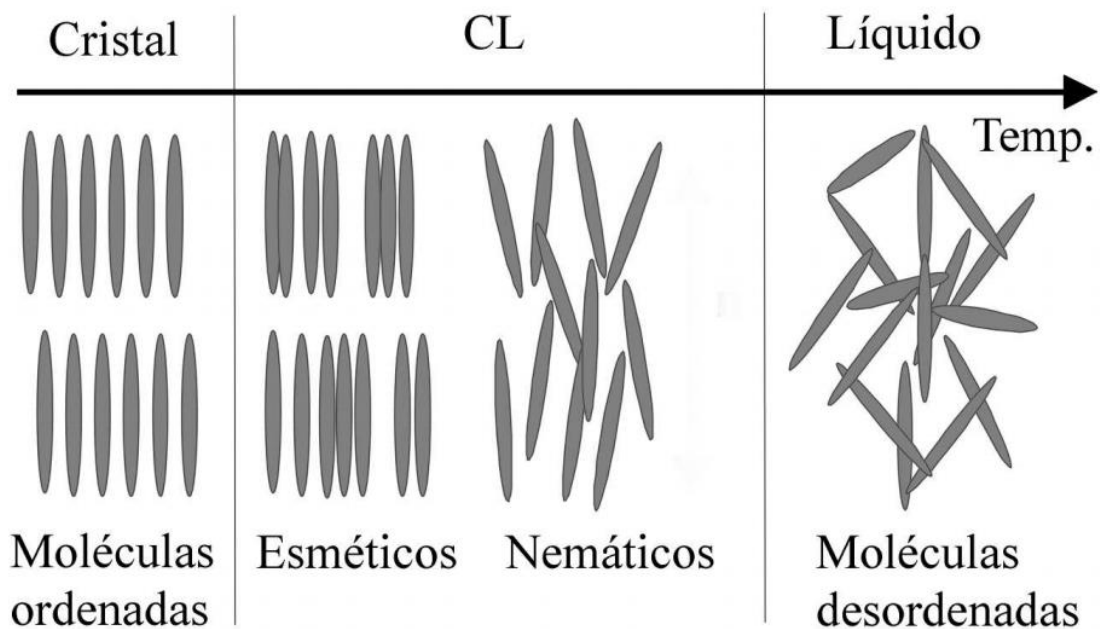
## 1.5 – Propriedades dos Cristais-Líquidos

Os cristais-líquidos (CLs), também conhecidos como mesofases, são estados da matéria em que a substância em questão apresenta um grau de ordem molecular intermediário entre os sólidos cristalinos e os líquidos isotrópicos (figura 6). Estudos sobre tal fenômeno iniciaram-se em 1888 devido a observações do botânico Friedrich Reinitzer, que verificou que um composto

chamado benzoato de colesterila possuía dois pontos de fusão, pois em certa temperatura o sólido se tornava um líquido turvo e em uma temperatura maior o líquido se tornava límpido. Desde então novos estudos e aplicações começaram a ser formulados (Bechtold, 2005).

O interesse nestes materiais vai desde fundamentos de física básica até aplicações alimentícias, lubrificantes, mostradores de informação, conhecidos popularmente por displays, cosméticos etc. Baseando-se nisso, a maioria dos displays de notebooks, telefones celulares, câmara fotográficas modernas e televisões LCD, foram produzidos pela indústria fazendo uso de CLs (ELY *et al.*, 2007).

Os CLs possuem anisotropias em suas propriedades óticas, elétricas e magnéticas, ou seja, suas medições podem apresentar alterações dependendo da direção em que são aplicadas. De forma geral, os CLs são divididos em dois subgrupos maiores: os Liotrópicos e os Termotrópicos (TAM-CHANG e HUANG, 2007).



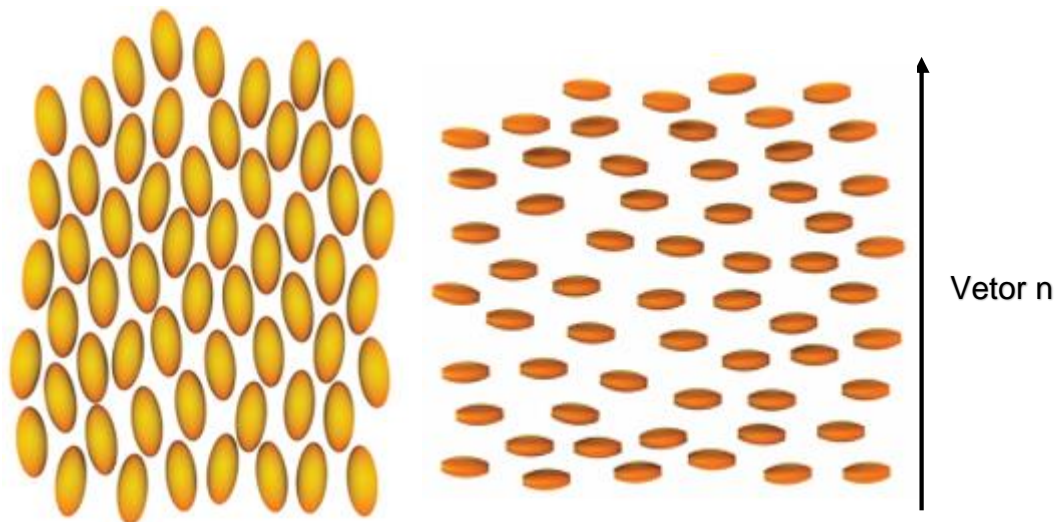
**Figura 6.** Ilustração da organização molecular dos Cristais-Líquidos termotrópicos Esméticos e Nemáticos (adaptado de BECHTOLD, 2005)

Os CLs Liotrópicos (CLL) são formados por moléculas anfifílicas, que são moléculas que possuem em sua estrutura uma parte polar, também chamada de

hidrofílica, e uma parte apolar, chamada de hidrofóbica. Devido à esta característica, quando inseridas em uma solução e após atingir uma concentração chamada de concentração micelar crítica, as moléculas se agregam, formando micelas. Essas micelas são os constituintes básicos dos liotrópicos, e devido a isso, tanto a temperatura quanto a concentração dos componentes podem interferir na transição das mesofases. Já os CLs Termotrópicos (CLT) possuem moléculas ou mistura de moléculas como constituintes básicos e suas mesofases variam em função apenas da temperatura, até por isso lhes foi dado essa nomenclatura. Normalmente suas moléculas possuem forma de bastão (as mais comuns), discos e arcos, entre outras (NETO, 2020).

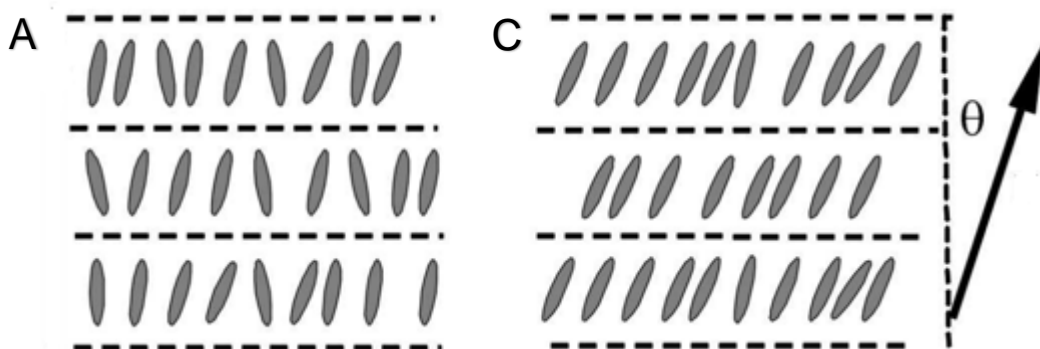
Além dessas duas classificações gerais, existem também as classificações quanto as mesofases desses CLs. Apesar do vasto número de classificações, existem algumas conformações espaciais principais em comum entre os CLL e os CLT mais exploradas na literatura. São elas: Nemáticas (uniaxiais e biaxiais), Esméticas e Colestéricas (Nemáticas quirais).

A fase nemática é o ordenamento mais simples dentre todos os outros, podendo ser uniaxial (calamíticas ou discóticas) ou biaxial. As uniaxiais, devido à um eixo de simetria infinito definido pelo vetor  $n$  (figura 7), possuem propriedades físico-químicas que se diferem quando analisadas perpendicularmente ou paralelamente ao vetor  $n$ , tornando-as, por exemplo, birrefractantes no caso da incidência de luz sobre esses cristais líquidos. Já os biaxiais, por não possuírem a mesma simetria infinita dos uniaxiais definida pelo vetor  $n$ , apresentam propriedades físico-químicas que se diferem quando analisadas em qualquer uma das três direções espaciais, fazendo que eles apresentem, por exemplo, três índices de refração no caso da incidência de luz nesses cristais líquidos (NETO, 2020).



**Figura 7.** Fases nemáticas uniaxiais calamítica e discótica, respectivamente (adaptadas de NETO, 2020)

A fase esméctica apresenta um grau de ordem maior que as fases nemática e colestérica. Essa fase se caracteriza por manter uma regularidade entre as camadas, porém, o mesmo raciocínio não se aplica ao preenchimento das moléculas em cada camada. Podem ser caracterizadas como esmécticos de tipo A, B, C, D, dentre outros. Exemplificando o tipo A e C (Figura 8), podemos perceber que as moléculas dos esmécticos A são posicionadas perpendicularmente à normal da camada, enquanto em C, são posicionadas à um ângulo  $\theta$  da normal da camada (MOREIRA, 2004).



**Figura 8.** Fase esméctica A e C, respectivamente (adaptado de BECHTOLD, 2005)

A fase colestérica é basicamente um empacotamento de camadas nemáticas, porém o que as classificam como colestéricas é a rotação existente

entre cada camada, formando estruturas helicoidais (Figura 9). Algumas características são de extrema importância nessas estruturas, como seu efeito eletroóptico, que faz com que as estruturas helicoidais se desfaçam ao serem submetidas à um campo eletromagnético, alcançando a mesofase nemática (MOREIRA, 2004) e, também, sua característica termocrômica, onde as cores emitidas pela estrutura variam dependendo da temperatura fornecida ao meio (ELY *et al.*, 2007).

A estrutura helicoidal da mesofase colestérica é formada devido à presença de moléculas quirais no CL, ou seja, moléculas que não possuem um eixo de simetria. Devido a isso, a melhor forma de minimizar impedimentos estéricos e, mais importante, melhorar as interações polares, seria o empacotamento helicoidal opticamente ativo (COATES, 2015).



**Figura 9.** Estrutura padrão das mesofases colestéricas (adaptado de ELY *et al.*, 2007)

## 2. OBJETIVOS

Diante do contexto apresentado, este trabalho tem como objetivo principal a síntese de derivados da chalcona para análise de suas propriedades fotoquímicas e líquido cristalinas, determinadas com o auxílio de um espectrômetro de luz ultravioleta para determinações fotoquímicas e de um microscópio de luz polarizada para análise de propriedades líquido cristalinas.

Os objetivos específicos descritos nesse presente projeto de trabalho de conclusão de curso foram estabelecidos seguindo as seguintes metas:

- Síntese e determinação das estruturas por RMN<sup>1</sup>H e RMN<sup>13</sup>C;
- Análise fotoquímica por espectrômetro de luz infravermelha dos derivados sintetizados;
- Análise de propriedades líquido cristalinas por meio de um microscópio de luz polarizada dos derivados sintetizados.

## 3. MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1. Observações gerais

Os solventes orgânicos utilizados foram purificados por destilação simples antes de serem utilizados. Os reagentes foram utilizados diretamente dos frascos de origem.

As reações foram acompanhadas por CCD (sílica de fase normal) e as caracterizações das moléculas obtidas foram feitas por RMN <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C e ponto de fusão. Não necessariamente todas as moléculas foram caracterizadas por todas as técnicas descritas. Os equipamentos de RMN utilizados são da marca Bruker modelo Ascend™ Hidrogênio (600 MHz) e carbono (150 MHz) com console Avance III HD e da marca Varian modelo Mercury Plus 7,04 T, Hidrogênio (300 MHz) e carbono (125 MHz) ambos localizados na Central Analítica do Instituto de Química (CAIQ) da UnB.

Para visualização e tratamento dos FID's das análises de RMN, foi utilizado o programa MNova v.14.1.1-24571 da Mestrelab Research. Já as

estruturas apresentadas nesse trabalho foram desenhadas no programa ChemDraw v.21 da PerkinElmer Informatics.

### 3.2. Métodos Cromatográficos

As cromatografias de adsorção em coluna (gravidade) foram realizadas com sílica gel (70-230 mesh). Os eluentes utilizados estão descritos nos procedimentos. A cromatografia em camada delgada foi realizada utilizando placas de cromatofolhas de alumínio revestida com sílica gel 60 F 254 (Merck), foram reveladas solução de ácido fosfomolibídico 10% em etanol.

### 3.3 – Síntese

A síntese das chalconas (figura 10) será realizada por meio da reação de condensação aldólica tipo Claisen Schmidt, sendo utilizados aldeídos e cetonas aromáticas. Variando-se alguns substituintes tanto da cetona como do aldeído.

**Procedimento geral da síntese das chalconas:** Em um erlenmeyer de 50 mL, contendo uma solução de NaOH 10% (5,0 mL) adicionou-se a cetona (5,0 mmol) solubilizada em etanol (3,0 mL) e resfriou-se o sistema a 0<sup>o</sup> C por 15 minutos. Em seguida, adicionou-se o aldeído (5,0 mmol), mantendo sob agitação. Após a constatação de formação do produto por CCD, a reação foi mantida resfriada na geladeira durante a noite.

Após este tempo, neutralizou-se a reação com HCl 10% e filtrou-se o sólido lavando com água gelada (20mL). Os sólidos resultantes foram recristalizados em solvente apropriado.

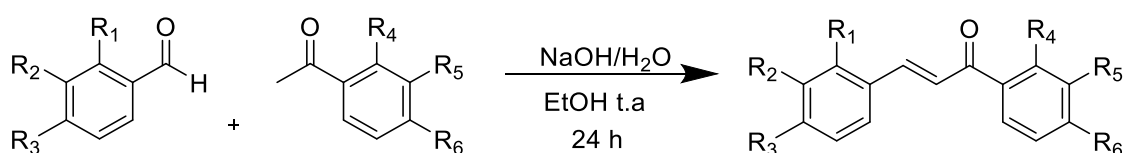


Figura 10. Síntese geral das chalconas.

Para cada chalcona sintetizada, foi iniciada tentativas de acoplamento com ácido oleico. Tal molécula foi escolhida para o acoplamento visando a

melhor formação de um cristal-líquido, já que sua cadeia extensa proporciona maiores forças intermoleculares.

**Procedimento Geral de Acetilação:** Em um balão de 50mL contendo 5,0 mmol da chalcona adicionaram-se 3,0 mL de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  e 5,0 mL de uma solução de hidróxido de sódio 10% e agitou-se por 10 minutos. Em seguida adicionaram-se 6,5 mL de anidrido acético e recém destilado, acompanhou-se por ccd. Após 1 hora de reação destilou-se o excesso do anidrido por destilação simples. Adicionaram-se 10 mL de água e extraiu-se três vezes cada com 10 mL de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . As fases orgânicas combinadas foram secas com sulfato de sódio anidro e concentradas sob pressão reduzida. Os produtos brutos apresentavam pureza suficiente para análises espectroscópicas. Rendimento: >99%

**Procedimento geral dos acoplamentos:** Em um balão de 50mL contendo 0,5mmol da respectiva chalcona anteriormente sintetizada, adicionaram-se 0,5mmol de NaOH solubilizado em 5 mL de água por 30 minutos. Após esse período, 0,5mmol de ácido oleico solubilizado em  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  foi adicionado no meio reacional. A reação foi acompanhada por placas cromatográficas. O sólido formado foi filtrado a vácuo com água gelada e caracterizado por RMN 1H e RMN 13C.

### 3.4 – Caracterização

Para a caracterização das moléculas obtidas será utilizada a análise de ressonância magnética nuclear de hidrogênio e carbono (RMN 1H e 13C). Os núcleos serão submetidos a um campo magnético e um sinal será produzido, decaindo após a perda de energia pelo núcleo. O decaimento será convertido em um espectro e avaliado.



## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 – Chalconas

As chalconas foram sintetizadas por meio da reação de Claisen Schmidt, variando os substituintes dos aldeídos e das acetofenonas. Três aldeídos foram alternados com duas acetofenonas (Tabela 1), são eles: Piperonal (3,4-metilenodioxibenzaldeído), 4-dimetilaminobenzaldeído e 4-nitrobenzaldeído; 4-hidroxiacetofenona e 3-hidroxiacetofenona.

Tabela 1. Preparação das Chalconas

Aldeídos	Cetonas
Piperonal <i>p</i> -Nitro benzaldeído <i>p</i> - <i>N,N</i> -dimetil benzaldeído	<i>o</i> -Hidroxi acetofenona <i>m</i> - Hidroxi acetofenona <i>p</i> - Hidroxi acetofenona

Uma molécula já sintetizada a partir do piperonal e da 2-hidroxiacetofenona (chalcona 7) também foi utilizada neste trabalho resultando um total de 7 chalconas, todas elucidadas na figura 11.

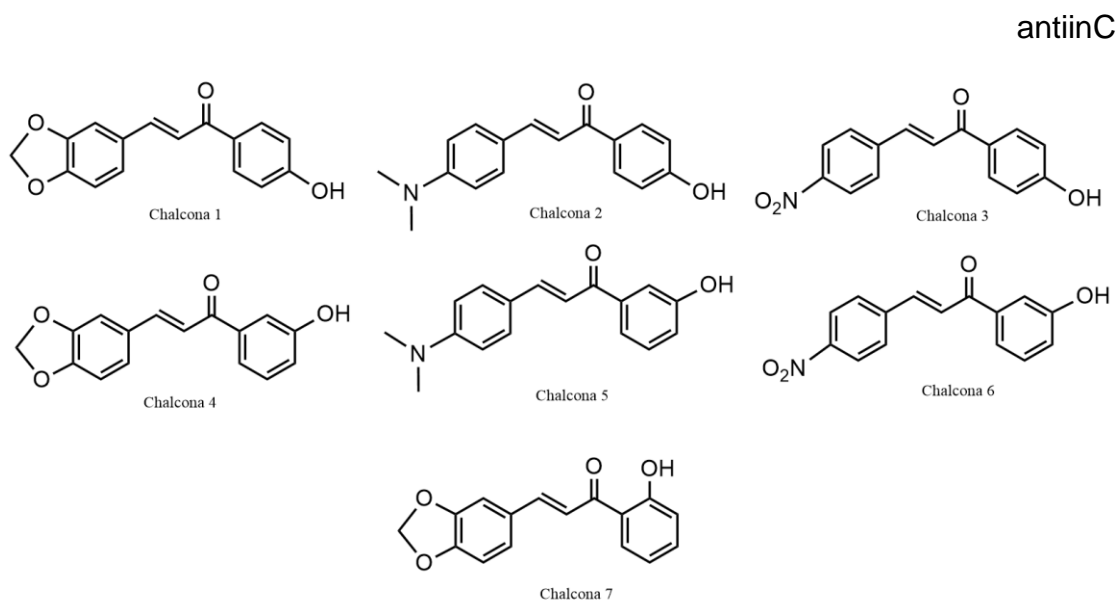


Figura 11. Chalconas Sintetizadas.

As chalconas são facilmente identificadas por RMN-1H pela presença de dupletos na região entre 7,0 e 8,0 ppm, correspondentes aos hidrogênios da

olefina trans (Figura 12). A análise dos espectros de RMN-13C mostra os picos dos carbonos das carbonilas na faixa de 187,7 a 193,7 ppm.

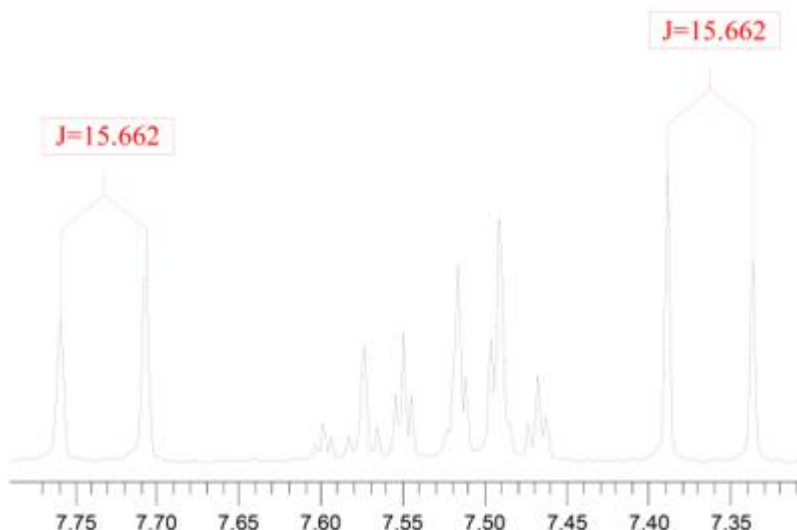


Figura 12. Expansão do espectro de RMN 1H da chalcona 1

As chalconas 4 e 6 derivadas da 3-hidroxiacetofenona, por serem pouco solúveis em deuteroclorofórmio, foram acetiladas utilizando condições descritas na Figura 13, para adquirir os espectros de RMN  $^1\text{H}$ .

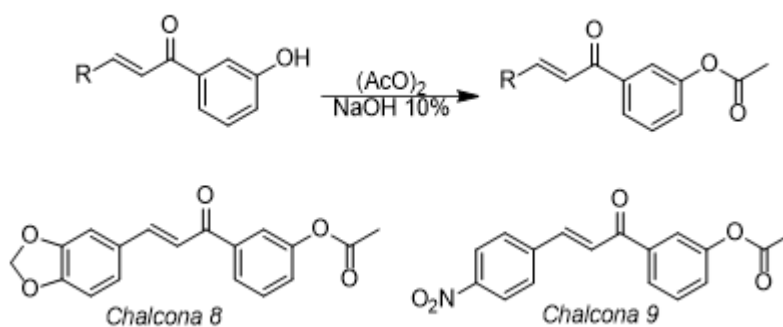


Figura 13. Acetilação das chalconas

\* **Chalcona 1:**

Sintetizada a partir do procedimento geral de síntese das chalconas e recristalizada em EtOH P.A após 24h da filtração à vácuo. Rendimento bruto: 30%. **RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )** 8,30-8,26 (m, 2H); 8,10 (d; 15,58Hz; 1H); 7,60 (d; 15,58Hz; 1H); 7,12-7,06 (m; 3H); 6,94-6,89 (m; 2H); 6,03 (s, 2H).

**\* Chalcona 2:**

Sintetizadas a partir do procedimento geral de síntese das chalconas e recristalizada em EtOH P.A após 24h da filtração à vácuo. Rendimento bruto: 30% ponto de fusão 51°C – 53°C. **RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>):** δ 8,06 (1H, d, *J* 15.0 Hz), 8,03-8,00 (2H, m); 7,62 (1H, d; 15.0 Hz), 6,89 (2H, d; 7,7Hz), 6,73 (2H, d; *J* 8,8 Hz), 3,05 (6H, s).

**\* Chalcona 3:**

Sintetizada a partir do procedimento geral de síntese das chalconas e recristalizada em EtOH P.A após 24h da filtração à vácuo. Rendimento bruto: 40% ponto de fusão 248°C – 249°C. **RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>)** 8,37-8,30 (m, 2H); 8,20 (d, 15,56Hz, 1H); 8,06-8,02 (m; 4H); 7,89 (d, 15,56Hz, 1H); 6,89 (d, 2,50Hz, 2H).

**\* Chalcona 4:**

Sintetizada a partir do procedimento geral de síntese das chalconas e recristalizada por difusão. **RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>)** (E 4.5) 8,30-8,26 (m, 2H); 7,90 (dt; 8 e 1,4Hz; 1H); 7,83 (d; 15,58Hz; 1H); 7,82-7,75 (m;3H); 7,58 (d;15;58Hz; 1H); 7,55 (t; 8,10Hz; 1H); 7,36 (ddd; 11,22; 2,18 e 0,94 Hz;1H); 2,35 (s, 3H). **RMN <sup>13</sup>C (75MHz, CDCl<sub>3</sub>)** (E 4.6) 188,62; 169,29; 150,95; 148,59; 142,08; 140,78; 138,85; 129,89; 128,92; 126,62; 125,93; 125,28; 124,19; 121,82; 21,08.

**\* Chalcona 5:**

Sintetizada a partir do procedimento geral de síntese das chalconas e recristalizada em Acetona P.A. Rendimento de aproximadamente 30% e a placa cromatográfica indicou uma possível substância pura. **RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>):** δ 7,80 (1H, d, *J* 15.0 Hz), 7,59-7,53 (4H, m), 7,37 (1H, d, *J* 6.0Hz), 7,32 (1H, d, *J* 15.0 Hz), 7,08 (1H, dd, *J* 2,2 e 7,8 Hz), 6,73 (2H, d, *J* 8,8 Hz), 3,05 (6H, s). **RMN <sup>13</sup>C (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>):** δ 190,6, 190,5, 156,3, 146,3, 140,5, 130,6, 129,7, 120,7, 119,7, 116,8, 115,1, 111,90, 111,0, 40,2, 40,1.

**\* Chalcona 6:**

Sintetizada a partir do procedimento geral de síntese das chalconas e recristalizada em Acetona P.A. Rendimento bruto de aproximadamente 25%.

**RMN-1H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>):**  $\delta$  7,86 (ddd;  $J = 10,43; 7,69$  e  $2,61$ ; 1H); 7,74 (d;  $J = 15,6$ Hz; 1H); 7,72-7,70 (m; 1H); 7,50 (t;  $J = 8,03$ Hz; 1H); 7,32 (dd;  $2,3$  e  $1,1$  Hz; 1H); 7,30 (d;  $J = 15,6$  Hz; 1H); 7,15 (d;  $1,8$  Hz, 1H), 7,13 (dd;  $J = 1,78$  e  $0,41$ Hz; 1H); 6,84 (d;  $J = 8,0$  Hz; 1H); 6,02 (s, 2H); 2,33 (s; 3H)

**\* Chalcona 7**

**RMN-1H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>):**  $\delta$  12,90 (s, 1H); 7,90 (dd,  $J = 6,6$  e  $1,4$  Hz, 1H); 7,85 (d,  $J = 15,3$ Hz, 1 H); 7,50 (d,  $J = 15,3$  Hz,1H); 7,52-7,47 (m, 1H); 7,18 (dd,  $J = 6,9$  e  $1,7$  Hz; 1H); 7,14 (d,  $J = 1,45$  Hz; 1H); 7,03 (dd,  $J = 8,4$  e  $0,9$  Hz, 1H), 6,97-6,91 (m, 1H); 6,82 (d,  $J = 8,1$  Hz; 1H); 6,05 (s, 2H). **RMN-13C (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>):**  $\delta$  193,5; 163,5; 150,3; 148,5; 145,3; 136,2; 129,5; 129,0; 125,7; 120,0; 118,8; 118,6; 117,9; 108,7; 106,7; 101,7.

**\* Chalcona 8**

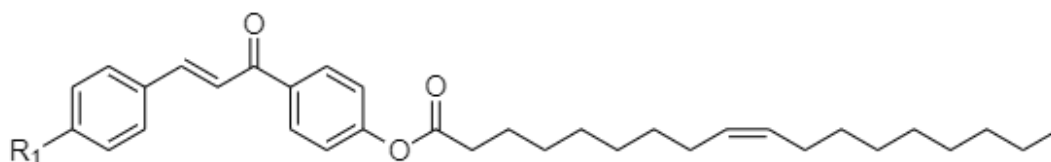
**RMN 1H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>):** (E 4.12) 7,86 (ddd;  $10,43; 7,69$  e  $2,61$ ; 1H); 7,74 (d;  $15,65$ Hz; 1H); 7,72-7,70 (m; 1H); 7,50 (t;  $8,03$ Hz; 1H); 7,32 (dd;  $2,34$  e  $1,1$ Hz; 1H); 7,30 (d;  $15,65$ Hz; 1H); 7,15 (d;  $1,78$ Hz, 1H), 7,13 (dd;  $1,78$  e  $0,41$ Hz; 1H); 6,84 (d;  $7,96$ Hz; 1H); 6,02 (s, 2H); 2,33 (s; 3H)

**\* Chalcona 9**

**RMN 1H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>):** (E 4.5) 8,30-8,26 (m, 2H); 7,90 (dt;  $8$  e  $1,4$ Hz; 1H); 7,83 (d;  $15,58$ Hz; 1H); 7,82-7,75 (m;3H); 7,58 ( d; $15,58$ Hz; 1H); 7,55 (t;  $8,10$ Hz; 1H); 7,36 (ddd;  $11,22; 2,18$  e  $0,94$  Hz;1H); 2,35 (s, 3H). **RMN 13C (75MHz, CDCl<sub>3</sub>):** (E 4.6) 188,62; 169,29; 150,95; 148,59; 142,08; 140,78; 138,85; 129,89; 128,92; 126,62; 125,93; 125,28; 124,19; 121,82; 21,08.

## 4.2 – Acoplamentos

O acoplamento do ácido oleico ocorre por meio de uma reação de esterificação onde inicialmente está posicionada a hidroxila da chalcona utilizada.



**Figura 14.** Estrutura base do acoplamento a partir de uma chalcona com uma hidroxila posicionada na posição *para*

### \* Acoplamento 1

**RMN-1H (CDCl<sub>3</sub>, 300 MHz):**  $\delta$  8,20-7,49 (m, 5H); 7,11-6,89 (m, 3H); 6,05 (s, 2H); 5,42 (d,  $J = 5,2$  Hz, 2H); 2,52-2,49 (m, 2H); 2,39- 1,95 (m, 10H); 1,78-1,21 (m, 12H); 1,26 (m, 2H).

Os demais acoplamentos foram realizados e acompanhados por CCD, Apresentado o mesmo padrão de manchas (R.F's) do primeiro acoplamento, todavia por motivos técnicos até o momento da entrega desse material os espectros não haviam sido adquiridos.

## 5. CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS

A partir das reações propostas no trabalho, produtos com baixo rendimento relativo foram obtidos (em torno de 25% e 40%), porém todos dentro do esperado para a rota sintética escolhida já que a literatura defende que, com o uso da reação de Claisen-Schmidt, os rendimentos para a produção de chalconas são bastante variáveis. Já as placas cromatográficas e os espectros de RMN mostraram, em geral, bons graus de pureza, reforçando a competência da condensação aldólica para síntese de chalconas.

Apesar de ter sido obtido o espectro de apenas um acoplamento, o mesmo demonstrou picos adequados aos esperados e foram identificados poucos ruídos de contaminação. Os outros acoplamentos realizados, apesar de não terem sido levados para análises de RMN, apresentaram o mesmo padrão de resultados no acompanhamento por CCD, indicando possível sucesso nas reações implementadas.

Mesmo com a obtenção de produtos satisfatórios, a análise fotofísica e das propriedades líquido cristalinas dos compostos sintetizados não foram realizadas devido à indisponibilidade de tempo. Como perspectivas, faz-se necessário a caracterização completa de todas as reações previamente iniciadas e a busca das propriedades estabelecidas nos objetivos do trabalho.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVIM, Haline G. O.; FAGG, Emma L.; OLIVEIRA, Aline L. de; OLIVEIRA, Heibbe C. B. de; FREITAS, Sonia M.; XAVIER, Mary-Ann E.; SOARES, Thereza A.; GOMES, Alexandre F.; GOZZO, Fabio C.; SILVA, Wender A.. Probing deep into the interaction of a fluorescent chalcone derivative and bovine serum albumin (BSA): an experimental and computational study. **Organic & Biomolecular Chemistry**, [S.L.], v. 11, n. 29, p. 4764, 2013. Royal Society of Chemistry (RSC). <http://dx.doi.org/10.1039/c3ob27331h>.

BOECK, Paula; FALCÃO, Camila Alves Bandeira; LEAL, Paulo César; YUNES, Rosendo Augusto; CECHINEL FILHO, Valdir; TORRES-SANTOS, Eduardo Caio; ROSSI-BERGMANN, Bartira. Synthesis of chalcone analogues with increased antileishmanial activity. **Bioorganic & Medicinal Chemistry**, [S.L.], v. 14, n. 5, p. 1538-1545, mar. 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.bmc.2005.10.005>.

DIMMOCK, J. R.; ELIAS, D. W.; BEAZELY, M. A.; KANDEPU, N. M. Bioactivities of chalcones. *Current Medicinal Chemistry*, 6(12), 1125-1149, 1999.

CHIARADIA, Louise Domeneghini; SANTOS, Rodrigo dos; VITOR, Carlos Eduardo; VIEIRA, André Alexandre; LEAL, Paulo César; NUNES, Ricardo José; CALIXTO, João Batista; YUNES, Rosendo Augusto. Synthesis and pharmacological activity of chalcones derived from 2,4,6-trimethoxyacetophenone in RAW 264.7 cells stimulated by LPS: quantitative structure-activity relationships. **Bioorganic & Medicinal Chemistry**, [S.L.], v. 16, n. 2, p. 658-667, jan. 2008. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.bmc.2007.10.039>.

GOMES, Kaio S.; COSTA-SILVA, Thais A. da; OLIVEIRA, Igor H.; AGUILAR, Andrea M.; OLIVEIRA-SILVA, Diogo; UEMI, Miriam; SILVA, Wender A.; MELO, Lennine R.; ANDRADE, Carlos Kleber Z.; TEMPONE, Andre G.. Structure-activity relationship study of antitrypanosomal chalcone derivatives using multivariate analysis. **Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters**, [S.L.], v. 29, n. 12, p. 1459-1462, jun. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.bmcl.2019.04.020>.

PANNIPARA, Mehboobali; ASIRI, Abdullah M.; ALAMRY, Khalid A.; ARSHAD, Muhammad N.; EL-DALY, Samy A.. Spectroscopic Investigation, Effect of Solvent

Polarity and Fluorescence Quenching of a New D- $\pi$ -A Type Chalcone Derivative. **Journal Of Fluorescence**, [S.L.], v. 24, n. 6, p. 1629-1638, 30 ago. 2014. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10895-014-1449-1>.

LAKOWICS, J.R.; Principles of Fluorescence Spectroscopy, 3<sup>a</sup> ed.; Springer: Nova York, USA, 2006.

WARDLE, B. Principles and Applications of Photochemistry; Wiley, Org.; Manchester, UK, 2009.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOOLER, F. J.; STANLEY, R. C.; Fundamentos da Química Analítica, Tradução da 8<sup>a</sup> ed.; Ed. Thomson: São Paulo, SP, 2008.

TAVARES, Aline; COSTA, Rebeca; WEBER, Caroline; CAZATI, Thiago; CESCHI, Marco; VIEIRA, André; MERLO, Aloir. Blue Glow Sticks: cinnamic acids and arylacrylonitriles with liquid-crystalline properties and highly fluorescent. **Journal Of The Brazilian Chemical Society**, [S.L.] v. 32, n. 1, p. 98-109, 2021. Sociedade Brasileira de Química (SBQ). <http://dx.doi.org/10.21577/0103-5053.20200159>.

CHEN, Yi-Hsiang; LIN, Chih-Chun; HUANG, Min-Jie; HUNG, Kevin; WU, Yi-Ching; LIN, Wei-Chieh; CHEN-CHENG, Ren-Wu; LIN, Hao-Wu; CHENG, Chien-Hong. Superior upconversion fluorescence dopants for highly efficient deep-blue electroluminescent devices. **Chemical Science**, [S.L.], v. 7, n. 7, p. 4044-4051, 2016. Royal Society of Chemistry (RSC). <http://dx.doi.org/10.1039/c6sc00100a>.

NARENDER, T.; VENKATESWARLU, K.; NAYAK, B. Vishnu; SARKAR, S.. A new chemical access for 3'-acetyl-4'-hydroxychalcones using borontrifluoride-etherate via a regioselective Claisen-Schmidt condensation and its application in the synthesis of chalcone hybrids. **Tetrahedron Letters**, [S.L.], v. 52, n. 44, p. 5794-5798, nov. 2011. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tetlet.2011.08.120>.

BUKHARI, Syed Nasir Abbas; JASAMAI, Malina; JANTAN, Ibrahim. Synthesis and Biological Evaluation of Chalcone Derivatives (Mini Review). **Mini-Reviews In Medicinal Chemistry**, [S.L.], v. 12, n. 13, p. 1394-1403, 1 out. 2012. Bentham Science Publishers Ltd.. <http://dx.doi.org/10.2174/13895575112091394>.

GO, M.; WU, X.; LIU, X.. Chalcones: an update on cytotoxic and chemoprotective properties. **Current Medicinal Chemistry**, [S.L.], v. 12, n. 4, p. 483-499, 1 fev.



2005. Bentham Science Publishers Ltd.  
<http://dx.doi.org/10.2174/0929867053363153>.

BECHTOLD, Ivan Helmuth. Cristais líquidos: um sistema complexo de simples aplicação. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, [S.L.], v. 27, n. 3, p. 333-342, set. 2005. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1806-11172005000300006>.

MOREIRA, M. **Desenvolvimento de Caracterização de um Sistema Lases de Cristal Líquido acoplado à Fibra Ótica**. Tese (Doutorado em Física) - Departamento de Física da PUC-Rio. Rio de Janeiro. 2004.

ELY, Fernando; HAMANAKA, Marcos H. Mamoru Otsuka; MAMMANA, Alaide Pellegrini. Cristais líquidos colestéricos: a quiralidade revela as suas cores. **Química Nova**, [S.L.], v. 30, n. 7, p. 1776-1779, 2007. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422007000700049>.

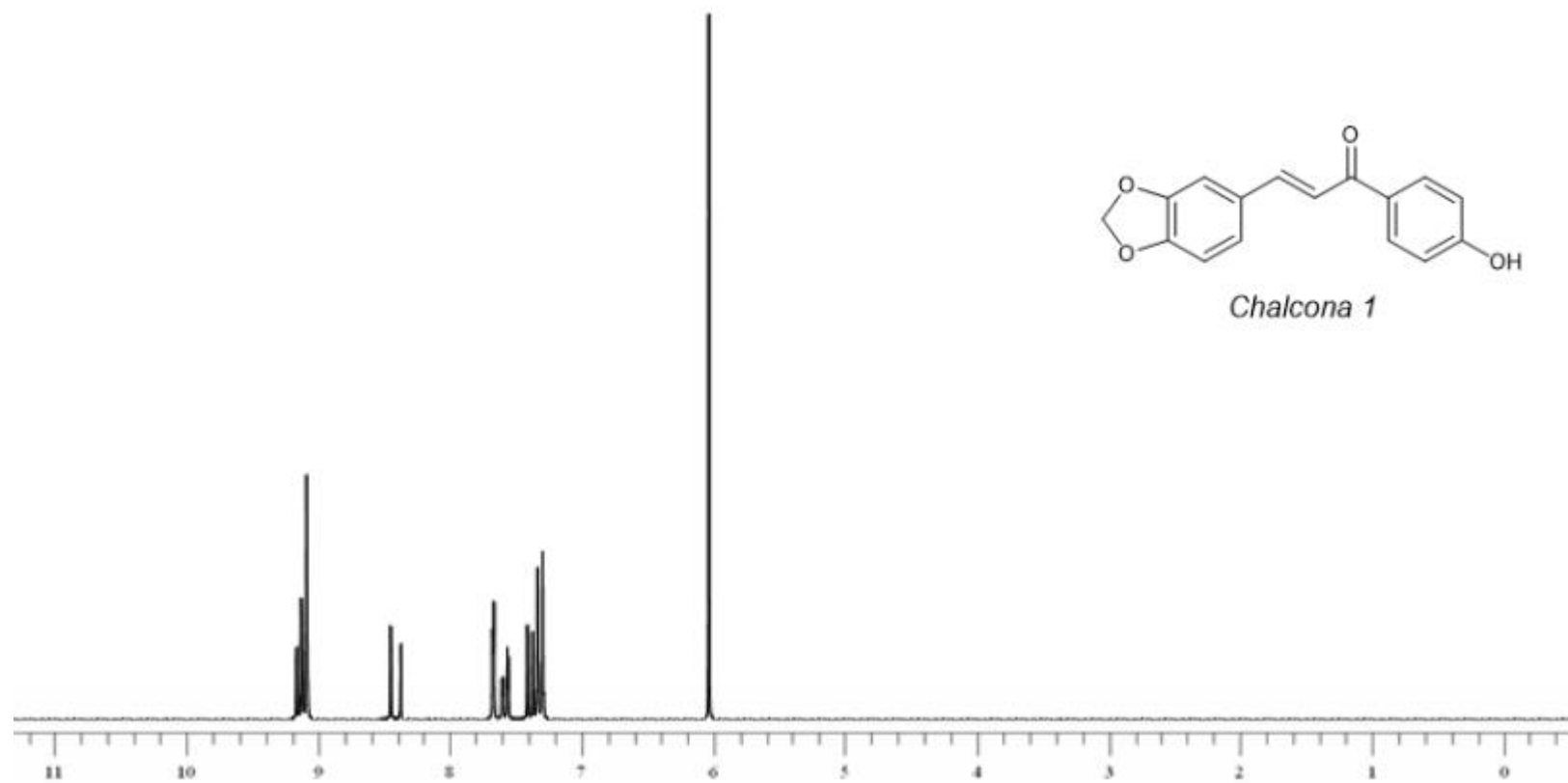
TAM-CHANG, Suk-Wah; HUANG, Liming. Chromonic liquid crystals: properties and applications as functional materials. **Chemical Communications**, [S.L.], n. 17, p. 1957, 2008. Royal Society of Chemistry (RSC). <http://dx.doi.org/10.1039/b714319b>.

FIGUEIREDO NETO, Antônio Martins. Fluidos complexos na matéria condensada: os cristais líquidos. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, São Paulo, v. 43, n. 1, 05 mar. 2021. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/1806-9126-rbef-2020-0300>.

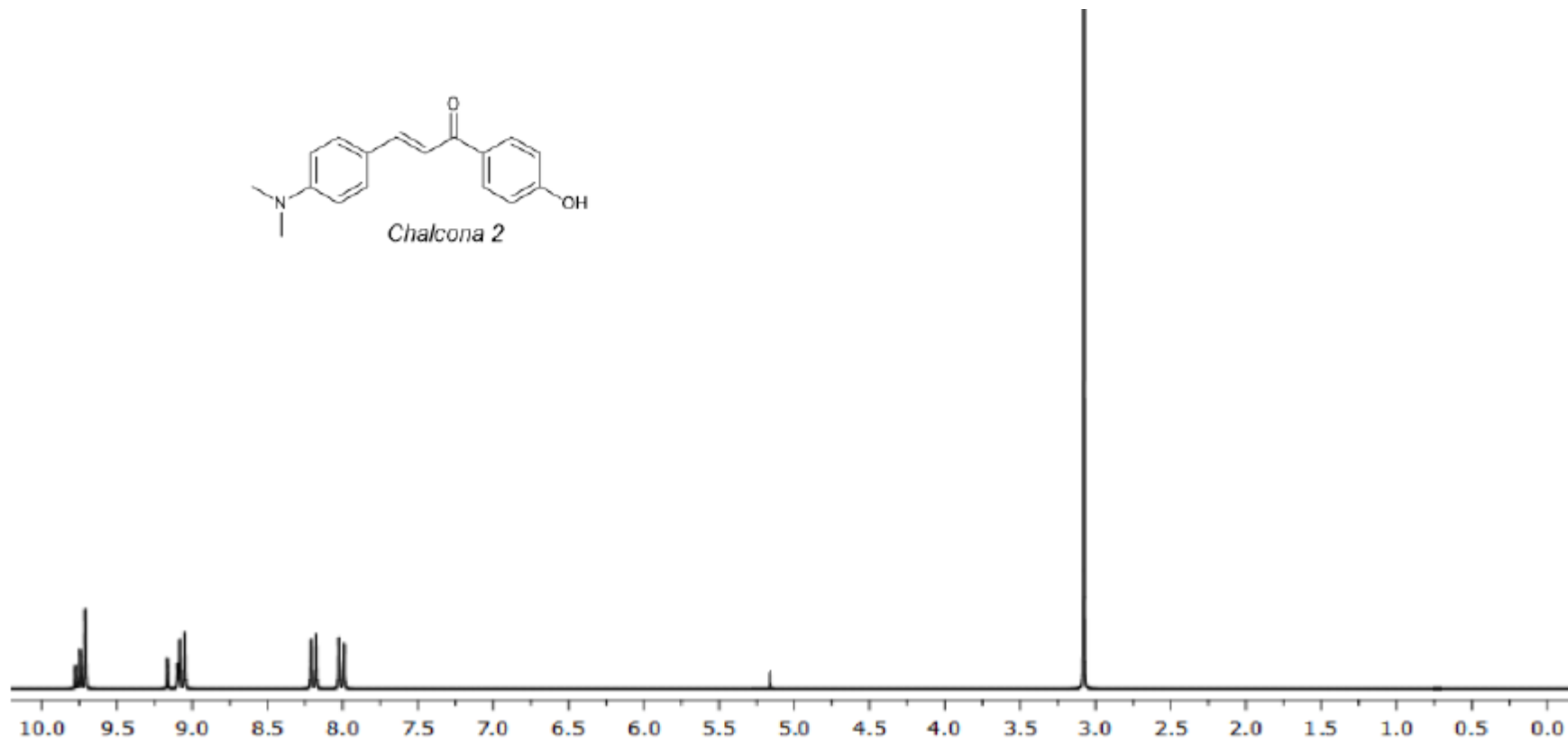
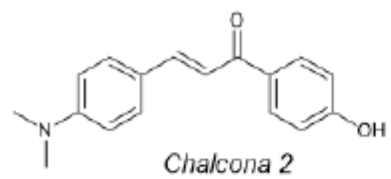
COATES, David. Development and applications of cholesteric liquid crystals. **Liquid Crystals**, [S.L.], p. 1-13, 18 jun. 2015. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/02678292.2015.1020454>.

CORDEIRO, Marlon Norberto Sechini. **Síntese, Caracterização e avaliação da atividade biológica de nitrochalconas e de chalconas derivadas da 6-acetil-2H-1,4-Benzoxazin-3(4h)-ona**. Tese de mestrado em Química – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2013.

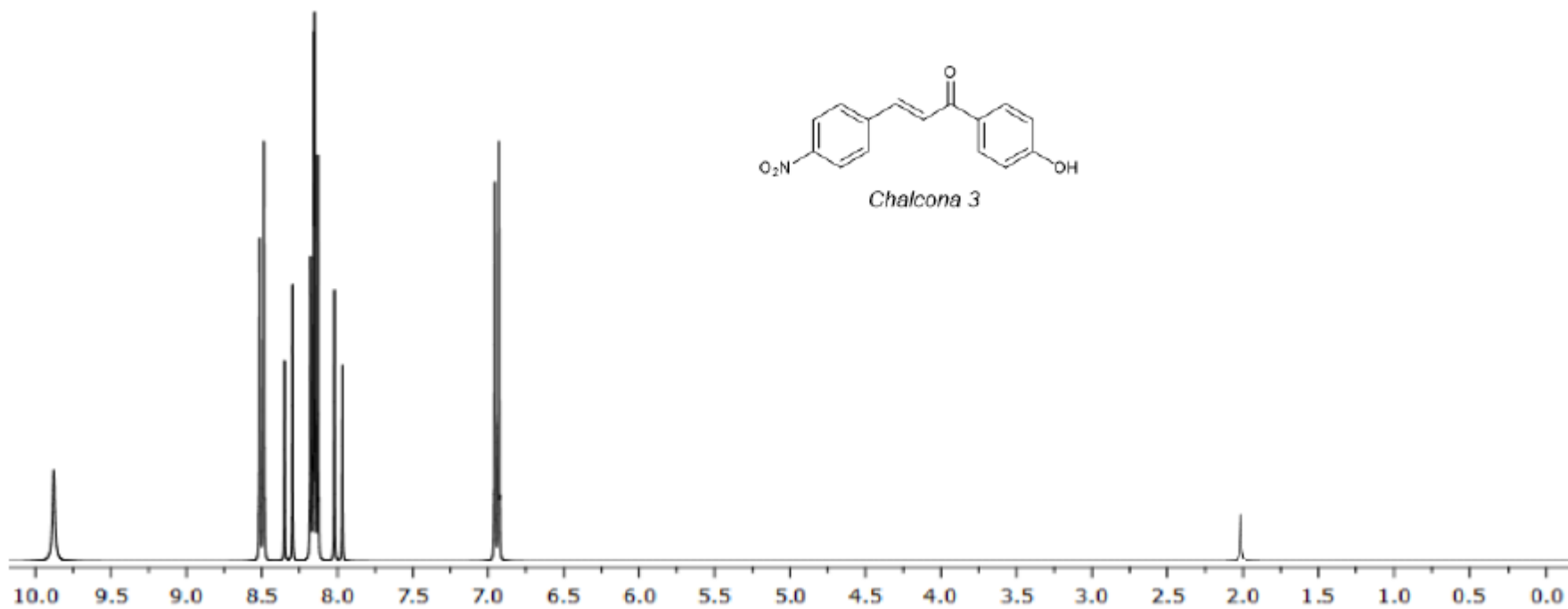
# ANEXOS



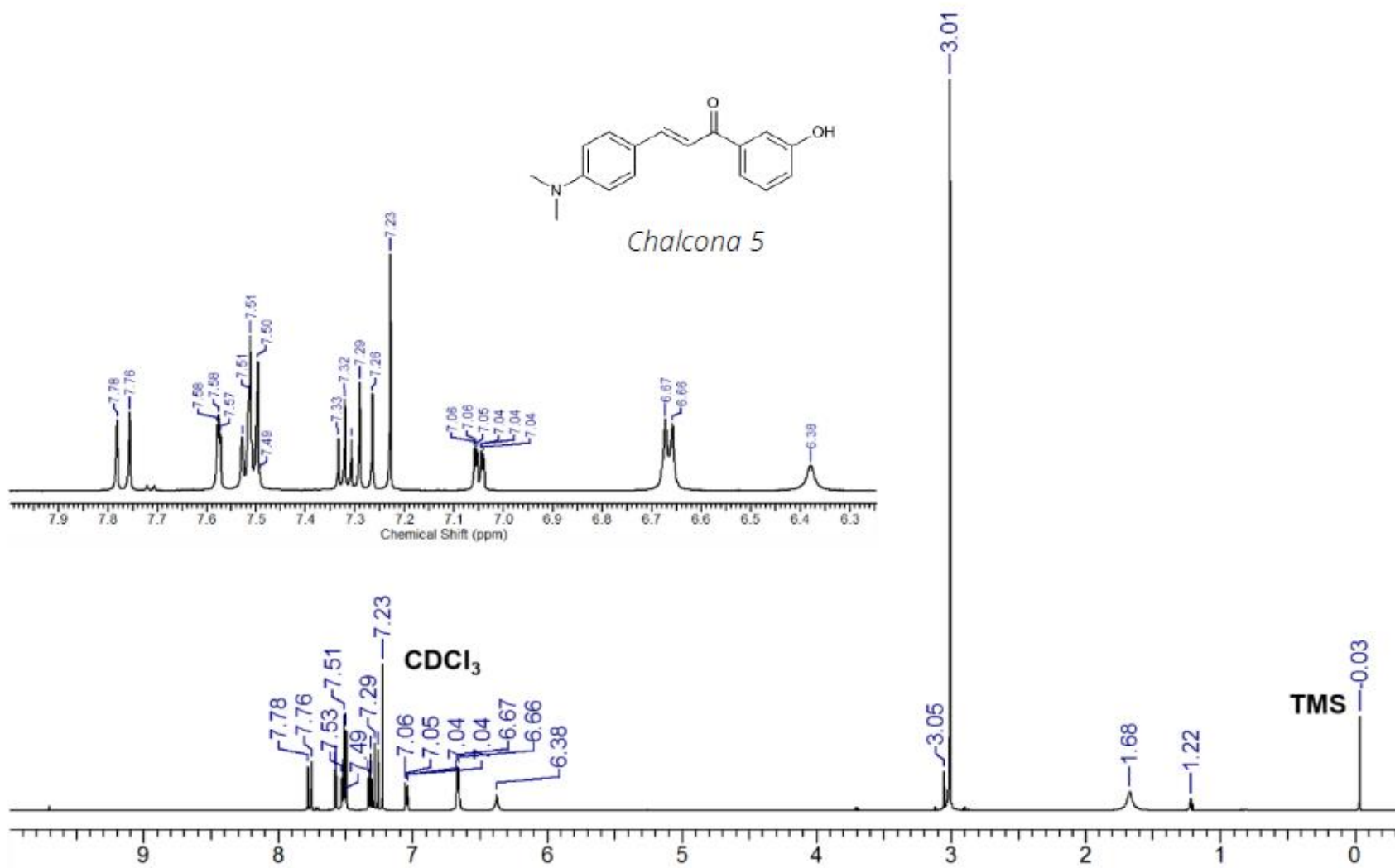
Anexo 1. Espectro de <sup>1</sup>H RMN do adulto Chalcona 1



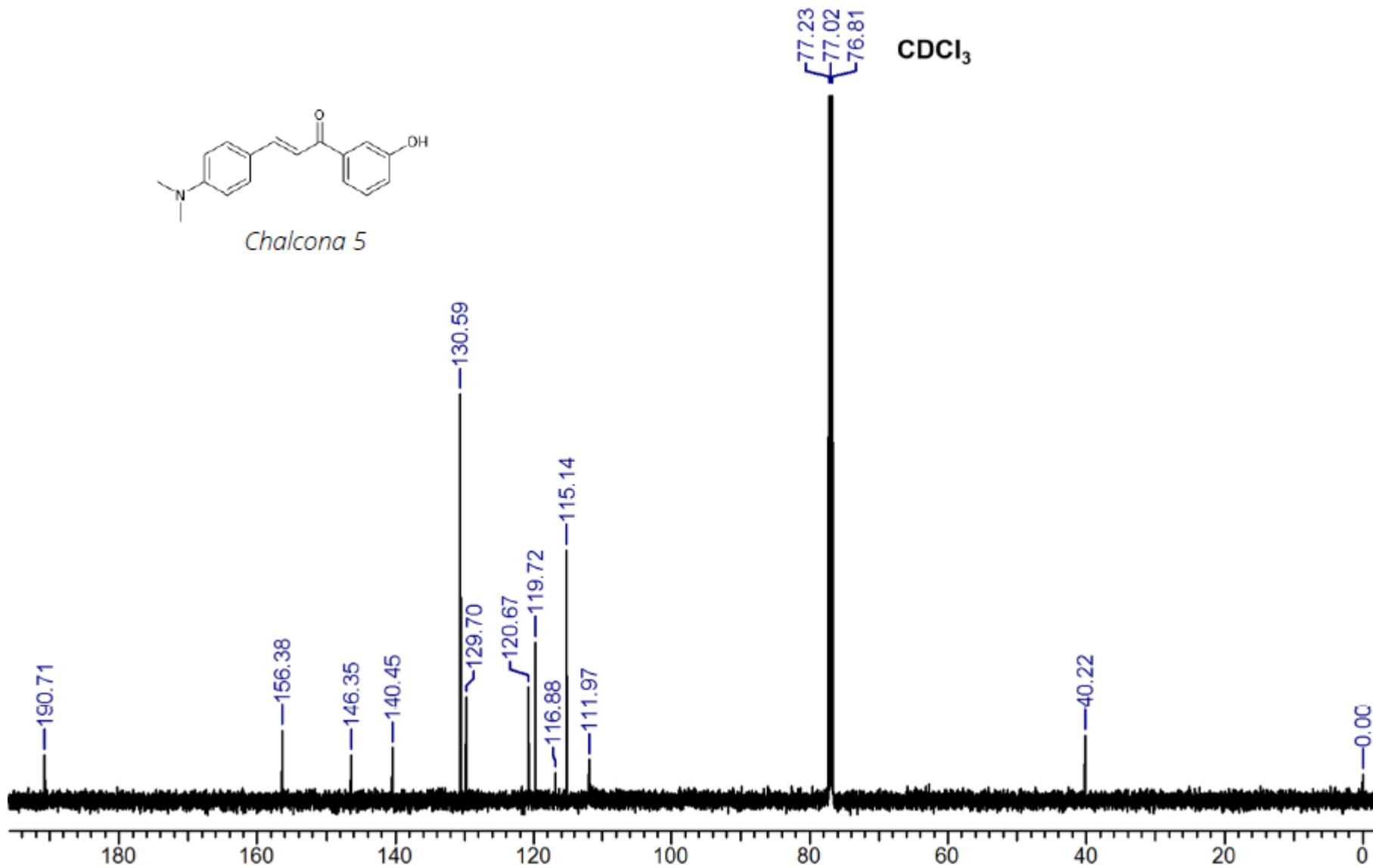
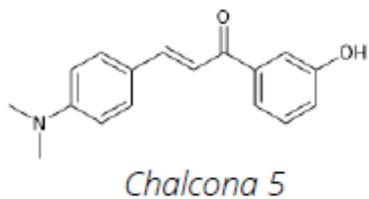
**Anexo 2.** Espectro de <sup>1</sup>H RMN do adulto Chalcona 2



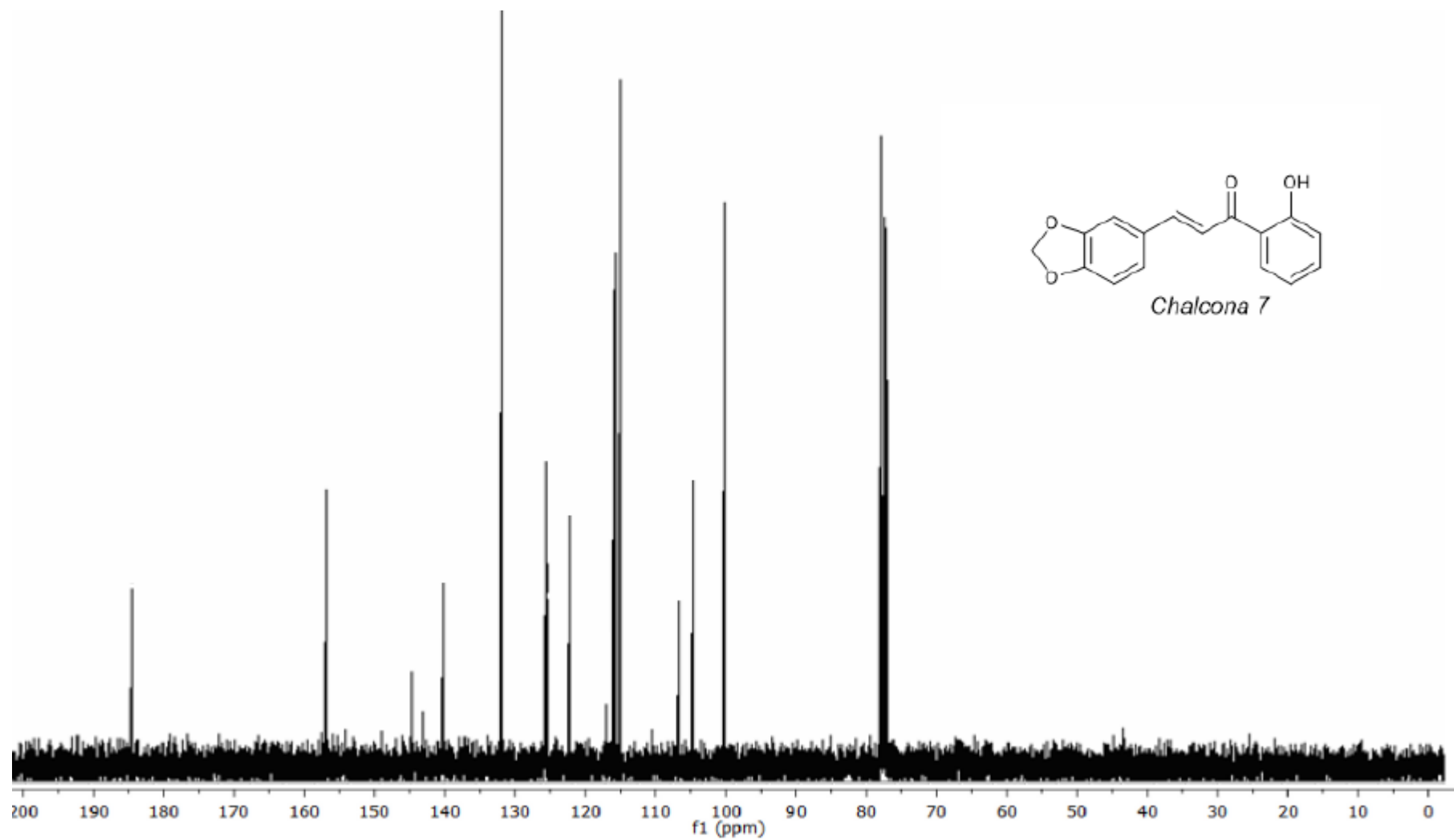
**Anexo 3.** Espectro de 1H RMN do adulto Chalcona 3



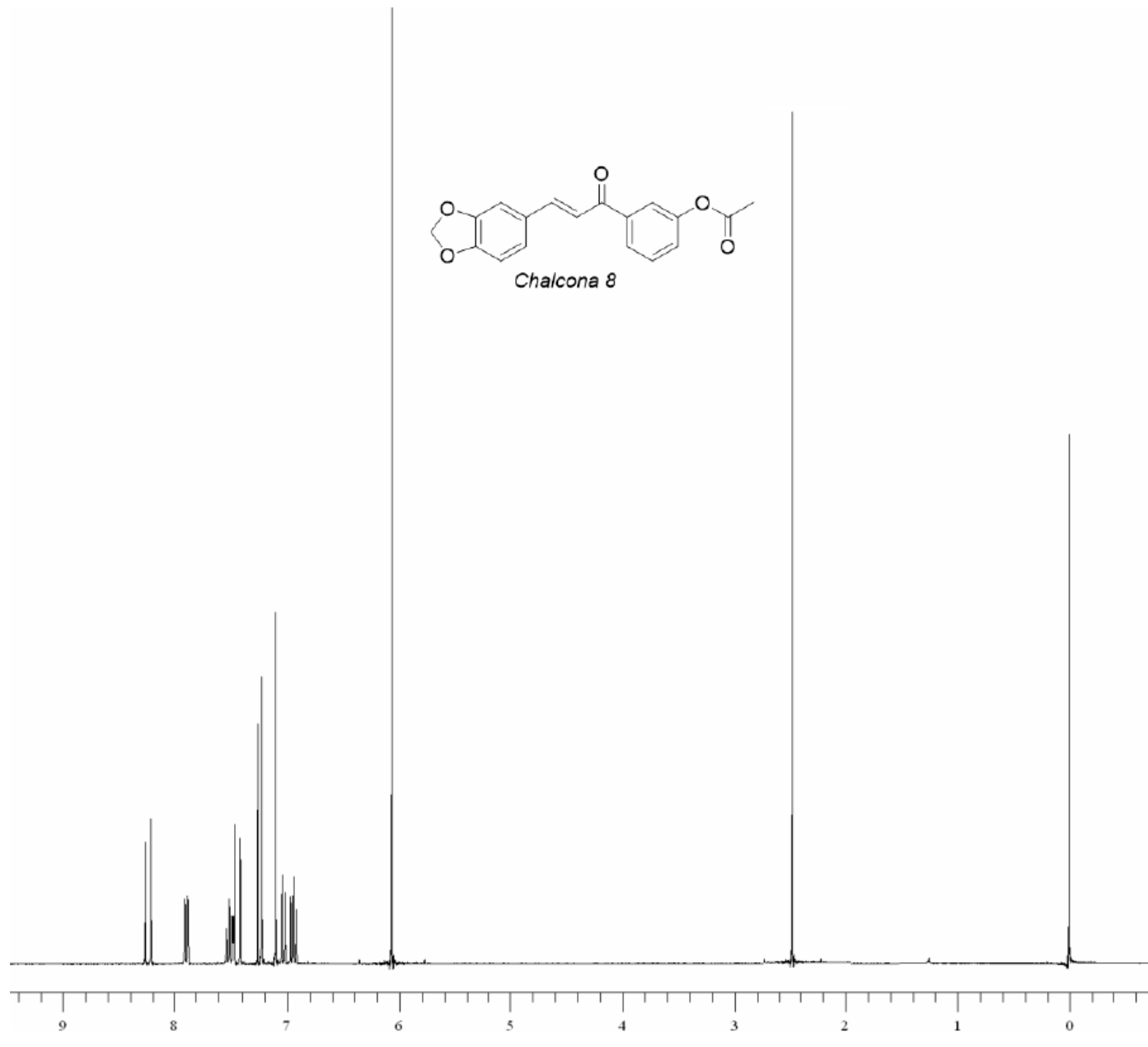
Anexo 4. Espectro de <sup>1</sup>H RMN do adulto Chalcona 5



Anexo 5. Espectro de  $^{13}\text{C}$  RMN do adulto Chalcona 5

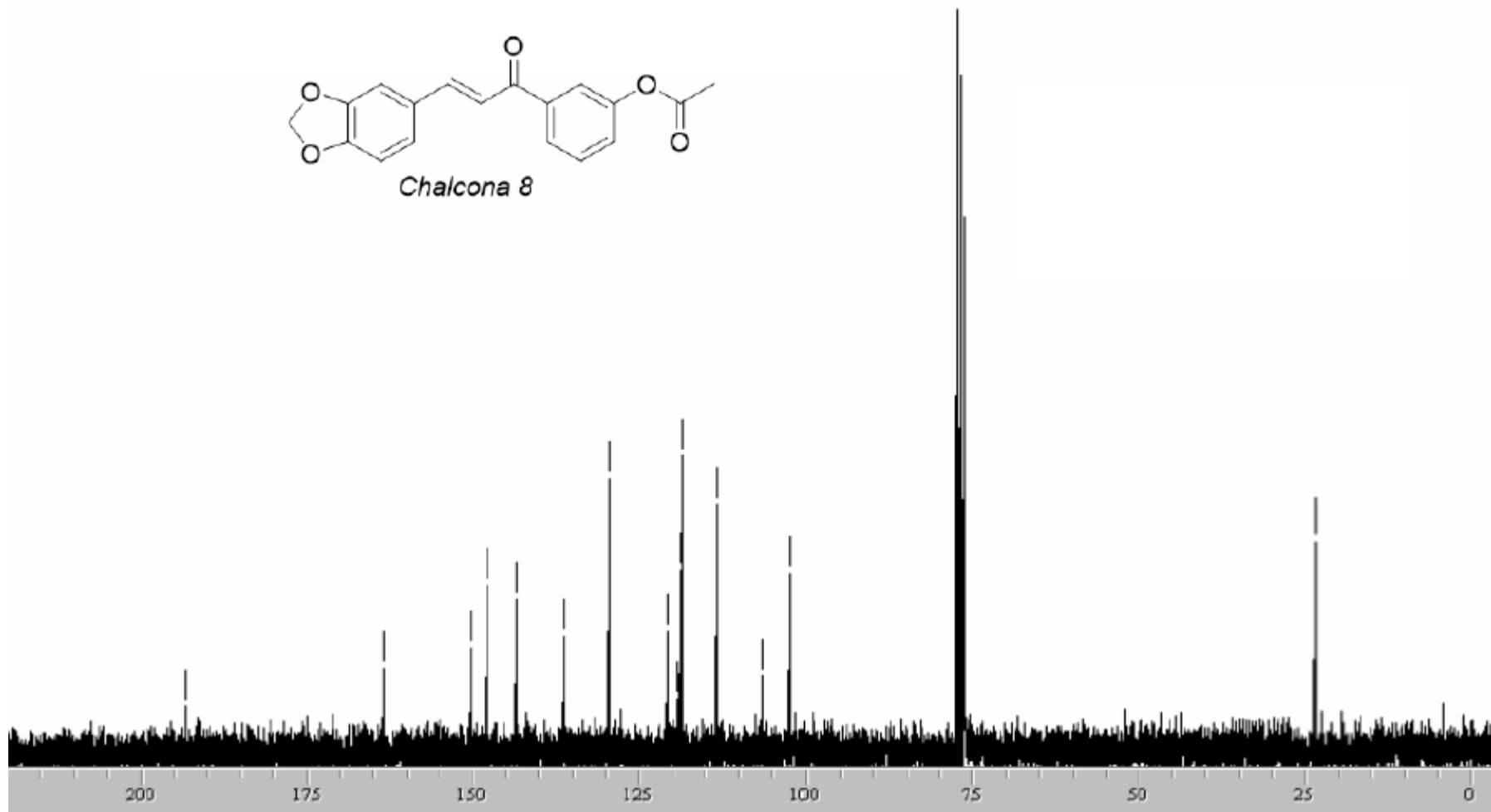
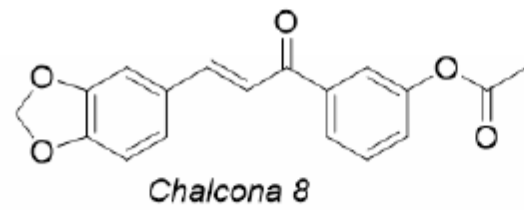


Anexo 6. Espectro de <sup>13</sup>C RMN do adulto Chalcona 7

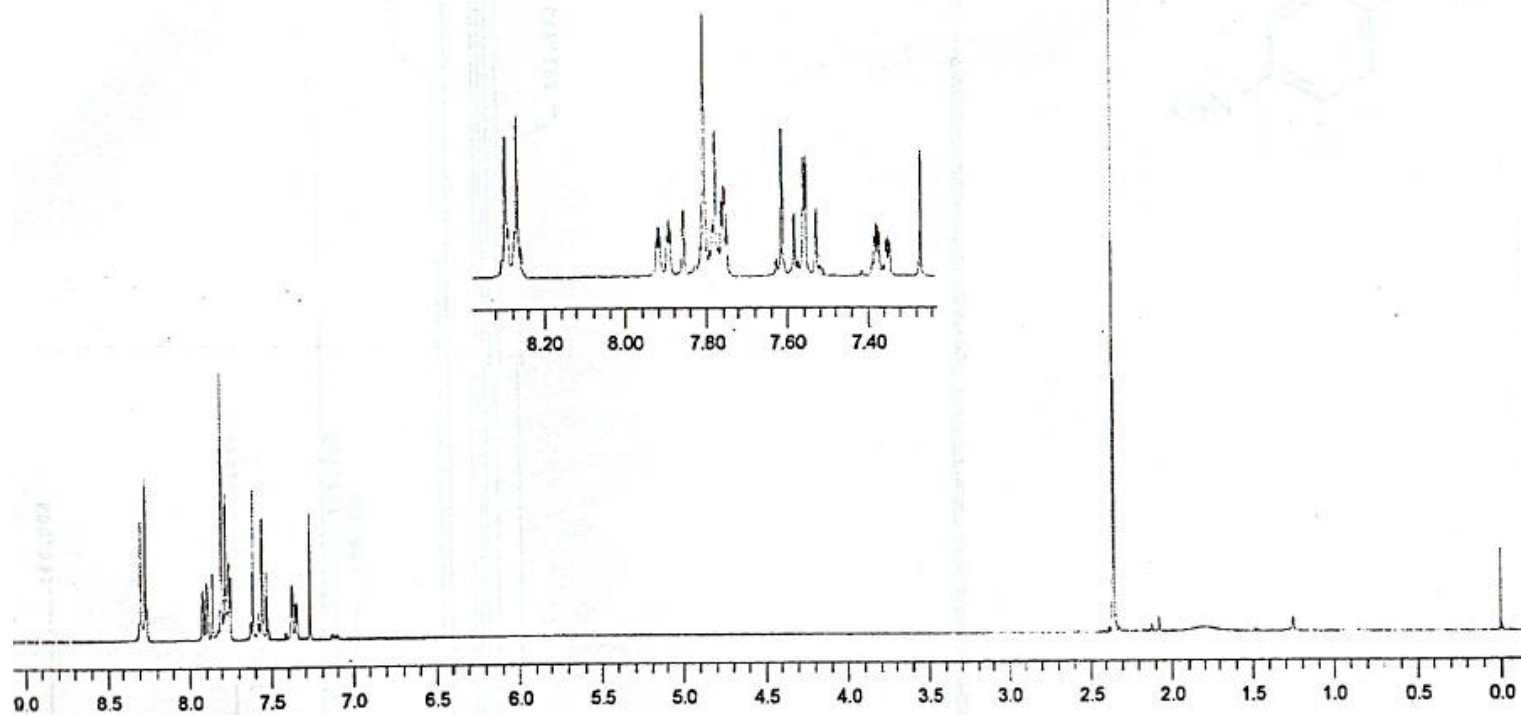


Anexo 7. Espectro de <sup>1</sup>H RMN do adulto Chalcona 8

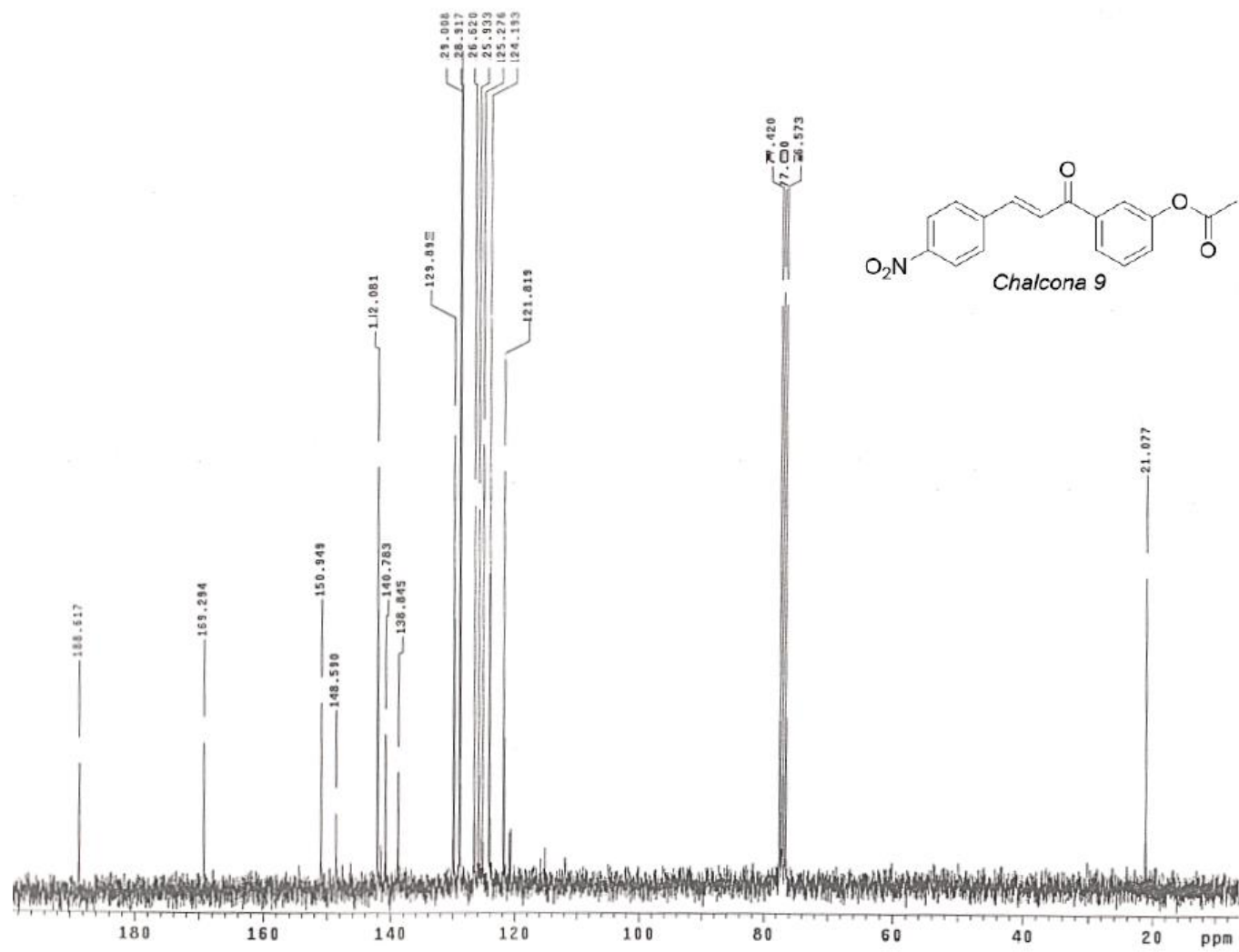




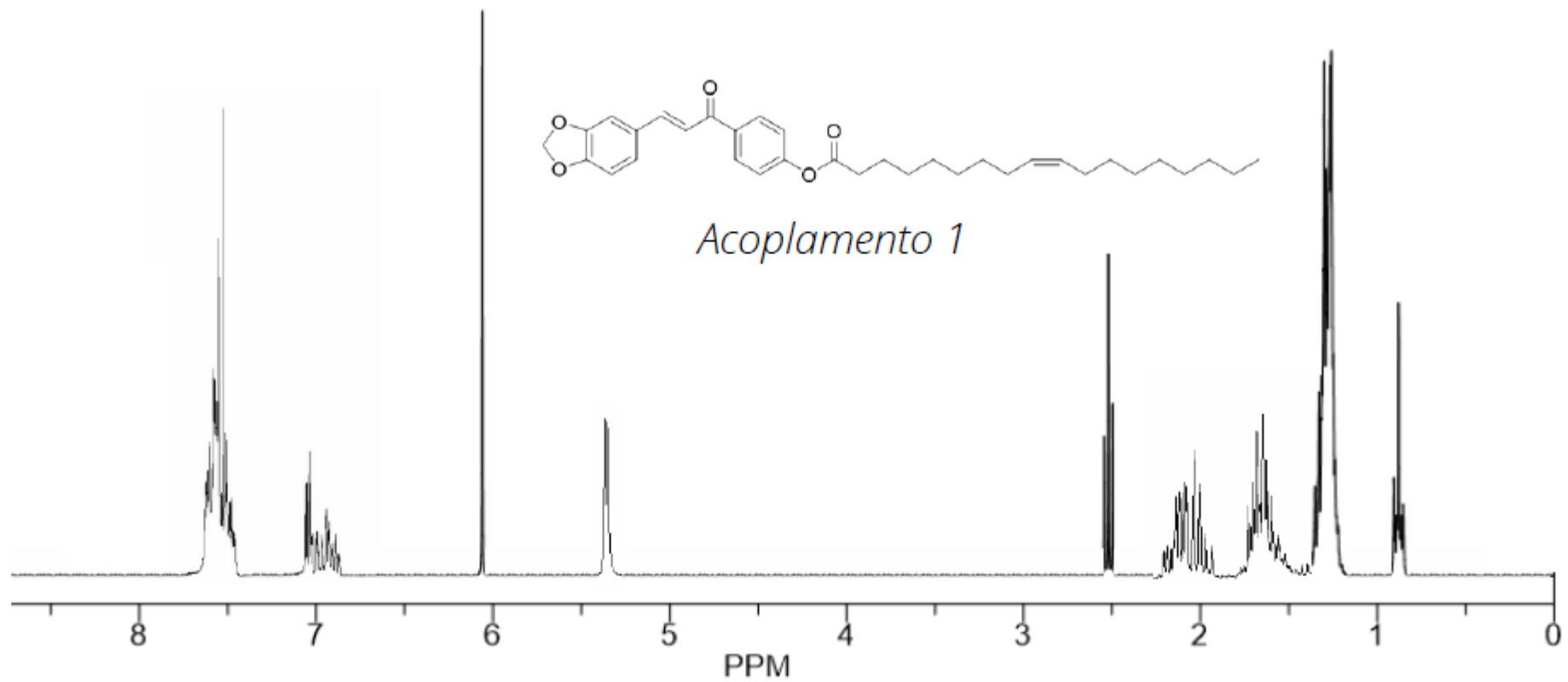
Anexo 8. Espectro de  $^{13}\text{C}$  RMN do adulto Chalcona 8



Anexo 9. Espectro de <sup>1</sup>H RMN do adulto Chalcona 9



Anexo 10. Espectro de  $^{13}\text{C}$  RMN do adulto Chalcona 9



**Anexo 11.** Espectro de <sup>1</sup>H RMN do adulto Acoplamento 1