



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E NATURAIS
FACULDADE DE QUÍMICA

RAFAEL SILVA DIAS

SÍNTESE DE DERIVADOS DA 2,4'-DI-METÓXI-CHALCONA

BELÉM/PA
2018

RAFAEL SILVA DIAS

SÍNTESE DE DERIVADOS DA 2,4'-DI-METÓXI-CHALCONA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado para a obtenção do grau de Bacharel em Química Industrial, Faculdade de Química, Instituto de Ciências Exatas e Naturais, Universidade Federal do Pará.

Orientador: *Prof. Dr. Heriberto Rodrigues Bitencourt*

BELÉM/PA
2018

RAFAEL SILVA DIAS

SÍNTESE DE DERIVADOS DA 2,4'-DI-METÓXI-CHALCONA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado para a obtenção do grau de Bacharel em Química Industrial, Faculdade de Química, Instituto de Ciências Exatas e Naturais, Universidade Federal do Pará.

Orientador: *Prof. Dr. Heriberto Rodrigues Bitencourt*

Apresentado em 08/01/2018

Conceito: _____

Banca Examinadora

Prof. Dr. Heriberto Rodrigues Bitencourt
Faculdade de Química /ICEN/ UFPA – Orientador

Prof. Dr. Andrey Moacir do Rosário Marinho
Faculdade de Química/ICEN/UFPA – Membro

Esp. Maria das Graças Cardoso Tavares
Sec. Municipal de Saúde de Acará/PA - Membro

Dedico este trabalho
a minha família e amigos,
pelo apoio.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, pelo incentivo e zelo.

Ao Prof. Dr. Heriberto Rodrigues Bitencourt, pela orientação e paciência ao ensinar-me no decorrer deste projeto.

Ao pesquisador Dr. Antônio Pedro da Silva Souza Filho (EMBRAPA), por sua colaboração na realização dos testes alelopáticos.

À FAPESPA, pelo auxílio financeiro concedido (projeto nº004/2014).

À Universidade Federal do Pará, por me proporcionar esta formação acadêmica.

Aos membros da banca examinadora pela revisão do texto e sugestões valiosas.

Aos meus amigos, Pamella Cristiny, Camila Cardoso, Carla Jaqueline, Wilson Jefferson e Brenda Fortunato, pelo companheirismo durante a graduação.

“É muito melhor lançar-se em busca de conquistas grandiosas, mesmo expondo-se ao fracasso, do que alinhar-se com os pobres de espírito, que nem gozam muito nem sofrem muito, porque vivem numa penumbra cinzenta, onde não conhecem nem vitória, nem derrota”.

Theodore Roosevelt

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo sintetizar a 2,4'-di-metóxi-chalcona, produzir seus derivados, para caracteriza-los e verificar a atividade alelopática. A 2,4'-di-metóxi-chalcona foi produzida pelo método de condensação de Claisen-Schmidt, com bom rendimento (87%), utilizando os reagentes 4'-metóxi-acetofenona e Orto-anisalaldeído. Os derivados foram sintetizados a partir da 2,4'-di-metóxi-chalcona adicionando em reações diferentes H₂O₂, Hidroxilamina, Uréia e Tio-semi-carbazida, produzindo quatro substâncias. A identificação foi feita utilizando espectroscopia de RMN¹H, ¹³C, Massas e Infra-vermelho. Os testes alelopáticos de inibição de sementes de plantas daninhas foram realizados somente para Oxima e a 2,4'-di-metóxi-chalcona, onde foi observado uma atividade significativa para inibição do crescimento, tanto do Hipocótilo e da Radícula de ambas as espécies, malícia e mata-pasto, nas concentrações de 100, 200 e 300 mg.L⁻¹.

Palavras-chaves: Chalcona, Alelopatia, Derivados.

LISTA DE FIGURAS E TABELAS

FIGURA 01-	Equação química da reação de condensação da Chalcona.....	12
FIGURA 02-	Mecanismo da reação de Claisen-Schmidt.....	13
FIGURA 03-	Equação química da 2,4'-di-metóxi-chalcona.....	14
FIGURA 04-	Equação química da Oxima.....	15
FIGURA 05-	Equação química da Oxazolidinona.....	16
FIGURA 06-	Equação química do Epóxido.....	16
FIGURA 07-	Equação química da formação de Tio-semi-carbazona.....	17
FIGURA 08-	Equação química da uréia.....	18
FIGURA 09-	Espectro de RMN ¹ H da 2,4'-di-metóxi-chalcona.....	19
FIGURA 10-	Espectro de RMN ¹ H expandido da 2,4'-di-metóxi-chalcona.....	20
FIGURA 11-	Espectro de ¹³ C da 2,4'-di-metóxi-chalcona.....	20
FIGURA 12	Espectro de massas do Epóxido.....	21
FIGURA 13	Esquema de fragmentação do Epóxido.....	22
FIGURA 14	Espectro de infravermelho do Epóxido.....	22
FIGURA 15	Espectro de massas da Oxazolidinona.....	23
FIGURA 16	Esquema de fragmentação da Oxazolidinona.....	24
FIGURA 17	Espectro de infravermelho da Oxazolidinona.....	24
FIGURA 18	Espectro de massas da Oxima.....	25
FIGURA 19	Espectro de infravermelho da Oxima.....	25
FIGURA 20	Espectro de massas da Tio-semi-carbazona.....	26
FIGURA 21	Espectro de infravermelho da Tio-semi-carbazona.....	27
TABELA 01	Resultado dos testes alelopáticos.....	27

LISTA DE SIGLAS, ABREVIATURA E SÍMBOLOS

d Dubleto

dd Dubletoduplo

ddd Duplo duplodubleto

dl Dubleto largo

δ Deslocamento químico em parte por milhão

EtOH Etanol

Fig Figura

°C Graus Celsius

mL Mililitros

g Grama

h Horas

Hz Hertz

J Constante de Acoplamento Escalar (Hz)

MeOH Metanol

NaOH Hidróxido de Sódio

HO- Íon Hidroxila

RMN¹H Ressonância Magnética nuclear de Hidrogênio

RMN¹³C Ressonância Magnética nuclear de carbono-13

s Simpleto

sl Simpleto largo

TMS Tetrametilsilano

UV Ultra-Violeta

IV Infravermelho

EM Espectro de Massas

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 OBJETIVOS	11
2.1 OBJETIVOS GERAIS	11
2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS	11
3 REVISÃO BIBLIOGRAFICA	11
3.1 ALELOPATIA	11
3.2 SÍNTESE DE CHALCONAS VIA CONDENSAÇÃO DE CLAISEN-SCHMIDT.....	12
4 PARTE EXPERIMENTAL	13
4.1 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS.....	13
4.2 REAGENTES E SOLUÇÕES	13
4.3 PROCEDIMENTO PARA OBTENÇÃO DAS SUBSTÂNCIAS.....	14
4.3.1 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona.....	14
4.3.2 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-oxima.....	15
4.3.3 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-oxazolidinona.....	15
4.3.4 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-epóxido.....	16
4.3.5 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-tio-semi-carbazona.....	17
4.3.6 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-uréia.....	17
4.4 AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ALELOPÁTICA DAS SUBSTÂNCIAS.....	18
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	18
5.1 IDENTIFICAÇÕES DAS SUBSTÂNCIAS.....	19
5.1.1 Identificação de 2,4'-di-metóxi-chalcona.....	19
5.1.2 Identificação do Epóxido.....	21
5.1.3 Identificação do Oxazolidinona.....	22
5.1.4 Identificação do Oxima.....	24
5.1.5 Identificação do Tio-semi-carbazona.....	26
5.2 RESULTADO DO TESTE ALELOPÁTICO.....	27
6 CONCLUSÃO	28
REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS	29

1 INTRODUÇÃO

O aumento da população acarreta consigo o aumento da produção de alimentos, sendo introduzido no início do século XX, os fertilizantes que são responsáveis pelo aumento da produtividade da atividade agroindustrial. Porém, o uso crescente tem se tornado um problema ambiental e de saúde pública, quando se observa que o uso dessas substâncias pode ser nocivo a natureza, pelo motivo dos compostos conhecidos serem pouco seletivos, e de saúde pública, pelo fato de resíduos dessas substâncias persistirem em alimentos tratados e serem prejudiciais à saúde (SISINNO & OLIVEIRA-FILHO, 2013).

A preocupação com tais poluentes tem estimulado a ciência a buscar novas tecnologias menos agressivas ao meio ambiente (SISINNO & OLIVEIRA-FILHO, 2013).

O Brasil é um dos maiores exportadores de carne do mundo, possuindo o maior rebanho, o que implica ser uma atividade de grande importância econômica. A sustentabilidade da pecuária brasileira está baseada na pastagem, pois 90% da produção brasileira está baseada exclusivamente em pasto (PEREIRA, et al., 2011). As plantas daninhas são um dos principais fatores responsáveis pela baixa produtividade das pastagens brasileiras. Tanto as plantas invasoras quanto as forrageiras requerem para seu desenvolvimento, água, luz, nutrientes e geralmente se adaptam ao ambiente por seleção natural (SILVA, 2006).

O controle dessas plantas daninhas é claramente necessário, porém a erradicação de algumas espécies pode ser extremamente difícil. Os métodos de controle mais empregados são o químico (herbicidas, tais como as triazinas e sais de glifosato) (SISINNO & OLIVEIRA-FILHO, 2013) e mecânico, dependendo do tipo e densidade das plantas a serem controladas (SILVA, 2006). Os herbicidas se encontram entre as substâncias mais preocupantes do ponto de vista ambiental, particularmente devido as suas características de mobilidade de

solo, o que os leva a serem mais facilmente detectadas em águas subterrâneas (SISINNO & OLIVEIRA-FILHO, 2013).

Chalconas são quimicamente definidas como cetonas α - β insaturadas, com esqueleto 6-3-6 e núcleo 1,3-diarilprop-2-en-1-ona (SOUZA, JÚNIOR, AQUINO, 2011). As Chalconas fazem parte da classe dos flavonóides, como uma de suas subclasses, onde tanto a carbonila quanto a porção olefínica estão ligadas a grupamentos aromáticos. Possuem amplo espectro de atividade biológica e são alvos de vários estudos de isolamento, identificação e investigação de propriedades biológicas (DORNAS, et al., 2008), como antifúngica, antibacteriana, antileishmania, entre outras (VOLTOLINI, 2010).

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS GERAIS

Sintetizar e caracterizar a 2,4'-di-metoxi-chalcona e derivados, para utilização em bioensaios alelopáticos.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Sintetizar a 2,4'-di-metoxi-chalcona e derivados.
- Determinar a atividade alelopática da 2,4'-di-metoxi-chalcona e derivados sintetizados sobre a inibição da germinação das sementes de planta daninha de área de pastagem Malícia (*Mimosa pudica L.*) e Mata Pasto (*Senna obtusifolia*).
- Caracterizar as chalconas e derivados sintetizados utilizando métodos físico-químicos de identificação, ressonância magnética nuclear de hidrogênio e de carbono-13, IV e Massas.

3 REVISÃO BIBLIOGRAFICA

3.1 ALELOPATIA

O conceito descreve a influência de um indivíduo sobre o outro, seja prejudicando ou favorecendo o segundo, e sugere que o efeito é realizado por biomoléculas (denominadas aleloquímicos) produzidas por uma planta e lançadas no ambiente (SILVA, 2006). Alelopatia é o fenômeno em que plantas interagem entre si, geralmente de maneira não-específica, via metabólitos secundários dispersos no ambiente, abaixo ou acima do solo, esses compostos reduzem a competição de outras espécies por inibir sua germinação ou crescimento (PEREIRA, et al., 2011)

3.2 SÍNTESE DE CHALCONAS VIA CONDENSAÇÃO DE CLAISEN-SCHMIDT

A reação de Claisen-Schmidt (Figura 1) é descrita como a reação de condensação de aldeídos aromáticos com cetonas alifáticas ou alquil-aril-cetonas na presença de um álcali aquoso para formar cetonas α, β -insaturadas (VOGEL, 1989).

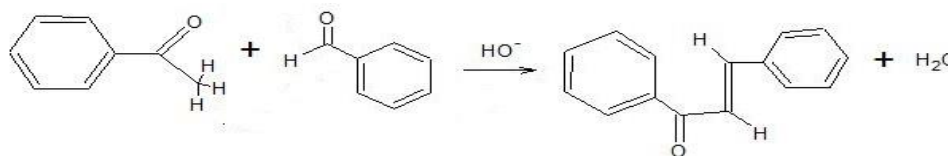


Figura 1 – Equação química da reação de condensação da Chalcona

O primeiro passo é a condensação aldólica envolvendo a adição nucleofílica do carbânion derivado da metil-cetona para o carbono da carbonila do aldeído aromático. Em seguida, desidratação da hidróxi-cetona para formar um composto conjugado que ocorre espontaneamente (Figura 2).

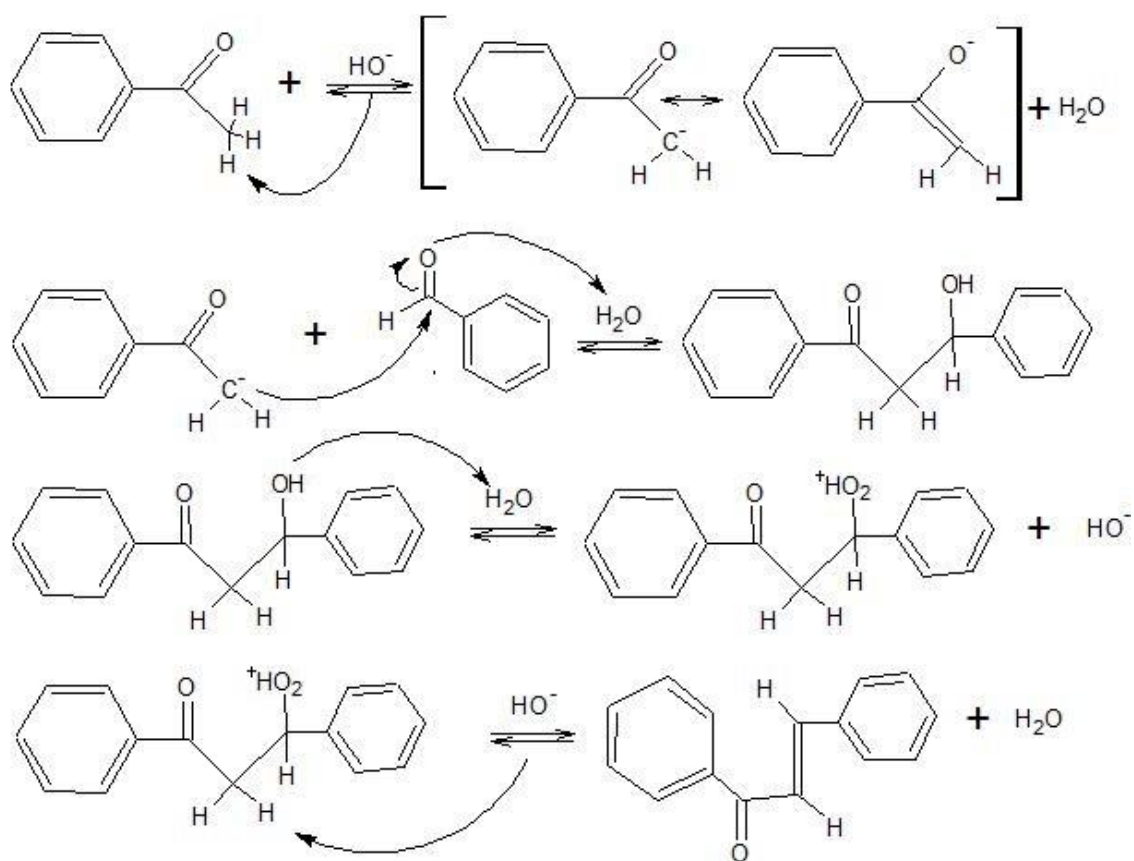


Figura 2 – Mecanismo da reação de Claisen-Schmidt

4 PARTE EXPERIMENTAL

4.1 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

- Espectrômetro de ressonância magnética nuclear Varian Mercury DX-300 (Pós-Graduação em Química/ UFPA);
- Câmara de Germinação;
- Medidor de Ponto de Fusão. Marca: GEHAKA. Modelo: PF-1000;
- Chapa Agitadora com aquecimento. Marca QUIMIS.
- Espectrômetro de Massas
- Espectrômetro de Infravermelho

4.2 REAGENTES E SOLUÇÕES

Hidróxido de sódio (NaOH) 10%, etanol (EtOH), metanol (MeOH), Isopropanol, acetato de etila, clorofórmio, 4'-acetofenona, orto-anisaldeídos, Peróxido de Hidrogênio (H₂O₂), Hidroxilamina e Uréia, todas PA, Sigma-Aldrich.

4.3 PROCEDIMENTO PARA OBTENÇÃO DAS SUBSTÂNCIAS

4.3.1 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona

Em balão de fundo chato e boca esmerilhada (125mL), foram adicionados na seqüência: o solvente (15mL; EtOH ou MeOH), a 4'-metóxiacetofenona (3,15g), o catalisador (10mL de solução de NaOH 10%) e orto-anisaldeído (3,39g) (Figura 3). A mistura de reação foi mantida em agitação magnética à 40°C por 3h. Posteriormente, foi resfriada e deixada em freezer durante 24h. Após esse período foi feito a lavagem, para retirar o excesso de base, e extração com acetato de etila (ou clorofórmio). Em seguida foi feito a secagem e a evaporação do solvente.

Obteve-se um líquido viscoso castanho com rendimento de 86,88%.

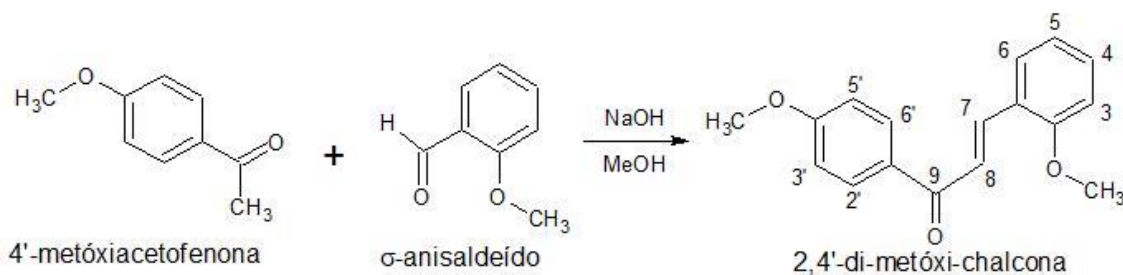


Figura 3 – Equação química da 2,4'-di-metoxi-chalcona

RMN-¹H (300MHz; CDCl₃) δ : 7,63 (dd, 1H, J=1,5Hz, J=7Hz; H-6), 6,93 (d, 1H, J=8Hz; H-3), 6,98 (dd, 1H, J=7Hz, J=7Hz; H-5), 7,36 (ddd, 1H, J=8Hz, J=7Hz, J=1,5Hz; H-4), 8,10 (d, 1H, J=16Hz; H-7), 7,63 (d, 1H, J= 16Hz; H-8), 8,03 (dt, 2H, J=8,7Hz; 0,9Hz; H-2' e H-6'), 6,97 (dt, 2H, J=8,7Hz; 0,9Hz), 3,90 (s, 3H; C2-OCH₃), 3,87 (s, 3H; C4'-OCH₃).

RMN-¹³C (75MHz; CDCl₃) δ : 123,9 (C1), 158,5 (C2), 111,0 (C3), 131,4 (C4), 120,5 (C5), 129,0 (C6), 139,3 (C7), 122,4 (C8), 189,1 (C9), 131,2 (C1'), 130,6 (C2'), 113,6 (C3'), 163,1 (C4'), 113,6 (C5'), 130,6 (C-6'), 55,34 (C2-OCH₃), 55,38 C4'-OCH₃).

4.3.2 Síntese de 2,4'-dimetóxi-chalcona-oxima

Em balão de fundo chato e boca esmerilhada (125mL), foram adicionados na seqüência: o solvente (15mL; EtOH ou MeOH), a 2,4'-di-metóxi-chalcona (3g), o catalisador (3g de Na₂SO₄) e Hidroxilamina (3g) (Figura 4). A mistura de reação foi mantida em agitação magnética à temperatura ambiente por 24h. Posteriormente, foi resfriada e deixada em freezer durante 24h. Após esse período foi feito a lavagem e extração com acetato de etila (ou clorofórmio). Em seguida foi feito a secagem e a evaporação do solvente. Posteriormente o produto foi recristalizado em acetato de etila e metanol.

Obteve-se cristais brancos, P.f. 124-132 e rendimento 52,95%.

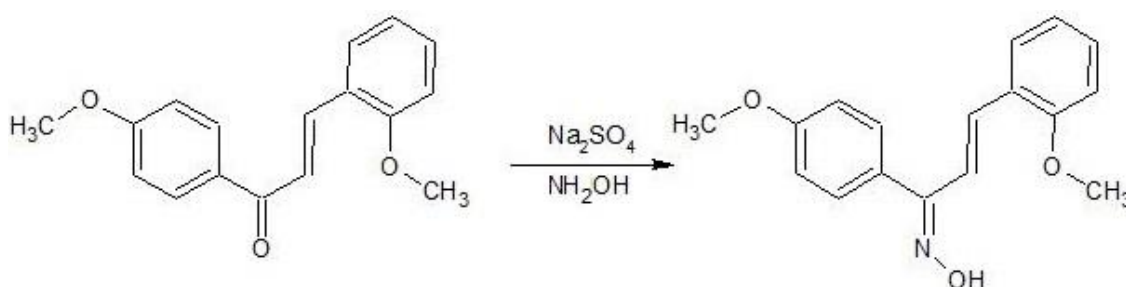


Figura 4 – Equação química da Oxima

IV (KBr): 3050, 3000, 1590, 1680, 1500, 1000, 750.

EM (70eV): 284(3,96%; [M+1]⁺), 266(14,85%; [M-17]⁺), 137(100%), 107(33,66%; [A-43]⁺).

4.3.3 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-oxazolidinona

Em balão de fundo chato e boca esmerilhada (125mL), foram adicionados na seqüência: o solvente (15mL; EtOH ou MeOH), a 2,4'-di-metóxi-chalcona (3g), o catalisador (10mL de solução de NaOH 10%, mais 2g de CaCO₃) e Hidroxilamina (3g) (figura 5). A mistura de reação foi mantida em agitação magnética à 40°C por 5h. Posteriormente, foi resfriada e deixada em freezer durante 24h. Após esse período foi feito a lavagem e extração com acetato de etila (ou clorofórmio). Em seguida foi feito a secagem e a evaporação do

solvente. Posteriormente o produto foi recristalizado em acetato de etila e metanol.

Obteve-se cristais brancos, P.f. 124-128 °C e rendimento 23,84%.

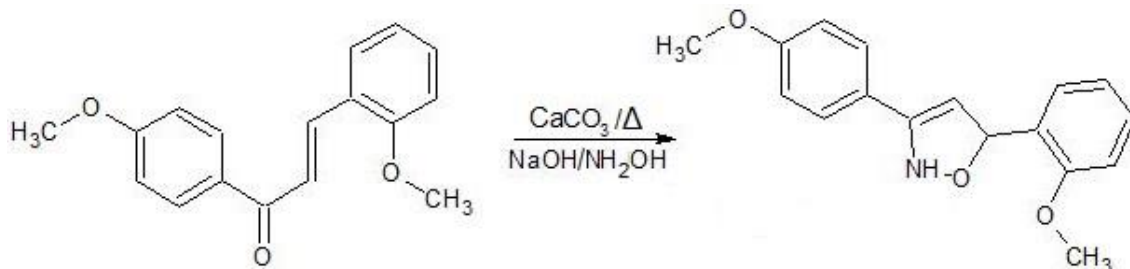


Figura 5 – Equação química da oxazolidinona

IV (KBr): 2970, 1650, 1590, 1680, 1500, 1410, 1200, 1000, 800.

EM (70eV): 284(2,97%; [M+1]⁺), 283(18,81%; [M]⁺), 175(2,97%), 136(100%; [B+29]⁺), 135(72,28%; [B+30]⁺).

4.3.4 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-epóxido

Em balão de fundo chato e boca esmerilhada (125mL), foram adicionados na seqüência: o solvente (15mL; EtOH ou MeOH), a 2,4'-di-metóxi-chalcona (1,5g), o catalisador (2mL de solução de NaOH 10%) e peróxido de hidrogênio (5 mL) gotejado (figura 6). A mistura de reação foi mantida em agitação leve por alguns minutos, e imediatamente levada ao freezer durante 24h. Após esse período foi feita a lavagem e extração com acetato de etila (ou clorofórmio). Em seguida foi feito a secagem e a evaporação do solvente. Posteriormente o produto foi recristalizado em acetato de etila e metanol.

Obteve-se cristais brancos, P.f. 75-83°C e Rendimento 72,67%.

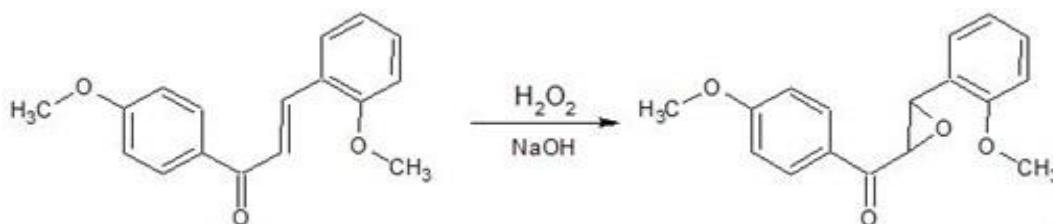


Figura 6 – Equação química do epóxido

IV (KBr): 3000, 1680, 1590, 1680, 1500, 1470, 1260, 800, 750.

EM (70eV): 285(19,80%; [M+1]⁺), 284(6,93%; [M+]⁺), ,135(100%; [A+28]⁺).

4.3.4 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-tio-semi-carbazona

Em balão de fundo chato e boca esmerilhada (125mL), foram adicionados na seqüência: o solvente (15mL; EtOH ou MeOH), a 2,4'-di-metóxi-chalcona (3,3g), o catalisador (5 gotas de HCl concentrado) e Tiosemicarbazida (1,1g) (Figura 7). A mistura de reação foi mantida em agitação magnética à temperatura ambiente por 3h. Posteriormente, foi resfriada e deixada em freezer durante 24h.

clorofórmio). Em seguida foi feito a secagem e a evaporação do solvente. Posteriormente o produto foi recristalizado em acetato de etila e metanol.

Obteve-se cristais vermelhos, P.f. 149-153°C e Rendimento 56,59%.

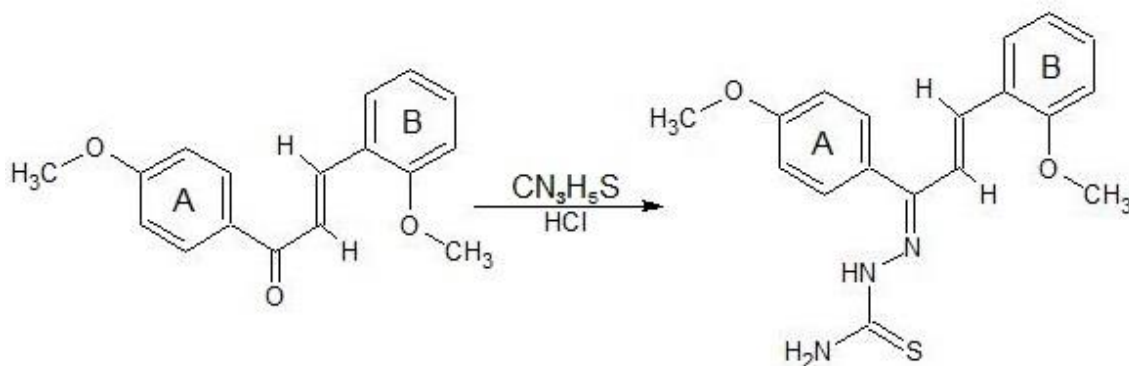


Figura 7 – Equação química da formação de Tio-semi-carbazona

IV (KBr): 3360, 3250, 1590, 1470, 1230, 1110, 1020, 840, 750.

EM (70eV): 340(26,73%, [M-1]⁺), 306(100%, [M-35]⁺), 292(25,74%), 239(55,44%), 222(13,86%), 58([CSN]⁺).

4.3.5 Síntese de 2,4'-di-metóxi-chalcona-uréia

Em balão de fundo chato e boca esmerilhada (125mL), foram adicionados na seqüência: o solvente (10mL de Isopropanol), a 2,4'-di-metóxi-chalcona (1g), o catalisador (10mL de solução de NaOH 10%) e Uréia (2g) (Figura 8). A mistura

de reação foi mantida em agitação magnética à frio por 3h. Posteriormente, foi resfriada e deixada em freezer durante 24h.

Obteve-se Material vermelho, esta síntese ainda está em andamento, sendo necessário recrystalizar o produto a fim de obter seu rendimento e ponto de fusão.

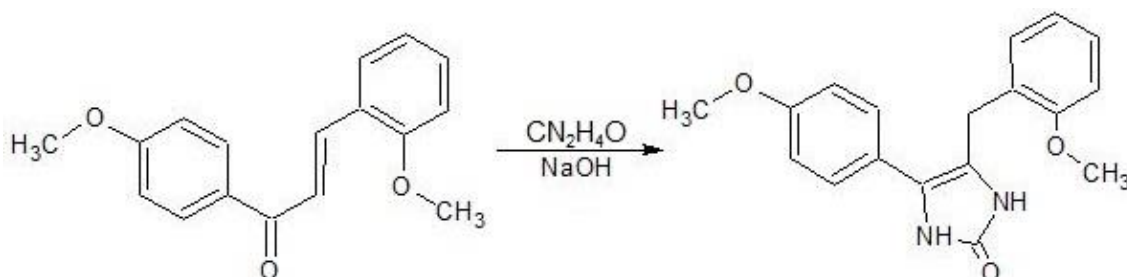


Figura 8 – Equação química da uréia

4.4 AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ALELOPÁTICA DAS SUBSTÂNCIAS

Os bioensaios de germinação foram desenvolvidos em câmaras de germinação, com temperatura constante de 25°C e fotoperíodo de 12 horas. A germinação foi monitorada em períodos de 5 dias, com contagens diárias e eliminação das sementes germinadas. Foram utilizadas três placas de Petri, de 9,0cm de diâmetro, forrada com papel de filtro qualitativo, cada placa recebeu 15 sementes. As avaliações das substâncias foram feitas nas concentrações de 100, 200 e 300mgL⁻¹, tendo como solvente o clorofórmio. Cada placa de Petri de 9,0cm de diâmetro recebeu 3mL de solução. Após a adição das soluções, deixou-se evaporar o solvente e adicionou-se 3mL de água destilada. As substâncias foram adicionadas apenas uma vez, no início de cada bioensaio, sendo adicionada, a partir de então, apenas água destilada, sempre que se fazia necessário. Como plantas receptoras, foram utilizadas as espécies de plantas daninhas de área de pastagem cultivada malícia (*Mimosa pudica* L.- Família *Fabaceae*) e mata-pasto (*Senna obtusifolia* L.).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 IDENTIFICAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS

Para a 2,4'-di-metoxi-chalcona, foi empregado espectrometria de RMN¹H e C¹³. Para os derivados, utilizou-se espectrometria de infravermelho e Espectrometria de massas, a fim de confirmar a estrutura e os grupos funcionais.

5.1.1 Identificação da 2,4'-dimetóxi-chalcona

Nos espectros de RMN¹H, identifica-se os sinais relativos aos hidrogênios H-8 e H-7 como um sistema do tipo AB, com o duplete de constante de acoplamento de $J=16\text{Hz}$, indicando a conformação trans. Também, os sinais relativos aos hidrogênios aromáticos e aqueles relativos aos hidrogênios das metoxilas em (3,860 – 3.900). Para o anel A foi verificado o sistema AA'BB' de H-3'– H-5' e H-2' – H-6' em (6,960 – 6,989), e (8,025 – 8,054), respectivamente (Figura 9 e 10).

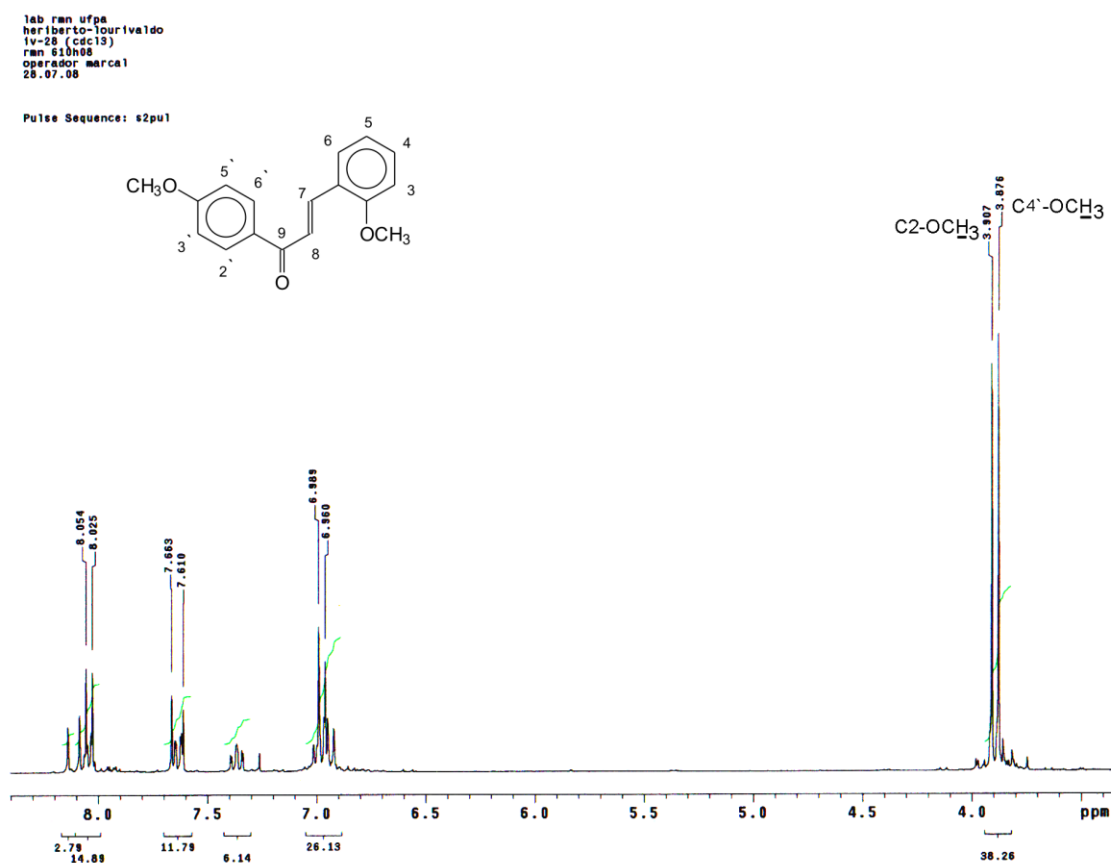


Figura 9 – Espectro de RMN¹H da 2,4'-di-metóxi-chalcona

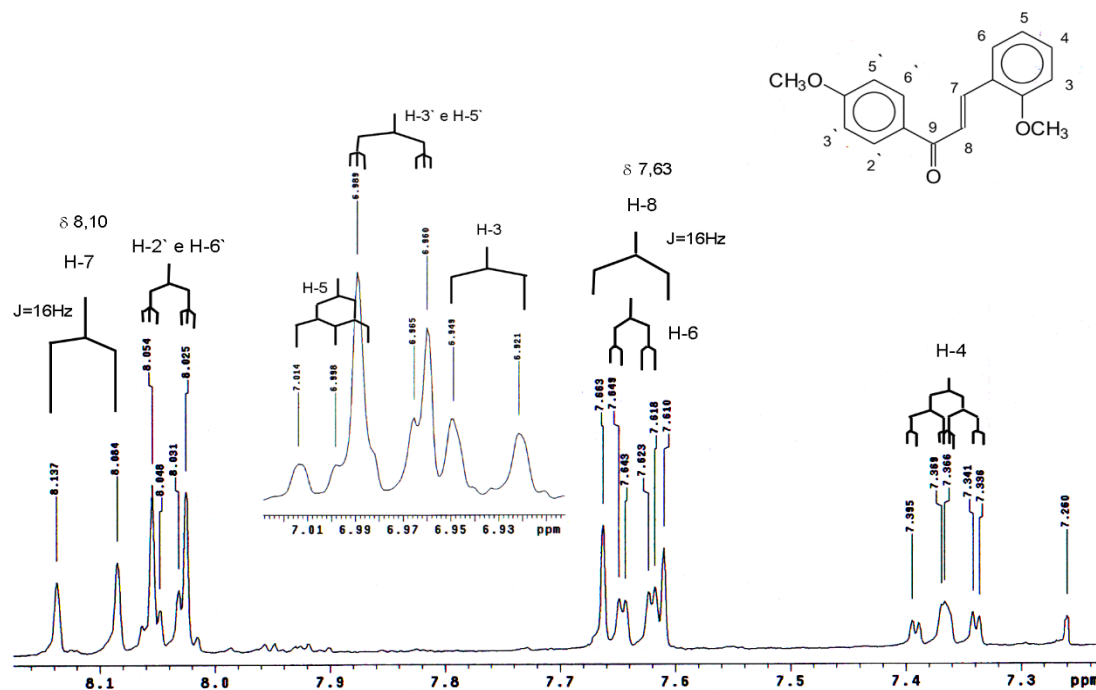


Figura 10 – Espectro de RMN¹H Expandido da 2,4'-di-metóxi-chalcona

No espectro de RMN¹³C (75MHz; CDCl₃) da 2,4'-dimetóxi-chalcona, foram identificados os sinais relativos aos carbonos aromáticos, aos carbonos olefínicos (C7 e C8), aquele relativo ao carbono carbonílico (C9) e aos carbonos da metoxila (Figura 11).

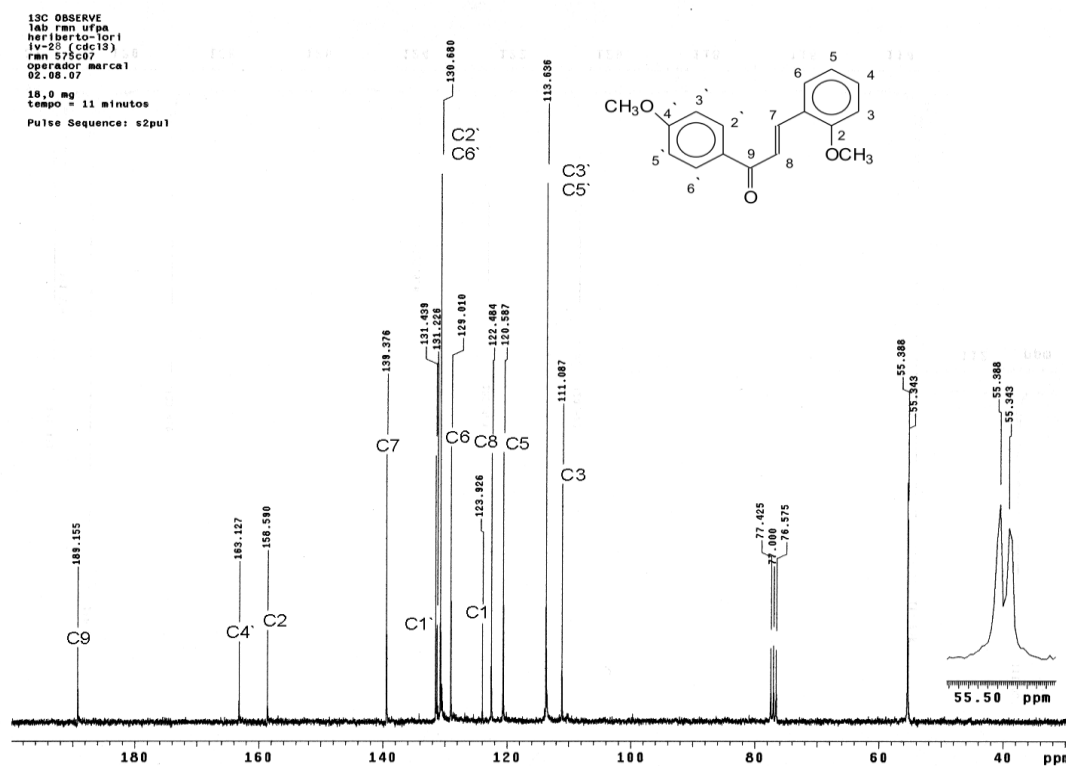


Figura 11 – Espectro de ¹³C da 2,4'-di-metóxi-chalcona.

5.1.2 Identificação do Epóxido

Com base no espectro de massas (Figura 12), os derivados apresentam picos intensos referentes a fragmentos estruturalmente informativos para a confirmação de sua estrutura (Figura 13). No espectro de massas, observa-se que o pico referente ao íon molecular ($M+1$) tem m/z relativa à massa molar do Epóxido de 284 g/mol, dando uma fórmula molecular $C_{17}H_{16}O_4$, que coincide com a fórmula estrutural proposta para o Epóxido. Bem como, o provável produto fornecido pelo seu material de partida.

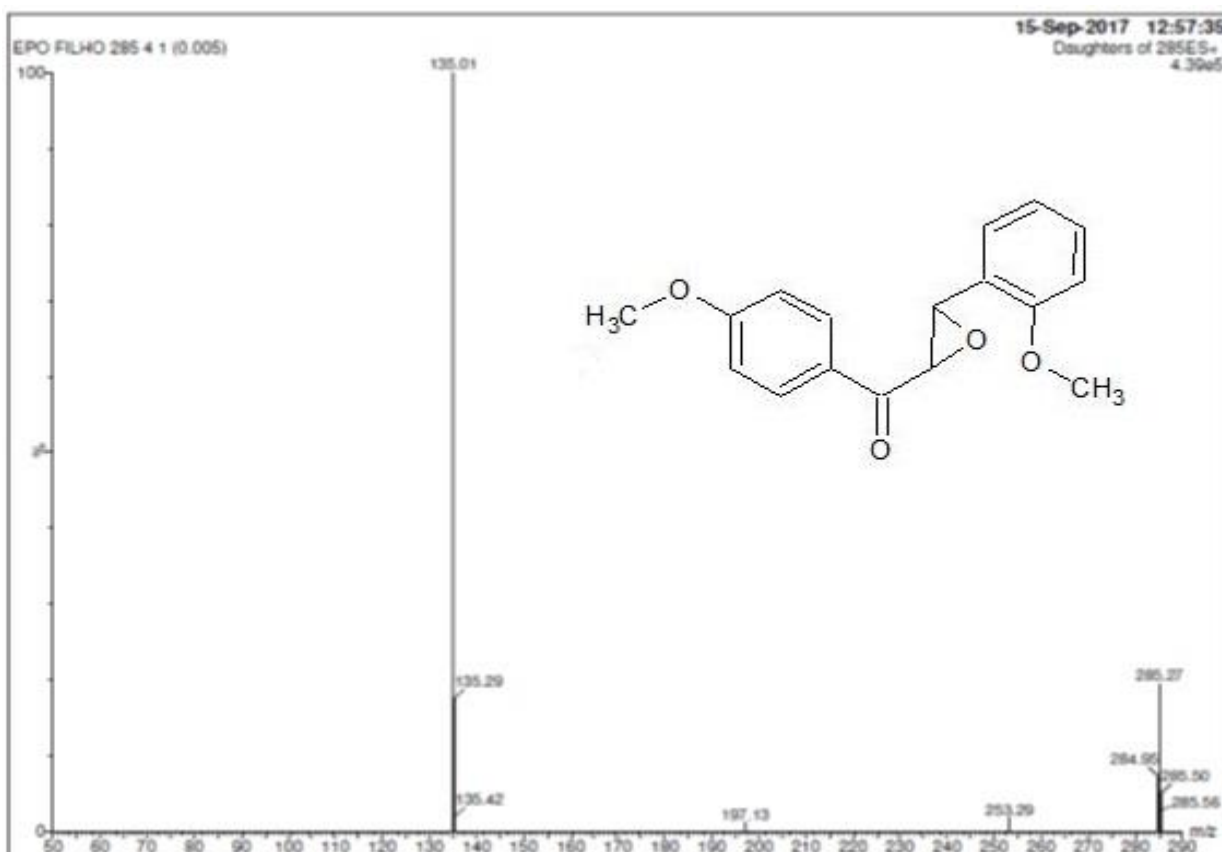


Figura 12 – Espectro de massas do Epóxido

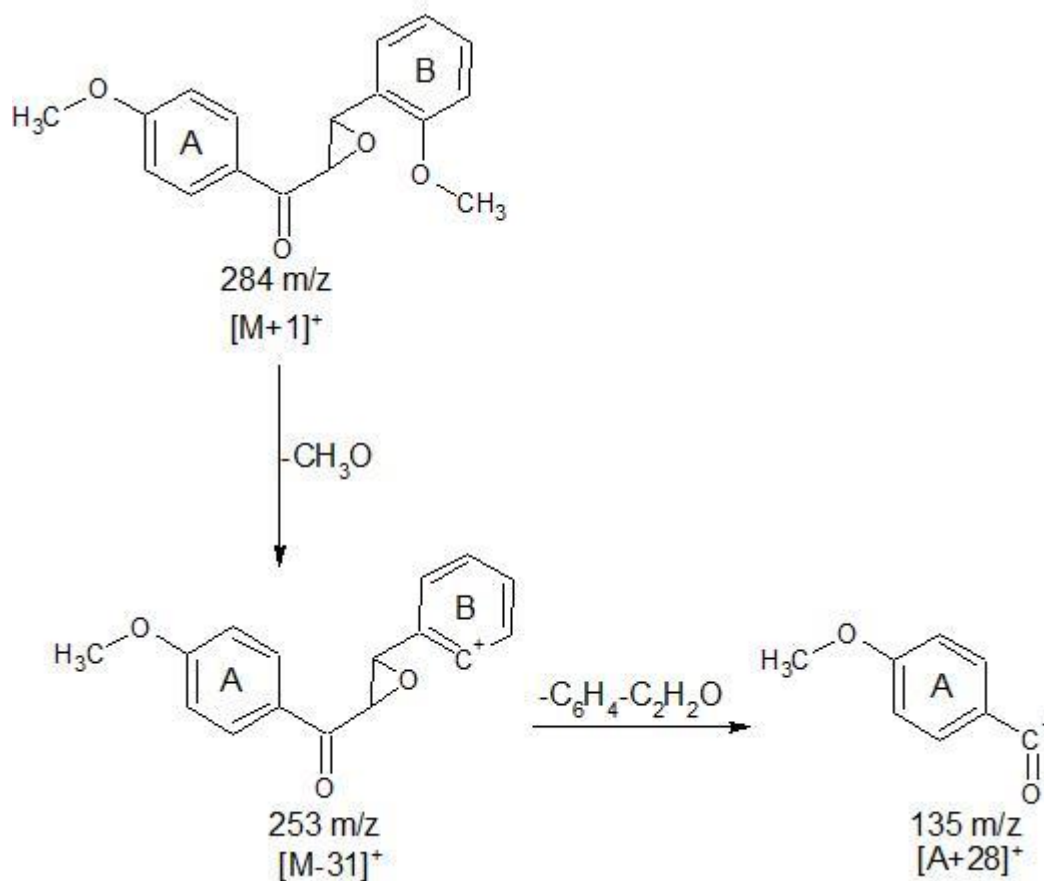


Figura 13 – Esquema de fragmentação do Epóxido

No espectro de infravermelho (Figura 14), observa-se o estiramento da carbonila, por uma banda forte entre 1680 cm^{-1} . Próximo a 900 cm^{-1} é observada uma banda média, referente ao estiramento do oxigênio do anel oxirana, observou-se também o estiramento das ligações metóxila, em uma banda forte próximo a 1260 cm^{-1} .

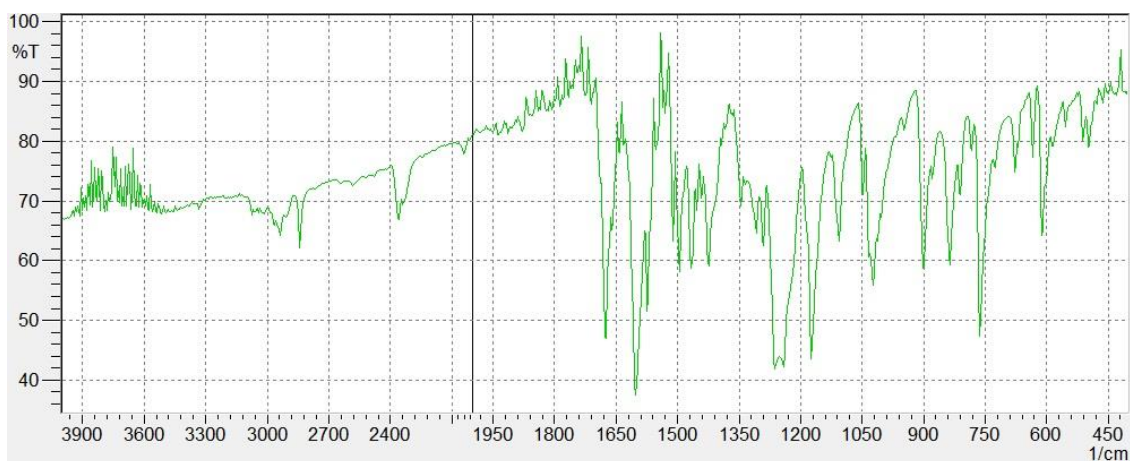


Figura 14 – Espectro de infravermelho do Epóxido

5.1.3 Identificação da Oxazolidinona

No espectro de massas (Figura 15), observa-se que o pico referente ao íon molecular (M^+) tem m/z relativa à massa molar da Oxazolidinona de 283 g/mol (Figura 16), dando uma fórmula molecular $C_{17}H_{17}NO_3$, que coincide com a fórmula estrutural proposta para a Oxazolidinona. Bem como, o provável produto fornecido pelo seu material de partida.

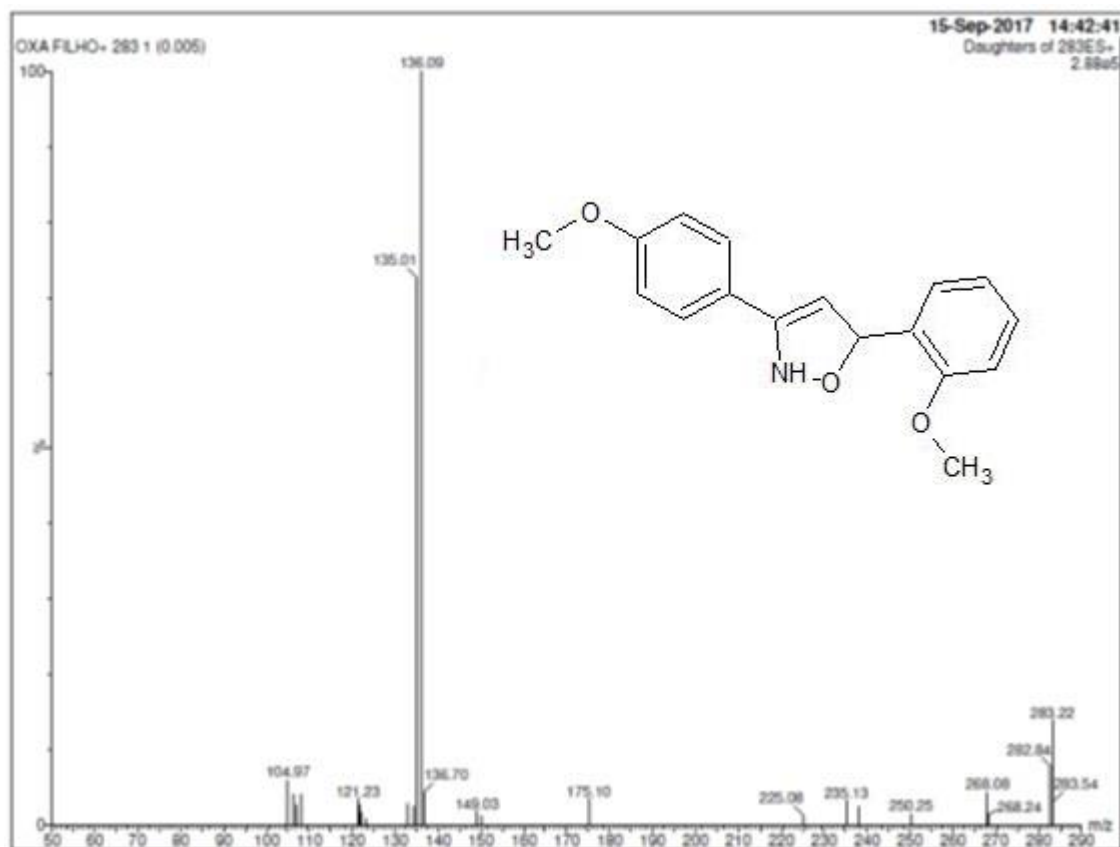


Figura 15 – Esquema de fragmentação da Oxazolidinona

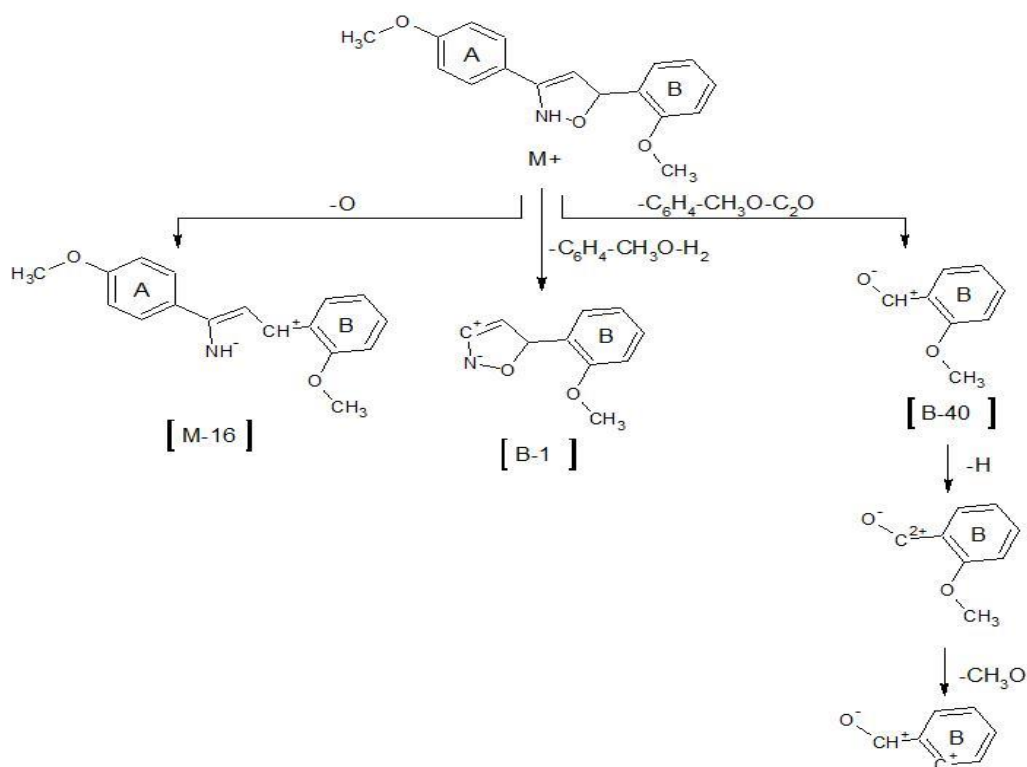


Figura 16 – Espectro de massas da Oxazolidinona

O espectro de infravermelho (Figura 17) apresenta estiramento do grupo NH com as bandas médias próximas a $1410\text{--}1440\text{ cm}^{-1}$. A amida mono-substituída aparece como bandas médias próximas entre $1500\text{--}1530\text{ cm}^{-1}$. O estiramento das ligações dos éteres aromáticos entre $1170\text{--}1260\text{ cm}^{-1}$.

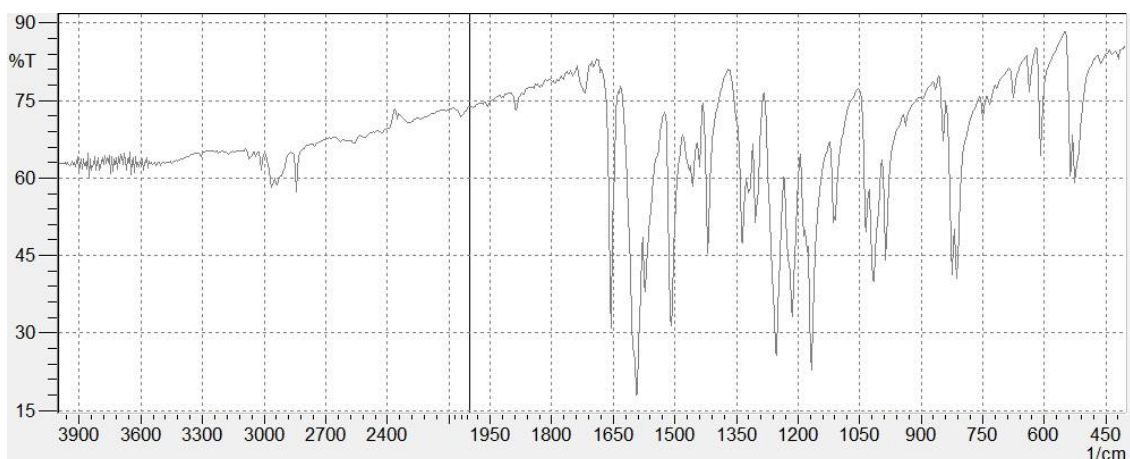


Figura 17 – Espectro de infravermelho da Oxazolidinona

5.1.3 Identificação da Oxima

No espectro de massas (Figura 18), observa-se que o pico referente ao íon molecular $[M+H]^+$ tem m/z relativa à massa molar da Oxima, de 283 g/mol , dando uma fórmula molecular $C_{17}H_{17}NO_3$, que coincide com a fórmula estrutural

proposta para a Oxima. Bem como, o provável produto fornecido pelo seu material de partida.

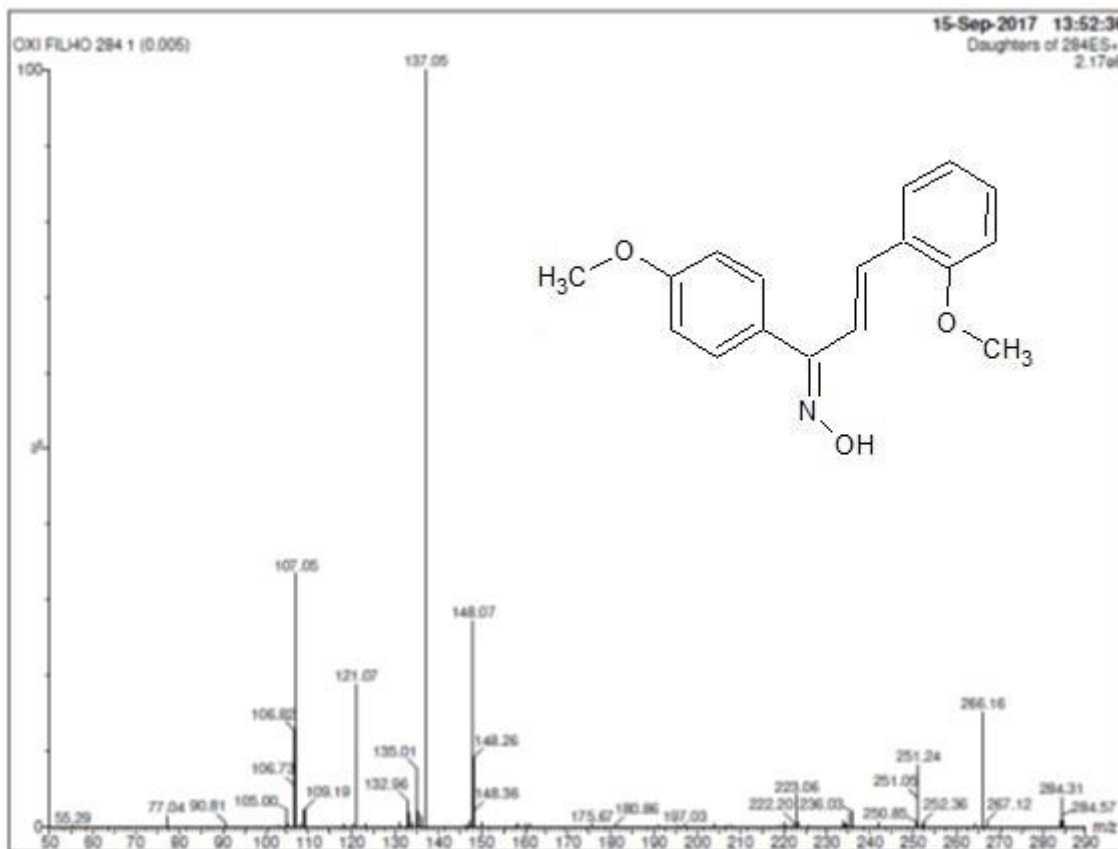


Figura 18 – Espectro de massas da Oxima

O espectro de infravermelho (Figura 19) apresenta o estiramento do grupo OH acima de 3000 cm^{-1} . Também é observável o estiramento das ligação da imina substituída entre $1560\text{--}1620\text{ cm}^{-1}$.

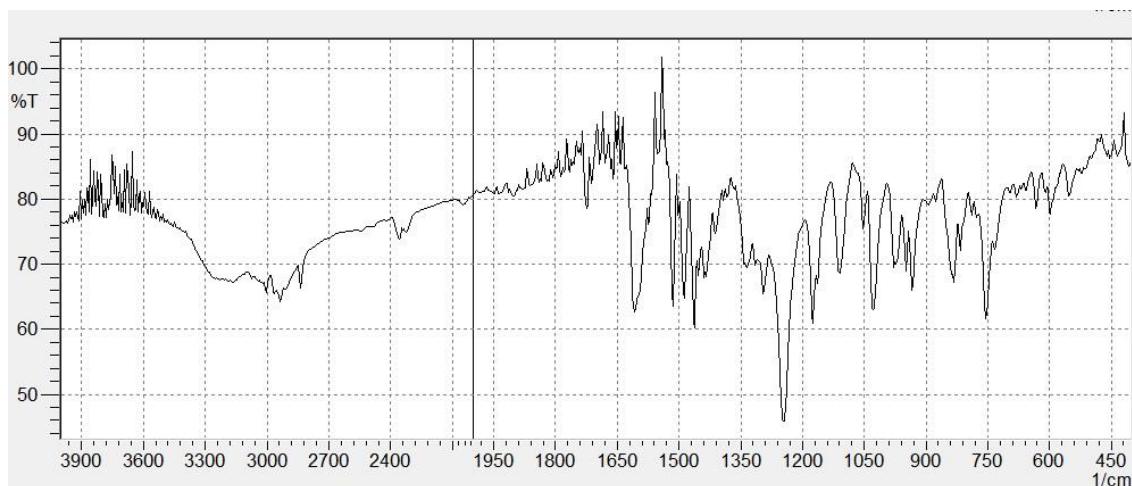


Figura 19 – Espectro de Infravermelho da Oxima

5.1.3 Identificação da Tio-semi-carbazona

No espectro de massas (Figura 20), observa-se que o pico referente ao íon molecular (M^+) tem m/z relativa à massa molar da Tio-semi-carbazona, de 341 g/mol, dando uma fórmula molecular $C_{18}H_{19}N_3O_2$, que coincide com a fórmula estrutural proposta para a Tio-semi-carbazona. Bem como, o provável produto fornecido pelo seu material de partida.

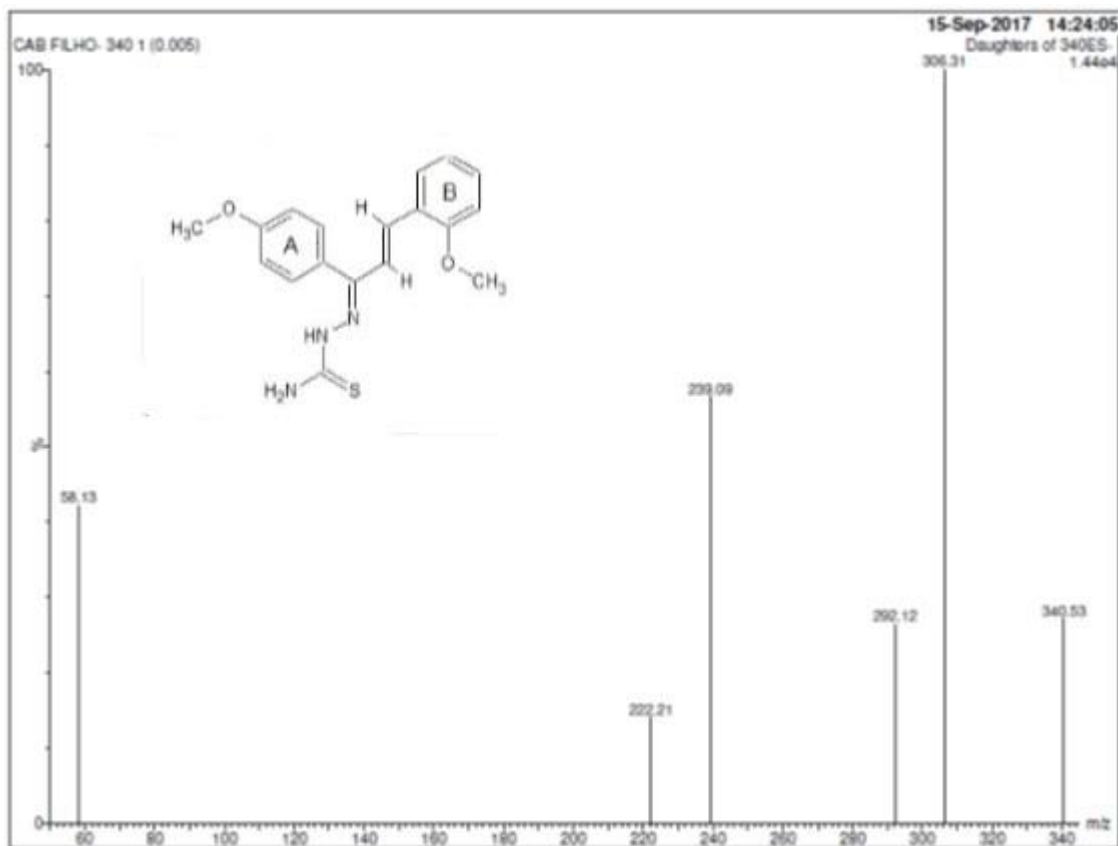


Figura 20 – Espectro de massas da Carbazona

O espectro de infravermelho (Figura 21) apresenta o estiramento do grupo amina (NH_2) em bandas médias acima de 3000 cm^{-1} . O grupo Imina substituída é apresentado pelo estiramento da banda forte entre $1600\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$. Entre $1440\text{--}1500\text{ cm}^{-1}$ pode ser observado o estiramento relativo ao grupo NH, e por fim, observa-se o estiramento relativo ao grupo $C=S$ entre $1300\text{--}1400\text{ cm}^{-1}$.

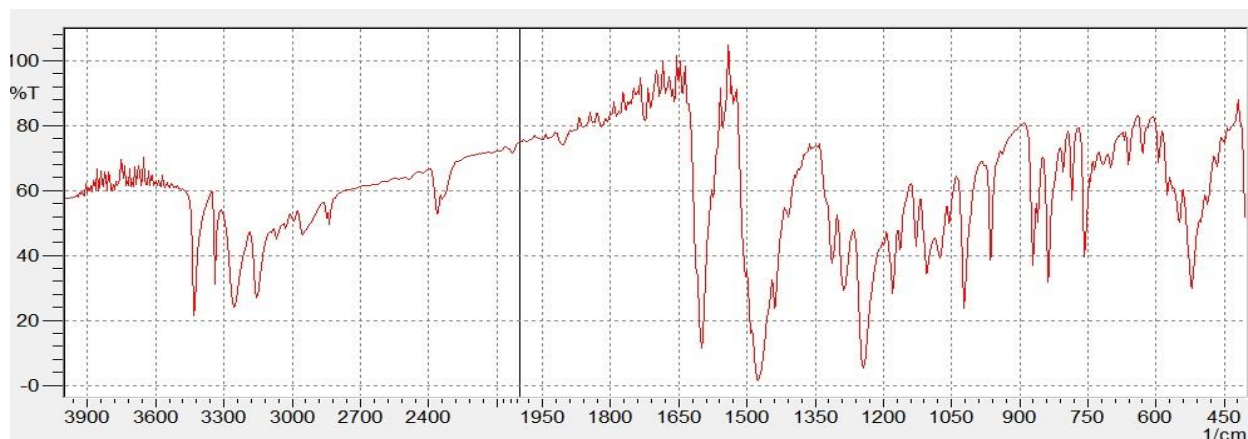


Figura 21 – Espectro de infravermelho da Carbazona

5.2 RESULTADO DO TESTE ALELOPÁTICO

O teste realizado demonstrou (Tabela 1), que na inibição de germinação a 2,4'-di-metóxi-chalcona obteve resultados bons em ambas as espécies de daninhas, enquanto a oxima somente obteve tais resultados nas plantas da espécie Malícia.

No entanto, no teste de inibição do crescimento, a oxima obteve bons resultados em ambas as espécies, tanto na inibição do desenvolvimento do Hipocótilo quanto da Radícula.

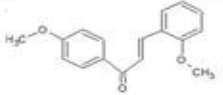
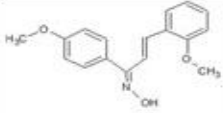
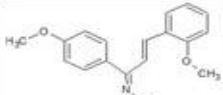
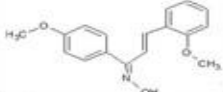
Germinação							% de Inibição
Substância	Malícia			Mata-pasto			
	100	200	300	100	200	300	
	30%	40%	58%	10%	26%	48%	
	20%	37%	23%	-5%	-2%	5%	
Crescimento							% de Inibição
Malícia							
Substância	Radícula			Hipocotilo			
	100	200	300	100	200	300	
	30%	40%	58%	10%	26%	48%	
Mata-pasto							% de Inibição
Substância	Radícula			Hipocotilo			
	100	200	300	100	200	300	
	57%	40%	45%	44%	38%	22%	

Tabela 1 – Resultados dos testes alelopáticos

6 CONCLUSÃO

A 2,4'-di-metóxi-chalcona foi obtida com ótimo rendimento e teve sua estrutura confirmada pelos métodos físicos de RMN de ^1H e de ^{13}C , demonstrando que a condensação de Claisen-Schmidt é uma boa via sintética para a sua produção.

Os derivados da 2,4'-di-metóxi-chalcona foram sintetizados com bons rendimentos, com algumas exceções as quais pode-se procurar otimização. A estrutura dos derivados foi confirmada por espectro de Massas e Infravermelho. Pretende-se em trabalhos futuros obter também os espectros de RMN ^1H e ^{13}C de tais derivados.

Nos testes alelopáticos somente foram testadas as substâncias Oxima e 2,4'-di-metóxi-chalcona, que obtiveram bons resultados em condições específicas de concentração e dependendo a espécie de planta daninha testada. Em trabalhos futuros pretende-se realizar os mesmos testes com as outras substâncias apresentadas neste trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

VOLTOLINI, B.G.. **Obtenção de Chalconas Heterocíclicas Via Condensação de Claisen-Schmidt e Avaliação do seu Potencial como Inibidores de Enzima YopH**. 2010. 62 f. Relatório – Universidade Federal de Santa Catarina, Brasil, 2010.

DORNAS, W.C. et al. Flavonoides: potencial terapêutico no estresse oxidativo. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básicas e Aplicada**. 2008.

SOUZA, W.C., JÚNIOR, W.R.L., AQUINO, G.L.B. Síntese de Chalconas e Avaliação da Atividade Antibacteriana. In: ,2011. Goiás. **Anais do IX Seminário de Iniciação Científica, VI Jornada de Pesquisa e Pós-Graduação e Semana Nacional de Ciência e Tecnologia**. Goiás: UEG, 2011. Disponível em: <http://www.prp2.ueg.br/sic2011/apresentacao/trabalhos/pdf/ciencias_exatas/sic/ce_sic_sintese_de_chalconas_e_avaliacao.pdf>. Acesso em 25 janeiro 2018.

MASCARELLO, A. **Síntese e Avaliação da Atividade Anti-*Leishmania* de Chalconas Derivadas do 1-Naftaldeído**. 2006. 46 f. Monografia (Graduação em Química) – Universidade Federal de Santa Catarina, Brasil, 2006.

VOGEL, A. I. **Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry**, 5 ed. New York: John Wiley & Sons, 1989. p.1017.

PEREIRA, F. A. R., et al. Controle de plantas daninhas em pastagens. **Embrapa**, 185. 2011.

SILVA, J. R. P. W. Controle de plantas daninhas em pastagens. **Embrapa**, 18, ISSN Nº 1518-3254. 2006.

SISINNO, C. L. O. I., OLIVEIRA-FILHO, E. C. **Princípios da Toxilogia Ambiental**. Rio de Janeiro: Editora Interciência Ltda. 2013.

MANN. J. **Secondary Metabolism**. New York. Oxford University Press. 2005.