

MATERIAL SUPLEMENTAR

Desenvolvimento de metodologia de revelação de impressão digital latente com chalconas

Jaqueline D. Balsan^a, Bruno N. Rosa^a, Claudio M. P. Pereira^{a,b} e Clarissa M. M. Santos^{a,*}, 

^aCentro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Campus Capão do Leão, 96160-000 Pelotas – RS, Brasil

^bInstituto Nacional de Ciência e Tecnologia Forense, 96010-900 Pelotas – RS, Brasil

*e-mail: clafarm_mm@yahoo.com.br

Ressonância magnética nuclear (RMN)

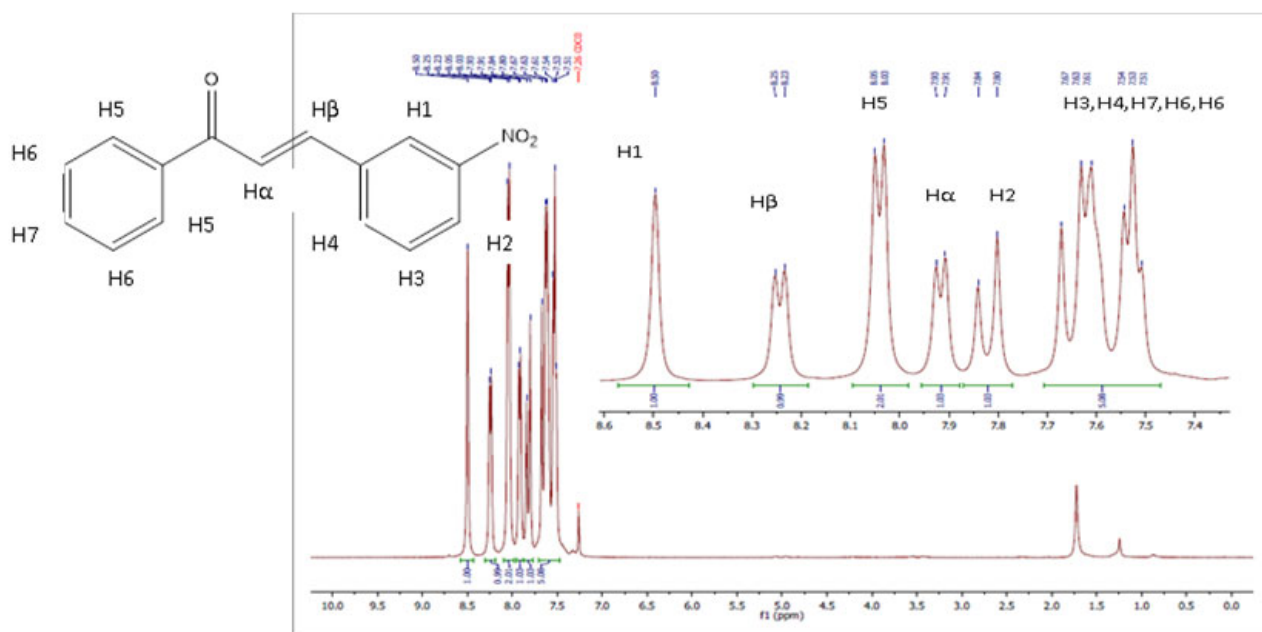


Figura 1S. Espectro de RMN de ^{13}C da chalcona

Conforme pode ser observado na Figura 1S, os sinais no espectro indicam a presença de 13 carbonos distintos. Na molécula, os carbonos C^{11} e C^{12} estão representados, cada um deles, em um único sinal, pois correspondem a carbonos equivalentes. O carbono mais desblindado é o C^1 , que é o da carbonila, devido à ligação dupla com o oxigênio, que deslocaliza os elétrons da ligação na sua direção. O C^6 é o segundo mais desblindado, pois é o está entre a insaturação do anel aromático e a carbonila.

Geralmente, a presença da carbonila desblinda os carbonos ligados a ela. Como pode ser visto na Figura 1S, o C^3 tem maior deslocamento que o C^2 , devido ao efeito de ressonância entre a carbonila e a dupla conjugada a ela, aumentando a densidade eletrônica em torno do $\text{C}-\alpha$. Na faixa entre 137,52 e 122,30 ppm estão os demais carbonos presentes na molécula. Desse modo, podemos observar que RMN de carbono oferece informações importantes sobre o esqueleto dos carbonos da molécula.

Ressonância magnética nuclear (RMN)

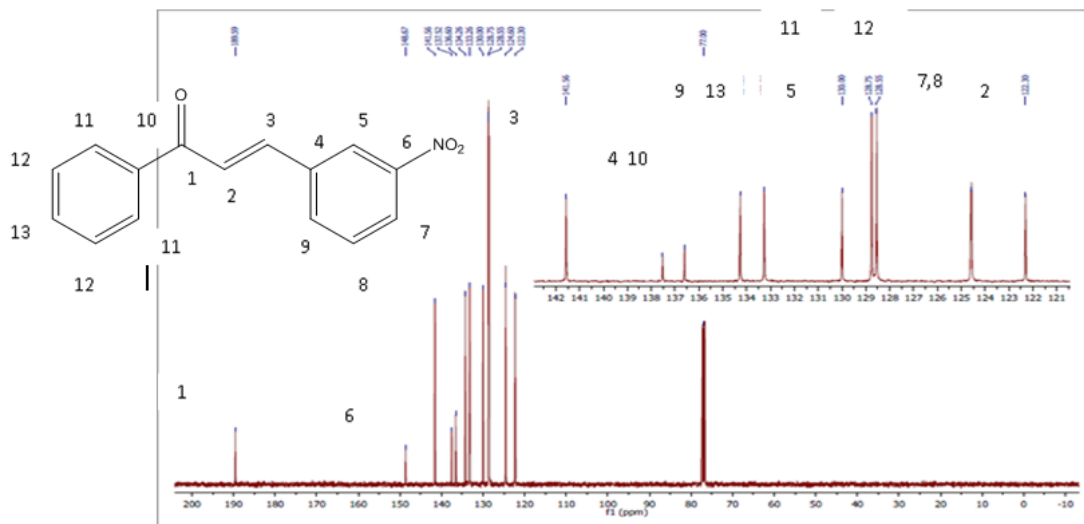


Figura 2S. Espectro de RMN de ^1H da chalcona

Na Figura 2S, foram identificados todos os hidrogênios presentes na molécula. A ligação dupla na molécula permite que a mesma assumas duas configurações, sendo E com hidrogênios trans ou Z com hidrogênios cis entre eles.

Para determinar a isomeria, foi preciso analisar os dupletos entre 8,24 e 7,92 ppm, correspondentes a estes hidrogênios, onde verificou-se que a constante de acoplamento (J), que foi de 8 Hz característico na posição trans. Conseqüentemente, a chalcona está em sua forma E.

O hidrogênio mais desblindado H^1 está entre carbonos que acaba deslocando os elétrons e desblindando este hidrogênio. O hidrogênio H^b da chalcona, que acaba mais desblindado que o H^a devido à ressonância entre a ligação dupla (hibridização sp^2) e a carbonila, que aumenta a densidade eletrônica em volta do hidrogênio α .

Os H^5 e H^6 possuem hidrogênios equivalentes, a exemplo dos carbonos, mostrados anteriormente, sendo representados por dublete e um multiplete. Já o H^2 é representado no espectro, sendo mais blindado, pois está ligado ao anel aromático na posição orto do NO_2 .

De acordo, com os resultados obtidos pelas análises de caracterização dos compostos pela RMN de ^{13}C e ^1H , podemos informar que a estrutura da chalcona sintetizada apresenta configuração *E*.

Cromatografia a gás acoplado ao espectrômetro de massas (GC-MS)

Para identificação do composto sintetizado foi utilizado um cromatógrafo à gás acoplado ao espectrômetro de massas (GC-MS) da marca Shimadzu, modelo GC-MS-QP 2010SE, equipado com injetor automático AOC-20i.

As condições operacionais utilizadas para o GC-MS estão apresentadas na Tabela 1S das condições operacionais do GC-MS.

Tabela 1S. Condições operacionais do GC-MS.

GC-2010 Plus schimadzu-MSQP 2010 SE Schimazdu	
Coluna RTx5MS	30 m x 0,25 mm x 0,25 μm
Temperatura do injetor	200 $^{\circ}\text{C}$
Temperatura da interface	280 $^{\circ}\text{C}$
Volume injetado	1 μL
Programa de temperatura de eluição	50 $^{\circ}\text{C}$ a 280 $^{\circ}\text{C}$ sendo 10 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$
Vazão do gás (He)	1,2 mL a 6 mL min^{-1}
Modo	Scan
Faixa de Massa	40 a 700 m/z
Voltagem filamento	70 eV

O espectro de massas do composto está mostrado na Figura 3S.

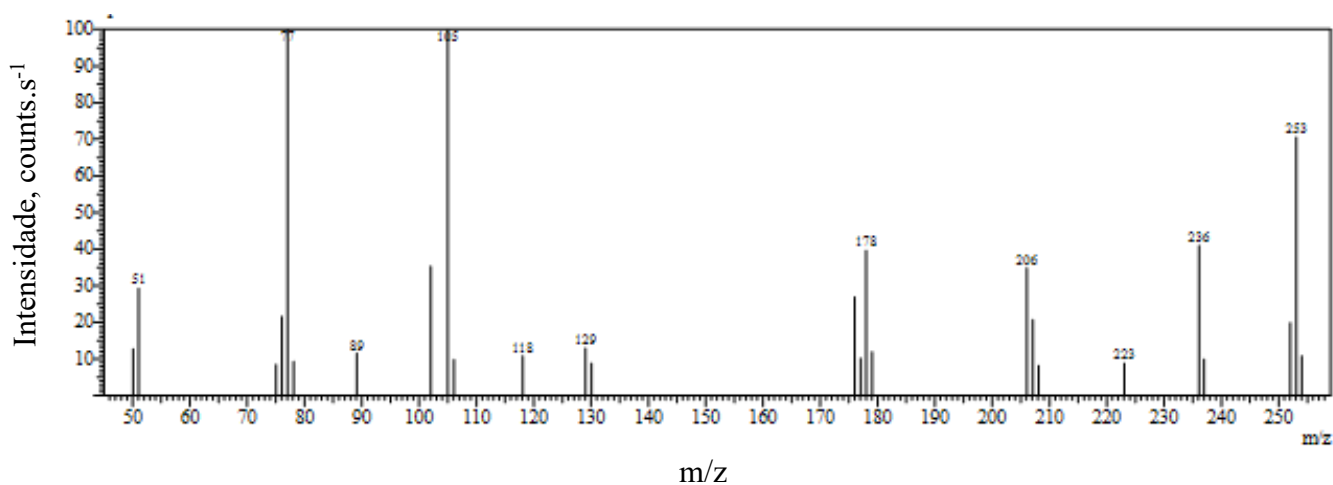


Figura 3S. Espectro de massas da chalcona sintetizada *E*-3-(3-nitrofenil)-1-fenil prop-2-en-1-ona

A massa do composto obtido *E*-3-(3-nitrofenil)-1-fenil prop-2-en-1-ona foi de 253,07 g mol⁻¹, conforme confirmado no espectro e, também pela estrutura química conforme mostrado na Figura 3S.