

3.4) 4a,8a,-dicloro-6,7-bis-metilsulfanil-1,4,4a,8a-tetrahidro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diona (AC7)

A partir dos resultados da análise de difração de raio X, verificou-se que a estrutura do AC7 pertence ao sistema cristalino triclinico, grupo espacial $P\bar{1}$

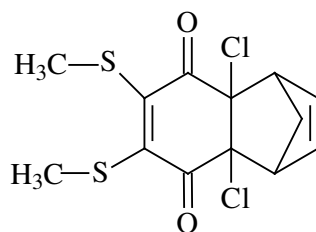


Tabela 3.4.1 - Dados cristalográficos e de refinamento para a AC7.

Dados Cristalográficos e de refinamento	
Fórmula empírica	C ₁₃ H ₁₂ O ₂ S ₂ Cl ₂
Massa Molar	335,25 g.mol ⁻¹
Temperatura	293(2)K
λ (Mok α)	0,71073 Å
Sistema Cristalino	Triclinico
Grupo espacial	P-1
a	8,935(6).Å
b	9,056(5) Å
c	10,265(5) Å
α	99,536(5)
β	111,214(8)°
γ	104,218(5)
Volume	720,2(7) Å ³
Z	2
Densidade calculada	1,546 g.cm ⁻³
Coefficiente de absorção (μ)	0,734mm ⁻¹
F(000)	344
Tamanho do cristal	0,25 x 0,20 x 0,15 mm
$\theta_{\text{máx.}}$	25,5°
Reflexões coletadas	5805
Reflexões independentes	3276
Reflexões observadas	2984
R(int.)	0,0122
Método de refinamento	Refinamento por mínimos quadrados com matriz completa de F ²
Dados/restrições/parâmetros	3276/0/174
Índice R final [$I > 2\sigma(I)$] R, wR2	0,0331; 0,0932
Índice R (Todos os dados) R, wR2	0,0368; 0,0964

3.4.1 - Resultados cristalográficos

Tabela 3.4.2 - Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e fator de deslocamento atômico isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$).

	x	y	z	U (eq)
S (1)	3544 (1)	3552 (1)	195 (1)	48 (1)
S (2)	5080 (1)	1245 (1)	1682 (1)	51 (1)
C1 (1)	-1017 (1)	1704 (1)	1079 (1)	53 (1)
C1 (2)	571 (1)	-487 (1)	2629 (1)	55 (1)
O (1)	4596 (2)	1620 (2)	4576 (1)	52 (1)
O (2)	2072 (2)	5108 (2)	2199 (2)	56 (1)
C (1)	532 (2)	3682 (2)	3884 (2)	41 (1)
C (2)	899 (2)	2724 (2)	2706 (2)	33 (1)
C (3)	2036 (2)	3759 (2)	2162 (2)	35 (1)
C (4)	2999 (2)	2976 (2)	1542 (2)	33 (1)
C (5)	3685 (2)	1962 (2)	2200 (2)	33 (1)
C (6)	3480 (2)	1731 (2)	3536 (2)	34 (1)
C (7)	1726 (2)	1589 (2)	3499 (2)	33 (1)
C (8)	1711 (2)	2064 (2)	5018 (2)	41 (1)
C (9)	2961 (2)	3738 (2)	5737 (2)	49 (1)
C (10)	2267 (2)	4691 (2)	5069 (2)	48 (1)
C (11)	16 (2)	2395 (2)	4591 (2)	45 (1)
C (12)	5000 (3)	-533 (3)	2255 (3)	66 (1)
C (13)	2032 (3)	4457 (3)	-689 (2)	57 (1)

Tabela 3.4.3 - Coordenadas calculadas dos átomos de Hidrogênio ($\times 10^4$).

	x	y	z	U (eq)
H (1)	-278	4241	3539	49
H (8)	1861	1307	5595	49
H (9)	4028	4043	6510	58
H (10)	2757	5785	5288	57
H (11A)	-952	1484	3904	54
H (11B)	-185	2799	5426	54
H (12A)	5559	-256	3298	99
H (12B)	5565	-1115	1843	99
H (12C)	3835	-1176	1929	99
H (13A)	908	3810	-878	85
H (13B)	2079	4552	-1592	85
H (13C)	2300	5492	-70	85

Tabela 3.4.4 – Distâncias (Å) e ângulos (°) de ligação.

S(1)-C(4)	1,738(2)
S(1)-C(13)	1,795(2)
S(2)-C(5)	1,7387(17)
S(2)-C(12)	1,797(2)
Cl(1)-C(2)	1,7938(17)
Cl(2)-C(7)	1,7944(18)
O(1)-C(6)	1,209(2)
O(2)-C(3)	1,208(2)
C(1)-C(10)	1,512(3)
C(1)-C(11)	1,535(2)
C(1)-C(2)	1,549(2)
C(2)-C(3)	1,529(2)
C(2)-C(7)	1,575(2)
C(3)-C(4)	1,482(2)
C(4)-C(5)	1,363(2)
C(5)-C(6)	1,488(2)
C(6)-C(7)	1,526(2)
C(7)-C(8)	1,554(2)
C(8)-C(9)	1,514(3)
C(8)-C(11)	1,537(3)
C(9)-C(10)	1,323(3)
C(4)-S(1)-C(13)	105,81(9)
C(5)-S(2)-C(12)	104,20(10)
C(10)-C(1)-C(11)	100,68(15)
C(10)-C(1)-C(2)	105,00(13)
C(11)-C(1)-C(2)	100,64(14)
C(3)-C(2)-C(1)	113,75(13)
C(3)-C(2)-C(7)	113,31(13)
C(1)-C(2)-C(7)	102,49(12)
C(3)-C(2)-Cl(1)	102,76(11)
C(1)-C(2)-Cl(1)	110,94(11)
C(7)-C(2)-Cl(1)	113,97(11)
O(2)-C(3)-C(4)	123,44(15)
O(2)-C(3)-C(2)	120,75(15)
C(4)-C(3)-C(2)	115,76(13)
C(5)-C(4)-C(3)	118,44(14)
C(5)-C(4)-S(1)	119,48(12)
C(3)-C(4)-S(1)	121,32(12)
C(4)-C(5)-C(6)	118,54(14)
C(4)-C(5)-S(2)	119,96(12)
C(6)-C(5)-S(2)	120,49(11)
O(1)-C(6)-C(5)	123,21(15)
O(1)-C(6)-C(7)	121,23(14)
C(5)-C(6)-C(7)	115,53(13)
C(6)-C(7)-C(8)	114,72(13)
C(6)-C(7)-C(2)	113,17(12)
C(8)-C(7)-C(2)	102,50(12)
C(6)-C(7)-Cl(2)	102,38(10)
C(8)-C(7)-Cl(2)	110,07(11)
C(2)-C(7)-Cl(2)	114,42(11)
C(9)-C(8)-C(11)	100,50(15)
C(9)-C(8)-C(7)	104,87(13)
C(11)-C(8)-C(7)	100,44(13)
C(10)-C(9)-C(8)	107,84(17)
C(9)-C(10)-C(1)	107,68(17)
C(1)-C(11)-C(8)	94,01(13)

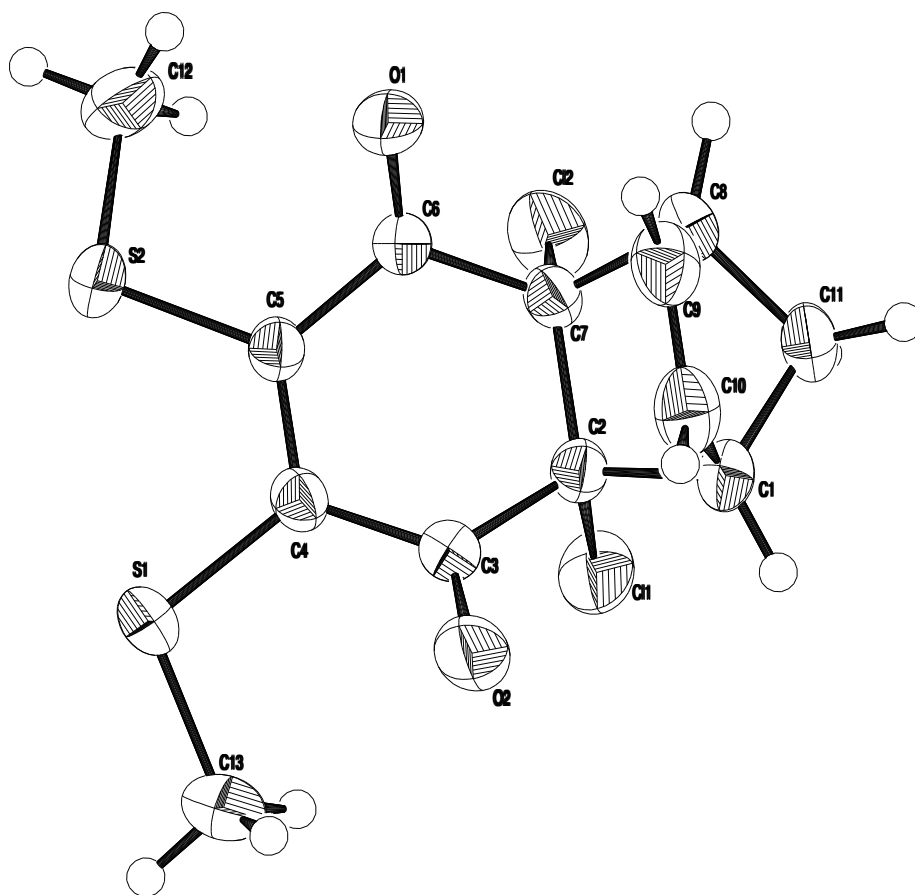


Figura 3.3 – Estrutura molecular do composto 4a,8a-dicloro-6,7-bis-metilsulfanil-1,4,4a,8a-tetrahidro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diona (AC7), mostrando os elipsóides de 50% de probabilidade.

3.4.2 - Análise dos resultados

As distâncias entre os átomos de C5 – C4, C7 - C2 e C10 – C9 são respectivamente, 1,363(2), 1,575(2) e 1,323(3) Å. As distâncias entre os átomos de carbono e oxigênio, C6 – O1 e C3 – O2, são 1,209(2) e 1,208(2) Å, respectivamente, e os ângulos entre C6 – C5 – S2 – C12 e C3 – C4 – S1 – C13, são 33,1(3)° e –24,3(3)° respectivamente.