

3.5) 4a,8a-dicloro-6-etilsulfanil-7-(metil-fenil-amino)-1,4,4a,8a-tetrahidro-1,4-metano-naftaleno-5,8,-diona (AC8)

A partir dos resultados da análise de difração de raio X, verificou-se que a estrutura do AC8 pertence ao sistema cristalino triclínico, grupo espacial $P\bar{1}$.

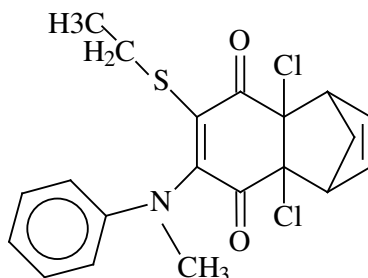


Tabela 3.5.1 - Dados cristalográficos e de refinamento para a AC8.

Dados Cristalográficos e de refinamento	
Fórmula empírica	C ₂₀ H ₁₉ O ₂ Cl ₂ NS
Massa Molar	408,32 g.mol ⁻¹
Temperatura	293K
λ (MoK _α)	0,71073 Å
Sistema Cristalino	Triclínico
Grupo espacial	P-1
a	8,265(5) Å
b	9,820(4) Å
c	12,941(5) Å
α	95,494(4)°
β	104,490(6)°
γ	106,999(5)°
Volume	956,2(8) Å ³
Z	2
Densidade calculada	1,418 g.cm ⁻³
Coefficiente de absorção (μ)	0,463 mm ⁻¹
F(000)	424
Tamanho do cristal	0,25 x 0,18 x 0,14 mm
θ _{máx.}	25,5°
Reflexões coletadas	3239
Reflexões independentes	3004
Reflexões observadas	1307
R(int.)	0,0313
Método de refinamento	Refinamento por mínimos quadrados com matriz completa de F ²
Dados/restrições/parâmetros	3004/0/237
Índice R final [I > 2σ(I)] R, wR2	0,0677; 0,1599
Índice R (Todos os dados) R, wR2	0,2179; 0,2122

3.5.1 - Resultados cristalográficos

Tabela 3.5.2 - Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e fator de deslocamento atômico isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$).

	x	y	z	U (eq)
O (1)	2498 (7)	600 (5)	5349 (4)	63 (2)
O (2)	1227 (8)	2903 (6)	8418 (5)	82 (2)
N	2645 (8)	734 (6)	9011 (4)	46 (2)
C1 (1)	5143 (3)	4830 (2)	8390 (2)	81 (1)
C1 (2)	5787 (3)	3490 (2)	6386 (2)	68 (1)
S	3666 (3)	-915 (2)	7233 (2)	50 (1)
C (1)	2468 (10)	3515 (8)	5417 (6)	57 (2)
C (2)	3480 (8)	2961 (7)	6361 (5)	39 (2)
C (3)	2988 (9)	1338 (7)	6240 (6)	40 (2)
C (4)	3205 (8)	709 (6)	7239 (5)	34 (2)
C (5)	2778 (8)	1319 (6)	8088 (5)	39 (2)
C (6)	2278 (10)	2636 (8)	7998 (6)	49 (2)
C (7)	3177 (9)	3729 (7)	7374 (5)	47 (2)
C (8)	2049 (11)	4639 (9)	6877 (7)	67 (2)
C (9)	327 (13)	3530 (12)	6196 (10)	89 (3)
C (10)	548 (13)	2879 (12)	5369 (9)	87 (3)
C (11)	2852 (11)	5068 (8)	5951 (7)	70 (2)
C (12)	1858 (9)	-771 (7)	8951 (6)	42 (2)
C (13)	410 (10)	-1574 (8)	8085 (6)	53 (2)
C (14)	-394 (11)	-3021 (9)	8051 (8)	72 (3)
C (15)	203 (14)	-3686 (10)	8864 (10)	83 (3)
C (16)	1616 (15)	-2899 (11)	9737 (8)	87 (3)
C (17)	2477 (12)	-1430 (9)	9794 (6)	69 (2)
C (18)	3098 (12)	1706 (8)	10046 (5)	71 (3)
C (19)	5329 (11)	-655 (9)	6525 (6)	62 (2)
C (20)	7092 (13)	322 (13)	7173 (8)	109 (4)

Tabela 3.5.3 - Coordenadas calculadas dos átomos de Hidrogênio ($\times 10^4$).

	x	y	z	U(eq)
H(1)	2750	3384	4730	68
H(8)	1978	5423	7374	81
H(9)	-744	3348	6357	107
H(10)	-316	2146	4834	105
H(11A)	2229	5586	5488	85
H(11B)	4108	5610	6211	85
H(13)	-19	-1131	7523	64
H(14)	-1360	-3551	7463	87
H(15)	-341	-4670	8831	99
H(16)	2007	-3353	10302	105
H(17)	3444	-905	10383	83
H(18A)	3558	2691	9956	107
H(18B)	3975	1485	10581	107
H(18C)	2058	1582	10280	107
H(19A)	5423	-1590	6291	75
H(19B)	4942	-269	5880	75
H(20A)	6971	1124	7597	164
H(20B)	7779	675	6698	164
H(20C)	7675	-195	7648	164

Tabela 3.5.4 - Distâncias (Å) e ângulos ($^\circ$) de ligação.

O(1)-C(3)	1,206(7)
O(2)-C(6)	1,209(8)
N-C(5)	1,389(7)
N-C(12)	1,415(8)
N-C(18)	1,464(8)
Cl(1)-C(7)	1,781(7)
Cl(2)-C(2)	1,815(6)
S-C(4)	1,745(6)
S-C(19)	1,807(7)
C(1)-C(10)	1,509(12)
C(1)-C(11)	1,519(10)
C(1)-C(2)	1,540(9)
C(2)-C(3)	1,507(9)
C(2)-C(7)	1,560(9)
C(3)-C(4)	1,478(8)
C(4)-C(5)	1,372(8)
C(5)-C(6)	1,474(9)
C(6)-C(7)	1,535(9)
C(7)-C(8)	1,542(10)
C(8)-C(9)	1,507(13)

Continuação da Tabela 3.5.4

C(8)-C(11)	1,545(9)
C(9)-C(10)	1,274(12)
C(12)-C(13)	1,385(9)
C(12)-C(17)	1,386(9)
C(13)-C(14)	1,372(10)
C(14)-C(15)	1,356(11)
C(15)-C(16)	1,372(12)
C(16)-C(17)	1,395(11)
C(19)-C(20)	1,471(12)
C(5)-N-C(12)	121,5(5)
C(5)-N-C(18)	119,2(5)
C(12)-N-C(18)	118,7(5)
C(4)-S-C(19)	102,6(3)
C(10)-C(1)-C(11)	100,2(7)
C(10)-C(1)-C(2)	104,8(6)
C(11)-C(1)-C(2)	100,5(6)
C(3)-C(2)-C(1)	115,5(6)
C(3)-C(2)-C(7)	115,1(5)
C(1)-C(2)-C(7)	103,0(5)
C(3)-C(2)-C1(2)	102,0(4)
C(1)-C(2)-C1(2)	108,3(4)
C(7)-C(2)-C1(2)	113,2(5)
O(1)-C(3)-C(4)	122,1(6)
O(1)-C(3)-C(2)	119,9(6)
C(4)-C(3)-C(2)	118,0(6)
C(5)-C(4)-C(3)	117,9(6)
C(5)-C(4)-S	121,9(5)
C(3)-C(4)-S	119,5(5)
C(4)-C(5)-N	125,1(6)
C(4)-C(5)-C(6)	118,7(6)
N-C(5)-C(6)	116,1(6)
O(2)-C(6)-C(5)	122,6(6)
O(2)-C(6)-C(7)	119,0(6)
C(5)-C(6)-C(7)	118,4(6)
C(6)-C(7)-C(8)	113,7(6)
C(6)-C(7)-C(2)	111,8(5)
C(8)-C(7)-C(2)	102,9(5)
C(6)-C(7)-C1(1)	102,5(5)
C(8)-C(7)-C1(1)	111,4(5)
C(2)-C(7)-C1(1)	115,0(5)
C(9)-C(8)-C(7)	104,2(6)
C(9)-C(8)-C(11)	98,2(7)
C(7)-C(8)-C(11)	100,3(6)
C(10)-C(9)-C(8)	110,3(9)
C(9)-C(10)-C(1)	107,5(10)
C(1)-C(11)-C(8)	94,4(6)
C(13)-C(12)-C(17)	119,6(7)
C(13)-C(12)-N	120,5(7)
C(17)-C(12)-N	119,8(7)
C(14)-C(13)-C(12)	120,3(8)
C(15)-C(14)-C(13)	120,8(9)
C(14)-C(15)-C(16)	119,5(9)
C(15)-C(16)-C(17)	121,2(9)
C(12)-C(17)-C(16)	118,5(9)
C(20)-C(19)-S	114,3(6)

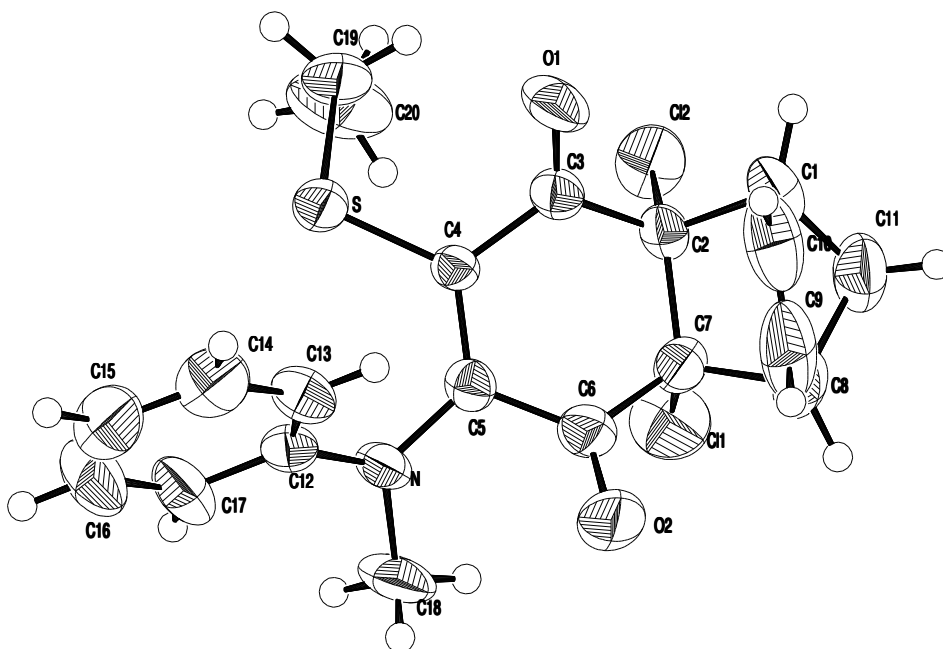


Figura 3.4 – Estrutura molecular do composto 4a,8a-dicloro-6-etilsulfanil-7-(metil-fenil-amino)-1,4,4a,8a-tetrahydro-1,4-metano-naftaleno-5,8,-diona (AC8), mostrando os elipsóides de 50% de probabilidade.

3.5.2 - Análises dos resultados

As distâncias entre os átomos de C5 – C4, C7 - C2 e C10 – C9 são respectivamente, 1,372(8), 1,560(9) e 1,274(12) Å. As distâncias entre os átomos de carbono e oxigênio, C3 – O1 e C6 – O2, são 1,206(7) e 1,209(8) Å, respectivamente, e os ângulos torcionais entre C3 – C4 - S – C19, C6 – C5 – N – C18 e C6 – C5 – N – C12, são 43,8(3)°; -36,8(4)° e 134,5(3)°, respectivamente.