

3.7 - 4a,7-bis-etilsulfanil-6-fenilamino-1,4,4a,8a,tetrahidro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diona (AC5)

A partir dos resultados da análise de difração de raio X, verificou-se que a estrutura do AC5 pertence ao sistema cristalino monoclinico, grupo espacial $P2_1/n$.

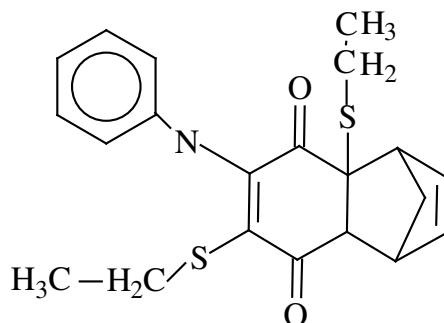


Tabela 3.7.1 - Dados cristalográficos e de refinamento para a AC5.

Dados Cristalográficos e de refinamento	
Fórmula empírica	$C_{21}H_{23}O_2S_2N$
Massa Molar	384,52 g.mol ⁻¹
Temperatura	293K
λ (MoK α)	0,71073 Å
Sistema Cristalino	Monoclinico
Grupo espacial	$P2_1/n$
a	11,4650(10) Å
b	8,2167(9) Å
c	21,470(2) Å
β	102,5480(10)°
Volume	1974,3(3) Å ³
Z	4
Densidade calculada	1,294 g.cm ⁻³
Coefficiente de absorção (μ)	0,418 mm ⁻¹
F(000)	812
Tamanho do cristal	0,45 x 0,30 x 0,35 mm
$\theta_{\text{máx.}}$	25,5°
Reflexões coletadas	5094
Reflexões independentes	4972
Reflexões observadas	2153
R(int.)	0,0429
Método de refinamento	Refinamento por mínimos quadrados com matriz completa de F ²
Dados/restrições/parâmetros	4972/0/237
Índice R final [$I > 2\sigma(I)$] R, wR2	0,0662; 0,1947
Índice R (Todos os dados) R, wR2	0,1940; 0,2181

3.7.1 - Resultados cristalográficos

Tabela 3.7.2 - 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)	1917 (1)	4962 (2)	7605 (1)	59 (1)
S (2)	2015 (1)	5904 (2)	5111 (1)	57 (1)
O (1)	4414 (2)	4016 (4)	6013 (1)	62 (1)
O (2)	595 (3)	2519 (4)	6663 (1)	62 (1)
N	3969 (3)	5954 (4)	7034 (2)	48 (1)
C (1)	2557 (4)	2511 (6)	5078 (2)	61 (1)
C (2)	2340 (3)	3939 (5)	5513 (2)	44 (1)
C (3)	3404 (3)	4283 (5)	6055 (2)	42 (1)
C (4)	3126 (3)	5017 (5)	6653 (2)	42 (1)
C (5)	2134 (3)	4469 (5)	6843 (2)	43 (1)
C (6)	1289 (3)	3364 (5)	6447 (2)	45 (1)
C (7)	1203 (3)	3376 (5)	5741 (2)	45 (1)
C (8)	913 (4)	1706 (6)	5403 (2)	63 (1)
C (9)	1921 (7)	637 (8)	5688 (3)	88 (2)
C (10)	2845 (6)	1079 (7)	5509 (3)	84 (2)
C (11)	1239 (5)	2068 (7)	4749 (2)	81 (2)
C (12)	4921 (3)	6810 (5)	6850 (2)	46 (1)
C (13)	4776 (4)	7651 (5)	6291 (2)	55 (1)
C (14)	5719 (5)	8523 (6)	6156 (2)	68 (1)
C (15)	6789 (5)	8599 (7)	6583 (3)	78 (2)
C (16)	6925 (4)	7790 (8)	7146 (3)	83 (2)
C (17)	6001 (4)	6887 (7)	7286 (2)	66 (1)
C (18)	444 (5)	5833 (7)	7432 (3)	83 (2)
C (19)	293 (6)	7255 (8)	6974 (3)	104 (2)
C (20)	3163 (4)	6141 (8)	4663 (2)	80 (2)
C (21)	2862 (8)	7132 (18)	4163 (5)	249 (8)

Tabela 3.7.3 - Coordenadas calculadas dos átomos de Hidrogênio ($\times 10^4$).

	x	y	z	U (eq)
H(1)	3102	2727	4794	74
H(7)	556	4124	5554	54
H(8)	111	1272	5386	75
H(9)	1878	-235	5958	106
H(10)	3592	590	5628	101
H(11A)	797	2976	4523	97
H(11B)	1178	1121	4474	97
H(13)	4043	7638	6002	66
H(14)	5623	9068	5769	82
H(15)	7418	9197	6489	94
H(16)	7650	7846	7441	99
H(17)	6104	6332	7672	80
H(18A)	-126	4993	7254	99
H(18B)	254	6192	7829	99
H(19A)	846	8100	7148	156
H(19B)	-509	7664	6910	156
H(19C)	445	6902	6573	156
H(20A)	3877	6560	4945	96
H(20B)	3354	5079	4515	96
H(21A)	2334	6573	3821	374
H(21B)	3568	7461	4025	374
H(21C)	2466	8075	4281	374

Tabela 3.7.4 - Distâncias (Å) e ângulos ($^\circ$) de ligação.

S(1)-C(5)	1,756(4)
S(1)-C(18)	1,797(5)
S(2)-C(20)	1,802(5)
S(2)-C(2)	1,830(4)
O(1)-C(3)	1,202(4)
O(2)-C(6)	1,221(4)
N-C(4)	1,361(5)
N-C(12)	1,424(5)
C(1)-C(10)	1,489(7)
C(1)-C(2)	1,553(6)
C(1)-C(11)	1,566(7)
C(2)-C(3)	1,518(5)
C(2)-C(7)	1,558(5)
C(3)-C(4)	1,514(5)
C(4)-C(5)	1,366(5)
C(5)-C(6)	1,458(6)
C(6)-C(7)	1,497(5)
C(7)-C(8)	1,554(6)

Continuação da Tabela 3.7.4

C(8)-C(9)	1,474(8)
C(8)-C(11)	1,559(6)
C(9)-C(10)	1,256(8)
C(12)-C(13)	1,362(6)
C(12)-C(17)	1,383(6)
C(13)-C(14)	1,379(6)
C(14)-C(15)	1,363(7)
C(15)-C(16)	1,360(7)
C(16)-C(17)	1,378(7)
C(18)-C(19)	1,513(8)
C(20)-C(21)	1,333(8)
C(5)-S(1)-C(18)	102,5(2)
C(20)-S(2)-C(2)	104,4(2)
C(4)-N-C(12)	126,9(3)
C(10)-C(1)-C(2)	105,4(4)
C(10)-C(1)-C(11)	99,2(4)
C(2)-C(1)-C(11)	100,5(4)
C(3)-C(2)-C(1)	113,3(3)
C(3)-C(2)-C(7)	113,7(3)
C(1)-C(2)-C(7)	102,6(3)
C(3)-C(2)-S(2)	104,1(3)
C(1)-C(2)-S(2)	115,2(3)
C(7)-C(2)-S(2)	108,1(3)
O(1)-C(3)-C(4)	121,4(3)
O(1)-C(3)-C(2)	122,4(3)
C(4)-C(3)-C(2)	116,2(3)
N-C(4)-C(5)	122,5(3)
N-C(4)-C(3)	118,8(3)
C(5)-C(4)-C(3)	117,7(3)
C(4)-C(5)-C(6)	121,5(3)
C(4)-C(5)-S(1)	119,9(3)
C(6)-C(5)-S(1)	118,4(3)
O(2)-C(6)-C(5)	122,5(4)
O(2)-C(6)-C(7)	118,9(4)
C(5)-C(6)-C(7)	118,3(3)
C(6)-C(7)-C(8)	115,3(4)
C(6)-C(7)-C(2)	116,4(3)
C(8)-C(7)-C(2)	102,9(3)
C(9)-C(8)-C(7)	105,3(4)
C(9)-C(8)-C(11)	99,6(4)
C(7)-C(8)-C(11)	100,6(4)
C(10)-C(9)-C(8)	109,8(6)
C(9)-C(10)-C(1)	109,2(6)
C(8)-C(11)-C(1)	91,9(3)
C(13)-C(12)-C(17)	119,6(4)
C(13)-C(12)-N	122,7(4)
C(17)-C(12)-N	117,6(4)
C(12)-C(13)-C(14)	119,8(4)
C(15)-C(14)-C(13)	121,0(5)
C(16)-C(15)-C(14)	119,2(5)
C(15)-C(16)-C(17)	120,8(5)
C(16)-C(17)-C(12)	119,7(5)
C(19)-C(18)-S(1)	114,3(4)
C(21)-C(20)-S(2)	113,9(5)

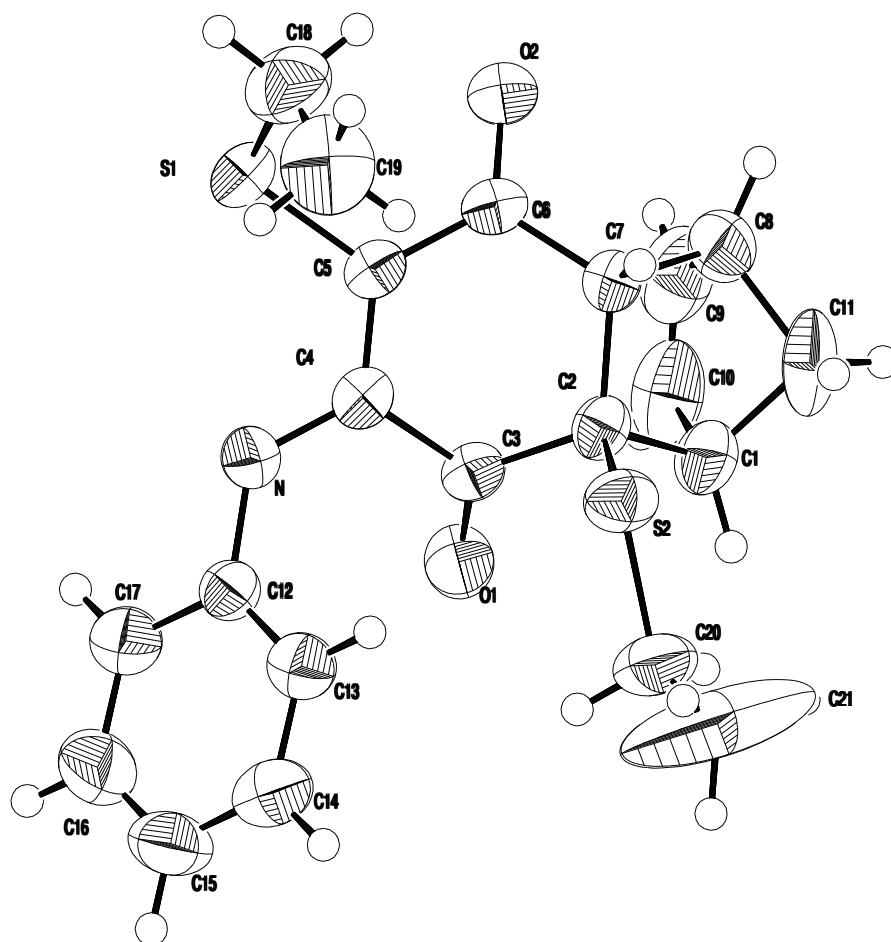


Figura 3.6 – Estrutura molecular do composto 4a,7-bis-etilsulfanil-6-fenilamino-1,4,4a,8a,tetrahidro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diona (AC5) mostrando os elipsóides de 50% de probabilidade.

3.7.2 - Análise dos resultados

As distâncias entre os átomos de C5 – C4, C7 - C2 e C9 - C10 são respectivamente, 1,366(5); 1,558(5) e 1,256(8) Å. As distâncias entre os átomos de carbono e oxigênio, C3 – O1 e C6 – O2, são 1,202(4) e 1,221(4) Å, respectivamente, e os ângulos entre C4 – N – C12; C5 – S1 – C18 e C2 – S2 – C20 , são 127°;103° e 104°, respectivamente.