

3.8 - 6,7-bis-fenilsulfanil-1,4-dihidro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diona (AC1)

A partir dos resultados da análise de difração de raio X, verificou-se que a estrutura do AC1 pertence ao sistema cristalino triclinico, grupo espacial $P\bar{1}$.

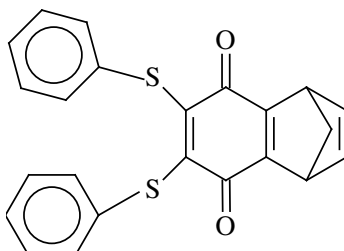


Tabela 3.8.1 - Dados cristalográficos e de refinamento para a AC1.

Dados Cristalográficos e de refinamento	
Fórmula empírica	C ₂₃ H ₁₆ O ₂ S ₂
Massa Molar	388,48 g.mol ⁻¹
Temperatura	293K
λ (MoK α)	0,71073 Å
Sistema Cristalino	Triclinico
Grupo espacial	P-1
a	9.705(6)Å
b	9.989(12) Å
c	11.482(7) Å
α	64,446(8)°
β	70,383(4)°
γ	73,246(6)°
Volume	932.6(7) Å ³
Z	2
Densidade calculada	1.383 g.cm ⁻³
Coefficiente de absorção (μ)	0,301 mm ⁻¹
F(000)	404
Tamanho do cristal	0,30 x 0,35 x 0,40 mm
$\theta_{\text{máx.}}$	25,5°
Reflexões coletadas	3675
Reflexões independentes	3438
Reflexões observadas	2033
R(int.)	0,0339
Método de refinamento	Refinamento por mínimos quadrados com matriz completa de F ²
Dados/restrições/parâmetros	3438/0/244
Índice R final [$I > 2\sigma(I)$] R, wR2	0,0489 ; 0,1397
Índice R (Todos os dados) R, wR2	0,1122 ; 0,1681

3.8.1 - Resultados cristalográficos

Tabela 3.8.2 - 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)	3137 (1)	6179 (1)	8137 (1)	53 (1)
S (2)	4325 (1)	3806 (1)	6630 (1)	44 (1)
O (1)	5609 (3)	7032 (3)	8538 (3)	61 (1)
O (2)	7570 (3)	2567 (3)	6416 (3)	49 (1)
C (1)	8867 (4)	5369 (6)	8132 (5)	64 (1)
C (2)	7513 (4)	5240 (4)	7818 (4)	43 (1)
C (3)	6049 (4)	5933 (4)	8015 (4)	42 (1)
C (4)	5050 (4)	5479 (4)	7680 (3)	38 (1)
C (5)	5540 (4)	4344 (4)	7136 (3)	36 (1)
C (6)	7034 (4)	3679 (4)	6930 (3)	37 (1)
C (7)	7989 (4)	4116 (4)	7302 (4)	41 (1)
C (8)	9627 (4)	3562 (5)	7306 (4)	56 (1)
C (9)	10410 (6)	4757 (8)	6441 (6)	85 (2)
C (10)	9997 (5)	5757 (6)	6862 (5)	70 (1)
C (11)	9587 (5)	3595 (6)	8681 (4)	73 (2)
C (12)	2817 (4)	7878 (4)	6785 (4)	46 (1)
C (13)	1412 (4)	8745 (5)	6954 (5)	60 (1)
C (14)	1096 (6)	10088 (6)	5931 (7)	80 (2)
C (15)	2145 (7)	10573 (6)	4759 (7)	84 (2)
C (16)	3513 (6)	9710 (5)	4598 (5)	70 (1)
C (17)	3858 (4)	8373 (5)	5598 (4)	54 (1)
C (18)	3675 (4)	2261 (4)	8062 (4)	39 (1)
C (19)	3099 (4)	1280 (5)	7880 (4)	51 (1)
C (20)	2504 (5)	103 (5)	8957 (5)	64 (1)
C (21)	2456 (5)	-87 (5)	10231 (5)	65 (1)
C (22)	3045 (5)	886 (5)	10416 (4)	57 (1)
C (23)	3652 (4)	2064 (4)	9336 (4)	46 (1)

Tabela 3.8.3 - Coordenadas calculadas dos átomos de Hidrogênio ($\times 10^4$).

	x	y	z	U (eq)
H(1)	8701	5940	8694	77
H(8)	10057	2597	7194	67
H(9)	11135	4771	5663	102
H(10)	10350	6666	6435	84
H(11A)	10560	3405	8838	87
H(11B)	8932	2972	9441	87
H(13)	694	8427	7744	72
H(14)	157	10670	6040	95
H(15)	1923	11481	4082	100
H(16)	4224	10029	3802	85
H(17)	4799	7799	5474	64
H(19)	3110	1410	7025	61
H(20)	2133	-566	8823	77
H(21)	2031	-864	10958	78
H(22)	3035	751	11272	69
H(23)	4042	2721	9468	55

Tabela 3.8.4 - Distâncias (Å) e ângulos ($^\circ$) de ligação.

S(1)-C(4)	1,768(3)
S(1)-C(12)	1,771(4)
S(2)-C(5)	1,764(3)
S(2)-C(18)	1,778(4)
O(1)-C(3)	1,370(4)
O(2)-C(6)	1,371(4)
C(1)-C(10)	1,471(7)
C(1)-C(2)	1,527(5)
C(1)-C(11)	1,626(7)
C(2)-C(3)	1,379(5)
C(2)-C(7)	1,384(5)
C(3)-C(4)	1,395(5)
C(4)-C(5)	1,415(5)
C(5)-C(6)	1,397(4)
C(6)-C(7)	1,375(5)
C(7)-C(8)	1,526(5)
C(8)-C(9)	1,408(7)
C(8)-C(11)	1,580(6)
C(9)-C(10)	1,203(8)
C(12)-C(17)	1,380(6)
C(12)-C(13)	1,390(5)
C(13)-C(14)	1,386(7)
C(14)-C(15)	1,373(8)
C(15)-C(16)	1,361(7)
C(16)-C(17)	1,376(6)
C(18)-C(19)	1,375(5)
C(18)-C(23)	1,382(5)
C(19)-C(20)	1,380(6)
C(20)-C(21)	1,377(7)
C(21)-C(22)	1,376(6)

Continuação da Tabela 3.8.4

C(22)-C(23)	1,386(5)
C(4)-S(1)-C(12)	104,93(17)
C(5)-S(2)-C(18)	103,19(16)
C(10)-C(1)-C(2)	106,1(4)
C(10)-C(1)-C(11)	95,1(3)
C(2)-C(1)-C(11)	99,1(3)
C(3)-C(2)-C(7)	121,0(3)
C(3)-C(2)-C(1)	133,1(3)
C(7)-C(2)-C(1)	105,7(3)
O(1)-C(3)-C(2)	119,6(3)
O(1)-C(3)-C(4)	121,8(3)
C(2)-C(3)-C(4)	118,6(3)
C(3)-C(4)-C(5)	120,4(3)
C(3)-C(4)-S(1)	118,5(3)
C(5)-C(4)-S(1)	120,6(3)
C(6)-C(5)-C(4)	119,6(3)
C(6)-C(5)-S(2)	118,7(3)
C(4)-C(5)-S(2)	121,6(3)
O(2)-C(6)-C(7)	118,9(3)
O(2)-C(6)-C(5)	122,2(3)
C(7)-C(6)-C(5)	118,8(3)
C(6)-C(7)-C(2)	121,4(3)
C(6)-C(7)-C(8)	132,4(3)
C(2)-C(7)-C(8)	106,2(3)
C(9)-C(8)-C(7)	108,4(4)
C(9)-C(8)-C(11)	99,1(4)
C(7)-C(8)-C(11)	99,9(3)
C(10)-C(9)-C(8)	109,5(5)
C(9)-C(10)-C(1)	111,9(5)
C(8)-C(11)-C(1)	87,8(3)
C(17)-C(12)-C(13)	119,1(4)
C(17)-C(12)-S(1)	124,4(3)
C(13)-C(12)-S(1)	116,5(3)
C(14)-C(13)-C(12)	119,2(5)
C(15)-C(14)-C(13)	121,1(4)
C(16)-C(15)-C(14)	119,3(5)
C(15)-C(16)-C(17)	120,8(5)
C(16)-C(17)-C(12)	120,5(4)
C(19)-C(18)-C(23)	119,5(4)
C(19)-C(18)-S(2)	117,5(3)
C(23)-C(18)-S(2)	122,9(3)
C(20)-C(19)-C(18)	120,5(4)
C(19)-C(20)-C(21)	120,4(4)
C(22)-C(21)-C(20)	119,3(4)
C(21)-C(22)-C(23)	120,5(4)
C(22)-C(23)-C(18)	119,9(4)

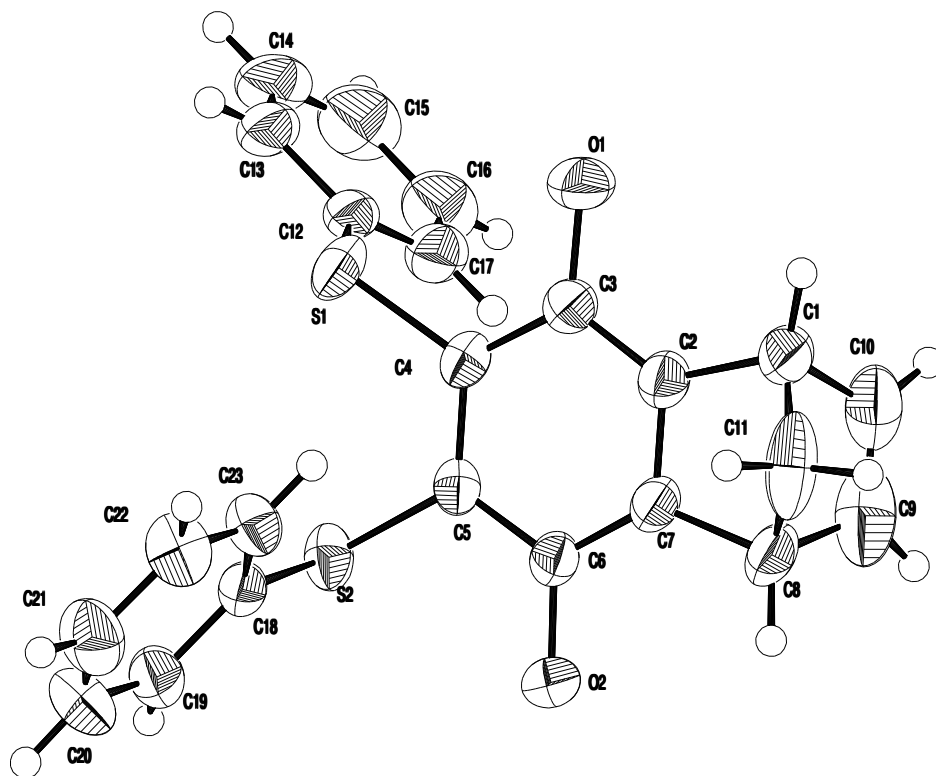


Figura 3.7 – Estrutura molecular do composto 6,7-bis-fenilsulfanil-1,4-dihidro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diona (AC1), mostrando os elipsóides de 50% de probabilidade.

3.8.2 - Análise dos resultados

As distâncias entre os átomos C5 – C4, C7 - C2 e C9 - C10 são, respectivamente, 1,415(5), 1,384(5) e 1,203(8) Å. A explicação para o fato da distância de ligação entre o C9 e C10 ser mais curta do que o esperado é que, como mostra a Figura 3.7, os elipsóides para o C9 e C10 são relativamente grandes e isto faz com que a distância entre as posições atômicas médias sejam menores que as correspondentes separações atômicas médias, que é a quantidade com significado químico.

As distâncias entre os átomos de carbono e oxigênio, C3 – O1 e C6 – O2, são 1,370(4) e 1,371(4) Å, respectivamente, e os ângulos torcionais C4 – S1 – C12 – C17 e C5 – S2 – C18 – C23, são 6,8(4)° e 24,5(3)°, respectivamente.