

3.9) 6,7-bis-metilsulfanil-1,4-dihidro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diol (AC6)

A partir dos resultados da análise de difração de raio X, verificou-se que a estrutura do AC6 pertence ao sistema cristalino monoclinico, grupo espacial $P2_1/n$.

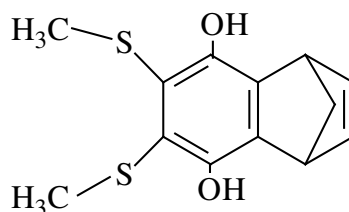


Tabela 3.9.1- Dados cristalográficos e de refinamento para a AC6.

Dados Cristalográficos e de refinamento	
Fórmula empírica	$C_{13}H_{14}O_2S_2$
Massa Molar	266,37 g.mol ⁻¹
Temperatura	293K
λ (Mok α)	0,71073 Å
Sistema Cristalino	Monoclinico
Grupo espacial	$P2_1/n$
a	5,9632(6) Å
b	26,8083(38) Å
c	7,7532(11) Å
β	95,96(2)°
Volume	1232,75(28) Å ³
Z	4
Densidade calculada	1,435 g.cm ⁻³
Coefficiente de absorção (μ)	0,418 mm ⁻¹
F(000)	560
Tamanho do cristal	0,20 x 0,15 x 0,12 mm
$\theta_{m\acute{a}x.}$	22,0°
Reflexões coletadas	1574
Reflexões independentes	1420
Reflexões observadas	465
R(int.)	0,0284
Método de refinamento	Refinamento por mínimos quadrados com matriz completa de F^2
Dados/restrições/parâmetros	1420/0/158
Índice R final [$I > 2\sigma(I)$] R, wR2	0,0668; 0,1141
Índice R (Todos os dados) R, wR2	0,1515; 0,1702

3.9.1 - Resultados cristalográficos

Tabela 3.9.2 - 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)	12221(5)	269(1)	6880(5)	50(1)
S(2)	12034(6)	583(1)	10929(4)	48(1)
O(2)	9890(14)	993(3)	4418(11)	50(3)
O(1)	9327(13)	1525(3)	11294(11)	38(3)
C(8)	7390(20)	1934(5)	5468(18)	47(4)
C(7)	8691(19)	1540(5)	6552(19)	27(4)
C(6)	9820(20)	1115(5)	6137(19)	37(4)
C(5)	10856(18)	814(4)	7463(18)	23(3)
C(4)	10670(20)	968(5)	9223(17)	31(4)
C(3)	9510(20)	1377(5)	9640(20)	31(4)
C(2)	8580(20)	1666(4)	8270(20)	29(4)
C(1)	7130(20)	2133(5)	8229(17)	41(4)
C(10)	4790(20)	1982(5)	7450(20)	51(4)
C(9)	4950(20)	1866(4)	5834(18)	42(4)
C(11)	7930(20)	2389(5)	6601(17)	53(5)
C(12)	15062(17)	484(4)	6831(17)	62(4)
C(13)	14534(18)	961(5)	11525(16)	81(5)

Tabela 3.9.3 - Coordenadas calculadas dos átomos de Hidrogênio ($\times 10^4$).

	x	y	z	U(eq)
H(102)	9549	649	4273	60
H(101)	10413	1777	11608	80
H(8)	7671	1959	4249	56
H(1)	7225	2331	9296	50
H(10)	3492	1973	8020	61
H(9)	3765	1761	5040	51
H(11A)	7042	2679	6225	63
H(11B)	9526	2471	6735	63
H(12A)	15574	637	7921	93
H(12B)	15114	724	5916	93
H(12C)	16019	207	6630	93
H(13A)	15544	933	10643	121
H(13B)	15276	845	12610	121
H(13C)	14101	1303	11637	121

Tabela 3.9.4 - Distâncias (Å) e ângulos (°) de ligação

S(1)-C(5)	1,753(11)
S(1)-C(12)	1,794(10)
S(2)-C(4)	1,803(11)
S(2)-C(13)	1,821(11)
O(2)-C(6)	1,378(13)
O(1)-C(3)	1,356(13)
C(8)-C(7)	1,513(15)
C(8)-C(11)	1,519(15)
C(8)-C(9)	1,522(15)
C(7)-C(6)	1,377(15)
C(7)-C(2)	1,380(15)
C(6)-C(5)	1,401(14)
C(5)-C(4)	1,442(14)
C(4)-C(3)	1,354(15)
C(3)-C(2)	1,385(15)
C(2)-C(1)	1,519(14)
C(1)-C(10)	1,517(15)
C(1)-C(11)	1,556(13)
C(10)-C(9)	1,304(14)
C(5)-S(1)-C(12)	101,7(5)
C(4)-S(2)-C(13)	99,5(5)
C(7)-C(8)-C(11)	99,9(11)
C(7)-C(8)-C(9)	105,1(10)
C(11)-C(8)-C(9)	98,1(10)
C(6)-C(7)-C(2)	120,1(13)
C(6)-C(7)-C(8)	133,0(14)
C(2)-C(7)-C(8)	106,9(12)
C(7)-C(6)-O(2)	119,2(13)
C(7)-C(6)-C(5)	119,7(13)
O(2)-C(6)-C(5)	121,1(13)
C(6)-C(5)-C(4)	117,2(11)
C(6)-C(5)-S(1)	118,3(11)
C(4)-C(5)-S(1)	124,5(11)
C(3)-C(4)-C(5)	123,5(12)
C(3)-C(4)-S(2)	119,4(11)
C(5)-C(4)-S(2)	117,1(11)
C(4)-C(3)-O(1)	123,7(13)
C(4)-C(3)-C(2)	116,2(13)
O(1)-C(3)-C(2)	120,0(13)
C(7)-C(2)-C(3)	123,3(12)
C(7)-C(2)-C(1)	105,5(12)
C(3)-C(2)-C(1)	131,0(14)
C(10)-C(1)-C(2)	106,5(10)
C(10)-C(1)-C(11)	98,2(10)
C(2)-C(1)-C(11)	99,1(10)
C(9)-C(10)-C(1)	106,9(13)
C(10)-C(9)-C(8)	108,4(13)
C(8)-C(11)-C(1)	92,8(9)

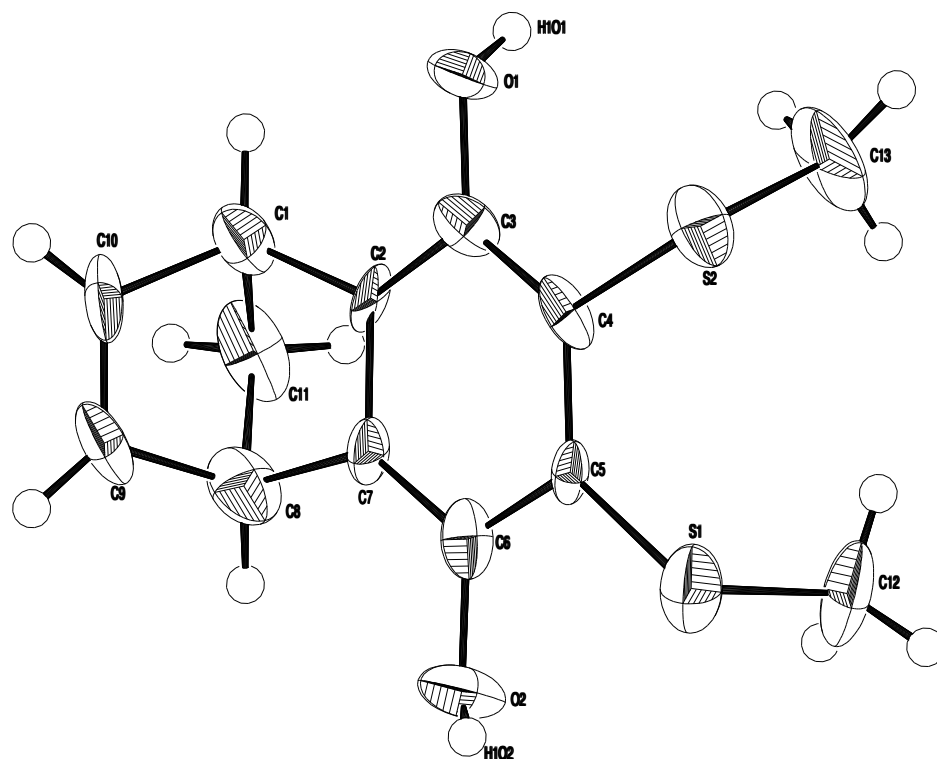


Figura 3.8 – Estrutura molecular do composto 6,7-bis-metilsulfanil-1,4-dihidro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diol (AC6) mostrando os elipsóides de 50% de probabilidade.

3.9.2 - Análise dos resultados

As distâncias entre os átomos de C5 – C4, C7 - C2 e C9 - C10 são respectivamente, 1,442(14), 1,380(15) e 1,304(14) Å. As distâncias entre os átomos de carbono e oxigênio, C3 – O1 e C6 – O2, são 1,356(13) e 1,378(13) Å e os ângulos entre C4 – S2 – C13 e C5 – S1 – C12, são 100° e 102°, respectivamente.