

3.2) 4a,6,8a-tricloro-7-metoxi-1,4,4a,8a-tetrahidro-1,4- metano-naftaleno-5,8-diona (AC2)

A partir dos resultados da análise de difração de raio X, verificou-se que a estrutura do AC2 pertence ao sistema cristalino monoclinico, grupo espacial P2₁/n.

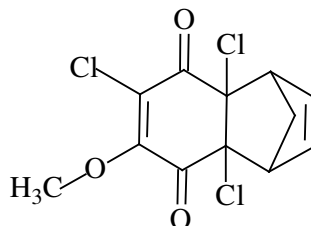


Tabela 3.2.1 - Dados cristalográficos e de refinamento para a AC2.

Dados Cristalográficos e de refinamento	
Fórmula empírica	C ₁₂ H ₉ O ₃ Cl ₃
Massa Molar	307,54 g.mol ⁻¹
Temperatura	293K
λ (Mok _α)	0,71073 Å
Sistema Cristalino	Monoclinico
Grupo espacial	P2 ₁ /n
a	13,394(6).Å
b	6,342(4) Å
c	14,727(3) Å
β	94,39(5)°
Volume	1247,4(3) Å ³
Z	4
Densidade calculada	1.638 g.cm ⁻³
Coeficiente de absorção (μ)	0,730 mm ⁻¹
F(000)	624
Tamanho do cristal	0,45 x 0,25 x 0,40 mm
θ _{máx.}	25,5°
Reflexões coletadas	2550
Reflexões independentes	2445
Reflexões observadas	1349
R(int.)	0,0251
Método de refinamento	Refinamento por mínimos quadrados com matriz completa de F ²
Dados/restrições/parâmetros	2445/0/164
Índice R final [I > 2σ (I)] R, wR2	0,0352; 0,0927
Índice R (Todos os dados) R, wR2	0,1081; 0,1161

3.2.1 - Resultados cristalográficos

Tabela 3.2.2 - Coordenadas atômicas ($\times 10^4$) e fator de deslocamento atômico isotrópico equivalente ($\text{\AA}^2 \times 10^3$)

	x	y	z	U (eq)
C1(1)	6863(1)	-1514(2)	3782(1)	56(1)
C1(2)	6563(1)	4068(2)	957(1)	59(1)
C1(3)	8145(1)	4515(1)	2549(1)	63(1)
O(1)	8791(2)	43(5)	3219(2)	61(1)
O(2)	6365(2)	-852(4)	446(1)	50(1)
O(3)	5536(2)	-1549(4)	2146(2)	51(1)
C(1)	9214(3)	1919(6)	1480(2)	52(1)
C(2)	8205(2)	2071(5)	1932(2)	39(1)
C(3)	8097(2)	454(5)	2680(2)	38(1)
C(4)	7094(2)	-438(4)	2753(2)	34(1)
C(5)	6401(2)	-570(5)	2041(2)	36(1)
C(6)	6696(2)	50(5)	1123(2)	35(1)
C(7)	7414(2)	1889(5)	1085(2)	36(1)
C(8)	8091(3)	1739(6)	278(2)	49(1)
C(9)	8587(2)	-402(6)	392(2)	50(1)
C(10)	9244(2)	-298(6)	1109(2)	51(1)
C(11)	8952(3)	3167(6)	607(3)	67(1)
C(12)	4691(3)	-1253(7)	1493(3)	64(1)

—

Tabela 3.2.3 - Coordenadas calculadas dos átomos de Hidrogênio ($\times 10^4$)

	x	y	z	U (eq)
H(1)	9811	2385	1853	62
H(8)	7768	2052	-327	59
H(9)	8454	-1577	25	60
H(10)	9650	-1391	1342	61
H(11A)	8739	4597	723	81
H(11B)	9489	3174	201	81
H(12A)	4723	126	1228	97
H(12B)	4083	-1386	1793	97
H(12C)	4704	-2300	1024	97

Tabela 3.2.4 - Distâncias (Å) e ângulos (°) de ligação.

C1(1)-C(4)	1,712(3)
C1(2)-C(7)	1,792(3)
C1(3)-C(2)	1,801(3)
O(1)-C(3)	1,204(3)
O(2)-C(6)	1,205(3)
O(3)-C(5)	1,333(4)
O(3)-C(12)	1,440(4)
C(1)-C(10)	1,510(5)
C(1)-C(11)	1,528(5)
C(1)-C(2)	1,555(4)
C(2)-C(3)	1,521(4)
C(2)-C(7)	1,579(4)
C(3)-C(4)	1,470(4)
C(4)-C(5)	1,348(4)
C(5)-C(6)	1,490(4)
C(6)-C(7)	1,515(4)
C(7)-C(8)	1,551(4)
C(8)-C(9)	1,516(5)
C(8)-C(11)	1,517(5)
C(9)-C(10)	1,323(5)
C(5)-O(3)-C(12)	120,5(3)
C(10)-C(1)-C(11)	100,9(3)
C(10)-C(1)-C(2)	105,1(3)
C(11)-C(1)-C(2)	100,2(3)
C(3)-C(2)-C(1)	113,7(3)
C(3)-C(2)-C(7)	115,4(2)
C(1)-C(2)-C(7)	102,2(2)
C(3)-C(2)-C1(3)	101,8(2)
C(1)-C(2)-C1(3)	110,1(2)
C(7)-C(2)-C1(3)	114,1(2)
O(1)-C(3)-C(4)	122,2(3)
O(1)-C(3)-C(2)	120,8(3)
C(4)-C(3)-C(2)	116,8(2)
C(5)-C(4)-C(3)	123,1(3)
C(5)-C(4)-C1(1)	120,3(2)
C(3)-C(4)-C1(1)	116,5(2)
O(3)-C(5)-C(4)	119,4(3)
O(3)-C(5)-C(6)	121,4(3)
C(4)-C(5)-C(6)	118,3(3)
O(2)-C(6)-C(5)	121,3(3)
O(2)-C(6)-C(7)	121,9(3)
C(5)-C(6)-C(7)	116,8(3)
C(6)-C(7)-C(8)	113,0(3)
C(6)-C(7)-C(2)	114,6(2)
C(8)-C(7)-C(2)	102,3(2)
C(6)-C(7)-C1(2)	101,4(2)
C(8)-C(7)-C1(2)	111,8(2)
C(2)-C(7)-C1(2)	114,2(2)
C(9)-C(8)-C(11)	100,5(3)
C(9)-C(8)-C(7)	104,3(3)
C(11)-C(8)-C(7)	101,2(3)
C(10)-C(9)-C(8)	107,7(3)
C(9)-C(10)-C(1)	107,5(3)
C(8)-C(11)-C(1)	94,6(3)

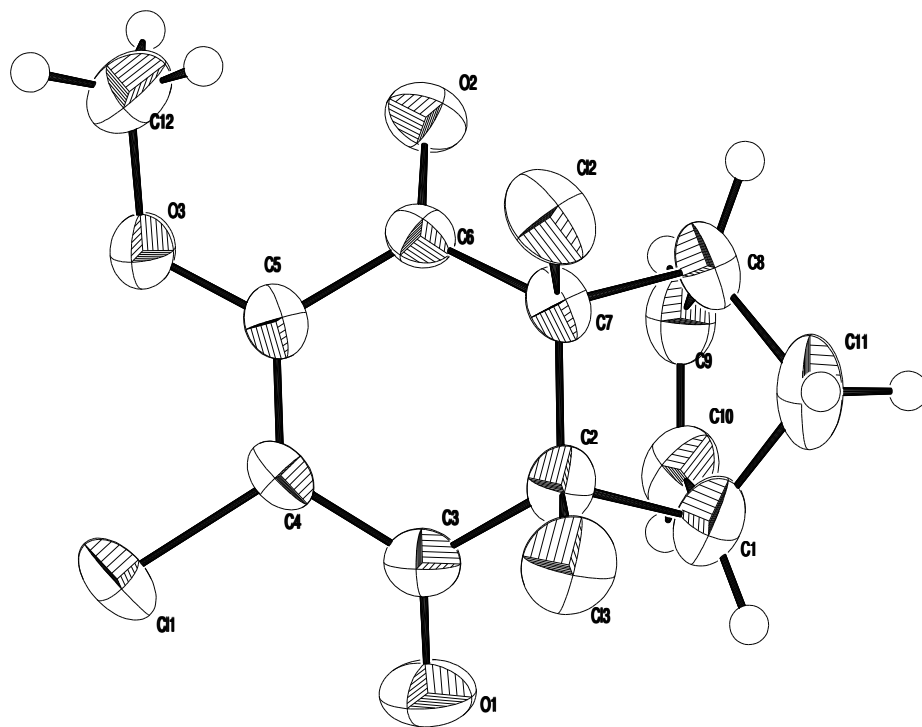


Figura 3.1 - Estrutura molecular do composto 4a,6,8a-Tricloro-7-metoxi-1,4,4a,8a-tetrahydro-1,4-metano-naftaleno-5,8-diona (AC2), mostrando as elipsóides de 50% de probabilidade.

3.2.2 - Análise dos resultados

As distâncias entre os átomos de C5 – C4, C7 - C2 e C10 – C9 são respectivamente, 1,348(4); 1,579(4) e 1,323(5) Å. As distâncias entre os átomos de carbono e oxigênio, C3 – O1 e C6 – O2, são 1,204(3) e 1,205(3) Å, respectivamente, e os ângulos entre C5 – O3 – C12, C8 – C7 – C12 e C7 – C2 – C13, são 120° e 112° e 114°, respectivamente, que são valores esperados.