ACOPLAMENTO DE CLORETO DE 4-NITROFENILDIAZÔNIO COM NUCLEÓFILOS ALIFÁTICOS: EXPERIMENTO INTEGRADO DE SÍNTESE ORGÂNICA E CRISTALOGRAFIA DE RAIOS X

Silvio Cunha*[#], Monique F. Marques[#] e Valéria Rocha[#]
Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, 40170-290 Salvador - BA, Brasil
Carlito Lariucci e Ivo Vencato
Instituto de Física, Universidade Federal de Goiás, CP 131, 74001-970 Goiânia - GO, Brasil

Figura 1S. *Fotos dos azocompostos* ***7*** *e* ***8***

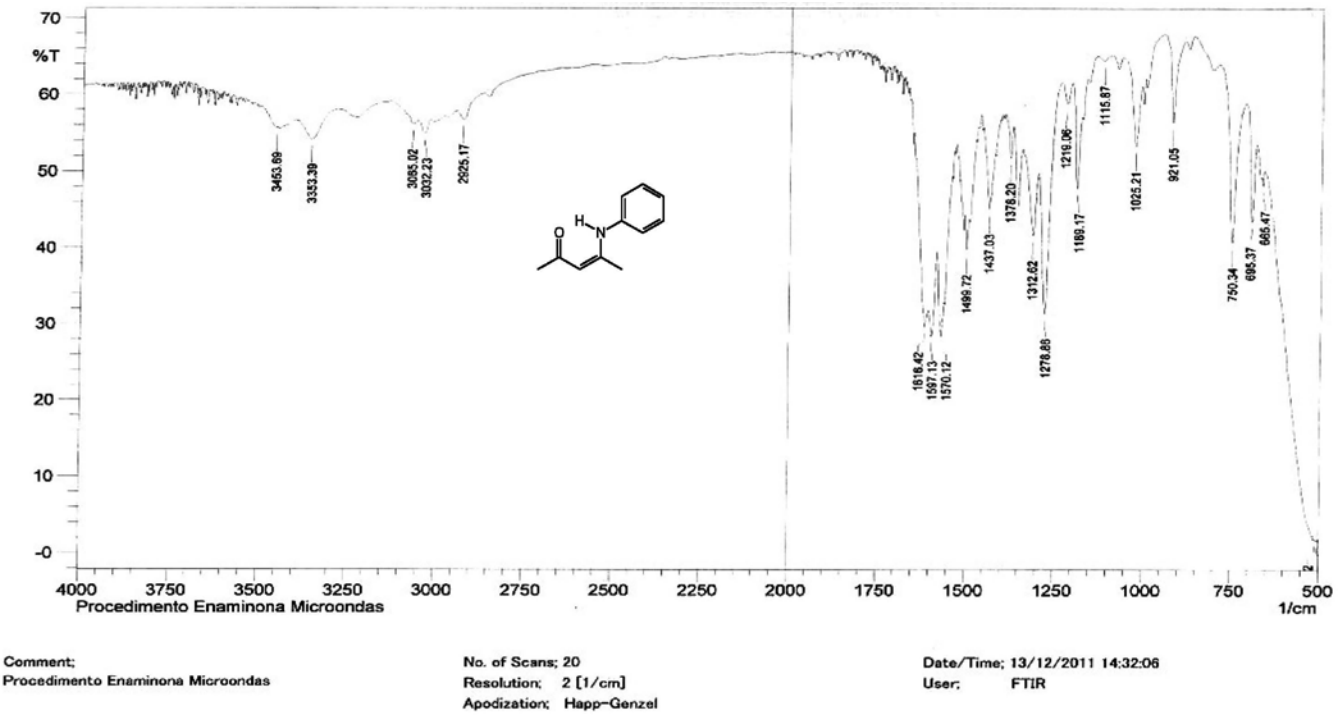

Figura 2S. *Espectro na região do IV (filme) da enaminona* ***3***

*e-mail: silviodc@ufba.br
[#]Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia - INCT em Energia e Ambiente, Universidade Federal da Bahia, Salvador, BA

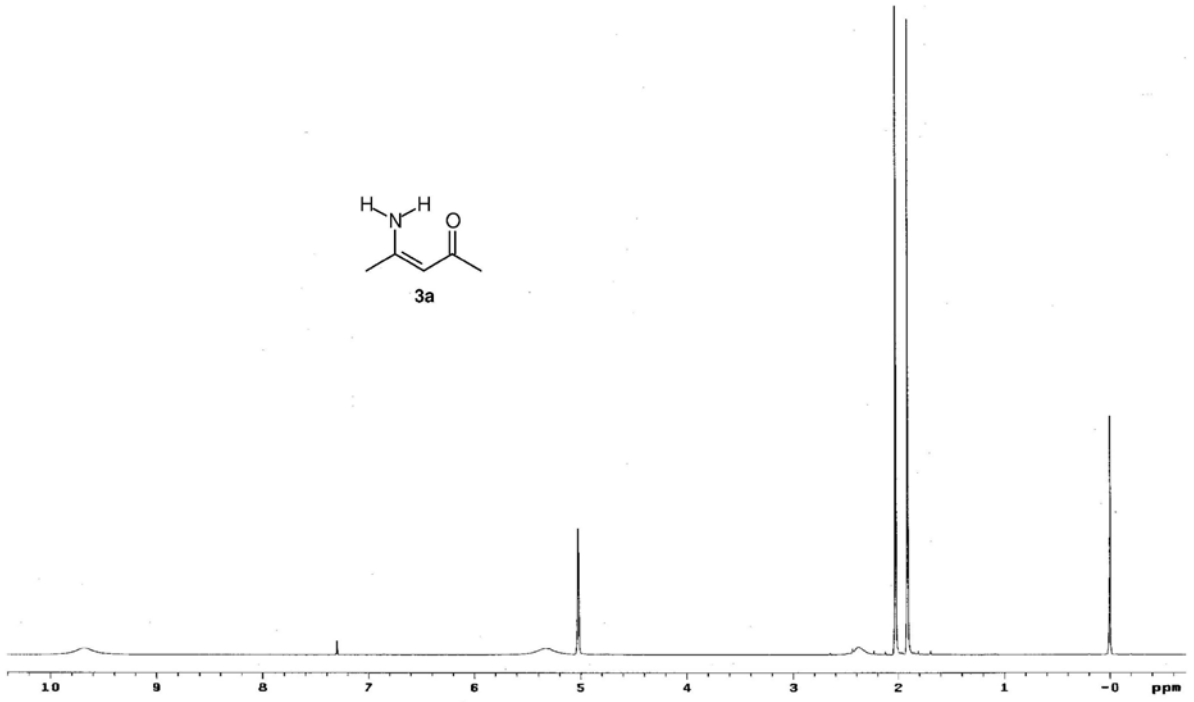

Figura 3S. *Espectro de Ressonância Magnética Nuclear de ^{1}H ($CDCl_3$) da enaminona* ***2***

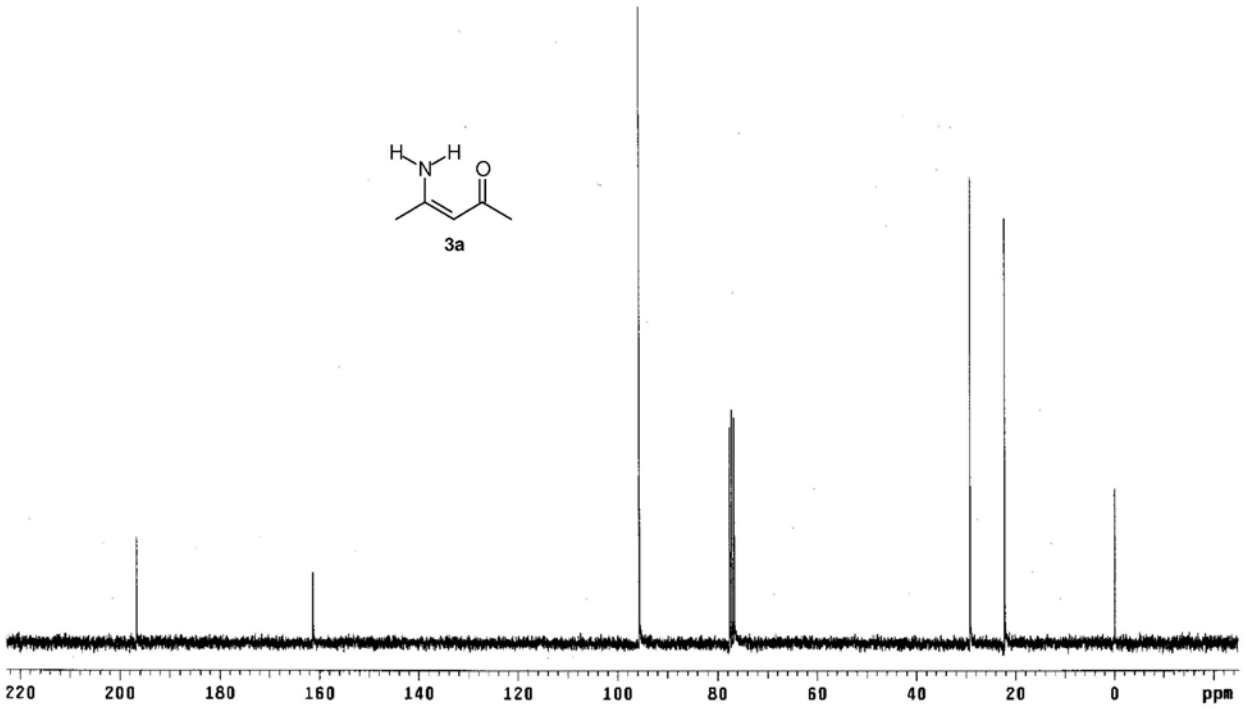

Figura 4S. *Espectro de Ressonância Magnética Nuclear de ^{13}C ($CDCl_3$) da enaminona* ***2***

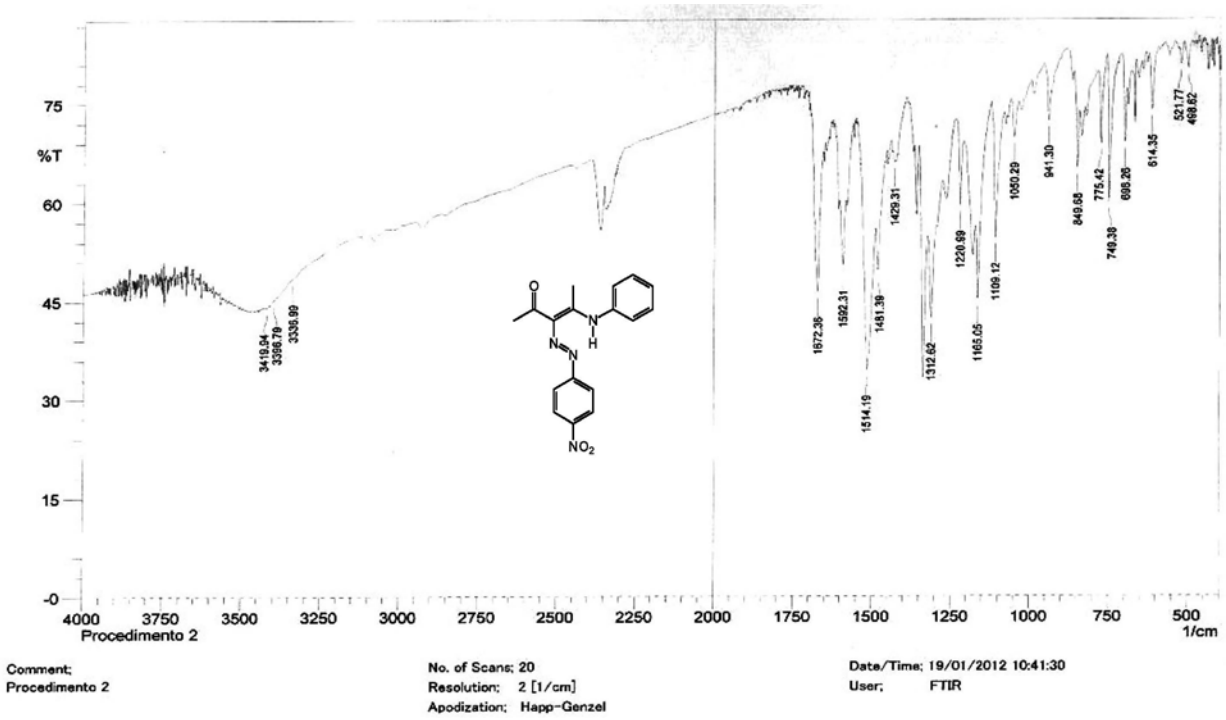

Figura 5S. *Espectro na região do IV (KBr) da azoenaminona* ***6***

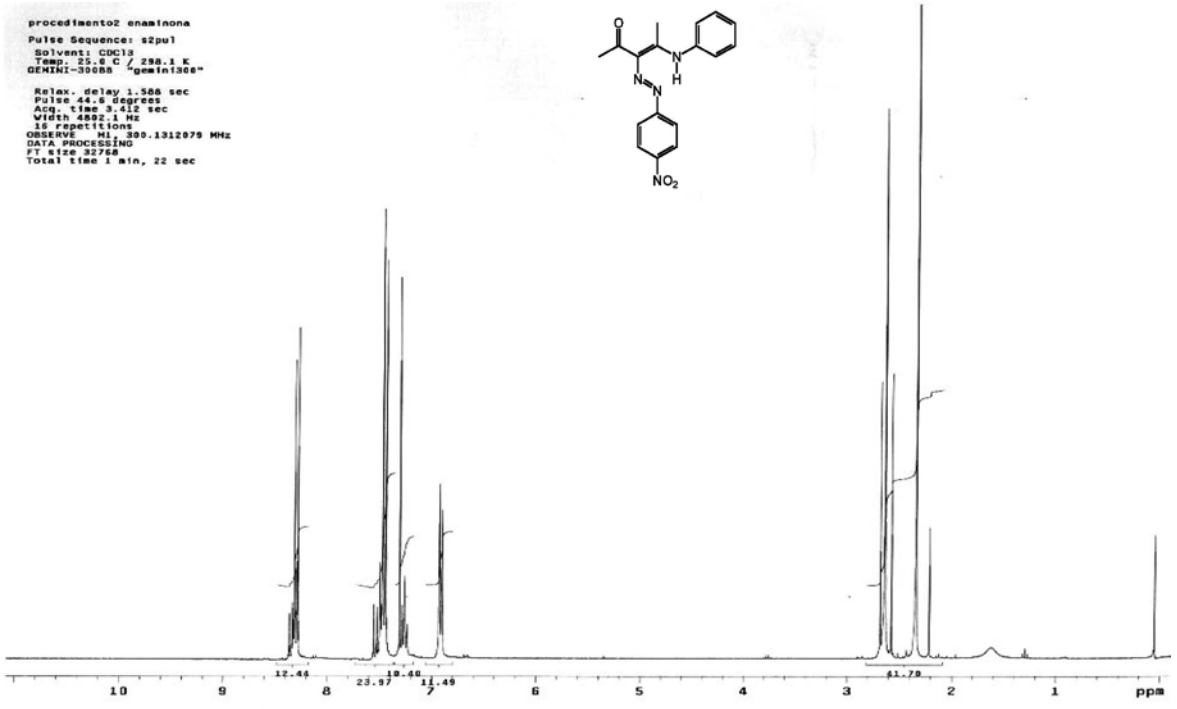

Figura 6S. *Espectro de Ressonância Magnética Nuclear de* ^{1}H *(*$CDCl_3$*) da azoenaminona* ***6***

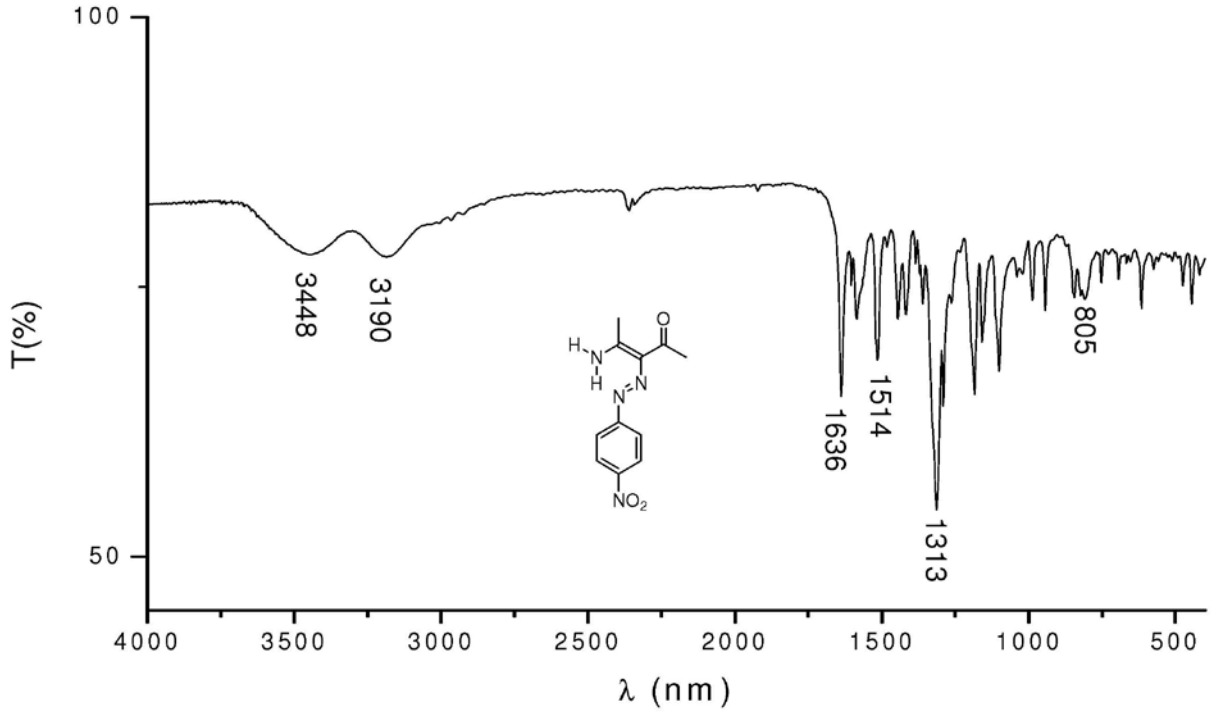

Figura 7S. *Espectro na região do IV (KBr) da azoenaminona* ***7***

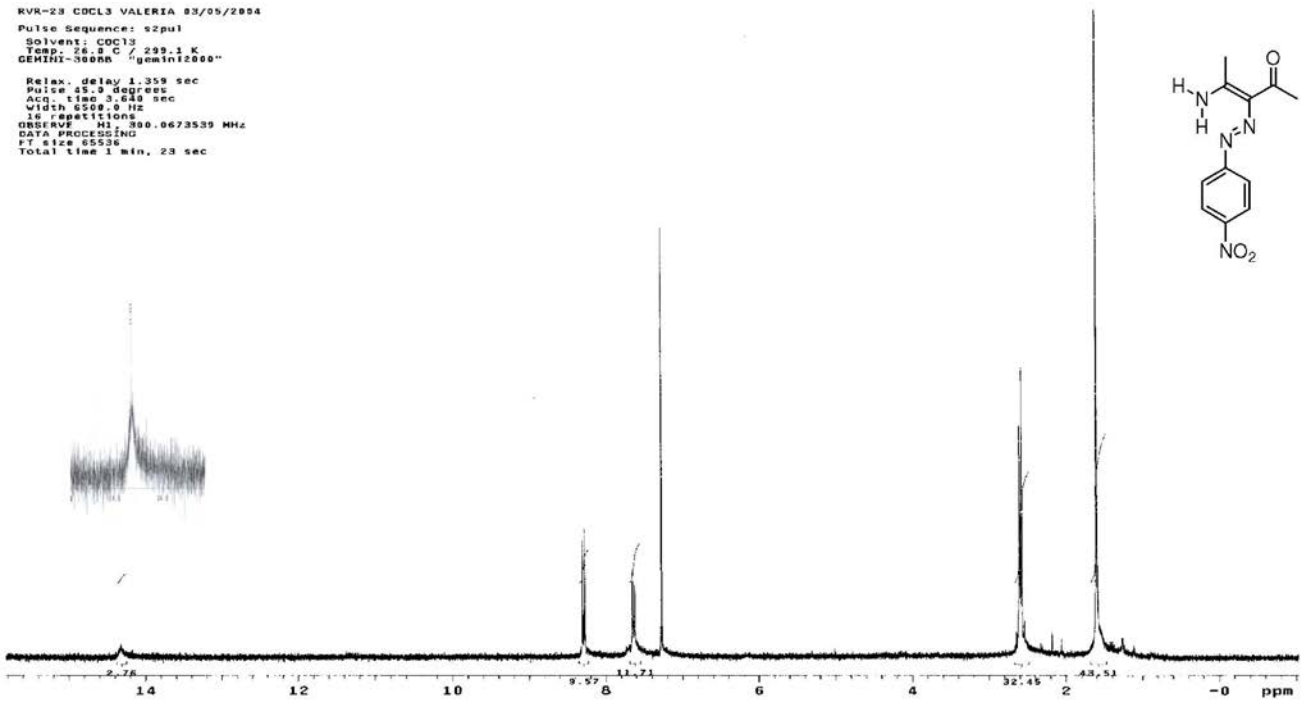

Figura 8S. *Espectro de Ressonância Magnética Nuclear de* ^{1}H *(*$CDCl_3$*) da azoenaminona* ***7***

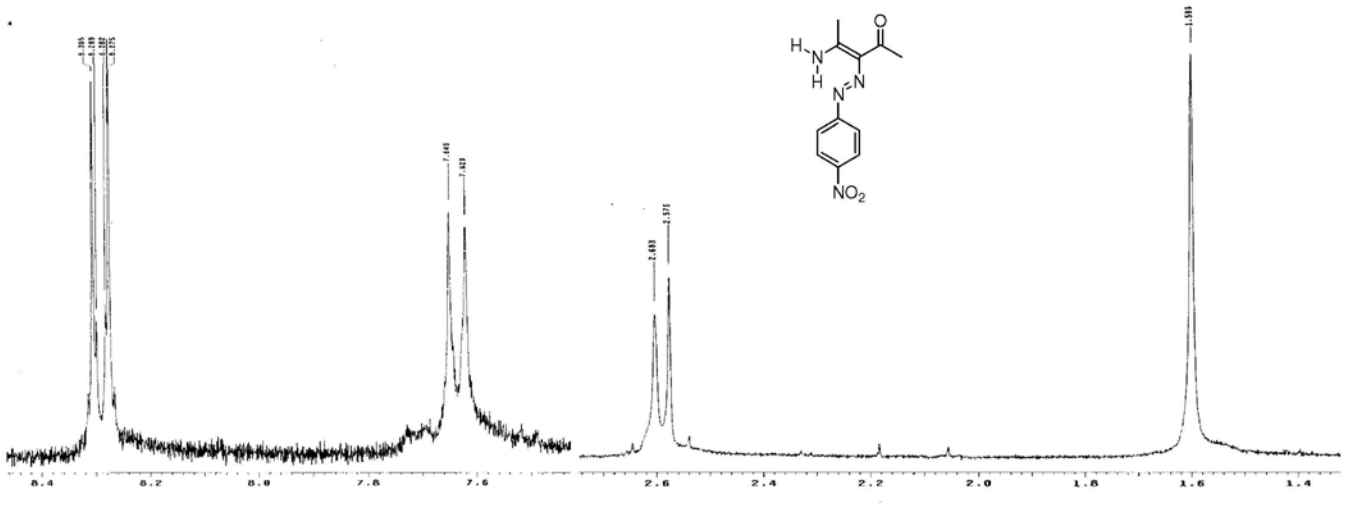

Figura 9S. *Expansões do Espectro de Ressonância Magnética Nuclear de ^1H ($CDCl_3$) da azoenaminona* ***7***

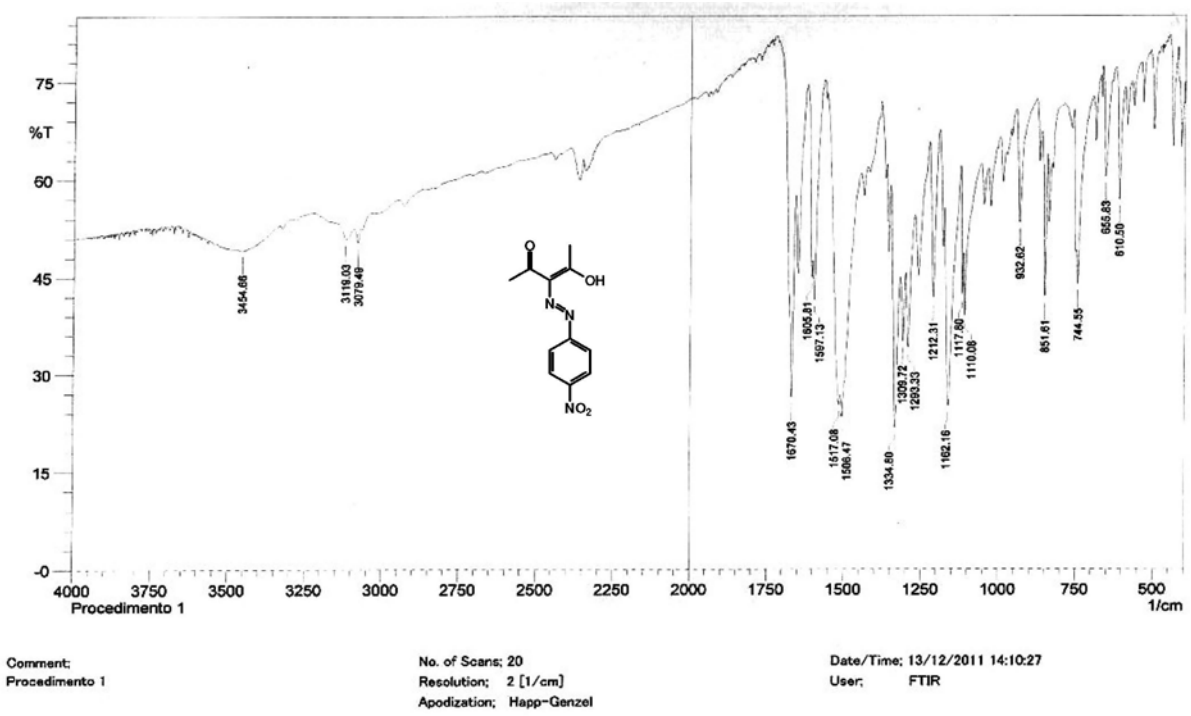

Figura 10S. *Espectro na região do IV (KBr) do derivado azo* ***8***

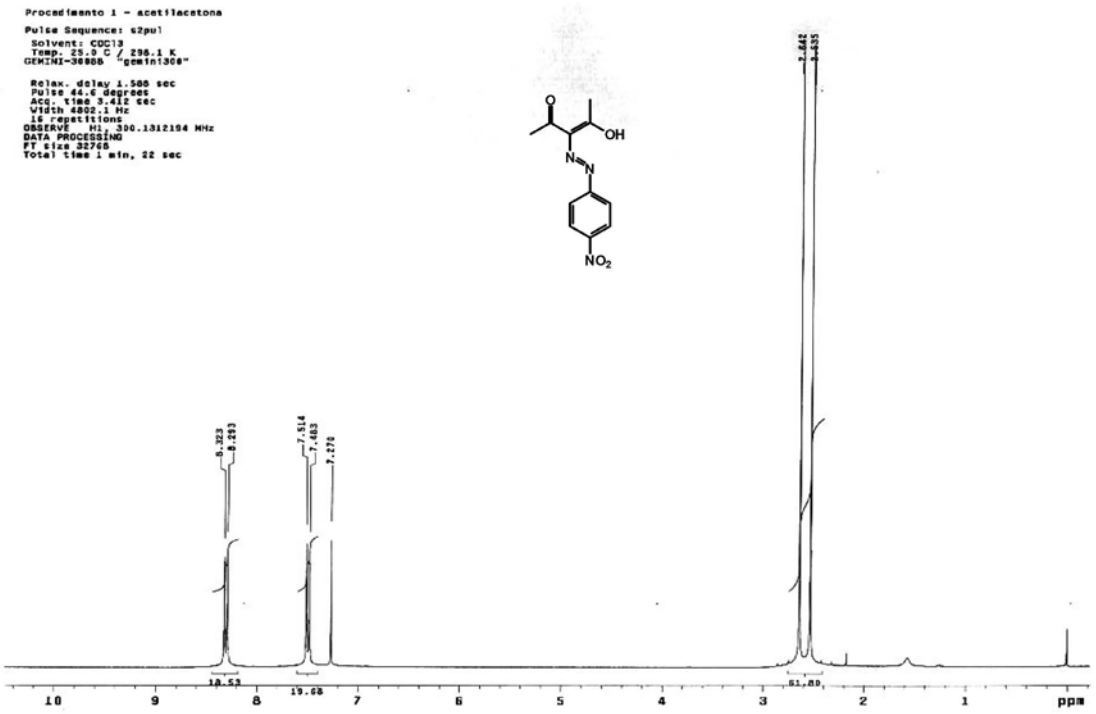

Figura 11S. *Espectro de Ressonância Magnética Nuclear de ^1H ($CDCl_3$) do derivado azo* ***8***

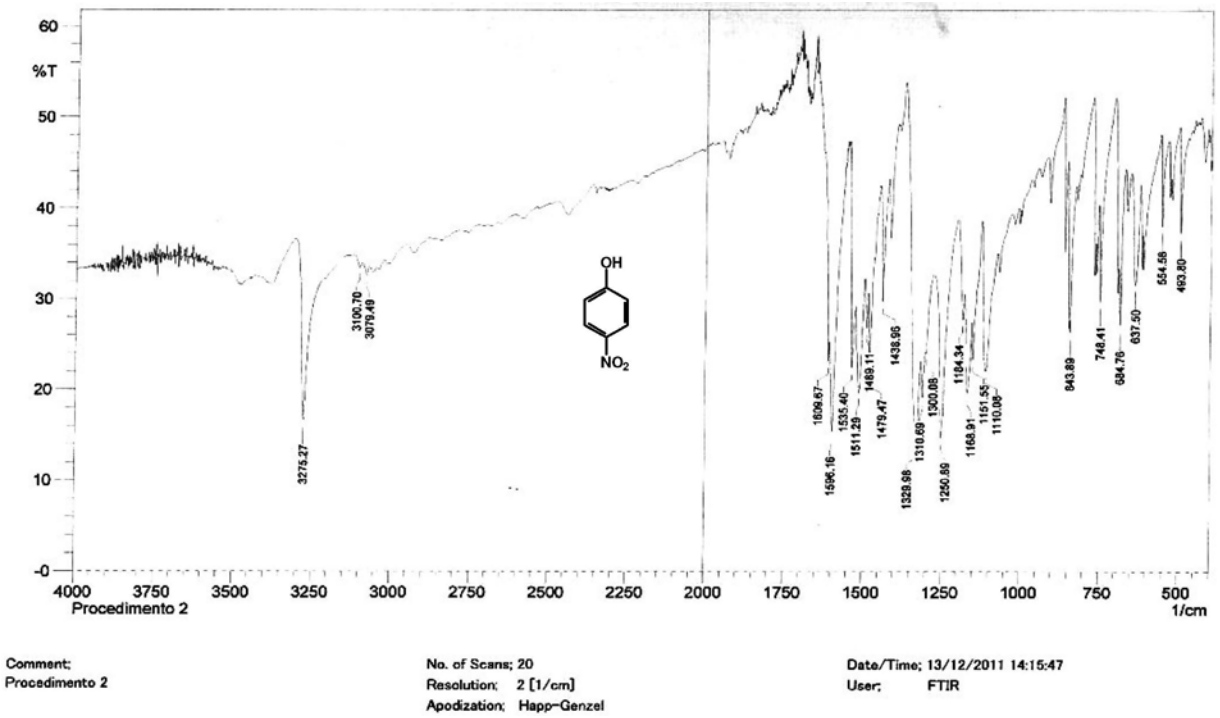

Figura 12S. *Espectro na região do IV (KBr) do 4-nitrofenol*

Tabela 1S. Dados Cristalinos e refinamento da azoenaminona **7**

Fórmula molecular	$C_{11}H_{12}N_4O_3$	
Peso molecular	248.25	
Temperatura	293(2) K	
Comprimento de onda	0,71073 Å	
Sistema cristalino	Monoclínico	
Grupo espacial	P21/c	
Cela unitária	a = 10,745(2) Å	α = 90°
	b = 8,670(2) Å	β = 96,50(3)°
	c = 12,747(3) Å	γ = 90°
Volume	1179,9(4) $Å^3$	
Z	4	
Densidade (calculada)	1,398 Mg/m^3	
Coeficiente de Absorção	0,105 mm^{-1}	
F(000)	520	
Dimensões do cristal	0,33 x 0,30 x 0,16 mm	
Intervalo de teta para coleta de dados	2,85 a 25,07 °	
Variação para hkl	0<=h<=12, 0<=k<=10, -15<=l<=15	
Reflexões coletadas	2184	
Reflexões independentes	2067 [R(int) = 0,0174]	
Método de Refinamento	Mínimos quadrados sobre F2	
Dados / restrições / parâmetros	2067 / 0 / 164	
Índice R final [I>2σ(I)]	R1 = 0,0405, wR2 = 0,0983	
Índice R (todos dados)	R1 = 0,0788, wR2 = 0,1528	
Coeficiente de Extinção	0,013(2)	

Tabela 2S. Comprimentos de ligação (Å) da azoenaminona **7**

O(1)-C(2)	1,229(4)	C(3)-C(4)	1,427(4)
O(2)-N(4)	1,224(3)	C(4)-C(5)	1,493(4)
O(3)-N(4)	1,227(3)	C(5)-H(5A)	0,9600
N(1)-C(4)	1,312(3)	C(5)-H(5B)	0,9600
N(1)-H(1A)	0,8600	C(5)-H(5C)	0,9600
N(1)-H(1B)	0,8600	C(6)-C(11)	1,391(4)
N(2)-N(3)	1,293(3)	C(6)-C(7)	1,398(4)
N(2)-C(3)	1,360(3)	C(7)-C(8)	1,376(4)
N(3)-C(6)	1,416(3)	C(7)-H(7)	0,9300
N(4)-C(9)	1,460(4)	C(8)-C(9)	1,382(4)
C(1)-C(2)	1,504(4)	C(8)-H(8)	0,9300
C(1)-H(1A)	0,9600	C(9)-C(10)	1,387(4)
C(1)-H(1B)	0,9600	C(10)-C(11)	1,375(4)
C(1)-H(1C)	0,9600	C(10)-H(10)	0,9300
C(2)-C(3)	1,469(4)	C(11)-H(11)	0,9300

Tabela 3S. Ligações de hidrogênio da azoenaminona **7**

Átomos	d(D-H)(Å)	d(H...A)(Å)	d(D...A)(Å)	Ângulo(°)
N(1) – H(1a) .....N(3)	0,86	1,94	2,599(3)	133
N(1) – H(1a) .....O(3)^{i}	0,86	2,48	3,040(3)	123
N(1) – H(1b) .....O(3)^{ii}	0,86	2,03	2,867(3)	163

Operações de simetria: i = 1 - x, -1/2 + y, 1/2 – z e ii = x, -1/2 – y, 1/2 + z

Tabela 4S. Ângulos de ligação (°) da azoenaminona **7**

C(4)-N(1)-H(1A)	120,0	C(4)-C(5)-H(5B)	109,5
C(4)-N(1)-H(1B)	120,0	H(5A)-C(5)-H(5B)	109,5
H(1A)-N(1)-H(1B)	120,0	C(4)-C(5)-H(5C)	109,5
N(3)-N(2)-C(3)	120,0(2)	H(5A)-C(5)-H(5C)	109,5
N(2)-N(3)-C(6)	112,5(2)	H(5B)-C(5)-H(5C)	109,5
O(2)-N(4)-O(3)	123,2(3)	C(11)-C(6)-C(7)	119,2(3)
O(2)-N(4)-C(9)	117,9(2)	C(11)-C(6)-N(3)	116,7(2)
O(3)-N(4)-C(9)	118,9(2)	C(7)-C(6)-N(3)	124,1(2)
C(2)-C(1)-H(1A)	109,5	C(8)-C(7)-C(6)	120,5(3)
C(2)-C(1)-H(1B)	109,5	C(8)-C(7)-H(7)	119,8
H(1A)-C(1)-H(1B)	109,5	C(6)-C(7)-H(7)	119,8
C(2)-C(1)-H(1C)	109,5	C(7)-C(8)-C(9)	118,9(3)
H(1A)-C(1)-H(1C)	109,5	C(7)-C(8)-H(8)	120,5
H(1B)-C(1)-H(1C)	109,5	C(9)-C(8)-H(8)	120,5
O(1)-C(2)-C(3)	122,0(3)	C(8)-C(9)-C(10)	121,9(3)
O(1)-C(2)-C(1)	119,5(3)	C(8)-C(9)-N(4)	118,7(2)
C(3)-C(2)-C(1)	118,5(3)	C(10)-C(9)-N(4)	119,3(3)
N(2)-C(3)-C(4)	125,8(2)	C(11)-C(10)-C(9)	118,4(3)
N(2)-C(3)-C(2)	112,1(2)	C(11)-C(10)-H(10)	120,8
C(4)-C(3)-C(2)	122,1(3)	C(9)-C(10)-H(10)	120,8
N(1)-C(4)-C(3)	119,3(3)	C(10)-C(11)-C(6)	121,0(3)
N(1)-C(4)-C(5)	116,4(2)	C(10)-C(11)-H(11)	119,5
C(3)-C(4)-C(5)	124,3(2)	C(6)-C(11)-H(11)	119,5
C(4)-C(5)-H(5A)	109,5		