



## Estrategias para Resolución y Refinamiento de Estructuras Cristalinas a Partir de Datos de DRX en Monocristales

M. Ávila<sup>1</sup> & E. Reguera<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del IPN, U. Legaria, México D.F.

<sup>2</sup> Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales, Universidad de La Habana, Cuba

### Introducción

La Difracción de Rayos X en Monocristales es una técnica que ha demostrado ser muy poderosa en la resolución de estructuras cristalinas, revelando posiciones atómicas, distancias y ángulos de enlace, etc. En este trabajo se exhiben las estructuras de tres composiciones pertenecientes a la familia de los imidazolatos obtenidas a partir de esta técnica. Los imidazolatos son una clase de compuestos que consisten generalmente de cúmulos tetraédricos  $MN_4$  ( $M=Co, Cu, Zn, \text{etc.}$ ), unidos por una pequeña molécula heterocíclica que actúa como un ligando angular rígido bidentado formando estructuras tipo zeolitas (ver fig. 1). Como una subfamilia de los enrejados metal-orgánicos (MOFs), los imidazolatos exhiben variadas e interesantes topologías de poros, al mismo tiempo poseen una excepcional estabilidad térmica y química [4]. Debido a esas características combinadas han recibido una notable atención en diversos campos tales como: electrónica, óptica, catálisis, magnetismo, y más recientemente como prototipos de enrejados para el almacenamiento de hidrógeno [1-4].

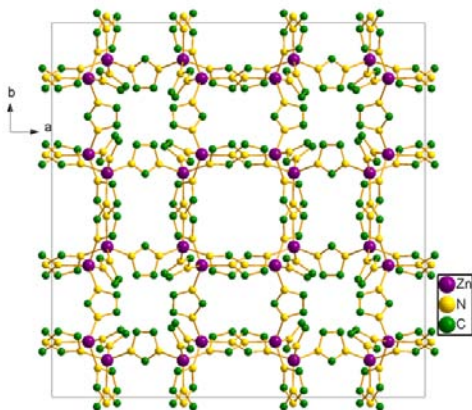


Figura 1. Estructura de Imidazolato.

### Desarrollo Experimental

Se escogieron aquellos monocristales homogéneos, de tamaño aproximado entre 0.1 y 0.2 mm a lo largo de las tres dimensiones, de formas regulares y con los bordes bien definidos. Los patrones de DRX fueron adquiridos en un equipo Xcalibur-E Oxford Diffraction de la ENCB del IPN, usando la longitud de onda  $K_\alpha$  del molibdeno ( $\lambda=0.71073\text{\AA}$ ). La determinación del modelo estructural de partida se efectuó mediante métodos directos y método de Patterson. Dicho modelo fue completado mediante síntesis de Fourier. El refinamiento fue realizado en el programa FullProf mediante un proceso iterativo hasta que se alcanzó una

condición de convergencia entre los valores de las intensidades experimentales y el modelo teórico.

### Resultados y Discusión

De los patrones de DRX, se encontró que los materiales bajo estudio cristalizan en los sistemas mostrados en la tabla 1. En el primer caso el anillo imidazol no se desprotonó, trayendo como consecuencia que el cobalto quedara en coordinación octaédrica, formando una estructura de capas con el cloro y las aguas entre las capas. En el segundo caso el imidazol fue desprotonado, generando una coordinación tetraédrica para el zinc, mostrando un enrejado poroso 3D (figura 1). En el último caso el metal ensamblador también quedó coordinado tetraédricamente, pero aquí exhibió una estructura de capas como en el primer caso.

Tabla 1. Resumen de las composiciones estudiadas

Composición	Sistema Cristalino
$[Co(C_3H_4N_2)_6]Cl_2 \cdot 4H_2O$	Triclínico
$Zn[C_3H_3N_2]_2$	Tetragonal
$Co[C_7H_5N_2]_2$	Monoclínico

### Conclusiones

A partir de patrones de DRX en monocristales se resolvieron y refinaron las estructuras cristalinas de tres composiciones pertenecientes a la familia de los imidazolatos. Se encontró al metal ensamblador tanto en coordinación octaédrica como tetraédrica. Además se observaron diferentes y atractivas topologías de enrejados.

### Agradecimientos

Agradecemos a la ENCB del IPN y al Dr. Hugo Jiménez por las facilidades para la adquisición de los patrones de DRX.

### Referencias

- [1] J. F. Fernández-Bertrán, M. P. Hernández, E. Reguera, et al; *J. Phys. Chem. Sol.* (2006), 67, 1612-1617.
- [2] Kyo Sung Park, Zheng Ni, Adrien P. Côté, et al; *PNAS* (2006), 103, 10186-10191.
- [3] Xiao-Chun Huang, Yan-Yong Lin, Jie-Peng Zhang & Xiao-Ming Chen; *Angew. Chem.* (2006), 45, 1557-1559.
- [4] Hui Wu, Wei Zhou & Taner Yildirim; *J. Am. Chem. Soc.* (2007), 129, 5314-5315.