



## ESTRUCTURA CRISTALINA EN IMIDAZOLATOS Resolución y Refinamiento a Partir de Difracción de Rayos X en Polvos

M. Ávila<sup>1</sup> y 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

### Resumen

A partir de Difracción de Rayos X en Polvos, están siendo resueltas *ab initio* y refinadas usando el método de Rietveld, las estructuras cristalinas de 5 composiciones pertenecientes a la familia de los imidazolatos. Se ha encontrado que cristalizan en los sistemas: hexagonal, monoclinico y triclínico.

### Introducción

Los imidazolatos son una nueva clase de compuestos nanoporosos que consisten de cúmulos tetraédricos MN<sub>4</sub> (M=Co, Cu, Zn, 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]. No obstante, las estructuras cristalinas de muchos de ellos son aún desconocidas, motivo por el cual es necesario dedicar más a su resolución y refinamiento, ya que el conocimiento de ésta aporta información muy valiosa para la comprensión de sus propiedades físicas y químicas.

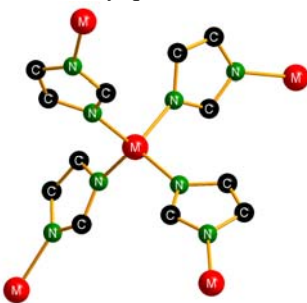


Figura 1. Estructura de Imidazolato.

### Procedimiento Experimental

Los patrones de DRX fueron adquiridos en la línea D10B-XPD del Laboratorio Nacional de Luz Sincrotrón (LNLS) de Campinas, Brasil. El indexado y la determinación de la celda unitaria se llevó a cabo mediante los programas TREOR y DICVOL. La asignación de los posibles grupos espaciales se efectuó mediante la inspección de las ausencias sistemáticas observadas en los índices de Miller. La extracción de los factores de estructura se realizó por el método de Le Bail, refinando para ello los parámetros de fondo, de perfil, de

celda unitaria y de asimetría. En todos los casos el fondo fue ajustado mediante un polinomio de tercer grado y el perfil fue modelado por una función pseudo-Voigt. La búsqueda de las posiciones atómicas está siendo efectuada por métodos directos, método de Patterson, Simulated Annealing y síntesis de Fourier. El refinamiento de los modelos atómicos está siendo realizado a través del método de Rietveld asistido por un conjunto de ligaduras y restricciones.

### Resultados

Las etapas de indexado y determinación de la celda unitaria se han llevado a cabo con figuras de mérito  $M(n) > 50$  y  $F(n) > 90$ . Los ajustes Le Bail han mostrado un excelente acuerdo entre los patrones calculado y experimental, lo cual confirma las asignaciones de las celdas unitarias. Las estructuras cristalinas están siendo resueltas siguiendo el procedimiento descrito anteriormente y haciendo uso de técnicas experimentales complementarias, tales como: EDS, IR y TG. Los resultados encontrados pueden ser resumidos en la siguiente tabla:

Tabla 1. Resumen de las composiciones estudiadas

Composición	Sistema Cristalino
Zn[Benzimidazol] <sub>2</sub> (DMF)	Monoclinico
Zn[Benzimidazol] <sub>2</sub> (DMSO)	Monoclinico
Zn[Etilimidazol] <sub>2</sub> (MeOH)	Hexagonal
Zn[Imidazol] <sub>2</sub> (DMSO)	Triclínico
Zn[Imidazol] <sub>2</sub> (MeOH)	Triclínico

### Agradecimientos

Agradecemos al LNLS de Campinas, Brasil 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.