

Cristalografía de Materiales Moleculares

S. A. Lozano¹, H. Jimenez², E. Reguera¹.

¹ Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional, Legaria 694. Colonia Irrigación, 11500 México D. F.

² Escuela Nacional de Ciencias Biológicas, Instituto Politécnico Nacional.

Resumen

El Proyecto de Tesis trata acerca de Cristalografía de Materiales Moleculares, a partir de datos de cristales simples y de policristales. Cuando es posible crecer un cristal simple hasta dimensiones entre 0.2 y 1 mm y con adecuada perfección cristalina la difracción de rayos X (DRX) nos proporciona directamente la estructura cristalina del material. En caso contrario hay que apelar al conocido método de polvos (policristales) donde para resolver la estructura hay que combinar datos de DRX con información a priori procedentes de otras técnicas experimentales. A diferencia del método del cristal simple donde la estructura puede ser resuelta y refinada en horas o pocos días, a partir de policristales resolver una estructura puede tomar meses, en el caso en que ello sea posible.

Introducción

Un objetivo primario en el estudio de un material sólido es poder establecer sus propiedades físicas y la dependencia de estas del modo de preparación, composición, de las interacciones con agentes externos, etc. A nivel atómico las propiedades físicas están determinadas por el tipo de interacciones que se establecen entre átomos vecinos (enlaces) en el sólido y las propiedades de simetrías de la unidad de construcción o celda elemental de este. Para conocer ese tipo de interacciones y propiedades de simetría hay que determinar las coordenadas x, y, z de cada átomo en la celda elemental y el grupo espacial de simetría propio de una estructura determinada. En esto consiste lo que se conoce como resolución y el refinamiento de la estructura cristalina de un material dado. Una vez que se conocen las coordenadas atómicas y las relaciones de simetría, es posible, en principio conocer todas sus propiedades físicas, ya sea a través de cálculos computacionales de la estructura electrónica a partir de la estructura cristalina o mediante una interpretación adecuada de mediciones físicas. El Proyecto de Tesis se sustenta en esos principios, e incluye la resolución y refinamiento de estructuras cristalinas en materiales moleculares a partir de datos de difracción de rayos X en muestras en forma de cristales simples (monocristales) o policristalinas. Cuando las características del material lo requiera, se tendría acceso a una instalación de Luz Sincrotrón para obtener datos de DRX de alta resolución y bajo condiciones especiales como pueden ser: bajas temperaturas (hasta 10 K), altas temperaturas (hasta 1500 K), bajo vacío o bajo presión. Entre los materiales a estudiar se encuentran: enrejados metal-orgánicos, polímeros de coordinación tri-dimensionales (3D), materiales laminares (2D) y laminas pilareadas (3D), todos de interés para el almacenamiento de hidrógeno en nanocavidades. Los datos de DRX se complementarán con información procedente de otras técnicas de caracterización que incluyen: espectroscopias IR, Raman, UV-Vis, Mössbauer, RMN de sólidos;

termo-gravimetría, y microscopia electrónica (SEM TEM). El Proyecto de Tesis incluye la formación básica del estudiante en forma tutorial siguiendo un grupo de textos básicos [1-4].

Metodología

Para satisfacer los requerimientos del Proyecto de Tesis habrá que vencer las siguientes etapas:

- 1) Dominar los fundamentos de la cristalofísica y la cristalografía a partir de conceptos de Química y Física de Sólidos, y a partir de aquí apropiarse de los principios de la cristalografía.
- 2) Aprender los principios en que se sustenta la difracción de rayos X, dominar la operación de un difractor de rayos X, tanto de policristales como de cristales simples y ser capaz de trabajar de forma independiente en la línea de difracción en una instalación de Luz Sincrotrón.
- 3) Dominar la cristalografía de policristales, en particular para la resolución y refinamiento de estructuras cristalinas combinando datos de DRX con información espectroscópica.
- 4) Apropiarse de los fundamentos del método de cristal simple para resolver la estructura de un material dado, incluyendo todo lo relativo a preparación y montaje de la muestra para coleccionar los datos.
- 5) Llegar a dominar el uso de las herramientas de software existente para el procesamiento de datos tanto de muestras policristalinas como procedentes de un cristal simple.
- 6) Dominar las herramientas de software existentes para la presentación gráfica de los resultados derivados de la resolución y refinamiento de estructuras cristalinas.
- 7) Saber interactuar con las principales bases de datos de cristalografía (ICSD, CCDC) para poder depositar información cristalográfica en ellas según el formato que estas exigen.
- 8) Ser capaz de producir un manuscrito publicable en una revista internacional utilizando información cristalográfica según los estándares mundialmente establecidos.

Agradecimientos

Agradecemos al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) y a la Secretaría de Investigación y Posgrado (SIP) del Instituto Politécnico Nacional (IPN) por su apoyo a este trabajo.

Referencias

- [1] Cullity, B. D., Elements of X-Ray Diffraction, Addison-Wesley (1960).
- [2] Klug, H. P., L. E. Alexander, X-Ray Diffraction Procedures, Wiley Interscience Publications, New York (1976).
- [3] Giacovazzo, C., A. Altomare, M. C. Burla, B. Carozzini, G. L. Cassacarano, A. Guagliardi, Structure Determination from Power Diffraction Data, Oxford Science Pub., Oxford (2002).
- [4] Young, R. A. The Rietveld Method. Oxford University Press (1992).