

Resumen

Los materiales microporosos como las zeolitas han sido destacados por su amplio impacto en procesos catalíticos, medio ambiente e industria. El conocimiento de la estructura cristalina de la materia y el estudio de sus propiedades y aplicaciones están intrínsecamente relacionadas. Por lo tanto, las técnicas convencionales de difracción como la difracción de rayos X en monocristal y la difracción de rayos X en polvo (SCXRD y PXRD, respectivamente) han sido los métodos habituales para obtener información sobre la disposición estructural de los átomos. Sin embargo, la limitación para obtener cristales lo suficientemente grandes para ser medidos por SCXRD y la fuerte superposición de picos en los patrones de PXRD dificultan con frecuencia la determinación estructural de estos materiales con estructuras complejas y unidades de parámetros de celda grandes. Es por ello por lo que el desarrollo de nuevas técnicas de difracción que permitan la determinación estructural es de suma importancia. Por lo tanto, es fundamental estudiar técnicas de difracción de última generación para la caracterización estructural en nuevos materiales microporosos, como las zeolitas. El objetivo de este trabajo es investigar la Tomografía de Difracción de Electrones (EDT), también conocida como Difracción de Electrones Tridimensional (3DED). Estos métodos pueden ser una técnica excepcional para el análisis estructural de materiales microporosos utilizando Microscopios Electrónicos de Transmisión (TEM) convencionales y ya disponibles. Estas técnicas generan patrones de difracción de monocristales de tamaño nanométrico con intensidades de dispersión mejoradas utilizando haces de electrones. Estos patrones se adquieren mientras el nanocristal gira dentro del goniómetro del TEM, resultando en patrones de difracción de electrones (ED) de pequeños cristales individuales de dimensiones nanométricas. Además, estos métodos requieren el desarrollo y la optimización de todos los parámetros experimentales que a menudo exigen experiencia en TEM. Además, muchos materiales sufren daños estructurales por la interacción con el haz de electrones. Para abordar este problema, la combinación de la técnica de tomografía por difracción de electrones con precesión (PEDT), que aplica una precesión del haz, junto con un manual de 3DED fácil de usar, minimizará estos efectos, permitiendo una adquisición de datos, procesamiento y determinación de estructuras exitosas.

Esta metodología se ha aplicado para resolver la estructura de nuevos materiales microporosos denominados ITQ-70 e ITQ-35, en forma sin calcinar, así como una zeolita ya conocida en forma sin calcinar con dos moléculas orgánicas diferentes en su interior como la ITQ-52. Todas estas estructuras se presentan en forma sin calcinar conteniendo agentes directores de estructura en su interior. Este enfoque conducirá a la localización atómica completa de materiales de zeolita híbridos inorgánicos y orgánicos mediante la accesibilidad de técnicas de difracción de rayos X y 3DED. Este avance ofrecerá un protocolo general prometedor para desarrollar una nueva herramienta de caracterización para una determinación precisa de la estructura de materiales cristalinos pequeños.