



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
ÁREA ACADÉMICA DE QUÍMICA

LICENCIATURA EN QUÍMICA

T E S I S

**Síntesis y caracterización estructural de compuestos de
coordinación de Zn(II) derivados del 2-(aminometil)bencimidazol**

PARA OBTENER EL TÍTULO DE
LICENCIADO EN QUÍMICA

P R E S E N T A

MIGUEL ANGEL GARCIA ORTIZ

DIRECTORA

DRA. ANGELA MARGARITA TLAHUEXTL ROMERO

CODIRECTOR

DR. ELTONH ISLAS TREJO

MINERAL DE LA REFORMA, HGO., MÉXICO, MAYO 2026



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería

School of Engineering and Basic Sciences

Dirección

Office of the Director

Mineral de la Reforma, Hgo., a 14 de abril de 2026

Número de control: ICBI-D/662/2026

Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCÍO ISLAS MALDONADO DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

Con Título Quinto, Capítulo II, Capítulo V, Artículo 51 Fracción IX del Estatuto General de nuestra Institución, por este medio, le comunico que el Jurado asignado al egresado de la Licenciatura en Química **MIGUEL ANGEL GARCIA ORTIZ**, quien presenta el trabajo de titulación "**Síntesis y caracterización estructural de compuestos de coordinación de Zn(II) derivados del 2-(aminometil)bencimidazol**", ha decidido, después de revisar fundamento en lo dispuesto en el Título Tercero, Capítulo I, Artículo 18 Fracción IV; dicho trabajo en la reunión de sinodales, **autorizar la impresión del mismo**, una vez realizadas las correcciones acordadas.

A continuación, firman de conformidad los integrantes del Jurado:

Presidente: Dr. José Roberto Villagómez Ibarra

Secretario: Dr. Antonio Rafael Tapia Benavides

Vocal: Dra. Ángela Margarita Tlahuextl Romero

Suplente: Dr. Eltonh Islas Trejo

Sin otro particular por el momento, reciba un cordial saludo.

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"

Dr. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI

GVR/MMM

"Amor, Orden y Progreso"



WORLD
UNIVERSITY
RANKINGS
2026



Times
Higher
Education



Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo
Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo,
México. C.P 42184
Teléfono: 52 (771) 71 720 00 Ext. 40001
direccion_icbi@uaeh.edu.mx, vergara@uaeh.edu.mx

uaeh.edu.mx

Este trabajo de tesis se realizó en el Área Académica de Química de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo bajo la dirección de la Dra. Ángela Margarita Tlahuextl Romero y el Dr. Eltonh Islas Trejo

Esta Tesis fue soportada por:

El proyecto: "Síntesis y estudio de la actividad citotóxica de arsoranos" fondo SEP-CONACYT: CB-2011/169010

Todos nuestros razonamientos acerca de cuestiones de hecho parecen fundarse en la relación de causa y efecto. Tan sólo por medio de esta relación podemos ir más allá de la evidencia de nuestra memoria y sentidos.

DAVID HUME

AGRADECIMIENTOS

A mi madre, Angélica, por su apoyo constante y por enseñarme, con su ejemplo, la profundidad del cariño de una madre hacia su hijo.

A mi papá, Miguel por el apoyo económico que me brindó durante la licenciatura.

A mis abuelos Jaime y Graciela por apoyarme siempre en cada momento.

A mis tías Gaby y Ana por el cariño que desde niño me han brindado.

Al Dr. Rafael y la Dra. Margarita por aceptarme en su laboratorio para que pudiera realizar esta tesis.

Al Dr. Eltonh, por enseñarme lo interesante que puede ser la química de coordinación y motivarme a explorar más allá del aula esta interesante área de la química.

Al Dr. Roberto Villagómez por ser presidente del jurado y por sus valiosos consejos para la mejora de este trabajo.

A Fer por ser mi compañera y mejor amiga durante todos los años que duró la carrera, por las tardes en la biblioteca y por la compañía y amor que me has brindado todos estos años.

DEDICATORIAS

A mis padres

ANGELICA ORTIZ FLORES
MIGUEL ANGEL GARCIA CHAVEZ

Contenido

1. Introducción	9
2. Marco teórico	10
2.1 Química de coordinación del zinc	10
2.2 Comportamiento ácido-base del 2-(aminometil)bencimidazol	12
2.3 Geometría y simetría de coordinación	12
2.3.1 Número de coordinación 4	13
2.3.2 Número de coordinación 5	14
2.3.3 Número de coordinación 6	15
2.4 Interacciones supramoleculares entre compuestos de coordinación	16
3. Antecedentes	18
3.1 Síntesis de compuestos de coordinación de zinc con el 2-(aminometil)bencimidazol	18
3.1.1 Síntesis de los compuestos $[H_3LZnCl_4]$, $[H_2LZnCl_3] \cdot H_2O$, $[HLZnCl_2]$ y $[(HL)_2ZnCl]Cl \cdot H_2O$	18
3.1.2 Síntesis de los compuestos $[(HL)_2Zn(H_2O)_2]Cl_2 \cdot 2H_2O$ y $[(HL)_2Zn(H_2O)]Cl_2 \cdot 2H_2O$	19
3.1.3 Síntesis de compuestos de Zn(II) y Cu(II) derivados de 2-AMBZ y glicina.	20
3.1.4 Síntesis de compuestos de Ru(III) y Pd(II) con el ligante 2-AMBZ	22
3.2 Técnicas de elucidación de compuestos de zinc con el ligante 2-AMBZ	23
3.2.1 Estudio estructural de los compuestos de coordinación de zinc derivados de 2-AMBZ por espectroscopia infrarroja	23
3.2.2 Estudio estructural de los compuestos de coordinación de zinc derivados de 2-AMBZ por difracción de rayos X	26
3.2.3 Estudio estructural de los compuestos de coordinación de zinc derivados de 2-AMBZ por espectroscopia de RMN de 1H y ^{13}C .	32
3.3 Aplicaciones de los compuestos de zinc con 2-AMBZ y su importancia biológica	35
4. Objetivos	38
4.1 Objetivo general	38
4.2 Objetivos específicos	38
5. Resultados y discusión	39
5.1 Síntesis de compuestos coordinación de Zn derivados de 2-AMBZ	39
5.1.1 Síntesis a diferente pH y tiempo de reacción.	39
5.1.2 Síntesis a diferente pH del 2-AMBZ, estequiometría y tiempo de reacción	40
5.1.3 Síntesis a partir del ligante bidentado 2-AMBZ con ZnI_2	40
5.2. Análisis estructural por espectroscopia infrarroja	41
5.2.1 Análisis estructural por espectroscopia infrarroja del compuesto 1	41
5.2.2 Análisis estructural por espectroscopia infrarroja del compuesto 2	42
5.2.3 Análisis estructural por espectroscopia infrarroja del compuesto 3	42

5.3. Análisis estructural mediante difracción de rayos X	43
5.3.1 Análisis estructural por difracción de rayos X del compuesto 1	43
5.3.2 Análisis estructural por difracción de rayos X del compuesto 2	45
5.3.3 Análisis estructural por difracción de rayos X del compuesto 3	47
5.4. Análisis estructural por resonancia magnética nuclear de ^1H y ^{13}C de los compuestos 1-3 .	51
6. Conclusión	54
7. Parte experimental	55
7.1 Síntesis del (1H-bencimidazol-2-ilmetanamina- $\kappa^2\text{N}^2,\text{N}^3$)diyodozinc(II)	55
7.2 Síntesis del yoduro de bis[1H-bencimidazol-2-ilmetanamina- $\kappa^2\text{N}^2,\text{N}^3$]yodozinc(II) monohidrato	55
7.3 Síntesis del yoduro de bis[1H-bencimidazol-2-ilmetanamina- $\kappa^2\text{N}^2,\text{N}^3$]clorozinc(II) monohidrato	56
8. Referencias	57

1. Introducción

Los compuestos de coordinación de zinc han sido estudiados por la importancia de este metal en procesos biológicos. Además, ha despertado interés en áreas como la catálisis y la síntesis orgánica por su capacidad para coordinarse con moléculas orgánicas con átomos donadores como oxígeno, nitrógeno y azufre. Así mismo, su configuración electrónica d^{10} le permite adoptar distintas geometrías, lo que le convierte en un sistema de interés en el estudio de la dependencia de las condiciones de reacción para obtener diferentes geometrías y formas de coordinación.

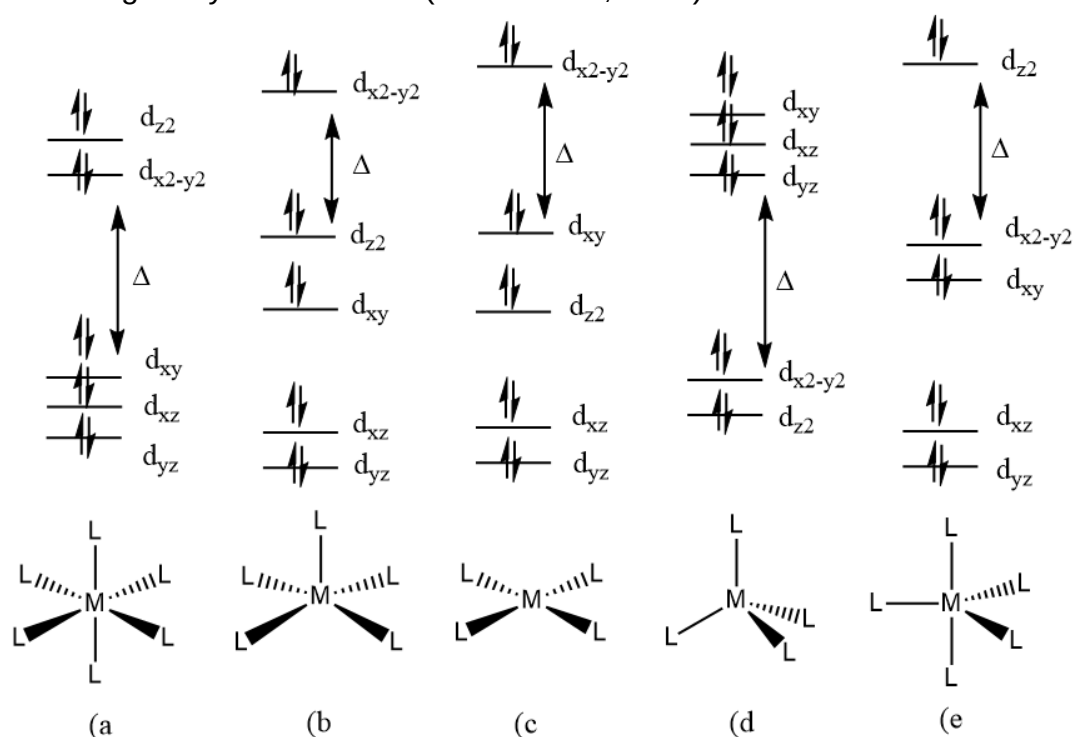
De igual forma, el 2-(aminometil)bencimidazol (2-AMBZ) es uno de los ligantes que más interés ha generado ya que su comportamiento químico es similar a algunos centros activos presentes en metaloproteínas. Como se describe en la sección de antecedentes, diversos autores han reportado la síntesis y caracterización de compuestos de coordinación derivados del 2-AMBZ con iones metálicos como Ru(III), Pt(II), Cu(II) y Zn(II), en combinación con distintos halogenuros y ligantes. También se han prestado especial atención en su análisis estructural mediante técnicas espectroscópicas y cristalográficas.

En este trabajo se presenta la síntesis y caracterización estructural de tres compuestos de coordinación de zinc con el ligante 2-AMBZ y los iones cloruro y yoduro. También se muestran las condiciones óptimas de reacción y la influencia del pH en la formación de cada compuesto. Además, la elucidación de las estructuras moleculares de los compuestos **1–3** mediante difracción de rayos X permitió conocer sus geometrías, ángulos de enlace, de torsión y se identificaron y describieron las estructuras supramoleculares presentes en las redes cristalinas, se asignaron sus descriptores y se compararon sus distintas distancias con la suma de los radios de Van der Waals. Estos estudios se complementaron con análisis de espectroscopía infrarroja (IR) y resonancia magnética nuclear (RMN).

2. Marco teórico

2.1 Química de coordinación del zinc

Los elementos del grupo 12 de la tabla periódica, que incluyen al zinc (Zn), cadmio (Cd) y mercurio (Hg), comparten la característica común de presentar un estado de oxidación 2+ y una configuración electrónica d^{10} (Esquema 1) (Nikiforova et al., 2022). Esta configuración, con los orbitales d completamente ocupados, impide que se obtenga energía de estabilización por el campo cristalino, a diferencia de los metales de transición con orbitales d parcialmente llenos (Weller et al., 2018). Como consecuencia, estos iones metálicos no muestran preferencia por geometrías específicas, lo que les confiere una notable flexibilidad estructural y les permite formar compuestos de coordinación con geometrías diversas, tales como la tetraédrica, la bipirámide trigonal y la octaédrica (Weller et al., 2018).



Esquema 1. Distorsión del campo cristalino para metales con configuración d^{10} para metales con geometría a) octaédrica, b) piramidal de base cuadrada, c) cuadrada plana, d) tetraédrica y e) bipirámide trigonal

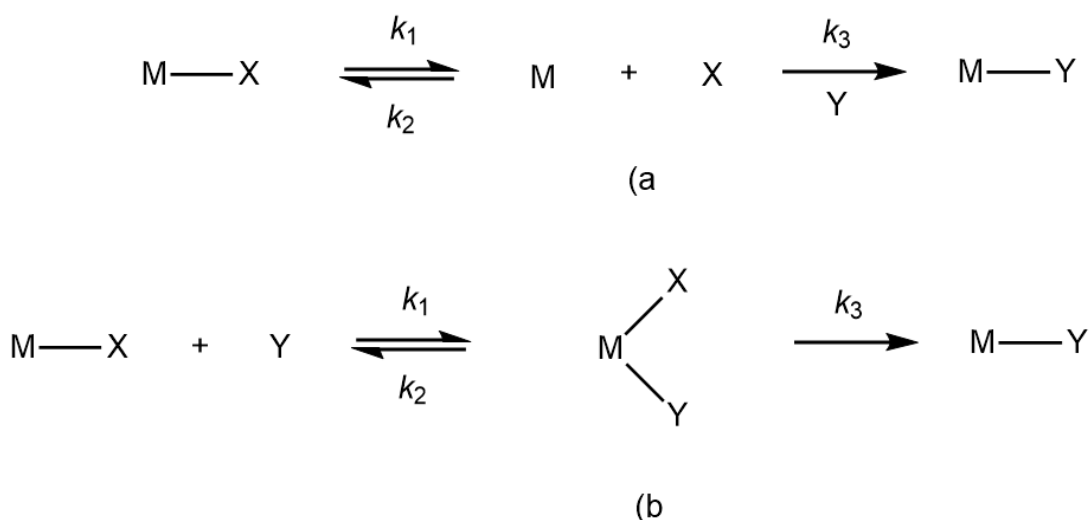
En el caso particular del Zn(II), su versatilidad geométrica ha sido ampliamente documentada. Estructuralmente, puede formar una variedad de compuestos de coordinación, que van desde compuestos tetraédricos con ligandos como haluros o alcoholes, hasta compuestos octaédricos con ligandos polidentados oxigenados o nitrogenados (Atkinson et al., 2024). Asimismo, puede adoptar geometrías pentacoordinadas con entornos distorsionados cuando interactúa con combinaciones de ligandos monodentados y bidentados (Burgess & Prince, 2006). Algunos ejemplos relevantes incluyen complejos de etilendiamina como $[\text{Zn}(\text{en})_3]^{2+}$, que adopta una

geometría octaédrica (Brabha & Malbi, 2023), o $[\text{ZnCl}_4]^{2-}$, que presenta una geometría tetraédrica (Avila-Montiel et al., 2020). En sistemas más dinámicos o supramoleculares, el Zn(II) puede adoptar geometrías irregulares como pirámide cuadrada o trigonal bipyramidal, dependiendo de las condiciones de síntesis, el pH y la naturaleza de los ligantes (Chen et al., 2010).

Los ligantes más comunes que coordinan al zinc son aquellos con átomos donadores tipo oxígeno, nitrógeno y azufre (donadores σ), presentes en moléculas como aminoácidos, imidazoles, ácidos carboxílicos y tioles (Han et al., 2018). Esto se debe a la afinidad intermedia del Zn(II) según la clasificación ácido-base dura-blanda (HSAB). Por el contrario, la formación de complejos de zinc con ligantes fosfina (donadores σ - aceptores π) es menos común, debido a la baja afinidad del Zn(II) por este tipo de átomos donadores más blandos (Burgess & Prince, 2006).

Una de las propiedades más distintivas de los compuestos de Zn(II) es su alta labilidad cinética, es decir, la rapidez con la que pueden intercambiar ligantes en solución. A diferencia de otros metales de transición con orbitales d parcialmente llenos, los complejos de zinc no presentan grandes barreras energéticas para el rompimiento o la formación de enlaces coordinados, lo cual se traduce en tiempos de vida muy cortos para los complejos intermedios en procesos de sustitución (Dreher & Elias, 1983). Esta labilidad facilita procesos de ensamblaje-desensamblaje, reorganización estructural e incluso la reversibilidad de enlaces coordinados en medios acuosos, una característica clave para su comportamiento en sistemas biológicos y supramoleculares (Wilkins, 1991).

En medios acuosos, la cinética de sustitución de ligantes como H_2O , aminas o aniones haluro en complejos de Zn(II) suele ser tan rápida que el equilibrio se alcanza en tiempos del orden de milisegundos, razón por la cual los estudios de mecanismos detallados requieren técnicas como espectroscopía de relajación o ultrasonido (Purcell & Kotz, 2012). (Esquema 2)



Esquema 2. Mecanismo de sustitución a) disociativo y b) asociativo de compuestos de coordinación

A pesar de su labilidad cinética, los compuestos de Zn(II) pueden exhibir una notable estabilidad termodinámica, especialmente cuando involucran ligantes polidentados, generando el efecto quelato. La formación de anillos en estos sistemas incrementa la entropía del sistema y disminuye la tendencia a la disociación del ligante, resultando en compuestos más estables en solución (^bMartell, 1967). Por ejemplo, ligantes como etilendiamina (en), ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) o 2-(aminometil)bencimidazol (2-AMBZ) pueden formar compuestos con constantes de estabilidad (log K) elevadas, dependiendo del medio y del pH (^aMartell, 2013).

2.2 Comportamiento ácido-base del 2-(aminometil)bencimidazol

En el ámbito de la química de coordinación, el 2-AMBZ ha sido ampliamente usado como ligante debido a la presencia de un grupo amino y un anillo de imidazol en su estructura, que le permiten actuar como un ligante mono- y bi- dentado (Nguyen et al., 2022). Así mismo, su capacidad de coordinación está fuertemente influenciada por su comportamiento ácido-base, ya que presenta dos constantes de disociación (pKa) de 2.996 y 7.569 (Zenteno et al., 2002). Estos valores indican que los sitios donadores pueden encontrarse protonados en determinadas condiciones de pH, lo que afecta directamente su disponibilidad para interactuar con el ion metálico y, por ende, influye en la formación y estabilidad de los complejos resultantes (Figura 1).

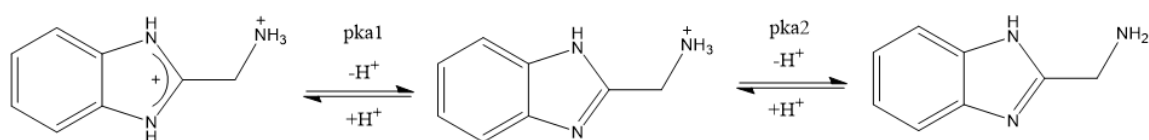


Figura 1. Representación de la desprotonación del 2-AMBZ.

2.3 Geometría y simetría de coordinación

A diferencia de la química orgánica, donde el átomo de carbono adopta números de coordinación limitados —generalmente 2, 3 o 4— correspondientes a geometrías lineal, trigonal plana y tetraédrica, respectivamente, en la química de coordinación es posible encontrar una gama más amplia de números de coordinación, que van desde 2 hasta 8 o incluso superiores (Bernhardt & Lawrance, 2024). Esta diversidad estructural se debe a que, a diferencia del carbono, los metales de transición poseen orbitales *d* disponibles para formar enlaces de coordinación, lo que les permite estabilizar un mayor número de ligantes en distintas orientaciones espaciales.

En este contexto, la simetría molecular adquiere un papel fundamental, ya que no solo influye en la estabilidad y propiedades electrónicas de los compuestos de coordinación, sino que también permite predecir patrones espectroscópicos, determinar tipos de isomería y simplificar el análisis estructural mediante el uso de la teoría de grupos.

2.3.1 Número de coordinación 4

Los metales con número de coordinación igual a cuatro pueden adoptar principalmente dos tipos de geometrías: tetraédrica y cuadrada plana. Estas dos disposiciones presentan diferencias notables tanto en su estructura y sus propiedades electrónicas, y están asociadas con distintos grupos puntuales de simetría: T_d para la geometría tetraédrica y D_{4h} para la cuadrada plana (Bernhardt & Lawrance, 2024) (Figura 2).

En los complejos de geometría tetraédrica, el centro metálico se encuentra rodeado por cuatro ligantes dispuestos hacia los vértices de un tetraedro, lo que genera ángulos de enlace cercanos a 109.5° . Una característica importante de este tipo de complejos es que, cuando los cuatro ligantes son diferentes, la estructura carece de elementos de simetría impropios, lo que da lugar a quiralidad, existiendo como un par de enantiómeros no superponibles. Este comportamiento es relevante desde el punto de vista estereoquímico, ya que puede influir en propiedades ópticas y en la reactividad del complejo (Von Zelewsky, 1996).

Por otro lado, los complejos de geometría cuadrada plana presentan una disposición coplanar de los cuatro ligantes alrededor del metal, con ángulos de enlace de aproximadamente 90° . Esta geometría es característica de metales con configuración electrónica d^8 , como Pd(II), Pt(II) o Ni(II), en los cuales la teoría del campo cristalino predice una estabilización significativa debido a la separación energética de los orbitales d . A pesar de que los efectos estéricos podrían favorecer disposiciones menos restringidas, la estabilización electrónica asociada a la ocupación de los orbitales de menor energía favorece la formación de complejos cuadrados planos, convirtiéndolos en una geometría particularmente común y estable para este tipo de sistemas (Shriver & Atkins, 1999).

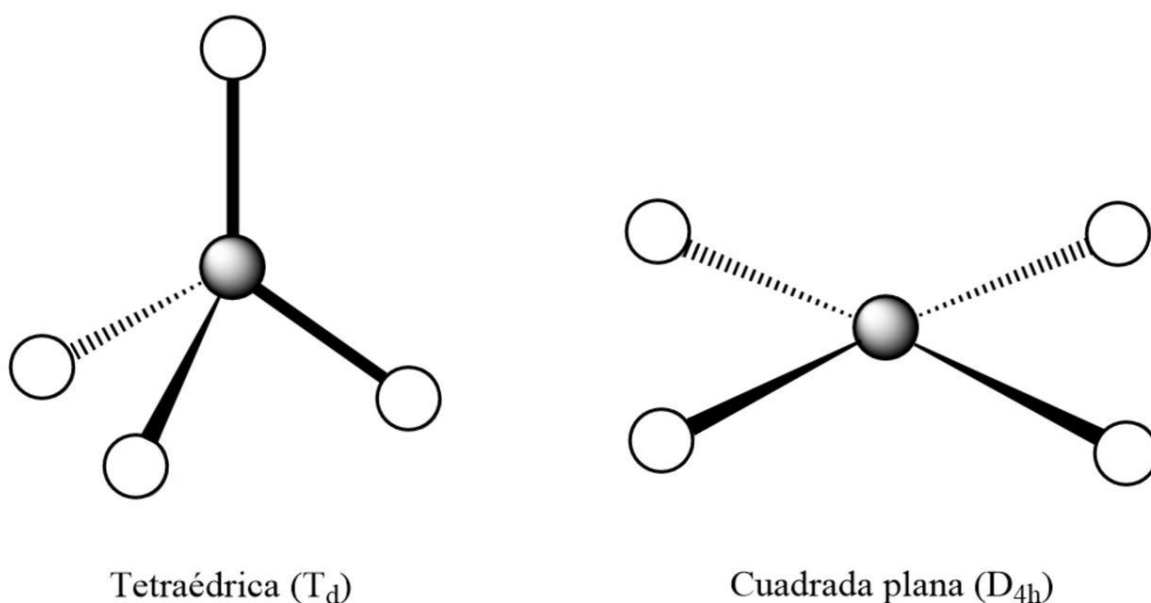


Figura 2. Geometrías y grupos de simetría puntual de los metales con número de coordinación 4

2.3.2 Número de coordinación 5

Los compuestos con número de coordinación igual a cinco son menos comunes que los de coordinación cuatro o seis, pero se encuentran con frecuencia en sistemas donde se coordinan ligantes voluminosos. Las dos geometrías principales adoptadas por estos complejos son la bipirámide trigonal (grupo puntual D_{3h}) y la pirámide cuadrada (grupo puntual C_{4v}), ambas con simetrías relativamente bajas en comparación con T_d o O_h . (Figura 3).

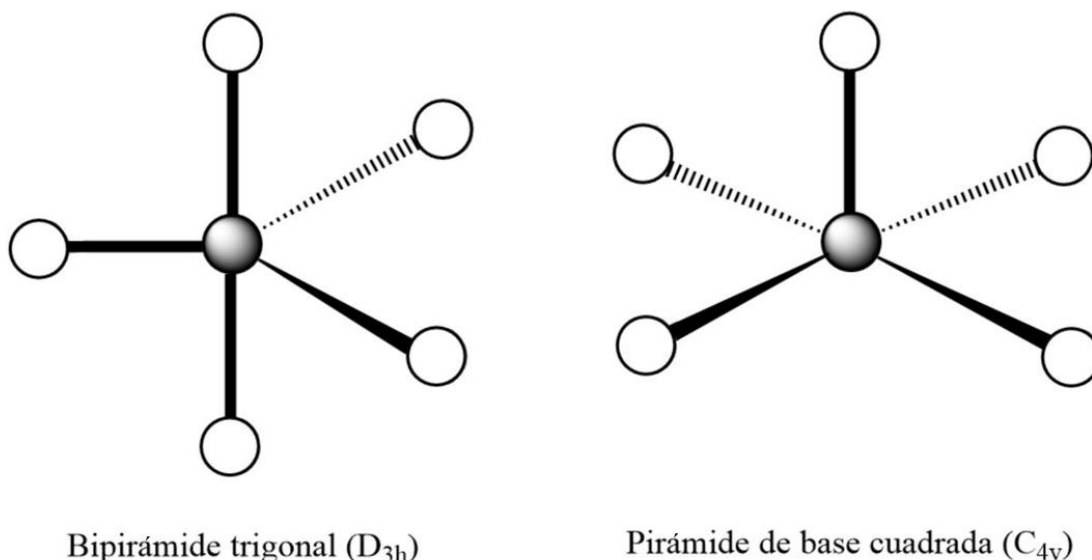


Figura 3. Geometrías y grupos de simetría puntual de los metales con número de coordinación 5

La elección entre estas dos geometrías suele estar determinada por factores estéricos, electrónicos y de solvatación. Por ejemplo, cuando el ligante axial es voluminoso o poco coordinante (como agua, acetonitrilo o haluros), se favorece la pirámide cuadrada, mientras que en ambientes donde los cinco ligandos son similares y pueden disponerse equidistantes en el plano ecuatorial, predomina la bipirámide trigonal (Miessler et al., 2014). La teoría de repulsión de pares electrónicos de la capa de valencia (VSEPR) establece que la geometría adoptada por el complejo responde a la minimización de las repulsiones entre pares electrónicos alrededor del centro metálico (Brown et al., 2014). En sistemas pentacoordinados, la bipirámide trigonal se considera la disposición ideal, ya que permite distribuir los pares enlazantes en posiciones ecuatoriales (120°) y axiales (90°) minimizando las interacciones repulsivas. Sin embargo, cuando existen ligandos con mayor demanda estérica, estos tienden a ocupar posiciones ecuatoriales, lo que puede inducir distorsiones o incluso favorecer la adopción de una geometría de pirámide de base cuadrada (Lawrence, 2010).

Desde el punto de vista espectroscópico, la simetría reducida en estos sistemas implica que casi todas las transiciones electrónicas estén permitidas, lo cual puede dar lugar a espectros de IR más complejos y difíciles de interpretar. En cuanto a la

configuración los metales con configuraciones d^{10} , como Zn(II), pueden encontrarse en geometrías intermedias o dinámicas, dada la baja barrera energética entre ambas formas (Huheey et al., 1983).

Un fenómeno típico de este tipo de sistemas es el llamado mecanismo de Berry, o "pseudo-rotación de Berry", mediante el cual los ligantes intercambian posiciones axiales y ecuatoriales en una bipirámide trigonal. Este proceso ocurre de manera rápida, particularmente en complejos con metales lábiles como Zn(II), y contribuye a una simetría efectiva más alta en espectros RMN y en estado líquido (Russeger & Brickmann, 1975).

2.3.3 Número de coordinación 6

El número de coordinación seis es el más común en química de coordinación y generalmente se asocia con la geometría octaédrica, la cual presenta alta simetría (grupo puntual O_h). Esta geometría permite una disposición espacial óptima de los ligantes alrededor del centro metálico, minimizando la repulsión electrón-ligante, especialmente en metales con orbitales d parcialmente ocupados (Figura 4).

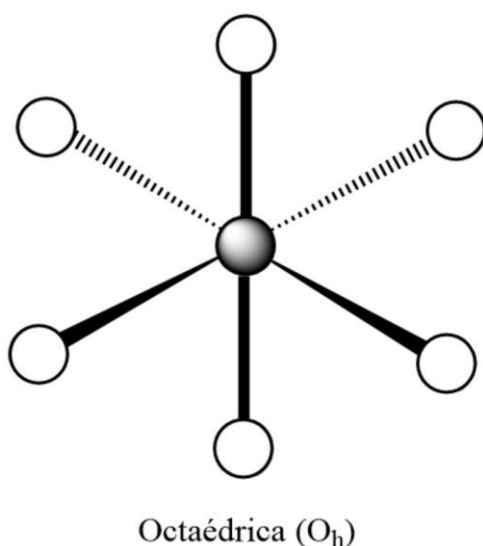


Figura 4. Geometría y grupo de simetría puntual de los metales con número de coordinación 6

En contraste, para metales con configuración d^{10} (como Zn(II)), no hay transiciones $d-d$ observables, pero aún pueden presentar absorciones por transiciones carga-transferencia (Cotton et al., 1999).

En el caso del zinc(II), que tiene configuración d^{10} los complejos octaédricos como $[Zn(H_2O)_6]^{2+}$ o $[Zn(en)_3]^{2+}$ no presentan transiciones electrónicas $d-d$, pero su geometría puede confirmarse mediante técnicas como difracción de rayos X o IR, donde la simetría octaédrica influye en la activación o desactivación de modos vibracionales.

2.4 Interacciones supramoleculares entre compuestos de coordinación

La química supramolecular se ocupa del estudio de los agregados supramoleculares que emergen de la asociación de múltiples entidades moleculares mediante interacciones no covalentes. Esta área de la química estudia cómo las moléculas se reconocen, organizan y ensamblan entre sí, a través de fuerzas como puentes de hidrógeno, interacciones π - π , interacciones de van der Waals e interacciones electrostáticas (Lehn, 1995).

Entre estas interacciones, los puentes de hidrógeno juegan un papel fundamental debido a su direccionalidad y energía de enlace intermedia, lo que permite estabilidad estructural y flexibilidad dinámica. Estas interacciones conducen a la formación de estructuras supramoleculares organizadas, que pueden adoptar geometrías como cadenas (**C**), anillos (**R**), ciclos intramoleculares (**S**) o patrones discretos (**D**) (Tabla 1). La descripción sistemática de estos patrones se lleva a cabo mediante la nomenclatura de conjuntos de grafos (graph-set notation), propuesta inicialmente por Etter y posteriormente refinada y ampliada por Bernstein et al. (1995) y Grell et al. (1999). Esta metodología nos permite clasificar patrones de enlace de hidrógeno en términos de su tipología, tamaño del ciclo y el número de centros donadores y aceptores involucrados, facilitando su descripción, comparación y análisis cristalográfico.

Tabla 1. Glosario de términos para los conjuntos de grafos Bernstein et al. (1995)

Glosario de términos	
Grado (n)	Número de átomos en el patrón
Designante (G)	Tipo de patrón: C, R, S y D
Descriptor ($G_d^a(n)$)	Una notación que involucra designante (G), grado (n) y número de enlaces de hidrógeno (d) y (a)
Superíndice (a)	Número de enlaces de hidrógeno aceptores
Subíndice (d)	Número de enlaces de hidrógeno donadores

En este sentido, Tapia et al. (2008), reportan un compuesto de coordinación con geometría bipirámide trigonal distorsionada $[(HL)_2ZnCl]Cl \cdot H_2O$ que presenta dos pseudociclos generados por puentes de hidrógeno intermoleculares (Figura 5). El primer pseudociclo con serie gráfica $R_2^1(6)$, se forma mediante las interacciones $N-H \cdots Cl$, en donde el átomo de cloro actúa como un di aceptor de hidrógeno.

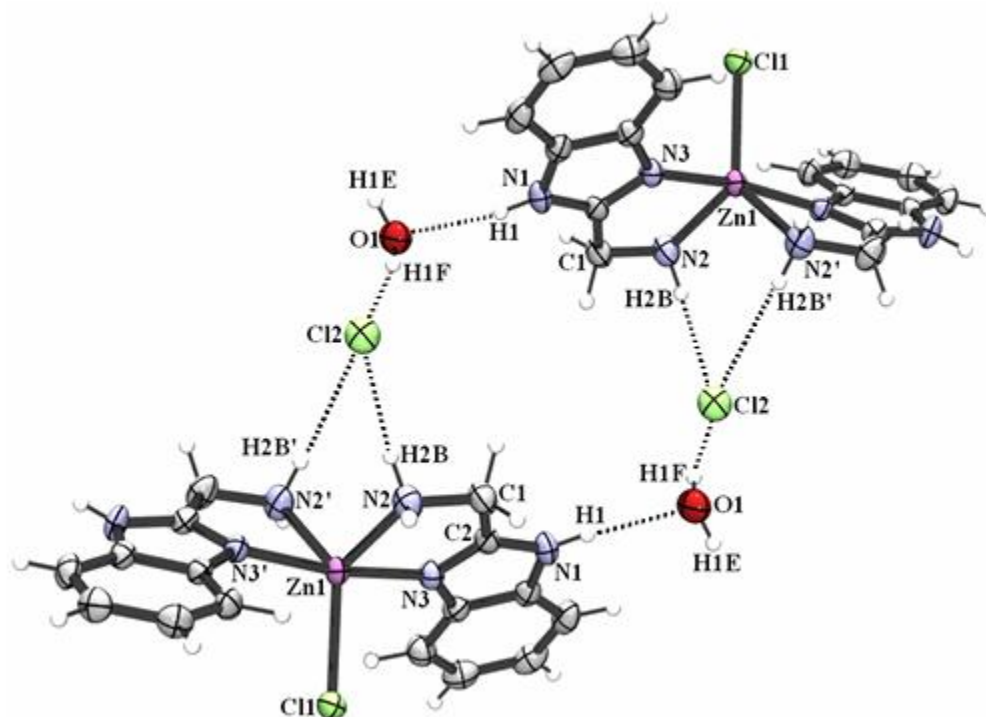


Figura 5. Estructura cristalina del compuesto de coordinación $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ con patrones de enlaces de hidrógeno (Tapia et al., 2008).

El segundo pseudociclo con serie gráfica $R_5^4(18)$, se forma por las interacciones $\text{N}-\text{H}\cdots\text{Cl}$, $\text{O}-\text{H}\cdots\text{Cl}$ y $\text{N}-\text{H}\cdots\text{O}$, de la molécula de agua con el anillo de bencimidazol y con el átomo de cloro. El descriptor $R_5^4(18)$ refleja, por tanto, un motivo supramolecular de mayor dimensionalidad, que puede contribuir significativamente a la estabilidad del empaquetamiento cristalino y al diseño de estructuras supramoleculares complejas.

Este ejemplo ilustra la utilidad del análisis *graph-set* como herramienta de clasificación y también como un lenguaje estandarizado para describir la autoorganización de moléculas en estado cristalino. Su aplicación permite interpretar con claridad las redes de puentes de hidrógeno y facilita la comparación entre diferentes estructuras cristalinas, lo cual es especialmente relevante en la química supramolecular de compuestos de coordinación.

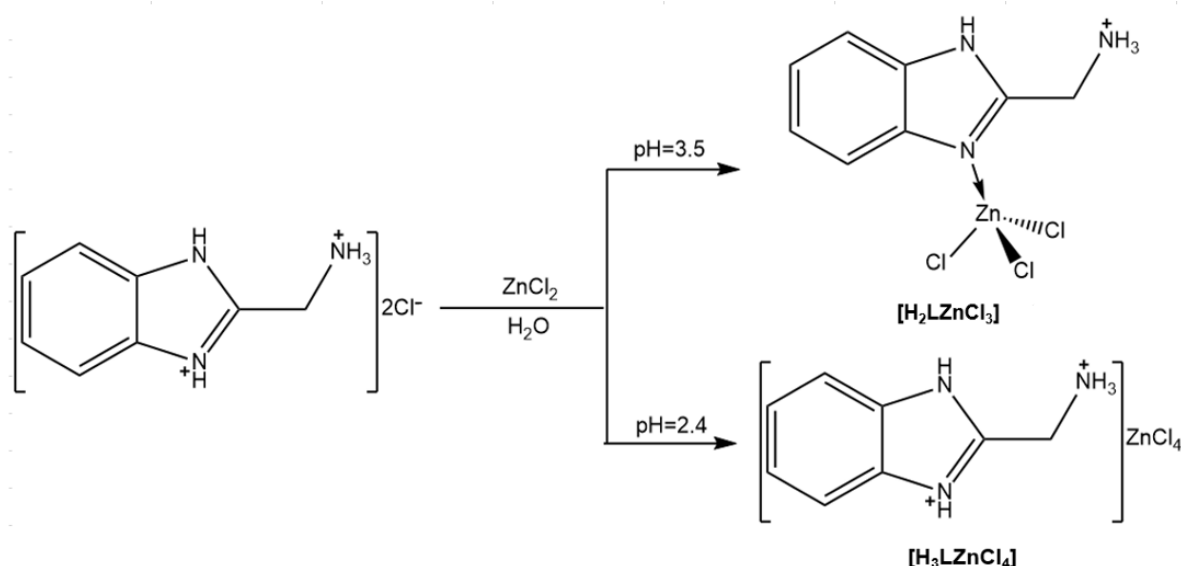
3. Antecedentes

3.1 Síntesis de compuestos de coordinación de zinc con el 2-(aminometil)bencimidazol

A continuación, se describen las síntesis y algunas técnicas de análisis estructural utilizadas para los compuestos de coordinación derivados de 2-AMBZ y zinc. Para comprender el proceso de síntesis, es importante mostrar la estructura del ligante 2-AMBZ, e identificar qué el grupo amino e imidazol, pueden ser sitios de coordinación, teniendo la posibilidad de actuar como ligante monodentado y bidentado. Lo cual influye en la geometría y estabilidad de los compuestos.

3.1.1 Síntesis de los compuestos $[H_3LZnCl_4]$, $[H_2LZnCl_3] \cdot H_2O$, $[HLZnCl_2]$ y $[(HL)_2ZnCl]Cl \cdot H_2O$

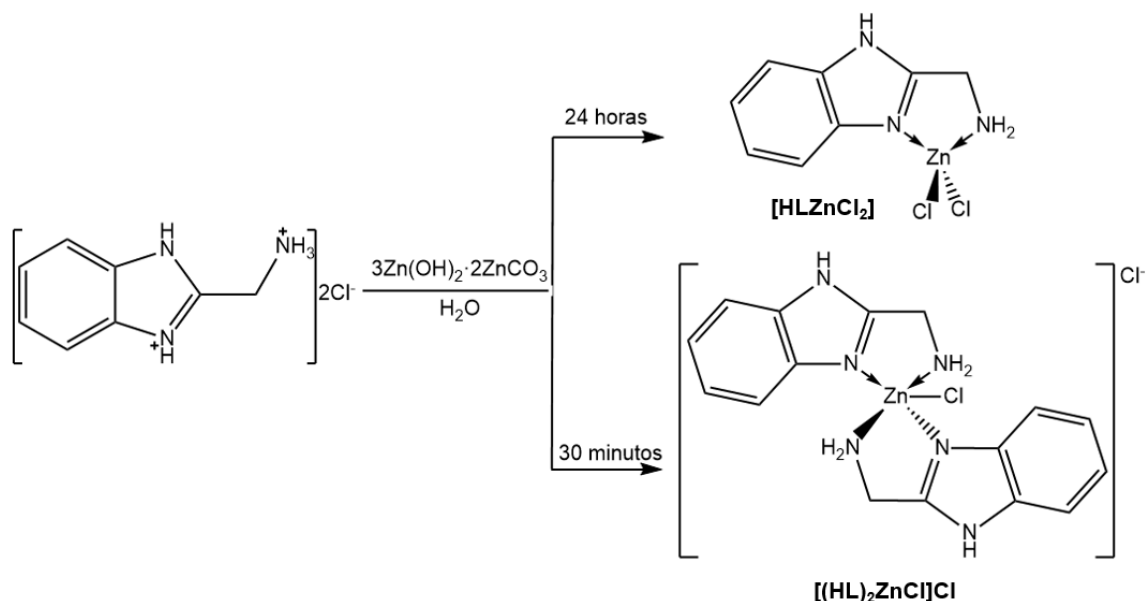
Tapia-Benavides et al. (2008) llevaron a cabo las reacciones de 2-AMBZ con $3Zn(OH)_2 \cdot 2ZnCO_3$ y $ZnCl_2$ respectivamente usando agua como disolvente, a temperatura ambiente y con agitación magnética. El compuesto $[H_3LZnCl_4]$ se obtuvo de la mezcla de 2 mL de una solución 0.2 M de $ZnCl_2$ con 2 mL de una solución 0.2 M de diclorhidrato de 2-(aminometil)bencimidazol ($2-AMBZ \cdot 2HCl$) en un intervalo de pH de 0 a 2.4. La formación del complejo $[H_2LZnCl_3] \cdot H_2O$ fue a partir de la adición de 2 mL de una solución 0.2 M de $2-AMBZ \cdot 2HCl$ a 2 mL de una solución 0.2 M de $ZnCl_2$, ajustando posteriormente el pH a 3.5 con una solución 1.0 M de NaOH (Esquema 1).



Esquema 1. Reacciones de $ZnCl_2$ con 2-AMBZ de Tapia et al. (2008)

Los compuestos $[HLZnCl_2]$ y $[(HL)_2ZnCl]Cl \cdot H_2O$ se sintetizaron disolviendo en agua cantidades equimolares de hidroxicarbonato de zinc ($3Zn(OH)_2 \cdot 2ZnCO_3$) y 2-AMBZ $\cdot 2HCl$. El compuesto $(HL)_2ZnCl]Cl \cdot H_2O$ se obtiene cuando la mezcla de

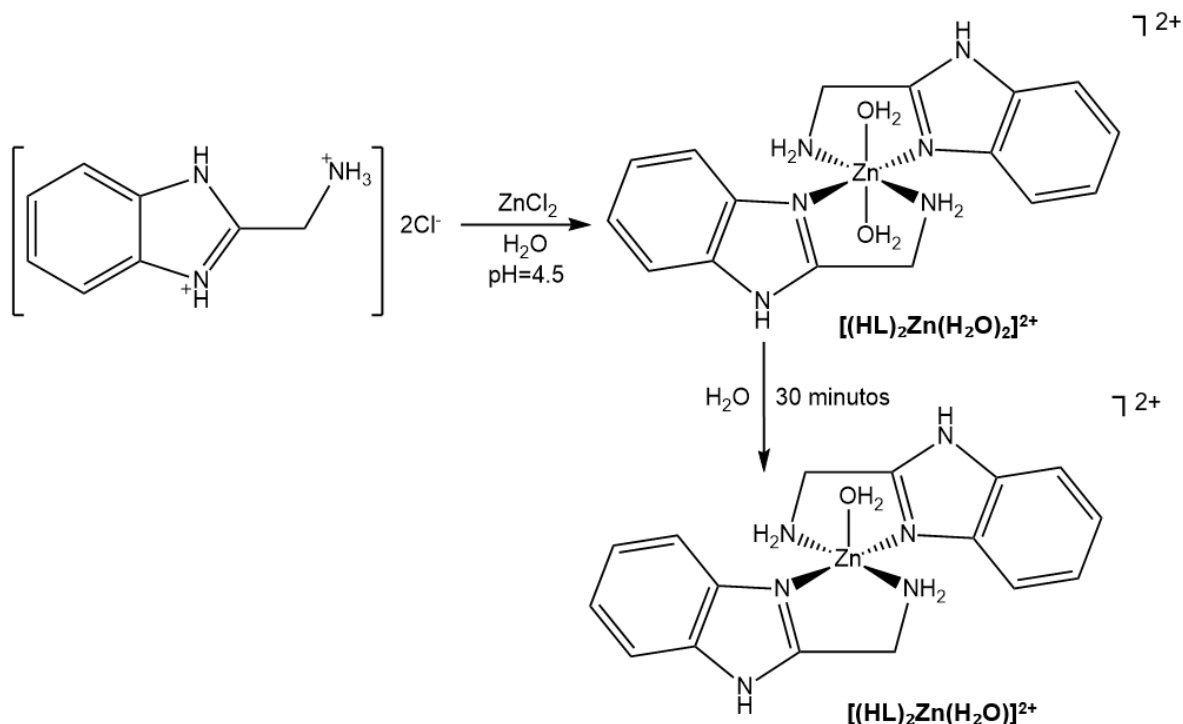
reacción se deja a temperatura ambiente por 30 minutos. Mientras que el compuesto $[\text{HLZnCl}_2]$ se obtiene, si el tiempo de la reacción aumenta a 24 horas (Esquema 2).



Esquema 2. Reacciones de $3\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{ZnCO}_3$ con 2-AMBZ de Tapia et al. (2008)

3.1.2 Síntesis de los compuestos $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Elidia Gutiérrez et al. (2014) reportó la síntesis de compuestos hexa y pentacoordinados de zinc con 2-AMBZ, en donde el Zn se encuentra enlazado a dos y una molécula de agua respectivamente (Esquema 3). La mezcla de soluciones acuosas de ZnCl_2 (0.2 M) y 2-AMBZ (0.2 M) se ajustó a pH 4.5 mediante la adición controlada de NaOH 1.0 M, y se mantuvo bajo agitación constante durante 5 minutos, lo que permitió la formación del compuesto $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. El complejo pentacoordinado se generó a partir del hexacoordinado. Para ello, se diluyeron 30 mg del compuesto $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 0.6 mL de agua desionizada y se dejó bajo agitación durante 30 minutos, lo cual favoreció la pérdida de una molécula de agua coordinada, dando lugar al compuesto $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

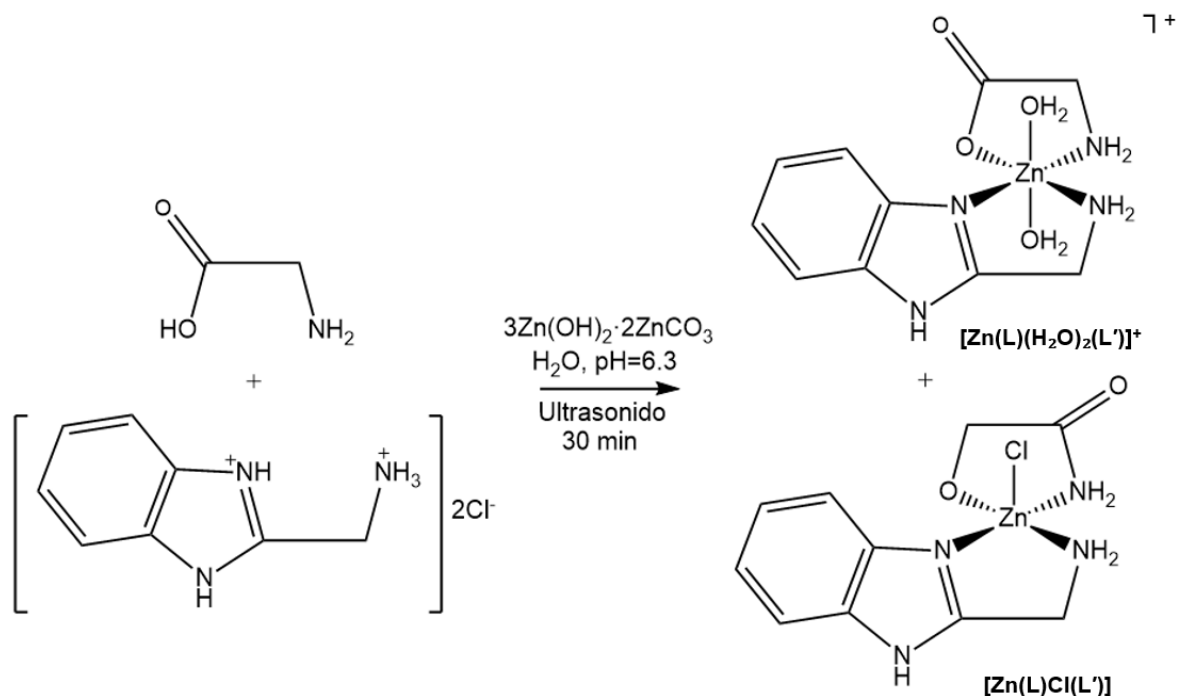


Esquema 3. Síntesis de compuestos $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2$ y $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2$ reportados por Elidia Gutiérrez.

3.1.3 Síntesis de compuestos de Zn(II) y Cu(II) derivados de 2-AMBZ y glicina.

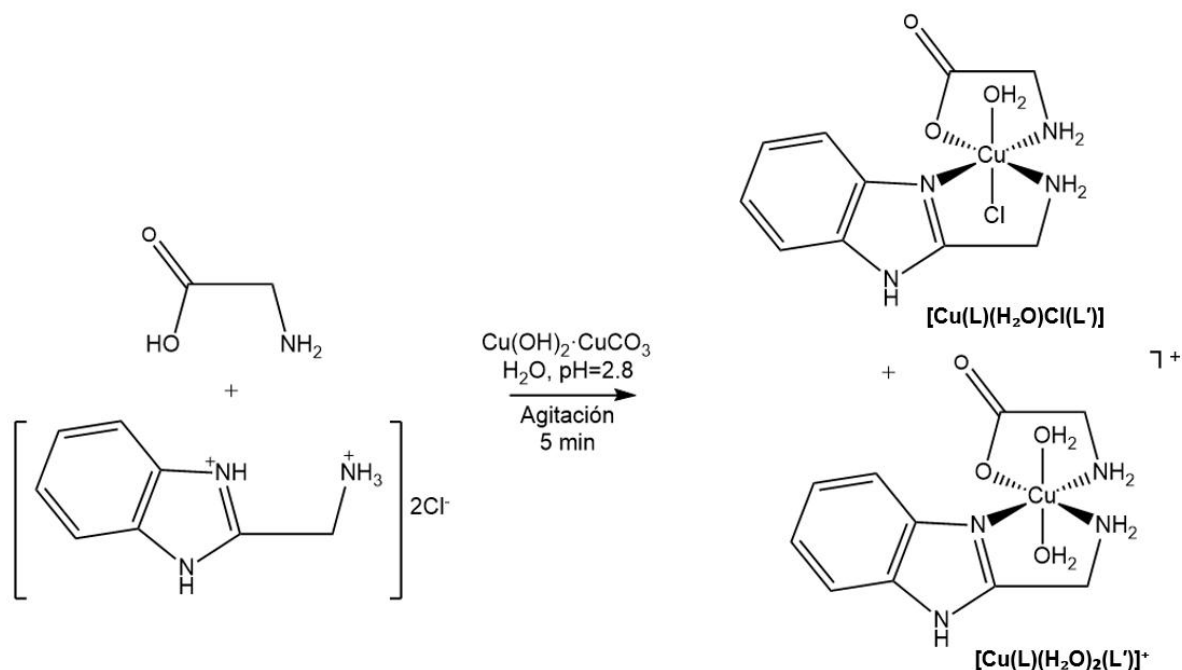
Falcón-León et al. (2014b) reportaron la síntesis de co-cristales de compuestos de coordinación de zinc y cobre derivados de 2-AMBZ (L) y glicinato (L'). Las estructuras moleculares determinadas por difracción de rayos X corresponden a las fórmulas $[\text{Zn}(\text{L})\text{Cl}(\text{L}')][\text{Zn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_2(\text{L}')]$ y $[\text{Cu}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}(\text{L}')][\text{Cu}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_2(\text{L}')]$. En ambos casos, el sólido cristalino está constituido por dos complejos distintos que co-cristalizan en la misma red cristalina.

El co-cristal de zinc se obtuvo disolviendo 117 mg de 2-AMBZ·2HCl y 60 mg de glicina en 5 mL de agua desionizada, sometiendo la mezcla a ultrasonido durante 10 minutos. Posteriormente se añadieron 280 mg de $3\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{ZnCO}_3$. El pH de la solución resultante fue de 6.3 y la mezcla se mantuvo en un baño ultrasónico durante 20 minutos adicionales (Esquema 4).



Esquema 4. Síntesis de compuestos de zinc derivados de 2-AMBZ y glicina reportados por Falcón-León et al. (2014b)

Por otro lado, el co-cristal de cobre se obtuvo añadiendo 107 mg de $\text{Cu}(\text{OAc})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ a una mezcla de 117 mg de $(2\text{-AMBZ} \cdot 2\text{HCl})$ y 60 mg de glicina disueltos en 5 mL de agua desionizada, previamente sometida a ultrasonido durante 5 minutos. Posteriormente, se ajustó el pH de la solución a 2.8 y se filtró. La fase acuosa se dejó en cristalización lenta, obteniéndose un co-cristal que contiene ambos complejos de cobre (Esquema 5).

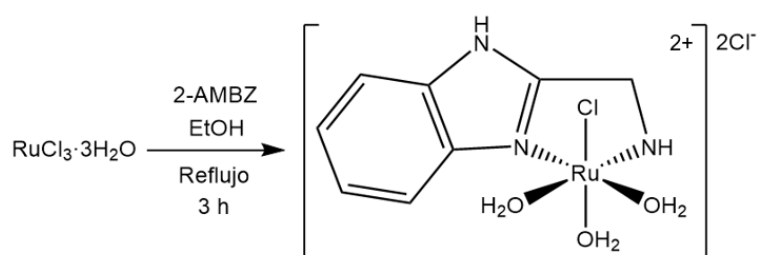


Esquema 5. Síntesis de compuestos de cobre derivados de 2-AMBZ y glicina reportados por Falcón-León et al. (2014b)

Los trabajos de investigación de Tapia-Benavides et al. (2008) así como los de Elidia Gutiérrez et al. (2014) y Falcón-León et al. (2014b) evidencian la importancia del pH como factor de control en la síntesis de compuestos metálicos y el papel que juega el pH en la capacidad para coordinarse con el centro metálico y dar lugar a especies con distintas geometrías.

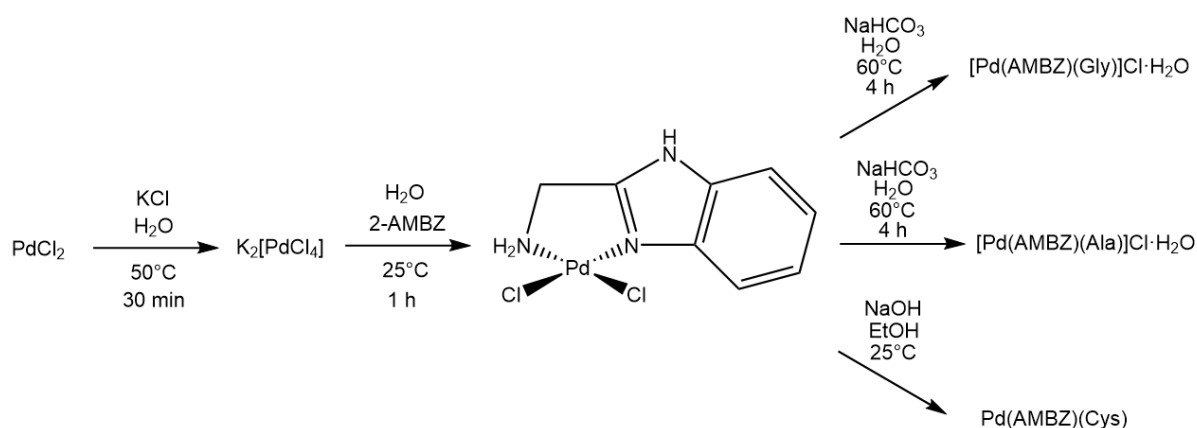
3.1.4 Síntesis de compuestos de Ru(III) y Pd(II) con el ligante 2-AMBZ

Sahyon et al. (2018) describieron la síntesis y caracterización espectroscópica del compuesto $[\text{RuCl}(\text{H}_2\text{O})_3(2\text{-AMBZ})]\text{Cl}_2$, el cual demostró una posible actividad anticancerígena in vitro. El compuesto se sintetizó disolviendo 0.440 g de 2-AMBZ en 20 mL de etanol y adicionándolo lentamente a 20 mL de una solución de $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (0.05 M) previamente mantenida en reflujo en el mismo disolvente (Esquema 6).



Esquema 6. Síntesis del compuesto de rutenio con 2-AMBZ reportado por Sahyon et al. (2018)

De forma similar, El-Sherif (2011) reportó una serie de complejos de paladio(II) con los ligantes 2-AMBZ y glicina, los cuales presentaron actividad antitumoral significativa, lo que sugiere su potencial uso como agentes terapéuticos. El complejo $[\text{Pd}(\text{AMBZ})(\text{Cl}_2)]$ se preparó en dos etapas. En primer lugar, una solución de 532.2 mg de PdCl_2 en 50 mL de agua se hizo reaccionar con 447 mg de KCl a 50 °C durante 30 minutos, obteniéndose el compuesto $\text{K}_2[\text{PdCl}_4]$. Posteriormente, se añadió gota a gota una cantidad molar equivalente (660.2 mg) de 2-AMBZ en solución, lo que produjo un precipitado. La reacción se mantuvo por una hora a 25°C usando agitación. Una vez formado el compuesto de Pd se forman los compuestos derivados de glicina, alanina y cisteína respectivos como se muestra en el Esquema 7.



Esquema 7. Síntesis de compuestos de paladio con 2-AMBZ reportados por El-Sherif (2011)

Para los complejos de Pd(II) reportados por El-Sherif (2011), la propuesta estructural se sustentó en diversas técnicas de caracterización. Las medidas de conductividad molar mostraron valores característicos de electrolitos 1:1 en varios complejos ($\approx 82\text{--}99\ \Omega^{-1}\ \text{cm}^2\ \text{mol}^{-1}$), mientras que otros presentaron valores muy bajos ($\sim 2\ \Omega^{-1}\ \text{cm}^2\ \text{mol}^{-1}$), consistentes con especies no electrolíticas. En los espectros IR, la banda C=N del imidazol ($\sim 1630\ \text{cm}^{-1}$ en el ligante libre) se desplaza hacia menores frecuencias ($\sim 1580\text{--}1570\ \text{cm}^{-1}$) tras la coordinación, y aparecen bandas en la región $\sim 480\text{--}495\ \text{cm}^{-1}$ atribuibles a enlaces Pd–N. Asimismo, los espectros de ^1H -RMN muestran desplazamientos en las señales del grupo $-\text{CH}_2-$ y de los protones cercanos a los sitios donadores, indicando la coordinación del ligante al Pd(II). Finalmente, los análisis elementales (C, H y N) concuerdan con las formulaciones empíricas propuestas, apoyando la asignación estructural de los complejos sin contar con las estructuras de rayos X.

En el caso del compuesto de rutenio(III), se reportan sus espectros de IR y ^1H -RMN, además del análisis termoquímicos y electroquímicos. No obstante, en ambos estudios, la estructura cristalina de los compuestos no fue determinada mediante difracción de rayos X, por lo que la geometría exacta de coordinación, los modos de enlace del ligante y la disposición tridimensional de los átomos en estos sistemas permanecen sin confirmación estructural directa. Esta limitación dificulta una comprensión más profunda de la relación entre la estructura molecular y la actividad biológica observada, y resalta la importancia de contar con análisis cristalográficos en estudios de este tipo.

3.2 Técnicas de elucidación de compuestos de zinc con el ligante 2-AMBZ

El desarrollo de técnicas analíticas como la espectroscopía UV-Vis y la cristalografía de rayos X, permitió una mejor caracterización estructural de los compuestos de coordinación (Riordan, 1976). Estos avances no sólo profundizaron la comprensión de los compuestos de coordinación, sino que también permitieron reconocer que el zinc es un elemento esencial en el funcionamiento de diversas enzimas, lo que aumentó el interés en el estudio de sus compuestos en sistemas biológicos (McCall, 2000).

3.2.1 Estudio estructural de los compuestos de coordinación de zinc derivados de 2-AMBZ por espectroscopía infrarroja

Tapia et al. (2008) informan de la espectroscopía infrarroja (IR) de los complejos $[\text{H}_3\text{LZnCl}_4]$, $[\text{H}_2\text{LZnCl}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$, $[\text{HLZnCl}_2]$ y $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ donde L es el ligante 2-AMBZ. En la Tabla 1 se identificaron señales para los C-H pertenecientes al anillo aromático, particularmente el compuesto $[\text{HLZnCl}_2]$ muestra cuatro señales, mientras que el complejo $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ seis señales, lo que evidencia la presencia de dos ligantes 2-AMBZ coordinados al zinc.

Tabla 1. Modos de vibración de los complejos de Tapia et al (2008).

Modo normal de vibración cm^{-1}	$[\text{H}_3\text{LZnCl}_4]$	$[\text{H}_2\text{LZnCl}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$	$[\text{HLZnCl}_2]$	$[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$
$\nu(\text{N-H})$	1563	1588	1588	1588
$\nu(\text{C=N})$	1617-1624	1617-1625	1617-1626	1624 y 1651
$\nu(\text{NH}_3)$	1598	1598	-	-
$\nu(\text{NH}_2)$	-	-	680	673
$\nu(\text{C-H})$	-	-	533, 627, 758 y 769	546, 609, 640, 711, 756 y 771

En particular, el compuesto $[\text{H}_3\text{LZnCl}_4]$ mostró una frecuencia de vibración más baja para el enlace N–H ($\Delta\delta=25 \text{ cm}^{-1}$) en comparación con los compuestos $[\text{H}_2\text{LZnCl}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$, $[\text{HLZnCl}_2]$ y $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$. Este desplazamiento de la banda indica una fuerte interacción por puente de hidrógeno, lo cual sugiere que los átomos de nitrógeno están protonados e impiden la coordinación directa al ion Zn(II) .

La geometría de bipirámide trigonal (BPT) del zinc en el compuesto $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ tiene la aparición de dos señales distintas para el estiramiento del enlace C=N (1624 y 1651 cm^{-1}), lo que evidencia la coordinación asimétrica del ligante 2-AMBZ.

Asimismo, la banda en 1598 cm^{-1} , que se atribuye a vibraciones de flexión del grupo $-\text{NH}_3^+$ del compuesto en $[\text{H}_2\text{LZnCl}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ está ausente para $[\text{HLZnCl}_2]$ demostrando que el ligante 2-AMBZ actúa como un ligante bidentado cuando se enlaza al metal a través de ambos átomos de nitrógeno disponibles.

Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014) reporta los espectros IR de los compuestos $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2$ y $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2$. Ambos presentaron bandas amplias entre 3500 y 2370 cm^{-1} , asociadas a extensas redes de enlaces de hidrógeno. Las frecuencias de estiramiento O–H se encontraron en frecuencias más bajas en comparación con el agua libre, lo que sugiere fuertes interacciones $\text{O-H}\cdots\text{Cl}^-$. Adicionalmente para el compuesto $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2$ se observó una señal en 494 cm^{-1} y para el compuesto $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2$ la señal aparece en 561 cm^{-1} . Estos datos indicaron que la longitud del enlace $\text{NH}_2 \rightarrow \text{Zn}$ es mayor en el compuesto hexacoordinado. Además, las señales correspondientes al estiramiento Zn–O aparecieron a 409 cm^{-1} en $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2$ y a 421 cm^{-1} en $[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2$, lo que se interpretó como una diferencia en la fuerza de coordinación de las moléculas de agua al metal, siendo más fuerte en el compuesto pentacoordinado (Tabla 2).

Tabla 2. Modos de vibración de los complejos de Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014).

Modo normal de vibración cm^{-1}	$[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2$	$[(\text{HL})_2\text{Zn}(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}_2$
$\nu(\text{O-H})$	3374	3310
$\nu(\text{C-H})$	3073	3061
$\nu(\text{C-H})$	2937	2925
$\nu(\text{C=N})$	1626	1625
$\nu(\text{N-H})$	1595	1596
$\nu(\text{O-H})$	648	651
$\nu(-\text{NH}_2)$	494	561

Falcón-León et al. (2014b) describe a través de la espectroscopía infrarroja la formación de los compuestos metálicos con la coordinación de los ligantes 2-(aminometil)bencimidazol (2-AMBZ) y glicinato (gly) a los centros metálicos de Zn(II) y Cu(II). La aparición de las bandas características en la región de 490 cm^{-1} para el Zn y 501 cm^{-1} para el Cu, atribuibles a las vibraciones de enlace metal–nitrógeno (M–N) confirman la formación de los compuestos (Tabla 3).

Tabla 3. Modos de vibración de los complejos de Falcón-León et al. (2014b).

Modo normal de vibración cm^{-1}	Complejo de Zn	Complejo de Cu
$\nu_a(-\text{COO})$	1603	1602
$\nu_s(-\text{COO})$	1402	1401
$\rho_r(-\text{OH}_2)$	844	846
$\nu(\text{M-O})$	528	543
$\delta(-\text{CO}_2)$	604	543
$\nu(\text{M-N})$	490	501
$\nu(\text{M-Cl})$	283	242

En el caso del ligante glicinato, se identificaron dos bandas correspondientes al estiramiento simétrico y asimétrico del grupo carboxilato COO^- , ubicadas alrededor de $1395\text{--}1410 \text{ cm}^{-1}$ y $1575\text{--}1600 \text{ cm}^{-1}$, respectivamente (Tabla 3). La diferencia entre estas dos frecuencias ($\Delta\nu \approx 200 \text{ cm}^{-1}$) se encuentra dentro del rango esperado para sistemas en los cuales el grupo carboxilato se coordina de manera bidentada. Este comportamiento espectroscópico concuerda con las estructuras determinadas por difracción de rayos X, donde la glicina actúa como ligante bidentado a través de los átomos de nitrógeno (grupo amino) y oxígeno (grupo carboxilato). En estas estructuras, los centros metálicos adquieren diferentes geometrías: los complejos de cobre presentan una coordinación octaédrica distorsionada, mientras que los

complejos de zinc adoptan geometrías de pirámide de base cuadrada distorsionada u octaédrica distorsionada.

Asimismo, la presencia de cloruro como ligante fue confirmada por la aparición de bandas en la región de los 283 cm^{-1} para vibración de estiramiento del enlace Zn-N, y 242 cm^{-1} para el enlace Cu-N (Tabla 3). En este sentido, cabe destacar que el ion Cu(II), debido a su configuración electrónica d^9 , tiende a experimentar distorsiones tipo Jahn-Teller, lo que puede afectar la fuerza y longitud de los enlaces metal-ligante. En contraste, el Zn(II), con configuración d^{10} , presenta geometrías de coordinación más flexibles, pero con enlaces típicamente más largos y menos covalentes (Ribas Gispert, 2008).

3.2.2 Estudio estructural de los compuestos de coordinación de zinc derivados de 2-AMBZ por difracción de rayos X

Tapia-Benavides et al. (2008) reportaron los estudios cristalográficos de los compuestos $[\text{H}_3\text{LZnCl}_4]$, $[\text{H}_2\text{LZnCl}_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$ y $[\text{HLZnCl}_2]$ los cuales presentan una geometría tetraédrica distorsionada en torno al ion Zn(II). con los ángulos de enlace Cl1-Zn-Cl2 de 101.8° , 107° y 113.4° respectivamente. Mientras que el complejo $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ adopta una geometría de bipirámide trigonal distorsionada con ángulos de enlace N-Zn-Cl de 93.9° y 95.0° para los átomos de nitrógeno del bencimidazol y 129.9° y 118.7° para los nitrógenos del grupo amino (Figura 1).

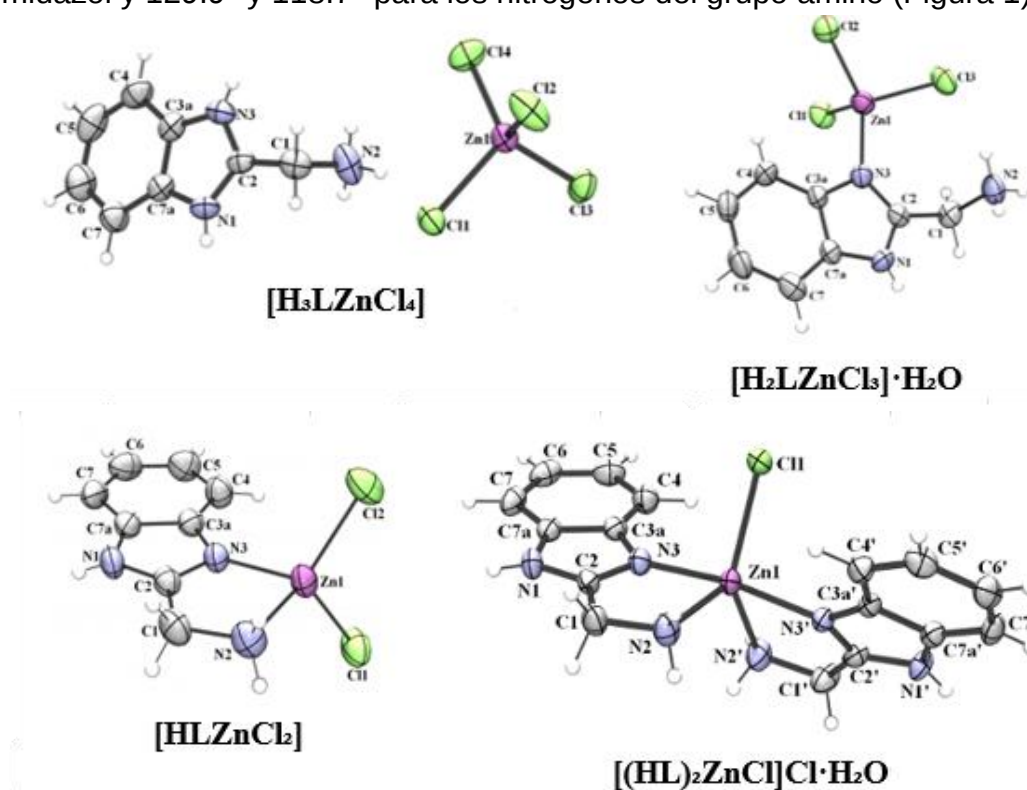


Figura 1. Representación Ortep de los compuestos reportados por Tapia-Benavides et al. (2008)

La difracción de rayos X de monocristal reportada por Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014) permitió confirmar la geometría de coordinación de los compuestos $[(HL)_2Zn(H_2O)_2]Cl_2$ y $[(HL)_2Zn(H_2O)]Cl_2$. En el compuesto $[(HL)_2Zn(H_2O)_2]Cl_2$, el ion Zn(II) presenta una geometría pseudo-octaédrica con ángulos de enlaces N-Zn-O de 92° y 88° , con dos moléculas de agua coordinadas, mientras que en el complejo $[(HL)_2Zn(H_2O)]Cl_2$ adopta una geometría de pseudo pirámide de base cuadrada con ángulos de enlace N-Zn-O de 101.3° y 100.2° con solo una molécula de agua en la esfera de coordinación (Figura 2).

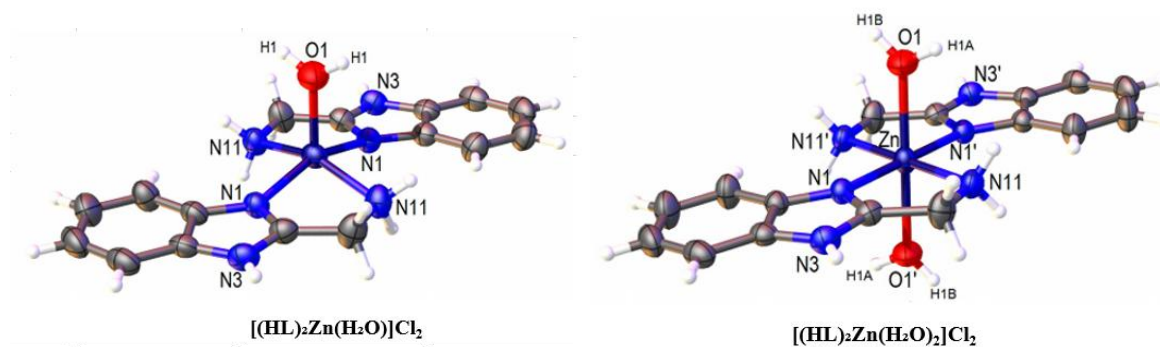


Figura 2. Representación Ortep de los complejos $[(HL)_2Zn(H_2O)_2]Cl_2$ y $[(HL)_2Zn(H_2O)]Cl_2$

Los ángulos de enlace N11-Zn-N1, N11-Zn-N1, N11-Zn-N11 y N1-Zn-N1, reportados por Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014), mostrados en la (Tabla 4), muestran diferencias notables entre los dos compuestos estudiados, atribuibles al número de coordinación del Zn(II). En el compuesto pentacoordinado, los ligandos 2-AMBZ presentan orientaciones distintas y ángulos N-Zn-N internos y externos diferentes. Por otro lado, en el compuesto hexacoordinado $[(HL)_2Zn(H_2O)_2]Cl_2$, la presencia de dos moléculas de agua coordinadas provoca un ligero estrechamiento de los ángulos N-Zn-N, provocada por la repulsión de los ligandos. Cuando estos resultados se comparan con el compuesto reportado por Tapia et al. (2008), se observa que los ángulos N-Zn-N del compuesto $[(HL)_2ZnCl]Cl \cdot H_2O$ son más desiguales y evidencian una mayor distorsión atribuidas a la coordinación del ion cloruro.

Tabla 4. Ángulos de enlace N-Zn-N y N-Zn-O de los compuestos de Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014)

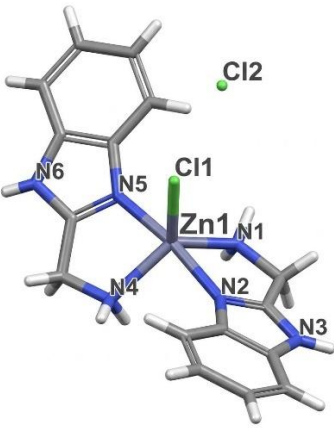
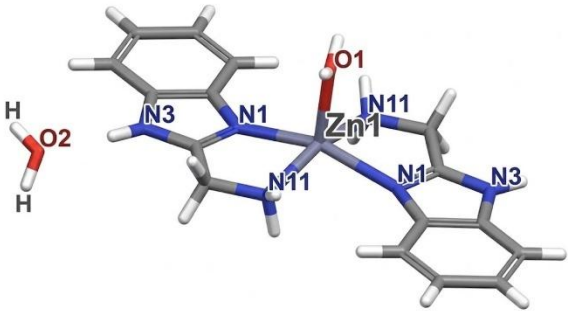
Compuesto	N11-Zn-N1	N11-Zn-N1	N1-Zn-O1	N11-Zn-O1	N11-Zn-N11	N1-Zn-N1	O-Zn-O
$[(HL)_2Zn(H_2O)_2]Cl_2$	80.3°	99.7°	88°	91.2°	180°	180°	180°
$[(HL)_2Zn(H_2O)]Cl_2$	80.1°	95.9°	101.3°	100.2°	159.5°	157.5°	

En el complejo de Tapia et al. (2008), $[(HL)_2ZnCl]Cl \cdot H_2O$, el ion zinc presenta una geometría de bipirámide trigonal distorsionada en la que el ion cloruro se encuentra coordinado. La presencia del cloro, que es un ligante grande y altamente polarizable, provoca que algunos ángulos de enlace entre el zinc y los átomos de nitrógeno del

ligante se expandan, mientras que otros se comprimen. Por ejemplo, los ángulos N1–Zn–Cl y N4–Zn–Cl alcanzan valores amplios de 118.7° y 128.9°, respectivamente, mientras que otros, como N1–Zn–N2 (80.4°) y N4–Zn–N5 (77.3°), se reducen notablemente. Esto indica que el cloro, al situarse en la esfera de coordinación, genera una distribución desigual de los ángulos de enlace y da lugar a una mayor distorsión respecto a la geometría ideal alrededor del centro metálico.

Por otro lado, en el complejo de Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014), [(HL)₂Zn(H₂O)]Cl₂, el zinc está coordinado a una molécula de agua, adoptando una geometría de pirámide de base cuadrada. En este caso, los ángulos que forman el agua con los nitrógenos se mantienen más regulares, con valores cercanos a 100°, lo que refleja una distribución más equilibrada. Dentro de la base formada por los átomos de nitrógeno, los ángulos adyacentes son algo más pequeños (alrededor de 80°), mientras que los opuestos son más amplios (alrededor de 96°), un patrón típico de este tipo de geometría (Tabla 5).

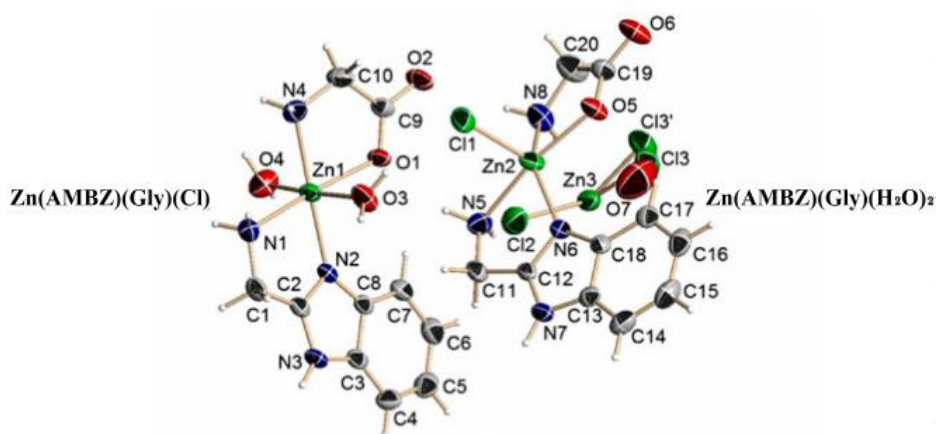
Tabla 5. Comparativa de ángulos de enlace en complejos pentacoordinados de zinc derivados de 2-AMBZ con interacciones cloruro y agua

	
N1-Zn1-N2 80.4°	N11-Zn-N1 80.1°
N4-Zn1-N5 77.3°	N11-Zn-N1 80.1°
N1-Zn1-N5 98.9°	N11-Zn1-N1' 95.9°
N2-Zn1-N4 93.9°	N11-Zn1-N1' 95.9°
N2-Zn1-Cl1 95.0°	N1-Zn1-O1 101.3°
N5-Zn1-Cl1 93.9°	N1-Zn1-O1 101.3°
N1-Zn1-Cl1 118.7°	N11-Zn1-O1 100.2°
N2-Zn-N5 170.2°	N1-Zn-N1 157.5°
N1-Zn-N4 112.4°	N11-Zn-N11 159.5°
N4-Zn1-Cl1 128.9°	N11-Zn1-O1 100.2°

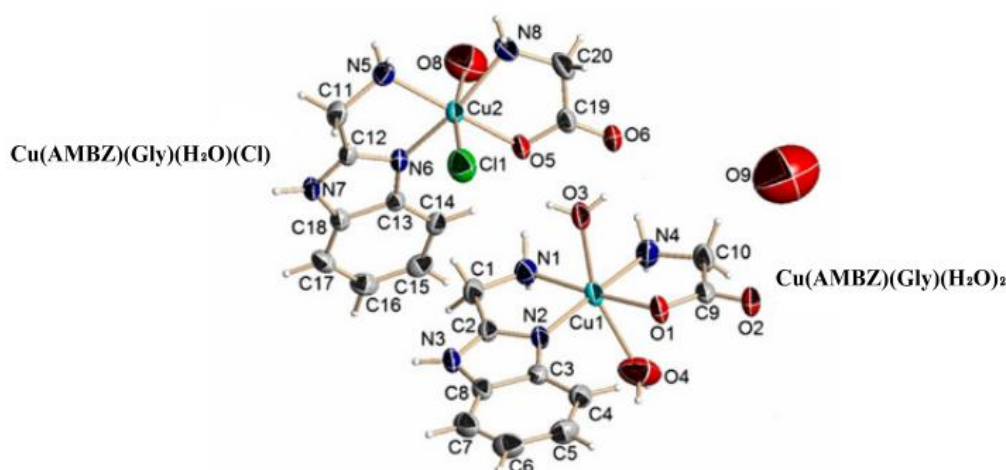
En resumen, la comparación muestra que cuando el zinc se coordina con cloro los ángulos se vuelven más irregulares y la geometría es más distorsionada, mientras que con agua los valores tienden a ser más uniformes y ordenados. Esto demuestra cómo la naturaleza del ligante coordinado, ya sea cloruro o agua, influye directamente en la disposición espacial de los átomos alrededor del ion zinc y en la estabilidad geométrica del complejo.

Falcón-León et al. (2014) reportaron mediante difracción de rayos X, dos estructuras moleculares que cristalizan en la misma celda unitaria cuando los compuestos de coordinación de Zn o Cu derivan de 2-AMBZ (L) y glicina (L'). En los compuestos de zinc, los centros metálicos de $\text{Zn(AMBZ)(Gly)(H}_2\text{O)}_2$ y Zn(AMBZ)(Gly)(Cl) están coordinados a una molécula de 2-AMBZ y a una molécula de glicina, ambas actuando como ligantes bidentados. El centro metálico del compuesto Zn(AMBZ)(Gly)(Cl) presenta una geometría de bipirámide trigonal (BPT) distorsionada y se encuentra coordinado a un ion cloruro, mientras que el centro metálico de $\text{Zn(AMBZ)(Gly)(H}_2\text{O)}_2$ está coordinado por dos moléculas de agua y adopta una geometría octaédrica distorsionada.

En el compuesto de coordinación de cobre derivado de los ligantes 2-AMBZ y glicina se identificaron dos centros metálicos, denominados $\text{Cu(AMBZ)(Gly)(H}_2\text{O)(Cl)}$ y $\text{Cu(AMBZ)(Gly)(H}_2\text{O)}_2$. Ambos presentan geometría octaédrica distorsionada, con la glicina y el AMBZ actuando como ligantes bidentados. El centro metálico $\text{Cu(AMBZ)(Gly)(H}_2\text{O)(Cl)}$ está coordinado adicionalmente a un ion cloruro y a una molécula de agua, mientras que el centro $\text{Cu(AMBZ)(Gly)(H}_2\text{O)}_2$ se coordina con dos moléculas de agua (Figura 3).



Compuestos de coordinación de Zn



Compuestos de coordinación de Cu

Figura 3. Representación Ortep de los compuestos de zinc y cobre con glicina y 2-AMBZ

Además de determinar la geometría del ion metálico de los compuestos descritos anteriormente, los autores Tapia et al. (2008), Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014) y Falcón-León et al. (2014) informaron de las interacciones intermoleculares por enlaces de hidrógeno, en las cuales participan tanto los átomos del ligante como los iones cloruro o moléculas de disolvente cristalizadas. Estas interacciones generan motivos supramoleculares de tipo pseudo-macrocíclico como se muestran en la Tabla 6, que podrían influir en la estabilidad del sólido y en su empaquetamiento cristalino (Tabla 6).

Tabla 6. Descriptores de los pseudo-macrocielos presentes en las estructuras de cada compuesto

Compuesto	Descriptores
$[H_3LZnCl_4]$	$R_4^4(18)$, $R_2^2(9)$, $R_4^2(8)$
$[H_2LZnCl_3] \cdot H_2O$	$R_2^2(9)$, $R_2^2(6)$, $R_2^2(14)$, $R_{10}^3(70)$
$[HLZnCl_2]$	$R_4^2(14)$, $R_4^4(18)$
$[(HL)_2ZnCl]Cl \cdot H_2O$	$R_2^1(6)$, $R_5^4(18)$, $R_4^4(16)$
$[(HL)_2Zn(H_2O)_2]Cl_2$	$R_6^3(14)$, $R_4^2(8)$
$[(HL)_2Zn(H_2O)]Cl_2$	$R_4^2(10)$, $R_4^2(8)$
$[Zn(L)Cl(L')] [Zn(L)(H_2O)_2(L')]$	$R_2^2(8)$

En el compuesto pentacoordinado de zinc descrito por Gutiérrez-Sanjuán et al. (2014), también se identifican macrociclos formados por interacciones de enlace de hidrógeno entre el ligante 2-AMBZ, moléculas de agua y aniones cloruro. En este caso, los donadores corresponden a los grupos N–H del ligante y a los O–H de las moléculas de agua coordinadas, mientras que los aceptores son tanto los iones Cl^- como los átomos de oxígeno de las moléculas de agua no coordinadas. Las

interacciones generan motivos supramoleculares descritos por los descriptores $R_4^2(10)$, $R_4^2(8)$, que forman anillos de ocho y diez miembros (Figura 4).

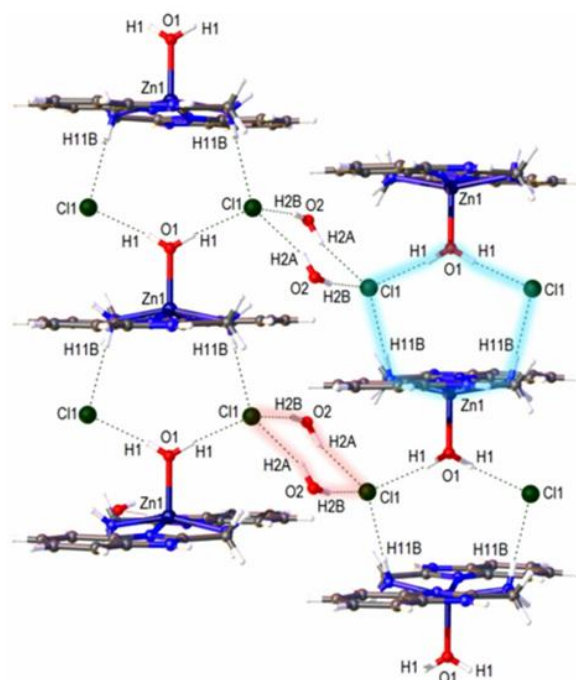


Figura 4. Pseudo-macrocíclicos presentes en la estructura cristalina de los compuestos de zinc de Gutiérrez-Sanjuán et al. (2014)

En el compuesto pentacoordinado de zinc reportado por Falcón-León et al. (2014), la estructura cristalina revela la presencia de macrociclos supramoleculares generados por una red de enlaces de hidrógeno entre el ligante 2-AMBZ, moléculas de agua y aniones cloruro. Los grupos N–H del ligante y los O–H de las moléculas de agua actúan como donadores, mientras que los átomos de oxígeno del agua y los iones Cl^- funcionan como aceptores. Estas interacciones producen motivos supramoleculares clasificados por los descriptores $R_2^2(8)$ y $R_4^4(12)$, que corresponden a anillos de ocho y doce miembros, respectivamente. La disposición de estos motivos favorece la formación de una red tridimensional estable y con un empaquetamiento cristalino (Figura 5).

(B)

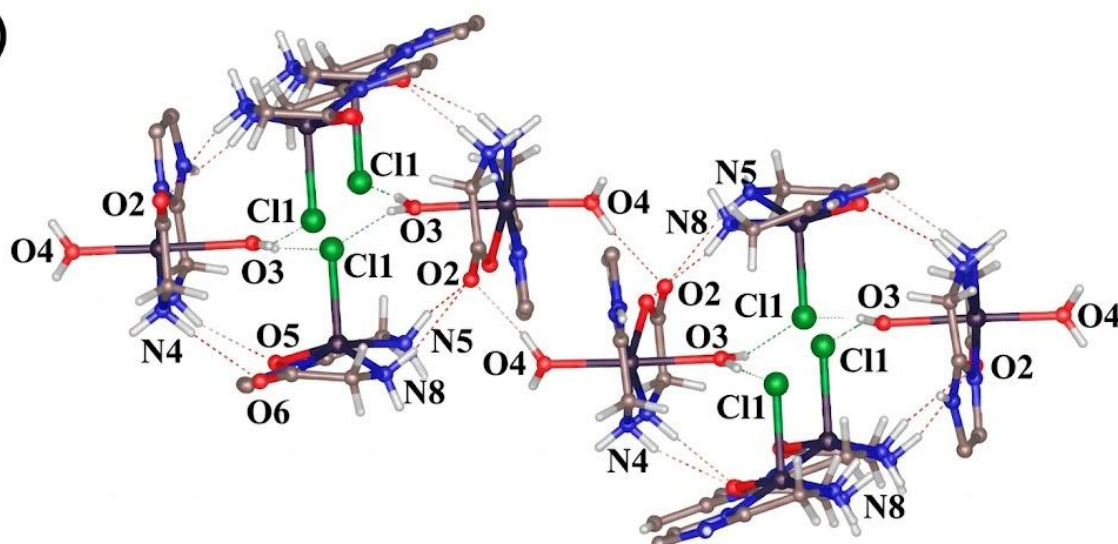
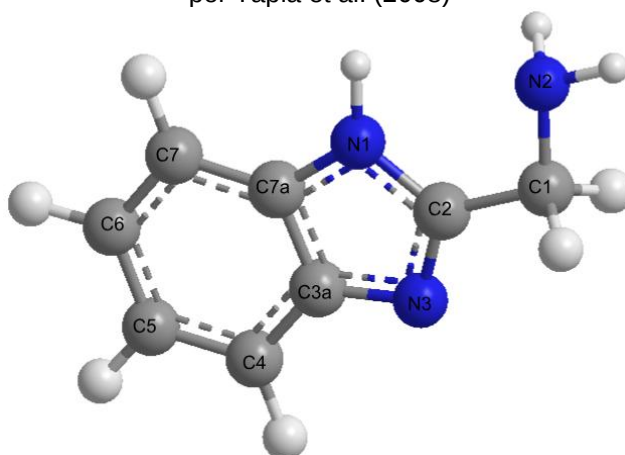


Figura 5. Pseudo-macrocíclicos presentes en la estructura cristalina de los compuestos de zinc de Falcón-León et al. (2014)

3.2.3 Estudio estructural de los compuestos de coordinación de zinc derivados de 2-AMBZ por espectroscopía de RMN de ^1H y ^{13}C .

De igual forma, en los artículos de Tapia-Benavides et al. (2008), Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014) y Falcón-León et al. (2014) la espectroscopía de resonancia magnética nuclear (RMN) en solución acuosa (D_2O) se empleó como herramienta complementaria para estudiar la dinámica estructural de los compuestos de $\text{Zn}(\text{II})$ derivados de 2-AMBZ. Los análisis se enfocaron principalmente en los núcleos ^{13}C y ^1H , siguiendo la numeración y obteniendo los desplazamientos reportados en la (Tabla 7).

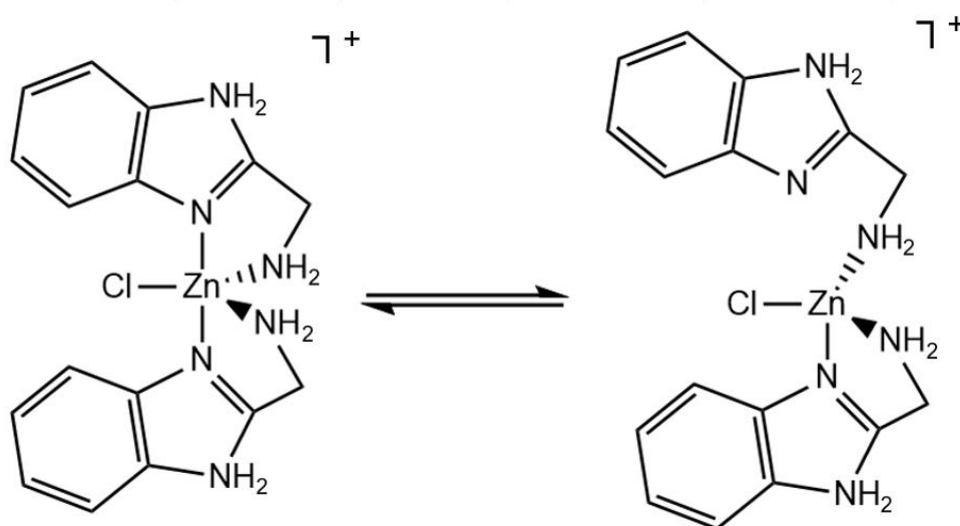
Tabla 7. Valores de desplazamientos de ^{13}C y ^1H RMN (δ en ppm) para los compuestos reportados por Tapia et al. (2008)



Compuesto	C1	C2	C3a/C7a	C4/C7	C5/C6	H1	H4/H7	H5/H6
[H ₃ L]Cl ₂	34.5	143.51	131	114.5	127.4	4.84	7.81	7.6
[H ₃ LZnCl ₄]	34.4	143.7	131.4	114.6	127.2	4.81	7.82(m)	7.62(m)
[H ₂ LZnCl ₃]·H ₂ O	36.3		136.5	115.2	124.3	4.48	7.39(m)	7.67(m)
[HLZnCl ₂]	36.3			115.0(b)	123.7	4.28	7.36(m)	7.67(s,b)
[(HL) ₂ ZnCl]Cl·H ₂ O	36.6			115.6(b)	123.7	4.27	7.27(s,b)	7.50(b)
[(HL) ₂ Zn(H ₂ O) ₂]Cl ₂						4.28	7.48	7.28
[(HL) ₂ Zn(H ₂ O)]Cl ₂	36.6	154.6	137	114.8	123.6	4.27	7.46	7.26

Los espectros de ¹³C-RMN revelaron una equivalencia química en los carbonos del anillo bencimidazólico de los compuestos [H₃LZnCl₄], [H₂LZnCl₃]·H₂O, [HLZnCl₂] y [(HL)₂ZnCl]Cl·H₂O, ya que solo se detectó un conjunto de dos señales para los carbonos aromáticos (C3a/C7a, C4/C7 y C5/C6) en cada caso. Mediante esta técnica se pudo demostrar que el enlace N→Zn genera una diferencia en los desplazamientos de ¹³C del C5 y C6 de Δδ = 3.7–3.1 ppm (con frecuencias de 124.3, 123.7 ppm en comparación con [H₃L]Cl₂ de 127.4 ppm), por lo que en los compuestos [H₃L]Cl₂ y [H₃LZnCl₄] donde no hay un enlace N→Zn los desplazamientos van de 34.4 a 127.4 ppm, mientras que en el resto de compuestos sus desplazamientos van de 36.3 ppm a 123.7 -124.3 ppm.

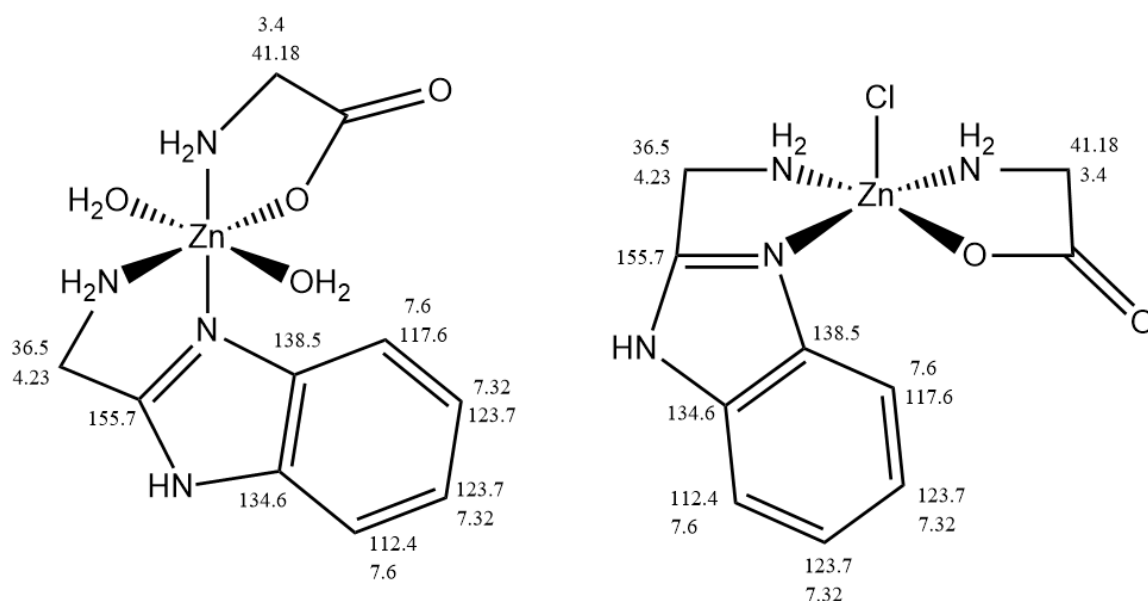
Este comportamiento dinámico fue interpretado como evidencia de fenómenos de ruptura y formación de enlaces N→Zn en solución acuosa, típicos de los complejos de Zn(II), los cuales son conocidos por su flexibilidad de coordinación (Esquema 8). Además, se propuso la existencia de un posible mecanismo de transferencia protónica intermolecular facilitado por el disolvente (D₂O), que contribuiría a la alta simetría observada en los valores de desplazamiento de la (Tabla 7).



Esquema 8. Ruptura y formación de enlaces N→Zn en solución acuosa.

En cuanto a los estudios por espectroscopía RMN reportados por Gutiérrez-Sanjuan et al. (2014), los complejos mostraron limitadas señales debido a su baja solubilidad en D₂O, aunque fue posible obtener espectros de ¹H para ambos y de ¹³C para el compuesto [(HL)₂Zn(H₂O)]Cl₂. En los espectros de ¹H-RMN, los protones del grupo metileno y amino (–CH₂–NH₂) experimentaron desplazamientos hacia campos bajos comparado con L·2HCl, lo cual confirma la coordinación del grupo amino al Zn(II). Las señales aromáticas anchas indicaron un comportamiento dinámico en solución, posiblemente debido a procesos reversibles de ruptura y formación de enlaces Zn–N (Esquema 9). Adicionalmente, los experimentos demostraron que el compuesto [(HL)₂Zn(H₂O)₂]Cl₂ se transforma en [(HL)₂Zn(H₂O)]Cl₂ en solución acuosa, lo que fue corroborado al recuperar únicamente el compuesto pentacoordinado tras evaporación y análisis por IR, lo que sugiere que en una solución ocurre la descoordinación de una molécula de agua, favoreciendo la formación de la especie pentacoordinada más estable bajo estas condiciones.

El estudio por ¹H RMN de Falcón-León et al. (2014) fue empleado para investigar las diferencias electrónicas entre los dos compuestos [Zn(L)Cl(L')] y [Zn(L)(H₂O)₂(L')]. Los complejos de cobre no pudieron ser estudiados por resonancia magnética debido a la naturaleza paramagnética del ion Cu(II). La comparación entre los espectros de zinc permitió evaluar los efectos de los ligantes sobre el entorno químico de los protones del ligante 2-AMBZ (Esquema 9).



Esquema 9. Valores de desplazamientos de ¹³C y ¹H RMN (δ en ppm) para los compuestos reportados por Gutiérrez-León et al. (2014)

En ambos compuestos se observaron desplazamientos característicos del grupo CH₂–NH₂ del 2-AMBZ. Sin embargo, el compuesto [Zn(L)Cl(L')] mostró un ligero corrimiento hacia frecuencias altas en las señales de los protones del anillo bencimidazólico. Este desplazamiento se interpreta como resultado de una mayor deslocalización electrónica debida a la sustitución del ion cloruro por una molécula de

agua en la esfera de coordinación, lo que produce un entorno más polarizable y un cambio en la densidad electrónica alrededor del ligante.

Además, se identificó una diferencia notable en las señales del grupo amino ($-NH_2$), en el compuesto con cloruro $[Zn(L)Cl(L')]$ aparece más apantallado en comparación con el complejo donde la coordinación incluye agua. Esta diferencia refleja la influencia del tipo de ligante (Cl^- o H_2O) sobre la distribución de carga en la estructura del compuesto, y por tanto, sobre la intensidad de los enlaces coordinados $Zn-N$ y $Zn-O$.

3.3 Aplicaciones de los compuestos de zinc con 2-AMBZ y su importancia biológica

Los compuestos de zinc han demostrado tener múltiples aplicaciones potenciales en distintas áreas de la química y la biomedicina. Una de sus principales utilidades radica en su empleo como modelos para estudios enzimáticos, dado que el zinc es un metal esencial presente en los sitios activos de numerosas enzimas (Pellei et al., 2021). La capacidad de estos compuestos para formar enlaces coordinados y experimentar cambios estructurales en función del pH y del medio solvente los convierte en herramientas valiosas para profundizar en los mecanismos de reactividad y regulación enzimática, así como en el diseño de inhibidores específicos o moduladores enzimáticos (Al-Sultan, 2024; Bhagavan, 2002) (Tabla 8).

Tabla 8. Características de enzimas dependientes de zinc en tejidos animales (Bhagavan, 2002)

Enzima	Fuente	P.M. (g/mol)	Átomos de Zn por molécula de proteína	Funciones
Alcohol deshidrogenasa	Hígado humano	87,000	4	Requiere 2 NAD^{+} ; dos átomos de zinc se usan para la catálisis; se desconoce la función de los otros dos, pero podrían estabilizar la enzima.
Fosfatasa alcalina	Placenta humana	125,000	~3	Función desconocida; el papel del Zn^{2+} es desconocido pero necesario para la actividad.
Leucina aminopeptidasa	Riñón porcino	300,000	6	Exopeptidasa N-terminal; el Zn se une en dos sitios: uno para catálisis y otro para regulación.
5'-AMP* aminohidrolasa	Músculo de rata	290,000	2	—
Anhidrasa carbónica B	Eritrocito humano	26,600	1	Cataliza la hidratación reversible del CO_2 ; necesaria para el transporte de CO_2 , el amortiguamiento del LEC (líquido extracelular), y la secreción ácida gástrica y renal; el Zn tiene función catalítica.
Carboxipeptidasa A	Páncreas bovino	34,500	1	Exopeptidasa C-terminal; participa en la digestión de proteínas; el Zn actúa como ácido de Lewis en la catálisis.

* NAD^{+} (nicotinamida adenina dinucleótido, coenzima 1)

*5'-AMP (5'-monofosfato de adenosina o ácido adenílico)

Además, los compuestos de zinc han mostrado gran potencial en catálisis, especialmente en reacciones de alcoholisis de poliésteres alifáticos. En este contexto, Santulli et al. (2023) reportaron el uso de complejos de zinc soportados por ligantes imino-fenolato tridentados que permitieron llevar a cabo dichas transformaciones de manera eficiente, lo que evidencia su utilidad en procesos de degradación controlada de polímeros (Figura 6).

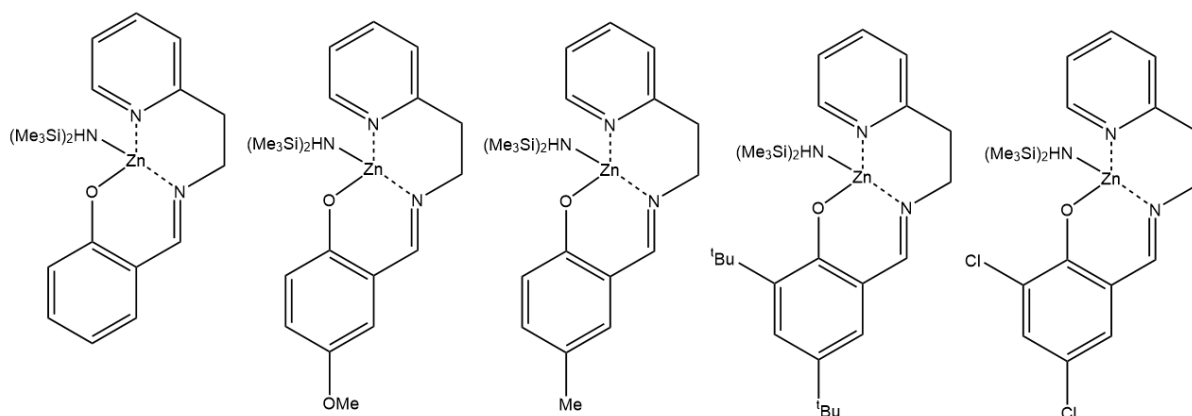


Figura 6. Serie de complejos de zinc reportados por Santulli et al. (2023) que presentaron actividad catalítica en la hidrólisis de poliésteres alifáticos.

Otra área de interés es su capacidad para interactuar con moléculas como acrilonitrilo en medios acuosos, lo que abre posibilidades en la funcionalización química y en el diseño de materiales con propiedades específicas, como lo demostraron Falcón-León et al. (2014a). Estas interacciones son facilitadas por la naturaleza coordinante y la versatilidad geométrica del centro metálico de zinc (Figura 7).

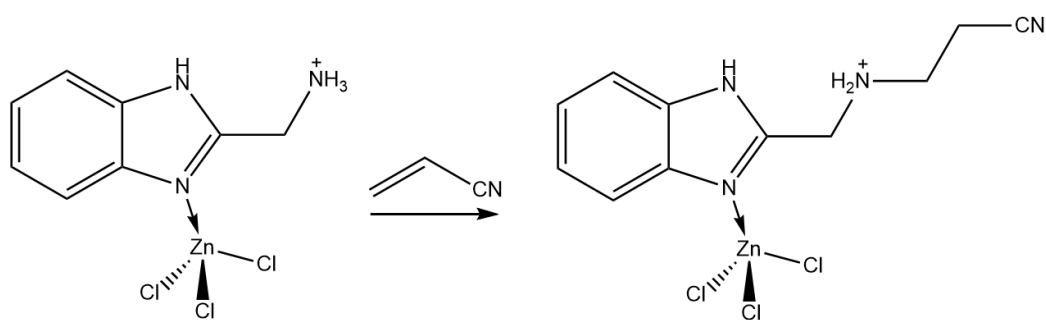


Figura 7. Efecto del zinc en la reacción de adición del 2-AMBZ al acrilonitrilo Falcón-León et al. (2014a).

En el ámbito biomédico, compuestos de zinc, como la proteína ZnT8 han sido investigados como agentes insulino-miméticos y antidiabéticos, gracias a su capacidad para mejorar el metabolismo de carbohidratos y lípidos en modelos experimentales de diabetes (Vardatsikos et al., 2013). Estas propiedades los posicionan como candidatos prometedores en el desarrollo de terapias para enfermedades metabólicas (Figura 8).

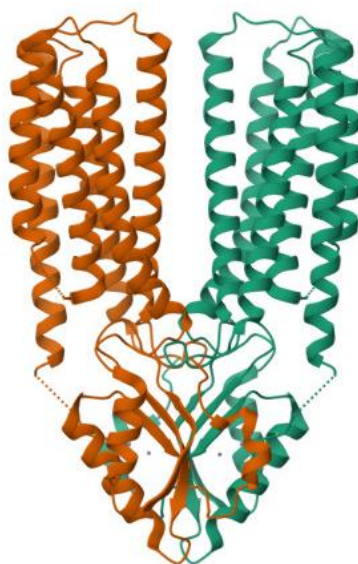


Figura 8. Representación estructural de la proteína ZnT8 (transportador de zinc) (Vardatsikos et al., 2013).

Finalmente, los compuestos de Zn(II) derivados del 2-AMBZ se pueden utilizar en reacciones de Curtis para la formación de moléculas macrocíclicas, debido a su capacidad para generar estructuras abiertas estables y adoptar diferentes geometrías como lo reportaron Patricio-Rangel et al. (2019) (Figura 9).

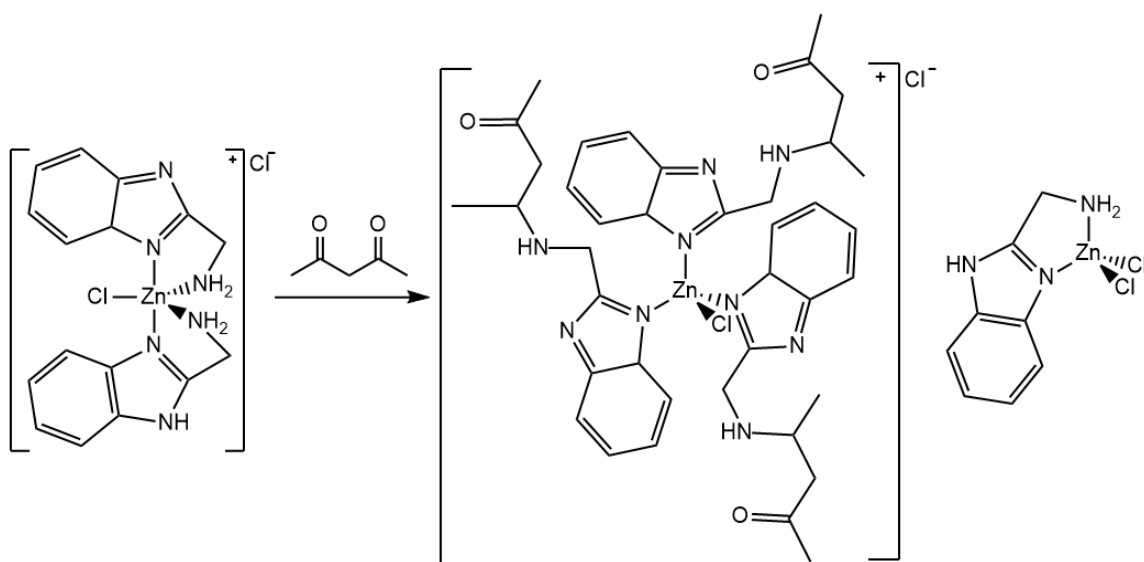


Figura 9. Reacción de la propanona con un compuesto de zinc reportada por Patricio-Rangel et al. (2019)

4. Objetivos

4.1 Objetivo general

Sintetizar y caracterizar estructuralmente una serie de compuestos de coordinación obtenidos a partir de 2-(aminometil)bencimidazol (2-AMBZ) y yoduro de zinc (ZnI_2), empleando espectroscopía IR, RMN de ^1H y ^{13}C , así como difracción de rayos X de monocristal, con el propósito de evaluar la influencia de las condiciones de reacción, particularmente el pH, en la geometría de coordinación de los complejos formados, y de analizar los motivos supramoleculares presentes en sus estructuras cristalinas.

4.2 Objetivos específicos

- Sintetizar una serie de compuestos de coordinación de zinc derivados del 2-(aminometil)bencimidazol (2-AMBZ) y el yoduro de zinc (ZnI_2), variando el pH y la relación estequiométrica de los reactivos para favorecer la obtención de distintas geometrías de coordinación.
- Realizar estudios estructurales de los compuestos sintetizados mediante espectroscopía infrarroja, resonancia magnética nuclear de ^1H y ^{13}C , y difracción de rayos X.

5. Resultados y discusión

5.1 Síntesis de compuestos coordinación de Zn derivados de 2-AMBZ

La síntesis de los complejos de zinc derivados del 2-(aminometil)bencimidazol (2-AMBZ) (**1-3**) se realizó considerando el orden de adición de reactivos, y el pH de la reacción (Figura 1).

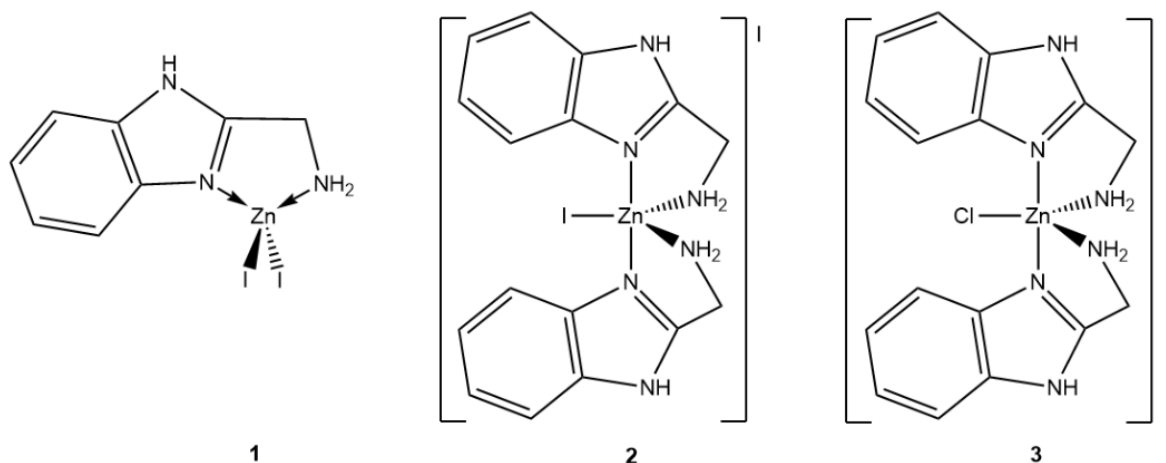
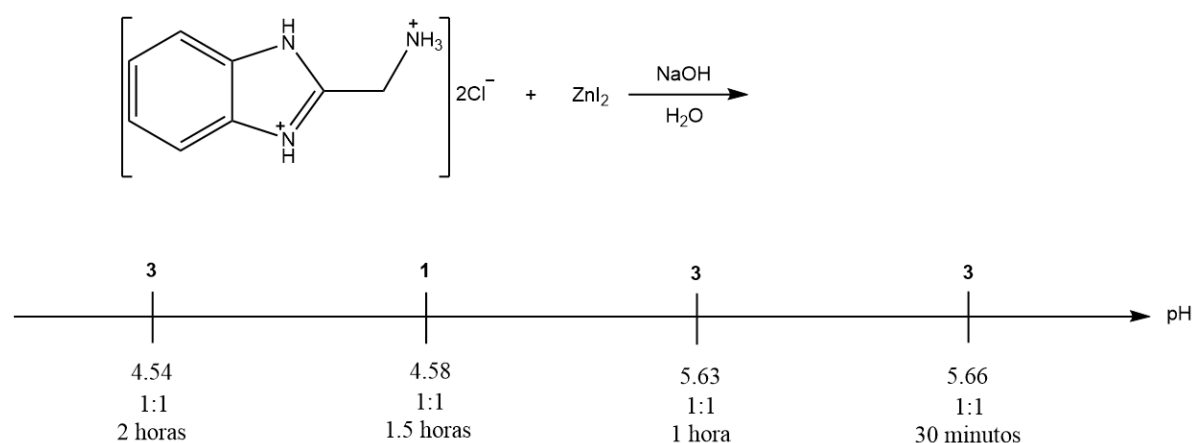


Figura 1. Compuestos de coordinación sintetizados a partir de zinc y 2-AMBZ.

5.1.1 Síntesis a diferente pH y tiempo de reacción.

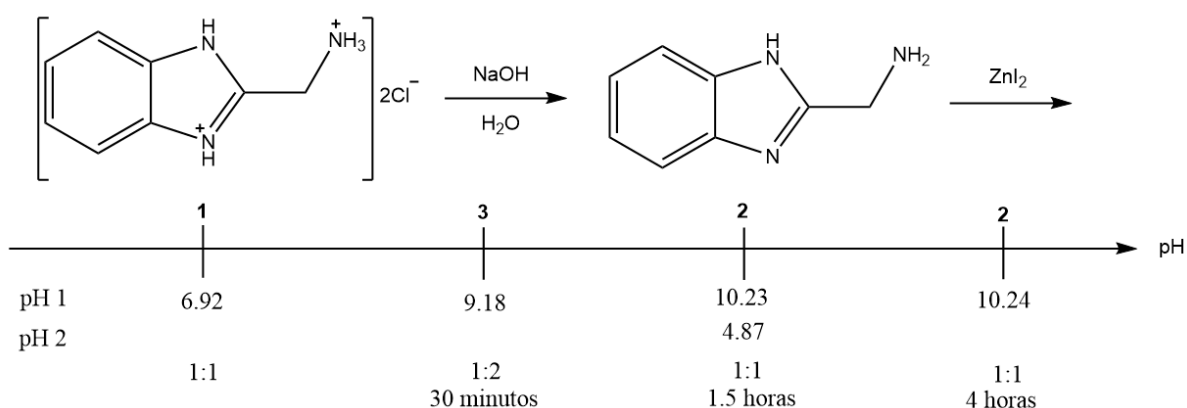
Primero se prepararon por separado dos soluciones acuosas equimolares: una de yoduro de zinc (ZnI_2) y otra de diclorohidrato de 2-AMBZ. Posteriormente la solución de ZnI_2 se añadió lentamente a la solución de diclorohidrato de 2-AMBZ. El pH de la mezcla resultante se ajustó a 4.54, 4.58, 5.63 y 5.66 mediante la adición controlada de una solución de NaOH 1.0 M. Una vez alcanzado el pH deseado, la mezcla se mantuvo bajo agitación durante 2 horas, 1.5 horas, una hora y 30 minutos respectivamente. Pasado el tiempo de reacción, se obtuvieron cristales que fueron analizados por difracción de rayos X, confirmandose que correspondían a las estructuras de los compuestos **1** y **3** (Esquema 1).



Esquema 1. Síntesis a diferente pH y tiempo de reacción

5.1.2 Síntesis a diferente pH del 2-AMBZ, estequiometría y tiempo de reacción

Inicialmente, se preparó cada solución acuosa de diclorohidrato de 2-AMBZ (0.2 M) cuyo pH se ajustó a 6.92, 9.18, 10.23 y 10.24. mediante la adición de NaOH 1.0 M. Posteriormente, se incorporó lentamente la solución de yoduro de zinc 0.2 M, dejando la mezcla bajo agitación durante un determinado tiempo de 30 minutos, 1.5 horas y 4 horas. Los cristales obtenidos se caracterizaron por difracción de rayos X, identificándose las estructuras correspondientes a los compuestos **1**, **2**, **3** (Esquema 2).



Esquema 2. Síntesis a diferente pH del 2-AMBZ, estequiometría y tiempo de reacción

5.1.3 Síntesis a partir del ligante bidentado 2-AMBZ con ZnI_2

Se preparó una solución de diclorohidrato de 2-AMBZ y se ajustó el pH a 10.76 o 9.99, según la reacción, mediante adición de NaOH 1.0 M. Una vez alcanzado el pH, la agitación se interrumpió y la solución fue parcialmente secada con aire, permitiendo así la precipitación del 2-AMBZ desprotonado. Las reacciones del 2-AMBZ desprotonado (HL) con yoduro de zinc se llevaron a cabo en agua o metanol, variando la relación estequiométrica y el tiempo de reacción. Los resultados mostrados en la Tabla 1 indican que, bajo condiciones básicas (pH superiores a 9.9) y utilizando como solventes metanol o agua, se favorece la formación del complejo $[\text{HLZnI}_2]$. Sin embargo, el tiempo de reacción es importante en la formación de los compuestos $[\text{HLZnI}_2]$ y $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]$. A tiempos de reacción menores a 30 minutos, el compuesto $[\text{HLZnI}_2]$ es el producto predominante, mientras que al extender el tiempo de reacción a 2 horas se favorece la formación del compuesto $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]$.

Tabla 1. Reacciones y productos obtenidos con la metodología C

Reacción	Relación estequiométrica	Solvente	Tiempo	pH1 (pH2)	Productos
MG8	1:2	H ₂ O	30 min	10.76 (5)	[HLZnI ₂]
MG25	1:2	H ₂ O	30 min	9.99 (5)	[HLZnI ₂]
MG23	1:1	MeOH	30 min	9.99	[HLZnI ₂]
MG17	1:2	MeOD	10 min	9.99	[HLZnI ₂]
MG24	1:2	MeOH	30 min	9.99	[HLZnI ₂]
MG27	1:2	MeOH	2 horas	9.99	[(HL) ₂ ZnCl]I

En conjunto, los resultados de estas tres metodologías de síntesis evidencian que la formación de complejos de zinc con 2-AMBZ está fuertemente influenciada por el pH, el tiempo de reacción y la concentración de reactivos. La comparación entre las metodologías sugiere que la preparación del ligante en su forma libre y la eliminación de cloruros constituyen las condiciones más favorables para la síntesis del compuesto **1**.

5.2. Análisis estructural por espectroscopia infrarroja

Los espectros infrarrojos de los compuestos **1–3** se obtuvieron en el intervalo de 4000–370 cm⁻¹. Estos espectros permitieron comparar las señales obtenidas con las reportadas para compuestos similares en la literatura, así como identificar las bandas características asociadas a este tipo de compuestos de coordinación.

5.2.1 Análisis estructural por espectroscopia infrarroja del compuesto **1**

En el compuesto **1** se detectó una señal N–H característica de los bencimidazoles cerca de 1578 cm⁻¹, mientras que la señal de vibración de estiramiento del enlace C=N aparece en 1618 cm⁻¹. Asimismo, se observaron bandas asociadas con modos de vibración fuera del plano de los enlaces C–H aromáticos en 528, 612, 663 y 762 cm⁻¹, las cuales son características con los valores reportados para estructura del compuesto de coordinación tetracoordinado de zinc derivado del 2-AMBZ.

Al comparar este espectro con el del compuesto [HLZnI₂] (**1**) con el compuesto [HLZnCl₂] reportado por Tapia et al. (2008), se aprecia que las señales correspondientes a las vibraciones N–H y C=N se encuentran ligeramente desplazadas hacia frecuencias altas. Este desplazamiento puede atribuirse a la diferencia en la naturaleza del haluro coordinado, ya que el ion yoduro, al ser menos electronegativo y más polarizable que el cloruro, modifica la densidad electrónica en el entorno del zinc y, en consecuencia, en los átomos donadores del ligante (Egorochkin et al., 2011). Además, en la región de 600–800 cm⁻¹, donde se observan

las señales fuera del plano de los enlaces C–H, se mantiene un patrón similar al del complejo de Tapia et al., aunque con menor intensidad.

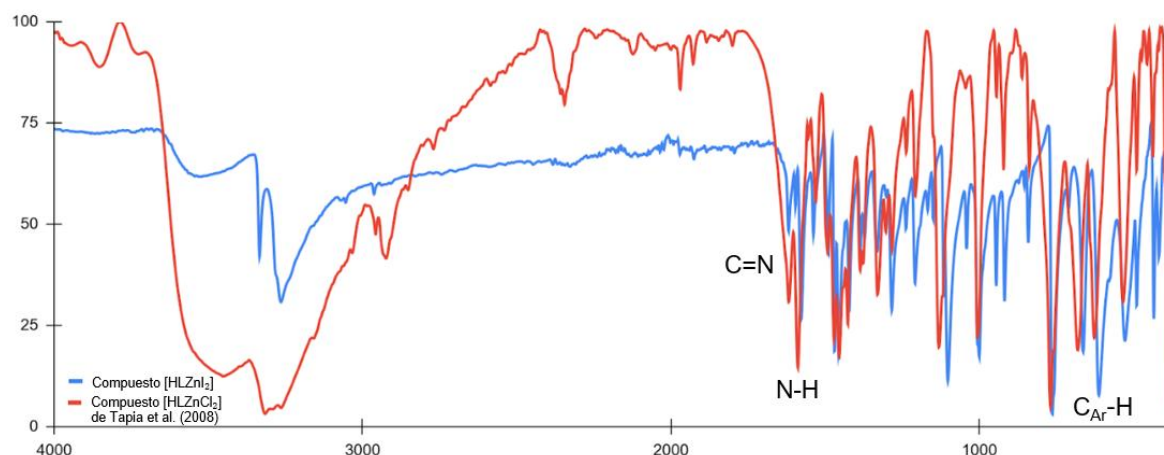


Figura 2. Espectro de vibración en el IR del compuesto **[HLZnI₂]** y del compuesto **[HLZnCl₂]** de Tapia et al. (2008)

5.2.2 Análisis estructural por espectroscopia infrarroja del compuesto 2

En el caso del compuesto **2**, no fue posible obtener un espectro infrarrojo con señales claramente definidas, debido a que los rendimientos de la reacción fueron extremadamente bajos y por lo tanto la cantidad de muestra fue insuficiente. Como resultado solo se muestra el espectro con frecuencias en 1590 cm⁻¹ y 771 cm⁻¹ atribuidas a los grupos NH₂ y C-H aromático.

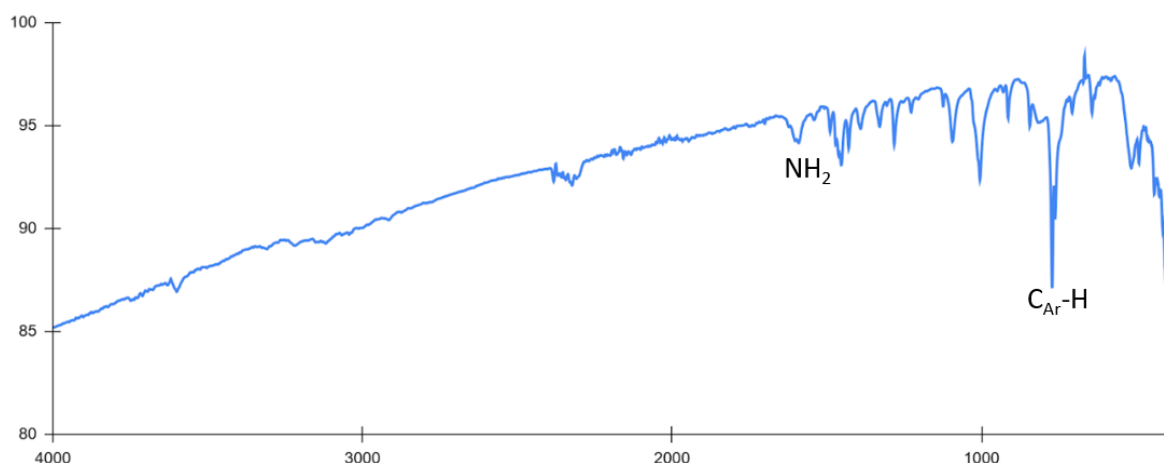


Figura 3. Espectro de vibración en el IR del compuesto **2**

5.2.3 Análisis estructural por espectroscopia infrarroja del compuesto 3

El espectro IR del compuesto **3** muestra bandas características en la región de 3300 cm⁻¹ atribuida a los estiramientos N–H de los ligantes, señales en 3050–2950 cm⁻¹ correspondientes a vibraciones C–H aromáticas y alifáticas, y un conjunto de bandas entre 1650 y 1620 cm⁻¹ asignadas a los estiramientos C=N y C=C. En la región 500–800 cm⁻¹ se observan señales de vibraciones fuera del plano asociadas al anillo

aromático. Finalmente, en la zona de 770–540 cm^{-1} se detecta un patrón complejo de bandas atribuidas a vibraciones de balanceo (wagging) del grupo NH_2 . En la figura 4 se puede observar la similitud entre los espectros pentacoordinados de zinc cuya diferencia es el contra-ión. El resultado indica que no hay un efecto del yoduro o cloruro en los modos normales de vibración.

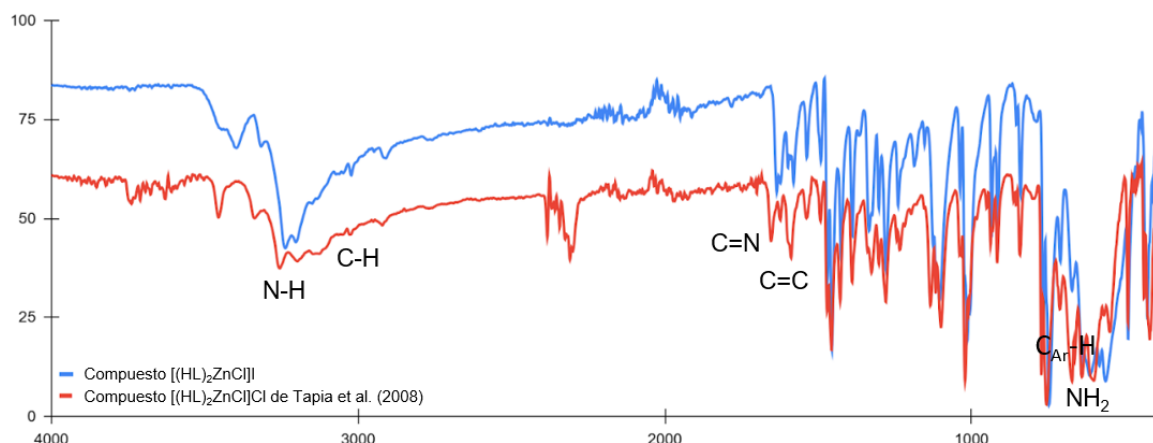


Figura 4. Espectro de vibración en el IR del compuesto $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{I}$ y del compuesto $[(\text{HL})_2\text{ZnCl}]\text{Cl}$ de Tapia et al. (2008)

5.3. Análisis estructural mediante difracción de rayos X

La estructura molecular de los compuestos **1–3** se determinó mediante difracción de rayos X de monocristal, lo que permitió obtener información precisa sobre su disposición atómica y el entorno de coordinación del zinc. En todos los casos, excepto en el compuesto **1**, se observó la presencia de contraiones y disolvente que contribuyen a la estabilidad del empaquetamiento cristalino.

Asimismo, se identificaron diversos motivos supramoleculares en los compuestos **1–3**, los cuales fueron clasificados mediante descriptores graph-set, asignados con base en las distancias de enlace $\text{D}\cdots\text{H}\cdots\text{A}$ y su comparación con la suma de los radios de Van der Waals ($\sum r_{VDW} \text{H}\cdots\text{A}$ (Å)) de los átomos involucrados. Este análisis permitió comprender las interacciones intermoleculares responsables de la organización tridimensional de las estructuras cristalinas.

5.3.1 Análisis estructural por difracción de rayos X del compuesto **1**

El compuesto **1** cristaliza en un sistema monoclinico con un grupo espacial $\text{P2}_1/\text{c}$. El átomo de $\text{Zn}(\text{II})$ presenta una geometría tetraédrica distorsionada (Figura 5), con ángulos de enlace N3-Zn-I1 $118.79(4)^\circ$, N1-Zn-I2 $107.92(4)^\circ$, N1-Zn-N3 $81.78(6)^\circ$ y I2-Zn-I1 $116.81(4)^\circ$. Si se compara con los ángulos correspondientes de la estructura reportada por Tapia et al. (2008), los ángulos son $115.8(8)^\circ$ para N1-Zn-Cl1 , $112.6(6)^\circ$ para N2-Zn-Cl2 , $82.4(1)^\circ$ para N1-Zn-N2 y $113.4(3)^\circ$ para Cl1-Zn-Cl2 . Esta diferencia se atribuye al menor tamaño y menor polarizabilidad del cloro en relación con el yodo, lo que permite una disposición más compacta alrededor del centro metálico. En

consecuencia, mientras los átomos de cloro tienden a favorecer un tetraedro menos distorsionado, la presencia de yodo expande los ángulos de enlace y genera una mayor desviación de la geometría ideal.

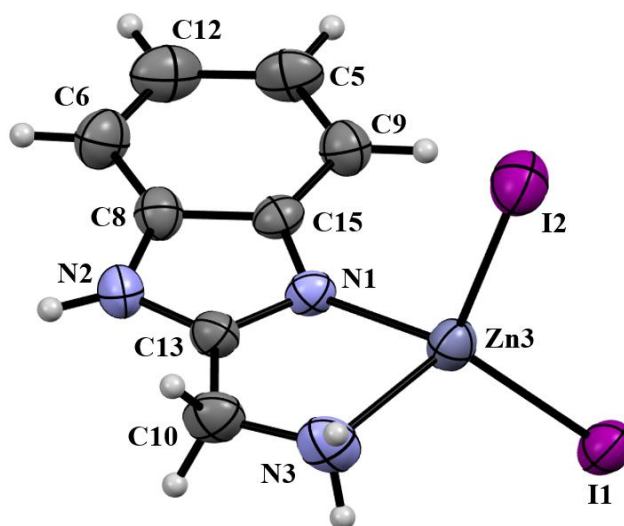


Figura 5. Representación ORTEP del compuesto **1**

Al comparar las distancias de enlace del complejo $[\text{HLZnI}_2]$ con las reportadas por Tapia et al. (2008) para el complejo $[\text{HLZnCl}_2]$, se observa una diferencia significativa en los enlaces entre el zinc y los halógenos. En el compuesto **1**, las distancias I–Zn (2.532(2) y 2.565(2) Å) son considerablemente mayores que las distancias Cl–Zn (2.24(9) y 2.23(1) Å) reportadas por Tapia et al. Esta diferencia se atribuye principalmente al mayor radio iónico del yodo frente al cloro, lo que genera enlaces más largos.

Por otro lado, las distancias de enlace Zn–N(imidazol) y Zn–N(amino) son similares en ambos compuestos (2.009(1) y 2.117(2) Å para $[\text{HLZnI}_2]$, frente a 2.02(2) y 2.10(3) Å en $[\text{HLZnCl}_2]$), lo que indica que el tipo de halógeno presente en la esfera de coordinación no ejerce un efecto significativo sobre la interacción del zinc con los átomos de nitrógeno del ligante 2-AMBZ.

Respecto a los ángulos de torsión observados para el complejo $[\text{HLZnI}_2]$ (N1–C13–C10–N3 $(-1.38(2)^\circ)$, C13–C10–N3–Zn3 $(5.61(1)^\circ)$ y C10–C13–N1–Zn3 $(-3.93(1)^\circ)$) indican que el anillo de cinco miembros formado por el ion Zn(II) y los átomos de nitrógeno del ligante presenta una conformación casi plana. De manera similar, en el complejo $[\text{HLZnCl}_2]$ reportado por Tapia et al. (2008) se registraron valores de torsión de $1.7(4)^\circ$, $4.2(3)^\circ$ y $1.8(3)^\circ$, lo que confirma que ambos compuestos mantienen una disposición espacial semejante en el anillo de cinco miembros que involucra los enlaces de coordinación Zn→N.

En la estructura cristalina se observaron interacciones supramoleculares entre los átomos de yodo, los carbonos aromáticos y los hidrógenos de los grupos amino e

imidazol lo que origina cadenas y pseudo-macro ciclos. Se midieron las distancias de enlace D-H y H...A para compararlas con la suma de los radios de van der Waals y verificar la naturaleza de las interacciones (Tabla 2).

Tabla 2. Interacciones por puente de hidrógeno del compuesto **1**

D-H...A	D-H (Å)	H...A (Å)	$\sum r_{VDW}$ H...A (Å) ^a
N2-H2...I2	0.86	2.565	3.150
N3-H3A...C9	0.9	2.875	2.900
N3-H3B...C12	0.901	2.846	2.900

^aHuheey, J. E., & Keiter, E. A. (2022). *Inorganic chemistry: Principles of structure and reactivity*. Pearson Education.

En la estructura cristalina del compuesto, se observa una cadena con descriptor $C_1^1(6)$ formada por una sucesión de unidades conectadas a través de interacciones del tipo N-H...I donde el ion yoduro participa como aceptor de enlace de hidrógeno y del grupo amino del ligante como donador. El motivo estructural está definido por la secuencia I2-Zn3-N1-C13-N2-H2, la cual se repite generando la cadena de la Figura 6.

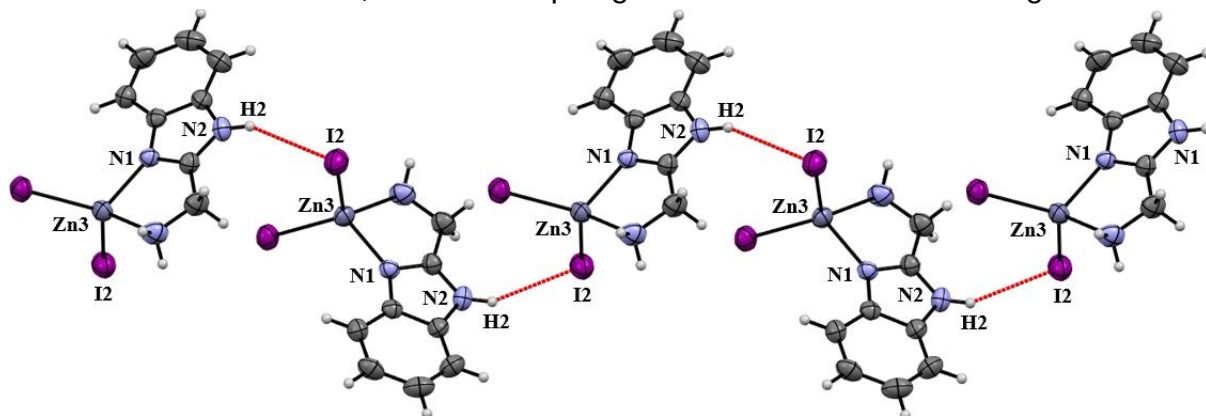


Figura 6. Cadena $C_1^1(6)$ del compuesto **1**, formada por la interacción N2-H2...I2

5.3.2 Análisis estructural por difracción de rayos X del compuesto **2**

El compuesto **2** cristalizó en un sistema monoclinico con grupo espacial C2/c. En la representación ORTEP se observa que el complejo co-cristaliza con una molécula de agua y un ion yoduro que estabilizan la estructura cristalina. Se encontraron ángulos de enlace I1-Zn1-N3 iguales a 104.58(8)° y dos ángulos de enlace I1-Zn1-N11 iguales a 108.90(9)°, mientras que los ángulos N11-Zn1-N3 (interno), N11-Zn1-N3 (externo) son de 78.32(2)° y 92.26(5)° respectivamente, el ángulo N3-Zn-N3 (150.85(3)°) y N11-Zn-N11 (142.21(5)°). Con estos valores se observa que el átomo de zinc tiene una geometría local más parecida a una pirámide de base cuadrada que a una BPT. Teniendo en la punta de la pirámide un átomo de yodo que está coordinado al átomo de zinc. Mientras que los nitrógenos del anillo bencimidazólico y del grupo amina se encuentran en la base de la pirámide, observándose un ángulo de torsión N3-N11-

En la estructura cristalina del compuesto **2** se identificó un macrociclo supramolecular con el descriptor $R_1^1(14)$ (Figura 8), originado por la interacción C7–H7...I1 (Tabla 3). Esta interacción permite conectar unidades moleculares en el compuesto **2**, cerrando un anillo de catorce miembros que contribuye a la estabilidad y cohesión del empaquetamiento cristalino. La disposición regular de este motivo dentro de la red refuerza la organización tridimensional del sólido y resalta la participación de enlaces C–H...I como elemento clave en la formación de arquitecturas supramoleculares en este tipo de complejos de zinc.

D-H...A	D-H (Å)	H...A (Å)	$\sum r_{VDW}$ H...A (Å) ^a
C7-H7...I1	0.93	3.084	3.150

46

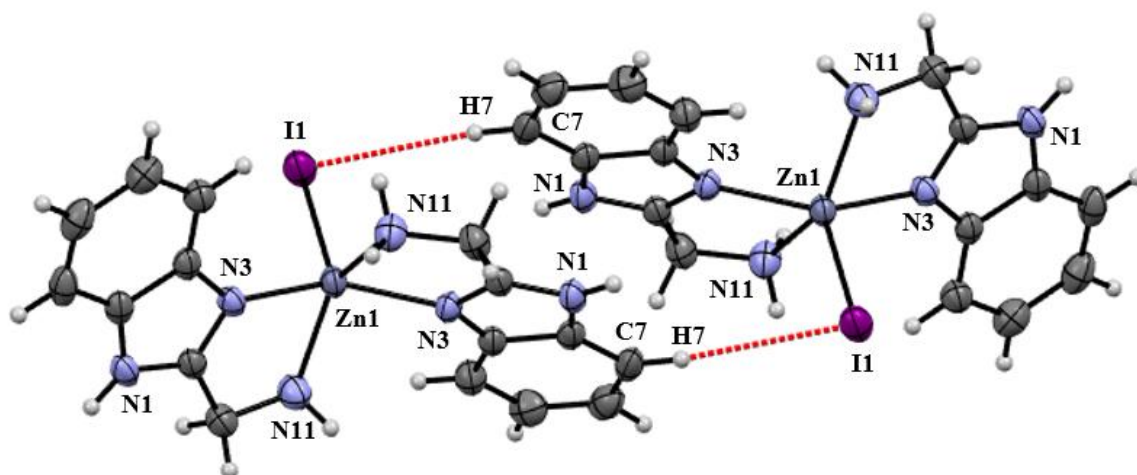


Figura 8. Pseudo-macrociclo del compuesto **2**, formado por las interacciones C7–H7...I1

5.3.3 Análisis estructural por difracción de rayos X del compuesto **3**

El compuesto **3** cristaliza en un sistema monoclinico con grupo espacial $P2_1/n$. Este compuesto es una especie iónica, en la que el complejo metálico actúa como catión y el ion yoduro como anión. El ion zinc(II) presenta una geometría de bipirámide trigonal distorsionada (Figura 9).

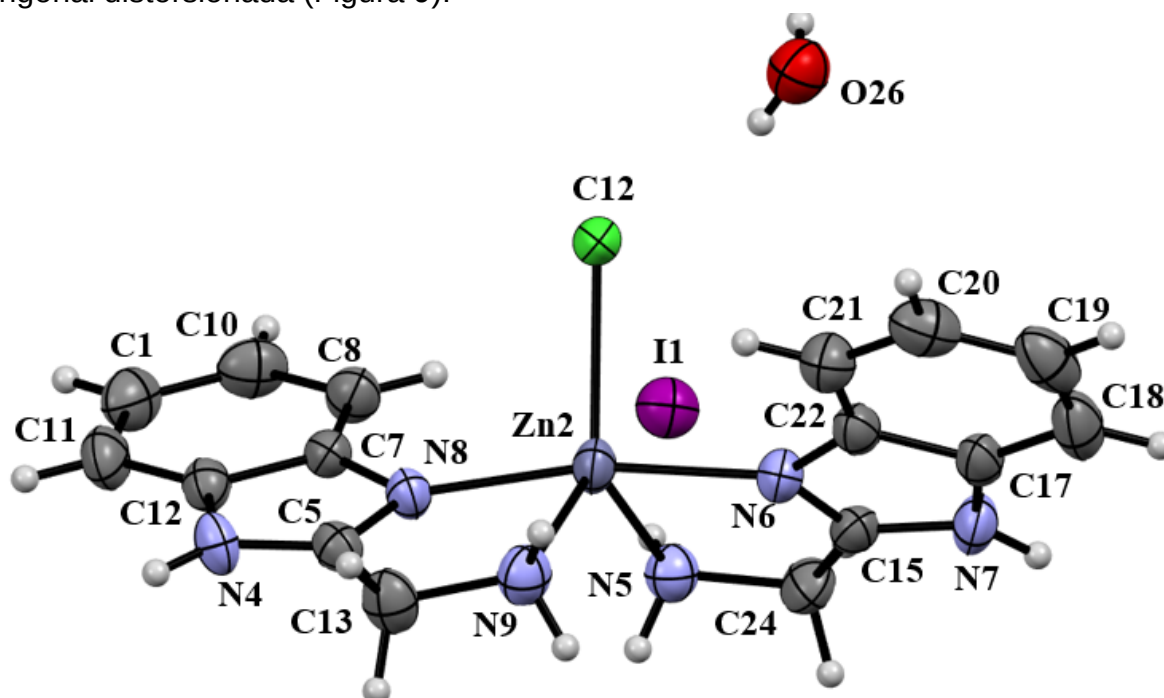


Figura 9. Representación ortep del compuesto **3**

La estructura del compuesto **3** se diferencia de la reportada por Tapia et al. (2008) por la presencia del ion yoduro como contra-ión y por presentar una menor simetría en la estructura molecular. Como se observa en la Tabla 4, las distancias de enlace Zn–N en ambos compuestos son comparables, aunque ligeramente menores en el compuesto **3**, en contraste, la distancia Zn–Cl es mayor.

Tabla 4. Comparación de las distancias de enlace (Å) en los complejos [(HL)₂ZnCl]I y [(HL)₂ZnCl]Cl

Compuesto con contra-ión I ⁻		Compuesto con contra-ión Cl ⁻ Tapia et al (2008)	
Distancias de enlace [(HL) ₂ ZnCl]I (Å)		Distancias de enlace [(HL) ₂ ZnCl]Cl (Å)	
N6-Zn2	2.09(3)	N2-Zn	2.11(2)
N8-Zn2	2.075(3)	N5-Zn	2.11(2)
N5-Zn2	2.115(3)	N1-Zn	2.11(2)
N9-Zn2	2.189(3)	N4-Zn	2.2(2)
Cl2-Zn2	2.429(7)	Cl-Zn	2.36(7)

De igual forma, los ángulos de enlace del compuesto **3** son comparables con los reportados por Tapia et al. (2008) para el compuesto [(HL)₂ZnCl]Cl. En la tabla 5 se observa que ambos compuestos presentan valores muy semejantes para los ángulos de enlace Cl–Zn–N, lo que confirma que la sustitución del ion cloruro por el ion yoduro no modifica de manera significativa la geometría de coordinación alrededor del átomo de zinc. Las diferencias más notables se presentan en los ángulos Cl₂–Zn₂–N₅ y Cl–Zn–N₁, con una variación aproximada de 3.8°.

Tabla 5. Valores de ángulos de enlace presentes en el compuesto **3**

Compuesto con contra-ión I ⁻		Compuesto con contra-ión Cl ⁻ Tapia et al (2008)	
Ángulos de enlace (°)		Ángulos de enlace (°)	
Cl2-Zn2-N5	114.87(2)	Cl-Zn-N1	118.7(6)
Cl2-Zn2-N6	94.78(3)	Cl-Zn-N2	95(5)
Cl2-Zn2-N8	96.71(2)	Cl-Zn-N5	93.9(5)
Cl2-Zn2-N9	130.17(2)	Cl-Zn-N4	128.9(6)
N5-Zn2-N6	79.83(1)	N1-Zn-N2	80.4(7)
N8-Zn2-N9	77.57(1)	N5-Zn-N4	77.3(7)
N5-Zn2-N8	96.75(2)	N1-Zn-N5	98.9(7)
N6-Zn2-N9	93.73(1)	N2-Zn-N4	93.9(7)
N5-Zn2-N9	114.96(2)	N1-Zn-N4	112.4(8)
N8-Zn2-N6	168.39(1)	N5-Zn-N2	170.2(6)

Los ángulos de torsión del compuesto **3**, mostrados en la tabla 6, presentan valores similares a los reportados por Tapia et al. (2008) para el complejo [(HL)₂ZnCl]Cl. En el compuesto **3**, los ángulos de torsión varían entre –9.14(4)° y 5.85(4)°, mientras que en el compuesto de Tapia et al. oscilan entre 0.7(3)° y 11.8(2)°.

Tabla 6. Valores de ángulos de torsión presentes en el compuesto **3**

Compuesto con contraión I ⁻		Compuesto con contraión Cl ⁻ Tapia et al (2008)	
Ángulos de torsión (°)		Ángulos de torsión (°)	
N5-C24-C15-N6	-1.12(5)	N1-C1-C2-N2	0.7(3)
N8-C5-C13-N9	5.2(5)	N4-C9-C10-N5	1.4(2)
C13-C5-N8-Zn	-9.14(4)	C9-C10-N5-Zn	11.8(2)
C5-C13-N9-Zn	0.89(4)	C10-C9-N4-Zn	9.2(2)
C24-C15-N6-Zn	-4.24(4)	C1-C2-N2-Zn	2.6(2)
C15-C24-N5-Zn	5.85(4)	C2-C1-N1-Zn	3.6(2)

Asimismo, en el compuesto **3** se identificaron interacciones por puentes de hidrógeno que favorecen la formación de estructuras supramoleculares, como dos pseudo-macrocielos y una cadena extendida. Estos motivos se originan a partir de la participación de los grupos amino del ligante 2-AMBZ como donadores de protones y de los átomos de halógeno como aceptores de enlace, configurando una red estable de interacciones no covalentes. Las distancias de enlace correspondientes a los puentes de hidrógeno se resumen en la tabla 7.

Tabla 7. Interacciones por puente de hidrógeno del compuesto **3**

D-H...A	D-H (Å)	H...A (Å)	$\sum r_{VDW}$ H...A (Å) ^a
N9-H9A...I1	0.89	2.978	3.150
N5-H5A...I1	0.89	2.88	3.150
N5-H5B...I1	0.89	2.781	3.150
C8-H8...I1	0.93	3.089	3.150
N4-H4...Cl2	0.86	2.595	2.900

^aHuheey, J. E., & Keiter, E. A. (2022). *Inorganic chemistry: Principles of structure and reactivity*. Pearson Education.

En la estructura cristalina del compuesto **3** se identificó la formación de un pseudo-macrocielo descrito por el descriptor $R_2^1(6)$ (Figura 10). Este motivo supramolecular se construye a partir de una secuencia cíclica de interacciones por puentes de hidrógeno, en la que participan los átomos I1...H9A-N9-Zn1-N5-H5A...I1. La repetición de estas interacciones permite cerrar un anillo supramolecular estable.

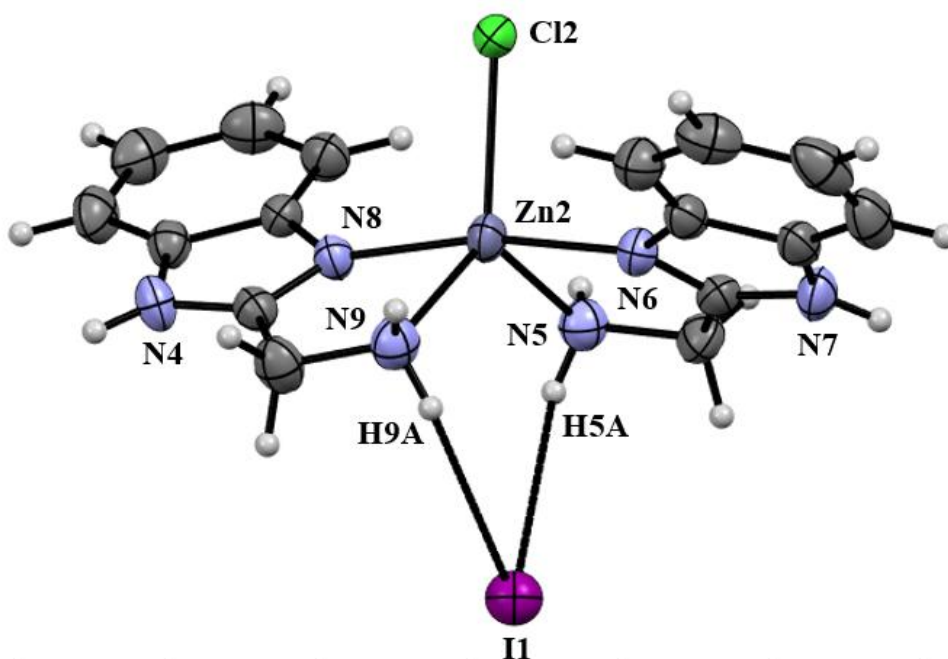


Figura 10. Pseudo-macrocycle del compuesto **3**, formado por las interacciones N9-H9A $\cdots$ I1 y N5-H5A $\cdots$ I1

Otra estructura supramolecular relevante se representa mediante el descriptor $R_2^1(8)$ (Figura 11). En este caso, se forma un pseudo-macrocycle estabilizado por dos interacciones de hidrógeno: N5-H5B $\cdots$ I1 y C8-H8 $\cdots$ I1. La secuencia de átomos que integran el anillo está dada por I1 $\cdots$ H8-C8-N8-Zn2-N5-H5B $\cdots$ I1, lo que da lugar a un motivo cíclico que refuerza la red cristalina.

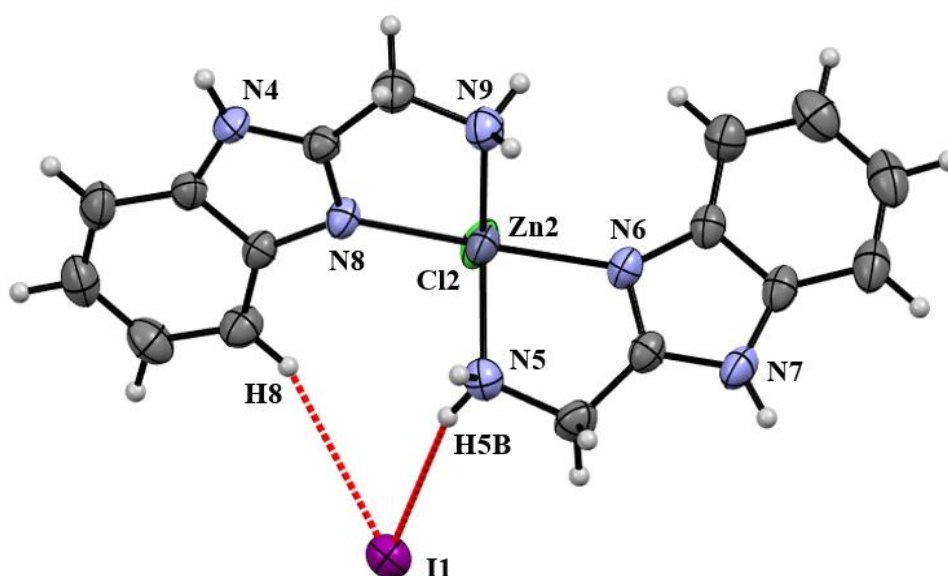


Figura 11. Pseudo-macrocycle del compuesto **3**, formado por las interacciones N5-H5B $\cdots$ I1 y C8-H8 $\cdots$ I1

Además de los pseudo-macrocycle, en la estructura cristalina se identificó la presencia de una cadena supramolecular caracterizada por el descriptor $C_1^1(6)$ (Figura

12). El eslabón fundamental de esta cadena está constituido por el motivo $\cdots\text{H4-N4-C5-N8-Zn2-Cl2}\cdots$, el cual se repite a lo largo de la red cristalina.

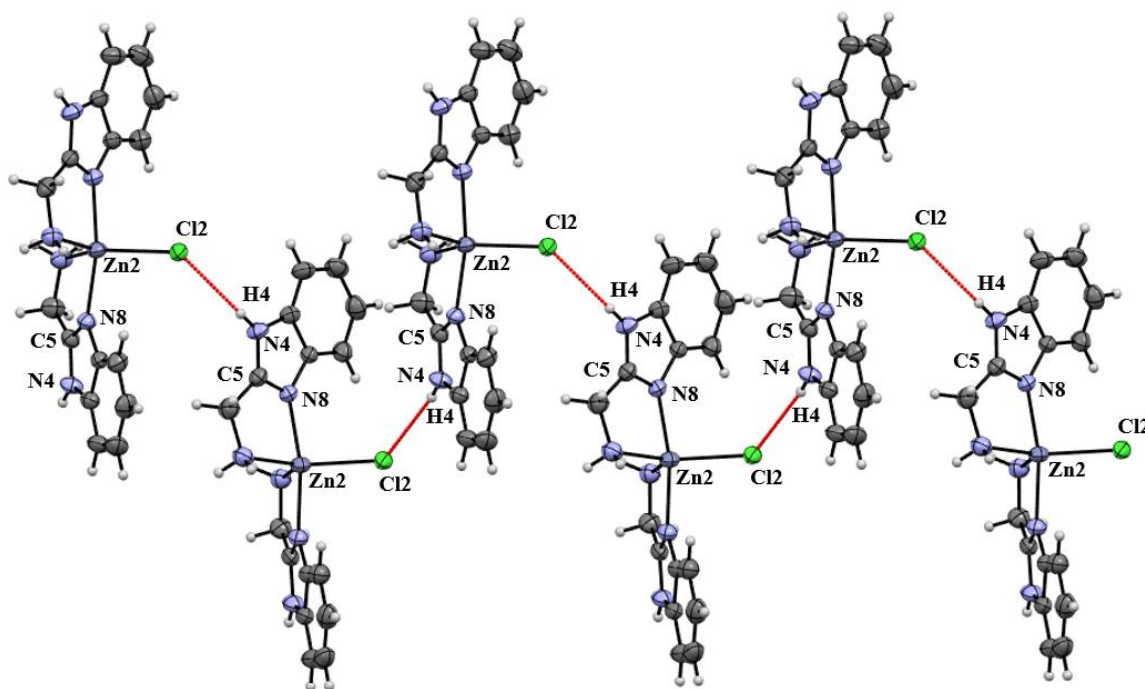


Figura 12. Cadena del compuesto **3**, formada por la interacción $\text{N4-H4}\cdots\text{Cl2}$.

5.4. Análisis estructural por resonancia magnética nuclear de ^1H y ^{13}C

El análisis mediante RMN de ^1H y ^{13}C de los compuestos **1-3**, se realizó utilizando MeOD como disolvente.

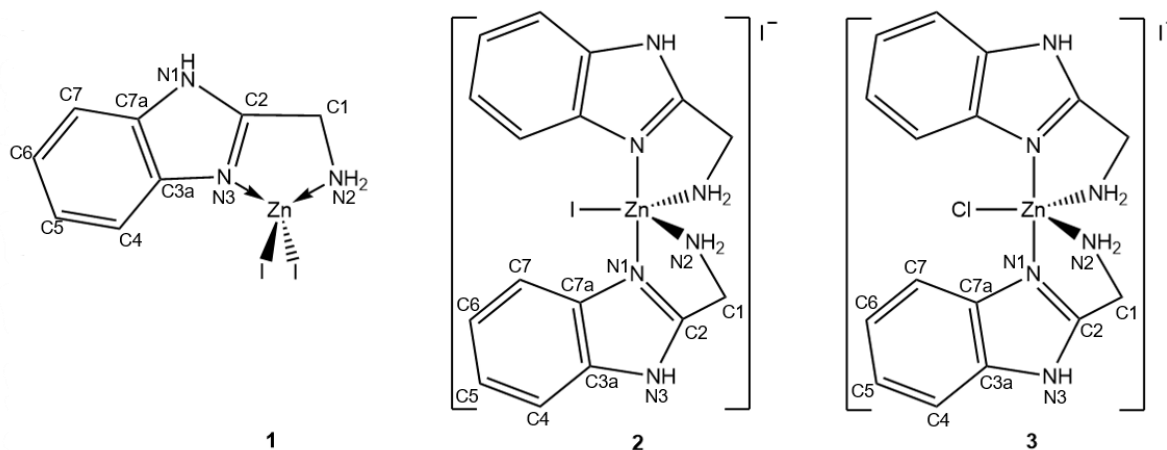


Figura 13. Compuestos **1-3**.

En los espectros de RMN de ^1H de los compuestos **1-3** se observan dos señales anchas para los hidrógenos aromáticos, lo cual es consistente con lo reportado en la literatura para este tipo de compuestos. Por otra parte, solo se pudo obtener los espectros de RMN de ^{13}C de los compuestos **1** y **3**. En donde se observa las

resonancias de los carbonos aromáticos y del carbono del grupo $-\text{CH}_2-$, con un comportamiento general asimétrico, sin embargo, en el compuesto de coordinación **3** se sugiere que los dos ligandos 2-AMBZ presentan una disposición equivalente alrededor del centro metálico.

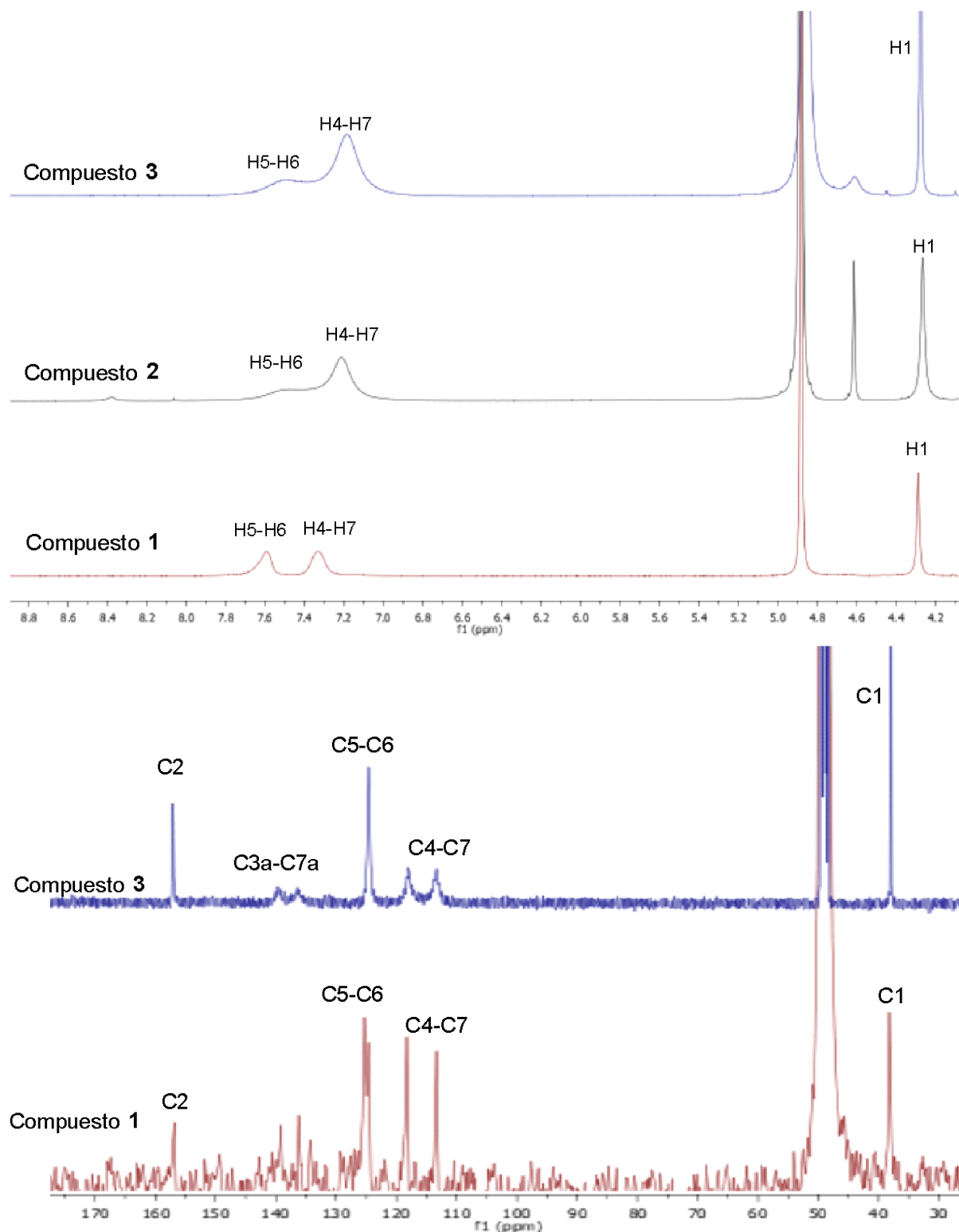


Figura 14. Espectros de RMN de ^1H y ^{13}C de los compuestos **1-3**.

En la tabla 8 se observa que los valores de desplazamiento para los carbonos C4, C5, C6 y C7 de los compuestos **1** y **3** se encuentran en el rango de 113–125 ppm, característico de anillos aromáticos con sustituyentes nitrogenados. En cuanto a las señales de ^1H para los compuestos **1-3**, se observa la resonancia del grupo $-\text{CH}_2-\text{NH}_2$ en alrededor de 4.27-4.29 ppm, lo que confirma una coordinación del grupo amino al centro metálico. Las señales en 7.3-7.6 ppm corresponden a los protones aromáticos.

Los espectros de los compuestos reportados por Tapia et al. (2008) fueron sacados en D_2O , obteniendo desplazamientos muy similares a los de los compuestos **1-3**.

Tabla 8. Valores de desplazamientos de ^{13}C y ^1H RMN (δ en ppm) para los **1-3**.

Compuesto	C1	C2	C3a	C4	C5	H1	H4	H5
			C7a	C7	C6		H7	H6
1	38.33	156.96		113.44 118.4	124.68 125.43	4.29	7.33	7.6
2						4.27	7.23	7.53
3	37.95	157.01	139.68	118.1	124.6	4.27	7.21	7.53
			136.34	113.35				

6. Conclusión

En este trabajo se logró la síntesis y caracterización estructural de una serie de compuestos de coordinación derivados del 2-(aminometil)bencimidazol (2-AMBZ) y yoduro de zinc (ZnI_2), empleando tres metodologías de síntesis que variaron principalmente en el control del pH y la relación estequiométrica de los reactivos. Estas variaciones permitieron obtener tres compuestos distintos, los cuales fueron caracterizados de manera completa mediante espectroscopía infrarroja (IR), resonancia magnética nuclear (^1H y ^{13}C) y difracción de rayos X de monocristal.

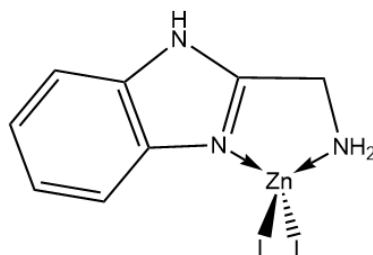
El análisis por rayos X reveló que el pH, las moléculas de cocrystalización y la naturaleza del ligante coordinado (agua, cloruro o yoduro) modifican las distancias de enlace y ángulos de enlace Zn-N y Zn-X, observándose arreglos tetraédricos, piramidales de base cuadrada y bipirámides trigonales distorsionadas. De igual manera esto afecta en su arreglo molecular dando lugar a cadenas y pseudo macrociclos formados por una gran cantidad de átomos y con la participación de diferentes tipos de interacciones intermoleculares.

Los análisis por IR y RMN confirmaron la coordinación del grupo amino del 2-AMBZ al centro metálico y evidenciaron ligeros desplazamientos hacia frecuencias menores en las señales características de los enlaces N-H y C=N, coherentes con la formación de enlaces coordinados. Así mismo los estudios cristalográficos permitieron identificar la presencia de redes supramoleculares formadas por enlaces de hidrógeno, las cuales originan cadenas y pseudo-macrociclos que contribuyen a la estabilidad de la red cristalina.

En conjunto los resultados demuestran que la modificación del pH, los tiempos de reacción y la forma protonada en la que se encuentre el ligante permiten dirigir la formación de los diferentes compuestos de coordinación del zinc con el ligante 2-AMBZ, aportando información relevante sobre su estructura molecular y su reactividad, permitiéndonos establecer parámetros para la síntesis de compuestos con propiedades similares.

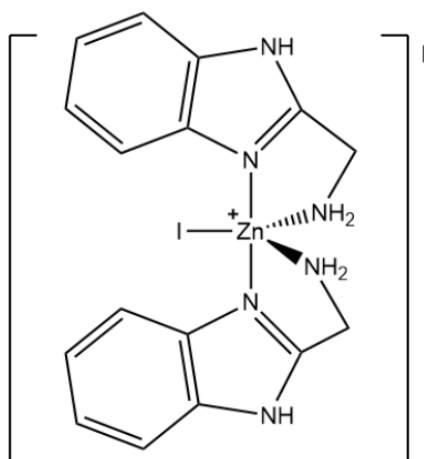
7. Parte experimental

7.1 Síntesis de (1H-bencimidazol-2-ilmetanamina- κ^2N^2,N^3)diyodozinc(II)



Se disolvieron 0.1278 g (0.4 mmol) de yoduro de zinc (ZnI_2) en 2 mL de agua. En un recipiente separado, se preparó una segunda solución disolviendo 0.0881 g (0.4 mmol) de diclorohidrato de 2-aminometil bencimidazol en 2 mL de agua. A continuación, se mezclaron 1 mL de cada solución, y la mezcla resultante se ajustó a un pH de 4.5 mediante la adición controlada de 200 μ L de solución de NaOH 1.0 M. La solución se mantuvo bajo agitación constante durante una hora y 30 minutos, observándose la formación de un precipitado blanco, que fue separado por decantación. La fase acuosa se dejó en reposo a temperatura ambiente, permitiendo su evaporación lenta con el fin de favorecer el crecimiento de cristales adecuados para análisis estructural.

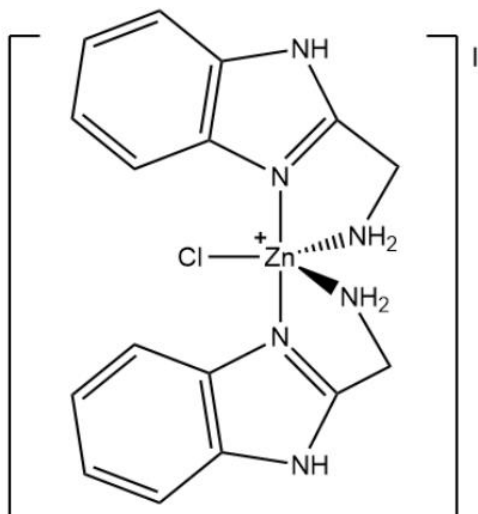
7.2 Síntesis de yoduro de bis[1H-bencimidazol-2-ilmetanamina- κ^2N^2,N^3]yodozinc(II) monohidrato



Se disolvieron 0.0881 g (0.4 mmol) de diclorohidrato de 2-(aminometil)bencimidazol en 2 mL de agua. La solución resultante se ajustó a un pH de 10.24 mediante la adición controlada de 800 μ L de una solución de NaOH 1.0 M. Una vez alcanzado el pH deseado, se añadieron 0.1277 g (0.4 mmol) de yoduro de zinc (ZnI_2) disueltos en 2 mL de una solución acuosa, previamente preparada. La mezcla de reacción se mantuvo bajo agitación constante durante 30 minutos, formándose un precipitado, que fue separado por filtración y posteriormente lavado con metanol frío. La fase metanólica se dejó evaporar lentamente a temperatura ambiente para permitir una

cristalización lenta, observándose la formación de un cristal azul, adecuado para su análisis.

7.3 Síntesis de yoduro de bis[1H-bencimidazol-2-ilmetanamina- κ^2N^2,N^3]clorozinc(II) monohidrato



Se disolvieron 0.0881 g (0.4 mmol) de diclorohidrato de 2-(aminometil)bencimidazol en 2 mL de agua. La solución resultante se ajustó a un pH de 9.08 mediante la adición de una solución de NaOH 1.0 M. Una vez alcanzado el pH, se añadió gota a gota 1 mL de una solución de ZnI_2 (0.2 M). La mezcla de reacción se mantuvo bajo agitación constante durante cuatro horas a temperatura ambiente. Transcurrido ese tiempo, el precipitado fue separado por filtración y posteriormente lavado con metanol frío para eliminar impurezas solubles. La fase líquida obtenida de la filtración se dejó evaporar lentamente a temperatura ambiente, lo que permitió la formación de cristales adecuados para análisis por difracción de rayos X de monocristal.

8. Referencias

- Al-Sultan, S. Q., Mohammed, M. Hassan and Talib, W. H. (2024). Newly designed 2-(aminomethyl)benzimidazole derivatives as possible tyrosine kinase inhibitors: synthesis, characterization, preliminary cytotoxic evaluation and in Silico studies. *Chemical Review and Letters*, 7(3), 545-559. doi: 10.22034/crl.2024.463505.1360
- Atkinson, E. C., Bedford, C. P., Le, T.-M., Macek, L. O., Walsh, C., Dickie, D. A., & Turnbull, M. M. (2024). Zinc(II) and copper(II) halide complexes of 2-(aminomethyl)aniline. *Polyhedron*, 260(117102), 117102. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2024.117102>
- Avila-Montiel, C., Tapia-Benavides, A. R., Islas-Trejo, E., Ariza, A., Tlahuext, H., & Tlahuextl, M. (2020). Non-covalent interactions in organic-inorganic hybrid compounds derived from amino amides. *Journal of Molecular Structure*, 1202(127258), 127258. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2019.127258>
- Bernhardt, P. V., & Lawrance, G. A. (2024). *Introduction to coordination chemistry* (2a ed.). John Wiley & Sons.
- Bernstein, J., Davis, R. E., Shimon, L., & Chang, N.-L. (1995). Patterns in hydrogen bonding: Functionality and graph set analysis in crystals. *Angewandte Chemie International Edition in English*, 34(15), 1555–1573. <https://doi.org/10.1002/anie.199515551>
- Bhagavan, N. V. (2002). Mineral Metabolism. En *Medical Biochemistry* (pp. 873–900). Elsevier.
- Brabha, M. J., & Malbi, M. A. (2023). Synthesis, characterization and biological activity of zinc complexes of ethylenediamine and its derivatives. *Chemical Physics Impact*, 7(100248), 100248. <https://doi.org/10.1016/j.chphi.2023.100248>
- Brown, T. L., LeMay, H. E., Bursten, B. E., Murphy, C. J., & Woodward, P. M. (2014). *Química: la ciencia central* (12.ª ed.). Pearson.
- Burgess, J., & Prince, R. H. (2006). *Zinc: Inorganic & Coordination Chemistry* Based in part on the article Zinc: Inorganic & Coordination Chemistry by Reg H. Prince which appeared in the Encyclopedia of Inorganic Chemistry, First Edition. En *Encyclopedia of Inorganic Chemistry*. John Wiley & Sons, Ltd.
- Chen, D., Wang, Y., Lin, Z., & Huang, F. (2010). The pH-dependent binding of zinc citrate to bipy/phen (bipy=2,2-bipyridine, phen=1,10-

- phenanthroline). *Journal of Molecular Structure*, 966(1–3), 59–63.
<https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2009.12.007>
- Cimpoesu, F., & Ferbinteanu, M. (2018). *Coordination bonding: Electronic structure and properties*. En *Structural Chemistry* (pp. 503–612). Springer International Publishing.
- Crabtree, R. H. (2019). *The organometallic chemistry of the transition metals* (7a ed.). John Wiley & Sons.
- Crouch, S., West, D. M., Holler, F., & Skoog, D. A. (2008). *Principios de Análisis Instrumental* (6a ed.). Cengage Learning Editores S.A. de C.V.
- Cotton, F. A., Wilkinson, G., Murillo, C. A., & Bochmann, M. (1999). *Advanced inorganic chemistry* (6a ed.). John Wiley & Sons.
- Dreher, M., & Elias, H. (1983). Kinetics and mechanism of ligand substitution in tetrahedral zinc complexes. *Inorganica Chimica Acta*, 79, 203.
[https://doi.org/10.1016/s0020-1693\(00\)95236-8](https://doi.org/10.1016/s0020-1693(00)95236-8)
- El-Sherif, A. A. (2011). Synthesis and characterization of some potential antitumor palladium(II) complexes of 2-aminomethylbenzimidazole and amino acids. *Journal of Coordination Chemistry*, 64(12), 2035–2055.
<https://doi.org/10.1080/00958972.2011.587004>
- Egorochkin, A. N., Kuznetsova, O. V., Khamaletdinova, N. M., & Domratcheva-Lvova, L. G. (2011). Infrared spectroscopic studies of transition metal complexes and polarizability effect. *Journal of Organometallic Chemistry*, 696(10), 2199–2205.
<https://doi.org/10.1016/j.jorganchem.2010.11.036>
- Falcón-León, M. P., Tapia-Benavides, A. R., Tlahuext, H., Galán-Vidal, C., Suarez-Castillo, O. R., & Tlahuextl, M. (2014a). The effect of Zn II coordination on the addition of 2-(aminomethyl)benzimidazole to acrylonitrile: The addition of 2-(aminomethyl)benzimidazole to acrylonitrile. *European Journal of Inorganic Chemistry*, 2014(31), 5415–5423. <https://doi.org/10.1002/ejic.201402346>
- Falcón-León, M., Tlahuext, H., Lechuga-Islas, V., Tlahuextl, M., Martínez-Martínez, F. J., Höpfl, H., & Tapia-Benavides, A. R. (2014b). Synthesis and structure of Zn(II) and Cu(II) complexes derived from 2-(aminomethyl)benzimidazole and glycine. *Journal of Coordination Chemistry*, 67(11), 1873–1887.
<https://doi.org/10.1080/00958972.2014.930139>

- Grell, J., Bernstein, J., & Tinhofer, G. (1999). Graph-set analysis of hydrogen-bond patterns: some mathematical concepts. *Acta Crystallographica. Section B, Structural Science*, 55(Pt 6), 1030–1043. <https://doi.org/10.1107/s0108768199007120>
- Gutiérrez-Sanjuan, E., Tlahuextl, M., Falcón-León, M., Tlahuext, H., Marmolejo-Santillán, Y., & Tapia-Benavides, A. R. (2014). Syntheses and structural studies of hexa- and pentacoordinated Zn complexes derived from 2-(aminomethyl)benzimidazole and water. *Structural Chemistry*, 25(5), 1385–1393. <https://doi.org/10.1007/s11224-014-0416-4>
- Han, Y., Gao, A., Zhang, Y., Yao, W., & Guan, H. (2018). Zinc complexes supported by N,O-bidentate amino-alkoxyl ligands: Synthesis, characterization and catalytic property for the ring-opening polymerization of L-lactide. *Polyhedron*, 139, 243–248. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2017.10.038>
- Harris, D. C., & Bertolucci, M. D. (1989). *Symmetry and spectroscopy: Introduction to vibrational and electronic spectroscopy*. Dover Publications.
- Hoffmann, F. (2020). *Introduction to crystallography* (2020a ed.). Springer Nature.
- Jordan, R. B. (2007). *Reaction mechanisms of inorganic and organometallic systems* (3a ed.). Oxford University Press.
- Keeler, J. (2013). *Understanding NMR Spectroscopy* (2a ed.). John Wiley & Sons.
- Keri, R. S., Hiremathad, A., Budagumpi, S., & Nagaraja, B. M. (2015). Comprehensive review in current developments of benzimidazole-based medicinal chemistry. *Chemical Biology & Drug Design*, 86(1), 19–65. <https://doi.org/10.1111/cbdd.12462>
- Lawrence, G. A. (2010). *Introduction to coordination chemistry* (2nd ed.). Wiley.
- Lehn, J.-M. (1995). *Supramolecular Chemistry: Concepts and Perspectives*. Wiley-VCH Verlag.
- Martell, A. (Ed.). (2013). *Critical stability constants: Inorganic complexes* (1976a ed.). Springer.
- Martell, A. E. (1967). *The Chelate Effect. En Werner Centennial* (pp. 272–294). AMERICAN CHEMICAL SOCIETY.

- McCall, K. A., Huang, C., & Fierke, C. A. (2000). Function and mechanism of zinc metalloenzymes. *The Journal of Nutrition*, 130(5S Suppl), 1437S-46S. <https://doi.org/10.1093/jn/130.5.1437S>
- Miessler, G. L., Fischer, P. J., & Tarr, D. A. (2014). *Inorganic Chemistry: International Edition* (5a ed.). Pearson.
- Nikiforova, S. E., Kubasov, A. S., Goeva, L. V., Avdeeva, V. V., Malinina, E. A., & Kuznetsov, N. T. (2022). Features of the formation of d10 metal complexes with benzimidazoles derivatives in the presence of the closo-decaborate anion. *Polyhedron*, 226(116108), 116108. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2022.116108>
- Nguyen, V.-T., Huynh, T.-K.-C., Ho, G.-T.-T., Nguyen, T.-H.-A., Le Anh Nguyen, T., Dao, D. Q., Mai, T. V. T., Huynh, L. K., & Hoang, T.-K.-D. (2022). Metal complexes of benzimidazole-derived as potential anti-cancer agents: synthesis, characterization, combined experimental and computational studies. *Royal Society Open Science*, 9(9), 220659. <https://doi.org/10.1098/rsos.220659>
- Lippard, S. J., & Berg, J. M. (1994). *Principles of bioinorganic chemistry*. University Science Books.
- Patricio-Rangel, E. B., Tlahuext, H., Tapia-Benavides, A. R., & Tlahuextl, M. (2019). Curtis reactions with Zn complexes derived from 2-(Aminomethyl)Benzimidazole. *Journal of Molecular Structure*, 1182, 158–167. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2019.01.034>
- Pellei, M., Del Bello, F., Porchia, M., & Santini, C. (2021). Zinc coordination complexes as anticancer agents. *Coordination Chemistry Reviews*, 445(214088), 214088. <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2021.214088>
- Purcell, K. F., & Kotz, J. C. (1980). *Inorganic Chemistry*. Thomson Learning.
- Ribas Gispert, J. (2008). *Coordination Chemistry*. Wiley-VCH Verlag.
- Riordan, J. F. (1976). Biochemistry of zinc. *The Medical Clinics of North America*, 60(4), 661–674. [https://doi.org/10.1016/s0025-7125\(16\)31851-x](https://doi.org/10.1016/s0025-7125(16)31851-x)
- Russegger, P., & Brickmann, J. (1975). Pseudorotation of trigonal bipyramidal molecules: Berry rotation contra “turnstile” rotation in PF₅. *Chemical Physics Letters*, 30(2), 276–278. [https://doi.org/10.1016/0009-2614\(75\)80119-9](https://doi.org/10.1016/0009-2614(75)80119-9)

- Sahyon, H. A., El-Bindary, A. A., Shoaib, A. F., & Abdellatif, A. A. (2018). Synthesis and characterization of ruthenium(III) complex containing 2-aminomethyl benzimidazole, and its anticancer activity of in vitro and in vivo models. *Journal of molecular liquids*, 255, 122–134. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.01.140>
- Santulli, F., Pappalardo, D., Lamberti, M., Amendola, A., Barba, C., Sessa, A., Tepedino, G., & Mazzeo, M. (2023). Simple and efficient zinc catalysts for synthesis and chemical degradation of polyesters. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 11(43), 15699–15709. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.3c04927>
- Shriver, D. F., & Atkins, P. W. (1999). *Inorganic Chemistry* (3a ed.). Oxford University Press.
- Sierra-Zenteno, A., Galán-Vidal, C. A., & Tapia-Benavides, R. (2002). Acid-base equilibrium studies of 2-(aminomethyl)benzimidazole in aqueous solution. *Revista de La Sociedad Química de México*, 46(2), 125–130. https://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0583-76932002000200009
- Tapia-Benavides, A. R., Tlahuextl, M., Tlahuext, H., & Galán-Vidal, C. (2007). Synthesis of Zn compounds derived from 1H-benzimidazol-2-ylmethanamine. *ARKIVOC*, 2008(5), 172–186. <https://doi.org/10.3998/ark.5550190.0009.514>
- Vardatsikos, G., Pandey, N. R., & Srivastava, A. K. (2013). Insulino-mimetic and anti-diabetic effects of zinc. *Journal of Inorganic Biochemistry*, 120, 8–17. <https://doi.org/10.1016/j.jinorgbio.2012.11.006>
- Von Zelewsky, A. (1996). *Stereochemistry of Coordination Compounds*. John Wiley & Sons.
- Weller, M., Overton, T., Rourke, J., & Armstrong, F. (2018). *Inorganic Chemistry* (7a ed.). Oxford University Press.
- Williams, R. J. P. (1987). The biochemistry of zinc. *Polyhedron*, 6(1), 61–69. [https://doi.org/10.1016/s0277-5387\(00\)81239-5](https://doi.org/10.1016/s0277-5387(00)81239-5)
- Wilkins, R. G. (1991). *Kinetics and mechanisms of reactions of transition metal complexes*. Wiley-VCH Verlag.