Komitet Krystalografii PAN
Polskie Towarzystwo Krystalograficzne
Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN

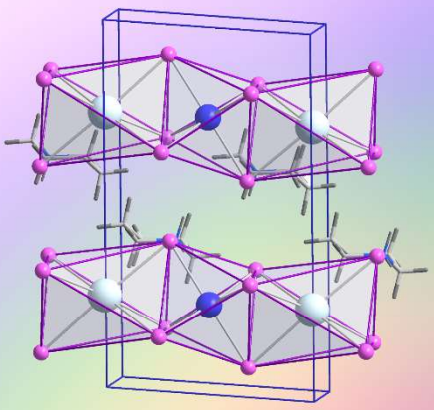
66 Konwersatorium Krystalograficzne

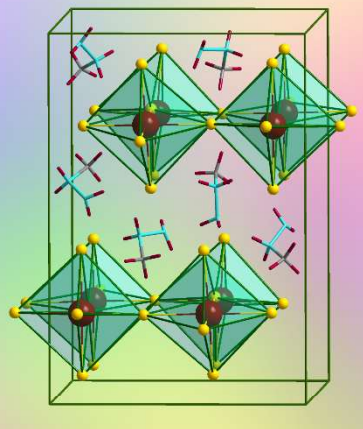
Polish Crystallographic Meeting

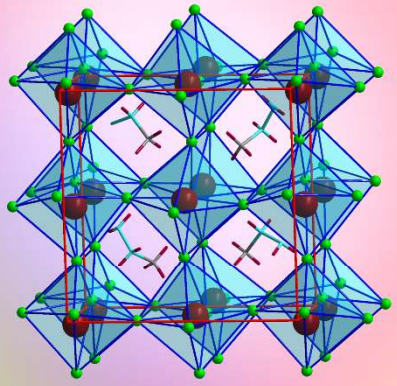
Warsztaty Naukowe PTKryst

Sesja Naukowa Młodych Krystalografów PTKryst

Wrocław, 25-27 VI 2025







https://konkryst.intibs.pl/

66 Konwersatorium Krystalograficzne

Warsztaty Naukowe PTKryst i Sesja Sekcji Młodych Krystalografów PTKryst

25 VI – 27 VI 2025 r.

Program
Streszczenia komunikatów
Lista uczestników i autorów prac

Organizatorzy:
Polska Akademia Nauk
Komitet Krystalografii PAN
Polskie Towarzystwo Krystalograficzne
Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN we Wrocławiu

Sponsorzy Konwersatorium:

Rigaku Europe SE

Konferencja dofinansowana ze środków na upowszechnianie nauki programu „Otwarta Nauka" Polskiej Akademii Nauk oraz z dotacji miasta Wrocławia.

Komitet Organizacyjny:
Marek Daszkiewicz – przewodniczący, Vasyl Kinzhybalo – zastępca przewodniczącego, Dorota Kowalska – sekretarz, Anna Gągor, Izabela Madura, Tamara Bednarchuk, Magdalena Rowińska, Ewa Bukowska, Mariia Shyshkina, Piotr Rejnhardt, Oleksandr Korolevych, Marek Gusowski

Redakcja:
Dorota Kowalska, Marek Daszkiewicz

Wydawca:
Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, Wrocław
oraz Komitet Krystalografii PAN

ISBN 978-83-966642-4-2

Tematyka Konwersatorium obejmuje badania podstawowe i stosowane dotyczące idealnej i realnej struktury kryształów prowadzone za pomocą promieniowania rentgenowskiego uzyskiwanego zarówno tradycyjnymi metodami jak i w synchrotronach, badania przy użyciu neutronów i elektronów, zagadnienia symetrii, przemian fazowych i wzrostu kryształów, nowe metody badawcze i obliczeniowe oraz wszelkie inne aspekty krystalografii. Konwersatorium stanowi forum wymiany poglądów wszystkich polskich krystalografów.

Ilustracja na okładce: Struktury krystaliczne na podstawie danych strukturalnych: $(Pip)_2[KBiBr_6]$ z pracy M. Rowińska, O. Korolevycha, A. Kabański, D. Stefańska, T. J. Bedmarchuk, A. Piecha-Bisiorek, A. Gągor, *Chemistry of Materials* w druku, wyk. M. Rowińska; $MHy_2PbBr_{3.7}I_{0.3}$ z pracy D. Drozdowski, A. Kabański, D. Stefańska, M. Ptak, M. Mączka, A. Gągor, *Journal of Material Chemistry C*, 18 (2024) 6653, doi: 10.1039/d4tc00865k, wyk. D. Drozdowski; $MHyPbCl_3$ z pracy M. Mączka, A. Gągor, Jan K. Zaręba, D. Stefańska, M. Drozd, S. Balciunas, M. Šimėnas, J. Banys, A. Sieradzki, 32 (2020) 4072, doi:10.1021/acs.chemmater.0c00973, wyk. D. Drozdowski; zdjęcie perowskitu $CaTiO_3$ (Achmatowsk, Rosja) ze zbiorów Muzeum Mineralogicznego Uniwersytetu Wrocławskiego, wyk. M. Daszkiewicz.
Projekt i wykonanie okładki: M. Daszkiewicz

PROGRAM KONWERSATORIUM I WARSZTATÓW POLSKIEGO TOWARZYSTWA KRYSTALOGRAFICZNEGO
PROGRAMME OF THE MEETING AND PCrA WORKSHOP

Środa, 25 czerwca 2025 r. / Wednesday, June 25, 2025

9:00 – 13:15	**WARSZTATY NAUKOWE PTKryst / PCrA WORKSHOP** **Presentation and demonstration of CCDC tools** **Pablo Martinez-Bulit,** Izabela Madura The Cambridge Crystallographic Data Centre, Politechnika Warszawska	**W**
15:00 – 21:00	**SESJA NAUKOWA SEKCJI MŁODYCH KRYSTALOGRAFÓW POLSKIEGO TOWARZYSTWA KRYSTALOGRAFICZNEGO / SCIENTIFIC SESSION OF THE YOUNG CRYSTALLOGRAPHERS SECTION OF THE POLISH CRYSTALLOGRAPHIC ASSOCIATION**	**M**

Czwartek, 26 czerwca 2025 r. / Thursday, June 26, 2025

9:00 – 9:30	**OTWARCIE KONWERSATORIUM / OPENING CEREMONY** **Wręczenie nagród laureatom 6. Olimpiady Krystalograficznej** **Award ceremony for the winners of the 6th Crystallographic Olympiad** **Ogłoszenie wyników konkursów Diamenty 2023 oraz 2024** **Announcement of the results of the Diamonds 2023 and 2024 competitions**	
	SESJA REFERATÓW 1 / ORAL PRESENTATIONS 1	
9:30 – 10:00	**Grzegorz Bujacz**, Kajetan Duszyński, Anna Bujacz **Struktury krystaliczne ptasich i ssaczych surowiczych albumin** Instytut Biotechnologii Molekularnej i Przemysłowej, Politechnika Łódzka	**R-1**
10:00 – 10:20	**Krzysztof Brzeziński** **A closer look at molecular mechanisms underlying inhibition of *S*-adenosyl-l-homocysteine hydrolase by transition metal cations** Department of Structural Biology of Prokaryotic Organisms, Institute of Bioorganic Chemistry, Polish Academy of Sciences	**R-2**
10:20 – 10:40	**Maura Malińska** **Advancing protein structure and ligand binding studies with quantum crystallography** Wydział Chemii, Uniwersytet Warszawski	**R-3**
10:40 – 11:00	**Bartosz Sekuła**, Maciej Nielipiński, Agnieszka Pietrzyk-Brzezińska **Arginine metabolism as a molecular target for herbicide development** Institute of Molecular and Industrial Biotechnology, Faculty of Biotechnology and Food Sciences, Lodz University of Technology	**R-4**

11:00 – 11:30 **PRZERWA / BREAK**

SESJA REFERATÓW 2 / ORAL PRESENTATIONS 2

11:30 – 11:40 Ellen Häußler, Kaushick Parui, Anton A. Kulbakov, Darren C. Peets, Dmytro S. Inosov, **Thomas Doert** **R-5**
Double hydroxides *BB'*$(OH)_6$ – hydrogen disorder and magnetic frustration
Faculty of Chemistry and Food Chemistry; Institute of Solid State and Materials Physics, Technische Universität Dresden

11:40 – 12:00 Wojciech Sławiński, Grzegorz Łach, Roman Gajda, Michał Chodkiewicz, Piotr Rejnhardt, Mihails Arhangelskis, Christopher Ridlay, Craig Bull, **Krzysztof Woźniak** **R-6**
Hidden complexity in D_2O ice VII
Faculty of Chemistry; Faculty of Physics, University of Warsaw; ISIS Neutron and Muon Source, STFC, Rutherford Appleton Laboratory; EaStCHEM School of Chemistry, University of Edinburgh; Spallation Neutron Source, Oak Ridge National Laboratory

12:00 – 12:20 **Andrzej Katrusiak** **R-7**
Crystallographic quaternions
Department of Materials Chemistry, Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University

12:20 – 12:40 **Pablo Martinez-Bulit** **R-8**
Crystal Structure Exploration - I didn't know Mercury could do that
The Cambridge Crystallographic Data Centre

12:40 – 12:50 **Marek Daszkiewicz**, Kinga Fojcik **R-9**
***S*-ibuprofen at extreme conditions**
Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu

12:50 – 15:00 **PRZERWA / BREAK**

SESJA REFERATÓW 3 / ORAL PRESENTATIONS 3

15:00 – 15:20 **Felix Hennersdorf** **R-10**
Advancing structural science: innovations in Rigaku Oxford Diffraction instrumentation
Rigaku Europe SE, Neu-Isenburg, Germany

15:20 – 15:30 **Andrzej Wojtas** **R-11**
Prezentacja dyfraktometrów firmy PROTO Manufacturing
PROTO Manufacturing Europe Sp. z o.o. / METLAB Sp. z o.o.

15:30 – 15:50 **Szymon Stolarek** **R-12**
Enabling nanoscale insight: advanced X-ray scattering solutions from Xenocs
Xenocs SAS

15:50 – 16:10	**Sebastian Machowski** **Charakterystyka materiałów akumulatorowych przy użyciu technik dyfrakcji rentgenowskiej** Testchem Sp. z o. o.	**R-13**
16:10 – 16:30	**Jakub Al Samarrai** **Technologia D8: napędzając nowoczesną naukę** Labsoft, Bruker AXS	**R-14**
16:30 – 16:50	Sandra Zierler, Fazilet Guerer, **Kamil Urbański** **High-quality Pair Distribution Function (PDF) analysis in home laboratory** Anton Paar GmbH, Austria; Anton Paar Poland sp. z o.o.	**R-15**
16:50 – 17:00	**Patryk Wróbel** **Nowoczesne metody analizy struktury i faz materiałów: rozwiązania XRD oferowane przez firmę Scanmat i LANScientific** SCANMAT Sp. z o.o.	**R-16**

17:00 – 18:30 **SESJA PLAKATOWA A / POSTER SESSION A**

17:00 **Przekąski serwowane dzięki wsparciu Rigaku Europe SE**
Snacks served with the support of Rigaku Europe SE

Piątek, 27 czerwca 2025 r. / Friday, June 27, 2025

9:00 – 10:30 **SESJA PLAKATOWA B / POSTER SESSION B**

10:30 – 10:45 **PRZERWA / BREAK**

SESJA REFERATÓW 4 / ORAL PRESENTATIONS 4

10:45 – 11:05	**Svitlana Shishkina**, Olexander Shalimov **Competition of strong hydrogen bonds as a reason for the concomitant polymorphs formation** State Scientific Institution, Institute for Single Crystals, NAS of Ukraine; Institute of Organic Chemistry, NAS of Ukraine	**R-17**
11:05 – 11:25	**Anna Makal** **Triethylphosphine: a 'molecular gear' enabling SCSC phase transitions** University of Warsaw, Faculty of Chemistry, Biological and Chemical Research Centre	**R-18**
11:25 – 11:45	**Oskar Kaszubowski**, Katarzyna Ślepokura **Nucleotide crystal structure landscape exploration in the light of dehydration** Faculty of Chemistry, University of Wrocław	**R-19**

11:45 – 12:05	**Urszula Maciołek**, Rafał Typek, Anna E. Kozioł **Flawonoidy w supramolekularnych układach dwuskładnikowych: od struktury do rozpuszczalności** Instytut Nauk Chemicznych, Wydział Chemii, Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej, Lublin	**R-20**
12:05 – 12:25	Dorota Głosz, Aleksandra Żabińska, Martyna Dyczkowska, Joachim Grzybowski, Monika Srebro-Hooper, James G. M. Hooper, Tadeusz M. Muzioł, **Robert Podgajny** **Syntony anion-π, π-π i wiązania wodorowe z udziałem wielopozycyjnych receptorów anionów – nowa biblioteka wieloskładnikowych kryształów i adduktów molekularnych** Wydział Chemii, Uniwersytet Jagielloński w Krakowie; Szkoła Doktorska Nauk Ścisłych i Przyrodniczych, Uniwersytet Jagielloński w Krakowie; Wydział Chemii Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu	**R-21**
12:25 – 12:45	**Piotr A. Guńka** **Interkalaty tlenku arsenu(III): porównanie stereoaktywności par elektronowych arsenu i siły oddziaływań drugorzędowych** Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska	**R-22**
12:45 – 13:05	Natalia Miniajluk-Gaweł, **Paweł Tomaszewski** **Polowanie na Shreka** Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu	**R-23**
13:05 – 13:20	**ZAKOŃCZENIE KONWERSATORIUM / CLOSING CEREMONY** **Wręczenie dyplomów za najlepsze prezentacje plakatowe** **Granting diplomas for the best poster presentations**	
15:00 – 17:00	**WALNE ZEBRANIE SPRAWOZDAWCZO-WYBORCZE POLSKIEGO TOWARZYSTWA KRYSTALOGRAFICZNEGO / GENERAL ASSEMBLY MEETING OF THE POLISH CRYSTALLOGRAPHIC ASSOCIATION**	

PROGRAM SESJI NAUKOWEJ SEKCJI MŁODYCH KRYSTALOGRAFÓW POLSKIEGO TOWARZYSTWA KRYSTALOGRAFICZNEGO

PROGRAMME OF THE SCIENTIFIC SESSION OF THE YOUNG CRYSTALLOGRAPHERS SECTION OF THE POLISH CRYSTALLOGRAPHIC ASSOCIATION

Środa, 25 czerwca 2025 r. / Wednesday, June 25, 2025

15:00 – 15:15 **OTWARCIE SESJI / OPENING CEREMONY**

15:15 – 15:25 **M-1**
Maciej Ejnik, Piotr Bruździak, Anna Ciborska, Anna Dołęga
Aktywacja wiązania nitrylowego w kompleksach złota(III) z ligandami N-donorowymi – studium strukturalno-obliczeniowe
Katedra Chemii Nieorganicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska

15:25 – 15:35 **M-2**
Emilia Wiatr, Michał Duda
Analiza próbek ultramaryny przy użyciu techniki rentgenowskiej dyfraktometrii proszkowej
Wydział Chemii, Uniwersytet Jagielloński w Krakowie

15:35 – 15:45 **M-3**
Monika Hryniuk
Przyjaciele od zadań specjalnych: jak EPR i pomiary magnetyczne mogą uzupełnić wyniki rentgenograficzne
Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski

15:45 – 15:55 **M-4**
Kinga Pokrywka, Marta Grzechowiak, Joanna Sliwiak, Paulina Worsztynowicz, Joanna Loch, Mirosław Gilski, Mariusz Jaskolski
Structural insights into stable ligand complexes of class 3 L-asparaginase
Institute of Bioorganic Chemistry, Polish Academy of Sciences; Department of Crystal Chemistry and Crystal Physics, Faculty of Chemistry, Jagiellonian University; Department of Crystallography, Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University

15:55 – 16:05 **M-5**
Vladyslav Maliuzhenko, Marek Weselski, Jakub Wojciechowski, Robert Bronisz
Structural transformations caused by visible-light induced cycloaddition in novel polyaromatic-based photoresponsive coordination systems
Faculty of Chemistry, University of Wrocław; Rigaku Europe SE

16:05 – 16:20 **PRZERWA / BREAK**

16:20 – 16:30	**Adrian Kowaliński**, Rafał Petrus **Synthesis of heterometallic rare-earth complexes using homometallic zinc precursors** Faculty of Chemistry, Wrocław University of Science and Technology	**M-6**
16:30 – 16:40	**Bartosz Cieśla**, Łukasz Ponikiewski, Piotr Bruździak, Zbigniew Hnatejko, Renata Łyszczek, Agnieszka Pladzyk **Wpływ podstawników w pierścieniu pirazynowym na strukturę i właściwości heteroleptycznych silanotiolanów cynku(II) i kadmu(II)** Katedra Chemii Nieorganicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska; Katedra Chemii Fizycznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska; Zakład Ziem Rzadkich, Wydział Chemiczny, Uniwersytet im. Adama Mickiewicza; Katedra Chemii Ogólnej, Koordynacyjnej i Krystalografii, Wydział Chemii, Instytut Nauk Chemicznych, Uniwersytet im. Marii Curie-Skłodowskiej	**M-7**
16:40 – 16:50	**Karolina Matuszak**, Rafał Petrus **Heterometallic alkali metal – magnesium/zinc/calcium aryloxides based on double-opened dicubane core structure** Wroclaw University of Science and Technology, Faculty of Chemistry	**M-8**
16:50 – 17:00	**Pablo Martinez-Bulit** **Crystal structure exploration – I didn't know Mercury could do that** The Cambridge Crystallographic Data Centre	**M-9**
17:00 – 17:10	**Daniel Mariusz Tchoń**, Stef Smeets, Lukáš Palatinus **Generalizing instamatic data collection framework for electron crystallography** Institute of Physics, Czech Academy of Sciences; Netherlands eScience Centre	**M-10**

17:10 – 17:25 **PRZERWA / BREAK**

17:25 **WRĘCZENIE NAGRÓD / AWARD CEREMONY**

SESJA NAUKOWA
SEKCJI MŁODYCH KRYSTALOGRAFÓW PTKryst
SCIENTIFIC SESSION OF THE PCrA
YOUNG CRYSTALLOGRAPHERS SECTION

M-1

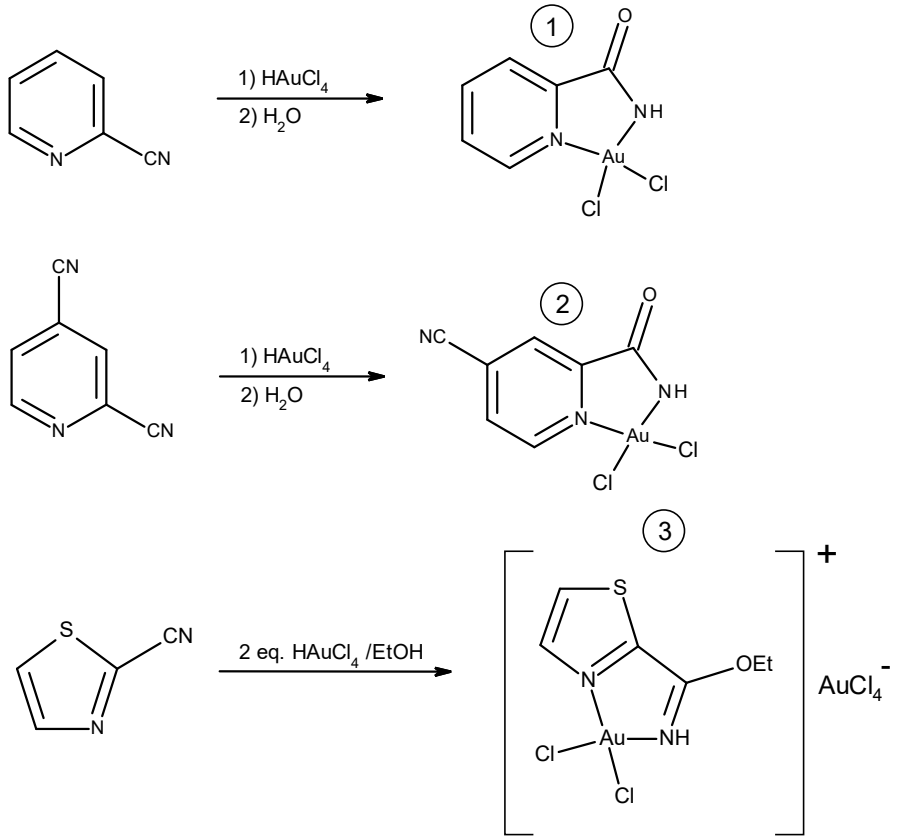
AKTYWACJA WIĄZANIA NITRYLOWEGO W KOMPLEKSACH ZŁOTA(III) Z LIGANDAMI N-DONOROWYMI – STUDIUM STRUKTURALNO-OBLICZENIOWE

Maciej Ejnik*, Piotr Bruździak, Anna Ciborska, Anna Dołęga

Katedra Chemii Nieorganicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk

**e-mail: s185339@student.pg.edu.pl*

W ramach badań prowadzonych w naszym zespole zaobserwowaliśmy zwiększenie podatności wiązania nitrylowego na atak elektrofilowy w wybranych kompleksach złota(III) z ligandami N-donorowymi, takimi jak cyjanopirydyny i cyjanotiazole [1]. Opisaliśmy hydrolizę grupy nitrylowej do amidowej 2-cyjanopirydyny oraz 2,4-dicyjanopirydyny związanych ze złotem(III) [1] dodatkowo dzięki najnowszym wynikom badań poszerzamy doniesienia o alkoholizę wiązania nitrylowego w kompleksie z 2-cyjanotiazolem (Rys. 1).

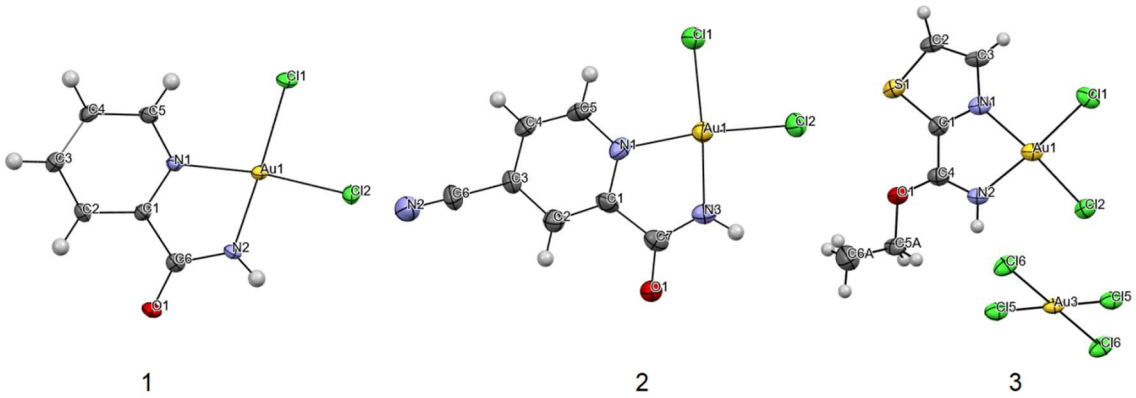


Rys. 1. Aktywacja wiązania nitrylowego w reakcjach hydrolizy i alkoholizy.

Zbliżenie grupy nitrylowej do sfery koordynacyjnej złota skutkuje aktywacją na addycję elektrofilową do atomu węgla grupy nitrylowej. Produkty reakcji zostały wyizolowane w postaci monokrystalicznej i scharakteryzowane za pomocą

rentgenowskiej analizy strukturalnej, a uzyskane struktury zostały wykorzystane do przeprowadzenia obliczeń kwantowo-mechanicznych – wyznaczenia mechanizmu reakcji, profilu oddziaływań międzycząsteczkowych czy struktury elektronowej.

Zarówno związek **2** jak i związek **3** otrzymano w postaci solwatów bezpośrednio z mieszanin poreakcyjnych. Związki **1** i **2** dimeryzują w wyniku tworzenia międzycząsteczkowych wiązań wodorowych. W przypadku związku **3** brak takiej tendencji, co wynika z nieobecności odpowiedniego atomu akceptorowego wiązania wodorowego. Wszystkie z trzech rozpatrywanych kompleksów cechuje praktycznie idealna geometria płaskokwadratowa, typowa dla związków Au(III); parametr geometryczny τ_4' [2,3] dla kompleksów pirydynowych wynosi 0,06, natomiast dla tiazolowego 0,07.



Rys. 2. Struktury molekularne kompleksów 1, 2 i 3.

Badania zostały dofinansowane w ramach grantów:

- Technetium 14/1/2022/IDUB/III.4c/Tc pt. „Gold complexes with N-donor ligands glowing microbe killers”,
- Radium 1/2/2024/IDUB/III.1a/Ra „Gold catalyzed nitrile hydrolysis”.

Obliczenia zostały wykonane z wykorzystaniem komputerów Centrum Informatycznego Trójmiejskiej Akademickiej Sieci Komputerowej.

Literatura

[1] M. Ejnik, P. Bruździak, K. Gutmańska, A. Ciborska, M. Malik, A. Brillowska-Dąbrowska, D. Gudat, A. Dołęga, *Spectrochim. Acta A*, **325** (2025) 125055.
[2] A. Okuniewski, D. Rosiak, J. Chojnacki, B. Becker, *Polyhedron*, **90** (2015) 47–57.
[3] D. Rosiak, A. Okuniewski, J. Chojnacki, *Polyhedron*, **146** (2018) 35–41.

M-2

ANALIZA PRÓBEK ULTRAMARYNY PRZY UŻYCIU TECHNIKI RENTGENOWSKIEJ DYFRAKTOMETRII PROSZKOWEJ

Emilia Wiatr, Michał Duda

Wydział Chemii, Uniwersytet Jagielloński w Krakowie,
ul. Gronostajowa 2, 30-387 Kraków

Ultramaryna to naturalny pigment często stosowany w malarstwie historycznym, tradycyjnie otrzymywany z minerału o nazwie lapis lazuli [1]. Ultramaryna zaliczana jest do grupy glinokrzemianów o strukturze typu sodalitu, natomiast za jej niebieską barwę odpowiedzialne są anionorodniki $S_3^{\bullet-}$ [2].

Ultramaryna naturalna w okresie średniowiecza była cenniejsza od złota, a jej stosowanie ze względu na cenę było ograniczone do najważniejszych fragmentów obrazów. Stąd pojawiła się potrzeba syntetycznego wytworzenia ultramaryny – barwnika, który intensywnością i trwałością barwy, a także składem chemicznym będzie odpowiadał lazurytowi, a jego cena będzie znacznie niższa.

Rys. 1. Wypolerowana bryłka lapis lazuli z widocznymi warstwami bogatymi w lazuryt (niebieskie) oraz jasną środkową warstwą minerałów towarzyszących.

Przeprowadzone badania miały na celu ustalenie, czy przy użyciu techniki XRPD możliwe jest znalezienie różnic między naturalnymi i syntetycznymi próbkami ultramaryny. Uzyskane wyniki wykazały, że na podstawie szerokości połówkowej ($FWHM$) maksimów dyfrakcyjnych możliwe jest określenie pochodzenia ultramaryny – naturalnej lub otrzymanej na drodze syntezy. $FWHM$ próbek syntetycznych przyjmują większe wartości niż w przypadku próbek naturalnych.

W badaniach dyfrakcyjnych ważnym elementem jest również analiza fazowa – wykorzystywany w syntezie kaolinit jest często obecny w próbkach syntetycznych, nie występuje natomiast w przypadku próbek naturalnych.

Literatura

[1] J. Bensted, J. Munn, *CWB*, **17**(6) (2012) 409–414.
[2] N. V. Chukanov, A. N. Sapozhnikov, R. Y. Shendrik, M. F. Vigasina, R. Steudel, *Minerals*, **10**(11) (2020) 1042–1065.

M-3

PRZYJACIELE OD ZADAŃ SPECJALNYCH: JAK EPR I POMIARY MAGNETYCZNE MOGĄ UZUPEŁNIĆ WYNIKI RENTGENOGRAFICZNE

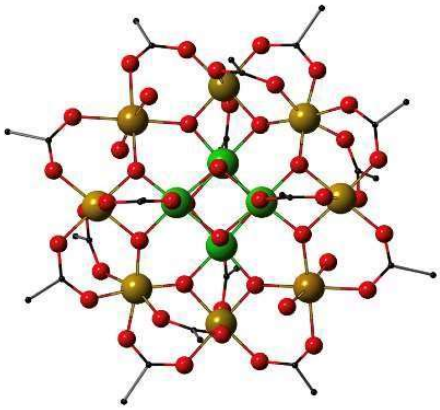
Monika Hryniuk

Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski, F. Joliot-Curie 14, 50-300 Wrocław

Krystalografia jest kluczową formą badań nad ciałami stałymi. Daje nam nie tylko informacje o strukturze krystalicznej, pomaga też w analizie właściwości związków. Co jednak, gdy badamy układy rodnikowe lub wykazujące właściwości magnetyczne? W tym przypadku musimy uzupełniać wyniki krystalograficzne pomiarami magnetyzmu i wynikami spektroskopii Elektronowego Rezonansu Paramagnetycznego (EPR – ang. *Electron Paramagnetic Resonance*).

Rodniki organiczne stanowią ważną grupę związków funkcjonalnych. Bez pomiarów EPR, nie jesteśmy w stanie w jednoznaczny sposób określić położenia niesparowanego elektronu, ani oddziaływań z atomami obecnymi w układzie. Jednakże, jakie anomalie możemy zaobserwować dla struktury układu, gdy posiada niezerowy spin elektronowy? Rentgenografia strukturalna umożliwia nam odpowiedź na to pytanie, pokazując tym samym jej wagę dla badań nad rodnikami, dla których, jak wiadomo, nie jesteśmy w stanie używać techniki jądrowego rezonansu magnetycznego (NMR- ang. *Nuclear Magnetic Resonance*).

W rozważaniach nad połączeniem badań magnetycznych z krystalografią, nie sposób nie wspomnieć o niesamowitym odkryciu profesora Lisa z Uniwersytetu Wrocławskiego. W 1980 roku, jako pierwszy na świecie, zaobserwował i opisała strukturę kompleksu $[Mn_{12}(CH_3COO)_{16}(H_2O)_4O_{12}\bullet 2CH_3COOH\bullet 4H_2O$[1] (rys.1), zwanego Mn12. Związek ten jest uznawany za pierwszy odkryty magnes molekularny (SMM – ang. *Single-Molecule Magnet*). Dlaczego, w takim razie, odkrycie SMM przypisujemy Sessoli'emu i wsp. [2] oraz datujemy na lata dziewięćdziesiąte? O tym jeszcze się przekonamy.



Rys. 1. Struktura $[Mn_{12}(CH_3COO)_{16}(H_2O)_4O_{12} \bullet 2CH_3COOH \bullet 4H_2O$ [3].

Literatura

[1] T. Lis, *Acta Crystallogr. B*, **36**(9) (1980) 2042–2046.
[2] R. Sessoli *et al.*, *Nature*, **365**(6442) (1993) 141–143.
[3] L. Escalera-Moreno *et al.*, *Chem. Sci.*, **9**(13) (2018) 3265–3275.

M-4

STRUCTURAL INSIGHTS INTO STABLE LIGAND COMPLEXES OF CLASS 3 L-ASPARAGINASE

Kinga Pokrywka[1], Marta Grzechowiak[1], Joanna Sliwiak[1], Paulina Worsztynowicz[1], Joanna Loch[2], Mirosław Gilski[1,3], Mariusz Jaskolski[1,3]

[1] Institute of Bioorganic Chemistry, Polish Academy of Sciences, Noskowskiego 12/14, 61-704 Poznan, Poland
[2] Department of Crystal Chemistry and Crystal Physics, Faculty of Chemistry, Jagiellonian University, Gronostajowa 2, 30-387 Krakow, Poland
[3] Department of Crystallography, Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznanskiego 8, 61-614 Poznan, Poland

A representative of Class 3 L-asparaginases, the inducible zinc-containing homodimeric enzyme ReAV from the nitrogen-fixing bacterium *Rhizobium etli*, is structurally and sequentially distinct from other known L-asparaginases. This unique feature positions ReAV as an attractive candidate to replace the immunogenic Class 1 asparaginases currently used in the treatment of acute lymphoblastic leukemia. Since the detailed catalytic mechanism of ReAV is not known, we conducted mutagenesis experiments of the conserved Lys138 residue from the zinc coordination sphere, generating two variants (K138A and K138H) with significantly reduced enzyme turnover numbers. Furthermore, enzyme kinetic analyses revealed that substitution of the native Zn^{2+} with Cd^{2+} cations considerably reduced the activity of both, the wild-type ReAV enzyme and its two variants, while increasing the substrate affinity at the same time. Cd^{2+} inhibition was further intensified by the metal-coordination-disrupting Lys138 substitutions. The Cd^{2+} containing K138A and K138H variants, which exhibited reduced activity but increased substrate affinity, were co-crystallized with the L-Asn substrate. The crystal structures clearly demonstrated the mode of substrate binding in the active site. Analysis of the optimal trajectory for the nucleophilic attack led to the identification of Ser48 as the catalytic nucleophile in the L-asparaginase reaction of ReAV. We propose that ReAV catalyzes the reaction via a double-displacement mechanism, in which the acyl-enzyme covalent ester intermediate formed at the first stage of the reaction is later hydrolyzed by a direct attack of an activated water molecule. Interestingly, we identified a potential allosteric site near the dimer interface, where the hydrogen bond network and crystallographic parameters confirmed the presence of L-Asp, i.e., the product of the L-asparaginase reaction. Work supported by National Science Centre (NCN, Poland) grant 2020/37/B/NZ1/03250.

M-5

STRUCTURAL TRANSFORMATIONS CAUSED BY VISIBLE-LIGHT INDUCED CYCLOADDITION IN NOVEL POLYAROMATIC-BASED PHOTORESPONSIVE COORDINATION SYSTEMS

Vladyslav Maliuzhenko[1], Marek Weselski[1], Jakub Wojciechowski[2], Robert Bronisz[1]

[1] *Faculty of Chemistry, F. Joliot-Curie Street 14, 50-383 Wrocław, Poland*
[2] *Rigaku Europe SE, Hugenottenallee 167, 63263 Neu Isenburg, Germany*

Photochemical reactions performed in the solid state are currently of significant interest in fundamental research due to their potential to enable solvent-free syntheses that yield stereospecific products. [1] Stimuli-responsive compounds—so-called *smart materials*—are capable of undergoing reversible chemical and/or structural changes upon exposure to external stimuli such as light, mechanical stress, electricity, or heat. These materials are attracting increasing attention in fields such as actuators, sensors, for medical applications, and information storage.

Crystalline materials, due to their well-defined and ordered structures, present a promising platform for the development of novel smart materials with enhanced stimuli-responsive properties. In particular, framework materials (e.g., metal–organic frameworks, covalent organic frameworks) and molecular crystals (e.g., organic molecules and molecular cages) offer distinct advantages over amorphous materials in this context. [2]

Moreover, photoinduced structural transformations in certain transition metal- and lanthanide-based coordination compounds can lead to pronounced changes in magnetic behavior. [3,4] However, determining the crystal structures of the resulting photoproducts can be challenging, as light irradiation often causes significant deterioration in crystal quality. Despite this, modern high-flux single-crystal diffractometers allow for the successful collection of high-quality data, even from partially degraded crystals.

Herein, we report the synthesis and crystal structures of two polyaromatic ligands containing a monosubstituted azole donor group. One of these ligands forms homoleptic coordination compounds with divalent 3d metal cations. The parent mononuclear solvated complexes, **1-Mono·solv**, undergo a complete intermolecular cycloaddition upon irradiation, yielding one-dimensional coordination polymers, **1-Poly·solv**. Crystal structures of both the monomeric and polymeric forms will be presented. The results of variable-temperature magnetic and diffraction studies on selected metal-based systems will also be presented.

Literature

[1] D. M. Baier, C. Spula, S. Fanenstich, S. Grätz, L. Borchardt, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **62** (2023) e202218719.
[2] D. Yan, Z. Wang, Z. Zhang, *Acc. Chem. Res.*, **55** (2022) 1047–1058.
[3] X.-D. Huang, G.-H. Wen, S.-S. Bao, J.-G. Jia, L.-M. Zheng, *Chem. Sci.*, **12** (2021) 929–937.
[4] M. Kaźmierczak, M. Weselski, M. Siczek, J. A. Wolny, V. Schünemann, R. Bronisz, *Chem. Sci.*, **16** (2025) 7884–7893.

M-6

SYNTHESIS OF HETEROMETALLIC RARE-EARTH COMPLEXES USING HOMOMETALLIC ZINC PRECURSORS

Adrian Kowaliński, **Rafał Petrus**

Faculty of Chemistry, Wrocław University of Science and Technology, Smoluchowskiego 23, 50-370 Wrocław, Poland

Over the last three decades, heterometallic 3d–4f complexes have attracted much attention because of their structural diversity, luminescence, and magnetic or adsorptive properties. Their multiple adjacent metal sites together with their unique electronic and structural features offer the promise of catalytic performance. These systems enable cooperative effects between the 3d and 4f metal centers, which can enhance reactivity and selectivity in catalytic applications. Additionally, tunable coordination environments of heterometallic complexes provide a versatile platform for designing catalysts tailored to specific chemical transformations [1-3].

Based on literature research we decided to develop a new method of heterometallic complexes synthesis with the use of molecular precursors. In this study, we used homometallic zinc clusters $[Zn_4(L)_8]$, $[Zn_4(\mu_3\text{-}OMe)_2(L)_6]$ (HL = methyl salicylate) as the molecular frameworks to incorporate rare earth metal ions between Zn^{II} atoms [4]. This was achieved through a direct reaction of those precursors with $RECl_3$ (RE^{III} = Y, Ho, Er) at a Zn^{II}:RE^{III} ratio of 2:1 in THF/MeOH mixture, as shown in Figure 1. In both reactions, ligand exchange between $RECl_3$ and $Zn(L)_2$ or Zn(OMe)(L) led to the formation of $RE(L)_3$ and ClZn(X) (for X^- = OMe, L, OH, Cl) species. The results indicated that the structures of the heterometallic compounds formed correlate with the structures of the precursors used.

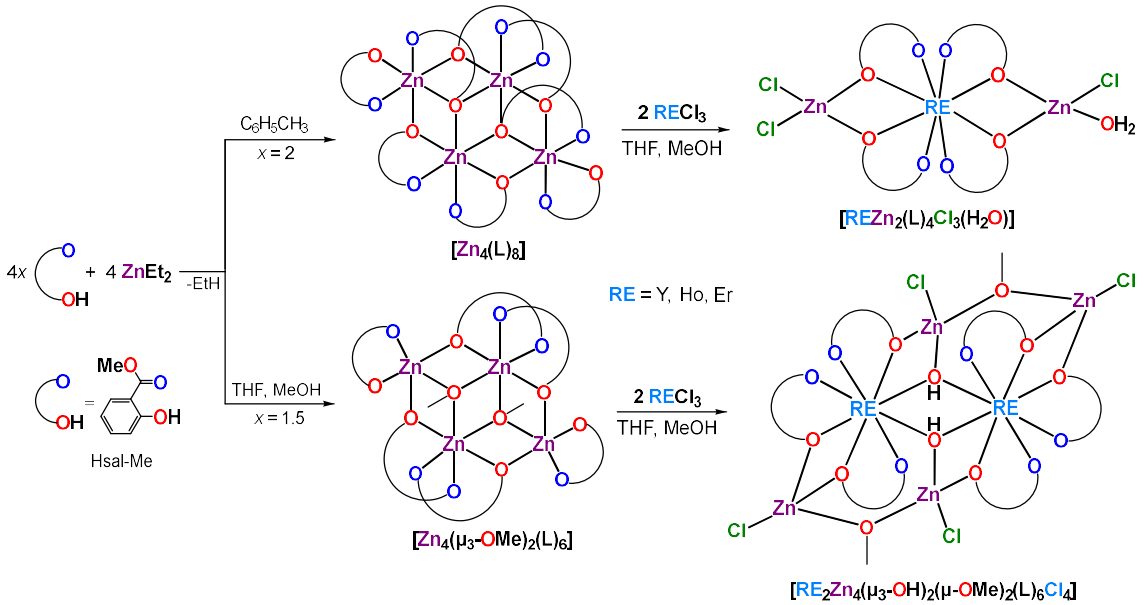


Fig. 1. Synthesis of $[REZn_2(L)_4Cl_3(H_2O)]$, $[RE_2Zn_4(\mu_3\text{-}OH)_2(\mu\text{-}OMe)_2(L)_6Cl_4]$ (RE = Y, Ho, Er) complexes with the use of zinc molecular precursors.

M-6

The reaction of $[Zn_4(L)_8]$ with 2 equiv of $RECl_3$ in THF/MeOH resulted in the formation of trinuclear compounds $[REZn_2(sal\text{-}Me)_4Cl_3(H_2O)]$ (RE = Y (56.9%), Ho (71.9%) Er (50.0%)), where the central RE^{III} ion is coordinated by four chelating methyl salicylate ligands and is positioned between two Zn^{II} ions (Figure 2a). During this reaction, disaggregation occurs, and Cl^- from $RECl_3$ migrates to Zn^{II}, forming terminal chlorozinc species. When $RECl_3$ was reacted with $[Zn_4(\mu_3\text{-}OMe)_2(L)_6]$ in a THF/MeOH mixture, hexanuclear compounds $[RE_2Zn_4(\mu_3\text{-}OH)_2(\mu\text{-}OMe)_2(sal\text{-}Me)_6Cl_4]$ (RE = Y (79.9%), Ho (84.9%), Er (81.73%)) were formed (Figure 2b). Those compounds contain, in addition to, six methyl salicylate and two methoxy ligands, four Cl^- and two HO^- groups. The presence of two μ_3-OH bridges is caused by the hydrolysis of RE-Cl species during heating.

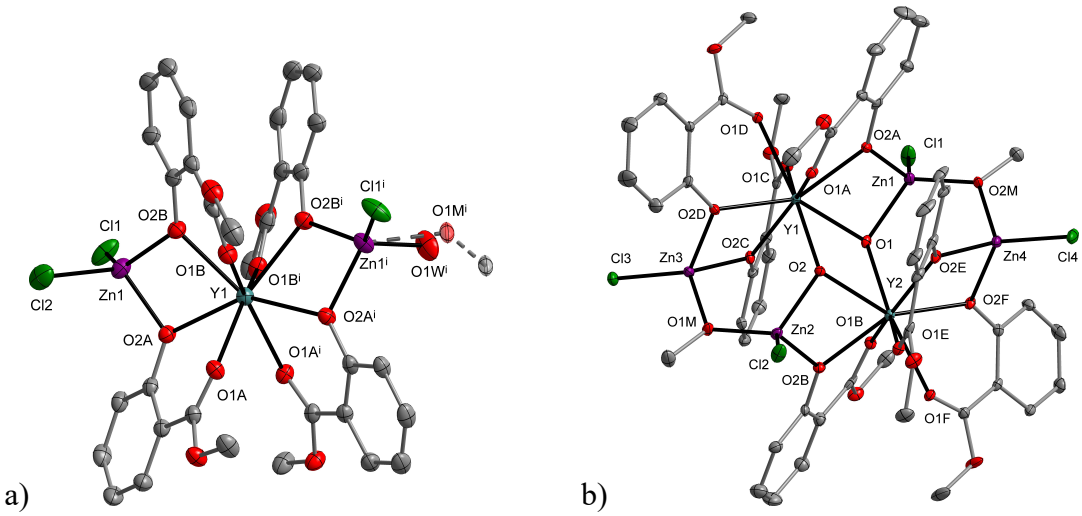


Fig. 2. Structures of $[YZn_2(L)_4Cl_3(H_2O)]$ (a), and $[Y_2Zn_4(\mu_3\text{-}OH)_2(\mu\text{-}OMe)_2(L)_6Cl_4]$ (b) complexes.

Well-defined complexes were investigated as initiators in the ring-opening polymerization of macrocyclic lactones: ω-pentadecanolide (PDL) and ω-hexadecanolide (HDL). The obtained low molecular weight polypentadecanolides (PPDLs) and polyhexadecanolides (PHDLs) were investigated as modifying agents for commercial polylactide (PLLA) resin and used to prepare PLLA/PPDL or PLLA/PHDL blends.

Literature

[1] W.-P. Chen, P.-Q. Liao, P.-B. Jin, L. Zhang, B.-K. Ling, S. C. Wang, Y.-T. Chan, X.-M. Chen, Y.-Z. Zheng, *J. Am. Chem. Soc.*, **142** (2020) 4663.

[2] N. Yoshikawa, M. Shibasaki, *Chem. Rev.*, **103** (2002) 2187.

[3] I. Nieto, A. J. Wooten, J. R. Robinson, P. J. Carroll, E. J. Schelter, P. J. Walsh, *Organometallics*, **32** (2013) 7432.

[4] A. Kowaliński, R. Petrus, K. Chomiak, T. Lis, *Appl. Organomet. Chem.*, **39** (2025) e70017.

AK thanks the National Science Centre Poland (grant PRELUDIUM no. 2024/53/N/ST4/01322) for financing the costs of participation in the 66th Polish Crystallographic Meeting.

M-7

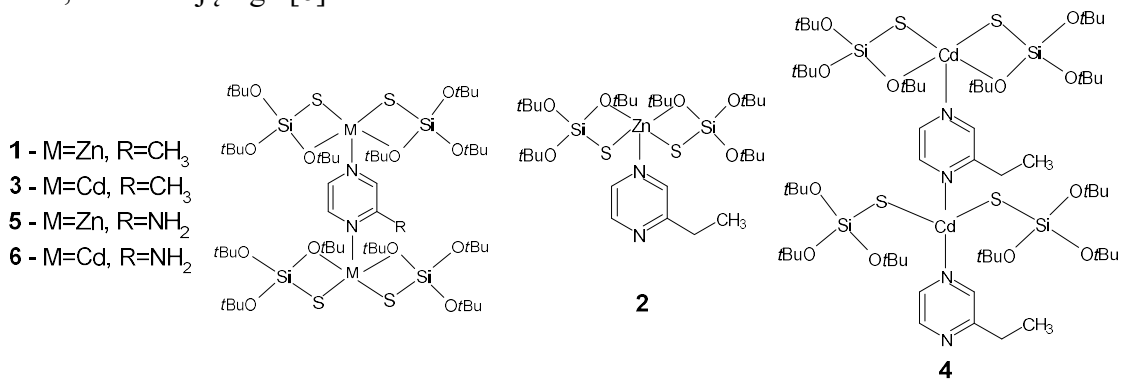
WPŁYW PODSTAWNIKÓW W PIERŚCIENIU PIRAZYNOWYM NA STRUKTURĘ I WŁAŚCIWOŚCI HETEROLEPTYCZNYCH SILANOTIOLANÓW CYNKU(II) I KADMU(II)

Bartosz Cieśla[1], **Łukasz Ponikiewski**[1], **Piotr Bruździak**[2], **Zbigniew Hnatejko**[3], **Renata Łyszczek**[4], **Agnieszka Pladzyk**[1]

[1] *Katedra Chemii Nieorganicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska, ul. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk*
[2] *Katedra Chemii Fizycznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska, ul. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk*
[3] *Zakład Ziem Rzadkich, Wydział Chemiczny, Uniwersytet im. Adama Mickiewicza, ul. Umultowska 89b, 61-614 Poznań*
[4] *Katedra Chemii Ogólnej, Koordynacyjnej i Krystalografii, Wydział Chemii, Instytut Nauk Chemicznych, Uniwersytet im. Marii Curie-Skłodowskiej, Pl. M.C. Skłodowskiej 5, 20-031 Lublin*

Poszukiwanie nowych prekursorów materiałów funkcjonalnych o ściśle zdefiniowanych właściwościach od wielu lat cieszy się dużym zainteresowaniem. Niezbędnym w tym przypadku jest zrozumienie podstawowych zależności łączących struktury otrzymywanych związków z ich właściwościami fizyko-chemicznymi. Odpowiedni dobór elementów budulcowych – atomów centralnych i ligandów, w przypadku związków koordynacyjnych jest kluczowy dla uzyskania pożądanych cech wykazywanych przez związek chemiczny [1]. Niewielkie modyfikacje struktury liganda mogą mieć duży wpływ nie tylko na strukturę krystaliczną kompleksu, ale też na jego właściwości [2]. Związki koordynacyjne oparte na jonach cynku(II) i kadmu(II) są obecnie badane m.in. w celu zdefiniowania ich właściwości luminescencyjnych, katalitycznych, a także mikrobiologicznych [3-5].

Prezentujemy wyniki naszych ostatnich badań, w ramach których otrzymaliśmy pochodne tri-*tert*-butoksysilanotiolanów Zn(II) i Cd(II) z zastosowaniem trzech pochodnych pirazyny – metylopirazyny (mepyz), etylopirazyny (etpyz) i aminopirazyny (ampyz). W roli liganda S-donorowego zastosowano tri-*tert*-butoksysilanotiol, który pomimo wprowadzania dużej zawady sterycznej pozwala na otrzymywanie układów jedno-, dwu- oraz wielordzeniowych, pełniąc rolę liganda S-terminalnego lub S,O-chelatującego [6].



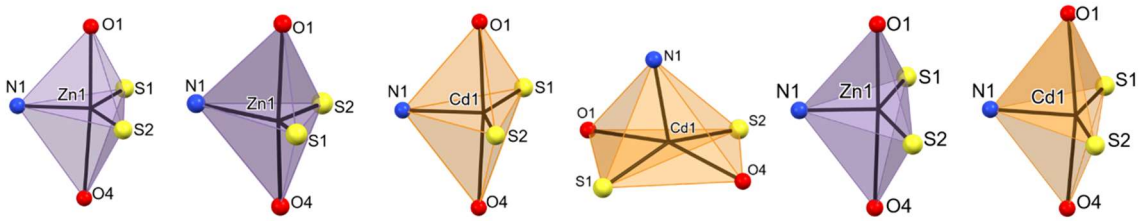
Rys. 1. Schematy struktur molekularnych związków **1**-**6**.

M-7

W wyniku przeprowadzonych syntez otrzymano sześć nowych związków koordynacyjnych jedno- i dwurdzeniowych **1**-**6** (rys 1.).

Związki **1**, **3**, **5** i **6** krystalizują w centrosymetryczych grupach przestrzennych $P2_1/n$ (**1**, **5**) oraz P-1 (**3**, **6**), natomiast **2** i **4** w grupach Cc i Pn. W związkach **1**-**3** oraz **5**-**6** sfera koordynacyjna przybiera geometrie pośrednie między bipiramidą trygonalną a piramidą tetragonalną, co potwierdzają wyznaczone parametry τ_5: 0,75/0,55 (**1**), 0,61 (**2**), 0,5 (**3**), 0,66 (**5**), 0,35 (**6**) [7]. W związku **4** występują dwa nierównocenne centra metaliczne. Jon Cd1 posiada otoczenie prawie idealnej piramidy tetragonalnej (τ_5=0,09) [7], natomiast sfera koordynacyjna Cd2 najbardziej przypomina silnie zniekształcony tetraedr (τ_4=0,75 τ_4'=0,60) [8-9] (rys. 2).

Duża zawada steryczna grup *tert*-butylowych sprawia, że między cząsteczkami związków **1**-**6** występują jedynie słabe oddziaływania dyspersyjne. Potwierdzają to przeprowadzone obliczenia teoretyczne DFT oraz NCI, które służyły optymalizacji sfer koordynacyjnych jonów metali w otrzymanych związkach. Względna trwałość związków **1**-**4** w warunkach atmosferycznych pozwoliła również na zbadanie ich właściwości luminescencyjnych w ciele stałym oraz wykonanie analizy TG/DSC.



Rys. 2. Wybrane sfery koordynacyjne jonów Zn(II) lub Cd(II) w związkach **1**-**6**.

Podziękowania: Badania finansowane ze środków finansowych projektu RADIUM (8/2023/IDUB/III.1/Ra) oraz SILLICIUM (DEC-2/2021/IDUB/V.6/Si) program „Inicjatywa doskonałości – uczelnia badawcza" (IDUB). Obliczenia kwantowo-mechaniczne zostały przeprowadzone z wykorzystaniem komputerów Centrum Informatycznego Trójmiejskiej Akademickiej Sieci Komputerowej (TASK).

Literatura

[1] D. Kowalkowska-Zedler *et al*., *Dalton Trans.*, **49** (2020) 697–710.
[2] H. Amouri, *Chem. Rev.*, **123**(1) (2023) 230–270.
[3] D. Kowalkowska-Zedler *et al*., *Acta Crystallogr., Sect. C: Struct. Chem.*, **C79** (2023) 305–315.
[4] M. Pellei *et al*., *Coord. Chem. Rev.*, **445** (2021) 214088.
[5] R. M. Kempegowda *et al*., *ChemistrySelect*, **6**(12) (2021) 3033–3039.
[6] A. Pladzyk *et al*., *Coord. Chem. Rev.*, **433** (2021) 213761.
[7] A. Addison *et al.*, *J. Chem. Soc. Dalton. Trans*, (1984) 1349–1356.
[8] A. Okuniewski *et al.*, *Polyhedron*, **90** (2015) 47–57.
[9] D. Rosiak *et al.*, *Polyhedron*, **146** (2018) 35–41.

M-8

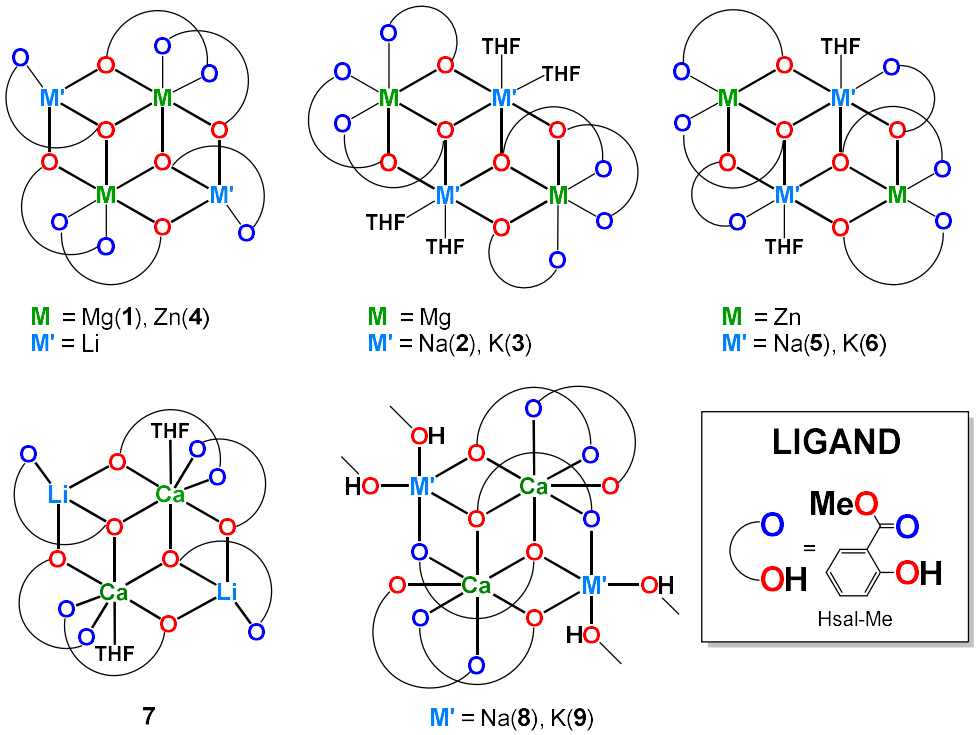
HETEROMETALLIC ALKALI METAL – MAGNESIUM/ZINC/CALCIUM ARYLOXIDES BASED ON DOUBLE-OPENED DICUBANE CORE STRUCTURE

Karolina Matuszak, **Rafał Petrus**

Wroclaw University of Science and Technology, Faculty of Chemistry, 23 Smoluchowskiego, 50-370 Wrocław

The development of catalytic transformations based on earth-abundant, non-toxic, and inexpensive early main-group metals is essential for establishing sustainable alternatives to transition-metal-based catalysis. Recently, heterometallic cooperativity involving s-block elements has attracted growing interest, as such compounds often demonstrate enhanced catalytic activity and selectivity compared to their homometallic counterparts. An example of such systems are heterometallic magnesium–alkali-metal aryloxides [$Mg_2M'_2$(sal-Me)$_6$] (M' = Li(**1**), Na(**2**) or K(**3**); Hsal-Me = methyl salicylate), which were used as efficient catalysts for chemical recycling of high consistency silicone rubber into liquid alkoxysiloxane derivatives R(OSiMe$_2$)$_n$OR (for n = 1, 2, 3, 4) by solvothermal alcoholysis reaction. Aryloxides **2** and **3** also demonstrated valuable synergic effects between Mg(II) and Na(I)/K(I) ions in the ring opening polymerization of L-lactide, where their catalytic activity was much better than that of the corresponding homometallic aryloxides. Within the group of isostructural, zinc-alkali metal derivatives [$Zn_2M'_2$(sal-Me)$_6$(THF)x] (M' = Li(**4**), Na(**5**), K(**6**); x = 0, 2), **5** and **6** showed high catalytic activity in the synthesis of methyl 15-hydroxypentadecanoate by metanolysis of pentadecanolide. The same catalysts together with [Ca_2Li_2(sal-Me)$_6$(THF)$_2$] (**7**), exhibited the high catalytic activity in the methanolysis of nylon-6 at 220 °C.

The aim of this work was a structural analysis of heterometallic alkali metal magnesium/zinc/calcium aryloxides. Compounds **1**–**9** are centrosymmetric tetranuclear clusters based on a double-opened dicubane core structure with two missing vertices. The metal ions in **1**–**9** are held together by four μ- and two μ_3-O$_{(aryloxo)}$ bridges. The vertices of the common face of the central core in **1**, **4**, and **7**-**9** are occupied by M^{2+} ions, and the external vertices are M'^{+} ions. For compounds **2**-**3** and **5**-**6** the reverse arrangements of the metal centers in the tetranuclear units are observed with peripheral M^{2+} ions, and M'^{+} ions occupy the vertices of the common face (Scheme 1).



Scheme 1. Structures of $[Mg_2Li_2(sal\text{-}Me)_6]$ (**1**), $[Mg_2Na_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_4]$ (**2**), $[Mg_2K_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_4]$ (**3**), $[Zn_2Li_2(sal\text{-}Me)_6]$ (**4**), $[Zn_2Na_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_2]$ (**5**), $[Zn_2K_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_2]$ (**6**), $[Ca_2Li_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_2]$ (**7**), $[Ca_2Na_2(sal\text{-}Me)_6(MeOH)_4]$ (**8**), and $[Ca_2K_2(sal\text{-}Me)_6(MeOH)_4]$ (**9**).

The authors thank the Polish National Science Center for financial support, grant number 2023/49/B/ST4/04068.

Literature

[1] R. Petrus, J. Utko, R. Gniłka, M.G. Fleszar, T. Lis, P. Sobota, *Macromolecules*, **54** (2021) 2449.
[2] R. Petrus, T. Lis, A. Kowaliński, *Dalton Trans.*, **51** (2022) 9144.
[3] R. Petrus, K. Matuszak, V. Kinzhybalo, *Chem. Asian J.*, **19** (2024) e202400526.

M-9

CRYSTAL STRUCTURE EXPLORATION – I DIDN'T KNOW MERCURY COULD DO THAT

Pablo Martinez-Bulit

The Cambridge Crystallographic Data Centre, 12 Union Road, Cambridge, CB2 1EZ, United Kingdom

A lot has changed since the release of Pluto, Cambridge Crystallographic Data Centre's first molecular visualisation software in 1976. Now known as Mercury, and with the 2025.1 version being the latest release, it has evolved into a powerful platform, encompassing a wide range of visualisation capabilities and structural analysis tools. This includes the ability to easily examine interactions and symmetry elements, structure editing and overlay, through to tools for assessing and ultimately gaining insights in different aspects such as hydrogen bonding, molecular conformation, and packing features. This presentation will highlight some of the lesser-known features within Mercury to encourage you to explore your crystal structures and the universe of crystallography.

References

[1] W. D. S. Motherwell. PLUTO, CCDC Program Manual, Cambridge, UK: Cambridge Crystallographic Data Centre, 1976.
[2] C. R, Groom, I. J. Bruno, M. P. Lightfoot, S. C. Ward, *Acta Cryst. B*, **72** (2016) 171–179.
[3] C. F. Macrae, I. J. Bruno, J. A. Chrisholm, P. R. Edgington, P. McCabe, E. Pidcock, L. Rodriguez-Monge, R. Taylor, J. van de Streek, P. A. Wood, *J. Appl. Cryst.*, **41** (2008) 466–470.

M-10

GENERALIZING INSTAMATIC DATA COLLECTION FRAMEWORK FOR ELECTRON CRYSTALLOGRAPHY

Daniel Mariusz Tchoń[1], Stef Smeets[2], Lukáš Palatinus[1]

[1] *Institute of Physics, Czech Academy of Sciences, Na Slovance 1999/2, 182 00 Praha 8, Czech Republic*
[2] *Netherlands eScience Center, Science Park 402, 1098 XH Amsterdam, The Netherlands*

Electron Diffraction can be a powerful addition to the toolkit of any modern crystallographer. By utilizing the strong interaction between incident electrons and electrostatic potential, it can be used to probe microcrystals invisible to optical lenses and X-ray diffraction alike. Despite requiring very limited sample quantities, it was repeatedly shown to produce reliable structures of MOFs, pharmaceuticals or proteins on a piece of equipment more accessible than a synchrotron or free-electron laser [1, 2].

During the development of 3D ED, many of its issues were identified and circumvented. Low coverage, radiation damage, or dynamical scattering were addressed by improving crystal tracking, introducing new experimental routines, or employing shutterless serial collection methods [3-5]. Many of these were first tested and implemented in the Python-based program Instamatic [6]. The software, developed to automate the collection of electron diffraction data, features a robust RESTful client-server architecture that allows for seamless integration of many common electron microscopes and cameras. However, due to its rapid centralized development, some of its recent routines prioritize scientific advancement over interoperability or verifiability.

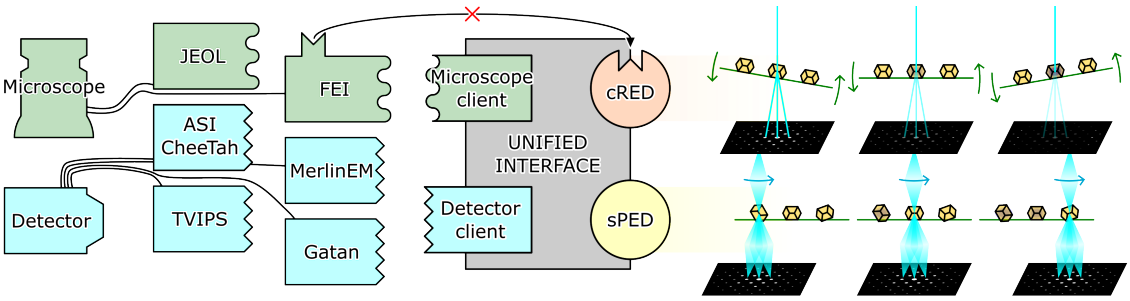


Fig. 1. A symbolic representation of Instamatic's internal structure. With experimental hardware (left) and protocols (right) decoupled, the same protocols e.g. cRED can be seamlessly executed on different hardware. Introducing a new protocol, such as serial precession-assisted electron diffraction studied in this project, requires then only knowledge of the existing, well-defined interface.

This work aims to develop a generalized experimental framework for serial ED experiments. By adapting existing algorithms and coupling them with new detection, tracking, and measurement methods, we hope to produce a piece of software capable of running state-of-the-art serial collection protocols on a large variety of available electron microscopes. Specifically, we plan to test the applicability of simple serial precession-assisted electron diffraction to racemic conglomerates and particularly damage-prone metal-organic frameworks.

M-10

Here we document the preliminary experimental results obtained thanks to technical improvements introduced in Instamatic. Certain generalizations made to the program core structure and interface are shown. Updates to selected bindings and interfaces, in particular the FEI Tecnai microscopes and ASI detectors, are presented.

References

[1] T. Gruene, E. Mugnaioli, *Chem. Rev.*, **121**(19) (2021)11823–11834.
[2] H. Xu, H. Lebrette, M. T. B. Clabbers, J. Zhao, J. J. Griese, X. Zou, M. Högbom, *Sci. Adv.*, **5** (2019) eaax4621.
[3] D. Zhang, P. Oleynikov, S. Hovmöller, X. Zou, *Z. Kristallogr.*, **225** (2010) 94–102.
[4] M. Gemmi, A. E. Lanza, *Acta Cryst. B*, **75** (2019) 495–504.
[5] S. Smeets, X. Zou, W. Wan, *J. Appl. Cryst.*, **51** (2018) 1262–1273.
[6] S. Smeets, B. Wang, E. Hogenbirk, D. Rainer, D. M. Tchoń, *Instamatic* (2.1.1) (2025) Zenodo.

Co-funded by the European Union (Physics for Future – Grant Agreement No. 101081515)

REFERATY PLENARNE
ORAL SESSIONS

R-1

STRUKTURY KRYSTALICZNE PTASICH I SSACZYCH SUROWICZYCH ALBUMIN

Grzegorz Bujacz, Kajetan Duszyński, Anna Bujacz*

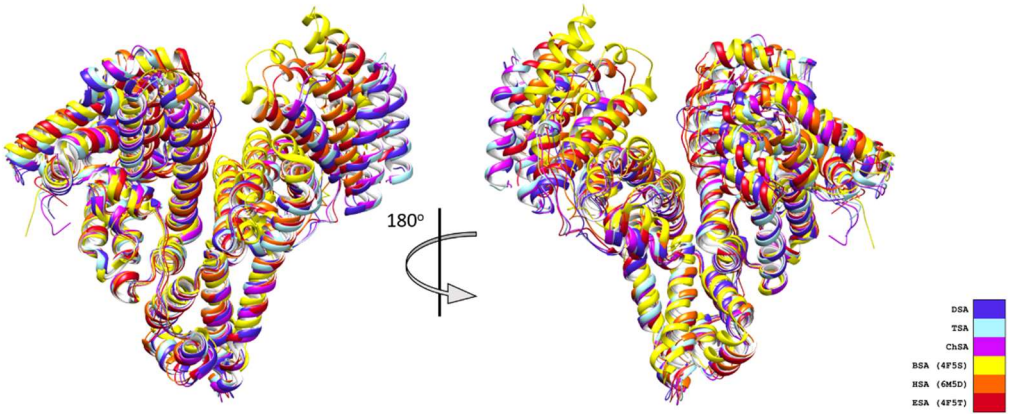
Instytut Biotechnologii Molekularnej i Przemysłowej, Politechnika Łódzka, ul. Stefanowskiego 2/22,90-537 Łódź, Polska

**e-mail: anna.bujacz@p.lodz.pl*

Albuminy surowicy występują w płynach ustrojowych wszystkich kręgowców i należą do jednych z najszybciej ewoluujących białek, umożliwiając tej grupie zwierząt przystosowanie się do zmiennych warunków. Struktura ludzkiej albuminy surowicy jest znana od 30 lat [1,2], struktury kilku albumin ssaczych zostały określone w ciągu ostatnich 12 lat [3,4]. W ostatnich latach określiliśmy struktury kilku ptasich albumin. Trójwymiarowe struktury surowiczej albuminy wybranych ssaków i ptaków, niezwiązanych i w kompleksach z farmaceutycznie ważnymi ligandami, zostały przez nas określone przy użyciu krystalografii rentgenowskiej.

Określone struktury krystaliczne dały możliwość porównania podobieństw i różnic w rozmieszczeniu kieszeni wiążących między albuminami surowiczymi pochodzącymi z różnych organizmów i pokazały, w jaki sposób zmiany w sekwencjach są skorelowane z właściwościami wiązania ligandów. Nasze badania wykazały, że szczególne powinowactwo ligandów do albumin surowiczych ssaków, nawet blisko spokrewnionych, może być bardzo różne. Intrygujące było, jak bardzo struktura i właściwości wiązania ligandów przez to białko różnią się między mniej spokrewnionymi gatunkami.

Rozwiązane przez nas struktury kilku ptasich surowiczych albumin pokazują, że podobnie jak ssacze, mają również strukturę w większości zbudowaną z helis tworząc charakterystyczny kształt serca. Jednak porównanie ich struktur krystalicznych ukazuje znaczne zróżnicowanie konformacyjne w obrębie trzeciej i pierwszej domeny.



Rys. 1. Nałożenie struktur surowiczych albumin: ludzkiej HSA, wołowej BSA, końskiej ESA, kaczej DSA, indyczej TSA i kurzej ChSA.

Sekwencja aminokwasowa albumin surowiczych w obrębie zbliżonych ewolucyjnie gatunków jest podobna [4]. Co jest bardzo ciekawe, to, że mimo czasami bardzo wysokiego podobieństwa albuminy krystalizują w odmiennych warunkach i w różnych grupach przestrzennych. Nawet niewielkie różnice w rozmieszczeniu reszt aminokwasowych na powierzchni białka powodują zmianę oddziaływań międzycząsteczkowych w sieci krystalicznej. Zmiany sekwencyjne i strukturalne w obrębie kieszeni wiążących zmieniają również powinowactwo do określonych grup ligandów [5].

Określone struktury albumin surowiczych kręgowców z różnymi ligandami można wykorzystać do identyfikacji kluczowych cech strukturalnych, które sprawiają, że albumina surowicza jest uniwersalnym, ale czasami bardzo selektywnym transporterem w układzie krążenia. Określenie struktur krystalicznych bez ligandów albumin surowiczych z indyka, kurczaka i kaczki oraz w kompleksach z ligandami pozwoliło po raz pierwszy na strukturalne porównanie kieszeni wiążących między albuminami surowicy ptaków i ssaków.

Literatura

[1] X. M. He, D. C. Carter, *Nature*, **358** (1992) 209–215.
[2] S. Curry, *Drug Metab Pharmacokinet*, **24** (2009) 342–357.
[3] A. Bujacz, *Acta Cryst. D Struct. Biol.*, **68** (2012) 1278–1289.
[4] A. Bujacz, J. A. Talaj, K. Zielinski, A. J. Pietrzyk-Brzezinska, P. Neumann, *Acta Cryst. D Struct. Biol.*, **73** (2017) 896–909.
[5] A. Bujacz, J. A. Talaj, K. Zielinski, A. Bujacz, *Int. J. Mol. Sci.*, **24** (2023) 1534.

R-2

A CLOSER LOOK AT MOLECULAR MECHANISMS UNDERLYING INHIBITION OF *S*-ADENOSYL-L-HOMOCYSTEINE HYDROLASE BY TRANSITION METAL CATIONS

Krzysztof Brzeziński

Department of Structural Biology of Prokaryotic Organisms,
Institute of Bioorganic Chemistry, Polish Academy of Sciences, Z. Noskowskiego St. 12/14, 61-704 Poznan, Poland

The *S*-adenosyl-L-methionine (SAM)-dependent methylation reactions are crucial for numerous metabolic processes in all living organisms. A by-product of these reactions is S-adenosyl-L-homocysteine (SAH), a potent inhibitor of SAM-dependent methyltransferases. Therefore, SAH must be promptly removed, as its accumulation suppresses all SAM-dependent methylations. In numerous organisms, including humans and pathogenic microorganisms, SAH is decomposed to L-homocysteine (Hcy) and adenosine (Ado) only by SAH hydrolase (SAHase). Thus, SAHase is a central regulator of cellular SAM-dependent methylations [1].

The activity of numerous SAHases is regulated by various mono- and divalent metal cations. In particular, the potent inhibitory effect of Zn^{2+} cations on SAHase activity was also revealed [2]. Also, it was suggested that the activity of mammalian SAHase could be abolished by NAD^+ cofactor release caused by Cu^{2+} ions [3]. However, the biological role of this interaction in a cell metabolism remains unknown.

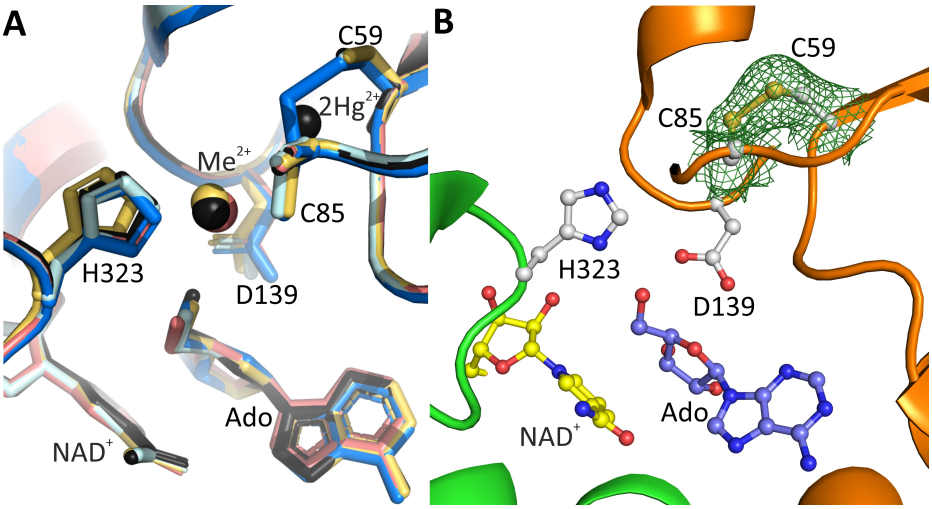


Fig. 1. Close-up views of the specific coordination site located within the active site area of PaSAHase. Superposition of the specific coordination sites of four PaSAHase crystal structures obtained in the presence of Co^{2+} (salmon), Zn^{2+} (pale blue), Cd^{2+} (yellow), Hg^{2+} (black) or Cu^{+} (blue) ions (A). Intramolecular disulfide bond formed in crystals soaked in tetrakis(acetonitrile)copper(I) tetrafluoroborate (B); the *2mFo - DFc* composite omit electron density map, which covers disulfide bond formed between C59 and C85 residues is shown in forest green at 1.5σ level.

R-2

To understand in a more detailed manner the molecular mechanism(s) underlying interactions of S-adenosyl-L-homocysteine hydrolase by transition metal cations, we performed a structural and biochemical study on inhibiting *S*-adenosyl-L-homocysteine hydrolase from the human pathogen, *Pseudomonas aeruginosa*, by various transition metal cations. Such cations as Ni^{2+}, Co^{2+}, Cu^{+}, Cu^{2+}, Zn^{2+}, Cd^{2+} and Hg^{2+} affected the enzyme activity at different levels. Our results revealed diverse molecular mechanisms of enzyme inactivation [4]. Depending on the cation, the inhibitory effect is based on arresting the enzyme in its closed, inactive conformation through the metal ion coordination (Fig. 1A), intramolecular disulfide bond formation within the active site area (Fig. 1A and B) or oxidation of the intermediate reduced form of the cofactor, NADH, interrupting the catalytic cycle.

Acknowledgments
We gratefully acknowledge the financial support of the National Science Centre, Poland, grants #2013/09/B/NZ1/01880 and #2018/30/E/NZ1/00729 to KB. The synchrotron data was collected at beamline P13 operated by EMBL Hamburg at the PETRA III storage ring (DESY, Hamburg, Germany).

References
[1] P. K. Chiang, *Pharmacol. Ther.,* **77** (1998) 115.
[2] J. Czyrko, J. Sliwiak, B. Imiolczyk, Z. Gdaniec, M. Jaskolski, K. Brzezinski, *Sci. Rep*., **8** (2018) 11334.
[3] M. Li, Y. Li, J. Chen, W. Wei, X. Pan, J. Liu, Q. Liu, W. Leu, L. Zhang, X. Yang, J. Lu, K. Wang, *Biochem.,* **46** (2007) 11451.
[4] M. Gawel, P. H. Malecki, J. Sliwiak, M. Stepniewska, B. Imiolczyk, J. Czyrko-Horczak, D. Jakubczyk, L. Marczak, M. E. Plonska-Brzezinska, K. Brzezinski, *Chem.Comm.*, **60** (2024) 11504.

R-3

ADVANCING PROTEIN STRUCTURE AND LIGAND BINDING STUDIES WITH QUANTUM CRYSTALLOGRAPHY

Maura Malinska

Wydział Chemii, Uniwersytet Warszawski, Pasteura 1, Warszawa

Molecular recognition in biological systems is governed by non-covalent interactions that drive protein-ligand binding, enzyme catalysis, and drug action. Quantum crystallography provides an advanced framework for understanding these interactions by integrating high-resolution X-ray diffraction data with charge density reconstruction techniques. This approach enables a detailed analysis of electrostatic interactions, which are critical for ligand specificity and binding affinity.

In this talk, we explore how quantum crystallography tools enhance our understanding of protein-ligand interactions across different biological targets. The aspherical atom databank approach and electrostatic energy analysis have been successfully applied to systems such as androgen receptor inhibitors [1], protein kinases targeted by sunitinib [2], vitamin D receptor agonists [3], and nonsteroidal anti-inflammatory drugs (NSAIDs) interacting with cyclooxygenases, COX-1 and COX-2 (Fig. 1) [4]. Our findings demonstrate that electrostatic complementarity plays a fundamental role in ligand recognition, dictating both binding strength and selectivity.

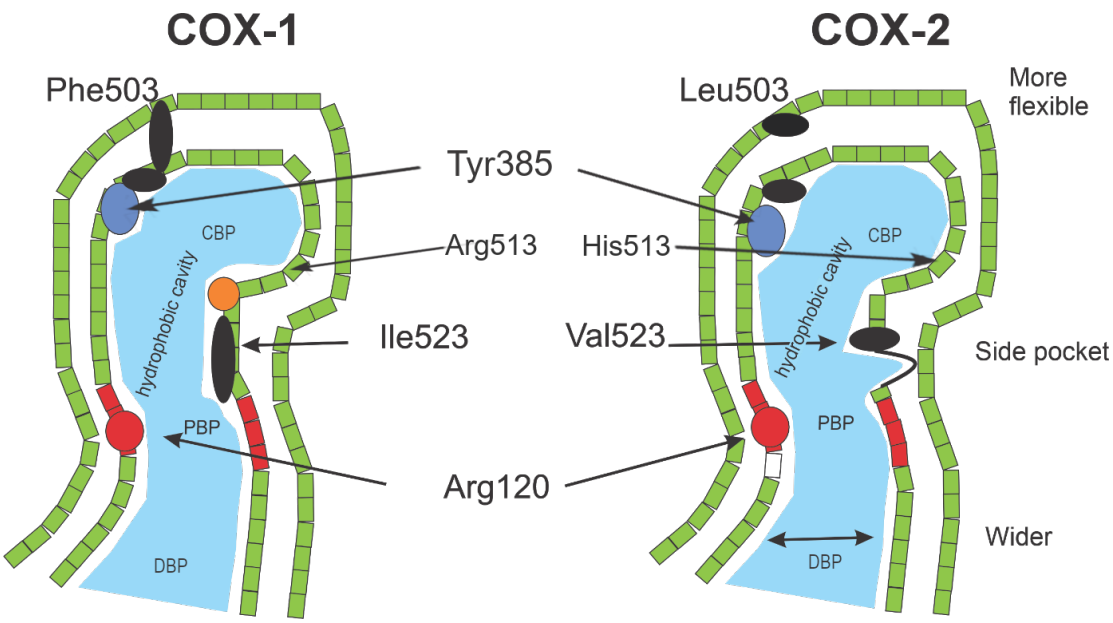


Fig. 1. Schematic representation of the active site of COX-1 and COX-2. CBD, PBP, and DBP denote the central binding pocket, proximal binding pocket, and distal binding pocket, respectively.

Beyond ligand interactions, quantum crystallography also provides a powerful tool for refining protein structures[5]. The transferable aspherical atom model (TAAM) improves electron-density maps, enhances the visibility of hydrogen atoms, and allows for more accurate modeling of protein and nucleic acid structures at ultrahigh resolution. This method lowers conventional refinement R factors and improves atomic

displacement parameters, making it an essential approach for studying biomolecular interactions at an unprecedented level of detail.

Key examples include the rational design of vitamin D analogs optimized for receptor binding, the broad-spectrum kinase inhibition of sunitinib facilitated by conserved hydrogen bonding patterns, and the differential selectivity of NSAIDs based on their electrostatic interactions with COX enzymes. By bridging the gap between structural data and thermodynamic parameters such as free energy (ΔG) and enthalpy (ΔH), we provide new insights into molecular recognition mechanisms.

This presentation will highlight the application of quantum crystallography in both protein structure refinement and drug discovery, demonstrating how charge density methods can refine protein-ligand interaction models and guide the rational design of therapeutics.

References

[1] A. A. Korlyukov, M. Malinska, A. V. Vologzhanina, M. S. Goizman, D. Trzybinski, K. Wozniak. *IUCrJ*, **7** (2020) 71.
[2] M. Malinska, K. N. Jarzembska, A. M Goral, A. Kutner, K. Woźniak, P. M. Dominiak, *Acta Crystallogr. Sect. D*, **70** (2014) 1257.
[3] M. Malinska, A. Kutner, K. Woźniak, *Steroids*, **104** (2015) 220.
[4] S. Pawlędzio, M. Ziemniak, X. Wang, K. Woźniak, M. Malinska, *IUCrJ*, **12** (2025), 208.
[5] M. Malinska, Z. Dauter, *Acta Crystallogr. Sect. D*, **72** (2016) 770.

R-4

ARGININE METABOLISM AS A MOLECULAR TARGET FOR HERBICIDE DEVELOPMENT

Bartosz Sekuła, Maciej Nielipiński, Agnieszka Pietrzyk-Brzezińska

Institute of Molecular and Industrial Biotechnology, Faculty of Biotechnology and Food Sciences, Lodz University of Technology, Lodz, Poland

Arginine in plants is far more important than a simple proteinogenic amino acid. It is the main storage form of organic nitrogen and plays a critical role in nitrogen uptake, metabolism, and recycling. It is used by plants as a central part of defensive mechanism providing protection against stress conditions like drought, extreme temperatures, pathogens, pests. Arginine metabolism is targeted by toxins produced by plant pathogen, *Pseudomonas syringae*, as a strategy for plant invasion.

Here we present the findings of structural studies of plant arginases (ARGAH) and ornithine transcarbamylases (OTC), as potential targets for herbicide design. OTC is inhibited by phaseolotoxin produced by *Pseudomonas syringae*, which mimics the transition state reaction analogue. The crystal structures provide the rationale of OTC inhibition by the toxin. On the other hand, plant arginases have unique structural features, which distinguish them from arginases of other species. The long loop stabilizes the substrate in the neighboring ARGAH subunit, securing the unique substrate binding mode. It makes them more like bacterial agmatinases, than bacterial or mammalian arginases.

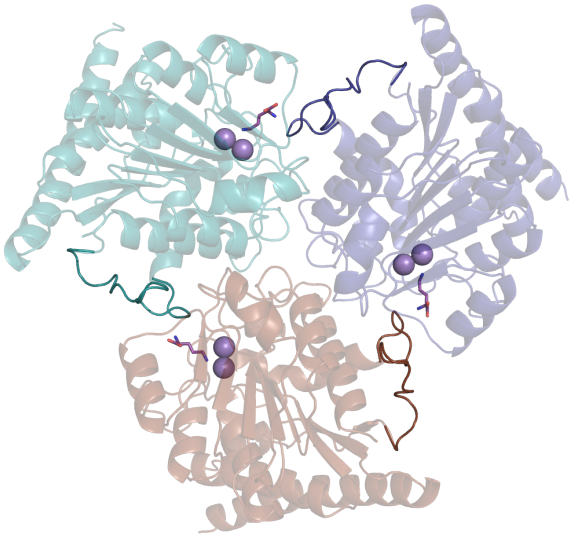


Fig. 1. Crystal structure of *Arabidopsis thaliana* arginase in complex with ornithine (PDB ID: 6vst).

Acknowledgement
This research was funded by National Science Centre, Poland, grant SONATA 2021/43/D/NZ1/00486.

Literature

[1] M. Nielipinski, A. J. Pietrzyk-Brzezinska, A. Wlodawer, B. Sekula, *Front. Plant Sci.*, **14** (2023) 1297956.
[2] B. Sekula, *Front. Plant Sci*, **11** (2020) 987.

R-5

DOUBLE HYDROXIDES *BB'*$(OH)_6$ – HYDROGEN DISORDER AND MAGNETIC FRUSTRATION

Ellen Häußler[1], Kaushick Parui[2], Anton A. Kulbakov[2], Darren C. Peets[2], Dmytro S. Inosov[2], Thomas Doert[1]

[1] *Faculty of Chemistry and Food Chemistry, Technische Universität Dresden, Dresden, Germany*
[2] *Institute of Solid State and Materials Physics, Technische Universität Dresden, Dresden, Germany*

Hydroxides *B*$(OH)_3$ and double hydroxides *BB'*$(OH)_6$ of the ReO_3 type structure can feature similar distortions as the related perovskites, namely alterations of individual coordination polyhedral, like Jahn-Teller distortion, and octahedral tilting. In contrast to perovskites, two main tilting systems have only been identified for the hydroxides so far: + + + as in Söhngeite ($Ga(OH)_3$) and + + – as in Stottite ($FeGe(OH)_6$), e.g. [1,2] One could assume the formation of a hydrogen bond system to be one of the driving forces for the octahedral tilting. However, the hydrogen positions are often found disordered, even at low temperatures.

As the cations of these (double) hydroxides adopt a nearly undistorted *fcc* lattice, the systems might be prone to magnetic frustration in case of open-shell transition metal ions *B*, like Mn^{2+}, Fe^{3+}, Co^{2+}, or Cu^{2+}. Additionally, magnetic fluctuations and hydrogen disorder may mutually influence each other, a topic which has rarely been addressed previously.

We have recently synthesized and investigated $CuSn(OH)_6$ and $MnSn(OH)_6$ and their deuterated variants for neutron scattering experiments. For $CuSn(OH)_6$ we could show, that the correct space group is *Pnnn* with a + + + tilt rather than $P4_2/nmc$ or $P4_2/n$ with + + – as reported earlier [3]. No order of the hydrogen atoms was found for this compound even at 6 K pointing towards a disordered, yet correlated ground state. The Cu^{2+} ions show no magnetic order down to 0.4 K [4].

$MnSn(OH)_6$ adopts space group $P4_2/n$ with + + – tilt system. Again, a strong magnetic frustration without long-range order down to 0.35 K was observed. As in the case of the copper compound, the hydrogen atoms are structurally disordered, however, with different positional and occupational parameters [5].

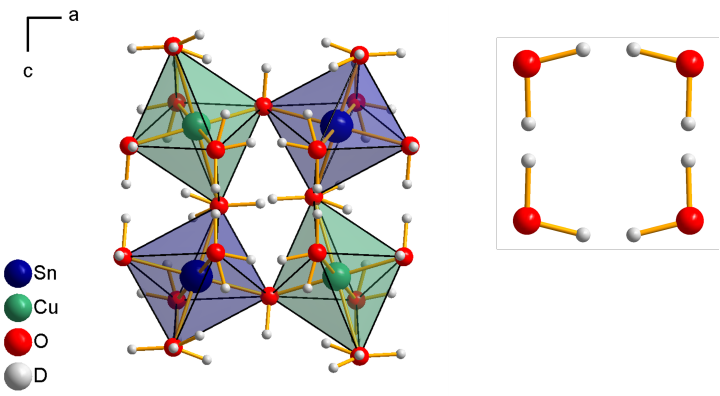


Fig. 1. Crystal structure of $CuSn(OH)_6$ (left) and hydrogen disorder (right).

R-5

References

[1] M. D. Welch, A. K. Kleppe, *Phys. Chem. Miner.*, **43** (2016) 515.

[2] A. K. Kleppe, M. D. Welch, W. A. Crichton, A. P. Jephcoat, *Mineral. Mag.*, **76** (2012) 949.

[3] I. Morgenstern-Badarau, *J. Solid State Chem.*, **17** (1976) 399.

[4] A. A. Kulbakov, E. Häußler, K. K. Parui, A. M. Chakkingal, N. S. Pavlovskii, V. Yu. Pomjakushin, L. Cañadillas-Delgado, T. Hansen, D. C. Peets, T. Doert, D. S. Inosov, *Phys. Rev. Mater.*, **9** (2025) 033603.

[5] K. K. Parui, A. A. Kulbakov, E. Häußler, N. S. Pavlovskii, A. M. Chakkingal, M. Avdeev, R. Gumeniuk, S. Granovsky, A. Mistonov, S. A. Zvyagin, T. Doert, D. S. Inosov, D. C. Peets, *Phys. Rev. B., under review* (2025).

R-6

HIDDEN COMPLEXITY IN D_2O ICE VII

Wojciech Sławiński[1], Grzegorz Łach[2], Roman Gajda[1], Michał Chodkiewicz[1], Piotr Rejnhardt[1], Mihails Arhangelskis[1], Christopher Ridlay[3,5], Craig Bull[3,4], Krzysztof Woźniak*[1]

[1] University of Warsaw, Faculty of Chemistry; Pasteura 1, 02093 Warszawa, Poland
[2] University of Warsaw, Faculty of Physics; Pasteura 5, 02093 Warszawa, Poland
[3] ISIS Neutron and Muon Source, STFC, Rutherford Appleton Laboratory; Harwell Campus, Didcot, Oxfordshire, OX11 0QX, UK
[4] EaStCHEM School of Chemistry, University of Edinburgh; Joseph Black Building, Edinburgh EH9 3FJ, Scotland, UK
[5] Spallation Neutron Source, Oak Ridge National Laboratory; Oak Ridge, Tennessee 37830, USA

**e-mail: kwozniak@chem.uw.edu.pl*

Background. Ice is the solid form of water (H_2O or D2O), a substance fundamental to life on Earth. While H_2O molecule is simple and well-known building unit, water can crystallize into many different solid forms depending on temperature and pressure. There are ten phases in which hydrogens are disordered into several crystallographic positions in the unit cell (ice Ih, Ic, III, IV, V, VI, VII, XII, XVI, XVIII). In such a case the structure locally obey so-called 'ice rules', but on average positions are partially occupied. However, the local molecule's arrangement cannot be well understood just by Bragg diffraction (nor single crystal nor powder diffraction). In order to experimentally confirm the local ice VII molecules organization, total scattering method was used (total = Bragg + diffuse scattering).

Methods. Neutron total scattering powder diffraction data has been collected on PEARL high pressure beamline at ISIS Neutron and Muon Source (Didcot, United Kingdom) and analysed by Reversed Monet Carlo big box modelling technique using RMCProfile7 software. Final refined configurations has been analysed in terms of interatomic distances, bond angles and different molecule orientations distributions with high statistics. Periodic density-functional theory (DFT) calculations confirmed our results obtained from neutron experiments.

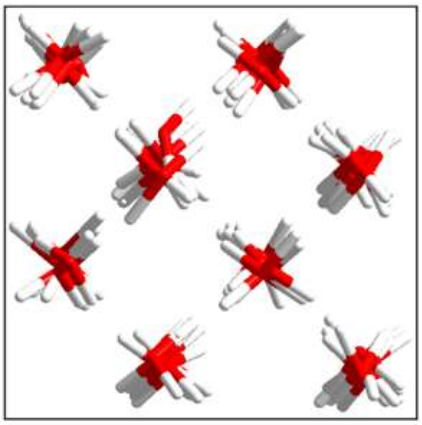


Fig. 1. Example of atomistic model of ice VII structure as obtained from Total Scattering neutron measurement.

Results. Atomistic models of disordered Ice VII has been obtained from Total Scattering neutron experiment. The analysis of molecule orientations and displacements has been analysed showing that locally, water molecules are displaced from its average position along molecule's dipole moment (it means along <100> direction) by approximately 0.05 Å as already postulated by Knight [J. Phys. Chem. A 2009, 113, 12433–12438], whereas hydrogen positions does not show significant displacements. By such a displacement, correct distribution of H-O-H angles was obtained.

Conclusion. Neutron Total Scattering measurement has given us a unique opportunity to see local arrangement of disordered ice VII structure. Locally, molecules fulfil 'ice-rules', have correct geometry and at the same time the average structure is in a great agreement with already published structure.

Acknowledgement. Support of this work by the National Science Centre, Poland, through OPUS 21 (grant No. DEC-2021/41/B/ST4/03010 awarded to KW) is gratefully acknowledged.

R-7

CRYSTALLOGRAPHIC QUATERNIONS

Andrzej Katrusiak

Department of Materials Chemistry, Faculty of Chemistry,
Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań

Symmetry operations are usually represented by matrices, while an alternative representation by quaternions [1,2], albeit incomplete [3], has been preferred by students. Quaternions generally are more concise and reduce the number of arithmetic operations compared to matrices. Therefore we set on deriving the representation of all point-symmetry operations by quaternions, $q=a+bi+cj+dk$, where $i^2=j^2=k^2=ijk=-1$. These quaternions afford the representation of all point-symmetry operations, triclinic, monoclinic, orthorhombic, tetragonal, cubic an trigonal in rhombohedral setting, but not the operations in the hexagonal setting [4]. Hence we allowed the triclinic setting of the quaternion versors, and used biquaternions for improper symmetries [5]. Although more complex, but the complete representation of all point symmetries has been achieved [6]. The quaternion representation of symmetry operations, as an alternative to the matrix representation, will be presented. For example, the 2-fold axis parallel to [y] is represented by quaternion $q=j$ and the symmetry operation performed on vector $\boldsymbol{v}=[xyz]$ is $\boldsymbol{v}'=j(ix+jy+kz)j^*$, where the asterisk marks the conjugation. The quaternion multiplication gives $\boldsymbol{v}'=-ix+jy-kz$, which projected to the real space is [$-x$, y, $-z$].

References

[1] O. Rodrigues, *J. Math. Pures Appl.*, **5** (1840) 380.
[2] W.R. Hamilton, *Lectures on Quaternions*; Hodges and Smith: Dublin 1853.
[3] J.D. Bernal, *The Analytic Theory of Point Systems*, 1923.
[4] A. Katrusiak, S. Llenga, *Symmetry*, **16** (2024) 818.
[5] W. R. Hamilton, On Geometrical Interpretation of Some Results Obtained by Calculation with Biquaternions. In *Proceedings of the Royal Irish Academy* (1836–1869); JSTOR: New York, NY, USA, 1850; Volume 5, pp. 388–390.
[6] A. Katrusiak; H.Q. Le, *Symmetry*, **16** (2024) 1366.

R-8

CRYSTAL STRUCTURE EXPLORATION – I DIDN'T KNOW MERCURY COULD DO THAT

Pablo Martinez-Bulit

The Cambridge Crystallographic Data Centre, 12 Union Road, Cambridge, CB2 1EZ, United Kingdom

A lot has changed since the release of Pluto, Cambridge Crystallographic Data Centre's first molecular visualisation software in 1976. Now known as Mercury, and with the 2025.1 version being the latest release, it has evolved into a powerful platform, encompassing a wide range of visualisation capabilities and structural analysis tools. This includes the ability to easily examine interactions and symmetry elements, structure editing and overlay, through to tools for assessing and ultimately gaining insights in different aspects such as hydrogen bonding, molecular conformation, and packing features. This presentation will highlight some of the lesser-known features within Mercury to encourage you to explore your crystal structures and the universe of crystallography.

References

[1] W. D. S. Motherwell. PLUTO, CCDC Program Manual, Cambridge, UK: Cambridge Crystallographic Data Centre, 1976.
[2] C. R. Groom, I. J. Bruno, M. P. Lightfoot, S. C. Ward, *Acta Cryst. B*, **72** (2016) 171–179.
[3] C. F. Macrae, I. J. Bruno, J. A. Chrisholm, P. R. Edgington, P. McCabe, E. Pidcock, L. Rodriguez-Monge, R. Taylor, J. van de Streek, P. A. Wood, *J. Appl. Cryst.*, **41** (2008) 466–470.

R-9

S-IBUPROFEN AT EXTREME CONDITIONS

Marek Daszkiewicz[1], Kinga Fojcik[1,2]

[1] *Institute of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Sciences, Okólna str. 2, Wrocław, 50-422, Poland*
[2] *Faculty of Chemistry, Wroclaw University of Science and Technology, Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław, Poland*

Non-steroidal market size was assessed over 7 billion dollars only in US two years ago [1]. It is associated with the ease of drug synthesis, low cost and their high biological activity positively correlated with the increase in lifestyle diseases. The knowledge about the crystal phase and the structure of a solid drug is a fundamental information for pharmaceutic industry, pharmacokinetics and biochemistry [2].

One of the most useful non-steroidal anti-inflammatory drug is ibuprofen, which in fact is sold as a mixture of two isomeric forms, *S* and *R*. It is worth noting that the former stereomer shows anti-inflammatory activity, whereas the latter one is not active and harmless to the body. Fortunately, the nonactive form *R* can be transformed into the *S* one by 2-arylpropionyl-coenzyme A epimerase [3]. Therefore, one can be safely treated by the racemate of ibuprofen.

In the Cambridge Structural Database (CSD) [4], a lot of crystal structures are deposited for the racemate of ibuprofen, where X-ray, neutron or electron diffraction were used to collect the data, see for example [5]. At room temperature and pressure conditions, it crystallizes in centrosymmetric space group $P2_1/c$. In contrast to the racemate, similar investigation for the biologically active *S*-ibuprofen is scarce, and there is no systematic investigation about the crystal structure of *S*-ibuprofen at various temperature (high and low) and high-pressure conditions.

In this work, *S*-ibuprofen was crystallized from cyclohexane, $P2_1$ with $a = 12.412(3)$, $b = 8.0019(7)$, $c = 13.478(5)$ Å and $\beta = 113.01(4)$ deg. X-ray single-crystal diffraction experiments were carried out in the temperature range of 100-295 K at ambient pressure, and in the high-pressure conditions up to 0.62 GPa using Merrill-Bassett anvil cell.

S-ibuprofen reveals no phase transition in the wide temperature range. Change of the lattice parameters indicates positive linear thermal expansion coefficients, although large anisotropy is clearly observed. The largest expansion occurs approximately along the [201] direction.

The monoclinic prototype phase is stable at ambient temperature at least up to 0.32 GPa. Afterwards, *S*-ibuprofen undergoes a phase transition, where the symmetry of the $P2_1$ space group is preserved and $a = 20.517(9)$, $b = 7.8248(15)$, $c = 14.128(14)$ Å and $\beta = 91.58(7)$ deg. The volume of the unit cell volume is twice as large in relation to the origin phase, Figure 1.

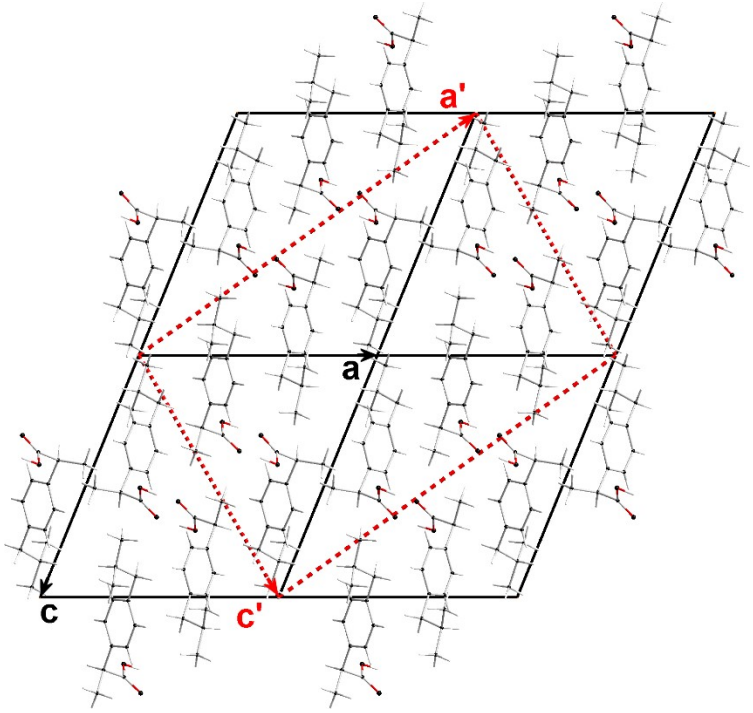


Fig. 1. A juxtaposition of four unit cells of phase I (black lines) and one unit cell of phase II (red lines) observed at 0.62 GPa.

References

[1] "Non-steroidal Anti-Inflammatory Drugs [NSAIDs] Market Size By 2030." https://www.fortunebusinessinsights.com/non-steroidal-anti-inflammatory-drugs-nsaids-market-102823 (accessed Dec. 04, 2023).
[2] D. Braga, L. Casali, F. Grepioni, *Int. J. Mol. Sci.*, **23** (2022) 9013.
[3] T. S. Tracy, S. D. Hall, *Drug Metab. Dispos.*, **20** (1992) 322.
[4] C. R. Groom, I. J. Bruno, M. P. Lightfoot, S. C. Ward, *Acta Crystallogr. Sect. B Struct. Sci. Cryst. Eng. Mater.*, **72** (2016) 171.
[5] K. Ostrowska, M. Kropidłowska, A. Katrusiak, *Cryst. Growth Des.*, **15** (2015) 1512.

R-10

ADVANCING STRUCTURAL SCIENCE: INNOVATIONS IN RIGAKU OXFORD DIFFRACTION INSTRUMENTATION

Felix Hennersdorf

Rigaku Europe SE, Hugenottenallee 167, 63263 Neu-Isenburg, Germany

e-mail: felix.hennersdorf@rigaku.com

In this session, we'll explore the latest innovations from Rigaku Oxford Diffraction, designed to empower crystallographers with faster, more versatile, and more precise tools for structural analysis.

We'll begin with a spotlight on the XtaLAB Synergy-ED, our groundbreaking electron diffractometer. This fully integrated system delivers a seamless workflow—from data collection to 3D molecular structure determination—thanks to the synergy between Rigaku's high-speed HyPix-ED detector, our powerful CrysAlisPro for ED software, and JEOL's world-class electron microscope technology. We'll showcase real-world applications that demonstrate how this system opens new frontiers in structural research, especially for nano- and microcrystalline samples.

Next, we'll turn to our X-ray diffraction solutions, built on the flexible XtaLAB Synergy platform. Whether you need a microfocus or rotating anode source, or want to integrate Hybrid Photon Counting (HPC) detectors, our modular systems adapt to your research needs. We'll also introduce key automation tools like the XtaLAB Synergy Flow robotic sample changer, the IGH3 for automated crystal centering, and the XtalCheck-S plate scanner.

Finally, we'll unveil our latest advancement: the PhotonJetMAX-S, a new generation of ultra-bright X-ray sources that significantly enhance data quality and throughput.

Join us to see how Rigaku's latest technologies can accelerate your crystallographic research and bring new possibilities to your lab.

R-11

PREZENTACJA DYFRAKTOMETRÓW FIRMY PROTO MANUFACTURING

Andrzej Wojtas

PROTO Manufacturing Europe Sp. z o.o. / METLAB Sp. z o.o.
ul. Awicenny Ibn Siny 14, 54-611 Wrocław

Od założenia w 1967 roku firma Proto Manufacturing Ltd. opracowuje nowoczesne instrumenty do charakteryzacji materiałów. Nasza linia produktów obejmuje szeroką gamę dyfraktometrów rentgenowskich (XRD): systemy pomiaru naprężeń własnych i austenitu szczątkowego, dyfraktometry proszkowe, dyfraktometry Laue do orientacji monokryształów oraz dyfraktometry o wysokiej rozdzielczości. Ponadto dostarczamy lampy rentgenowskie i sprzęt dostosowany do indywidualnych potrzeb klientów. Od ponad 30 lat dostarczamy systemy pomiarowe dla środowisk laboratoryjnych, fabrycznych i terenowych. Nasi przeszkoleni specjaliści oferują również usługi pomiarowe w naszych laboratoriach w USA, Kanadzie i w Polsce, akredytowanych ISO/IEC 17025:2017.

NAPRĘŻENIA WŁASNE I AUSTENIT SZCZĄTKOWY Oferujemy szeroką gamę dyfraktometrów do pomiaru naprężeń własnych, aby zapewnić sprzęt najbardziej odpowiedni do Twoich potrzeb: szybkie systemy laboratoryjne LXRD, elastyczne systemy iXRD® Portable, lekkie systemy iXRD Mini, innowacyjne systemy roboXRD lub wszechstronne systemy mXRD® Ultra-Portable.

DYFRAKCJA PROSZKOWA Nasze wysokiej klasy dyfraktometry proszkowe zostały opracowane, aby zapewnić najlepsze rozwiązanie dla Twoich potrzeb. Wybierz spośród naszych systemów stacjonarnych, kompaktowych modeli podłogowych lub bogato wyposażonych systemów laboratoryjnych. Nasze dyfraktometry proszkowe, wyposażone w wydajne detektory zliczające fotony, charakteryzują się niezwykle szybkim poborem danych, a jednocześnie podają bardzo dokładne wyniki. Linia produktów AXRD® zapewnia lata wygody i wartości nawet w najbardziej wymagających badaniach materiałów metodą dyfrakcji rentgenowskiej.

NIESTANDARDOWA DYFRAKCJA Jeśli potrzebujesz dyfraktometru do bardzo niestandardowego zastosowania, możemy opracować unikalne rozwiązanie dla Twoich potrzeb. Nasze konfigurowalne produkty obejmują dyfraktometry proszkowe, systemy monokrystaliczne i wiele innych opcji, które mogą pomóc w Twoich zastosowaniach.

DYFRAKTOMETRY LAUE - ORIENTACJA MONOKRYSZTAŁÓW Mamy szereg możliwości orientowania monokryształów. Nasz laboratoryjny system Laue-COS idealnie nadaje się do orientowania i cięcia kryształów w laboratoriach badawczo-rozwojowych. Alternatywnie, nasze szybkie systemy Laue-HT są przeznaczone do środowisk kontroli na poziomie produkcyjnym, takich jak zakłady odlewnicze monokrystalicznych łopatek turbin.

LAMPY RTG Produkujemy szeroką gamę wysokiej jakości lamp rentgenowskich. Nasz zakład produkujący lampy rentgenowskie może również tworzyć niestandardowe projekty do XRD, XRF lub obrazowania.

USŁUGI POMIAROWE Powierz swoje potrzeby w zakresie pomiarów dyfrakcji rentgenowskiej naszemu wysoko wykwalifikowanemu i kompetentnemu zespołowi.

R-11

Nasze akredytowane laboratoria zachowują najwyższe standardy jakości i dokładnie przestrzegają wszystkich procedur, zapewniając dokładne zbieranie i przetwarzanie danych. Dzięki ponad 25 dedykowanym systemom XRD możemy zaspokoić Twoje potrzeby w zakresie pomiarów laboratoryjnych i terenowych, zapewniając szybką, dokładną i wydajną obsługę.

Akredytacja ISO/IEC 17025:2017
Zarejestrowany w ITAR
Towary kontrolowane zarejestrowane

R-12

ENABLING NANOSCALE INSIGHT: ADVANCED X-RAY SCATTERING SOLUTIONS FROM XENOCS

Szymon Stolarek

Xenocs SAS, 1-3 Allée du Nanomètre 38000 Grenoble France

Understanding structure at the nanoscale is critical to innovation across fields ranging from biotechnology to materials science. Founded with the mission to make advanced characterization tools accessible to researchers worldwide, Xenocs develops state-of-the-art laboratory solutions based on small- and wide-angle X-ray scattering (SAXS/WAXS) and X-ray imaging, enabling high-quality, multiscale structural analysis for both research and industrial applications.

This presentation will introduce two of Xenocs' flagship solutions: the Xeuss Pro and the Nano-inXider. Designed for maximum versatility, the Xeuss Pro is a modular SAXS/WAXS/GISAXS/USAXS/Imaging platform offering synchrotron-grade performance in the laboratory. It supports a range of X-ray sources—including microfocus sources with various target materials, MetalJet, and rotating anode (RAG) options—as well as a focused AuX source for small-spot or high-resolution applications. With integrated USAXS and motorized SWAXS it enables fully automated and continuous measurements from atomic to micron scales. In addition, the InXight X-ray imaging module with dark-field and phase-contrast option further extends capabilities by revealing orientation, heterogeneity, and interfaces in complex materials. All these capabilities are seamlessly managed through the Xenocs Xplore control software, which provides an ergonomic interface for experiment planning, scriptable control (e.g. Python), and real-time equipment monitoring to track system performance remotely.

The Nano-inXider, by contrast, offers a compact, easy-to-use SAXS/WAXS system for routine nanostructural analysis. It combines a small footprint and intuitive operation with high-quality, reproducible data—making it ideally suited for quality control, process monitoring, and material development in both academic and industrial laboratories.

To complement these instruments, Xenocs provides XSACT Pro, an all-in-one SAXS/WAXS data analysis platform. It supports a wide range of analytical workflows including two advanced modules: one for AI-assisted shape classification and another for automated model fitting, helping researchers extract structural insights from complex scattering patterns quickly and reliably.

Fig. 1. Xeuss Pro horizontal platform for SAXS/WAXS/GISAXS/USAXS and imaging alongside the Nano-inXider compact vertical system.

Trusted by leading academic institutions and companies across diverse sectors, Xenocs instruments accelerate material development and process optimization. Through high-performance, scalable, and user-focused solutions, Xenocs advances its mission: enabling nanoscale insight through continuous innovation.

R-13

CHARAKTERYSTYKA MATERIAŁÓW AKUMULATOROWYCH PRZY UŻYCIU TECHNIK DYFRAKCJI RENTGENOWSKIEJ

Sebastian Machowski

TESTCHEM, ul. Rybnicka 187, 44-310 Radlin

Rozwój przemysłu ogniw akumulatorowych koncentruje się na spełnieniu rosnących wymagań rynkowych dotyczących pojazdów elektrycznych (EV), systemów magazynowania energii (ESS) i elektroniki. Kluczowe potrzeby techniczne obejmują: zwiększenie pojemności ogniw, wydłużenie żywotności, skrócenie czasu ładowania, zwiększenie bezpieczeństwa podczas użytkowania. Ze względu na krystaliczną budowę komponentów stosowanych w produkcji ogniw akumulatorowych, zastosowanie technik pomiarowych z użyciem dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) umożliwia ich szczegółową charakterystykę strukturalną i prowadzenie zawansowanych prac badawczo-rozwojowych skierowanych na obserwację zmian faz krystalicznych podczas pracy ogniwa, kontrolę jakości i optymalizację składu materiałowego oraz analizę mechanizmów degradacji.

Rozwiązania techniczne dostępne w systemach pomiarowych Rigaku gwarantują uzyskanie wysokiej jakości danych dyfrakcyjnych. Na przykładzie wyników badań uzyskanych z pomiarów operacyjnych ogniw akumulatorowych przeprowadzonych na dyfraktometrze SmartLab XE wyposażonym w rotującą anodę, wysokiej klasy detektor oraz przystawki dedykowane do badań ogniw akumulatorowych, omówione zostaną przykłady analizy strukturalnej z użyciem oprogramowania SmartLab Studio II.

R-14

TECHNOLOGIA D8: NAPĘDZAJĄC NOWOCZESNĄ NAUKĘ

Jakub Al Samarrai

Labsoft Sp. z o.o, ul. Puławska 469, 02-844, Warszawa

Aby zrozumieć związek pomiędzy strukturą molekularną substancji, a jej właściwościami fizycznymi i chemicznymi, kluczowe jest wykorzystanie takich narzędzi jak krystalografia. Krystalografia jest jedną z najpotężniejszych metod pozyskiwania tych istotnych informacji. Znaczenie krystalografii w chemii, biologii, farmakologii, mineralogii, fizyce i innych dziedzinach badań potwierdzają 29 Nagrody Nobla przyznane w tej dziedzinie. W miarę rozwoju nauki, rośnie zapotrzebowanie na wysokiej jakości dane strukturalne, stąd nowoczesne laboratoria potrzebują potężniejszych, szybszych i łatwiejszych w obsłudze instrumentów krystalograficznych, a dostarczenie ich jest naszym, Labsoftu i Bruker AXS, celem. Zespół badawczo-rozwojowy firmy Bruker realizuje szeroko zakrojony program rozwoju, mający na celu udoskonalanie technologii detektorów i źródeł promieniowania oraz rozbudowę możliwości oprogramowania krystalograficznego.

R-15

HIGH-QUALITY PAIR DISTRIBUTION FUNCTION (PDF) ANALYSIS IN THE HOME LABORATORY

Sandra Zierler[1], Fazilet Guerer[1], Kamil Urbański[2]

[1] *Anton Paar GmbH., Anton-Paar-Straße 20, 8054 Graz, Austria*
[2] *Anton Paar Poland sp. z o.o., ul. Hołubcowa 123, 02-854 Warszawa, Polska*

To properly understand the physical properties of a material, it is necessary to study the structure. X-ray diffraction (XRD) is one method used for this purpose. Standard XRD typically focuses on sharp Bragg peaks that provide information on the long-range crystalline order. However, understanding nanostructured, disordered, or amorphous materials, requires insights into their local structures on shorter length scales. PDF analysis (also referred as total X-ray scattering analysis) reveals this by examining both the Bragg scattering (long-range order) and diffuse scattering (short- and medium-range order) components of the diffractogram. This method gives insights into the distances between pairs of atoms or molecules in both crystalline and amorphous materials [1,2].

However, acquiring data for PDF analysis on laboratory X-ray diffractometers is time-consuming, often requiring several hours to days. This work aims to show that the latest generation of fully automated multipurpose diffractometers such as XRDynamic 500 can enable high-quality PDF measurements in a significantly shorter timeframe while maintaining high measurement resolution.

Comparison between XRDynamic 500 and synchrotron data was conducted on amorphous and crystalline samples. A higher Q-range can be obtained on synchrotron facility with shorter scan time compared to XRDynamic 500. However, the Q-resolution is significantly better on XRDynamic 500, which in turn leads to PDF features up to much higher R-values compared to synchrotron data.

Rys. 1. XRDynamic 500, automated multipurpose diffractometer on which the home-laboratory PDF measurements were conducted.

Literature

[1] T. Egami, S. J. L. Billinge, *Underneath the Bragg Peaks: Structural Analysis of Complex Materials*, Pergamon (2003).
[2] T. Schertenleib *et al.*, *Protocols for Obtaining Reliable PDFs from Laboratory x-ray Sources Using PDFgetX3*, Chemistry-Methods (2025).

R-16

NOWOCZESNE METODY ANALIZY STRUKTURY I FAZ MATERIAŁÓW: ROZWIĄZANIA XRD OFEROWANE PRZEZ FIRMĘ SCANMAT I LANSCIENTIFIC

Patryk Wróbel

SCANMAT Sp. z o.o., ul. Zwoleńska 102D, 04-761 Warszawa

Dyfrakcja rentgenowska (XRD) pozostaje jedną z kluczowych metod stosowanych w analizie struktury krystalicznej oraz identyfikacji faz materiałów stałych. Wraz z rozwojem technologii aparaturowej, systemy XRD stają się coraz bardziej wydajne, kompaktowe i dostosowane do zróżnicowanych zastosowań – od badań podstawowych po kontrolę jakości w przemyśle. Prezentacja przybliży wybrane rozwiązania XRD oferowane przez firmę Scanmat we współpracy z LANScientific.

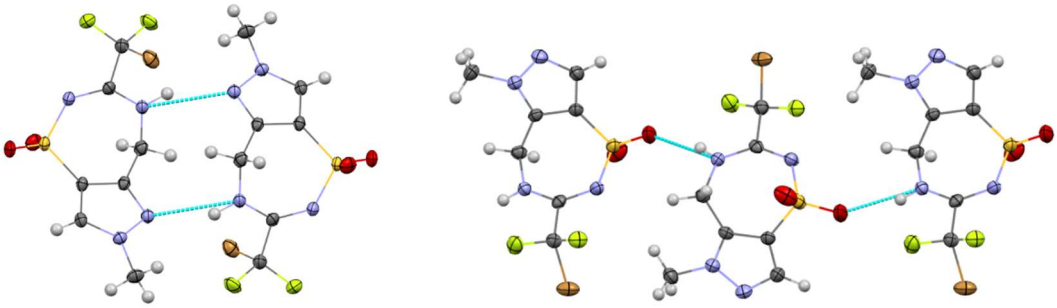
R-17

COMPETITION OF STRONG HYDROGEN BONDS AS A REASON FOR THE CONCOMITANT POLYMORPHS FORMATION

Svitlana Shishkina[1,2], **Olexander Shalimov**[2]

[1] *State Scientific Institution, "Institute for Single Crystals" of the National Academy of Sciences of Ukraine, 60 Nauky Ave., Kharkiv, Ukraine*
[2] *Institute of Organic Chemistry, NAS of Ukraine, Akademik Kukhar Street 5, Kyïv, Ukraine*

Creation of functional materials based on organic compounds is one of the most challenging tasks of modern materials science. Dyes, materials for optics and solar cells, medicines - this is by no means a complete list of functional materials that can be created as a result of the study of various types of compounds. And most of these materials exist in solid form, as it is convenient for storage, transport and use. However, the use of organic materials in solid form requires the study of not only the physical and chemical properties of the compound, but also the study of the peculiarities of the crystal structure, which is by no means the easiest task. The formation of the crystal structure of organic molecules depends on many factors and is still a poorly predictable process.



Polymorph I **Polymorph II**

Fig. 1. Hydrogen bonds in two concomitant polymorphs of compound **1**.

It is particularly difficult to predict the possibility of forming two or more crystal structures (concomitant polymorphs) from the same solution. Our previous studies of concomitant polymorphs have shown that their formation can be caused by different conditions of formation of weak and strong intermolecular interactions. In this work, the concomitant polymorphs were obtained due to the competition of strong intermolecular hydrogen bonds (Fig. 1) and were formed at the same rate.

R-18

TRIETHYLPHOSPHINE: A 'MOLECULAR GEAR' ENABLING SCSC PHASE TRANSITIONS

Anna Makal

University of Warsaw, Faculty of Chemistry, Biological and Chemical Research Centre, Warsaw, Poland

e-mail: am.makal@uw.edu.pl

Stimulus-responsive molecular materials are highly desirable because of the wide range of their potential applications. In particular, property switching opens application pathways for molecular materials as actuators or sensors. Controllable property switching can be achieved by inducing single-crystal-to-single-crystal (SCSC) phase transitions. Identifying (supra)molecular motifs that increase probability of SCSC is thus important to understand property switching and forward materials design.

Here I will present a few instances where SCSC phase transitions could be induced by temperature [1] or pressure variation [2,3] in the crystal structures of organogold(I) triethylphosphines, leading to noticeable changes in mechanical or optical properties of the analyzed solids. Despite relatively small size compared to more celebrated molecular rotors [4] and large flexibility, the $–PEt_3$ moiety fulfils all criteria [5] for being a 'molecular gear', which in favourable crystalline environment can ensure occurrence of ordered, predictable and reversible structural changes. The common mechanism of these transitions may be envisaged as initiated by a rotation of a single $–PEt_3$ group in a double layer (a single gear movement), followed by adjacent phosphines adjusting their conformations as a result of steric strain.

Structural changes underlying phase transitions under pressure could be partly captured in the course of rapid high-pressure single-crystal X-ray diffraction experiments conducted at the ESRF synchrotron facility, showing that with carefully planned experiments [6] even certain aspects of molecular dynamics can be captured and described in detail for larger, labile molecular systems.

Literature

[1] A. Makal, *Acta Cryst B*, **74**(5) (2018) 427–435.
[2] R. Jastrzębska, T. Poręba, F. Cova, D. M. Tchoń, A. Makal, *IUCrJ*, **11**(5) (2024) 737–743.
[3] R. Dziewiątkowska, J. Krzeszczakowska, M. Głodek, M. Łomzik, D. Plażuk, A. Makal, *Dalton Transactions*, **54**(8) (2025) 3362–3374.
[4] I. Liepuoniute, M. J. Jellen, M. A. Garcia-Garibay, *Chem. Sci.*, **11** (2020) 12994–13007.
[5] Z. Dominguez, H. Dang, M. J. Strouse, M. A. Garcia-Garibay, *JACS*, **124** (2002) 7719–7727.
[6] D. Tchoń, A. Makal, *IUCrJ*, **8**(6) (2021) 1006–1017.

The ESRF is acknowledged for provision of synchrotron radiation facilities under proposal number CH-6630.
Tomasz Poręba and Federico Cova are acknowledged for invaluable assistance and support in using beamline ID15B. This study was financially supported by the National Science Centre Poland, decision DEC-2021/41/B/ST4/02760. Access to ESRF was financed by the Polish Ministry of Science and Higher Education - decision no. 2021/WK/11.

R-19

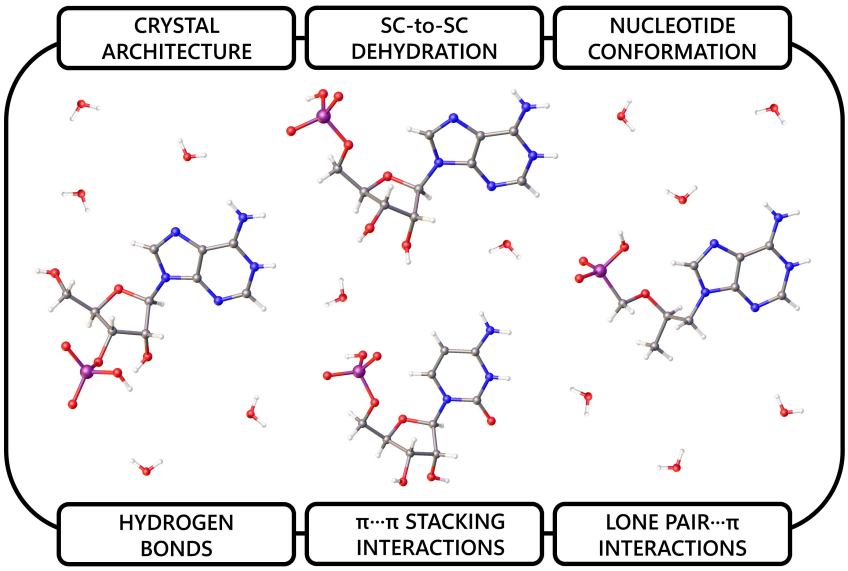
NUCLEOTIDE CRYSTAL STRUCTURE LANDSCAPE EXPLORATION IN THE LIGHT OF DEHYDRATION

Oskar Kaszubowski, Katarzyna Ślepokura

Faculty of Chemistry, University of Wrocław, 14 F. Joliot-Curie, 50-383 Wrocław, Poland

Nucleotides are among the most essential organic molecules in biochemistry. They perform many functions, including nucleic acid biosynthesis, metabolic pathway control, and cellular signal transduction [1,2]. Their derivatives are widely used in antiviral therapies [3].

The vast majority of nucleotide crystals exist in a hydrated form. Understanding the role of water molecules in mediating intermolecular interactions is crucial. An interesting phenomenon involves the formation of new crystal forms of these systems, which are partially or completely devoid of water due to temperature-induced dehydration. Desolvation experiments are relatively common; however, nucleotide crystals often undergo dehydration via a single crystal-to-single crystal (SC-to-SC) mechanism, which is relatively rare. This enables further structural analysis and characterization of significant reorganizations in crystal architecture, intermolecular interactions (hydrogen bonds, π···π stacking, and lone pair···π interactions), as well as nucleotide conformational changes resulting from water loss. Structural analyses of hydrated and anhydrous forms of selected nucleotides, including adenosine and cytidine monophosphates and nucleotide-based antiviral drugs, will be shown [4,5]. Dehydration will be presented as a useful tool for revealing the structural diversity of nucleotides in the solid state.



References

[1] J. A. Beavo, L. L. Brunton, *Nat. Rev. Mol. Cell Biol.*, **3** (2002) 710–717.
[2] A. N. Lane, T. W.-M. Fan, *Nucleic Acids Res.*, **43** (2015) 2466–2485.
[3] E. de Clercq, *Acta Pharm. Sin. B.*, **2** (2012) 535–548.
[4] O. Kaszubowski, K. Ślepokura, K.-N. Truong, J. Wojciechowski, *Cryst. Growth Des.*, **24** (2024) 8516–8527.
[5] O. Kaszubowski, K. Ślepokura, J. Wojciechowski, *CrystEngComm*, **27** (2025) 1174–1184.

R-20

FLAWONOIDY W SUPRAMOLEKULARNYCH UKŁADACH DWUSKŁADNIKOWYCH: OD STRUKTURY DO ROZPUSZCZALNOŚCI

Urszula Maciołek, Rafał Typek, Anna E. Kozioł

Instytut Nauk Chemicznych, Wydział Chemii, Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej, Pl. Marii Curie-Skłodowskiej 3, 20-031 Lublin

Flawonoidy stanowią obszerną grupę wtórnych metabolitów pochodzenia naturalnego, wykazujących szerokie spektrum udokumentowanej aktywności biologicznej, w tym działanie przeciwnowotworowe, przeciwzapalne oraz właściwości antyoksydacyjne [1,2]. Pomimo ich znaczącego potencjału terapeutycznego, praktyczne wykorzystanie flawonoidów w farmakoterapii pozostaje ograniczone ze względu na ich niską rozpuszczalność w wodzie oraz ograniczoną biodostępność [3]. W odpowiedzi na te wyzwania, opracowanie układów wieloskładnikowych z udziałem flawonoidów stanowi perspektywiczną strategię w projektowaniu nowych form leków. Takie podejście umożliwia modyfikację właściwości fizykochemicznych (m.in. rozpuszczalności, stabilności czy temperatury topnienia) oraz parametrów farmako-kinetycznych (takich jak metabolizm czy dystrybucja). To w konsekwencji może prowadzić do zwiększenia aktywności biologicznej oraz poprawy dostępności biologicznej tych związków [4].

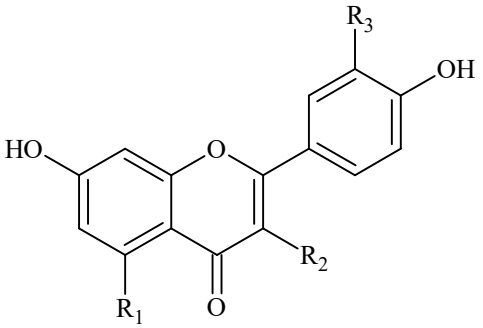
Z uwagi na specyficzną strukturę chemiczną, flawonoidy wykazują wysoki potencjał do tworzenia licznych oddziaływań niekowalencyjnych (Rys. 1a). Obecność grup hydroksylowych oraz karbonylowej sprzyja tworzeniu zarówno wewnątrz-cząsteczkowych, jak i międzycząsteczkowych wiązań wodorowych, w których cząsteczki flawonoidów mogą pełnić funkcję zarówno donorów, jak i akceptorów. W rezultacie związki te należy uznać za bardzo labilne syntony, wykazujące polimorfizm strukturalny [5].

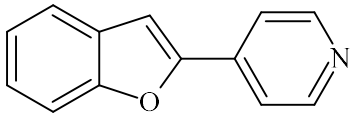
Dwuskładnikowe ko-kryształy apigeniny, luteoliny, fisetyny oraz kemferolu zostały otrzymane z zastosowaniem syntezy mechanochemicznej prowadzonej w obecności niewielkiej ilości acetonitrylu, z późniejszą rekrystalizacją. W charakterze ko-formera wykorzystano biologicznie aktywny związek – pyridaron (4-(1-benzofuran-2-ylo)pirydyna; Rys. 1b).

Rentgenowska analiza strukturalna monokryształów oraz metody spektroskopowe (FT-IR i FT-Raman) wykazały utworzenie wiązań wodorowych O–H···N z udziałem grup hydroksylowych flawonoidów i atomu azotu ko-formera.

Do oceny rozpuszczalności otrzymanych ko-kryształów wykorzystano wodę destylowaną oraz 96% etanol (v/v), będące standardowymi rozpuszczalnikami stosowanymi w preparatach farmaceutycznych i suplementach diety. Dodatkowo zastosowano modelowe roztwory buforowe odwzorowujące wybrane płyny ustrojowe, takie jak: ślina (pH 6,7), sok żołądkowy (pH 1,9), treść jelitowa (pH 6,9) oraz osocze krwi (pH 7,4). Rozpuszczalność badanych układów została określona za pomocą wysokosprawnej chromatografii cieczowej (HPLC). Wyniki analizy wskazują na istotne zwiększenie rozpuszczalności ko-kryształów w porównaniu do wolnych form flawonoidów, co potwierdza skuteczność strategii supramolekularnej w optymalizacji ich właściwości farmaceutycznych.

a) b)





R_1 = OH, R_2 = H, R_3 = H	apigenina
R_1 = OH, R_2 = H, R_3 = OH	luteolina
R_1 = H, R_2 = OH, R_3 = OH	fisetyna
R_1 = OH, R_2 = OH, R_3 = H	kemferol

Rys. 1. Wzory strukturalne: a) flawonoidów, b) ko-formera.

Należy zauważyć, że ko-krystalizacja flawonoidów z substancjami leczniczymi może prowadzić do zwiększenia rozpuszczalności farmaceutyku, co bezpośrednio przekłada się na poprawę jego biodostępności.

Literatura

[1] I. Oesterle, D. Braun, D. Berry, L. Wisgrill, A. Rompel, B. Warth, *Annu. Rev. Food Sci. Technol.*, **12** (2021) 461.
[2] A. Rana, M. Samtiya, T. Dhewa, V. Mishra1, R.E. Aluko, *J Food Biochem.*, **46** (2022) e14264.
[3] M. Sowa, K. Slepokura, E. Matczak-Jon, *CrystEngComm*, **15** (2013) 7696.
[4] G. Kuminek, F. Cao, A. Bahia de Oliveira da Rocha, S. Gonçalves Cardoso, N. Rodríguez-Hornedo, *Adv. Drug Deliv. Rev.*, **101** (2016) 143.
[5] R. Dubey, G.R. Desiraju, *IUCrJ*, **2** (2015) 402.

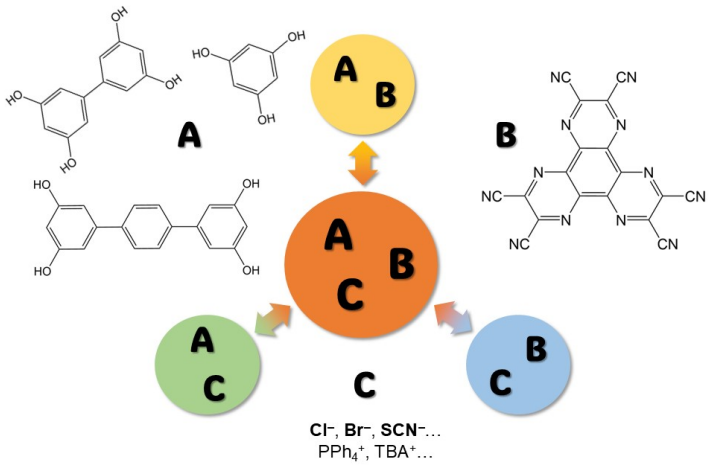
R-21

SYNTONY ANION-Π, Π-Π I WIĄZANIA WODOROWE Z UDZIAŁEM WIELOPOZYCYJNYCH RECEPTORÓW ANIONÓW – NOWA BIBLIOTEKA WIELOSKŁADNIKOWYCH KRYSZTAŁÓW I ADDUKTÓW MOLEKULARNYCH

Dorota Głosz[1,2], Aleksandra Żabińska[1], Martyna Dyczkowska[1], Joachim Grzybowski[1], Monika Srebro-Hooper[1], James G. M. Hooper[1], Tadeusz M. Muzioł[3], Robert Podgajny[1]

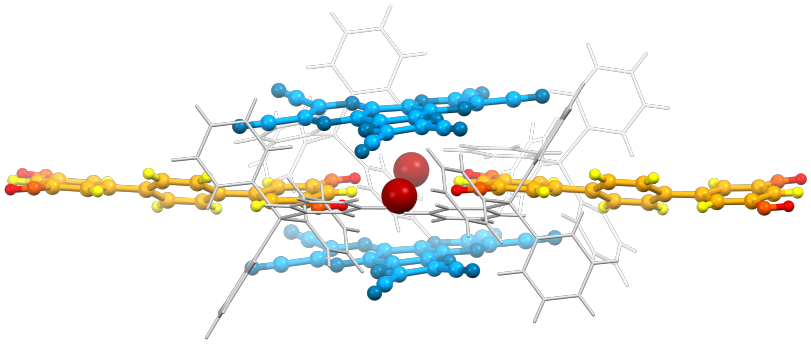
[1] *Wydział Chemii, Uniwersytet Jagielloński w Krakowie, ul. Gronostajowa 2, 30-387 Kraków*
[2] *Szkoła Doktorska Nauk Ścisłych i Przyrodniczych, Uniwersytet Jagielloński w Krakowie, ul. Łojasiewicza 11, 30-348 Kraków*
[3] *Wydział Chemii Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu, ul. Gagarina 7, 87-100 Toruń*

Badania nad wieloskładnikowymi architekturami molekularnymi dostarczają informacji o tendencji cząsteczek do agregacji i wynikających z tego dominujących syntonów supramolekularnych. Opis stosownych oddziaływań niekowalencyjnych pozwala na wyznaczenie ich hierarchii i określenie potencjału kombinatorycznego, będących istotnymi elementami projektowania układów o charakterze funkcjonalnym. W oparciu o nasze wcześniejsze badania w tym obszarze [1] oraz inspiracje badaniami innych zespołów [2], w tej prezentacji przedstawię nową unikalną bibliotekę układów wieloskładnikowych z udziałem **zestawów** koformerów, pełniących rolę wielopozycyjnych receptorów anionów, oraz prostych soli organiczno-nieorganicznych. Koformery typu A wykazujące funkcję rezorcyny (1,3-dihydroksobenzen) mogą wiązać aniony poprzez wiązania wodorowe, natomiast π-kwasowy 1,4,5,8,9,12-heksaazatrifenylen ($HAT(CN)_6$) – poprzez oddziaływania anion-π (Rys. 1).



Rys. 1. Biblioteka kryształów wieloskładnikowych opartych o addukty dwu- i trójskładnikowe z udziałem oddziaływań anion-π, wiązań wodorowych i oddziaływań π-π.

W efekcie, 5-składnikowe kryształy [kation][koformer-A][koformer-B][anion]·rozp wykazują nowe unikalne 3-składnikowe addukty supramolekularne {*koformer-A*;*koformer-B*;*anion*} łączące syntony oddziaływań anion-π, wiązań wodorowych oraz oddziaływań π-π (Rys. 2). Syntony te są w istotnym stopniu odtworzone w obrębie kryształów 5-składnikowych z udziałem różnych anionów (Cl^-, Br^-, SCN^-) oraz kationów (PPh_4^+, TBA^+), jak również w stosunku do satelickich kryształów 4-składnikowych [kation][koformer-A/B][anion]·rozp oraz 2-składnikowych [koformer-A][koformer-B].



Rys. 2. Przykładowy 3-składnikowy synton {*rez3*;*HAT(CN)*$_6$;(Br^-)$_2$} w soli ko-krystalicznej [PPh_4][rez3][HAT(CN)$_6$][Br]$_2$·2MeCN.

Charakterystyka spektroskopowa UV-Vis (CH_3CN) oraz ^1H, ^{13}C i ^{81}Br NMR (CD_3CN) wykazała istotny charakter przeniesienia ładunku anion → HAT(CN)$_6$ oraz zmienność agregacji adduktów w roztworze przy wzroście liczby składników, pozostającą w jakościowej zgodzie z obserwowanym uporządkowaniem strukturalnym w kryształach [3]. Uzyskane wyniki mogą stanowić podstawę do dyskusji hierarchii oraz konkurencyjności i/lub kooperatywności pomiędzy współistniejącymi oddziaływaniami niekowalencyjnymi, w kontekście wiązania anionów i projektowania właściwości optycznych, jak również transportu anionów.

Literatura

[1] (a) E. Kuzniak-Glanowska, J. Kobylarczyk, K. Jedrzejowska, D. Glosz, R. Podgajny, *Dalton Trans.*, **50** (2021) 10999; (b) K. Jędrzejowska, J. Kobylarczyk, D. Tabor, M. Srebro-Hooper, K. Kumar, G. Li, O. Stefanczyk, Tadeusz M. Muzioł, K. Dziedzic-Kocurek, S. Ohkoshi, R. Podgajny, *Inorg. Chem.*, **63** (2024) 1803; (c) D. Glosz, K. Jędrzejowska, G. Niedzielski, J. Kobylarczyk, J. J. Zakrzewski, J. G. M. Hooper, M. Gryl, I. O. Koshevoy, R. Podgajny, *Chem. Eur. J.*, **30** (2024) e202400797; (d) K. Jędrzejowska, J. Kobylarczyk, T. M. Muzioł, K. Dziedzic-Kocurek, O. Stefanczyk, S. Ohkoshi, R. Podgajny, *Cryst. Growth Des.*, **24** (2024) 8782.

[2] (a) H. T. Chifotides, B. L. Schottel, K. R. Dunbar, *Angew. Chem., Int. Ed.*, **49** (2010) 7202; (b) M. Rajkumar, G. R. Desiraju, *IUCr*, **8** (2021) 178; (c) T. Ono, Y. Hisaeda, *J. Mater. Chem. C*, **7** (2019) 2829; (d) S.-P. Zheng, Y.-H. Li, J.-J. Jiang, A. van der Lee, D. Dumitrescu, M. Barboiu, *Angew. Chem., Int. Ed.*, **58** (2019) 12037.

[3] Manuskrypt w przygotowaniu.

R-22

INTERKALATY TLENKU ARSENU(III): PORÓWNANIE STEREOAKTYWNOŚCI PAR ELEKTRONOWYCH ARSENU I SIŁY ODDZIAŁYWAŃ DRUGORZĘDOWYCH

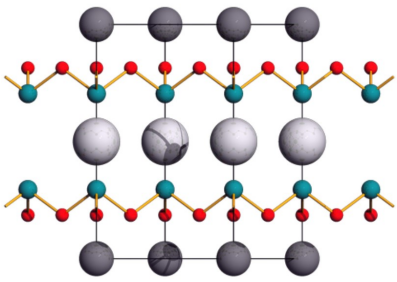
Piotr A. Guńka

Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska, ul. Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa

Tlenek arsenu(III) tworzy oprócz warstwowych odmian polimorficznych szereg związków interkalacyjnych z halogenkami i pseudohalogenkami litowców oraz amonu. Wszystkie scharakteryzowane do tej pory interkalaty za wyjątkiem interkalatu z bromkiem sodu, $NaBr{\cdot}2As_2O_3$, krystalizują w układzie heksagonalnym i zbudowane są z niepofałdowanych warstw As_2O_3 o symetrii grupy warstwowej *p6mm*. Warstwy tlenkowe rozdzielają naprzemiennie ułożone naładowane elektrycznie warstwy kationów i anionów (patrz rysunek 1). Warstwy tlenkowe obrócone są ligandami tlenkowymi w stronę kationów, zaś aniony sąsiadują z wolnymi parami elektronowymi zlokalizowanymi na atomach arsenu. Arsen tworzy w interkalatach oprócz pierwszorzędowych wiązań arsen-tlen także drugorzędowe wiązania arsen···halogen, które zlokalizowane są w położeniu *trans* względem wiązań pierwszorzędowych.

W niniejszym referacie przedstawione zostaną korelacje między aktywnością strukturalną par elektronowych arsenu i siłą oddziaływań drugorzędowych arsen···halogen. Siła wiązań opisana została na gruncie teorii walencyjności wiązań i z zastosowaniem walencyjnej entropowej liczby koordynacyjnej, a aktywność strukturalna za pomocą modelu wektorowej walencyjności wiązań [1].

Referat jest poświęcony pamięci profesora Janusza Zachary (1955-2024), mentora prelegenta i autora zastosowanego w pracy modelu wektorowej walencyjności wiązań i walencyjnej entropowej liczby koordynacyjnej.



Rys. 1. Widok struktury krystalicznej związków interkalacyjnych tlenku arsenu(III) z halogenkami potasu, rubidu i cezu $MX{\cdot}2As_2O_3$ wzdłuż kierunku [120]. Atomy arsenu, tlenu, litowca i halogenu zaznaczone są kolorem odpowiednio zielonym, czerwonym, ciemnoszarym i jasnoszarym.

Literatura

[1] M. Dąbrowski, W. Wrześniewska, A. Prystupiuk, J. Zachara, P. A. Guńka, *Cryst. Growth Des.*, **23** (2023) 6081.

R-23

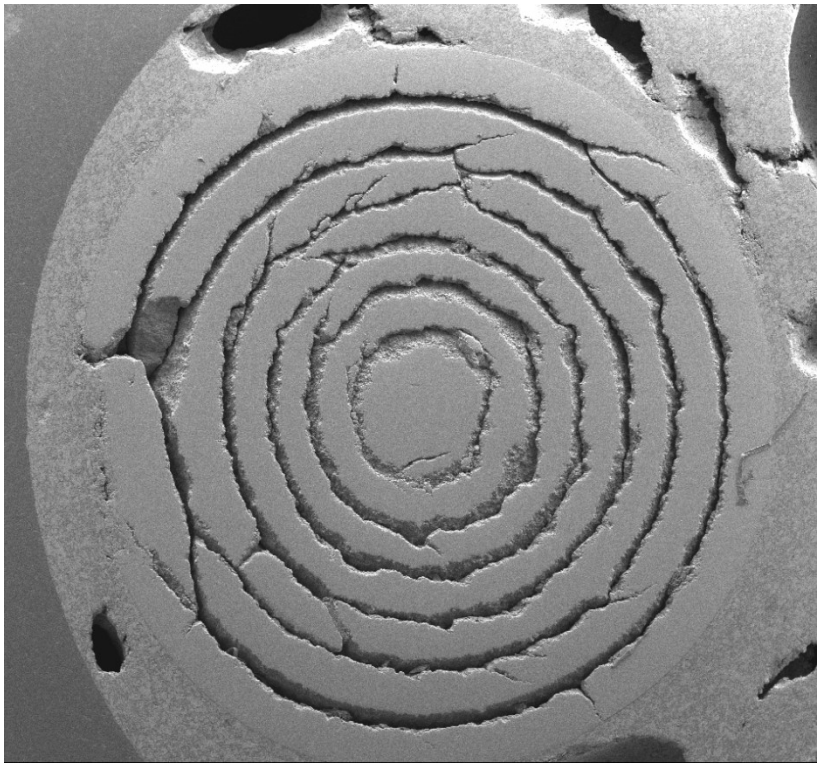
POLOWANIE NA SHREKA

Natalia Miniajluk-Gaweł, Paweł Tomaszewski

Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych, Polska Akademia Nauk, ul. Okólna 2, 50-422 Wrocław

Ogry mają warstwy.
z filmu "Shrek"

Kryształy $LaAlO_3$, czyste i z różnymi domieszkami, znane są z bogatego zestawu strukturalnych przemian fazowych. Nie są jednak znane badania próbek w postaci kulek. Okazuje się, że w takiej postaci próbki pojawiają się ciekawe zjawiska. Jednym z nich jest powstanie sferycznych i koncentrycznych warstw wewnątrz pierwotnie amorficznej kulki $LaAlO_3:Nd^{3+}$ [1].



To przypadkowe zdjęcie doprowadziło do odkrycia nieznanego w Przyrodzie zjawiska **szybkiej sekwencyjnej krystalizacji w kulce** ceramicznej. Próba opisu zjawiska poprzez poszukiwanie warunków do jego realizacji stanowi główny temat referatu. Czy udało się znalezienie temperatury takiej krystalizacji? Co jeszcze należy zbadać?

Literatura

[1] N. Miniajluk-Gaweł, B. Bondzior, A. Chudzyńska, P. J. Dereń. Application of an aerodynamic levitation method to obtain $LaAlO_3:Nd^{3+}$ glass ceramics. *J. Alloys Compd.*, **1010** (2025) 177088.

PLAKATY – SESJA A
POSTERS – SESSION A

A-1

ANALIZA STRUKTURALNA NOWYCH FORM KRYSTALICZNYCH WYBRANYCH FLAWONOIDÓW WYKAZUJĄCYCH ZWIĘKSZONĄ ROZPUSZCZALNOŚĆ

Anna Zep*[1], Arkadiusz Ciesielski[2], Anna Sadocha[2], Kamila Pruszkowska[2], Anna Rosa[1], Katarzyna Gibuła[1], Michał K. Cyrański[2], Marta Zezula[1]

[1]*Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Chemii Przemysłowej, ul. Rydygiera 8, 01-793 Warszawa*
[2]*Wydział Chemii, Uniwersytet Warszawski, ul. Pasteura 1, 02-093 Warszawa*

**e-mail: anna.zep@ichp.lukasiewicz.gov.pl*

Rozpuszczalność aktywnych składników farmaceutycznych (API) jest kluczowym czynnikiem determinującym ich biodostępność oraz skuteczność farmakologiczną. Zwiększenie rozpuszczalności leku zmniejsza dawkę wymaganą do osiągnięcia efektu terapeutycznego, co minimalizuje działania niepożądane i poprawia profil bezpieczeństwa substancji czynnej. Szacuje się, że około 40% leków dostępnych na rynku i od 70% do 90% nowo opracowanych cząsteczek chemicznych zalicza się do klas II i IV w systemie klasyfikacji biofarmaceutycznej (BCS) [1], charakteryzujących się niską rozpuszczalnością w wodzie i słabą biodostępnością [2]. Poszukiwanie nowych form krystalicznych aktywnych składników farmaceutycznych (API) oraz związków wykazujących aktywność biologiczną jest przedmiotem dużego zainteresowania zarówno badań chemicznych, jak i przemysłu farmaceutycznego.

Flawonoidy są biologicznie aktywnymi substancjami wykazującymi szereg efektów prozdrowotnych, takich jak właściwości przeciwutleniające, przeciwzapalne i przeciwnowotworowe [3]. Chociaż związki te są obiecujące pod względem skuteczności, ich niska rozpuszczalność i słaba biodostępność [4] zmniejszają ich potencjał możliwego zastosowania w formulacjach farmaceutycznych. Celem naszych badań była synteza nowych form krystalicznych wybranych flawonoidów wykazujących zwiększoną rozpuszczalność. Otrzymano szereg nowych układów uwzgledniających formy krystaliczne takie jak kokryształy, hydraty, solwaty oraz sole. Przedstawione zostaną wyniki badań strukturalnych (SC-XRD, PXRD), termicznych (DSC, TGA) oraz spektroskopowych (FTIR, FT-Raman).

Literatura

[1] ICH M9 guideline on biopharmaceutics classification system-based biowaivers, EMA/CHMP/ICH/493213/2018, 10 February 2020.
[2] A. Malaz, E. Yousef, V. R. Vangala, *Crys. Growth Des.*, **19** (2019) 7420.
[3] A. Crozier, I. B. Jaganath, M. N. Clifford, *Nat. Prod. Rep*., **26** (2009) 1001.
[4] N. Mignet, J. Seguin, M. Ramos Romano, L. Brullé, Y. S. Touil, D. Scherman, M. Bessodes, G. G. Chabot, *Int. J. Pharm*., **423** (2012) 69.

A-2

STRUCTURAL STUDIES ON TBC1D17, A CRYSTAL STRUCTURE OF THE TBC DOMAIN AND IDENTIFICATION OF ITS CONSERVED MOTIFS

Dominika Nielipińska, Agnieszka Pietrzyk-Brzezińska, Maciej Nielipiński, Bartosz Sekuła, Edyta Gendaszewska-Darmach

Instytut Biotechnologii Molekularnej i Przemysłowej, Politechnika Łódzka, ul. Stefanowskiego 2/22, 90-537 Łódź

Vehicle trafficking, occurring in every human cell, is a key process that enables the transport of proteins, nutrients, signaling molecules, and other cellular components between organelles. This process allows the cell to maintain homeostasis in response to changing extracellular conditions. Disturbance of membrane trafficking leads to many diseases, including cancer, neurodegenerative, immunological, cardiovascular, and metabolic diseases [1].

Every step of membrane trafficking, including transport, sorting of the cargo, recycling to the cell membrane, and degradation of vehicles, is controlled by Rab proteins, which are considered molecular switches of this complex process. Rabs constitute the largest superfamily of small GTPases, which, in their active, GTP-bound form, are recognized by effector proteins facilitating the processing of vesicles. After fulfilling its function, Rabs hydrolyze GTP to GDP, which is accelerated by interaction with GTPase-activating proteins (GAPs) [2].

The representative of the GAP family is TBC1D17 protein. It consists of the N-terminal Rab-binding domain (RBD) and C-terminal Tre-2, Bub2, and Cdc16 (TBC), characteristic of other GAP proteins. TBC1D17 can interact with Rab1, Rab5a-c, Rab8a, Rab21, Rab35, and Rab35 and consequently participates in Shiga toxin disposal, the regulation of endocytosis, and autophagosome formation [3, 4]. Moreover, it has been observed that TBC1D17, through interaction with Rab5a, controls the transport of glucose transporters type 4 and 1 (GLUT4 and GLUT1) to the cell membrane, which makes this protein a potential target for type 2 diabetes treatment [5]. Thus, we solved the structure of this protein and identified the conserved motifs characteristic to TBC proteins.

Research is part of the Preludium Bis-3 project (2021/43/O/NZ1/01565) financed by the National Science Centre, Poland.

Literature

[1] J. O. Agola, P. A. Jim, H. H. Ward, S. Basuray, A. Wandinger-Ness, *Clinical genetics*, **80**(4) (2011) 305–318.
[2] E. Gendaszewska-Darmach, M. A. Garstka, K. M. Błażewska, *Journal of medicinal chemistry*, **64**(14) (2021) 9677–9710.
[3] E. Fuchs, A. K. Haas, R. A. Spooner, S. Yoshimura, J. M. Lord, F. A. Barr, *The Journal of cell biology*, **177**(6) (2007) 1133–1143.
[4] V. Vaibhava, A. Nagabhushana, M. L. Chalasani, C. Sudhakar, A. Kumari, G. Swarup, *Journal of cell science*, **125**(Pt 21) (2012) 5026–5039.
[5] X. S. Rao, X. X. Cong, X. K. Gao, Y. P. Shi, L. J. Shi, J. F. Wang, C. Y. Ni, M. J. He, Y. Xu, C. Yi, Z. X. Meng, J. Liu, P. Lin, L. L. Zheng, Y. T. Zhou, *Cell death and differentiation*, **28**(12) (2021) 3214–3234.

A-3

CONNECTING GLUTAMATE AND ARGININE METABOLISM. STRUCTURES OF INTERMEDIATE FORMS OF N-ACETYLORNITHINE-GLUTAMATE ACETYLTRANSFERASE

Maciej Nielipiński[1,2], **Agnieszka J Pietrzyk-Brzezińska**[1], **Bartosz Sekuła**[1]

[1] *Institute of Molecular and Industrial Biotechnology, Faculty of Biotechnology and Food Sciences, Lodz University of Technology, ul. Stefanowskiego 2/22, 90-537 Łódź*
[2] *Interdisciplinary Doctoral School, Lodz University of Technology, ul. Żeromskiego 116,90-543 Łódź*

In order to utilize assimilated nitrogen plants process it through two metabolic pathways – glutamate and glutamine. In context of further nitrogen storage, the end-product of the glutamine pathway is carbamoyl phosphate utilized in arginine metabolism by ornithine carbamoyltransferase (OTC). The glutamate pathway ends with N-acetylornithine, an acetylated form of the OTC's other substrate. Plants obtain ornithine in two pathways – linear via N-acetylornithine deacetylase (AOD) or cycling with N-acetylornithine-glutamate acetyl transferase (NAOGAT, Fig. 1A) [1].

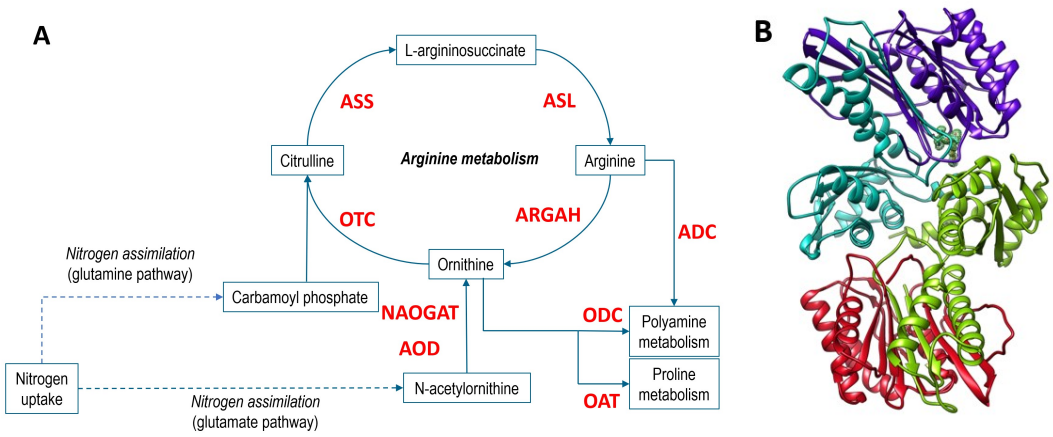


Fig. 1. A) Simplified nitrogen metabolism of plants. B) *Os*NAOGAT biological assembly.

NAOGAT is an enzyme present in bacteria, fungi and plants, not found in mammals. It belongs to Ntn-hydrolase family of enzymes, which undergoes autoprotelysis to obtain its activity [2]. An initially single protomer gets cut in half forming two tightly bound monomers, which ultimately create a characteristic dimer of dimers assembly of NAOGAT (Fig. 1B). The NAOGAT mechanism of action requires the proteolysis to happen, as the active residue is being exposed thanks to it. During the reaction an acetylated intermediate is formed [3].

While structures of enzymes producing carbamoyl phosphate are known for a long time, no structure of either NAOGAT or AOD was known. Here we present high-resolution structures of NAOGATs from *Oryza sativa* and *Zea mays* in their acetylated and liganded forms, marking first known structures of plant NAOGATS.

This project was supported by the National Science Centre, grant SONATA 2021/43/D/NZ1/00486. This work was completed when the author MN was Doctoral

A-3

Candidate in the Interdisciplinary Doctoral School at the Lodz University of Technology, Poland.

Literature

[1] G. Winter, C. D. Todd, M. Trovato, G. Forlani, D. Funck, *Front Plant Sci*, **6** (2015) 534.
[2] A. Linhorst, T. Lübke, *Cells*, **11**(10) (2022) 1592.
[3] A. Iqbal, I. J. Clifton, R. Chowdhury, D. Ivison, C. Domene, C. J. Schofield, *Org Biomol Chem*, **9**(18) (2011) 6219–6225.

A-4

STRUCTURAL ANALYSIS OF SOME AMINOALKANOLS SALTS

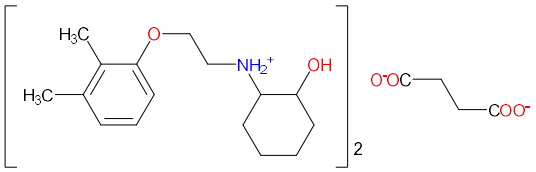
Wojciech Nitek[1], Ewa Żesławska[2], Agnieszka Kania[2], Henryk Marona[3] and Anna M. Waszkielewicz[3]

[1] *Faculty of Chemistry, Jagiellonian University, Gronostajowa 2, 30-387 Kraków*
[2] *Institute of Biology and Earth Sciences, University of the National Education Commission, Krakow, Podchorążych 2, 30-084 Kraków*
[3] *Department of Bioorganic Chemistry, Chair of Organic Chemistry, Faculty of Pharmacy, Jagiellonian University Medical College, Medyczna 9, 30-688 Krakow*

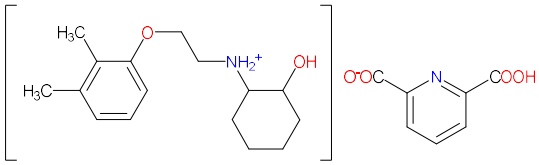
Epilepsy is a chronic neurological disorder that affects people of all ages. According to the World Health Organization (WHO), approximately 50 million people worldwide suffer from epilepsy, with 80% living in low- and middle-income countries. About three-quarters of these individuals do not receive adequate treatment [1]. Therefore, there is still a need to search for new compounds with anticonvulsant activity that are both effective and safe.

Among anticonvulsant compounds, aminoalkanol and aryloxyalkyl derivatives are of particular interest. Two such compounds, propranolol and mexiletine, are already known as cardiovascular drugs [2,3]. Our research focused on structural modifications of these compounds to enhance their anticonvulsant properties [4-7].

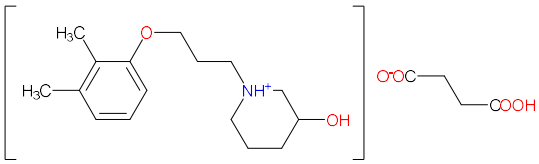
In this paper, we present the results of research aimed at the synthesis and characterization of salts of 2-((2-(2,3-dimethylphenoxy)ethyl)amino)cyclohexan-1-ol with succinic acid (compounds **1** and **1p**) and dipicolinic acid (compound **2**), as well as 1-(3-(2,3-dimethylphenoxy)propyl)piperidin-3-ol with succinic acid (compound **3**) and picolinic acid (compound **4**). The preferred geometry of the molecular ions in the crystals was determined using X-ray diffraction analysis.



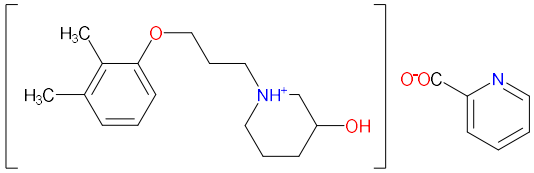
1 and 1p



2



3



4

Despite the structural differences of the presented compounds, a common feature is the presence of $NH^{+}\cdots O^{-}$ hydrogen bonds, which play a leading role in the packing of molecules in the presented crystal structures. In the case of compounds **1p**, **2** and **3**, π–π interactions are another important factor influencing the packing. It is also worth noting

that compounds **1** and **1p** are polymorphic forms. N-(2-(2,3-dimethylphenoxy)ethyl)-2-hydroxycyclohexan-1-aminium cations in these structures adopt clearly different conformations. In compound **1p**, this conformation allows the formation of cation pairs stabilized by π–π interactions.

References

[1] WHO, Fact sheets/Epilepsy, 8 February 2018.
[2] C. Chew, J. Collett, B.Singh, *Drugs*, **17** (1979) 161.
[3] W. Fischer, *Seizure J. Br. Epilepsy Assoc.*, **11** (2002) 285.
[4] A. M. Waszkielewicz, M. Cegła, E. Żesławska, *et al.*, *Bioorg. & Med. Chem.*, **23** (2015) 4197.
[5] A. M. Waszkielewicz, A. Gunia-Krzyżak, B. Powoźnik, *et al.*, *Bioorg. & Med. Chem.*, **24** (2016) 1793.
[6] K. Pańczyk, K. Pytka, M. Jakubczyk, A. Rapacz, *et al.*, *Chemistry Select*, **4** (2019) 9381–9391.
[7] W. Nitek, A. Kania, H. Marona, A. M. Waszkielewicz, E. Żesławska, *Acta Cryst. C*, **78** (2022) 14–22.

A-5

STRUCTURAL AND BIOCHEMICAL CHARACTERIZATION OF CAULIFLOWER MOSAIC VIRUS REVERSE TRANSCRIPTASE

Chandrasekaran Prabaharan[1], Małgorzata Figiel[1], Roman H. Szczepanowski[2], Krzysztof Skowronek[2], Weronika Zajko[1],Vinuchakkaravarthy Thangaraj[1], SebastianChamera[1], Elżbieta Nowak[1,3], Marcin Nowotny[1]

[1] International Institute of Molecular and Cell Biology in Warsaw, 4 Ks. Trojdena Street, Poland
[2] Biophysics and Bioanalytics Facility (IN-MOL-CELL), IIMCB, 4 Ks. Trojdena Street, Poland
[3] Preclinical Drug Development Facility (IN-MOL-CELL), IIMCB, 4 Ks. Trojdena Street, Poland

Reverse transcriptases (RTs) play a critical role in the life cycle of retroviruses and retroelements. These enzymes catalyze the conversion of single-stranded RNA into double-stranded DNA during reverse transcription [1]. RT is a single enzyme with two key activities: DNA polymerase, which synthesizes d DNA using DNA or RNA as a template, and RNase H, which specifically cleaves the RNA strand of an RNA-DNA heteroduplex formed during the replication process. The *Caulimoviridae* family represents a major class of plant viruses. Unlike retroviruses, caulimoviruses lack integrase activity, although they replicate their circular double-stranded DNA genomes by reverse transcription [2]. Interestingly, caulimoviruses are closely related to Ty3 retroelements, which have been extensively studied for their RT structure and function. However, detailed structural and biochemical information on caulimoviral RTs remains elusive.

Here we present the first crystal structure of the Cauliflower Mosaic Virus (CaMV) RT complexed with an RNA/DNA hybrid. Notably, CaMV RT forms a unique, monomeric complex with this hybrid, in contrast to the dimeric structure observed for Ty3 RT [3]. The results of the RNA-dependent DNA polymerase and DNA-dependent DNA polymerase activity assays showed that individual CaMV RT molecules are capable of performing full polymerase functions. However, our study reveals a critical requirement for a presence of a second CaMV RT molecule to transiently interact with the polymerase-competent RT to carry out RNase H cleavage of the RNA strand. Our findings provide the first comprehensive picture of the structure and function of CaMV RT and reveal a mechanism that is distinct from other well-studied RTs.

References

[1] F. Crick, *Nature*, **227** (1970) 561.
[2] T. Hohn, H. Rothnie, *Current Opinion in Virology*, **3** (2013) 621.
[3] E. Nowak, J. T. Miller, M. K. Bona, J. Studnicka, R. H. Szczepanowski, J. Jurkowski, *et al.*, *Nat. Struct. Mol. Biol.*, **21** (2014) 389.

A-6

CRYSTALLIZATION TRIALS OF SIGNALING RECEPTOR HVEM WITH PEPTIDE INHIBITOR OF HVEM/BTLA INTERACTION

Marta Orlikowska, Katarzyna Kuncewicz, Marta Spodzieja, Sylwia Rodziewicz-Motowidło

Faculty of Chemistry, University of Gdańsk, Wita Stwosza 63, 80-308 Gdańsk

The immune system constantly monitors our body looking for and trying to eliminate various hazards. Its basic role of distinguishing between "self" and "non-self" antigens is implemented through a number of relatively well-understood mechanisms. Cancer cells pose a unique challenge to the immune system due to their ability to avoid detection by the immune system. Although one might assume that due to the specific differences between cancer cells and healthy cells, the immune system would automatically recognize and attack them, the reality is more complicated. Characteristic antigens present on the surface of cancer cells should be a signal to the immune system to initiate a defense reaction. However, cancer cells have developed advanced strategies to avoid it. One such mechanism is the creation of an immunosuppressive environment. A key element of this process is the expression of different checkpoints on the surface of cancer cells. These checkpoints have the ability to inhibit lymphocyte activation, which favors tumor progression.

Many strategies have been developed for the cancer treatment. Unfortunately, most types of cancer still remain a challenge for modern oncology. Recent discoveries in cell signaling have provided a greater understanding of the biology that underlies cancer. These advances are being exploited to provide targeted drugs and new therapeutic approaches. Blocking inhibitory immune checkpoints is one of the most promising approaches to activate the immune system. By blocking the interactions between the inhibitory receptor and a ligand, it is possible to restore the normal function of T lymphocytes. Immune checkpoint therapy has gained international recognition and resulted in the Nobel Prize in Physiology and Medicine in 2018.

Herpesvirus entry mediator (HVEM), a member of the TNF-receptor superfamily, serves as a bimolecular switch in the regulation of the host's immune response. Depending on the ligand to which it binds, HVEM can activate (LIGHT, LTα) or inhibit (BTLA, CD160) the functions of the immune system [1-5]. Blocking the interaction of HVEM with BLTA/CD160 using small molecules (peptides or peptidomimetics) can be the way to stimulate the body's immune response.

In order to further explore the configuration of the complexes formed by the interaction of HVEM with potential inhibitors, large amount of HVEM protein was required. We attempted to develop the efficient method for the expression and purification of the extracellular domain of HVEM using *Escherichia coli*. Our initial attempts showed that HVEM forms inactive and insoluble aggregates. By optimizing the expression conditions, we were able to shift the balance between the amount of protein in the soluble and insoluble fractions. Three different protocols of protein renaturation were tested. Refolding was carried out on the column, by dilution, and by dialysis techniques. The obtained protein was tested for its ability to form a complex with B- and T-lymphocyte attenuator using enzyme-linked immunosorbent assay.

Initial crystallization trials were performed for active HVEM using vapor diffusion hanging drop method. Screening for initial conditions of crystallization and their optimization allowed obtaining numerous crystals, which were subjected to diffraction studies using a synchrotron radiation source. Diffraction data were successfully collected for the $HVEM^{(39-199)}$ dimer and trimer purified from the soluble fraction. Selected crystals of the $HVEM^{(39-199)}$ protein were soaked in peptide solution, an inhibitor of the formation of the HVEM/BTLA complex [6,7].

The interaction of the peptide with the obtained protein was confirmed by affinity chromatography, electrochemical impedance spectroscopy and cyclic voltammetry.

Acknowledgements: This work was supported by a grant from the Polish National Science Center No. 2016/21/D/NZ1/02777.

References

[1] N. Watanabe, M. Gavrieli, J. R. Sedy, J. Yang, F. Fallarino, S. K. Loftin, M. A. Hurchla, N. Zimmerman, J. Sim, X. Zang, T. L. Murphy, J. H. Russell, J. P. Allison, K. M. Murphy, BTLA is a lymphocyte inhibitory receptor with similarities to CTLA-4 and PD-1, *Nature Immunology*, **4** (2003) 670–679.

[2] J. R. Sedy, M. Gavrieli, K. G. Potter, M. A. Hurchla, R. C. Lindsley, K. Hildner, S. Scheu, K. Pfeffer, C. F. Ware, T. L. Murphy, K. M. Murphy, B and T lymphocyte attenuator regulates T cell activation through interaction with herpesvirus entry mediator, *Nat Immunol.*, **6** (2005) 90–8.

[3] G. Cai, A. Anumanthan, J. A. Brown, E. A. Greenfield, B. Zhu, G. J. Freeman, CD160 inhibits activation of human CD4+ T cells through interaction with herpesvirus entry mediator, *Nat Immunol.*, **9** (2008) 176–85.

[4] C. F. Ware, T. L. VanArsdale, P. D. Crowe, J. L. Browning, The ligands and receptors of the lymphotoxin system, *Curr Top Microbiol Immunol.*, **198** (1995) 175–218.

[5] S. W. Granger, C. F. Ware, Turning on LIGHT, *J Clin Invest.*, **108** (2001) 1741–2.

[6] K. Kuncewicz, C. Battin, K. Wegrzyn, A. Sieradzan, A. Wardowska, E. Sikorska, I. Giedrojc, P. Smardz, M. Pikula, P. Steinberger, S. Rodziewicz-Motowidlo, M. Spodzieja, Targeting the HVEM protein using a fragment of glycoprotein D to inhibit formation of the BTLA/HVEM complex, *Bioorg Chem.*, **122** (2022) 105748.

[7] K. Kuncewicz, C. Battin, A. Sieradzan, A. Karczynska, M. Orlikowska, A. Wardowska, M. Pikula, P. Steinberger, S. Rodziewicz-Motowidlo, M. Spodzieja, Fragments of gD Protein as Inhibitors of BTLA/HVEM Complex Formation-Design, Synthesis, and Cellular Studies, *Int J Mol Sci.*, **21**(22) (2020) 8876.

A-7

STRUCTURAL INSIGHTS INTO STABLE LIGAND COMPLEXES OF CLASS 3 L-ASPARAGINASE

Kinga Pokrywka[1], Marta Grzechowiak[1], Joanna Sliwiak[1], Paulina Worsztynowicz[1], Joanna Loch[2], Mirosław Gilski[1,3], Mariusz Jaskolski[1,3]

[1] *Institute of Bioorganic Chemistry, Polish Academy of Sciences, Noskowskiego 12/14, 61-704 Poznan, Poland*
[2] *Department of Crystal Chemistry and Crystal Physics, Faculty of Chemistry, Jagiellonian University, Gronostajowa 2, 30-387 Krakow, Poland*
[3] *Department of Crystallography, Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznanskiego 8, 61-614 Poznan, Poland*

A representative of Class 3 L-asparaginases, the inducible zinc-containing homodimeric enzyme ReAV from the nitrogen-fixing bacterium *Rhizobium etli*, is structurally and sequentially distinct from other known L-asparaginases. This unique feature positions ReAV as an attractive candidate to replace the immunogenic Class 1 asparaginases currently used in the treatment of acute lymphoblastic leukemia. Since the detailed catalytic mechanism of ReAV is not known, we conducted mutagenesis experiments of the conserved Lys138 residue from the zinc coordination sphere, generating two variants (K138A and K138H) with significantly reduced enzyme turnover numbers. Furthermore, enzyme kinetic analyses revealed that substitution of the native Zn^{2+} with Cd^{2+} cations considerably reduced the activity of both, the wild-type ReAV enzyme and its two variants, while increasing the substrate affinity at the same time. Cd^{2+} inhibition was further intensified by the metal-coordination-disrupting Lys138 substitutions. The Cd^{2+} containing K138A and K138H variants, which exhibited reduced activity but increased substrate affinity, were co-crystallized with the L-Asn substrate. The crystal structures clearly demonstrated the mode of substrate binding in the active site. Analysis of the optimal trajectory for the nucleophilic attack led to the identification of Ser48 as the catalytic nucleophile in the L-asparaginase reaction of ReAV. We propose that ReAV catalyzes the reaction via a double-displacement mechanism, in which the acyl-enzyme covalent ester intermediate formed at the first stage of the reaction is later hydrolyzed by a direct attack of an activated water molecule. Interestingly, we identified a potential allosteric site near the dimer interface, where the hydrogen bond network and crystallographic parameters confirmed the presence of L-Asp, i.e., the product of the L-asparaginase reaction. Work supported by National Science Centre (NCN, Poland) grant 2020/37/B/NZ1/03250.

A-8

STRUCTURAL STUDIES OF PSYCHROPHILIC MTA-PHOSPHORYLASE IN COMPLEXES WITH LIGANDS

Mateusz Woźniak, Anna Bujacz, Grzegorz Bujacz

Institute of Molecular and Industrial Biotechnology, Faculty of Biotechnology and Food Sciences, Lodz University of Technology, ul. Stefanowskiego 2/22, 90-537 Łódź

S-methyl-5'thioadenosine phosphorylase (MTAP) is an enzyme that forms a subgroup of the purine nucleoside phosphorylase (PNP) family. Purine nucleoside phosphorylases constitute the core of the nitrogen base recovery pathway and regulate the supply of these key molecules for all living cells, and in the case of organisms that are unable to synthesize bases *de novo*, they are the only source of this building block. Despite the high structural similarity within the family, especially highly conserved α-β fold, there are fundamental differences at the sequence level determining the substrate specificity of the subgroup. Studies indicate that the biologically active forms are either trimeric or hexameric. Hexamers are distinguished by broader substrate specificity and have been observed mainly in thermophilic and parasitic organisms [1, 2].

MTAPs are enzymes specialized for the degradation of the modified nucleoside S-methyl-5'-thioadenosine (MTA). MTA is a byproduct of the synthesis reaction of many polyamines, where S-adenosylmethionine donates an aminopropyl group. The binding of a nucleoside and a phosphate ion at the active center induces significant conformational changes within the two flexible loops. The phosphate ion acting as a nucleophile on the anomeric carbon of ribose ring release adenine and forms S-methyl-5'-thio-α-D-ribose 1-phosphate. Adenine can be used in the purine recovery pathway, while sugar containing a sulfur atom in its structure becomes the substrate of the methionine salvage pathway (MSP). Methionine synthesis and sulfur assimilation are energetically costly processes, and the system for methionine recovery and regulation of its supply appears to be a major evolutionary achievement associated, among other things, with the speciation of the MTAP subgroup of the PNP phosphorylase family [3].

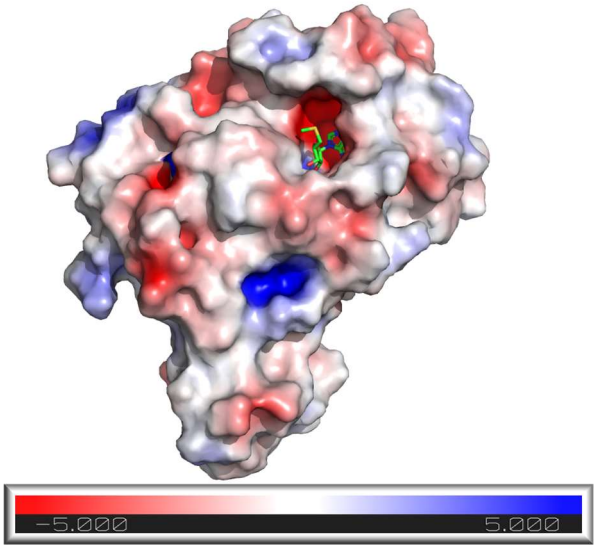


Fig. 1. Electrostatic charge distribution of the MTAP monomer in complex with MTA.

A-8

In the current study, we obtained crystal structures of a cold-adapted MTAP from an Antarctic metagenomic library in complexes with several ligands. Structures of complexes were solved using Molecular replacement with native MTAP as a model [4].

High-quality X-ray diffraction data of MTAP with: PO_4^{3-}, PO_4^{3-} and adenine, SO_4^{2-} (a phosphate mimicking ion) and MTA (Fig. 1), as well as with mutated key amino acids enzyme allow us to describe structural changes of the active center, compare the mechanism with other members of purine nucleoside phosphorylase family studied so far, and highlight adaptations of the cold-labile enzyme.

References

[1] M. J. Pugmire, S. E. Ealick, *Biochem J.*, **361**(1) (2002) 1–25.
[2] J. Del Arco, J. Fernández-Lucas, *Appl Microbiol Biotechnol.*, **102** (2018) 7805–7820.
[3] I. A. Il'icheva, K. M. Polyakov, S. N. Mikhailov, *Biomolecules*, **10**(4) (2020) 552.
[4] P. Bartasun, H. Cieślinski, A. Bujacz, A. Wierzbicka-Woś, J. Kur, *PLoS One*, **8**(1) (2013) e55697.

A-9

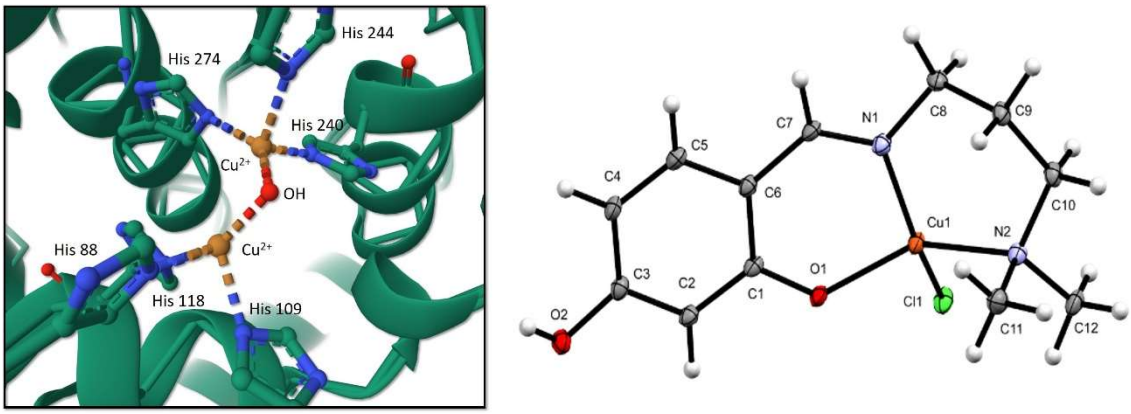
KOMPLEKSY ŻELAZA(III) I MIEDZI(II) JAKO BIOMIMETYKI OKSYDAZ KATECHOLOWYCH

Karolina Kałduńska, Anna Kozakiewicz-Piekarz, Andrzej Wojtczak

Katedra Chemii Biomedycznej i Polimerów, Wydział Chemii Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu, Gagarina 7, 87-100 Toruń

Katechol i jego pochodne stanowią ważną grupę związków chemicznych wykorzystywanych w wielu obszarach przemysłu, m.in. jako składniki wywoływaczy fotograficznych, inhibitory procesów polimeryzacyjnych, dodatki do smarów oraz półprodukty w syntezie farmaceutyków. Związki te, w wyniku intensywnej działalności antropogenicznej, są coraz częściej identyfikowane jako zanieczyszczenia środowiska wodnego [1]. Ich struktura aromatyczna warunkuje dużą trwałość chemiczną i odporność na naturalne procesy degradacyjne, a także sprzyja bioakumulacji. Dodatkowo, katechol został sklasyfikowany przez Międzynarodową Agencję Badań nad Rakiem (IARC) jako związek możliwie rakotwórczy dla ludzi (grupa 2B), co potęguje potrzebę opracowania skutecznych i selektywnych metod jego konwersji [2].

W przyrodzie za rozkład pirokatechin odpowiadają metaloenzymy zawierające jony metali przejściowych w centrach aktywnych, stabilizowane wiązaniami z resztami aminokwasowymi. Enzymy te charakteryzują się wysoką aktywnością, jednak prowadzona przez nie kataliza jest ograniczona optymalnymi warunkami aktywności enzymatycznej. Dobrą alternatywą są biomimetyczne kompleksy metali d-elektronowych, które swoją budową odwzorowują otoczenie jonów miedzi(II) będących kofaktorami oksydaz katecholowych (**Rys.1**). Biomimetyki cechują się porównywalnymi właściwościami katalitycznymi oraz większą stabilnością w szerszym zakresie temperatury oraz pH środowiska. Ich zastosowanie jako katalizatorów w procesach degradacji fenoli stanowi obiecującą strategię w inżynierii środowiska, umożliwiając efektywną neutralizację trwałych zanieczyszczeń organicznych w warunkach, w których enzymy natywne tracą aktywność [3].



Rys.1. Centrum aktywne oksydazy katecholowej w natywnej utlenionej formie Cu(II)-Cu(II) (kod PDB: 1BT1) (lewa) i kompleks miedzi(II) z ligandem N,O-donorowym (prawa).

A-9

Jako analogi centrum aktywnego oksydaz katecholowych (OK), zaprojektowano i zsyntetyzowano ligandy N,O-donorowe, które zostały skompleksowane w biomimetyczne związki miedzi(II) i żelaza(III) (**Rys.1**). Dla otrzymanych monokryształów wykonano niskotemperaturowe badania strukturalne na dyfraktometrze XtaLAB Synergy-S firmy Rigaku. Otrzymane dane przeprocesowano, wykorzystując oprogramowanie CrysAlisPro [5], struktury rozwiązano metodami bezpośrednimi i udokładniono przy użyciu pakietu programów SHELX-2017 [6]. Ponadto dla otrzymanych monokryształów kompleksów żelaza(III) i miedzi(II) wykonano badania aktywności katalitycznej. Wykonane testy potwierdziły, że otrzymane biomimetyki przekształcają katechole zgodnie z mechanizmem analogicznym do działania oksydaz katecholowych, a produktem jest pochodna chinonowa.

Literatura

[1] G. Lofrano, L. Rizzo, M. Grassi, V. Belgiorno, *Desalination*, **249** (2009) 878.
[2] International Agency for Research on Cancer, *IARC Monographs on the Evaluation of the arcinogenic Risk of Chemicals to Humans*, **71** (1999).
[3] K. Kałduńska, A. Kozakiewicz-Piekarz, M. Wujak, A. Wojtczak, *Materials*, **14** (2021) 3250.
[4] T. Klabunde, C. Eicken, J.C. Sacchettini, B. Krebs, *Nature Structural&Molecular Biology*, **5** (1998) 1084.
[5] Oxford Diffraction Ltd. CrysAlisPro. CrysAlisPro 2010.
[6] G. M. Sheldrick, *Acta Cryst. C*, **71** (2015) 3–8.

A-10

ZASTOSOWANIE METODY UPLC-UV DO BADAŃ ROZPUSZCZALNOŚCI I PRZENIKALNOŚCI NOWYCH KOKRYSZTAŁÓW GENISTEINY Z KOFORMERAMI ZAWIERAJĄCYMI PIERŚCIEŃ PIRYDYNOWY

Anna Rosa[1], Katarzyna Gibuła[1], Arkadiusz Ciesielski[2], Anna Sadocha[2], Michał K. Cyrański[2], Anna Zep[1], Marta Zezula[1]

[1] Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Chemii Przemysłowej, ul. Rydygiera 8, 01-793 Warszawa
[2] Wydział Chemii, Uniwersytet Warszawski, ul. Pasteura 1, 02-093 Warszawa
anna.rosa@ichp.lukasiewicz.gov.pl

Farmaceutyczne zastosowanie genisteiny jest przedmiotem wielu badań medycznych. Jednak niska rozpuszczalność w środowisku wodnym wpływa na jej niską biodostępność [1]. Na podstawie Systemu Klasyfikacji Biofarmaceutycznej (BCS) genisteina zaliczana jest do II klasy [2]. Zwiększenie rozpuszczalności możliwe jest dzięki kokrystalizacji. Zastosowanie kokryształów substancji farmaceutycznie czynnej może pozwolić na zmniejszenie dawek przyjmowanych leków oraz zmniejszyć częstotliwość przyjmowania leku [3].

Celem przeprowadzonych badań była synteza nowych, farmaceutycznie akceptowalnych kokryształów genisteiny, które będą wykazywały wyższą rozpuszczalność w wodzie i wyższą przenikalność przez błony komórkowe.

Do określenia czystości chemicznej, stabilności oraz oznaczenia zawartości substancji aktywnej w kokrysztale opracowano selektywną metodę ultraszybkiej chromatografii cieczowej w układzie odwróconych faz z detekcją UV-VIS (UPLC-UV-VIS). Pozwoliła ona także na przeprowadzenie badań rozpuszczalności i przenikalności w różnym zakresie pH, zgodnie z wytyczną Europejskiej Agencji Leków (EMA) i Światowej Organizacji Zdrowia (WHO) [4, 5].

Opracowano czułą metodę UPLC-UV (LOD~20 ng/ml) charakteryzującą się odpowiednią rozdzielczością (Rs>1,5), akceptowalną symetrią pików (As<1,8) pochodzących od genisteiny i kofomerów zgodnie z wytycznymi ICH i Farmakopei Europejskiej [6,7]. Czynnikiem determinującym retencję i rozdzielenie na fazach odwróconych była polarność izomerów lutydyny, które eluowały w czasie martwym (t_M) w przeciwieństwie do bardziej hydrofobowej genisteiny. Opracowane warunki metody UPLC-UV, dobór odpowiedniego pH fazy ruchomej i fazy stacjonarnej pozwoliły na oznaczenie analitów oraz uzyskanie współczynnika retencji (k) w zakresie 5-6,5 dla izomerów kofomerów oraz k~4 dla genisteiny.

Literatura

[1] P. J. Chupas, M. F. Ciraolo, J. C. Hanson, C. P. Grey, *J. Am. Chem. Soc.*, **123** (2001) 1694. W. Jian-Guo, Juan Ge, Y.-P. Zhang, Y. Yu, X.-Y.Zhang, *Solubility of Genistein in Water, Methanol, Ethanol, Propan-2-ol, 1-Butanol, and Ethyl Acetate from (280 to 333) K*, *J. Chem. Eng. Data*, **55**(11) (2010) 5286–5288.
[2] ICH: M9 Biofarmaceutics Classification System-Based Biowawers, Guidance for Industry: May 2021.
[3] Agnieszka Sokal, Edyta Pindelska, *Cocrystals – a new drug form, Biul. Wydz. Farm. WUM*, **5** (2013) 37–41.

[4] EMA; Guideline on the investigation of bioequivalence, CPMP/EWP/QWP/1401/98 Rev. 1, London, 20 January 2010.
[5] WHO Expert Committee on Specifications for Pharmaceutical Preparations: fifty-third report, Annex 4, ISBN 978-92-4-121028-7.
[6] European Directorate for the Quality of Medicines & HealthCare, EDQM), *European Pharmakopoeia 11.6*, *Chapter 2.2.46*. *Chromatographic separation techniques,* 01/2025:20246.
[7] International Council for Harmonisation of Technical Requirements for Pharmaceuticals for Human Use, ICH Q2(R2), *Guideline on validation of analytical procedures.*

A-11

HIGH PRESSURE STUDY ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF TRIS(PENTAFLUOROPHENYL)BORANE, A PADDLE-WHEEL COMPLEX

Jan Dorna*, Andrzej Katrusiak, Szymon Sobczak

Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań, Poland

**e-mail: jandor1@st.amu.edu.pl*

Tris(pentafluorophenyl)borane, known as BCF (Figure 1), is a popular Lewis acid thanks to its high acidity combined with sufficient stability [1]. Its structure of "paddle-wheel", consisting of bulky, electronegative perfluorophenyl ligands around the boron center makes it a prominent component in FLP chemistry. Frustrated Lewis Pairs are compositions of sterically hindered base and acid – due to its unsaturated reactivity they are currently in the spotlight as catalytic agents free of heavy-metals. They offer acceleration of reactions surpassing that of conventional catalysts. They are used particularly in the field of hydrogenation, but not only [2-4]. Investigation of conditions-structure dependency in this class of materials seems to be promising since there is a simple linkage between the conformation of the BCF molecule and its chemical properties.

BCF single crystals were investigated under variable temperature and high-pressure conditions using single-crystal X-ray diffraction, complemented by Raman spectroscopic measurements and basic DFT calculations. The experiments are designed to uncover structural deformations and changes in intermolecular interactions and in the end to determine the Lewis acidity of BCF and its contribution to FLP in variable conditions.

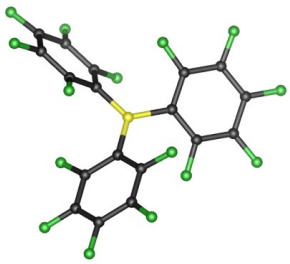


Fig. 1. "Paddle-wheel" structure of the BCF molecule. Colour code: boron - yellow, carbon - black, fluorine - green.

Literature

[1] A. G. Massey, A. J. Park, *Journal of Organometallic Chemistry*, **2** (1964) 245.
[2] D. Stephan, G. Erker, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **49** (2010) 46.
[3] S. Tamke, Z.-W. Qu, N. A. Sitte, U. Flörke, S. Grimme, J. Paradies, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **55** (2016) 4336.
[4] J. Paradies, *Coordination Chemistry Reviews*, **380** (2018) 170.

A-12

X-RAY STRUCTURAL ANALYSIS OF UNIQUE POLYMORPH OF ACETYLENE-GOLD(I)-PHOSPHINE UNDER VARIABLE TEMPERATURE AND PRESSURE CONDITIONS

Alicja Prężyna, Aleksandra Zwolenik, Anna Makal

Biological and Chemical Research Centre, Faculty of Chemistry, University of Warsaw, Żwirki i Wigury 101, 02-089 Warsaw

Gold(I) complexes have attracted extensive research interest in recent years, particularly regarding the relationship between the existence and nature of Au···Au interactions and the physical and photophysical properties of the resulting materials. These compounds hold great potential for applications in pressure sensors, light sensors, and optoelectronic devices [1].

PirEt mono is one of the stable polymorphs of acetylene-gold(I)-phosphine. Unlike other polymorphs of this compound, it does not exhibit aurophilic interactions, and its crystal structure consists of isolated molecules with two different ligands. This unique characteristic makes it an ideal reference for studying the properties of other polymorphs. However, a comprehensive understanding of its intrinsic behaviour is necessary before making further comparisons. To achieve this, a series of variable-temperature and high-pressure X-ray diffraction experiments were conducted.

This compound crystallises as a twin in the monoclinic system, which poses significant challenges for data processing, particularly in high-pressure experiments. To improve data completeness, the crystal was oriented in a diamond anvil cell following the procedure described by Tchoń et al. [2], showed on Fig. 1. This approach, along with the appropriate data reduction for a twinned compound, enabled a series of experiments in the pressure range up to 2.0 GPa and the temperature range from 100 to 310 K. The study revealed anomalous behaviour of this compound under both temperature and pressure variations, highlighting its complex structural response to external stimuli.

Fig. 1. Single crystal of PirEt mono oriented on a drop of glue on a diamond from diamond anvil cell.

Literature

[1] N. Mirzadeh, S. H. Privér, A. J. Blake, H. Schmidbaur, S. Bhargava, *Chemical Reviews*, **120** (2020) 7551–7591.
[2] D. Tchoń, A. Makal, *IUCrJ*, **8** (2021) 1006–1017.

This study was financially supported by the National Science Centre Poland (grant No. DEC-2021/41/B/ST4/02760 awarded to AM).

A-13

SYMMETRIZATION OF STRONG HYDROGEN BOND UNDER HIGH PRESSURE IN BIHYDROXIDE-ION-CONTAINING $NaCu_2(SO_4)_2 \cdot H_3O_2$ REVEALED BY EXPERIMENTAL CHARGE DENSITY AND SINGLE CRYSTAL ELECTRON AND NEUTRON DIFFRACTION STUDY

Piotr Rejnhardt[1], Roman Gajda[1], Magdalena Woińska[1], Jan Parafiniuk[2], Gerald Giester[3], Ronald Miletich[3], Yan Wu[4], Tomasz Poręba[5], Mohamed Mezouar[5], Szymon Sutuła[6], Tomasz Góral[6], Przemysław Dera[7], Krzysztof Woźniak[1]

[1] Department of Chemistry, University of Warsaw, Pasteura 1, Warszawa, 02-089, Poland
[2] Department of Geochemistry, Faculty of Geology, University of Warsaw, Żwirki i Wigury 93, 02-089, Warszawa, Poland
[3] Department of Mineralogy and Crystallography, University of Vienna, Josef-Holaubek-Platz 2, Vienna A-1090, Austria
[4] Neutron Scattering Division, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee 37831, USA
[5] ID27 High Pressure Beamline, European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), 71 avenue des Martyrs, 38000 Grenoble, France
[6] Centre of New Technologies, University of Warsaw, S. Banacha 2c, 02-097, Warsaw, Poland
[7] Hawai'i Institute of Geophysics and Planetology, University of Hawai'i at Manoa, 1680 East-West Road, Honolulu, HI 96822, USA

The hydrogen bond symmetrization leads to a change in bulk modulus [1], seismic wave velocities [1], proton mobility and plays a primary role in the high temperature superconductivity [2], but its characteristics are not well understood due to lack of systematic studies and limitations of experimental methods sensitive to this subtle change. In this work we present the most detailed study of pressure-induced hydrogen bond symmetrization process reported so far, utilizing for the first time single crystal electron and neutron diffraction methods to investigate this phenomenon along with experimental charge density analysis based on synchrotron X-ray diffraction data. On the way to the symmetrical H-bonding, natrochalcite mineral undergoes a series of complex redistributions of electron density which we traced with multipole refinement and detailed analysis of changes in the Laplacian of electron density values (Fig. 1a). The neutron diffraction experiment clearly indicated that hydrogen bond symmetrization takes place at ~1.6 GPa and it is in the perfect agreement with the results from multipole refinement against X-ray data. Two symmetrically dependent maxima peaks between oxygen atoms and ordered H-atom visible on both maps (Fig. 1b) are associated with localization of bonding electron pairs between the O(4) and H(4B) atoms. It shows that symmetric H-bond under high pressure conditions has unusually strong covalent character and its formation can have significant influence on physical properties of mineral structures under conditions in the Earth's mantle. The recent development of dynamical and kappa refinement for electron diffraction (ED)

data demonstrate that combining these methods enables precise and accurate location of hydrogen atoms in single crystals even for inorganic materials [3]. Calculated residual Fourier density maps for the plane parallel to the bihydroxide ion obtained with the kappa model of natrochalcite without H(4B) atom refined against electron diffraction data revealed two symmetrically dependent electron density maxima around inversion centre between oxygen atoms which are associated with disordered nature of H(4B) atom at atmospheric pressure.

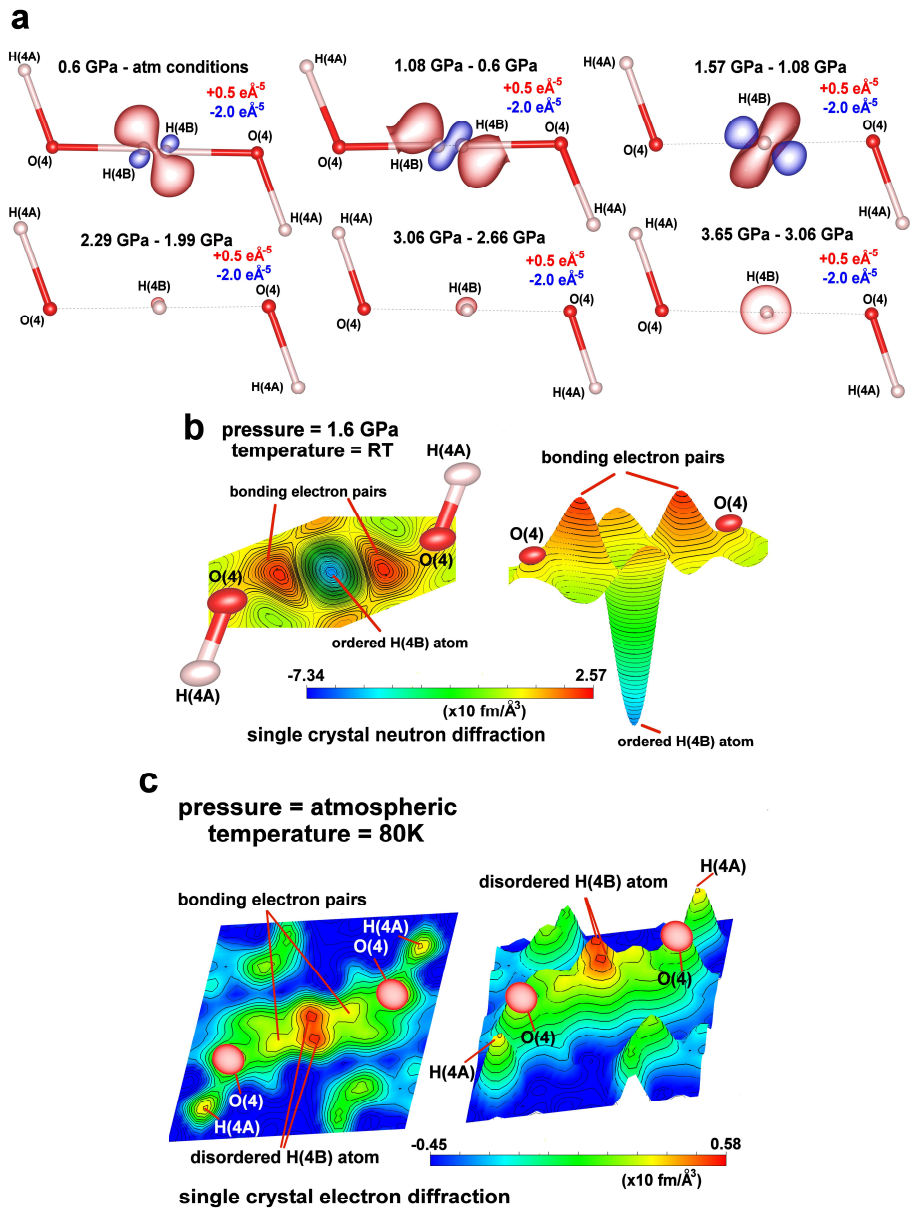


Fig. 1. (a) 3D maps of differences in negative Laplacian values for the H(4B) atom. (b) Difference Fourier maps calculated using the model without hydrogen atom H(4B) refined against neutron data at 1.6 GPa. (c) Difference Fourier maps in the plane parallel to the bihydroxide ion calculated using the kappa model without hydrogen atom H(4B).

References

[1] A. Sano-Furukawa *et al.*, *Scientific Reports*, **8**(1) (2018) 1–9.
[2] I. Errea *et al.*, *Nature*, **532**(7597) (2016) 81–84.
[3] L. Palatinus *et al.*, *Science*, **355**(6321) (2017) 166–169.

A-14

4,4'-AZOPYRIDINE AND FUMARIC ACID COCRYSTAL UNDER PRESSURE

Bugra Atam, Ewa Patyk-Kaźmierczak

Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz Univeristy in Poznań, ul. Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań

Modification of the composition by the formation of multicomponent crystals can be a relatively straightforward way to tailor the physicochemical properties of the solid materials [1]. To design the composition of multicomponent crystals, it is crucial to analyse the functional groups present in the molecules of all components and to establish whether they can form synthons and a complementary hydrogen-bonding network [2]. Consequently, compounds capable of forming Brønsted-Lowry acid-base pairs are frequently chosen, which can crystallize together either as a cocrystal or a salt. The final outcome of the crystallization can be predicted to some extent by the empirical ΔpK_a rule, where for ΔpK_a ($\Delta pK_a = pK_a$ [protonated base] − pK_a [acid]) values higher than 2 or 3, we expect a salt to be formed, while for lower values, the probability of cocrystal formation is higher [3]. More precise ΔpK_a limits were established based on the statistical analysis of almost 6500 structures of ionized and non-ionized acid–base pairs deposited in the Cambridge Structural Database [4], with a follow-up study revealing those limits to strongly depend on the crystal packing and molecular structure [5]. Moreover, even if two compounds form cocrystal at atmospheric pressure, it is possible to transform it into salt by means of compression and inducing proton-transfer reactions in the solid state [6]. A recent study even revealed an inverse relationship between the pressure required to induce such a transformation and the value of ΔpK_a [7]. Still, the low number of multicomponent crystals investigated under high pressure did not allow for establishing the precise correlation, and further study of similar systems is needed.

In this communication, we present results of the high-pressure investigation of a cocrystal based on 4,4'-azopyridine (AZO) and fumaric acid (FUM) in order to further explore the phenomenon of pressure-induced proton transfer and the effect of compression on O–H···N hydrogen bonds. The AZO·FUM cocrystal was selected due to the bidentate nature of the coformers and the possibility of two proton-transfer reactions occurring between the AZO and FUM molecules, each associated with a different value of ΔpK_a. The results obtained from this high-pressure investigation will be discussed in the context of multicomponent crystals previously investigated under high pressure.

The funding from National Science Centre, Poland (grant No. UMO-2020/39/D/ST4/00260) is kindly acknowledged.

Literature

[1] O. N. Kavanagh, *J. Control. Release,* **369** (2024) 1.
[2] D. Braga, L. Brammer, N. R. Champness, *CrystEngComm,* **7** (2005) 1–19.
[3] P. H. Stahl, C. G. Wermuth, *Handbook of Pharmaceutical Salts: Properties, Selection and Use.* (2002) Weinheim: VHCA: Wiley-VCH.
[4] A. J. Cruz-Cabeza, *CrystEngComm,* **14** (2012) 6362.
[5] A. J. Cruz-Cabeza, M. Lusi, H. P. Wheatcroft, A. D. Bond, *Faraday Discuss.*, **235** (2022) 446.
[6] E. V. Boldyreva, *Z. Kristallogr*, **229** (2014) 236.
[7] E. Patyk-Kaźmierczak, F. Izquierdo-Ruiz, A. Lobato, M. Kaźmierczak, I. Moszczyńska, A. Olejniczak, J. M. Recio, *IUCrJ*, **11** (2004) 168.

A-15

X – RAY DIFFRACTION INVESTIGATIONS OF $(TPM)_2SnI_4$ PEROVSKITE UNDER HYDROSTATIC PRESSURE

Magdalena Wietrzyńska[1], Rafał Bartoszewicz[1], Łukasz Przypis[1], Artyr Herman[1], Jarosław Serafińczuk[2], Robert Kudrawiec[1]

[1] Department of Semiconductor Materials Engineering, Wroclaw University of Science and Technology, Wyb. Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław, Poland
[2] Department of Nanometrology, Wroclaw University of Science and Technology, Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wroclaw, Poland

Due to their optical properties, organometal halide perovskites can be effective light emitters of the new generation. These materials give an opportunity to tune the emitting spectra in a wide range and maintain the costs of production at the same time. For that reason, attempts to find proper structures that emit blue, green, and red radiation have been undertaken. Today, LEDs based on 3D perovskites and QD quantum dots achieved external quantum efficiency greater than 20%, and, moreover, the materials of quasi-2D perovskites give more promising results [1]. Unfortunately, most of the low-dimensional perovskites structures are based on toxic lead, which is the major restriction in the commercialisation of LED perovskites LED. Therefore, it is necessary to investigate new perovskite materials that efficiently emit red radiation.

Herein we investigate $(TPM)_2SnI_4$ $(TPM = C_4SH_3CH_2NH_3)$ with the band gap of 1.80 eV [2] by using X-ray diffraction technique under different hydrostatic pressure from 0 to 3 GPa. The investigations were carried out on a Malvern-Panalytical Empyrean powder diffractometer, equipped with a diamond anvil cell. The measurements were performed using a molybdenum X-ray tube giving radiation of length λ Kα_1 = 0.709319. The results obtained showed a rapid change in the lattice parameters of the perovskite unit cell at 2GPa. These results confirm the phase transition of the material observed in the optical spectroscopy investigations results.

Literature

[1] J. Jiang, Z. Chu, Z. Yin, J. Li, Y. Yang, J. Chen, J. Wu, J. You, X. Zhang, Red Perovskite Light-Emitting Diodes with Efficiency Exceeding 25% Realized by Co-Spacer Cations. *Advanced Materials*, **34** (2022) 2204460.

[2] M. Jung, The red light emission in 2D $(C_4SH_3CH_2NH_3)_2SnI_4$ and $(C_4OH_7CH_2NH_3)_2SnI_4$ perovskites, *Dalton Transactions*, **50** (2021) 10261–10274.

A-16

THE EFFECT OF THE POSITION OF THE PYRIDINE NITROGEN ON THE COORDINATION MODE OF HYDRAZONE LIGANDS

Neda Heydari[1], Anna Kozakiewicz-Piekarz[2], Rahman Bikas[1]

[1] *Department of Chemistry, Faculty of Science, Imam Khomeini International University, 34148-96818, Qazvin, Iran*
[2] *Department of Biomedical and Polymer Chemistry, Faculty of Chemistry, Nicolaus Copernicus University in Toruń, Toruń, Poland*

Hydrazones are an important class of ligands in the Schiff base family, which contain the –C(=O)−NH−N=C unit in their structure. These compounds are effective and flexible ligands in coordination chemistry, and they can coordinate to a wide range of transition metal ions [1]. The structure of the substituents connected to the hydrazone unit considerably affects the coordination mode of hydrazones and the structure of the final product [2]. Here, we report the synthesis, crystal structure, and Hishfeld surface analysis of two Mn(II) complexes with hydrazone ligands obtained from the reaction of 2-imidazolecarboxaldehyde with 2-pyridinecaboxylic acid hydrazide and 4-pyridinecaboxylic acid hydrazide. The Mn(II) complexes were characterized by spectroscopic methods and single-crystal X-ray analysis. Structural studies indicated that the position of the nitrogen atom of the pyridine ring connected to the hydrazone unit has a considerable effect on the coordination mode of the ligand and also on the intermolecular interactions in the structure of the products. Thus, the Hirshfeld surfaces (HS) analysis was employed to explore the non-covalent interactions and the contribution of contacts within the structures of complexes. Based on the d_{norm} surface, the red regions correspond to the hydrogen bond interactions such as C−H···N, N−H···N, O−H···O, N−H···O and C−H···O interactions in the structure of complex **1** (Fig. 1a) and C−H···O, N−H···O, N−H···Cl and C−H···Cl interactions in the structure of **2** (Fig. 2a). The shape index surface of **1** and **2** (Figs. 1b and 2b), verify the presence of π···π stacking interactions in these structures. The flat regions on the aromatic ring within the curvedness surface (Figs. 1c and 2c) confirm π···π interactions.

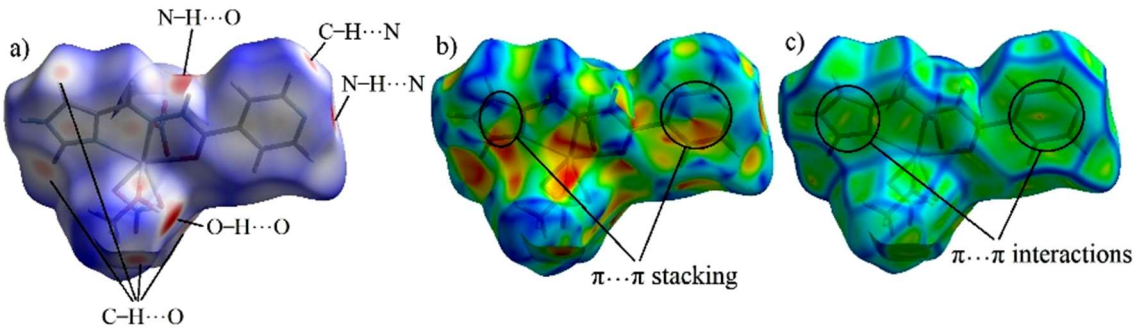


Fig. 1. Hirshfeld surface analysis of complex **1** a) d_{norm}, b) shape index c) curvedness.

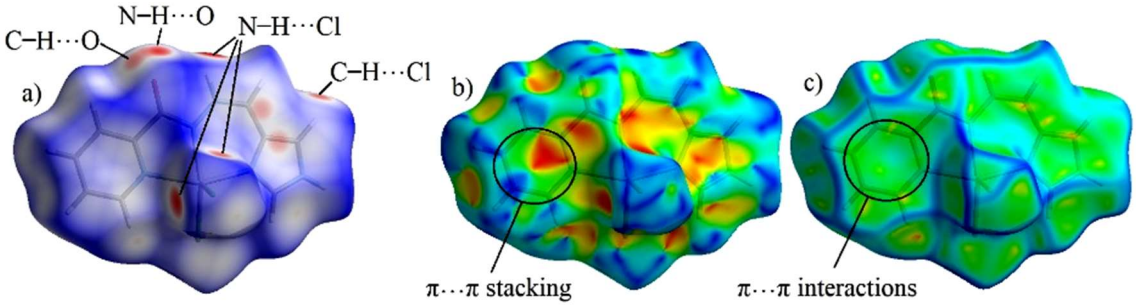


Fig. 2. Hirshfeld surface analysis of complex **2** a) d_{norm}, b) shape index c) curvedness.

Literature

[1] H. Kargar, M. Fallah-Mehrjardi, K.S. Munawar, *Coord. Chem. Rev.*, **501** (2024) 215587.
[2] Z. Zabihollahi, R. Bikas, M. Hossaini-Sadr, A. Kozakiewicz-Piekarz, B. Soltani, *J. Mol. Struct.*, **1265** (2023) 133356.

A-17

SYNTHESIS, CRYSTAL STRUCTURE, AND HIRSHFELD SURFACE ANALYSIS OF DINUCLEAR ZIRCONIUM COMPLEX

Neda Heydari[1], Maja Mielcarz[2], Anna Kozakiewicz-Piekarz[2], Rahman Bikas[1]

[1] Department of Chemistry, Faculty of Science, Imam Khomeini International University, 34148-96818, Qazvin, Iran
[2] Department of Biomedical and Polymer Chemistry, Faculty of Chemistry, Nicolaus Copernicus University in Toruń, Toruń, Poland

Hydrazones are flexible Schiff base ligands that have been widely used in preparing transition metal complexes [1]. Considering the literature, including the CCDC database, indicates that, surprisingly, there is no report about the structure of hydrazones with zirconium. This report describes the synthesis and crystal structure of the first dinuclear Zr(IV)-hydrazone complex. The complex was obtained by the reaction of $ZrCl_4$ with a dihydrazone ligand in methanol. Structural studies indicated that the Zr(IV) ion is eight-coordinated and its coordination environment is created by the coordination of two ONO-donor chelating unit of the hydrazone ligand and two methanol molecules. Hirshfeld surface (HS) analysis was used to investigate the interactions in the structure of the Zr-complex. The Hirshfeld surfaces of Zr-complex mapped with a) d_{norm}, b) shape index and c) curvedness are shown in Fig. 1. The d_{norm} Hirshfeld surface (Fig. 1a) indicates the interaction between the closer atoms outside the surface (d_e) and inside the surface (d_i). The d_{norm} Hirshfeld surface shows the red spots, which are related to the close proximity, such as C−H···O, C−H···N, and O−H···O contacts. The shape index Hirshfeld of the Zr-complex (Fig. 1b) indicates the presence of π···π stacking interactions. The curvedness of the Hirshfeld surface of the Zr-complex (Fig. 1c) includes three flat areas on the aromatic rings, which show the presence of π···π interactions. The fingerprint plots and the contribution of some main contacts are shown in Fig. 2. The fingerprint plots indicate that H···H contacts have the most contribution (56.2%), and the contribution of O···H and C···C contacts are 11.4% and 4.1%, respectively.

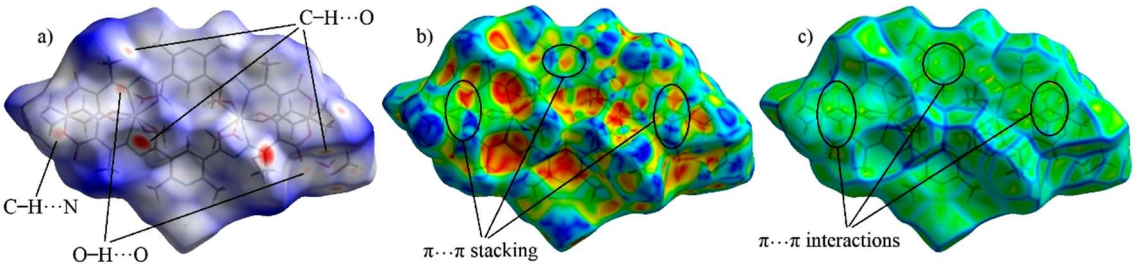


Fig. 1. Hirshfeld surface analysis of Zr-complex a) d_{norm}, b) shape index c) curvedness.

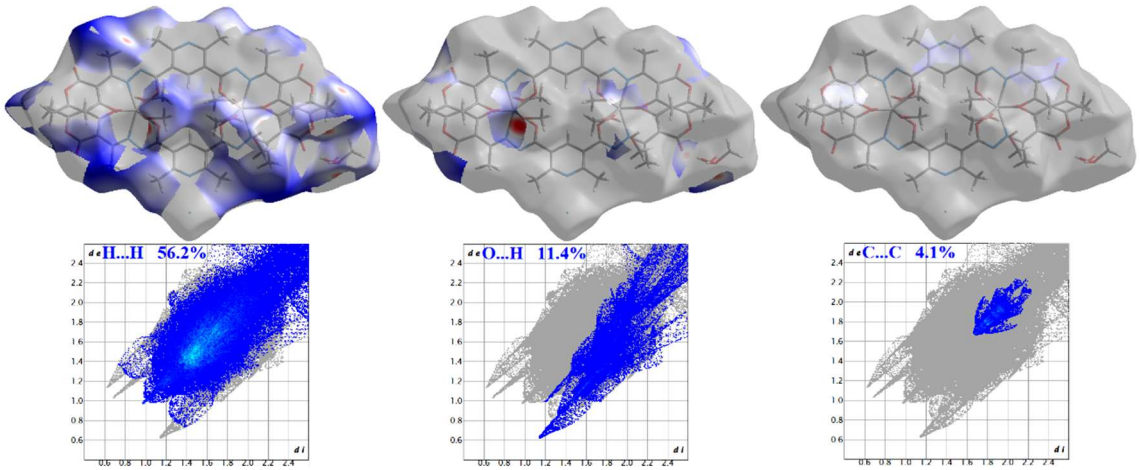


Fig. 2. 2D fingerprint plots for Hirshfeld surface of Zr-complex.

Literature

[1] I. Czyżewska, L. Mazur, Ł. Popiołek, *Chemical Biology & Drug Design*, **104** (2024) e14590.

A-18

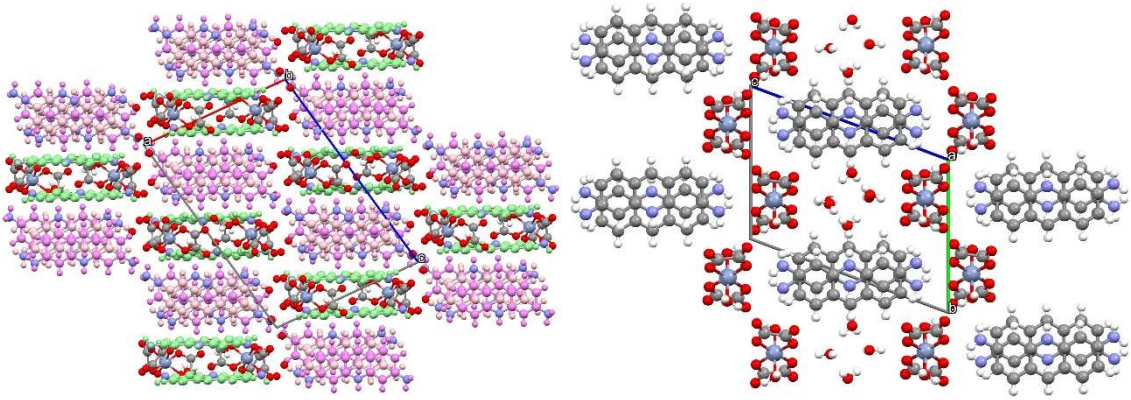
SYNTEZA ORAZ BADANIA STRUKTURALNE SZCZAWIANOWYCH KOMPLEKSÓW CHROMU(III) Z KATIONEM PROFLAWINY JAKO PRZECIWJONEM

Tadeusz M. Muzioł, Julia Reszkowska

Wydział Chemii, Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu, ul Gagarina 7, 87-100 Toruń

Proflawina (3,6-diaminoakrydyna), określona wzorem $C_{13}H_{11}N_3$, należy do grupy barwników z rodziny akrydyn i posiada w swojej strukturze dwie grupy aminowe [1]. Znana ze swoich zastosowań farmaceutycznych jest dostępna w sprzedaży w postaci niesprotonowanej, jako chlorowodorek lub jako uwodniony siarczan. Przegląd Cambridge Structural Database wykazał, że rzadko tworzy wiązania koordynacyjne zwłaszcza poprzez aromatyczny atom azotu, natomiast bardzo często przechodzi w kation i tworzy sole. Celem pracy było otrzymanie połączeń z proflawiną pełniącą rolę przeciwjonu, określenie struktury i analiza sieci oddziaływań występujących w sieci krystalicznej. W tym celu wykorzystano powierzchnie Hirshfelda. Przeprowadzono także obliczenia energii między oddziałującymi blokami.

Przeprowadzono syntezy w układzie proflawina-szczawianowy kompleks chromu(III) zmieniając użyty blok chromowy – tris(szczawiano)chromian(III) bądź diakwabis(szczawiano)chromian(III). Odpowiedni dobór reagentów pozwolił na otrzymanie dwóch soli proflawiny o wzorach: $(Hpro)_3[Cr(ox)_3]\cdot 4H_2O$ (**1**) oraz (Hpro)*cis*-$[Cr(ox)_2(H_2O)_2]\cdot 3H_2O$ (**2**). Związki te zostały scharakteryzowane metodami analizy elementarnej, PXRD, spektroskopii IR i Ramana, UV-Vis, praz przeprowadzono badania fluroescencji. Strukturę określono na podstawie pomiarów dyfrakcji rentgenowskiej dla monokryształu. W obu związkach proflawina występuje w postaci kationu, a chrom znajduje się oktaedrycznym otoczeniu sześciu atomów tlenu. Które pochodzą z trzech anionów szczawianowych w (**1**) oraz dwóch anionów szczawianowych i dwóch cząsteczek wody w (**2**). Ze względu na inertność kompleksów chromu użyte w syntezie bloki wystąpiły także w otrzymanych produktach i nie zaobserwowano ich konwersji. Jony Cr(III) w nich tworzą wiązania z otaczającymi atomami tlenu o długości 1,950(2) Å, a 1,976(2) Å w (**1**) oraz 1,9632(16) Å, a 1,9863(17) Å w (**2**). W upakowaniu (**1**) obserwuje się naprzemiennie ułożone kolumny składające się wyłącznie z kationów proflawiny (kationy A i B są naprzemiennie ułożone w kolumnie) oraz kolumny tworzonej przez aniony $Cr(ox)_3]^{3-}$, cząsteczki wody krystalizacyjnej oraz kationy proflawiny (kation C) (Rys. 1). Oddziaływania wodorowe tworzone są zarówno w kolumnie z blokiem szczawianowym (wiązania $N\text{-}H_{prof}\cdots O_{ox}$. $O\text{-}H_{aq}\cdots O_{ox}$, $C\text{-}H_{prof}\cdots O_{ox}$) jak i pomiędzy odmiennymi kolumnami (np. pomiędzy kationami B proflawiny a cząsteczkami wody – H1B i O37). Oddziaływania stackingowe występują pomiędzy kationami proflawiny ułożonymi prawie równolegle (kąty między A i B wynoszą 3,85° oraz 9,71°) do siebie oraz między cząsteczkami D (kąt D···D wynosi 0,0°). W (**2**) upakowanie również wykazuje kolumny proflawiny odseparowane poprzez aniony *cis*-$[Cr(ox)_2(H_2O)_2]^-$ (Rys. 1). W lukach sieci znajdują się cząsteczki wody, które tworzą wiązania wodorowe N-H···O z kationami proflawiny oraz O-H···O z anionami. Wiązania wodorowe $O\text{-}H_{aq}\cdots O_{ox}$ występują także między blokami anionowymi tworzącymi kolumnę biegnącą wzdłuż osi *a*.



Rys. 1. Upakowanie w $(Hpro)_3[Cr(ox)_3]\cdot 4H_2O$ (**1**) (po lewej, w części asymetrycznej znajdują się trzy kationy proflawiny zaznaczone na rysunku różnymi kolorami) oraz (Hpro)*cis*-$[Cr(ox)_2(H_2O)_2]\cdot 3H_2O$ (**2**) (po prawej).

Literatura

[1] A. Schmidt, M. Liu. Recent advances in the chemistry of acridines. In *Advances in heterocyclic chemistry*, 2015, pp. 287–353.

A-19

KORELACJA STRUKTURA-LUMINESCENCJA W GRUPIE CZTEROKOORDYNACYJNYCH KOMPLEKSÓW BORU

Dawid R. Natkowski*[1], Karolina Wrochna[1], Paulina H. Marek-Urban[2,1], Joanna Krzeszczakowska[3], Anna Makal[3], Krzysztof Durka[1]

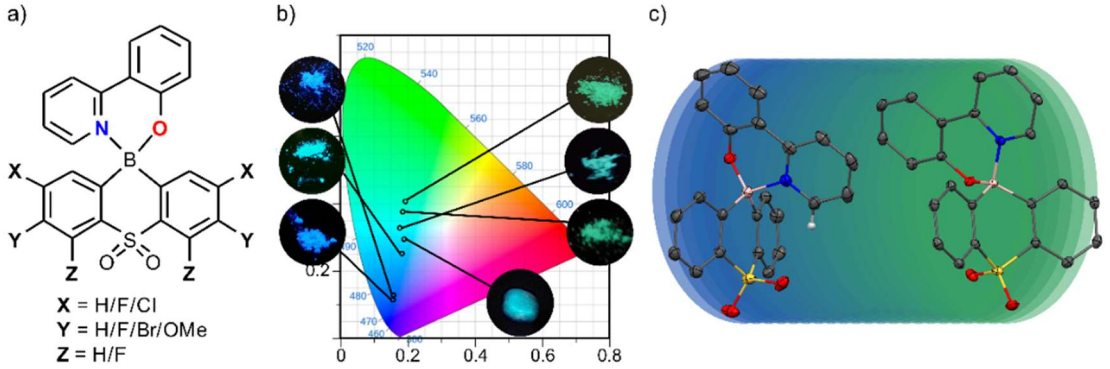
[1] *Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska, ul. Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa,*
[2] *Wydział Chemiczny, Politechnika Śląska, ul. Strzody 9, 44-100 Gliwice*
[3] *Wydział Chemii, Uniwersytet Warszawski, ul. Pasteura 1, 02-093 Warszawa*

**e-mail: natkowskidaw@gmail.com*

Czterokoordynacyjne kompleksy boroorganiczne cieszą się dużym zainteresowaniem ze względu na możliwość łatwej modyfikacji oraz właściwości luminescencyjne, co czyni je obiecującymi kandydatami do zastosowań w technologii laserowej oraz w urządzeniach elektronicznych, takich jak diody OLED. Jednym z głównych czynników wpływających na ich luminescencję w ciele stałym jest konformacja cząsteczki oraz jej otoczenie chemiczne w strukturze krystalicznej [1].

Podczas badań nad kompleksem boroorganicznym o architekturze *spiro* zbudowanym z rdzenia sulfonowego i liganda 2-(2-pirydylo)fenolu napotkaliśmy przypadek polimorfizmu. Dwie formy różnicowały się znacząco pod względem właściwości optycznych, wykazywały odmienne widma emisyjne w zakresie UV-Vis oraz różne wartości wydajności kwantowej luminescencji. Ponadto, polimorfy wykazywały inne właściwości luminescencyjne w odpowiedzi na działanie siły mechanicznej (mechanochromizm) oraz ciśnienia zewnętrznego [2].

W niniejszej pracy zaprezentowano serię kompleksów zawierających rdzeń sulfonowy z różnymi podstawnikami (F, Cl, Br oraz OMe) i ligand 2-(2-pirydylo)fenolowy. Przeprowadzono badania strukturalne w celu zbadania związku między strukturą krystaliczną a właściwościami luminescencyjnymi, ze szczególnym uwzględnieniem wpływu pozycji podstawników na geometrię molekuł i tworzoną sieć oddziaływań międzycząsteczkowych. Wszystkie związki zostały scharakteryzowane za pomocą technik spektroskopowych oraz obliczeń teoretycznych w celu racjonalizacji zaobserwowanych zależności.



Rys. 1. a) Schemat prezentowanych kompleksów. b) Diagram CIE 1931 wyjściowego kompleksu (**X**, **Y**, **Z** = H) ukazujący zjawisko mechanochromizmu. c) Geometrie molekuł dwóch odmian polimorficznych.

A-19

Badania zostały sfinansowane ze środków Narodowego Centrum Nauki w ramach projektu OPUS 20 „Efektywne fotouczulacze oparte na sztywnych układach boroorganicznych jako generatory tlenu singletowego”, (DEC-UMO-2020/39/B/ST4/02370).

Literatura

[1] Z. Zhang *et al.*, *Dyes and Pigments*, **145** (2017) 294–300.
[2] P. H. Marek-Urban *et al.*, *Dyes and Pigments*, **231** (2024) 112368.

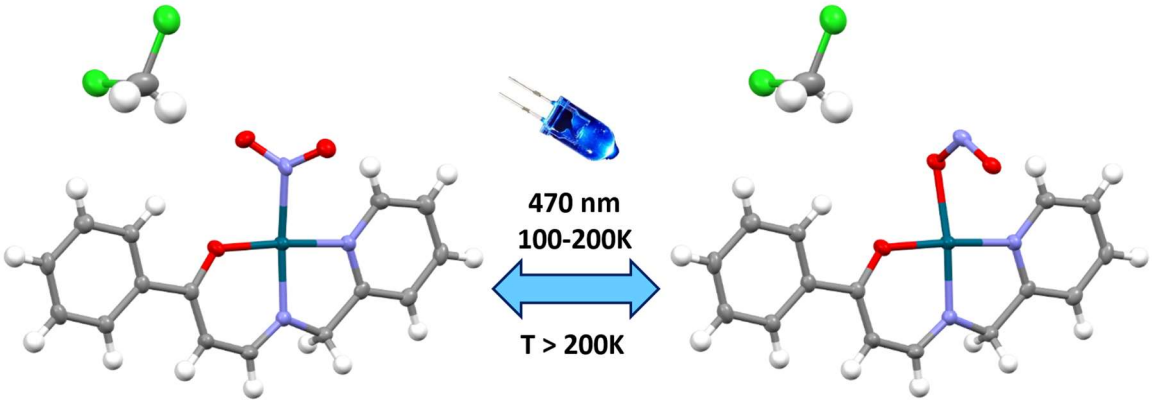
A-20

ANALIZA WŁAŚCIWOŚCI FOTOPRZEŁĄCZALNYCH SOLWATOMORFU ZWIĄZKU KOORDYNACYJNEGO Pd(II) Z GRUPĄ NITROWĄ

Kacper Paszczyk, Katarzyna N. Jarzembska, Radosław Kamiński, Adam Krówczyński

Wydział Chemii Uniwersytetu Warszawskiego, ul. Żwirki i Wigury 102, 02-089 Warszawa

Foto- i termoprzełączalne związki chemiczne mogą mieć rozmaite zastosowania m.in. w fotowoltaice i fotonice. Głównym celem przeprowadzonych badań oraz analizy była ocena wpływu struktury krystalicznej oraz otoczenia grupy nitrowej na właściwości nowego, potencjalnie fotoprzełączalnego solwatomorfu związku koordynacyjnego Pd(II). Jego strukturę wraz ze schematem reakcji przełączania przedstawiono na rysunku 1.



Rys. 1. Schematyczne przedstawienie reakcji zachodzącej podczas naświetlania.

W badanym związku Pd(II) centrum metaliczne jest koordynowane przez grupę nitrową oraz ligand N,N,O-donorowy i wykazuje płasko-kwadratową geometrię sfery koordynacyjnej. Układ ten otrzymano zgodnie z procedurą opisaną w literaturze [1]. Związek tworzy również inne formy krystaliczne, w tym niezawierający rozpuszczalnika polimorf, cechujący się wysoką przełączalnością sięgającą ponad 90% w zakresie temperatur 100–200 K. Badany solwatomorf krystalizuje w grupie przestrzennej *I*2/*n* z jedną cząsteczką rozpuszczalnika przypadającą na dwie cząsteczki kompleksu. W celu określenia właściwości fotoprzełączalnych wykonano serie eksperymentów fotokrystalograficznych [2]. W wyniku naświetlania kryształu w temperaturze 100 K obserwuje się transformację grupy nitrowej do połączenia *endo*-nitrito. Wyindukowany izomer jest metastabilny i trwały w zakresie temperatur 100–200 K [3]. W celu analizy oddziaływań obliczono również energie oddziaływań między cząsteczkami tworzącymi różne motywy strukturalne w sieci krystalicznej przy pomocy metody DFT.

Podziękowania dla grantu SONATA BIS (2020/38/E/ST4/00400) za wsparcie finansowe.

A-20

Literatura

[1] J. Dąbrowski, A. Krówczyński, *Z. Naturforsch.*, **32b** (1977) 62– 67.

[2] R. Kamiński, K. N. Jarzembska, S. E. Kutyła, M. A. Kamiński, *Journal of Applied Crystallography*, **49** (2016) 1383–1387.

[3] K. Paszczyk, K. Deresz, R. Kamiński, P. Borowski, D. Schaniel, A. Krówczyński, K. N. Jarzembska, *Crystal Growth & Design*, **24** (2024) 10152–10170.

A-21

Z KIM PRZYSTAJESZ, TAKIM SIĘ STAJESZ? – WPŁYW LIGANDA NA WŁAŚCIWOŚCI STRUKTURALNE ZWIĄZKÓW KOBALTU(II)

Emilia Sonsala, Anna Świtlicka

Instytut Chemii, Uniwersytet Śląski w Katowicach, Szkolna 9, 40-006 Katowice

Rok 1993 uznaje się za przełomowy w rozwoju magnetyzmu molekularnego, ponieważ to właśnie wtedy Gatteschi i Sessoli potwierdzili występowanie zjawiska powolnej relaksacji magnetycznej oraz histerezy namagnesowania w związku $[Mn_{12}O_{12}(OAc)_{16}(H_2O)_4]\cdot 2MeCO_2H\cdot 4H_2O$, którego syntezę kilka lat wcześniej opisał prof. T. Lis [1,2]. Właściwości strukturalne i magnetyczne tego kompleksu, a także innych, podobnych układów, stały się impulsem do rozwoju badań nad nanomagnesami molekularnymi (SMM, ang. *Single Molecule Magnets*). Nowy nurt badawczy znalazł również zastosowanie w chemii związków kompleksowych metali bloku f, gdy Ishikawa i współpracownicy jako pierwsi zaprezentowali jednordzeniowy kompleks terbu(III) o wzorze $[TBA][Pc_2Tb]$ (Pc – ftalocyjanina, TBA – jon tetrabutyloamoniowy), dla którego zaobserwowano zjawisko powolnej relaksacji magnetyzacji [3]. W ten sposób z grupy SMM wyodrębniono nową klasę związków – magnesy pojedynczego jonu (SIM, ang. *Single-Ion Magnets*). W porównaniu do jonów lantanowców, charakteryzują się one mniejszym momentem magnetycznym i słabszym sprzężeniem spin–orbita (S–O), a dodatkową zaletą jest prostsza i relatywnie tańsza synteza. Przełomowe było zaobserwowanie zjawiska powolnej relaksacji w kompleksie żelaza(II) o wzorze K[(tpa^Mes)Fe], co stało się katalizatorem intensywnych badań nad magnesami pojedynczego jonu zawierającymi jony metali bloku d, takich jak Mn(II), Mn(III), Ni(I)/(II), Re(IV), Fe(I)/(II)/(III), Co(II) [4].

Obecnie badania koncentrują się na projektowaniu, syntezie oraz analizie właściwości strukturalnych i magnetycznych kompleksów kobaltu(II) opartych na anionie acetyloacetonianowym (*acac*) oraz ligandach N-donorowych. W niniejszej pracy przedstawiamy różnice strukturalne i spektroskopowe pomiędzy czterema parami kompleksów Co(II), w których do atomu centralnego koordynują ligandy monodentne: imidazol (*im*), 1-winyloimidazol (*viim*), 4-aminopirydyna (*ampy*), 4-(dimetyloamino)pirydyna (*meampy*), 4-fenylopirymidyna (*phpym*) i 2-amino-4-fenylopirymidyna (amphpym), a także ligandy bidentne: 1,10-fenantrolina (*phen*) oraz 4,7-dichloro-1,10-fenantrolina (*4,7-Cl₂phen*).

Literatura

[1] T. Lis, *Acta Crystallogr. B*, **36m** (1980) 2042.
[2] A. Canschi, D. Gateschi, R. Sessoli, A. L. Barra, L.C. Brunel, M. Guillot, *J. Am. Chem. Soc.*, **113** (1991) 5873.
[3] N. Ishikawa, M. Sugita, T. Ishikawa, S. Y. Koshihara, Y. Kaizu, *J. Am. Chem. Soc.*, **125** (2003) 8694.
[4] D. E. Freedman, W. H. Harman, T. D. Harris, G. J. Long, C. J. Chang, J. R. Long, *J. Am. Chem. Soc.*, **132** (2010) 1224.

A-22

CO W BORZE SZUMI? WŁAŚCIWOŚCI LUMINESCENCYJNE I ANALIZA ODDZIAŁYWAŃ MIĘDZYCZĄSTECZKOWYCH PENTACYKLICZNYCH KOMPLEKSÓW BORU

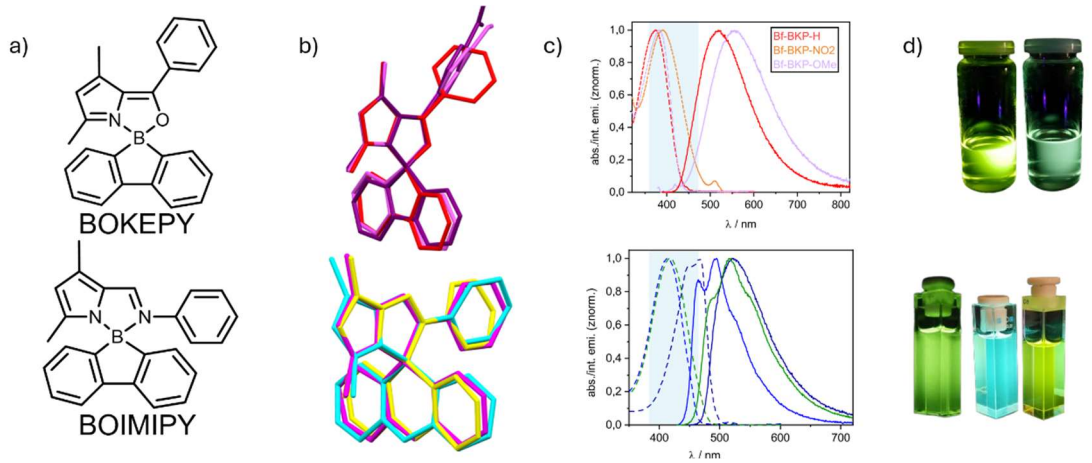
Zuzanna Spychalska*[1], Karolina Wrochna[1], Paulina H. Marek-Urban[2,1], Krzysztof Durka[1]

[1] *Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska, ul. Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa*
[2] *Wydział Chemiczny, Politechnika Śląska, ul. ks. Marcina Strzody 9, 44-100 Gliwice*

**e-mail: zuzanna.spychalska.stud@pw.edu.pl*

Do najpopularniejszych kompleksów boru należą barwniki BODIPY, które dzięki swoim właściwościom luminescencyjnym znajdują zastosowanie w organicznych diodach elektroluminescencyjnych [1], bioobrazowaniu [2], a ich pochodne za sprawą wysokich zdolności do generowania reaktywnych form tlenu, także w terapii fotodynamicznej [3]. Jednakże, pomimo wielu zalet, głównymi wadami opisywanych kompleksów są m.in.: wygaszanie fluorescencji w ciele stałym, małe przesunięcie Stokes'a a także ograniczone możliwości hipsochromowego przesunięcia widma absorpcji i emisji poniżej 480 nm.

Odpowiedzią na wyżej przedstawione problemy może być sięgnięcie do innych klas związków kompleksowych boru. W ramach badań zsyntezowano i scharakteryzowano związki należące do dwóch klas kompleksów boroorganicznych zawierających w swojej strukturze ligandy chelatowe (N,N') oraz (N, O) absorbujące promieniowanie widzialne w zakresie światła niebieskiego. Właściwości spektroskopowe takie jak: maksimum absorpcji, emisji, wydajność kwantowa fotoluminescencji zostały określone zarówno dla roztworu jak i ciała stałego. Celem niniejszej pracy było scharakteryzowanie właściwości luminescencyjnych badanych układów oraz próba zracjonalizowania obserwowanych różnic we właściwościach emisyjnych ciała stałego wykorzystując analizę strukturalną. Dodatkowo, badania poszerzono o wykonanie szeregu obliczeń kwantowo-chemicznych, co pozwoliło na skorelowanie właściwości spektroskopowych ze strukturą związków.



Rys. 1. (a) klasy badanych kompleksów, (b) struktury wybranych związków, (c) widma absorpcji i emisji, (d) zdjęcia roztworów badanych związków.

A-22

Badania zostały sfinansowane w ramach projektu Narodowego Centrum Nauki OPUS pt. „Efektywne fotouczulacze oparte na sztywnych układach boroorganicznych jako generatory tlenu singletowego”, nr rej. 2020/39/B/ST4/02370.

Literatura

[1] Z. Ekmekci, S. Eris, *ChemistrySelect*, **7** (2022) e202104584.
[2] P. Kaur, K. Singh, *J. Mater. Chem. C*, **7** (2019) 11361–11405.
[3] D. Perumal, M. Golla, K. S. Pillai, G. Raj, A. Krishna P. K., R. Varghese, *Org. Biomol. Chem.*, **19** (2021) 2804–2810.

A-23

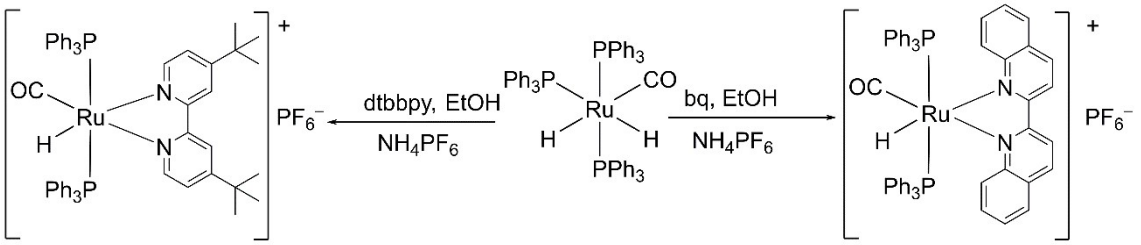
BADANIA STRUKTURALNE I SPEKROSKOPOWE ZWIĄZKÓW KOMPLEKSOWYCH $[Ru(H)(CO)(dtbbpy)(PPh_3)_2]PF_6$ ORAZ $[Ru(H)(CO)(bq)(PPh_3)_2]PF_6$

Waldemar Wysocki, Zbigniew Karczmarzyk, Anna Kamecka

Instytut Nauk Chemicznych,Uniwersytet w Siedlcach, ul. 3 Maja 54, 08-110 Siedlce

Kompleksy rutenu (II) z ligandami polipirydylowymi stanowią interesujący obszar badań ze względu na ich wyjątkowe właściwości fotofizyczne, fotochemiczne oraz zastosowania w terapii fotodynamicznej, katalizie czy elektronice molekularnej [1-3].

W prezentowanym komunikacie przedstawiamy syntezę, struktury krystaliczne i właściwości emisyjne dwóch związków koordynacyjnych rutenu (II): $[Ru(H)(CO)(dtbbpy)(PPh_3)_2]PF_6$ (Rudtbbpy) oraz $[Ru(H)(CO)(bq)(PPh_3)_2]PF_6$ (Rubq). Związki te otrzymane zostały w wyniku reakcji prekursora $[Ru(H)_2(CO)(PPh_3)_3]$ z ligandem N^N, odpowiednio: 4,4'-di-tert-butyl-2,2'-bipirydyna (dtbbpy) oraz 2,2'-bichinolina (bq) [4,5] i scharakteryzowane za pomocą spektroskopii ^1H NMR, ^{31}P NMR, FT-IR i UV-VIS.



Rudtbbpy Rubq

W temperaturze pokojowej badane związki wykazują bardzo słabą emisję przypisywaną przejściu $S_0 \leftarrow {}^3MLCT$, której intensywność i położenie zależą od elektronowego charakteru ligandów N^N – obecność elektronodonorowych grup tert-butylowych w dtbbpy sprzyja nieco intensywniejszej emisji w porównaniu do rozbudowanej aromatycznej struktury bichinoliny w bq. W niskiej temperaturze (77 K) oba kompleksy wykazują silną luminescencję o charakterze MLCT. Przejście elektronowe powoduje skrócenie wiązań Ru–N oraz wydłużenie wiązań Ru–P, co świadczy o przesunięciu ładunku z fragmentu $Ru(H)(CO)(PPh_3)_2^+$ na ligand N^N.

Literatura

[1] S. Banerjee, *ChemBioChem*, **22** (2021) 2407.
[2] M. Chrzanowska, A. Katafias, R. van Eldik, *Front. Chem.*, **11** (2023) 1.
[3] S. Hanif, Z. Dong, P. John, H. Wang, S. Xi, *Bioelectrochemistry*, **149** (2023) 108313.
[4] C. Sonkar, S. Sarkar, S. Mukhopadhyay, *RSC Med Chem.*, **13** (2022) 22–38.
[5] F. Yu, W-K. Chu, C. Shen, Y. Luo, J. Xiang, S-Q. Chen, C-C. Ko, T-C. Lau, *Eur. J. Inorg. Chem*, (2016) 3892.

A-24

CRYSTALLOGRAPHIC INSIGHTS INTO METAL-METAL BONDING IN SQUARE-PLANAR Pd(II) AND Pt(II) COMPLEXES

Patryk Borowski, Radosław Kamiński, Katarzyna N. Jarzembska

Department of Chemistry, University of Warsaw, Żwirki i Wigury 101, 02,089, Warsaw

This study reports a comparative crystallographic study of two coordination complexes featuring 2-isocyano-1,3-dimethylbenzene ligands with palladium(II) and platinum(II) centers. The compounds were synthesized via a modified literature method[1] and crystalised from hexanes. Single-crystal X-ray diffraction experiments revealed both structures adopt a triclinic crystal system (P -1 space group) and exhibit square-planar geometry around the metallic centres. A key structural feature observed in both complexes is the formation of dimeric units stabilized by close metal–metal contacts. Metal-metal distances reached 4.1885(4) Å (Pt) and 4.1751(4) Å (Pd) at room temperature. Moreover, cooling the experiment temperature down to 100K results in a noticeable (approx.. 5%) decrease of the metal-metal distance, suggesting a thermally responsive behaviour.

Further studies involve spectroscopic and theoretical investigations aimed at understanding how dimeric metal-metal interactions influence the physicochemical properties of studied compounds. Additionally, we plan to explore how factors such as temperature and pressure affects the crystal structure and complex optical properties.

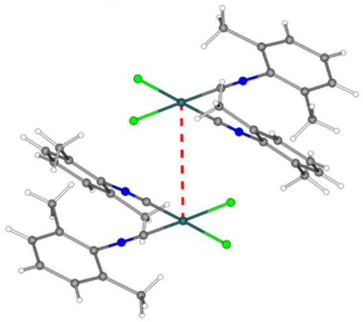


Fig 1. Characteristic dimeric motif with metal-metal interactions marked with red thick line.

The authors thank the SONATA BIS grant (2020/38/E/ST4/00400) of the National Science Centre in Poland for financial support. The Wrocław Centre for Networking and Supercomputing (grant No. 285) is gratefully acknowledged for providing computational facilities. The in-house X-ray diffraction experiments were carried out at the Department of Physics, University of Warsaw, on a Rigaku Oxford Diffraction SuperNova diffractometer, which was co-financed by the European Union within the European Regional Development Fund (POIG.02.01.00-14.122/09).

Literature

[1] Ilya M. Sluch, Anthea J. Miranda, Oussama Elbjeirami, Mohammad A. Omary, LeGrande M. Slaughter, *Inorganic Chemistry*, **51**(20) (2012) 10728–10746.

A-25

$[NaSm(orotate)_4(H_2O)_{10}]\cdot 3H_2O$ COMPLEX – CRYSTAL STRUCTURE AND VIBRATIONAL SPECTRA

Tamara J. Bednarchuk[1], Marta Brzezińska*[2], Katarzyna Helios[2]

[1]*Institute of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Sciences, Okólna 2, 50-422 Wrocław, Poland*
[2]*Faculty of Chemistry, Wrocław University of Science and Technology, Smoluchowskiego 23, 50-370 Wrocław, Poland*

**e-mail: marta.brzezinska@pwr.edu.pl*

Orotic acid (6-carboxyuracil, vitamin B_{13}) is a well-known key precursor of all pyrimidine bases essential for the biosynthesis of DNA and RNA. In addition to its biological significant, orotic acid is an interesting multidentate ligand, capable of coordinating metal ions through two deprotonated pyrimidine nitrogen atoms, two carbonyl oxygen atoms, and two carboxylate oxygen atoms.

As an extension of our earlier studies on metal complexes with orotic acid, we have directed our attention to rare earth elements. Here, we present the results from our recent publication [1] on a new Sm(III) orotate complex, $[NaSm(orotate)_4(H_2O)_{10}]\cdot 3H_2O$. Its crystal structure was determined by single crystal X-ray diffraction. The most characteristic vibrational bands were assigned in detail based on FT-IR and FT-Raman spectroscopy. It should be noted that the complex was synthesized under non-hydrothermal conditions.

The $[NaSm(orotate)_4(H_2O)_{10}]\cdot 3H_2O$ crystallizes in the non-centrosymmetric orthorhombic space group $Cmc2_1$. The asymmetric unit consists of two orotate ligands, one disordered Na(I) cation with half occupancy, one Sm(III) cation located at a special position, and three solvent water molecules – two of which are disordered with half occupancy, and one located at a special position. The Sm^{3+} is coordinated by nine oxygen atoms: two from the orotate ligands and seven from water molecules, three of which occupy special positions (see Fig. 1).

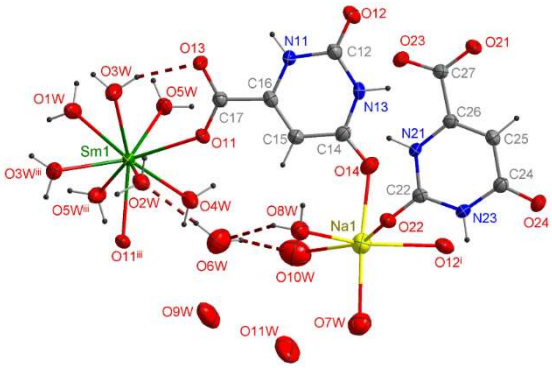


Fig. 1. The molecular structure of $[NaSm(orotate)_4(H_2O)_{10}]\cdot 3H_2O$, showing the atom-numbering scheme.

Research funding
Internal grant no 25, Faculty of Chemistry, Wrocław University of Science and Technology.

Literature
[1] K. Helios, M. Brzezińska, T. J. Bednarchuk, *Z. Naturforsch B*, **80**(1-2) (2025) 17–24.

A-26

OVERVIEW OF THE SYNTHESIS AND STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF QUASICRYSTAL-CONTAINING MULTI-PHASE ALLOYS AND SINGLE-GRAIN ICOSAHEDRAL PHASES

Piotr J. Bardziński[1,2], Marek Weselski[2], Dagmara Kulesza[2], Paul D. Asimow[3], Jinping Hu[3], Stephen Armstrong[4], Daniel M. Silevitch[4], Thomas F. Rosenbaum[4], Roger R. Fu[5]

[1] *Department of Semiconductor Materials Engineering, Faculty of Fundamental Problems of Technology, Wrocław University of Science and Technology, Poland*
[2] *Faculty of Chemistry, University of Wrocław, Wrocław, Poland*
[3] *Division of Geological and Planetary Sciences, Caltech, Pasadena, CA, USA*
[4] *Division of Physics, Mathematics and Astronomy, Caltech, Pasadena, CA, USA*
[5] *Department of Earth & Planetary Sciences, Harvard University, Cambridge, MA USA*

The objective of this project was the design and synthesis of novel quasicrystalline materials exhibiting long-range magnetic order [1,2]. Quasicrystals, owing to their inherently aperiodic atomic arrangement, present a compelling platform for the emergence of unconventional physical phenomena, including magnetism. The study commenced with a systematic investigation of phase equilibria in the Al–Cu–Fe–RE (rare earth) compositional space. A series of multi-phase alloys was synthesized, incorporating the icosahedral Al–Cu–Fe quasicrystalline phase, the *C*2/*m* Fe_4Al_{13} approximant, and various secondary precipitates. Comprehensive structural and compositional analyses were conducted on all phases present within the microstructure. These included crystallographic identification, elemental mapping, precise chemical composition measurements, thermal stability assessment, and magnetic characterization. In our recent study [3], we demonstrated how the observed bulk magnetic behavior of boron-doped Al–Cu–Fe alloys can be attributed to specific phases within the microstructure, using an optically-detected magnetic resonance method.

Single grains of rare-earth doped Al-Cu-Fe quasicrystals with pentagonal dodecahedral morphology were synthesized by means of the Al-flux growth method using the Canfield assembly and high-purity elements as starting materials. The structure was confirmed by electron backscatter diffraction as well as powder and single grain X-ray diffraction. The reciprocal space reconstruction plane determined by [0 0 0], [1 0 0] and [0 1 0] vectors shows scaling of distances between the diffraction spots along the five-fold direction with the golden ratio exponent, which is a feature of the face-centered icosahedral lattice. We employed the CrysAlis package to integrate the single grain X-ray diffraction data. The Fourier transform phases of the crystal electron density obtained from the diffraction data were calculated using the charge-flipping scheme in the Superflip software [4]. The electron density of the single grain quasicrystals were calculated using dedicated Matlab scripts developed by Buganski [5]. The real space electron density map revealed that the synthesized quasicrystal is composed of two types of atomic clusters, the classical Mackay and Bergman-like clusters. The electron density distribution in six-dimensional unit cell was also analyzed.

A-26

References

[1] R. Tamura *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.*, **143**(47) (2021) 19938.
[2] S. Watanabe, *PNAS*, **118**(43) (2021) e2112202118.
[3] P. J. Bardziński, M. Weselski, P. D. Asimow, J. Hu, R. R. Fu, *J. AlloysCompds.*, **1010** (2025) 177791.
[4] L. Palatinus, G. Chapuis, *J. Appl. Cryst.*, **40** (2007) 786–790.
[5] I. Buganski *et al.*, *Mater. Sci. Technol.*, **36**(9) (2020) 989–995.

Acknowledgements

The research described was funded by the National Science Centre, Poland (NCN), research grant No. 2020/36/C/ST5/00007.

A-27

TETRAGONAL $LiMn_2O_4$: FACTS AND MYTHS

Jolanta Darul, Paweł Piszora

Department of Materials Chemistry, Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań, Poland

Tetragonal $LiMn_2O_4$ has garnered attention for its exceptional properties as an electrode material for both pseudocapacitors and batteries [1]. This material is produced through low-temperature ion exchange, where zinc ions in $ZnMn_2O_4$ are replaced by lithium ions. Our study aims to compare the structural characteristics of this material with previous reports on tetragonal $LiMn_2O_4$ and our own findings on spinels.

In 1994, Tarascon et al. first presented X-ray diffraction patterns of lithium-manganese spinels with a tetragonal structure [2]. The lattice constants reported were a = 8.1155(9) Å and c = 8.648(11) Å, indicating an elongation of the unit cell along the c axis with c/a = 1.06. Additionally, a diffraction pattern corresponding to a tetragonal spinel with $c/a < 1$ was observed. These spinels were obtained by thermally treating a mixture of $LiCO_3$ or $LiNO_3$ with MnO_2, followed by rapid cooling. The hygroscopic nature of $LiNO_3$ likely reduced the Li/Mn ratio below 1/2, lowering the average oxidation state of manganese and inducing the cooperative Jahn–Teller effect. Further studies revealed that manganese ions in tetrahedral positions are responsible for the symmetry reduction. Depending on the Mn^{2+} and Mn^{3+} ion content, a tetragonal phase with $c/a > 1$, a tetragonal phase with $c/a < 1$, or an orthorhombic phase can be formed [3]. The tetragonal phase was only observed after rapid cooling, while high-temperature diffraction measurements showed only a cubic phase [4]. The symmetry reduction occurs due to the freezing of the cation distribution in the tetrahedral positions of $Li_{0.98}Mn_{0.02}[Mn_2]O_4$ and a decrease in the average oxidation state of manganese in octahedral positions below 3.5.

Substitution with metal ions that prefer tetrahedral positions can induce similar effects. Substituting lithium ions in tetrahedral positions with zinc ions results in spinel $ZnMn_2O_4$, which has a tetragonal structure ($I4_1/amd$) with Zn^{2+} in tetrahedral sites and Mn^{3+} in octahedral sites. Mn^{3+} in octahedral coordination exhibits a strong Jahn–Teller distortion effect. Recent reports suggest that electrochemical replacement of Zn^{2+} ions in $ZnMn_2O_4$ with Li^+ ions leads to the formation of tetragonal $LiMn_2O_4$ with exceptional electrochemical properties [5]. However, the authors did not convincingly demonstrate the tetragonal structure of this material. Analyzing the change in X-ray reflection intensities with substitution suggests a transition from tetragonal $ZnMn_2O_4$ to cubic $LiMn_2O_4$. Thus, the existence of tetragonal $LiMn_2O_4$ remains speculative.

Literature

[1] J. K. Ramesh, S. Rostami, J. Rajesh, R. M. B. Princess, R. Govindaraju, J. Kim, R. Adelung, P. Rajkumar, M. Abdollahifar, *J. Mater. Chem. A.*, (2025) DOI: 10.1039/D5TA00815H.
[2] J. M. Tarascon, W. R. McKinnon, F. Coowar, T. N. Bowmer, G. Amatucci, D. Guyomard, *J. Electrochem. Soc.*, **141** (1994) 1421.
[3] P. Piszora, *Chem. Mater.*, **18** (2006) 4802.
[4] P. Piszora, *J. Alloys Compd.*, **401** (2005) 34.
[5] M. Abdollahifar, S. S. Huang, Y. H. Lin, H. S. Sheu, J. F. Lee, M. L. Lu, Y.F. Liao, N. L. Wu, *J. Power Sources*, **412** (2019) 545.

A-28

8-(4-TRIFLUOROMETYLOTIO)BENZYLOAMINO-2'-DEOKSYADENOZYNA: POTENCJALNIE RADIOSENSYBILIZUJĄCA POCHODNA

Magdalena Datta[1], Patryk Nowak[2], Sebastian Demkowicz[3], Artur Sikorski[2], Janusz Rak[1]

[1] Pracownia Sensybilizatorów Biologicznych, Katedra Chemii Fizycznej, Wydział Chemii, Uniwersytet Gdański, ul. Wita Stwosza 63, 80-308 Gdańsk, Polska
[2] Pracownia Krystalografii, Katedra Chemii Fizycznej, Wydział Chemii, Uniwersytet Gdański, ul. Wita Stwosza 63, 80-308 Gdańsk, Polska
[3] Katedra Chemii Organicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska, Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk, Polska

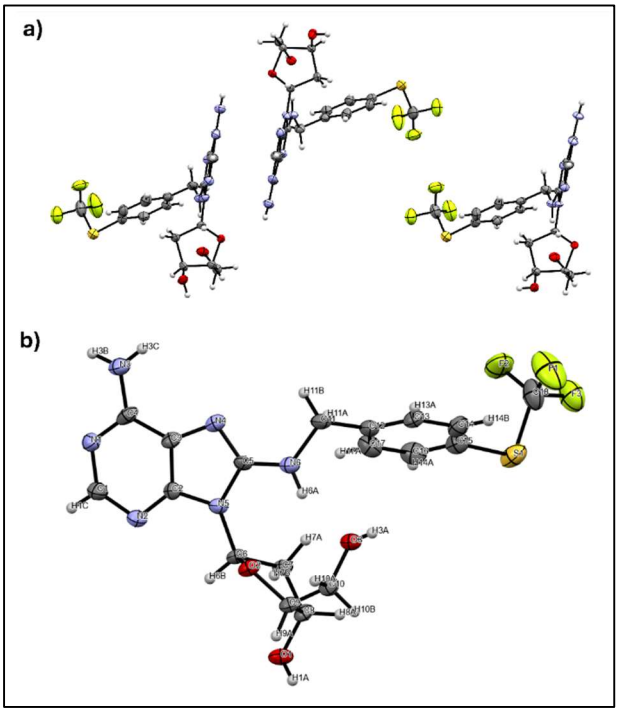
Ponad 80% przypadków nowotworów stanowią guzy lite, które charakteryzują się znacznym niedotlenieniem (hipoksją), co istotnie obniża ich wrażliwość na promieniowanie jonizujące stosowane w radioterapii. Jedną z obiecujących strategii przezwyciężenia radiooporności jest zastosowanie związków chemicznych uwrażliwiających komórki nowotworowe na promieniowanie – tzw. radiosensybilizatorów (RS). Szczególnie interesującą grupę radiosensybilizatorów stanowią modyfikowane nukleozydy (Mnuc), których struktura zbliżona jest do naturalnych nukleozydów, co umożliwia ich skuteczne wbudowywanie do DNA.

Odpowiednie modyfikacje chemiczne zwiększają podatność Mnuc na degradację indukowaną elektronami poprzez mechanizm dysocjacyjnego przyłączenia elektronu (DEA). W obecności uwodnionych elektronów – będących produktami radiolizy wody – dochodzi do powstania niestabilnego anionorodnika zasady azotowej i jego rozpadu do reaktywnego rodnika oraz jonowego ugrupowania odchodzącego. Tak powstałe reaktywne rodniki mogą indukować uszkodzenia nici DNA, prowadząc w konsekwencji do śmierci komórki nowotworowej [1].

Pomimo identycznej liczby zasad purynowych i pirymidynowych w dwuniciowym DNA, znane są jedynie nieliczne radiosensybilizatory purynowe. Dlatego zsyntezowana została nowa pochodna 2'-deoksyadenozyny – 8-(4-trifluorometylotio)benzyloamino-2'-deoksyadenozyna (dA-NHbenzylSCF$_3$) – o wyższej podatności na DEA niż natywna dA.

dA-NHbenzylSCF$_3$ krystalizuje w heksagonalnej grupie przestrzennej $P6_4$, z trzema cząsteczkami w jednostce asymetrycznej (Rys. 1). Układ krystaliczny charakteryzuje się uporządkowanym, spiralnym ułożeniem cząsteczek wokół osi śrubowej 6_4 oraz obecnością licznych oddziaływań stabilizujących, takich jak wiązania wodorowe (O−H···N, N−H···O, C−H···N), oddziaływania π···π między pierścieniami purynowymi oraz oddziaływania typu C−F···F−C.

Uzyskana struktura krystaliczna dA-NHbenzylSCF$_3$ dostarcza cennych informacji na temat oddziaływań stabilizujących tego typu pochodne adeniny w stanie stałym. Obecność silnie elektroujemnej grupy trifluorometylotio w strukturze związku powinna ułatwiać tworzenie rodnikoanionu, co ma istotne znaczenie dla właściwości radiosensybilizujących analizowanego związku i stanowi podstawę do dalszych badań biologicznych oraz obliczeń teoretycznych.



Rys. 1. Widok a) asymetrycznej części komórki elementarnej dA-NHbenzylSCF$_3$ oraz b) struktury jednej cząsteczki dA-NHbenzylSCF$_3$ (elipsoidy termiczne przedstawiono na poziomie prawdopodobieństwa 50%).

Literatura

[1] J. D. Zimbrick *et al.*, *International Journal of Radiation Biology and Related Studies in Physics, Chemistry and Medicine*, **16**(6) (1969) 505–523.

A-29

HEXAGONAL POLYMORPH OF DISORDERED Ce_2PdGe_3: MAGNETIC AND MAGNETOCALORIC PROPERTIES

Leszek S. Litzbarski[1], Kamil Balcarek[1], Anna Bajorek[2], Tomasz Klimczuk[1], Michał J. Winiarski[1], Karol Synoradzki[3]

[1] *Faculty of Applied Physics and Mathematics, Gdańsk University of Technology, Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk, Poland*
[2] *A. Chełkowski Institute of Physics, University of Silesia in Katowice, 75 Pułku Piechoty 1, 41-500 Chorzów, Poland*
[3] *Institute of Molecular Physics, Polish Academy of Sciences, Smoluchowskiego 17, 60-179 Poznań, Poland*

The unique electronic configuration of Ce is the fundamental reason behind the distinctive physical and chemical properties of Ce-based materials. Scientists are increasingly interested in these materials due to their remarkable physical properties and wide-ranging applications in catalysis, energy storage, and sensing. More recently, Ce-based materials have also been proposed for use in the development of next-generation permanent magnets.

An example of a Ce-based material is Ce_2PdGe_3, an intermetallic compound that belongs to a broad class of RE_2TMX_3 intermetallic compounds, where RE represents rare earth and actinide metals, TM denotes late transition metals, and X signifies elements like Si or Ge. Two crystal structures have been reported for these compounds: the hexagonal AlB_2-type and the tetragonal α-$ThSi_2$-type. In some cases, different polymorphs can be achieved through slight changes in stoichiometry, heat treatment, or by employing different synthesis techniques. Compounds that crystallize in different structures will exhibit distinct physical properties (see Fig. 1).

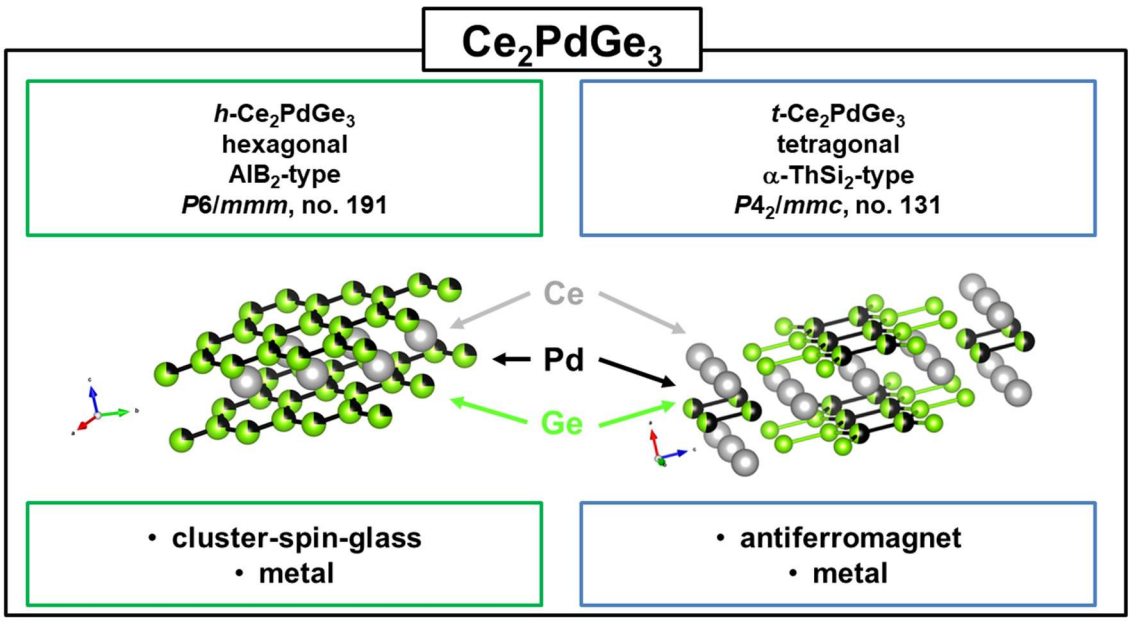


Fig. 1. Comparison of the physical properties of two polymorphs of Ce_2PdGe_3.

A-29

The hexagonal polymorph of Ce_2PdGe_3 (*h*-Ce_2PdGe_3) has been investigated in detail to understand the relationship between crystal structure, magnetic behavior, and electronic properties. The compound is crystallized in the AlB_2-type structure (space group *P6/mmm*, no. 191), where Ce atoms are positioned at the 1*a*(0,0,0) site, forming planar hexagonal layers. Ge and Pd atoms are randomly distributed at the 2*d*(1/3, 2/3, 1/2) site, forming graphite-like sheets parallel to the Ce layers. As a result of this random distribution, chemical disorder is introduced in the vicinity of the Ce atoms, significantly affecting magnetic interactions and low-temperature ordering. In contrast, the tetragonal variant of Ce_2PdGe_3 (*t*-Ce_2PdGe_3) is characterized by two inequivalent Ce sites surrounded by nonmagnetic atoms, leading to distinctly different magnetic properties.

To probe the physical behavior of *h*-Ce_2PdGe_3, measurements of magnetization, specific heat, and electrical resistivity were performed across a broad range of temperatures and applied magnetic fields. A transition into a cluster-spin-glass state was detected at T_f = 3.44 K, suggesting frustrated magnetic interactions likely caused by chemical disorder. In the *t*-Ce_2PdGe_3 phase, long-range antiferromagnetic ordering was observed, with distinct transitions at 10.7 K and 2.3 K, attributed to separate magnetic ordering of the two Ce sublattices.

At low temperatures, a magnetic hysteresis loop was recorded, with the coercive field reaching ~1 kOe at 2 K. The Ce^{3+} valence state was verified through magnetization measurements and supported by X-ray photoelectron spectroscopy. Metallic behavior was confirmed by resistivity measurements in both the *h*-Ce_2PdGe_3 and *t*-Ce_2PdGe_3 phases.

The magnetocaloric effect (MCE) in *h*-Ce_2PdGe_3 was evaluated through analysis of magnetization and specific heat data as functions of temperature and magnetic field. For a field change of 50 kOe, a maximum isothermal magnetic entropy change of ΔS_m = 2.6(1) $Jkg^{-1}K^{-1}$ and an adiabatic temperature change of approximately 8 K were determined. These values were found to peak in the temperature range of 7–9 K. Although the MCE magnitude is moderate, the entropy change remains relatively constant over a broad temperature window, indicating functional stability that may be of interest for low-temperature magnetic cooling applications. The MCE in the *t*-Ce_2PdGe_3 variant has not yet been characterized, but a larger effect is expected due to its more ordered antiferromagnetic state.

The differences in magnetic ordering and caloric behavior between the two polymorphs are strongly linked to the structural symmetry, spatial arrangement of Ce atoms, and the degree of local chemical disorder. In the *h*-Ce_2PdGe_3 phase, the disordered environment around Ce atoms plays a critical role in the emergence of the spin-glass state. These findings contribute to the broader understanding of structure–property relationships in Ce-based intermetallic compounds and highlight *h*-Ce_2PdGe_3 as a model system for exploring disorder-driven magnetism. The results have been published in [1].

This work was supported by National Science Centre Poland under project 2023/07/X/ST11/00345 ("MINIATURA"). K.S. acknowledge the financial support of the National Science Centre Poland under project 2021/41/B/ST5/02894 ("OPUS").

References

[1] L. S. Litzbarski, K. Balcarek, A. Bajorek, T. Klimczuk, M. J. Winiarski, K. Synoradzki, *Physica Status Solidi B*, (2025) 2400622.

A-30

BADANIA STRUKTURALNE KOKRYSZTAŁÓW PARACETAMOLU Z 3,4,7,8-TETRAMETYLO-1,10-FENANTROLINĄ

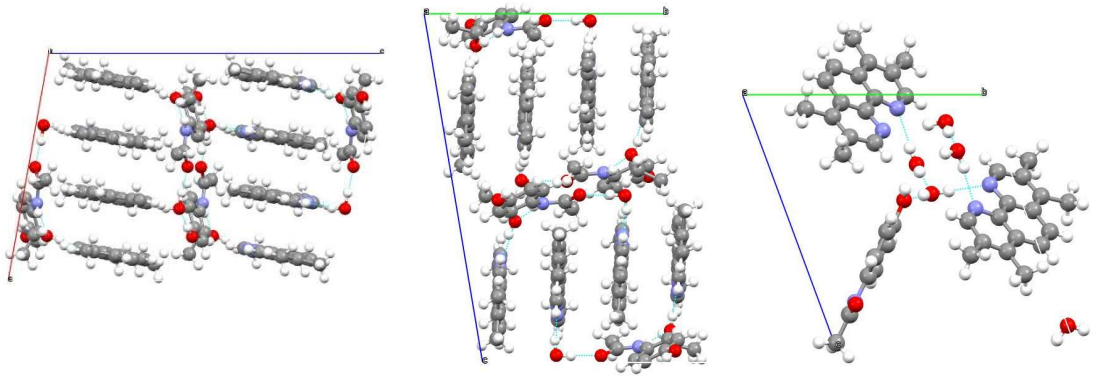
Emilia Bronikowska, Tadeusz Muzioł

Wydział Chemii, Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu, ul Gagarina 7, 87-100 Toruń

Paracetamol jest stosowanym na całym świecie lekiem o działaniu przeciwbólowym i przeciwgorączkowym, popularnie wykorzystywanym w leczeniu takich dolegliwości jak bóle głowy, mięśni czy gorączka. Pomimo swojego szerokiego zastosowania paracetamol posiada właściwości, przez które jego dawkowanie jest utrudnione – są to słaba rozpuszczalność w wodzie i słaba tabletkowalność. W celu poprawy wspomnianych właściwości prowadzone są badania m.in. nad wieloskładnikowymi materiałami krystalicznymi zawierającymi składniki aktywne, dokładniej kokryształami, solwatami i solami [1,2].

Kokryształy, czyli ciała stałe składające się z krystalicznego materiału jednofazowego, składającego się z dwóch lub więcej różnych związków cząsteczkowych i/lub jonowych, zazwyczaj w stosunku stechiometrycznym, które nie są ani solwatami, ani prostymi solami (*Online Dictionary of Crystallography*), zyskują w ostatnich latach coraz większą popularność, ze względu na swoje właściwości. Związki wchodzące w skład kokryształu utrzymywane są razem poprzez oddziaływania niekowalencyjne, takie jak wiązania wodorowe, siły van der Waalsa lub oddziaływania π-π [3].

Przeprowadzono syntezę kokryształu paracetamolu z 3,4,7,8-tetrametylo-1,10-fenantroliną metodą powolnego odparowania. Syntezy przeprowadzono w dwóch stosunkach stechiometrycznych (1:1 oraz 1:2 paracetamol do koformera), w wyniku czego otrzymano 3 różne struktury krystaliczne, które następnie poddano analizom.



Rys. 1. Upakowanie sieci krystalicznych (od lewej): $(C_8H_9NO_2)\cdot(C_{16}H_{16}N_2)\cdot(C_2H_5OH)\cdot(H_2O)$ **(1)** względem osi *b*, $(C_8H_9NO_2)\cdot(C_{16}H_{16}N_2)\cdot(C_2H_5OH)\cdot(H_2O)$ **(2)** względem osi *a* oraz $(C_8H_9NO_2)\cdot(C_{16}H_{16}N_2)\cdot(H_2O)_5$ **(3)** względem osi *a*.

A-30

Przeprowadzone analizy wykazały istotną zależność pomiędzy stechiometrią badanego układu a indukowanymi przekształceniami strukturalnymi, które prowadzą do podwyższenia gęstości materiału. W badanym układzie forma **(1)** przechodzi w **(2)** w obecności rozpuszczalnika. Forma **(3)** powstaje w wyniku reakcji w stosunku stechiometrycznym 1:2. Charakterystyczną cechą wszystkich analizowanych struktur jest bogata sieć wiązań wodorowych z zaangażowaniem w te oddziaływania wszystkich atomów wodoru z grup -NH, -OH oraz cząsteczek wody.

Literatura

[1] D. K. Bučar, J. A. Elliott, M. D. Eddleston, *et al*., *Angew. Chem. Int. Ed.*, **53** (2014) 1.
[2] K. Srivastava, M.R. Shimpi, A. Srivastava, *et al*., *RSC Adv*, **6** (2016) 12.
[3] M. Paul, G. R. Desiraju, *Angew. Chem.*, **35** (2019) 58.

A-31

POCHODNE PORFIRYN Z 1-HALOALKINAMI JAKO PREKURSORY DO OTRZYMYWANIA UKŁADÓW Z WIĄZANIEM XB

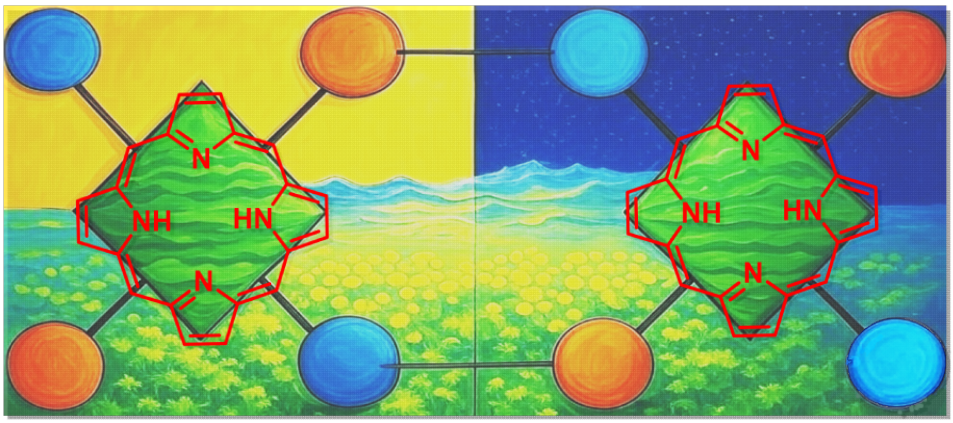
Marcin S. Małecki[1,2], **Mateusz Janeta**[2], **Emilia Ganczar**[2], **Sławomir Szafert**[2]

[1] *Ústav organické chemie a biochemie AV ČR, Flemingovo nám. 542/2, 160 00 Praha 6-Dejvice, Czechy*
[2] *Wydział Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego, Fryderyka Joliot-Curie 14, 50-300 Wrocław, Polska*

Niewiążące oddziaływanie, w którym atom halogenu X (X = Cl, Br, lub I) oddziałuje z bogatym elektronowo atomem Y cząsteczki neutralnej lub mono- lub polianionowej rozumie się – zgodnie z konwencją Unii Chemii Czystej i Stosowanej (IUPAC) – jako wiązanie halogenowe (XB) [1].

Modyfikacje układów porfirynowych to jedna z najprężniej rozwijanych poddziedzin chemii organicznej pozwalająca na modyfikację właściwości molekularnych tych makrocykli i tym samym tworzenie motywów o odpowiednio zaprojektowanych funkcjach [2].

Wiązanie C≡C jest atrakcyjnym motywem strukturalnym w projektowaniu i modyfikacji nowych materiałów. Przyłączenie atomu halogenu do wiązania C≡C prowadzi do otrzymania bardzo dobrego donora wiązania halogenowego. Fragment 1-haloalkinylowy wykorzystano przy modyfikacji tetra-fenyloporfiryny. Otrzymano dwie izostrukturalne pochodne – bromową i jodową – makrocykla, które zostały scharakteryzowane metodami rentgenostrukturalnymi, spektroskopowymi (NMR) oraz spektrometrią mas. W otrzymanych kryształach obserwuje się powstawanie kanałów, których objętość stanowi około 20% całkowitej objętości komórki elementarnej.



Literatura

[1] G. R. Desiraju, P. S. Ho, L. Kloo, A. C. Legon, R. Marquardt, P. Metrangolo, P. Politzer, G. Resnati, K. Rissanen, *Pure and Applied Chemistry*, **85**(8) (2013) 1711–1713.

[2] T. S. Spilfogel, H. M. Titi, T. Friščić, *Crystal Growth & Design*, **21**(3) (2021) 1810–1832.

A-32

COCRYSTALS OF SQUARIC ACID WITH LUTIDINES: A SYSTEMATIC STUDY.

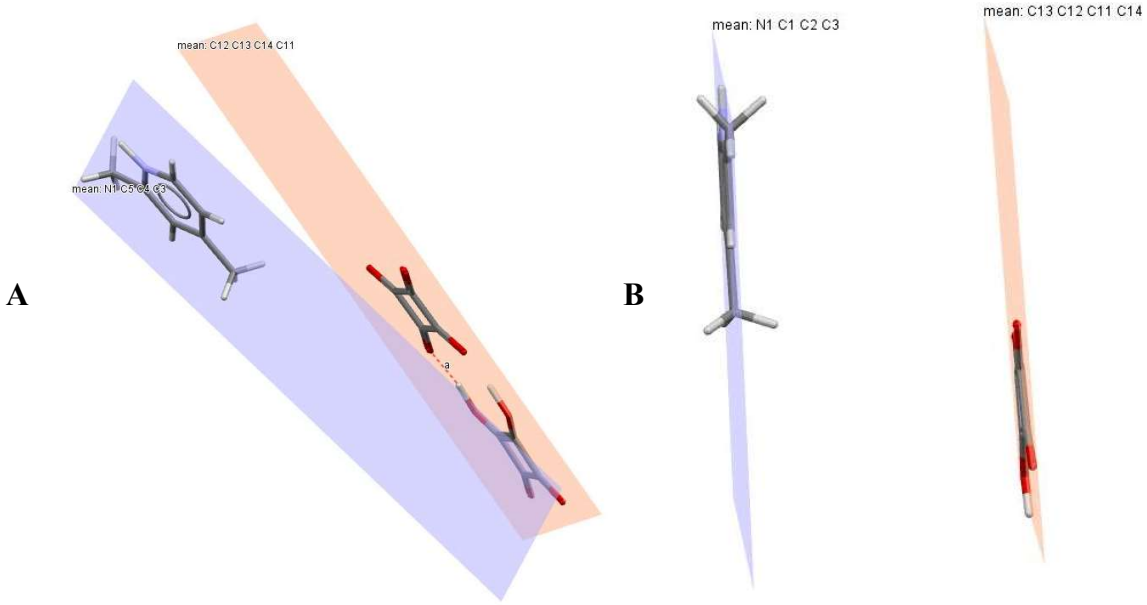
Joanna Nowicka-Scheibe[1], Maja Morawiak[2]

[1] West Pomeranian University of Technology, Szczecin, Faculty of Chemical Technology and Engineering, Department of Organic and Physical Chemistry, ul. Piastów 42, 71-065 Szczecin, Poland
[2] Institute of Organic Chemistry, Polish Academy of Sciences, ul. Kasprzaka 44/52, 01-224 Warsaw, Poland

The formation of cocrystals has been suggested as an alternative to salt formation in the pharmaceutical industry. This methodology allows the properties of nonionisable pharmaceuticals to be altered, and also widens the possibilities for non-ionisable and also certain ionisable pharmaceuticals [1]. We managed to obtain three different cocrystals of squaric acid with: 2,4-lutidine (complex I), 2,6-lutidine (complex II) and 3,5-lutidine (complex III).

X-ray structural analysis of the crystals showed that in complex I lutidine with acid forms co-crystals in two different compositions - in the ratio 1:1.5 and 1:1. Complex II - 2,6–Lutidine (2,6-dimethylpyridine, C_7H_9N) forms a hydrated complex with squaric acid, H_2SQ. In the literature, hydrated squared acid complexes can be found frequently [2,3]. In complex III, lutidine forms a cocrystal with quartz acid in a 1:1 ratio.

In structure A, the plane of the lutidine ring makes an angle of approximately 11 degrees with the H2SQ plane - Figure 1A. Similar angles of inclination of the ring planes were observed in the 3-Amino-2-chloropyridinium hydrogen squarate complexes – described by Koleva in 2009 [4]. In the second structure, both of these planes are parallel to each other (see Figure 1B) and this is consistent with the position of the planes in the previously described complexes: pyridinium hydrogen squarate [5].



C

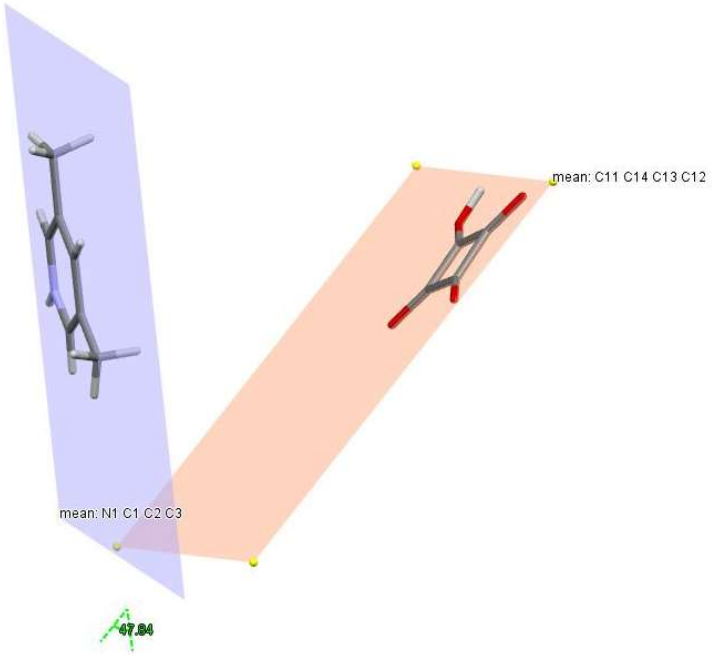


Fig. 1. Mutual position of the planes of the lutidine ring and H2SQ in **A)** complex I (proportion 1:1.5) – angle 11.08°; **B)** complex I (proportion 1:1) – parallel; and **C)** complex III (proportion 1:1) – angle 47.84°. The color of the lutidine sheet is marked in purple, and the square acid planes are marked in orange.

In case of complex III the ring planes form an angle of approximately 48 degrees (see Figure 1C) and this is consistent with the observed angle in the 3-((hydroxyimino)methyl)pyridine-1-2-hydroxy-3,4-dioxocyclobut-1-en-1-olane described by Ivanova in 2012 [6].

In all structures described, ions are held together by extensive intermolecular interactions that include hydrogen bonds. C–O and C–C bond lengths of the C4 ring of the squarate are quite indicative of the resonance condition because of the mono-anion formation.

References

[1] D. A. Haynes, W. Jones, W. D. S. Motherwell, *CrystEngComm.*, **8** (2006) 830–840.
[2] J. Nowicka-Scheibe, A. Pawlukojć, L. Sobczyk, J. Jański, *J. Mol. Struct.*, **1127** (2017) 590–596.
[3] J. Langyel, X. Wang, E. S. Choi, T. Besara, R. Schönemann, S. K. Ramakrishna, J. Holleman, A. L. Blockmon, K. D. Hughey, T. Liu, J. Hudis, D. Beery, L. Balicas, S. A. McGill, K. Hanson, J. L. Musfeldt, T. Siegrist, N. S. Dalal, M. Shatrunk, *JACS*, **141**(41) (2019) 16279–16287.
[4] B. B. Koleva, T. Kolev, R. W. Seidel, M. Spitteller, H. Mayer-Figge, W. S. Sheldrick, *J. Phys. Chem. A*, **113** (2009) 3088–3095.
[5] B. Modec, *J. Mol. Struct.*, **1099** (2015) 54–57.
[6] B. B. Ivanova, M. Spiteller, *Anal. Methods*, **4** (2012) 2247–2253.

A-33

MELOXICAM MULTICOMPONENT CRYSTAL STRUCTURES REVEALED BY POWDER X-RAY DIFFRACTION

Przemysław Nowak[1,2], **Marcin Oszajca**[3], **Agata Jeziorna**[1], **Piotr Paluch**[1], **Marta K. Dudek**[1]

[1] *Center of Molecular and Macromolecular Studies PAS, Sienkiewicza 112, 90-363 Łódź*
[2] *BioMedChem Doctoral School of University of Lodz and Lodz Institutes of PAS, Matejki 21/23, 90-237 Łódź*
[3] *Faculty of Chemistry, Jagiellonian University in Kraków, Gronostajowa 2, 30-387 Kraków*

Crystal structure solution of monocrystals by SCXRD is a gold standard in structural chemistry, but sometimes obtaining suitable monocrystal is a significant challenge and we are not always able to use this method [1]. In this case, PXRD measurements and MD calculations can be used to establish the structure of powdered crystal phase. For an anti-inflammatory drug, meloxicam, used for the bone and joint pain treatment [2], three multicomponent crystals with pyrazine and imidazole were obtained by Liquid Assisted Grinding (LAG) or heating. In this work, we investigate the crystal structures of 1:0.5 meloxicam:pyrazine, and 1:1 and 1:2 meloxicam:imidazole binaries with PXRD supported by solid-state NMR. In particular, the registered diffractograms were used to index the unit cells and molecular dynamics (MD) calculations were performed to solve the structures. The successful Rietveld refinement was performed in Jana2020. Solid-state NMR measurements at two different magnetic field strengths were used to unambiguously establish the protonation state in the aforementioned structures.

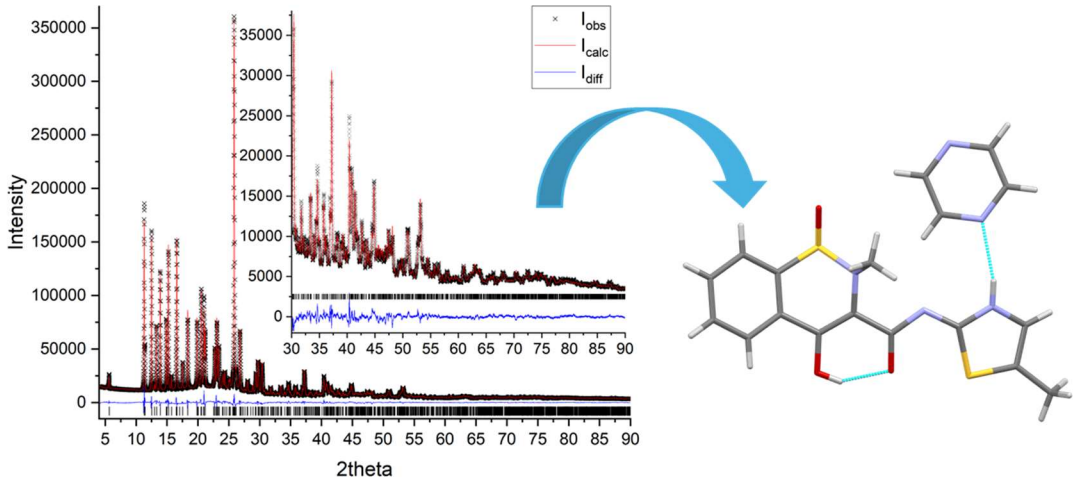


Fig. 1. Comparison of the registered diffractogram with the calculated after Rietveld refinement(left) for meloxicam-pyrazine cocrystal (structure on the right).

As a result, it was determined that in meloxicam:pyrazine cocrystal the API is present in a very unusual tautomeric form (Fig. 1), unprecedented before in any of

meloxicam crystalline forms. For the two crystals of meloxicam with imidazole it was discovered that 1:1 form is a salt, while 1:2 from is a mixed salt-cocrystal, with one protonated imidazole molecule, and the other being in its natural form. Additionally, the supramolecular motifs in the crystal structures were described. Concluding, combining the powder X-ray diffraction methods with solid-state NMR spectroscopy revealed the three new structures of meloxicam multicomponent crystals.

Acknowledgements
This work was possible due to the financial support of the Polish National Science Centre under Sonata BIS grant No.2022/46/E/ST4/0039. The NMR studies has been supported by PANACEA, which received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under Grant Agreement No 101008500.

Literature

[1] A. Jeziorna, M. Malinska I. Sugden, P. Paluch, R. Dolot, M. K. Dudek, *IUCrJ*, SCXRD, CSP-NMRX and microED in the quest for three elusive polymorphs of meloxicam, **12** (2025) 109–122.
[2] A. Jeziorna, P. Paluch, J. Zając, R. Dolot, M. K. Dudek, *Crystal Growth & Design*, Crystallization of Elusive Polymorphs of Meloxicam Informed by Crystal Structure Prediction, **23**(8) (2023) 5998–6010.

A-34

CRYSTALS OF SALICYLIDENE SCHIFF BASES: TAUTOMERISM AND INFLUENCE OF CARBOXYLIC GROUP POSITION ON THE CRYSTAL PACKING

Patryk Nowak, **Artur Sikorski**

Department of Chemistry, University of Gdansk, 63 Wita Stwosza St., 80-308 Gdansk

Schiff bases represent a structurally diverse and functionally versatile class of compounds that continue to attract significant scientific interest due to their chemical reactivity and broad spectrum of applications. Their reactivity and the presence of a >C=N– group give rise to valuable optical, structural, and biological properties. Intramolecular proton transfer enables keto-enol tautomerism, which explains their photo-, thermo- and solvatochromic behavior. These features make them promising for applications in smart materials, as well as for therapeutic uses [1–10].

Three novel Schiff bases: 2-{(E)-[(2,3-dihydroxyphenyl)methylidene]-amino}benzoic acid (**1**), 3-{(E)-[(2,3-dihydroxyphenyl)-methylidene]amino}benzoic acid (**2**), and 4-{(E)-[(2,3-dihydroxyphenyl)methylidene]-amino}benzoic acid (**3**) were synthesized and characterized using ATR-FTIR, DSC/TG, and SCXRD methods. Crystallographic studies revealed that compounds **1** and **3** adopt a zwitterionic imine form, whereas compound **2** is stabilized in the enol-imine form via an intramolecular O–H···N hydrogen bond. A comparative survey of the Cambridge Structural Database (CSD) demonstrated systematic correlations between geometric parameters associated with the hydroxyl and azomethine groups for both tautomeric forms. Furthermore, analysis of intermolecular interactions indicated that the position of the carboxyl group significantly affects the formation of supramolecular synthons involving hydroxyl and carboxyl groups (Fig. 1). These synthons exhibit varying interaction energies, resulting in distinct packing arrangements and influencing the thermal stability of the crystals.

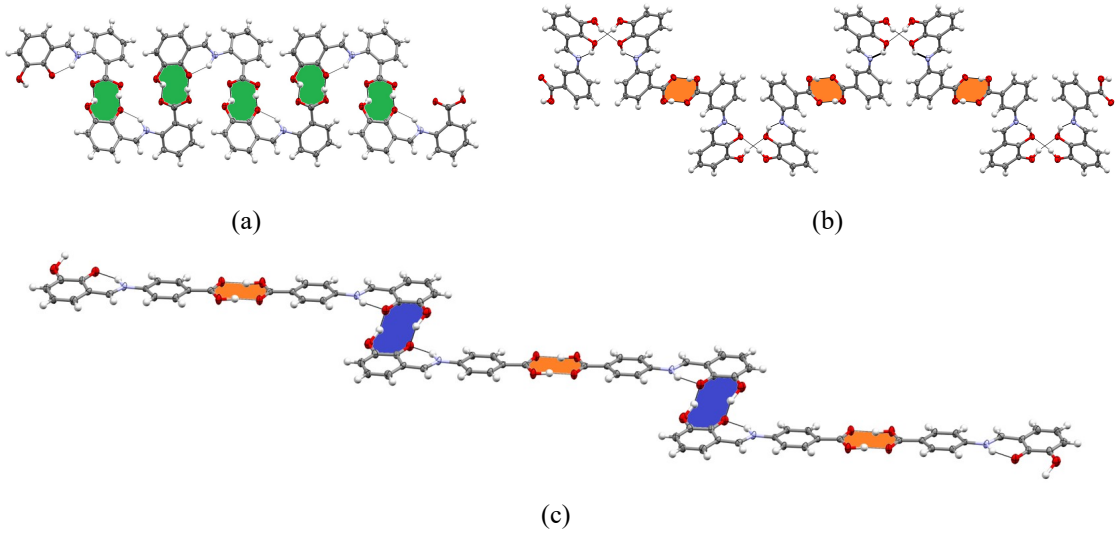


Fig. 1. Crystal packing of compounds **1**–**3**, (a–c, respectively). Supramolecular synthons are indicated as follows: green (hydroxyl···carboxyl), orange (carboxyl···carboxyl) and blue (hydroxyl···hydroxyl) areas. Hydrogen bonds are represented by black dashed lines.

A-34

This research was funded by: Research of Young Scientists grant (BMN) no. 539-T080-B214-25 (University of Gdańsk) and DS/530-8228-D738-25 (University of Gdańsk).

Literature

[1] E. Raczuk, B. Dmochowska, J. Samaszko-Fiertek, J. Madaj, *Molecules*, **27** (2022) 787.
[2] J. L. Segura, M. J. Mancheño, F. Zamora, *Chem. Soc. Rev.*, **45** (2016) 5635–5671.
[3] A. Ohshima, A. Momotake, T. Arai, *J. Photochem. Photobiol. A Chem.*, **162** (2004) 473–479.
[4] L. Zhao, Q. Hou, D. Sui, Y. Wang, S. Jiang, *Spectrochim. Acta A Mol. Biomol. Spectrosc.*, **67** (2007) 1120–1125.
[5] S. Kagatikar, D. Sunil, *J. Electron. Mater.*, **50** (2021) 6708–6723.
[6] Z. Fatima, H. A. Basha, S. A. Khan, *J. Mol. Struct.*, **1292** (2023) 136062.
[7] F. S. Alamro, S. M. Gomha, M. Shaban, A. S. Altowyan, T. Z. Abolibda, H. A. Ahmed, *Sci. Rep.*, **11** (2021) 15046.
[8] Z. Q. Lei, P. Xie, M. Z. Rong, M. Q. Zhang, *J. Mater. Chem.*, **3** (2015) 19662–19668.
[9] L. Zhou, M. Chen, Y. Guan, Y. Zhang, *Polym. Chem.*, **5** (2014) 7081–7089.
[10] A. L. Berhanu, I. Mohiuddin, A. K. Malik, J. S. Aulakh, V. Kumar, K. H. Kim, *Trends Anal. Chem.*, **116** (2019) 74–91.

A-36

PIEZO-SOLVATOMORPHISM OF iHOFs – NEW ORGANIC POROUS FRAMEWORK

Gracjan Russ[1], Tamás Holczbauer[2,3], Sourav De[2], Petra Bombicz[2], Andrzej Katrusiak[1], Szymon Sobczak[1]

[1] *Department of Materials Chemistry, Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań*
[2] *Centre for Structural Research, HUN-REN research Centre for Natural Sciences, Konkoly-Thege Miklós út 29-33, 1121 Budapest*
[3] *Institute of Organic Chemistry, Research Centre for Natural Sciences, Magyar Tudósok körútja 2, H-1117 Budapest*

Hydrogen bond-assisted ionic organic frameworks (iHOFs) [1] represent an emerging class of porous organic materials characterized by the ability to form porous three-dimensional aggregates stabilized by charge-assisted hydrogen bonds and anion⋯π interactions. iHOFs have attracted growing attention due to their broad application potential in various fields like drug delivery [2], adsorption, heterogeneous catalysis [3], molecular storage [4] and many more [5]. While polymorphism and solvatomorphism have been widely investigated in porous materials, pressure-induced solvatomorphism remains relatively underexplored and offers new perspectives for modulating the structural and functional properties of such compounds.

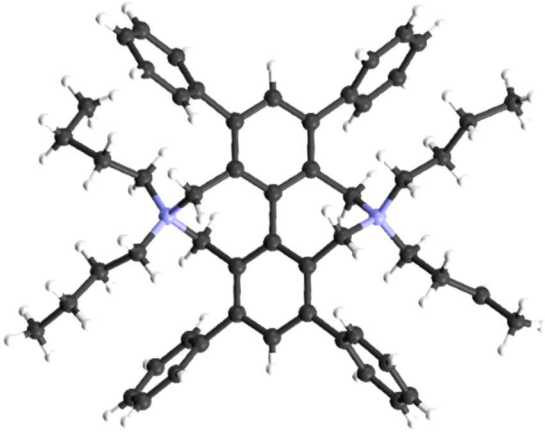


Fig. 1. The iHOF molecule present in iHOF·xMeOH at 0.55 GPa, bromine anions and methanol molecules omitted for clarity.

We report the piezo-solvatomorphism [6] of an iHOF observed through *in situ* isochoric recrystallizations from methanol and water under high-pressure. Remarkably, despite the general tendency of pressure to promote closely packed crystal structure, all high-pressure isochoric recrystallization experiments consistently yielded porous framework structures. Recrystallization from methanol resulted in two forms of iHOF·*n*MeOH that differ in guest methanol content: the low-pressure structure, stable up to 0.4 GPa crystallizing in the triclinic space group $P\bar{1}$, and a higher-pressure form, stable above 0.4 GPa adopting a tetragonal $P4_2/n$ space group (Fig. 1). Similarly, recrystallization from water led to two forms of the iHOF hydrate (iHOF·xH$_2$O), also differing in guest content: a low-pressure tetragonal structure stable up to approx. 0.2 GPa, and a high-pressure structure crystallizing in the cubic space group $Ia\bar{3}d$.

As observed before for $[H_3O][PbI_3]\cdot nH_2O$ obtained at high-pressure, compression can lead to the desorption of small, co-crystallized, guest molecules [7], which aligns with the reduced void volume observed in both iHOF·*n*MeOH and iHOF·xH_2O.

These results underscore the complex relationship between molecular flexibility, solvation effects, and supramolecular interactions in governing the structural aggregation of three-dimensional frameworks at high pressure. The demonstrated examples show a huge perspective for the application of high-pressure in exploring novel topologies of complex framework materials.

References

[1] D. Vajk Horváth, T. Holczbauer, L. Bereczki, R. Palkó, N. V. May, T. Soós, P. Bombicz, *CrystEngComm*, **20** (2018) 1779–1782.
[2] M. Vallet-Regí, F. Balas, D. Arcos, *Angew. Chem., Int. Ed.*, **46** (2007) 7548–7558.
[3] J. S. Seo, D. Whang, H. Lee, S. I. Jun, J. Oh, Y. J. Jeon, K. Kim, *Nature*, **404** (2000) 982–986.
[4] R. E. Morris, P. S. Wheatley, *Angew. Chem., Int. Ed.*, **47** (2008) 4966–4981.
[5] M. J. Prakash, M. S. Lah, *Chem. Commun.*, (2009) 3326–3341.
[6] S. Sobczak, A. Katrusiak, *IUCrJ*, **11** (2024) 528–537.
[7] S. Sobczak, A. M. Fidelli, J-L. Do, G. P. Demopoulos, A. Moores, T. Friščić, A. Katrusiak, *Inorg. Chem. Front.*, **11** (2024) 735–744.

The support of the Hungarian Research, Development and Innovation Office, research grant no. 2021-4.1.2-NEMZ_KI-2022-00022 is gratefully acknowledged.

A-37

STRUCTURAL STUDIES OF UREA CLATHRATES WITH LONG ALIPHATIC AMINES

Anna Sadocha, Ilona Turowska-Tyrk, Michał K. Cyrański, Arkadiusz Ciesielski

University of Warsaw, Faculty of Chemistry, Pasteura 1 02-093 Warsaw

Although urea is a relatively small molecule, it forms many unusual structures, such as clathrates. The first urea clathrate structures were identified in the 1980s. It was shown that urea molecules, interacting through hydrogen bonds, form hexagonal channels that can accommodate guest molecules. These channels are infinite, allowing guest species a certain degree of mobility within them, which in turn leads to positional disorder. Studies on clathrates have shown that systems that can be incorporated into urea channels include unbranched aliphatic hydrocarbon molecules and their derivatives [1-3]. In 2002, finite urea channels were obtained, closed at both ends by solvent molecules [4].

Our studies of these systems have led to the formation of clathrates with long-chain aliphatic amines: undecylamine (N11), dodecylamine (N12), tetradecylamine (N14), hexadecylamine (N16), and octadecylamine (N18). Methanol is also incorporated into the crystal lattice of each of these structures. Within each channel, two amine molecules are oriented with the amine groups outward, which allows interaction with the methanol molecule. This arrangement leads to the formation of a closed channel structure and results in relatively ordered guest molecules. It is worth noting that the cross-section of these channels does not resemble a perfect hexagon, as is the case for infinite urea clathrates. The N11, N12, and N14 systems crystallize in the $C2/c$ space group, N16 in $P2_1/c$, whereas N18 in $P2_1/n$. In the asymmetric part of N11, N12 and N14 structures, one amine–methanol pair is present alongside to urea molecules. Undecylamine and dodecylamine molecules occupy two alternative positions. In clathrates N16 and N18, two amine–methanol pairs are present and no disorder is observed in these systems. The channels formed in all obtained structures are chiral.

Literature

[1] L. Yeo, K. D. M. Harris, F. Guillaume, *J. Solid State Chem.*, **128** (1997) 273.
[2] M. D. Hollingsworth, B. D. Santarsiero, K. D. M. Harris, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **33** (1994) 649.
[3] R. Lee, S. A. Mason, E. Mossou, G. Lamming, M. R. Probert, J. W. Steed, *Cryst. Growth Des.*, **16** (2016) 7175.
[4] S. O. Lee, B. M. Kariuki, K. D. M. Harris, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **41** (2002) 2181.

A-38

S-(N-BUTYLAMINE)THIOUREA DERIVATIVE OF 2-AZABICYCLOALKANE AS AN UNEXPECTED PRODUCT OF THE GUANYLATION REACTION

Mariia Shyshkina[1,2], Elżbieta Wojaczyńska[2], Marek Daszkiewicz[1]

[1] *Institute of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Sciences, 2 Okólna St., 50-422 Wrocław, Poland*
[2] *Wrocław University of Science and Technology, 4/6 Norwida St., 50-373 Wrocław, Poland*

The title compound (Fig. 1) comprises two structural fragments: one is the well-known biologically active 2-azabicycloalkane moiety [1], while the other is less explored and has been described in only a few patents [2,3]. This compound can be classified as a dipharmacophore molecule, making it a promising candidate in the context of biological activity. This dual pharmacophore nature underpins the significance and interest in the compound. It was obtained serendipitously during investigations into a recently developed guanylation method [4], which employs I_2 as a desulfurizing agent. Spectroscopic analyses, including MS or NMR, confirmed the formation of two products: guanidine and the corresponding S-(n-butylamine)thiourea. However, only the latter was successfully crystallized.

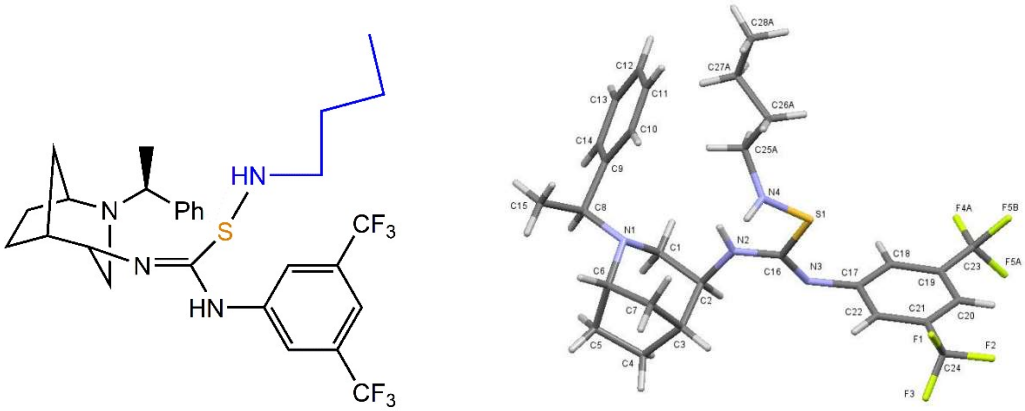


Fig. 1. The scheme and molecular structure of the title compound.

The compound crystallizes in the Sohncke space group $P2_12_12_1$, indicating the presence of a single enantiomer in the crystal phase. The absolute configuration of the asymmetric carbon atoms was determined using anomalous dispersion (Flack parameter = -0.1(2)) and by reference to an unchanging chiral centre in the synthetic procedure of the C8 atom. Atoms C2, C6, and C8 exhibit the *S* configuration, while C3 has the *R* configuration.

X-ray diffraction analysis revealed that the molecules are arranged in chains parallel to the *a* axis, and they are stabilized by C18–H18···S1 and N4–H4A···N3 hydrogen bonds.

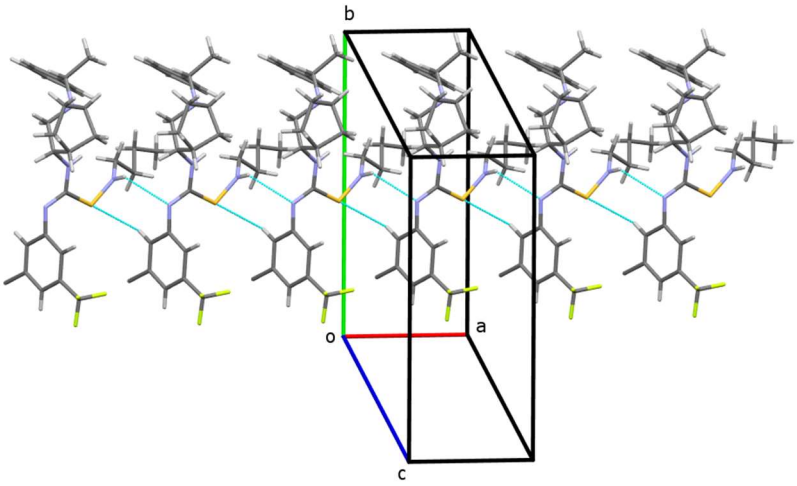


Fig. 2. The main structural motif in the crystal structure.

Literatura

[1] E. Wojaczyńska, J. Wojaczyński, K. Kleniewska, M. Dorsz, T. K. Olszewski, *Org. Biomol. Chem.*, **13** (2015) 6116–6148.
[2] Patent US2019/382358, 2019.
[3] Patent US2014/303140, 2014.
[4] H.-J. Rong, C.-F. Yang, T. Chen, Y.-Q. Wang, B.-K. Ning, *Tetrahedron Lett.* **60** (2019) 150970.

A-39

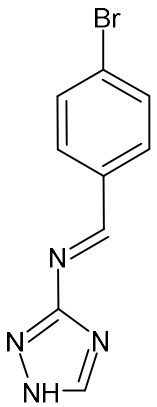
CENTRO- I NIECENTROSYMETRYCZNA STRUKTURA KRYSTALICZNA POCHODNEJ 1,2,4-TRIAZOLO-3-AMINY

Agata Białońska, Amelia Stężalska

Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski, ul. F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław

Podstawione 1,2,4-triazole cieszą się dużym i rosnącym zainteresowaniem w chemii koordynacyjnej. Związane jest to między innymi z faktem, że mogą tworzyć dyskretne lub polimeryczne związki koordynacyjne jonów metali przejściowych z dwoma mostkującymi blisko sąsiadującymi atomami azotu. Zasady Schiffa oparte na 1,2,4-triazolo-4-aminie wykazują tendencję do tworzenia dwurdzeniowych związków koordynacyjnych miedzi(I) i srebra(I). W zależności od anionu i budowy karbonylowego substratu w syntezie zasady Schiffa, związki koordynacyjne z powstałymi pochodnymi 1,2,4-triazolo-4-amin mogą wykazywać interesujące właściwości fizyko-chemiczne [1,2]. Biorąc pod uwagę właściwości koordynacyjne 1,2,4-triazolo-3-aminy, która między innymi może być dwupołączeniowym neutralnym ligandem lub trójpołączeniowym (deprotonowanym) ligandem anionowym, naszą uwagę skierowaliśmy w kierunku syntezy pochodnych 1,2,4-triazolo-3-aminy i wykorzystanie ich do syntezy związków koordynacyjnych [3].

Na posterze przedstawione będą struktury krystaliczne zasady Schiffa opartej na 1,2,4-triazolo-3-aminie (schemat). W zależności od warunków krystalizacji pochodna ta tworzy różne formy polimorficzne – centro- i niecentrosymetryczną.



Literatura

[1] Qiaozhen Sun, Feng Zheng, Xiaodan Sun, Wei Wang, *Acta Cryst. E*, **65** (2009) m283.

[2] K. Drabent, A. Białońska, Z. Ciunik, *Inorganic Chemistry Communications*, **7** (2004) 224.

[3] Shu-Yu Zhang, Bei Liu, Shi-Hui Zhang, Ke-Fen Yue, Zhen-Qi Huang, *Journal of Solid State Chemistry*, **278** (2019) 120901.

A-40

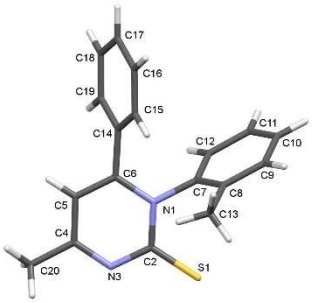
INFLUENCE OF THE SUBSTITUENT ON THE ARCHITECTURE OF THE RINGS OF 4-METHYL-1,6-DIPHENYL-2[1*H*]-PYRIMIDINETHIONE DERIVATIVES

Ewa Żesławska[1], **Wojciech Nitek**[2], **Waldemar Tejchman**[1]

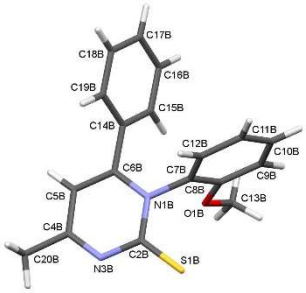
[1] *Institute of Biology and Earth Sciences, University of the National Education Commission, Podchorążych 2, 30-084 Kraków*
[2] *Faculty of Chemistry, Jagiellonian University, Gronostajowa 2, 30-387 Kraków*

Multidrug resistance (MDR) is a global problem in the treatment of various diseases such as cancer, bacterial, fungal and parasitic infections. In the search for an effective strategy to overcome antimicrobial resistance, a series of pyrimidinethione derivatives was synthesized. Our previous studies [1-4] allowed to identify a series of pyrimidineselonone/thione derivatives with very good antimicrobial and anticancer activities, as well as with potency to inhibit the cancer MDR efflux pump ABCB1. As the next step in our research, we modified the previously investigated active compounds by changing the position of substitution in the aromatic rings.

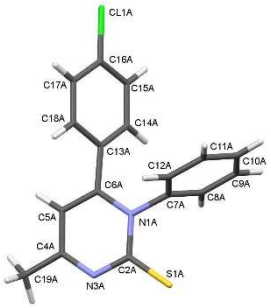
In order to investigate structural properties of obtained compounds, we have performed crystal structures analysis of 4-methyl-1-(2'-methylphenyl)-6-phenyl-2[*1H*]-pyrimidinethione (**1**), 4-methyl-1-(2'-methoxyphenyl)-6-phenyl-2[*1H*]-pyrimidinethione (**2**) and 4-methyl-6-(4'-chlorophenyl)-1-phenyl-2[*1H*]-pyrimidinethione (**3**).



1



2



3

Compound **1** crystallizes in the triclinic centrosymmetric space group with one molecule in the asymmetric unit. Two other derivatives, **2** and **3**, crystallize in the monoclinic space group $P2_1/c$ with two molecules in the asymmetric unit. The packing of the molecules is determined by weak C–H⋯N and C–H⋯S intermolecular interactions. We have analyzed the impact of substituent on the geometry of molecules and intermolecular interactions.

References

[1] E. Żesławska, I. Korona-Głowniak, M. Szczesio, *et al.*, *J. Mol. Str.* **1142** (2017) 261.
[2] E. Żesławska, A. Kincses, V. Unger , *et al.*, *Anitcancer Res.*, **38** (2018) 4577.
[3] E. Żesławska, I. Korona-Głowniak, W. Nitek., W. Tejchman, *Acta Cryst. C.*, **76** (2020) 359.
[4] I. Korona-Głowniak, W. Nitek., W. Tejchman, E. Żesławska, *Acta Cryst. C.*, **77** (2021) 649.

A-41

HIGH-PRESSURE INVESTIGATION OF COCRYSTAL BASED ON 4,4'-AZOPYRIDINE AND DIPHENIC ACID

Sonia Steven Busigara, Ewa Patyk-Kaźmierczak

Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz Univeristy in Poznań, ul. Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań

Cocrystal design is a well-established method to modify the physicochemical properties of solid matter and is often employed in the pharmaceutical industry to obtain crystal forms of active pharmaceutical ingredients (APIs) of improved solubility, stability, and processability [1]. Our current understanding of heterosynthon formation enables the intentional selection of coformers that can form a single crystal lattice [1]. However, predicting precisely how compositional modifications will affect the properties of the resulting crystal form remains challenging [2]. Recently, it was shown that even seemingly insignificant modifications to the composition of an organic cocrystal exhibiting negative linear compressibility (NLC) – meaning it expands in one direction under hydrostatic pressure [3] – can strongly affect its compressibility behaviour [4]. This highlights the importance of investigating structurally related materials to better understand the structure-property relationships governing their response to various stimuli.

In this work, we present a novel cocrystal based on 4,4'-azopyridine (AZO) and diphenic acid (DIP). In this cocrystal, molecules aggregate to form zig-zag chains, a motif whose deformation can lead to NLC [5]. At ambient conditions, it is isostructural to a cocrystal based on DIP and 1,2-bis(4-pyridyl)ethane (ETY). This ETY·DIP cocrystal is also newly synthesized, and its high-pressure investigation has revealed interesting conformational changes in ETY upon compression [6]. However, similar changes are not possible in AZO·DIP due to the planar shape of the AZO molecule, which is expected to influence the response of AZO·DIP to increasing pressure. We report the crystal structure of AZO·DIP and its changes under compression. These results are compared with data collected for the ETY·DIP cocrystal to analyse the effect of replacing one coformer on the material's response to pressure.

The funding from National Science Centre, Poland (grant No. UMO-2020/39/D/ST4/00260) is kindly acknowledged.

Literature

[1] N. K. Duggirala, M. L. Perry, Ö. Almarsson, M. J. Zaworotko, *Chem. Commun.*, **52** (2015) 640.
[2] Y. Ding, Y. Zhao, Y. Liu, *Aggregate*, **5** (2024) e626.
[3] R. H. Baughman, S. Stafström, C. Cui, S. O. Dantas, *Science*, **279** (1998) 1522.
[4] E. Patyk-Kaźmierczak, K. Szymańska, M. Kaźmierczak, *IUCrJ*, **12** (2025) 88.
[5] Q. Zeng, W. Qiu, C. Li, Y. Sun, J. Hao, Y. Li, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **26** (2024) 15286.
[6] E. Patyk-Kaźmierczak, K. Szymańska, M. Kaźmierczak, *in preparation*.

A-42

TUNING NEGATIVE LINEAR COMPRESSIBILITY IN 1,2-BIS-(4′-PYRIDYL)-ETHANE COCRYSTALS: A CASE STUDY

Ewa Patyk-Kaźmierczak, Michał Kaźmierczak

Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz Univeristy in Poznań,
ul. Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań

Negative linear compressibility (NLC) is an unusual response of the crystal to increasing pressure, associated with its expansion in one direction [1]. The NLC materials reported in the literature differ in the magnitude and pressure range of NLC. The most significant pressure-induced expansion is usually observed for framework materials, while NLC in organic crystals is typically weaker [2]. One of the mechanisms standing behind NLC, is connected to deformation of specific motifs, such as a wine rack or a honeycomb, that elongate in one direction as they flatten [2]. Still, the mere presence of these motifs does not guarantee that the crystal will show NLC [3], and even if it is exhibited, its magnitude and the pressure range are hard to predict.

The NLC in two organic crystals: isostructural cocrystals of 1,2-bis(4-pyridyl)ethane (ETY), with fumaric (FUM) and succinic (SUC) acids, has been recently reported [4,5], with ETYFUM showing NLC of a magnitude comparable to framework materials (K_{NLC}=-24 TPa^{-1}), persisting over a wide pressure range (0.1 MPa–3.6 GPa) [4]. At the same time, NLC in ETYSUC is significantly weaker (K_{NLC} = -5 TPa^{-1}) [5], even though at ambient conditions structures of both cocrystals are almost identical, with molecules aggregated to form H-bonded wine rack motifs. It was revealed that large change in the response of each cocrystal to pressure originates from a very subtle difference concerning hybridization of α-carbon atoms and the number of α-hydrogen atoms in molecules of FUM and SUC. Although, presence of two hydrogen atoms instead of one at the α-carbon atoms can seem a small modification, it causes steric hindrance leading to phase transition of the ETYSUC cocrystal above 2.9 GPa and changes the manner of wine rack motif deformation, affecting the magnitude of NLC [5].

Presented results not only show that significant NLC can be achieved for organic cocrystals, but also how cocrystallization and replacement of coformers can be used to tune the pressure response of materials.

The funding from National Science Centre, Poland (grant No. UMO-2020/39/D/ST4/00260) is kindly acknowledged.

Literature

[1] R. H. Baughman, S. Stafström, C. Cui, S. O. Dantas, *Science*, **279** (1998) 1522.
[2] A. B. Cairns, A. L. Goodwin, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **17** (2015) 20449.
[3] T. J. Hitchings, R. Scatena, D. R. Allan, A. B. Cairns, P. J. Saines, *Chem. Commun.*, **60** (2024) 3271.
[4] E. Patyk-Kaźmierczak, M. Kaźmierczak, *Chem. Commun.*, **60** (2024) 10310.
[5] E. Patyk-Kaźmierczak, K. Szymańska, M. Kaźmierczak, *IUCrJ*, **12** (2025) 88.

A-43

THE STUDY OF L-NNA·SSA AND L-LYS·2SSA·3H_2O

Mane Sahakyan[1], Tamara J. Bednarchuk[1], Nelli S. Gharibyan[2], Ruzan P. Sukiasyan[2], Astghik A. Danghyan[2], Armen K. Atanesyan[2]

[1] *Institute of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Sciences, 50-422 Wroclaw, Poland*
[2] *Institute of Applied Problems of Physics of the National Academy of Sciences of the Republic of Armenia, 25 Hrachya Nersisyan Str., Yerevan, Republic of Armenia, 0014*

Amino acid salts are known for their nonlinear optical, pyroelectric, piezoelectric, ferroelectric, and dielectric properties [1]. So far, the following crystals of amino acid salts suitable for application are known with good properties: pyroelectric TGS [2] and LADB [3], nonlinear optical LAP [4], as well as BPI [5]. Salicylic acid and its derivatives, particularly 5-sulfosalicylic acid dihydrate ($C_7H_6O_6S{\cdot}2H_2O$ or SSA·2H_2O), are known for their anti-inflammatory activity [6].

Therefore, the search and study of salts of amino acids and SSA·2H_2O is of interest both from the point of view of finding crystals with the above-mentioned properties, as well as studying structural features and formation mechanisms.

This work refers to the growth and study of the L-NNA·SSA and L-Lys·2SSA·3H_2O [7] crystals, obtained by the interaction of amino acids (L-NNA – NG-Nitroarginine, L-Lys – L-lysine) and SSA·2H_2O in a 1:2 molar ratio.

The crystals were analyzed and identified using FT-IR spectroscopy. In the spectra, there are bands at 1738 cm^{-1} for L-Lys·2SSA·3H_2O and at 1744 cm^{-1} for L-NNA·SSA, according to which the L-lysine cation is double, and the L-nitroarginine cation is mono-charged.

The crystal and molecular structure of the L-NNA·SSA and L-Lys·2SSA·3H_2O were determined by the single-crystal X-ray diffraction method at 295 K.

At room temperature, L-NNA·SSA crystallizes in the orthorhombic non-centrosymmetric $P2_12_12_1$ space group with Z = 8 and a = 13.261(4), b = 15.386(5), c = 17.832(5) Å, and V = 3638.33 Å³. The asymmetric part of the unit cell contains two crystallographically independent L-NNA^+ cations and two SSA^- anions. L-Lys·2SSA·3H_2O crystallizes in the polar monoclinic $P2_1$ space group with Z = 2 and a = 6.884(3), b = 16.427(5), c = 11.970(4) Å, β = 92.42(3)º, and V = 1352.4(8) $Å^3$. The asymmetric unit consists of one crystallographically independent L-Lys^{2+} cation, two SSA^- anions, and three water molecules.

First-principles calculations of electronic structure properties for L-NNA·SSA and L-Lys·2SSA·3H_2O were also performed using the projector augmented wave (PAW) method by employing the exchange–correlation potential of Perdew-Burke-Ernzerhof (PBEGGA) [8]. After structural optimization, the unit cell volume of L-NNA·SSA and L-Lys·2SSA·3H_2O crystals show a reduction of approximately 6.24% and 6.65%, respectively. Studying the partial density of states of these compounds, it is evident that in both crystals the orbital electrons of oxygen (O) and nitrogen (N) atoms makes the significant contribution just below the Fermi level, while above the Fermi level carbon (C) atoms have the largest input to the total density of states. Moreover, these bands are responsible of the formation of band-gaps of approximately 4.6 eV and 2.9 eV, highlighting their dielectric properties.

A-43

This work is supported by the Ministry of Science and Education RA, project No. 24WS-1C022 and NAS RA within the framework of the "Young Scientists" Support Program'' No. 24-YSIP-030.

References

[1] M. Fleck, A.M. Petrosyan, Salts of amino acids: crystallization, structure and properties, Springer, Dordrecht, 2014.
[2] B. T. Matthias, C. E. Miller, J. P. Remeika, *J. Phys. Review*, **104** (1956) 849–850.
[3] A. A. Danghyan, L. A. Khachatryan, R. A. Apreyan, S. A. Ter-Balyants, A. K. Atanesyan, R. P. Sukiasyan, *J. Cryst. Growth*, **627** (2024) 127514.
[4] D. Xu, M. H. Jiang, Z. K. Tan, *Acta Chim Sin*, **41** (1983) 570–573. (In Chinese).
[5] J. Albers, A. Klöpperpieper, H. J. Rother, S. Haussühl, *Ferroelectrics*, **81** (1988) 27–30.
[6] H. T. Varghese, C. Y. Panicker, D. Philip, J. Raman Spectroscopy, **38**(3) (2007) 309–315.
[7] R. Usha, N. Hema, V. Revathi Ambika, D. Shalini, D. Jayalakshmi, *Asian J. of Chemistry*, **30**(2) 2018 343–350.
[8] J. P. Perdew, K. Burke, Y. Wang, *Phys. Rev. B*, **54** (1996) 16533–16539.

A-44

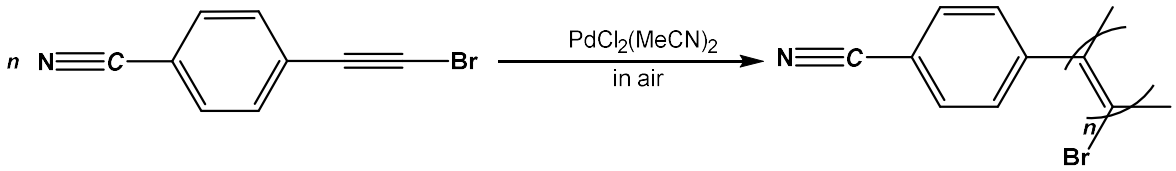
POLIMERYZACJA KATALITYCZNA POCHODNYCH 1-BROMO-2-FENYLOACETYLENU Z UŻYCIEM SOLI PALLADU JAKO KATALIZATORÓW

Malwina Michałków, Mateusz Janeta, Sławomir Szafert

Wydział Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego,
Fryderyka Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław

Haloalkiny od lat cieszą się niesłabnącym zainteresowaniem środowiska naukowego. Związki te są interesujące ze względu na ich aktywność biologiczną oraz ogromny potencjał aplikacyjny związany z nieliniowymi właściwościami optycznymi i przewodnictwem elektrycznym [1]. Pierwsze badania nad poliacetylenem rozpoczęto około pół wieku temu i jak dotąd dokonano szeregu ekscytujących osiągnięć w badaniach strukturalnych, jednak postęp w praktycznych zastosowaniach poliacetylenów jest daleki od zadawalającego [2]. W ostatnich latach polimery dipodstawionych acetylenów lub poli(dipodstawionych acetylenów) znalazły się w centrum zainteresowania ze względu na wysoką przepuszczalność gazów, unikalne zachowanie elastomerów w skoniungowanych polimerach fluorescencyjnych oraz lepszą stabilność termiczną i warunki zewnętrzne w porównaniu z ich monopodstawionymi odpowiednikami [3]. Zastosowanie katalizatorów opartych na metalach przejściowych przyczyniło się do opracowania kontrolowanych systemów polimeryzacji, a w niektórych przypadkach nawet do uzyskania wglądu w mechanizm polimeryzacji [4].

W trakcie prowadzonych badań, wykorzystując pochodne 1-bromo-2-fenyloacetylenu w reakcji katalitycznej polimeryzacji z wykorzystaniem soli palladu jaku katalizatorów otrzymano serię polimerów (Rysunek 1). Dla 4-(bromoetynylo)benzonitrylu otrzymano próbkę krystaliczną i zmierzono jej strukturę krystaliczną.



Rys. 1. Schemat reakcji katalitycznej polimeryzacji pochodnych 1-bromo-2-fenyloacetylenów.

Literatura

[1] W. Wu, H. Jiang, *Acc. Chem. Res.*, **47** (2014) 2483–2504.
[2] M. Shiotsuki, F. Sanda, T. Masuda, *Polym. Chem.*, **2** (2011) 1044–1058.
[3] Y. Hu, M. Shiotsuki, F. Sanda, B. D. Freeman, T. Masuda, *Macromolecules*, **41** (2008) 8525–8532.
[4] J. R. Castanon, N. Sano, M. Shiotsuki, F. Sanda, *ACS Macro Lett.*, **3** (2014) 51–52.

A-45

HOW LIKELY RECRYSTALLIZATION SOLVENTS ARE TO FORM SOLVATES?

Michał Kaźmierczak, Ewa Patyk-Kaźmierczak

Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Poznań, Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań, Poland

The use of solvents in recrystallization can result in the formation of solvates, which may be either undesirable or desirable depending on the context. It is well known that the crystallization protocol can significantly influence the resulting crystal form [1-2]. Recrystallization using a single solvent or a solvent mixture is commonly employed both to grow suitable single crystals for diffraction analysis and as a method of purification [3]. Studies have shown that solvent choice can affect not only the size but also the behavior of the resulting crystals [4-5], and variable-solvent crystallization is a well-established strategy for discovering new polymorphs [3].

In this study, we datamined the Cambridge Structural Database for entries that included information on the solvent used during crystallization (about ⅕ of all deposits). Our goal was to analyze the frequency of solvent usage and correlate it with the incidence of solvate formation [6].

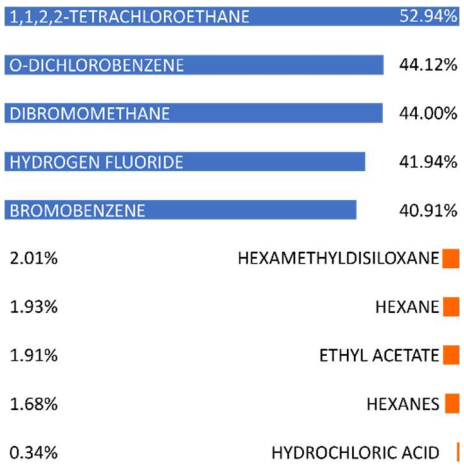


Fig. 1. Recrystallization solvents most and least frequently incorporated in the final crystal.

Literature

[1] M. Kitamura, *CrystEngComm*, **11** (2009) 949.
[2] E. A. Losev, E. V. Boldyreva, *CrystEngComm*, **20** (2018) 2299–2305.
[3] J. M. Miller, N. Rodríguez-Hornedo, A. C. Blackburn, D. Macikenas and B. M. Collman, Solvent Systems and Their Selection in Pharmaceutics and Biopharmaceutics, P. Augustijns, M. E. Brewster, Springer New York, New York, NY, 2007, pp. 53–109.
[4] D. M. Croker, D. M. Kelly, D. E. Horgan, B. K. Hodnett, S. E. Lawrence, H. A. Moynihan, Å. C. Rasmuson, *Org. Process Res. Dev.*, **19** (2015) 1826–1836.
[5] H. Wang, Q. Lin, X. Dou, T. Yang, Y. Han, *Crystals*, **7** (2017) 357.
[6] M. Kaźmierczak, E. Patyk-Kaźmierczak, *CrystEngComm*, **27** (2025) 908–912.

A-46

RELATION BETWEEN CHANGES IN LATTICE PARAMETER AND PRIMARY CRYSTAL ORIENTATION OF SINGLE-CRYSTALLINE TURBINE BLADES

Jacek Krawczyk*

Institute of Materials Engineering, Faculty of Science and Technology, University of Silesia in Katowice, 75 Pułku Piechoty 1a St., 41-500 Chorzów, Poland

**e-mail: jacek.krawczyk@us.edu.pl*

The turbine engines used in aviation and aerospace are among the most complex machines. Some engine components, such as turbine blades, operate at extremely high temperatures of about 1600°C, close to the melting point of the material from which they are made. The blades are cooled internally by air flowing through channels, passages, and bores arranged throughout the volume of the blade to lower their temperature during operation. Nowadays, turbine blades are most often manufactured in single-crystalline form by nickel-based superalloys. The commercial CMSX-4® superalloy is characterized by high mechanical strength, phase stability, and oxidation resistance, especially at high temperatures. The abovementioned properties are only kept if appropriate crystal orientation and lattice parameter homogeneity are achieved during crystallization.

The study aimed to measure the distribution of the $a_{\gamma'}$ lattice parameter, as well as the α and β angles defining the primary crystal orientation of the analyzed blades, and to determine the relation between changes in this distribution.

The analyzed single-crystalline cored turbine blades made of CMSX-4® superalloy were obtained by directional crystallization using the Bridgman technique. The withdrawal rate was 3 mm/min. The primary dendrites formed during crystallization grew along the preferred crystal orientation of [001] direction, which should parallel the blade's withdrawal direction and the vertical blade axis Z.

The lattice parameter $a_{\gamma'}$ of the γ′-phase creating the single-crystalline alloy, and the α and β angles were measured in the longitudinal section of the blades. The distributions of the $a_{\gamma'}$, α, and β were determined along the lines parallel to the vertical blade axis Z using the Ω-scan X-ray diffraction method and additionally by the Laue diffraction at selected points. The dendritic structure was observed by SEM imaging.

It was found that in the areas where changes in the α angle of above 0.2°, and the β angle of above 1° occurred, there were local changes in the $a_{\gamma'}$ lattice parameter ranging from 0.002 Å to 0.006 Å. The range of local changes in the $a_{\gamma'}$ parameter and the angular components of the primary crystal orientation of the blade regions was related to the distance of the specific region from the CE and its proximity to the cooling bores. The deviation angle between the [001] crystal direction and the blade axis increased with increasing distance from the CE.

References

[1] J. Krawczyk, W. Bogdanowicz, J. Sieniawski, *Materials*, **16**(1) (2023) 112.
[2] J. Krawczyk, W. Bogdanowicz, J. Sieniawski, *Materials*, **16**(13) (2023) 4892.

A-47

RENTGENOWSKA METODA BONDA W ANALIZIE STRUKTURALNEJ MATERIAŁÓW KRYSTALICZNYCH

Robert Paszkowski

Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych,
Instytut Inżynierii Materiałowej
ul. 75 Pułku Piechoty 1A, 41-500 Chorzów

W badaniach nowoczesnych materiałów, w których zmiany strukturalne rzędu dziesiątych części nanometra decydują o funkcjonalności, kluczowe znaczenie ma dostęp do metod precyzyjnej analizy sieci krystalicznej. Jedną z najdokładniejszych technik jest rentgenowska metoda Bonda, umożliwiająca wyznaczanie parametrów sieciowych z dokładnością $\Delta a/a \approx 10^{-6}$.

Metoda opiera się na analizie kąta dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego (najczęściej $CuK\alpha_1$, $\lambda = 0{,}154059292$ nm) od wybranych płaszczyzn krystalograficznych w dwóch symetrycznych położeniach próbki. Umożliwia to eliminowanie błędów systematycznych i zwiększa powtarzalność pomiarów. Kalibracja układu odbywa się zazwyczaj przy użyciu monokryształu krzemu, którego parametry sieciowe są znane z najwyższą precyzją metrologiczną (a = 5,43102088 Å w 22°C) [1]. Dzięki temu możliwe jest skalibrowanie całego toru pomiarowego i kontrola jego stabilności w czasie.

Metoda Bonda została z powodzeniem wykorzystana w analizie monokryształów o zaawansowanych właściwościach funkcjonalnych. W badaniach niobianu strontowo–barowego ($Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$, SBN) [2] wykazała m.in.:

- zmiany parametrów sieciowych a i c w funkcji składu (x) z dopasowaniem modelowym: $\mathbf{a = -0{,}241x^2 + 0{,}104x + 12{,}479}$ $\mathbf{c = -0{,}147x + 4{,}022}$
- wyznaczenie temperatur przemiany fazowej ferro–paraelektrycznej dla różnych składów z dokładnością ±1 K oraz zależności: $\mathbf{T_c = 559{,}2x^2 - 996{,}7x + 738{,}55}$
- identyfikację charakteru przemiany fazowej – od typu trójkrytycznego (ferroelektryk klasyczny) do relaksorowego modelu Isinga.

Z kolei w przypadku monokryształów YVO_4 domieszkowanych neodymem, pomiary metodą Bonda pozwoliły uchwycić subtelny wzrost parametrów sieciowych spowodowany większym promieniem jonowym Nd^{3+} (1,109 Å) względem Y^{3+} (1,019 Å) [3]. Zarejestrowano zmiany Δa oraz Δc z dokładnością do 10^{-6} nm. Równie precyzyjne pomiary wykonano dla kryształów $GdCa_4O(BO_3)_3$ (GdCOB) [4], gdzie dzięki metodzie Bonda wykryto zarówno efekt domieszkowania, jak i lokalne niejednorodności radialne wewnątrz kryształów.

Zapraszam do współpracy zespoły badawcze. Duże doświadczenie w pomiarach pozwala realizować nawet najbardziej wymagające zadania strukturalne.

Literatura

[1] J. Härtwig, J. Bak-Misiuk, H. Berger, H.G. Brühl, Y. Okada, S. Grosswig, K. Wokulska, J. Wolf, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **142** (1994) 19.
[2] R. Paszkowski, K. Wokulska, T. Łukasiewicz, J. Dec, *Cryst. Research and Technology*, **48** (2013) 413.
[3] J. Kucytowski, K. Wokulska, A. Kazmierczak-Balata, J. Bodzenta, T. Lukasiewicz, B. Hofman, M. Pyka, *Thin Solid Films*, **22** (2008) 8125.
[4] A. Kaźmierczak-Bałata, J. Bodzenta, P. Szperlich, K. Wokulska, J. Kucytowski, T. Łukasiewicz, W. Hofman, *Journal of Alloys and Compounds*, **481** (2009) 622.

A-48

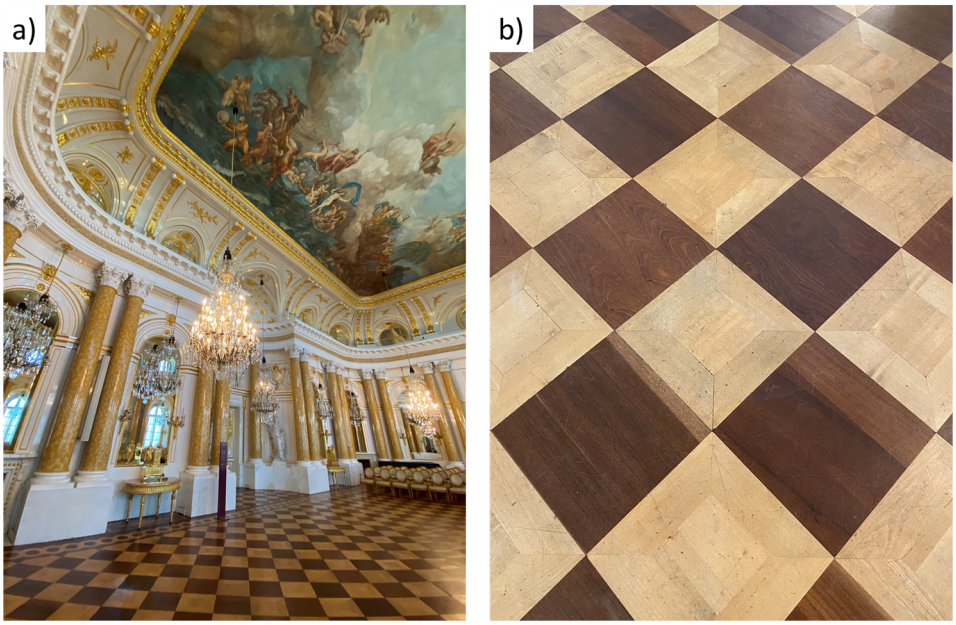
BADANIA WZORÓW Z PARKIETÓW W ZAMKU KRÓLEWSKIM W WARSZAWIE POD KĄTEM SYMETRII W UJĘCIU KRYSTALOGRAFICZNYM

Michał Duda

Wydział Chemii, Uniwersytet Jagielloński w Krakowie, ul. Gronostajowa 2, 30-387 Kraków

Początki Zamku Królewskiego w Warszawie sięgają czasów panowania księcia Bolesława II (XIII/XIV w.). Najistotniejsze przebudowy miały miejsce w wiekach XVI i XVII (w czasach Wazów) oraz w drugiej połowie XVIII w. (panowanie Stanisława Augusta Poniatowskiego). W pierwszych dniach II Wojny Światowej zamek został zbombardowany, a jesienią 1944 r. wysadzony w powietrze przez wojska niemieckie. Decyzja władz PRL o odbudowie zapadła dopiero w roku 1971 a od 1984 r. odrestaurowane dzięki składkom zbieranym w Polsce i za granicą wnętrza zostały udostępnione zwiedzającym. Prace rekonstrukcyjne trwają do dziś [1].

Celem prezentowanych badań była analiza symetrii wybranych wzorów podłogowych typu parkiet (tapeta) i bordiura (fryz) w odrestaurowanych salach w warszawskim Zamku Królewskim (Rys. 1) przy użyciu krystalograficznej teorii grup, z uwzględnieniem symetrii chromatycznej (barwnej) [2,3].



Rys. 1. a) Sala Wielka, jedno z najbardziej rozpoznawalnych wnętrz Zamku Królewskiego w Warszawie. Dzisiaj odbywają się w niej uroczystości państwowe oraz koncerty; b) Fragment podłogi w Sali Wielkiej. Przedstawiony wzór ma symetrię *p*4*mm*.

Literatura

[1] Oprac. zbiorowe, *Przewodnik ilustrowany. Zamek Królewski w Warszawie,* Foto Liner (2018).
[2] M. Duda, A. Rafalska-Łasocha, W. Łasocha, *J. Chem. Educ*., **97** (2020) 2169.
[3] C. Hammond, *The Basics of Crystallography and Diffraction*, 3rd ed., Chapter 2, Oxford University Press (2011).

A-49

CRYO-EM AND ED ARE DRIVING STRUCTURAL STUDIES AT THE UNIVERSITY OF WARSAW

Tomasz Góral[1], Szymon Sutuła[1], Krzysztof Woźniak[1,2,3]

[1] *Cryomicroscopy and Electron Diffraction Core Facility, Centre of New Technologies, University of Warsaw, ul. Banacha 2C, 02-097 Warszawa*
[2] *Biological and Chemical Sciences Research Centre, University of Warsaw, ul. Żwirki i Wigury 101, 02-089 Warszawa*
[3] *Department of Chemistry, University of Warsaw, ul. Pasteura 02-093 Warszawa*

Background incl. aims. In 2019 the University of Warsaw purchased and installed one of the first cryo-EM microscopes in the country - the 200kV Glacios equipped with a Falcon3EC camera and a phase plate solution. In the next few years the Cryomicroscopy and Electron Diffraction Core Facility has been established and started providing many local structural biologists and chemists with a direct access to this groundbreaking and Noble-winning cryo-EM technology. To date, there have been only two cryo-EM Core Facilities operating in Poland which provide services in all cryo-EM modalities.

Methods This presentation shows the current possibilities of our Core Facility and a range of services which are offered to our users. We follow the open-access policy and welcome users from both national and international academic institutions as well as industry.

Results Our recent developments include benchmarking the Single Particle Analysis (SPA) reconstruction of GroEL with GroTAC peptide at the 2.45Å resolution level with local resolution reaching 2.2Å (PDB: 8S32) and the 2.27Å reconstruction of the AbiK bacterial polymerase (PDB:7R06). The results are further enhanced with the microcrystal electron diffraction (micro-ED) - additional functionality of the microscope allowing for a rapid structure determination of small molecules and/or proteins based on electron diffraction data. On top of that, we have recently completed a process of building up a €0.5M-worth IT infrastructure support for the cryo-EM data storage (up to 2PB dedicated storage space) and expanding on the data processing capabilities (utilising our 200 GPUbased computer cluster).

Conclusion We highlight the importance of smaller cryo-EM Core Facilities such as ours to serve as a first point of contact for users, in particular for those who are new to the cryo-EM field and would like to explore different possibilities of getting high quality data prior to applying for the measurement time on high-end 300kV microscopes. We also show that being able to offer all cryo-EM modalities in one instrument (SPA, cryo-tomography and micro-ED) significantly boosts a research potential and opens up new possibilities across many Life Science applications.

A-49

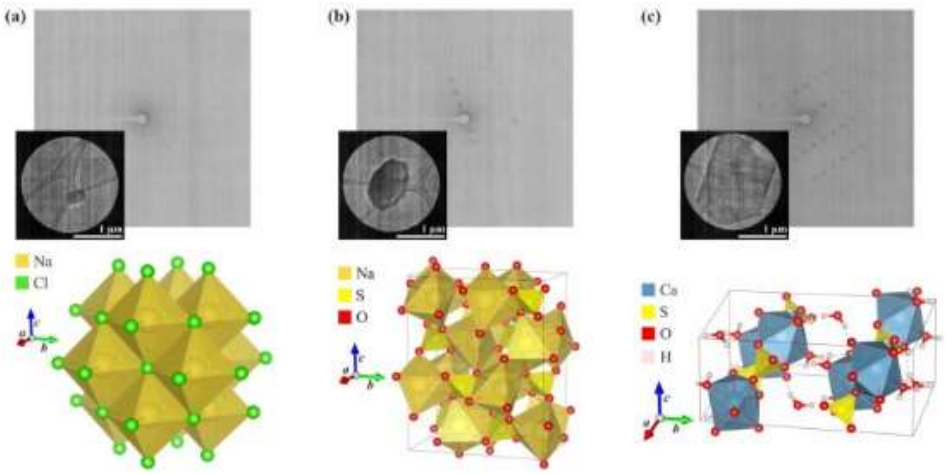


Fig. 1. MicroED analysis of crystals from the surface of *A. maritima* leaves (the measured microcrystal, an exemplary frame showing the diffraction signal, and the crystal packing of the compound): (**a**) sodium chloride (halite), (**b**) sodium sulphate (thénardite), and (**c**) calcium sulphate dihydrate (gypsum).

Literature

[1] D. Trzybiński *et al.*, *Molecules*, **29**(20) (2024) 4916.
[2] A. Kumar *et al.*, *Acta Crystallogr C Struct Chem*, **80** (2024) 264–277.
[3] M. Figiel *et al.*, *Nucleic Acids Res.*, **50**(17) (2022) 10026–10040.

A-50

GDZIE KRYSTALOGRAFIA NIE MOŻE, TAM EPR POŚLE, CZYLI WSPÓŁPRACA SPEKTROSKOPII EPR I KRYSTALOGRAFII W BADANIU UKŁADU RODNIKOWEGO

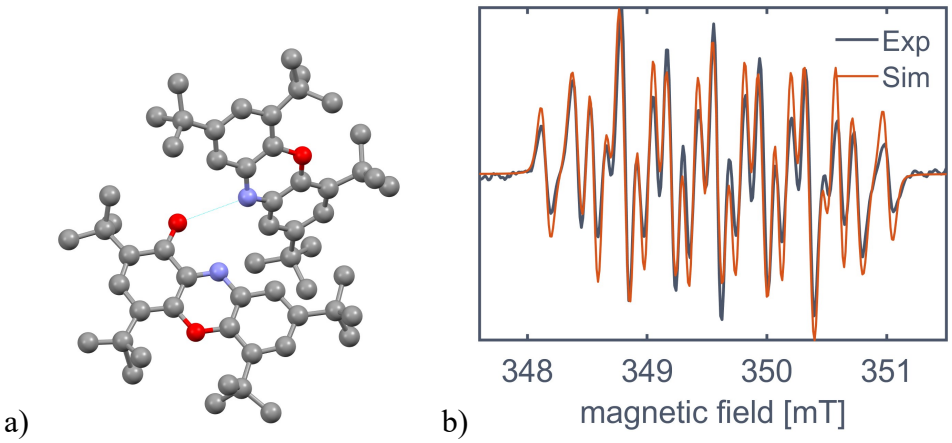
Monika Hryniuk, **Maciej Witwicki**

Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski, F. Joliot-Curie 14, 50-300 Wrocław

Rodniki organiczne odgrywają coraz większą role jako materiały funkcjonalne, znajdując swoje zastosowanie w diodach OLED [1], elastycznej elektronice [2] oraz magnesach molekularnych [3]. Szczególnie pożądanymi układami rodnikowymi są związki mogące pełnić rolę ligandów. W badaniach nad nimi niezbędna jest znajomość zarówno struktury krystalicznej związku, jak i obecnych w nim oddziaływań między jądrami atomowymi a niesparowanym elektronem.

W wyniku przeprowadzonych syntez otrzymano trwałą rodnikową pochodną 10H-fenoksazyny, wcześniej nieopisaną w literaturze. Związek krystalizował z etanolu oraz metanolu, tworząc cienkie, granatowe kryształy. Dzięki połączeniu metody dyfrakcji elektronowej oraz spektroskopii elektronowego rezonansu paramagnetycznego (EPR) udało się ustalić molekularną strukturę oraz lokalizację niesparowanego elektronu. Na podstawie badań krystalograficznych wykazano, że badany układ stanowią dwie cząsteczki pochodnych 10H-fenoksazyny (1-hydroksy-2,4,6,8-tetra-tert-butylo-10H-fenoksazyna oraz 2,4,6,8-tetra-tert-butylo-10H-fenoksazyna) (Rys. 1a), połączone ze sobą wiązaniem wodorowym. Otrzymaną strukturę przydzielono do grupy *I*2/*a*. Analizując otrzymane dane strukturalne oraz porównując je z wartościami literaturowymi dla fenoksazyny [4] oraz standardowymi wartościami dla związków organicznych [5], wywnioskowano, że najbardziej prawdopodobne ulokowanie centrum rodnikowego znajduje się na atomie azotu.

Powyższy wniosek udało się potwierdzić poprzez pomiary widm EPR. Ich symulacja wykazała, że niesparowany elektron ulega oddziaływaniu nadsubtelnemu z jądrami pięciu atomów (4 jądra wodoru i jedno jądro azotu) cząsteczki 1-hydroksy-2,4,6,8-tetra-tert-butylo-10H-fenoksazyny. Wraz z parametrem g_{iso} = 2,0034 wskazało to na centroazotowy charakter rodnika oraz na wysoką delokalizację niesparowanego elektronu w układzie aromatycznym.



Rys. 1. a) Uproszczona struktura układu, bez wodorów. b) Widmo EPR układu rodnikowego.

A-50

Przez swoją specyficzną budowę związek może być wykorzystany jako potencjalny materiał funkcjonalny, np. jako ligand w kompleksach z metalami d- i f-elektronowymi (blok budulcowy magnesów molekularnych) lub związek luminescencyjny (znana cecha fenoksazyn [6]).

Łączę szczególne podziękowania dla dr hab. Agaty Białońskiej, za rozwiązanie i udokładnienie struktury krystalicznej otrzymanego układu.

Literatura

[1] F. Li *et al.*, *Nat. Commun.*, **13**(1) (2022) 2744.
[2] L. Ji *et al.*, *Adv. Mater.*, **32**(32) (2020) 1908015.
[3] H.-D. Li *et al.*, *Chem. Commun.*, **59**(41) (2023) 6159–6170.
[4] M. Kaltenegger, *Cryst. Growth Des.*, **22**(3) (2022) 1548–1553.
[5] F. H. Allen et al., *J. Chem. Soc. Perkin Trans. 2*, **12** (1987) 1–19.
[6] C. Sadhu, A. K. Mitra, *Mol. Divers.*, **28** (2024) 965–1007.

A-51

MIKROSTRUKTURA I KRYSTALOCHEMIA OLIWINÓW W WYBRANYCH BAZALTACH TEKTONICZNIE AKTYWNYCH OBSZARÓW EUROPY: IMPLIKACJE PETROGENETYCZNE

Miłosz Huber[1], Daniel M. Kamiński[2]

[1] *UMCS, Instytut Nauk o Ziemi i Środowiska, Al. Kraśnicka 2d, 20-718 Lublin*
[2] *UMCS, Instytut Nauk Chemicznych, Plac Marii Curie-Skłodowskiej 2, 20-031 Lublin*

Oliwin jest minerałem skałotwórczym, występującym w rożnych skałach na Ziemi i w Układzie Słonecznym. Jest to kluczowy reprezentant krzemianów wyspowych (nesosilicates) o budowie trójwymiarowych polimerów tetraedrów **SiO_4** połączonych mostkami kationowymi Mg^{2+}/Fe^{2+}. Jego struktura krystaliczna, zaliczana jest do grupy przestrzennej *Pbnm*, opiera się na heksagonalnym upakowaniu anionów O^{2-}, gdzie izolowane tetraedry krzemianowe tworzą sztywny szkielet skoordynowany z oktaedrami Mg^{2+}/Fe^{2+}.

Oliwiny krystalizują w skałach niedosyconych krzemionką w klasie perydotytu i gabro-bazaltu. Występują one także powszechnie w płaszczu Ziemi, skąd są transportowane w formie ksenolitów ku jej powierzchni przez aparat wulkaniczny. Z tego względu minerał ten może występować jako fenokryształ w różnych rodzajach bazaltów. Znane są bazalty tworzące się nad plamami gorąca, w strefach nadsubdukcyjnych, w rozległych wylewach bazaltowych oraz podrzędnie w skałach ultrazasadowych - alkalicznych, metamorficznych itp. Oliwin w tych skałach w trakcie krystalizacji posiada liczne wrostki, domieszki oraz zbliźniaczenia, wynikające z dynamiki procesów tworzenia się tych skał.

Badane próbki z Lądka Zdroju, Teneryfy i Etny ujawniły charakterystyczne cechy krzemianów wyspowych:

- obecność kanałów strukturalnych wzdłuż krystalograficznej osi *c*, ograniczonych ścianami tetraedrów SiO_4,
- kationowa polimeryzacja poprzez krawędziowe dzielenie oktaedrów Mg-O-Fe.

Spektroskopia FTIR wykazała charakterystyczne pasma 950-980 cm^{-1} (rozciąganie asymetryczne Si-O) oraz ~550 cm^{-1} (deformacja Mg/Fe-O), potwierdzające izolowany charakter tetraedrów**.**

Obecność domieszek Cr^{3+} (do 0.8 wt.%) w pozycjach oktaedrycznych wskazuje na pochodzenie płaszczowe, podczas gdy niższe stężenia Ni^{2+} (0.2-0.5 wt.%) w próbkach z Etny sugerują udział skorupowych fluidów hydrotermalnych.

A-52

KRYSTALOCHEMIA I WYSTĘPOWANIE PEROWSKITU I ŁOPARYTU W SKAŁACH ULTRAZASADOWYCH-ALKALICZNYCH I KARBONATYTACH JAKO POTENCJALNYCH RUD PIERWIASTKÓW ZIEM RZADKICH (REE)

Miłosz Huber[1], Urszula Maciołek[2], Daniel M. Kamiński[2]

[1] *UMCS, Instytut Nauk o Ziemi i Środowiska, Al. Kraśnicka 2d, 20-718 Lublin*
[2] *UMCS, Instytut Nauk Chemicznych, Plac Marii Curie-Skłodowskiej 2, 20-031 Lublin*

Perowskit ($CaTiO_3$) i łoparyt ($(Na,Ce,Ca)(Ti,Nb,Fe)O_3$) są minerałami tlenkowymi, które formują się głównie w płaszczu Ziemi, a ich występowanie w skałach skorupy ziemskiej ogranicza się do sekwencji ultrazasadowych-alkalicznych oraz karbonatytów, gdzie krystalizują jako fazy zarówno pierwotne, jak i wtórne. Ze względu na znaczące koncentracje pierwiastków ziem rzadkich (REE) w ich strukturach, minerały te stanowią potencjalnie strategiczne źródło tych cennych surowców.

W niniejszej pracy przedstawiono wyniki kompleksowych badań wybranych próbek perowskitu i łoparytu pochodzących z kluczowych lokalizacji występowania skał alkalicznych i karbonatytów: masywów Afrikanda, Kovdor, Lovozero, Oka oraz Alno. Przeprowadzono szczegółowe analizy optyczne z wykorzystaniem mikroskopii petrograficznej, mikroobszarowe badania składu chemicznego (m.in. EPMA, LA-ICP-MS) w celu określenia mikrostruktury i zmienności składu. Ponadto zastosowano zaawansowane analizy krystalochemiczne oparte o dyfrakcję rentgenowską (XRD) oraz spektroskopowe techniki (m.in. Raman, FTIR) w celu charakterystyki strukturalnej i identyfikacji obecnych domieszek.

Wyniki badań ujawniły złożoną krystalochemię badanych minerałów, charakteryzującą się występowaniem wielokrotnych zbliźniaczeń oraz znacznymi podstawieniami jonowymi. W strukturze perowskitu zaobserwowano substytucje z udziałem niobu (Nb), strontu (Sr) i ceru (Ce). Perowskit krystalizuje w układzie rombowym, w klasie symetrii dwupiramidalnej ($2/m\ 2/m\ 2/m$), z grupą przestrzenną *Pnma*. Łoparyt natomiast charakteryzuje się symetrią heksoktaedryczną ($4/m\ \bar{3}\ 2/m$) i krystalizuje w grupie przestrzennej $Pm\bar{3}m$.

Analizy wykazały istnienie ograniczonej mieszalności i tworzenia roztworów stałych pomiędzy jonami Nb, Ti, Sr oraz innymi kationami w strukturach obu minerałów. Obecność i proporcje tych substytucji są silnie skorelowane z warunkami petrogenetycznymi formowania się skał macierzystych. Szczegółowe badania krystalochemiczne i spektroskopowe dostarczyły kluczowych informacji na temat mechanizmów inkorporacji REE do sieci krystalicznych perowskitu i łoparytu, co ma istotne znaczenie dla zrozumienia ich potencjału jako złóż strategicznych pierwiastków.

Słowa kluczowe: perowskit, łoparyt, skały ultrazasadowe-alkaliczne, karbonatyty, pierwiastki ziem rzadkich (REE), krystalochemia, mikroobszarowe analizy, spektroskopia.

A-53

THE ROLE OF XRPD IN PHARMACEUTICAL AUTHENTICATION OF ILLEGAL AND FALSIFIED MEDICINES

Anna Mocarska, Karolina Pioruńska, Marta Łaszcz, Agata Błażewicz

Falsified Medicines and Medical Devices Department, National Medicines Institute, 30/34 Chełmska Street, 00-725 Warsaw, Poland

Falsified medicines pose a growing global threat, making their impact on public health increasingly evident. This problem is not limited to incorrect doses, but also covers harmful or undeclared substances, or even lacking the intended active pharmaceutical ingredients (APIs). That can cause serious health consequences such as severe allergic reactions, toxic organ damage or even death. These counterfeits frequently imitate the appearance of original products, making visual distinction nearly impossible. With falsified products infiltrating the market via illegal online pharmacies, sex shops, bodybuilding shops, gyms, bazaars, unregulated sellers and unregistered distribution channels, there is a need for robust analytical tools capable of accurately identifying and differentiating between genuine and falsified pharmaceuticals.

The Polish Official Medicines Control Laboratory (OMCL) supports national and international enforcement agencies, by engaging in forensic investigations, identifying substandard and falsified pharmaceutical products. The investigations are based on a multi-technique analytical approach, including liquid chromatography-mass spectrometry (LC-MS), nuclear magnetic resonance (NMR), attenuated total reflectance-Fourier transform infrared spectroscopy (ATR-FTIR) and X-ray powder diffraction (XRPD). XRPD stands out as a non-destructive technique, requiring minimal sample preparation, useful for characterizing the crystalline structure of pharmaceutical substances. It can be applied for the identification of both APIs and excipients, and also to distinguish between polymorphic forms, which is crucial as they differ in terms of physicochemical properties, affecting the stability, bioavailability and distribution of the API. Differences in polymorphic form can often be a key indicator of counterfeit production, since authentic drug formulations are manufactured under strictly controlled conditions that ensure the homogeneity and repeatability of their composition and properties.

XRPD has proven to be a crucial tool in the combating falsified pharmaceuticals. It has a great value in forensic context, where small amounts of samples are available, allowing to preserve material for further analysis by complementary analytical techniques such as IR, LC-MS or NMR. It provides rapid, non-invasive, and highly specific information that supports regulatory authorities, contributing to enhanced drug safety and consumer protection.

Acknowledgement

This work was supported by the Polish state budget under the program of the Minister of Education and Science called “Science for the Society II”, project number NdS-II/SN/0270/2023/01.

A-54

3D ARCHITECTURE OF COBALT DOPED CERIUM OXIDE HIERARCHICAL CATALYST

Piotr Woźniak

Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, ul. Okólna 2, 50-422 Wrocław, Polska

Structural hierarchy refers to materials that consists of building blocks organized into multi-scale structures [1]. Such materials show better transport properties, higher thermal stability and increased availability of active sites compared to unstructured or bulk counterparts. Hierarchical architecture of cerium oxide catalyst may be optimized at selected hierarchy level to fit desired properties through either shape-selective synthesis, doping, or changing thermolysis conditions [2]. While introduction of dopants may improve catalytic activity, it may also greatly affect material architecture. Strict control architecture at all hierarchy levels is not an easy task due to the interrelations of material-related properties: grain size, pore size, morphology of building units.

In this study, TEM and SEM imaging, electron diffraction, electron tomography, and crystallographic modelling were used to elucidate three-dimensional architecture of hierarchical $Ce_{1-x}Co_xO_{2-x/2}$ (x = 0; 0.03, 0.07) catalysts at mesoscale level. In particular, formation of specific texture that relates to ordering of CeO_2 nanocrystals within macroparticles of hierarchical catalyst – obtained after thermolysis of $Ce_{1-x}Co_x(HCOO)_3$ (x= 0; 0.03, 0.07) precursor – was ascribed to certain similarity between structural elements of cerium formate ($R3m$) and cerium oxide ($Fm\bar{3}m$). While similarity along [001] (formate) and [110] (oxide) crystallographic directions is the reason for the ordering of nanocrystals formed in thermolysis process, the areas of structural elements dissimilarity is behind formation of channels for rapid diffusion of gaseous thermolysis products. This effects in formation of highly porous macroparticles composed of nanocrystals showing defined habit and preferential 3D spatial orientation (Fig. 1).

Introducing cobalt dopant changes architecture of hierarchical catalyst, and specific texture is preserved up to 7% of dopant level.

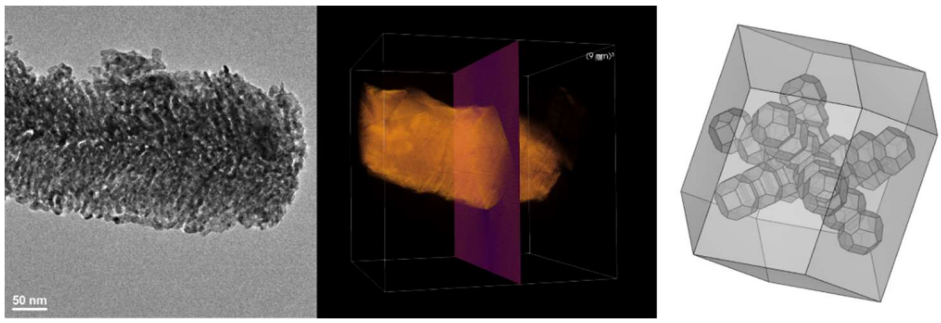


Fig. 1. CeO_2 hierarchical catalyst, (A) TEM image, (B) ET reconstruction, (C) model showing spatial arrangement of CeO_2 nanocrystals.

Literatura

[1] R. Lakes, *Nature*, **361** (1993) 511–515.

[2] P. Woźniak *et al.*, *CrystEngComm*, **22** (2020) 5914–5930.

A-55

SEKCJA MŁODYCH POLSKIEGO TOWARZYSTWA KRYSTALOGRAFICZNEGO: POLISH YOUNG CRYSTALLOGRAPHERS

Oskar Kaszubowski[1], Patrycja Piękoś[1], Piotr Rejnhardt[2], Magdalena Rowińska[3], Daniel Tchoń[4]

[1] *Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski, ul. F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław*
[2] *Wydział Chemii, Uniwersytet Warszawski, ul. Pasteura 1, 02-093 Warszawa*
[3] *Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, ul. Okólna 2, 50-422 Wrocław*
[4] *Instytut Fizyki Czeskiej Akademii Nauk, ul. Na Slovance 1999/2, 182 00 Praga, Czechy*

Sekcja Młodych Polskiego Towarzystwa Krystalograficznego, znana także pod angielską nazwą Polish Young Crystallographers, jest sekcją tematyczną Towarzystwa skupiającą młodych adeptów dyscypliny. Powstała w 2022 r., a zatwierdzona w 2023 r., grupa wspiera studentów, doktorantów oraz postdoków przez budowanie relacji, reprezentowanie interesów i promocję krystalografii w społeczności akademickiej. Sekcja realizuje statutowe cele przez prowadzenie corocznych Sesji Młodych w ramach Konwersatorium Krystalograficznego, comiesięcznego biuletynu, internetowego forum, wykładów dydaktycznych, a także działalność w mediach społecznościowych.

Rys. 1. Kod QR prowadzący na stronę internetową stanowiącą ogólnodostępną wizytówkę oraz prezentującą bieżące informacje na temat Sekcji Młodych Polskiego Towarzystwa Krystalograficznego.

Choć znaczna część naszej działalności skupia się wokół dydaktyki i promocji, Sekcja Młodych stanowi przede wszystkim środowisko wymiany zdań oraz pomysłów dla nowych członków społeczności. Formalne dołączenie do sekcji wymaga członkostwa w Polskim Towarzystwie Krystalograficznym, niemniej spotkania i forum otwarte są dla wszystkich zainteresowanych. Więcej informacji o Sekcji dostępne jest na stronie internetowej https://www.sekcjamlodychptkryst.pl/, zaś kontakt z bieżącym zarządem możliwy za pośrednictwem adresu sekcjamlodychptkryst@gmail.com.

A-56

THERMOSTRUCTURAL, OPTICAL AND ELECTRONIC PROPERTIES OF $Ca_{2.5}\square_{0.5}Ni_2V_3O_{12}$ GARNET

Wojciech Paszkowicz[1], Houri S. Rahimi Mosafer[1], Roman Minikayev[1], Aleksandra Wypych-Puszkarz[2], Christine Martin[3] , Serhii G. Nedilko[4], Oleksii Smirnov[5], and Rada Savkina[5]

[1] *Institute of Physics PAS, 02-668 Warsaw, Poland*
[2] *Lodz University of Technology, 90-924 Lodz, Poland*
[3] *Laboratoire CRISMAT, Normandie Université, ENSICAEN, UNICAEN, CNRS, 1 4050 Caen, France*
[4] *National Taras Shevchenko University of Kyiv, Faculty of Physics, 03680 Kyiv, Ukraine*
[5] *V. Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics at NASU, 03028 Kyiv, Ukraine*

Vanadium based garnets form a group of materials that are a subject of interest justified by their specific optical electric, magnetic, mechanical, catalytic and other properties. Some of them can be used in the field of solid-state lighting – as phosphors that do not contain rare earth elements [1]. Relatively low synthesis and sintering temperatures (about 900°C) make them suitable for the technology of low-temperature co-fired ceramics [2].

In the family of vanadium –containing garnets, studies aiming for development, of tunable microwave dielectric properties have been reported [3,4]. The garnet-type crystal structure is favorable for cation transport, which makes such materials promising candidates for the role of solid electrolytes in Li-ion batteries [5].

The goal of the present research includes the investigation of the structure and properties of $Ca_{2.5}\square_{0.5}Ni_2V_3O_{12}$ garnet. Namely, the earlier-unknown thermostructural properties are studied (temperature variations of unit cell parameter and thermal expansion coefficient). Moreover, selected optical and electrical properties are determined. The obtained results extend the knowledge on thermostructural, optical and electrical properties of garnet type materials.

The conventional solid-state method was used to prepare $Ca_{2.5}\square_{0.5}Ni_2V_3O_{12}$). Scanning electron microscopy revealed microstructure of the studied samples. The grains are regular in shape but non-uniform in size (1÷7 μm range). The room-temperature lattice parameter value of the studied powder sample is 12.37049(3) Å. The temperature variations of lattice parameter (a), oxygen atom position, (x,y,z), and thermal expansion coefficient (TEC) are determined in the 300 – 1200 K range. X-ray diffraction results show that in the studied high temperature range, the lattice parameter increases by about 1%. With increasing temperature, the distances and interbond angles behave in a way demonstrating a reduction of lattice distortion.

The values of the linear thermal expansion coefficient vary from about 9 MK^{-1} at 300 K to about 14 MK^{-1} at 1200 K The TEC variation is comparable to those earlier reported for chemically related garnets.

Based on the UV–VIS reflectance spectroscopy results, the value of the optical band gap is found. The studied material belongs to the direct band-gap semiconductors. A negative temperature coefficient of resistance was found for $Ca_{2.5}\square_{0.5}Ni_2V_3O_{12}$, confirming the behavior similar to the semiconductor materials. These data, as well as

temperature behavior of luminescence, show that the $Ca_{2.5}\square_{0.5}Ni_2V_3O_{12}$ compound can potentially be considered as photocatalyst.

The dielectric properties as well as and electrical conductivity and electrical modulus of $Ca_{2.5}\square_{0.5}Ni_2V_3O_{12}$ garnet were systematically investigated. The AC impedance data have been analyzed in relation to ionic conductivity, permittivity, and loss tangent in the frequency range of $10^{-1} \div 10^{6}$ Hz and in the temperature range from -50°C to 250°C. $Ca_{2.5}\square_{0.5}Ni_2V_3O_{12}$ garnet demonstrates the barrier hopping ionic conductivity up to ~$2x10^{-7}$ S cm^{-1} at 250°C, low room temperature dielectric loss and stability of the dielectric properties for temperature from -50°C to 100 °C.

References

[1] T. Hasegawa, Y. Abe, A. Koizumi, T. Ueda, K. Toda, M. Sato, *Inorganic Chemistry*, **57** (2018) 857.
[2] M. Chen, Y. Li, F. Li,. *Journal of Electronic Materials*, **53** (2024) 1731.
[3] H. Xiang, L. Fang, X. Jiang, Y. Tang, C. Li, *Journal of the American Ceramic Society*, **99** (2016) 399.
[4] J. Chen, Y. Tang, H. Xiang, L. Fang, H. Porwal, C. Li, *Journal of the European Ceramic Society*, **38** (2018) 4670.
[5] V. Thangadurai, S. Narayanan, D. Pinzaru, *Chemical Society Reviews*, **43** (2014) 4714.

PLAKATY – SESJA B
POSTERS – SESSION B

B-1

ENHANCEMENT OF THE ANTIFUNGAL ACTIVITY OF MICONAZOLE THROUGH THE FORMATION OF MOLECULAR SALTS WITH PYRAZINE, PYRIDAZINE AND PYRIMIDINE DERIVATIVES

Anna Ben[1,2], Aleksandra Felczak[3], Michał Gacki[4], Elżbieta Bartoszak-Adamska[5], Lilianna Chęcińska[1]

[1] University of Lodz, Faculty of Chemistry, st. Pomorska 163/165, 90-236 Lodz
[2] University of Lodz Doctoral School of Exact and Natural Sciences, st. Jana Matejki 21/23, 90-237 Lodz
[3] University of Lodz, Faculty of Biology and Environmental Protection, st. Banacha 12/16, 90-237 Lodz
[4] Lodz University of Technology, Institute of General and Ecological Chemistry, st. Zeromskiego 116, 90-924 Lodz
[5] Adam Mickiewicz University, Faculty of Chemistry, st. Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań

In recent decades, pharmaceutical cocrystals containing an active pharmaceutical ingredient (API) have garnered significant attention from both chemists and pharmacists due to their unique properties. Given that approximately 40% of marketed drugs exhibit low aqueous solubility, there is a growing demand for strategies that enhance the physicochemical characteristics of these compounds [1]. Good solubility is a key factor for ensuring effective drug delivery and is closely linked to bioavailability, biopharmaceutical classification, and bioequivalence. As a result, enhancing the physicochemical properties of drugs without altering their chemical structure has become a significant area of focus in recent years. One of the most efficient strategies for increasing the solubility and bioavailability of poorly soluble drugs is salt formation [2]. This process largely depends on the acid-base interaction between the API and the coformer. When the difference in their pK_a values is sufficiently large ($\Delta pK_a > 4$), the components can fully ionize and readily form salts [3].

The main object of this project is miconazole, which is an imidazole-based antifungal drug that shows a broad spectrum of activity against various fungi, yeasts and selected Gram-positive bacteria [4]. As part of our research, three molecular salts of miconazole have been obtained, where selected heteroaromatic acids pyrazine, pyridazine and pyrimidine derivatives are used as cocrystallizing substances. The new multicomponent forms have been examined using X-ray single-crystal diffraction, and solubility and biological studies will be performed.

References

[1] A. Karagianni, M. Malamatari, K. Kachrimanis, *Pharmaceutics*, **10** (2018) 18.
[2] D. P. Elder, R. Holm, H. L. de Diego,. *Int. J. Pharm*, **453** (2013) 88–100.
[3] A. J. Cruz-Cabeza. *CrystEngComm*, **14** (2012) 6362–6365.
[4] P. R. Sawyer, R. N. Brogden, R. M. Pinder, T. M. Speight, G. A. Avery, *Drugs*, **9** (1975) 406–423.

B-2

A NOVEL Na/Ag RISEDRONATE, SOLID SOLUTIONS: A PROMISING THERAPEUTIC AGENT FOR BONE DISORDERS

Jakub Dąbrowski, Karolina Gutmańska, Anna Dołęga

Department of Inorganic Chemistry, Faculty of Chemistry, Gdansk University of Technology, Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk

Bisphosphonates represent a class of chemical compounds widely used in the treatment of bone-related disorders, particularly as a last-line therapy in cases of cancer-induced bone lesions, as supportive agents in palliative care, and in managing bone loss associated with trauma or chronic diseases [1-3]. Among the three generations of bisphosphonates, third-generation representative risedronic acid exhibits the highest efficacy in inhibiting osteoclast activity and reducing bone resorption. The incorporation of Ag(I) ions into bisphosphonate structures significantly enhances their antimicrobial potential [4]. The application of such materials in the form of bone cements or plasters may reduce the risk of infections at implantation sites.

The presented silver(I) risedronate compound constitutes one of the few documented examples of a solid-state solution in which silver ions partially substitute sodium ions, while the fundamental crystal architecture characteristic of sodium risedronate is preserved [4]. The presence of water molecules plays a crucial stabilizing role by forming an extensive hydrogen-bonding network, which not only reinforces structural stability but also improves the solubility of the compound in polar solvents, thereby enhancing its applicability in biomaterials. Such materials offer a promising platform for the development of advanced therapies targeting infectious and degenerative bone diseases.

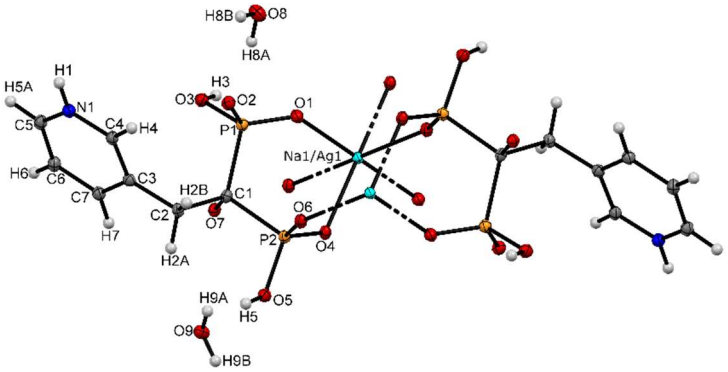


Fig. 1. Molecular structure of the Na/Ag risedronate. The atomic labels are presented only for the symmetrically independent part.

References

[1] H. H. Van Acker, S. Anguille, Y. Willemen, E. L. Smits, V. F. Van Tendeloo, *Pharmacol. Ther.*, **158** (2016) 24.

[2] K. Mannix, S. H. Ahmedzai, H. Anderson, M. Bennett, M. Lloyd-Williams, A. Wilcock, *Palliat. Med.*, **14** (2000) 455.

[3] N. B. Watts, D. L. Diab. *J Clin Endocrinol Metab.*, **4** (2010) 1555.

[4] K. Gutmańska, M. Bartmański, A. Ronowska, M. Prześniak-Welenc, P. Szweda, S. Demkowicz, M. Walter, T. Klimczuk, A. Dołęga, *Cryst. Growth Des.*, **25** (2025) 242.

B-3

NEW CRYSTAL FORMS OF TINIDAZOLE DRUG

Valeryia Hushcha[1,2], Lilianna Chęcińska[1]

[1] *University of Lodz, Faculty of Chemistry, ul. Pomorska 163/165, 90-236 Łódź*
[2] *University of Lodz Doctoral School of Exact and Natural Sciences, ul. Narutowicza 68, 90-136 Łódź*

Tinidazole (TNZ), a synthetic nitroimidazole, is an antiprotozoal agent that has been widely used for over two decades, demonstrating established efficacy and acceptable tolerability in the treatment of trichomoniasis, giardiasis, amebiasis, and amebic liver abscess [1].

Tinidazole ($C_8H_{13}N_3O_4S$) is a structural derivative of metronidazole drug, in which a 2-(hydroxyl)ethyl group of the 5-nitroimidazole backbone is replaced with a 2-(ethylsulfonyl)ethyl moiety. It is a prodrug that is converted to its active form by reduction of its nitro group to toxic radicals *via* the ferredoxin-mediated electron transport. This reduction reaction causes a gradient for increased permeability of tinidazole molecules to enter the cell resulting in increased toxicity and antimicrobial activity [2]. However, the same nitro radical anion has neurotoxic side effects, particularly with prolonged use. Thus, there is strong clinical need and market potential for a delivery system that will deliver maximum amount of tinidazole in controlled manner [3]. One approach to this challenge involves the development of new crystalline forms.

In this study, new polymorphic and solvatomorphic forms of tinidazole, namely TNZ-triclinic and TNZ-hemihydrate, are reported. The most common form currently known is TNZ-monoclinic (CSD, refcode CEPSIZ) [4]. A structural comparison of these three crystal structures of TNZ is presented.

Literature

[1] P. R. Sawyer, R. N. Brogden, R. M. Pinder, T. M. Speight, G. S. Avery, *Drugs*, **11** (1976) 423.
[2] H. B. Fung, T. L. Doan, *Clinical Therapeutics*, **27** (2005) 1859.
[3] R. C. Santra, D. Ganguly, N. Banyal, J. Singh, A. Saha, S. Chattopadhyay, K. Mukhopadhyayb, S. Das, *New Journal of Chemistry*, **41** (2017) 4879.
[4] L. F. Chasseaud, K. Henrick, R. W. Matthews, P. W. Scott, S. G. Wood, *Chemical Communication*, **1** (1984) 491.

B-4

ENHANCING THE PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES OF ANTIDEPRESSANT DRUGS THROUGH CUCURBITURIL COMPLEXATION

Natasza Jakubik, Ewelina Zaorska, Maura Malinska

Faculty of Chemistry, Warsaw University, ul. Pasteura 1, 02-093 Warszawa

Cocrystallization is a powerful strategy for solid-state optimization, as it enables the modulation of intermolecular interactions within the crystal structure, leading to desirable physicochemical properties such as improved solubility, stability, hygroscopicity, and melting point. Cocrystals are already widely used to tailor the properties of materials in various industries, including pigments, fertilizers, explosives, and, most importantly, pharmaceuticals [1]. Some marketed drugs are formulated as cocrystals, which has enhanced their bioavailability or reduced their hygroscopicity [2]. One promising class of coformers for improving drug performance is cucurbiturils (CB[n]), a family of macrocyclic compounds that exhibit low toxicity within therapeutic dosage ranges [3]. Cucurbiturils are well known for their strong binding affinity to cationic molecules, forming highly stable host-guest complexes with dissociation constants as low as 10^{-15} M [4]. These properties make them attractive candidates for drug delivery systems and molecular sensors [5].

In this project, I focus on the cocrystallization of commercially available tricyclic antidepressants (TCAs) with cucurbiturils. So far, I have obtained four distinct cocrystals: two involving Imipramine with CB[8] (one with a 1:2 host-guest ratio in the $Pca2_1$ space group and another with a 1:3 ratio in the $P2_1/c$ space group) and two involving Amitriptyline with CB[6] (one with a 1:1 ratio in the $C2/c$ space group and another with a 2:2 ratio in the R-3 space group). The presence of KI or $ZnCl_2$ was essential for successful crystallization, even though these additives were not incorporated into the crystal framework. The structures were determined using X-ray diffraction, providing a foundation for further DFT energy calculations.

Our findings suggest that the cocrystallization process exhibits selectivity, with Imipramine preferentially forming cocrystals with CB[8] and Amitriptyline with CB[6]. The interactions between TCAs and cucurbiturils involve ion-dipole interactions, hydrogen bonding, and π-π stacking. Imipramine forms both inclusive and exclusive complexes with CB[8] in cocrystals, with interaction energies of approximately -200 kJ/mol and -88 kJ/mol, respectively. In contrast, the Amitriptyline-CB[6] cocrystals contain only exclusive complexes, with interaction energies around -110 kJ/mol.

This study highlights the potential of cucurbit[n]urils in enhancing the physicochemical properties of TCA-based drugs. In my poster, I will present detailed structural analysis, molecular packing arrangements, and an investigation into the factors contributing to the observed selectivity in cocrystallization.

B-4

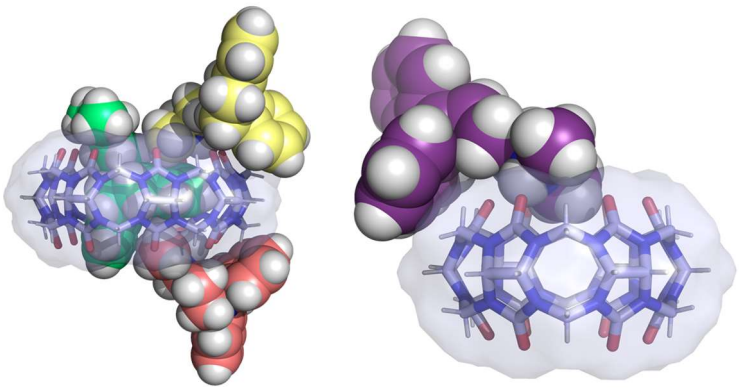


Fig. 1. Observed complexes of Imipramine and CB[8] (left) and Amitriptyline and CB[6] (right).

References

[1] M. Karimi-Jafari, L. Padrela, G. Walker, D. Croker, *Crystal Growth & Design*, **18** (2018) 6370–6387.
[2] M. Guo, X. Sun, J. Chen, T. Cai, *Acta Pharmaceutica Sinica B*, **11** (2021), 2537–2564.
[3] G. Hettiarachchi, D. Nguyen, J. Wu, D. Lucas, D. Ma, L. Isaacs, V. Briken, *PLoS One*, **5** (2010) 1–10.
[4] K. Assaf, W. Nau, *Chemical Society Reviews,* **44** (2015) 394–418.
[5] S. Barrow, S. Kasera, M. Rowland, J. del Barrio, O. Scherman, *Chemical Reviews*, **115** (2015) 12320–12406.

B-5

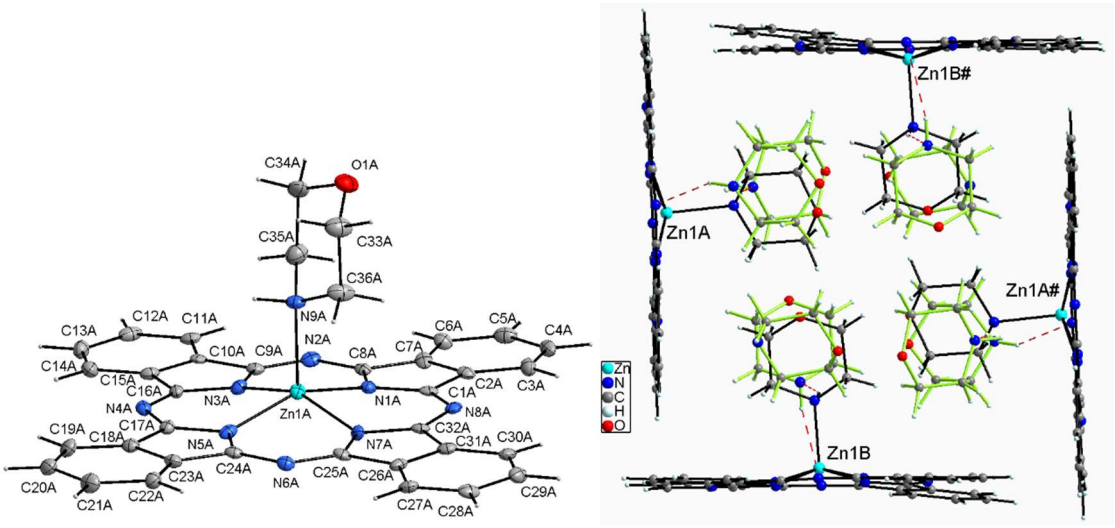
SUPRAMOLECULAR CHEMISTRY OF MORPHOLINE-FUNCTIONALIZED ZINC PHTHALOCYANINE

Jan Janczak

Institute of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Sciences, Okólna 2, 50-442 Wrocław

Metallophthalocyanines continue to attract great interest due to their promising photophysical properties, which make them interesting in various applications like as dyes and pigments in the textile industry, semiconductor materials for solar cells and optical storage, gas sensors, catalysts, photosensitizers for photodynamic therapy of cancer [1,2]. Many of these uses of metallophthalocyanines, especially with metal(II), depend on their solubility in commonly used solvents. Metal(II)phthalocyanines, $M^{(II)}Pc$, due to the planar molecule, in the solid state form a stacking arrangement that is stabilized by π···π interactions between the aromatic Pc macrorings. Axial functionalization of planar metallophthalocyanines leads to a significant reduction of π···π interactions between the Pc macroings due to the steric hindrance of the axial ligand, which results in a significant increase in their solubility. Morpholine was chosen as a ligand for the axial functionalization of ZnPc because: (I) morpholine has flexible *N* or *O* binding modes as well as *N,O*-bridging mode with transition metal ions; (II) the morpholine environment can form a buffer system that maintains the pH; (III) it is an organic solvent that can be incorporated into crystal structures *via* hydrogen bonds to form solvates.

Direct reaction of ZnPc with morpholine during prolonged heating (two days) at 90°C leads to the formation of a morpholine-*N*-ligated ZnPc derivative (Fig. 1a), which crystallizes in the centrosymmetric space group of the triclinic system as a morpholine disolvate with four molecules per unit cell from the reaction solution when it is cooled to ambient temperature.

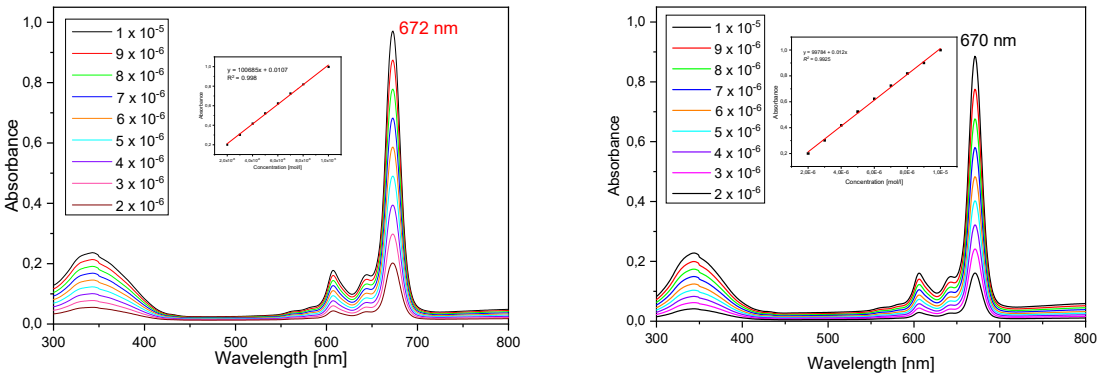


(a) (b)

Fig. 1. (a) Molecular structure of ZnPc(Morph) and (b) crystal packing of ZnPc(Morph)·2(Morph).

The asymmetric unit contains two ZnPc(Morph)·2(Morph) molecules. Both independent ZnPc(Morph) molecules exhibit similar conformation, in which the divalent zinc ion is coordinated with the four isoindole nitrogen atoms of the phthalocyaninate(2-) macrocycle, and in addition, with the nitrogen atom of morpholine molecule. Thus, the coordination polyhedron of the zinc ion exhibits a slightly distorted square pyramid. The Zn center of ZnPc that interacts with nitrogen atom of morpholine molecule causes its displaced from the plane defined by the four isoindole nitrogen atoms of the phthalocyaninate(2-) toward N atom of the morpholine molecule in both independent ZnPc(Morph) molecules. The displacement of Zn center from the N(isoindole)$_4$ plane in both molecules is almost the same (0.424(2) and 0.431(2) Å). Since, the coordination of the morpholine molecule to ZnPc causes a change in the dipole moment from 0 D for ZnPc to 2.91 D in ZnPc(Morph) (as calculated by DFT) and changes its conformation from planar to non-planar. This change causes a change in the crystal packing arrangement in relation to the parent ZnPc. In the crystal, both ZnPc(Morph) molecules of the asymmetric unit related by an inversion form a clathrate as shown in Fig. 1b. Morpholine solvent molecules are positioned above and below the axially coordinated morpholine in the ZnPc(Morph) complex, and weakly interact as donor and acceptor in the N—H···N hydrogen bonds. Such arrangement of ZnPc(Morph)·2(Morph) molecules in crystals leads to a reduction of π···π stacking interactions between Pc-rings compared to the parent ZnPc, which results in a fivefold increase its solubility and an improvement of its photophysical and photochemical properties compared to the parent ZnPc pigment.

The aggregation behavior of ZnPc(Morph)·2(Morph) molecules building crystals in solutions was investigated by UV-Vis spectroscopy by varying their concentration within the limits of the Beer-Lambert's law (Figure 2). In order to support and verify the experimental results, the DFT and time-dependent (TD) DFT calculations were also performed and will be presented.



(a) (b)

Fig. 2. UV-Vis absorption spectra of ZnPc(Morph)·2(Morph) in morpholine (a) and (b) in dichloromethane solutions at various concentrations (from 1×10^{-5} to 2×10^{-6} mol/l).

References

[1] (a) M. K. Kadish, K. M. Smith, R. Guillard, *The Porphyrins Handbook*; Academic Press, San Diego, 2000-2003; Vols. 1-20. (b) P. Gregory, *J. Porphyrins Phthalocyanines*, **4** (2000) 432–437. (c) G. Guillard, J. Simon, J. P. Germain, *Coord. Chem. Rev.*, **178–180** (1998) 1433–1484.

[2] (a) R. Bonnett, *Chem Soc. Rev.*, **24** (1995) 19–33. (b) P. C. Lo, M. S. Rodríguez-Morgade, R. K. Pandey, D. K. P. Ng, T. Torres, F. Dumoulin, *Chem. Soc. Rev.*, **49** (2020) 1041–1056. (c) X. Li *et al.*, *Coord. Chem. Rev.*, **379** (2019) 147–160. (d) S. Singh *et al.*, *Chem. Rev.*, **115** (2015) 10261–10306.

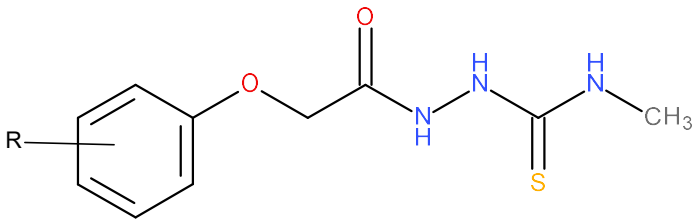
B-6

THE STRUCTURE AND CONFORMATION OF NOVEL PHENOXYACETYLTHIOSEMICARBAZIDES WITH POTENTIAL ANTICANCER ACTIVITY

Zbigniew Karczmarzyk[1], Paweł Kozyra[2], Waldemar Wysocki[1], Monika Pitucha[2]

[1] *Faculty of Science, University of Siedlce, 3 Maja 54, 08-110 Siedlce*
[2] *Independent Radiopharmacy Unit, Medical University of Lublin, Chodzki 4a, 20-093 Lublin, Poland*

The thiosemicarbazide scaffold is a privileged structure in medicinal chemistry. The introduction of a phenoxyacetyl group, which occurs in many currently used drugs, is an interesting modification [1-3]. In our previous studies, we showed that phenoxyacetyl derivatives with thiosemicarbazide chain exhibit a broad spectrum of biological activity, including, among others, anticancer activity [4, 5]. As a continuation of our study, here we report the synthesis and crystal and molecular structure of four new phenoxyacetylthiosemicarbazides with the methyl group (Scheme 1; R = 2-CH_3, 2-Cl, 4-NO_2, 4-F), which were obtained in the reaction of the isothiocyanate and various substituents.



Scheme 1

X-ray analysis was carried out for the investigated compounds in order to confirm the synthetic route, the assumed their molecular structures, including the observed tautomeric form in the crystalline state, and to examine the crystal structure for the identification of intra- and intermolecular interactions. Moreover, the theoretical calculations using DFT method were undertaken to investigate the conformational preferences, energetic and, electronic parameters of searched derivatives.

References

[1] Z. Liu, W. Chen, P. Zhan, E. De Clercq, C. Pannecouque, X. Liu, *Eur. J. Med. Chem.*, **87** (2014) 52.
[2] F. C. Lowe, *Rev. Urol.,* **7** (Suppl. 4) (2005) S13.
[3] P. Kozyra, M. Pitucha, *Int. J. Mol. Sci.*, **23**(16) (2022) 8874.
[4] P. Kozyra, A. Korga-Plewko, Z. Karczmarzyk, A. Hawrył, W. Wysocki, M. Człapski, M. Iwan, M. Ostrowska-Leśko, E. Fornal, M. Pitucha, *Biomolecules*, **12** (2022) 151.
[5] P. Kozyra, G. Adamczuk, Z. Karczmarzyk, J. Matysiak, B. Podkościelna, E. Humeniuk, W. Wysocki, A. Korga-Plewko, B. Senczyna, M. Pitucha, *Toxicol. Appl. Pharmacol.*, **475** (2023) 116634.

B-7

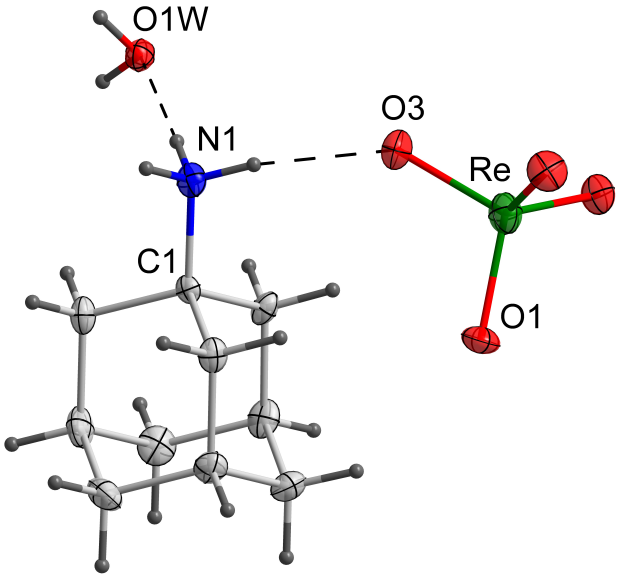
STRUKTURA SOLI RENIANU(VII) Z 1-ADAMANTYLAMINĄ

Monika K. Krawczyk

Instytut Fizyki Doświadczalnej, Uniwersytet Wrocławski, plac Maksa Borna 9, 50-204 Wrocław

Poszukując nowych związków chemicznych wykazujących przejścia fazowe oraz właściwości ferroiczne podjęto badania nad solami renianów(VII) z aminami. W literaturze znane są połączenia zawierające jony nadrenianowe i kationy takich amin jak pirydyna [1] czy chinuklidyna [2], które są materiałami ferroicznymi.

Otrzymano w postaci krystalicznej nową sól renianu(VII) z 1-adamantylaminą. Stosując technikę DSC wykazano, że badany związek ulega odwracalnemu przejściu fazowemu w temperaturze około 336/333 K (cykl ogrzewania i chłodzenia). W temperaturze pokojowej sól krystalizuje w grupie przestrzennej *Pbcn*.



Rys. 1. Struktura molekularna soli renianu(VII) z 1-adamantylaminą w temperaturze 240 K.

Literatura

[1] J. Wąsicki, P. Czarnecki, Z. Pająk, W. Nawrocik, W. Szczepański, *J. Chem. Phys.*, **107** (1997) 576.

[2] J. Harada, T. Shimojo,H. Oyamaguchi, H. Hasegawa, Y. Takahashi, K. Satomi, Y. Suzuki, J. Kawamata, T. Inabe *Nature Chem.*, **8** (2016) 946.

B-8

ANALIZA FIZYKO-CHEMICZNA TABLETEK WYDRUKOWANYCH TECHNIKĄ SELEKTYWNEGO SPIEKANIA LASEROWEGO

Magdalena Urbanowicz[1], Marta Łaszcz[1], Karolina Pioruńska[1], Patrycja Chmielewska[1], Anna Mocarska[1], Ewelina Baran[2], Kulinowski Piotr[2]

[1] Narodowy Instytut Leków, ul. Chełmska 30/34, 00-725 Warszawa
[2] Instytut Nauk Technicznych, Uniwersytet Pedagogiczny im. Komisji Edukacji Narodowej w Krakowie, ul. Podchorążych 2, 30-084 Kraków

Selektywne spiekanie laserowe (SLS) proszków jest jedną z wielu technik wytwarzania przyrostowego, która ma potencjał do wykorzystania w przemyśle farmaceutycznym m. in. do wydrukowania niestandardowych leków na żądanie o spersonalizowanej dawce, dowolnym kształcie i rozmiarze oraz odpowiedniej charakterystyce uwalniania [1].

W niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań nad możliwością wielokrotnego wykorzystania proszków przeznaczonych do druku 3D tabletek techniką SLS. Obiektem badań był kompozyt składający się z poliamidu 12 (PA12) oraz metronidazolu (Met) – substancji czynnej o właściwościach pierwotniakobójczych oraz bakteriobójczych wobec drobnoustrojów beztlenowych. Celem prowadzonych analiz było określenie wpływu kolejnych cykli drukowania i ponownego wykorzystania proszku na jego właściwości fizyko-chemiczne, strukturalne oraz procesowe, w kontekście ograniczenia odpadów generowanych w trakcie druku [2,3].

Do oceny materiału zastosowano techniki analityczne takie jak: rentgenowska dyfrakcja proszkowa (XRPD), spektroskopia w podczerwieni (FT-IR), różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC) oraz reologia proszków. Badaniom poddano zarówno materiał pierwotny, jak i proszki odzyskane po pierwszym, drugim, trzecim, czwartym i piątym cyklu procesu SLS.

Uzyskane rezultaty wykazały możliwość pięciokrotnego użycia tego samego proszku bez istotnego pogorszenia jego właściwości, co wskazuje na istotny potencjał tego podejścia w kontekście zrównoważonej produkcji farmaceutycznej z wykorzystaniem technologii addytywnych. Praca wpisuje się w aktualne trendy rozwoju materiałów funkcjonalnych do druku 3D oraz optymalizacji procesów produkcyjnych pod kątem środowiskowym.

Literatura

[1] D. A. Davis, Jr., R. Thakkar, Y. Su, R. O. Williams, III, M. Maniruzzaman, *J. Pharm. Sci.*, **110**(4) (2021) 1432.
[2] L. Feng, Y. Wang, Q. Wei, *Polymers*, **11**(4) (2019) 727.
[3] P. Kulinowski, P. Malczewski, M. Łaszcz, E. Baran, B. Milanowski, M. Kuprianowicz, P. Dorożyński, *Materials*, **15**(6) (2022) 2142.

Badania zostały sfinansowane z grantu Narodowego Centrum Nauki nr 2022/45/B/NZ7/04081.

B-9

ANALIZA SKŁADU METODAMI PXRD & ICP-OES ŚWIEŻEGO I ZUŻYTEGO PREPARATU STAŁEGO, STOSOWANEGO JAKO OGRZEWACZ CIAŁA W TURYSTYCE ZIMOWEJ

Andrzej Żarczyński, Marta Gaikowska, Dominika Jakubowska, Jakub Kubicki, Waldemar Maniukiewicz, Wojciech M. Wolf, Małgorzata I. Szynkowska-Jóźwik

Politechnika Łódzka, Wydział Chemiczny, Instytut Chemii Ogólnej i Ekologicznej, ul. Żeromskiego 116, 90-543 Łódź

W turystyce zimowej są stosowane stałe ogrzewacze ciała, aktualnie w większości bazujące na rozdrobnionym żelazie i jego związkach lub na preparatach żelowych. Ogrzewacze pierwszej grupy będące przedmiotem naszych badań, zwykle mają formę fizelinowej saszetki przepuszczalnej dla powietrza i zawierającej proszek o właściwościach egzotermicznych, będący najczęściej mieszaniną sproszkowanego żelaza, wody, chlorku sodowego, węgla aktywnego i wermikulitu, a w niektórych przypadkach ziemi okrzemkowej (diatomitu) [1-3]. Po otwarciu zewnętrznego opakowania powietrze dyfunduje przez torebkę, inicjując egzotermiczną reakcję utleniania. Z kolei woda i sól przyspieszają reakcję utleniania proszku żelaza, a wermikulit i diatomit natomiast mają właściwości izolacyjne, dzięki czemu zatrzymują ciepło i zapobiegają szybkiemu rozpraszaniu go. Węgiel aktywny charakteryzuje się dużą powierzchnią właściwą oraz porowatą strukturą, dzięki czemu pochłania i zatrzymuje parę wodną powstającą w procesie wytwarzania ciepła [3-5]. Tym samym zapewnia odpowiedni poziom wody podczas całej reakcji chemicznej, a także pochłania nieprzyjemne zapachy.

Celem pracy było zbadanie składu fazowego i zawartości metali w ogrzewaczu chemicznym o nazwie handlowej „Grzejki", produkcji polskiej, świeżym i użytkowanym, przeznaczonym do łagodnego i wielogodzinnego ogrzewania ciała w turystyce zimowej. Na rynku są dostępne także ogrzewacze importowane, w większości produkcji chińskiej. Ogrzewacze tej grupy stanowią jednorazowe źródło ciepła o temperaturze roboczej w zakresie od 55 do 68°C w okresie ogrzewania: od 6 do 10 godzin [5].

Wykonano badania średnich prób świeżych i zużytych preparatów „Grzejki", wysuszonych w temperaturze 105°C bazujących na żelazie i jego związkach, m.in. metodą rentgenowskiej dyfraktometrii proszkowej (PXRD) i atomowej spektrometrii emisyjnej z plazmą sprzężoną indukcyjnie (ICP-OES). Do analiz składu fazowego stosowano dyfraktometr polikrystaliczny X`PERT PRO MPD firmy PANanalytical, ze źródłem promieniowania CuKα uzyskiwanego w wyniku monochromatyzacji promieni X na filtrze niklowym. Ocenę składu fazowego badanych prób wykonano przy pomocy programu X`Pert High Score (ver. 4.9) oraz bazy standardów proszkowych ICDD PDF2 (ver. 2020). Analizy zawartości metali w dwóch próbach świeżych i dwóch zużytych wykonano metodą atomowej spektrometrii emisyjnej z plazmą sprzężoną indukcyjnie (ICP-OES), po uprzednim roztworzeniu ich w wodzie królewskiej.

W ogrzewaczach świeżych dominującym składnikiem było żelazo – średnio (57,20%), natomiast w ogrzewaczach zużytych średnia zawartość tego pierwiastka była niższa (42,40%). Ponadto oznaczono zawartości pierwiastków kilku metali, m.in. glinu, manganu, chromu, tytanu, wapnia, magnezu, sodu i potasu. W ogrzewaczach świeżych

stwierdzono fazy krystaliczne żelaza, minerały - wermikulit, chlorek sodowy i węgiel, natomiast w ogrzewaczach zużytych dominowały tlenki żelaza (Fe_2O_3 i Fe_3O_4) oraz węgiel. Ogrzewacze zarówno świeże jak i zużyte wykazywały właściwości ferromagnetyczne [5].

W związku z tym, iż niemożliwa jest regeneracja zużytych ogrzewaczy zawierających żelazo, po ich zastosowaniu stają się one odpadem. Rozsypane większe ilości zawartości saszetek potencjalnie mogą powodować lokalne zanieczyszczenia środowiska. W związku z tym należy rozważyć opracowanie systemu zbierania ogrzewaczy w miejscach sprzedaży, a także rejonach szczególnie częstego stosowania, np. w schroniskach górskich czy na stokach narciarskich, poprzez umieszczenie oznakowanych pojemników, co zapobiegnie zanieczyszczaniu nimi środowiska naturalnego.

Literatura

[1] A. Marszałek, *Bezp. Pr. Nauk. Prakt.*, **10** (2011) 18–21.
[2] Portal HobbyHause, https://hobbyhouse.pl/Ogrzewacze-dloni-jak-dzialaja-Porownanie-5-technologii-blog-pol-1570625305.html, [dostęp: 16.02.2025].
[3] I. Klarzak, E. Ura-Bińczyk, M. Płocińska, M. Jurczyk-Kowalska, *Therm. Sci. Engin. Progr.*, **6** (2018) 87–94.
[4] D.H. Huang, T.N. Tran, B. Yang, *J. Therm. Anal. Calor.*, **116**(2) (2014) 1047–1053.
[5] M. Gaikowska, Analiza składu preparatów stałych stosowanych jako zewnętrzne źródła ciepła w turystyce zimowej (tzw. grzejki), praca inżynierska, IChOiE PŁ, Łódź 2024.

B-10

NEW ANTIVIRAL COMPOSITE BASED ON TEMPERATURE-CONTROLLED SELF-ASSEMBLED SILVER(I) COORDINATION POLYMERS

Sabina W. Jaros[1], Julia Fiszer[1], Chris H. J. Franco[2], Barbara Bażanów[3], Alexander M. Kirillov[2], Piotr Smoleński[1]

[1] Faculty of Chemistry, University of Wrocław, F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław, Poland
[2] MINDlab: Molecular Design & Innovation Laboratory, Centro de Química Estrutural, Institute of Molecular Sciences, Departamento de Engenharia Química Instituto Superior Tecnico, Universidade de Lisboa,Av. Rovisco Pais, 1049–001 Lisbon, Portugal
[3] University of Environmental and Life Sciences, Norwida 31, 50 -375 Wrocław, Poland

Coordination polymers (CPs) and metal-organic frameworks (MOFs) are important compounds known for their diverse and valuable properties, which make them increasingly relevant in drug delivery, medicinal chemistry, and antimicrobial materials [1]. Microorganism contamination, especially of viral origin, significantly impacts daily life and public health. For instance, the herpes simplex virus type 1 (HSV-1) affects nearly three-quarters of the population, either directly or indirectly [2]. In another context, adenovirus 36 (Adv-36) has been identified as a potential factor in the development of obesity [3,4]. These challenges highlight the importance of investing in advanced materials that have the potential to improve therapeutic strategies and mitigate the persistence of pathogenic microorganisms on surfaces.

Here, we present novel blended biopolymer composites based on flax seed hydrogel and starch (FSH/ST), doped with silver(I)-based coordination polymers (abbreviated as Ag@FSH/ST). The self-assembly of silver coordination polymers (Ag-CPs) used as dopants, as well as the dimensionality of their structures (2D or 3D), can be tuned by adjusting the reaction temperature. These Ag@FSH/ST composites contribute to the expanding family of hybrid bioactive materials, offering promising potential for topical antimicrobial applications.

Funding acknowledgment: SWJ gratefully acknowledges the financial support from the National Science Center, Poland (Grant No. 2019/35/D/ST5/01155). AMK acknowledges the FCT (UIDB/00100/2020, LA/P/0056/2020, UID/00100/2023).

References

[1] The Chemistry of Metal–Organic Frameworks: Synthesis, Characterization, and Applications (Ed. S. Kaskel), Wiley (2016).
[2] https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/herpes-simplex-virus
[3] S. W. Jaros, A Krogul-Sobczak, B. Bażanów, M. Florek, D Poradowski, D.S Nesterov, U. Śliwińska-Hill, A. M. Kirillov, P. Smoleński, *Inorg. Chem*., **60** (2021) 15435.
[4] S. W. Jaros, M. Florek, B. Bażanów, J. Panek, A. Krogul-Sobczak, M. Conceição Oliveira, J. Król, U.Śliwińska-Hill, D. S. Nesterov, A. M. Kirillov, P. Smoleński, P. *ACS Appl. Mater. Interfaces*., **16** (2024) 13411.

B-11

CRYSTAL STRUCTURE OF HETEROLEPTIC CADMIUM(II) TRI-*TERT*-BUTOXYSILANETHIOLATE WITH 2-AMINEPYRIDINE

Bartosz Cieśla, Łukasz Ponikiewski, Agnieszka Pladzyk

Department of Inorganic Chemistry, Faculty of Chemistry, Gdańsk University of Technology, ul. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk

The growing interest in functional materials is encouraging researchers to synthesize new compounds with desired properties. At this stage, understanding the relationship between structure and properties is therefore crucial.

In our current research we are investigating the properties of cadmium tri-*tert*-butoxysilanethiolates with aminepyridine derivatives as a continuation of previous works concerning luminescent Cd silanethiolates containing pyridine ligands [1-3]. The silanethiolate residue provides a large spatial hindrance, thus enabling mononuclear compounds to be obtained [4].

Here we present one of the newly obtained compounds – $[Cd\{SSi(OtBu)_3]_2(ap)]$ (Fig 1.) and it's crystallographic data along with spectroscopical details. $[Cd\{SSi(OtBu)_3]_2(ap)]$ crystallizes in *C*2/*c* space group of monoclinic system. In $[Cd\{SSi(OtBu)_3]_2(ap)]$ Cd ions are coordinated by two tri-*tert*-butoxysilanethiolate residues acting as S,O-chelating ligand and one 2-aminepyridine molecule bound to the metal center through nitrogen atom of aromatic ring. Cd ion's coordination sphere represents intermediate geometry between ideal square pyramidal and trigonal bipyramidal system. It is confirmed by the angles around Cd ion that fall within the range from 71° for S–Cd–O to 171° for O–Cd–O and the Addison's parameter τ_5=0.5 [5]. Cd–S, Cd–O and Cd–N bond lengths are comparable to those observed in previously obtained silanethiolates with CdS_2O_2N kernel [1-3].

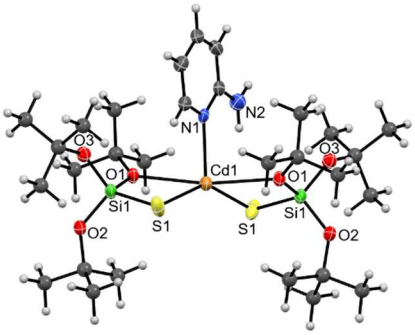


Fig. 1. Molecular structure of $[Cd\{SSi(OtBu)_3\}(ap)]$. Thermal ellipsoids at 50%.

Acknowledgment: The research was supported by the "Excellence Initiative – Research University" programs at Gdańsk University of Technology SILICIUM SUPPORTING CORE R&D FACILITIES DEC-2/2021/IDUB/V.6/Si (crystallographic measurements).

References

[1] A. Pladzyk *et al.*, *Polyhedron*, **79** (2014) 116–123.
[2] A. Pladzyk *et al.*, *Opt. Mater.*, **36**(2) (2013) 554–561.
[3] A. Pladzyk *et al.*, *Chem. Asian J.*, **10**(11) (2015) 2388–2396.
[4] A. Pladzyk *et al.*, *Coord. Chem. Rev.*, **433** (2021) 213761.
[5] A. Addison *et al.*, *J. Chem. Soc. Dalton. Trans*, (1984) 1349–1356.

B-12

NIETYPOWE ODDZIAŁYWANIE AUROFILOWE W STRUKTURZE MIESZANO-WALENTNEGO KOMPLEKSU Au(I)/Au(III) Z 4-CYJANOTIAZOLEM

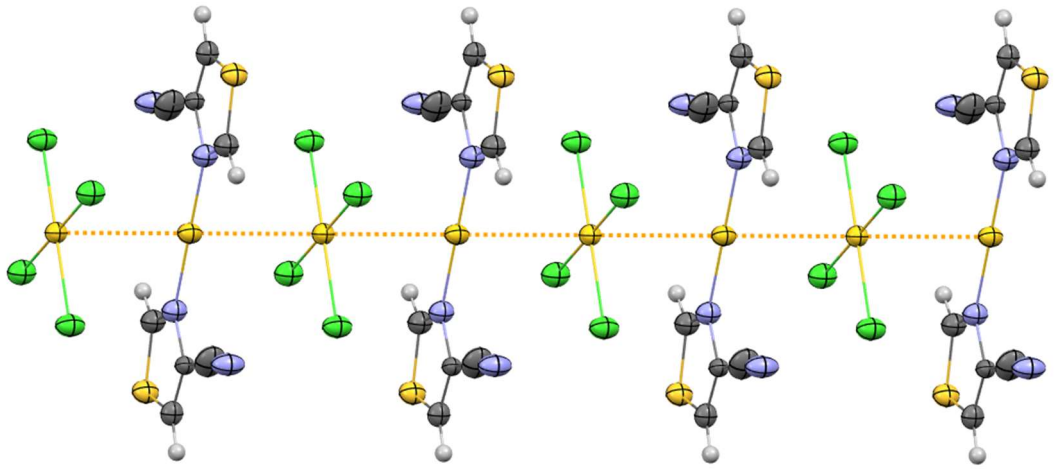
Maciej Ejnik*, Łukasz Ponikiewski, Anna Dołęga

Katedra Chemii Nieorganicznej, Wydział Chemiczny, Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk

**e-mail: s185339@student.pg.edu.pl*

Wiązania aurofilowe po raz pierwszy opisano pod koniec lat 90. ubiegłego wieku. Od tego czasu zaczęto wykorzystywać takie oddziaływania do zwiększania wymiarowości syntezowanych układów makromolekularnych, czy też syntezowania związków o pożądanych właściwościach, np. luminescencyjnych [1,2]. Zazwyczaj oddziaływanie aurofilowe obserwuje się w układach Au(I)···Au(I), natomiast wiązanie Au(I)···Au(III) określa się mianem „rzadkiego" [1-3].

W ramach badań nad związkami kompleksowymi Au(III) z izomerycznymi cyjanotiazolami otrzymaliśmy kompleks o wzorze $[AuL_2]^+[AuCl_4]^-$ (L = 4-cyjano-tiazol). Z wykorzystaniem wyznaczonej struktury krystalicznej przeprowadziliśmy obliczenia kwantowo-mechaniczne celem szerszej analizy oddziaływań międzycząsteczkowych występujących w otrzymanych kryształach.



Rys. 1. Fragment nieskończonej sieci krystalicznej stabilizowanej przez oddziaływania Au(I)···Au(III).

Otrzymany związek krystalizuje w układzie jednoskośnym, w grupie przestrzennej *C*2/*m*. Przez każdy atom złota przechodzi oś dwukrotna symetrii, przez co w części niezależnej znajdują się połowa kompleksu liniowego $[AuL_2]^+$ oraz połowa anionu tetrachlorozłocianowego $[AuCl_4]^-$. Au(I) w kompleksie kationowym przyjmuje idealną koordynacją liniową, natomiast Au(III) w anionie tetrachlorozłocianowym nie wykazuje żadnych odchyleń od geometrii płaskiej kwadratowej.

W sieci krystalicznej kompleksu przedstawionego na Rys. 1 odległości Au(I)-Au(III) wynoszą 3,294 Å (suma promieni van der Waalsa 3,32 Å [3]), co można

zinterpretować jako słabe oddziaływanie aurofilowe Au(I)···Au(III). W podobnych układach zawierających liniowy kompleks Au(I) z anionem tetrachlorozłocianowym te odległości wynoszą odpowiednio 3,25 Å [4], 3,341 Å [3], oraz 3,42 Å [5].

Badania zostały dofinansowane w ramach grantu Radium 1/2/2024/IDUB/III.1a/Ra „Hydroliza nitryli katalizowana kompleksami złota”.

Obliczenia zostały wykonane z wykorzystaniem komputerów Centrum Informatycznego Trójmiejskiej Akademickiej Sieci Komputerowej.

Literatura

[1] H .Schmidbaur, A. Schier, *Chem. Soc. Rev.*, **41**(1) (2012) 370–412.
[2] M. J. Katz, K. Sakai, D. B. Leznoff, *Chem. Soc. Rev.*, **37** (2009) 1884–1895.
[3] C. C Chou, C. C. Yang, H. C. Chang, W. Z. Lee, T. S. Kuo, *New J. Chem.*, **40** (2016)1944.
[4] M. Boge, J. Heck, *Chem.-Eur. J.*, **22** (2016) 6787.
[5] R. Ahmadi, L. Dehghan, V. Amani, H.R. Khavasi, *Acta Cryst. E.*, **64** (2008) m1237.

B-13

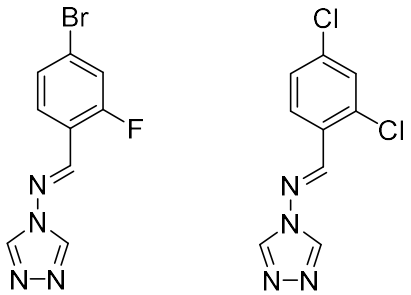
STRUCTURAL DIVERSITY OF COPPER(I) COORDINATION COMPOUNDS WITH HALOGENATED TRIAZOLE LIGANDS

Emilia Ganczar, Agata Białońska

Department of Chemistry, University of Wrocław, 14. F. Joliot-Curie, 50-383 Wrocław, Poland

Compounds with the characteristic supramolecular structure of the host−guest type are found in the area of continuous interest of the scientific world. Such compounds are attractive in the context of their physico−chemical and structural properties that can be properly designed and modified [1]. Triazole ligands are widely used in coordination chemistry [2], although coordination compounds of copper(I) with triazole ligands are not widely known in the literature. It was previously reported that copper in its first oxidative state with a monohalogenated Shiff bases based on triazole creates X-shaped binuclear cationic units that self–assemble in a way that allows the creation of characteristic 1D channels occupied by anions and solvent molecules [3-4]. These crystals exhibit structural flexibility during desolvation, as a result of which the host framework (X-shaped cationic units) is reorganized and the channels are closed. Knowing and understanding all possible structural (packing) motifs in the related crystalline systems is crucial to understanding supramolecular preferences, which is the foundation for designing new solids with tailor-made properties.

Herein, we report crystal structures of copper(I) coordination compounds with dihalogenated triazole ligands *N*-(2-fluoro-4-bromobenzylidene)-4*H*-1,2,4-triazol-4-amine (4Br2FPhatrz) and *N*-(2,4-dichlorobenzylidene)-4*H*-1,2,4-triazol-4-amine (24dClPhatrz) (Rys. 1). Depending on the ligand and the type of an anion, it is possible to obtain a discrete system with characteristic one-dimensional channels and/or one-dimensional coordination polymers.



Rys. 1. *N*-(2-fluoro-4-bromobenzylidene)-4*H*-1,2,4-triazol-4-amine, (4Br2FPhatrz) and *N*-(2,4-dichloro-benzylidene)-4*H*-1,2,4-triazol-4-amine, (24dClPhatrz).

Literature

[1] G. Aromi, L. A. Barrios, O. Roubeau, P. Gamez, *Coord. Chem. Rev.*, **255** (2011) 485.
[2] J. G. Haasnoot, *Coord. Chem. Rev.*, **200-202** (2000) 131.
[3] A. Białońska, K. Drabent, B. Filipowicz, M. Siczek, *CrystEngComm.*, **15** (2013) 9859.
[4] E. Ganczar, A. Białońska, *Acta Cryst. B*, **79** (2023) 392.

B-14

NOWE LIGANDY AMINOKARBOKSYLOWE

Andrzej Kochel

Uniwersytet Wrocławski, Wydział Chemii, ul. F. Joliot-Curie 14, Wrocław

Obrazowanie magnetyczno-rezonansowe (MRI) jest jedną z podstawowych technik stosowanych w badaniach klinicznych. Szczególną zaletą jest bezinwazyjność. Stosowana jest u kobiet w ciąży i małych dzieci. Wysoka rozdzielczość pozwala na uzyskanie szczegółowych obrazów przekrojów różnych narządów oraz tkanek. Używa się środków kontrastowych, zwanych dzięki czemu uzyskuje się obrazy lepszej jakości, a to pozwala na wykrycie chorób we wczesnych stadiach. Obecnie prawie 50 % badań wykonuje się z użyciem środków kontrastowych. Stąd poszukuje się nowych ligandów i połączeń metaloorganicznych w kierunku jeszcze bardziej inteligentnych kontrastów co jest dobrą motywacją do prowadzenia tego typu badań.

Ligandy aminokarboksylowe używane się bardzo często do otrzymywania połączeń z wybranymi metalami, a dalej jako znaczniki w metodach obrazowania stąd też otrzymane ligandy mogą mieć zastosowanie jako prekursory do otrzymywania takich połączeń. W projekcie planuje się otrzymanie połączeń z metalami przejściowymi w celu potencjalnych znaczników używanych w MRI.

Badania zostały sfinansowane w ramach grantu **BPIDUB.17.2025.**

Literatura

[1] A. Kochel, M. Hołyńska, K. Twaróg, A. Jezierska, J. J. Panek, J. Wojaczyński, *Acta Crystallogr. Section C: Structural Chemistry*, **78** (2022) 405–413.

B-15

SYNTHESIS OF HETEROMETALLIC RARE-EARTH COMPLEXES USING HOMOMETALLIC ZINC PRECURSORS

Adrian Kowaliński, **Rafał Petrus**

Faculty of Chemistry, Wrocław University of Science and Technology, Smoluchowskiego 23, 50-370 Wrocław, Poland

Over the last three decades, heterometallic 3d–4f complexes have attracted much attention because of their structural diversity, luminescence, and magnetic or adsorptive properties. Their multiple adjacent metal sites together with their unique electronic and structural features offer the promise of catalytic performance. These systems enable cooperative effects between the 3d and 4f metal centers, which can enhance reactivity and selectivity in catalytic applications. Additionally, tunable coordination environments of heterometallic complexes provide a versatile platform for designing catalysts tailored to specific chemical transformations [1-3].

Based on literature research we decided to develop a new method of heterometallic complexes synthesis with the use of molecular precursors. In this study, we used homometallic zinc clusters $[Zn_4(L)_8]$, $[Zn_4(\mu_3\text{-}OMe)_2(L)_6]$ (HL = methyl salicylate) as the molecular frameworks to incorporate rare earth metal ions between Zn^{II} atoms [4]. This was achieved through a direct reaction of those precursors with $RECl_3$ (RE^{III} = Y, Ho, Er) at a Zn^{II}:RE^{III} ratio of 2:1 in THF/MeOH mixture, as shown in Figure 1. In both reactions, ligand exchange between $RECl_3$ and $Zn(L)_2$ or Zn(OMe)(L) led to the formation of $RE(L)_3$ and ClZn(X) (for X^- = OMe, L, OH, Cl) species. The results indicated that the structures of the heterometallic compounds formed correlate with the structures of the precursors used.

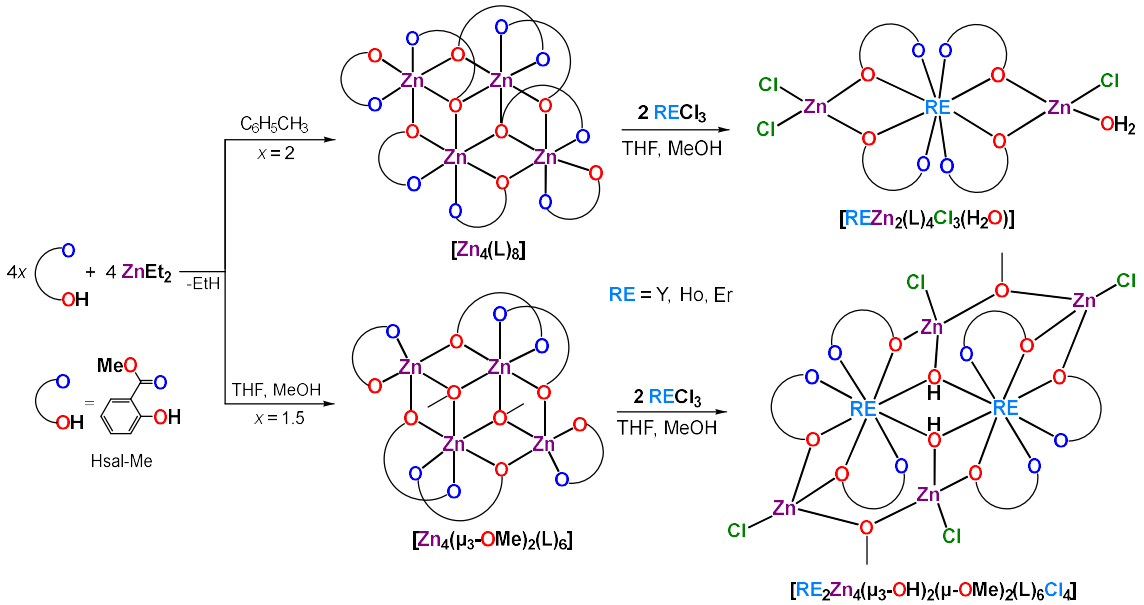


Fig. 1. Synthesis of $[REZn_2(L)_4Cl_3(H_2O)]$, $[RE_2Zn_4(\mu_3\text{-}OH)_2(\mu\text{-}OMe)_2(L)_6Cl_4]$ (RE = Y, Ho, Er) complexes with the use of zinc molecular precursors.

B-15

The reaction of $[Zn_4(L)_8]$ with 2 equiv of $RECl_3$ in THF/MeOH resulted in the formation of trinuclear compounds $[REZn_2(sal\text{-}Me)_4Cl_3(H_2O)]$ (RE = Y (56.9%), Ho (71.9%) Er (50.0%)), where the central RE^{III} ion is coordinated by four chelating methyl salicylate ligands and is positioned between two Zn^{II} ions (Figure 2a). During this reaction, disaggregation occurs, and Cl^- from $RECl_3$ migrates to Zn^{II}, forming terminal chlorozinc species. When $RECl_3$ was reacted with $[Zn_4(\mu_3\text{-}OMe)_2(L)_6]$ in a THF/MeOH mixture, hexanuclear compounds $[RE_2Zn_4(\mu_3\text{-}OH)_2(\mu\text{-}OMe)_2(sal\text{-}Me)_6Cl_4]$ (RE = Y (79.9%), Ho (84.9%), Er (81.73%)) were formed (Figure 2b). Those compounds contain, in addition to, six methyl salicylate and two methoxy ligands, four Cl^- and two HO^- groups. The presence of two μ_3-OH bridges is caused by the hydrolysis of RE-Cl species during heating.

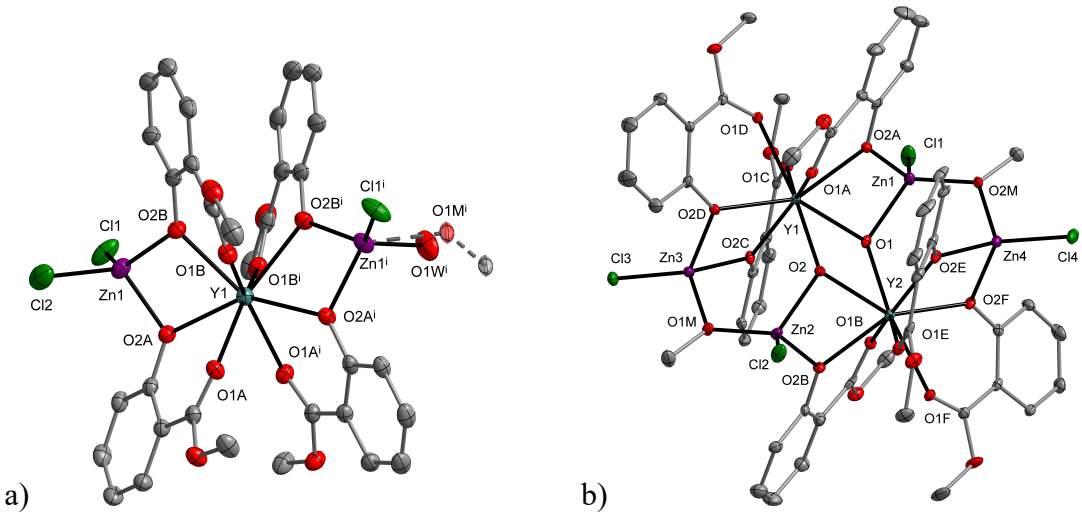


Fig. 2. Structures of $[YZn_2(L)_4Cl_3(H_2O)]$ (a), and $[Y_2Zn_4(\mu_3\text{-}OH)_2(\mu\text{-}OMe)_2(L)_6Cl_4]$ (b) complexes.

Well-defined complexes were investigated as initiators in the ring-opening polymerization of macrocyclic lactones: ω-pentadecanolide (PDL) and ω-hexadecanolide (HDL). The obtained low molecular weight polypentadecanolides (PPDLs) and polyhexadecanolides (PHDLs) were investigated as modifying agents for commercial polylactide (PLLA) resin and used to prepare PLLA/PPDL or PLLA/PHDL blends.

Literature

[1] W.-P. Chen, P.-Q. Liao, P.-B. Jin, L. Zhang, B.-K. Ling, S. C. Wang, Y.-T. Chan, X.-M. Chen, Y.-Z. Zheng, *J. Am. Chem. Soc.*, **142** (2020), 4663.

[2] N. Yoshikawa, M. Shibasaki, *Chem. Rev.*, **103** (2002), 2187.

[3] I. Nieto, A. J. Wooten, J. R. Robinson, P. J. Carroll, E. J. Schelter, P. J. Walsh, *Organometallics*, **32** (2013) 7432.

[4] A. Kowaliński, R. Petrus, K. Chomiak, T. Lis, *Appl. Organomet. Chem.*, **39** (2025) e70017.

AK thanks the National Science Centre Poland (grant PRELUDIUM no. 2024/53/N/ST4/01322) for financing the costs of participation in the 66th Polish Crystallographic Meeting.

B-16

IMPACT OF LIGAND SUBSTITUTION IN 2-FLUOROETHYLAMMONIUM CADMIUM CHLOROBROMIDE

Dorota A. Kowalska[1], Maciej Ptak[1], Szymon Smółka[1], Mariusz Stefański[1], Julia Osmólska[1], Damian Szymański[1], Adam Sieradzki[2]

[1] *Institute of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Sciences, Okólna 2, 50-422 Wrocław, Poland*
[2] *Department of Experimental Physics, Wrocław University of Science and Technology, Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370, Wrocław, Poland*

Phase transitions (PTs) in layered cadmium halides containing halogenated organic cations are largely driven by cation ordering, accompanied by distortions within the inorganic octahedral framework. However, the underlying mechanisms of these PTs, including the influence of intermolecular interactions and cation dynamics, remain not fully understood. The influence of halide ligand substitution on the structural, thermal, and spectroscopic properties of hybrid crystals based on 2-fluoroethylammonium (FEA^+) cations: in the previously described [1] $(FEA)_2CdCl_4$ (**1**) and in a newly synthesized mixed-halide analogue $(FEA)_2Cd[Br_{0.66}Cl_{0.34}]_4$ (**2**), is studied [2]. X-ray diffraction studies and infrared spectroscopy, complemented by thermal measurements, are employed to explore changes in hydrogen bonding networks (Fig. 1), phonon behavior, and order–disorder phenomena.

In **2**, the partial substitution of Cl^- by Br^- results in significant alternations in the structural and dynamic response of the material. The presence of highly polar yet weakly polarizable C–F bonds strengthen dipole interactions, impose steric constraints, and affects organic cation mobility, factors that collectively influence the material's phase behavior. Understanding these effects is crucial for explaining the entropy changes observed during PTs and offers insights into tuning the functional properties of hybrid halide systems through chemical modification.

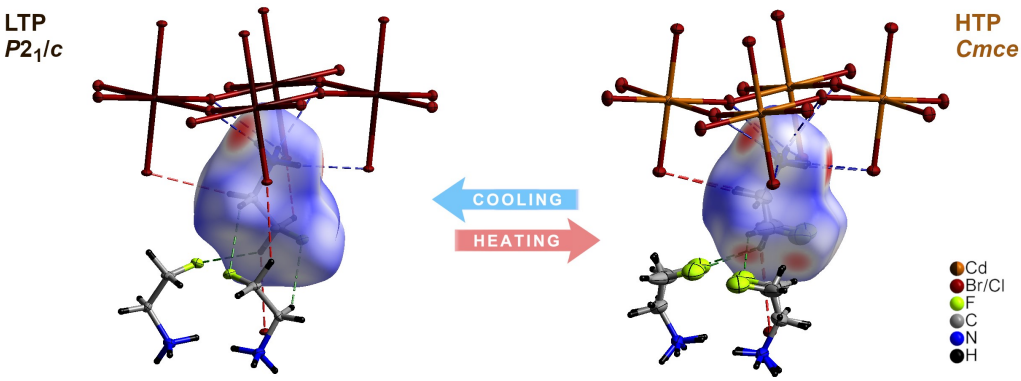


Fig. 1. Hirshfeld surface of FEA^+ in **2** in the ordered LTP (left) and in the disordered HTP (right).

References

[1] N. Song, S.-P. Chen, X.-W. Fan, Y.-H. Tan, W.-J. Wei, Y. Z. Tang, *ACS Omega*, **5** (2020) 6773–7680.

[2] M. Ptak, D. A. Kowalska, S. Smółka, M. Stefański, J. Osmólska, D. Szymański, A. Sieradzki, *in preparation*.

B-17

SYNTEZA ORAZ ANALIZA STRUKTURY KRYSTALICZNEJ FENYLOSILSESKWIOKSANU FUNKCJONALIZOWANEGO GRUPĄ –C_2TMS

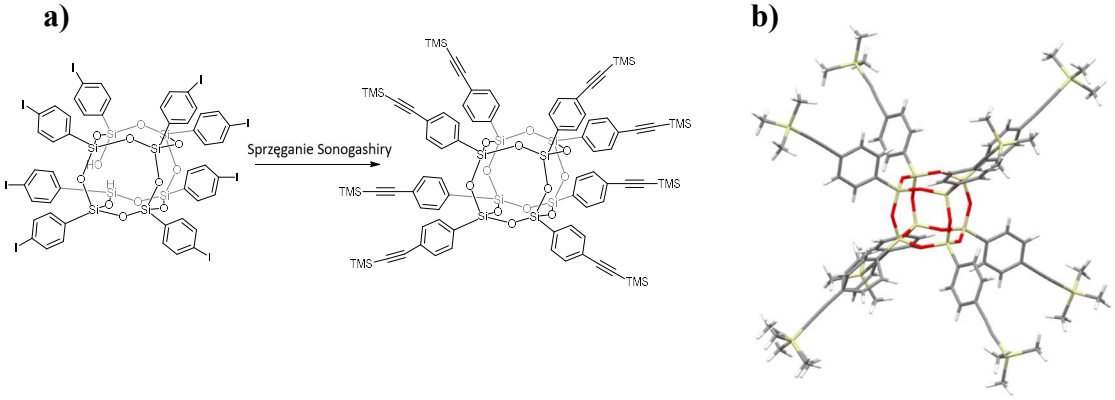
Marta Kubiak, Mateusz Janeta, Sławomir Szafert

Wydział Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego
Fryderyka Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław

Poliedryczne oligomeryczne silseskwioksany (POSS) to materiały hybrydowe, składające się z nieorganicznego rdzenia zbudowanego z atomów krzemu i tlenu o wzorze empirycznym $(RSiO_{1.5})_n$ (gdzie R = H, alkan, alken lub aryl; n = 6, 8, 10, 12), a także organicznych grup bocznych R. Dzięki trwałym wiązaniom Si–O–Si związki te charakteryzują się wysoką odpornością chemiczną i termiczną [1,2].

Interesującą strukturą, którą można wykorzystać w konstrukcji materiałów funkcjonalnych, jest *p*-oktajodofenylosilseskwioksan (OPS-J), o wzorze ogólnym $[p\text{-}IC_6H_4SiO_{1.5}]_8$. Ze względu na wysoką trójwymiarową symetrię i sztywność, *p*-oktajodofenylosilseskwioksan znalazł zastosowanie jako oktafunkcjonalizowany budulec startowy w reakcjach sprzęgania, m.in. Hecka, Sonogashiry oraz Suzukiego [3,4].

Badania nad związkami zawierającymi ugrupowanie acetylenowe oraz klatkę POSS doprowadziły do otrzymania pochodnej POSS zawierającej w pozycji para ugrupowanie -C_2TMS. **OPS-C_2-TMS** otrzymano w reakcji sprzęgania Sonogashiry (Rys. 1a). Uzyskanie monokryształu tego związku pozwoliło na przeprowadzenie szczegółowej analizy jego struktury krystalicznej (Rys. 1b).



Rys. 1. Schemat syntezy (a) oraz struktura molekularna (b) związku **OPS-C_2-TMS**.

Literatura

[1] G. Li, L. Wang, H. Ni, C. U. Pittman, *J. Inorg. Organomet. Polym.*, **11** (2001) 123–154.
[2] M. Janeta , S. Szafert, *J. Organomet. Chem.*, **847** (2017) 173–183.
[3] M. F. Roll, M. Z. Asuncion, J. Kampf, R. M. Laine, *ACS Nano*, **2** (2008) 320–326.
[4] M. Z. Asuncion, M. F. Roll, R. M. Laine, *Macromolecules*, **41** (2008) 8047–8052.

B-18

STRUKTURA KRYSTALICZNA DWURDZENIOWEGO KOMPLEKSU MIEDZI Z HEMIAMINALEM

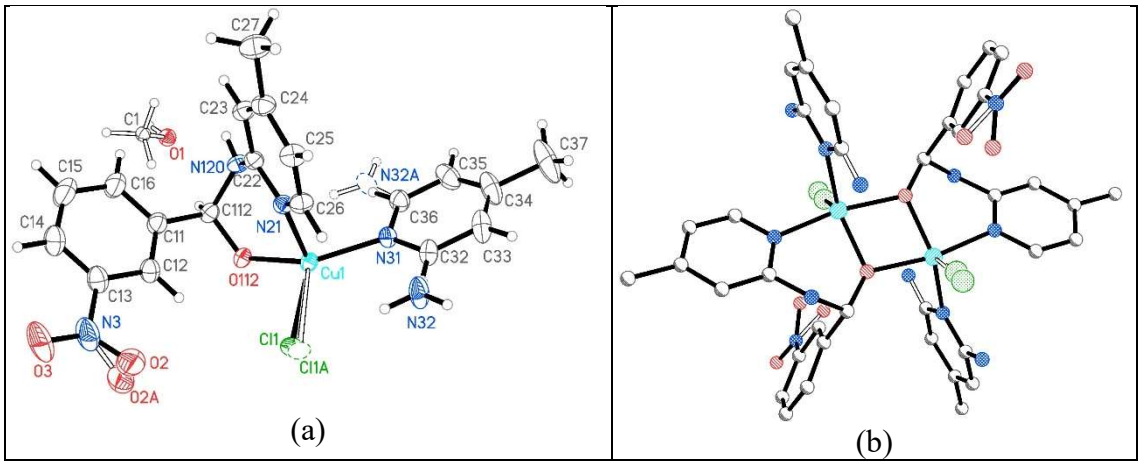
Anna Kwiecień[1], Anna Pyra[2]

[1] *Katedra i Zakład Podstaw Nauk Chemicznych, Wydział Farmaceutyczny, Uniwersytet Medyczny we Wrocławiu, ul. Borowska 211a, 50-556 Wrocław*
[2] *Wydział Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego, ul. F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław*

Związki koordynacyjne miedzi z hemiaminalami stanowią ciekawą grupę materiałów funkcjonalnych ze względu na dwa główne powody. Po pierwsze, z chemicznego punktu widzenia, utworzenie wiązania koordynacyjnego jest jednym z czynników stabilizujących sam hemiaminal, który ogólnie jest uznawany za nietrwały produkt pośredni w reakcji otrzymywania zasad Schiffa [1,2]. Po drugie, z farmakologicznego punktu widzenia, związki kompleksowe miedzi ogólnie, a w szczególności z ligandami iminowymi, wykazują szerokie spektrum aktywności biologicznej [3-5].

Tytułowy dwurdzeniowy związek kompleksowy miedzi(II) **3nb2a4mpCu**, w którym centralny kation miedzi połączony jest z anionem hemiaminalanowym, [(4-metylopirydyn-2-ylo)amino](3-nitrofenylo)metanolanem (**3nb2a4mp**), wolną aminą (**2a4mp**) oraz jonami chlorkowymi (Rys.1.) otrzymano w trójskładnikowej reakcji *one pot* z 3-nitrobenzaldehydu (**3nb**), 2-amino-4-metylopirydyny (**2a4mp**) oraz chlorku miedzi(II) w metanolu, z dodatkiem tributyloaminy, w stosunku stechiometrycznym odpowiednio 1:2:1:1.

Kryształy odpowiednie do badań strukturalnych otrzymano poprzez powolne odparowanie metanolu.

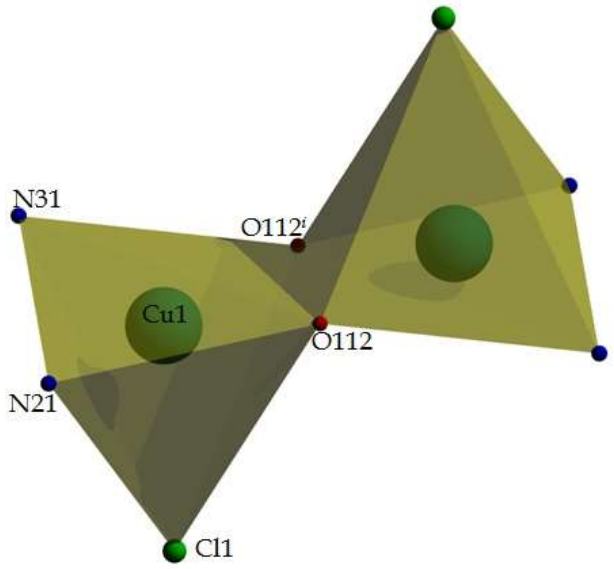


Rys. 1. Struktura krystaliczna dwurdzeniowego kompleksu miedzi(II) **3nb2a4mpCu** z anionem hemiaminalanowym, (**3nb2a4mp**), wolną aminą (**2a4mp**) oraz jonami chlorkowymi; (a) część niezależna komórki elementarnej, elipsoidy drgań termicznych dla atomów niewodorowych narysowane są z 30% prawdopodobieństwem; (b) struktura molekularna kompleksu, atomy wodoru pominięte dla lepszej przejrzystości.

Związek **3nb2a4mpCu** krystalizuje w układzie tetragonalnym, w typie grup przestrzennych: $I4_1/a$, a = 22.0776(3) Å, c = 17.1398(3) Å, V = 8354.3(3) Å^3, Z = 1,

T = 100(2) K, ρ_c = 1.486 g·cm^{-3}, μ = 2.917 mm^{-1}, θ_{min} = 3.264º, θ_{max} = 72.841º, R_{int} = 0.0384, R_1 = 0.0490, wR_2 = 0.1249, GooF = 1.054.

Cząsteczka zbudowana jest z dwóch centralnych kationów miedzi(II) o liczbie koordynacyjnej 5, w której atomy donorowe tworzą poliedr koordynacyjny zbliżony do piramidy tetragonalnej (Rys. 2.). Aniony chlorkowe znajdują się w wierzchołkach piramidy. Dwa atomy tlenu (O112 oraz O112^i, kod symetrii: (i) 1-x, 1-y, 1-z) z dwóch skorelowanych operacją symetrii anionów **3nb2a4mp**, tworzą mostek pomiędzy dwoma kationami Cu^{2+}, a krawędź O112-O112^i jest wspólna dla dwóch centrosymetrycznych piramid tetragonalnych. Sferę koordynacyjną każdego kationu centralnego dopełniają atomy azotu pierścienia pirydynowego N21 z **3nb2a4mp** oraz N31 z **2a4mp**.



Rys. 2. Poliedry koordynacyjne wokół centralnych kationów miedzi(II), kod symetrii: (i) 1-x, 1-y, 1-z.

Struktura krystaliczna otrzymanego związku jest stabilizowana przez sieć wiązań wodorowych typu N–H···Cl oraz C–H···O.

Literatura

[1] Hemiaminals. W *The IUPAC Compendium of Chemical Terminology*; International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC): Research Triangle Park, NC, 2014. https://doi.org/10.1351/goldbook.H02775.

[2] A. Salvà, J. Donoso, J. Frau, F. Muñoz, Theoretical Studies on Schiff Base Formation of Vitamin B6 Analogues. *J. Mol. Struct. THEOCHEM* **577**(2–3) (2002) 229–238. https://doi.org/10.1016/S0166-1280(01)00674-1.

[3] P. Kumari, M. Choudhary, A. Kumar, P. Yadav, B. Singh, R. Kataria, V. Kumar, Copper(II) Schiff Base Complexes: Synthetic and Medicinal Perspective. *Inorg. Chem. Commun*, **158**(P1) (2023) 111409. https://doi.org/10.1016/j.inoche.2023.111409.

[4] Richa, V. Kumar, R. Kataria, Phenanthroline and Schiff Base Associated Cu(II)-Coordinated Compounds Containing N, O as Donor Atoms for Potent Anticancer Activity. *J. Inorg. Biochem.*, **251** (2024) 112440. https://doi.org/10.1016/j.jinorgbio.2023.112440.

[5] D. A. da Silva, A. De Luca, R. Squitti, M. Rongioletti, L. Rossi, C. M. L. Machado, G. Cerchiaro, Copper in Tumors and the Use of Copper-Based Compounds in Cancer Treatment. *J. Inorg. Biochem.*, **226** (2022) 111634. https://doi.org/10.1016/j.jinorgbio.2021.111634.

B-19

SYNTHESIS AND STRUCTURAL PECULIARITIES OF Cu(I) CLORIDE COMPLEX WITH 1-METHYL-1-ALLYLPIPERIDINIUM

Alona Luba-Onufriichuk, **Oleksii Pavlyuk**

Ivan Franko National University of Lviv, Kyryla i Mefodiya 6, 79005 Lviv, Ukraine

Piperidine derivatives have long attracted the attention of researchers due to their broad practical application in pharmaceuticals, agrochemicals, and materials science. On the other hand, they are of growing interest in coordination chemistry because of their potential to act as flexible ligands through nitrogen donor atoms. Incorporationing such ligands into copper(I) coordination environments may yield unusual structural motifs due to the d^{10} electron configuration of Cu(I), which supports diverse coordination geometries and metallophilic interactions. Furthermore, Cu(I) compounds are actively studied for their photophysical properties and relevance in catalysis and optoelectronic materials [1,2].

Continuing our research on the coordination behavior of heterocycles allyl derivatives regarding the Cu(I) crystalline compound $[(C_5H_{10}NCH_3(C_3H_5))_3Cu_8Cl_{11}]$ (**1**) was obtained under *ac* electrochemical technique conditions [3] from ethanol solution of copper and 1-methyl-1-allylpiperidinium chlorides with copper wire during 2 days. The diffraction data was collected on Gemini A diffractometer equipped with an Atlas CCD detector, using graphite monochromated Mo–Kα radiation.

In the structure of $[(C_5H_{10}NCH_3(C_3H_5))_3Cu_8Cl_{11}]$ copper atoms possess a distorted tetrahedral coordination environment formed by chlorine atoms or distorted trigonal-planar coordination environment from free chlorine atoms or two chlorine atoms and C=C bonds of ligand allylic group. Due to chlorine bridging function metal coordination polyhedra connected to chine-like $\{Cu_8Cl_{11}(C_5H_{10}NCH_3(C_3H_5)))_2\}$ topological units (Fig. 1).

One of the three crystallographically independent methylallylpiperidinium cations remains uncoordinated with the metal atoms and is located in the cavities of the crystal lattice, additionally anchored by hydrogen bonds.

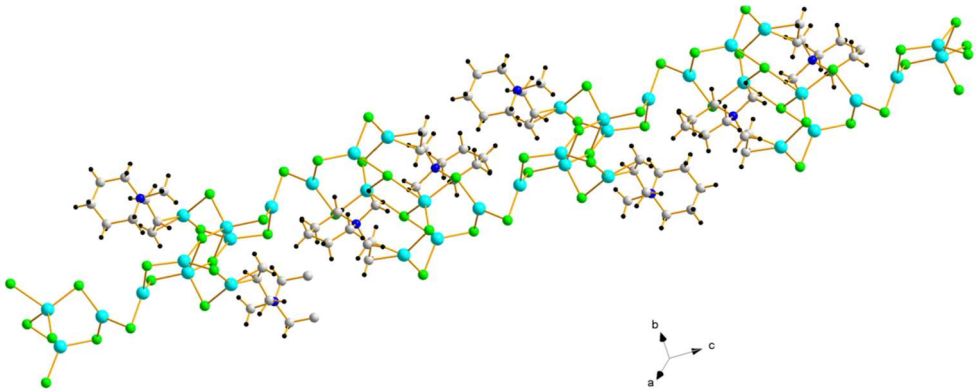


Fig. 1. Organic-inorganic topological units $\{Cu_8Cl_{11}(C_5H_{10}NCH_3(C_3H_5))_2\}$ in **1**.

Literature

[1] A. Bari, A. Iqbal, Z.A. Khan, S, *et al.*, *Synth. Commun.*, **50** (2020) 2572.
[2] Yu. Slyvka, E. Goreshnik, O. Pavlyuk, *et al.*, *Open Chem.* (Central. Eur. J. Chem.), **11** (2013) 43.
[3] B. Mychalichko, M. Mys'kiv Ukraine Patent UA 25450, Bull. № 6 , **1998**.

B-20

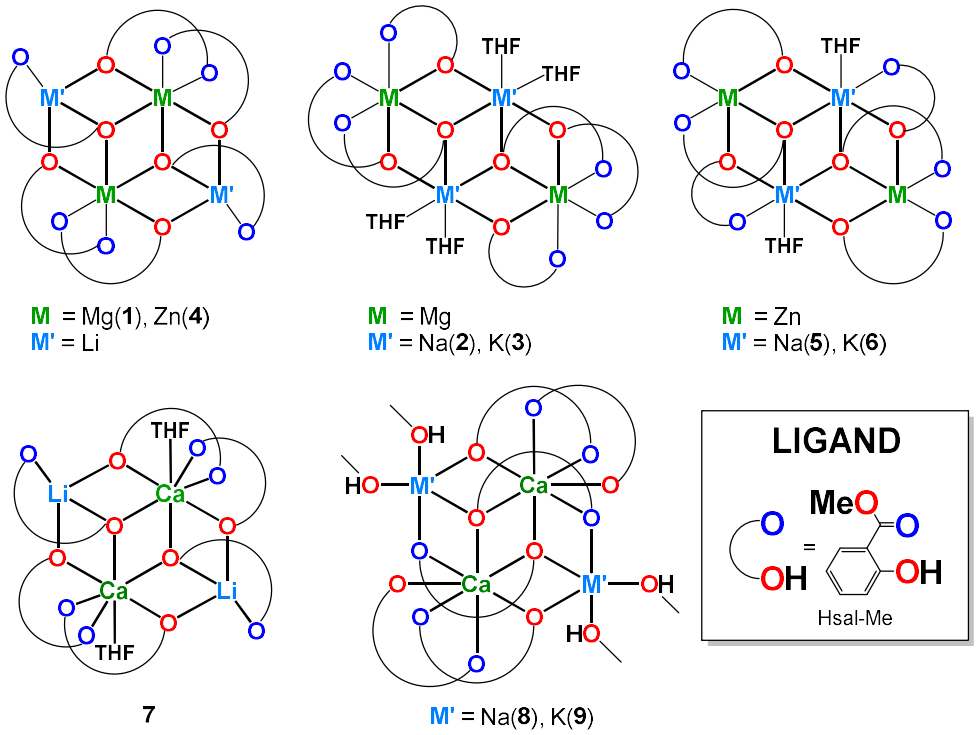
HETEROMETALLIC ALKALI METAL – MAGNESIUM/ZINC/CALCIUM ARYLOXIDES BASED ON DOUBLE-OPENED DICUBANE CORE STRUCTURE

Karolina Matuszak, **Rafał Petrus**

Wroclaw University of Science and Technology, Faculty of Chemistry, 23 Smoluchowskiego, 50-370 Wrocław

The development of catalytic transformations based on earth-abundant, non-toxic, and inexpensive early main-group metals is essential for establishing sustainable alternatives to transition-metal-based catalysis. Recently, heterometallic cooperativity involving s-block elements has attracted growing interest, as such compounds often demonstrate enhanced catalytic activity and selectivity compared to their homometallic counterparts. An example of such systems are heterometallic magnesium–alkali-metal aryloxides [$Mg_2M'_2$(sal-Me)$_6$] (M' = Li(**1**), Na(**2**) or K(**3**); Hsal-Me = methyl salicylate), which were used as efficient catalysts for chemical recycling of high consistency silicone rubber into liquid alkoxysiloxane derivatives R(OSiMe$_2$)$_n$OR (for n = 1, 2, 3, 4) by solvothermal alcoholysis reaction. Aryloxides **2** and **3** also demonstrated valuable synergic effects between Mg(II) and Na(I)/K(I) ions in the ring opening polymerization of L-lactide, where their catalytic activity was much better than that of the corresponding homometallic aryloxides. Within the group of isostructural, zinc-alkali metal derivatives [$Zn_2M'_2$(sal-Me)$_6$(THF)x] (M' = Li(**4**), Na(**5**), K(**6**); x = 0, 2), **5** and **6** showed high catalytic activity in the synthesis of methyl 15-hydroxypentadecanoate by metanolysis of pentadecanolide. The same catalysts together with [Ca_2Li_2(sal-Me)$_6$(THF)$_2$] (**7**), exhibited the high catalytic activity in the methanolysis of nylon-6 at 220 °C.

The aim of this work was a structural analysis of heterometallic alkali metal magnesium/zinc/calcium aryloxides. Compounds **1**–**9** are centrosymmetric tetranuclear clusters based on a double-opened dicubane core structure with two missing vertices. The metal ions in **1**–**9** are held together by four μ- and two μ_3-O$_{(aryloxo)}$ bridges. The vertices of the common face of the central core in **1**, **4**, and **7**-**9** are occupied by M^{2+} ions, and the external vertices are M'^{+} ions. For compounds **2**-**3** and **5**-**6** the reverse arrangements of the metal centers in the tetranuclear units are observed with peripheral M^{2+} ions, and M'^{+} ions occupy the vertices of the common face (Scheme 1).



Scheme 1. Structures of $[Mg_2Li_2(sal\text{-}Me)_6]$ (**1**), $[Mg_2Na_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_4]$ (**2**), $[Mg_2K_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_4]$ (**3**), $[Zn_2Li_2(sal\text{-}Me)_6]$ (**4**), $[Zn_2Na_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_2]$ (**5**), $[Zn_2K_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_2]$ (**6**), $[Ca_2Li_2(sal\text{-}Me)_6(THF)_2]$ (**7**), $[Ca_2Na_2(sal\text{-}Me)_6(MeOH)_4]$ (**8**), and $[Ca_2K_2(sal\text{-}Me)_6(MeOH)_4]$ (**9**).

The authors thank the Polish National Science Center for financial support, grant number 2023/49/B/ST4/04068.

Literature

[1] R. Petrus, J. Utko, R. Gniłka, M.G. Fleszar, T. Lis, P. Sobota, *Macromolecules*, **54** (2021) 2449.
[2] R. Petrus, T. Lis, A. Kowaliński, *Dalton Trans.*, **51** (2022) 9144.
[3] R. Petrus, K. Matuszak, V. Kinzhybalo, *Chem. Asian J.*, **19** (2024) e202400526.

B-21

CONFORMATIONAL DIVERSITY OF A CHIRAL [3+3] AMINE MACROCYCLE IN ITS COORDINATION COMPOUNDS

Karol Wydra, Katarzyna Ślepokura, Janusz Gregoliński, Jerzy Lisowski

University of Wrocław, Department of Chemistry, 14 F. Joliot-Curie, 50-300 Wrocław

The homochiral [3+3] macrocycle H_3**L** is composed of three phenolic units and three *trans*-1,2-diaminocyclohexane fragments. Due to the presence of six flexible methyleneamine bridges, the macrocycle can adopt a variety of different conformations upon coordination with metal ion(s). This is reflected in the 50 X-ray crystal structures of coordination compounds of the macrocycle H_3**L** deposited in the CSD database. Comparison of all the structures enabled us to distinguish 8 representative sets of conformations of the macrocycle. To characterize the structural differences between these conformation types, we analysed the six C–C–N–C torsion angles and the absolute configurations of the coordinated amine nitrogen atoms. Interestingly, when given enantiomer of ligand $\mathbf{L}^{3-}$ accommodates three metal ions in its core, the macrocycle adopts two different conformations of opposite helicity, depending on whether lanthanide or d-block metal ions are incorporated. In the case of trinuclear lanthanide complexes, the $\mathbf{L}^{3-}$ expands and flattens its structure in order to match the size of the larger metal ions.

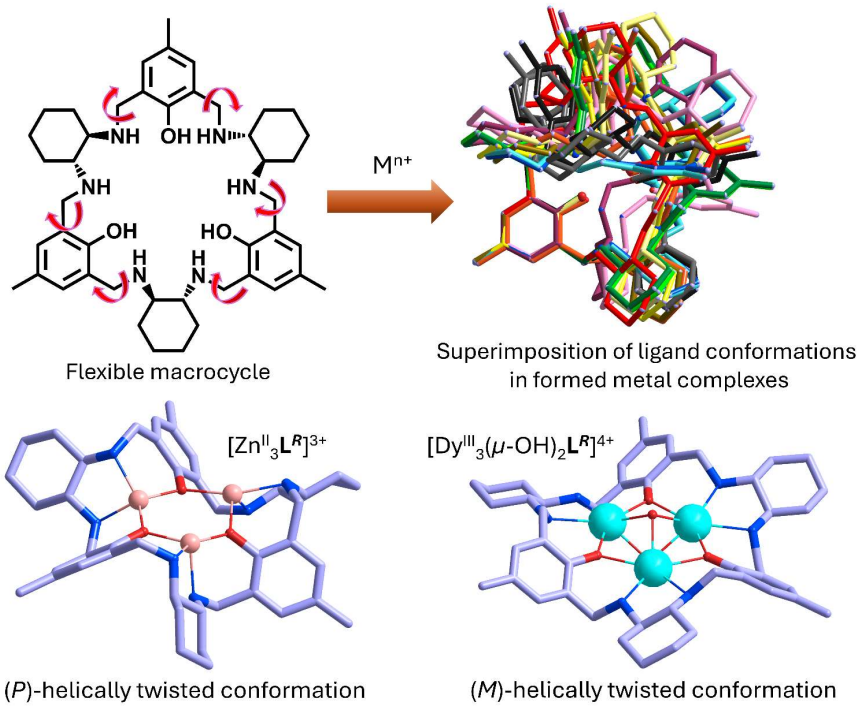


Fig. 1. Top: Schematic representation of the complexation reactions between flexible macrocycle $H_3\mathbf{L}^R$ and metal ions, leading to a family of complexes with various ligand conformations. Bottom: Comparison of X-ray structures of complex cations $[Zn^{II}_3\mathbf{L}^R]^{3+}$ and $[Dy^{III}_3(\mu\text{-OH})_2\mathbf{L}^R]^{4+}$, showing opposite helicity of the macrocycle $(\mathbf{L}^R)^{3-}$. H atoms were omitted for clarity.

Literature

[1] K. Wydra, K. Ślepokura, J. Gregoliński, J. Lisowski, *Polyhedron*, **273** (2025) 117472.

B-22

PHASE TRANSITIONS AND REVERSIBLE TERMOCHROMISM IN HYBRID (BUTYLAMMONIUM)$_3$[BiI$_6$]

M. N. Rowińska[1], T. J. Bednarchuk[1], J. K Zaręba[2], A. Piecha-Bisiorek[3], A. Gągor[1]

[1] *W. Trzebiatowski Institute of Low Temperature and Structure Research Polish Academy of Science, Okólna 2, 50-422 Wrocław, Poland*
[2] *Institute of Advanced Materials, Faculty of Chemistry, Wroclaw University of Science and Technology, Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50- 370, Wrocław, Poland*
[3] *Faculty of Chemistry, University of Wrocław, F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław, Poland*

Thermochromism is a temperature-dependent optical phenomenon characterized by a reversible or irreversible color change upon heating or cooling. This effect typically arises from structural or electronic transformations that modify molecular packing, band structure, or conjugation pathways. Thermochromic behavior has been observed in a broad spectrum of materials, including liquid crystals, leuco dyes, metal–organic complexes, and coordination compounds, where temperature variations influence intermolecular interactions, tautomeric equilibria, or crystal symmetry [1]. Owing to their dynamic optical response, thermochromic materials may find applications in temperature sensors, smart windows, thermal indicators, and rewritable optical devices [2-4].

A notable subclass of thermochromic compounds includes organic–inorganic hybrid materials. In this work, we present a comprehensive crystallographic and physicochemical investigation of (butylammonium)$_3$[BiI$_6$], a compound that exhibits three temperature dependent polymorphs within the orthorhombic symmetry: *Pnnm* → *Pccn* → $P2_12_12$ accompanied by phase-transition (PT) induced color changes.

The first PT occurs at 253 K (cooling) / 273 K (heating) and it is associated with the formation of a 2*c* supercell (phase II). This transformation is of first order, as indicated by sharp DSC anomalies, notable temperature hysteresis, and a step-like change in lattice volume ($\Delta V \approx 35$ Å^3). The second transition, leading to the chiral phase III, involves the loss of an inversion center (III is SHG-active). The observed group–subgroup relationship and continues evolution of lattice parameters suggests a second-order character for this transition.

A pronounced color change from pale orange to deep green accompanies the first transition, followed by a more gradual shift to yellow around the second, low-temperature PT. This thermochromic response correlates with the systematic shortening of I···I contacts between BiI$_6$ octahedra across the polymorphs: from 4.399 Å (295 K) to 4.172 Å (200 K) and 4.112 Å (120 K). Temperature-dependent UV–vis spectroscopy reveals substantial (40 nm) red-shift in absorption edge, while TGA measurements confirm thermal stability up to 500 K, underscoring the potential of (butylammonium)$_3$[BiI$_6$] for future optoelectronic and sensing applications.

The research was funded by the National Science Centre as part of the OPUS 22 project (grant number: 2021/43/B/ST5/01172).

Literature

[1] S. Hossain *et al*., *Material Sci&Eng.*, **7**(3) (2023) 146–156.
[2] W.Yong *et al.*, *Journal of Materials Chemistry A*, **13** (2025) 1755–1765.
[3] H. Peng *et al.*, *ACS Materials Letters.*, **6**(8) (2024) 3404–3413.
[4] K. Li *et al.*, A*CS Appl. Mater. Interfaces*, **12**(37) (2020) 42193–42201.

B-23

FERROELEKTRYCZNOŚĆ, PIEZOELEKTRYCZNOŚĆ I FERROELASTYCZNOŚĆ W GRUPIE CHLORO-, BROMO- I JODOANTYMONIANÓW(III) ACETAMIDYNIOWYCH O STECHIOMETRII $R_3M_2X_9$

Aleksandra Krupińska[1], Bogumiła Burzyńska[1], Vasyl Kinzhybalo[2], Błażej Dziuk[3], Przemysław Szklarz[1], Dariusz Kajewski[4], Jan Zaręba[3], Ada Drwęcka[5], Szymon J. Zelewski[5], Piotr Durlak[1], Piotr Zieliński[6], Paweł Sobieszczyk[6], Ryszard Jakubas[1], Anna Piecha-Bisiorek[1]

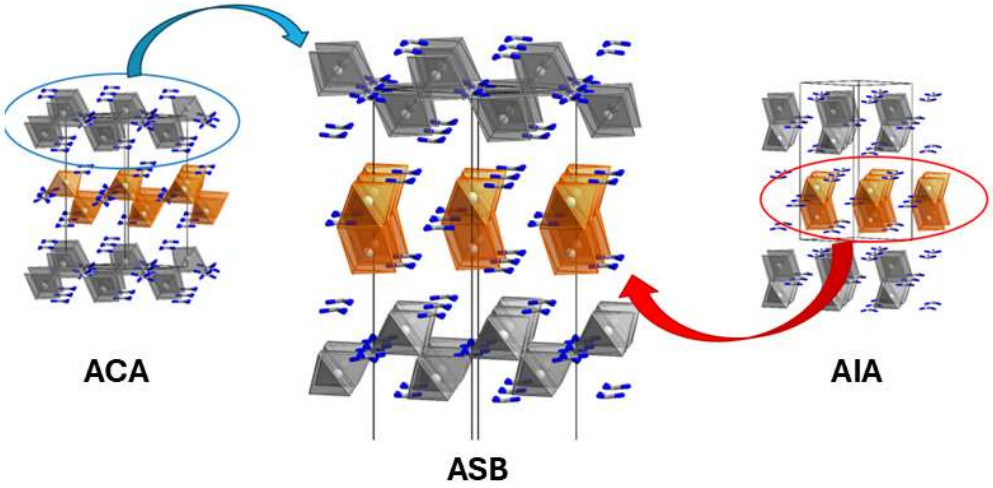
[1] Uniwersytet Wrocławski, Wydział Chemii, Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław
[2] Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, Okólna 2, 50-422 Wrocław
[3] Instytut Materiałów Zaawansowanych Wydziału Chemicznego Politechniki Wrocławskiej, Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław
[4] Instytut Fizyki Uniwersytetu Śląskiego w Katowicach, ul. 75 Pułku Piechoty 1, 41-500 Chorzów
[5] Katedra Fizyki Doświadczalnej Wydziału Podstawowych Problemów Techniki Politechniki Wrocławskiej, Wybrzeże Stanisława Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław
[6] Instytut Fizyki im. Nuklearnej H. Niewodniczańskiego PAN

Na posterze szczegółowo przeanalizowano i omówiono właściwości fizykochemiczne trzech nowych hybryd organiczno-nieorganicznych, na bazie kationu acetamidyniowego, tj. $(CH_3C(NH_2)_2)_3[Sb_2Cl_9]$ (**ACA**), $(CH_3C(NH_2)_2)_3[Sb_2Br_9]$ (**ABA**) oraz $(CH_3C(NH_2)_2)_3[Sb_2I_9]$ (**AIA**). Wszystkie zsyntezowane związki, opisane stechiometrią $R_3M_2X_9$, wzbudzają duże zainteresowanie, ponieważ pojawienie się ferroelektryczności dla tego typu układów jest dość prawdopodobne. Z punktu widzenia krystalochemii, połączenia $R_3M_2X_9$ charakteryzują się dużą różnorodnością geometrii podsieci anionowych, na którą składają się: izolowane bioktaedry połączone ścianami (0D), izolowane oktaedry połączone krawędziami oraz narożami (0D), zygzakowaty łańcuch podwójny (1D), struktura typu „plaster miodu" (2D). Co ciekawe, właściwości ferroelektryczne obserwuje się jedynie w układach dyskretnych (tworzonych przez izolowane bioktaedry) i zawierających w strukturze halogen jodkowy, oraz dwuwymiarowych warstwach, spotykanych najczęściej w kompleksach chlorkowych i bromkowych [1].

W **ACA**, podsieć anionową tworzą dwuwymiarowe (2D) warstwy typu „plastra miodu", podczas gdy w **AIA** szkielet nieorganiczny budują izolowane (0D) jednostki bioktaedryczne. Co jednak najbardziej zaskakujące, to fakt, że tylko jedna z uzyskanych hybryd organiczno-nieorganicznych wykazuje właściwości ferroelektryczne. Szczegółowa analiza elektryczna oraz badania PFM wskazują, że **ACA** należy do grupy piezoelektryków (d_{33} = 6.0 pC·N^{-1}), zaś analog jodkowy (**AIA**) wykazuje właściwości ferroelektryczne w obrębie fazy II (P_s = 0.2 μC·cm^{-2}).

Zaskakującym wynikiem, łączącym w pewnym sensie zarówno **ACA**, jak i **AIA**, jest geometria podsieci anionowej zaobserwowana w analogu bromkowym (**ABA**). W tym przypadku mamy do czynienia z dwuskładnikową podsiecią nieorganiczną, na którą składają się dwuwymiarowe warstwy i izolowane jednostki obserwowane w **ACA** i **AIA**. Jest to pierwszy tego typu przykład podsieci anionowej, obserwowany w grupie

hybryd organiczno-nieorganicznych. Dodatkowo, **ABA** należy do grupy ferroelastyków o nietypowym wzorze/geometrii struktury domenowej [2].



Rys. 1. Geometria podsieci anionowej dla **ACA**, **ABA** i **AIA**.

Literatura

[1] R. Jakubas, M. Rok, K. Mencel, G. Bator, A. Piecha-Bisiorek, A. Correlation between crystal structures and polar (ferroelectric) properties of hybrids of haloantimonates(III) and halobismuthates(III), *Inorg. Chem. Front.*, **7** (2020) 2107–2128.

[2] A. Krupińska, B. Burzyńska, V. Kinzhybalo, B. Dziuk, P. Szklarz, D. Kajewski, J. K. Zaręba, A. Drwęcka, S. J. Zelewski, P. Durlak, P. Zieliński, P. Sobieszczyk, R. Jakubas, A. Piecha-Bisiorek, Ferroelectricity, Piezoelectricity, and Unprecedented Starry Ferroelastic Patterns in Organic–Inorganic $(CH_3C(NH_2)_2)_3[Sb_2X_9]$ (X = Cl/Br/I) Hybrids, *Inorg. Chem.*, **64**(19) (2025) 9639–9651.

Badania zostały sfinansowane przez Narodowe Centrum Nauki, numer grantu 2022/47/B/ST8/02199 (prof. A. Piecha-Bisiorek).

B-24

2-(4-METHOXYPHENYL)AMINO/IMINO-1,3-SELENAZOL-4(5*H*)-ONE: A CASE OF CONCOMITANT POLYMORPHS

Andrii Pyrih*[1], Roman Lesyk[2], Mariusz Jaskolski[3], Andrzej Gzella[1]

[1] *Department of Organic Chemistry, Poznan University of Medical Sciences, Rokietnicka 3, 60-806, Poznan, Poland*
[2] *Lviv National Medical University, Pekarska, 54 Lviv 79010, Ukraine*
[3] *Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznanskiego 8, 61-614 Poznan, Poland*

e-mail: andriypyrih@gmail.com

Selenium-based heterocycles have recently gained attention as prospective building blocks for the development of innovative therapeutic agents, but detailed structural studies, in particular addressing the issue of polymorphism in this class of compounds, are scarce.

As part of our systematic studies of tautomerism in thio- and selenazolidinones, we have synthesized a series of novel isomeric 2-(*o*-,*m*-,*p*-methoxyphenyl)amino/imino-1,3-selenazol-4(5*H*)-ones. Crystallization of 2-(*p*-methoxyphenyl)amino/imino-1,3-selenazol-4(5*H*)-one from ethanol or isopropanol yielded in both cases a mixture of two types of crystals, with prism and rod morphology. Single-crystal X-ray analysis revealed that the prism-shaped crystals grown from both solvents represent the same polymorph **I** (Table 1). The rod-like crystals, however, have different structure depending on the solvent used, and are referred to as polymorph **II** in the case of ethanol, and polymorph **III** in the case of isopropanol. The common polymorph **I** crystalizes in the triclinic system space group $P\bar{1}$ with one molecule in the asymmetric unit, while polymorphs **II** and **III** belong to the monoclinic system but have different space groups, $P2/c$ with two symmetry independent molecules and $P2_1/n$ with three molecules in the asymmetric unit, respectively (Table 1). Crystal packing in all three polymorphs is illustrated in Fig. 1.

Table 1. The polymorphs studied in this work.

	Polymorph		
	I	**II**	**III**
Space group	$P\bar{1}$	$P2/c$	$P2_1/n$
a (Å)	6.8647(3)	27.7184(6)	11.16988(19)
b (Å)	9.0093(5)	6.9668(2)	11.7961(3)
c (Å)	9.6388(5)	11.0304(2)	24.2043(4)
α (º)	68.319(4)	90	90
β (º)	70.990(4)	90.305(2)	93.9718(6)
γ (º)	81.780(4)	90	90
V (Å^3)	523.56(5)	2130.03(9)	3181.54(11)
$Z(Z')$	2(1)	8(2)	12(3)

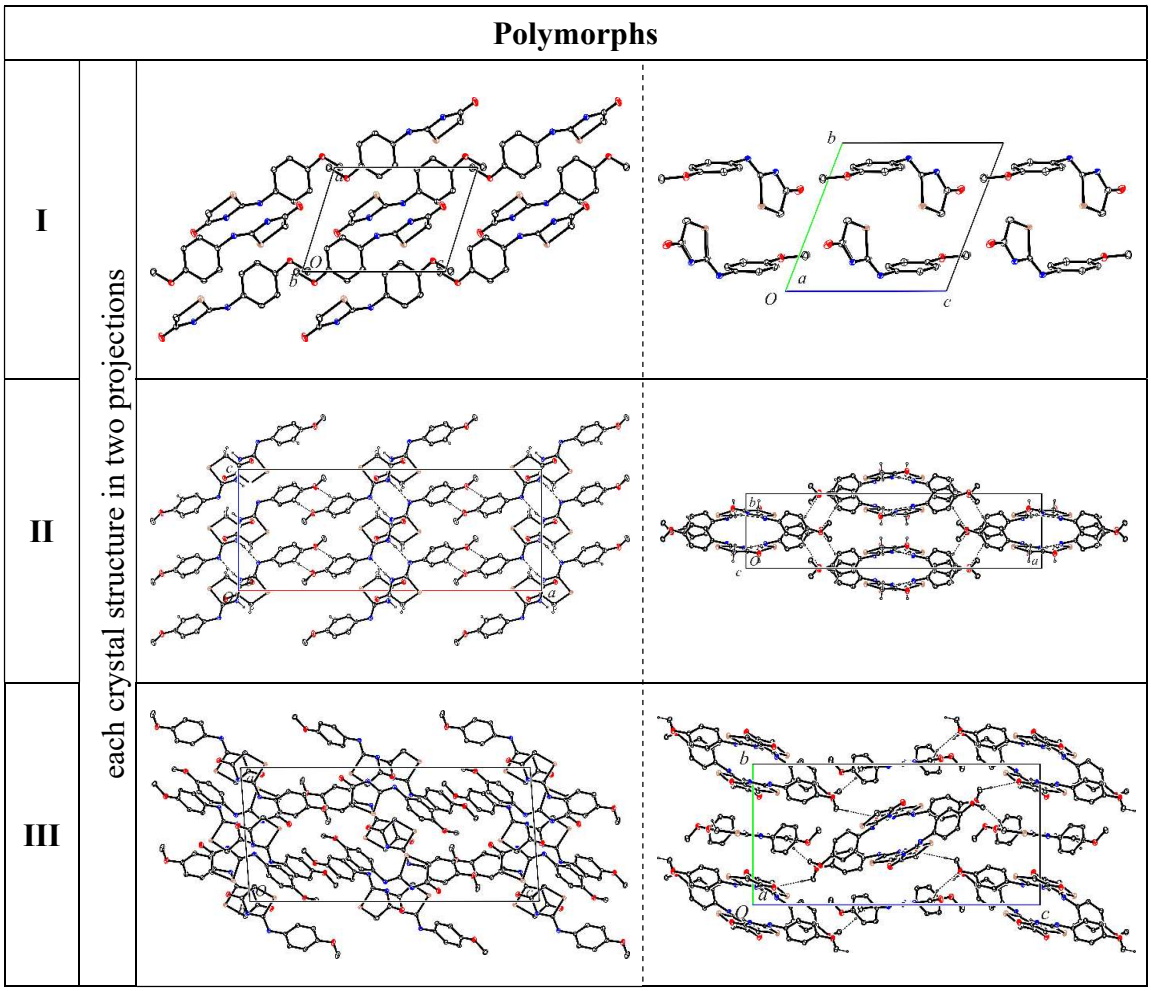


Fig. 1. Molecular packing in the crystals of polymorphs **I** – **III**.

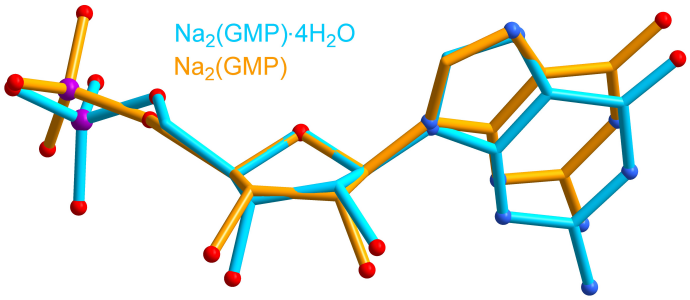
B-25

DEHYDRATACJA KRYSZTAŁÓW SOLI DISODOWEJ 5′-MONOFOSFORANU GUANOZYNY, $Na_2(GMP)\cdot 4H_2O$

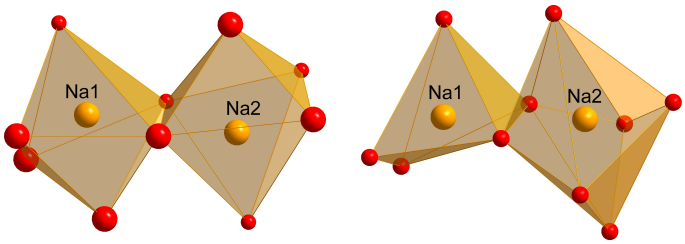
Weronika Ziółek, **Katarzyna Ślepokura**

Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski, ul. F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław

Nukleotydy oraz ich sole krystalizują przeważnie w postaci hydratów. Niektóre z nich łatwo ulegają dehydratacji, a ta często przebiega według mechanizmu monokryształ-w-monokryształ (*ang.* single crystal-to-single crystal, SC-to-SC), co umożliwia wyznaczenie struktur krystalicznych form częściowo lub całkowicie odwodnionych. W literaturze znane są dwie odmiany soli disodowej 5′-monofosforanu guanozyny (GMP): $Na_2(GMP)\cdot 4H_2O$ [1] i $Na_2(GMP)\cdot 7H_2O$ [2].



Rys. 1. Porównanie konformacji anionów GMP^{2-} w kryształach $Na_2(GMP)\cdot 4H_2O$ i $Na_2(GMP)$.



Rys. 2. Otoczenie kationów Na^+ w kryształach $Na_2(GMP)\cdot 4H_2O$ (z lewej; cząsteczki wody pokazano jako większe sfery) i $Na_2(GMP)$ (z prawej). Otoczenie jonu Na1 w $Na_2(GMP)$ pokazano dla LK = 4+1.

Sól bezwodną, $Na_2(GMP)$, otrzymano odwadniając monokryształ tetrahydratu. W wyniku dehydratacji komórka elementarna kryształu zmniejszyła się o 24%. Niewielkiej zmianie uległa konformacja anionu nukleotydowego (Rys. 1), czemu towarzyszy utworzenie nowych wiązań wodorowych O–H···O między jednostką cukrową jednego jonu GMP^{2-} a grupą fosforanową sąsiedniego. W znacznym stopniu zmienił się natomiast sposób koordynacji anionów GMP^{2-} do kationów Na^+ oraz otoczenie koordynacyjne kationów, które w soli uwodnionej (LK = 6) przyjmuje kształt zdeformowanego oktaedru, a w soli bezwodnej – zdeformowanego kwadratu lub mocno zdeformowanej piramidy tetragonalnej (Na1: LK = 4 lub 4+1) oraz pośredni między pryzmatem trygonalnym z daszkiem a oktaedrem z daszkiem (Na2: LK = 7) (Rys. 2).

Literatura

[1] M. Tsubonoya, A. Murofushi, S. Yamamura, Y. Sugawara, *Acta Cryst. C.*, **74** (2018) 1153–1159.
[2] C. L. Barnes, S. W. Hawkinson, *Acta Cryst. B.*, **38** (1982) 812–817.

B-26

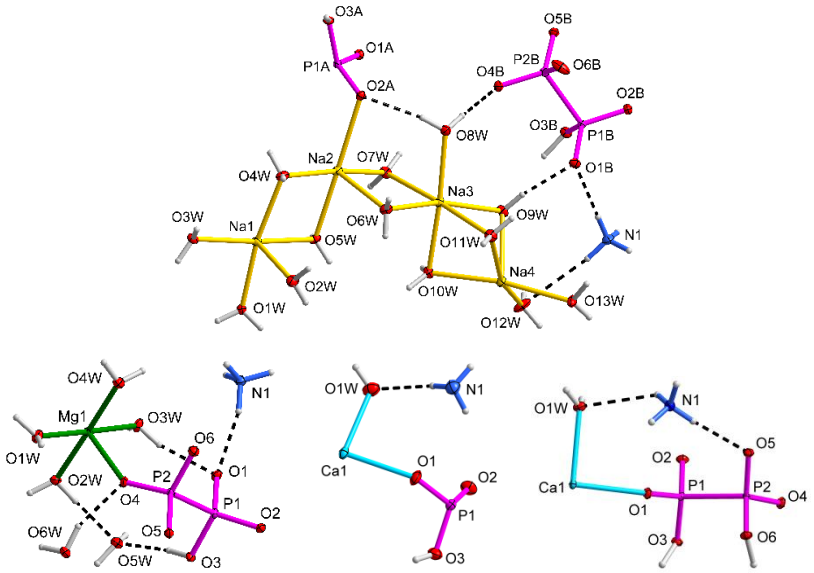
AMONOWE SOLE PODWÓJNE KWASU HYPODIFOSFOROWEGO

Karolina Bukała[1], **Vasyl Kinzhybalo**[2], **Katarzyna Ślepokura**[1]

[1] *Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski, ul. F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław*
[2] *Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, Okólna 2, 50-422 Wrocław*

$(NH_4)_2H_2P_2O_6$ jest pierwszą solą kwasu hypodifosforowego, dla której wyznaczono strukturę krystaliczną oraz na podstawie której potwierdzono obecność wiązania P–P [1]. W późniejszym czasie odkryto przemianę fazową oraz ferroelektryczność fazy niskotemperaturowej [2]. Ostatnio opisano właściwości i struktury krystaliczne siedmiu soli amonowych, $(NH_4)_x(H_{4-x}P_2O_6)\cdot yH_2O$ (x = 1-4, y = 0-2) [3]. Inne połączenia hypodifosforanowych soli amonowych nie są znane.

Otrzymano trzy amonowe sole podwójne kwasu hypodifosforowego: amonowo-sodową, $Na_8NH_4(HP_2O_6)_3\cdot 26H_2O$, amonowo-magnezową, $MgNH_4(HP_2O_6)\cdot 6H_2O$, oraz amonowo-wapniową, $Ca(NH_4)_2(H_2P_2O_6)_2\cdot 2H_2O$ (Rys. 1). Dokonano charakterystyki fizykochemicznej metodami PXRD i analizy termicznej (TG-DTA i DSC). Zidentyfikowano i opisano przemianę fazową w soli amonowo-wapniowej. Amonowe sole podwójne krystalizują w grupach przestrzennych należących do różnych układów krystalograficznych: odpowiednio w trójskośnej $P\bar{1}$, jednoskośnej *Cc*, rombowych *Cmce* (faza wysokotemperaturowa) i *Pbna* (faza niskotemperaturowa).



Rys. 1. Części asymetryczne kryształów $Na_8NH_4(HP_2O_6)_3\cdot 26H_2O$, $MgNH_4(HP_2O_6)\cdot 6H_2O$ oraz $Ca(NH_4)_2(H_2P_2O_6)_2\cdot 2H_2O$ (w fazie wysoko- i niskotemperaturowej). Liniami przerywanymi przedstawiono wiązania wodorowe. Atomy o SOF = 0.5 i tworzone przez nie wiązania przedstawiono jako transparentne. Elipsoidy przemieszczenia pokazano z 50% prawdopodobieństwem.

Literatura

[1] A. Wilson, H. McD. McGeachin, *Acta Cryst.*, **17** (1964) 1352.
[2] P. Szklarz, M. Chański, K. Ślepokura, T. Lis, *Chem. Mater.*, **23** (2011) 1082.
[3] K. Ślepokura, P. Kurowska, D. Budzikur-Maciąg, V. Kinzhybalo, *Acta Cryst. B.*, **81** (2025), https://doi.org/10.1107/S2052520625004408.

B-27

SYNTHESIS AND CRYSTAL STRUCTURE OF COPPER LEVOCETIRIZINE DERIVATIVE

Michał Gacki, Anna Pietrzak, Wojciech Wolf

Institute of General and Ecological Chemistry, Faculty of Chemistry, Lodz University of Technology, 116 Zeromskiego Street, 90-924 Lodz, Poland,

Levocetirizine (2-(2-{4-[(R)-(4-chlorophenyl)-phenylmethyl]piperazin-1-yl}ethoxy) acetic acid dihydro-chloride salt) (Fig. 1) is the pharmacologically active enantiomer of cetirizine. It belongs to the second-generation anti-histaminic active drug that has been used to treat symptoms of allergy and long-term hives [1]. Levocetirizine is a piperazine derivative which both N-atoms of the piperazine ring can potentially bind either one- or two- metal centers. To date, four distinct conformations of piperazine moiety have been identified: chair, boat, twist-boat and half-boat of which the former is the most favorable thermodynamically [2,3].

In this communication, we report the synthesis and X-ray structure of copper levocetirizine derivative, which exhibits an unexpected coordination mode.

Crystal data: a=7.9241(1), b=12.1728(2), c=22.4169(3) Å, β=90.862(1)°, $P2_1$, Z=2, R=0.0392, T=100(2) K.

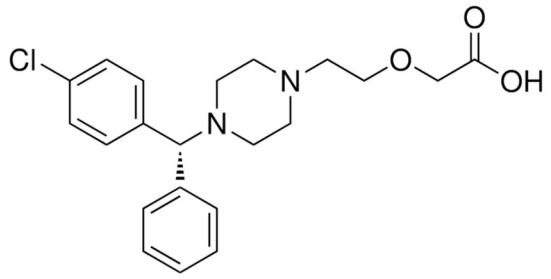


Fig. 1. Structure of levocetirizine.

References

[1] E. Nettis, G. F. Calogiuri, E. Di Leo, F. Cardinale, L. Macchia, A. Ferrannini, A. Vacca, Once daily levocetirizine for the treatment of allergic rhinitis and chronic idiopathic urticaria. *J Asthma Allergy*, **16**(2) (2008) 17–23.

[2] R. H. Zhang, H. Y. Guo, H. Deng, J. Li, Z. S. Quan, Piperazine skeleton in the structural modification of natural products: a review. *J Enzyme Inhib Med Chem.*, **36**(1) (2021) 1165–1197.

[3] M. Shaquiquzzaman, G. Verma, A. Marella, *et al.*, Piperazine scaffold: a remarkable tool in generation of diverse pharmacological agents. *Eur J Med Chem*, **102** (2015) 487–529.

This work was supported by the Lodz University of Technology Foundation grant 10/MIKRO-DOT-U/202.

B-28

THE INFLUENCE OF SUBSTITUENTS ON STRUCTURAL DIVERSITY IN AZOBENZENE DERIVATIVES FUNCTIONALIZED WITH SYMMETRICALLY SUBSTITUTED AMINO ACID MOLECULES

Adrianna Szmulewicz[1,2], Mateusz Gołdyn*[1,2], Artur R. Stefankiewicz[1,2]

[1] *Center for Advanced Technologies, Adam Mickiewicz University in Poznań, Uniwersytetu Poznańskiego 10, 61-614, Poznań, Poland*
[2] *Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University in Poznań, Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614, Poznań, Poland*

**e-mail: mateusz.goldyn@amu.edu.pl*

Azobenzene-based compounds functionalized with amino acid derivatives could represent a platform for designing supramolecular architectures [1,2]. In this study, we synthesized and structurally characterized six derivatives with a diverse side-chain substituent. Our goal was to explore how subtle variations in functional groups influence the self-assembly in the solid state.

X-ray structural analysis revealed that derivatives containing aromatic side chains (*L*-tyrosine or *L*-phenylalanine) consistently formed potentially porous hydrogen-bonded organic frameworks (HOFs). In contrast, replacing the aromatic moiety with a cyclohexyl group led to the formation of a non-porous supramolecular polymeric network, highlighting the decisive role of steric and electronic factors in directing molecular organization.

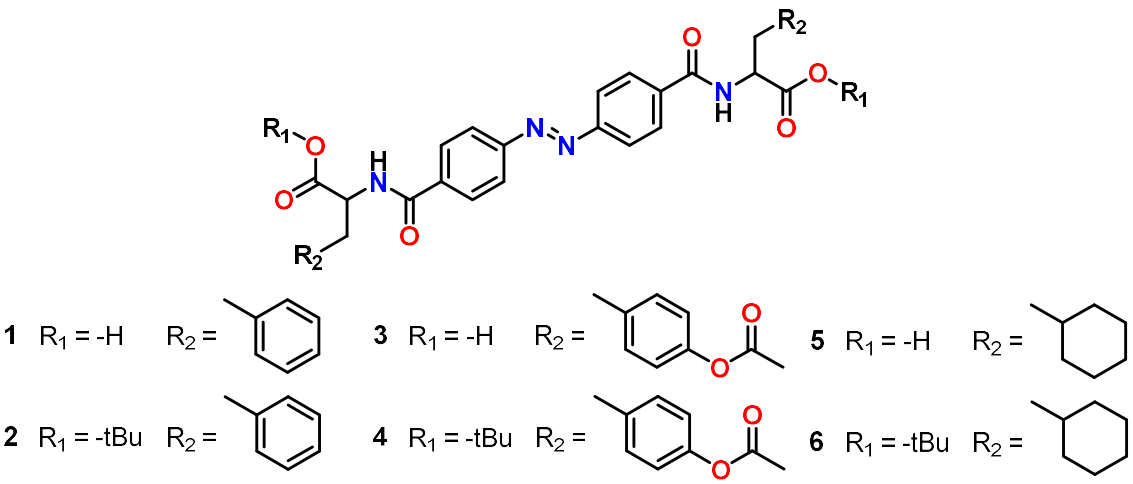


Fig. 1. Synthesized azobenzene-based compounds functionalized with amino acid derivatives.

The HOF-like structures exhibited nanotube motifs with internal channels stabilized by directional hydrogen bonds. The structural diversity among the derivatives resulted in varying pore sizes, which makes these materials promising candidates for gas sorption applications. In contrast, the polymeric network formed by the cyclohexyl derivative was stabilized by N-H(amide)···O=C(ester) hydrogen bonds and π···π interactions between azobenzene cores, resulting in a denser packing.

B-28

This work underscores the potential of amino acid-functionalized azobenzenes as tunable building blocks in supramolecular chemistry and lays the foundation for further exploration of their functional properties.

Acknowledgements
This research was supported by the National Science Centre (grant SONATA BIS 2018/30/E/ST5/00032).

References

[1] N. S. A. Crone, N. van Hilten, A. van der Ham, H. J. Risselada, A. Kros, A. L. Boyle, *Azobenzene-Based Amino Acids for the Photocontrol of Coiled-Coil Peptides, Bioconjugate Chem.*, **34** (2023) 345–357.
[2] J. Juodaityte, N. Sewald, *Synthesis of photoswitchable amino acids based on azobenzene chromophores: building blocks with potential for photoresponsive biomaterials*, *J. Biotechnol*, **112** (2004) 127–138.

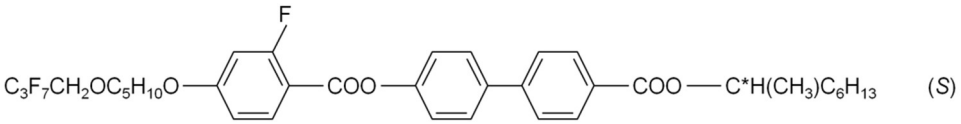
B-29

NISKOTEMPERATUROWE BADANIA STRUKTURALNE SZKŁA FAZY SMEKTYCZNEJ C_A*

Aleksandra Deptuch[1], Marcin Kozieł[2], Marcin Piwowarczyk[1], Magdalena Urbańska[3], Ewa Juszyńska-Gałązka[1,4]

[1] Instytut Fizyki Jądrowej im. H. Niewodniczańskiego Polskiej Akademii Nauk, ul. Radzikowskiego 152, 31-342 Kraków
[2] Wydział Chemii, Uniwersytet Jagielloński, ul. Gronostajowa 2, 30-387 Kraków
[3] Instytut Chemii, Wojskowa Akademia Techniczna, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa
[4] Research Center for Thermal and Entropic Science, Graduate School of Science, Osaka University, 560-0043 Osaka, Japonia

Związek ciekłokrystaliczny oznaczany jako 3F5HPhF6 (Rys. 1), o chiralnych cząsteczkach częściowo fluorowanych na jednym z bocznych łańcuchów i na jednym z pierścieni aromatycznych [1], wykazuje wysokie właściwości szkłotwórcze [2,3]. Podczas ochładzania nie występuje krystalizacja, a zamiast tego zachodzi zeszklenie w zakresie ciekłokrystalicznej fazy smektycznej C_A* [2,3]. Temperatura przejścia szklistego wyznaczona na podstawie widm dielektrycznych to ok. 230 K [3]. Podczas powolnego ogrzewania ze stanu szklistego zachodzi zimna krystalizacja, a powstała faza krystaliczna topnieje w ok. 300 K [3]. Oprócz fazy smektycznej C_A*, związek 3F5HPhF6 tworzy również fazy smektyczne C* i A* w wąskim zakresie temperatur między fazą smektyczną C_A* i cieczą izotropową [1,4]. Temperatura przejścia do cieczy izotropowej wynosi 372 K [1].

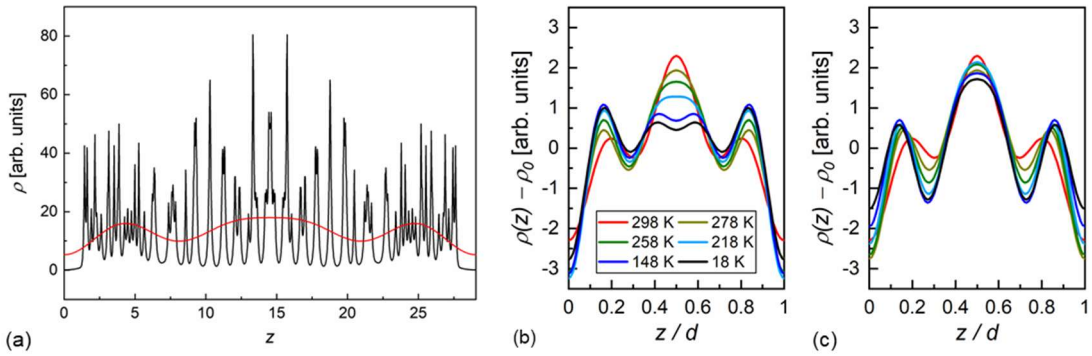


Rys. 1. Cząsteczka 3F5HPhF6.

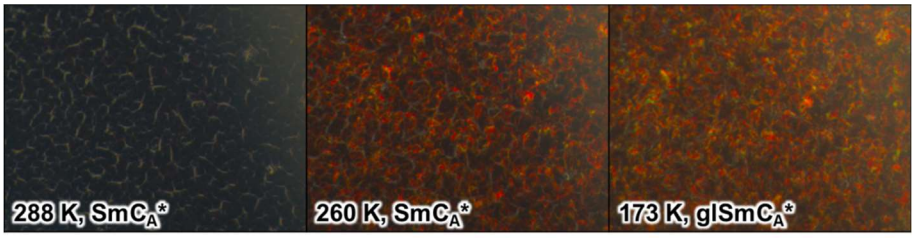
Niniejsze badanie [5] ma na celu wyznaczenie zmian strukturalnych w przechłodzonej i zeszklonej fazie smektycznej C_A* związku 3F5HPhF6 w zakresie temperatur 18-298 K. Dyfrakcja rentgenowska zastosowana jest do określenia temperaturowej zależności grubości warstw smektycznych, średnich odległości między cząsteczkami, długości korelacji uporządkowania bliskiego zasięgu w płaszczyźnie warstw oraz centrosymetrycznego (ze względu na rotację cząsteczek) rozkładu gęstości elektronowej w kierunku prostopadłym do warstw. Modelowanie molekularne oparte na teorii funkcjonału gęstości elektronowej (DFT) jest wykorzystane do interpretacji dyfraktogramów rentgenowskich. Obserwacja selektywnego odbicia światła widzialnego jest zastosowana do określenia zmian strukturalnych w skali mezoskopowej, tj. skoku helisy opisującej skręcenie kierunku nachylenia cząsteczek w kolejnych warstwach smektycznych.

Wyniki dyfrakcji rentgenowskiej wykazują, że grubość warstw smektycznych ma niewielkie maksimum w okolicy przejścia szklistego, lecz całkowita zmiana grubości warstw w zakresie 18-298 K jest niewielka i wynosi ok. 6%. Stosunek długości korelacji uporządkowania bliskiego zasięgu i średniej odległości między

cząsteczkami rośnie z obniżaniem temperatury i jest stały odpowiednio powyżej i poniżej temperatury zeszklenia. Rozkład gęstości elektronowej wyznaczony jest na podstawie scałkowanych natężeń refleksów (001), (002), (003), (004). Zgodność z wynikami obliczeń DFT otrzymuje się dla dwóch wyborów znaków czynników struktury: $-|F_{001}|, -|F_{002}|, -|F_{003}|, -|F_{004}|$ lub $-|F_{001}|, +|F_{002}|, -|F_{003}|, -|F_{004}|$ (Rys. 2). Widoczna jest dalsza zmiana rozkładu gęstości poniżej temperatury zeszklenia. Obserwacje selektywnego odbicia światła wykazują, że kolor próbki nie zmienia się poniżej temperatury zeszklenia, a więc skok helisy jest stały (Rys. 3).



Rys. 2. Rozkład gęstości elektronowej w kierunku prostopadłym do warstw smektycznych oszacowany na podstawie obliczeń DFT (a) i wyznaczony z dyfraktogramów rentgenowskich przy założeniu znaków czynników struktury $-|F_{001}|, -|F_{002}|, -|F_{003}|, -|F_{004}|$ (b) oraz $-|F_{001}|, +|F_{002}|, -|F_{003}|, -|F_{004}|$ (c) [5].



Rys. 3. Obraz próbki spod mikroskopu działającego w trybie odbiciowym (obszar 622 × 466 μm^2) [5].

Podziękowania: Badania zostały wykonane z użyciem sprzętu zakupionego z funduszy Unii Europejskiej w ramach Programu Operacyjnego Inteligentny Rozwój, Działanie 4,2. Grant numer POIR.04.02.00-00-D001/20, "ATOMIN 2.0 – Centrum badań materiałowych w skali ATOMowej dla Innowacyjnej gospodarki". Obliczenia DFT zostały przeprowadzone w ramach grantu obliczeniowego infrastruktury PLGrid nr. PLG/2024/017946 w Akademickim Centrum Komputerowym Cyfronet AGH.

Literatura

[1] M. Żurowska, R. Dąbrowski, J. Dziaduszek, K. Garbat, M. Filipowicz, M. Tykarska, W. Rejmer, K. Czupryński, A. Spadło, N. Bennis, J.M. Otón, *J. Mater. Chem.*, **21** (2011) 2144.
[2] A. Deptuch, M. Marzec, T. Jaworska-Gołąb, M. Dziurka, J. Hooper, M. Srebro-Hooper, P. Fryń, J. Fitas, M. Urbańska, M. Tykarska, *Liq. Cryst.*, **46** (2019) 2201.
[3] A. Deptuch, M. Jasiurkowska-Delaporte, M. Urbańska, S. Baran, *J. Mol. Liq.*, **368** (2022) 120612.
[4] A. Deptuch, T. Jaworska-Gołąb, M. Dziurka, J. Hooper, M. Srebro-Hooper, M. Urbańska, M. Tykarska, M. Urbańska, *Phys. Rev. E*, **107** (2023) 034703.
[5] A. Deptuch, M. Kozieł, M. Piwowarczyk, M. Urbańska, E. Juszyńska-Gałązka, arXiv:2503.03309 (2025).

B-30

WPŁYW PROMIENIA JONOWEGO Ln(III) NA TRWAŁOŚĆ UKŁADÓW TRÓJSKŁADNIKOWYCH TYPU Ln(III)-L-L'

Marcin Ziobro, Rafał Janicki

Uniwersytet Wrocławski, Wydział Chemii, ul. F. Joliot Curie 14, 50-383 Wrocław

W 2011 roku Unia Europejska zakwalifikowała REE (ang. Rare Earth Elements – metale ziem rzadkich) jako surowce krytyczne [1]. Już trzy lata wcześniej, w Komunikacie Komisji do Parlamentu Europejskiego i Rady, pierwiastki te zostały wymienione jako kluczowe dla przemysłu wewnętrznego Unii Europejskiej [2]. W 2020 roku aż 98% importowanych REE pochodziło z Chińskiej Republiki Ludowej [3]. Ostatnie lata pokazały, że uzależnienie od surowców z jednego kraju może prowadzić do katastrofalnych skutków gospodarczych i politycznych [4]. Dotychczas stosowane metody rozdziału związków REE to ekstrakcja oraz chromatografia jonowymienna [5]. Metody te wymagają stosowania dużych objętości rozpuszczalników organicznych i/lub wysoko stężonych roztworów kwasów mineralnych, przez co są kosztowne i czasochłonne. Alternatywą dla tych metod może być krystalizacja frakcyjna z roztworów wodnych, która może być szczególnie atrakcyjna ekonomicznie, ponieważ znacząco ogranicza zużycie m.in. rozpuszczalników organicznych.

Głównym celem przeprowadzonych badań było otrzymanie związków potrójnych typu Ln(III)-EDTA-cytrynian (gdzie Ln = Nd, Er) w ciele stałym oraz zbadanie równowag tworzenia tych związków w roztworach wodnych:

$$\boldsymbol{L}^{3-} + [Nd(EDTA)(H_2O)_3]^- \rightleftarrows [Nd(EDTA)\boldsymbol{L}]^{4-} + 3H_2O \quad (1)$$

L.K. = 9 ⇄ L.K. = 9

$$\boldsymbol{L}^{3-} + [Er(EDTA)(H_2O)_2]^- \rightleftarrows [Er(EDTA)\boldsymbol{L}]^{4-} + 2H_2O \quad (2)$$

L.K. = 8 ⇄ L.K. = 9

Zsyntezowane związki otrzymano w postaci kryształów o wzorze ogólnym $[C(NH_2)_3]_4[Ln(EDTA)(cyt)]\cdot 2H_2O$ i chociaż związki Nd(III) i Er(III) okazały się być izostrukturalne, to zaobserwowano, że wartość stałej równowagi reakcji (1) jest dziesięciokrotnie większa niż w przypadku reakcji (2). Warto podkreślić, że stałe trwałości związków Ln(III) zwykle rosną wraz ze wzrostem liczby atomowej Z. Zaobserwowany odwrócony trend najprawdopodobniej związany jest ze zwiększeniem liczby koordynacyjnej jonu Er(III) z 8 na 9, podczas gdy w przypadku reakcji (1) liczba koordynacyjna jonu Nd(III) nie ulega zmianie.

Literatura

[1] Komunikat Komisji do Parlamentu Europejskiego, Rady, Europejskiego Komitetu Ekonomiczno-Społecznego i Komitetu Regionów. Stawianie czoła wyzwaniom związanym z rynkami towarowymi i surowcami. Bruksela 2.2.2011, KOM(2011) 25 final.

[2] Komunikat Komisji do Parlamentu Europejskiego i Rady – Inicjatywa na rzecz surowców – zaspokajanie naszych kluczowych potrzeb w celu stymulowania wzrostu i tworzenia miejsc pracy w Europie, KOM(2008) 699 final.

[3] Komunikat Komisji do Parlamentu Europejskiego, Rady, Europejskiego Komitetu Ekonomiczno-Społecznego i Komitetu Regionów. Odporność w zakresie surowców krytycznych: wytyczanie drogi do większego bezpieczeństwa i bardziej zrównoważonego rozwoju. Bruksela 3.9.2020, COM(2020) 474 final.

[4] Unia Europejska niezależna od Rosji? Alternatywne źródła dostaw surowców energetycznych, Polski Instytut Ekonomiczny, ISBN 978-83-66698-73-4.

[5] V. S. Sastri, J.-C. Bunzli, V. Ramachandra Rao, G. V. S. Rayudu, J. R. Perumaredii, *Modern Aspects of Rare Earth and Their Complexes*, (2003) 1–72.

B-31

POLYMORPHISM IN SELECTED MULTICOMPONENT SYSTEMS COMPOSED OF CAFFEINE AND BENZENE-1,2,4,5-TETRACARBOXYLIC ACID

Elżbieta Bartoszak-Adamska*[1], Mateusz Gołdyn[1,2], Weronika Nowak[1], Magdalena Nowicka[1], Oliwia Grupa[1]

[1] *Faculty of Chemistry, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań, Poland*
[2] *Center for Advanced Technologies, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznańskiego 10, 61-614 Poznań, Poland*

**e-mail: ela@amu.edu.pl*

The definition of a cocrystal has changed over the years. One definition is that it is a homogeneous solid composed of two or more neutral components present in a specific stoichiometric ratio [1]. Cocrystals in which at least one of the components is an active pharmaceutical ingredient (API) are called pharmaceutical cocrystals [2]. Cocrystallization of an active pharmaceutical ingredient (API) is one of the methods of improving its physicochemical and biological properties, i.e. bioavailability, stability, or solubility in water. Selection of the appropriate coformer and cocrystallization method allows for obtaining different polymorphic forms of a given cocrystal, which may differ in biological activity.

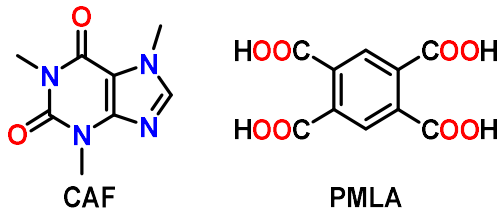


Fig. 1. Structures of caffeine (CAF) and benzene-1,2,4,5-tetracarboxylic acid (PMLA).

Caffeine (CAF, Fig. 1) is a purine alkaloid found in coffee beans, tea leaves, and carbonated drinks. It is the most commonly consumed psychoactive substance that has an antagonistic effect on adenosine receptors [3]. Benzene-1,2,4,5-tetracarboxylic acid (PMLA, Fig. 1) has four carboxyl groups, each of which can adopt different conformations by forming hydrogen bonds, making it a suitable coformer for the synthesis of polymorphs. This compound is hygroscopic and in high humidity conditions transforms into a hydrate. Cocrystallization of caffeine with compounds containing carboxyl groups in their structure improves its stability, which is undoubtedly important when creating new drug formulations [4-6].

As part of the research, experiments were conducted to obtain multicomponent CAF systems using pyromellitic acid (PMLA) as a coformer. Cocrystallizations by slow evaporation of solution using different solvents and different stoichiometric ratios of CAF and PMLA were performed. Single-crystal X-ray diffraction studies allowed the identification of several cocrystals and cocrystal solvates in which the CAF:PMLA stoichiometric ratio was 1:1, 2:1 and 4:1. Among them, three polymorphic forms

of the CAF·PMLA 2:1 cocrystal (form I, II, and III) and two polymorphic forms of the CAF·PMLA 1:1 cocrystal (form I and II) can be distinguished.

The X-ray structural analysis revealed conformational polymorphism in CAF·PMLA 2:1 cocrystals. Differences are also visible in the different arrangement of supramolecular motifs formed by the components of these cocrystals, which can also classify these cocrystals as packing polymorphs (Fig. 2). In the CAF·PMLA 1:1 cocrystal polymorphs, differences are observed not only in the conformation of carboxyl groups of PMLA but also in the formed supramolecular synthons, which allows them to be classified as synthon polymorphs.

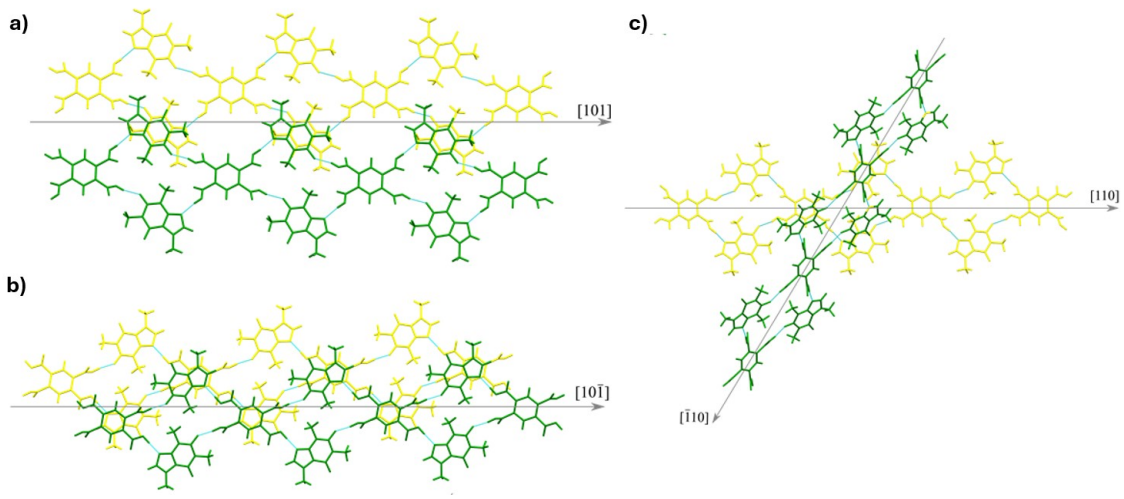


Fig. 2. Difference in the arrangement of supramolecular ribbons composed of non-covalently bonded caffeine and pyromellitic acid molecules in polymorhic forms I (a), II (b) and III (c) of CAF·PMLA 2:1 cocrystal.

Acknowledgements
MG thanks the National Science Centre (grant PRELUDIUM no. 2021/41/N/ST5/00503) for financial support and Adam Mickiewicz University for funds from the Initiative of Excellence – Research University (IDUB) program obtained in the PhD Minigrants competition no. 017 (research grant no. 017/02/SNŚ/0005).

References

[1] E. Grothe, H. Meekes, E. Vlieg, J. H. ter Horst, R. de Gelder, *Solvates, Salts, and Cocrystals: A Proposal for a Feasible Classification System*, *Cryst Growth Des*., **16** (2016) 3237.
[2] A. Karagianni, M. Malamatri, K. Kachrimanis, *Pharmaceutical Cocrystals: New Solid Phase Modification Approaches for the Formulation of APIs, Pharmaceutics*, **10** (2018) 18.
[3] J de Paula, A. Farah, *Caffeine Consumption through Coffee: Content in the Beverage, Metabolism, Health Benefits and Risks*, *Beverages*, **5**(2) (2019) 37.
[4] A. V. Trask, W. D. S. Motherwell, W. Jones, *Pharmaceutical Cocrystallization: Engineering a Remedy for Caffeine Hydration*, *Cryst Growth Des*., **5** (2005) 1013.
[5] B. A. Hawkins, J. Han, J. J. Du, F. Lai, S. A. Stanton, S. S. Divakarla, P. W. Groundwater, J. A. Platts, D. E. Hibbs, *Analyzing Hydration Differences in Cocrystal Polymorphs: High-Resolution X-ray Investigation of Caffeine–Glutaric Acid Cocrystals*, *Cryst Growth Des*., **21** (2021) 4456.
[6] M. Kaliszczak, P. Durand, E. Wenger, M. Dossot, F. Jones, D. W. M. Arrigan, G. Herzog, *Electrochemically controlled cocrystallisation of caffeine:1-hydroxy-2-naphthoic acid*, *CrystEngComm*, **24** (2022) 48.

B-32

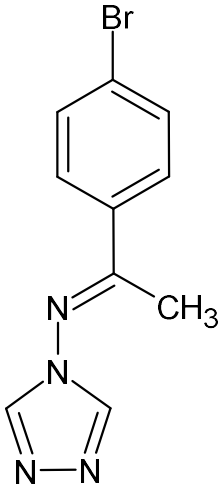
POLIMERYCZNE UKŁADY SREBRA(I) Z ZASADĄ SCHIFFA OPARTĄ NA 1,2,4-TRIAZOLO-4-AMINIE

Agata Białońska, Julia Bilakiewicz

Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski, ul. F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław

Zdolności koordynacyjne zasad Schiffa opartych na 1,2,4-triazolo-4-aminie są często wykorzystywane w syntezie związków koordynacyjnych. W reakcji soli miedzi(I) lub soli srebra(I) często tworzą dwurdzeniowe jednostki koordynacyjne [1-3]. Jeśli do syntezy zasady Schiffa został użyty 4-bromo- lub 4-chlorobenzaldehyd, wtedy pochodna 1,2,4-triazolo-4-aminy również tworzy dwurdzeniowe jednostki kationowe miedzi(I) lub srebra(I). Jednak, w odróżnieniu od innych, te dwurdzeniowe jednostki kationowe wykazują tendencję do uporządkowania się w ten sposób, że między nimi powstają kanały, w których znajdują się cząsteczki rozpuszczalnika. Usunięcie cząsteczek rozpuszczalnika z tych układów prowadzi do reorientacji dwurdzeniowych jednostek w strukturze, a także do reorganizacji oddziaływań między nimi.

Na posterze przedstawione zostaną wyniki badań modyfikacji liganda na tworzenie układów koordynacyjnych srebra(I). Modyfikacja ta dotyczyła łącznika iminowego, do którego wprowadzona została grupa metylowa, poprzez zastosowanie odpowiedniego ketonu zamiast aldehydu w syntezie pochodnej 1,2,4-triazolo-4-aminy. Modyfikacja ta wpłynęła na zmianę geometrii liganda, a w konsekwencji na zmianę wymiarowości powstałych układów supramolekularnych srebra(I).



Literatura

[1] A. Białońska, K. Drabent, B. Filipowicz, M. Siczek, *CrystEngComm.*, **15** (2013) 9859.
[2] E. Ganczar, A. Białońska, *Acta Cryst. B*, **79** (2023) 392.
[3] C. R. Groom, I. J. Bruno, M. P. Lightfoot, S. C. Ward, *Acta Cryst. B*, **72** (2016) 171.

B-33

RENTGENOWSKA ANALIZA STRUKTURALNA KOKRYSZTAŁÓW PIRAZYNY

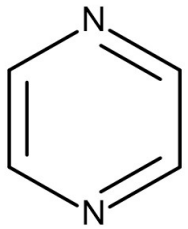
Oliwia Bobińska, Kinga Wzgarda-Raj

Wydział Chemii, Uniwersytet Łódzki, ul. Pomorska 163/165, 90-236 Łódź Łódzkie

Jednym ze związków azynowych jest pirazyna (Rys. 1), która charakteryzuje się sześcioczłonowym pierścieniem aromatycznym, w którym dwa atomy węgla są zastąpione atomami azotu [1]. Pochodne tej diazyny są szeroko stosowane w medycynie między innymi jako składniki leków przeciwnowotworowych, przeciwgruźliczych oraz obniżających ciśnienie tętnicze. Przykładami takich produktów leczniczych są: pyrazynamid – lek przeciwgruźliczy oraz bortezomib – preparat farmaceutyczny stosowany w leczeniu szpiczaka mnogiego (nowotworu układu krwiotwórczego) [2,3].

Celem prowadzonych badań jest wykonanie krystalizacji pirazyny i otrzymanie nowych, dotychczas nieopisanych struktur krystalicznych, a następnie ich analiza. Kokryształy cieszą się dużym zainteresowaniem przemysłu farmaceutycznego, ponieważ ulepszają właściwości między innymi fizykochemiczne i farmakokinetyczne leków, przy zachowaniu ich działania terapeutycznego [4]. Prowadzone badania mogą stanowić podstawę do projektowania nowych struktur krystalicznych oraz przyczynić się do postępu w dziedzinie farmacji, gdzie kokryształy pirazyny mogą mieć zastosowanie w projektowaniu innowacyjnych leków.

Poster będzie przedstawiał rezultaty przeprowadzonych badań, w wyniku których otrzymano 3 nowe kryształy pirazyny z: kwasem 3,5-dintrobenzoesowym, kwasem 3,5-dinitro-2-hydroksybenzoesowym oraz z kwasem (E)-3-(4-hydroksy-3-metoksyfenylo)prop-2-enowym. Dla każdej z uzyskanych struktur przeprowadzono pomiary rentgenograficzne i określono ich budowę.



Rys. 1. Wzór strukturalny pirazyny.

Literatura

[1] G. Q. Chen, H. Y. Guo, Z. S. Quan, Q. K. Shen, X. Li, T. Luan, *Molecules*, **5** (2023) 7440.
[2] N. Zhang, R. M. Savic, M. J. Boeree, C. Peloguin, M. Weiner, N. Heinrich, E. Bliven-Sizemore, P. P. Phillips, M. Hoelscher, W. Whitworth, G. Morlock, J. Posey, J.E. Stout, W. M. Kenzie, R. Aarnoutse, K.E. Dooley, *Eur Respir J.*, **58** (2021) 2002013.
[3] S. Olusola, P. Pradipta, U. Meenakshi, C. Ali, B. Wieczór, U. Rohit, *Life Sciences*, **358** (2024) 123125.
[4] M. Guo, X. Sun, J. Chen, T. Cai, *Acta Pharmaceutica Sinica B*, **11** (2021) 2537–2564.

B-34

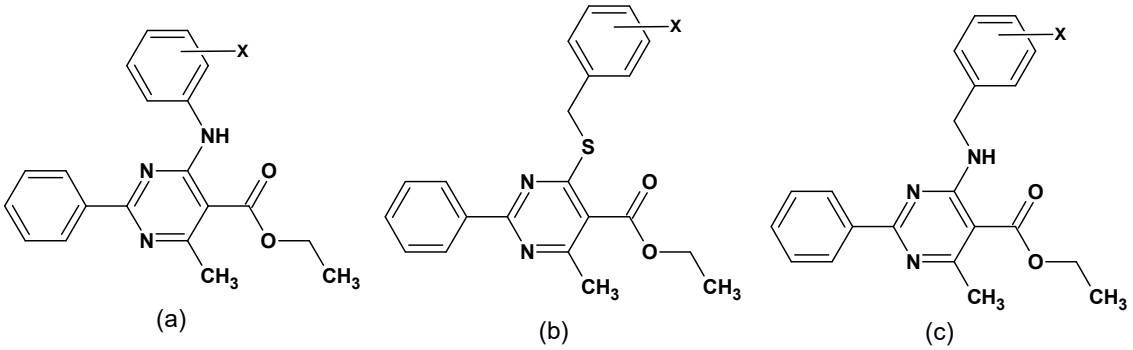
SYNTEZA I STRUKTURA NOWYCH POCHODNYCH 4-(BENZYLOAMINO)-2-FENYLO-6-METYLOPIRYMIDYNY O POTENCJALNYCH WŁAŚCIWOŚCIACH PRZECINOWOTWOROWYCH

Iwona Bryndal[1], **Anna Pyra**[2]

[1] *Katedra i Zakład Chemii Organicznej i Technologii Leków, Wydział Farmaceutyczny, Uniwersytet Medyczny we Wrocławiu, ul. Borowska 211, 50-556 Wrocław*
[2] *Wydział Chemii, Uniwersytet Wrocławski, ul. F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław*

Pirymidyna jest szeroko rozpowszechniona w przyrodzie jako składnik kwasów nukleinowych (cytozyny, tyminy i uracylu) oraz wielu innych związków naturalnych. Z biegiem lat układ pirymidynowy stał się ważnym farmakoforem, ze względu na szeroki zakres aktywności farmakologicznej, w tym przeciwdrobnoustrojowej, przeciwnowotworowej, przeciwzapalnej, czy przeciwbólowej. Istnieje wiele leków, będących pochodnymi pirymidyny, m.in. 5-fluorouracyl (cytostatyk), zydowudyna (lek na HIV), sulfadiazyna (chemiterapeutyk), minoksydyl (lek przeciwnadciśnieniowy), tiopental sodu (środek znieczulający), metylofenobarbital (środek przeciwpadaczkowy), pirymetamina (lek przeciwmalaryczny) i trimetoprim (lek przeciwbakteryjny stosowany w połączeniu z sulfonamidami) [1-2].

Badana dotychczas w naszym zespole grupa pochodnych 2-fenylo-6-metylopyrymidyny-4-aminy, w większości przypadków zawierała podstawiony pierścień fenylowy przyłączony do grupy aminowej. Stwierdzono, że 4-aminoarylowe pochodne, które posiadają atom halogenu przyłączony do pierścienia fenylowego przy grupie aminowej w pozycji 4 i grupę alkoksylową w pierścieniu fenylowym w pozycji 5 układu 5-(aminometylo)-2-fenylo-6-metylopyrymidyny-4-aminy i odwrotnie, wykazują najsilniejsze właściwości przeciwbakteryjne [3]. Z kolei, związki posiadające grupę 4-benzylosulfanylową wykazują silniejszą toksyczność niż ich 4-aminowe analogi [4]. Ponadto obecność grupy hydroksylowej [5], jak i wiązania -C=N- w położeniu 5 pierścienia pirymidyny wpływa na wzrost aktywności przeciwnowotworowej [6-7].



Rys. 1. Analogi 2-fenylo-6-metylopyrymidyno-5-karboksylanu etylu zawierające grupę: (a) 4-aminoarylową, (b) 4-benzylosulfanylową oraz (c) 4-benzyloaminową; X = F, Cl, CF_3 lub CH_3.

W oparciu o powyższe informacje i biorąc pod uwagę potrzebę odkrywania i syntezowania biologicznie aktywnych związków, uzyskaliśmy nowe pochodne w wyniku strukturalnej modyfikacji cząsteczki 2-fenylo-6-metylopyrymidyno-4-aminy polegającej na wprowadzeniu podstawnika benzylowego do grupy aminowej w położeniu 4 pierścienia pirymidyny. W niniejszym komunikacie prezentujemy jeden z etapów naszych badań, który dotyczy syntezy estrów etylowych pochodnych 4-(benzyloamino)-2-fenylo-6-metylopirymidyny o spodziewanej aktywności przeciwnowotworowej. Dla otrzymanych w postaci monokryształów badanych związków z grupą 4-benzyloaminową podstawioną -F, -Cl lub CF_3 przeprowadzono rentgenowską analizę strukturalną, a uzyskane wyniki wykorzystano do porównania ich struktur krystalicznych z odpowiednimi analogami zawierającymi grupę 4-aminoarylową oraz 4-benzylosulfanylową (Rys. 1).

Literatura

[1] I. M. Lagoja, *Chem. Biodivers.* **2** (2005) 1.
[2] H. Rashid, M. A. U. Martines, A. P. Duarte, J. Jorge, S. Rasool, R. Muhammad, N. Ahmad, M. N. Umar, *RSC Adv.*, **11** (2021) 6060.
[3] J. Cieplik, M. Stolarczyk, J. Pluta, O. Gubrynowicz, I. Bryndal, T. Lis, M. Mikulewicz, *Acta Pol. Pharm.*, **72** (2015) 53.
[4] M. Stolarczyk, I. Bryndal, A. Matera-Witkiewicz, T. Lis, K. Królewska-Golińska, M. Cieślak, J. Kaźmierczak-Barańska, J. Cieplik, *Acta Cryst. C*, **74** (2018) 1138.
[5] M. Stolarczyk, A. Matera-Witkiewicz, A. Wolska, M. Krupińska, A. Mikołajczyk, A. Pyra, I. Bryndal, *Materials*, **14** (2021) 6916.
[6] M. Stolarczyk, A. Wolska, A. Mikołajczyk, I. Bryndal, J. Cieplik, T. Lis, A. Matera-Witkiewicz, *Molecules*, **26** (2021) 2296.
[7] I. Bryndal, M. Stolarczyk, A. Mikołajczyk, M. Krupińska, A. Pyra, M. Mączyński, A. Matera-Witkiewicz, *Int. J. Mol. Sci.*, **25** (2024) 2076.

B-35

SALTS OF PYRIMETHAMINE AND AMINOBENZOIC ACIDS – SYNTHESIS, STRUCTURAL CHARACTERIZATION AND THERMAL ANALYSIS

Karolina Cichocka[1], Magdalena Zimnicka[2], Karolina Kędra[3], Magdalena Ceborska[1]

Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Cardinal Stefan Wyszyński University, ul. Wóycickiego 1/3, 01-938 Warsaw
Institute of Organic Chemistry, Polish Academy of Sciences, ul. Kasprzaka 44/52, 01-224, Warsaw
Institute of Physical Chemistry, Polish Academy of Sciences, ul. Kasprzaka 44/52, 01-224, Warsaw

As a representative of the antifolates, pyrimethamine (Figure 1) has been widely used in the treatment of parasitic protozoan infections, such as toxoplasmosis and, historically, malaria. However, its application in antimalarial therapy has been discontinued due to the widespread development of drug-resistant strains of Plasmodium [1].

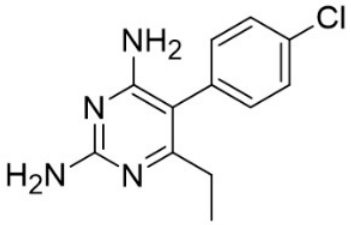


Fig. 1. Pyrimethamine.

This study focused on the design, synthesis and characterization of pyrimethamine salts with isomeric aminobenzoic acids, the structures of which are shown in Figure 2. The structures of the obtained salts are shown in Figure 3.

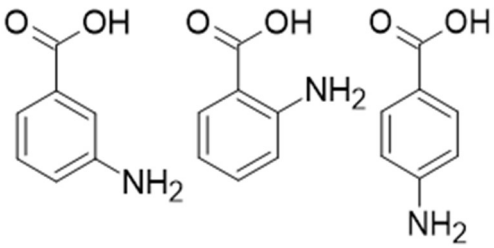


Fig. 2. *o*-, *m*-, *p*-aminobenzoic acids.

B-35

Fig. 3. Structures of salts of pyrimethamine with *o*-, *m*-aminobenzoic acids.

Building on previous studies involving molecular salts of pyrimethamine with isomeric hydroxybenzoic acids [2], this work focuses on the synthesis and characterization of new salts formed with *ortho*-, *meta*-, and *para*-aminobenzoic acids. The crystalline structures of the obtained compounds were determined by single-crystal X-ray diffraction. However, no crystalline salt was successfully isolated from the para-aminobenzoic acid system. Electrospray ionization mass spectrometry (ESI-MS) confirmed the formation of 1:1 adducts in solution for all isomers, including the para derivative, and additionally revealed the presence of 2:1 species (pyrimethamine/*para*-aminobenzoic acid). Complementary thermal analysis (DSC-TG) was carried out to compare the thermal properties of the resulting salts with those of pure pyrimethamine.

Literature

[1] B. Blasco, D. Leroy, D. A. Fidock, Antimalarial drug resistance: linking Plasmodium falciparum parasite biology to the clinic. *Nat. Med.*, **23** (2017) 917−928.

[2] M. Ceborska, K. Kędra-Królik, J. Narodowiec, K. Dąbrowa, *Cryst. Growth Des.*, **21** (2021) 6714–6726.

B-36

FERROIC AND SEMICONDUCTING PROPERTIES OF SELECTED HYBRID IODOANTIMONATES (III) AND IODOBISMUTHATES (III)

Przemysław Szklarz[1], **Anna Gągor**[2], **Anna Piecha**[1], **Grażyna Bator**[1], **Ryszard Jakubas**[1]

[1] *Faculty of Chemistry, University of Wrocław, F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław, Poland*
[2] *W. Trzebiatowski Institute of Low Temperature and Structure Research Polish Academy of Sciences, Okólna 2, 50-422 Wrocław, Poland*

Halobismuthate(III) and halo antimonate (III) compounds have generated significant interest in inorganic–organic hybrid materials due to their potential applications as nonlinear dielectric, optical, and solar cell lead-free materials. Extensive research is now being carried out on many lead-free compounds with a perovskite or equivalent structure, in which the B-place in the ABX_3 formula would be occupied by a different, less toxic metal. Bi(III) and Sb(III) based materials represent a new line of research as they exhibit less toxicity and better air stability. Moreover, many of these compounds crystallize in the polar space groups exhibiting nonlinear optical, piezoelectric, and ferroic (ferroelastic/ferroelectric) properties. It should be underlined that ferroelasticity within organic–inorganic hybrid materials has recently evoked much interest due to the unique mechanical properties of these materials, such as spontaneous strain, strain–stress hysteresis, and domain conversion. Thus, these materials have potential applications in piezoelectric sensors, mechanical switches, and multiple-state memories.

In this contribution, we report a novel Sb/Bi-based formamidinium ($NH_2CHNH_2^+$), guanidinium ($C(NH_2)_3^+$), pyrazoline ($C_3N_2H_5^+$), trimethyl sulfonium (($S(CH_3)_3^+$) materials, which exhibit ferroic and semiconducting properties at wide temperature ranges (Tab 1.).

Table 1. Crucial ferroic and semiconducting properties of presented materials.

	Ferroelectric	Ferroelastic	Band gap [eV]	Ref
$(C(NH_2)_3)_3Sb_2I_9$ **Gu**anidinium **Sb**	No	Yes	2.17	[1, 2]
$(C(NH_2)_3)_3Bi_2I_9$ **Gu**anidinium **Bi**	No	Yes	2.05	[1, 2]
$(NH_2CHNH_2)_3Sb_2I_9$ **Form**amidinium **Sb**	Yes	Yes	2.10	[3]
$(NH_2CHNH_2)_3Bi_2I_9$ **Form**amidinium **Bi**	Yes	Yes	1.85	[4]
$(C_3N_2H_5)_3Sb_2I_9$ **Pyr**azolium **Sb**	No	Yes	2.10	[5]
$(C_3N_2H_5)_3Bi_2I_9$ **Pyr**azolium **Bi**	No	Yes	1.97	[5]
$(S(CH_3)_3)_3Sb_2I_9$ **Tri**M**ethyl**S**ulfonium **Sb**	No	?	2.27	[6, 7]
$(S(CH_3)_3)_3Bi_2I_9$ **Tri**M**ethyl**S**ulfonium **Bi**	No	Yes	2.10	[6, 7]

B-36

References

[1] P. Szklarz, A. Pietraszko, R. Jakubas, G. Bator, P. Zieliński, M. Gałązka, *J. Phys. Condens. Matter.*, **20** (2008) 1.

[2] P. Szklarz, M. Śmiałkowski, G. Bator, R. Jakubas, J. Cichos, M. Karbowiak, W. Medycki, J. Baran, *J. Mol. Struct.*, **1226** (2021) 129387.

[3] P. Szklarz, R. Jakubas, A. Gągor, G. Bator, J. Cichos, M. Karbowiak, *Inorg. Chem. Front.*, **7** (2020) 1780.

[4] P. Szklarz, A. Gągor, R. Jakubas, P. Zieliński, A. Piecha-Bisiorek, J. Cichos, M. Karbowiak, G. Bator, A. Ciżman, *J. Mater. Chem. C.*, **7** (2019) 3003.

[5] P. Szklarz, R. Jakubas, W. Medycki, A. Gągor, J. Cichos, M. Karbowiak, G. Bator, *Dalton Trans.*, **51** (2022) 1850.

[6] P. Szklarz, A. Gągor, R. Jakubas, W. Medycki, G. Bator, *Dalton Trans.*, **52** (2023) 11981.

[7] J. Möbs, S. Pan, R. Tonner-Zech, J. Heine, *Dalton Trans.*, **51** (2022) 113778.

B-37

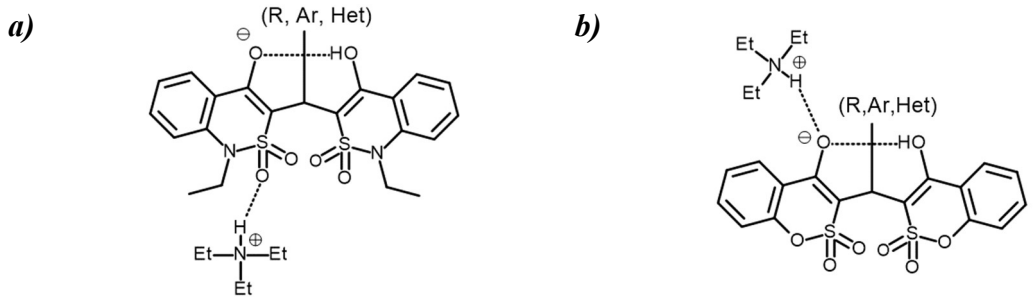
BADANIA WPŁYWU STRUKTURY PRZECIWJONÓW NA SIEĆ WIĄZAŃ WODOROWYCH W KRYSZTAŁACH SOLI ZŁOŻONYCH Z TRIETYLOAMINY I POCHODNYCH 2,2-DIOKSYDU 2,1-BENZOTIAZYNY I 1,2-BENZOKSATIINY

Ewa Wieczorek-Dziurla[1], Leonid A. Shemchuk[2], Dmitry A. Lega[2], Andrii Pyrih[1], Andrzej K. Gzella[1]

[1] *Katedra i Zakład Chemii Organicznej, Uniwersytet Medyczny im. K. Marcinkowskiego w Poznaniu, ul. Rokietnicka 3, 60-806 Poznań*
[2] *National University of Pharmacy, 53 Pushkinska St., Kharkiv 61002, Ukraine*

Badane symetryczne bis-addukty, tj. bis(1-etylo-4-hydroksy-2,2-dioksydo-1*H*-2,1-benzotiazyn-3-ylo)(R,Ar,Het)metan i bis(4-hydroksy-2,2-dioksydo-2*H*-1,2-benzoxathiin-3-ylo)(R,Ar,Het)metan, ważne obiekty w badaniach farmakologicznych, występują w fazie ciekłej i stałej w postaci podwójnego tautomeru enolowego, co pozwala tym związkom uczestniczyć w tworzeniu oddziaływań kwas-zasada, związanych z przeniesieniem protonu na trietyloaminę i utworzeniem w cząsteczce bis-adduktu wewnątrzcząsteczkowego wiązania wodorowego typu O–H···O$^-$ pomiędzy nienaruszoną grupą OH a enolanowym atomem tlenu (O$^-$).

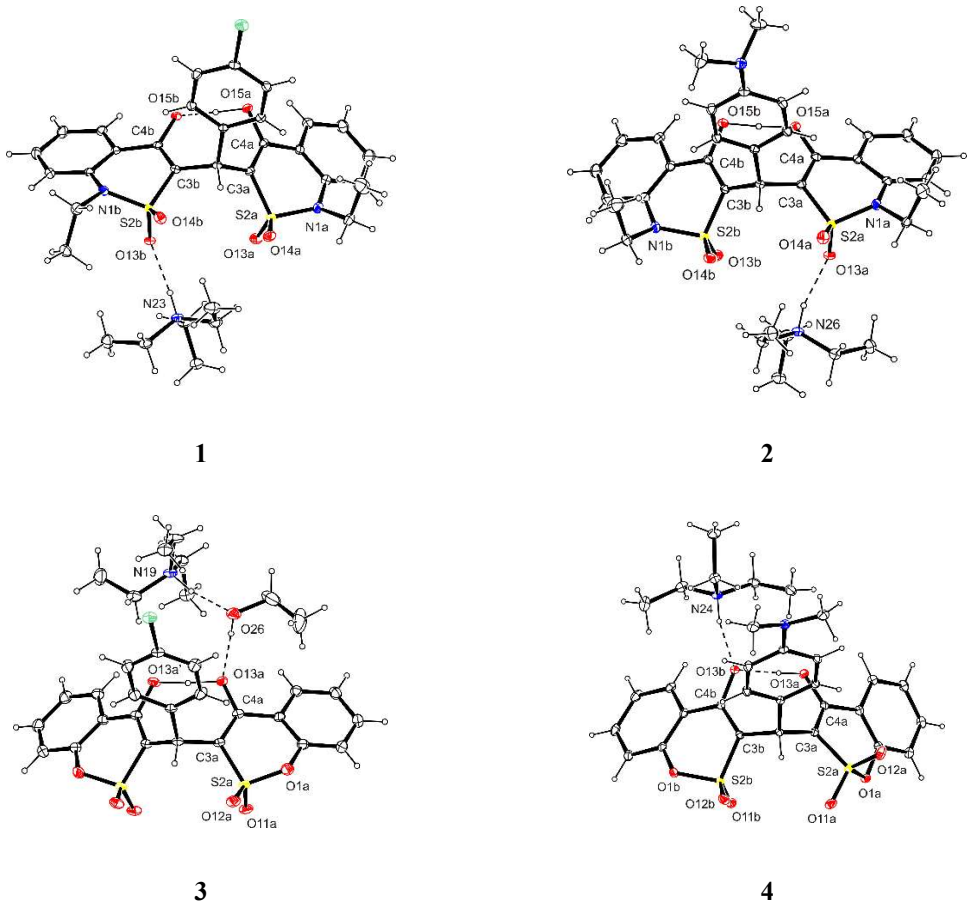
W naszej wcześniejszej publikacji [1] wykazano, że w sieci kryształu soli trietyloamoniowych zawierających w cząsteczkach anionu fragment 2,2-dioksydu 2,1-benzotiazyny, cząsteczki przeciwjonów łączą się wiązaniami wodorowymi typu N–H···O, w których rolę akceptora protonu pełni atom O grupy sulfonylowej (Rys. 1a). Inaczej jest w sieci kryształu soli trietyloamoniowych zawierających w cząsteczkach anionu ugrupowanie 2,2-dioksydu 1,2-benzoksatiiny, gdzie przeciwjony łączą się wiązaniami wodorowymi typu N–H···O, w których rolę akceptora protonu pełni enolanowy atom O$^-$ (Rys. 1b).



Rys. 1. Wiązania wodorowe typu N–H···O w kryształach soli złożonych z trietyloaminy i pochodnych (a) 2,2-dioksydu 2,1-benzotiazyny, (b) 2,2-dioksydu 1,2-benzoksatiiny.

Przedstawione w niniejszym doniesieniu badania, miały na celu lepsze zrozumienie związku między strukturą anionu i siecią wiązań wodorowych w kryształach zsyntezowanych soli trietyloamoniowych pochodnych 2,1-benzotiazyny i 1,2-benzoksatiiny. Badaniami objęto cztery sole amoniowe, to jest sole trietyloamoniowe 1-etylo-3-((1-etylo-4-hydroksy-2,2-dioksydo-1*H*-2,1-benzotiazyn-3-ylo)(4-chlorofenylo/

4-dimetyloaminofenylo)metylo)-2,2-dioksydo-1*H*-2,1-benzotiazyn-4-olanu (**1**, **2**) i 3-[(4-hydroxy-2,2-dioksydo-1,2-benzoxathiin-3-ylo)(4-chlorofenylo/4-dimetyloaminofenylo)-metylo]-2,2-dioksydo-1,2-benzoxathiin-4-olanu (**3**, **4**). Badania wykazały, że w kryształach soli **1** i **2** przeciwjony łączą się wiązaniami wodorowymi typu N–H···O w których rolę akceptora protonu pełni atom tlenu jednej z dwóch grup sulfonylowych (Rys. 2), zaś w kryształach soli **3** i **4** przeciwjony łączą się wiązaniami wodorowymi, w których akceptorem protonu jest enolanowy atom (O^-) (Rys. 2). Poczynione obserwacje, w tym przykład soli **3**, pozostają w zgodzie z odnotowaną w pracy [1] regułą zaobserwowaną dla kontaktów wodorowych kation–anion. Przykład soli **3** pokazuje, że dodatkowa obecność w krysztale rozpuszczalnika krystalizacyjnego (etanolu) oraz jego udział w tworzeniu wiązań wodorowych nie łamie tej reguły odnoszącej się do sposobów łączenia cząsteczek kationu i anionu.



Rys. 2. Obraz ORTEP cząsteczek soli **1** – **4**, przedstawiający przeciwjony łączące się wiązaniami wodorowymi typu N–H···O.

Literatura

[1] E. Wieczorek-Dziurla, A. Łapiński, A. Mizera, L. A. Shemchuk, D. A. Lega, B. Wicher, A. K. Gzella, *J. Mol. Struct.*, **1278** (2023) 134890.

B-38

STRUKTURY KRYSTALICZNE ZWIĄZKÓW KOORDYNACYJNYCH SREBRA(I) Z POCHODNĄ 1,2,4-TRIAZOLO-4-AMINY

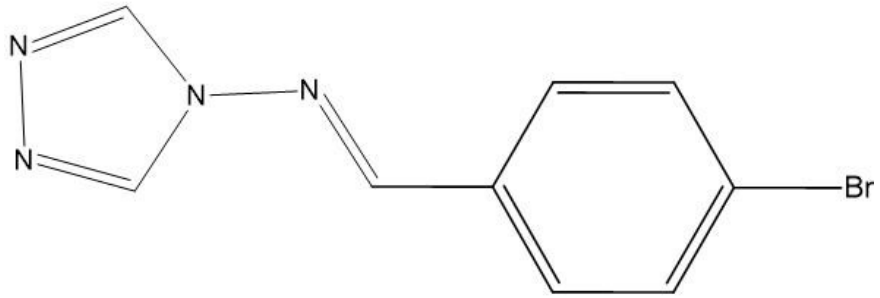
Zofia Hajdaczuk, Agata Białońska, Emilia Ganczar

Wydział Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego, F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław

1,2,4-triazole i ich pochodne cieszą się ogromnym zainteresowaniem jako ligandy w chemii koordynacyjnej ze względu na łatwość ich syntezy oraz duże możliwości w sposobie koordynacji. Mogą one działać jako ligandy monodentne, ale też polidentne ze względu na obecność trzech donorowych atomów azotu [1]. Znane są też liczne związki koordynacyjne, w których pochodne 1,2,4-triazolu koordynowały w sposób mostkowy do kationów metali przejściowych [2,3].

W wyniku reakcji, w różnych stosunkach molowych, tetrafluoroboranu srebra(I) z N-[(E)-(4-bromofenyl)metylideno]-4H-1,2,4-triazolo-4-aminą (L) otrzymano kilka, różniących się między sobą strukturą, bezbarwnych związków krystalicznych.

Każdy z otrzymanych związków koordynacyjnych jest związkiem dwurdzeniowym, w których jony srebra(I) są ze sobą połączone za pomocą dwóch ligandów (L) w sposób mostkowy tworząc sześcioczłonowy pierścień $(Ag\text{-}N\text{-}N)_2$. W jednej ze struktur do kationu srebra koordynuje trzeci ligand (L) w sposób monodentny. Warunkuje to powstanie dużych kanałów, w których znajdują się aniony tetrafluoroboranu oraz rozpuszczalnik – acetonitryl. Taka budowa umożliwia potencjalną wymianę rozpuszczalnika na inny. W przeszłości otrzymano związki o bardzo podobnej budowie z wykorzystaniem kationów miedzi(I) [4]. W pozostałych związkach liczba koordynacyjna srebra zostaje dopełniona przez acetonitryl. Jeden z otrzymanych kompleksów jest polimerem jednowymiarowym.



Rys. 1. Budowa liganda (L).

Literatura

[1] J. G. Haasnoot, *Coord. Chem. Rev.*, **200-202** (2000) 131–185.

[2] E. V. Lider, V. N. Elokhina, L. G. Lavrenova, Yu. G. Shvedenkov, L. A. Sheludyakova, E. V. Peresypkina, *Russ. J. Coord. Chem.*, **33** (2007) 37–44.

[3] G. Yang, Y.-L. Wang, J.-P. Li, Y. Zhu, S.-M. Wang, H.-W. Hou, Y.-T. Fan, S. W. Ng, *Eur. J. Inorg. Chem.*, **2007**(5) (2007) 714–719.

[4] K. Drabent, Z. Ciunik, P. J. Chmielewski, *Eur. J. Inorg. Chem.*, **2003**(8) (2003) 1548–1554.

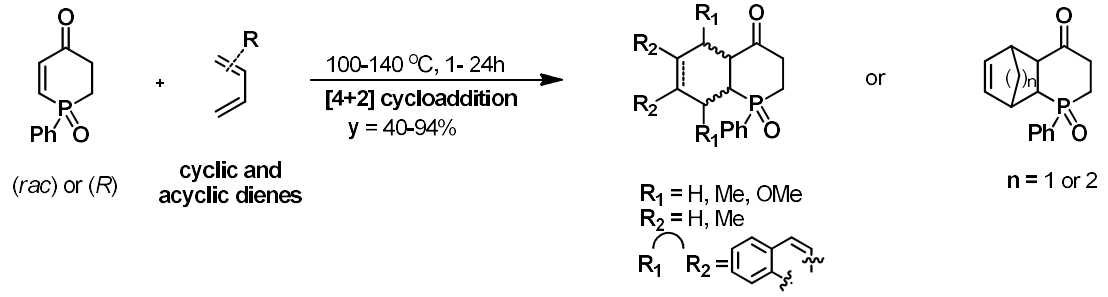
B-39

PROSTA SYNTEZA FOSFADEKALONÓW ZA POMOCĄ REAKCJI DIELSA-ALDERA WSPOMAGANEJ MIKROFALAMI

Elżbieta Łastawiecka, Anna E. Kozioł

Wydział Chemii, Uniwersytet Marii-Curie Skłodowskiej, 20-031 Lublin

Przedstawiona jest stereoselektywna strategia syntezy z użyciem 1-tlenku 1-fenylofosfino-2-en-4-onu związków bicyklicznych i tricyklicznych zawierających fosfor. Ten aktywowany dienofil, dostępny zarówno w postaci racemicznej, jak i enancjomerycznie czystej, ulega łatwym [4+2] cykloaddycjom z acyklicznymi i cyklicznymi dienami, dając produkty z doskonałą wydajnością i kontrolowaną stereochemią (Rys. 1). Stwierdzono, że fuzję *cis/trans* cykloadduktów (fosfadekalonów i fosfaheksahydrochryzenu) można selektywnie kontrolować poprzez precyzyjne dopasowanie warunków reakcji cykloaddycji wspomaganej mikrofalami. Szczegółowo zbadano wpływ temperatury, czasu i efektów sterycznych na selektywność produktów *cis/trans* i *endo/egzo*.



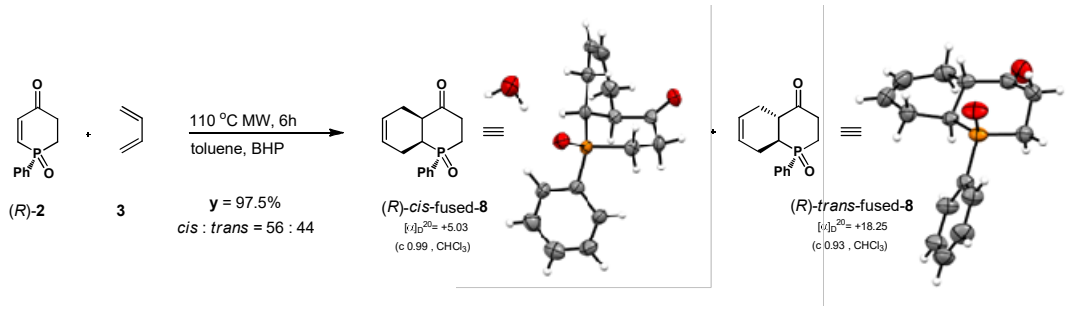
Rys. 1. Proponowane strategie syntezy nowych racemicznych i enancjomerycznych fosfadekalonów.

Strukturę cząsteczkową – w tym konfigurację absolutną – ośmiu produktów określono za pomocą analizy strukturalnej. Badania te dodatkowo potwierdziły *endo*-selektywną naturę cykloaddycji, sprzyjającą aktywowaniu strony P=O dienofila. Transformacje pocykloaddycyjne wybranego *P*-stereogennego fosfadekalonu, takie jak izomeryzacja, redukcja i deoksygenacja, wykazują wszechstronność syntetyczną powstałych produktów.

Pomimo rosnącego znaczenia fosfinanów w chemii syntetycznej, ich zastosowanie jako dienofili w cykloaddycjach [4+2] pozostaje w dużej mierze niezbadane. Istniejąca literatura opisuje głównie ich zastosowanie jako dienów [1,2]. Dotychczas opisano tylko jeden przykład, w którym tlenki metylo-4-chloro-1,2-dihydrofosfininy działały jako dienofil w procesie samodimeryzacji [3]. Nie zgłoszono żadnych międzycząsteczkowych reakcji Dielsa-Aldera z udziałem fosfinanów jako dienofili z acyklicznymi lub cyklicznymi dienami.

Opracowano wysoce wydajną syntezę nowych bicyklicznych i tricyklicznych układów fosfadekalonowych. Kluczową podstawą tego podejścia jest wysoka aktywność 1-tlenku 1-fenylofosfino-2-en-4-onu (**2**) stosowanego jako dienofil, który ulega stereoselektywnym cykloaddycjom Dielsa-Aldera z acyklicznymi i cyklicznymi dienami. W wyniku reakcji powstają cykloaddukty poprzez tryb *endo* i tylko od strony wiązania P=O cząsteczki, gdy jednocześnie drugim przeciwległym podstawnikiem jest

grupa fenylowa. Opracowana procedura ma charakter ogólny i wykorzystuje napromieniowanie mikrofalowe w celu przyspieszenia procesu i zwiększenia wydajności syntetyzowanych cykloadduktów. Odpowiednio dobrane parametry syntezy (temperatura i czas) pozwalają na kontrolę selektywności izomerycznej powstającego produktu cyklizacji *cis*- lub *trans*-skondensowanej, który charakteryzuje się zupełnie inną stereochemią cząsteczkową.



Rys. 2. Przykładowa synteza izomerów *cis* i *trans*.

Aby ocenić i zoptymalizować reaktywność cykloaddycji badanego dienofila *rac*-**2**, początkowo wybrano butadien (**3**) jako reprezentatywny dien (Rys. 2). Reakcja przebiegała wydajnie w znacznie łagodniejszych warunkach niż te wymagane dla powiązanego układu 1-fenylofosfo-2-enu, który wymaga temperatur powyżej 200°C ze względu na swoją słabą dienofilowość [4,5]. Tę różnicę można wyjaśnić obecnością grupy karbonylowej sprzężonej z wiązaniem podwójnym w *rac*-**2**, co znacznie zwiększa jego dienofilowy charakter. Rzeczywiście, ogrzewanie *rac*-**2** z butadienem w toluenie w temperaturze 120°C doprowadziło do pełnej konwersji w ciągu 12 godzin, dając fosfadekalon (*rac*)-*cis*-**8** z doskonałą wydajnością. Dalsza optymalizacja wykazała, że ogrzewanie wspomagane mikrofalami drastycznie skróciło czas reakcji do zaledwie 2 godzin, z utrzymaniem wysokiej wydajności i tworzenia czystego produktu.

Literatura

[1] L. D. Quin, A. N. Hughes, J. C. Kisalus, B. Pete, *J. Org. Chem.*, **53** (1988) 1722–1729.
[2] G. Keglevich, L. Töke, K. Steinhauser, T. Novák, K. Ludányi, *Phosphorus, Sulfur Silicon Relat. Elem.*, **144** (1999) 593–596.
[3] G. Keglevich, J. Kovács, T. Körtvélyesi, G. Parlagh, T. Imre, K. Ludányi, L. Hegedűs, M. Hanusz, K. Simon, A. Márton, G. Marosi, L. Tőke, *Heteroatom Chem.*, **15** (2004) 97–106.
[4] T. H. Chan, L. T. L. Wong, *Can. J. Chem.*, **49** (1971) 530–531.
[5] K. M. Pietrusiewicz, M. Koprowski, Z. Drzazga, R. Parcheta, E. Łastawiecka, O. M. Demchuk, I. Justyniak, *Symmetry*, **12** (2020) 346.

B-40

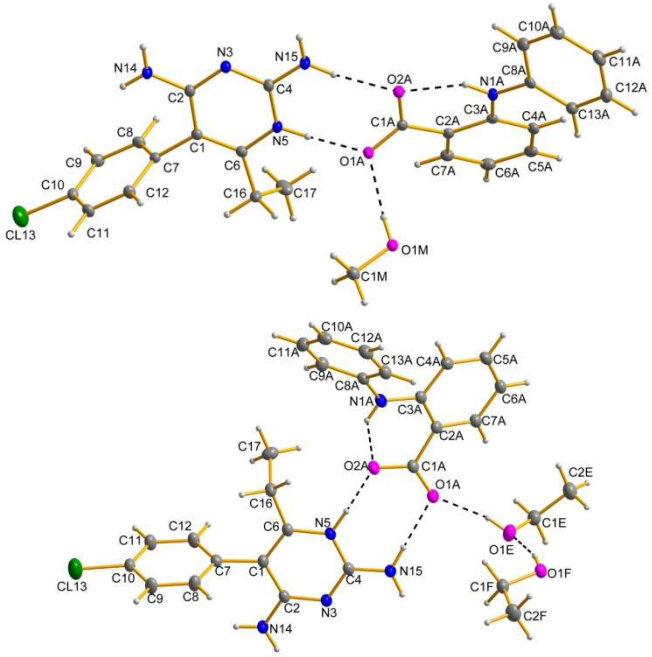
SOLWATOMORFIZM SOLI KWASU FENAMOWEGO Z PIRYMETAMINĄ

Marta S. Krawczyk

Wydział Farmaceutyczny, Katedra i Zakład Podstaw Nauk Chemicznych, Uniwersytet Medyczny im. Piastów Śląskich we Wrocławiu, Borowska 211A, 50-556 Wrocław

Kwasy fenamowe należą do klasy niesteroidowych leków przeciwzapalnych (NLPZ) [1]. Grupa ta obejmuje kwasy: mefenamowy, tolfenamowy, flufenamowy, meklofenamowy i niflumowy. Kwas 2-anilinobenzoesowy, zwany również kwasem fenamowym, jest związkiem macierzystym dla tych kwasów, jednak ze względu na silne działania niepożądane ze strony przewodu pokarmowego nie jest stosowany jako substancja lecznicza. Stanowi on natomiast substancję modelową do badań oddziaływań w kryształach soli kwasów fenamowych. Pirymetamina jest substancją wykazującą działanie głównie przeciwpierwotniakowe i znajduje zastosowanie w leczeniu malarii oraz toksoplazmozy [2].

Sól kwasu fenamowego z pirymetaminą krystalizuje w postaci dwóch solwatów: z metanolem i etanolem. W badanych kryształach występują sieci wiązań wodorowych: N–H···O, w których aniony kwasu oddziałują z kationami pirymetaminy oraz N–H···N, występujące pomiędzy samymi kationami, jak również wiązania wodorowe tworzone przez kationy i aniony z cząsteczkami rozpuszczalników.



Rys. 1. Struktury molekularne soli kwasu fenamowego z pirymetaminą w dwóch solwatach.

Literatura

[1] F. Díaz-González, F. Sánchez-Madrid, *Eur. J. Immunol.*, **45**(3) (2015) 679.

[2] R. R. Ben-Harari, E. Goodwin, J. Casoy, *Drugs in R&D*, **17** (2017) 523.

B-41

BADANIA RÓŻNORODNOŚCI FAZ KRYSTALICZNYCH METACETAMOLU

Izabela Madura[1], Kamil Krzemiński[1], Anna Hoser[2], Maura Malińska[2], Marta Dudek[3]

[1] *Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska Stanisława Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa*
[2] *Wydział Chemii, Uniwersytet Warszawski, Ludwika Pasteura 1, 02-093 Warszawa*
[3] *Centrum Badań Molekularnych i Makromolekularnych PAN, Henryka Sienkiewicza 112, 90-363 Łódź*

Metacetamol jest izomerem strukturalnym paracetamolu, który również wykazuje właściwości przeciwbólowe. Jednakże nie jest on jeszcze wykorzystywany w przemyśle farmaceutycznym z powodu ograniczonej liczby dotychczas przeprowadzonych badań. Obecnie znane są dwie formy polimorficzne metacetamolu: forma I, która jest stabilna, oraz forma II, którą trudno uzyskać.

W ramach prowadzonych badań wykorzystano narzędzia takie jak Mercury i ConQuest, a także Cambridge Structural Database (CSD), w celu analizy porównawczej istniejących struktur obu substancji oraz zaprojektowania nowych układów wieloskładnikowych metacetamolu. Oprócz otrzymania formy II metacetamolu w łagodniejszych warunkach temperaturowych oraz metodą roztworową. Zwrócono również szczególną uwagę na czystość substratów pochodzących z różnych serii, którą potwierdzano metodami PXRD, DSC, HPLC a także widmami FTIR oraz NMR. Istotnym osiągnięciem było skuteczne otrzymanie układu wieloskładnikowego metacetamolu z kwasem p-toluenosulfonowym, inspirowane analogicznymi układami znanymi dla paracetamolu. Następnie zsyntetyzowano trzy nowe układy z użyciem innych pochodnych kwasów sulfonowych. Otrzymanie nowych faz potwierdzono z pomocą PXRD. Paracetamol wraz z kwasem p-toluenosulfonowym tworzy sól [1], jednak w przypadku układów z metacetamolem wykonane widma ssNMR wskazują że otrzymano ko-kryształy.

Uzyskane wyniki jednoznacznie wskazują, że metacetamol wykazuje dużą zdolność do tworzenia wieloskładnikowych struktur krystalicznych z kwasami sulfonowymi. Biorąc pod uwagę ich silne właściwości donorowo-akceptorowe oraz zdolność do tworzenia stabilnych wiązań wodorowych, kwasy sulfonowe stanowią szczególnie obiecującą grupę substancji, również pod kątem ich potencjalnych zastosowań farmaceutycznych.

Literatura

[1] N. Suzuki, T. Kanazawa, K. Takatori, T. Suzuki, T. Fukami, Crystal Structure Analysis and Pharmaceutical Properties of Amide Salts Consisting of Paracetamol/Sulfonic Acids as Solid Forms Prepared by Grinding. *Crystal Growth & Design*. **20**(2) (2020) 590–599. doi:10.1021/acs.cgd.9b00763

B-42

STRUKTURY KRYSTALICZNE WYBRANYCH POCHODNYCH KATYNONÓW

Maria Książek[1], Piotr Kuś[2], Joachim Kusz[1], Marcin Rojkiewcz[2]

[1] *Instytut Fizyki, Uniwersytet Śląski, ul. 75 Pułku Piechoty 1, 41-500 Chorzów*
[2] *Instytut Chemii, Uniwersytet Śląski, ul. Szkolna 9, 40-006 Katowice*

Popularność nowych związków psychoaktywnych w ciągu ostatnich lat znacząco wzrosła. Co roku na rynku pojawia się wiele nowych związków tego typu. Z informacji podanych przez Biuro Narodów Zjednoczonych do spraw Narkotyków i Przestępczości (UNODC) wynika, że pod koniec 2024 pojawiło się około 400 nowych substancji psychoaktywnych, z czego ponad 200 wykryto w Europie [1]. Tego typu substancje są coraz bardziej popularne wśród młodych ludzi, ponieważ stanowią one alternatywę dla związków oficjalnie uznanych za nielegalne. Jednakże bardzo często używanie ich wiąże się z poważnymi zagrożeniami dla zdrowia i życia.

Rynek nowych substancji psychoaktywnych obejmuje wiele grup związków chemicznych. Wśród związków o działaniu pobudzającym najbardziej rozpowszechnioną grupą są syntetyczne pochodne katynonów, które od wielu lat są obecne na rynku tak zwanych „dopalaczy". Wprowadzane modyfikacje chemiczne do struktury katynonu stanowią wyzwanie nie tylko dla toksykologów, lekarzy, ale i funkcjonariuszy organów ścigania. Syntetyczne katynony są podobne do amfetamin – jedyną różnicą między syntetycznym katynonem a odpowiadającą mu amfetaminą jest obecność (w katynonie) grupy karbonylowej w pozycji β względem grupy aminowej. Z tego powodu syntetyczne katynony nazywane są β–keto-amfetaminami i mają działanie pobudzające na ośrodkowy układ nerwowy.

Badane próbki zostały dostarczone przez organy ścigania jako materiały skonfiskowane na nielegalnym rynku narkotykowym. Pochodne katynonów analizowano różnymi metodami, w tym rentgenowskimi, monokrystalicznymi metodami strukturalnymi [2-5].

Literatura

[1] https://www.unodc.org/LSS/Page/NPS/DataVisualisations [dostęp: 22.05.2025]
[2] P. Kuś, J. Kusz, M. Książek, M. Rojkiewicz, *Acta Cryst. C*, **81** (2025) 252.
[3] M. Rojkiewicz, P. Kuś, J. Kusz, M. Książek, D. Staszek, *Crystals*, **13** (2023) 934.
[4] M. Rojkiewicz, P. Kuś, M. Książek, J. Kusz, *Acta Cryst. C*, **78** (2022) 56.
[5] M. Rojkiewicz, P. Kuś, J. Kusz, M. Książek, A. Sochanik, *Forensic Toxicology*, **38** (2020) 481.

B-43

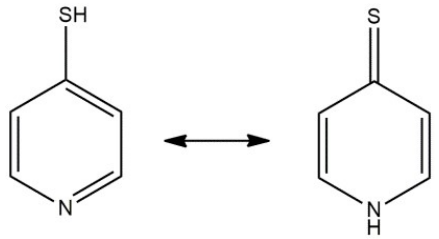
WIELOSKŁADNIKOWE UKŁADY KRYSTALICZNE Z MERKAPTOPIRYDYNMI – SYNTEZA I CHARAKTERYSTYKA

Olga Książkiewicz [1,2], **Marcin Palusiak**[1], **Kinga Wzgarda-Raj**[1]

[1] *Uniwersytet Łódzki, Wydział Chemii, Katedra Chemii Fizycznej, 91-236 Łódź, ul. Pomorska 163/165*
[2] *Szkoła Doktorska BioMedChem i Instytutów PAN w Łodzi, 90-237 Łódź, ul. Matejki 21/23*

Badania koncentrują się na współkrystalizacji kwasu cyjanurowego oraz 4-merkaptopirydyny – dwóch związków o istotnym znaczeniu w chemii supramolekularnej i nauce o materiałach. 4-merkaptopirydyna to aromatyczny tiol, powszechnie stosowany jako sonda w powierzchniowo wzmocnionej spektroskopii Ramana (SERS). Dzięki obecności grup tiolowej i pirydylowej, które mogą uczestniczyć w różnorodnych oddziaływaniach niekowalencyjnych, związek ten znajduje zastosowanie m.in. w optyce, czujnikach oraz ogniwach słonecznych. Z kolei kwas cyjanurowy (1,3,5-triazyna-2,4,6-triol) jest trójfunkcyjnym heterocyklem azotowym, wykorzystywanym jako prekursor w chemii polimerów. Podobnie jak 4-merkaptopirydyna, występuje on w dwóch formach tautomerycznych.

W ramach przeprowadzonych badań, w wyniku jednej krystalizacji udało się otrzymać trzy różne kokryształy, w tym układ polimorficzny. Proces ten przeprowadzono w specyficznych warunkach – próbki początkowo poddano napromieniowaniu promieniowaniem UV, a następnie przechowywano w ciemności. Wszystkie uzyskane struktury są stabilizowne dzięki oddziaływaniom międzycząsteczkowym, w szczególności wiązaniom wodorowym.



Rys. 1. Formy tautomeryczne 4-merkaptopirydyny.

B-44

ODDZIAŁYWANIA C–Br···Br W WYBRANYCH BROMOPOCHODNYCH BENZENOWYCH ORAZ NAFTALENOWYCH

Maria Książek[1], Piotr Kuś[2], Joachim Kusz[1]

[1] *Instytut Fizyki, Uniwersytet Śląski, ul. 75 Pułku Piechoty 1, 41-500 Chorzów*
[2] *Instytut Chemii, Uniwersytet Śląski, ul. Szkolna 9, 40-006 Katowice*

Geminalne dibromometylopochodne związków organicznych są niezwykle przydatnymi substratami podczas syntez między innymi aromatycznych aldehydów [1], aromatycznych imin [2], aromatycznych acetali [3] lub materiałów polimerowych, takich jak poli(fenylenowinylen) [4] i jego pochodnych z fumaronitrylem [5].

Przeprowadzone dotychczas badania dotyczyły zależności między strukturami bromowanych prostych cząsteczek o podobnej budowie, ich rozmieszczeniem w komórce elementarnej a występowaniem oddziaływań międzycząsteczkowych z udziałem atomów bromu w ciele stałym. Pierwszymi, analizowanymi w ten sposób związkami był bromometylobenzen i jego pochodne, wszystkie izomery ksylenu, durenu oraz izodurenu [6], a także pochodne bis(bromometylo)naftalenu [7]. Następnie badania zostały poszerzone o związki, w których atom bromu jest również bezpośrednio przyłączony do aromatycznych atomów węgla w pochodnych benzenowych, co pozwoliło zaobserwować oddziaływania typu Br···Br oraz H···Br w tego rodzaju układach [8, 9]. Przeprowadzono również analizę oddziaływań międzycząsteczkowych w strukturach krystalicznych dla wybranych pochodnych benzenu oraz naftalenu z co najmniej jedną grupą dibromometylową w cząsteczce [10].

Literatura

[1] A. Bodzioch, K. Owsianik, J. Skalik, E. Kowalska, A. Stasiak, E. Różycka-Sokołowska, B. Marciniak, P. Bałczewski, *Synthesis*, **48** (2016) 3509.
[2] N. Weibel, L. J. Charbonnière, R. F. Ziessel, *J. Org. Chem.*, **67** (2002) 7876.
[3] M. B. Gazizov, S. Y. Ivanova, N. Y. Bashkirtseva, O. D. Khairullina, R. A. Khairullin, O. V. Gazizova, *Russ. Chem. Bull.*, **66** (2017) 1230.
[4] G. P. Girina, N. M. Alpatova, L. G. Feoktistov, *Russ. J. Electrochem.*, **42** (2006) 102.
[5] C. Liyuan, C. Xiaojian, Z. Qisong, S. Yongjia, *Chin. J. Org. Chem.*, **34** (2014) 220.
[6] P. G. Jones, P. Kuś, *Z. Naturforsch.*, **62b** (2007) 725.
[7] P. G. Jones, P. Kuś, *Z. Naturforsch.*, **65b** (2010) 433.
[8] P. G. Jones, P. Kuś, I. Dix, *Z. Naturforsch.*, **67b** (2012) 1273.
[9] Ch. Näther, I. Jess, P. Kuś, P. G. Jones, *CrystEngComm.*, **18** (2016) 3142.
[10] P. Kuś, P. G. Jones, J. Kusz, M. Książek, *Acta Cryst. C*, **79** (2023) 83.

B-45

INVESTIGATION OF THE CRYSTALLIZATION BEHAVIOR OF PROPYLAMMONIUM SALTS DERIVED FROM (RS)- AND (S)- CHLOCYPHOS

Alexis Leborgne[1], Gabin Gbabode[1], Anna Hoser[2]

[1] Normandie Univ, Univ Rouen Normandie, SMS-EA3233, Place Emile Blondel, 76130, Mont-Saint-Aignan, France
[2] Department of Chemistry, Biological and Chemical Research Centre, University of Warsaw, Żwirki i Wigury 101, 02-089 Warsaw, Poland

Even if two enantiomers have many identical properties such as melting point, boiling point or density, they exhibit opposite optical activity and the biological properties are often different. In this sense, chirality is important in biology where chiral drug molecules of one enantiomer can be the active pharmaceutical ingredient, whereas the other one is less active or, in the worst case, harmful. Thus, the pharmaceutical industry exhibits a large interest in drugs based only on the pharmaceutically active enantiomer. In this context, it is a matter of safety to obtain the active enantiomer to be sure that the suitable enantiomer is used in drugs. The ways of achieving it require specific conditions that need investigations. It is well known that racemic mixtures (50/50 ratio between R and S) can be separated by chiral separation or resolution if they crystallize as a conglomerate, (*i.e.* physical mixture of enantiopure R and S crystals) because it offers the possibility to partially crystallize only one of the two enantiomers. At the end of these processes, it is possible to obtain pure or nearly pure R or S crystals by crystallization of one of the enantiomers from a racemic solution. This method, called preferential crystallization (or chiral resolution through entrainment) is commonly used in the industry, while precise working conditions, like solubility data and maximum supersaturation need to be determined for each racemic system. The major issue with this method is that a conglomerate is required, however, only 5 to 10% of the racemic mixtures crystallize as conglomerates [1]. The other 90 to 95% are represented by the formation of a racemic compound, where both enantiomers are present in the crystal lattice. Unfortunately, chiral separation is not possible if a racemic compound is present, meaning that for 90% of the racemic mixtures, there is a need to adjust the system in such a way that it will crystallize as a conglomerate. Such system can be formed by different approaches, such as cocrystals, solvates, salts formation or chemical modifications. It was shown that such modification can be achieved on chlocyphos, a chiral molecule. Chlocyphos enantiomers are of great interest as several cyclic phosphoric acid are used as effective resolving agent in preparing optically pure amines. This molecule crystallizes as a racemic compound but after a salt screening, the formation of a conglomerate has been emphasized with the formation of a salt with certain alkyl amines [2]. Polymorphism (in the powder) has also been spotted for the propylammonium salt, which constitute another problematic of this project. In doing so, this work will be focused on the crystallization of the propylammonium salt of (RS)- and (S)- Chlocyphos under different crystallization conditions. Those conditions are very important because they can lead to different polymorphs and help for the formation of conglomerates. Throughout this work, the solvent seems to play a major role in the crystallization. Indeed, (RS)- and (S)- Chlocyphos salts show different behaviors depending on the crystallization solvent.

Alcohols and water have been tested because of their good solubility of the chlocyphos salts [2]. Forms A and B of the (S)- Chlocyphos salt have been spotted, respectively in pure ethanol (or iso-propanol) and in a mixture of ethanol-water. This polymorphism is important since once the appropriate enantiomer is obtained, it will be necessary to obtain the wanted form to facilitate the chiral separation. The conglomerate (RS)- Chlocyphos has been obtained in a previous study in methanol, which has not yet been reproduced [3]. However, two other forms can be obtained (I and II) in ethanol or iso-propanol respectively in a slurry. Only one of those stable forms has been obtained as a single crystal for now. A similar single crystal has been obtained but might be prone to conformational polymorphism relative to the first one [4]. After obtaining single crystal, an accurate structure determination by Single Crystal X-ray Diffraction Measurement can be performed, emphasizing the different crystal packing. Then, it will be possible to calculate the reticular energies of the different crystal structures (CRYSTAL calculations) and thus assess to the relative stability of the different forms.

This poster aims at gaining insight on the crystallization of the propylammonium salt of (RS)- and (S)- Chlocyphos (Fig. 1).

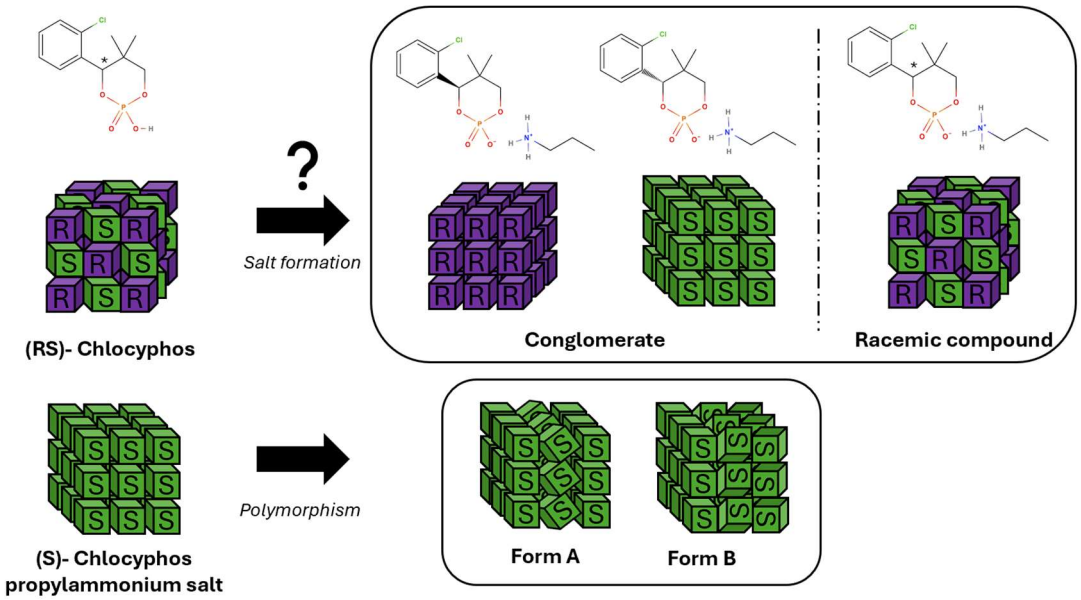


Fig. 1. Visual representation of the studied systems. At the top: the chlocyphos derivatives (R and S) with and without the propylammonium. The asterisk represents the (R)- and (S)- forms Chlocyphos. In the middle, the two possibilities for salt formation (conglomerate or racemic compound). At the bottom, the polymorphism of the (S)- Chlocyphos propylammonium is shown.

Literature

[1] J. Jacques, A. Collet, S. H. Wilen, *Enantiomers, Racemates, and Resolutions.* (1994).
[2] A. Mbodji, G. Gbabode, M. Sanselme, N. Couvrat, M. Leeman, V. Dupray, R. M. Kellogg, G. Coquerel, Family of Conglomerate-Forming Systems Composed of Chlocyphos and Alkyl-Amine. Assessment of Their Resolution Performances by Using Various Modes of Preferential Crystallization. *Crystal Growth & Design.*, **19**(9) (2019) 5173–5183.
[3] A. Mbodji, Discovering Conglomerates for Chiral Resolution by Crystallization. Cristallography. Normandie Université, (2020).
[4] K. Dyk, V. Kinzhybalo, G. Czernel, W. Grudziński, Y. Horak, S. Butenko, D. M. Kamiński, Solvent Induced Conformational Polymorphism. *CrystEngComm.*, **25**(6) (2023) 971–980.

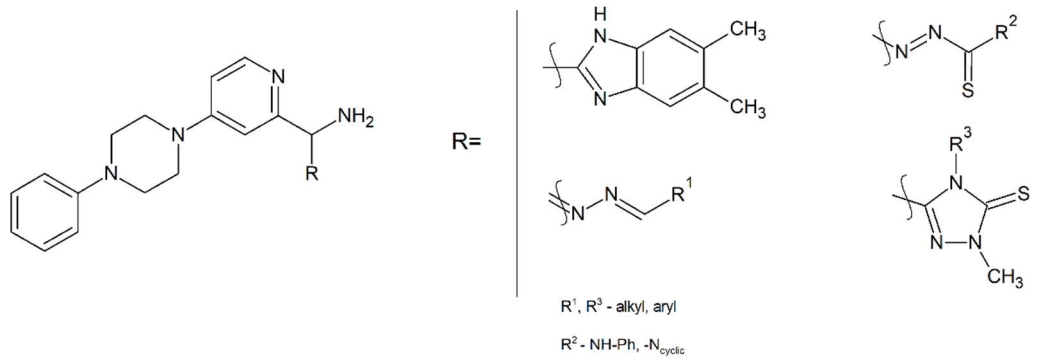
B-46

STRUCTURES AND ACTIVITY OF PICOLINOHYDRAZONAMIDES DERIVATIVES

Jarosław Sukiennik[1], Katarzyna Gobis[2], Izabela Korona-Głowniak[3], Andrzej Fruziński[1], Andrzej Olczak[1], Małgorzata Szczesio[1]

[1] Institute of General and Ecological Chemistry, Faculty of Chemistry, Lodz University of Technology, Zeromskiego 116, 90-924 Lodz, Poland
[2] Department of Organic Chemistry, Medical University of Gdansk, M. Sklodowskiej-Curie 3a, 80-210 Gdansk, Poland
[3] Department of Pharmaceutical Microbiology, Medical University of Lublin Chodzki 1, 20-093 Lublin, Poland

The well-known chemical groups whose derivatives are widely studied in terms of microbiological activity include benzimidazole, hydrazine, thiosemicarbazide and triazoles. Benzimidazole derivatives are widely used in medicine [1]. One of the well-known hydrazine derivatives is nifuroxazide, known in the treatment of gastrointestinal infections, which also exhibits anticancer properties [2]. Thiosemicarbazide derivatives exhibit antitubercular activity [3] similarly to triazole derivatives [4]. Picoline and piperazine derivatives are known as DNA intercalators [5,6]. The following study presents the analysis of the structures and microbiological activity of selected benzimidazole, hydrazine, thiosemicarbazide and thiazole derivatives in combination with a (4-phenylpiperazin-1-yl)picolinohydrazonamide group.



Literature

[1] A. Taguchi, S. Nishiguchi, M. Shiozuka, T. Nomoto, M. Ina, S. Nojima, R. Matsuda, Y. Nonomura, Y. Kiso, Y. Yamazaki, F. Yakushiji, Y. Hayashi, *ACS Med Chem Lett*, **3** (2012) 118–122.
[2] C. Arce, B. Segura-Pacheco, E. Perez-Cardenas, L. Taja-Chayeb, M. Candelaria, A. Dueñnas-Gonzalez, *J Transl Med*, **4** (2006) 10.
[3] R. Kirsten, K. Nelson, D. Kirsten, B. Heintz, *Clin Pharmacokinet*, **34** (1998) 457–482.
[4] E. Gökoğlu, F. Kıpçak, T. Taskin-Tok, H. Duyar, Z. Seferoğlu, *J Photochem Photobiol A Chem*, **426** (2022) 113720.
[5] A. McCoubrey, H. C. Latham, P. R. Cook, A. Rodger, G. Lowe, *FEBS Lett*, **380** (1996) 73–78.
[6] P. Rajesab, B. S. Mathada, V. Niranjan, A Maurya, A. S. Setlur, O. Prasad, K. Chandrashekar, L. Sinha, *J Mol Struct*, **1334** (2025) 141876.

B-47

POSITIONING OF A HYDROGEN ATOM IN INTRAMOLECULAR HYDROGEN BOND: NEUTRON AND X-RAY DIFFRACTION STUDIES

Anna Pietrzak[1], **Silvia Capelli**[2], **Wojciech M. Wolf**[1]

[1] *Institute of General and Ecological Chemistry, Łódź University of Technology, Żeromskiego 116, 90-924 Łódź*
[2] *Science and Technology Facilities Council, ISIS Neutron and Muon Source, Rutherford Appleton Laboratory, Harwell, Oxford OX11 0QX, United Kingdom*

Despite an over 100-year history, the term hydrogen bonding is of enduring interest. Hydrogen bonds (HBs) are the driving force for organocatalytic reactions, the formation of transition metal complexes, drug···protein interactions, and the assembly of biological structures, such as proteins and the DNA duplex [1,2]. Diffraction methods are crucial for determining molecular structures and providing parameters that define HBs.

X-ray diffraction methods are much more accessible and, therefore, more popular than neutron diffraction for structural characterization. However, the hydrogen atoms are more accurately determined by neutron diffraction than by X-rays. It was pointed out that the neutron approach finds that the protons' positions shifted by about 0.13– 0.15 Å compared to the H-atom locations found by high-resolution X-ray techniques [3]. The reason for such a difference is that the neutron diffraction techniques provide information On the positions of nuclei. In contrast, X-ray techniques provide information on the approximate maxima of electron density. On the other hand, a collection of high-resolution SCXRD data (d < 0.6 Å) facilitates the estimation of the positions of hydrogen atoms engaged in the intraHBs using Hirshfeld Atom Refinement (HAR), which combines theoretical and experimental data [4].

Here, we reported the crystal structure of a 3-(diethoxyphosphoryl)-1,2-dihrydroquinolin-4-ol derivative determined using the single-crystal X-ray diffraction method and neutron diffraction data. Results obtained from X-ray and neutron diffractions are compared to those obtained by Hirshfeld Atom Refinement (HAR).

Literature

[1] G. N. Lewis, *Valence and the Structure of Atoms and Molecules*, The Chemical Catalog Company, Inc., New York, 1923.
[2] J. N. H. Reek, B. de Bruin, S. Pullen, T. J. Mooibroek, A. M. Kluwer, X. Caumes, *Chem. Rev*, **122** (2022) 12308–12369.
[3] B. Dittrich, J. Lübben, S. Mebs, A. Wagner, P. Luger, R. Flaig, *Chem. Eur. J.,* **23** (2017) 4605–4614.
[4] S. C. Capelli, H.-B. Burgi, B. Dittrich, S. Grabowsky, D. Jayatilaka*, IUCrJ*, **1** (2014) 361–379.

The work has been supported by National Science Centre, Poland (NCN) and 2019/03/X/ST4/01389 within the programme „FU²N – Fundusz Udoskonalania Umiejętności Młodych Naukowców" supporting scientific excellence of Lodz University of Technology, under the contract No. W-3D/FU2N/8/2024.

We gratefully acknowledge the Science and Technology Facilities Council (STFC) for access to neutron beamtime at ISIS (SXD facility). Proposal No. RB2420123.

B-48

GENERALIZING INSTAMATIC DATA COLLECTION FRAMEWORK FOR ELECTRON CRYSTALLOGRAPHY

Daniel Mariusz Tchoń[1], Stef Smeets[2], Lukáš Palatinus[1]

[1] *Institute of Physics, Czech Academy of Sciences, Na Slovance 1999/2, 182 00 Praha 8, Czech Republic*
[2] *Netherlands eScience Center, Science Park 402, 1098 XH Amsterdam, The Netherlands*

Electron Diffraction can be a powerful addition to the toolkit of any modern crystallographer. By utilizing the strong interaction between incident electrons and electrostatic potential, it can be used to probe microcrystals invisible to optical lenses and X-ray diffraction alike. Despite requiring very limited sample quantities, it was repeatedly shown to produce reliable structures of MOFs, pharmaceuticals or proteins on a piece of equipment more accessible than a synchrotron or free-electron laser [1,2].

During the development of 3D ED, many of its issues were identified and circumvented. Low coverage, radiation damage, or dynamical scattering were addressed by improving crystal tracking, introducing new experimental routines, or employing shutterless serial collection methods [3-5]. Many of these were first tested and implemented in the Python-based program Btic [6]. The software, developed to automate the collection of electron diffraction data, features a robust RESTful client-server architecture that allows for seamless integration of many common electron microscopes and cameras. However, due to its rapid centralized development, some of its recent routines prioritize scientific advancement over interoperability or verifiability.

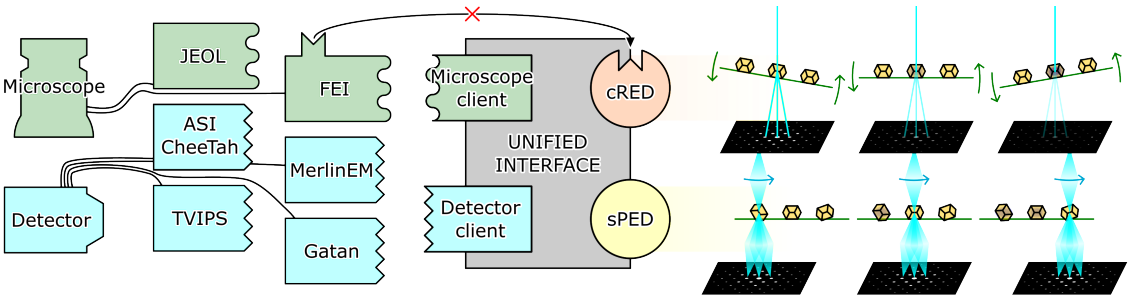


Fig. 1. A symbolic representation of Instamatic's internal structure. With experimental hardware (left) and protocols (right) decoupled, the same protocols e.g. cRED can be seamlessly executed on different hardware. Introducing a new protocol, such as serial precession-assisted electron diffraction studied in this project, requires then only knowledge of the existing, well-defined interface.

This work aims to develop a generalized experimental framework for serial ED experiments. By adapting existing algorithms and coupling them with new detection, tracking, and measurement methods, we hope to produce a piece of software capable of running state-of-the-art serial collection protocols on a large variety of available electron microscopes. Specifically, we plan to test the applicability of simple serial precession-assisted electron diffraction to racemic conglomerates and particularly damage-prone metal-organic frameworks.

B-48

Here we document the preliminary experimental results obtained thanks to technical improvements introduced in Instamatic. Certain generalizations made to the program core structure and interface are shown. Updates to selected bindings and interfaces, in particular the FEI Tecnai microscopes and ASI detectors, are presented.

References

[1] T. Gruene, E. Mugnaioli, *Chem. Rev.*, **121**(19) (2021)11823–11834.
[2] H. Xu, H. Lebrette, M. T. B. Clabbers, J. Zhao, J. J. Griese, X. Zou, M. Högbom, *Sci. Adv.*, **5** (2019) eaax4621.
[3] D. Zhang, P. Oleynikov, S. Hovmöller, X. Zou, *Z. Kristallogr.*, **225** (2010) 94–102.
[4] M. Gemmi, A. E. Lanza, *Acta Cryst. B*, **75** (2019) 495–504.
[5] S. Smeets, X. Zou, W. Wan, *J. Appl. Cryst.*, **51** (2018) 1262–1273.
[6] S. Smeets, B. Wang, E. Hogenbirk, D. Rainer, D. M. Tchoń, *Instamatic* (2.1.1) (2025) Zenodo.

Co-funded by the European Union (Physics for Future – Grant Agreement No. 101081515).

B-49

ANALYSIS OF INTERACTIONS FOR CHROMONE ANALOGUES CONDENSED WITH 1,2,3-TRIAZOLE BY ENERGY FRAMEWORK, QTAIM AND NCI CALCULATIONS

Patryk Czapnik[1,2], Angelika Adamus-Grabicka[3], Małgorzata Domagała[1], Elżbieta Budzisz[4], Magdalena Małecka[1]

[1] *University of Lodz, Faculty of Chemistry, Department of Physical Chemistry, Pomorska 163/165, 90-236 Łódź*
[2] *University of Lodz, Doctoral School of Exact and Natural Sciences, Matejki 21/23, 90-237 Łódź*
[3] *Medical University of Lodz Faculty of Pharmacy, Department of Medical Chemistry, Muszyńskiego 1, 90-151 Łódź*
[4] *Medical University of Lodz Faculty of Pharmacy, Department of Cosmetology, Muszyńskiego 1, 90-151 Łódź*

The aim of the performed research was a detailed analysis the hydrogen bonds and week non-covalent interactions in crystal lattices of chromone analogues condensed with 1,2,3-triazole. For this purpose, structural motifs were determined and Hirshfeld surface analysis was performed [1]. We performed also the calculation of energy frameworks to better understanding the forces determining the packing of molecules in the crystal lattice [1]. Additionally, QTAIM analysis was performed, for calculating the energy interaction between two neighbouring molecules forming different motifs [2]. The results are presented with respect to NCI analysis [3].

At this year's conference the above analysis concerns two compounds:
I: 3-(1-((2-(4-ethyl-1H-1,2,3-triazol-1-yl)ethyl)amino)ethylidene)chromane-2,4-dione,
II: 3-(((2-(4-ethyl-1H-1,2,3-triazol-1-yl)ethyl)amino)(phenyl)methylene)chromane-2,4-dione).

a) b)

Fig. 1. a) Arrangement of the highest total energies in crystal structure (compound II), b) NCI plot for the interactions with the highest energies in compound II.

Acknowledgements
We gratefully acknowledge Polish high-performance computing infrastructure PLGrid (HPC Center: ACK Cyfronet AGH) for providing computer facilities and support within computational grant no. PLG/2025/018176.

References
[1] P. R. Spackman, M. J. Turner, *J. Appl. Cryst.*, **54** (2021) 1006–1011.
[2] R. Bader, *Oxford University Press*, New York, USA, (1990).
[3] E. R. Johanson *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.*, **132** (2010) 6498–6506.

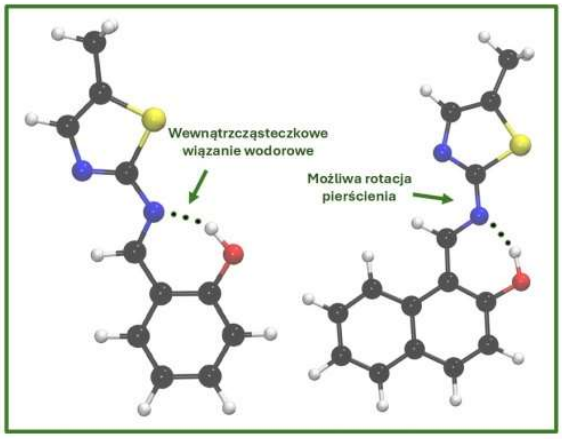
B-50

ZASTOSOWANIE METOD CHEMII OBLICZENIOWEJ W BADANIACH POLIMORFIZMU POCHODNYCH TIAZOLOWYCH ZASAD SCHIFFA: ROLA SWOBODY ROTACYJNEJ I ODDZIAŁYWAŃ NIEKOWALENCYJNYCH

Natalia Mikłuszka, Aneta Jezierska

Uniwersytet Wrocławski, Wydział Chemii, ul. F. Joliot-Curie 14, 50-383 Wrocław

Badania w oparciu o metody chemii teoretycznej zostały wykonane dla dwóch wybranych pochodnych tiazolowych: 2-(E)-[(5-metylotiazolo-2-ylimino)metylo]fenolu oraz 1-(E)-[(5-metylotiazolo-2-ylimino)metylo]naftalen-2-olu [1] (Rysunek 1) w fazie gazowej, z uwzględnieniem ciągłego modelu rozpuszczalnikowego (IEF-PCM) oraz w fazie krystalicznej. Badane związki zawierają wewnątrzcząsteczkowe wiązanie wodorowe, które zaliczane jest do wiązań wodorowych wspomaganych rezonansem (RAHB), co wpływa na ich stabilność termodynamiczną [2]. Jak wynika z danych literaturowych, związki te wykazują polimorfizm konformacyjny, który jest efektem obecności płaskiego pierścienia tiazolowego połączonego z grupą iminową i możliwości jego rotacji. W celu opisu właściwości metrycznych, spektroskopowych i struktury elektronowej, zastosowano Teorię Funkcjonału Gestości (DFT) [3] oraz metodę dynamiki molekularnej według schematu Cara i Parrinello (CP-MD) [4]. Na podstawie otrzymanych wyników badań oszacowano wysokości barier energetycznych w reakcji przeniesienia protonu w mostku wodorowym. Zastosowanie metody CP-MD umożliwiło otrzymanie charakterystyki zmian położenia protonu w mostku wodorowym w funkcji czasu. Otrzymano również teoretyczne widma podczerwieni. Symulacje w fazie krystalicznej dostarczyły informacji o wpływie polimorfizmu na sieć oddziaływań o charakterze niekowalencyjnym.



Rys. 1. Struktury wybranych zasad Schiffa w oparciu o [1].

Autorki dziękują centrom obliczeniowym ACK Cyfronet AGH w Krakowie oraz Wrocławskiemu Centrum Sieciowo-Superkomputerowemu (WCSS) we Wrocławiu za udostępnienie zasobów obliczeniowych w celu realizacji projektu.

B-50

Literatura
[1] N. Phukan, J. B. Baruah, *Cryst. Growth Des.*, **15** (2015) 1843.
[2] A. Filarowski, *J. Phys. Org. Chem.*, **18** (2005) 686.
[3] P. Hohenberg, W. Kohn, *Phys. Rev.*, **136** (1964) B864–B871.
[4] R. Car, M. Parrinello, *Phys. Rev. Lett.*, **55** (1985) 2471.

B-51

A NEW HIGH-PRESSURE PHASE OF *N*-BUTANOL AND ITS STRUCTURAL RELATIONSHIP WITH THE LOW-TEMPERATURE STRUCTURE

Szymon Sobczak

Materials Chemistry Department, Adam Mickiewicz University, Uniwersytetu Poznańskiego 8, 61-614 Poznań

The amphiphilic molecule *n*-butanol (C_4H_9OH), despite its industrial relevance and long-standing chemical importance, has long posed experimental challenges due to its pronounced tendency to form amorphous states under cooling or compression. In this study, we present the single-crystal investigations of *n*-butanol conducted under both low-temperature and high-pressure conditions, enabled by *in situ* crystallization within a glass capillary and in a diamond anvil cell, respectively.

At ambient pressure and low temperature, *n*-butanol crystallizes in the triclinic space group *P*1 (phase α) [1,2]. The asymmetric unit contains two symmetry-independent molecules, A and B ($Z' = 2$). These molecules form O–H···O chains closely approximating 2_1 screw axis symmetry linking the alternating molecules A and B along the [100] direction. The compression above 1.2 GPa yield another form of butanol (phase β) of the monoclinic space group $P2_1/n$, with three independent molecules ($Z' = 3$). In the structure, two distinct hydrogen-bonding chains are apparent: one composed of molecules A and C related by glide symmetry, and another formed solely by molecules B around a 2_1 screw axis.

Although differing in the conditions where they were obtained, both phases retain a similar aggregation motif, with H-bond chains in both forms formed by two independent molecules. This indicates a common mechanism for the formation of the pre-associated molecular clusters [3]. The emergence of $Z' > 1$ in both structures underscores the influence of conformational frustration and directional intermolecular forces in shaping molecular packing under varying thermodynamic constraints [4].

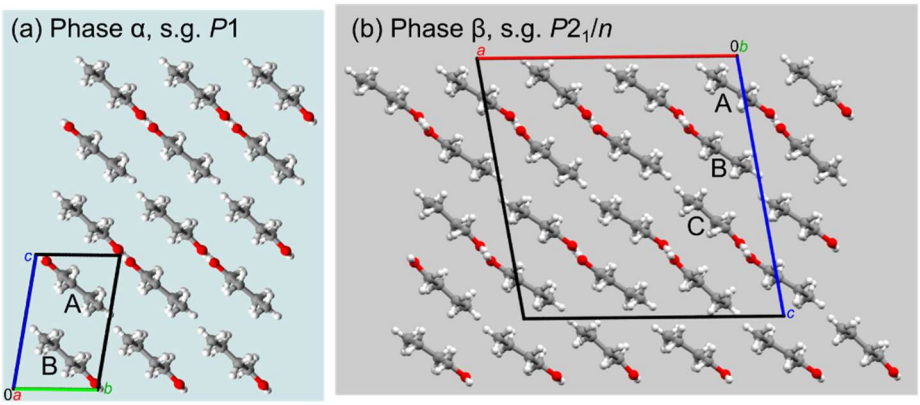


Fig. 1. Structure of two polymorphs of n-butanol: (a) low-temperature phase α, and (b) high-pressure phase β.

B-51

Literature

[1] I. M. Shmyt'Ko, R. J. Jiménez-Riobóo, M. Hassaine, M. A. J. Ramos, *Condens. Matter Phys.*, **22** (2010) 195102.
[2] P. Derollez, A. Hédoux, Y. Guinet, F. Danède, L. Paccou, *Acta Crystallogr. B*, **69** (2013) 195–202.
[3] L. N. Kuleshova, M. Yu. Antipin, I. V. Komkov, *J. Mol. Struct.*, **647** (2003) 41–51.
[4] C. P. Brock, L. L. Duncan, *Chem. Mater.*, **6** (1994) 1307–1312.

B-52

XRD ANALYSIS OF CARBON-BASED MATERIALS FOR SYNGAS PRODUCTION VIA THE GASIFICATION PROCESS

Uzeru Haruna Kun, Ewelina Ksepko

Politechnika Wrocławska, Department of Engineering and Technology of Chemical Processes

e-mails: uzeru.haruna@pwr.edu.pl, ewelina.ksepko@pwr.edu.pl

The physicochemical characteristics of the feedstock have a significant impact on the composition and efficiency of syngas generated during gasification. Through proximate and ultimate analysis, the volatile, moisture, fixed carbon, ash content, and elemental composition can be determined. In this study, we analysed raw and ash from different waste materials to assess their gasification potentials. Scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) were employed to determine the materials' morphological and structural characteristics. The basis of this is to provide insight into the properties of the ash by investigating their catalytic properties and downstream application. As it is known, compounds of alkaline and alkaline earth metals such as sodium, potassium, calcium, and others have catalytic properties, which were found in the samples. This information is significant as it will help in maximizing or adjusting process conditions for higher quality syngas production.

B-53

ELECTRON DIFFRACTION STUDIES AT CRYOMICROSCOPY AND ELECTRON DIFFRACTION CORE FACILITY

Szymon Sutuła[1], Tomasz Góral[1], Krzysztof Woźniak[1,2,3]

[1] Cryomicroscopy and Electron Diffraction Core Facility, Centre of New Technologies, University of Warsaw, Banacha 2C, 02-097 Warsaw, Poland
[2] Biological and Chemical Sciences Research Centre, University of Warsaw, Żwirki i Wigury 101, 02-089 Warsaw, Poland
[3] Department of Chemistry, University of Warsaw, Pasteura 1, 02-093 Warsaw, Poland

Cryomicroscopy and Electron Diffraction Core Facility is established in the University of Warsaw and is equipped with transmission electron microscope – the 200kV Glacios with a Falcon3EC camera and a phase plate solution. While it was initially dedicated to provide biological structures with cryo-EM technique, it allows to perform electron diffraction experiments as well.

Our electron diffraction studies are focused on single crystals and usually concern compounds that do not provide crystal of sufficient size for X-ray diffraction. Even though the micro-ED technique is quite new and faces a few challengers, it might be a perfect choice to determine the structure if only the micro-sized crystals are available. We typically use kinematical approach with extinction correction to account for the dynamical effects and allow H-atom to refine their parmeters with as few constraints and restraints as possible. Example molecule from a model refined in such a way and based on sample with only microcrystals available is shown in Fig. 1.

We would like to show a range of offered services and the research possibilities of our Core Facility regarding the electron diffraction studies. With the open-access policy we welcome users from national and international academic institutions as well as industry.

Authors wish to acknowledge Cryomicroscopy and Electron Diffraction Core Facility located at Centre of New Technologies, University of Warsaw for collecting the electron diffraction data.

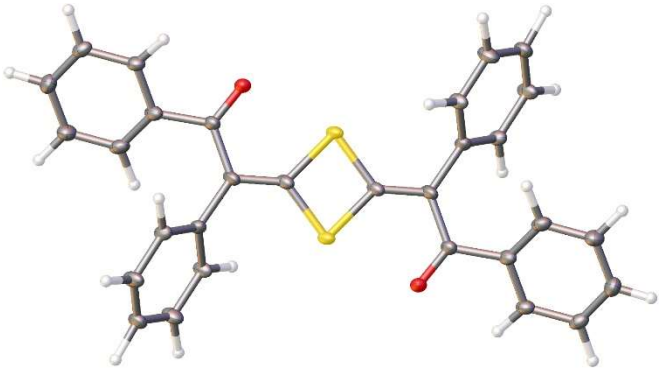


Fig. 1. One of the solved structures based on micro-ED microcrystal experiment.

B-54

APPLICABILITY OF HIRSHFELD ATOM REFINEMENT FOR ESTABLISHING THE NATURE OF CHEMICAL BONDS

Łukasz Cieszyński, Joanna Krzeszczakowska, Anna Makal

Wydział Chemii Uniwersytetu Warszawskiego, ul. Pasteura 1, 02-293 Warszawa

Accurate description of the character of chemical bond is essential for describing properties of a chemical compound and rational design of functional materials. In systems where conjugation, delocalization, or resonance effects are present, distinguishing between different bond orders becomes especially important, as subtle structural differences can lead to markedly different chemical behavior.

Hirshfeld Atom Refinement (HAR) [1] has recently gained recognition as a powerful quantum crystallography tool for advanced crystal structure and electron density interpretation. However, its utility has been explored almost exclusively for determination of accurate and precise hydrogen atom positions from X-ray diffraction experiments, neglecting other features of crystal structures and molecular wavefunctions. Here we compare applicability of HAR and Transferable Aspherical Atom Model (TAAM) [2,3] quantum crystallography tools to establish the nature of chemical bonds in a series of 5 quinone-like compounds, known for their single-double bond alternation. Crystal structures were determined based on standard SC-XRD experiments and refined initially using Independent Atom Model (IAM) and then with both above approaches as implemented in Olex2 [4].

We analyzed statistical model parameters (R_1,wR_2, GoF), molecular geometries and Atomic Displacement Parameters resulting from each set of refinements as well as conducted topological electron density analysis. HAR results are shown to adequately reproduce the single-double bond alternation, while TAAM, utilizing pseudoatom parameters averaged over a large number of chemicals does not perform as well in that specific instance.

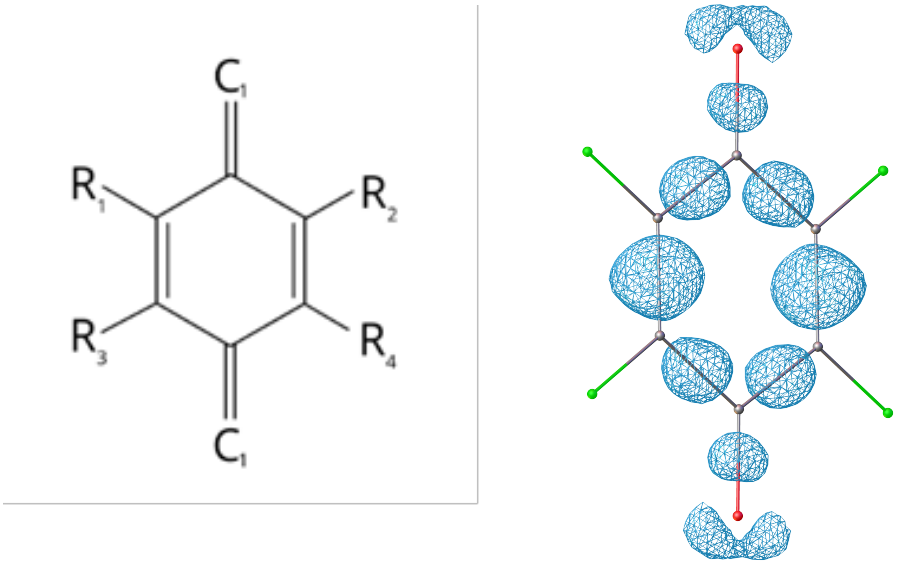


Fig. 1. Examined quinone-like systems (left), deformational electron density obtained from HAR (right).

B-54

Literature
[1] Silvia C. Capelli *et al.*, *IUCrJ*, **1** (2014) 361–379.
[2] M. Chodkiewicz *et al.*, *J. Appl. Cryst.*, **51** (2018) 193–199.
[3] M. Kulik, P. M. Dominiak, *Computational and Structural Biotechnology Journal*, **20** (2022) 6237–6243.
[4] O.V. Dolomanov *et at.*, *J. Appl. Cryst*., **42** (2009) 339–341.

LISTA ZAREJESTROWANYCH UCZESTNIKÓW KONWERSATORIUM
LIST OF THE REGISTERED PARTICIPANTS

Marek	Adaszyński	Mgr inż.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Jakub	Al Samarrai	Mgr inż.	Labsoft Sp. z o.o.
Bugra	Atam	Undergraduate	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Piotr Józef	Bardziński	Dr	Politechnika Wrocławska
Bozhena	Barnetska	Studia I stopnia	Uniwersytet Wrocławski
Elżbieta	Bartoszak-Adamska	Dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Tamara	Bednarchuk	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Anna	Ben	Mgr	Uniwersytet Łódzki
Agata	Białońska	Dr hab.	Uniwersytet Wrocławski
Julia	Bilakiewicz	Studentka 3. roku studiów I stopnia	Uniwersytet Wrocławski
Oliwia	Bobińska	Lic.	Uniwersytet Łódzki
Patryk	Borowski	Mgr	Uniwersytet Warszawski
Emilia	Bronikowska	Lic.	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Iwona	Bryndal	Dr	Uniwersytet Medyczny im. Piastów Śląskich we Wrocławiu
Marta Monika	Brzezińska	Mgr inż.	Politechnika Wrocławska
Krzysztof	Brzeziński	Dr hab.	Instytut Chemii Bioorganicznej PAN w Poznaniu
Armand	Budzianowski	Dr	Narodowe Centrum Badań Jądrowych w Otwocku
Grzegorz	Bujacz	Prof. dr hab.	Politechnika Łódzka
Anna	Bujacz	Dr hab.	Politechnika Łódzka
Karolina	Bukała	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Sonia Steven	Busigara	Undergraduate	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Lilianna	Chęcińska	Dr hab.	Uniwersytet Łódzki
Patrycja	Chmielewska	Mgr	Narodowy Instytut Leków
Jarosław	Chojnacki	Prof. dr hab.	Politechnika Gdańska
Karolina	Cichocka	Lic.	Uniwersytet Kardynała Stefana Wyszyńskiego w Warszawie

Arkadiusz	Ciesielski	Dr	Uniwersytet Warszawski
Łukasz	Cieszyński	Lic.	Uniwersytet Warszawski
Bartosz	Cieśla	Mgr inż.	Politechnika Gdańska
Patryk	Czapnik	Mgr	Uniwersytet Łódzki
Marek	Daszkiewicz	Dr hab.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Magdalena	Datta	Mgr inż.	Uniwersytet Gdański
Jakub	Dąbrowski	Student studiów inżynierskich	Politechnika Gdańska
Aleksandra	Deptuch	Dr	Instytut Fizyki Jądrowej im. Henryka Niewodniczańskiego PAN w Krakowie
Thomas	Doert	Prof. dr hab.	Technische Universität Dresden, Germany
Jan	Dorna	Student	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Michał	Duda	Dr	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Maciej	Ejnik	Inż.	Politechnika Gdańska
Julia	Fiszer	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Michał	Gacki	Dr	Politechnika Łódzka
Emilia	Ganczar	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Anna	Gągor	Dr hab.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Miroslaw	Gilski	Dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Marek	Gnypek	Mr	SCANMAT
Mateusz	Gołdyn	Dr	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Tomasz	Góral	Dr	Uniwersytet Warszawski
Piotr	Guńka	Dr hab.	Politechnika Warszawska
Marek	Gusowski	Dr	Politechnika Wrocławska
Andrzej	Gzella	Prof. dr hab.	Uniwersytet Medyczny im. Karola Marcinkowskiego w Poznaniu
Zofia	Hajdaczuk	Student I stopnia	Uniwersytet Wrocławski
Uzeru	Haruna	Mgr	Politechnika Wrocławska
Katarzyna	Helios	Dr inż.	Politechnika Wrocławska
Felix	Hennersdorf	Dr	Rigaku
Monika	Hryniuk	Lic.	Uniwersytet Wrocławski
Miłosz	Huber	Dr	Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Valeryia	Hushcha	Mgr	Uniwersytet Łódzki
Piotr	Jakieła	Mgr	Malvern Panalytical
Natasza	Jakubik	Inż.	Uniwersytet Warszawski

Jan	Janczak	Prof. dr hab.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Sabina Weronika	Jaros	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Adam	Kabański	Mgr inż.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Karolina	Kałduńska	Dr	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Daniel Michał	Kamiński	Dr hab.	Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Julia	Kamysz	student	Uniwersytet Warszawski
Zbigniew	Karczmarzyk	Dr hab.	Uniwersytet w Siedlcach
Zbigniew	Kaszkur	Prof. dr hab.	Instytut Chemii Fizycznej PAN w Warszawie
Oskar	Kaszubowski	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Andrzej	Katrusiak	Prof. dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Michał	Kaźmierczak	Dr	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Martyna	Kaźmierczak	brak	Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie
Vasyl	Kinzhybalo	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Andrzej	Kochel	Dr hab.	Uniwersytet Wrocławski
Karol	Kopeć	Inż.	Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie
Oleksandr	Korolevych	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Adrian Krzysztof	Kowaliński	Mgr inż.	Politechnika Wrocławska
Dorota Anna	Kowalska	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Andrzej	Kowalski	Dr	Rigaku
Anna	Kozakiewicz-Piekarz	Dr	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Anna	Kozioł	Prof. dr hab.	Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Jacek	Krawczyk	Dr hab.	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Marta	Krawczyk	Dr	Uniwersytet Medyczny im. Piastów Śląskich we Wrocławiu
Monika	Krawczyk	Dr	Uniwersytet Wrocławski

Aleksandra Anna	Krupińska	Lic.	Uniwersytet Wrocławski
Kamil Krystian	Krzemiński	Inż.	Politechnika Warszawska
Szymon Hubert	Krzywda	Dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Maria	Książek	Dr	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Olga	Książkiewicz	Mgr	Uniwersytet Łódzki
Marta	Kubiak	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Maciej	Kubicki	Prof. dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Joachim	Kusz	Prof. dr hab.	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Michał	Kużdżał	Dr	Labsoft Sp. z o.o.
Anna	Kwiecień	Dr	Uniwersytet Medyczny im. Piastów Śląskich we Wrocławiu
Alexis	Leborgne	Lic.	University of Rouen
Tadeusz	Lis	Prof. dr hab.	Uniwersytet Wrocławski
Alona	Luba-Onufriichuk	Mgr	Lviv University
Sebastian	Machowski	Mgr	Testchem
Urszula Izabela	Maciołek	Dr	Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Izabela	Madura	Prof. dr hab.	Politechnika Warszawska
Anna	Makal	Dr hab.	Uniwersytet Warszawski
Marcin Szymon	Malecki	Dr	Institute of Organic Chemistry and Biochemistry of the CAS
Maura	Malinska	Dr hab.	Uniwersytet Warszawski
Vladyslav	Maliuzhenko	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Magdalena	Małecka	Dr hab.	Uniwersytet Łódzki
Pablo	Martinez-Bulit	Dr	The Cambridge Crystallographic Data Centre
Michalina	Maszkowska	-	I LO im. Bolesława Krzywoustego
Karolina	Matuszak	Mgr inż.	Politechnika Wrocławska
Adrian	Mermer	Dr	-
Mathias	Meyer	Dr	Rigaku
Malwina	Michałków	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Maja	Mielcarz	Lic.	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Natalia	Mikłuszka	Lic.	Uniwersytet Wrocławski
Anna	Mocarska	Mgr	Narodowy Instytut Leków
Maja	Morawiak	Dr	Instytut Chemii Organicznej PAN w Warszawie
Tadeusz	Muzioł	Dr	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Dawid Rafał	Natkowski	Inż.	Politechnika Warszawska
Katarzyna	Niedośpiał	Inż.	Politechnika Warszawska

Dominika	Nielipińska	Mgr inż.	Politechnika Łódzka
Maciej	Nielipiński	Mgr inż.	Politechnika Łódzka
Wojciech	Nitek	Dr	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Elżbieta	Nowak	Dr hab.	Międzynarodowy Instytut Biologii Molekularnej i Komórkowej w Warszawie
Przemysław	Nowak	Mgr inż.	Centrum Badań Molekularnych i Makromolekularnych PAN w Łodzi
Patryk	Nowak	Mgr inż.	Uniwersytet Gdański
Maurycy	Nowak	Inż.	Uniwersytet Warszawski
Andrzej	Olczak	Dr hab.	Politechnika Łódzka
Paweł	Ołówek	Mgr	Rigaku
Marta	Orlikowska	Dr	Uniwersytet Gdański
Kacper	Pacut	Lic.	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Kacper	Paszczyk	Lic.	Uniwersytet Warszawski
Robert	Paszkowski	Dr inż.	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Ewa	Patyk-Kaźmierczak	Dr	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Oleksii	Pavlyuk	Dr	Lviv University
Anna	Pietrzak	Dr	Politechnika Łódzka
Patrycja	Piękoś	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Paweł	Piszora	Dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Robert	Podgajny	Prof. dr hab.	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Kinga	Pokrywka	Mgr	Instytut Chemii Bioorganicznej PAN w Poznaniu
Alicja	Prężyna	Lic.	Uniwersytet Warszawski
Grzegorz	Próchniak	Dr	Rigaku
Anna	Pyra	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Andrii	Pyrih	Dr	Uniwersytet Medyczny im. Karola Marcinkowskiego w Poznaniu
Piotr	Rejnhardt	Dr	Uniwersytet Warszawski
Anna	Rosa	Mgr	Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Chemii Przemysłowej im. Profesora Ignacego Mościckiego w Warszawie
Magdalena	Rowińska	Mgr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Gracjan	Russ	Student	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Oskar	Rzepecki	Brak	I Liceum Ogólnokształcące im. Bolesława Krzywoustego
Marcin	Sadłowski	Mgr	Malvern Panalytical
Anna	Sadocha	Mgr	Uniwersytet Warszawski

Mane	Sahakyan	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Bartosz	Sekuła	Dr hab.	Politechnika Łódzka
Svitlana V.	Shishkina	Dr	SSI Institute for Single Crystals NAS of Ukraine
Mariia	Shyshkina	Mgr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Miłosz	Siczek	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Tymoteusz	Skadorwa	Lic.	Uniwersytet Wrocławski
Szymon	Sobczak	Dr	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Emilia	Sonsala	-	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Zuzanna	Spychalska	Inż.	Politechnika Warszawska
Amelia	Stężalska	Studentka 2. roku studiów I stopnia	Uniwersytet Wrocławski
Przemysław	Steć	Mgr inż.	Rigaku
Szymon	Stolarek	Mgr inż.	Xenocs SAS
Jarosław	Sukiennik	Mgr inż.	Politechnika Łódzka
Szymon	Sutuła	Dr	Uniwersytet Warszawski
Kinga	Suwinska	Prof. dr hab.	Uniwersytet Kardynała Stefana Wyszyńskiego w Warszawie
Karol	Synoradzki	Dr hab.	Instytut Fizyki Molekularnej PAN w Poznaniu
Przemysław	Szklarz	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Katarzyna	Ślepokura	Dr hab.	Uniwersytet Wrocławski
Daniel Mariusz	Tchoń	Dr	Institute of Physics, Czech Academy of Sciences, Prague, Czech Republic
Paweł	Tomaszewski	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Magdalena	Urbanowicz	Dr	Narodowy Instytut Leków
Kamil	Urbański	Mgr inż.	Anton Paar Poland
Emilia	Wiatr	Lic.	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Magdalena	Wietrzyńska	Inż.	Politechnika Wrocławska
Jakub	Wojciechowski	Dr	Rigaku
Andrzej	Wojtas	Dr	PROTO Manufacturing Europe
Krzysztof	Woźniak	Prof. dr hab.	Uniwersytet Warszawski
Mateusz	Woźniak	Inż.	Politechnika Łódzka
Piotr	Woźniak	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Patryk	Wróbel	-	SCANMAT

Karol	Wydra	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Waldemar	Wysocki	Dr	Uniwersytet w Siedlcach
Anna	Zep	Dr	Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Chemii Przemysłowej im. Profesora Ignacego Mościckiego w Warszawie
Marta	Zezula	Dr inż.	Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Chemii Przemysłowej im. Profesora Ignacego Mościckiego w Warszawie
Marcin	Ziobro	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Weronika	Ziółek	Student	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Aleksandra	Zwolenik	Mgr	Uniwersytet Warszawski
Andrzej	Żarczyński	Dr	Politechnika Łódzka
Ewa	Żesławska	Dr hab.	Uniwersytet Pedagogiczny w Krakowie

LISTA ZAREJESTROWANYCH UCZESTNIKÓW KONWERSATORIUM
LIST OF THE REGISTERED PARTICIPANTS

Marek	Adaszyński	Mgr inż.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Jakub	Al Samarrai	Mgr inż.	Labsoft Sp. z o.o.
Bugra	Atam	Undergraduate	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Piotr Józef	Bardziński	Dr	Politechnika Wrocławska
Bozhena	Barnetska	Studia I stopnia	Uniwersytet Wrocławski
Elżbieta	Bartoszak-Adamska	Dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Tamara	Bednarchuk	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Anna	Ben	Mgr	Uniwersytet Łódzki
Agata	Białońska	Dr hab.	Uniwersytet Wrocławski
Julia	Bilakiewicz	Studentka 3. roku studiów I stopnia	Uniwersytet Wrocławski
Oliwia	Bobińska	Lic.	Uniwersytet Łódzki
Patryk	Borowski	Mgr	Uniwersytet Warszawski
Emilia	Bronikowska	Lic.	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Iwona	Bryndal	Dr	Uniwersytet Medyczny im. Piastów Śląskich we Wrocławiu
Marta Monika	Brzezińska	Mgr inż.	Politechnika Wrocławska
Krzysztof	Brzeziński	Dr hab.	Instytut Chemii Bioorganicznej PAN w Poznaniu
Armand	Budzianowski	Dr	Narodowe Centrum Badań Jądrowych w Otwocku
Grzegorz	Bujacz	Prof. dr hab.	Politechnika Łódzka
Anna	Bujacz	Dr hab.	Politechnika Łódzka
Karolina	Bukała	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Sonia Steven	Busigara	Undergraduate	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Lilianna	Chęcińska	Dr hab.	Uniwersytet Łódzki
Patrycja	Chmielewska	Mgr	Narodowy Instytut Leków
Jarosław	Chojnacki	Prof. dr hab.	Politechnika Gdańska
Karolina	Cichocka	Lic.	Uniwersytet Kardynała Stefana Wyszyńskiego w Warszawie

Arkadiusz	Ciesielski	Dr	Uniwersytet Warszawski
Łukasz	Cieszyński	Lic.	Uniwersytet Warszawski
Bartosz	Cieśla	Mgr inż.	Politechnika Gdańska
Patryk	Czapnik	Mgr	Uniwersytet Łódzki
Marek	Daszkiewicz	Dr hab.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Magdalena	Datta	Mgr inż.	Uniwersytet Gdański
Jakub	Dąbrowski	Student studiów inżynierskich	Politechnika Gdańska
Aleksandra	Deptuch	Dr	Instytut Fizyki Jądrowej im. Henryka Niewodniczańskiego PAN w Krakowie
Thomas	Doert	Prof. dr hab.	Technische Universität Dresden, Germany
Jan	Dorna	Student	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Michał	Duda	Dr	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Maciej	Ejnik	Inż.	Politechnika Gdańska
Julia	Fiszer	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Michał	Gacki	Dr	Politechnika Łódzka
Emilia	Ganczar	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Anna	Gągor	Dr hab.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Miroslaw	Gilski	Dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Marek	Gnypek	Mr	SCANMAT
Mateusz	Gołdyn	Dr	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Tomasz	Góral	Dr	Uniwersytet Warszawski
Piotr	Guńka	Dr hab.	Politechnika Warszawska
Marek	Gusowski	Dr	Politechnika Wrocławska
Andrzej	Gzella	Prof. dr hab.	Uniwersytet Medyczny im. Karola Marcinkowskiego w Poznaniu
Zofia	Hajdaczuk	Student I stopnia	Uniwersytet Wrocławski
Uzeru	Haruna	Mgr	Politechnika Wrocławska
Katarzyna	Helios	Dr inż.	Politechnika Wrocławska
Felix	Hennersdorf	Dr	Rigaku
Krzysztof	Herman		Labsoft Sp. z o.o.
Monika	Hryniuk	Lic.	Uniwersytet Wrocławski
Miłosz	Huber	Dr	Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Valeryia	Hushcha	Mgr	Uniwersytet Łódzki
Piotr	Jakieła	Mgr	Malvern Panalytical

Natasza	Jakubik	Inż.	Uniwersytet Warszawski
Jan	Janczak	Prof. dr hab.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Sabina Weronika	Jaros	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Adam	Kabański	Mgr inż.	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Karolina	Kałduńska	Dr	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Daniel Michał	Kamiński	Dr hab.	Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Julia	Kamysz	student	Uniwersytet Warszawski
Zbigniew	Karczmarzyk	Dr hab.	Uniwersytet w Siedlcach
Zbigniew	Kaszkur	Prof. dr hab.	Instytut Chemii Fizycznej PAN w Warszawie
Oskar	Kaszubowski	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Andrzej	Katrusiak	Prof. dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Michał	Kaźmierczak	Dr	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Martyna	Kaźmierczak	brak	Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie
Vasyl	Kinzhybalo	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Andrzej	Kochel	Dr hab.	Uniwersytet Wrocławski
Karol	Kopeć	Inż.	Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie
Oleksandr	Korolevych	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Adrian Krzysztof	Kowaliński	Mgr inż.	Politechnika Wrocławska
Dorota Anna	Kowalska	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Andrzej	Kowalski	Dr	Rigaku
Anna	Kozakiewicz-Piekarz	Dr	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Anna	Kozioł	Prof. dr hab.	Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Jacek	Krawczyk	Dr hab.	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Marta	Krawczyk	Dr	Uniwersytet Medyczny im. Piastów Śląskich we Wrocławiu

Monika	Krawczyk	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Aleksandra Anna	Krupińska	Lic.	Uniwersytet Wrocławski
Kamil Krystian	Krzemiński	Inż.	Politechnika Warszawska
Szymon Hubert	Krzywda	Dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Maria	Książek	Dr	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Olga	Książkiewicz	Mgr	Uniwersytet Łódzki
Marta	Kubiak	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Maciej	Kubicki	Prof. dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Joachim	Kusz	Prof. dr hab.	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Michał	Kużdżał	Dr	Labsoft Sp. z o.o.
Anna	Kwiecień	Dr	Uniwersytet Medyczny im. Piastów Śląskich we Wrocławiu
Alexis	Leborgne	Lic.	University of Rouen
Tadeusz	Lis	Prof. dr hab.	Uniwersytet Wrocławski
Alona	Luba-Onufriichuk	Mgr	Lviv University
Sebastian	Machowski	Mgr	Testchem
Urszula Izabela	Maciołek	Dr	Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Izabela	Madura	Prof. dr hab.	Politechnika Warszawska
Anna	Makal	Dr hab.	Uniwersytet Warszawski
Marcin Szymon	Malecki	Dr	Institute of Organic Chemistry and Biochemistry of the CAS
Maura	Malinska	Dr hab.	Uniwersytet Warszawski
Vladyslav	Maliuzhenko	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Magdalena	Małecka	Dr hab.	Uniwersytet Łódzki
Pablo	Martinez-Bulit	Dr	The Cambridge Crystallographic Data Centre
Michalina	Maszkowska	-	I LO im. Bolesława Krzywoustego
Karolina	Matuszak	Mgr inż.	Politechnika Wrocławska
Adrian	Mermer	Dr	-
Mathias	Meyer	Dr	Rigaku
Malwina	Michałków	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Maja	Mielcarz	Lic.	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Natalia	Mikłuszka	Lic.	Uniwersytet Wrocławski
Anna	Mocarska	Mgr	Narodowy Instytut Leków
Maja	Morawiak	Dr	Instytut Chemii Organicznej PAN w Warszawie
Tadeusz	Muzioł	Dr	Uniwersytet Mikołaja Kopernika w Toruniu
Dawid Rafał	Natkowski	Inż.	Politechnika Warszawska

Katarzyna	Niedośpiał	Inż.	Politechnika Warszawska
Dominika	Nielipińska	Mgr inż.	Politechnika Łódzka
Maciej	Nielipiński	Mgr inż.	Politechnika Łódzka
Wojciech	Nitek	Dr	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Elżbieta	Nowak	Dr hab.	Międzynarodowy Instytut Biologii Molekularnej i Komórkowej w Warszawie
Przemysław	Nowak	Mgr inż.	Centrum Badań Molekularnych i Makromolekularnych PAN w Łodzi
Patryk	Nowak	Mgr inż.	Uniwersytet Gdański
Maurycy	Nowak	Inż.	Uniwersytet Warszawski
Andrzej	Olczak	Dr hab.	Politechnika Łódzka
Paweł	Ołówek	Mgr	Rigaku
Marta	Orlikowska	Dr	Uniwersytet Gdański
Kacper	Pacut	Lic.	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Kacper	Paszczyk	Lic.	Uniwersytet Warszawski
Robert	Paszkowski	Dr inż.	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Ewa	Patyk-Kaźmierczak	Dr	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Oleksii	Pavlyuk	Dr	Lviv University
Anna	Pietrzak	Dr	Politechnika Łódzka
Patrycja	Piękoś	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Bartosz	Pilarski	Student	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Paweł	Piszora	Dr hab.	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Robert	Podgajny	Prof. dr hab.	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Kinga	Pokrywka	Mgr	Instytut Chemii Bioorganicznej PAN w Poznaniu
Alicja	Prężyna	Lic.	Uniwersytet Warszawski
Grzegorz	Próchniak	Dr	Rigaku
Anna	Pyra	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Andrii	Pyrih	Dr	Uniwersytet Medyczny im. Karola Marcinkowskiego w Poznaniu
Piotr	Rejnhardt	Dr	Uniwersytet Warszawski
Anna	Rosa	Mgr	Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Chemii Przemysłowej im. Profesora Ignacego Mościckiego w Warszawie
Magdalena	Rowińska	Mgr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Gracjan	Russ	Student	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Oskar	Rzepecki	Brak	I Liceum Ogólnokształcące im. Bolesława Krzywoustego

Marcin	Sadłowski	Mgr	Malvern Panalytical
Anna	Sadocha	Mgr	Uniwersytet Warszawski
Mane	Sahakyan	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Bartosz	Sekuła	Dr hab.	Politechnika Łódzka
Svitlana V.	Shishkina	Dr	SSI Institute for Single Crystals NAS of Ukraine
Mariia	Shyshkina	Mgr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Miłosz	Siczek	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Tymoteusz	Skadorwa	Lic.	Uniwersytet Wrocławski
Szymon	Sobczak	Dr	Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu
Emilia	Sonsala	-	Uniwersytet Śląski w Katowicach
Zuzanna	Spychalska	Inż.	Politechnika Warszawska
Amelia	Stężalska	Studentka 2. roku studiów I stopnia	Uniwersytet Wrocławski
Przemysław	Steć	Mgr inż.	Rigaku
Szymon	Stolarek	Mgr inż.	Xenocs SAS
Jarosław	Sukiennik	Mgr inż.	Politechnika Łódzka
Szymon	Sutuła	Dr	Uniwersytet Warszawski
Kinga	Suwinska	Prof. dr hab.	Uniwersytet Kardynała Stefana Wyszyńskiego w Warszawie
Karol	Synoradzki	Dr hab.	Instytut Fizyki Molekularnej PAN w Poznaniu
Przemysław	Szklarz	Dr	Uniwersytet Wrocławski
Katarzyna	Ślepokura	Dr hab.	Uniwersytet Wrocławski
Daniel Mariusz	Tchoń	Dr	Institute of Physics, Czech Academy of Sciences, Prague, Czech Republic
Paweł	Tomaszewski	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Magdalena	Urbanowicz	Dr	Narodowy Instytut Leków
Kamil	Urbański	Mgr inż.	Anton Paar Poland
Emilia	Wiatr	Lic.	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Magdalena	Wietrzyńska	Inż.	Politechnika Wrocławska
Jakub	Wojciechowski	Dr	Rigaku
Andrzej	Wojtas	Dr	PROTO Manufacturing Europe
Krzysztof	Woźniak	Prof. dr hab.	Uniwersytet Warszawski
Mateusz	Woźniak	Inż.	Politechnika Łódzka

Piotr	Woźniak	Dr	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Patryk	Wróbel	-	SCANMAT
Karol	Wydra	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Waldemar	Wysocki	Dr	Uniwersytet w Siedlcach
Anna	Zep	Dr	Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Chemii Przemysłowej im. Profesora Ignacego Mościckiego w Warszawie
Marta	Zezula	Dr inż.	Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Chemii Przemysłowej im. Profesora Ignacego Mościckiego w Warszawie
Marcin	Ziobro	Mgr	Uniwersytet Wrocławski
Weronika	Ziółek	Student	Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych im. Włodzimierza Trzebiatowskiego PAN we Wrocławiu
Aleksandra	Zwolenik	Mgr	Uniwersytet Warszawski
Andrzej	Żarczyński	Dr	Politechnika Łódzka
Ewa	Żesławska	Dr hab.	Uniwersytet Pedagogiczny w Krakowie

ISBN 978-83-966642-4-2

66. Konwersatorium Krystalograficzne

66th Polish Crystallographic Meeting

25-27 VI 2025