

III Reunión Asociación Latinoamericana de Cristalografía

I Encuentro AChCr

VALPARAÍSO, 10-12 OCTUBRE DE 2018





ORGANIZA



PONTIFICIA
UNIVERSIDAD
CATÓLICA DE
VALPARAÍSO



UNIVERSIDAD
DE CHILE

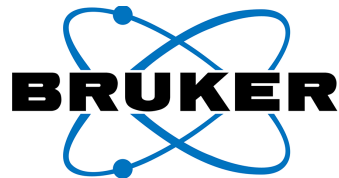


UNIVERSIDAD TECNICA
FEDERICO SANTA MARIA



AUSPICIA

Gold Sponsors



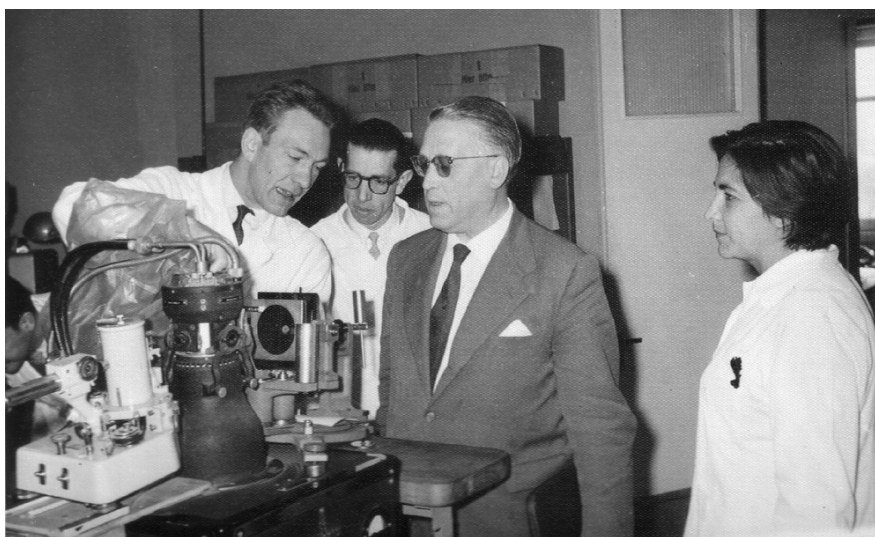
Rigaku

Leading With Innovation



IN MEMORIAM

OSCAR WITTKE GÜNTHER (1929-2018)



En la fotografía, Oscar Wittke muestra las novedades del laboratorio a Julio Garrido. Observan Hugo Villarroel e Isabel Garaycochea.

Óscar Wolrad Wittke Günther, nació en Lebu, en 1929. Inició estudios de Química en la U. de Concepción y Pedagogía en Física y Matemáticas en la U. de Chile, en Santiago. En el Pedagógico de fines de los años 40 conoce a quien será su esposa, Isabel Teresa Garaycochea Foscarini, y ambos se titulan de profesores de Estado. Posteriormente, realizan estudios en el MIT en Estados Unidos.

Desarrolló su carrera en el Departamento de Física de la Facultad Ciencias Físicas y Matemáticas de la Universidad de Chile, donde se incorporó en 1952 al Laboratorio de Cristalografía inicialmente dirigido por Nahum Joel e Isabel Garaycochea.

En abril de este año falleció, a los 89 años, el profesor Wittke el cual fue una inspiración para muchos cristalógrafos que hoy recordamos su legado.



PROGRAMA

Hora	Miércoles 10	Jueves 11	Viernes 12
9:00 - 9:40		CI-2 Raúl Cardoso-Gil	CI-03 ACM Zeri
9:40 - 10:00	Registro 9:40 - 11:10 h	PO-9	PO-23
10:00 - 10:20		PO-10	PO-24
10:20 - 10:40		Rigaku	PO-25
10:40 - 11:10		Coffee Break	
11:10 - 11:50	Ceremonia Apertura	PO-11	PO-26
		PO-12	PO-27
11:50 - 12:30	CI-1 Elies Molins	PO-13 Bruker	CI-04 Ruslan Sanishvili
12:30 - 14:00	Almuerzo		Tiempo Libre
14:00 - 14:20	PO-1	PO-14	
14:20 - 14:40	PO-2	PO-15	
14:40 - 15:00	PO-3	PO-16	
15:00 - 15:20	PO-4	PO-17	
15:20 - 15:40	Coffee Break		
15:40 - 16:00	PO-5	PO-18	
16:00 - 16:20	PO-6	PO-19	
16:20 - 16:40	PO-7	PO-20	
16:40 - 17:00	PO-8	PO-21	
17:00 - 17:20	Posters Sesión 1 17:00 -18:00 h	PO-22	
17:20 - 18:00		Posters Sesión 2 17:20 -18:20 h	
18:00 - 18:20	Asamblea AChCr 18:00 - 19:00 h	Asamblea LACA 18:20 - 19:20 h	
18:20 - 19:00			
19:00 - 19:20			

Cena de cierre



CONFERENCISTAS INVITADOS



ELIES MOLINS

Institut de Ciència de Materials de Barcelona (ICMAB-CSIC) Bellaterra, Spain.



RAÚL CARDOSO-GIL

Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe, Germany.



ANA CAROLINA DE MATTOS ZERI

LNLS/CNPEM staff Brazilian Synchrotron Source, Campinas – LNLS/CNPEM, SP, Brazil



RUSLAN SANISHVILI

X-ray Science Division, Advanced Photon Source, Argonne National Laboratory, Argonne, USA



CONFERENCIAS INVITADAS

CI-1 10 Octubre 11:50 -12:30 h	Electron density and the hydrogen bond	Elies Molins	Institut de Ciència de Materials de Barcelona (ICMAB-CSIC) Bellaterra, Spain
CI-2 11 Octubre 09:00 -09:40 h	Orden y desorden, estructura cristalina ideal y real	Raúl Cardoso-Gil	Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe, Germany
CI-3 12 Octubre 09:00 -09:40 h	Macromolecular Crystallography at Sirius	Ana Carolina de Mattos Zeri	LNLS/CNPEM staff Brazilian Synchrotron Source, Campinas – LNLS/CNPEM, SP, Brazil
CI-4 12 Octubre 11:50 -12:30 h	Practical Aspects of Micro diffraction in Macromolecular Crystallography	Ruslan Sanishvili	X-ray Science Division, Advanced Photon Source, Argonne National Laboratory, Argonne, USA



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Electron density and the hydrogen bond

E. Molins^a, I. Mata^a, I. Alkorta^b, E. Espinosa^c, ^a*Institut de Ciència de Materials de Barcelona (ICMAB-CSIC) Bellaterra, Spain*, ^b*Instituto de Química Médica (IQM-CSIC) Madrid, Spain*, ^c*Université de Lorraine, Nancy, France* elies@icmab.es

Hydrogen bond is considered the strongest intermolecular interaction, with the only exception of ionic forces in molecular salts. The common view is that hydrogen bond is an electrostatic interaction with some degree of covalency. This view has been challenged many times from theoretical models and from experimental evidence, as for example the high frequency of hydrogen bonds between equally charged ions.

The analysis of the electron density in intermolecular regions, either from diffraction experiments in crystals or from quantum chemistry calculations in molecular aggregates, is an important tool in the study of the hydrogen bond. Indeed, the topological analysis¹ of the electron density demonstrates that the nature of the hydrogen bond evolves continuously from purely electrostatic to covalent as the bond distance decreases.² It also shows that there are close correlations between the bond distance, properties derived from the electron density, and the bond energy, which allow the fast estimation of this last quantity from the geometry of the interaction.³

The analyses of the electrostatic potential and the electric field lines, both quantities derived from the electron density, shows that, with very few exceptions, electrostatics is the main contribution to the hydrogen bond. Indeed, it is demonstrated that even in interactions between equally charged ions, where electrostatic repulsion is expected, electrostatic attractive forces appear in the hydrogen bond region.⁴

In this communication, our trajectory in the analysis of the electron density in the hydrogen bond will be summarized, and ongoing research will be presented.

Agradecimientos: This work was supported by the Ministerio de Economía, Industria y Competitividad (MINECO), Spain (Grants ENE2015-63969 and SEV2015-0496).

Referencias:

1. R. F. W. Bader, *Atoms in Molecules: A Quantum Theory* (1990)
2. E. Espinosa, I. Alkorta, J. Elguero, E. Molins, *J. Chem. Phys.* 117, 5529 (2002)
3. I. Mata, I. Alkorta, E. Espinosa, E. Molins, *Chem. Phys. Lett.* 507, 185 (2011)
4. I. Alkorta, I. Mata, E. Molins, E. Espinosa, *Chem. Eur. J.* 22, 9226 (2016)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Orden y desorden, estructura cristalina ideal y real

R. Cardoso-Gil

Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe,
Nöthnitzer Str. 40, 01187 Dresden, Germany. cardoso@cphys.mpg.de

Los compuestos intermetálicos están constituidos por una amplia variedad de elementos y presentan diversidad de tipos de estructuras cristalinas. La presencia simultánea de diferentes interacciones atómicas, proporcionan a estos compuestos una amplia gama de notables propiedades físicas. El conocimiento detallado de la estructura cristalina *-real-* permite conocer la naturaleza química de los compuestos intermetálicos, lo que es fundamental para comprender fenómenos físicos y postular modelos con la finalidad de sintonizar las propiedades y optimizar su funcionalidad.

Los compuestos intermetálicos con fórmula general $T^{(8,9)}Tr_3$ ($T^{(8,9)}$ = metal de transición del grupo 8 o 9 y $Tr = Ga$ o In) muestran interesantes propiedades de transporte eléctrico. Entre ellos, hemos estudiado sistemáticamente el compuesto $FeGa_3$, especialmente por su característica de semiconductor que lo potencializa como material apropiado para aplicaciones termoeléctricas^{1,2}. Una detallada revisión de su estructura cristalina revela la presencia de desorden local con una fuerte anisotropía en los parámetros de desplazamiento para el galio, como también ocupación adicional de hierro en la red conduciendo a una composición $Fe_{1.018}Ga_3$. Cálculos teóricos considerando esta especie adicional de Fe “autodopante”, conducen a estados en la brecha energética, produciendo una densidad de estado que no se desvanece en el nivel de Fermi. Nuestro estudio del enlace químico³ revela además considerables interacciones atómicas Fe – Fe como Fe – Ga.

Referencias:

1. M. Wagner-Reetz, R. Cardoso-Gil, Yu. Grin. *J. Electron. Mater.* 43(2014) 1857.
2. M. Wagner-Reetz, D. Kasinathan, W. Schnelle, R. Cardoso-Gil, H. Rosner, and Yu. Grin, *Phys. Rev. B* 90, 195206.
3. F.R. Wagner, R. Cardoso-Gil, B. Boucher, M. Wagner-Reetz, J. Sichelschmidt, P. Gille, M. Baenitz and Yu. Grin, *Inorg. Chem.* (2018) Accepted.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Macromolecular Crystallography at Sirius

ACM Zeri, AFN Ziem, C Hagio, and LNLS/CNPEM staff *Brazilian Synchrotron Source*,
Campinas – LNLS/CNPEM, SP, Caixa Postal 6192, CEP 13083-970, Brazil ana.zeri@lnls.br

Sirius is the new Brazilian Synchrotron light source, under construction in Campinas, São Paulo state. It will be a 4th generation source, with various applications in Biophysics. Advanced imaging techniques will be available alongside new *in-operando* techniques. The MANACA beamline will be installed in a high-beta straight section of the Sirius storage ring and its main goal is to bridge the gap between conventional crystallography, which uses large single crystals, and single-molecule X-ray diffraction performed in free electron lasers. The beamline will have two experimental stations, for the performance of state-of-the-art macromolecular micro-crystallography employing current methods, with a beam focused in the low tens of micrometers, and nano-crystallography, with a submicron focus beam and sub milliradian divergence. The beamline will operate with X-ray energies between 5 to 20 keV with large emphasis on membrane proteins and supra-macromolecular protein complexes (megadalton size), such as receptors, proteasomes, translation complexes (protein and DNA/RNA components), bacterial cell division machinery and eukaryotic transcription complexes, and will enable a range of automated screening assays for molecular fragments and natural products. The applications cover areas such as pharmaceuticals, agriculture and cosmetics, and will enable the use and development of new techniques for the investigation of biological materials at the atomic level.

Accelerated methods for small molecule ligand screening are paramount for the development of new bio-catalysts and drug candidates, and the proposed methods of data collection and data analysis for single or multiple crystals in both experimental stations of the Manaca beamline will contribute to advances in Biotechnology, akin to what has been done in current third-generation sources. Atomic details of the active sites of the proteins under study and potential new important ligand binding pockets, and their interactions with several ligand candidates must be obtained in a fast manner, for ever smaller crystals.

Frequently, proteins are obtained in small quantities, derived from natural sources, and yield microcrystals that must be screened under many different conditions. Methods of serial data collection, employing micro and sub-micron beams, with crystals in plates or micro-chips are a reality in microfocus beamlines in 3rd and 4th generation SR sources, and will be available at the Microfocus station of Manaca. New methods such as the acoustic drop levitation, to be implemented in the Nanofocus station, will also be important for the understanding of these enzymes.

Current platforms for data collection, storage and distribution are being tested at the UVX to simulate the needs of the new beam lines. Software tools for data treatment are being developed and the team is contributing to the international MXCube data collection software consortium.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Practical Aspects of Micro diffraction in Macromolecular Crystallography

R. Sanishvili, *X-ray Science Division, Advanced Photon Source, Argonne National Laboratory, Argonne, IL 60439, USA*
rsanishvili@anl.gov

Micro-diffraction in macromolecular crystallography was first reported at the end of 1990's¹ and have seen dramatic growth in its development and popularity in the last 10-15 years. Groundbreaking publication of the crystal structure of human beta 2 adrenergic receptor by B. Kobilka's lab² fostered the interest in, and demand for facilities with small X-ray beam. At present, many synchrotron beamlines around the world have microdiffraction capability, or are planning to implement it in near future.

The cutting-edge structural biology research increasingly relies on successful crystallography of membrane proteins, multi-domain proteins and supramolecular complexes. Such proteins and their complexes are notorious for producing technically very challenging crystals often necessitating the use of microdiffraction tools.

Increased microdiffraction capacity is opening the doors for new research in structural biology. At the same time, it is important to understand the true benefits of small beams and to what extent they can be useful, in order to avoid their inappropriate use to the detriment of data quality. Discussion of basic benefits of microdiffraction will be presented, along with some real life examples when micrometer-scale beams were indispensable for the success of the project.

References:

1. S. Cusack, et al., Nat Struct Biol, 5 Suppl, 634-7, 1998.
2. S.G. Rasmussen, et al., Nature, 450(7168), 383-7, 2007.

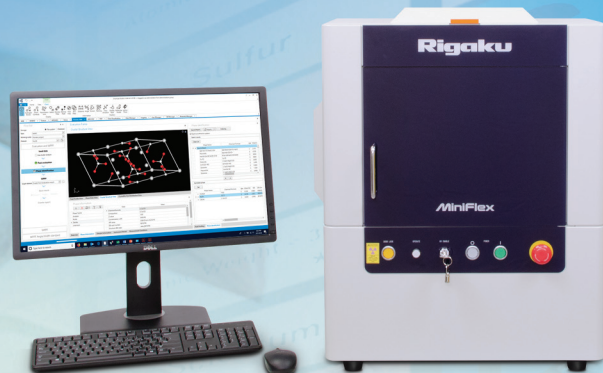
XRD/XRF Solutions

*Powerful, easy-to-use X-ray systems:
more users, more samples, more results*

MiniFlex™

Benchtop diffractometer

- 6th generation instrument based on technology proven by more than 500 patents and 5000 scientific publications
- HyPix-400 2D HPAD detector to collect diffractogram, crystallite size and preferred orientation at once
- Exchangeable X-ray source depending on material types (Cu, Co, Fe and Cr)
- Available attachments include 8-position sample changer, transmission holder and variable temperature attachment



Supermini200

Wavelength dispersive fluorescence analyzer

- Benchtop WDXRF with minimal footprint
- No cooling water required for flexible installation
- Excellent resolution and sensitivity for light element analysis
- Standard less or quantitative analysis from Sodium to Uranium
- Ideal as a backup system for large floor-standing units in mining, metals & cement



ZSX Primus IV

XRF spectrometer for elemental analysis

- Tube-above optics
- Unmatched light-element performance
- Industry-leading stability and precision
- Sequential analysis
- Simultaneous available with XRD channel



PRESENTACIONES ORALES

PO-1 10 Octubre 14:00 -14:20 h	Supramolecular dimers of two novel dihydroquinolines isomers	Wesley Fonseca Vaz	Universidade Estadual de Goiás, Brasil
PO-2 10 Octubre 14:20 -14:40 h	Análise Estrutural e Atividade Antimicrobiana de um Complexo Dinuclear de Cobre(II) com Hidrazona	Santiago, P. H. de O.	Universidade de Brasília, Brasil
PO-3 10 Octubre 14:40 -15:00 h	Calculation of the theoretical charge density of a drug-drug cocrystal	Adilson Barros Wanderley	Instituto de Física de São Carlos – USP, Brasil
PO-4 10 Octubre 15:00-15:20 h	Nuevos polímeros de coordinación de Zn(II) y Cd(II) con ligandos isoméricos derivados de 5-metil-1-(piridin-n-il)-1H-1,2,3-triazol carboxilato de sodio. síntesis, caracterización Estructural, estudios del efecto isomérico, estabilidad térmica y propiedades fotofísicas	Jonathan Cisterna	Universidad de Antofagasta, Chile
PO-5 10 Octubre 15:40-16:00 h	Polímeros de coordinación con una nueva topología supramolecular como materiales fotolumincentes y sensores ópticos	Richard D'Vries	Universidad Santiago de Cali, Colombia
PO-6 10 Octubre 16:00-16:20 h	Crystal structure of two interesting complexes: change in the coordination sphere of a dinuclear bis(3,5-dimethylpyrazolyl)methane copper(II) and a double-stranded	Mario A. Macías	Universidad de los Andes, Colombia
PO-7 10 Octubre 16:20-16:40 h	Síntesis, estudio estructural y evaluación de la actividad antifúngica de cetiminas derivadas de la 9H-fluorenona y la anilina	Hernando Alberto Camargo García	Universidad Santo Tomás, Colombia
PO-8 10 Octubre 16:40-17:00 h	Accurate Hydrogen Atom Positions from standard X-ray Data: Hirshfeld Atom Refinement and Olex2	Horst Puschmann	Durham University, United Kingdom
PO-9 11 Octubre 09:40-10:00 h	Síntesis, caracterización estructural y propiedades electroquímicas de transporte en REBCO como potenciales cátodos de IT-SOFC	J. Grassi	Universidad de la República, Uruguay
PO-10 11 Octubre 10:00 -10:40 h	Presentación Rigaku		
PO-11 11 Octubre 11:10 -11:30 h	Propiedades estructurales de soluciones sólidas $\text{Ir}_{1-x}\text{Rh}_x\text{Te}_2$ con $(0 \leq x \leq 1)$	Florencia Emilse Lurgo	INFIQC, Argentina
PO-12 11 Octubre 11:30 -11:50 h	Evolución de la microestructura en aleaciones Ti-30Nb-13Ta-2Mn preparadas mediante aleado mecánico	Claudio Aguilar	Universidad Técnica Federico Santa María, Chile
PO-13 11 Octubre 11:50 -12:30 h	Presentación Bruker - SAX		
PO-14 11 Octubre 14:00-14:20 h	Estudio de la estabilidad estructural del MOF MIL-53(Fe) aplicado como catalizador heterogéneo en reacciones tipo Fenton	Gabriela Ortega	Universidad Nacional de San Luis, Argentina

PRESENTACIONES ORALES

PO-15 11 Octubre 14:20-14:40 h	Identificación de la estructura cristalina del compuesto Ti_4Pt_3 – Resultados Preliminares	Karem Tello	Universidad Técnica Federico Santa María, Chile
PO-16 11 Octubre 14:40-15:00 h	First-Order structural transition and pressure-induced lattice/phonon anomalies in Sr_2IrO_4	Eduardo Granado	Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Brasil
PO-17 11 Octubre 15:00-15:20 h	Presentación ICDD		
PO-18 11 Octubre 15:40-16:00 h	FDU-12 mesoporous silica for protection and delivery of Biomolecules	Márcia C.A. Fantini	Instituto de Física, Universidade de São Paulo, Brasil
PO-19 11 Octubre 16:00-16:20 h	Diclofenac imidazolium monohydrate: synthesis and solid-state characterization	Cecilia Carolina Pinheiro da Silva	Universidade Federal de São Carlos, Brasil
PO-20 11 Octubre 16:20-16:40 h	A family of incommensurate modulated structures: Metal derivatives of Valproic acid	Graciela Díaz	Universidad de los Andes, Venezuela
PO-21 11 Octubre 16:40-17:00 h	Structural determination of Fe_5Te_4 nanoparticles obtained by mechanochemical using powder diffraction	Kelli de Fatima Ulbrich	Universidade Federal de Santa Catarina, Brasil
PO-22 11 Octubre 17:00 -17:20 h	Estudio de la procedencia de pigmentos arqueológicos por difracción de rayos x Sincrotrón y método de Rietveld	Esteban Elvis Asto Ramos	Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Perú
PO-23 12 Octubre 09:40 -10:00 h	Información que podemos obtener de viejos cristales de proteínas	Hugo L. Monaco	Universidad de Verona, Italia - Argentina
PO-24 12 Octubre 10:00 -10:20 h	Análisis estructural de proteínas ancestrales mediante cristalografía de rayos X	Victor Castro-Fernández	Universidad de Chile, Chile
PO-25 12 Octubre 10:20 -10:40 h	Búsqueda circular: acerca de las estrategias que no fueron útiles para resolver la estructura de una proteína	G.A Mardones	Universidad Austral de Chile, Chile
PO-26 12 Octubre 11:10 -11:30 h	Structural studies, cofactor engineering and kinetic behavior of the D-lactate dehydrogenase from <i>Escherichia coli</i>	Pablo Maturana	Universidad de Chile, Chile
PO-27 12 Octubre 11:30 -11:50 h	X-ray studies of the conformational variability of <i>E. coli</i> 6-phosphogluconate dehydrogenase	Ricardo Cabrera	Universidad de Chile, Chile



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SUPRAMOLECULAR DIMERS OF TWO NOVEL DIHYDROQUINOLINES
ISOMERS

W.F. Vaz, G. D. C. D'Oliveira, C. N. Perez, H. B. Napolitano, *Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 75132-903, Brasil wesfonseca@gmail.com*

The quinolinone scaffold is one of the privileged structures in drug discovery due exhibit a wide range of biological activities like anti-inflammatory, anticancer, antidiabetic, and antipsychotic agents. These results have been attracting attention to development and understanding about new quinolinone scaffolds^{1,2}. In this study (E)-2-(4-chlorophenyl)-3-(4-nitrobenzylidene)-1-(phenylsulfonyl)-2,3-dihydroquinolin-4(1H)-one (P-DH4) and (E)-2-(4-chlorophenyl)-3-(3-nitrobenzylidene)-1-(phenylsulfonyl)-2,3-dihydroquinolin-4(1H)-one (M-DH4) were synthesized and characterized by single crystal X-ray diffraction, spectroscopy techniques and theoretical calculations. Both molecules crystallized in the monoclinic P21/n space group. Their crystallographic structures, intermolecular interactions, supramolecular arrangements and the structural and electronic effect on position of the nitro group were investigated. Both P-CNP and M-CNP supramolecular arrangements are dominated by dimers involving intermolecular interactions of type C-H...O and C-H...Cl. Moreover, theoretical calculations of electrostatic potential surface maps associated with Hirshfeld surface analysis helped in the understanding about molecular reactivity of quinolinones under study.

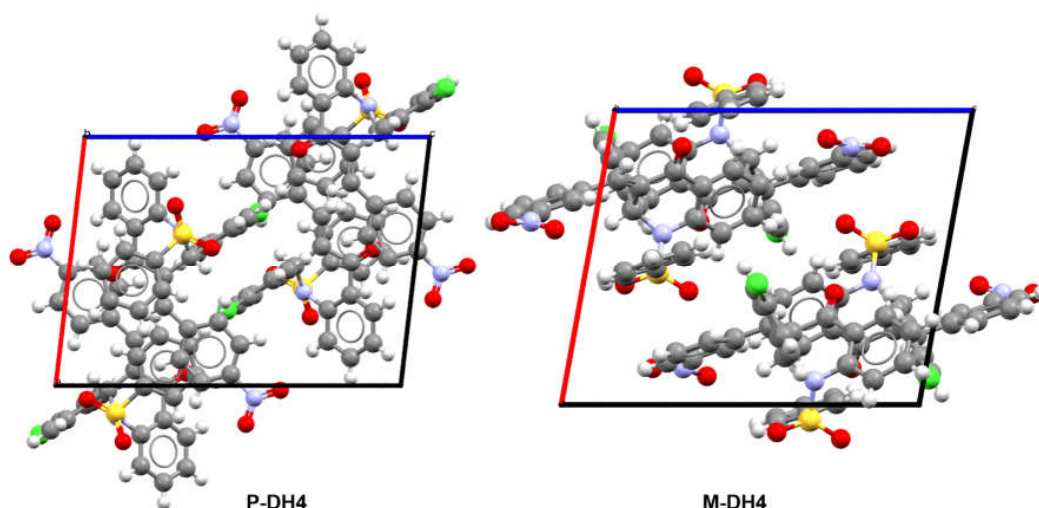


Fig.1. Crystal Packing of P-DH4 and M-DH4.

Agradecimientos: The authors would like to thank Brazilian funding agency: Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Goiás (FAPEG).

Referencias:

1. Kim, J. H., Ryu, H. W., Shim, J. H., Park, K. H. & Withers, S. G. *ChemBioChem* **10**, 2475–2479 (2009).
2. Shiro, T., Fukaya, T. & Tobe, M. *European Journal of Medicinal Chemistry* **97**, 397–408 (2015).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ANÁLISE ESTRUTURAL E ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DE UM COMPLEXO
DINUCLEAR DE COBRE(II) COM HIDRAZONA

P. H. de O. Santiago^a, M. S. Castro^b, C. C. Gatto^a

^aLaboratório de Síntese Inorgânica e Cristalografia, Universidade de Brasília, Brasil.

^bLaboratório de Toxinologia, Universidade de Brasília, Brazil.

pedrophs.santiago@gmail.com

Complexos metálicos com ligantes hidrazonas são amplamente estudados devido ao amplo perfil farmacológico que apresentam, atuando como agentes antitumorais, antituberculares e antimicrobianos.^{1,2} Foi sintetizado um complexo de cobre(II) com o ligante 2-acetilpiridina-benzoil-hidrazona (HL), $[\text{CuL}(\text{CH}_3\text{COO})]_2$, o qual teve sua estrutura elucidada por difração de raios X e técnicas espectroscópicas. O potencial antimicrobiano do ligante HL e do complexo de cobre(II) foi avaliado contra bactérias Gram-positivas e Gram-negativas, e fungos.

Os resultados obtidos na análise espectroscópica confirmam estão de acordo com a estrutura elucidada pela técnica de difração de Raios X de monocristal, indicando a formação do complexo dinuclear $[\text{CuL}(\text{CH}_3\text{COO})]_2$ (Figura 1), com cada átomo de cobre(II) numa geometria pirâmide de base quadrada, coordenado à hidrazona aniônica por meio do sistema quelato *N-N-O* do ligante, e a dois átomos de oxigênio provenientes dos íons acetato, os quais atuam como ligantes em ponte.

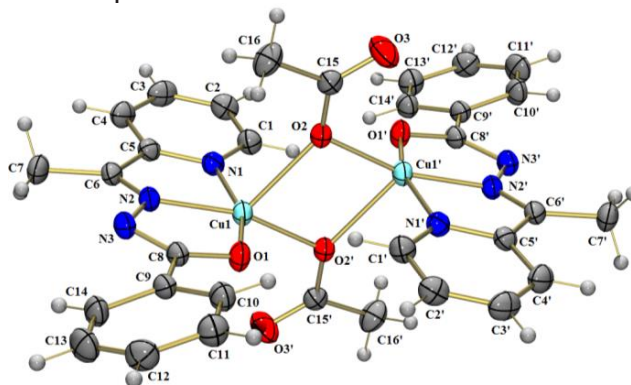


Figura 1. Projeção ORTEP do complexo $[\text{CuL}(\text{CH}_3\text{COO})]_2$. Elipsóides térmicas com 30% de probabilidade.

O ligante HL e o complexo de cobre(II) apresentaram atividade antimicrobiana contra a maioria dos microorganismos testados, sendo observado um aumento na atividade antibacteriana da hidrazona com sua complexação ao íon cobre(II).

Acknowledgements: CAPES, FAPDF and UnB.

References:

1. G. S. S. Firmino, M. V. N. Souza, C. Pessoa, M. C. S. Lourenço, J. A. L. C. Resende, J. A. Lessa, *Biometals*, 29, 953 (2016).
2. J. E. Philip, S. A. Antony, S. J. Eeettinilkunnathil, M. R. P. Kurup, M. P. Velayudhan, *Inorg. Chim. Acta*, 469, 87 (2018).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Calculation of the theoretical charge density of a drug-drug cocrystal

A.B. Wanderley^{a*}, M.S. Souza^a, J.C.T. Clavijo^a, I. Camps^b, J. Ellena^a

^aInstituto de Física de São Carlos - USP, São Carlos, SP, 13.560-970, Brasil;

^bDepartamento de Física, ICEX/UNIFAL-MG, Alfenas, MG, 37133-840, Brasil.

*adilson.wanderley@usp.br

Drug-drug cocrystals involve the combination of two or more active pharmaceutical ingredients (APIs) without the need for breakage or formation of covalent bonds. There are few studies on drug-drug cocrystals due to the complexity in their rational design and supramolecular synthesis. Indeed, the routine of preparation from the APIs is carefully and possibly will be co-administered in a specific therapy, rather than being chosen based on the principles of crystal engineering strategies. However, the strong correlation between the starting materials justifies their use together. The characterization of new multicomponent solid forms is a remarkably multidisciplinary process whose stages involve both experimental and theoretical methods. Interactions between pharmacophoric and receptor groups are governed by molecular electron properties, and correlating them with the topological features of charge density (CD) is part of the theoretical studies. These studies involve calculations of wave functions to obtain the CD distribution (Fig. 1), as well as the structure factors, through the Bader's quantum theory of atoms in molecules (QTAIM).¹ Within this research framework, the aim of this work was to characterize the topology of the CD of a drug-drug cocrystal involving 5-Fluorocytosine (antifungal) and Isoniazid (tuberculostatic) in order to correlate the theoretical electronic information with its experimental physico-chemical properties². Therefore, theoretical calculations for three-dimensional periodic systems were performed through the CRYSTAL14³ program package using the Density Functional Theory (DFT) at the B3LYP/6-31Gdp level.

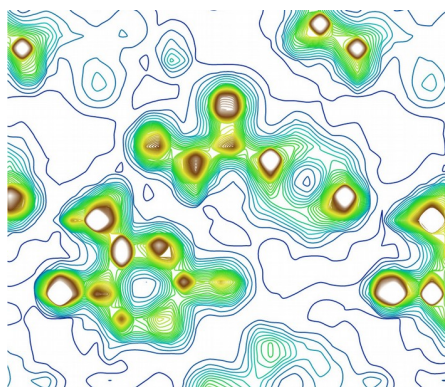


Fig. 1. Electronic density map

Acknowledgements: Max-Planck-Institut für Kohlenforschung - GER / CAPES, FAPESP e CNPq

References:

1. R. F. W. Bader - Atoms in Molecules. A Quantum Theory. Oxford: Clarendon Press (1990)
2. M. S. Souza *et al.* - Protonation of inorganic 5-Fluorocytosine salts. *J. Mol. Struct.* - 1161, 412 (2018)
3. R. Dovesi *et al.* - CRYSTAL14: A Program for the *Ab Initio* Investigation of Crystalline Solids. *Int. J. Quantum Chem.* - 114, 1287 (2014)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Nuevos polímeros de coordinación de Zn(II) y Cd(II) con ligandos isoméricos derivados de 5-metil-1-(piridin-*n*-il)-1H-1,2,3-triazol carboxilato de sodio. síntesis, caracterización Estructural, estudios del efecto isomérico, estabilidad térmica y propiedades fotofísicas.

J. Cisterna^a, P. Narea^a, B. González^a, L. Maxwell^b, A. Cárdenas^c e I. Brito^{a*}

^a Departamento de Química, Universidad de Antofagasta, Av. Universidad de Antofagasta 02800, Antofagasta, Chile.

^b Departamento de Ingeniería Química y proceso de minerales, Universidad de Antofagasta, Av. Universidad de Antofagasta 02800, Antofagasta, Chile.

^c Departamento de Física, Universidad de Antofagasta, Av. Universidad de Antofagasta 02800, Antofagasta, Chile.

Dentro de los compuestos de coordinación, Los polímeros de coordinación (PC's) corresponden a un nuevo tipo de compuestos que pueden ser usados como materiales funcionales, debido a que presentan diferentes tipos de arquitecturas debido a las diferentes geometrías de coordinación que ofrecen los iones [1,2], teniendo en cuenta también, que los ligandos favorecen su formación, según la naturaleza de los átomos dadores y la rigidez estructural que estos poseen.

Por otra parte, los polímeros de coordinación representa una nueva y activa área de la química de coordinación, con materiales que poseen propiedades físico-químicas importantes, entre las que se destacan: Almacenaje químico[3], quimiosensores[4], Magnetismo[5] y/o luminiscencia[6,7]. Esta última propiedad, ha sido ampliamente investigada[8].

En el presente trabajo, se han estudiado los factores estructurales asociados al uso del compuesto 5-metil-1-(piridin-*n*-il)-1H-1,2,3-triazol carboxilato de sodio, donde "n" corresponde a la posición de un átomo de nitrógeno en el fragmento piridilo que puede estar en posición 3 o 4 (ver figura) el cual ha generado excelentes resultados desde el punto de vista estructural. Además de la evaluación de sus propiedades cristalográficas, térmicas y fotofísicas nos permiten postular, a estos compuestos, como potenciales candidatos para materiales como sensores luminiscentes o componentes opto-electrónicos

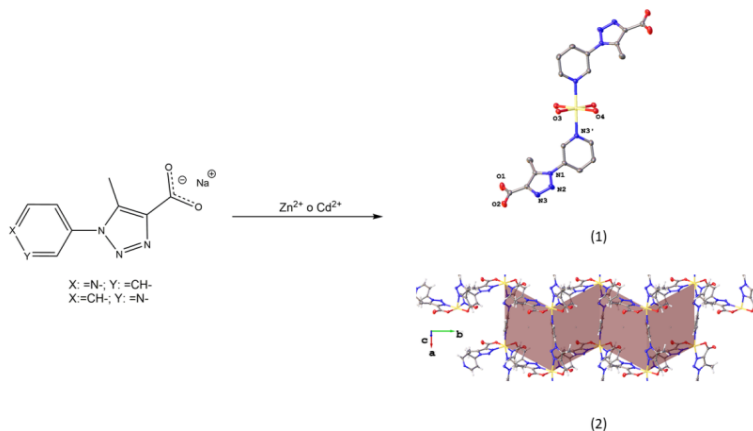


Fig.1. Formación de diferentes estructuras por efecto del cambio posicional del nitrógeno en el fragmento piridilo (1) complejo metálico clásico y (2) polímero de coordinación 3D.

Agradecimientos: Los autores de este trabajo agradecen a FONDECYT (proyecto 1170256) por el soporte financiero, a FONDEQUIP (EQM13-0021), a la Universidad de Antofagasta por el soporte económico para la adquisición de las licencias para las bases de datos de Cambridge (CCDC) y por financiamiento para pasantía postdoctoral.

Referencias:

- [1] C. Janiak, Dalt. Trans. (2003) 2781. [2] M. Eddaoudi, D.B. Moler, H. Li, B. Chen, T.M. Reineke, M. O'Keeffe, O.M. Yaghi, Acc. Chem. Res. 34 (2001) 319–330.
- [3] S. Kitagawa, K. Uemura, Chem. Soc. Rev. 34 (2005) 109–119. [4] T.H. Kim, S. Lee, Y. Jeon, Y.W. Shin, J. Kim, Inorg. Chem. Commun. 33 (2013) 114–117. [5] Q. Yue, J. Yang, G. Li, G. Li, W. Xu, J. Chen, S. Wang, 44 (2005) 5241–5246. [6] L.N. Hao, Y. Lu, Z.Z. He, Z.J. Liu, E. Wang, Inorg. Chem. Commun. 55 (2015) 88–91. [7] Y. Cui, B. Chen, G. Qian, Coord. Chem. Rev. 273–274 (2014) 76–86. [8] S.L. Zheng, X.M. Chen, Aust. J. Chem. 57 (2004) 703–712.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



POLÍMEROS DE COORDINACIÓN CON UNA NUEVA TOPOLOGÍA
SUPRAMOLECULAR COMO MATERIALES FOTOLUMINISCENTES Y
SENSORES ÓPTICOS

R. F. D'Vries,* L. P. Mondragon, G. E. Gomez, D. Onna, B. C. Barja, G. J. A. A. Soler Illia, J. Ellena.

Universidad Santiago de Cali, Calle 5 # 62-00, Cali, Colombia.

richard.dvries00@usc.edu.co

Tanto los polímeros de coordinación (CPs) como las redes metal-orgánicas (MOFs) han sido objeto de una intensa investigación, debido a sus múltiples aplicaciones en diferentes campos tecnológicos e industriales tales como, catálisis, intercambio iónico, adsorción de gases, magnetismo, sensores ópticos y liberación controlada de fármacos entre los más importantes.¹⁻² En esta oportunidad se presenta la síntesis de CPs a partir de lantánidos mediante la metodología solvotermal. Los nuevos compuestos presentan la fórmula general $[Ln(4-OHBBA)_3(H_2O)_2]$ ($Ln^{3+}=La$ and Pr ; 4-OHBBA=4'-hidroxi-4-bifenilcarboxilato). Estos CPs fueron caracterizados mediante difracción de rayos X de monocristal y de polvo, espectroscopia infrarroja y análisis térmico. A partir de los datos cristalográficos y mediante la utilización del programa TOPOS, fue determinada una red supramolecular 3D 7-nodal con símbolo puntual $(6.8^2)^2(6^2.8)^2(6^3.8^2.10)^2(6^3)^4(6^5.8)^2(8^6)$. Además, se realizaron estudios de fotoluminiscencia y sensado químico, tanto a los compuestos puros, como a las muestras dopadas $La@Ln5\%$ ($Ln=Eu, Tb$ y Dy). Las pruebas de sensado mostraron una prometedora respuesta en presencia de sustancias precursoras de explosivos tales como xileno, xilenol y alcohol bencílico.

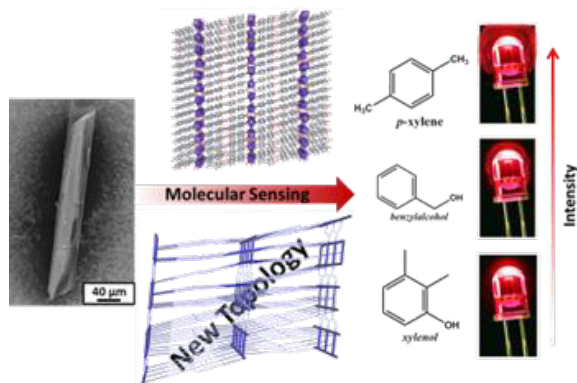


Fig.1. Cristales y representación topológica de los compuestos $[Ln(4-OHBBA)_3(H_2O)_2]$

Agradecimientos: a la Universidad Santiago de Cali, a las agencias CNPq y al CONICET por el soporte económico para la realización de este trabajo.

Referencias:

1. D'Vries, R. F.; Gomez, G. E.; Lionello, D. F.; Fuertes, M. C.; Soler-Illia, G. J. A. A.; Ellena, J. *RSC Advances* **2016**, *6*, 110171
2. Furukawa, H.; Cordova, K. E.; O'Keeffe, M.; Yaghi, O. M. *Science* **2013**, *341*.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Crystal structure of two interesting complexes: change in the coordination sphere of a dinuclear bis(3,5-dimethylpyrazolyl)methane copper(II) and a double-stranded copper(I) helicate used in the determination of amaranth and tartrazine.

M.A. Macías, J.F. Torres, N.J. Bello-Vieda, A. Muñoz-Castro, C. Rojas-Dotti, J. Martínez-Lillo, N. Nuñez-Dallos, O. García-Beltrán, J.A. Calderón, E. Nagles and J. Hurtado
Departamento de Química, Universidad de los Andes, Colombia; Lab. Química Inorgánica y Materiales Moleculares, Universidad Autónoma de Chile; Instituto de Ciencia Molecular, Universitat de València, España; Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas, Universidad de Ibagué, Colombia and Universidad de Antioquia, Colombia. ma.macias@uniandes.edu.co

The complex of formula $[\text{CuCl}(\text{H}_2\text{C}(3,5\text{-Me}_2\text{pz}))_2(\mu\text{-Cl})_2]$ reveals a dinuclear character supporting a $(\text{CuN}_2\text{Cl}_2)_2$ core and a weak antiferromagnetic exchange coupling between the two Cu(II) ions. This interesting compound undergoes a water dissociation that generates a change in the coordination sphere of the metals, yielding the mononuclear Cu(II) complex of formula $[\text{CuCl}\{\text{H}_2\text{C}(3,5\text{-Me}_2\text{pz})_2\}_2]\text{Cl}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ with the formation of the $(\text{CuN}_2\text{Cl}_2)_2$ core which was supported by X-ray single-crystal/powder diffraction and visible absorption spectroscopy due to a notorious change in the color from yellow to green (Fig. 1a) [1]. On the other hand, the new double-stranded copper (I), $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{CuIN}_3\text{O}$, shows an interesting helical structure with a backbone constituted of copper and iodine atoms interacting to form an infinite ladder along the [001] direction. Each coordinate ligand is wound around the central ladder by the bonding of the nitrogen atoms to two different metallic centers building the helicate chain. $\pi\cdots\pi$ stacking interactions are observed involving the benzene rings of two different chains with distances of 3.6066(12) Å, a value that imitates the stacked base pairs in DNA. This compound was used for the first time in a single-walled carbon nanotube-modified screen printed electrode for the voltammetric determination of amaranth and tartrazine (Fig. 1b) [2].

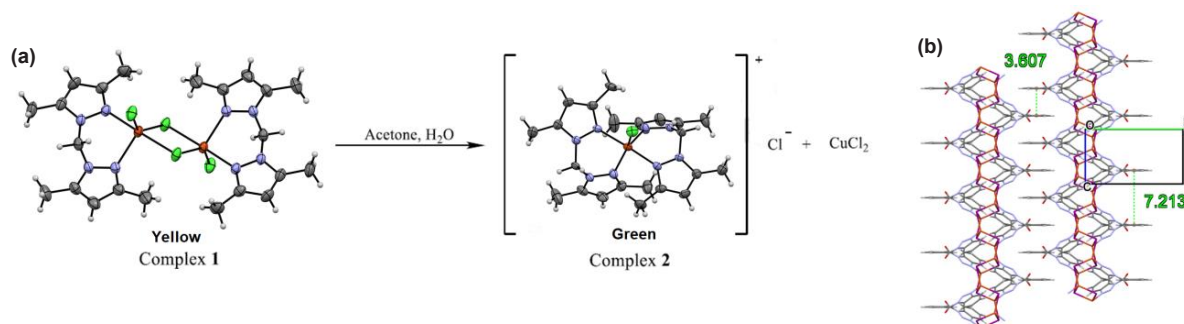


Fig.1. (a) Change in the coordination sphere after recrystallization. (b) Double-stranded copper (I).

Agradecimientos: Universidad de los Andes, Spanish Ministry of Science, FONDECYT, Universidad de Ibagué, COLCIENCIAS.

Referencias:

1. J.F. Torres, N.J. Bello, M.A. Macías, A. Muñoz, C. Rojas, J. Martínez, J. Hurtado, Eur. J. Inorg. Chem. (2018), In Press, 10.1002/ejic.201800478
2. N. Nuñez, M.A. Macías, O. García, J.A. Calderón, E. Nagles, J. Hurtado, J Electroanal Chem, 822, 95 (2018)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SÍNTESIS, ESTUDIO ESTRUCTURAL Y EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD
ANTIFÚNGICA DE CETIMINAS DERIVADAS DE LA 9H-FLUORENONA Y LA
ANILINA

H. A. Camargo^{1,3}, M. Y. Barón¹, S. D. Rodríguez¹, J. A. Gutierrez², J. A. Henao³,

¹ Grupo de Investigaciones en Nuevos Materiales y Energías Alternativas (GINMEA),
Facultad de Química Ambiental, Universidad Santo Tomás, Floridablanca, Santander,
Colombia. hernando.camargo@ustabuca.edu.co

² Grupo de Investigación en Bioquímica y Microbiología (GIBIM)_Universidad Industrial de
Santander, Bucaramanga, Colombia

³ Grupo de Investigación en Química Estructural (GIQUE), Universidad Industrial de
Santander, Bucaramanga, Colombia

Las bases de Schiff, son compuestos orgánicos con reconocida actividad biológica antifúngica, antiviral y antipirética¹. Están direccionados a la producción de nuevos principios activos, con el fin de buscar alternativas en el tratamiento de enfermedades resistentes que se han desarrollado en los últimos años².

En el presente trabajo se realizó la síntesis de los compuestos N-(4-Xfenil)-9H-fluoren-9-imina [X= F (3a); Cl (3b); Br (3c); I (3d)], mezclando cantidades estequiométricas de 9H-fluorenona y *p*-anilina sustituida (F, Cl, Br, I). La caracterización molecular se realizó empleando Infrarrojo y Espectrometría de masas. La caracterización cristalográfica y estructural se llevó a cabo por técnicas de difracción de rayos X (monocristal y polvo). Finalmente se evaluó la actividad antifúngica frente a las especies de *Cándida* (*Cándida albicans* y *Cándida Krusei*).

La evaluación de la actividad antifúngica frente a las cepas *Cándida albicans* ATCC 10231 y *Cándida krusei* ATCC 6258 determinó que los compuestos [3a], [3b], [3c] y [3d] pueden clasificarse como fungistáticos por las concentraciones de eficiencia que presentaron para inhibir el crecimiento del hongo patógeno. El estudio de bioactividad mostró que el compuesto [3a], es el más activo frente a las cepas de *C. albicans* y *C. krusei*, al tener un % de inhibición del 90 y 87.4% respectivamente con una concentración de 0.25mg/mL. Se concluye que el estudio de la variación de los sustituyentes halógenos en posición *para*, en las estructuras tradicionales para el tratamiento de enfermedades, es importante debido a que nuevas modificaciones pueden descubrir potenciales grupos que favorezcan y potencialicen la actividad biológica.

Palabras clave: Caracterización estructural; cetiminas; actividad antifúngica

Agradecimientos: Al Centro de Investigación de la Universidad Santo Tomás por el soporte económico mediante la X convocatoria interna de proyectos de investigación y al Laboratorio de Rayos-X, PTG de la Universidad Industrial de Santander por la toma de datos de difracción de rayos-X.

Referencias:

1. Ahmed, M. *Arabian Journal of Chemistry*, 1-13 (2016)
2. Mohamed Y. B, E. A. *Journal of Engineering Science and technology*, 1-14 (2017)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



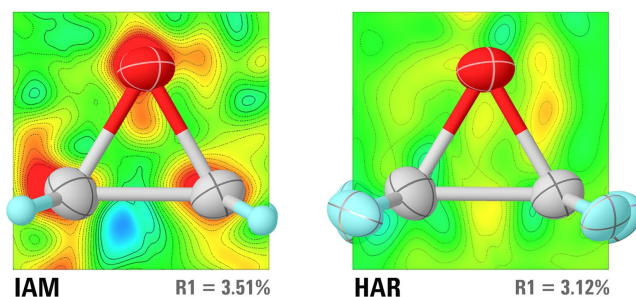
Accurate Hydrogen Atom Positions from standard X-ray Data: Hirshfeld Atom Refinement and Olex2

Horst Puschmann, Oleg Dolomanov
OlexSys Ltd, Chemistry Department, Durham University, Durham, UK

"Hirshfeld atom refinement (HAR) is a novel X-ray structure refinement technique that employs aspherical atomic scattering factors obtained from stockholder partitioning of a theoretically determined tailor-made static electron density. HAR overcomes many of the known limitations of independent atom modelling (IAM), such as too short element-hydrogen distances, or too large atomic displacement parameters (ADPs)" [1]

HAR is now available in the general release version of Olex2 [2]. Given a standard X-ray dataset of good quality, information that could so far only be obtained by neutron diffraction can now be determined using HAR: accurate hydrogen atom positions. The residual electron density maps derived from this quantum crystallographic technique will also be much 'cleaner' than those obtained from standard Independent Atom Model (IAM) refinements. HAR is easy to run from Olex2, and in this contribution, I will introduce what HAR is, how it is implemented in Olex2 and how you run it. I will also discuss the current limitations of the technique. I invite you to try this at home: this presentation is available online and contains everything you need to know to get started [3].

Olex2 is open-source, available for Windows, MacOS and Linux and is free of charge.



Referencias:

- [1] Fugel, M.; Jayatilaka, D.; Hupf, E.; Overgaard, J.; Hathwar, V.R.; Macchi, P.; Turner, M.J.; Howard, J.A.K.; Dolomanov, O.V.; Puschmann, H.; Iversen, B.B.; Büergi, H.-B. & Grabowsky, S. (2018). IUCrJ, 5, 32-44
[2] Dolomanov, O.V.; Bourhis, L.J.; Gildea, R.J.; Howard, J.A.K.; Puschmann, H. (2009). J. Appl. Cryst., 42, 339-341.
[3] <https://goo.gl/JJYrSh>



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Síntesis, caracterización estructural y propiedades electroquímicas de transporte en **REBCO** como potenciales cátodos de **IT – SOFC**.

J.Grassi^a, M. Macías^b y L.Suescun^{1, a}, ^a Universidad de la República, Montevideo Uruguay 11800, ^b Universidad de los Andes, Bogotá, Colombia No 18A-12. joaquingrassi@fq.edu.uy

Las celdas de combustible de óxido (SOFCs) son consideradas una excelente alternativa entre las diferentes formas de energía limpia, especialmente en el caso de aplicaciones estáticas y de largo tiempo de operación debido a su alta eficiencia, estabilidad y flexibilidad respecto a los combustibles utilizados¹. Específicamente, la reacción electroquímica tiene lugar sobre la superficie de los electrodos, la oxidación de un combustible (hidrógeno, hidrocarburos livianos, etc.) en el ánodo, donde los electrones colectados realizan trabajo eléctrico en un circuito externo y arriban al cátodo, en el cual reaccionan con oxígeno para reducirlo. El circuito se cierra por transporte de iones por el electrolito sólido, siendo CO₂ y/o agua (si el combustible es hidrógeno puro) los producto/s de reacción.

Recientemente el interés en estos dispositivos se enfocó en el estudio de las llamadas SOFCs de temperatura intermedia (IT-SOFC) que operan entre 600-800 °C, lo que genera la necesidad de estudiar nuevos materiales que presenten una alta actividad electroquímica en este rango de temperaturas. Los valores más altos de actividad catalítica, se han reportado para materiales con estructura cúbica o pseudocúbica tipo Perovskita (ABO_{3-δ}) con deficiencia de oxígeno (δ > 0). Los más estudiados se componen por una mezcla de metales alcalinotérreos y lantánidos en el sitio A y una combinación de metales de transición 3d en el sitio B, lo que genera suficientes vacancias de oxígeno, produciendo así un conductor mixto, iónico y electrónico (MIECs). Nuestro grupo ya preparó y estudió previamente cátodos convencionales con dopantes no convencionales, como Cu².

Considerando el gran número de vacancias móviles (incluso a temperatura ambiente) y la alta conductividad eléctrica del superconductor tradicional YBa₂Cu₃O₇³, nuestro grupo se enfocó en la posibilidad de utilizar este tipo de materiales como electrodo (cátodo) para SOFC. Sin embargo YBCO muestra una transición de fase (O/T) lo que modifica el contenido de oxígeno y la movilidad de estas vacancias, comprometiendo la estabilidad mecánica de la celda.

Se presenta un estudio extendido sobre YBa₂Cu₃O₇, NdBa₂Cu₃O_{6 + δ}, SmBa₂Cu₃O_{6 + δ} y LaBa₂Cu₃O_{6 + δ} obtenido mediante síntesis por combustión [3], la caracterización estructural y la evolución de los parámetros de celda en función de la temperatura utilizando difracción rayos X de radiación sincrotrón (S-XRD)

Referencias:

- [1] A.V. Da Rosa, Fundamentals of Renewable Energy Processes, third ed. Elsevier, Oxford, UK, 2013. [2] Vázquez, S.; Basbus, J. et al. *Journal of Power Sources* (2015) 274 318-323. [3] Jorgensen, J.D; Beno, M.A et al., *Phys. Rev. B* 36 (1987) 3608-3616. [3] Singanahally T. Aruna; Alexander S. et al. *Solid State and Materials Science* 12 (2008) 44-50.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



PROPIEDADES ESTRUCTURALES DE SOLUCIONES SÓLIDAS
 $\text{Ir}_{1-x}\text{Rh}_x\text{Te}_2$ con $(0 \leq x \leq 1)$.

Florencia E. Lurgo^{1*}, Juan M. De Paoli¹ y Raúl E. Carbonio¹
1INFIQC (CONICET- UNC), Departamento de Fisicoquímica, Facultad de Ciencias
Químicas, Universidad Nacional de Córdoba, Haya de la Torre Esq. Medina Allende,
Ciudad Universitaria, X5000HUA Córdoba, Argentina.
[*florencialurgo@gmail.com](mailto:florencialurgo@gmail.com)

Recientes estudios de los dicalcogenuros de metales de transición muestran un enlace Te–Te muy corto, generando enlaces inter-teluro del tipo $[\text{Te}_2]^{2-}$. Este tipo de enlaces es observado en familias estructurales del tipo CdI_2 y Pyrita¹. Ambas estructuras coexisten a temperatura ambiente. Diseñar y sintetizar soluciones sólidas $\text{Ir}_{1-x}\text{Rh}_x\text{Te}_2$ que presenten una estructura del tipo CdI_2 es de gran importancia para futuros estudios en termoelectricidad y magnetoelectricidad².

En el presente trabajo se ha sintetizado la familia $\text{Ir}_{1-x}\text{Rh}_x\text{Te}_2$ con $(0 \leq x \leq 1)$ usando ampollas de cuarzo evacuadas al vacío, con el tratamiento térmico adecuado según la composición y un enfriado por quenching para obtener la fase de interés. Las muestras fueron sintetizadas en forma policristalina y la caracterización estructural fue realizada por difracción de rayos X de polvos. Un exhaustivo refinamiento Rietveld permitió determinar que todas las composiciones presentan un rearrreglo del tipo CdI_2 (grupo espacial $P-3m1$) polimérico (figura 1) debido a las interacciones inter-teluro y a la similitud en los radios de los cationes de los metales de transición.

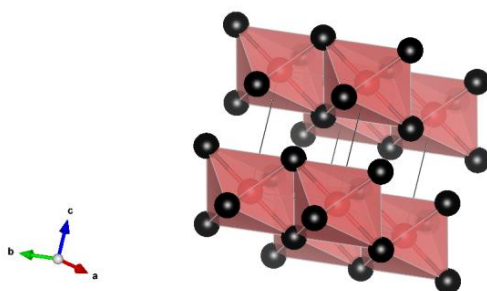


Figura 1. Estructura del IrTe_2 .

Agradecimientos: Este trabajo fue financiado por CONICET a través del subsidio PIP No. 2013-11220120100360, SeCyT- Universidad Nacional de Córdoba (Argentina) y FONCyT. F.E.L agradece a CONICET por el financiamiento y al país ARGENTINA por el lugar de trabajo y la excelente educación recibida en la Universidad Nacional de Córdoba.

Referencias:

1. V. Abadie, S. Jobic, R. Krachler, H. Ipserb, I. Orion, R. Brec. Journal of Alloys and Compounds 268 (1998) 50–59.
2. Terry M. Tritt and M.A. Subramanian. MRS BULLETIN, 2006, Vol. 31.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Evolución de la microestructura en aleaciones Ti-30Nb-13Ta-2Mn preparadas mediante aleado mecánico

C. Aguilar¹, C. Salvo, R. Cardoso-Gil^{1,2}, A. Medina³, L. Bejar³, R.V. Mangalaraja⁴
¹UTFSM, Valparaíso, Chile; ²MPI-CPfS, Dresden, Germany; ³UMSNH, Morelia, Mexico,
U. de Concepción, Concepción, Chile
Claudio.aguilar@usm.cl

Enfocamos nuestra investigación en aleaciones de Ti, ya que tienen amplio uso en aplicaciones biomédicas, debido a sus excelentes propiedades como resistencia a la fatiga y a la corrosión, maleabilidad y biocompatibilidad. Hemos estudiado los efectos del tiempo de molienda en los mecanismos de aleación impulsados por deformación en el sistema Ti-30Nb-13Ta-2Mn (p/p), utilizando difracción de rayos-X (DRX), microscopía electrónica de barrido (SEM) y de transmisión de alta resolución (HRTEM)¹. La molienda de alta energía se realizó bajo atmósfera de argón durante diferentes tiempos desde 1 a 110 h, utilizando medios de molienda de agata. Los patrones de DRX evidencian la formación de solución sólida Ti- β . Sobre 20 h de molienda, la alta energía del proceso favorece la formación de fases cristalinas de Ti- β y Nb-fcc embebidas en fase amorfa. Sobre las 50 h de molienda, se obtienen una aleación de morfología esférica y texturizada, evidenciada por análisis de SEM y DRX respectivamente. También se detectó la formación de Nb con estructura cristalina bcc, figura 1. Los parámetros de red, tamaño de cristalita y microdeformación (rms) se obtienen del análisis de Rietveld usando el programa MAUD². Los dominios nanocristalinos se cuantifican también mediante TEM, que muestra la coexistencia de partículas amorfas y nanocristalinas de Mn₂Ti, MnTi, NbTi₄, Nb-fcc and β -Ti en una matriz amorfa.

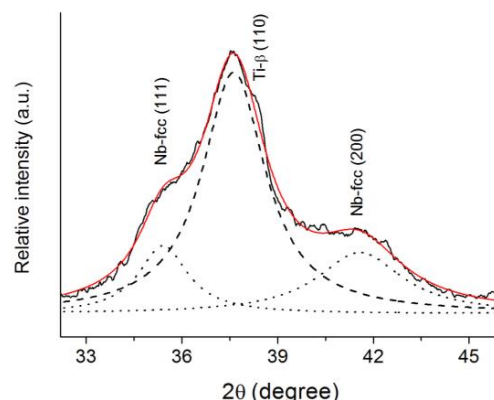


Fig.1. Deconvolución de reflejos que muestra presencia de Nb BCC de polvos molidos 50 h

Agradecimientos: FONDECYT Pro. no.1161444 y beca de doctorado CONICYT-PCHA/Doctorado Nacional/2016-21161251).

Referencias:

1. C. Salvo, C. Aguilar, R. Cardoso-Gil, A. Medina, L. Bejar, R.V. Mangalaraja, J. Alloy Compd. 15, 720 (2017)
2. L. Lutterotti, S. Matthies, and H.R. Wenk, Newslett. CDP 21, 14 (1999)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Estudio de la estabilidad estructural del MOF MIL-53(Fe) aplicado como catalizador heterogéneo en reacciones tipo Fenton

Gabriela Ortega, Celeste Bernini, Bibiana Barbero & Griselda Narda
Instituto de Investigaciones en Tecnología Química (CONICET) - Universidad Nacional de San Luis, Ciudad de San Luis, Argentina. gabrielaortega2008@gmail.com

La Tecnología Fenton es un proceso fisicoquímico de oxidación eficiente para el tratamiento de aguas residuales debido a que se caracteriza por la generación de radicales hidroxilo ($\bullet\text{OH}$, $E_0 = 2.80 \text{ V}$) en presencia de un catalizador, como iones ferrosos: $\text{Fe}^{2+} + \text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \bullet\text{OH} + \text{OH}^- + \text{Fe}^{3+}$. Los radicales $\bullet\text{OH}$ son especies altamente oxidantes capaces de degradar una amplia variedad de contaminantes orgánicos. Sin embargo, cuando esta tecnología se aplica en fase homogénea se enfrenta a una serie de problemas que limitan su escalabilidad industrial. En la búsqueda de nuevas estrategias que permitan solventar esta problemática, las redes metal-orgánicas conocidas como Metal Organic Frameworks (MOFs) están emergiendo como catalizadores Fenton heterogéneos^{1,2} debido a que sus estructuras, morfología de poros y funcionalidad química pueden ser manipuladas y/o post-modificadas a fin de inducir propiedades específicas. Una característica crucial que determina la aplicabilidad de este tipo de materiales en sistemas Fenton alternativos es su estabilidad estructural después de estar en contacto con medios acuosos³⁻⁵ que simulen las condiciones de pH y temperatura de efluentes industriales. Bajo este enfoque, se sintetizó el MOF denominado MIL-53(Fe)⁶ y se estudió su estabilidad en agua a diferentes valores de pH (2-10) y temperatura (25 y 50 °C) mediante la determinación del hierro lixiviado por el método Hidroxilamina - 1,10-Fenantrolina. Adicionalmente, los sólidos fueron analizados por diversos métodos fisicoquímicos y espectroscópicos tales como DRXP, FT-IR, MEB y TGA. Con base en la evidencia experimental obtenida, se puede decir que el MIL-53(Fe) sintetizado tiene la capacidad de tolerar valores de pH entre 4 y 10, los cuales son característicos de efluentes industriales. Además, la estabilidad térmica del material fue confirmada hasta 50°C. Estos resultados postulan a este MOF como un excelente candidato para su utilización como catalizador Fenton para el tratamiento de efluentes industriales.

Agradecimientos: Al CONICET, FONCyT y la Universidad Nacional de San Luis por el apoyo financiero recibido mediante los proyectos PUE 71-INTEQUI y los PROICOS 2-2016 y 2-0316. A la Dra. Ing. María Martha Barroso Quiroga por su asistencia técnica en la obtención de los Difractogramas de Rayos X.

Referencias:

1. Y. Gao, G. Yu, K. Liu, S. Deng, B. Wang, J. Huang, Y. Wang, Chem. Eng. J., 330, 157 (2017).
2. C. Gao, S. Chen, X. Quan, H. Yu, Y. Zhang, J. Catal., 356, 125 (2017).
3. C. Wang, X. Liu, N. K. Demir, J. P. Chen, K. Li, Chem. Soc. Rev., 45, 5107 (2016).
4. N.C. Burch, H. Jasuja, K.S. Walton, Chem. Rev., 114, 10575 (2014).
5. J. Canivet, A. Fateeva, Y. Guo, B. Coasne, D. Farrusseng, Chem. Soc. Rev., 43, 5594 (2014).
6. P. Horcajada, C. Serre, G. Maurin, N. A. Ramsahye, F. Balas, M. Vallet-Regí, M. Sebban, F. Taulelle, G. Férey, J. Am. Chem. Soc., 130, 6774 (2008).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Identificación de la estructura cristalina del compuesto Ti_4Pt_3 – Resultados Preliminares

Karem Tello^a, Raúl Cardoso-Gil^b, Fernanda Arancibia^a, Claudio Aguilar^a y Nubia Caroca-Canales^b

^aDepto de Ingeniería Metalúrgica y de Materiales, UTFSM, Valparaíso, Chile

^bMax-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe, Dresden, Alemania

En el año 2004, Biggs *et al.* [1], realizaron una revisión del diagrama de fases Ti-Pt en el rango de composición 30-60 at.% Pt en la cual determinaron una nueva fase con composición estequiométrica Ti_4Pt_3 en el rango de composición 41-44 at.%. Desafortunadamente, no lograron caracterizar cristalográficamente dicha fase. Más tarde, Tello [2] re-estudió el diagrama de fases Ti-Pt en el rango de composición 30-50 at.%Pt y propuso que la fase Ti_4Pt_3 posee una estructura cristalina pseudo-hexagonal. En este estudio se identificó una estructura cristalina para la fase Ti_4Pt_3 que mejor se ajusta a los datos experimentales de difracción de rayos x obtenidos. Se fabricaron tres muestras cuya composición fueron 41,7 at.% Pt, 42,8 at.% Pt y 43,4 at.% Pt las cuales fueron analizadas por microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos x. La microestructura en estado as-cast reveló principalmente dendritas de la fase Ti_4Pt_3 y eutéctico $Ti_3Pt+\alpha-TiPt$ en las zonas interdendríticas. Por otra parte, en las muestras tratadas térmicamente se observó que a medida que aumenta el porcentaje de platino la matriz consiste casi en su totalidad en Ti_4Pt_3 . Al estudiar los difractogramas obtenidos por difracción de rayos x, se observó que algunos reflejos corresponden a las fases conocidas Ti_3Pt y $\alpha-TiPt$ mientras que otros no pudieron ser indexados. Se propuso que estos reflejos no indexados corresponden a la fase Ti_4Pt_3 . Para identificar dicha fase, se recopiló en la literatura existente información sobre otras fases con estequiometría A_4B_3 . Esta información recopilada fue contrastada con el difractograma experimental obtenido para la muestra de composición 41,7 at.% Pt. Finalmente, se sugirió que la estructura cristalina ortorrómbica con grupo espacial $Cmcm$ del tipo Er_3Ge_4 corresponde al mejor modelo considerando los patrones de difracción. Los parámetros de red obtenidos después de realizar los ajustes en el programa MAUD corresponden a: $a= 3,2179 \text{ \AA}$, $b= 10,3419 \text{ \AA}$ y $c= 13,8765 \text{ \AA}$ con volumen de celda igual a $461,7988 \text{ \AA}^3$.

Agradecimientos:

Este proyecto fue financiado por el Gobierno de Chile a través del Proyecto FONDECYT de Iniciación 11130132.

Referencias:

[1]T. Biggs, L. Cornish, M. Witcomb and M. Cortie, "Revised phase diagram for the Pt–Ti system from 30 to 60 at.% platinum," *Journal of alloys and compounds*, vol. 375, pp. 120-127, 2004.

[2]K. Tello, "Phase transformations and equilibria of titanium platinum alloys in the composition range 30-50 atomic percent platinum," Colorado School of Mines, Golden, CO (USA), 2012.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



FIRST-ORDER STRUCTURAL TRANSITION AND PRESSURE-INDUCED
LATTICE/PHONON ANOMALIES IN Sr_2IrO_4

K. Samanta¹, F. M. Ardito², N. M. Souza-Neto², E. Granado¹

¹Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas-SP, Brasil

²Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, Campinas-SP, Brasil

egronado@ifi.unicamp.br

Two intriguing unresolved issues of iridate physics are the avoided metallization under applied pressure of undoped Sr_2IrO_4 and related materials, and the apparent absence of superconductivity under electron doping despite the similarity of the fermiology of these materials with respect to cuprates¹. Here, we investigate the crystal structure and lattice vibrations of Sr_2IrO_4 by a combined phonon Raman scattering and x-ray powder diffraction experiment under pressures up to 66 GPa and room temperature. Density functional theory (DFT) and *ab-initio* lattice dynamics calculations were also carried out. A first-order structural phase transition associated with an 8 % collapse of the c-axis is observed at high pressures, with phase coexistence being observed between ~40 and 55 GPa. At lower pressures and still within the high-symmetry tetragonal phase, a number of lattice and phonon anomalies were observed, reflecting crossovers between isostructural competing states. A critical pressure of $P_1=17$ GPa is associated with the following anomalies: (i) a reduction of lattice volume compressibility and a change of behavior of the tetragonal c/a ratio take place above P_1 ; (ii) a four-fold symmetry-breaking lattice strain associated with lattice disorder is observed above P_1 ; (iii) two strong Raman active modes at ambient conditions (at ~180 and ~260 cm^{-1}) are washed out at P_1 ; and (iv) an asymmetric Fano lineshape is observed for the ~390 cm^{-1} mode above P_1 , revealing a coupling of this phonon with electronic excitations. DFT indicates that the Ir^{4+} in-plane canted magnetic moment is unstable against a volume compression, indicating that the phase above P_1 is most likely non-magnetic. Exploring the similarities between iridate and cuprate physics, we argue that these observations are consistent with the emergence of a rotational symmetry-breaking electronic instability at P_1 , providing hints for the avoided metallization under pressure and supporting the hypothesis of possible competing orders that are detrimental to superconductivity in this family. Alternative scenarios for the transition at P_1 are also suggested and critically discussed. Additional phonon and lattice anomalies in the tetragonal phase are observed at $P_2=30$ and $P_3=40$ GPa, indicating further competing phases that are stabilized at high pressures.

Agradecimientos: LNLS is acknowledged for beamtime concession. This work was supported by Fapesp Grants 2012/04870-7 and 2016/00756-6, and by CAPES and CNPq, Brazil.

Referencias:

1. For a recent review, see G. Cao and P. Schlottmann, Rep. Progr. Phys. **81**, 042502 (2018), and references therein.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



FDU-12 MESOPOROUS SILICA FOR PROTECTION AND DELIVERY OF
BIOMOLECULES

M.C.A. Fantini¹, L.C. Cides da Silva¹, O.A.B.E. Sant'Anna²

¹Instituto de Física, Universidade de São Paulo, Rua do Matão, 1371-Cidade Universitária, São Paulo - SP, 05508-090, Brazil, ²Instituto Butantã, Av. Vital Brasil, 1500 - Butantã, São Paulo - SP, 05503-900, Brazil, mfantini@if.usp.br

3D-cubic ordered mesoporous silica (OMS), known as FDU-12, is synthesized by the template method with the triblock copolymer EO₁₀₈PO₇₀EO₁₀₈ (F-127[®]). It was prepared for the first time in 2006 by Yu and collaborators ⁽¹⁾, with F-127[®] as structure directing agent, KCl as catalyzer and 1,3,5 trimethylbenzene (TMB) as swelling agent, in an acidic solution. The material presents a cage like porous morphology with large mean pore size (~15 nm), smaller pore entrance (~4 nm) and thick walls. OMSs are used in applications in the areas of catalysis, adsorption, large molecules separation, sensors, photonics, optics, drug delivery, acoustic, nanoreactors, nanotechnology in integrated systems, vaccine production, etc. ⁽¹⁻⁵⁾. In this work we synthesized FDU-12 in different conditions in order to achieve larger pores inside the cage and at its entrance, aiming to encapsulate a large amount of biomolecules of specific dimensions. The samples were analyzed by Small Angle X-ray Scattering (SAXS), Nitrogen Adsorption Isotherms (NAI) and Transmission Electron Microscopy (TEM). The SAXS results provided an optimization of the material structural properties, related to their ordered porous structure (lattice parameter a , 26 nm < a < 32 nm). The temperature of the hydrothermal treatment was varied from 100°C to 140°C, as well as the TMB concentration and the time of its addition inside the precursor solution. The results indicated that a rigid temperature control have to be performed in order to assure the reproducibility of the structural, textural and morphological properties of the silica network. The ability to encapsulate insulin and diphtheria anatoxin is been tested and the results of SAXS, NAI and TEM will be presented.

Acknowledgements: Thanks are due to CAPES, FAPESP and CNPq. M.C.A. Fantini and O.A.B.E. Sant'Anna are CNPq fellows.

References:

1. Yu, T. ; Zhang, H.; Yan, X.W.; Chen, Z.X.; Zou, X.D.; Oleynikov, P. ; Zhao, D.Y. Journal of Physical Chemistry B, 110 (2006) 21467.
2. Yang, P.; Zhao, D.; Margolese, D.I.; Chmelka, B.F.; Stucky, G.D. Chemistry of Materials, 11(1999) 2813.
3. Yu, T. ; Zhang, H.; Yan, X.W.; Chen, Z.X.; Zou, X.D.; Oleynikov, P. ; Zhao, D.Y. Journal of Physical Chemistry B, 110 (2006) 21467.
4. Matos, J.R.; Kruk, M.; Mercuri, L.P.; Jaroniek, M.; Zhao, L.; Kamiyama, T.; Terasaki, O.; Pinnavaia, J.; Liu, Y. Journal of the American Chemical Society, 125 (2003) 821.
5. Scaramuzzi, K.; Tanaka, G.D.; Mariano Neto, F.; Garcia, P.R.A.F.; Gabrili, J.M.; Oliveira, D.C.A; Tambourgi, D.V.; Mussalem, J.S.; Paixão-Cavalcante, D.; D´Azeredo Orlando, M.T.; Botosso, V.F.; Oliveira, C.L.P; Fantini, M.C.A., Sant'Anna, O.A. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine, 12(8) (2016) 2241.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Diclofenac imidazolium monohydrate: synthesis and solid-state characterization

Cecilia C. P. da Silva^a, Bolaji C. Dayo Owoyemi^a, Natalia Alvarez^c, Javier Ellena^b, Renato L. Carneiro^a ^aFederal University of São Carlos – UFSCar, Department of Chemistry, Rod. Washington Luís km 235, ZIP 13.560-905, São Carlos – SP, Brazil; ^bInstituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, CP 369, 13.560-970, São Carlos, SP, Brazil; ^cFacultad de Química, General Flores 2124, UdelaR, Montevideo, Uruguay.e-mail: cecycarol@yahoo.com.br.

Diclofenac (DCF) is a BCS class II nonsteroidal anti-inflammatory drug^{1,2}. One novel imidazolium hydrated salt of this active pharmaceutical ingredient (API) was synthesized by solvent evaporation and characterized by single-crystal X-ray diffraction. The DCF-IMI-H₂O salt crystallizes in the monoclinic space group $P2_1/n$, with one (DCF)⁻(IMI)⁺ ionic pair and one molecule of water per asymmetric unit. The salt formation is driven by protonation of the carboxylic group present in the API molecule, with proton transfer to the nitrogen atom of the imidazole ring. The water molecule plays an important role in the maintenance of the crystal lattice, once acts as a bridge between the API and the cofomer of adjacent units. As a result of the intermolecular interactions, two ring motifs emerge, $R_4^6(16)$ and $R_2^4(12)$, detached of blue/red, respectively, in Figure 1.

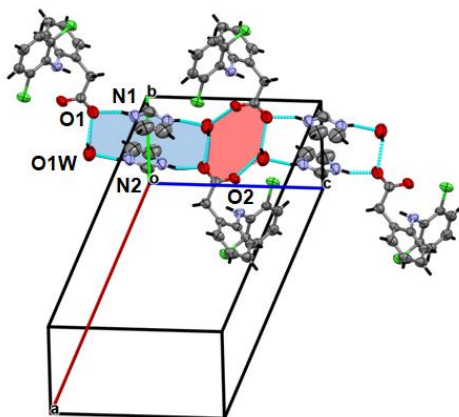


Fig.1. Intermolecular interactions of DCF-IMI-H₂O, evidencing the two ring motifs generated.

Agradecimientos: Authors thank to CAPES and CNPq for financial support.

Referencias:

1. D.E. Lynch, A.S. Bening, S. Parsons, Acta Cryst. Sect. E, E59, o1314-o1317 (2003)
2. A.O. Surov et al., Mol. Pharm., 11, 3707-3715 (2014).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



**A FAMILY OF INCOMMENSURATE MODULATED STRUCTURES:
METAL DERIVATIVES OF VALPROIC ACID**

María Cecilia Dávila¹, Miguel A. Ramírez¹, Analio Dugarte-Dugarte¹, Hernando A. Camargo²,
José Antonio Henao³, José Miguel Delgado¹, Graciela Díaz de Delgado¹

¹ Laboratorio de Cristalografía-LNDRX, Facultad de Ciencias, Universidad de Los Andes, Mérida 5101, Venezuela. ² Grupo de Investigación en Nuevos Materiales y Energías Alternativas, Facultad de Química Ambiental, Universidad Santo Tomás, Florida Blanca, Colombia. ³ Grupo de Investigación en Química Estructural (GIQUE), Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.
e-mail: diaz@ula.ve.

Incommensurate modulated structures are crystalline structures with a regular but aperiodic arrangement of atoms. In these structures, there is a variation (modulation) in parameters such as atomic position, occupation, and/or anisotropic displacement from each unit cell to the next.¹ The modulation can be described by a periodic function (sinusoidal, crenel, sawtooth, zig-zag) of irrational frequency (that does not match an integer number of unit cells). Due to its aperiodic nature, in the diffraction pattern of an incommensurate modulated structure a series of weak reflections (satellites) are observed near the strong (main) reflections. The main reflections are indexed with the conventional Miller indices hkl , while the satellite reflections require the use of additional Miller indices (m, n, o, \dots) and one or more \mathbf{q} vectors additional to the three-dimensional $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$ vectors. These structures are best described as periodic in more than three dimensions (3+d dimensions), and their projection in three-dimensional space is aperiodic. The main reflections provide information about an average 3D structure, while the satellites contain information about the modulation.

It is worth noting that incommensurate modulated structures have been identified mostly in minerals and inorganic compounds. However, the availability of improved 2D detectors and more intense laboratory X ray sources is allowing to detect these interesting features in a growing number of organic and metal-organic compounds, some of them of pharmaceutical use. To the best of our knowledge, only two studies of active pharmaceutical ingredients (APIs) with incommensurate modulated structures have been reported in the literature.

In this contribution, the preliminary characterization by single crystal and powder diffraction of the incommensurate modulated crystal structures of strontium and cadmium derivatives of valproic acid, an API used in the treatment of epilepsy and bipolar disorder, is presented.

Acknowledgements: This work was supported by FONACIT, Grant LAB-97000821, and by Vicerrectoría de Investigación y Extensión, Universidad Industrial de Santander (UIS), Colombia. Access to the *Cambridge Structural Database* (CSD) was possible through the *Frank H. Allen International Research & Education Programme* (FAIRE) from the *Cambridge Crystallographic Data Centre* (CCDC).

References:

1. T. Janssen, G. Chapuis, M. de Boissieu, *Aperiodic Crystals: from modulated phases to quasicrystals*. IUCr Monographs on Crystallography, No. 20. Oxford: IUCr/Oxford University Press, 2007.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



STRUCTURAL DETERMINATION OF Fe₅Te₄ NANOPARTICLES OBTAINED BY
MECHANOCHEMICAL USING POWDER DIFFRACTION

K.F. Ulbrich, C.E.M Campos, *Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Física, Campus Trindade, 88 040-900 Florianópolis, Santa Catarina – SC, carlos.campos@ufsc.br*

Here we present a new nanocrystalline iron-rich telluride, named Fe₅Te₄, easily prepared mechanochemically using ball milling procedures in an inert atmosphere, starting from Fe_xTe powder mixtures with $x = 1.0, 1.25$ and 1.5 , with $x = 1.25$ leading to the pure phase. Its crystal structure has a tetragonal ($I4/m$) symmetry and shows an anomalously short Fe–Fe interaction of 2.52 Å. The structural and microstructural characterization of Fe₅Te₄ nanoparticles (NPs), was performed through conventional powder diffraction and advanced synchrotron Wide Angle X-ray Total Scattering (WAXTS) techniques (X04SA-MS beamline of the Swiss Light Source). With these data we have presented an innovative microstructural model for Fe₅Te₄ NPs, aiming at integrating the effects of microstrain within the Debye Function Analysis (DFA) modeling of a population of spherical NPs of variable size¹. A DFA-based microstrain model, integrated with structure, size and morphology information, indicates the presence of highly strained nanoparticles, with strain preferentially accumulated in the *ab*-plane than along the *c*-axis of the tetragonal structure.

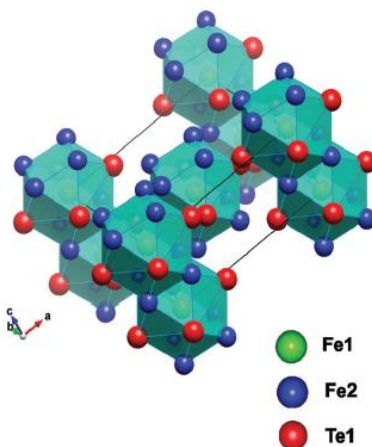


Fig.1. A view of the crystal packing of Fe₅Te₄, highlighting the fused pseudo-cuboctahedral coordination polyhedra about Fe1 atoms.

Acknowledgements: We are grateful to the Brazilian agencies CNPq, CAPES and FAPESC for financial support and X04SA-MS beamline of the Swiss Light Source for technical support. Powder diffraction experiments were performed at LDRX multiuser laboratory at UFSC.

References:

1. K.F. Ulbrich, F. Bertolotti, N. Masciocchi, A. Cervellino, A. Guagliardi and C. E. M. Campos, *Journal Materials Chemistry .C*, vol.6, pp. 3047-3057, 2018, DOI: 10.1039/c7tc05456d.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ESTUDIO DE LA PROCEDENCIA DE PIGMENTOS ARQUEOLÓGICOS POR
DIFRACCIÓN DE RAYOS X SINCROTRÓN Y MÉTODO DE RIETVELD

E.E. Asto, E.L. Zeballos-Velásquez, *Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú*
crystalografiarx@gmail.com

El sitio arqueológico Tambo Colorado es un imponente complejo situado a la margen derecha del valle de Pisco, considerado uno de los sitios incas mejor conservados. Sin embargo, la degradación en las pinturas de sus murales es notoria, lo que plantea una intervención prioritaria para su restauración y preservación¹.

Con este propósito, en el presente trabajo hemos investigado pigmentos geológicos, extraídos de cantera próxima al sitio, los cuales podrían haber sido utilizados como materia prima para la preparación de los pigmentos utilizados en los murales (pigmentos arqueológicos). Resultados de estudios anteriores presentan una semejanza en la composición mineralógica entre los pigmentos arqueológicos y geológicos, pero con la presencia de sales en estos últimos, debido, hipotéticamente, a la contaminación del ambiente². A fin de verificar esta hipótesis, los pigmentos geológicos analizados en este trabajo fueron extraídos de vetas a mayor profundidad de la cantera.

Las medidas de difracción de rayos X sincrotrón³ fueron realizadas en el Argonne National Laboratory (USA), usando la línea de luz 11 BM del Advanced Photon Source. La determinación cualitativa y cuantitativa de la composición de las muestras fue realizada por modelamiento de la reflectividad, mediante el Método de Rietveld.

Agradecimientos: Al Instituto Francés de Estudios Andinos, por la colaboración en la realización de este trabajo.

Use of the Advanced Photon Source at Argonne National Laboratory was supported by the U.S. Department of Energy, Office of Science, Office of Basic Energy Sciences, under Contract No. DEAC02-06CH11357.

Referencias:

1. V. Wright, Proyecto de Investigación Tambo Colorado. Instituto Francés de Estudios Andinos. Lima (2012).
2. V. Wright, G. Pacheco, H. Torres, O. Huaman, Aldo Watanave, E. Zeballos, M. Suhomel, L. Suescun, C. Moulin & P. Melero. "Mural Paintings in Ancient Peru: The Case Of Tambo Colorado, Pisco Valley". Science and Technology of Archaeological Research (2016). Referencia, Vol. 1, N°2.
3. P.L. Lee, D. Shu, M. Ramanathan, C. Preissner, J. Wang, M. A. Beno, R. B. Von Dreele, L. Ribaud, C. Kurtz, S. M. Antao, X. Jiao, B. H. Toby, J. Synchrotron Rad. 15(2008) 427-432



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018

**Can we obtain new information from old protein crystals?
The plasma retinol-binding protein case.**

Massimiliano Perduca^a, Stefania Nicolis^b, Barbara Mannucci^c, Monica Galliano^d and Hugo L. Monaco^a

^a*Biocrystallography Laboratory, Department of Biotechnology, University of Verona,*
^b*Department of Chemistry* ^c*Centro Grandi Strumenti,* & ^d*Department of Molecular Medicine*
University of Pavia, Italy. huqolmonaco@gmail.com

RBP4 (plasma retinol-binding protein) is the 21 kDa transporter of all-trans retinol that circulates in plasma as a moderately tight 1:1 molar complex of the vitamin with the protein. [1]. Many years ago we published the structure of RBP4 holo and believed to be apo at 2.5 Å resolution [2] and wrote at the end of the abstract “In the case of the unliganded form, the central cavity that is occupied by the vitamin in the two human crystalline holo RBPs, is filled by electron density that, at the present resolution we interpret as solvent.” The crystals used for that study had been prepared by microdialysis using protein purified from human plasma and, since they were still kept in our laboratory, we tested them at the ESRF a couple of years ago. We collected a full data set of both the liganded and unliganded crystals at a resolution of 1.5 Å and 2.0 Å respectively and were able to refine the unliganded form using about 20,000 reflections instead of the 10,000 that we had used in the original paper. The result was that we identified a fatty acid in the ligand-binding site of the protein believed to be apo. We also prepared crystals of RBP4 purified from human urine and amniotic fluid, two sources that contain non fluorescent RBP4, i.e. not bound to retinol, and for that reason believed to be the apo form of the protein. In every case we found a fatty acid in the central cavity of the RBP4 molecule, a result that we confirmed by GC-MS analysis of the samples used in the crystallization experiments. This result changes substantially our perception of this protein that has so far been considered to be specific for retinol and is a good example of how simply increasing the quality of the diffraction data can change the perception of the function of a protein [3].

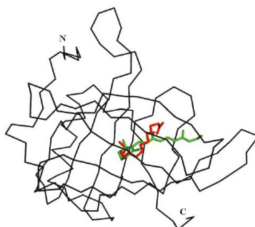


Figure 1. Alternative binding of retinol and palmitic acid to human RBP4.

[1] D.S. Goodman (1984). *Plasma retinol-binding protein*. In “*The Retinoids*” (M.B. Sporn, A.B. Roberts & D.S. Goodman, Eds.) vol 2, pp41-88. Academic Press, New York.

[2] G. Zanotti, S. Ottonello, R. Berni, H.L. Monaco *J. Mol. Biol.* 1993 **230**, 613-624.

[3] M. Perduca, S. Nicolis, B. Mannucci, M. Galliano, H.L. Monaco *BBA - Molecular and Cell Biology of Lipids* 2018 **1863** 458-466.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Análisis estructural de proteínas ancestrales mediante cristalografía de rayos X

Victor Castro-Fernández,
Felipe González-Ordenes, Pablo Cea, Alejandra Herrera-Morandé, Gabriel Vallejos,
Sebastián Muñoz, Nicolás Fuentes, Gissela Araya and Victoria Guixé
Laboratorio de Bioquímica y Biología Molecular, Departamento de Biología, Facultad de
Ciencias, Universidad de Chile, Santiago, Chile
vcasfe@uchile.cl

Una proteína que encontramos actualmente en un organismo vivo es el resultado de un proceso continuo de mutaciones y de selección natural durante la evolución y dichos procesos están restringidos por la función y la estructura de la proteína. Es por esto que para entender las propiedades y funciones una proteína actual es de gran ayuda conocer su estructura y su historia evolutiva. Interesantemente, a mediados del siglo XX ocurren dos eventos importantes respecto a esto; la cristalografía de rayos X aplicada a la determinación de estructuras de proteínas¹ y la idea de reconstruir secuencias ancestrales de proteínas para el estudio de sus historias evolutivas². Aunque la cristalografía de proteínas tuvo un gran desarrollo en el mundo, la reconstrucción de secuencias ancestrales fue retrasada principalmente por limitaciones tecnológicas, pero actualmente se ha convertido en una metodología de fácil acceso. Por otro lado, en Chile, la cristalografía de proteínas no fue muy desarrollada, pero recientemente gracias a un esfuerzo colaborativo entre investigadores latinoamericanos ha comenzado a instalarse como una metodología al alcance de los chilenos, resultando en varias estructuras depositadas en el banco de estructuras de proteínas (Ej. PDB ID 5K27, 5KKG, 6C8Z, 5JX4, 3CQD).

Aquí se presentará parte de la experiencia que ha llevado a nuestro laboratorio a implementar la cristalografía de proteínas y que nos ha permitido resolver estructuras de proteínas ancestrales de la superfamilia riboquinasa. El análisis de dichas estructuras ha hecho posible entender la adaptación de estas proteínas a ambientes extremos [3] y como han evolucionado algunas de sus funciones [4,5].

Agradecimientos: FONDECYT Postdoctorado 3160332 and REDI170497 and FONDECYT 1150460

Referencias:

1. Kendrew JC, et al. A three-dimensional model of the myoglobin molecule obtained by x-ray analysis. *Nature*. 1958;181: 662–666.
2. Pauling L, Zuckerkandl E. Chemical Paleogenetics Molecular “Restoration Studies” of Extinct Form of Life. *Acta Chem Scand*. 1963; S9–S16.
3. Gonzalez-Ordenes F, Cea PA, et al. ADP-Dependent Kinases From the Archaeal Order Methanosarcinales Adapt to Salt by a Non-canonical Evolutionarily Conserved Strategy. *Front Microbiol*. 2018;9.
4. Castro-Fernandez V, Bravo-Moraga F, et al. Emergence of pyridoxal phosphorylation through a promiscuous ancestor during the evolution of hydroxymethyl pyrimidine kinases. *FEBS Lett*. 2014;588: 3068–3073.
5. Castro-Fernandez V, et al. Reconstructed ancestral enzymes reveal that negative selection drove the evolution of substrate specificity in ADP-dependent kinases. *J Biol Chem*. 2017;292: 15598–15610.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Búsqueda circular: acerca de las estrategias que no fueron útiles para resolver la estructura de una proteína

G.A Mardones, *Facultad de Medicina, Universidad Austral de Chile, Valdivia, Chile*
gonzalo.mardones@uach.cl

La cristalización de una proteína para resolver su estructura por difracción de rayos x representa una tarea incierta. Esto se debe a que no existe una forma de predecir las condiciones en que las proteínas cristalizan. Por otro lado, el interés en conocer la estructura de proteínas con potencial biomédico ha llevado al reemplazo progresivo de la purificación de proteínas desde sus fuentes naturales por el uso de proteínas recombinantes producidas en sistemas heterólogos. Una de las ventajas del uso de proteínas recombinantes es la posibilidad de introducir sustituciones de aminoácidos que eventualmente faciliten el proceso de cristalización. Otra ventaja es la posibilidad de incorporación metabólica de átomos pesados en las proteínas recombinantes con el objetivo de aportar dispersión anómala suficiente para obtener las fases necesarias para la construcción del mapa de densidad electrónica.

Tradicionalmente una publicación que informa la estructura cristalina de una proteína sólo da cuenta del resultado final del proceso: el modelo molecular y una tabla con parámetros cristalográficos. Esta presentación mostrará el caso del trabajo no informado, pero realizado para obtener la estructura cristalina de un dominio proteico unido a un ligando peptídico¹. Las proteínas involucradas se relacionan con la patogenia de la enfermedad de Alzheimer. Se mostrarán soluciones típicas necesarias para el éxito de una cantidad no despreciable de proyectos de cristalización de proteínas, pero que sin embargo no se informan debido al estilo imperante de reporte de resultados.

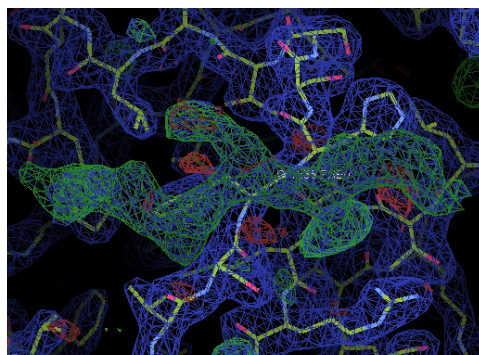


Fig.1. Mapa de densidad electrónica "omit" 2Fo-Fc de un péptido amiloidogénico unido a su receptor.

Agradecimientos: Juan S. Bonifacino, National Institutes of Health, Bethesda, USA.

Referencias:

1. P. V. Burgos et al., *Developmental Cell*, 18, 425 (2010)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Structural studies, cofactor engineering and kinetic behavior of the D-lactate dehydrogenase from *Escherichia coli*

P. Maturana¹, D. Leonardo², R.C. Garratt², R. Cabrera¹,

¹Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, Santiago, Chile. ²Instituto de Física de São Carlos, Universidad de São Paulo, São Carlos, Brasil. pmaturana.v@gmail.com

Lactic acid (LA) production by fermentation in bacteria has become an industrially attractive process in the last years. To produce LA, NADH is required as cofactor by the D-lactate dehydrogenase. Recent interest in modulating the cofactor specificity of this enzyme has motivated the production of LA in different bacterial hosts^{1,2}. In this study, we address the structural and kinetic aspects of changing the cofactor specificity in the D-lactate dehydrogenase from *Escherichia coli* (*EcLdhA*), an enzyme regulated allosterically by the substrate pyruvate³. We observed that *EcLdhA* was 160-fold more specific for NADH than NADPH. We obtained a crystallographic structure of the enzyme in complex with NADH showing that residues in the $\beta 7$ - $\alpha 7$ loop favor the affinity for this cofactor. Interestingly, after mutating these residues we obtained an increase of specificity for NADPH almost 9200-fold over the wild-type enzyme. To structurally explain this enhancement, we crystallized and diffracted mutant enzymes complexed with each cofactor. In regard to the allosteric inhibition by pyruvate, crystallographic complexes of *EcLdhA* revealed the presence of a putative allosteric site for pyruvate, formed at the interface between the C-terminal domains of two different subunits. Our results provide the basis to understand cofactor specificity and allosteric regulation that could be used to enhance LA production by means of fermentation-independent processes.

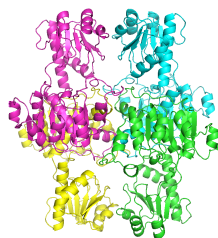


Figure 1. Crystallographic structure of the D-lactate dehydrogenase from *Escherichia coli*.

Acknowledgment: Stay scholarship grant by CEBEM. Proposals N° 20170411 and 20180298 of the LNLS, Campinas, Brazil. CONICYT fellowship N° 21141100.

References:

1. Varman AM, Yu Y, You L, Tang YJ. *Microb Cell Fact.* 2013;12(1):1-8.
2. Li C, Tao F, Ni J, Wang Y, Yao F, Xu P. *Sci Rep.* 2015;5:9777.
3. Tarmy EM, Kaplan N. Dehydrogenase BD. *J Biol Chem.* 1968;(10):2587-2596.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



X-ray studies of the conformational variability of *E. coli* 6-phosphogluconate dehydrogenase

R. Cabrera, P. Maturana, M. Fuentealba and E. Tobar
*Laboratory of Biochemistry, Department of Biology
University of Chile, Santiago, Chile
ricabrer@uchile.cl*

Comparing different crystal structures of a protein helps to provide compelling insights into its function. The 6-phosphogluconate dehydrogenase (6PGDH) catalyzes the oxidative decarboxylation of 6-phosphogluconate (6PG) to produce ribulose 5-phosphate (EC 1.1.1.44) [1]. This enzyme belongs to the β -hydroxyacid dehydrogenase (β HADH) superfamily whose general fold is composed of two domains. For the 6PGDH of *E. coli* different structures have been previously obtained in the presence of ligands, showing a variety of relative orientations between these domains. Moreover, it has been suggested that the enzyme mechanism depends on ligand-induced conformational changes and half-sites reactivity originating from pre-existing asymmetry of the subunits composing the native dimer. However, the conformational variability of the apo form of the enzyme has not been structurally characterized before. In this work we present evidence from Small Angle X-ray Scattering and X-ray crystallography that supports asymmetrical conformations of the 6PGDH subunits in the absence of ligands.

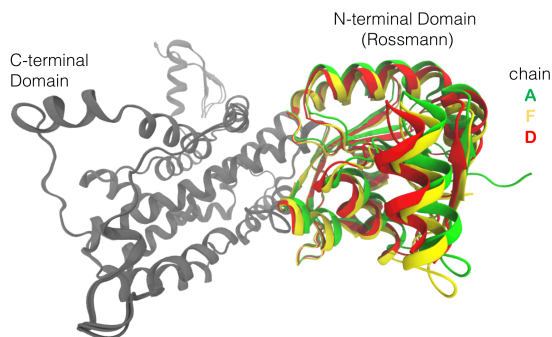


Fig. Structural superposition of the apo *E. coli* 6PGDH subunits showing different relative orientations of domains.

References:

1. L. Csonka and D. Fraenkel. Pathways of NADPH formation in *Escherichia coli*. *J. Biol. Chem.* 252(10):3382-91 (1977).
2. Y. Chen, T. Ko, W. Chen, L. Lo, C. Lin and A. Wang. Conformational changes associated with cofactor/substrate binding of 6-phosphogluconate dehydrogenase from *Escherichia coli* and *Klebsiella pneumoniae*: Implications for enzyme mechanism. *J. Struct. Biol.* 169, 25–35 (2010).

POSTERS SESIÓN 1

P-1	Elucidación de la Estructura Cristalina, Estudio Espectroscópico y Térmico de Alcamidas Naturales Isladas de Aniba Riparia (Nees) Mez.	Laura Maria Teodorio Vidal	Universidade Federal do Ceará, Brasil
P-2	Elucidação Estrutural de um Novo Dímero de Cobre(II) com Ditiocarbazato	Francielle C. Lima	Universidade de Brasília (UnB), Brasil
P-3	Estudo Cristalográfico de um Novo Complexo De Níquel(II) com Ditiocarbazato	Claudia C. Gatto	Universidade de Brasília (UnB), Brasil
P-4	Síntesis, propiedades estructurales y térmicas de nuevos compuestos de coordinación del tipo $M(LH_2O)_2$, con $M = Cd(II), Cu(II), Mn(II), Zn(II)$ y $L = 1-(3,4-dimetilfenil)-5-metil-1H-1,2,3-triazol-4-carboxilato$ de sodio.	Ivan Brito	Universidad de Antofagasta, Chile
P-5	Structure Determination of Novel Co-Crystals of Nevirapine	Rogeria Nunes Costa	Instituto de Ciência e Tecnologia (UNIFESP), Brasil
P-6	Morphology and Habit in Pharmaceutical Compounds Case of Study Hollow Crystals of Nevirapine	Cristina A. A. R. Gaiotto	Universidade Federal de São Paulo, Brasil
P-7	Avaliação Estrutural de um Dímero Assimétrico de Zinco(II) com Ditiocarbazato	Cássia de Queiroz Oliveira Cavalcante	Universidade de Brasília, Brasil
P-8	Síntesis y caracterización de polímeros de coordinación cristalinos a partir de metales lantánidos y ligando arildisulfonato	Angela Maria Amaya	Universidad Santiago de Cali, Colombia
P-9	Perspectivas de Avance Terapeutico en la Enfermedad de Chagas a través de la Ingeniería de Cristales	Beatriz Pinheiro Bezerra	Universidade Federal do Ceará, Brasil
P-10	Síntesis y Caracterización de Tres Nuevos Sistemas Multicomponentes de Mebendazol	Eduardo L. Gutierrez	Instituto de Química de San Luis, Argentina
P-11	Determinación Estructural por Difracción de Rayos X de Monocristal de Fenilbenzamidias y Estudios Complementarios	Diana Vanessa Melo	Universidad del Valle, Cali, Colombia
P-12	Moléculas Quirales de Bajo Peso Molecular Derivadas de Aminoácidos. de los Organogeles a los Mesocristales.	Federico Movilla	INQUIMAE. Universidad de Buenos Aires, Argentina
P-13	The Nature of Anomalous Halogen Bonds and σ -Holes from Trihalogenated Nitrobenzene Derivatives	Jean M. F. Custodio	Universidade Federal de Goiás, Brasil
P-14	On The Polymorphic Susceptibility Of Losartan, An Antihypertensive Drug	Jean Custodio	Universidade Federal de Goiás, Brasil
P-15	Manganese(III) complexes with N_4O_2 coordination sphere, as potential candidates to Spin-crossover phenomenon	David Villaman	P. Universidad Católica de Valparaíso, Chile
P-16	Importancia de las interacciones π -halógeno en el ordenamiento estructural de 1,3,5-Tris(4-bromofenil)-1,3,5-triazin-2,4,6-triona.	Mitchell Bacho	Universidad Andres Bello, Chile
P-17	Characterization of substituted 1,2-diphenylethyne as linkers in the synthesis of new bi-chalcones.	Carlos A. Escobar	Universidad Andres Bello, Chile
P-18	La gran distancia $Zn \cdots O$ en la estructura cristalina del cinc(II) complejo: geometría derivada de cálculos QTAIM	Maria Clara Ramalho Freitas	Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Brasil



POSTERS SESIÓN 1

P-19	Síntesis y caracterización de β -dicetonas y complejos de Cu(II) que incluyen en su estructura tiofeno.	Jocelyn Oyarce	P. Universidad Católica de Valparaíso, Chile
P-20	Estudio estructural de Complejos de Ni(II) y Cu(II) derivados de bases de Schiff tetradentados N_2O_2 . Potencial aplicación como Inhibidores de la Corrosión.	Elizabeth Olave	P. Universidad Católica de Valparaíso, Chile
P-21	Síntesis, caracterización y estudio estructural-cristalino de mono-nucleares y polímeros de coordinación de Fe(III)	Vania Artigas	P. Universidad Católica de Valparaíso, Chile
P-22	Discusión Sobre la Posición de H en un Equilibrio Tautomérico de un Derivado de Chalcona	Yanko Moreno	Universidad Andrés Bello, Chile
P-23	Acido 1,2,4,5 bencenotetracarboxilico un ligante versátil en la química de coordinación	Ana María Atria	Universidad de Chile, Chile
P-24	Dos familias de conduritoles isoestructurales con regulación estructural por cambio de sustituyente	Leopoldo Suescun	Universidad de la República, Uruguay
P-25	Engineered Pharmaceutical Salts of Paroxetine with Carboxylic Acids: The Improvement of Manufacturability and Physicochemical Properties	Paulo de Sousa Carvalho Jr	Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Brasil
P-40	Síntesis y Caracterización de Complejo Mononuclear FeP_4X_2 y Estructura de su Derivado Oxidado	Nicole Nilo	P. Universidad Católica de Valparaíso, Chile
P-49	Structural Properties Of A Novel Fluorinated Chalcone	Carlito Lariucci	Universidade Federal de Goiás, Brasil

POSTERS SESIÓN 2

P-26	Isomerismo Supramolecular en Polímeros de Coordinación con Carbohidrazidas derivadas de Pirazolona y ZnII	Gerardo Ripoll R	Universidad de Concepción, Chile
P-27	Síntesis, caracterización y estudio estructural de derivados de L- α -aminoácidos con 4-piridincarboxaldehído	Olga C. Sánchez Montilva	INQUIMAE/DQIAQF, FCEN, UBA, Argentina
P-28	Conformación "syn-clinal" en Ligando Flexible bis-carboxilato-bis-amida al formar un Polímero de Coordinación 3D	Victor Quezada	Universidad de Concepción, Chile
P-29	Síntesis y Caracterización de Perovskitas $\text{La}_{0.8}\text{A}_{0.2}\text{MnO}_3$ (A=Mg, Ca, Sr, Ba) como Potenciales Catalizadores de la Oxidación De Compuestos Orgánicos Volátiles	Natasha Di Benedetto	Facultad de Química, Universidad de la República, Uruguay
P-30	Study of quinary mixed crystals with X-ray Diffraction and SEM	Ricardo Rodríguez Mijangos	Universidad de Sonora, México
P-31	Propiedades estructurales, electrónicas, magnéticas y ópticas del rutenato de tierra rara $\text{Sr}_2\text{HoRuO}_6$	Jorge Ignacio Villa	Universidad Nacional de Colombia, Colombia
P-32	Magnetic order suppression and structural characterization of manganocolumbites crystallized under extreme pressure conditions	Marlon Luiz Hneda	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, Brasil
P-33	Análisis mediante difracción de rayos X de aleaciones metálicas sintetizadas via campo centrífugo de baja energía	Claudio Aguilar	Universidad Federico Santa María, Chile
P-34	Síntesis De Películas En Base a Circonia con Aplicaciones Nucleares y en Pilas de Combustible	Yanet B. Mansilla	Centro Atómico Bariloche, Argentina
P-35	Estudio por TEM de la Micro-Estructura Observada en Cables de Ti/MgB ₂ en Diferentes Etapas Del Trefilado	Mauro Melone	Centro Atómico Bariloche, Argentina
P-36	Validación de minerales formadores de roca para uso como materiales de referencia naturales, por difracción de rayos X para monocristales (SC-XRD)	Luz María Cabezas Pastrían	Universidad Andrés Bello, Chile
P-37	Análisis Comparativo de las Propiedades Eléctricas de Zirconia Estabilizada con Itrio, obtenida Por Tres Rutas, Aplicadas a Sensores de Oxígeno	Julian Ticona Chambi	Universidad Mayor de San Andrés (UMSA), Bolivia
P-38	Sustitución Química en Selenospinelas del tipo $(\text{Cu}_{1-x}\text{In}_x)_t(\text{Cr}_{2-y}\text{In}_y)_\text{Oh}\text{Se}_4$	Silvana Moris	Universidad Católica del Maule, Chile
P-39	Sol-Gel Synthesis Of Cubic Nb/Ta-doped SrCoO _{3-d} By Tartaric Acid Decomposition	Diego G. Lamas	U. Nacional de General San Martín, Argentina
P-41	Síntesis Y Caracterización de ZnWO ₄ dopados con Eu(III) y Cr(III)	Rodrigo A. Valenzuela-Fernández	Universidad de Chile, Chile
P-42	Structural Rearrangement in the Xanthomonas campestris Bacteriophytochrome during Photoconversion	Sebastián Klinke	Fundación Instituto Leloir, Argentina
P-43	The impact of the protein topology on catalytic mechanisms: The case of ADP-dependent ribokinase	Alejandra Herrera-Morandé	Universidad de Chile, Chile
P-44	Evolutionary constraints determine the three-dimensional domain swapping of the DNA-binding domain of FoxP transcription factors	Pablo Villalobos	Universidad de Chile, Chile

POSTERS SESIÓN 2

P-26	Isomerismo Supramolecular en Polímeros de Coordinación con Carbohidrazidas derivadas de Pirazolona y ZnII	Gerardo Ripoll R	Universidad de Concepción, Chile
P-27	Síntesis, caracterización y estudio estructural de derivados de L- α -aminoácidos con 4-piridincarboxaldehído	Olga C. Sánchez Montilva	INQUIMAE/DQIAQF, FCEN, UBA, Argentina
P-28	Conformación "syn-clinal" en Ligando Flexible bis-carboxilato-bis-amida al formar un Polímero de Coordinación 3D	Victor Quezada	Universidad de Concepción, Chile
P-29	Síntesis y Caracterización de Perovskitas $\text{La}_{0.8}\text{A}_{0.2}\text{MnO}_3$ (A=Mg, Ca, Sr, Ba) como Potenciales Catalizadores de la Oxidación De Compuestos Orgánicos Volátiles	Natasha Di Benedetto	Facultad de Química, Universidad de la República, Uruguay
P-30	Study of quinary mixed crystals with X-ray Diffraction and SEM	Ricardo Rodríguez Mijangos	Universidad de Sonora, México
P-31	Propiedades estructurales, electrónicas, magnéticas y ópticas del rutenato de tierra rara $\text{Sr}_2\text{HoRuO}_6$	Jorge Ignacio Villa	Universidad Nacional de Colombia, Colombia
P-32	Magnetic order suppression and structural characterization of manganocolumbites crystallized under extreme pressure conditions	Marlon Luiz Hneda	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, Brasil
P-33	Análisis mediante difracción de rayos X de aleaciones metálicas sintetizadas via campo centrífugo de baja energía	Claudio Aguilar	Universidad Federico Santa María, Chile
P-34	Síntesis De Películas En Base a Circonia con Aplicaciones Nucleares y en Pilas de Combustible	Yanet B. Mansilla	Centro Atómico Bariloche, Argentina
P-35	Estudio por TEM de la Micro-Estructura Observada en Cables de Ti/MgB ₂ en Diferentes Etapas Del Trefilado	Mauro Melone	Centro Atómico Bariloche, Argentina
P-36	Validación de minerales formadores de roca para uso como materiales de referencia naturales, por difracción de rayos X para monocristales (SC-XRD)	Luz María Cabezas Pastrían	Universidad Andrés Bello, Chile
P-37	Análisis Comparativo de las Propiedades Eléctricas de Zirconia Estabilizada con Itrio, obtenida Por Tres Rutas, Aplicadas a Sensores de Oxígeno	Julian Ticona Chambi	Universidad Mayor de San Andrés (UMSA), Bolivia
P-38	Sustitución Química en Selenospinelas del tipo $(\text{Cu}_{1-x}\text{In}_x)_t(\text{Cr}_{2-y}\text{In}_y)\text{Oh}^-\text{Se}_4$	Silvana Moris	Universidad Católica del Maule, Chile
P-39	Sol-Gel Synthesis Of Cubic Nb/Ta-doped SrCoO _{3-d} By Tartaric Acid Decomposition	Diego G. Lamas	U. Nacional de General San Martín, Argentina
P-41	Síntesis Y Caracterización de ZnWO ₄ dopados con Eu(III) y Cr(III)	Rodrigo A. Valenzuela-Fernández	Universidad de Chile, Chile
P-42	Structural Rearrangement in the Xanthomonas campestris Bacteriophytochrome during Photoconversion	Sebastián Klinke	Fundación Instituto Leloir, Argentina
P-43	The impact of the protein topology on catalytic mechanisms: The case of ADP-dependent ribokinase	Alejandra Herrera-Morandé	Universidad de Chile, Chile
P-44	Evolutionary constraints determine the three-dimensional domain swapping of the DNA-binding domain of FoxP transcription factors	Pablo Villalobos	Universidad de Chile, Chile



POSTERS SESIÓN 2

P-45	Cristalización, difracción y análisis estructural de una hidroximetil pirimidina quinasa ancestral	F. Gonzalez-Ordenes	Universidad de Chile, Chile
P-46	Structural studies, cofactor engineering and kinetic behavior of the D-lactate dehydrogenase from Escherichia coli	P. Maturana	Universidad de Chile, Chile
P-47	Structural Effects of the Antitumor Alkylphospholipid Miltefosine on Human Erythrocytes and Cell Membrane Molecular Models	Karla Petit	Universidad de Concepción, Chile
P-48	Biophysical study of the protective effect of caffeic acid on human erythrocytes and molecular models of its membrane	José Rodolfo Colina	Universidad de Concepción, Chile
P-50	Síntesis por vía húmeda de $\text{SrCo}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_{3-\delta}$ (M = V ; Mo)	S. Orozco Gil	DEINSO-CITEDEF, LA-CRA-UNSAM, Argentina
P-51	Síntesis de Complejos de Cobre del Bosentán, Un Principio Activo Usado para el Tratamiento de Hipertensión Arterial Pulmonar	Jonathan José Ramirez	Universidad Industrial de Santander, Colombia

Introducing the 2019 Powder Diffraction File™

Diffraction Data You Can Trust

ICDD databases are the only crystallographic databases in the world with quality marks and quality review processes that are ISO certified.



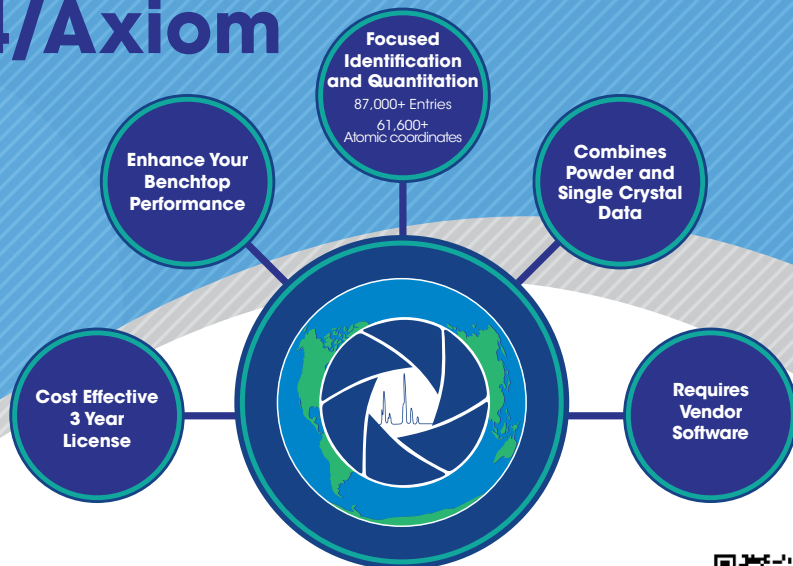
PDF-4/Axiom

Standardized Data

All Data Sets Evaluated For Quality

**Reviewed, Edited and Corrected
Prior To Publication**

**Targeted For Material Identification
and Characterization**



www.icdd.com



www.icdd.com | marketing@icdd.com

ICDD, the ICDD logo and PDF are registered in the U.S. Patent and Trademark Office. Powder Diffraction File is a trademark of JCPDS - International Centre for Diffraction Data ©2018 JCPDS-International Centre for Diffraction Data - 07/18



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



**ELUCIDACIÓN DE LA ESTRUCTURA CRISTALINA, ESTUDIO
ESPECTROSCÓPICO Y TÉRMICO DE ALCAMIDAS NATURALES ISLADAS
DE *Aniba riparia* (NEES) MEZ.**

L.M.T. Vidal, B.P. Bezerra, A.P. Ayala, *Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Caixa Postal 6030, Ceará, Brasil* laura.vidal@fisica.ufc.br

Riparinas son sustancias que fueron aisladas y sintetizadas de la *Aniba riparia*¹. Estas sustancias son formadas a partir de la unión de la tiramina con ácido benzoico, denominadas alcamidadas, que difieren por la sustitución de un hidroxilo en el primer anillo aromático (R1) de la riparina II y dos hidroxilos en el R1 de la riparina III. Las riparinas mostraron diversos potenciales efectos terapéuticos en estudios pre-clínicos, incluyendo efectos antidepresivos, ansiolíticos y antiinflamatorios². Este estudio tiene como objetivo principal estudiar la estructura cristalina de las riparinas II y III, que no tienen resultados en la literatura, además de realizar un estudio espectroscópico, térmico, físico-químico e identificar posibles polimorfos. Para obtener estos resultados, se utilizaron varias técnicas, tales como: Espectroscopia Raman e infrarrojo, termogravimetría (TG), calorimetría diferencial de barrido (DSC), difracción de rayos-X en polvo (DRXP) y difracción de rayos-X de monocristal (DRXM). Las estructuras cristalinas de las riparinas II y III fueron determinadas, donde la riparina II exhibió un sistema cristalino monoclinico, presentando dos moléculas por unidad asimétrica y ocho por celda unitaria, cuanto a la riparina III, similarmente exhibió un sistema cristalino monoclinico, presentó una molécula por unidad asimétrica y dos por celda unitaria. La riparina I, que posee su estructura elucidada y reportada en la literatura³, presentó un sistema cristalino triclinico y una molécula por unidad asimétrica. Las diferencias estructurales y disposiciones de los enlaces intramoleculares en las tres riparinas implicaron diferencias físico-químicas, térmicas y espectroscópicas.

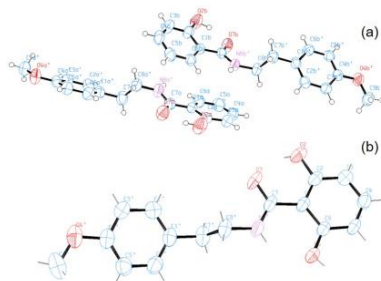


Fig.1. Unidad asimétrica de la riparina II (a) y riparina III (b).

Agradecimientos: CNPq, Funcap e CAPES.

Referencias:

1. BARBOSA-FILHO, J.M.; YOSHIDA, M; GOTTLIEB, O.R. The tyramines of *Aniba riparia*: transformation into models of natural products. Ver. *Latinoamr. Quim.*, v. 21, p.5-7, 1990.
2. de Sousa, F. C., Oliveira, I. C., Silva, M. I., de Melo, C. T., Santiago, V. R., de Castro Chaves, R., Fernandes, M. L., Gutierrez, S. J., Vasconcelos, S. M., Macedo, D. S. & Barbosa Filho, J. M. (2014). *Fundam Clin Pharmacol* **28**, 95-103.
3. Marques, A. D. S., Zheng, C., Lin, C. T., Takahata, Y., Barbosa-Filho, M. & Gutierrez, S. J. C. (2005). *Journal of Molecular Structure* **753**, 13-21.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ELUCIDAÇÃO ESTRUTURAL DE UM NOVO DÍMERO DE COBRE(II)
COM DITIOCARBAZATO

F.C Lima^a, C.C Gatto^a

^aInstituto de Química - Universidade de Brasília (UnB), Brasília, Brasil
franciellecamposlima@gmail.com

Os ditiocarbazatos e os seus complexos metálicos têm sido objeto de muitos estudos, por apresentarem uma ampla faixa de aplicações farmacológicas e devido a sua versatilidade química e estrutural.^{1,2} Baseado no interesse nessa classe de compostos, o presente trabalho teve como objetivo o estudo e caracterização estrutural, por meio da técnica de difração de raios X de monocristal, de um novo complexo de cobre(II), [(CuL)₂], com 2-hidroxiacetofenona-S-aliditiocarbazato (H₂L). A estrutura cristalina na forma de um dímero unido por pontes μ_2 -oxo cristaliza em um sistema monoclinico e grupo espacial C2/c, onde cada átomo de cobre(II) apresenta número de coordenação igual a quatro e geometria quadrado planar (Fig 1). O ligante encontra-se na sua forma dianiônica, coordenando ao centro metálico de forma tridentada [ONS]. Analisando os comprimentos e ângulos de ligação, observa-se uma leve distorção do poliedro de coordenação causada principalmente pela rigidez do ligante.

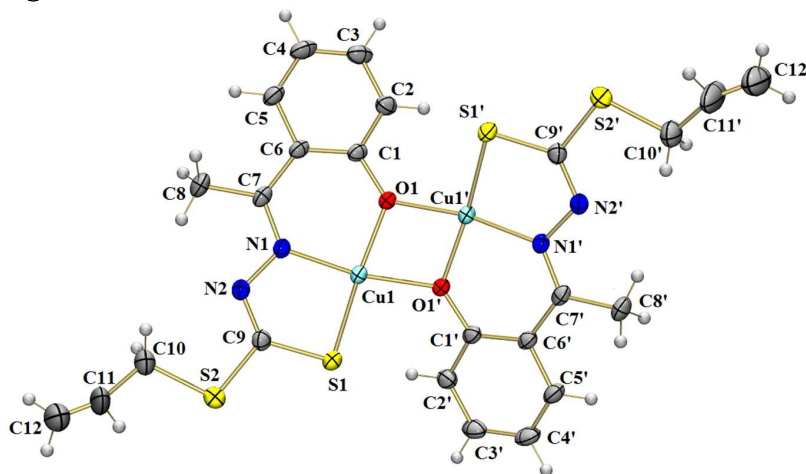


Fig.1. Projeção da estrutura cristalina e molecular do dímero de cobre(II). Elipsóides térmicas representadas em nível de probabilidade de 30%.

Agradecimentos: CAPES, FAPDF e DPG-UnB.

Referencias:

1. R. Takjoo, R. Centore, S.S. Hayatolghiebi, *Inorganica Chimica Acta*, 471 (2018)
2. E. Zangrando, et al. *Arabian Journal Chemistry*, 10, 2 (2017)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ESTUDO CRISTALOGRÁFICO DE UM NOVO COMPLEXO DE
NÍQUEL(II) COM DITIOCARBAZATO

C.C Gatto^a, C. Q. O. Cavalcante^a

^aInstituto de Química - Universidade de Brasília (UnB), Brasília, Brasil
ccgatto@gmail.com

Uma classe de compostos orgânicos muito estudada atualmente são os ditiocarbazatos, que devido a suas propriedades químicas e estruturais apresentam diversas aplicações na bioinorgânica.¹ Complexos metálicos com tais ligantes são relatados como agentes anticancerígenos, antibacterianos e antifúngicos.² O presente trabalho teve como objetivo a síntese e caracterização, por meio da técnica de difração de raios X de monocristal, de um novo complexo de níquel(II), $[\text{Ni}(\text{L}^1)_2]$, derivado do 2-acetilpiridina-S-p-bromobenzil-ditiocarbazato (HL^1). Os dados da análise estrutural demonstram que o complexo cristaliza no sistema cristalino monoclinico e grupo espacial $\text{P}2/n$ e apresenta o átomo de níquel(II) coordenado ao ligante monodesprotonado e na forma tridentada $[\text{NNS}]$. O ditiocarbazato encontra-se coordenando ao átomo de níquel(II) pelo seu isômero E , com relação aos grupos de prioridade da ligação $\text{C}6\text{-N}2$, e tautômero tiol (Figura 1). O número de coordenação para o átomo de níquel(II) é igual a seis e observa-se de acordo com os valores dos comprimentos e ângulos de ligação uma geometria octaédrica distorcida.

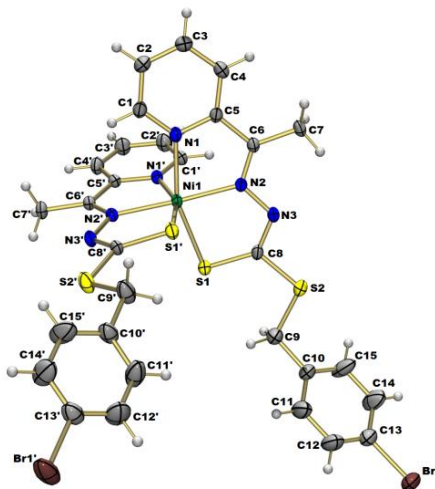


Figura 1. Representação ORTEP de $[\text{Ni}(\text{L}^1)_2]$, com elipsóides térmicos representados em um nível de probabilidade de 30%.

Agradecimientos: FAPDF e IQ-UnB.

Referencias:

1. R. Takjoo, et al. *Inorganica Chimica Acta*, 471, 587-594 (2018).
2. N. S. M. Mokhtaruddin, et al. *Journal of Molecular Structure*, 1139, 1-9 (2017).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Síntesis, propiedades estructurales y térmicas de nuevos compuestos de coordinación del tipo $M(LH_2O)_2$, con $M = Cd(II)$, $Cu(II)$, $Mn(II)$, $Zn(II)$ y $L = 1-(3,4-dimetilfenil)-5-metil-1H-1,2,3-triazol-4-carboxilato$ de sodio.

P. Narea^a, J. Cisterna^a, A. Cárdenas^b e I. Brito^{a*}

^a Departamento de Química, Universidad de Antofagasta, Av. Universidad de Antofagasta 02800, Antofagasta, Chile.

^b Departamento de Física, Universidad de Antofagasta, Av. Universidad de Antofagasta 02800, Antofagasta, Chile.

ivan.brito@uantof.com

Los triazoles son heterociclos de cinco miembros, lo cuales exhiben tres potenciales átomos de nitrógenos para la coordinación con iones metálicos en diferentes modos (Fig1). La facilidad de esta clase de compuestos para incorporar a su estructura una gama de grupos funcionales, lo hacen un buen candidato como ligando quelante, formando generalmente anillos de cinco y seis miembros.

La habilidad de los triazoles de formar enlaces con iones metálicos, los convierte en posibles candidatos para diferentes aplicaciones biológicas[1] o como materiales con propiedades magnéticas[2], luminiscentes[3], [4], catálisis[5], entre otras. Algunos complejos que contienen triazoles como ligandos, presentan potenciales propiedades como sensores ópticos y dispositivos de memorias moleculares [6].

En el presente trabajo, se muestran los resultados obtenidos conforme a la síntesis de una nueva serie de complejos con coordinación octaédrica del tipo $M(LH_2O)_2$, utilizando sales metálicas divalentes de Cd^{2+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} y un ligando bidentado N-O dador derivado de triazol, del tipo 1-(3,4-dimetilfenil)-5-metil-1H-1,2,3-triazol-4-carboxilato de sodio, donde fueron evaluadas sus propiedades térmicas, estructurales y fotofísicas.

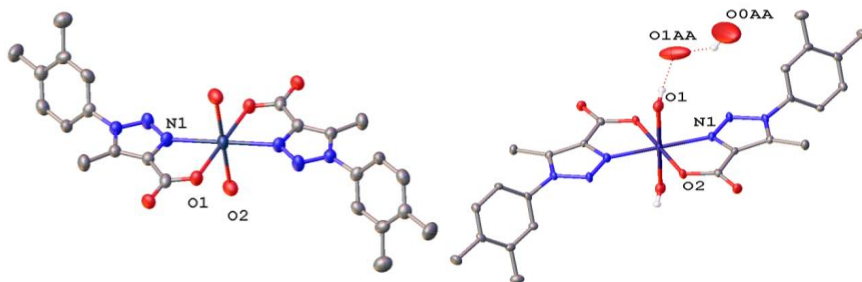


Fig 1: Estructura complejos de los complejos sintetizados $Zn(II)$ y $Cd(II)$ (izq), $Cu(II)$ y $Mn(II)$ (der)

Agradecimientos: Los autores de este trabajo agradecen a FONDECYT (proyecto 1170256) por el soporte financiero, a FONDEQUIP (EQM13-0021), a la Universidad de Antofagasta por el soporte económico para la adquisición de las licencias para las bases de datos de Cambridge (CCDC) y por el financiamiento.

Referencias:[1] R. G. S. Berlinc, "Polycyclic Diamine Alkaloids from Marine Sponges," *Top. Heterocycl. Chem.*, vol. 10, no. June, pp. 211–238, 2007. [2] W. Shi, X.-Y. Chen, N. Xu, H.-B. Song, B. Zhao, P. Cheng, D.-Z. Liao, and S.-P. Yan, "Synthesis, Crystal Structures, and Magnetic Properties of 2D Manganese(II) and 1D Gadolinium(III) Coordination Polymers with 1H-1,2,3-Triazole-4,5-dicarboxylic Acid," *Eur. J. Inorg. Chem.*, vol. 2006, no. 23, pp. 4931–4937, 2006. [3] E. P. McCarney, J. P. Byrne, B. Twamley, M. Martínez-Calvo, G. Ryan, M. E. Möbius, and T. Gunnlaugsson, "Self-assembly formation of a healable lanthanide luminescent supramolecular metallogel from 2,6-bis(1,2,3-triazol-4-yl)pyridine (btp) ligands," *Chem. Commun.*, vol. 51, no. 74, pp. 14123–14126, 2015. [4] A. N. Gusev, V. F. Shul'Gin, G. Nishimenko, M. Hasegawa, and W. Linert, "Photo- and electroluminescent properties europium complexes using bistriazole ligands," *Synth. Met.*, vol. 164, no. 1, pp. 17–21, 2013.[5] W. Yan, X. Ye, N. G. Akhmedov, J. L. Petersen, and X. Shi, "1,2,3-Triazole: Unique ligand in promoting iron-catalyzed propargyl alcohol dehydration," *Org. Lett.*, vol. 14, no. 9, pp. 2358–2361, 2012. [6] A. Rauf, N. Nayyar, "Microwave-Induced Synthesis of Aromatic Heterocycles". Springer briefs in molecular science. Green Chemistry for sustainability. Springer 2012- 57.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



STRUCTURE DETERMINATION OF NOVEL CO-CRYSTALS OF NEVIRAPINE

R. N Costa,^{1*} A. P. T. Santos,¹ H.V.A. Rocha,² D. Choquesillo-Lazarte,³ E. Pidcock,⁴ L. Infantes,⁵ S. L. Cuffini.¹ – ¹Instituto de Ciência e Tecnologia (UNIFESP), São José dos Campos, 12231-280, Brazil – ²Instituto de Tecnologia em Fármacos/Farmanguinhos (FIOCRUZ), Rio de Janeiro, 22775-903, Brazil – ³Instituto Andaluz de Ciencias de la Tierra (CSIC), Granada, 18100, Spain – ⁴Cambridge Crystallographic Data Centre (CCDC), Cambridge, CB2 1EZ, United Kingdom – ⁵Instituto de Física y Química Rocasolano (CSIC), Madrid, 28006, Spain. *rogeria.ncosta@gmail.com

Nevirapine (11-Cyclopropyl-4-methyl-5,11-dihydro-6H-dipyrido[3,2-b:2',3'-e][1,4]diazepin-6-one) (NVP) is an antiretroviral used to treat HIV-1 infection.¹ According to the Biopharmaceutical Classification System (BCS),² NVP can be classified as a class II drug,³ since it presents low solubility and high permeability. The low solubility implies in problems during formulation and resulting in a decreasing in the bioavailability. Co-crystals have been used in pharmaceutical area as a strategy to improve drug properties. The NVP molecule has a rigid amide group. Several NVP co-crystals have been described in literature.⁴ In a screening of NVP co-crystals using the liquid-assisted grinding method, four new NVP co-crystals were obtained with benzoic acid (BZC), 3-Hydroxybenzoic acid (3HBZC), 4-Hydroxybenzoic acid (4HBZC) and 2,5-Dihydroxybenzoic acid (GTS) (Fig. 1). Characterization were performed using powder X-ray diffraction (PXRD) and thermal analysis (differential scanning calorimetry, DSC). Crystalline structure of NVP-BZC and NVP-3HBZC were already determined at low temperature using single X-ray diffraction (SXRD).

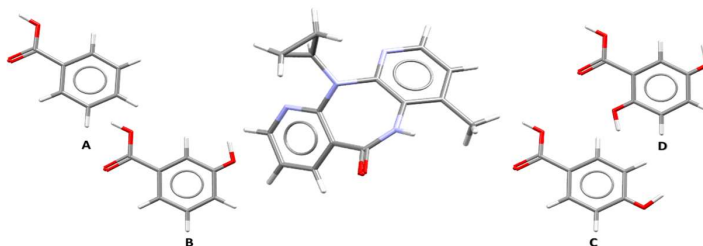


Fig.1. Four new NVP co-crystals were obtained with A) benzoic acid (BZC), B) 3-Hydroxybenzoic acid (3HBZC), C) 4-Hydroxybenzoic acid (4HBZC) and D) 2,5-Dihydroxybenzoic acid (GTS).

Agradecimientos: We are grateful to the Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP), Fundação Oswaldo Cruz (FIOCRUZ), Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC) and Cambridge Crystallographic Data Centre (CCDC). Financial support provided by CAPES and CSIC.

Referencias:

1. E. De Clercq, International Journal of Antimicrobial Agents, 33(4), 307 (2009)
2. M. Lindenberg, S. Kopp, J. B. Dressman, European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics, 58(2), 265 (2004)
3. M. R. Caira, N. Stieger, W. Liebenberg, M. M. De Villiers, H. Samsodien, Crystal Growth & Design, 8(1), 17 (2008)
4. M. R. Caira, S. A. Bourne, H. Samsodien, E. Engel, W. Liebenberg, N. Stieger, M. Aucamp, CrystEngComm, 14(7), 2541 (2012)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



MORPHOLOGY AND HABIT IN PHARMACEUTICAL COMPOUNDS CASE OF
STUDY HOLLOW CRYSTALS OF NEVIRAPINE

C.A.A.R. Gaiotto^{1*}, R.N.Costa¹, H.V.A. Rocha², S. L. Cuffini¹,

¹Instituto de Ciência e Tecnologia (UNIFESP), São José dos Campos, 12231-280, Brazil –

²Instituto de Tecnologia em Fármacos/Farmanguinhos (FIOCRUZ), Rio de Janeiro, 22775-903, Brazil. *cristina.raymondo@gmail.com

The morphology and habit of the samples are important to analyse since they impact in different properties, mainly in dissolution. Crystallization strategies designed to change the crystal habit or morphology can be a promising approach to improve the surface properties and mostly, the dissolution of poorly soluble drugs¹. Although drugs with hollow morphology have been mentioned², there are few studies about crystallization methodologies to obtain hollow crystals and the impact to pharmaceutical properties. Nevirapine (NVP) is an anti-HIV drug approved for the treatment of human immunodeficiency virus type 1 infection (HIV-1)³. NVP belongs to the Class II of Biopharmaceutical Classification System (BCS), that is, it is poorly water-soluble and highly permeable⁴. A critical problem associated with poorly soluble drugs is their low and variable bioavailability derived from their slow dissolution and erratic absorption. Hence, the aim of this work is to develop crystallization methodologies to obtain hollow crystals of NPV with potential applications for the pharmaceutical industry. Morphologically modified crystals, that is, hollow crystals, were obtained through anti-solvent crystallization. Samples were prepared using anti-solvent method with different supersaturated, temperature and agitation conditions. The characterization was done using Scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction pattern (XRPD) and dissolution studies. The results proved that the hollow crystal morphology depends mainly on the concentration and agitation conditions using anti-solvent method. The dissolution of the hollow crystals increases in comparison with raw material. The anti-solvent crystallization process with specific conditions is a promising strategy for solid APIs preparation in order to improve the dissolution properties and, as a consequence, the bioavailability of poorly soluble drugs.

Agradecimientos: We are grateful to the Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP) and Fundação Oswaldo Cruz (FIOCRUZ). Financial support provided by CAPES.

Referencias:

1. A. S. Paulino, G. Rauber, C. E. M. Campos, M. H. P. Maurício, R. R. De Avillez, G. Capobianco, S. G. Cardoso, S. L. Cuffini, *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 49, 294 (2013)
2. A. S. Paulino, G. Rauber, C. E. M. Campos, M. H. P. Maurício, R. R. De Avillez, S. L. Cuffini, S. G. Cardoso, *Journa of Crystal Growth*, 366, 76 (2013)
3. T. Horvath, B. C. Madi, I. M. Iuppa, G. E. Kennedy, G. W. Rutherford, J. S. Read, *The Cochrane Library*, 1, 2009 (2010).
4. M. Lindenberg, S. Kopp, J. B. Dressman, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 58(2), 265 (2004)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



AVALIAÇÃO ESTRUTURAL DE UM DÍMERO ASSIMÉTRICO DE ZINCO(II)
COM DITIOCARBAZATO

C. Q. O. Cavalcante^a, C.C Gatto^a

^aInstituto de Química - Universidade de Brasília (UnB), Brasília, Brasil
cassia.cavalcante119@gmail.com

Os ditiocarbazatos são compostos orgânicos classificados como bases de Schiff e apresentam diversificada atividade biológica, sendo que pesquisas recentes demonstram que estes compostos apresentam suas atividades potencializadas com a coordenação a diferentes íons metálicos.¹⁻² Neste sentido, o presente trabalho consistiu na síntese e caracterização, por meio da técnica de difração de raios X de monocristal, de um novo complexo de zinco(II), $[Zn(L^1)(\mu-CH_3COO)]_2$, derivado do 2-acetilpiridina-S-p-bromobenzil-ditiocarbazato (HL¹). De acordo com os dados cristalográficos obtidos, o complexo cristaliza no sistema cristalino triclinico e grupo espacial $P\bar{1}$, onde cada unidade assimétrica apresenta dois átomos de zinco(II) coordenados a duas moléculas do ligante HL¹ atuando de forma tridentada [NNS]. Interessantemente observam-se os dois centros metálicos coordenados através de pontes com átomos oxigênio de dois grupos acetatos de maneira assimétrica, levando a formação de um dímero (Figura 1). O número de coordenação para cada átomo de zinco(II) é igual a cinco e apresentam um poliedro de coordenação na forma de uma pirâmide de base quadrada.

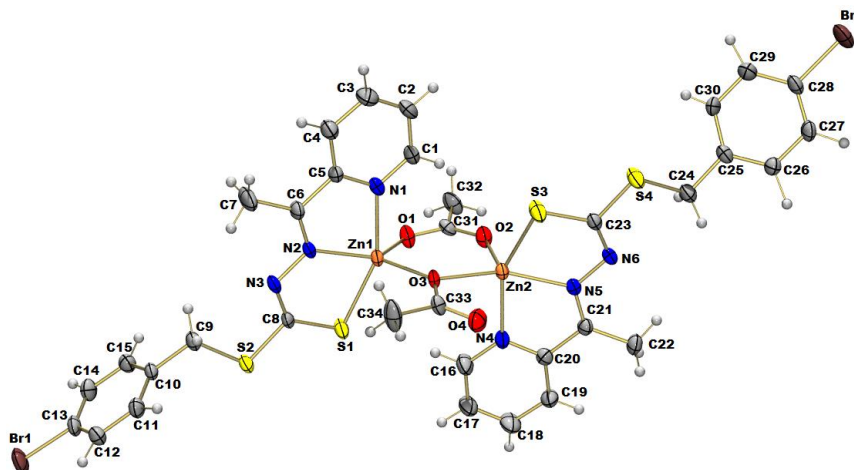


Figura 1. Representação ORTEP de $[Zn(L^1)(\mu-CH_3COO)]_2$ com elipsóides térmicos representados em um nível de probabilidade de 30%.

Agradecimientos: FAPDF, CAPES e UnB.

Referencias:

1. R. A. Bhat, et al. Journal of Molecular Structure, 1156, 280-289 (2017).
2. N. Nanjundan, et al. Inorganica Chimica Acta, 455, 283-297 (2016).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE POLÍMEROS DE COORDINACIÓN CRISTALINOS A PARTIR DE METALES LANTANIDOS Y LIGANDO ARILDISULFONATO

Angela Amaya*, Tatiana Trujillo*, Richard D´Vries
Grupo de Investigación en Química y Biotecnología
(QUIBIO)

Facultad de Ciencias Básicas, Universidad Santiago de Cali, Cali, Colombia

*e-mail: angela.amaya00@usc.edu.co, tatiana.trujillo01@usc.edu.co

Un polímero de coordinación (CP's) se compone de un centro metálico y un ligando orgánico formando redes poliméricas en 1, 2 o 3 dimensiones. Los CP's formados a partir de metales lantánidos presentan diferentes propiedades ópticas, las cuales se derivan de las transiciones $4f-4f$, provocando la absorción y emisión de luz del centro metálico.¹ El empleo de Gadolinio como metal principal en la síntesis, se debe a que es un centro no emisor, actuando como soporte en la luminiscencia de otros lantánidos como Eu y Tb. Por otro lado, el ligando arildisulfonato es un tipo de linker multitópico el cual es un ligando interesante para explorar la síntesis de CP's, debido a su versatilidad un formar enlaces covalentes e interactuar con hidrógenos.² Mediante síntesis hidrotermal fue posible obtener un polímero de coordinación de fórmula $[Gd_7(3,5-DSB)_4(OH)_9(H_2O)_{15}] \cdot 4H_2O$, usando como reactivos de partida el ácido 3,5 disulfobenzoico y Gadolinio. Estos compuestos se caracterizaron mediante espectroscopia IR y microscopia óptica. También se realizó el análisis estructural del compuesto obtenido mediante difracción de rayos X.³

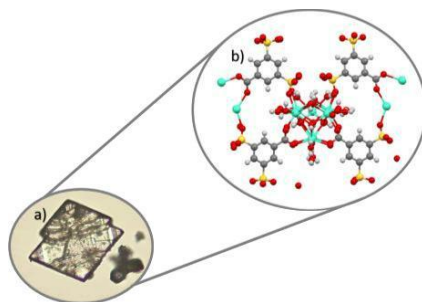


Fig 1. a) Micrografía y b) representación estructural del compuesto $[Gd_7(3,5-DSB)_4(OH)_9(H_2O)_{15}] \cdot 4H_2O$.

Agradecimientos: A la Dirección General de investigaciones proyecto No 939-621118-37 Universidad Santiago de Cali.

Referencias:

1. J. C. G. Bunzli and C. Piguet, *Chem. Soc. Rev.*, 2005, 34, 1048–1077.
2. R. F. D'Vries, V. A. de la Peña-O'Shea, A. Benito Hernández, N. Snejko, E. Gutierrez-Puebla and M. A. Monge, *Cryst. Growth Des.*, 2014, 14, 5227–5233.
3. R. F. D'Vries, S. Álvarez-García., N. Snejko., L. Bausá., E. Gutiérrez-Puebla., A. de Andrés and M. Monge. *J. Mater. Chem. C*, 2013, 1(39), p.6316.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



PERSPECTIVAS DE AVANCE TERAPEUTICO EN LA ENFERMEDAD DE
CHAGAS A TRAVÉS DE LA INGENIERÍA DE CRISTALES

B.P Bezerra, A.P. Ayala, *Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Caixa Postal 6030, Brasil, beatriz@fisica.ufc.br*

La enfermedad de Chagas es la parasitosis que más mata en América Latina, se estima que acerca de 8 millones de personas están infectadas, es una de las principales enfermedades desatendidas. Es una enfermedad curable y tratada después de la infección, siendo la etapa inicial asintomática, sin embargo, desde su descubrimiento solamente dos fármacos están disponibles para el tratamiento, el benzonidazol (bnz) es la droga de primera elección, esta presenta una baja solubilidad lo que dificulta su absorción y presenta toxicidad.^{1,2}. La ingeniería de cristales aparece como una salida viable para la optimización de un principio activo a través de las técnicas de cocrystalización.³⁻⁴. Cocrystalos de bnz fueron producidos mezclando ácido salicílico (sal) como coformador, durante la producción fueron identificados tres polimorfos del cocrystal, denominados alfa, beta y gamma (Fig1). Alfa y beta son ortorrómbicos, de grupo espacial $Pna2_1$ y $Pbca$, y gamma monoclinico. La reproducción del polimorfo gamma se realizó por activación mecánica con patrón de calidad garantizado por comparación del difractograma elemental versus calculado. Sugerimos que este producto sea analizado más extensivamente como una alternativa en el tratamiento de la enfermedad de Chagas, donde ya se verificó la estabilidad y solubilidad superior al bnz aislado.

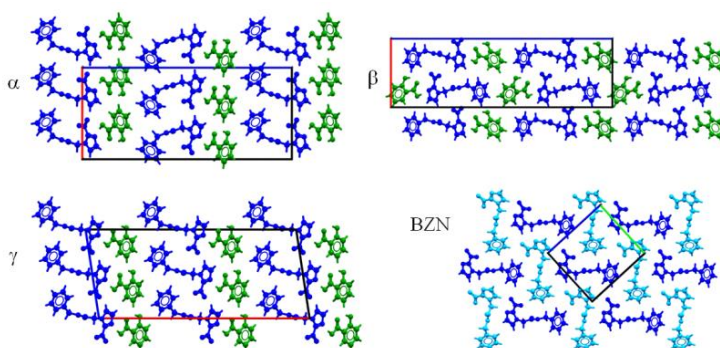


Fig.1. Empaquetamiento cristalino de los polimorfos del cocrystal BZN-SAL y de BZN

Agradecimientos: Apoio da FUNCAP e CAPES

Referencias:

1. C. Bern, *New England Journal of Medicine*, 373, 456 (2015)
2. WHO, WHO (World Health Organization), *Neglected tropical diseases*, http://www.who.int/neglected_diseases/diseases/en/ (2017)
3. G.R. Desiraju, *Journal of American Chemical Society*, 135, 9952 (2013)
4. A.J.Cruz-Cabeza, S.M. Reutzel-Edensb, J.Bernstein, *Chemical Society Reviews* 44, 8619 (2015).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE TRES NUEVOS SISTEMAS MULTICOMPONENTES DE MEBENDAZOL

E.L. Gutiérrez^{1*}, A. A. Godoy². ¹Instituto de Química de San Luis. ²Instituto de Investigaciones en Tecnología Química. (CONICET-UNSL), D5700HHW, San Luis, Argentina.

* eduardolgutierrez16@gmail.com

El diseño y la síntesis de sistemas multicomponentes se utilizan ampliamente para mejorar algunas propiedades físicas de diversos fármacos, modificando sólo el entorno supramolecular del ingrediente farmacéutico activo (API)¹. Aquí presentamos la síntesis y caracterización de tres nuevos sistemas multicomponentes del antihelmíntico mebendazol² (MBZ) utilizando los aniones perclorato (ClO_4^-), sulfato (SO_4^{2-}) y ortofosfato (PO_4^{3-}) como coformadores, respectivamente, con el objetivo de aumentar la solubilidad del API.

De acuerdo a la regla de los pK_a ³, los sólidos $\text{MBZ}\cdot\text{HClO}_4$ y $\text{MBZ}\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ deberían ser iónicos, en tanto que dicha regla no permite predecir el carácter iónico o neutro del sólido $\text{MBZ}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$. El grado de transferencia de protones y la estequiometría serán determinados con la resolución de la estructura cristalina de los productos sólidos obtenidos, mediante difracción de rayos X de monocristal.

Los difractogramas experimentales de polvo cristalino de los productos sólidos muestran que los mismos no se corresponden con aquellos calculados para los polimorfos A y C de MBZ (**Fig.1**). Medidas de espectroscopía IR han arrojado evidencia acerca de la presencia de los coformadores en la estructura cristalina de los sólidos sintetizados. Los tres sólidos presentan una buena estabilidad térmica. Estudios preliminares muestran que el sólido $\text{MBZ}\cdot\text{HClO}_4$ presenta una solubilidad 6,5 veces mayor que MBZ A.

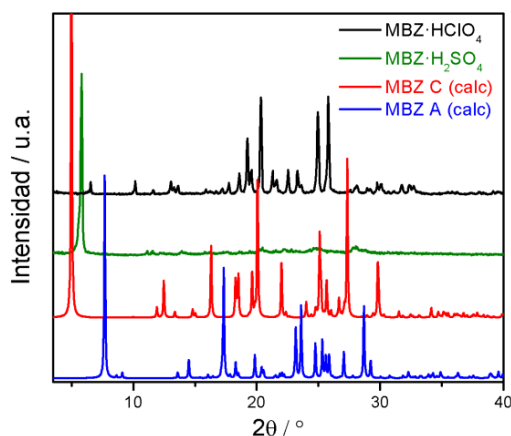


Fig.1. Difractogramas de polvo cristalino de dos de los sólidos obtenidos (a modo de ejemplo) comparadas con los difractogramas calculados de los polimorfos A y C de MBZ.

Referencias:

1. D. J. Berry, J. W. Steed, *Advanced Drug Delivery Reviews*, 117, (2017)
2. M. Himmelreich, B. J. Rawson, T. R. Watson, *Australian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 6, 4 (1977)
3. A. J. Cruz-Cabeza, *CrystEngComm*, 14 (2012)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X DE
MONOCRISTAL DE FENILBENZAMIDAS Y ESTUDIOS
COMPLEMENTARIOS

D.V. Melo, R. Moreno Fuquen, Universidad del Valle, Santiago de Cali, Colombia. J.
Ellena Departamento de Física, Universidad de Sao Paulo DETapia@mail.com

Resulta relevante el análisis de pequeñas moléculas como las fenil benzamidas, ya que presentan interesantes propiedades farmacológicas como agentes antimicrobiales [1] y antiinflamatorios [2], además se han estudiado activamente como principios activos de interés para el tratamiento de procesos carcinógenos [3]. La mayoría de estas aplicaciones está relacionada con el comportamiento del fragmento amídico, debido a que este puede “imitar” la conformación de dos aminoácidos consecutivos y ser utilizado como falso sustrato por algunas enzimas, causando la inhibición de sus procesos normales.

Se sintetizaron y caracterizaron por DRX de monocristal tres fenilbenzamidas cristalinas: ácido 4-(3-nitrobenzamida) benzoico (4CPB3N), N-(4-nitrofenil)-3nitrobenzamida (4NPB3N) y N-(4-metoxi)-3-nitrobenzamida (4MPB3N), la primera vía ésteres y las otras dos vía ácidos. El fragmento central amídico tuvo un comportamiento planar definido y el ángulo dihedral entre este y los planos de los anillos bencénicos fue similar para 4CPB3N y 4MPB3N y menor para 4NPB3N, causando en los dos primeros el rompimiento de la planaridad en su empaquetamiento. En los tres sistemas las interacciones predominantes son las O...H, H...H y C...H, fueron analizadas utilizando las superficies de Hirshfeld y sus correspondientes huellas dactilares.

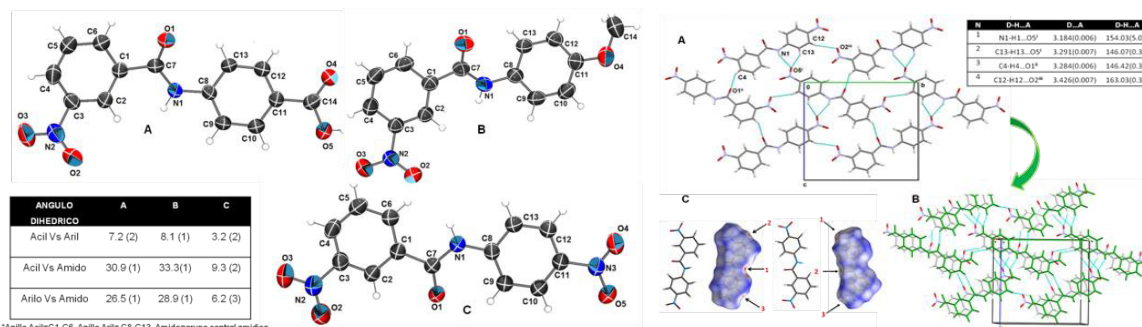


Fig.1. Estructuras de fenilbenzamidas analizadas y comparación de ángulos dihedricos (izquierda). Estudio supramolecular del sistema 4NPB3N.

Referencias: [1] Nuta, D. C. et al, Farmacia, 61, 966-974 (2013). [2] Caliendo, G. et al, Eur. J. Med. Chem.,36, 517-530 (2001). [3] Capville, R. et al, Nat. Rev. Drug Discov., 1, 493-502 (2002).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



MOLÉCULAS QUIRALES DE BAJO PESO MOLECULAR DERIVADAS DE
AMINOÁCIDOS. DE LOS ORGANOGELAS A LOS MESOCRISTALES.

F. Movilla, J. M. Rey, C. Huck Iriart, F. Di Salvo
DQIAQF/INQUIMAE-, CONICET, FCEN, UBA, Buenos Aires, Argentina
Escuela de Ciencia y Tecnología, CONICET, UNSAM, Buenos Aires, Argentina
fmovilla@qi.fcen.uba.ar

El desarrollo de nuevos materiales con características deseadas despierta interés tanto en el ámbito científico como en el tecnológico. Para el diseño racional de los mismos no solo se requiere dominar la identidad de los precursores químicos empleados como bloques de construcción, sino también controlar los mecanismos que gobiernan su ensamblado y ordenamiento.¹ En esta rama destacan los sistemas autoensamblantes, los cuales presentan la capacidad de formar materiales con propiedades específicas sin necesidad del agregado de aditivos.² Dos ejemplos de estos sistemas son los geles supramoleculares³ y los sistemas mesoscópicamente estructurados.⁴ En ambos casos, la química supramolecular de los bloques de construcción impacta directamente en las propiedades resultantes, permitiendo un control riguroso de las características obtenidas (Fig. 1).

En este trabajo se presenta una nueva familia de moléculas quirales de bajo peso molecular derivadas de aminoácidos que poseen una química supramolecular muy versátil. Se llevó a cabo un estudio detallado de las condiciones de síntesis, de la identidad de los nuevos compuestos obtenidos y de las propiedades del material resultante empleando diferentes técnicas espectroscópicas, difracción de rayos X de polvos (pDRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM). Los resultados demuestran que estos nuevos compuestos se comportan como excelentes unidades de ensamblado tanto para la formación de geles supramoleculares como para la obtención de material cristalino (monocristales, policristales y mesocristales nanoporosos). Se observó también que el tipo de material obtenido depende de los grupos funcionales presentes, del tipo de interacciones intermoleculares que puedan establecerse y de las condiciones experimentales empleadas.

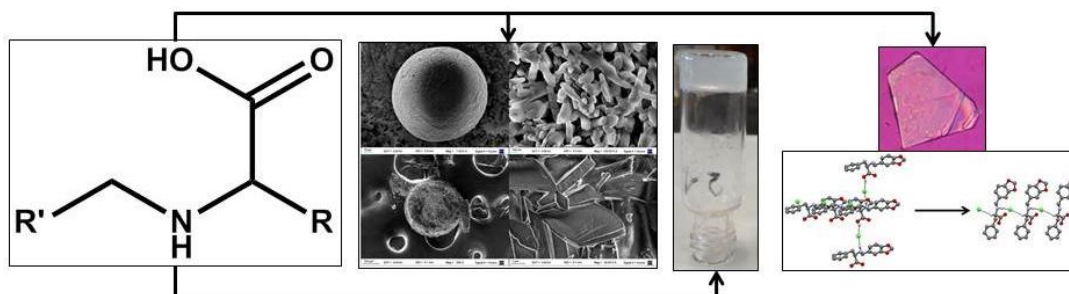


Fig.1. Esquema de los distintos sistemas materiales obtenidos por derivatización de una familia de aminoácidos

Referencias:

1. A. I. Cooper, et. al., *J. Am. Chem. Soc.*, 133, 16566–16571 (2011)
2. T. Wang, H. Colfen, M. Antonietti, *J. Am. Chem. Soc.*, 127, 3246–3247 (2005)
3. P. Dastidar, *Chem. Soc. Rev.*, 37, 2699–2715 (2008)
4. Y. Liu, Y. Zhang, J. Wang, *CrystEngComm*, 16, 5948–5967 (2014)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



THE NATURE OF ANOMALOUS HALOGEN BONDS AND σ -HOLES FROM TRIHALOGENATED NITROBENZENE DERIVATIVES

J. M. F. Custodio¹, J. A. Romero², G. Aguirre² and H. B. Napolitano¹, ¹Universidade Federal de Goiás, Goiânia, GO, Brazil. ²Tecnológico Nacional de México/I.T. Tijuana, Centro de Graduados e Investigación en Química, Tijuana, B.C., México. jeanmfcustodio@gmail.com

The halogen bond (XB) is observed when occurs one interaction between a Lewis acid (an electrophilic region from a halogen atom) in a molecular entity and a nucleophilic region in another, or the same, molecular entity¹, being attributed to many scientific fields, spanning from material sciences to biomolecular recognition and drug design². In this context, we have synthesized three novel halogen-substituted nitrobenzenes (Br₂N, NITR-F and NITR-Cl), which differ only by the halogen atom substituting at the ring position *para* to the nitro group. Br₂N ($R_1 = 4.00\%$ and $Goof = 1.061$) was crystallized in the monoclinic $P2_1/m$ space group with half molecule per asymmetric unit (AU). Its supramolecular arrangement is stabilized by a C–Br...O type-I interaction ($\theta_1 \approx \theta_2$) in which the bromine atom acts as an electrophile due its polarizability (Fig. 1a). As expected for halogens, it is observed only one σ -hole on Br atom. Both NITR-F ($R_1 = 3.43\%$ and $Goof = 1.052$) and NITR-Cl ($R_1 = 8.10\%$ and $Goof = 1.089$) were crystallized in the monoclinic crystal system and centrosymmetric space group $P2_1/c$, with one molecule per AU. Two type-II interactions ($\theta_1 \approx 90^\circ$ and $\theta_2 \approx 180^\circ$) stabilizing the crystal packing (Fig. 1b) were observed on NITR-F. In the C–Br...Cl interaction, the bromine atom acts as a Lewis acid and provides the σ -hole to XB, while the N–O...N interaction has the σ -hole over nitrogen atom due resonance effects. Finally, for NITR-Cl, it was observed one XB involving bromine and chlorine atoms and one non-classical H bond involving carbon and oxygen atoms in a dimer with $R_2^2(10)$ motif (Fig. 1c). These XB features were confirmed from theoretical calculations undertaken at M06-2x/6-311 ++ g(d,p) theory level.

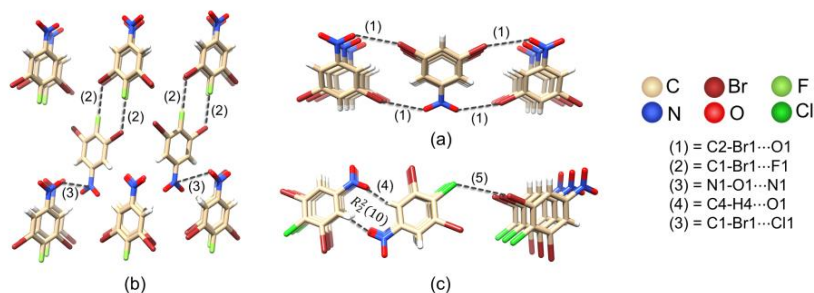


Fig.1. Intermolecular interactions observed in the Crystal packing of Br₂N (a), NITR-F (b) and NITR-Cl (c).

Agradecimientos: The authors thank to CAPES and CONACyT (Proyecto Infra-2014-224405) for financial support

Referencias:

- 1 P. M. Gabriella Cavallo, R. Milani, T. Pilati, A. Priimagi, G. Resnati and G. Terraneo, *Chem. Rev.*, 2016, **116**, 2478–2601.
- 2 J. A. Romero and Gerardo Aguirre Hernandez Sylvain Bernes, *Acta Cryst.*, 2015, **E71**, 960–964.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ON THE POLYMORPHIC SUSCEPTIBILITY OF LOSARTAN, AN
ANTIHYPERTENSIVE DRUG

J. M. F. Custodio¹, M. Teodoro¹, Z. Goulart¹, and H. B. Napolitano^{1,2}, ¹GEOLAB -
Pharmaceutical Industry, ²Universidade Estadual de Goias,
Anápolis-GO, Brazil. jeanmfcustodio@mail.com

Polymorphs are compounds with same chemical formula and different crystal structures. In the pharmacological field, these compounds are generally the active pharmaceutical ingredient (API). Since different polymorphs have different physicochemical and mechanical properties, the study of polymorphism in drugs has great importance. In this sense, we crystallized a commercial sample of the drug losartan and compared its crystalline structure with other crystalline forms found in the CCDC^{1,2}. After collection of X-ray diffraction, it was verified that the commercialized sample corresponds to the potassium and hydrated form of the drug ($R1 = 5.40\%$ and $Goof = 1.023$). The structural parameters of the complexed potassium and hydrated losartan were compared. In addition to this, theoretical calculations were made in order to quantify the energy of different crystalline forms and possible polymorphic transitions. In addition, the intermolecular interactions of the three crystalline forms were analyzed from the Hirshfeld surfaces in their "dnorm", "shape index" and fingerprints forms.

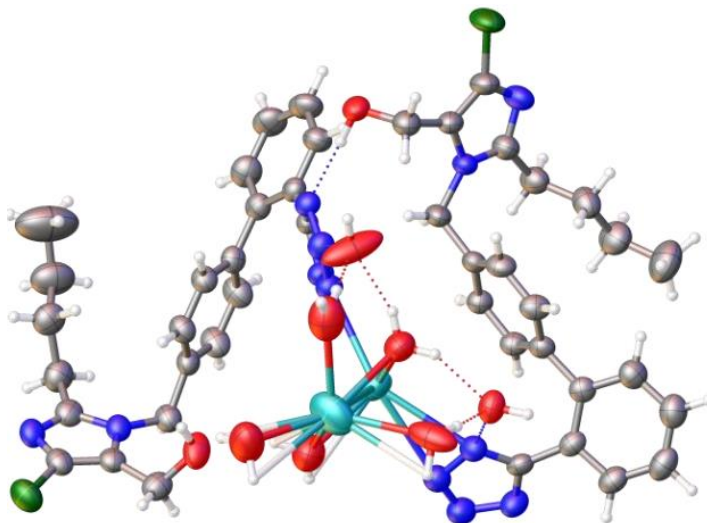


Fig.1. Ortep view of losartan

Agradecimientos: The authors thank to CAPES for the financial support.

Referencias:

- 1 H. G. Brittain, *J. Pharm. Sci.*, 2012, **101**, 464–484.
- 2 M. A. Spackman and J. J. McKinnon, *CrystEngComm*, 2002, **4**, 378–392.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Manganese(III) complexes with N_4O_2 coordination sphere, as potencial candidates to Spin-crossover phenomenon

D. Villaman, G. Arancibia, M. Fuentealba

Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Av. Universidad 330 Curauma, Chile
david.villaman.f@mail.pucv.cl

In 2006 Morgan and coworkers¹ reported the first gradual spin-crossover (SCO) phenomenon of Mn(III) hexadentate base Schiff complexes with N_4O_2 coordination sphere. Most recently work on tetradentate ligands has been done by Hanahara² group with Fe(III) systems. In this study, the effect of counterion has been explored using PF_6^- , AsF_6^- , SbF_6^- , which show abrupt SCO, incomplete SCO and only high spin behaviour, respectively.

With this background in mind, currently, we design the synthesis of Mn(III) complexes with tetradentate ligands derivate from β -diketones and salicylaldehyde of N_4O_2 type. Our group obtained four complexes with formula $[Mn(L)(py)_2]X$ and $[Mn(salen)(Im)_2]X$ (Figure 1) changing the counterion (X : BF_4^- , ClO_4^- , PF_6^- ; BF_4^- , PF_6^-). The axial ligands are pyridine and imidazole to both series of complexes. Finally in order to study the structural information to elucidate the intermolecular interactions (hydrogen bond and π - π stacking), between Mn(III) systems and counterion we used the Crystalexplorer³ software.

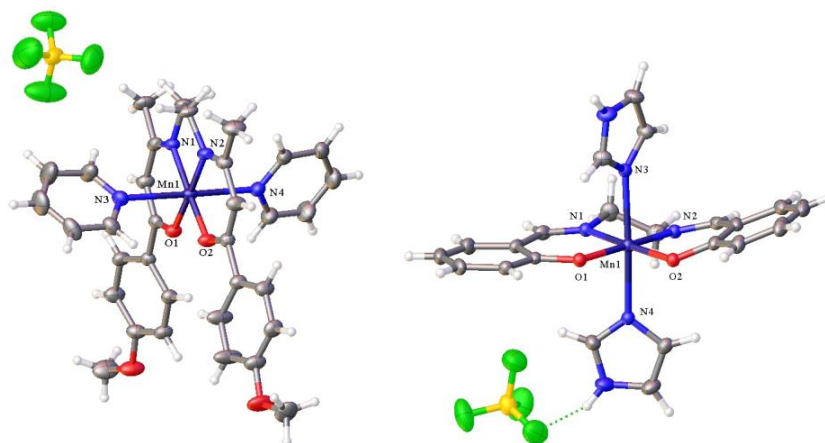


Fig.1. ORTEP to $[Mn(L)(Py)_2]BF_4$ and $[Mn(salen)(Im)_2]BF_4$ respectively.

Acknowledgments: To Fondecip EQM120095 (Single Crystal-XRD), Conicyt Scholarships and operational expenses 21151093.

References:

1. Morgan, G. G.; Murnaghan, K. D.; Müller-Bunz, H.; McKee, V.; Harding, C. J. *Angew. Chemie - Int. Ed.* **2006**, 45 (43), 7192.
2. Hanahara, K.; Ono, H.; Fujinami, T.; Matsumoto, N.; Sunatsuki, Y. *Inorganica Chim. Acta* **2015**, 429, 93.
3. McKinnon, J. J.; Jayatilaka, D.; Spackman, M. a. *Chem. Commun.* **2007**, 37, 3814.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Importancia de las interacciones π -halógeno en el ordenamiento estructural de
1,3,5-Tris(4-bromofenil)-1,3,5-triazin-2,4,6-triona.

Carlos A. Cisternas, Mitchell Bacho, Carlos A. Escobar, Alexander Trujillo
Universidad Andres Bello, Av. Republica 275, Santiago, Chile. alexander.trujillo@unab.cl

Los isocianuratos, perhidro-1,3,5-triazina-2,4,6-triones, son azo compuestos aromáticos producidos típicamente por ciclotrimerización de isocianatos. Esta familia de compuestos presentan una simetría planar D_{3h} o pseudo- D_3 torcida, que les permite ser candidatos prometedores en diversas aplicaciones en la química de polímeros como también en óptica no lineal^[1]. Bajo este último contexto, *Paul et al.* han reportado la síntesis y estudio estructural de 1,3,5-Tris(4-bromofenil)-1,3,5-triazin-2,4,6-triona (**1**)^[2]. Con el propósito de generar análogos, nuestro grupo de investigación realizó la síntesis de este precursor siendo purificado mediante recristalización por evaporación lenta en cloroformo. Inesperadamente, la cristalización generó monocristales de color diferente al ya reportado, los cuales fueron estudiados mediante Difracción de Rayos X. El análisis estructural y cristalino reveló que **1**·**CHCl₃** cristaliza en el grupo espacial tetragonal $R3c$, mientras que **1** cristaliza en el grupo espacial monoclinico $C2/c$ de menor simetría. Esta diferencia se debe a la existencia de interacciones intermoleculares π -halógeno entre la molécula y el solvente.

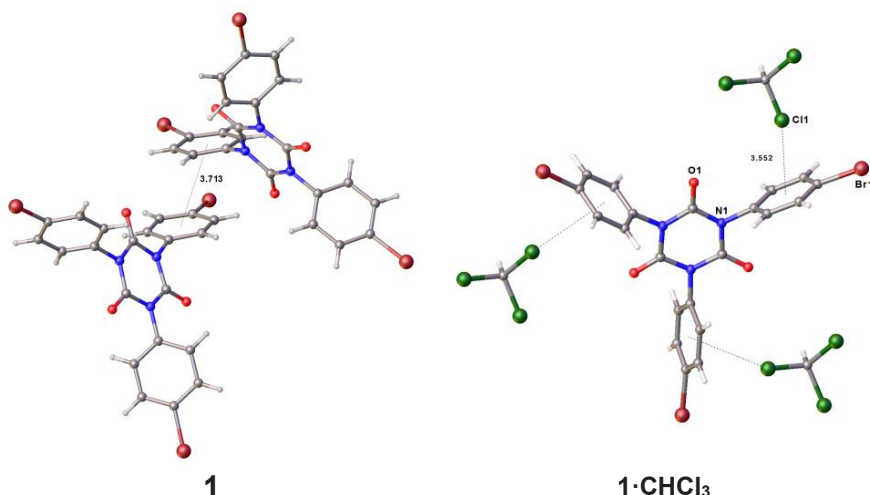


Fig.1. Diagrama *Ball and Stick* de las interacciones intermoleculares π - π y π -halógeno para **1** y **1**·**CHCl₃**, respectivamente.

Agradecimientos: Los autores agradecen al Proyecto interno UNAB DI-517/RG.

Referencias:

1. G. Argouarch, R. Veillard, T. Roisnel, A. Amar, H. Meghezzi, A. Boucekkine, V. Hugues, O. Mongin, M. Blanchard-Desce, and F. Paul, *Chem. - A Eur. J.* **18**, 11811 (2012).
2. Z. Pokladek, M. Dudek, O. Mongin, R. Métivier, P. Mlynarz, M. Samoc, K. Matczyszyn, and F. Paul, *Chempluschem* **82**, 1372 (2017).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Characterization of substituted 1,2-diphenylethyne as linkers in the synthesis of new bi-chalcones

C. A. Escobar, I. Salinas-Ortega, J. C. Santos and A. Trujillo.

Universidad Andres Bello, Departamento de Cs. Químicas, Laboratorio de Síntesis Orgánica y Organometálica, Av. República 275, Santiago, Chile, cescobar@unab.cl

Bichalcones, are dimmers consisting in two chalcone units linked together. Two chalcone units may be joined together through different linkers' types. The nature of the linking in a bichalcone of natural origin, can be a biarylether typed as occurs for instance in Rhuschalcone I, a natural product found in the bark of the Rhus pyroides¹, or it can be a biaryl typed, as exemplified by the natural Rhuschalcone VI². These last linker types, being also possible in bichalcones of synthetic origin. Among the reported synthetic biaryl typed bichalcones³, any example has been found in the literature exploring structures were different functional groups has been intercalated between the biaryl moiety. In this work we report on (i) the synthesis and the crystal and molecular structure solved by X-ray diffraction analysis for 1,2-di *p*-formylphenylethyne (**1**) but also its complete spectroscopic characterization and (ii) The main intermolecular interaction energies of the packing studied using Density Functional Theory, DFT, at the b3lyp/def2TZVP calculation level.

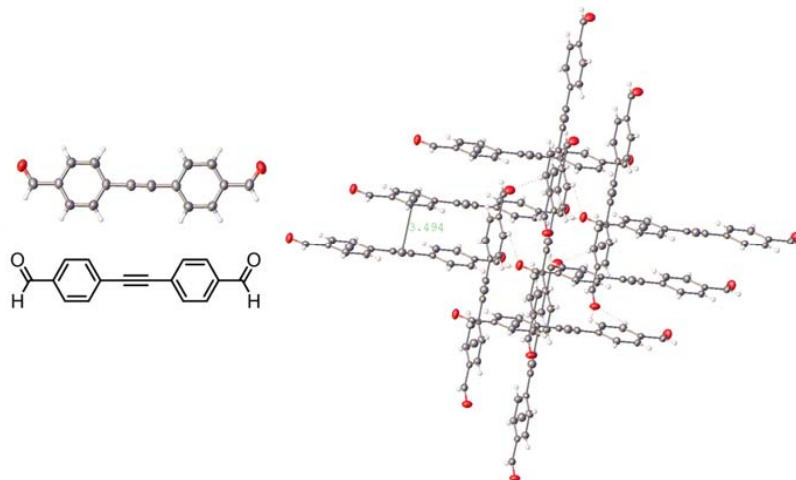


Fig.1. Molecular structure solved by X-ray diffraction analysis for 1,2-di *p*-formylphenylethyne (**1**) (left). π - π (aryl-alkynyl) interactions found in the crystal structure (right).

Agradecimientos: The authors gratefully acknowledge generous financial support from UNAB DI-57-12/R.

Referencias:

1. I. B. Masesane, S. O. Yeboah, J. Liebscher, C. Mügge, B. M. Abegaz, *Phytochemistry*, 2000, **53**, 1005–1008.
2. S. O. Mihigo, W. Mammo, M. Bezabih, K. Andrae-Marobela, B. M. Abegaz, *Bioorg. Med. Chem.* 2010, **18**, 2464-2473.
3. C. A. Escobar, W. A. Fernández, A. Trujillo, J. C. Santos, T. Roisnel, M. Fuentealba, *Tet. Letters*, **55** (38), 2014, 5271-5274.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



La gran distancia Zn···O en la estructura cristalina del cinc(II) complejo:
geometría derivada de cálculos QTAIM

M.C.R. Freitas^a, L. V. Freitas^b, A. L. S. F. Santos^b, F. C. Costa, J. B. Calixto^b, P. V. P. Miranda^b, T. J. J. Silva^b, E. S. Pereira^c, W. R. Rocha^c, W. B. Almeida^d, L. A. Souza^d,
^a Instituto de Química, da Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 23890-000; ^b Instituto Federal do Rio de Janeiro, Nilópolis, RJ, 26530-060, Brazil; ^c Laboratorio de Química Computacional e Modelagem Molecular (LQC-MM), Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Belo Horizonte, MG, 31270-901, Brazil; ^d Departamento de Química Inorgânica, Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense (UFF), Campus do Valonguinho, Niterói, RJ, 24020-141 Brazil, maria_freitas@ufrj.br

Nuestro trabajo describe una estructura cristalina unido dados experimentales y teóricos. La unión de los estudios se muestra importante, para distinguir la correcta geometría de el complejo formado, entre tetraédrico e octaédrico. Hay una duda decurriente de la gran distancia entre los átomos de cinc e oxígeno del ligante (Fig 1.).

Se ha sintetizado un complejo de zinc (II) con el ligante derivado de hidroxiquinolina, en la búsqueda de compuestos del tipo metal-proteína atenuantes (MPAC) en el contexto de las drogas para Alzheimer.¹ Con este objetivo, es deseable que el complejo formado presente un alto valor de la constante de formación con el ion metálico en contrapartida a la proteína, haciéndolo así viable como MPAC. Por eso, la investigación del modo de coordinación, y la asignación de la correcta geometría adoptada por el ion metálico fue investigada usando datos de DRX y cálculos QTAIM.²

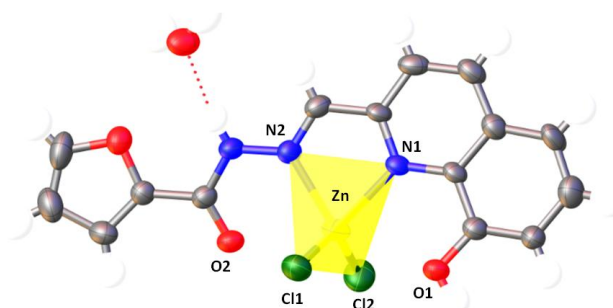


Fig.1. Cinc(ii) complejo, en la tetraedral geometría.

Agradecimientos: LISCOMP, UFF, LDRX-UFF, CAPES, FAPERJ.

Referencias:

1. R.A. Hauser-Davis, *et al.*, Metallomics 7 (2015) 743 e 747.
2. L.V. De Freitas *et al.*, Journal of Molecular Structure 1169 (2018) 119 e129.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Síntesis y caracterización de β -dicetonas y complejos de Cu(II) que incluyen en su estructura tiofeno.

J. Oyarce, V. Artigas, M. Fuentealba, D. Carrillo, C. Manzur*

Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Campus Curauma, Avenida Universidad 330, Valparaíso, Chile

jocelyn.oyarce.a@mail.pucv.cl

Los metalo-polímeros, como películas delgadas, son investigados por sus posibles aplicaciones en dispositivos optoelectrónicos¹. En este contexto, en el último tiempo hemos estado interesados por obtener metalo-polímeros mediante electrodeposición de β -dicetonato-complejos de Cu(II) que portan en su estructura grupos tiofeno polimerizables^{2,3} (figura 1).

Los seis compuestos fueron sintetizados y caracterizados mediante las técnicas convencionales (IR, UV-vis, AE) y por difracción de rayos-X de mono-cristal. En este último caso, el refinamiento de este tipo de estructuras se ha realizado considerando el desorden que presenta el grupo tiofeno⁴.

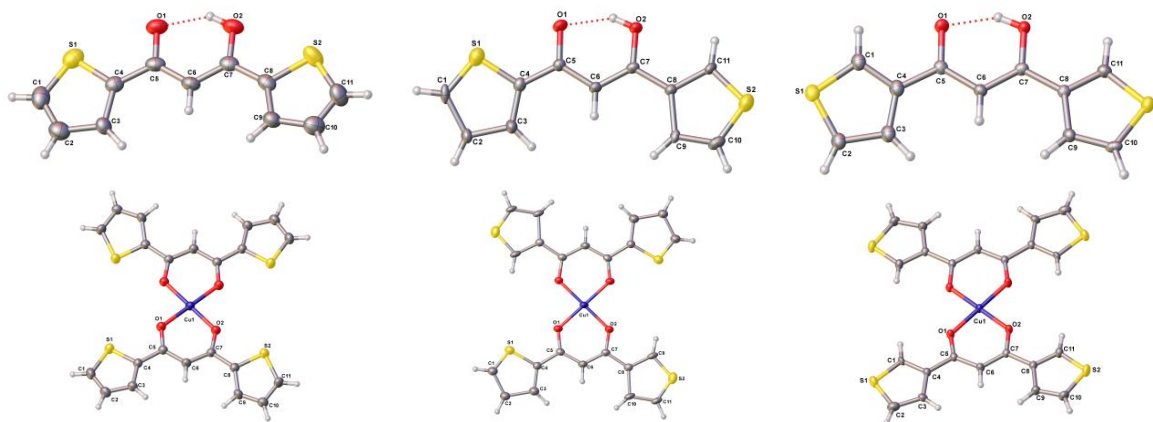


Fig.1. ORTEP de β -dicetonas y complejos de Cu(II).

Agradecimientos: Beca CONICYT 21171363, Proyecto FONDECYT 1140903, Fondecip (EQM120095 y EQM130154).

Referencias:

1. R. J. Mortimer, Annu. Rev. Mater. Res, 41, 241-268 (2011)
2. A. Smie, A. Synowczyk, J. Heinze, R. Alle, P. Tschuncky, G. Götz, P.J. Bäuerle, Electroanal.Chem. 452, 87-95 (1998)
3. J. L. Reddinger, J. R. Reynolds, Chem. Mater, 4756, 1236-1243 (1998)
4. J. Oyarce, L. Hernández, G. Ahumada, J.P. Soto, M. A. del Valle, V. Dorcet, D. Carrillo, J. R. Hamon*, C. Manzur*, Polyhedron, 123, 277-284 (2017).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Estudio estructural de Complejos de Ni(II) y Cu(II) derivados de bases de Schiff tetradentados N₂O₂. Potencial aplicación como Inhibidores de la Corrosión.

E. Olave, V. Artigas, R. Vera, M. Fuentealba*.
Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Av. Universidad 330, Curauma, Chile.
elizabeth.olave.n@mail.pucv.cl

A nivel industrial, ingenieril y medio ambiental resulta evidente el gran interés por prolongar la vida útil del metal y/o aleación presente en estructuras expuestas a ambientes corrosivos agresivos. Bajo este contexto, en los últimos años se ha estudiado la utilización de bases de Schiff como inhibidores de la corrosión. Esto es debido a la capacidad que poseen estos ligandos de ser adsorbidos sobre la superficie del acero al carbono, bloqueando sitios activos y disminuyendo la pérdida de masa y la velocidad de corrosión del acero¹⁻².

Con el propósito de estudiar la potencial aplicación de Complejos de Ni(II) y Cu(II) derivados de bases de Schiff tetradentados N₂O₂ como inhibidores de la corrosión en el acero al carbono, se ha llevado a cabo la síntesis y estudio estructural sobre un set de complejos de Ni(II) y Cu(II) derivados del ligando salen [N,N'-Etilenbis(salicilimina)] y 5-MeO-salen [N,N'-Etilenbis(5-metoxi-salicilimina)] (Figura 1.).

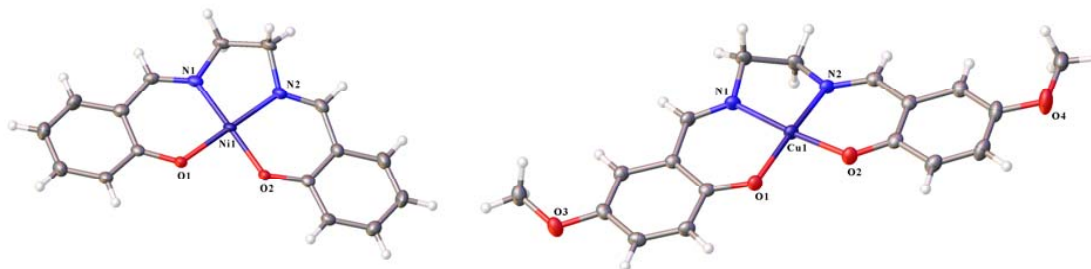


Fig.1. Diagrama ORTEP con 50% de probabilidad de [Ni(salen)₂] y [Cu(5-Meo-salen)₂].

El estudio estructural ha mostrado, en todos los complejos de Ni(II) y Cu(II), que el centro metálico de Ni(II) y Cu(II) está tetracoordinado. Cuya esfera de coordinación del tipo [NiN₂O₂] y [CuN₂O₂] puede ser descrita como una plano cuadrado distorsionado formado por 2 átomos de N del fragmento etilendiamina, 2 átomos de O hidroxílico del fragmento salicilato.

Actualmente, se están realizando estudios que revelen el comportamiento protector del sistema metal-inhibidor de los complejos de Cu(II) y Ni(II), a través de curvas de polarización, que simulan a nivel de laboratorio las condiciones industriales “reales” del acero al carbono. Donde se comparará el efecto protector del ligando base de Schiff como de su compuesto de coordinación de Ni(II) y Cu(II).

Agradecimientos: Los autores agradecen al proyecto FONDECYT N° 1130640 y FONDEQUIP EQM130154. E. Olave agradece a la beca CONICYT N° 21161029.

Referencias:

1. Murat Farsak, Hülya Keles, Mustafa Keles, Corrosion Science 98, 223 (2015)
2. Hülya Keles, Duygu Melis Emir, Mustafa Keles, Corrosion Science 101, 19 (2015)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Síntesis, caracterización y estudio estructural-cristalino de mononucleares y polímeros de coordinación de Fe(III)

V. Artigas, E. Olave, M. Fuentealba*.

Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Av. Universidad 330, Curauma, Chile.

Vania.artigas.s@mail.pucv.cl

En la actualidad, el creciente interés por obtener materiales multifuncionales, ha atraído la atención de los investigadores sobre sistemas $[\text{Fe}(\text{N}_4\text{O}_2)]\text{X}_2$ con propiedades SCO, debido a que es una candidato prometedor para ser combinado con alguna otra propiedad, de tal manera de generar una nueva clase de materiales para ser frente a la avenida necesidad de desarrollar nuevas tecnologías¹⁻².

Con el interés por aportar al conocimiento acerca de las interacciones intermoleculares responsable del fenómeno SCO, se presenta la síntesis, caracterización y estudio estructural-cristalino de mononucleares y polímeros de coordinación de Fe(III) derivados del ligando de base de Schiff bis-tetradentado N_2O_2 con dos ligando axiales nitrogenados monodentados y bidentados (Fig. 1)

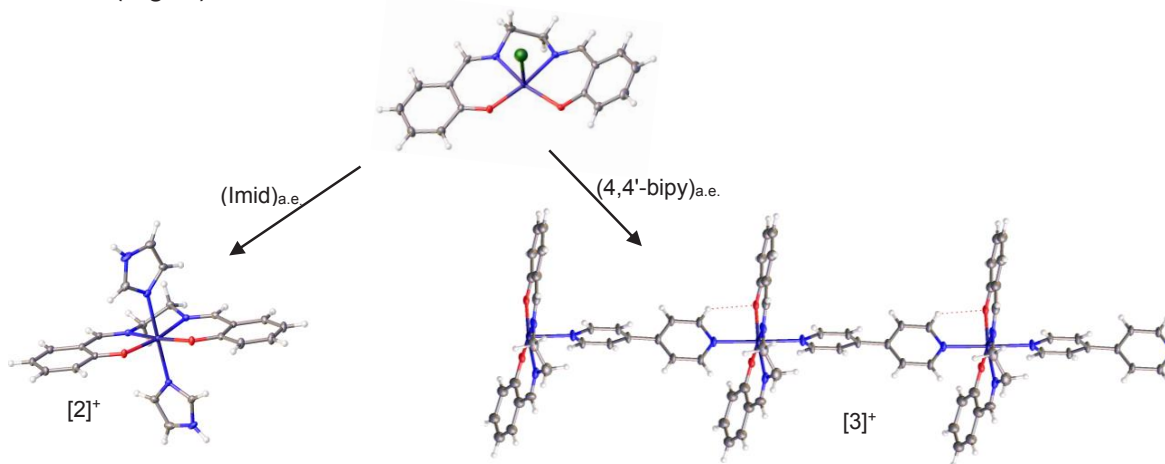


Fig.1. Esquema de síntesis y diagrama ORTEP con 30% de probabilidad de $[2]^+$ y $[3]^+$. Los contraiones CF_3SO_3^- y PF_6^- fueron removidos para mayor claridad.

El estudio estructural-cristalino de $[2]^+$ y $[3]^+$ reveló que el centro metálico de Fe(III) hexacoordinado $[\text{FeN}_4\text{O}_2]^+$ y la esfera de coordinación puede ser descrita como un octaedro distorsionado formado por 2 átomos de N del fragmento etilendiamina, 2 átomos de O hidroxílico del fragmento salicilato y por 2 átomos de N axiales del fragmento imidazol (Imid) o 4,4'-bipiridina (4,4'-bipy).

Agradecimientos: Los autores agradecen al proyecto FONDECYT N° 1130640 y FONDEQUIP EQM130154. V. Artigas y E. Olave agradecen a la beca CONICYT N° 21130944 y 21161029.

Referencias:

1. M.A. Halcrow, Spin-Crossover Materials Properties and Applications, 121 (2013).
2. T.M. Ross, S.M. Neville, D.S. Innes, D.R. Turner, B. Moubaraki, K.S. Murray, Dalt. Trans. 39, 149 (2010).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



DISCUSIÓN SOBRE LA POSICIÓN DE H EN UN EQUILIBRIO TAUTOMÉRICO DE UN DERIVADO DE CHALCONA

L. Álvarez,^a D. Toledo,^b R. Baggio,^c J. Soto,^b J. Muñoz,^b Y. Moreno,^b

^aUniversidad Técnica Federico Santa María, Departamento de Química, Valparaíso, Chile.

^bUniversidad Andrés Bello, Viña del Mar, 2520000, Chile.

^cGcia. Inv. Ap., Centro Atómico Constituyentes, CNEA, Buenos Aires, Argentina.

Yanko.moreno@unab.cl.

Los compuestos heterocíclicos, tales como los derivados de pirimidina están presentes en diferentes productos naturales que exhiben una variedad de propiedades químicas y físicas que los convierten en un atractivo fuente de materiales de investigación para la Química Heterocíclica Sintética, Química Analítica y Farmacología.

El conocimiento estructural de estos compuestos tributan en gran medida a la difracción de rayos X de cristal único, cuya eficacia extrema está fuera de toda duda, como lo confirman los contenidos en rápida expansión del CSD; sin embargo, siempre hay desafío que escapan a la difracción, como es el caso de la localización de algunos H, los que están sujetos a equilibrios tautoméricos.

Presentamos aquí el caso de un a equilibrio tautomérico *thione-thiol* en un derivado de chalcona. Discutimos la síntesis, difracción de rayos X, cálculos teóricos y RMN llevados a cabo a fin de dilucidar la real existencia de este equilibrio. La Fig 1 muestra las posibles estructuras involucradas en este equilibrio.

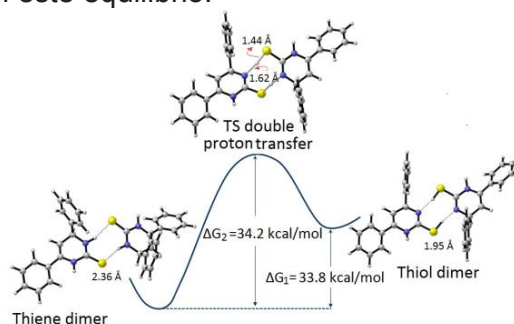


Fig.1: Posibles estructuras involucradas en el equilibrio tautomérico.

Agradecimientos:

YM acknowledges FONDECYT (grant 1130433) and UNAB (DI-773-15R); DT thanks CONICYT for graduate fellowship #21120148. Data collection at the Crystallography Laboratory of UNAB is gratefully acknowledged. LÁ thanks to "Dirección General de Investigación, Innovación y Postgrado of Universidad Técnica Federico Santa María" (DGIIP-USM) for the "Programa de Incentivo a la Iniciación Científica" (PIIC-2017) fellowship.

Referencias:

1. Stoyanov, S., Petkov, I., Antonov, L., Stoyanova, T., Karagiannidis, P. & Aslanidis, P. Canadian Journal of Chemistry, 68, 1482-1489. 7. (1990).
2. Nevin Süleymanoğlu*, Reşat Ustabaşb, Şahin Direkelc, Yelda Bingöl Alpasland, Yasemin Ünvere. Journal of Molecular Structure, DOI: 10.1016/j.molstruc.2017.08.075



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Acido 1,2,4,5 bencenotetracarboxílico un ligante versátil en la química de coordinación

A. M. Atria¹, J. Parada¹, R. Baggio² and O. Peña³ Y. Moreno⁴

¹Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas, Universidad de Chile. Santiago, Chile.

²Gerencia de Investigación y Aplicaciones, Comisión Nacional de Energía Atómica, Buenos Aires, Argentina.

³Institut des Sciences Chimiques de Rennes, Université de Rennes 1, Rennes, Francia.

⁴Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Andrés Bello, Viña del Mar, Chile.

yanko.moreno@unab.cl

Las estructuras cristalinas de diversa dimensionalidad construidas alrededor de centros metálicos y unidas por enlaces de carboxilato son sistemas extremadamente interesantes desde un punto de vista estructural, debido a las variaciones topológicas que pueden dar lugar, así como por sus potenciales aplicaciones en medicina, catálisis heterogénea, separaciones químicas etc¹.

En particular, la molécula de ácido bencenotetracarboxílico (H₄btc) tiene características estructurales que lo convierten en un candidato sobresaliente para los compuestos híbridos metal-orgánicos, debido a sus cuatro grupos carboxílicos².

La presencia de dos átomos de oxígeno potencialmente coordinantes en el grupo carboxilato generalmente hace que sus compuestos sean particularmente estables, al mismo tiempo que pueden asumir diferentes modos de coordinación con los centros metálicos (syn-syn, syn-anti y anti-anti), lo que puede conducir a una variedad de tipos estructurales.

Como parte de nuestra línea de investigación, en este trabajo se presenta el estudio estructural de complejos de metales de transición diméricos y poliméricos sintetizados a partir de este ácido y ligantes nitrogenados: [Ni₂(amp)₄(btc)(H₂O)₂].10H₂O (1), [Ni₂(btc)(bpma)₂(H₂O)₂][Ni(bpma)(H₂O)₃]₂(btc).6H₂O (2), {[Co₂(btc)(pirazol)₈].4H₂O}_n (3), {[Co-(H₂btc)(bpe)(H₂O)₂] dpe }_n (4) donde amp corresponde a 2-(aminometil)piridina, bpma es Bis(2-piridilmetil)amina y bpe es 1,2-bis(4-piridil)etano.

Agradecimientos

Laboratorio Internacional Asociado : Moléculas y materiales multifuncionales (LIA M3)

Referencias

1. Y.B. Go, X. Wang, E.V. Anokhina and A.J. Jacobson Inorg. Chem. 44,8266, (2005).
2. Y-Z.Zheng, Z.Zheng, X-M.Chen, Coord. Chem.Rev. 258-259,1(2014)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Dos familias de conduritoles isoestructurales con regulación estructural por cambio de sustituyente.

L. Suescun, G.D. Tibhe, M.A. Macías, V. Schapiro y E. Pandolfi

Universidad de la República, Facultad de Química, Montevideo, Uruguay y Universidad Nacional de Los Andes, Departamento de Química, Bogotá, Colombia. leopoldo@fq.edu.uy

El análisis de redes tridimensionales de compuestos naturales y sintéticos es la base de desarrollo de la ingeniería de cristales y busca el diseño de materiales cristalinos con propiedades físicas o con actividad química/biológica regulable desde la estructura. La cristalografía aplicada a compuestos orgánicos sintéticos usualmente se limita a la comprobación de la estructura propuesta por otros métodos, a la determinación de la estructura absoluta de compuestos enantioméricamente puros o a la resolución de algún problema específico durante la síntesis. Raramente hemos encontrado en el estudio sistemático de compuestos orgánicos sintéticos, casos como los que se presentan en este trabajo. El conduritol-C¹ (C₆H₁₀O₄) (Fig 1a) con sustitución del H5 por R (R=metilo², Br³) y sus correspondientes acetónidos en posición 3-4 (C₉H₁₄O₄) (Fig 1b), forman series isoestructurales, donde el tamaño de R determina alguna de sus características.

Los acetónidos del conduritol-C cristalizan en planos dobles de moléculas unidas por enlaces de hidrógeno entre los hidroxilos no protegidos, con los sustituyentes R hacia afuera de los planos. La dimensión cristalográfica normal a los planos varía linealmente con el tamaño de R como se verificó para R=H, CH₃ y Br. La figura 1c muestra el arreglo para metil-conduritol-C acetónido. Para los conduritoles sustituidos el arreglo es hexagonal, grupo espacial P6₁, formándose canales cuyo radio máximo (para R=H en el conduritol-C) es de 5.86 Å, reduciéndose 3.66 Å para bromo-conduritol-C y metil-conduritol-C. La razón de esta constancia en la estructura es que la red de enlaces de hidrógeno entre los cuatro OH de las moléculas no se ve afectada por el sustituyente R que apunta hacia el centro de los canales, generándose una manera de regular el radio y reactividad química del canal modificando la naturaleza de R.

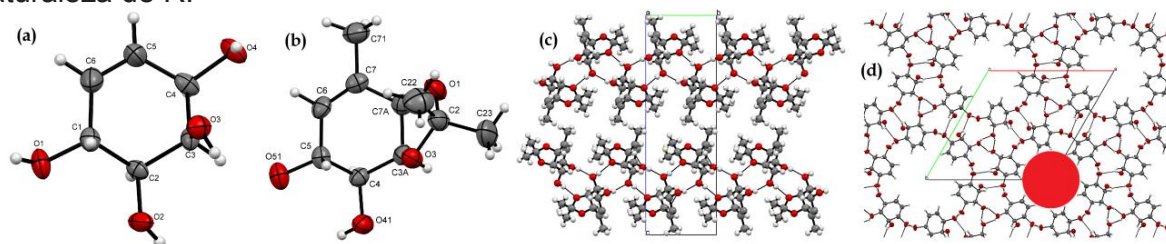


Fig.1.(a) conduritol C, (b) empaquetamiento formando canales de más de 5Å de diámetro, (c) acetónido del conduritol (C) metilado (d) Empaquetamiento en capas del metil-conduritol-C con el metilo como separador.

Agradecimientos: ANII (Agencia Nacional de Investigación e Innovación, Uruguay) por becas posdoctorales PD_NAC_2014_102498 (G.D.T) y PD_NAC_2014_1_102409 (M.A.M).

Referencias:

1. G.D. Tibhe et al, Synthesis 2017, 49, 565-570
2. M.A. Macías et al, Acta Cryst. 2015, E71, 1013-1016.
3. G.D. Tibhe et al, Molecules (2018) Accepted manuscript.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ENGINEERED PHARMACEUTICAL SALTS OF PAROXETINE WITH
CARBOXYLIC ACIDS: THE IMPROVEMENT OF MANUFACTURABILITY AND
PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES

P. S. Carvalho Jr, Luan F. Diniz, Matheus S. Souza, Karla Regina Warszawski, Carlos E. D. Nazario, Javier Ellena. *Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, P.O. 79074-460, Campo Grande, MS, Brazil. paulo.sousa@ufms.br*

Paroxetine hydrochloride, PRX HCl, is an important and widely prescribed antidepressant drug for the anxiety and depression treatment[1-3] Since hydrochloride salts may imply problems in the manufacture[4, 5], the formation of salts with organic acids, which imply gains in these aspects, it has been successfully investigated. Herein, organic salts with oxalic (OXA), fumaric (FUM), maleic (MAL) and tartaric (TRT) acids have been designed based on the $\text{NH}_2^+ \cdots \text{COO}^-$ synthon. All salts were obtained from the innovative anion exchange method: selective crystallization from a mixture of PRX HCl and neutralized acid. The crystal structures of salts of the Paroxetine (PRX) with dicarboxylic acids were determined by single-crystal X-ray diffraction (SCXRD) method. Except FUM and MAL acids, all the carboxylic acids form hydrated salt. Of note, unlike the FUM and MAL salts, the oxalate and tartrate salts are formed by complete protonation of the anion and exhibit stoichiometry 1: 2. All structures have $Z' > 1$ and different conformations are found for PRX molecules. In general, the ionic units in the salts extend into chains that packs cohesively, via $\text{CH} \cdots \text{O}$ and $\text{CH} \cdots \pi$ interactions, in layers. The oxalate salt forms a channel structure where H_2O molecules are hosted. On the other hand, the presence of water in the tartrate one is the packing ionic layers. The salts have been further characterized by thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry, FT-IR and solid-state spectroscopy. The organic salts are thermally more stable than the commercial form, $m.p > 143^\circ$. Consequently, they exhibit lower solubility compared to hydrochloride form. The scientific contributions of this study show the diversity of the solid forms and define candidates to new antidepressants APIs solid formulations.

Acknowledgment: Instituto de Física de São Carlos from Universidade de São Paulo (IFSC-USP) for the SCXRD analysis.

References:

1. Begg, E.J., et al., *Paroxetine in human milk*. British Journal of Clinical Pharmacology, 1999. **48**(2): p. 142-147.
2. Hiemke, C. and S. Härtter, *Pharmacokinetics of selective serotonin reuptake inhibitors*. Pharmacology & Therapeutics, 2000. **85**(1): p. 11-28.
3. Bourin, M., P. Chue, and Y. Guillon, *Paroxetine: A Review*. CNS Drug Reviews, 2001. **7**(1): p. 25-47.
4. Miyazaki, S., M. Oshiba, and T. Nadai, *Precaution on use of hydrochloride salts in pharmaceutical formulation*. Journal of Pharmaceutical Sciences, 1981. **70**(6): p. 594-596.
5. Stahl, P.H. and S. Finlay S., *Pharmaceutical Aspects of the API Salt Form*, in *Pharmaceutical Salts: Properties, Selection, and Use*, P.H. Stahl, Editor. 2011, Wiley-VCH: Zürich, Switzerland.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Isomerismo Supramolecular en Polímeros de Coordinación con Carbohidrazidas derivadas de Pirazolona y Zn^{II}

G. Ripoll^a, V. Quezada^a, J. Belmar^a, J. Pasán^b, C. Ruiz-Pérez^b C.A. Jiménez^a

^aDpto. Química Orgánica, Fac. Cs. Químicas. U. de Concepción, Concepción, Chile. ^bDpto. Física Fundamental II, Fac. De Física. U. de La Laguna, Tenerife, España. gripoll@udec.cl.

Los polímeros de coordinación porosos son considerados como una gran opción al momento de desarrollar materiales con un buen desempeño en aplicaciones como almacenamiento de gases, separación de moléculas, catálisis, liberación controlada de drogas y sensores químicos.¹ Actualmente, existe escasa evidencia en la literatura donde este tipo de metalosupramoléculas incorporen al anillo de pirazolona como unidad coordinante. Las pirazolonas poseen ciertas ventajas, como: alta capacidad de funcionalización y buena solubilidad, permitiendo en principio crear ligandos específicos con facilidad.²

Las moléculas tienen la capacidad de adoptar más de una estructura cristalina, pudiendo generar diferentes isómeros. Este fenómeno, de interés científico, desafía la idea de que las moléculas se ordenan exclusivamente en la forma termodinámicamente más estable.³ En este trabajo se discute el caso de dos polímeros de coordinación que son isómeros conformacionales. El ligando corresponde a una carbohidrazida derivada de pirazolona, el cual posee tres sitios coordinantes y en ambos isómeros se presentan los mismos hábitos de coordinación, diferenciándose por algunas diferencias angulares por parte del ligando al momento de coordinar. Ambos isómeros fueron obtenidos desde la misma mezcla de reacción, uno perteneciente al grupo espacial I-4 y el otro al Pa-3

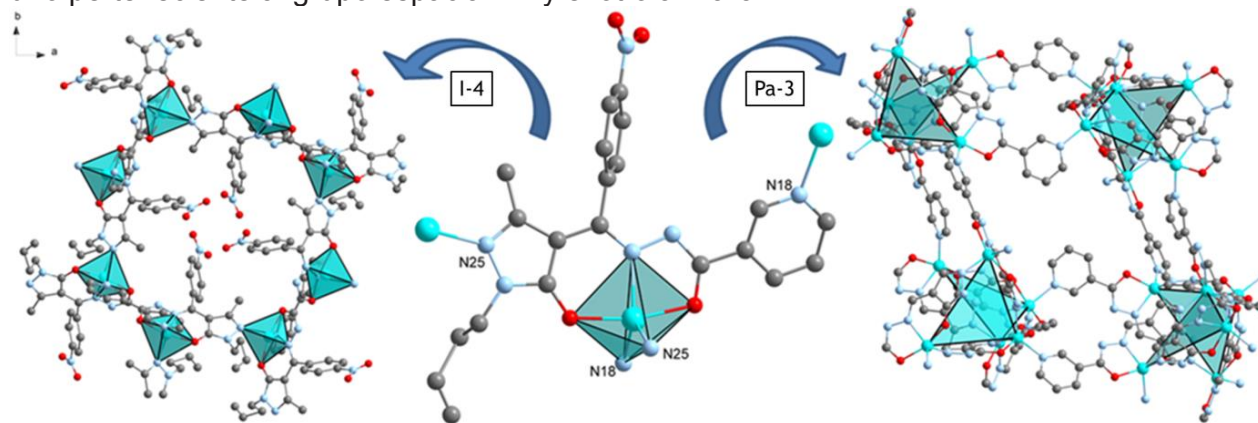


Fig.1. Isómeros sintetizados a partir de piridincarbohidrazona derivada de acilpirazolona.

Agradecimientos: CONICYT FONDECYT N°1150747 y MAT2017-89207-R. Instituto de Geología Económica Aplicada (GEA) de la Universidad de Concepción. Laboratorio de Catálisis II, Fac. Cs. Químicas. Universidad de Concepción.

Referencias:

1. H. C. Zhou, S. Kitagawa, Chem. Soc. Rev., 43, 5403-6176 (2014).
2. X. Guan-Cheng, Z. Li, Z. Yan-Hui, G. Ji-Xi, S. Man-Qi, J. Dian-Zeng, CrystEngComm, 15, 2873-2880 (2013).
3. V. Lopez-Mejías, A. Matzger, Cryst. Growth. Des, 15, 3955 – 3962 (2015)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Síntesis, caracterización y estudio estructural de derivados de L- α -aminoácidos con 4-piridincarboxaldehído

O.C. Sánchez Montilva, A. Rivas, M. G. Rodríguez y F. Di Salvo
INQUIMAE/DQIAQF, CONICET, FCEN, UBA, Buenos Aires, Argentina
mgrodriguez@qi.fcen.uba.ar

Los L- α -aminoácidos (L- α -AA) poseen grupos amino y carboxilo proclives a la derivatización que dan lugar a la formación de amidas, ésteres e iminas, a partir de la reacción con diferentes precursores orgánicos. Por ello, pueden considerarse como candidatos ideales para generar compuestos orgánicos quirales de gran diversidad estructural. Estas funcionalidades permiten establecer enlaces de coordinación con iones metálicos e impulsar diversos tipos de interacciones intermoleculares en estado sólido para la creación de sistemas cristalinos ^[1]. En particular, la síntesis de aminas secundarias a partir de la reducción de compuestos tipo base de Schiff, obtenidas de la reacción de L- α -AA y aldehídos, producen compuestos quirales estables. Para el estudio de derivados de L- α -AA monosustituídos, se sintetizaron dos nuevos compuestos quirales denominados **1** y **2**, utilizando 4-piridincarboxaldehído como aldehído precursor y los L- α -AA, ácido L-aspartico (L-Asp) y L-ornitina (L-Orn), respectivamente. Los monocristales del derivado **1** fueron estudiados por DRX de cristal único, revelando que el derivado se encuentra como zwitterion o ión dipolar (Fig. 1). El análisis supramolecular reveló que el empaquetamiento cristalino está gobernado por interacciones intermoleculares electrostáticas asistidas por uniones de hidrógeno del tipo $N^+ - H \cdots OCO^-$ y $O - H \cdots N$ entre el grupo $-COOH$ de la cadena lateral del L-Asp y el átomo de nitrógeno del anillo piridínico. En la búsqueda en la Base Cristalográfica de Cambridge (CSD: *Cambridge Crystallographic Database*) ^[2], se encontraron sistemas análogos derivados de L- α -AA neutros como la L-alanina (L-Ala, **3**) y L-valina (L-Val, **4**) ^[3]. El análisis de la estructura supramolecular y sus respectivas interacciones no covalentes se analizaron con las superficies de Hirshfeld, y sus respectivos histogramas bidimensionales ^[4].

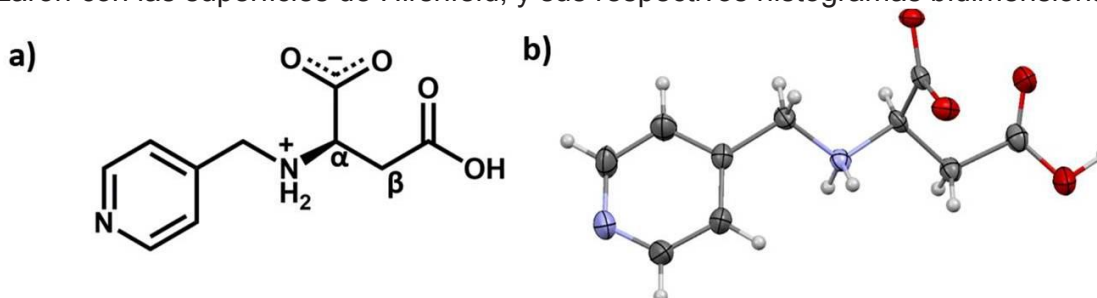


Fig.1. a) Molécula en forma zwitteriónica y b) Estructura cristalina del derivado del ácido L-aspartico.

Referencias:

1. G. C. Barret, *Amino Acid Derivatives: A Practical Approach*. Oxford University Press, New York (2002).
2. F. H. Allen, *Acta Crystallogr. Sect. B*, 58, 380–388, (2002).
3. T. Kundu, S. C. Sahoo, S. Saha, R. Banerjee, *Chem. Commun.*, 49, 5262, (2013).
4. F. L. Hirshfeld, *Theoret. Chim. Acta (Berl)*, 44, 129-138, (1977).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



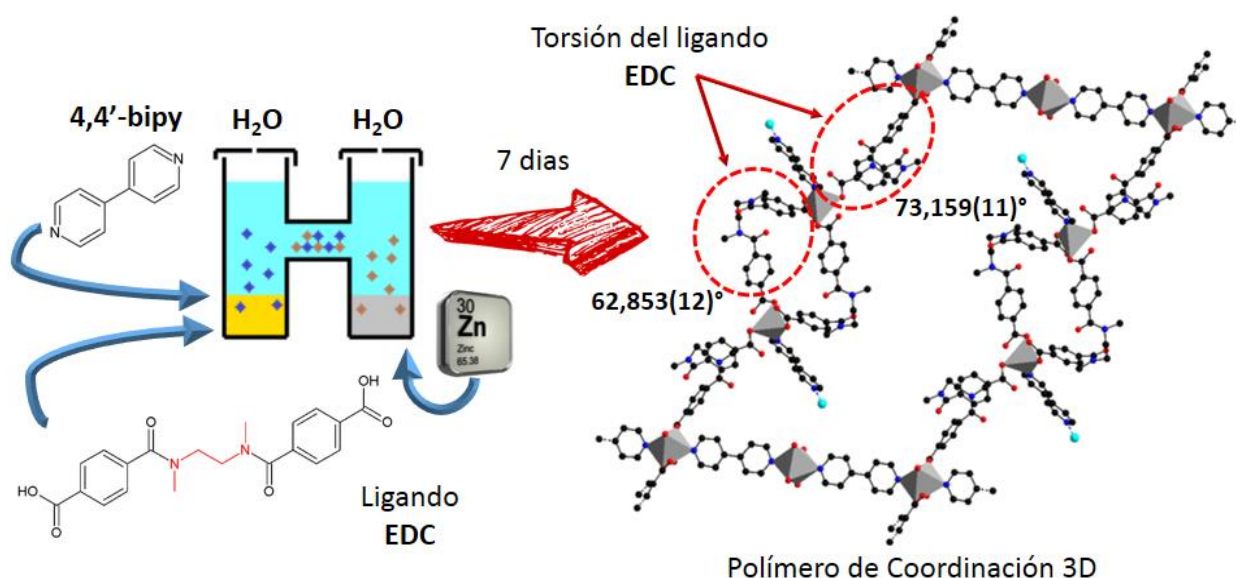
Conformación “syn-clinal” del Ligando Flexible *bis*-carboxilato-*bis*-amida al formar un Polímero de Coordinación 3D

V. Quezada¹, G. Ripoll¹, J. Belmar¹, J. Pasán², C. Ruiz-Pérez², C.A. Jiménez¹

¹Depto. Química Orgánica, Fac. Cs. Químicas, Universidad de Concepción, Concepción, Chile.

²Mat. Moleculares, Universidad de la Laguna, Tenerife, España.
viquezada@udec.cl

Los polímeros de coordinación (PCs) son materiales cristalinos intensamente estudiados en las últimas tres décadas debido sus potenciales aplicaciones en campos como catálisis y adsorción [1]. Estas aplicaciones están determinadas por la funcionalidad y disposición espacial de sus componentes estructurales, en donde los ligandos *bis*-carboxilato-*bis*-amida forman parte de novedosas arquitecturas y se ha demostrado su participación en procesos de almacenamiento y separación de gases [2]. En este trabajo se reporta la síntesis de un nuevo PC basado en un ligando con funcionalidad *bis*-carboxilato-*bis*-amida (EDC) y 4,4'-bipiridina como co-ligando, los cuales se hacen reaccionar con Zn^{II}, originando una red 3D doblemente interpenetrada potencialmente porosa, en donde llama la atención el cerrado ángulo de torsión que experimenta la cadena flexible del ligando EDC desarrollando una conformación estructural *syn-clinal*. Como proyección se busca obtener este material en grandes cantidades para su caracterización mediante difracción de rayos X de polvo y lograr sintetizar la misma estructura evitando la interpenetración de la red.



Agradecimientos: CONICYT FONDECYT N° 1150747, MAT2017-89207-R.

Referencias:

- [1]. N. Bobbit, *et al. Chem. Soc. Rev.* **2017**, 46, 3357-3385.
- [2]. K. B. Thapa, *et al. Cryst. Eng. Comm.* **2015**, 17, 4611-4626.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE PEROVSKITAS $\text{La}_{0.8}\text{A}_{0.2}\text{MnO}_3$
(A=Mg, Ca, Sr, Ba) COMO POTENCIALES CATALIZADORES DE LA
OXIDACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS VOLÁTILES

N. Di Benedetto, J. Grassi, C. de los Santos, J. Castiglioni y L. Suescun
Universidad de la República, Montevideo, 11800, Uruguay. ndibenedetto@fq.edu.uy

Los óxidos con estructura tipo perovskita de fórmula general ABO_3 -donde A, por lo general, es un lantánido o alcalinotérreo, y B es un metal de transición d-, han sido ampliamente estudiados en los últimos años. Probablemente, sea la familia de óxidos más estudiada; esto se debe a la gran flexibilidad que presentan frente a la sustitución de los cationes A y B, y las múltiples propiedades de interés que esto genera [1]. En particular, los compuestos de la serie del LaMnO_3 , han sido testeados como catalizadores en la oxidación de compuestos orgánicos volátiles (COVs), luego de que se descubrieran propiedades catalíticas para los mismos mientras se utilizaban en celdas de combustible de alta temperatura [2].

El objetivo del presente trabajo fue obtener perovskitas de la serie $\text{La}_{0.8}\text{A}_{0.2}\text{MnO}_3$ (A=Mg, Ca, Sr, Ba) y su posterior caracterización, para estudiar su potencial uso como catalizadores en la oxidación de compuestos orgánicos volátiles.

El método de síntesis seleccionado fue la combustión de gel asistida, procedimiento que, optimizando algunas condiciones, permite obtener el producto final en una única etapa y en forma de polvo homogéneo nanoparticulado [3]. La caracterización se hizo mediante difracción de rayos X de polvo (convencional y en sincrotrón) y fisisorción de nitrógeno. La evaluación catalítica se realizó utilizando acetona como molécula modelo.

Para A=Ca, Sr y Ba, se determinó en el material obtenido la presencia de una única fase cristalina. Por el contrario, cuando A=Mg, aparece una segunda fase que corresponde a $\text{Mn}_{1-x}\text{Mg}_x\text{O}$ lo que sugiere que la fase deseada podría no ser estable en las condiciones de síntesis. El ancho de los picos observados en todos los difractogramas permite verificar que el tamaño de las partículas se encuentra en rango nanométrico (≤ 100 nm).

Se demostró que los productos son activos en la oxidación total de acetona, con conversiones de 30% a 100°C, llegando prácticamente a 100% a valores de temperatura menores de 300°C. Pudo comprobarse también mediante cromatografía gaseosa que, en general, los únicos productos obtenidos son CO_2 y H_2O . Estos resultados son interesantes si se los compara con otros reportados para LaMnO_3 , donde no ha resultado ser activo en la oxidación de tolueno a 100°C [2].

Las conclusiones preliminares sugieren que las perovskitas de la forma $\text{La}_{0.8}\text{A}_{0.2}\text{MnO}_3$ tienen gran potencial como catalizadores para la eliminación de compuestos orgánicos volátiles.

Agradecimientos: ANII PR_FSE_109493; LNLS.

Referencias: [1] Johnsson, M., & Lemmens, P. (2007). Crystallography and Chemistry of Perovskites. *Handbook Of Magnetism And Advanced Magnetic Materials*. [2] Zhang, C.; Guo, Y. et al., *Appl. Catal. B- Environ.*, 148-149 (2014) 490-498. [3] Vázquez, S.; Basbus, J. et al., *J. Power Sources*, 274 (2015) 318-323.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Study of quinary mixed crystals with X-ray Diffraction and SEM

R. Rodríguez-Mijangos^{*1}, M. E. Álvarez-Ramos² and J. Hernández-Paredes²

¹ Departamento de Investigación en Física (DIFUS), Universidad de Sonora (UNISON), Blvd. Luis Encinas J y Rosales s/n Col. Centro, Hermosillo, Sonora, C.P. 83000, México

² Posgrado en Nanotecnología, Departamento de Física, Universidad de Sonora (UNISON), Blvd. Luis Encinas J y Rosales s/n Col. Centro, Hermosillo, Sonora, C.P. 83000, México. e mail: mijangos@difus.uson.mx

The alkali halide ionic crystals with the chemical formula AH, where A is an alkali metal (Li, Na, K, Rb, Cs) and H is a halogen (F, Cl, Br, I), can form solid solutions by substitution between the alkali metals, the halogens or both [1]. Solid solutions are widely studied with the aim to understand the phase selection during solidification. The objective of the present work is to determine the phases present in the final microstructure of a crystalline material obtained from the melt of five alkali halide salts in the range of high ionic radii. The samples were growing by the Czochralsky technique and studied with powder X ray diffraction and scanning electron microscopy. The phases were obtained.

The samples were obtained by the Czochralsky technique from a melt at 750 °C prepared by mixing equal molar fractions of pure KBr, RbCl, RbBr, KI and RbI salts. SEM and EDS analyses were carried out with a FEG-SEM JEOL JSM-7800F, 15 keV under backscattering condition mode. Powder X-ray diffraction data were collected at room temperature in the transmission mode on a Bruker D8-ADVANCE diffractometer equipped with a focusing curved Ge (111) crystal ($\lambda_{\text{Cu-K}\alpha 1} = 1.540596 \text{ \AA}$) and a LynxEye detector. Le Bail fit [2] was carried out using GSAS [3] and the EXPGUI [4] interface.

The preliminary results would indicate that only two phases were formed. There was strong partition of K towards $(\text{Rb}, \text{K})(\text{Br}_{1-x}, \text{Cl}_x)$ compound and this favoured the formation of RbI and $(\text{Rb}, \text{K})(\text{Br}_{1-x}, \text{Cl}_x)$ phases. Previous work resulted in three phases [5], which indicates that the crystal did not grow homogeneously.

Acknowledgment: The authors thank CONACYT (México).

References:

- 1 M. Athee, *Annales Academiae Scientiarum Fennicae Series A6: Physica*, 313, 1 (1969).
- 2 A. Le Bail, *Powder Diffraction*, 20, 316 (2005)
- 3 A. C. Larson, R. B. Von Dreele *General Structure Analysis System (GSAS)*, Report LAUR 86-748, Los Alamos National Laboratory, Los Alamos. (2000).
- 4 B. H. Toby, *J. Appl. Crystallogr.*, 34, 210 (2001)
- 5 A. E. Cordero-Borboa, R R Mijangos and M D Flores-Morales. *J. of Materials Science* 43, 4573 (2008).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



PROPIEDADES ESTRUCTURALES, ELECTRÓNICAS, MAGNÉTICAS Y
ÓPTICAS DEL RUTENO DE TIERRA RARA $\text{Sr}_2\text{HoRuO}_6$

J.I. Villa*, X.A. Velásquez, R. Cardona, D.A. Landínez, J. Roa-Rojas, *Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 11001, Colombia.* * jvillah@unal.edu.co

El estudio de las propiedades magnéticas en materiales del tipo A_2LnMO_6 , (A=Metal alcalino, Ln=Lantánido y M=Metal de transición), ha mostrado un nuevo camino en encontrar materiales que exhiban fuertes interacciones de super-intercambio entre los electrones de los niveles 4f del Ln y los d del metal de transición, mostrando con esto, ordenamientos magnéticos de largo alcance a temperaturas relativamente bajas^{1,2}. Con base a esto, se sintetizan muestras policristalinas de $\text{Sr}_2\text{HoRuO}_6$ a través del método de reacción de estado sólido, con el fin de estudiar sus propiedades estructurales, electrónicas, magnéticas y ópticas y su posible correlación.

La caracterización estructural se realizó a través medidas de difracción de rayos X (DRX) mediante de un refinamiento Rietveld, mostrando que las muestras cristalizan en una estructura monoclinica (grupo espacial $P2_1/n$). Las propiedades morfológicas se estudiaron por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM) evidenciando su carácter granular con tamaños de grano de orden micrométrico. Medidas de susceptibilidad magnética en función de la temperatura mostraron un comportamiento tipo ferrimagnético, $T_N=14$ K. Análisis del espectro de reflectancia difusa sugiere que este material tiene un comportamiento semiconductor con un band-gap $E_g=1,38$ eV, comportamiento que está acorde con los resultados obtenidos por cálculos de densidad de estados (DFT).

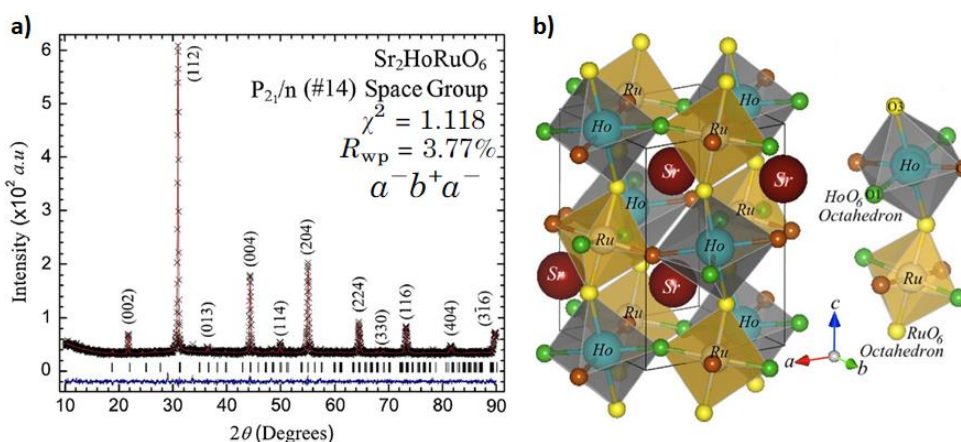


Fig.1. a) Difractograma refinado y b) arreglo estructural del material $\text{Sr}_2\text{HoRuO}_6$ en el grupo espacial $P2_1/n$.

Referencias:

1. S.H. Kim and P.D. Battle, *J. Solid State Chem.* 114, 174 (1995).
2. Y.Hinatsu, Y. Izumiyama, Y. Doi, A. Alemi, M. Makeshima, A. Nakamura, and Y. Mori, *J. Solid State Chem.* 177, 38 (2004).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Magnetic order suppression and structural characterization of manganocolumbites crystallized under extreme pressure conditions

M. L. Hneda, Centro de Desenvolvimento da Tec. Nuclear, Belo Horizonte, 31270-901 Brazil

J. B. M. da Cunha, Universidade Fed. do Rio Grande do Sul - Porto Alegre, 90040-060 Brazil

O. Isnard, Université Grenoble Alpes / Institut Néel - Grenoble, 38400 France

marlon.hneda@cdtn.br

This work presents the physical and structural properties of non-standard orthorhombic $\text{MnNb}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_6$ series of compounds. Isostructural $Pbcn$ samples were obtained under ambient and extreme conditions of high pressure (6.7GPa) and high temperature. All compounds present negative Curie-Weiss temperature θ_{cw} indicating dominant antiferromagnetic interactions in paramagnetic state. Extreme compounds MnNb_2O_6 and MnV_2O_6 present magnetic structure characterized by commensurate propagation vectors $k = (0, 0, 0)$ and $(0, 0, \frac{1}{2})$, respectively [1, 2]. In spite of different composition and large volume difference, MnV_2O_6 and MnNb_2O_6 present very similar macroscopic magnetic properties. The substitution Nb_2 (or V_2) by NbV induces the suppression of magnetic order even at low temperatures. Specific heat measurements are presented down to 1.8 K and discussed in the light of magnetic measurements and neutron-diffraction data.

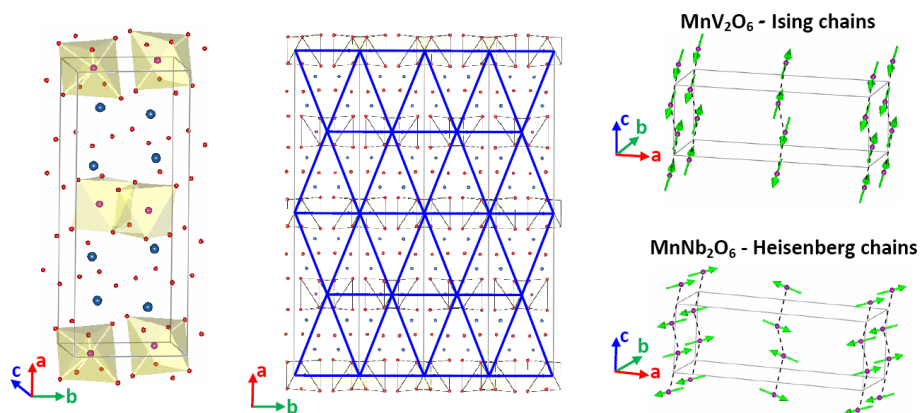


Fig.1. Right: Crystal structure of $\text{MnNb}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_6$ compounds and oxygen (red spheres) octahedra surrounding the Mn (pink spheres) atoms, Nb/V is shown as blue spheres. Center: Triangular zig-zag chains network in ab plane; Left: Magnetic ordered state for the extreme compounds ($x = 0$ and 2).

Agradecimientos: Funding for this project was provided by a grant from Région Rhône-Alpes (MIRA scholarship). The present work was also supported in part by the Brazilian agency CNPq and by the Brazilian-France agreement CAPES-COFECUB (No. 600/08).

Referencias:

- HNEDA, M.L. *et al.* Low dimensional magnetism in $\text{MnNb}_{2-x}\text{V}_x\text{O}_6$. Mater. Res. Bull., v. 74C, p. 169-176, 2016.
- HNEDA, M.L. *et al.* Low-dimensional magnetic properties of orthorhombic MnV_2O_6 : A nonstandard structure stabilized at high pressure. Phys.Rev. B, v. 95, p. 024419, 2017.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Análisis mediante difracción de rayos X de aleaciones metálicas
sintetizadas via campo centrífugo de baja energía

C. Aguilar¹, R. Cardoso-Gil^{1,2}, P. Vargas¹, N. Araya³, A.N. Klein³

¹Universidad Técnica Federico Santa María, Valparaíso, Chile; ²Max-Planck-Institut CPfS, Dresden, Germany; ³Universidad Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Brasil
Claudio.aguilar@usm.cl

Hemos aplicado una novedosa ruta de síntesis de aleaciones metálicas Cu-Cr y Cu-Ni mediante la aplicación de un campo centrífugo de baja energía¹. Experimentalmente se compactan (25 MPa) polvos metálicos en forma de disco de composición Cu-50%p/pCr y Cu-50%p/pNi. Los discos se introducen en los portamuestras para ser sometidos a la acción de un campo centrífugo (φ) con una velocidad de 6000 rpm y radio de 75 mm. Se dedujo una expresión que relaciona la energía libre de Gibbs de formación de solución sólida (ΔG^m) con el campo centrífugo. La expresión predice que la ΔG^m disminuye en función de la velocidad angular y radio de giro.

La formación de las aleaciones policristalinas se evalúa experimentalmente mediante difracción de rayos-X de polvo en un equipo Stoe Stadi MP (radiación pura Cu-K α_1 λ = 1.56054 Å). Para la evaluación de la microestructura de las aleaciones obtenidas mediante refinamiento Rietveld se utiliza el programa MAUD², previa determinación de los parámetros instrumentales utilizando LaB₆ (a = 4,51069(1) Å) como estándar externo.

La difracción de rayos-X evidencia el cambio sistemático en los parámetros de red de las soluciones sólidas, de acuerdo con el tratamiento en el campo centrífugo ($T(^{\circ}\text{C})$, $t(\text{h})$), reflejado en el desplazamiento de los reflejos a bajo ángulo 2θ (Ej. Fig. 1). Defectos planares y esfuerzos internos tienen baja influencia en el desplazamiento (10^{-2} – 10^{-1} grados). El refinamiento Rietveld indica que todas las muestras presentan dos distribuciones en el tamaño de cristalita para el Cu: 65 a 350 nm y otra de 11 a 20 nm en relación $\approx 1:2$ en peso.

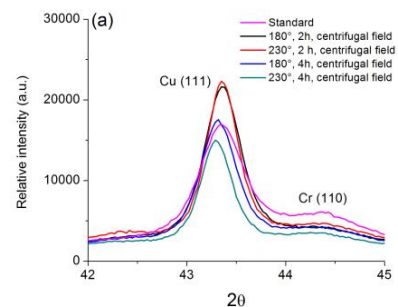


Fig.1. DRX de la muestra Cu-50%Cr

El modelo termodinámico propuesto resulta consistente tanto con los cálculos ab-initio y el cambio de los parámetros de red, confirmando la formación de soluciones sólidas de muestras de Cu, Cr y Ni sujetas a la acción del campo centrífugo.

Agradecimientos: FONDECYT Pro. no.1161444, DGIIIP-USM Pro. no. 216.11.4-2016.

Referencias:

1. C. Aguilar, N. Araya, A.N. Klein, R. Cardoso-Gil, and P. Vargas, Phys. Status Solidi B, 254, 1600641 (2017)
2. L. Lutterotti, S. Matthies, and H.R. Wenk, Newslett. CDP 21, 14 (1999)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SÍNTESIS DE PELÍCULAS EN BASE A CIRCONIA CON APLICACIONES NUCLEARES Y EN PILAS DE COMBUSTIBLE

Y. B. Mansilla, M. D. Arce, H. E. Troiani, C. Gonzalez Oliver, A. C. Serquis
Centro Atómico Bariloche (CAB-CNEA) Av. Bustillo 9500, R8402AGP,
S.C.de Bariloche, Río Negro, Argentina.
* yanet.mansilla@cab.cnea.gov.ar

Los materiales basados en circonia poseen excelentes propiedades ópticas, mecánicas y eléctricas, las cuales son responsables de las diferentes aplicaciones de estos materiales^{1,2}. La circonia pura (ZrO_2), debido a su alta resistencia eléctrica y mecánica, puede ser utilizada para recubrimientos de diferentes materiales. La circonia estabilizada con itria (YSZ), por su alta conductividad iónica pura a elevadas temperaturas, es uno de los principales materiales de electrolito en celdas de combustible de óxido sólido (SOFC)³.

En este trabajo se sintetizaron películas de ZrO_2 para recubrir separadores de Zircaloy-4 utilizados en ensayos de flujo crítico de calor, en los que se simulan las condiciones térmicas e hidrodinámicas en los elementos combustibles nucleares. Se requieren películas que sean aislantes eléctricos, presenten buena resistencia mecánica y buena adherencia con el material de sustrato. Las películas de YSZ fueron sintetizadas como electrolito de SOFC, con lo cual se buscan películas delgadas y densas, para poder así disminuir la temperatura de operación. La síntesis se realizó mediante el método sol-gel y fueron depositadas por *dip-coating*. Se caracterizaron por Difracción de Rayos X (XRD), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y de Transmisión (TEM). Sus propiedades eléctricas se estudiaron por espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) y mediciones de conductividad. Como se observa en la Fig. 1 a y b se obtuvieron películas densas, uniformes y con buena adherencia a los sustratos con un espesor de 200 a 500 nm. En las películas de ZrO_2 se obtuvo una fase tetragonal, y en las películas de YSZ la fase cúbica, como puede observarse en la Fig. 1 c.

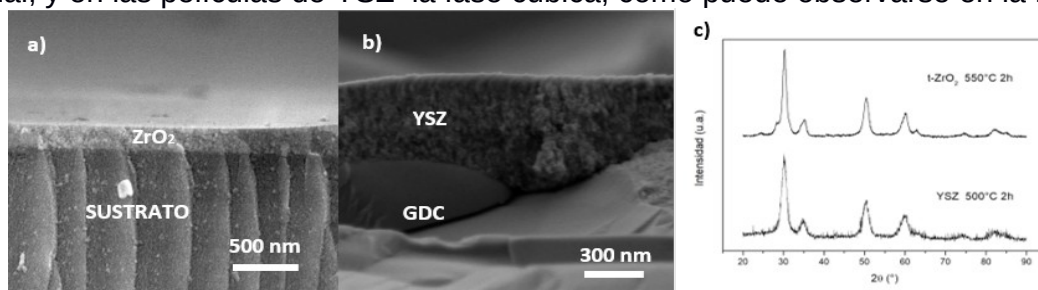


Fig.1. a) Película de ZrO_2 depositada sobre vidrio, b) Película de YSZ depositada sobre GDC, c) Difractogramas de polvos de ZrO_2 e YSZ.

Agradecimientos: Al Departamento de Caracterización de Materiales, al CAB-CNEA (Centro Atómico Bariloche - Comisión Nacional de Energía Atómica), a CONICET (Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas), y a ANPCyT (Agencia Nacional de Promoción de Ciencia y Tecnología).

Referencias:

1. Y.W. Chen, J. Moussi, J. L. Drury, J. C. Wataha, Expert Review of Medical Devices 13 (2016) 10.
2. Mahato, Neelima; Banerjee, Amitava; Gupta, Alka; Omar, Shobit; Balani, Kantesh, 72 (2015) 141-337.
3. A. Tarancón, Energies 2 (2009) 1130-1150.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ESTUDIO POR TEM DE LA MICRO-ESTRUCTURA OBSERVADA EN CABLES
DE Ti/MgB_2 EN DIFERENTES ETAPAS DEL TREFILADO

M. Melone^{(1)*}, H. Troiani⁽¹⁾, A. Cabrera⁽²⁾, M. T. Malachevsky⁽¹⁾, P. Vizcaino⁽²⁾, D. Bianchi⁽²⁾, A. Serquis⁽¹⁾, ⁽¹⁾Centro Atómico Bariloche (CNEA, CONICET), Instituto Balseiro (UNCuyo, CNEA), Av. Bustillo 9500, R8402AGP, S.C.deBariloche, Río Negro, Argentina, ⁽²⁾Centro Atómico Ezeiza (CNEA), Camino Real Presbítero González y Aragón 15, B1802AYA Ezeiza, Buenos Aires , Argentina, mauro.melone@cab.cnea.gov.ar

El MgB_2 es un superconductor que, debido a su naturaleza frágil, es manufacturado comúnmente mediante la técnica Powder-in-Tube (PIT)¹. Entender la correlación entre los defectos micro-estructurales y las propiedades superconductoras de interés, como la corriente crítica, constituye uno de los principales interrogantes. Se encuentran reportados trabajos en los que se han estudiado la micro-estructura y la presencia de defectos, los cuales tienen la potencialidad de funcionar como centros de anclaje de vórtices². Entender las razones de la distribución de los mismos y su densidad, generada por los procesos de deformación a los que fue sometido el material, podría ayudar a comprender las propiedades superconductoras que el material posee. En la literatura no se encuentran muchos estudios reportados en cables trefilados, donde se observen defectos estructurales por microscopía electrónica de transmisión (TEM), producto del proceso de deformación. En trabajos previos³, se observaron en muestras preparadas por alta presión (HIP), una gran densidad de defectos como bordes de grano de bajo ángulo debido a torsión o flexión, y sub-granos dentro de los cristales de MgB_2 y se estableció que estaban correlacionados con una mayor corriente crítica.

En este trabajo, para la conformación de los cables superconductores, se utilizó el método PIT con vainas de Ti grado 2 y como núcleo una mezcla de 95 at% MgB_2 (325 mesh, Alfa Aesar) con 5 at% SiC (20–30 nm). Los cables fueron trefilados a distintos diámetros con un paso final por trefila hexagonal. Con el objetivo de observar la micro-estructura y los defectos presentes se exploraron, mediante TEM, muestras extraídas del núcleo de los cables previo y posterior al trefilado. Se busca explorar la presencia de defectos asociados a los tratamientos termomecánicos y caracterizar los mismos para ver si éstos están asociados a los mecanismos de deformación en el MgB_2 y su posible correlación con las propiedades superconductoras.

Referencias:

1. B. A. Glowacki, M. Majoros, M. Vickers, J. E. Evetts, Y. Shi, I. McDougall, Superconductor Science and Technology, 14(4), 193, (2001).
2. Y. Zhu, L. Wu, V. Volkov, Q. Li, G. Gu, A. R. Moodenbaugh, J. Tranquada, ,356(4), 239-253, (2001).
3. A. Serquis, L. Civale, D. L. Hammon, X. Z. Liao, J. Y. Coulter, Y. T. Zhu, Y. Gu, Applied physics letters, 82,17 2847-2849 (2003).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Validación de minerales formadores de roca para uso como materiales de referencia naturales, por difracción de rayos X para monocristales (SC-XRD)

L.M Cabezas¹, P. Oyarzún², M. Calderón^{1,2}

¹ Carrera de Geología, Universidad Nacional Andrés Bello. Sazié 2119, Santiago, Chile.

² Laboratorio Análisis de Sólidos, Universidad Nacional Andrés Bello. Salvador Sanfuentes 2357, Santiago, Chile.

Los minerales se definen por su composición química y por su estructura cristalina interna, los cuales en conjunto representan la esencia del mineral¹. Las técnicas analíticas para caracterizar minerales vía determinación de composición química (Microscopía SEM-EDS, ICP-MS, SIMS, entre otras) se hacen insuficientes para detectar las leves diferencias entre fases de un mismo grupo mineral.

Estas técnicas no poseen estándares naturales que sirvan como validación para la determinación de la composición química del mineral. Debido a los altos costos y a las complejidades de obtener minerales de alta pureza naturalmente.

La difracción de rayos X contempla la obtención de la estructura cristalina interna de los minerales, es por ello que, en conjunto a las técnicas analíticas de determinación química se logra obtener una apreciación completa de la naturaleza de los grupos minerales.

El objetivo principal de nuestro trabajo es la separación de minerales por métodos convencionales, validación de pureza mediante la determinación de celda cristalina por difracción de rayos X para monocristal y la determinación de composición química mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM-EDS) con la finalidad de ser usados como “materiales patrón”.

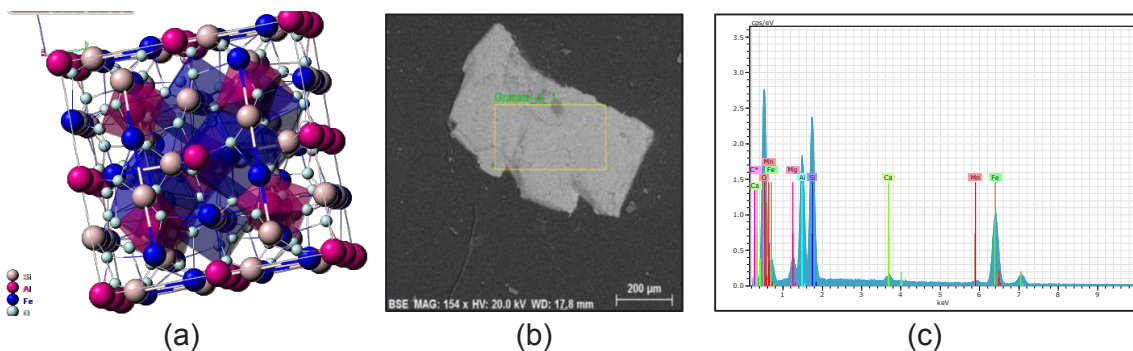


Fig.1. a) Estructura cristalina Cubica de granate almandino ($\text{Fe}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3$) reportada en Cambridge Structural Database. b) Imagen de alta resolución para cristal separado de granate almandino ($\text{Fe}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3$) obtenida mediante microscopio electrónico de barrido (SEM-EDS). c) Composición química de dicho cristal con picos mayores de oxígeno, silicio, hierro y aluminio.

Agradecimientos: Se agradece el apoyo a esta investigación de los laboratorios de la carrera de Geología y del Laboratorio Análisis de Sólidos (LAS) de la Universidad Andrés Bello (UNAB)

Referencias:

1. Klein, C y Hurlbut, C. (1997). Manual de Mineralogía. Basado en la obra de J.Dana. Editorial Reverte. Vol. 1.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ANÁLISIS COMPARATIVO DE LAS PROPIEDADES ELÉCTRICAS DE
ZIRCONIA ESTABILIZADA CON ITRIO, OBTENIDA POR TRES RUTAS,
APLICADAS A SENSORES DE OXÍGENO

J. Ticona ⁽¹⁾, G. Tavizón⁽²⁾, J. E. Ortega ⁽²⁾, W. Yapu, W. Ticona ⁽¹⁾

⁽¹⁾ Facultad de Ciencias Puras y Naturales, Universidad Mayor de San Andrés (UMSA)
La Paz, Bolivia.

⁽²⁾ Departamento de Física Química Teórico, Facultad de Química, Universidad Nacional
Autónoma de México (UNAM), CDMX, México.
julian.ticona@gmail.com

El presente trabajo muestra el estudio comparativo de las propiedades eléctricas del óxido de zirconio estabilizado al 8 por ciento con moles de itrio.

Para obtener el compuesto estabilizado, se sintetizó por tres rutas distintas: estado sólido convencional, complejo polimerizable (Pechini) y coprecipitación de oxalatos. La formación de la fase se estudió mediante difracción de rayos X, la morfología que presenta cada uno de los compuestos sintetizados se estudió mediante Microscopía Electrónica de Barrido. La cuantificación y determinación de parámetros estructurales se realizó por refinamiento de estructuras cristalinas por el método de H. Rietveld. Los gránulos previamente sinterizados, se usaron para hacer análisis de las propiedades eléctricas (conductividad y pérdida dieléctrica), realizando una comparación de las propiedades de este sistema, en función de los métodos de obtención del mismo y de la atmósfera de medición (ambiente y de nitrógeno (N₂)).

Se vio que la mejor ruta de síntesis para la obtención del compuesto estabilizado (Y_{0.08}Zr_{0.92}O_{2+δ}) fue la ruta de complejo Polimerizable (Pechini), debido a que presenta el mayor porcentaje (73.6 ± 5), de la fase tetragonal (fase requerida). También para los propósitos del trabajo, el mejor método de síntesis que presenta sobresalientes propiedades eléctricas, fue la muestra que se obtuvo por la ruta de Coprecipitación, debido a que presenta una morfología más compacta; además, de presentar medidas de conductividad, pérdida dieléctrica mucho mejores a las otras rutas de síntesis. Finalmente se vio que el cambio de atmosfera de ambiente a nitrógeno hace que se dificulte el transporte eléctrico, debido a la disminución de oxígeno, la cual hace que este tipo de materiales sean sensibles a la detección de gases.

Referencias:

1. H. J. Á. Paredes, "Conducción eléctrica en electrolitos sólidos con estructura cristalina tipo fluorita : importancia de las interfaces en materiales nanoestructurados," vol. 6, no. 72, pp. 739–759, 2011.
2. Kao, K.C. (2004). Dielectric Phenomena in Solids. (First, pp. 213-282). Academic Press. doi:10.1016/B978-012396561-5/50014-1
3. J. E. O. Guzmán, "Síntesis y caracterización eléctrica y estructural de sistema Dy_{3-x}Sc_xTaO₇ con estructura tipo weberita." 2016, D.F. Mexico, p. 95, 2015.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Sustitución Química en Selenospinelas del tipo $(\text{Cu}_{1-x}\text{In}_x)_t(\text{Cr}_{2-y}\text{In}_y)_\text{Oh}\text{Se}_4$

S. Moris, P. Barahona, A. Galdámez.
Universidad Católica del Maule, Talca, 3480112, Chile.
Universidad de Chile, Facultad de Ciencias, Depto. de Química
smoris@ucm.cl

Los compuestos con la fórmula AB_2X_4 corresponden a la estructura tipo espinela (grupo espacial Fd-3m) donde X puede ser oxígeno, azufre o selenio. Se pueden modular sus propiedades magnéticas y eléctricas mediante la sustitución de los diferentes iones de metales 3d en las posiciones tetraédricas (posiciones A), o mediante la modificación de la subred de Cromo (posiciones B) con iones diamagnéticos. Los aniones X en las espinelas están dispuestos en un arreglo cúbico compacto (32 e). Los cationes B ocupan sitios octaédricos (16d) y los cationes A están presentes en los sitios tetraédricos (8a) definidos por el arreglo de aniones^{1,2} (Fig 1).

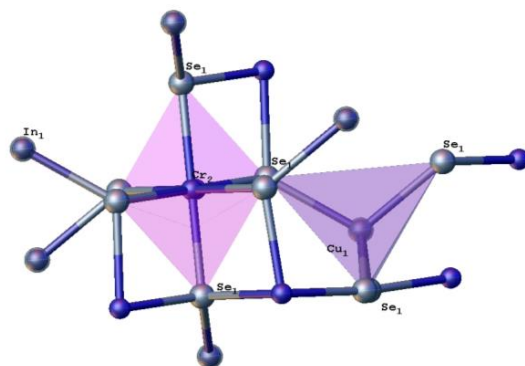


Fig.1. Estructura cristalina de $(\text{Cu,In})\text{Cr}_2\text{Se}_4$.

Estos materiales son de gran interés debido a las diversas propiedades que poseen, destacándose sus propiedades magnéticas, termoelectricas, electroquímicas y ópticas³. En este trabajo se presenta la resolución estructural de espinelas, con cambios de ocupación en los sitios tetraédricos y octaédricos, obtenidas mediante el método cerámico a alta temperatura.

Agradecimientos: Los autores agradecen al proyecto FONDECYT 1161020.

Referencias:

- (1) Belakroum, K.; Ouili, Z.; Leblanc-Soreau, A. Spin Glass Ferromagnetic Cluster Formation in $\text{Cu}_y\text{Cr}_z\text{Zr}_2\text{-YSe}_4$. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* **2010**, *13*, 012002.
- (2) Maciazek, E.; Duda, H.; Groń, T.; Mydlarz, T.; Kita, A. Magnetic Properties of the $\text{Cu}_x\text{In}_y\text{Cr}_z\text{Se}_4$ Single Crystals. *J. Alloys Compd.* **2007**, *442* (1–2), 183–185.
- (3) Barahona, P.; Galdámez, A.; López-Vergara, F.; Manríquez, V.; Peña, O. Crystal Structure and Magnetic Properties of Titanium-Based $\text{CuTi}_2\text{-XM}_x\text{S}_4$ and $\text{CuCr}_2\text{-XTi}_x\text{Se}_4$ Chalcospinel. *J. Solid State Chem.* **2014**, *212*, 114–120.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SOL-GEL SYNTHESIS OF CUBIC Nb/Ta-DOPED SrCoO_{3-δ} BY TARTARIC
ACID DECOMPOSITION

F.M. Eroles^a, A.D. Menzaque^a, W.J. Peláez^a, V.C. Fuertes^a, D.G. Lamas^{b,c}

^aINFIQC-CONICET, Dep. de Fisicoquímica, Fac. de Ciencias Químicas, Univ. Nac. de Córdoba, Ciudad Universitaria, Córdoba (5000), Argentina. ^bCONICET/Escuela de Ciencia y Tecnología, Univ. Nac. de General San Martín, Campus Miguelete, San Martín, Buenos Aires, Argentina. ^cDep. de Física de la Materia Condensada, Gerencia de Investigación y Aplicaciones, CAC-CNEA, San Martín, Buenos Aires, Argentina. diego.g.lamas@gmail.com

Pioneer research on mixing ionic-electronic conducting (MIEC) cathodes for IT-SOFCs is focused on the search of perovskite-type structures that combine high tolerance to oxygen vacancies, electronic conductivity and electrochemical activity for oxygen reduction. Promising candidates to fulfill this role are SrCoO_{3-δ}-based perovskites, which are extensively studied¹⁻³. To date, no wet chemistry method has been reported for the synthesis of cubic Nb/Ta-doped SrCoO_{3-δ} perovskites.

Based on this context, the present study is focused on the synthesis of cubic SrCo_{0.9}M_{0.1}O_{3-δ} perovskites (with M= Nb⁵⁺ and Ta⁵⁺) at lower temperatures, synthesized by sol-gel synthesis using tartrate-precursor decomposition. The materials developed in this work were characterized with X-ray powder diffraction, thermal gravimetric analysis and spectroscopic measurements. The morphology and average particle size were investigated by FE-SEM analysis. The present study may provide a new strategy for the synthesis of MIEC materials as nanopowders at lower temperatures.

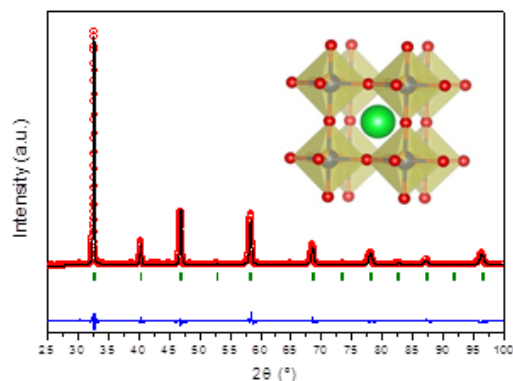


Fig.1. Rietveld refinement of XRPD pattern for SrCo_{0.9}Nb_{0.1}O_{3-δ}. Inset: Its cubic crystal structure.

Referencias:

1. T. Nagai, W. Ito, T. R. Sakon, Solid State Ion., 177, 3433-3444 (2007)
2. Z. Q. Deng, W. Liu, C. S. Chen, H. Lu, W. S. Yang, Solid State Ion., 170, 187-190 (2004)
3. P. Zeng, R. Ran, Z. Chen, W. Zhou, H. Gu, Z. Shao, S. Liu, J. Alloys Compd., 455, 465-470 (2008)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE COMPLEJO MONONUCLEAR FeP_4X_2 Y ESTRUCTURA DE SU DERIVADO OXIDADO

N. Nilo, M. Fuentealba, *Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Valparaíso, Chile*
nicole.nilo@pucv.cl

Los compuestos *Spin-Crossover* (SCO) son conmutables entre un estado diamagnético *Low Spin* (LS), el cual es estable a bajas temperaturas y un estado paramagnético *High Spin* (HS), que es estable a temperaturas más altas. En general, el proceso de conmutación en sistemas de estado sólido se controla mediante interacciones intermoleculares cooperativas¹. La correlación de la estructura con las propiedades físicas es crucial para la identificación de estas interacciones y, en última instancia, la comprensión de los procesos complejos que controlan el fenómeno SCO. Aunque la mayoría de los materiales SCO todavía son principalmente complejos centrados en FeN_6 , una alternativa a los ligandos dadores N es el uso de una mezcla ligandos fosfina y halogenuros, de tal forma de obtener un campo medio, el cual es escaso en la investigación de SCO.

Este trabajo tiene por objetivo realizar un estudio estructural de complejos mononucleares, con esferas de coordinación FeP_4X_2 ², para lo cual se han sintetizado a partir de FeCl_2 y FeBr_2 con 1,2-Bis(difenilfosfina)etano (dppe) en ambiente inerte. Estos complejos han sido caracterizados por espectroscopia FT-IR, UV-vis y punto de fusión. Además para racionalizar los resultados experimentales se han realizados cálculos computacionales DFT.

Adicionalmente se ha obtenido la estructura molecular y cristalina del complejo oxidado *in situ*, lo cual evidencia la obtención previa del complejo neutro $\text{Fe}(\text{dppe})_2\text{Cl}_2$.

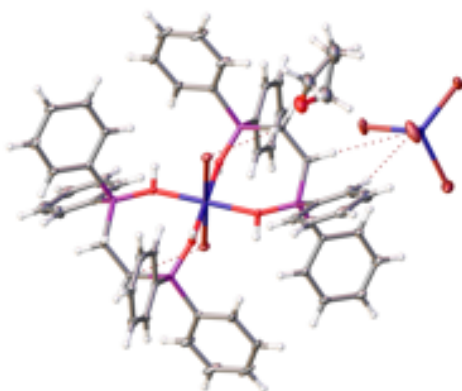


Fig 1. ORTEP de estructura cristalina del complejo oxidado

Agradecimientos: FONDEQUIP EQM120095 - Proyecto DI VRIEA PUCV N°125.716/2017 - Beca CONICYT 21180850

Referencias:

1. Nishino, M.; Boukheddaden, K.; Konishi, Y.; Miyashita, S. *Physical Review Letters* 2007, 98, 1-4.
2. D. Patel, A. Wooles, A.D. Cornish, L. Steven, E.S. Davies, D.J. Evans, J. McMaster, W. Lewis, A.J. Blake, S.T. Liddle, *Dalton Trans.* 44 (14) (2015) 159–14,177.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE $ZnWO_4$ DOPADOS CON Eu(III) y Cr(III)

R. A. Valenzuela-Fernández¹, J. Cardin², V. Vargas¹, A. Galdámez¹,

¹Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, Santiago, P.O. Box 653, Chile

²CIMAP, Normandie Université, CNRS UMR6252 ENSICAEN UNICAEN CEA, 14050, Caen
cedex 4, Francia

rodrigo.valenzuela.f@gmail.com

En los últimos diez años ha habido un incremento en el desarrollo de materiales inorgánicos con propiedades ópticas muy interesantes. Se sabe que la emisión de estos materiales inorgánicos puede modularse cuando se insertan cationes de la serie de transición o de la serie lantánida¹. Por ejemplo, la espinela $ZnAl_2O_4$ dopada cationes $Eu(III)$ ² y $Cr(III)$ ³ muestra que el máximo de emisión de $ZnAl_2O_4:Eu^{3+}$ se sitúa en 612 nm pero la emisión de $ZnAl_2O_4:Cr^{3+}$ se sitúa alrededor de 700 nm. Este trabajo muestra los resultados que se obtuvieron cuando se sustituye el catión del sitio octaédrico Al(III) por W(VI).

$ZnWO_4$, $ZnWO_4:Eu^{3+}$ y $ZnWO_4:Cr^{3+}$ fueron sintetizados por el método del cerámico utilizando como precursores los óxidos correspondientes. Los resultados de DRX (fig.1) muestran que estos materiales cristalizan en el grupo espacial P2/c (monoclínico), además la inserción del catión dopante no realiza cambios en la estructura cristalina.

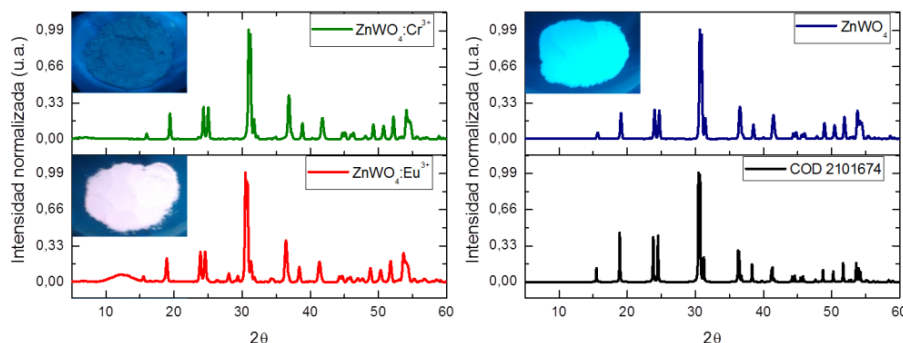


Fig.1. Análisis de DRX junto al patrón obtenido de la *Crystallographic Open Database*. Los materiales que fueron dopados con Cr(III) y Eu(III) se muestran en verde y rojo, respectivamente; en azul se muestra el material sin dopar, y en negro se muestra el patrón. Las figuras insertan muestran la emisión de los materiales cuando fueron expuestos a una longitud de onda de 365 nm

Agradecimientos: Se agradece a la Beca Doctorado Nacional CONICYT N° 21150816 y al proyecto FONDECYT N° 1160685 por el financiamiento otorgado. Además al *Centre de recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique (CIMAP)*, por la pasantía de investigación y colaboración en este trabajo.

Referencias:

1. J.F. Suyver, A. et al. *Optical Materials*, 27 (6), 1111-1130. (2005)
2. X.Y. Chen, C. Ma. *Optical Materials*, 32, 415-421 (2010)
3. S.K. Sharma et al. *Optical Materials*, 36 (11), 1901-1906 (2014).



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



STRUCTURAL REARRANGEMENT IN THE *Xanthomonas campestris*
BACTERIOPHYTOCHROME DURING PHOTOCONVERSION

S. Klinke, J. Rinaldi, G.T. Antelo, M. Sánchez-Lamas, F.A. Goldbaum, H.R. Bonomi & L.H. Otero, Fundación Instituto Leloir, IIBBA-CONICET, Buenos Aires, Argentina
sklinke@leloir.org.ar

The fitopathogenic bacterium *Xanthomonas campestris* codes for a single bacteriophytochrome photoreceptor (XccBphP) that bears a photosensory module (PAS2-GAF-PHY domains) and a C-terminal PAS9 output module. This microorganism is able to regulate its virulence by sensing red and far-red light through XccBphP¹. We have crystallized² (Figure 1A) and determined the structure³ of the dimeric full-length XccBphP (Figure 1B) in its red-absorbing state (Pr) at 3.25 Å resolution. Very recently, we have also solved the structures of the photosensory module alone (Δ PAS9) in its far red-absorbing state (Pfr) at 2.90 Å resolution and the full-length Pfr-stabilized XccBphP G454E mutant at 2.50 Å resolution. In this work, we will describe the main properties of the different variants obtained and the biophysical and biochemical aspects that govern the activation and interconversion of the Pr and Pfr forms of the protein. This work provides new insights in the understanding of the molecular mechanisms behind phytochrome signaling in bacteria and its role in infection, and may serve as a model for the orthologous phytochromes present in plants.

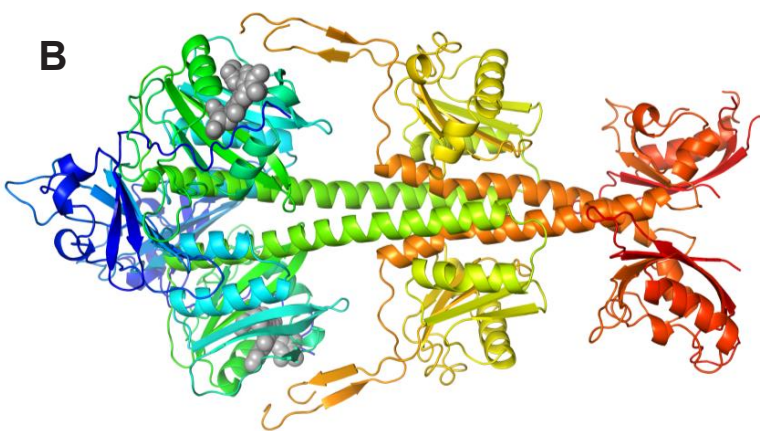
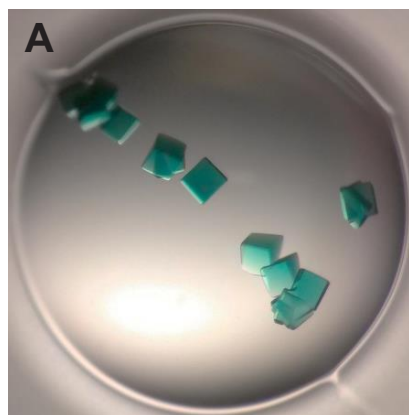


Fig.1. (A) XccBphP crystals, obtained with microseeding. (B) Crystal structure of the full-length protein.

Acknowledgements: CONICET and Proxima 1 and 2 beamlines at the Soleil Synchrotron (France).

References:

1. H.R. Bonomi, L. Toum *et al.* & F. Malamud. EMBO Rep, 17, 1565 (2016)
2. S. Klinke, L.H. Otero *et al.* & H.R. Bonomi. Acta Crystallogr F, 70, 1636 (2014)
3. L.H. Otero, S. Klinke *et al.* & H.R. Bonomi. J. Mol. Biol, 428, 3702 (2016)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



The impact of the protein topology on catalytic mechanisms: The case of ADP-dependent ribokinase

Alejandra Herrera-Morandé^{1*}, Víctor Castro-Fernández¹, Felipe Merino¹, Cesar A. Ramírez-Sarmiento¹, Francisco Fernández², Cristina Vega², Victoria Guixé^{1*}

¹ Departamento de Biología, Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, Santiago, Chile.

² † Centro de Investigaciones Biológicas (CIB-CSIC), Madrid, España.

*Autor correspondiente: alejandra.herreram@gmail.com

Permutation has been established as a common molecular mechanism for protein evolution where the topology of a given protein is altered while its three-dimensional structure is largely preserved [1, 2, 3]. Although many studies addressed the consequences of these reorganizations, their impact on the evolution of function within a protein family has been very explored. The Ribokinase superfamily is divided into three families: ADP-dependent sugar kinases, ATP-dependent sugar kinases and ATP-dependent coenzyme kinases [4]. These enzymes are composed by major domain with a Rossmann motif, which forms the binding site to the phosphoryl acceptor and a β -meander motif where the binding site of the phosphoryl donor nucleotide (ATP or ADP) is located. However, only in the C-terminal region of the ATP-dependent enzymes is a true β -meander-type motif, whereas in the ADP-dependent enzymes this motif is permuted. On the other hand, studies of enzymatic kinetics have shown that ATP-dependent enzymes have an ordered kinetic mechanism where the phosphoryl acceptor substrate binds first and then binds ATP, inverse to reported for the mechanism of the ADP-dependent enzymes [5]. Since, the main structural difference between the ATP and ADP-dependent kinases is found in the β -meander region that almost completely constitutes the nucleotide binding site, it is believed that this rearrangement could be responsible for the specificity of the nucleotide or at least the binding order of the substrates. In order to test this hypothesis in this work we engineered an ADP-dependent kinase (*Thermococcus litoralis* glucokinase) with the topology of a homologous ATP-dependent kinase to investigate how topology affects nucleotide specificity and kinetic mechanism. Our analysis of circular dichroism and SAXS showed that the secondary structure and tridimensional packing were very similar between both proteins TIGK and permutant enzyme (perGK). On the other hand, kinetic studies indicated that the perGK protein is not able to use ATP as phosphoryl donor. To study with more detail the nucleotide-binding site of the perGK enzyme we determined the crystalline structure in different conditions: perGK apo (2.14Å), with glucose (1.95Å) and in complex with both substrates (2.44Å). After obtaining the crystalline structure in presence of glucose we think that the permutation cause kinetic mechanisms change. Throughout assays of initial velocity, product inhibition and dead end inhibition we demonstrated that the perGK enzyme presents a binding substrate order inverted with respect to TIGK. Our results demonstrate that rearrangement of the protein topology of the β -meander region during the evolution of enzymes from the ribokinase superfamily determines the binding order of their substrates.

Acknowledgment: Fondecyt 1150460 y 3160373. CTQ2015-66206-C2-2-R, co-funded ERDF, and CSIC (PIE-201620E064) to M.C.V.; LNLS (proposal SAXS1-16983 to V.G. and C.A.R-S). a SOLEIL synchrotron source (PROXIMA1 and PROXIMA2A) and Fondecip EQM140151.

References:

1. Weiner J & Bornberg-Bauer E. *Mol. Biol. Evol.* (2006), **23**, p734 –743.
2. Sheng J, Ji XF, Wang F & Sun M. *J. Ind. Microbiol. Biotechnol.* (2014), **41**, p 757–62.
3. Qian Z & Lutz S. *J. Am. Chem. Soc.* (2005), **127**, p13466–7. 4. 13
4. Guixé V & Merino F *IUBMB Life.* (2009), **61**, p753–6
5. Rivas-Pardo JA, Herrera-Morande A, Castro-Fernandez V, Fernandez FJ, Vega MC & Guixé V. *PLoS One* (2013). **8**,e66687.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Evolutionary constraints determine the three-dimensional domain swapping of the DNA-binding domain of FoxP transcription factors

Pablo Villalobos¹, Exequiel Medina¹, Victoria Muñoz¹, Víctor Castro¹, César A. Ramírez-Sarmiento² and Jorge Babul¹

¹Departamento de Biología, Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, Santiago, Chile

²Institute for Biological and Medical Engineering, Schools of Engineering, Medicine and Biological Sciences, Pontificia Universidad Católica de Chile, Santiago, Chile.

The forkhead box (Fox) proteins are a widespread family of transcription factors whose DNA-binding domain exist canonically as a monomer in solution. Nevertheless, structures of FoxP2¹ and FoxP3², which are members of the P subfamily (FoxP1–4) showed dimeric structures via three-dimensional domain swapping (DS), a mechanism where the exchange of identical segments between subunits leads to intertwined dimers, stabilized by intermolecular interactions. In order to understand how DS emerged in the FoxP subfamily, we characterized FoxP members showing that their dimer–monomer equilibria is reached in hours, and in the case of FoxP3 an obligated dimer is observed. Despite their high sequence identity, the dissociation constant values (K_D) obtained are in micro to milimolar range. To gain a detailed structural insight of FoxP members, We crystallized and solved the X-ray structure of FoxP4 at 2.4 Å resolution (Figure 1); its comparison with other FoxP members showed that all of them share high structural similarity. To understand protein dynamics, we carried out a network analysis of molecular dynamics simulations of FoxP2 and FoxP3 members, representing amino acids by nodes and interactions by edges. Interestingly, dissection of protein networks in short sub-networks or communities resulted in six communities for FoxP3 and nine for FoxP2. Away from the hinge region, the FoxP3 network showed a prominent community between three helices, while in FoxP2 these helices were organized as independent communities. These results suggest that the stability of this region can be an important feature for the emergence of DS in this family.

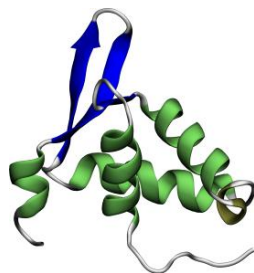


Fig.1-Crystal structure of FoxP4 DNA-binding domain.

Acknowledgements: This work was supported by FONDECYT 1170701 and CONICYT N° 21151101.

[1] Stroud, J. C.; Wu, Y.; Bates, D. L.; Han, A.; Nowick, K.; Paabo, S.; Tong, H.; Chen, L. Structure 2006, 14, 159.

[2] Bandukwala, H. S.; Wu, Y.; Feuerer, M.; Chen, Y.; Barboza, B.; Ghosh, S.; Stroud, J. C.; Benoist, C.; Mathis, D.; Rao, A.; Chen, L. Immunity 2011, 34, 479



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Cristalización, difracción y análisis estructural de una hidroximetil pirimidina
quinasa ancestral

F. Gonzalez-Ordenes^{1*}, S. Arizabalos¹, G. Araya¹,
V. Castro-Fernández¹ and V. Guixé^{1*}

¹ Departamento de Biología, Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, Santiago, Chile.
felipe.gonzalez.o@ug.uchile.cl

En la familia de quinasas de vitaminas dependientes de ATP del reino Bacteria se han reportado enzimas específicas capaces de fosforilar sólo hidroximetilpirimidina (HMPK) o piridoxal (PLK) y enzimas bifuncionales capaces de fosforilar ambos sustratos (HMPK/PLK)¹. Con el objetivo de analizar la evolución de la especificidad de sustratos en esta familia, mediante reconstrucción de proteínas ancestrales previamente inferimos la secuencia de aminoácidos y caracterizamos el último ancestro en común entre las quinasas específicas HMPK y las bifuncionales HMPK/PLK. La enzima ancestral fue sobre expresada en *Escherichia coli*, purificada y se realizaron ensayos de cristalización mediante difusión de vapor en gota sentada utilizando un sistema automatizado Crystal Gryphon ARI. A partir de estos ensayos se identificaron 5 condiciones de cristalización, los cuales fueron difractados en la línea MX2 del LNLS en Campinas, Brasil. Análisis del cristal con mejor difracción mostró que pertenecen al grupo espacial P6122, con parámetros de celda unitaria $a = b = 65.6$, $c = 243.7$ Å que difractan a 2.0 Å de resolución. Las fases preliminares fueron estimadas mediante reemplazo molecular utilizando como templado la HMPK de *Thermus thermophilus* (PDB ID 1UB0).

Acknowledgment: Fondecyt 1150460

References:

1. Newman, J. A., Das, S. K., Sedelnikova, S. E., & Rice, D. W. (2006). The crystal structure of an ADP complex of *Bacillus subtilis* pyridoxal kinase provides evidence for the parallel emergence of enzyme activity during evolution. *Journal of molecular biology*, 363(2), 520-530.
2. Castro-Fernandez, V., Bravo-Moraga, F., Ramirez-Sarmiento, C. A., & Guixé, V. (2014). Emergence of pyridoxal phosphorylation through a promiscuous ancestor during the evolution of hydroxymethyl pyrimidine kinases. *FEBS letters*, 588(17), 3068-3073.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Structural studies, cofactor engineering and kinetic behavior of the D-lactate dehydrogenase from *Escherichia coli*

P. Maturana¹, D. Leonardo², R.C. Garratt², R. Cabrera¹,

¹Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, Santiago, Chile. ²Instituto de Física de São Carlos, Universidad de São Paulo, São Carlos, Brasil. pmaturana.v@gmail.com

Lactic acid (LA) production by fermentation in bacteria has become an industrially attractive process in the last years. To produce LA, NADH is required as cofactor by the D-lactate dehydrogenase. Recent interest in modulating the cofactor specificity of this enzyme has motivated the production of LA in different bacterial hosts^{1,2}. In this study, we address the structural and kinetic aspects of changing the cofactor specificity in the D-lactate dehydrogenase from *Escherichia coli* (*EcLdhA*), an enzyme regulated allosterically by the substrate pyruvate³. We observed that *EcLdhA* was 160-fold more specific for NADH than NADPH. We obtained a crystallographic structure of the enzyme in complex with NADH showing that residues in the $\beta 7$ - $\alpha 7$ loop favor the affinity for this cofactor. Interestingly, after mutating these residues we obtained an increase of specificity for NADPH almost 9200-fold over the wild-type enzyme. To structurally explain this enhancement, we crystallized and diffracted mutant enzymes complexed with each cofactor. In regard to the allosteric inhibition by pyruvate, crystallographic complexes of *EcLdhA* revealed the presence of a putative allosteric site for pyruvate, formed at the interface between the C-terminal domains of two different subunits. Our results provide the basis to understand cofactor specificity and allosteric regulation that could be used to enhance LA production by means of fermentation-independent processes.

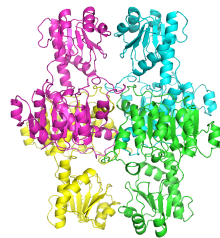


Figure 1. Crystallographic structure of the D-lactate dehydrogenase from *Escherichia coli*.

Acknowledgment: Stay scholarship grant by CEBEM. Proposals N° 20170411 and 20180298 of the LNLS, Campinas, Brazil. CONICYT fellowship N° 21141100.

References:

1. Varman AM, Yu Y, You L, Tang YJ. *Microb Cell Fact.* 2013;12(1):1-8.
2. Li C, Tao F, Ni J, Wang Y, Yao F, Xu P. *Sci Rep.* 2015;5:9777.
3. Tarmy EM, Kaplan N. Dehydrogenase BD. *J Biol Chem.* 1968;(10):2587-2596.



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



**STRUCTURAL EFFECTS OF THE ANTITUMOR ALKYLPHOSPHOLIPID
MILTEFOSINE ON HUMAN ERYTHROCYTES AND CELL MEMBRANE
MOLECULAR MODELS**

K. A Petit¹, M. Suwalsky¹, L.F. Aguilar², M. Jemiola-Rzeminska³, K. Strzalka³
¹*Universidad de Concepción, Concepción, Chile*
²*Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Valparaíso, Chile*
³*Jagiellonian University, Krakow, Poland*
kpetit@udec.cl

Miltefosine (hexadecylphosphocoline), is a synthetic alkylphospholipid characterized lacking the glycerol moiety, was the first antitumor lipid to be used clinically, in particular for the local treatment of cutaneous metastases of breast cancer. Alkylphospholipids do not target DNA, the exact mechanism of APLs action on molecular level is not yet known in all details, but it is clear that they act at the level of cell membrane, where they interfere with apoptotic and mitogenic signal transduction pathways¹. This study was aimed at elucidating the molecular mechanisms of the interaction of miltefosine with human erythrocytes (RBC) and molecular models of its membrane. The latter consisted of bilayers of dimyristoylphosphatidylcholine (DMPC) and dimyristoylphosphatidylethanolamine (DMPE), representative of phospholipid classes located in the outer and inner monolayers of the human erythrocyte membrane, respectively. The structural effects of the antitumor drug on molecular models were determined by small and wide angle X-ray diffraction. Moreover, differential scanning calorimetry (DSC) and fluorescence spectroscopy techniques were used to evaluate the thermotropic and dynamic behavior of DMPC and DMPE liposomes. The effect on the morphology of human erythrocytes was observed by scanning electron microscopy (SEM). X-ray results showed that the drug interacted with DMPC multilayers; however, no effects on DMPE were detected. The experimental findings obtained by differential scanning calorimetry indicated that miltefosine altered the thermotropic behavior both DMPC and DMPE vesicles, whereas fluorescence spectroscopy evidenced an increase of DMPC vesicles and of human erythrocyte membrane fluidity. SEM on human erythrocytes showed that miltefosine induced morphological alterations to RBC from its normal biconcave to equinocytes shape. These results confirm that miltefosine interacts and affects the morphology of human erythrocytes

Acknowledgments: This work was developed with the financing of Conicyt Fellowship 21160869.

References:

1. W.J. van Blitterswijk, M. Verheij, *Biochim. Biophys. Acta.* 1831, 663–74 (2013)
2. M. Manrique-Moreno, F. Villena, C.P. Sotomayor, A.M. Edwards, M.A. Muñoz, P. Garidel, M. Suwalsky, *Biochim. Biophys. Acta - Biomembr.* 1808, 2656–2664 (2011)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



ESTUDIO BIOFÍSICO DEL EFECTO PROTECTOR DE ÁCIDO CAFEICO EN
ERITROCITOS HUMANOS Y MODELOS MOLECULARES DE SU MEMBRANA

J.R. Colina, M. Suwalsky, M. Manrique, L.F. Aguilar, M. Jemiola-Rzeminska, K. Strzalka
Universidad de Concepción, Concepción, P.O. Box 160-C, Chile
Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Valparaíso, Chile
Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia
Universidad Jagelonica, Cracovia, Polonia
jcolina@udec.cl

Las interacciones y el efecto protector de ácido cafeico (CA) fueron investigados en eritrocitos humanos (RBC) y modelos moleculares de su membrana plasmática. Estos últimos estuvieron compuestos de multibicapas de dimiristoilfosfatidilcolina (DMPC) y dimiristoilfosfatidiletanolamina (DMPE), representativos de las clases de fosfolípidos localizados en la monocapa externa e interna de la membrana del eritrocito humano, respectivamente¹. La difracción de rayos X mostró que CA causó perturbaciones estructurales en bicapas de DMPC; sin embargo, este efecto no se observó en DMPE. Estudios de calorimetría diferencial de barrido (DSC) mostraron que CA induce alteraciones en comportamiento termotrópico de vesículas de DMPC. Los resultados de espectroscopía de fluorescencia evidenciaron que CA produjo alteraciones en la dinámica molecular a nivel de la región hidrofílica de vesículas de DMPC y membranas de eritrocitos humanos sin sellar (IUM). CA también indujo alteraciones morfológicas en los eritrocitos humanos, transformándolos de su forma discoidea normal a equinocitos. Todos estos resultados indican que las moléculas de CA se localizan principalmente en la monocapa externa de la membrana de los eritrocitos². La evaluación del efecto protector demostró que CA inhibe las perturbaciones estructurales inducidas por HClO en multibicapas de DMPE. Por otro lado, la presencia de CA también disminuye significativamente las alteraciones morfológicas y la lisis inducida por HClO en los RBC. Los resultados obtenidos de este estudio sugieren que la inserción de CA en la monocapa externa de la membrana de los eritrocitos podría prevenir el acceso y efectos nocivos de moléculas oxidantes como HClO en los RBC, protegiéndolos del daño oxidativo.

Agradecimientos: A Fernando Neira por su asistencia técnica, al Programa de Posgrado en de la Facultad de Ciencias Químicas y al Centro de Biotecnología Malopolska de la Universidad Jagelonica.

Referencias:

1. M. Suwalsky. J. membrane Biol, 249 (2016)
2. M.P. Shetzz. Proc. Natl. Acad, 71 (1963)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



STRUCTURAL PROPERTIES OF A NOVEL FLUORINATED CHALCONE

C. Lariucci¹, J. M. F. Custodio¹, G. L. B. Aquino², C. Valverde² and H. B. Napolitano². ¹Universidade Federal de Goiás, Brazil; ²Universidade Estadual de Goiás, Brazil; lariucci@fis.ufg.br

Chalcone exhibit a broad spectrum of biological activities, due to α,β -unsaturated ketone and are precursors of the biosynthesis of flavonoids found in plants. These compounds have been shown to be useful both in the biological approach, proven by the broad spectrum of biological activities reported, and in the technological approach, once considered their potential as NLO material. In this sense, this work aimed the crystallization and characterization of fluorinated chalcone (E)-1-(4-fluorophenyl)-3-(4-isopropylphenyl)prop-2-en-1-one (DFC). The compound crystallized into monoclinic centrosymmetric space group P21/n, with cell parameters $a = 8.4153(6)$ Å; $b = 5.8600(4)$ Å; $c = 29.727(2)$ Å; $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 95,656(2)^\circ$, $V = 1458.81(18)$ Å³, final indices $R_1 = 0.0594$ and goodness-of-fit = 1.071 (Fig. 2). DFC molecules are connected by means of C—H...O and C—H...F intermolecular contacts, forming dimers which play an important role in the stabilization of crystal packing. The molecular modeling studies indicated that this compound could act as anti-tuberculosis hit candidate because of its higher binding affinity with M. tuberculosis InhA. Theoretical calculations performed to evaluate the NLO properties of DFC and indicated a good potential to it.

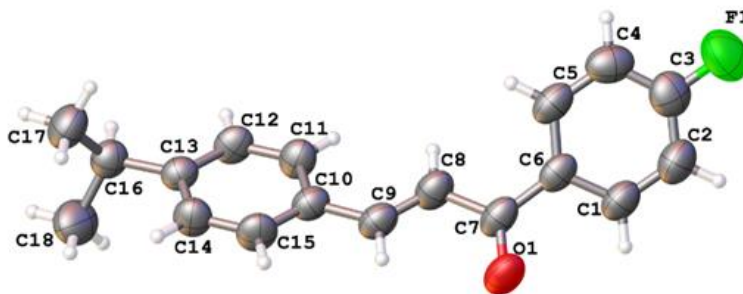


Fig.1. ORTEP diagram of ellipsoids at the 30% probability level with the atomic numbering scheme for DFC. All bonds are in the normal range, and hydrogen atoms are shown as spheres of arbitrary radii..

Agradecimientos: CAPES for financial support



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



Síntesis por vía húmeda de $\text{SrCo}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_{3-\delta}$ ($\text{M} = \text{V} ; \text{Mo}$)

S.Orozco Gil^{a,b}, F.M. Eroles^c, C. Huck Iriart^{a,d}, S. A. Larrondo^{b,d,e}, V.C. Fuertes^{c,d}, D.G. Lamas^{a,d}

^aLaboratorio de Cristalografía Aplicada, Escuela de Ciencia y Tecnología, Universidad Nacional de San Martín, Martín de Irigoyen 3100, (1650) San Martín, Pcia. de Buenos Aires, Argentina. ^bDepartamento de Investigaciones en Sólidos, CITEDEF. J.B. de La Salle 4397, (1603) Villa Martelli, Pcia. de Buenos Aires, Argentina. ^cINFIQC-CONICET, Dep. de Fisicoquímica, Fac. de Ciencias Químicas, Univ. Nac. de Córdoba, Ciudad Universitaria, Córdoba (5000), Argentina. ^dCONICET, Argentina. ^eUNIDEF, MINDEF-CONICET, J.B. de La Salle 4397, (1603) Villa Martelli, Pcia. de Buenos Aires, Argentina. diego.g.lamas@gmail.com

La perovskita $\text{SrCoO}_{3-\delta}$ es un conductor mixto de gran interés tecnológico, particularmente para electrodos de celdas de combustible de óxido sólido de temperatura intermedia (IT-SOFCs), por su alta conducción iónica y buen rendimiento electroquímico cuando se encuentra en fase cúbica, la cual es estable a $T > 900^\circ\text{C}$ [1]. Sin embargo, a $T < 900^\circ\text{C}$ presenta las fases hexagonal y brownmillerita de pobres propiedades. Por ello, actualmente se busca estabilizar a temperatura ambiente ya sea la fase cúbica o la fase tetragonal, ambas de buen rendimiento para IT-SOFCs, dopando con metales de transición en el sitio del Co [2].

En este trabajo estudiamos métodos de síntesis por vía húmeda, tales como gelificación-combustión y liquid-mix, para sintetizar perovskitas de $\text{SrCo}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_{3-\delta}$ ($\text{M} = \text{V}; \text{Mo}$) con el objetivo de estabilizar las fases cúbica o tetragonal a temperatura ambiente y lograr nanoestructuras de estos materiales. Los materiales obtenidos fueron caracterizados por difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido. Los polvos dopados con $X=0.05$ de V y Mo lograron estabilizar a temperatura ambiente la fase cúbica y tetragonal respectivamente, pero en ambos casos se debió emplear tratamientos térmicos de alta temperatura durante un tiempo prolongado, por lo que se obtuvieron materiales con tamaño de grano micrométrico.

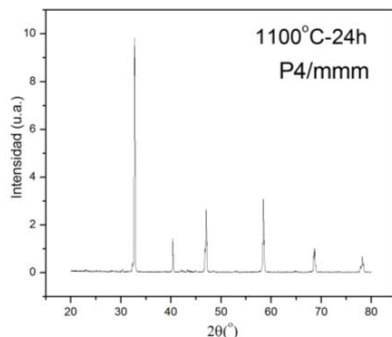


Fig.1. Difractograma obtenido para la muestra $\text{SrCo}_{0.95}\text{M}_{0.05}\text{O}_{3-\delta}$ con estructura tetragonal P4/mmm.

Referencias:

1. C. de la calle *et. al.*, Solid State Science, 10 1924-1935 (2008)
2. A. Aguadero *et. al.*, Journal of Power Source, 192 132-137 (2009)



III REUNIÓN DE LA ASOCIACIÓN
LATINOAMERICANA
DE CRISTALOGRAFÍA
I ENCUENTRO DE LA AChCr
Valparaíso, 10 al 12 de octubre de 2018



SÍNTESIS DE COMPLEJOS DE COBRE DEL BOSENTÁN, UN PRINCIPIO ACTIVO USADO PARA EL TRATAMIENTO DE HIPERTENSIÓN ARTERIAL PULMONAR

Jonathan J. Ramirez, Robert A. Toro H., José A. Henao

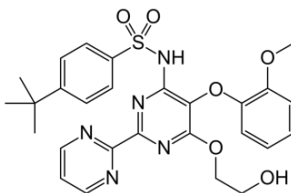
Grupo de Investigación en Química Estructural (GIQUE), Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Industrial de Santander, A.A. 678, Ciudadela Universitaria, Bucaramanga, Santander, Colombia.

jahenao@uis.edu.co

RESUMEN

El aprovechamiento de los llamados "metales esenciales" en la industria farmacéutica es uno de los ejes de investigación actual en la medicina ya que este tipo de materiales son muy utilizados en terapias anticancerígenas, para contrarrestar enfermedades neurodegenerativas, como sustitutos de la insulina, entre otros [1]; los complejos metálicos de fármacos pueden modificar las propiedades fisicoquímicas y farmacéuticas de un principio activo proporcionando mejores materiales en la industria farmacéutica. Se ha demostrado que los principios activos utilizados para regular la presión arterial forman complejos estables con el cobre y mejoran sus propiedades terapéuticas. Este estudio está centrado en la síntesis y caracterización de complejos de cobre del bosentán (figura 1), un principio farmacéuticamente activo indicado como controlador de la hipertensión arterial pulmonar. En la base de datos *Cambridge Structural Database* existe un reporte de complejo de Zn con este principio activo. Los complejos obtenidos del proceso de síntesis se caracterizaran por métodos espectroscópicos (UV-Vis, IR) y técnicas de difracción de Rayos X.

Figura 1. Diagrama estructural del bosentán.



Palabras clave: Complejos metálicos, bosentán, difracción de rayos X.

Agradecimientos: Los autores agradecen a la Vicerrectoría de Investigación y Extensión, y al Laboratorio de Rayos X, UIS-PTG, de la Universidad Industrial de Santander (UIS) Bucaramanga, Colombia, por el registro de los datos de difracción.

Bibliografía: [1] H.R. Bautista; *¿Metales tóxicos o medicamentos?/CIENCIORAMA*; Universidad Nacional Autónoma de México, pag 1

