

INFLUENCIA DE LA PUREZA DEL NITROBENCENO EN SU REDUCCIÓN CATALÍTICA
CON Zn EN PRESENCIA DE NH₄CL DURANTE LA SÍNTESIS DE N-
FENILHIDROXILAMINA

¿CÓMO INFLUYE LA PUREZA DEL NITROBENCENO EN SU REDUCCIÓN
CATALÍTICA CON Zn EN PRESENCIA DE NH₄CL DURANTE LA SÍNTESIS DE N-
FENILHIDROXILAMINA?

QUÍMICA

Nro. de palabras: ___3979___

TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	4
2. PRIMER CAPÍTULO: MARCO TEÓRICO	6
2.1. Características de la N-fenilhidroxilamina	6
2.2. Metabolismo de la N-fenilhidroxilamina.....	8
2.3. Procesos químicos realizados	8
2.4. Reducción catalítica.....	9
3. SEGUNDO CAPÍTULO: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	10
3.1. Materiales del laboratorio	10
3.2. Reactivos químicos.....	11
3.3. Método de obtención de datos	11
3.4. Procedimiento.....	11
3.5. Verificación del compuesto obtenido	14
4. TERCER CAPÍTULO: RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	15
4.1. Análisis de resultados obtenidos.....	15
4.2. Análisis de gráficas.....	17
4.3. Prueba de hipótesis	18
5. CONCLUSIONES.....	21
6. REFERENCIAS.....	23

7. ANEXOS.....26

1. INTRODUCCIÓN

A inicios de la década presente, la comunidad mundial ha sido expuesta a enfermedades inexploradas. Por lo que es de suma importancia para la industria farmacéutica las obtenciones de compuestos vitales, ya sean medicamentos o precursores de estos de maneras eficaces acompañados de un ahorro de recursos y tiempo.

Uno de los medicamentos vitales, enlistado por la Organización Mundial de la Salud como uno de los fármacos básicos para tener en reserva por su rentable uso a nivel mundial es el paracetamol. (Las Provincias, 2018). El renombre de este medicamento proviene de sus propiedades analgésicas y antipiréticas que trabajan directamente con aquellos nervios y receptores en el cerebro que provocan dolor y molestias. (BBC Mundo, 2015). Una de las metodologías más conocidas para su manufacturación es a través del nitrobenceno que funciona como precursor en su síntesis. (Rode, Vaidya, & Chaudhari, 1999). El nitrobenceno realiza una conversión electrolítica resultando en N-fenilhidroxilamina que puede transformarse en p-aminofenol, este compuesto al reaccionar con anhídrido acético se obtiene el tan sustancial medicamento. (Polat, Aksu, & Pekel, 2002).

El argumento anterior demuestra la importancia de la N-fenilhidroxilamina en nuestra cotidianidad, pero aun así no se han hallado investigaciones que demuestren las consecuencias de usar o no usar nitrobenceno destilado durante su reducción catalítica, que es la idea principal de esta investigación y por efecto la posibilidad de encontrar un método alternativo que permita ahorrar tiempo y reactivos durante su obtención, debido a que el proceso de destilación del nitrobenceno puede llegar a tomar mucho tiempo y ser algo complejo. Por lo que se plantea el

siguiente interrogante: ¿cómo influye la pureza del nitrobenzeno en su reducción catalítica con Zn en presencia de NH_4Cl durante la síntesis de N-fenilhidroxilamina?

El objetivo de este trabajo monográfico es identificar cómo influye la pureza del nitrobenzeno en su reducción catalítica con Zn en presencia de NH_4Cl durante la síntesis de N-fenilhidroxilamina, empleando dos distintas metodologías experimentales. En la primera metodología se usará nitrobenzeno recién destilado, por otro lado, en el segundo método se utilizará el nitrobenzeno sin destilar. A partir de una comparación entre los productos de N-fenilhidroxilamina obtenidos en cada uno de los métodos, se identificará cuál de las metodologías es la más eficiente en la síntesis de este compuesto.

La monografía presente plantea una estructura dividida en tres capítulos. El primer capítulo presenta el marco teórico en el cual los términos claves de la investigación son explorados detalladamente. En el segundo capítulo se encuentra el proceso experimental, donde las metodologías y variables son expuestas. Por último, el tercer capítulo exhibe los resultados obtenidos y su respectivo análisis. Al encontrarse en el área química, las referencias propuestas fueron extraídas principalmente de libros académicos, así como de informes de investigaciones y revistas médicas con la intención de obtener un conocimiento amplio y confiable sobre el tema.

En aras de lo anterior, es necesario mencionar el valor personal de este proyecto. La investigación podría ser de gran valor como alternativa de una metodología utilizada mundialmente y sería gratificante aportar tal conocimiento, pero además sería también la evidente demostración de las características y valores obtenidos mediante el programa IB. Un estudiante IB debería estar informado sobre las cuestiones globales y como buen indagador buscar soluciones a estos probando sus habilidades, llevándolas al límite.

2. PRIMER CAPÍTULO: MARCO TEÓRICO

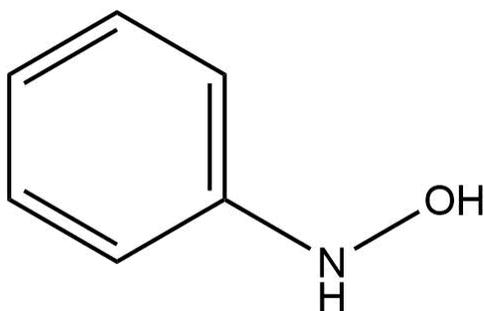
El principal objetivo de la presente investigación es identificar cómo influye la pureza del nitrobenzono en su reducción catalítica con Zn en presencia de NH_4Cl durante la síntesis de N-fenilhidroxilamina.

Primeramente, para continuar con el desarrollo de la investigación, es de gran importancia explicar algunos de los conceptos y características que hallamos en la pregunta monográfica en busca de un mejor entendimiento y manejo del tema.

2.1. Características de la N-fenilhidroxilamina

La N-fenilhidroxilamina según la IUPAC, es una amina N-sustituída la cual se deriva de la anilina en la que uno de los átomos de hidrógeno amino se reemplaza con un sustituyente hidroxilo. (ChEBI, 2015). Este compuesto químico tóxico con la fórmula molecular $\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}$ se obtiene por la reducción de nitrobenzono con zinc en presencia de NH_4Cl o alternativamente mediante hidrogenación por transferencia de nitrobenzono junto a hidrazina y un catalizador de rodio. (Oxley, Adger, Sasse, & Forth, 1989). Visualmente aparece como cristales de color tostado y presenta propiedades como un punto de fusión entre $80\text{-}84^\circ\text{C}$ y su punto de ebullición de 215.8°C . (National Toxicology Program, 1992). Además, muestra solubilidad en agua caliente, cloroformo, éter de petróleo, ácido acético, entre otros. (Weast, 1979).

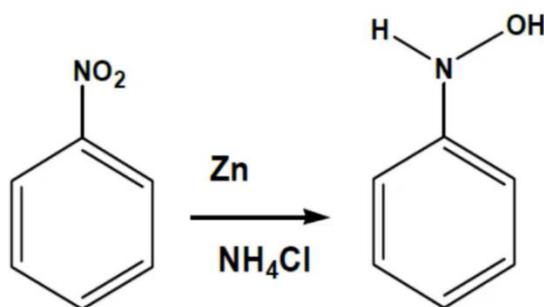
Figura 1. Representación molecular de la *N*-fenilhidroxilamina



Fuente: Quimicafacil.net, 2020.

Su uso se compone por su capacidad de material de partida de la síntesis de diversos compuestos como isoxazolininas. (Rios, Ibrahim, Vesely, Zhao, & Córdova, 2007). Aun así, en el campo comercial su uso principal es para la producción del analgésico conocido como paracetamol. El paracetamol a partir del nitrobeneno es elaborado por un grupo de síntesis diferentes, primeramente, la síntesis de *N*-fenilhidroxilamina. (NIIR Board, 2004). Su uso medicinal es basado en las propiedades analgésicas y antipiréticas que reducen el dolor según el *p*-aminofenol, que es la conversión de la *N*-fenilhidroxilamina mediante la transposición de Bamberger. (Fachado, 2018).

Figura 2. Obtención de *N*-fenilhidroxilamina mediante la reducción catalítica de nitrobeneno con Zn en presencia de NH_4Cl



Fuente: Baptistella, Giacomini, & Imamura, 2003.

2.2. Metabolismo de la N-fenilhidroxilamina

En el cuerpo humano, este compuesto químico oxida el hierro presente en la hemoglobina de la sangre, transformándola en metahemoglobina y así disminuyendo la capacidad de la sangre para transportar oxígeno. (Uehleke, 1965). Este tipo de reacción es generada en las enzimas del hígado, la N-fenilhidroxilamina es transportada por eritrocitos que provocan una inclusión denominada cuerpos de Heinz y en efecto la desnaturalización de la hemoglobina por la acción tóxica del metabolito. (García & Quinto, 2001). La N-fenilhidroxilamina al encontrarse en un medio acuoso ácido procede a realizar la transposición de Bamberger, en la cual practica una protonación que forma un p-aminofenol. (Bamberger, 1894). De este modo, el metabolito mayoritario del ser humano, el p-aminofenol será finalmente excretado mediante la orina. (University of California, 1965).

2.3. Procesos químicos realizados

La N-fenilhidroxilamina se obtiene mediante el proceso químico llamado síntesis. Las reacciones químicas ocurren cuando sustancias o compuestos químicos realizan diferentes procesos y el resultado obtiene nuevas características distintas a las originales. La síntesis o combinación se da por la unión química de dos o más elementos formando un compuesto más complejo. (Rico, Pérez, & Castellanos, 1997).

Otro proceso químico empleado en la experimentación es la cristalización. La cristalización es una técnica bastante utilizada para la purificación de sustancias sólidas. Los sólidos son más solubles en disolventes calientes, por lo que el método para la cristalización comienza con un proceso de ebullición, seguido por una filtración para las impurezas insolubles y, por último, la refrigeración del resultado. (Molina, 1991)

2.4. Reducción catalítica

La reducción catalítica es un proceso consolidado para la eliminación de NO_x (óxidos de nitrógeno). Su desarrollo se basa mediante el uso de un catalizador. La reducción catalítica se divide en selectiva y no selectiva, apoyándose en si el reductor decide reaccionar selectivamente con los NO_x o con todos los compuestos susceptibles a la reducción. La reducción catalítica no selectiva se emplea con reductores como CO y H₂ junto a catalizadores como: Pt, Pd, entre otros. Al no ser selectiva la conversión de NO en presencia de aire es baja y se obtiene N₂O, por esta razón su aplicación es limitada. Por otro lado, la reducción catalítica selectiva es más adecuada y practicada con más frecuencia, debido a su conversión de NO a nitrógeno, disminuyendo la contaminación. (Uzcátegui, 2010).

3. SEGUNDO CAPÍTULO: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La idea principal de esta investigación es determinar si destilar previamente el nitrobenzeno influye en la síntesis de N-fenilhidroxilamina. Seguidamente, se expondrán los materiales y los reactivos utilizados, además de las metodologías propuestas para el experimento.

3.1. Materiales del laboratorio

- Balanza semianalítica (mg \pm 0.1)
- Fuente de voltaje.
- Beaker de 250 ml (ml \pm 3.3)
- Beaker de 25 ml (ml \pm 3.3)
- Beaker de 50 ml (ml \pm 3.3)
- Beaker de 600 ml (ml \pm 3.3)
- Bomba de vacío
- Calentador con agitador magnético
- Embudo
- Erlenmeyer de 250 ml (ml \pm 3.3)
- Erlenmeyer de 25 ml (ml \pm 3.3)
- Espátula
- Imán para agitador magnético
- Kitasato
- Matraz de fondo redondo de 250 ml (ml \pm 3.3)
- Mechero de Bunsen
- Papel filtro
- Pipeta de 10 ml (ml \pm 0.1)
- Pipeteadores
- Placas de cobre
- Probeta de 250 ml (ml \pm 0.5)
- Probeta de 50 ml (ml \pm 0.5)
- Refrigerante con mangueras
- Malla metálica
- Soporte universal
- Termómetro
- Trípode

3.2.Reactivos químicos:

- C_2H_5OH
- $C_6H_5NO_2$
- H_2SO_4
- $NaCl$
- $NaOH$
- NH_4Cl
- ZnO

3.3.Método de obtención de datos

El proceso de reducción catalítica de nitrobenzeno con Zn en presencia de NH_4Cl durante la síntesis de N-fenilhidroxilamina se realizó en un total de 20 veces entre las dos metodologías. La primera metodología propone utilizar el nitrobenzeno recién destilado para la síntesis de N-fenilhidroxilamina, de esta se realizaron 10 repeticiones, el segundo método plantea no destilar el nitrobenzeno, esta se efectuó también 10 repeticiones. Los dos procesos presentaban los mismos reactivos y pasos, la única variación fue la destilación del nitrobenzeno. La determinación de la N-fenilhidroxilamina sintetizada se ejecutó mediante una balanza analítica, la cual intervino para posteriormente poder calcular el porcentaje de rendimiento de las reacciones efectuadas.

3.4.Procedimiento

3.4.1. Obtención de zinc en polvo

1. Antes de iniciar la experimentación fue necesario la obtención de zinc en polvo, debido a que no contábamos con él en el laboratorio de nuestro colegio. Para obtenerlo se llevó a cabo el siguiente proceso: en un beaker se agregó 200 ml de agua, 65 g de hidróxido de sodio y 20 g de óxido de zinc.

2. La solución es mezclada con la ayuda de un agitador magnético durante aproximadamente 30 minutos, posteriormente se deja reposar hasta que se separe la solución en dos fases.

Una vez decantada la solución se deposita en un beaker de 600 ml y se introducen dos electrodos (ánodo y cátodo) formados por dos placas de cobre unidos a una fuente de voltaje

3. Pasado el tiempo, el cátodo es extraído de la solución y seguidamente con ayuda de una espátula se remueve la capa de zinc de la placa y es lavado con una solución diluida de 5 ml de ácido sulfúrico. Posteriormente se lava nuevamente con agua repetidas veces. Mediante decantación se separa el zinc del agua y se agregan 5 ml de etanol para acelerar su secamiento.

3.4.2. Destilación de nitrobenceno

1. Iniciando la experimentación, preparamos el equipo de destilación compuesto por un matraz, un mechero, refrigerante y un erlenmeyer. Además, es necesario que este equipado con un termómetro.
2. Incorporamos nitrobenceno en el matraz y se calienta a altas temperaturas.
3. Al llegar la temperatura de 200 -212 °C se recolecto la fracción de nitrobenceno recién destilado.

3.4.3. Síntesis de N-fenilhidroxilamina con nitrobenceno destilado.

1. Para comenzar esta etapa, a un erlenmeyer de 250 ml equipado con un termómetro y un imán se le añaden 160 ml de agua, junto a 5 g de cloruro amónico y 8.3 ml de nitrobenceno recién destilado.
2. Seguidamente, la mezcla se calienta a 60-65 °C con ayuda de un calentador durante 10 minutos. Durante el calentamiento se debe agitar de manera enérgica

mediante el motor y el imán, además agregar paulatinamente 12 g de zinc en polvo.

3. Terminado de agregar el zinc polvo, se sigue agitando por 15 minutos más para completar la reducción.
4. Los residuos son filtrados al vacío con el fin de eliminar el óxido de zinc producido.
5. Los productos solidos son lavados con 20 ml de agua, las aguas del filtrado son transferidas a un vaso de precipitados y son saturadas con 40 g de cloruro sódico.
6. Para finalizar, la mezcla es introducida a un baño refrigerante con hielo hasta poder visualizar un precipitado con tonalidad amarilla, posteriormente es filtrado al vacío. Posteriormente se recristaliza y se deja secar a temperatura ambiente.
7. Por último, se procedió a determinar la masa con ayuda de una balanza semianalítica.

3.4.4. Síntesis de N-fenilhidroxilamina con nitrobenzono no destilado.

1. Para la segunda metodología de nuestro trabajo de investigación se realiza el mismo procedimiento del método anterior, pero en esta ocasión se utiliza el nitrobenzono sin haber sido destilado. A un erlenmeyer se le incorpora 160 ml de agua, 5 g de cloruro amónico y 8.3 ml de nitrobenzono, además, también se utiliza un termómetro y un imán.
2. Posteriormente, la solución es expuesta a un calentador hasta llegar a una temperatura entre 60-65 °C. A lo largo del calentamiento, durante los primeros 10 minutos se le añaden poco a poco 12 g de zinc en polvo, mientras mantiene una agitación constantemente mediante un imán y se mantiene la agitación magnética. Se sigue calentando por 15 minutos adicionales.

3. La mezcla es filtrada al vacío inmediatamente para eliminar el óxido de zinc.
4. El sólido recogido de la filtración es lavado con 20 ml de agua. Las aguas del filtrado se saturan con 40 g de cloruro sódico en un vaso de precipitado.
5. La mezcla se coloca en un baño de hielo hasta la observación de un precipitado de color amarillo, seguidamente es filtrado al vacío. El compuesto se recrystaliza y posteriormente se deja secar para luego determina la masa obtenida.

3.5. Verificación del compuesto obtenido

Como seguimiento de la reacción realizada, la verificación del compuesto fue un requisito, el cual fue realizado mediante un punto de referencia de carácter natural de la sustancia (N-fenilhidroxilamina), en esta ocasión el punto de fusión. La N-fenilhidroxilamina tiene teóricamente un punto de fusión de 80-84°C. Los puntos de fusión de los sólidos sintetizados de N-fenilhidroxilamina obtenidos mediante las dos metodologías fueron determinados en un fusiómetro Stuart SMP3. Como se resultado se comprobó que la N-fenilhidroxilamina obtenida en los dos métodos son similares y correctas al tener una alta concordancia con la teoría, obteniendo un punto de fusión de 81°C.

Asimismo, se siguió la reacción empleando un reconocimiento del producto mediante cromatografía de capa delgada con placas de sílica gel, aplicando como revelador una lámpara manual UV con dos longitudes de onda (254 y 365nm).

Del mismo modo e igual de necesario, la purificación de la N-fenilhidroxilamina sintetizada se empleó mediante diversas filtraciones y lavados y posteriormente se recrystalizó usando etanol.

4. TERCER CAPÍTULO: RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. Análisis de resultados obtenidos

A partir de la información propuesta por los resultados de los dos métodos en comparación con la teoría haciendo referencia al punto de fusión, se puede llegar a la suposición que el producto obtenido es N-fenilhidroxilamina. Igualmente, un análisis sobre algunos datos tangibles como la masa obtenida para poder afirmar esta conjetura es necesario.

A continuación, se presentan las masas obtenidas de N-fenilhidroxilamina en cada intento con nitrobenceno con y sin destilar:

Tabla 1. Tabla de los resultados obtenidos en la experimentación

Metodologías	Nitrobenceno sin destilar	Nitrobenceno destilado
	5,523	7,566
	4,671	5,322
	5,788	6,886
Masa (g) de N-fenilhidroxilamina	6,833	8,879
(mg ± 0.1)	3,691	8,5
	6,645	7,428
	6,747	5,699
	5,365	6,921
	6,416	6,117
	5,682	8,673
Promedio	5,736	7,199
Desviación estándar	1.001	1,247

Fuente: Elaboración propia del autor, 2021.

Se puede observar en la tabla anterior, que los resultados experimentales difieren a gran medida entre los métodos. Basándonos únicamente en los datos, se podría deducir que el método usando nitrobenceno recién destilado es el más eficiente, únicamente en los intentos 7 y 9 no sobrepasa los datos de la otra metodología. De igual manera, el promedio afirma esta misma conjetura al tener una diferencia de 1.463 en contra del método en el que se usó nitrobenceno sin destilar. Esta observación sobre la Tabla 1 permite rechazar la suposición planteada sobre que los productos eran parecidos, la metodología propuesta con nitrobenceno recién destilado obtuvo una mayor cantidad de producto al presentar 20.32% más de N-fenilhidroxilamina en comparación.

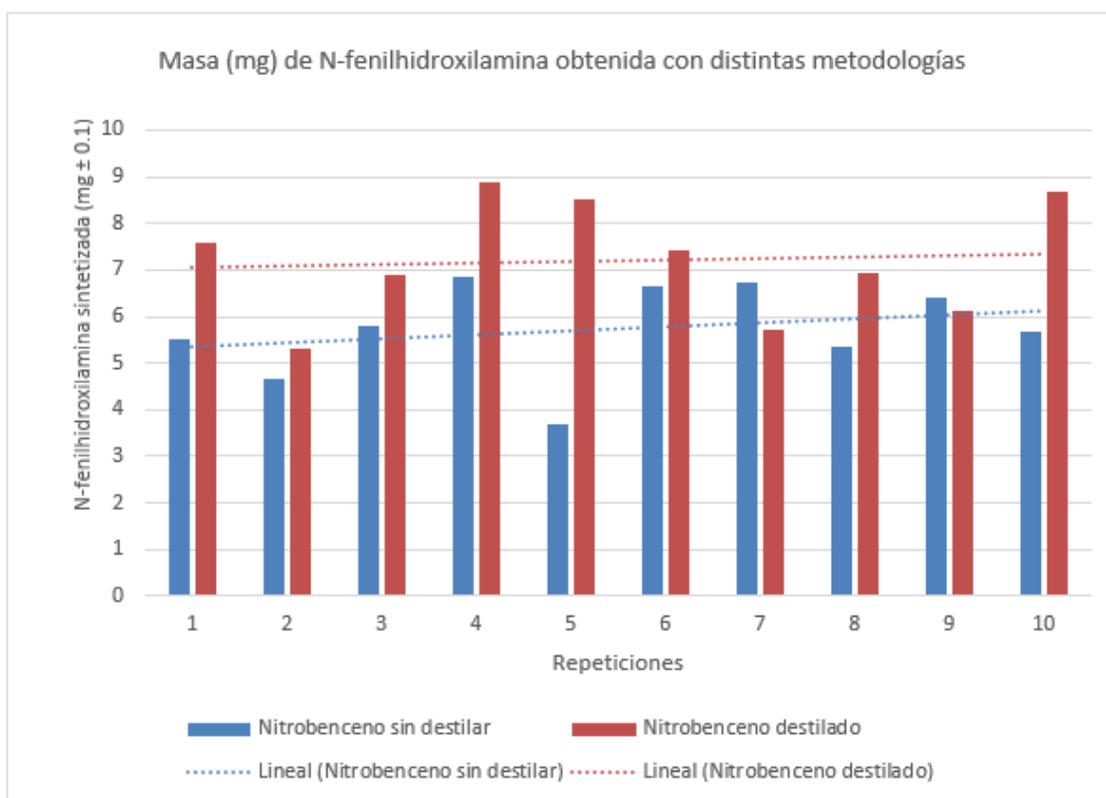
De igual modo, se presenta la desviación estándar de ambos métodos para poder estimar la desviación entre los datos. Gracias a eso, se observa que la metodología con nitrobenceno destilado, la cual anteriormente se había calificado como la más eficiente, es la que mayor desviación entre sus datos presenta, con 1.247 como su desviación estándar.

Los datos experimentales presentados en la Tabla 1, pueden ser explicados a través de la pureza de los reactivos y de las teorías de las colisiones. Al destilar el nitrobenceno se asegura que la pureza de este sea muy alta lo que representa más moléculas de nitrobenceno durante la reacción, aumentando la concentración de este reactivo. Asimismo, la teoría de las colisiones explica cómo se producen las reacciones químicas a nivel molecular, las cuales presentan dependencia de la temperatura y de la concentración de los reactantes. Según la teoría de las colisiones, si un encuentro entre dos moléculas no presenta una determinada energía cinética, simplemente rebotan entre ellas, en el caso que el choque si manifieste la energía cinética necesaria, las uniones se romperán y nuevas serán creadas. (Atkins & Jones, 2006). Entonces al presentar un mayor número de moléculas de nitrobenceno, aumentan las

probabilidades de que se lleven a cabo colisiones efectivas. Los factores de los cuales depende esta reacción, la temperatura y la concentración de los reactivos, permiten entender que a medida que la temperatura aumenta, las moléculas se mueven a mayor velocidad, y al tener una mayor número de moléculas por consiguiente, ambas aumentan proporcionalmente, generando un mayor número de choques y en efecto el producto de las reacciones aumentan. (Cabildo, y otros, 2017).

4.2. Análisis de gráficas

Figura 3. Gráfico comparativo de los resultados experimentales de la obtención de N-fenilhidroxilamina mediante dos metodologías



Fuente: Elaboración propia del autor, 2021.

En la Figura 3 se puede observar nuevamente como se había planteado en el análisis de la Tabla 1, que los datos arrojados por la metodología con nitrobenzeno destilado mantienen una diferencia significativa en comparación con la otra metodología. Vale la pena destacar también, que los intentos 7 y 9 no entran en esta observación, aun así, es importante mencionar que en el intento 9, la superación por parte del método sin destilación es mínima, únicamente 0.299 mg aproximadamente, por otra parte, en el intento 7 es más notable.

Los máximos y mínimos de la metodología con el nitrobenzeno destilado fueron 8.879 y 5.322 respectivamente, correspondiendo a los intentos 4 y 2. Mientras tanto, los datos de la metodología sin destilar presentaron sus máximos y mínimos en los intentos 4 y 5. Ambos métodos ofrecen una diferencia entre sus máximos y mínimos de aproximadamente 3 mg, del mismo modo los métodos presentaron sus valores máximos en el mismo intento 4, aunque la diferencia entre ellos es de 2.046, por lo que se podría llegar a la pronta afirmación que la metodología más eficaz es la que se realiza destilando inicialmente el nitrobenzeno. También podríamos respaldar la suposición anterior con las líneas de tendencia de la Figura 3, los datos presentan una tendencia con una pendiente menor en comparación al otro método, la pendiente se visualiza mediante la inclinación de la línea. Al tener una pendiente menor, se infiere que este rango presenta menor inconsistencia entre sus datos. Sin embargo, se realiza una prueba estadística para que esta afirmación tenga más validez y sea más concreta.

4.3. Prueba de hipótesis

Para poder desarrollar la prueba estadística se plantearon las siguientes hipótesis:

- Hipótesis nula (H_0): μ Síntesis de N-fenilhidroxilamina usando nitrobenzeno destilado - μ Síntesis de N-fenilhidroxilamina usando nitrobenzeno sin destilar = 0

- Hipótesis alterna (H_1): μ Síntesis de N-fenilhidroxilamina usando nitrobenzeno destilado - μ Síntesis de N-fenilhidroxilamina usando nitrobenzeno sin destilar > 0

La hipótesis nula propone que las síntesis usando nitrobenzeno destilado y nitrobenzeno sin destilar tienen la misma capacidad de producción de N-fenilhidroxilamina.

La hipótesis alterna dice que la síntesis con nitrobenzeno destilado tiene mayor capacidad de producción de N-fenilhidroxilamina que usando nitrobenzeno sin destilar.

4.3.1. Análisis de estadísticas

Para este análisis estadístico se realizará una prueba T, pero primeramente es necesario hacer una prueba F para saber si las varianzas son iguales o desiguales. Alfa = 0.05

4.3.1.1. Prueba F para varianzas de dos muestras

Tabla 2. Prueba F para varianzas de dos muestras

	<i>Variable 1</i>	<i>Variable 2</i>
Media	5.73606	7.19897
Varianza	1.002503294	1.554759798
Observaciones	10	10
Grados de libertad	9	9
F	0.644796254	
P(F \leq f) una cola	0.261812398	
Valor crítico para F (una cola)	0.314574906	

Fuente: Elaboración propia del autor, 2021.

En la prueba F podemos observar la probabilidad que la variable 1 sea igual a la variable 2 para determinar si las varianzas son iguales o diferentes tomando como referencia el valor P, el cual dio un valor de 0.261812398 superando 0.05 que fue el valor Alfa de referencia, por lo tanto, significa que son varianzas iguales.

4.3.1.2. Prueba T para dos muestras suponiendo varianzas iguales

Los resultados obtenidos de la prueba F supondrían que las dos varianzas son iguales, aun así, esta prueba comprobará la conjetura anterior. Alfa = 0.05

Tabla 3. Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales

	<i>Variable 1</i>	<i>Variable 2</i>
Media	5.73606	7.19897
Varianza	1.002503294	1.554759798
Observaciones	10	10
Varianza agrupada	1.278631546	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	18	
Estadístico t	-2.892876565	
P(T<=t) una cola	0.004846673	
Valor crítico de t (una cola)	1.734063607	
P(T<=t) dos colas	0.009693346	
Valor crítico de t (dos colas)	2.10092204	

Fuente: Elaboración propia del autor, 2021.

La prueba T nos demuestra que la probabilidad que la variable 1 sea igual a la variable 2 resulta en un valor de 0.004846673. Si $P(T \leq t) > 0.05$ no se rechaza la H_0 , por otro lado, si $P(T \leq t) < 0.05$ se deberá rechazar la hipótesis nula. Teniendo en cuenta lo anterior, $0.004846673 < 0.05$, es decir se rechaza la H_0 y, por lo tanto, la síntesis usando nitrobenzeno destilado tiene mayor capacidad de producción de N-fenilhidroxilamina que en aquella donde no se destiló

5. CONCLUSIONES

Según la pregunta propuesta para esta investigación y los resultados experimentales obtenidos se creó una hipótesis correcta, en la cual se afirma que la síntesis usando el nitrobenzono recién destilado desencadena la mayor eficiencia basándonos en la cantidad de N-fenilhidroxilamina obtenida en gramos en comparación. Desde esta perspectiva es posible afirmar la influencia de la pureza durante la reducción catalítica del nitrobenzono, ya que esta interfiere en su eficacia.

Aun así, es menester mencionar los resultados y observaciones logrados durante la experimentación. Primeramente, después de la síntesis con ambas metodologías se realizó una prueba de verificación de compuesto a través del punto de fusión, la cual resultó en un mismo valor para ambas que concordaba con la teoría, por lo que se dedujo que los productos sintetizados de ambos compuestos eran similares. No obstante, posteriormente se midieron la masa en gramos obtenidas por cada metodología, lo que permitió encontrar que la N-fenilhidroxilamina producida con nitrobenzono destilado presentará mayor cantidad y por consiguiente fuera considerado el método más eficiente, junto a una diferencia de 20.32% de mayor producto. De este modo, una prueba de hipótesis fue realizada para poder reafirmar lo anterior y esta concluyó nuevamente que la síntesis con nitrobenzono destilado dispone de la mayor eficacia entre los dos métodos propuestos.

Los métodos propuestos en este trabajo de investigación fueron pertinentes para la resolución de nuestra pregunta de investigación. Nos permitió reconocer la afectación de la pureza en la síntesis y de este modo alcanzar el objetivo planteado.

En conclusión, la pureza es un aspecto influyente durante la reducción catalítica de nitrobenzono con Zn en presencia de NH_4Cl durante la síntesis de N-fenilhidroxilamina,

demostrado mediante las diferencias entre las cantidades de masas obtenidas al variar la temperatura teórica propuesta. Desde este punto de vista, el experimento también concuerda con la teoría de colisiones, la cual afirma la afectación de la temperatura, pero también la concentración de los reactantes sobre las reacciones químicas, dictando que una mayor concentración de partículas en efecto provocaría que las colisiones sean frecuentes y por ende más productivas. (Izquierdo, Peral, Plaza, & Troitiño, 2013).

La investigación presentó algunos aspectos limitantes, solamente se estudiaron dos metodologías. En una investigación posterior sería pertinente evaluar variados rangos de temperatura como 30-35°C y 70-75°C, entre otros. Asimismo, como un mayor número de intentos por método. Esto permitiría la producción de afirmaciones más precisas.

6. REFERENCIAS

- Atkins, P. W., & Jones, L. (2006). *Principios de química : los caminos del descubrimiento* (3 ed.). Editorial Médica Panamericana.
- Bamberger, E. (1894). Über das Phenylhydroxylamin. *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft*.
- Baptistella, L. H., Giacomini, R. A., & Imamura, P. M. (2003). Síntese dos analgésicos paracetamol e fenacetina e do adoçante dulcina: um projeto para química orgânica experimental. *Quimica Nova*, 26.
- BBC Mundo. (19 de Mayo de 2015). Cuándo es mejor tomar ibuprofeno y cuándo paracetamol. *BBC News*. Recuperado el 15 de Agosto de 2020, de https://www.bbc.com/mundo/noticias/2015/05/150518_salud_paracetamol_obuprofeno_il
- Cabildo, M. d., Cornago, M. d., Escolástico, C., Santos, S., Lopez, C., & Sanz, D. (2017). *Bases químicas del medio ambiente*. Madrid: UNED.
- ChEBI. (13 de Agosto de 2015). *ChEBI*. Recuperado el 14 de Enero de 2021, de <https://www.ebi.ac.uk/chebi/searchId.do?chebiId=CHEBI:28902>
- Fachado, J. (2018). *Planta de producción de paracetamol*. Universidad de Santiago de Compostela, Departamento de Ingeniería Química, Santiago de Compostela.
- García, P. T., & Quinto, J. O. (2001). *NTP 584: Evaluación de la exposición a anilina: control ambiental*. Ministerio de Trabajo y Asuntos Sociales.

- Izquierdo, M. C., Peral, F., Plaza, M. Á., & Troitiño, M. D. (2013). *Evolución histórica de los principios de la química*. Madrid: UNED Ediciones.
- Las Provincias. (16 de Mayo de 2018). ¿Cuáles son los medicamentos más recetados? *Las Provincias*. Recuperado el 27 de Octubre de 2020, de <https://www.lasprovincias.es/sociedad/medicamentos-mas-recetados-20180515122419-nt.html>
- Molina, P. (1991). *Prácticas de química orgánica*. Murcia: Editum. Ediciones de la Universidad de Murcia.
- National Toxicology Program. (1992). *National Toxicology Program Chemical Repository Database*. Raleigh.
- NIIR Board. (2004). *Drugs & Pharmaceutical Technology Handbook*. Asia Pacific Business Press Inc.
- Oxley, P. W., Adger, B. M., Sasse, M. J., & Forth, M. A. (1989). N-acetyl-n-phenylhydroxylamine via catalytic transfer hydrogenation of nitrobenzene using hydrazine and rhodium on carbon. *Organic Syntheses*, 67.
- Polat, K., Aksu, M., & Pekel, A. (2002). Electroreduction of nitrobenzene to p-aminophenol using voltammetric and semipilot scale preparative electrolysis techniques. *Journal of Applied Electrochemistry*, 32.
- Quimicafacil.net. (25 de Febrero de 2020). *Quimicafacil.net*. Recuperado el 2 de Enero de 2021, de <https://quimicafacil.net/compuesto-de-la-semana/nitrobenceno/>
- Rico, A., Pérez, R. E., & Castellanos, M. J. (1997). *Química I. Agua Y Oxígeno*. Limusa.

- Rios, R., Ibrahim, I., Vesely, J., Zhao, G.-L., & Córdova, A. (2007). A simple one-pot, three-component, catalytic, highly enantioselective isoxazolidine synthesis. *Tetrahedron Letters*, 48.
- Rode, C., Vaidya, M., & Chaudhari, R. (1999). Synthesis of p-Aminophenol by Catalytic Hydrogenation of Nitrobenzene. *Organic Process Research & Development*, 3(6).
- Shastri, N. (2015). Intravenous acetaminophen use in pediatrics. *Pediatric Emergency Care*, 31.
- Uehleke, H. (1965). Biologische Oxydation und Reduktion am Stickstoff aromatischer Amino- und Nitroderivate und ihre Folgen für den Organismus. In E. Jucker, *Fortschritte der Arzneimittelforschung* (Vol. 8). Springer Science+Business Media.
- University of California. (1965). *Galbenica acta* (Vol. 18).
- Uzcátegui, Á. (2010). *Reducción catalítica de óxidos de nitrógeno en corrientes gaseosas*. Universidad Politécnica de Valencia, Departamento de Ingeniería Química y Nuclear, Valencia.
- Weast, R. (1979). *CRC Handbook of Chemistry and Physics* (60 ed.). Boca Raton: CRC Press Inc.

7. ANEXOS

Figura 4. *Solución de agua, hidróxido de sodio y óxido de zinc para la obtención de zinc en polvo*



Figura 5. *Electrolisis para obtención de zinc en polvo*

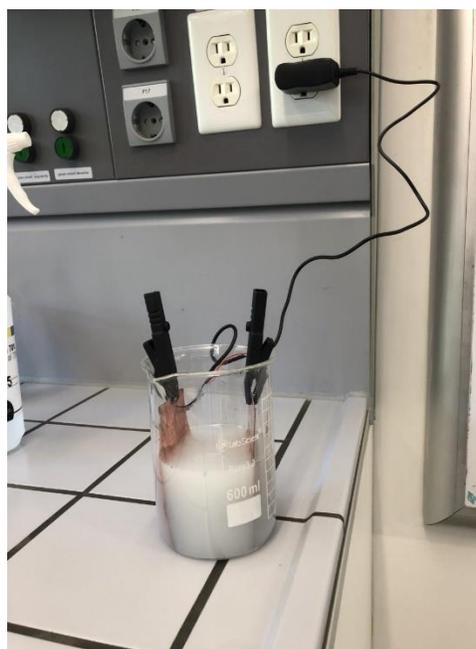


Figura 6. Montaje para la destilación del nitrobenceno



Figura 7. Calentamiento y mezcla durante la síntesis de N-fenilhidroxilamina



Figura 8. Baño de hielo para la cristalización de N-fenilhidroxilamina



Figura 9. N-Fenilhidroxilamina recristalizado



Figura 10. Muestras de *N*-Fenilhidroxilamina recristalizadas obtenidas con las diferentes metodologías.



Figura 11. Verificación de pureza de *N*-fenilhidroxilamina por cromatografía

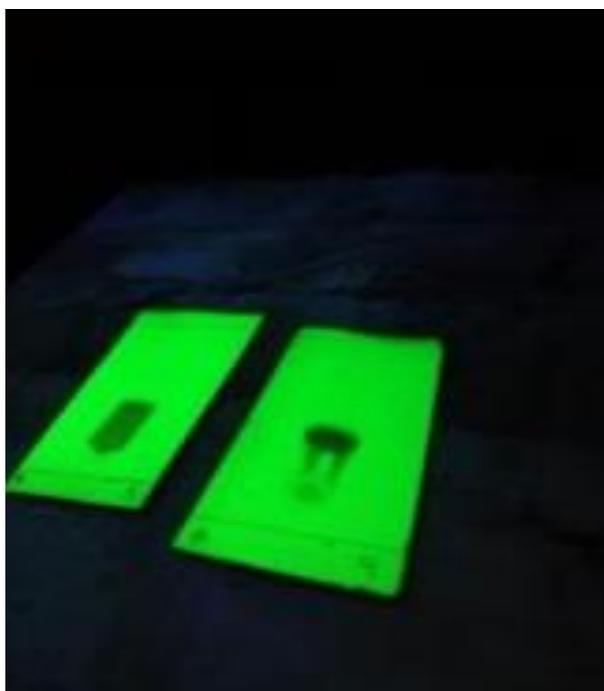


Figura 12. Determinación de punto de fusión de las muestras de *N*-fenilhidroxilamina, utilizando fusiómetro Stuart SMP3

