

**TESIS de LICENCIATURA y
MAESTRÍA SUSTENTADAS en la
SECCIÓN QUÍMICA
de la PUCP**



Aquí encontrará un resumen ampliado de las tesis de licenciatura y maestría presentadas en 2011 por los alumnos de investigación de la sección Química de la PUCP.

ÁREA de FISICOQUÍMICA y CATÁLISIS

Preparación – caracterización de carbones activados a partir de Pepas de níspero de palo (*Mespilus communi*) y su aplicación como material adsorbente de fenol

Gloria Ana Delgadillo Gamboa

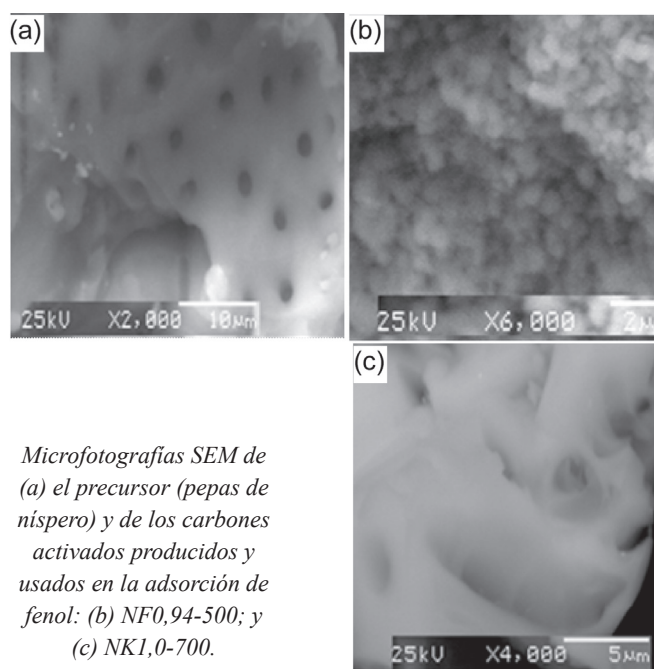
Tesis de MAESTRÍA

(Enero 2011)

En este trabajo se prepararon carbones activados (CA) a partir de pepas de níspero de palo (*Mespilus communi*), por activación química utilizando como agentes activantes ácido fosfórico (H_3PO_4) e hidróxido de potasio (KOH), en un ambiente inerte empleando un flujo controlado de nitrógeno (N_2). Se evaluó la influencia del tamaño de partícula (mm) del precursor (pepa de níspero), la relación de impregnación (R), es decir, masa agente activante/masa precursor, la velocidad de calentamiento ($^{\circ}C\ min^{-1}$) durante la activación y de la temperatura de activación (TA), en las propiedades texturales y en la capacidad de adsorción de fenol de los CA.

Los grupos superficiales y los tipos de enlaces del precursor y de los CA se determinaron por espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier. Los grupos ácidos y básicos se cuantificaron por el método de titulación Bohem. Mediante adsorción de N_2 a 77K, se determinó que los CA obtenidos a R y TA más altas tuvieron elevadas áreas superficiales (SBET) con una estructura micro y mesoporosa. Los CA con H_3PO_4 se caracterizaron por poseer mayor microporosidad que los activados con KOH, en concordancia con las microfotografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (SEM). Los análisis anteriores, además del análisis termogravimétrico (ATG), ayudaron a explicar el proceso de activación de los carbones.

La naturaleza del precursor y los métodos de preparación tuvieron una fuerte influencia en las propiedades texturales y adsorbentes de los CA, en particular la R y la TA. Se estableció, que tanto las propiedades texturales como las propiedades químicas superficiales, determinaron la capacidad de adsorción de los CA hacia el fenol. En el proceso de adsorción, el tiempo



Microfotografías SEM de (a) el precursor (pepas de níspero) y de los carbones activados producidos y usados en la adsorción de fenol: (b) NF0,94-500; y (c) NK1,0-700.

para lograr el equilibrio fue de 6 horas, mientras que el pH óptimo fue de 5,5.

Los CA con KOH mostraron una mayor capacidad de adsorción de fenol, que aquellos activados con H_3PO_4 . A partir de una solución de 100 ppm de fenol se removió hasta 93,3 y 61,6 mgfenol.g⁻¹CA con los CA con KOH (muestra NK1,0-700) y con H_3PO_4 (muestra NF0,67-500), respectivamente; frente a un 7,6 mgfenol.g⁻¹CA de remoción logrado con el carbón comercial (muestra M-2184). En tanto que, a partir de soluciones de 500 ppm de fenol, el CA con KOH (muestra NK1,0-700) removió 163,7 mgfenol.g⁻¹CA y el H_3PO_4 (muestra NF0,94-500) 102,3 mgfenol.g⁻¹CA. Los datos experimentales de las isotermas de adsorción de fenol tuvieron una mejor correlación con el modelo de Langmuir y los datos cinéticos se correlacionaron mejor con el modelo de pseudo segundo orden y con el de difusión intraparticular; lo cual evidencia que ocurrió preferentemente una quimisorción del fenol en la superficie del carbón.


Tesis de Maestría dirigida por la profesora Dra. Rosario Sun

Estudio de la adsorción de compuestos aromáticos mediante carbón activado preparado a partir de la cáscara de castaña

Ana Paredes Doig

Tesis de LICENCIATURA

(Septiembre 2011)

Texto completo
haciendo
click aquí 

Se sintetizaron carbones activados por un proceso químico obtenidos a partir de la cáscara de castaña con el objetivo de analizar la capacidad de remoción de estos adsorbentes para eliminar los compuestos aromáticos (ácido benzoico, ácido salicílico y fenol) de las soluciones acuosas.

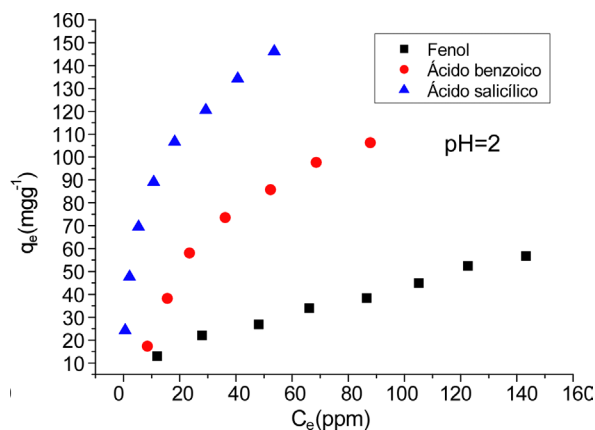
Los carbones activados se caracterizaron mediante las siguientes técnicas instrumentales: espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), método Boehm, adsorción y desorción de nitrógeno y microscopía electrónica de barrido (SEM).

Los carbones activados presentaron una estructura microporosa con una alta área superficial entre 1176-1434 m²/g, con presencia de grupos ácidos en la superficie del carbón, siendo mayor la acidez en los materiales preparados con menor razón de impregnación y a mayor temperatura de activación, siendo estas las variables más importantes en la preparación del carbón activado.

En lo que se refiere a las condiciones de la adsorción, los parámetros que se estudiaron fueron el pH de la solución y la cantidad de adsorbente.

Se encontró que el proceso de adsorción no solo dependía de la porosidad y de los grupos funcionales presentes en el carbón activado, sino también estaba afectado por la solubilidad y peso del adsorbato, del número y tipo de grupos sustituyentes en el anillo aromático, de la acidez superficial en el adsorbato y las interacciones adsorbato-adsorbente.

Se determinó que el orden de remoción de los compuestos aro-



Comparación de las isotermas de adsorción de los compuestos aromáticos a pH 2 usando el carbón activado CF-1,0-400, que muestra la mayor adsorción del ácido salicílico respecto a los demás compuestos.

máticos fue el siguiente: ácido salicílico > ácido benzoico > fenol.

Los carbones activados evidenciaron a pH=2 una mayor capacidad de remoción en el caso del ácido salicílico. La máxima capacidad de adsorción de ácido salicílico (C0= 50 ppm) se obtuvo para el carbón CF-1,0-400 con un valor de 42 mg g⁻¹ (83,13%). En relación a la correlación de los datos experimentales se encontró que en general la isoterma de Freundlich fue la que describió mejor la adsorción de los tres adsorbatos, por lo que se pudo establecer que la superficie del adsorbente es energéticamente heterogénea y que el proceso de adsorción fue el resultado de más de un tipo de interacciones adsorbato-adsorbente. Adicionalmente se encontró que la cinética de los tres adsorbatos sigue el modelo de pseudo segundo orden, en donde los valores de qe experimentales concuerdan con los obtenidos por el modelo. En general, esta capacidad de adsorción (qe) fue mayor para el ácido salicílico que con los otros compuestos aromáticos.

Tesis de Licenciatura dirigida por la profesora Dra. Rosario Sun


ÁREA de QUÍMICA ANALÍTICA y MEDIO AMBIENTE

Diseño y validación de un método de análisis por espectrofotometría UV-VIS para cinc (II) y mercurio (II) en muestras acuosas

Betty Mercedes Flores Mariños

Tesis de LICENCIATURA

(Diciembre 2011)

Texto completo
haciendo
click aquí 

En la actualidad, los análisis de metales en aguas naturales se realizan principalmente mediante espectrofotometría de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente y espectrofotometría de absorción atómica. En particular, se utiliza la técnica espectrofotométrica de absorción atómica con vapor frío para la determinación de mercurio. Sin embargo, el empleo de esta técnica

requiere de un sistema de inyección de flujo, lo cual representa mayores gastos a los laboratorios de investigación.

En el presente trabajo se diseñó un método alternativo, sencillo, rápido y asequible, para detectar y cuantificar mercurio en el laboratorio de la Sección Química de la PUCP. Para la implementación de dicho método se utilizó cinc como modelo por ser un metal del mismo grupo de la tabla periódica que el mercurio, pero de menor peligrosidad. Se empleó la espectrofotometría UV-VIS para la determinación de Hg (II) y Zn (II), debido a que es una técnica sencilla, económica y se obtienen resultados reproducibles.

Se utilizó el agente cromóforo ditizona para formar los complejos metálicos coloreados que fueron luego determinados mediante espectrofotometría UV-VIS. Además, se utilizó el surfactante Tritón X-100 para solubilizar la ditizona y los ditizonatos

de mercurio y cinc formados. Con el empleo de este surfactante se consigue evitar el uso de solventes clorados de mayor toxicidad, como el tetracloruro de carbono.

La reacción entre el ion metálico (M^{2+}) y la ditizona (H_2Dz) guarda una relación estequiométrica de 1:2 (Ver Ecuación 1).



La formación del complejo es dependiente del valor del pH del medio: mientras que el ditizonato de cinc se forma a pH 5, el de mercurio se forma a pH 2.

El método para la preparación de los complejos metálicos fue adaptado del procedimiento trabajado por Paradkar y Williams en 1994. El resultado final de la optimización se detalla a continuación. Para los complejos metálicos fue necesario preparar sendas disoluciones buffer amortiguadas a pH 5 y a pH 2. Para la determinación de cinc, se preparó la disolución de Tritón por dilución del surfactante en el buffer amortiguado a 5. Los complejos se prepararon al mezclar 7 mL de ditizona saturada, solubilizada en Tritón X-100 al 5%, 1 mL de la disolución acuosa del ion metálico a diferentes concentraciones y se enrasó a 10 mL con el surfactante Tritón X-100 al 5%. Para la determinación de mercurio se repitió el proceso utilizando el buffer de pH 2 para preparar la disolución del surfactante, así como para las demás disoluciones.

Los complejos formados se analizaron contra un blanco preparado con 7 mL de ditizona saturada y enrasado a 10 mL con el Tritón al 5%. El complejo de cinc fue analizado a 522 nm y el de mercurio a 502 nm en un espectrofotómetro Perkin Elmer UV/VIS Lambda 2 (ver Figura derecha).

Después de la optimización y validación del método, este fue aplicado a muestras reales. Todas las muestras fueron analizadas según el método propuesto y los resultados fueron comparados con los obtenidos por AAS (Sección Química) y CV-AAS (Instituto de Corrosión y Protección de la PUCP, laboratorio acreditado internacionalmente). Se utilizó el test de t-Student para el análisis de comparación de promedios.

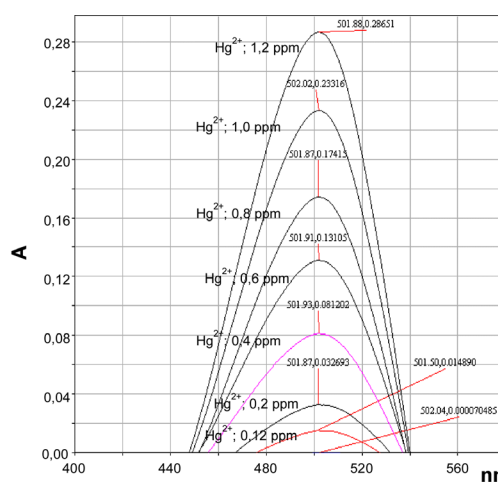
Las muestras analizadas para cinc fueron agua del sistema de distribución de agua potable de la Sección Química, un comprimido farmacéutico comercial adquirido en el mercado local, molido y disuelto en agua ultra pura, y tres muestras de suelo obtenidas de los jardines de la universidad que fueron sometidas a extracción con ácido nítrico y diluidas con agua ultra pura. La muestra de mercurio fue obtenida de un recipiente de residuos inorgánicos de mercurio, se pesó y disolvió en una pequeña cantidad de agua regia y se enrasó con agua ultra pura.

En la Tabla 1 se resumen los resultados obtenidos del proceso de optimización y validación del método analítico desarrollado.

Para asegurar que cada determinación de la concentración del analito sea la mejor estimación del valor real se llevó <http://revistas.pucp.edu.pe/quimica>

Tabla 1. Parámetros analíticos obtenidos del proceso de optimización y validación del método de determinación de cinc y mercurio

Parámetro	Valor obtenido	
Determinación analítica	Zn ²⁺	Hg ²⁺
Longitud de onda	522 nm	502 nm
pH reacción	5	2
Buffer	Na ₂ HPO ₄ /KH ₂ PO ₄	H ₃ PO ₄ /KH ₂ PO ₄
Concentración del surfactante	5% v/v	5% v/v
Ditizona	Disolución saturada	Disolución saturada
Rango lineal	0,1 – 0,8 mg/L	0,1 - 1,2 mg/L
Limite de detección	0,04 mg/L	0,04 mg/L
Limite de cuantificación	0,08 mg/L	0,10 mg/L
%DER	0,22 – 0,84 mg/L (n=4)	0,7 – 3,9 mg/L (n=4)
Incertidumbre estándar del método	0,0042 mg/L	0,0016 mg/L
Incertidumbre estándar expandida	± 0,0139 mg/L	± 0,0052 mg/L
Alcance del método	Muestras acuosas de comprimidos farmacéuticos. Agua potable y filtrada.	Muestras acuosas
No aplicable a	Muestras de suelo o disoluciones de pH muy ácido o muy básico. Muestras con un alto contenido de minerales	No determinado
Interferencias	Altos contenidos de Fe (III)	No determinado



Espectro de absorción de los complejos $Hg(HDz)_2$ a diferentes concentraciones

a cabo satisfactoriamente un proceso de validación del método analítico. Los parámetros estudiados fueron rango lineal, límite de detección, límite de cuantificación, precisión, veracidad e incertidumbre. Asimismo, el test de t-Student, permitió demostrar que este método puede alcanzar resultados comparables a los de absorción atómica, el cual fue el método de referencia.

El método aquí desarrollado es una propuesta alternativa para la determinación de metales como el mercurio y el cinc. Las ventajas de su empleo son la rapidez y simpleza del análisis, el empleo de un medio acuoso para la solubilización de la ditizona y de los complejos metálicos, el empleo de las micelas del surfactante en reemplazo de otros disolventes de mayor toxicidad, y los volúmenes, relativamente pequeños, utilizados para la formación de los complejos.


Tesis de Licenciatura dirigida por la profesora Dra. Nadia Gamboa

ÁREA DE BIOANALÍTICA

Cuantificación de metabolitos defensivos en la planta hormiguera *Tococa quadrialata* (Melastomatacea) en presencia y ausencia de sus hormigas protectoras.

Mónica Cristina Moreno Brush

Tesis de LICENCIATURA
(Junio 2011)

Texto completo
haciendo
click aquí 

Este trabajo de tesis se desarrolla dentro del marco de un proyecto el cual propone que, durante el proceso evolutivo que llevó al desarrollo de la mirmecofilia, asociación mutualista defensiva que ocurre entre plantas y hormigas, el metabolismo defensivo de la planta ha resultado alterado de manera tal que se reorientaron los recursos químicos que de otra manera hubieran sido destinados a la defensa de la planta hacia el desarrollo primario de ésta permitiéndole un crecimiento más rápido. El principal objetivo de este estudio fue el desarrollo de un método analítico que permitiese la cuantificación del efecto que tiene el retiro de las hormigas protectoras de las mirmecofitas de la especie *Tococa quadrialata* (Melastomataceae) sobre sus principales indicadores defensivos, específicamente compuestos fenólicos y alcaloides.

La exclusión de las hormigas de las plantas se realizó con el despoje de las hojas y los domacios (compartimientos huecos de la planta donde habitan las hormigas) de individuos jóvenes de *T. quadrialata* aislados mediante mallas y pegamento anti-plagas en el área de estudio. Las nuevas hojas que se obtuvieron de este proceso fueron analizadas y comparadas con material colectado de plantas que sí disponían de sus hormigas protectoras y mantenían el mutualismo. El material colectado consistió en hojas frescas maduras (≥ 10 cm de largo y por debajo del tercer nodo) y sanas (menos de 1% de herbivoría). Durante la parte químico-analítica de la tesis se desarrolló el método para la determinación del perfil de ácidos fenólicos en extractos metanólicos de *T. quadrialata*. Se aplicó cromatografía de gases (GC), cromatografía líquida simple y de alta resolución (LC y HPLC) y reacciones colorimétricas, todas técnicas analíticas reportadas en la literatura para el análisis de ácidos fenólicos en fuentes vegetales. Los análisis por HPLC y LC, a diferencia de los de GC, no requirieron de una derivatización previa de las muestras.

La identificación de los compuestos de interés se realizó mediante espectrometría de masas acoplada a LC. Los compuestos químicos de interés para este estudio fueron los ácidos fenólicos gálico, clorogénico, cafeico, cumárico, ferúlico y cinámico, todos compuestos químicos defensivos presentes en muchas plantas. El análisis de alcaloides tuvo un carácter general y cualitativo. Los resultados experimentales mostraron que los ácidos fenólicos predominantes en las hojas de *T. quadrialata* son el ácido gálico, el cumárico y el ferúlico. Sin embargo, no

fue posible cuantificarlos por las bajas respuestas observadas en los análisis. Se detectaron, además, otros compuestos que no pudieron ser identificados bajo las condiciones de trabajo utilizadas, tanto por las bajas concentraciones, como por el hecho de que no se dispuso de información respecto a éstos en las bibliotecas químicas de los equipos utilizados. De lo anterior expuesto, se advierte la necesidad de ampliar las fuentes de datos de los equipos, para de esta manera facilitar la completa determinación del perfil de metabolitos secundarios, no sólo de esta sino de otras especies en estudio. Para futuros estudios se podría sugerir también la ampliación de variaciones de otros métodos reportados en la literatura para estabilizar las concentraciones de los compuestos de interés durante el tratamiento de las muestras.

Tesis de Licenciatura dirigida por el profesor Dr. Eric Cosío

Evaluación del origen varietal de piscos por Microextracción en Fase Sólida (SPME) y Cromatografía de Gases.

Olesya Gromova

Tesis de MAESTRÍA
(Diciembre 2011)

Uno de los mayores y más importantes retos que en la actualidad tiene el sector enológico nacional, es el de la obtención de piscos de calidad, que sean capaces de destacar en un mercado altamente competitivo. La calidad de un pisco se encuentra asociada a sus características organolépticas, que dependen fundamentalmente de la variedad de uva empleada, pero, irremediablemente, la calidad también se encuentra asociada a los defectos, que pueden llegar a atenuar o deteriorar su tipicidad.

En esta investigación sobre los componentes aromáticos de los piscos de las diferentes variedades hemos centrado nuestra atención, principalmente, en compuestos posiblemente vinculados a las peculiaridades de las variedades, en particular, monoterpenos y otras sustancias como ésteres etílicos y norisoprenoides, con el objetivo de mejorar la caracterización y clasificación de los piscos según su variedad.

En el presente trabajo se ha desarrollado un método estandarizado y rápido para la evaluación cualitativa de piscos según su origen varietal, empleando la técnica de Microextracción en Fase Sólida (SPME). Se estudió condiciones experimentales de SPME, tales como la química del recubrimiento de la fibra, el modo de extracción, tiempo de exposición de la fibra, dilución de la muestra y la presencia o ausencia de sal (NaCl) durante la extracción.

Se realizó una caracterización completa por espectrometría de masas (MS) de los componentes, observados en cromatografía de gases (GC) por la metodología SPME-GC-MS.

Además, se realizó un análisis quimiométrico de las distintas variedades de pisco y se logró diferenciarlos en base a su contenido de compuestos aromáticos. De acuerdo a los datos obtenidos, se generó una biblioteca de los perfiles SPME de los


piscos varietales representativos y se graficaron dendrogramas para establecer la cercanía en perfiles aromáticos.

Tesis de Licenciatura dirigida por el profesor Dr. Eric Cosio

ÁREA de QUÍMICA ORGÁNICA y PRODUCTOS NATURALES

Actividad deterrente y acaricida de principios activos de quinuas amargas, aceites esenciales y tarwi

Graciela Herminia Zegarra
Tesis de LICENCIATURA
(Junio 2011)

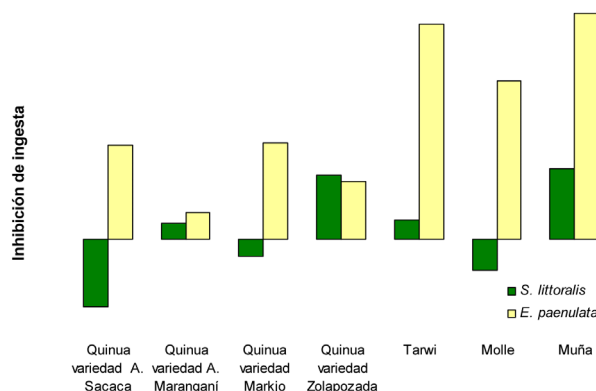
Texto completo
haciendo
click aquí 

Uno de los principales problemas que afecta la ganadería a nivel mundial está relacionado con la presencia de parásitos externos. Los ectoparásitos afectan la productividad pecuaria al disminuir la producción de carne y leche; además son transmisores de agentes patógenos. La principal parasitosis del ganado bovino es la garrapata *Boophilus microplus*. La agricultura se ve afectada por insectos tales como *Spodoptera littoralis* y *Epilachna paenulata*. Los acaricidas e insecticidas químicos constituyen mecanismos de control contra estas plagas; sin embargo, el uso de estos compuestos ha originado problemas de contaminación y quimioresistencia.

Los productos naturales representan una alternativa interesante y prometedora para el control integrado de plagas; además, son una vía amigable con el medio ambiente y con los productos derivados de estas actividades.

Esta investigación evaluó la actividad deterrente y acaricida de extractos de variedades de quinuas amargas y tarwi; así como de aceites esenciales de molle y muña. La actividad acaricida fue confrontada frente al pesticida sintético amitraz. Después de la obtención de extractos de quinua se estudió la composición proteica de las harinas desaponificadas mediante electroforesis, generando conocimiento de su valor nutricional. Se caracterizaron químicamente los extractos y aceites esenciales empleados en los bioensayos.

Sobre *E. paenulata* resultaron activos los extractos de quinua variedad Markjo y tarwi, y los aceites esenciales de molle y muña; siendo los tres últimos los que mostraron mayor actividad. Ningún extracto mostró actividad sobre *S. littoralis*. Todas las especies mostraron actividad sobre *B. microplus*; siendo el aceite esencial de muña y la quinua Markjo los que mostraron alta bioactividad. Casi todas las muestras resultaron ser menos activas que el acaricida químico amitraz; sin embargo, la muña y la quinua Markjo mostraron valores cercanos al amitraz. Las harinas de quinua desaponificadas mostraron similares perfiles polipéptidicos; encontrándose bandas con pesos moleculares entre 7,6 y 61,7 kDa. Se identificaron las proteínas Globulina 11S y Albúmina 2S en todas las variedades de quinuas estudiadas. La variedad Markjo presentó el mayor número de especies poli-



Efectos de la actividad deterrente evaluada sobre S. littoralis y E. paenulata en diversas muestras.

peptídicas y el mayor contenido de proteína soluble.

Tesis de Licenciatura dirigida por la profesora Mg. Ana Pastor

Estudio fitoquímico y actividad biológica de *Usnea durietzii* Mot. (Usneaceae)

Bertha Ruth Zelada Mariluz
Tesis de MAESTRÍA
(Julio 2011)

Los líquenes son organismos simbióticos a partir de un alga o cianobacteria y un hongo, dando un nuevo organismo con características propias y diferentes a los que le dieron origen. Son organismos inferiores de distribución global, encontrándose desde zonas árticas hasta tropicales en todos los continentes. En el Perú existen escasos estudios fitoquímicos de especies líquénicas, es un tema no explorado, requiere mayor atención. Las sustancias líquénicas reportan actividades biológicas como antibacteriana, antitumoral, herbicida e insecticida. A nivel industrial, se emplean como colorantes de origen vegetal. El género *Usnea* contiene gran variedad de especies, *Usnea durietzii*, especie de esta investigación, no reporta estudios fitoquímicos ni farmacológicos a nivel nacional e internacional.

El objetivo de esta investigación es obtener extractos y de ellos aislar y determinar estructuras de compuestos líquénicos de *Usnea durietzii*, evaluando en ellos su actividad biológica.

A través de una marcha fitoquímica de la parte aérea se determinó la presencia de quinonas, triterpenos y esteroides,

en menor cantidad, de fenoles, taninos, grasas, lactonas y cumarinas, azúcares y flavonoides. La extracción de metabolitos liquénicos se logró a partir de extractos en solventes de polaridad creciente. Se logró aislar y caracterizar espectroscópicamente al compuesto $C_{18}H_{16}O_7$ como ácido úsnico y al compuesto $C_{18}H_{12}O_{10}$ ácido salazínico.

La evaluación de la toxicidad aguda del ácido úsnico en ratones reconoce que a dosis de 2000 mg/Kg causa la mor-

talidad de 50% de la población ensayada. La evaluación de toxicidad subaguda del extracto etéreo y del ácido úsnico a dosis de 25 mg/Kg por 30 días, reconoció efecto hepatotóxico de ambos. No se reconocieron alteraciones histopatológicas en órganos. Se observó que el ácido úsnico además presentó un efecto hipoglicémico, esta acción no ha sido reportada anteriormente.


Tesis de Maestría dirigida por la profesora Mg. Ana Pastor

ÁREA de QUÍMICA INORGÁNICA

Reacciones de tricarbonil (η^6 -tolueno) cromo con precursores de nitrenos

Wilson Cabrejos Caracciolo

Tesis de LICENCIATURA
(Marzo 2011)

Texto completo
haciendo
click aquí 

El presente estudio se inicia con una revisión teórica de la síntesis del $(\eta^6-C_6H_5CH_3)Cr(CO)_3$ y su reactividad frente a carboniladas orgánicas, como $C_6H_5-C(O)-N_3$. Posteriormente se desarrolla la sección experimental que trata, en su primera parte, sobre la síntesis de $(\eta^6-C_6H_5CH_3)Cr(CO)_3$. Se encontró una ruta para obtener a $(\eta^6-C_6H_5CH_3)Cr(CO)_3$ la cual consistió en hacer reaccionar a $Cr(CO)_6$ en tolueno por un lapso de 12 horas. También se puede llevar a cabo la reacción utilizando una mezcla de solventes que incluya suficiente THF para recuperar el $Cr(CO)_6$ que sublima y queda depositado en las paredes del refrigerante; sin embargo, el tiempo necesario para este tipo de reacciones es muy largo (de 48 a 72 horas) debido al bajo punto de ebullición del THF.

La segunda parte se refiere a la síntesis de $C_6H_5-C(O)-N_3$. La ruta empleada desde aproximadamente 1940 es la reacción de $C_6H_5-C(O)-Cl$ con NaN_3 durante una hora. El producto se obtiene como un polvo blanco, con un rendimiento del 82%.

En la tercera parte se estudia la reactividad de $(\eta^6-C_6H_5CH_3)Cr(CO)_3$ frente a un precursor de nitrenos, como lo es $C_6H_5-C(O)-N_3$. La reacción se llevó a cabo en tres diferentes solventes (tolueno, acetonitrilo y dioxano). A partir de la reacción de

$(\eta^6-C_6H_5CH_3)Cr(CO)_3$ y $C_6H_5-C(O)-N_3$ en tolueno se obtuvo un sólido verdoso muy insoluble, características que concuerdan con el producto de descomposición de $(\eta^6-C_6H_5CH_3)Cr(CO)_3$, reportado por Mahaffy y Pauson; además, se obtuvo una fracción líquida cuyo espectro IR mostró dos bandas, 2260 cm^{-1} y 2278 cm^{-1} , que según la literatura revisada, corresponderían a la formación del fenil-isocianato, como consecuencia del rearreglo térmico de Curtius. Cuando se utilizó acetonitrilo como solvente, se obtuvo de manera similar al anterior método, un sólido verdoso e insoluble, y una fracción líquida que mostró dos bandas en el infrarrojo, 2252 cm^{-1} y 2291 cm^{-1} , que nuevamente corresponderían al fenil-isocianato. Finalmente se empleó dioxano, y se obtuvo nuevamente un sólido verdoso e insoluble; la fracción líquida que se analizó no mostró nuevas bandas, aparte de las correspondientes a $(\eta^6-C_6H_5CH_3)Cr(CO)_3$.

Desafortunadamente no se han podido analizar los productos por espectroscopía RMN debido a la nula solubilidad de los productos sólidos en los solventes disponibles. Las fracciones líquidas se obtuvieron por cromatografía de columna; sin embargo, las bandas presentes en el espectro IR muestran la presencia de cierta cantidad de solvente, por lo que no fue posible analizarlas por espectroscopía RMN debido a que los productos no lograron obtenerse completamente puros.

Tesis de Licenciatura dirigida por el profesor Dr. Eric Korswagen