

7 ANEXO

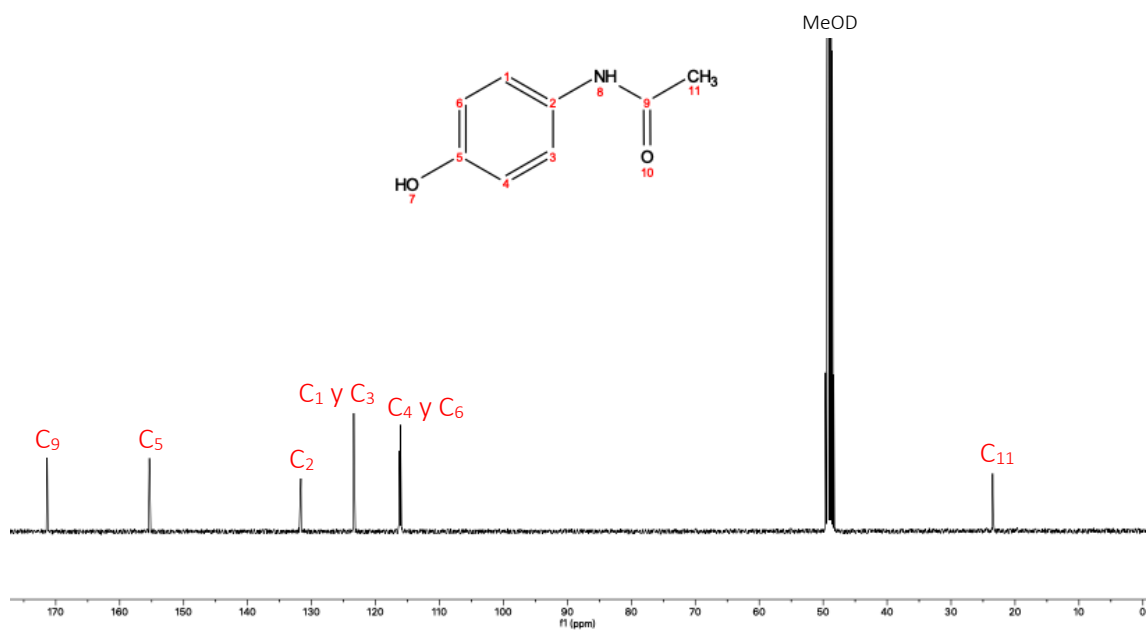
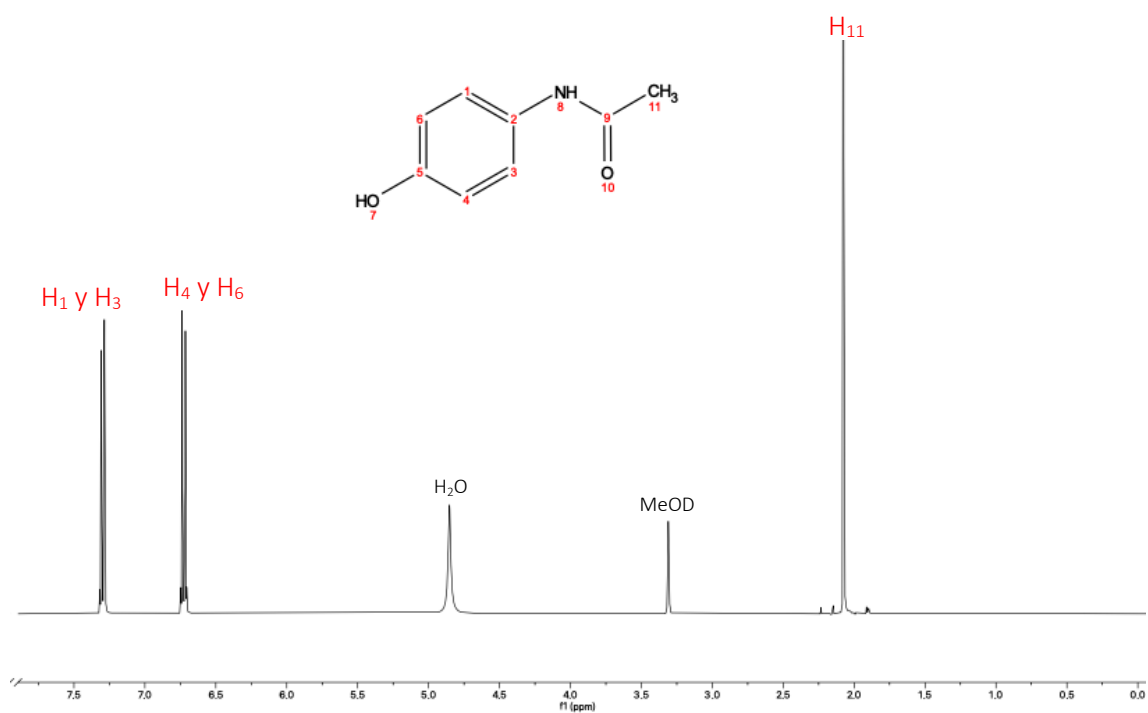


Figura 7.1. Espectros de ¹H-RMN y ¹³C-RMN del paracetamol junto con las asignaciones de las señales. Arriba: ¹H-RMN [400 MHz, MeOD] δ = 7,34 – 7,25 (m, 2H); 6,77 – 6,68 (m, 2H); 2,07 (s, 3H). Abajo: ¹³C-RMN [101 MHz, MeOD] δ = 171,34; 155,36; 131,67; 123,40; 123,32; 116,24; 116,18; 116,11; 23,55; 23,50; 23,45; 23,40.

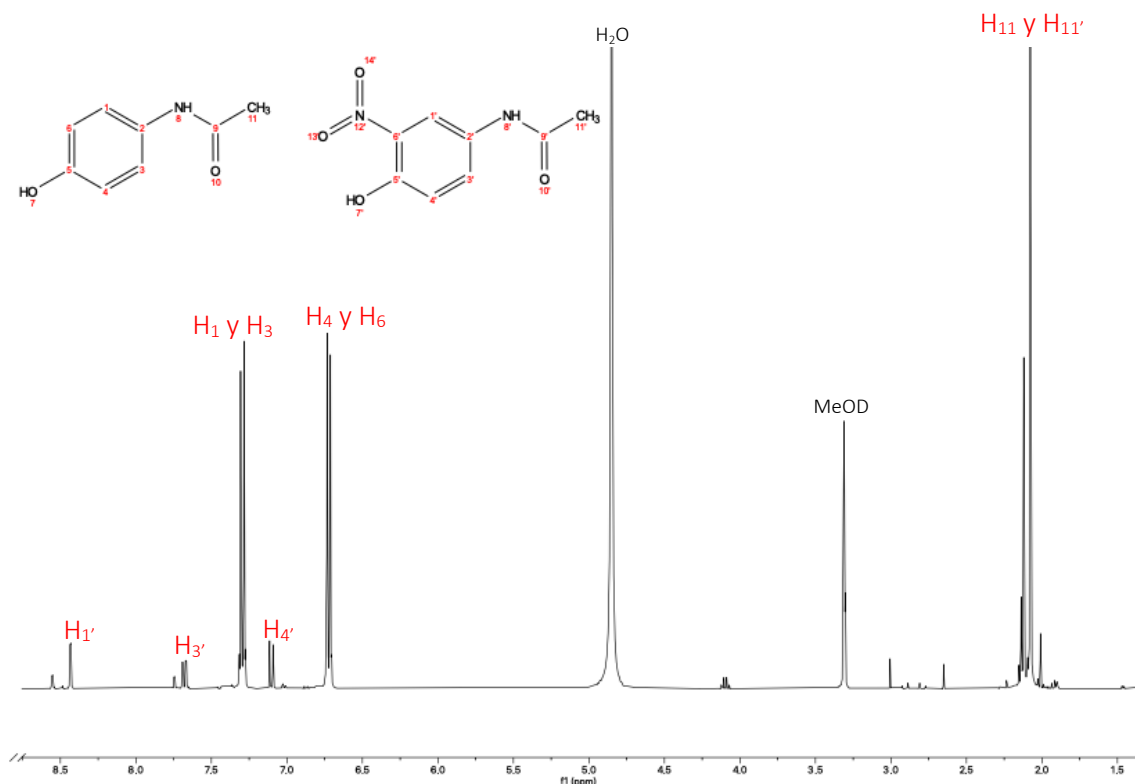


Figura 7.2. Espectro de ^1H -RMN del crudo de reacción del 3-nitro-acetaminofenol junto con las asignaciones de las señales. Se observa la presencia de paracetamol (estructura izquierda) y 3-nitroacetaminofenol (figura derecha). ^1H -RMN [400 MHz, MeOD] δ = 8,43 (d, J = 2,6 Hz, 1H); 7,68 (dd, J = 9,0 y 2,7 Hz, 1H); 7,34 – 7,25 (m, 2H); 7,10 (d, J = 9,0 Hz, 1H); 6,76 – 6,68 (m, 2H); 2,08 (s, 6H).

Elemental Composition Report

Page 1

Single Mass Analysis

Tolerance = 5.0 PPM / DBE: min = -1.5, max = 100.0

Element prediction: Off

Number of isotope peaks used for i-FIT = 2

Monoisotopic Mass, Even Electron Ions

817 formula(e) evaluated with 2 results within limits (up to 50 closest results for each mass)

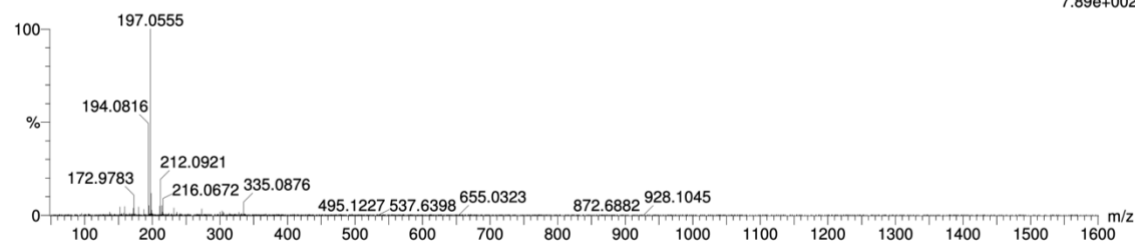
Elements Used:

C: 0-30 H: 0-40 N: 0-4 O: 0-10 ^{23}Na : 0-1 S: 0-2 K: 0-1 I: 0-1

ZORBAX

2R 518 (3.990) Cm (510:518-690:712)

1: TOF MS ES+
7.89e+002



Minimum:

Maximum: 10.0 5.0 -1.5

Mass Calc. Mass mDa PPM DBE i-FIT i-FIT (Norm) Formula

197.0555 197.0556 -0.1 -0.5 -1.5 18.3 1.5 C6 H15 O3 ^{23}Na K

197.0562 -0.7 -3.6 5.5 17.1 0.3 C8 H9 N2 O4

Figura 7.3. Resultados del UPLC-MS/MS del 3-nitro-acetaminofenol. Enmarcado en rojo se encuentra el resultado correspondiente al metabolito. Este se encuentra a menos de 5 ppm (3,6 concretamente), por lo que su grado de pureza es suficientemente elevado.

Single Mass Analysis

Tolerance = 5.0 PPM / DBE: min = -1.5, max = 100.0

Element prediction: Off

Number of isotope peaks used for i-FIT = 2

Monoisotopic Mass, Even Electron Ions

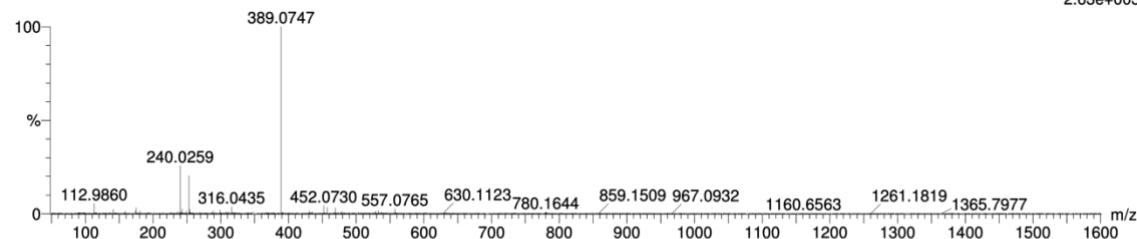
514 formula(e) evaluated with 1 results within limits (up to 50 closest results for each mass)

Elements Used:

C: 0-30 H: 0-7 N: 0-4 O: 0-10 ²³Na: 0-1 S: 0-2 K: 0-1 I: 0-1

ZORBAX

3NEG 627 (4.830) Cm (627:635-542:553)

1: TOF MS ES-
2.63e+003

Minimum:

Maximum: 10.0 5.0 -1.5

Mass	Calc. Mass	mDa	PPM	DBE	i-FIT	i-FIT (Norm)	Formula
240.0259	240.0257	0.2	0.8	7.5	48.6	0.0	C8 H6 N3 O6

Figura 7.4. Resultados del UPLC-MS/MS del 3,5-dinitro-acetaminofenol. Este se encuentra a menos de 5 ppm (0,8 concretamente), por lo que su grado de pureza es suficientemente elevado.

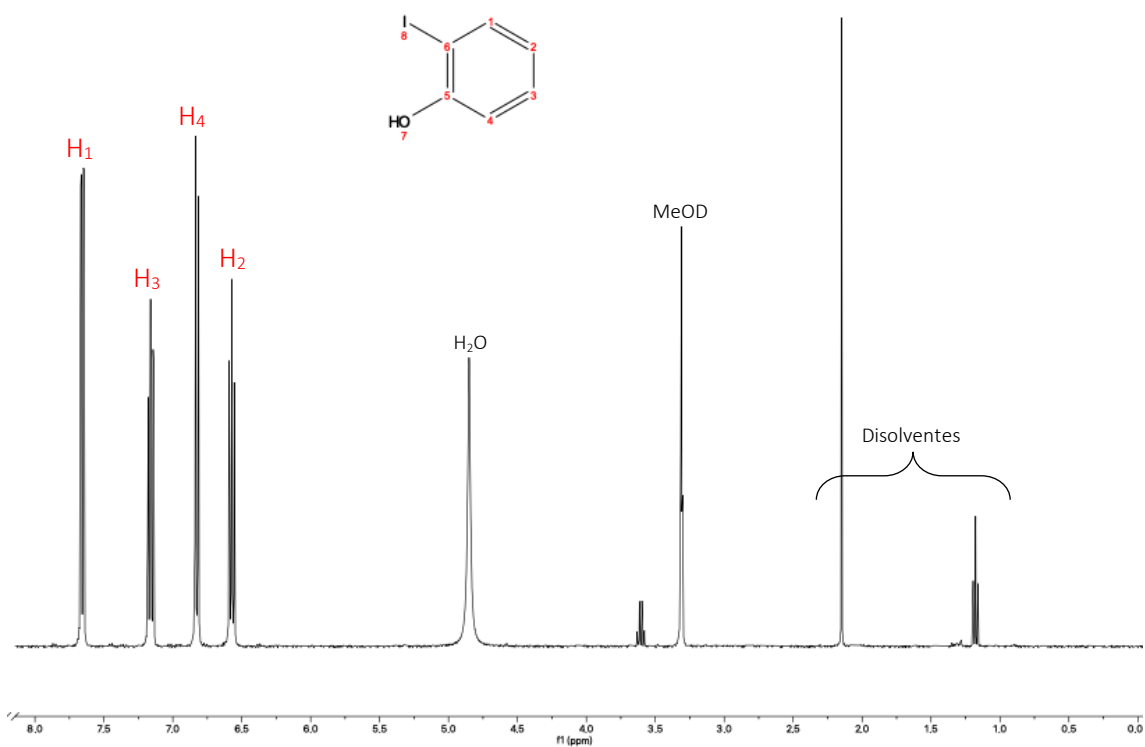


Figura 7.5. Espectro de ¹H-RMN del 2-yodofenol junto con las asignaciones de las señales. ¹H-RMN [400 MHz, MeOD] δ = 7,66 (dd, J = 7,9 y 1,6 Hz, 1H); 7,16 (ddd, J = 8,1, 7,3 y 1,6 Hz, 1H); 6,83 (dd, J = 8,1 y 1,4 Hz, 1H); 6,57 (ddd, J = 7,9, 7,3 y 1,5 Hz, 1H).

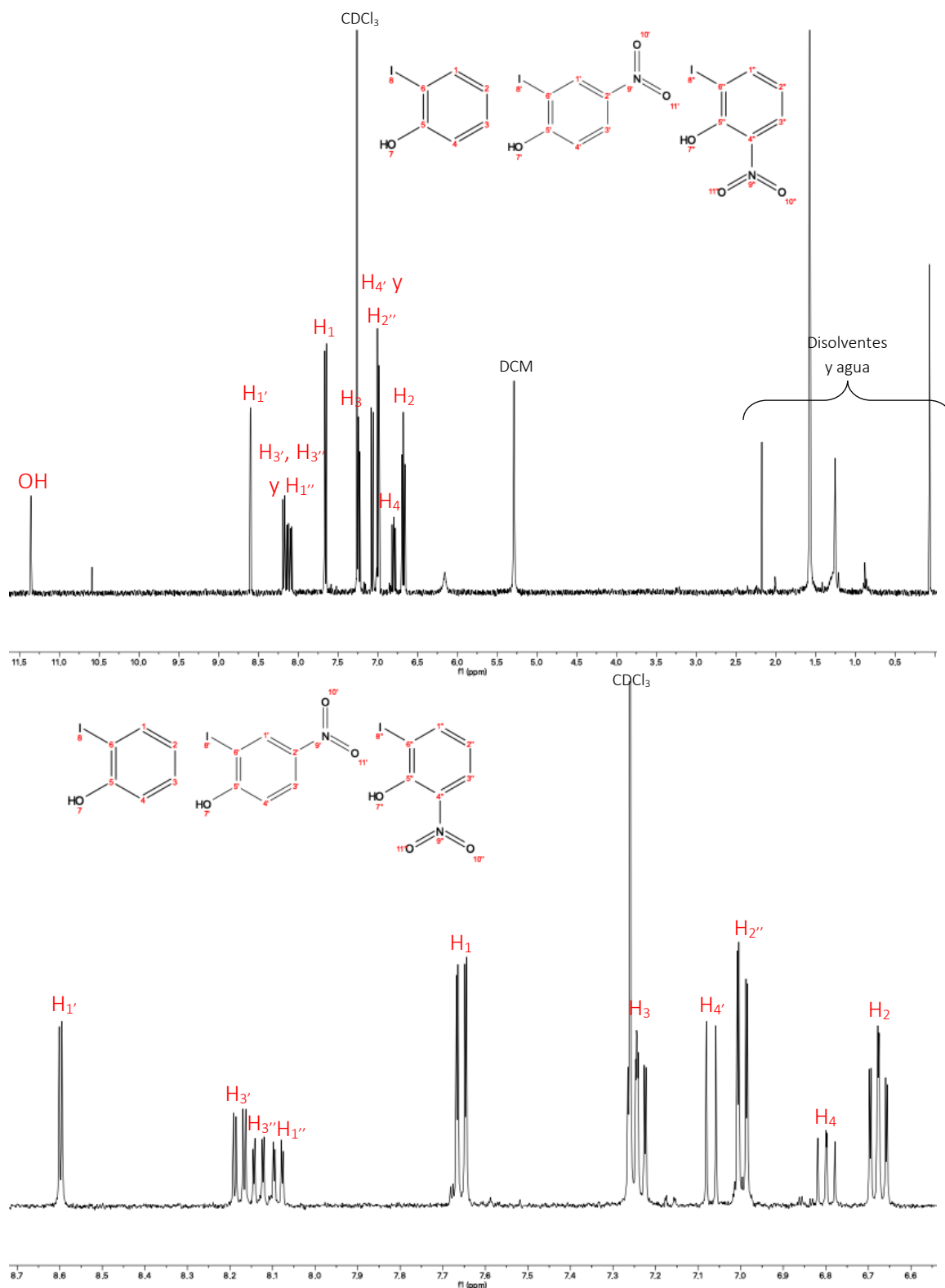


Figura 7.6. Espectro de $^1\text{H-NMR}$ del crudo de reacción del 2-yodo-4-nitrofenol junto con las asignaciones de las señales. Se observa la presencia de 2-yodofenol (estructura izquierda), 2-yodo-4-nitrofenol (estructura centro) y 2-yodo-6-nitrofenol (estructura derecha). Arriba: $^1\text{H-NMR}$ [400 MHz, CDCl_3] $\delta = 11,36$ (s, 1H); 8,60 (d, $J = 2,6$ Hz, 1H); 8,18 (dd, $J = 9,0$ y 2,6 Hz, 1H); 8,13 (dd, $J = 8,5$ y 1,6 Hz, 1H); 8,09 (dd, $J = 7,7$ y 1,6 Hz, 1H); 7,66 (dd, $J = 8,0$ y 1,5 Hz, 3H); 7,30-7,22 (m, 6H); 7,07 (d, $J = 9,0$ Hz, 1H); 7,00 (dd, $J = 8,1$ y 1,5 Hz, 3H); 6,80 (dd, $J = 8,5$ y 7,7 Hz, 1H); 6,68 (ddd, $J = 8,0, 7,3$ y 1,5 Hz, 3H); 6,16 (s, 1H). Abajo: ampliación de la región 8,72 – 6,54 ppm.