

ANEXOS

A.1	MÉTODOS SINTÉTICOS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL	28
A.2	ESPECTROS (FTIR, ¹H-RMN, ¹³C-RMN, MALDI-MS)	48
A.3	TÉCNICAS ESPERIMENTALES E INSTRUMENTOS	62
A.4	TERMOGRAMAS DE DSC	64
A.5	TEXTURAS CRISTAL LÍQUIDO POR MICROSCOPÍA ÓPTICA	69

A.1 MÉTODOS SINTÉTICOS Y PARTE EXPERIMENTAL

En este anexo se incluyen todos los métodos operativos experimentales y los datos de caracterización estructural de los compuestos que se han preparado en este Trabajo Fin de Máster.

Síntesis y caracterización estructural de los compuestos

Los diferentes compuestos planteados en este trabajo se han sintetizado conforme a los procesos sintéticos que se recogen en los esquemas 1-7 que aparecen en el apartado 4 de la memoria.

Algunos de los compuestos intermedios y finales se han preparado utilizando reacciones similares, por ello inicialmente se exponen los métodos experimentales generales diferenciados según el tipo de reacción y se identificarán con un número. Posteriormente se incluyen los datos concretos relativos a la síntesis y caracterización química de cada uno de los compuestos obtenidos.

En su preparación se han seguido procedimientos experimentales⁴ ya descritos en la literatura para dichos compuestos, o adaptados para la obtención de los nuevos compuestos. Los datos espectroscópicos de caracterización de los productos finales aparecen en el ANEXO A.2.

1. MÉTODOS OPERATIVOS GENERALES

MÉTODO 1: Reacción de esterificación (reacción de Steglich). Se disuelven el ácido carboxílico (1eq), el alcohol (1eq) y DPTS (0,3eq) en CH_2Cl_2 seco y bajo atmósfera de Ar. La mezcla se enfría con un baño de hielo y se añade DCC (1,2eq) lentamente y con agitación. La reacción se mantiene en agitación a 0°C durante 1 hora, luego se retira el baño de hielo y se deja a temperatura ambiente durante 24 horas. El avance de la reacción se controla mediante CCF. Durante su progreso, se observa la aparición de un precipitado (DCU), que tras detener la reacción se filtra, y la disolución resultante se evapora a sequedad. El compuesto obtenido se purifica por recristalización o cromatografía en columna.

MÉTODO 2: Hidrogenolisis de ésteres y éteres bencilicos con $\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{C}$ (20% en peso). El compuesto bencilado se disuelve en una mezcla de ciclohexeno y etanol o THF (1:2) (dependiendo de la solubilidad del compuesto), y se añade $\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{C}$ (20%w) en un 10% en peso respecto al compuesto bencilado. La mezcla de la reacción (suspensión negra) se agita a reflujo. El avance de la reacción se realiza mediante CCF. Cuando ha terminado, se enfría hasta temperatura ambiente.

El crudo de reacción se filtra sobre Celite® y el filtrado se lleva a sequedad. Finalmente, el compuesto se purifica por recristalización o cromatografía en columna.

MÉTODO 3: Acoplamiento de anillos aromáticos (reacción de Suzuki). En un Schlenk seco se añaden el compuesto bromado (1eq), el ácido 4-benciloxifenilborónico (1,5eq), fluoruro de potasio (15-20eq), (2-bifenil)-di-terc-butilfosfina (0,1eq) y acetato de paladio (II) (0,08eq). Se realizan tres ciclos de vacío-Ar, y el contenido del Schlenk se disuelve en THF seco. La mezcla se agita durante 24 horas a temperatura ambiente controlando el progreso de la reacción mediante CCF. Concluida la reacción, el crudo se filtra sobre Celite® lavando con THF, y el filtrado se lleva a sequedad. El sólido obtenido se redissuelve en CH₂Cl₂ y se lava tres veces con NaOH (1M). La fase orgánica se seca con CaCl₂ anhidro, se filtra y se evapora a sequedad. La purificación se realiza mediante columna cromatográfica.

MÉTODO 4: Alquilación de fenoles (reacción de Williamson). Una mezcla de fenol (1eq) y K₂CO₃ (seco) (2,5eq) se disuelve en un disolvente polar aprótico (DMF, acetonitrilo o acetona). A continuación, con agitación se añade lentamente el halogenuro de alquilo (1eq). La reacción se lleva a cabo con agitación, a reflujo y bajo una atmósfera con la menor humedad posible (utilizando el tubo de CaCl₂ o bajo atmósfera de Ar). El progreso de la reacción se controla mediante CCF. Concluida la reacción, el crudo se enfría hasta alcanzar temperatura ambiente y se añade agua. Posteriormente, se extrae tres veces con una mezcla Hex : AcOEt (1:1). La fase orgánica se lava con agua (mínimo 2 veces), se seca con MgSO₄ anhidro, y se evapora hasta sequedad. La purificación se lleva a cabo por recristalización o cromatografía en columna.

MÉTODO 5: Oxidación de aldehídos a ácidos con clorito de sodio⁶. Una mezcla del aldehído (1eq) y resorcinol (1,1eq) se disuelve en tert-butanol (15mL por 1mol de aldehído) a temperatura ambiente. Por otra parte, se disuelve en agua una mezcla de clorito de sodio (4,7eq) y dihidrogenofosfato de sodio (2,9eq). Esta disolución acuosa se añade lentamente sobre la otra disolución orgánica, durante aproximadamente 10 minutos. La disolución adquiere un cierto color violeta, que poco a poco va pasando a ser amarillo pálido. La mezcla de reacción se mantiene en agitación a temperatura ambiente (Tª:30°C) durante 12 horas. El avance de la reacción se controla mediante CCF. Concluida la reacción, el crudo se evapora a sequedad. Se suspende en agua y se acidifica hasta pH: 3 utilizando HCL 1N, y papel indicador de pH para su control. Se obtiene un

sólido blanco, que se filtra a vacío y se lava sucesivamente con agua y hexano. La purificación se lleva a cabo mediante recristalización o cromatografía en columna.

MÉTODO 6: Reacción de eterificación (reacción de Mitsunobu)⁸. Se disuelve una mezcla equimolar de ambos alcoholes, y trifenilfosfina (1,2eq) en THF anhidro. Posteriormente, se añade gota a gota N,N-diisopropilazodicarboxilato (1,2eq) bajo atmósfera de argón. La mezcla de reacción se mantiene en agitación a temperatura ambiente y bajo atmósfera de argón durante 24 horas. El avance de la reacción se sigue mediante CCF. Al finalizar la reacción, el crudo se evapora hasta sequedad. Se lava con una mezcla de Hex : AcOEt (7:3) durante 1 hora y en agitación. El sólido blanco que aparece se filtra sobre sílice, y la disolución filtrada se evapora a sequedad. La purificación se realiza mediante recristalización o cromatografía en columna.

MÉTODO 7: Reacción de desprotección de acetales utilizando la resina DOWEX-50-X2. A una disolución del acetal en metanol, se le añade la resina DOWEX-50-X2 y se mantiene en agitación durante 4 horas a temperatura ambiente. Transcurrido este tiempo, la resina se filtra y la disolución se lleva a sequedad. Posteriormente, el sólido obtenido se seca a vacío.

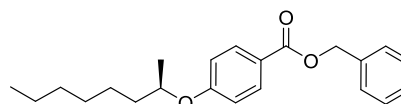
2. SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE LOS ÁCIDOS TIPO "BENT-CORE"

▪ (R)-4-octan-2-iloxibenzoato de bencilo (Compuesto 1)

Fórmula empírica: C₂₂H₂₈O₃

Peso molecular: 340,46g/mol

Rf: 0,8 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 6

Reactivos	PM (g/mol)	P(g/mL)	mmol	gramos	mL
(S)-2-octanol	130,23	0,822	12,6	1,64	2
4-hidroxibenzoato de bencilo	228,24		12,6	2,87	
DIAD	202,21	1,027	15,1	3,06	3
trifenilfosfina	262,29		15,1	3,97	
THF (anhidro)					100

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH₂Cl₂).

Rendimiento: 3,83g (89%). Aceite incoloro.

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.89(t, J=7,0Hz, 3H), 1.24-1.51(m, 11H), 1.54-1.63(m, 1H), 1.71-1.80(m, 1H), 4.44(tc, J=6,1Hz, J=6,1Hz, 1H), 5.34(s, 2H), 6.87-6.91(m, 2H), 7.31-7.41(m, 3H), 7.43-7.46(m, 2H), 8.00-8.04(m, 2H).

⁸ N. Gimeno, M.B. Ros, J.L. Serrano, M.R. De la Fuente, *Chem. Mater.*, **2008**, 20, 1262-1271.

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 22.7, 25.6, 29.3, 31.9, 36.4, 66.4, 74.2, 115.2, 122.1, 128.2, 128.3, 128.7, 131.9, 136.5, 162.4, 166.4.

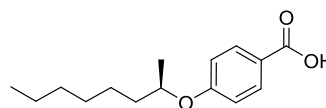
FTIR (NaCl, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3065, 3033(C_{sp2}-H); 2921, 2871(C_{sp3}-H); 1713(C=O); 1605, 1508, 1456(C=C aromát.); 1421, 1377(δ CH₂); 1252(C-O).

▪ (R) Ácido 4-octan-2-iloxibenzoico (Compuesto 2)

Fórmula empírica: C₁₅H₂₂O₃

Peso molecular: 250,34g/mol

Rf: 0,1 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 1	340,46	11	3,77	
Pd(OH) ₂ /C (20%w)	140,43	2,85	0,4	
Ciclohexeno				60
Etanol				100

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 2,18g (79%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 64⁷

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.88(t, J=6,8Hz, 3H), 1.24-1.51(m, 11H), 1.55-1.64(m, 1H), 1.71-1.80(m, 1H), 4.46 (tc, J=6,1Hz, J=6,1Hz, 1H), 6.89-6.93(m, 2H), 8.02-8.07(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 22.7, 25.6, 29.4, 31.9, 36.5, 74.3, 115.2, 122.3, 132.5, 163.1, 172.1.

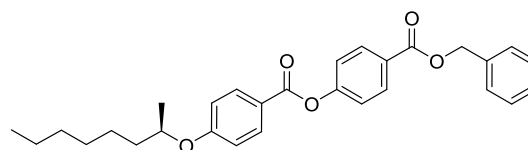
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3250-2500(COO-H); 3032(C_{sp2}-H); 2925, 2855(C_{sp3}-H); 1687(C=O); 1605, 1578, 1513(C=C aromát.); 1289, 1256, 1172(C-O).

▪ (R)-4-(4-octan-2-iloxibenzoiloxi)benzoato de bencilo (Compuesto 3)

Fórmula empírica: C₂₉H₃₂O₅

Peso molecular: 460,57g/mol

Rf: 0,8 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 2	250,34	7,2	1,8	
4-hidroxibenzoato de bencilo	228,24	7,2	1,65	
DCC	206,33	8,7	1,79	
DPTS	294,4	2,3	0,68	
CH ₂ Cl ₂ (anhidro)				110

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 2,62g (81%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 61⁷

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.89(t, J=7,0Hz, 3H), 1.24-1.51(m, 11H), 1.57-1.65(m, 1H), 1.73-1.82(m, 1H), 4.49(tc, J=6,1Hz, J=6,1Hz, 1H), 5.38(s, 2H), 6.93-6.98(m, 2H), 7.27-7.31(m, 2H), 7.33-7.43(m, 3H), 7.44-7.48(m, 2H), 8.10-8.18(m, 4H).

^{13}C RMN (100MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 22.7, 25.6, 29.4, 31.9, 36.4, 66.9, 74.3, 115.4, 120.9, 122.0, 127.6, 128.3, 128.4, 128.8, 131.4, 132.6, 136.1, 155.1, 163.1, 164.5, 165.9.

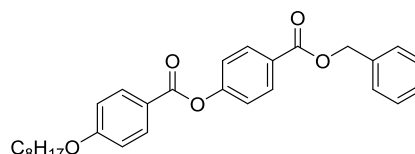
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3084($\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$); 2927, 2856($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1743, 1726(C=O); 1604, 1578, 1510(C=C aromát.); 1266, 1167, 1112(C-O).

▪ **4-(4-n-octiloxibenzoiloxi)benzoato de bencilo (Compuesto 4)**

Fórmula empírica: $\text{C}_{29}\text{H}_{32}\text{O}_5$

Peso molecular: 460,57g/mol

Rf: 0,65 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Ácido 4-octiloxibenzoico	250,34	30	7,5	
4-hidroxibenzoato de bencilo	228,24	30	6,85	
DCC	206,33	36	7,43	
DPTS	294,4	9	2,65	
CH_2Cl_2 (anhidro)				250

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 11,60g (84%). Sólido Blanco.

Punto de Fusión ($^{\circ}\text{C}$): 90⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.90(t, J=6,8Hz, 3H), 1.26-1.51(m, 10H), 1.82(q, J=6,8Hz, 2H), 4.05(t, J=6,8Hz, 2H), 5.38(s, 2H), 6.95-6.99(m, 2H), 7.27-7.31(m, 2H), 7.33-7.42(m, 3H), 7.44-7.47(m, 2H), 8.11-8.17(m, 4H).

^{13}C RMN (100MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 14.2, 22.8, 26.1, 29.2, 29.4, 29.5, 31.9, 66.9, 68.5, 114.5, 121.2, 122.0, 127.7, 128.3, 128.4, 128.8, 131.4, 132.5, 136.1, 155.1, 163.9, 164.5, 165.9.

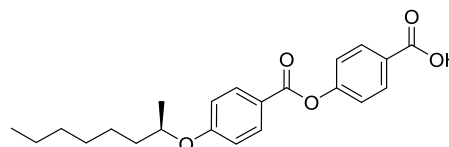
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3090($\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$); 2922, 2849($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1731, 1716(C=O); 1605, 1478, 1470(C=C aromát.); 1251, 1160, 1116(C-O).

▪ **(R) Ácido 4-(4-octan-2-iloxibenzoiloxi)benzoico (Compuesto 5)**

Fórmula empírica: $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_5$

Peso molecular: 370,44g/mol

Rf: 0,1 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 3	460,57	3,7	1,7	
$\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{C}$ (20%w)	140,43	1,42	0,2	
Ciclohexeno				30
Etanol				50

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 1,3g (95%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): Cr 102 M 108 Chol 154 I⁷

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.89(t, J=7,0Hz, 3H), 1.23-1.51(m, 11H), 1.57-1.67(m, 1H), 1.73-1.83(m, 1H), 4.49(tc, J=6,0Hz, J=6,0Hz, 1H), 6.94-6.99(m, 2H), 7.31-7.36(m, 2H), 8.10-8.17(m, 2H), 8.17-8.23(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 22.7, 25.6, 29.4, 31.9, 36.5, 74.4, 115.4, 120.8, 122.2, 126.7, 132.0, 132.6, 155.7, 163.21, 164.5, 171.0.

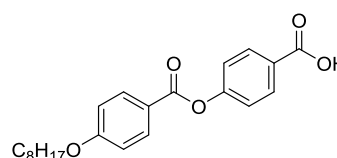
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3250-2500(COO-H); 3080(C_{sp2}-H); 2930, 2854(C_{sp3}-H); 1732, 1717, 1686(C=O); 1602, 1511, 1467(C=C aromát.); 1254, 1204, 1164(C-O).

▪ Ácido 4-(4-n-octiloxibenzoiloxi)benzoico (Compuesto 6)

Fórmula empírica: C₂₂H₂₆O₅

Peso molecular: 370,44g/mol

Rf: 0,2 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 4	460,57	23	10,6	
Pd(OH) ₂ /C (20%w)	140,43	7,8	1,1	
Ciclohexeno				100
Etanol				200

Purificación: Recristalización en ácido acético: etanol (1:2).

Rendimiento: 7,89g (93%). Sólido Blanco.

Punto de Fusión (°C): Cr 130 SmC 182 N 223 I⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.90(t, J=6,8Hz, 3H), 1.26-1.52(m, 10H), 1.83(q, J=6,8Hz, 2H), 4.05(t, J=6,4Hz, 2H), 6.97-7.00(m, 2H), 7.32-7.36(m, 2H), 8.13-8.17(m, 2H), 8.18-8.22(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)=14.2, 22.8, 26.1, 29.2, 29.4, 29.5, 32.0, 68.5, 114.6, 121.1, 122.2, 126.7, 132.0, 132.6, 155.7, 164.0, 164.5, 170.8.4

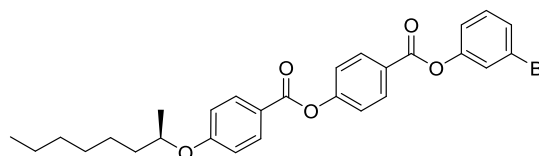
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3200-2800(COOH); 2953, 2920, 2852(C_{sp3}-H); 1732, 1686(C=O); 1601, 1511, 1420(C=C aromát.); 1292, 1258, 1210(C-O).

▪ (R)-3-(4-octan-2-iloxibenzoiloxi)benzoiloxi-1-bromobenceno (Compuesto 7)

Fórmula empírica: C₂₈H₂₉BrO₅

Peso molecular: 525,44g/mol

Rf: 0,8 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 5	370,44	2,7	1,0	
3-bromofenol (98%)	173,01	2,7	0,5	
DCC	206,33	3,2	0,66	
DPTS	294,4	0,85	0,25	
CH ₂ Cl ₂ (anhidro)				150

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 1,09g (77%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 65³

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.89(t, J=6,8Hz, 3H), 1.22-1.51(m, 11H), 1.57-1.67(m, 1H), 1.72-1.84(m, 1H), 4.50(tc, J=6,0Hz, J=6,0Hz, 1H), 6.95-6.99(m, 2H), 7.17-7.21(m, 1H), 7.29-7.34(m, 1H), 7.35-7.40(m, 2H), 7.40-7.46(m, 2H), 8.12-8.17(m, 2H), 8.23-8.29(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 22.7, 25.6, 29.4, 31.9, 36.5, 74.4, 115.5, 120.7, 120.8, 122.3, 122.6, 125.4, 126.5, 129.3, 130.7, 132.0, 132.6, 151.5, 155.7, 163.2, 164.2, 164.4.

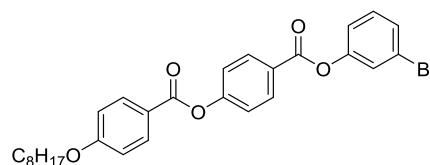
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3084(C_{sp2}-H); 2955, 2927, 2854(C_{sp3}-H); 1736, 1727(C=O); 1603, 1583, 1509(C=C aromát.); 1273, 1197, 1176(C-O).

▪ 3-(4-n-octiloxibenzoiloxi)benzoiloxi-1-bromobenceno (Compuesto 8)

Fórmula empírica: C₂₈H₂₉BrO₅

Peso molecular: 525,44g/mol

Rf: 0,8 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 6	370,44	19,4	7,2	
3-bromofenol (98%)	173,01	19,4	3,4	
DCC	206,33	23,3	4,81	
DPTS	294,4	5,8	1,71	
CH ₂ Cl ₂ (anhidro)				300

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 8,82g (88%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 85⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.90(t, J=7,2Hz, 3H), 1.28-1.52(m, 10H), 1.83(q, J=7,2Hz, 2H), 4.06(t, J=6,8Hz, 2H), 6.96-7.00(m, 2H), 7.17-7.20(m, 1H), 7.29-7.33(m, 1H), 7.36-7.39(m, 2H), 7.41-7.44(m, 2H), 8.11-8.17(m, 2H), 8.24-8.28(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.3, 22.8, 26.1, 29.2, 29.5, 29.7, 29.7, 29.8, 29.8, 32.1, 68.6, 114.6, 120.8, 121.0, 122.3, 122.6, 125.4, 126.5, 129.3, 130.7, 132.0, 132.6, 151.5, 155.7, 164.0, 164.2, 164.4.

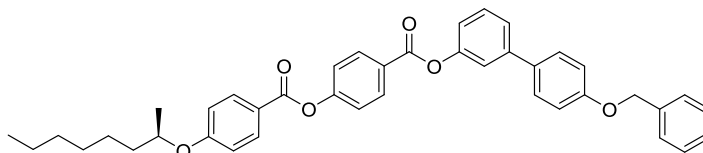
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 2951, 2916, 2871(C_{sp3}-H); 1734(C=O); 1608, 1514, 1472(C=C aromát.); 1275, 1236, 1211(C-O).

▪ **(R)-4-benciloxi-3-[4-(4-octan-2-iloxibenzoiloxi)benzoiloxi]bifenilo (Compuesto 9)**

Fórmula empírica: C₄₁H₄₀O₆

Peso molecular: 628,76g/mol

Rf: 0,6 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 3

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 7	525,44	1,71	0,9	
Ácido 4-benciloxifenilborónico	228,05	2,53	0,58	
KF	58,10	28,5	1,66	
Pd(OAc) ₂	294,4	0,095	0,028	
C ₆ H ₅ C ₆ H ₄ P[(C(CH ₃) ₃) ₂]	298,40	0,191	0,057	
THF (anhidro)				15

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH₂Cl₂ : Hex (1:1)).

Rendimiento: 0,8g (75%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 105³

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.90(t, J=6,9Hz, 3H), 1.26-1.50(m, 11H), 1.58-1.67(m, 1H), 1.74-1.83(m, 1H), 4.50(tc, J=6,0Hz, J=6,0Hz, 1H), 5.12(s, 2H), 6.95-7.00(m, 2H), 7.03-7.08(m, 2H), 7.14-7.20(m, 1H), 7.32-7.43(m, 6H), 7.44-7.49(m, 4H), 7.52-7.58(m, 2H), 8.13-8.18(m, 2H), 8.28-8.33(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 22.7, 25.6, 29.4, 31.9, 36.5, 70.3, 74.4, 115.3, 115.5, 120.0, 120.1, 120.8, 122.3, 124.4, 127.1, 127.6, 128.2, 128.4, 128.8, 129.9, 132.0, 132.6, 133.1, 137.0, 142.7, 151.5, 155.6, 158.8, 163.2, 164.5, 164.7.

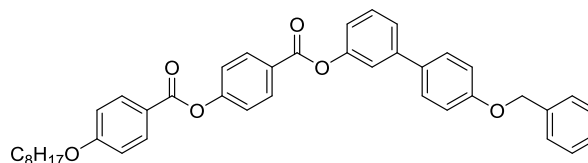
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3034(C_{sp2}-H); 2930, 2855(C_{sp3}-H); 1750, 1731(C=O); 1603, 1585, 1508(C=C aromát.); 1252, 1196(C-O).

▪ **4-benciloxi-3-[4-(4-n-octiloxibenzoiloxi)-benzoiloxi]bifenilo (Compuesto 10)**

Fórmula empírica: C₄₁H₄₀O₆

Peso molecular: 628,75g/mol

Rf: 0,8 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 3

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 8	525,44	7,61	4	
Ácido 4-benciloxifenilborónico	228,05	11,3	2,57	
KF	58,10	127	7,4	
Pd(OAc) ₂	294,4	0,56	0,127	
C ₆ H ₅ C ₆ H ₄ P[(C(CH ₃) ₃) ₂]	298,40	0,845	0,252	
THF (anhidro)				50

Purificación: CC (sílica gel, eluyente CH₂Cl₂ : Hex (7:3)).

Rendimiento: 3,72g (78%). Sólido Blanco.

Punto de Fusión (°C): 128⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.91(t, J=6,8Hz, 3H), 1.27-1.53(m, 10H), 1.84(q, J=6,8Hz, 2H), 4.06(t, J=6,6Hz, 2H), 5.12(s, 2H), 6.98-7.02(m, 2H), 7.05-7.08(m, 2H), 7.16-7.20(m, 1H), 7.23-7.44(m, 6H), 7.45-7.50(m, 4H), 7.54-7.58(m, 2H), 8.15-8.19(m, 2H), 8.29-8.33(m, 2H).

^{13}C RMN (100MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 14.2, 22.8, 26.1, 29.2, 29.4, 29.5, 31.9, 68.5, 70.2, 114.6, 115.3, 120.0, 120.1, 121.1, 122.2, 124.4, 127.1, 127.6, 128.1, 128.4, 128.7, 129.9, 131.9, 132.4, 133.1, 137.0, 142.6, 151.4, 155.5, 158.8, 164.0, 164.5, 164.6.

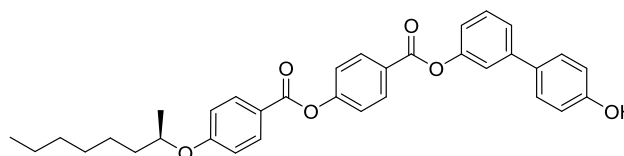
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3050($\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$); 2925, 2853($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1734(C=O); 1605, 1586, 1510(C=C aromát.); 1260, 1206(C-O).

▪ **4-hidroxi-3-[4-(4-octan-2-iloxibenzoiloxi)benzoiloxi]bifenilo (Compuesto 11)**

Fórmula empírica: $\text{C}_{34}\text{H}_{34}\text{O}_6$

Peso molecular: 538,64/mol

Rf: 0,2 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 9	628,76	1,11	0,7	
$\text{Pd}(\text{OH})_2/\text{C}$ (20%w)	140,43	0,72	0,1	
Ciclohexeno				25
THF				50

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH_2Cl_2 : Hex (6:4).

Rendimiento: 0,43g (72%). Sólido blanco.

Punto de fusión ($^{\circ}\text{C}$): 127³

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.89(t, J=6,9Hz, 3H), 1.26-1.50(m, 11H), 1.58-1.67(m, 1H), 1.74-1.83(m, 1H), 4.50(tc, J=6,0Hz, J=6,0Hz, 1H), 6.87-6.92(m, 2H), 6.94-7.00(m, 2H), 7.15-7.18(m, 1H), 7.35-7.40(m, 3H), 7.43-7.51(m, 4H), 8.13-8.18(m, 2H), 8.28-8.32(m, 2H).

^{13}C RMN (100MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 22.7, 25.6, 29.4, 31.9, 36.4, 74.4, 115.5, 115.9, 120.0, 120.1, 120.8, 122.3, 124.4, 127.0, 128.6, 129.9, 132.0, 132.7, 133.0, 142.7, 151.4, 155.6, 155.7, 163.3, 164.6, 164.8.

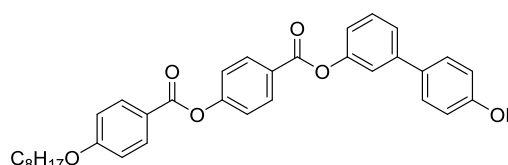
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3476(O-H); 2957, 2924, 2854($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1728, 1716(C=O); 1600, 1575, 1508(C=C aromát.); 1259, 1203, 1180(C-O).

▪ **4-hidroxi-3-[4-(4-n-octiloxibenzoiloxi)benzoiloxi]bifenilo (Compuesto 12)**

Fórmula empírica: $\text{C}_{34}\text{H}_{34}\text{O}_6$

Peso molecular: 538,64g/mol

Rf: 0,2 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 10	628,57	7,16	4,5	
Pd(OH) ₂ /C (20%w)	140,43	3,56	0,5	
Ciclohexeno				150
THF				200

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH₂Cl₂ : AcOEt (9,5:0,5)).

Rendimiento: 2,73g (72%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 141⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.90(t, J=7,0Hz, 3H), 1.25-1.52(m, 10H), 1.84(q, J=7,0Hz, 2H), 4.06(t, J=6,6Hz, 2H), 6.85-6.89(m, 2H), 6.98-7.01(m, 2H), 7.14-7.17(m, 1H), 7.37-7.40(m, 3H), 7.43-7.49(m, 4H), 8.15-8.18(m, 2H), 8.29-8.32(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 22.8, 26.1, 29.4, 29.4, 29.5, 32.0, 68.6, 114.6, 115.9, 120.0, 120.1, 121.1, 122.3, 124.4, 127.0, 128.6, 129.9, 132.0, 132.6, 133.0, 142.7, 151.4, 155.6, 155.7, 164.0, 164.6, 164.8.

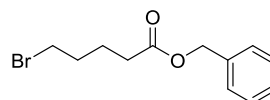
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3441(O-H); 2956, 2922, 2856(C_{sp3}-H); 1737, 1723(C=O); 1606, 1513, 1502(C=C aromát.); 1285, 1256, 1234(C-O).

▪ 5-bromopentanoato de bencilo (Compuesto 13)

Fórmula empírica: C₁₂H₁₅BrO₂

Peso molecular: 271,15g/mol

Rf: 0,7 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	P(g/mL)	mmol	gramos	mL
Ácido 5-bromopentanoico	179,98		67	12,1	
Alcohol bencílico (99%)	108,06	1,045	67	7,21	6,9
DCC	206,33		80,4	16,6	
DPTS	294,4		20,1	5,92	
CH ₂ Cl ₂ (anhidro)					250

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH₂Cl₂ : Hex (1:1)).

Rendimiento: 15,35g (85%). Aceite amarillo⁴.

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 1.77-1.94(m, 4H), 2.40(t, J=7,2Hz, 2H), 3.40(t, J=6,4Hz, 2H), 5.12(s, 2H), 7.31-7.40(m, 5H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 23.6, 32.1, 33.1, 33.4, 66.4, 128.3, 128.4, 128.7, 136.0, 173.1.

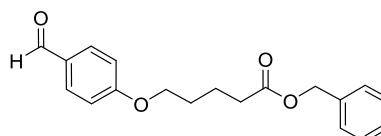
FTIR (NaCl, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3065, 3033(C_{sp2}-H); 2958, 2871(C_{sp3}-H); 1734(C=O); 1608, 1587, 1498(C=C aromát.); 1455, 1384(δ CH₂); 1166(C-O); 750, 697(C-Br).

▪ 5-(4-formilfenoxi)pentanoato de bencilo (Compuesto 14)

Fórmula empírica: C₁₉H₂₀O₄

Peso molecular: 312,36g/mol

Rf: 0,8 (CH₂Cl₂ : AcOEt (10:1))



Procedimiento experimental: Método 4

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 13	271,15	54	14,6	
4-hidroxibenzaldehído (98%)	122,12	54	6,59	
K ₂ CO ₃ (seco)	138,0	161	22,2	
CH ₃ CN				300

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 14,10g (84%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 38⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 1.81-1.89(m, 4H), 2.44-2.49(m, 2H), 4.03-4.07(m, 2H), 5.12(s, 2H), 6.95-6.99(m, 2H), 7.30-7.39 (m, 5H), 7.80-7.84(m, 2H), 9.88(s, 1H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 21.7, 28.6, 33.9, 66.4, 67.9, 114.8, 128.4, 128.4, 128.7, 130.0, 132.1, 136.1, 164.1, 173.2, 190.9.

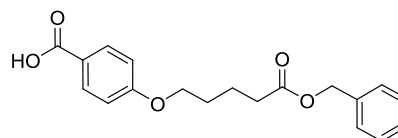
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3061, 3035(C_{sp2}-H); 2946, 2879, 2829(C_{sp3}-H); 2803, 2729(C-H aldehído); 1732(C=O éster); 1689(C=O aldehído); 1595, 1509, 1471(C=C aromát.); 1264, 1212(C-O).

▪ **Ácido 4-(4-benciloxycarbonildeciloxi)benzoico (Compuesto 15)**

Fórmula empírica: C₁₉H₂₀O₅

Peso molecular: 328,36g/mol

Rf: 0,1 (CH₂Cl₂)

**Procedimiento experimental: Método 5**

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 14	312,36	19,2	6	
Resorcinol	110,11	20,6	2,27	
<i>t</i> -BuOH				300
NaClO ₂	90,44	91	8,23	
NaH ₂ PO ₄	116,98	56	6,55	
H ₂ O				66

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 4,81g (76%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 96⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 1.83-1.89(m, 4H), 2.44-2.49(m, 2H), 4.03-4.07(m, 2H), 5.13(s, 2H), 6.89-6.93(m, 2H), 7.31-7.40(m, 5H), 8.04-8.07(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 21.7, 28.6, 34.0, 66.4, 67.8, 114.3, 121.7, 128.4, 128.4, 128.7, 132.5, 136.1, 163.6, 171.9, 173.3.

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3250-2500(COO-H); 3034(C_{sp2}-H); 2914, 2881(C_{sp3}-H); 1729, 1690(C=O); 1605, 1575, 1498(C=C aromát.); 1256, 1238, 1206(C-O).

▪ Compuesto BF-4-8*-Bn

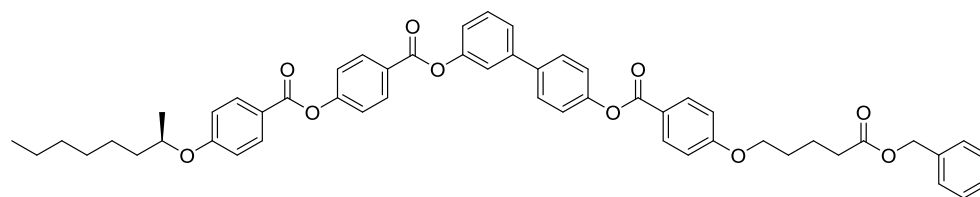
Fórmula empírica:

$C_{53}H_{52}O_{10}$

Peso molecular:

848,99g/mol

Rf: 0,4 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 11	538,64	0,71	0,382	
Compuesto 15	328,36	0,71	0,232	
DCC	206,33	0,84	0,174	
DPTS	294,4	0,21	0,062	
CH_2Cl_2 (anhidro)				50

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH_2Cl_2) y recristalización en etanol.

Rendimiento: 0,50g (83%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 80³

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: 1H RMN (400MHz, $CDCl_3$): δ (ppm)= 0.90(t, J=6,8Hz, 3H), 1.24-1.51(m, 11H), 1.59-1.66(m, 1H), 1.74-1.83(m, 1H), 1.84-1.91(m, 4H), 2.44-2.51(m, 2H), 4.03-4.10(m, 2H), 4.50(tc, J=6,0Hz, J=6,0Hz, 1H), 5.14(s, 2H), 6.94-7.00(m, 4H), 7.20-7.25(m, 1H), 7.28-7.31(m, 2H), 7.32-7.41(m, 7H), 7.44-7.47(m, 1H), 7.49-7.54(m, 2H), 7.63-7.68(m, 2H), 8.13-8.18(m, 4H), 8.29-8.31(m, 2H).

^{13}C RMN (100MHz, $CDCl_3$): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 21.7, 22.7, 25.6, 28.6, 29.4, 31.9, 34.0, 36.4, 66.4, 67.8, 74.4, 114.4, 115.5, 120.6, 120.7, 120.8, 121.8, 122.3, 122.3, 124.8, 127.0, 128.4, 128.4, 128.4, 128.7, 130.0, 132.0, 132.5, 132.6, 136.1, 137.9, 142.3, 151.0, 151.5, 155.6, 163.2, 163.5, 164.5, 164.7, 165.0, 173.3.

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3070(C_{sp^2} -H); 2931, 2857(C_{sp^3} -H); 1731(C=O); 1603, 1578, 1508(C=C aromát.); 1455, 1380 (δ CH_2); 1265, 1203(C-O).

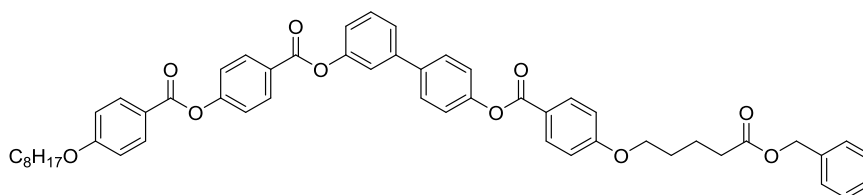
▪ Compuesto BF-4-8-Bn

Fórmula empírica: $C_{53}H_{52}O_{10}$

Peso molecular:

848,99g/mol

Rf: 0,4 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 12	538,64	4,64	2,5	
Compuesto 15	328,36	4,64	1,5	
DCC	206,33	5,6	1,15	
DPTS	294,4	1,39	0,41	
CH_2Cl_2 (anhidro)				150

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH_2Cl_2).

Rendimiento: 3,44g (87%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 100⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.90(t, J=6,8Hz, 3H), 1.24-1.53(m, 10H), 1.80-1.90(m, 6H), 2.45-2.50(m, 2H), 4.04-4.08(m, 4H), 5.14(s, 2H), 6.95-7.01(m, 4H), 7.20-7.25(m, 1H), 7.28-7.32(m, 2H), 7.33-7.41(m, 7H), 7.45-7.48(m, 1H), 7.50-7.54(m, 2H), 7.64-7.68(m, 2H), 8.14-8.18(m, 4H), 8.30-8.33(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 21.7, 22.8, 26.1, 28.6, 29.2, 29.4, 29.5, 31.9, 34.0, 66.4, 67.8, 68.5, 114.4, 114.6, 120.6, 120.7, 121.1, 121.8, 122.3, 122.3, 124.8, 127.0, 128.4, 128.4, 128.4, 128.7, 130.0, 132.0, 132.5, 132.6, 136.1, 137.9, 142.3, 151.0, 151.5, 155.6, 163.5, 164.0, 164.6, 165.0, 173.3.

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3061(C_{sp2}-H); 2957, 2921(C_{sp3}-H); 1737, 1722(C=O); 1606, 1513, 1499(C=C aromát.); 1457, 1335(δ CH₂); 1256, 1161(C-O).

▪ **Compuesto BF-4-8***

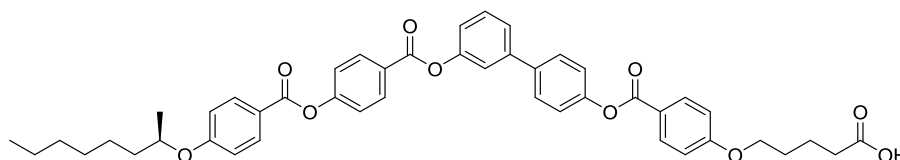
Fórmula empírica:

C₄₆H₄₆O₁₀

Peso molecular:

758,86g/mol

Rf: 0,1 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
By5-8 ⁺ -4-Bn	848,99	0,47	0,4	
Pd(OH) ₂ /C (20%w)	140,43	0,71	0,1	
Ciclohexeno				15
THF				30

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 0,30g (87%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C):106³

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.90(t, J=6,8Hz, 3H), 1.24-1.51(m, 11H), 1.57-1.67(m, 1H), 1.74-1.83(m, 1H), 1.85-1.96(m, 4H), 2.46-2.50(m, 2H), 4.06-4.10(m, 2H), 4.50(tc, J=6,0Hz, J=6,0Hz, 1H), 6.94-7.00(m, 4H), 7.20-7.25(m, 1H), 7.27-7.31(m, 2H), 7.37-7.41(m, 2H), 7.44-7.47(m, 1H), 7.49-7.53(m, 2H), 7.63-7.68(m,2H), 8.11-8.20(m, 4H), 8.29-8.32(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 19.7, 21,5, 22.7, 25.6, 28.6, 29.4, 31.9, 33.5, 36.4, 67.8, 74.4, 114.4, 115.5, 120.6, 120.7, 120.8, 121.8, 122.3, 122.3, 124.8, 127.0, 128.4, 130.0, 132.0, 132.5, 132.6, 137.9, 142.3, 151.0, 151.5, 155.6, 163.2, 163.4, 164.5, 164.7, 165.0, 178.4.

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3250-2500(COO-H); 3038(C_{sp2}-H); 2925, 2856(C_{sp3}-H); 1731, 1709, 1684(C=O); 1605, 1578, 1511(C=C aromát.); 1254, 1206, 1163(C-O).

Espectrometría de masas: MALDI-MS (ditranol/TFANa):m/z=781.2 [M+Na]⁺.

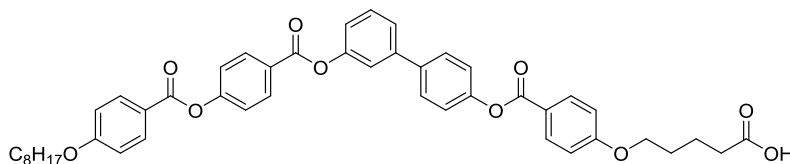
Análisis elemental: Teórico: C 72.81, H 6.11; Experimental: C 72.41 H 5.83

▪ **Compuesto BF-4-8**

Fórmula empírica: C₄₆H₄₆O₁₀

Peso molecular: 758,86g/mol

Rf: 0,1 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
By5-8-4-Bn	848,99	3,77	3,2	
Pd(OH) ₂ /C (20%w)	140,43	2,85	0,4	
Ciclohexeno				70
THF				100

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 2,60g (91%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 148⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 0.90(t, J=7,0Hz, 3H), 1.26-1.53(m, 10H), 1.80-1.94(m, 6H), 2.48(t, J=7,0Hz, 2H), 4.03-4.09(m, 4H), 6.95-7.03(m, 4H), 7.20-7.25(m, 1H), 7.27-7.33(m, 2H), 7.36-7.40(m, 2H), 7.44-7.47(m, 1H), 7.50-7.54(m, 2H), 7.63-7.68(m, 2H), 8.13-8.21(m, 4H), 8.29-8.33(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 21.5, 22.8, 26.1, 28.6, 29.2, 29.4, 29.5, 31.9, 33.5, 67.8, 68.5, 114.4, 114.6, 120.6, 120.7, 121.1, 121.8, 122.3, 122.3, 124.8, 127.0, 128.4, 130.0, 132.0, 132.5, 132.6, 137.9, 142.3, 151.0, 151.5, 155.6, 163.4, 164.0, 164.5, 164.7, 165.0, 178.2.

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm⁻¹): 3250-2500(COO-H); 3034(C_{sp2}-H); 2870, 2849(C_{sp3}-H); 1737, 1698(C=O); 1605, 1577, 1477(C=C aromát.); 1258, 1217, 1202(C-O).

Espectrometría de masas: MALDI-MS (ditranol/TFANa):m/z=781.2 [M+Na]⁺.

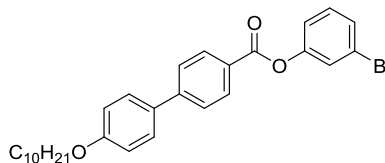
Análisis elemental: Teórico: C 72.81, H 6.11; Experimental: C 72.62 H 5.84

▪ **3-bromofenil-4'-deciloxi-[1,1'-bifenil]-4-carboxilato (Compuesto 16)**

Fórmula empírica: C₂₉H₃₃BrO₃

Peso molecular: 509,48g/mol

Rf: 0,8 (Hex : AcOEt (8:2))



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Ácido 4'-(deciloxi)-[1,1'-bifenil]-4-carboxílico	354,49	8,5	3	
3-bromofenol (98%)	173,01	8,5	1,47	
DCC	206,33	10,2	2,10	
DPTS	294,4	2,5	0,74	
CH ₂ Cl ₂ (anhidro)				160

Purificación: CC(silica gel, eluyente CH₂Cl₂ : Hex (4:6)).

Rendimiento: 0,812g (20%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): Cr 104 SmA 125 I

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.89(t, J=7,0Hz, 3H), 1.22-1.53(m, 14H), 1.82(q, J=7,0Hz, 2H), 4.02(t, J=6,6Hz, 2H), 6.98-7.03(m, 2H), 7.18-7.21(m, 1H), 7.29-7.33(m, 1H), 7.40-7.46(m, 2H), 7.56-7.63(m, 2H), 7.67-7.73(m, 2H), 8.19-8.24(m, 2H).

^{13}C RMN (100MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 14.3, 22.8, 26.2, 29.4, 29.5, 29.6, 29.7, 29.7, 32.1, 68.3, 115.2, 120.8, 122.6, 125.5, 126.8, 127.1, 128.5, 129.2, 130.7, 130.9, 132.0, 146.4, 151.7, 159.8, 164.9.

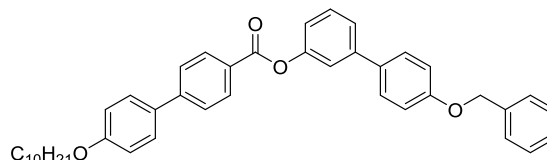
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 2951, 2916, 2871($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1754(C=O); 1609, 1504, 1472(C=C aromát.); 1289, 1275, 1257(C-O).

▪ **4'-benzoiloxi-[1,1'-bifenil]-3-il-4'-deciloxi-[1,1'-bifenil]-4-carboxilato (Compuesto 17)**

Fórmula empírica: $\text{C}_{42}\text{H}_{44}\text{O}_4$

Peso molecular: 612,81g/mol

Rf: 0,8 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 3

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 16	509,48	1,47	0,75	
Ácido 4-benciloxifenilborónico	228,05	2,19	0,5	
KF	58,10	24,6	1,43	
$\text{Pd}(\text{OAc})_2$	294,4	0,085	0,025	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{P}[(\text{C}(\text{CH}_3)_3)_2]$	298,40	0,164	0,049	
THF (anhidro)				10

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH_2Cl_2 : Hex (4:6)).

Rendimiento: 0,20g (22%). Sólido blanco.

Punto de fusión ($^{\circ}\text{C}$): 171

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.89(t, J=7,0Hz, 3H), 1.23-1.53(m, 14H), 1.82(q, J=6,8Hz, 2H), 4.02(t, J=6,6Hz, 2H), 5.12(s, 2H), 6.99-7.03(m, 2H), 7.03 - 7.08(m, 2H), 7.16-7.21(m, 1H), 7.31- 7.37(m, 1H), 7.38-7.44(m, 3H), 7.44-7.49(m, 4H), 7.53-7.58(m, 2H), 7.58-7.63(m, 2H), 7.68-7.73(m, 2H), 8.24-8.29(m, 2H).

^{13}C RMN (100MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 14.3, 22.8, 26.2, 29.4, 29.5, 29.6, 29.7, 29.7, 32.1, 68.3, 70.3, 115.2, 155.3, 120.1, 120.2, 124.3, 126.7, 127.6, 127.7, 128.2, 128.4, 128.5, 128.8, 129.8, 130.9, 132.1, 133.2, 137.0, 142.6, 146.1, 151.6, 158.8, 159.7, 165.3.

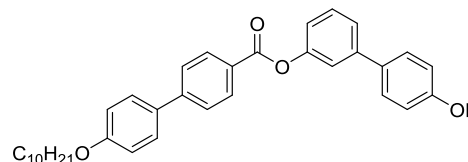
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3062, 3034($\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$); 2921, 2852($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1744(C=O); 1602, 1587, 1496(C=C aromát.); 1287, 1197(C-O).

▪ **4'-hidroxi-[1,1'-bifenil]-3-il-4'-deciloxi-[1,1'-bifenil]-4-carboxilato (Compuesto 18)**

Fórmula empírica: $\text{C}_{35}\text{H}_{38}\text{O}_4$

Peso molecular: 522,68g/mol

Rf: 0,2 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	ml
Compuesto 17	612,81	0,29	0,180	
Pd(OH) ₂ /C (20%w)	140,43	0,14	0,02	
Ciclohexeno				10
THF				20

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 0,14g (92%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 152

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.89(t, J=6,8Hz, 3H), 1.23-1.53(m, 14H), 1.82(q, J=6,8Hz, 2H), 4.02(t, J=6,6Hz, 2H), 5.08(s, 1H), 6.86-6.91(m, 2H), 6.99-7.04(m, 2H), 7.15-7.19(m, 1H), 7.39-7.41(m, 1H), 7.43-7.50(m, 4H), 7.58-7.63(m, 2H), 7.71-7.74(m, 2H), 8.24-8.28(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.2, 22.8, 26.1, 29.2, 29.4, 29.5, 32.0, 68.6, 114.6, 115.9, 120.0, 120.1, 121.1, 122.3, 124.4, 127.0, 128.6, 129.9, 132.0, 132.6, 132.9, 142.7, 151.4, 155.6, 155.7, 164.0, 164.6, 164.8.

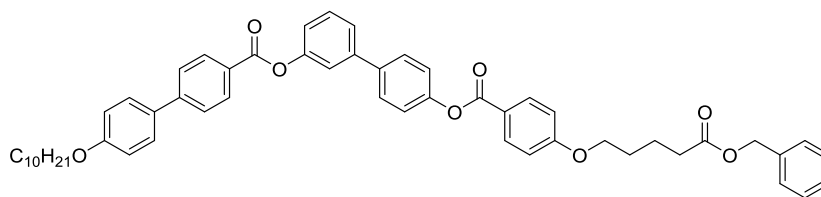
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3343(O-H); 2955, 2920, 2851($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1732(C=O); 1603, 1580, 1497(C=C aromát.); 1290, 1274, 1253(C-O).

- **Compuesto BY-4-10-Bn**

Fórmula empírica: $C_{54}H_{56}O_8$

Peso molecular: 833,03g/mol

Rf: 0,5 (CH₂Cl₂)



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 18	522,68	0,19	0,100	
Compuesto 15	328,36	0,19	0,063	
DCC	206,33	0,23	0,047	
DPTS	294,4	0,057	0,017	
CH ₂ Cl ₂ (anhidro)				25

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH₂Cl₂).

Rendimiento: 0,120g (76%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): 100

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.89(t, J=6,8Hz, 3H), 1.21-1.53(m, 14H), 1.78-1.93(m, 6H), 2.45-2.50(m, 2H), 4.01-4.09(m, 4H), 5.14(s, 2H), 6.94-6.99(m, 2H), 6.99-7.04(m, 2H), 7.21-7.25(m, 1H), 7.27-7.32(m, 2H), 7.32-7.41(m, 5H), 7.45-7.48(m, 1H), 7.50-7.54(m, 2H), 7.59-7.63(m, 2H), 7.64-7.68(m, 2H), 7.69-7.74(m, 2H), 8.11-8.21(m, 2H), 8.24-8.29(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, CDCl₃): δ (ppm)= 14.3, 21.7, 22.8, 26.2, 28.6, 29.4, 29.5, 29.6, 29.7, 29.7, 32.0, 34.0, 66.4, 67.8, 68.3, 114.4, 115.1, 120.6, 120.8, 121.8, 122.3, 124.8, 126.8, 126.8, 127.6, 128.4, 128.4, 128.5, 128.7, 130.0, 130.9, 132.1, 132.5, 136.1, 138.0, 142.3, 146.2, 151.0, 151.6, 159.7, 163.5, 165.1, 1165.3, 173.3.

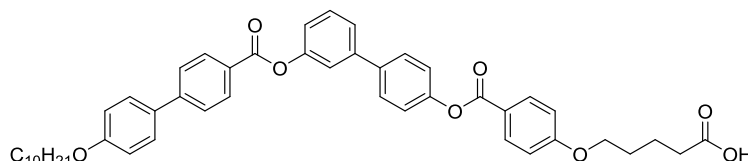
FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3065, 3033($\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H}$); 2955, 2920, 2851($\text{C}_{\text{sp}3}\text{-H}$); 1730(C=O); 1603, 1580, 1497(C=C aromát.); 1474, 1454(δCH_2); 1257, 1209, 1199(C-O).

▪ **Compuesto BY-4-10**

Fórmula empírica: $C_{47}H_{50}O_8$

Peso molecular: 742,91g/mol

Rf: 0,1 (CH_2Cl_2)



Procedimiento experimental: Método 2

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
By ² 5-10-4-Bn	833,03	0,132	0,110	
Pd(OH) ₂ /C (20%w)	140,43	0,078	0,011	
Ciclohexeno				10
THF				20

Purificación: Recristalización en etanol.

Rendimiento: 0,065g (66%). Sólido blanco.

Punto de fusión (°C): Cr 150 I [I 149 M 106 Cr]

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ¹H RMN (400MHz, $CDCl_3$): δ (ppm)= 0.89(t, J=7,0Hz, 3H), 1.23-1.53(m, 14H), 1.78-1.96(m, 6H), 2.48(t, J=6,9Hz, 2H), 4.02(t, J=6,6Hz, 2H), 4.06-4.10(m, 2H), 6.95-7.04(m, 4H), 7.21-7.25(m, 1H), 7.27-7.32(m, 2H), 7.45-7.48(m, 1H), 7.49-7.53(m, 2H), 7.58-7.63(m, 2H), 7.63-7.68(m, 2H), 7.68-7.72(m, 2H), 8.14-8.19(m, 2H), 8.24-8.29(m, 2H).

¹³C RMN (100MHz, $CDCl_3$): δ (ppm)= 14.3, 21.5, 22.8, 26.2, 28.6, 29.5, 29.6, 29.7, 29.7, 32.1, 33.4, 67.8, 68.3, 114.4, 115.1, 120.6, 120.8, 121.8, 122.3, 124.7, 126.8, 127.6, 128.4, 128.5, 130.0, 130.9, 132.1, 132.5, 138.0, 142.3, 146.2, 150.9, 151.6, 159.7, 163.4, 165.0, 165.3, 177.9.

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3250-2500(COO-H); 3050(C_{sp^2} -H); 2919, 2849(C_{sp^3} -H); 1733, 1696(C=O); 1604, 1515, 1497(C=C aromát.); 1257, 1196, 1163(C-O).

Espectrometría de masas: MALDI-MS (ditranol/TFANa):m/z=765.3 [M+Na]⁺.

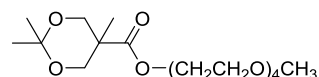
Análisis elemental: Teórico: C 75.99, H 6.78; Experimental: 75.55 C H 6.5

3. SÍNTESIS DE LOS DENDRONES OXIETILÉNICOS TIPO "BENT-CORE"

▪ **Compuesto 19**

Fórmula empírica: $C_{17}H_{32}O_8$

Peso molecular: 364,44g/mol



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Ácido 2,2,5-trimetil-1,3-dioxano-5-carboxílico	174	5,75	3	
Tetraetilenglicolmonometileter (TEG)	208	5,75	1,2	1,24
DCC	206,33	7,75	1,6	
DPTS	294,4	1,73	0,51	
CH_2Cl_2 (anhidro)				100

Rendimiento: 0,637g (30%). Aceite incoloro.⁴

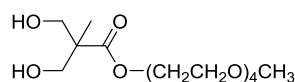
Purificación: Se lava con agua, y se filtra. El filtrado se lleva a sequedad y el sólido obtenido se redissuelve en CH_2Cl_2 . Se seca con MgSO_4 anhidro, se filtra y se lleva a sequedad. CC (silica gel, eluyente CH_2Cl_2 : Metanol (98:2)).

Al realizar la CC en sílice parte del acetal se desprotegió, por lo tanto este compuesto no se ha podido caracterizar correctamente.

▪ **Compuesto 20**

Fórmula empírica: $\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{O}_8$

Peso molecular: 324,37g/mol



Procedimiento experimental: Método 7

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
Compuesto 19	364,44	1,49	0,545	
DOWEX-50-X2			1,2	
Metanol				40

Purificación: El producto se obtiene puro.

Rendimiento: 0,479g (98%). Aceite incoloro.⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)=1.11(s, 3H), 3.37(s, 3H), 3.53-3.57(m, 2H), 3.61-3.68(m, 10H), 3.71-3.75(m, 4H), 3.84(d, $J=11,2\text{Hz}$, 2H), 4.32-4.36(m, 2H).

^{13}C RMN (100MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 17.3, 49.8, 59.2, 63.6, 57.9, 68.9, 70.5, 70.6, 70.6, 70.7, 72.0, 175.9.

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3443(O-H); 2920, 2853($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1730(C=O); 1292, 1275, 1248(C-O).

▪ **Compuesto TEG-BF-4-8**

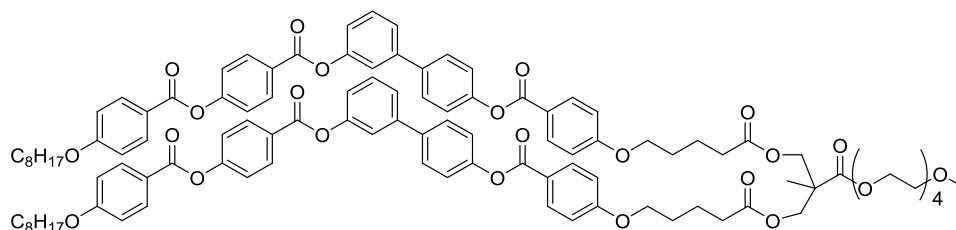
Fórmula empírica:

$\text{C}_{106}\text{H}_{116}\text{O}_{26}$

Peso molecular:

1806,07g/mol

Rf: 0,2 (CH_2Cl_2 : AcOEt (9:1))



Procedimiento experimental: Método 1

Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
BF-4-8	758,86	0,198	0,150	
Compuesto 20	324,37	0,099	0,032	
DCC	206,33	0,297	0,061	
DPTS	294,4	0,148	0,043	
CH_2Cl_2 (anhidro)				25

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH_2Cl_2 : AcOEt (9:1)) y recristalización en etanol.

Rendimiento: 0,06g (34%). Sólido blanco.

Punto de fusión ($^{\circ}\text{C}$): Cr 78 M 82 I⁴

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.90(t, J=7,0Hz, 6H), 1.24-1.42(m, 19H), 1.43-1.52(m, 4H), 1.78-1.90(m, 12H), 2.43(t, J=6,8Hz, 4H), 3.37(s, 3H), 3.52-3.56(m, 2H), 3.62-3.67(m, 10H), 3.67-3.71(m, 2H), 4.03-4.09(m, 8H), 4.22-4.33(m, 6H), 6.95-7.00(m, 8H), 7.20-7.24(m, 2H), 7.27-7.31(m, 4H), 7.35-7.41(m, 4H), 7.43-7.47(m, 2H), 7.49-7.52(m, 4H), 7.62-7.67(m, 4H), 8.12-8.19(m, 8H), 8.27-8.34(m, 4H).

^{13}C RMN (100MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 14.2, 18.0, 21.6, 22.8, 26.1, 28.6, 29.2, 29.4, 29.5, 31.9, 33.8, 46.5, 59.2, 64.4, 65.4, 67.8, 68.5, 69.0, 70.7, 70.7, 70.8, 72.1, 114.4, 114.6, 120.6, 120.7, 121.1, 121.8, 122.3, 122.3, 124.8, 127.0, 128.4, 130.0, 132.0, 132.5, 132.6, 137.9, 142.3, 151.0, 151.5, 155.6, 163.4, 164.0, 164.5, 164.6, 165.0, 172.8.

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3034($\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$); 2922, 2855($\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$); 1736(C=O); 1605, 1580, 1513(C=C aromát.); 1257, 1207, 1161(C-O).

Espectrometría de masas: MALDI-MS (ditranol/TFANa): m/z =1828.9 $[\text{M}+\text{Na}]^+$.

Análisis elemental: Teórico: C 70.49, H 6.47; Experimental: C 70.24 H 6.18

▪ Compuesto TEG-BF-4-8*

Fórmula empírica:

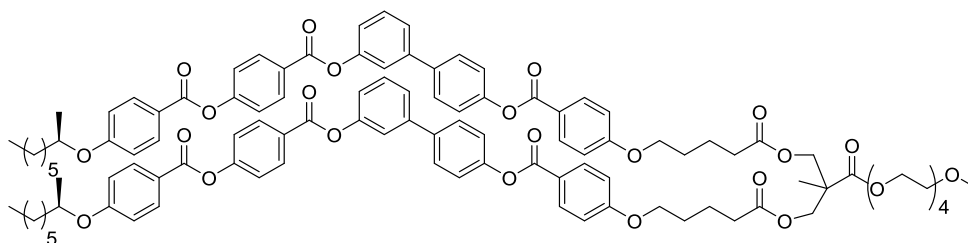
$\text{C}_{106}\text{H}_{116}\text{O}_{26}$

Peso molecular:

1806,07g/mol

Rf: 0,25 (CH_2Cl_2 :

AcOEt (9:1))



Procedimiento experimental: Método 1

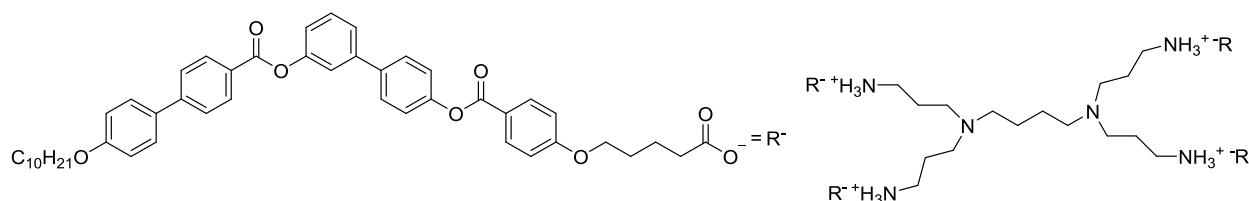
Reactivos	PM (g/mol)	mmol	gramos	mL
BF-4-8*	758,86	0,198	0,150	
Compuesto 20	324,37	0,099	0,032	
DCC	206,33	0,297	0,061	
DPTS	294,4	0,148	0,043	
CH_2Cl_2 (anhidro)				25

Purificación: CC (silica gel, eluyente CH_2Cl_2 : AcOEt (9:1)) y dos recrystalizaciones en etanol.

Rendimiento: 0,030g (17%). Sólido blanco.

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA: ^1H RMN (400MHz, CDCl_3): δ (ppm)= 0.89(t, J=6,8Hz, 6H), 1.27-1.49(m, 25H), 1.57-1.66(m, 2H), 1.73-1.80(m, 2H), 1.81-1.90(m, 8H), 2.41-2.48(m, 4H), 3.37(s, 3H), 3.52-3.57(m, 2H), 3.62-3.67(m, 10), 3.67-3.71(m, 2H), 4.03-4.09(m, 4H), 4.23-4.33(m, 6H), 4.50(tc, J=6,0Hz, J=6,0Hz, 2H), 6.93-7.01(m, 8H), 7.18-7.25(m, 2H), 7.27-7.32(m, 4H), 7.34-7.40(m, 4H), 7.44-7.47(m, 2H), 7.48-7.54(m, 4H), 7.60-7.69(m, 4H), 8.11-8.20(m, 8H), 8.27-8.33(m, 4H).

Espectrometría de masas: MALDI-MS (ditranol/TFANa): m/z =1828.6 $[\text{M}+\text{Na}]^+$.

4. SÍNTESIS DEL DENDRÍMERO IÓNICO TIPO "BENT-CORE"▪ Compuesto PPI-BY-4-10

Fórmula empírica: $C_{204}H_{240}N_6O_{32}$

Peso molecular: 3288,17g/mol.

Procedimiento experimental: Se disuelve en un bote clip el dendrímero PPI de 1ª generación (1eq) en THF (anhidro). En otro bote clip se disuelve el ácido BY-4-10 (4eq) en THF (anhidro). Posteriormente, se añade la disolución del ácido sobre el dendrímero, y la mezcla se mantiene durante 15 minutos bajo ultrasonidos a temperatura ambiente. Por último, se deja que el disolvente se evapore lentamente durante dos días, dejando el bote abierto a la atmósfera. Transcurrido este tiempo, se seca a vacío durante otros 2 días.

CARACTERIZACIÓN QUÍMICA:

Punto de fusión (°C): Cr 113 M 151 l

1H RMN (400MHz, DMSO- d_6): δ (ppm)= 0.86(t, $J=7,1$ Hz, 12H), 1.20-1.48(m, 60H), 1.61-1.84(m, 28H), 2.31(t, $J=7,2$ Hz, 2H), 2.89-2.97(m, 4H), 3.06-3.14(m, 4H), 3.17-3.25(m, 4H), 4.03(t, $J=6,5$ Hz, 8H), 4.11(t, $J=6,3$ Hz, 8H), 7.04-7.10(m, 8H), 7.10-7.16(m, 8H), 7.30-7.36(m, 4H), 7.36-7.41(m, 8H), 7.55-7.63(m, 4H), 7.65-7.70(m, 8H), 7.72-7.78(m, 8H), 7.79-7.84(m, 8H), 7.87-7.91(m, 8H), 8.07-8.13(m, 8H), 8.17-8.24(m, 8H).

FTIR (KBr, $\bar{\nu}$: cm^{-1}): 3500-3400(N^+-H_3); 2927, 2852($C_{sp^3}-H$); 1733, 1689($C=O$); 1607, 1511($C=C$ aromát.); 1549, 1395(COO^-).

Análisis elemental: Teórico: C 74.52, H 7.36, N 2.56; Experimental: C 74.11, H 7.33, N 2.53

A.2 ESPECTROS (FTIR, ^1H -RMN, ^{13}C -RMN)

1. CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO BF-4-8*

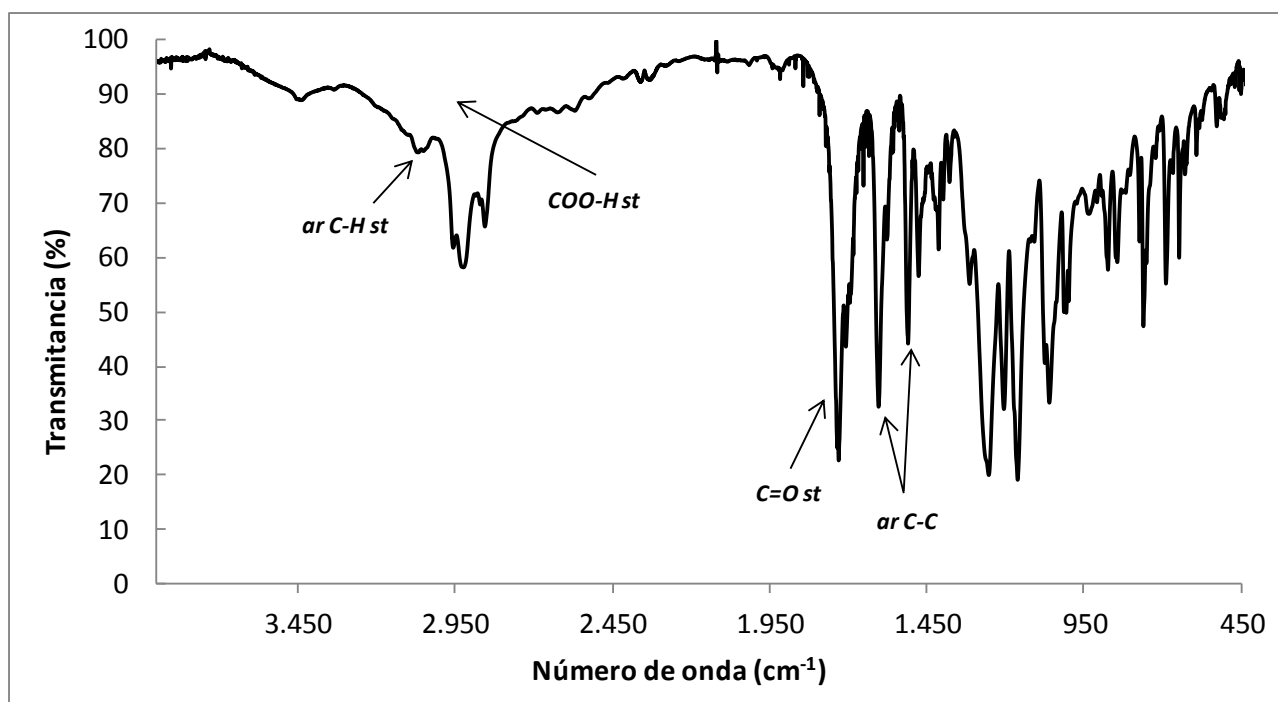


Figura A.1 Espectro de FTIR del ácido BF-4-8* en pastilla de KBr.

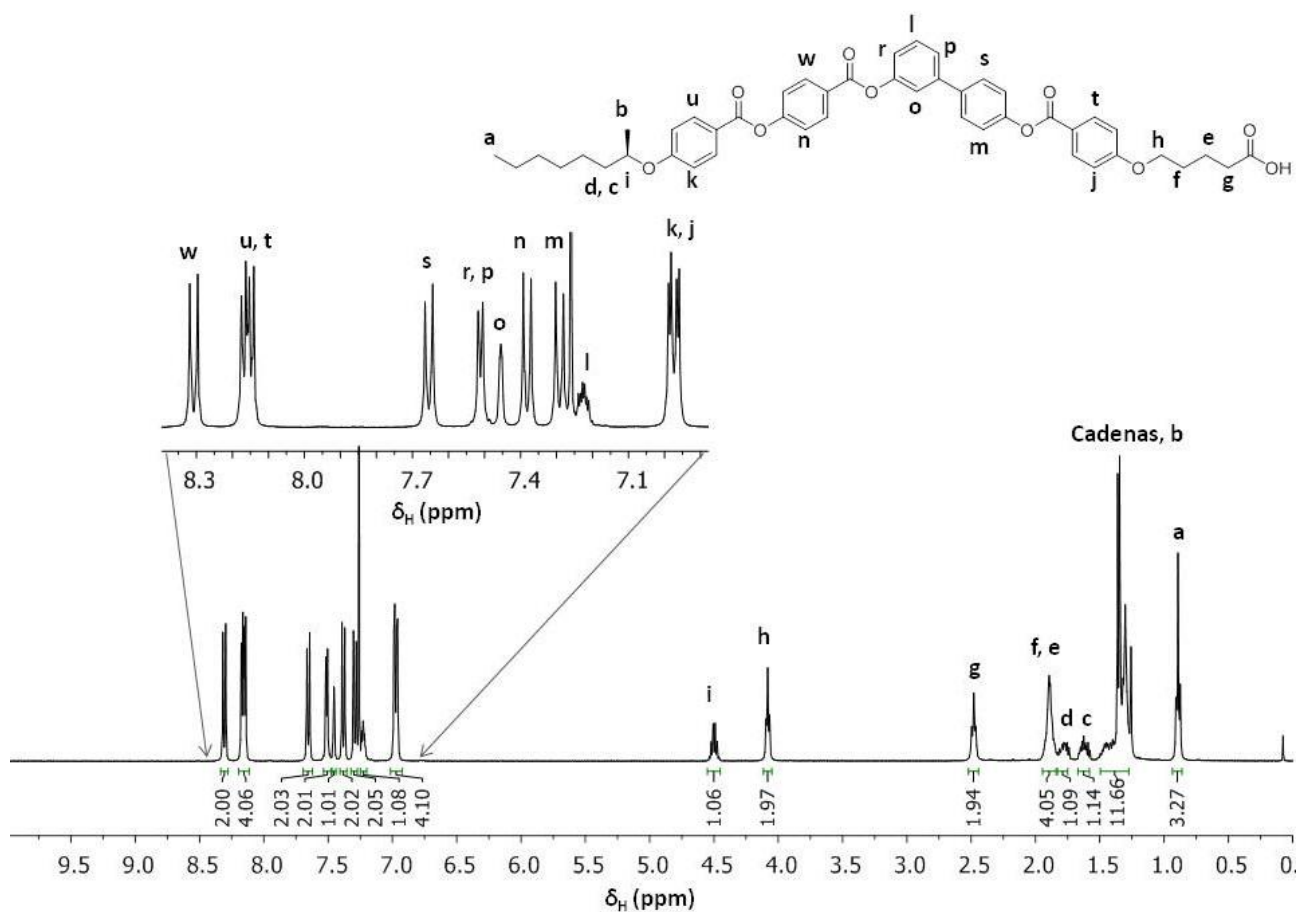


Figura A.2 Espectro de ^1H -RMN (400MHz, CDCl_3) del ácido BF-4-8*.

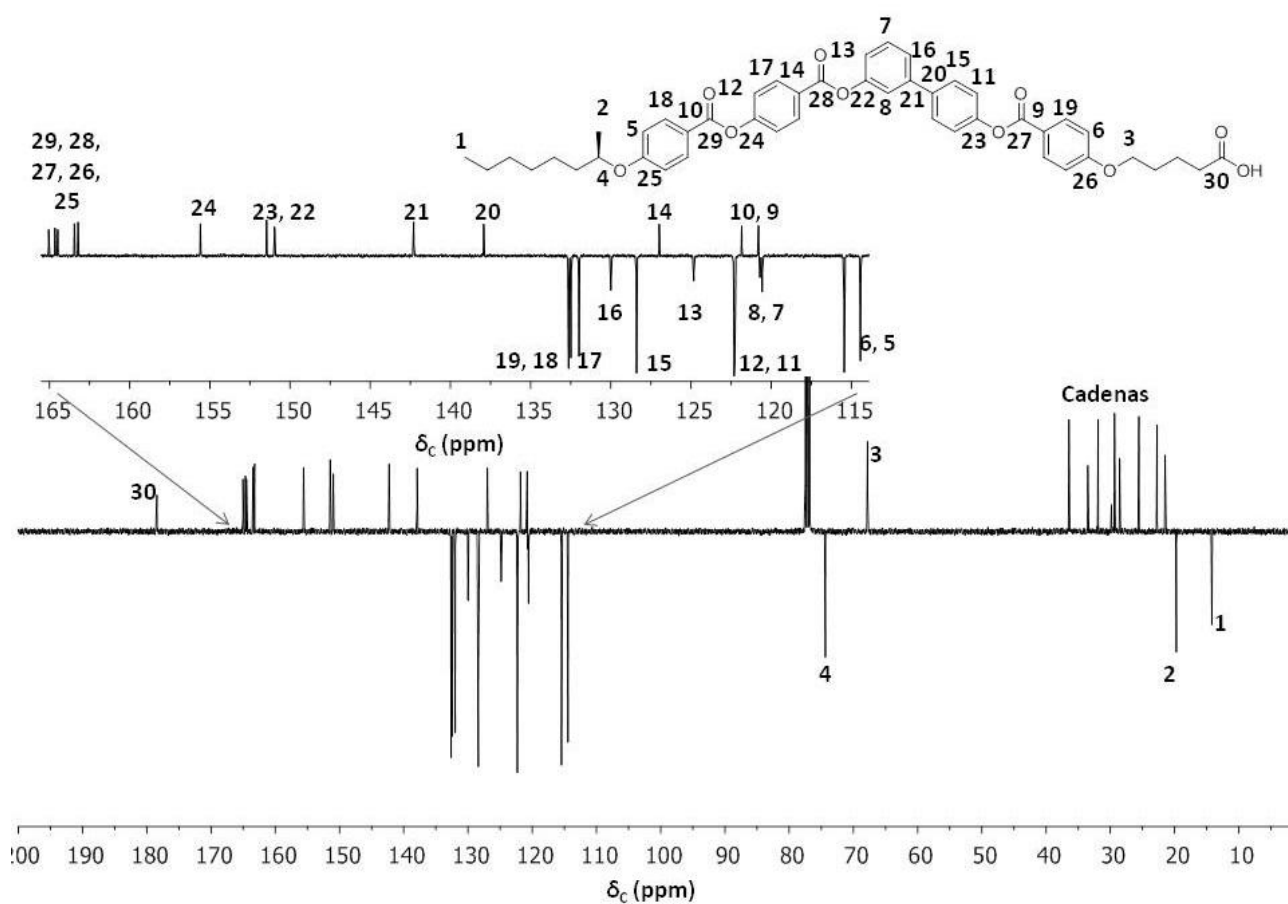


Figura A.3 Espectro de APT (^{13}C -RMN) (100MHz, CDCl_3) del ácido BF-4-8*.

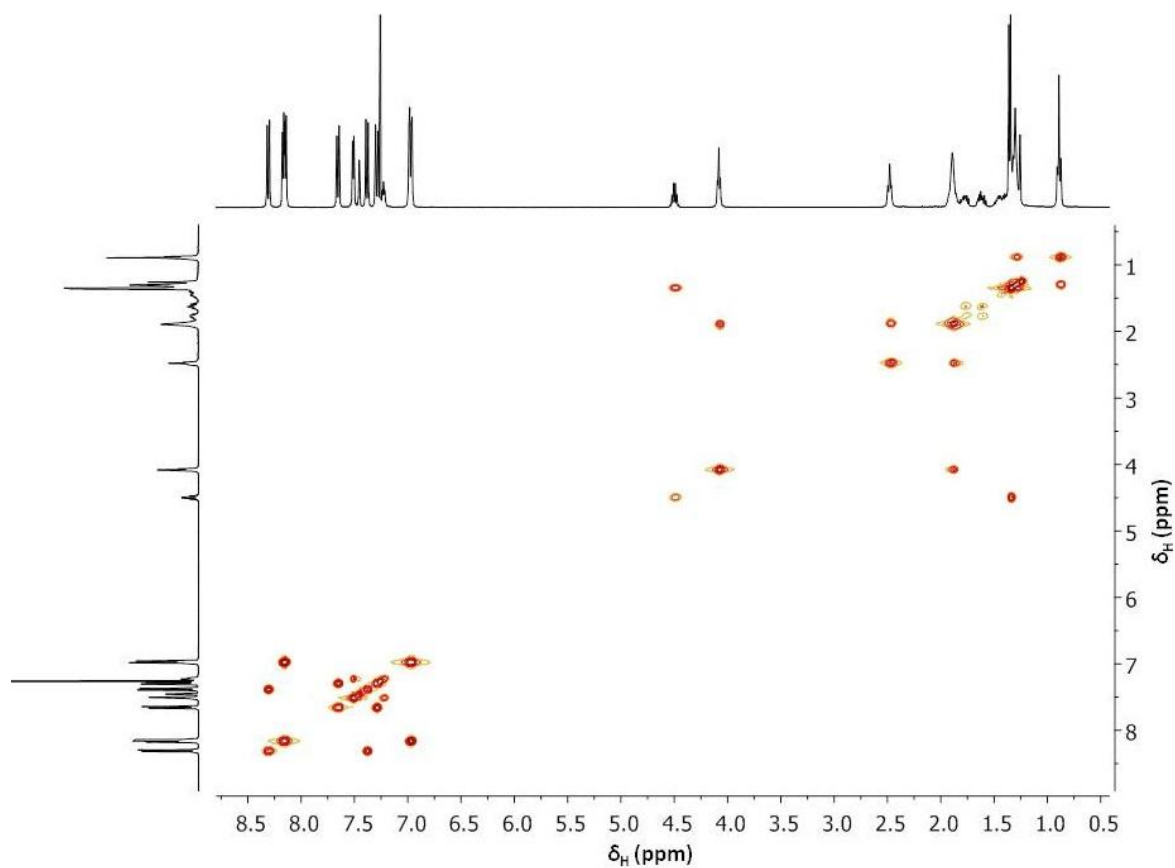


Figura A.4 Espectro COSY del ácido BF-4-8* en CDCl_3 .

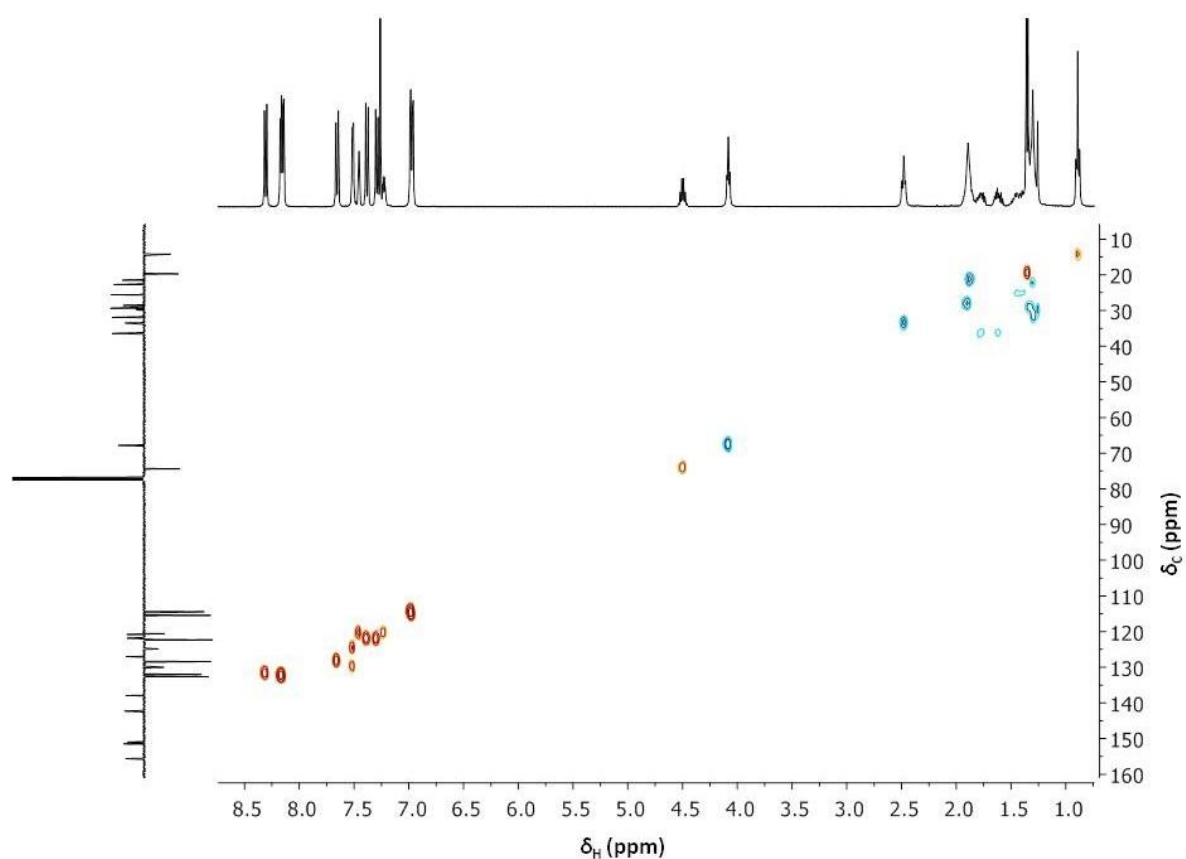


Figura A.5 Espectro HSQC del ácido BF-4-8* en CDCl_3 .

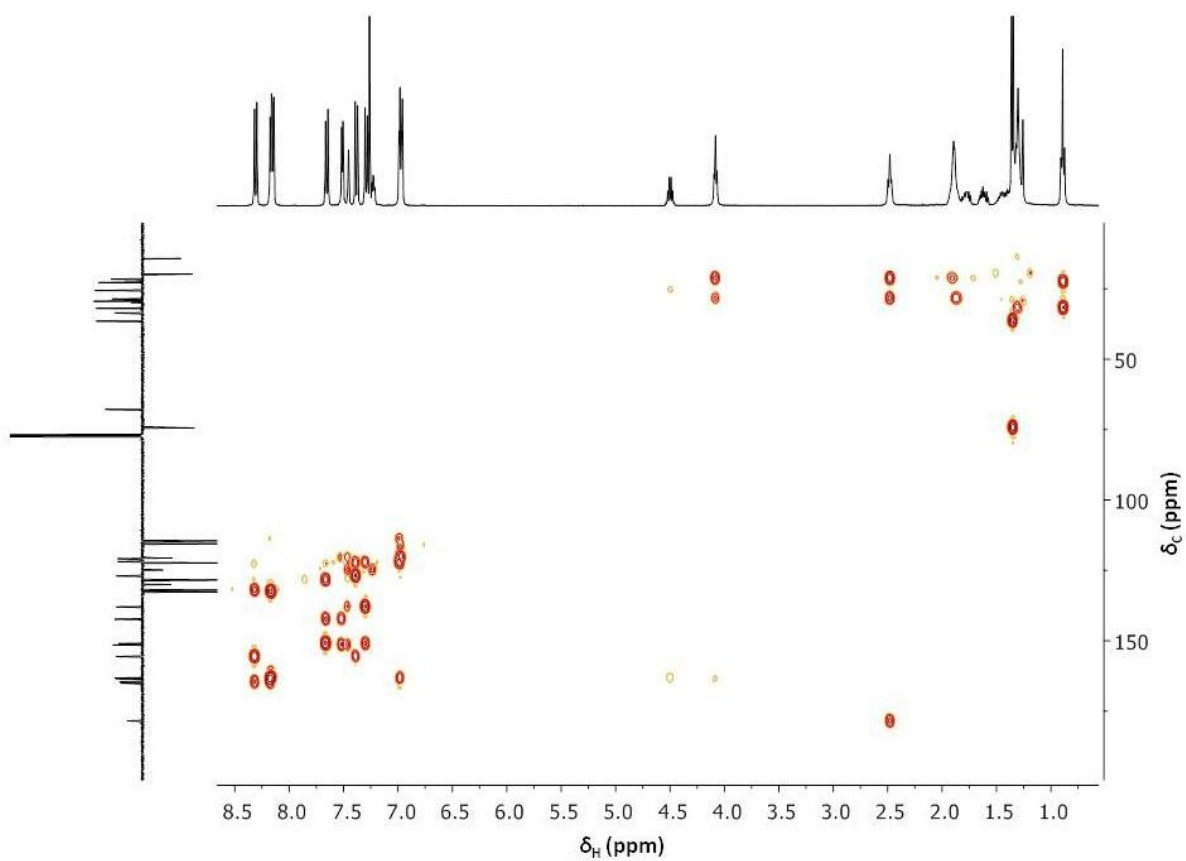


Figura A6 Espectro HMBC del ácido BF-4-8* en CDCl_3 .

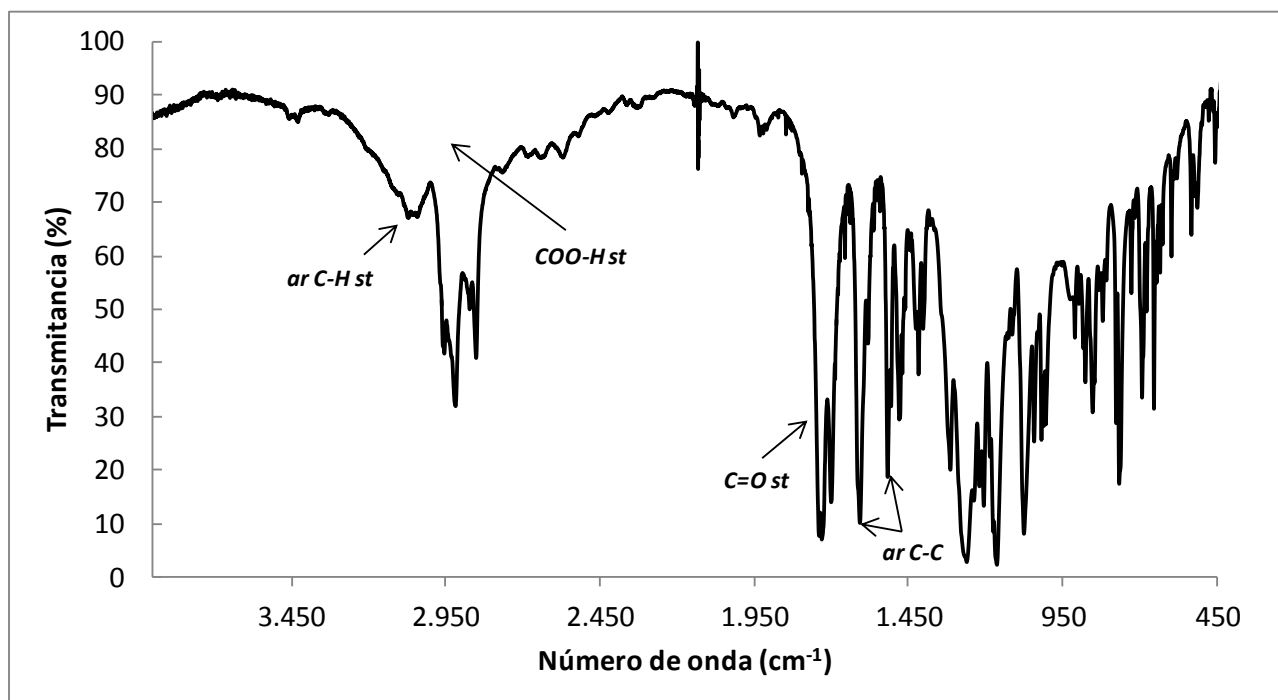
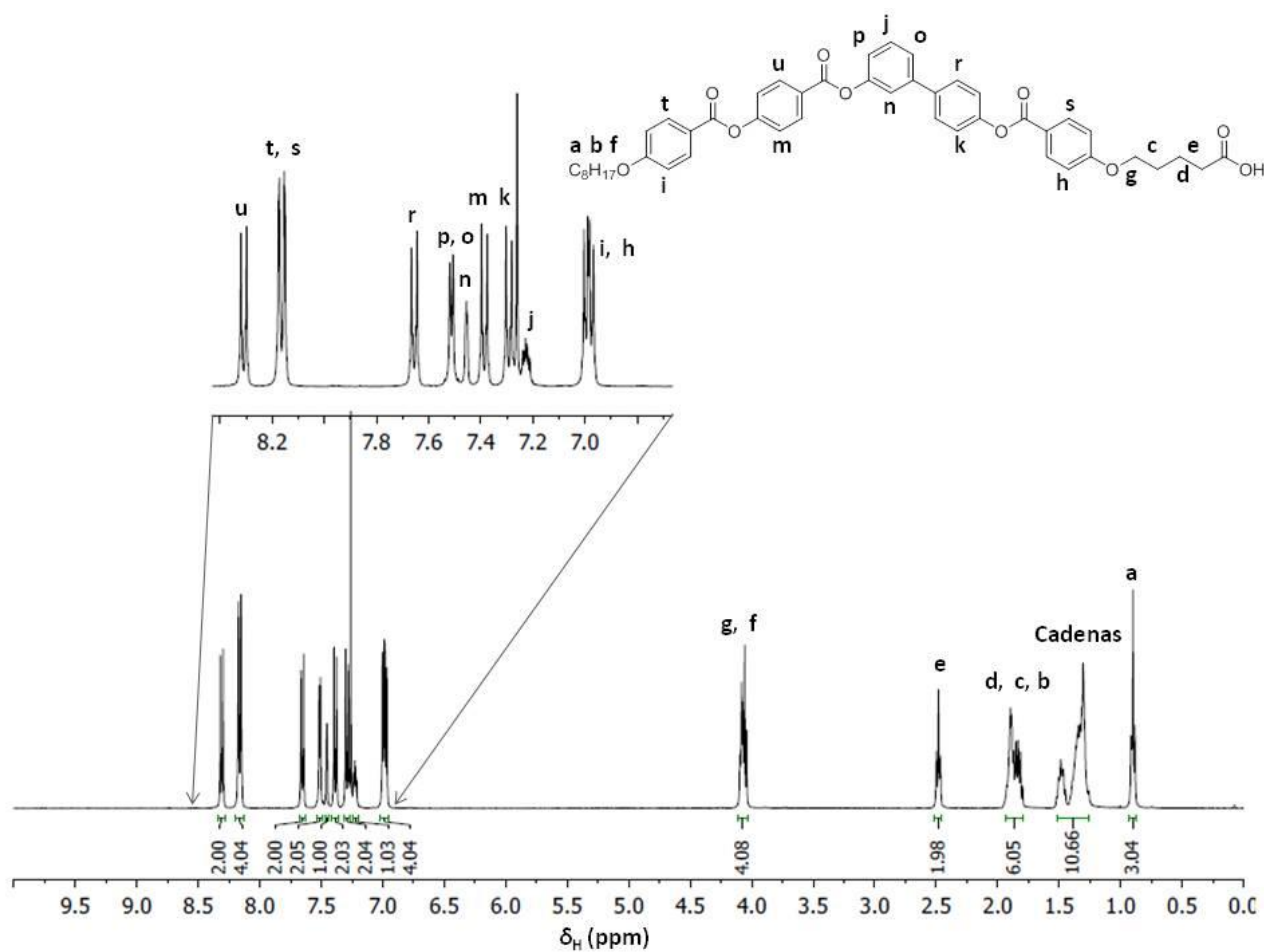
2. CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO BF-4-8

Figura A.7 Espectro de FTIR del ácido BF-4-8 en pastilla de KBr.

Figura A.8 Espectro de ^1H -RMN (400MHz, CDCl_3) del ácido BF-4-8.

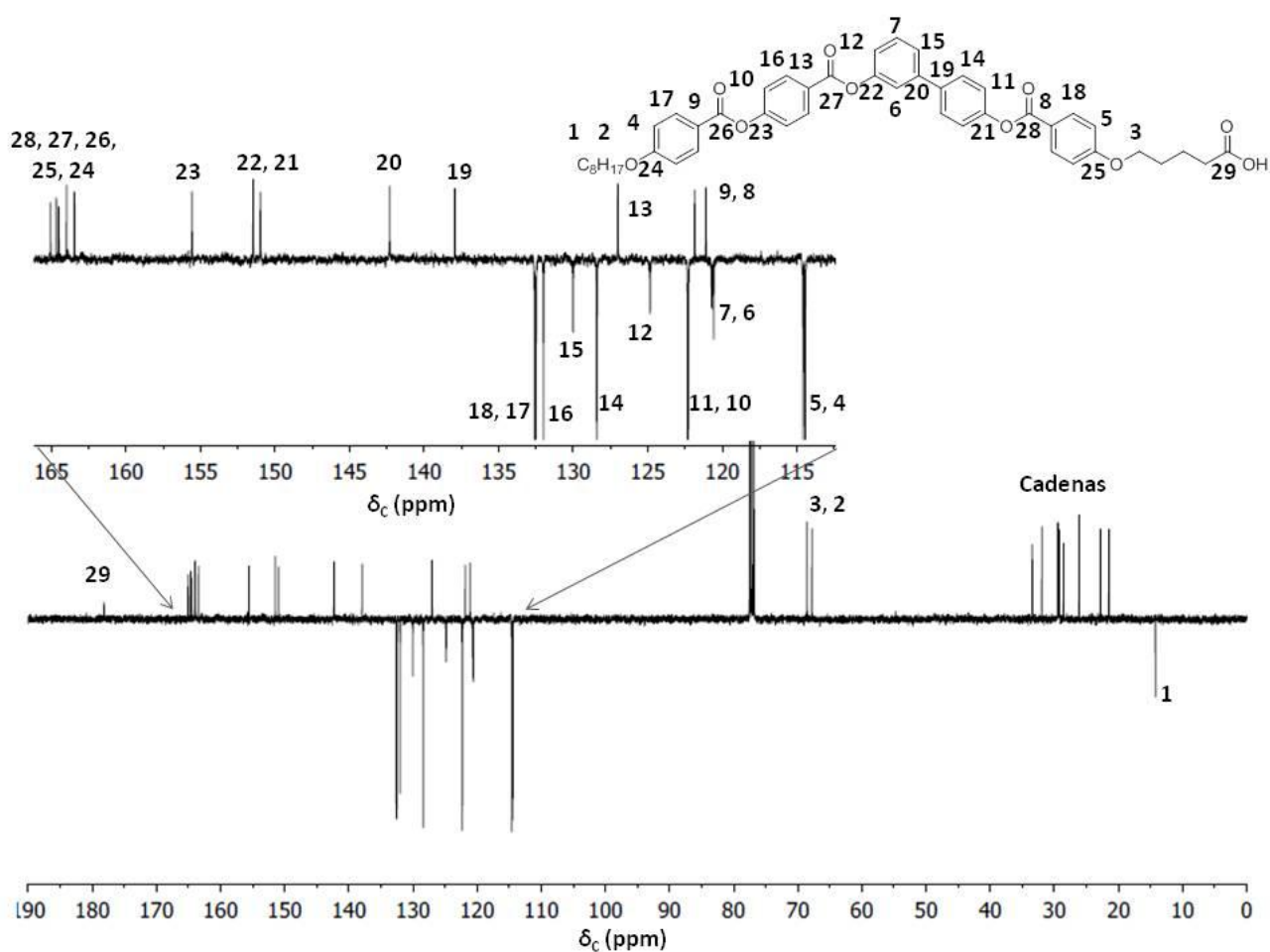


Figura A.9 Espectro de APT (^{13}C -RMN) (100MHz, CDCl_3) del ácido BF-4-8.

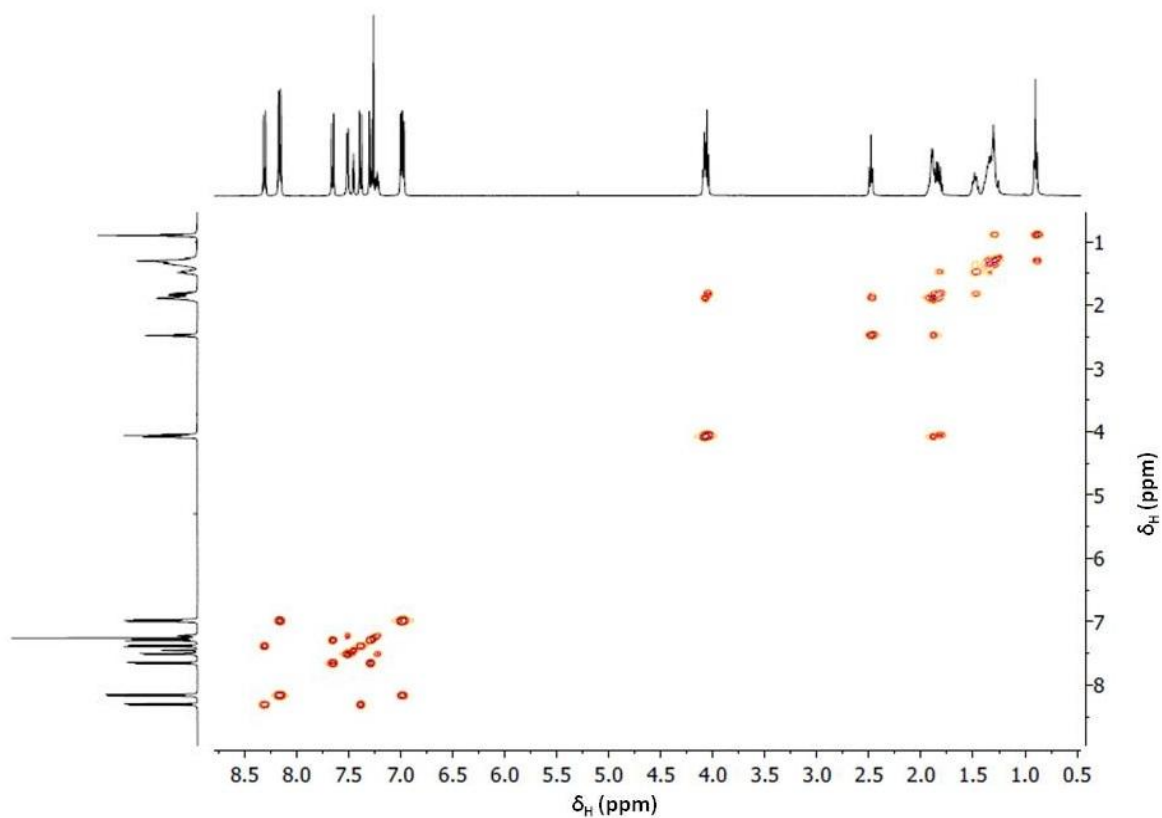


Figura A.10 Espectro COSY del ácido BF-4-8 en CDCl_3 .

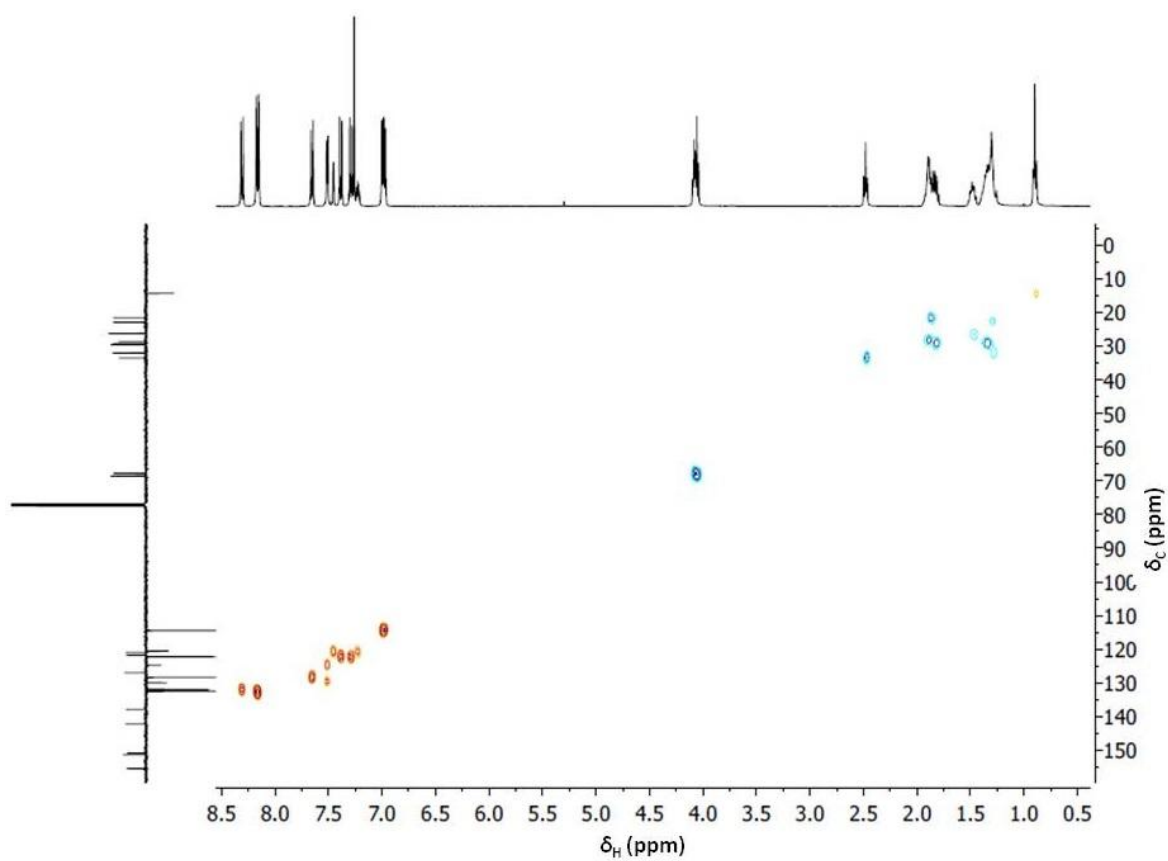


Figura A.11 Espectro HSQC del ácido BF-4-8 en CDCl_3 .

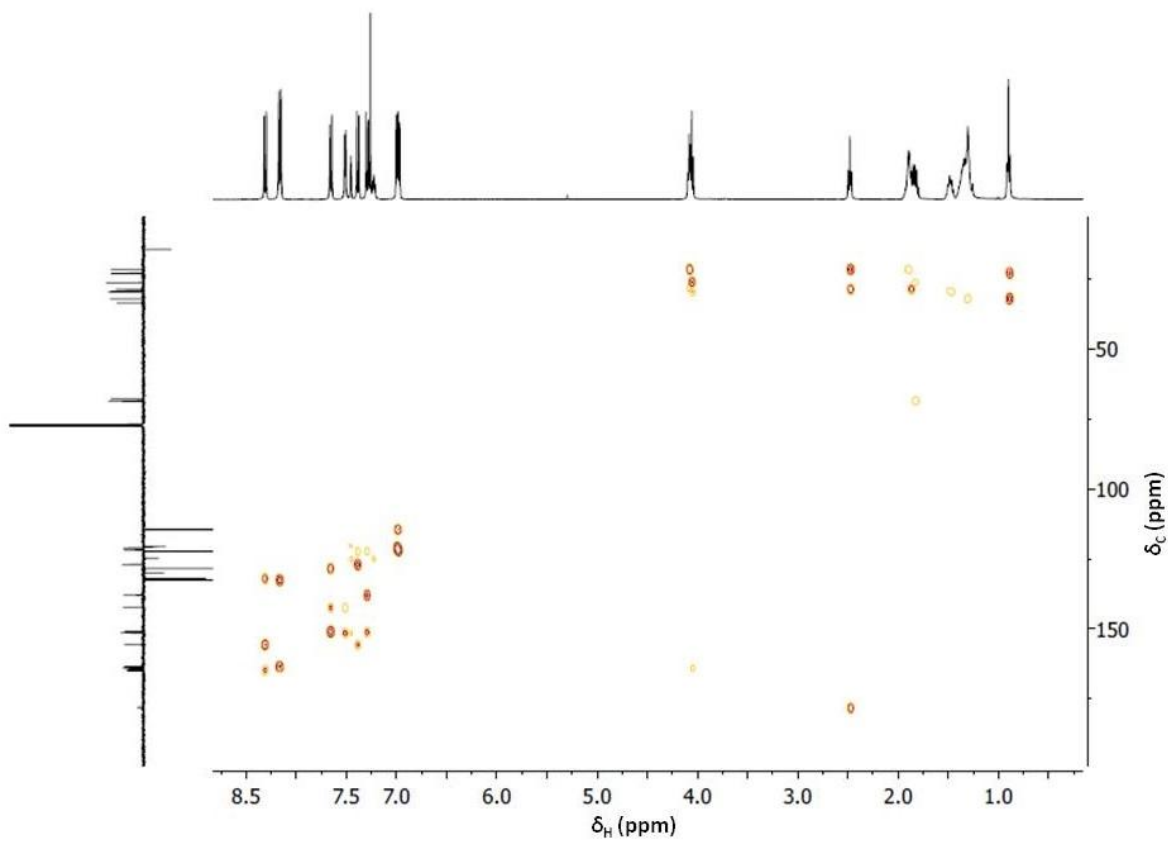


Figura A12 Espectro HMBC del ácido BF-4-8 en CDCl_3 .

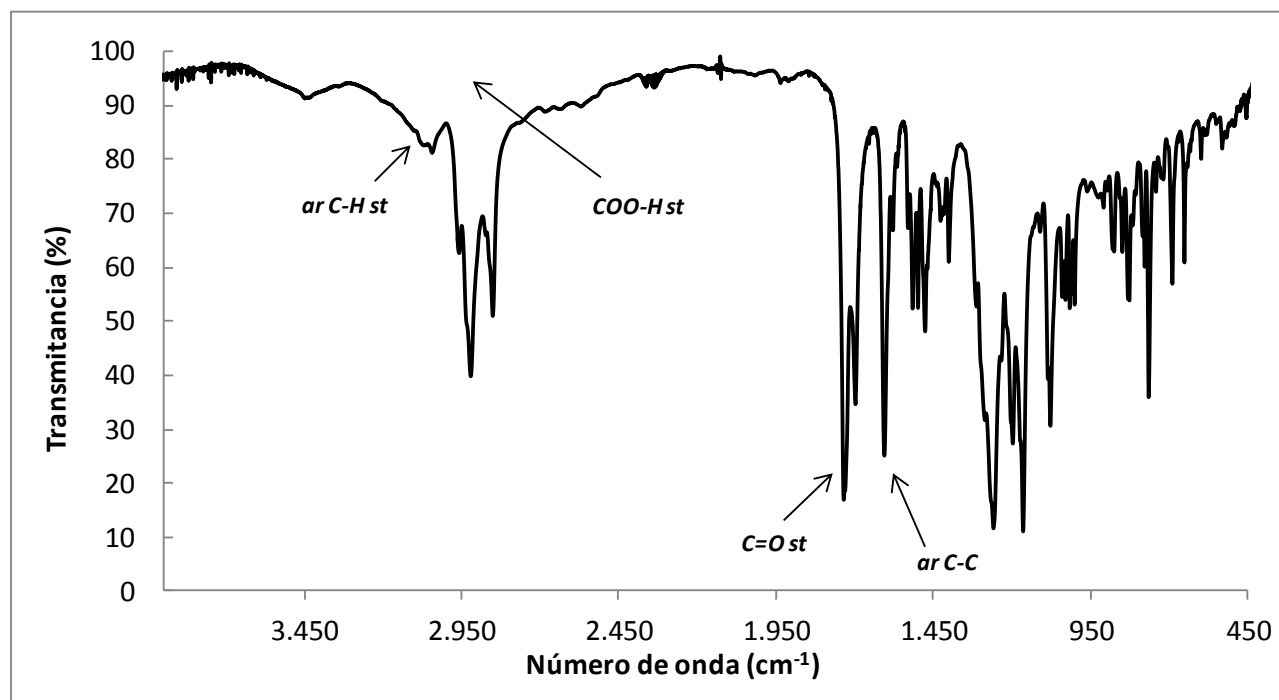
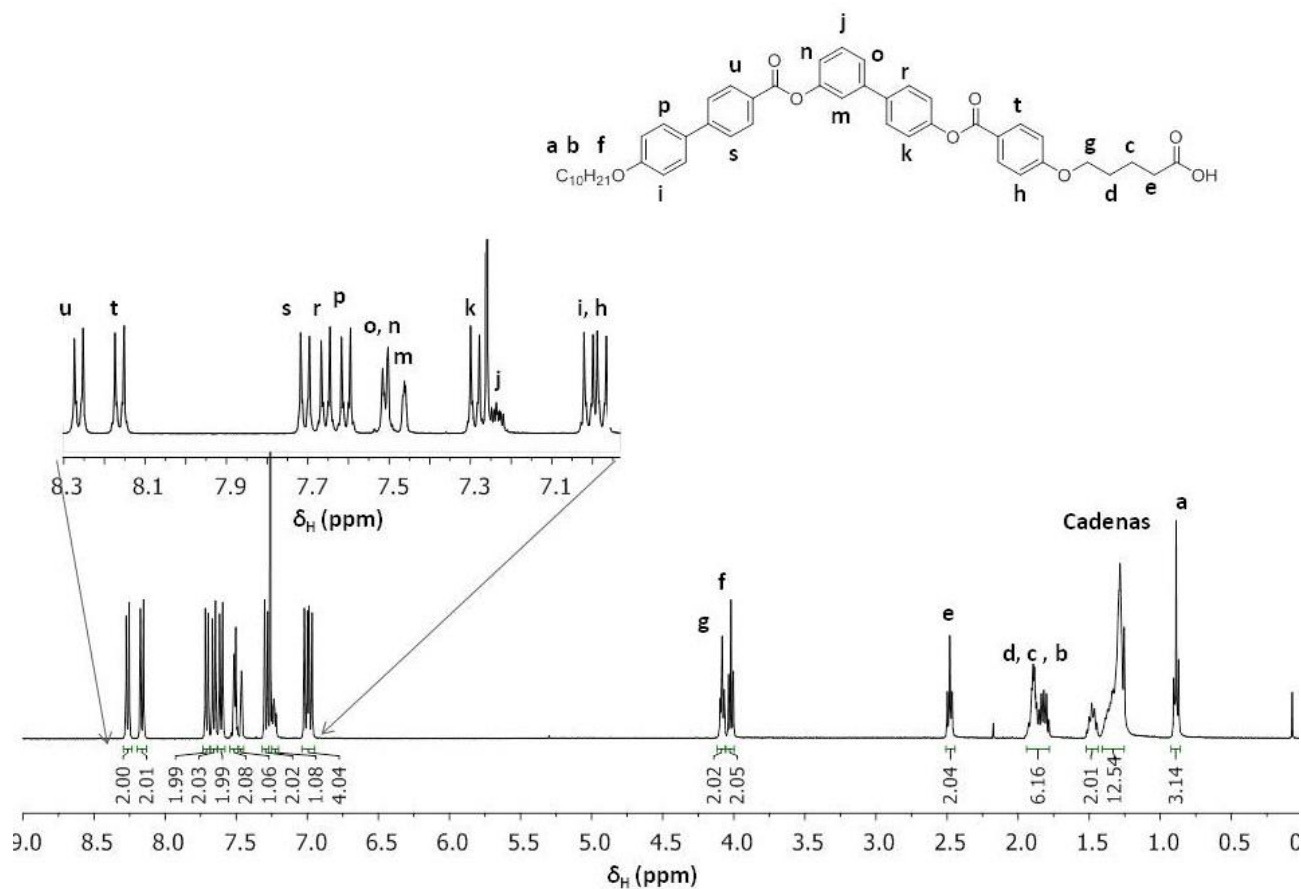
3. CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO BY-4-10

Figura A.13 Espectro de FTIR del ácido BY-4-10 en pastilla de KBr.

Figura A.14 Espectro de ^1H -RMN (400MHz, CDCl_3) del ácido BY-4-10.

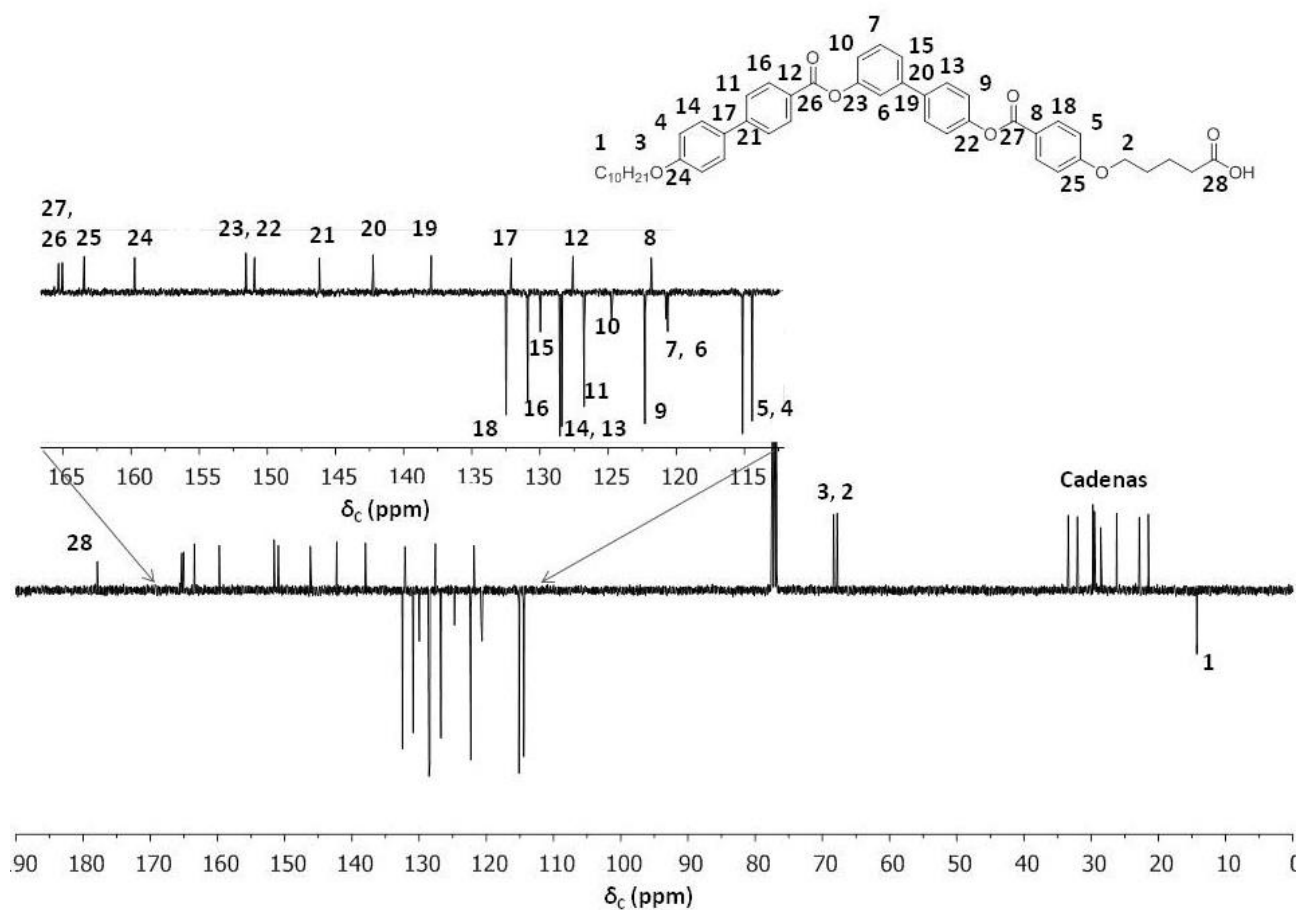


Figura A.15 Espectro de APT (^{13}C -RMN) (100MHz, CDCl_3) del ácido BY-4-10.

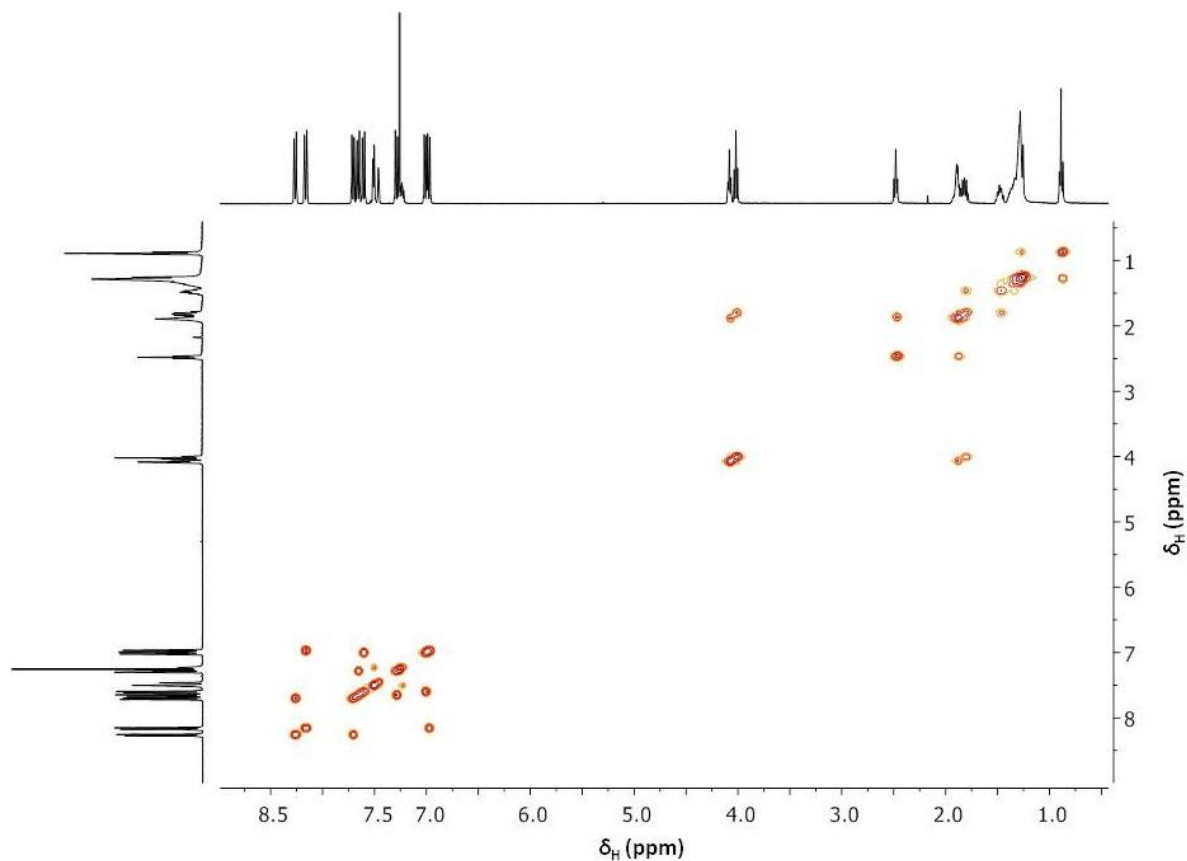


Figura A.16 Espectro COSY del ácido BY-4-10 en CDCl_3 .

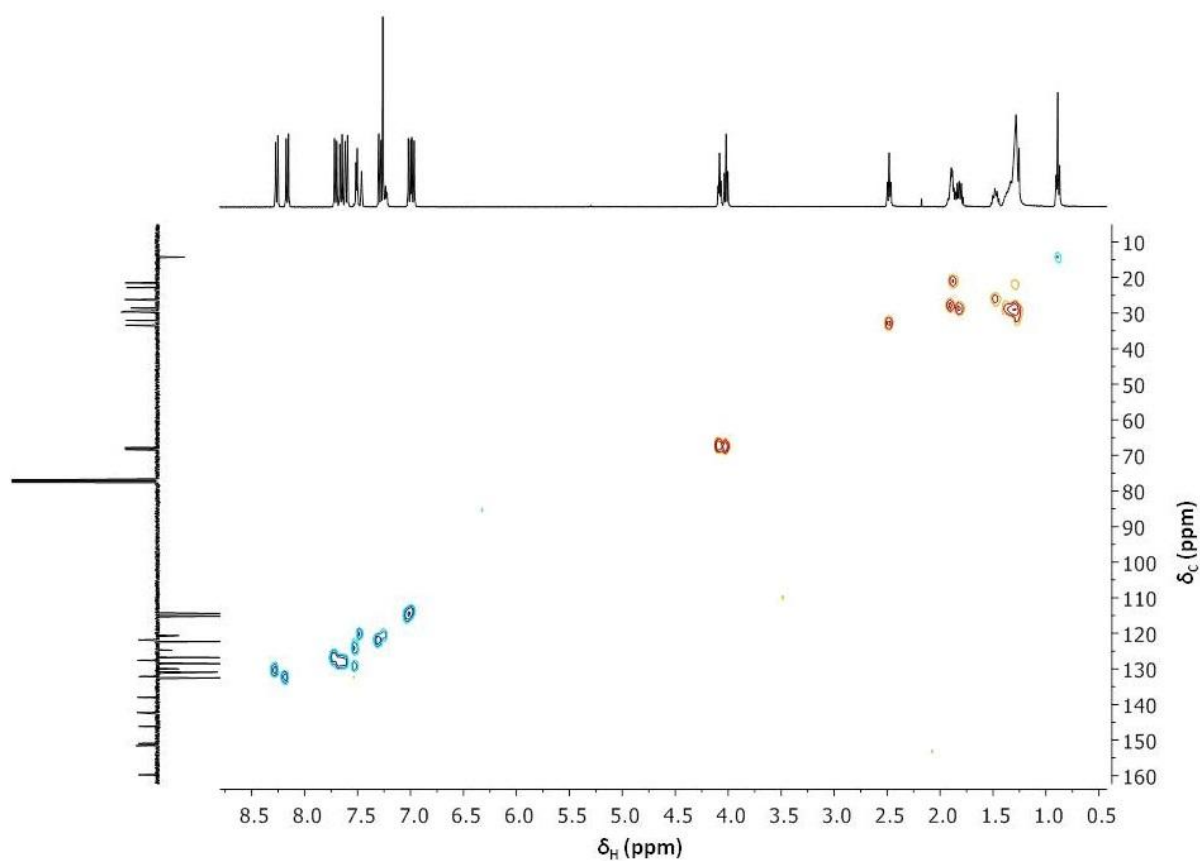


Figura A.17 Espectro HSQC del ácido BY-4-10 en CDCl_3 .

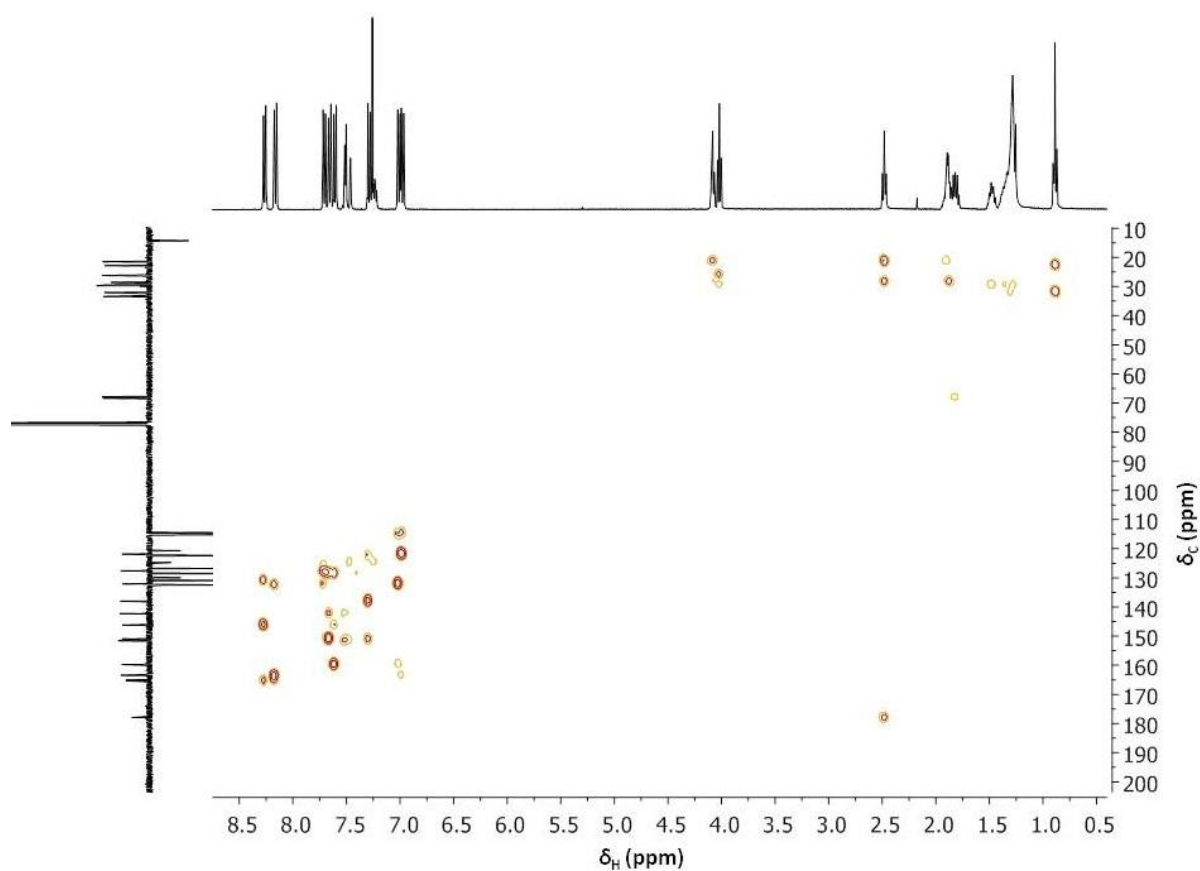


Figura A.18 Espectro HMBC del ácido BY-4-10 en CDCl_3 .

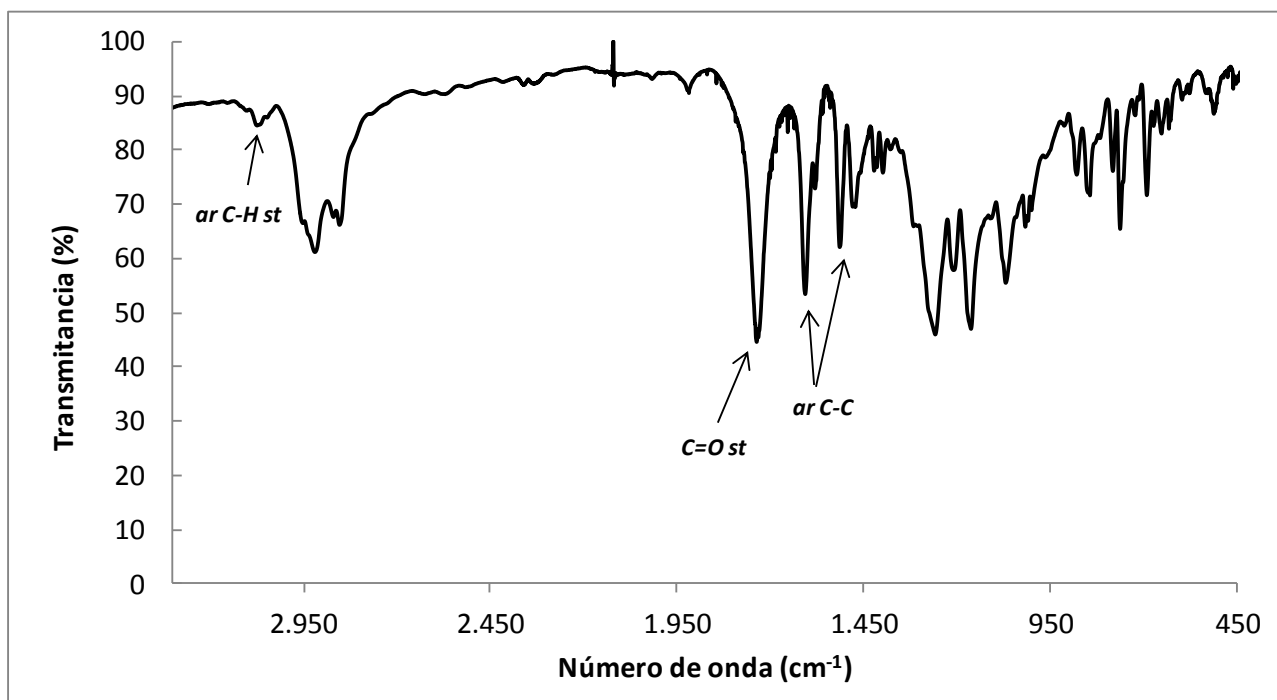
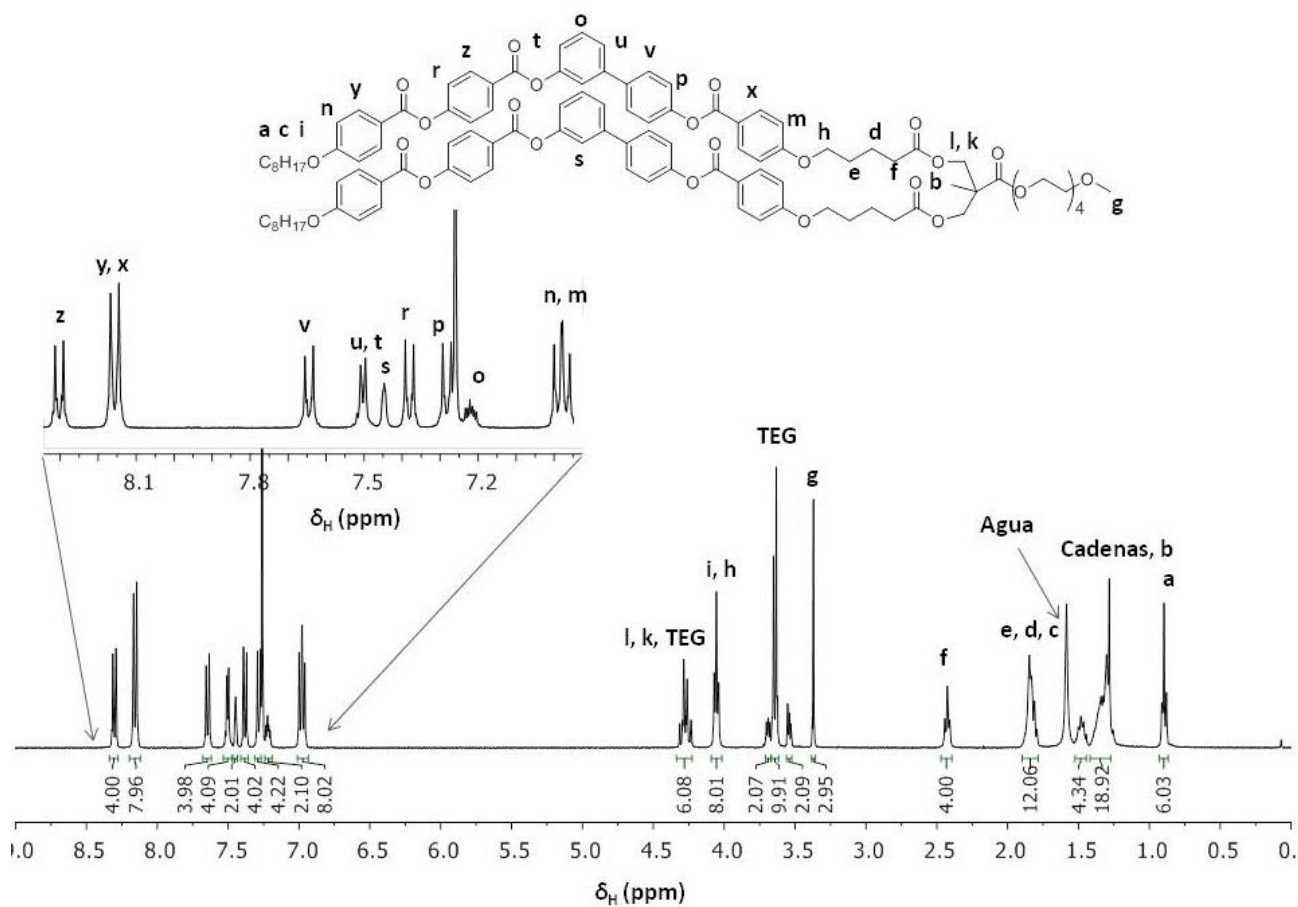
4. CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO TEG-BF-4-8

Figura A.19 Espectro de FTIR del compuesto TEG-BF-4-8 en pastilla de KBr.

Figura A.20 Espectro de ^1H -RMN (400MHz, CDCl_3) del compuesto TEG-BF-4-8.

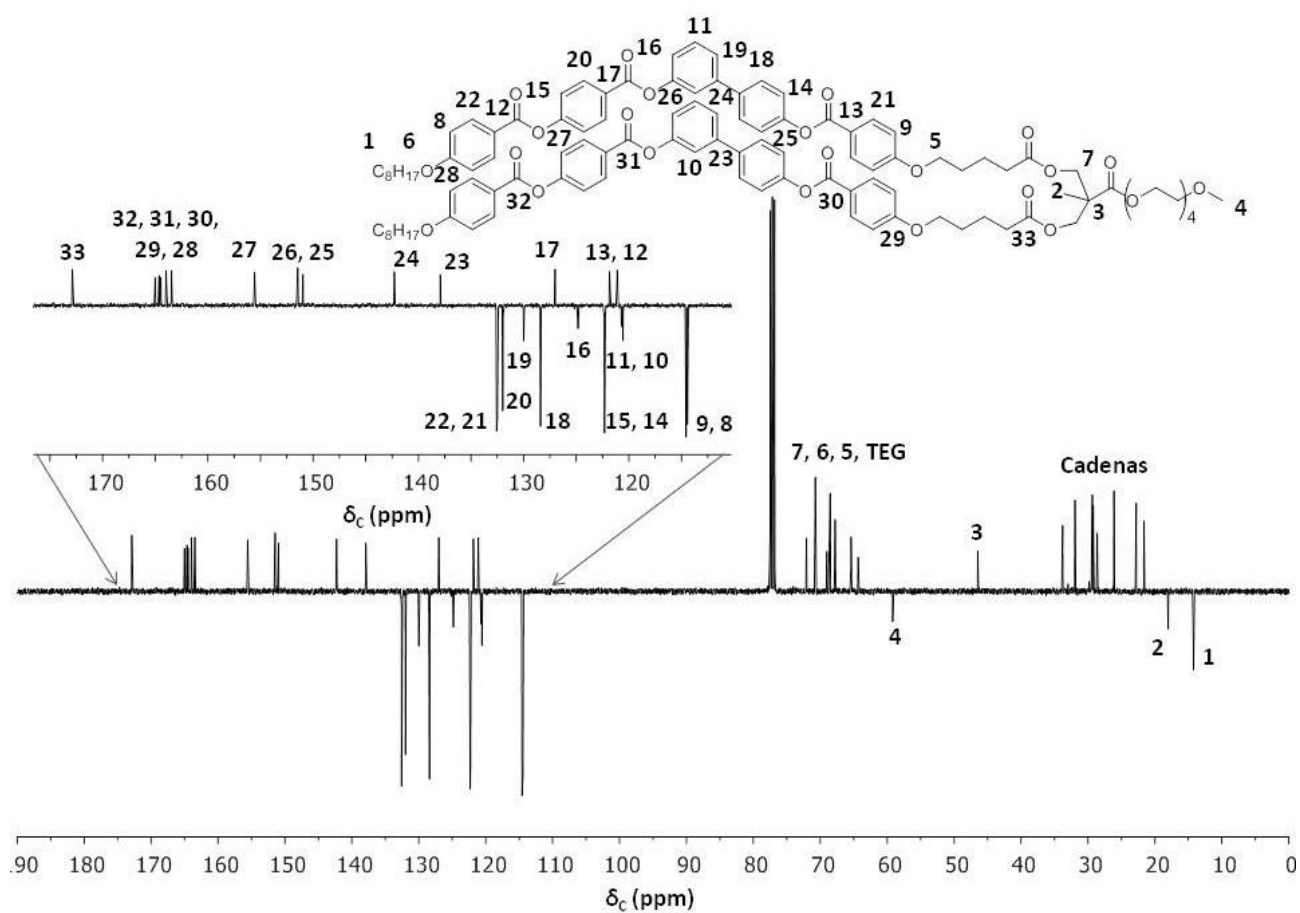


Figura A.21 Espectro de APT (^{13}C -RMN) (100MHz, CDCl_3) del compuesto TEG-BF-4-8

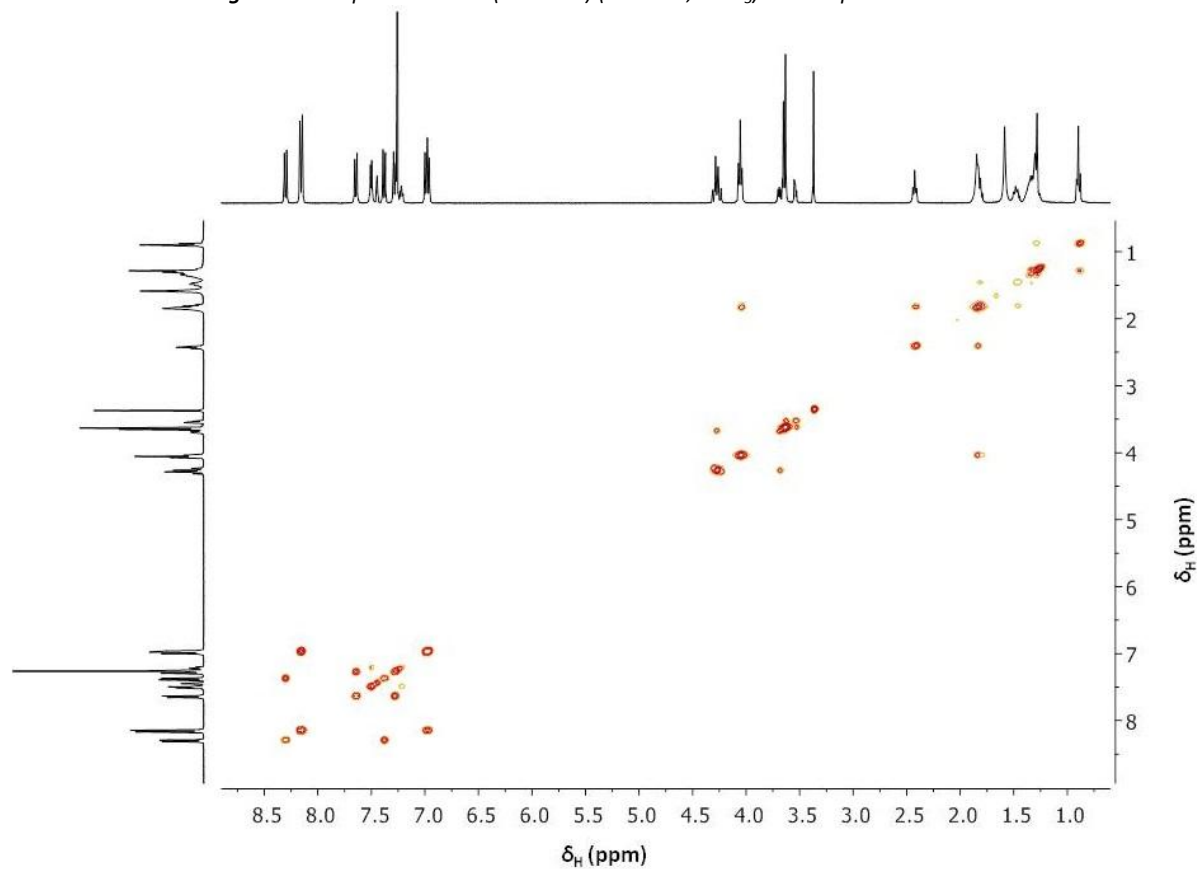


Figura A.22 Espectro COSY del compuesto TEG-BF-4-8 en CDCl_3

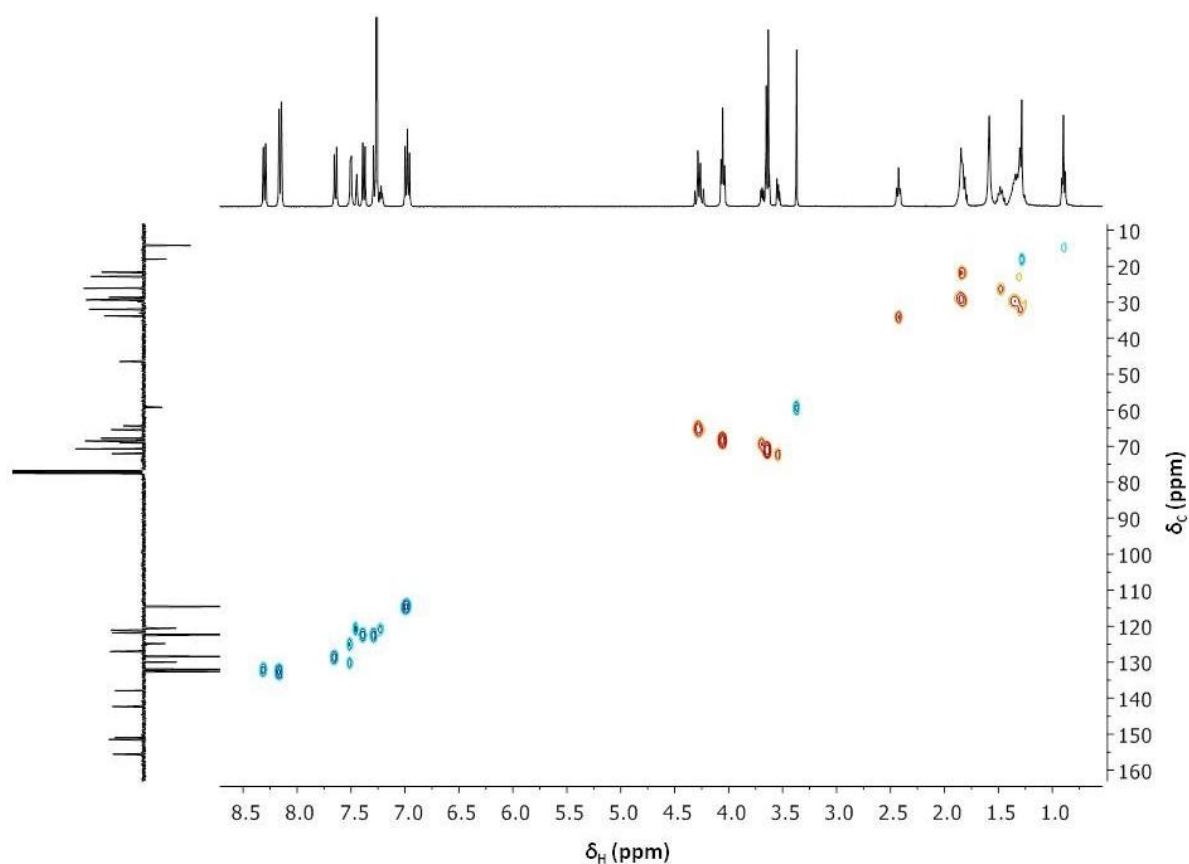


Figura A.23 Espectro HSQC del compuesto TEG-BF-4-8 en CDCl_3 .

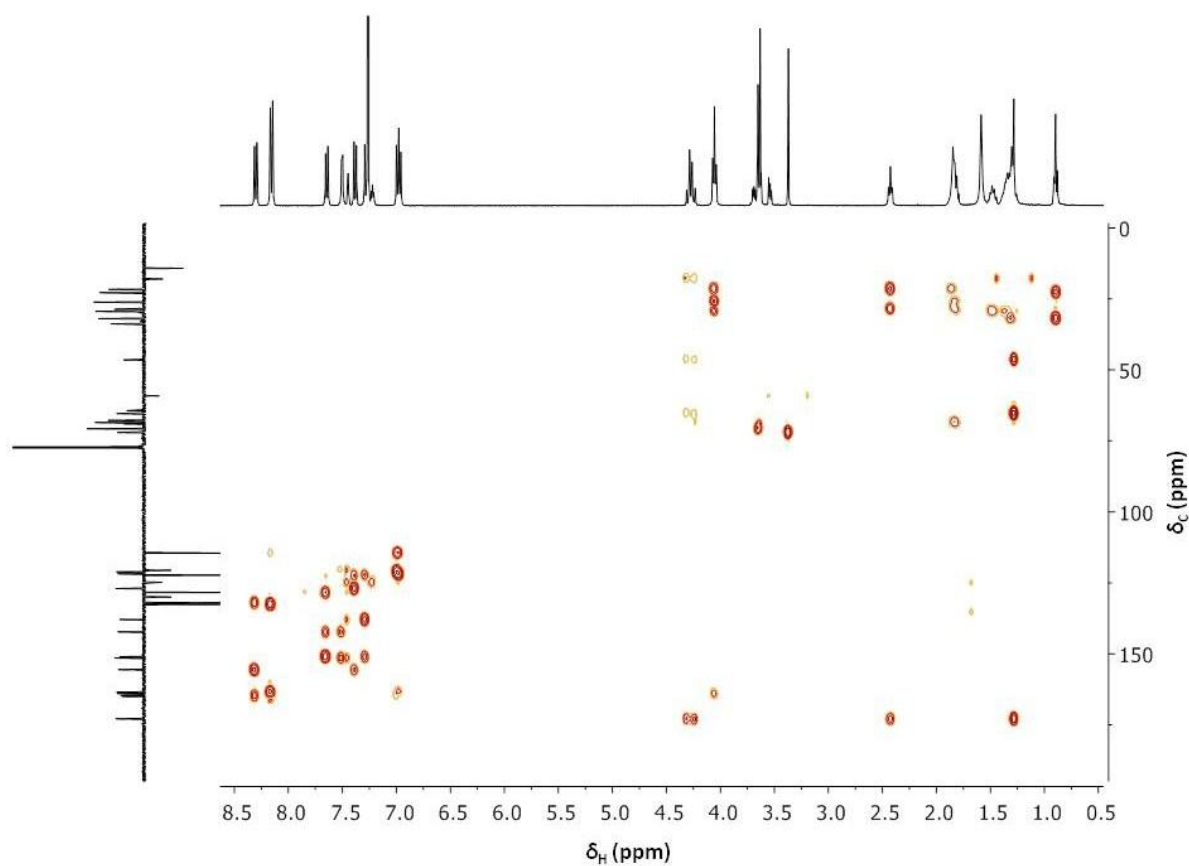


Figura A.24 Espectro HMBC del compuesto TEG-BF-4-8 en CDCl_3 .

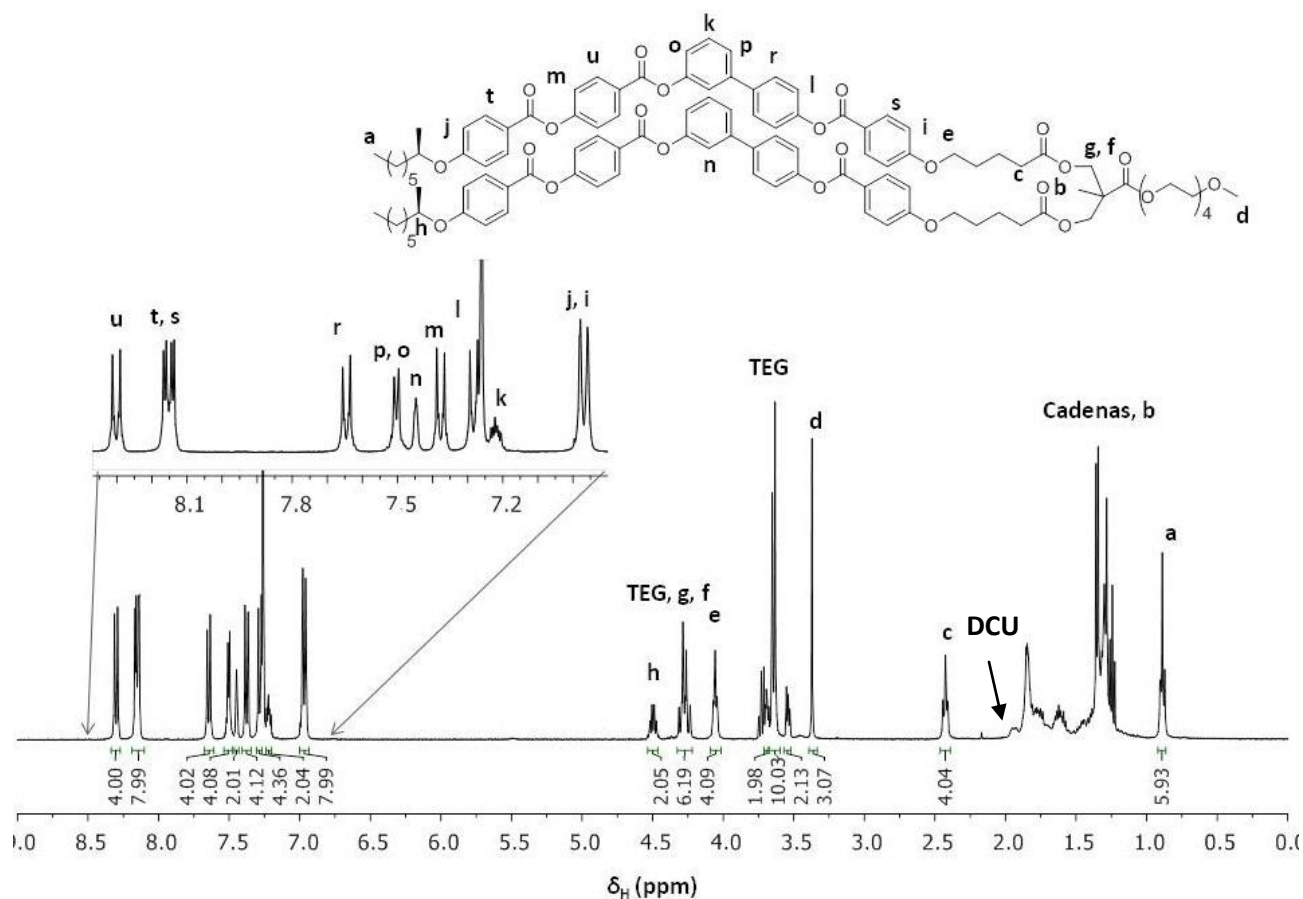
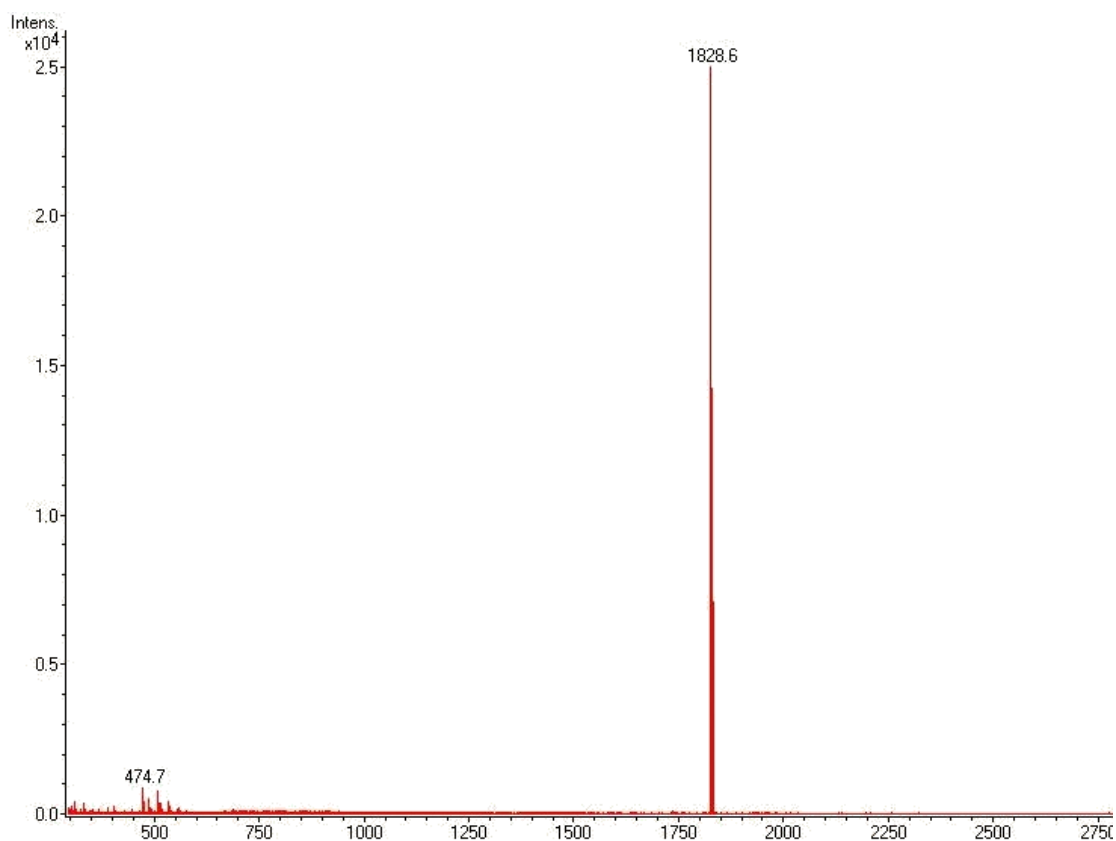
5. CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO TEG-BF-4-8*Figura A.25 Espectro de ^1H -RMN (400MHz, CDCl_3) del compuesto TEG-BF-4-8*.

Figura A.26 Espectro MALDI-MS (ditrano/TFNa) del compuesto TEG-BF-4-8*.

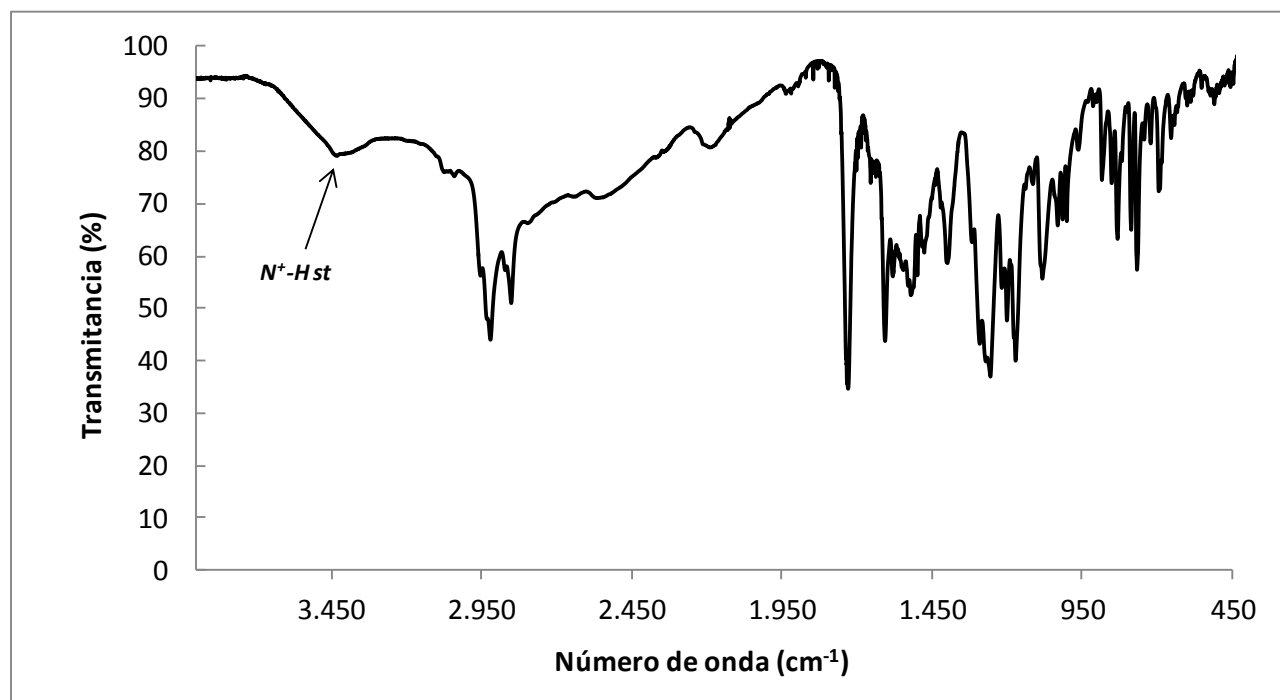
6. CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO PPI-BY-4-10

Figura A.27 Espectro de FTIR del dendrímero iónico PPI-BY-4-10 en pastilla de KBr.

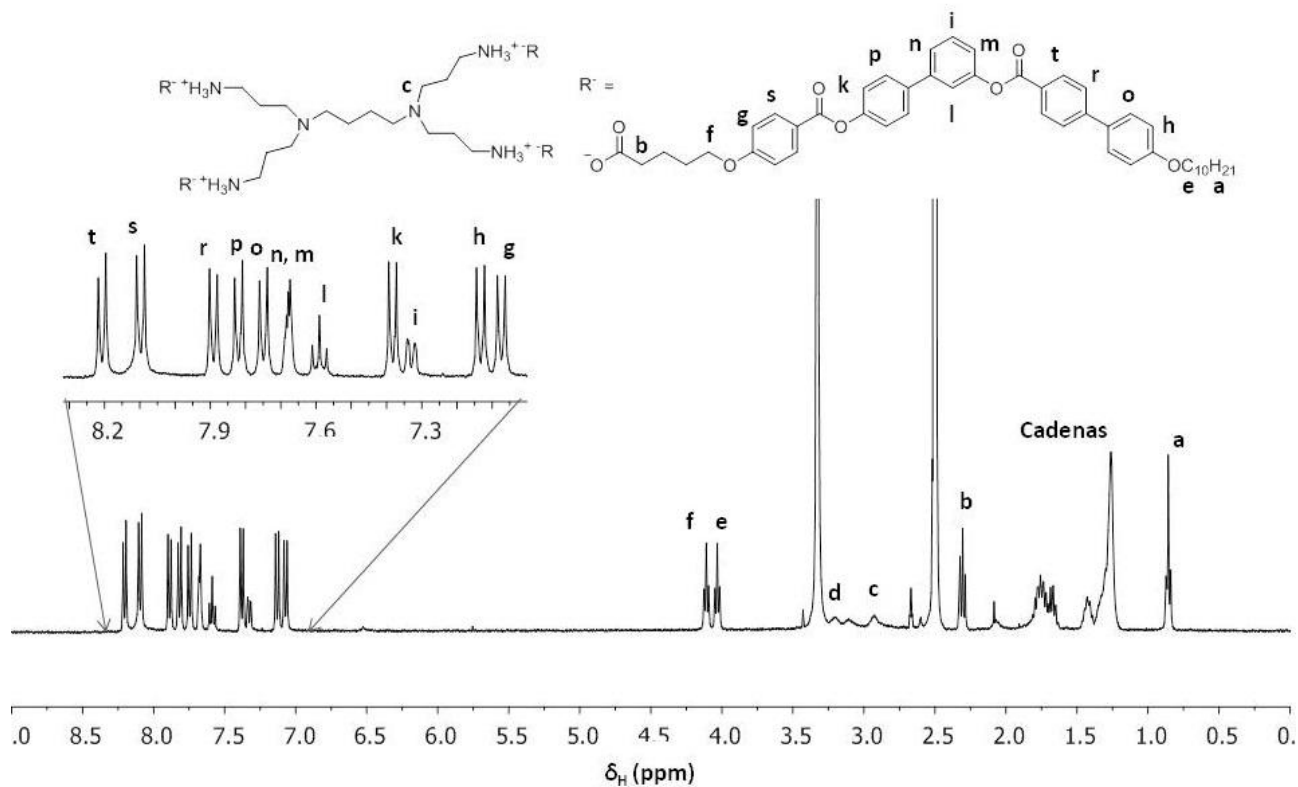


Figura A.28 Espectro de ^1H -RMN (400MHz, DMSO-d^6) del dendrímero iónico PPI-BY-4-10.

A.3 TÉCNICAS EXPERIMENTALES E INSTRUMENTOS

ESPECTROSCOPIA IR. Se ha utilizado el espectrofotómetro FTIR Thermo Nicolet Avatar 360 utilizando para la mayoría de los productos pastillas de KBr, preparadas al 1% en peso de producto. Los espectros de IR de productos aceitosos, se han realizado directamente sobre pastillas de NaCl, o mezclándolos con Nujol.

ESPECTROSCOPIA RMN-Monodimensional (^1H -RMN y ^{13}C -RMN), RMN-Bidimensional (^1H - ^1H COSY, ^{13}C - ^1H HSQC, ^{13}C - ^1H HMBC). Espectros realizados en los instrumentos de RMN de Bruker Avance 400 (registrando a 400 MHz para ^1H y 100 MHz para ^{13}C).

ESPECTROMETRÍA DE MASAS. Se han realizado utilizando un espectrómetro MALDI+/TOF Bruker Microflex con un láser de nitrógeno de 337, y utilizando como matriz Ditranol.

ANÁLISIS ELEMENTAL. Se han realizado con un microanalizador Perkin Elmer CHN2400.

MICROSCOPIA ÓPTICA DE LUZ POLARIZADA (MOP). Con esta técnica se han podido observar las diferentes texturas de los cristales líquidos estudiados. Para ello se ha utilizado un microscopio Olympus BH-2 con polarizadores acoplados. Para los barridos y control de la temperatura se ha usado una platina calefactora Linkam TMS91 conectada a un controlador de temperatura. Las fotografías se han realizado utilizando una cámara Olympus DP-12 y registradas con el software DP-soft de Olympus.

TERMOGRAVIMETRÍA (TGA). En estos análisis se determina la pérdida de masa en función de la temperatura. Y se han realizado utilizando una termobalanza Q5000IR de TA Instruments trabajando a una velocidad de 10°C/min bajo atmósfera de nitrógeno. A partir de 600°C, la atmósfera de nitrógeno se reemplaza por aire.

CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC). En estos análisis se observan las temperaturas de transición de fase, como las variaciones entálpicas relacionadas con estas. Los análisis se han realizado con el equipo DSC Q20 de TA Instruments. Para realizar la medida se utilizan muestras en polvo en cápsulas de aluminio selladas, a una velocidad de 10°C/min y bajo atmósfera de nitrógeno.

ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE (UV-VIS.) Esta técnica se ha utilizado para la preparación de los agregados supramoleculares en agua y en dodecandio, midiendo turbidimetría. Se han realizado en el espectrofotómetro UV4-200 de ATI-UNICAM, utilizándose cubetas de cuarzo HELLMA de 10 mm de ancho. Equipo del Departamento de Química Orgánica de la Universidad de Zaragoza.

MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM). Estos estudios se han realizado en el equipo TECNAI G² 20 (FEI COMPANY) del Laboratorio de Microscopia Avanzada (LMA) del “Instituto de Nanociencia de Aragón” (INA).

A.4 TERMOGRAMAS DE DSC

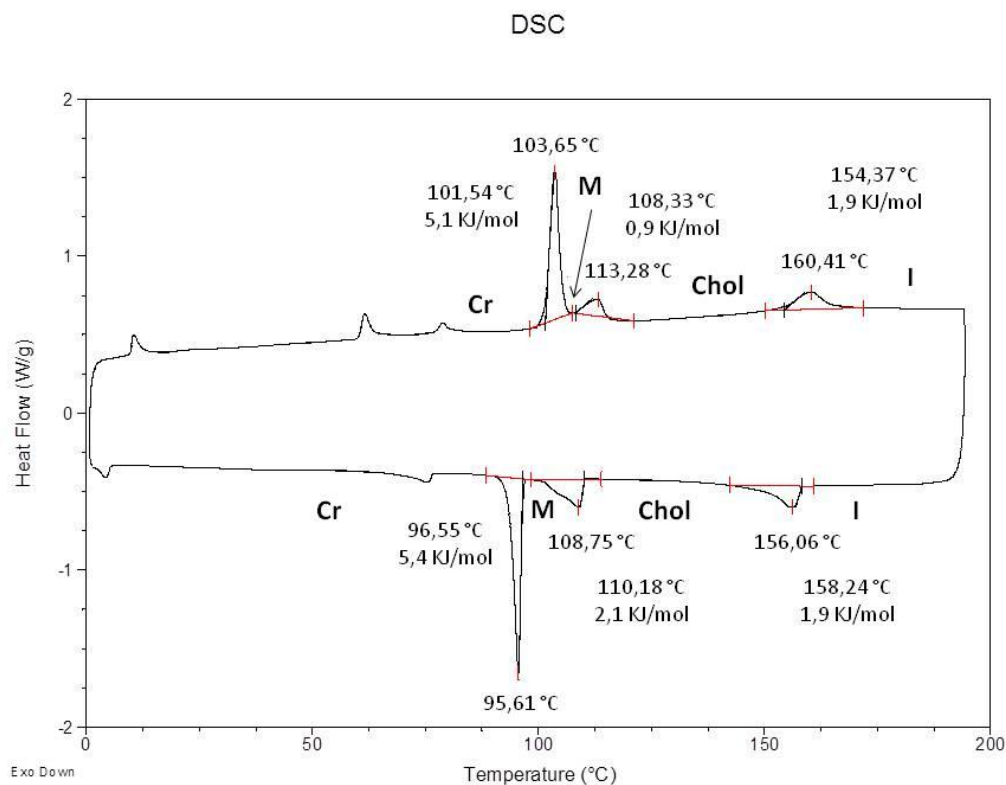


Figura A.29 Análisis de DSC (2º ciclo) del compuesto 5 (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

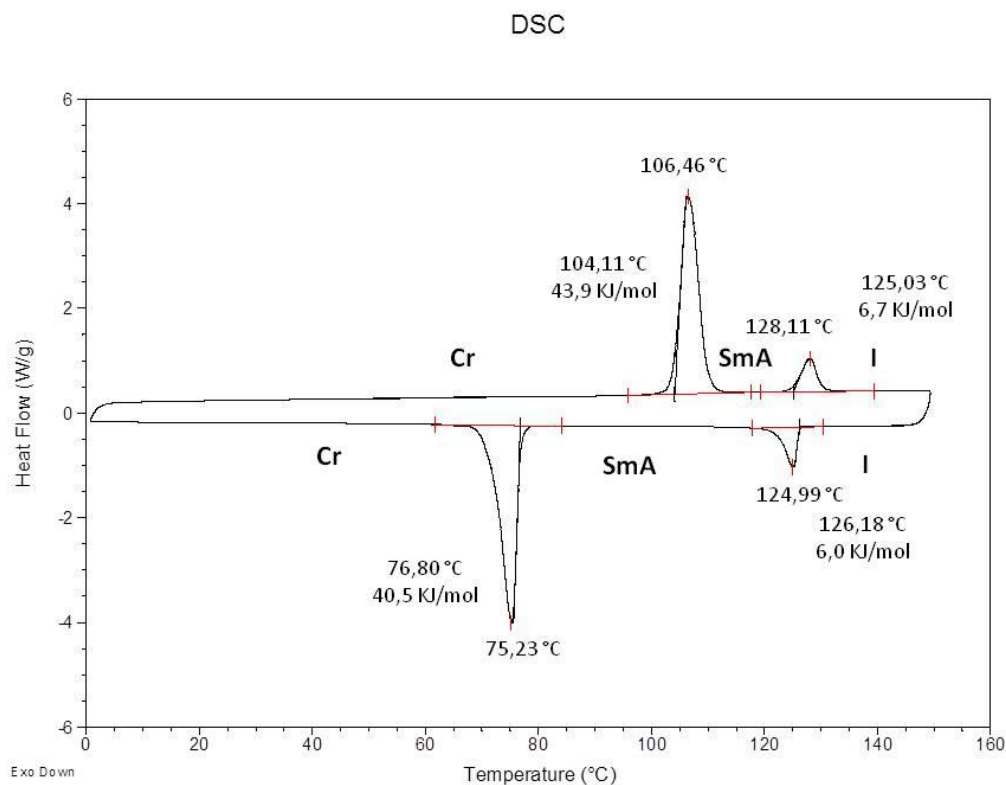


Figura A.30 Análisis de DSC (2º ciclo) del compuesto 16 (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

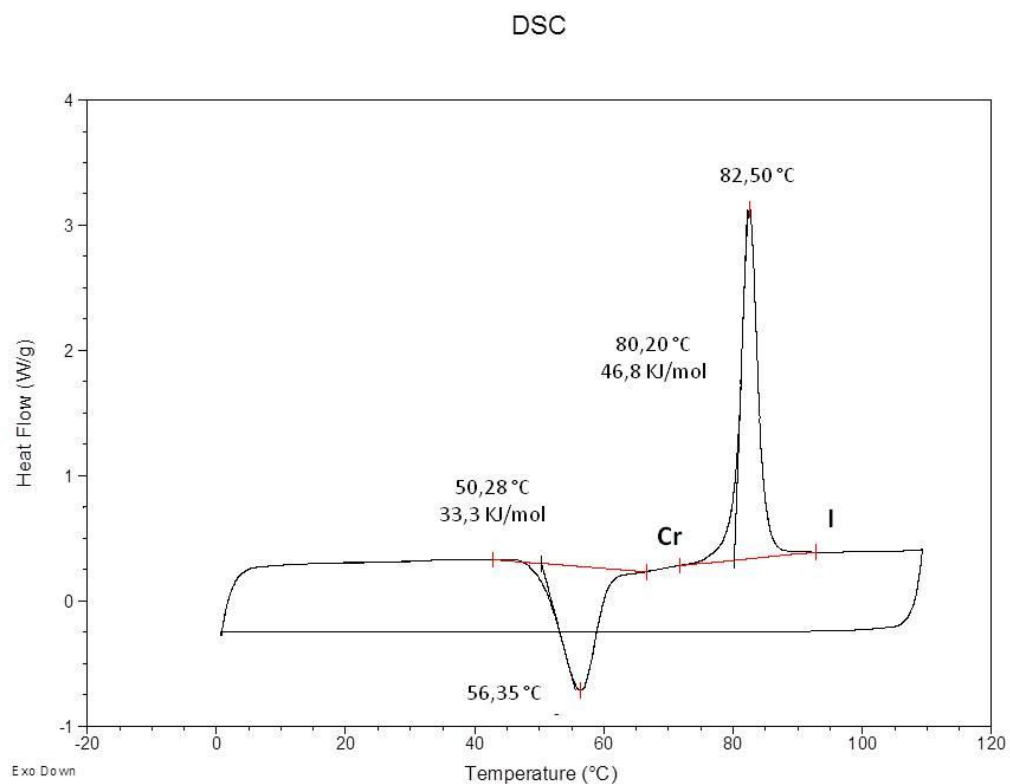


Figura A.31 Análisis de DSC (2º ciclo) de BF-4-8*-Bn (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

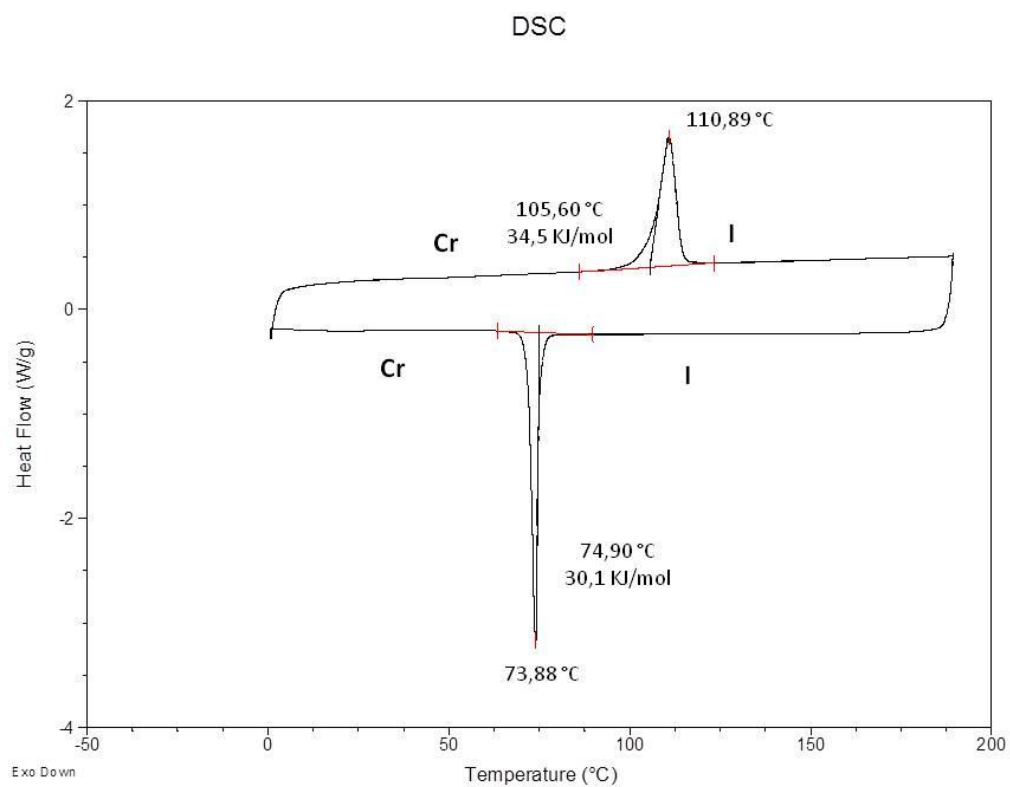


Figura A.32 Análisis de DSC (2º ciclo) de BF-4-8* (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

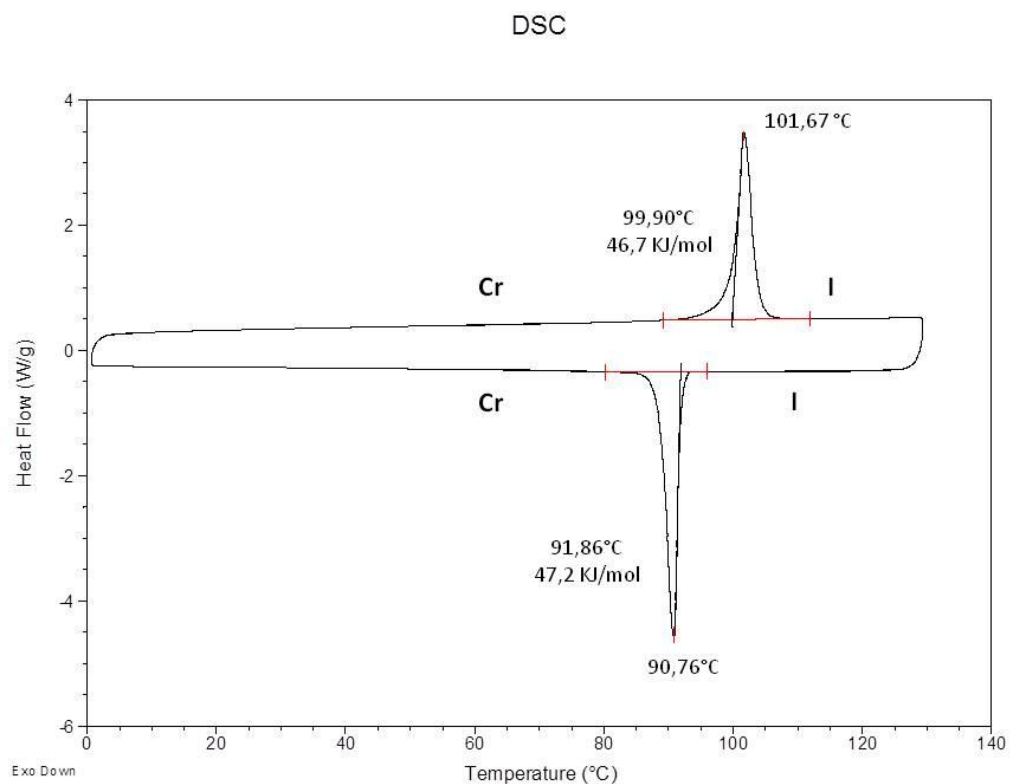


Figura A.33 Análisis de DSC (2º ciclo) de BY-4-10-Bn (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

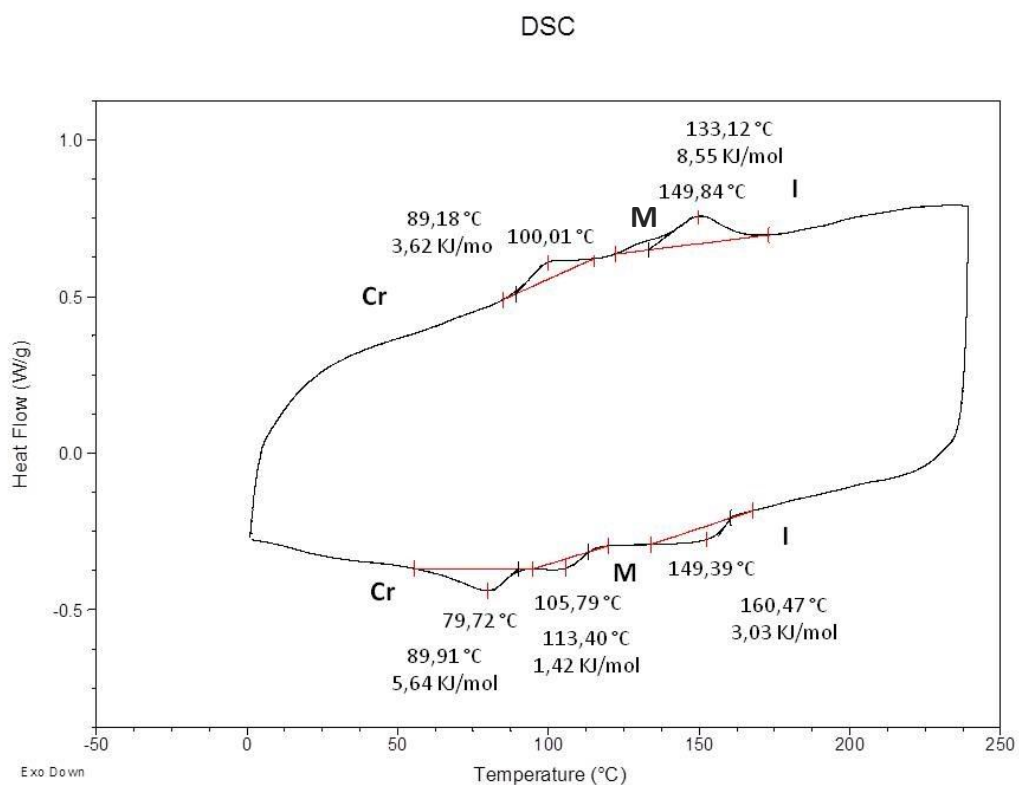


Figura A.34 Análisis de DSC (2º ciclo) de BY-4-10 (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

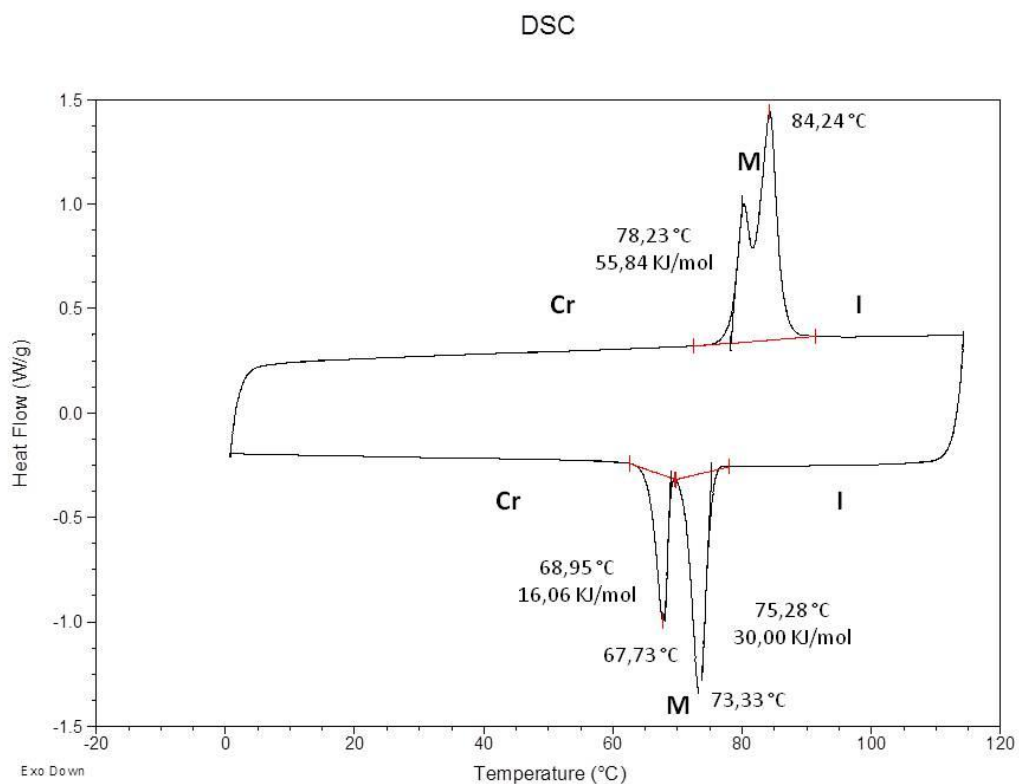


Figura A.35 Análisis de DSC (2º ciclo) de TEG-BF-4-8 (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

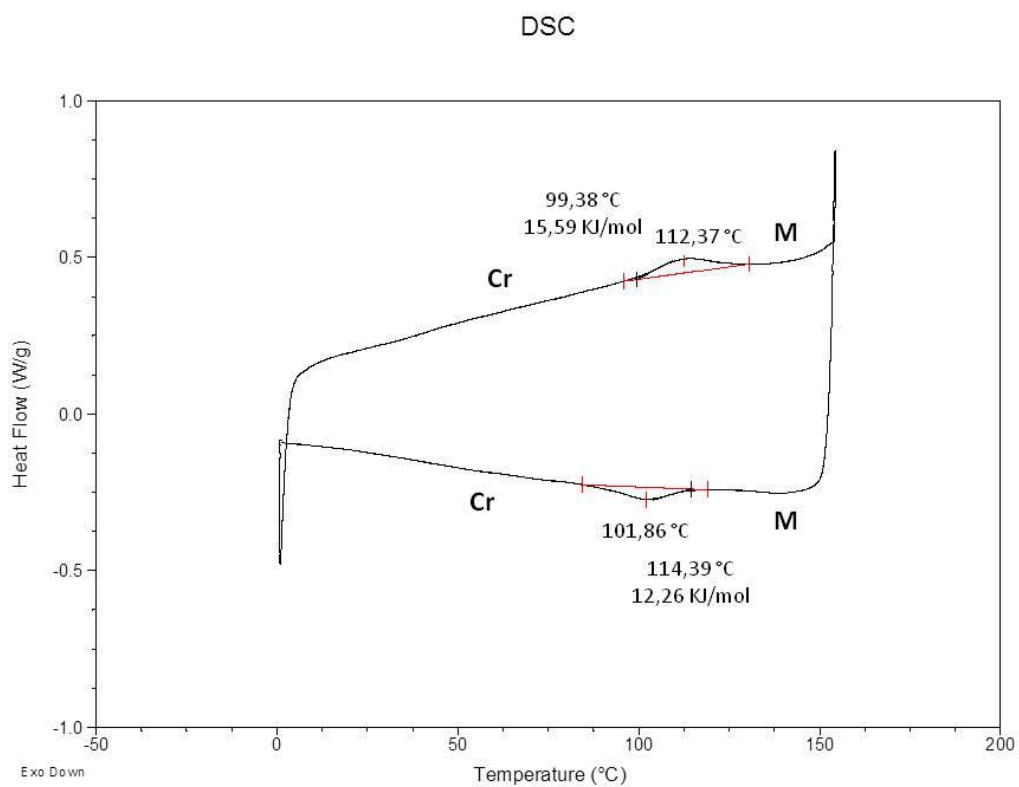


Figura A.36 Análisis de DSC (2º ciclo) de PPI-BY-4-10 (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

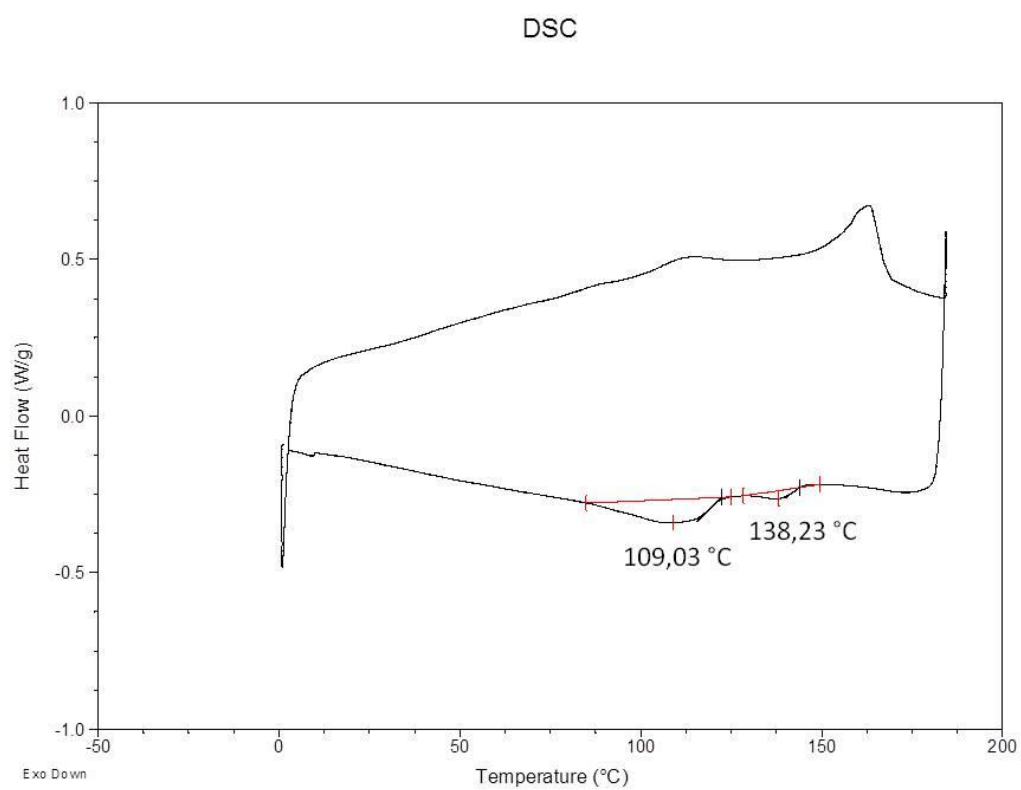


Figura A.37 Análisis de DSC (3º ciclo) de PPI-BY-4-10 (velocidad de barrido de T: 10°C/min).

A.5 TEXTURAS CRISTAL LÍQUIDO POR MICROSCOPIA ÓPTICA

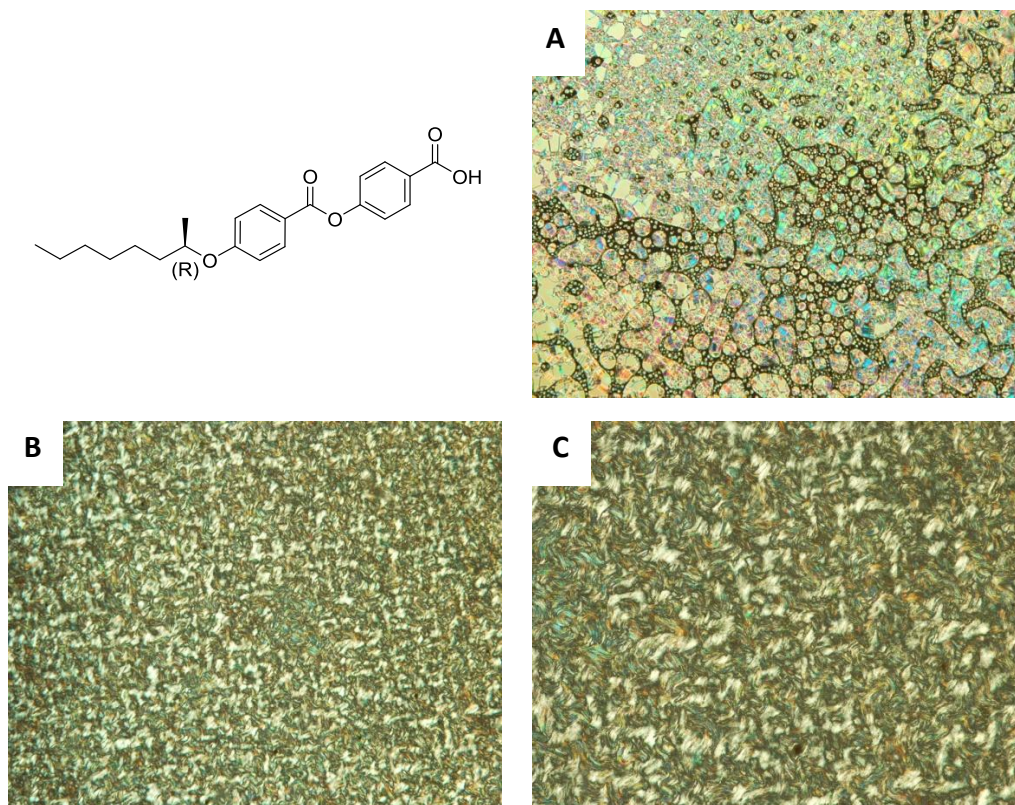


Figura A.38. Mesofases del compuesto 5. A) Fotografía (x10) de la textura observada en el MOP de la formación de la Chol en el enfriamiento, $T = 158^{\circ}\text{C}$. B) Fotografía (x10) de la textura observada en el MOP de M en el enfriamiento, $T = 113^{\circ}\text{C}$. C) Fotografía (x20) de la textura observada en el MOP de M en el enfriamiento, $T = 113^{\circ}\text{C}$.

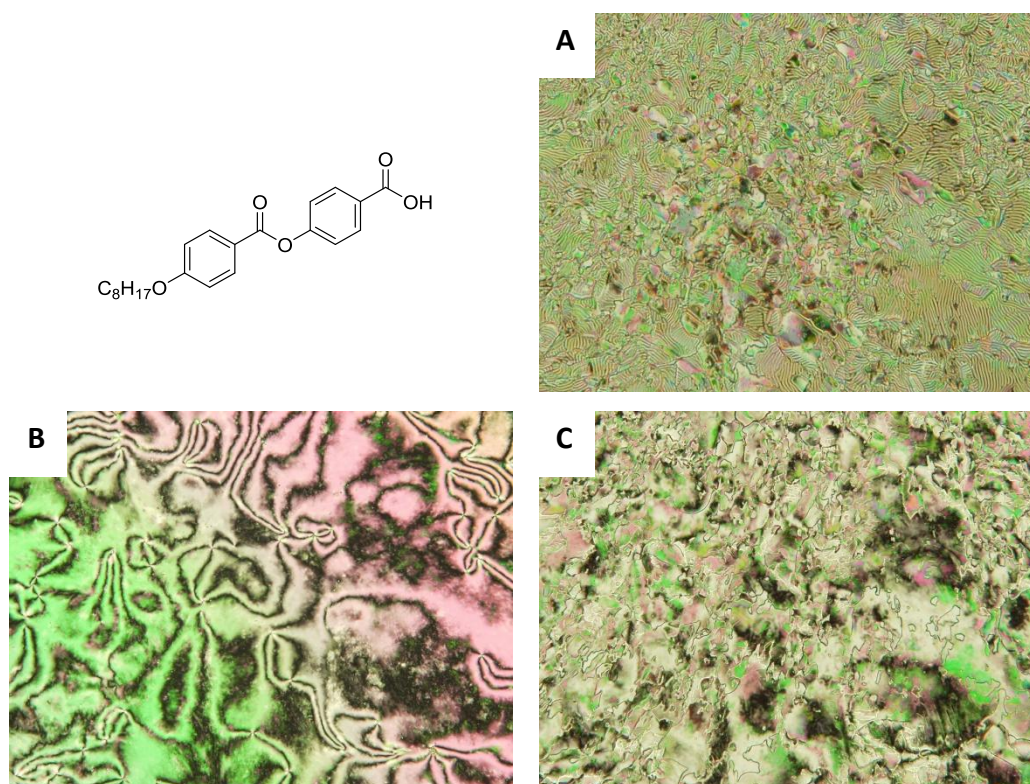


Figura A.39. Mesofases del compuesto 6. A) Fotografía (x10) de la textura observada en el MOP de SmC en el enfriamiento, $T = 167^{\circ}\text{C}$. B) Fotografía (x10) de la textura observada en el MOP de N en el enfriamiento, $T = 223^{\circ}\text{C}$. C) Fotografía (x10) de la textura observada en el MOP de SmC en el enfriamiento, $T = 183^{\circ}\text{C}$.