

SÍNTESIS DE NUEVOS COLORANTES ORGÁNICOS PARA SU APLICACIÓN EN CELDAS SOLARES DE TERCERA GENERACIÓN

Laura Gracia Marcén

Trabajo de Fin de Grado - Anexos
Departamento de Química Orgánica
Facultad de Ciencias
Universidad de Zaragoza
Septiembre 2015

1. Anexo

7. Anexo

7.1. Instrumentación

Los puntos de fusión se han medido en un Gallekamp y no están corregidos.

Los espectros de IR se han realizado en un espectrofotómetro Perkin Elmer 1600FT en pastilla de KBr, y las vibraciones se expresan en nº de onda (cm^{-1}).

Los espectros de resonancia magnética nuclear se han registrado en un Bruker AV-300, a 300 MHz para ^1H -RMN y a 100 MHz para ^{13}C -RMN, o en un Bruker ARX-300, a 300 MHz para ^1H -RMN y a 75 MHz para ^{13}C -RMN, o en un Bruker AV-400, 400 MHz para ^1H -RMN y a 100 MHz para ^{13}C -RMN.

Los espectros MALDI se llevaron a cabo en un Bruker MicroFlex con un láser de nitrógeno, de 3,68 eV, usando ditranol (1,8,9-Antracenotriol) como matriz.

Los espectros de HRMS-ESI+ se han registrado en un Bruker MicroFlex, empleando formiato de sodio como referencia externa.

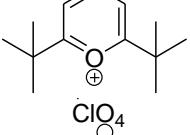
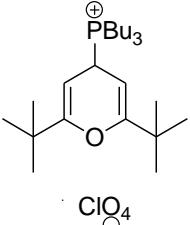
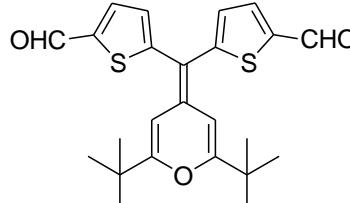
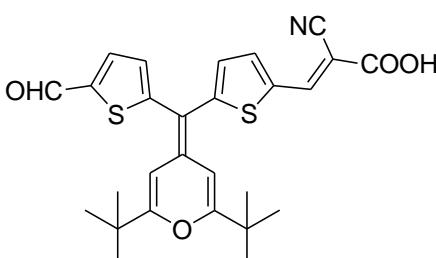
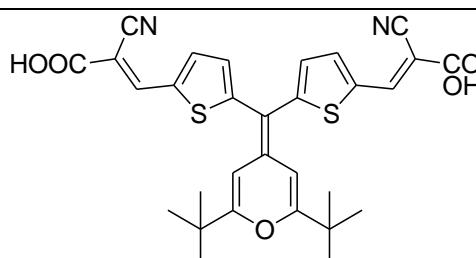
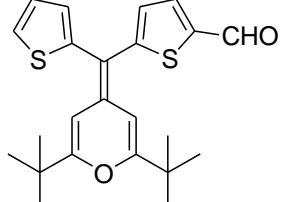
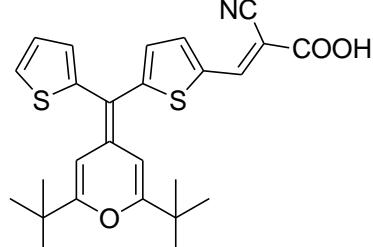
Los espectros ESI de baja resolución se han registrado en un esquire 3000+.

La purificación de los productos finales por cromatografía en columna se ha llevado a cabo empleando una bomba de media presión, modelo Buchi C-605 con controlador C-615 y columnas Buchi de diferentes diámetros.

Los espectros de Voltametría de Pulso Diferencial se han llevado a cabo en un potenciómetro μ -Autolab type III, utilizando como electrodo de trabajo uno de grafito, electrodo de referencia Ag/AgCl y como contraelectrodo uno de platino. Se utilizó como sal de fondo hexafluorofosfato de tetrabutilamonio con una concentración 0.1M en el disolvente de trabajo.

Los espectros de absorción UV-vis se han realizado en un espectrofotómetro UNICAM UV4. Los resultados se expresan en nanómetros (nm).

7.2. Espectros y gráficas

Estructura	Referencia	Espectro	Página
	(1)	^1H -RMN	23
		^{13}C -RMN	23
		IR	24
		MS (ESI $^+$)	24
	(2)	^1H -RMN	25
		^{31}P -RMN	25
		IR	26
		MS (ESI $^+$)	26
	(3)	^1H -RMN	27
		^{13}C -RMN	27
		^1H - ^{13}C HSQC	28
		IR	28
		MS (MALDI)	29
	(4)	^1H -RMN	29
		^{13}C -RMN	30
		^1H - ^1H COSY	30
		IR	31
		MS (ESI $^+$)	31
		UV	32
	(5)	DPV	32
		^1H -RMN	33
		^{13}C -RMN	33
		IR	34
		MS (ESI $^+$)	34
		UV	35
	(6)	DPV	35
		^1H -RMN	36
		^{13}C -RMN	36
		IR	37
		MS (ESI $^+$)	37
	(7)	^1H -RMN	38
		^{13}C -RMN	38
		IR	39
		MS (ESI $^+$)	39
		UV	40
		DPV	40

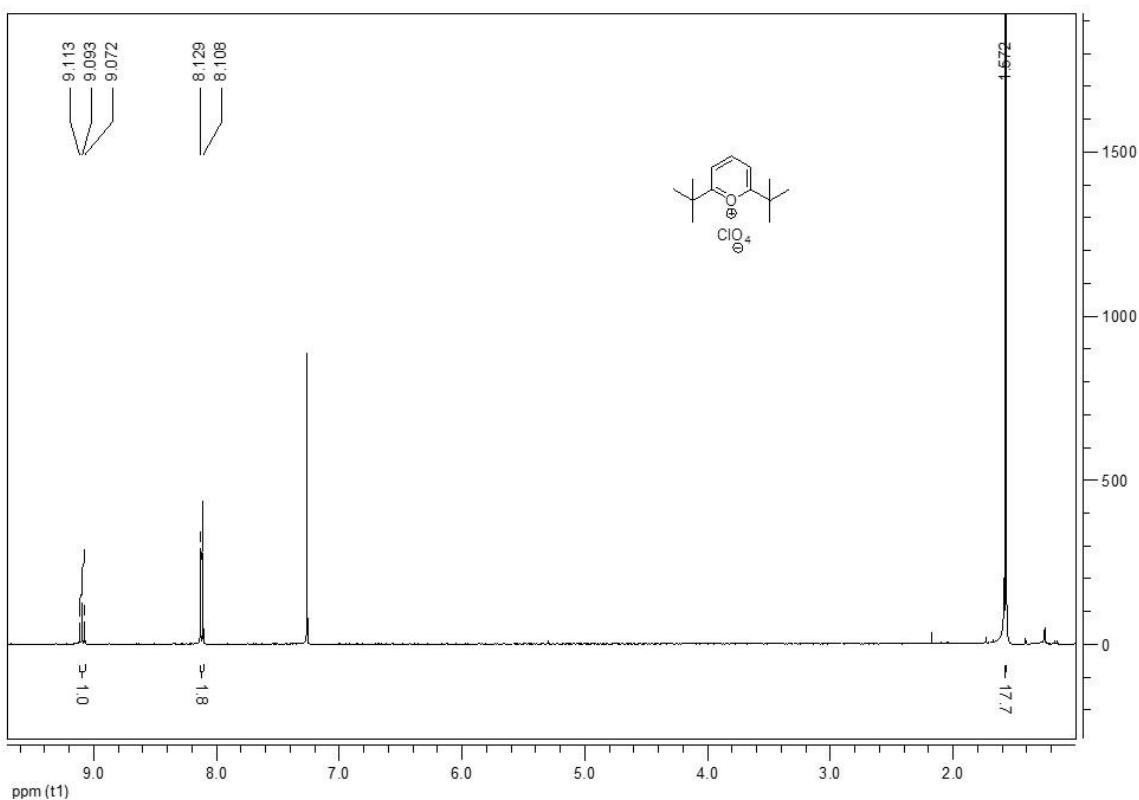


Figura 1: Espectro de ^1H -RMN del compuesto 1.

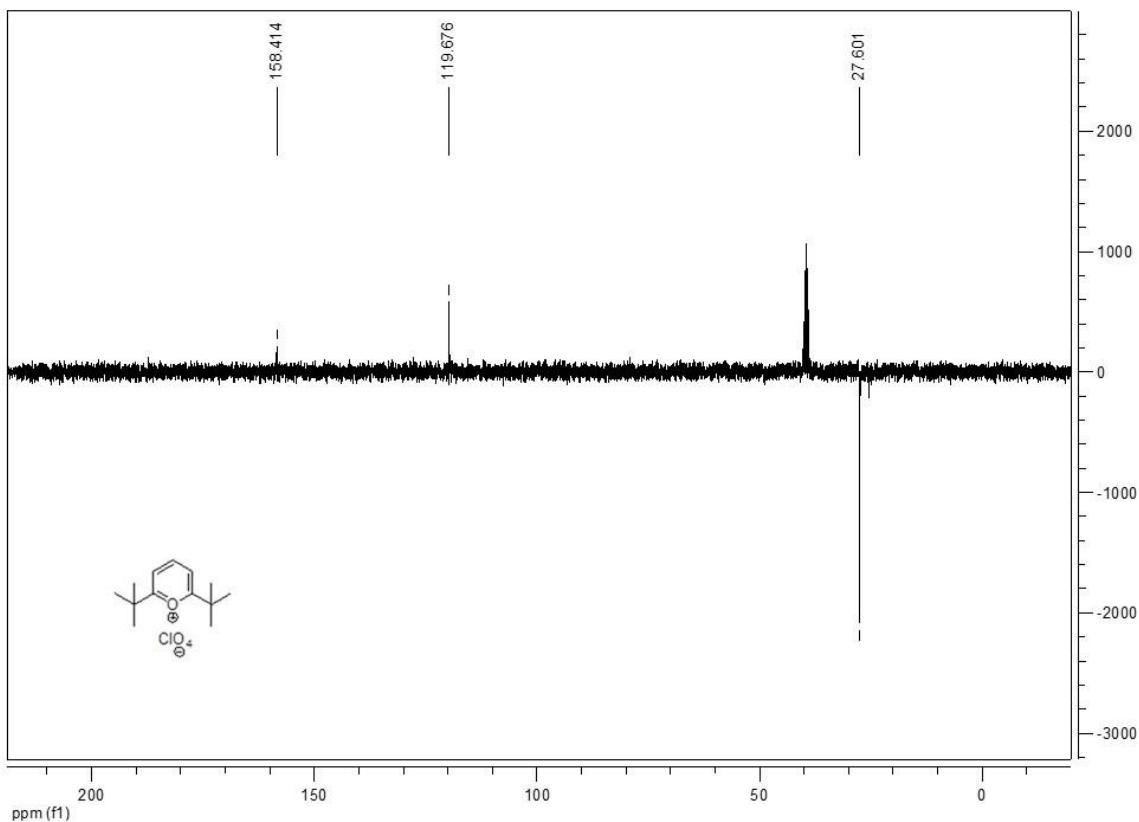


Figura 2: Espectro de ^{13}C -RMN del compuesto 1.

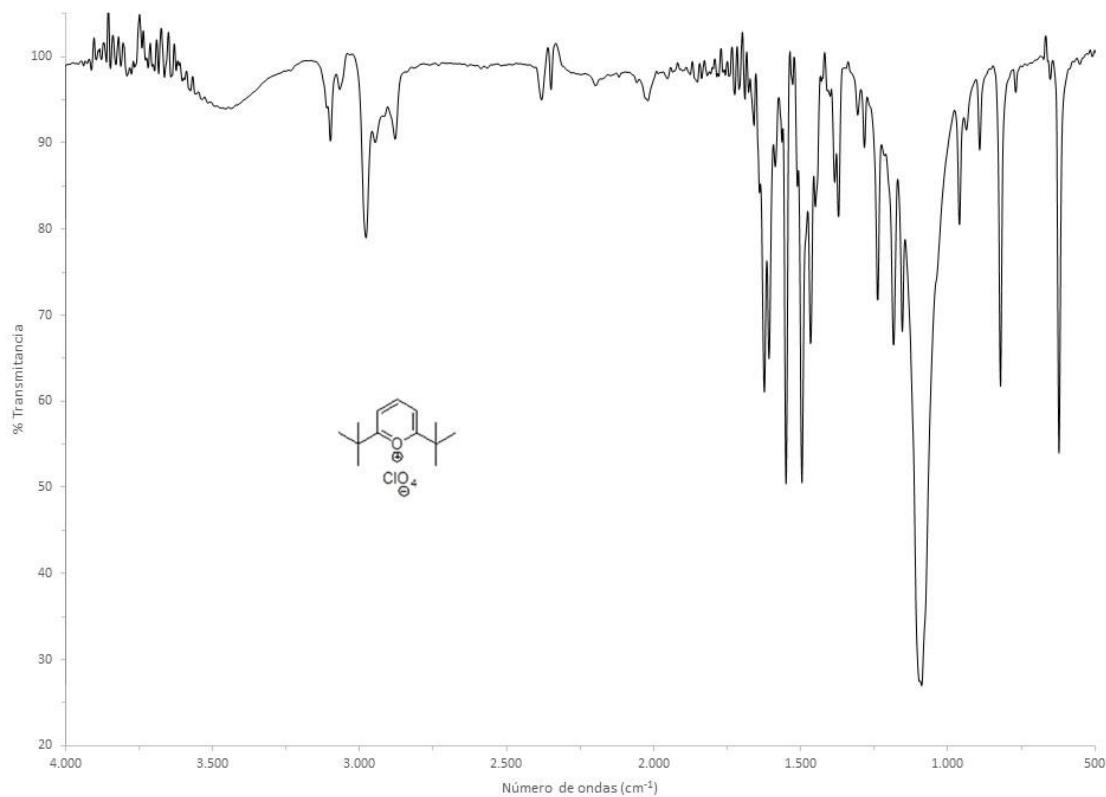


Figura 3: Espectro de IR del compuesto 1.

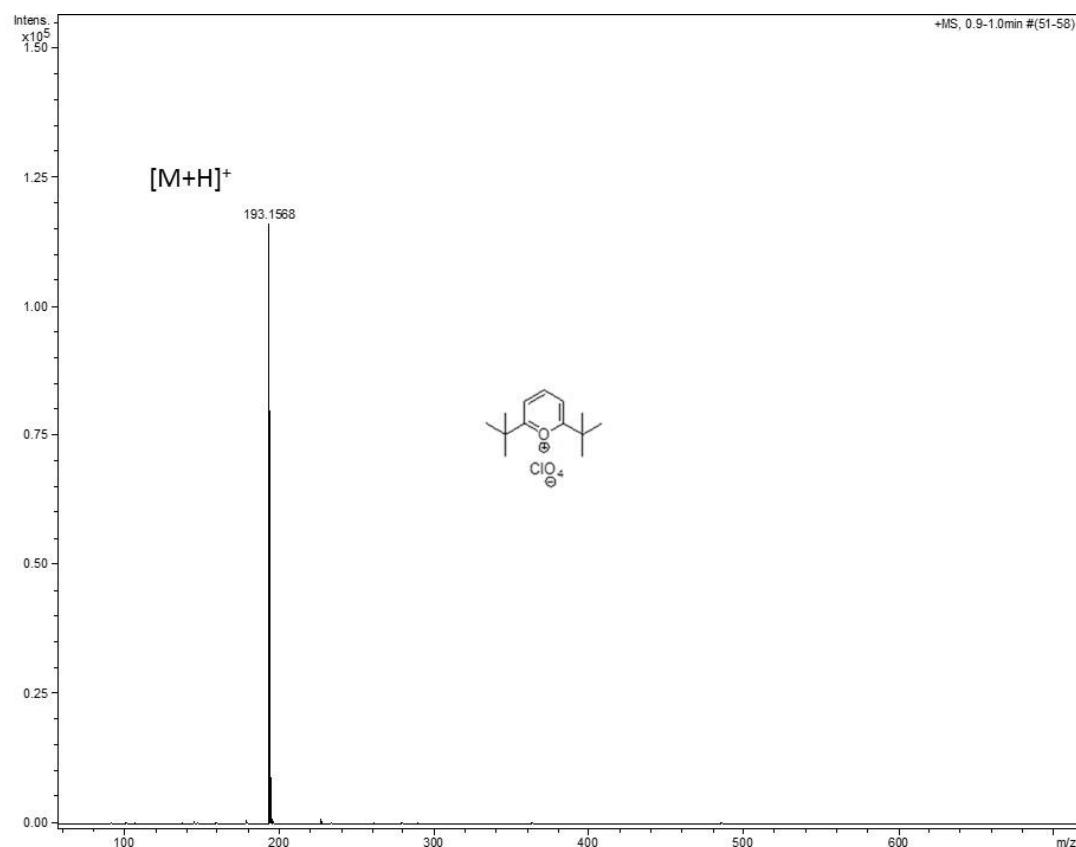


Figura 4: Espectro de MS (ESI⁺) del compuesto 1.

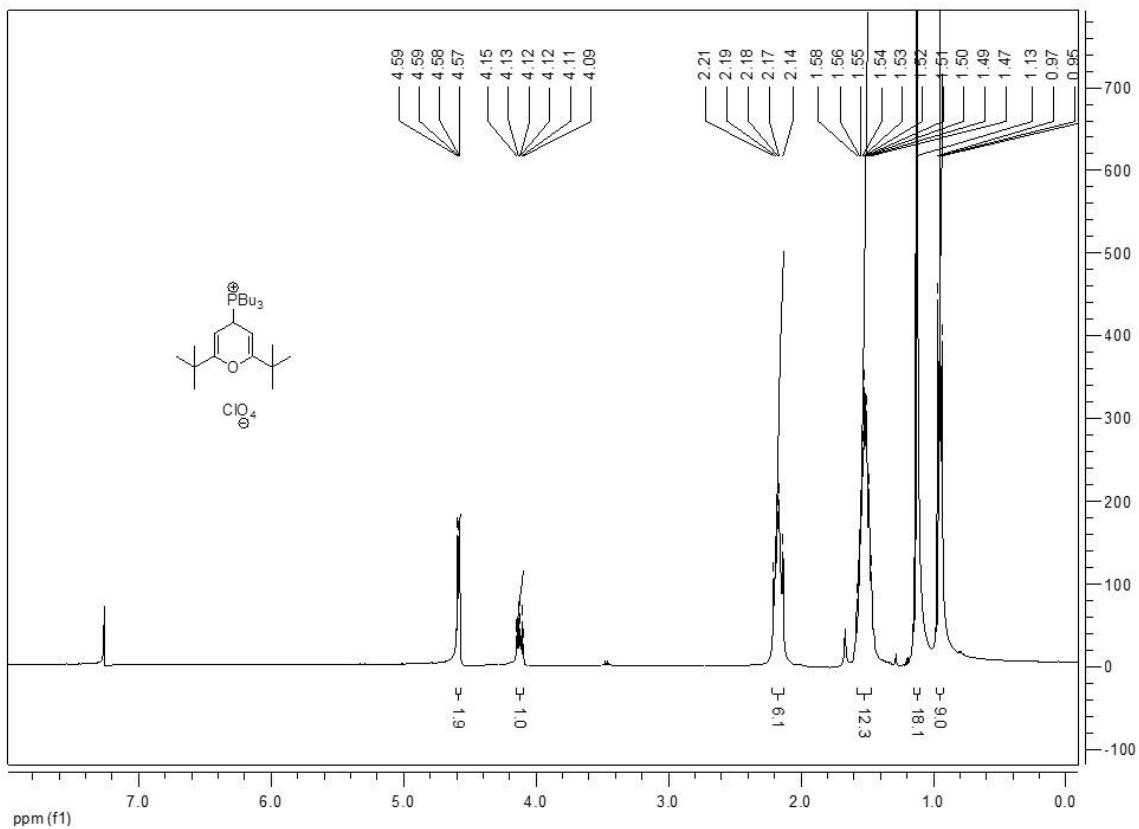


Figura 5: Espectro de ^1H -RMN del compuesto 2.

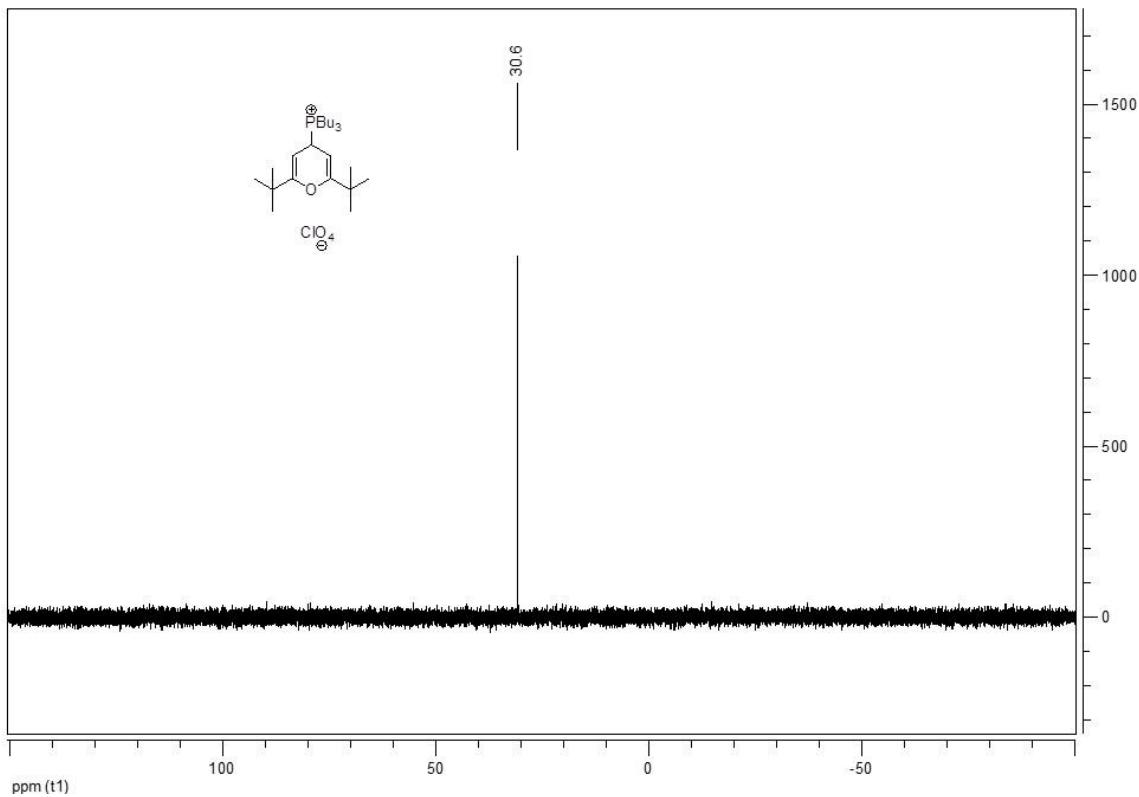


Figura 6: Espectro de ^{31}P -RMN del compuesto 2.

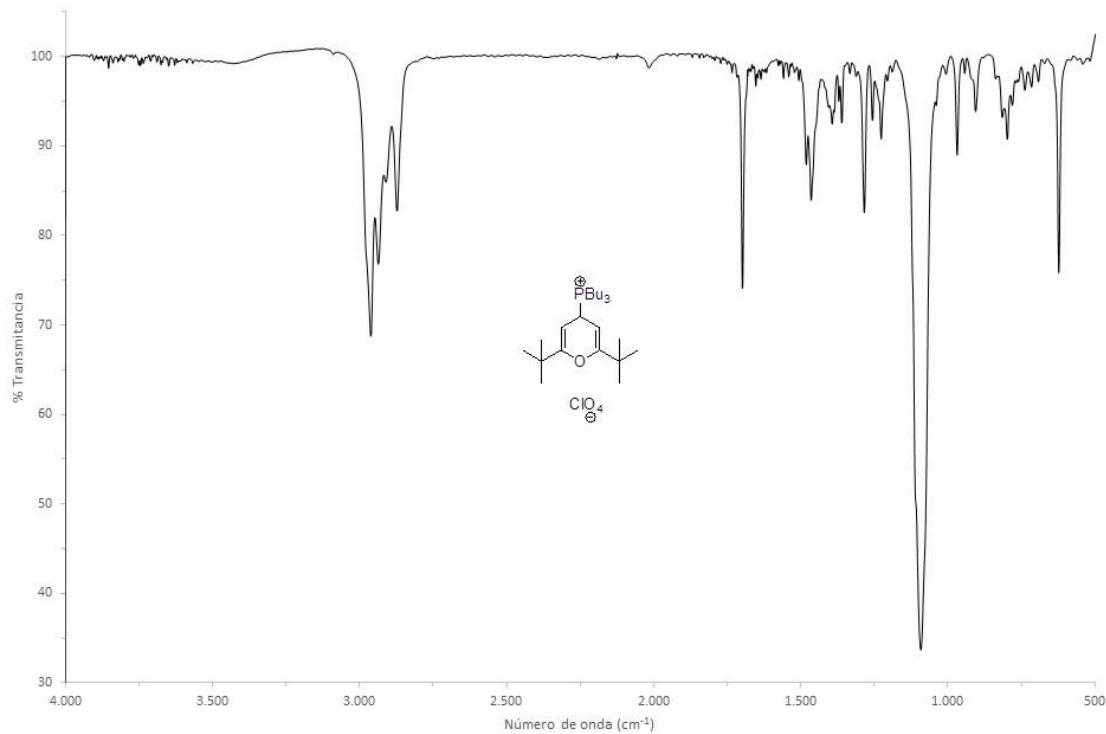


Figura 7: Espectro de IR del compuesto 2.

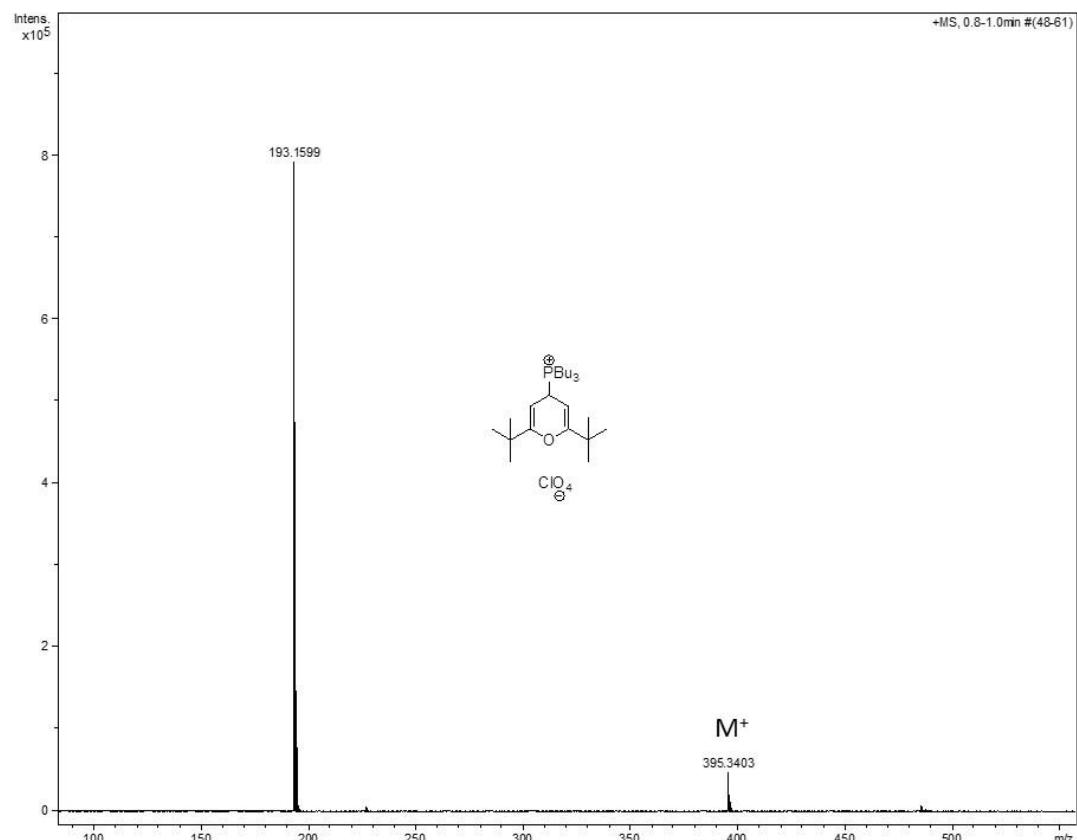
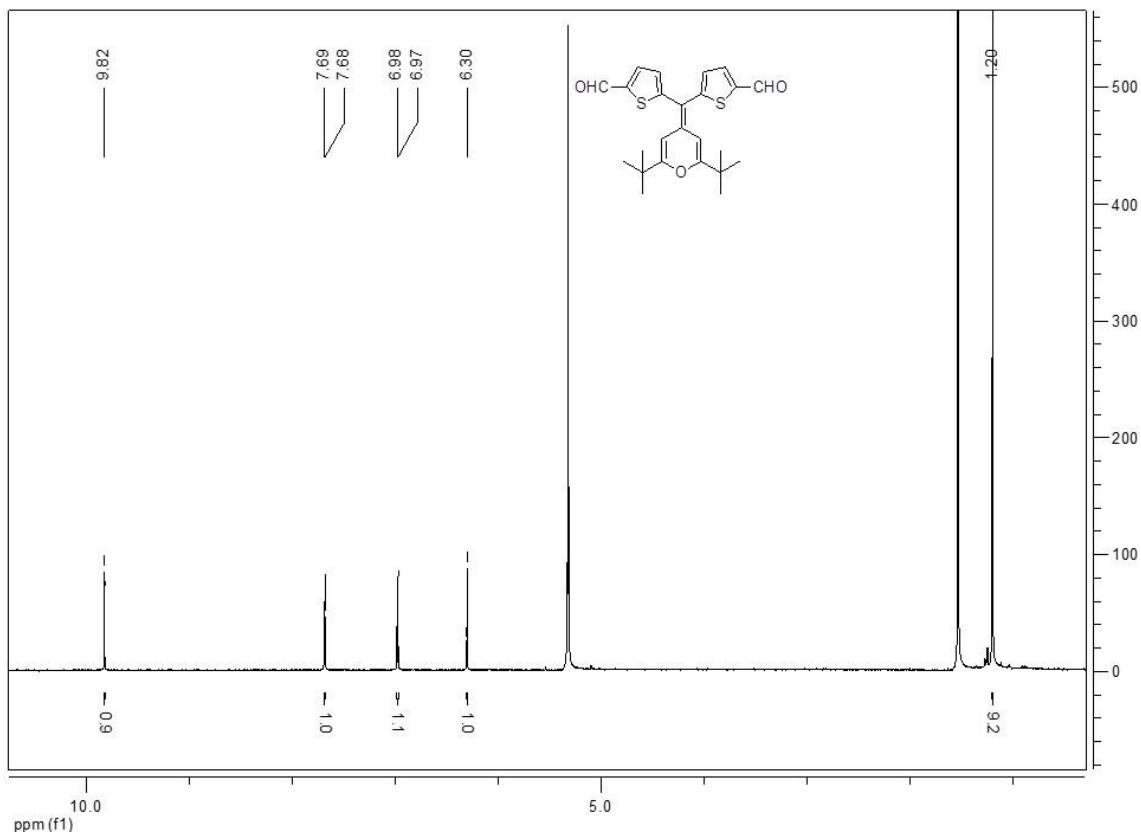
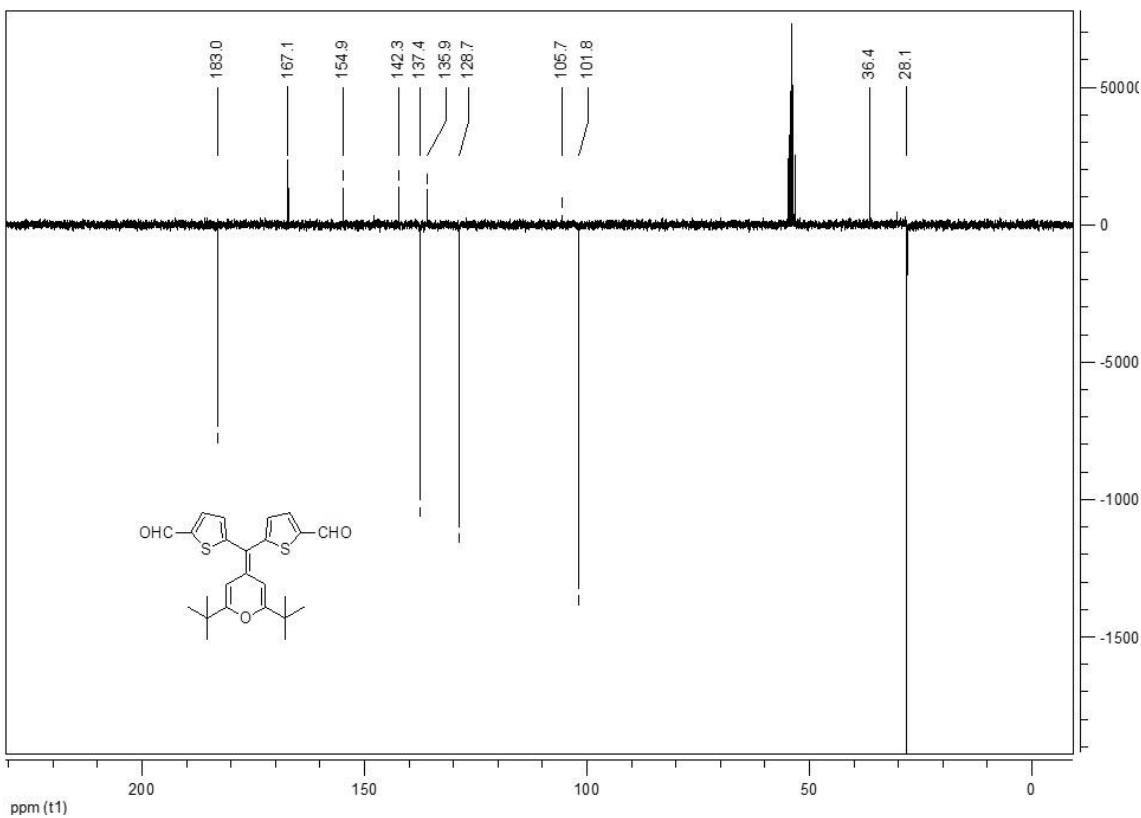


Figura 8: Espectro de MS (ESI⁺) del compuesto 2.

Figura 9: Espectro de ¹H-RMN del compuesto 3.Figura 10: Espectro de ¹³C-RMN del compuesto 3.

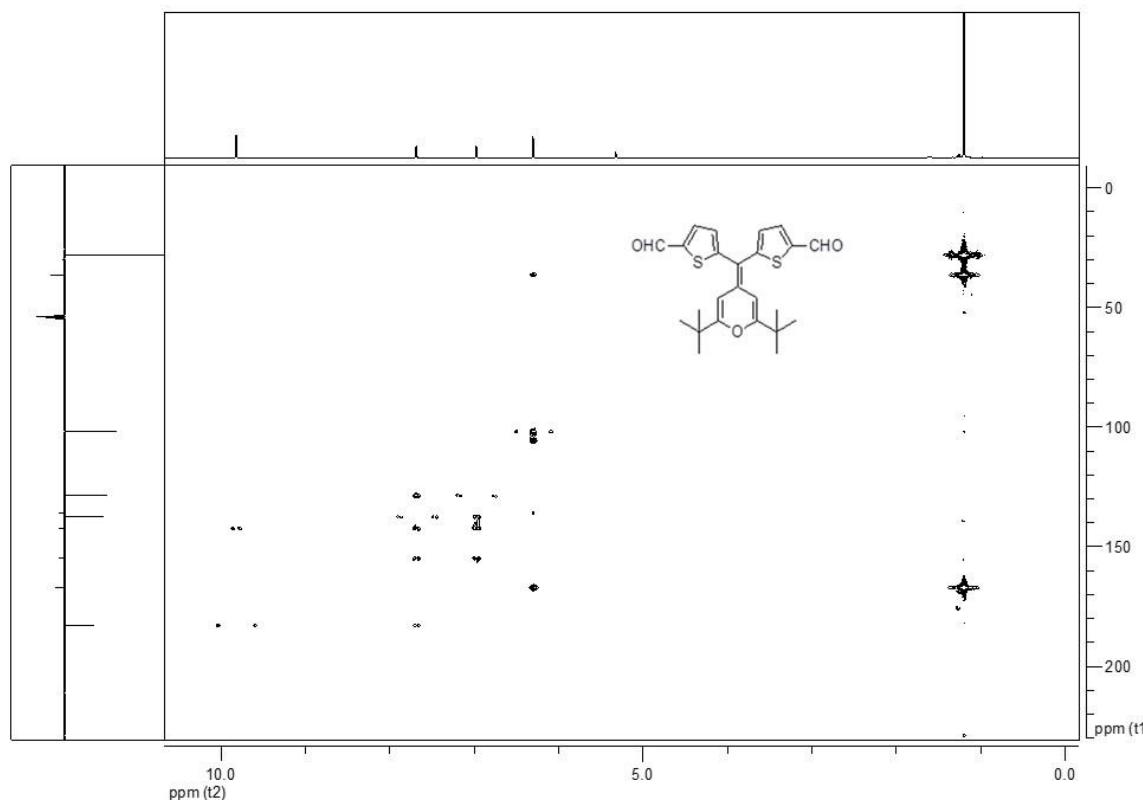


Figura 11: Espectro de ^1H - ^{13}C HSQC del compuesto 3.

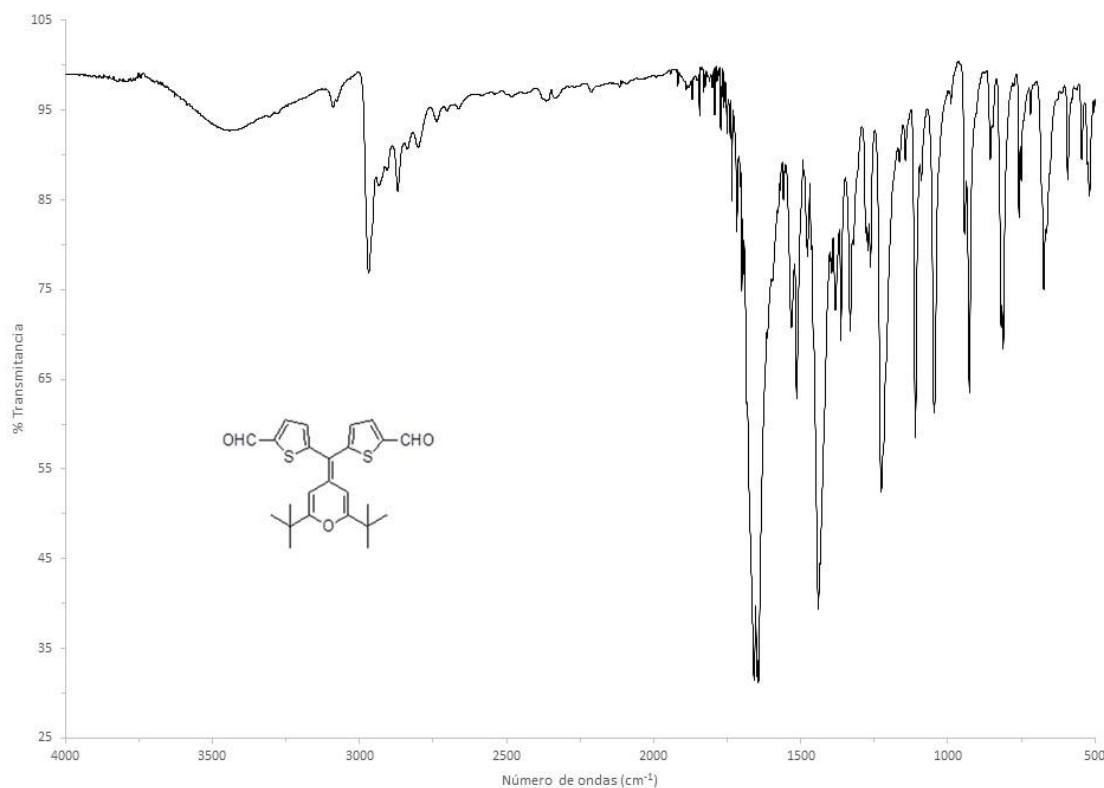


Figura 12: Espectro de IR del compuesto 3.

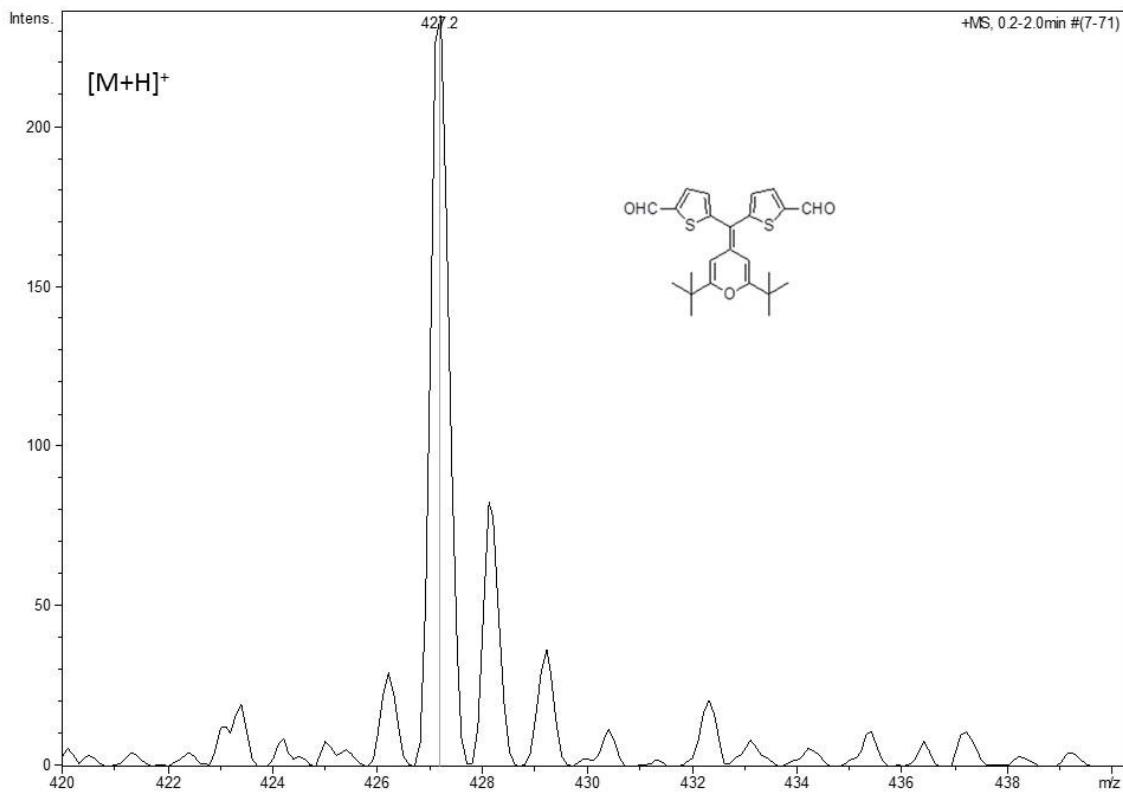
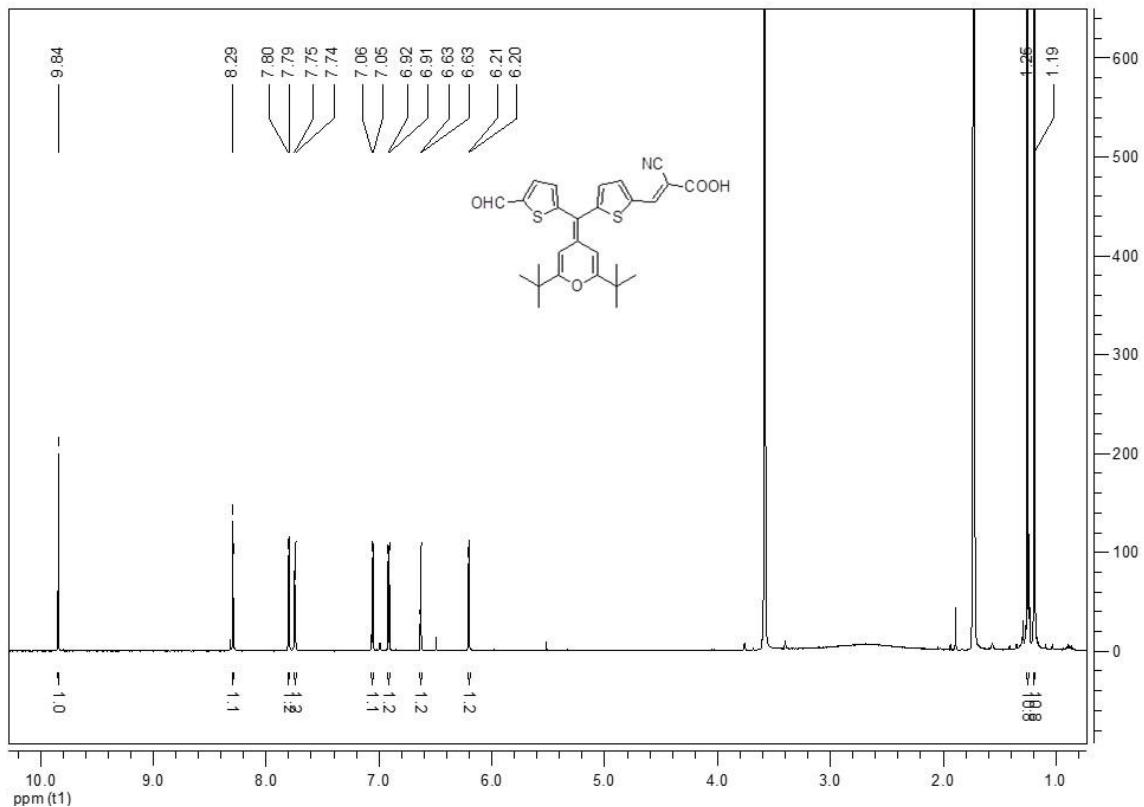
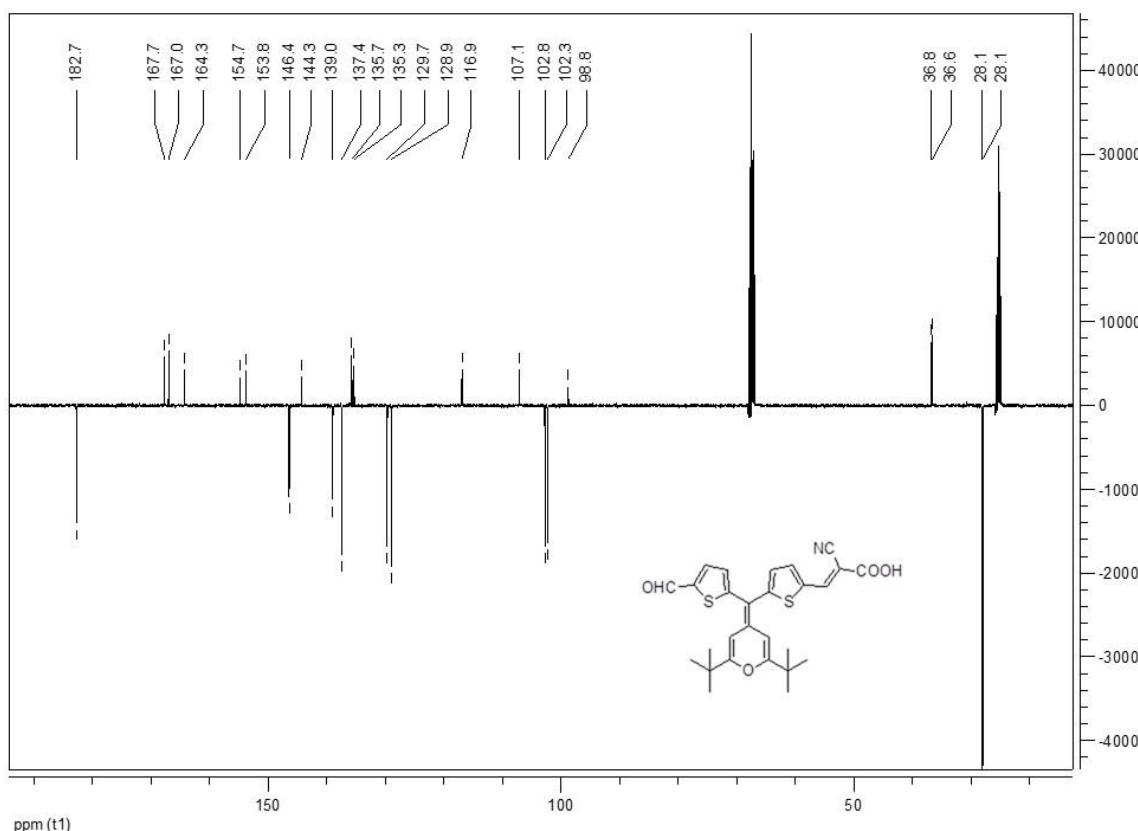
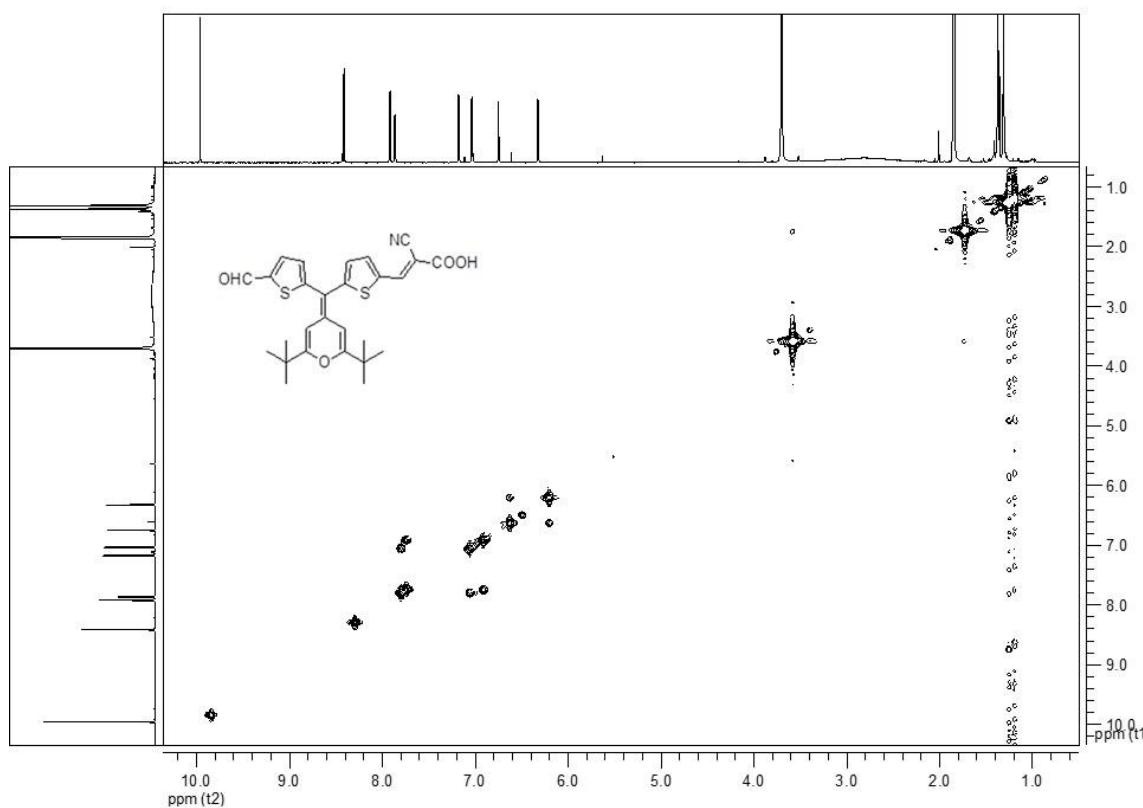


Figura 13: Espectro de MS (MALDI) del compuesto 3.

Figura 14: Espectro de 1H -RMN del compuesto 4.

Figura 15: Espectro de ^{13}C -RMN del compuesto 4.Figura 16: Espectro de ^1H - ^1H COSY del compuesto 4.

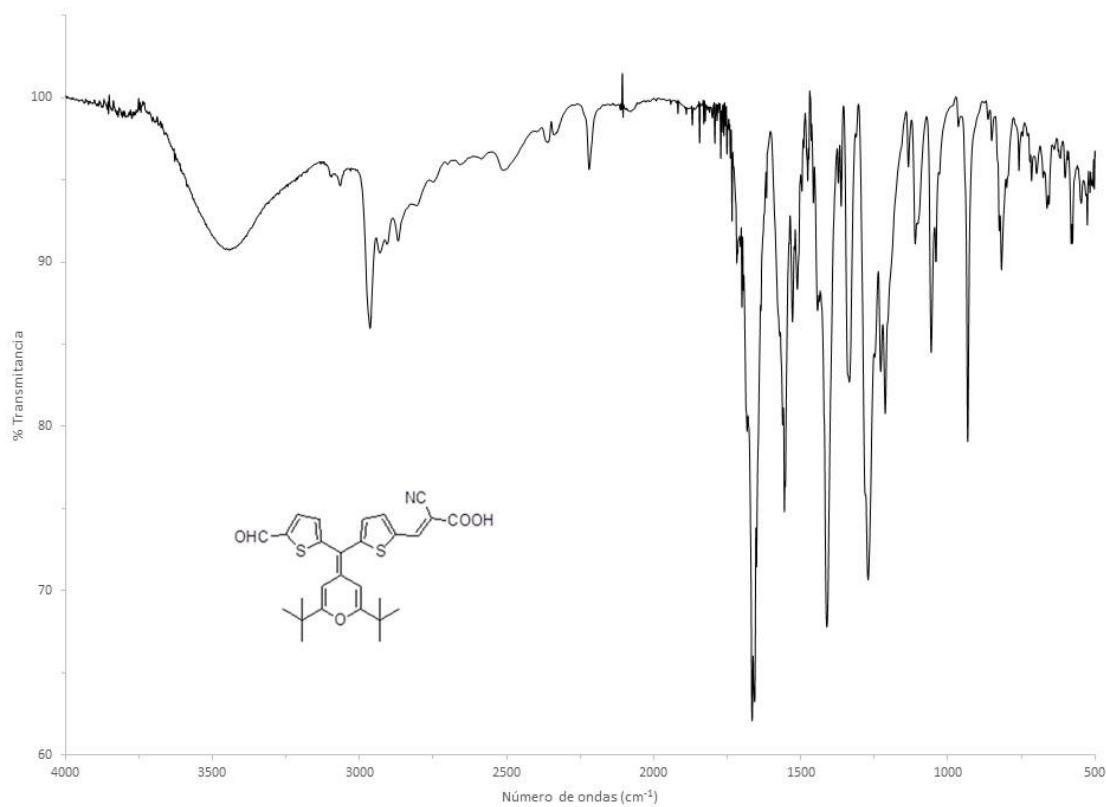


Figura 17: Espectro de IR del compuesto 4.

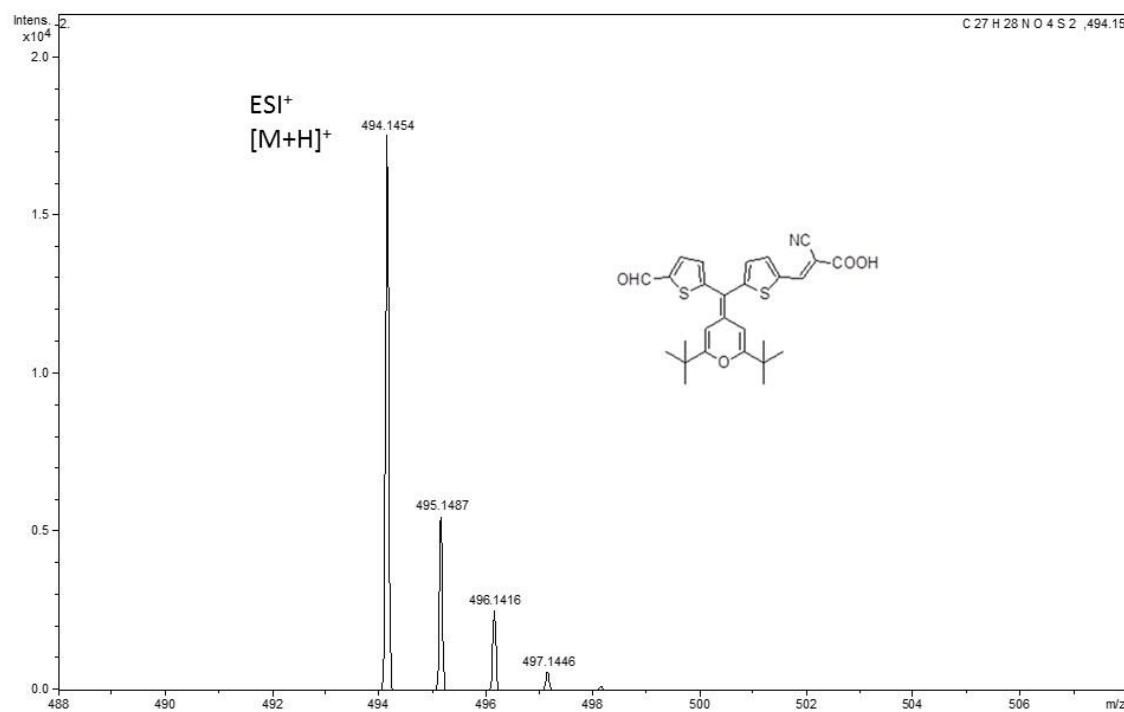


Figura 18: Espectro de MS (ESI⁺) del compuesto 4.

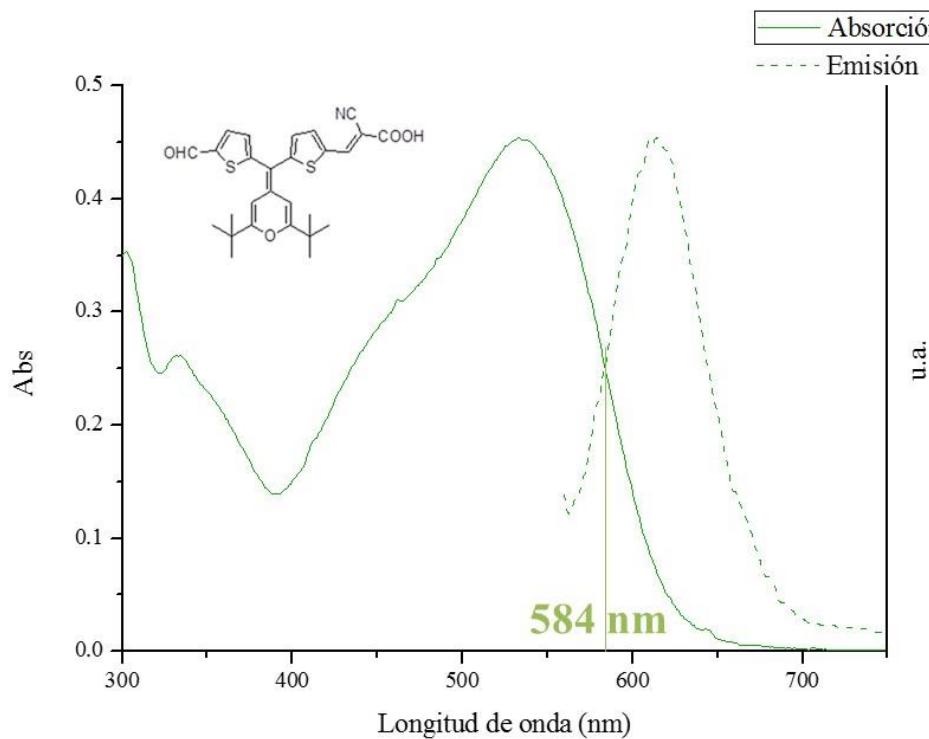


Figura 19: Espectro de absorción y emisión de UV-vis del compuesto 4.

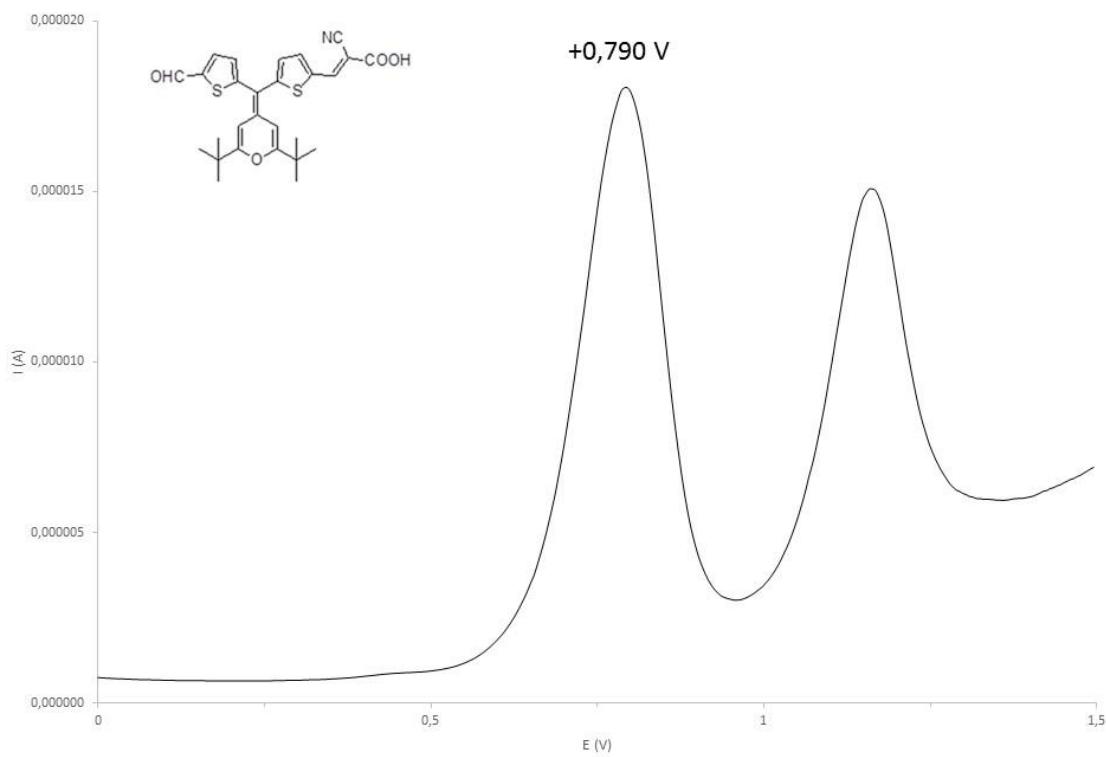
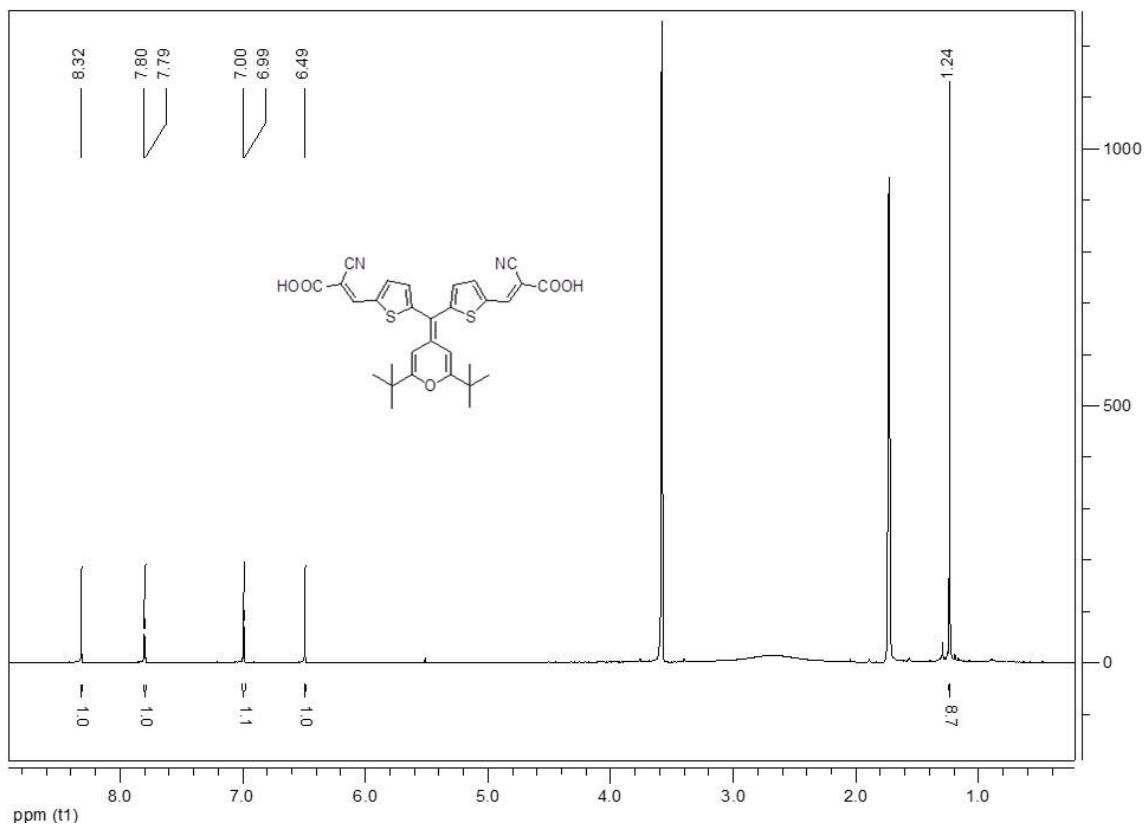
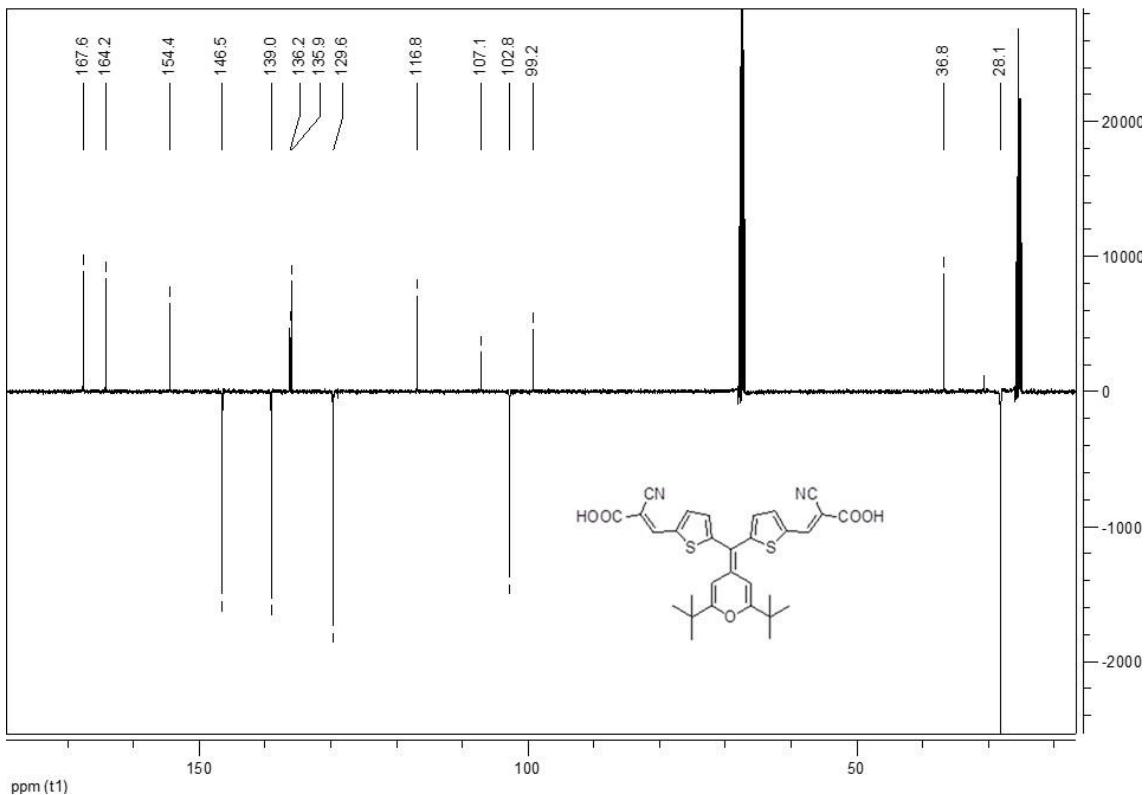


Figura 20: Voltágrafo de pulso diferencial del compuesto 4.

Figura 21: Espectro de ¹H-RMN del compuesto 5.Figura 22: Espectro de ¹³C-RMN del compuesto 5.

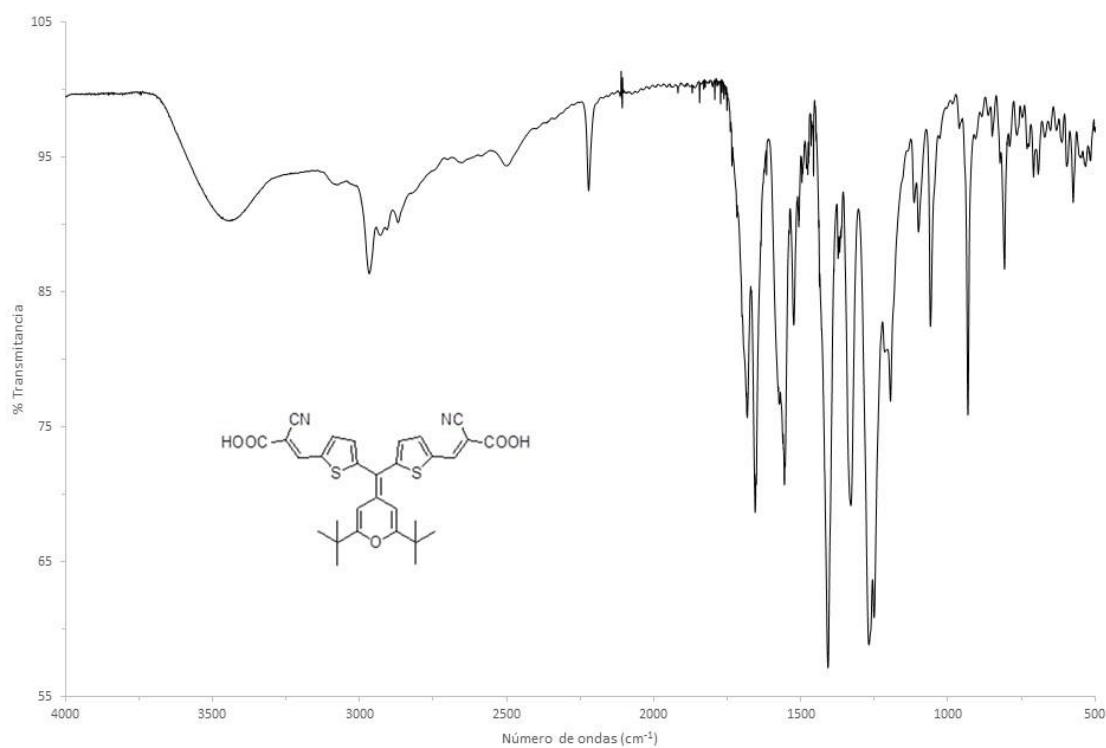


Figura 23: Espectro de IR del compuesto 5.

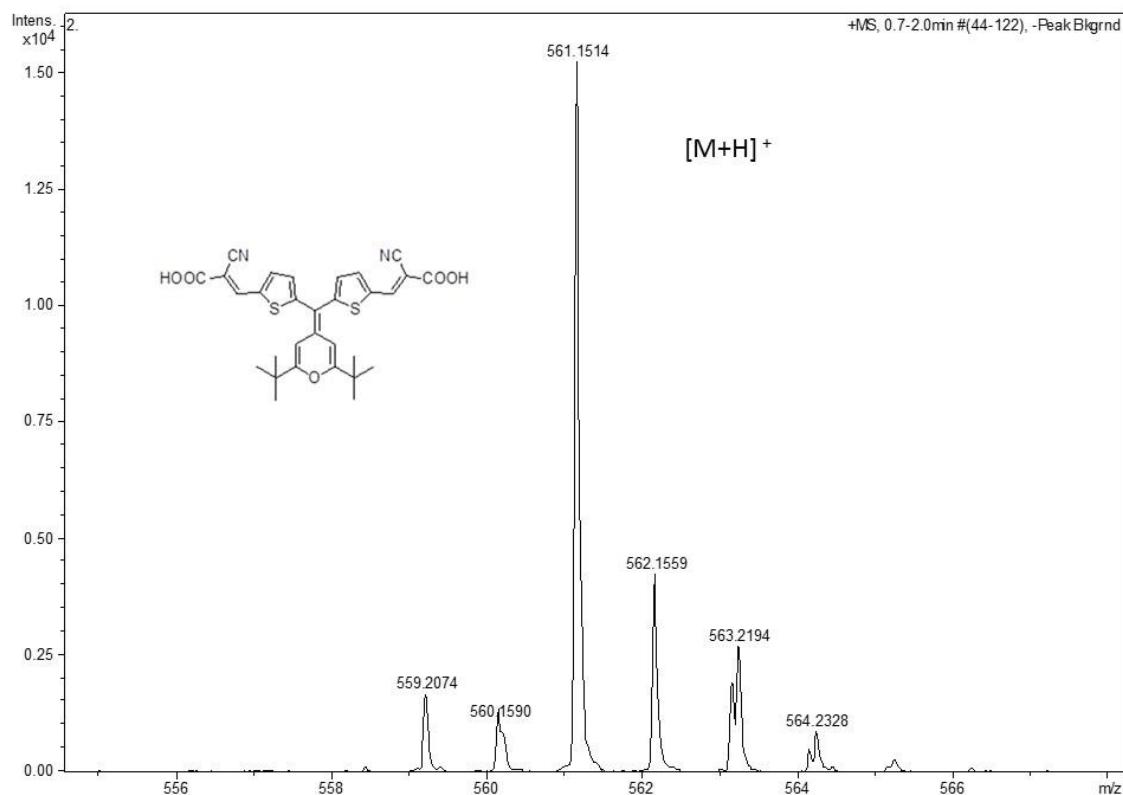


Figura 24: Espectro de MS (ESI⁺) del compuesto 5.

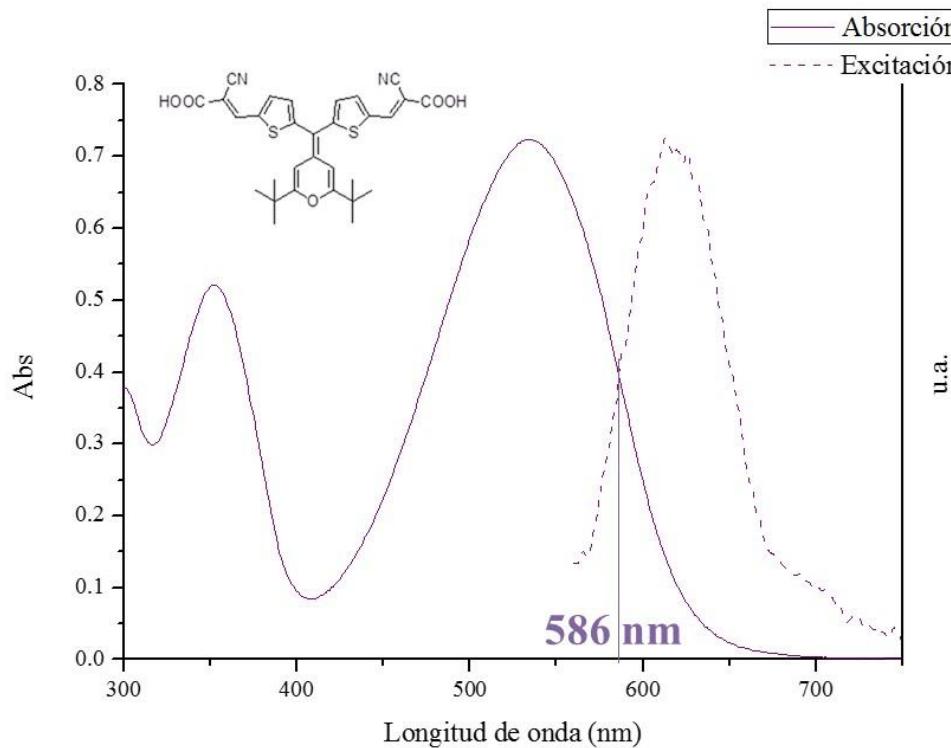


Figura 25: Espectro de absorción y emisión de UV-vis del compuesto 5.

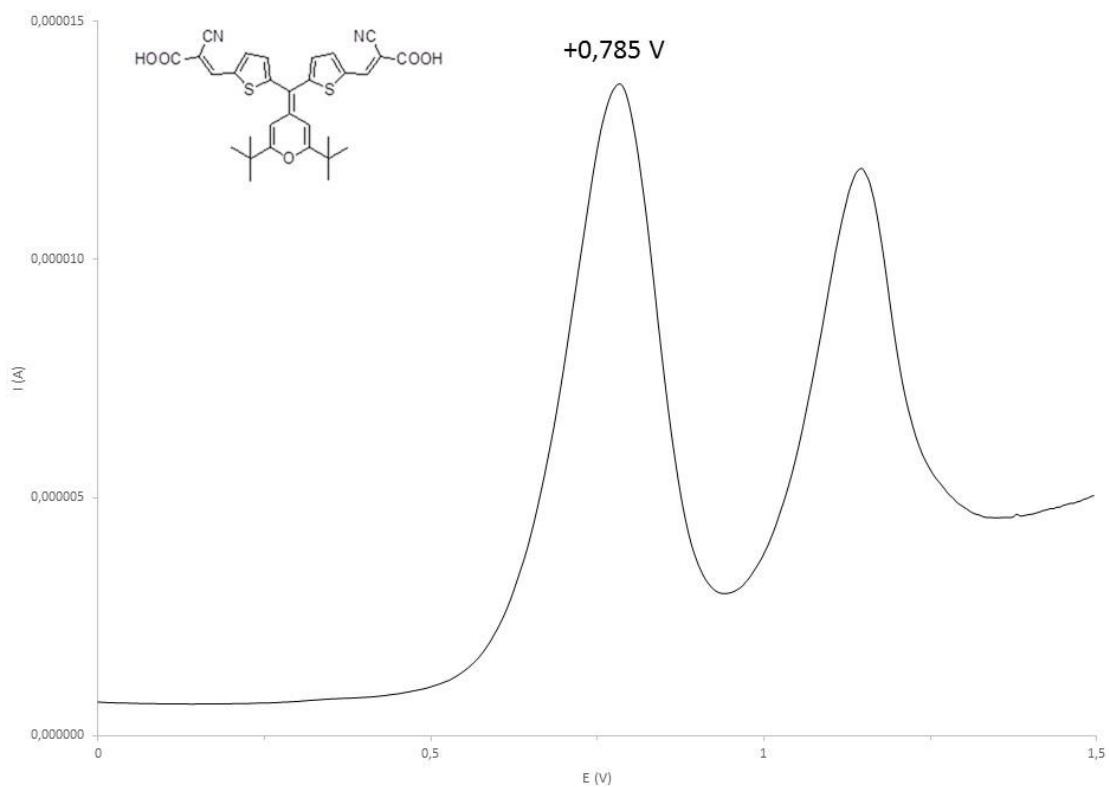


Figura 26: Voltograma de pulso diferencial del compuesto 5.

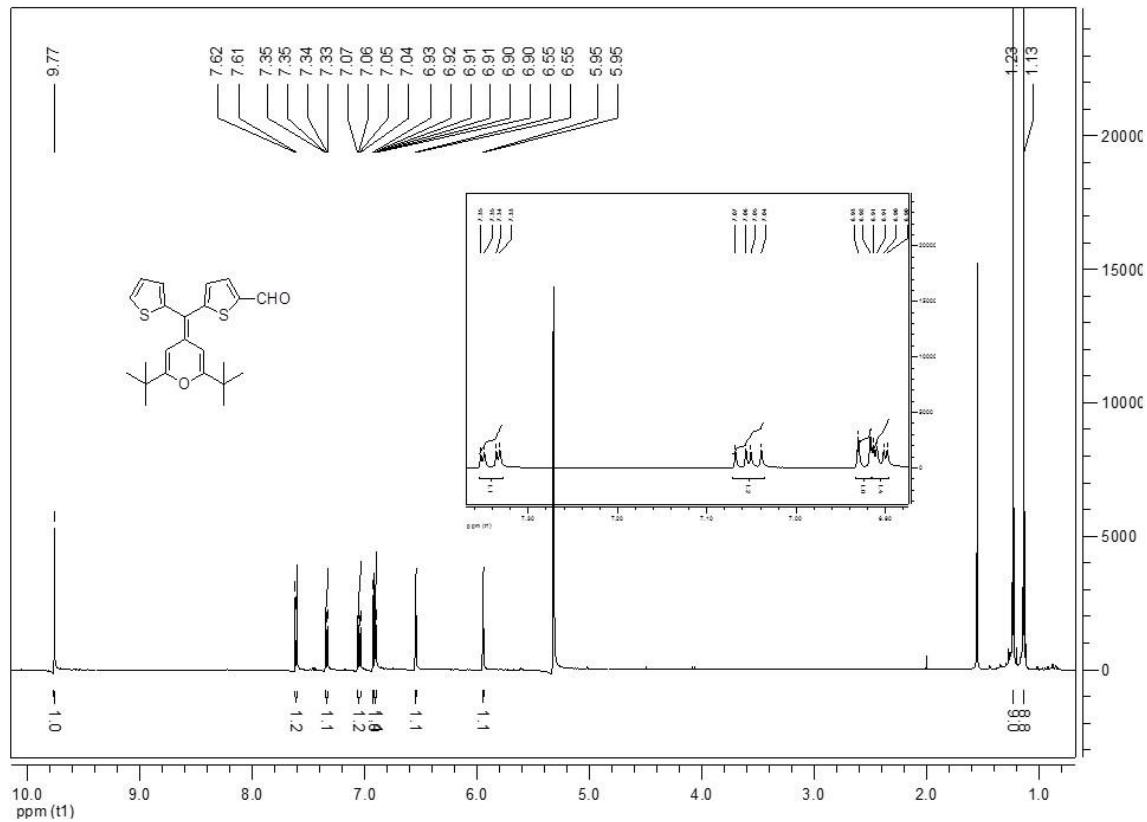


Figura 27: Espectro de ^1H -RMN del compuesto 6.

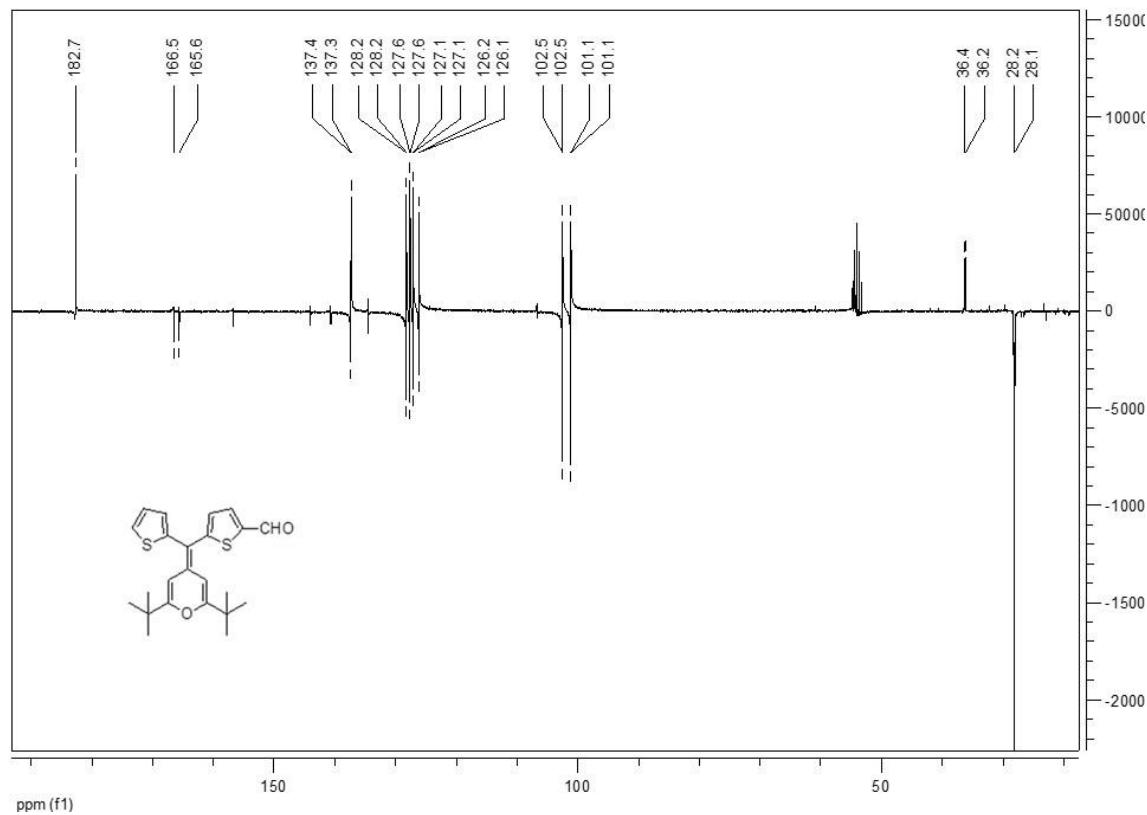


Figura 28: Espectro de ^{13}C -RMN del compuesto 6.

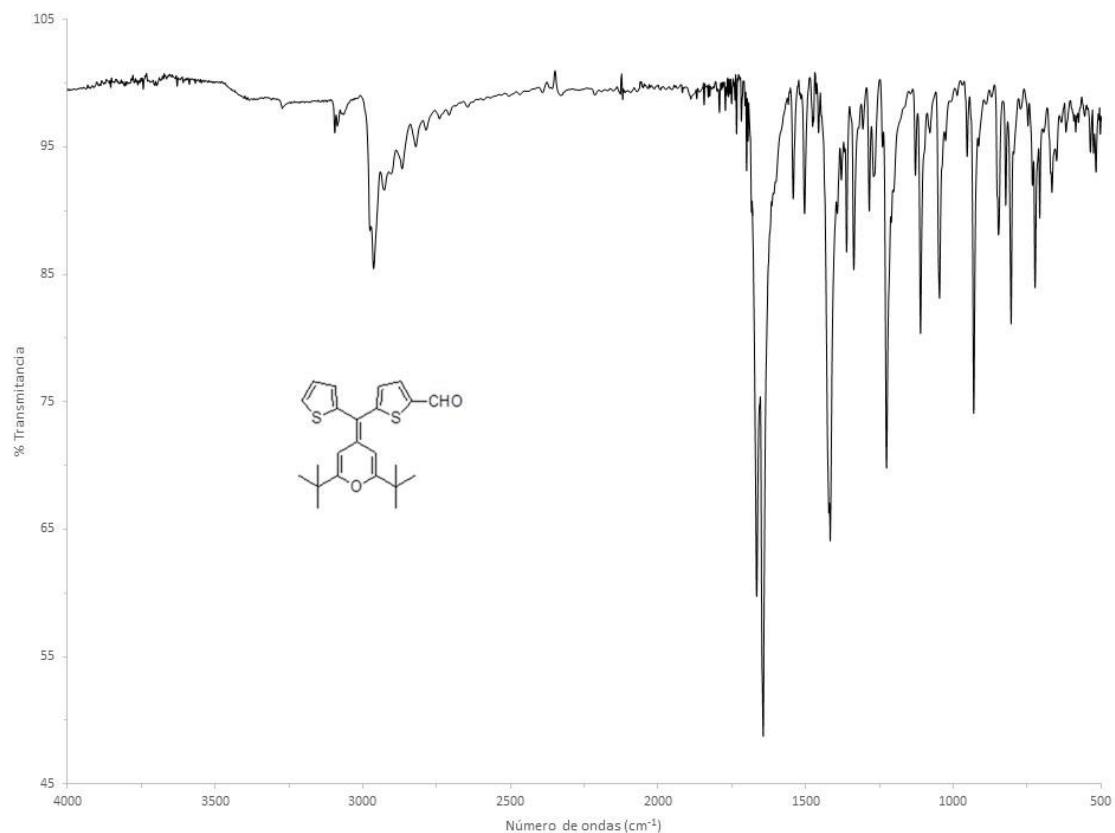


Figura 29: Espectro de IR del compuesto 6.

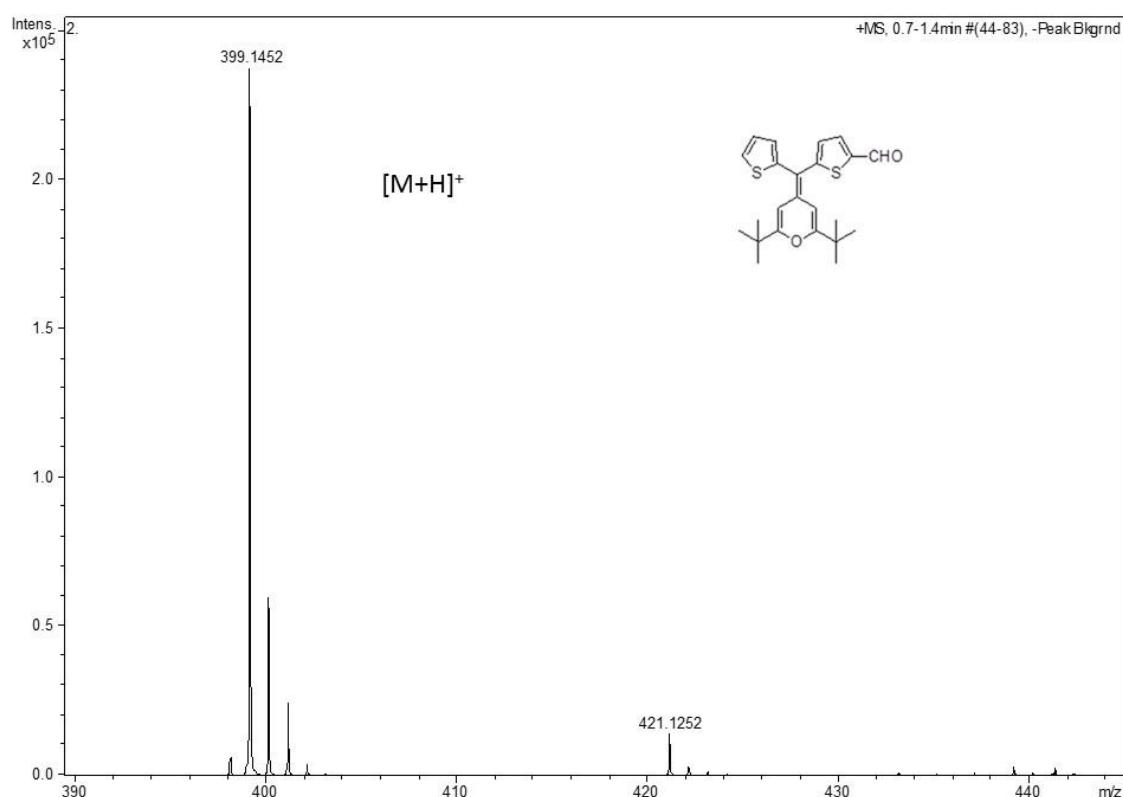


Figura 30: Espectro de MS (ESI^+) del compuesto 6.

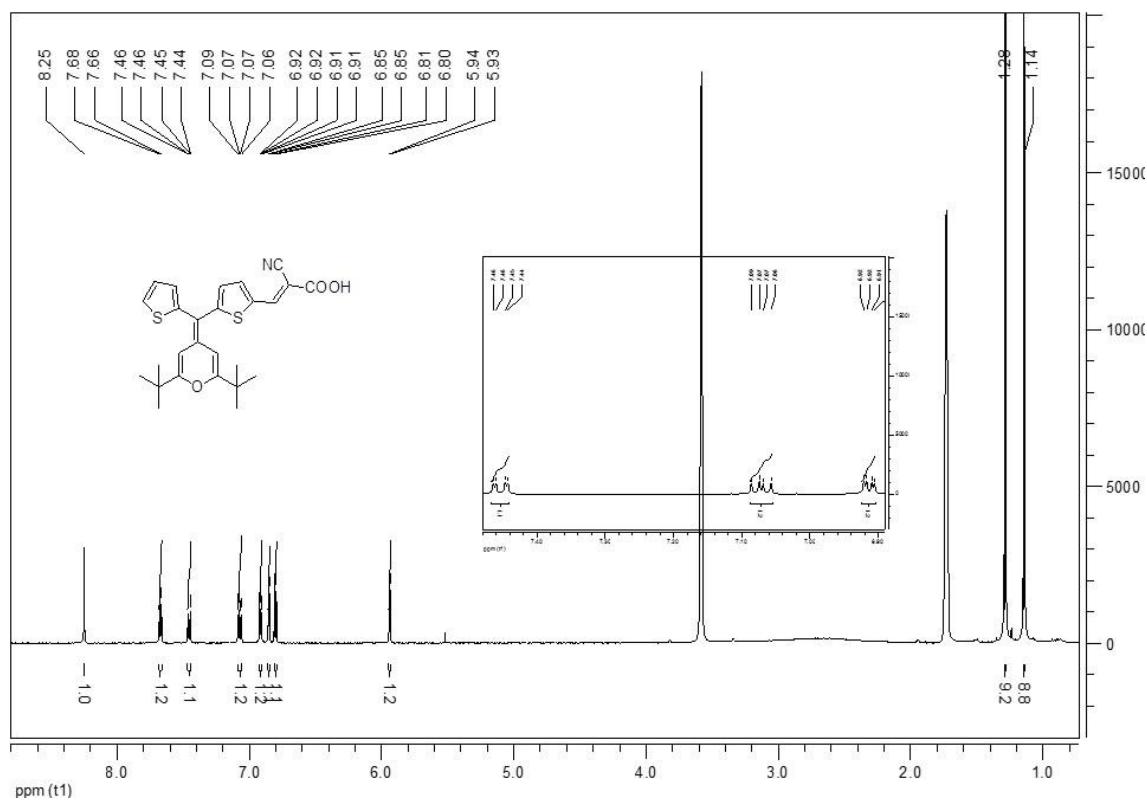


Figura 31: Espectro de ^1H -RMN del compuesto 7.

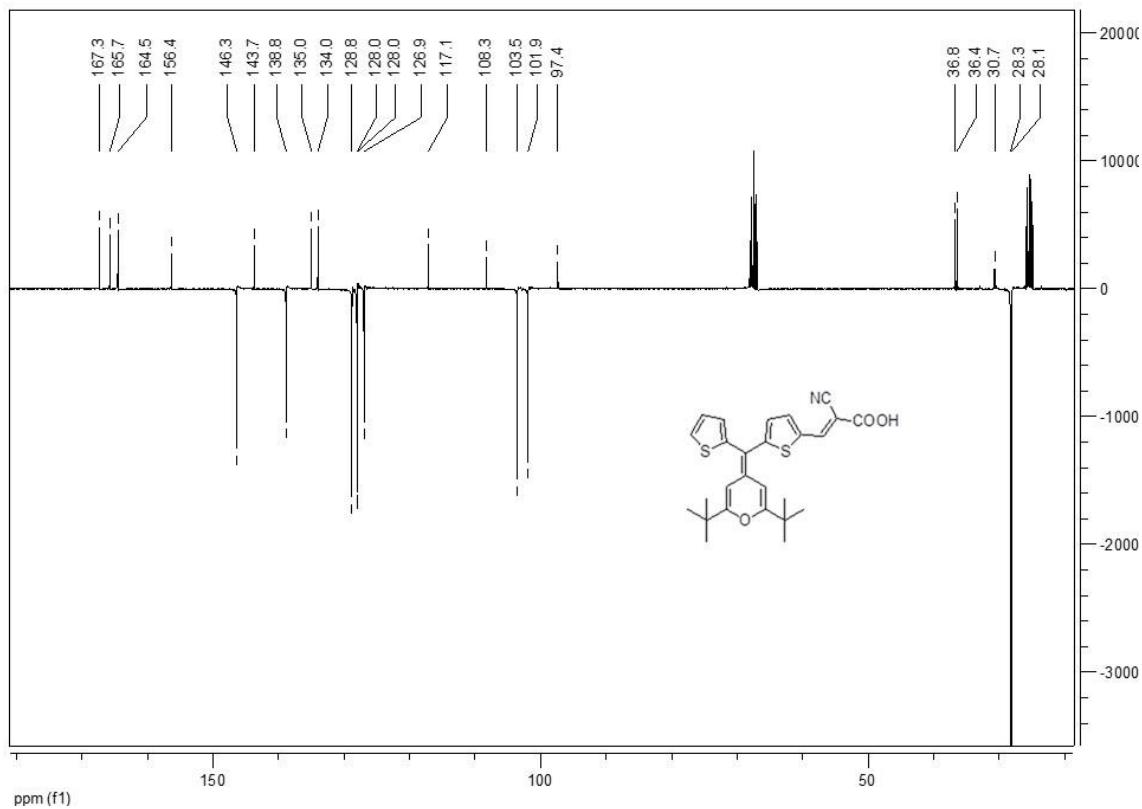


Figura 32: Espectro de ^{13}C -RMN del compuesto 7.

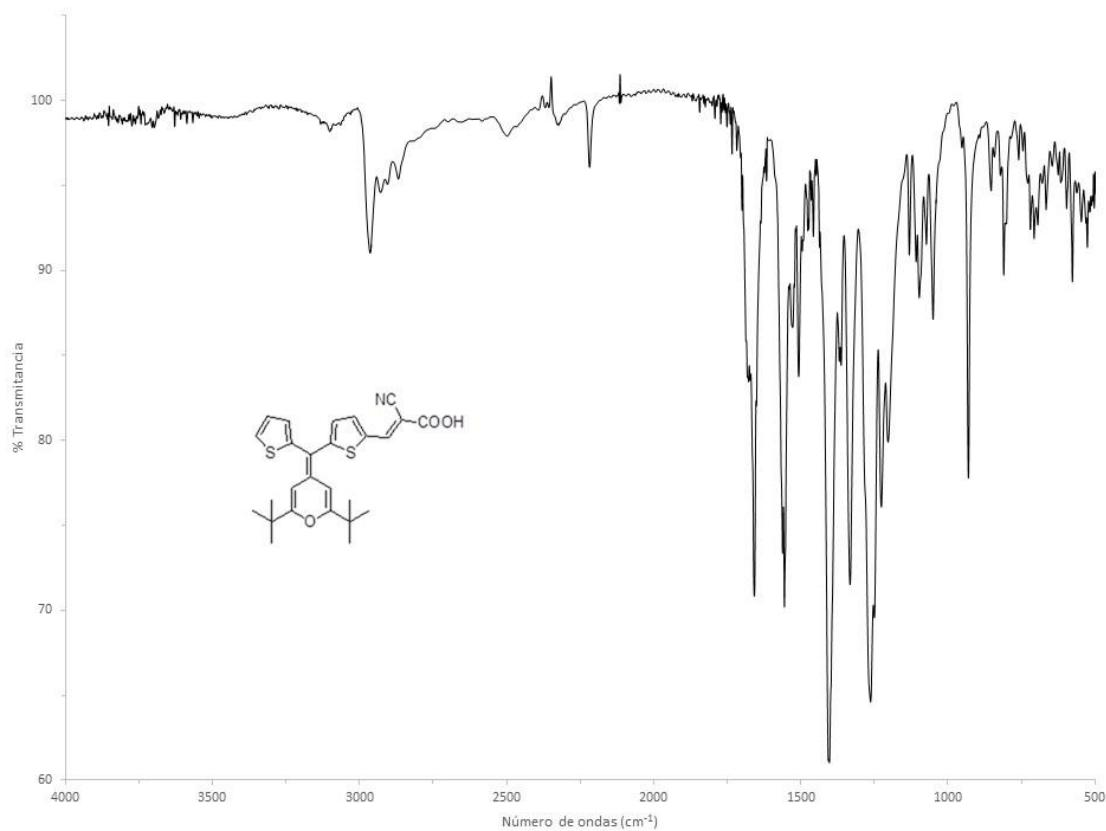


Figura 33: Espectro de IR del compuesto 7.

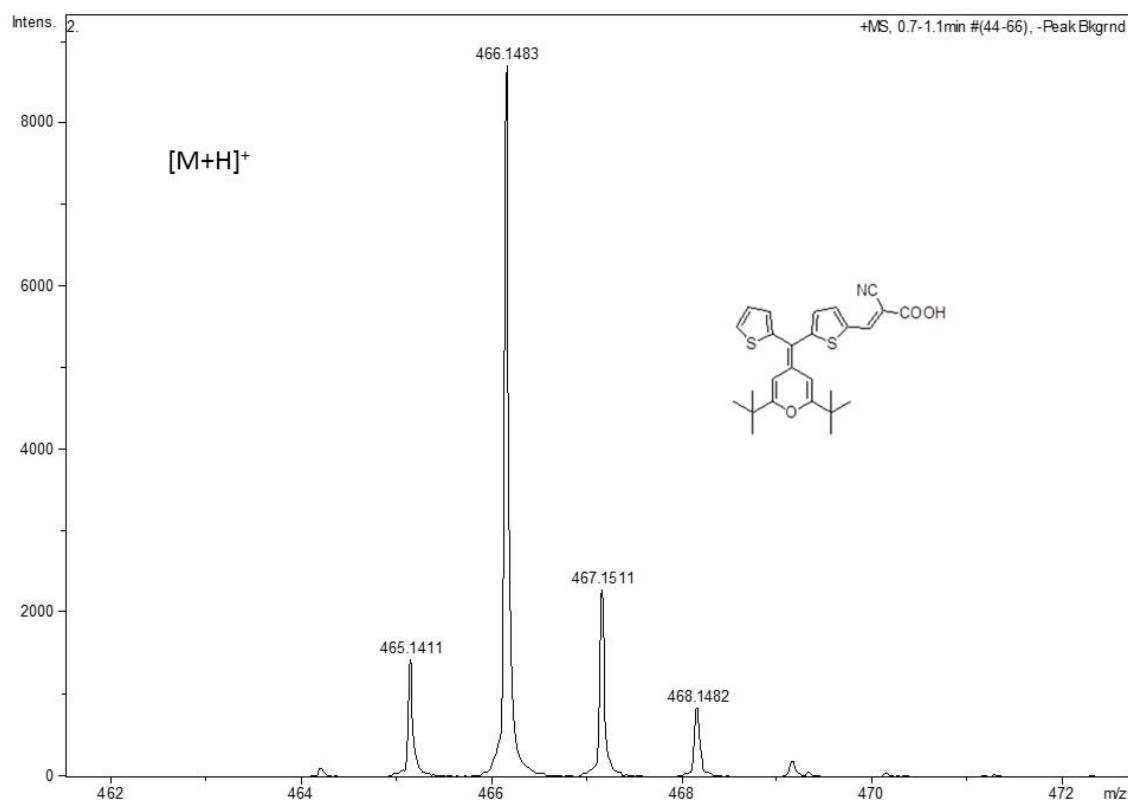


Figura 34: Espectro de MS (ESI^+) del compuesto 7.

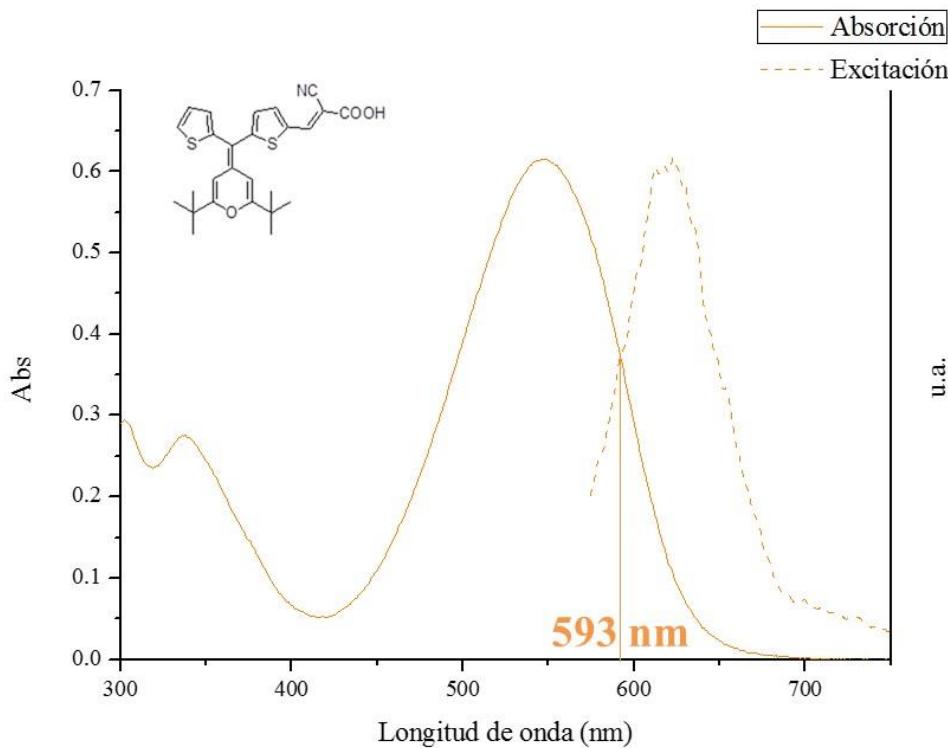


Figura 35: Espectro de absorción y emisión de UV-vis del compuesto 7.

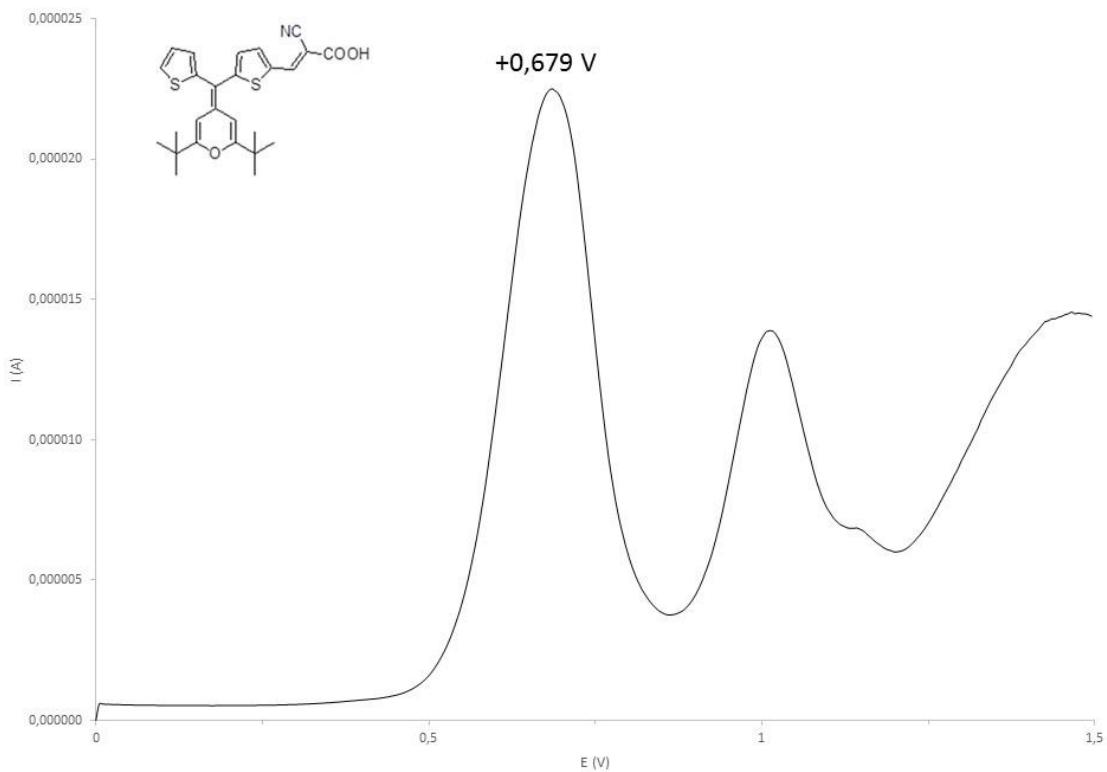


Figura 36: Voltágrafo de pulso diferencial del compuesto 7.