

ANEXOS

Anexo I. Instrumentación y reactivos utilizados

(A) ANÁLISIS CUANTITATIVO. Los análisis cuantitativos elementales de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre se han realizado en un microanalizador Perkin Elmer 2400.

(B) TÉCNICAS ESTRUCTURALES.

Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear. Los espectros de resonancia magnética nuclear de ^1H y ^{13}C se han realizado en un espectrofotómetro Bruker AV 400, con las muestras disueltas en el disolvente deuterado adecuado. Como referencia externa se ha tomado tetrametilsilano.

(C) REACTIVOS

Los reactivos comerciales como el glicidol (Sigma Aldrich), epiclorhidrina (Sigma Aldrich), 3-cloropropano-1,2-diol (Sigma Aldrich), glicerol (Sigma Aldrich), hexafluorofosfato de 1-n-butil-3-metilimidazolio ([bmim][PF₆]) (Sigma Aldrich), yodobenceno (Sigma Aldrich), acrilato de butilo (Sigma Aldrich), metóxido de sodio en metanol (Aldrich) 3-fenoxipropano-1,2-diol (Tokio Chemical Industry), trietilamina (Labkem) y urea (Alfa Aesar) fueron usados sin modificación previa.

Los éteres derivados de glicerol **R00** y **R0R** no son comerciales pero disponíamos de ellos en el grupo de investigación y se comprobó su pureza por RMN antes de su uso.

Los disolventes como el metanol y el terc-butanol fueron secados con CaH₂ y destilados, mientras que el tetrahidrofurano se utilizó del SPS.

Anexo II. Cromatografía de Gases y tablas de propiedades fisicoquímicas

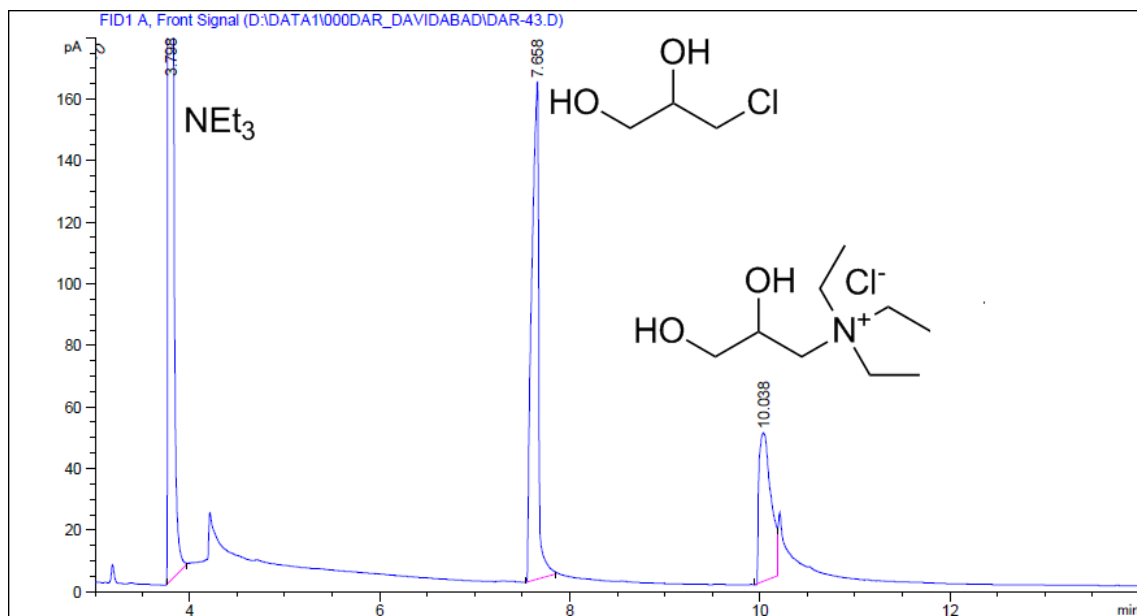
(A) CROMATOGRAFÍA DE GASES

En la realización del presente trabajo se ha requerido el uso de la cromatografía de gases (CG) para la monitorización de las reacciones así como para la determinación de la conversión en los ciclos catalíticos. Para ello se ha empleado un Cromatógrafo HP 7890 Series II. La columna usada es una Phenomen ZB-5HT de 30 m x 0.25 mm x 0.25 μ m, y un detector FID (de ionización a la llama).

Se han usado tres programas de temperatura diferentes:

1.- “Clorhidratoderglicerol”, que se empleó para el seguimiento de las reacciones de obtención de **N00Cl**.

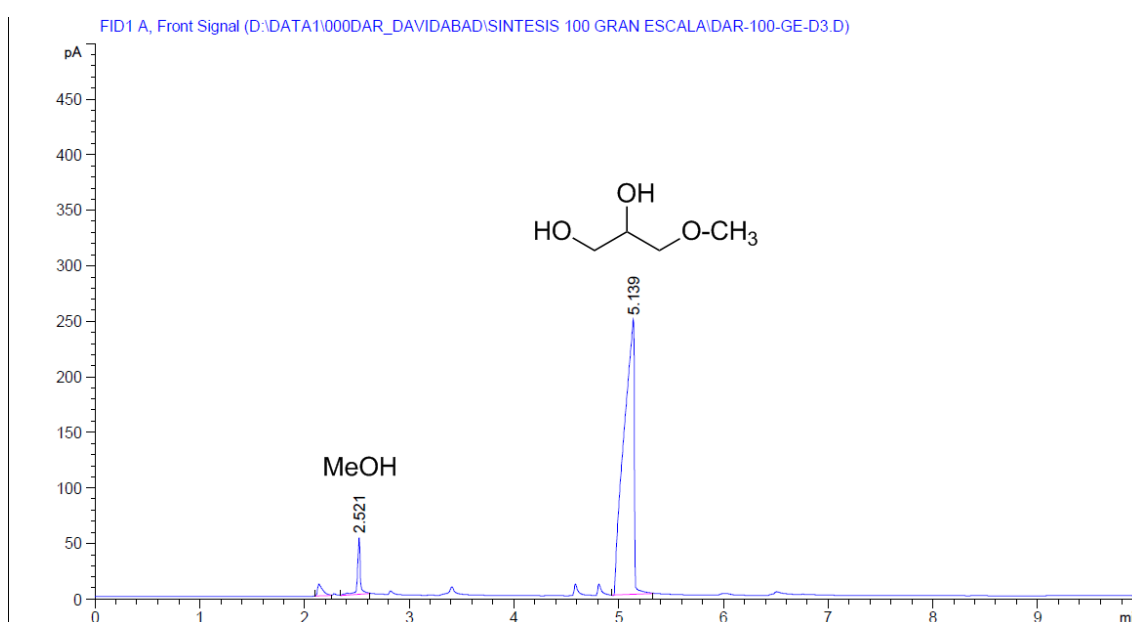
CLORHIDRATODERGLICEROL		
	Temperatura (°C)	Tiempo (min)
Temperatura inicial	50	3
Rampa	15	21
Temperatura final	250	5
Temperatura detector	280	
Temperatura inyector	250	
Presión en cabeza de columna	12	
Ratio inyector Split-Splitless	30:1	



Cromatograma de la reacción de obtención del compuesto N00Cl

2.- “Derglicerol_R0R_2”, que se empleó para el seguimiento de las reacciones de obtención de los éteres derivados del glicerol como el derivado **100**.

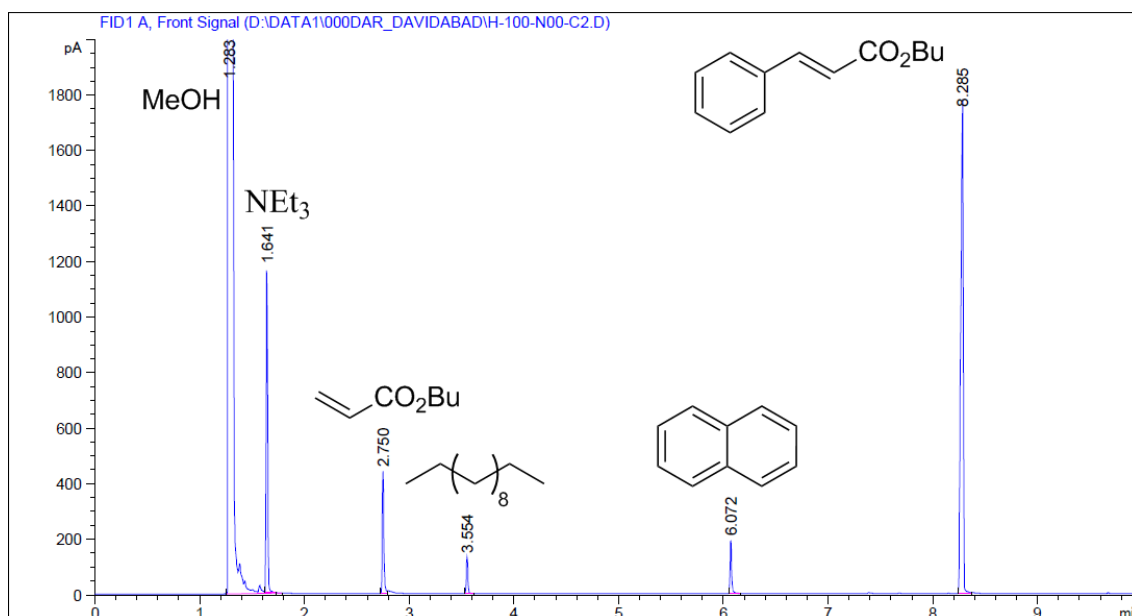
DERGLICEROL_R0R_2		
	Temperatura (°C)	Tiempo (min)
Temperatura inicial	80	3
Rampa 1	5	
Temperatura final rampa 1	110	0
Rampa 2	20	
Temperatura final	230	2
Temperatura detector	250	
Temperatura inyector	280	
Presión en cabeza de columna	13	
Ratio inyector Split-Splitless	30:1	



Cromatograma de la reacción de obtención del compuesto 100

3.- “Alex_estilbenos”, que se empleó para la cuantificar el rendimiento en la reacción de Heck.

ALEX_ESTILBENOS		
	Temperatura (°C)	Tiempo (min)
Temperatura inicial	70	1
Rampa	15	18
Temperatura final	250	8
Temperatura detector	250	
Temperatura inyector	280	
Presión en cabeza de columna	21	
Ratio inyector Split-Splitless	30:1	



Cromatograma del segundo ciclo de la reacción de Heck para la mezcla 100-N00Cl.

Compuesto	Tiempo de retención (min)
NEt ₃	1.641
Acrilato de butilo	2.750
Decano	3.554
Naftaleno	6.072
Cinamato de butilo	8.266
100	3.032
3F00	3.458
Ph00	7.036

Tabla 1

Para la determinación de los rendimientos de la reacción de Heck se utilizó un calibrado de cinamato de butilo usando decano como patrón, previamente realizado en el grupo de investigación. Se inyectaron muestras de distinta composición y se calibró la respuesta.

La recta de calibrado tiene la siguiente expresión:

$$\frac{\text{masa de cinamato}}{\text{masa de decano}} = k \cdot \frac{\text{Área cinamato}}{\text{Área decano}} + b$$

Ecuación A-1

Donde k = 0.860 y b = -0.007

El rendimiento se calcula mediante la siguiente ecuación

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{\text{mmol cinamato}}{\text{mmol PhI}} * 100$$

Ecuación A-2

Donde

$$\text{mmol cinamato} = \left(\frac{\text{Área cinamato}}{\text{Área decano}} - b_{\text{cinamato}} \right) * \frac{\text{mmol decano}}{k}$$

Ecuación A-3

(B) TABLAS DE PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS

Índice de refracción			
Tª (°C)	N00CI-100	N00CI-Ph00	N00CI-3F00
25	1,4740	1,5312	1,4400
30	1,4762	1,5300	1,4387
40	1,4736	1,5265	1,4363
50	1,4708	1,5233	1,4335
60	1,4680	1,5210	1,4310

Tabla 2

Densidad (g·cm ⁻³)			
Tª (°C)	N00CI-100	N00CI-Ph00	N00CI-3F00
25	1,12487	1,163213	1,263325
30	1,12162	1,159831	1,259360
40	1,11536	1,152801	1,251364
50	1,10941	1,146389	1,242754
60	1,10341	1,139591	1,233814

Tabla 3

Viscosidad cinemática (cSt)			
Tª (°C)	N00CI-100	N00CI-Ph00	N00CI-3F00
25	431	8057	437
30	294	4300	298
40	150	1345	151
50	84	511	85
60	51	227	51

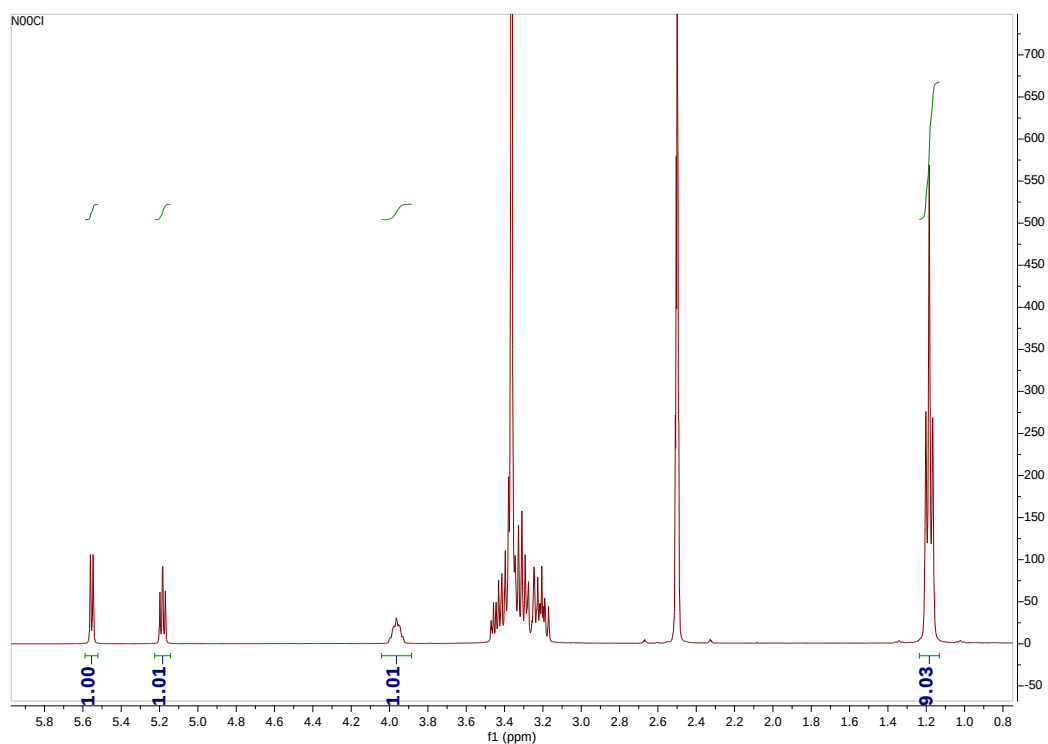
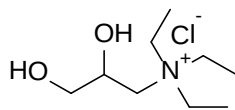
Tabla 4

Conductividad ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)			
Tª (°C)	N00CI-100	N00CI-Ph00	N00CI-3F00
25	361	19	266
30	516	35	386
40	1000	119	735
50	1822	290	1265
60	3047	595	2307

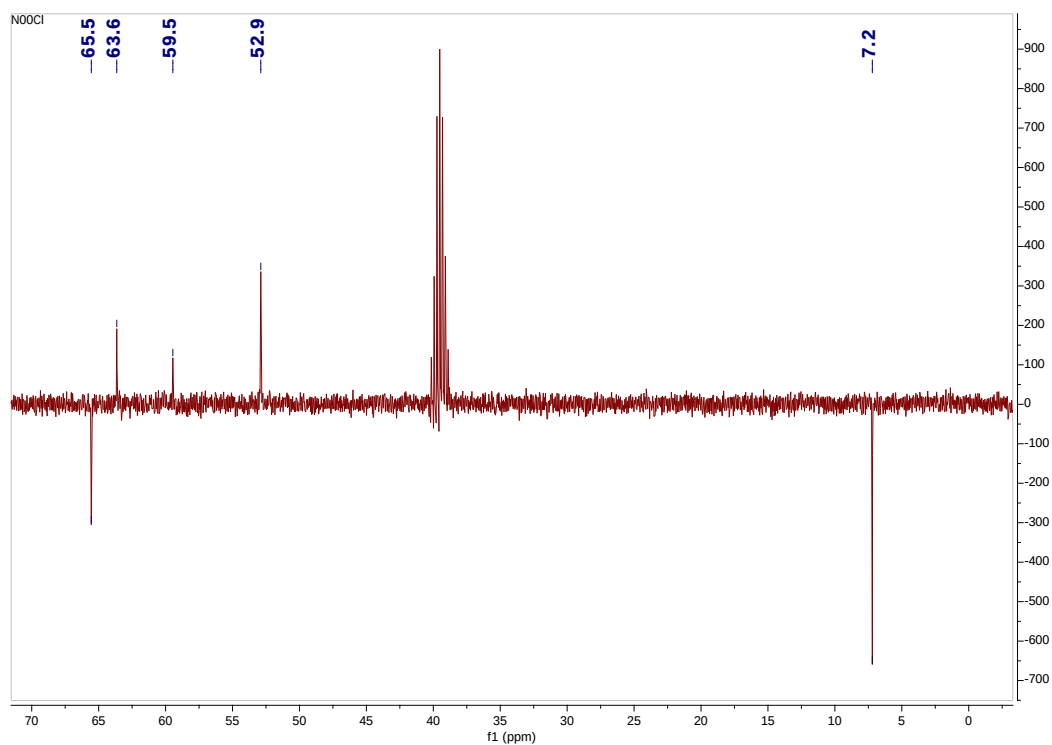
Tabla 5

Anexo III. Espectros de los compuestos

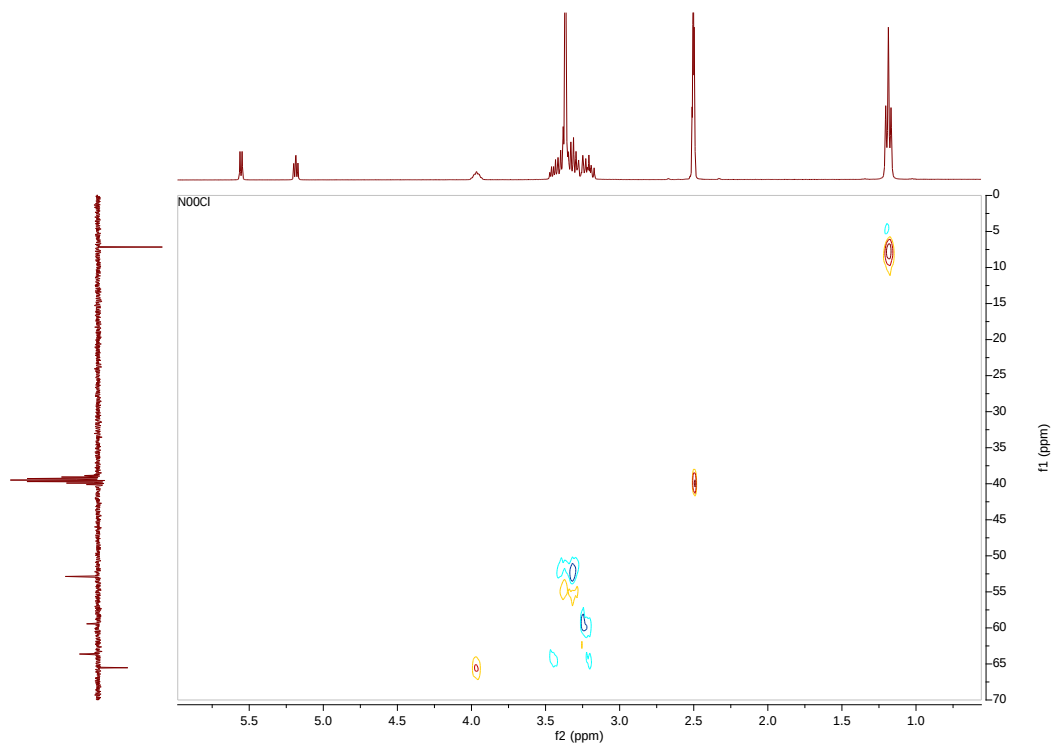
Datos del *N,N,N*-triethyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (N00Cl):



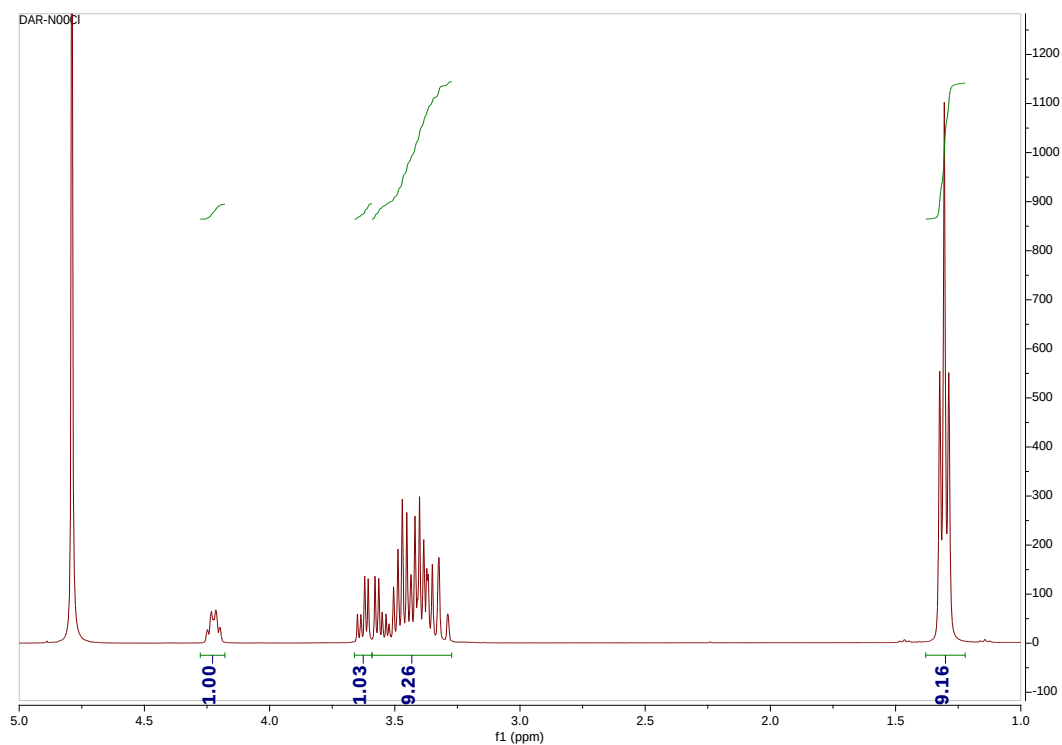
Espectro RMN de ^1H de *N,N,N*-triethyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (N00Cl) en DMSO-d_6



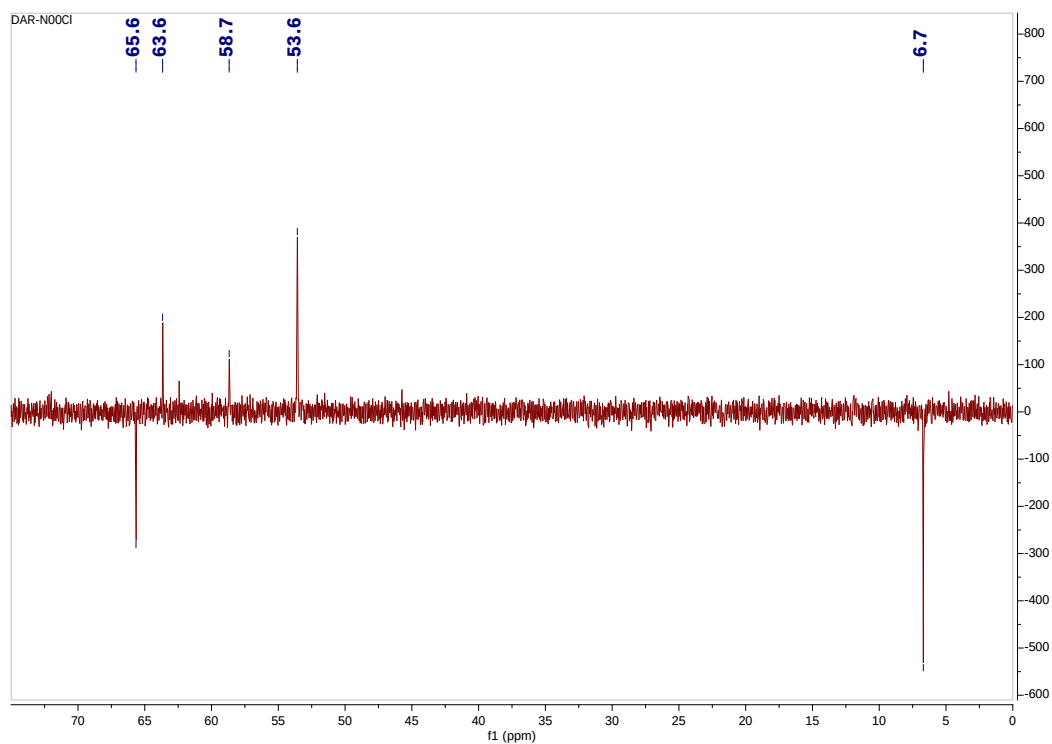
Espectro RMN de ^{13}C de *N,N,N*-triethyl-2,3-dihydroxiopropan-1-aminio (**N00Cl**) en DMSO-*d*₆



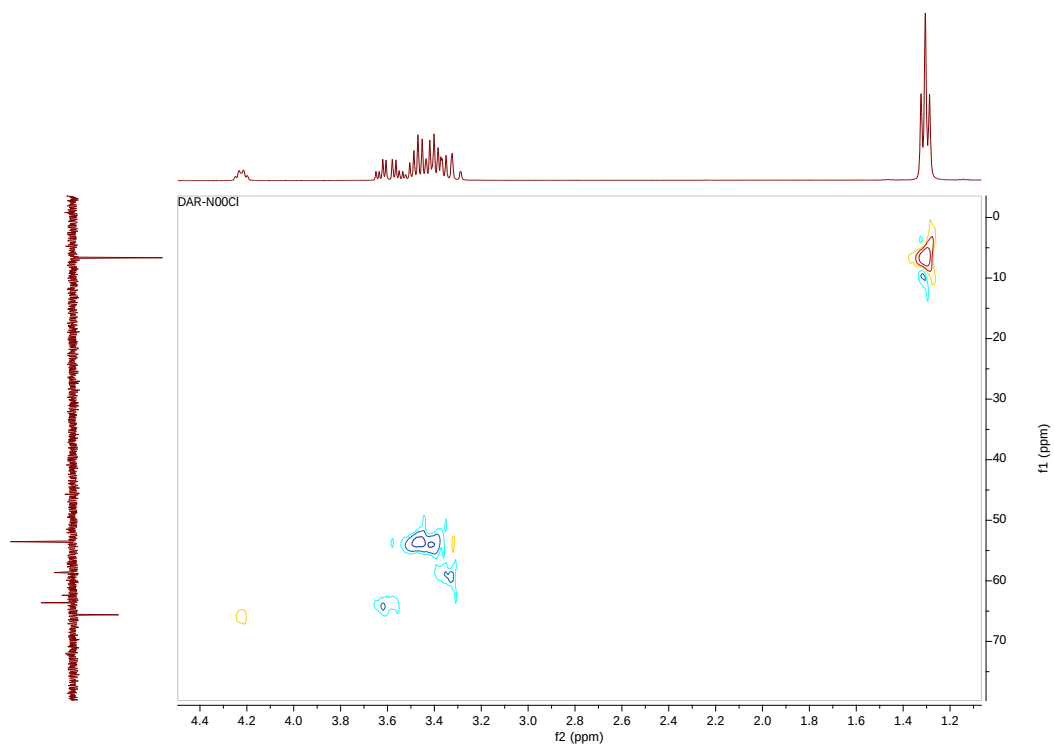
Espectro HSQC de *N,N,N*-triethyl-2,3-dihydroxiopropan-1-aminio (**N00Cl**) en DMSO-*d*₆



Espectro RMN de ^1H de *N,N,N*-trietyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (**N00Cl**) en D_2O

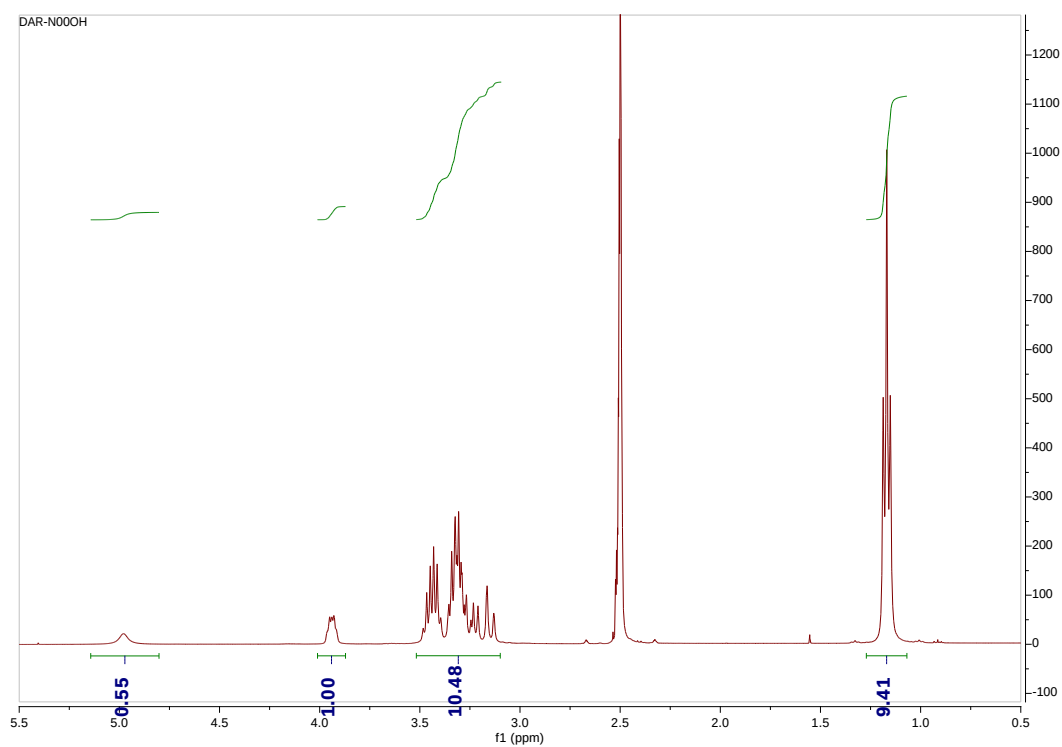
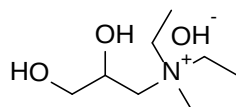


Espectro RMN de ^{13}C de *N,N,N*-trietyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (**N00Cl**) en D_2O

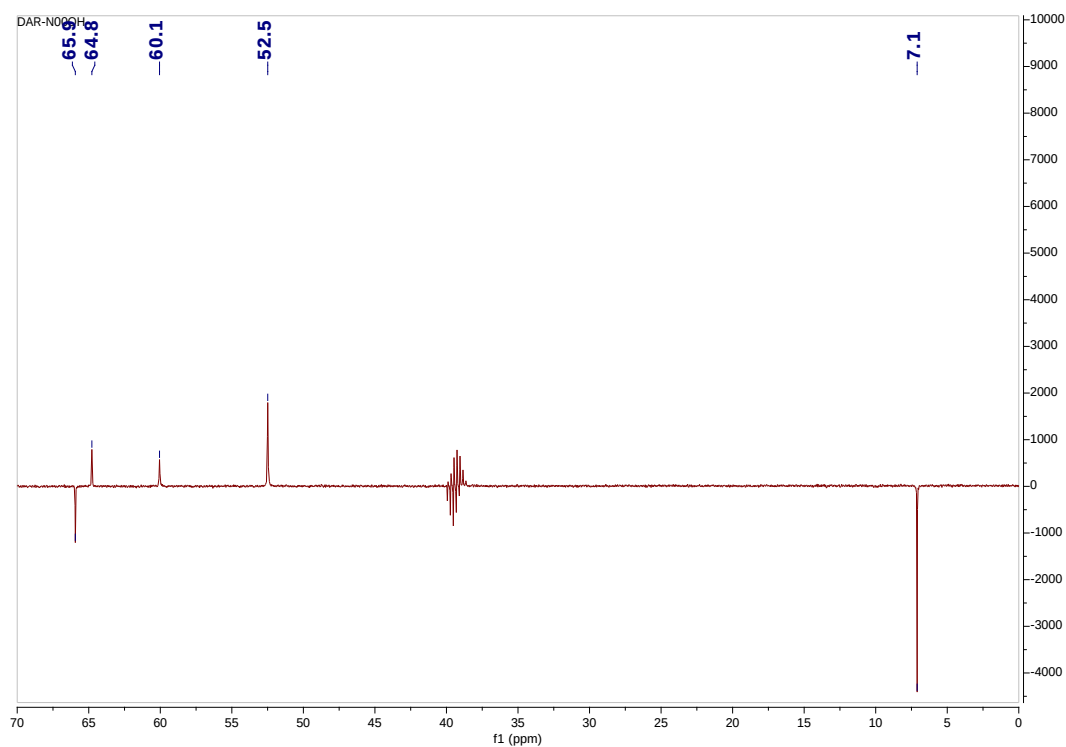


Espectro HSQC de *N,N,N*-trietyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (**N00CI**) en D₂O

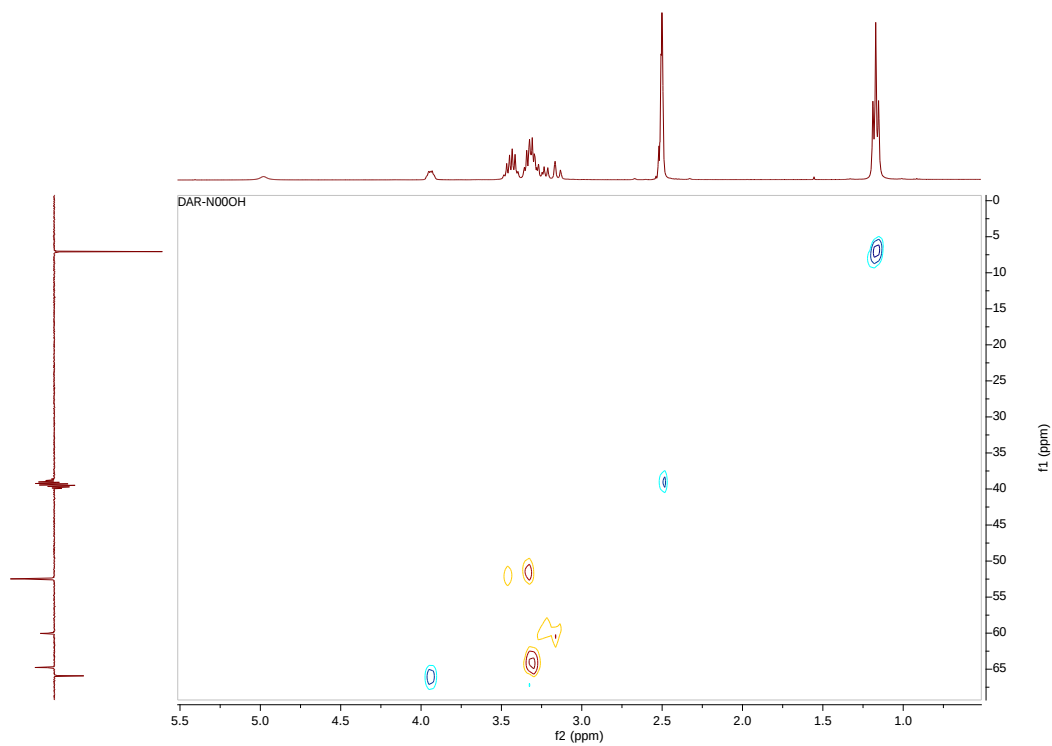
Datos del hidróxido de *N,N,N*-triethyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (N00OH):



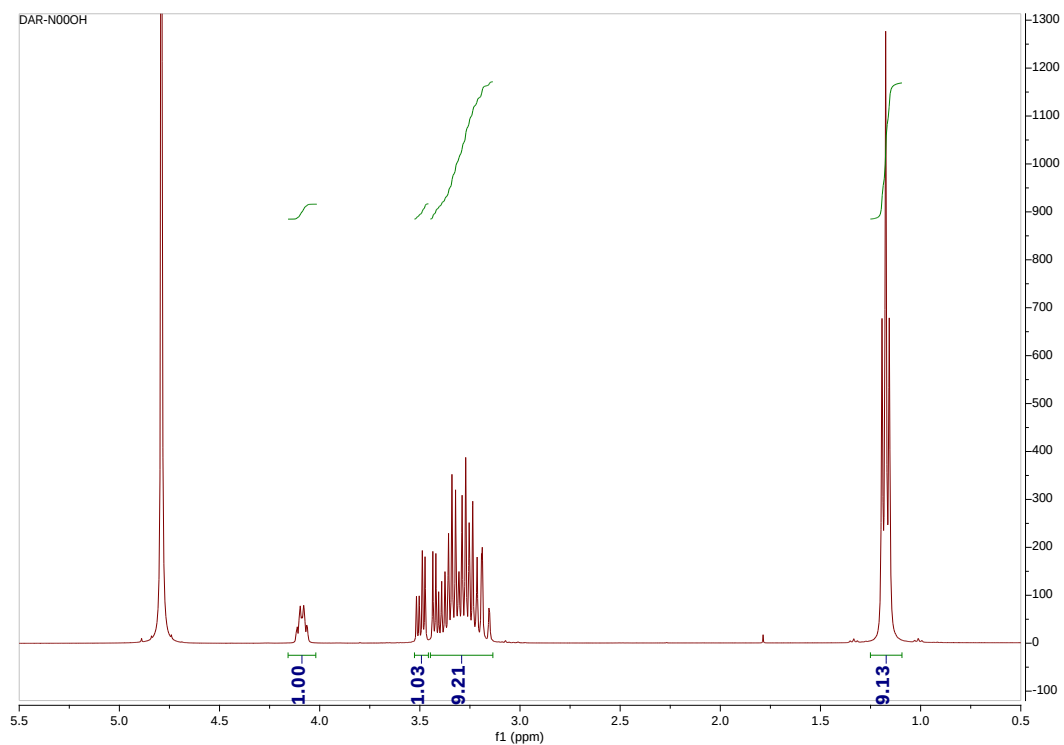
Espectro RMN de ^1H de hidróxido de *N,N,N*-triethyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (N00OH) en DMSO-d_6



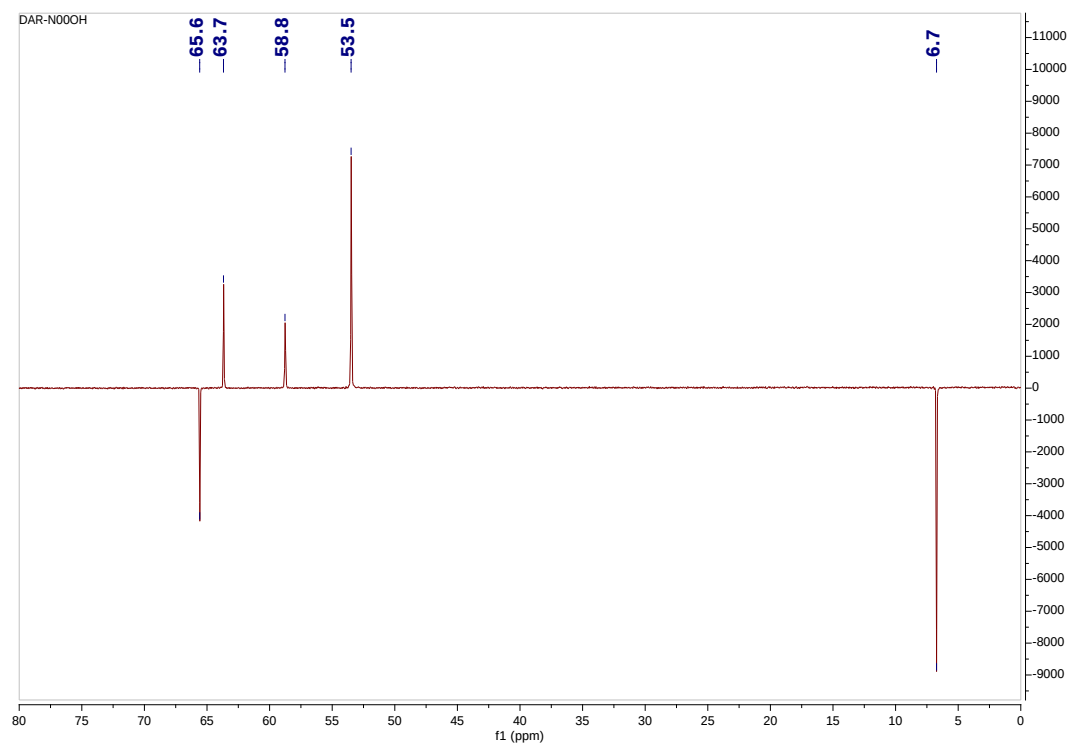
Espectro RMN de ^{13}C de hidróxido de *N,N,N*-triethyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (**N00OH**) en DMSO-d_6



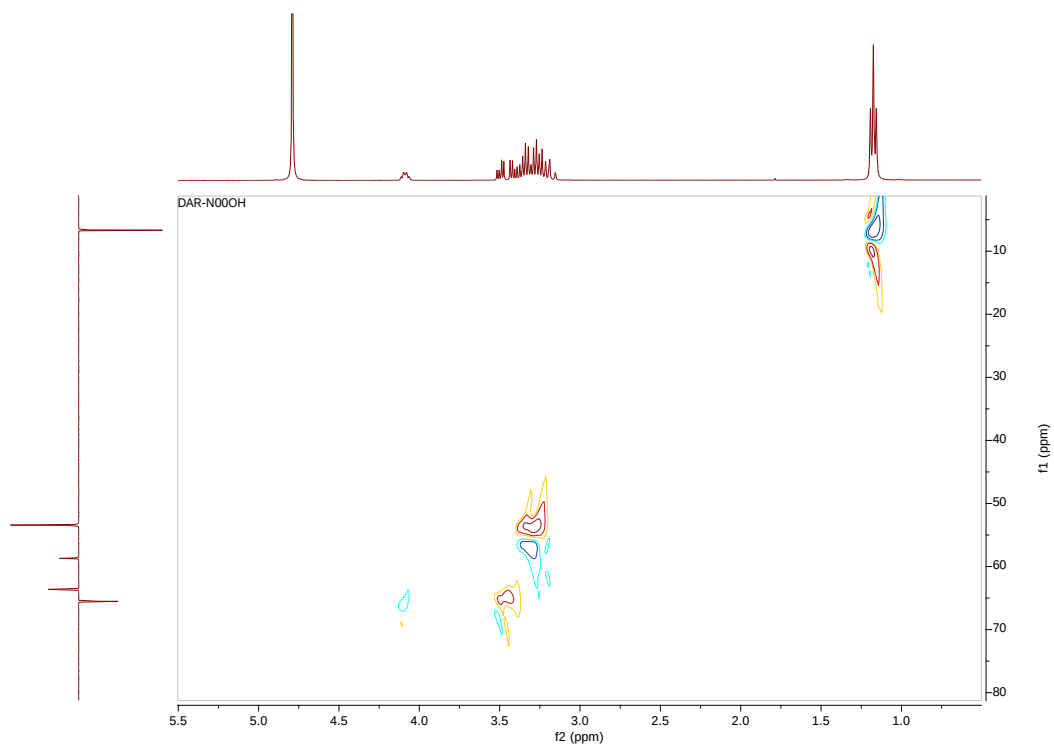
Espectro HSQC de hidróxido de *N,N,N*-triethyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (**N00OH**) en DMSO-d_6



Espectro RMN de ^1H de hidróxido de *N,N,N*-trietyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (**N00OH**) en D_2O

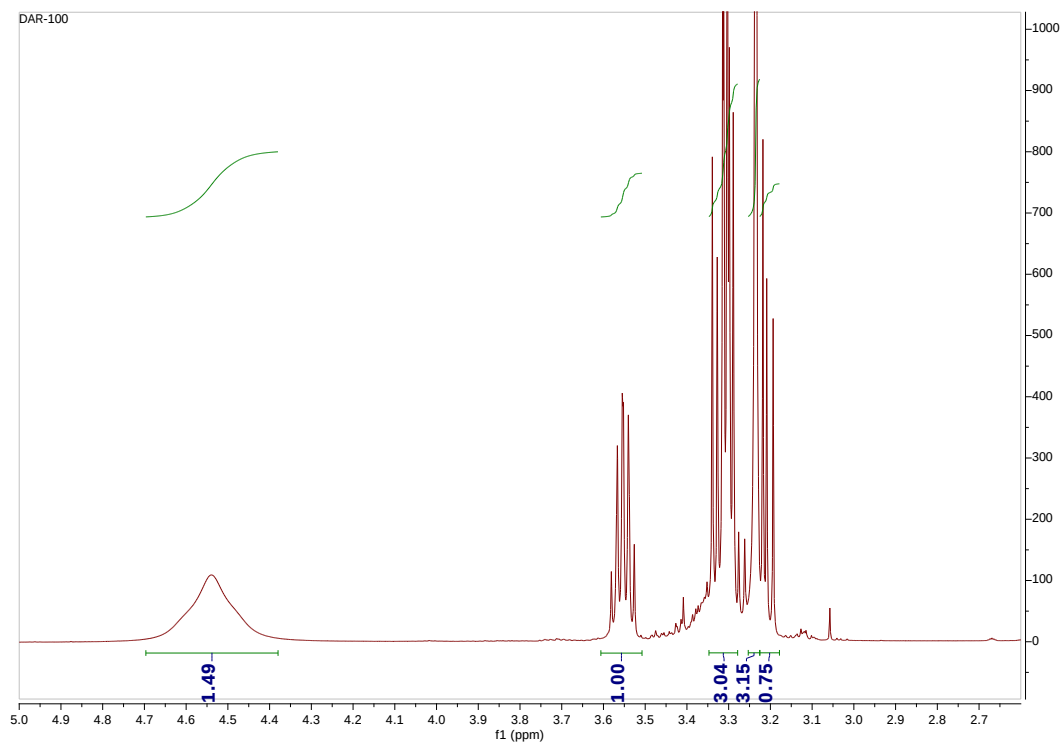
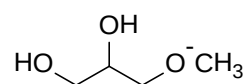


Espectro RMN de ^{13}C de hidróxido de *N,N,N*-trietyl-2,3-dihidroxiopropan-1-aminio (**N00OH**) en D_2O

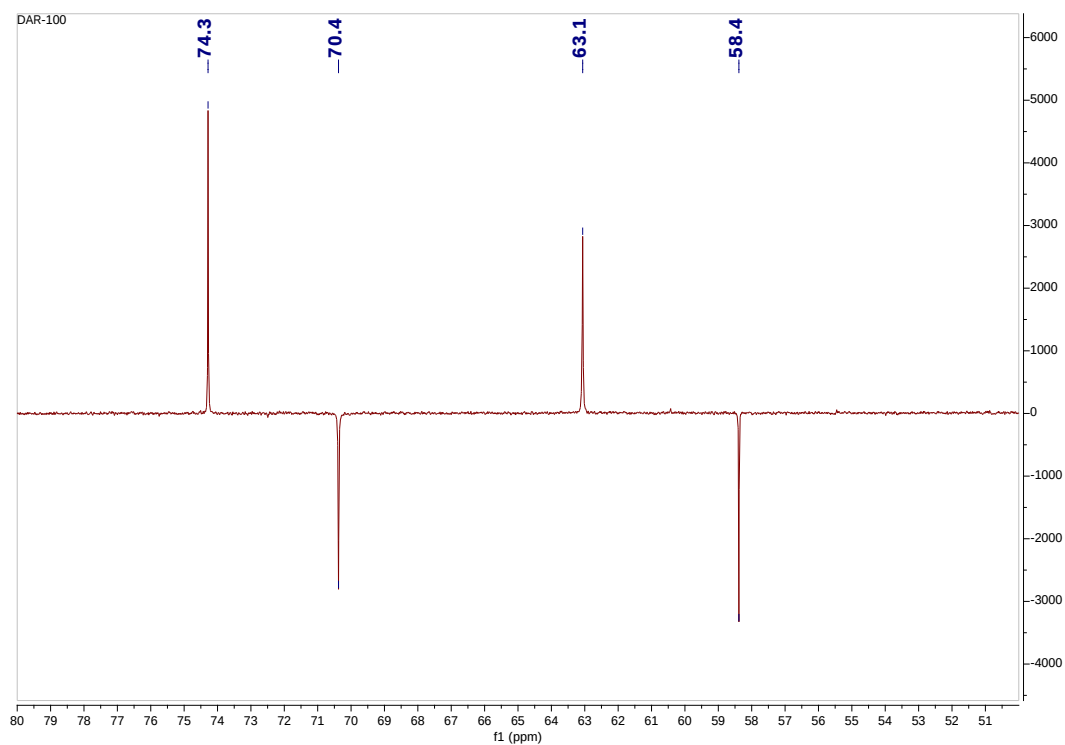


Espectro HSQC de hidróxido de *N,N,N*-triethyl-2,3-dihidroxiopropan-1-amino
(**N00OH**) en D₂O

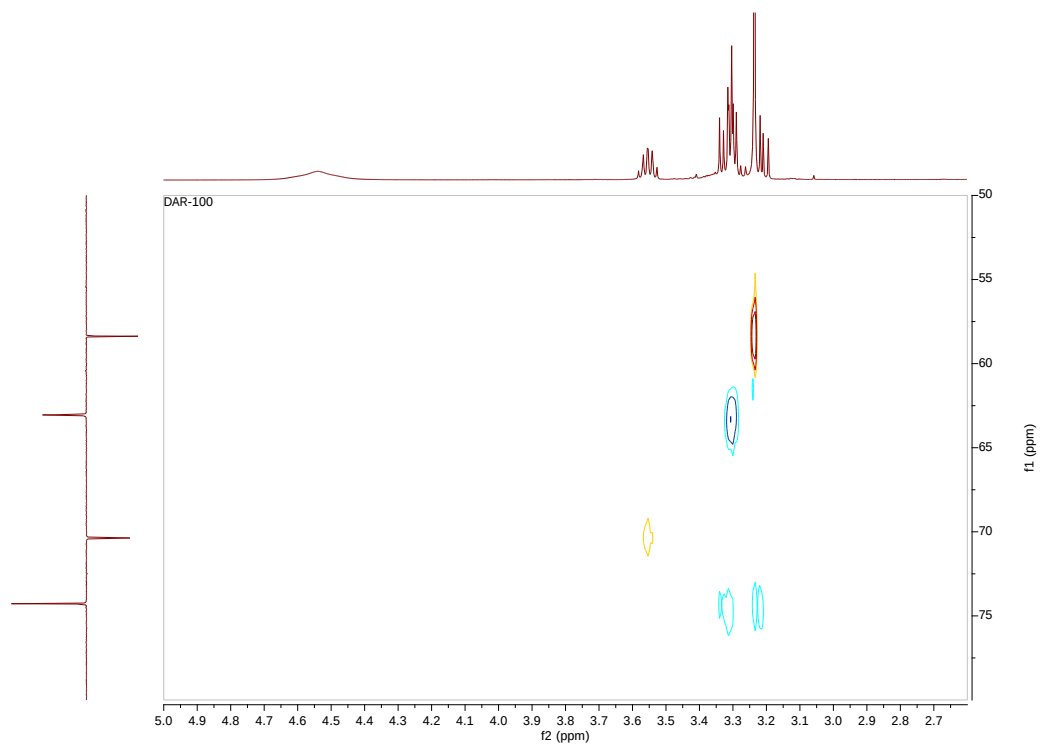
Datos del hidróxido de 3-metoxipropano-1,2-diol (100):



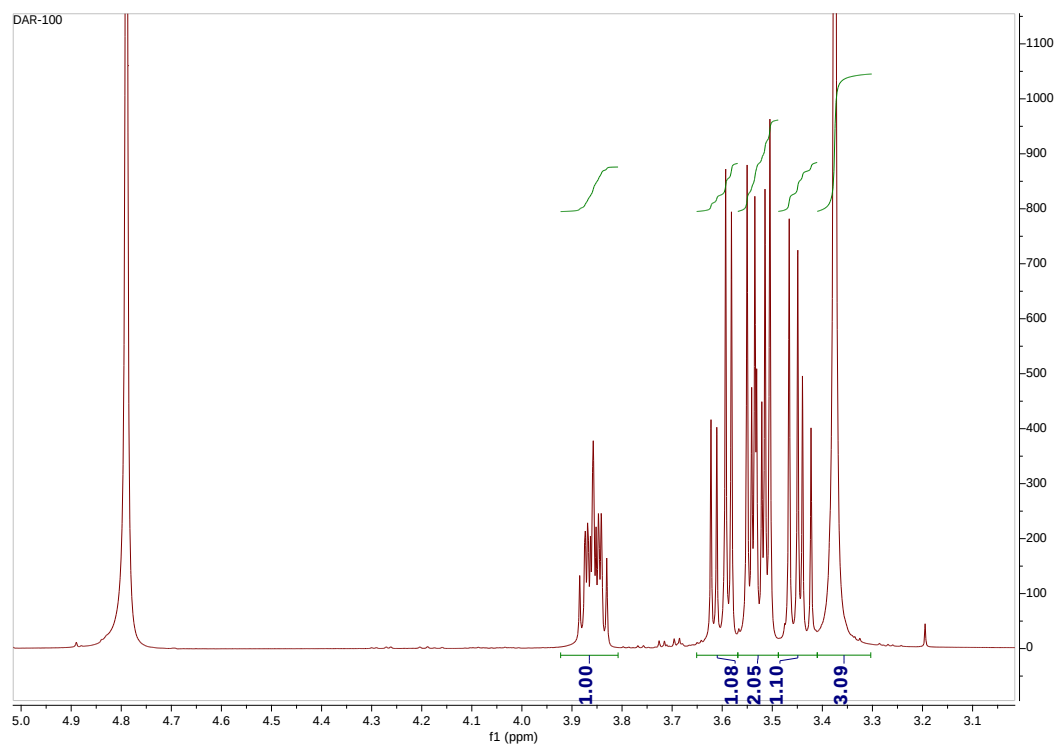
Espectro RMN de ^1H de hidróxido de 3-metoxipropano-1,2-diol (**100**) en DMSO- d_6



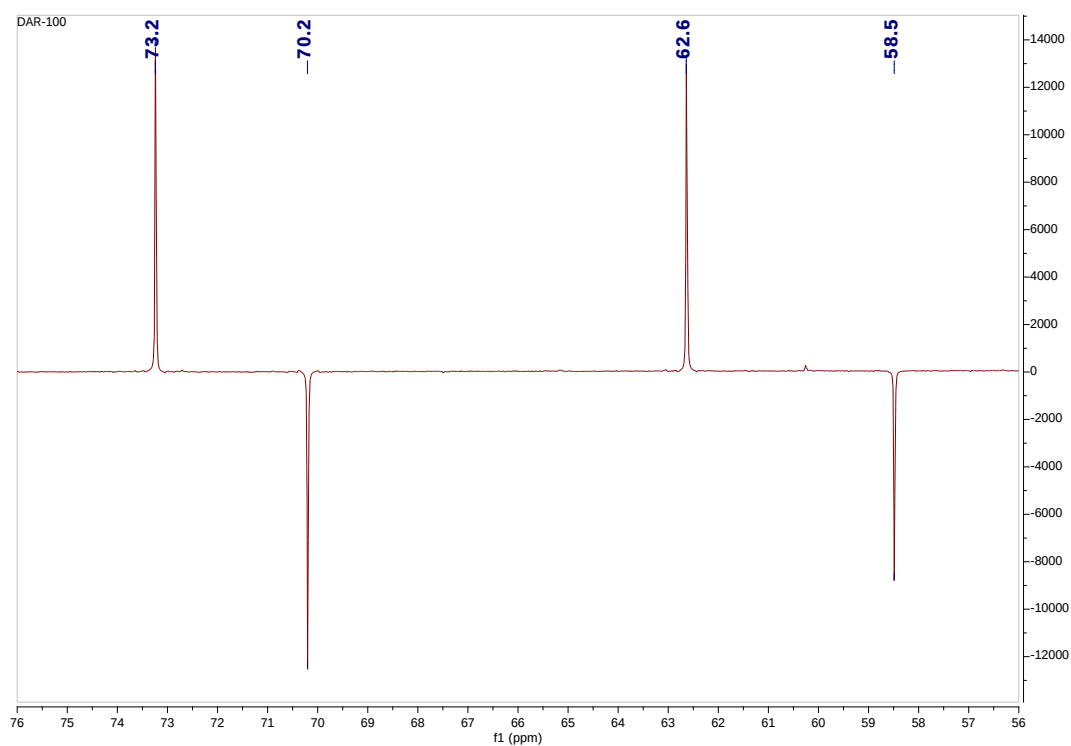
Espectro RMN de ^{13}C de hidróxido de 3-metoxipropano-1,2-diol (**100**) en DMSO-d₆



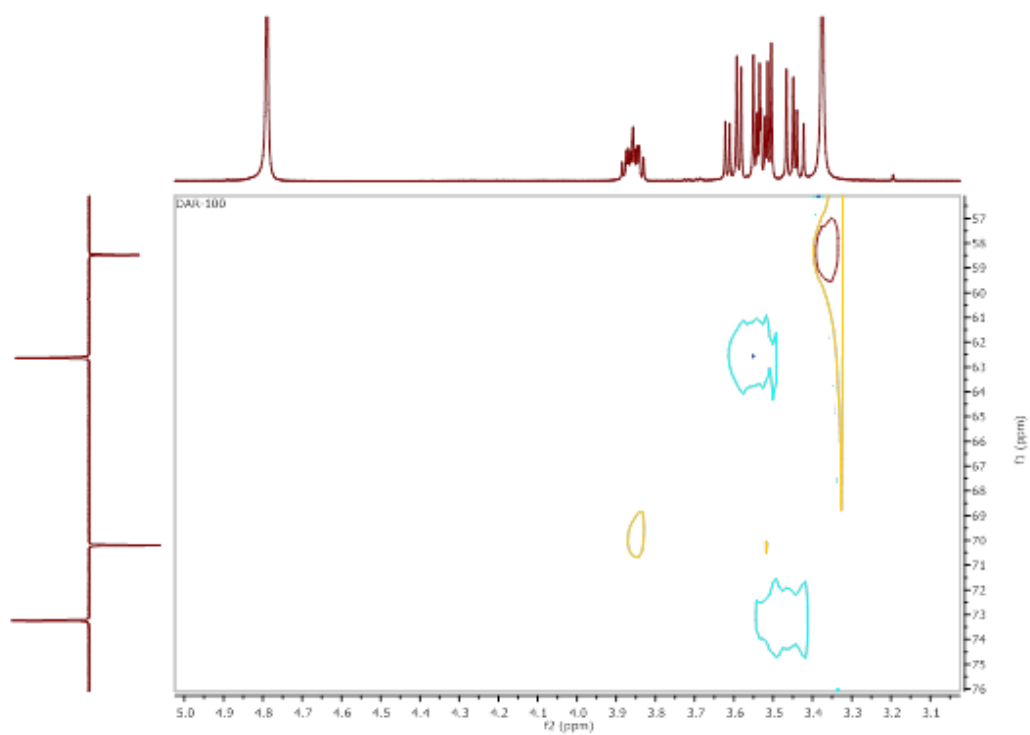
Espectro HSQC de hidróxido de 3-metoxipropano-1,2-diol (**100**) en DMSO-d₆



Espectro RMN de ^1H de hidróxido de 3-metoxipropano-1,2-diol (**100**) en D_2O

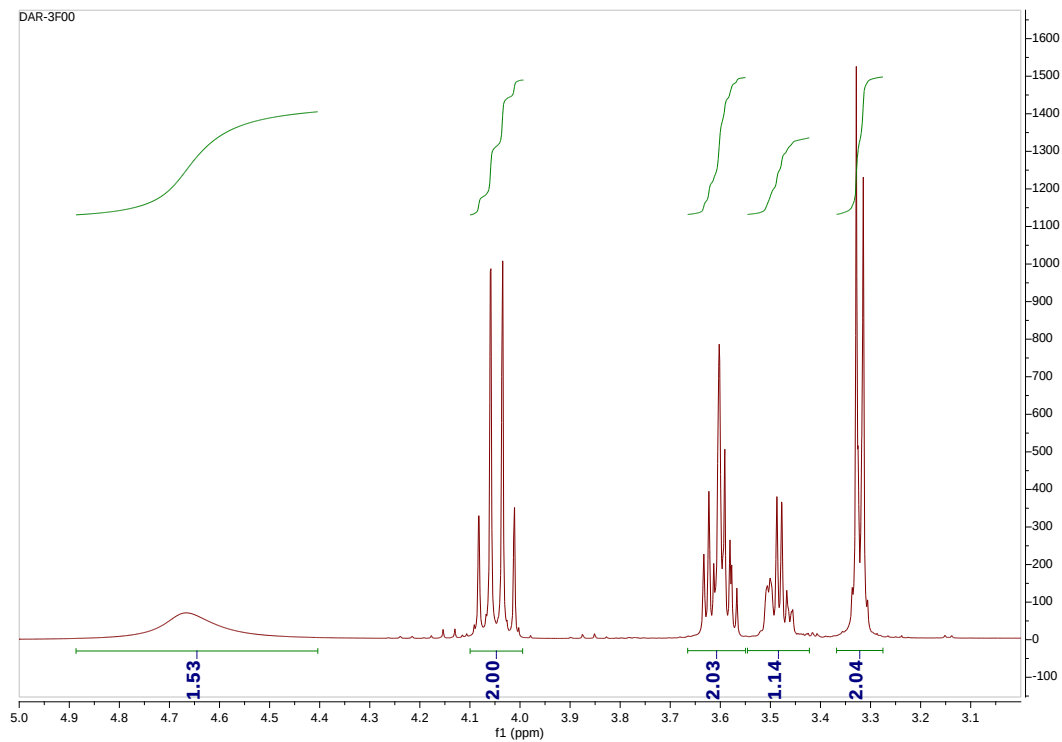
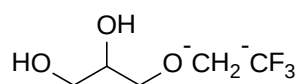


Espectro RMN de ^{13}C de hidróxido de 3-metoxipropano-1,2-diol (**100**) en D_2O

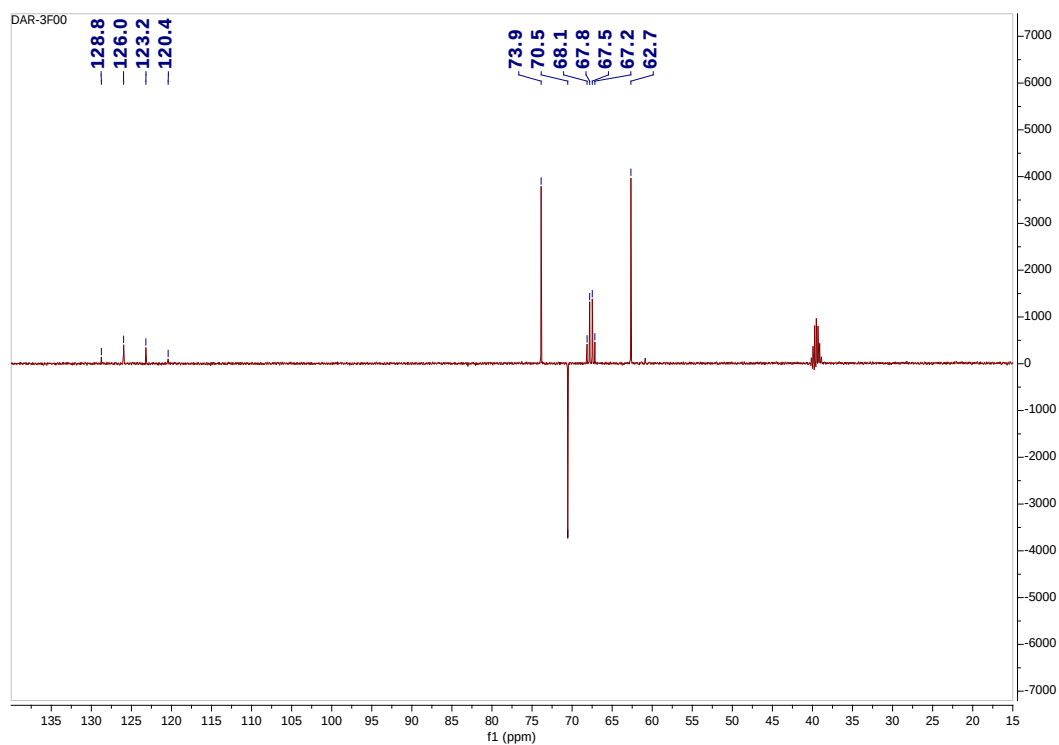


Espectro HSQC de hidróxido de 3-metoxipropano-1,2-diol (**100**) en D_2O

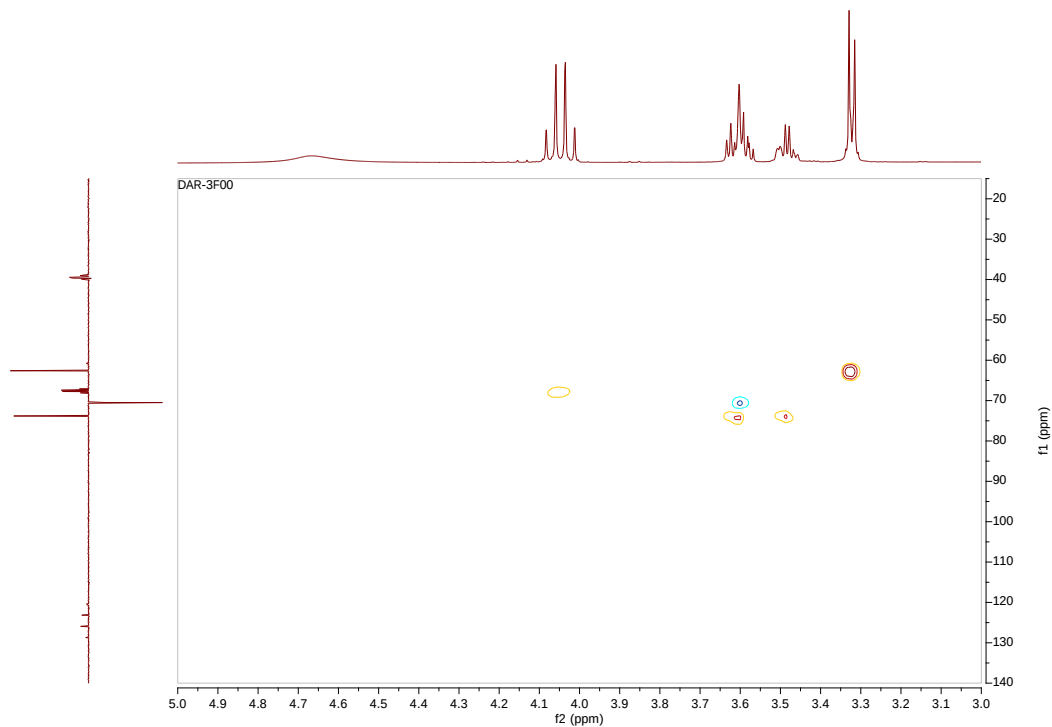
Datos del hidróxido de 5,5,5-trifluoropentano-1,2-diol (3F00):



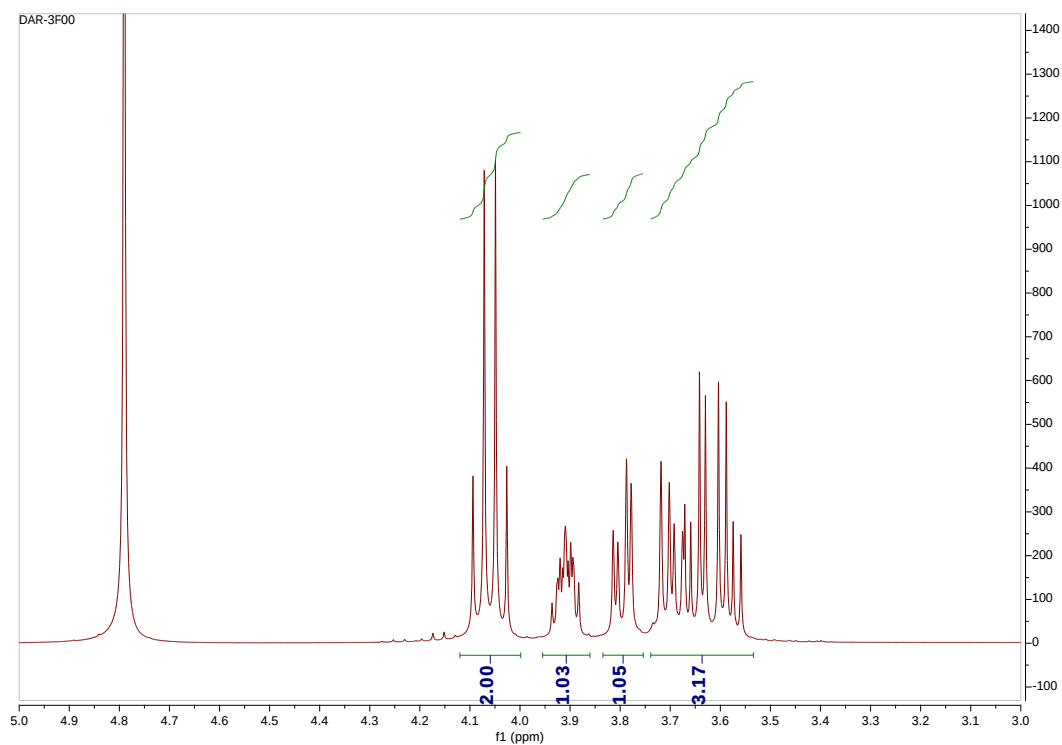
Espectro RMN de ^1H de 5,5,5-trifluoropentano-1,2-diol (3F00) en DMSO- d_6



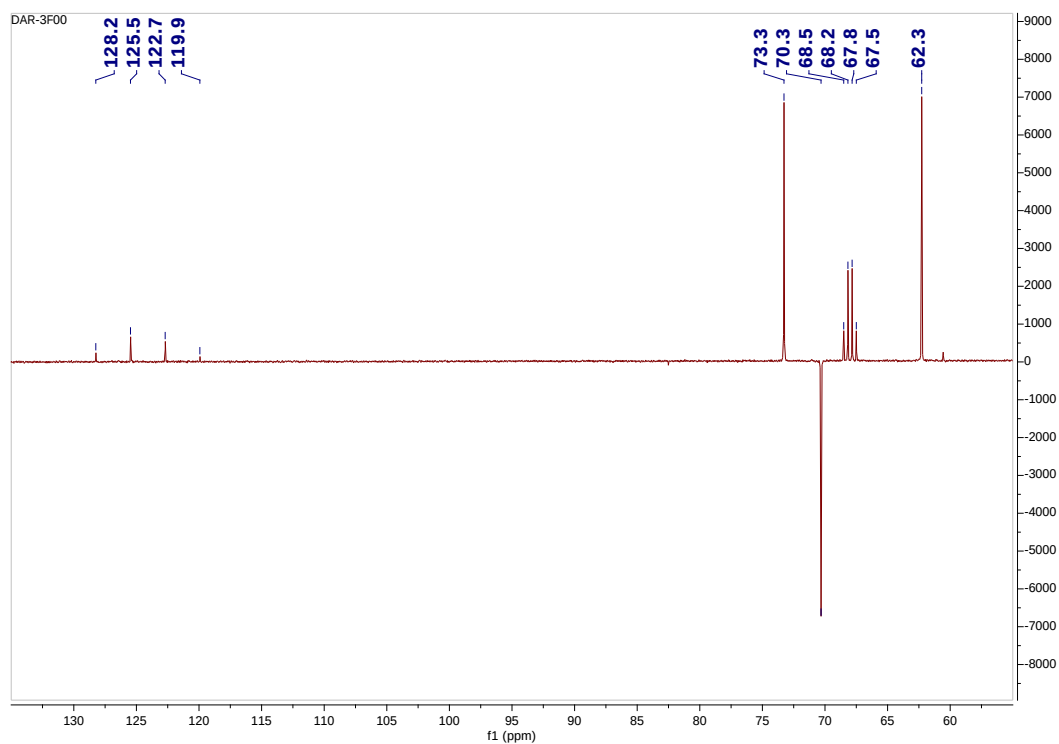
Espectro RMN de ^{13}C de 5,5,5-trifluoropentano-1,2-diol (**3F00**) en DMSO-d_6



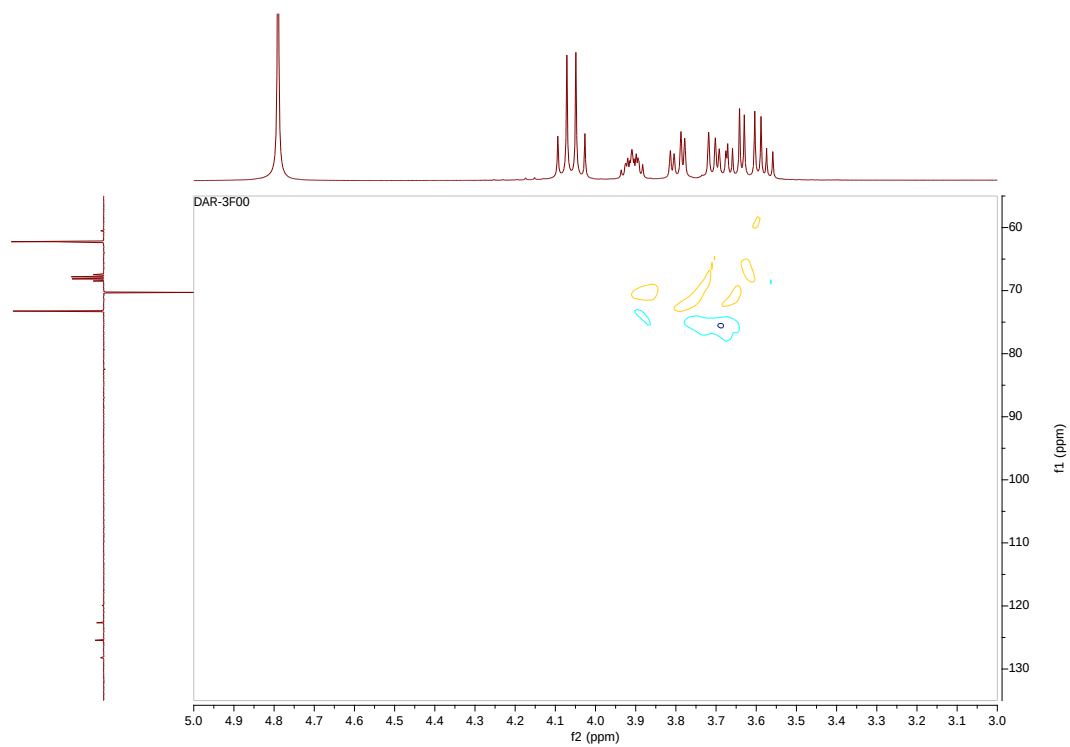
Espectro HSQC de 5,5,5-trifluoropentano-1,2-diol (**3F00**) en DMSO-d_6



Espectro RMN de ^1H de 5,5,5-trifluoropentano-1,2-diol (**3F00**) en D_2O

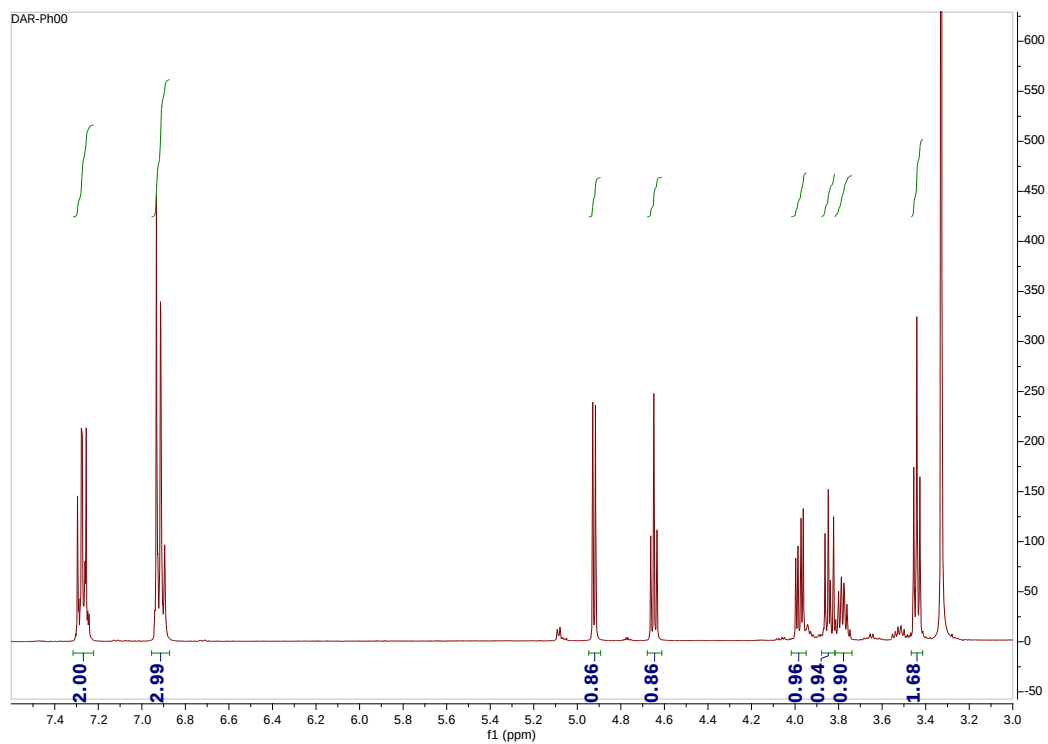
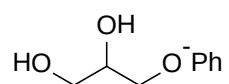


Espectro RMN de ^{13}C de 5,5,5-trifluoropentano-1,2-diol (**3F00**) en D_2O

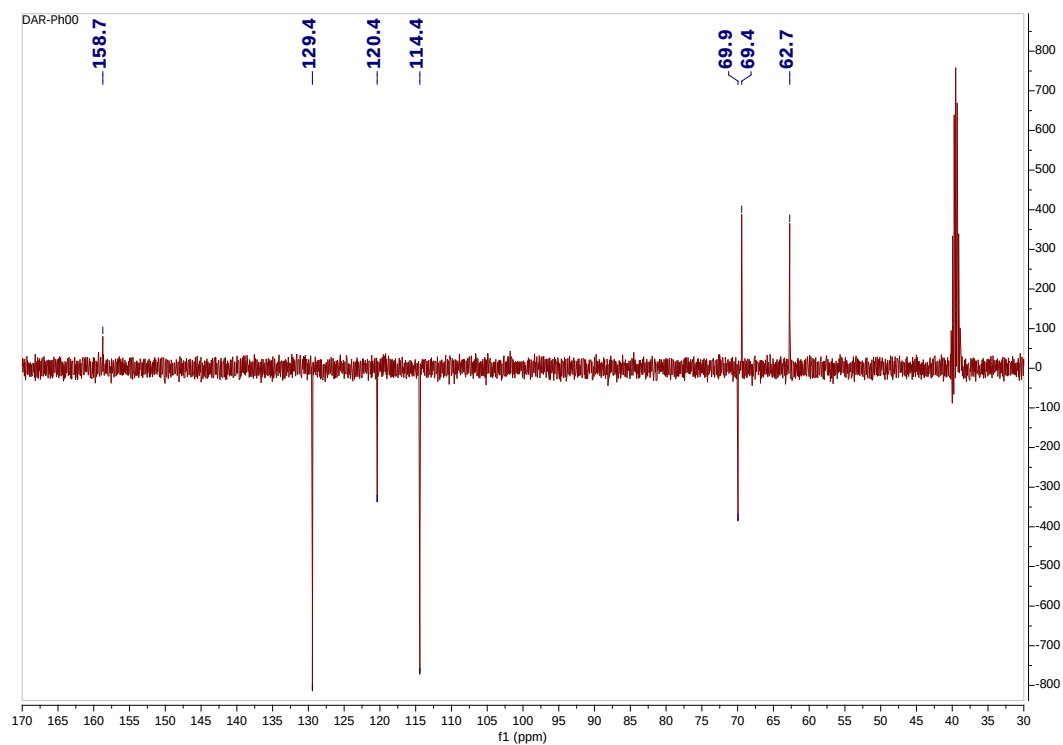


Espectro HSQC de 5,5,5-trifluoropentano-1,2-diol (**3F00**) en D₂O

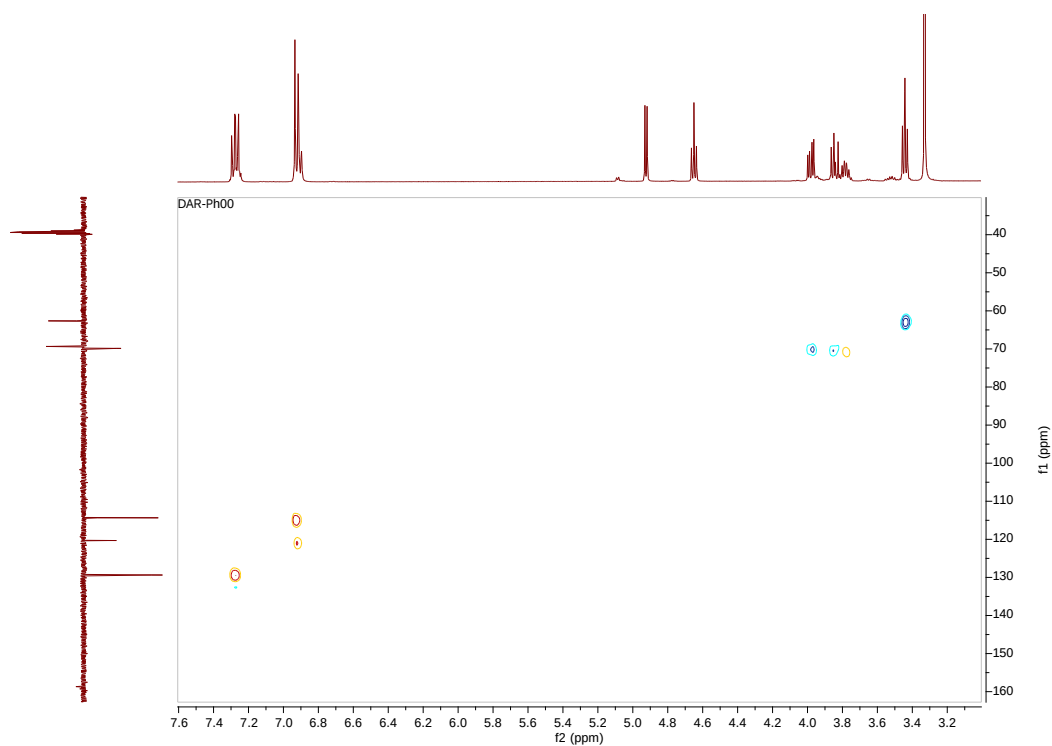
Datos del hidróxido de 3-fenoxi-1,2-propanodiol (Ph00):



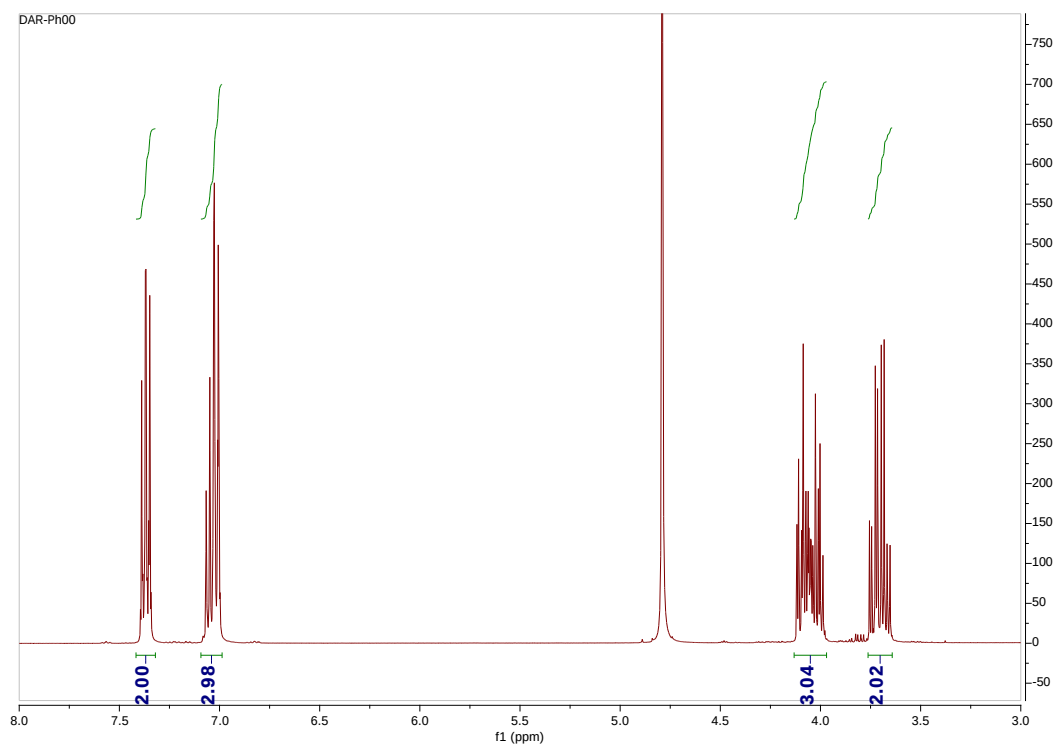
Espectro RMN de ^1H de 3-fenoxi-1,2-propanodiol (**Ph00**) en DMSO- d_6



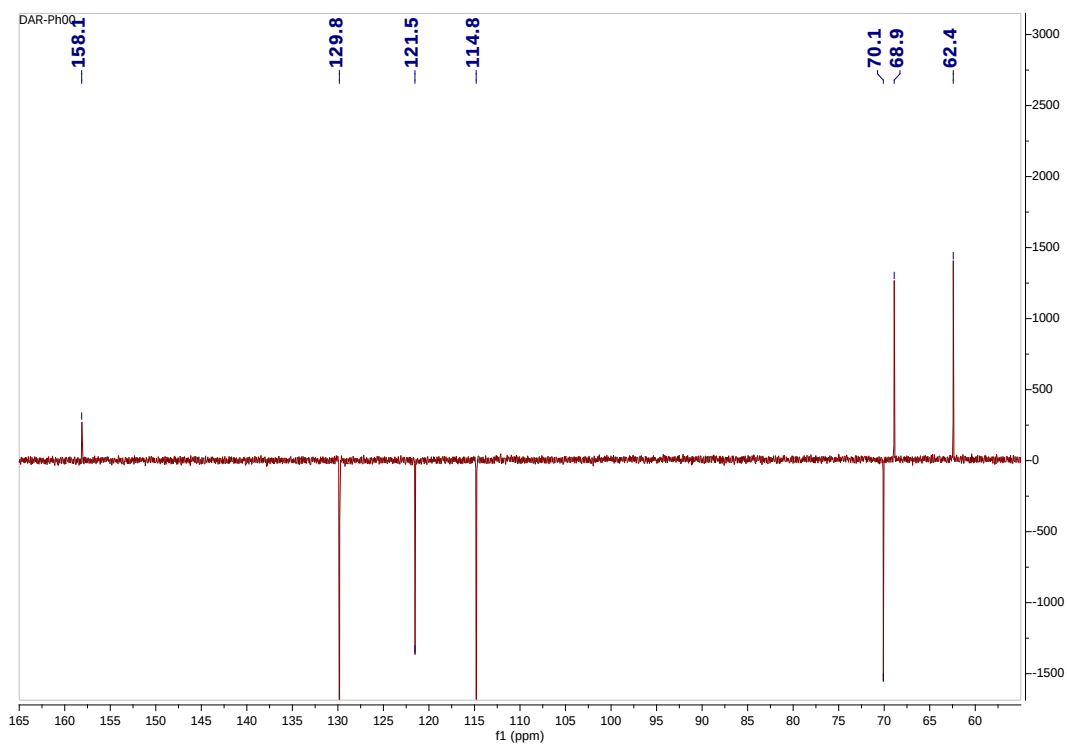
Espectro RMN de ^{13}C de 3-fenoxi-1,2-propanodiol (**Ph00**) en DMSO-d_6



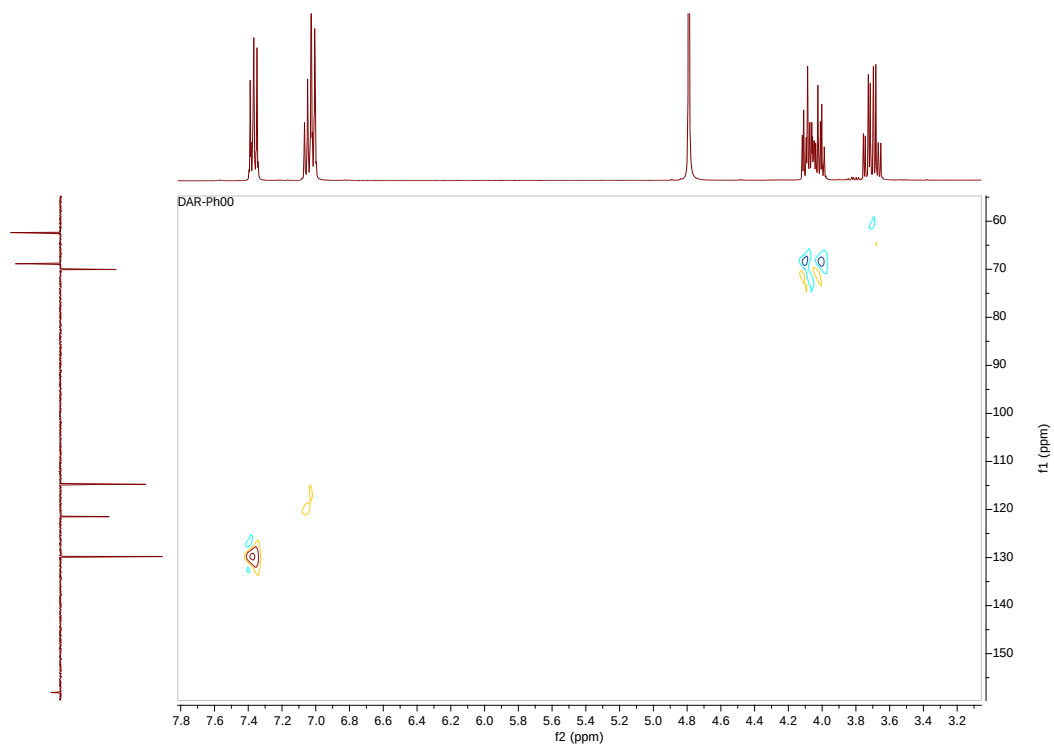
Espectro HSQC de 3-fenoxi-1,2-propanodiol (**Ph00**) en DMSO-d_6



Espectro RMN de ^1H de 3-fenoxi-1,2-propanodiol (**Ph00**) en D_2O

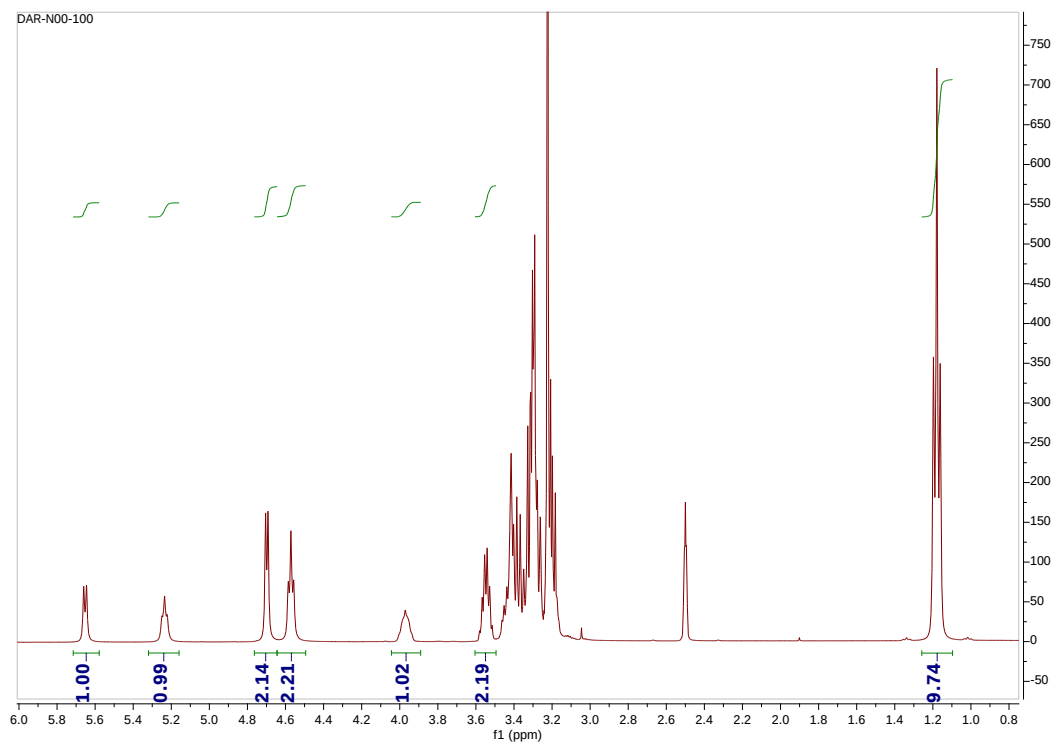
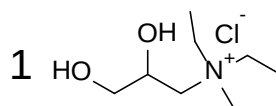
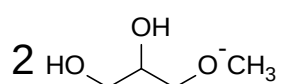


Espectro RMN de ^{13}C de 3-fenoxi-1,2-propanodiol (**Ph00**) en D_2O

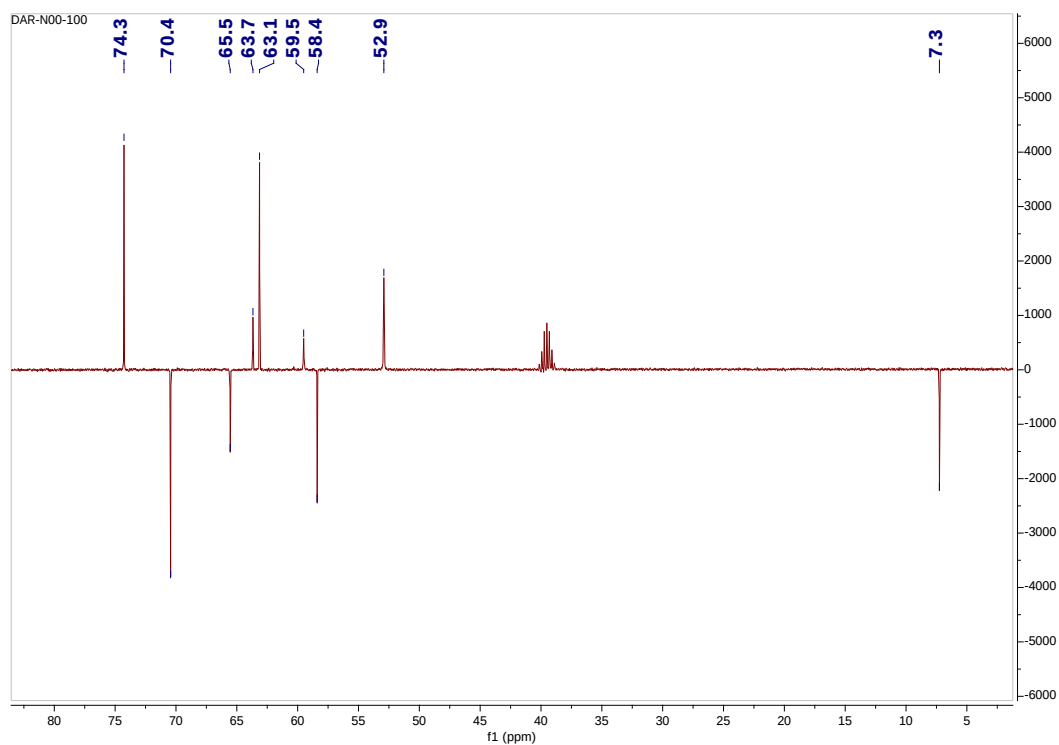


Espectro HSQC de 3-fenoxi-1,2-propanodiol (**Ph00**) en D₂O

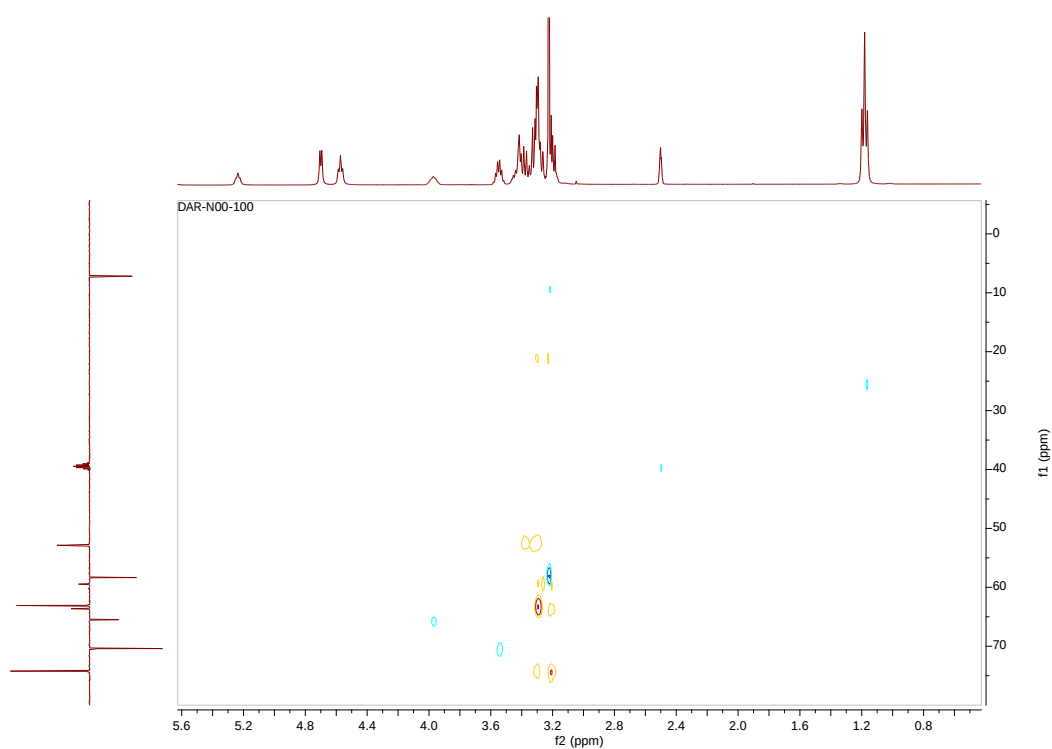
Datos de la mezcla 100-N00Cl (2:1):



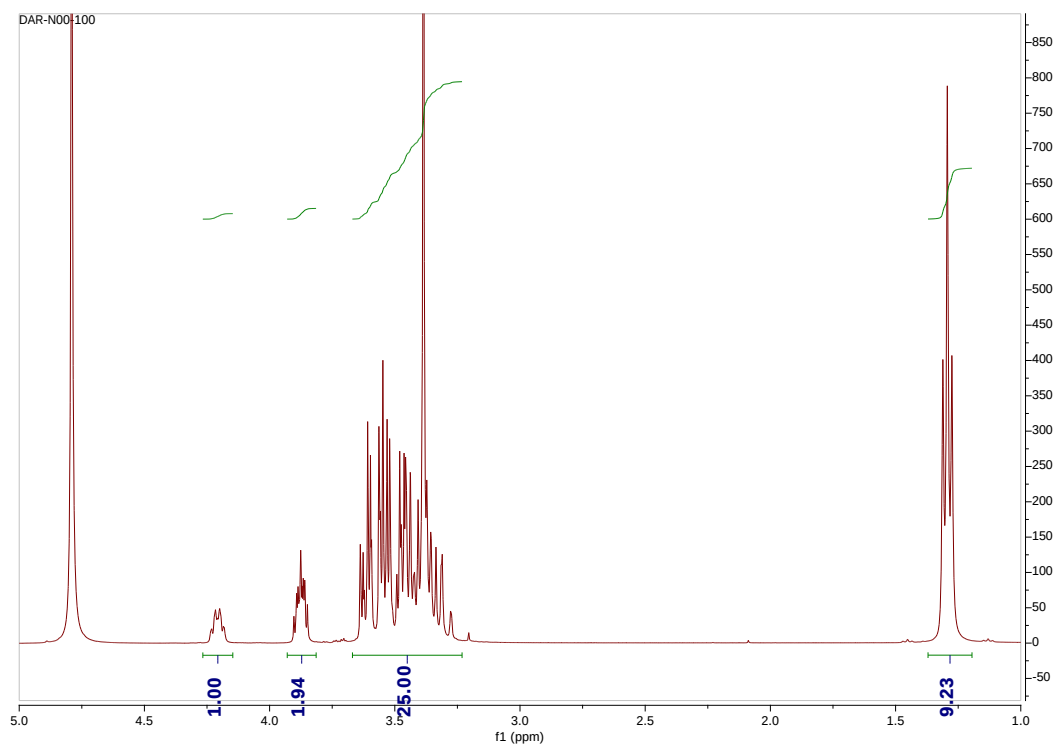
Espectro RMN de ¹H de la mezcla **100-N00Cl** en DMSO-d₆



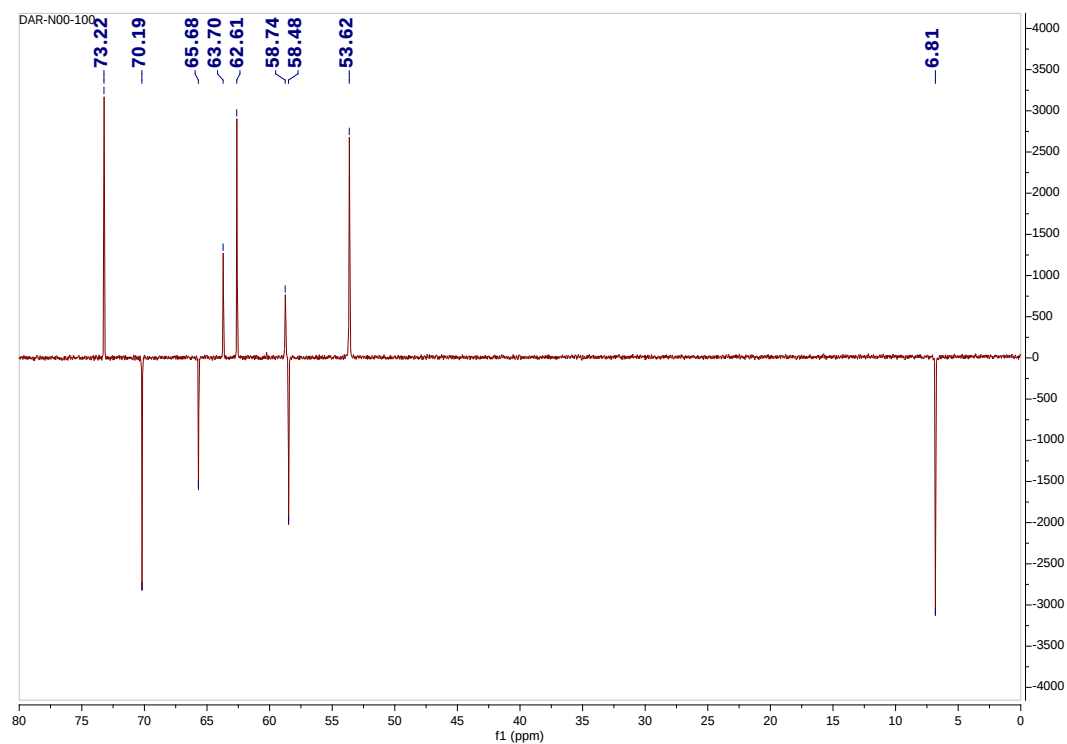
Espectro RMN de ^{13}C de la mezcla **100-N00Cl** en DMSO-d_6



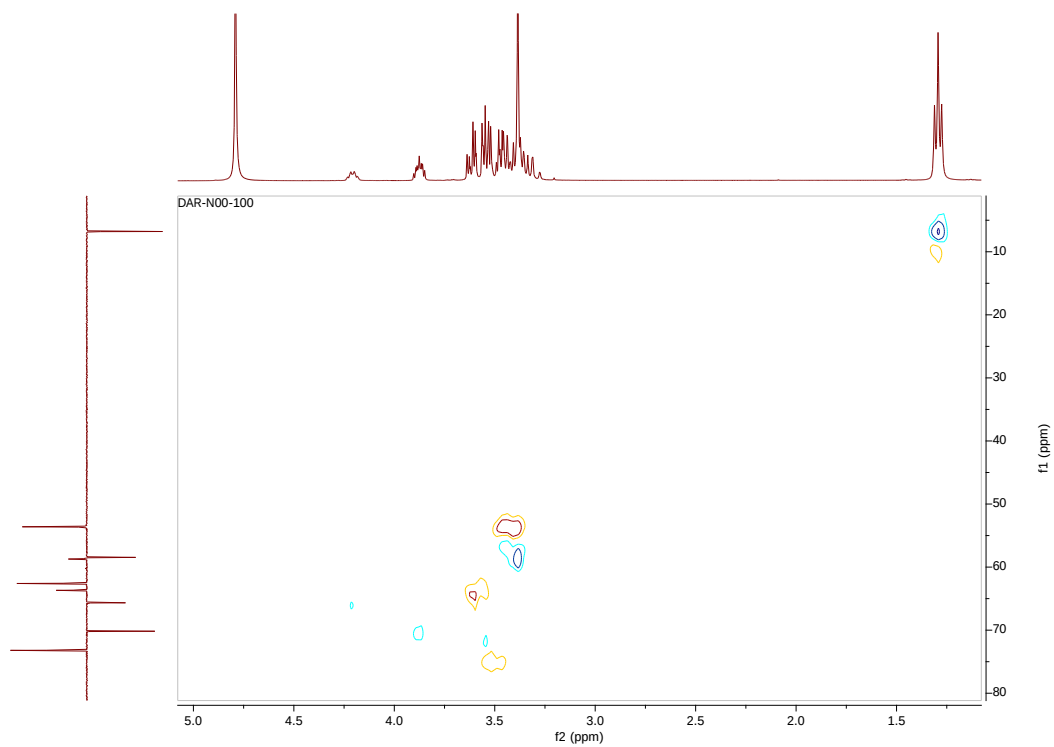
Espectro HSQC de la mezcla **100-N00Cl** en DMSO-d_6



Espectro RMN de ^1H de la mezcla **100-N00Cl** en D_2O

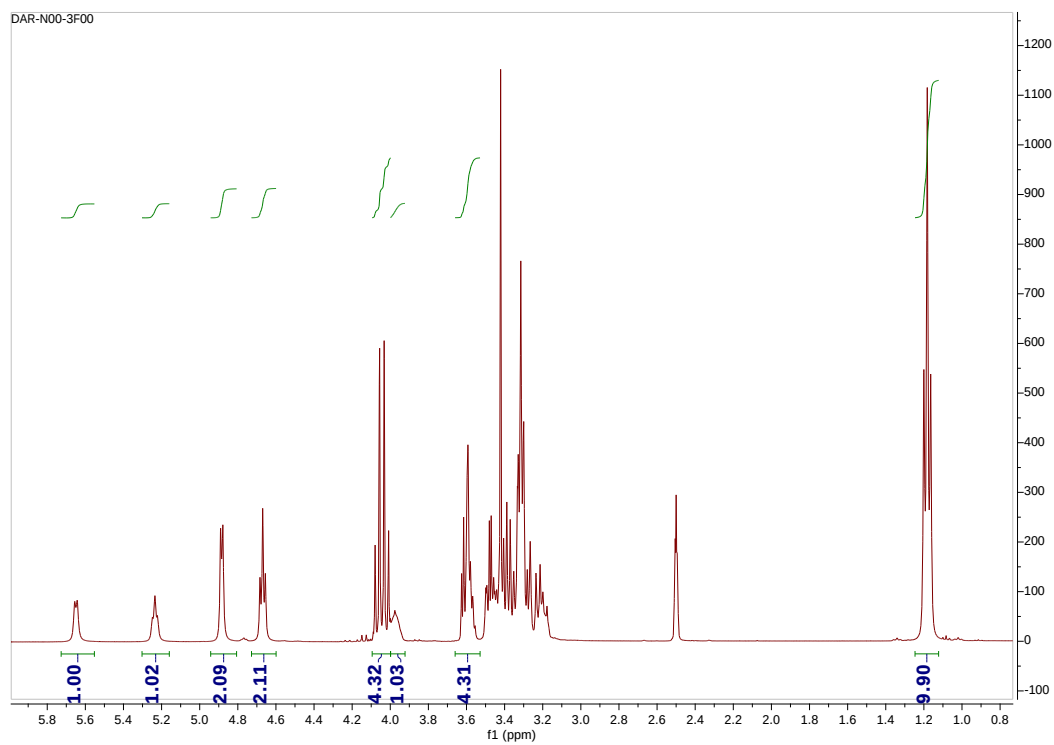
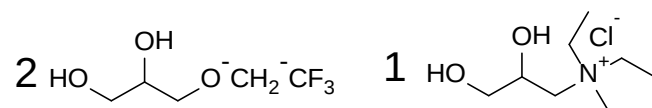


Espectro RMN de ^{13}C de la mezcla **100-N00Cl** en D_2O

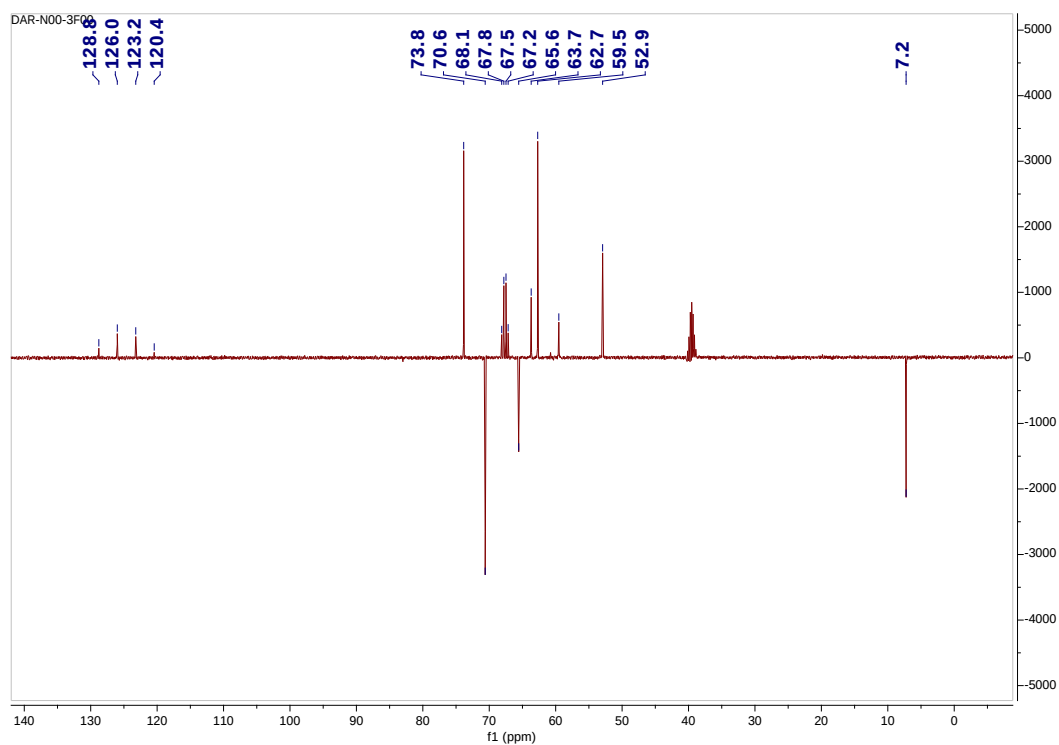


Espectro HSQC de la mezcla **100-N00Cl** en D_2O

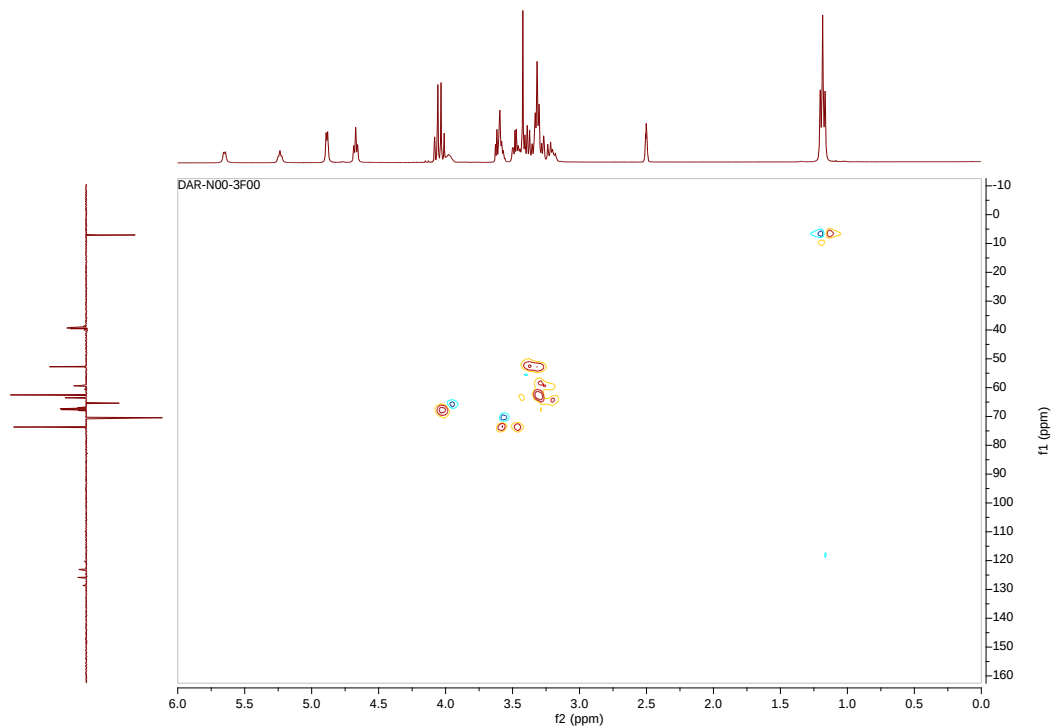
Datos de la mezcla 3F00-N00Cl (2:1):



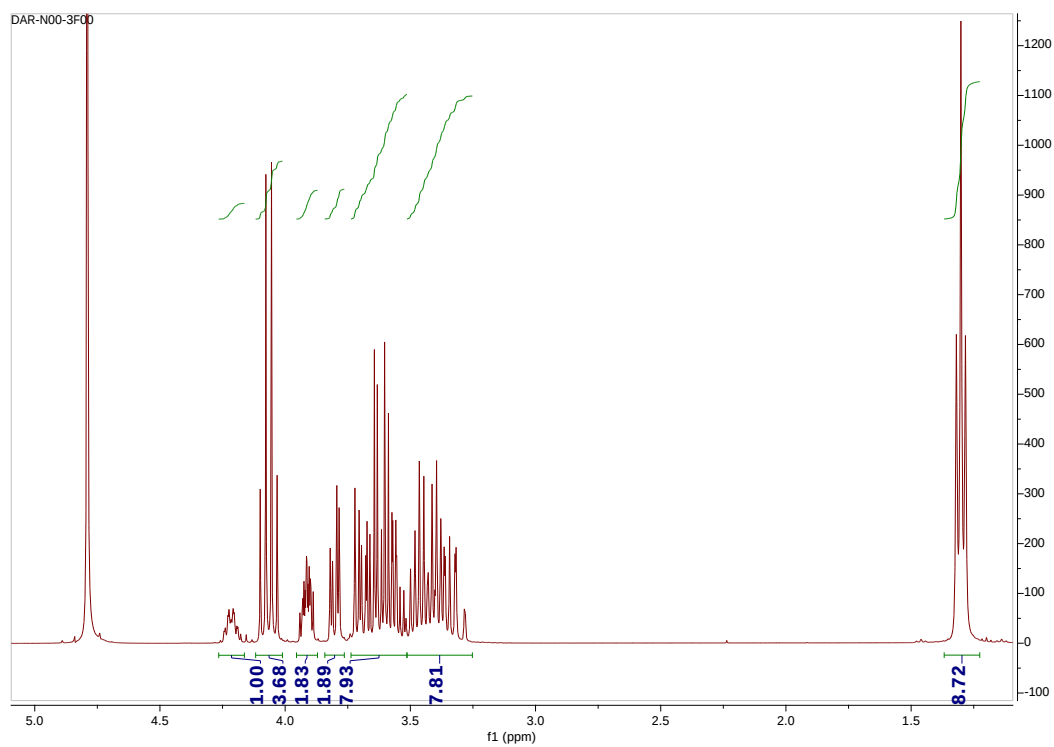
Espectro RMN de ^1H de la mezcla **3F00-N00Cl** en DMSO-d_6



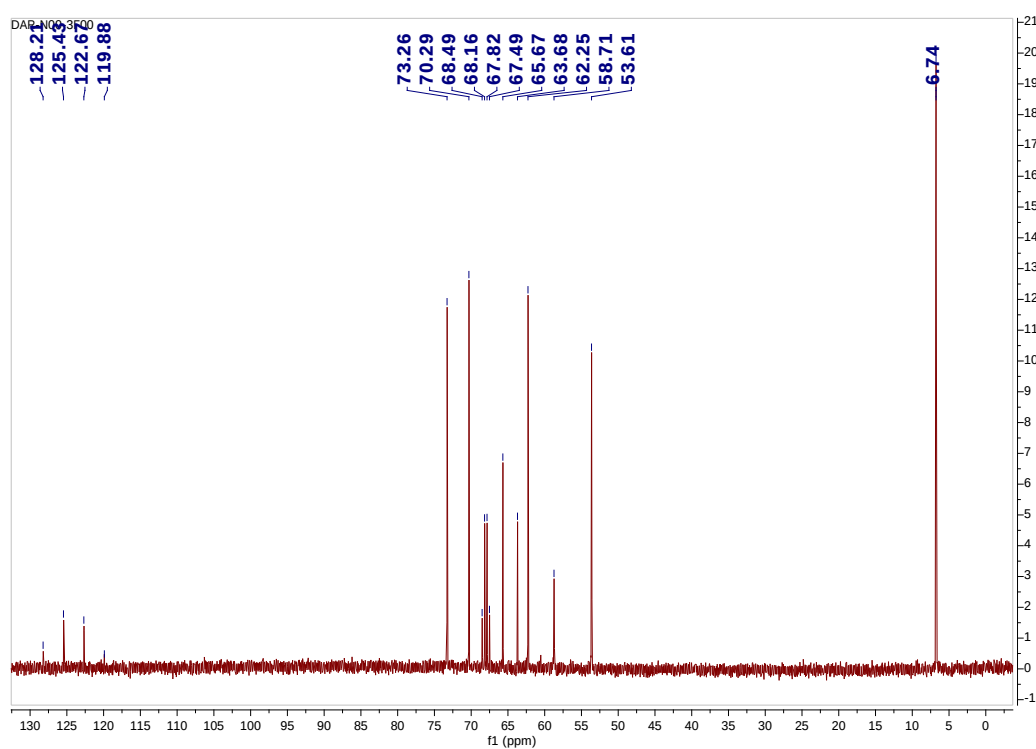
Espectro RMN de ^{13}C de la mezcla **3F00-N00Cl** en DMSO-d_6



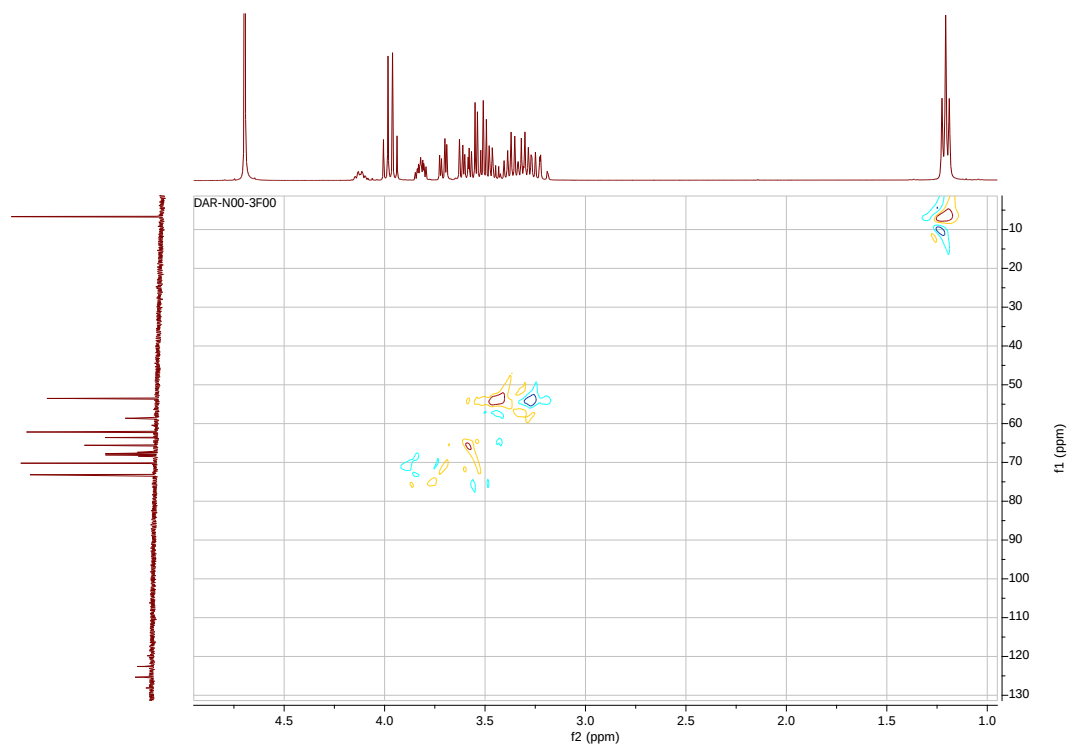
Espectro HSQC de la mezcla **3F00-N00Cl** en DMSO-d_6



Espectro RMN de ^1H de la mezcla **3F00-N00Cl** en D_2O

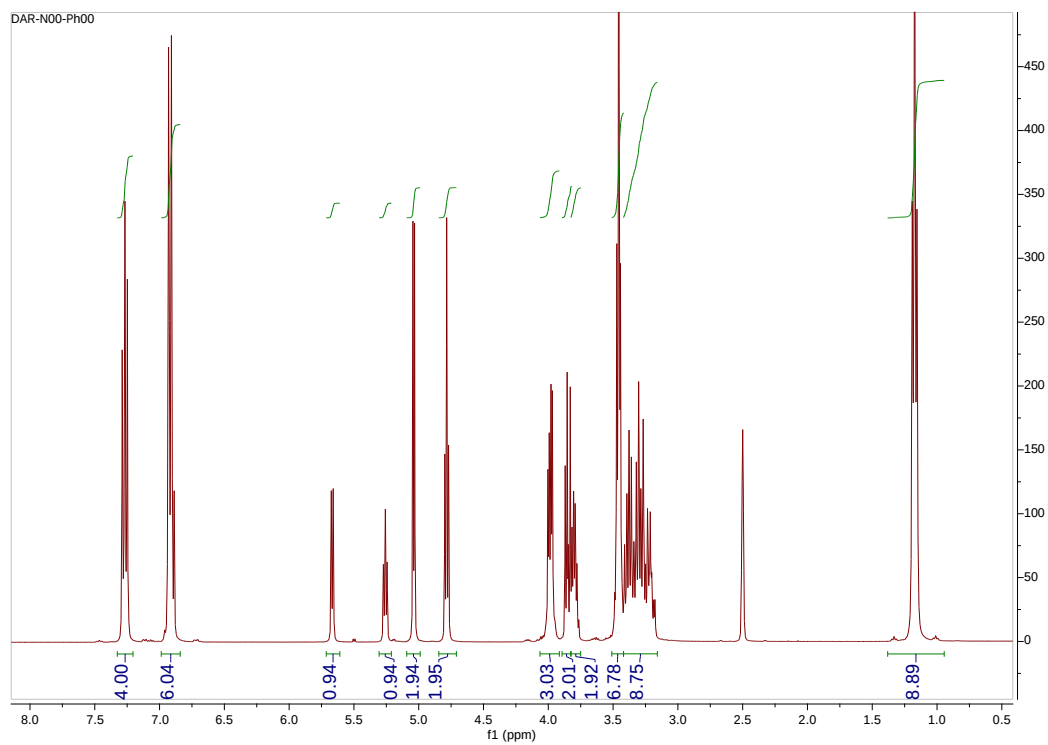


Espectro RMN de ^{13}C de la mezcla **3F00-N00Cl** en D_2O

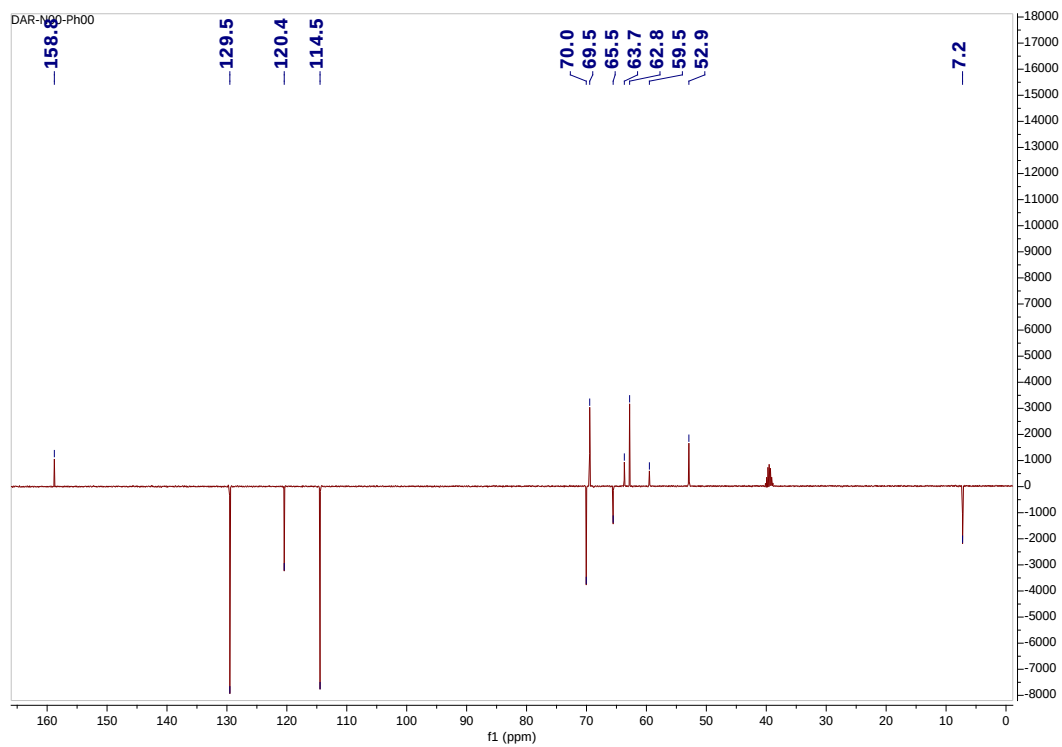


Espectro HSQC de la mezcla **3F00-N00Cl** en D₂O

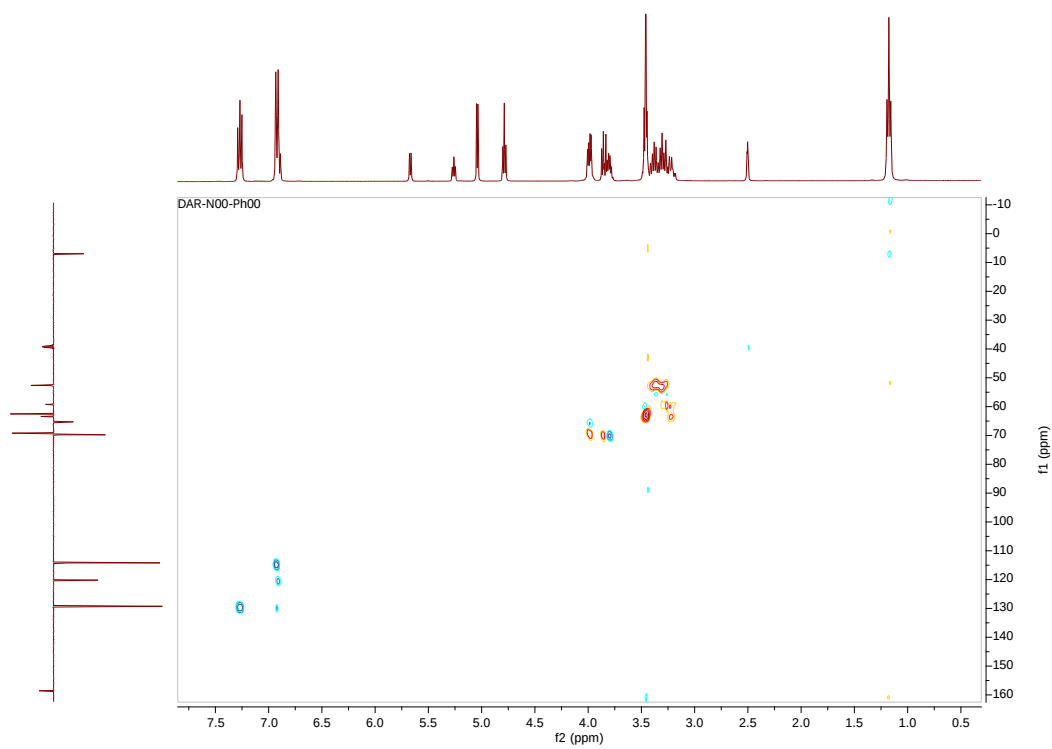
Datos de la mezcla Ph00-N00Cl (2:1):



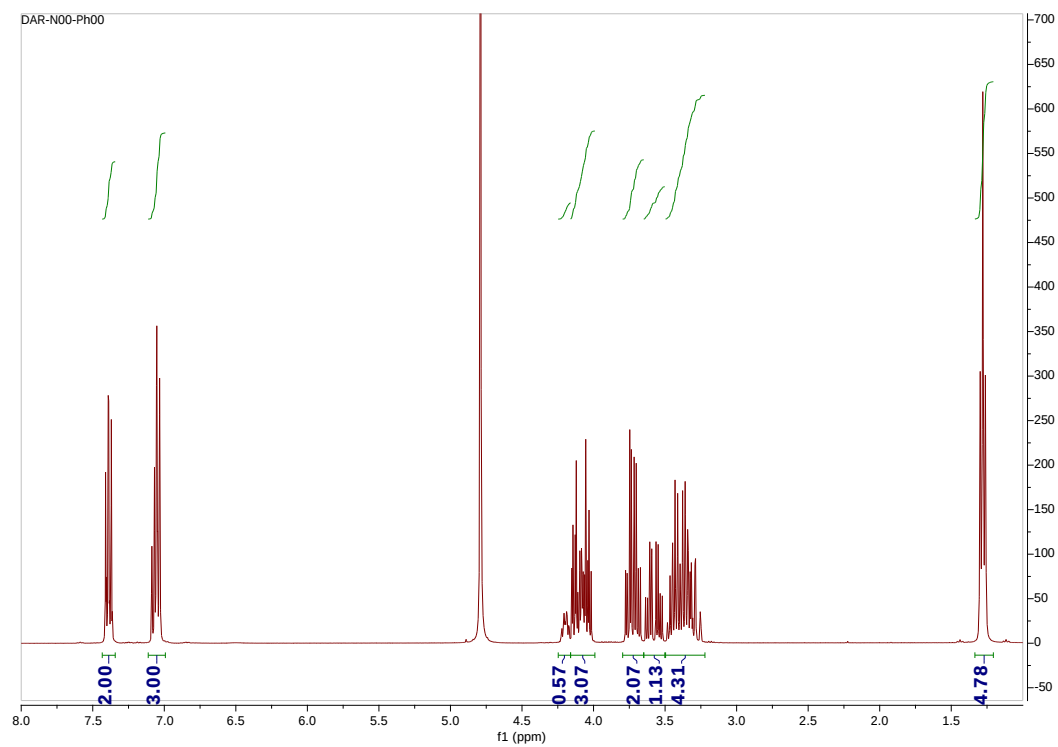
Espectro RMN de ^1H de la mezcla **Ph00-N00Cl** en DMSO- d_6



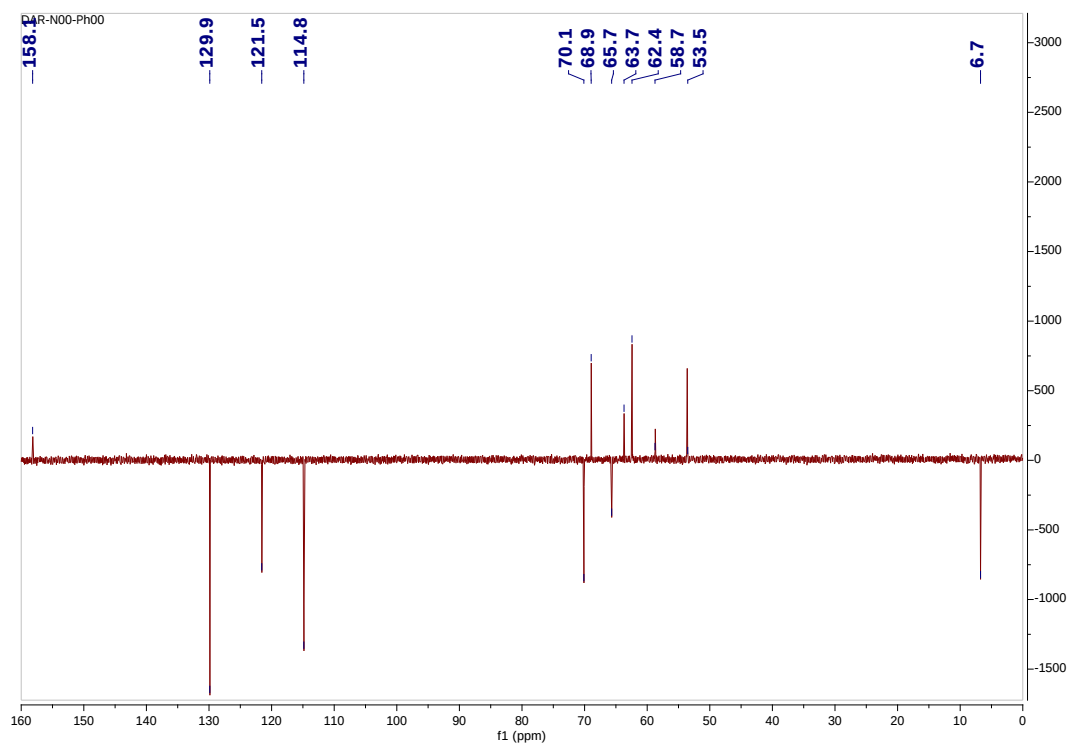
Espectro RMN de ^{13}C de la mezcla **Ph00-N00Cl** en DMSO-d_6



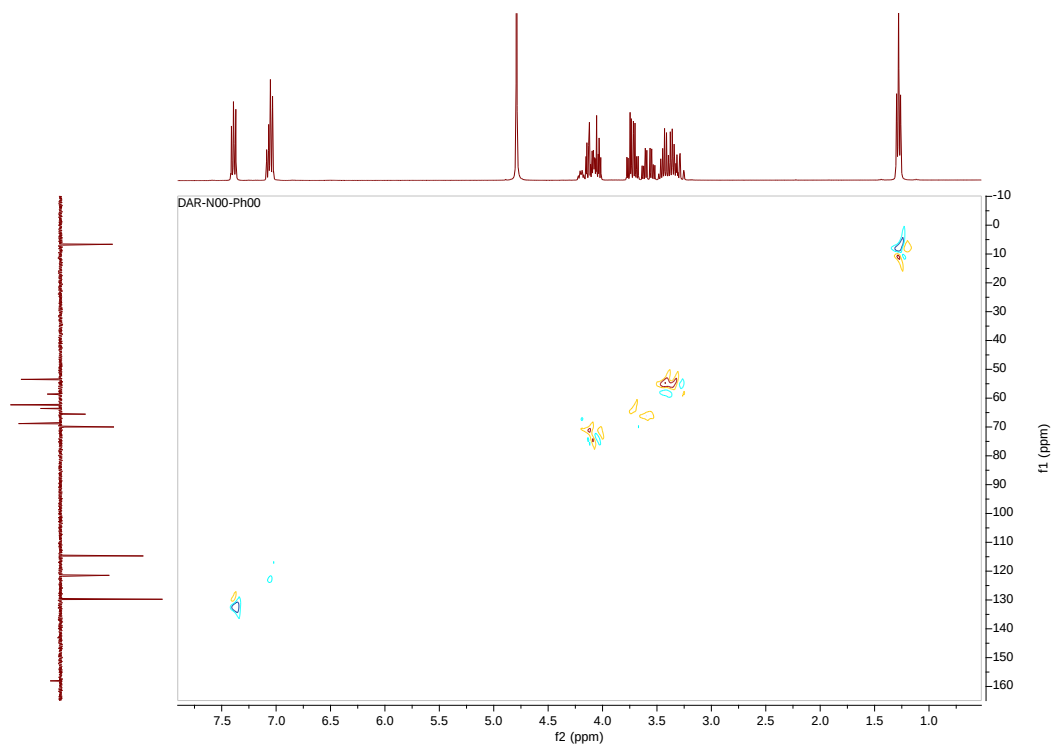
Espectro HSQC de la mezcla **Ph00-N00Cl** en DMSO-d_6



Espectro RMN de ^1H de la mezcla **Ph00-N00Cl** en D_2O



Espectro RMN de ^{13}C de la mezcla **Ph00-N00Cl** en D_2O



Espectro HSQC de la mezcla **Ph00-N00Cl** en D₂O