

OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 625 014**

⑮ Int. Cl.:

**C07C 43/23** (2006.01)  
**C10L 1/00** (2006.01)  
**C10L 1/185** (2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑯ Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2013 E 15187464 (1)**

⑯ Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.03.2017 EP 2995606**

⑮ Título: **Éteres trilitados**

⑯ Prioridad:

**04.05.2012 US 201261642560 P**

⑯ Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**18.07.2017**

⑮ Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)**  
2040 Dow Center  
Midland, Michigan 48674, US

⑯ Inventor/es:

**GREEN, GEORGE DAVID y  
SWEDO, RAYMOND**

⑯ Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 625 014 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

## Éteres trilitados

Esta invención se refiere a nuevos compuestos útiles en un método para el marcado de hidrocarburos líquidos y otros combustibles y aceites.

5 El marcado de los hidrocarburos de petróleo y otros combustibles y aceites con diversos tipos de marcadores químicos es bien conocido en la técnica. Se han utilizado una variedad de compuestos para este propósito, así como numerosas técnicas para la detección de los marcadores, por ejemplo, la espectroscopía de absorción y espectrometría de masas. Por ejemplo, el documento de patente de Estados Unidos Nº 7.858.373 describe el uso de una variedad de compuestos orgánicos para uso en el marcado de hidrocarburos líquidos y otros combustibles y aceites. Sin embargo, siempre hay una necesidad de compuestos marcadores adicionales para estos productos.

10 Pueden usarse combinaciones de marcadores como sistemas de marcado digitales, y las proporciones de las cantidades forman un código para el producto marcado. Compuestos adicionales útiles como marcadores de combustibles y lubricantes serían deseables para maximizar los códigos disponibles. El problema abordado por esta invención es encontrar marcadores adicionales útiles para el marcado de hidrocarburos líquidos y otros combustibles y aceites.

15

Ciertos éteres trilitados se divultan en "A Rapid and Convenient Method for the Synthesis of Deoxyribonucleotides Carrying 5'-Phosphate End Groups Using a New Protecting Group", K.L. Agarwal et al., J. Am Chem Soc, Vol. 98, Nº 5, 3 de Marzo de 2976, página 1065; "Toward Controllable Molecular Shuttles", P-L. Anelli et al., Chem. Eur. J., 1997, 3, Nº 7, página 1113; "Molecular Meccano, 56 Anthracene-Containing [2]Rotaxanes: Synthesis, Spectroscopic, and Electrical Properties", R. Ballardini et al., Eur. J. Org. Chem., 200, 591-602; "Synthesis and Properties of [4-(Triphenylmethyl)phenoxy]acetic and 3-[4-(Triphenylmethyl)phenoxy]propionic Acids and Their Condensation with Phthalimide Leading to meso-Substituted Tetrabenzoporphyrins", N.E. Galanin et al., Russian Journal of Organic Chemistry, 2009, vol. 45, Nº 7, páginas 1024- 030; y "Reaction of Phosphonium Ylides with 4-Triphenylmethyl-1,2-benzoquinone", F.H. Osman et al. Tetrahedron, Vol. 49, No. 38, páginas 8691-8704, 1993.

25 **Descripción de la invención**

La presente invención proporciona un compuesto que tiene la fórmula  $(Ph_3C)_mAr(GR)_n$ , en donde Ph representa un grupo fenilo, Ar es benceno; G es O, S, SO o SO<sub>2</sub>; R es: (a) un hidrocarbilo C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub> sustituido con al menos uno de OH, SH, y alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>; o (b) heteroalquilo C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub> en donde el heteroalquilo es un grupo alquilo en el que se han reemplazado uno o más grupos metileno con O o S opcionalmente sustituido con al menos un sustituyente del grupo que consiste en OH, SH o alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>; m es uno o dos; y n es 2.

30 Un método para marcar un hidrocarburo de petróleo o un combustible de origen biológico líquido; comprende añadir a dicho hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido al menos un compuesto de la invención; en donde cada compuesto de la invención está presente a un nivel de 0,01 ppm a 20 ppm.

35 **Descripción detallada**

35 Los porcentajes son porcentajes en peso (% en peso) y las temperaturas están en ° C, a menos que se especifique lo contrario. Las concentraciones se expresan o en partes por millón ("ppm") calculado sobre una base de peso/peso, o sobre una base de peso/volumen (mg/l); preferiblemente en una base de peso/volumen. El término "hidrocarburo de petróleo" se refiere a los productos que tienen una composición predominantemente de hidrocarburo, aunque pueden contener cantidades menores de oxígeno, nitrógeno, azufre o fósforo; hidrocarburos de petróleo incluyen aceites crudos, así como los productos derivados de procesos de refino de petróleo; incluyen, por ejemplo, el petróleo crudo, aceites lubricantes, aceites hidráulicos, líquidos de frenos, gasolina, combustible diesel, queroseno, combustibles para aviones y combustibles para la calefacción. Los compuestos marcadores de esta invención se pueden añadir a un hidrocarburo de petróleo o un combustible de origen biológico líquido; ejemplos de este último son el combustible biodiesel, etanol, butanol, etil-terc-butil éter o mezclas de los mismos.

40 Una sustancia se considera un líquido si está en estado líquido a 20° C. Un combustible biodiesel es un combustible de origen biológico líquido que contiene una mezcla de ésteres alquilicos de ácidos grasos, especialmente ésteres metílicos. El combustible biodiesel se produce típicamente por transesterificación de aceites vegetales, ya sean virgen o reciclados, aunque también se pueden utilizar grasas animales. Un combustible de etanol es cualquier combustible que contiene etanol, en forma pura o mezclada con hidrocarburos de petróleo, por ejemplo, "gasohol".

45 Un grupo hidrocarbilo es un grupo hidrocarbilo sustituido o no sustituido que tiene de uno a veintidós átomos de carbono en una disposición lineal, ramificada o cíclica. Se permite la sustitución en los grupos alquilo de uno o más grupos OH o alcoxi; otros grupos pueden ser permitidos cuando se especifica en este documento en otras partes. Preferiblemente, los grupos hidrocarbilo son saturados. Preferiblemente, los grupos hidrocarbilo no están sustituidos. Preferiblemente, los grupos hidrocarbilo son lineales o ramificados. Un grupo "arilo" es un sustituyente derivado de un compuesto hidrocarburo aromático. Un grupo arilo tiene un total de seis a veinte átomos en el anillo, a menos que se especifique lo contrario, y tiene uno o más anillos que están separados o condensados. Se permite la sustitución en los grupos arilo de uno o más grupos alquilo o alcoxi. Un grupo "heteroalquilo" es un grupo alquilo en el que uno o más grupos metileno han sido reemplazados por O o S. Preferiblemente, los grupos heteroalquilo contienen de

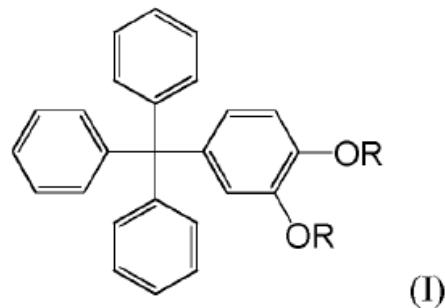
50

uno a seis átomos de O o S, preferiblemente de uno a cuatro, preferiblemente de uno a tres. Los grupos metíleno sustituidos por O o S están unidos a otros dos átomos de carbono en el grupo alquilo correspondiente. Preferiblemente, los grupos heteroalquilo no contienen átomos de S. Los grupos heteroalquilo pueden estar sustituidos con OH, SH o grupos alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, preferiblemente OH o grupos alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, preferiblemente hidroxi o grupos alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. Ejemplos de grupos heteroalquilo incluyen oligómeros de óxido de etileno, óxido de propileno u óxido de butileno que tienen de dos a seis unidades de óxido de alquileno (preferiblemente de dos a cuatro, preferiblemente dos o tres) y un grupo hidroxi o alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> terminal (preferiblemente hidroxi o alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, preferiblemente hidroxi o metoxi, preferiblemente hidroxi); un ejemplo de un oligómero de óxido de etileno es -{(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>O}<sub>j</sub>R<sup>2</sup>, donde j es un número entero de dos a seis y R<sup>2</sup> es hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>. Preferiblemente, j es de dos a cuatro, preferiblemente dos o tres. Preferiblemente, R<sup>2</sup> es hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, preferiblemente hidrógeno o metilo, preferiblemente hidrógeno. Preferiblemente, los compuestos de esta invención contienen elementos en sus proporciones isotópicas de origen natural.

Ar es benceno y n es 2. Preferiblemente G es O o S, preferiblemente O. Preferiblemente, R es (a) un hidrocarbilo C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub>, preferiblemente sustituido con alquilo con al menos uno de OH, SH, y alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, o (b) un heteroalquilo C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>; preferiblemente (a) un alquilo C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub> sustituido con al menos uno de OH, y alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, o (b) un heteroalquilo C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>; preferiblemente un heteroalquilo C<sub>4</sub>-C<sub>18</sub>; preferiblemente un heteroalquilo C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub>; preferiblemente un heteroalquilo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub>; preferiblemente un heteroalquilo C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub>. Preferiblemente, R tiene un solo sustituyente en una posición terminal en R, es decir, en el carbono más alejado de Ar.

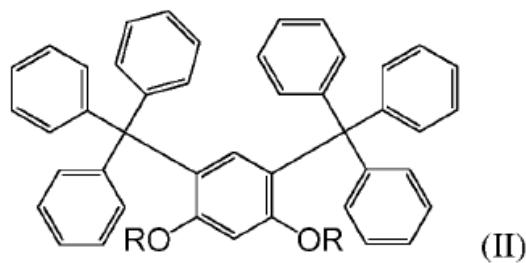
También se presenta un compuesto de la invención en el que R es un heteroalquilo C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> que no contiene azufre y G es O.

Preferiblemente, el compuesto de esta invención está representado por la fórmula (I)



en la que R es como se definió anteriormente.

Preferiblemente, el compuesto de esta invención está representado por la fórmula (II)



En el uso de los compuestos como marcadores, preferiblemente la cantidad mínima de cada compuesto añadida a un líquido a marcar es de al menos 0,01 ppm, preferiblemente de al menos 0,02 ppm, preferiblemente de al menos 0,05 ppm, preferiblemente de al menos 0,1 ppm, preferiblemente de al menos 0,2 ppm. Preferiblemente, la cantidad máxima de cada marcador es de 50 ppm, preferiblemente de 20 ppm, preferiblemente de 15 ppm, preferiblemente de 10 ppm, preferiblemente de 5 ppm, preferiblemente de 2 ppm, preferiblemente de 1 ppm, preferiblemente de 0,5 ppm. Preferiblemente, la cantidad total máxima de compuestos marcadores es de 100 ppm, preferiblemente de 70 ppm, preferiblemente de 50 ppm, preferiblemente de 30 ppm, preferiblemente de 20 ppm, preferiblemente de 15 ppm, preferiblemente de 12 ppm, preferiblemente de 10 ppm, preferiblemente de 8 ppm, preferiblemente de 6 ppm, preferiblemente de 4 ppm, preferiblemente de 3 ppm, preferiblemente de 2 ppm, preferiblemente de 1 ppm. Preferiblemente, un compuesto marcador no es detectable por medios visuales en el hidrocarburo de petróleo o

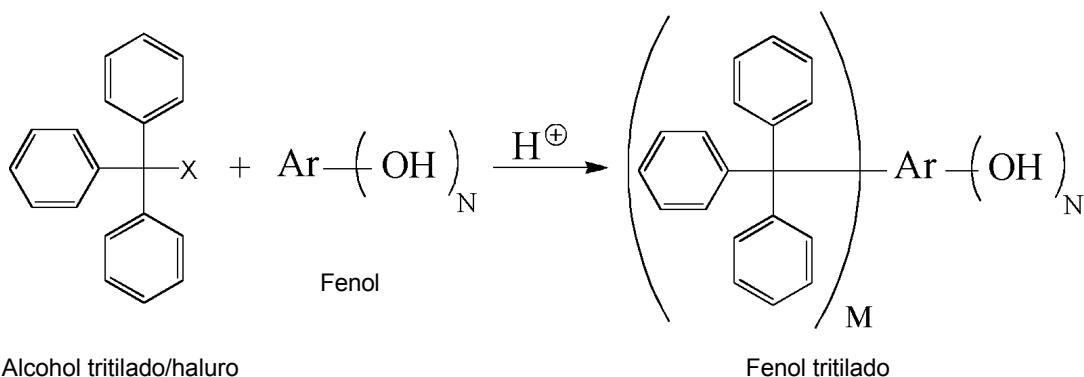
combustible de origen biológico líquido marcado, es decir, no es posible determinar por observación visual sin ayuda de color u otras características, que contiene un compuesto marcador. Preferiblemente, un compuesto marcador es uno que no se produce normalmente en el hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido al que se añade, ya sea como un componente del hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido mismo, o como un aditivo utilizado en el mismo.

Preferiblemente, los compuestos marcadores tienen un valor de log P de al menos 3, donde P es el coeficiente de partición en 1-octanol/agua. Preferiblemente, los compuestos marcadores tienen un log P de al menos 4, preferiblemente de al menos 5. Los valores de log P que no han sido determinados experimentalmente y publicados en la bibliografía pueden estimarse utilizando el método descrito en Meylan, W.M. y Howard, P.H., *J. Pharm. Sci.*, volumen 84, páginas 83-92 (1995). Preferiblemente, el hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido es un hidrocarburo de petróleo, combustible biodiesel o combustible de etanol; preferiblemente un hidrocarburo de petróleo o combustible biodiesel; preferiblemente un hidrocarburo de petróleo; preferiblemente aceite crudo, gasolina, combustible diesel, queroseno, combustible de aviación o combustible para calefacción; preferiblemente gasolina.

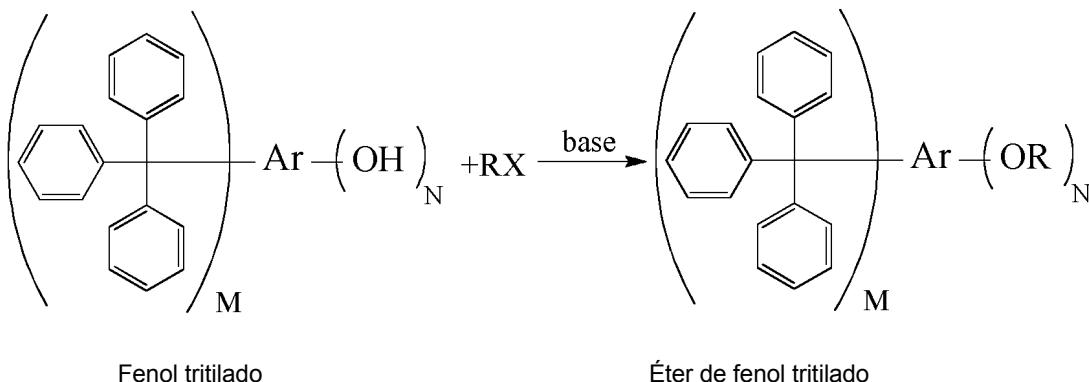
Preferiblemente, los compuestos marcadores se detectan mediante la separación al menos parcialmente de los constituyentes del hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido utilizando una técnica cromatográfica, por ejemplo, cromatografía de gases, cromatografía líquida, cromatografía en capa fina, cromatografía en papel, cromatografía de adsorción, cromatografía de afinidad, electroforesis capilar, intercambio iónico y cromatografía de exclusión molecular. La cromatografía es seguida por al menos uno de: (i) análisis de espectro de masas, y (ii) FTIR. Las identidades de los compuestos marcadores preferiblemente se determinan por análisis del espectro de masas. Preferiblemente, el análisis de espectro de masas se utiliza para detectar los compuestos marcadores en el hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido sin realizar ninguna separación. Alternativamente, los compuestos marcadores se pueden concentrar antes del análisis, por ejemplo, por destilación de algunos de los componentes más volátiles de un hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido.

Preferiblemente, más de un compuesto marcador está presente. El uso de múltiples compuestos marcadores facilita la incorporación en el hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido de información codificada que puede ser utilizada para identificar el origen y otras características del hidrocarburo de petróleo o combustible de origen biológico líquido. El código comprende las identidades y cantidades relativas, por ejemplo, relaciones de enteros fijos, de los compuestos marcadores. Uno, dos, tres o más compuestos marcadores pueden utilizarse para formar el código. Compuestos marcadores para usar según esta invención se pueden combinar con los marcadores de otros tipos, por ejemplo, marcadores detectados por espectrometría de absorción, incluyendo los descritos en el documento de patente de los Estados Unidos N° 6.811.575; publicación del documento de solicitud de la patente de Estados Unidos N° 2004/0250469 y documento de solicitud de patente europea N° 1.479.749. Los compuestos marcadores se colocan en el hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente directamente, o alternativamente, se colocan en un paquete de aditivos que contienen otros compuestos, por ejemplo, aditivos anti-desgaste para lubricantes, detergentes para la gasolina, etc., y se añade el paquete de aditivos a los hidrocarburos del petróleo o combustible de origen biológico líquido.

Los compuestos para uso en esta invención se pueden preparar por métodos conocidos en la técnica, por ejemplo, la alquilación de fenoles o de polihidroxiaromáticos con haluro de tritilo o alcohol, seguido de la alquilación con haluros orgánicos en presencia de una base. Por ejemplo, éteres fenólicos tritilados se pueden preparar según el siguiente esquema de reacción,



45 X=OH, halo



en donde M es uno o dos y N es de 1 a 4. Los compuestos correspondientes en los que G es S se pueden preparar a partir de los materiales de partida correspondientes tiofenólicos. Los compuestos en los que G es SO o SO<sub>2</sub> se pueden preparar de los compuestos G=S por oxidación.

5

### Ejemplos

El procedimiento de síntesis de un fenol monotritilado típico se ilustra mediante el siguiente ejemplo:

4-Tritilbenceno-1,2-diol: un matraz de 1 litro de 3 bocas se equipó con un agitador mecánico, un condensador de reflujo con manta de nitrógeno, y una manta de calentamiento con un controlador de temperatura y un termopar. El matraz se cargó con 78,20 gramos (0,30 moles) de alcohol tritílico, 39,39 gramos (0,36 moles) de catecol, y 250 ml de ácido acético glacial. La mezcla se agitó en atmósfera de nitrógeno mientras se calentaba a aproximadamente 80° C. Se obtuvo una solución de color ámbar claro. A esta solución se añadieron 16,73 gramos (0,06 moles) de cloruro de tritilo en una porción. El cloruro se disolvió rápidamente. La mezcla se llevó a reflujo. Después de unos 30 minutos a reflujo, los sólidos comenzaron a separarse. Se continuó el reflujo durante otras 5 horas antes de enfriar a temperatura ambiente. La mezcla de reacción se filtró, y los sólidos grises se lavaron en el filtro con varias porciones de ácido acético. El producto se secó primero al aire y, finalmente, en un horno de vacío a 60° C durante 2 horas. El rendimiento del producto fue de 92,0 gramos (72,5%), y tenía un punto de fusión de 245 - 248° C. La estructura se confirmó por IR, y <sup>1</sup>H- y <sup>13</sup>C-RMN, y análisis de GC/MS.

Un procedimiento de síntesis típico de un fenol bis-tritilado se ilustra mediante el siguiente ejemplo:

20 4,6-Ditritilbenceno-1,3-diol: un matraz de 3 bocas de 1 l se equipó con un agitador mecánico, un condensador de reflujo con manta de nitrógeno, y una manta de calefacción con un controlador de temperatura y un termopar. El matraz se cargó con 12,39 gramos (0,0475 moles) de alcohol tritílico, 15,03 gramos (0,054 moles) de cloruro de tritilo, 5,53 gramos (0,05 moles) de resorcinol, y con 50 ml de ácido acético glacial. La mezcla se agitó en atmósfera de nitrógeno mientras se calentó a reflujo. A aproximadamente 80° C, se obtuvo una solución transparente de color ámbar. Los sólidos comenzaron a separarse después de aproximadamente 30 minutos. El reflujo se continuó durante un total de aproximadamente 34 horas. La mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente, y luego se filtró. Los sólidos blancos se lavaron en el filtro con varias porciones de ácido acético. El producto se secó, primero al aire durante aproximadamente 2 horas, y luego en un horno de vacío a 50° C durante 3 horas. El rendimiento del producto fue de 15,27 gramos (95%), y tenía un punto de fusión de 272 - 274° C. La estructura se confirmó por IR, <sup>1</sup>H- y <sup>13</sup>C-RMN, y análisis de GC/MS.

### Esquema para la Síntesis de éteres de fenol tritilados funcionalizados

El procedimiento de síntesis típico de un monoéter de fenol mono tritilado funcionalizado se ilustra con el ejemplo siguiente:

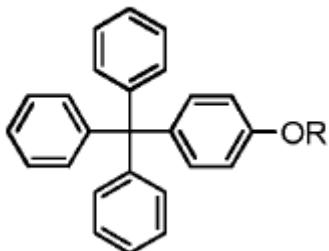
35 6-(4-Tritilfenoxi)hexan-1-ol: se equipó un matraz de 3 bocas de 25 ml con un agitador magnético, un condensador de reflujo con manta de nitrógeno y una camisa calefactora con un controlador de temperatura y un termopar. El matraz se cargó con 1,12 gramos (0,0033 moles) de 4-tritilfenol, 0,22 gramos (0,0033 moles, 85% en peso) de gránulos de hidróxido de potasio y con 5 ml de sulfóxido de dimetilo. La mezcla se agitó bajo nitrógeno mientras se calentaba a 100° C. Despues de aproximadamente 2 horas, todo el hidróxido de potasio se había disuelto, y la mezcla se enfrió a 70° C. Se añadió luego 6-clorohexanol (0,45 gramos, 0,0033 moles) en una porción. La mezcla de reacción se mantuvo a 100° C durante aproximadamente 0,5 horas, después se agitó a temperatura ambiente durante la noche. Se tomó una muestra para el análisis de GC en este punto que no mostró ningún material de partida restante, lo que indica que la reacción se completó. La mezcla de reacción se vertió en 100 ml de agua. Los sólidos precipitaron. La mezcla se filtró. Los sólidos beige se lavaron sobre el filtro con varias porciones de agua, después se secaron al aire. El rendimiento del producto fue de 1,2 gramos (83%). La estructura se confirmó por análisis de IR, <sup>1</sup>H - y <sup>13</sup>C-RMN, y GC/MS.

El procedimiento de síntesis típico de un bis-éter de fenol mono-tritilado funcionalizado se ilustra mediante el siguiente ejemplo:

5 6,6'-(4-tritil-1,2-fenileno)bis(oxi)bis(hexan-1-ol): se equipó un matraz de 100 ml de 3 bocas con un agitador magnético, un condensador de reflujo con manta de nitrógeno y una manta calefactora con un controlador de temperatura y un termopar. El matraz se cargó con 3,52 gramos (0,01 moles) de 4-tritilbenceno-1,2-diol, 1,32 gramos (0,02 moles, 85% en peso) de gránulos de hidróxido potásico y con 25 ml de sulfóxido de dimetilo. La mezcla se agitó bajo nitrógeno mientras se calentaba a 105° C hasta que los sedimentos de hidróxido de potasio se habían disuelto. La mezcla se enfrió a 55° C, luego se añadió 6-clorohexanol (2,73 gramos, 0,02 moles) en una porción. Se observó una exotermia a aproximadamente 58° C. Despues de que la exotermia cesó, la mezcla de reacción se mantuvo a 65° C durante aproximadamente 2 horas. Se tomó una muestra para el análisis de GPC en este punto que mostró una conversión de aproximadamente 83% al bis-éter. La presencia de 4-tritilbenceno-1,2-diol sin reaccionar sugirió que parte del clorohexanol se había ciclado a oxepano; se añadieron 0,5 gramos adicionales (0,0037 moles) de clorohexanol a la mezcla de reacción, y se continuó calentando a 60° C. Despues de 5,5 horas, la mezcla de reacción se vertió en 400 ml de agua. El producto se separó como un aceite. La mezcla se extrajo con aproximadamente 2 x 75 ml de tolueno. Las capas de tolueno se combinaron y despues se lavaron con 1 x 50 ml de solución acuosa saturada de cloruro sódico. Despues de secar sobre sulfato de magnesio anhídrico, el tolueno se eliminó por evaporación rotatoria para dar 1,97 gramos de un producto sólido beige (36% de rendimiento). PF = 81 - 10 84° C. La estructura se confirmó por análisis de IR, <sup>1</sup>H- y <sup>13</sup>C-RMN, y GC/MS.

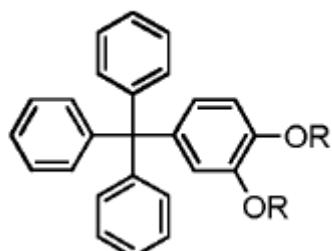
15

Usando el procedimiento anterior, se prepararon los siguientes éteres de fenol tritilados funcionalizados:



20 Monoéter de fenol tritilado funcionalizado

Ejemplo de referencia



Biséter de fenol tritilado funcionalizado

Inventivo

Tabla 1: Datos de la síntesis de éteres de fenol tritilados funcionalizados

Nº de ejemplo	Monoéteres de fenol tritilados funcionalizados: R*	Rendimiento %	PF, ° C
1	(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> OH	83	158-161
2	(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> OH	93	144-146
	Bis-éteres de fenol tritilados funcionalizados: R	Rendimiento %	PF, ° C
3	(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> OH	<10	aceite
4	(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> OH	36	81-84
5	(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> OH	89	aceite

\* Ejemplos de referencia

25 Estudios de GC/MS: se prepararon soluciones madre de éteres de fenol tritilados funcionalizados en diclorometano (DCM). Estas soluciones se usaron para establecer los tiempos de retención en GC y patrones de fragmentación en MS. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Parámetros de GC/MS

- Columna: Agilent DB 35m, 15,0 m X 0,25 mm X 0,25 μ

- Caudal: 1,5 ml / min. He como gas portador
  - Horno: inicial: 100° C
  - Rampa de temperatura 1: 20° C / min. a 280° C; espera: 10 minutos
  - Rampa de temperatura 2: 20° C / min. a 340° C; espera: 6 minutos
- 5     • Temperatura de entrada: 280° C
- Inserción: muestra sin división de flujo; ventilación: 15 minutos, inserto cónico simple, con lana de vidrio, desactivado, 5062-3587
  - Volumen de inyección: 3  $\mu$ l; Viscosidad: 5 segundos, émbolo: rápido
  - Temperatura de la línea de transferencia de masa: 280° C
- 10    • Cuadrupolo de MS: 200° C;
- Fuente de MS: 250° C
  - Retraso del disolvente: 18,5 minutos

Tabla 2: Datos de GC / MS para éteres de fenol trilitados funcionalizados

Nº de ejemplo	Monoéteres de fenol trilitados funcionalizados: R*	Tiempo de retención de GC, minutos	Masas principales, m/e
1	(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> OH	21,72	436, 359, 259
2	(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> OH	20,42	424, 347, 259
	Bis-éteres de fenol trilitados funcionalizados	Tiempo de retención de GC, minutos	Masas principales, m/e
4	(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> OH	28,29	552, 375, 275
5	(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> OH	25,16	528, 451, 363

\* Ejemplos de referencia

- 15    Estudios de solubilidad: las propiedades de solubilidad de los éteres de fenol trilitados funcionalizados se determinaron mezclando muestras de 0,1 gramos de la muestra en 0,9 gramos de disolvente. Las mezclas se calentaron a 60° C durante unos pocos minutos para hacer soluciones homogéneas. La soluciones se enfriaron de nuevo a temperatura ambiente, y después se colocaron en un congelador a -10° C. Las soluciones se examinaron diariamente para ver si había ocurrido la cristalización.

Compuesto	Disolvente	% en peso	60° C	TA	-10° C
Ejemplo 4	AROMATIC 200	10	insoluble	insoluble	
	Tetralin	10	soluble	insoluble	
	DPGME	10	soluble	soluble	cristales después de 6 días
	NMP	10	soluble	soluble	soluble después de 7 días

Compuesto	Disolvente	% en peso	60° C	TA	-10° C
	DMAC	10	soluble	soluble	soluble después de 7 días
	1-Octanol	10	soluble	soluble	cristales después de 1 día

Compuesto	Disolvente	% en peso	60° C	TA	-10° C
Ejemplo 5	AROMATIC 200	10	soluble	soluble	soluble después de 7 días
	Tetralin	10	soluble	soluble	soluble después de 7 días
	DPGME	10	soluble	soluble	soluble después de 7 días
	NMP	10	soluble	soluble	soluble después de 7 días
	DMAC	10	soluble	soluble	soluble después de 7 días

DPGME es el mono-metil éter de dipropilenglicol y NMP es N-metilpirrolidona;

AROMATIC 200 es un disolvente aromático mixto disponible de Exxon Mobil Corp.

**REIVINDICACIONES**

1. Un compuesto que tiene la fórmula  $(Ph_3C)_mAr(GR)_n$ , en donde Ph representa un grupo fenilo, Ar es benceno; G es O, S, SO o  $SO_2$ ; R es: (a) un hidrocarbilo  $C_3-C_{12}$  sustituido con al menos uno de OH, SH, y alcoxi  $C_1-C_6$ ; o (b) heteroalquilo  $C_4-C_{12}$ , en donde el heteroalquilo es un grupo alquilo en el que uno o más grupos metileno han sido reemplazados con O o S, opcionalmente sustituido con al menos un sustituyente del grupo que consiste en OH, SH o alcoxi  $C_1-C_{18}$ ; m es uno o dos; y n es dos.
2. El compuesto de la reivindicación 1, en el que G es O.
3. El compuesto de la reivindicación 1 o 2, en el que R es heteroalquilo  $C_4-C_6$ .
4. El compuesto de la reivindicación 1, en el que R es heteroalquilo  $C_4-C_8$  que no contiene azufre y G es O.
5. El compuesto de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que R es alquilo o heteroalquilo sustituido con OH o alcoxi  $C_1-C_6$ .
6. El compuesto de la reivindicación 5, en el que R es heteroalquilo sustituido con OH.
7. El compuesto de la reivindicación 1, en el que R es alquilo  $C_3-C_{12}$  sustituido con al menos uno de OH, SH, y alcoxi  $C_1-C_6$ .