

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 814 148**

51 Int. Cl.:

C07C 43/205 (2006.01)

C10L 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.04.2015 PCT/US2015/026820**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.11.2015 WO15171304**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.04.2015 E 15723584 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.06.2020 EP 3140271**

54 Título: **Éteres de tetraarilmetano para uso como marcadores de combustible y aceite**

30 Prioridad:

09.05.2014 US 201461990985 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.03.2021

73 Titular/es:

**ROHM AND HAAS COMPANY (50.0%)
100 Independence Mall West
Philadelphia, PA 19106, US y
DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (50.0%)**

72 Inventor/es:

**GREEN, GEORGE DAVID;
SMITH, WARREN E. y
SWEDO, RAYMOND J.**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 814 148 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 de tetraarilmetano para uso como marcadores de combustible y aceite

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

- 5 El marcado de hidrocarburos de petróleo y otros combustibles y aceites con varios tipos de marcadores químicos es bien conocido en la técnica. Se han usado una variedad de compuestos para este propósito, así como numerosas técnicas para la detección de los marcadores, por ejemplo, espectroscopía de absorción y espectrometría de masas. Por ejemplo, los alquiltritol-fenil-éteres específicos que caen dentro del alcance genérico de la presente invención se describen en el documento WO 2014/165776, un documento que se presentó antes, pero se publicó después de la
- 10 fecha de prioridad de la presente solicitud. Sin embargo, estos compuestos están específicamente excluidos del alcance de la presente invención a modo de exención de responsabilidad. Además, el documento WO2014/008164 describe el uso de tritol-aril-éteres para marcar hidrocarburos líquidos y otros combustibles y aceites. Sin embargo, siempre existe la necesidad de compuestos marcadores adicionales para estos productos. Las combinaciones de marcadores se pueden usar como sistemas de marcado digital, formando las proporciones de cantidades un código para el producto marcado. Serían necesarios compuestos adicionales útiles como marcadores de combustible y lubricante para maximizar los códigos disponibles. El problema abordado por esta invención es encontrar marcadores adicionales útiles para marcar hidrocarburos líquidos y otros combustibles y aceites.

Declaración de invención

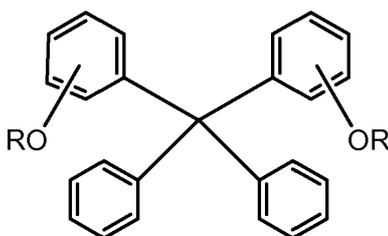
- 20 La invención se expone según las reivindicaciones adjuntas. La presente invención proporciona un compuesto que tiene la fórmula $C\{Ph(R^1)_i(OR^2)_j\}_2\{Ph(R^3)_m(OR^4)_n\}\{Ph(R^5)_o(OR^6)_p\}$, en la que Ph representa un anillo de benceno; R^1 , R^3 y R^5 independientemente son alquilo de C_1 - C_{18} ; R^2 , R^4 y R^6 independientemente son alquilo de C_4 - C_{12} ; i, m, n, o y p son independientemente cero, uno o dos; j es uno o dos; y todos los sustituyentes R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 tienen colectivamente un total de ocho a treinta y cinco átomos de carbono, en la que los grupos alquilo están saturados y no sustituidos,
- 25 con tal de que cuando j es uno e i, m, n, o y p son cero, entonces R^2 no es alquilo de C_9 - C_{11} .

Descripción detallada

- Los porcentajes son porcentajes en peso (% en peso) y las temperaturas están en $^{\circ}C$, a menos que se especifique lo contrario. El trabajo experimental se lleva a cabo a temperatura ambiente (20 - $25^{\circ}C$), a menos que se especifique lo contrario. Las concentraciones se expresan en partes por millón ("ppm") calculadas en base a peso/peso o en base
- 30 a peso/volumen (mg/l); preferentemente en base a peso/volumen. La expresión "hidrocarburo de petróleo" se refiere a productos que tienen una composición predominantemente hidrocarbonada, aunque pueden contener cantidades menores de oxígeno, nitrógeno, azufre o fósforo; los hidrocarburos de petróleo incluyen crudos petrolíferos, así como productos derivados de procedimientos de refinado de petróleo; incluyen, por ejemplo, crudo petrolífero, aceite lubricante, fluido hidráulico, líquido de frenos, gasolina, combustible diésel, queroseno, combustible para aviones y gasóleo para calefacción. Los compuestos marcadores de esta invención se pueden añadir a un hidrocarburo de
- 35 petróleo o un combustible líquido derivado biológicamente; los ejemplos de este último son combustible biodiésel, etanol, butanol, etil-(terc-butyl)-éter o mezclas de los mismos. Una sustancia se considera líquida si está en estado líquido a $20^{\circ}C$. Un combustible biodiésel es un combustible derivado biológicamente que contiene una mezcla de ésteres alquílicos de ácidos grasos, especialmente ésteres metílicos. El combustible biodiésel generalmente se produce por transesterificación de aceites vegetales vírgenes o reciclados, aunque también se pueden usar grasas animales. Un combustible de etanol es cualquier combustible que contenga etanol, en forma pura, o mezclado con hidrocarburos de petróleo, por ejemplo, "gasohol". Un grupo "alquilo" es un grupo hidrocarbilo sustituido o no
- 40 sustituido que tiene de uno a veintidós átomos de carbono en una disposición lineal, ramificada o cíclica. Se permite la sustitución en grupos alquilo de uno o más grupos OH o alcoxi; se pueden permitir otros grupos cuando se especifique aquí en otra parte. Preferentemente, los grupos alquilo están saturados. Preferentemente, los grupos alquilo no están sustituidos. Preferentemente, los grupos alquilo son lineales o ramificados, es decir, acíclicos. Preferentemente, cada sustituyente alquilo no es una mezcla de diferentes grupos alquilo, es decir, comprende por lo menos el 98% de un grupo alquilo particular. Un grupo "heteroalquilo" es un grupo alquilo en el que uno o más
- 45 grupos metileno han sido reemplazados por O u S. Preferentemente, los grupos heteroalquilo contienen de uno a seis átomos de O u S, preferentemente de uno a cuatro, preferentemente de uno a tres. Los grupos metileno reemplazados por O u S estaban unidos a otros dos átomos de carbono en el grupo alquilo correspondiente. Preferentemente, los grupos heteroalquilo no contienen átomos de S. Preferentemente, los grupos heteroalquilo están saturados. Los grupos heteroalquilo pueden estar sustituidos con OH o grupos alcoxi de C_1 - C_{18} , preferentemente OH o grupos alcoxi de C_1 - C_6 , preferentemente hidroxil o grupos alcoxi de C_1 - C_4 . Los ejemplos de grupos heteroalquilo incluyen oligómeros de óxido de etileno, óxido de propileno u óxido de butileno que tienen de dos a seis unidades del óxido de alquileno (preferentemente de dos a cuatro, preferentemente de dos o tres) y un hidroxil o grupo alcoxi de C_1 - C_6 terminales (preferentemente hidroxil o alcoxi de C_1 - C_4 , preferentemente hidroxil o metoxil, preferentemente hidroxil); un ejemplo de un oligómero de óxido de etileno es $\text{-}((CH_2)_2O)_xR$, en la que x es un número entero de dos a seis y R es hidrógeno o alquilo de C_1 - C_6 . Preferentemente, j es de dos a cuatro,

preferentemente dos o tres. Preferentemente, R es hidrógeno o alquilo de C₁-C₄, preferentemente hidrógeno o metilo, preferentemente hidrógeno. Preferentemente, los compuestos de esta invención contienen elementos en sus proporciones isotópicas naturales.

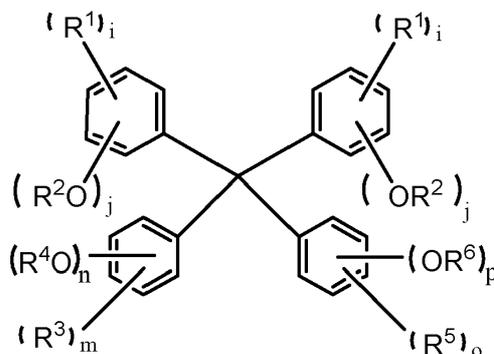
5 Los compuestos de la presente invención están definidos por la fórmula $C\{Ph(R^1)_i(OR^2)_j\}_2\{Ph(R^3)_m(OR^4)_n\}\{Ph(R^5)_o(OR^6)_p\}$ con la condición que afirma que, cuando j es uno e i, m, n, o y p son cero, entonces R² no es alquilo de C₉-C₁₁, excluye compuestos en los que los únicos sustituyentes son dos grupos alcoxi de C₉-C₁₁, uno en cada uno de los dos anillos de benceno. Los compuestos excluidos tendrían la estructura



10 en la que en este caso "R" indica un grupo alquilo de C₉-C₁₁.

Preferentemente, por lo menos uno de R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶ tiene por lo menos tres átomos de carbono, preferentemente por lo menos cuatro átomos de carbono, preferentemente por lo menos cinco. Todos los grupos "R" en el compuesto tienen colectivamente por lo menos seis átomos de carbono, preferentemente por lo menos ocho, preferentemente por lo menos diez, preferentemente por lo menos doce; preferentemente no más de treinta y cinco, preferentemente no más de treinta, preferentemente no más de veinticinco. En una realización preferida, j es uno o dos, preferentemente dos. Preferentemente, R¹, R³ y R⁵ independientemente son alquilo de C₁-C₁₆ o heteroalquilo de C₄-C₁₆, preferentemente alquilo de C₁-C₁₆, preferentemente alquilo de C₁-C₁₂, preferentemente alquilo de C₃-C₁₂, preferentemente alquilo de C₃-C₈, preferentemente alquilo de C₄-C₁₂. Preferentemente, R¹, R³ y R⁵ están saturados. Preferentemente, R¹, R³ y R⁵ son lineales o ramificados. Preferentemente, R², R⁴ y R⁶ independientemente son alquilo de C₁-C₁₆ o heteroalquilo de C₄-C₁₆, preferentemente alquilo de C₁-C₁₆, preferentemente alquilo de C₁-C₁₂, preferentemente alquilo de C₃-C₁₂, preferentemente alquilo de C₃-C₈, preferentemente alquilo de C₄-C₁₂. Preferentemente, R², R⁴ y R⁶ están saturados. Preferentemente, R², R⁴ y R⁶ son lineales o ramificados.

Los compuestos de esta invención se pueden representar como sigue:



25 Al usar los compuestos de esta invención como marcadores, preferentemente la cantidad mínima de cada compuesto añadido a un líquido a marcar es por lo menos 0.01 ppm, preferentemente por lo menos 0.02 ppm, preferentemente por lo menos 0.05 ppm, preferentemente por lo menos 0.1 ppm, preferentemente por lo menos 0.2 ppm. Preferentemente, la cantidad máxima de cada marcador es 50 ppm, preferentemente 20 ppm, preferentemente 15 ppm, preferentemente 10 ppm, preferentemente 5 ppm, preferentemente 2 ppm, preferentemente 1 ppm, preferentemente 0.5 ppm. Preferentemente, la cantidad total máxima de compuestos marcadores es 100 ppm, preferentemente 70 ppm, preferentemente 50 ppm, preferentemente 30 ppm, preferentemente 20 ppm, preferentemente 15 ppm, preferentemente 12 ppm, preferentemente 10 ppm, preferentemente 8 ppm, preferentemente 6 ppm, preferentemente 4 ppm, preferentemente 3 ppm, preferentemente 2 ppm, preferentemente 1 ppm. Preferentemente, un compuesto marcador no es detectable por medios visuales en el hidrocarburo de petróleo marcado o combustible líquido derivado biológicamente, es decir, no es posible determinar mediante observación visual sin ayuda del color u otras características que contiene un compuesto marcador. Preferentemente, un compuesto marcador es uno que no existe normalmente en el hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente al que se añade, ya sea como constituyente del hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente, o como un aditivo usado en el mismo.

40 Preferentemente, los compuestos marcadores tienen un valor log P de por lo menos 3, donde P es el coeficiente de

partición 1-octanol/agua. Preferentemente, los compuestos marcadores tienen un log P de por lo menos 4, preferentemente por lo menos 5. Los valores de log P que no se han determinado experimentalmente y publicado en la bibliografía se pueden estimar usando el método descrito en Meylan, W.M & Howard, P.H., J. Pharm. Sci., Vol. 84, págs. 83-92 (1995). Preferentemente, el hidrocarburo de petróleo o el combustible líquido derivado biológicamente es un hidrocarburo de petróleo, combustible biodiésel o combustible de etanol; preferentemente un hidrocarburo de petróleo o combustible biodiésel; preferentemente un hidrocarburo de petróleo; preferentemente crudo petrolífero, gasolina, combustible diésel, queroseno, combustible para aviones o gasóleo para calefacción; preferentemente gasolina.

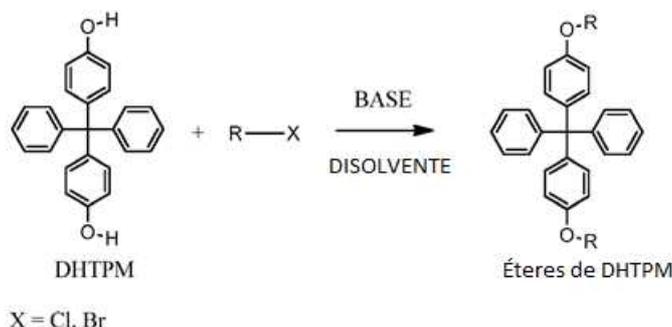
Preferentemente, los compuestos marcadores se detectan separándolos por lo menos parcialmente de los constituyentes del hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente usando una técnica cromatográfica, por ejemplo, cromatografía de gases, cromatografía de líquidos, cromatografía de capa fina, cromatografía de papel, cromatografía de adsorción, cromatografía de afinidad, electroforesis capilar, cromatografía de intercambio iónico y de exclusión molecular. La cromatografía es seguida de por lo menos uno de: (i) análisis espectral de masas, y (ii) FTIR. Las identidades de los compuestos marcadores se determinan preferentemente mediante análisis espectral de masas. Preferentemente, el análisis espectral de masas se usa para detectar los compuestos marcadores en el hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente sin realizar ninguna separación. Alternativamente, los compuestos marcadores se pueden concentrar antes del análisis, por ejemplo, destilando algunos de los componentes más volátiles de un hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente.

Preferentemente, está presente más de un compuesto marcador. El uso de compuestos marcadores múltiples facilita la incorporación en el hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente de información codificada que se puede usar para identificar el origen y otras características del hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente. El código comprende las identidades y cantidades relativas, por ejemplo, relaciones enteras fijas, de los compuestos marcadores. Se pueden usar uno, dos, tres o más compuestos marcadores para formar el código. Los compuestos marcadores según esta invención se pueden combinar con marcadores de otros tipos, por ejemplo, marcadores detectados por espectrometría de absorción, incluidos los descritos en la patente de EE.UU. No. 6,811,575; publicación de solicitud de patente de EE.UU. No. 2004/0250469 y publicación de solicitud de patente europea No. 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 contiene otros compuestos, por ejemplo, aditivos antidesgaste para lubricantes, detergentes para gasolina, etc., y el paquete de aditivos se añade al hidrocarburo de petróleo o combustible líquido derivado biológicamente.

Los compuestos de esta invención se pueden preparar por métodos conocidos en la técnica, por ejemplo, permitiendo que un benceno sustituido (sustituido con grupos alquilo y/o hidroxilo) reaccione con un tetrahaluro de carbono y un ácido de Lewis para formar un precursor de dihalobenzofenona sustituido, permitiendo a continuación que dicho precursor reaccione con otro benceno sustituido para formar un tetrafenilmetano sustituido. Los grupos hidroxilo en el tetrafenilmetano sustituido se pueden convertir en alquileteres por reacción con, por ejemplo, un haluro de alquilo, en presencia de una base, por ejemplo, hidróxidos de metales alcalinos, preferentemente en un disolvente aprótico polar, por ejemplo, DMSO, NMP, DMAc. Otro método comprende permitir que una benzofenona sustituida, que puede ser asimétrica, reaccione con un agente halogenante, por ejemplo, pentacloruro de fósforo, para formar un diclorodifenilmetano sustituido, seguido de reacción con un fenol sustituido o no sustituido en condiciones de Friedel-Crafts.

Ejemplos

Síntesis de éteres de 4,4'-dihidroxitetrafenilmetano (DHTPM)



1) Bis(4-(pentiloxi)fenil)difenilmetano (BPentTPM): se equipó un matraz de 3 bocas de 125 ml con un agitador magnético, un condensador de reflujo con una capa de nitrógeno y un manto calefactor con un controlador de temperatura y un termopar. El matraz se cargó con 3.54 gramos (0.01 moles) de 4,4'-dihidroxitetrafenilmetano (DHTPM), 1.35 gramos (0.02 moles) de pelets de hidróxido de potasio (KOH) y 40 ml de dimetilsulfóxido (DMSO). La

- mezcla se agitó en nitrógeno y se calentó a 100°C. El KOH se disolvió completamente cuando la temperatura alcanzó los 100°C. La mezcla de reacción se enfrió por debajo de 50°C, y a continuación se añadieron 2.48 ml (d 1.218; 3.02 gramos; 0.02 moles) de 1-bromopentano en una porción. Se observó un proceso exotérmico de alrededor de 8°C. La mezcla de reacción se calentó a continuación a 70-75°C, siendo monitorizada la reacción mediante análisis de GPC. Los sólidos comenzaron a separarse de la mezcla tan pronto como la temperatura de la mezcla de reacción llegó a alrededor de 60°C. Después de 3 horas a 70-75°C, la mezcla de reacción se vertió en alrededor de 250 ml de agua que contenía alrededor de 25 gramos de cloruro de sodio y unos pocos pelets de KOH. Se añadió tolueno (alrededor de 150 ml), y la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante alrededor de 30 minutos. La mezcla se transfirió a un embudo de separación, y las capas se separaron. La capa acuosa inferior se extrajo con 1 x 50 ml de tolueno. Las capas de tolueno se combinaron y se lavaron con 1 x 50 ml de disolución acuosa saturada de cloruro de sodio, y a continuación se secaron sobre sulfato de magnesio anhidro. La mezcla de tolueno se filtró y el disolvente se retiró por evaporación rotatoria para dar 4.35 gramos (88.2% de rendimiento) de BPentTPM en forma de un sólido cristalino marrón claro. P.f. = 110–113°C. La estructura del producto se confirmó mediante análisis de IR, NMR y GC/MS.
- 5 2) Bis(4-hexiloxi)fenil)difenilmetano (BHexTPM): este éter se sintetizó como se describió anteriormente a partir de 3.52 gramos (0.01 moles) de DHTPM, 1.34 gramos (0.02 moles) de KOH, 25 ml de DMSO y 2.81 ml (d 1.176; 3.30 gramos; 0.02 moles) de 1-bromohexano. La mezcla de reacción se calentó a 70-75°C durante 3 horas después de la adición del bromuro. El rendimiento del producto en forma de un sólido beis era de 4.64 gramos (89.1%). P.f. = 120–122°C. La estructura del producto se confirmó mediante análisis de IR, RMN y GC/MS.
- 10 3) Bis(4-(heptiloxi)fenil)difenilmetano (BHeptTPM): este éter se sintetizó como se describió anteriormente a partir de 3.53 gramos (0.01 moles) de DHTPM, 1.34 gramos (0.02 moles) de KOH, 40 ml de DMSO y 3.14 ml (d 1.14; 3.58 gramos; 0.02 moles) de 1-bromoheptano. La mezcla de reacción se calentó a 70-75°C durante 5.5 horas después de la adición del bromuro. El rendimiento del producto en forma de un sólido cristalino beis era de 5.06 gramos (92.2%). P.f. = 103-105°C. La estructura del producto se confirmó mediante análisis de IR, RMN y GC/MS.
- 15 4) Bis(4-(octiloxi)fenil)difenilmetano (BOctTPM): este éter se sintetizó como se describió anteriormente a partir de 3.53 gramos (0,01 moles) de DHTPM, 1.4 gramos (0.029 moles) de KOH, 40 ml de DMSO y 3.45 ml (d 1.118; 3.86 gramos; 0.02 moles) de 1-bromooctano. La mezcla de reacción se calentó a 70-75°C durante 8 horas después de la adición del bromuro. Los análisis de GPC mostraron la presencia de algunos DHTPM restantes. Tras el tratamiento, la cantidad de KOH presente en la disolución acuosa se incrementó de unos pocos pelets a alrededor de 5 gramos, y la mezcla se agitó a temperatura ambiente durante la noche en lugar de durante solo 30 minutos. El rendimiento del producto en forma de un sólido cristalino beis era de 5.29 gramos (91.7%). P.f. = 84.5-86.5°C. La estructura del producto se confirmó mediante análisis de IR, RMN y GC/MS.
- 20 25 30

Análisis

1. Análisis de IR: los análisis de IR se realizaron usando un espectrómetro Nicolet 560 FTIR. Para muestras líquidas, se depositó una pequeña gota como una película limpia entre dos placas de KBr. Para muestras sólidas, se prensaron dispersiones en KBr. El espectro de IR se adquirió en el modo de transmisión de 4000 a 400 cm⁻¹, con una resolución espectral de 4 cm⁻¹. Se usó una función de apodización de tipo Happ-Genzel.
- 35 2. Análisis de RMN: se obtuvieron espectros de RMN tanto de ¹H como de ¹³C usando un espectrómetro de RMN Bruker 200 que funciona a 4.7 T. Los espectros de ¹H se obtuvieron usando un tiempo de acumulación de 8.2 segundos y un ancho de barrido de 2.0 KHz; los espectros de ¹³C se obtuvieron con un tiempo de acumulación de 4.7 segundos y un ancho de barrido de 7.0 KHz. Se usó típicamente metanol-d₄ como disolvente. Los desplazamientos químicos se dieron tomando como referencia las resonancias del disolvente a 3.30 ppm para ¹H, y a 59.05 ppm para ¹³C.
- 40 3. Análisis de GPC: los análisis de GPC para seguir el progreso de las reacciones de síntesis y para determinar la pureza del producto se realizaron usando un HPLC Perkin Elmer Serie 200. Se usaron dos columnas pLgel de Polymer Laboratories en serie: 1) 300 mm x 7.5 mm, 3 μ, 100 Å y 2) 300 mm x 7.5 mm, 5 μ, 50 Å. Estas dos columnas estaban precedidas por una columna de guarda. Las columnas se mantuvieron a 35°C. La fase móvil era 100% de THF a un caudal de 2 ml/minuto. La detección UV era a 270 nm. El tiempo de ejecución del programa era de 10 minutos.
- 45 4. Análisis de GC/MS: estos análisis dieron un tiempo de retención de GC y datos de fragmentación de MS, y se realizaron usando un sistema de GC Hewlett Packard Modelo 6890 con un detector selectivo de masas Agilent que funciona en modo de ionización electrónica (EI) y en modo de ionización química positiva (CI). El gas portador para el modo EI era helio a aproximadamente 1 ml/minuto. Se usó metano como gas portador para el modo CI. La columna era una J&W Scientific DB-5MS de 30 ms x 0.25 mm x película de 1 μm. La temperatura inicial del horno era de 60°C con un tiempo de retención de 5 minutos. La temperatura se incrementó a 10°C/minuto a 220°C con una retención de 2 minutos, y a continuación se incrementó a 20°C/minuto hasta 290°C. La temperatura del inyector era de 225°C. El tamaño de la muestra era de 1 μl para el modo EI y de 1 μl para el modo CI. La relación de división era de 50:1.
- 50 55

ES 2 814 148 T3

5. Puntos de fusión: los puntos de fusión se determinaron usando un aparato Mel-Temp, y no están corregidos.

Estudio de detección y linealidad para BHexTPM

Instrumento: GC 6890 con MSD 5973 y muestreador automático 7683B

Puerto de inyección: 280°C, inyección de 3 µl, sin división

5 Columna: DB-35, 15 m, 0.255 mm ID, película de 0.25 µm

Flujo: 1.4 ml/min de He

Horno: 100°C, retención 0 min, rampa 20°C/min hasta 280°C, retención 10 min, rampa 20°C/min hasta 340°C, retención 5 min

Línea de transferencia auxiliar: 280°C

10 Retardo del disolvente: 17 min.

Modo de detección de masa: modo SIM, para iones 343.3, 443.4, 520.4 (0.7-0.9 uma)

Tiempo de permanencia: 100 ms

Fuente MS: EI, 250°C

Cuadrupolo MS: 200°C

15 Dilución de la muestra:

Patrón 1: 10 mg de BHexTPM disuelto en 25 ml de xileno

Patrón 2: 0.5 ml de Patrón 1 diluido a 25 ml en xileno

1000 ppb: 1.25 ml de Patrón 2 diluido a 10 ml en diésel turco

500 ppb: 625 µl de Patrón 2 diluido a 10 ml en diésel turco

20 250 ppb: 312.5 µl de Patrón 2 diluido a 10 ml en diésel turco

100 ppb: 1 ml de Patrón de 1000 ppb diluido a 10 ml en diésel turco

50 ppb: 1 ml de Patrón de 500 ppb diluido a 10 ml en diésel turco

ppb	Tiempo de retención	Anchura	Área	Tiempo de inicio	Tiempo de finalización
1000	23.000	0.066	9887889	22.911	23.192
500	23.000	0.071	5125725	22.907	23.298
250	23.001	0.072	2493155	22.907	23.274
100	23.000	0.074	1039475	22.854	23.298
50	22.998	0.07	507502	22.854	23.274

25 Resultados del análisis de regresión lineal: $\text{Área} = 9888.8 \times \text{concentración} + 53010$; $R^2 = 0.9996$

ES 2 814 148 T3

ESTRUCTURA	P.f., °C	Tiempo de ret. de GC. (min)	Masas de MS	Solubilidad @ 10% @ -10C	Tiempo de retención de GPC (min)
<p>BPentTPM FW 492.69</p>	110-113	21.9	492, 415, 329		6.8
<p>BHexTPM FW 520.74</p>	120-122	23.1	520, 443, 343		6.68
<p>BHeptTPM FW 548.80</p>	103-105	24.4	548, 471, 357		6.61
<p>BOctTPM FW 576.85</p>	84.5-86.5	26.2	576, 499, 371		6.57

REIVINDICACIONES

1. Un compuesto que tiene la fórmula $C\{Ph(R^1)_i(OR^2)_j\}_2\{Ph(R^3)_m(OR^4)_n\}\{Ph(R^5)_o(OR^6)_p\}$, en la que Ph representa un anillo de benceno; R^1 , R^3 y R^5 independientemente son alquilo de C_1 - C_{18} ; R^2 , R^4 y R^6 independientemente son alquilo de C_4 - C_{12} ; i, m, n, o y p son independientemente cero, uno o dos; j es uno o dos; y todos los sustituyentes R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 tienen colectivamente un total de ocho a treinta y cinco átomos de carbono, en la que los grupos alquilo son saturados y no sustituidos,
- 5 con tal de que cuando j es uno e i, m, n, o y p son cero, entonces R^2 no es alquilo de C_9 - C_{11} .
2. El compuesto de la reivindicación 1, en el que por lo menos uno de R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 tiene por lo menos tres átomos de carbono.
- 10 3. El compuesto de la reivindicación 1 o 2, en el que R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 son acíclicos
4. El compuesto de la reivindicación 1, 2 o 3, en el que R^1 , R^3 y R^5 independientemente son alquilo de C_1 - C_{16} .