

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 973 222**

51 Int. Cl.:

C08K 5/20 (2006.01)

C07C 237/42 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.12.2020 PCT/US2020/064959**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.06.2021 WO21119633**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.12.2020 E 20842071 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.01.2024 EP 4073029**

54 Título: **Compuestos de trisamida y composiciones que comprenden los mismos**

30 Prioridad:

12.12.2019 US 201962947474 P

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

19.06.2024

73 Titular/es:

**MILLIKEN & COMPANY (100.0%)
920 Milliken Road, M-495
Spartanburg, South Carolina 29303, US**

72 Inventor/es:

**KREMER, DANIEL;
SCHMIDT, HANS-WERNER;
SMITH, PAUL;
ANDERSON, JOHN DAVID;
DATTA, SUCHITRA;
KELLER, KEITH;
MEHL, NATHAN y
SCRIVENS, WALTER**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 973 222 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

Compuestos de trisamida y composiciones que comprenden los mismos

Campo técnico de la invención

5 Esta solicitud se refiere a compuestos de trisamida (específicamente, derivados de trisamida derivados formalmente del ácido 3,5-diaminobenzoico) y las composiciones que comprenden los mismos.

Antecedentes de la invención

10 Las resinas poliméricas se utilizan ampliamente en una variedad de áreas debido, entre otras cosas, a su excelente procesabilidad, propiedades mecánicas (especialmente en términos de peso relativo) y propiedades eléctricas. Aunque los propios polímeros pueden tener propiedades beneficiosas, se pueden usar aditivos para mejorar aún más esas propiedades y/o mitigar las deficiencias.

15 Las poliolefinas son un grupo de resinas poliméricas que son particularmente versátiles. Las poliolefinas son polímeros semicristalinos. Una poliolefina que se ha dejado enfriar de manera relativamente lenta (por ejemplo, como el enfriamiento que tiene lugar durante la producción de piezas de plástico moldeadas) contiene regiones amorfas en donde las cadenas de polímero están dispuestas aleatoriamente y regiones cristalinas en donde las cadenas de polímero han adoptado una configuración ordenada. Dentro de estas regiones cristalinas de la poliolefina, las cadenas poliméricas se alinean en dominios comúnmente denominados "láminas cristalinas". En condiciones normales de procesamiento, las láminas cristalinas crecen radialmente en todas direcciones a medida que el polímero de poliolefina se enfría desde el estado fundido. Este crecimiento radial da como resultado la formación de esferulitas, que son regiones semicristalinas esféricas compuestas de múltiples láminas cristalinas interrumpidas por regiones amorfas. El tamaño de las esferulitas se ve afectado por varios parámetros y puede variar desde cientos de nanómetros hasta milímetros de diámetro. Cuando el tamaño de las esferulitas es apreciablemente mayor que la longitud de onda de la luz visible, las esferulitas dispersarán la luz visible que pasa a través del polímero. Esta dispersión de la luz visible da como resultado una apariencia nebulosa que comúnmente se denomina "turbidez de polímero" o simplemente "turbidez". Si bien niveles apreciables de turbidez del polímero pueden ser aceptables en algunas aplicaciones, hay ciertas aplicaciones (por ejemplo, contenedores de almacenamiento) en donde los consumidores desean plásticos relativamente transparentes, lo que requiere en consecuencia niveles de turbidez bajos.

20 A lo largo de los años, se han desarrollado varios enfoques para reducir la turbidez en las poliolefinas. Un enfoque que ha tenido mucho éxito comercial implica el uso de agentes clarificantes. Los agentes clarificantes son aditivos (con frecuencia compuestos orgánicos) que, cuando se procesan en estado fundido con el polímero, nuclean la cristalización del polímero enfriado y reducen el tamaño de las esferulitas o incluso previenen sustancialmente la formación de estas entidades eficientes en la dispersión de la luz. Por ejemplo, el bis(3,4-dimetilbencilideno)sorbitol tuvo mucho éxito comercial debido a su capacidad de reducir la turbidez en los polímeros de polipropileno. Sin embargo, el bis(3,4-dimetilbencilideno)sorbitol no estaba exento de limitaciones. En particular, el agente clarificante es incapaz de reducir la turbidez en los polímeros de polipropileno hasta un punto que rivalice con los niveles de turbidez de los polímeros más transparentes, como el poliestireno y las resinas acrílicas. La turbidez residual de los polímeros clarificados con bis(3,4-dimetilbencilideno)sorbitol limita sus aplicaciones y usos finales.

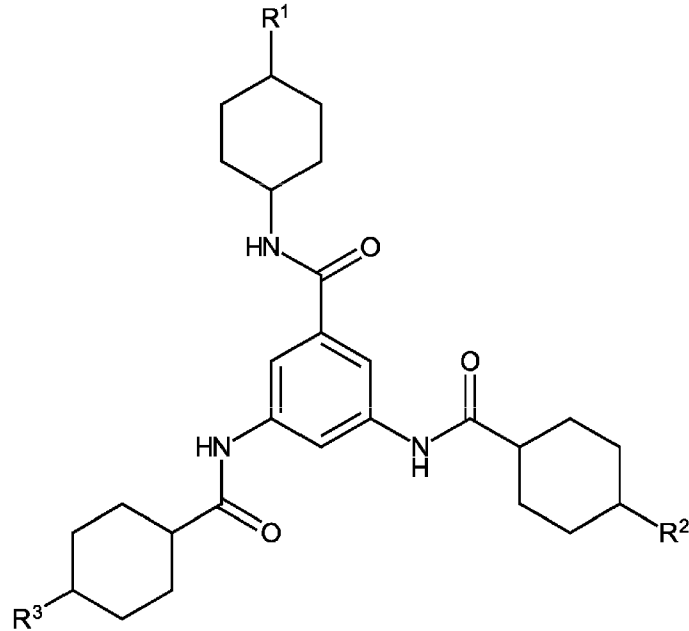
30 Se han desarrollado otros agentes clarificantes en un intento de abordar las limitaciones de los acetales de sorbitol (por ejemplo, bis(3,4-dimetilbencilideno)sorbitol). Por ejemplo, los compuestos de trisamida (p. ej., derivados de trisamida derivados formalmente de 1,3,5-benzenotriamina, ácido 3,5-diaminobenzoico, ácido 5-aminoisoftálico o ácido trimésico) inicialmente fueron prometedores debido al hecho de que cargas relativamente bajas de tales compuestos podrían producir niveles de turbidez en polímeros de polipropileno que rivalizaban con los logrados con bis(3,4-dimetilbencilideno)sorbitol. A pesar de ser prometedores inicialmente, los compuestos de trisamida descritos todavía no pueden producir niveles de turbidez que rivalicen con los de los polímeros más transparentes. Además, muchos de los compuestos de trisamida descritos se pueden extraer desde el polipropileno al que se añaden. Estos niveles indeseables de extracción hacen que dichos compuestos de trisamida sean menos adecuados para su uso en aplicaciones médicas y en contacto con alimentos (es decir, aplicaciones en donde el polímero clarificado con el compuesto de trisamida entra en contacto con alimentos [por ejemplo, almacenamiento o envasado de alimentos] o se usa en dispositivos médicos [por ejemplo, jeringas]), donde las preferencias de la industria y/o los requisitos regulatorios exigen aditivos que exhiban una extracción mínima desde el polímero.

40 Por tanto, sigue existiendo la necesidad de agentes clarificantes que puedan producir niveles de turbidez deseablemente bajos en los polímeros de poliolefina y que presenten una extracción mínima desde el polímero de poliolefina al que se añaden. También sigue existiendo la necesidad de composiciones poliméricas que incorporen dichos agentes clarificantes y que presenten la combinación deseada de baja turbidez y extracción mínima del agente clarificante. Las diversas realizaciones descritas en la presente memoria buscan proporcionar dichos agentes y composiciones clarificantes.

Breve resumen de la invención

En una primera realización, la invención proporciona un compuesto de Fórmula (I)

(I)



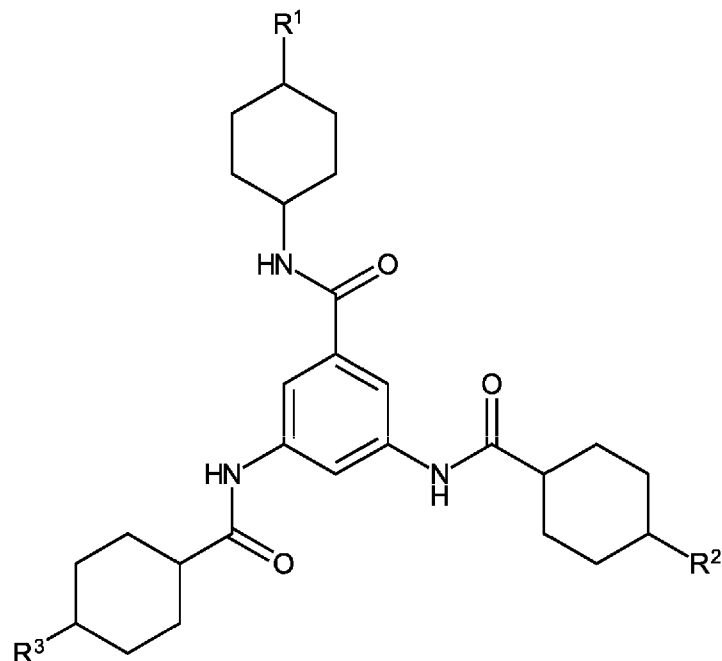
donde R¹, R² y R³ se seleccionan independientemente del grupo que consiste en grupos alquilo.

- 5 En una segunda realización, la invención proporciona una composición polimérica que comprende un compuesto de Fórmula (I) y un polímero de poliolefina.

Descripción detallada de la invención

En una primera realización, la invención proporciona un compuesto de la Fórmula (I) siguiente, que es un derivado de trisamida derivado formalmente del ácido 3,5-diaminobenzoico. La estructura de la Fórmula (I) es la siguiente:

(I)



En la Fórmula (I), los grupos R¹, R² y R³ se seleccionan independientemente del grupo que consiste en grupos alquilo.

Los grupos R¹, R² y R³ pueden ser cualquier grupo alquilo adecuado. En una realización preferida, R¹, R² y R³ se seleccionan independientemente del grupo que consiste en grupos alquilo C₁-C₂₀ (por ejemplo, grupos alquilo C₃-C₂₀), más preferiblemente grupos alquilo C₁-C₁₂ (por ejemplo, grupos alquilo C₃-C₁₂), incluso más preferiblemente grupos alquilo C₁-C₈ (por ejemplo, grupos alquilo C₃-C₈), y lo más preferiblemente grupos alquilo C₁-C₅ (por ejemplo, grupos alquilo C₂-C₅ o grupos alquilo C₃-C₅). Los grupos alquilo adecuados pueden ser lineales o ramificados. En una realización preferida, al menos uno de R¹, R² y R³ es un grupo alquilo ramificado. Si solo uno de R¹, R² y R³ es un grupo alquilo ramificado, R² o R³ es preferiblemente el grupo alquilo ramificado. Alternativamente, en otra realización cuando solo uno de R¹, R² y R³ es un grupo alquilo ramificado, R¹ es preferiblemente el grupo alquilo ramificado. En otra realización preferida, al menos dos de R¹, R² y R³ son grupos alquilo ramificados seleccionados independientemente. En tal realización, R² y R³ preferiblemente se seleccionan independientemente de grupos alquilo ramificados. En aún otra realización preferida, cada uno de R¹, R² y R³ es un grupo alquilo ramificado seleccionado independientemente. En aquellas realizaciones que contienen grupos alquilo ramificados, el grupo alquilo puede contener cualquier número adecuado de átomos de carbono, y los ejemplos preferidos son los grupos alquilo C₃-C₂₀ ramificados, grupos alquilo C₃-C₁₂ ramificados, grupos alquilo C₃-C₈ ramificados, y grupos alquilo C₃-C₅ ramificados. Los grupos alquilo ramificados adecuados contienen preferiblemente un punto de ramificación situado en el carbono alfa o beta con respecto al resto ciclohexanodilo.

En una realización preferida, R¹, R² y R³ se seleccionan independientemente del grupo formado por *n*-propilo, isopropilo, *n*-butilo, *sec*-butilo (es decir, butan-2-ilo o 1-metilpropilo), isobutilo (es decir, 2-metilpropilo), *tert*-butilo (es decir, 1,1-dimetiletilo), *n*-pentilo, *tert*-pentilo (es decir, 2-metilbutan-2-ilo o 1,1-dimetilpropilo), neopentilo (es decir, 2,2-dimetilpropilo), isopentilo (es decir, 3-metilbutilo), *sec*-pentilo (es decir, pentan-2-ilo o 1-metilbutilo), *sec*-isopentilo (es decir, 3-metilbutan-2-ilo o 1,2-dimetilpropilo), pentan-3-ilo (es decir, 1-etilpropilo) y 2-metilbutilo. En una realización más preferida, R¹, R² y R³ se seleccionan independientemente del grupo formado por *n*-propilo, isopropilo, *n*-butilo, *sec*-butilo (es decir, butan-2-ilo o 1-metilpropilo), isobutilo (es decir, 2-metilpropilo), *tert*-butilo (es decir, 1,1-dimetiletilo), *tert*-pentilo (es decir, 2-metilbutan-2-ilo o 1,1-dimetilpropilo), *sec*-pentilo (es decir, pentan-2-ilo o 1-metilbutilo), *sec*-isopentilo (es decir, 3-metilbutan-2-ilo o 1,2-dimetilpropilo) y pentan-3-ilo (es decir, 1-etilpropilo). En otra realización preferida más, R¹, R² y R³ se seleccionan independientemente del grupo formado por *n*-propilo, isopropilo, *n*-butilo, isobutilo (es decir, 2-metilpropilo), *tert*-butilo (es decir, 1,1-dimetiletilo), y *tert*-pentilo (es decir, 2-metilbutan-2-ilo o 1,1-dimetilpropilo).

Como se señaló anteriormente, al menos uno de R¹, R² y R³ es preferiblemente un grupo alquilo ramificado. Así, en una realización preferida, al menos uno de R¹, R² y R³ se selecciona del grupo que consiste en isopropilo, *sec*-butilo (es decir, butan-2-ilo o 1-metilpropilo), isobutilo (es decir, 2-metilpropilo), *tert*-butilo (es decir, 1,1-dimetiletilo), *tert*-pentilo (es decir, 2-metilbutan-2-ilo o 1,1-dimetilpropilo), neopentilo (es decir, 2,2-dimetilpropilo), isopentilo (es decir, 3-metilbutilo), *sec*-pentilo (es decir, pentan-2-ilo o 1-metilbutilo), *sec*-isopentilo (es decir, 3-metilbutan-2-ilo o 1,2-dimetilpropilo), pentan-3-ilo (es decir, 1-etilpropilo) y 2-metilbutilo. En otra realización preferida, al menos uno de R¹, R² y R³ se selecciona del grupo que consiste en isopropilo, *sec*-butilo (es decir, butan-2-ilo o 1-metilpropilo), isobutilo (es decir, 2-metilpropilo), *tert*-butilo (es decir, 1,1-dimetiletilo), *tert*-pentilo (es decir, 2-metilbutan-2-ilo o 1,1-dimetilpropilo), *sec*-pentilo (es decir, pentan-2-ilo o 1-metilbutilo), *sec*-isopentilo (es decir, 3-metilbutan-2-ilo o 1,2-dimetilpropilo) y pentan-3-ilo (es decir, 1-etilpropilo). En una realización más preferida, al menos uno de R¹, R² y R³ se selecciona del grupo que consiste en isopropilo, isobutilo (es decir, 2-metilpropilo), *tert*-butilo (es decir, 1,1-dimetiletilo) y *tert*-pentilo (es decir, 2-metilbutan-2-ilo o 1,1-dimetilpropilo). En una realización preferida más, al menos uno de R¹, R² y R³ se selecciona del grupo formado por *tert*-butilo (es decir, 1,1-dimetiletilo) y *tert*-pentilo (es decir, 2-metilbutan-2-ilo o 1,1-dimetilpropilo). En una realización preferida, uno de R² o R³ es un grupo alquilo ramificado seleccionado independientemente de uno de los grupos establecidos en este párrafo. En otra realización preferida, tanto R² y R³ son grupos alquilo ramificados seleccionados independientemente de uno de los grupos establecidos en este párrafo. Por último, en otra realización preferida, cada uno de R¹, R² y R³ es un grupo alquilo ramificado seleccionado independientemente de uno de los grupos establecidos en este párrafo.

En una realización preferida, el compuesto se selecciona del grupo que consiste en

- (i) *N*-(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (ii) *N*-(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (iii) *N*-(4-*n*-propilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (iv) *N*-(4-*n*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (v) *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (vi) *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (vii) *N*-(4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (viii) *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

- (ix) *N*-(4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida; y
- (x) las mezclas de los mismos (es decir, mezclas de dos o más de cualquiera de los compuestos anteriores).

En otra realización preferida, el compuesto se selecciona del grupo que consiste en

- (i) *N*-(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- 5 (ii) *N*-(4-*n*-propilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (iii) *N*-(4-*n*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (iv) *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (v) *N*-(4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (vi) *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- 10 (vii) *N*-(4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida; y
- (viii) las mezclas de los mismos (es decir, mezclas de dos o más de cualquiera de los compuestos anteriores).

En una realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En aún otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(4-*n*-propilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(4-*n*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En aún otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En aún otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En aún otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.

Como se puede observar en la Fórmula (I), cada resto ciclohexanodiilo está sustituido con sustituyentes distintos de hidrógeno (es decir, el grupo R¹, R², o R³ y el resto benceno sustituido con amida) en las posiciones 1 y 4. Los sustituyentes distintos de hidrógeno unidos a cada resto ciclohexanodiilo pueden disponerse en dos disposiciones espaciales diferentes entre sí. Ambos sustituyentes distintos del hidrógeno pueden encontrarse en el mismo lado del plano medio del anillo de ciclohexano, que corresponde a la configuración *cis*, o ambos sustituyentes distintos de hidrógeno pueden encontrarse en lados opuestos del plano medio del anillo de ciclohexano, que corresponde a la configuración *trans*. Cada uno de los grupos R¹, R² y R³ pueden estar dispuestos en la posición *cis* o la posición *trans* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En una realización preferida, al menos uno de los grupos R¹, R² y R³ está dispuesto en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En otra realización preferida, al menos dos de los grupos R¹, R² y R³ están dispuestos en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En aún otra realización preferida, cada uno de los grupos R¹, R² y R³ está dispuesto en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente.

En una realización preferida, el compuesto se selecciona del grupo que consiste en

- (i) *N*-(*cis*-4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- 40 (ii) *N*-(*cis*-4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (iii) *N*-(*cis*-4-*n*-propilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (iv) *N*-(*cis*-4-*n*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (v) *N*-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (vi) *N*-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- 45 (vii) *N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- (viii) *N*-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida; y
- (ix) *N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida; y

(x) las mezclas de los mismos (es decir, mezclas de dos o más de cualquiera de los compuestos anteriores).

En otra realización preferida, el compuesto se selecciona del grupo que consiste en

(i) *N*-(*cis*-4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

(ii) *N*-(*cis*-4-*n*-propilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

5 (iii) *N*-(*cis*-4-*n*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

(iv) *N*-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

(v) *N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

(vi) *N*-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

(vii) *N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida; y

10 (viii) las mezclas de los mismos (es decir, mezclas de dos o más de cualquiera de los compuestos anteriores).

En una realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En aún otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-*n*-propilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-*n*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En aún otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En aún otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. En aún otra realización preferida, el compuesto de Fórmula (I) es *N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.

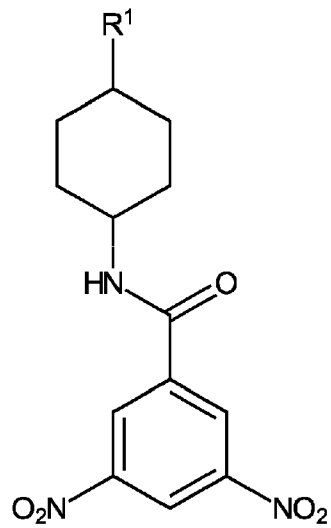
La presente solicitud también abarca las composiciones que contienen uno o más compuestos de Fórmula (I), tales como una composición que contiene una mezcla de dos o más compuestos de Fórmula (I) (en este contexto, los isómeros *cis* y *trans* se consideran compuestos diferentes, de modo que una mezcla de dos o más isómeros constituye una composición que contiene una mezcla de dos o más compuestos de Fórmula (I)). En tales realizaciones, se prefiere que el 60% o más de los grupos R¹, R² y R³ de todos los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición estén en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. Más preferiblemente, aproximadamente el 65% o más de los grupos R¹, R² y R³ de todos los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición están en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En otra realización preferida, aproximadamente el 70% o más de los grupos R¹, R² y R³ de todos los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición están en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En aún otra realización preferida, aproximadamente el 75% o más de los grupos R¹, R² y R³ de todos los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición están en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En otra realización preferida, aproximadamente el 80% o más de los grupos R¹, R² y R³ de todos los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición están en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En aún otra realización preferida, aproximadamente el 85% o más de los grupos R¹, R² y R³ de todos los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición están en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En aún otra realización preferida, aproximadamente el 90% o más de los grupos R¹, R² y R³ de todos los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición están en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En aún otra realización preferida, aproximadamente el 95% o más (por ejemplo, aproximadamente el 96% o más, aproximadamente el 97% o más, aproximadamente el 98% o más, o aproximadamente el 99% o más) de los grupos R¹, R² y R³ de todos los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición están en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente.

En otra realización preferida de una composición que contiene una mezcla de dos o más compuestos de Fórmula (I), aproximadamente el 60%mol o más de los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición tienen grupos R¹, R² y R³ que están cada uno en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. Más preferiblemente, aproximadamente el 65%mol o más de los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición tienen grupos R¹, R² y R³ que están cada uno en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiilo correspondiente. En otra realización preferida más, aproximadamente el 70%mol o más de los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición tienen grupos R¹, R² y R³ que están cada uno en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de

5 hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiílo correspondiente. En otra realización preferida, aproximadamente el 75%mol o más de los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición tienen grupos R¹, R² y R³ que están cada uno en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiílo correspondiente. En otra realización preferida más, aproximadamente el 80%mol o más de los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición tienen grupos R¹, R² y R³ que están cada uno en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiílo correspondiente. En otra realización preferida, aproximadamente el 85%mol o más de los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición tienen grupos R¹, R² y R³ que están cada uno en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiílo correspondiente. En otra realización preferida más, aproximadamente el 90%mol o más de los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición tienen grupos R¹, R² y R³ que están cada uno en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiílo correspondiente. En otra realización preferida, aproximadamente el 95%mol o más (por ejemplo, aproximadamente el 96%mol o más, aproximadamente el 97%mol o más, aproximadamente el 98%mol o más, o aproximadamente el 99%mol o más) de los compuestos de Fórmula (I) presentes en la composición tienen grupos R¹, R² y R³ que están cada uno en la posición *cis* respecto del sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodiílo correspondiente.

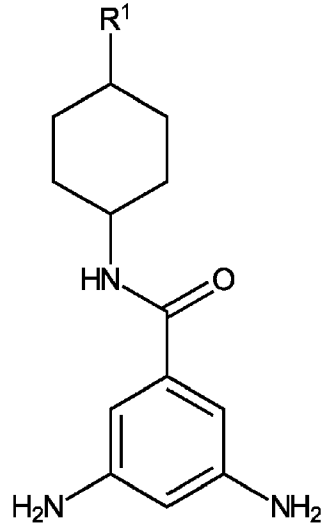
20 Los compuestos de Fórmula (I) se pueden producir usando cualquier método o proceso sintético adecuado. Por ejemplo, el compuesto se puede producir haciendo reaccionar primero la 4-alkilciclohexilamina deseada con cloruro de 3,5-dinitrobenzoilo (cloruro del ácido 3,5-dinitrobenzoico) para producir un compuesto intermedio de la Fórmula (A) siguiente.

(A)



Luego, el compuesto intermedio de Fórmula (A) se puede reducir usando métodos conocidos (por ejemplo, hidrogenación) para producir el correspondiente compuesto de diamina de Fórmula (B) siguiente.

(B)

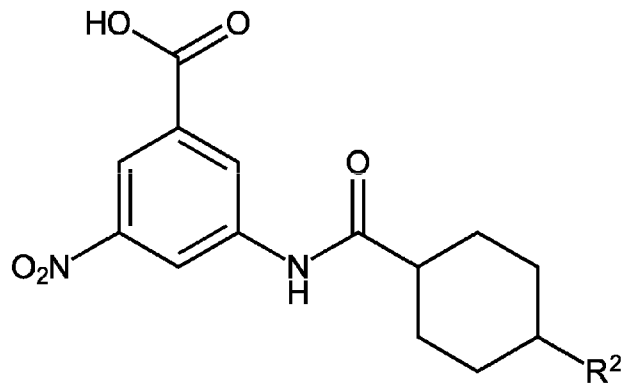


5 Después, el compuesto de Fórmula (B) se puede hacer reaccionar con el cloruro de 4-alkilciclohexanocarbonilo deseado para producir el compuesto deseado de Fórmula (I). En esta última etapa, se podría hacer reaccionar una mezcla de dos cloruros de 4-alkilciclohexanocarbonilo diferentes con el compuesto de Fórmula (B) para producir un compuesto de Fórmula (I) en donde R^2 y R^3 son diferentes (o están en una relación espacial diferente con respecto al sustituyente distinto de hidrógeno unido a la posición 1 del resto ciclohexanodilo correspondiente). Sin embargo, el producto de reacción producido usando una mezcla de diferentes cloruros de 4-alkilciclohexanocarbonilo también puede contener

10 cantidades apreciables de compuestos de Fórmula (I) en donde R^2 y R^3 son iguales. Por lo tanto, puede ser necesaria una purificación posterior para aislar el compuesto asimétrico deseado de estos otros componentes.

Alternativamente, para producir compuestos asimétricos de Fórmula (I) (p. ej., compuestos en donde R^2 y R^3 son diferentes), se puede hacer reaccionar ácido 3-amino-5-nitrobenzoico con el cloruro de 4-alkilciclohexanocarbonilo deseado para producir un compuesto intermedio de la Fórmula (J) siguiente

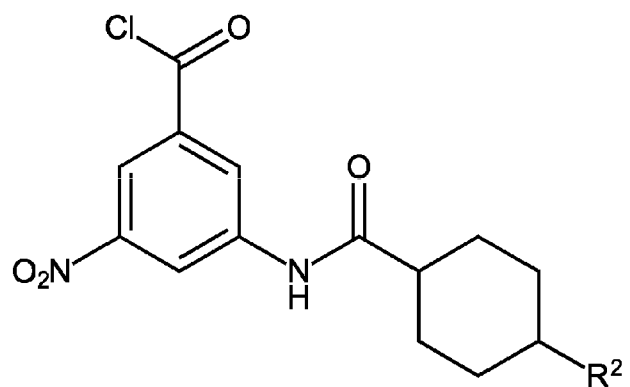
(J)



15

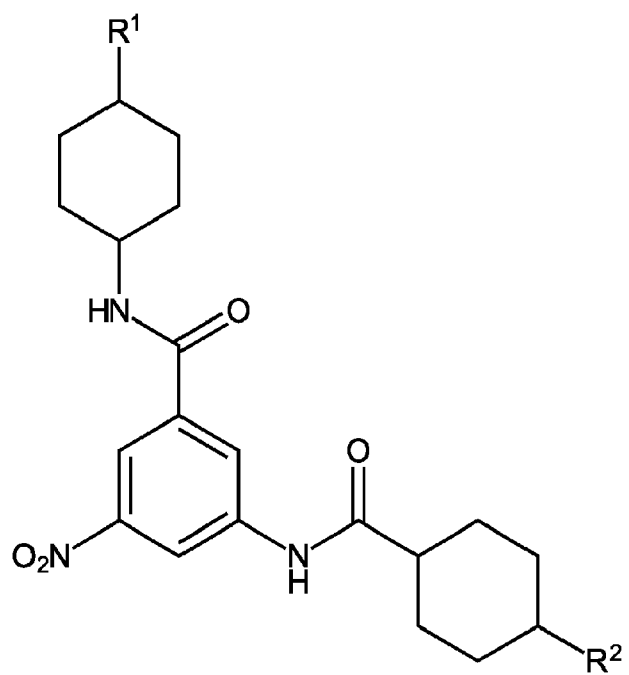
Luego, el compuesto intermedio de Fórmula (J) se puede hacer reaccionar con cloruro de oxalilo para producir el correspondiente cloruro de ácido de la Fórmula (K) siguiente.

(K)



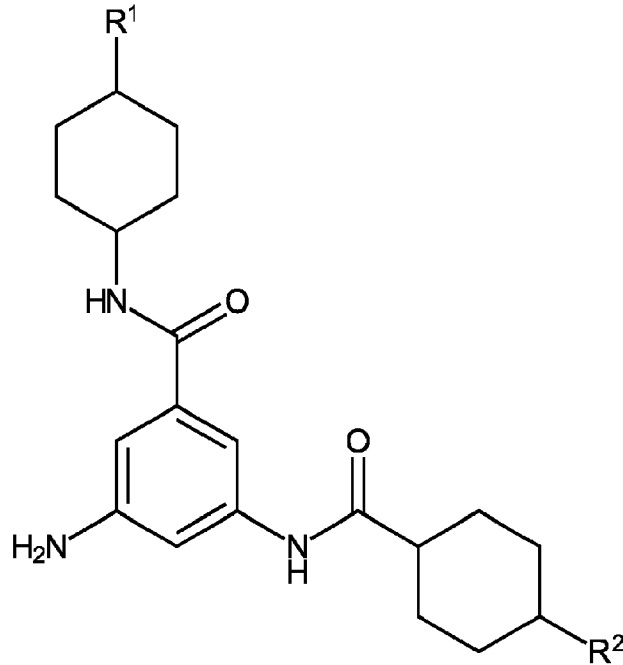
5 Luego, el cloruro de ácido de Fórmula (K) se puede hacer reaccionar con la 4-alkilciclohexilamina deseada para producir el compuesto intermedio de la Fórmula (L) siguiente.

(L)



A continuación, el compuesto intermedio de Fórmula (L) se puede hidrogenar usando métodos conocidos para producir el correspondiente compuesto de amina de la Fórmula (M) siguiente.

(M)



5 Finalmente, el compuesto de amina de Fórmula (M) se puede hacer reaccionar con el cloruro de 4-
alquilciclohexanocarbonilo deseado para producir el compuesto deseado de Fórmula (I).

En una segunda realización, la invención proporciona una composición polimérica que comprende un compuesto de
Fórmula (I) y un polímero. En dicha realización, el compuesto de Fórmula (I) puede ser cualquiera de las realizaciones
(por ejemplo, compuestos específicos o composiciones que contienen mezclas de compuestos) analizadas
anteriormente en relación con la primera realización de la invención.

10 La composición polimérica puede comprender cualquier polímero adecuado. Preferiblemente, el polímero es un
polímero termoplástico, tal como poliolefina, poliéster, poliamida, poli(ácido láctico), policarbonato, polímero acrílico o
mezclas de los mismos. Más preferiblemente, el polímero es un polímero de poliolefina, tal como un polímero de
polipropileno, un polímero de polietileno, un polímero de polimetilpenteno (por ejemplo, poli(4-metil-1-penteno)), un
15 polímero de polibutileno, un polímero de poli(vinilciclohexano), y mezclas de los mismos. En una realización preferida,
el polímero es un polímero de polipropileno. Más preferiblemente, el polímero se selecciona del grupo que consiste en
homopolímeros de polipropileno (por ejemplo, homopolímero de polipropileno atáctico, homopolímero de polipropileno
isotáctico y homopolímero de polipropileno sindiotáctico), copolímeros de polipropileno (por ejemplo, copolímeros
aleatorios de polipropileno), copolímeros de impacto de polipropileno y mezclas de los mismos. Los copolímeros de
20 polipropileno adecuados incluyen, entre otros, los copolímeros aleatorios elaborados a partir de la polimerización de
propileno en presencia de un comonómero seleccionado del grupo que consiste en etileno, but-1-eno (es decir, 1-
buteno) y hex-1-eno (es decir, 1-hexeno). En dichos copolímeros aleatorios de polipropileno, el comonómero puede
estar presente en cualquier cantidad adecuada, pero normalmente está presente en una cantidad inferior a
aproximadamente el 10%p (por ejemplo, aproximadamente el 1% a aproximadamente el 7%p). Los copolímeros de
25 impacto de polipropileno adecuados incluyen, entre otros, los producidos mediante la adición de un copolímero
seleccionado del grupo que consiste en caucho de etileno-propileno (EPR), monómero de etileno-propileno-dieno
(EPDM), polietileno y plastómeros a un homopolímero de polipropileno o copolímero aleatorio de polipropileno. En
tales copolímeros de impacto de polipropileno, el copolímero puede estar presente en cualquier cantidad adecuada,
pero típicamente está presente en una cantidad de aproximadamente el 5% a aproximadamente el 25%p. En una
30 realización preferida, la composición polimérica comprende un polímero de poliolefina seleccionado del grupo que
consiste en homopolímeros de polipropileno, copolímeros aleatorios de polipropileno y mezclas de los mismos. Más
preferiblemente, la composición polimérica comprende un copolímero aleatorio de polipropileno.

La composición polimérica de la invención puede contener cualquier cantidad adecuada de el/los compuesto(s) de
Fórmula (I) descrito(s) anteriormente. En una realización preferida, la composición polimérica comprende, con respecto
35 al peso total de la composición, al menos el 0,001%p de un compuesto de Fórmula (I). En otra realización preferida,
la composición polimérica comprende, con respecto al peso total de la composición, al menos el 0,002%p, al menos
el 0,003%p, al menos el 0,004%p, al menos el 0,005%p, al menos el 0,01%p, al menos el 0,02%p, al menos el 0,03%p,
al menos el 0,04%p, al menos el 0,05%p, al menos el 0,1%p, al menos el 0,3%p, al menos el 0,5%p, al menos el 1%p,

al menos el 5%p o al menos el 10%p de un compuesto de Fórmula (I). En otra realización, la composición polimérica comprende preferiblemente, con respecto al peso total de la composición, menos del 99%p de un compuesto de Fórmula (I). En otra realización preferida, la composición polimérica comprende, con respecto al peso total de la composición, menos del 95%p, menos del 80%p, menos del 50%p, menos del 25%p, menos del 10%p, menos del 5%p, menos del 2%p, menos del 1%p, menos del 0,5%p, menos del 0,2%p, menos del 0,1%p o menos del 0,07%p de un compuesto de Fórmula (I). En una serie de realizaciones particularmente preferidas, la composición polimérica comprende, con respecto al peso total de la composición, del 0,001%p al 0,5%p (por ejemplo, del 0,01%p al 0,5%p o del 0,05%p al 0,5%p), del 0,001%p al 0,2%p (por ejemplo, del 0,01%p al 0,2%p o del 0,05%p al 0,2%p), del 0,001%p al 0,1%p (por ejemplo, del 0,01%p al 0,1%p o del 0,05%p al 0,1%p), o del 0,001%p al 0,07%p (por ejemplo, del 0,01%p al 0,07%p) de un compuesto de Fórmula (I). Como se señaló anteriormente, la composición polimérica de la invención puede comprender más de un compuesto de Fórmula (I). En aquellas realizaciones en donde la composición polimérica comprende más de un compuesto de trisamida de Fórmula (I), cada compuesto de trisamida puede estar presente en una cantidad que se halla dentro de uno de los rangos mencionados anteriormente, o la cantidad combinada de todos los compuestos de trisamida puede hallarse dentro de uno de los rangos mencionados anteriormente.

La composición polimérica descrita en la presente memoria puede contener otros aditivos poliméricos además de el/los compuesto(s) de Fórmula (I). Los aditivos poliméricos adicionales adecuados incluyen, entre otros, antioxidantes (por ejemplo, antioxidantes fenólicos, antioxidantes de fosfito y combinaciones de los mismos), agentes antibloqueo (por ejemplo, sílice amorfa y tierra de diatomeas), pigmentos (por ejemplo, pigmentos orgánicos y pigmentos inorgánicos) y otros colorantes (por ejemplo, tintes y colorantes poliméricos), cargas y agentes de refuerzo (por ejemplo, vidrio, fibras de vidrio, talco, carbonato de calcio y fibras de oxisulfato de magnesio), agentes nucleantes, agentes clarificantes, eliminadores de ácido (por ejemplo, sales metálicas de ácidos grasos, tales como las sales metálicas del ácido esteárico), aditivos de procesamiento de polímeros (por ejemplo, aditivos de procesamiento de polímeros de fluoropolímero), agentes reticulantes de polímeros, agentes deslizantes (por ejemplo, compuestos de amida de ácidos grasos derivados de la reacción entre un ácido graso y amoníaco o un compuesto que contiene amina), compuestos de éster de ácido graso (por ejemplo, compuestos de éster de ácido graso derivados de la reacción entre un ácido graso y un compuesto que contiene hidroxilo, tal como glicerol, diglicerol y combinaciones de los mismos), y combinaciones de los anteriores.

La composición polimérica descrita en la presente memoria se puede producir mediante cualquier método adecuado. Por ejemplo, la composición de poliolefina se puede producir mediante mezcla simple (por ejemplo, mezcla de alto cizallamiento o mezcla de alta intensidad) del polímero de poliolefina, el/los compuesto(s) de Fórmula (I) y cualquier componente opcional adicional. Alternativamente, se puede premezclar una composición de aditivo que comprende el/los compuesto(s) de Fórmula (I) y cualquier componente opcional adicional (tal como los descritos anteriormente) para proporcionar una composición de premezcla. Esta composición de premezcla se puede mezclar luego con el polímero para producir la composición polimérica descrita anteriormente. La composición polimérica se puede proporcionar en cualquier forma adecuada para el uso en el procesamiento posterior para producir un artículo. Por ejemplo, la composición polimérica se puede proporcionar en forma de polvo (por ejemplo, un polvo de flujo libre), escamas, esferas, gránulos, comprimidos, aglomerados y similares.

Se cree que la composición polimérica descrita en la presente memoria es útil para producir artículos termoplásticos. La composición polimérica se puede transformar en el artículo termoplástico deseado mediante cualquier técnica adecuada, tal como moldeo por inyección, moldeo rotacional por inyección, moldeo por soplado (por ejemplo, moldeo por inyección-soplado o moldeo por inyección-estirado-soplado), extrusión (por ejemplo, extrusión de láminas, extrusión de películas, extrusión de película fundida, o extrusión de espuma), moldeo por extrusión-soplado, termoformado, rotomoldeo, soplado de película (película soplada), fundición de película (película fundida), y similares.

La composición polimérica descrita en la presente memoria se puede usar para producir cualquier artículo o producto adecuado. Los productos adecuados incluyen, entre otros, dispositivos médicos (por ejemplo, jeringas precargadas para aplicaciones en autoclave, recipientes para suministro intravenoso y aparatos de extracción de sangre), envases de alimentos, recipientes para líquidos (por ejemplo, recipientes para bebidas, medicamentos, composiciones para el cuidado personal, champús y similares), estuches para prendas de vestir, artículos aptos para microondas, estanterías, puertas de armarios, piezas mecánicas, piezas de automóviles, láminas, tuberías, tubos, piezas rotomoldeadas, piezas moldeadas por soplado, películas, fibras y similares.

Se ha observado que la composición polimérica de la invención exhibe una combinación muy deseable de baja turbidez junto con una baja extracción del compuesto de trisamida de Fórmula (I). Las composiciones poliméricas (por ejemplo, las composiciones de copolímeros aleatorios de polipropileno) que contienen un compuesto de Fórmula (I) generalmente exhiben niveles de turbidez que son al menos un 15% más bajos que los niveles de turbidez exhibidos por las composiciones poliméricas que contienen compuestos de trisamida estructuralmente similares que no están abarcados por la Fórmula (I). Además, se ha observado que las composiciones poliméricas que contienen ciertos compuestos de Fórmula (I) exhiben niveles de turbidez de un solo dígito que rivalizan con los exhibidos por los polímeros más transparentes, tales como el poliestireno y los polímeros acrílicos. Como se señaló anteriormente, estas composiciones poliméricas también exhiben una extracción excepcionalmente buena (es decir, baja) del compuesto de Fórmula (I) desde la composición polimérica. De hecho, se ha observado que las composiciones poliméricas que contienen ciertos compuestos de Fórmula (I) exhiben niveles de extracción que son uno o dos órdenes de magnitud menores que los niveles de extracción exhibidos por las composiciones poliméricas que contienen

compuestos de trisamida estructuralmente similares que no están abarcados por la Fórmula (I). Se cree que estas propiedades exhibidas por las composiciones poliméricas inventivas hacen que las composiciones poliméricas sean especialmente adecuadas para el uso en la fabricación de artículos o productos termoplásticos que requieren bajos niveles de turbidez y baja extracción, tales como los artículos y productos destinados al contacto con los alimentos y a las aplicaciones médicas.

Los siguientes ejemplos ilustran con más detalle la materia descrita anteriormente pero, por supuesto, no deben interpretarse de ninguna manera como limitantes del alcance de la misma.

Ejemplo A

Este ejemplo demuestra la preparación de compuestos de trisamida según la invención.

Se añadieron 6,5 g (41,8 mmol) de una mezcla 50/50 de 4-*cis-tert*-butilciclohexilamina y 4-*trans-tert*-butilciclohexilamina y la punta de una espátula de LiCl seco en una atmósfera inerte a 200 ml de tetrahidrofurano p.a. (THF). Se añadieron 3,3 g (41,8 mmol) de piridina seca y la disolución se enfrió a 5 °C. Luego, se añadieron por partes 8,8 g (38,1 mmol) de cloruro de ácido 3,5-dinitrobenzoico. La mezcla de reacción se agitó a 25 °C durante 2 horas. Después, se eliminó el disolvente y el residuo sólido se agitó en aproximadamente 500 ml de agua. Después de decantar el agua, el residuo sólido se disolvió en 50 ml de MeOH y se precipitó en agua. El precipitado se filtró y se secó.

Se hidrogenaron 11,7 g (33,5 mmol) del precipitado obtenido anteriormente en una mezcla de THF/MeOH (200 ml/50 ml) con 1,0 g de Pd/C (10%p). El reactor se cerró y se purgó 3 veces con nitrógeno y 3 veces con hidrógeno mientras se agitaba. La hidrogenación se llevó a cabo a 35 °C y una presión de hidrógeno de 3 bar durante 12 h. La mezcla de reacción se transfirió en una atmósfera inerte a un matraz y se filtró sobre óxido de aluminio (Alox N) para eliminar el catalizador y el agua.

Se añadieron 10,2 g (35,2 mmol) de la amina obtenida anteriormente y la punta de una espátula de LiCl seco en una atmósfera inerte a 350 ml de tetrahidrofurano p.a. (THF). Se añadieron 5,5 g (70,0 mmol) de piridina seca y la disolución se enfrió a 5 °C. Luego, Se añadieron 14,2 g (70,3 mmol) de cloruro de ácido *cis-4-tert*-butilciclohexilcarboxílico. La mezcla de reacción se agitó a 25 °C durante 2 horas. Después, se eliminó el disolvente y el residuo sólido se agitó en aproximadamente 400 ml de agua durante 15 minutos. Después de filtrar el producto sólido, se añadió a 1 l de N,N-dimetilformamida (DMF) y se hirvió durante 5 minutos a reflujo. Después de enfriar a temperatura ambiente, el residuo se separó por filtración y se secó en una estufa de vacío.

El análisis posterior del producto resultante confirmó que era N-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis-4-tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. La ¹H-RMN del producto determinó que aproximadamente el 90%mol del producto era N-(*cis-4-tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis-4-tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.

Ejemplo B

Este ejemplo demuestra la preparación de compuestos de trisamida según la invención.

Se añadieron 4,3 g (28,0 mmol) de *cis-4-tert*-butilciclohexilamina y la punta de una espátula de LiCl seco en una atmósfera inerte a 250 ml de tetrahidrofurano p.a. (THF). Se añadieron 2,3 g (28,5 mmol) de piridina seca y 2,7 g (25,0 mmol) de trimetilclorosilano y la disolución se enfrió a 5 °C. Luego, se añadieron por etapas 5,8 g (25,1 mmol) de cloruro de ácido 3,5-dinitrobenzoico. La mezcla de reacción se agitó a 25 °C durante 2 horas. Posteriormente, la mezcla de reacción se añadió a 2 litros de agua helada con agitación vigorosa. Después de agitar durante 2 horas, el precipitado se separó por filtración y se secó en una estufa de vacío a 40 °C.

Se hidrogenaron 8,3 g (24,0 mmol) del precipitado obtenido anteriormente en una mezcla de THF/EtOH (250 ml/50 ml) con 0,24 g de Pd/C (10%p). El reactor se cerró y se purgó 3 veces con nitrógeno y 3 veces con hidrógeno mientras se agitaba. La hidrogenación se llevó a cabo a 35 °C y una presión de hidrógeno de 5 bar durante 12 h. La mezcla de reacción se transfirió bajo una atmósfera inerte a un matraz y se filtró sobre óxido de aluminio (Alox N) para eliminar el catalizador y el agua.

Se añadieron 6,4 g (22,1 mmol) de la amina obtenida anteriormente y la punta de una espátula de LiCl seco en una atmósfera inerte a 250 ml de tetrahidrofurano p.a. (THF). Se añadieron 4,2 g (53,3 mmol) de piridina seca y 2,4 g (22,0 mmol) de trimetilclorosilano y la disolución se enfrió a 5 °C. Luego, se añadieron 8,3 g (41,1 mmol) de cloruro de ácido *cis-4-tert*-butilciclohexilcarboxílico y 1,1 g (5,6 mmol) de cloruro de ácido *trans-4-tert*-butilciclohexilcarboxílico. La mezcla de reacción se agitó a 25 °C durante 2 horas. Posteriormente, la mezcla de reacción se añadió a 2 litros de agua helada con agitación vigorosa. Después de agitar durante 2 horas, el precipitado se separó por filtración y se secó en una estufa de vacío a 40 °C.

El análisis posterior del producto resultante confirmó que era N-(*cis-4-tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida. La ¹H-RMN del producto determinó que aproximadamente el 90%mol del producto era N-(*cis-4-tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis-4-tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.

Ejemplo C

Este ejemplo describe la preparación de compuestos de trisamida según la invención.

5 Se añaden 4,3 g (28,0 mmol) de *cis*-4-*tert*-butilciclohexilamina y la punta de una espátula de LiCl seco en una atmósfera inerte a 250 ml de tetrahidrofurano p.a. (THF). Se añaden 2,3 g (28,5 mmol) de piridina seca y 2,7 g (25,0 mmol) de trimetilclorosilano y la disolución se enfría a 5 °C. Luego se añaden por etapas 5,8 g (25,1 mmol) de cloruro de ácido 3,5-dinitrobenzoico. La mezcla de reacción se agita a 25 °C durante 2 horas. Después, la mezcla de reacción se añade a 2 litros de agua helada con agitación vigorosa. Después de agitar durante 2 horas, el precipitado se filtra y se seca en una estufa de vacío a 40 °C.

10 Se hidrogenan 8,3 g (24,0 mmol) del precipitado obtenido anteriormente en una mezcla de THF/EtOH (250 ml/50 ml) con 0,24 g de Pd/C (10%p). El reactor se cierra y se purga 3 veces con nitrógeno y 3 veces con hidrógeno mientras se agita. La hidrogenación se lleva a cabo a 35 °C y una presión de hidrógeno de 5 bar durante 12 h. La mezcla de reacción se transfiere en una atmósfera inerte a un matraz y se filtra sobre óxido de aluminio (Alox N) para eliminar el catalizador y el agua.

15 Se añaden 6,4 g (22,1 mmol) de la amina obtenida anteriormente y la punta de una espátula de LiCl seco en una atmósfera inerte a 250 ml de tetrahidrofurano p.a. (THF). Se añaden 4,2 g (53,3 mmol) de piridina seca y 2,4 g (22,0 mmol) de trimetilclorosilano y la disolución se enfría a 5 °C. Luego, se añaden 9,4 g (46,7 mmol) de cloruro de ácido *cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarboxílico. La mezcla de reacción se agita a 25 °C durante 2 horas. Después, la mezcla de reacción se añade a 2 litros de agua helada con agitación vigorosa. Después de agitar durante 2 horas, el precipitado se filtra y se seca en una estufa de vacío a 40 °C.

20 El producto resultante es N-(*cis*-4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.

Ejemplo D

Este ejemplo demuestra la producción de composiciones poliméricas según la invención y las propiedades de tales composiciones poliméricas.

25 Se mezcló intensamente un copolímero aleatorio de propileno en polvo (SA849 RCP de LyondellBasell) con cantidades adecuadas del respectivo compuesto de trisamida (Muestra A del Ejemplo A y Muestra B del Ejemplo B) para obtener una mezcla maestra que contenía un 2%p del compuesto de trisamida. La mezcla madre resultante se mezcló con cantidades adecuadas del polímero puro para obtener una composición polimérica que contenía un 0,08%p del compuesto de trisamida.

30 La preparación de las formulaciones se realizó en una extrusora de doble tornillo co-rotatorio de laboratorio durante un período de aproximadamente 5 minutos a una velocidad de los tornillos de 100 rpm y una temperatura de aproximadamente 240 °C. Se transfirieron directamente aproximadamente 5,0 g de la masa fundida al cilindro de un microinyector DSM Xplore de 12 ml (RTM) y se inyectaron en un molde pulido a una presión de aproximadamente 6 bar y una temperatura de aproximadamente 240 °C. Las muestras resultantes tenían un diámetro de 2,5 cm y un espesor de aproximadamente 1,1 mm y se usaron para una caracterización óptica adicional (% de turbidez). Los resultados de estas mediciones de la turbidez se exponen en la Tabla 1 siguiente.

Tabla 1.

Compuesto de trisamida	Turbidez (%)
Nada (Control)	67,4
Muestra A	5,0
Muestra B	4,5

40 Como puede verse a partir de los datos de la Tabla 1, las composiciones poliméricas que contenían un compuesto de trisamida según la invención (es decir, las Muestras A y B) mostraron una turbidez notablemente menor que el control. Estos datos demuestran que los compuestos de trisamida de la invención son agentes clarificantes eficaces para los polímeros (por ejemplo, polipropileno).

Ejemplo E

Este ejemplo demuestra la síntesis de un compuesto de trisamida de la invención (es decir, un compuesto de trisamida de Fórmula (I)).

45 Se sintetizó N-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-dinitrobenzamida mediante la adición de 36,07 g de cloruro de 3,5-dinitrobenzoílo a 400 ml de THF anhidro y 15 ml de piridina. La mezcla de reacción se agitó durante 5 minutos y se enfrió en un baño de agua con hielo a 20 °C. Después se añadió gota a gota *cis*-4-*tert*-pentilciclohexilamina (28,61 g)

disuelta en 100 ml de THF anhidro durante media hora, a una velocidad que permitiera que la temperatura de reacción aumentara hasta 30 °C. La mezcla de reacción se agitó durante la noche y luego se añadieron 300 ml de MeOH. El THF se eliminó en gran medida mediante evaporación rotatoria y la disolución metanólica restante se añadió gota a gota con agitación vigorosa a 3 litros de agua desionizada. Se aisló un precipitado fino de color amarillo mediante filtración, se suspendió dos veces con agua (1 l, 20 min) y se recogió mediante filtración después de cada lavado, y luego se suspendió dos veces con éter dietílico (800 ml, 15 min). Los sólidos recogidos se secaron al aire y luego se secaron en una estufa de vacío a 60 °C durante 17 h, lo que proporcionó un polvo amarillo claro.

Se purgó un reactor Parr de 2000 ml (modelo 4522M) con nitrógeno y luego se cargaron 1,02 g de paladio sobre carbón al 10%p. Posteriormente se añadió al reactor 1 l de THF. Luego se disolvieron 14,00 g de la *N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-dinitrobenzamida obtenida anteriormente en 600 ml de THF y se cargó en el reactor. El reactor se selló y se purgó con nitrógeno (4 x 413,6 kPa (60 psi)) y luego se calentó a 40 °C con agitación a 1800 rpm. Después de equilibrar durante 15 minutos, el reactor se purgó con hidrógeno (5 x 482,6 kPa (70 psi)), luego se presurizó a 689,4 kPa (100 psi) con hidrógeno y se mantuvo la temperatura con agitación durante 19 h. El material de reacción se filtró para eliminar el catalizador y el disolvente se eliminó mediante evaporación rotatoria, lo que proporcionó un material similar al vidrio con un color rojo claro. La reacción produjo 3,5-diamino-*N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil) benzamida.

Se añadieron 11,79 g (38,69 mmol) de la 3,5-diamino-*N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)benzamida obtenida anteriormente en una atmósfera inerte a 800 ml de tetrahidrofurano (THF) seco. Se añadieron 7,5 ml de piridina seca y la mezcla de reacción se enfrió a 15 °C con la ayuda de un baño de agua helada. Luego se añadieron 17,26 g (85,1 mmol) de cloruro de ácido *cis*-4-*tert*-butilciclohexanocarboxílico. La mezcla de reacción se agitó a 15 °C durante 0,5 horas y durante 21 h a 21 °C. Se eliminaron aproximadamente 800 ml mediante evaporación rotatoria, después de lo cual se cargaron 500 ml de metanol en la suspensión de reacción y se agitaron durante 15 minutos. Luego la suspensión de reacción se añadió a un vaso de precipitados que contenía 2500 ml de agua desionizada (DI) con agitación. Una vez completada la adición de la suspensión, el sistema se agitó durante 10 minutos y el producto se recogió mediante filtración con succión. Luego, los sólidos se suspendieron en 2000 ml de una mezcla 75/25 de agua desionizada/metanol durante 1 h y luego los sólidos se recogieron mediante filtración con succión. El producto bruto se volvió a suspender en 300 ml de éter dietílico durante 30 minutos y se recogió mediante filtración con succión. Los sólidos del producto se secaron en una estufa de vacío a 105 °C durante 19 h. El producto resultante fue *N*-(*cis*-4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[*cis*-4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.

Ejemplo F

Este ejemplo demuestra la producción de composiciones poliméricas según la invención y las propiedades de tales composiciones poliméricas.

Primero se sintetizaron diecisiete compuestos de trisamida según el procedimiento general descrito anteriormente y demostrado en los Ejemplos A-C y E. Los compuestos de trisamida se enumeran en la Tabla 2 siguiente. Por simplicidad al comparar los distintos compuestos, todos los compuestos de trisamida tenían un contenido *cis* similar.

Tabla 2. ID de los compuestos y nombres de los compuestos para los compuestos de trisamida utilizados en la elaboración de las composiciones poliméricas.

ID del compuesto	Nombre del compuesto
Compuesto 1	<i>N</i> -(ciclohexil)-3,5-bis-[ciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 2	<i>N</i> -(4- <i>tert</i> -pentilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>tert</i> -butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 3	<i>N</i> -(4- <i>n</i> -butilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>tert</i> -butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 4	<i>N</i> -(4- <i>n</i> -propilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>tert</i> -butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 5	<i>N</i> -(4- <i>tert</i> -butilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>tert</i> -pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 6	<i>N</i> -(4- <i>tert</i> -pentilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>tert</i> -pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 7	<i>N</i> -(4- <i>tert</i> -butilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>tert</i> -butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 8	<i>N</i> -(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>tert</i> -butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 9	<i>N</i> -(4- <i>tert</i> -butilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 10	<i>N</i> -(4- <i>n</i> -butilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>n</i> -butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 11	<i>N</i> -(4- <i>tert</i> -butilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropoxilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 12	<i>N</i> -(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 13	<i>N</i> -(4- <i>tert</i> -butilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>n</i> -butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 14	<i>N</i> -(4-metilciclohexil)-3,5-bis-[4-metilciclohexilcarbonilamino]-benzamida

ID del compuesto	Nombre del compuesto
Compuesto 15	<i>N</i> -(4- <i>tert</i> -butilciclohexil)-3,5-bis-[4-propoxiciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 16	<i>N</i> -(4- <i>n</i> -propilciclohexil)-3,5-bis-[4- <i>n</i> -propilciclohexilcarbonilamino]-benzamida
Compuesto 17	<i>N</i> -(4-etilciclohexil)-3,5-bis-[4-etilciclohexilcarbonilamino]-benzamida

Se prepararon composiciones poliméricas combinando cada compuesto de trisamida en un copolímero aleatorio de polipropileno 12 MFR (SA849 RCP de LyondellBasell). Cada uno de los compuestos de trisamida (es decir, los Compuestos 1-17) se añadió gravimétricamente a gránulos del polímero (0,80 gramos de aditivo en polvo por 1000 g de mezcla de aditivo/polímero para obtener 800 ppm de compuesto de trisamida) y luego se mezclaron en un mezclador de alta intensidad Henschel. La mezcla resultante se preparó en estado fundido en una extrusora de preparación de un solo tornillo Deltaplast con un diámetro de tornillo de 25 mm y una relación longitud/diámetro de 30:1 a 240 °C. El extruido (en forma de hebra) de cada muestra se enfrió en un baño de agua y posteriormente se granuló. A continuación, se moldeó por inyección la composición polimérica preparada por fusión usando una máquina de moldeo por inyección ARBURG ALLROUNDER 221K de 40 toneladas para producir placas para producir placas con unas dimensiones de aproximadamente 51 mm x 76 mm con un espesor de 0,76 mm con una temperatura del cilindro de perfil plano de 240 °C y 100 bar de contrapresión. Las dimensiones de la placa se verificaron con un micrómetro después de un envejecimiento de 24 horas.

Después se midió el porcentaje de turbidez de las placas (incluida una placa de control preparada sin un compuesto de trisamida) según la norma ASTM D1 103-92 mediante el uso de un aparato BYK-Gardner Haze-Guard Plus.

Las placas también se analizaron para determinar la cantidad del compuesto de trisamida que se extrajo mediante el uso de un conjunto específico de condiciones. En particular, las extracciones se realizaron a 100 °C durante 2 horas utilizando recipientes de acero inoxidable de 550 ml con tapas de acero inoxidable revestidas de teflón. Se utilizaron espaciadores de vidrio para garantizar la separación de las muestras de polímero durante las pruebas de migración. Las extracciones utilizaron disoluciones de etanol al 25%. El etanol era de grado absoluto. El agua se desionizó y se obtuvo utilizando un sistema de purificación por intercambio iónico. Se realizaron pruebas de migración por duplicado en el disolvente utilizando dos placas sumergidas en 250 ml del disolvente. También se prepararon placas de control sin un compuesto de trisamida y se extrajeron mediante el uso de las condiciones descritas anteriormente. Se retiraron alícuotas (~1 ml) de los disolventes de extracción después de cada tiempo de calentamiento y se colocaron en un vial para el análisis mediante LC.

Se preparó una disolución de 1000 ppm de cada compuesto de trisamida disolviendo 0,100 g en NMP y se prepararon diluciones en etanol al 100%. Estas disoluciones se usaron para obtener un gráfico de calibración para cada compuesto de trisamida. Como aparato de LC se utilizó un Water ACQUITY UPLC con una columna Phenomenex Kinetex (tamaño de partícula 2,6 µm) como columna analítica y PDA y MS como detectores. La temperatura de la columna fue de 40 °C. La fase móvil utilizada fue de metanol y agua. El caudal se fijó en 0,4 ml/min. El volumen de inyección de la muestra fue de 1 a 5 µl. El espectrómetro de masas se utilizó en modo de registro de ión único (SIR) utilizando un detector SQD2. La longitud de onda en el detector PDA se fijó entre 200 y 800 nm. Cada compuesto de trisamida se identificó comparando su tiempo de retención con los picos correspondientes en la disolución patrón y su espectro MS y UV. La cuantificación se llevó a cabo utilizando un gráfico de calibración de un patrón externo. El límite de detección (LDD) se determinó mediante extrapolación a una relación señal-ruido de 3:1.

Los resultados de las mediciones de turbidez y extracción se exponen en la Tabla 3 siguiente. En la columna de la cantidad extraída, la notación "N.D." significa "no detectado", lo que indica que la cantidad (si la hay) del compuesto de trisamida extraído no se pudo cuantificar porque la medición no arrojó una señal que excediera el límite de detección (LDD) mencionado anteriormente.

Tabla 3. Mediciones de la extracción y la turbidez para las composiciones poliméricas preparadas con los Compuestos 1-17 y la composición polimérica de control.

ID del compuesto	Cantidad extraída (ppb)	Turbidez (%)
Nada (Control)	-	42,9
Compuesto 1	657	42,6
Compuesto 2	3	3,6
Compuesto 3	5	5,2
Compuesto 4	6	4,0
Compuesto 5	8	3,6
Compuesto 6	N.D.	4,5

ID del compuesto	Cantidad extraída (ppb)	Turbidez (%)
Compuesto 7	18	3,1
Compuesto 8	30	3,8
Compuesto 9	71	10,5
Compuesto 10	142	25,9
Compuesto 11	145	40,8
Compuesto 12	174	12,1
Compuesto 13	209	35,6
Compuesto 14	282	14,9
Compuesto 15	284	40,4
Compuesto 16	501	29,4
Compuesto 17	572	14,7

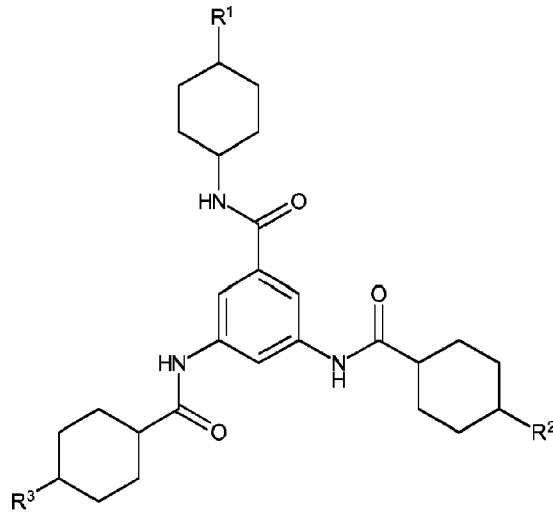
5 Como puede verse a partir de los datos de la Tabla 3, las composiciones poliméricas preparadas con los compuestos de trisamida de Fórmula (I) en donde R¹, R² y R³ son grupos alquilo (es decir, las composiciones poliméricas preparadas con los Compuestos 2-10, 12-14 y 16-17) exhibieron niveles de turbidez que fueron apreciablemente más bajos que los niveles de turbidez exhibidos por las composiciones producidas con compuestos en donde al menos uno de R¹, R², o R³ es un grupo distinto de alquilo (es decir, los compuestos 1, 11 y 15). La diferencia en los niveles de turbidez es aún más pronunciada cuando los grupos R¹, R² y R³ de los compuestos de trisamida son grupos alquilo que tienen tres o más átomos de carbono. Además, la diferencia en los niveles de turbidez es mayor cuando el compuesto de trisamida tiene un grupo alquilo ramificado, especialmente cuando al menos R² y R³ son grupos alquilo ramificados.

10 Con respecto a la extracción, los compuestos de trisamida de la invención generalmente exhiben una extracción menor que un compuesto de trisamida similar en donde R¹, R² y R³ son átomos de hidrógeno. Los niveles de extracción generalmente disminuyen al aumentar el número de átomos de carbono en los grupos alquilo. La presencia de grupos alquilo ramificados, especialmente cuando al menos R² y R³ son grupos alquilo ramificados, también reduce los niveles de extracción.

15 En vista de lo anterior, los inventores creen que los compuestos de trisamida de la invención son excepcionales debido a su combinación muy deseable de baja turbidez y baja extracción. Se cree que las composiciones poliméricas preparadas con tales compuestos de trisamida serán adecuadas para una amplia gama de aplicaciones que requieren composiciones poliméricas que presenten bajos niveles de turbidez y extracción (por ejemplo, aplicaciones en contacto con alimentos y de dispositivos médicos).

REIVINDICACIONES

1. Un compuesto de Fórmula (I) en donde cada uno de R¹-R³ son independientemente alquilo



2. El compuesto de la reivindicación 1, en donde cada uno de R¹-R³ son independientemente alquilo C₁₋₈.
- 5 3. El compuesto de la reivindicación 1, en donde al menos uno de R¹-R³, preferiblemente al menos dos de R¹-R³, y más preferiblemente R² y R³ o cada uno de R¹-R³, es/son alquilo ramificado.
4. El compuesto de la reivindicación 1, que se selecciona de:
- N*-(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
 - N*-(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

10 *N*-(4-*n*-propilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

 - N*-(4-*n*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
 - N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
 - N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
 - N*-(4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

15 *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;

 - N*-(4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida;
- y las mezclas de los mismos.
5. El compuesto de la reivindicación 3, que es *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.
- 20 6. El compuesto de la reivindicación 3, que es *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-pentilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.
7. El compuesto de la reivindicación 3, que es *N*-(4-*tert*-pentilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.
8. El compuesto de la reivindicación 3, que es *N*-(4-*n*-propilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.
- 25 9. El compuesto de la reivindicación 3, que es *N*-(4-*n*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.
10. El compuesto de la reivindicación 3, que es *N*-(4-isopropilciclohexil)-3,5-bis-[4-*tert*-butilciclohexilcarbonilamino]-benzamida.
- 30 11. El compuesto de la reivindicación 3, que es *N*-(4-*tert*-butilciclohexil)-3,5-bis-[4-isopropilciclohexilcarbonilamino]-

benzamida.

12. Una composición polimérica que comprende (a) un compuesto de la reivindicación 1; y (b) un polímero de poliolefina.

5 13. La composición polimérica de la reivindicación 12, en donde el polímero de poliolefina es un polímero de polipropileno, preferiblemente un polímero de poliolefina seleccionado de homopolímeros de polipropileno, copolímeros aleatorios de polipropileno y mezclas de los mismos, y más preferiblemente un copolímero aleatorio de polipropileno.

14. La composición polimérica de la reivindicación 12, en donde el compuesto de Fórmula (I) está presente en la composición en una cantidad $\geq 0,001\%$ p, basado en el peso total de la composición polimérica.

10