

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 920 427**

51 Int. Cl.:

C07C 69/608 (2006.01)
C08K 5/00 (2006.01)
C08K 5/12 (2006.01)
C07C 67/02 (2006.01)
C08L 27/06 (2006.01)
C09D 127/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2019** **E 19216888 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.03.2022** **EP 3838888**

54 Título: **Triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.08.2022

73 Titular/es:

EVONIK OPERATIONS GMBH (100.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE

72 Inventor/es:

SCHULZ, IMKE;
GRASS, MICHAEL;
FRANKE, ROBERT;
KRAFT, JOHANNES;
BELLER, MATTHIAS y
JACKSTELL, RALF

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 920 427 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

Triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico

5 La presente invención se refiere a triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico, a su producción y su uso como plastificantes para polímeros.

Para mejorar la procesabilidad y adaptar las propiedades relevantes de aplicación a los requerimientos respectivos se añaden plastificantes a los polímeros. A este respecto, están disponibles plastificantes con diferentes perfiles de efectos para lograr en cada caso las propiedades deseadas. Entre los plastificantes más importantes para PVC y copolímeros que contienen cloruro de vinilo se encuentran compuestos del grupo de los ftalatos.

Dependiendo, entre otros factores, del número de carbonos en las fracciones de alcohol de las funciones éster, los ftalatos tienen diferentes propiedades y, por consiguiente, son más o menos adecuados para diferentes aplicaciones de plastificantes. Mientras que los ftalatos con fracciones de alcohol de cadena corta, por ejemplo ftalato de dibutilo y ftalato de dipentilo, presentan una temperatura de gelificación reducida y, en consecuencia, ventajosa y, por lo tanto, se utilizan como gelificantes rápidos, estos ftalatos no son adecuados para otras aplicaciones debido a su alta volatilidad. Los ftalatos con fracciones de alcohol de cadena larga, por ejemplo el ftalato de di^{iso}nonilo (DINP), presentan peores propiedades de gelificación que sus homólogos más ligeros, pero al mismo tiempo se benefician de una menor volatilidad que, no obstante, sigue siendo demasiado alta para determinadas aplicaciones que deben tolerar altas temperaturas. Incluso la volatilidad relativamente reducida del ftalato de di(tridecilo) no es lo suficientemente baja como para permitir que este ftalato se use en muchas aplicaciones de alta temperatura. Dado que los ftalatos con más de 13 átomos de carbono en la fracción de alcohol presentan una baja compatibilidad con los polímeros y las correspondientes mezclas de polímero y ftalato tienden a separarse, no existen representantes del grupo de plastificantes de ftalatos con más de 13 átomos de carbono en la fracción de alcohol que puedan utilizarse como plastificantes, por ejemplo, en cables de alta temperatura.

Debido a su menor volatilidad en comparación con los ftalatos, los plastificantes del grupo de trimelitatos se utilizan para aplicaciones de alta temperatura. El libro técnico "Plasticizers - Principles and Practice" de A.S. Wilson (The Institute of Materials, 1995, páginas 166 a 170) describe trimelitatos con fracciones de alcohol que contienen de 7 a 9 átomos de carbono o mezclas de ésteres C₆ y C₈ o ésteres C₇, C₈ y C₉ de ácido trimelítico como comercialmente interesantes, destacando el trimelitato de tri(2-etilhexilo) como el trimelitato más importante. Incluso estos trimelitatos son a menudo demasiado volátiles para su uso en cables de alta temperatura.

35 El documento abierto a inspección pública US 2018/0319954 A1 divulga trimelitatos y, además de estos, también ciclohexano-1,2,4-tricarboxilatos y su idoneidad como plastificantes.

El objetivo de la presente invención consiste en proporcionar un nuevo grupo de plastificantes cuyos representantes abarquen una amplia gama de propiedades, es decir, puedan utilizarse para muchas aplicaciones diferentes. Este nuevo grupo de plastificantes deberá incluir preferentemente tanto representantes con muy buena capacidad de gelificación como representantes con excelentes propiedades de alta temperatura. Preferentemente, los representantes del nuevo grupo de plastificantes deberán presentar unas prestaciones superiores a los trimelitatos en aplicaciones de alta temperatura tales como cables.

45 Este objetivo se logra mediante triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico según la reivindicación 1. El objeto de la presente invención son triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico en los que las tres fracciones de alcohol de los tres grupos éster comprenden cada una 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono.

50 Como todos los ésteres de ácido carboxílico, los triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico se forman formalmente a partir de ácido carboxílico y alcohol, por lo que el éster comprende una fracción de ácido y una fracción de alcohol.

Los triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico según la invención están compuestos por la fracción de ácido ciclohexanotripropiónico y tres fracciones de alcohol. Estas fracciones de alcohol contienen cada una 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono.

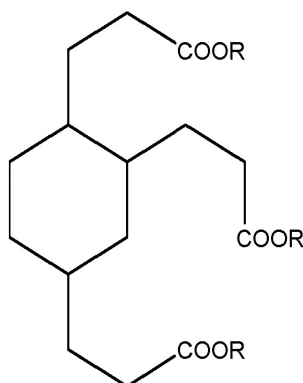
55 Los triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico según la invención también se denominan en adelante de forma abreviada triésteres según la invención.

60 Sorprendentemente, se ha descubierto que los representantes de este nuevo grupo de plastificantes son adecuados para aplicaciones de plastisol, presentan una temperatura de gelificación reducida y pueden utilizarse ventajosamente como gelificantes rápidos, mientras que otros representantes de este grupo pueden utilizarse ventajosamente en aplicaciones termoplásticas. Los representantes de este grupo de plastificantes presentan una baja pérdida de masa en aplicaciones de plastisol y termoplásticas. También se puede lograr una buena flexibilidad a baja temperatura (temperatura de transición vítrea baja) con representantes de este grupo.

65

Además de la idoneidad deseada de los representantes del nuevo grupo de plastificantes para aplicaciones de alta temperatura, se encuentran representantes en el grupo que permiten en aplicaciones de plastisol una viscosidad reducida junto con un comportamiento de espesamiento ventajoso del plastisol en cuestión.

- 5 Los tres restos éster de ácido propiónico de ésteres según la invención pueden enlazarse en diferentes posiciones del anillo de ciclohexano. No obstante, los triésteres según la invención son preferentemente triésteres de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico o triésteres de ácido ciclohexano-1,3,5-tripropiónico, en particular triésteres de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico.
- 10 Las fracciones de alcohol de los triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico pueden ser restos alquilo cíclicos o acíclicos con o sin grupos funcionales, incluidos enlaces múltiples. A este respecto, es irrelevante si los grupos funcionales proceden del alcohol utilizado para producir el triéster según la invención o se insertaron posteriormente en la molécula de triéster. También son posibles fracciones de alcohol que comprenden anillos aromáticos que a su vez no portan ningún grupo funcional o portan uno o más grupos funcionales. Las fracciones de alcohol de los triésteres según la invención no contienen, aparte del oxígeno de la función éster, preferentemente ningún otro heteroátomo ni ningún enlace múltiple. Estas fracciones de alcohol basadas formalmente en alcanoles, preferentemente en alcanoles acíclicos, tienen la ventaja de que los triésteres resultantes se pueden producir de forma particularmente económica debido a la disponibilidad de los alcanoles.
- 15 20 Un objeto preferido de la presente invención son triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico en los que las tres fracciones de alcohol de los tres grupos éster comprenden cada una de 2 a 9, preferentemente de 4 a 9 o 4, 5, 6, 7, 8 o 9 átomos de carbono. Estos triésteres presentan buenas propiedades de gelificación y los plastisoles producidos utilizando los mismos se caracterizan por su baja viscosidad de plastisol, que además aumenta solo ligeramente con el tiempo. En aplicaciones de plastisol, por ejemplo a partir de películas, solo se produce una pequeña pérdida de masa al aire. Como puede observarse por las bajas temperaturas de transición vítrea, la flexibilidad a baja temperatura de los cuerpos de ensayo que contienen estos triésteres es superior a la de compuestos comparativos. No obstante, los triésteres según la invención son preferentemente triésteres de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico o triésteres de ácido ciclohexano-1,3,5-tripropiónico, en particular triésteres de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico cuya fracción de alcohol procede formalmente de forma preferida de un alcohol acíclico.
- 25 30 Otro objeto preferido de la presente invención son triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico en los que las tres fracciones de alcohol de los tres grupos éster comprenden cada una de 7 a 12, preferentemente de 8 a 10 y en particular 8 o 9 átomos de carbono. Estos triésteres se caracterizan por una pérdida de masa muy baja a temperaturas elevadas y, por lo tanto, son muy adecuados para aplicaciones de alta temperatura. Además, la flexibilidad a baja temperatura de los cuerpos de ensayo que contienen estos triésteres es superior a la de compuestos comparativos. No obstante, los triésteres según la invención son preferentemente triésteres de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico o triésteres de ácido ciclohexano-1,3,5-tripropiónico, en particular triésteres de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico cuya fracción de alcohol procede formalmente de forma preferida de un alcohol acíclico.
- 35 40 Los triésteres según la invención contienen preferentemente dos o tres fracciones de alcohol con una fórmula empírica idéntica dentro de una molécula. A este respecto, las fracciones de alcohol "con fórmula empírica idéntica" dentro de un triéster pueden presentar la misma disposición de los átomos que contienen, o pueden diferir en la estructura, es decir, pueden ser fracciones de alcohol isoméricas. Todas las fracciones de alcohol contenidas en una molécula del triéster según la invención presentan preferentemente fórmulas empíricas idénticas y al mismo tiempo fórmulas
- 45 50 Los triésteres preferidos de ácido ciclohexanotripropiónico, es decir, los triésteres de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico, presentan la estructura mostrada en la fórmula I, en la que los restos R tienen fórmulas empíricas idénticas y simultáneamente fórmulas estructurales idénticas o diferentes.



Fórmula I

En una forma de realización, los restos R de la fórmula I son restos alquilo acíclicos que tienen de 2 a 8 o 9, en particular 4, 5, 6 o 7, átomos de carbono. En otra forma de realización, los restos R de la fórmula I son restos alquilo acíclicos que tienen de 7 a 10, en particular 8 o 9 átomos de carbono.

Otro objeto de la presente invención son mezclas de al menos dos triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico según la invención. A este respecto, los, al menos dos, triésteres según la invención pueden diferir en sus fórmulas empíricas, en sus fórmulas estructurales o en ambas. Un ejemplo de una mezcla en la que la diferencia se encuentra en la fórmula empírica y la mezcla contiene al menos dos triésteres según la invención es una mezcla que comprende ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿpentilo) y ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(2-etilhexilo). Si los, al menos 2, ésteres según la invención difieren en su fórmula estructural, la mezcla puede contener, por ejemplo, al menos un triéster de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico y al menos un triéster de ácido ciclohexano-1,3,5-tripropiónico. Como alternativa o adicionalmente a cualquier diferencia en la posición de los restos de éster de ácido propiónico en el anillo de ciclohexano, la mezcla puede comprender al menos dos triésteres según la invención que contienen fracciones de alcohol de "fórmula empírica idéntica" de diferente estructura, es decir, fracciones de alcohol isoméricas. Por ejemplo, una mezcla puede contener un triéster según la invención cuyas fracciones de alcohol sean, sin excepción, lineales y puede comprender un triéster según la invención cuyas fracciones de alcohol estén uniformemente ramificadas. Un ejemplo de dicha mezcla es la combinación de ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿpentilo) y ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(2-metilbutilo). También son posibles mezclas más complejas que comprenden ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿbutilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}pentilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿbutilo) y ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}pentilo).

El prefijo "iso" indica que es una mezcla isomérica con un número común de carbonos. Un resto ^{iso}pentilo contiene por lo tanto al menos dos restos alquilo isoméricos con 5 átomos de carbono, no conteniendo esta designación ninguna información sobre cuántos y qué restos isoméricos están presentes y en qué proporción. Cuando en una mezcla isomérica de ciclohexano-tripropionato de tri(^{iso}alquilo) no están presentes exclusivamente triésteres según la invención idénticos, esta es, por lo tanto, una mezcla de al menos dos triésteres según la invención que difieren en sus fórmulas estructurales.

Los triésteres preferidos según la invención o mezclas según la invención son ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿbutilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(metilpropilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿpentilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}pentilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(2-metilbutilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(3-metilbutilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿhexilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}hexilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿheptilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}heptilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿoctilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}octilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(2-etilhexilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿnonilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}nonilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿdécilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}décilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(2-propilheptilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿbutilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(metilpropilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿpentilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}pentilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(2-metilbutilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(3-metilbutilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿhexilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}hexilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿheptilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}heptilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿoctilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}octilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(2-etilhexilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿnonilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}nonilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿdécilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}décilo) y ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(2-propilheptilo).

Como ya se ha descrito, los ésteres según la invención presentan propiedades ventajosas cuando se utilizan como plastificantes para polímeros. Por lo tanto, otro objeto de la presente invención es un plastificante para polímeros que comprende un triéster según la invención o una mezcla según la invención (que comprende al menos dos de estos triésteres) y opcionalmente al menos otro compuesto plastificante de polímeros. Este plastificante es particularmente adecuado para PVC.

También es objeto de la presente invención una composición que contiene un triéster según la invención o una mezcla según la invención (que comprende al menos dos de estos triésteres) o un plastificante según la invención y uno o varios polímeros.

Los polímeros adecuados se seleccionan preferentemente del grupo formado por poli(cloruro de vinilo) (PVC), homopolímeros o copolímeros a base de etileno, propileno, butadieno, acetato de vinilo, acrilato de glicidilo, metacrilato de glicidilo, acrilato de etilo, acrilato o metacrilato de butilo con restos alcoxi de alcoholes ramificados o no ramificados que tienen de uno a diez átomos de carbono, acrilonitrilo u olefinas cíclicas, poli(cloruro de vinilideno) (PVDC), poliacrilatos, en particular poli(metacrilato de metilo) (PMMA), poli(metacrilato de alquilo) (PAMA), poliureas, polímeros sililados, fluoropolímeros, en particular poli(fluoruro de vinilideno) (PVDF), politetrafluoroetileno (PTFE), poli(acetato de vinilo) (PVAc), poli(alcohol vinílico) (PVA), polivinilacetales, en particular polivinilbutiral (PVB), polímeros de poliestireno, en particular poliestireno (PS), poliestireno expandible (EPS), acrilonitrilo-estireno-acrilato (ASA), estireno-acrilonitrilo (SAN), acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), copolímero de estireno-anhídrido de ácido maleico

(SMA), copolímero de estireno-ácido metacrílico, poliolefinas, en particular polietileno (PE) o polipropileno (PP), poliolefinas termoplásticas (TPO), polietileno-acetato de vinilo (EVA), policarbonatos, poli(tereftalato de etileno) (PET), poli(tereftalato de butileno) (PBT), polioximetileno (POM), poliamida (PA), polietilenglicol (PEG), poliuretano (PU), poliuretano termoplástico (TPU), polisulfuros (PSu), biopolímeros, en particular poli(ácido láctico) (PLA), polihidroxibutiral (PHB), poli(ácido hidroxivalérico) (PHV), poliéster, almidón, celulosa y derivados de celulosa, en particular nitrocelulosa (NC), etilcelulosa (EC), acetato de celulosa (CA), acetato/butirato de celulosa (CAB), gomas y siliconas.

En una forma de realización preferida, al menos un polímero o preferentemente al menos el 90% en peso de los polímeros de la composición se selecciona del grupo que consiste en poli(cloruro de vinilo) (PVC), poli(metacrilato de alquilo) (PAMA), polivinilbutiral (PVB), poliuretano, polisulfuros, poli(ácido láctico) (PLA), polihidroxibutiral (PHB), nitrocelulosa y copolímeros de cloruro de vinilo con acetato de vinilo o con acrilato de butilo.

La cantidad de triéster según la invención en la composición según la invención que contiene uno o varios polímeros es preferentemente de 5 a 150 partes en masa, preferentemente de 10 a 120 partes en masa, de forma particularmente preferida de 15 a 110 partes en masa y de forma muy particularmente preferida de 20 a 100 partes en masa por 100 partes en masa de polímero. Sin embargo, también son posibles composiciones que contienen uno o más polímeros que contienen menos de 20 partes en masa de triéster según la invención por 100 partes en masa de polímero.

La composición según la invención es preferentemente un componente de un adhesivo, de una masilla de sellado, de una masa de revestimiento, de una laca, de una pintura, de un plastisol, de una mezcla seca, de una espuma, de un cuero sintético, de un revestimiento para suelos, en particular la capa de cubrición o capa de espuma del mismo, de una membrana para tejados, de una protección de la parte inferior de una carrocería, de un revestimiento de tejido, de un cable, de un aislamiento de cables, de un tubo flexible, de un artículo de extrusión, de una película, de un artículo en el sector del interior de automóviles, de un papel pintado, de una tinta, de un juguete, de una lámina de contacto, de un envase alimentario o de un artículo médico, especialmente de un tubo flexible o de una bolsa de sangre.

Otro objeto de la presente invención es el uso de un triéster según la invención o una mezcla según la invención (que comprende al menos dos de estos triésteres) como plastificante para polímeros. Preferentemente, el triéster según la invención, la mezcla según la invención (que comprende al menos dos de estos triésteres) se utiliza como plastificante para los polímeros ya mencionados anteriormente, en particular para poli(cloruro de vinilo) (PVC), poli(metacrilato de alquilo) (PAMA), polivinilbutiral (PVB), poliuretano, polisulfuros, poli(ácido láctico) (PLA), polihidroxibutiral (PHB), nitrocelulosa y copolímeros de cloruro de vinilo con acetato de vinilo o con acrilato de butilo. Se prefiere particularmente el uso como plastificante para poli(cloruro de vinilo) (PVC).

Este uso resulta preferentemente en la utilización de un triéster según la invención o una mezcla según la invención (que comprende al menos dos de estos triésteres) en adhesivos, masillas de sellado, masas de revestimiento, lacas, pinturas, plastisoles, espumas, cuero artificial, revestimientos para suelos, en particular capa de cubrición y capa de espuma, membranas para techos, protección de la parte inferior de una carrocería, revestimientos de tejidos, cables, aislamientos de cables, tubos flexibles, artículos de extrusión, películas, en el sector del interior de automóviles, en papeles pintados, tintas, juguetes, láminas de contacto, envases alimentarios o artículos médicos, especialmente en tubos flexibles o bolsas de sangre.

En una forma de realización preferida, los triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico en los que las tres fracciones de alcohol de los tres grupos éster comprenden de 7 a 12, preferentemente de 8 a 10 y en particular 8 o 9 átomos de carbono se utilizan como compuestos plastificantes de polímeros en aplicaciones de alta temperatura, en particular cables de alta temperatura o componentes de tableros de instrumentos.

En otra forma de realización preferida, los triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico en los que las tres fracciones de alcohol de los tres grupos éster comprenden de 2 a 9, preferentemente de 4 a 9 o 4, 5, 6, 7, 8 o 9 átomos de carbono se utilizan como compuestos plastificantes de polímeros en aplicaciones de plastisol. Se prefiere la aplicación en revestimientos de tejidos, papeles pintados, cuero artificial, así como en películas, membranas para tejados y revestimientos para suelos.

Los triésteres de la invención se pueden producir mediante

- hidrogenación de núcleo del triéster de ácido bencenotripropiónico correspondiente,

- transesterificación del éster trialquílico de ácido ciclohexanotripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono, en la que el alcohol de la fracción de alcohol del éster trialquílico incorporado tiene un punto de ebullición superior al alcohol de la fracción de alcohol que se va a reemplazar en el marco de la transesterificación,

- esterificación de ácido ciclohexanotripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono o

- alcoxycarbonilación de trivinilciclohexano con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono.

En la transesterificación se utiliza preferentemente el éster trimetílico o el éster trietílico.

Un objeto preferido de la presente solicitud es la producción de triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico de la invención

- mediante hidrogenación de núcleo de triésteres de ácido bencenotripropiónico en la que las fracciones de alcohol de los grupos éster contienen cada una 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono,

- transesterificación del éster trialquílico de ácido ciclohexanotripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono, en el que el alcohol de la fracción de alcohol del éster trialquílico incorporado tiene un punto de ebullición superior al alcohol de la fracción de alcohol que se va a reemplazar en el marco la transesterificación,

- mediante esterificación de ácido ciclohexanotripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono o

- mediante alcoxycarbonilación de trivinilciclohexano con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono.

Es particularmente preferida la preparación del triéster de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico utilizando los compuestos de ciclohexano-1,2,4 respectivos.

En la transesterificación se utiliza preferentemente el éster trimetílico o el éster trietílico.

Un objeto particularmente preferido de la presente invención es la preparación de triésteres de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico de la invención

- mediante hidrogenación de núcleo de triésteres de ácido benceno-1,2,4-tripropiónico en el que las fracciones de alcohol de los grupos éster contienen cada una 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono,

- mediante transesterificación del éster trimetílico o del éster trietílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono,

- mediante esterificación de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono o

- mediante alcoxycarbonilación de 1,2,4-trivinilciclohexano con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono.

La hidrogenación de núcleo de los triésteres de ácido benceno-1,2,4-tripropiónico para dar los triésteres según la invención puede llevarse a cabo en una o varias unidades de hidrogenación conectadas en serie. Las unidades de hidrogenación preferentemente consisten cada una en al menos un reactor de hidrogenación, preferentemente más de uno. Este, al menos un, reactor de hidrogenación puede ser un reactor tubular, un reactor de haz de tubos o preferentemente un horno de cuba. Los reactores individuales pueden funcionar de forma adiabática, politrópica o prácticamente isotérmica, es decir, con un aumento de temperatura típicamente inferior a 10 °C. A este respecto, en particular, los reactores que operan en un modo de funcionamiento en bucle preferentemente funcionan casi isotérmicamente, de forma preferida con un aumento de temperatura inferior a 10 °C, de forma particularmente preferida inferior a 5 °C. Una o más de las unidades de hidrogenación pueden funcionar en un modo de funcionamiento en bucle.

La hidrogenación del triéster de ácido bencenotripropiónico se lleva a cabo preferentemente de forma continua y sobre catalizadores sólidos dispuestos en lecho fijo utilizando un gas que contiene hidrógeno.

Como gases de hidrogenación se pueden utilizar todas las mezclas de gases que contengan hidrógeno y que no contengan cantidades perjudiciales de venenos para catalizadores tales como, por ejemplo, monóxido de carbono o sulfuro de hidrógeno. El uso de gases inertes es opcional, utilizándose preferentemente hidrógeno con una pureza superior al 95%, en particular superior al 98%. Los componentes inertes del gas pueden ser nitrógeno o metano, por ejemplo.

Se utilizan preferentemente catalizadores de hidrogenación sólidos que contienen al menos un metal del subgrupo octavo de la tabla periódica de los elementos. Los metales activos preferidos del subgrupo octavo de la tabla periódica de los elementos son platino, rodio, paladio, cobalto, níquel o rutenio o una mezcla de dos o más de los anteriores, utilizándose en particular rutenio como metal activo. Además de los metales ya mencionados, en los catalizadores

también puede estar presente al menos un metal del subgrupo primero y/o séptimo de la tabla periódica de los elementos. Se utiliza preferentemente renio y/o cobre. Los catalizadores utilizados son preferentemente catalizadores soportados. Como soportes pueden utilizarse, por ejemplo, las sustancias siguientes: carbón activado, carburo de silicio, óxido de aluminio, óxido de silicio, aluminosilicato, dióxido de titanio, dióxido de circonio, óxido de magnesio y/u óxido de zinc o sus mezclas. De forma particularmente preferida se utiliza un catalizador que presenta un soporte de óxido de aluminio o de dióxido de titanio. Además, estos materiales de soporte pueden contener metales alcalinos, metales alcalinotérreos y/o azufre. Se utilizan preferentemente catalizadores de rutenio.

El proceso de hidrogenación se lleva a cabo preferentemente en una fase mixta líquido/gas o una fase líquida en reactores trifásicos en paralelo, distribuyéndose el gas de hidrogenación en la corriente líquida de reactante/producto de una forma conocida de por sí. En aras de una distribución uniforme del líquido, una mejor disipación del calor de la reacción y/o un alto rendimiento espacio-tiempo, los reactores que operan en modo de funcionamiento en bucle operan preferentemente con altas cargas de líquido de 10 a 400, preferentemente de 20 a 200 y de forma particularmente preferida de 40 a 150 m³ por m² de sección transversal del reactor vacío y hora.

La hidrogenación puede llevarse a cabo en ausencia o, preferentemente, en presencia de un disolvente. Pueden utilizarse como disolventes todos los líquidos que forman una solución homogénea con el reactante y el producto, se comportan de forma inerte en condiciones de hidrogenación y pueden separarse fácilmente del producto. El disolvente también puede ser una mezcla de varias sustancias y, dado el caso, contener agua. Como disolvente se utiliza de forma muy particularmente preferida el producto de la hidrogenación.

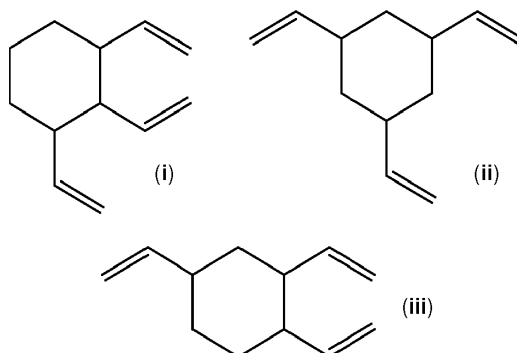
Tanto la transesterificación del éster trimetílico de ácido ciclohexanotripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono como la esterificación del ácido ciclohexanotripropiónico con uno o más de dichos alcoholes se lleva a cabo preferentemente en presencia de uno o varios catalizadores, por ejemplo utilizando ácidos o bases de Brönstedt o Lewis como catalizador. El ácido sulfúrico, el ácido metanosulfónico, el ácido p-toluenosulfónico, los metales o sus compuestos han demostrado ser catalizadores particularmente adecuados. Ejemplos de catalizadores metálicos particularmente preferidos son polvo de estaño, óxido de estaño (II), oxalato de estaño (II), ésteres de ácido titánico tales como ortotitanato de tetraisopropilo o ortotitanato de tetrabutilo y ésteres de circonio tales como zirconato de tetrabutilo y metóxido de sodio y metóxido de potasio. El ácido ciclohexanotripropiónico puede obtenerse mediante hidroxycarbonilación, es decir, la reacción catalizada por metales nobles de trivinilciclohexano con CO y H₂O.

Los procedimientos de esterificación y transesterificación se pueden llevar a cabo en aparatos de esterificación típicos conocidos por los expertos en la técnica en condiciones de procedimiento habituales. El procedimiento tiene lugar preferentemente a temperaturas iguales o superiores al punto de ebullición del alcohol formado en la reacción, de modo que éste pueda separarse por destilación de la mezcla de reacción. En la sección de ejemplos se describen ejemplos de procedimientos de transesterificación adecuados.

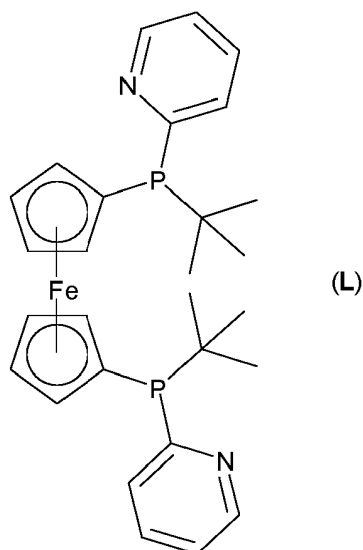
El procedimiento de esterificación o el procedimiento de transesterificación se llevan a cabo preferentemente a una temperatura de 100 a 300 °C, preferentemente de 120 a 270 °C y en particular de 140 a 250 °C. La presión dentro del aparato de esterificación es preferentemente de 0,1 a 20 o 15 bares, en particular de 0,1 a 10 bares.

Se prefiere un procedimiento de alcoxicarbonilación que comprende las etapas siguientes:

- a) disposición de uno de los compuestos (i), (ii), (iii) o una mezcla de al menos dos de estos compuestos;



- b) adición del ligando (L) y un compuesto que comprende Pd o un complejo que comprende Pd y el ligando (L);



c) adición de un alcohol que tiene de 1 a 12 átomos de carbono;

5 d) alimentación de CO;

e) calentamiento de la mezcla de reacción de a) a d), transformándose el compuesto/la mezcla de a) en un triéster.

10 En una variante del procedimiento, se dispone en la etapa a) el compuesto (i), en otra variante el compuesto (ii). El alcohol presente en la etapa c) no contiene preferentemente, aparte del oxígeno, otros heteroátomos ni enlaces múltiples y se selecciona en particular de entre metanol, etanol, *n*butanol, metilpropanol, *n*pentanol, *iso*pentanol, 2-metilbutanol, 3-metilbutanol, *n*hexanol, *iso*hexanol, *n*heptanol, *iso*heptanol, *n*octanol, *iso*octanol, 2-etilhexanol, *n*nonanol, *iso*nonanol, *n*decanol, *iso*decanol y 2-propilheptanol.

15 El éster trimetílico se prepara de forma particularmente preferida mediante metoxycarbonilación y después se transesterifica para dar el triéster según la invención o la mezcla de triésteres según la invención.

20 En la alcoxicarbonilación se alimenta CO en la etapa d) preferentemente hasta una presión en el intervalo de 20 bares a 60 bares y en particular de 30 bares a 50 bares. La temperatura en la etapa e) se encuentra preferentemente en el intervalo de 90°C a 130 °C, en particular en el intervalo de 100 °C a 120 °C.

Posteriormente a la alcoxicarbonilación, el triéster se purifica preferentemente en una etapa f).

25 Parte experimental:

Índice de acidez:

El índice de acidez se determinó en conformidad con la norma DIN EN ISO 2114.

30 Análisis por CG:

El análisis por GC se llevó a cabo con los parámetros siguientes:

35 Columna capilar: 30 m DB5; 0,25 mm de diámetro interior; película de 0,25 µm

Gas portador: helio

Presión de entrada de la columna: 80 kPa

40 División de flujo: aproximadamente 23,8 ml/min

Programa de temperatura del horno (duración: 51 min): 50 °C (durante 1 min), calentamiento a 7,5 °C/min hasta 350 °C (mantenimiento de la temperatura durante 30 min)

45 Inyector: 350 °C

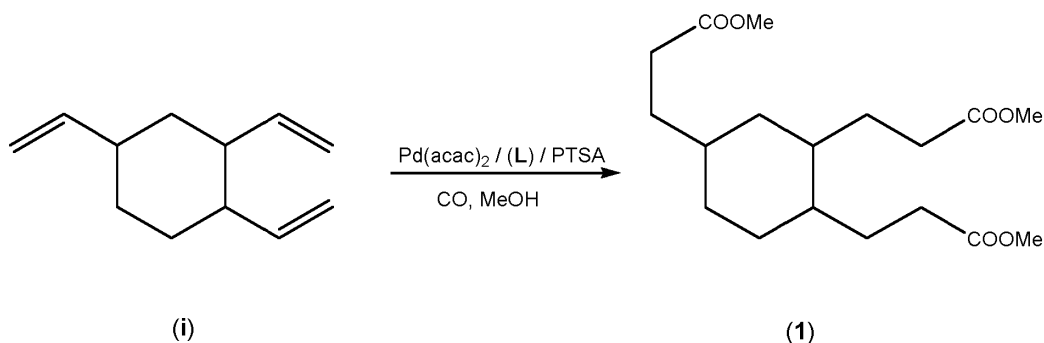
Detector (FID): 400 °C

Volumen de inyección: 1,0 µl

La identificación de los componentes en el cromatograma de la muestra se realizó mediante una solución de comparación de los ésteres relevantes. A continuación se realizó una normalización de las señales del cromatograma de la muestra al 100% en superficie. Las proporciones de sustancias se determinaron con suficiente aproximación a partir de las proporciones de superficie de las señales individuales.

La pureza se determinó mediante la proporciones de las señales del producto en las superficies totales del cromatograma.

Ejemplo 0: Preparación de ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trimetilo



Se dispusieron [Pd(acac)₂] (15,2 mg, 0,1% en moles), (L) (fórmula: véase anteriormente, 103 mg, 0,4% en moles) y ácido paratoluenosulfónico (PTSA, 143 mg, 1,5% en moles) en atmósfera de argón en un autoclave de acero de 100 ml. Después se inyectaron metanol (MeOH, 30 ml) y trivinilciclohexano (i) (8,1 g, 50 mmol) utilizando una jeringa. El autoclave se purgó tres veces con CO y después se sometió a una presión de CO de 40 bares. La reacción se llevó a cabo a 110 °C durante 10 h. A continuación, el autoclave se enfrió a temperatura ambiente y se despresurizó. El producto deseado se purificó por destilación (165 °C a 10⁻³ bares) y se caracterizó con RMN de ¹H, RMN de ¹³C y HR-EM (15,6 g, rendimiento 91%, pureza 98%).

¹H-RMN (300 MHz, C₆D₆) δ = 3,39-3,37 (m, 9H), 2,24-1,86 (m, 7H), 1,48-0,27 (m, 14 H). ¹³C-RMN (75 MHz, C₆D₆) δ = 173,68-173,54 (m), 51,04, 40,60-40,47 (m), 38,24, 38,14, 37,51, 37,07, 36,54, 36,10, 35,52, 35,14, 33,87, 32,70, 32,55, 32,51, 32,38, 32,29, 32,23, 32,08, 31,97, 31,86, 31,76, 31,68, 31,63, 31,43, 30,98, 30,79, 30,75, 29,31, 28,52, 28,47, 28,34, 28,13, 28,11, 27,13, 26,58, 25,12, 20,79, 19,74.

MS (EI): 311 (13,40), 293 (3,65), 269 (75,76), 237 (60,40), 219 (25,13), 205 (100), 191 (17,62), 177 (14,83), 145 (24,59).

HR-MS (ESI): Calculado C₁₈H₃₀O₆ [M + H]⁺: 343,21152, Hallado: 343,21113.

Ejemplos 1-5: Preparación de ciclohexano-1,2,4-tripropionatos de trialquilo según la invención

En un aparato de destilación que comprende tubo de inmersión, termómetro y una columna de anillo de Raschig con condensador superpuesto se dispuso la cantidad m_e de ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trimetilo y se suspendió en la cantidad m_a del alcohol. El aparato se purgó con nitrógeno (6 l/h) a través del tubo de inmersión durante al menos una hora antes de añadir el 0,15% en masa de titanato de tetra-*n*-butilo (Sigma Aldrich, pureza >97%) con respecto a la masa de tripropionato. Mientras se borboteaba nitrógeno (6 l/h) hasta completar la reacción, la mezcla se calentó lentamente a ebullición con agitación. A partir de una temperatura de 61 a 63 °C se obtuvo metanol, que se eliminó continuamente de la reacción a través de la cabeza de destilación. Cuando la temperatura de cabeza aumentó por encima de 68 °C, no se extrajo destilado. En el transcurso de la transesterificación, se obtuvo una cantidad m_m de metanol (tiempo de reacción t). Se tomaron muestras cada hora durante la reacción y se analizaron por cromatografía de gases. En cuanto el análisis por CG mostró menos del 0,5% en superficie del éster monometílico, se retiró el medio de calentamiento y el contenido del matraz de reacción se enfrió a 80 °C con introducción de nitrógeno.

Para el procesamiento, el producto bruto se transfirió a un aparato de destilación con un puente de Claisen y un divisor de vacío. Al vacío (aproximadamente 1 mbar) y a aproximadamente 160 °C o aproximadamente 180 °C de temperatura del fondo (éster tributílico y tripentílico aproximadamente 160 °C, éster tri(2-etilhexílico) y tri(^{iso}nonílico) aproximadamente 180 °C), se eliminó el exceso de alcohol por destilación y después se enfrió nuevamente en atmósfera de nitrógeno. Se determinó el índice de acidez a partir del contenido del matraz y después, con borboteo de nitrógeno (6 l/h), se agitó con tres veces la cantidad estequiométrica de base (solución acuosa de NaOH al 10%, NaOH de Merck, pureza >99%) a 80 °C durante 15 min. Posteriormente, se introdujo en el matraz el 2% en peso de carbón activado (Cabot Norit Nederland B.V., CAP Super) con respecto a la masa del contenido del matraz, y se agitó

durante 5 minutos. Los componentes volátiles restantes se separaron nuevamente al vacío y a aproximadamente 160 °C o aproximadamente 180 °C (véase anteriormente) utilizando una entrada de nitrógeno, ajustando el flujo de nitrógeno de tal manera que la presión no superara los 20 mbar. En cuanto el contenido de alcohol residual fue inferior al 0,025% en superficie según análisis por CG, el producto bruto resultante se enfrió y se filtró al vacío a través de un embudo Buchner con papel de filtro y torta de filtro prepresada producida a partir de un auxiliar de filtración (perlita tipo D14) en un matraz de succión.

Se obtuvo la cantidad m_p del respectivo ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo (éster Tc) con la pureza (%) indicada en la tabla 1.

Características especiales de las síntesis individuales:

En la preparación del éster tri(2-etilhexílico), el éster tri(*iso*nonílico) y el éster tri(2-propilheptílico) se aplicó gradualmente un vacío en el transcurso de la transesterificación (a una temperatura de fondo de 240 °C) mientras se mantenía el reflujo. A este respecto, la temperatura de cabeza descendió lentamente a medida que se reducía la presión.

Tabla 1: Detalles sobre la preparación de ciclohexano-1,2,4-tripropionatos de trialquilo según la invención

Ej.	m_e (éster Tc) [g] / [mol]	Alcohol	m_a (alcohol) [g] / [mol]	m_m (MeOH) [g] / [mol]	Tiempo de reacción t [h]	m_p / rendimiento / pureza según CG [g] / [%] / [%]
1*	171 / 0,5	<i>n</i> butanol	139 / 1,88	48 / 1,5	6	158 / 67 / 98,1
2*	514 / 1,5	<i>iso</i> pentanol	496 / 5,6	144 / 4,5	3,5	617 / 81 / 98,0
3*	190 / 0,55	2-etil-hexanol	269 / 2,1	53 / 1,65	2,5	275 / 78 / 98,3
4*	190 / 0,55	<i>iso</i> nonanol	297 / 2,1	53 / 1,65	2,5	267 / 71 / 98,6
5*	240 / 0,7	2-propil-heptanol	415 / 2,6	67 / 2,1	8	440 / 87 / 98,1
*según la invención <i>n</i> Butanol: Sigma-Aldrich, pureza > 99,4% <i>iso</i> Pentanol: Mezcla de <i>n</i> pentanol (Sigma Aldrich, pureza > 99%) y 2-metilbutanol (Sigma Aldrich, pureza > 99%) en una relación molar de 1:1 2-Etilhexanol: Sigma-Aldrich, pureza > 99% <i>iso</i> Nonanol: Evonik Performance Materials GmbH, pureza > 99% 2-Propilheptanol: Evonik Performance Materials GmbH, pureza > 99,5%						

Ejemplos 6-10: Preparación de ésteres trialquílicos de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico no según la invención

En un aparato de destilación que comprende tubo de inmersión, termómetro y un separador de agua superpuesto se dispuso la cantidad m_s de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico (ácido Ct, > 97%) y se suspendió en la cantidad m_a de alcohol. El aparato se purgó con nitrógeno (6 l/h) a través del tubo de inmersión durante al menos una hora antes de añadir el 0,15% en peso de titanato de tetra-*n*butilo (Sigma Aldrich, pureza > 97%) con respecto a la masa del ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico. Mientras se borboteaba nitrógeno (6 l/h) hasta completar la reacción, la mezcla se calentó lentamente hasta ebullición con agitación. El agua de reacción se eliminó continuamente de la reacción a través del separador de agua. En cuanto no hubo presencia de reflujo continuo se añadió ciclohexano en la cantidad m_c como agente de arrastre. En el transcurso de la esterificación, se obtuvo una cantidad de m_w de agua (tiempo de reacción t). Una vez alcanzada la cantidad teórica de agua de reacción, se tomaron muestras cada media hora para determinar el índice de acidez. En cuanto se midió un índice de acidez < 0,1 mg de KOH/g, el contenido del matraz de reacción se enfrió a 80 °C retirando la fuente de calor e introduciendo nitrógeno.

Para el procesamiento, el producto bruto se transfirió a un aparato de destilación que comprende un puente de Claisen y un divisor de vacío. Al vacío (aproximadamente 1 mbar) y a aproximadamente 160 °C o aproximadamente 180 °C de temperatura del fondo (éster tri(*n*-butílico) y tri(*iso*-pentílico) aproximadamente 160 °C, éster tri(2-etilhexílico), tri(*iso*-nonílico) y éster tri(2-propilheptílico) aproximadamente 180 °C) se eliminó por destilación el exceso de alcohol y después se enfrió nuevamente en atmósfera de nitrógeno. El índice de acidez se determinó a partir del contenido del matraz y después este se agitó con borboteo de nitrógeno (6 l/h) con tres veces la cantidad estequiométrica de base (solución acuosa de NaOH al 10%, NaOH de Merck, pureza > 99%) a 80 °C durante 15 min. Posteriormente, se introdujo en el matraz el 2% en peso de carbón activado (Cabot Norit Nederland B.V., CAP Super) con respecto a la masa del contenido del matraz, y se agitó durante 5 minutos. Los componentes volátiles restantes se separaron nuevamente al vacío y a aproximadamente 160 °C o aproximadamente 180 °C (véase anteriormente) utilizando una entrada de nitrógeno, ajustando el flujo de nitrógeno de tal manera que la presión no supere los 20 mbar. En cuanto el contenido de alcohol residual fue inferior al 0,025% en superficie según el análisis por CG, el producto bruto resultante se enfrió y se filtró al vacío a través de un embudo Buchner con papel de filtro y torta de filtro prepresada producida a partir de un auxiliar de filtración (Perlita tipo D14) en un matraz de succión.

Se obtuvo la cantidad m_p del respectivo ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo con la pureza (%) indicada en la tabla 2.

5 Características especiales de las síntesis individuales:

Preparación del éster tri(n butílico): En este experimento, se añadió el 0,15% en peso de ácido sulfúrico (Sigma-Aldrich, pureza 95-97%) con respecto a la masa del ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico, junto con titanato de tetra- n butilo. Además, el contenido del matraz de reacción se enfrió a 80 °C introduciendo nitrógeno en cuanto se midió un índice de acidez de < 1 mg de KOH/g (en lugar de < 0,1 mg de KOH/g).

Preparación del éster tri(n butílico) y del éster tri(iso pentílico): Al comienzo de la reacción, se dispuso inicialmente solo la mitad de la cantidad de titanato de tetra- n butilo descrita anteriormente y del alcohol respectivo y las cantidades restantes solo se añadieron cuando se hubo alcanzado una temperatura de fondo de 240 °C.

Tabla 2: Detalles para la preparación de éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico no de la invención (éster Ct)

Ej.	m_s (ácido Ct) [g] / [mol]	Alcohol	m_a (alcohol) [g] / [mol]	m_w (H ₂ O) [g] / [mol]	Tiempo de reacción t / m_c (ciclohexano) [h] / [ml]	Rendimiento/pureza según CG [g] / [%] / [% R]
6	184 / 0,85	n butanol	217 / 2,9	46 / 2,6	16 / 120	240 / 74 / 99,2
7	432 / 2	iso pentanol	563 / 7,5	108 / 6	7 / 0	583 / 68 / 99,0
8	184 / 0,85	2-etilhexanol	382 / 2,9	46 / 2,6	3 / 30	339 / 72 / 99,1
9	184 / 0,85	iso nonanol	422 / 2,9	46 / 2,6	2,5 / 50	353 / 70 / 99,5
10	162 / 0,75	2-propilheptanol	409 / 2,6	41 / 2,3	2,5 / 25	332 / 69 / 99,4
n Butanol: Sigma-Aldrich, pureza >99,4% iso Pentanol: Mezcla de n pentanol (Sigma Aldrich, pureza >99%) y 2-metilbutanol (Sigma Aldrich, pureza >99%) en una relación molar de 1:1 2-Etilhexanol: Sigma-Aldrich, pureza > 99% iso Nonanol: Evonik Performance Materials GmbH, pureza > 99% 2-Propilheptanol: Evonik Performance Materials GmbH, pureza > 99,5						

20 Ejemplo 11: Viscosidad intrínseca de los ésteres de los ejemplos 1 a 10

La determinación de la viscosidad se realizó utilizando un viscosímetro Stabinger (SVM3000 de Anton Paar), que es una modificación del clásico viscosímetro rotacional Couette. Los ésteres se inyectaron individualmente y sin burbujas en la celda de medición según las instrucciones de uso y se midieron a 20 °C.

Las viscosidades intrínsecas de los ésteres se enumeran en la tabla 3.

Tabla 3: Viscosidad intrínseca de los ésteres de los ejemplos 1 a 10 a 20 °C [mPa·s]

	Ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo*	Éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico
n butilo	52,3	47,4
iso pentilo	79,7	69,1
2-etilhexilo	151,8	158,0
iso nonilo	168,0	163,5
2-propilheptilo	217,5	222,9
* según la invención		

30 Ejemplo 12: Producción de plastisoles

Se produjeron plastisoles de PVC como los que se utilizan, por ejemplo, para la fabricación de películas de capa de cubrición para revestimientos de suelos. Los datos de las formulaciones de plastisol se indican en cada caso en fracciones de masa. Las formulaciones de las composiciones poliméricas se enumeran en la tabla 4.

Tabla 4: Formulaci3n de plastisol

	phr
PVC (Vestolit B 7021 - Ultra; empresa Vestolit)	100
Triéster (mezcla) del ejemplo 1*, 2*, 3*, 6, 7 u 8	50
Aceite de soja epoxidado como coestabilizante (Drapex 39, empresa Galata)	3
Estabilizante térmico a base de Ca/Zn (reactivo CLX/759/6PF)	2
Datos en phr (phr = <i>parts per hundred parts resin</i> (partes por cien partes de resina)).	

En primer lugar se pesaron los componentes líquidos y después los pulverulentos en una copa de PE. La mezcla se agitó a mano con una espátula de ungüento de tal manera que no quedara polvo sin humectar. A continuación, se sujetó la copa mezcladora en el dispositivo de sujeción de un agitador de disolución. Después de conectar el agitador, la velocidad se aumentó lentamente hasta aproximadamente 2000 rpm (revoluciones por minuto). Mientras tanto, el plastisol se desaireó cuidadosamente, la presión tenía que disminuir por debajo de 20 mbar. Tan pronto como el plastisol hubo alcanzado una temperatura de aproximadamente 30 °C, la velocidad se redujo a aproximadamente 350 rpm. A partir de este momento, el plastisol se desaireó durante 9 minutos a esta velocidad y a una presión inferior a 20 mbar. Esto aseguró que la homogeneización del plastisol se lograra con un aporte de energía definido. A continuación, el plastisol se calentó inmediatamente a 25,0 °C en una cabina climática para investigaciones adicionales.

Ejemplo 13: Determinación del comportamiento de espesamiento

La medición de la viscosidad de los plastisoles producidos en el ejemplo 12 se realizó con un reómetro Physica MCR 101 (empresa Anton Paar Germany GmbH) utilizando el programa informático asociado, utilizándose el modo de rotación y el sistema de medición CC27.

Durante la medición se controlaron los siguientes puntos:

- Cizallamiento previo de 100 s⁻¹ durante un periodo de 60 segundos en el que no se registraron valores de medición,
- Descenso de velocidad de cizallamiento de 200 s⁻¹ hasta 0,1 s⁻¹. Se registraron 30 puntos de medición con una duración de punto de medición de 10 segundos cada uno.

Las mediciones se llevaron a cabo después de un almacenamiento de 2 horas, 24 horas y 7 días. Los plastisoles se almacenaron a 25 °C entre las mediciones.

El comportamiento de espesamiento de los plastisoles se determinó mediante el porcentaje de aumento de la viscosidad a las 24 horas y a los 7 días, con respecto a los valores de viscosidad después de 2 horas, a una velocidad de cizallamiento de 1, 10 y 100 s⁻¹.

Tabla 5: Comportamiento de espesamiento de los plastisoles del ejemplo 12 a 1 s⁻¹

		Viscosidad [Pa·s]	Viscosidad [Pa·s]	Espesamiento [%]	Viscosidad [Pa·s]	Espesamiento [%]
		después de 2 horas	después de 24 horas		después de 7 días	
Ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo	ⁿ butilo*	2,53	3,3	30,4	4,77	88,5
	^{iso} pentilo*	2,64	3,15	19,3	3,97	50,4
	2-etilhexilo*	3,15	3,36	6,7	3,66	16,2
Éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico	ⁿ butilo	6,23	11,2	79,8	26,5	325,4
	^{iso} pentilo	3,62	5,04	39,2	7,63	110,8
	2-etilhexilo	3,92	4,44	13,3	5,28	34,7
* según la invención						

Tabla 6: Comportamiento de espesamiento de los plastisoles del ejemplo 12 a 10 s⁻¹

		Viscosidad [Pa·s]	Viscosidad [Pa·s]	Espesamiento [%]	Viscosidad [Pa·s]	Espesamiento [%]
		después de 2 horas	después de 24 horas		después de 7 días	
Ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo	ⁿ butilo*	2,28	2,94	28,9	4,11	80,3
	^{iso} pentilo*	2,51	2,99	19,1	3,71	47,8
	2-etilhexilo*	3,26	3,47	6,4	3,76	15,3
Éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico	ⁿ butilo	5,44	9,42	73,2	20,9	284,2
	^{iso} pentilo	3,32	4,37	31,6	6,36	91,6
	2-etilhexilo	4,05	4,52	11,6	5,27	30,1
* según la invención						

Tabla 7: Comportamiento de espesamiento de los plastisoles del ejemplo 12 a 100 s⁻¹

		Viscosidad [Pa·s]	Viscosidad [Pa·s]	Espesamiento [%]	Viscosidad [Pa·s]	Espesamiento [%]
		después de 2 horas	después de 24 horas		después de 7 días	
Ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo	ⁿ butilo*	3,11	3,98	28	5,41	74
	^{iso} pentilo*	3,7	4,34	17,3	5,27	42,4
	2-etilhexilo*	5,77	5,92	2,6	6,19	7,3
Éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico	ⁿ butilo	6,71	10,8	61	21	213
	^{iso} pentilo	4,66	5,88	26,2	8,1	73,8
	2-etilhexilo	3,11	3,98	28	5,41	74
* según la invención						

Para los ciclohexano-1,2,4-tripropionatos de trialquilo según la invención, la viscosidad del plastisol es inferior a la viscosidad del plastisol de los ésteres comparativos. Además, la viscosidad del ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo aumenta menos intensamente con el tiempo que la de los ésteres comparativos. Debido a esta propiedad ventajosa, los triésteres según la invención pueden utilizarse incluso después de un reposo prolongado sin la adición de aditivos reductores de la viscosidad, lo que, además del uso de estos aditivos, también ahorra el trabajo y el tiempo asociados con su uso.

Ejemplo 14: Producción de películas

Los plastisoles producidos en el ejemplo 12 se procesaron en cada caso dando películas de 1 mm de espesor.

Con este fin, en primer lugar se cortó papel antiadherente de alto brillo (empresa Sappi, Italia) a un tamaño de 30 x 44 cm y se colocó en el marco de sujeción del dispositivo de aplicación LTSV para el horno Mathis. A continuación se dispuso el marco de sujeción sobre el marco guía, se ajustó el horno Mathis (tipo LTF) a 200 °C y se precalentó el marco durante 15 segundos después de alcanzar esta temperatura. A continuación se dispuso la rasqueta en el dispositivo de sujeción y el hueco de la rasqueta se ajustó en ensayos preliminares de modo que el espesor de la película fuera de 1 mm (+/-0,05 mm) después de que se completara la gelificación. Se dispuso una tira adhesiva en el borde delantero del papel para atrapar el exceso de plastisol. A continuación, se aplicó el plastisol delante de la rasqueta y se extendió sobre el papel antiadherente sujetado tirando del marco guía con la rasqueta (velocidad 3 m/min). A continuación se retiró la rasqueta y se retiró la tira adhesiva con el exceso de plastisol. A continuación, el marco de sujeción se metió en el horno. Después de la gelificación (2 minutos a 200 °C), el marco se sacó de nuevo del horno y, después del enfriamiento, se separó la película del papel.

Ejemplo 15: Pérdida de masa de las películas

Para cada formulación, se acondicionaron 6 mancuernas (tipo S2 según la norma DIN 53504) del ejemplo 14 durante la noche en condiciones estándar (23 °C, 50% de humedad relativa) y después se pesaron. A continuación, las mancuernas se almacenaron colgadas en una cabina térmica con aire circulante a 80 °C por encima de una bandeja (28 x 20 x 6 cm) llena de carbón activado con una distancia mínima de 20 mm. Después de 7 o 14 días, se retiraron las mancuernas, se almacenaron en un desecador durante la noche y después se pesaron. La pérdida de masa se

determinó tomando la diferencia para cada mancuerna individual. La tabla 8 proporciona los valores medios de la pérdida de masa de seis mediciones individuales por formulación en porcentaje.

Tabla 8: Pérdida de masa de películas al aire (80 °C)

	Ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo*		Éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico	
	después de 7 días	después de 14 días	después de 7 días	después de 14 días
η butilo	0,8 %	0,9 %	3,4 %	6,1 %
iso pentilo	0,7 %	0,8 %	1,5 %	2,4 %
2-etilhexilo	0,6 %	0,7 %	0,8 %	0,9 %
* según la invención				

La pérdida de masa de las películas que contienen triésteres según la invención es menor que la de las películas que contienen el correspondiente éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico.

Ejemplo 16: Temperatura de transición vítrea de las películas

La temperatura de transición vítrea se determinó mediante mediciones de DMTA según la norma DIN 65583 utilizando un reómetro de la empresa Anton Paar MCR 302. En condiciones dinámico-mecánicas constantes (1 Hz, deformación 0,3%), se registraron las propiedades viscoelásticas de las películas en función de la temperatura (rampa de temperatura de -100 a +50 °C) y se determinó el módulo de almacenamiento, el módulo de pérdida y el factor de pérdida. El máximo del módulo de pérdida se evalúa como la temperatura de transición vítrea. La tabla siguiente muestra el valor medio de una determinación por duplicado.

Tabla 9: Temperaturas de transición vítrea T_g de películas en °C

	Ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo*	Éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico
η butilo	-27	-15
iso pentilo	-28	-18
2-etilhexilo	-37	-24
* según la invención		

Como puede observarse a partir de las temperaturas de transición vítrea más bajas, la flexibilidad a baja temperatura de los ésteres según la invención mejora significativamente en comparación con los compuestos comparativos.

Ejemplo 17: Producción de mezclas secas, hojas laminadas y placas prensadas

Los cuerpos de ensayo requeridos para los ejemplos siguientes se producen por mezclado en seco (producción de mezcla seca), calandrado (laminado) y prensado utilizando las formulaciones siguientes:

Tabla 10: Formulación de mezcla seca

	phr
PVC (Inovyn 271 PC; empresa Inovyn)	100
Triéster (mezclas) del ejemplo 3*, 4*, 5*, 8, 9, 10, trimelitato de tri(2-etilhexilo) o trimelitato de tri(iso nonilo)	50
Carga: creta (OMYA BSH)	20
Estabilizante térmico (Baeropan MC 8890/KA/2/MC)	10
phr: <i>parts per hundred parts resin</i> (partes por cien partes de resina)	
Trimelitato de tri(2-etilhexilo): Eastman Chemical Company, pureza > 99 %	
Trimelitato de tri(iso nonilo): UPC Technology, Taiwán, pureza > 98 %	

Con mezclas secas, conocidas como *dryblends*, se pueden producir, por ejemplo, después del procesamiento termoplástico (por ejemplo, calandrado o extrusión), aislamiento de cables y alambres, tubos flexibles o suelos y membranas para tejados.

Las mezclas secas se produjeron en un mezclador planetario Brabender.

Utilizando el programa informático "Winmix" se establecieron los parámetros siguientes en el mezclador planetario Brabender.

Programa de velocidad:	Activo
Perfil:	Velocidad 50 rpm; Tiempo de mantenimiento: 9 min; Tiempo de aumento (de la velocidad): 1 min; Velocidad 100 rpm; Tiempo de espera: 20 min
Temperatura:	88 °C
Intervalo de medición:	2 Nm
Amortiguamiento:	3

La temperatura en el recipiente de mezcla era de 88 °C después de una hora de atemperado. Después de que el mezclador planetario haya realizado su propia calibración, los componentes sólidos (PVC, estabilizante), que se habían pesado previamente en una copa de PE en una cantidad cuatro veces mayor (cuatro veces la cantidad en g según la tabla 10 en phr) en una balanza analítica, se alimentaron al recipiente de mezcla a través de un embudo de sólidos y el tubo de carga existente en el recipiente de mezcla Brabender. Se inició el programa y la mezcla de polvo se agitó y se atemperó en el recipiente de mezcla durante 9 minutos antes de que los componentes líquidos, que también se pesaron en cantidades cuádruples en la balanza en una copa de PE, se añadieran a través de un embudo de líquidos y el tubo de carga existente en el recipiente de mezcla Brabender. La mezcla se agitó en el mezclador planetario durante 20 minutos adicionales. Después del final del programa, se retiró la mezcla seca (*dryblend*) finalizada.

A partir de estas mezclas secas se produjeron hojas laminadas. Las hojas laminadas se produjeron en una calandria W150 AP de Collin. La calandra de Collin posee un dispositivo de transferencia automática de muestras y la temperatura se controla a través de un termostato de aceite adicional. El control se realizó mediante el programa informático de la empresa Collin.

Se utilizó un programa de cinco etapas para producir la hoja laminada:

Etapas	Designación	Temperatura [°C]	Duración [s]	Anchura de ranura [mm]	Velocidad [rpm]
1	Plastificación de la mezcla seca	165	60	0,2	5
2	Ampliación del hueco	165	30	0,5	20
3	Activación del dispositivo de transferencia de muestras	165	170	0,5	20
4	Optimización de hojas laminadas	165	30	0,5	25
5	Recepción de hojas laminadas	165	60	0,5	7

Después de alcanzar la temperatura de laminación, se calibró el hueco entre rodillos. Al comienzo de la medición, el hueco entre rodillos se ajustó a 0,2 mm. En cada caso se pesaron 160 g de una mezcla seca y se colocaron en el hueco entre rodillos con los rodillos parados. El programa se inició.

Las placas prensadas se produjeron utilizando una prensa de laboratorio de la empresa Collin. Las hojas laminadas producidas previamente (véase anteriormente) se utilizaron para producir las placas prensadas. Los bordes laterales de las hojas laminadas se quitaron utilizando una máquina cortadora, y las hojas laminadas se cortaron después en piezas que medían aproximadamente 14,5 x 14,5 cm. Para placas prensadas de 1 mm de espesor, se colocaron 2 piezas de hojas laminadas una encima de otra en el marco de prensa de acero inoxidable de 15 x 15 cm.

Se utilizó un programa de tres etapas para producir las placas prensadas:

Etapas	Denominación	Temperatura [°C]	Presión [bar]	Duración [s]
1	Preprensado	170	5	60
2	Prensado	170	200	200
3	Enfriamiento	40	200	200

Ejemplo 18: Temperatura de transición vítrea de las placas prensadas

La temperatura de transición vítrea se determinó mediante mediciones de DMTA según la norma DIN 65583 utilizando un reómetro del tipo MCR 302 de la empresa Anton Paar. Se registraron las propiedades viscoelásticas de las películas en función de la temperatura (rampa de temperatura de -100 a +50 °C) en condiciones dinámico-mecánicas constantes (1 Hz, deformación 0,3%) y se determinaron el módulo de almacenamiento, el módulo de pérdida y el factor de pérdida. El máximo del módulo de pérdida se valora, a este respecto, como la temperatura de transición vítrea. La tabla siguiente muestra el valor medio de una determinación por duplicado.

Tabla 11: Temperaturas de transición vítrea T_g de placas prensadas en °C

	Ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo*	Éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico	Trimelitato de trialquilo
2-etilhexilo	-31	-16	-18
<i>iso</i> nonilo	-38	-24	-27
2-propilheptilo	-57	-35	-
* según la invención			

Como puede observarse a partir de las temperaturas de transición vítrea más bajas, la flexibilidad a baja temperatura de los ésteres según la invención es superior a la de los compuestos comparativos. Una buena flexibilidad a baja temperatura es particularmente relevante para aplicaciones en exteriores.

Ejemplo 19: Pérdida de masa de las placas prensadas

Para cada formulación, se perforaron 6 cuerpos de ensayo en forma de barras de tracción de tipo S2 a partir de las placas prensadas del ejemplo 17, se acondicionaron durante la noche en un desecador y después se pesaron. A continuación, los cuerpos de ensayo se almacenaron colgados en una cabina térmica con aire circulante a 135 °C por encima de una bandeja (28 x 20 x 6 cm) llena de carbón activado con una distancia mínima de 20 mm. Después de 14 días, los cuerpos de ensayo se retiraron, se almacenaron durante la noche en condiciones estándar y después se pesaron. La diferencia en las masas determinadas para el respectivo cuerpo de ensayo representa la pérdida de masa. La tabla 12 muestra los valores medios de tres mediciones individuales por formulación como porcentaje.

Tabla 12: Pérdida de masa de placas prensadas al aire (después de 14 días de almacenamiento a 135 °C) en % de masa

	Ciclohexano-1,2,4-tripropionato de trialquilo*	Éster trialquílico de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico	Trimelitato de trialquilo
2-etilhexilo	-1,7	-11,5	-7
<i>iso</i> nonilo	-1,3	-2,9	-1,8
2-propilheptilo	-1,7	-2,4	-
* según la invención			

La pérdida de masa de las placas prensadas que contienen triésteres según la invención es inferior a la de las películas que contienen los correspondientes ésteres trialquílicos de ácido ciclohexano-1,2,4-tricarboxílico o los correspondientes trimelitatos de trialquilo.

REIVINDICACIONES

1. Triéster de ácido ciclohexanotripropiónico, en el que las tres fracciones de alcohol de los tres grupos éster comprenden cada una 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono.
2. Triéster de ácido ciclohexanotripropiónico según la reivindicación 1, caracterizado por que es un triéster de ácido ciclohexano-1,2,4-tripropiónico o un triéster de ácido ciclohexano-1,3,5-tripropiónico.
3. Triéster de ácido ciclohexanotripropiónico según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que las fracciones de alcohol, aparte del oxígeno de la función éster, no contienen ningún otro heteroátomo ni ningún enlace múltiple.
4. Triéster de ácido ciclohexanotripropiónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que todas las fracciones de alcohol presentes en una molécula tienen fórmulas empíricas idénticas y al mismo tiempo fórmulas estructurales idénticas o diferentes.
5. Mezcla de al menos dos triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.
6. Mezcla según la reivindicación 5, caracterizada por que los, al menos dos, triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico difieren en sus fórmulas empíricas y/o en sus fórmulas estructurales.
7. Triéster de ácido ciclohexanotripropiónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 o mezcla según la reivindicación 5 o 6, caracterizado por que se selecciona del grupo formado por:
 - ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿbutilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(metilpropilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿpentilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}pentilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(2-metilbutilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(3-metilbutilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿhexilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}hexilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿheptilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}heptilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿoctilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}octilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(2-etilhexilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿnonilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}nonilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(ⁿdécilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(^{iso}décilo), ciclohexano-1,2,4-tripropionato de tri(2-propilheptilo),
 - ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿbutilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(metilpropilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿpentilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}pentilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(2-metilbutilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(3-metilbutilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿhexilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}hexilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿheptilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}heptilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿoctilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}octilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(2-etilhexilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿnonilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}nonilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(ⁿdécilo), ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(^{iso}décilo) y ciclohexano-1,3,5-tripropionato de tri(2-propilheptilo).
8. Plastificante para polímeros que comprende un triéster de ácido ciclohexanotripropiónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 y 7 o una mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7 y opcionalmente al menos otro compuesto plastificante de polímeros.
9. Composición que comprende un triéster de ácido ciclohexanotripropiónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 y 7 o una mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7 o un plastificante según la reivindicación 8 y uno o varios polímeros.
10. Composición según la reivindicación 9, caracterizada por que al menos un polímero se selecciona del grupo que consiste en poli(cloruro de vinilo), poli(metacrilato de alquilo) (PAMA), polivinilbutiral (PVB), poliuretano, polisulfuro, poli(ácido láctico) (PLA), polihidroxibutiral (PHB), nitrocelulosa y copolímeros de cloruro de vinilo con acetato de vinilo o con acrilato de butilo.
11. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 9 o 10, caracterizado por que dicha composición es un componente de un adhesivo, de una masilla de sellado, de una masa de revestimiento, de una laca, de una pintura, de un plastisol, de una mezcla seca, de una espuma, de un cuero sintético, de un revestimiento para suelos, en particular la capa de cubrición o capa de espuma del mismo, de una membrana para tejados, de una protección de la parte inferior de una carrocería, de un revestimiento de tejido, de un cable, de un aislamiento de cables, de un tubo flexible, de un artículo de extrusión, de una película, de un artículo en el sector del interior de automóviles, de un papel pintado, de una tinta, de un juguete, de una lámina de contacto, de un envase alimentario o de un artículo médico, especialmente de un tubo flexible o de una bolsa de sangre.
12. Uso de un triéster de ácido ciclohexanotripropiónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 y 7 o una mezcla según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7 como plastificante para polímeros, especialmente para PVC.

13. Uso según la reivindicación 12, caracterizado por que un triéster de ácido ciclohexanotripropiónico cuyas fracciones de alcohol comprenden cada una de 7 a 12 átomos de carbono se utiliza como compuesto plastificante de polímeros en aplicaciones de alta temperatura.
- 5 14. Uso según la reivindicación 12, caracterizado en que un triéster de ácido ciclohexanotripropiónico cuyas fracciones de alcohol comprenden cada una de 2 a 9 átomos de carbono se utiliza como compuesto plastificante de polímeros en aplicaciones de plastisol.
- 10 15. Preparación de triésteres de ácido ciclohexanotripropiónico según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 y 7 mediante
- hidrogenación de núcleo del triéster de ácido bencenotripropiónico correspondiente,
 - 15 - transesterificación del éster trialquílico de ácido ciclohexanotripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono, en la que el alcohol de la fracción de alcohol del éster trialquílico que se va a incorporar tiene un punto de ebullición más alto que el alcohol de la fracción de alcohol que se va a reemplazar en el marco de la transesterificación,
 - 20 - esterificación de ácido ciclohexanotripropiónico con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono o
 - alcoxycarbonilación de trivinilciclohexano con al menos un alcohol que comprende 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 o 12 átomos de carbono.