



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 357 809**

51 Int. Cl.:

C07C 67/58 (2006.01)

C07C 67/08 (2006.01)

C07C 69/22 (2006.01)

C07C 69/44 (2006.01)

C07C 69/58 (2006.01)

C10M 105/32 (2006.01)

C10N 40/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **01963573 .9**

96 Fecha de presentación : **10.09.2001**

97 Número de publicación de la solicitud: **1327625**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **16.07.2003**

54 Título: **Método para producir un éster.**

30 Prioridad: **11.09.2000 JP 2000-275623**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
29.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
29.04.2011

73 Titular/es: **NOF CORPORATION**
20-3, Ebisu 4-chome
Shibuya-ku, Tokyo 150-6019, JP

72 Inventor/es: **Memita, Michimasa y**
Hirao, Keiji

74 Agente: **Illescas Taboada, Manuel**

ES 2 357 809 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).

DESCRIPCION

Método para producir un éster

5 La presente invención se refiere a un método para producir un éster. Más específicamente, la presente invención se refiere a un método para producir un éster que puede proporcionar un éster de alta calidad y resistente al calor con alto rendimiento.

10 Los ésteres se usan en un amplio intervalo de campos tales como cosmética, preparaciones farmacéuticas, alimentos, equipos electrónicos, impresión y lubricantes, etc. En años recientes, con el desarrollo tecnológico en estos campos usando ésteres, hay una gran demanda de ésteres de alta calidad. Por ejemplo, para ceras de éster que tienen un alto punto de fusión usadas en lubricantes para tóner, se requieren características de fusión de intervalo estrecho y alta resistencia al calor. Por lo tanto, hay una demanda de un éster que tenga un pequeño contenido de sustancias poco volátiles, materia prima de alcohol, materia prima de ácidos carboxílicos, ésteres que contienen un grupo hidroxilo o similares, y que tengan características de pequeña disminución de peso a altas temperaturas. Para los ésteres usados para la refrigeración de aceites de maquinaria, se requieren altas propiedades de aislamiento eléctrico y un alto nivel de resistencia al calor. Para obtener dichas propiedades, también se requiere que apenas estén contenidos de contaminantes o impurezas conductoras, el valor de ácido y el valor de hidroxilo de los ésteres sean bajos y la estabilidad hidrolítica y la estabilidad térmica a altas temperaturas de los ésteres sean excelentes.

20 Los ésteres pueden producirse mediante una reacción entre un alcohol y un ácido carboxílico, como es bien sabido. En general, esta reacción se realiza con una cantidad en exceso de ácido carboxílico, y un éster puede obtenerse a partir del producto esterificado en bruto resultante mediante un proceso de retirada del ácido carboxílico en exceso mediante uno solo de los siguientes procesos o mediante combinación de estos procesos: un proceso de destilación primaria a presión reducida; un proceso de neutralización con una solución acuosa alcalina; y un proceso de tratamiento de adsorción que retira el ácido carboxílico por adsorción. Sin embargo, si el proceso de destilación primaria a presión reducida se emplea en solitario, el valor de ácido se reduce de forma insuficiente, y además, este proceso puede conducir al deterioro térmico debido a la exposición a alta temperatura, que puede afectar a la calidad.

30 Por lo tanto, habitualmente se emplea neutralización con una solución acuosa alcalina después de una reacción de esterificación, como se describe en los ejemplos de las Publicaciones de Patente Japonesas Abiertas a Inspección Pública N° 6-271881, 7-118681 y 9-316479. Sin embargo, la neutralización tiene los problemas de que se incorpora un éster producido en una capa acuosa alcalina, que da como resultado una mala separación de las capas. En particular, en el caso de un éster altamente viscoso o un éster de alto punto de fusión derivado de ácido monocarboxílico saturado de cadena lineal y larga, las capas están poco separadas o se produce un estado de emulsión, de manera que el valor de ácido no se reduce lo suficiente o el rendimiento disminuye significativamente. Para resolver estos problemas, se emplean los siguientes procesos: un proceso de adición de agua caliente en el que una sal tal como cloruro sódico o sulfato sódico se disuelve en una mezcla a tratar para neutralización tal como para aumentar la diferencia en la densidad relativa entre la capa de éster y la capa acuosa alcalina, de manera que la separación puede mejorarse; y un proceso de deshidratación de una mezcla que contiene una capa de éster emulsionado y una capa alcalina a presión reducida tal cual, y después filtración de la mezcla. Sin embargo, estos procesos no pueden proporcionar efectos de mejora suficientes y, por lo tanto, provocan nuevos problemas en que la sal añadida o un jabón de ácido carboxílico formado (sal de ácido carboxílico) permanece en el éster, lo que degrada significativamente la calidad del éster.

45 Además, también se usa una purificación realizando un tratamiento de absorción con un adsorbente tal como arcilla activada, gel de sílice, arcilla ácida y un adsorbente sintético de sílice-alúmina. Por ejemplo, los ejemplos de la Publicación de Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N° 11-80766 describen un proceso de purificación mediante un tratamiento de absorción, pero no pueden proporcionar un éster que tenga una calidad satisfactoria en términos de estabilidad térmica y estabilidad de oxidación.

50 El documento EP 343916 A2 describe un método para la purificación de un difenil éster en bruto de un ácido dicarboxílico aromático.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un método para producir un éster que pueda proporcionar un éster de alta calidad con alto rendimiento. Como resultado de la investigación en profundidad de los inventores de la presente invención en el problema descrito anteriormente, los inventores de la presente invención encontraron un método para resolver el problema.

55 La presente invención se refiere a:

Un método para producir un éster cuyo punto de fusión es de 50 a 100°C que comprende:
hacer reaccionar un alcohol con un ácido carboxílico para obtener un producto esterificado en bruto; y
añadir de 5 a 60 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo al producto esterificado en bruto con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto, añadir de 3 a 50 partes en peso de un disolvente que es un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono al producto esterificado en bruto y realizar la neutralización usando una solución acuosa alcalina,

60 en el que el disolvente de hidrocarburo es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en tolueno, xileno y ciclohexano; y
un método para producir un éster cuya viscosidad cinemática a 40°C es de 60 a 50.000 mm²/segundo, que comprende:

65 hacer reaccionar un alcohol con un ácido carboxílico para obtener un producto esterificado en bruto; y

añadir de 5 a 60 partes en peso de un disolvente hidrocarburo al producto esterificado en bruto con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto, añadiendo de 3 a 50 partes en peso de un disolvente que es un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono al producto esterificado en bruto y realizar la neutralización usando una solución acuosa alcalina,

en el que el disolvente de hidrocarburo es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en tolueno, xileno y ciclohexano.

En el método de la presente invención, no hay ninguna limitación particular respecto a las clases de ácidos carboxílicos usados para la producción de un éster, pero, preferiblemente, puede usarse el ácido carboxílico que tiene de 5 a 30 átomos de carbono. Los ejemplos de dichos ácidos carboxílicos incluyen ácidos monocarboxílicos y ácidos carboxílicos polivalentes. Estos ácidos carboxílicos pueden ser saturados, insaturados, lineales o ramificados.

Los ejemplos de ácidos monocarboxílicos incluyen ácido valérico, ácido isovalérico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido 2-metilhexanoico, ácido 3-metilhexanoico, ácido 4-metilhexanoico, ácido 5-metilhexanoico, ácido 2,2-dimetilpentanoico, ácido 2-etilpentanoico, ácido 3-etilpentanoico, ácido isoheptanoico, ácido octanoico, ácido 2-etilhexanoico, ácido isooctanoico, ácido nonanoico, ácido 3,5,5-trimetilhexanoico, ácido isononanoico, ácido decanoico, ácido isodecanoico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linoléico, ácido araquírico, ácido erúxico, ácido behénico, ácido lignonocérico, ácido cerótico, ácido montanoico, ácido melísico y similares.

Los ejemplos de ácidos carboxílicos polivalentes incluyen ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido acelaico, ácido sebácico, ácido undecanodioico, ácido dodecanodioico, ácido tridecanodioico, ácido carboxioctadecanoico, ácido carboximetiloctadecanoico, ácido docosanodioico, ácido dimérico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido fumárico, ácido maleico, ácido trimelítico, ácido piromelítico y similares.

En el método de la presente invención no hay ninguna limitación particular respecto a las clases de alcohol usadas para producir ésteres (en lo sucesivo en este documento, este alcohol puede denominarse alcohol de materia prima), pero preferiblemente pueden usarse los alcoholes que tienen de 5 a 30 átomos de carbono. Para el alcohol, puede usarse cualquier alcohol monovalente, alcohol polivalente y compuestos de éter que sean aductos de óxido de etileno de estos alcoholes.

Los ejemplos de alcoholes monovalentes incluyen pentanol, isopentanol, hexanol, ciclohexanol, heptanol, octanol, 2-etilhexanol, nonanol, 3,5,5-trimetilhexanol, isononanol, decanol, isodecanol, alcohol laurílico, alcohol miriscílico, alcohol cetílico, alcohol estearílico, eiconsanol, docosanol, tetracosanol, hexacosanol, octacosanol, nonacosanol, alcohol melisílico y similares.

Los ejemplos de alcoholes polivalentes incluyen etilenglicol, propilenglicol, polialquilenglicoles, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, dietilenglicol, dipropilenglicol, 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol, espiroglicol, 1,4-fenilenglicol, 1,2,4-butanotriol, 1,2,5-pentanotriol, 1,2,3,6-hexanotetrol, 2-metil-1,2,4-butanotriol, eritrilo, arabitol, sorbitol, manitol, sorbitano, glicerina, 2-metilpropanotriol, neopentilglicol, 2,2-dietil-1,3-propanodiol, 2-n-butil-2-etil-1,3-propanodiol, trimetiloletano, trietiloletano, trimetilolpropano, pentaeritritol, dipentaeritritol, tripentaeritritol, 1,3,5-trihidroximetilbenceno y similares. Los ejemplos de los óxidos de alquileo que se usan para preparar los compuestos de éter (es decir, aductos de óxido de alquileo de alcoholes como se ha descrito anteriormente) incluyen óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno y similares.

Los disolventes de hidrocarburo usados en la presente invención se seleccionan entre tolueno, xileno y ciclohexano que tienen un punto de ebullición de nivel ordinario. Esto se debe a que los disolventes que tienen un punto de ebullición relativamente bajo necesitan medidas de seguridad especiales cuando se manipulan y los disolventes que tienen un alto punto de ebullición necesitan una alta temperatura y un largo tiempo para retirarlos del éster.

Como un disolvente de alcohol (disolvente de alcohol para la separación) usado para separar un éster de un producto esterificado en bruto obtenido por una reacción de un alcohol de materia prima y un ácido carboxílico, se usan alcoholes que tienen de 1 a 3 átomos de carbono. Los ejemplos de dichos alcoholes incluyen metanol, etanol, propanol normal e isopropanol. El alcohol para la separación puede usarse cuando se neutraliza un producto esterificado en bruto que tiende a emulsionarse o que provoca una mala separación de las capas en el momento del tratamiento de neutralización, por ejemplo un producto esterificado en bruto que contiene un alto punto de fusión de éster derivado de un ácido monocarboxílico saturado lineal que tiene al menos 14 átomos de carbono.

Los ejemplos de álcali contenido en la solución acuosa alcalina usado para el tratamiento de neutralización incluyen hidróxidos de metales alcalinos tales como hidróxido sódico e hidróxido potásico; sales de metales alcalinos tales como carbonato sódico, carbonato potásico e hidrogenocarbonato sódico y sales de amonio tales como carbonato de amonio. Entre ellos, pueden usarse preferentemente el hidróxido de metal alcalino y las sales de metal alcalino.

En el método de la presente invención, en primer lugar, se realiza una reacción de esterificación mediante una reacción entre un ácido carboxílico y un alcohol de materia prima como se ha descrito anteriormente. En esta reacción, las clases y la proporción de equivalentes del ácido carboxílico y el alcohol de materia prima se seleccionan según sea apropiado, dependiendo de las características de un éster deseado. La reacción se realiza en presencia o ausencia de un catalizador y generalmente a una temperatura de 120 a 240°C. Un producto esterificado en bruto puede obtenerse por una reacción de esterificación de la manera mencionada anteriormente.

Al producto esterificado en bruto obtenido se le añade un disolvente de hidrocarburo como se ha descrito anteriormente. El disolvente de hidrocarburo se añade de 5 a 60 partes en peso, preferiblemente de 10 a 60 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto. Cuando el disolvente de hidrocarburo se añade a una proporción de menos de 5 partes en peso, una mezcla de producto en bruto esterificado y solución acuosa alcalina tiende a separarse pobremente en una capa de éster y una capa acuosa alcalina o la mezcla se

emulsiona y no puede separarse. Cuando el disolvente de hidrocarburo se añade en una proporción de más de 100 partes en peso, el efecto de separación de las capas o de prevención de la emulsión no puede obtenerse en proporción a la cantidad añadida, y además un proceso para retirar el disolvente requiere un largo tiempo y, por lo tanto, se reduce la productividad.

5 Cuando se trata un producto esterificado en bruto que tiende a emulsionarse y que provoca una mala separación de capas en el proceso de neutralización, es preferible añadir un alcohol para la separación, como se ha descrito anteriormente. La adición de un alcohol para la separación mejora adicionalmente la separación de capas durante un tratamiento de neutralización y, de esta manera, mejora el rendimiento de los ésteres. La cantidad del disolvente de alcohol añadido es de 3 a 50 partes en peso, más preferentemente de 5 a 30 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto.

10 La concentración del álcali contenido en la solución acuosa alcalina usado para el tratamiento de neutralización es preferiblemente del 5 al 20% en peso, y una cantidad del álcali contenido en la solución acuosa es de 1 a 2 equivalentes con respecto al valor ácido del producto esterificado en bruto.

15 El tratamiento de neutralización se realiza mezclando el producto esterificado en bruto, el disolvente de hidrocarburo, la solución acuosa alcalina y el disolvente de alcohol para neutralizar los ácidos presentes en el producto esterificado en bruto con álcali. En general, el disolvente de hidrocarburo y el disolvente de alcohol se añaden al producto esterificado en bruto, después se le añade la solución acuosa alcalina y la mezcla resultante se agita suficientemente con calentamiento. La temperatura a la que se realiza el tratamiento de neutralización puede seleccionarse según sea apropiado, dependiendo de la viscosidad del producto esterificado en bruto, aunque generalmente es de 50 a 100°C, preferiblemente de 70 a 90°C. Una temperatura de menos de 50°C puede provocar una mala separación de las capas o emulsión y una temperatura de más de 100°C puede provocar que el éster se hidrolíce.

20 Una capa de aceite (es decir, una capa de éster) que contiene un éster y una capa acuosa alcalina, se separan por el tratamiento de neutralización y la capa acuosa alcalina se retira. A continuación, la capa de éster se lava con agua usando de 5 a 100 partes en peso de agua templada o agua caliente (50 a 100°C) con respecto a 100 partes en peso de producto esterificado en bruto. El lavado con agua se repite hasta que el agua residual después del lavado se hace sustancialmente neutra (por ejemplo, pH de 7 o menos, que está alrededor de pH 7). Después, el disolvente contenido en la capa de éster se retira por destilación a presión reducida y de esta manera puede obtenerse un éster deseado.

25 La calidad del éster obtenido puede mejorarse adicionalmente mediante un tratamiento de purificación que emplea adsorción o destilación. El tratamiento de purificación que emplea adsorción se refiere a un tratamiento en el que un adsorbente y el éster obtenido se mezclan y filtran y, de esta manera, se recupera un éster purificado. Como absorbente puede usarse, por ejemplo, arcilla activada, arcilla ácida, un absorbente sintético de sílice alúmina, zeolita sintética, carbono activado y gel de sílice. Entre los adsorbentes mencionados anteriormente, preferiblemente pueden usarse la arcilla activada y la arcilla ácida para reducir una sustancia colorante, resinas y compuestos insaturados en el éster. La zeolita sintética puede usarse preferiblemente para reducir iones metálicos. El carbono activado o absorbente sintéticos pueden usarse preferiblemente para reducir la oxidación del éster y mejorar la estabilidad. Estos absorbentes pueden usarse solos o en combinación en vista de la calidad, la función, la pureza, o similares, requeridos para el éster.

30 La purificación por destilación se realiza para mejorar la pureza del éster. No hay ninguna limitación particular respecto al método de destilación, aunque es preferible la destilación molecular. Como aparato para la destilación molecular, por ejemplo, se usa preferiblemente un destilador de tipo Smith.

35 Como se ha descrito anteriormente, en el método para producir un éster de la presente invención se usa una cantidad predeterminada del disolvente de hidrocarburo, de manera que no se produce una mala separación de las capas o emulsión durante el tratamiento de neutralización y, de esta manera, puede obtenerse un éster de alta calidad con alto rendimiento.

40 El método de producción de la presente invención puede emplearse para la producción de diversos tipos de ésteres. La presente invención puede emplearse preferiblemente para producir, por ejemplo, un éster de cera con un alto punto de fusión (por ejemplo de 50 a 100°C) derivado de un ácido carboxílico de cadena larga y que tiene un pequeño contenido de sustancias poco volátiles o un éster de alta viscosidad (por ejemplo éster que tiene una viscosidad cinemática de 60 a 50.000 mm²/segundo a 40°C) que es líquido a temperatura ambiente y que tiene una estabilidad térmica excelente y altas propiedades aislantes.

45 El éster de cera que tiene un alto punto de fusión obtenido mediante la presente invención tiene un pequeño contenido de bajas sustancias volátiles, alcoholes de materia prima, ácidos carboxílicos de materia prima y ésteres que tienen un grupo hidroxilo y de esta manera que presentan características de fusión de intervalo estrecho. Por lo tanto, este éster puede usarse eficazmente para un agente de liberación para tóner.

50 El éster de alta viscosidad que es líquido a temperatura ambiente obtenido mediante la presente invención tiene una excelente estabilidad térmica y propiedades de aislamiento eléctrico. Por lo tanto, este éster es útil para aplicaciones que requieren altos niveles de estabilidad térmica y propiedades de aislamiento eléctrico, por ejemplo lubricantes para refrigerar un aceite de maquinaria y grasa especial.

Ejemplos

55 La presente invención se describirá más específicamente mediante métodos que ilustran la producción de ésteres mediante los siguientes ejemplos. Sin embargo, la presente invención no se limita a estos ejemplos.

(Ejemplo 1)

En primer lugar se pusieron 230,0 g (1,69 mol) de pentaeritritol y 1975,9 g (6,96 mol) de ácido esteárico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas, mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2042,6 g y el valor de ácido del mismo era de 10,5 mg KOH/g.

Después, se añadieron 200 g de tolueno y 260 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 20 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 26 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó durante 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la capa acuosa se retiró y de esta manera se completó un proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a presión reducida de 1 kPa a 180°C y la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 77,3°C, un valor de ácido de 0,07 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 0,8 mg KOH/g y un número de color (APHA) de 50 en una cantidad de 952,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización era del 95,2%.

La Tabla 1 muestra las condiciones para el tratamiento de neutralización del Ejemplo 1, el estado de la separación y el rendimiento y las propiedades del éster obtenido. Las Tablas 1 a 3 muestran los datos experimentales de los ejemplos 2 a 14 y los Ejemplos Comparativos 1 a 14 que se describen más adelante.

(Ejemplo Comparativo 1)

En primer lugar, se añadieron 20 g de tolueno a 100,0 g de producto esterificado en bruto del Ejemplo 1 (es decir, se añadieron 2 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó durante 90°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, y toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y, por lo tanto, la capa acuosa no pudo retirarse. Después, se añadieron 100 g de solución acuosa caliente de sulfato sódico al 10% y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C y la mezcla resultante se filtró. De esta manera, se como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 75,1°C, un valor de ácido de 0,35 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 0,8 mg KOH/g y un número de color (APHA) de 90 en una cantidad de 903,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto en bruto esterificado que se sometió al tratamiento de neutralización era del 90,3%.

(Ejemplo 2)

En primer lugar, se pusieron 240,0 g (1,76 mol) de pentaeritritol, 743,4 g (2,90 mol) de ácido palmítico y 1237,1 g (4,36 mol) de ácido esteárico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2051,8 g, y el valor de ácido del mismo era de 10,5 mg KOH/g.

Después, se añadieron 80 g de tolueno y 100 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 8 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla

resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 67,7°C, un valor de ácido de 0,2 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 941,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 94,1%.

5

(Ejemplo Comparativo 2)

En primer lugar, se añadieron 100 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 2 (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Posteriormente, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 100°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 63,4°C, un valor de ácido de 0,7 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 90 en una cantidad de 94,6 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 94,6%.

10

15

20

(Ejemplo 3) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 400,0 g (2,98 mol) de trimetilolpropano y 1842,0 g (9,21 mol) de ácido láurico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2039,4 g, y el valor de ácido del mismo era de 8,8 mg KOH/g.

25

30

Después, se añadieron 50 g de heptano normal y 100 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 5 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto).

35

40

45

Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 28,0°C, un valor de ácido de 0,2 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,4 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 50 en una cantidad de 902,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 90,2%.

(Ejemplo Comparativo 3)

50

55

60

65

En primer lugar, se añadieron 100 g de metanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 3 (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 60°C durante 30 minutos. Cuando la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, se formó una capa emulsionada entre una capa de éster y una capa acuosa alcalina, y la capa acuosa se retiró. Después, la mezcla resultante se lavó con agua cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Posteriormente, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 100°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 24,5°C, un valor de ácido de 0,4 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,4 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 90 en una cantidad de 843,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 84,3%.

(Ejemplo 4) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 340,0 g (2,53 mol) de trimetilolpropano y 2004,0 g (7,83 mol) de ácido palmítico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica en una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2163,1 g, y el valor de ácido del mismo era de 9,2 mg KOH/g.

Después, se añadieron 150 g de ciclohexano y 100 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 15 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 45,5°C, un valor de ácido de 0,4 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 2,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 951,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 95,1%.

(Ejemplo Comparativo 4)

En primer lugar, se añadieron 15 g de ciclohexano a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 4 (es decir, se añadieron 1,5 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Después, se añadieron 100 g de solución acuosa caliente de sulfato sódico al 10% y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla resultante se lavó con agua cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 42,5°C, un valor de ácido de 1,2 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 2,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 80 en una cantidad de 913,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 91,3%.

(Ejemplo 5)

En primer lugar, se pusieron 160,0 g (2,08 mol) de trimetilolmetano y 2000,0 g (6,41 mol) de ácido araquídico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2006,8 g, y el valor de ácido del mismo era de 9,0 mg KOH/g.

Después, se añadieron 100 g de xileno y 100 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd). La

temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 74,0°C, un valor de ácido de 0,2 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,3 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 40 se obtuvo en una cantidad de 948,2 g, como un producto final. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 94,8%.

(Ejemplo Comparativo 5)

Se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd) a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 5. La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 68,2°C, un valor de ácido de 8,9 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,3 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 140 en una cantidad de 965,2 g, como un producto final. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 96,5%.

(Ejemplo 6) - Referencia

En primer lugar, se pusieron 300,0 g (3,26 mol) de glicerina y 2013,0 g (10,07 mol) de ácido láurico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2115,7 g, y el valor de ácido del mismo era de 6,9 mg KOH/g.

Después, se añadieron 50 g de ciclohexano y 100 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 5 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. La mezcla resultante se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 46,4°C, un valor de ácido de 0,2 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,5 mgKOH/g, y un número de color (APHA) de 40 en una cantidad de 925,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 92,5%.

(Ejemplo Comparativo 6)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 6 se le añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto. Después, la mezcla resultante se agitó a 70°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Después, se añadieron 100 g de solución acuosa caliente de sulfato sódico al 10% y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla resultante se lavó con agua cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C.

Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 42,1°C, un valor de ácido de 0,7 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 80 en una cantidad de 861,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 86,1%.

(Ejemplo 7)

En primer lugar, se pusieron 300,0 g (1,18 mol) de dipentaeritritol, 1993,2 g (7,79 mol) de ácido palmítico y 2,3 g de ácido p-toluenosulfónico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la

reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2144,2 g, y el valor de ácido del mismo era de 21,1 mg KOH/g.

Después, se añadieron 230 g de ciclohexano y 120 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 23 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 12 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 75°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 75°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C, y la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 73,2°C, un valor de ácido de 0,09 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 889,4 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 88,9%.
(Ejemplo Comparativo 7)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 7 se les añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto. Después, la mezcla resultante se agitó a 90°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Después, se añadieron 250 g de una solución acuosa caliente de sulfato sódico al 20% y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla resultante se lavó cuatro veces con agua hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 90°C, y la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 71,8°C, un valor de ácido de 0,60 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 100 en una cantidad de 843,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 84,3%.

(Ejemplo 8)

En primer lugar, se pusieron 1050,0 g (3,22 mol) de alcohol behenílico, 1127,9 g (3,32 mol) de alcohol behénico y 2,2 g de ácido p-toluenosulfónico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2107,2 g, y el valor de ácido del mismo era de 8,9 mg KOH/g. Después, se añadieron 130 g de tolueno, 60 g de xileno, 30 g de isopropanol y 240 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 19 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 27 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 75°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1,0 kPa a 180°C, y la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 73,0°C, un valor de ácido de 0,08 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,9 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 55 en una cantidad de 954,4 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 95,4%.

(Ejemplo Comparativo 8)

Se realizó un proceso de adsorción añadiendo 10 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 10 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.) a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 8. La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 70,1°C, un valor de ácido de 8,4 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,9 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 90 en una cantidad de 973,6 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al proceso de adsorción fue del 97,4%.

(Ejemplo 9)

En primer lugar, se pusieron 1800,0 g (6,69 mol) de alcohol estearílico y 482,8 g (2,30 mol) de ácido trimelítico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica en una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2140,7 g, y el valor de ácido del mismo era de 10,1 mg KOH/g.

Después, se añadieron 100 g de tolueno y 120 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 12 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 68,2°C, un valor de ácido de 0,3 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 2,7 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 55 en una cantidad de 943,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 94,3%.

(Ejemplo Comparativo 9)

Se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries) a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 9. La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 65,4°C, un valor de ácido de 9,9 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 2,7 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 100 en una cantidad de 968,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 96,8%.

(Ejemplo 10)

En primer lugar, se pusieron 1400,0 g (7,57 mol) de alcohol laurílico y 819,0 g (3,90 mol) de ácido tereftálico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2062,0 g, y el valor de ácido del mismo era de 9,9 mg KOH/g.

Después, se añadieron 150 g de tolueno y 100 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 15 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de carbono activado Shirasagi C (fabricado por Takeda Chemical Industries, Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 68,2°C, un valor de ácido de 0,2 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 70 en una cantidad de 936,4 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 93,6%.

(Ejemplo Comparativo 10)

En primer lugar, se añadieron 20 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 10 (es decir, se añadieron 2 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del

producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Posteriormente, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 80°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de carbono activado Shirasagi C (fabricado por Takeda Chemical Industries, Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 66,4°C, un valor de ácido de 0,8 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 150 en una cantidad de 950,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 95,0%.

(Ejemplo 11)

En primer lugar, se pusieron 1400,0 g (7,57 mol) de alcohol laurílico y 819,0 g (3,90 mol) de ácido tereftálico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2062,0 g, y el valor de ácido del mismo era de 9,9 mg KOH/g.

Después, se añadieron 150 g de tolueno y 100 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 15 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C, y la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 68,1°C, un valor de ácido de 0,4 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 140 en una cantidad de 952,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 95,2%.

(Ejemplo Comparativo 11)

En primer lugar, se añadieron 20 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 11 (es decir, se añadieron 2 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Posteriormente, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 80°C, y se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 66,2°C, un valor de ácido de 0,9 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 250 en una cantidad de 962,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 96,2%.

(Ejemplo 12)

En primer lugar, se pusieron 300,0 g (3,33 mol) de 1,4-butanodiol y 1947,8 g (6,86 mol) de ácido esteárico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. La reacción se detuvo cuando el valor de hidroxilo alcanzó los 5 mg KOH/g o menos. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2106,7 g, y el valor de ácido del mismo era de 9,7 mg KOH/g.

Después, se añadieron 200 g de ciclohexano y 100 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 20 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C

durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de carbono activado Shirasagi C (fabricado por Takeda Chemical Industries, Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 69,0°C, un valor de ácido de 0,2 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,4 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 80 en una cantidad de 915,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 91,5%.

(Ejemplo Comparativo 12)

En primer lugar, se añadieron 20 g de ciclohexano a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 12 (es decir, se añadieron 2 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Posteriormente, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 100°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de carbono activado Shirasagi C (fabricado por Takeda Chemical Industries, Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 65,9°C, un valor de ácido de 0,8 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,4 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 150 en una cantidad de 950,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 95,0%.

(Ejemplo 13)

En primer lugar, se pusieron 300,0 g (3,33 mol) de 1,4-butanodiol y 1947,8 g (6,86 mol) de ácido esteárico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica en una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. La reacción se detuvo cuando el valor de hidroxilo alcanzó los 5 mg KOH/g o menos. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2106,7 g, y el valor de ácido del mismo era de 9,7 mg KOH/g.

Después, se añadieron 200 g de ciclohexano y 100 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 20 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cinco veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C, y la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 68,9°C, un valor de ácido de 0,4 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,4 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 160 en una cantidad de 935,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 93,5%.

(Ejemplo Comparativo 13)

En primer lugar, se añadieron 20 g de ciclohexano a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 13 (es decir, se añadieron 2 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 80°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Posteriormente, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 100°C, y se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 65,9°C, un valor de ácido de 0,9 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 3,4 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 220 en una cantidad de 967,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 96,7%.

(Ejemplo 14) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 400,0 g (3,77 mol) de dietilenglicol y 1770,4 g (7,76 mol) de ácido mirístico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2014,3 g, y el valor de ácido del mismo era de 10,5 mg KOH/g. Después, se añadieron 100 g de heptano normal y 180 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 18 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C, y la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 53,0°C, un valor de ácido de 0,12 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,3 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 936,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 93,6%.

(Ejemplo Comparativo 14)

Se realizó un proceso de adsorción añadiendo 10 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 10 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.) a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 14. La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía un punto de fusión de 50,3°C, un valor de ácido de 10,2 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 1,3 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 90 en una cantidad de 960,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al proceso de adsorción fue del 96,0%.

Los resultados de los Ejemplos 1 a 14 y los Ejemplos Comparativos 1 a 14 se muestran en las Tablas 1 a 3 a continuación. En las Tablas 1 a 3 a continuación, "Separación" muestra el estado de la separación de una capa de éster y una capa acuosa en el momento del tratamiento de neutralización. "O" significa que la separación es satisfactoria, y la emulsión no ocurrió. "X" significa que la separación es mala, o que la emulsión sí ocurrió. "Δ" significa que se formó una capa emulsionada entre una capa de aceite y una capa acuosa, y la separación de las capas fue mala. "-" significa que no se realizó un tratamiento de neutralización.

Tabla 1

	Materiales	Disolvente ^{a)} (partes en peso) ^{b)}	Separación	Rendim. (%)	Propiedades de los ésteres			Adsorbente
					Viscosidad Cinemática a 40°C (mm/s)	Valor de ácido (mg KOH/g)	Número de color APHA	
Ejemplo 1	Pentaeritritol Ácido esteárico	Tolueno (20) Isopropanol (26)	O	95,2	77,3	0,07	50	--
Ej. Com. 1	Pentaeritritol Ácido esteárico	Tolueno (2) Sulfato sódico al 10%	X	90,3	75,1	0,35	90	--
Ejemplo 2	Pentaeritritol Ácido palmítico Ácido esteárico	Tolueno (8) Isopropanol (10)	O	94,1	67,7	0,2	60	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ej. Com. 2	Pentaeritritol Ácido palmítico Ácido esteárico	Isopropanol (10)	X	94,6	63,4	0,7	90	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ejemplo 3 Referencia	Trimetilolpropano Ácido láurico	n-Heptano (5) Etanol (10)	O	90,2	28,0	0,2	50	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ej. Com. 3	Trimetilolpropano Ácido láurico	Metanol (10)	Δ	84,3	24,5	0,4	90	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ejemplo 4 Referencia	Trimetilolpropano Ácido palmítico	Ciclohexano (15) Etanol (10)	O	95,1	45,5	0,4	60	Kyowaad 500SH
Ej. Com. 4	Trimetilolpropano Ácido palmítico	Ciclohexano (15) Sulfato sódico al 10%	X	91,3	42,5	1,2	80	Kyowaad 500SH
Ejemplo 5	Trimetilolmetano Ácido araquídico	Xileno (10) Isopropanol (10)	O	94,8	74,0	0,2	40	Kyowaad 500SH
Ej. Com. 5	Trimetilolmetano Ácido araquídico	--	--	96,5	68,2	8,9	140	Kyowaad 500SH
Ejemplo 6 Referencia	Glicerina Ácido láurico	Ciclohexano(5) Isopropanol (10)	O	92,5	46,4	0,2	40	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ej. Com. 6	Glicerina Ácido láurico	Sulfato sódico al 10%	X	86,1	42,1	0,7	80	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1

a) Disolvente usado para la neutralización esterificado en bruto
b) Partes en peso por 100 partes en peso de producto

Tabla 2

	Materiales	Disolvente ^{a)} (partes en peso) ^{b)}	Separación	Rendim. (%)	Propiedades de los ésteres			Adsorbente
					Viscosidad Cinemática a 40°C (mm ² /s)	Valor de ácido (mg KOH/g)	Número de color APHA	
Ejemplo 7	Dipentaeritrol Ácido palmítico	Ciclohexano (23) Etanol (12)	0	88,9	73,2	0,09	60	--
Ej. Com. 7	Dipentaeritrol Ácido palmítico	Sulfato sódico al 20%	X	84,3	71,8	0,60	100	--
Ejemplo 8	Alcohol behénico Ácido behénico	Tolueno (13), Xileno (6) Isopropanol (3) Etanol (24)	0	95,4	73,0	0,08	55	--
Ej. Com. 8	Alcohol behénico Ácido behénico	--	--	97,3	70,1	8,4	90	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ejemplo 9	Alcohol estearílico Ácido trimelítico	Tolueno (10) Etanol (12)	0	94,3	68,2	0,3	55	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ej. Com. 9	Alcohol estearílico Ácido trimelítico	--	--	96,8	65,4	9,9	100	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ejemplo 10	Alcohol laurílico Ácido tereftálico	Tolueno (15) Isopropanol (10)	0	93,6	68,2	0,2	70	Carbono activado Shirasagi C
Ej. Com. 10	Alcohol laurílico Ácido tereftálico	Tolueno (2)	X	95,0	66,4	0,8	150	Carbono activado Shirasagi C
Ejemplo 11	Alcohol laurílico Ácido tereftálico	Tolueno (15) Isopropanol (10)	0	95,2	68,1	0,4	140	--
Ej. Com. 11	Alcohol laurílico Ácido tereftálico	Tolueno (2)	X	96,2	66,2	0,9	250	--

a) Disolvente usado para la neutralización

b) Partes en peso por 100 partes en peso de producto esterificado en bruto

Tabla 3

	Materiales	Disolvente ^{a)} (partes en peso) ^{b)}	Separación	Rendim. (%)	Propiedades de los ésteres			Adsorbente
					Viscosidad Cinemática a 40°C (mm ² /s)	Valor de ácido (mg KOH/g)	Número de color APHA	
Ejemplo 12	1,4-Butanodiol Ácido esteárico	Ciclohexano (20) Etanol (10)	0	91,5	69,0	0,2	80	Carbón activado Shirasagi C
Ej. Com. 12	1,4-Butanodiol Ácido esteárico	Ciclohexano (2)	X	95,0	65,9	0,8	150	Carbón activado Shirasagi C
Ejemplo 13	1,4-Butanodiol Ácido esteárico	Ciclohexano (20) Etanol (10)	0	93,5	68,9	0,4	160	--
Ej. Com. 13	1,4-Butanodiol Ácido esteárico	Ciclohexano (2)	X	96,7	65,9	0,9	220	--
Ejemplo 14 Referencia	Diétilenglicol Ácido mirístico	n-Heptano (10) Etanol (18)	0	93,6	53,0	0,12	60	--
Ej. Com. 14	Diétilenglicol Ácido mirístico	--	--	96,0	50,3	10,2	90	Galleon Earth V2 Tomita AD300P

a) Disolvente usado para la neutralización

b) Partes en peso por 100 partes en peso de producto esterificado en bruto

Todos los Ejemplos 1 a 14 y Ejemplos Comparativos 1 a 14 son ejemplos que están destinados para ceras de éster que tienen un alto punto de fusión. En cada uno de los Ejemplos 1 a 14, se consiguió un buen estado de separación en el momento del tratamiento de neutralización, y se obtuvo un éster que tenía un bajo valor de ácido, un número de color satisfactorio, y un alto punto de fusión. Por otro lado, en cada uno de los de Ejemplos Comparativos 1 a 14 ocurrió emulsión o mala separación de las capas en el tratamiento de neutralización, el rendimiento del éster resultante fue malo y el éster resultante tiene un bajo punto de fusión, un alto valor de ácido y un alto número de color. Los ésteres sometidos sólo a un tratamiento de adsorción sin el tratamiento de neutralización con álcali tienen un bajo punto de fusión, un alto valor de ácido y un alto número de color.

Los Ejemplos 15 a 17, entre los Ejemplos 15 a 28 y los Ejemplos Comparativos 15 a 17 que se describen más adelante muestran los ejemplos de producción pretendidos para ésteres para fluidos de trabajo, aceites de laminación, y aceite de corte que deben tener una alta calidad. Los Ejemplos 18 a 28 y los Ejemplos Comparativos 18 a 28 muestran ejemplos de producción pretendidos para ésteres para grasa especial y ésteres para aceites de refrigeración de maquinaria que deben ser de alta calidad.

(Ejemplo 15)

En primer lugar, se pusieron 280,0 g (2,09 mol) de trimetilolpropano y 1942,1 g (6,89 mol) de ácido oleico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2088,3 g, y el valor de ácido del mismo era de 17,5 mg KOH/g.

Después, se añadieron 200 g de tolueno y 150 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 20 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 15 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 5 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 64,2 mm²/s, un punto de fluidez de -35°C, un valor de ácido de 0,11 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 190 en una cantidad de 911,7 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 91,2%.

La Tabla 4 muestra las condiciones para el tratamiento de neutralización de este ejemplo, el estado de la separación y el rendimiento y las propiedades del éster obtenido. La Tabla 4 muestra también dichos datos experimentales de los Ejemplos 16 a 28 y del Ejemplo Comparativo 15 a 28 que se describen más adelante.

(Ejemplo Comparativo 15)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 15 se le añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Después, se añadieron 200 g de 20% sulfato sódico solución acuosa caliente y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 90°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 5 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 64,1 mm²/s, un punto de fluidez de -35°C, un valor de ácido de 0,20 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 450 en una cantidad de 760,7 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 76,1%.

(Ejemplo 16) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 530,0 g (3,95 mol) de trimetilolpropano y 1843,0 g (12,80 mol) de ácido caprílico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. La reacción se detuvo cuando el valor de hidroxilo alcanzó los 3 mg KOH/g o menos. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2009,5 g, y el valor de ácido del mismo era de 1,5 mg KOH/g.

Después, se añadieron 150 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 15 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de carbono activado Shirasagi C (fabricado por Takeda Chemical Industries, Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 16,7 mm²/s, un punto de fluidez de -50°C o menos, un valor de ácido de 0,12 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 50 en una cantidad de 915,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 91,5%.

(Ejemplo Comparativo 16)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 16 se le añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Cuando la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, se formó una capa emulsionada entre una capa de éster y una capa acuosa alcalina, y la mezcla se dejó en reposo aún durante 30 minutos más. Después, la capa acuosa se retiró. La mezcla resultante se lavó cuatro veces con agua hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 100°C.

Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de carbono activado Shirasagi C (fabricado por Takeda Chemical Industries, Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 16,7 mm²/s, un punto de fluidez de -50°C o menos, un valor de ácido de 0,16 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 901,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 90,1%.

(Ejemplo 17) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 380,0 g (2,83 mol) de trimetilolpropano, 1184,4 g (4,27 mol) de ácido oleico y 806,6 g (1,40 mol) de ácido dimérico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 12 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2203,5 g, y el valor de ácido del mismo era de 3,8 mg KOH/g.

Después, se añadieron 100 g de heptano normal a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta

manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 540,6 mm²/s, un punto de fluidez de -35°C, un valor de ácido de 0,6 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 15,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 210 en una cantidad de 934,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 93,4%.

5

(Ejemplo Comparativo 17)

Se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd) a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 17. La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 521,2 mm²/s, un punto de fluidez de -35°C, un valor de ácido de 3,6 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 15,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 300 en una cantidad de 989,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 98,9%.

10

15

(Ejemplo 18)

En primer lugar, se pusieron 800,0 g (5,96 mol) de trimetilolpropano, 1052,1 g (7,31 mol) de ácido caprílico, 406,1 g (2,36 mol) de ácido cáprico y 560,6 g (3,84 mol) de ácido adípico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 12 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. Después de que la reacción se detuviera, los ácidos grasos que no habían reaccionado se retiraron por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2082,6 g, y el valor de ácido del mismo era de 5,5 mg KOH/g.

20

25

Después, se añadieron 200 g de xileno y 50 g de etanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 20 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 5 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C, y la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 245,1 mm²/s, un punto de fluidez de -32,5°C, un valor de ácido de 0,5 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 20,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 80 en una cantidad de 943,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 94,3%.

30

35

40

(Ejemplo Comparativo 18)

En primer lugar, se añadieron 20 g de xileno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 18 (es decir, se añadieron 2 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Cuando la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, se formaron una capa de aceite y una capa acuosa, aunque estas capas estaban parcialmente emulsionadas. Después, se añadieron 100 g de solución acuosa caliente de sulfato sódico al 10%, y después la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos más, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla se lavó cuatro veces con agua hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C, y la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 240,0 mm²/s, un punto de fluidez de -35,0°C, un valor de ácido de 0,8 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 20,2 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 100 en una cantidad de 919,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 91,9%.

45

50

55

(Ejemplo 19) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 500,0 g (1,97 mol) de dipentaeritritol, 917,2 g (6,37 mol) de ácido 2-etilhexanoico, 1000,0 g (6,37 mol) de ácido 3,5,5-trimetilhexanoico y 2,1 g de óxido estánnico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. Después de que la reacción se detuviera, los ácidos

60

grasos que no habían reaccionado se retiraron por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2020,9 g, y el valor de ácido del mismo era de 0,8 mg KOH/g.

Después, se añadieron 100 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó un proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 227,6 mm²/s, un punto de fluidez de -40°C, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 90 en una cantidad de 926,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 92,6%.

(Ejemplo Comparativo 19)

En primer lugar, se añadieron 20 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 19 (es decir, se añadieron 2 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Cuando se dejó reposar a la mezcla durante 30 minutos, se formaron una capa de aceite y una capa acuosa, aunque estas capas estaban parcialmente emulsionadas. Posteriormente, la mezcla se dejó en reposo aún durante 30 minutos más, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla resultante se lavó cuatro veces con agua hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 100°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 10 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 10 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa, y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 227,1 mm²/s, un punto de fluidez de -40°C, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 150 en una cantidad de 884,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 88,4%.

(Ejemplo 20) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 520,0 g (2,04 mol) de dipentaeritritol y 1943,4 g (13,50 mol) de ácido 2-etilhexanoico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. Después de que la reacción se detuviera, el ácido graso que no había reaccionado (ácido 2-etilhexanoico) se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa.

De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2048,2 g, y el valor de ácido del mismo era de 1,2 mg KOH/g. Después, se añadieron 200 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 20 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 5 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster

que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 143,6 mm²/s, un punto de fluidez de -40°C, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,4 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 949,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 94,9%.

5 (Ejemplo Comparativo 20)

En primer lugar, se añadieron 25 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 20 (es decir, se añadieron 2,5 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Después, se añadieron 250 g de solución acuosa caliente de sulfato sódico al 10% y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 5 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 143,6 mm²/s, un punto de fluidez de -40°C, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,4 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 120 en una cantidad de 863,0 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 86,3%.

(Ejemplo 21) – Referencia

30 En primer lugar, se pusieron 900,0 g (8,64 mol) de neopentilglicol, 694,2 g (5,34 mol) de ácido n-heptanoico y 909,6 g (6,23 mol) de ácido adípico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. Después de que la reacción se detuviera, los ácidos grasos que no habían reaccionado (ácido n-heptanoico y ácido adípico) se retiraron por destilación a una presión reducida de 5 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2083,2 g, y el valor de ácido del mismo era de 4,3 mg KOH/g.

Después, se añadieron 200 g de xileno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 20 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 5 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 267,5 mm²/s, un punto de fluidez de -50°C o menos, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,6 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 30 en una cantidad de 956,5 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 95,7%.

55 (Ejemplo Comparativo 21)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 21 se le añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Después, se añadieron 300 g de una solución acuosa caliente de sulfato sódico al 10% y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Después, se añadió agua

con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 90°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 5 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 267,5 mm²/s, un punto de fluidez de -50°C o menos, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,6 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 70 en una cantidad de 950,8 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 95,1%.

(Ejemplo 22) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 610,0 g (5,86 mol) de neopentilglicol y 1771,0 g (12,30 mol) de ácido 2-etilhexanoico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. La reacción se detuvo cuando el valor de hidroxilo alcanzó los 3 mg KOH/g o menos. Después de que la reacción se detuviera, el ácido graso que no había reaccionado se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2026,8 g, y el valor de ácido del mismo era de 1,8 mg KOH/g.

Después, se añadieron 80 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 8 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, el éster obtenido se destiló a 180°C, una presión en el intervalo de 10 a 500 Pa y un caudal de 4 ml/min con un destilador de tipo Smith. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 7,4 mm²/s, un punto de fluidez de -50°C o menos, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g o menos, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 40 en una cantidad de 825,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se había sometido al tratamiento de neutralización fue del 82,5%.

(Ejemplo Comparativo 22)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 22 se le añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Cuando la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, se formaron una capa de aceite y una capa acuosa, aunque estas capas estaban parcialmente emulsionadas. Posteriormente, la mezcla se dejó en reposo aún durante 30 minutos más, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla resultante se lavó cuatro veces con agua hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 100°C. Después, el éster obtenido se destiló a 180°C, una presión en el intervalo de 10 a 500 Pa y un caudal de 4 ml/min con un destilador de tipo Smith. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 7,4 mm²/s, un punto de fluidez de -50°C o menos, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g o menos, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 50 en una cantidad de 810,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se había sometido al tratamiento de neutralización fue del 81,0%.

(Ejemplo 23) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 610,0 g (5,86 mol) de neopentilglicol y 1771,0 g (12,30 mol) de ácido 2-etilhexanoico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. La reacción se detuvo cuando el valor de hidroxilo alcanzó los 3 mg KOH/g o menos. Después de que la reacción se detuviera, el ácido graso que no había reaccionado se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2026,8 g, y el valor de ácido del mismo era de 1,8 mg KOH/g.

Después, se añadieron 80 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 8 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 7,4 mm²/s, un punto de fluidez de -50°C o menos, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g o menos, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 50 en una cantidad de 935,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 93,5%.

(Ejemplo Comparativo 23)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 23 se les añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Cuando la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, se formaron una capa de aceite y una capa acuosa, aunque estas capas estaban parcialmente emulsionadas. Posteriormente, la mezcla se dejó en reposo aún durante 30 minutos más, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla resultante se lavó cuatro veces con agua hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 7,4 mm²/s, un punto de fluidez de -50°C o menos, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 900,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 90,0%.

(Ejemplo 24) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 250,0 g (1,84 mol) de pentaeritritol, 883,0 g (6,13 mol) de ácido 2-etilhexanoico, 962,7 g (6,13 mol) de ácido 3,5,5-trimetilhexanoico y 1,5 g (0,01 mol) de hipofosfito sódico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. La reacción se detuvo cuando el valor de hidroxilo alcanzó los 3 mg KOH/g o menos. Después de que la reacción se detuviera, los ácidos grasos que no habían reaccionado se retiraron por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2051,9 g, y el valor de ácido del mismo era de 1,4 mg KOH/g.

Después, se añadieron 100 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. Por lo tanto, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 69,2 mm²/s, un punto de fluidez de -40°C, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 40 en una cantidad de 925,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 92,5%.

(Ejemplo Comparativo 24)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 24 se les añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Cuando la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, se formaron una capa de aceite y una capa acuosa, aunque estas capas estaban parcialmente emulsionadas. Posteriormente, la mezcla se dejó en reposo aún durante 30 minutos más, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla resultante se lavó cuatro veces con agua hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 100°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Kyowaad 500SH (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 69,2 mm²/s, un punto de fluidez de -40°C, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,5 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 912,1 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 91,2%.

(Ejemplo 25) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 350,0 g (3,30 mol) de pentaeritritol, 1057,3 g (7,34 mol) de ácido 2-etilhexanoico, 797,9 g (5,54 mol) de ácido caprílico, 166,8 g (0,97 mol) de ácido cáprico, 2,6 g de tetraisopropóxido de titanio, y 1,4 g (0,01 mol) de hipofosfito sódico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. La reacción se detuvo cuando el valor de hidroxilo alcanzó los 3 mg KOH/g o menos. Después de que la reacción se detuviera, los ácidos grasos que no habían reaccionado se retiraron por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2009,4 g, y el valor de ácido del mismo era de 2,1 mg KOH/g.

Después, se añadieron 150 g de ciclohexano a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 15 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 33,4 mm²/s, un punto de fluidez de -40°C, un valor de ácido de 0,11 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 2,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 915,0 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 91,5%.

(Ejemplo Comparativo 25)

A 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 25 se les añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Cuando la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, se formaron una capa de aceite y una capa acuosa, aunque estas capas estaban parcialmente emulsionadas. Después, se añadieron 250 g de solución acuosa caliente de sulfato sódico al 10% y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos, y después la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos más, seguido de la retirada de la capa acuosa. La mezcla resultante se lavó con agua cuatro veces. Después, la capa de éster se deshidrató a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 33,4 mm²/s, un punto de fluidez de -40°C, un valor de ácido de 0,15 mg KOH/g o menos, un valor de hidroxilo de 2,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 70 en una cantidad de 904,0 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 90,4%.

(Ejemplo 26) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 400,0 g (2,94 mol) de pentaeritritol y 2078,8 g (13,16 mol) de ácido 3,5,5-trimetilhexanoico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 15 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. Después de que la reacción se detuviera, el ácido graso que no había reaccionado se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2040,2 g, y el valor de ácido del mismo era de 0,8 mg KOH/g.

Después, se añadieron 100 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido sódico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido sódico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 5 g de Tomita AD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 104,8 mm²/s, un punto de fluidez de -20°C, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,8 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 35 en una cantidad de 954,7 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 95,5%.

(Ejemplo Comparativo 26)

En primer lugar, se añadieron 15 g de tolueno a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 26 (es decir, se añadieron 1,5 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos. Aunque la mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos, la mezcla no se separó en una capa de éster y una capa acuosa alcalina, toda la mezcla estaba en un estado de emulsión y la capa acuosa no pudo retirarse. Después, se añadieron 200 g de solución acuosa caliente de sulfato sódico al 10% y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 90°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de Galleon Earth V2 (fabricado por Mizusawa Chemical Industries) y 5 g de TomitaAD300P (fabricada por Tomita Pharmaceutical Co. Ltd.). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 104,8 mm²/s, un punto de fluidez de -20°C, un valor de ácido de 0,01 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,8 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 60 en una cantidad de 926,0 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 92,6%.

(Ejemplo 27) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 750,0 g (5,77 mol) de 2-etilhexanol y 1556,5 g (5,48 mol) de ácido esteárico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 10 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. Después de que la reacción se detuviera, el alcohol que no había reaccionado se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2144,1 g, y el valor de ácido del mismo era de 0,8 mg KOH/g.

Después, se añadieron 100 g de tolueno y 100 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30

minutos. Se permitió que esta mezcla reposara durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces hasta que el pH del agua residual se hizo neutro. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, el éster obtenido se destiló a 200°C, una presión en el intervalo de 10 a 500 Pa y un caudal de 4 ml/min con un destilador de tipo Smith. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 9,7 mm²/s, un punto de fluidez de 5,0°C, un valor de ácido de 0,1 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 30 en una cantidad de 825,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se había sometido al tratamiento de neutralización fue del 82,5%.

(Ejemplo Comparativo 27)

En primer lugar, se destilaron 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 27 a 200°C, a una presión en el intervalo de 10 a 500 Pa y a un caudal de 4 ml/min con un destilador de tipo Smith. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 7,4 mm²/s, una viscosidad cinemática (40°C) de 9,7 mm²/s, un punto de fluidez de 5,0°C, un valor de ácido de 0,1 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 80 en una cantidad de 764,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se había sometido al tratamiento de neutralización fue del 76,4%.

(Ejemplo 28) – Referencia

En primer lugar, se pusieron 750,0 g (5,77 mol) de 2-etilhexanol y 1556,5 g (5,48 mol) de ácido esteárico en un matraz de cuatro bocas de 3 litros provisto de un termómetro, un tubo de entrada de nitrógeno, un agitador y un condensador, y se realizó una reacción a presión atmosférica bajo una corriente de nitrógeno a 220°C durante 10 horas mientras se retiraba por destilación el agua que se producía por la reacción. Después de que la reacción se detuviera, el alcohol que no había reaccionado se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa. De esta manera, se obtuvo un producto esterificado en bruto en una cantidad de 2144,1 g, y el valor de ácido del mismo era de 0,8 mg KOH/g.

Después, se añadieron 100 g de tolueno y 100 g de isopropanol a 1000,0 g del producto esterificado en bruto (es decir, se añadieron 10 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo y 10 partes en peso de un disolvente de alcohol con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto). Después, se añadió una solución acuosa de hidróxido potásico al 10% que contenía una cantidad de hidróxido potásico que corresponde a 1,5 equivalentes del valor de ácido de este producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos. Esta mezcla se dejó en reposo durante 30 minutos y la capa acuosa se retiró y, de esta manera, se completó el proceso de neutralización. Después, se añadió agua con iones intercambiados en una cantidad de 20 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto y la mezcla se agitó a 70°C durante 30 minutos y después se dejó en reposo durante 30 minutos, seguido de la retirada de la capa acuosa. Este proceso de lavado con agua se repitió cuatro veces. Después, el disolvente en la capa de éster se retiró por destilación a una presión reducida de 1 kPa a 180°C. Después, se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries). La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 9,7 mm²/s, un punto de fluidez de 5,0°C, un valor de ácido de 0,1 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 40 en una cantidad de 934,3 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 93,4%.

(Ejemplo Comparativo 28)

Se realizó un proceso de adsorción añadiendo 5 g de arcilla activada SA-1 (fabricada por Nihon Kassei Hakudo) y 5 g de alúmina activada DN-1A (fabricada por Mizusawa Chemical Industries) a 1000,0 g del producto esterificado en bruto del Ejemplo 28. La temperatura, la presión y el tiempo durante el proceso de adsorción fueron de 100°C, 1 kPa y tres horas, respectivamente. Después, la mezcla resultante se filtró. De esta manera, como producto final se obtuvo un éster que tenía una viscosidad cinemática (40°C) de 9,6 mm²/s, un punto de fluidez de 5,0°C, un valor de ácido de 0,7 mg KOH/g, un valor de hidroxilo de 0,1 mg KOH/g, y un número de color (APHA) de 90 en una cantidad de 968,2 g. El rendimiento del éster con respecto al producto esterificado en bruto que se sometió al tratamiento de neutralización fue del 96,8%.

Las Tablas 4 a 6 a continuación muestran los resultados de los Ejemplos 15 a 28 y de los Ejemplos Comparativos 15 a 28. En las Tablas 4 a 6, "Separación" muestra el estado de la separación de una capa de éster y una capa acuosa en el momento del tratamiento de neutralización. "O" significa que la separación es satisfactoria, y no ocurrió emulsión. "X" significa que la separación es mala, o que sí ocurrió la emulsión. "A" significa que se formó una capa emulsionada entre una capa de aceite y una capa acuosa, y la separación de las capas fue mala.

Tabla 4

	Materiales	Disolvente ^{a)} (partes en peso) ^{b)}	Separación	Rendim. (%)	Propiedades de los ésteres			Adsorbente
					Viscosidad Cinemática a 40°C (mm ² /s)	Valor de ácido (mgKOH/g)	Número de color APHA	
Ejemplo 15	Trimetilolpropano Ácido oleico	Tolueno (20) Isopropanol (15)	O	91,2	64,2	0,11	190	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ej. Com. 15	Trimetilolpropano Ácido oleico	20% Sulfato sódico	X	76,1	64,1	0,20	450	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ejemplo 16 Referencia	Trimetilolpropano Ácido caprílico	Tolueno (15)	O	91,5	16,7	0,12	50	Carbono activado Shirasagi C
Ej. Com. 16	Trimetilolpropano Ácido caprílico	--	Δ	90,1	16,7	0,16	60	Carbono activado Shirasagi C
Ejemplo 17 Referencia	Trimetilolpropano Ácido oleico, Dímero	n-Heptano (10)	O	93,4	540,6	0,6	210	Kyowaad 500SH
Ej. Com. 17	Trimetilolpropano Ácido oleico, Dímero	--	--	98,9	521,2	3,6	300	Kyowaad 500SH
Ejemplo 18	Trimetilolpropano Ácido caprílico, Ácido cáprico, Ácido adipico	Xileno (20) Etanol (15)	O	94,3	245,1	0,5	80	--
Ej. Com. 18	Trimetilolpropano Ácido caprílico, Ácido cáprico, Ácido adipico	Xileno (2) 10% Sulfato sódico	Δ	91,9	240,0	0,8	100	--
Ejemplo 19 Referencia	Trimetilolpropano Ácido oleico, Dímero	Tolueno (10)	O	92,6	227,6	0,01	90	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ej. Com. 19	Trimetilolpropano Ácido oleico, Dímero	Tolueno (2)	Δ	88,4	227,1	0,01	150	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1

a) Disolvente usado para la neutralización

b) Partes en peso por 100 partes en peso de producto esterificado en bruto

Tabla 5

	Materiales	Disolvente ^{a)} (partes en peso) ^{b)}	Separación	Rendim. (%)	Propiedades de los ésteres			Adsorbente
					Viscosidad Cinemática a 40°C (mm ² /s)	Valor de ácido (mgKOH/g)	Número de color APHA	
Ejemplo 20 Referencia	Dipentaeritritol Ácido 2-etilhexanoico	Tolueno (20)	O	94,9	143,6	0,01	60	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ej. Com. 20	Dipentaeritritol Ácido 2-etilhexanoico	Tolueno (20) 10% Sulfato sódico	X	86,3	143,6	0,01	120	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ejemplo 21 Referencia	Neopentilglicol n-heptanoico Ácido adipico	Xileno (20)	O	95,7	267,5	0,01	30	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ej. Com. 21	Neopentilglicol n-heptanoico Ácido adipico	10% Sulfato sódico	X	95,1	267,5	0,01	70	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ejemplo 22 Referencia	Neopentilglicol Ácido 2-etilhexanoico	Tolueno (8)	O	82,5	7,4	0,01	40	--
Ej. Com. 22	Neopentilglicol Ácido 2-etilhexanoico	--	Δ	81,0	7,4	0,01	50	--
Ejemplo 23 Referencia	Neopentilglicol Ácido 2-etilhexanoico	Tolueno (8)	O	93,5	7,4	0,01	50	Kyowaad 500SH
Ej. Com. 23	Neopentilglicol Ácido 2-etilhexanoico	--	Δ	90,0	7,4	0,01	60	Kyowaad 500SH
Ejemplo 24 Referencia	Pentaeritritol Ácido 2-etilhexanoico Ácido 3,5,5- trimetilhexanoico	Tolueno (10)	O	92,5	69,2	0,01	40	Kyowaad 500SH
Ej. Com. 24	Pentaeritritol Ácido 2-etilhexanoico Ácido 3,5,5- trimetilhexanoico	--	Δ	91,2	69,2	0,01	60	Kyowaad 500SH

a) Disolvente usado para la neutralización

b) Partes en peso por 100 partes en peso de producto esterificado en bruto

Tabla 6

	Materiales	Disolvente ^{a)} (partes en peso) ^{b)}	Separación	Rendim. (%)	Propiedades de los ésteres			Adsorbente
					Viscosidad Cinemática a 40°C (mm ² /s)	Valor de ácido (mgKOH/g)	Número de color APHA	
Ejemplo 25 Referencia	Pentaeritritol Ácido 2-etilhexanoico Ácido caprílico, Ácido cáprico	Ciclohexano (15)	0	91,5	69,2	0,11	60	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ej. Com. 25	Pentaeritritol Ácido 2-etilhexanoico Ácido caprílico, Ácido cáprico	10% Sulfato sódico	Δ	90,4	33,4	0,15	70	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ejemplo 26 Referencia	Pentaeritritol Ácido 3,5,5- trimetilhexanoico	Tolueno (10)	0	95,5	104,8	0,01	35	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ej. Com. 26	Pentaeritritol Ácido 3,5,5- trimetilhexanoico	Tolueno (1,5) 10% Sulfato sódico	X	92,6	104,8	0,01	60	Galleon Earth V2 Tomita AD300P
Ejemplo 27 Referencia	2-Etilhexanol Ácido esteárico	Tolueno (10) Isopropanol (10)	0	82,5	9,7	0,1	30	--
Ej. Com. 27	2-Etilhexanol Ácido esteárico	--	--	76,4	9,7	0,1	80	--
Ejemplo 28 Referencia	2-Etilhexanol Ácido esteárico	Tolueno (10) Isopropanol (10)	0	93,4	9,7	0,1	40	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1
Ej. Com. 28	2-Etilhexanol Ácido esteárico	--	--	96,8	9,6	0,7	90	Arcilla activada SA-1 Alúmina activada DN-1

a) Disolvente usado para la neutralización

b) Partes en peso por 100 partes en peso de producto esterificado en bruto

En cada uno de los Ejemplos 15 a 28, se consiguió un buen estado de separación en el momento del tratamiento de neutralización, y se obtuvo un éster que tenía un bajo valor de ácido y un número de color satisfactorio. Por otro lado, en los Ejemplos Comparativos 15 a 28, la emulsión ocurrió en el momento del tratamiento de neutralización, o se formó una capa emulsionada entre una capa de aceite y una capa acuosa y, por tanto, la separación de las capas fue mala.

Evaluación de los ésteres (Ejemplos 19 a 24 (Referencias) y Ejemplos Comparativos 19 a 24)

Se realizan ensayos en tubo cerrado herméticamente respecto a los ésteres obtenidos en los Ejemplos 19 a 24 y los Ejemplos Comparativos 19 a 24, y se evaluó la estabilidad térmica de los ésteres obtenidos. Adicionalmente, para investigar las impurezas conductoras disueltas en los ésteres, se midió la resistividad volumétrica de los ésteres. Los métodos para estos ensayos se muestran a continuación.

(a) Ensayo en tubo cerrado herméticamente

Diez gramos de un éster cuyo contenido de humedad se ha ajustado a 1.000 ppm, 5 g de hidrofluorocarbono R-407C (proporción en peso hidrofluorocarbono R-134a: hidrofluorocarbono R-125: hidrofluorocarbono R-32) = 52:25:23), y piezas de hierro, cobre, y aluminio que tenían una longitud de 10 mm se pusieron en un tubo de vidrio, y el tubo de vidrio se cerró herméticamente. Éste se calentó a 175°C durante 14 días, y después el valor de ácido y el número de color (APHA) de los ésteres (ésteres para aceites de base), se investigaron y se compararon con los de antes del calentamiento.

(b) Propiedades de aislamiento eléctrico

Se midió la resistividad volumétrica de los ésteres a 25°C (JIS C2101).

La Tabla 7 muestra los resultados de medición de los ensayos descritos anteriormente.

Tabla 7

	(a) Ensayo en tubo cerrado herméticamente				(b) Resistiv. volumétrica (Ω·cm)
	Valor de ácido (mgKOH/g)		número de color APHA		
	Antes del calentam.	Después del calentam.	Antes del calentam.	Después del calentam.	
Ejemplo 19	0,01	0,02	90	100	6,4 X 10 ¹⁴
Ej. Com. 19	0,01	0,06	150	210	3,9 X 10 ¹⁴
Ejemplo 20	0,01	0,02	60	80	5,8 X 10 ¹⁴
Ej. Com. 20	0,01	0,12	120	190	3,3 X 10 ¹²
Ejemplo 21	0,01	1,2	30	90	2,6 X 10 ¹³
Ej. Com. 21	0,01	3,9	70	270	8,2 X 10 ¹²
Ejemplo 22	0,01	0,02	40	60	2,4 X 10 ¹³
Ej. Com. 22	0,01	0,03	50	70	1,1 X 10 ¹³
Ejemplo 23	0,01	0,5	50	70	2,2 X 10 ¹³
Ej. Com. 23	0,01	0,9	60	80	1,0 X 10 ¹³
Ejemplo 24	0,01	0,01	40	50	4,6 X 10 ¹⁴
Ej. Com. 24	0,01	0,08	60	100	2,3 X 10 ¹⁴

Los resultados del ensayo en tubo cerrado herméticamente indican que en los ésteres de los Ejemplos 19 a 24 (Referencias) el aumento del valor de ácido y el aumento del número de color (APHA) después de los ensayos fueron sorprendentemente bajos, lo que indica que tienen una excelente estabilidad térmica. Adicionalmente, las altas resistividades volumétricas de los ésteres indican que los contenidos de las impurezas conductoras en los ésteres son pequeños.

De acuerdo con el método para producir los ésteres de la presente invención, los productos esterificados en bruto obtenidos mediante una reacción de un alcohol y un ácido carboxílico pueden neutralizarse sin provocar una mala separación de las capas o emulsificación y, de esta manera, pueden producirse ésteres de alta calidad con un alto rendimiento.

El método de producción de la presente invención se usa para producir diversos tipos de ésteres. Por ejemplo, un éster de cera que tiene un alto punto de fusión obtenido mediante la presente invención tiene un pequeño contenido de una sustancia poco volátil y características de intervalo de fusión estrecho, de manera que puede usarse eficazmente, por ejemplo, como un agente de liberación para tóner. Los ésteres altamente viscosos, que son líquidos a temperatura ambiente y que pueden obtenerse mediante la presente invención, tienen una estabilidad térmica y propiedades de aislamiento eléctrico excelentes. Por lo tanto, pueden usarse en aplicaciones en las que se requieren altos niveles de estabilidad térmica y propiedades de aislamiento eléctrico, por ejemplo, como lubricantes para refrigerar aceite para maquinarias y grasa especial.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir un éster cuyo punto de fusión es de 50 a 100°C, que comprende:
hacer reaccionar un alcohol con un ácido carboxílico para obtener un producto esterificado en bruto; y
5 añadir de 5 a 60 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo al producto esterificado en bruto con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto, añadir de 3 a 50 partes en peso de un disolvente que es un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono al producto esterificado en bruto y realizar la neutralización usando una solución acuosa alcalina,
10 en el que el disolvente de hidrocarburo es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en tolueno, xileno y ciclohexano.
2. El método para producir un éster de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el disolvente de alcohol se añade en una proporción de 3 a 30 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto.
15
3. Un método para producir un éster cuya viscosidad cinemática a 40°C es de 60 a 50.000 mm²/s, que comprende:
hacer reaccionar un alcohol con un ácido carboxílico para obtener un producto esterificado en bruto; y
20 añadir de 5 a 60 partes en peso de un disolvente de hidrocarburo al producto esterificado en bruto con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto, añadir de 3 a 50 partes en peso de un disolvente que es un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono al producto esterificado en bruto y realizar la neutralización usando una solución acuosa alcalina,
25 en el que el disolvente de hidrocarburo es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en tolueno, xileno y ciclohexano.
4. El método para producir un éster de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el disolvente de alcohol se añade en una proporción de 3 a 30 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del producto esterificado en bruto.

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

La lista de referencias citadas por el solicitante es, únicamente, para conveniencia del lector. No forma parte del documento de patente europea. Si bien se ha tenido gran cuidado al compilar las referencias, no pueden excluirse errores u omisiones y la OEP declina toda responsabilidad a este respecto.

5

Documentos de patente citados en la descripción

10

- JP 6271881 A [0004]
- JP 7118681 A [0004]
- JP 9316479 A [0004]
- JP 11080766 A [0005]
- EP 343916 A2 [0006]