

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 637 630**

51 Int. Cl.:

C09F 1/04 (2006.01)

C09D 11/00 (2014.01)

C09D 11/08 (2006.01)

C08L 93/04 (2006.01)

C09J 193/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.09.2008 E 12184851 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017 EP 2570464**

54 Título: **Colofonias dimerizadas con base de agua y proceso para su preparación**

30 Prioridad:

20.09.2007 EP 07075826

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

13.10.2017

73 Titular/es:

**LAWTER, INC (100.0%)
200 North La Salle Street, Suite 2600
Chicago, IL 60601, US**

72 Inventor/es:

**HAZEN JOHN y
KESSELLAER IVO**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques
o Bemerkungen) en el folleto original publicado
por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 637 630 T3

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

DESCRIPCIÓN

Colofonias dimerizadas con base de agua y proceso para su preparación

La presente invención se relaciona con un método para preparar colofonias dimerizadas dispersables en agua en presencia de un nivel extremadamente bajo de catalizador ácido de dimerización. La presente invención se relaciona también con su uso como resina aglutinante, sólida o en agua, y resina para tintas, y una composición adhesiva y una composición para tintas que comprende la resina de colofonia.

Se han publicado muchos métodos para la dimerización de colofonia. Los métodos previos describen el uso de ácidos inorgánicos fuertes, tales como ácido sulfúrico como catalizador, patentes de los Estados Unidos 2,136,525, 2,108,982, 2,307,641, 2,328,681, 2,515,218, 2,251,806, 2,532,120 y 4,105,462.

Se han descrito métodos alternativos que utilizan polímeros sulfonados, patentes de los Estados Unidos 4,414,146, o ácido metanosulfónico halogenado, patentes de los Estados Unidos 4,339,377 y 4,172,070.

Métodos alternativos adicionales describen el uso de ácido fórmico como catalizador en las patentes de los Estados Unidos 2,375,618, 2,492,146, 4,536,333.

El documento GB 337733 A divulga un proceso para modificar las propiedades físicas de resinas que contienen ácidos orgánicos de alto peso molecular, por ejemplo goma éster, en la que la resina se calienta bajo presión atmosférica o superior con compuestos orgánicos de los ácidos oxígenos del azufre o sus derivados de cloro, por ejemplo ácidos sulfónicos aromáticos o cloruros.

La técnica anterior usa procesos que incluyen una etapa final de lavado y eliminación del catalizador añadiendo complejidad y costes al proceso.

Es un objeto de la presente invención proveer un proceso que utiliza un catalizador que puede ser usado en un nivel extremadamente bajo y/o un catalizador que ayude en la subsecuente aplicación del producto eliminando por lo tanto la necesidad de una costosa etapa de lavado y eliminación del catalizador.

La presente invención resuelve las desventajas identificadas más arriba mediante el uso de ácidos sulfónicos carboxilados como catalizadores para producir colofonia dimerizada. El proceso elimina la necesidad de eliminación del catalizador por la alta actividad del catalizador de la invención.

La presente invención también se relaciona con una composición adhesiva que comprende un aglutinante de colofonia dimerizada hecha con el presente método.

La presente invención se relaciona además con resinas para la aplicación en tintas que comprenden la colofonia dimerizada como bloque de construcción.

La presente invención también se relaciona con una composición para tintas que comprende una resina para tintas basada en la colofonia dimerizada.

El método de la invención para producir colofonia dimerizada se basa en ácidos sulfónicos carboxilados como catalizador. En una realización, los derivados de ácido sulfónico carboxilado como por ejemplo ácido sulfosuccínico, ácido 5-sulfosalicílico o ácido 4-sulfóftálico se usan como catalizador en 0.1 a 1 por ciento en peso de colofonia. En el método preferido se usa ácido 4-sulfosalicílico como catalizador. El catalizador puede dejarse en el producto final u opcionalmente neutralizado con un álcali tal como hidróxido de potasio o aminas.

El método de la invención para producir colofonia dimerizada, para aplicación subsecuente en dispersiones con base de agua tal como aglutinantes con base de agua, se basa en surfactantes sulfonados como catalizador.

La producción de dispersiones con base de agua tal como un aglutinante con base de agua requiere de surfactantes para ayudar en el proceso de emulsificación y estabilizar la dispersión final. Los surfactantes sulfonados son surfactantes bien conocidos y usados ampliamente en muchas aplicaciones. En el proceso de la realización se usa surfactante sulfonado como catalizador para producir colofonia dimerizada. El catalizador no requiere una etapa de separación y puede ser usado a un nivel más alto de 1 a 5 por ciento en peso de colofonia, típico para el nivel de surfactante en formulaciones para preparar aglutinantes con base de agua. En el proceso de emulsificación subsecuente solo se necesita adición de álcali tal como hidróxido de potasio o amina para producir una dispersión aglutinante con base de agua. El surfactante sulfonato juega un doble papel. Primero como catalizador para la dimerización de la colofonia u luego como neutralización subsecuente para formar un emulsificador para preparar aglutinante con base de agua.

Ejemplos

Ejemplo 1

- 5 Después de la adición de 1000 g de colofonia de goma china y 20 g de ácido 4-sulfóftálico a 135 ° C en un reactor de vidrio, el contenido se agita y se mantiene durante 4 horas. A continuación, la mezcla se calienta a 160 ° C y se mantiene durante otras 4 horas.

Análisis: punto de ablandamiento: 92°C (R&B); valor de ácido: 150 mg de KOH/g; color (tolueno, 50%): Gardner 7; colofonia dimerizada (GPC; detector RI) 41%.

Ejemplos comparativos

Ejemplo 2

- 10 Después de la adición de 100g de goma china y 38 g de ácido dodecil benceno sulfónico a 140 ° C en un reactor de vidrio, el contenido se agita y mantiene durante 4 horas.

Análisis: Punto de ablandamiento: 84° C (R&B); valor de ácido: 152mg de KOH/g; color (tolueno al 50%): Gardner 8; colofonia dimerizada (GPC; detector RI): 29%.

Ejemplo 3

- 15 La resina se colofonia del ejemplo 2, 1000g, es fundida a 110°C en un vaso de acero. Con agitación se agrega trietanolamina 25g. Con agitación, se agrega agua (60° C) durante un tiempo de 15 minutos. Se enfría la dispersión final.

Análisis: Sólidos 52%; viscosidad 240 mPas; tamaño de partícula (media): 0.28µm; pH: 7.5.

Experimento usando p-TSA (cantidad equivalente a38g de dodecil benceno sulfonato del ejemplo 2.

20 Ejemplo 4

Después de la adición de 1000g de aceite de colofonia de madera (TOR) y 20 g de p-TSA a 135° C en un reactor de vidrio, el contenido se agita y mantiene durante 4 horas.

La temperatura se incrementa a 150° C y se mantiene por otra hora. Se agregan 13 Kg de solución de KOH en agua (50%).

- 25 Análisis: Punto de ablandamiento: 83°C (R&B); valor de ácido: 146 mg de KOH/g; colofonia dimerizada (GPC; detector RI): 22%.

Ejemplo 5

La resina de colofonia del ejemplo 4, 1000g, es fundida a 110°C en un vaso de acero. Con agitación se agregan 1000g de agua a 60° C durante un tiempo de 15 minutos.

- 30 Se enfría el contenido.

Análisis: No hay signos de emulsificación ni punto de inversión.

Dos fases en donde una es la resina de colofonia sólida y la otra es agua.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir una colofonia dimerizada poniendo en contacto una colofonia con un catalizador que es un ácido sulfónico carboxilado, en donde el catalizador se deja en el producto final de colofonia dimerizada.
- 5 2. El método de la reivindicación 1, en donde el catalizador se selecciona del grupo que consiste de ácido sulfosuccínico, ácido 5-sulfosalicílico, ácido 5-sulfoisoftálico y ácido 4-sulfóftálico.
3. El método de la reivindicación 2, en donde el catalizador es ácido 5-sulfosalicílico.
4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 2-3, en donde el catalizador se usa a un nivel de 0,1 a 1 por ciento en peso con base de colofonia.
- 10 5. El método de la reivindicación 1, en donde el catalizador se usa a un nivel de 1 a 5 por ciento en peso con base de colofonia.
6. El uso de la colofonia dimerizada hecha de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5 como una resina aglutinante en agua.