(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
21. Februar 2008 (21.02.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/019801 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
C08L 23/06 (2006.01) *C09D 17/00* (2006.01)
C08L 23/10 (2006.01) *C08L 23/08* (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2007/007081

(22) Internationales Anmeldedatum:
10. August 2007 (10.08.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2006 037 832.6 12. August 2006 (12.08.2006) DE
10 2006 039 913.7 25. August 2006 (25.08.2006) DE

(71) Anmelder *(für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US)*: **CLARIANT INTERNATIONAL LTD** [CH/CH]; Rothausstrasse 61, CH-4132 Muttenz 1 (CH).

(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder *(nur für US)*: **KLING, Reinhold** [DE/DE]; Schumannstrasse 19, 86368 Gersthofen (DE). **BERNHARDT, Uwe** [DE/DE]; Weinberg 18d, 56130 Bad Ems (DE).

(74) Anwälte: **HÜTTER, Klaus** usw.; Clariant Produkte (Deutschland) GmbH, Group Intellectual Property, Am Unisys-Park 1, 65843 Sulzbach (DE).

(81) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart)*: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart)*: ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:
— *mit internationalem Recherchenbericht*

(54) Title: HIGHLY FILLED COLORANT COMPOSITION FOR COLORING OLEFINIC AND ALSO NONOLEFINIC PLASTICS

(54) Bezeichnung: HOCHGEFÜLLTE FARBMITTELZUSAMMENSETZUNG ZUM EINFÄRBEN OLEFINISCHER WIE NICHT-OLEFINISCHER KUNSTSTOFFE

(57) Abstract: A colorant composition comprising finely distributed colorants and a plurality of polyolefin waxes, wherein a metallocene polyolefin wax having a viscosity in the range from 3000 to 80 000 mPa.s and optionally further waxes, for example polar or nonpolar non-metallocene polyolefin waxes or homo- and/or copolymers of ethylene and/or propylene are present. All polyolefin waxes together make up at least 50% by weight of the formulation and melt in the temperature range between 50 and 170°C. The inventive colorant composition has reduced dusting and is used for the production of colored plastics parts.

(57) Zusammenfassung: Farbmittelzusammensetzung, enthaltend fein verteilte Farbmittel und mehrere Polyolefmwachse, wobei ein Metallocen-Polyolefinwachs mit einer Viskosität im Bereich von 3000 bis 80 000 mPa.s und optional weitere Wachse, wie z.B. polare oder unpolare Nicht-Metallocen-Polyolefinwachse oder Homo- und/oder Copolymere des Ethylens und/oder Propylens enthalten sind. Alle Polyolefinwachse machen zusammen mindestens 50 Gew.-% der Rezeptur aus und schmelzen im Temperaturbereich zwischen 50 und 170°C. Die erfindungsgemäße Farbmittelzusammensetzung ist staubreduziert und wird für die Herstellung von gefärbten Kunststoffteilen verwendet.

WO 2008/019801 A1

Beschreibung

Hochgefüllte Farbmittelzusammensetzung zum Einfärben und Modifizieren olefinischer wie nichtolefinischer Kunststoffe

Die vorliegende Erfindung betrifft eine hochgefüllte Farbmittelzusammensetzung, mit der die gleichmäßige Dispergierung von Pigmenten in Kunststoffen verbessert wird und mit der gleichzeitig die Kunststoffmatrix vor Licht geschützt werden kann.

Die Erfindung betrifft auch die Verwendung von copolymeren, niedermolekularen Wachsen für das Herstellen von Darreichungsformen, bei denen die Wachse zu einem Großteil mittels Metallocen-Katalysatoren hergestellt werden, einen niederen Tropfpunkt, eine hohe Transparenz und hohe Viskosität aufweisen. Durch die Verwendung dieser Wachse wird die Dispergierung von Pigmenten deutlich verbessert, die Pigmentladung kann erhöht werden, es tritt eine bessere Verträglichkeit zu unterschiedlichen Polymeren ein und auf einen polymeren Träger kann verzichtet werden.

Kunststoffe werden üblicherweise unter Verwendung von Pigmentkonzentraten eingefärbt. Die im Extrusionsverfahren hergestellten Pigmentkonzentrate, weisen Pigmentgehalte im Bereich von 10 bis 75 Gew.-% auf und enthalten einen polymeren Träger sowie verschiedene weitere Additive wie Wachse und andere Dispergiermittel, die den Einarbeitungsprozess unterstützen und für eine möglichst gleichmäßige Verteilung (= Dispergierung) der Pigmente sorgen.

Um mit der Einfärbung gleichzeitig eine Lichtschutz-Modifizierung des Kunststoffes durchzuführen, können der Mischung in einer besonderen Ausführungsform der Erfindung noch Lichtschutzmittel, wie UV Absorber , Nickel Stabilisatoren, oder HALS Produkte oder Kombinationen dieser Produkte in einem höherem Umfang zugegeben

An derartige Pigmentkonzentrate werden hohe Anforderungen gestellt:

Die Pigmente sollten optimal verteilt sein, da ungenügende Dispergierung der Pigmente zu Pigmentagglomeraten und Stippenbildungen im Endprodukt führen kann, was z.B. eine Folie sein kann. Auch können Stippen leicht zur Schwächung der mechanischen Eigenschaften des Endproduktes führen, eine vorzeitige Rissbildung am Endartikel tritt ein.

Für die Herstellung von staubfreien, granulat- und pulverförmigen Pigment- und Farbstoffpräparationen sind zurzeit folgende einstufige oder mehrstufige Verfahren bekannt:

Die Pigment-Trägermaterialvormischungen können durch eine Kalt- oder durch eine Heißmischung erfolgen. Im Anschluss daran kann eine Schmelzemischung in einem geeigneten Extruder oder in Knetern durchgeführt werden. Daran schließt sich eine Granulierung, Vermahlung oder Versprühung an.

Eine Kaltmischung besteht aus geeigneten Polymerträgern, wie Polyethylen, Polypropylen oder Ethylenvinylacetatcopolymer und ähnlichen und zusätzlich weiteren Dispergierhilfsmitteln wie Wachsen, Fettsäurederivaten, Stearaten etc. Der Nachteil dieser Mischungen ist die unzureichende Vorbenetzung der Pigmente durch den Mischprozess, was sich in einer hohen Staubentwicklung bemerkbar macht.

Beim Heißmischprozess enthält der Mischansatz ähnlich wie bei der Kaltmischung Trägermaterialien wie auch Wachse, nur wird hier über den intensiven Eintrag von Friktionsenergie eine Agglomeration der Mischung erreicht und damit Staubfreiheit und eine höhere Schüttdichte erzielt.

In der DE-A-15 44 830 wird eine Pigmentzubereitung offenbart, bei der die Pigmentpartikel von einem amorphen Homo- oder Mischpolymerisat aus Propylen, Buten-1 und Hexen-1 oder einem Propylen-Ethylen-Blockpolymerisat umhüllt sind. Bei der Herstellung der Pigmentzubereitung sind Filtrations- und Trocknungsschritte erforderlich.

Die DE-A-12 39 093 beschreibt Trägermaterialien auf Basis einer Mischung aus einem amorphen Ethylen-Propylen-Block-Mischpolymerisat und einem kristallinen Polypropylen für die Herstellung von Pigmentkonzentraten.

Die DE-A-26 52 628 bezieht sich auf die Verwendung von Polypropylenwachsen mit einer Viskosität von 500 bis 5000 mPa·s (170°C) und einem isotaktischen Anteil von 40 bis 90 %.

In der DE-A-195 16 387 wird beschrieben, wie eine hocheffektive Dispergierung durch ein Dispergiermittel erreicht werden kann, das eine Mischung verschiedener Polyolefinkomponenten und spezieller Polyacrylsäureester enthält.

In der JP-A-88/88287 werden Präparationen beschrieben, die aus Pigment, Gleitmittel, Füllstoffen und einem amorphen Polyolefin bestehen.

Die DE-A-26 08 600 betrifft Pigmentkonzentrate zum Einfärben von thermoplastischen Kunststoffen, enthaltend Pigment, Polyolefinwachs, ein Ethylenvinylacetat-Copolymer und kolloidale Kieselsäure.

Die WO 01/64800 betrifft die Verwendung von mittels Metallocenkatalysatoren synthetisierten Polyolefinwachse als Dispergierhilfsmittel für Pigmente in einer Kunststoffmatrix. In den angeführten Beispielen wird ein organischer Pigmentgehalt von 30 % beschrieben.

Alle bisher in der Praxis eingesetzten Pigmentpräparationen für die Polymereinfärbung enthalten vorzugsweise das einzufärbende Polymer, sowie teilweise unverträgliche Bestandteile. Bei Einsatz in anderen Polymeren sind die bekannten Pigmentpräparationen auf Grund des ungünstigeren Trägermaterials bei gleichem Pigmentanteil farbschwächer und trüber. Spezielle Darreichungsformen sind aufwändiger und können nicht mit den gleichen, hohen Farbmittelkonzentrationen wie nachfolgend beschriebenes Eigenschaftsprofil hergestellt werden.

Üblicherweise muss bei der Herstellung von organischen Pigment-Darreichungsformen im zweistufigen Verfahren mit einem Pigmentanteil von 40 Gew.-% und weniger gearbeitet werden, da durch den hohen Pigmentanteil die Strangfestigkeit der produzierten Darreichungsformen gering ist. Stranggranulierung ist bei der Herstellung dieser Darreichungsformen Stand der Technik. Eine Möglichkeit dies zu verbessern, wäre der Einsatz von Polymeren mit einem niederen Schmelzflussindex MFI, was gleichbedeutend ist mit einer höheren Schmelzefestigkeit und daher weniger Strangbruch bedeutet. Polymere, die einen geringeren MFI haben, verteilen sich aber im Endprodukt schlechter, was zur Folge hat, dass Farbunterschiede in Form von Farbschlieren im Endprodukt erkennbar werden.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand darin, staubfreie Farbmittelzubereitungen für die Polymereinfärbung mit einem möglichst hohen Anteil organischer und anorganischer Pigmente zu beladen, damit die Fertigung von Compounds und die Direkteinfärbung von Plastomeren und Elastomeren ökonomisch und ökologisch vorteilhaft mit einem einheitlichen Trägersystem bewerkstelligt werden kann und so Produkte von hochwertiger Qualität liefert. Auf einen herkömmlichen polymeren Träger soll dabei möglichst verzichtet werden, wodurch zum einen Darreichungsformen mit einem deutlich höheren Pigmentanteil möglich sind und zum anderen die gefertigten Darreichungsformen in deutlich mehr Polymere mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung als bisher eingesetzt werden können, weil die Verträglichkeit zunimmt.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, durch eine Farbmittelzusammensetzung aus einem Gemisch aus Wachs und Polymer, das ein Metallocenwachs enthält, das ist ein Wachs, das in Gegenwart von Metallocenen als Katalysator hergestellt wird. Die so hergestellte Farbmittelzusammensetzung wird in einem speziellen Extrusionsprozess zu den erfindungsgemäßen Darreichungsformen compoundiert, die Mischung kann alternativ aber auch direkt für die Kunststoffeinfärbung verwendet werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine Farbmittelzusammensetzung, enthaltend

i) ein oder mehrere fein verteilte Farbmittel,
ii) ein oder mehrere Metallocen-Polyolefinwachse, sowie
iii) optional ein oder mehrere Wachse ausgewählt aus polaren und unpolaren Nicht-Metallocen-Polyolefinwachsen und
iv) gegebenenfalls ein oder mehrere Homo- und/oder Copolymere des Ethylens oder Propylens

deren Kennzeichenmerkmale darin zu sehen sind, dass die Metallocen-Polyolefinwachse in einer Menge von wenigstens 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der in der Farbmittelzusammensetzung enthaltenen Wachse und/oder Copolymere, vorliegen, dass die Metallocen-Polyolefinwachse eine Schmelzviskosität, gemessen bei einer Temperatur von 170 °C, im Bereich von 3000 bis 80 000 mPa·s, vorzugsweise von 3100 bis 35 000 mPa·s, insbesondere von 3200 bis 10 000 mPa·s besitzen und dass. die Farbmittelzusammensetzung ein oder mehrere Farbmittel in einer Menge im Bereich von 40 bis 85 Gew.-% enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht der Farbmittelzusammensetzung.

Die erfindungsgemäße Farbmittelzusammensetzung zeichnet sich durch einen besonders hohen Farbmittel- und Füllstoffanteil im Bereich von 40 bis 85 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Farbmittelzusammensetzung, aus und dadurch, dass sie mit den Einsatzpolymeren eine sehr gute Verträglichkeit besitzt, wodurch weitestgehend negative Beeinträchtigungen der mechanischen Eigenschaften der Einsatzpolymeren ausgeschlossen werden.

Alle wachsartigen oder polymeren Bestandteile der erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzung schmelzen bei Temperaturen im Bereich von 50 bis 170°C.

Erfindungsgemäß bevorzugte Farbmittelzusammensetzungen enthalten 40 bis 85 Gew.-%, vorzugsweise 45 bis 80 Gew.-%, eines organischen oder

anorganischen Farbmittels und 7,5 bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 8,5 bis 55 Gew.-%, des Metallocen-Polyolefinwachses, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Farbmittelzusammensetzung.

Zusätzlich kann die erfindungsgemäß bevorzugte Farbmittelzusammensetzung noch 0,1 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 25 Gew.-%, an funktionellen Anteilen zur Verbesserung der Benetzung und der Kompatibilität in Form von Nicht-Metallocen-Polyolefinwachsen oder Homo- und/oder Copolymeren des Ethylens oder Propylens sowie 0 bis 50 Gew.-% üblicher Füllstoffe oder Additive enthalten.

Ferner können Copolymerwachse aus Propylen und 0,1 bis 50 % Ethylen und/oder 0,1 bis 50 % mindestens eines verzweigten oder unverzweigten 1-Alkens mit 4 bis 20 C-Atomen mit einem Tropfpunkt (Ring/Kugel) zwischen 80 und 170°C in der Farbmittelzusammensetzung enthalten sein.

Die in Gegenwart von Metallocen als Katalysator hergestellten Wachse sind weitgehend oder vollkommen amorph und können zusätzlich bei Bedarf polar modifiziert sein.

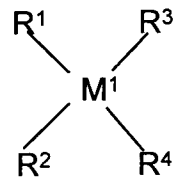
Als Nicht-Metallocen-Polyolefinwachse sind zum einen besonders Ethylen-Vinylacetat-Copolymer Wachse mit einem Tropfpunkt zwischen 90 und 120 °C, einem Vinylacetatgehalt von 1 bis 30 % und einer Viskosität von 50 bis 3000 mPa·s, vorzugsweise von 50 bis 1500 mPa·s, bei einer Temperatur von 140°C, zum anderen auch unpolare, aber auch polare Nicht-Metallocen-Wachse mit einem Tropfpunkt im Bereich von 90 bis 120°C und einer Viskosität von kleiner als 30 000 mPa·s, vorzugsweise von kleiner als 15 000 mPa·s, bei einer Temperatur von 140°C, geeignet.

Als Nicht-Metallocen-Polyolefinwachse kommen Homopolymerisate des Ethylens oder höherer 1-Olefine mit 3 bis 10 C-Atomen oder deren Copolymerisate untereinander in Frage. Bevorzugt weisen die Polyolefinwachse eine

gewichtsmittlere Molmasse M_w zwischen 1000 und 20 000 g/mol und eine zahlenmittlere Molmasse M_n zwischen 500 und 15 000 g/mol auf.

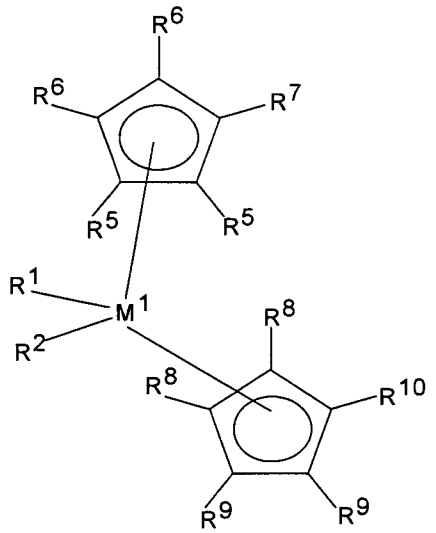
Weiter können Copolymere des Ethylens vorteilhaft als Verträglichkeitsvermittler in der erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzung eingesetzt werden. Als Copolymere des Ethylens kommen hier zum Beispiel Ethylen-Methylacrylat-Copolymere, Ethylen-Ethylacrylat-Copolymere, Ethylen-Butylacrylat-Copolymere oder Ethylen-Vinylacetat-Copolymere in Frage. Diese Produkte besitzen typischerweise einen Comonomeranteil von 10 bis 20 %, sowie einen Schmelzindex bei 190°C und 2,16 kg von 1 bis 10 g/10 min. Im weiteren Verlauf der Beschreibung werden sie als "Copolymere des Ethylens" bezeichnet.

Für die Herstellung der erfindungsgemäß verwendeten Metallocen-Polyolefinwachse werden Metallocenverbindungen der Formel I eingesetzt.



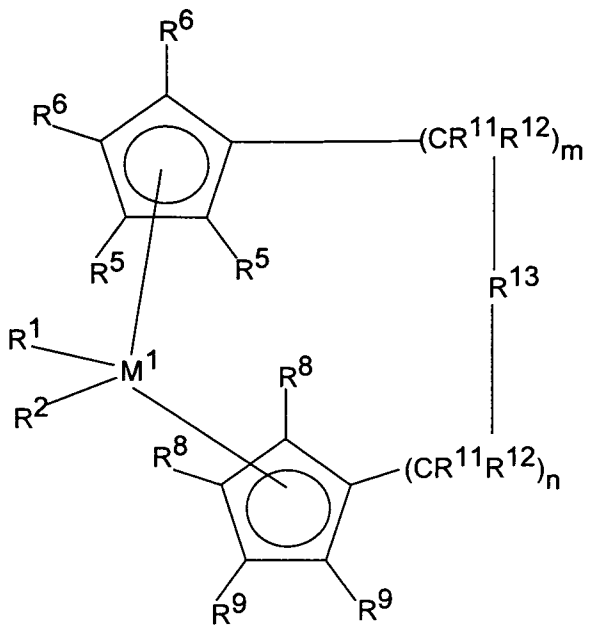
(I)

Diese Formel umfasst auch Verbindungen der Formel Ia,



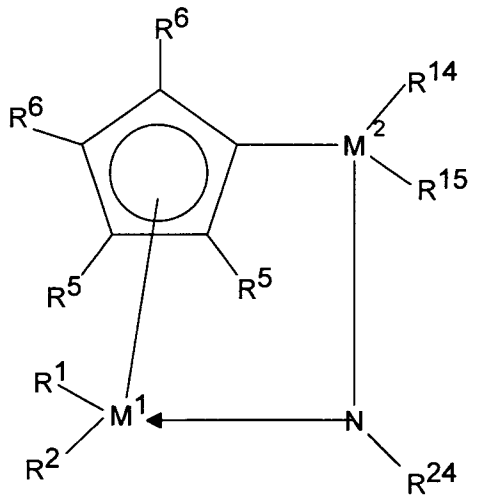
(Ia)

der Formel Ib



(Ib)

und der Formel Ic



(Ic)

In den Formeln I, Ia und Ib ist M^1 ein Metall der Gruppe IVb, Vb oder VIb des Periodensystems, beispielsweise Titan, Zirkonium, Hafnium, Vanadium, Niob, Tantal, Chrom, Molybdän, Wolfram, vorzugsweise Titan, Zirkonium, Hafnium.

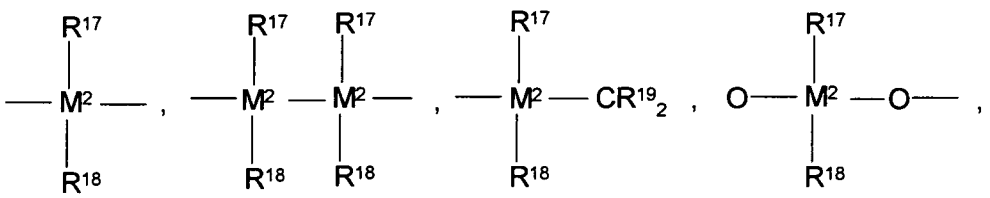
R^1 und R^2 sind gleich oder verschieden und bedeuten ein Wasserstoffatom, eine C_1-C_{10}, vorzugsweise C_1-C_3-Alkylgruppe, insbesondere Methyl, eine C_1-C_{10}-, vorzugsweise C_1-C_3-Alkoxygruppe, eine C_6-C_{10}, vorzugsweise C_6-C_8-Arylgruppe,

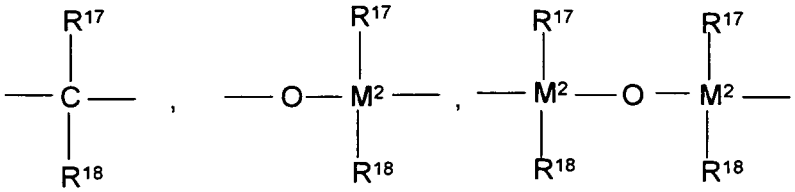
eine C_6-C_{10}-, vorzugsweise C_6-C_8-Aryloxygruppe, eine C_2-C_{10}, vorzugsweise C_2-C_4-Alkenylgruppe, eine C_7-C_{40}-, vorzugsweise C_7-C_{10}-Arylalkylgruppe, eine C_7-C_{40}-, vorzugsweise C_7-C_{12}-Alkylarylgruppe, eine C_8-C_{40}-, vorzugsweise C_8-C_{12}-Arylalkenylgruppe oder ein Halogen-, vorzugsweise Chloratom.

R^3 und R^4 sind gleich oder verschieden und bedeuten einen ein- oder mehrkernigen Kohlenwasserstoffrest, welcher mit dem Zentralatom M^1 eine Sandwichstruktur bilden kann. Bevorzugt sind R^3 und R^4 Cyclopentadienyl, Indenyl, Tetrahydroindenyl, Benzoindenyl oder Fluorenyl, wobei die Grundkörper noch zusätzliche Substituenten tragen oder miteinander verbrückt sein können. Außerdem kann einer der Reste R^3 und R^4 ein substituiertes Stickstoffatom sein, wobei R^{24} die Bedeutung von R^{17} hat und vorzugsweise Methyl, tert.-Butyl oder Cyclohexyl ist.

R^5, R^6, R^7, R^8, R^9 und R^{10} sind gleich oder verschieden und bedeuten ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, vorzugsweise ein Fluor-, Chlor- oder Bromatom, eine C_1-C_{10}-, vorzugsweise C_1-C_4-Alkylgruppe, eine C_6-C_{10}-, vorzugsweise C_6-C_8-Arylgruppe, eine C_1-C_{10}-, vorzugsweise C_1-C_3-Alkoxygruppe, einen $-NR^{16}_2$-, $-SR^{16}$-, $-OSiR^{16}_3$-, $-SiR^{16}_3$- oder $-PR^{16}_2$-Rest, worin R^{16} eine C_1-C_{10}-, vorzugsweise C_1-C_3-Alkylgruppe oder C_6-C_{10}-, vorzugsweise C_6-C_8-Arylgruppe oder im Falle Si oder P enthaltender Reste auch ein Halogenatom, vorzugsweise Chloratom ist oder je zwei benachbarte Reste R^5, R^6, R^7, R^8, R^9 oder R^{10} bilden mit den sie verbindenden C-Atomen einen Ring. Besonders bevorzugte Liganden sind die substituierten Verbindungen der Grundkörper Cyclopentadienyl, Indenyl, Tetrahydroindenyl, Benzoindenyl oder Fluorenyl.

R^{13} ist





$=BR^{17}$, $=AlR^{17}$, -Ge-, -Sn-, -O-, -S-, =SO, $=SO_2$, $=NR^{17}$, =CO, $=PR^{17}$ oder $=P(O)R^{17}$, wobei R^{17}, R^{18} und R^{19} gleich oder verschieden sind und ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, vorzugsweise ein Fluor-, Chlor- oder Bromatom, eine C_1-C_{30}-, vorzugsweise C_1-C_4-Alkyl-, insbesondere Methylgruppe, eine C_1-C_{10}-Fluoralkyl-, vorzugsweise CF_3-Gruppe, eine C_6-C_{10}-Fluoraryl-, vorzugsweise Pentafluorphenylgruppe, eine C_6-C_{10}-, vorzugsweise C_6-C_8-Arylgruppe, eine C_1-C_{10}-, vorzugsweise C_1-C_4-Alkoxy-, insbesondere Methoxygruppe, eine C_2-C_{10}, vorzugsweise C_2-C_4-Alkenylgruppe, eine C_7-C_{40}-, vorzugsweise C_7-C_{10}-Aralkylgruppe, eine C_8-C_{40}-, vorzugsweise C_8-C_{12}-Arylalkenylgruppe oder eine C_7-C_{40}, vorzugsweise C_7-C_{12}-Alkylarylgruppe bedeuten, oder R^{17} und R^{18} oder R^{17} und R^{19} bilden jeweils zusammen mit den sie verbindenden Atomen einen Ring.

M^2 ist Silizium, Germanium oder Zinn, bevorzugt Silizium und Germanium. R^{13} ist vorzugsweise $=CR^{17}R^{18}$, $=SiR^{17}R^{18}$, $=GeR^{17}R^{18}$, -O-, -S-, =SO, $=PR^{17}$ oder $=P(O)R^{17}$.

R^{11} und R^{12} sind gleich oder verschieden und haben die für R^{17} genannte Bedeutung. m und n sind gleich oder verschieden und bedeuten null, 1 oder 2, bevorzugt null oder 1, wobei m plus n null, 1 oder 2, bevorzugt null oder 1 ist.

R^{14} und R^{15} haben die Bedeutung von R^{17} und R^{18}.

Beispiele für geeignete Metallocene sind:

Bis(1,2,3-trimethylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(1,2,4-trimethylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(1,2-dimethylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,

Bis(1,3-dimethylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(1-methylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(1-n-butyl-3-methyl-cyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(2-methyl-4,6-di-i.propyl-indenyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(2-methylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(4-methylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(5-methylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(alkylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(alkylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(cyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(indenyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(methylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(n-butylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(octadecylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(pentamethylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Bis(trimethylsilylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Biscyclopentadienylzirkoniumdibenzyl,
Biscyclopentadienylzirkoniumdimethyl,
Bistetrahydroindenylzirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-9-fluorenylcyclopentadienylzirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-(2,3,5-trimethylcyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-(2,4-dimethyl-cyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-(2-methyl-4,5-benzoindenyl)zirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-(2-methyl-4-ethylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-(2-methyl-4-i-propylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-(2-methyl-4-phenylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-(2-methyl-indenyl)zirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-(2-methyltetrahydroindenyl)zirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-indenylzirkoniumdichlorid,
Dimethylsilyl-bis-1-indenylzirkoniumdimethyl,
Dimethylsilyl-bis-1-tetrahydroindenylzirkoniumdichlorid,
Diphenylmethylen-9-fluorenylcyclopentadienylzirkoniumdichlorid,
Diphenylsilyl-bis-1-indenylzirkoniumdichlorid,

Ethylen-bis-1-(2-methyl-4,5-benzoindenyl)zirkoniumdichlorid,
Ethylen-bis-1-(2-methyl-4-phenylindenyl)zirkoniumdichlorid,
Ethylen-bis-1-(2-methyl-tetrahydroindenyl)zirkoniumdichlorid,
Ethylen-bis-1-(4,7-dimethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid,
Ethylen-bis-1-indenylzirkoniumdichlorid,
Ethylen-bis-1-tetrahydroindenylzirkoniumdichlorid,
Indenyl-cyclopentadienyl-zirkoniumdichlorid
Isopropyliden(1-indenyl)(cyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Isopropyliden(9-fluorenyl)(cyclopentadienyl)zirkoniumdichlorid,
Phenylmethylsilyl-bis-1-(2-methyl-indenyl)zirkoniumdichlorid,
sowie jeweils die Alkyl- oder Aryl-Derivate dieser Metallocendichloride.

Zur Aktivierung der Einzentren-Katalysatorsysteme werden geeignete Cokatalysatoren eingesetzt. Geeignete Cokatalysatoren für Metallocene der Formel I sind aluminiumorganische Verbindungen, insbesondere Alumoxane oder auch aluminiumfreie Systeme wie $R^{20}_xNH_{4-x}BR^{21}_4$, $R^{20}_xPH_{4-x}BR^{21}_4$, $R^{20}_3CBR^{21}_4$ oder BR^{21}_3. In diesen Formeln bedeutet x eine Zahl von 1 bis 4, die Reste R^{20} sind gleich oder verschieden, bevorzugt gleich, und bedeuten C_1-C_{10}-Alkyl oder C_6-C_{18}-Aryl oder zwei Reste R^{20} bilden zusammen mit dem sie verbindenden Atom einen Ring, und die Reste R^{21} sind gleich oder verschieden, bevorzugt gleich, und stehen für C_6-C_{18}-Aryl, das durch Alkyl, Haloalkyl oder Fluor substituiert sein kann. Insbesondere steht R^{20} für Ethyl, Propyl, Butyl oder Phenyl und R^{21} für Phenyl, Pentafluorphenyl, 3,5-Bis-trifluormethylphenyl, Mesityl, Xylyl oder Tolyl.

Zusätzlich ist häufig eine dritte Komponente erforderlich, um einen Schutz vor polaren Katalysator-Giften aufrecht zu erhalten. Hierzu sind aluminiumorganische Verbindung wie z.B. Triethylaluminium, Tributylaluminium und andere sowie Mischungen geeignet.

Je nach Verfahren können auch geträgerte Einzentren-Katalysatoren zur Verwendung kommen. Bevorzugt sind Katalysatorsysteme, bei welchen die Restgehalte von Trägermaterial und Cokatalysator eine Konzentration von 100 ppm im Produkt nicht überschreiten.

Die erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzungen können zusätzlich Hilfsstoffe wie UV Absorber, Nickel-Stabilisatoren, sterisch gehinderte Amine (HALS-Produkte) und Kombinationen daraus enthalten. Dies betrifft alle Produkte, die im Additiv Handbook Edition Nr. 5 (Ausgabe 2000) Page 114 bis 136 angeführt werden.

Als weitere Hilfsstoffe können Antistatika, Ölsäureamid, Glycerin-Fettsäurepartialester, Stearate, PVC Weichmacher, Polyglycerole, Slipmittel, Antioxidantien Anwendung finden, Als Füllstoffe können bei Bedarf Zeolithe, Kieselsäure, Montmorillonite, Bentonite, Silikate, wie Aluminiumsilikate, Natriumsilikat, Calciumsilikate eingesetzt werden.

Als Farbmittel kommen organische und anorganische Farbstoffe und Pigmente in Betracht. Als organische Farbstoffe und Pigmente werden vorzugsweise Azo- oder Disazopigmente, verlackte Azo- oder Disazopigmente oder polycyclische Pigmente, vorzugsweise Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Dioxazin-, Anthrachinon-, Thioindigo-, Diaryl- oder Chinophthalon-Pigmente verwendet.

Als anorganische Farbstoffe und Pigmente werden zur Pigmentierung geeignete Metalloxide, Mischoxide, Aluminiumsulfate, Chromate, Metallpulver, Perlglanzpigmente (Glimmer), Leuchtfarben, Titanoxide, Cadmium-Blei-Pigmente, vorzugsweise Eisenoxide, Ruß, Silikate, Nickeltitanate, Kobaltpigmente oder Chromoxide, verwendet.

Der erforderliche Anteil an Metallocenwachsen und gegebenenfalls anderer Polyolefinwachse bzw. an Homo- und/oder Copolymeren des Ethylens und/oder Propylens ist abhängig von der Oberflächenstruktur und Teilchengröße der verwendeten Farbmittel und soll bevorzugt darauf abgestimmt werden.

Bei Verwendung organischer Farbstoffe und Pigmente ist eine Farbmittelzusammensetzung, enthaltend 40 bis 85 Gew.-%, insbesondere 45 bis 80 Gew.-%, an organischem Pigment und 15 bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 55 Gew.-%, Wachs und gegebenenfalls Homo- und/oder Copolymere des

Ethylens oder Propylens besonders vorteilhaft, wobei die Zusammensetzung insbesondere wie folgt ist: 7,5 bis 42,5 Gew.-% Metallocen-Polyolefinwachs, 0,1 bis 20 Gew.-% Ethylenvinylazetat Wachs, 0,5 bis 20 Gew.-% oxidiertes Wachs oder 0,5 bis 20 Gew.-% Homo- und/oder Copolymere des Ethylens und/oder Propylens sowie gegebenenfalls andere Füllstoffe oder Additive in Mengen von 0 bis 50 Gew.-%.

Bei Verwendung anorganischer Pigmente ist eine Farbmittelzusammensetzung, enthaltend 60 bis 85 Gew.-% an anorganischem Pigment und 15 bis 40 Gew.-% Wachs und gegebenenfalls Homo- und/oder Copolymere des Ethylens und/ oder Propylens besonders vorteilhaft, wobei die Zusammensetzung insbesondere wie folgt ist: 7,5 bis 30 Gew.-% Metallocen-Polyolefinwachs und 7,5 bis 20 Gew.-% andere Olefinwachse oder Homo- und/oder Copolymeren des Ethylens und/oder Propylens sowie 0,1 bis 50 Gew.-% Additive.

Ruße werden zweckmäßigerweise wie organische Formulierungen rezepturiert, um ausdispergierte Präparationen zu erhalten.

Beim Herstellen der erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzung ist das Vormischen der Einzelkomponenten eine wichtige Voraussetzung bei der Produktherstellung und kann bei Raumtemperatur in einer geeigneten Mischapparatur erfolgen. Sollte die Rezeptur als staubfreie Pulvermischung eingesetzt werden, schließt sich eine Mischphase mit höherer Mischenergie an, wobei zweckmäßiger Weise in einer ersten Phase bis etwa 15 K unter den Erweichungspunkt des Metallocenwachses und in einer zweiten Phase bis etwa 5 K unter den Erweichungspunkt des Metallocen-Polyolefinwachses erhitzt wird. Die erste Phase dauert etwa 3 bis 10 min, vorzugsweise 5 bis 7 min, die zweite Phase dauert etwa 1 bis 5 min, vorzugsweise 2 bis 3 min. An die letzte Mischphase schließt sich eine Kühlmischung an, wobei die Farbmittelzusammensetzung auf ca. 30°C abgekühlt wird. Dieser Vorgang dauert normalerweise 3 bis 15 min, vorzugsweise 5 bis 10 Minuten.

Bei der Mischung kann die Wärmeenergie über Friktion, über separate Aufheizung des Mischtroges oder über beide Arten eingebracht werden. Als vorteilhaft wird eine Vortemperierung auf ca. 25°C angesehen. Höhere Ausgangstemperaturen bei der Heißmischung führen zum Verklumpen des Trägers und zur Bildung von Bodenablagerungen. Ein Kühlen des Mischtroges nach der letzten Mischphase auf die Vortemperatur ist ebenfalls vorteilhaft.

Bei der nachfolgenden Kühlmischung können zur Verbesserung der Rieselfähigkeit zusätzlich noch bis zu 0,5 Gew.-% Rieselfähigkeitsverbesserer, bezogen auf die Gesamtmischung, zugegeben werden, um eine Körnung von 0,05 bis 3 mm einer staubarmen Pulvermischung zu erreichen. Spielt die Handlingsform bei nachfolgenden Prozessen keine besondere Rolle, z.B. beim Einsatz der Mischung in einem weiteren intensiven Mischprozess, kann auf die Darreichungsformenherstellung verzichtet werden.

Bei der Batchherstellung auf einer gleichlaufenden Doppelschnecke wird zweckmäßig mit einem auf den hohen Wachsgehalt abgestimmten Schneckenaufbau gearbeitet. Das Temperaturbild ist vorzugsweise niedriger als bisher im der Stand der Technik angegeben. Zur Herstellung der Darreichungsformen wird vorteilhaft eine Unterwassergranulierung eingesetzt.

Der Einsatz dieser Präparationen verbessert deutlich die Granulierfähigkeit bei solchen Pigmentbeladungen, bei Kopfgranulierungen als auch bei der Stranggranulation.

Bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzung wird zweckmäßiger Weise ebenfalls mit einem am Anfang stehenden Mischprozess gearbeitet. Zunächst wird eine Mischung aus Farbmittel und Wachs und/oder Homo- und/oder Copolymeren des Ethylens und/oder Propylens hergestellt. Die Mischung erfolgt mit entsprechender Mischtechnik. Das Herstellen von Mischungen kann jedoch entfallen, wenn man die Einzelkomponenten einer Rezeptur direkt der Extrusionsanlage zuführt. In den meisten Fällen bedeutet das aber eine Qualitätseinbuße des Endproduktes und wird deshalb in der Praxis nur

bei geeigneten Pigmenten durchgeführt. Die besagte Mischung wird dann mittels einer geeigneten Dosiervorrichtung einer Extrusionsanlage zugeführt. In der Regel sind dies Ein- oder Zweischneckenextruder, es finden aber auch kontinuierliche und diskontinuierliche Kneter Verwendung. Die anschließende Granulierung erfolgt über Strang- und Kopfgranulierung, aber auch Versprühung ist möglich.

Um bestimmte Sonderfarbtöne zu erstellen, werden Monopräparationen in einem zweiten Extrusionsgang miteinander oder nur mit Kunststoff verschnitten. Bislang wirkte sich bei der Ausarbeitung von Sonderfarbtönen der hohe Verbrauch an Monobatches nachteilig aus. Ebenfalls Kosten erhöhend war bei der Produktion der zweite Extrusionsprozess, in manchen Fällen sogar ein dritter Extrusionsprozess. Diese Nachteile konnten durch Verwendung der erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzungen abgestellt werden.

Die erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzungen können auch zu Compounds sowie zur Direkteinfärbung von Kunststoffen verwendet werden. Unter Compounds versteht man Mischungen von Polymerisaten mit vorstehend genannten Additiven, Füllstoffen und/oder Farbmitteln.

Mit der erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzung ist es überraschend möglich, unterschiedlichste Polymere wie Polyolefine, Polyvinylchlorid (PVC), Ethylen-Vinylacetat-Copolymere (EVA), Styrol-Acrylnitril-Copolymere (SAN), Polyvinylchlorid (PVC) Hart & Weich, Poly-ethylenglykol-terephthalat (PET), Poly-butylenglykol-terephthalat (PBT) und deren Copolyester, Acrylnitril-Butadien-Styrol-Copolymere (ABS), Polycarbonat (PC), Polyethylen-Wachse, Polypropylenwachse, Amidwachse, Kohlenwasserstoffharze, Montanwachse, aliphatische Wachse, Kautschuk, Butylkautschuk, Paraffin und Bitumen und weiterhin einige Sonderpolymere einzufärben.

Bei den Anwendungen in Kunststoffen wird die erfindungsgemäße Farbmittelzusammensetzung eingesetzt wie bisherige Mischungen und andere bekannte Darreichungsformen. Die häufig bei organischen Pigmenten übliche

Heißmischung der Gesamtrezeptur für eine bessere Benetzung der Pigmente kann entfallen.

In den folgenden Ausführungsbeispielen wurde jeweils ein Metallocenwachsgemisch, hergestellt aus den Wachsen Metallocen-PP (Polypropylen) Wachs, Ethylenvinylazetat Wachs und polar bzw. unpolare Nicht-Metallocen-PE (Polyethylen) Wachse und Copolymere des Ethylens mit folgenden Stoffparametern eingesetzt (siehe unten). Der Einsatz der Produkte erfolgt in feinkörnigem Zustand.

Die erfindungsgemäß eingesetzten, in Tabelle 1 aufgeführten Polyolefine a) und b) wurden durch Copolymerisation von Propylen mit Ethylen mit dem Metallocenkatalysator Dimethylsilylbisindenylzirkoniumdichlorid nach dem in EP 0 384 264 angegebenen Verfahren (allgem. Vorschrift, Bsp. 1-16) hergestellt. Die unterschiedlichen Erweichungspunkte und Viskositäten wurden durch Variation des Ethyleneinsatzes und der Polymerisationstemperatur eingestellt.

Hierbei wurden die Schmelzviskositäten nach DIN 53019 mit einem Rotationsviskosimeter in mPa·s, die Tropfpunkte nach DIN 51801/2 mit einem Tropfpunktgerät nach Ubbelohde und die Erweichungspunkte Ring/Kugel nach DIN EN 1427 bestimmt. Die Dichte wird gemäß ISO 1183 in g/cm³ und die Molmasse wird mittels Gelpermeationschromatographie bestimmt.

Tabelle 1: Eingesetzte Metallocenwachse

	a)	b)
Erweichungs-/Tropfpunkt (°C)	93[1)]	102[1)]
Viskosität bei 170°C (mPa·s)	7900	9800

[1)] Tropfpunkt

Tabelle 2: Ethylen-Vinylacetat-Copolymer- (EVA-) Wachs:

Tropfpunkt [°C]	Viskosität bei 140°C [mPa·s]	Vinylacetatgehalt	Dichte [g/cm³]
97	350	10 - 12 %	0,92

Tabelle 3: Oxidiertes PE-Wachs a) oder unpolares PE-Wachs b):

	Tropfpunkt [°C]	Viskosität bei 120°C [mPa·s]	Säurezahl [mg KOH/g]	Dichte [g/cm³]
a)	ca. 120	ca. 3000	17	0,92
b)	ca. 118	ca. 650	0	0,92

Tabelle 4: Copolymer des Ethylens

Erweichungspunkt	Schmelzpunkt	MFR	Comonomer Ethylacrylat	Dichte
[°C]	[°C]	190°C/2,16kg	%	[g/cm³]
50 - 60	85 - 98	5 – 10 [g/10min]	ca. 15 - 20	ca. 0,94

Der Einsatz erfolgt im feinkörnigen Zustand (gesprüht oder gemahlen).
Die erfindungsgemäßen Farbmittelzusammensetzungen wurden wie nachfolgend beschrieben hergestellt:

Als Mischung für die Extrusion:
Mischer: Hentschelmischer, Inhalt 5 Liter
Ansatz: entsprechend den nachstehend aufgeführten Beispielen
Vormischen: Ansatz ca. 4 bis 6 min. bei U = 700 /min

Nachfolgend erfolgte die Extrusion auf einer gleichlaufenden Doppelschnecke mit

nachgeschalteter Unterwasser-Kopfgranulierung oder auf einer Stranggranulierung.
Granulatgröße im Durchmesser 0,8 bis 2 mm.

Oder für den Einsatz als staubfreie Mischungen:

Mischer:	Heiz- Kühlmischkombination, Inhalt 5 Liter
Ansatz:	entsprechend den nachstehend aufgeführten Beispielen
Vormischen:	Ansatz ca. 2 min bei U = 350/min
Mischstufe 1) und 2) und Kühlphase	
1. Phase:	U = 3100 min^{-1} T = 50 bis 60°C
Mischzeit:	ca. 5 min bis 7 min
2. Phase:	U = 1500 min^{-1} T = 65 bis 85°C
Mischzeit:	ca. 2 min bis 3 min
Kühlmischung:	auf 20 bis 30°C
Mischzeit:	5 min bis 10 min bei U = 360 min^{-1}

Der Energieeintrag erfolgte ausschließlich über Friktion. Die so entstandene Mischung hatte eine durchschnittliche Körnungsgröße von kleiner 1 mm.

Herstellungsbeispiele:

In den nachfolgenden Beispielen wurden nach vorstehend beschriebenen Verfahren folgende Farbmittelzusammensetzungen hergestellt. Als Metallocenwachs wurde jeweils eines der Wachse aus Tabelle 1 eingesetzt:

1) 50 Gew.-% C.I. Pigment Blue 15:1 (C.I. Nr. 74 160 Heucoblau 515303),
15 Gew.-% unpolares PE-Wachs und
35 Gew.-% Metallocen PP-Wachs b)

2) 50 Gew.-% C.I. Pigment Blue 15:1 (C.I. Nr. 74 160 Heucoblau 515303),
15 Gew.-% EVA-Wachs und
35 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)

3) 65 Gew.-% C.I. Pigment Blue 15:1 (C.I. Nr. 74 160 Heucoblau 515303),
5 Gew.-% EVA-Wachs und
30 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)

4) 55 Gew.-% C.I. Pigment Blue 15:1 (C.I. Nr. 74 160 Heucoblau 515303),
7,5 Gew.-% EVA-Wachs und
7,5 Gew.-% Oxid. PE-Wachs und
30 Gew.-% Metallocen PP-Wachs b)

5) 50 Gew.-% C.I. Pigment Red 122 (C.I. Nr. 73 915)
7,5 Gew.-% EVA-Wachs und
7,5 Gew.-% Oxid. PE-Wachs und
35 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)

6) 50 Gew.-% C.I. Pigment Red 122 (C.I. Nr. 73 915
12,5 Gew.-% EVA-Wachs und
2,5 Gew.-% Oxid. PE-Wachs und
35 Gew.-% Metallocen PP-Wachs b)

7) 70 Gew.-% C.I. Pigment Brown (C.I. Nr. 77500),
7,5 Gew.-% Copolymer des Ethylens
7,5 Gew.-% oxid. PE Wachs und
15 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)

8) 70 Gew.-% C.I. Pigment Brown 29 (C.I. Nr. 77500),
10 Gew.-% oxid. PE Wachs und
20 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)

9) 70 Gew.-% Pigment Brown 25 (C.I. Nr. 12510)
7,5 Gew.-% Copolymer des Ethylens
7,5 Gew.-% oxid. PE Wachs und
15 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)

10) 70 Gew.-% Pigment Brown 25 (C.I. Nr. 12510)
10 Gew.-% oxid. PE Wachs und
20 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)

11) 60 Gew. -% Pigment Red 48:3 (C.I. Nr. 15865:3)
25 Gew.-% Metallocen PP Wachs a)
15 Gew.-% unpolares PE Wachs

Anwendungsbeispiele:

Die Farbmittelzusammensetzungen gemäß Herstellungsbeispielen 1 bis 11 wurden angebatcht oder als Pulver direkt zur Färbung von Kunststoffen eingesetzt. Sie können in unterschiedlichen Polymeren für deren Einfärbung mit Pigment verwendet werden.

Es wurden folgende Kunststoffe verwendet:

1) Acrylnitril-Butadien-Styrol Copolymer (ABS);
2) Ethylen-Vinylacetat Copolymer (EVA);
3) Polyester: Polyethylenterephthalat (PET), Polybutylenterephthalat (PBT);
4) Polyethylen (HDPE);
5) Polypropylen (PP);
6) Styrol-acrylnitril-Copolymere (SAN);
7) Polystyrol (PS)
8) Polycarbonat (PC)
9) Polyvinylchlorid (PVC) - Hart/Weich

Die Prüfungen erfolgten in Bezug auf Farbstärke (ST 1/3), Filterwert (siehe dazu Tabelle 5), Folienqualität sowie auf mechanische Grunddaten. Bei der Dispergierung wurden sehr gute Qualitäten erreicht, auch die Folienqualität, die kennzeichnend ist für eine gute statistische Pigmentverteilung, war als sehr gut einzuschätzen. Die Auswirkungen auf die mechanischen Kennwerte der eingefärbten Polymere zeigten keine signifikanten Beeinträchtigungen.

Stellenweise worden sogar Verbesserungen festgestellt. Geprüft wurden dabei die Zugfestigkeit, die Zugdehnung, die Reißfestigkeit und die Reißdehnung der Kunststoffe, die jeweils mit einer Menge an Darreichungsformen von 1,5 und 0,5 % eingefärbt waren. Die Vergleichswerte bildeten die reinen Polymere ohne Zugabe von Darreichungsformen oder Pigment.

Tabelle 5: Filterwerte

Formulierung	Filterwert 14 µm
Beispiel 11: 60 Gew. -% Pigment Red 48:3 (C.I.Nr. 15865:3)	
25 Gew.-% Metallocen PP Wachs a)	0,5 bar
15 Gew.-% unpolares PE Wachs	
Beispiel 10:	
70 Gew.-% Pigment Brown 25 (C.I. Nr. 12510)	0,5 bar
10 Gew.-% oxid. PE Wachs und	
20 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)	
Beispiel 8:	
70 Gew.-% C.I. Pigment Brown 29 (C.I. Nr. 77500)	0,26 bar
10 Gew.-% oxid. PE Wachs und	
20 Gew.-% Metallocen PP-Wachs a)	

Die besonders niedrigen Filterwerte sind ein Beweis dafür, dass die Verteilung der Additive innerhalb der Polymermatrix durch das erfindungsgemäße Darreichungsformen sehr homogen gelingt und dass es nicht zu Agglomeraten oder sonstigen Inhomogenitäten kommt, die sofort dafür verantwortlich wären, dass die Filter verstopfen und der Filterwert sich erhöht.

Patentansprüche:

1. Farbmittelzusammensetzung, enthaltend

i) ein oder mehrere fein verteilte Farbmittel und Füllstoffe,
ii) ein oder mehrere Metallocen-Polyolefinwachse, sowie
iii) optional ein oder mehrere Wachse ausgewählt aus polaren und unpolaren Polyolefinwachsen und
iv) gegebenenfalls ein oder mehrere Homo- und/oder Copolymere des Ethylens und/oder Propylens,

dadurch gekennzeichnet, dass die Metallocen-Polyolefinwachse in einer Menge von wenigstens 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der in der Farbmittelzusammensetzung enthaltenen Wachse und/oder Copolymere, vorliegen, dass die Metallocen-Polyolefinwachse eine Schmelzviskosität, gemessen bei einer Temperatur von 170 °C, im Bereich von 3000 bis 80 000 mPa·s, vorzugsweise von 3100 bis 35 000 mPa·s, insbesondere von 3200 bis 10 000 mPa·s, besitzen und dass die Farbmittelzusammensetzung ein oder mehrere Farbmittel in einer Menge im Bereich von 40 bis 85 Gew.-% enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht der Farbmittelzusammensetzung.

2. Farbmittelzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Wachse oder Copolymeren des Ethylens der Komponenten ii), iii) und iv) bei Temperaturen im Bereich von 50 bis 170°C schmelzen.

3. Farbmittelzusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Metallocen-Polyolefinwachs einen Tropfpunkt zwischen 80 und 170°C besitzt.

4. Farbmittelzusammensetzung nach einem oder nach mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass sie 7,5 bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 8,5 bis 55 Gew.-%, des Metallocen-Polyolefinwachses, bis zu 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 25 Gew.-%, einer oder mehrerer Nicht-

Metallocenwachse oder Homo- und/oder Copolymere des Ethylens und/oder Propylens sowie 40 bis 85 Gew.-%, vorzugsweise 45 bis 80 Gew.-%, eines oder mehrerer Farbmittel und 0 bis 50 Gew.-% üblicher Füllstoffe oder Additive, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Farbmittelzusammensetzung, enthält.

5. Farbmittelzusammensetzung nach einem oder nach mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass eine oder mehrere Farbmittel aus anorganischen und organischen Farbstoffen oder Pigmenten ausgewählt sind.

6. Farbmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass eine oder mehrere Farbmittel aus anorganischen Farbstoffen oder Pigmenten ausgewählt sind, z.B. aus zur Pigmentierung geeigneten Metalloxiden, Mischoxiden, Aluminiumsulfaten, Chromaten, Metallpulvern, Perlglanzpigmenten (Glimmer), Leuchtfarben, Titanoxiden, Cadmium-Blei-Pigmenten, Eisenoxiden, Ruß, Silikaten, Nickeltitanaten, Kobaltpigmenten oder Chromoxiden.

7. Farbmittelzusammensetzung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass sie 7,5 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 12,5 bis 20,5 Gew.-%, Polypropylen-Metallocenwachs, 7,5 bis 20 Gew.-% eines oder mehrere Nicht-Metallocenwachse oder Homo- und/oder Copolymerer des Ethylens und/oder Propylens enthält und 60 bis 85 Gew.-%, vorzugsweise 70 bis 85 Gew.-%, eines oder mehrerer anorganischer Pigmente und 0,1 bis 50 Gew.-% üblicher Füllstoffe oder Additive.

8. Farbmittelzusammensetzung nach einem oder nach mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das oder mehrere organische Farbstoffe oder Pigmente ausgewählt sind aus Azo- oder Disazopigmenten, verlackten Azo- oder Disazopigmenten und polycyclischen Pigmenten, Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Dioxazin-, Anthrachinon-, Thioindigo-, Diaryl- oder Chinophthalon-Pigmenten.

9. Farbmittelzusammensetzung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie 7,5 bis 42,5 Gew.-% Polypropylen-Metallocenwachs, 0,1 bis 30 Gew.-%

einer oder mehrerer Nicht-Metallocenwachse oder Homo- und/oder Copolymere des Ethylens und/oder Propylens enthält, 30 bis 75 Gew.-% eines oder mehrerer organischer Pigmente und 0 bis 50 Gew.-% üblicher Füllstoffe oder Additive.

10. Farbmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass diese als Additive zusätzlich Lichtschutzmittel, wie UV Absorber, Nickel Stabilisatoren, oder HALS Produkte oder Kombinationen dieser Produkte enthält.

11. Farbmittelzusammensetzung nach einem oder nach mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Nicht-Metallocen-Polyolefinwachse ausgewählt sind aus EVA Wachsen und oxidierten Wachsen, die einen Tropfpunkt unter 120°C und eine Viskosität von kleiner als 30 000 mPa·s (gemessen bei 140°C) besitzen.

12. Farbmittelzusammensetzung nach einem oder nach mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass eine sehr gute Verträglichkeit mit vielen Polymeren gegeben ist, vorzugsweise mit PE; PP; EVA; PBT; PET; SAN; PS; ABS; PC und mit PVC; Gummi und Mischungen von diesen Polymeren.

13. Verfahren zum Herstellen einer Farbmittelzusammensetzung nach einem oder nach mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass

a) die Einzelkomponenten kalt gemischt werden oder
b) die Mischung aus Farbstoffen und Wachs durch mechanisches Mischen auf eine Temperatur von 15 bis 5 K unter den Erweichungspunkt des Metallocen-Polyolefinwachses erhitzt dabei homogenisiert und anschließend auf eine Temperatur von 10 bis 30 °C abgekühlt wird.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Herstellung bei einer Temperatur im Bereich von 60 bis 260°C, vorzugsweise von 80 bis 220°C, stattfindet.

15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass das mechanische Mischen in einem Extruder unter Einsatz einer gleichlaufenden Doppelschnecke erfolgt.

16. Verwendung einer Farbmittelzusammensetzung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12 als Darreichungsformen zum Herstellen von gefärbten Kunststoffteilen.

17. Verwendung der Farbmittelzusammensetzung nach Anspruch 10 zur Lichtschutzmodifizierung von Kunststoffen.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2007/007081

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C08L23/06 C08L23/10 C09D17/00
ADD. C08L23/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C08L C09D C08J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 100 63 421 A1 (CLARIANT GMBH [DE]) 5 July 2001 (2001-07-05) page 3, lines 46-48; examples 2,3	1-17
X	DE 26 52 628 A1 (HOECHST AG) 24 May 1978 (1978-05-24) cited in the application example 3	1-17
X	DE 15 44 830 A1 (EASTMAN KODAK CO) 30 April 1970 (1970-04-30) cited in the application example 1	1-17
A	WO 01/98415 A (BASF AG [DE]; MIHAN SHAHRAM [DE]; DECKERS ANDREAS [DE]) 27 December 2001 (2001-12-27) example 1	1-17

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of Box C.

[X] See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
8 November 2007	23/11/2007

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Schmidt, Helmut

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2007/007081

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 902 045 A (PROCTER & GAMBLE [US]) 17 March 1999 (1999-03-17) column 3, lines 31-40; example 1 -----	1-17

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2007/007081

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 10063421 A1	05-07-2001	NONE	
DE 2652628 A1	24-05-1978	AT 376690 B	27-12-1984
		AT 820777 A	15-05-1984
		AU 509737 B2	22-05-1980
		AU 3076777 A	24-05-1979
		BE 861030 A1	22-05-1978
		BR 7707699 A	18-07-1978
		CA 1095195 A1	03-02-1981
		CH 630935 A5	15-07-1982
		ES 464119 A1	16-12-1978
		FR 2371476 A1	16-06-1978
		GB 1594993 A	05-08-1981
		IT 1087247 B	04-06-1985
		JP 1567635 C	10-07-1990
		JP 53064251 A	08-06-1978
		JP 60054331 B	29-11-1985
		MX 147094 A	05-10-1982
		NL 7712501 A	23-05-1978
		US 4235641 A	25-11-1980
		ZA 7706891 A	27-09-1978
DE 1544830 A1	30-04-1970	GB 1087055 A	11-10-1967
WO 0198415 A	27-12-2001	AT 276321 T	15-10-2004
		EP 1292644 A2	19-03-2003
		JP 2004501260 T	15-01-2004
		US 2004089201 A1	13-05-2004
EP 0902045 A	17-03-1999	AU 9477098 A	29-03-1999
		BR 9812766 A	12-12-2000
		CA 2303066 A1	18-03-1999
		CN 1278280 A	27-12-2000
		JP 2001515939 T	25-09-2001
		TR 200000686 T2	21-11-2000
		WO 9912997 A1	18-03-1999

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2007/007081

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. C08L23/06 C08L23/10 C09D17/00
ADD. C08L23/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
C08L C09D C08J

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)
EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 100 63 421 A1 (CLARIANT GMBH [DE]) 5. Juli 2001 (2001-07-05) Seite 3, Zeilen 46-48; Beispiele 2,3	1-17
X	DE 26 52 628 A1 (HOECHST AG) 24. Mai 1978 (1978-05-24) in der Anmeldung erwähnt Beispiel 3	1-17
X	DE 15 44 830 A1 (EASTMAN KODAK CO) 30. April 1970 (1970-04-30) in der Anmeldung erwähnt Beispiel 1	1-17
A	WO 01/98415 A (BASF AG [DE]; MIHAN SHAHRAM [DE]; DECKERS ANDREAS [DE]) 27. Dezember 2001 (2001-12-27) Beispiel 1	1-17

-/--

[X] Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen [X] Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
8. November 2007	23/11/2007

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Bediensteter
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Schmidt, Helmut

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2007/007081

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 902 045 A (PROCTER & GAMBLE [US]) 17. März 1999 (1999-03-17) Spalte 3, Zeilen 31-40; Beispiel 1 -----	1-17

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2007/007081

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 10063421 A1	05-07-2001	KEINE	
DE 2652628 A1	24-05-1978	AT 376690 B	27-12-1984
		AT 820777 A	15-05-1984
		AU 509737 B2	22-05-1980
		AU 3076777 A	24-05-1979
		BE 861030 A1	22-05-1978
		BR 7707699 A	18-07-1978
		CA 1095195 A1	03-02-1981
		CH 630935 A5	15-07-1982
		ES 464119 A1	16-12-1978
		FR 2371476 A1	16-06-1978
		GB 1594993 A	05-08-1981
		IT 1087247 B	04-06-1985
		JP 1567635 C	10-07-1990
		JP 53064251 A	08-06-1978
		JP 60054331 B	29-11-1985
		MX 147094 A	05-10-1982
		NL 7712501 A	23-05-1978
		US 4235641 A	25-11-1980
		ZA 7706891 A	27-09-1978
DE 1544830 A1	30-04-1970	GB 1087055 A	11-10-1967
WO 0198415 A	27-12-2001	AT 276321 T	15-10-2004
		EP 1292644 A2	19-03-2003
		JP 2004501260 T	15-01-2004
		US 2004089201 A1	13-05-2004
EP 0902045 A	17-03-1999	AU 9477098 A	29-03-1999
		BR 9812766 A	12-12-2000
		CA 2303066 A1	18-03-1999
		CN 1278280 A	27-12-2000
		JP 2001515939 T	25-09-2001
		TR 200000686 T2	21-11-2000
		WO 9912997 A1	18-03-1999