



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2007 036 792 A1** 2009.02.05

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2007 036 792.0**

(22) Anmeldetag: **03.08.2007**

(43) Offenlegungstag: **05.02.2009**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C08F 10/06** (2006.01)

*C08F 4/72* (2006.01)

*C08F 4/74* (2006.01)

*C08F 4/68* (2006.01)

*C08F 4/69* (2006.01)

*C08F 4/64* (2006.01)

*C08F 4/62* (2006.01)

(71) Anmelder:  
**Clariant International Limited, Muttenz, CH**

(74) Vertreter:  
**Mikulecky, K., Dipl.-Chem. Dr.phil.nat., Pat.-Ass.,  
60326 Frankfurt**

(72) Erfinder:  
**Herrmann, Hans-Friedrich, Dr., 64521 Groß-Gerau,  
DE; Mehlretter, Gerald, Dr., 65197 Wiesbaden, DE;  
Rausch, Hans, Dipl.-Ing., 65760 Eschborn, DE;  
Hohner, Gerd, Dr., 86368 Gersthofen, DE**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Hochkristalline Polypropylenwachse**

(57) Zusammenfassung: Polypropylenwachs, gekennzeichnet durch

a) einen Tropf- bzw. Erweichungspunkt Ring/Kugel größer als 155°C,

b) Schmelzwärmen größer als 80 J/g und

c) einen DSC-Schmelzpunkt > 155°C.

Die erfindungsgemäßen Wachse werden durch Umsetzung von Propylen mit Metallocenverbindungen bei Temperaturen im Bereich von 40 bis 140°C und einem Olefin-Partialdruck im Bereich von 1 bis 50 bar in Gegenwart eines Co-katalysators hergestellt. Sie weisen einen Gehalt an ungesättigten Kettenenden kleiner 10% auf.

Sie können z.B. durch radikalische Pfropfreaktion mit polaren Monomeren modifiziert werden und eignen sich z.B. unmodifiziert als Dispergiermittel für Pigmente, als Additiv in Druckfarben und Lacken oder Tonern oder modifiziert zur Herstellung wässriger Dispersionen oder als Haft- und Verträglichkeitsvermittler in Kunststoffcompounds.

**Beschreibung**

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft Polypropylenwachse mit hohem Schmelzpunkt und hoher Kristallinität sowie die Verwendung solcher Wachse.

**[0002]** Unter Polypropylenwachsen werden hier in Abgrenzung zu kunststoffartigem Polypropylen Materialien mit niedrigen mittleren Polymerisationsgraden oder Kettenlängen verstanden. Diese bedingen wiederum niedrigere Schmelzviskositäten, die im Fall der Wachse, gemessen bei 170°C, typischerweise im Bereich von etwa 20 bis 30000 mPa·s, im Fall der Polypropylenkunststoffe in der Regel oberhalb 100000 mPa·s liegen. Die physikalischen Eigenschaften von Polypropylenwachsen (PP-Wachse) unterscheiden sich deutlich von denen der Polypropylen-Kunststoffe. Entsprechend unterschiedlich sind auch die Anwendungsgebiete.

**[0003]** Polypropylenwachse werden industriell in vielfältiger Weise eingesetzt, z. B. als Dispergiermittel für Pigmente zur Einfärbung von thermoplastischen Kunststoffen, als Hilfsmittel bei der Kunststoffverarbeitung, als Mattierungs- und Scheuerschutzadditiv in Druckfarben und Lacken, als Bestandteil von Fototoner-Zusammensetzungen und in Formulierungen für Heißschmelzmassen. Für etliche dieser Anwendungen werden hohe Kristallinitätsgrade und hohe Schmelzpunkte gefordert. Beispielsweise kann durch Einsatz von PP-Wachsen mit hohem Schmelzpunkt in Heißschmelzmassen deren Wärmestandfestigkeit erhöht werden. Als Mattierungs- und Scheuerschutzmittel in Druckfarben und Lacken werden die Wachse in gemahlener, häufig auch mikronisierter Form verwendet. Hier sind hohe Kristallinitätsgrade von Vorteil, da diese mit hohen Produkthärten verbunden sind, was den Mahlprozess erleichtert bzw. die gewünschte niedrige Partikelgröße oft überhaupt erst ermöglicht. Hohe Härten bewirken darüber hinaus eine verbesserte Scheuerschutzwirkung. Als Maß für den Kristallinitätsgrad kann die über die DSC-Methode (Differential Scanning Calorimetry) gemessene Schmelzwärme oder der mittels Infrarot-Spektroskopie ermittelbare Isotaktizitätsgrad herangezogen werden.

**[0004]** Die Herstellung von Polypropylenwachsen kann u. a. nach prinzipiell ähnlichen Verfahren wie die von hochmolekularen Polypropylenkunststoffen, nämlich durch direkte Polymerisation von Propylen, gegebenenfalls unter Zusatz von anderen Olefinen als Comonomeren, unter Verwendung entsprechender Katalysatoren erfolgen. Allerdings sind dabei die Polymerisationsbedingungen und damit die Ansprüche an Katalysatoren und Verfahren naturgemäß jeweils deutlich andere, da der angestrebte Polymerisationsgrad jeweils unterschiedlich ist. Als Katalysatoren kommen z. B. solche des Ziegler-Natta- oder neuerdings auch des Metallocentyps in Frage.

**[0005]** Beispielsweise wird in der DE 3148229 die Herstellung von PP-Wachsen mit Hilfe von modifizierten Ziegler-Natta-Katalysatoren beschrieben. Es werden zwar Tropfpunkte bis maximal 158–160°C angegeben, jedoch liegen die Schmelzwärmen nicht über 63 J/g. Die maximal erreichte Katalysatorausbeute ist 429 g Wachs/mmol Titan, d. h., die Menge an einzusetzendem Katalysator ist vergleichsweise hoch, was eine aufwendige Zersetzung und Abtrennung des Katalysators erforderlich macht.

**[0006]** In EP 321852 wird die Herstellung von Poly-alpha-Olefinwachsen mit Metallocenkatalysatoren beschrieben. Beansprucht werden Wachse mit Tropfpunkten zwischen 120 und 160°C, die in den Ausführungsbeispielen offenbarten Wachse weisen Tropfpunkte zwischen 139 und 144°C auf.

**[0007]** EP 890584 beschreibt mit Hilfe von Metallocenkatalysatoren hergestellte Polypropylenwachse mit Isotaktizitätsgraden von über 70% und Schmelzwärmen von mehr als 80 J/g. Die nach der DSC-Methode bestimmten Schmelzpunkte liegen entsprechend den in den Ausführungsbeispielen gemachten Angaben zwischen 122 und 155°C. Tropf- oder Erweichungspunkte sind nicht angegeben.

**[0008]** In WO 2006/053757 wird ein Verfahren zur Herstellung von u. a. Polypropylen mit einer Molmasse Mw zwischen 500 und 50000 g/mol mit Hilfe spezieller Metallocenkatalysatoren beschrieben. Die in den Ausführungsbeispielen genannten Polypropylene weisen mittlere Molmassen Mw zwischen 51 000 und 496 000 g/mol sowie Schmelzpunkte zwischen 151 und 153°C auf.

**[0009]** Es sind bisher keine durch direkte Polymerisation gewonnenen PP-Wachse mit Tropf- oder Erweichungspunkten oberhalb 160°C und DSC-Schmelzpunkten oberhalb 155°C bekannt.

**[0010]** Weiterhin ist z. B. aus US 2,835,659 bekannt, dass Polypropylenwachse durch thermischen Abbau von Polypropylenkunststoff bei Temperaturen oberhalb 300°C zugänglich sind. Bei Einsatz entsprechender Rohstoffe können hochkristalline Wachse mit hohem Schmelzpunkt erhalten werden, doch weisen diese aufgrund der für den Abbauprozess erforderlichen hohen Temperaturen und langen Verweilzeiten thermische und

oxidative Schädigungen auf, die sich etwa in unerwünschten Gelbverfärbungen und nachteiligen Geruchseigenschaften äußern. Die abgebauten Kettenmoleküle enthalten aufgrund des Reaktionsmechanismus zu ca. 50% olefinische Doppelbindungen, die aufgrund ihrer Reaktivität die chemische und thermische Stabilität der Wachse beeinträchtigen.

**[0011]** Es bestand daher die Aufgabe, Polypropylenwachse mit gleichzeitig hohem Tropf- oder Erweichungspunkt, hoher Kristallinität, hoher Härte, geringem Gehalt an olefinischen Doppelbindungen, heller Farbe und guter Thermostabilität zur Verfügung zu stellen.

**[0012]** Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass hochschmelzende, hochkristalline und gleichzeitig thermostabile PP-Wachse in hohen Katalysatorausbeuten durch direkte Polymerisation von Propylen, insbesondere bei Verwendung von Metallocenkatalysatoren zugänglich sind.

**[0013]** Die Erfindung betrifft Polypropylenwachse, gekennzeichnet durch

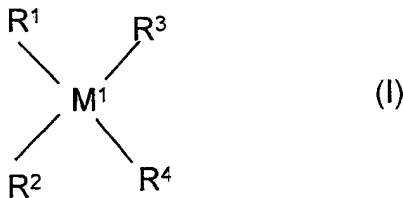
- a) einen Tropf- bzw. Erweichungspunkt Ring/Kugel größer als 155°C, insbesondere > 160°C;
- b) Schmelzwärmen größer als 80 J/g und
- c) einen DSC-Schmelzpunkt > 155°C.

**[0014]** Der Gehalt an ungesättigten Kettenenden liegt unter 10%.

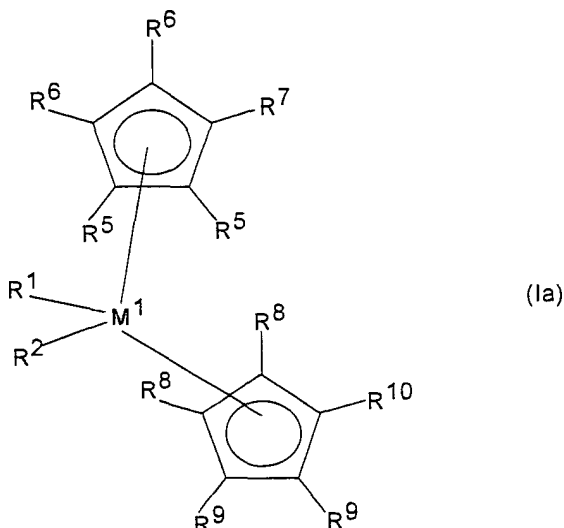
**[0015]** Die Molmassenverteilung Mw/Mn der erfindungsgemäßen Wachse ist vorzugsweise im Bereich zwischen 1,5 und 3,0. Ferner besitzen sie eine Viskosität, gemessen in der Schmelze bei 170°C, zwischen 20 und 30000 mPa·s.

**[0016]** Bevorzugt sind Polypropylenwachse mit Tropf- bzw. Erweichungspunkten größer als 160°C, besonders bevorzugt größer als 162°C. Die DSC-Schmelzpunkte sind bevorzugt größer 157°C, besonders bevorzugt größer 158°C. Bevorzugte Schmelzwärmen sind solche oberhalb 90 J/g, besonders bevorzugt solche oberhalb 100 J/g. Bevorzugt sind Polypropylenwachse mit einem Gehalt an ungesättigten Kettenenden kleiner als 5%, einer Molmassenverteilung Mw/Mn zwischen 1,8 und 2,5 sowie einer Viskosität, gemessen in der Schmelze bei 170°C, zwischen 50 und 20000 mPa·s.

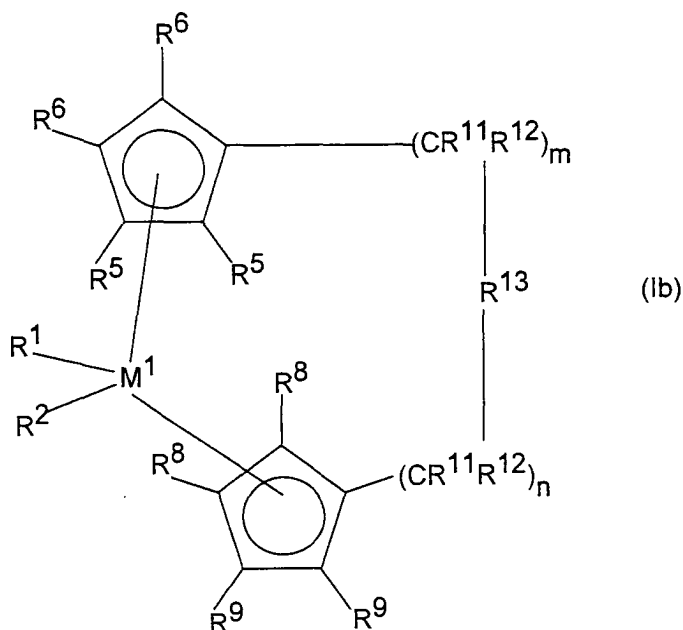
**[0017]** Für die Herstellung der erfindungsgemäß verwendeten Polyolefinwachse werden Metallocenverbindungen der Formel I eingesetzt.



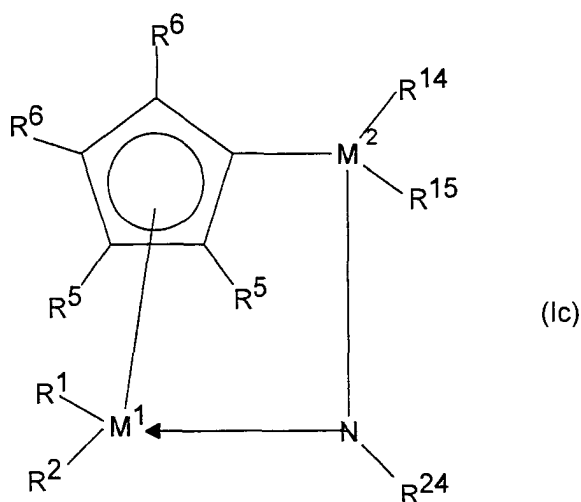
**[0018]** Diese Formel umfasst auch Verbindungen der Formel Ia,



der Formel Ib



und der Formel Ic



**[0019]** In den Formeln I, Ia und Ib ist  $M^1$  ein Metall der Gruppe 4, 5 oder 6 des Periodensystems, beispielsweise Titan, Zirkonium, Hafnium, Vanadium, Niob, Tantal, Chrom, Molybdän, Wolfram, vorzugsweise Titan, Zirkonium, Hafnium.

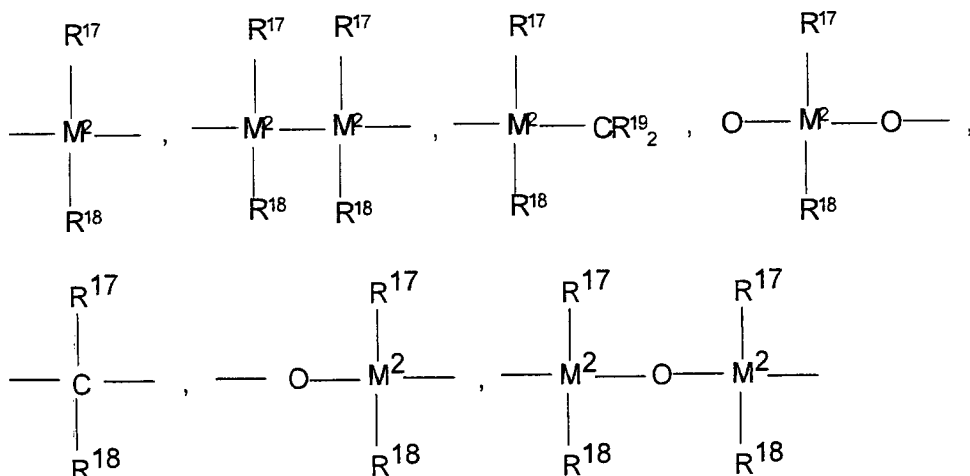
**[0020]**  $R^1$  und  $R^2$  sind gleich oder verschieden und bedeuten ein Wasserstoffatom, eine  $C_1$ - $C_{10}$ , vorzugsweise  $C_1$ - $C_3$ -Alkylgruppe, insbesondere Methyl, eine  $C_1$ - $C_{10}$ , vorzugsweise  $C_1$ - $C_3$ -Alkoxygruppe, eine  $C_6$ - $C_{10}$ , vorzugsweise  $C_6$ - $C_8$ -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.

**[0021]**  $R^3$  und  $R^4$  sind gleich oder verschieden und bedeuten einen ein- oder mehrkernigen Kohlenwasserstoffrest, ggf. Heteroatome aus den Gruppen 13, 15 oder 16 des Periodensystems enthaltend, welcher mit dem Zentralatom  $M^1$  eine Sandwichstruktur bilden kann. Bevorzugt sind  $R^3$  und  $R^4$  Cyclopentadienyl, Indenyl, Tetrahydroindenyl, Benzindenyl, Fluorenyl, Thiaphenyl, Thiapentalenyl, Cyclopentadithiaphenyl oder Azapentalenyl, 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.

**[0022]**  $R^5$ ,  $R^6$ ,  $R^7$ ,  $R^8$ ,  $R^9$  und  $R^{10}$  sind gleich oder verschieden und bedeuten ein Wasserstoffatom, ein Halo-

genatom, vorzugsweise ein Fluor-, Chlor- oder Bromatom, eine C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylgruppe, eine C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>-Arylgruppe, eine C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-Alkoxygruppe, einen -NR<sup>16</sup>-, -SR<sup>16</sup>-, -OSiR<sup>16</sup><sub>3</sub>-, -SiR<sup>16</sup><sub>3</sub>- oder -PR<sup>16</sup><sub>2</sub>-Rest, worin R<sup>16</sup> eine C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-Alkylgruppe oder C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>-Arylgruppe oder im Falle Si oder P enthaltender Reste auch ein Halogenatom, vorzugsweise Chloratom ist oder je zwei benachbarte Reste R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>9</sup> oder R<sup>10</sup> bilden mit den sie verbindenden C-Atomen einen Ring. Besonders bevorzugte Liganden sind die substituierten Verbindungen der Grundkörper Cyclopentadienyl, Indenyl, Tetrahydroindenyl, Benzindenyl oder Fluorenyl.

[0023] R<sup>13</sup> ist



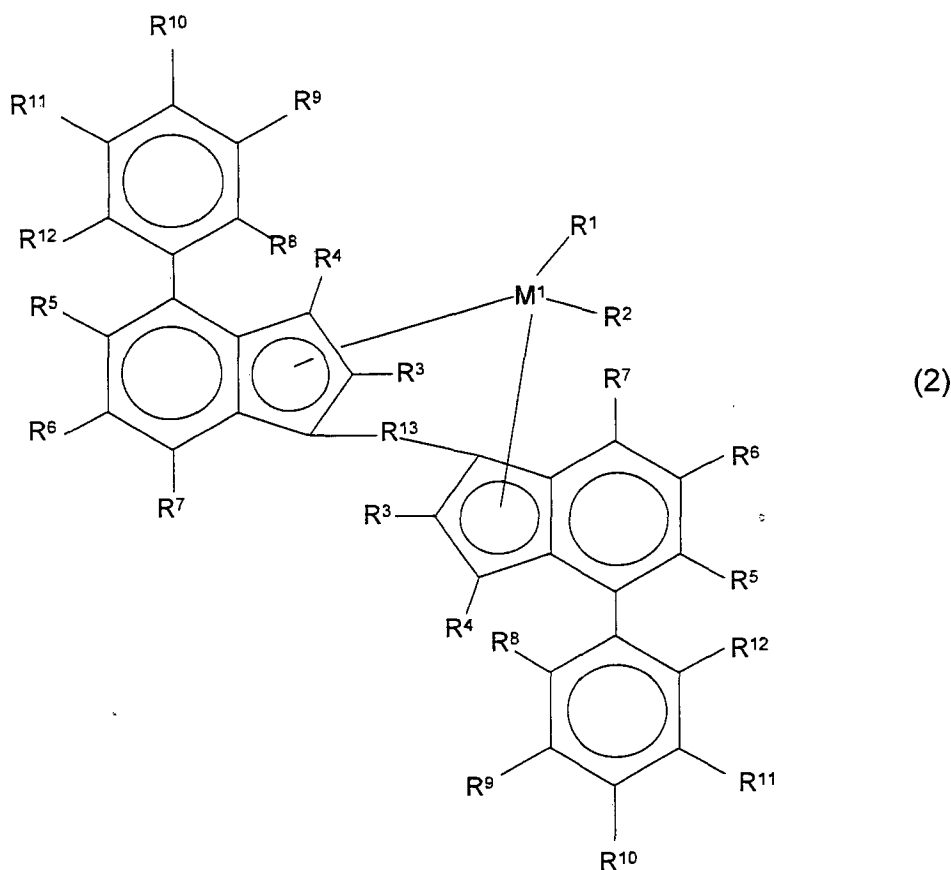
=BR<sup>17</sup>, =AIR<sup>17</sup>, -Ge-, -Sn-, -O-, -S-, =SO, =SO<sub>2</sub>, =NR<sup>17</sup>, =CO, =PR<sup>17</sup> oder =P(O)R<sup>17</sup>, wobei R<sup>17</sup>, R<sup>18</sup> und R<sup>19</sup> gleich oder verschieden sind und ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, vorzugsweise ein Fluor-, Chlor- oder Bromatom, eine C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>-, vorzugsweise C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl-, insbesondere Methylgruppe, eine C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Fluoralkyl-, vorzugsweise CF<sub>3</sub>-Gruppe, eine C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-Fluoraryl-, vorzugsweise Pentafluorphenylgruppe, eine C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>-Arylgruppe, eine C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy-, insbesondere Methoxygruppe, eine C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Alkenylgruppe, eine C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>-, vorzugsweise C<sub>7</sub>-C<sub>10</sub>-Aralkylgruppe, eine C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>-, vorzugsweise C<sub>8</sub>-C<sub>12</sub>-Arylalkenylgruppe oder eine C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>-, vorzugsweise C<sub>7</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylarylgruppe bedeuten, oder R<sup>17</sup> und R<sup>18</sup> oder R<sup>17</sup> und R<sup>19</sup> bilden jeweils zusammen mit den sie verbindenden Atomen einen Ring.

[0024] M<sup>2</sup> ist Silizium, Germanium oder Zinn, bevorzugt Silizium und Germanium. R<sup>13</sup> ist vorzugsweise =CR<sup>17</sup>R<sup>18</sup>, =SiR<sup>17</sup>R<sup>18</sup>, =GeR<sup>17</sup>R<sup>18</sup>, -O-, -S-, =SO, =PR<sup>17</sup> oder =P(O)R<sup>17</sup>.

[0025] R<sup>11</sup> und R<sup>12</sup> sind gleich oder verschieden und haben die für R<sup>17</sup> 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.

[0026] R<sup>14</sup> und R<sup>15</sup> haben die Bedeutung von R<sup>17</sup> und R<sup>18</sup>.

[0027] Bevorzugt werden Metallocenverbindungen der Formel 2 eingesetzt,



**[0028]** In der Formel 2 ist  $M^1$  ein Metall der Gruppe 4, 5 oder 6 des Periodensystems, beispielsweise Titan, Zirkonium, Hafnium, Vanadium, Niob, Tantal, Chrom, Molybdän, Wolfram, vorzugsweise Titan, Zirkonium, Hafnium.

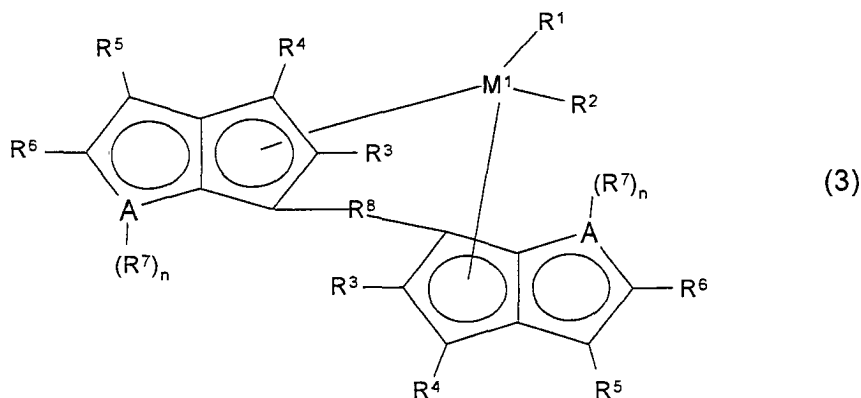
**[0029]**  $R^1$  und  $R^2$  haben die gleiche Bedeutung wie in Formel 1.

**[0030]** Die Reste  $R^3$  bis  $R^{12}$  sind gleich oder verschieden und bedeuten ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, bevorzugt Fluor, Chlor oder Brom, eine  $C_1$ - $C_{10}$ -, vorzugsweise  $C_1$ - $C_4$ -Alkylgruppe, die halogeniert sein kann, eine  $C_6$ - $C_{10}$ -, vorzugsweise  $C_6$ - $C_8$ -Arylgruppe, einen  $-NR^{16}_2$ -,  $-SR^{16}$ -,  $-SiR^{16}_3$ - oder  $PR^{16}_2$ -Rest, worin  $R^{16}$  ein Halogenatom, vorzugsweise Chlor, eine  $C_1$ - $C_{10}$ -, vorzugsweise  $C_1$ - $C_4$ -Alkylgruppe oder eine  $C_6$ - $C_{10}$ -, vorzugsweise  $C_6$ - $C_8$ -Arylgruppe ist.

**[0031]** Die benachbarten Reste  $R^4$  bis  $R^{12}$  können mit den sie verbindenden Atomen einen aromatischen, vorzugsweise 6-gliedrigen oder aliphatischen, vorzugsweise 4–8-gliedrigen Ring bilden.

**[0032]**  $R^{13}$  hat die gleiche Bedeutung wie in Formel 1b.

**[0033]** Bevorzugt werden weiterhin Metallocene der Formel 3 eingesetzt:



**[0034]** In der Formel 3 ist  $M^1$  ein Metall der Gruppe 4, 5 oder 6 des Periodensystems, beispielsweise Titan,

Zirkonium, Hafnium, Vanadium, Niob, Tantal, Chrom, Molybdän, Wolfram, vorzugsweise Titan, Zirkonium, Hafnium.

**[0035]** A ist ein Element der Gruppe 14, 15 oder 16 des Periodensystems, bevorzugt Schwefel oder Stickstoff

**[0036]** n ist 0, 1 oder 2, mit der Bedingung, dass n gleich 0 ist, wenn A ein Element aus der Gruppe 16 des Periodensystems ist, dass n gleich 1 ist, wenn A ein Element aus der Gruppe 15 des Periodensystems ist und dass n gleich 1 oder 2 ist, wenn A ein Element aus der Gruppe 14 des Periodensystems ist.

**[0037]** R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> haben die gleiche Bedeutung wie in den Formeln 1 und 2.

**[0038]** Die Reste R<sup>3</sup> bis R<sup>7</sup> sind gleich oder verschieden und bedeuten ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, bevorzugt Fluor, Chlor oder Brom, eine C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylgruppe, die halogeniert sein kann, eine C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-, vorzugsweise C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>-Arylgruppe, eine C<sub>7</sub>-C<sub>10</sub> Alkylarylgruppe oder eine C<sub>7</sub>-C<sub>10</sub> Arylalkylgruppe.

**[0039]** Der Rest R<sup>8</sup> hat die gleiche Bedeutung wie der Rest R<sup>13</sup> in den Formeln 1b und 2.

**[0040]** Ganz besonders bevorzugte werden folgende Metallocene eingesetzt:

Dimethylsilandiylbis(2-Methyl-4-phenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid Ethandiylbis(2-Methyl-4-phenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid Dimethylsilandiylbis-(2-Methyl-4-naphthyl-indenyl)zirkoniumdichlorid Dimethylsilandiylbis-6-[2,5-dimethyl-3-(2'-methyl-phenyl)cyclopentadienyl-[1,2-b]thiophene]zirkoniumdichlorid sowie jeweils die Alkyl- oder Aryl-Derivate dieser Metallocendichloride.

**[0041]** 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<sup>20</sup><sub>x</sub>NH<sub>4-x</sub>BR<sup>21</sup><sub>4</sub>, R<sup>20</sup><sub>x</sub>PH<sub>4-x</sub>BR<sup>21</sup><sub>4</sub>, R<sup>20</sup><sub>3</sub>CBR<sup>21</sup><sub>4</sub> oder BR<sup>21</sup><sub>3</sub>. In diesen Formeln bedeutet x eine Zahl von 1 bis 4, die Reste R<sup>20</sup> sind gleich oder verschieden, bevorzugt gleich, und bedeuten C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>-Aryl oder zwei Reste R<sup>20</sup> bilden zusammen mit dem sie verbindenden Atom einen Ring, und die Reste R<sup>21</sup> sind gleich oder verschieden, bevorzugt gleich, und stehen für C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>-Aryl, das durch Alkyl, Haloalkyl oder Fluor substituiert sein kann. Insbesondere steht R<sup>20</sup> für Ethyl, Propyl, Butyl oder Phenyl und R<sup>21</sup> für Phenyl, Pentafluorphenyl, 3,5-Bis-trifluormethylphenyl, Mesityl, Xylol oder Toluol.

**[0042]** 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.

**[0043]** 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.

**[0044]** Der Katalysator kann als Lösung, Suspension oder in geträgerter Form trocken dosiert werden. Als Lösung- bzw. Suspendiermittel sind für Katalysator oder Cokatalysator sind allgemein Kohlenwasserstoffe wie Hexan, Cyclohexan, Heptan, Octan, technische Dieselöle, Toluol, Xylol geeignet.

**[0045]** Die Polymerisation kann in Lösung, Suspension oder in der Gasphase bei Temperaturen zwischen 40 und 140°C, bei einem Olefin-Partialdruck zwischen 1 und 50 bar, bei einem Wasserstoff-Partialdruck zwischen 0 und 10 bar, unter Zugabe von (bezogen auf Aluminium) von 0,01 bis 10 mmol Cokatalysator/Liter Suspensions- oder Lösungsmittel und einem Katalysator/Cokatalysator-Verhältnis von 1:1 bis 1:1000 durchgeführt werden. Die Polymerisation kann zur Inertisierung unter Zusatz einer weiteren aluminiumorganischen Verbindung wie z. B. Trimethylaluminium, Triethylaluminium, Triisobutylaluminium oder Isoprenylaluminium in einer Konzentration von 1 bis 0,001 mmol Aluminium/l Reaktorvolumen durchgeführt werden.

**[0046]** Es kann diskontinuierlich oder kontinuierlich sowie ein- oder mehrstufig polymerisiert werden.

**[0047]** Die Molmasse und damit die Schmelzviskosität der erfindungsgemäßen Wachse kann wie bekannt mit Wasserstoff und/oder auch über die Polymerisationstemperatur geregelt werden. Erhöhte Wasserstoffkonzentrationen oder erhöhte Polymerisationstemperaturen führen in der Regel zu niedrigeren Molmassen.

**[0048]** Die erfindungsgemäßen Wachse können durch Einführung polarer, beispielsweise sauerstoffhaltiger Funktionen chemisch modifiziert werden. Die Modifizierung erfolgt in bekannter Weise z. B. durch radikalische Pfropfreaktion mit polaren Monomeren, beispielsweise  $\alpha,\beta$ -ungesättigten Carbonsäuren oder deren Derivaten wie Acrylsäure, Maleinsäure oder Maleinsäureanhydrid oder ungesättigten Organosilanverbindungen wie Alkoxylvinyilsilanen. Verfahren zur Pfropfung von Polypropylenwachsen sind beispielsweise in EP 941 257 oder EP 1 508 579 beschrieben.

**[0049]** Die erfindungsgemäßen Wachse können, gegebenenfalls nach polarer Modifizierung, z. B. als Dispergiermittel für Pigmente zur Einfärbung von thermoplastischen Kunststoffen, als Gleit- oder Trennmittel bei der Kunststoffverarbeitung, als Mattierungs- und Scheuerschutzadditiv in Druckfarben und Lacken und als Bestandteil von Fototoner-Zusammensetzungen eingesetzt werden, weiterhin, bevorzugt in polar modifizierter Form, auch für die Herstellung stabiler wässriger Dispersionen. In besonderer Weise sind die polar modifizierten erfindungsgemäßen Wachse für den Einsatz als Haft- und Verträglichkeitsvermittler in Elends oder Compounds von thermoplastischen Kunststoffen, beispielsweise Polyolefinen wie Polypropylen, mit anorganischen oder organischen Füllstoffen oder verstärkenden Materialien wie Glasfasern, Calciumcarbonat, Aluminiumsilikaten, Sicliciumdioxid, Magnesiumsilikaten (Talcum), Bariumsulfat, Aluminium-Kalium-Natrium-Silikaten, Metallen oder Metalloxiden wie Aluminium oder Aluminiumoxiden bzw. -hydroxiden, Rußen, Graphit, Holz- und Korkmehl sowie Naturfasern wie Flachs oder Hanf geeignet.

**[0050]** Unter anderem wegen ihrer hohen Schmelzpunkte eignen sich die erfindungsgemäßen Wachse insbesondere als Rezepturbestandteile für Heißschmelzmassen mit dem Vorteil hoher Wärmestandfestigkeiten, beispielsweise für die Verwendung als hot melt-Klebstoff oder für Straßenmarkierungen.

**[0051]** Die Wachse können durch Versprühung oder Vermahlung zu Pulvern verarbeitet und auch in dieser Form eingesetzt werden, wenn dies anwendungstechnisch erforderlich oder vorteilhaft ist. Sie sind aufgrund ihrer hohen Härte und Sprödigkeit in besonderer Weise für die Vermahlung beispielsweise auf Strahl- oder mechanischen Mühlen geeignet. Die Feinheitgrade können in weiten Bereichen eingestellt werden können; es sind d50-Werten bis  $< 8 \mu\text{m}$  zugänglich. Die Wachse können sowohl in reiner Form als auch in Mischung mit Wachsen anderer Art wie Amidwachsen, unpolaren oder polaren Polyolefinwachsen auf Nicht-Metalloccenbasis, Montan- oder Carnaubawachsen, Paraffinen wie Fischer-Tropsch-Paraffinen oder weiteren Komponenten wie PTFE (Polytetrafluorethylen) zerkleinert und angewendet werden.

#### Beispiele:

**[0052]** Die Schmelzviskositäten wurden nach DIN 53019 mit einem Rotationsviskosimeter, die Tropfpunkte nach DIN 51801/2, die Erweichungspunkte Ring/Kugel nach DIN EN 1427 bestimmt. DSC-Schmelzpunkte und Schmelzwärmen wurden mit gemäß DIN 51700 bestimmt. Ausgewertet wurde jeweils die zweite Aufheizkurve, die Heiz- und Kühlrate betrug jeweils  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ .

**[0053]** Die Untersuchung der Kettenenden der Polymere erfolgte über  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektroskopie wie in Polymer, 1989, Vol. 30, S. 428 beschrieben. Sofern weniger als 10% aller Endgruppen ungesättigt vorliegen, erscheint in den Beispielen die Angabe „gesättigt“.

#### Beispiel 1

**[0054]** Ein trockener 120 L-Kessel wurde mit Stickstoff gespült, 2.4 bar Wasserstoff aufgedrückt, mit 40 L Propylen befüllt und auf eine Temperatur von  $70^\circ\text{C}$  gebracht. Parallel dazu wurden 10 mg rac-Dimethylsilandiyl-bis(2-methyl-4-phenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid in 30 ml toluolischer Methylaluminloxanlösung (5 Gew.-% Al) gelöst und durch 15-minütiges Stehenlassen voraktiviert. Die Katalysatorlösung wurde mit 170 ml Toluol verdünnt und dann innerhalb von 30 Minuten in den Kessel gegeben. Nach beendeter Zugabe wurde 30 Minuten lang weiter gerührt. Während der gesamten Reaktionsdauer wurde die Temperatur durch Kühlung bei  $70^\circ\text{C}$  gehalten. Der Druck wurde durch Nachdosieren von Propylen konstant gehalten, die Wasserstoffkonzentration wurde durch Nachfahren von Wasserstoff ebenfalls konstant gehalten. Nach Ablauf der Nachrührzeit wurde durch Zugabe von Kohlendioxid die Reaktion gestoppt.

**[0055]** Es wurden 9,3 kg Polypropylenwachs erhalten, entsprechend einer Katalysatoraktivität von 590 kg PP-Wachs/mmol Zirkonium/Stunde.

Tropfpunkt/Erweichungspunkt (Ring/Kugel):  $162^\circ\text{C}$

Schmelzpunkt (DSC)  $158^\circ\text{C}$

Schmelzwärme (DSC)  $\Delta H$  125 J/g



Schmelzviskosität (170°C) 543 mPas.  
Keine ungesättigten Kettenenden.

Beispiel 2

**[0056]** Es wurde wie in Beispiel 1 verfahren, jedoch wurden nur 1.0 bar Wasserstoff aufgedrückt.

**[0057]** Es wurden 2,1 kg Polypropylenwachs erhalten, entsprechend einer Katalysatoraktivität von 130 kg PP-Wachs/mmol Zirkonium/Stunde.  
Tropfpunkt/Erweichungspunkt (Ring/Kugel): 167°C  
Schmelzpunkt (DSC) 158°C  
Schmelzwärme (DSC)  $\Delta H$  127 J/g  
Schmelzviskosität (170°C) 9560 mPas.  
Keine ungesättigten Kettenenden.

Beispiel 3

**[0058]** Es wurde wie in Beispiel 1 verfahren, jedoch wurde der Kessel nach dem Aufdrücken von 0.2 bar Wasserstoff mit 40 L Exxsol und 27 L Propylen gefüllt und die Polymerisation bei einer Temperatur von 105°C durchgeführt.

**[0059]** Es wurden 4,3 kg Polypropylenwachs erhalten, entsprechend einer Katalysatoraktivität von 270 kg PP-Wachs/mmol Zirkonium/Stunde.  
Tropfpunkt/Erweichungspunkt (Ring/Kugel): 163°C  
Schmelzpunkt (DSC) 160°C  
Schmelzwärme (DSC)  $\Delta H$  101 J/g  
Schmelzviskosität (170°C) 8300 mPas.  
Keine ungesättigten Kettenenden.

Beispiel 4

**[0060]** Es wurde wie in Beispiel 1 verfahren, jedoch wurde rac-Ethandiylobis(2-methyl-4-phenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid als Katalysator verwendet

**[0061]** Es wurden 6,0 kg Polypropylenwachs erhalten, entsprechend einer Katalysatoraktivität von 354 kg PP-Wachs/mmol Zirkonium/Stunde.  
Tropfpunkt/Erweichungspunkt (Ring/Kugel) 161°C  
Schmelzpunkt (DSC) 158°C  
Schmelzwärme (DSC)  $\Delta H$  121 J/g  
Schmelzviskosität (170°C) 189 mPas.  
Keine ungesättigten Kettenenden.

Beispiel 5

**[0062]** Es wurde wie in Beispiel 4 verfahren, jedoch wurden nur 0.5 bar Wasserstoff aufgedrückt.

**[0063]** Es wurden 5.2 kg Polypropylenwachs erhalten, entsprechend einer Katalysatoraktivität von 311 kg PP-Wachs/mmol Zirkonium/ Stunde.  
Tropfpunkt/Erweichungspunkt (Ring/Kugel) 162°C  
Schmelzpunkt (DSC) 158°C  
Schmelzwärme (DSC)  $\Delta H$  98 J/g  
Schmelzviskosität (170°C) 5530 mPas.  
Keine ungesättigten Kettenenden.

Beispiel 6

**[0064]** Es wurde wie in Beispiel 3 verfahren, jedoch wurde rac-Dimethylsilandiylobis-6-[2,5-dimethyl-3-(2'-methyl-phenyl)cyclopentadienyl-[1,2-b]-thiophene]zirkoniumdichlorid als Katalysator verwendet und 0.4 bar Wasserstoff aufgedrückt.

**[0065]** Es wurden 3,9 kg Polypropylenwachs erhalten, entsprechend einer Katalysatoraktivität von 379 kg PP-Wachs/mmol Zirkonium/Stunde.  
 Erweichungspunkt (Ring/Kugel): 165°C  
 Schmelzpunkt (DSC) 161°C  
 Schmelzwärme (DSC)  $\Delta H$  103 J/g  
 Schmelzviskosität (170°C): 2440 mPas.  
 Keine ungesättigten Kettenenden.

## Beispiel 7

**[0066]** Es wurde wie in Beispiel 1 verfahren, jedoch wurde rac-Dimethylsilandiylbis-(2-Methyl-4-indenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid als Katalysator verwendet.

**[0067]** Es wurden 8,3 kg Polypropylenwachs erhalten, entsprechend einer Katalysatoraktivität von 560 kg PP-Wachs/mmol Zirkonium/Stunde.  
 Tropfpunkt/Erweichungspunkt (Ring/Kugel): 163°C  
 Schmelzpunkt (DSC) 159°C  
 Schmelzwärme (DSC)  $\Delta H$  109 J/g  
 Schmelzviskosität (170°C) 750 mPas.  
 Keine ungesättigten Kettenenden.

## Beispiel 8, Vergleichsbeispiel 1 (Mikronisierung):

**[0068]** Das Wachs aus Beispiel 1 wurde auf einer Fließbettgegenstrahlmühle AFG 100, Fa. Hosokawa Alpine gemahlen. Als nicht erfindungsgemäßer Vergleich wurde unter analogen Bedingungen ein durch thermischen Abbau hergestelltes Polypropylenwachs vom Typ L-C® 502N der Fa. Lion Chemical Co., Ltd. mit einem Erweichungspunkt von 151°C und einer Schmelzviskosität von 210 mPa·s/170°C gemahlen. Die Ergebnisse sind in Tab. 1 gegenübergestellt. Sie zeigen, dass mit dem Wachs aus Beispiel 1 ein Micronisat mit vergleichbar feiner Partikelgröße d50, aber deutlich höherer Durchsatzmenge erhalten werden konnte.

	Mahlruck	Sichterdrehzahl	Durchsatz	d50-Wert*)
Beispiel 8	6,5	10500	950	7,8
Vergleichsbeispiel 1	7,0	11000	390	7,7
	bar	Upm	g/h	µm

\*) gemessen nach der Laserbeugungsmethode mit einem Gerät der Fa. Malvern.

## Beispiel 9 und Vergleichsbeispiel 2 (Verwendung in einer Druckfarbenrezeptur):

**[0069]** Die mikronisierten Wachse aus Beispiel 8 und Vergleichsbeispiel 1 wurden in einer Einsatzmenge von 1.5 Gew.-% unter intensivem Rühren mit einem Dissolver in eine Offsetfarbe (Novaboard cyan 4 C 86, K + E Druckfarben) eingearbeitet. Man fertigte einen Probedruck (Prüfbau-Mehrzweck-Probedruckmaschine System Dr. Dürner) auf Papier des Typs Phoenomatt 115 g/m<sup>2</sup> (Scheufelen GmbH + Co KG) an und untersuchte das Scheuerverhalten auf einem Scheuerprüf-Gerät (Scheuerprüfer Prüfbau Quartant) bei einer Scheuerbelastung von 48 g/cm<sup>2</sup> und einer Scheuergeschwindigkeit von 15 cm/sec. Beurteilt wurde die Intensität der auf das Prüfblatt übertragenen Farbe (Farbdifferenz nach DIN 6174, Messung mit Hunterlab D 25-2, Hunter). Die in nachfolgender Tabelle dargestellten Resultate zeigen, dass das erfindungsgemäße Wachs bezüglich Farbdifferenz und damit Abriebfestigkeit dem Vergleich überlegen ist.

	Farbdifferenz	
	100 Hub	200 Hub
Vergleich ohne Wachs	14,4	15,9
Beispiel 9	1,5	1,8
Vergleichsbeispiel 2	2,5	3,1

## Beispiel 10, Vergleichsbeispiel 3 (Verwendung zur Pigmentdispersion)

**[0070]** Zur Herstellung eines Pigment-Masterbatches wurde eine Mischung aus 30 Gew.-% des in Beispiel 4 beschriebenen Waxes, 40 Gew.-% des Pigments C. I. Pigment Blue 15:1 (C. I. Nr. 74160 Heucobla<sup>®</sup> 515303) und 30 Gew.-% Polypropylen des Typs PP HG 235 J (Borealis) in einem Henschel-Mischer FM 10 während 5 min mit 1000 Upm Rührgeschwindigkeit bei Raumtemperatur vermischt. Anschließend wurde die Mischung in einem gleichlaufenden Doppelschneckenextruder zum Masterbatch verarbeitet.

**[0071]** Zur Beurteilung der Dispergierqualität wurde der Druckfilterwert nach der Norm DIN EN 13009-5 gemessen. Dieser Wert ist umso niedriger, je besser die Verteilung des Pigments in der Polyolefinmatrix ist. Im vorliegenden Fall ergab sich ein Messwert von 12,8 bar/g.

**[0072]** Als Vergleich diente die durch thermischen Abbau hergestellte Polypropylenwachstyp L-C<sup>®</sup> 502N der Fa. Lion Chemical Co., Ltd. mit einem Erweichungspunkt von 151°C und einer Schmelzviskosität von 210 mPa·s/170°C, die entsprechend Beispiel 9 anstelle des erfindungsgemäßen Polypropylenwaxes aus Beispiel 4 eingesetzt wurde. Der gemessene Druckfilterwert betrug 17,9 bar/g.

## Beispiel 11, Vergleichsbeispiel 3 (Verwendung in Heißschmelzklebmassen)

**[0073]** Es wurden Schmelzklebmassen entsprechend nachfolgender Tabelle hergestellt. Die Komponenten wurden gemeinsam aufgeschmolzen und durch Rühren bei 180°C gemischt. Zur Prüfung der Kohäsion wurden aus den Mischungen gemäß DIN 53455 Formkörper vergossen und deren mechanischen Stabilität im Zugversuch geprüft. Als Vergleich wurde die durch Ziegler-Natta-Polymerisation hergestellte Polypropylenwachstyp Licowax<sup>®</sup> PP 220 der Fa. Clariant Corporation mit einer Schmelzviskosität von 800 mPa·s/170°C, einem DSC-Schmelzpunkt von 154°C und einer Schmelzwärme von 72 J/g eingesetzt. Licocene PP 1602 TP ist der Handelsname für ein niedrigkristallines Metallocen-Propylenpolymer der Fa. Clariant Corporation mit einem Erweichungspunkt Ring/Kugel von ca. 90°C, Regalite<sup>®</sup> 1140 der Handelsname für ein Kohlenwasserstoffharz der Fa. Eastman Chem. Co.

**[0074]** Die Gegenüberstellung zeigt, dass die Mischung mit Wachs nach Beispiel 11 bei gleichzeitig verbesserter Kohäsion einen höheren Erweichungspunkt und damit eine höhere Wärmestandfestigkeit aufweist als die Vergleichsmischung mit einem nicht erfindungsgemäßen Polypropylenwachs.

	Beispiel 11	Vergleichsbeispiel 3	
Licocene <sup>®</sup> PP 1602 TP	70	70	Gew.-Tle.
Wachs aus Beispiel 7	5		Gew.-Tle.
Licowax <sup>®</sup> PP 220		5	Gew.-Tle.
Regalite <sup>®</sup> 1140	25	25	Gew.-Tle.
Erweichungspunkt	160	153	°C
Kohäsion	5,5	3,0	N/mm <sup>2</sup>

## ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

### Zitierte Patentliteratur

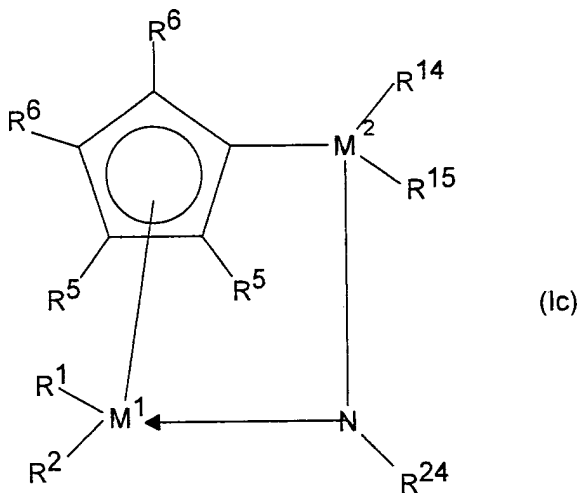
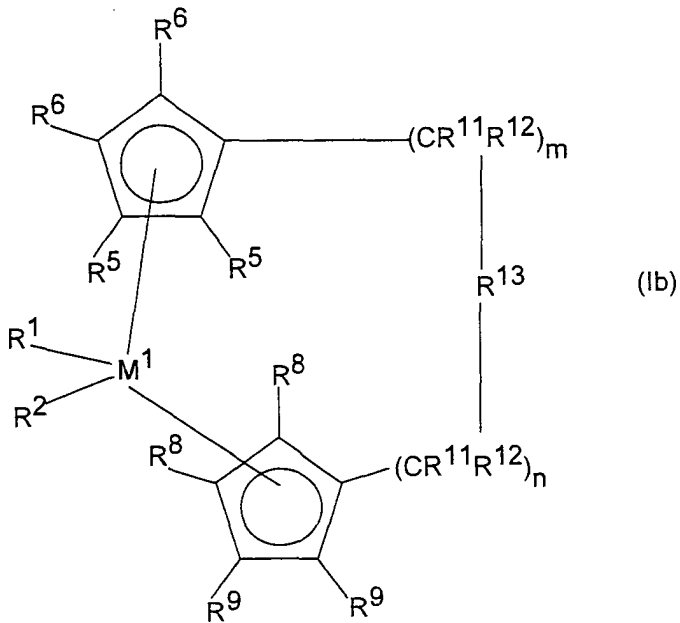
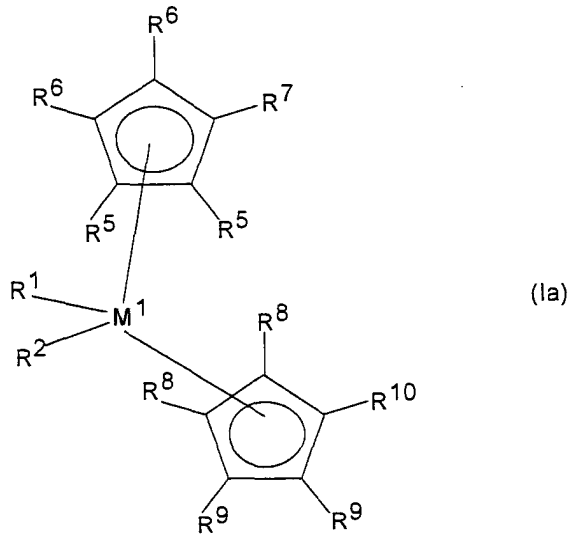
- DE 3148229 [0005]
- EP 321852 [0006]
- EP 890584 [0007]
- WO 2006/053757 [0008]
- US 2835659 [0010]
- EP 941257 [0048]
- EP 1508579 [0048]

### Zitierte Nicht-Patentliteratur

- DIN 53019 [0052]
- DIN 51801/2 [0052]
- DIN EN 1427 [0052]
- DIN 51700 [0052]
- DIN 6174 [0069]
- DIN EN 13009-5 [0071]
- DIN 53455 [0073]

**Patentansprüche**

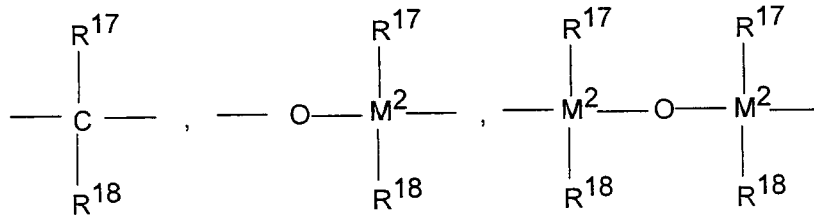
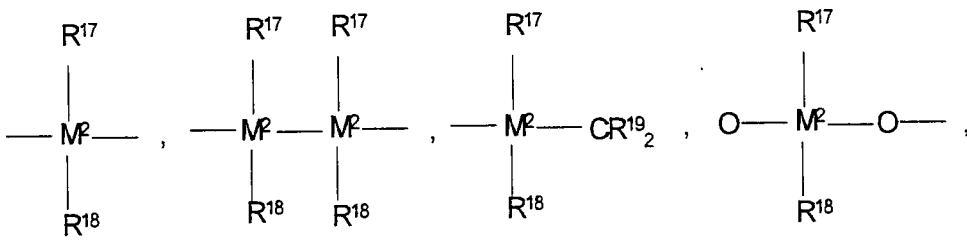
1. Polypropylenwachs, gekennzeichnet durch
  - a) einen Tropf- bzw. Erweichungspunkt Ring/Kugel größer als 155°C,
  - b) Schmelzwärmen größer als 80 J/g und
  - c) einen DSC-Schmelzpunkt > 155°C.
2. Polypropylenwachs nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es eine Molmassenverteilung Mw/Mn im Bereich von 1,5 bis 3,0 besitzt.
3. Polypropylenwachs nach Anspruch 1 und/oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Viskosität, gemessen in der Schmelze bei 170°C, zwischen 20 und 30000 mPa·s liegt.
4. Polypropylenwachse nach Anspruch 3, dadurch, gekennzeichnet dass die Viskosität, gemessen in der Schmelze bei 170°C zwischen 100 und 20000 mPa·s. liegen.
5. Polypropylenwachs nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Gehalt an ungesättigten Kettenenden kleiner 10% ist.
6. Polypropylenwachse nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Wachs durch Einführung polarer, gegebenenfalls sauerstoffhaltiger Gruppen chemisch modifiziert ist.
7. Polypropylenwachse nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass dieses durch direkte Polymerisation von Propylen mit Hilfe von Metallocenkatalysatoren hergestellt wurde.
8. Verfahren zur Herstellung von Polypropylenwachsen mit
  - a) einen Tropf- bzw. Erweichungspunkt Ring/Kugel größer als 155°C,
  - b) einen DSC-Schmelzpunkt größer als 155°C,
  - c) Schmelzwärmen größer als 80 J/g und
  - d) einem Gehalt an ungesättigten Kettenenden kleiner 10%durch Umsetzung von Propylen mit Metallocenverbindungen bei Temperaturen im Bereich von 40 bis 140°C, einem Olefin-Partialdruck im Bereich von 1 bis 50 bar in Gegenwart eines Cokatalysators.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass eine Metallocenverbindung der Formeln (Ia), (Ib) oder (Ic) in der M<sup>1</sup> für Zirkonium, Titan, Hafnium, Vanadium Niob, Tantal, Chrom, Molybdän oder Wolfram steht, verwendet wird



wobei

$R^5$ ,  $R^6$ ,  $R^7$ ,  $R^8$ ,  $R^9$  und  $R^{10}$  gleich oder verschieden sind und bedeuten ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkylgruppe, eine  $C_6$ - $C_{10}$ -Arylgruppe, eine  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkoxygruppe, einen  $-NR^{16}_2$ -,  $-SR^{16}$ -,  $-OSiR^{16}_3$ -,  $-SiR^{16}_3$ - oder  $-PR^{16}_2$ -Rest, worin  $R^{16}$  eine  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkylgruppe oder  $C_6$ - $C_{10}$ -Arylgruppe oder im Falle

Si oder P enthaltender Reste auch ein Halogenatom 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,  $R^{13}$  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, eine  $C_1$ - $C_{30}$ -Alkyl-, eine  $C_1$ - $C_{10}$ -Fluoralkylgruppe, eine  $C_6$ - $C_{10}$ -Fluoraryl-, eine  $C_6$ - $C_{10}$ -Arylgruppe, eine  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkoxygruppe, eine  $C_2$ - $C_{10}$ -Alkenylgruppe, eine  $C_7$ - $C_{40}$ -Aralkylgruppe, eine  $C_8$ - $C_{40}$ -Arylalkenylgruppe oder eine  $C_7$ - $C_{40}$ -Alkylarylgruppe bedeuten, oder  $R^{17}$  und  $R^{18}$  oder  $R^{17}$  und  $R^{19}$  bilden jeweils zusammen mit den sie verbindenden Atomen einen Ring, wobei  $R^{24}$  die Bedeutung von  $R^{17}$  hat und vorzugsweise Methyl, tert.-Butyl oder Cyclohexyl ist

$M^2$  ist Silizium, Germanium oder Zinn und

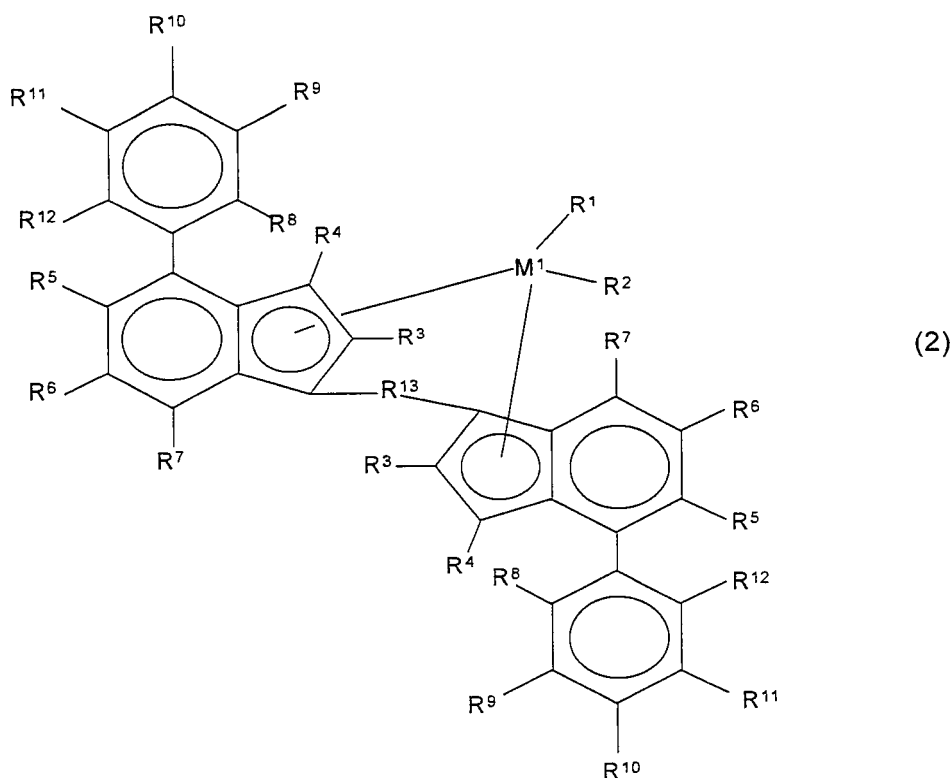
$R^{13}$  ist  $=CR^{17}R^{18}$ ,  $=SiR^{17}R^{18}$ ,  $=GeR^{17}R^{18}$ ,  $-O-$ ,  $-S-$ ,  $=SO$ ,  $=PR^{17}$  oder  $=P(O)R^{17}$

$R^{11}$  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, wobei m plus n null, 1 oder 2 ist,

und

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

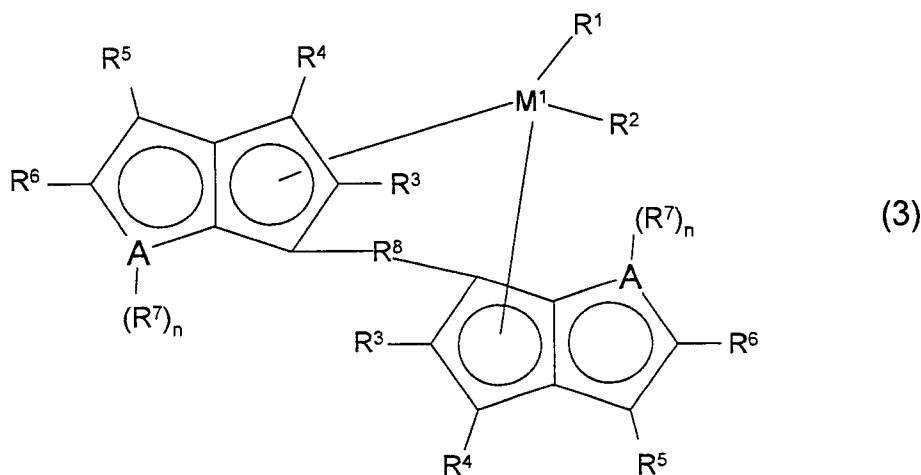
10. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass als Metallocenverbindung eine Verbindung der Formel (2) eingesetzt wird



wobei  $M^1$ ,  $R^1$  und  $R^2$  die gleiche Bedeutung wie in Formel (I) haben und  $R^3$  bis  $R^{12}$  sind gleich oder verschieden und bedeuten ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkylgruppe, die gegebenenfalls halogeniert ist, eine  $C_6$ - $C_{10}$ -Arylgruppe, einen  $-NR^{16}_2$ -,  $-SR^{16}$ -,  $-SiR^{16}_3$ - oder  $PR^{16}_2$ -Rest, worin  $R^{16}$  ein Halogenatom ist, eine  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkylgruppe oder eine  $C_6$ - $C_{10}$ -Arylgruppe ist.

Wobei die benachbarten Reste  $R^4$  bis  $R^{12}$  gegebenenfalls mit den sie verbindenden Atomen einen aromatischen oder aliphatischen Ring bilden.

11. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass als Metallocenverbindung eine Verbindung der Formel (3) eingesetzt wird



wobei

$M^1$  ein Metall der Gruppe 4, 5 oder 6 des Periodensystems ist und A ist ein Element der Gruppe 14, 15 oder 16 des Periodensystems,

n ist 0, 1 oder 2, mit der Bedingung, dass n gleich 0 ist, wenn A ein Element aus der Gruppe 16 des Periodensystems ist, dass n gleich 1 ist, wenn A ein Element aus der Gruppe 15 des Periodensystems ist und dass n gleich 1 oder 2 ist, wenn A ein Element aus der Gruppe 14 des Periodensystems ist,

$R^1$  und  $R^2$  haben die gleiche Bedeutung wie in der Formeln (I),

$R^3$  bis  $R^7$  sind gleich oder verschieden und bedeuten ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom eine  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkylgruppe, die gegebenenfalls halogeniert ist, eine  $C_6$ - $C_{10}$ -Arylgruppe, eine  $C_7$ - $C_{10}$  Alkylarylgruppe oder eine  $C_7$ - $C_{10}$  Arylalkylgruppe und



R<sup>8</sup> hat die gleiche Bedeutung wie der Rest R<sup>13</sup> in der Formeln (Ib).

12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 9, 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass M1 für Zirkonium steht.

13. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass als Cokatalysator aluminiumorganische Verbindungen, insbesondere Alumoxane oder aluminiumfreie Systeme aus der Gruppe:  $R^{20}_x NH_{4-x} BR^{21}_4$ ,  $R^{20}_x PH_{4-x} BR^{21}_4$ ,  $R^{20}_3 CBR^{21}_4$  oder  $BR^{21}_3$  eingesetzt werden, wobei x eine Zahl von 1 bis 4 ist, die Reste R<sup>20</sup> sind gleich oder verschieden sind und C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>-Aryl bedeuten oder zwei Reste R<sup>20</sup> zusammen mit dem sie verbindenden Atom einen Ring bilden, und die Reste R<sup>21</sup> sind gleich oder verschieden sind und für einen gegebenenfalls substituierten C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>-Arylrest stehen.

14. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 8 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass dem Reaktionsgemisch zusätzlich aluminiumorganische Verbindungen oder Mischungen derselben zugegeben werden.

15. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 8 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass der Katalysator und der Cokatalysator in Lösung oder suspendiert dem Reaktionsgemisch zugegeben werden.

16. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 8 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die erhaltenen Polypropylenwachse anschließend durch Einführung polarer, gegebenenfalls sauerstoffhaltiger Funktionen chemisch modifiziert werden.

17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Modifizierung durch radikalische Pfropfreaktion mit polaren Monomeren erfolgt.

18. Verwendung von Polypropylen-Wachsen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7 als Dispergiermittel für Pigmente.

19. Verwendung von Polypropylen-Wachsen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7 als Additiv in Druckfarben und Lacken.

20. Verwendung von Polypropylen-Wachsen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7 in Fototonern.

21. Verwendung von Polypropylen-Wachsen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7 als Gleit- oder Trennmittel für die Kunststoffverarbeitung.

22. Verwendung von Polypropylen-Wachsen nach Anspruch 6 zur Herstellung wässriger Dispersionen.

23. Verwendung von Polypropylen-Wachsen nach Anspruch 6 als Haft- und Verträglichkeitsvermittler in Kunststoffcompounds.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen