

(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
02. Januar 2020 (02.01.2020)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2020/002230 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

B05B 5/043 (2006.01) **B05B 5/04** (2006.01)
B05B 12/08 (2006.01) **G01N 15/00** (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2019/066663

(22) Internationales Anmeldedatum:
24. Juni 2019 (24.06.2019)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
18179596.4 25. Juni 2018 (25.06.2018) EP

(71) Anmelder: **BASF COATINGS GMBH** [DE/DE]; Glasuritstr. 1, 48165 Münster (DE).

(72) Erfinder: **BRIESENICK, Daniel**; Glasuritstr. 1, 48165 Münster (DE). **EIERHOFF, Dirk**; Glasuritstr. 1, 48165 Münster (DE). **WIGGER, Georg**; Glasuritstr. 1, 48165 Münster (DE). **BORNEMANN, Christian**; Glasuritstr. 1, 48165 Münster (DE). **RIEDIGER, Siegfried**; Hoher Weg 7, 48317 Drensteinfurt (DE). **WILLENBACHER, Norbert**; Dr.-Kurt-Schumacher-Str. 15, 67292 Kirchheimbollen (DE). **OSWALD, Walter**; Kaiserstr. 12, 76131 Karlsruhe (DE).

(74) Anwalt: **LEIFERT & STEFFAN PATENTANWÄLTE PARTG MBB**; Postfach 10 40 09, 40031 Düsseldorf (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM,

DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, 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, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärungen gemäß Regel 4.17:

— hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, ein Patent zu beantragen und zu erhalten (Regel 4.17 Ziffer ii)

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(54) Title: METHOD FOR DETERMINING THE AVERAGE FILAMENT LENGTH DURING A ROTATIONAL ATOMIZATION, AND SCREENING METHOD BASED THEREON DURING THE DEVELOPMENT OF A PAINT

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR BESTIMMUNG DER MITTLEREN FILAMENTLÄNGE WÄHREND DER ROTATIONSZERSTÄUBUNG UND DARAUF BASIERENDES SCREENING-VERFAHREN BEI DER LACKENTWICKLUNG

(57) Abstract: The invention relates to a method for determining the average filament length of filaments formed when carrying out a rotational atomization of a coating agent composition, having at least the steps (1) to (3), namely atomizing the coating agent composition using a rotational atomizer which has a bell disc capable of rotating as the application body (1), optically detecting the filaments formed on the bell disc edge in the process using at least one camera (2), and digitally evaluating the optical data obtained in this manner, thereby obtaining the average filament length of the filaments which are formed during the atomization process and which are located on the bell disc edge of the bell disc (3). The invention also relates to methods for generating an electronic database and for screening coating agent compositions while developing paint formulations, said methods being carried out on the basis of the aforementioned method.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge von bei Durchführung einer Rotationszerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung gebildeten Filamenten, welches wenigstens die Schritte (1) bis (3) umfasst, nämlich Zerstäubung der Beschichtungsmittelzusammensetzung mittels eines Rotationszerstäubers, welcher als Applikationskörper einen zu einer Rotation befähigten Glockenteller aufweist (1), optische Erfassung der dabei an der Glockentellerkante gebildeten Filamente mittels wenigstens einer Kamera (2) und digitale Auswertung der so erhaltenen optischen Daten unter Erhalt der mittleren Filamentlänge derjenigen bei der Zerstäubung gebildeten Filamente, die sich an der Glockentellerkante des Glockentellers befinden (3), sowie Verfahren zur Erstellung einer elektronischen Datenbank und zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen, welche auf Grundlage des vorgenannten Verfahrens durchgeführt werden.



WO 2020/002230 A1

Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge während der Rotationszerstäubung und darauf basierendes Screening-Verfahren bei der Lackentwicklung

5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge von bei Durchführung einer Rotationszerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung gebildeten Filamenten, welches wenigstens die Schritte (1) bis (3) umfasst, nämlich Zerstäubung der Beschichtungsmittelzusammensetzung mittels eines Rotationszerstäubers, welcher als
10 Applikationskörper einen zu einer Rotation befähigten Glockenteller aufweist (1), optische Erfassung der dabei an der Glockentellerkante gebildeten Filamente mittels wenigstens einer Kamera (2) und digitale Auswertung der so erhaltenen optischen Daten unter Erhalt der mittleren Filamentlänge derjenigen bei der Zerstäubung gebildeten Filamente, die sich an der Glockentellerkante des Glockentellers befinden
15 (3), sowie Verfahren zur Erstellung einer elektronischen Datenbank und zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen, welche auf Grundlage des vorgenannten Verfahrens durchgeführt werden.

Stand der Technik

Insbesondere in der Automobilindustrie wird heutzutage eine Reihe von Beschichtungsmittelzusammensetzungen wie beispielsweise Basislacke mittels Rotationszerstäubung auf das jeweils zu beschichtende Substrat aufgetragen.
25 Solche Zerstäuber weisen einen schnell rotierenden Applikationskörper wie beispielsweise einen Glockenteller auf, der die aufzutragende Beschichtungsmittelzusammensetzung insbesondere aufgrund der wirkenden Zentrifugalkraft unter Bildung von Filamenten in einen Sprühnebel in Form von Tröpfchen zerstäubt. Üblicherweise erfolgt die Applikation der Beschichtungsmittelzusammensetzung
30 elektrostatisch, um einen möglichst hohen Auftragswirkungsgrad und einen möglichst geringen Overspray zu gewährleisten. An der Glockentellerkante erfolgt dabei eine Aufladung des durch insbesondere Zentrifugalkräfte zerstäubten Lackes durch direktes Anlegen einer Hochspannung an die aufzutragende Beschichtungsmittelzusammensetzung (Direkta Aufladung). Nach Auftrag der

jeweiligen Beschichtungsmittelzusammensetzung auf das Substrat wird der resultierende Film - gegebenenfalls nach zusätzlichem Aufbringen weiterer darüber liegender Beschichtungsmittelzusammensetzungen in Form von weiteren Filmen - gehärtet bzw. eingebrannt, um die resultierende erwünschte Beschichtung zu erhalten.

Eine Optimierung von insbesondere auf diese Weise erhaltenen Beschichtungen hinsichtlich bestimmter erwünschter Eigenschaften der Beschichtung wie einer Vermeidung oder zumindest einer Verringerung der Neigung zur Ausbildung bzw. des Auftretens von optischen Defekten und/oder Oberflächendefekten wie beispielsweise Nadelstichen, Wolkigkeit und/oder der Verlaufseigenschaften ist vergleichsweise aufwendig und üblicherweise nur empirisch möglich. Dies bedeutet, dass entsprechende Beschichtungsmittelzusammensetzungen bzw. üblicherweise ganze Testreihen davon, innerhalb derer verschiedene Parameter variiert worden sind, erst hergestellt und dann wie im vorstehenden Absatz beschrieben auf ein Substrat aufgetragen und gehärtet bzw. eingebrannt werden müssen. Im Anschluss müssen die dann erhaltenen Reihen an Beschichtungen bezüglich der erwünschten Eigenschaften untersucht werden, um eine mögliche Verbesserung der untersuchten Eigenschaften beurteilen zu können. Üblicherweise muss dieses Procedere unter weiterer Parametervariierung mehrfach wiederholt werden, bis die erwünschte Verbesserung der untersuchten Eigenschaft(en) der Beschichtung nach Härtung bzw. Einbrennen erzielt worden ist.

Es ist im Stand der Technik bekannt, die zur Herstellung solcher Beschichtungen eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen anhand ihres Scher- viskositätsverhaltens zu untersuchen und zu charakterisieren (Scherrheologie), um ihr jeweiliges Applikationsverhalten besser verstehen zu können. Hier können beispielsweise Kapillarrheometer eingesetzt werden. Nachteilig an dieser auf die Untersuchung der Scherrheologie fokussierten Vorgehensweise ist jedoch, dass dabei der bei der Rotationszerstäubung auftretende durchaus signifikante Einfluss der Dehnviskosität nicht oder nicht in ausreichendem Maße berücksichtigt wird (Dehnrheologie). Die Dehnviskosität ist ein Maß für den Widerstand eines Materials gegen das Fließen in einer Dehnströmung. Solche Dehnströmungen treten üblicherweise in allen diesbezüglich relevanten technischen Prozessen zusätzlich zu

den Scherströmungen auf, wie zum Beispiel im Fall von Kapillareinlauf- und Kapillarauslauf-Strömungen. Im Fall eines Newtonschen Fließverhaltens lässt sich die Dehnviskosität aus ihrem konstanten Verhältnis zur klassisch bestimmten Scherviskosität (Trouton-Verhältnis) berechnen. Im Fall eines nicht-Newtonschen Fließverhaltens, welches in der Praxis bei einer Vielzahl von Anwendungen weitaus häufiger auftritt, ist es dagegen üblicherweise erforderlich, die Dehnviskosität als einen von der Scherviskosität unabhängigen Parameter unter Zuhilfenahme eines Dehnrheometers experimentell zu bestimmen, wenn die Dehnrheologie bei der vorgenannten Beschreibung und Charakterisierung in ausreichendem Maße berücksichtigt werden soll. Insbesondere bei Durchführung des vorgenannten Rotationszerstäubungsverfahrens kann die Dehnviskosität einen durchaus signifikanten Einfluss auf den Zerstäubungsprozess und den Zerfall der Filamente zu Tropfen haben, die dann den Sprühnebel bilden. Im Stand der Technik sind Methoden zur Bestimmung der Dehnviskosität bekannt. Üblicherweise wird die Dehnviskosität dabei mittels Capillary Breakup Extensional Rheometer bestimmt (CaBER). Es ist jedoch bislang keine Methode verfügbar, bei der - ohne das zu untersuchende Material tatsächlich einer Zerstäubung zu unterwerfen - sowohl Dehn- als auch Scherkräfte gleichermaßen ausreichend berücksichtigt werden.

Es besteht daher ein Bedarf an einem Verfahren, das es ermöglicht, mittels Untersuchung des Zerstäubungsverhaltens von Beschichtungsmittelzusammensetzungen eine Verbesserung von bestimmten erwünschten Eigenschaften der mittels dieser Zerstäubung herzustellenden Beschichtungen wie einer Vermeidung oder zumindest einer Verringerung der Neigung zur Ausbildung bzw. des Auftretens von optischen Defekten und/oder Oberflächendefekten zu erzielen, ohne dass dabei der üblicherweise erforderliche gesamte Lackier- und Einbrennprozess zur Herstellung solcher Beschichtungen durchlaufen werden muss. Gleichmaßen sollte ein solches Verfahren jedoch nicht nur in ausreichendem Maße die dabei auftretende Scherrheologie berücksichtigen, sondern auch die Dehnrheologie.

Aufgabe

Eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, welches es ermöglicht, eine Untersuchung und insbesondere eine

Verbesserung von bestimmten erwünschten Eigenschaften von mittels Rotationszerstäubung herzustellenden Beschichtungen wie einer Vermeidung oder zumindest einer Verringerung der Neigung zur Ausbildung bzw. des Auftretens von optischen Defekten und/oder Oberflächendefekten zu erzielen, ohne dass dabei die jeweils einzusetzende Beschichtungsmittelzusammensetzung mittels eines konventionellen Lackierverfahrens auf ein Substrat aufgetragen und insbesondere eine Härtung bzw. ein Einbrennen des resultierenden Films zur Herstellung der Beschichtung erfolgen muss, da dies vergleichsweise aufwendig und mindestens aus ökonomischen Gründen nachteilig ist. Gleichermaßen sollte ein solches Verfahren das bei der Zerstäubung auftretende Dehnverhalten in ausreichendem Maß berücksichtigen. Insbesondere ist es eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein solches Verfahren für wässrige Basislacke als Beschichtungsmittelzusammensetzungen zur Verfügung zu stellen.

Lösung

Diese Aufgabe wird gelöst durch die in den Patentansprüchen beanspruchten Gegenstände sowie die in der nachfolgenden Beschreibung beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen dieser Gegenstände.

Ein erster Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge von bei Durchführung einer Rotationszerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung gebildeten Filamenten, welches wenigstens die Schritte (1) bis (3) umfasst, nämlich

- (1) Zerstäubung der Beschichtungsmittelzusammensetzung mittels eines Rotationszerstäubers, welcher als Applikationskörper einen zu einer Rotation befähigten Glockenteller aufweist,
- (2) optische Erfassung der bei der Zerstäubung gemäß Schritt (1) an der Glockentellerkante gebildeten Filamente mittels wenigstens einer Kamera, und

(3) digitale Auswertung der durch die optische Erfassung gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten unter Erhalt der mittleren Filamentlänge derjenigen bei der Zerstäubung gebildeten Filamente, die sich an der Glockentellerkante des Glockentellers befinden.

5

Es wurde überraschend gefunden, dass das erfindungsgemäße Verfahren es erlaubt, das Rotationszerstäubungsverhalten verschiedenster Beschichtungsmittelzusammensetzungen, insbesondere von wässrigen Basislacken, zu untersuchen und zu charakterisieren. Dies gelingt überraschenderweise auf Basis der Bestimmung
10 der mittleren Filamentlängen derjenigen bei der Zerstäubung auftretenden Filamente, die sich an der Glockenkante des Glockentellers befinden, wenn ein solcher Glockenteller als rotierender Applikationskörper bei der Rotationszerstäubung eingesetzt wird.

15 Die mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens bestimmten mittleren Filamentlängen können in eine elektronische Datenbank inkorporiert werden bzw. eine entsprechende Datenbank kann erstellt und/oder aktualisiert werden. Ein zweiter Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank beinhaltend mittlere
20 Filamentlängen zerstäubter und voneinander unterschiedlicher Beschichtungsmittelzusammensetzungen, wobei das Verfahren wenigstens die Schritte (1) bis (3), (4A) und (5A) umfasst, nämlich

Schritte (1), (2) und (3) gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Bestimmung
25 der mittleren Filamentlänge für eine erste Beschichtungsmittelzusammensetzung (i),

(4A) Inkorporation der gemäß Schritt (3) für die erste Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) ermittelte mittlere Filamentlänge in eine elektronische Datenbank, und

30

(5A) wenigstens einfache Wiederholung der Schritte (1) bis (3) und (4A) für wenigstens eine weitere von der ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) verschiedene Beschichtungsmittelzusammensetzung.

Vorzugsweise beinhaltet die Inkorporation der ermittelten mittleren Filamentlänge in die Datenbank gemäß Schritt (4A) zudem die Inkorporation der jeweiligen Standardabweichungen der jeweils ermittelten mittleren Filamentlängen in die Datenbank.

5

Bei Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahren wird der Einfluss der bei einer Rotationszerstäubung von zur Herstellung von Beschichtungen einsetzbaren Beschichtungsmittelzusammensetzungen auftretenden Dehnviskosität in einem ausreichenden Maße berücksichtigt. Dies gelingt insbesondere, da bei Durchführung

10 der erfindungsgemäßen Verfahren vergleichsweise hohe Dehngeschwindigkeiten berücksichtigt werden, nämlich Dehnraten von bis zu 100.000 s^{-1} , und damit höhere Dehnraten als bei konventionellen CaBER-Messungen zur Bestimmung der Dehnviskosität, bei denen insbesondere im Fall von Basislacken nur Dehnraten von bis zu 1.000 s^{-1} erzielt werden, und die Bestimmung der mittleren Filamentlängen

15 daher bei vorgenannten vergleichsweise hohen Dehnraten erfolgt. Selbst wenn bei der Rotationszerstäubung eine nur vergleichsweise geringe Drehgeschwindigkeit (Rotationsgeschwindigkeit) des Glockentellers eingestellt wird, werden mittels der erfindungsgemäßen Verfahrens im Gegensatz zu herkömmlichen CaBER-Verfahren eine höhere Dehnviskosität und höhere auftretende Dehnraten erzielt und

20 berücksichtigt. Die erfindungsgemäßen Verfahren ermöglichen zudem eine Berücksichtigung von bei einer Rotationszerstäubung - neben Scher- und Dehnraten - auftretenden Querströmungen. Solche Querströmungen werden bei keinem der üblichen bekannten Verfahren zur Untersuchung der Scher- oder Dehnrheologie berücksichtigt. Dadurch, dass die erfindungsgemäßen Verfahren mit dem Schritt (1)

25 selbst die Durchführung einer Rotationszerstäubung beinhalten, ist es möglich, sowohl Scherrheologie als auch Dehnrheologie als auch das Auftreten von Querströmungen ausreichend innerhalb eines einzigen Verfahrens zu berücksichtigen und nicht anhand von Methoden, die nur einzelne Elemente (Scherrheologie oder Dehnrheologie) erfassen können.

30

Es wurde ferner überraschend gefunden, dass insbesondere im Fall von als Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Rotationszerstäubung eingesetzten wässrigen Basislacken darin enthaltene Pigmente, insbesondere Effektpigmente wie Aluminium-Effektpigmente, mit steigendem Anteil, bezogen auf das Gesamtgewicht

des Basislacks, zu einer Verkürzung der Länge der Filamente (also zu geringeren mittleren Filamentlängen) wenigstens derjenigen bei der Zerstäubung auftretenden Filamente führen, die sich an der Glockenkante des Glockentellers befinden. Geringere mittlere Filamentlängen führen zu einer kürzeren Lebensdauer dieser Filamente an der Glockentellerkante. Solche geringeren mittleren Filamentlängen wiederum bedeuten eine „feinere“ Zerstäubung der eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung. Eine möglichst feine Zerstäubung ist wünschenswert, da damit ein geringerer Nässegrad, also ein weniger nasses Erscheinungsbild des nach Auftrag der eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung gebildeten Films einhergeht. Dem Fachmann ist bekannt, dass ein zu hoher Nässegrad zu einem unerwünschten Auftreten von Kochern und/oder Nadelstichen, zu einem schlechteren Farbton und/oder Flop und/oder zum Auftreten von Wolkigkeit führen kann. Dieser technische Effekt, also das Auftreten von an der Glockenkante des Glockentellers befindlichen Filamenten mit geringerer mittlerer Filamentlänge bei steigendem Pigmentanteil in der Beschichtungsmittelzusammensetzung und die damit verbundenen vorteilhaften Eigenschaften wie ein geringerer Nässegrad, ist umso überraschender, als mittels vergleichender CaBER-Messungen der gleichen Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei steigendem Pigmentanteil eine längere Lebensdauer dieser Filamente und damit höhere mittlere Filamentlängen bestimmt worden sind, die wiederum zu einem unerwünschten höheren Nässegrad führen sollten. Untersuchungen des Nässegrads von unter Einsatz der Beschichtungsmittelzusammensetzungen erhaltenen Filme haben jedoch die mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens erhaltenen Ergebnisse bezüglich des Nässegrads bestätigt. Dies zeigt, dass die mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens erhaltenen Ergebnisse in einem höheren Maße den realen Bedingungen entsprechen als die auf Grundlage von vergleichenden CaBER-Messungen erhaltenen Ergebnisse. Mit anderen Worten kann eine Stützung allein auf CaBER-Messungen zu einer fehlerhaften Einschätzung der tatsächlichen in der Praxis auftretenden Begebenheiten führen, insbesondere zu einem auf Grundlage des mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens erhaltenen Ergebnisses konträren und inkorrektem Verhalten.

Überraschenderweise kann mittels Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahrens auf Grundlage der ermittelten mittleren Filamentlängen eine

Untersuchung und insbesondere eine Verbesserung von bestimmten erwünschten Eigenschaften von mittels der Rotationszerstäubung herzustellenden Beschichtungen erzielt werden, insbesondere hinsichtlich einer Vermeidung oder zumindest einer Verringerung der Neigung zur Ausbildung bzw. des Auftretens von optischen Defekten und/oder Oberflächendefekten, ohne dass dabei die jeweils einzusetzende Beschichtungsmittelzusammensetzung mittels eines konventionellen Lackierverfahrens auf ein Substrat aufgetragen und eine Härtung bzw. ein Einbrennen des resultierenden Films zur Herstellung der Beschichtung erfolgen muss.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen, welches wenigstens die Schritte (1) bis (3), (4B), (5B) und (6B) sowie gegebenenfalls (7B) umfasst, wobei innerhalb der Schritte (1) bis (3) zunächst die mittlere Filamentlänge von bei Durchführung einer Rotationszerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) gebildeten Filamenten gemäß dem vorstehend beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge bestimmt wird. Diese Schritte (1) bis (3) entsprechend somit den Schritten (1) bis (3) des ersten Gegenstands der vorliegenden Erfindung.

Das Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen umfasst wenigstens die Schritte (1) bis (3), (4B), (5B) und (6B) sowie gegebenenfalls (7B), nämlich

- (1) Zerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) mittels eines Rotationszerstäubers, welcher als Applikationskörper einen zu einer Rotation befähigten Glockenteller aufweist,
- (2) optische Erfassung der bei der Zerstäubung gemäß Schritt (1) an der Glockentellerkante gebildeten Filamente mittels wenigstens einer Kamera,
- (3) digitale Auswertung der durch die optische Erfassung gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten unter Erhalt der mittleren Filamentlänge

derjenigen bei der Zerstäubung gebildeten Filamente, die sich an der Glockentellerkante des Glockentellers befinden,

5 (4B) Vergleich der gemäß Schritt (3) für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge mit in einer elektronischen Datenbank hinterlegten mittleren Filamentlängen weiterer Beschichtungsmittelzusammensetzungen, wobei diese Datenbank mittels des vorgenannten erfindungsgemäßen Verfahrens zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank erhältlich ist (zweiter
10 Gegenstand der vorliegenden Erfindung),

(5B) Überprüfung auf Basis des Vergleichs gemäß Schritt (4B), ob die gemäß Schritt (3) für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die Bedingung erfüllt, dass sie geringer ist als
15 wenigstens eine in der Datenbank hinterlegte mittlere Filamentlänge einer Beschichtungsmittelzusammensetzung (X2), die von der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) verschieden ist, jedoch einen zur Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) identischen Pigment-Gehalt aufweist oder einen solchen Pigment-Gehalt aufweist, der um maximal ± 10 Gew.-% von dem
20 Pigment-Gehalt der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) abweicht, bezogen auf die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) vorhandene Pigment-Menge, und welche zudem das oder die identische(n) Pigment(e) oder das oder die im Wesentlichen identische(n) Pigment(e) enthält wie die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1),

25 (6B) Auswahl der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) zum Aufbringen auf ein Substrat, falls die für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die in Schritt (5B) genannte Bedingung erfüllt

30 oder

Anpassen wenigstens eines Parameters innerhalb des Rezeptes der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) und/oder wenigstens eines

Verfahrensparameters bei der Durchführung der Schritte (1) bis (3) des Verfahrens zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen, falls die für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die in Schritt (5B) genannte Bedingung nicht erfüllt,

5

(7B) wenigstens einfache Wiederholung der Schritte (1) bis (3), (4B) und (5B), falls gemäß Schritt (6B) wenigstens eine Parameteranpassung erforderlich gewesen ist, bis gemäß einer wenigstens einfach wiederholten Durchführung von Schritt (6B) aufgrund der Erfüllung der in Schritt (5B) genannten Bedingung gemäß Schritt (6B) eine Auswahl der eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung zum Aufbringen auf ein Substrat erfolgt.

10

Es wurde überraschend gefunden, dass das erfindungsgemäße Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen weniger aufwendig ist als übliche Verfahren und somit (zeit)ökonomische und wirtschaftliche Vorteile gegenüber entsprechenden herkömmlichen Verfahren aufweist. Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens kann überraschenderweise auf Grundlage der ermittelten mittleren Filamentlängen mit einer ausreichen hohen Wahrscheinlichkeit abgeschätzt werden, ob bestimmte optische Defekte und/oder Oberflächendefekte der herzustellenden Beschichtung zu erwarten sind, ohne die Beschichtung überhaupt herzustellen, insbesondere im Fall von wässrigen Basislacken. Dies gelingt überraschenderweise durch Ermittlung der mittleren Filamentlängen der bei der Zerstäubung auftretenden Filamente, die sich an der Glockenkante des Glockentellers des Rotationszerstäubers befinden, und durch eine Korrelation dieser ermittelten Filamentlängen mit dem Auftreten der vorgenannten optischen Defekte und/oder Oberflächendefekte bzw. ihrer Vermeidung/Verringerung. In Abhängigkeit dieser bei der Zerstäubung auftretenden mittleren Filamentlängen ist es so möglich, die resultierenden Eigenschaften wie optische Eigenschaften und/oder Oberflächeneigenschaften der herzustellenden Beschichtung kontrollieren zu können und insbesondere das Auftreten von optischen Defekten und/oder Oberflächendefekten zu vermeiden oder zumindest zu verringern. Mit anderen Worten können mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens aufgrund der Untersuchung des Zerstäubungsverhaltens einer Beschichtungsmittel-

20

25

30

zusammensetzung Vorhersagen betreffend qualitative Eigenschaften der finalen Beschichtung (wie dem Auftreten von Nadelstichen, Wolkigkeit, Verlauf bzw. der Appearance) getroffen werden. Insbesondere wurde überraschend gefunden, dass diese besser als andere aus dem Stand der Technik bekannte Methoden wie
5 CaBER-Messungen mit diesen Eigenschaften korrelieren. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht damit eine einfache und effiziente Methode zur Qualitätssicherung und ermöglicht eine zielgerichtete Entwicklung von Beschichtungsmittelzusammensetzungen, ohne dabei auf vergleichsweise aufwendige Beschichtungsverfahren von (Modell)substraten zurückgreifen zu
10 müssen. Insbesondere kann dabei der Schritt des Härtens bzw. Einbrennens entfallen.

Ausführliche Beschreibung

15 Erfindungsgemäßes Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge

Ein erster Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge von bei Durchführung einer Rotationszerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung gebildeten Filamenten, welches wenigstens
20 die Schritte (1) bis (3) umfasst.

Der Begriff der „Rotationszerstäubung“ bzw. der „Hochrotationszerstäubung“ bzw. der „Hochgeschwindigkeits-Rotationszerstäubung“ ist dem Fachmann bekannt. Solche Rotationszerstäuber weisen einen rotierenden Applikationskörper auf, der die
25 aufzutragende Beschichtungsmittelzusammensetzung aufgrund der wirkenden Zentrifugalkraft in einen Sprühnebel in Form von Tropfen zerstäubt. Der Applikationskörper ist dabei ein vorzugsweise metallischer Glockenteller.

Bei der Rotationszerstäubung mittels Zerstäubern entstehen zunächst an der Kante
30 des Glockentellers sogenannte Filamente, die dann im weiteren Verlauf des Zerstäubungsverfahrens weiter in vorgenannte Tropfen zerfallen, die dann einen Sprühnebel bilden. Die Filamente stellen damit eine Vorstufe dieser Tropfen dar. Die Filamente können durch ihre Filamentlänge (auch als „Fadenlänge“ bezeichnet) und

ihren Durchmesser (auch als „Fadendurchmesser“ bezeichnet) beschrieben und charakterisiert werden.

Bei Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in ausreichendem Maße die bei der Rotationszerstäubung auftretende Dehnviskosität berücksichtigt. Dem Fachmann ist der Begriff der Dehnviskosität η_e mit der Einheit Pascalsekunde (Pa·s) als ein Maß für den Widerstand eines Materials gegen das Fließen in einer Dehnströmung bekannt. Methoden zur Bestimmung der Dehnviskosität sind dem Fachmann ebenfalls bekannt. Üblicherweise wird die Dehnviskosität dabei mittels sogenannter Capillary Breakup Extensional Rheometer bestimmt (CaBER), die beispielsweise von der Firma Thermo Scientific vertrieben werden. Mittels entsprechender CaBER-Messungen ermittelte vergleichsweise hohe Werte der Dehnviskosität (also vergleichsweise hohe Dehnwiderstände) bedeuten eine vergleichsweise hohe Stabilität der Filamente, die bei der Zerstäubung entstehen. Je höher wiederum die Stabilität der Filamente ist, desto höher ist die mittlere Lebensdauer der bei der Zerstäubung auftretenden Filamente (auch als Fadenlebensdauer bezeichnet), bevor diese weiter in Tropfen zerfallen, die dann den Sprühnebel bilden. Mit einer solchen vergleichsweise hohen mittleren Lebensdauer der Filamente einher geht üblicherweise wiederum eine höhere mittlere Filamentlänge dieser Filamente. Eine Methode zur Bestimmung der Fadenlebensdauer, also der Lebensdauer eines Filaments, in einem Dehnexperiment mittels einer CaBER-Messung, ist nachfolgend innerhalb der Methodenbeschreibung angegeben.

Schritt (1)

Schritt (1) des erfindungsgemäßen Verfahrens betrifft eine Zerstäubung der eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung mittels eines Rotationszerstäubers, welcher als Applikationskörper einen zu einer Rotation befähigten Glockenteller aufweist. Dabei kann optional eine elektrostatische Aufladung der zerstäubten Beschichtungsmittelzusammensetzung an der Kante des Glockentellers durch Anlegen einer Spannung erfolgen. Für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, insbesondere für die Durchführung von Schritt (1) des erfindungsgemäßen Verfahrens, ist dies jedoch nicht notwendig.

Die Rotationsgeschwindigkeit (Drehgeschwindigkeit) des Glockentellers ist einstellbar. Vorliegend liegt die Rotationsgeschwindigkeit vorzugsweise bei mindestens 10.000 Umdrehungen/min (Upm) und bei höchstens 70.000 Umdrehungen/min. Vorzugsweise liegt die Drehgeschwindigkeit in einem Bereich von 15.000 bis 70.000 Upm, besonders bevorzugt in einem Bereich von 17.000 bis 70.000 Upm, insbesondere von 18.000 bis 65.000 Upm oder von 18.000 bis 60.000 Upm. Ab einer Rotationsgeschwindigkeit von 15.000 Umdrehungen pro Minute bezeichnet man einen entsprechenden Rotationszerstäuber im Sinne dieser Erfindung vorzugsweise als Hochgeschwindigkeits-Rotationszerstäuber. Rotationszerstäubung im Allgemeinen und Hochgeschwindigkeitsrotationszerstäubung im Speziellen sind in der Automobilindustrie weit verbreitet. Die hierfür eingesetzten (Hochgeschwindigkeits-)Rotationszerstäuber sind kommerziell erhältlich, beispielhaft sind hier Produkte aus der Ecobell®-Reihe der Firma Dürr zu nennen. Solche Zerstäuber sind zur vorzugsweise elektrostatischen Applikation einer Vielzahl von unterschiedlichen Beschichtungsmittelzusammensetzungen wie Lacken, geeignet, die in der Automobilindustrie eingesetzt werden. Besonders bevorzugt werden innerhalb des erfindungsgemäßen Verfahrens Basislacke, insbesondere wässrige Basislacke als Beschichtungsmittelzusammensetzungen eingesetzt. Die Applikation der Beschichtungsmittelzusammensetzung kann elektrostatisch erfolgen, muss jedoch nicht. Im Fall einer elektrostatischen Applikation erfolgt eine elektrostatische Aufladung der durch Zentrifugalkräfte zerstäubten Beschichtungsmittelzusammensetzung an der Glockentellerkante durch vorzugsweise direktes Anlegen einer Spannung wie einer Hochspannung an die aufzutragende Beschichtungsmittelzusammensetzung (Direkta Aufladung).

Die Ausflussrate der zu zerstäubenden Beschichtungsmittelzusammensetzung während der Durchführung von Schritt (1) ist einstellbar. Vorzugsweise liegt die Ausflussrate der zu zerstäubenden Beschichtungsmittelzusammensetzung während der Durchführung von Schritt (1) in einem Bereich von 50 bis 1.000 ml/min, besonders bevorzugt in einem Bereich von 100 bis 800 ml/min, ganz besonders bevorzugt in einem Bereich von 150 bis 600 ml/min, insbesondere in einem Bereich von 200 bis 550 ml/min.

Vorzugsweise liegt die Ausflussrate der zu zerstäubenden Beschichtungsmittelzusammensetzung während der Durchführung von Schritt (1) in einem Bereich von 100 bis 1.000 ml/min oder von 200 bis 550 ml/min und/oder die Drehzahl des Glockentellers in einem Bereich von 15.000 bis 70.000 Umdrehungen/min oder von 15.000 bis 60.000 Upm.

Vorzugsweise wird in Schritt (1) des erfindungsgemäßen Verfahrens ein Basislack, besonders bevorzugt ein wässriger Basislack, als Beschichtungsmittelzusammensetzung eingesetzt, insbesondere ein wässriger Basislack, welcher wenigstens ein Effektpigment enthält.

Schritt (2)

In Schritt (2) des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt eine optische Erfassung der bei der Zerstäubung gemäß Schritt (1) an der Glockentellerkante gebildeten Filamente mittels wenigstens einer Kamera.

Mit anderen Worten wird innerhalb von Schritt (2) des erfindungsgemäßen Verfahrens der Zerstäubungsvorgang gemäß Schritt (1) an der Glockentellerkante des Glockentellers der Glocke optisch erfasst, insbesondere abfotografiert und/oder eine entsprechende Videoaufnahme angefertigt. Auf diese Weise können Informationen über den Zerfall von bei der Zerstäubung direkt an der Glockentellerkante entstehenden Filamenten gewonnen werden.

Die zur Durchführung von Schritt (2) eingesetzte Kamera ist vorzugsweise eine Hochgeschwindigkeitskamera. Beispiele für solche Kameras sind Modelle aus der Fastcam®-Reihe der Firma Photron Tokyo aus Japan wie zum Beispiel das Modell Fastcam® SA-Z.

Vorzugsweise erfolgt die optische Erfassung gemäß Schritt (2), indem mittels der wenigstens einen Kamera 30.000 bis 250.000 Bilder pro Sekunde, besonders bevorzugt 40.000 bis 220.000 Bilder pro Sekunde, noch bevorzugter 50.000 bis 200.000 Bilder pro Sekunde, ganz besonders bevorzugt 60.000 bis 180.000 Bilder, noch bevorzugter 70.000 bis 160.000 Bilder pro Sekunde und insbesondere 80.000

bis 120.000 Bilder pro Sekunde, des Glockentellers und insbesondere der Glockentellerkante aufgenommen werden. Die Auflösung der Bilder kann variabel festgelegt werden. Beispielsweise sind Auflösungen von 512 x 256 Pixel pro Bild möglich.

5

Schritt (3)

Schritt (3) des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht eine digitale Auswertung der durch die optische Erfassung gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten vor. Ziel dieser digitalen Auswertung ist die Bestimmung der mittleren Filamentlänge derjenigen Filamente, die sich bei der Zerstäubung direkt am Glockentellerrand, nämlich an der Glockentellerkante ausbilden.

10

Die digitale Auswertung gemäß Schritt (3) kann mittels Bildanalyse und/oder Videoanalyse der gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten wie der innerhalb von Schritt (2) durch die Kamera aufgenommenen Bilder und/oder Videos erfolgen.

15

Vorzugsweise erfolgt die Durchführung von Schritt (3) mittels Unterstützung einer Software wie einer MATLAB®-Software basierend auf einem MATLAB®-Code.

20

Vorzugsweise umfasst die digitale Auswertung gemäß Schritt (3) mehrere Stufen einer Bild- und/oder Videobearbeitung der gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten. Vorzugsweise werden wenigstens 1000 Bilder, besonders bevorzugt wenigstens 1500 Bilder, ganz besonders bevorzugt wenigstens 2000 Bilder, der in Schritt (2) aufgenommenen Bilder als optische Daten der digitalen Auswertung gemäß Schritt (3) zugrunde gelegt.

25

Vorzugsweise beinhaltet die Ermittlung der mittleren Filamentlänge gemäß Schritt (3) die Standardabweichungen der mittleren Filamentlängen.

30

Schritt (3) wird vorzugsweise mehrstufig durchgeführt.

Vorzugsweise erfolgt die digitale Auswertung gemäß Schritt (3) in wenigstens sechs Stufen (3a) bis (3f), nämlich

(3a) Glättung der als optische Daten nach Durchführung von Schritt (2) erhaltenen Bilder mittels eines Gauß-Filters zur Entfernung des Glockentellers von den Bildern,

5 (3b) Binarisierung und Invertierung der gemäß Stufe (3a) geglätteten Bilder,

(3c) Binarisierung der in Stufe (3a) eingesetzten Bilder und Addition der so binarisierten Bilder zu den invertierten Bildern aus Stufe (3b) unter Erhalt binarisierter Bilder ohne Glockentellerkante und Invertierung der so erhaltenen Bilder,

10

(3d) Entfernung von Tropfen, fragmentierten Filamenten und nicht an der Glockentellerkante befindlichen Filamenten von den gemäß Stufe (3c) erhaltenen Bildern unter Erhalt von Bildern, auf denen alle verbleibenden befindlichen Objekte Filamente sind,

15

(3e) Entfernung derjenigen Filamente von den gemäß Stufe (3d) erhaltenen Bildern, die sich nicht vollständig innerhalb der Bilder befinden, und

(3f) Verjüngung aller nach Stufe (3e) in den Bildern verbleibenden Filamente auf
20 ihre Anzahl an Pixeln, Addition der Anzahl an Pixeln für jedes der Filamente, Bestimmung der Filamentlänge jedes der Filamente auf Grundlage der Pixelgröße und Ermittlung der mittleren Filamentlänge für die Gesamtheit aller vermessenen Filamente.

25 Vorzugsweise erfolgt die Entfernung gemäß Stufe (3d) durch (i) Bestimmung der Länge aller Hypotenusen aller auf den Bildern befindlichen Objekte, (ii) Kennzeichnung von Objekten als Tropfen und/oder fragmentierte Filamente auf den Bildern, wenn die ermittelten Werte der Hypotenusen dieser Objekte einen bestimmten Wert h unterschreiten und Eliminieren dieser Objekte und (iii)
30 Überprüfen der verbleibenden Objekte, nämlich der Filamente, anhand ihrer Position auf den Bildern dahingehend, ob sich diese an der Glockentellerkante befunden haben, und Eliminieren derjenigen Filamente, auf die dies nicht zutrifft. Der Wert h entspricht dabei 15 Pixeln (bzw. 300 μm).

Die einzelnen Stufen werden nachstehend weiter erläutert.

In einer ersten Stufe (3a) wird vorzugsweise der Glockenteller innerhalb der jeweiligen aufgenommenen und der digitalen Auswertung zugrundeliegenden Bilder entfernt. Dazu wird jedes Bild mittels eines Gauß-Filters so stark geglättet, dass der
5 gesamte Glockenteller, insbesondere die gesamte Glocke, nicht mehr zu erkennen ist.

In einer zweiten Stufe (3b) werden die so geglätteten Bilder vorzugsweise binarisiert und invertiert.
10

In einer dritten Stufe (3c) werden vorzugsweise auch die Ursprungsbilder, d.h. die in Stufe (3a) eingesetzten Bilder, binarisiert und mit den invertierten Bildern aus Stufe (3b) zusammenaddiert. Als Resultat erhält man eine binarisierte Bilderreihe ohne
15 Glockenkante, die zur weiteren Auswertung wiederum vorzugsweise invertiert wird.

Die Binarisierung erfolgt jeweils insbesondere, um die zu vermessenden Filamente besser vom Hintergrund der Aufnahmen zu unterscheiden.

In einer vierten Stufe (3d) werden vorzugsweise Bedingungen definiert, mittels derer
20 Filamente von anderen Objekten wie Tropfen unterschieden werden können. Zunächst werden dabei vorzugsweise die Hypotenusen aller Objekte der jeweiligen Aufnahmen einschließlich der Filamente bestimmt, welche mittels $x_{\min}$, $x_{\max}$, $y_{\min}$ und $y_{\max}$ der Objekte berechnet werden. Die Werte werden mittels einer MATLAB-
25 Funktion erhalten, die diese Extremwerte, also für jedes Objekt den entsprechenden x-Wert in x-Richtung, nämlich $x_{\min}$ und $x_{\max}$, und für jedes Objekt den entsprechenden y-Wert in y-Richtung, nämlich $y_{\min}$ und $y_{\max}$ angibt. Die Hypotenusen der Objekte müssen größer als ein bestimmter Wert h sein, damit dessen Objekt als
30 kleineren Objekte, wie Tropfen, werden dadurch für die weitere Auswertung nicht weiter berücksichtigt. Zudem muss jedes Objekt einen y-Wert aufweisen, der sich in der unmittelbaren Nähe der (auf den Bildern bereits entfernten) Glockenkante befindet. Der y-Wert entspricht dabei einem Wert, der sich auf einer definierten Strecke in y-Richtung befindet, auf der sich jedes Objekt aufhalten muss, um als an

der Glockenkante befindliches Filament zu gelten. Unter dem Begriff der „unmittelbaren Nähe“ werden in diesem Zusammenhang y-Werte verstanden, die höchstens 5 Pixel Abstand zur Glockenkante aufweisen bzw. maximal 5 Pixel unterhalb der Glockenkante liegen. Damit werden alle, insbesondere alle längeren
5 Fragmente, die nicht mit der Glockentellerkante verbunden sind, für die Auswertung der Bestimmung der Filamentlänge ausgeschlossen und nur diejenigen Filamente berücksichtigt, die an der Glockentellerkante befindlich sind.

In einer fünften Stufe (3e) werden alle nach Durchführung von Stufe (3d) noch
10 innerhalb der jeweiligen Aufnahmen verbleibenden Objekte vorzugsweise dahingehend überprüft, ob ihr minimaler x-Wert größer als 0 und ihr maximaler x-Wert kleiner als 256 ist. Nur Objekte, die diese Bedingung erfüllen, werden im weiteren Verlauf berücksichtigt. So werden nur Filamente ausgewertet, die sich komplett im aufgenommen Bildrahmen befinden. Vorzugsweise werden alle
15 verbleibenden Objekte einer Aufnahme nummeriert.

In einer sechsten Stufe (3f) werden vorzugsweise alle nach Stufe (3e) verbleibenden Objekte einzeln abgerufen und vorzugsweise mittels der Skelett-Methode (Skeleton-Methode) verjüngt. Diese Methode ist dem Fachmann bekannt. Als Resultat ist dann
20 nur noch ein Pixel jedes Objekts mit maximal einem anderen Pixel verbunden. Anschließend wird die Anzahl der Pixel pro Objekt bzw. Filament zusammengezählt. Da die Pixelgröße bekannt ist, kann die reale Länge der Filamente berechnet werden. Durch diese Bildauswertung werden etwa 15.000 Filamente pro Aufnahme ausgewertet. Das gewährleistet eine hohe Statistik bei der Bestimmung der
25 Filamentlängen. Aus der Gesamtheit aller so ermittelten Filamentlängen der untersuchten Filamente resultiert dann die mittlere Filamentlänge dieser Filamente. Auf diese Weise wird die mittlere Filamentlänge derjenigen bei der Zerstäubung gebildeten Filamente erhalten, die sich an der Glockentellerkante des Glockentellers befinden.

30 Das erfindungsgemäße Verfahren enthält wenigstens die Schritte (1) bis (3), kann jedoch optional noch weitere Schritte umfassen. Die Schritte (1) bis (3) werden vorzugsweise in numerischer Reihenfolge durchgeführt. Vorzugsweise werden die

Schritte (1) und (2) zeitgleich durchgeführt, d.h. die optische Erfassung gemäß Schritt (2) erfolgt vorzugsweise während der Durchführung von Schritt (1).

Erfindungsgemäßes Verfahren zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank beinhaltend mittlere Filamentlängen zerstäubter und voneinander unterschiedlicher Beschichtungsmittelzusammensetzungen, wobei das Verfahren wenigstens die Schritte (1) bis (3), (4A) und (5A) umfasst, nämlich

Durchführung der Schritte (1), (2) und (3) gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge für eine erste Beschichtungsmittelzusammensetzung (i), also

(1) Zerstäubung der Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) mittels eines Rotationszerstäubers, welcher als Applikationskörper einen zu einer Rotation befähigten Glockenteller aufweist,

(2) optische Erfassung der bei der Zerstäubung gemäß Schritt (1) an der Glockentellerkante gebildeten Filamente mittels wenigstens einer Kamera, und

(3) digitale Auswertung der durch die optische Erfassung gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten unter Erhalt der mittleren Filamentlänge derjenigen bei der Zerstäubung gebildeten Filamente, die sich an der Glockentellerkante des Glockentellers befinden,

(4A) Inkorporation der gemäß Schritt (3) für die erste Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) ermittelte mittlere Filamentlänge in eine elektronische Datenbank, und

(5A) wenigstens einfache Wiederholung der Schritte (1) bis (3) und (4A) für wenigstens eine weitere von der ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) verschiedene Beschichtungsmittelzusammensetzung.

5 Alle im Zusammenhang mit dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge hierin zuvor beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen sind auch bevorzugte Ausführungsformen hinsichtlich des Verfahrens zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank.

10 Vorzugsweise beinhaltet die Inkorporation der ermittelten mittleren Filamentlänge in die Datenbank gemäß Schritt (4A) wie bereits vorstehend ausgeführt zudem die Inkorporation der jeweiligen Standardabweichungen in die Datenbank. Die Standardabweichung kann gegebenenfalls auftretende Inhomogenität und/oder Inkompatibilität der jeweils eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung bei
15 der Zerstäubung in einem ausreichenden Maße berücksichtigen. Im Fall solcher Inhomogenitäten und/oder Inkompatibilitäten können die Filamentlängen in regelmäßigen oder unregelmäßigen Abständen größeren Schwankungen unterworfen sein; beispielsweise können die ermittelten mittleren Filamentlängen zweier unterschiedlicher Beschichtungsmittelzusammensetzungen identisch sein,
20 aber in einem Fall kann dabei ein annähernd gleichmäßiger Zerfall der Filamente stattfinden und in einem anderen Fall können dabei Schwankungen auftreten, die durch Berücksichtigung der Standardabweichungen in diesem Fall zusätzlich erfasst werden, weshalb die Inkorporation der jeweiligen Standardabweichung in die Datenbank vorteilhaft sein kann.

25 Schritt (5A) sieht eine wenigstens einfache Wiederholung der Schritte (1) bis (3) und (4A) für wenigstens eine weitere von der ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) verschiedene Beschichtungsmittelzusammensetzung vor wie für wenigstens eine zweite Beschichtungsmittelzusammensetzung (ii).

30 Vorzugsweise wird die Wiederholung gemäß Schritt (5A) für eine Vielzahl entsprechender jeweils unterschiedlicher Beschichtungsmittelzusammensetzungen durchgeführt. Die Wiederholung erfolgt also wenigstens einfach bis x-fach, wobei x für eine ganze positive Zahl ≥ 2 steht. Da das erfindungsgemäße Verfahren ein

Verfahren zum Erstellen und/oder zur Aktualisierung einer elektronischen Datenbank ist, gibt es hier keine obere Grenze der Anzahl an einzusetzender Beschichtungsmittelzusammensetzungen: je höher die Anzahl des Wiederholungsschritts (5A) bzw. je höher die Anzahl der innerhalb des Wiederholungsschritts (5A) eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen ist, desto mehr Informationen hinsichtlich der bei der Zerstäubung auftretenden mittleren Filamentlängen dieser Zusammensetzungen werden in die Datenbank inkorporiert, was natürlich vorteilhaft ist. Beispielsweise kann der Parameter x im Bereich von 2 bis 1.000.000 oder von 5 oder 10 oder 50 oder 100 bis 1.000.000 liegen.

Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Erstellen und/oder Aktualisieren einer elektronischen Datenbank wird eine solche elektronische Datenbank vorzugsweise kontinuierlich aufgebaut und aktualisiert. Dieser Datenbank sind dann Informationen über die mittleren Filamentlängen einer Vielzahl von zerstäubten unterschiedlicher Beschichtungsmittelzusammensetzungen zu entnehmen. Vorzugsweise ist die elektronische Datenbank eine Online-Datenbank. Vorzugsweise wird Schritt (4A) mittels Unterstützung mit einer Software durchgeführt.

Vorzugsweise werden bei Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Erstellen und/oder Aktualisieren einer elektronischen Datenbank innerhalb von Schritt (4A) nicht nur die ermittelten mittleren Filamentlängen in die Datenbank inkorporiert, sondern zudem alle Verfahrensparameter, die bei der Durchführung der Schritte (1) bis (3) gewählt bzw. vorgegeben worden sind. Vorzugsweise werden zusätzlich zu diesen Verfahrensparametern oder alternativ dazu alle Produktparameter betreffend die in dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen, insbesondere die jeweiligen Rezepte zu ihrer Herstellung und/oder die zu ihrer Herstellung eingesetzten Komponenten und ihrer entsprechenden Mengen, ebenfalls in die Datenbank inkorporiert.

Die in Schritt (5A) eingesetzte wenigstens eine weitere Beschichtungsmittelzusammensetzung wie wenigstens eine Beschichtungsmittelzusammensetzung (ii) ist von der ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) verschieden. Gleichmaßen sind alle weiteren im Rahmen einer Wiederholung von Schritt (5A) eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen sowohl von jeder der

Beschichtungsmittelzusammensetzungen (i) und (ii) als auch untereinander verschieden.

Vorzugsweise weist die in Schritt (5A) eingesetzte wenigstens eine weitere Beschichtungsmittelzusammensetzung wie wenigstens eine zweite Beschichtungsmittelzusammensetzung (ii) einen zur ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) identischen Pigment-Gehalt auf oder einen solchen Pigment-Gehalt auf, der um maximal ± 10 Gew.-%, besonders bevorzugt um maximal ± 5 Gew.-%, von dem Pigment-Gehalt der Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) abweicht, bezogen auf die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) vorhandene Pigment-Menge, und welche zudem das oder die identische(n) Pigment(e) oder das oder die im Wesentlichen identische(n) Pigmente enthält wie die Beschichtungsmittelzusammensetzung (i). Gleiches gilt vorzugsweise für jede weitere der bei Wiederholung von Schritt (5A) eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen: vorzugsweise weist jede dieser weiteren Beschichtungsmittelzusammensetzungen einen zur ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) identischen Pigment-Gehalt auf oder einen solchen Pigment-Gehalt auf, der um maximal ± 10 Gew.-%, besonders bevorzugt um maximal ± 5 Gew.-%, von dem Pigment-Gehalt der Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) abweicht, bezogen auf die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) vorhandene Pigment-Menge, und welche zudem das oder die identische(n) Pigment(e) oder das oder die im Wesentlichen identische(n) Pigmente enthält wie die Beschichtungsmittelzusammensetzung (i). Wird beispielsweise in ersten der Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) ein bestimmtes Effektpigment eingesetzt, so ist das identische Effektpigment im Fall identischer Pigmente auch in jeder weiteren der bei Wiederholung von Schritt (5A) eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen als Effektpigment vorhanden, jedoch kann dessen Menge im vorgenannten Rahmen variieren.

Vorzugsweise umfasst das erfindungsgemäße Verfahren zum Erstellen einer elektronischen Datenbank neben den Schritten (1) bis (3), (4A) und (5A) zudem wenigstens die weiteren Schritte (3A), (3B) und (3C), nämlich

(3A) Auftragen der in Schritt (1) zerstäubten ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) auf ein Substrat unter Bildung eines

auf dem Substrat befindlichen Films und Einbrennen dieses Films unter Bildung einer auf dem Substrat befindlichen Beschichtung,

(3B) Untersuchung und Beurteilung der nach Schritt (3A) erhaltenen Beschichtung hinsichtlich des Auftretens oder Nicht-Auftretens von Oberflächendefekten und/oder optischen Defekten und

(3C) Inkorporation der nach Durchführung von Schritt (3B) erhaltenen Ergebnisse in die elektronische Datenbank,

wobei Schritt (5A) des erfindungsgemäßen Verfahrens in diesem Fall die Wiederholung dieser Schritte (3A), (3B) und (3C) für wenigstens eine weitere von der ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) verschiedene Beschichtungsmittelzusammensetzung wie wenigstens einer zweiten Beschichtungsmittelzusammensetzung (ii) beinhaltet.

Auf diese Weise beinhaltet die mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens erstellte Datenbank vorzugsweise nicht nur die ermittelten mittleren Filamentlängen der eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen wie derjenigen der Beschichtungsmittelzusammensetzungen (i), (ii) und jeder weiteren eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung, sondern zudem Daten betreffend die Beurteilung der aus jeder dieser Zusammensetzungen erhältlichen Beschichtungen hinsichtlich des möglichen Auftretens von Oberflächendefekten und/oder optischen Defekten. Auf diese Weise wird eine direkte Korrelation der bei der Zerstäubung der Zusammensetzungen auftretenden und ermittelten mittleren Filamentlängen mit dem Auftreten oder Nicht-Auftreten von Oberflächendefekten und/oder optischen Defekten in bzw. auf der Beschichtung innerhalb der Datenbank ermöglicht. Diese Daten sind dann aus der Datenbank abrufbar.

In Schritt (3A) werden vorzugsweise metallische Substrate eingesetzt. Möglich sind aber grundsätzlich auch nichtmetallische Substrate, insbesondere Kunststoffsubstrate. Die eingesetzten Substrate können dabei beschichtet sein. Soll ein Metallsubstrat beschichtet werden, so wird dieses vor der Applikation eines Füllers und/oder Grundierfüllers und/oder eines Basislacks bevorzugt noch mit einer

Elektrotauchlackierung beschichtet. Wird ein Kunststoffsubstrat beschichtet, so wird dieses vor der Applikation eines Füllers und/oder Grundierfüllers und/oder eines Basislacks bevorzugt noch vorbehandelt. Die hierzu am häufigsten angewendeten Verfahren sind das Beflammen, die Plasmabehandlung und die Corona-Entladung.

5 Bevorzugt wird das Beflammen eingesetzt. Die eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen wie derjenigen der Beschichtungsmittelzusammensetzungen (i), (ii) und jeder weiteren eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung sind vorzugsweise Basislacke, insbesondere Wasserbasislacke. Dementsprechend handelt es sich bei der nach Schritt (3A) erhaltenen Beschichtung vorzugsweise um

10 eine Basislackeschicht. Gegebenenfalls kann das Substrat in diesem Fall vor Auftrag des Basislacks wenigstens eine der vorgenannten Beschichtungen enthalten. Die Applikation des oder der Basislacks oder Basislacke auf ein Metallsubstrat in Schritt (3A) kann in den im Rahmen der Automobilindustrie üblichen Schichtdicken im Bereich von beispielsweise 5 bis 100 Mikrometer, bevorzugt 5 bis 60 Mikrometer,

15 insbesondere bevorzugt 5 bis 30 Mikrometer erfolgen. Vorzugsweise weist das eingesetzte Substrat dabei eine Elektrotauchlackschicht (ETL) auf, besonders bevorzugt eine mittels kathodischer Abscheidung eines Elektrotauchlacks aufgebraachte Elektrotauchlackschicht. Vor dem Einbrennen erfolgt vorzugsweise eine Trocknung nach bekannten Methoden. Beispielsweise können (1-

20 Komponenten)-Basislacke, welche bevorzugt sind, bei Raumtemperatur (23°C) für 1 bis 60 Minuten abgelüftet werden und darauf folgend bevorzugt bei gegebenenfalls leicht erhöhten Temperaturen von 30 bis 90°C getrocknet werden. Unter Ablüften und Trocknung ist im Rahmen der vorliegenden Erfindung ein Abdunsten von organischen Lösemitteln und/oder Wasser zu verstehen, wodurch der Lack

25 trockener, aber noch nicht gehärtet wird beziehungsweise noch kein vollständig vernetzter Lackfilm gebildet wird. Die Härtung, also das Einbrennen, erfolgt bevorzugt thermisch bei Temperaturen von 60 bis 200°C. Die Beschichtung von Kunststoffsubstraten erfolgt im Grunde genommen analog zu der von Metallsubstraten. Allerdings wird hier im Allgemeinen bei deutlich niedrigeren

30 Temperaturen von 30 bis 90 °C gehärtet. Schritt (3A) kann nach Auftragen der in Schritt (1) zerstäubten ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) auf ein Substrat optional den Auftrag einer weiteren Beschichtungsmittelzusammensetzung und eine Härtung dieser beinhalten. Insbesondere wenn die in Schritt (1) zerstäubte erste Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) ein vorzugsweise wässriger

Basislack ist, kann auf diesen ein handelsüblicher Klarlack nach gängigen Methoden appliziert werden, wobei die Schichtdicken wiederum in den gängigen Bereichen, beispielsweise 5 bis 100 Mikrometer, liegen. Nach der Applikation des Klarlacks kann dieser bei Raumtemperatur (23°C) für beispielsweise 1 bis 60 Minuten abgelüftet und gegebenenfalls getrocknet werden. Dann wird der Klarlack vorzugsweise zusammen mit der applizierten zerstäubten ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) gehärtet, d.h. eingebrannt. Dabei finden beispielsweise Vernetzungsreaktionen statt, wodurch eine effektgebende und/oder farb- und effektgebende mehrschichtige Lackierung auf einem Substrat hergestellt wird.

Vorzugsweise wird in Schritt (3B) das Auftreten oder Nicht-Auftreten von Oberflächendefekten und/oder optischen Defekten ausgewählt aus der Gruppe von Nadelstichen, Kochern, Läufern und/oder Wolkigkeit untersucht und beurteilt und/oder die Appearance (optisches Erscheinungsbild) der Beschichtung untersucht und beurteilt. Vorzugsweise handelt es sich bei der Beschichtung um eine Basislacksschicht wie eine Wasserbasislacksschicht. Die Untersuchung und Beurteilung des Auftretens von Nadelstichen erfolgt dabei gemäß der nachfolgend beschriebenen Bestimmungsmethode durch Auszählen der Nadelstiche bei Keilauftrag der Beschichtung auf ein Substrat gemäß Schritt (3A) in einem Schichtdickenbereich von 0 bis 40 µm (Trockenschichtdicke), wobei die Bereiche von 0 bis 20 µm und von >20 bis 40 µm separat ausgezählt werden, Normierung der Ergebnisse auf eine Fläche von 200 cm² und Addition zu einer Gesamtzahl. Vorzugsweise ist bereits ein einziger Nadelstich ein Defekt. Die Untersuchung und Beurteilung des Auftretens von Kochern erfolgt dabei gemäß der nachfolgend beschriebenen Bestimmungsmethode durch Bestimmung der Kochergrenze, d.h. derjenigen Schichtdicke einer Beschichtung wie einer Basislacksschicht, ab der Kocher auftreten, nach DIN EN ISO 28199-3, Punkt 5. (Datum: Januar 2010). Vorzugsweise ist bereits ein einziger Kocher ein Defekt. Die Untersuchung und Beurteilung des Auftretens von Wolkigkeit erfolgt dabei gemäß der nachfolgend beschriebenen Bestimmungsmethode mit dem Messgerät cloud-runner der Firma BYK-Gardner GmbH, wobei die drei Kenngrößen „Mottling15“, „Mottling45“ und „Mottling60“ als Maß für die Wolkigkeit, gemessen in den Winkeln 15°, 45° und 60° relativ zum Reflektionswinkel der zur Messung benutzten Lichtquelle, bestimmt

werden, wobei die Wolkigkeit ausgeprägter ist, wenn die entsprechende(n) Kenngröße(n) (einen) höhere(n) Wert(e) aufweist bzw. aufweisen. Die Untersuchung und Beurteilung der Appearance erfolgt dabei gemäß der nachfolgend beschriebenen Bestimmungsmethode mittels der Beurteilung des Verlaufs bei

5 Keilauftrag der Beschichtung auf ein Substrat gemäß Schritt (3A) in einem Schichtdickenbereich von 0 bis 40 μm (Trockenschichtdicke), wobei unterschiedliche Bereiche, beispielsweise von 10-15 μm , 15-20 μm und 20-25 μm markiert werden und mittels des Messgerätes Wave scan der Firma Byk-Gardner GmbH innerhalb dieser Schichtdickenbereiche die Untersuchung und Beurteilung vorgenommen wird.

10 Dabei wird ein Laserstrahl unter einem Winkel von 60° auf die zu untersuchende Oberfläche gerichtet, und es werden auf einer Messstrecke von 10 cm die Schwankungen des reflektierten Lichts im short wave-Bereich (0,3 bis 1,2 mm) und im long wave-Bereich (1,2 bis 12 mm) mit Hilfe des Messgeräts registriert (long wave = LW; short wave = SW; je niedriger die Werte, desto besser ist der Verlauf). Die

15 Untersuchung und Beurteilung des Auftretens von Läufern erfolgt dabei gemäß der nachfolgend beschriebenen Bestimmungsmethode durch Bestimmung der Läuferneigung nach DIN EN ISO 28199-3, Punkt 4. (Datum: Januar 2010). Vorzugsweise tritt dann ein Defekt auf, wenn Läufer ab einer Schichtdicke auftreten, die unterhalb einer Schichtdicke liegt, welche 125% der Zielschichtdicke beträgt. Ist

20 die Zielschichtdicke zum Beispiel 12 μm , so tritt ein Defekt auf, wenn bei einer Schichtdicke von $12\mu\text{m} + 25\%$, also bei 16 μm Läufer auftreten. Die Bestimmung der Schichtdicken erfolgt dabei jeweils nach DIN EN ISO 2808 (Datum: Mai 2007), Verfahren 12A, vorzugsweise unter Verwendung des Messgerätes MiniTest® 3100-4100 der Firma ElektroPhysik. In allen Fällen handelt es sich jeweils um die

25 Trockenschichtdicke.

Dem Fachmann sind die Begriffe „Nadelstiche“, „Kocher“, „Läufer“ und „Verlauf“ bekannt, beispielsweise aus dem Römpp Chemie Lexikon, Lacke und Druckfarben, 1998, 10. Auflage. Der Begriff der Wolkigkeit ist dem ebenfalls Fachmann bekannt.

30 Unter der Wolkigkeit einer Lackierung versteht man nach DIN EN ISO 4618 (Datum: Januar 2015) das uneinheitliche Aussehen einer Lackierung, verursacht durch unregelmäßige, willkürlich auf der Oberfläche verteilte Bereiche, die sich in Farbe und/oder Glanz unterscheiden. Eine derartige, fleckenähnliche Inhomogenität stört den gleichmäßigen Gesamteindruck der Lackierung und ist in der Regel

unerwünscht. Eine Methode zur Bestimmung der Wolkigkeit ist nachstehend angegeben.

Erfindungsgemäßes Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittel-
zusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen.

Die Schritte (1) bis (3) des Verfahrens zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen sind identisch zu den Schritten (1) bis (3) des Verfahrens zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge von bei Durchführung einer Rotationszerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung gebildeten Filamenten. Hinsichtlich dieser Schritte wird daher auf die vorstehenden Ausführungen verwiesen.

Das erfindungsgemäße Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen umfasst wenigstens die Schritte (1) bis (3), (4B), (5B) und (6B) sowie gegebenenfalls (7B), nämlich

Schritte (1), (2) und (3) für eine Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1), wie sie innerhalb des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge von bei Durchführung einer Rotationszerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung gebildeten Filamenten definiert sind, also

(1) Zerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) mittels eines Rotationszerstäubers, welcher als Applikationskörper einen zu einer Rotation befähigten Glockenteller aufweist,

(2) optische Erfassung der bei der Zerstäubung gemäß Schritt (1) an der Glockentellerkante gebildeten Filamente mittels wenigstens einer Kamera,

(3) digitale Auswertung der durch die optische Erfassung gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten unter Erhalt der mittleren Filamentlänge derjenigen bei der Zerstäubung gebildeten Filamente, die sich an der Glockentellerkante des Glockentellers befinden,

(4B) Vergleich der gemäß Schritt (3) für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge mit in einer elektronischen Datenbank hinterlegten mittleren Filamentlängen weiterer Beschichtungsmittelzusammensetzungen, wobei diese Datenbank mittels des vorgenannten erfindungsgemäßen Verfahrens zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank erhältlich ist,

(5B) Überprüfung auf Basis des Vergleichs gemäß Schritt (4B), ob die gemäß Schritt (3) für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die Bedingung erfüllt, dass sie geringer ist als wenigstens eine in der Datenbank hinterlegte mittlere Filamentlänge einer Beschichtungsmittelzusammensetzung (X2), die von der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) verschieden ist, jedoch einen zur Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) identischen Pigment-Gehalt aufweist oder einen solchen Pigment-Gehalt aufweist, der um maximal ± 10 Gew.-% von dem Pigment-Gehalt der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) abweicht, bezogen auf die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) vorhandene Pigment-Menge, und welche zudem das oder die identische(n) Pigment(e) oder das oder die im Wesentlichen identische(n) Pigment(e) enthält wie die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1),

(6B) Auswahl der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) zum Aufbringen auf ein Substrat, falls die für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die in Schritt (5B) genannte Bedingung erfüllt

oder

Anpassen wenigstens eines Parameters innerhalb des Rezeptes der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) und/oder wenigstens eines Verfahrensparameters bei der Durchführung der Schritte (1) bis (3) des Verfahrens zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen, falls
5 die für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die in Schritt (5B) genannte Bedingung nicht erfüllt,

(7B) wenigstens einfache Wiederholung der Schritte (1) bis (3), (4B) und (5B), falls gemäß Schritt (6B) wenigstens eine Parameteranpassung erforderlich
10 gewesen ist, bis gemäß einer wenigstens einfach wiederholten Durchführung von Schritt (6B) aufgrund der Erfüllung der in Schritt (5B) genannten Bedingung eine Auswahl der eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung zum Aufbringen auf ein Substrat erfolgt.

15 Das erfindungsgemäße Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen ermöglicht somit eine Anpassung im Sinne einer Verringerung von bei der Zerstäubung entstehenden mittleren Filamentlängen von Beschichtungsmittelzusammensetzungen wie der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) basierend auf bzw. im Vergleich zu
20 bekannten mittleren Filamentlängen von Vergleichsbeschichtungsmittelzusammensetzungen wie der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X2).

Unter dem Begriff „im Wesentlichen identisches Pigment“ wird im Sinne der vorliegenden Erfindung im Zusammenhang mit Effektpigmenten verstanden, dass
25 das oder die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) und das oder die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X2) vorhandenen Effektpigmente als erste Bedingung (i) zu wenigstens 80 Gew.-%, vorzugsweise zu wenigstens 85 Gew.-%, besonders bevorzugt zu wenigstens 90 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt zu wenigstens 95 Gew.-%, insbesondere zu wenigstens 97,5 Gew.-%, jeweils
30 bezogen auf ihr Gesamtgewicht, vorzugsweise aber jeweils zu weniger als 100 Gew.-%, eine identische chemische Zusammensetzung aufweisen. Beispielsweise sind in (X1) und (X2) vorhandene Effektpigmente im Wesentlichen identisch, wenn es sich dabei jeweils um Aluminium-Effektpigmente handelt, die jedoch eine unterschiedliche Beschichtung aufweisen, wie beispielsweise in einem Fall eine

Chromatierung und im anderen Fall eine Silikatschicht oder in einem Fall beschichtet sind und im anderen Fall nicht. Eine weitere zusätzliche Bedingung (ii) für „im Wesentlichen identische Pigmente“ im Sinne der vorliegenden Erfindung im Zusammenhang mit Effektpigmenten ist, dass sich die Effektpigmente in ihrer mittleren Partikelgröße um höchstens $\pm 20\%$, vorzugsweise um höchstens $\pm 15\%$, besonders bevorzugt um höchstens $\pm 10\%$ voneinander unterscheiden. Bei der mittleren Partikelgröße handelt es sich um das arithmetische Zahlenmittel des gemessenen mittleren Partikeldurchmessers ($d_{N,50\%}$ -Wert; anzahl-bezogener Medianwert), der gemäß ISO 13320 (Datum: 2009) mittels Laserbeugung bestimmt wird. Der Begriff des Effektpigments per se ist nachstehend näher und weiter erläutert.

Unter dem Begriff „im Wesentlichen identisches Pigment“ wird im Sinne der vorliegenden Erfindung im Zusammenhang mit Farbpigmenten verstanden, dass das oder die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) und das oder die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X2) vorhandenen Farbpigmente sich als erste Bedingung (i) in ihrer Buntheit zu höchstens $\pm 20\%$, vorzugsweise um höchstens $\pm 15\%$, besonders bevorzugt um höchstens $\pm 10\%$, insbesondere um höchstens $\pm 5\%$ voneinander unterscheiden. Die Buntheit bezeichnet dabei die

a, b -Buntheit CIE 1976 (CIELAB-Buntheit): $C_{ab}^* = \left[(a^*)^2 + (b^*)^2 \right]^{1/2}$

und wird bestimmt nach DIN EN ISO 11664-4 (Datum: Juni 2012). Als weitere zusätzliche Bedingung (ii) für „im Wesentlichen identische Pigmente“ im Sinne der vorliegenden Erfindung im Zusammenhang mit Farbpigmenten ist, dass sich die Farbpigmente in ihrer mittleren Partikelgröße um höchstens $\pm 20\%$, vorzugsweise um höchstens $\pm 15\%$, besonders bevorzugt um höchstens $\pm 10\%$ voneinander unterscheiden. Bei der mittleren Partikelgröße handelt es sich um das arithmetische Zahlenmittel des gemessenen mittleren Partikeldurchmessers ($d_{N,50\%}$ -Wert), der gemäß ISO 13320 (Datum: 2009) mittels Laserbeugung bestimmt wird. Der Begriff des Farbpigments per se ist nachstehend näher und weiter erläutert.

Vorzugsweise beinhaltet das erfindungsgemäße Verfahren für den Fall, dass gemäß Schritt (6B) eine Auswahl der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) zum

Aufbringen auf ein Substrat getroffen wird, wenigstens die zusätzlichen Schritte (6C), (6D) und (6E), nämlich

(6C) Auftragen der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) auf ein Substrat unter Bildung eines auf dem Substrat befindlichen Films und Einbrennen dieses Films unter Bildung einer auf dem Substrat befindlichen Beschichtung,

(6D) Untersuchung und Beurteilung der nach Schritt (6C) erhaltenen Beschichtung hinsichtlich des Auftretens oder Nicht-Auftretens von Oberflächendefekten und/oder optischen Defekten und

(6E) Inkorporation der nach Durchführung von Schritt (6D) erhaltenen Ergebnisse in eine elektronische Datenbank, vorzugsweise in die mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Erstellen und/oder Aktualisieren einer elektronischen Datenbank erhältlichen Datenbank.

Falls die Überprüfung auf Basis des Vergleichs gemäß Schritt (4B) in Schritt (5B) ergibt, dass in der Datenbank keine Daten betreffend eine Beschichtungsmittelzusammensetzung (X2) hinterlegt sind, die einen zur Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) identischen Pigment-Gehalt aufweist oder einen solchen Pigment-Gehalt aufweist, der um maximal ± 10 Gew.-% von dem Pigment-Gehalt der Beschichtungsmittel-zusammensetzung (X1) abweicht, bezogen auf die in der Beschichtungsmittel-zusammensetzung (X1) vorhandene Pigment-Menge, und welche nicht das oder die identische(n) Pigmente oder das oder die im Wesentlichen identische(n) Pigment(e) enthält wie die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1), so wird vorzugsweise dennoch eine Auswahl gemäß Schritt (6B) getroffen. Bei weiterer Ausführung der vorgenannten Schritte (6C), (6D) und (6E) kann so in vorteilhafter Weise die mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Erstellen und/oder Aktualisieren einer elektronischen Datenbank erhältliche Datenbank weiter aktualisiert werden.

Vorzugsweise greift das erfindungsgemäße Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lack-

formulierungen innerhalb von Schritt (4B) und/oder (5B) auf eine mittels des vorgenannten erfindungsgemäßen Verfahrens zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank erstellte und/oder aktualisierte Datenbank zu, zu deren Erstellen und/oder Aktualisierung neben den Schritten (1) bis (3), (4A) und
5 (5A) zudem wenigstens die weiteren Schritte (3A), (3B) und (3C) durchgeführt worden sind, wobei Schritt (5A) die Wiederholung dieser Schritte (3A), (3B) und (3C) beinhaltet hat. Mit anderen Worten wird der Vergleich gemäß Schritt (4B) und/oder die Überprüfung gemäß Schritt (5B) vorzugsweise basierend auf einer elektronischen Datenbank durchgeführt, die nicht nur die ermittelten mittleren
10 Filamentlängen der bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zum Erstellen und/oder Aktualisierung der Datenbank eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen enthält, sondern zudem die Ergebnisse der Untersuchungen und Beurteilungen hinsichtlich des Auftretens oder Nicht-Auftretens von Oberflächendefekten und/oder optischen Defekten von aus diesen
15 Beschichtungsmittelzusammensetzungen gemäß Schritt (3A) hergestellten Beschichtungen.

Falls die Überprüfung gemäß Schritt (5B) auf Basis des Vergleichs gemäß Schritt (4B)) basierend auf einer solchen bevorzugt erstellten und/oder aktualisierten
20 Datenbank ergibt, dass in der Datenbank Daten betreffend eine Beschichtungsmittelzusammensetzung (X2) hinterlegt sind, die einen zur Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) identischen Pigment-Gehalt aufweist oder einen solchen Pigment-Gehalt aufweist, der um maximal ± 10 Gew.-% von dem Pigment-Gehalt der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) abweicht, bezogen
25 auf die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) vorhandene Pigment-Menge, und welche das oder die identische(n) Pigmente oder das oder die im Wesentlichen identische(n) Pigment(e) enthält wie die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1), und deren Zerstäubung zu einer ermittelten mittleren Filamentlänge geführt hat, die bereits geringer ist als die ermittelte mittlere
30 Filamentlänge der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1), so erfolgt gemäß Schritt (6B) wie vorstehend ausgeführt eine Anpassung wenigstens eines Parameters.

Das Anpassen wenigstens eines Parameters innerhalb des Rezeptes der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) gemäß Schritt (6B) umfasst vorzugsweise wenigstens eine Anpassung ausgewählt aus der Gruppe an Anpassungen nachfolgender Parameter:

(i) Erhöhung oder Erniedrigung der Menge wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Bindemittelkomponente (a) enthaltenem Polymeren,

(ii) wenigstens teilweiser Austausch wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Bindemittelkomponente (a) enthaltenen Polymeren durch wenigstens ein von diesem verschiedenes Polymer,

(iii) Erhöhung oder Erniedrigung der Menge wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (b) enthaltenen Pigments und/oder Füllstoffs, wobei dies für darin enthaltene Pigmente nur innerhalb des vorgenannten Rahmens möglich ist,

(iv) wenigstens teilweiser Austausch wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (b) enthaltenen Füllstoffs durch wenigstens ein von diesem verschiedenen Füllstoff,

(v) Erhöhung oder Erniedrigung der Menge wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (c) enthaltenen organischen Lösemittels und/oder von darin enthaltenem Wasser,

(vi) wenigstens teilweiser Austausch wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (c) enthaltenen organischen Lösemittels durch wenigstens ein von diesem verschiedenen organischen Lösemittel,

(vii) Erhöhung oder Erniedrigung der Menge wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (d) enthaltenen Additivs,

(viii) wenigstens teilweiser Austausch wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (d)

enthaltenen Additivs durch wenigstens ein von diesem verschiedenen Additiv, und/oder Zugabe wenigstens eines weiteren von diesem verschiedenen Additivs,

(ix) Änderung der Reihenfolge der zur Herstellung der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) eingesetzten Komponenten und/oder

(x) Erhöhung oder Erniedrigung des Energieeintrags der Durchmischung bei der Herstellung der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1).

Mittels Parameter (v) kann insbesondere die Spritzviskosität der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) erhöht oder erniedrigt werden. Parameter (vii) und/oder (viii) umfasst/umfassen insbesondere den Austausch und/oder die Zugabe von Verdickern als Additive bzw. die Änderung ihrer Menge in (X1). Solche Verdicker werden nachstehend im Rahmen der Komponente (d) näher beschrieben. Parameter (i) und/oder (ii) umfasst/umfassen insbesondere den Austausch und/oder die Zugabe von Bindemitteln bzw. die Änderung ihrer Menge in (X1). Der Begriff des Bindemittels wird nachstehend näher erläutert. Darunter sind auch Vernetzer (Vernetzungsmittel) zu subsumieren. Dementsprechend umfassen die Parameter (i) und/oder (ii) auch eine Änderung des relativen Gewichtsverhältnisses von Vernetzer und demjenigen Bindemittelbestandteil, der mit dem Vernetzer eine Vernetzungsreaktion eingeht. Parameter (i) bis (iv) umfasst/umfassen insbesondere den Austausch und/oder die Zugabe von Bindemitteln und/oder Pigmenten bzw. die Änderung ihrer Menge in (X1). Dementsprechend umfassen diese Parameter (i) bis (iv) implizit auch eine Änderung des Pigment-/Bindemittel-Verhältnisses innerhalb von (X1).

Alle im Zusammenhang mit dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge und dem erfindungsgemäßen Verfahren zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank hierin zuvor beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen sind auch bevorzugte Ausführungsformen hinsichtlich des Verfahrens zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen.

Vorzugsweise wird in Schritt (1) des erfindungsgemäßen Verfahrens ein Basislack, besonders bevorzugt ein wässriger Basislack, als Beschichtungsmittelzusammensetzung eingesetzt, insbesondere ein wässriger Basislack, welcher
5 wenigstens ein Pigment wie ein Effektpigment enthält. Insofern betrifft das erfindungsgemäße Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen insbesondere eine Screening von wässrigen Basislacken, die wenigstens ein Pigment wie ein Effektpigment enthalten und wird daher unter Berücksichtigung des Einflusses der
10 Art des darin enthaltenen wenigstens einen Pigments wie eines Effektpigment, seiner Menge, bezogen auf das Gesamtgewicht des Basislacks, und/oder des Pigment-Bindemittel-Verhältnisses im Basislack, durchgeführt.

Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es insbesondere möglich, auf
15 Grundlage der ermittelten mittleren Filamentlängen eine Untersuchung und insbesondere eine Verbesserung von bestimmten erwünschten Eigenschaften von mittels der Rotationszerstäubung herzustellenden Beschichtungen zu erzielen, insbesondere hinsichtlich einer Vermeidung oder zumindest einer Verringerung der Neigung zur Ausbildung bzw. des Auftretens von optischen Defekten und/oder
20 Oberflächendefekten. Hier sind insbesondere eine Verringerung von Nadelstichen bzw. eine Erhöhung der Nadelstichrobustheit, eine Verbesserung des Verlaufs und eine Verringerung/Vermeidung der Wolkigkeit zu nennen.

Das erfindungsgemäße Verfahren enthält wenigstens die Schritte (1) bis (3) (4B),
25 (5B) und (6B) sowie gegebenenfalls (7B) kann jedoch optional noch weitere Schritte umfassen. Die Schritte (1) bis (3), (4B), (5B) und (6B) werden vorzugsweise in numerischer Reihenfolge durchgeführt. Vorzugsweise enthält das Verfahren jedoch keinen Schritt, der eine Aushärten bzw. Einbrennen der eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) vorsieht.

In den erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzungen

Die nachstehenden Ausführungsformen beziehen sich sowohl auf das
5 erfindungsgemäße Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge als auch
auf das erfindungsgemäße Verfahren zum Erstellen einer elektronischen Datenbank
als auch auf das erfindungsgemäße Verfahren zum Screening von
Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von
Lackformulierungen. Die nachstehend beschriebenen Ausführungsformen beziehen
10 sich dabei insbesondere auf die eingesetzten vorgenannten Beschichtungsmittel-
zusammensetzungen (X1), (X2), (i) und (ii).

Vorzugsweise enthält die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittel-
zusammensetzung

- wenigstens ein als Bindemittel einsetzbares Polymer als Komponente (a),
- wenigstens ein Pigment und/oder wenigstens einen Füllstoff als Komponente
(b) und
- Wasser und/oder wenigstens ein organisches Lösemittel als Komponente (c).

Der Begriff „umfassend“ bzw. „enthaltend“ im Sinne der vorliegenden Erfindung,
insbesondere im Zusammenhang mit der erfindungsgemäß eingesetzten
Beschichtungsmittelzusammensetzung, hat vorzugsweise die Bedeutung „bestehend
aus“. Dabei können hinsichtlich der erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungs-
25 mittelzusammensetzung beispielsweise neben den Komponenten (a), (b) und (c)
eine oder mehrere der weiteren nachstehend genannten optionalen Komponenten in
dieser enthalten sein. Alle Komponenten können dabei jeweils in ihren nachstehend
genannten bevorzugten Ausführungsformen vorliegen.

Vorzugsweise ist das erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittel-
30 zusammensetzung eine in der Automobilindustrie einsetzbare Beschichtungs-
mittelzusammensetzung. Dabei sind sowohl Beschichtungsmittel-
zusammensetzungen einsetzbar, die im Rahmen einer OEM-Serienlackierung als
auch im Rahmen einer Reparaturlackierung eingesetzt werden können. In der

Automobilindustrie einsetzbare Beschichtungsmittelzusammensetzungen sind beispielsweise Elektrotauchlacke, Primer, Füller, Basislacke, insbesondere Wasserbasislacke (wässrige Basislacke), Decklacke einschließlich von Klarlacken, insbesondere lösemittelbasierten Klarlacken. Der Einsatz von Wasserbasislacken ist besonders bevorzugt.

Der Begriff des Basislacks ist dem Fachmann bekannt und beispielsweise definiert im Römpp Lexikon, Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, 1998, 10. Auflage, Seite 57. Unter einem Basislack ist demzufolge insbesondere ein in der Automobillackierung und allgemeinen Industrielackierung eingesetzter farbgebender und/oder farbgebender und einen optischen Effekt gebender Zwischenbeschichtungsstoff zu verstehen. Dieser wird im Allgemeinen auf einem mit Füller oder Primer vorbehandelten Metall- oder Kunststoffuntergrund, mitunter auch direkt auf dem Kunststoffuntergrund aufgebracht. Auch Altlackierungen, welche gegebenenfalls noch vorbehandelt werden müssen (beispielsweise durch Anschleifen), können als Untergründe dienen. Mittlerweile ist es durchaus üblich, mehr als eine Basislackeschicht aufzutragen. Dementsprechend stellt in einem solchen Fall eine erste Basislackeschicht den Untergrund für eine zweite dar. Um eine Basislackeschicht insbesondere gegen Umwelteinflüsse zu schützen, wird auf dieser mindestens noch eine zusätzliche Klarlackeschicht appliziert. Ein Wasserbasislack ist ein wässriger Basislack, in dem der Anteil an Wasser > als der Anteil an organischen Lösemitteln ist, bezogen auf das Gesamtgewicht an Wasser und organischen Lösemitteln in Gew.-% innerhalb des Wasserbasislacks.

Die Anteile in Gew.-% aller in der erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung enthaltenen Komponenten wie der Komponenten (a), (b) und (c) und gegebenenfalls einer oder mehrere der weiteren nachstehend genannten optionalen Komponenten addieren sich auf 100 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung.

Vorzugsweise liegt der Festkörpergehalt der erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung in einem Bereich von 10 bis 45 Gew.-%, besonders bevorzugt von 11 bis 42,5 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt von 12 bis 40 Gew.-%, insbesondere von 13 bis 37,5 Gew. %, jeweils bezogen auf das

Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung. Die Bestimmung des Festkörpergehalts, also des nicht-flüchtigen Anteils, erfolgt gemäß der nachstehend beschriebenen Methode.

5 *Komponente (a)*

Unter dem Begriff „Bindemittel“ werden im Sinne der vorliegenden Erfindung in Einklang mit der DIN EN ISO 4618 (deutsche Fassung, Datum: März 2007) vorzugsweise die für eine Filmbildung verantwortlichen nicht-flüchtigen Anteile einer
10 Zusammensetzung wie der erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung mit Ausnahme der darin enthaltenen Pigmente und/oder Füllstoffe verstanden. Der nicht-flüchtige Anteil kann gemäß nachstehend beschriebener Methode bestimmt werden. Ein Bindemittelbestandteil ist demzufolge jede Komponente, die zum Bindemittelgehalt einer Zusammensetzung wie der
15 erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung beiträgt. Als Beispiel sei ein Basislack wie ein wässriger Basislack genannt, der wenigstens ein als Bindemittel einsetzbares Polymer als Komponente (a) wie zum Beispiel ein nachstehend beschriebenes SCS-Polymerisat, ein Vernetzungsmittel wie ein Melaminharz und/oder ein polymeres Additiv enthält.

20

Besonders bevorzugt wird als Komponente (a) ein sogenanntes Saat-Kern-Schale-Polymerisat (SCS-Polymerisat) eingesetzt. Solche Polymerisate bzw. wässrige Dispersionen enthaltend solche Polymerisate sind beispielsweise aus WO 2016/116299 A1 bekannt. Vorzugsweise ist das Polymerisat ein (Meth)acryl-
25 Copolymerisat. Vorzugsweise wird das Polymerisat in Form einer wässrigen Dispersion eingesetzt. Ganz besonders bevorzugt wird als Komponente (a) ein Polymerisat mit einer mittleren Teilchengröße im Bereich von 100 bis 500 nm eingesetzt, herstellbar durch aufeinanderfolgende radikalische Emulsionspolymerisation von drei vorzugsweise voneinander verschiedenen
30 Monomerenmischungen (A), (B) und (C) von olefinisch ungesättigten Monomeren in Wasser, wobei

die Mischung (A) mindestens 50 Gew.-% von Monomeren mit einer Löslichkeit in Wasser von kleiner 0,5 g/l bei 25°C enthält und ein Polymer, welches aus der

Mischung (A) hergestellt wird, eine Glasübergangstemperatur von 10 bis 65°C besitzt,

die Mischung (B) mindestens ein mehrfach ungesättigtes Monomer enthält und ein Polymer, welches aus der Mischung (B) hergestellt wird, eine

5 Glasübergangstemperatur von -35 bis 15°C besitzt, und

ein Polymer, welches aus der Mischung (C) hergestellt wird, eine Glasübergangstemperatur von -50 bis 15°C besitzt,

und wobei

i. zunächst die Mischung (A) polymerisiert wird,

10 ii. dann die Mischung (B) in Gegenwart des unter i. hergestellten Polymerisats polymerisiert wird, und

iii. danach die Mischung (C) in Gegenwart des unter ii. hergestellten Polymerisats polymerisiert wird.

15 Die Herstellung des Polymerisats umfasst die aufeinanderfolgende radikalische Emulsionspolymerisation von drei Mischungen (A), (B) und (C) von olefinisch ungesättigten Monomeren jeweils in Wasser. Es handelt sich also um eine mehrstufige radikalische Emulsionspolymerisation, wobei i. zunächst die Mischung (A) polymerisiert wird, dann ii. in Anwesenheit des unter i. hergestellten Polymerisats

20 die Mischung (B) polymerisiert wird und weiterhin iii. in Anwesenheit des unter ii. hergestellten Polymerisats die Mischung (C) polymerisiert wird. Alle drei Monomermischungen werden also über eine jeweils separat durchgeführte radikalische Emulsionspolymerisation (das heißt Stufe oder auch Polymerisationsstufe) polymerisiert, wobei diese Stufen aufeinanderfolgend

25 stattfinden. Die Stufen können – zeitlich betrachtet – direkt hintereinander stattfinden. Möglich ist es genauso, dass nach Abschluss einer Stufe die entsprechende Reaktionslösung für eine gewisse Zeitspanne gelagert und/oder in ein anderes Reaktionsgefäß überführt wird und erst dann die nächste Stufe durchgeführt wird. Bevorzugt umfasst die Herstellung des Polymerisats neben der

30 Polymerisation der Monomerenmischungen (A), (B) und (C) keine weiteren Polymerisationsschritte.

Bei den Mischungen (A), (B) und (C) handelt es sich um Mischungen von olefinisch ungesättigten Monomeren. Geeignete olefinisch ungesättigte Monomere können

einfach oder mehrfach olefinisch ungesättigt sein. Beispiele geeigneter einfach olefinisch ungesättigter Monomere umfassen insbesondere (meth)acrylat-basierte einfach olefinisch ungesättigte Monomere, Allylgruppen-haltige einfach olefinisch ungesättigte Monomere und weitere Vinylgruppen-haltige einfach olefinisch ungesättigte Monomere wie beispielsweise vinylaromatische Monomere. Der Begriff (Meth)acryl beziehungsweise (Meth)acrylat umfasst im Rahmen der vorliegenden Erfindung sowohl Methacrylate als auch Acrylate. Bevorzugt werden jedenfalls, aber nicht zwingend ausschließlich, (meth)acrylat-basierte einfach olefinisch ungesättigte Monomere eingesetzt.

Die Mischung (A) enthält mindestens 50 Gew.-%, bevorzugt mindestens 55 Gew.-%, von olefinisch ungesättigten Monomeren mit einer Wasserlöslichkeit von kleiner 0,5 g/l bei 25°C. Ein entsprechendes bevorzugtes Monomer ist Styrol. Die Löslichkeit der Monomere in Wasser wird mittels der nachstehend beschriebenen Methode bestimmt. Bevorzugt enthält die Monomerenmischung (A) keine hydroxyfunktionellen Monomere. Ebenfalls bevorzugt enthält die Monomerenmischung (A) keine säurefunktionellen Monomere. Ganz besonders bevorzugt enthält die Monomerenmischung (A) gar keine Monomere mit funktionellen Gruppen enthaltend Heteroatome. Dies bedeutet, dass Heteroatome, sofern vorhanden, lediglich in Form von verbrückenden Gruppen vorhanden sind. Dies ist beispielsweise der Fall in den oben beschriebenen (meth)acrylat-basierten, einfach olefinisch ungesättigten Monomeren, die als Rest R einen Alkylrest besitzen. Bevorzugt enthält die Monomerenmischung (A) ausschließlich einfach olefinisch ungesättigte Monomere. Vorzugsweise enthält die Monomerenmischung (A) mindestens einen einfach ungesättigten Ester der (Meth)acrylsäure mit einem Alkylrest und mindestens ein Vinylgruppen-haltiges einfach olefinisch ungesättigtes Monomer mit einem an der Vinylgruppe angeordneten Rest, der aromatisch ist oder der gemischt gesättigt-aliphatisch-aromatisch ist, wobei dann die aliphatischen Anteile des Rests Alkylgruppen sind. Die in der Mischung (A) enthaltenen Monomere werden so ausgewählt, dass ein daraus hergestelltes Polymer eine Glasübergangstemperatur von 10 bis 65°C, bevorzugt von 30 bis 50°C besitzt. Die Glasübergangstemperatur kann dabei mittels der nachstehend beschriebenen Methode bestimmt werden. Das in Stufe i. durch die Emulsionspolymerisation der Monomerenmischung (A) hergestellte Polymerisat wird auch als Saat bezeichnet. Die Saat besitzt bevorzugt

eine mittlere Teilchengröße von 20 bis 125 nm (gemessen mittels dynamischer Lichtstreuung wie nachstehend beschrieben; vgl. Bestimmungsmethoden)

Die Mischung (B) enthält mindestens ein mehrfach olefinisch ungesättigtes Monomer, bevorzugt mindestens ein zweifach olefinisch ungesättigtes Monomer. Ein
5 entsprechendes bevorzugtes Monomer ist Hexandioldiacrylat. Bevorzugt enthält die Monomerenmischung (B) keine hydroxyfunktionellen Monomere. Ebenfalls bevorzugt enthält die Monomerenmischung (B) keine säurefunktionellen Monomere. Ganz besonders bevorzugt enthält die Monomerenmischung (B) gar keine Monomere mit
10 funktionellen Gruppen enthaltend Heteroatome. Dies bedeutet, dass Heteroatome, sofern vorhanden, lediglich in Form von verbrückenden Gruppen vorhanden sind. Dies ist beispielsweise der Fall in den oben beschriebenen (meth)acrylat-basierten, einfach olefinisch ungesättigten Monomeren, die als Rest R einen Alkylrest besitzen. Vorzugsweise enthält die Monomerenmischung (B) neben dem mindestens einen
15 mehrfach olefinisch ungesättigten Monomer jedenfalls noch folgende Monomere: Zum einen mindestens einen einfach ungesättigten Ester der (Meth)acrylsäure mit einem Alkylrest und zum anderen mindestens ein Vinylgruppen-haltiges einfach olefinisch ungesättigtes Monomer mit einem an der Vinylgruppe angeordneten Rest, der aromatisch ist oder der gemischt gesättigt-aliphatisch-aromatisch ist, wobei dann
20 die aliphatischen Anteile des Rests Alkylgruppen sind. Der Anteil von mehrfach ungesättigten Monomeren beträgt bevorzugt von 0,05 bis 3 mol.-%, bezogen auf die molare Gesamtmenge von Monomeren der Monomerenmischung (B). Die in der Mischung (B) enthaltenen Monomere werden so ausgewählt, dass ein daraus hergestelltes Polymer eine Glasübergangstemperatur von -35 bis 15°C, bevorzugt
25 von -25 bis +7°C besitzt. Die Glasübergangstemperatur kann dabei mittels der nachstehend beschriebenen Methode bestimmt werden. Das in Stufe ii. durch die Emulsionspolymerisation der Monomerenmischung (B) in Anwesenheit der Saat hergestellte Polymerisat wird auch als Kern bezeichnet. Nach der Stufe ii. resultiert also ein Polymerisat, welches Saat und Kern umfasst. Das Polymerisat, welches
30 nach der Stufe ii. erhalten wird, besitzt bevorzugt eine mittlere Teilchengröße von 80 bis 280 nm, bevorzugt 120 bis 250 nm (gemessen mittels dynamischer Lichtstreuung wie nachstehend beschrieben; vgl. Bestimmungsmethoden).

Die in der Mischung (C) enthaltenen Monomere werden so ausgewählt, dass ein daraus hergestelltes Polymer eine Glasübergangstemperatur von -50 bis 15°C , bevorzugt von -20 bis $+12^{\circ}\text{C}$ besitzt. Die Glasübergangstemperatur kann dabei mittels der nachstehend beschriebenen Methode bestimmt werden. Die olefinisch ungesättigten Monomere der Mischung (C) werden dabei bevorzugt so ausgewählt, dass das resultierende Polymerisat, umfassend Saat, Kern und Schale, eine Säurezahl von 10 bis 25 hat. Demzufolge enthält die Mischung (C) bevorzugt mindestens eine alpha-beta ungesättigte Carbonsäure, insbesondere bevorzugt (Meth)acrylsäure. Die olefinisch ungesättigten Monomere der Mischung (C) werden zudem oder alternativ bevorzugt so ausgewählt, dass das resultierende Polymerisat, umfassend Saat, Kern und Schale, eine OH-Zahl von 0 bis 30, bevorzugt 10 bis 25 hat. Bei allen vorstehend genannten Säurezahlen und OH-Zahlen handelt es sich um auf Basis der insgesamt eingesetzten Monomerenmischungen berechnete Werte. Vorzugsweise enthält die Monomerenmischung (C) mindestens eine alpha-beta ungesättigte Carbonsäure und mindestens einen einfach ungesättigten Ester der (Meth)acrylsäure mit einem mit einer Hydroxylgruppe substituierten Alkylrest. Besonders bevorzugt enthält die Monomermischung (C) mindestens eine alpha-beta ungesättigte Carbonsäure, mindestens einen einfach ungesättigten Ester der (Meth)acrylsäure mit einem mit einer Hydroxylgruppe substituierten Alkylrest und mindestens einen einfach ungesättigten Ester der (Meth)acrylsäure mit einem Alkylrest. Sofern im Rahmen der vorliegenden Erfindung von einem Alkylrest ohne weitere Spezifizierung gesprochen wird, ist hierunter immer ein reiner Alkylrest ohne funktionelle Gruppen und Heteroatome zu verstehen. Das in Stufe iii. durch die Emulsionspolymerisation der Monomerenmischung (C) in Anwesenheit von Saat und Kern hergestellte Polymerisat wird auch als Schale bezeichnet. Nach der Stufe iii. resultiert also ein Polymerisat, welches Saat, Kern und Schale umfasst, also Polymerisat (b). Das Polymerisat (b) besitzt nach seiner Herstellung eine mittlere Teilchengröße von 100 bis 500 nm, bevorzugt 125 bis 400 nm, ganz besonders bevorzugt von 130 bis 300 nm (gemessen mittels dynamischer Lichtstreuung wie nachstehend beschrieben; vgl. Bestimmungsmethoden.)

Vorzugsweise enthält die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung einen Anteil an Komponente (a) wie wenigstens einem SCS-Polymerisat in einem Bereich von 1,0 bis 20 Gew.-%, besonders bevorzugt von 1,5

bis 19 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt von 2,0 bis 18,0 Gew.-%, insbesondere von 2,5 bis 17,5 Gew.-%, am meisten bevorzugt von 3,0 bis 15,0 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung. Die Bestimmung beziehungsweise Festlegung des Anteils der Komponente (a) an der Beschichtungsmittelzusammensetzung kann über die Bestimmung des Festkörpergehalts (auch genannt nicht flüchtiger Anteil, Festkörpergehalt oder Festkörperanteil) einer wässrigen Dispersion enthaltend Komponente (a) erfolgen.

Zusätzlich oder alternativ, vorzugsweise zusätzlich, zu dem wenigstens einen vorbeschriebenen SCS-Polymerisat als Komponente (a) kann die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung mindestens ein von dem Polymerisat verschiedenes Polymer als Bindemittel der Komponente (a) enthalten, insbesondere mindestens ein Polymer ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Polyurethanen, Polyharnstoffen, Polyestern, Poly(meth)acrylaten und/oder Mischpolymerisaten der genannten Polymere, insbesondere Polyurethan-Poly(meth)acrylate und/oder Polyurethan-Polyharnstoffe.

Bevorzugte Polyurethane werden beispielsweise beschrieben in der deutschen Patentanmeldung DE 199 48 004 A1, Seite 4, Zeile 19 bis Seite 11, Zeile 29 (Polyurethanpräpolymer B1), in der europäischen Patentanmeldung EP 0 228 003 A1, Seite 3, Zeile 24 bis Seite 5, Zeile 40, in der europäischen Patentanmeldung EP 0 634 431 A1, Seite 3, Zeile 38 bis Seite 8, Zeile 9, und der internationalen Patentanmeldung WO 92/15405, Seite 2, Zeile 35 bis Seite 10, Zeile 32.

Bevorzugte Polyester werden beispielsweise in DE 4009858 A1 in Spalte 6, Zeile 53 bis Spalte 7, Zeile 61 und Spalte 10, Zeile 24 bis Spalte 13, Zeile 3 oder WO 2014/033135 A2, Seite 2, Zeile 24 bis Seite 7, Zeile 10 sowie Seite 28, Zeile 13 bis Seite 29, Zeile 13 beschrieben.

Bevorzugte Polyurethan-Poly(meth)acrylat-Mischpolymerisate ((meth)acrylierte Polyurethane) und deren Herstellung werden beispielsweise in WO 91/15528 A1, Seite 3, Zeile 21 bis Seite 20, Zeile 33 sowie in DE 4437535 A1, Seite 2, Zeile 27 bis Seite 6, Zeile 22 beschrieben.

Bevorzugte Polyurethan-Polyharnstoffe-Mischpolymerisate sind Polyurethan-Polyharnstoff-Partikel, vorzugsweise solche mit einer mittleren Teilchengröße von 40 bis 2000 nm, wobei die Polyurethan-Polyharnstoff-Partikel, jeweils in umgesetzter Form, mindestens ein Isocyanatgruppen-haltiges Polyurethan-Präpolymer enthaltend
5 anionische und/oder in anionische Gruppen überführbare Gruppen sowie mindestens ein Polyamin enthaltend zwei primäre Aminogruppen und ein oder zwei sekundäre Aminogruppen enthalten. Vorzugsweise werden derartige Mischpolymerisate in Form einer wässrigen Dispersion eingesetzt. Solche Polymere sind grundsätzlich durch an sich bekannte Polyaddition von beispielsweise
10 Polyisocyanaten mit Polyolen sowie Polyaminen herstellbar. Die mittlere Teilchengröße solcher Polyurethan-Polyharnstoff-Partikel wird wie nachfolgend beschrieben bestimmt (gemessen mittels dynamischer Lichtstreuung wie nachstehend beschrieben; vgl. Bestimmungsmethoden).

15 Der Anteil solcher vom SCS-Polymerisat verschiedener Polymere in der Beschichtungsmittelzusammensetzung ist bevorzugt kleiner als der Anteil des SCS-Polymerisats. Die beschriebenen Polymere sind bevorzugt hydroxyfunktionell und besitzen insbesondere bevorzugt eine OH-Zahl im Bereich von 15 bis 200 mg KOH/g, besonders bevorzugt von 20 bis 150 mg KOH/g.

20 Besonders bevorzugt enthalten die erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzungen mindestens ein hydroxyfunktionelles Polyurethan-Poly(meth)acrylat-Mischpolymerisat, nochmals bevorzugt mindestens ein hydroxyfunktionelles Polyurethan-Poly(meth)acrylat-Mischpolymerisat sowie
25 mindestens einen hydroxyfunktionellen Polyester sowie gegebenenfalls ein vorzugsweise hydroxyfunktionelles Polyurethan-Polyharnstoff-Mischpolymerisat.

Der Anteil der weiteren Polymere als Bindemittel der Komponente (a) - zusätzlich zu einem SCS-Polymerisat - kann breit variieren und liegt vorzugsweise im Bereich von
30 1,0 bis 25,0 Gew.-%, bevorzugt 3,0 bis 20,0 Gew.-%, besonders bevorzugt 5,0 bis 15,0 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung

Zudem kann die Beschichtungsmittelzusammensetzung mindestens ein an sich bekanntes typisches Vernetzungsmittel enthalten. Sofern er ein Vernetzungsmittel enthält, handelt es sich bevorzugt um mindestens ein Aminoplastharz und/oder mindestens ein blockiertes oder freies Polyisocyanat, bevorzugt ein Aminoplastharz.

5 Unter den Aminoplastharzen sind insbesondere Melaminharze bevorzugt. Sofern die Beschichtungsmittelzusammensetzung Vernetzungsmittel enthält, liegt der Anteil dieser Vernetzungsmittel, insbesondere Aminoplastharze und/oder blockierter oder freier Polyisocyanate, besonders bevorzugt Aminoplastharze, darunter bevorzugt Melaminharze, vorzugsweise im Bereich von 0,5 bis 20,0 Gew.-%, bevorzugt 1,0 bis
10 15,0 Gew.-%, besonders bevorzugt 1,5 bis 10,0 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung. Der Anteil an Vernetzungsmittel ist bevorzugt kleiner als der Anteil des SCS-Polymerisats in der Beschichtungsmittelzusammensetzung.

15 *Komponente (b)*

Ein Fachmann ist mit den Begriffen der „Pigmente“ und der „Füllstoffe“ vertraut.

Der Begriff „Füllstoff“ ist dem Fachmann bekannt, beispielsweise aus der DIN 55943
20 (Datum: Oktober 2001). Unter einem „Füllstoff“ wird im Sinne der vorliegenden Erfindung vorzugsweise eine in der erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung wie beispielsweise einem Wasserbasislack im Wesentlichen, vorzugsweise vollständig, unlösliche Komponente verstanden, die insbesondere zur Vergrößerung des Volumens eingesetzt wird. Vorzugsweise
25 unterscheiden sich „Füllstoffe“ im Sinne der vorliegenden Erfindung von „Pigmenten“ durch ihren Brechungsindex, der für Füllstoffe $<1,7$ beträgt. Jeder übliche dem Fachmann bekannte Füllstoff kann als Komponente (b) eingesetzt werden. Beispiele geeigneter Füllstoffe sind Kaolin, Dolomit, Calcit, Kreide, Calciumsulfat, Bariumsulfat, Graphit, Silikate wie Magnesiumsilikate, insbesondere entsprechende Schichtsilikate
30 wie Hectorit, Bentonit, Montmorillonit, Talkum und/oder Glimmer, Kieselsäuren, insbesondere pyrogene Kieselsäuren, Hydroxide wie Aluminiumhydroxid oder Magnesiumhydroxid oder organische Füllstoffe wie Textilfasern, Cellulosefasern, Polyethylenfasern oder Polymerpulver.

Der Begriff „Pigment“ ist dem Fachmann ebenfalls bekannt, beispielsweise aus der DIN 55943 (Datum: Oktober 2001). Unter einem „Pigment“ werden im Sinne der vorliegenden Erfindung vorzugsweise pulver- oder plättchenförmige Komponenten verstanden, die in der erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungsmittel-

5 zusammensetzung wie beispielsweise einem Wasserbasislack im Wesentlichen, vorzugsweise vollständig, unlöslich sind. Dabei handelt es sich vorzugsweise um Farbmittel und/oder um Substanzen, die aufgrund ihrer magnetischen, elektrischen und/oder elektromagnetischen Eigenschaften als Pigment eingesetzt werden können. Von „Füllstoffen“ unterscheiden sich Pigmente vorzugsweise durch ihren

10 Brechungsindex, der für Pigmente $\geq 1,7$ beträgt.

Vorzugsweise werden unter den Begriff der „Pigmente“ Farbpigmente und Effektpigmente subsumiert.

15 Ein Fachmann ist mit dem Begriff der Farbpigmente vertraut. Die Begriffe „farbgebendes Pigment“ und „Farbpigment“ sind im Sinne der vorliegenden Erfindung austauschbar. Eine entsprechende Definition der Pigmente und weitere Spezifizierungen davon ist in der DIN 55943 (Datum: Oktober 2001) geregelt. Als Farbpigment können anorganische und/oder organische Pigmente eingesetzt

20 werden. Als besonders bevorzugte Farbpigmente werden Weißpigmente, Buntpigmente und/oder Schwarzpigmente eingesetzt. Beispiele für Weißpigmente sind Titandioxid, Zink-Weiß, Zinksulfid und Lithopone. Beispiele für Schwarzpigmente sind Ruß, Eisen-Mangan-Schwarz und Spinellschwarz. Beispiele für Buntpigmente sind Chromoxid, Chromoxidhydratgrün, Kobaltgrün,

25 Ultramaringrün, Kobaltblau, Ultramarinblau, Manganblau, Ultramarinviolett, Kobalt- und Manganviolett, Eisenoxidrot, Cadmiumsulfoselenid, Molybdatrot und Ultramarinrot, Eisenoxidbraun, Mischbraun, Spinell- und Korundphasen und Chromorange, Eisenoxidgelb, Nickeltitangelb, Chromtitangelb, Cadmiumsulfid, Cadmiumzinksulfid, Chromgelb und Bismutvanadat.

30

Ein Fachmann ist mit dem Begriff der Effektpigmente vertraut. Eine entsprechende Definition findet sich beispielsweise im Römpp Lexikon, Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, 1998, 10. Auflage, Seiten 176 und 471. Eine Definition von Pigmenten im Allgemeinen und weitere Spezifizierungen davon sind in der DIN

55943 (Datum: Oktober 2001) geregelt. Vorzugsweise handelt es sich bei Effektpigmenten um solche Pigmente, die optisch effektgebend oder farb- und optisch effektgebend, insbesondere optisch effektgebend, sind. Die Begriffe „optisch effektgebendes und farbgebendes Pigment“, „optisch effektgebendes Pigment“ und „Effektpigment“ sind daher vorzugsweise austauschbar. Bevorzugte Effektpigmente sind beispielsweise plättchenförmige Metalleffektpigmente wie blättchenförmige Aluminiumpigmente, Goldbronzen, feuergefärbte Bronzen und/oder Eisenoxid-Aluminiumpigmente, Perglanzpigmente wie Fischsilber, basisches Bleicarbonat, Bismutoxidchlorid und/oder Metalloxid-Glimmer-Pigmente (Mica) und/oder sonstige Effektpigmente wie blättchenförmiges Graphit, blättchenförmiges Eisenoxid, Mehrschicht-Effekt-Pigmente aus PVD-Filmen und/oder Liquid Crystal Polymer-Pigmente. Besonders bevorzugt sind blättchenförmige Effektpigmente, insbesondere blättchenförmige Aluminiumpigmente und Metalloxid-Glimmer-Pigmente.

Besonders bevorzugt enthält die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung wie beispielsweise ein Wasserbasislack wenigstens ein Effektpigment als Komponente (b).

Vorzugsweise enthält die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung einen Anteil an Effektpigment als Komponente (b) in einem Bereich von 1 bis 20 Gew.-%, besonders bevorzugt von 1,5 bis 18 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt von 2 bis 16 Gew.-%, insbesondere von 2,5 bis 15 Gew.-%, am meisten bevorzugt von 3 bis 12 Gew.-% oder von 3 bis 10 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung. Der gesamte Anteil aller Pigmente und/oder Füllstoffe in der Beschichtungsmittelzusammensetzung liegt vorzugsweise im Bereich von 0,5 bis 40,0 Gew.-%, bevorzugter von 2,0 bis 20,0 Gew.-%, besonders bevorzugt von 3,0 bis 15,0 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung.

Vorzugsweise liegt das relative Gewichtsverhältnis der Komponente (b) wie wenigstens eines Effektpigments zu der Komponente (a) wie wenigstens einem SCS-Polymerisat in der Beschichtungsmittelzusammensetzung in einem Bereich von 4:1 bis 1:4, besonders bevorzugt in einem Bereich von 2:1 bis 1:4, ganz besonders

bevorzugt in einem Bereich von 2:1 bis 1:3, insbesondere in einem Bereich von 1:1 bis 1:3 oder von 1:1 bis 1:2,5.

Komponente (c)

5

Die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung ist vorzugsweise wässrig. Es handelt sich dabei vorzugsweise um ein System, das als Lösemittel (also als Komponente (c)) hauptsächlich Wasser, vorzugsweise in einer Menge von wenigstens 20 Gew.-%, und organische Lösemittel in geringeren
10 Anteilen, vorzugsweise in einer Menge von <20 Gew.-%, enthält, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung.

Vorzugsweise enthält die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung einen Anteil an Wasser von mindestens 20 Gew.-%, besonders
15 bevorzugt von mindestens 25 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt von mindestens 30 Gew.-%, insbesondere von mindestens 35 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung.

Vorzugsweise enthält die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung einen Anteil an Wasser, der in einem Bereich von 20 bis 65 Gew.-%, besonders bevorzugt in einem Bereich von 25 bis 60 Gew.-%, ganz
20 besonders bevorzugt in einem Bereich von 30 bis 55 Gew.-% liegt, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung.

Vorzugsweise enthält die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung einen Anteil an organischen Lösemitteln, der in einem Bereich von <20 Gew.-%, besonders bevorzugt in einem Bereich von 0 bis <20 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt in einem Bereich von 0,5 bis <20 Gew.-% oder bis 15 Gew.-%
25 liegt, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtungsmittelzusammensetzung.
30

Als Beispiele für solche organischen Lösemittel seien heterocyclische, aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe, ein- oder mehrwertige Alkohole, insbesondere Methanol und/oder Ethanol, Ether, Ester, Ketone und Amide, wie z. B.

N-Methylpyrrolidon, N-Ethylpyrrolidon, Dimethylformamid, Toluol, Xylol, Butanol, Ethyl- und Butylglykol sowie deren Acetate, Butyldiglykol, Diethylenglykoldimethylether, Cyclohexanon, Methylethylketon, Methylisobutylketon, Aceton, Isophoron oder Mischungen davon genannt.

5

Weitere optionale Komponenten

Die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung kann optional noch mindestens einen Verdicker (auch als Verdickungsmittel bezeichnet) als Komponente (d) enthalten. Beispiele für derartige Verdicker sind anorganische Verdicker, beispielsweise Metallsilikate wie Schichtsilikate, und organische Verdicker, beispielsweise Poly(meth)acrylsäure-Verdicker und/oder (Meth)acrylsäure-(Meth)acrylat-Copolymerisat-Verdicker, Polyurethan-Verdicker sowie polymere Wachse. Das Metallsilikat wird bevorzugt aus der Gruppe der Smektiten ausgewählt. Besonders bevorzugt werden die Smektiten aus der Gruppe der Montmorillonite und Hectorite ausgewählt. Insbesondere werden die Montmorillonite und Hectorite aus der Gruppe bestehend aus Aluminium-Magnesium-Silikaten sowie Natrium-Magnesium- und Natrium-Magnesium-Fluor-Lithium-Schichtsilikaten, ausgewählt. Diese anorganischen Schichtsilikate werden zum Beispiel unter der Marke Laponite® vertrieben. Verdickungsmittel auf Basis von Poly(meth)acrylsäure und (Meth)acrylsäure-(Meth)acrylat-Copolymerisat-Verdicker sind gegebenenfalls vernetzt und/oder mit einer geeigneten Base neutralisiert. Beispiele solcher Verdickungsmittel sind „Alkali Swellable Emulsions“ (ASE), und hydrophob modifizierte Varianten davon, die „Hydrophically modified Alkali Swellable Emulsions“ (HASE). Vorzugsweise sind diese Verdickungsmittel anionisch. Entsprechende Produkte wie Rheovis® AS 1130 sind kommerziell erhältlich. Verdickungsmittel auf Basis von Polyurethanen (z.B. Polyurethan-Assoziativ-Verdickungsmittel) sind gegebenenfalls vernetzt und/oder mit einer geeigneten Base neutralisiert. Entsprechende Produkte wie Rheovis® PU 1250 sind kommerziell erhältlich. Als polymere Wachse eignen sich beispielsweise gegebenenfalls modifizierte polymere Wachse auf Basis von Ethylen-Vinylacetat-Copolymeren. Ein entsprechendes Produkt ist zum Beispiel unter der Bezeichnung Aquatix® 8421 kommerziell erhältlich.

Die erfindungsgemäß eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung kann je nach erwünschter Anwendung ein oder mehrere üblicherweise eingesetzte Additive als weitere Komponente(n) (d) enthalten. Beispielsweise kann die Beschichtungsmittelzusammensetzung wenigstens ein Additiv ausgewählt aus der

5 Gruppe bestehend aus Reaktivverdünnern, Lichtschutzmitteln, Antioxidantien, Entlüftungsmitteln, Emulgatoren, Slipadditiven, Polymerisationsinhibitoren, Initiatoren für radikalische Polymerisationen, Haftvermittler, Verlaufsmitteln, filmbildende Hilfsmitteln, Sag-Control-Agents (SCAs), Flammenschutzmitteln, Korrosionsinhibitoren, Sikkativen, Bioziden und Mattierungsmitteln enthalten. Sie können in den bekannten

10 und üblichen Anteilen eingesetzt werden.

Die Herstellung der erfindungsgemäß eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung kann unter Einsatz der üblichen und bekannten Mischverfahren und Mischaggregate erfolgen.

Bestimmungsmethoden

1. Bestimmung des nicht-flüchtigen Anteils

Die Bestimmung des nicht-flüchtigen Anteils (des Festkörpers) erfolgt gemäß DIN
5 EN ISO 3251 (Datum: Juni 2008). Dabei werden 1 g Probe in eine vorher
getrocknete Aluminiumschale eingewogen und 60 Minuten bei 125 °C im
Trockenschrank getrocknet, im Exsikkator abgekühlt, und dann zurückgewogen. Der
Rückstand bezogen auf die Gesamtmenge der eingesetzten Probe entspricht dem
nicht-flüchtigen Anteil. Das Volumen des nicht-flüchtigen Anteils kann falls
10 erforderlich gegebenenfalls gemäß DIN 53219 (Datum: August 2009) bestimmt
werden.

2. Bestimmung des zahlenmittleren Molekulargewichts

Das zahlenmittlere Molekulargewicht (M_n) wird, soweit nicht anders angegeben,
15 mittels eines Dampfdruckosmometers Typ 10.00 (Firma Knauer) an
Konzentrationsreihen in Toluol bei 50°C mit Benzophenon als Eichsubstanz zur
Bestimmung der experimentellen Eichkonstante des eingesetzten Messgeräts nach
E. Schröder, G. Müller, K.-F. Arndt, "Leitfaden der Polymercharakterisierung",
Akademie-Verlag, Berlin, S. 47 - 54, 1982, ermittelt.

20

3. Bestimmung der OH-Zahl und der Säure-Zahl

Die Bestimmung der OH-Zahl und der Säure-Zahl erfolgt jeweils durch Berechnung.

4. Bestimmung der mittleren Teilchengröße von SCS-Polymerisaten und 25 Polyurethan-Polyharnstoff-Partikeln

Die mittlere Teilchengröße wird mittels dynamischer Lichtstreuung
(Photonenkorrelationsspektroskopie) (PCS) in Anlehnung an DIN ISO 13321 (Datum:
Oktober 2004) bestimmt. Zur Messung eingesetzt wird dabei ein "Malvern Nano S90"
(Fa. Malvern Instruments) bei 25 ± 1 °C. Das Gerät deckt einen Größenbereich von
30 3 bis 3000 nm ab und ist ausgestattet mit einem 4mW He-Ne Laser bei 633 nm. Die
jeweiligen Proben werden mit partikelfreiem, deionisierten Wasser als
Dispergiermedium verdünnt und anschließend in einer 1 ml Polystyrol-Küvette bei
geeigneter Streuintensität vermessen. Die Auswertung erfolgte mittels digitalem
Korrelator unter Zuhilfenahme der Auswertungssoftware Zetasizer Vers. 7.11 (Fa.

Malvern Instruments). Es wird fünf Mal gemessen und die Messungen an einer zweiten, frisch präparierten Probe wiederholt. Hinsichtlich des SCS-Polymerisats wird unter der mittleren Teilchengröße das arithmetische Zahlenmittel des gemessenen mittleren Partikeldurchmessers (Z-Average mean; Zahlenmittel; $d_{N,50\%}$ -Wert) verstanden. Die Standardabweichung einer 5-fachen Bestimmung beträgt dabei $\leq 4 \%$. Hinsichtlich der einsetzbaren Polyurethan-Polyharnstoff-Partikel wird unter der mittleren Teilchengröße das arithmetische Volumenmittel aus der mittleren Partikelgröße der Einzelpräparationen verstanden (V-Average mean; Volumenmittel; $d_{V,50\%}$ -Wert (Volumen-bezogener Medianwert)). Die maximale Abweichung des Volumenmittels von fünf Einzelmessungen beträgt dabei $\pm 15 \%$. Die Überprüfung erfolgt jeweils mit Polystyrol-Standards mit zertifizierten Partikelgrößen zwischen 50 bis 3000 nm.

5. Bestimmung der Schichtdicken

Die Bestimmung der Schichtdicken erfolgt nach DIN EN ISO 2808 (Datum: Mai 2007), Verfahren 12A unter Verwendung des Messgerätes MiniTest® 3100-4100 der Firma ElektroPhysik.

6. Beurteilung des Auftretens von Nadelstichen und des schichtdickenabhängigen Verlaufs

Zur Beurteilung des Auftretens von Nadelstichen sowie des schichtdickenabhängigen Verlaufs werden keilförmige Mehrschichtlackierungen nach der folgenden allgemeinen Vorschrift hergestellt:

Ein mit einer Standard-KTL (CathoGuard® 800 der Firma BASF Coatings GmbH) beschichtetes Stahlblech der Abmessungen 30 x 50 cm wird an einer Längskante mit einem Klebstreifen (Tesaband, 19 mm) versehen, um nach der Beschichtung Schichtdickendifferenzen ermitteln zu können. Ein Wasserbasiskack wird elektrostatisch als Keil mit einer Zielschichtdicke (Schichtdicke des getrockneten Materials) von 0-40 μm aufgetragen. Dabei beträgt die Ausflussrate zwischen 300 und 400 ml/min; die Drehzahl der ESTA-Glocke wird zwischen 23.000 und 43.000 U/min variiert; die genauen Angaben der jeweils konkret gewählten Applikationsparameter werden nachfolgend innerhalb des experimentellen Teils angegeben. Nach einer Abluftzeit von 4-5 Minuten bei Raumtemperatur (18 bis

- 23 °C) wird der Aufbau im Umluftofen für 10 Minuten bei 60 °C getrocknet. Nach Entfernen des Klebestreifens wird auf die getrocknete Wasserbasislackschicht per Fließbecherpistole manuell ein handelsüblicher Zweikomponenten-Klarlack (ProGloss® der Firma BASF Coatings GmbH) mit einer Zielschichtdicke (Schichtdicke des getrockneten Materials) von 40-45 µm aufgetragen. Die resultierende Klarlackschicht wird während 10 Minuten bei Raumtemperatur (18 bis 23 °C) abgelüftet; anschließend erfolgt die Härtung im Umluftofen bei 140 °C für weitere 20 Minuten.
- 10 Die Beurteilung des Auftretens von Nadelstichen erfolgt visuell nach der folgenden allgemeinen Vorschrift: Die Trockenschichtdicke des Wasserbasislacks wird kontrolliert und für den Basislack-Schichtdickenkeil werden die Bereiche von 0-20 µm sowie von 20 µm bis zum Ende des Keils auf dem Stahlblech markiert. Die Auswertung der Nadelstiche erfolgt visuell in den zwei getrennten Bereichen des Wasserbasislack-Keils. Je Bereich wird die Anzahl der Nadelstiche ausgezählt. Alle Ergebnisse werden auf eine Fläche von 200 cm² normiert und anschließend zu einer Gesamtanzahl addiert. Zusätzlich wird gegebenenfalls protokolliert, ab welcher Trockenschichtdicke des Wasserbasislack-Keils keine Nadelstiche mehr auftreten.
- 20 Die Beurteilung des schichtdickenabhängigen Verlaufs erfolgt nach der folgenden allgemeinen Vorschrift: Die Trockenschichtdicke des Wasserbasislacks wird kontrolliert, und für den Basislack-Schichtdickenkeil werden unterschiedliche Bereiche, beispielsweise von 10-15 µm, 15-20 µm und 20-25 µm auf dem Stahlblech markiert. Die Bestimmung bzw. Beurteilung des schichtdickenabhängigen Verlaufs erfolgt mit Hilfe des Messgerätes Wave scan der Firma Byk-Gardner GmbH innerhalb der zuvor ermittelten Basislack-Schichtdickenbereiche. Zu diesem Zweck wird ein Laserstrahl unter einem Winkel von 60° auf die zu untersuchende Oberfläche gerichtet, und es werden auf einer Messstrecke von 10 cm die Schwankungen des reflektierten Lichts im sogenannten short wave-Bereich (0,3 bis 1,2 mm) und im sogenannten long wave-Bereich (1,2 bis 12 mm) mit Hilfe des Messgeräts registriert (long wave = LW; short wave = SW; je niedriger die Werte, desto besser ist das Erscheinungsbild). Außerdem wird als Maß der Schärfe eines in der Oberfläche des Mehrschichtaufbaus reflektierten Bildes mit Hilfe des

Messgerätes die Kenngröße „distinctness of image“ (DOI) bestimmt (je höher der Wert, desto besser ist das Erscheinungsbild).

7. Bestimmung der Wolkigkeit

- 5 Zur Bestimmung der Wolkigkeit werden Mehrschichtlackierungen nach der folgenden allgemeinen Vorschrift hergestellt:

Auf ein mit einer konventionellen Füllerlackierung beschichtetes Stahlblech der Abmessungen 32 x 60 cm wird ein Wasserbasislack mittels Zweifachauftrag
10 appliziert; die Applikation im ersten Schritt erfolgt elektrostatisch mit einer Zielschichtdicke von 8-9 µm, im zweiten Schritt wird nach einer 2-minütigen Abluftzeit bei Raumtemperatur ebenfalls elektrostatisch mit einer Zielschichtdicke von 4-5 µm appliziert. Die resultierende Wasserbasislackschicht wird anschließend nach erneuter Abluftzeit bei Raumtemperatur (18 bis 23 °C) von 5 Minuten im Umluftofen
15 für 5 Minuten bei 80 °C getrocknet. Beide Basislackaufträge erfolgen dabei mit einer Drehzahl von 43.000 U/min sowie einer Ausflussrate von 300 ml/min. Auf die getrocknete Wasserbasislackschicht wird ein handelsüblicher Zweikomponenten-Klarlack (ProGloss der BASF Coatings GmbH) mit einer Zielschichtdicke von 40-45 µm appliziert. Die resultierende Klarlackschicht wird während 10 Minuten bei
20 Raumtemperatur (18 bis 23 °C) abgelüftet; anschließend erfolgt die Härtung im Umluftofen bei 140 °C für weitere 20 Minuten.

Die Wolkigkeit wird dann mit dem Messgerät cloud-runner der Firma BYK-Gardner GmbH beurteilt. Das Gerät gibt u.a. die drei Kenngrößen „Mottling15“, „Mottling45“
25 und „Mottling60“ aus, die als Maß für die Wolkigkeit, gemessen in den Winkeln 15°, 45° und 60° relativ zum Reflektionswinkel der zur Messung benutzten Lichtquelle, angesehen werden können. Je größer der Wert, desto ausgeprägter ist das Wolkigkeitsbild.

30 8. Bestimmung der Fadenlebensdauer in einem Dehnexperiment

Bei der Hochrotationszerstäubung treten Strömungen auf, die einen hohen Dehnanteil aufweisen. Um das Dehnverhalten der verwendeten Proben zu untersuchen, wird das Gerät Haake CaBER 1 (Firma Thermo Scientific) verwendet. Die Probe befindet sich dabei zwischen zwei parallel angeordneten Platten, die

einen Durchmesser von 6 mm und einen Abstand von 2 mm zueinander aufweisen. Anschließend wird die obere Platte innerhalb von 40 ms soweit nach oben verschoben, dass der neue Abstand beider Platten 10 mm beträgt. Dabei entsteht ein instabiler Flüssigkeitsfaden, dessen Durchmesser sich aufgrund von Kapillarkräften verjüngt. Die Aufzeichnung des Fadendurchmessers (also des Filamentdurchmessers) erfolgt mittels einer Hochgeschwindigkeitskamera bei einer Bildrate von 1000 Bilder pro Sekunde und einer Auflösung von 1024 x 1024 Pixel. Aus dem Verlauf des Fadendurchmessers werden dehn-rheologische Eigenschaften über das Material bestimmt. Dabei weisen solche Materialien einen höheren Widerstand gegenüber Dehnströmungen auf (also eine höhere Dehnviskosität), die eine längere Fadenlebensdauer (Filamentlebensdauer) zeigen.

9. Bestimmung der mittleren Filamentlänge mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge

Der Zerfall der Filamente an der Glockenkante wird mittels der Hochgeschwindigkeitskamera Fastcam SA-Z (Firma Photron Tokyo, Japan) bei einer Bildrate von 100.000 Bilder pro Sekunde und einer Auflösung von 512 x 256 Pixel aufgenommen. 2000 Bilder werden pro Aufnahme für die Bildauswertung verwendet. Zuerst werden die einzelnen Bilder in mehreren Arbeitsschritten bearbeitet, um die Länge der Filamente auswerten zu können. Im ersten Prozessschritt wird die Glockenkante von den jeweiligen Bildern entfernt. Dazu wird jedes Bild mittels eines Gauß-Filters so stark geglättet, dass nur noch die Glockenkante zu erkennen ist. Diese Bilder werden anschließend binarisiert und invertiert (a). Anschließend werden auch die Ursprungsbilder binarisiert (b) und mit den invertierten Bildern (a) zusammenaddiert. Als Resultat erhält man eine binarisierte Bilderreihe ohne Glockenkante, die zur weiteren Auswertung invertiert wird (c). Im nächsten Schritt werden Bedingungen so definiert, dass Filamente von anderen Objekten unterschieden werden können. Zunächst werden die Hypotenusen aller Objekte bestimmt, welche mittels $x_{\min}$, $x_{\max}$, $y_{\min}$ und $y_{\max}$ der Objekte berechnet werden. Die Hypotenusen der Objekte müssen größer als ein bestimmter Wert h sein, damit dessen Objekt als Filament angesehen wird. Alle kleineren Objekte, wie Tropfen, werden für die weitere Auswertung nicht weiter berücksichtigt. Zudem muss jedes Objekt einen y-Wert aufweisen, der sich in der unmittelbaren Nähe der Glockenkante befindet. Damit werden längere Fragmente, die nicht mit der Glockenkante

verbunden sind, für die Auswertung der Filamentlänge ausgeschlossen. Als letztes müssen die restlichen Objekte die Voraussetzung erfüllen, dass ihr minimaler x-Wert größer als 0 und ihr maximaler x-Wert kleiner als 256 ist. So werden nur Filamente ausgewertet, die sich komplett im aufgenommen Bildrahmen befinden. Alle Objekte, die die vier Bedingungen erfüllen können, werden einzeln abgerufen und mittels der Skelett-Methode verjüngt. Als Resultat ist nur noch ein Pixel jedes Objekts mit maximal einem anderen Pixel verbunden. Anschließend wird die Anzahl der Pixel pro Filament zusammengezählt. Da die Pixelgröße bekannt ist, kann die reale Länge der Filamente berechnet werden. Durch diese Bildauswertung werden etwa 15.000 Filamente pro Aufnahme ausgewertet. Das gewährleistet eine hohe Statistik bei der Bestimmung der Filamentlängen.

10. Bestimmung der Löslichkeit der Monomere der Mischung (A) in Wasser, die zur Herstellung von SCS-Polymerisaten eingesetzt werden kann

Die Löslichkeit der Monomere in Wasser wird über eine Gleichgewichtseinstellung mit dem Gasraum oberhalb der wässrigen Phase bestimmt (analog der Literatur X.-S. Chai, Q.X. Hou, F.J. Schork, Journal of Applied Polymer Science Vol. 99, 1296-1301 (2006)). Dazu wird in einem 20 ml Gasraumprobenröhrchen zu einem definierten Volumen an Wasser wie 2 ml eine so große Masse des jeweiligen Monomers gegeben, dass sich diese Masse jedenfalls nicht vollständig in dem gewählten Volumen Wasser lösen kann. Zusätzlich wird ein Emulgator (10 ppm, bezogen auf Gesamtmasse der Probenmischung) hinzugegeben. Um die Gleichgewichtskonzentration zu erhalten, wird die Mischung ständig geschüttelt. Die überstehende Gasphase wird gegen Inertgas ausgetauscht, so dass sich wieder ein Gleichgewicht einstellt. In der entnommenen Gasphase wird jeweils der Anteil der zu detektieren Substanz gemessen (beispielsweise mittels Gaschromatographie). Die Gleichgewichtskonzentration in Wasser kann bestimmt werden, indem der Anteil des Monomers in der Gasphase graphisch ausgewertet wird. Die Steigung der Kurve ändert sich von einem nahezu konstanten Wert (S1) zu einer signifikant negativen Steigung (S2) sobald der überschüssige Monomeranteil aus der Mischung entfernt wurde. Die Gleichgewichtskonzentration ist dabei an dem Schnittpunkt der Geraden mit der Steigung S1 und der Geraden mit der Steigung S2 erreicht. Die beschriebene Bestimmung wird bei 25°C durchgeführt.

11. Bestimmung der Glasübergangstemperaturen von Polymeren, die jeweils aus Monomeren der Mischungen (A), (B) bzw. (C) erhältlich sind

Die Glasübergangstemperatur T_g wird experimentell in Anlehnung an DIN 51005 (Datum: August 2005) „Thermische Analyse (TA) – Begriffe“ und DIN 53765 „Thermische Analyse – Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK)“ (Datum: März 1994) bestimmt. Dabei wird eine Probe von 15 mg in ein Probenpfännchen eingewogen und in ein DSC-Gerät eingeführt. Es wird auf die Starttemperatur abgekühlt und im Anschluss daran ein 1. und ein 2. Messlauf bei einer Inertgasspülung (N_2) von 50 ml/min mit einer Heizrate von 10 K/min durchgeführt, wobei zwischen den Messläufen wieder auf die Starttemperatur abgekühlt wird. Die Messung erfolgt im Temperaturbereich von etwa 50 °C niedriger als die erwartete Glasübergangstemperatur bis etwa 50 °C höher als die erwartete Glasübergangstemperatur. Als Glasübergangstemperatur wird in Anlehnung an DIN 53765, Punkt 8.1, diejenige Temperatur im 2. Messlauf bezeichnet, bei der die Hälfte der Änderung der spezifischen Wärmekapazität (0,5 Delta cp) erreicht ist. Sie wird aus dem DDK-Diagramm (Auftragung des Wärmestroms gegen die Temperatur) ermittelt. Es handelt sich um die Temperatur, die dem Schnittpunkt der Mittellinie zwischen den extrapolierten Basislinien vor und nach dem Glasübergang mit der Messkurve entspricht. Für eine zielführende Abschätzung der bei der Messung zu erwartenden Glasübergangstemperatur kann die bekannte Fox-Gleichung herangezogen werden. Da die Fox-Gleichung eine gute Näherung darstellt, die auf den Glasübergangstemperaturen der Homopolymere und deren Gewichtsteilen ohne Einbeziehung des Molekulargewichts basiert, kann sie als zielführendes Hilfsmittel für den Fachmann bei der Synthese eingesetzt werden, sodass eine gewünschte Glasübergangstemperatur über wenige zielgerichtete Versuche eingestellt werden kann.

12. Bestimmung des Nässegrads

Es wird der Nässegrad eines nach Auftrag einer Beschichtungsmittelzusammensetzung wie eines Wasserbasislacks auf ein Substrat gebildeten Films beurteilt. Dabei wird die Beschichtungsmittelzusammensetzung elektrostatisch als Konstantschicht in der gewünschten Zielschichtdicke (Schichtdicke des getrockneten Materials) wie einer Zielschichtdicke, die in einem Bereich von 15 µm bis 40 µm liegt, mittels Rotationszerstäubung aufgetragen. Dabei beträgt die

Ausflussrate zwischen 300 und 400 ml/min und die Drehzahl der ESTA-Glocke des Rotationszerstäubers liegt in einem Bereich von 23.000 und 63.000 U/min (die genauen Angaben der jeweils konkret gewählten Applikationsparameter werden an den relevanten Stellen nachfolgend innerhalb des experimentellen Teils angegeben).

- 5 Eine Minute nach Abschluss des Auftrags erfolgt eine visuelle Beurteilung des auf dem Substrat gebildeten Films hinsichtlich seines Nässegrades. Dieser wird anhand einer Skala von 1 bis 5 (1 = sehr trocken bis 5 = sehr nass) protokolliert.

13. Bestimmung des Auftretens von Kochern

- 10 Zur Bestimmung der Kocherneigung wird in Anlehnung an DIN EN ISO 28199-1 (Datum: Januar 2010) und DIN EN ISO 28199-3 (Datum: Januar 2010) eine Mehrschichtlackierung nach der folgenden allgemeinen Vorschrift hergestellt: Ein mit einer gehärteten kathodischen Elektrotauchlackschicht (KTL) (CathoGuard® 800 der Firma BASF Coatings GmbH) beschichtetes Lochblech der Abmessungen 57 cm x
15 20 cm aus Stahl (gemäß DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.1, Ausführung A) wird analog DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.2 (Ausführung A) vorbereitet. Anschließend erfolgt in Anlehnung an DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.3 die Applikation eines wässrigen Basislacks elektrostatisch in einem Einmalauftrag als Keil mit einer Zielschichtdicke (Schichtdicke des getrockneten Materials; Trockenschichtdicke) im Bereich von 0 µm
20 bis 30 µm. Die resultierende Basislackschicht wird ohne vorherige Abluftzeit im Umluftofen für 5 Minuten bei 80 °C zwischengetrocknet. Die Bestimmung der Kochergrenze, d.h. derjenigen Basislackschichtdicke, ab der Kocher auftreten, erfolgt nach DIN EN ISO 28199-3, Punkt 5.

14. Bestimmung des Auftretens von Läufern

25 Zur Bestimmung der Läuferneigung werden in Anlehnung an DIN EN ISO 28199-1 (Datum: Januar 2010) und DIN EN ISO 28199-3 (Datum: Januar 2010) Mehrschichtlackierungen nach der folgenden allgemeinen Vorschrift hergestellt:

a) Wasserbasislacke

30 Ein mit einer gehärteten kathodischen Elektrotauchlackschicht (KTL) (CathoGuard® 800 der Firma BASF Coatings GmbH) beschichtetes Lochblech der Abmessungen 57 cm x 20 cm aus Stahl (gemäß DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.1, Ausführung A) wird analog DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.2 (Ausführung A) vorbereitet.

Anschließend erfolgt in Anlehnung an DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.3 die Applikation eines wässrigen Basislacks elektrostatisch in einem Einmalauftrag als Keil mit einer Zielschichtdicke (Schichtdicke des getrockneten Materials) im Bereich von 0 µm bis 40 µm. Die resultierende Basislackschicht wird nach einer Ablüftzeit bei 18-23°C von 10 Minuten im Umluftofen für 5 Minuten bei 80 °C zwischengetrocknet. Dabei werden die Bleche senkrecht stehend abgelüftet und zwischengetrocknet.

b) Klarlacke:

Ein mit einer gehärteten kathodischen Elektrotauchlackschicht (KTL) (CathoGuard® 800 der Firma BASF Coatings GmbH) sowie mit einem handelsüblichen Wasserbasislack (ColorBrite der Firma BASF Coatings GmbH) beschichtetes Lochblech der Abmessungen 57 cm x 20 cm aus Stahl (gemäß DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.1, Ausführung A) wird analog DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.2 (Ausführung A) vorbereitet. Anschließend erfolgt in Anlehnung an DIN EN ISO 28199-1, Punkt 8.3 die Applikation eines Klarlacks elektrostatisch in einem Einmalauftrag als Keil mit einer Zielschichtdicke (Schichtdicke des getrockneten Materials) im Bereich von 0 µm bis 60 µm. Die resultierende Klarlackschicht wird nach einer Ablüftzeit bei 18-23°C von 10 Minuten im Umluftofen für 20 Minuten bei 140 °C gehärtet. Dabei werden die Bleche senkrecht stehend abgelüftet und gehärtet.

Die Bestimmung der Läuferneigung wird jeweils nach DIN EN ISO 28199-3, Punkt 4 durchgeführt. Zusätzlich zu der Schichtdicke, bei der ein Läufer die Länge von 10 mm ab Unterkante des Loches überschreitet, wird diejenige Schichtdicke bestimmt, ab der eine erste Läuferneigung an einem Loch visuell zu beobachten ist.

15. Bestimmung des Deckvermögens

Die Bestimmung des Deckvermögens erfolgt gemäß DIN EN ISO 28199-3 (Januar 2010; Punkt 7).

Beispiele und Vergleichsbeispiele

Die nachfolgenden Beispiele und Vergleichsbeispiele dienen der Erläuterung der Erfindung, sind jedoch nicht einschränkend auszulegen.

5

Sofern nicht anders angeführt, handelt es sich bei den Angaben in Teilen um Gewichtsteile und bei Angaben in Prozenten jeweils um Gewichtsprozent.

1. Herstellung einer wässrigen Dispersion AD1

10

1.1 Die nachfolgend genannten und zur Herstellung der wässrigen Dispersion **AD1** eingesetzten Komponenten haben folgende Bedeutungen:

	DMEA	Dimethylethanolamin
15	VE-Wasser	deionisiertes Wasser
	EF 800	Aerosol® EF-800, kommerziell erhältlicher Emulgator der Firma Cytec
	APS	Ammoniumperoxodisulfat
	1,6-HDDA	1,6-Hexandioldiacrylat
20	2-HEA	2-Hydroxyethylacrylat
	MMA	Methacrylsäuremethylester

1.2 Herstellung der wässrigen Dispersion **AD1** enthaltend ein mehrstufiges SCS-Polyacrylat

25

Monomerenmischung (A), Stufe i.

80 Gew.-% der Positionen 1 und 2 gemäß der nachstehenden Tabelle 1.1 werden in einen Stahlreaktor (5 L Volumen) mit Rückflusskühler gegeben und auf 80°C aufgeheizt. Die restlichen Anteile der unter „Vorlage“ in Tabelle 1.1 aufgeführten Komponenten werden in einem separaten Gefäß vorgemischt. Dieses Gemisch und davon getrennt die *Initiatorlösung* (Tabelle 1.1, Position 5 und 6) werden zeitgleich innerhalb von 20 min in den Reaktor zugetropft, wobei in der Reaktionslösung ein Anteil der Monomere, bezogen auf die Gesamtmenge an in Stufe i. eingesetzten

30

Monomeren, von 6,0 Gew.-% während der gesamten Reaktionsdauer nicht überschritten wird. Im Anschluss wird 30 min gerührt.

Monomerenmischung (B), Stufe ii.

- 5 Die in Tabelle 1.1 unter „Mono 1“ angegebenen Komponenten werden in einem separaten Gefäß vorgemischt. Dieses Gemisch wird innerhalb von 2 Stunden in den Reaktor zu getropft, wobei in der Reaktionslösung ein Anteil der Monomere, bezogen auf die Gesamtmenge an in Stufe ii. eingesetzten Monomeren, von 6,0 Gew.-% während der gesamten Reaktionsdauer nicht überschritten wird. Im Anschluss wird 1
10 Stunde gerührt.

Monomerenmischung (C), Stufe iii.

- Die in Tabelle 1.1 unter „Mono 2“ angegebenen Komponenten werden in einem separaten Gefäß vorgemischt. Dieses Gemisch wird innerhalb von 1 Stunde in den
15 Reaktor zu getropft, wobei in der Reaktionslösung ein Anteil der Monomere, bezogen auf die Gesamtmenge an in Stufe iii. eingesetzten Monomeren, von 6,0 Gew.-% während der gesamten Reaktionsdauer nicht überschritten wird. Im Anschluss wird 2 Stunden gerührt.
- 20 Danach wird das Reaktionsgemisch auf 60°C abgekühlt und das Neutralisationsgemisch (Tabelle 1.1, Positionen 20, 21 und 22) in einem separaten Gefäß vorgemischt. Das Neutralisationsgemisch wird innerhalb von 40 min in den Reaktor zu getropft, wobei der pH-Wert der Reaktionslösung auf einen pH-Wert von 7,5 bis 8,5 eingestellt wird. Anschließend wird das Reaktionsprodukt noch 30 min
25 gerührt, auf 25°C abgekühlt und filtriert.

Der Festkörper der so erhaltenen wässrigen Dispersion **AD1** wurde zur Reaktionskontrolle bestimmt. Das Ergebnis ist zusammen mit dem pH-Wert und der bestimmten Teilchengröße in Tabelle 1.2 angeben.

Tabelle 1.1: Wässrige Dispersion **AD1** enthaltend ein mehrstufiges Polyacrylat

		AD1
	<i>Vorlage</i>	
1	VE-Wasser	41,81
2	EF 800	0,18
3	Styrol	0,68
4	n-Butylacrylat	0,48
	<i>Initiatorlösung</i>	
5	VE-Wasser	0,53
6	APS	0,02
	<i>Mono 1</i>	
7	VE-Wasser	12,78
8	EF 800	0,15
9	APS	0,02
10	Styrol	5,61
11	n-Butylacrylat	13,6
12	1,6-HDDA	0,34
	<i>Mono 2</i>	
13	VE-Wasser	5,73
14	EF 800	0,07
15	APS	0,02
16	Methacrylsäure	0,71
17	2-HEA	0,95
18	n-Butylacrylat	3,74
19	MMA	0,58
	<i>Neutralisation</i>	
20	VE-Wasser	6,48
21	Butylglykol	4,76
22	DMEA	0,76

Tabelle 1.2: Kennzahlen der wässrigen Dispersion **AD1** bzw. des enthaltenden Polymerisats

	AD1
Festkörpergehalt [Gew.-%]	25,6
pH-Wert	8,85
Teilchengröße [nm]	246

2. Herstellung einer wässrigen Polyurethan-Polyharnstoff-Dispersion PD1

Herstellung einer teilneutralisierten Präpolymerlösung

In einem Reaktionsgefäß, ausgerüstet mit Rührer, Innenthermometer, Rückflussskühler und elektrischer Heizung, wurden 559,7 Gewichtsteile eines linearen Polyesterpolyols und 27,2 Gewichtsteile Dimethylolpropionsäure (Fa. GEO Speciality Chemicals) in 344,5 Gewichtsteilen Methylethylketon unter Stickstoff gelöst. Das lineare Polyesterdiol wurde zuvor aus dimerisierter Fettsäure (Pripol® 1012, Fa. Croda), Isophthalsäure (Fa. BP Chemicals) und Hexan-1,6-diol (Fa. BASF SE) hergestellt (Gewichtsverhältnis der Ausgangsstoffe: dimere Fettsäure zu Isophthalsäure zu Hexan-1,6-diol = 54,00 : 30,02 : 15,98) und wies eine Hydroxylzahl von 73 mg KOH / g Festanteil, eine Säurezahl von 3,5 mg KOH / g Festanteil und ein berechnetes, zahlenmittleres Molekulargewicht von 1379 g/mol und ein über Dampfdruckosmometrie bestimmtes zahlenmittleres Molekulargewicht von 1350 g/mol auf. Zu der resultierenden Lösung wurden bei 30°C hintereinander 213,2 Gewichtsteile Dicyclohexylmethan-4,4'-diisocyanat (Desmodur® W, Fa. Covestro AG) mit einem Isocyanatgehalt von 32,0 Gew.-% und 3,8 Gewichtsteile Dibutylzinndilaurat (Fa. Merck) hinzugegeben. Anschließend wurde unter Rühren auf 80°C erwärmt. Es wurde bei dieser Temperatur weiter gerührt, bis der Isocyanatgehalt der Lösung 1,49 Gew.-% betrug und konstant war. Danach wurden 626,2 Gewichtsteile Methylethylketon zum Präpolymer gegeben und das Reaktionsgemisch auf 40°C abgekühlt. Nach Erreichen von 40°C wurden 11,8 Gewichtsteile Triethylamin (Fa. BASF SE) innerhalb von zwei Minuten zugetropft und weitere 5 Minuten der Ansatz gerührt.

Umsetzung des Präpolymeren mit Diethylentriamindiketimin

Anschließend wurden 30,2 Gewichtsteile einer 71,9 Gew.-% Anlösung von Diethylentriamindiketimin in Methylisobutylketon (Verhältnis Isocyanatgruppen des Präpolymeren zu Diethylentriamindiketimin (mit einer sekundären Aminogruppe): 5:1 mol/mol, entspricht zwei NCO-Gruppen pro blockierter, primärer Aminogruppe) innerhalb einer Minute zugemischt, wobei die Reaktionstemperatur nach Zugabe zur Präpolymerlösung kurzzeitig um 1°C anstieg. Die Anlösung von Diethylentriamindiketimin in Methylisobutylketon wurde zuvor durch azeotropes Auskreisen von Reaktionswasser bei der Reaktion von Diethylentriamin (Fa. BASF

SE) mit Methylisobutylketon in Methylisobutylketon bei 110 – 140°C hergestellt. Durch Verdünnen mit Methylisobutylketon wurde auf eine Aminäquivalentmasse (Lösung) von 124,0 g/eq eingestellt. Mittels IR-Spektroskopie wurde anhand der Restabsorption bei 3310 cm⁻¹ eine Blockierung der primären Aminogruppen von 98,5% ermittelt. Der Feststoffgehalt der Isocyanatgruppen-haltigen Polymerlösung wurde mit 45,3 % bestimmt.

Dispergierung und Vakuumdestillation

Nach 30 Minuten Rühren bei 40°C wurde der Inhalt des Reaktors innerhalb von 7 Minuten in 1206 Gewichtsteile deionisiertes Wasser (23°C) dispergiert. Aus der resultierenden Dispersion wurde Methylethylketon bei 45°C unter Vakuum abdestilliert und eventuelle Lösemittel- und Wasserverluste mit deionisiertem Wasser ausgeglichen, so dass ein Feststoffgehalt von 40 Gew.-% resultierte. Es wurde eine weiße, stabile, feststoffgehaltreiche, niedrigviskose Dispersion mit vernetzten Partikeln erhalten, die auch nach 3 Monaten keinerlei Absetzen aufwies. Die so erhaltene Mikrogel-Dispersion (**PD1**) wies folgende Kennzahlen auf:

Feststoffgehalt (130°C, 60 min, 1 g):	40,2 Gew.-%
Methylethylketon-Gehalt (GC):	0,2 Gew.-%
Methylisobutylketon-Gehalt (GC):	0,1 Gew.-%
Viskosität (23°C, Rotationsviskosimeter, Scherrate= 1000/s):	15 mPa·s
Säurezahl:	17,1 mg KOH / g
Feststoffgehalt	
Neutralisationsgrad (berechnet):	49 %
pH (23°C):	7,4
Partikelgröße (Photonenkorrelationsspektroskopie, Volumenmittel):	167 nm
Gelanteil (gefriergetrocknet):	85,1 Gew.-%
Gelanteil (130°C):	87,3 Gew.-%

3. Herstellung von Farb- und Füllstoffpasten

3.1 *Herstellung einer Gelbpaste P1*

Die Gelbpaste **P1** wird aus 17,3 Gewichtsteilen Sicotrans-Gelb L 1916, erhältlich von
5 BASF SE, 18,3 Gewichtsteilen eines gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE
40 09 858 A1 hergestellten Polyesters, 43,6 Gewichtsteilen einer gemäß der
internationalen Patentanmeldung WO 92/15405, Seite 15, Zeile 23-28 hergestellten
Bindemitteldispersion, 16,5 Gewichtsteilen deionisiertes Wasser sowie 4,3
Gewichtsteilen Butylglykol hergestellt.

3.2 *Herstellung einer Weißpaste P2*

Die Weißpaste **P2** wird aus 50 Gewichtsteilen Titan Rutil 2310, 6 Gewichtsteilen
eines gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE 40 09 858 A1 hergestellten
Polyesters, 24,7 Gewichtsteilen einer gemäß der Patentanmeldung EP 022 8003 B2,
15 S. 8, Z. 6 bis 18 hergestellten Bindemitteldispersion, 10,5 Gewichtsteilen
deionisiertes Wasser, 4 Gewichtsteilen 2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG
(erhältlich von BASF SE), 4,1 Gewichtsteilen Butylglykol, 0,4 Gewichtsteilen 10%iges
Dimethylethanolamin in Wasser sowie 0,3 Gewichtsteilen Acrysol RM-8 (erhältlich
von der Firma The Dow Chemical Company) hergestellt.

3.3 *Herstellung einer Schwarzpaste P3*

Die Schwarzpaste **P3** wird aus 57 Gewichtsteilen einer gemäß WO 92/15405, S. 13,
Z. 13 bis S. 15, Z. 13 hergestellten Polyurethandispersion, 10 Gewichtsteilen Ruß
(Ruß Monarch® 1400 der Firma Cabot Corporation), 5 Gewichtsteilen eines
25 Polyesters, hergestellt gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE 40 09 858 A1,
6,5 Gewichtsteilen einer 10%igen wässrigen Dimethylethanolamin-Lösung, 2,5
Gewichtsteilen eines handelsüblichen Polyethers (Pluriol® P900, erhältlich von
BASF SE), 7 Gewichtsteilen Butyldiglykol und 12 Gewichtsteilen deionisiertem
Wasser hergestellt.

3.4 *Herstellung einer Bariumsulfatpaste P4*

Die Bariumsulfatpaste **P4** wird aus 39 Gewichtsteilen einer gemäß EP 0228003 B2,
S. 8, Z. 6 bis 18 hergestellten Polyurethandispersion, 54 Gewichtsteilen Bariumsulfat
(Blanc fixe micro der Firma Sachtleben Chemie GmbH), 3,7 Gewichtsteilen Butyl-

glykol und 0,3 Gewichtsteilen Agitan 282 (erhältlich von Münzing Chemie GmbH) und 3 Gewichtsteilen deionisiertem Wasser hergestellt.

3.5 Herstellung einer Steatitpaste **P5**

5 Die Steatitpaste **P5** wird aus 49,7 Gewichtsteilen einer gemäß WO 91/15528, S. 23, Z. 26 bis S. 24, Z. 24 hergestellten wässrigen Bindemitteldispersion, 28,9 Gewichtsteile Steatit (Microcalc IT extra der Firma Mondo Minerals B.V.), 0,4 Gewichtsteilen Agitan 282 (erhältlich von Münzing Chemie GmbH), 1,45 Gewichtsteilen Disperbyk®-184 (erhältlich von BYK-Chemie GmbH), 3,1 Gewichtsteilen eines handelsüblichen
10 Polyethers (Pluriol® P900, erhältlich von BASF SE) und 16,45 Gewichtsteilen deionisiertem Wasser hergestellt.

4. Herstellung weiterer Zwischenprodukte

15 4.1 Herstellung eines Mischlackes **ML1**

In Anlehnung an die Patentschrift EP 1534792 - B1, Spalte 11, Zeile 1-13 werden 81,9 Gewichtsteile deionisiertes Wasser, 2,7 Gewichtsteile Rheovis® AS 1130 (erhältlich von BASF SE), 8,9 Gewichtsteile 2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE), 3,2 Gewichtsteile Dispex Ultra FA 4437 (erhältlich
20 von BASF SE) sowie 3,3 Gewichtsteile 10%iges Dimethylethanolamin in Wasser miteinander vermischt; die resultierende Mischung wird anschließend homogenisiert.

4.2 Herstellung eines Mischlackes **ML2**

47,38 Gewichtsteile der wässrigen Dispersion **AD1**, 42,29 Gewichtsteile deionisiertes
25 Wasser, 6,05 Gewichtsteile 2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in Butylglykol (erhältlich von BASF SE), 2,52 Gewichtsteile Dispex Ultra FA 4437 (erhältlich von BASF SE), 0,76 Gewichtsteile Rheovis® AS 1130 (erhältlich von BASF SE) sowie 1,0 Gewichtsteile 10%iges Dimethylethanolamin in Wasser werden miteinander vermischt und die resultierende Mischung anschließend homogenisiert.

30

ML1 und **ML2** werden zur Herstellung von Effektpigmentpasten eingesetzt.

5. Herstellung von wässrigen Basislacken

5.1 *Herstellung der Wasserbasislacke **WBL1** bis **WBL6***

Die in der Tabelle 5.1 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in
5 der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammengerührt. Im
nächsten Schritt wird aus den unter „Aluminiumpigment-Vormischung“ aufgeführten
Komponenten eine Vormischung hergestellt. Diese Vormischung wird zur wässrigen
Mischung gegeben. Nach Zugabe wird 10 min lang gerührt. Anschließend wird mit
10 Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8
und eine Spritzviskosität von $85 \pm 5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} ,
gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit
Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23°C , eingestellt.

Innerhalb der Reihe **WBL1** bis **WBL3** ist jeweils der Anteil an Aluminiumpigment und
15 damit das Pigment/Bindemittelverhältnis erhöht worden. Im Vergleich zu **WBL1** ist
der Anteil an Pigment in **WBL2** verdoppelt und in **WBL3** verdreifacht worden.
Gleiches gilt für die Reihe **WBL4** bis **WBL6**: Im Vergleich zu **WBL4** ist der Anteil an
Pigment in **WBL5** verdoppelt und in **WBL6** verdreifacht worden

Tabelle 5.1: Herstellung der Wasserbasislacke **WBL1-WBL6**

	WBL1	WBL2	WBL3	WBL4	WBL5	WBL6
Wässrige Phase:						
3%ige Na-Mg-Schichtsilikatlösung	16,10	12,89	9,68	-	-	-
deionisiertes Wasser	12,84	10,26	7,72	12,83	10,28	7,73
1-Propoxi-2-propanol	2,67	2,14	1,61	-	-	-
<i>n</i> -Butoxipropanol	2,09	1,67	1,25	-	-	-
2-Ethylhexanol	3,17	2,54	1,91	2,17	1,74	1,30
Wässrige Bindemitteldispersion AD1	25,27	20,23	15,20	16,10	12,89	9,68
Wässrige Polyurethan-Polyhamstoff-Dispersion PD1	7,34	5,88	4,41	32,36	25,90	19,46
Polyester; hergestellt gemäß Seite 28, Zeilen 13 bis 33 (Beispiel BE1) WO 2014/033135 A2	4,25	3,41	2,56	5,34	4,27	3,21
Melaminformaldehydharz (Cymel® 203 der Firma Allnex)	3,17	2,54	1,91	3,17	2,54	1,91
10%iges Dimethylethanolamin in Wasser	0,75	0,60	0,45	1,34	1,06	0,80
Pluriol® P900, erhältlich von BASF SE	0,67	0,53	0,40	-	-	-
2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE)	-	-	-	1,00	0,80	0,60
Isobutanol	3,50	2,80	2,11			
Butylglykol	1,25	1,00	0,75	9,09	7,28	5,47
50 Gew.-%ige Lösung von Rheovis® PU1250 in Butylglykol (Rheovis® PU1250 erhältlich von BASF SE)	0,33	0,27	0,20	-	-	-
Aluminiumpigment-Vormischung:						
Mischlack ML1	12,45	24,93	37,38	12,45	24,93	37,38
Mischung zweier handelsüblicher Aluminiumpigmente, erhältlich von Firma Altana-Eckart (Stapa® Hydrolux 2153 & Hydrolux 600 im Verhältnis 1 : 1)	4,15	8,31	12,46	4,15	8,31	12,46
Summe:	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Verhältnis Pigment/Bindemittel:	0,18	0,44	0,86	0,12	0,29	0,56

5.2 Herstellung der Wasserbasislacke **WBL7** und **WBL8**

Die in der Tabelle 5.2 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammengerührt. Im nächsten Schritt wird jeweils aus den unter „Aluminiumpigment-Vormischung“ bzw. „Micapigment-Vormischung“ aufgeführten Komponenten eine Vormischung hergestellt. Diese Vormischungen werden separat zur wässrigen Mischung gegeben. Nach Zugabe einer Vormischung wird jeweils 10 min lang gerührt. Anschließend wird mit Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8 und eine Spritzviskosität von 95 ± 10 mPa·s bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23 °C, eingestellt.

15

20

25

30

Tabelle 5.2: Herstellung der Wasserbasislacke **WBL7** und **WBL8**

	WBL7	WBL8
Wässrige Phase:		
3%ige Na-Mg-Schichtsilikatlösung	14,4	13,4
deionisiertes Wasser	11,5	11,4
1-Propoxi-2-propanol	2,4	-
<i>n</i> -Butoxipropanol	1,9	1,1
2-Ethylhexanol	2,8	-
Wässrige Bindemitteldispersion AD1	22,6	-
Wässrige Polyurethan-Polyharnstoff-Dispersion PD1	6,6	-
Polyurethandispersion, hergestellt gemäß WO 92/15405, S. 13, Z. 13 bis S. 15, Z. 13	-	29,3
Polyester; hergestellt gemäß Seite 28, Zeilen 13 bis 33 (Beispiel BE1) WO 2014/033135 A2	3,8	1,5
Polyester; hergestellt gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE 40 09 858 A1	-	2,2
Polyurethanmodifiziertes Polyacrylat; hergestellt gemäß S. 7, Z. 55 bis S.8, Z. 23 der DE 4437535 A1	-	2,2
Melaminformaldehydharz (Cymel® 203 der Firma Allnex)	2,8	-
Melaminformaldehydharz (Maprenal® 909/93IB der Firma INEOS Melamines GmbH)	-	3,3
10%iges Dimethylethanolamin in Wasser	0,7	1,0
Pluriol® P900, erhältlich von BASF SE	0,6	-
2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE)	-	0,2
Isobutanol	3,1	-
Isopropanol	-	1,8
Butylglykol	1,1	2,6
Hydrosol A170, erhältlich von DHC Solvent Chemie GmbH	-	0,4
Methoxipropanol	-	2,0
Isopar® L, erhältlich von Exxon Mobile	-	1,5
50 Gew.-%ige Lösung von Rheovis® PU1250 in Butylglykol (Rheovis® PU1250 erhältlich von BASF SE)	0,3	0,3
BYK-347® der Firma Altana/BYK-Chemie GmbH	-	0,4
Gelbpaste P1	1,7	1,7
Weißpaste P2	0,7	0,7
Schwarzpaste P3	3,4	3,4
Bariumsulfatpaste P4	0,7	0,7
Steatitpaste P5	1,4	1,4

Aluminiumpigment-Vormischung:

Mischlack ML1	12,2	12,2
Mischung zweier handelsüblicher Aluminiumpigmente, erhältlich von Firma Altana-Eckart (Stapa® Hydrolux 2153 & Hydrolux 600 im Verhältnis 1 : 1)	4,0	4,0

Micapigment-Vormischung:

Mischlack ML1	1,0	1,0
Handelsübliches Micapigment Mearlin® Exterior Fine Russet 459V der Firma BASF SE)	0,3	0,3

Summe:	100,0	100,0
---------------	--------------	--------------

Verhältnis Pigment/Bindemittel:	0,3	0,3
Festkörper (eingestellt):	21,6%	21,7%

5.3 Herstellung der Wasserbasislacke WBL9 bis WBL12

Die in der Tabelle 5.3 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammengemischt. Im nächsten Schritt wird aus den unter „Aluminiumpigment-Vormischung“ aufgeführten Komponenten eine Vormischung hergestellt. Diese Vormischung wird zur wässrigen Mischung gegeben. Nach Zugabe wird 10 min lang gerührt. Anschließend wird mit Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8 und eine Spritzviskosität von 85 ± 5 mPa·s bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23 °C, eingestellt.

Innerhalb der Reihe WBL9 bis WBL10 ist jeweils der Anteil an Aluminiumpigment und damit das Pigment/Bindemittelverhältnis erniedrigt worden. Gleiches gilt für die Reihe WBL11 bis WBL12.

Tabelle 5.3: Herstellung der Wasserbasislacke **WBL9** bis **WBL12**

	WBL9	WBL10	WBL11	WBL12
Wässrige Phase:				
3%ige Na-Mg-Schichtsilikatlösung	17,87	17,87	17,87	17,87
deionisiertes Wasser	12,23	16,74	12,07	16,68
2-Ethylhexanol	1,99	1,99	1,99	1,99
Polyurethandispersion, hergestellt gemäß WO 92/15405, S. 13, Z. 13 bis S. 15, Z. 13	25,41	25,41	25,41	25,41
Daotan® VTW 6464, erhältlich von Allnex	1,59	1,59	1,59	1,59
Polyurethanmodifiziertes Polyacrylat; hergestellt gemäß S. 7, Z. 55 bis S.8, Z. 23 der DE 4437535 A1	2,78	2,78	2,78	2,78
3 Gew.-%ige wässrige Rheovis® AS 1130 Lösung, Rheovis® AS 1130 erhältlich von BASF SE	5,08	5,08	5,08	5,08
Melaminformaldehydharz (Cymel® 1133 der Firma Allnex)	3,57	3,57	3,57	3,57
10%iges Dimethylethanolamin in Wasser	0,95	0,95	0,95	0,95
Pluriol® P900, erhältlich von BASF SE	0,40	0,40	0,40	0,40
2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE)	1,35	1,35	1,35	1,35
Triisobutylphosphat	1,19	1,19	1,19	1,19
Isopropanol	1,95	1,95	1,95	1,95
Butylglykol	2,54	2,54	2,54	2,54
50 Gew.-%ige Lösung von Rheovis® PU1250 in Butylglykol (Rheovis® PU1250 erhältlich von BASF SE)	0,24	0,24	0,24	0,24
Tinuvin® 123, erhältlich von BASF SE	0,64	0,64	0,64	0,64
Tinuvin® 384-2, erhältlich von BASF SE	0,40	0,40	0,40	0,40
Aluminiumpigment-Vormischung:				
Aluminiumpigment Stapa® Hydrolux 600, erhältlich von Firma Altana-Eckart	7,22	2,71	-	-
Aluminiumpigment Stapa® Hydrolux 200, erhältlich von Firma Altana-Eckart	-	-	7,38	2,77
Butylglykol	9,60	9,60	9,60	9,60
Polyester; hergestellt gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE 40 09 858 A1	3,00	3,00	3,00	3,00
Summe:	100,00	100,00	100,00	100,00
Verhältnis Pigment/Bindemittel:	0,35	0,13	0,35	0,13

5.4 Herstellung der Wasserbasislacke **WBL13 bis WBL16**

Die in der Tabelle 5.4 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammengerührt. Im nächsten Schritt wird aus den unter „Aluminiumpigment-Vormischung“ aufgeführten Komponenten eine Vormischung hergestellt. Diese Vormischung wird zur wässrigen Mischung gegeben. Nach Zugabe wird 10 min lang gerührt. Anschließend wird mit Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8 und eine Spritzviskosität von 85 ± 5 mPa·s bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23 °C, eingestellt.

Innerhalb der Reihe **WBL13 bis WBL14** ist jeweils der Anteil an Aluminiumpigment und damit das Pigment/Bindemittelverhältnis erniedrigt worden. Gleiches gilt für die Reihe **WBL15 bis WBL16**.

Tabelle 5.4: Herstellung der Wasserbasislacke **WBL13 bis WBL16**

	WBL13	WBL14	WBL15	WBL16
Wässrige Phase:				
3%ige Na-Mg-Schichtsilikatlösung	14,45	14,45	14,45	14,45
deionisiertes Wasser	8,99	13,50	8,83	13,44
2-Ethylhexanol	1,91	1,91	1,91	1,91
Wässrige Bindemitteldispersion AD1	26,33	26,33	26,33	26,33
Wässrige Polyurethan-Polyharnstoff-Dispersion PD1	6,09	6,09	6,09	6,09
Polyester; hergestellt gemäß Seite 28, Zeilen 13 bis 33 (Beispiel BE1) WO 2014/033135 A2	3,01	3,01	3,01	3,01
Melaminformaldehydharz (Cymel® 203 der Firma Allnex)	6,67	6,67	6,67	6,67
deionisiertes Wasser	1,69	1,69	1,69	1,69
Rheovis® AS 1130, erhältlich von BASF SE	0,22	0,22	0,22	0,22
10%iges Dimethylethanolamin in Wasser	0,51	0,51	0,51	0,51
2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE)	0,29	0,29	0,29	0,29
Butylglykol	3,89	3,89	3,89	3,89
50 Gew.-%ige Lösung von Rheovis® PU1250 in Butylglykol (Rheovis® PU1250 erhältlich von BASF SE)	0,07	0,07	0,07	0,07

Aluminiumpigment-Vormischung:				
Mischlack ML2	18,66	18,66	18,66	18,66
Aluminiumpigment Stapa® Hydrolux 600, erhältlich von Firma Altana-Eckart	7,22	2,71	-	-
Aluminiumpigment Stapa® Hydrolux 200, erhältlich von Firma Altana-Eckart	-	-	7,38	2,77
Summe:	100,00	100,00	100,00	100,00
Verhältnis Pigment/Bindemittel:	0,25	0,09	0,25	0,09

5.5 Herstellung der Wasserbasislacke **WBL17** bis **WBL24**, **WBL17a** und **WBL21a**

Die in der Tabelle 5.5 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammengerührt. Im nächsten Schritt wird aus den unter „Aluminiumpigment-Vormischung“ aufgeführten Komponenten eine Vormischung hergestellt. Diese Vormischung wird zur wässrigen Mischung gegeben. Nach Zugabe wird 10 min lang gerührt. Anschließend wird mit Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8 und eine Spritzviskosität von 85 ± 5 mPa·s bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23 °C, eingestellt.

Zusätzlich wurden die Proben **WBL17** und **WBL21** auf eine Spritzviskosität von 120 ± 5 mPa·s bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23 °C, eingestellt (resultierend in **WBL17a** bzw. **WBL21a**).

Tabelle 5.5: Herstellung der Wasserbasislacke WBL17 bis WBL24

[illegible]

Aluminiumpigment-Vormischung:								
Aluminiumpigment Stapa® IL HYDROLAN 9157, erhältlich von Firma Altana-Eckart	8,00	-	3,00	-	-	-	-	-
Aluminiumpigment Stapa® IL HYDROLAN 214 NO.55, erhältlich von Firma Altana-Eckart	-	7,38	-	2,77	-	-	-	-
Aluminiumpigment Stapa® IL HYDROLAN 2197, erhältlich von Firma Altana-Eckart	-	-	-	-	7,84	-	2,94	-
Aluminiumpigment Stapa® IL HYDROLAN 2153, erhältlich von Firma Altana-Eckart	-	-	-	-	-	7,38	-	2,77
Butylglykol	9,60	9,60	9,60	9,60	9,60	9,60	9,60	9,60
Polyester; hergestellt gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE 40 09 858 A1	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
Summe:	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Verhältnis Pigment/Bindemittel:	0,35	0,13	0,35	0,13	0,35	0,13	0,35	0,13

5.6 Herstellung der Wasserbasislacke **WBL25** bis **WBL30**

Die in der Tabelle 5.6 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammeng gerührt. Im nächsten Schritt wird jeweils aus den unter „Aluminiumpigment-Vormischung“ aufgeführten Komponenten eine Vormischung hergestellt. Diese Vormischungen werden separat zur wässrigen Mischung gegeben. Nach Zugabe einer Vormischung wird jeweils 10 min lang gerührt. Anschließend wird mit Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8 und eine Spritzviskosität von $85 \pm 10 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23°C , eingestellt.

Tabelle 5.6: Herstellung der Wasserbasislacke **WBL25** bis **WBL30**

	WBL25	WBL26	WBL27	WBL28	WBL29	WBL30
Wässrige Phase:						
3%ige Na-Mg-Schichtsilikatlösung	14,45	14,45	14,45	14,45	14,45	14,45
deionisiertes Wasser	8,21	8,83	13,21	13,44	8,21	13,21
2-Ethylhexanol	1,91	1,91	1,91	1,91	1,91	1,91
Wässrige Bindemitteldispersion AD1	26,33	26,33	26,33	26,33	26,33	26,33
Wässrige Polyurethan-Polyharnstoff-Dispersion PD1	6,09	6,09	6,09	6,09	6,09	6,09
Polyester; hergestellt gemäß Seite 28, Zeilen 13 bis 33 (Beispiel BE1) WO 2014/033135 A2	3,01	3,01	3,01	3,01	3,01	3,01
Melaminformaldehydharz (Cymel® 203 der Firma Allnex)	6,67	6,67	6,67	6,67	6,67	6,67
deionisiertes Wasser	1,69	1,69	1,69	1,69	1,69	1,69
Rheovis® AS 1130, erhältlich von BASF SE	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22
10%iges Dimethylethanolamin in Wasser	0,51	0,51	0,51	0,51	0,51	0,51
2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE)	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29
Butylglykol	3,89	3,89	3,89	3,89	3,89	3,89
50 Gew.-%ige Lösung von Rheovis® PU1250 in Butylglykol (Rheovis® PU1250 erhältlich von BASF SE)	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
Aluminiumpigment-Vormischung:						
Mischlack ML2	18,66	18,66	18,66	18,66	18,66	18,66
Aluminiumpigment Stapa® IL HYDROLAN 9157, erhältlich von Firma Altana-Eckart	8,00	-	3,00	-	-	-
Aluminiumpigment Stapa® IL HYDROLAN 214 NO.55, erhältlich von Firma Altana-Eckart	-	7,38	-	2,77	-	-
Aluminiumpigment Stapa® HYDROLUX 2197, erhältlich von Firma Altana-Eckart	-	-	-	-	8,00	3,00
Summe:	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Verhältnis Pigment/Bindemittel:	0,25	0,09	0,25	0,09	0,25	0,09

5.7 Herstellung der Wasserbasislacke **WBL31** und **WBL31a**

Die in der Tabelle 5.7 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammengerührt. Im nächsten Schritt wird aus den unter „Aluminiumpigment-Vormischung“ aufgeführten Komponenten eine Vormischung hergestellt. Diese Vormischung wird zur wässrigen Mischung gegeben. Nach Zugabe wird 10 min lang gerührt. Anschließend wird mit Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8

und eine Spritzviskosität von 130 ± 5 mPa·s (**WBL31**) bzw. 80 ± 5 mPa·s (**WBL31a**) bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23 °C, eingestellt. Im Fall von **WBL31a** wird hierzu eine höhere Menge an deionisiertem Wasser eingesetzt.

Tabelle 5.7: Herstellung der Wasserbasislacke **WBL31** und **WBL31a**

	WBL31	WBL31a
Wässrige Phase:		
3%ige Na-Mg-Schichtsilikatlösung	17,00	17,00
deionisiertes Wasser	10,89	10,89
2-Ethylhexanol	1,89	1,89
Polyurethandispersion, hergestellt gemäß WO 92/15405, S. 13, Z. 13 bis S. 15, Z. 13	24,17	24,17
Daotan® VTW 6464, erhältlich von Allnex	1,51	1,51
Polyurethanmodifiziertes Polyacrylat; hergestellt gemäß S. 7, Z. 55 bis S.8, Z. 23 der DE 4437535 A1	2,64	2,64
3 Gew.-%ige wässrige Rheovis® AS 1130 Lösung, Rheovis® AS 1130 erhältlich von BASF SE	4,83	4,83
Melaminformaldehydharz (Cymel® 1133 der Firma Allnex)	3,40	3,40
10%iges Dimethylethanolamin in Wasser	0,90	0,90
Pluriol® P900, erhältlich von BASF SE	0,38	0,38
2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE)	1,28	1,28
Triisobutylphosphat	1,13	1,13
Isopropanol	1,85	1,85
Butylglykol	2,42	2,42
50 Gew.-%ige Lösung von Rheovis® PU1250 in Butylglykol (Rheovis® PU1250 erhältlich von BASF SE)	0,23	0,23
Tinuvin® 123, erhältlich von BASF SE	0,61	0,61
Tinuvin® 384-2, erhältlich von BASF SE	0,38	0,38
deionisiertes Wasser	7,91	12,10
Aluminiumpigment-Vormischung:		
Aluminiumpigment Stapa® HYDROLUX VP56450, erhältlich von Firma Altana-Eckart	3,26	3,26
Aluminiumpigment Stapa® HYDROLUX 1071, erhältlich von Firma Altana-Eckart	1,30	1,30
Butylglykol	9,21	9,21
Polyester; hergestellt gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE 40 09 858 A1	2,79	2,79
Summe:	100,00	104,19
Verhältnis Pigment/Bindemittel:	0,23	0,23

5.8 Herstellung der Wasserbasislacke **WBL32** und **WBL33**

Die in der Tabelle 5.8 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammengerührt. Im nächsten Schritt wird aus den unter „Butylglykol/Polyester-Mischung (3:1)“ aufgeführten Komponenten eine Vormischung hergestellt. Diese Vormischung wird zur wässrigen Mischung gegeben. Nach Zugabe wird 10 min lang gerührt. Anschließend wird mit Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8 und eine Spritzviskosität von $135 \pm 5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23°C , eingestellt.

Tabelle 5.8: Herstellung der Wasserbasislacke **WBL32** und **WBL33**

	WBL32	WBL33
Wässrige Phase:		
3%ige Na-Mg-Schichtsilikatlösung	20,82	20,82
deionisiertes Wasser	13,34	13,34
2-Ethylhexanol	2,32	2,32
Polyurethandispersion, hergestellt gemäß WO 92/15405, S. 13, Z. 13 bis S. 15, Z. 13	29,60	29,60
Daotan® VTW 6464, erhältlich von Allnex	1,85	1,85
Polyurethanmodifiziertes Polyacrylat; hergestellt gemäß S. 7, Z. 55 bis S. 8, Z. 23 der DE 4437535 A1	3,24	3,24
3 Gew.-%ige wässrige Rheovis® AS 1130 Lösung, Rheovis® AS 1130 erhältlich von BASF SE	5,92	5,92
Melaminformaldehydharz (Cymel® 1133 der Firma Allnex)	4,16	4,16
10%iges Dimethylethanolamin in Wasser	1,11	1,11
Pluriol® P900, erhältlich von BASF SE	0,47	0,47
2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE)	1,57	1,57
Triisobutylphosphat	1,39	1,39
Isopropanol	2,27	2,27
Butylglykol	2,96	2,96
50 Gew.-%ige Lösung von Rheovis® PU1250 in Butylglykol (Rheovis® PU1250 erhältlich von BASF SE)	0,28	0,28
Tinuvin® 123, erhältlich von BASF SE	0,75	0,75
Tinuvin® 384-2, erhältlich von BASF SE	0,47	0,47
Butylglykol/Polyester-Mischung (3:1)		
Butylglykol	5,63	9,38
Polyester; hergestellt gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE 40 09 858 A1	1,88	3,13
Summe:	100,00	105,00

5.9 Herstellung der Wasserbasislacke **WBL34**, **WBL35**, **WBL34a** und **WBL35a**

Die in der Tabelle 5.9 unter „wässrige Phase“ aufgeführten Komponenten werden in der angegebenen Reihenfolge zu einer wässrigen Mischung zusammengerührt. Nachdem 10 min lang gerührt wurde, wird anschließend mit Hilfe von deionisiertem Wasser und Dimethylethanolamin auf einen pH-Wert von 8 und eine Spritzviskosität von 120 ± 5 mPa·s (**WBL34** und **WBL35**) bzw. 80 ± 5 mPa·s (**WBL34a** und **WBL35a**) bei einer Scherbelastung von 1000 s^{-1} , gemessen mit einem Rotations-Viskosimeter (Gerät Rheolab QC mit Temperiersystem C-LTD80/QC der Firma Anton Paar) bei 23 °C, eingestellt.

Tabelle 5.9: Herstellung der Wasserbasislacke **WBL34**, **WBL34a**, **WBL35** und **WBL35a**

	WBL34	WBL35	WBL34a	WBL35a
Wässrige Phase:				
3%ige Na-Mg-Schichtsilikatlösung	19,69	19,69	19,69	19,69
deionisiertes Wasser	12,62	12,62	12,62	12,62
2-Ethylhexanol	2,19	2,19	2,19	2,19
Polyurethandispersion, hergestellt gemäß WO 92/15405, S. 13, Z. 13 bis S. 15, Z. 13	28,00	28,00	28,00	28,00
Daotan® VTW 6464, erhältlich von Allnex	1,75	1,75	1,75	1,75
Polyurethanmodifiziertes Polyacrylat; hergestellt gemäß S. 7, Z. 55 bis S.8, Z. 23 der DE 4437535 A1	3,06	3,06	3,06	3,06
3 Gew.-%ige wässrige Rheovis® AS 1130 Lösung, Rheovis® AS 1130 erhältlich von BASF SE	5,60	5,60	5,60	5,60
Melaminformaldehydharz (Cymel® 1133 der Firma Allnex)	3,93	3,93	3,93	3,93
10%iges Dimethylethanolamin in Wasser	1,05	1,05	1,05	1,05
Pluriol® P900, erhältlich von BASF SE	0,44	0,44	0,44	0,44
2,4,7,9-Tetramethyl-5-decindiol, 52%ig in BG (erhältlich von BASF SE)	1,49	1,49	1,49	1,49
Triisobutylphosphat	1,31	1,31	1,31	1,31
Isopropanol	2,15	2,15	2,15	2,15
Butylglykol	2,80	2,80	2,80	2,80
50 Gew.-%ige Lösung von Rheovis® PU1250 in Butylglykol (Rheovis® PU1250 erhältlich von BASF SE)	0,26	0,26	0,26	0,26
Tinuvin® 123, erhältlich von BASF SE	0,71	0,71	0,71	0,71
Tinuvin® 384-2, erhältlich von BASF SE	0,44	0,44	0,44	0,44
Butylglykol	-	12,50	-	12,50
deionisiertes Wasser	-	-	3,00	3,00
Summe:	87,50	100,00	90,50	103,00

6. Untersuchungen und Vergleich der Eigenschaften der wässrigen Basislacke bzw. der daraus erhaltenen Filme und Beschichtungen

6.1 *Vergleich zwischen den Wasserbasislacken **WBL1** bis **WBL6** hinsichtlich Fadenlebensdauer bzw. mittlerer Filamentlänge an der Glockenkante*

Die Untersuchungen an den Wasserbasislacken **WBL1** bis **WBL6** hinsichtlich Fadenlebensdauer bzw. mittlerer Filamentlänge bzw. Nässegrad erfolgten gemäß den vorstehend beschriebenen Methoden. Es sind jeweils die Reihen **WBL1** bis **WBL3** und **WBL4** bis **WBL6** untereinander zu vergleichen, da hier in aufsteigender numerischer Reihenfolge der Lacke der darin enthaltene Anteil an Pigment und daraus resultierend das Pigment/Bindemittel-Verhältnis erhöht worden sind. Die Tabelle 6.1 fasst die Ergebnisse zusammen.

Tabelle 6.1: Vergleich Fadenlebensdauer und mittlerer Filamentlänge und Nässegrad

	Wasserbasislack					
	WBL1	WBL2	WBL3	WBL4	WBL5	WBL6
CaBER-Messung: Fadenlebensdauer [s]	0,027	0,052	0,151	0,129	0,246	0,333
Mittlere Filamentlänge an Glockenkante [µm] Ausflussrate: 350 ml/min Drehzahl der ESTA-Glocke: 20.000 U/min	1610	851	651	1290	1090	807
Visuell bestimmter Nässegrad	4	2	1	4	3	2

Bei den Proben **WBL1** bis **WBL3** und analog bei den Proben **WBL4** bis **WBL6** zeigen die CaBER-Messungen eine steigende Fadenlebensdauer bei zunehmender Konzentration an Aluminiumpigment innerhalb der untersuchten Basislacke. Basierend auf vorhandener Literatur (z.B. Ergungor et al., J. Non-Newtonian Fluid Mech. 138 (2006), Seiten 1-6; Thompson et al., J. Non-Newtonian Fluid Mech. 147 (2007), Seiten 11-22) liegt der Schluss nahe, dass damit auch ein zunehmend schwierigerer Zerfall von an der Glocke gebildeten Fäden korrelieren sollte, der zu

einer gröberen Zerstäubung und damit zu Filamenten mit höheren mittleren Filamentlängen führen sollte. Eine solche gröbere Zerstäubung und damit zu erwartende höhere mittlere Filamentlängen bringt der Fachmann üblicherweise mit einem zu erwartenden nasserem Lackierbild in Verbindung. Überraschenderweise wurde allerdings bei einer Beurteilung des Nässegrades einer Lackierung von **WBL1** bis **WBL3** und analog von **WBL4** bis **WBL6** genau das Gegenteil gefunden, d.h. der Nässegrad nimmt ab.

Die Bestimmung der mittleren Filamentlänge an der Glockenkante zeigt, dass mit steigender Konzentration der Aluminiumpigmente innerhalb der jeweiligen Basislacke (die Konzentration nimmt von **WBL1** bis **WBL3** bzw. von **WBL4** bis **WBL6** zu) kleinere Filamente mit geringeren Filamentlängen gebildet werden, was mit dem visuell beurteilten Nässegrad korreliert. Mit anderen Worten wird die Zerstäubung mit steigender Konzentration der Aluminiumpigmente insgesamt feiner, da kleinere Filamente gebildet werden, und es resultiert ein geringerer Nässegrad, was konträr zu dem ist, was ein Fachmann aufgrund der CaBER-Messungen und der steigenden Fadenlebensdauern innerhalb der Reihen **WBL1** bis **WBL3** bzw. **WBL4** bis **WBL6** erwartet hätte.

6.2 Vergleich zwischen den Wasserbasislacken **WBL7 und **WBL8** hinsichtlich des Auftretens von Nadelstichen**

Die Untersuchungen an den Wasserbasislacken **WBL7** und **WBL8** hinsichtlich der Beurteilung des Auftretens von Nadelstichen und der Filamentlänge erfolgt gemäß den vorstehend beschriebenen Methoden. Tabelle 6.2 fasst die Ergebnisse zusammen.

WBL8 erwies sich im Vergleich zu **WBL7** als deutlich kritischer bezüglich des Auftretens von Nadelstichen, insbesondere bei einer verhältnismäßig niedrigen Drehzahl von 23.000 U/min. Dieses Verhalten korreliert mit einer größeren Filamentlänge, die im Fall von **WBL8** im Vergleich zu **WBL7** experimentell ermittelt worden ist und die ihrerseits ein Maß für eine gröbere Zerstäubung bzw. einen erhöhten Nässegrad ist.

Tabelle 6.2: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich des Auftretens von Nadelstichen

Ausflussrate: 300 ml/min; Drehzahl: 43.000 U/min

WBL	Filamentlänge [mm]	Nadelstiche	Nässegrad
WBL7	0,719	0	2
WBL8	0,763	>100	3

Ausflussrate: 400 ml/min; Drehzahl: 23000 U/min

WBL	Filamentlänge [mm]	Nadelstiche	Nässegrad
WBL7	1,091	0	3
WBL8	1,124	>150	4

5

6.3 *Vergleich zwischen den Wasserbasislacken **WBL9** bis **WBL16** hinsichtlich der Beurteilung der Wolkigkeit, des Auftretens von Nadelstichen und dem schichtdickenabhängigen Verlauf*

- 10 Die Untersuchungen an den Wasserbasislacken **WBL9** bis **WBL16** hinsichtlich der Beurteilung der Wolkigkeit, von Nadelstichen sowie des schichtdickenabhängigen Verlaufs erfolgen gemäß den vorstehend beschriebenen Methoden. Die Tabellen 6.3 und 6.4 fassen die Ergebnisse zusammen.

15

Tabelle 6.3: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich Nadelstichen sowie Wolkigkeit (gemessen mit dem cloud-runner der Fa. Byk-Gardner)

Ausflussrate: 300 ml/min; Drehzahl: 43000 U/min					
WBL	Filamentlänge [mm]	Nadelstiche	Mottling15	Mottling45	Mottling60
WBL9	0,591	>100	3,8	4,2	4,1
WBL10	0,717	>100	2,9	4,4	3,5
WBL11	0,775	>100	3,4	5,3	4,9
WBL12	0,820	>100	4,8	4,4	6,3
WBL13	0,578	0	3,3	3,9	3,9
WBL14	0,699	0	2,7	3,8	3,4
WBL15	0,676	0	3,8	4,7	5,6
WBL16	0,768	0	4,1	4,4	6,1

5

Im direkten Vergleich der Probenpaare **WBL9** und **WBL13**, **WBL10** und **WBL14**, **WBL11** und **WBL15** bzw. **WBL12** und **WBL16**, die jeweils das gleiche Pigment sowie die gleiche Menge an Pigment beinhalten, zeigt sich, dass die Basislacke **WBL13** bis **WBL16** bei einer Ausflussrate von 300 ml/min sowie einer Drehzahl von 43.000 U/min jeweils eine kleinere Filamentlänge als die korrespondierende Referenzprobe **WBL9** bis **WBL12** aufweisen und damit feiner zerstäuben. Dies spiegelt sich in einer signifikant besseren Nadelstichrobustheit und außerdem einer geringeren Wolkigkeit wider.

10

15 Tabelle 6.4: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich des schichtdicken-abhängigen Verlaufs

Ausflussrate: 300 ml/min; Drehzahl: 43000 U/min								
WBL	Filamentlänge [mm]	10-15 µm		15-20 µm		20-25 µm		Nässe-grad
		SW	DOI	SW	DOI	SW	DOI	
WBL9	0,591	11,5	77,3	16,1	72,2	17,2	71,6	2
WBL11	0,775	14,7	64,6	19,9	63,8	24,0	60,8	4
WBL10	0,717	8,60	85,05	11,90	83,82	14,30	82,73	3
WBL12	0,820	10,40	74,35	15,10	71,44	18,70	68,37	4

WBL9 und **WBL11** weisen jeweils ein Pigment/Bindemittel-Verhältnis von 0,35 auf, wohingegen **WBL10** und **WBL12** jeweils ein Pigment/Bindemittel-Verhältnis von 0,13 aufweisen.

- 5 Die experimentellen Ergebnisse zeigen eine Korrelation zwischen den Filamentlängen bzw. den daraus resultierenden Zerstäubungseigenschaften und der Appearance/dem Verlauf, hier in Abhängigkeit der Schichtdicke: Beim Vergleich der Proben mit identischem Pigment/Bindemittel-Verhältnis von 0,35 (**WBL9** und **WBL11**) bzw. 0,13 (**WBL10** und **WBL12**) zeigt sich, dass eine größere
10 Filamentlänge, also eine gröbere und damit nassere Zerstäubung zu schlechteren Verlaufswerten führt, was durch die erhaltenen short wave- und DOI-Werte illustriert wird.

15 **6.4 Vergleich zwischen den Wasserbasislacken **WBL9** bis **WBL20** sowie **WBL25** bis **WBL28** hinsichtlich Deckvermögens, Wolkenneigung, Nadelstichen und Verlauf (Einfluss Pigment)**

Die Untersuchungen an den Wasserbasislacken **WBL9** bis **WBL20** sowie **WBL25** bis **WBL28** hinsichtlich Deckvermögens, Wolkenneigung, Nadelstichen und Verlauf
20 erfolgten gemäß den vorstehend beschriebenen Methoden. Im Speziellen wird dabei verdeutlicht, wie anhand eines Austausches des eingesetzten Aluminiumpigments, im Besonderen hinsichtlich seiner Korngröße, die Zerstäubung und die daraus resultierenden Beschichtungseigenschaften beeinflusst werden können. Bei allen Experimenten betrug die Ausflussrate 300 ml/min; die Drehzahl der ESTA-Glocke
25 betrug 43.000 U/min. Die Tabellen 6.5 bis 6.9 fassen die Ergebnisse zusammen.

Tabelle 6.5: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich Deckvermögen, Wolkigkeit (visuelle Auswertung) sowie Nadelstichen

Aluminium-Pigment								
WBL	Morphologie	Korngröße d50 ¹⁾ [µm]		p/b ²⁾	Filamentlänge [mm]	Deckvermögen [µm]	Wolken	Nadelstiche
WBL17	Cornflake	19	fein	0,35	0,713	9	2-3	90
WBL18	Cornflake	34	grob	0,35	0,835	11	3-4	130
WBL19	Cornflake	19	fein	0,13	0,829	14	3	120
WBL20	Cornflake	34	grob	0,13	0,874	16	3-4	160

¹⁾ Kennzahlen gemäß Technischem Datenblatt der Firma Eckart

²⁾ p/b = Pigment-Bindemittelverhältnis

Tabelle 6.6: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich Deckvermögen, Wolkigkeit (visuelle Auswertung)

Aluminium-Pigment							
WBL	Morphologie	Korngröße d50 ¹⁾ [µm]		p/b ²⁾	Filamentlänge [mm]	Deckvermögen [µm]	Wolken
WBL25	Cornflake	19	fein	0,25	0,685	10	2-3
WBL26	Cornflake	34	grob	0,25	0,791	12	3-4
WBL27	Cornflake	19	fein	0,09	0,728	14	3
WBL28	Cornflake	34	grob	0,09	0,799	16	3-4

¹⁾ Kennzahlen gemäß Technischem Datenblatt der Firma Eckart

²⁾ p/b = Pigment-Bindemittelverhältnis

Tabelle 6.7: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich schichtdickenabhängigen Verlaufs

Aluminium-Pigment						10-15 µm SD		15-20 µm SD		20-25 µm SD	
WBL	Morphologie	Korngröße d50 ¹⁾ [µm]		p/b ²⁾	Filamentlänge [mm]	SW	DOI	SW	DOI	SW	DOI
WBL9	Cornflake	16	fein	0,35	0,594	11,5	77,3	16,1	72,2	17,2	71,6
WBL11	Cornflake	34	grob	0,35	0,775	14,7	64,6	19,9	63,8	24,0	60,8
WBL10	Cornflake	16	fein	0,13	0,717	8,6	85,1	11,9	83,8	14,3	82,7
WBL12	Cornflake	34	grob	0,13	0,821	10,4	74,3	15,1	71,4	18,7	68,4

¹⁾ Kennzahlen gemäß Technischem Datenblatt der Firma Eckart

²⁾ p/b = Pigment-Bindemittelverhältnis

Tabelle 6.8: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich schichtdickenabhängigen Verlaufs

WBL	Aluminium-Pigment					15-20 µm SD		20-25 µm SD		25-30 µm SD	
	Morphologie	Korngröße d50 ¹⁾ [µm]		p/b ²⁾	Filamentlänge [mm]	SW	DOI	SW	DOI	SW	DOI
WBL13	Cornflake	16	fein	0,25	0,579	20,6	70,4	25,1	62,8	26,1	62,2
WBL15	Cornflake	34	grob	0,25	0,678	23,1	61,9	25,3	56,6	26,1	53,6
WBL14	Cornflake	16	fein	0,09	0,703	14,1	81,4	20,4	76,1	23,8	72,2
WBL16	Cornflake	34	grob	0,09	0,769	19,6	68,8	21,7	67,1	24,5	63,1

5 ¹⁾ Kennzahlen gemäß Technischem Datenblatt der Firma Eckart

²⁾ p/b = Pigment-Bindemittelverhältnis

Tabelle 6.9: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich Wolkigkeit

WBL	Aluminium-Pigment					Mottling15	Mottling45	Mottling60
	Morphologie	Korngröße d50 ¹⁾ [µm]		p/b ²⁾	Filamentlänge [mm]			
WBL9	Cornflake	16	fein	0,35	0,594	3,8	4,2	4,1
WBL11	Cornflake	34	grob	0,35	0,775	3,4	5,3	4,9
WBL10	Cornflake	16	fein	0,13	0,717	2,9	4,4	3,5
WBL12	Cornflake	34	grob	0,13	0,821	4,8	4,4	6,3

10 ¹⁾ Kennzahlen gemäß Technischem Datenblatt der Firma Eckart

²⁾ p/b = Pigment-Bindemittelverhältnis

15 In allen untersuchten Fällen (bei jeweils unterschiedlichen Pigmentgehalten) führt ein Austausch des eingesetzten Effektpigments, insbesondere hinsichtlich seiner geringeren Korngröße (bezogen auf den d50-Wert des Pigmentes) zu kürzeren mittleren Filamentlängen an der Glockenkante. Diese dadurch bedingt feinere Zerstäubung wirkt sich positiv auf das Deckvermögen, die Wolkenneigung sowie Nadelstiche und den Verlauf (SW und DOI) aus.

6.5 Vergleich zwischen den Wasserbasislacken WBL17 bis WBL24 sowie WBL29 und WBL30 hinsichtlich Wolkenneigung und Nadelstichen (Einfluss des Pigmentanteils)

- 5 Die Untersuchungen an den Wasserbasislacken WBL17 bis WBL24 sowie WBL29 und WBL30 hinsichtlich Wolkenneigung und Nadelstichen erfolgten gemäß den vorstehend beschriebenen Methoden. Im Speziellen wird dabei verdeutlicht, wie anhand der Menge der eingesetzten Aluminiumpigmente die Zerstäubung und die daraus resultierenden Beschichtungseigenschaften beeinflusst werden können. Bei
10 allen Experimenten betrug die Ausflussrate 300 ml/min; die Drehzahl der ESTA-Glocke betrug 43.000 U/min. Die Tabellen 6.10 und 6.11 fassen die Ergebnisse zusammen.

Tabelle 6.10: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich Nadelstiche

Aluminium-Pigment						
WBL	Morphologie	Korngröße d50 ¹⁾ [µm]		p/b ²⁾	Filamentlänge [mm]	Nadelstiche
WBL17	Cornflake	19	fein	0,35	0,713	90
WBL19	Cornflake	19	fein	0,13	0,829	120
WBL18	Cornflake	34	grob	0,35	0,835	130
WBL20	Cornflake	34	grob	0,13	0,874	160
WBL21	Silberdollar	12	fein	0,35	0,735	90
WBL22	Silberdollar	12	fein	0,13	0,832	140
WBL23	Silberdollar	24	grob	0,35	0,720	80
WBL24	Silberdollar	24	grob	0,13	0,743	100

¹⁾ Kennzahlen gemäß Technischem Datenblatt der Firma Eckart

²⁾ p/b = Pigment-Bindemittelverhältnis

Tabelle 6.11: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich Wolkigkeit

Aluminium-Pigment						
WBL	Morphologie	Korngröße d50 ¹⁾ [µm]		p/b ²⁾	Filamentlänge [mm]	Wolken
WBL29	Silberdollar	9	fein	0,25	0,634	2
WBL30	Silberdollar	9	fein	0,09	0,717	3

¹⁾ Kennzahlen gemäß Technischem Datenblatt der Firma Eckart

²⁾ p/b = Pigment-Bindemittelverhältnis

Im Vergleich der jeweiligen Probenpaare, die sich nur hinsichtlich des Pigment-Bindemittel-Verhältnisses, also bezüglich der Pigmentmenge unterscheiden, zeigte sich, dass eine Erhöhung der Menge des eingesetzten Aluminiumpigmentes zu einer besseren Zerstäubung führte (geringere Filamentlänge) und dadurch Nadelstiche und die Wolkenanfälligkeit positiv beeinflusst wurden.

6.6 Vergleich zwischen den Wasserbasislacken **WBL17** bzw. **WBL17a** sowie **WBL21** bzw. **WBL21a** hinsichtlich Nadelstiche (Einfluss Spritzviskosität bzw. Menge an Wasser)

Die Untersuchungen an den Wasserbasislacken **WBL17** bzw. **WBL17a** sowie **WBL21** bzw. **WBL21a** hinsichtlich Nadelstiche erfolgte gemäß der vorstehend beschriebenen Methode. Im Speziellen wird dabei verdeutlicht, wie anhand der eingestellten Spritzviskosität (also der Menge an zugesetztem Wasser) die Zerstäubung und die daraus resultierenden Beschichtungseigenschaften beeinflusst werden können. Bei allen Experimenten betrug die Ausflussrate 300 ml/min; die Drehzahl der ESTA-Glocke betrug 43.000 U/min. Tabelle 6.12 fasst die Ergebnisse zusammen.

Tabelle 6.12: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich Nadelstiche

WBL	Spritzviskosität [mPa·s] ¹⁾	Filament- länge [mm]	Nadelstiche
WBL17	80	0,713	90
WBL17a	120	0,829	120
WBL21	80	0,835	130
WBL21a	120	0,874	160

Die Beispiele belegen, dass durch eine geringere Spritzviskosität bei der Zerstäubung des Materials kürzere Filamente an der Glockenkante erzeugt werden, die sich positiv auf die Nadelstichsensitivität auswirken.

6.7 Vergleich zwischen den Wasserbasislacken **WBL32** und **WBL33** sowie **WBL34** und **WBL35** bzw. **WBL34a** und **WBL35a** hinsichtlich des Nässegrads

Die Untersuchungen an den Wasserbasislacken **WBL32** und **WBL33** sowie **WBL34** und **WBL35** bzw. **WBL34a** und **WBL35a** hinsichtlich des Nässegrads erfolgte gemäß der vorstehend beschriebenen Methode. Im Speziellen wird dabei verdeutlicht, wie anhand einer zusätzlichen Menge eines Co-Bindemittels (Polyester), insbesondere jedoch eines Lösungsmittels, die Zerstäubung und der daraus resultierende Nässegrad, der für Eigenschaften wie Wolkigkeit, Nadelstichrobustheit etc. verantwortlich ist, beeinflusst werden kann. Die Versuche an den Proben **WBL32** und **WBL33** wurden bei einer Drehzahl der ESTA-Glocke von 63.000 U/min durchgeführt, die der Proben **WBL34** und **WBL35** bzw. **WBL34a** und **WBL35a** bei 43.000 U/min und 63.000 U/min. In allen Fällen betrug die Ausflussrate 300 ml/min. Die Tabellen 6.13 und 6.14 fassen die Ergebnisse zusammen.

Tabelle 6.13: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich des Nässegrads

WBL	Filament- länge [mm]	Nässegrad
WBL32	0,585	2
WBL33	0,865	4

Bei einer erhöhten Einsatzmenge eines Gemisches aus einem Polyester (hergestellt gemäß Beispiel D, Spalte 16, Z. 37-59 der DE 40 09 858 A1) und Butylglykol um zwei Drittel (**WBL33** im Vergleich zu **WBL32**) wird eine signifikant schlechtere Zerstäubung, belegt durch eine höhere Filamentlänge an der Glockenkante, gefunden, die sich in einem deutlich höherem Nässegrad ausdrückt.

Tabelle 6.14: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich des Nässegrads

WBL	Drehzahl [U/min]	Spritzviskosität [mPa·s] ¹⁾	Filament- länge [mm]	Nässegrad
WBL34	63000	120	0,639	2
WBL35	63000	120	1,403	5
WBL34a	63000	80	0,664	2
WBL35a	63000	80	0,992	4
WBL34	43000	120	0,835	2
WBL35	43000	120	1,331	5
WBL34a	43000	80	0,760	2
WBL35a	43000	80	0,914	4

Für beide Ausflussraten (63.000 U/min bzw. 43.000 U/min) konnte für die jeweiligen Probenpaare, die auf die gleiche Spritzviskosität eingestellt wurden (120 mPa·s bzw. 80 mPa·s) gezeigt werden, dass durch die Zugabe von Butylglykol die Filamentlänge und damit auch der Nässegrad, der ursächlich für z.B. die Wolken- oder Nadelstichempfindlichkeit ist, beeinflusst wird; das Lösungsmittel bewirkt eine signifikante Verlängerung der Filamente an der Glocke während der Zerstäubung und dadurch einen deutlich nasserem abgeschiedenen Film.

6.8 Die Beispiele belegen, dass mit Hilfe der erfindungsgemäßen Methode Vorhersagen zur Zerstäubung eines Lackes getroffen werden können, die mit qualitativen Eigenschaften der finalen Beschichtung (Anzahl Nadelstiche, Nässegrad, Wolkigkeit oder Verlauf bzw. Appearance sowie Deckvermögen) korrelieren und insbesondere besser als andere Methoden des Stands der Technik korrelieren. Die erfindungsgemäße Methode ermöglicht damit ein einfaches und effizientes Verfahren zur Qualitätssicherung. Sie kann helfen, Lackentwicklungen zielgerichteter durchzuführen und dabei auf aufwendige Beschichtungsprozesse von Modellsubstraten (inkl. Einbrennen der Materialien) wenigstens zum Teil zu verzichten.

7. Untersuchungen an Klarlacken bzw. der daraus erhaltenen Filme und Beschichtungen

*Vergleich zwischen den Klarlacken **KL1**, **KL1a** sowie **KL1b** hinsichtlich*
5 *Läufergrenzen*

Die Untersuchungen an den Klarlacken **KL1** und **KL1a** sowie **KL1b** hinsichtlich ihres Läuferverhaltens erfolgte gemäß der vorstehend beschriebenen Methode. Im Speziellen wird dabei verdeutlicht, wie anhand der durch die Zugabe eines
10 Lösungsmittels adaptierten Spritzviskosität sowie durch den Verzicht auf dem Fachmann bekannte Additive wie Rheologiesteuerungsmittel das Läuferverhalten beeinflusst werden kann. Es handelt sich dabei um folgende Materialien:

Klarlack **KL1**

15 Bei der Probe **KL1** handelt es sich um einen handelsüblichen Zweikomponenten-Klarlack (ProGloss der BASF Coatings GmbH), enthaltend pyrogene Kieselsäure als Rheologiehilfsmittel (Aerosil®-Typen der Firma Evonik), wobei der Stammlack mit Ethyl-3-ethoxypropionat auf eine Viskosität von 100 mPa·s bei 1000/s eingestellt wurde.

Klarlack **KL1a**

Probe **KL1a** entspricht **KL1** mit dem Unterschied, dass der Stammlack mit Ethyl-3-ethoxypropionat auf eine Viskosität von 50 mPa·s bei 1000/s eingestellt wurde.

Klarlack **KL1b**

25 Probe **KL1b** entspricht **KL1** mit dem Unterschied, dass diese keine pyrogene Kieselsäure als Rheologiehilfsmittel enthält. Der Stammlack wurde ebenfalls mit Ethyl-3-ethoxypropionat wie im Fall von **KL** auf eine Viskosität von 100 mPa·s bei 1000/s eingestellt.

30 Die Versuche wurden an den Proben bei einer Drehzahl der ESTA-Glocke von 55.000 U/min durchgeführt. Die Ausflussrate betrug 550 ml/min. Die Tabelle 7.1 fasst die Ergebnisse zusammen.

Tabelle 7.1: Ergebnisse der Untersuchungen hinsichtlich des Läuferverhaltens

Klarlack	Filament- länge [mm]	Läuferstart (> 0 mm) [μm]	Läufergrenze (> 10 mm) [μm]
KL1	1,1	48	58
KL1a	>KL1	38	44
KL1b	1,4	36	42

- 5 Im Fall von **KL1b** wurden mittlere Filamentlängen ermittelt, die länger waren als im Fall von **KL1**. Gleiches gilt für **KL1a**: auch hier wurden mittlere Filamentlängen ermittelt, die länger waren als im Fall von **KL1**.

Die Ergebnisse belegen somit, dass durch rezeptive Maßnahmen wie Reduktion der Spritzviskosität (**KL1a**) bzw. Eliminierung der Rheologiehilfsmittel auf Basis pyrogener Kieselsäure (**KL1b**) im Vergleich zur Referenz **KL1** die Zerstäubung verschlechtert werden kann (längere Filamente an der Glockenkante während des Atomisierungsprozesses), was sich jeweils in einer Verschlechterung der Läuferstabilität auswirkt.

15

Die Beispiele belegen, dass mit Hilfe der erfindungsgemäßen Methode insbesondere auch für Klarlacke Vorhersagen zur Zerstäubung eines Lackes getroffen werden können, die mit qualitativen Eigenschaften der finalen Beschichtung (z.B. Läuferverhalten) korrelieren und insbesondere besser als andere Methoden des Stands der Technik korrelieren. Die erfindungsgemäße Methode ermöglicht damit ein einfaches und effizientes Verfahren zur Qualitätssicherung. Sie kann helfen, Lackentwicklungen zielgerichteter durchzuführen und dabei auf aufwendige Beschichtungsprozesse von Modellsubstraten (inkl. Einbrennen der Materialien) wenigstens zum Teil zu verzichten.

25

Ansprüche:

1. Ein Verfahren zur Bestimmung der mittleren Filamentlänge von bei Durchführung einer Rotationszerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung gebildeten Filamenten, welches wenigstens die Schritte (1) bis (3) umfasst, nämlich
 - (1) Zerstäubung einer Beschichtungsmittelzusammensetzung mittels eines Rotationszerstäubers, welcher als Applikationskörper einen zu einer Rotation befähigten Glockenteller aufweist,
 - (2) optische Erfassung der bei der Zerstäubung gemäß Schritt (1) an der Glockentellerkante gebildeten Filamente mittels wenigstens einer Kamera, und
 - (3) digitale Auswertung der durch die optische Erfassung gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten unter Erhalt der mittleren Filamentlänge derjenigen bei der Zerstäubung gebildeten Filamente, die sich an der Glockentellerkante des Glockentellers befinden.
2. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die in Schritt (1) eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung ein vorzugsweise wässriger Basislack ist.
3. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die in Schritt (1) eingesetzte Beschichtungsmittelzusammensetzung wenigstens ein als Bindemittel einsetzbares Polymer als Komponente (a), wenigstens ein Pigment und/oder wenigstens einen Füllstoff als Komponente (b) und Wasser und/oder wenigstens ein organisches Lösemittel als Komponente (c) enthält.
4. Das Verfahren gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass als Komponente (b) wenigstens ein Effektpigment in der Beschichtungsmittelzusammensetzung enthalten ist.

5. Das Verfahren gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Zerstäubung gemäß Schritt (1) bei einer Ausflussrate der zu zerstäubenden Beschichtungsmittelzusammensetzung in einem Bereich von 100 bis 1.000 ml/min und/oder bei einer Drehzahl des Glockentellers in einem Bereich von 15.000 bis 70.000 Umdrehungen/min durchgeführt wird.
6. Das Verfahren gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die optische Erfassung gemäß Schritt (2) erfolgt, indem mittels der wenigstens einen Kamera 30.000 bis 250.000 Bilder des Glockentellers und der Glockentellerkante pro Sekunde während der Zerstäubung aufgenommen werden.
7. Das Verfahren gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die digitale Auswertung gemäß Schritt (3) mittels Bildanalyse und/oder Videoanalyse der gemäß Schritt (2) erhaltenen optischen Daten erfolgt.
8. Das Verfahren gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die digitale Auswertung gemäß Schritt (3) auf Grundlage von wenigstens 1000 gemäß Schritt (2) erfassten Bildern durchgeführt wird.
9. Das Verfahren gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die digitale Auswertung gemäß Schritt (3) wenigstens sechs Stufen (3a) bis (3f) umfasst, nämlich
- (3a) Glättung der als optische Daten nach Durchführung von Schritt (2) erhaltenen Bilder mittels eines Gauß-Filters zur Entfernung des Glockentellers von den Bildern,
- (3b) Binarisierung und Invertierung der gemäß Stufe (3a) geglätteten Bilder,
- (3c) Binarisierung der in Stufe (3a) eingesetzten Bilder und Addition der so binarisierten Bilder zu den invertierten Bildern aus Stufe (3b) unter

Erhalt binarisierter Bilder ohne Glockentellerkante und Invertierung der so erhaltenen Bilder,

(3d) Entfernung von Tropfen, fragmentierten Filamenten und nicht an der Glockentellerkante befindlichen Filamenten von den gemäß Stufe (3c) erhaltenen Bildern unter Erhalt von Bildern, auf denen alle verbleibenden befindlichen Objekte Filamente sind,

(3e) Entfernung derjenigen Filamente von den gemäß Stufe (3d) erhaltenen Bildern, die sich nicht vollständig innerhalb der Bilder befinden, und

(3f) Verjüngung aller nach Stufe (3e) in den Bildern verbleibenden Filamente auf ihre Anzahl an Pixeln, Addition der Anzahl an Pixeln für jedes der Filamente, Bestimmung der Filamentlänge jedes der Filamente auf Grundlage der Pixelgröße und Ermittlung der mittleren Filamentlänge für die Gesamtheit aller vermessenen Filamente.

10. Das Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Entfernung gemäß Stufe (3d) erfolgt durch (i) Bestimmung der Länge aller Hypotenusen aller auf den Bildern befindlichen Objekte, (ii) Kennzeichnung von Objekten als Tropfen und/oder fragmentierte Filamente auf den Bildern, wenn die ermittelten Werte der Hypotenusen dieser Objekte einen bestimmten Wert h unterschreiten und Eliminieren dieser Objekte und (iii) Überprüfen der verbleibenden Objekte, nämlich der Filamente, anhand ihrer Position auf den Bildern dahingehend, ob sich diese an der Glockentellerkante befunden haben, und Eliminieren derjenigen Filamente, auf die dies nicht zutrifft.

11. Ein Verfahren zum Erstellen und/oder Aktualisierung einer elektronischen Datenbank beinhaltend mittlere Filamentlängen zerstäubter und voneinander unterschiedlicher Beschichtungsmittelzusammensetzungen, wobei das Verfahren wenigstens die Schritte (1) bis (3), (4A) und (5A) umfasst, nämlich

Schritte (1), (2) und (3) wie in einem der Ansprüche 1 bis 10 definiert für eine erste Beschichtungsmittelzusammensetzung (i),

(4A) Inkorporation der gemäß Schritt (3) für die erste Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) ermittelte mittlere Filamentlänge in eine elektronische Datenbank,

(5A) wenigstens einfache Wiederholung der Schritte (1) bis (3) und (4A) für wenigstens eine weitere von der ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) verschiedene Beschichtungsmittelzusammensetzung.

12. Das Verfahren gemäß Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass es zudem wenigstens die weiteren Schritte (3A), (3B) und (3C) umfasst, nämlich

(3A) Auftragen der in Schritt (1) zerstäubten ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) auf ein Substrat unter Bildung eines auf dem Substrat befindlichen Films und Einbrennen dieses Films unter Bildung einer auf dem Substrat befindlichen Beschichtung,

(3B) Untersuchung und Beurteilung der nach Schritt (3A) erhaltenen Beschichtung hinsichtlich des Auftretens oder Nicht-Auftretens von Oberflächendefekten und/oder optischen Defekten und

(3C) Inkorporation der nach Durchführung von Schritt (3B) erhaltenen Ergebnisse in die elektronische Datenbank,

wobei Schritt (5A) die wenigstens einfache Wiederholung dieser Schritte (3A), (3B) und (3C) für die wenigstens eine weitere von der ersten Beschichtungsmittelzusammensetzung (i) verschiedene Beschichtungsmittelzusammensetzung beinhaltet.

13. Ein Verfahren zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen bei der Entwicklung von Lackformulierungen, welches wenigstens die Schritte (1) bis (3), (4B), (5B) und (6B) sowie gegebenenfalls (7B) umfasst, nämlich

Schritte (1), (2) und (3) wie in einem der Ansprüche 1 bis 10 definiert für eine Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1),

5 (4B) Vergleich der gemäß Schritt (3) für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge mit in einer elektronischen Datenbank hinterlegten mittleren Filamentlängen weiterer Beschichtungsmittelzusammensetzungen, wobei diese Datenbank mittels des Verfahrens gemäß Anspruch 11 oder 12 erhältlich ist,

10 (5B) Überprüfung auf Basis des Vergleichs gemäß Schritt (4B), ob die gemäß Schritt (3) für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die Bedingung erfüllt, dass sie geringer ist als wenigstens eine in der Datenbank hinterlegte mittlere Filamentlänge einer
15 Beschichtungsmittelzusammensetzung (X2), die von der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) verschieden ist, jedoch einen zur Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) identischen Pigment-Gehalt aufweist oder einen solchen Pigment-Gehalt aufweist, der um maximal ± 10 Gew.-% von dem Pigment-Gehalt der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) abweicht,
20 bezogen auf die in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) vorhandene Pigment-Menge, und welche zudem das oder die identische(n) Pigment(e) oder das oder die im Wesentlichen identische(n) Pigment(e) enthält wie die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1),

25 (6B) Auswahl der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) zum Aufbringen auf ein Substrat, falls die für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die in Schritt (5B) genannte Bedingung erfüllt

30 oder

Anpassen wenigstens eines Parameters innerhalb des Rezeptes der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) und/oder wenigstens eines Verfahrensparameters bei der Durchführung der Schritte (1) bis (3) des

Verfahrens zum Screening von Beschichtungsmittelzusammensetzungen, falls die für die Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) bestimmte mittlere Filamentlänge die in Schritt (5B) genannte Bedingung nicht erfüllt,

(7B) wenigstens einfache Wiederholung der Schritte (1) bis (3), (4B) und (5B), falls gemäß Schritt (6B) wenigstens eine Parameteranpassung erforderlich ist, bis gemäß einer wenigstens einfach wiederholten Durchführung von Schritt (6B) aufgrund der Erfüllung der in Schritt (5B) genannten Bedingung eine Auswahl der eingesetzten Beschichtungsmittelzusammensetzung zum Aufbringen auf ein Substrat erfolgt.

14. Das Verfahren gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Anpassen wenigstens eines Parameters innerhalb des Rezeptes der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) und/oder wenigstens eines Verfahrensparameters bei der Durchführung der Schritte (1) bis (3) gemäß Schritt (6B) wenigstens eine Anpassung ausgewählt aus der Gruppe an Anpassungen nachfolgender Parameter umfasst:

(i) Erhöhung oder Erniedrigung der Menge wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Bindemittelkomponente (a) enthaltenem Polymeren,

(ii) wenigstens teilweiser Austausch wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Bindemittelkomponente (a) enthaltenen Polymeren durch wenigstens ein von diesem verschiedenes Polymer,

(iii) Erhöhung oder Erniedrigung der Menge wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (b) enthaltenen Pigments und/oder Füllstoffs, wobei dies für darin enthaltene Pigmente nur innerhalb des vorgenannten Rahmens möglich ist,

(iv) wenigstens teilweiser Austausch wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (b)

enthaltenen Füllstoffs durch wenigstens ein von diesem verschiedenen Füllstoff,

(v) Erhöhung oder Erniedrigung der Menge wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (c) enthaltenen organischen Lösemittels und/oder von darin enthaltenem Wasser,

(vi) wenigstens teilweiser Austausch wenigstens eines in der Beschichtungsmittel-zusammensetzung (X1) als Komponente (c) enthaltenen organischen Lösemittels durch wenigstens ein von diesem verschiedenen organischen Lösemittel,

(vii) Erhöhung oder Erniedrigung der Menge wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (d) enthaltenen Additivs,

(viii) wenigstens teilweiser Austausch wenigstens eines in der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) als Komponente (d) enthaltenen Additivs durch wenigstens ein von diesem verschiedenen Additiv, und/oder Zugabe wenigstens eines weiteren von diesem verschiedenen Additivs,

(ix) Änderung der Reihenfolge der zur Herstellung der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1) eingesetzten Komponenten und/oder

(x) Erhöhung oder Erniedrigung des Energieeintrags der Durchmischung bei der Herstellung der Beschichtungsmittelzusammensetzung (X1).

15. Das Verfahren gemäß Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren ein Verfahren zum Screening von wässrigen Basislacken ist, die wenigstens ein Effektpigment als eine Komponente (b) enthalten.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2019/066663

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**B05B 5/043**(2006.01)i; **B05B 12/08**(2006.01)i; **B05B 5/04**(2006.01)i; **G01N 15/00**(2006.01)i

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)

B05B; G01N

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 practicable, 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.
A	WO 2016145000 A1 (ISP INVESTMENTS INC [US]) 15 September 2016 (2016-09-15) abstract; figures 1-6 page 1, paragraph 3 - page 3, paragraph 10 page 12, paragraph 41 - page 18, paragraph 57	1-15
A	WO 2009112932 A1 (RANSBURG IND FINISHING KK [JP]; MITSUI MICHIO [JP]; TANI RYUJI [JP]; I) 17 September 2009 (2009-09-17) abstract; figures 1-7 page 14, paragraph 32	1-15
A	DE 2804633 A1 (RANSBURG JAPAN LTD) 10 August 1978 (1978-08-10) abstract; figures 1-9 page 11, line 21 - page 13, line 11	1-15
A	US 2017021383 A1 (TAKAI AZUSA [JP] ET AL) 26 January 2017 (2017-01-26) abstract	1-15



Further documents are listed in the continuation of Box C.



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 application or patent 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

30 August 2019

Date of mailing of the international search report

20 September 2019

Name and mailing address of the ISA/EP

European Patent Office
p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk
Netherlands

Telephone No. (+31-70)340-2040

Facsimile No. (+31-70)340-3016

Authorized officer

Frego, Maria Chiara

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2019/066663

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2016145000	A1	15 September 2016	AU	2016229870	A1	12 October 2017
				US	2018052088	A1	22 February 2018
				WO	2016145000	A1	15 September 2016
WO	2009112932	A1	17 September 2009	CA	2718057	A1	17 September 2009
				CN	102015115	A	13 April 2011
				EP	2265385	A1	29 December 2010
				JP	5490369	B2	14 May 2014
				JP	2009214065	A	24 September 2009
				US	2011014387	A1	20 January 2011
				WO	2009112932	A1	17 September 2009
DE	2804633	A1	10 August 1978	AU	517923	B2	03 September 1981
				CA	1121664	A	13 April 1982
				CH	621495	A5	13 February 1981
				DE	2804633	A1	10 August 1978
				FR	2384552	A1	20 October 1978
				GB	1581192	A	10 December 1980
				IT	1111441	B	13 January 1986
				SE	441898	B	18 November 1985
				US	RE31590	E	29 May 1984
				US	4148932	A	10 April 1979
US	2017021383	A1	26 January 2017	CN	106457303	A	22 February 2017
				JP	6540695	B2	10 July 2019
				JP	WO2015186669	A1	25 May 2017
				US	2017021383	A1	26 January 2017
				WO	2015186669	A1	10 December 2015

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 INV. B05B5/043 B05B12/08 B05B5/04 G01N15/00
 ADD.

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

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 B05B G01N

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.
A	WO 2016/145000 A1 (ISP INVESTMENTS INC [US]) 15. September 2016 (2016-09-15) Zusammenfassung; Abbildungen 1-6 Seite 1, Absatz 3 - Seite 3, Absatz 10 Seite 12, Absatz 41 - Seite 18, Absatz 57 -----	1-15
A	WO 2009/112932 A1 (RANSBURG IND FINISHING KK [JP]; MITSUI MICHIO [JP]; TANI RYUJI [JP]; I) 17. September 2009 (2009-09-17) Zusammenfassung; Abbildungen 1-7 Seite 14, Absatz 32 -----	1-15
A	DE 28 04 633 A1 (RANSBURG JAPAN LTD) 10. August 1978 (1978-08-10) Zusammenfassung; Abbildungen 1-9 Seite 11, Zeile 21 - Seite 13, Zeile 11 ----- -/-	1-15



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



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" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. 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 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

30. August 2019

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

20/09/2019

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Frego, Maria Chiara

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 2017/021383 A1 (TAKAI AZUSA [JP] ET AL) 26. Januar 2017 (2017-01-26) Zusammenfassung -----	1-15

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2019/066663

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie			Datum der Veröffentlichung
WO 2016145000	A1	15-09-2016	AU	2016229870	A1	12-10-2017
			US	2018052088	A1	22-02-2018
			WO	2016145000	A1	15-09-2016

WO 2009112932	A1	17-09-2009	CA	2718057	A1	17-09-2009
			CN	102015115	A	13-04-2011
			EP	2265385	A1	29-12-2010
			JP	5490369	B2	14-05-2014
			JP	2009214065	A	24-09-2009
			US	2011014387	A1	20-01-2011
			WO	2009112932	A1	17-09-2009

DE 2804633	A1	10-08-1978	AU	517923	B2	03-09-1981
			CA	1121664	A	13-04-1982
			CH	621495	A5	13-02-1981
			DE	2804633	A1	10-08-1978
			FR	2384552	A1	20-10-1978
			GB	1581192	A	10-12-1980
			IT	1111441	B	13-01-1986
			SE	441898	B	18-11-1985
			US	RE31590	E	29-05-1984
			US	4148932	A	10-04-1979

US 2017021383	A1	26-01-2017	CN	106457303	A	22-02-2017
			JP	6540695	B2	10-07-2019
			JP	W02015186669	A1	25-05-2017
			US	2017021383	A1	26-01-2017
			WO	2015186669	A1	10-12-2015
