



(10) **DE 11 2022 004 349 T5** 2024.06.20

(12)

## Veröffentlichung

der internationalen Anmeldung mit der  
(87) Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2023/038009**  
in der deutschen Übersetzung (Art. III § 8 Abs. 2  
IntPatÜbkG)  
(21) Deutsches Aktenzeichen: **11 2022 004 349.0**  
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP2022/033291**  
(86) PCT-Anmeldetag: **05.09.2022**  
(87) PCT-Veröffentlichungstag: **16.03.2023**  
(43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung  
in deutscher Übersetzung: **20.06.2024**

(51) Int Cl.: **C09C 1/64 (2006.01)**  
**C09C 3/04 (2006.01)**  
**C09D 11/037 (2014.01)**  
**C09D 7/61 (2018.01)**  
**C09D 17/00 (2006.01)**

(30) Unionspriorität:

<b>2021-147252</b>	<b>10.09.2021</b>	<b>JP</b>
<b>2022-033210</b>	<b>04.03.2022</b>	<b>JP</b>

(74) Vertreter:

**Strehl Schübel-Hopf & Partner mbB Patentanwälte  
European Patent Attorneys, 80538 München, DE**

(71) Anmelder:

**Asahi Kasei Kabushiki Kaisha, Tokyo, JP**

(72) Erfinder:

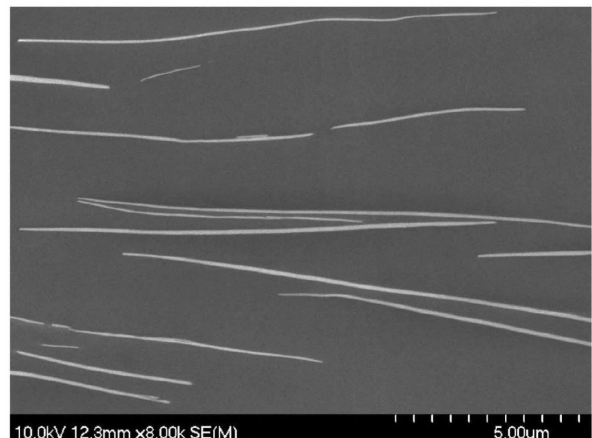
**Saito, Masaki, Tokyo, JP; Sugimoto, Atsutoshi,  
Tokyo, JP**

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

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

(54) Bezeichnung: **ALUMINIUMPIGMENT, VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ALUMINIUMPIGMENT,  
ALUMINIUMPIGMENT ENTHALTENDE BESCHICHTUNGSMATERIALZUSAMMENSETZUNG UND  
DRUCKFARBENZUSAMMENSETZUNG**

(57) Zusammenfassung: Es wird ein Aluminiumpigment bereitgestellt, das in Bezug auf Kompaktheit, optische Eigenschaften und Dispersion/Verarbeitbarkeit hervorragend ist und mit dem ein metallisches Design realisiert werden kann. In diesem Aluminiumpigment haben die metallischen Aluminiumteilchen eine mittlere Dicke von 0,02-0,20 µm, ein durchschnittliches Aspektverhältnis (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) von 40-100 und eine Standardabweichung des Aspektverhältnisses von 15-70.



**Beschreibung**

Technisches Gebiet

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Aluminiumpigment und ein Verfahren zur Herstellung desselben, eine Beschichtungsmaterialzusammensetzung, die ein Aluminiumpigment enthält, und eine Druckfarben- bzw. Tintenzusammensetzung.

Hintergrundtechnik

**[0002]** Herkömmlicherweise sind Aluminiumpigmente in verschiedenen Bereichen als Pigmente mit einer einzigartigen metallischen Haptik, die bei anderen Pigmenten nicht angetroffen wird, und mit einem ausgezeichneten Deckvermögen für eine Grundlage verwendet worden.

**[0003]** In den letzten Jahren wurde bei Beschichtungen für Fahrzeugkarosserien, Beschichtungen für Fahrzeuginnenteile, metallische Beschichtungen für optische Geräte und dergleichen auf ein luxuriöses Erscheinungsbild geachtet mit höherer Dichte, hoher Leuchtdichte, Helligkeit und hohem Glanz. Unter dem Gesichtspunkt, dass gleiche oder bessere Werte als die ursprünglichen Funktionen des Produkts erhalten werden sollen, wird erwartet, dass das Erscheinungsbild in Zukunft noch mehr an Bedeutung gewinnen wird.

**[0004]** Zu Beispielen für Verfahren zur Erzielung der oben beschriebenen hervorragenden Erscheinungsbildeigenschaften gehört eine Teilchenverkleinerung des Aluminiumpigments. Es ist bekannt, dass eine Teilchenverkleinerung des Aluminiumpigments zur Verbesserung der Dichte beiträgt.

**[0005]** Es ist jedoch auch bekannt, dass die Verkleinerung des Aluminiumpigments das Problem mit sich bringt, dass die Ausrichtung der Teilchen in einem Beschichtungsfilm verringert wird, was zu einer Verringerung der Leuchtdichte und einer Zunahme der Erzeugung von Streulicht führt.

**[0006]** Bei einem vergrößerten Aluminiumpigment besteht hingegen das Problem, dass die Teilchen in einem Beschichtungsfilm durch eine grelle Körnigkeit auffallen.

**[0007]** Ein Beispiel für ein Verfahren zur Behebung solcher Probleme ist, die Aluminiumteilchen dünner zu gestalten.

**[0008]** In Patentdokument 1 ist beispielsweise ein Aluminiumpigment offenbart, das einen ausgezeichneten Metallic-Glanz und ein plättchenartiges Aussehen aufweist, welches durch eine verlängerte Mahldauer des Ausgangsmaterial-Aluminiumpulvers, um die Aluminiumteilchen dünner zu machen, erhältlich ist.

**[0009]** Weiterhin offenbaren die Patentdokumente 2 und 3 ein spezielles Dünnschicht-Aluminiumpigment mit verbesserter Dispergierbarkeit oder dergleichen, das durch Spezifizierung der Dickenverteilung (ein Bereich der relativen Breite  $\Delta h$ ) und des Längen-Seiten-Verhältnisses von Aluminiumteilchen erhältlich ist.

**[0010]** Überdies ist in Patentdokument 4 ein Verfahren zur Herstellung eines Aluminiumpigments durch Metaldampfabscheidung offenbart, das sich völlig von dem Verfahren zur Herstellung von Aluminiumpigmenten durch maschinelle Bearbeitung unter Verwendung einer Zerkleinerungsvorrichtung unterscheidet. Bei diesem Verfahren wird die Schichtdicke der Aluminiumteilchen so eingestellt, dass sie dünn und gleichmäßig ist, und es wird ein Produkt mit hervorragender Glätte hergestellt, das dicht ist, eine hohe Leuchtdichte und einen hohen Glanz aufweist.

**[0011]** Weiterhin wird in Patentdokument 5 ein Verfahren vorgeschlagen, mit dem eine hochgradige Metallic-Haptik erzielt wird, indem der Gehalt an feinen Teilchen verringert und die Anzahl der Teilchen mit einer Teilchengröße von 1  $\mu\text{m}$  oder weniger in dem gesamten Aluminiumpigment spezifiziert wird.

**[0012]** In Patentdokument 6 wird weiterhin ein Verfahren zur Erzielung eines spiegelähnlichen Metallic-Designs durch Verbesserung der Flachheit von Teilchen vorgeschlagen.

## Dokumente zum Stand der Technik

## Patentdokumente

Patentdokument 1 JP 2003-82258 A

Patentdokument 2 JP 2014-159583 A

Patentdokument 3 Internationale Veröffentlichung Nr. WO 2004/087816 Flugblatt

Patentdokument 4 JP 2002-528639A

Patentdokument 5 Internationale Veröffentlichung Nr. WO 2019/077904

Patentdokument 6 Internationale Veröffentlichung Nr. WO 2017/030077

## Zusammenfassung der Erfindung

## Technisches Problem

**[0013]** Die neuesten Designtrends bei der Beschichtung von Fahrzeugkarosserien, der Beschichtung von Fahrzeuginnenteilen und der Metallic-Beschichtung von optischen Geräten erfordern neben den traditionell nachgefragten Metallic-Designs mit hoher Leuchtdichte und hohem Glanz auch Metallic-Designs mit einer Dichte und extrem hoher Leuchtdichte nahe an einer Spiegelreflexion in einem Bereich mit viel Licht. Bei nah-futuristischen Designs mit vielen Kurven und gekrümmten Oberflächen nehmen jedoch die dunklen Bereiche je nach Betrachtungswinkel aufgrund der für Aluminiumpigmente charakteristischen optischen Anisotropie zu, was zu dem Problem führt, dass die Leuchtdichte (engl: luminance), der Glanz und Dichte des Designs nicht zur Geltung kommen. Daher gibt es eine wachsende Nachfrage nach Metallic-Designs, die eine hohe Leuchtdichte nahe der Spiegelreflexion in einem Bereich mit viel Licht (engl: highlight region) und eine hohe Helligkeit auch in einem breiten Reflexionsbereich aufweisen, d. h. Metallic-Designs mit geringerer Winkelabhängigkeit, was zu weniger Farbveränderungen in Abhängigkeit vom Betrachtungswinkel führt.

**[0014]** Weiterhin wurden mit den Design-Verfeinerungen in den letzten Jahren Aluminiumpigmente verkleinert und dünner gestaltet, so dass sich die Dispergierbarkeit bei der Herstellung eines Beschichtungsmaterials tendenziell verschlechtert, was zu einer Verschlechterung der Verarbeitbarkeit und der Gestaltbarkeit führt. Dementsprechend besteht eine steigende Nachfrage nach leichter Dispergierbarkeit.

**[0015]** Auch im Bereich der Druckfarben für hochwertige Druckverfahren wie Tiefdruck, Offsetdruck und Siebdruck besteht eine steigende Nachfrage nach der gleichen Art von Metallic-Designs und leichter Dispergierbarkeit.

**[0016]** Obwohl die in den Patentdokumenten 1 bis 3 beschriebenen Aluminiumpigmente einen ausgezeichneten metallischen Glanz aufweisen, der durch eine dünne, gestreckte Ausgestaltung von Aluminiumteilchen erreicht wird, besteht das Problem, dass unter dem Gesichtspunkt, dass alle die Eigenschaften hohe Dichte, hoher Leuchtdichte in einem Bereich mit viel Licht, hohe Helligkeit in einem breiten Reflexionsbereich, leichte Dispergierbarkeit und hoher Glanz erreicht werden, dies noch nicht erreicht wurde.

**[0017]** Obwohl weiterhin das in Patentdokument 4 beschriebene Aluminiumpigment ebenfalls eine hohe Dichte und eine hohe Leuchtdichte aufweist, was aus dem Herstellungsverfahren durch Aufdampfen resultiert, ist die Dispergierbarkeit aufgrund des Einflusses des Trennmittels in bei der Herstellung tendenziell schlecht. Dementsprechend besteht wie oben das Problem, dass unter dem Gesichtspunkt, dass alle die Eigenschaften hohe Dichte, hohe Leuchtdichte in einem Bereich mit viel Licht, hohe Helligkeit in einem breiten Reflexionsbereich, leichte Dispergierbarkeit und hoher Glanz erreicht werden, dies noch nicht erreicht wurde.

**[0018]** Weiterhin wird in dem in Patentdokument 5 beschriebenen Aluminiumpigment, obwohl die Leuchtdichte durch die Verringerung des Gehalts an feinen Teilchen und die Spezifizierung der Anzahl der Teilchen mit einer Teilchengröße von 1 µm oder weniger in dem Aluminiumpigment insgesamt erhöht wird, die Körnigkeit des Aluminiums nicht berücksichtigt, so dass das Problem besteht, dass alle Eigenschaften hohe Dichte, hohe Leuchtdichte in einem Bereich mit viel Licht, hohe Helligkeit in einem breiten Reflexionsbereich und hoher Glanz erreicht werden noch nicht erreicht wurde.

**[0019]** Weiterhin besteht bei dem in Patentdokument 6 beschriebenen Aluminiumpigment, obwohl durch die Verbesserung der Flachheit der Teilchen ein spiegelartiges Metallic-Design erreicht wird, das Problem, dass noch keine ausreichenden Eigenschaften im Hinblick auf die Erzielung einer hohen Dichte und eines hohen Glanzes erzielt wurden.

**[0020]** Wie oben beschrieben, besteht bei allen konventionell vorgeschlagenen Techniken das Problem, dass noch kein Aluminiumpigment unter dem Gesichtspunkt erhalten wurde, alle Eigenschaften, also hohe Dichte, hohe Leuchtdichte in einem Bereich mit viel Licht, hohe Helligkeit in einem breiten Reflexionsbereich, leichte Dispergierbarkeit und hoher Glanz, wobei das Pigment eine hervorragende Dispergierbarkeit/Verarbeitbarkeit aufweist, zu erzielen.

**[0021]** Dementsprechend ist es angesichts der oben beschriebenen Probleme der konventionellen Technik ein Ziel der vorliegenden Erfindung, ein Aluminiumpigment (Zusammensetzung) zur Erzielung eines Metallic-Designs mit ausgezeichneten optischen Eigenschaften bereitzustellen, das die Eigenschaften einer hohen Dichte/Kompaktheit, einer hohen Leuchtdichte in einem Bereich mit viel Licht (highlight region), einer hohen Helligkeit in einem breiten Reflexionsbereich, einer leichten Dispergierbarkeit und einem hohen Glanz alle erfüllt, wobei das Pigment eine ausgezeichnete Dispergierbarkeit/Verarbeitbarkeit aufweist.

#### Lösung des Problems

**[0022]** Als Ergebnis intensiver Studien zu den oben beschriebenen Problemen der herkömmlichen Techniken haben sich die Erfinder auf die Querschnittsform der metallischen Aluminiumteilchen und den Gehalt an feinen Teilchen in einem Aluminiumpigment konzentriert und haben den Gehalt an feinen Teilchen in dem Aluminiumpigment und die Flachheit der Teilchen eingeschränkt, zusätzlich zu einer Steuerung der Dicke und des Aspektverhältnisses der metallischen Aluminiumteilchen im Querschnitt eines Beschichtungsfilms auf bestimmte Bereiche. Es wurde festgestellt, dass dadurch ermöglicht wird, dass das Aluminiumpigment metallische Designs bzw. Metallic-Designs mit hoher Dichte, mit hoher Helligkeit in einem breiten Reflexionsbereich aufweist, während eine hohe Leuchtdichte nahe an einer Spiegelreflexion in einem Bereich mit viel Licht (highlight region) erhalten bleibt, also mit einer geringeren Winkelabhängigkeit, was eine geringere Änderung der Farbe in Abhängigkeit des Betrachtungswinkels bewirkt, und eine ausgezeichnete Dispergierbarkeit/Verarbeitbarkeit und Glanz hat, womit die vorliegende Erfindung fertiggestellt wurde.

**[0023]** Mit anderen Worten ist die vorliegende Erfindung wie folgt.

[1] Aluminiumpigment, umfassend metallische Aluminiumteilchen mit einer mittleren Dicke von 0,02 bis 0,20  $\mu\text{m}$ , einem mittleren Aspektverhältnis (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) von 40 bis 100 und einer Standardabweichung des Aspektverhältnisses von 15 bis 70.

[2] Das Aluminiumpigment nach Punkt [1], wobei der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 20 oder weniger 30 % oder weniger zur Gesamtheit beträgt.

[3] Das Aluminiumpigment nach Punkt [1] oder [2], wobei der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 110 oder mehr 30 % oder weniger zur Gesamtheit beträgt.

[4] Das Aluminiumpigment nach einem der Punkte [1] bis [3], wobei die Teilchen eine arithmetische mittlere Höhe der Oberflächenrauheit  $S_a$  von 2 bis 15 nm aufweisen.

[5] Das Aluminiumpigment nach einem der Punkte [1] bis [4], wobei die Teilchen eine mittlere Dicke von 0,03 bis 0,15  $\mu\text{m}$  aufweisen.

[6] Das Aluminiumpigment nach einem der Punkte [1] bis [5], wobei die Teilchen ein mittleres Aspektverhältnis von 40 bis 90 aufweisen.

[7] Das Aluminiumpigment nach einem der Punkte [1] bis [6], wobei der zahlenmäßige Anteil der metallischen Aluminiumteilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  15 bis 70 % der Gesamtheit der metallischen Aluminiumteilchen beträgt.

[8] Das Aluminiumpigment nach einem der Punkte [1] bis [7], wobei die Teilchen planare Teilchen mit einer Flachheit (kürzeste Länge/Querschnittslänge des Teilchens) von 0,95 bis 1,00 in einem zahlenmäßigen Anteil von 60 % oder mehr umfassen.

[9] Verfahren zur Herstellung des Aluminiumpigments nach einem der Punkte [1] bis [8], umfassend einen Schritt des Mahlens/Zerkleinerns von metallischem Aluminiumpulver als Rohmaterial mit einer Mahlvorrichtung und einen Schritt des Klassierens einer Aufschlämmung nach dem Mahlen.

[10] Das Verfahren zur Herstellung des Aluminiumpigments nach Punkt [9], wobei der Schritt des Mahlens in zwei Stufen durchgeführt wird.

[11] Beschichtungsmaterialzusammensetzung, welche das Aluminiumpigment nach einem der Punkte [1] bis [8] enthält.

[12] Druckfarbenzusammensetzung, welche das Aluminiumpigment nach einem der Punkte [1] bis [8] enthält.

#### Vorteilhafte Wirkungen der Erfindung

**[0024]** Gemäß der vorliegenden Erfindung kann ein Aluminiumpigment (Zusammensetzung) bereitgestellt werden, das eine ausgezeichnete Dispergierbarkeit/Verarbeitbarkeit und einen hohen Glanz sowie ein metallisches bzw. Metallic-Design mit einer hohen Dichte/Kompaktheit, einer hohen Leuchtdichte nahe Spiegelreflexion in einem Bereich mit viel Licht (highlight region) und einer hohen Helligkeit in einem breiten Reflexionsbereich aufweist.

#### Kurze Beschreibung der Zeichnungen

**[Fig. 1]** Fig. 1 ist eine Fotografie, die ein FE-SEM-Bild eines Querschnitts von Teilchen eines Aluminiumpigments zeigt, das mit einem FE-SEM vom Feldemissionstyp (S-4700, hergestellt von HITACHI) erhalten wurde, um die Methode zur Bewertung der Querschnittsdicke und des Aspektverhältnisses von metallischen Aluminiumteilchen in dem Aluminiumpigment zu erläutern. Auf dem Foto entsprechen die horizontal gestreckten weißen Objekte den metallischen Aluminiumteilchen. In Fig. 1 entspricht ein weißer Teil der Querschnittsfläche des metallischen Aluminiumteilchens, die horizontale Richtung entspricht der Querschnittslänge des Teilchens, und die vertikale Richtung entspricht der Querschnittsdicke des Teilchens.

**[Fig. 2]** Fig. 2 ist eine Fotografie, die ein Bild der Oberfläche von Teilchen in einem Aluminiumpigment zeigt, um eine Methode zur Bewertung des zahlenmäßigen Anteils von metallischen Aluminiumteilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0 µm in einem Aluminiumpigment zu erläutern, die unter Verwendung eines Mikroskops (KH-3000, hergestellt von Hirox Co., Ltd.) beobachtet wurde. Auf dem Foto entsprechen die kreisförmigen oder unregelmäßig geformten weißen Objekte in verschiedenen Größen den metallischen Aluminiumteilchen. In Fig. 2 entspricht ein weißer Teil hauptsächlich der von einer Ebene senkrecht zur Dickenrichtung des metallischen Aluminiumteilchens betrachteten Teilchenform.

**[Fig. 3]** Fig. 3 ist eine Fotografie, die ein FE-SEM-Bild eines Querschnitts von Teilchen eines Aluminiumpigments zeigt, die mit einem FE-SEM vom Feldemissionstyp (S-4700, hergestellt von HITACHI) erhalten wurde, um die Methode zur Bewertung der Flachheit von Teilchen des Aluminiumpigments zu erläutern.

#### Beschreibung von Ausführungsformen

**[0025]** Nachfolgend wird eine Ausführungsform der vorliegenden Erfindung (im Folgenden als „vorliegende Ausführungsform“ bezeichnet) ausführlich beschrieben.

**[0026]** Die nachfolgende Ausführungsform wird zur Veranschaulichung der vorliegenden Erfindung beschrieben, wobei die vorliegende Erfindung nicht auf den nachfolgenden Inhalt eingeschränkt sein soll. Die vorliegende Erfindung kann im Rahmen des Erfindungsgedankens in geeigneter Weise modifiziert werden.

#### [Aluminiumpigment]

**[0027]** Das Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform hat eine mittlere Dicke  $t$  metallischer Aluminiumteilchen von 0,02 bis 0,20 µm, ein mittleres Aspektverhältnis (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) von 40 bis 100 und eine Standardabweichung des Aspektverhältnisses von 15 bis 70, bestimmt anhand einer Beobachtung des Querschnitts.

**[0028]** Die in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Erfindung enthaltenen metallischen Aluminiumteilchen haben vorzugsweise eine dünnfilmartige, schuppenartige oder flockenartige Form mit einer geringen Dicke und flacher Form. Die Teilchengröße ist ein Messwert in einer Ebene senkrecht zur Dickenrichtung, und die mittlere Dicke und das mittlere Aspektverhältnis (Querschnittslänge des Teilchens/Querschnittsdicke des Teilchens) sind Messwerte im Querschnitt des Teilchens.

**[0029]** In Bezug auf die metallischen Aluminiumteilchen in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform sind die mittlere Dicke, das Aspektverhältnis (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke), der zahlenmäßige Anteil (%) der Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  und die arithmetische mittlere Höhe  $S_a$  (nm) der Oberflächenrauheit sowie der Anteil (%) der planaren Teilchen wie folgt definiert.

**[0030]** Die mittlere Dicke  $t$  und das Aspektverhältnis (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) der metallischen Aluminiumteilchen werden bestimmt, indem ein FE-SEM-Bild des Querschnitts des Beschichtungsfilms erhalten wird, der aus der das Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform enthaltenden Beschichtungsmaterialzusammensetzung gebildet wird, um mittels einer Bildanalyse-Software gemessen zu werden.

**[0031]** In dem FE-SEM-Bild des Querschnitts des Beschichtungsfilms wird der Umriss eines metallischen Aluminiumteilchens mittels einer Bildanalyse-Software entlang der Form extrahiert, und es werden die Fläche und die Länge in der Hauptachsenrichtung gemessen. Die Querschnittsfläche/Länge des extrahierten Teilchens wird bestimmt, und der berechnete Wert wird als „Querschnittsdicke des Teilchens“ definiert.

**[0032]** Das Verhältnis der Querschnittslänge eines Teilchens zur Querschnittsdicke eines Teilchens (Querschnittslänge des Teilchens/Querschnittsdicke des Teilchens) wird bestimmt, und der berechnete Wert wird als das „Aspektverhältnis“ des Teilchens definiert.

**[0033]** Definitionsgemäß werden die Aspektverhältnisse von 100 oder mehr Teilchen bestimmt, und es werden auch der Durchschnittswert und die Standardabweichung ermittelt. Gleichermaßen kann aus den Ergebnissen der Bildanalyse das Verhältnis/der Anteil der Anzahl der Teilchen mit einem Seitenverhältnis von 20 oder weniger zur Gesamtzahl sowie das Verhältnis/der Anteil der Anzahl der Teilchen mit einem Seitenverhältnis von 110 oder mehr bestimmt werden.

**[0034]** Die Herstellung des Querschnitts des Beschichtungsfilms, die Aufnahme des FE-SEM-Bildes und die Bildanalyse können nach den unten in den Beispielen beschriebenen Methoden erfolgen.

**[0035]** In dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform haben die metallischen Aluminiumteilchen eine aus der oben beschriebenen Querschnittsbeobachtung erhaltene durchschnittliche Dicke von 0,02 bis 0,20  $\mu\text{m}$ , ein durchschnittliches Aspektverhältnis (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) von 40 bis 100 und eine Standardabweichung des Aspektverhältnisses von 15 bis 70, wodurch die Leuchtdichte und die Helligkeit unter Beibehalt der Dichte verbessert werden können, wodurch ein wünschenswertes Design erhalten werden kann.

**[0036]** Die Querschnittsdicke  $t$  ( $\mu\text{m}$ ) der metallischen Aluminiumteilchen kann aus dem FE-SEM-Bild des Querschnitts des bei der Messung des Aspektverhältnisses der Teilchen verwendeten Beschichtungsfilms mit Hilfe einer Bildanalyse-Software bestimmt werden.

**[0037]** Insbesondere wird in dem FE-SEM-Bild des Querschnitts des Beschichtungsfilms der Umriss des Teilchens entlang seiner Form mittels der Bildanalyse-Software extrahiert, um Querschnittsbereich/Größe (Länge) des extrahierten Teilchens zu bestimmen, und der berechnete Wert wird als „Querschnittsdicke des Teilchens“ definiert. Durch Berechnung des arithmetischen Mittelwerts der Dicken von 100 oder mehr zufällig ausgewählten Teilchen kann die mittlere bzw. durchschnittliche Dicke  $t$  ( $\mu\text{m}$ ) der metallischen Aluminiumteilchen erhalten werden.

**[0038]** Die durchschnittliche Dicke  $t$  ( $\mu\text{m}$ ) der metallischen Aluminiumteilchen in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform beträgt 0,02 $\mu\text{m}$  bis 0,20 $\mu\text{m}$ .

**[0039]** Bei einer durchschnittlichen Dicke  $t$  von 0,02  $\mu\text{m}$  oder mehr können eine Verformung und Rissbildung/Brechen der Teilchen unterdrückt werden, und die Oberflächenglätte kann beibehalten werden, so dass eine hohe Leuchtdichte erzielt werden kann. Außerdem kann eine gute Dispergierbarkeit/Verarbeitbarkeit bei der Herstellung eines Beschichtungsmaterials erreicht werden.

**[0040]** Bei einer durchschnittlichen Dicke  $t$  der Teilchen von 0,20  $\mu\text{m}$  oder weniger lässt sich der schattierte Bereich am Rand der Teilchen in geeigneter Weise steuern, so dass eine hohe Dichte und ein hoher Glanz erzielt werden können.

**[0041]** Die durchschnittliche Dicke  $t$  ( $\mu\text{m}$ ) der metallischen Aluminiumteilchen in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform beträgt bevorzugt  $0,03 \mu\text{m}$  oder mehr und  $0,18 \mu\text{m}$  oder weniger, bevorzugter  $0,03 \mu\text{m}$  oder mehr und  $0,15 \mu\text{m}$  oder weniger, und noch bevorzugter  $0,04 \mu\text{m}$  oder mehr und  $0,16 \mu\text{m}$  oder weniger,  $0,04 \mu\text{m}$  oder mehr und  $0,14 \mu\text{m}$  oder weniger, und noch weiter bevorzugt  $0,05 \mu\text{m}$  oder mehr und  $0,13 \mu\text{m}$  oder weniger.

**[0042]** Weiterhin beträgt das mittlere Aspektverhältnis der metallischen Aluminiumteilchen in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform 40 bis 100.

**[0043]** Mit einem mittleren Aspektverhältnis von 40 oder mehr können eine hohe Leuchtdichte, eine hohe Helligkeit in einem weiten Bereich und ein höheres Deckvermögen erhalten werden, und bei einer Verwendung zur Beschichtung kann ein dichter und glatter Beschichtungsfilm erhalten werden.

**[0044]** Mit einem mittleren Aspektverhältnis von 100 oder weniger können ein Verbiegen, eine Verformung und ein Reißen/Brechen von Teilchen unterdrückt werden.

**[0045]** Das mittlere Aspektverhältnis der metallischen Aluminiumteilchen in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform beträgt bevorzugt 40 bis 90 oder 45 bis 95, bevorzugter 45 bis 85, noch bevorzugter 50 bis 90 und noch weiter bevorzugt 50 bis 80.

**[0046]** Weiterhin beträgt die Standardabweichung des Aspektverhältnisses 15 bis 70. Bei einer Standardabweichung des Aspektverhältnisses von 15 oder mehr kann eine hohe Helligkeit in einem breiten Reflexionsbereich beibehalten werden und der Unterschied im Helligkeitsniveau in Abhängigkeit von den Winkeln kann unterdrückt werden. Bei einer Standardabweichung von 70 oder weniger können im Spiegelreflexionsbereich eine hohe Leuchtdichte und ein hoher Glanz beibehalten werden.

**[0047]** Die Standardabweichung des Aspektverhältnisses des Aluminiumpigments der vorliegenden Ausführungsform beträgt bevorzugt 20 bis 65.

**[0048]** Der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 20 oder weniger im Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform ist bevorzugt 30 % oder weniger der Gesamtmenge.

**[0049]** Wenn der zahlenmäßige Anteil von Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 20 oder weniger auf 30 % oder weniger der Gesamtheit kontrolliert wird, kann ein metallischer Beschichtungsfilm mit höherer Leuchtdichte und metallischer Haptik/metallischem Eindruck erhalten werden, was bevorzugt ist.

**[0050]** Der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 20 oder weniger in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform beträgt bevorzugt 20 % oder weniger der Gesamtmenge.

**[0051]** In dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform ist der zahlenmäßige Anteil der metallischen Aluminiumteilchen mit einem Aspektverhältnis von 110 oder mehr bevorzugt 30 % oder weniger der Gesamtmenge.

**[0052]** Bei einem zahlenmäßigen Anteil der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 110 oder mehr von 30 % oder weniger zur Gesamtzahl können ein Verbiegen, Verzerren und Rissbildung der Teilchen unterdrückt werden, was bevorzugt ist. Weiterhin wird die Dispergierbarkeit/Verarbeitbarkeit bei der Herstellung eines Beschichtungsmaterials verbessert, was bevorzugt ist.

**[0053]** Der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einem Seitenverhältnis von 110 oder mehr in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform beträgt bevorzugter 20 % oder weniger in Bezug auf die Gesamtzahl.

**[0054]** Die arithmetische mittlere Höhe  $S_a$  der Oberflächenrauheit (Unebenheiten auf der Teilchenoberfläche) der metallischen Aluminiumteilchen in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform ist ein Index, der die Glätte der Oberfläche der Aluminiumpigmentteilchen anzeigt und mit einem SPM (Scanning Probe Microscope) einschließlich eines Atomic Force-Mikroskops gemessen werden kann.

**[0055]** Die arithmetische mittlere Höhe  $S_a$  beträgt bevorzugt 2 bis 15 nm.

**[0056]** Bei einer mittleren arithmetischen Höhe  $S_a$  von 15 nm oder weniger ist die Glätte der Teilchenoberfläche hoch, so dass die Intensität des spiegelnd/gerichtet reflektierten Lichts zunimmt und eine höhere Leuchtdichte erzielt werden kann. Bei einer arithmetischen mittleren Höhe  $S_a$  von 2 nm oder mehr ist die für die Herstellung des Aluminiumpigments der vorliegenden Ausführungsform erforderliche Mahldauer nicht extrem verlängert, was zu einer hervorragenden Produktivität führt.

**[0057]** Die arithmetische mittlere Höhe  $S_a$  ist bevorzugt 2 bis 12 nm.

**[0058]** Die Flachheit (kürzeste Länge/Teilchen-Querschnittslänge) der metallischen Aluminiumteilchen im Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform kann durch Messung des aufgenommenen FE-SEM-Bildes des Querschnitts des Beschichtungsfilms mit einer Bildanalysesoftware bestimmt werden.

**[0059]** Das Messverfahren wird im Folgenden beschrieben.

**[0060]** In dem FE-SEM-Bild des Querschnitts des Beschichtungsfilms wird der Messwert einer geraden Linie, welche beide Enden des Querschnitts eines Teilchens verbindet, als „kürzeste Länge“ definiert. Außerdem wird der Messwert der Linie, die beide Enden des Teilchenquerschnitts entlang der Form des Teilchenquerschnitts verbindet, als „Teilchen-Querschnittslänge“ definiert.

**[0061]** Der Wert des Verhältnisses zwischen der kürzesten Länge und der Querschnittslänge des Teilchens (kürzeste Länge/Teilchen-Querschnittslänge) wird als Flachheit des Teilchens definiert.

**[0062]** Je mehr sich die Flachheit dem Wert 1,00 nähert, desto weniger Verbiegungen und Verformungen weist das Teilchen auf.

**[0063]** Definitionsgemäß wird die Ebenheit von 100 Teilchen bestimmt.

**[0064]** Bezüglich des Flachheitsgrads der Teilchen werden bei Setzen einer Abgrenzung von 0,95 Teilchen mit einer Flachheit im Bereich von 0,95 bis 1,00 als flache Teilchen definiert, wobei der Anteil dieser als Anteil planarer Teilchen (%) (%: zahlenmäßiger Anteil) bestimmt wird.

**[0065]** Bevorzugt beträgt der Anteil der Teilchen mit einer Flachheit im Bereich von 0,95 bis 1,00 60 % oder mehr, so dass die Leuchtdichte des Bereichs der Spiegelreflexion auf hohem Level gehalten werden kann. Bevorzugt beträgt der Anteil 60 % oder mehr und 98 % oder weniger.

**[0066]** In dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform ist es als Methode zur Erzielung eines besseren Glanzes vorteilhaft, einen spezifischen Anteil von metallischen Aluminiumteilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  zu haben. Eine Erhöhung der Größe der Aluminiumpigmentteilchen bewirkt eine Verbesserung des Metallic-Glanzes. Da andererseits eine übermäßige Vergrößerung der Teilchengröße des Aluminiumpigments zu einer auffälligen Körnigkeit des Beschichtungsfilms führt, ist es bevorzugt, den zahlenmäßigen Anteil der Teilchen mit einer bestimmten Teilchengröße auf einen bestimmten Bereich zu regulieren.

**[0067]** Insbesondere ist es in dem Aluminiumpigment in der vorliegenden Ausführungsform bevorzugt, dass der zahlenmäßige Anteil der metallischen Aluminiumteilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  15 bis 70 % der Gesamtzahl der Teilchen beträgt, was anhand der Fotografie eines Bildes der Teilchenoberfläche des Aluminiumpigments, das durch ein Mikroskop beobachtet wurde, bestimmt wurde. Mit einem darauf eingestellten zahlenmäßigen Anteil von Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  kann ein hoher Glanz erzielt werden, wobei Körnigkeit unterdrückt wird.

**[0068]** Der zahlenmäßige Anteil der metallischen Aluminiumteilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  in dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform beträgt bevorzugt 20 bis 65 %.

**[0069]** Der zahlenmäßige Anteil der metallischen Aluminiumteilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  kann wie oben beschrieben durch Mahlen von metallischem Aluminiumpulver als Rohmaterials in zwei Stufen in dem unten beschriebenen Herstellungsverfahren eines Aluminiumpigments eingestellt werden, wodurch die sich Wirkung, dass das resultierende Aluminiumpigment einen hohen Glanz aufweist, zeigen kann.

## [Verfahren zur Herstellung von Aluminiumpigment]

**[0070]** Nachfolgend ist ein Verfahren zur Herstellung des oben beschriebenen Aluminiumpigments der vorliegenden Ausführungsform beschrieben.

**[0071]** Das Verfahren zur Herstellung eines Aluminiumpigments in der vorliegenden Ausführungsform beinhaltet einen Schritt des Mahlens von metallischem Aluminiumpulver (atomisiertes Aluminiumpulver) als Rohmaterial mit einer Mahlvorrichtung, die mit einer Kugelmühle oder dergleichen ausgestattet ist, und einen Schritt des Klassierens einer Aufschlämmung nach dem Mahlen. Bevorzugt umfasst der Mahlschritt einen Schritt einer ersten Stufe zum Glätten und gleichmäßigen Dünnermachen der Aluminiumteilchen und einen Mahlschritt einer zweiten Stufe zum Steuern der Menge der feinen Aluminiumteilchen in Abhängigkeit der Verwendung (d.h. eine Durchführung des Mahlschritts in zwei Stufen).

**[0072]** Durch geeignete Einstellung und Kombination von Bedingungen wie der Teilchengröße des als Rohmaterial verwendeten atomisierten Aluminiumpulvers, der Masse jeder verwendeten Mahlkugel, der Rotationsgeschwindigkeit der Mahlvorrichtung, des Mahllösungsmittels und des Mahlhilfsmittels können die durchschnittliche Dicke der Teilchen, das Aspektverhältnis (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) und der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  eingestellt werden.

## &lt;Mahlschritt&gt;

**[0073]** Unter Berücksichtigung der auf den Bereich von 0,02 bis 0,20  $\mu\text{m}$  einzustellenden durchschnittlichen Teilchendicke umfassen besonders bevorzugte Mahlbedingungen eine Kombination der folgenden Bedingungen. Als Rohmaterial wird atomisiertes bzw. zerstäubtes Aluminiumpulver mit einer Teilchengröße von bevorzugt 1,0 bis 6,0  $\mu\text{m}$ , bevorzugter 1,5 bis 5,0  $\mu\text{m}$ , verwendet. Die Masse jeder in der Mahlvorrichtung verwendeten Mahlkugel wird auf bevorzugt 0,08 bis 11,00 mg, bevorzugter 0,08 bis 9,00 mg, eingestellt. Die Rotationsgeschwindigkeit der Mahlvorrichtung wird auf 33% bis 78%, bevorzugt 36% bis 57%, der kritischen Drehzahl ( $N_c$ ) gesteuert.

## &lt;Mahlkugeln&gt;

**[0074]** Die spezifische Dichte der Mahlkugeln, die in einer Kugelmühle oder dergleichen verwendet werden, ist bevorzugt 8 oder weniger, bevorzugter 7,5 oder weniger, und noch bevorzugter 7 oder weniger, unter dem Gesichtspunkt der Verbesserung der Einfachheit der Einstellung der Teilchen und dem Gesichtspunkt der Erhöhung der Oberflächenglätte der Aluminiumteilchen.

**[0075]** Die spezifische Dichte der Mahlkugeln ist bevorzugt höher als die spezifische Dichte des Mahllösungsmittels. Bei einer spezifischen Dichte der Mahlkugeln, die größer ist als die spezifische Dichte des Mahlmittels, kann ein Aufschwimmen der Mahlkugeln auf dem Lösungsmittel verhindert werden, so dass eine ausreichende Scherbeanspruchung zwischen den Mahlkugeln erreicht werden kann, was tendenziell zu einem ausreichenden Mahlfortschritt führt.

**[0076]** Als Mahlkugeln, die in dem Verfahren zur Herstellung des Aluminiumpigments der vorliegenden Ausführungsform verwendet werden, sind Kugeln mit einer hohen Oberflächenglätte, wie z. B. Kugeln aus rostfreiem Stahl, Zirkoniumdioxid und Glaskugeln, unter dem Gesichtspunkt der Einstellung der Oberflächenglätte der Aluminiumteilchen und der Lebensdauer der Mahlkugeln bevorzugt.

**[0077]** Andererseits sind Stahlkugeln, Aluminiumoxidkugeln und dergleichen, die eine geringe Oberflächenglätte aufweisen, unter dem Gesichtspunkt der Einstellung der Oberflächenglätte der Aluminiumteilchen und der Lebensdauer der Mahlkugeln nicht bevorzugt.

**[0078]** Dementsprechend ist es z. B. bei einer Kugel aus rostfreiem Stahl bevorzugt, eine solche zu verwenden, deren Oberflächenglätte durch mechanisches und chemisches Polieren erhöht wurde.

**[0079]** Die Masse jeder Mahlkugel beträgt bevorzugt 0,08 bis 11,00 mg, wie oben beschrieben.

**[0080]** Durch die Verwendung von Mahlkugeln mit einer Masse von 0,08 mg/Stück oder mehr kann das Auftreten der so genannten Gruppenbewegung verhindert werden, ein Phänomen, bei dem das Mahlen nicht

voranschreitet, weil die Scherbeanspruchung zwischen den Mahlkugeln durch die Bewegung der Mahlkugeln in Gruppen oder in Clustern ohne individuelle Bewegung abnimmt.

**[0081]** Außerdem wird durch die Verwendung von Mahlkugeln mit einer Masse von 11,00 mg/Stück oder weniger keine übermäßige Schlagkraft auf das Aluminiumpulver ausgeübt, so dass das Auftreten von Verbiegungen, Verformungen, Rissen und dergleichen verhindert werden kann.

**[0082]** Alternativ kann anstelle einer Kugelmühle eine Medium-Rührwerksmühle in der gleichen Weise wie oben beschrieben verwendet werden. Als Medium-Rührwerksmühlen können beispielsweise Schneckenmühlen (Turm-Typ), Rührgefäßmühlen, Zirkulationsrohrmühlen, Ringmühlen oder dergleichen verwendet werden.

#### <Metallisches Aluminiumpulver-Rohmaterial>

**[0083]** Als das als Rohmaterial verwendete atomisierte Aluminiumpulver (metallisches Aluminiumpulver-Rohmaterial) ist ein Pulver bevorzugt, das außer dem Aluminium wenig Verunreinigungen enthält.

**[0084]** Der Reinheitsgrad des atomisierten Aluminiumpulvers beträgt bevorzugt 99,5 % oder mehr, bevorzugter 99,7% oder mehr und noch bevorzugter 99,8 % oder mehr.

**[0085]** Die durchschnittliche Teilchengröße des atomisierten Aluminiumpulvers als Rohmaterial ist bevorzugt 1,0 bis 6,0 µm, bevorzugter 1,5 bis 5,0 µm.

**[0086]** Bei einem atomisierten Aluminiumpulver mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von 1,0 µm oder mehr wird während des Mahlens keine übermäßige Energie auf die Teilchen aufgebracht, so dass ein Verbiegen und Verformen der Teilchen verhindert werden kann und die Teilchenform gut erhalten bleibt, was bevorzugt ist.

**[0087]** Als Form des atomisierten Aluminiumpulvers als Rohmaterial sind kugelförmige Pulver oder tropfenförmige Pulver bevorzugt. Bei Verwendung dieser Formen ist es weniger wahrscheinlich, dass das Aluminiumpigment beim Mahlen kollabiert. Im Gegensatz dazu sind ein nadelförmiges Pulver und ein amorphes Pulver nicht bevorzugt, da die Form des Aluminiumpigments dazu neigt, beim Mahlen zu kollabieren.

#### <Mahllösungsmittel>

**[0088]** Bei der Herstellung des Aluminiumpigments der vorliegenden Ausführungsform mit einer Mahlvorrichtung, die mit einer Kugelmühle oder dergleichen ausgestattet ist, wird bevorzugt ein Mahllösungsmittel verwendet.

**[0089]** Beispiele für Mahllösungsmittel sind die üblicherweise verwendeten Kohlenwasserstofflösungsmittel wie Testbenzin (mineral spirit) und Solvent Naphtha sowie niedrigviskose Lösungsmittel wie Alkohole, Ether, Ketone und Ester, die jedoch nicht darauf beschränkt sind.

**[0090]** Als Mahlbedingung für das atomisierte Aluminiumpulver beträgt das Volumen des Mahllösungsmittels bevorzugt das 1,5- bis 16,0-fache, bevorzugter das 2,0- bis 12,0-fache, der Masse des Aluminiums im zerstäubten Aluminiumpulver. Mit einem Volumen des Mahllösungsmittels des 1,5-fachen oder mehr der Masse des Aluminiums in dem atomisierten Aluminiumpulver kann das Verbiegen, die Verformung, Rissbildung und dergleichen, die durch langandauerndes Mahlen des atomisierten Aluminiumpulvers verursacht werden, verhindert werden, was bevorzugt ist.

**[0091]** Mit einem Volumen des Mahllösungsmittels des 16,0-fachen oder weniger der Masse des Aluminiums in dem atomisierten Aluminiumpulver wird weiterhin die Gleichmäßigkeit in der Mühle während des Mahlens verbessert, so dass das atomisierte Aluminiumpulver wirksam mit dem Mahlmedium in Kontakt kommt und das Mahlen tendenziell günstig verläuft.

**[0092]** Das Verhältnis des Volumens der Mahlkugeln zum Volumen des Mahllösungsmittels (Volumen der Mahlkugeln/Volumen des Mahllösungsmittels) beträgt bevorzugt 0,5 bis 3,5, bevorzugter 0,8 bis 2,5.

**[0093]** Bei einem Verhältnis des Volumens der Mahlkugeln zu dem Volumen des Mahlmittels von 0,5 oder mehr wird die Gleichmäßigkeit der Mahlkugeln in der Mühle beim Mahlen verbessert, so dass das Mahlen tendenziell günstig verläuft.

**[0094]** Weiterhin wird bei einem Verhältnis des Volumens der Mahlkugeln zu dem Volumen des Mahlmittels von 3,5 oder weniger der Anteil der Mahlkugeln in der Mühle auf einen geeigneten Bereich mit einer nicht zu hohen Stapelung der Kugeln gesteuert, so dass Probleme der Formverschlechterung wie Verbiegen, Verformung und Rissbildung der Teilchen aufgrund der Mahlbeanspruchung verhindert werden können, was vorteilhaft ist, da eine Abnahme der Leuchtdichte und eine Zunahme des Streulichts verhindert werden kann .

<Mahlhilfsmittel>

**[0095]** Bei der Herstellung des Aluminiumpigments der vorliegenden Ausführungsform mit einer Mahlvorrichtung, die mit einer Kugelmühle ausgestattet ist, wird bevorzugt zusätzlich zu dem oben beschriebenen Mahl-lösungsmittel ein Mahlhilfsmittel verwendet.

**[0096]** Als Mahlhilfsmittel kann jedes Non-Leafing-Pigment verwendet werden, und Beispiele hierfür sind höhere ungesättigte Fettsäuren wie Ölsäure, höhere aliphatische Amine wie Stearylamin, höhere Fettalkohole wie Stearylalkohol und Oleylalkohol, höhere Fettsäureamide wie Stearinsäureamid und Ölsäureamid und höhere Fettsäuremetallsalze wie Aluminiumstearat und Aluminiumoleat.

**[0097]** Bevorzugt wird das Mahlhilfsmittel in einer Menge von 0,2 bis 30 Massen-%, bezogen auf die Masse des atomisierten Aluminiumpulvers, verwendet.

<Kugelmühle>

**[0098]** Die zum Mahlen des zerstäubten Aluminiumpulvers verwendete Kugelmühle hat einen Durchmesser von vorzugsweise 0,6 m bis 2,4m, vorzugsweise 0,8 m bis 2,0 m.

**[0099]** Bei Verwendung einer Kugelmühle mit einem Durchmesser von 0,6 m oder mehr, ist der Druck, der während des Mahlens auf die Aluminiumteilchen ausgeübt wird, in einem geeigneten Bereich mit einer nicht zu geringen Stapelung der Kugeln, so dass das Mahlen tendenziell günstig verläuft.

**[0100]** Weiterhin können bei Verwendung einer Kugelmühle mit einem Durchmesser von 2,4m oder weniger Probleme der Formverschlechterung wie Verbiegen, Verformen und Rissbildung von Teilchen aufgrund des Gewichts der Kugeln durch eine nicht zu hohe Stapelung der Kugeln vermieden werden, was vorteilhaft ist, da eine Abnahme der Leuchtdichte und eine Zunahme des Streulichts verhindert werden kann.

**[0101]** Die Rotationsgeschwindigkeit der Kugelmühle während des Mahlens des atomisierten Aluminiumpulvers beträgt bevorzugt 33 % bis 78 %, bevorzugter 36 % bis 57 %, der kritischen Drehzahl (Nc), wie oben erwähnt.

**[0102]** Bei einem Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Umdrehungszahl von 33 % oder mehr wird die Gleichmäßigkeit der Aluminiumaufschlämmung und der Kugelbewegung in der Kugelmühle beibehalten, was vorteilhaft ist.

**[0103]** Weiterhin wird bei einem Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Umdrehungszahl von 78 % oder weniger verhindert, dass die Mahlkugeln durch ihr eigenes Gewicht zusammenkommen oder herunterfallen, und die von den Mahlkugeln auf die Aluminiumteilchen ausgeübte Schlagkraft ist nicht zu hoch, so dass das Problem der Formverschlechterung wie Verbiegen, Verformung und Rissbildung der Teilchen verhindert wird, was vorteilhaft ist.

**[0104]** Alternativ kann das Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform neben dem oben beschriebenen Herstellungsverfahren, das den Schritt des Mahlens von atomisiertem Aluminiumpulver umfasst, auch durch Vakuumdampfabscheidung hergestellt werden.

<Klassierschritt>

**[0105]** Weiterhin kann die Aufschlämmung des Aluminiumpigments der vorliegenden Ausführungsform nach dem oben beschriebenen Mahlschritt einer Klassierung unterzogen werden, um Teilchen mit einem großen

Aspektverhältnis und Teilchen mit einem kleinen Aspektverhältnis zu entfernen. Ein Beispiel für das Verfahren ist die Hydrozyklon-Klassierung. Die Klassierung kann durchgeführt werden, indem die gemahlene Aufschlammung einem Zweiflüssigkeitstrennungs-Hydrozyklonklassierer und/oder einem Dreiflüssigkeitstrennungs-Hydrozyklonklassierer zugeführt wird. Die Klassierungsbedingungen wie Düsendurchmesser, Durchflussmenge (l/min) und Betriebsdruck (MPa) werden geeignet eingestellt, um den Betrieb der Klassierung je nach Zweck zu optimieren.

**[0106]** Weiterhin können bei dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform der Durchschnittswert des Aspektverhältnisses, die Standardabweichung und der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0 µm innerhalb der oben beschriebenen numerischen Bereiche liegen. Alternativ kann eine Vielzahl von Aluminiumpigmenten mit unterschiedlichen jeweiligen Bereichen gemischt werden, um schließlich das Zieldesign zu erzielen.

#### [Beschichtungsmaterialzusammensetzung]

**[0107]** Die Beschichtungsmaterialzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform enthält das oben beschriebene Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform.

**[0108]** Die Beschichtungsmaterialzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform kann neben dem Aluminiumpigment auch Glimmer, Farbpigmente und dergleichen enthalten.

**[0109]** Weiterhin können verschiedene Harze und verschiedene Additive wie Antioxidantien, Lichtstabilisatoren, Polymerisationsinhibitoren und Tenside in Kombination mit der Beschichtungsmaterialzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform verwendet werden.

**[0110]** Die Beschichtungsmaterialzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform kann durch Mischen eines Aluminiumpigments mit verschiedenen Materialien nach Bedarf hergestellt werden.

**[0111]** Die Beschichtungsmaterialzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform kann als metallisches Beschichtungsmaterial verwendet werden.

#### [Druckfarbenzusammensetzung]

**[0112]** Die Druckfarbenzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform enthält das oben beschriebene Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform.

**[0113]** Die Druckfarbenzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform kann zusätzlich zu dem oben beschriebenen Aluminiumpigment ein spezifisches Farbpigment, ein Lösungsmittel und dergleichen enthalten.

**[0114]** Außerdem können verschiedene Harze und verschiedene Zusatzstoffe wie Antioxidantien, Lichtstabilisatoren, Polymerisationsinhibitoren und oberflächenaktive Mittel in Kombination mit der Druckfarbenzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform verwendet werden.

**[0115]** Die Druckfarbenzusammensetzung der vorliegenden Ausführungsform kann durch Mischen eines Aluminiumpigments mit verschiedenen Materialien je nach Bedarf hergestellt und als Metallic-Druckfarbe verwendet werden.

#### [Weitere Verwendungen]

**[0116]** Überdies kann das Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform mit einem Harz oder ähnlichem verknetet werden, um als wasserbeständiges Bindemittel oder als Füllstoff zu dienen.

#### Beispiele

**[0117]** Nachfolgend wird die vorliegende Ausführungsform anhand von Beispielen und Vergleichsbeispielen näher beschrieben.

**[0118]** Die vorliegende Ausführungsform ist keinesfalls auf die folgenden Beispiele eingeschränkt.

**[0119]** Die Methoden zur Messung verschiedener physikalischer Eigenschaften in den Beispielen und Vergleichsbeispielen sind wie folgt.

[(I) Dicke und Aspektverhältnis von Aluminiummetallteilchen]

((1) Herstellung einer beschichteten Platte)

**[0120]** Unter Verwendung der in den später beschriebenen Beispielen und Vergleichsbeispielen erhaltenen Aluminiumpigmente wurden metallische Beschichtungsmaterialien aus den folgenden Zusammensetzungen hergestellt.

Aluminium-Pigment: 1 g

Verdüner: 50 g

(hergestellt von Musashi Paint Co., Ltd., Handelsname „PLA-ACE Thinner No. 2726“)

Acrylharz: 33 g

(hergestellt von Musashi Paint Co., Ltd., Handelsname „PLA-ACE Thinner No. 7160“)

**[0121]** Das Beschichtungsmaterial wurde mit einem Luftsprühgerät auf eine ABS-Harzplatte so aufgetragen, dass eine Trockenfilmdicke von 20 µm erhalten wurde, und es wurde für 30 Minuten bei 60 °C im Ofen getrocknet, um eine beschichtete Platte für die Bewertung zu erhalten.

((2) Herstellung eines Querschnitts des Beschichtungsfilms)

**[0122]** Aus der wie oben beschrieben hergestellten beschichteten Platte wurde ein Querschnitt des Beschichtungsfilms gemäß folgendem Verfahren angefertigt.

**[0123]** Mit einer Schere wurde die beschichtete Platte für die Bewertung in 1 cm große quadratische Stücke geschnitten.

**[0124]** Mit einem großen Rotationsmikrotom (RV-240, hergestellt von Yamato Kohki Industrial Co., Ltd.) wurde der Querschnitt des Beschichtungsfilms einer vereinzelt quadratischen beschichteten Platte für die Bewertung mit einem Durchmesser von 1 cm wiederholt geschnitten, um vorstehendes Mikro-Aluminium/Acrylharz auf dem Querschnitt zu entfernen.

**[0125]** Mit einem Ionenfräsgerät (IB-09010CP, hergestellt von JEOL Ltd.) wurde die Position der Abschirmplatte des resultierenden Querschnitts des Beschichtungsfilms so eingestellt, dass eine Ionenstrahlbestrahlung 20 µm vom Querschnitt des Beschichtungsfilms entfernt erhalten wurde, und es wurde eine Ionenfräsbehandlung durchgeführt, um einen Querschnitt des Beschichtungsfilms für die Aufnahme einer später zu beschreibenden FE-SEM-Aufnahme vorzubereiten.

((3) Aufnahme des Teilchen-Querschnitts (FE-SEM-Bild))

**[0126]** Der Querschnitt des Beschichtungsfilms (beschichtete Platte), der in ((2) Herstellung eines Querschnitts des Beschichtungsfilms) erhalten wurde, wurde so aufgeklebt, dass er parallel zum dem SEM-Probentisch war, und es wurde ein FE-SEM-Bild des Querschnitts des Beschichtungsfilms mit einem FE-SEM vom Feldemissionstyp (S-4700, hergestellt von Hitachi, Ltd.) aufgenommen.

**[0127]** Die Bedingungen für die Beobachtung/Aufnahme von FE-SEM-Bildern umfassen das Fotografieren bei einer auf 10 kV eingestellten Beschleunigungsspannung und einer Bildvergrößerung von 3000 bis 10000, die je nach Größe des Teilchens entsprechend so verändert wurde, dass das Teilchen in das Sichtfeld passte.

**[0128]** Überdies wurde vor der Aufnahme eines FE-SEM-Bildes eine elektronische Achsenausrichtung durchgeführt, damit die Grenzlinie zwischen den Aluminiumteilchen und dem Acrylharz im FE-SEM-Bild nicht verzerrt war, und die Leuchtdichte und der Kontrast wurden so eingestellt, dass das Teilchen klar und eindeutig identifizierbar war. Das Foto wurde mit einer hohen Auflösung von 2560 × 1920 Pixeln aufgenommen. Nur ein klares Bild ohne Risse oder Beschädigungen beim Ionenfräsen des Querschnitts einer Probe wurde als Bild für die Messung verwendet, und das Bild wurde keiner Bildbearbeitung unterzogen.

((4) Analyse (Messung der Teilchengröße im Querschnitt: Teilchendicke, Aspektverhältnis))

**[0129]** Das FE-SEM-Bild, das durch das Verfahren zur Aufnahme des Teilchenquerschnitts (FE-SEM-Bild) in ((I)-(3)) erhalten wurde, wurde einer Messung der Länge und Fläche des Teilchens im Querschnitt der Aluminiumteilchen unter Verwendung einer Bildanalysesoftware Image Pro Plus Version 7.0 (hergestellt von Media Cybernetics, Inc.) unterzogen, und die Dicke und das Aspektverhältnis wurden berechnet.

**[0130]** Das FE-SEM-Bild zur Messung der Länge und Fläche der Teilchen im Querschnitt der Aluminiumteilchen wurde in die Bildanalysesoftware eingelesen, und es wurde eine Raumkalibrierung durchgeführt, um die Skalenlänge/Einheit festzulegen.

**[0131]** Die Teilchenkontur wurde dann genau extrahiert und die Messwerte von zwei Elementen, einschließlich der Fläche und der Größe (Länge), wurden erfasst. Das Teilchen wurde mit einem AOI-Tool für Freiformkurven extrahiert und in ein Objekt umgewandelt. Außerdem wurde das Objekt korrigiert, wobei das Teilchenbild entsprechend vergrößert wurde, so dass der Umriss des Teilchens genau extrahiert werden konnte. Teilchen, die außerhalb des Bildes liegen, und undeutliche Teilchen wurden von der Messung ausgeschlossen.

**[0132]** Die gemessene Teilchengröße (Länge) wurde als „Querschnittslänge des Teilchens“ definiert, und der berechnete Wert des Verhältnisses von Fläche zu Größe (Länge) (Fläche/Größe (Länge)) wurde als „Querschnittsdicke des Teilchens“ definiert. Der berechnete Wert des Verhältnisses der Querschnittslänge des Teilchens zur Querschnittsdicke eines Teilchens (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) wurde als „Aspektverhältnis des Teilchens“ definiert.

Teilchen-Querschnittslänge = Gemessener Wert der Größe (Länge)  
 Teilchen-Querschnittsdicke = Berechneter Wert der Fläche/Größe (Länge)  
 Aspektverhältnis = Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke

**[0133]** Das Verfahren wurde wiederholt, um die Werte des Seitenverhältnisses von 100 oder mehr Teilchen zu bestimmen.

((II) Bewertung der durchschnittlichen Dicke, des durchschnittlichen Aspektverhältnisses, der Standardabweichung des Aspektverhältnisses und des Zahlenanteils der metallischen Aluminiumteilchen)

**[0134]** Der Gesamtdurchschnittswert der Querschnittsdicke (Fläche/Größe (Länge)) (durchschnittliche Dicke  $t$ ) und der Durchschnittswert des Aspektverhältnisses (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) (durchschnittliches Aspektverhältnis) von 100 oder mehr Teilchen, die durch die oben beschriebene Analyse ((I)-(4)) erhalten wurden, die Standardabweichung des Aspektverhältnisses und der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einem Aspektverhältnis im Bereich von 20 oder weniger und 110 oder mehr zur Gesamtheit wurden bestimmt.

[(III) Analyse (Teilchengrößenmessung im Querschnitt: Ebenheit der Teilchen)]

((1) Bewertung der Flachheit der Teilchen)

**[0135]** Das durch das Verfahren zur Aufnahme des Teilchenquerschnitts (FE-SEM-Bild) in ((I)-(3)) erhaltene FE-SEM-Bild wurde einer Messung der Flachheit eines Aluminiumteilchens (kürzeste Länge/Teilchen-Querschnittslänge) unter Verwendung einer Bildanalysesoftware Win Roof Version 5.5 (hergestellt von MITANI CORPORATION) unterzogen.

**[0136]** In Fig. 3 ist ein Bild zur Messung der Flachheit (kürzeste Länge/Teilchen-Querschnittslänge) von Teilchen dargestellt.

**[0137]** Das gerade Linie-Tool und das gekrümmte Linie-Tool Werkzeug der Bildanalysesoftware Win Roof Version 5.5 wurden ausgewählt, und der Messwert, der durch Verbinden beider Enden eines Aluminiumteilchens im Querschnitt mit einer geraden Linie erhalten wurde, wurde als kürzeste Länge definiert, der Messwert der Linie, der durch Verbinden beider Enden entlang des Querschnitts des Aluminiumteilchens erhalten wurde, wurde als Querschnittslänge des Teilchens definiert, und der Wert (kürzeste Länge/Teilchen-Querschnittslänge) wurde als Flachheit des Aluminiumteilchens definiert.

**[0138]** Das Verfahren wurde wiederholt, um Werte für die Flachheit von 100 Teilchen zu erhalten.

**[0139]** Die für die Ermittlung der Flachheitswerte ausgewählten Aluminiumteilchen hatten eine Größe innerhalb von  $\pm 50\%$  der mittleren Teilchengröße  $d_{50}$ , die später beschrieben wird.

**[0140]** Mit Annäherung des Flachheitswerts an 1,00 nimmt das Ausmaß an Verbiegung, Verzerrung und dergleichen ab.

((2) Mittlere Teilchengröße  $d_{50}$ )

**[0141]** Die mittlere Teilchengröße ( $d_{50}$ ) des Aluminiumpigments wurde mit einem Laserbeugungs-/Streu-Teilchengrößenverteilungsanalysator (LA-300, hergestellt von Horiba, Ltd.) gemessen.

**[0142]** Als Lösungsmittel für die Messung wurde Testbenzin (mineral spirit) verwendet.

**[0143]** Die Messung wurde gemäß der Bedienungsanleitung für das Gerät durchgeführt. Als Vorbehandlung wurde die Aluminiumpigmentprobe 2 Minuten lang mit Ultraschall dispergiert, dann in einen Dispersionsbehälter gegeben, und die Messung wurde nach Bestätigung der geeigneten Konzentration gestartet.

**[0144]** Nach Abschluss der Messung wurde  $d_{50}$  automatisch angezeigt.

((3) Anteil planarer Teilchen)

**[0145]** Aus den wie oben beschrieben ermittelten Werten der Flachheit (kürzeste Länge/Querschnittslänge der Teilchen) von 100 Teilchen wurde der Schwellenwert für die Flachheit der Teilchen auf 0,95 festgelegt und der Anteil der Aluminiumteilchen mit einer Flachheit im Bereich von 0,95 bis 1,00 wurde bestimmt.

**[0146]** In dem Aluminiumpigment der vorliegenden Ausführungsform betrug der zahlenmäßige Anteil der planaren Teilchen mit einer Flachheit im Bereich von 0,95 bis 1,00 60% oder mehr.

[(IV) Zahlenanteil von Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$ ]

((1) Herstellung einer beschichteten Platte)

**[0147]** Unter Verwendung der in den später beschriebenen Beispielen und Vergleichsbeispielen erhaltenen Aluminiumpigmente wurden metallische Beschichtungsmaterialien mit der folgenden Zusammensetzung hergestellt.

Aluminium-Pigment: 0.25 g

Verdünner: 12.75 g

(hergestellt von Kansai Paint Co., Ltd., Handelsname „Acrylic 2000GL Thinner“)

Acrylharz: 97.00 g

(hergestellt von Kansai Paint Co., Ltd., Handelsname „Acrylic 2000 Clear“)

**[0148]** Anschließend wurde das hergestellte Beschichtungsmaterial 10 Minuten lang mit einem Farbschüttler geschüttelt, mit einem Stabbeschichter Nr. 6 auf ein Testpapier für das Deckungsverhältnis/den Deckgrad (hergestellt von Taiyu Kizai Co., Ltd., Handelsname: Hiding ratio test paper H-100, konform mit JIS) aufgetragen und bei Raumtemperatur getrocknet, um eine beschichtete Platte für die Auswertung zu erhalten.

((2) Aufnahme des Beobachtungsbildes der Teilchenoberfläche des Aluminiumpigments)

**[0149]** Der in ((1) Herstellung einer beschichteten Platte) erhaltene Beschichtungsfilm (beschichtete Platte) wurde mit einem Mikroskop (KH-3000, hergestellt von Hirox) betrachtet, um ein Beobachtungsbild der Teilchenoberfläche des Beschichtungsfilms zu erhalten.

**[0150]** Die Bildvergrößerung wurde auf 2100 eingestellt, und für jede Probe wurden 10 Sichtfelder fotografiert.

((3) Analyse (Teilchenzählung, Größenmessung))

**[0151]** Das durch das Beobachtungsbildaufnahmeverfahren erhaltene Bild der Oberfläche der Aluminiumpigmentteilchen in ((IV)-(2)) wurde mit der Bildanalysesoftware Image Pro Plus Version 7.0 (hergestellt von Media Cybernetics, Inc.) analysiert. Die Durchmesser aller Aluminiumteilchen, die auf dem Bild eindeutig

identifiziert werden konnten, ohne dass sie unterbrochen waren, wurden gemessen. Die Gesamtzahl der Teilchen wurde auf 100 oder mehr festgelegt, und der Zahlenanteil der Teilchen mit einer Größe von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  zur Gesamtzahl wurde berechnet. Dabei wurden Teilchen mit einer unklaren Form aufgrund von Überlappungen von Teilchen sowie Teilchen mit einer unklaren Kontur, die kaum zu erkennen waren, von der Messung ausgeschlossen.

**[0152]** Bei der Methode der Teilchenextraktion wurden die Umrisse der Teilchen durch manuelle Messung genau extrahiert, und die Größe (Durchschnitt) wurde als Messgröße gewählt, um den Wert der Größe der Teilchen zu bestimmen.

((4) Bewertung des Zahlenanteils von Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$ )

**[0153]** Die Analyse von ((IV)-(3)) wurde für 10 Felder pro Probe durchgeführt, und der zahlenmäßige Anteil der Teilchen mit einer Größe (Durchschnitt) von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  zu einer Gesamtzahl von 100 oder mehr Aluminiumteilchen wurde für alle 10 Felder bestimmt.

**[0154]** Wenn die Anzahl der gemessenen Teilchen weniger als 100 betrug, wurden die Bilder erneut aufgenommen und die Anzahl der Sichtfelder wurde erhöht, um die Anzahl der gemessenen Teilchen auf 100 oder mehr zu erhöhen.

[(V) Arithmetische mittlere Höhe der Oberflächenrauigkeit der Teilchen: Sa]

**[0155]** Die arithmetische mittlere Höhe der Oberflächenrauigkeit der metallischen Aluminiumteilchen Sa in dem Aluminiumpigment wurde gemäß folgender Methode gemessen.

((1) Vorbehandlung)

**[0156]** Da es sich bei den in den später beschriebenen Beispielen und Vergleichsbeispielen erhaltenen Aluminiumpigmenten um ein Gemisch mit Testbenzin (mineral spirit) und Solvent Naphtha handelte, wurden sie einer Wäsche unterzogen.

**[0157]** Eine Al-Paste (Aluminiumpigment) in einer Menge von 100 mg wurde in einem Schraubröhrchen aufgenommen und mit 5 ml Toluol versetzt.

**[0158]** Die Mischung wurde mehrere zehn Sekunden lang von Hand geschüttelt, um sie zu dispergieren, und anschließend wurde zentrifugiert.

**[0159]** Nach Entfernen des Überstands wurden erneut 5 ml Toluol zugegeben, und die Dispergierung und Zentrifugation wurden auf die gleiche Weise durchgeführt.

**[0160]** Eine kleine Menge (etwa einige mg) der niedergeschlagenen Al-Masse wurde gesammelt, in 5 ml Toluol dispergiert, auf einen quadratischen Siliziumwafer von 1  $\text{cm}^2$  Größe getropft und an der Luft getrocknet.

((2) Aufnahme des Bildes für die Messung)

**[0161]** Die arithmetische mittlere Höhe der Oberflächenrauigkeit Sa von Teilchen wurde unter den folgenden Bedingungen gemessen.

**[0162]** Es wurden Teilchen ausgewählt, die ein quadratisches Sichtfeld von 4  $\mu\text{m}$  im Quadrat zuließen, und ein Bild für die Messung wurde unter den folgenden Bedingungen aufgenommen.

Gerät: AFM5100N hergestellt von Hitachi High-Tech Corporation

Messmodus: DFM

Sonde: PRC-DF40P

Sichtfeld der Messung: 4  $\mu\text{m}$  Quadrat, 512 Pixel

((3) Analyse und Berechnung von Sa)

**[0163]** Die Analyse wurde mit einer mit dem Gerät verbundenen Analysesoftware durchgeführt.

**[0164]** Nach Durchführung der primären Neigungskorrektur wurde Sa mit Hilfe einer Rauheitsanalysefunktion berechnet.

Software: AFM5000II

Korrektur nach Messung: primäre Neigungskorrektur

Messung der Rauigkeit: Sa (automatische Berechnung)

[(VI) Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit und des Glanzes]

((1) Herstellung des Beschichtungsmaterials und der beschichteten Platte)

**[0165]** Unter Verwendung der in den später beschriebenen Beispielen und Vergleichsbeispielen erhaltenen Aluminiumpigmente wurden metallische Beschichtungsmaterialien mit der folgenden Zusammensetzung hergestellt.

Aluminiumpigment: 1,25 g

Zugemischter Verdünner: 8,75 g

(Mischungsverhältnis der Lösungsmittel: 40 Massen-% Methylethylketon, 40 Massen-% Ethylacetat und 20 Massen-% Isopropylalkohol)

Polyurethanharz: 4,00 g

(Handelsname „SANPRENE IB Series 1700D“, hergestellt von Sanyo Chemical Industries, Ltd.)

**[0166]** Anschließend wurde das hergestellte Beschichtungsmaterial mit einem Magnetrührer bei einer Umdrehungszahl von 500 U/min 20 Minuten lang dispergiert, mit einem Stabbeschichter Nr. 6 auf eine PET-Folie aufgetragen und bei Raumtemperatur getrocknet, um eine beschichtete Platte für die Bewertung zu erhalten.

((2) Messung der Dichte/Kompaktheit, Leuchtdichte, Helligkeit und des Glanzes)

(i) Dichte

**[0167]** Als Bewertungsindex für die Dichte (denseness) wurde die Körnigkeit mit BYKmac (hergestellt von BYK Gardner GmbH) bewertet.

**[0168]** Zur Bewertung der Körnigkeit wurde diffuses Licht (-15 Grad, 45 Grad, 75 Grad) mit einer Detektorkamera (0 Grad) erfasst und die Gleichmäßigkeit in den hellen und dunklen Bereichen wurde numerisch ausgedrückt.

**[0169]** Der Messwert der Gleichmäßigkeit in den hellen und dunklen Bereichen wurde durch Ablesen des Wertes der Körnigkeit ermittelt, der mit abnehmendem Wert eine höhere Dichte darstellt.

(ii) Leuchtdichte und Helligkeit

**[0170]** Leuchtdichte (luminance) und Helligkeit (brightness) wurden mit einem Farbmessgerät VC-2 (hergestellt von Suga Test Instruments Co., Ltd.) bewertet.

**[0171]** Die Leuchtdichte wurde bei einem Einfallswinkel von 45 Grad und einem Lichtempfangswinkel von 5 Grad (L5) gemessen, was nahe spiegelreflektiertem Licht ist, wobei das auf der Beschichtungsoberfläche reflektierte Licht im Bereich der spiegelnden Reflexion ausgeschlossen wurde. Außerdem wurde die Helligkeit bei einem um 50 Grad auf 55 Grad verschobenen Lichtempfangswinkel (L55) gemessen.

**[0172]** Die Leuchtdichte ist ein Parameter, der proportional zu der Lichtintensität der spiegelnden Reflexion des Aluminiumpigments ist. Mit steigendem Messwert erhöht sich die Lichtintensität der Spiegelreflexion, so dass die Leuchtdichte als hervorragend eingestuft wird.

**[0173]** Die winkelabhängigen Helligkeitsänderungen können erfasst werden, und mit Zunahme des L-Wert für jeden Winkel wird das in diesem Winkel reflektierte Licht stärker, und, je größer der gemessene Wert ist, desto höher ist die Helligkeit.

## (iii) Glanz

**[0174]** Der Glanz wurde mit dem UGV-5D (hergestellt von Suga Test Instruments Co., Ltd.) bewertet. Bei der Messung des Reflexionsvermögens bei einem Einfallswinkel von 60 Grad und einem Lichtempfangswinkel von 60 Grad, entsprechend Spiegelglanz bei 60 Grad, wurde, je höher die Spiegelreflexion bei 60 Grad ist, desto höher der Glanz des Beschichtungsfilms eingestuft, was zu besseren optischen Eigenschaften führt.

## [(VII) Bewertung der leichten Dispergierbarkeit]

## ((1) Herstellung der Bewertungsprobe)

**[0175]** Unter Verwendung der in den später beschriebenen Beispielen und Vergleichsbeispielen erhaltenen Aluminiumpigmente wurden Proben für die Bewertung aus der folgenden Zusammensetzung hergestellt.

- (i) In einen Einwegbecher (500 ml) wurden 10 g einer Aluminiumpigmentprobe eingewogen.
- (ii) Zu (i) wurden 100 ml Xylol hinzugefügt, um eine Testprobe zu erhalten.

## ((2) Auswertung des Tests zur leichten Dispergierbarkeit)

**[0176]** Die nach (1) hergestellte Bewertungsprobe wurde einem Test nach nach der folgenden Bestimmungsmethode unterzogen.

- (i) Die Testprobe wurde durch Rühren bei 500 U/min mit einem Three-One-Motor für 1 Minute dispergiert.
- (ii) Die Dispersion wurde in einen anderen Einwegbecher überführt und das Vorhandensein oder Fehlen einer nicht dispergierten Probe auf dem Boden des Einwegbechers wurde überprüft.
- (iii) Wenn eine nicht dispergierte Probe vorhanden war, wurde die übertragene Dispersion zurückgegeben und die Messvorgänge von (i) bis (ii) wurden wiederholt, bis die nicht dispergierte Probe verschwand.
- (iv) Anhand der Zeit, die für das Verschwinden der nicht dispergierten Probe benötigt wurde, wurde die Dispergierbarkeit mit Abnahme der Zeit als besser beurteilt.

## [Beispiel A1]

**[0177]** Eine Kugelmühle mit einem Innendurchmesser von 2 m und einer Länge von 30 cm wurde mit einer Formulierung gefüllt, die 9,5 kg zerstäubtes Aluminiummetallpulver als Rohmaterial (mittlere Teilchengröße: 2,1 µm), 45,8 kg Testbenzin (mineral spirit) und 570 g Ölsäure enthielt, und die Formulierung wurde mit 309 kg Zirkoniumdioxidkugeln mit einem Durchmesser von 0,8 mm gemahlen.

**[0178]** Es wurden Zirkoniumdioxidkugeln verwendet, die 94 Massen-% oder mehr  $ZrO_2$  als Hauptbestandteil enthielten und die eine Rundheit von 95 % oder mehr aufwiesen.

**[0179]** Die Drehzahl der Kugelmühle wurde auf 13 Umdrehungen pro Minute (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 43 %) eingestellt, und das Mahlen wurde 150 Stunden lang durchgeführt.

**[0180]** Nach dem Mahlen wurde die Aufschlämmung in der Mühle mit Testbenzin (mineral spirit) ausgewaschen und mit einem Flüssigkeits-Zyklon-Sichter klassiert. Zunächst wurde der obere Düsendurchmesser auf 5 mm und der untere Düsendurchmesser auf 2 mm eingestellt, und der Druck wurde auf 0,4 MPa eingestellt. Die Aufschlämmung wurde dann einem Hydrozyklon-Klassierer vom Zwei-Flüssigkeits-Trennungs-Typ zugeführt, um auf der Oberseite eine klassierte Aufschlämmung zu erhalten. Anschließend wurde der obere Düsendurchmesser auf 3 mm, der mittlere Düsendurchmesser auf 6 mm, der untere Düsendurchmesser auf 1,5 mm und der Druck auf 0,6 MPa eingestellt. Dann wurde die Aufschlämmung in einen Hydrozyklon-Klassierer vom Drei-Flüssigkeits-Trennungs-Typ geleitet, um an der Unterseite eine klassierte Aufschlämmung zu erhalten. Die durch die Klassierung erhaltene Aufschlämmung wurde mit einem Filter filtriert und konzentriert, um einen Kuchen mit einem Heizrückstand von 76 Massen-% zu erhalten.

**[0181]** Zu dem erhaltenen Kuchen, der in einen Vertikalmischer gegeben wurde, wurde eine vorher festgelegte Menge Solvent Naphtha hinzugefügt, und das Gemisch wurde 20 Minuten gemischt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 66 Massen-% zu erhalten.

**[0182]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der durchschnittlichen Dicke der metallischen Aluminiumteilchen, des durchschnittlichen Aspektverhältnisses, der Standardabweichung des Aspektverhältnisses, des Zahlenanteils der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 20 oder weniger und des Zahlenanteils der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 110 oder mehr, des Anteils der planaren Teilchen, der arithmetischen mittleren Höhe der Oberflächenrauigkeit  $S_a$  der Teilchen und des Zahlenanteils der Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  gemäß den oben beschriebenen (I) bis (V) und einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle A1 aufgeführt.

[Beispiel A2]

**[0183]** Das atomisierte Aluminiummetallpulver (mittlere Teilchengröße: 2,5  $\mu\text{m}$ ) wurde unter Verwendung von Zirkoniumdioxidkugeln mit einem Durchmesser von 1,3 mm gemahlen.

**[0184]** Die Drehzahl der Kugelmühle wurde auf 17 Umdrehungen pro Minute eingestellt (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 57 %), und das Mahlen erfolgte für 50 Stunden.

**[0185]** Bezüglich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Verfahren wie in [Beispiel A1] durchgeführt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 70 Massen-% zu erhalten.

**[0186]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle A1 aufgeführt.

[Beispiel A3]

**[0187]** Die in den folgenden Punkten (1) und (2) erhaltenen Aluminiumpigmente wurden im Verhältnis 1:1 gemischt, um ein Aluminiumpigment zu erhalten.

(1) Unter Verwendung eines atomisierten Aluminiummetallpulvers (mittlere Teilchengröße: 1,9  $\mu\text{m}$ ) als Rohmaterial wurde mit einer Formulierung aus 53,4 kg Testbenzin (mineral sprit) und 950 g Ölsäure aufgefüllt, und es wurde mit 309 kg Zirkoniumdioxidkugeln mit einem Durchmesser von 1,7 mm gemahlen.

**[0188]** Die Drehzahl der Kugelmühle wurde auf 13 Umdrehungen pro Minute eingestellt (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 43 %), und es wurde für 80 Stunden gemahlen.

**[0189]** Bezüglich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel A1] durchgeführt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 68 Massen-% zu erhalten.

**[0190]** (2) Weiterhin wurden unter Verwendung eines atomisierten Aluminiummetallpulvers (mittlere Teilchengröße: 2,8  $\mu\text{m}$ ) als Rohmaterial die gleichen Bedingungen wie in (1) beschrieben angewandt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 70 Massen-% zu erhalten.

**[0191]** (3) Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle A1 dargestellt.

[Beispiel A4]

**[0192]** Die Drehzahl der Kugelmühle wurde auf 17 Umdrehungen pro Minute festgelegt (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 57 %).

**[0193]** Bezüglich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel A1] durchgeführt.

**[0194]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle A1 dargestellt.

## [Vergleichsbeispiel A1]

**[0195]** Das Mahlen erfolgte unter Verwendung derselben Formulierung und derselben Mahlbedingungen wie in [Beispiel A1] beschrieben.

**[0196]** Nach dem Mahlen wurde die Aufschlämmung in der Mühle mit Testbenzin (mineral spirit) ausgewaschen, auf ein 400-mesh-Vibrationssieb gegeben, um grobe Teilchen zu entfernen, mit einem Filter filtriert und konzentriert, um einen Kuchen mit einem Heizrückstand von 74 Massen-% zu erhalten (es wurde kein Klassierungsschritt durchgeführt).

**[0197]** Der so entstandene Kuchen wurde in einen Vertikalmischer überführt und mit einer bestimmten Menge Solvent Naphtha versetzt. Die Mischung wurde 20 Minuten gemischt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 64 Massen-% zu erhalten.

**[0198]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle A1 dargestellt.

## [Vergleichsbeispiel A2]

**[0199]** Das Mahlen erfolgte mit einer Kugelmühle, die mit der gleichen Formulierung wie in [Beispiel A1] oben gefüllt war, wobei die Umdrehungszahl der Kugelmühle auf 25 U/min geändert wurde (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Umdrehungszahl: 83 %).

**[0200]** Nach dem Mahlen wurde die Aufschlämmung in der Mühle mit Testbenzin (mineral spirit) ausgewaschen, auf ein 400-mesh-Vibrationssieb gegeben, um grobe Teilchen zu entfernen, mit einem Filter filtriert und konzentriert, um einen Kuchen mit einem Heizrückstand von 72 Massen-% zu erhalten (es wurde kein Klassierungsschritt durchgeführt).

**[0201]** Der so entstandene Kuchen wurde in einen Vertikalmischer überführt und mit einer bestimmten Menge Solvent Naphtha versetzt. Die Mischung wurde 20 Minuten gemischt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 62 Massen-% zu erhalten.

**[0202]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle A1 dargestellt.

## [Vergleichsbeispiel 3]

**[0203]** Das Mahlen erfolgte an einem atomisiertem Aluminiummetallpulver (mittlere Teilchengröße: 6,5 µm) als Rohmaterial. Hinsichtlich der anderen Formulierungen und der Mahlbedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel A1] durchgeführt.

**[0204]** Nach dem Mahlen wurde die Aufschlämmung in der Mühle mit Testbenzin (mineral spirit) ausgewaschen, auf ein Vibrationssieb mit 400 Maschen gegeben, um grobe Teilchen zu entfernen, mit einem Filter filtriert und konzentriert, um einen Kuchen mit einem Heizrückstand von 76 Massen-% zu erhalten (es wurde kein Klassierungsschritt durchgeführt).

**[0205]** Der so entstandene Kuchen wurde in einen Vertikalmischer überführt und mit einer bestimmten Menge Solvent Naphtha versetzt. Die Mischung wurde 20 Minuten gemischt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 66 Massen-% zu erhalten.

**[0206]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle A1 aufgeführt.

## [Vergleichsbeispiel 4]

**[0207]** Das Mahlen erfolgte an einem atomisiertem Aluminiummetallpulver (mittlere Teilchengröße: 2,2 µm) als Rohmaterial.

**[0208]** Es wurde 110 Stunden gemahlen, wobei die Drehzahl der Kugelmühle auf 11 U/min eingestellt wurde (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 37 %).

**[0209]** Für die anderen Formulierungen und die Mahlbedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel A1] durchgeführt.

**[0210]** Nach dem Mahlen wurde die Aufschlämmung in der Mühle mit Testbenzin (mineral spirit) ausgewaschen, auf ein 400-mesh-Vibrationssieb gegeben, um grobe Teilchen zu entfernen, mit einem Filter filtriert und konzentriert, um einen Kuchen mit einem Heizrückstand von 78 Massen-% zu erhalten (es wurde kein Klassierungsschritt durchgeführt).

**[0211]** Der resultierende Kuchen wurde in einen Vertikalmischer überführt und mit einer bestimmten Menge Solvent Naphtha versetzt. Die Mischung wurde 20 Minuten gemischt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 68 Massen-% zu erhalten.

**[0212]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle A1 aufgeführt.

[Tabelle A1]

Tabelle A1

	Mittlere Teilchendicke (µm)	Mittleres Aspektverhältnis	Standardabweichung des Aspektverhältnisses	Anteil von Teilchen mit Aspektverhältnis von 20 oder weniger (%)	Anteil von Teilchen mit Aspektverhältnis von 110 oder mehr (%)	Arithmetische mittlere Höhe Sa (nm)	Anteil von Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0 µm (%)
Beispiel A1	0,067	67,9	32,0	7,2	11,3	6,2	12,0
Beispiel A2	0,135	42,3	17,9	6,5	0	8,5	8,2
Beispiel A3	0,085	51,8	22,1	13,3	2,2	9,3	10,3
Beispiel A4	0,043	84,8	44,7	8,5	24,6	10,5	14,4
Vergleichsbeispiel A1	0,061	91,0	70,4	30,9	35,5	9,1	13,5
Vergleichsbeispiel A2	0,039	102,2	69,1	30,1	36,2	21,3	70,4
Vergleichsbeispiel A3	0,223	78,9	55,5	32,1	34,1	12,2	11,6
Vergleichsbeispiel A4	0,075	53,5	14,8	31,6	0	5,4	7,8

	Anteil flacher Teilchen	Dichte/Körnigkeit	Leuchtdichte L5	Helligkeit L55	Leichte Dispergierbarkeit (Minuten)	Glanz
Beispiel A1	67	2,3	490	20	3	131
Beispiel A2	71	2,6	478	18	2	112
Beispiel A3	64	2,4	460	19	3	119
Beispiel A4	61	1,9	534	21	3	140
Vergleichsbeispiel A1	66	2,4	394	10	7	132

	Anteil flacher Teilchen	Dichte/Körnigkeit	Leuchtdichte L5	Helligkeit L55	Leichte Dispergierbarkeit (Minuten)	Glanz
Vergleichsbeispiel A2	58	1,9	378	9	8	138
Vergleichsbeispiel A3	69	3,7	470	10	6	123
Vergleichsbeispiel A4	78	2,4	464	9	3	119

**[0213]** Aus Tabelle A1 geht hervor, dass das Aluminiumpigment der vorliegenden Erfindung dicht ist, eine extrem hohe Leuchtdichte und Helligkeit aufweist und außerdem eine gute Dispersion/Verarbeitbarkeit besitzt.

[Beispiel B1]

**[0214]** Eine Kugelmühle mit einem Innendurchmesser von 2 m und einer Länge von 30 cm wurde mit einer Formulierung gefüllt, die 9,5 kg metall-atomisiertes Aluminiumpulver (mittlere Teilchengröße: 2,4 µm), 45,8 kg Testbenzin (mineral spirit) und 570 g Ölsäure enthielt, und die Formulierung wurde mit 309 kg Zirkoniumdioxidkugeln mit einem Durchmesser von 0,8 mm gemahlen.

**[0215]** Es wurden Zirkoniumdioxidkugeln verwendet, die 94 Massen-% oder mehr  $ZrO_2$  als Hauptbestandteil enthielten und eine Rundheit von 95 % oder mehr aufwiesen.

**[0216]** Die Drehzahl der Kugelmühle wurde auf 13 Umdrehungen pro Minute eingestellt (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 43 %), und die erste Mahlstufe wurde über 100 Stunden durchgeführt.

**[0217]** Nach der ersten Mahlstufe wurden 9,2 kg Testbenzin (mineral spirit) und 114 g Ölsäure in die Kugelmühle gegeben, die Drehzahl der Kugelmühle wurde auf 23 U/min eingestellt (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 77 %), und die zweite Mahlstufe wurde über 6 Stunden durchgeführt.

**[0218]** Nach dem Mahlen wurde die Aufschlämmung in der Mühle mit Testbenzin (mineral spirit) ausgewaschen und mit einem Flüssigkeits-Zyklon-Sichter klassiert. Der Durchmesser der oberen Düse wurde auf 5 mm, der Durchmesser der unteren Düse auf 2 mm und der Druck auf 0,4 MPa eingestellt. Die Aufschlämmung wurde dann einem Hydrozyklon-Klassifizierer vom Zwei-Flüssigkeits-Trenntyp zugeführt, um an der Oberseite eine klassierte Aufschlämmung zu erhalten. Die durch die Klassierung erhaltene Aufschlämmung wurde mit einem Filter filtriert und konzentriert, um einen Kuchen mit einem Heizrückstand von 76 Massen-% zu erhalten.

**[0219]** Zu dem erhaltenen Kuchen, der in einen Vertikalmischer gegeben wurde, wurde eine vorher festgelegte Menge Solvent-Naphtha hinzugefügt, und das Gemisch wurde 20 Minuten gemischt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 66 Massen-% zu erhalten.

**[0220]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der durchschnittlichen Dicke der metallischen Aluminiumteilchen, des durchschnittlichen Aspektverhältnisses, der Standardabweichung des Aspektverhältnisses, des Zahlenanteils von Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 20 oder weniger und des Zahlenanteils von Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 110 oder mehr, des Anteils flacher Teilchen, der arithmetischen mittleren Höhe der Oberflächenrauheit  $S_a$  der Teilchen und des Zahlenanteils der Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0 µm gemäß den oben beschriebenen (I) bis (V) und einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Beispiel B2]

**[0221]** Das Mahlen erfolgte an einem Rohmaterial aus metallzerstäubtem Aluminiumpulver (durchschnittliche Teilchengröße: 2,5 µm) unter Verwendung von Zirkoniumdioxidkugeln mit einem Durchmesser von 1,3 mm.

**[0222]** In der ersten Mahlstufe wurde die Umdrehungszahl der Kugelmühle auf 10 U/min (Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Umdrehungszahl: 33 %) eingestellt, und das Mahlen wurde 60 für Stunden durchgeführt.

**[0223]** In der zweiten Mahlstufe wurde die Drehzahl der Kugelmühle auf 23 U/min (Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 77 %) eingestellt, und das Mahlen wurde für 10 Stunden durchgeführt. Hinsichtlich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel B1] durchgeführt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 68 Massen-% zu erhalten

**[0224]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Beispiel B3]

**[0225]** Es wurde ein zerstäubtes Aluminiummetallpulver (mittlere Teilchengröße: 2,3 µm) als Rohmaterial mit Zirkoniumdioxidkugeln mit einem Durchmesser von 1,0 mm gemahlen.

**[0226]** In der ersten Mahlstufe wurde die Drehzahl der Kugelmühle auf 11 U/min (Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 37 %) eingestellt, und das Mahlen wurde für 70 Stunden durchgeführt.

**[0227]** Bei der zweiten Mahlstufe wurde die Drehzahl der Kugelmühle auf 23 U/min (Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 77 %) eingestellt und das Mahlen wurde für 7 Stunden durchgeführt. Hinsichtlich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel B1] durchgeführt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 66 Massen-% zu erhalten

**[0228]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Beispiel B4]

**[0229]** Das Mahlen erfolgte an einem atomisierten Aluminiummetallpulver (mittlere Teilchengröße: 3,2 µm) unter Verwendung von Zirkoniumdioxidkugeln mit einem Durchmesser von 1,7 mm.

**[0230]** In der ersten Mahlstufe wurde die Drehzahl der Kugelmühle auf 10 U/min eingestellt (Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 33 %), und das Mahlen wurde für 45 Stunden durchgeführt.

**[0231]** In der zweiten Mahlstufe wurde die Drehzahl der Kugelmühle auf 23 U/min (Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 77 %) eingestellt, und die Mahlung wurde für 12 Stunden durchgeführt. Hinsichtlich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel B1] durchgeführt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 70 Massen-% zu erhalten

**[0232]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Beispiel B5]

**[0233]** Das Mahlen erfolgte an einem atomisierten Aluminiummetallpulver (mittlere Teilchengröße: 2,8 µm) als Rohmaterial unter Verwendung von Zirkoniumdioxidkugeln mit einem Durchmesser von 1,3 mm.

**[0234]** In der ersten Mahlstufe wurde die Umdrehungszahl der Kugelmühle auf 12 U/min (Verhältnis Rotationsgeschwindigkeit/kritische Umdrehungszahl: 40 %) eingestellt, und das Mahlen wurde für 50 Stunden durchgeführt.

**[0235]** Hinsichtlich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel B1] durchgeführt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 69 Massen-% zu erhalten

**[0236]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Vergleichsbeispiel B1]

**[0237]** Das Mahlen erfolgte unter Verwendung der Kugelmühle, die mit der gleichen Formulierung wie in [Beispiel B1] oben beschrieben gefüllt war, unter den Bedingungen der ersten Mahlstufe mit einer Drehzahl der Kugelmühle von 6 U/min (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 20 %) für 100 Stunden.

**[0238]** In der zweiten Mahlstufe wurde die Drehzahl der Kugelmühle wie in der ersten Stufe auf 6 U/min (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 20 %) eingestellt, und das Mahlen wurde für 8 Stunden durchgeführt.

**[0239]** Bezüglich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel B1] durchgeführt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 70 Massen-% zu erhalten.

**[0240]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Vergleichsbeispiel B2]

**[0241]** Unter Verwendung des gleichen atomisiertem Aluminiummetallpulver wie in [Beispiel B1] beschrieben, wurde mit einer Formulierung aus 42 kg Testbenzin (mineral spirit) und 950 g Stearylamin gefüllt, und es wurde mit 408 kg Stahlkugeln mit einem Durchmesser von 0,8 mm gemahlen.

**[0242]** Unter den Bedingungen der ersten Mahlstufe mit einer auf 13 U/min eingestellten Drehzahl der Kugelmühle (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 43 %) wurde ein Mahlen durchgeführt.

**[0243]** Nach der ersten Mahlstufe wurden 8,4 kg Testbenzin (mineral spirit) und 190 g Stearylamin in die Kugelmühle gegeben, wonach die zweite Mahlstufe mit einer Drehzahl von 23 U/min (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 77 %) für 8 Stunden durchgeführt wurde.

**[0244]** Hinsichtlich der anderen Bedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel B1] durchgeführt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 64 Massen-% zu erhalten.

**[0245]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Vergleichsbeispiel B3]

**[0246]** Eine erste Mahlstufe mit einem atomisierten Aluminiummetallpulver (mittlere Teilchengröße: 6,2 µm) als Rohmaterial durchgeführt.

**[0247]** In der zweiten Mahlstufe wurde die Drehzahl der Kugelmühle auf 6 U/min (Verhältnis Drehgeschwindigkeit/kritische Drehzahl: 20 %) eingestellt, und das Mahlen wurde für 8 Stunden durchgeführt.

**[0248]** Hinsichtlich der anderen Formulierungen und Mahlbedingungen wurden die gleichen Vorgänge wie in [Beispiel B1] durchgeführt.

**[0249]** Nach dem Mahlen wurde die Aufschlämmung in der Mühle mit Testbenzin (mineral spirit) ausgewaschen, auf ein 400-mesh Rüttelsieb gegeben, um grobe Teilchen zu entfernen, mit einem Filter filtriert und konzentriert, um einen Kuchen mit einem Heizrückstand von 78 Massen-% zu erhalten (es wurde kein Klassierungsschritt durchgeführt).

**[0250]** Der erhaltene Kuchen wurde in einen Vertikalmischer überführt und mit einer bestimmten Menge Solvent Naphtha versetzt. Die Mischung wurde 20 Minuten gemischt, um ein Aluminiumpigment mit einem Heizrückstand von 68 Massen-% zu erhalten.

**[0251]** Das resultierende Aluminiumpigment wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes gemäß den oben beschriebenen Punkten (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Vergleichsbeispiel B4]

**[0252]** Ein metallbedampftes Aluminiumpigment Metalure L 55700 der Firma Eckart GmbH (kein Mahl- oder Klassierverfahren) wurde einer Bewertung der Dichte, der Leuchtdichte, der Helligkeit, der leichten Dispergierbarkeit und des Glanzes nach den oben beschriebenen (VI) und (VII) unterzogen. Die Bewertungsergebnisse sind in Tabelle B1 aufgeführt.

[Tabelle B 1]

Tabelle B1

	Mittlere Teilchendicke ( $\mu\text{m}$ )	Mittleres Aspektverhältnis	Standardabweichung des Aspektverhältnisses	Anteil von Teilchen mit Aspektverhältnis von 20 oder weniger (%)	Anteil von Teilchen mit Aspektverhältnis von 110 oder mehr (%)	Arithmetische mittlere Höhe Sa (nm)	Anteil von Teilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0 $\mu\text{m}$ (%)
Beispiel B1	0,060	70,2	47,1	31,2	6,8	7,6	28,4
Beispiel B2	0,084	67,6	34,9	33,1	3,2	3,5	35,8
Beispiel B3	0,076	64,9	40,9	35,4	4,2	11,8	36,8
Beispiel B4	0,178	46,1	17,2	33,9	0	8,9	65,4
Beispiel B5	0,130	55,3	26,4	32,0	5,3	14,0	51,2
Vergleichsbeispiel B1	0,192	28,7	16,2	35,0	0	12,9	12,2
Vergleichsbeispiel B2	0,054	104,8	68,0	32,1	15,4	19,8	71,1
Vergleichsbeispiel B3	0,234	45,9	28,7	39,2	8,7	7,2	18,1
Vergleichsbeispiel B4	0,033	102,3	72,0	13	34,0	2,5	36,8

	Anteil flacher Teilchen	Dichte/Körnigkeit	Leuchtdichte L5	Helligkeit L55	Leichte Dispergierbarkeit (Minuten)	Glanz
Beispiel B1	65	1,9	482	17	3	157
Beispiel B2	74	1,9	561	14	3	171
Beispiel B3	70	1,8	537	13	3	160
Beispiel B4	76	2,5	492	12	2	152
Beispiel B5	69	2,2	448	15	2	161
Vergleichsbeispiel B1	62	3,9	392	8	2	136
Vergleichsbeispiel B2	57	2,3	370	9	3	130
Vergleichsbeispiel B3	73	4,3	451	8	2	152
Vergleichsbeispiel B4	55	1,9	554	7	9	150

**[0253]** Aus den in Tabelle B 1 dargestellten Ergebnissen geht hervor, dass das Aluminiumpigment der vorliegenden Erfindung dicht ist, eine extrem hohe Leuchtdichte, Helligkeit und einen hohen Glanz aufweist und eine gute Dispergierbarkeit/Verarbeitbarkeit aufweist.

#### Gewerbliche Anwendbarkeit

**[0254]** Das Aluminiumpigment der vorliegenden Erfindung ist gewerblich anwendbar auf hochwertige Metallic-Beschichtungsmaterialien für Automobilkarosserien und Automobilinnenteile; metallische Beschichtungsmaterialien für die Autoreparatur; metallische Beschichtungsmaterialien für Haushaltsgeräte; metallische Beschichtungsmaterialien für optische Geräte wie Mobiltelefone, Smartphones, PCs, Tablets, Kameras und Fernsehgeräte; PCM, metallische Beschichtungsmaterialien für den industriellen Einsatz; hochwertige Metallic-Druckfarben für den Tiefdruck, Offsetdruck oder Siebdruck; und Materialien zum Kneten hochwertiger Metallic-Harze.

**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

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

**Zitierte Patentliteratur**

- JP 200382258 A [0012]
- JP 2014159583 A [0012]
- WO 2004087816 [0012]
- JP 2002528639 A [0012]
- WO 2019077904 [0012]
- WO 2017030077 [0012]

### Patentansprüche

1. Aluminiumpigment, umfassend metallische Aluminiumteilchen mit einer durchschnittlichen Dicke von 0,02 bis 0,20  $\mu\text{m}$ , einem durchschnittlichen Aspektverhältnis (Teilchen-Querschnittslänge/Teilchen-Querschnittsdicke) von 40 bis 100 und einer Standardabweichung des Aspektverhältnisses von 15 bis 70.
2. Aluminiumpigment nach Anspruch 1, wobei der Zahlenanteil der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 20 oder weniger 30 % oder weniger der Gesamtheit beträgt.
3. Aluminiumpigment nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Zahlenanteil der Teilchen mit einem Aspektverhältnis von 110 oder mehr 30 % oder weniger der Gesamtheit beträgt.
4. Aluminiumpigment nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Teilchen eine arithmetische mittlere Höhe der Oberflächenrauigkeit  $S_a$  von 2 bis 15 nm aufweisen.
5. Aluminiumpigment nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Teilchen eine mittlere Dicke von 0,03 bis 0,15  $\mu\text{m}$  aufweisen.
6. Aluminiumpigment nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Teilchen ein mittleres Aspektverhältnis von 40 bis 90 aufweisen.
7. Aluminiumpigment nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei der Zahlenanteil der metallischen Aluminiumteilchen mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 2,0  $\mu\text{m}$  15 bis 70 % zur Gesamtheit der metallischen Aluminiumteilchen beträgt.
8. Aluminiumpigment nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei die Teilchen planare Teilchen mit einer Flachheit (kürzeste Länge/Teilchen-Querschnittslänge) von 0,95 bis 1,00 in einem Zahlenanteil von 60% oder mehr umfassen.
9. Verfahren zur Herstellung des Aluminiumpigments nach einem der Ansprüche 1 bis 8, umfassend einen Schritt des Mahlens metallischem Aluminiumpulver als Rohmaterial mit einer Mahlvorrichtung und einen Schritt des Klassierens einer Aufschlämmung nach dem Mahlen.
10. Verfahren zur Herstellung des Aluminiumpigments nach Anspruch 9, wobei der Schritt des Mahlens in zwei Stufen durchgeführt wird.
11. Beschichtungsmaterialzusammensetzung, welche das Aluminiumpigment nach einem der Ansprüche 1 bis 8 enthält.
12. Druckfarbenzusammensetzung, welche das Aluminiumpigment nach einem der Ansprüche 1 bis 8 enthält.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

FIG. 1

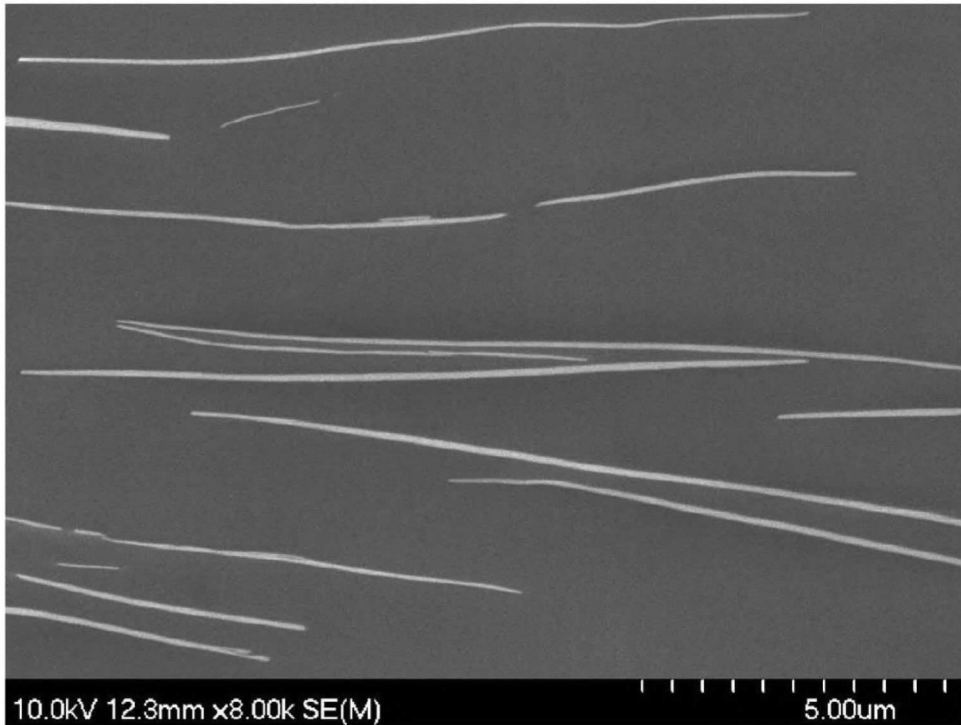


FIG. 2

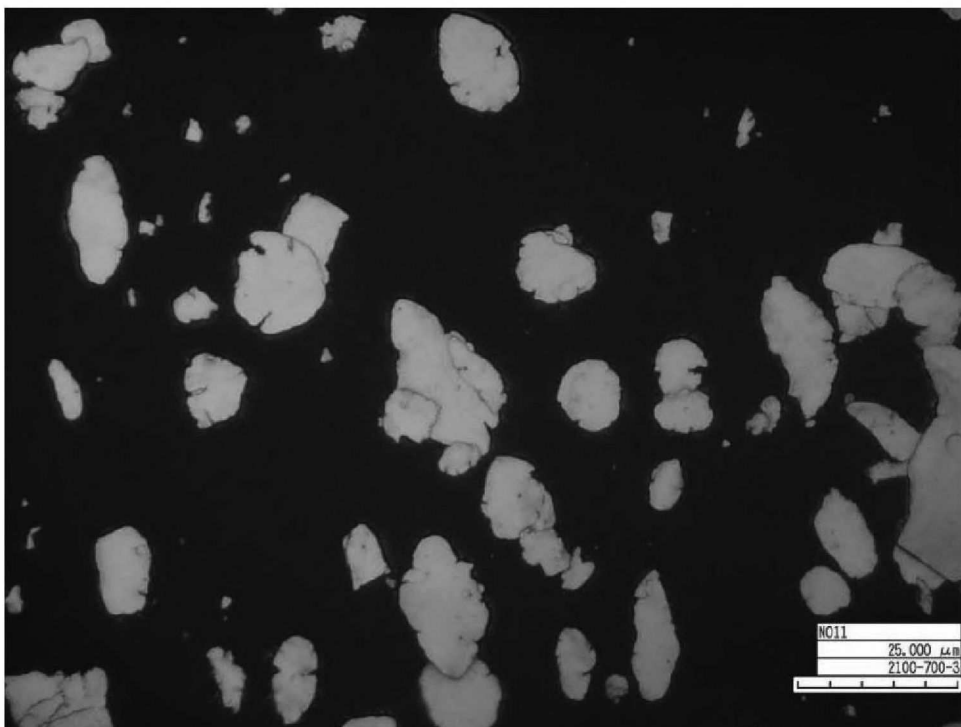


FIG. 3

