



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21), (22) Заявка: 2007126813/12, 15.12.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
15.12.2005

(30) Конвенционный приоритет:  
16.12.2004 US 60/636,681

(43) Дата публикации заявки: 27.01.2009

(45) Опубликовано: 10.08.2009 Бюл. № 22

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: WO 02/078862 A2, 10.10.2002. EP 1452242  
A2, 01.09.2004. EP 1016466 A2, 05.07.2000. WO  
9912662 A1, 18.03.1999. RU 2181789 C2,  
27.04.2002.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную  
фазу: 16.07.2007

(86) Заявка РСТ:  
US 2005/045476 (15.12.2005)

(87) Публикация РСТ:  
WO 2006/066027 (22.06.2006)

Адрес для переписки:  
129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,  
ООО "Юридическая фирма Городисский и  
Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной

(72) Автор(ы):  
ВИЧ Майкл Дж. (US)

(73) Патентообладатель(и):  
Е.И.ДЮПОН ДЕ НЕМУР ЭНД  
КОМПАНИ (US)

**(54) ФТОРПОЛИМЕРНОЕ АНТИАДГЕЗИОННОЕ ПОКРЫТИЕ, ОБЛАДАЮЩЕЕ  
УЛУЧШЕННЫМИ СВОЙСТВАМИ ТЕПЛОПЕРЕДАЧИ И СОПРОТИВЛЕНИЯ ИСТИРАНИЮ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к структуре, включающей подложку и прокаленное антиадгезионное покрытие на подложке. Такое покрытие включает нижнее покрытие и верхнее фторполимерное покрытие, в котором упомянутое нижнее покрытие содержит

магнитные чешуйки и множество частиц карбида кремния. Подложки с покрытием согласно данному изобретению имеют улучшенные свойства теплопередачи, улучшенное сопротивление истиранию и хорошее соскальзывание. 14 з.п. ф-лы, 16 табл.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

## (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2007126813/12, 15.12.2005**

(24) Effective date for property rights:  
**15.12.2005**

(30) Priority:  
**16.12.2004 US 60/636,681**

(43) Application published: **27.01.2009**

(45) Date of publication: **10.08.2009 Bull. 22**

(85) Commencement of national phase: **16.07.2007**

(86) PCT application:  
**US 2005/045476 (15.12.2005)**

(87) PCT publication:  
**WO 2006/066027 (22.06.2006)**

Mail address:  
**129090, Moskva, ul. B.Spaskaja, 25, str.3, OOO  
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",  
pat.pov. E.E.Nazinoj**

(72) Inventor(s):  
**VICh Majkl Dzh. (US)**

(73) Proprietor(s):  
**E.I.DJuPON DE NEMUR EhND KOMPANI (US)**

## (54) FLUOROPOLYMER ANTI-ADHESION COATING WITH IMPROVED HEAT TRANSFER PROPERTIES AND ABRASION RESISTANCE

(57) Abstract:

FIELD: technological processes.

SUBSTANCE: this invention is related to structure including substrate and tempered anti-adhesion coating on substrate. Such coating includes lower coating and upper fluoropolymer coating, in

which mentioned lower coat comprises magnetic scales and multiple silicon carbide particles.

EFFECT: development of coat with improved heat transfer properties, improved resistance to abrasion and proper slipping.

16 tbl, 4 ex

## ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

Изобретение относится к подложке, имеющей упрочненное фторполимерное антиадгезионное покрытие. В частности, данное изобретение относится к посуде для приготовления пищи, имеющей антиадгезионное покрытие, при этом такое покрытие обладает улучшенными свойствами теплопередачи, обеспечивающими более быстрое достижение температуры варки при улучшенном сопротивлении истиранию.

## УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

В течение длительного времени существовала потребность в изготовлении посуды для приготовления пищи, имеющей внутреннюю варочную поверхность, обладающую хорошими антиадгезионными свойствами и, одновременно, высоким сопротивлением истиранию. Также желательно, чтобы теплота быстро передавалась таким варочным поверхностям без необходимости дополнительного нагревания наружной нижней поверхности варочной емкости. Посуда для приготовления пищи с антиадгезионным покрытием, включающим теплопроводный элемент, усиливающий теплопередачу и равномерно распределяющий теплоту по варочной поверхности, описан в патенте США № 6114028 на имя Muchin et al. Теплопроводный элемент в патенте Muchin установлен таким образом, что он проходит снаружи от центральной части внутренней поверхности варочной емкости по направлению к наружной периферической части. Это облегчает передачу тепла от центральной части к наружной части и способствует поддержанию равномерной температуры всей варочной поверхности, особенно в том случае, если варочная емкость нагревается элементом, имеющим меньший диаметр, чем диаметр дна емкости.

Однако, как указано в патенте США № 6248435 на имя Lesck, обычно нагреванию подвергают всю плоскую поверхность посуды для приготовления пищи. Таким образом, Lesck предусматривает наличие улучшенного теплопередаточного антиадгезионного покрытия на кухонной посуде в результате нанесения на ее внутреннюю поверхность смеси фторполимера и магнитных чешуек, например, из нержавеющей стали, а также магнитное ориентирование таких чешуек в направлении толщины покрытия.

Однако оба вышеупомянутых патента основаны на магнитном ориентировании чешуйки для достижения улучшенных тепловых свойств заявленных антиадгезионных покрытий. Магнитное индуцирование ориентирования чешуйки требует использования специального оборудования, что может затруднить эффективное коммерческое производство посуды для приготовления пищи.

В последних изобретениях признается преимущество добавления к нижнему слою многослойных противопригарных покрытий упрочняющего пленку компонента с неорганическим наполнителем. В патенте № 6248435 на имя Lesck указано, что такой компонент может представлять собой одно или более соединений силикатов металлов, таких как силикат алюминия и оксиды металлов, такие как диоксид титана и оксид алюминия. В патенте США № 6291054 на имя Thomas и в патенте США № 6761964 на имя Tannenbaum описано преимущество упрочнения нижнего слоя покрытия частицами карбида кремния для улучшения сопротивления истиранию. Желательным является получение посуды для приготовления пищи, имеющей еще лучшие свойства теплопередачи, чем известные свойства кухонной посуды, позволяющие такой посуде нагреваться еще быстрее и иметь хорошее или улучшенное сопротивление истиранию, сохраняя при этом хорошие антиадгезионные характеристики.

## СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Несмотря на известное свойство нержавеющей стали обеспечивать улучшенную

теплопроводность, было установлено, что магнитные чешуйки, такие как чешуйки из нержавеющей стали, в антиадгезионном покрытии выполняют роль как упрочняющего материала, так и эффективного переносчика теплоты. Такие чешуйки в сочетании с частицами карбида кремния в качестве упрочняющего пленку компонента с неорганическим наполнителем обеспечивают синергетическое действие, придавая ей как хорошие свойства теплопередачи, так и высокое сопротивление истиранию. Таким образом, структура согласно настоящему изобретению способна нагреваться быстрее, чем посуда для приготовления пищи с использованием известных антиадгезионных покрытий, одновременно сохраняя высокое сопротивление истиранию. Под термином “нагреваться быстрее” подразумевается способность антиадгезионного покрытия согласно данному изобретению достигать температуры варки, составляющей 400°F (204°C), за меньший период времени, чем подобная система, не содержащая смеси магнитных чешуек и частиц карбида кремния.

Таким образом, согласно настоящему изобретению разработана структура, включающая подложку и прокаленное антиадгезионное покрытие на подложке, при этом такое покрытие включает нижнее покрытие и верхнее фторполимерное покрытие, а упомянутое нижнее покрытие содержит магнитные чешуйки и множество частиц карбида кремния.

#### ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ПРЕДПОЧТИТЕЛЬНЫХ ВАРИАНТОВ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

Настоящее изобретение относится к структуре, включающей подложку и прокаленное антиадгезионное покрытие на подложке. Антиадгезионное покрытие включает нижнее покрытие и верхнее фторполимерное покрытие, при этом нижнее покрытие содержит магнитные чешуйки и множество частиц карбида кремния. Нижнее покрытие включает грунтовочный слой и промежуточный слой, расположенный между упомянутым грунтовочным слоем и упомянутым верхним покрытием. Нижнее покрытие может представлять собой любое покрытие под верхним покрытием и включает грунтовочный слой и/или один или более промежуточных слоев, расположенных между упомянутым грунтовочным слоем и верхним покрытием. “Верхнее покрытие” представляет собой верхнее или поверхностное покрытие, которое также может включать одно или более дополнительных покрытий. Верхнее покрытие включает фторполимер, в результате прокаливания которого вместе с нижним покрытием получают противопожарное антиадгезионное покрытие. Нижнее покрытие, включая промежуточный слой, предпочтительно содержит фторполимер.

#### Фторполимер

Фторполимерный компонент антиадгезионного покрытия, который может присутствовать в грунтовочном слое, промежуточном слое и верхнем слое, предпочтительно представляет собой политетрафторэтилен (ПТФЭ), имеющий вязкость расплава по меньшей мере  $1 \times 10^8$  Па·с при 380°C, для упрощения получения композиции и благодаря тому, что ПТФЭ обладает наивысшей термостойкостью среди фторполимеров. Такой ПТФЭ может также содержать небольшое количество модификатора сомомера, улучшающего пленкообразующую способность во время прокаливания (плавления), такого как перфторолефин, а именно, гексафторпропиленовый (ГФП) или простой перфтор(алкилвиниловый) эфир, а именно, такого, в котором алкильная группа содержит от 1 до 5 атомов углерода, при этом предпочтительным является перфтор(пропилвиниловый) эфир (ППВЭ). Количество такого модификатора, обычно составляющее не более 0,5% мол., является

недостаточным для придания технологических свойств расплаву ПТФЭ. ПТФЭ, также для упрощения, может иметь одинарную вязкость расплава, обычно по меньшей мере  $1 \times 10^9$  Па·с, однако для получения фторполимерного компонента может быть использована смесь ПТФЭ, имеющих различные вязкости расплавов. Использование одного фторполимера в составе, что является предпочтительным условием, означает, что фторполимер имеет одинарную химическую идентичность и вязкость расплава.

Несмотря на то что предпочтительным является ПТФЭ, фторполимерный компонент может также представлять собой готовый к переработке фторполимер, либо объединенный (смешанный) с ПТФЭ, либо вместо него. Примеры таких готовых к переработке фторполимеров включают сополимеры ТФЭ и по меньшей мере один фторированный сополимеризуемый мономер (сомономер), присутствующий в полимере в количестве, достаточном для снижения температуры плавления сополимера по существу ниже температуры плавления гомополимера ТФЭ, политетрафторэтилена (ПТФЭ), например, до температуры плавления, не превышающей 315°C. Предпочтительные сополимеры с ТФЭ включают перфторированные мономеры, такие как перфторолефины, содержащие 3-6 атомов углерода и перфтор(алкилвиниловые) эфиры (ПАВЭ), в которых алкильная группа содержит 1-5 атомов углерода, в частности, 1-3 атомов углерода. Особенно предпочтительные сомономеры включают гексафторпропилен (ГФП), перфтор(этилвиниловый) эфир (ПЭВЭ), перфтор(пропилвиниловый) эфир (ППВЭ) и перфтор(метилвиниловый эфир) (ПМВЭ). Предпочтительные ТФЭ сополимеры включают ФЭП (ТФЭ/ГФП сополимер), ПФА (ТФЭ/ПАВЭ сополимер), ТФЭ/ГФП/ПАВЭ, в котором ПАВЭ представляет собой ПЭВЭ и/или ППВЭ и МФА (ТФЭ/ПМВЭ/ПАВЭ, в котором алкильная группа ПАВЭ содержит по меньшей мере два атома углерода). Молекулярная масса готовых к переработке тетрафторэтиленовых сополимеров не имеет значения, за исключением того, что она достаточна для формирования пленки и способна поддерживать форму расплава таким образом, чтобы обеспечивать целостность грунтовочного покрытия. Обычно вязкость расплава составляет по меньшей мере  $1 \times 10^2$  Па·с и может варьироваться приблизительно до  $60-100 \times 10^3$  Па·с при 372°C согласно ASTM D-1238.

Фторполимерный компонент обычно коммерчески доступен в виде дисперсии полимера в воде, которая является предпочтительной формой состава согласно данному изобретению для облегчения применения и приемлемости с точки зрения окружающей среды. Под термином “дисперсия” подразумевается, что частицы фторполимеров стабильно диспергированы в водной среде таким образом, что осаждения частиц не происходит на протяжении периода использования дисперсии; это достигается благодаря небольшому размеру частиц фторполимеров, обычно порядка 0,2 микрон, а также использования поверхностно-активного вещества в водной дисперсии ее производителем. Такие дисперсии могут быть получены непосредственно в результате процесса, известного как дисперсионная полимеризация, с необязательной последующей концентрацией и/или последующим добавлением поверхностно-активного вещества.

Альтернативно, фторполимерный компонент может представлять собой порошок фторполимера, такой как микropорошок ПТФЭ. В таком случае обычно используют органическую жидкость, чтобы обеспечить получение однородной смеси связующего фторполимера и полимера. Органическая жидкость может быть выбрана по той причине, что связующее растворяется именно в такой жидкости. В том случае, если связующее не растворяется в жидкости, оно может быть подвергнуто тонкому

измельчению и диспергировано с фторполимером в жидкости. Получаемый состав для покрытий может включать фторполимер, диспергированный в органической жидкости, и полимерное связующее, диспергированное в жидкости или растворенное для получения нужной однородной смеси. Характеристики органической жидкости зависят от идентичности полимерного связующего и от того, требуется его раствор или дисперсия. Примеры таких жидкостей включают, среди прочих, N-метилпирролидон, бутиролактон, ароматические растворители с высокой температурой кипения, спирты, их смеси. Количество органической жидкости зависит от текучести, необходимой для конкретной операции нанесения покрытия.

#### Полимерное связующее

В состав первичного слоя предпочтительно входит термостойкое полимерное связующее. Связующий компонент состоит из полимера, который формирует пленку при нагревании до плавления, а также является термостойким. Использование такого компонента в грунтовочных слоях противопопригарной чистовой обработки для сцепления содержащего фторполимер грунтовочного слоя с подложками и для формирования пленки внутри и в виде составной части грунтовочного слоя хорошо известно. Фторполимер сам по себе слабо сцепляется или вовсе не сцепляется с гладкой подложкой. Связующее обычно не содержит фтора и, тем не менее, сцепляется с фторполимером. Предпочтительными связующими являются связующие, растворимые или солюбилизированные в воде или смеси воды и органического растворителя для связующего, при этом растворитель смешивается с водой. Такая растворимость способствует смешиванию связующего с фторированным углеводородом в виде водной дисперсии.

Примером связующего компонента является соль полиаминокислоты, которая превращается в полиамидоимид (ПАИ) при прокаливании композиции для формирования грунтовочного слоя. Такое связующее является предпочтительным, поскольку в полностью имидизированной форме, полученной в результате прокаливания соли полиаминокислоты, такое связующее имеет постоянную температуру использования более 250°C. Соль полиаминокислоты обычно доступна в виде полиаминокислоты, имеющей характеристическую вязкость, составляющую по меньшей мере 0,1 при измерении в виде 0,5% мас. раствора N,N-диметилацетамида при 30°C. Как описано более подробно в патенте США № 4014834 (Concannon), ее растворяют в коалесцирующем агенте, таком как N-метилпирролидон, и снижающем вязкость агенте, таком как фурфуроловый спирт, и подвергают взаимодействию с третичным амином, предпочтительно, триэтиламином, для получения растворимой в воде соли. Полученная реакционная среда, содержащая соль полиаминокислоты, затем может быть смешана с водной дисперсией фторполимера и, поскольку коалесцирующий агент и снижающий вязкость агент смешиваются в воде, в результате смешивания получают равномерный состав для покрытий. Смешивание может быть осуществлено путем простого совместного перемешивания жидкостей без использования дополнительного перемешивания таким образом, чтобы избежать коагуляции водной дисперсии фторполимера. Другие пригодные к использованию связующие включают полиэфирсульфон (ПЭС) и полифениленсульфид (ППС).

Независимо от того, применяют ли грунтовочный состав в виде жидкой композиции, в которой жидкость представляет собой воду и/или органический растворитель, вышеописанные адгезионные свойства проявятся при сушке и прокаливании грунтовочного слоя вместе с прокаливанием следующего нанесенного слоя фторполимера для формирования противопопригарного покрытия подложки.

С целью упрощения формирования связующего компонента состава согласно настоящему изобретению может быть использовано только одно связующее. Однако в данном изобретении может быть также одновременно использовано несколько связующих, особенно в том случае, когда требуется получить определенные конечные свойства, такие как гибкость, твердость или защита от коррозии. Обычные сочетания включают ПАИ/ПЭС, ПАИ/ППС и ПЭС/ППС.

Весовое соотношение фторполимера и связующего, особенно в том случае, когда состав используют в качестве грунтовочного слоя на гладкой подложке, предпочтительно составляет от 0,5 до 2,0:1. Указанные здесь весовые соотношения фторполимера и связующего основаны на массе данных компонентов в нанесенном слое, сформированном в результате прокаливания состава после нанесения на его подложку. Прокаливание удаляет летучие вещества, присутствующие в составе для покрытий, включая солевой остаток соли полиамидокислоты, по мере формирования имидных связей во время прокаливания.

Для удобства масса связующего, если это соль полиамидокислоты, превращаемая в полиамидоимид в результате стадии прокаливания, может быть принята за массу полиамидокислоты в исходном составе, при этом массовое отношение фторполимера к связующему может быть установлено на основании количества фторполимера и связующего в исходном составе. Если состав согласно данному изобретению имеет предпочтительный вид водной дисперсии, то такие компоненты составят приблизительно от 5 до 50% мас. от общей массы дисперсии.

#### Частицы карбида кремния

Нижнее покрытие согласно настоящему изобретению содержит частицы карбида кремния, представляющие собой содержащий неорганический наполнитель компонент для упрочнения пленки. Грунтовочный слой предпочтительно включает частицы карбида кремния. Такой материал инертен по отношению к другим компонентам состава и термостоек при наивысшей температуре прокаливания, при которой происходит плавление фторполимера и связующего. Упрочняющий пленку компонент нерастворим в воде, поэтому он обычно равномерно диспергируется, но не растворяется в водной дисперсии состава согласно данному изобретению. Частицы карбида кремния предпочтительно имеют средний размер в диапазоне приблизительно от 3 до приблизительно 100 микрон, более предпочтительно - приблизительно от 5 до приблизительно 45 микрон.

Частицы карбида кремния неорганического компонента для упрочнения пленки предпочтительно имеют твердость по Кнуппу, равную 2500. Твердость по Кнуппу представляет собой шкалу для определения устойчивости материала к зазубриванию или царапанию. Данные по твердости минералов и керамических материалов приведены в *Handbook of Chemistry*, 77<sup>th</sup> Edition, 12-186, 187, основанные на ссылочном материале из Shackelford and Alexander, *CRC Materials Science and Engineering Handbook*, CRC Press, Boca Raton FL, 1991. Компонент для упрочнения пленки придает долговечность противопригарному фторполимерному составу, наносимому в виде покрытия на подложку, отклоняя абразивные силы, действующие на поверхность покрытия, и препятствуя проникновению острых предметов, проникших через верхнее фторполимерное покрытие.

Частицы карбида кремния неорганического компонента для упрочнения пленки предпочтительно имеют отношение высоты к ширине (как указано выше) не более 2,5, более предпочтительно - не более 1,5. Предпочтительные частицы согласно данному изобретению, способные отклонять абразивные силы, действующие на содержащее

частицы покрытие, имеют отношение высоты к ширине (как указано выше) не более 2,5 и размер, при котором наибольший диаметр частицы составляет по меньшей мере 50% от толщины покрытия и не превышает 125% толщины покрывающей пленки.

В предпочтительном варианте, согласно которому грунтовочный слой представляет собой нижнее покрытие и содержит частицы SiC, сухой грунтовочный слой содержит по меньшей мере 2% мас. частиц SiC, предпочтительно - 2-45% мас.

#### Другие наполнители

Помимо больших частиц и небольших частиц карбида кремния, составы для противопригарных покрытий грунтовочного слоя и промежуточного слоя согласно данному изобретению могут содержать другие наполняющие материалы, имеющие высокую твердость по Кнуппу, составляющую более 1200, а также низкую твердость, составляющую менее 1200. Примеры компонента для упрочнения пленки с неорганическим наполнителем включают неорганические оксиды, карбиды, бориды и нитриды, имеющие твердость по Кнуппу, составляющую по меньшей мере 1200.

Предпочтительными являются неорганические оксиды, нитриды, бориды и карбиды циркония, тантала, титана, вольфрама, бора, алюминия и бериллия. Промежуточный слой и/или грунтовочный слой предпочтительно включают оксид алюминия.

Типичные величины твердости по Кнуппу для предпочтительных неорганических составов составляют: диоксид циркония (1200), нитрид алюминия (1225), оксид бериллия (1300), нитрид циркония (1510), борид циркония (1560), нитрид титана (1770), карбид тантала (1800), карбид вольфрама (1880), диоксид алюминия (2025), карбид циркония (2150), карбид титана (2470), карбид кремния (2500), борид алюминия (2500), борид титана (2850).

Подходящие дополнительные наполнители, имеющие более низкие величины твердости по Кнуппу, включают стеклянные чешуйки, стеклянные шарики, силикат алюминия или циркония, слюду, металлические чешуйки, металлическое волокно, тонкие керамические порошки, диоксид кремния, сульфат бария, тальк и т.д.

#### Магнитные чешуйки

Нижнее покрытие содержит магнитные чешуйки (способные намагничиваться). Такие чешуйки предпочтительно включают в промежуточный слой нижнего покрытия. Кроме того, по меньшей мере часть упомянутых чешуек предпочтительно не имеет индуцированной ориентации. Ориентация магнитных чешуек описана в патентах на имя Muchin и Leek; она, как утверждается, улучшает поведение теплоты, воздействию которой подвергается нижняя сторона плоского дна, такого как дно сковородки, от грунтовочного слоя о верхней поверхности покрытия. Чешуйки, подвергаемые воздействию магнитной силы, обычно ориентируются в направлении толщины покрытия.

При отсутствии воздействия магнитной силы на покрытие магнитные чешуйки ориентируются параллельно плоскости. Таким образом, было установлено, что необходимость приложения магнитной силы к чешуйке при наличии частиц SiC отсутствует. К удивлению, было установлено, что нанесение нижнего покрытия на подложку, содержащую магнитные чешуйки в сочетании с частицами карбида кремния, придает улучшенные свойства теплопередачи системам антиадгезионных покрытий, даже системам, содержащим ориентированные магнитные чешуйки.

Чешуйки в антиадгезионном покрытии должны быть изготовлены из материала, на который при намагничивании такое нагревание не оказывает влияния. Примеры материала, из которого могут быть изготовлены чешуйки, включают такие металлы, как железо и никель, а также сплавы, содержащие такие металлы, при этом



предпочтительным материалом является нержавеющая сталь. Металлы имеют намного более высокую теплопроводность, чем полимеры в антиадгезионном покрытии. Для простоты содержащий фторполимер/чешуйки состав для покрытий называется “антиадгезионным покрытием” как до, так и после стадии прокаливания, в том случае, когда осуществление стадии прокаливания фактически необходимо до получения антиадгезионного (противопригарного) свойства.

Магнитные чешуйки включают чешуйки, имеющие наибольшие размеры, которые больше и/или меньше толщины слоя, сформированного из содержащего чешуйки состава для покрытий. Толщина слоя (покрытия) обычно составляет от 5 до 40 микрон. В таком случае размер чешуек зависит от желаемой толщины слоя. Особенно подходят чешуйки из нержавеющей стали 316L, имеющие наибольшую среднюю длину от 20 до 60 микрон, и, как правило, чешуйки имеют различные размеры, при этом их существенная часть, предпочтительно по меньшей мере 40%, имеет наибольшую длину, составляющую по меньшей мере 44 микрон.

Составы предпочтительных магнитных, содержащих чешуйки сухих нижних покрытий включают составы, содержащие от 70 до 90% мас. фторполимера, от 2 до 10% мас. магнитных хлопьев, более предпочтительно - от 2 до 7% мас. и от 2 до 20% мас. частиц SiC с от 2 до 15% мас. полимерного связующего. Фторполимерный компонент предпочтительно представляет собой смесь от 50 до 95% мас. ПТФЭ и от 5 до 50% мас. готового к переработке расплава сополимера тетрафторэтилена, такого как вышеописанный ПТФЭ/ПАВЭ, в расчете на общую массу этих двух фторполимеров. В жидкой фазе жидкая среда обычно составляет от 75 до 95% мас. в расчете на общую массу жидкой среды и трех вышеописанных компонентов.

#### Нанесение

Составы согласно настоящему изобретению могут быть нанесены на подложку известными способами. Распыление и нанесение валиком представляют собой наиболее удобные способы нанесения в зависимости от подложки, на которую наносят покрытие. Подходят также другие хорошо известные способы нанесения покрытий, включая окунание и койлкоутинг. Противопригарные составы для покрытий могут быть нанесены в виде одинарного покрытия или системы из нескольких слоев покрытий, включающей нижнее покрытие и верхнее покрытие. Верхнее покрытие из одного или более фторполимерсодержащих слоев может быть нанесено известными способами на нижнее покрытие перед его сушкой. В том случае, если составы для слоев верхнего покрытия и нижнего покрытия представляют собой водные дисперсии, состав для верхнего покрытия может быть нанесен на слой нижнего покрытия предпочтительно после сушки на прикосновение. В том случае, если слой нижнего покрытия получают, нанося состав из органического растворителя, а следующий слой (промежуточный слой или верхнее покрытие) наносят из водного состава, слой нижнего покрытия должен быть высушен таким образом, чтобы весь несовместимый с водой растворитель был удален перед нанесением такого следующего слоя.

Система нанесенных покрытий может быть подвергнута прокаливанию с целью одновременного плавления всех покрытий для формирования противопригарного, антиадгезионного покрытия на подложке. В том случае, если фторполимер представляет собой ПТФЭ, предпочтительным является быстрое повышение температуры прокаливания, например, в течение 5 минут, начиная с температуры 800°F (427°C) и повышая до 825°F (440°C). В том случае, если фторполимер в грунтовочном слое представляет собой смесь ПТФЭ и ФЭП, например, 50-70% мас.

ПТФЭ и 50-30% мас. ФЭП, температура прокаливания может быть снижена до 780°F (415°C) и повышена до 800°F (427°C) в течение 3 минут (общее время прокаливания). Толщину прокаленного слоя нижнего покрытия определяют при помощи инструментов для измерения толщины пленок, используя принцип вихревых токов (ASTM B244) или принцип магнитной индукции (ASTM B499).

В предпочтительных вариантах антиадгезионное покрытие согласно данному изобретению имеет общую толщину сухой пленки (ТСП) от 32 до 40 микрометров, при этом нижнее покрытие имеет предпочтительную ТСП от 22 до 30 микрометров, а верхнее покрытие имеет предпочтительную ТСП от 8 до 10 микрометров. В более предпочтительном варианте нижнее покрытие включает грунтовочный слой, имеющий ТСП от 7,5 до 10 (мкм), и промежуточный слой толщиной от 15 до 22 (мкм).

В получаемой структуре подложка может быть изготовлена из любого материала, способного выдержать температуру прокаливания, такого как металл и керамические материалы, примеры которых включают алюминий, анодированный алюминий, холоднокатаную сталь, нержавеющей сталь, эмаль, стекло и ситалл. Подложка может иметь шероховатую поверхность, полученную в результате пескоструйной обработки или химического травления для образования впадин, за которые может зацепиться антиадгезионное покрытие. Однако предпочтительно, чтобы подложка имела гладкую поверхность, избавляя таким образом производителя кухонной посуды от необходимости придавать шероховатость поверхности подложки. В данном варианте слой, содержащий чешуйки, сцепляется с подложкой через грунтовочный слой.

Подложка может быть гладкой, т.е. иметь профиль поверхности менее 50 микродюймов (1,25 микрометров), определяемый профилометром, например, тестером для измерения поверхности, модель PocketSurf®, изготовленным Mahr GmbH, Gottingen, Germany, и должна быть чистой. Для ситалла и некоторых видов стекла могут быть получены улучшенные результаты, получаемые благодаря активации поверхности подложки, например, путем легкого химического травления, невидимого невооруженным глазом, т.е. поверхность все еще является гладкой. Подложка также может быть обработана химическим способом с использованием улучшающей сцепление добавки, такой как тонкое покрытие из соли полиамидокислоты, описанной, например, в патенте США № 5079073 на имя Tannenbaum. В том случае, когда слой нижнего покрытия представляет собой грунтовочный слой, он может считаться первым фторполимерсодержащим слоем на подложке, при этом грунтовочный слой непосредственно связан с подложкой.

#### Рабочие характеристики

Об улучшенной теплопередаче структуры согласно данному изобретению свидетельствует сокращение времени линейного нарастания, необходимое после воздействия теплоты на нижнюю сторону структуры для достижения температур варки, например, как показано в примерах при нагревании до 400°F (204°C).

Повышенная теплопроизводительность согласно данному изобретению может быть проиллюстрирована при помощи контролируемого источника теплоты с ИК мониторингом. На алюминиевую подложку (сковородку) наносят нижнее покрытие, описанное в данном изобретении, и стандартное верхнее покрытие. Полученную структуру сравнивают с обычными фторполимерными, противопопригарными нижними покрытиями, имеющими стандартное верхнее покрытие на одинаковых подложках на основе алюминия и такую же толщину покрытия. Структуры сравнивают бок о бок. Используемый для мониторинга температуры прибор представляет собой ИК видеокамеру-термограф Thermacam PM280, изготовленную Inframetrics, с функциями

времени и температуры, записывающую видеоизображение нагреваемых сковородок. Сковородки помещают на электрическую плиту DDSF15 (550-1100-ваттный двойной элемент), калиброванный по всей керамической поверхности до 400°F (204°C). При температуре окружающей среды обе сковороды имеют на видеозаписи черный цвет.

По мере того как теплота от источника передается сковородке, внешний вид наблюдаемой поверхности становится все ярче до тех пор, пока он не достигнет люминесцентного золотого цвета. Алюминиевая сковорода с нижним покрытием согласно данному изобретению достигает заданной точечной температуры и приобретает яркий золотой цвет за более короткое время, чем стандартное фторполимерное, противопригарное покрытие.

Идентичному соответствующему сравнению подвергают также плакированную алюминием подложку из нержавеющей стали (сковорода). Видеозапись показывает, что часть сковородки со стандартным фторполимерным, противопригарным покрытием начинает нагреваться быстрее, чем покрытие согласно данному изобретению. Однако далее сковорода с покрытием согласно данному изобретению нагревается более равномерно и достигает нужной температуры с большей скоростью по всей ее поверхности по сравнению со стандартным фторполимерным, противопригарным покрытием. На стандартном фторполимерном, противопригарном покрытии появляется так называемое "горячее пятно", при этом оно нагревается неравномерно. Такой эффект улучшенного распределения теплоты согласно данному изобретению наблюдается у различных видов подложек и покрытий. Это выражается в виде одинакового градиента изменения цвета по всей визуальной поверхности согласно данному изобретению по сравнению со сковородкой со стандартным фторполимерным, противопригарным покрытием. Преимущество равномерного распределения теплоты позволяет готовить пищу на сковороде с покрытием более равномерно на всей ее поверхности.

Подложка с покрытием согласно данному изобретению может быть использована в различных изделиях для приготовления пищи, таких как сковородки для жарки, горшки, кастрюли, котелки с выпуклым днищем, сковородки с ручкой, кастрюли для варки риса и вставки для них, а также в изделиях, не предназначенных для приготовления пищи, требующих быстрого нагревания, таких как пластины для подошв утюгов и т.п.

## СПОСОБЫ ИСПЫТАНИЙ

### ИСПЫТАНИЕ SBAR:

При помощи испытания SBAR оценивают сопротивление истиранию противопригарных покрытий. Данное испытание проводят на основании Британской стандартной спецификации для изделий для приготовления пищи BS 7069: 1988, согласно которой покрывающую систему подвергают воздействию абразивной губки, прикрепленной к вертикальной ручке с возможностью возвратно-поступательного горизонтального движения. Прибор осуществляет возвратно-поступательное горизонтальное движение ручки на расстояние, равное 100 мм ± 5 мм (4 дюйма +/- 0,25 дюймов) от центра цилиндра со средней скоростью, составляющей ± 10 м/мин. Абразивную губку (3M Scotch-Brite 07447), представляющую собой обычную нейлоновую сетку, импрегнированную фенольной смолой и оксидом алюминия, прикрепляют к цилиндру и нагружают таким образом, чтобы общая нагрузка на покрытие составляла ± 15 N (масса ручки + собственный вес = 0,5 кг или 10 фунтов). Образец для испытаний готовят, нанося на подложку покрытие согласно приведенному в примерах описанию и осуществляя установленные сушку и

прокаливание. Подложку с покрытием промывают прозрачной водой и осторожно сушат перед испытанием. Как описано ниже, испытанию подвергают как влажную, так и сухую подложку.

5 Подложку с покрытием фиксируют на неподвижной опоре, при этом  
противопригарную поверхность подвергают воздействию нагруженной абразивной  
губки. Для осуществления влажной процедуры поверхность смазывают, добавляя 50  
мл раствора для мытья посуды, содержащего 5 г мягкого детергента, к одному  
литру (33 унции) раствора. Сухую процедуру осуществляют без добавления раствора  
10 детергента, при этом все другие процедуры остаются такими же. Образец держат  
неподвижно, а абразивную губку двигают назад и вперед на расстояние 50 мм  $\pm$  2,5  
мм (2 дюйма  $\pm$  0,1 дюйм) в обе стороны от центральной точки цилиндра.

Абразивную губку переворачивают через 250 циклов и обновляют еще через 250  
15 циклов. Эту процедуру продолжают до тех пор, пока металл остается видимым, а  
затем записывают количество циклов, необходимое для разрушения покрытия.  
Разрушение покрытия является конечным пунктом испытания.

#### СПОСОБ КОНТАКТА - ВРЕМЯ ЛИНЕЙНОГО НАРАСТАНИЯ ДО ВАРОЧНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ:

20 Испытание по определению эффекта линейного нарастания температуры и  
распределения теплоты при использовании контактного способа осуществляют  
следующим образом:

Источником энергии служит специально изготовленная нагревательная плита с  
керамической поверхностью от Wenesco, Chicago, IL. Такая нагревательная плита  
25 имеет надежный контроль равномерности, снижая любую точечную температуру  
плиты до уровня, всего на 2% отличающегося от заданной температуры. Сбор данных  
осуществляют при помощи температурного профиломера от Dataq, Cambridge, UK  
(Wilmington, MA). Используемая модель представляет собой систему Dataq 9000  
30 Tracker с 6 вводами температурных данных. Нагревательную плиту калибруют до  
температуры в диапазоне до 412°F (210°C). Шесть термоэлектродных проводов типа  
“К” соединяют с внутренней частью сковородки в виде креста с четырьмя контактами  
поперек одной центральной линии и 2 контактами в противоположных наружных  
точках другой центральной линии.

35 Термоэлектродные соединители вставляют в интерфейс преобразователя, а  
интерфейс соединяют с регистратором данных (рап памяти). Сковородку помещают в  
центр калиброванной нагревательной плиты на 10 минут. Затем сковородку удаляют,  
и регистратор данных загружают в статистическую системную программу Dataq.  
40 Анализ ключевых функций программы включает величину Dataq, макс/мин.  
температуру, время при температуре, определение угла наклона, определение подъема  
и падения и разницу пиков. Время, необходимое для достижения температуры варки,  
составляющей 400°F (204°C), записывают в секундах. Данные, полученные в  
результате каждого испытания, могут быть подвергнуты непосредственному  
45 сравнению с другими циклами сбора данных.

#### Испытание на абразивное истирание при помощи механической “тигриной лапы” (испытание на абразивное истирание МТР)

Как описано в патенте США № 6761964 A1 на имя Tannenbaum, оценивают  
50 сопротивлению истиранию подложки с покрытием, непрерывно вращая три  
взвешенных наконечника для шариковых авторучек на подложке с покрытием с  
одновременным нагреванием подложки и ее возвратно-поступательным движением на  
вибрационном столе. Используемое для испытания оборудование включает раму, на

которой установлен приводной двигатель. Из мотора выходит центральный приводной вал маховика, на котором установлено маховое колесо (приводной диск). Приводной диск представляет собой алюминиевый лист диаметром 7 дюймов (18 см) и толщиной 0,25 дюймов (0,64 см). Внутри рамы установлен вибрационный стол, на который помещают нагревательную плиту. Верхняя часть нагревательной плиты представляет собой поверхность, на которую помещают объект для испытаний, такой как сковородка. Вертикальное расстояние между поверхностью и нижней частью приводного диска составляет приблизительно 6 дюймов (15 см). При запуске приводной вал маховика расположен перпендикулярно и центрирован с нагревательной плитой. Вибрационный стол прикреплен к раме таким образом, что центр его возвратно-поступательного движения совпадает с центром приводного вала маховика. Направление возвратно-поступательного движения - спереди назад.

Головка в виде “тигриной лапы” прикреплена к приводному диску при помощи плавающего вала, расположенного в поддерживающей дейдвудной трубе. Поддерживающая труба гибко связана через приводной диск при помощи О-образных колец, шайб и гаек на обеих сторонах диска. Над соединением к валу нагружены дополнительные шайбы, придающие дополнительный вес. Поддерживающая труба смещена относительно оси приводного вала маховика приблизительно на 2 дюйма (5 см). Регулирующий винт установлен напротив поддерживающей дейдвудной трубы и обеспечивает совмещение плавающего вала, шарнирно соединенного внутри поддерживающей дейдвудной трубы. На 180° от поддерживающей трубы на диске также расположен противовес.

Головка в виде “тигриной лапы” представляет собой вращающийся диск с тремя каналами, расположенными вблизи от периметра диска под эквидистантными углами от центра (т.е. приблизительно 0, 120, 240°). Каналы имеют такой размер, чтобы в каждый из них входил сменный стержень для шариковой авторучки. Установочные винты расположены на боковой стороне диска в месте расположения каждого канала, чтобы удерживать сменные стержни для авторучки на месте во время работы. Проиллюстрированный вращающийся диск изготовлен из нержавеющей стали и имеет диаметр 2,5 дюймов (6,4 см) и толщину 0,4 дюйма (1 см). В центре диска находится шарикоподшипник, позволяющий прикрепить диск к плавающему валу путем соединения. Головка в виде “тигриной лапы” свободно вращается вокруг плавающего вала.

При использовании сковородку с подложкой из алюминия с покрытием моют в мягком детергенте, чтобы удалить всю грязь или масло. Сковороду для испытаний помещают на нагревательную плиту при помощи удаляемого центрирующего стержня, установленного на центральном приводном валу. Центрирующий стержень играет роль отвеса для размещения сковородки на поверхности нагревательной плиты, после чего центрирующий стержень удаляют. Для каждого испытания в каналах головки в виде “тигриной лапы” устанавливают три новых сменных стержня для авторучек таким образом, чтобы каждый сменный стержень выступал вниз на 3/4 дюйма (1,9 см) из нижней части диска. Головку в виде “тигриной лапы” прикрепляют к плавающему валу, выступающему вниз из приводного диска, прикрепленного к приводному валу. Масса головки в виде “тигриной лапы” и плавающего вала регулируется. Масса проиллюстрированного оборудования составляет приблизительно 400 г. Общая масса плавающего вала и шайб (общей массой 115 г), головки в виде “тигриной лапы” (приблизительно 279 г) и наконечников для шариковых авторучек (приблизительно 10 г) составляет 404 г. Масса противовеса

также составляет приблизительно 400 г.

Нагревательную плиту включают и подвергаемый испытанию объект (сковородка) нагревают до температуры 400°F +/- 10°F (204°C +/- 6°C). Когда сковорода нагревается до температуры испытания, определяемой при помощи инфракрасного измерения на поверхности подложки, сменные стержни для шариковых ручек опускаются на сковородку, приводя в движение оборудование, при этом вибрационный стол начинает качаться, а головка в виде “тигриной лапы” - вращаться. Таким образом оборудование для испытаний вращает авторучки поперек и вокруг поверхности подложки с покрытием. Скорость вращения головки в виде “тигриной лапы” регулируют на уровне 30 оборотов в минуту. Скорость качания вибрационного стола регулируют на уровне 30 качаний назад и вперед в минуту. Счетчик записывает количество завершенных циклов. Таймер отсчитывает каждый 15-минутный период вращения головки в виде “тигриной лапы” в конкретном направлении. Данные записываются с 15-минутными интервалами. Вращение головки в виде “тигриной лапы” изменяют на противоположное после каждого 15-минутного периода. Периодически наконечники сменных стержней авторучек проверяют на предмет скапливания покрытия. Накопленное покрытие при необходимости удаляют.

Разрушение покрытия на подложке отслеживают, наблюдая за появлением следов овальной формы, появляющихся после того, как наконечники сменных стержней для авторучек пройдут через покрытие и достигнут обнаженной металлической подложки. При нагревании подложки время до разрушения сокращается. Чем больше времени проходит до разрушения, тем выше долговечность противопригарного покрытия.

В конце каждого 15-минутного цикла проводят оценку сковородки в соответствии со следующей цифровой шкалой МТР:

10 - новая сковорода

9 - бороздки в покрытии

8 - первая отметина на металле (для подвергнутых пескоструйной обработке подложек)

7 - линии на металле (снаружи и/или внутри)

6 - начинающийся изнутри овал

5 - завершение овала.

Ускоренная варка с использованием “тигриной лапы” (АТР)

Испытание на ускоренную варку с использованием “тигриной лапы” представляет собой ускоренную версию описанного выше испытания на варку с использованием “тигриной лапы” при более низкой температуре. В результате испытания определяют характеристики варки и сопротивление истиранию подложек, таких как сковородки, подвергая систему покрытия циклическому воздействию кислоты, соли и жира и детергента. Подложку подвергают воздействию теплоты и ручного вращения головки в виде “тигриной лапы” во время варки. Пищевые циклы, температурные условия и количество вращений головки в виде “тигриной лапы” изменяют в соответствии с нижеприведенным описанием.

В каждом испытании исследованиям подвергают сковородки с покрытием плюс контрольная сковорода в верхней части коммерческой нагревательной плиты с достаточным количеством горелок для одновременного нагревания всех сковородок. Контрольная сковорода представляет собой сковородку, стандартные свойства которой многократно оценивались ранее. Температура испытания составляет от 280°F (138°C) до 300°F (149°C) согласно показаниям контактного пирометра на поверхности подложки. Сковородки методично перемещают по всем горелкам.

Во время работы испытуемые сковородки помещают на горелки и нагревают в рамках указанного температурного диапазона. Сковородки подвергают следующему процессу приготовления пищи.

На незакаленной сковороде жарят яйцо. Его готовят в течение 3 минут. Яйцо приподнимают лопаткой, и сковородку наклоняют, позволяя яйцу соскользнуть. Оценивают легкость, с которой соскальзывает яйцо. Сковородку возвращают на горелку, и яйцо переворачивают. Яичный желток разбивают лопаткой, и яйцо жарят в течение еще двух минут. Яйцо вновь приподнимают лопаткой и определяют легкость, с которой оно соскальзывает, на основании представленной ниже шкалы под названием “Соскальзывание”. Сковородку также оценивают на наличие царапин. Сковородку промывают горячей водой и вытирают бумажным полотенцем.

Приготовление 1: Одну столовую ложку подсолнечного масла наливают в центр сковородки. Готовую котлету-гамбургер, посоленную с одной стороны 1/4 чайной ложки соли, кладут посоленной стороной вниз на масло. Котлету жарят в течение 3 минут. Затем сковородку накрывают крышкой, и котлету жарят в течение еще 4 минут с закрытой крышкой. Ребром ложки котлету делят вначале на 4 части, а каждую четвертинку разделяют на три части. Мясо выкладывают, а сковородку вытирают бумажным полотенцем.

Две чашки (16 унций) приготовленной смеси томатного сока (10 унций томатного сока, 1/2 чашка соли, 3 qt воды) выливают в каждую сковородку и кипятят на медленном огне в течение 20 минут. Вовремя 20-минутного кипячения проводят испытание на усиленное царапание, используя головку в виде “тигриной лапы”. Смесь в каждой сковородке перемешивают при помощи головки в виде “тигриной лапы” круговыми движениями, включающими 50 движений по часовой стрелке и 50 движений против часовой стрелки. В конце 20-минутного периода кипения сковородки снимают с горелок, их содержимое выливают, и каждую сковородку тщательно промывают раствором детергента. Сковородки ополаскивают чистой водой и вытирают насухо.

Сковородки вновь ставят на горелки, и процедуру готовки повторяют, начиная с выливания одной столовой ложки масла в центр сковородки.

После каждых 4 готовок жарят яйцо согласно вышеприведенному описанию и сковородку оценивают на соскальзывание и царапины. В конце каждых 7 готовок (или в том случае, если 7 готовок не могут быть осуществлены, в конце каждого дня) каждую сковородку наполняют раствором детергента, состоящим из 2 чашек воды, 1 чайной ложки детергента и 3 чайных ложек соли. Детергент доводят до кипения, и сковородку накрывают крышкой. Сковородку снимают с горелки и оставляют ее на ночь. На следующий день цикл начинают с жарки яйца и оценки сковородки. Испытание продолжают до тех пор, пока уровень царапания не достигнет 5, после чего испытание прекращают. При оценке уровня царапания используют такую же шкалу, как и для испытания ТР. Шкала соскальзывания приведена ниже.

Соскальзывание (0-5): Уровень соскальзывания определяют по тому, как легко скользит яйцо и какое количество яйца пристает к сковороде.

- 5 - Отлично
- 4 - Очень хорошо
- 3 - Хорошо
- 2 - Удовлетворительно
- 1 - Плохо
- 0 - Очень плохо.

АНАТ

Подложку с покрытием, такую как сковородка, подвергают серии высокотемпературных циклов приготовления пищи, используя обычную хозяйственную металлическую утварь для приготовления пищи (вилка, лопатка, веник-взбивалка, нож). Описание данного испытания приведено в US 5250356 (Batzar), колонка 3, строки 11-64. Такое испытание позволяет определить наружные повреждения и царапины, вызванные обычными нарушениями при приготовлении пищи.

Толщина высушенной пленки (ТВП)

Толщину прокаленного покрытия определяют при помощи прибора для измерения толщины пленки, например, Fisherscope, принцип действия которого основан на вихревом токе (ASTM B244).

ПРИМЕРЫФторполимер

Дисперсия ПТФЭ: дисперсия смолы фторполимера ТФЭ DuPont марки 30, выпускаемая DuPont Company, Wilmington, DE.

Дисперсия ФЭП: дисперсия смолы фторполимера ТФЭ/ГФП с содержанием твердых веществ от 54,5-56,5% мас. и RDPS от 150-210 нанометров, при этом содержание ГФП в смоле составляет от 9,3-12,4% мас., а скорость потока расплава - 11,8-21,3, измеренная при 372°C способом ASTM D-1238, модифицированным согласно описанию, приведенному в патенте США № 4380618.

Дисперсия ПФА: дисперсия смолы фторполимера ПФА DuPont марки 335, выпускаемая DuPont Company, Wilmington, DE.

Полимерное связующее

ПАИ представляет собой поли(амид-имид) Torlon® AI-10, твердую смолу (которая может быть вновь превращена в полиамидную соль), содержащую 6-8% остаточного ЯМР.

Соль полиамидокислоты обычно имеет вид полиамидокислоты, имеющей характеристическую вязкость по меньшей мере 0,1, измеряемую в 0,5% мас. растворе в N,N-диметилацетамиде при 30°C. Ее растворяют в коалесцирующем агенте, таком как N-метилпирролидон, и снижающее вязкость вещество, такое как фурфуриловый спирт, подвергают взаимодействию с третичным амином, предпочтительно, триэтиламином, с получением растворимой в воде соли, согласно более подробному описанию, приведенному в патенте США № 4014834 (Concannon).

Частицы карбида кремния

Используют частицы карбида кремния, выпускаемые Elektroschmelzwerk Kempten GmbH (ESK), Munich, Germany, имеющие различные размеры и входящие в состав различных смесей.

P1200 = средний размер частиц -  $3,0 \pm 0,5$  микрон

P1000 = средний размер частиц -  $4,5 \pm 0,5$  микрон

P 800 = средний размер частиц -  $6,5 \pm 1,0$  микрон

P 600 = средний размер частиц -  $9,3 \pm 1,0$  микрон

P 400 = средний размер частиц -  $17,3 \pm 1,5$  микрон

P 320 = средний размер частиц -  $29,2 \pm 1,5$  микрон

P 280 = средний размер частиц -  $36,5 \pm 1,5$  микрон

P 240 = средний размер частиц -  $44,5 \pm 2,0$  микрон

Средний размер частиц ( $d_{s50}$ ) определяют путем осаждения с использованием FEPA-Standard-43-GB 1984R 1993 resp. ISO 8486 согласно информации, предоставленной



поставщиком.

### Другой неорганический упрочнитель пленки

Оксид алюминия (частицы небольших размеров) выпускает Aluminum Corporation of America - сорт SG A-16 со средним размером частиц 0,35-0,50 микрон.

3-Слойное противопригарное покрытие, характерное для данного изобретения, наносят распылением на подвергаемые испытанию сковородки из гладкого алюминия, которые были всего лишь вымыты для удаления жира, но не подвергнуты механической обдирке. Для нанесения слоев используют водные дисперсии грунтовочного слоя, промежуточного покрытия и верхнего покрытия. Толщину высушенного покрытия (ТВП) грунтовочного слоя/промежуточного покрытия/верхнего покрытия определяют путем анализа вихревого тока, составляющего 0,4 мил (10,2 микрон)/0,7 мил (17,8 микрон)/0,3 мил (7,6 микрон).

Грунтовочные слои и промежуточные слои представлены в таблицах для каждого примера. Фторполимерное верхнее покрытие для всех примеров представлено в таблице 1.

Грунтовочный слой наносят распылением на алюминиевую подложку и сушат при температуре 150°F (66°C) в течение 5 минут. Затем на высушенный грунтовочный слой распыляют промежуточный слой. Верхний слой наносят (распыляют) во влажном состоянии на влажный промежуточный слой. Покрытие отверждают прокаливанием при температуре 800°F (427°C) в течение 5 минут.

Сковородки подвергают испытаниям, чтобы определить 1) сопротивление истиранию, 2) время линейного нарастания до температуры приготовления пищи и 3) соскальзывание. Результаты испытаний всех покрытий представлены в таблице 16.

Таблица 1 Верхнее покрытие	
Ингредиенты	% Мас.
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	39,677
Вода	36,951
ПАВ октилфенолполиэтокси	4,612
PFA (твердые вещества в водной дисперсии)	2,089
Слюда Iriodin 153 от Merck	0,371
Октоат церия	0,590
Олеиновая кислота	1,030
Триэтаноламин	4,591
Бутилкарбитол	2,395
Акриловая смола	5,170
Углеводородный растворитель	2,884
	100,000

### Сравнительный пример 1 - Отсутствие частиц SiC, отсутствие магнитных чешуек

Таблица 2 Состав грунтовочного слоя - сравн.пр.1	
Ингредиенты	% Мас.
ПАИ-1	5,089
Вода	68,438
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	4,908
ФЕР (твердые вещества в водной дисперсии)	3,232
Фурфуроловый спирт	3,982
Диэтилэтаноламин	0,718
Триэтиламин	1,436

Триэтаноламин	0,003
N-метилпирролидон	3,051
Пигмент ультрамариновый голубой	7,181
Полисиликат Ludox AM	1,073
Натрий нафталинсульфоновая кислота	0,011
ПАВ алкилфенолэтокси	0,617
Слюда/диоксид титана/оксид олова	0,044
Каолин	0,217
	100,000

Таблица 3 Состав промежуточного слоя - сравн.пр.1	
Ингредиенты	% Мас.
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	31,428
Вода	40,423
ПАВ октилфенолполиэтокси	4,963
PFA (твердые вещества в водной дисперсии)	5,681
Углеродная сажа	0,764
Слюда/диоксид титана/оксид олова	0,704
Пигмент ультрамариновый голубой	0,235
Октоат церия	0,550
Олеиновая кислота	1,206
Триэтаноламин	4,366
Бутилкарбитол	2,285
Акриловая смола	4,540
Углеводородный растворитель	2,798
Натрийнафталинсульфоновая кислота	0,057
	100,000

### Сравнительный пример 2 - Отсутствие частиц SiC

Таблица 4 Состав грунтового слоя - сравн.пр.2	
Ингредиенты	% Мас.
ПАИ-1	5,089
Вода	68,438
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	4,908
FER (твердые вещества в водной дисперсии)	3,232
Фурфуроловый спирт	3,982
Диэтилэтаноламин	0,718
Триэтиламин	1,436
Триэтаноламин	0,003
N-метилпирролидон	3,051
Пигмент ультрамариновый голубой	7,181
Полисиликат Ludox AM	1,073
Натрий нафталинсульфоновая кислота	0,011
ПАВ алкилфенолэтокси	0,617
Слюда/диоксид титана/оксид олова	0,044
Каолин	0,217
	100,000

Таблица 5 Состав промежуточного слоя - сравн.пр.2	
Ингредиенты	% Мас.
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	33,980
Вода	37,319

5	ПАВ октилфенолполиэтокси	4,248
	PFA (твердые вещества в водной дисперсии)	6,132
	Чешуйки нержавеющей стали 316L, водная марка	1,592
	Аморфный диоксид кремния	0,184
	ПАИ-1	0,052
10	Октоат церия	0,590
	Олеиновая кислота	1,030
	Триэтаноламин	4,646
	Бутилкарбитол	2,424
	Акриловая смола	4,880
10	Углеводородный растворитель	2,889
	Натрийнафталинсульфоновая кислота	0,034
		100,000

### Сравнительный пример 3 - Отсутствие магнитных чешуек

15	Таблица 6 Состав грунтовочного слоя - сравн.пр.3	
	Ингредиенты	% Мас.
20	ПАИ-1	4,646
	Вода	62,629
	ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	4,192
	ФЕР (твердые вещества в водной дисперсии)	2,850
	Фурфуроловый спирт	3,579
25	Диэтилэтаноламин	0,656
	Триэтиламин	1,311
	Триэтаноламин	0,012
	N-метилпирролидон	2,785
	Частицы карбида кремния (amps* = 10 мкм)	5,326
30	Пигмент углеродной сажи	0,311
	Пигмент голубой ультрамариновый	1,762
	Оксид алюминия (0,35-0,50 микрометров)	8,153
	Полисиликат Ludox AM	0,946
	Натрий нафталинсульфоновая кислота	0,176
35	ПАВ алкилфенолэтокси	0,642
	Гидроксипропилцеллюлоза	0,024
		100,000
	*amps = средний размер частиц	

40	Таблица 7 Состав промежуточного слоя - сравн.пр.3	
	Ингредиенты	% мас.
45	ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	28,486
	Вода	39,107
	ПАВ октилфенолполиэтокси	3,722
	PFA (твердые вещества в водной дисперсии)	5,012
	Оксид алюминия	6,562
50	Углеродная сажа	1,046
	Пигмент голубой ультрамариновый	0,279
	Слюда/диоксид титана/оксид олова	0,734
	Гидроксипропилцеллюлоза	0,019
	Октоат церия	0,491
50	Олеиновая кислота	0,921
	Триэтаноламин	3,907
	Бутилкарбитол	2,037
	Акриловая смола	5,130
	Углеводородный растворитель	2,490

Натрийнафталинсульфоная кислота	0,057
	100,000

В представленных ниже примерах количества и размеры частиц SiC в грунтовочном слое варьируются в сочетании с чешуйками из нержавеющей стали в промежуточном слое.

#### Пример 1 - Нержавеющая сталь в промежуточном слое

Таблица 8 Состав грунтовочного слоя - пример 1	
Ингредиенты	% Мас.
ПАИ-1	4,646
Вода	62,629
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	4,192
FEF (твердые вещества в водной дисперсии)	2,850
Фурфуроловый спирт	3,579
Диэтилэтаноламин	0,656
Триэтиламин	1,311
Триэтаноламин	0,012
N-метилпирролидон	2,785
Частицы карбида кремния (amps* = 10 мкм)	5,326
Пигмент углеродной сажи	0,311
Пигмент голубой ультрамариновый	1,762
Оксид алюминия (0,35-0,50 микронметров)	8,153
Полисиликат Ludox AM	0,946
Натрий нафталинсульфоная кислота	0,176
ПАВ алкилфенолэтоксид	0,642
Гидроксипропилцеллюлоза	0,024
	100,000
*amps = средний размер частиц	

Таблица 9 Состав промежуточного слоя - пример 1	
Ингредиенты	% Мас.
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	33,980
Вода	37,319
ПАВ октилфенолполиэтоксид	4,248
PFA (твердые вещества в водной дисперсии)	6,132
Чешуйки нержавеющей стали 316L, водная марка	1,592
Аморфный диоксид кремния	0,184
ПАИ-1	0,052
Октоат церия	0,590
Олеиновая кислота	1,030
Триэтаноламин	4,646
Бутилкарбитол	2,424
Акриловая смола	4,880
Углеводородный растворитель	2,889
Натрийнафталинсульфоная кислота	0,034
	100,000

#### Пример 2 - Нержавеющая сталь и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в промежуточном слое

Таблица 10 Состав грунтовочного слоя - пример 2	
Ингредиенты	% мас.
ПАИ-1	4,646

	Вода	62,629
	ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	4,192
	ФЕР (твердые вещества в водной дисперсии)	2,850
	Фурфуроловый спирт	3,579
5	Диэтилэтаноламин	0,656
	Триэтиламин	1,311
	Триэтаноламин	0,012
	N-метилпирролидон	2,785
	Частицы карбида кремния (amps* = 10 мкм)	5,326
10	Пигмент углеродной сажи	0,311
	Пигмент голубой ультрамариновый	1,762
	Оксид алюминия (0,35-0,50 микронметров)	8,153
	Полисиликат Ludox AM	0,946
	Натрий нафталинсульфоновая кислота	0,176
	ПАВ алкилфенолэтокси	0,642
15	Гидроксипропилцеллюлоза	0,024
		100,000
	*amps = средний размер частиц	

	Таблица 11 Состав промежуточного слоя - пример 2	
	Ингредиенты	% Мас.
	ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	27,309
	Вода	39,687
	ПАВ октилфенолполиэтокси	3,600
25	РФА (твердые вещества в водной дисперсии)	4,802
	Углеродная сажа	1,002
	Пигмент ультрамариновый голубой	0,267
	Оксид алюминия	6,285
	Чешуйки нержавеющей стали 316L, водная марка	1,557
30	Слюда/диоксид титана/оксид олова	0,703
	Аморфный диоксид кремния	0,180
	Гидроксипропилцеллюлоза	0,079
	ПАИ-1	0,051
	Октоат церия	0,470
	Олеиновая кислота	0,882
35	Триэтаноламин	3,743
	Бутилкарбитол	1,952
	Акриловая смола	4,914
	Углеводородный растворитель	2,291
	Натрийнафталинсульфоновая кислота	0,226
40		100,000

### Пример 3 - Нержавеющая сталь в промежуточном слое

	Таблица 12 Состав грунтовочного слоя - пример 3	
	Ингредиенты	% Мас.
	ПАИ-1	4,784
	Вода	61,795
	ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	2,868
	ФЕР (твердые вещества в водной дисперсии)	1,937
50	Фурфуроловый спирт	4,605
	Диэтилэтаноламин	0,675
	Триэтиламин	1,350
	Триэтаноламин	0,172
	N-метилпирролидон	2,866

Частицы карбида кремния (amps* = 20 мкм)	9,990
Пигмент углеродной сажи	0,178
Пигмент голубой ультрамариновый	0,721
Оксид алюминия (0,35-0,50 микронметров)	6,580
Полисиликат Ludox AM	0,744
Натрий нафталинсульфоновая кислота	0,013
Этоксированные ацетиленовые диолы	0,370
ПАВ алкилфенолэтокси	0,152
Чешуйки слюды с покрытием	0,200
	100,000
*amps = средний размер частиц	

Таблица 13 Состав промежуточного слоя - пример 3	
Ингредиенты	% Мас.
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	33,980
Вода	37,319
ПАВ октилфенолполиэтокси	4,248
РФА (твердые вещества в водной дисперсии)	6,132
Чешуйки нержавеющей стали 316L, водная марка	1,592
Аморфный диоксид кремния	0,184
ПАИ-1	0,052
Октоат церия	0,590
Олеиновая кислота	1,030
Триэтанолламин	4,646
Бутилкарбитол	2,424
Акриловая смола	4,880
Углеводородный растворитель	2,889
Натрийнафталинсульфоновая кислота	0,034
	100,000

#### Пример 4 - Чешуйки нержавеющей стали в промежуточном слое

Таблица 14 Состав грунтовочного слоя - пример 14	
Ингредиенты	% Мас.
ПАИ-1	4,710
Вода	66,159
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	4,310
ФЕР (твердые вещества в водной дисперсии)	2,880
Фурфуроловый спирт	3,469
Диэтилэтаноламин	0,665
Триэтиламин	1,329
Триэтанолламин	0,011
N-метилпирролидон	2,823
Частицы карбида кремния (amps* = 20 мкм)	2,571
Пигмент углеродной сажи	0,278
Пигмент голубой ультрамариновый	1,614
Оксид алюминия (0,35-0,50 микронметров)	7,390
Полисиликат Ludox AM	0,867
Натрий нафталинсульфоновая кислота	0,159
Этоксированные ацетиленовые диолы	0,222
ПАВ алкилфенолэтокси	0,522
Чешуйки слюды с покрытием	0,021
	100,000
*amps = средний размер частиц	

Таблица 15 Состав промежуточного слоя - пример 4	
Ингредиенты	% Мас.
ПТФЭ (твердые вещества в водной дисперсии)	33,980
Вода	37,319
ПАВ октилфенолполиэтокси	4,248
РФА (твердые вещества в водной дисперсии)	6,132
Чешуйки нержавеющей стали 316L, водная марка	1,592
Аморфный диоксид кремния	0,184
ПАИ-1	0,052
Октоат церия	0,590
Олеиновая кислота	1,030
Триэтаноламин	4,646
Бутилкарбитол	2,424
Акриловая смола	4,880
Углеводородный растворитель	2,889
Натрийнафталинсульфоновая кислота	0,034
	100,000

Испытание рабочих характеристик - сопротивление истиранию, наружные повреждения, время линейного нарастания до температуры приготовления пищи и соскальзывание

Подвергаемые испытаниям сковородки с нанесенным на них покрытием согласно описаниям, приведенным в сравнительных примерах 1-3 и примерах 1-4, подвергают испытаниям АНАТ на царапание, испытанию на истирание МТР, SBAR и испытанию на ускоренное приготовление пищи. Полученные результаты представлены в таблице 16. Высокое сопротивление истиранию, наблюдаемое в примерах 1-4 согласно данному изобретению, получают в результате проведения испытаний SBAR (как влажных, так и сухих) и испытания МТР. Хорошее сопротивление наружным повреждениям и царапанию определяют в результате проведения испытания АНАТ. Соскальзывание согласно данному изобретению в этих примерах такое же хорошее, как и соскальзывание в известной ранее посуде для приготовления пищи. Результаты испытания на контакт показывают, что сковородки в примерах согласно данному изобретению нагреваются до температуры приготовления пищи, составляющей 400°F (204°C), намного быстрее. Синергетический эффект частиц SiC и чешуек из нержавеющей стали в нижнем покрытии (покрытиях) системы для покрытий, используемой в посуде для приготовления пищи, обеспечивает намного более высокое сопротивление истиранию, более быстрое нагревание до температуры приготовления пищи, при этом обеспечивая хорошее соскальзывание.

Таблица 16 Рабочие характеристики							
	Сравн. пр.1	Сравн. пр.2	Сравн. Пр.3	Пр.1	Пр.2	Пр.3	Пр.4
SBAR, влажное	183 цикла	148 циклов	4350 циклов	7200 циклов	14500 циклов	11000 циклов	10500 циклов
SBAR, сухое	263 цикла	338 циклов	21750 циклов	32000 циклов	23500 циклов	29000 циклов	31000 циклов
Время линейного нарастания в сек до температуры приготовления пищи 400°F	570	525	510	305	309	375	335
МТР	5 (100 мин) 5 (105 мин)	5 (105 мин) 5 (110 мин)	5 (310 мин) 5 (210 мин)	8 (300 мин) 5 (270 мин)	9 (375 мин) 9 (420 мин)	9 (420 мин)	9 (420 мин) 9 (420 мин)

АИНАТ (после 10 циклов)	5	5	6.6	6.6	7.8.8	5.5	6.7
-------------------------	---	---	-----	-----	-------	-----	-----

### Формула изобретения

1. Подложка с прокаленным антиадгезионным покрытием, имеющим улучшенную теплопередачу, где покрытие включает нижнее покрытие и верхнее фторполимерное покрытие, в котором упомянутое нижнее покрытие содержит магнитные чешуйки и множество частиц карбида кремния.

2. Подложка по п.1, в которой по меньшей мере часть упомянутых магнитных чешуек не имеют индуцированной ориентации.

3. Подложка по п.1, в которой упомянутые магнитные чешуйки состоят из нержавеющей стали.

4. Подложка по п.1, в которой упомянутое нижнее покрытие включает грунтовочный слой и промежуточный слой, расположенный между упомянутым грунтовочным слоем и упомянутым верхним покрытием, при этом упомянутый промежуточный слой содержит чешуйки.

5. Подложка по п.4, в которой упомянутый грунтовочный слой упомянутого антиадгезионного покрытия содержит частицы карбида кремния.

6. Подложка по п.4, в которой упомянутый промежуточный слой дополнительно включает фторполимер.

7. Подложка по п.4 или 5, в которой упомянутый грунтовочный слой дополнительно включает фторполимер.

8. Подложка по п.4, в которой упомянутые магнитные чешуйки содержатся в упомянутом промежуточном слое.

9. Подложка по п.4, в которой упомянутый промежуточный слой дополнительно включает фторполимер.

10. Подложка по п.4, в которой упомянутый грунтовочный слой дополнительно включает оксид алюминия.

11. Подложка по п.4, в которой упомянутый промежуточный слой дополнительно включает оксид алюминия.

12. Подложка по п.1, в котором упомянутая подложка состоит из алюминия.

13. Подложка по п.1, в котором упомянутая подложка состоит из нержавеющей стали.

14. Подложка по п.1 или 5, в которой упомянутые частицы карбида кремния имеют средний размер в диапазоне приблизительно от 3 до приблизительно 100 мкм.

15. Подложка по п.1 или 5, в которой упомянутые частицы карбида кремния имеют средний размер в диапазоне приблизительно от 5 до приблизительно 45 мкм.