



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 161 212** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **C 23 C 14/06, 14/35**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 98123840/02, 29.12.1998

(24) Дата начала действия патента: 29.12.1998

(30) Приоритет: 30.12.1997 US 09/001,146

(46) Дата публикации: 27.12.2000

(56) Ссылки: US 5244375 A, 14.09.1993. EP 0826790 A1, 04.03.1998. US 4590031, 20.05.1986. DE 2141928, 24.02.1972. US 4713138, 15.12.1987. US 5306531 A, 26.04.1994. БОРИСОВ Ю.С. и др. Газотермические покрытия из порошковых материалов. - Киев: Наукова думка, 1987, с.294 - 299.

(98) Адрес для переписки:
129010, Москва, ул. Большая Спасская 25,
стр.3, ООО "Городисский и Партнеры", Томской
Е.В.

(71) Заявитель:

ПРЕМАРК РВП ХОЛДИНГС, ИНК. (US)

(72) Изобретатель: МА Муйуан М. (US),

ОЛИВЕР Джей Т. (US)

(73) Патентообладатель:

ПРЕМАРК РВП ХОЛДИНГС, ИНК. (US)

(54) СПОСОБ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЯ НА ПРЕССОВАЛЬНУЮ ПЛИТУ

(57)

Изобретение относится к прессовальным плитам для производства декоративного многослойного материала из пропитанной смолой бумаги. Поверхность прессования плиты покрывают диборидом гафния, диборидом молибдена, диборидом тантала, диборидом титана, диборидом вольфрама, диборидом ванадия, или диборидом циркония, или их смесями путем

магнетронного распыления при относительном перемещении прессовальной плиты и распылительной головки для обеспечения скорости сканирования, достаточной для получения перепада температур в прессовальной плите не более 50°F (27,78°C). Изобретение направлено на снижение напряжения и делокализации теплораспределения по прессовальной плите. 13 з.п. ф-лы, 5 табл.



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 161 212** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **C 23 C 14/06, 14/35**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 98123840/02, 29.12.1998

(24) Effective date for property rights: 29.12.1998

(30) Priority: 30.12.1997 US 09/001,146

(46) Date of publication: 27.12.2000

(98) Mail address:
129010, Moskva, ul. Bol'shaja Spasskaja 25,
str.3, OOO "Gorodisskij i Partnery", Tomskoj E.V.

(71) Applicant:
PREMARK RVP KhOLDINGS, INK. (US)

(72) Inventor: MA Mujuan M. (US),
OLIVER Dzhej T. (US)

(73) Proprietor:
PREMARK RVP KhOLDINGS, INK. (US)

(54) **METHOD OF COATING APPLICATION TO PRESSING PLATE**

(57) Abstract:

FIELD: pressing plates for production of decorative multilayer material from paper impregnated with resin. SUBSTANCE: pressing surface of plate is coated with hafnium diboride molybdenum diboride, tantalum diboride, titanium diboride, tungsten diboride, vanadium diboride or zirconium

diboride, or with their mixture by magnetron spraying with relative displacement of pressing plate and spraying head to ensure scanning velocity sufficient for obtaining temperature drop on pressing plate not more 50 F (27.78 C). EFFECT: reduced stress and delocalization of heat distribution over pressing plate. 14 cl, 4 tbl, 6 ex

Настоящее изобретение относится к плакированным износостойким при истирании прессовальным плитам, используемым при изготовлении износостойкого при истирании декоративного многослойного материала, к покрытию прессовальных плит и изготовлению многослойного материала с помощью этих прессовальных плит.

При изготовлении декоративного многослойного материала слои пропитанной смолой бумаги сжимают относительно прессовальных плит при таких условиях температуры и давления, чтобы смола отверждалась и слои связывались вместе. Прессовальная плита с хорошим глянцем придает многослойному материалу поверхность с хорошим глянцем. Текстурированная поверхность придает многослойному материалу текстурированную поверхность. Эти прессовальные плиты чрезвычайно однородны, в них даже микроскопические разрывы минимизированы. Качество полированной прессовальной плиты с хорошим глянцем можно определять, рассматривая отраженные изображения на поверхности и тщательно исследуя отраженные изображения на предмет оптических расхождений. Абразивное вещество на поверхности многослойного материала образует микроцарапины на прессовальных плитах из нержавеющей стали, используемых обычно при изготовлении декоративного многослойного материала, таким образом разрушая микроскопический верхний отделочный слой прессовальной плиты. Прессовальные плиты также могут быть поцарапаны погрузочно-разгрузочным оборудованием прессовальных плит и отходами с прессовального оборудования или материалами, используемыми при изготовлении многослойного материала (см. патент США 5.244.375, выданный Лоуренсу).

Покрытый меланиновым полимером декоративный многослойный материал прессуют при температурах приблизительно 230 - 310°F (110 - 155°C) и давлениях приблизительно 300 - 2000 фунтов на квадратный дюйм (20 - 136 бар) ($20 \cdot 10^5$ - $136 \cdot 10^5$ Па) и предпочтительно приблизительно 750 - 1500 фунтов на квадратный дюйм (51 - 102 бар) ($51 \cdot 10^5$ - $102 \cdot 10^5$ Па). Нагревание до этих температур и охлаждение до комнатной температуры приводит к существенному расширению и сжатию многослойного материала и прессовальной плиты. Расширение и сжатие многослойного материала и прессовальной плиты не будет одним и тем же, что приводит к перемещению абразивного вещества на поверхности прессования многослойного материала по прессовальной плите.

В опубликованных под номером LD 3 Стандартах Национальной ассоциации изготовителей электрооборудования (НАИЭ) раскрыто, что многослойный материал с верхним отделочным глянцевым слоем имеет глянец 70 - 100+. Раскрыто, что многослойный материал с верхним отделочным текстурированным слоем с хорошим глянцем имеет глянец 21 - 40. Черное стекло с глянцем 94"1 градусов, измеряемых под углом 60 градусов, раскрывается в качестве Стандарта 3.13.2 НАИЭ для калибрования измерителя

глянца при измерениях глянца под углом 60 градусов.

Даже такие разрывы в прессовальных плитах с хорошим глянцем, которые можно заметить только с помощью микроскопа, могут образовывать видимые поверхностные дефекты на поверхности многослойного материала с хорошим глянцем. Любое царапание прессовальных плит с хорошим глянцем образует видимые поверхностные дефекты на поверхностях с хорошим глянцем многослойного материала и снижает уровень глянца.

Абразивное вещество на декоративной поверхности многослойного материала придает прочность на истирание, коммерчески желательную характеристику многослойного материала. При изготовлении декоративного многослойного материала в качестве абразивного вещества обычно используют частицы глинозема. Твердость по Виккерсу глинозема, раскрытая в работе И. М. Хатчингса "Трибология: трение и износ конструкционных материалов". Издательство CRC, 1992 г., составляет от 1800 до 2000. Полезный диапазон размеров частиц составляет приблизительно 10 - 75 микрон. Предпочитают абразивное вещество с размером приблизительно 25 - 60 микрон. Оптимальная износостойкость получена при размерах частиц в диапазоне приблизительно от 40 до 60 микрон (см. патент США N 3.798.111, выданный Лэйну и др.).

Глинозем, имеющий максимальный размер частиц 9 микрон, описан как эффективный для образования износостойчивой поверхности на глянцевом декоративном многослойном материале. Износостойчивость определяется как сопротивление глянцевому многослойному материалу потере глянца, когда поверхность многослойного материала подвергают абразивным воздействиям скользящих предметов. Подтверждено, что полученный в результате многослойный материал не отвечает требованиям раздела LD 3.01 НАИЭ, чтобы считаться износостойкими к истиранию. Однако раскрыто, что глянцевые прессовальные плиты по существу не царапаются, если размер частиц абразивного вещества поддерживается менее 9 микрон (см. патент США N 4.971.855, выданный Лексу и др.).

Раскрыто использование прессовальной плиты из нержавеющей стали 410, упрочненной азотированием, для изготовления декоративного многослойного материала с хорошим глянцем. После прессования 100 листов многослойного материала с хорошим глянцем с абразивным веществом 6 микрон и 15 микрон глянец прессованного многослойного материала остался в пределах от хорошего до очень хорошего. Азотированная прессовальная плита, подвергшаяся воздействию абразивного вещества с размером частиц 6 микрон, была повторно отполирована после 234 циклов и произведен многослойный материал с допустимым качеством по меньшей мере для других 103 циклов. Азотированные прессовальные плиты, подвергшиеся воздействию абразивного вещества с частицами 30 микрон, имели ограниченную стойкость. Раскрыто, что прессовальные плиты из нержавеющей стали

410, используемые для азотирования, имели твердость по шкале "С" Роквелла, равную 38 - 45, и азотированная поверхность имела твердость по шкале "С" Роквелла, равную 60 - 70. На основании переводной таблицы, опубликованной в работе "Справочник по металлам, механические испытания", том 8, 9-е издание, Американское общество металловедения, 1985 г., эквивалентная твердость по Виккерсу нержавеющей стали 410 составляла приблизительно 370 - 440. На основании переводной таблицы, опубликованной в работе "Справочник по металлам, механические испытания", том 8, 9-е издание, Американское общество металловедения, 1985 г., эквивалентная твердость по Виккерсу азотированной нержавеющей стали 410 составляла приблизительно 500 - 1000 (см. патент США 5.244.375, выданный Лоуренсу).

Многослойный материал со средним размером частиц глинозема на поверхности, равным 35 микрон (покрытие PGA 822, имеющееся в продаже в Корпорации Мид (Mead Corporation)), был спрессован посредством прессовальных плит с хорошим глянцем, покрытых нитридом титана. После десяти прессований покрытые нитридом титана прессовальные плиты имели приблизительно 15 царапин на квадратный сантиметр. Контрольная прессовальная плита из нержавеющей стали 410 имела приблизительно 500 царапин на квадратный сантиметр. Твердость по Виккерсу нитрида титана, раскрытая в работе И. М. Хатчингса "Трибология: трение и износ конструкционных материалов", Издательство CRC, 1992 г., составляет от 1200 до 2000.

Контрольная прессовальная плита и прессовальная плита, на которой было нанесено покрытие из нитрида титана, были вырезаны из одной и той же прессовальной плиты из нержавеющей стали. Царапины были видны под оптическим микроскопом с 40-кратным увеличением. Нитрид титана был нанесен на прессовальные плиты с хорошим глянцем из нержавеющей стали 410 в системе покрытия магнетронным распылением. Использование системы покрытия магнетронным распылением для применения покрытия из нитрида титана раскрыто в работе Спроула "Многокатодные несбалансированные системы магнетронного распыления", "Поверхность и технология нанесения покрытия", 49 (1991 г.). Использование системы покрытия магнетронным распылением для очистки подлежащей покрытию поверхности раскрыто в работе Счиллера и др. "Новая распылительная очищающая система для металлических подложек", "Тонкие твердые пленки", 33 (1976 г.).

Кроме того, цвет многослойного материала, спрессованного с помощью покрытой нитридом титана прессовальной плиты, отличался от цвета многослойного материала, спрессованного с помощью контрольной прессовальной плиты. Отличие цвета ASTM (Американское общество по испытаниям материалов) 2244 от стандартного меньше, чем на ("0.5)) Е, считается допустимым согласованием цвета со стандартом. Различие цветов в ASTM D 2244 между стандартом и многослойным материалом, спрессованным с помощью

прессовальной плиты с покрытием из нитрида титана, было больше, чем (0.5)) Е. Покрытая нитридом титана прессовальная плита и спрессованный с ее помощью многослойный материал имеют внешний вид бронзы. Контрольная прессовальная плита и спрессованный с ее помощью многослойный материал не имеют внешнего вида бронзы. Многослойный материал, спрессованный с помощью контрольной прессовальной плиты, имел отличие цвета по ASTM D 2244 по сравнению со стандартным меньше, чем (0.5)) Е.

Основанные на железе резцы были покрыты распылением 2 - 6 микронами диборида титана. Нанесение покрытия осуществляли в аргоновом или криптоновом пучке ионов, ускоренных до 1300 - 1800 В, в качестве источника ионов с широким пучком. Мишень из диборида титана использовали в качестве катода. Инструмент нагревали приблизительно до 200°C (392°F). Напыление выполнялось в вакууме приблизительно 4 - 6 миллиторр (0,533 - 0,800 Па). Диборид титана имеет чрезвычайно высокое значение микротвердости по Виккерсу, обычно приблизительно 3600, которое не только значительно выше, чем у других боридов, но также существенно выше, чем у других карбидов или нитридов. Кроме того, диборид титана особенно отмечают из-за высокой плотности, например 88% теоретической плотности, низкого удельного сопротивления 30 микроом на сантиметр, высокого предела прочности приблизительно 40.000 фунтов на квадратный дюйм ($276 \cdot 10^6$ Па) и коэффициента теплового расширения, который составляет приблизительно $8,1 \cdot 10^{-6}$ в интервале температур 20Е - 800ЕС (68 - 1472ЕF) (патент США номер 4.820.392, выданный Московичу и др.).

Контрольные условия для нанесения покрытия распылением раскрыты в работах Торнтон "Влияние конфигурации аппаратуры и условий напыления на структуру и топографию (рельеф) полученных напылением толстых покрытий". Журнал вакуумной научной технологии, том II, номер 4 (июль - август 1974 г.) и Торнтон и др. "Напыление", "Справочник по металлам", девятое издание, Американское общество металловедения, Парк металлов (Metals Park), Штат Огайо, 44073, том 5, стр. 412 - 416 (1982 г.).

Существует потребность в твердом покрытии на прессовальных плитах, непрерывной ленте и других прессовальных поверхностях, которое придает цвет многослойному материалу, имеющий отличие цвета по ASTM D 2244 по сравнению со стандартным меньше, чем на ("0.5)) Е. Существует необходимость в покрытии, которое можно применять к поверхности прессования без изменения внешнего вида верхнего отделочного слоя на поверхности прессования. Имеется потребность в поверхности прессования, которая не царапается при использовании в прессовании многослойного материала, с частицами глинозема, превышающими 10 микрон, и предпочтительно превышающими 25 микрон. Существует конкретная потребность в поверхности прессования, которая не царапается при использовании в прессовании многослойного материала с хорошим

глянцем, с глянец под углом 60 градусов по ASTM 2457 больше, чем 70, когда поверхность многослойного материала покрывают частицами глинозема с размером 25 - 60 микрон.

Техническим результатом настоящего изобретения является создание способа покрытия прессовальной плиты, обеспечивающего защитное твердое покрытие высшего качества и, таким образом, более децентрализованное теплораспределение по плите.

Этот технический результат достигается тем, что в способе создания плоской поверхности прессования для производства декоративного многослойного материала из пропитанной смолой бумаги, содержащем придание желательной отделки на плоской поверхности прессования, удаление загрязнений с плоской поверхности, согласно изобретению покрытие плоской поверхности осуществляют диборидами, выбранными из группы, состоящей из диборида гафния, диборида молибдена, диборида тантала, диборида титана, диборида вольфрама, диборида ванадия или диборида циркония, или их смесей в системе покрытия плоскостным магнетронным распылением до твердости по Виккерсу, составляющей по меньшей мере 2000, при этом покрытие осуществляется путем относительного перемещения плоской поверхности и распыляющей головки системы покрытия плоскостным магнетронным распылением со скоростью сканирования, достаточной для обеспечения перепада температур в плоской поверхности прессования не более, чем 50°F (27,78°C).

Настоящее изобретение касается улучшенного способа производства лакированной прессовальной плиты, особенно прессовальной плиты, покрытой диборидом. Обнаружили, что цвет, глянец и внешний вид многослойного материала, изготовленного с помощью поверхностей прессования, покрытых диборидами, выбираемыми из группы, состоящей из диборида гафния, диборида молибдена, диборида тантала, диборида титана, диборида вольфрама, диборида ванадия, или диборида циркония, или их смесей, по существу такие же, как цвет и глянец многослойного материала, сделанного с помощью прессующих поверхностей до применения покрытия. Предпочтительные дибориды для покрытия поверхностей прессования многослойного материала представляют собой диборид титана или диборид циркония. Более предпочтительным диборидом для покрытия поверхностей прессования многослойного материала является диборид титана. Полагают, что диборид титана чаще используют в промышленных масштабах для покрытия поверхностей, чем соответствующие данному изобретению другие элементы диборидов, поскольку его можно напылять в системе магнетронного распыления с более высокой скоростью напыления.

Абразивное вещество, например частицы глинозема, на поверхности прессования износостойкого при истирании декоративного многослойного материала может царапать прессовальные плиты и снижать визуальное качество многослойного материала,

изготавливаемого после этого с помощью прессовальной плиты. Соответствующие данному изобретению прессовальные плиты особенно полезны при изготовлении износостойкого при истирании декоративного многослойного материала с хорошим глянцем.

Соответствующее данному изобретению диборидное покрытие можно применять на поверхностях прессования для многослойного материала, чтобы иметь твердость по Виккерсу по меньшей мере 2000, и предпочтительно по меньшей мере 2200, достаточную для прессовального многослойного материала с частицами глинозема 25 - 60 микрон или большими на поверхности прессования многослойного материала без царапания. Покрытие приблизительно 3 микрона имеет достаточную твердость, чтобы противостоять царапанию частицами глинозема на поверхности прессования многослойного материала. Специалисты в использовании этих систем могут управлять твердостью покрытия в системе покрытия плоскостным магнетронным распылением.

Было обнаружено, что соответствующее данному изобретению диборидное покрытие можно наносить на поверхность прессования с достаточной прочностью связи для использования при прессовании многослойного материала с высоким давлением. Полагают, что достаточной является минимальная прочность связи 1,6 и предпочтительно 1,8 килограмм-силы (кгс) (15,69 Н; 17,65 Н), определяемую испытанием на сцепление путем измерения твердости царапанном алмазом. Покрытия диборидом толщиной более, чем 6 микрон, могут иметь более низкие прочности связи из-за напряжений, образующихся во время покрытия.

Сцепление соответствующего данному изобретению диборидного покрытия с поверхностью прессования усиливается благодаря тщательной очистке поверхности прессования перед введением поверхности прессования в систему покрытия магнетронным распылением. Сцепление дополнительно усиливается путем травления поверхности прессования системой покрытия магнетронным распылением до нанесения покрытия из диборида титана. Очистление, анодное травление, катодное травление и травление с помощью радиочастоты (РЧ) можно выполнять способами, известными специалистам в использовании системы покрытия магнетронным распылением. Обнаружили, что слой титана, нанесенный непосредственно на поверхность прессования перед нанесением соответствующего данному изобретению диборидного покрытия, дополнительно усиливает сцепление диборида. Улучшение сцепления путем очищения, травления и использования промежуточного слоя между покрытием и подложкой известно специалистам в данной области техники, использующим систему покрытия магнетронным распылением.

Покрытие прессовальных плит в соответствии с настоящим изобретением можно выполнять либо в неподвижном режиме, либо в режиме сканирования. В неподвижном режиме магнетронное распыление осуществляют при неподвижных

как головке распыления, так и прессовальной плите. Однако обнаружили, что распыление в неподвижном режиме обеспечивало величины микротвердости по Виккерсу (МВ) приблизительно только до 1000.

Соответствующий настоящему изобретению предпочтительный способ нанесения покрытия на прессовальную плиту заключается в выполнении процесса покрытия в режиме сканирования либо путем перемещения прессовальной плиты, удерживая головку распыления неподвижной, либо перемещения головки распыления при сохранении неподвижной прессовальной плиты. Предпочтительным режимом для процесса сканирования является перемещение головки распыления. Заявители настоящего изобретения нашли, что когда используется процесс сканирования, получаемая в результате плакированная прессовальная плита имеет гораздо более высокие значения МВ (> 2000) при аналогичных толщинах пленок. Кроме того, при использовании процесса развертки получаемая пленка имеет повышенное сцепление порядка 1,6 кгс (15,69 Н) или выше.

Один недостаток процесса сканирования в большой установке вакуумного напыления промышленного размера для прессовальных плит с размерами 4' x 8' (1,219 x 2,438 м) состоит в том, что даже если характеристики пленки являются аналогичными мелкомасштабным установкам для нанесения покрытий при скоростях 2"/мин (0,61 м/мин), прессовальная плита может подвергаться деформированию из-за высоких перепадов температур (порядка 100°F и выше) (перепад порядка 37,78 °C и выше), наводимому в прессовальной плите во время процесса. Обнаружено, что наводимый в плите перепад температур может быть уменьшен на порядок величины или больше благодаря увеличению скорости развертки на плите 4' x 8' (1,219 x 2,438 м) до скорости от 48"/мин (1,219 м/мин) до 160"/мин (4,06 м/мин), предпочтительно от 50"/мин (1,27 м/мин) до 100"/мин (2,54 м/мин), более предпочтительно от 55"/мин (1,397 м/мин) до 80"/мин (2,032 м/мин). В контексте настоящего изобретения скорости сканирования представлены в линейных дюймах в минуту по направлению сканирования с головкой распыления, которая проходит полностью поперек короткого направления прессовальной плиты, обычно 4' (1,219 м) в поточной линии. Однако также возможны другие способы сканирования с меньшими головками распыления. Такие головки распыления будут приводиться в действие на аналогичных линейных скоростях, но будут требовать множества проходов для обеспечения единственного полного слоя покрытия. Кроме того, снижение перепада температур можно достичь при удивительном сохранении тех же самых характеристик пленки при плакировании плиты.

В результате исследования посредством моделирования заявители настоящего изобретения показали, что перепад температур можно уменьшить от 302°F (167,78°C) при 8"/мин (0,2032 м/мин) вплоть до 13°F (7,23°C) при 160"/мин (4,06 м/мин). Это снижение перепада температур было экспериментально подтверждено путем

изготовления плакированной прессовальной плиты при скоростях развертки 79"/мин (2,010 м/мин) и 35"/мин (0,889 м/мин), давая перепады температур 0 °F (0°C) (или незначительные) и приблизительно 9°F (5,00 °C) соответственно.

Эта способность снижать перепад температур и, таким образом, обеспечивать более делокализованное теплораспределение по плите, является критической, поскольку вносимое напряжение и ограниченная верхняя предельная температура для самой прессовальной плиты представляют собой практические ограничения, которые должны рассматриваться в любом процессе промышленного масштаба. Перепад температур в представленном процессе высокоскоростной развертки составляет не более 50°F (27,78°C), предпочтительно не более чем 35°F (19,45°C), более предпочтительно не более чем 25°F (13,89 °C), наиболее предпочтительно не более чем 15°F (8,34°C).

Примеры

Черный, с хорошим глянцем многослойный материал сильного сжатия был спрессован с помощью показанных в таблице 1 покрытых диборидом титана прессовальных плит. Эти прессовальные плиты были обработаны для придания глянца под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющего приблизительно 100, многослойному материалу до его покрытия диборидом титана. Различия цвета по ASTM D 2244 между стандартом и многослойным материалом, спрессованным с помощью покрытых диборидом титана прессовальных плит, показанных в таблице 1, было менее (0,5) ΔE. Различия глянца и цвета в таблице 1 усреднены по измерениям, сделанным на 10 многослойных материалах.

Кроме того, прессовальную плиту с хорошим глянцем 3000-2 и контрольную прессовальную плиту использовали при прессовании 760 листов сильного сжатия черного многослойного материала с хорошим глянцем с частицами глинозема со средней величиной частиц 35 микрон на его поверхности прессования. Многослойный материал был спрессован с помощью этих прессовальных плит приблизительно при давлении 1000 фунтов на квадратный дюйм (68 бар) (68•10⁵ Па) и при температуре 280°F (138°C). Поверхность прессования многослойного материала представляла собой имеющийся в продаже лист поверхностного слоя с крупным порошком из глинозема 35 микрон (POA 822 из Миды (Mead)). Прессовальную плиту 3000-2 и контрольную прессовальную плиту вырезали из прессовальной плиты из нержавеющей стали 410 с хорошим глянцем, которые были обработаны для придания многослойному материалу глянца под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющего приблизительно 100. Прессовальную плиту 3000-2 и контрольную прессовальную плиту измеряли приблизительно на двенадцати дюймах (30,48 см) вдоль одной стороны и на одиннадцати дюймах (27,94 см) вдоль их другой стороны. Прессовальная плита 3000-2 была покрыта приблизительно пятью микронами диборида титана в системе

покрытия магнетронным распылением. Покрытие диборида титана применялось при 17 развертках, накладывая приблизительно 3000 ангстрем ($3 \cdot 10^{-7}$ м) диборида титана за одно сканирование. Другая использовалась в качестве контрольной.

Первый лист черного многослойного материала с хорошим глянцем с частицами глинозема со средней величиной частиц 35 микрон на поверхности прессования, спрессованный с помощью контрольной прессовальной плиты, имел отличие цвета по ASTM D 2244 по сравнению со стандартом приблизительно (0.25) ΔE . Первый лист черного многослойного материала с хорошим глянцем, спрессованный с помощью прессовальной плиты 3000-2, имел разность цвета по ASTM D 2244 по сравнению со стандартом приблизительно (0.15) ΔE .

Первый лист черного многослойного материала, спрессованного с помощью контрольной прессовальной плиты, имел глянец под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющий приблизительно 100 для многослойного материала. 760-й лист черного многослойного материала, спрессованный с помощью контрольной прессовальной плиты, имел глянец под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющий менее 70. Контрольная прессовальная плита придала глянец под углом 60 градусов, составляющий меньше 90, черному многослойному материалу после того, как с ее помощью было спрессовано приблизительно 160 листов. Полагают, что многослойный материал с глянцем под углом 60 градусов, составляющим менее 90, коммерчески не приемлем в качестве многослойного материала с хорошим глянцем.

Эти 760 листов черного многослойного материала, спрессованного с помощью прессовальной плиты 3000-2, имели глянец под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющий приблизительно 100. Прессовальную плиту 3000-2 рассматривали под микроскопом на предмет обнаружения царапин после прессования этих 760 листов черного многослойного материала и ни одной не нашли. Контрольная прессовальная плита была сильно поцарапана.

Во внешнем виде поверхностей многослойного материала, спрессованного с помощью прессовальных плит, показанных в таблице 1, и контрольных прессовальных плит не наблюдалось никаких различий.

Диборид титана был нанесен на прессовальную плиту с хорошим глянцем в системе покрытия магнетронным распылением при ряде условий. Также полагают, что для достижения твердости по Виккерсу по меньшей мере 2000 необходимо покрытие по меньшей мере 3 микрона и что сцепление снижается при толщинах покрытия 6 микрон или больше. Как известно специалистам в данной области техники, твердостью и сцеплением можно управлять с помощью давления и температуры, при которых в соответствии с данным изобретением прессовальные плиты покрывают диборидами, и мощности (амперы и вольты), используемой при нанесении соответствующих данному изобретению диборидов на прессовальные плиты.

Текстурированную прессовальную плиту, покрытую диборидом титана, далее

называемую "прессовальной плитой 3000-3", и контрольную прессовальную плиту использовали в прессовании более чем 450 листов черного текстурированного многослойного материала сильного сжатия с частицами глинозема со средней величиной частиц 35 микрон на его поверхности прессования. Этот многослойный материал был спрессован при давлении приблизительно 1000 фунтов на квадратный дюйм (68 бар) ($63 \cdot 10^5$ Па) и температуре 280 °F (138°C). Прессовальная плита 3000-3 и контрольная прессовальная плита были вырезаны из текстурированной прессовальной плиты из нержавеющей стали 630, которая была обработана для придания многослойному материалу глянца под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющего приблизительно 10. Прессовальную плиту 3000-3 и контрольную прессовальную плиту измеряли приблизительно на двенадцати дюймах (30,48 см) вдоль каждой стороны. Прессовальная плита 3000-3 была покрыта слоем приблизительно шесть микрон диборида титана в системе покрытия магнетронным распылением. Покрытие диборидом титана применялось при 20 сканированиях, накладывая приблизительно 3000 ангстрем ($3 \cdot 10^{-7}$ м) диборида титана за одно сканирование.

Первый лист этого черного текстурированного многослойного материала, спрессованный с помощью контрольной прессовальной плиты, имел отличие цвета по ASTM D 2244 по сравнению со стандартом приблизительно (0.22) ΔE . Черный многослойный материал с хорошим глянцем, спрессованный с помощью прессовальной плиты 3000-3, имел отличие цвета по ASTM D 2244 по сравнению со стандартом приблизительно (0.08) ΔE .

Первый лист этого черного многослойного материала, спрессованного с помощью контрольной прессовальной плиты, имел глянец под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющий приблизительно 9.5. 450-й лист этого черного многослойного материала, спрессованного с помощью контрольной прессовальной плиты, имел глянец под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющий приблизительно 8. Этот черный многослойный материал, спрессованный с помощью прессовальной плиты 3000-3, имел глянец под углом 60 градусов по ASTM D 2457, составляющий приблизительно 10.

Во внешнем виде поверхности многослойного материала, спрессованного с помощью прессовальной плиты 3000-3 и контрольной прессовальной плиты, не наблюдалось никаких различий.

Указанные в таблице 1 прессовальные плиты и прессовальная плита 3000-3 очищали и затем протравливали в условиях радиочастоты в системе покрытия плоскостным магнетронным распылением. Затем эти прессовальные плиты покрывали диборидом титана в системе покрытия магнетронным распылением при следующих усредненных условиях.

Очистка
химическая очистка - протирка этиловым спиртом, трихлорэтаном и уксусом;
физическая очистка - продувка
прессовальной плиты газом азота в течение 5

минут.

Условия травления при радиочастоте
газовая среда - аргон
скорость сканирования дюйм/мин (см/мин)

- 1(2,54)

миллиторр (Па) - 10(1,333)
мА/кв. дюйм (мА/кв.см) - 3,5(0,54)
кВ - 0,75

Условия покрытия диборидом титана
газовая среда - аргон
скорость сканирования дюйм/мин (см/мин)

- 1(2,54)

миллиторр (Па) - 7(0,933)
мА/кв. дюйм (мА/кв.см) - 83(13)
кВ - 0,3

Условия покрытия и свойства
представлены в табл. 2.

В соответствии с данным изобретением
были сделаны три прессовальные плиты с
хорошим глянецом, имеющие размеры
приблизительно четыре фута (1,219 м) на
восемь футов (2,438 м). Эти прессовальные
плиты называются как прессовальные плиты
3-1, 3-2 и 3-3. Эти прессовальные плиты были
покрыты напылением диборидом титана при
условиях плоского магнетронного разряда.

Прессовальные плиты 3-1, 3-2 и 3-3 были
подвергнуты анодному травлению и затем
покрыты титаном и диборидом титана в
системе покрытия плоскостным магнетронным
распылением при следующих усредненных
условиях. Эти прессовальные плиты были
химически очищены до их помещения в
систему нанесения покрытия. Температура
этих прессовальных плит во время травления
и покрытия была приблизительно 300 °F
(149 °C). Эти прессовальные плиты при такой
температуре не деформировались (см. табл.
3).

Прессовальная плита 3-3 была
использована при прессовании более 1200
листов черного многослойного материала
сильного сжатия, с хорошим глянецом, с
частицами глинозема, имеющими среднюю
величину частиц 35 микрон на их
прессовальных поверхностях. Прессовальные
плиты 3-3 рассматривались на предмет
царапин после прессования этих 1200 листов
многослойного материала и ни одной не было
обнаружено. Покрытие диборидом титана на
прессовальных плитах 3-1 и 3-2 отделялось
от подложки из нержавеющей стали после
прессования менее чем 100 листов
многослойного материала.

Каждую из соответствующей данному
изобретению покрытой диборидом циркония
прессовальной плиты с хорошим глянецом и
контрольной прессовальной плиты
использовали в прессовании 10 листов
черного многослойного материала с хорошим
глянецом. Этот многослойный материал имел
отличие цвета по ASTM D 2244 по сравнению
со стандартом приблизительно (0,26) ΔE и
глянец под углом 60 градусов по ASTM D
2457, составляющий приблизительно 100.
Никакие различия не наблюдались во
внешнем виде многослойного материала,
спрессованного с помощью покрытых
цирконием и контрольных прессовальных
плит.

Соответствующую данному изобретению
покрытую диборидом циркония
прессовальную плиту с хорошим глянецом
использовали в прессовании 10 листов
черного многослойного материала с хорошим

глянецом с частицами глинозема, имеющими
средний размер частиц 35 микрон на их
поверхности прессования. Этот многослойный
материал был спрессован приблизительно
при давлении 1000 фунтов на квадратный
дюйм (68 бар) (68•10⁵ Па) и температуре
280 °F (138°C). Имеющийся в продаже лист
поверхностного слоя с твердыми частицами
глинозема размером 35 микрон (PGA 822 из
Mead) являлся поверхностью прессования
многослойного материала. После
прессования этих 10 листов многослойного
материала на этой прессовальной плите не
наблюдалось никаких царапин.

Эта прессовальная плита с диборидом
циркония была вырезана из прессовальной
плиты с хорошим глянецом из нержавеющей
стали 410, имеющей ASTM D 2457, которая
была обработана для придания
многослойному материалу глянца под углом
60 градусов, составляющего приблизительно
100. Из этой прессовальной плиты были
вырезаны две прессовальные плиты,
составляющие приблизительно двенадцать
дюймов (30,48 см) вдоль каждой стороны.
Каждая была покрыта приблизительно пятью
микронами диборида циркония в системе
покрытия плоскостным магнетронным
распылением. Эту прессовальную плиту
вытравливали в условиях радиочастоты в
течение приблизительно 15 минут перед
нанесением покрытия из диборида титана. За
15 сканирований было нанесено покрытие
толщиной 6 микрон диборида циркония,
накладывая приблизительно 4000 ангстрем
(4•10⁻⁷ м) диборида циркония за одно
сканирование в системе покрытия
плоскостным магнетронным распылением при
следующих усредненных условиях.

Очистка

химическая очистка - протирка этиловым
спиртом, трихлорэтаном и ацетоном;
физическая очистка - продувка
прессовальной плиты газом азота в течение 5
минут.

Условия травления при радиочастоте
газовая среда - аргон

скорость сканирования дюйм/мин (см/мин)
- 1(2,54)

миллиторр (Па) - 10(1,333)
мА/кв. дюйм (мА/кв.см) - 3,5(0,54)
кВ - 0,75

Условия покрытия диборидом циркония
газовая среда - аргон
скорость сканирования дюйм/мин (см/мин)

- 1(2,54)

миллиторр (Па) - 7(0,933)
мА/кв. дюйм (мА/кв.см) - 56(9)
кВ - 0,4

Черный многослойный материал был
спрессован с помощью прессовальных плит с
размерами шесть дюймов на шесть дюймов
(15,24 см x 15,24 см), покрытых нитридом
титана в системе покрытия магнетронным
распылением. Результаты испытаний,
показанные в таблице 4, представляют собой
средние результаты прессования пяти листов
многослойного материала каждой
прессовальной плитой.

Глянец многослойного материала,
спрессованного с помощью покрытой
нитридом титана прессовальной плиты, был
хуже, чем глянец многослойного материала,
спрессованного с помощью контрольной
прессовальной плиты. Цвет многослойного

материала, спрессованного с помощью покрытой нитридом титана прессовальной плиты, значительно отличался от цвета многослойного материала, спрессованного с помощью контрольной прессовальной плиты без покрытия. Покрытые нитридом титана прессовальные плиты и многослойный материал, спрессованный с помощью покрытых нитридом титана прессовальных плит, имел бронзовый внешний вид.

Черный многослойный материал был спрессован с помощью прессовальных плит с размерами шесть дюймов на шесть дюймов (15,24 см x 15,24 см), покрытых нитридом ниобия в системе покрытия магнетронным распылением. Результаты испытаний, показанные в таблице 5, представляют собой средние результаты прессования пяти листов многослойного материала каждой прессовальной плитой.

Глянец многослойного материала, спрессованного с помощью покрытых нитридом ниобия прессовальных плит, был хуже, чем глянец многослойного материала, спрессованного с помощью прессовальной плиты до ее покрытия. Цвет многослойного материала, спрессованного с помощью покрытых нитридом ниобия прессовальных плит, значительно отличался от цвета многослойного материала, спрессованного с помощью прессовальной плиты до ее покрытия.

Черный многослойный материал был спрессован с помощью прессовальных плит с размерами шесть дюймов на шесть дюймов (15,24 см x 15,24 см), покрытых подобным алмазному покрытием в системе покрытия магнетронным распылением. Многослойный материал прилип к прессовальной плите с подобным алмазному покрытию и разрушился при отделении.

Хотя были подробно описаны иллюстративные варианты осуществления изобретения, должно быть понятно, что специалисты в данной области техники могут применять различные другие модификации и легко можно осуществить, не выходя при этом за рамки сущности и объема притязаний изобретения.

Формула изобретения:

1. Способ создания плоской поверхности прессования для производства декоративного многослойного материала из пропитанной смолой бумаги, при котором выполняют желательную отделку на плоской поверхности прессования, удаляют загрязнения с плоской поверхности и покрывают плоскую поверхность, отличающийся тем, что покрытие плоской поверхности осуществляют диборидами, выбранными из группы, состоящей из диборида гафния, диборида

молибдена, диборида тантала, диборида вольфрама, диборида ванадия или диборида циркония или их смесей в системе покрытия плоскостным магнетронным распылением до твердости по Виккерсу, составляющей по меньшей мере 2000, при этом покрытие выполняют путем относительного перемещения плоской поверхности головки распыления системы покрытия плоскостным магнетронным распылением со скоростью сканирования, достаточной для обеспечения перепада температур в плоской поверхности прессования не более чем 50°F (27,78°C).

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что выбирают скорость сканирования, достаточную для обеспечения перепада температур на плоской поверхности прессования не более 35°F (19,45°C).

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что выбирают скорость сканирования, достаточную для обеспечения перепада температур на плоской поверхности прессования не более 15°F (8,34°C).

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что плоскую поверхность удерживают неподвижной, а головку распыления перемещают над плоской поверхностью.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что головку распыления удерживают неподвижной, а плоскую поверхность перемещают под головкой распыления.

6. Способ по п.1, отличающийся тем, что выбирают скорость сканирования от 48"/мин (1,219 м/мин) до 160"/мин (4,06 м/мин).

7. Способ по п.6, отличающийся тем, что выбирают скорость сканирования от 50"/мин (1,27 м/мин) до 100"/мин (2,54 м/мин).

8. Способ по п.7, отличающийся тем, что выбирают скорость сканирования от 55"/мин (1,397 м/мин) до 80"/мин (2,032 м/мин).

9. Способ по п.1, отличающийся тем, что поверхность покрывают диборидами в системе покрытия плоским магнетронным распылением до твердости по Виккерсу, составляющей по меньшей мере 2200.

10. Способ по п.1, отличающийся тем, что поверхность покрывают диборидами титана, или диборидами циркония, или их смесями.

11. Способ по п.1, отличающийся тем, что поверхность покрывают диборидами титана.

12. Способ по п.1, отличающийся тем, что поверхность сначала покрывают титаном в системе покрытия магнетронным распылением, а затем диборидами.

13. Способ по п.1, отличающийся тем, что осуществляют покрытие диборидом толщиной по меньшей мере 3 мкм.

14. Способ по п.1, отличающийся тем, что осуществляют покрытие диборидом толщиной не больше 6 мкм.

Таблица 1

Различия глянца и цвета

Прессовальная плита	Глянец под углом 60° по ASTM	Различие цвета по ASTM, ΔE
3000-1	101	0.20
3000-2	100	0.25
6000-1	101	0.35
6000-2	103	0.40
6000-3	102	0.30
6000-4	102	0.40
6000-5	103	0.45
6000-6	101	0.45

Таблица 2

Условия покрытия и свойства

Прессовальная плита	Скорость сканирования/ сканирование	Количество сканирований	Толщина (микроны)	Сцепление (кгс) (Н)	Твердость (кгс)(Н)
3000-1	3000	14	4,2	1,7 (16,67)	2280 (22359)
3000-2	3000	17	5,1	2,1 (20,59)	2830 (27753)
3000-3	3000	20	5,5	2,0 (19,61)	2700 (26478)
6000-1	6000	6	3,7	1,8 (17,65)	1940 (19025)
6000-2	6000	6	3,7	1,8 (17,65)	2160 (21182)
6000-3	6000	7	4,4	1,8 (17,65)	2250 (22065)
6000-4	6000	7	4,3	2,0 (19,61)	2190 (21477)
6000-5	6000	10	6	2,2 (21,57)	2880 (28243)
6000-6	6000	10	6	2,0 (19,61)	2850 (27949)

0,1 микрон = 10.000 единиц

Таблица 3

Очистка (прессовальные плиты 3-1, 3-2 и 3-3)

химическая очистка протирка этиловым спиртом, трихлорэтаном
и ацетоном

Условия анодного травления

Прессовальные плиты	3-1,	3-2,	3-3)
газовая среда	аргон	аргон	аргон
Скорость сканирования	3 (7,6)	3 (7,6)	3 (7,6)
дюйм/мин (см/мин)			
миллиторр (Па)	25 (3,333)	24 (3,200)	10 (1,333)
мА/кв. дюйм (мА/кв. см)	4,6 (0,72)	2,9 (0,45)	2,9 (0,45)
кв	0,24	0,23	0,24
Количество сканирований	1	1	5

Условия покрытия титаном

Прессовальные плиты	3-1,	3-2,	3-3)
газовая среда	аргон	аргон	аргон
Скорость сканирования	3 (7,6)	3 (7,6)	3 (7,6)
дюйм/мин (см/мин)			
миллиторр (Па)	1,6 (0,213)	1,2 (0,160)	2,7 (0,360)
мА/кв. дюйм (мА/кв. см)	70 (11)	70 (11)	70 (11)
кв.	0,52	0,52	0,43
Количество сканирований	1	1	1

Условия покрытия диборидом титана

Прессовальные плиты	3-1,	3-2,	3-3)
газовая среда	аргон	аргон	аргон
Скорость сканирования	3 (7,6)	3 (7,6)	3 (7,6)
дюйм/мин (см/мин)			
миллиторр (Па)	1,6 (0,213)	1,2 (0,160)	2,7 (0,360)
мА/кв. дюйм (мА/кв. см)	71 (11)	75 (12)	70 (11)
кВ	0,52	0,60	0,50
Количество сканирований	8	12	18
Скорость осаждения за	4125	5500	3000
одно сканирование			

Свойства покрытия TiB_2/Ti

Прессовальные плиты	3-1,	3-2,	3-3)
толщина (микроны)	3,3	6,6	5,4
сцепление (кгс) (Н)	*	1,2* (11,768)	**
твердость (кгс) (Н)	2000 (19613)	2500 (24517)	**

* TiB_2/Ti покрытие отделялось от прессовальных плит 3-1 и 3-2 во время прессования многослойного материала.

** Твердость и сцепление прессовальной плиты 3-3 не были измерены. Испытание на твердость и сцепление разрушило поверхность прессовальной плиты.

Таблица 4

Многослойный материал, спрессованный с помощью
прессовальных плит, покрытых нитридом титана

	контроль #8	TiN #8	контроль #9	TiN #9
глянец по ASTM под углом 60 градусов	100	95	100	95
Отличие цвета по ASTM, ΔE	0.30	0.75	0.35	0.90

Таблица 5

Многослойный материал, спрессованный с помощью
прессовальных плит, покрытых нитридом ниобия

Черный многослойный материал с хорошим глянцем	контроль	B3 (3мкм)	B5 (5 мкм)
Глянец под углом 60 градусов по ASTM	106	102	101
Отличие цвета по ASTM, ΔE	0.09	0.65	0.85

RU 2161212 C2

RU 2161212 C2