

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3734937号

(P3734937)

(45) 発行日 平成18年1月11日(2006.1.11)

(24) 登録日 平成17年10月28日(2005.10.28)

(51) Int. Cl.		F I			
B 3 2 B	9/00	(2006.01)	B 3 2 B	9/00	A
C 2 3 C	14/06	(2006.01)	C 2 3 C	14/06	C
C 2 3 C	14/34	(2006.01)	C 2 3 C	14/34	E

請求項の数 10 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願平9-228770	(73) 特許権者	597085497
(22) 出願日	平成9年8月26日(1997.8.26)		プリマーク アールダブリューピー ホールディングス インコーポレイテッド
(65) 公開番号	特開平10-114010		アメリカ合衆国 デラウェア州 1980
(43) 公開日	平成10年5月6日(1998.5.6)		1 ウィルミントン マーケット ストリート 1300
審査請求日	平成9年11月27日(1997.11.27)	(74) 代理人	100059959
審査番号	不服2001-12860(P2001-12860/J1)		弁理士 中村 稔
審査請求日	平成13年7月23日(2001.7.23)	(74) 代理人	100067013
(31) 優先権主張番号	08/704165		弁理士 大塚 文昭
(32) 優先日	平成8年8月28日(1996.8.28)	(74) 代理人	100065189
(33) 優先権主張国	米国(US)		弁理士 宍戸 嘉一
		(74) 代理人	100096194
			弁理士 竹内 英人

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐摩耗性ラミネート用二硼化物被覆加圧表面及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

樹脂含浸紙から装飾ラミネートを製造する為の平面加圧表面を有する加圧板であって、
該平面加圧表面が、二硼化ハフニウム、二硼化モリブデン、二硼化タンタル、二硼化チタン、二硼化タングステン、二硼化バナジウム、二硼化ジルコニウム及びそれらの混合物から成る群から選ばれる二硼化物で、平面マグネトロンスパッター被覆システムにおいて、少なくとも2000のピッカース硬度で被覆されていることを特徴とする加圧板。

【請求項2】

該平面加圧表面が、二硼化物で、平面マグネトロンスパッター被覆システムにおいて、
 少なくとも2200のピッカース硬度で被覆されている、請求項1記載の加圧板。

【請求項3】

該平面加圧表面が、二硼化チタン、二硼化ジルコニウム及びそれらの混合物から成る群から選ばれる二硼化物で被覆されている、請求項1記載の加圧板。

【請求項4】

該平面加圧表面が、二硼化チタンで被覆されている、請求項1記載の加圧板。

【請求項5】

該平面加圧表面が、平面マグネトロンスパッター被覆システムにおいて、最初にチタンで被覆され、次いで二硼化物で被覆されている、請求項1記載の加圧板。

【請求項6】

樹脂含浸紙から装飾ラミネートを製造する為の平面加圧表面を有する加圧板の製造方法で

10

20

あって、

- (1) 平面加圧表面に所望の仕上げを付与する工程、
- (2) 該平面加圧表面から汚れを除去する工程、及び
- (3) 該平面加圧表面を、二硼化ハフニウム、二硼化モリブデン、二硼化タンタル、二硼化チタン、二硼化タングステン、二硼化バナジウム、二硼化ジルコニウム及びそれらの混合物から成る群から選ばれる二硼化物で、平面マグネトロンスパッター被覆システムにおいて、少なくとも2000のピッカース硬度で被覆する工程、を含む事の特徴とする方法。

【請求項7】

該平面加圧表面が、二硼化物で、平面マグネトロンスパッター被覆システムにおいて少なくとも2200のピッカース硬度で被覆される、請求項6記載の加圧板の製造方法。 10

【請求項8】

該平面加圧表面が、平面マグネトロンスパッター被覆システムにおいて、最初にチタンで被覆され、次いで二硼化物で被覆される、請求項6記載の加圧板の製造方法。

【請求項9】

樹脂含浸紙から装飾ラミネートを製造する為の平面加圧表面を有する加圧板の製造方法であって、

- (1) 平面加圧表面に所望の仕上げを付与する工程、
- (2) 該平面加圧表面から汚れを除去する工程、及び
- (3) 該平面加圧表面を、二硼化チタンで、平面マグネトロンスパッター被覆システムにおいて、少なくとも2000のピッカース硬度で被覆する工程、を含む事の特徴とする方法。 20

【請求項10】

該平面加圧表面が、マグネトロンスパッター被覆システムにおいて、最初にチタンで被覆され、次いで二硼化チタンで被覆される、請求項9記載の加圧板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐摩耗性装飾ラミネートの製造において使用される被覆耐摩耗性加圧板、加圧板の被覆方法及び加圧板を使用したラミネートの製造方法に関する。 30

耐摩耗性装飾ラミネートの加圧表面のグリット、例えば、アルミナ粒子は、加圧板を傷つけ、その後でその加圧板で造られるラミネートの外観を損なう。本発明の加圧板は、特に、耐摩耗性の高光沢装飾ラミネートの製造に有用である。

【0002】

【従来の技術】

装飾ラミネートの製造では、樹脂含浸紙の層は、樹脂を硬化させて層と一緒に結合する為の温度及び圧力条件下で加圧板で加圧される。高光沢加圧板は、ラミネートに高光沢表面を付与する。表面模様付き表面はラミネートに表面模様付き表面を付与する。これらの加圧板は極めて均一で、顕微鏡的不連続性が最少化されている。高い光沢研磨された加圧板の品質は、その表面上に映った像を見て、映った像の光の相違を吟味する事によって決める事が出来る。ラミネート表面上のグリットは、装飾ラミネートの製造において通常使用されるステンレススチール加圧板の微細な引っ掻き傷の原因となり、加圧板の微細仕上げを駄目にする事となる。又、加圧板は、加圧板取扱装置によっても、又加圧装置或いはラミネートの製造で使用される材料によっても傷付けられる(ローレンス(Laurence)、米国特許第5,244,375号明細書)。 40

【0003】

メラミン樹脂被覆装飾ラミネートは、110 ~ 155 (約230 ~ 310 °F)の温度と、21 ~ 140 kg/cm² (約300 ~ 2000psi (20 ~ 136 bar))、好ましくは52 ~ 105 kg/cm² (約750 ~ 1500psi (51 ~ 102 bar))の圧力で加圧される。その温度までの加熱及び室温までの冷却は、ラミネート及び加圧板の実質的な膨張及び収縮を引き起こす。ラミネート及び加圧板の膨張 50

及び収縮は、加圧板に接するラミネートの加圧表面上のグリットの移動を伴い、同じではない。

国際電気製造協会(National Electrical Manufacturers Association) (NEMA) 基準書No. LD 3には、光沢仕上げラミネートは、70~100+の光沢を有すると記載されている。高光沢表面模様付き仕上げラミネートは、21~40の光沢を有すると記載されている。94±1の光沢を持つブラックガラス(60度の角度で測定される)は、60度角光沢測定用光沢計の検量用として、NEMA基準3.2.2に記載されている。

【0004】

顕微鏡でのみ見る事の出来る高光沢加圧板の不連続性でさえも、ラミネートの高光沢表面では、目に見える表面欠陥を与える事となる。高光沢加圧板の引っ掻き傷は、ラミネートの高光沢表面に対して目に見える表面欠陥を与え、光沢水準を低下させる。

ラミネートの装飾表面上のグリットは、市販品として望ましいラミネートの特性である耐摩耗性を付与する。アルミナ粒子は、装飾ラミネートの製造ではグリットとして一般に使用される。アルミナのピッカース硬度は、「摩擦学」("Tribology: Friction and wear of Engineering Materials", I. M. Hutchings, CRC Press, 1992, to be 1800 to 2000)に記載されている。約25~60ミクロンのグリットが好ましい。最適な耐摩耗性は、約40~60ミクロンの粒度範囲で得られる(レーン等(Lane et al.) 米国特許第3,798,111号明細書)。

最大粒度9ミクロンのアルミナが、光沢装飾ラミネートに耐摩耗性表面を付与するのに有効であると言われている。耐摩耗性は、ラミネートの表面が摺動体の研磨作用を受ける時の光沢の損失に対する光沢ラミネートの抵抗性と定義されている。得られるラミネートは、耐摩耗性に関するNEMA LD 3.13の要件に合致しない。然しながら、高光沢加圧板は、グリット粒度が9ミクロン未満に維持されれば、実質的に傷が付かないと記載されている(レックス等(Lex et al.) 米国特許第4,971,855号明細書)。

【0005】

窒化によって硬化された410ステンレススチールの使用が、光沢装飾ラミネートの製造用として開示されている。6ミクロンと15ミクロングリットを持つ高光沢ラミネート100枚を加圧後、加圧ラミネートの光沢は、ほぼ良好な状態を維持した。6ミクロングリットに曝された窒化加圧板は234サイクル後に駄目になり、少なくとも103サイクルでは使用できるラミネート品質を維持した。30ミクロングリットに曝された窒化加圧板は、限られた耐性を示した。窒化に使用した410ステンレススチールは、38~45のロックウエルC硬度を有し、窒化表面は60~70のロックウエルC硬度を有する事を開示する。410ステンレススチールの同等のピッカース硬度は、「金属ハンドブック、機械試験」("Metals Handbook, Mechanical Testing", Vol. 8, 9th ed., ASM, 1985)に掲載の換算表によれば約370~440である。窒化410ステンレススチールの同等のピッカース硬度は、「金属ハンドブック、機械試験」に掲載の換算表によれば約500~1000である(ローレンス(Laurence) 米国特許第5,244,375号明細書)。

【0006】

その表面に35ミクロンの平均粒度のアルミナを有するラミネート(PGA 822オーバーレイ、Mead Corporationから市販されている)が、窒化チタンで被覆した高光沢加圧板で加圧された。10回の加圧後、窒化チタン被覆加圧板は、約15スクラッチ/cm²を有していた。対照の410ステンレススチール加圧板は約500スクラッチ/cm²を有していた。窒化チタンのピッカース硬度は、「摩擦学」("Tribology: Friction and wear of Engineering Materials", I. M. Hutchings, CRC Press, 1992, to be 1200 to 2000)に記載されている。

対照加圧板及び窒化チタンで被覆された加圧板は、同じステンレススチール加圧板から切り取った。引っ掻き傷は、40倍の光顕微鏡で見ることが出来た。窒化チタンは、マグネトロンスパッター被覆システムで、410ステンレススチール高光沢加圧板上に被覆された。窒化チタン被膜を適用する為のマグネトロンスパッター被覆システムの使用は「多重陰極不均等マグネトロンスパッターリングシステム」("Multi-Cathode Unbalanced Magnetron Sputtering Systems", Sproul, Surface and coating Technology, 49 (1991) に開示され

10

20

30

40

50

ている。被覆される表面の洗浄の為のマグネトロンスパッタリング被覆システムの使用は、「金属材料の為の新しいスパッター洗浄システム」(“A New Sputter Cleaning System For Metallic Substrates”, Schiller et al., Thin Solid Films, 33 (1976)) に開示されている。

【0007】

更に、窒化チタン被覆加圧板で加圧されたラミネートの色は、対照の加圧板で加圧したラミネートの色とは異なっていた。標準との比較で、(±0.5) E 未満のASTM D-2244 色差は、標準に合致する受入れ可能な色と考えられる。標準と、窒化チタン被覆加圧板で加圧されたラミネートとの間のASTM D-2244 色差は、(0.5) E より大きかった。窒化チタン被覆加圧板及びそれから加圧されたラミネートは青銅色外観を有していた。対照加圧板及びそれから加圧されたラミネートは青銅色外観を有さなかった。対照加圧板で加圧されたラミネートは、標準と比較した場合、(0.5) E 未満のASTM D-2244 色差を有していた。鉄製切断工具は、2～6ミクロンの二硼化チタンでスパッター被覆されている。スパッタリングは、広範囲ビームイオン源として1300～1800ボルトに加速されたイオンのアルゴン又はクリプトンビーム中で行われる。二硼化チタンターゲットは陰極として配置される。この工具は約200 (392 °F) に加熱される。スパッタリングは約4～6ミリトールの真空下で行われる。二硼化チタンは、極端に高いピッカースマイクロ硬度値、一般には約3600を有し、これはその他の硼化物よりも著しく高いばかりでなく、その他の炭化物或いは窒化物よりも実質的に高い。又、二硼化チタンは、その高い密度、例えば理論値の88%、 $30 \mu \cdot \text{cm}$ という低い抵抗性、 2812 kg/cm^2 (約40,000 p s i) という高強度及び、20～800 (68～1472 °F) の温度範囲で約 8.1×10^{-6} という熱膨張係数が注目される(モスコビッツ等(Moskowitz et al.)米国特許第4,820,392号明細書)。

【0008】

スパッタリング被覆の為の調節条件は、「スパッター被膜の構造及び局在分布に関する装置形状及び沈着条件の影響」(“Influence of Apparatus Geometry and Deposition Conditions on the Structure and Topography of Thick Sputtered Coatings”, Thornton, Journal of Vacuum Science Technology, Volume 11, Number 4, July/August 1974)及び「スパッタリング」(“Sputtering”, Thornton et al., Metals Handbook, Ninth Edition, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 44073, Volume 5, pp 412-416, (1982)) に開示される。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

標準との比較で、(±0.5) E 未満のASTM D-2244 色差を有するラミネートに色を付与する、加圧板、連続ベルト及びその他の加圧表面上の硬い被膜に対する要望が存在する。加圧表面上の仕上げ外観を変える事なしに加圧表面に適用出来る被膜に対する要望が存在する。10ミクロンより大きな、好ましくは25ミクロンより大きなアルミナ粒子で被覆されたラミネートを加圧するのに使用する時に引っ掻き傷の付かない加圧表面に対する要望が存在する。特に、70より大きなASTM 2457 の60度角光沢を持つ高光沢ラミネートを加圧するのに使用する時で、ラミネートの表面が25～60ミクロンのアルミナ粒子で被覆されている時に引っ掻き傷の付かない加圧表面に対する要望が存在する。

【0010】

【課題を解決するための手段】

二硼化ハフニウム、二硼化モリブデン、二硼化タンタル、二硼化チタン、二硼化タングステン、二硼化バナジウム又は二硼化ジルコニウム又はそれらの混合物から成る群から選ばれる二硼化物で被覆した加圧表面で製造したラミネートの色、光沢及び外観は、被膜が施される前の加圧表面で造ったラミネートの色及び光沢と同じである事が分かった。ラミネート加圧表面を被覆するのに好ましい二硼化物は二硼化チタン又は二硼化ジルコニウムである。ラミネート加圧表面を被覆するのに最も好ましい二硼化物は二硼化チタンである。二硼化チタンは、本発明の他の二硼化物よりも表面被覆用として一般的に商業的に使用さ

10

20

30

40

50

れているが、これは、高い沈着速度で、マグネトロンスパッタリングシステムでスパッタ被覆出来る為であると考える。

【 0 0 1 1 】

【 発明の実施の態様 】

本発明の二硼化被膜は、少なくとも 2 0 0 0、好ましくは少なくとも 2 2 0 0 の、引っ掻き傷が付けられる事なしに、ラミネートの加圧表面において 2 5 ~ 6 0 ミクロン又はそれ以上のアルミナ粒子を持つラミネートを加圧するのに十分なビッカース硬度を持たなければならないラミネート加圧表面に適用出来る。約 3 ミクロンの被膜は、ラミネートの加圧表面上のアルミナ粒子による引っ掻きに抗するに十分な硬度を有する。被膜の硬度は、平面マグネトロンスパッター被覆システムの熟練技術者が調節出来る。

10

本発明の二硼化被膜は、高圧ラミネートの加圧で使用するのに十分な結合力で、加圧表面上に被覆する事が出来る。ダイヤモンド引っ掻き結合試験(diamond scratching bond testing) で決められる 1 . 6、好ましくは 1 . 8 k g f の最少結合力が十分であると考えられる。6 ミクロンより大きい二硼化被膜は、被覆中に生成される応力により低い結合力を有する事となる。

加圧表面に対する本発明の二硼化被膜の結合は、加圧表面をマグネトロンスパッター被覆システム中に導入する前に、加圧表面を徹底的に洗浄する事によって高められる。更に、結合は、二硼化チタン被膜を適用する前に、加圧表面をマグネトロンスパッター被覆システムでエッチングする事によって高められる。洗浄、陽極エッチング、陰極エッチング及び高周波(radio frequency) でのエッチングは、マグネトロンスパッター被覆システムの使用に熟練した者にとって知られた方法によって行う事が出来る。本発明の二硼化物被膜を適用する前に、加圧表面へ直接適用されるチタン層は、更に、二硼化物の結合を高める事が分かった。洗浄、エッチング、及び被膜と基体との間の中間層の使用によって結合を改善する事は、マグネトロンスパッター被覆システムの使用に熟練した者にとって知られている事である。

20

【 0 0 1 2 】

【 実施例 】

黒色の高光沢の高圧ラミネートを、表 1 に示す様に、二硼化チタンで被覆した加圧板で加圧した。これらの加圧板は、二硼化チタンで被覆される前に、ラミネートに対して約 1 0 0 の A S T M D - 2 4 5 7 の 6 0 度角光沢を付与する様に仕上げられていた。表 1 に示される、標準と、二硼化チタン被覆加圧板で加圧したラミネートとの間の A S T M D - 2 2 4 4 色差は、(0 . 5) E より少ない。表 1 の光沢及び色差は、1 0 枚のラミネートについて行った測定の平均である。

30

【 0 0 1 3 】

【 表 1 】

表1
光沢及び色差

加圧板	ASTM光沢(60°における)	ASTM 色差 (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

【0014】

更に、高光沢加圧板3000-2及び対照加圧板を、その加圧表面に、35ミクロンの平均粒度のアルミナ粒子を持つ高圧、黒色、高光沢ラミネートを760枚加圧するのに使用した。ラミネートは、70 kg/cm²(約1000 psi (68 bar))、138 (280°F)でそれらの加圧板で加圧した。ラミネートの加圧表面は、35ミクロンアルミナグリットを持つ市販のオーバーレイシート(PGA 822)である。加圧板3000-2及び対照加圧板は、ラミネートに対して約100のASTM D-2457の60度角光沢を付与する為に仕上げられている、高光沢の、410ステンレススチール加圧板から切り取った。加圧板3000-2及び対照加圧板は、1つの側の沿って30cm(約12インチ)、今一方の側に沿って27cm(11インチ)測定する。加圧板3000-2は、マグネトロンスパッター被覆システムで、約5ミクロンの二硼化チタンで被覆した。二硼化被膜は、1走査当たり約3000の二硼化チタンとして、17走査に掛けられた。その他は対照として使用した。

対照加圧板で加圧された、その加圧表面上に35ミクロンの平均粒度のアルミナ粒子を持つ黒色の高光沢ラミネートの最初のシートは、標準との比較でASTM D-2244色差で約(0.25)Eを有していた。加圧板3000-2で加圧された、黒色の高光沢ラミネートの最初のシートは、標準との比較でASTM D-2244色差で約(0.15)Eを有していた。

【0015】

対照加圧板で加圧された黒色ラミネートの最初のシートは、ラミネートに対して約100のASTM D-2457の60度角光沢を有していた。対照加圧板で加圧された黒色ラミネートの760番目のシートは、70未満のASTM D-2457の60度角光沢を有していた。対照加圧板は、約160枚を加圧した後、黒色ラミネートに対して90未満の60度角光沢を付与した。90未満の60度角光沢を持つラミネートは、高光沢ラミネートとしては商業的に受け入れられないと考える。

加圧板3000-2で加圧されたこれら760枚の黒色ラミネートは、約100のASTM D-2457の60度角光沢を有していた。加圧板3000-2を、760枚の黒色ラミネートを加圧後に、引っ掻き傷について顕微鏡で観察したが引っ掻き傷は全く見つからなかった。対照加圧板は引っ掻き傷が甚だしかった。

【0016】

表1で示される加圧板と対照加圧板で加圧されたラミネートの表面外観には、相違は観察されなかった。

二硼化チタンは、多数の条件の下で、マグネトロンスパッター被覆システムで、高光沢加圧板上に被覆された。又、少なくとも3ミクロンの被膜は、少なくとも2000のピッカース硬度を達成する為には必要であり、接着は6ミクロン以上の被膜厚で減少すると考え

10

20

30

40

50

る。硬度及び接着は、当業者に公知の如く、加圧板が本発明の二硼化物で被覆される圧力及び温度及び、加圧板について本発明の二硼化物を被覆するのに使用する動力（電流及び電圧）で調節する事が出来る。

二硼化チタンで被覆された表面模様付き加圧板（以後「加圧板3000-3」と称する）及び対照加圧板は、その加圧表面に35ミクロンの平均粒度のアルミナ粒子を持つ高圧、黒色、表面模様付きラミネートを450枚より多く加圧するのに使用された。このラミネートは、70 kg/cm²（約1000 psi（68 bar））、138（280 °F）で加圧された。加圧板3000-3及び対照加圧板は、ラミネートに対して約10のASTM D-2457の60度角光沢を付与する為に仕上げられている、表面模様付き630 ステンレススチール加圧板から切り取った。加圧板3000-3及び対照加圧板は、各々の側に沿って30cm（約12インチ）測定する。加圧板3000-3は、マグネトロンスパッター被覆システムで、約6ミクロンの二硼化チタンで被覆した。二硼化チタン被膜は、1走査当たり約3000の二硼化チタンにつき、20走査に掛けられた。

【0017】

対照加圧板で加圧された、黒色、表面模様付きラミネートの最初のシートは、標準との比較でASTM D-2244色差で約（0.22）Eを有していた。加圧板3000-3で加圧された、黒色の高光沢ラミネートは、標準との比較でASTM D-2244色差で約（0.08）Eを有していた。

対照加圧板で加圧されたこの黒色ラミネートの最初のシートは、約9.5のASTM D-2457の60度角光沢を有していた。対照加圧板で加圧された黒色ラミネートの450番目のシートは、約8のASTM D-2457の60度角光沢を有していた。加圧板3000-3で加圧された黒色ラミネートは、約10のASTM D-2457の60度角光沢を有していた。

加圧板3000-3と対照加圧板で加圧されたラミネートの表面外観には、相違は観察されなかった。

表1の加圧板と加圧板3000-3は洗浄され、次いで、マグネトロンスパッター被覆システムで、高周波条件下でエッチングされた。次いで、これらの加圧板を、以下の平均化条件下で、マグネトロンスパッター被覆システムで、二硼化チタンで被覆した。

【0018】

10

20

洗浄

化学的洗浄 エタノール、トリクロロエタン及びアセトンでの拭き取る

物理的洗浄 加圧板全体に5分間の窒素ガスブロー

高周波エッチング条件

ガス媒体	アルゴン	
走査速度 cm/分(in/分)	2.54 (1)	
mTorr	10	10
mA/cm ² (mA/in ²)	0.54(3.5)	
kV	0.75	

二硼化チタン被覆条件

ガス媒体	アルゴン	
走査速度 cm/分(in/分)	2.54 (1)	
mTorr	7	
mA/cm ² (mA/in ²)	13(83)	20
kV	0.3	

【0019】

被覆条件及び性質

【表2】

表2

加圧板	走査速度 (Å/走査)	走査	厚さ (μ)	接着力 (kgf)	硬度 (HV)	
3000-1	3000	14	4.2	1.7	2280	30
3000-2	3000	17	5.1	2.1	2830	
3000-3	3000	20	5.5	2.0	2700	
6000-1	6000	6	3.7	1.8	1940	
6000-2	6000	6	3.7	1.8	2160	
6000-3	6000	7	4.4	1.8	2250	
6000-4	6000	7	4.3	2.0	2190	40
6000-5	6000	10	6	2.2	2880	
6000-6	6000	10	6	2.0	2850	

1ミクロン=10,000Å。

【0020】

本発明の、121cm(約4フィート)×243cm(8フィート)の3つの高光沢加圧板を作製した。これらの加圧板を、加圧板3-1、3-2及び3-3とする。これらの加圧板を平面マグネトロン放電条件下で、二硼化チタンでスパッター被覆した。

加圧板3-1、3-2及び3-3を陰極エッチングし、次いで、平面マグネトロンスパッター被覆システムで、以下の平均化条件下で、チタン及び二硼化チタンで被覆した。これ

らの加圧版を、スパッター被覆システムに掛ける前に化学的に洗浄した。エッチング及び被覆中のこれらの加圧板の温度は、約149 (300 °F)であった。これらの加圧板はこの温度で反る様な事はなかった。

【0021】

洗浄 (加圧板3-1、3-2及び3-3)

化学的洗浄 エタノール、トリクロロエタン及びアセトンで拭き取る
陰極エッチング条件 (加圧板 3-1 3-2 3-3)

ガス媒体	アルゴン	アルゴン	アルゴン	10
走査速度 cm/分(in/分)	7.6 (3)	7.6 (3)	7.6 (3)	
mTorr	25	24	10	
mA/cm ² (mA/in ²)	0.72(4.6)	0.45(2.9)	0.45(2.9)	
kV	0.24	0.23	0.24	
走査の数	1	1	5	

チタン被覆条件

ガス媒体	アルゴン	アルゴン	アルゴン	20
走査速度 cm/分(in/分)	7.6 (3)	7.6 (3)	7.6 (3)	
mTorr	1.6	1.2	2.7	
mA/cm ² (mA/in ²)	11 (70)	11 (70)	11 (70)	
kV	0.52	0.52	0.43	
走査の数	1	1	1	

二酸化チタン被覆条件 (加圧板 3-1 3-2 3-3)

ガス媒体	アルゴン	アルゴン	アルゴン	30
走査速度 cm/分(in/分)	7.6 (3)	7.6 (3)	7.6 (3)	
mTorr	1.6	1.2	2.7	
mA/cm ² (mA/in ²)	11 (71)	12 (75)	11 (70)	
kV	0.52	0.60	0.50	
走査の数	8	12	18	
沈着速度 (Å/走査)	4125	5500	3000	

TiB₂/Ti 被膜の性質 (加圧板 3-1 3-2 3-3)

厚さ (μ)	3.3	6.6	5.4	40
接着力 (kgf)	*	1.2*	**	
硬度 (HV)	2000	2500	**	

* ラミネートの加圧中に加圧板3-1 及び3-2 から分離したTiB₂/Ti 被膜。

**加圧板3-3 の硬度及び接着力は測定されなかった。硬度及び接着試験は加圧板の表面を破壊する。

【 0 0 2 2 】

加圧板3-3は、その加圧表面上に35ミクロンの平均粒度のアルミナ粒子を持つ高圧、黒色高光沢ラミネートの1200枚より多くを加圧するのに使用した。1200枚のラミネートを加圧後に、加圧板3-3の引っ掻き傷を観察したが、全く見付からなかった。加圧板3-1及び3-2の二硼化チタン被膜は、100枚未満のラミネートを加圧後に、ステンレススチール基体から分離した。

本発明の二硼化ジルコニウム被覆高光沢加圧板及び対照加圧板のそれぞれを、10枚の黒色、高光沢ラミネートの加圧に使用した。このラミネートは、標準との比較で、約(0.26) EのASTM D-2244色差と、約100のASTM D-2457の60度角光沢を有していた。ジルコニウム被覆及び対照加圧板で加圧したラミネートの表面外観には相違は観察されなかった。

10

【 0 0 2 3 】

本発明の二硼化ジルコニウム被覆高光沢加圧板を、その加圧表面に35ミクロンの平均粒度のアルミナ粒子を持つ黒色、高光沢ラミネートを10枚加圧するのに使用した。このラミネートは、70 kg/cm²(約1000 psi (68 bar))、138 (280 °F)で加圧された。35ミクロンのアルミナグリットを持つ市販のオーバーレイシート(PGA 822)がラミネートの加圧表面である。10枚のラミネートの加圧後に、加圧板上での引っ掻き傷は観察されなかった。

この二硼化ジルコニウム加圧板は、ラミネートに対して約100の60度角光沢を付与する為に仕上げられている、ASTM D-2457を有する高光沢の、410ステンレススチール加圧板から切り取った。それぞれの側に沿って30cm(約12インチ)測った2つの加圧板を、この加圧板から切り取った。1つを平面マグネトロンスパッター被覆システムで、二硼化ジルコニウムの約5ミクロンで被覆した。この加圧板を、高周波条件下で、約15分間、二硼化チタン被膜を適用する前にエッチングした。6ミクロンの二硼化ジルコニウム被膜を、以下の平均化条件下で、平面マグネトロンスパッター被覆システムで、1走査当たり約4000の二硼化ジルコニウムを適用して15走査に掛けた。

20

【 0 0 2 4 】

洗浄

化学的洗浄 エタノール、トリクロロエタン及びアセトンで拭き取る
物理的洗浄 加圧板全面を5分間窒素ガスブロー

30

高周波エッチング条件

ガス媒体	アルゴン
走査速度 cm/分(in/分)	2.54 (1)
mTorr	10
mA/cm ² (mA/in ²)	0.54(3.5)
kV	0.75

40

二硼化ジルコニウム被覆条件

ガス媒体	アルゴン
走査速度 cm/分(in/分)	2.54 (1)
mTorr	7
mA/cm ² (mA/in ²)	9(56)
kV	0.4

【 0 0 2 5 】

50

黒色ラミネートは、マグネトロンスパッター被覆システムで窒化チタンで被覆した 15 . 24 cm x 15 . 24 cm (6 インチ x 6 インチ) の加圧板で加圧した。表 3 に示されるこの試験結果は、各加圧板で 5 枚のラミネートを加圧した平均の結果である。

【 0 0 2 6 】

【 表 3 】

表 3

窒化チタン被覆加圧板で加圧されたラミネート

	<u>対照 # 8</u>	<u>TiN # 8</u>	<u>対照 # 9</u>	<u>TiN # 9</u>
ASTM 光沢 (60° で)	100	95	100	95
ASTM 色差 (ΔE)	0.30	0.75	0.35	0.90

10

窒化チタン被覆加圧板で加圧したラミネートの光沢は、対照加圧板で加圧したラミネートの光沢よりも低かった。窒化チタン被覆加圧板で加圧したラミネートの色は、未被覆の対照加圧板で加圧したラミネートの色と実質的に異なっていた。窒化チタン被覆加圧板及び窒化チタン加圧板で加圧されたラミネートは青銅色外観を呈した。

黒色ラミネートは、マグネトロンスパッター被覆システムで窒化ニオブで被覆した 15 . 24 cm x 15 . 24 cm (6 インチ x 6 インチ) の加圧板で加圧した。表 4 に示されるこの試験結果は、各加圧板で 5 枚のラミネートを加圧した平均の結果である。

20

【 0 0 2 7 】

【 表 4 】

表 4

窒化ニオブ被覆加圧板で加圧されたラミネート

<u>黒色、高光沢ラミネート</u>	<u>対照</u>	<u>B 3 (3 μm)</u>	<u>B 5 (5 μm)</u>
ASTM 光沢 (60° で)	106	102	101
ASTM 色差 (ΔE)	0.09	0.65	0.85

30

窒化ニオブ被覆加圧板で加圧したラミネートの光沢は、被覆前の加圧板で加圧したラミネートの光沢よりも低かった。窒化ニオブ被覆加圧板で加圧したラミネートの色は、被覆前の加圧板で加圧したラミネートの色と実質的に異なっていた。

黒色ラミネートは、マグネトロンスパッター被覆システムでの被覆同様にダイヤモンドで被覆した 15 . 24 cm x 15 . 24 cm (6 インチ x 6 インチ) の加圧板で加圧した。ラミネートは、被覆加圧板同様にダイヤモンドにくっつき、分離した時に破壊した。

本発明の例示的实施態様を特別に記載したが、その他様々な実施態様が、本発明の精神及び範囲から離れる事なしに、当業者にとっては明らかであり、且つ容易に為す事が出来る事が理解されるであろう。従って、ここに添付のクレームの範囲は、ここに示した実施例及び記述に限定されるものではなく、クレームは、本発明の属する当該技術分野の当業者によって、その均等物として処理される全ての特徴を含めて、本発明の存在する特許性新規性の全ての特徴を包含するものと解釈される。

40

フロントページの続き

- (74)代理人 100074228
弁理士 今城 俊夫
- (74)代理人 100084009
弁理士 小川 信夫
- (74)代理人 100082821
弁理士 村社 厚夫
- (72)発明者 ムユアン エム マ
アメリカ合衆国 テキサス州 7 8 6 8 1 ラウンド ロック スパロー ドライヴ 2 4 0 6
- (72)発明者 ジェイ ティー オリヴァー
アメリカ合衆国 テキサス州 7 6 5 1 3 ベルトン チャザム ロード 7 1 0

合議体

- 審判長 松井 佳章
審判官 滝口 尚良
審判官 増山 剛

(56)参考文献 西独国特許出願公開第2 1 4 1 9 2 8 (D E , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)

B29C33/00-33/76, B29C43/00-43/58, C23C14/06