ÖZET

Yapışmaz PTFE kaplamalar için TiB_2/ B_4C/ SiC takviyeli aşınma dayanımı arttırılmış astar kat kaplama malzemesi

Buluş, mutfak pişirme gereçlerinde kullanılan PTFE ve türevleri bazlı yapışmaz üst kat kaplamalar öncesi uygulanan astar kat kaplama malzemesinin, aşınma dayanımını arttırmak üzere titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür içermesi ile ilgilidir.

İSTEMLER

1. Mutfak pişirme gereçlerinde kullanılan PTFE ve türevleri bazlı yapışmaz üst kat kaplamalar öncesi uygulanan, bağlayıcı, su, yüzey ıslatıcı ajanı, reoloji ajanı, çözücü, pigment, köpük kesici ajan, PTFE ve pH düzenleyici içeren astar kat kaplama malzemesi olup, özelliği; aşınma direncini arttırmak üzere, titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür içermesidir.

2. İstem 1'e uygun astar kat kaplama malzemesi olup, özelliği; ağırlıkça %7-15 oranında bağlayıcı, ağırlıkça %40-29,1 oranında su, ağırlıkça %0,1-1,5 oranında yüzey ıslatıcı ajanı, ağırlıkça %0,1-1 oranında reoloji ajanı, ağırlıkça %7-15 oranında çözücü, ağırlıkça %3-6 oranında pigment, ağırlıkça %0,1-0,5 oranında köpük kesici ajan, ağırlıkça %17,6-25 oranında PTFE, ağırlıkça %0,1-0,9 oranında pH düzenleyici ve ağırlıkça %6 oranında titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür içermesidir.

3. İstem 1'e uygun astar kat kaplama malzemesi olup, özelliği; ağırlıkça %7-15 oranında bağlayıcı, ağırlıkça %43-32,1 oranında su, ağırlıkça %0,1-1,5 oranında yüzey ıslatıcı ajanı, ağırlıkça %0,1-1 oranında reoloji ajanı, ağırlıkça %7-15 oranında çözücü, ağırlıkça %3-6 oranında pigment, ağırlıkça %0,1-0,5 oranında köpük kesici ajan, ağırlıkça %17,6-25 oranında PTFE, ağırlıkça %0,1-0,9 oranında pH düzenleyici ve ağırlıkça %3 oranında titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür içermesidir.

4. İstem 1'e uygun astar kat kaplama malzemesi olup, özelliği; 21±1,5 tanecik boyutuna sahip titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür içermesidir.

5. İstem 1'e uygun astar kat kaplama malzemesi olup, özelliği; 3000 $kgmm^2$ Knoop sertlik değerlerine sahip titanyum diborür içermesidir.

6. İstem 1'e uygun astar kat kaplama malzemesi olup, özelliği; 3400 $kgmm^2$ Knoop sertlik değerlerine sahip bor karbür içermesidir.

7. İstem 1'e uygun astar kat kaplama malzemesi olup, özelliği; 2500 $kgmm^2$ Knoop sertlik değerlerine sahip silisyum karbür içermesidir.

8. Yukarıdaki istemlerden herhangi birinde bahsedilen astar kat kaplama malzemesinin üretim yöntemi olup, özelliği;

- bağlayıcı, su, yüzey ıslatıcı ajan, reoloji ajanı, çözücüler, pigmentler, köpük kesici ajan ve pH düzenleyiciden oluşan malzemelerin bilyalı değirmen kullanılarak öğütülmesi,
- lazer difraksiyon sistemi kullanılarak partikül boyut analizinin yapılması ve partikül boyutu $D_{90} \leq 15$ mikron olduğunda öğütülmüş malzemenin değirmenden alınması,
- elde edilen karışıma PTFE ve formülasyon içeriklerine bağlı olarak titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür eklenerek hızlı devir mikser karıştırıcılarda homojen malzeme elde edilinceye kadar karıştırılması,

işlem adımlarını içermesidir.

TARİFNAME

Yapışmaz PTFE kaplamalar için TiB_2/ B_4C/ SiC takviyeli aşınma dayanımı arttırılmış astar kat kaplama malzemesi

Teknik Alan

Buluş, mutfak pişirme gereçlerinde kullanılan PTFE ve türevleri bazlı yapışmaz üst kat kaplamalar öncesi uygulanan astar kat kaplama malzemesinin aşınma dayanımının arttırılması ile ilgilidir.

Tekniğin Bilinen Durumu

Endüstriyel adı teflon olarak belirlenmiş olan ve yaygın olarak bu ticari ismiyle kullanılan PTFE (politetrafloroetilen) kaplamalar, kimyasal direnç, yüksek dielektrik kararlılığı, düşük sürtünme katsayısı ve sıcaklık direnci ile birleştiğinde, diğer kaplama malzemelerinin yerine tercih edilmektedirler. Sıcaklığa karşı dayanıklı bir yapıya sahip olan PTFE kimyasal maddelerin büyük bir çoğunluğu ile reaksiyona girmediği için otomotiv, fırın gereçleri, gıda ve mutfak pişirme gereçleri, savunma ve silah, makine ve kalıp, deniz, kimya sanayi, küçük ev aletleri (ekmek, tost makineleri) gibi birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır.

PTFE kaplamaların sunduğu avantajlar şu şekilde sıralanmaktadır;

- Düşük enerji maliyetlidir.
- 260°C de başlayan ve istenilen özelliklere göre 440°C ye kadar yükselebilen kürlenme sıcaklığına sahiptir.
- Kolay temizlenebilir.
- Islanmama (hidrofob) ve yapışmazlık özelliğine sahiptir.
- Asit ve alkali direnci kaplama malzemeleri içinde en yüksek olanıdır.
- En büyük dezavantajı düşük aşınma direnci olarak bilinse de, yapılan yeni çalışmalarla birlikte iyileşmeler sağlanmıştır.
- FDA ve LFGB uygunluğu vardır.
- PFOA (perflorooktanoik asit) içermez.
- Çok çeşitli renk seçenekleri mevcuttur ve çeşitli uygulamalarla istenilen efektler verilebilir.
- Granit, degrade gibi uygulamalar yapmak mümkündür.
- PTFE kaplamalar uygulandıkları ürünün kalitesini ve ekipman kullanım ömrünü arttırmaktadırlar.

Floropolimer reçineleri kimyasal yapılarına bağlı olarak düşük sürtünme kuvvetleri ve düşük yüzey enerjileri barındırmalarından dolayı hidrofobik yüzey yapısı göstermektedir. Kir-leke tutmama özelliklerine sahip olması sayesinde başta mutfak, fırın pişirme araç-gereçlerinde ve daha birçok alanda yapışmaz kaplama malzemesi olarak kullanılmaktadır. Ayrıca yine yüksek korozyon ve kimyasal dirence sahip olmaları, kaplama malzemesi olarak kullanılmasını sağlamaktadır. Bu avantajlarının yanında floropolimer reçinelerinin aşınma dayanımlarının, sertliklerinin, çizilme dirençlerinin zayıf olması kaplamanın kullanım ömrünü zayıflattığı için büyük dezavantaj olarak karşımıza çıkmaktadır. Bunun yanı sıra, aşınmanın olması sonrasında kaplamanın yapışmazlık özelliği de zaman içerisinde azalmaktadır. Dolayısıyla günümüzde, uzun süreli aşınma dayanımına sahip floropolimer kaplama malzemesinin geliştirilmesi bu sebeplerle önem arz etmektedir.

Çizilme direnci, bıçak ya da metal bir parça kullanılarak çizilen kaplamada meydana gelen deformasyondur. Aşınma ise, bir yüzeyden parçaların kopması veya ayrılması sonucu malzeme kaybının oluşması olarak tanımlanmaktadır. Aşınma mukavemeti olan kaplamalar, birbiri ile çalışan iki parçanın sürtünme ve çalışmasından kaynaklı hasarlara karşı ekonomik bir çözümdür. Aşınma dayanımını arttırmak amacıyla boya kompozisyonlarında, filmlerin sertleşebilmesi için inorganik seramik dolgu malzemeleri kullanılmaktadır. Filmlerin sertleştirilmesinde, aşınma dayanımının arttırılmasında kullanılan bu inorganik seramik malzemelerin Mohs sertlik dereceleri ya da Knopp sertlik değerleri bulunmaktadır. Mohs sertlik derecesi en yumuşak 1 ve en sert 10 olacak şekilde numaralandırılmaktadır. Bilinen teknikte kullanılan inorganik seramik malzemeler ve bu malzemelerin sertlik derecelerine örnekler tablo-1'de verilmektedir.

Tablo-1: Bilinen teknikte kullanılan inorganik seramik malzemelere ait Mohs sertlik dereceleri

İnorganik seramik malzemesi	Mohs sertlik derecesi
Talk	1
Alçıtaşı	2
Kalsit	3
Kuartz	7
Elmas	10

Mevcut teknikte kullanılan birçok sertleştirici inorganik seramik malzemesi için Mohs sertlik skalası yeterli gelmemektedir ve dolayısıyla bir malzemenin aşınmaya ya da çizilmeye karşı olan direncini belirtmek için Knoop Sertlik ölçüm değerleri kullanılmaktadır. Bu dolgu malzemeleri, bağlayıcı ve floropolimer reçinelerinin nihai ürünü oluşturabilmesi için gerekli olan yüksek kürlenme sıcaklıklarına dayanıklı, termal kararlılığı olan ürünlerdir. Sulu

sistemlerde çözünmeden, homojen şekilde dispersiyon halinde bulunabilmekte olup, sertlik derecelerine göre floropolimer kaplamaya dışarıdan etkiyen aşındırıcı kuvvete direnç göstererek, kaplamanın mekanik dayanımının azalmasına engel olmaktadırlar. Tablo-2'de bilinen teknikte kullanılan inorganik sertleştirici dolgu malzemeleri ve bu malzemelerin Knoop sertlik değerlerine örnekler verilmektedir.

Tablo-2: Bilinen teknikte kullanılan inorganik sertleştirici dolgu malzemelerine ait Knoop sertlik değerleri

İnorganik sertleştirici dolgu malzemesi	Knoop sertlik değerleri	İnorganik sertleştirici dolgu malzemesi	Knoop sertlik değerleri
Zirkonyum	1200	Tungsten karbür	1880
Alüminyum nitrit	1225	Alüminyum	2025
Berilyum	1300	Zirkonyum karbür	2150
Zirkonyum nitrit	1510	Titanyum karbür	2470
Zirkonyum borür	1560	Silisyum karbür	2500
Titanyum nitrür	1770	Alüminyum borür	2500
Titanyum diborür	3000	Bor karbür	3400

Literatürde çizilmeye karşı ve aşınmaya dirençli kaplamaların elde edilmesine yönelik olarak US5250356A numaralı patent dokümanına rastlanılmıştır. Mevcut buluşta, küçük partikül boyutlu alüminyum oksitle takviye edilmiş yüksek yapılı astar, alüminyum oksitle güçlendirilmiş ara kat, salma sağlayan ve çizilmeye karşı dayanıklılık gösteren geleneksel bir üst kaplama kullanan çok katmanlı bir sistem açıklanmaktadır.

US2012034448A1 numaralı patent dokümanına konu buluş, aşınma kuvvetine ve korozyona dirençli çok katmanlı yapışmaz bir kaplama malzemesi ile kaplanmış bir substrat sağlamaktadır. Kaplama, bir ön astar temel kaplama katmanı ve en az iki ek kaplama katmanı içermekte olup, ön astar temel kaplama tabakası esas olarak floropolimer içermez ve ısıya dirençli bir floropolimer olmayan polimer bağlayıcı bileşimi ve inorganik dolgu partikülleri içermektedir. Bahsedilen inorganik dolgu partiküllerinin% 50'sinden fazlası titanyum dioksittir. Isıya dirençli floropolimer olmayan bağlayıcı bileşimi ise, tercihen poliimid (PI), poliamitimit (PAI), polieter sülfon (PES), polifenilen sülfit (PPS) ve bunların bir karışımından oluşan gruptan seçilmektedir.

Söz konusu başvurularda bahsedilen kaplama malzemelerinin aşınma dirençlerini arttırmak üzere kullanılan partiküller istenilen düzeyde aşınma direnci artışını sağlayamamakla birlikte

floropolimer reçine kaplama bileşimlerinin aşınma dirençlerinin geliştirilmesine duyulan ihtiyaç gün geçtikçe artmaktadır.

Sonuç olarak yukarıda bahsedilen olumsuzluklardan ve eksikliklerden dolayı, ilgili teknik alanda bir yenilik yapma ihtiyacı ortaya çıkmıştır.

Buluşun Amacı

Mevcut buluş, yukarıda bahsedilen gereksinimleri karşılayan, tüm dezavantajları ortadan kaldıran ve ilave bazı avantajlar getiren, yapışmaz PTFE kaplamalar için TiB_2/ B_4C/ SiC takviyeli aşınma dayanımı arttırılmış astar kat kaplama malzemesi ile ilgilidir.

Buluşun ana amacı, mutfak pişirme gereçlerinde kullanılan PTFE ve türevleri bazlı üst kat yapışmaz kaplamalar öncesi uygulanmak üzere, yüksek aşınma dayanımına/ direncine sahip astar kat kaplama malzemesi geliştirmektir.

Buluşun amacı, yapışmazlık özelliğini kaybetmeyen, iki katmandan oluşan PTFE bazlı kaplama malzemesi eldesinde aşınma dayanımı geliştirilmiş floropolimer bazlı astar kat kaplama malzemesi ortaya koymaktır.

Buluşun amacı, yapışmaz kaplamanın aşınma direncini geliştirerek kullanım ömrünü uzatmaktır.

Yukarıda anlatılan amaçların yerine getirilmesi için buluş, mutfak pişirme gereçlerinde kullanılan PTFE ve türevleri bazlı yapışmaz üst kat kaplamalar öncesi uygulanan, bağlayıcı, su, yüzey ıslatıcı ajanı, reoloji ajanı, çözücü, pigment, köpük kesici ajan, PTFE ve pH düzenleyici içeren astar kat kaplama malzemesi olup, özelliği; astar kat kaplama malzemesinin aşınma direncini arttırmak üzere, titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür içermektedir.

Buluşun amaçlarını gerçekleştirmek üzere astar kat kaplama malzemesi, 21±1,5 mikron tanecik boyutuna sahip titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür içermektedir.

Buluşun amaçlarını gerçekleştirmek üzere astar kat kaplama malzemesi, 3000 $kgmm^2$ Knoop sertlik değerine titanyum diborür veya 3400 $kgmm^2$ Knoop sertlik değerlerine sahip bor karbür veya 2500 $kgmm^2$ Knoop sertlik değerlerine sahip silisyum karbür içermektedir.

Buluşun yapısal ve karakteristik özellikleri ve tüm avantajları aşağıda verilen detaylı açıklama sayesinde daha net olarak anlaşılacaktır ve bu nedenle değerlendirmenin de bu detaylı açıklama göz önüne alınarak yapılması gerekmektedir.

Buluşun Anlaşılmasına Yardımcı Olacak Şekiller

Şekil-1: Bor karbür içeren astar kat kaplama malzemesinin SEM görüntüsüdür.

Şekil-2: Silisyum karbür içeren astar kat kaplama malzemesinin SEM görüntüsüdür.

Şekil-3: Titanyum diborür içeren astar kat kaplama malzemesinin SEM görüntüsüdür.

Şekil-4: Astar kat kaplama malzemesi örneklerinin temas açısı sonuçlarına ait grafiklerdir.

Şekil-5: Astar kat kaplama malzemesi örneklerinin temas açısı sonuçlarına ait grafik görünümü

Parça Referanslarının Açıklaması

F1. Örnek 1

F2. Örnek 2

F3. Örnek 3

F4. Örnek 4

a. Aşınma öncesi

b. Aşınma sonrası

Buluşun Detaylı Açıklaması

Bu detaylı açıklamada, yapışmaz PTFE kaplamalar için TiB_2/ B_4C/ SiC takviyeli aşınma dayanımı arttırılmış astar kat kaplama malzemesi, sadece konunun daha iyi anlaşılmasına yönelik olarak ve hiçbir sınırlayıcı etki oluşturmayacak şekilde açıklanmaktadır.

Buluş, mutfak pişirme gereçlerinde kullanılan PTFE ve türevleri bazlı yapışmaz üst kat kaplamalar öncesi uygulanan astar kat kaplama malzemesinin aşınma dayanımı/direncini arttırmak üzere, astar kat kaplama malzemesinin titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür içermesi ile ilgilidir.

Buluş konusu aşınma dayanımı arttırılmış astar kat kaplama malzemesinin formülasyonu 1;

İçerik	Ağırlıkça Kullanılabilir Miktar (%)
Bağlayıcı	7-15
Su	40-29,1
Yüzey ıslatıcı ajanı	0,1-1,5
Reoloji ajanı	0,1-1

Çözücü	7-15
Pigment	3-6
Köpük kesici ajan	0,1-0,5
PTFE	17,6-25
pH düzenleyici	0,1-0,9
Titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür	6

Buluş konusu aşınma dayanımı arttırılmış astar kat kaplama malzemesinin formülasyonu 2;

İçerik	Ağırlıkça Kullanılabilir Miktar (%)
Bağlayıcı	7-15
Su	43-32,1
Yüzey ıslatıcı ajanı	0,1-1,5
Reoloji ajanı	0,1-1
Çözücü	7-15
Pigment	3-6
Köpük kesici ajan	0,1-0,5
PTFE	17,6-25
pH düzenleyici	0,1-0,9
Titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür	3

PTFE ve türevleri bazlı yapışmaz üst kat kaplamalar için geliştirilen astar kat kaplaması formülasyonlarında bağlayıcılar, çözücüler, pigmentler ve dolgu maddeleri ile bazı katkı maddeleri kullanılmaktadır.

Bağlayıcılar, genellikle katı ya da katı hale gelen ve filmi oluşturan polimerik malzemelerdir. Polimerik malzeme, genellikle termoset ya da termoplastik olarak sınıflandırılmaktadır. Termoplastik kaplamalar yeniden ısıtıldığı zaman eriyebilirken, termosetler bu kürlenme sırasında yeniden erimeyi önleyen bir kimyasal tepkimeye tabi tutulmaktadır. Florlu kaplamalardaki floropolimer olmayan bağlayıcıların birinci işlevi substrata yapışmayı sağlamaktır. Florlu kaplamaların substrata yapışma ile ilgili problemlerinin önüne geçilmesi için, bağlayıcı moleküllerinin yüzey tarafından emilmesi beklenmekte ve bağlayıcı ile alt tabaka arasındaki bağın kuvvetli olması istenmektedir. Floropolimer olmayan bağlayıcılara örnek olarak poliamitimit (PAI), polietersulfon (PES), polifenilsülfit (PPS), polietereterketon (PEEK) verilebilmektedir.

Astar kat kaplama malzemesi toz olmadıkça kaplama formülasyonu içerisindeki çözücüler ya da sıvı maddeler taşıyıcı madde olarak adlandırılmaktadır. Florlu kaplamalardaki çözücü (solvent) sistemleri karmaşıktır ve formül yapılırken dikkatli bir şekilde tasarlanmaktadırlar. Çözücü sisteminin belirlenmesinde, reoloji/viskozite üzerine etkisi, buharlaşma oranı, buhar basıncı, kaynama noktası, yüzey gerilimi, parlama noktası gibi birçok faktör göz önüne alınmaktadır. Bağlayıcı olarak kullanılan polimerik malzeme çözücü veya çözücü sistemi içerisinde eritilmekte, dağıtılmakta veya süspansiyon halinde tutulmaktadır. Diğer kaplama bileşenlerini sıvılaştırarak, kaplanacak alt tabakaya yayılmalarını, film oluşturmalarını sağlamaktadır. Bahsedilen bu faktörlerin hepsi kaplamanın tüm özelliklerini ve kalitesini etkilemektedir. Su önemli bir solvent olarak kabul edilmektedir ve diğer solventlere örnek olarak N,N-dimetilformamid, N-metil-2-pirolidon, N,N-dimetilasetamid, tolüen, ksilen gibi örnekler verilebilmektedir.

Pigmentler ve dolgu malzemeleri, renk vermek, sertlik ve sürtünme ile aşınma direnci gibi fiziksel özellikleri etkileyebilen veya aşınma direncini etkilemek için kaplama formülasyonlarına ilave edilen malzemelerdir. Dolgu malzemeleri genellikle maliyeti azaltmak ya da performansı arttırmak amacıyla da kullanılmaktadır. Pigment olarak inorganik, organik ya da karbon siyahları kullanılmaktadır. Çoğunlukla tercih edilenler ise, titanyum dioksit, kırmızı demir oksit ve krom oksittir. Dolgu malzemeleri olarak alüminyum oksit, mika, alüminyum silikat, silisyum karbür, baryum sülfat gibi malzemeler kullanılmaktadır.

Katkı maddeleri ise, kaplama formülasyonlarına genellikle küçük miktarlarda ilave edilebilen, belirli etkileri elde etmek ya da sorunları çözmek için kullanılan kimyasallardır. Nihai kaplama özelliklerini, kaplamanın kürlenme şeklini, uygulama yöntemini ve üretilme şeklini değiştirebilir özelliktedirler. Yüzey aktif maddeler, reoloji ve viskozite düzenleyiciler, köpük gidericiler, aşınma direncini arttıran katkı malzemeleri ve pH düzenleyiciler katkı maddeleri olarak kullanılmaktadırlar.

Yüzey ıslatıcı ajanı, dispersiyon dengesinin sağlanması ve yüzey geriliminin düşürülmesi için kullanılan ıslatma ajanları ile alkol etoksilatlar, anyonik, katyonik veya non-iyonik yüzey aktif malzemelerdir.

Reoloji ve vikozite düzenleyiciler, organik killer, organik tiksotroplar, akrilikler (Acrysol ASE-60), Cab-O-Sil, kaolin veya aerosil olarak örneklenedirilebilir.

pH düzenleyiciler amonyum hidroksit, aminler veya amonyaktır. Köpük kesici ajan ise, mikro ve makro yapıdaki köpükleri yok etmeye yarayan köpük gidericidirler.

Buluş kapsamında aşındırıcı inorganik dolgu malzemesi olarak Knoop sertlik değerleri 3400 kgmm^2 olan bor karbür (B_4C), 3000 kgmm^2 olan titanyum diborür (TiB_2) ve 2500 kgmm^2 silisyum karbür (SiC) kullanılmaktadır.

Buluş konusu astar kat kaplama malzemesinin üretim yöntemi;

- Bağlayıcı, su, yüzey ıslatıcı ajan, reoloji ajanı, çözücüler, pigmentler, köpük kesici ajan ve pH düzenleyiciden oluşan malzeme bilyalı değirmen kullanılarak öğütülür,
- Lazer difraksiyon sistemi kullanılarak partikül boyut analizi yapılır ve partikül boyutu $D_{90} \leq 15$ mikron olduğunda öğütülmüş malzeme değirmenden alınır,
- Elde edilen karışıma PTFE ve formülasyon içeriklerine bağlı olarak titanyum diborür veya bor karbür veya silisyum karbür eklenerek hızlı devir mikser karıştırıcılarda homojen malzeme elde edilinceye kadar karıştırılır ve nihai ürün elde edilir.

Yüksek performanslı floropolimer reçine içeren buluş konusu astar kat kaplama malzemesi, uluslararası standartlara uygun sprey formunda üretilmekte olup, doğrudan metal yüzeye uygulanmakta ve daha sonra kaplamanın yüzeye yapışmasını sağlamak üzere yüksek sıcaklıkta pişirilmektedir. Pişirme işleminden sonra substratta dayanıklı ve yapışmaz kaplama oluşmaktadır.

Buluş konusu astar kat kaplama malzemesinin uygulanma yöntemi;

Elde edilen nihai ürün, 1,0 – 1,4 mm sprey tabancasıyla 4,5-5,0 bar basınçta, kumlanmış ve yağlardan arındırılmış alüminyum yüzeye 10-13 mikron kuru film kalınlığında uygulanır. Astar katın kurutulması 120-130 °C 'de 4 dakika süreyle gerçekleştirilir ve soğutulur. Astar kat üzerine 15-17 mikron kuru film kalınlığında üst kat uygulanır ve 430 °C'de 5 dakika süreyle kürlendirilir ve dayanıklı, yapışmaz bir yüzey oluşturulur.

Buluşa konu astar kat kaplama malzemesinin üzerine uygulanan üst kat kaplama malzemesinin tercih edilen kompozisyonu tablo-3'de verilmektedir.

Tablo-3: Üst kat kaplama malzemesinin kompozisyonu

İçerik	Ağırlıkça Kullanılabilir Miktar (%)
PTFE	40-60
Su	32,7-50
Yüzey ıslatıcı ajanı	0,5-3,5
Reoloji ajanı	0,1-1

Çözücü	3-6
Pigment	0,5-5
Yüzey ajanı	0,2-1
Akrilik reçine	3-10

Maksimum aşınma direncine sahip astar kat kaplama malzemesi elde etmek üzere, aynı tanecik boyutlarında, farklı kütlece yüzdelerde Knoop sertlik değerleri 3400 $kgmm^2$ olan bor karbür, 3000 $kgmm^2$ titanyum diborür ve 2500 $kgmm^2$ silisyum karbür kullanılmıştır.

Örnek 1 (F1): Astar kat kaplama malzemesini oluşturan kompozisyon içerisinde D_{50}= 21±1,5 tanecik boyutuna sahip kütlece %6 oranında titanyum diborür (TiB_2) aşındırıcı inorganik dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır.

Örnek 2 (F2): Astar kat kaplama malzemesini oluşturan kompozisyon içerisinde D_{50}= 21±1,5 tanecik boyutuna sahip kütlece %6 oranında bor karbür (B_4C) aşındırıcı inorganik dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır.

Örnek 3 (F3): Astar kat kaplama malzemesini oluşturan kompozisyon içerisinde D_{50}= 21±1,5 tanecik boyutuna sahip kütlece %6 oranında silisyum karbür (SiC) aşındırıcı inorganik dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır.

Örnek 4 (F4): Astar kat kaplama malzemesini oluşturan kompozisyon içerisinde D_{50}= 21±1,5 tanecik boyutuna sahip kütlece %3 oranında titanyum diborür (TiB_2) aşındırıcı inorganik dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır.

Örnek 5 (F5): Astar kat kaplama malzemesini oluşturan kompozisyon içerisinde D_{50}= 21±1,5 tanecik boyutuna sahip kütlece %3 oranında bor karbür (B_4C) aşındırıcı inorganik dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır.

Örnek 6 (F6): Astar kat kaplama malzemesini oluşturan kompozisyon içerisinde D_{50}= 21±1,5 tanecik boyutuna sahip kütlece %3 oranında silisyum karbür (SiC) aşındırıcı inorganik dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır.

Tablo-4: Astar kat kaplama malzemesini oluşturan kompozisyon içerisine ilave edilen aşındırıcı inorganik dolgu malzemeleri

Örnek	**Aşındırıcı organik malzeme**	**D_{50} (mikron)**	**% ağırlık**

F1	Titanyum diborür (TiB_2)	21±1,5	6
F2	Bor karbür (B_4C)	21±1,5	6
F3	Silisyum karbür (SiC)	21±1,5	6
F4	Titanyum diborür (TiB_2)	21±1,5	3
F5	Bor karbür (B_4C)	21±1,5	3
F6	Silisyum karbür (SiC)	21±1,5	3

Scoth Bride aşınma testi;

Aşındırıcı inorganik dolgu malzemelerinin aşınma dayanımına etkisini ölçebilmek için buluşa konu astar kat kaplama malzemesi kumlanmış alüminyum yüzeye 10-13 mikron kalınlığında astar kaplama malzemesi ve 15-17 mikron kalınlığında üst kat kaplama malzemesi uygulandıktan sonra aşındırma test cihazı kullanılarak aşınma dayanımları test edilmiştir.

Aşınma dayanımı (British Standart Institute 7069:1988 normu referans alınarak) aşındırma test ölçüm cihazı 3M 7447 Scoth Bride ovma pedi kullanılarak (ovma pedi her 500 çevrimde değiştirilmekte olup, 1 çevrim; gidiş ve dönüştür.) 3 kg kuvvet altında 40000 çevrim sayısına ulaştığı zaman kaplanmış alüminyum yüzeyden ayrılmış olan kaplama malzemesinin tüm yüzey alanına oranı alınarak yüzde alan hesabı yapılmıştır. Astar kat kaplama malzemesi örneklerine uygulanan aşınma testi sonuçları tablo-5'te verilmektedir.

Tablo-5: Aşınma test sonuçları

Örnek	**Çevrim sayısı**	**Ayrılan alan (%)**
F1	40000	Yok
F2	40000	4
F3	40000	8
F4	40000	7
F5	40000	9
F6	40000	14

Tablo 5'te verilen aşınım dayanımı sonuçları incelendiği zaman kütlece %6 oranlarında aşındırıcı inorganik aşındırıcı dolgu malzemeleri içeren F1, F2, F3 örneklerinde, Knoop sertlikleri 3400 $kgmm^2$ olan bor karbür ve 3000 $kgmm^2$ olan titanyum diborürün Knoop sertliği daha düşük olan silisyum karbüre göre aynı çevrim sayısında kaplanmış yüzeyden ayrılan kaplama malzemesinin daha az olduğu görülmektedir. Dolayısıyla kütlece yüzde ağırlığının aynı olduğu formülasyonlarda Knoop sertliği artışına bağlı olarak titanyum diborürün ve bor karbürün PTFE kaplamanın aşınma dayanımını arttırarak, kaplanmış malzemenin

yapışmazlık özelliğinin korunmasına katkıda bulunduğunu ve kullanım ömrünü arttırdığını söyleyebiliriz. F4, F5, F6 örneklerinde ise aynı tanecik boyutlu ve kütlece %3 oranında sırası ile farklı Knoop sertliğine sahip titanyum diborür, bor karbür ve silisyum karbür inorganik aşındırıcı dolgu malzemelerin kullanımı ile sonuçlar F1, F2 ve F3 ile karşılaştırılmıştır.

Sonuçlar karşılaştırıldığı zaman formülasyon bileşimindeki yüzde ağırlık % 6'dan %3'e düşürüldüğü zaman kaplanmış alanın aynı çevrim sayısında daha fazla aşındığı gözlemlenmiştir. %6 titanyum diborür içeren F1 örneğinde alüminyum yüzey görülmez iken, %3 titanyum diborür içeren F4 örneğinde alüminyum yüzey görülmüştür ve aşınma dayanımı azalmıştır. F6 örneğinde Knoop sertlği en düşük olan silisyum karbür ile aşındırılan yüzeyin aşınma dayanımının en az olduğu görülmüştür.

Kalem sertliği testi;

Sertleşmiş organik kaplama filminin yüzey sertliğini, standart sertlikteki kurşun kalemler kullanılarak belirlemeye yarayan bir test metodudur. TQC kalem sertlik cihazı, ASTM D3363, ISO 15184 standartlarına uygun olarak kaplamaların çizilme sertliğinin kolayca test edilmesini sağlamaktadır. Bu testte, 6B ile 8H arasında sertlik derecesine sahip, özel kurşun kalemler kullanılmaktadır. Kalem, test yüzeyi üzerinde 45° açıda ve sabit basınçta 750 gram ağırlık ile hareket ettirilerek kaplama & boya tabakası çizilmektedir. Daha sonra kalemin yüzeyde oluşturduğu çizgiler değerlendirilmektedir. Kalem sertliği testlerinde, yumuşaktan serte doğru 6B, 5B, 4B, 3B, 2B, B, HB, F, H, 2H, 3H, 4H, 5H standart sertlikteki kalemler kullanılmıştır. Tablo-6'da 6 örnek astar kat kaplama malzemesine uygulanan kalem sertliği testinin sonuçları verilmektedir. Tablo-6 incelendiği zaman artan sertlik değerleri ile kaplanmış malzemenin sertliğinin de arttığı gözlemlenmiştir.

Tablo-6: Kalem sertliği test sonuçları

Örnek	**Kalem sertliği**
F1	2H
F2	HB
F3	B
F4	H
F5	H
F6	B

Cross-cut bant yapışma testi;

Cross-cut yapışma testi, bir yüzey üzerine uygulanan ve sertleştirilen organik kaplama filminin yüzeye yapışma derecesinin ölçülmesi amacıyla ASTM D3359 standardına göre

yapılmaktadır. Boya filmi keskin bir aletle derinlemesine çizildikten sonra, yüzeyine yapışkan bir bant yapıştırılır. Hızla çekilen bantla birlikte, boya filminin de yüzeyden ayrılıp ayrılmadığı, ayrıldıysa ne oranda ayrıldığı ölçülerek boyanın yüzeye yapışma kalitesi belirlenmektedir. Kalite 5B ve 0B arasında derecelendirilmektedir ve hiç ayrılma olmaması (%0) 5B oranında değerlendirilirken, %65'ten fazla ayrılmanın olması 0B ile değerlendirilmektedir. Tüm örneklere uygulanan yapışma testi sonuçları 5B derecesinde olup, yüzeyden herhangi bir boya ayrılması gözlemlenmemiştir.

SEM sonuçları

Astar kat kaplama malzemesinin mikroskop ölçümleri ile kaplama malzemesinde bulunan bor karbür, silisyum karbür ve titanyum diborür bileşikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntülenmiştir. Şekil-1'de bor karbür içeren astar kat kaplama malzemesinin SEM görüntüsü, şekil-2'de silisyum karbür içeren astar kat kaplama malzemesinin SEM görüntüsü, şekil-3'te ise titanyum diborür içeren astar kat kaplama malzemesinin SEM görüntüsü verilmektedir.

Temas açısı ölçümleri;

ASTM D7334 standardına göre yapılan temas açısı ölçümleri ile kaplanmış yüzeylerin hidrofilik/hidrofobik karakterizasyonu yapılmıştır. Ölçümler oda sıcaklığında, su kullanılarak damla tekniğine göre değerlendirilmiştir. Sonuçlara göre tüm örneklerin temas açıları doksan dereceden fazla olmuştur ve PTFE kaplamalardan beklenildiği gibi hidrofobik yüzeyler elde edilmiştir. Şekil-4 ve 5'de astar kat kaplama malzemesi örneklerinin temas açısı sonuçlarına ait grafik görünümü verilmiştir.

Korozyon (Tuz) testi

Tencere kaplamaları uzun süre ısı ve buhara maruz kalmaktadır. Buna ek olarak tuz içeren sıvılarla kullanılmaktadır. Bu metot, kaynar tuzlu su ve buhara uzun süreli periyodik olarak maruz kalan kaplamaların, korozyona karşı direncini değerlendirmek için kullanılmaktadır.

Korozyon testi uygulama yöntemi

Kaplanmış tavaya öncelikle yapışma testi yapılır. Daha sonra hazırlanmış %10'luk saf su/tuz çözeltisi tavaya %80'i kaplanacak kadar doldurulur ve tavanın ağzı kapatılır. Yüksek derecede ısı açılarak kaynatılmaya başlanılır ve 8 saat süresince orta derece ateşte kaynatılır. Kaynama sırasında azalan tuzlu su çözeltisine saf su eklenilir. 8 saat dolduktan sonra ısı kapatılır ve 16 saat bekletilir. 24 saat sürenin dolması ile 1. gün bitirilmiş olur. 1. gün

sonunda tavadaki tuzlu su çözeltisi boşaltılır ve tava yıkanır. Test iki kez daha aynı şekilde tekrarlanır ve toplamda 3 gün süren korozyon testi tamamlanmış olur.

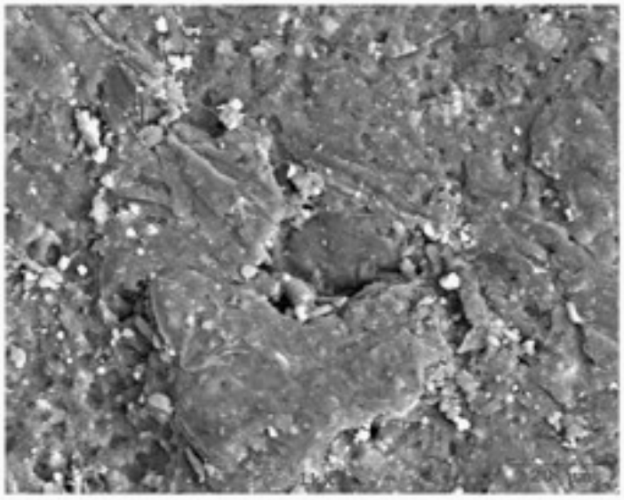
Derecelendirme:

Her 24 saat tamamlandığında tava yüzeyindeki beyaz tuz lekesi olup olmadığı ve yüzeyde kabarcık (blister) olup olmadığı kontrol edilir. Yüzeyde açma görülüyorsa açma yoğunluğuna (sayı) ve açmanın büyüklüğüne göre 10 ile 0 arasında derecelendirme aşağıda belirtilen tablo-7 ile yapılabilir. Yapışma testi tekrar yapılır ve yüzeyden kaplamanın ayrılmaması ya da ayrılıyorsa sonuç değerlendirmesi yapılır. Buluş kapsamında yapılan tüm formülasyon örneklerimiz derecelendirmede dokuz alarak korozyon testinden geçmiştir.

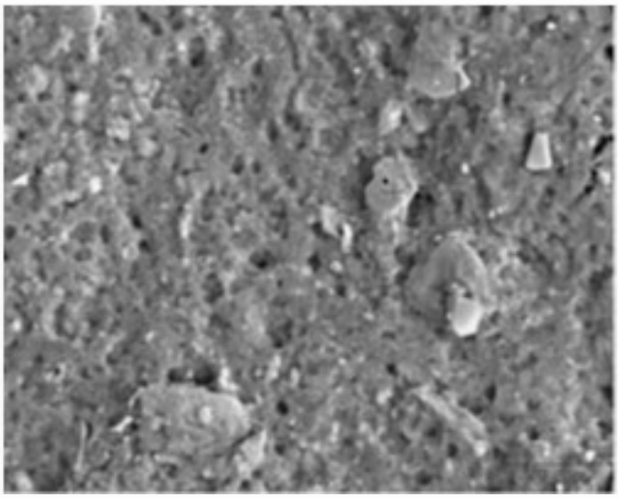
Tablo-7: Korozyon testi değerlendirme tablosu

Derecelendirme	Kabarcık büyüklüğü	Korozyon noktası yoğunluğu	Sonuç
10	Yok	Yok	Geçer
9	Çok ufak (iğne ucu şeklinde)	Çok az	Geçer
8	Çok ufak (iğne ucu şeklinde)	Az-orta	Kalır
7	İğne ucu büyüklüğü; 1,5 mm	Az	Kalır
6	İğne ucu büyüklüğü; 1,5 mm	Orta	Kalır
5	İğne ucu büyüklüğü; 1,5-3 mm	Az	Kalır
4	İğne ucu büyüklüğü; 1,5-3 mm	Orta	Kalır
3	İğne ucu büyüklüğü; 3-6 mm	Az	Kalır
2	İğne ucu büyüklüğü; 3-6 mm	Orta	Kalır
1	İğne ucu büyüklüğü> 6 mm	Az	Kalır
0	İğne ucu büyüklüğü> 6 mm	Orta	Kalır

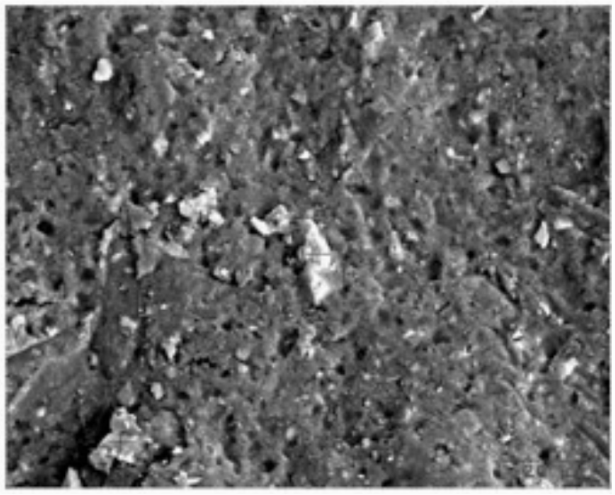
Buluş kapsamında aşınma direnci arttırılan astar kat kaplama malzemesi sayesinde, mutfak pişirme gereçlerinde kullanılan PTFE ve türevleri bazlı yapışmaz kaplamaların aşınma direnci de geliştirilerek kullanım ömrü uzatılmıştır.



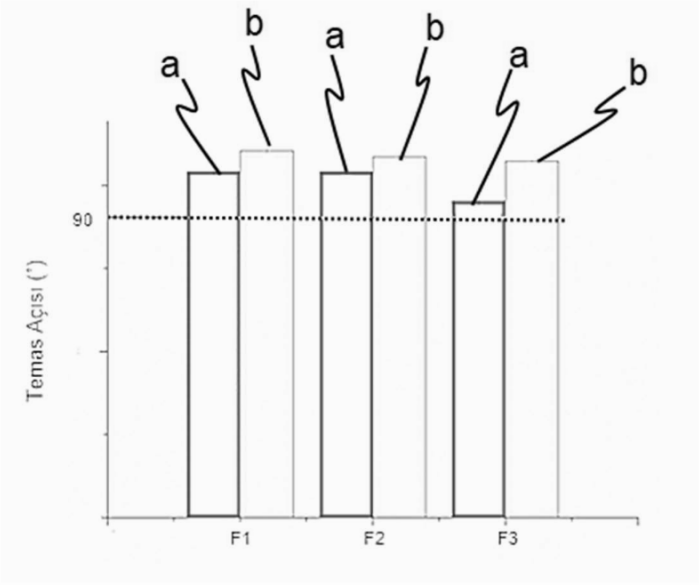
Şekil-1



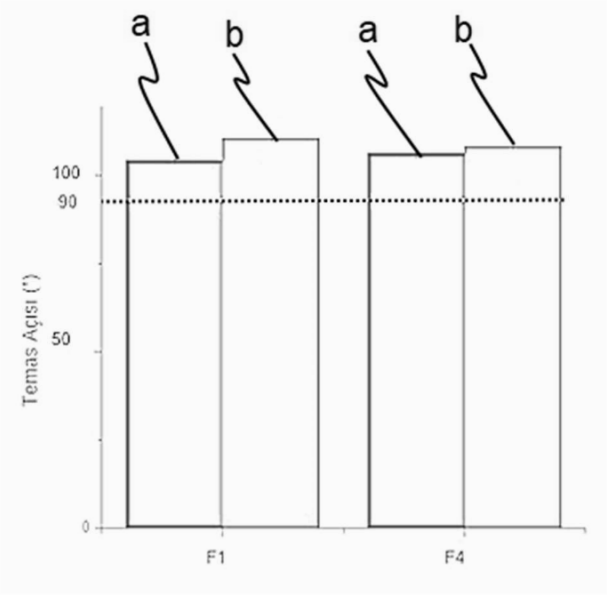
Şekil-2



Şekil-3



Şekil-4



Şekil-5