ÖZET

Sol-Jel yöntemi ile elde edilen alev dayanımı yüksek seramik yapışmaz kaplama malzemesi

Buluş, metal substratlı mutfak pişirme araç-gereçlerin iç ve dış yüzeylerine sprey yöntemi ile uygulanabilen, sol jel yöntemi ile elde edilen, %30'luk kolloidal silika, dispersiyon ajanı, PDMS, polieter modifiye PDMS ve titanyum dioksit içeren A komponenti, MTMS ve <%1 PDMS içeren B komponenti ve zayıf organik asitten oluşan C komponenti içeren yüksek yapışmazlık özelliğine sahip seramik kaplama malzemesi olup, özelliği; alev dayanımını ve ısıl işlem maruziyetinde lekelenme direncini arttırmak üzere bahsedilen A komponentinin alev geciktirici olarak alüminyum hidroksit içermesidir.

İSTEMLER

1. Buluş, metal substratlı mutfak pişirme araç-gereçlerin iç ve dış yüzeylerine sprey yöntemi ile uygulanabilen, sol jel yöntemi ile elde edilen, %30'luk kolloidal silika, dispersiyon ajanı, PDMS, polieter modifiye PDMS ve titanyum dioksit içeren A komponenti, MTMS ve <%1 PDMS içeren B komponenti ve zayıf organik asitten oluşan C komponenti içeren yüksek yapışmazlık özelliğine sahip seramik kaplama malzemesi olup, özelliği; alev dayanımını ve ısıl işlem maruziyetinde lekelenme direncini arttırmak üzere bahsedilen A komponentinin alev geciktirici olarak alüminyum hidroksit içermesidir.

2. İstem 1'e uygun sol jel seramik kaplama malzemesi olup, özelliği; ağırlıkça %35-54,2 oranında %30'luk kolloidal silika, %28-40 oranında MTMS, %1-4 oranında dispersiyon ajanı, %0,3-1,5 oranında polieter modifiye PDMS, %1-5 oranında PDMS, %10-25 oranında titanyum dioksit, %0,5-3 oranında zayıf organik asit ve % 5-15 oranında alüminyum hidroksit içermesidir.

3. İstem 1'e uygun sol jel seramik kaplama malzemesi olup, özelliği; ağırlıkça %38 oranında %30'luk kolloidal silika, %36 oranında MTMS, %1,7 oranında dispersiyon ajanı, %0,3 oranında polieter modifiye PDMS, %1 oranında PDMS, %15 oranında titanyum dioksit, %1 oranında zayıf organik asit ve %7 oranında alüminyum hidroksit içermesidir.

4. Yukarıdaki istemlerden herhangi birine uygun sol jel seramik kaplama malzemesi olup, özelliği; bahsedilen zayıf organik asidin formik asit olmasıdır.

5. Yukarıdaki istemlerden herhangi birinde bahsedilen sol jel seramik kaplama malzemesinin üretim yöntemi olup, özelliği;

- A komponentini hazırlamak üzere, bilyeli değirmene %30'luk kolloidal silika, dispersiyon ajanı, PDMS, polieter modifiye PMDS, alüminyum hidroksit ve titanyum dioksit alınarak parçacık boyutu 1 mikron altı olacak şekilde öğütülmesiyle elde edilen pastanın süzülmesi,
- B komponentini hazırlamak üzere bir kap içerisinde MTMS ve PMDS'nin bir kısmının (<%1) karıştırılması,
- Hazırlanan B komponentine zayıf organik asidin (C komponenti) eklenerek karıştırılması,
- B ve C komponentinin karıştırılması ile elde edilen karışımın A komponenti içerisine eklenerek 4 saat süreyle karıştırılması,

- 4 saatin sonunda reaksiyonun sonlandırılarak elde edilen seramik kaplama malzemesinin karıştırıcıdan alınarak süzülmesi,

işlem adımlarını içermesidir.

6. İstem 5'te bahsedilen üretim yöntemi ile elde edilen sol jel seramik kaplama malzemesinin uygulama yöntemi olup, özelliği;

- kumlama ile mekanik olarak aşındırılmış ve 35-40 dereceye ön ısıtma ile getirilmiş metal yüzeye 1,0-1,4 mm sprey tabancasıyla yaklaşık 4-5 bar basınçta, 25-40 µm kalınlıkta uygulanması,
- 250-300°C'de 8-15 dakika süreyle kürlendirilmesi,

işlem adımlarını içermesidir.

7. İstem 6'da bahsedilen yöntemle uygulanan sol jel seramik kaplamanın 45-70 gloss parlaklık (@60°) değerine sahip olmasıdır.

8. İstem 6'da bahsedilen yöntemle uygulanan sol jel seramik kaplamanın ASTM D336 standardına göre 9H'a kadar yüksek sertliğe sahip olmasıdır.

9. İstem 6'da bahsedilen yöntemle uygulanan sol jel seramik kaplamanın ASTM D3359 standardına göre yüzeye yapışma değerinin 4B olmasıdır.

TARİFNAME

Sol-Jel yöntemi ile elde edilen alev dayanımı yüksek seramik yapışmaz kaplama malzemesi

Teknik Alan

Buluş, metal substratlı mutfak pişirme araç-gereçlerin iç ve dış yüzeylerine sprey yöntemi ile uygulanabilen, sol jel yöntemi ile elde edilen yüksek yapışmazlık özelliğine sahip seramik kaplama malzemesi ile ilgilidir.

Buluş özellikle, alev dayanımını ve ısıl işlem maruziyetinde lekelenme direncini arttırmak üzere alev geciktirici olarak alüminyum hidroksit içeren sol jel seramik kaplama malzemesi ile ilgilidir.

Tekniğin Bilinen Durumu

Pişirme gereçleri sektöründe uzun yıllardır PTFE kaplamalar sahip olduğu birçok üstün özelliğinden dolayı olmazsa olmaz bir yere sahiptir. Atomlar arası kuvvetli bağlar nedeniyle inert özelliklere ve yüksek kimyasal dayanıma sahiptirler. Yüzeyler PTFE ile kaplandığında düşük yüzey gerilimine sahip hem oleofobik hem de hidrofobik olmakta ve ıslanmaya direnç göstermektedir.

Polimerin kimyasal yapısı bu kaplamalara yapışmazlık özelliği ve kolay temizlenebilirlik özelliği vermektedir. Diğer polimerlere göre daha yüksek sıcaklık dayanımları ve geniş bir çalışma sıcaklığı aralığına sahip olmaları sebebiyle de sektörde tercih edilmektedir. Sürekli olarak maruziyette 260°C'ye, kesikli maruziyette 315°C'ye kadar dayanıklıdır. Ancak günümüzde, PFAslar ile ilgili regülasyonlar nedeniyle pişirme gereçleri üreticileri PFAs (per and polyfluoro alkil substances) içermeyen alternatifleri tercih etmektedirler.

Mevcut teknikte sektörde çoğunlukla aluminyum altlık üzerine kaplamaların uygulanmasını tercih edilmektedir. PTFE kaplamaların istenen aşınma direncine sahip olmaması, darbe ve çizilmeler sonucu alüminyumun gıda ile teması sağlık endişesi yaratmaktadır. Ek olarak inert olması sebebiyle doğada bozunmaması da çevresel kaygılara neden olmaktadır. Buna karşılık yapışmaz pişirme gereç üreticileri talebin azalmasının önüne geçmek için sol-jel seramik kaplamaları tercih etmektedirler. Bu yeni nesil kaplamalar ile özgün özellikler sunulmaktadır. Bu kaplamalar PFAs free olması, çevresel sürdürülebilirliğe katkı sağlaması ve PTFE'ye kıyasla üstün aşınma direncine sahip olması nedeniyle sektörde yüksek talep görmektedir. Ayrıca, PTFE kaplamalar düşük parlaklıkta olma dezavantajına sahiptir. Sol-jel

seramik kaplamalar amorf yapıdaki Si-O bağları nedeniyle kürlenme sonrası yüksek parlaklıklara sahiptirler. Floropolimer bazlı kaplamalar minimum 400°C sıcaklıkta kürlenirken sol-jel seramik kaplamalar 250- 300 °C'de kürlenebilmektedir. Bu durum üreticiler için enerji tasarrufu sağlarken karbon ayak izinin azalmasına da katkı sunmaktadır.

Sol-jel seramik kaplamalar pişirme gereçleri sektöründe alüminyum ve çelik gibi metal yüzeylere uygulanabilen, sert, dayanıklı, aşınma direnci yüksek, parlak ve kolay temizlenebilir yapışmaz kaplamalardır. Sol-jel yöntemi ile üretilen seramik kaplamalar karmaşık bir reaksiyon mekanizmasına dayalıdır. Bu nedenle teknik tasarım açısından bu kaplamaların işlevselliği ve özellikleri açısından bazı kısıtlar mevcuttur. Temel olarak sol-jel işlemi, uygun bir çözücü içerisinde, asit ya da baz katalizörlü ortamda, bir metal alkoksit (M(OR)n) prekürsörler ve/veya kolloidal silika süspansiyonlarının kullanılması ile hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarının gerçekleşmesi sonucu meydana gelmektedir.

Sol-jel yöntemi genel olarak ön başlatıcının/ prekürsörlerin hidrolizi ve sol-jel aktif türlerinin alkol ya da su kondenzasyonu ile jelleşmesi basamaklarından oluşmaktadır. Silisyum bazlı metaloksitler (silanlar) veya alüminyum bazlı metal alkoksitlerden (alüminatlar) prekürsör (ön başlatıcı olarak, titanyum ya da zirkonyum alkoksitler de ön başlatıcı olarak kullanılabilmektedir. Sol-jel prosesinde yaygın olarak kullanılan başlatıcı malzeme silika atomunda dört alkoksi grup (O-CH3) taşıyan silika bileşiklerinden oluşmaktadır. Geniş bir kullanım oranına sahip tetraetoksisilan (TEOS, Si(OC2H5)4) bu bileşiklere örnek olarak verilebilmektedir.

İlgili yöntemde prekürsörler asidik bir katalizör ile silika sol içindeki su ile hidrolize edilmektedir. Kolloidal silika ve prekürsörler içeren solüsyona, pH'ı 4'ün altına düşürmek için bir mineral veya organik asit eklenir. İşlenebilir asitlerin örnekleri arasında hidroklorik asit, nitrik asit, sülfürik asit, formik asit, propiyonik asit ve asetik asit yer almaktadır.

Sol-jel işleminde ilk adım olan asit ya da alkali katalizli olarak gerçekleştirilen hidroliz reaksiyonu sırasında alkoksi grupları (-OR), hidroksil (-OH) grupları ile yer değiştirmektedirler. İşlem, metal alkoksit grubunun metal hidroksit grubuna hidrolizini ve daha sonra bu grupların kendi aralarındaki veya hidrolizlenmemiş alkoksit grubu ile olan ve M-O-M bağları (metalometaloksan) ihtiva bir ürünü veren kademeleri kapsamaktadır.

Sol kısmı için tercihen kolloidal silika kullanılmaktadır. Kolloidal silika nanometre boyutunda amorf silikon dioksit (silika) partiküllerinin su içerisinde kararlı bir dispersiyonudur. Derişimleri ise ağırlıkça %10-50 arasında üretilebilmektedir. Yüzeyleri çoğunlukla Si-O-H formülüne

sahip hidroksil gruplarından oluşmaktadır. Kolloidal silika parçacıkları, dallanmış zincirlerdeki siloksan köprüleri boyunca birbirine bağlanarak jeller oluşturmaktadır. Kolloidal silikanın yüzeyi organoalkoksisilanlar ile kaplanmakta, yani hidrolize edilmiş organoalkoksisilan, silika yüzeyindeki hidroksil grupları ile kondenzasyon reaksiyonu sonucu silika yüzeyinde ince bir tabaka kaplama yapmaktadır. Bu pH koşulunda, koloidal silika solleri birbirleriyle kondenzasyon tepkimesi gerçekleştirmektedir ancak, sol yüzeyinde reaksiyona giren organoalkoksisilanların varlığı sol kondenzasyon tepkimesi olasılığını azaltabilmektedir. Matris bileşimindeki organoalkoksisilanın silika soluna ağırlık oranı değişebilmektedir. Birbiri ile yarışan eş zamanlı reaksiyonlar sebebiyle, istenilen özelliklere ulaşmak için doğru formülasyon tasarımı ve reaksiyon koşulları önem arz etmektedir.

Buradaki prekürsör niteliği ve miktarı ile reaksiyon koşulları uygun olmazsa, hidrolize olmamış ve/veya kendi arasında ve/veya kolloidal silika ile bağlanamayan alkoksisilanların çözeltide varlığı ve istenmeyen performans özelliklerine neden olabilmektedir. Reaksiyon hızı, türü, seçiciliği ve verimine bağlı olarak oluşan ağsı jel yapıların ve buna bağlı olarak son ürünün mikro yapısı kontrol edilebilmektedir. Bu kullanılan ham maddeler ve oranları ve reaksiyon koşullarına bağlı olarak değişkenlik gösterebilmektedir.

Kaplama formülasyonlarında iyi yapışmaz özelliklere sahip FAS (Floroalkoksisilan) ve PDMS (polidimetilsiloksan) kullanılabilmektedir. Bu hammaddeler organoalkoksisilan ile güçlü bir kimyasal bağ oluşturmaktadır. Bu seramik kaplamaların yapışmaz özellikleri hidrofobik, düşük yüzey enerjili siloksan ağlarından kaynaklanmaktadır. Formülasyonlara renk eldesi için pigmentler, ek performans özellikleri için dolgu ve farklı katkılar da ilave edilebilmektedir.

Sol-jel seramik kaplamaların pişirme gereçlerinde kullanımında, özellikle açık renkli seramik kaplamaların ısıl işleme maruziyette bir miktar leke duyarlılığı ve renk değişimi sorunları oluşabilmektedir. Pişirme gereçlerinin dış yüzeyi kullanımı sırasında ocak alevine maruz kalmaktadır. Bu maruziyetin süre ve şiddeti arttıkça renk değişimleri olmaktadır. Ek olarak, iç yüzeye uygulama yapılmış kaplamaların kullanımı sırasında ısıl maruziyetle domates ve domates içeren diğer ürünler yüzeyde lekelenmeye sebep olmaktadır.

Bilinen teknikte organik yapılı polimerlerde yanmanın geciktirilmesi, tutuşmanın zorlaşması ve alev yayılımının yavaşlatılması ihtiyacı geçmişten günümüze dek literatürde geniş bir araştırma konusu olmuştur. Tanım gereği tüm alev geciktiriciler bunu gerçekleştirmektedir. Bu amaç için yangın geciktirici dolgu maddeleri, alternatif fosfor bazlı şişen ve halojen içeren katkı maddeleri kullanılmaktadır. Ayrıca, yangın geciktirici dolgu maddeleri genellikle duman bastırma özelliklerine sahiptir ve bu, yanan polimerden kaynaklanan dumanın engellenmesini

azaltma gibi önemli bir faydaya sahiptir. Yangın geciktirici dolgu maddeleri olarak düşünülebilecek bir dizi potansiyel bileşik bulunmasına rağmen, bunların başarılı ticari kullanımları için katı gereklilikler bulunmaktadır. Yangın geciktirici dolgu maddeleri, alternatif fosfor bazlı şişen ve halojen içeren katkı maddeleri ile karşılaştırıldığında nispeten verimsizdir ve ticari olarak kabul edilebilir yanma direnci seviyelerine ulaşmak için yüksek dolgu maddesi seviyelerinin kullanılmasını gerektirmektedir. Yanmayı engellemek için, polimer eriyik işleme sıcaklığını aşan bir sıcaklıkta, tipik olarak 180 ila 300°C arasında, ağırlıkça en az %25 su ve/veya karbon dioksit salınımıyla birlikte önemli bir endotermik ayrışmaya sahip olmaları gerekmektedir. Ek olarak, işlem sırasında polimer reolojisini veya kompozitin nihai mekanik özelliklerini gereğinden fazla etkilemeden yüksek dolgu seviyelerinde kullanımlarına olanak sağlamak için optimum parçacık morfolojisine sahip küçük bir parçacık boyutuna ve yüzey alanına sahip olmaları gerekmektedir. Ayrıca erken polimer bozunmasını başlatabilecek yabancı maddelerden arınmış olması, toksik olmaması ve ideal olarak düşük bir maliyetle büyük miktarlarda bulunması gerekmektedir.

Yeşil sorunlar duman seviyeleri ve yayılan aşındırıcı ve olası zehirli gazlarla ilgilidir. Burada metal hidroksitler, özellikle kullanılan standart testlere göre yüksek puan almaktadır. Alüminyum hidroksit, polimer uygulamaları için yangın geciktirici dolgu maddesi olarak kullanım alanı bulmaktadır. Yaklaşık 180 °C'de bozunmakta, süreçte önemli miktarda ısı emmekte ve su buharı açığa çıkarmaktadır. Yangın geciktirici olarak davranmasının yanı sıra, çok çeşitli polimerlerde, özellikle de polyesterlerde, akriliklerde, etilen vinil asetatta, epoksilerde, PVC'de ve kauçukta duman bastırıcı (a smoke suppressant) olarak çok etkilidir.

Yangın geciktirici dolgular, plastiklere ve kauçuklara eklenen geleneksel inert dolgulardan farklıdır; çünkü ısıya maruz kaldıklarında gelişen su veya inert gazları ayrıştıracak şekilde ek işlevlere sahiptirler. Daha önce bahsedildiği gibi, ticari açıdan en önemli örneklerde bu bileşimsel değişiklik, gelişen yan ürünlerle birlikte konakçı polimere yangın geciktirici özelliği kazandıran endotermik bir reaksiyondan kaynaklanmaktadır. Bununla birlikte, matris fazının seyreltilmesi ve oluşan termal olarak yalıtkan oksit bariyeri de dahil olmak üzere bir dizi başka faktör de genel etki mekanizmasına katkıda bulunabilmektedir. Yaygın olarak kullanılan diğer birçok yangın geciktirici tipin, özellikle de halojen bazlı sistemlerin aksine, bu ayrışma ürünleri, toksik gazların ve ek dumanın emisyonu yoluyla yangın tehlikelerine katkıda bulunmadan, zararsız olarak kabul edilebilmektedir. Alüminyum ve magnezyum hidroksitlerde normalde suyun açığa çıkmasıyla birlikte yüksek ısı kapasitesiyle endotermik bozunma olayı meydana gelmektedir. Ancak diğer dolgu maddeleri, örneğin hidromagnezit hem CO_2 hem de su meydana getiren birden fazla ayrışma aşaması sergileyebilmektedir.

Alüminyum hidroksit karbon salınımına katkı sağlamadığı için de yeşil ürünler yönünden avantajlıdır. Ayrışma mekanizması formül 1'de verilmektedir.

$$2Al(OH)3 \longrightarrow 2AlO(OH) + 2H2O$$
$$2AlO(OH) \longrightarrow Al2O3 + H2O$$

Formül 1

Hidratlı dolgu maddelerinin alev geciktirici etkisini yöneten genel mekanizma, bir dizi faktör tarafından yönetilmektedir. Önemli olan, dolgu maddesinin ısı kapasitesiyle birlikte endotermik ayrışması, altta yatan matrisin soğumasına neden olması, buna bağlı olarak uçucu maddelerin (özellikle suyun) salınması, buhar fazını seyreltip soğutması ve polimerin bozunma ürünlerinden oluşan yanıcı buharın seyreltilmesine hizmet edebilmektedir. Ayrıca açığa çıkan su buharı yanma için gereken oksijenin yerini alarak destekleyici etki sağlamaktadır. Tamamen ayrışan faz artık oksit külüdür. Alüminyum ve magnezyum hidroksitlerde bu, polimerden gelen karbonlu kömürle birleştirilmiş bir termal bariyer oluşturan bir metal oksit kalıntısıyla sonuçlanmaktadır. Bu oksit tabakası altta yatan polimere ısı iletim hızını koruyan bir bariyerdir. Bu alüminyum oksit bariyeri yanmayı daha da engellemekte ve duman yoğunluğunu azaltmaktadır. Bu karakterin/ doldurucunun bütünlüğünün ve stabilitesinin nominal olarak aynı dolgu maddesi tipine göre genel alev geciktiricilikte farklılıklara yol açabilmektedir. Bunun başladığı sıcaklık ve etkinin büyüklüğü farklı dolgu türleri arasında değişiklik göstermektedir ancak, bu değerler dolgu malzemesinin saflığa ve parçacıklar, yüzey alanı ve morfolojiyle ilişkili diğer faktörlere bağlı olarak değişebilmektedir. Matrisin diğer bileşenleri ve kullanılan analiz koşullarına elbette ki bağlıdır.

Alüminyum hidroksitin alev geciktirici özelliği fark edilerek 1921'de elastomerler için alev geciktirici olarak kullanımına ilişkin bir patent ortaya çıkmıştır. Alümina trihidrat, polimerlerde yaygın kullanılan ve önemi giderek artan, çevre dostu alev geciktiricidir. Termal ayrışma yaklaşık 180°C'de meydana gelmekte ve boehmit >300°C'ye kadar termal olarak stabil kalmaktadır. Bu değer 340 °C ye kadar artabilmektedir. Ayrıca düşük korozyon formülasyonları sağlamaktadır. Plastik, kauçuk ve özel uygulamalar için alümina trihidrat (ATH) ve boehmite (AMH) halojen içermeyen alev geciktirici ve duman bastırıcı dolgu maddeleri çeşitli parçacık boyutu dağılımı ve parçacık şeklinde bulunabilmektedir. Polimerlerde geniş kullanım alanı bulan alüminyum hidroksit kullanımının sol jel seramik kaplamalarda örnekleri bulunmamaktadır.

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, sol-jel yöntemi ile elde edilen alev dayanımı yüksek seramik yapışmaz kaplama malzemesi ile ilgilidir.

Buluşun amacı, metal substratlı mutfak pişirme araç-gereçlerin iç ve dış yüzeylerine sprey yöntemi ile uygulanabilen, sol jel yöntemi ile elde edilen yüksek yapışmazlık özelliğine sahip seramik kaplama malzemesi geliştirmektir.

Buluşun amacı, metal yüzeylere iyi yapışan, fiziksel ve kimyasal dayanım gösteren ve aleve ve ısıl işleme maruziyette yüksek dayanım sergileyerek renk değişimini sınırlandıran, sprey yöntemi ile uygulanabilen termal olarak kürlenen ve yapışmazlık özelliğine sahip bir sol jel seramik kaplama taşıyan bir pişirme kabı ürünü elde etmektir.

Buluşun amacı, tüm renk, parlaklık, yüzey kusurları bulunmayan ve yapışmazlık özelliği beklentilerini teknik olarak karşılayabilen ve aynı zamanda daha yüksek alev ve leke dayanımı sağlayan sol jel yöntemi ile elde edilen yapışmaz kaplama çeşitleri sağlamaktır.

Buluşun amacı, alev, sıcaklık ve sıcaklıkla maruziyette lekelenme direncinin arttıran bir sol jel seramik kaplama malzemesi geliştirmektir.

Buluşun amacı, sol jel yöntemi ile seramik kaplamaların eldesinde alüminyum hidroksit kullanımı ile kaplamanın diğer özelliklerinde kayıp olmadan ısıya maruziyette dayanım özelliklerini iyileştirmektir.

Buluşun amacı, toksik olmayan, alev dayanımı yüksek, görsel, mekanik ve yapışmazlık özelliklerini sağlayan sol jel seramik kaplama sunmaktır.

Yukarıda anlatılan amaçların yerine getirilmesi için buluş, metal substratlı mutfak pişirme araç-gereçlerin iç ve dış yüzeylerine sprey yöntemi ile uygulanabilen, sol jel yöntemi ile elde edilen, %30’luk kolloidal silika, dispersiyon ajanı, PDMS, polieter modifiye PDMS ve titanyum dioksit içeren A komponenti, MTMS ve <%1 PDMS içeren B komponenti ve zayıf organik asitten oluşan C komponenti içeren yüksek yapışmazlık özelliğine sahip seramik kaplama malzemesi olup, özelliği; alev dayanımını ve ısıl işlem maruziyetinde lekelenme direncini arttırmak üzere bahsedilen A komponentinin alev geciktirici olarak alüminyum hidroksit içermektedir.

Buluşun amaçlarını gerçekleştirmek üzere sol jel seramik kaplama malzemesi,

- A komponentini hazırlamak üzere, bilyeli değirmene %30'luk kolloidal silika, dispersiyon ajanı, PDMS, polieter modifiye PMDS, alüminyum hidroksit ve titanyum dioksit alınarak parçacık boyutu 1 mikron altı olacak şekilde öğütülmesiyle elde edilen pasta süzülmesi,
- B komponentini hazırlamak üzere bir kap içerisinde MTMS ve PMDS'nin bir kısmının (<%1) karıştırılması,
- Hazırlanan B komponentine zayıf organik asidin (C komponenti) eklenerek karıştırılması,
- B ve C komponentinin karıştırılması ile elde edilen karışımın A komponenti içerisine eklenerek 4 saat süreyle karıştırılması,
- 4 saatin sonunda reaksiyonun sonlandırılarak elde edilen seramik kaplama malzemesinin karıştırıcıdan alınarak süzülmesi,

işlem adımları ile üretilmektedir.

Buluşun amaçlarını gerçekleştirmek üzere sol jel seramik kaplama malzemesi,

- kumlama ile mekanik olarak aşındırılmış ve 35-40 dereceye ön ısıtma ile getirilmiş metal yüzeye 1,0-1,4 mm sprey tabancasıyla yaklaşık 4-5 bar basınçta, 25-40 µm kalınlıkta uygulanması,
- 250-300°C'de 8-15 dakika süreyle kürlendirilmesi,

işlem adımları ile uygulanmaktadır.

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 Detaylı Açıklaması

Bu detaylı açıklamada, sol-jel yöntemi ile elde edilen alev dayanımı yüksek seramik yapışmaz kaplama malzemesi, sadece konunun daha iyi anlaşılmasına yönelik olarak ve hiçbir sınırlayıcı etki oluşturmayacak şekilde açıklanmaktadır.

Buluş, metal substratlı mutfak pişirme araç-gereçlerin iç ve dış yüzeylerine sprey yöntemi ile uygulanabilen, sol jel yöntemi ile elde edilen yüksek yapışmazlık özelliğine sahip seramik kaplama malzemesi ile ilgilidir. Buluşun özelliği; metal yüzeylere iyi yapışan, fiziksel ve kimyasal dayanım gösteren, aleve ve ısıl işleme maruziyette yüksek dayanım sergileyerek renk değişimini sınırlandıran, sprey yöntemi ile uygulanabilen termal olarak kürlenen ve yapışmazlık özelliğine sahip bir sol-jel kaplama taşıyan bir pişirme kabı ürününün elde edilmesidir.

Buluş konusu seramik kaplamanın formülasyonu;

İçerik	Ağırlıkça Tercih Edilen Miktar (%)	Ağırlıkça Kullanılabilir Miktar (%)
%30'luk kolloidal silika	38	35-54,2
MTMS	36	28-40
Dispersiyon ajanı	1,7	1-4
Polieter modifiye PDMS	0,3	0,3-1,5
PDMS yapışmazlık katkısı	1	1-5
Pigment (Tercihen TiO_2)	15	10-25
Alüminyum hidroksit	7	5-15
Asit (Tercihen zayıf organik asit)	1	0,5-3

Buluşa konu seramik kaplama malzemesi, A, B ve C olarak isimlendirilen üç komponentten oluşmaktadır. A komponenti; kolloidal silika (%30'luk), dispersiyon ajanı, PDMS (poly dimetil siloksan), polieter modifiye PDMS (yüzey gerilimi düşürücü yüzey katkısı), alüminyum hidroksit (alev geciktirici) ve titanyum dioksitten (renk verici dolgu) oluşmaktadır. A komponentini oluşturmak üzere,

B komponenti MTMS (metiltrimetoksisilan) veya MTMS'ye ek olarak tercihen az miktarda (<%1) PDMS eklenmesiyle oluşturulabilmektedir. Burada MTMS reaksiyonların başlaması için gerekli olan ön başlatıcıdır (prekürsördür).

C komponenti ise, katalizör olarak kullanılan ve reaksiyonun hızlanmasını sağlayan asetik asit, formik asit, oksalik asit, propiyonik asit gibi zayıf organik asit bileşenlerinden oluşabilmekte olup, buluşun tercihen yapılanmasında formik asit kullanılmıştır.

Buluşa konu seramik kaplamanın sol-jel yöntemi ile üretimi şu şekildedir:

- Bilyeli değirmene %30'luk kolloidal silika, dispersiyon ajanı, PDMS, polieter modifiye PMDS, alüminyum hidroksit, titanyum dioksit alınır, parçacık boyutu 1 mikron altı olacak şekilde öğütülerek pasta hazırlanır (A komponenti) ve akabinde süzülür,
- Ayrı bir kapta MTMS (metiltrimetoksisilam) ve PMDS'nin bir kısmı (<%1) karıştırılır (B komponenti) ve üzerine asit (C komponenti)eklenerek karıştırılmaya devam edilir,
- Elde edilen karışıma ilk aşamada hazırlanan pasta içerisine eklenerek 4 saat süreyle karıştırılır,

(Bu aşamada karışımın ısısının arttığı gözlemlenmekte, bu da A komponentine ön başlatıcının bulunduğu B ve C kompenantının eklenmesiyle ekzotermik reaksiyonun başladığını göstermektedir. Prekürsörler kolloidal silikanın %70'lik su kısmı sayesinde hidroliz olarak, kendi aralarında ve kolloidal silika yüzeyleri ile kondenzasyon tepkimeleri gerçekleşerek jel yapısına katılır.)

- 4 saatin sonunda reaksiyon sonlandırılır ve ürün karıştırıcıdan alınarak süzülür.

Yukarıda açıklanan yöntemde ana matris, kolloidal silika solunun (su bazlı) kondenzasyon reaksiyonu ile oluşturulan bir silika ağından ve yapıya katılmış hidrolize MTMS (metiltrimetoksisilan) ve PMDS zincirlerinden oluşmaktadır. Pigment ve dolguları dispersiyon katkısı yardımıyla kolloidal silika ve diğer katkılar içeren ana matriste öğütülmüş, kararlı dispersiyon halinde pasta elde edilmiştir.

Sol jel seramik kaplamanın uygulanma yöntemi;

1,0-1,4 mm sprey tabancasıyla yaklaşık 4-5 bar basınçta, kumlama ile mekanik olarak aşındırılmış (yüzeye yapışmayı arttırmaya katkı sağlar), 35-40 dereceye ön ısıtma ile getirilmiş metal (alüminyum ve çelik) yüzeye 25-40 µm kalınlıkta uygulanır. 250-300°C'de 8-15 dakika süreyle kürlendirilir. Elde edilen kaplama 45-70 gloss parlaklık (@60°) değerine sahiptir.

Buluş kapsamında 3 farklı oranda alüminyum hidroksit kullanılarak hazırlanan 3 örnek numuneye alev dayanımı, ketçap testi, yapışmazlık (yumurta) testi ve yüzey yapışma testi uygulanarak elde edilen sonuçlar hem birbiri ile hem de alüminyum hidroksit içermeyen referans numune ile kıyaslanmış ve alüminyum hidroksit kullanım oranı optimize edilmiştir. Referans ve örnek numunelerin formülasyonları tablo-1'de verilmektedir.

Tablo-1: Referans ve örnek numunelerin formülasyonları

İçerik	Referans	Örnek 1	Örnek 2	Örnek 3
Kolloidal Silika	42	41	39	38
MTMS	39	39	38	36

PDMS	1	1	1	1
Polieter modifiye PDMS	0,3	0,3	0,3	0,3
Dispersiyon ajanı	1,7	1,7	1,7	1,7
Alüminyum hidroksit	-	1	4	7
Pigmentler	15	15	15	15
Asit	1	1	1	1

Yapışmazlık değerlendirmesi için BS EN 12983-1:2000+A1:2004 standardı bazında belirlenen yumurta testi (egg test) yapılmaktadır. Yapışmazlık testi için, 35 mikron kaplanmış alüminyum tava standart mutfak ocağına koyulur. Tava yüzeyi 180 °C' ye kadar ısıtılır. Yumurta kırılır ve 100 saniye beklenir. Sonrasında yumurta tava yüzeyinden kolayca alınır. Yumurtanın yüzeye yapışmaya başladığında test sonuçlanır. Kırılan 5 yumurta kaplama malzemesine yapışmadan, kolayca alındığında test sonucu geçti olarak değerlendirilir.

Alev dayanımı testinde; tava dış yüzeyi ocak alevine iz oluşana kadar maruz bırakılır.

Ketçap testi; tava yüzeyi ketçap ile kaplanır ve ketçap 250°C fırında 30 dakika süreyle tamamen kömürleşene kadar yakılır, ketçap izi not edilir.

Buluş kapsamında gerçekleştirilen test sonuçları tablo-2'de verilmektedir.

Tablo-2: Referans ve örnek numunelere uygulanan testlerin sonuçları

	Ketçap testi	Alev dayanımı (dk)	Yüzeye yapışma (ASTM D3359)	Yapışmazlık testi (five egg test)
Referans	İz oluşumu fazla, kaldı	30	4B	5/5, geçti
Örnek 1	İz oluşumu fazla, kaldı	38	4B	5/5, geçti
Örnek 2	Orta derece iz oluşumu, kaldı	63	4B	5/5, geçti
Örnek 3	İz oluşumu yok, geçti	90	4B	5/5, geçti

Elde edilen sonuçlara göre sol jel seramik kaplama formülasyonu içerisinde kullanılacak alüminyum hidroksit oranı %7 olarak tespit edilmiştir.

Buluş kapsamında ortaya koyulan sol jel seramik yapışmaz kaplama, su bazlı olup, PFAs, PFOA, PTFE, kurşun ve kadmiyum içermemektedir. Yüksek parlaklık (25-40 µm uygulama kalınlığı, 45-70 gloss parlaklık (@60°), yüksek sertlik (9H'a kadar, ASTM D336), yüksek aşınma direnci (>20000 cycle) (belirtilen film kalınlığında 3 kg ağırlıkla, 3M Scotch Brite 7447 aşınma pedi; 500 cycle'da fresh ped ve %1 deterjanlı su), yapışmazlık, leke direnci ve kolay temizlenebilirlik özelliklerine sahiptir.