ÖZET

DEĞERLİ TAŞLAR ÜZERİNDE NANOKRİSTAL ELMAS KAPLAMALARIN ÜRETİLMESİNE YÖNELİK YÖNTEM

Bir seçilmiş substratın üzerine nanokristal elmasın uygulanmasına yönelik bir yöntem, bir ortamda dağılan nanoelmas partiküllerin Nanoelmas bulamacının hazırlanmasını kapsamaktadır. Ortam bir sıvı veya bir sol-jeli kapsayabilmektedir. Bir daha önceden belirlenmiş zaman boyunca nanoelmas bulamacına seçilen substrat daldırılmaktadır. Sonra substrat bulamaçtan giderilmektedir. Bundan sonra bir inert gazın bir akışı ile substrat kurutulmaktadır. Substrat, van der Waals kuvvetleri tarafından yüksek oranda yapışkan bir şekilde tutulan nanoelmas partiküllerinin bir kaplaması ile kaplanmış olarak tutulmaktadır.

İSTEMLER

1. Bir değerli taş içeren bir seçilmiş substrat üzerine nano-kristal elmasın uygulanmasına yönelik bir yöntem olup, yöntem aşağıdakileri içermektedir:

bir ortamda dağılan nanoelmas partiküllerinin bir nanoelmas bulamacının hazırlanması;

bir daha önceden belirlenmiş zaman süresi boyunca seçilen substratın nanoelmas bulamacına daldırılması;

substratın bulamaçtan giderilmesi; ve

bir inert gaz akışı ile substratın kurutulması, bu sayede değerli taş substratı van der Waals kuvvetleri ile yüksek oranda yapışkan olarak tutulan nanoelmas partiküllerinin bir kaplaması ile kaplanmış olarak kalmaktadır.

2. Ayrıca bulamaca daldırma sırasında veya sonrasında seçilen substratın sonikasyonunun gerçekleştirilmesini içeren, İstem 1'e göre yöntem.

3. Ayrıca seçilen substrat için deneyleme vasıtasıyla sonikasyonun bir süresinin daha önceden belirlenmesini içeren, İstem 2'ye göre yöntem.

4. Ayrıca bir inert gaz akışı ile substratın kurutulmasından önce solvent ile substratın durulanmasını içeren, İstem 1'e göre yöntem.

5. İstem 1'e göre yöntem olup, ayrıca aşağıdakileri içermektedir:

seçilen substratın bir iyon destekli plazma bırakım sistemine vakum altında yerleştirilmesi; ve

nanoelmas partikülleri üzerine elmas benzeri karbon ve/veya bir oksit veya nitrit veya oksinitrit katmanının bir optik olarak saydam filminin birikmesi.

6. Ayrıca nanoelmas partiküllerinin dağıldığı ortamın bir sıvı olacak şekilde seçilmesini içeren, İstem 1'e göre yöntem.

7. Ayrıca nanoelmas partiküllerinin dağıldığı ortamın bir sol-jel ortamı olacak şekilde seçilmesini içeren, İstem 1'e göre yöntem.

8. Ayrıca, ortamın bir sol-jel ortamı olacak şekilde seçilmesini ve sol-jel ortamının buharlaşma ile kürlemeyi kolaylaştırmak için 200C altında uçucu olan bir organik bileşeni kapsayacak şekilde seçilmesini içeren, İstem 1'e göre yöntem.

9. Ayrıca nanoelmas partiküllerinin dağıldığı ortamın bir kimyasal olarak fonksiyonlu taşıyıcı ortam olacak şekilde seçilmesini içeren, İstem 1'e göre yöntem.

10. Ayrıca kimyasal olarak fonksiyonlu taşıyıcı ortamın bir uçucu bileşen ve bir inorganik oksidi kapsayacak şekilde seçilmesini içeren, uçucu bileşenin, inorganik oksidi arkada bırakması için ortam oda sıcaklığı veya yükseltilmiş sıcaklık ve atmosferik basınçta kolayca buharlaşması için seçildiği, İstem 9'a göre yöntem.

11. İstem 1'e göre yöntem olup, ayrıca aşağıdakileri içermektedir:

seçilen substratın substrat yüzeyine açılan çatlaklara sahip olması için seçilmesi; ve
alkoller, aseton, sülfürik asit, hidrojen peroksit, su ve bunların bir kombinasyonundan oluşan bir gruptan seçilen bir veya daha fazla temizleme ajanı ile substratın önceden temizlenmesi.

12. İstem 11'e göre yöntem olup, ayrıca güçlü yakıcılar veya asitler ile substratın temizlenmesini; ve
güçlü yakıcılar veya asitler ile substratın temizlenmesi arasında substratın durulanmasını içermektedir.

13. Ayrıca çatlaklara erişimi kolaylaştırmak için lazerle delme içeren, İstem 11'e göre yöntem.

14. Ayrıca ellinin üzerindeki atmosfer basınca dayanması için yapılandırılan bir basınç haznesi içine bulamaca daldırılan seçilen substratın yerleştirilmesini ve basınç haznesinin ellinin üzerinde atmosfer basıncında basınçlandırılmasını içeren, İstem 1'e göre yöntem.

15. İstem 14'e göre yöntem olup, ayrıca aşağıdakileri içermektedir:

seçilen substratın bulamaçtan ve basınç haznesinden giderilmesi;
seçilen substratın bir solvente daldırılması;

seçilen substratın bir solventte sonike edilmesi;
seçilen substratın solventten giderilmesi; ve
bir inert gaz akışında seçilen substratın kurutulması.

16. Nanoelmas partiküllerinin patlama nanoelmas partikülleri içerdiği, İstem 1'e göre yöntem.

17. Bir kaplanmış değerli taş olup, aşağıdakileri içermektedir:

bir substrat, burada substrat bir değerli taş içermektedir;
van der Waals kuvveti ile değerli taş substratı üzerinde tutulacak yüksek derecede yapışkan nanoelmas partiküllerinin bir birinci kaplama katmanı; ve
birinci kaplama katmanının üzerini örten bir ikinci saydam kaplama katmanı, burada ikinci kaplama katmanı elmas benzeri karbon içermektedir.

18.Yüksek derecede yapışkan nanoelmas partiküllerin patlama nanoelmas partikülleri içerdiği, İstem 17'ye göre kaplanmış değerli taş.

19.Yüksek derecede yapışkan nanoelmas partiküllerin boyut olarak yüz nanometreden daha az, tercihen boyut olarak beş nanometreden daha az olduğu, İstem 17'ye göre kaplanmış değerli taş.

20. Değerli taş substratının bir yüzeye açılan en az bir çatlak barındıran bir elmas içerdiği ve birinci kaplama katmanının en azından kısmi olarak çatlağı doldurduğu, İstem 17'ye göre kaplanmış değerli taş.

21.İkinci kaplama katmanının elmas benzeri karbon ve bir metalik veya metalik olmayan oksit, nitrit veya oksinitritin bir kombinasyonunu içerdiği, İstem 17'ye göre kaplanmış değerli taş.

TARİFNAME

DEĞERLİ TAŞLAR ÜZERİNDE NANOKRİSTAL ELMAS KAPLAMALARIN ÜRETİLMESİNE YÖNELİK YÖNTEM

TEKNİK ALAN

Bu buluş, dekoratif objelerin optik ve fiziksel karakteristiklerinin geliştirilmesi amacı için nano-kristal elmasın ince bir filmi ile, yardımcı ve/veya söz konusu objelerin kaplanmasına yönelik bir proses ile ilgilidir.

ÖNCEKİ TEKNİK

Sentetik elmas filmler ve kaplamalar oksi-asetilen alevle yanma CVD, mikrodalga plazması CVD, sıcak filaman CVD, vb. gibi kimyasal buhar biriktirme (CVD) kullanılarak buhar fazından geliştirilebilmektedir. Sıcak filaman CVD, büyük bir alanda yüksek kalitede CVD elmasının birikmesine dair en eski ve en temel yöntemlerden biridir (Ref: Growth of Diamond by sequential deposition and etching process using hot filament CVD, J. Wei ve Y. Tzeng, Journal of Crystal Growth 128, (1993), 413-417). Bir formda, CVD kullanılarak bir substrat üzerinde bir sentetik elmas filmin biriktirilmesi, bir karbon içeren türü kapsayan gaz fazı ile yüksek sıcaklık ve/veya plazma uyarılması ile aktive edilen bir aktive edilmiş gaz fazını gerektirmektedir. Bu şekilde açıklanan gaz fazı substrat üzerinde hem elmas hem de grafitin birikmesine meyilli olacağından, gaz fazı, tercihen grafiti aşındıran atomik hidrojen gibi bir türü kapsamalıdır. Bu CVD prosesi, ayrıca burada elmasın çekirdeklenmesini kabul eder bir substrat yüzeyi ve türleri üreten elması substrata sokmak için gaz fazı ve substrat arasında bir sıcaklık gradyanını gerektirmektedir. Elmas benzeri karbonun (DLC) kategorisi altında diğer elmas filmleri, daha yüksek yüzdede sp3 bağlarına sahip daha yüksek kalitede DLC filmleri ile sp2 ve sp3 bağlarının bir karışımından oluşmaktadır. Radyo frekansı plazma birikmesi, bir karbon hedefinden iyon ışık demeti püskürtümlü birikme, iyon ışık demeti desteği ile iyon ışık demeti püskürtülmüş karbon, doğrudan iyon ışık demeti birikmesi, çift iyon ışık demeti birikmesi, bir karbon hedefinden lazer ablasyon birikmesi ve karbonun iyon ışık demeti destekli buharlaşmasını kapsayan DLC'nin biriktirilmesine yönelik çoğu yöntem gösterilmektedir [Ref: 5,635,245 sayılı Patent dokümanı].

Bir dekoratif uygulamada CVD prosesleri tarafından üretilen elmas filmlerin kullanımı ve

cevher ortamı üzerinde DLC kaplamalarının kullanımı, 2006/0182883 ve 2003/0224167 sayılı patent dokümanlarında açıklanmaktadır. İlaveten, önceki teknik keskin kenarların aşınma dirençli karakteristiklerini geliştirmek veya bu kenarların korunmasına yardım etmek için bir görünüme sahip cam veya polimerik malzemeler gibi çeşitli ortamlara DLC kaplamalarının uygulanmasına yönelik çeşitli referansları kapsamaktadır. (Ref: 6,277,480, 5,795,648, 6,312,808, 5,635,245, 6,338,901, 6,335,086, 5,190,807 ve 5,879,775 sayılı patent dokümanları). Çeşitli substratlar üzerinde yüksek sıcaklıklı CVD prosesleri kullanılarak sentetik elmas filmlerin geliştirilmesi, tipik olarak kullanılan yüksek sıcaklıklara substratın dayanabilmesi ile sınırlandırılmaktadır.

Doğal olarak veya bir renk geliştirme işlemi aracılığıyla (Ref: Yayın No. 20060182883) renklendirilen hem doğal hem de sentetik kökenli elmas olmayan veya açıkça fasetli yüzeye sağlanan bir ince film elmas kaplamasına veya her taraftan perdahlanan değerli taşlara sahip olmasından faydalanılabilen elmas olmayan birçok değerli taş bulunmaktadır. Cam pencereler gibi bir ticari uygulama, nanokrsital elmas filmin bir ince filmin uygulanmasından yararlanabilen gözlükler ve/veya gözlük çerçeveleri, metal dekoratif objeler ve/veya substratlar ve/veya mücevher objeler, saatli telefonlar ve/veya saat camı ve/veya saat kordonu gibi yardımcı ve veya dekoratif uygulamalar olarak hizmet eden çeşitli diğer substratlar bulunmaktadır. Doğal temiz veya renklendirilmiş elmas olmayan değerli taşlar ve ayrıca rengi geliştirilmiş değerli taşlar gibi burada değinilen çoğu substrat, CVD teknikleri kullanılarak sentetik elmas filmin büyümesi için yüksek sıcaklıklara maruz kalmamaktadır, çünkü bu malzemeler, çatlayabilmektedir ve/veya yarılabilmektedir ve/veya renk değiştirebilmektedir.

Değerli taşlar için en önemli şekilde genel olarak kabul edilen fiziksel karakteristikler, sertlik, kırılım indisi, renk, termal stabilite, kimyasal stabilite ve dayanıklılıktır. Sertlik, bir değerli taşın kazımaya direnebilmesini tanımlamaktadır. Elmas, Mohs ölçeğinde alttan değerli olana doğru doğru 9'da safir gibi daha düşük sertlikte yer alan tüm diğer değerli taş malzemeler ile ve ayrıca 7.5'de zümrüt, 8'de topaz, 5'te apatit, vb. gibi yarı değerli taşlar ile birlikte en sert mineraldir. Kendi üstün sertliğine ek olarak elmas, ayrıca yüksek bir parlaklığa sahip elmaslar ile sonuçlanan çok yüksek bir kırılım indisine sahiptir.

Kübik Zirkonya (CZ), Zirkonyum dioksitin kübik kristal formu, bir elmas stimülan olarak kullanıma yönelik yaygın bir şekilde sentezlenen bir mineraldir. CZ, deneyimsiz göz ile elmastan kolayca ayırt edilebilen CZ'de artmış prizmatik ateş ile sonuçlanan elmas (elmasın

0.06'sına karşın 0.044) ile karşılaştırıldığında, yüksek bir dağıtıcı güce sahiptir. CZ, elmas için 8.5'e karşı 10 oranında daha düşük bir sertliğe ve ayrıca elmastan daha düşük bir kırılım indisine sahiptir. Bir yüksek sertliği kapsayan elmasa CZ'lerin optik yakınlığından dolayı, düşük maliyetli elmas taklidi çok popüler olmaya başlamıştır ve düşük maliyetli mücevherlerin üretiminde büyük miktarlarda tüketilmektedir.

Geçmiş yıllarda, imalatçılar, varsayıldığı gibi CZ'yi "geliştirerek" bunların ürünlerini ayırt etme yollarını araştırmışlardır. Aşırı CZ alevinin varsayıldığı gibi söndürülmesiyle daha fazla tümüyle elmas benzeri olan bir görünümün sağlandığı düşünülen DLC'nin bir filmi ile kaplaması bitirilen CZler nihai malzeme kullanılmaktadır. CZ'nin DLC kaplaması vasıtasıyla görsel karakteristiklerde gelişme subjektiftir. DLC kaplamalarının kalitesi ve bunların CZ'ye yapışabilmesi, tamamen kullanılan birikme prosesine bağlıdır. DLC filmleri, renksiz CZ üzerinde kaplandığında uğraşılması gereken diğer mesele olan sadece çok ince katmanlarda renksiz görülmektedir.

Cevher ortamının kendi fiziksel özelliklerini geliştirmek için işlendiği diğer alan, bu tür cevher ortamının çatlak doldurma veya açıklık geliştirme alanı içindedir. Örnekler, elmasları ve zümrütleri dolduran çatlağı kapsamaktadır. Elmaslar için kullanılan doldurma malzemeleri, yaygın bir şekilde cam kökenlidir ve zümrüt durumunda, doldurmalar yağlar veya polimerler gibi çeşitli türlerde olabilmektedir.

Zümrütteki yüzeye ulaşan kırılmaların doldurulması, göreceli olarak yaygın bir pratiktir, burada yağlar ve doğal bir reçinenin çeşitli türleri tarihsel açıdan kullanılmaktadır. Şimdi, ayrıca epoksi reçineler, sedir ağacı yağı ve Kanada balzamı gibi daha geleneksel dolgu maddeleri ile yer değiştirmektedir. Bu epoksi reçinelerin en yaygın şekilde bilineni, Opticon marka adı altında satılmaktadır. Çeşitli çatlak dolduran malzemelerin GIA tarafından geniş bir çalışmasının sonuçları, Opticon işlemini bulmuştur. (1) geleneksel malzemelere benzer, çeşitli aydınlatma teknikleri ile büyütme kullanılarak en iyi şekilde saptanmıştır, ve (2) geleneksel gelişimlerden biraz daha dayanıklı olmasına rağmen, rutin mücevher temizleme ve imalat prosesleri sırasında değiştirilmiştir. [Ref: Fracture Filling of Emeralds: Opticon and Traditional "Oils", Gems And Gemmology, Cilt 27, Sayı 2, Robert C. Kammerling, John I. Koivula, Robert E. Kane, Patricia Maddison, James E. Shigley, ve Emmanuel Fritsch].

İlk olarak piyasada satılan elmas çatlak-doldurma işlemi, 1980lerin ortalarında İsrail'de geliştirildi. Elmasların çatlak doldurma işleminin mevcut durumda üç ana üreticisi ve lazer

delme işlemleri ile yüzeye açılan çatlakların doldurulması için bir cam benzeri bileşiğin kullanılan tüm üç özel formülasyonu bulunmaktadır. Doldurma bileşiğinin kırılım indisi, elmastan hafif oranda daha düşüktür ve işlem, bir açıda görüldüğünde doldurulan bölgelerde gözlemlenebilen bir renk flaşı ile kolayca fark edilebilmektedir. Ayrıca doldurmalar, elmas 150C üzerindeki sıcaklığa maruz bırakıldığında veya elmasın kolayca cam benzeri doldurmaya saldırdığı asitlere maruz bırakıldığı durumda, kolayca giderilebilmektedir.

Bir örnek önceki teknik WO 98/21386 sayılı patent dokümanında açıklanmaktadır, burada sentetik değerli taşlar silikon karbürün tekli kristallerinin büyütülmesiyle üretilmektedir, silikon karbür değerli taş çekirdeklerine biçimlendirilmektedir ve bundan sonra çekirdek üzerinde elmasın bir ince kaplaması biriktirilmektedir. Özellikle, WO 98/21386 sayılı patent dokümanı, istenen renk karakteristikleri ile silikon karbürün bir tekli kristalinin büyümesini ve sonra bir elmas kaplamanın alınması için bir değerli taşın kesilmesi, fasetlenmesi ve perdahlanmasını açıklamaktadır. Elmas kaplamanın kalınlığı, yaklaşık 1 ila 2 mikron kalınlık aralığı ile yaklaşık 0.1 ila 30 mikron aralığındadır. Silikon karbür çekirdeğinin biçimlendirilmesinin tamamlanmasından sonra, yüzeyi elmas kaplama için uygun bir çekirdeklenme bölgesi olarak görev yapacak şekilde çekirdek yüzeyinin hazırlanması göz önünde bulundurulmaktadır. Bu bakımdan, bir perdahlama adımı, çekirdeklenmenin, dağlama adımına hiçbir müdahale olmadan meydana gelebilmesi amacıyla yaklaşık 0.5 mikron ila 5 mikron, tercihen yaklaşık 3 mikron partikül boyutuna sahip bir elmas perdahı kullanılarak mikroskobik sertliğin oluşturulması amacıyla kullanılmaktadır. Bundan sonra, ince bir elmas kaplama, ya kimyasal buhar biriktirilmesi ya da fiziksel buhar biriktirilmesi vasıtasıyla biriktirilmektedir.

BULUŞUN KISA AÇIKLAMASI

Buluş, yukarıdaki problemlerin çoğunu çözmektedir. Mevcut buluş, bağımsız istem 1'de tanımlandığı gibi bir yönteme ve bağımsız istem 17'de tanımlandığı gibi bir kaplanmış değerli taşa yöneliktir. Tercih edilen yapılandırmalar, bağlı istemlerde tanımlanmaktadır. Buluşun bir yapılandırması, sert kimyasallar veya yükseltilmiş sıcaklıklar kullanılmadan kristal elmas partiküllerin bir bulamacı ile işlem aracılığıyla bir cevher malzemesine veya yardımcı veya dekoratif objeye bir nanokristal elmas kaplamasının uygulanmasını kapsamaktadır. Buluş metan, hidrojen ve karbon monoksitin kullanımından kaçınmaktadır ve 900C üzerinde reaksiyon sıcaklıklarının yaygın bir şekilde kullanıldığı önceki teknik ile karşılaştırıldığında oda sıcaklığından 200C'ye reaksiyon sıcaklıklarında sonuçlanabilmektedir. Bir yapılandırmada, buluş, Nanoelmas partikülleri van der Waals kuvvetleri vasıtasıyla substrat yapışacak şekilde,

cevher malzemesi substratına uygulanan 10 nm altı elmas partiküllerinden oluşan bir tohum bulamacı ile işlemi kapsamaktadır. Substratı kaplayan nanoelmas partiküllerinin bir yüksek oranda yapışkan katmanı ile sonuçlanmaktadır.

Buluşun bir örnek yapılandırması ile uyumlu olarak, cevher malzemesi veya dekoratif obje üzerinde nanoelmas partiküllerinin yüksek oranda yapışkan katmanı, DLC'nin bir optik olarak saydam katmanının veya çeşitli geçiş metallerinin nitritlerinin, oksitlerinin veya oksinitritlerinin veya bunların bir kombinasyonunun birikmesi ile ayrıca stabilize edilmektedir. DLC katmanı bilinen teknikler ile uygulanabilmektedir.

Buluşun bir yapılandırması ile uyumlu olarak, nanokristal elmas katmanı, bir fasetli kübik zirkonya cevher malzemesi üzerine uygulanabilmektedir ve ayrıca nihai optik karakteristikler doğal elmasın görünümünü yakın bir şekilde taklit edecek biçimde DLC'nin bir optik olarak saydam katmanı veya çeşitli geçiş metallerinin nitritleri, oksitleri veya oksinitritleri veya bunların bir kombinasyonu ile stabilize edilmektedir. Elmasın daha yüksek kırılım indisine sahip elmas malzemesinin ince katmanının uygulanması, yüksek dağılımdan dolayı CZ'de tipik olarak görünen beyaz flaşın kısmi olarak azalması ile görünüm olarak daha fazla elmas oluşturmaktadır. Elmas kaplama ayrıca aşınma direnci sağlayan ve son olarak zamanla CZ rengini genel olarak bozan UV ışınımından koruma sağlayan nanoelmas kaplamadan dolayı faset kenarların korunmasında gelişmeye yol açmaktadır.
Buluşun diğer yapılandırmasında, nanokristal elmas partikülleri, doğal elmaslar veya diğer elmas olmayan değerli taşların çatlak doldurmasının gerçekleştirilmesi için kullanıldığı dolgu maddesi ortamı olarak uygulanmaktadırlar.

Bir yapılandırmada, buluş, elmas olmayan doğal ve sentetik cevher malzemelerini kapsayan çeşitli substratlar üzerinde bir nanokristal elmasın üretilmesine yönelik bir prosesi açıklamaktadır. Substratlar, doğal olarak geliştirilen veya işlemler vasıtasıyla renkli geliştirilen veya açık olanları kapsamaktadır. Buluş, ticari uygulamalarda kullanılan cam veya polimer substratlar gibi diğer dekoratif objelere veya dekoratif objeler olarak metal mücevher, metal dekoratif objeler, gözlükler ve gözlük çerçeveleri, kasa, kristal, cam, telefon, kayış, vb. gibi saat ürünlerine uygulanabilmektedir. Buluşun bir yapılandırmasında, nanokristal elmas kaplama, substratın daha fazla elmas benzeri görünmesini sağlamak için substratın fiziksel karakteristiklerini geliştirmek ve örneğin aşınma direnci alanlarında kendi fiziksel kalitelerini geliştirmek için fasetli kübik zirkonyaya uygulanmaktadır.

"Nanoelmas" terimi kısıtlı bir şekilde olmadan saf fazda elmas filmlerini, elmas partiküllerini ve bunların yapısal birleşmelerini kapsayan nano ölçek boyutunda çeşitli elmas bazlı malzemeleri açıklamak için burada yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.

Nanoelmas partikülleri, patlama sentezi veya kimyasal buhar biriktirilme prosesleri gibi çeşitli teknikler kullanılarak sentezlenebilmektedir. [4. Ultrananocrystalline Diamond: Synthesis, properties and Applications, D.Gruen, A. VuI ve O.Shenderova tarafından düzenlendi, NATO Science Series, Kluwer Acad.Publ., 2005]

Nanoelmas partikülleri, toz formunda veya yağda, solventlerde veya suda dağılır olarak piyasada satılmaktadır. Çeşitli dağılım ortamlarında nanoelmas partiküllerinin elmas saflığı ve yüzey kimyası, satıcıdan satıcıya değişmektedir.

Bir yapılandırmada, buluş, uygun dağılım ortamında askıda tutulan piyasada satılan Nanoelmas tozlarını kullanmaktadır. Nanoelmas partiküllerinin sentezi, önceki teknikte bilinen çeşitli yöntemler ile başarılabilmektedir. Nanoelmas sentezi 19 yıldan fazla üç kere Sovyetler Birliği'nde keşfedildi: ilk olarak 1963'te VNIITF'de (Snezhinsk) K.V. Volkov, V. V. Danilenko, ve V.I. EHn tarafından ve sonra 1982'de Institute of Hydrodynamics, Siberian Division, Academy of Sciences of the USSR'de
(Novosibirsk) A.M. Staver ve A.I. Lyamkin tarafından ve Institute of Problems of Materials Science, Academy of Sciences of the UkSSR'de (Kiev) G.I. Savvakin tarafından. Tüm bu araştırmacılar, büyük patlamada elmas olmayan karbon modifikasyonlarının şok kompresyonu ile elmas sentezini çalışırken nanoelmas sentezini kazara keşfetmişlerdir.

Temel elmas yapıtaşlarının karakteristik boyutunun sadece birkaç nanometre aralığını kapsadığı nanoelmas malzemenin bir sınıfı. Bu malzeme sınıfı içinde, patlayıcıların patlaması ile patlayıcıların moleküllerinde barındırılan karbondan sentezlenen nanoelmas, patlama nanoelması (DND) olarak adlandırılmaktadır. [Ref:Dolmatov, V. Y., Detonation synthesis ultradispersed diamonds: properties and applications, Russian Chemical Reviews, 70, 607, 2001]. Patlama nanoelması, mevcut buluşun prosedürlerinde kullanılabilen nanoelmasın bir kaynağıdır.

DND malzemeleri, infilaktan sonra elde edilen patlama isinin saflaştırılmasına dair yönteme dayanarak elmas saflığının farklı derecelerine sahiptir.

ŞEKİLLERİN KISA AÇIKLAMASI

Şekil 1, mevcut buluş ile uyumlu bir nanoelmas bulamacına daldırılan bir fasetli cevherin bir şematik görünümüdür;

Şekil 2, bir nanoelmas bulamacı ile kaplanmış değerli taş süslü yapı fasetlerinin bir mikrograf görünümüdür;

Şekil 3, buluş ile uyumlu nanoelmas kümelerinin yüksek çözünürlüklü bir geçirmeli elektron mikrografıdır;

Şekil 4, buluşa göre bir nanoelmas partikülünün bir latis imgesidir;

Şekil 5, nanoelmas üzerinde XPS verilerinin bir grafiğidir;

Şekil 6, çeşitli geçiş metallerinin oksitleri, nitritleri, oksinitritleri veya bunların bir kombinasyonunun çeşitli substrat katmanları üzerinde optik olarak saydam yüksek kalitede DLC'nin biriktirilmesi için kullanılan bir plazma iyon destekli biriktirme sisteminin bir şematik görünümüdür;

Şekil 7, bir cevher yüzeyi üzerinde nanoelmas kaplamanın bir taramalı elektron mikroskobudur;

Şekil 8, nanoelmas film ile kaplanan bir cevher yüzeyinin bir yüksek büyütme taramalı elektron mikroskop imgesidir;

Şekil 9, bir cevher yüzeyi üzerinde nanoelmas kaplamanın bir taramalı elektron mikroskop çapraz kesit görünümüdür;

Şekil 10, bir cevher üzerinde elmas kaplama ile tutarlı bir latis aralığına sahip nanoelmas partiküllerinin bir yüksek çözünürlüklü imgesidir; ve

Şekil 11, buluşa göre bir nanokristal elmas partikülü ile doldurulan bir elmasın bir şematik görünümüdür;

AYRINTILI AÇIKLAMA

Aşağıda açıklanan prosedür, buluşun bir yapılandırmasına göre nano-kristal elmas kaplamanın üretilmesi için adım adım yöntem sağlamaktadır:

1. Ticari olarak elde edilen nanoelmas tozlar, dimetil sülfoksit (DMSO), etanol gibi bir solvent ortamında bir bulamacın hazırlanması veya alkoller veya tetrahidrofuran (THF) gibi polar organik solventlerde gelişmiş çözünürlüğe sahip fonksiyonlu nanoelmasın hazırlanması için kullanılmaktadır. Fonksiyonlu nanoelmaslar, alkillityum reaktifleri, diaminler ve amino asitler ile kendi reaksiyonları ile hazırlanmaktadır. [Functionalization of

Nanoscale Diamond Powder: Fluoro-, Alkyl-, Amino-, and Amino Acid-Nanodiamond Derivatives, Yu Liu, Zhenning Gu, John L. Margrave, † ve Valery N. Khabashesku* Chem. Mater., 2004, 16 (20), syf 3924-393. Nanoelmas tozunun seçimi, nanoelmas kaplamada istenen nanoelmas partikülünün boyutuna bağlıdır ve 5 ila 20 nm boyutlu tozlar ile birkaç 100 nm boyutlu tozlara değişkenlik göstermektedir. Buluşun bir yapılandırmasında, boyut olarak 100 nm'den daha az nanoelmas barındıran tozlar, nanoelmas kaplama için kullanılmaktadır.

2. Nanoelmas bulamaç ile seyrelticiler olarak metanolün (veya etanol veya IPA) bir karışımı hazırlanmaktadır.

3. Nano-kristal elmas kaplama için hedeflenen substrat, karışım içine daldırılmaktadır (Şekil 1).

4. Sonikasyon, çeşitli substratlar için deneyleme vasıtasıyla ideal hale getirilen bir süre boyunca düzenli bir sonik banyoda gerçekleştirilmektedir. Nanoelmas bulamacında fasetli cevherlerin sonikasyonu durumunda, sonikasyon süresi tipik olarak 10 ila 30 dakikadır. Sonikasyonun süresi, çeşitli süreler boyunca nanoelmas ile kaplanacak elmasın sonikasyonunun gerçekleştirilmesiyle ve elektron mikroskobu gibi analitik teknikler kullanılarak objelerin incelenmesiyle deneysel olarak elde edilmektedir. Bir sonik banyo, banyoda sıvı ile ultrasonik vibrasyonların uygulanması ile banyoya yerleştirilen şeylerin temizlenmesi veya karıştırılması için kullanılan bir kap veya banyoyu kapsayan bir parça endüstriyel veya laboratuar ekipmanıdır. Ultrason frekansı (15 ila 400kHz) ile ultrasonik enerjinin uygulanabilmesinde değişkenlik gösteren birkaç piyasada satılan ultrasonik banyo sistemi bulunmaktadır.

5. Büyük aglomeraların oluşumundan kaçınmak için karışımdan substratı giderin ve solvent ile hızlıca durulayın.

6. Solvent ile durulandıktan sonra, işlenmiş substrat, azot akışı ile ve diğer inert gazın akışı ile kurutulmaktadır. Nihai kaplama, van der Waals kuvvetleri tarafından yerinde tutulan yüksek oranda yapışık Nanoelmas partiküllerinden oluşmaktadır. Şekil 2, yüksek çözünürlüklü geçirmeli elektron mikroskobu (HRTEM) kullanılarak nanokristal elmas partiküllerinin mikrograflarını göstermektedir. Şekil 5, nanoelmas malzemenin X-ışını fotoelektron spektroskopi (XPS) verilerini göstermektedir.

7. Nanokristal elmas kaplanmış substrat, Şekil 6'da gösterildiği gibi bir iyon destekli plazma biriktirme sisteminde vakum altına yerleştirilmektedir.

8. DLC'nin bir ince optik olarak saydam filmi, ayrıca yüksek oranda yapışkan katmanın stabilize edilmesi için nanokristal elmas kaplanmış substrat üzerinde biriktirilmektedir. Biriktirme parametreleri, yüksek yüzdede sp3 bağlarını barındıran DLC filmlerinin bir ideal

kalınlığına ve biriktirilecek optik saydamlığa olanak sağlamak amacıyla seçilmektedir. Bir örnek yapılandırmada ideal kalınlık, yaklaşık otuz nanometredir. Alternatif olarak, nanokristal elmas kaplanmış substrat, Şekil 4'te gösterilen iyon destekli plazma biriktirme sistemi kullanılarak çeşitli metalik veya metalik olmayan türlerin bir oksit veya nitridinin birikmesi ile stabilize edilebilmektedir. Oksitler, Nitritler ve/veya Oksinitritler, herhangi bir dizi geçiş metalinden seçilebilmektedir ve sadece bunlarla sınırlı olmamak kaydıyla Çinko, Titanyum, Titanyum-Alüminyum, Silikon, Yitriyum, Gümüş, Platin, Altın, Zirkonyum veya Tantalı kapsayan bir grup metalden seçilebilmektedir. Bu kaplamalar, DLC kaplamasının biriktirilmesi ile birlikte kullanılabilmektedir veya DLC kaplaması olmadan kullanılabilmektedir.

Elmas benzeri karbon (DLC) kaplamalar, tipik olarak 10 ila 300eV enerjiye sahip bir substratın yüzeyi üzerinde bulunan karbon veya hidrokarbon türleri iyonlaştığında ve ayrıştığında oluşturulmaktadır. DLC filmleri, istisna mekanik, optik, elektrik, kimyasal ve tribolojikal özelliklere sahip olabilmektedir ve düşük substrat sıcaklığında (<200°C) birikebilmektedir. DLC film özellikleri yüksek sertlik, yüksek optik bant aralığı ve yüksek elektrik özdirencini kapsamaktadır. Bunlar genel olarak inerttir ve düşük sürtünme ve aşınma katsayıları göstermektedir.

Bu tür filmler genel olarak amorftur (yani baskın kristal latis yapısına sahip değildir) ve sp2 (trigonal yapılanma - grafit) & sp3 (tetrahedral yapılanma - elmas) fazlarının bir karışımından oluşmaktadır. DLC filmlerinin sp3/sp2 oranı, hazne basıncı, gaz akış hızı ve voltaj ile sınırlı olmayarak kapsanan biriktirme koşulları ile kontrol edilmektedir.

Bir cevher veya diğer ortamda nanokristal elmas kaplamanın oluşturulması için diğer örnek yapılandırmada, aşağıdaki prosedür takip edilebilmektedir:

1.Bir nanoelmas bulamacı, bir sol jel ortamında nanoelmas partiküllerinin dağılmasıyla hazırlanmaktadır. Sol jel ortamının bileşimi, kaplanacak substrata göre ideal hale getirilmektedir. Buluşun bir örnek yapılandırmasında, Çinko, Titanyum, Silikon veya Alüminyumun oksitlerindeki sol jeller, nanoelmas partiküllerinin bir kompozit filmini oluşturmak için kullanılmaktadır.

2.Nanokristal elmas kaplama için hedeflenen substrat, kompozit filmin istenen yoğunluğu, substrat malzemesine yapışma ve istenen görünüme göre çeşitli substratlara yönelik deneyleme tarafından ideal hale getirilen bir süre boyunca Nanoelmas sol jele

daldırılmaktadır.

3.Substrat, Nanoelmas sol jelinden giderilmektedir ve azot akışı veya diğer inert gaz akışı ile kurutulmaktadır. Sol jel ortamının bileşimi, düşük sıcaklık (<150C) veya oda sıcaklığı kürü vasıtasıyla organik bileşenin buharlaştırılması vasıtasıyla kürlemenin sonuçlandırılması için ideal hale getirilmektedir.

4.Nihai kaplama, substrata yapışan sol jel ortamında dağılan Nanoelmas partiküllerinin bir matrisinden oluşmaktadır.

Yukarıda açıklandığı gibi sol jel bazlı nanokristal elmas bulamacı, oksidasyon, korozyon ve/veya aşınmadan korunma sağlamak için mücevher söz koruyucusu ve/veya diğer dekoratif objeler gibi objeler üzerinde kullanılabilmektedir ve ilaveten bazı durumlarda UV ışınımını önleyebilen kaplanmış obje sağlamak için veya objeye rengi uygulamak için kullanılabilmektedir.

Aşağıda açıklanan prosedür, buluşun diğer yapılandırmasına göre nanokristal elmas kaplamanın üretilmesi için adım adım yöntem sağlamaktadır:

1.Nanoelmas bulamaç ile örneğin seyreltici olarak metanolün (veya etanol veya izopropil alkol) bir karışımını hazırlayın. Nanoelmas bulamacı, su bazlı veya solvent bazlı ortamda dağılan DND partikülleri gibi nanoelmas partikülünden oluşmaktadır. Solvent bazlı ortam diğer organik çözücüleri kapsayabilmektedir. Prosedür süresince süspansiyonda nanoelmas partiküllerinin kalması amacıyla bulamacın hazırlanması durumu faydalıdır.

2.Nano-kristal elmas kaplama için hedeflenen substratı, karışım içine daldırılmaktadır (Şekil 1).

3.Çeşitli substratlar için deneyleme vasıtasıyla ideal hale getirilebilen bir süre boyunca düzenli bir sonik banyoda sonikasyon gerçekleştirin. Sonikasyon, bir ultrason biriminde bir su banyosu içine bir kapta bulunan substrat ve nanoelmas bulamacını barındıran bir kabın yerleştirilmesiyle sonuçlandırılabilmektedir.

4.Büyük aglomeraların oluşumundan kaçınmak için karışımdan substratı giderin ve solvent ile hızlıca durulayın. Aseton ve izopropanol, bu amaçla dizide kullanılabilmektedir.

5.Bundan sonra azot gibi inert gazın bir akışı ile solvent ile durulayın. Kurutma, argon gibi diğer inert gaz ile sonuçlandırılabilmektedir. Nihai kaplama, van der Waals kuvvetleri tarafından yerinde tutulan yüksek oranda yapışık nanoelmas partiküllerinden oluşmaktadır. Şekil 2, 2a ve 2b, yüksek çözünürlüklü geçirmeli elektron mikroskobu (HRTEM) kullanılarak nanokristal elmas partiküllerinin mikrograflarını göstermektedir. Şekil 5, DND malzemesinin

X-ışını fotoelektron spektroskopi (XPS) verilerini göstermektedir.

6.Nanokristal elmas kaplı substrat, bir iyon destekli plazma biriktirme sisteminde vakum altına yerleştirilmektedir (Şekil 6).

7.Örneğin DLC veya çinko oksidin bir ince optik olarak saydam filmi, ayrıca yüksek oranda yapışkan katmanın stabilize edilmesi için nanokristal elmas kaplanmış substrat üzerinde biriktirilmektedir. Biriktirme parametreleri, yüksek yüzdede sp3 bağlarını barındıran DLC filmlerinin bir ideal kalınlığına ve biriktirilecek optik saydamlığa olanak sağlamak amacıyla seçilmektedir. Bu bağlamda sp3 bağlarının yüksek bir yüzdesi, yaklaşık yüzde yetmiş olabilmektedir, ancak uygulamaya bağlı olarak değişkenlik gösterebilmektedir. Genel olarak sp3 bağlarının daha yüksek bir konsantrasyonu, bir daha sert kaplamaya yol açmaktadır, ancak sp3 bağlarının daha yüksek bir yüzdesi, optik saydamlık veya açıklık ile karışabilmektedir. Alternatif olarak, nanokristal elmas kaplanmış substrat, Şekil 6'da gösterilen iyon destekli plazma biriktirme sistemi kullanılarak çeşitli metalik veya metalik olmayan türlerin bir oksit veya nitridinin birikmesi ile stabilize edilebilmektedir. Örnek Oksitler, sadece bunlarla sınırlı olmamak kaydıyla, örneğin SiO_2, TiO_2, Al_2O3, V_2O_3, Fe_2O_3, Cr_2O_3, NiO, Ta_2O_5,'yi kapsamaktadır. Örnekler Nitritler sadece bunlarla sınırlı olmamak kaydıyla, örneğin TiN_x, ZrN, TaN'i kapsamaktadır. Diğer kaplama türlerinin örnekleri, sadece bunlarla sınırlı olmamak kaydıyla TiZrN, TiCN, TiC_xN_y, ZrC_xN_y, Au, Ag ve Cu'yu kapsamaktadır.

Buluşun diğer yapılandırmasında bir cevher veya diğer ortamda nanokristal elmas kaplamasının oluşturulmasına yönelik prosedür:

1.Nanoelmas bulamacı, bir sol jel ortamında DND partiküllerinin dağılmasıyla hazırlanmaktadır. Sol jel ortamının bileşimi, kaplanacak substrata göre ideal hale getirilmektedir.

2.Çeşitli substratlar için deneyleme ile ideal hale getirilen bir süre boyunca Nanoelmas sol-jele nanokristal elmas kaplama için hedeflenen substratı daldırın.

3.Nanoelmas sol-jelden substratı giderin ve azot akışı veya diğer inert gazın akışı ile kurutun. Sol jel ortamının bileşimi, düşük sıcaklık veya oda sıcaklığı kürü vasıtasıyla organik bileşenin buharlaştırılması ile kürlemenin sonuçlandırılması için ideal hale getirilmektedir. Oda sıcaklığında uçucu olan organik solventlerin kullanımı ile bu yapılabilmektedir.

4.Nihai kaplama, substrata yapışan sol-jel ortamında dağılan Nanoelmas partiküllerinin bir matrisinden oluşmaktadır.

Yukarıda açıklandığı gibi sol jel bazlı nanokristal elmas bulamacı, oksidasyon, korozyon ve/veya aşınmadan korunma sağlamak için mücevher göz koruyucusu ve/veya diğer dekoratif objeler gibi objeler üzerinde kullanılabilmektedir ve ilaveten bazı durumlarda UV ışınımını önleyebilen kaplanmış obje sağlamak için veya objeye rengi uygulamak için kullanılabilmektedir.

Buluşun diğer yapılandırmasında Nanoelmas ile elmasın çatlak doldurmasına yönelik örnek prosedür:

1.Nanoelmas bulamacı, bir kimyasal olarak fonksiyonlu taşıyıcı ortamda DND partiküllerinin dağılmasıyla hazırlanmaktadır. Taşıyıcı ortam, oksit kökenli bir inorganik bileşiği arkada bırakan oda sıcaklığı veya yükseltilmiş sıcaklık ve atmosferik basınçta kolayca buharlaşan bir uçucu bileşene sahiptir. Taşıyıcı ortam, ortam bileşenlerinin çatlak doldurma oluşumunda kimyasal olarak reaktif olabildiği veya ortam bileşenlerinin kaplama veya doldurmanın parçası olarak kaldığı kimyasal olarak fonksiyonlu olabilmektedir.

2.Yüzey yağlarını, hidrokarbonları ve diğer ortak yüzey kirliliklerini buradan gidermek için alkol, aseton, sülfürik asit, hidrojen peroksit ve/veya suyu kapsayan solventler ile elması (yüzeye açık çatlaklar barındıran) önceden temizleyin.

3.Elmastaki çatlakların, gerektiğinde lazer delme gerçekleştirilerek yüzeye açık olmasını garanti edin. Lazer delme, piyasada satılan elmas lazer delme tekniklerinin kullanımı ile sonuçlandırılabilmektedir.

4.Güçlü kostikler ve asitler arasında durulama ile bunlarda temizleme gerçekleştirin. Bu, elmasta herhangi bir oksit, veya camsı yapı ve/veya metalik izlerin giderilmesine yardım etmektedir. Kostikler veya asitler örneğin sodyum hidroksit, hidroflorik asit, nitrik asit, sülfürik asit, hidroklorik asit ve ayrıca diğer inorganik asitler ve alkalileri kapsayabilmektedir.

5.Temizlenmiş elmas, 50 atmosfer üzerinde muhafaza edilen bir basınçta yerleştirilen Kimyasal Olarak Fonksiyonlu Nanoelmasa daldırılmaktadır. Bazı uygulamalarda, çatlakların doldurulmasını kolaylaştırmak için merkezkaç kuvvetini kullanmak için faydalı olabilmektedir.

6.Elmas, doldurulacak çatlakların karakteristiklerine göre ideal hale getirildikten bir süre sonra basınç haznesinden giderilmektedir. Gerekli süre, doldurulacak çatlağın derinliği, genişliği, hacmi veya şeklinden etkilenebilmektedir.

7.Elmas bir solventte sonike edilmektedir ve bir azot akışında veya diğer inert gazın akışında kurutulmaktadır (Şekil 5).

Buluşun diğer yapılandırmasında, aşağıdaki prosedür kullanılmaktadır.

1.Nanoelmas bulamacı, metanol, etanol veya THF gibi diğer uçucu organikler kullanılarak sulandırılan DMSO gibi uygun bir taşıyıcı ortamda nanoelmas partiküllerinin dağılımı ile hazırlanmaktadır. Taşıyıcı ortam, doğal olarak uçucudur ve nanoelmas partiküllerinin ardından kalan yükseltilmiş sıcaklık ve atmosferik basınçta kolayca uçmaktadır.

2.Yüzey yağlarını, hidrokarbonları ve diğer ortak yüzey kirliliklerini buradan gidermek için alkol, aseton, sülfürik asit, hidrojen peroksit ve/veya suyu kapsayan solventler ile elması (yüzeye açık çatlaklar barındıran) önceden temizleyin.

3.Elmastaki çatlakların, gerektiğinde lazer delme gerçekleştirilerek yüzeye açık olmasını garanti edin.

4.Güçlü kostikler ve asitler arasında durulama ile bunlarda temizleme gerçekleştirin. Bu, elmasta herhangi bir oksit, veya camsı yapı ve/veya metalik izlerin giderilmesini garanti etmektedir.

5.Temizlenmiş elmas, Nanoelmas bulamacının kabına daldırılmaktadır ve 50 atmosfer üzerinde muhafaza edilen bir basınç haznesine yerleştirilmektedir. Eriyik camın özel formülasyonları kullanılarak konvansiyonel çatlak doldurma işlemlerinden farklı olarak, elmasın yükseltilmiş sıcaklığa maruz kalmasına gerek yoktur.

6.Elmas, doldurulacak çatlakların karakteristiklerine göre ideal hale getirildikten bir süre sonra basınç haznesinden giderilmektedir. Elmas içinde çok küçük derinliğe sahip çatlaklar, kısa bir sürede (1 ila 4 saat) nanoelmas bulamacı ile doldurulacaktır ve taş gövdesi içinde derinliğe uzanan çatlaklara sahip elmasların, 8 saatten daha fazla bir süre boyunca çatlakların doldurulmasını teşvik etmek için basınç kabında kalması gerekebilmektedir.

7.Elmas bir solventte sonike edilmektedir ve bir azot akışında kurutulmaktadır (Şekil 5).

8. Buluşun diğer yapılandırmasında, bir merkezkaç kuvveti, üretilen hidrostatik kuvvetin kullanılmasıyla çatlakların doldurulmasına yönelik kullanılmaktadır ve sistemin dönel hızı, çatlakların tam uzunluğuna göre ideal hale getirilmektedir.

Nanoelmas partiküllerinin bir dağılımını barındıran sol jel ortamı ile zümrütte çatlaklar ve yarılmaların doldurulmasına yönelik bir örnek prosedür aşağıda açıklanmaktadır. Zümrüt, alüminosilikatların bir sınıfından gelen bir mineral bileşime Al2Be3[Si6O18] sahiptir. Yağlar veya polimerler gibi yabancı malzemelerin kullanımından farklı olarak, elmas olarak aynı veya benzer bileşime sahip malzemeler tarafından elmaslarda çatlakların doldurulması,

konvansiyonel doldurmaların dezavantajlarına sahip olmayacak üstün bir kalitede doldurmaya olanak sağlamalıdır. Bir zümrüt mineraline bileşim olarak yakın olan ve bir uçucu organik bileşen barındıran bir kimyasal olarak fonksiyonlu nanoelmas bulamacı ile karıştırılan alüminosilikatların sınıfından bir inorganik bileşeni barındıran bir sol jel ortamı seçilmektedir.

1.Nanoelmas bulamacı, metanol, etanol veya THF gibi diğer uçucu organikler kullanılarak seyreltilen DMSO gibi uygun bir taşıyıcı ortamda nanoelmas partiküllerinin dağılımıyla ve ayrıca bir alüminosilikat sol jel (zümrüt mineraline yakın bileşim ile ticari formül) ile bunun karıştırılmasıyla ile hazırlanmaktadır.

2.Yüzey yağlarını, hidrokarbonları ve diğer ortak yüzey kirliliklerini gidermek için alkol, asetonu kapsayan solventler ile zümrüdü (yüzeye açık çatlaklar barındıran) önceden temizleyin.

3.Zümrütteki çatlakların mekanik delme veya lazer delme gerçekleştirilerek yüzeye açık olduğunu, eğer gerekli ise solventler kullanılarak temizleme gerçekleştirdiklerini garanti edin.

4.Temizlenmiş zümrüt Nanoelmas Zümrüt sol jel bulamacı barındıran bir kaba daldırılmaktadır ve 50 atmosfer üzerinde muhafaza edilen bir basınç haznesine yerleştirilmektedir.

5.Zümrüt, doldurulacak çatlakların karakteristiklerine göre bir süre ideal hale getirildikten sonra, basınç haznesinden giderilmektedir. Elmas içinde çok küçük derinliğe sahip çatlaklar, kısa bir sürede (1 ila 4 saat) nanoelmas bulamacı ile doldurulacaktır ve taş gövdesi içinde derinliğe uzanan çatlaklara sahip elmasların, 8 saatten daha fazla bir süre boyunca çatlakların doldurulmasını teşvik etmek için basınç kabında kalması gerekebilmektedir.

6.Zümrüt bir solventte sonike edilmektedir ve bir azot akışında veya diğer inert gazın akışında kurutulmaktadır (Şekil 5).

7.Buluşun diğer yapılandırmasında, bir merkezkaç kuvveti, üretilen hidrostatik kuvvetin kullanılmasıyla çatlakların doldurulmasına yönelik kullanılmaktadır ve sistemin dönel hızı, çatlakların tam uzunluğuna göre ideal hale getirilmektedir.

Buluş ile uyumlu olarak, zümrüt minerali ile aynı veya ona benzer bir bileşimin bir sol jel sıvısı, bir nanoelmas bulamacı ile karıştırılmaktadır ve merkezkaç veya basınç haznesinin basınç doldurma tekniği uygulandığında, bulamaç, nanoelmas partiküllerinin hareketi ile desteklenen çatlaklar ve yarılmalar içine hareket etmektedir. Buluşun bu yapılandırmasında, nanoelmas partikülleri, sıvının taşınmasını geliştirme amacına hizmet etmektedir ve organik

bileşen uçurulduktan sonra kürlenen solventin immobilize olmasına yardım etmektedir. Nanopartikülleri dağılmış kompozit malzemelerin güçlü ve bir kaplama malzemesi olarak uygulandığında yapıştığı bilinmektedir.

Sadece bunlarla sınırlı olmayarak mekanik basınç (yukarıda açıklanan basınç haznesi gibi), elektrik kuvveti (elektrohidrodinamik akış, elektroforetik akış ve elektroosmotik akış [1]), yüzey gerilimi, merkezkaç kuvveti, vb. [2]'ni kapsayan mikrokanalların akışkan doldurması, çeşitli yöntemlerde yapılabilmektedir.

Ref 1 : Fuhr, G.; Schnelle, T.; Wagner, B., "Travelling wave-driven microfabricated electrohydrodynamic pumps for liquids", Journal of Micromechanics and Microengineering, 4 (1994): 217-26).

Ref 2: Microfluidics of Complex Fluids, Kai Kang, Ph. D. Dissertation, Ohio State University, 2003.

Diğer taşıyıcı veya soljel ortam ile veya bu ortam olmadan nanokristal elmas barındıran nihai çatlağı doldurulmuş elmas ve/veya çatlağı doldurulmuş zümrüt, mevcut yöntemler üzerinden birkaç avantaj sağlamaktadır:

1. Elmas doldurmanın kırılım indisi, elmasınki ile aynıdır veya herhangi bir taşıyıcı ortam veya sol jel ortamının kullanıldığı durumda neredeyse aynıdır. Bu, tespit edilemeyen veya neredeyse tespit edilemeyen doldurulmuş alan yapmalıdır.
2. Çatlağı doldurulan zümrüt, dağılmış nanoelmas partikülleri ile birlikte zümrüt minerali gibi aynı veya benzer bileşimin malzemesini barındırmaktadır. Bu, doldurulmuş çatlakları saptanamaz veya neredeyse saptanamaz hale getirmektedir, ilaveten tipik olarak zümrütler için yapılmayan vaks oluşumu gibi çeşitli yöntemler kullanan mücevherde cevherin oluşturulabilmesi için üstün mekanik ve termal stabilite sağlamaktadır. Zümrütlerin kendileri, vaks oluşumu gibi bazı mücevher oluşum işlemlerinde karşılaşılan yükseltilmiş sıcaklıklara dayanabilmektedir, ancak yarılmalar ve çatlakları doldurmak için kullanılan yağlar, reçineler ve polimerler gibi doldurmalar yükseltilmiş sıcaklıklara dayanamamaktadır ve böylece zümrüt her zaman çok dikkatli bir şekilde ele alınmalıdır. Zümrüdün mineralin kendisi olarak aynı veya benzer bileşimin bir malzemesi ile doldurulduğu ve ayrıca nanoelmas partiküllerinin dağılımı ile stabilize edildiği bu buluşta açıklanan yöntem, mücevher oluşumu ortamına dayanmak için bu cevher için yeni kapasiteler ve ayrıca konvansiyonel yabancı malzemeler kullanılarak doldurulan zümrütler

tarafından tipik olarak yapılamayan bir son kullanıcı işleme sağlamaktadır. Bu proses, yeni doldurulanlar yerine kendi çatlakları ve yarılmalarının zümrüt tarafından düzeltilmesine olanak sağlamaktadır.

3.Elmas veya zümrütteki doldurmalar, asitler ve kostikler ile tutturulabilen elmaslar için konvansiyonel cam doldurmalardan ve ayrıca solventler veya buhar ile giderilebilen zümrütler için konvansiyonel doldurmalardan farklı olarak asitlere veya kostiklere veya solventlere maruziyet ile giderilememektedir.

4.Nanokristal elmas doldurma, taşıyıcı matrisinde bütünleşmiş 5 nm altı elmas partikülünün aglomeralarından oluşmaktadır ve taşıyıcı ortamın uçucu bileşeni giderildiğinde göç etmeye meyilli değildir.

Dolgu malzemesi olarak nanokristal elmas partikülleri kullanılarak çatlağı doldurulacak bir elmas, doldurulacak çatlakların yüzeye ulaşıp ulaşmadığı durumunun doğrulanması için incelenmelidir. İnklüzyonlar gibi çatlaklar ve diğer kusurlar yüzeye yol olmayan taşın iç kısmında mevcut ise, daha sonra elmas, çatlak veya inklüzyonda bir açıklık veya nanotüpler oluşturmak için lazer delme prosesine girebilmektedir. Lazerle delme tekniği, önceki teknikte açıklanmaktadır ve piyasada satılan bir prosestir.

Elmasın yanabilirliği, bir mikroskobik ölçekte, seçici bir şekilde hedefleyebilen ve kristal veya demir oksit-boyalı çatlak inklüzyonlarının görünürlüğünü giderebilen veya önemli oranda azaltabilen lazer delme tekniklerinin geliştirilmesine olanak sağlamıştır. Elmaslar en az 1980lerin ortalarından beri lazer ile delinmektedir.

Lazerle delme bir inklüzyona bir erişim yolunun oluşturulması için bir elmas içine çok ince delikler (çap olarak 0.2 milimetre veya 0.005 inçten daha az) delmek üzere bir kızılötesi lazerin (yaklaşık 1060 nm dalga boyu) kullanımı kapsamaktadır. Elmas lazer ışık demetinin dalga boyuna saydam olduğundan dolayı, amorf karbonun veya diğer enerji emici maddenin bir kaplaması, delme prosesinin başlatılması için elmasın yüzeyine uygulanmaktadır. Lazer daha sonra inklüzyona dar bir tüpü yakmaktadır. Dahil edilen kristale delme ile ulaşıldığında, elmas, kristal veya demir oksit boyamasının çözülmesi için sülfürik aside daldırılmaktadır. Bu proses, elmas sülfürik asitte çözünür olmadığından dolayı elmasların kendileri olan inklüzyonlar için etkili değildir).

Birkaç inklüzyon böylece aynı elmastan giderilebilmektedir ve mikroskopik inceleme altında ince delme delikleri kolayca saptanabilmektedir. Bunlar beyazımsı veya daha az düzdür,

ancak hafif oranda yön değiştirebilmektedir ve sıklıkla bir "kıvrılmış" görünüme sahip olarak açıklanmaktadır. Yansıtılan ışıkta, yüzeye ulaşan delikler, elmas fasetlerini yaran siyah daireler olarak görülebilmektedir. Delme prosesi sırasında giderilen elmas malzemesi yok edilmektedir ve genellikle Yehuda İşlemi veya Koss prosesi gibi önceki teknikte bilinen çatlak doldurma teknikleri kullanılarak cam doldurma ile değiştirilmektedir (Ref: Fracture Filling of Diamonds, Janina Skawinska A.G. (C.I.G.), Winnipeg, Man).

Kusurun lazer delme prosedüründen sonra bir inklüzyon olduğu durumda, elmaslar, inklüzyonu oluşturan kirliliklerin veya yabancı maddelerin giderilmesi için asitler (sülfürik, nitrik, hidroflorik asitler) kullanılarak derine daldırılmaktadır.

Kusur (inklüzyonların giderildiği çatlak veya boşluk) barındıran elmas daha sonra bir sonik banyoda Aseton ve IPA solvent temizleme kullanılarak temizlenmektedir ve bundan sonra bağlama elemanlarına veya nanokristal elmas dolgu maddesi ortamı barındıran spesifik olarak tasarlanan kaplara yerleştirilmektedir. Nanokristal elmas dolgu maddesi ortamı, sadece bunlarla sınırlı olmayarak distile su, dimetil sülfoksit, dimetilformamid, dimetilasetamid, metanol, vb. kapsayan çeşitli ortamlarda askıda tutulan nanokristal elmas partikül kümelerini kapsamaktadır. Buluşun bir yapılandırmasında, kap barındıran nanokristal elmas ortamına batırılan elmas, 50 atmosfere kadar basınçlar uygulayabilen bir basınç kabı içine yerleştirilmektedir.

Nanokristal elmas barındıran nihai çatlak doldurulmuş elmas, mevcut yöntemlerin ürünü üzerinden birkaç avantaj sağlamaktadır.

1.Elmas doldurmanın kırılım indisi, elmasınki ile aynıdır.

2.Doldurma, cam benzeri doldurmalardan farklı olarak ne nanokristali ne de elmas partiküllerini etkilediğinden ısı veya asitlere maruziyet ile giderilememektedir.

Nanokristal elmas doldurma, taşıyıcı matrisinde bütünleşmiş 5 ran altı elmas partikülünün aglomeralarından oluşmaktadır ve taşıyıcı ortamın uçucu bileşeni giderildiğinde göç etmeye meyilli değildir.

Sol-jel prosesi seramik ve cam malzemelerin yapılması için birçok yönlü çözelti prosesidir. Genel olarak, sol-jel prosesi, bir sıvı "sol"dan (çoğunluklar kolloidal) bir katı "jel" fazına bir sistemin geçişini içermektedir. Sol-jel prosesin uygulanmasıyla, seramik veya cam

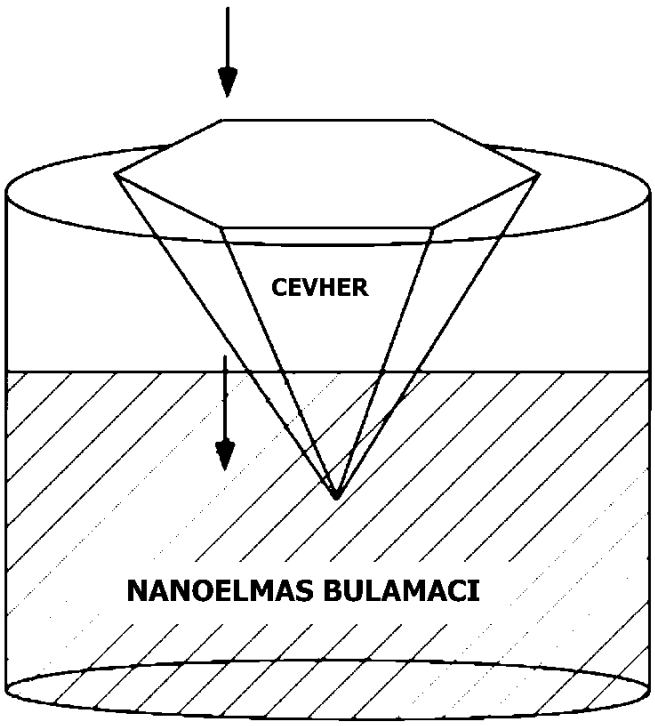
malzemelerin çeşitli farklı formlarda üretilmesi mümkündür: çok ince veya küresel şekilde tozlar, ince film katmanları, seramik fiberler, mikro gözenekli inorganik membranlar, monolitik seramikler ve camlar veya aşırı derecede gözenekli aerojel malzemeler.

"Sol" preparasyonunda kullanılan başlangıç malzemeleri, genellikle metal alkoksitler gibi metal organik bileşikler veya inorganik metal tuzlarıdır. Bir tipik sol-jel prosesinde, prekürsör, bir kolloidal süspansiyon veya bir "sol" oluşturmak için bir dizi hidroliz ve polimerizasyon reaksiyonuna maruz bırakılmaktadır. Ayrıca "sol" işlemesi, farklı formlarda seramik malzemelerin yapılmasına olanak sağlamaktadır. İnce filmler, döndürmeli kaplama veya daldırmalı kaplama ile substratın bir parçası üzerinde üretilebilmektedir. "Sol" bir kalıp içine döküldüğünde, bir ıslak "jel" oluşacaktır. Ayrıca kurutma ve ısı ile işleme ile, "jel", yoğun seramik veya cam ürünlere dönüştürülmektedir. Bir ıslak "jel"de sıvı bir süperkritik koşul altında giderildiğinde, "aerojel" olarak adlandırılan yüksek derecede gözenekli ve aşırı derecede düşük yoğunlukta malzeme elde edilmektedir. Bir "sol"un viskozitesi, düzgün bir viskozite aralığına ayarladığından, seramik fiberler "sol"dan çekilebilmektedir. Çok ince ve tekbiçimli seramik tozlar, çökelme, sprey pirolizi veya emülsiyon teknikleri ile oluşturulmaktadır.

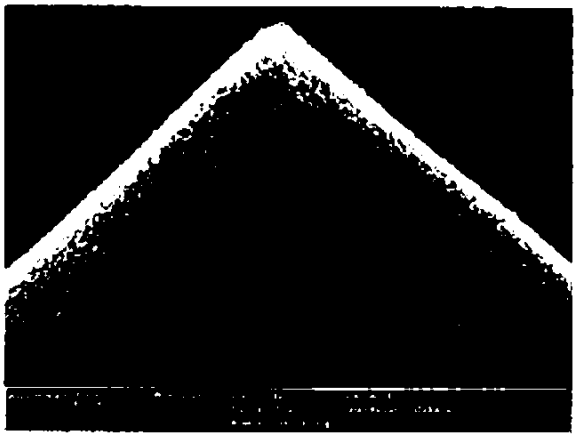
Şekiller 5, 6 7 ve 8, buluşta açıklanan prosedürler kullanılarak bir kübik zirkonya cevher yüzeyi üzerinde biriken bir nanoelmas filmin mikroskopik analizini göstermek için veriler sağlamaktadır.

Mevcut buluş diğer spesifik formlarda kapsanabilmektedir. Bu yüzden, gösterilen yapılandırmalar, görsel olarak ve sınırlandırıcı olmayarak tüm bağlamlarda düşünülmelidir, referans, buluşun kapsamını göstermesi için yukarıdaki açıklama yerine ekli istemlere yapılmaktadır.

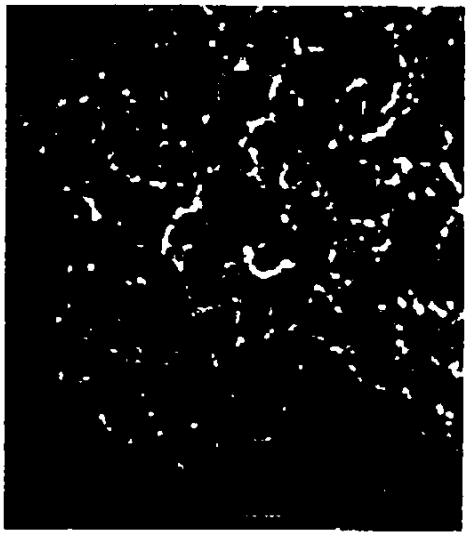
ŞEKİL 1



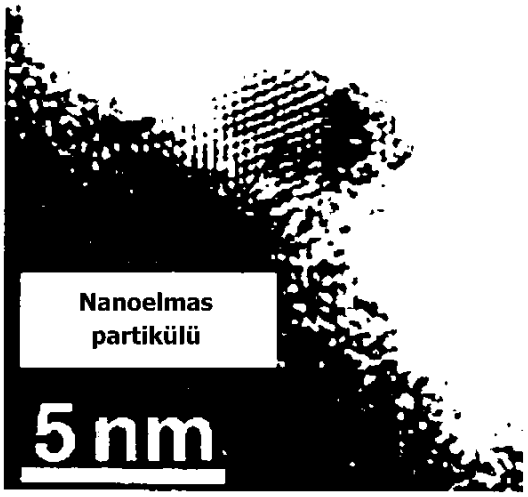
ŞEKİL 2



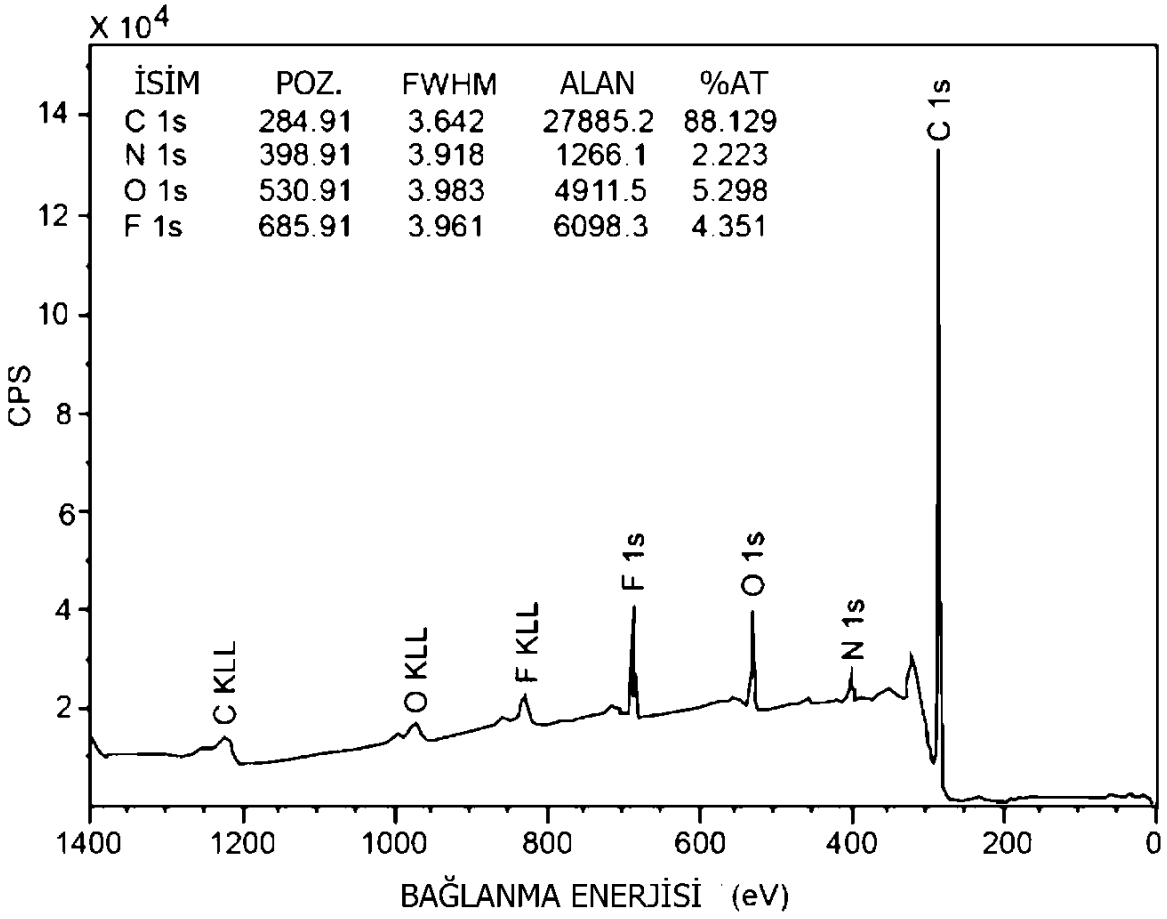
ŞEKİL 3



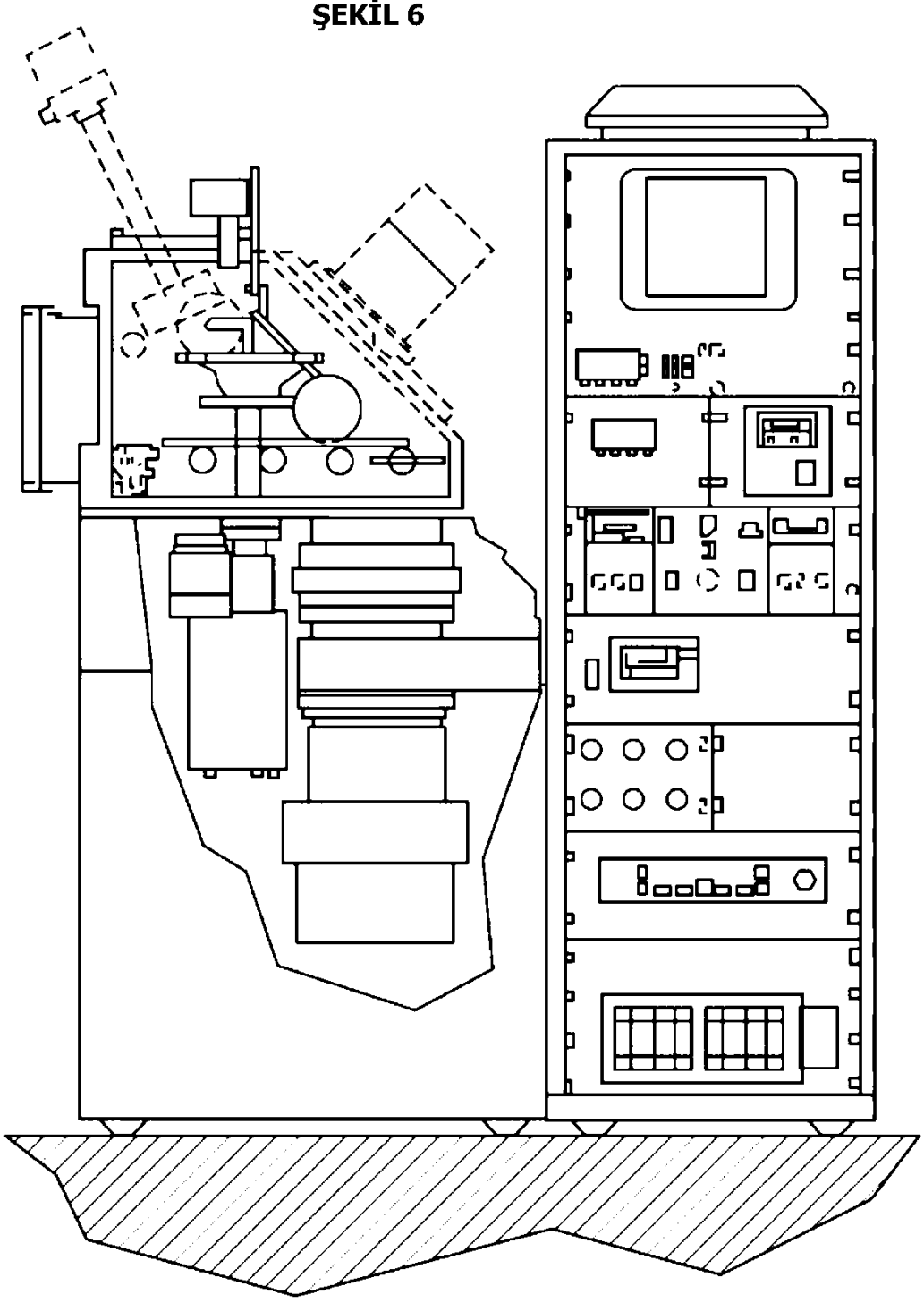
ŞEKİL 4



ŞEKİL 5

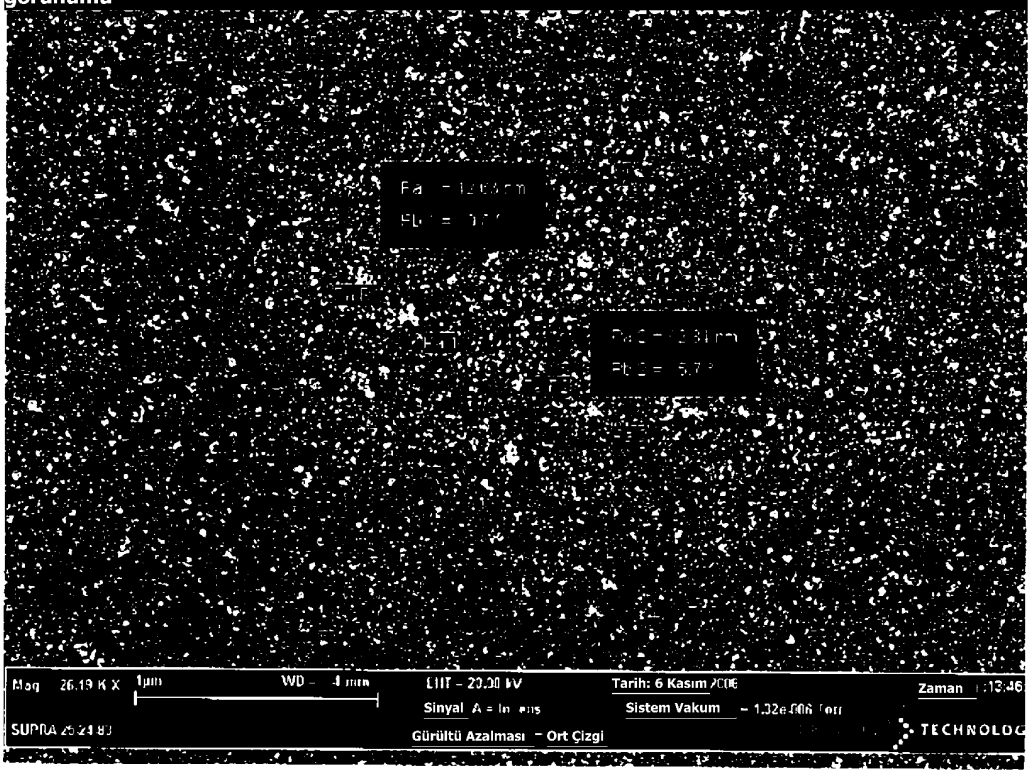

X 10^4
İSİM POZ. FWHM ALAN %AT
C 1s 284.91 3.642 27885.2 88.129
N 1s 398.91 3.918 1266.1 2.223
O 1s 530.91 3.983 4911.5 5.298
F 1s 685.91 3.961 6098.3 4.351
CPS
BAĞLANMA ENERJİSİ (eV)
C KLL
O KLL
F KLL
F 1s
O 1s
N 1s
C 1s

ŞEKİL 6

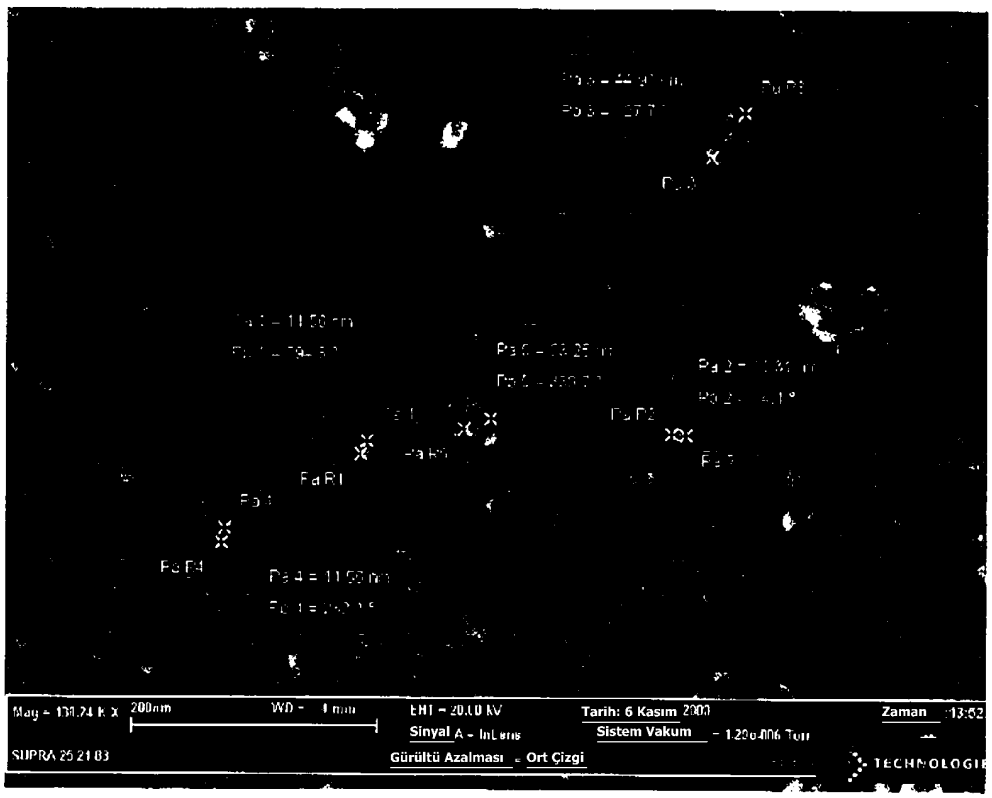


ŞEKİL 7

Cevher yüzeyini tekbiçimli olarak kaplayan nanokristal elmas kümelerinin daha yüksek büyütme görünümü



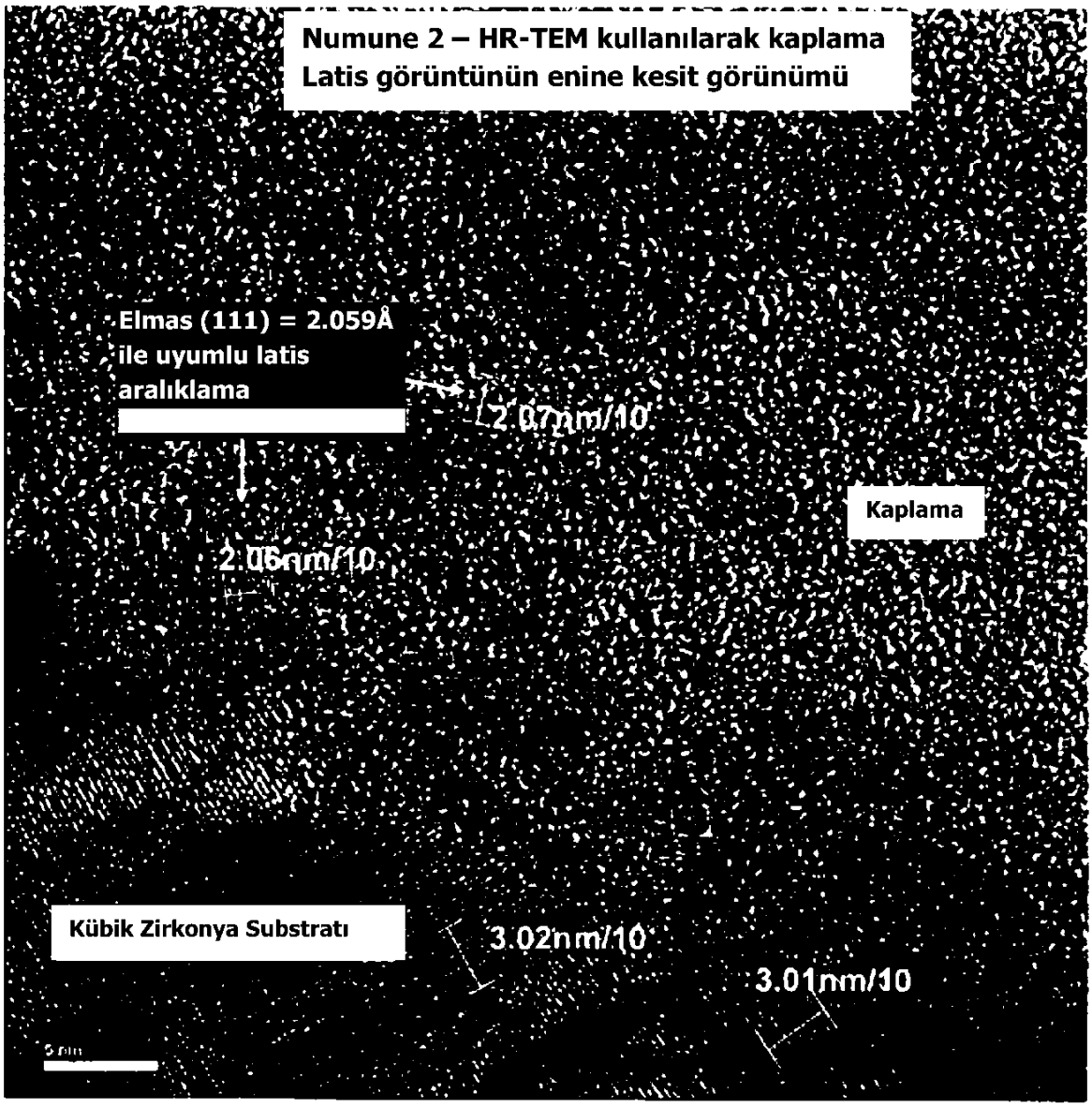
ŞEKİL 8

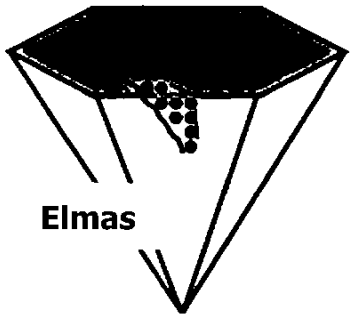

Pa R1
Pa R4
Pa 4 = 11.50 nm
200nm
WD = 1 mm
EHT = 20.00 kV
Sinyal A = InLens
Gürültü Azalması = Ort Çizgi
Tarih: 6 Kasım 2000
Sistem Vakum
Zaman
SUPRA 25 21 83
TECHNOLOGIE

ŞEKİL 9


C09W7562
Numune 1: TEM kullanılarak kaplamanın çapraz kesit görünümü
Kaplamadaki partiküller
30 nm
Kübik Zirkonya Substratı
50 nm

ŞEKİL 10


Numune 2 – HR-TEM kullanılarak kaplama
Latis görüntünün enine kesit görünümü
Elmas (111) = 2.059Å
ile uyumlu latis
aralıklama
2.07nm/10
2.06nm/10
Kaplama
Kübik Zirkonya Substratı
3.02nm/10
3.01nm/10



ŞEKİL 11