

**ÖZET****ÇEVRE DOSTU, BİTKİSEL, BİYOUYUMLU MALZEMELER İLE UCUZ,KOLAY  
ÜRETİLEBİLİR DAYANIKLI SUPERHİDROFOBİK KAPLAMA YÖNTEMİ**

5

Buluş; düşük yüzey enerjisine sahip olan bitkisel ve hayvansal toksin içermeyen mumların (karnauba mumu, balmumu, parafin mumu, şellak mumu vb.), yine düşük yüzey enerjiye sahip biyoyumlu çapraz bağlanma özelliği olan PDMS ve kütleme ajanı etil alkol içerisinde mumun (tercihen karnauba mumu) sıcaklık ile ergitilmesi ve ultrasonik yardımıyla sonikasyona tabi tutularak emülsiyon haline getirilip her türlü yüzeye spreyleme veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemi ile kaplanmasıyla darbe dayanımı yüksek süperhidrofobik kaplama yöntemi ile ilgilidir.

10

## İSTEMLER

1. Buluş, yukarıda anlatılan amaçların yerine getirilmesi için, her türlü yüzeye uygulanmak üzere, çevre dostu, bitkisel, biyouyumlu malzemeler ile ucuz kolay üretilebilir dayanıklı süperhidrofobik kaplama yöntemi olup,
  - a) alttaş yüzeyin seçilmesi ve temizlenmesi,
  - b) PDMS ve kürlleme ajanı belirli oranlarda hazırlanıp karıştırılması,
  - c) hazırlanan PDMS, bitkisel mum malzemeleri ile emülsiyonunun hazırlanması,
  - d) hazırlan emülsiyonun vorteks cihazı ile karıştırılması,
  - e) vorteks yapılan emülsiyonun ultrasonik cihazı ile sonikasyon yapılması,
  - f) hazırlanan emülsiyonun sprey kaplama veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemi ile temizlenmiş yüzeye kaplanması,
  - g) kaplanan yüzeylerin oda sıcaklığında bekletilmesi,

yöntem adımlarını içermesidir
2. İstem 1'e uygun yöntem olup, özelliği; 'a' yöntem adımıında seçilen alttaş yüzey cam veya silisyum levha ise Uv-ozon ile temizlenmesi, plastik yüzeyler için etil alkolde yıkama ile temizlenmesi, kağıt ve kumaş gibi malzemelerin ise yüzeyindeki kaba kirliliklerin azot gazı ile temizlenmesidir.
3. İstem 1'e uygun yöntem olup, özelliği; 'b' yöntem adımıında seçilen PDMS ve kürlleme ajanı ağırlıkça %0,1-50 (tercihen %10) oranında kürlleme ajanı kullanarak hazırlanıp karıştırılmasıdır.
4. İstem 1'e uygun yöntem olup, özelliği; 'c' yöntem adımıında seçilen karnauba mumu, PDMS ve kürlleme ajanı ilgili çözücü madde ile karıştırılarak emülsiyonun hazırlanmasıdır.

5. İstem 1'e uygun yöntem olup, özelliği; 'c' yöntem adımı hazırlanan emülsiyonun ağırlıkça %0,02-20 oranında karnauba mumu, PDMS ve kütleme ajanı (tercihen %4) hazırlanıp yine ağırlıkça %80-99,98 etil alkol (tercihen %96) içermesidir.
- 5 6. İstem 1'e uygun yöntem olup, özelliği; 'd' yöntem adımı emülsiyonun 5 dakika boyunca tercihen vorteks cihazı ile karıştırılmasıdır.
7. İstem 1'e uygun yöntem olup, özelliği; 'e' yöntem adımı vortekslenen emülsiyonun ultrasonik cihazı ile 10 dakika boyunca sonikasyona tabi tutulmasıdır.
- 10 8. İstem 1'e uygun yöntem olup, özelliği; 'f' yöntem adımı emülsiyonun sprey kaplama veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemi ile temizlenmiş yüzeye kaplanmasıdır.
- 15 9. İstem 1'e uygun yöntem olup, özelliği; 'g' yöntem adımı yüzeylerin oda sıcaklığında en az 15 dakika bekletilmesidir.

## TARİFNAME

### ÇEVRE DOSTU,BİTKİSEL, BİYUYUMLU MALZEMELER İLE UCUZ,KOLAY 5 ÜRETİLEBİLİR DAYANIKLI SUPERHİDROFOBİK KAPLAMA YÖNTEMİ

#### Teknik Alan

- 10 Buluş, çevre dostu, bitkisel, biyoyumlu malzemeler ile ucuz kolay üretilebilir dayanıklı süperhidrofobik kaplama yöntemi ile ilgilidir.

Buluş; düşük yüzey enerjisine sahip olan bitkisel ve hayvansal toksin içermeyen mumların (karnauba mumu, balmumu, parafin mumu, şellak mumu vb.) , yine düşük yüzey enerjiye sahip  
15 biyoyumlu, çapraz bağlanma özelliği olan poli(dimetil siloksan) (PDMS) ve kürlenme ajanı etil alkol içerisinde mumun (tercihen karnauba mumu) sıcaklık ile ergitilmesi ve ultrasonik yardımıyla sonikasyona tabi tutularak emülsiyon haline getirilip her türlü yüzeye spreylendirme veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemi ile biriktirilmesiyle darbe dayanımı yüksek süperhidrofobik kaplama yöntemi ile ilgilidir.

20 Bir somut örnekte; buluş yöntemi ile karnauba mumu, PDMS ve kürlenme ajanı ile hazırlanmış emülsiyon ile; cam, kağıt, kumaş ve gıda ambalajlarının spreylendirme veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemiyle kaplanmasıyla dayanıklı süperhidrofobik kaplama elde edilmesi gerçekleştirilebilir.

25

#### Tekniğin Bilinen Durumu

Geçtiğimiz son 10 yılda nanoteknoloji alanının yaygınlaşmasıyla bu alandaki teknolojilerin  
30 yaşantımızda yer bulması daha da kolaylaşmaktadır. Bu teknolojilerden birisi de su – sıvı itici özelliğine sahip olan süperhidrofobik kaplamalardır. Süperhidrofobik kaplamalar su ve bazı sıvılara karşı yüksek iticilik özelliğine sahiptirler. Bu kaplamalar ayrıca kendi kendine temizleme, korozyon önleme, buzlanma önleme, buğulanma önleme, anti-bakteriyel ve yağ tutmama özelliklerine sahiptirler.

35 Süperhidrofobik yüzeye sahip cisimler ilk defa nilüfer çiçeği yaprağının sürekli temiz kalmasının nedeninin araştırılmasıyla ortaya çıkmıştır. Yaprak yüzeyi, yüzey enerjisi düşük bir

kütikula (kütin ve mumlar) yapısı ile kaplıdır ve ayrıca yaprak yüzeyinin üzerinde bulunan mikro/nano pürüzlülükte bir yapıya sahiptir. Bu özellikleri sayesinde nilüfer çiçeği yaprağının süperhidrofobik özelliğe sahip olduğu tespit edilmiştir.

Literatürde birçok süperhidrofobik kaplama tekniği bulunmaktadır. Örneğin; silanizasyon reaksiyonu ile silika nanopartiküllerinin bir florosilan molekülü tarafından kaplanmasına dayanan yöntem. Bu yöntemde kullanılan kimyasallar (sikloheksan, florosilan, nanopartiküller vs.) son derece pahalı olup ayrıca üretim için altyapı gereksinimi (mekanik kartıştırıcı, etüv, santrifüj cihazı, çeker ocak vb.) gerektirmekte ve bunlara ek olarak prosesin üretim süresi birkaç günü almaktadır. Bu örnekler çoğaltılabilir olup tekniklerin çoğu birçok basamaktan oluşan karmaşık yöntemlere sahip ve aynı zamanda üretim için yüksek teknoloji altyapıları gerektirmektedir. Bunların yanı sıra geliştirilen süperhidrofobik kaplamalar yüksek toksititeye (kanserojen) sahip kimyasallar ile üretilmektedir. Bu gibi süperhidrofobik kaplamaların üretimi esnasında ve sonrasında birçok atık kimyasal ortaya çıkmaktadır. Açığa çıkan bu atıklar da ciddi bir bertaraf sorunu yaratmakta ve çevreye olumsuz zararlar vermektedir.

Birçoğu kanserojen malzemeler ile üretilen süperhidrofobik kaplamalar, insan ile etkileşim içerisinde bulunan uygulamalarda da büyük sorunlar teşkil etmektedir. Örneğin; bir gıda ambalajına uygulanan bu süperhidrofobik kaplamalardaki toksit malzemeler insanlarda kanser riski ihtiva etmektedir. Bu yüzden birçok patent bu durumdan etkilenerek ticarileşmemektedir.

Bu durumun farkında olan bazı bilim insanları toksin içermeyen, biyoyumlu malzemeler ile süperhidrofobik kaplamalar geliştirmek için çeşitli çalışmalar yapmaktadır. Bu alanda çok az sayıda çalışma olup bu çalışmalar incelendiğinde süperhidrofobik kaplamaların temas açılarının  $140 - 160^\circ$  olduğu görülmektedir. Temas açılarının nisbeten düşük olması sebebi ise bu kaplamaların floro ve kloro silanlar gibi düşey yüzey enerjili zararlı kimyasallar tarafından üretilmiyor olmasıdır. Ayrıca çalışmalarda statik temas açısının düşük olmasının yanı sıra kaplamaların yüzey adezyonlarının da düşük olduğu ve buna bağlı olarak kaplanmış yüzeylerin darbe dayanım ve kullanım ömürlerinin zayıf olduğu görülmektedir.

Buluş konusu yöntemi ile geliştirilen süperhidrofobik kaplama iki ana malzemeden oluşup bunlardan birincisi bitkisel mum olup, düşük yüzey enerjili malzemedir. Bitkisel mumu çeşitli bitkilerden, arı kovanlarından, palmiye yapraklarından elde edilir. Bu buluşta tercihen karnauba mumu kullanılmıştır. Bu mum gıda katkı maddesi, kozmetik katkı maddesi olarak kullanılan toksin özellik göstermeyen yenilebilir bir malzemedir. Diğer bir malzeme ise biyoyumlu düşük yüzey enerjili çapraz bağlanabilen PDMS ve kürlleme ajanıdır. PDMS ilaç endüstrisinden gıda endüstrisine birçok uygulamada kullanılmakta ve toksin etki göstermeyen bir malzemedir.

Buluş konusu yöntem ile geliştirilen süperhidrofobik kaplamanın statik temas açısı ( $170^\circ$ ) literatüre ve patent taramasına göre üstün olduğu görülmektedir. Bunun sebebi ise kullanılan mum ve polimerin çok düşük yüzey enerjisine sahip olması ve üretim sırasında sonikasyon ile birkaç mikronluk partiküllerin kaplama esnasında yüksek pürüzlülük oluşturmamasından kaynaklanmaktadır. Ek olarak literatürdeki birçok floro ve kloro silanlar ile üretilmiş tekniklerden çok daha dayanıklı kaplamalar elde edilebilmektedir. Karnauba mumunun yüksek sertliği ve kullanılan polimer çapraz bağlanabilme özelliği sayesinde yüksek mekanik dayanım özelliğine sahip olmasıdır.

Buluş yöntemi önceden bahsedilen süperhidrofobik kaplama üretimin yöntemlerinin arasında belkide en basit ve ucuz olanı olarak adlandırılabilir. Altyapı gereksiniminin olmaması ve üretim prosesinin kolay olması ayrıca kullanılan malzemelerin maliyetlerinin çok düşük olması gibi etkililer sayesinde kolaylıkla sanayiye pratik bir şekilde adapte edilebileceği düşünülmektedir.

Süperhidrofobik kaplamalar; cam, tekstil, deri, plastik, seramik, metal, kağıt, karton, duvar, taş, ahşap, elektronik ürünlerin yüzeylerine yapılmaktadır.

Kağıt karton sanayi, tekstil sanayi, havacılık ve uzay sanayi, otomotiv sanayi, gıda sanayi, denizcilik ve gemi sanayi vs. gibi kitlelere süperhidrofobik kaplamalar konusu itibariyle birçok kesime hitap etmektedir. Yukarıda da belirttiğimiz gibi sayısız kullanım alanına sahip olması buluşun pazarlanabilmesini kolaylaştırmaktadır.

Örnek bir iş fikri olarak; üretilen süperhidrofobik kaplamaların gıda ambalajlama teknolojisinde kullanılmasıyla, katma değeri yüksek aktif ambalaj malzemelerinin geliştirilmesi hedeflenmektedir. Günlük hayatımızın her anında karşımıza çıkan gıda ambalajlarının su/sıvıları ıslatmama ve geçirmeme gibi özelliklere sahip olmasının, gıdaların etkin ve hijyenik tüketimi, raf ömürlerinin uzatılması ve ambalajların kullanışlı hale gelmesi gibi yararları olacaktır. Bu yararlar da süperhidrofobik kaplamalarla sağlanan iki özelliğin kritik rol oynaması beklenmektedir. Bunlardan ilki, hidrofobisitenin, malzemelerin antimikrobiyal özelliklerini iyileştirmesidir. Bir diğer önemli hedefi ise; mayonez gibi ambalaja kolaylıkla yapışan nitelikteki gıda maddelerini barındıran kapların iç yüzeylerinin süperhidrofobik hale getirilmesi ve böylece bu malzemelerin kolayca ve gıda maddesi boşa gitmeden kaptan ayrılmasının sağlanmasıdır. Sadece bu özelliğin kazandırılması bile hem gıda sanayisi hem de tüketici açısından, gıda atıklarının azaltılması ve kullanım kolaylığı bakımından önemli kazanımlar sağlayacaktır.

Konu ile ilgili, mevcut teknikte literatür taraması yapıldığında, aşağıdaki patent başvurusuna rastlanmıştır.

CN103711030 (B) yayın numaralı, süper-hidrofobik kağıt hazırlama yöntemini açıklamaktadır. Süperhidrofobik kağıt hazırlama yöntemi aşağıdaki aşamaları içermektedir. Erime sıcaklığı, herhangi bir mumun erime sıcaklığından daha yüksek olan, farklı erime noktalarına sahip iki veya daha fazla iki mumun termal olarak eritilmesi ve karıştırılması ve erimiş mumun bir emülsiyonlaştırıcı maddenin ve bir homojenleştiricinin etkisi altındaki emülsiyon ile kağıt yüzeyinin kaplanması ardından oda sıcaklığı veya 40-80°C sıcaklıkta bekletilmesiyle elde edilen süperhidrofobik kağıt elde edilmektedir.

İlgili patent, endüstriyel üretime uygun toksin içermeyen süperhidrofobik kaplanmış kağıtların üretilmesiyle alakalıdır. İlgili patentte herhangi bir mumun ergitilip emülgatör ve homojenleştirici kullanarak emülsiyonlar elde edilmesidir. Bu patentte önemli nokta balmumlarıyla birlikte setil trimetilamin (CTAB) kullanılması ve emülsiyonun homojenleşmesini sağlayarak temas açıları ortalama 160° olan süperhidrofobik kaplamalar elde edilmesidir. Üretimde setil trimetilamin (CTAB) kullanımı ve patente herhangi bir dayanıklılıktan bahsedilmemiştir.

CN101234498 (A) yayın numaralı, süperhidrofobik maddelerle dolu bir ahşap gövdenin gözenekleri olan bir süperhidrofobik ahşabı açıklamaktadır. Hazırlama adımları şunları içerir: ahşap kalıba konur belirli miktarda süperhidrofobik madde tozu kalıba eklenir, kalıptaki basınç bir pres üzerinde 1-50 MPa'ya kaldırılır sıcaklık 80-100°C'ye yükselir ve 0,5-20 saat sürdürülür; daha sonra basınç 0 MPa'ya düşürülür sıcaklık 105-110°C'ye yükseldiğinde malzeme çıkarılır çıkarılan ahşap oda sıcaklığına soğutulur ve süperhidrofobik kaplama üretilmesiyle ilgilidir.

İlgili patent, ahşap gövdesindeki gözeneklere balmumu tozu dökülerek basınç ve sıcaklık ile süperhidrofobik kaplama üretim tekniğine sahiptir. İlgili patentte kaplamaların temas açılarının 150° yakın olduğunu gösterilmektedir. İlgili patentte herhangi bir emülsiyon hazırlığı bulunmayıp sadece mekanik yöntemler ile nisbeten düşük temas açılı süperhidrofobik kaplama üretilmesidir.

CA2866829A1 (A) yayın numaralı, Söz konusu patent, gıda ambalajlama ve gıda işleme ekipmanlarında kullanılmak üzere sıvı emdirilmiş yüzeylerle ilgilidir. Bazı düzeneklerde yüzeyler, ketçap, hardal, mayonez gibi şişelenebilen gıda maddeleri için kaplar veya şişeler

halinde, kaplara veya şişelerden dökülen, sıkıştırılmış veya başka şekillerde elde edilen diğer ürünler olarak kullanılır. Yüzeyler, gıda ürünlerinin ambalajlardan veya şişelerden kolayca akmasını sağlar.

- 5 İlgili patent, ketpaç, hardal mayonez vb. sıvı yiyeceklerin yüzeyden kaymasını sağlayan tekniğe sahiptir. İlgili patentte herhangi bir süperhidrofobik kaplama özelliği söz konusu değildir.
- 10 CN105350282 (A) yayın numaralı, fluorür içermeyen, süper-hidrofobik bir pamuklu kumaş için bir hazırlama metodunu açıklamaktadır. Tekstil fonksiyonunun bitirilmesi ve işlenmesi alanına aittir. Hazırlama yöntemi, kumaşın yüzeyinin pürüzlülüğünü arttırmak için nano titanyum dioksit solüsyonu bir pamuklu kumaş üzerinde haddelme-kurutma-fırınlama işleminin gerçekleştirilmesi adımlarını içermektedir. Sonrasında hidrofobik modifikasyon için düşük
- 15 yüzey enerjili madde (erimiş balmumu) kumaş üzerine transfer yapılmış ve statik temas açısı 150° daha büyük olmuştur.

İlgili patent, nano TiO<sub>2</sub> hidrosolde pamuk elyafının hidroksil ile arasındaki bir kimyasal reaksiyon vasıtasıyla, püzürüzlü ve sert bir yapıya sahip olmuştur. Lotus yaprak yüzeyinin

20 yapısal özellikleri vasıtasıyla, erimiş balmumu maddesinin kumaş yüzeyine sıcaklık ile transfer edilip farklı sıcaklıklarda kürlenmesiyle süperhidrofobik kumaşların elde edilmesiyle ilgilidir. İlgili patentte kumaş bitirmeye uygun bir proses olup statik temas açısı hakkında çok fazla bilgi verilmemiş ve 150° büyük olduğu bildirilmiştir. Nano TiO<sub>2</sub> ile pürüzlülük oluşturup hidrofobik modifikasyon için ise balmumu kullanmıştır.

25

Sonuç olarak, yukarıda anlatılan olumsuzluklardan dolayı ve mevcut çözümlerin konu hakkındaki yetersizliği nedeniyle ilgili teknik alanda bir geliştirme yapılması gerekli kılınmıştır.

30

35

## Buluşun Amacı

Mevcut buluş, yukarıda bahsedilen gereksinimleri karşılayan, dezavantajları ortadan kaldıran ve ilave bazı avantajlar getiren, çevre dostu, bitkisel, biyouyumlu malzemeler ile ucuz kolay üretilebilir dayanıklı süperhidrofobik kaplama yöntemi ile ilgilidir.

Buluşun öncelikli amacı, bitkisel ve biyouyumlu malzemeler kullanarak süperhidrofobik kaplama elde edilmesini sağlamaktır.

Buluşun bir amacı, çevre dostu, kimyasal atıklar çıkarmadan süperhidrofobik kaplama elde edilmesini sağlamaktır.

Buluşun bir amacı, tek basamaklı üretim yöntemi ve yüksek maliyetli altyapı gereksinimi duymadan ucuz kolay üretilebilir süperhidrofobik kaplama elde edilmesini sağlamaktır.

Buluşun bir amacı, karnauba mumu ve PDMS emülsiyon içerisinde 0,5– 2 mikrometre boyutunda taneciklerden oluşmasıyla birlikte yüzeyde pürüzlü bir topoğrafyanın oluşmasını sağlamaktadır. Ayrıca bu iki ana malzemenin de yüzey enerjilerinin düşük olması sayesinde kaplamalarda yüksek sıvı iticiliği özelliği sağlanmaktadır.

Buluşun bir başka amacı, sprey kaplama veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemi ile kaplanan yüzeylerin ek bir işleme gerek kalmaksızın oda sıcaklığında kendine kendine kısa bir süre (en fazla 15 dakika) bekletilerek hazır olan süperhidrofobik kaplamaların elde edilmesini sağlamaktır.

Buluşun bir diğer amacı, karnauba mumu ile birlikte kullanılan PDMS süperhidrofobik kaplamanın daha homojen ve sık bir yapıya sahip olmasını sağlamakla beraber darbe ve mekanik dayanımı da artmayı sağlamaktır.

Buluşun bir başka amacı, üretilen kaplamaların hiçbir toksik etkiye sahip olmayan süperhidrofobik kaplamaların elde edilmesini sağlamaktır.

Buluş, yukarıda anlatılan amaçların yerine getirilmesi için, her türlü yüzeye uygulanmak üzere, çevre dostu, bitkisel, biyouyumlu malzemeler ile ucuz kolay üretilebilir dayanıklı süperhidrofobik kaplama yöntemi olup,

- 5 a) alttaş yüzeyin seçilmesi ve temizlenmesi,
- b) PDMS ve kürlleme ajanı belirli oranlarda hazırlanıp karıştırılması,
- 10 c) hazırlanan poli (dimetil siloksan) karışımı ve bitkisel mum malzemeleri ile emülsiyonunun hazırlanması,
- d) hazırlan emülsiyonun vorteks cihazı ile karıştırılması,
- 15 e) vorteks yapılan emülsiyonun ultrasonik cihazı ile sonikasyon yapılması,
- f) hazırlanan emülsiyonun sprey kaplama veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemi ile temizlenmiş yüzeye kaplanması,
- g) kaplanan yüzeylerin oda sıcaklığında bekletilmesi,
- 20 yöntem adımlarını içermektedir.

Buluşun yapısal ve karakteristik özellikleri ve tüm avantajları, aşağıda verilen şekiller ve bu şekillere atıflar yapılmak suretiyle yazılan detaylı açıklama sayesinde daha net olarak anlaşılacaktır ve bu nedenle değerlendirmenin de bu şekiller ve detaylı açıklama göz önüne alınarak yapılması gerekmektedir.

30

35

## Buluşun Anlaşılmasına Yardımcı Olacak Şekiller

**Şekil-1,** Buluş konusu yöntemin tercih edilen uygulamasının temsili üretim basamaklarını sunmaktadır.

5

**Şekil-2,** Buluş konusu yöntem ile süperhidrofobik kaplanmış yüzeyin su darbe testi sonucunu gösteren grafiği sunmaktadır.

**Şekil-3,** Buluş konusu yöntem ile süperhidrofobik kaplanmış yüzeyin su jeti testi sonucunu gösteren grafiği sunmaktadır.

10

**Şekil-4,** Buluş konusu yöntem ile süperhidrofobik kaplanmış kağıt yüzeyi ve üzerindeki yüksek temas açılı su damlacıklarını gösteren görseli sunmaktadır.

**Şekil-5,** Buluş konusu yöntem ile süperhidrofobik kaplanmış kumaş yüzeyi ve üzerindeki yüksek temas açılı su damlacıklarını gösteren görseli sunmaktadır.

15

**Şekil-6,** Buluş konusu yöntem ile süperhidrofobik kaplanmış cam yüzeyi ve üzerindeki yüksek temas açılı su damlacıklarını gösteren görseli sunmaktadır.

20

**Şekil-7,** Buluş konusu yöntem ile süperhidrofobik kaplanmış polietilen gıda ambalaj yüzeyi ve üzerindeki yüksek temas açılı su damlacıklarını gösteren görseli sunmaktadır.

**Şekil-8,** Buluş konusu yöntem ile süperhidrofobik kaplanmış kağıt yüzeyinin kendi kendine temizlenme özelliğini gösteren görselleri sunmaktadır.

25

**Şekil-9A ve 9B,** Buluş konusu yöntem ile süperhidrofobik kaplanmış cam yüzeyinin statik temas açısı görüntüleri ile suyun yüzeydeki zıplama ve kayma anındaki görüntülerini gösteren görselleri sunmaktadır.

30

**Şekil-10A, 10B, 10C ve 10D,** Buluş konusu yöntem ile, karnauba mumu ve PDMS ve kürleme ajanı emülsiyonu ile süperhidrofobik kaplanmış cam yüzeylerin farklı sıcaklıklarda bekletilmesi sonucu elde edilen SEM görüntülerini sunmaktadır.

**Şekil-11,** Buluş konusu yöntem ile, aynı şartlarda (etil alkol, yüzde oranları, sıcaklık, süreler vs.) hazırlanan sadece karnauba mumuyla hazırlanmış emülsiyon ile süperhidrofobik kaplanmış cam yüzeyin SEM görüntüsünü sunmaktadır.

35

- Şekil-12A, 12B, 12C ve 12D**, Buluş konusu yöntem ile, aynı şartlarda (etil alkol, yüzde oranları, sıcaklık, süreler vs.) hazırlanan sadece karnauba mumu (Şekil-12A), karnauba mumu, PDMS (Şekil-12B), karnauba mumu ve kürleme ajanı (Şekil-12C), karnauba mumu, PDMS ve kürleme ajanı (Şekil-12D) ile hazırlanmış emülsiyonların süperhidrofobik kaplanmış cam yüzeyin statik temas açısı görüntüsünü sunmaktadır.

### **Buluşun Detaylı Açıklaması**

- 10 Bu detaylı açıklamada, buluş konusu çevre dostu, bitkisel, biyoyumlu malzemeler ile ucuz kolay üretilebilir yüksek dayanıklı süperhidrofobik kaplama yöntemi ve parametreleri, sadece konunun daha iyi anlaşılmasına yönelik olarak ve hiçbir sınırlayıcı etki oluşturmayacak şekilde açıklanmaktadır.

- 15 Buluş ile ilk defa geliştirilen yeni yaklaşımlar kullanarak mevcut teknikte yaşanan dezavantajların giderilmesi hedeflenmektedir. Bu yeni yaklaşımda, tercihen sprej kaplama veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama ile karnauba mumu, PDMS ve kürleme ajanı yüzeye kaplanarak kullanılması hedeflenmektedir.

- 20 Buluş, iki ana malzemedan oluşup bunlardan birincisi karnauba mumu olup, düşük yüzey enerjili bitkisel malzemedir. Bitkisel mum (karnauba mumu) palmye (*Copernicia prunifera*) yapraklarından elde edilip gıda katkı maddesi, kozmetik katkı maddesi olarak kullanılan toksin özellik göstermeyen yenilebilir bir malzemedir. Diğer bir malzeme ise biyoyumlu düşük yüzey enerjili çapraz bağlanabilen PDMS ve kürleme ajanıdır. PDMS ilaç endüstrisinden gıda endüstrisine birçok uygulamada kullanılmakta ve toksin etki göstermeyen bir malzemedir.

- 25 Bu iki ana malzeme etil alkol içerisinde karıştırılır ve yüksek sıcaklıkta (130°) karnauba mumunun erimesi ile emülsiyon olması sağlanır. Ardından bu emülsiyonun vorteks cihazı ile karıştırılması ve daha sonra ultrasonik cihazı ile sonikasyon yapılmasıyla hazır halde gelmektedir. Hazırlanan emülsiyon tercihen sprej kaplama veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama ile yüzeyler üzerine kaplanarak mekanik dayanıma sahip uzun ömürlü bir süperhidrofobik kaplama oluşturmak amaçlanmaktadır.

Buluş konusu çevre dostu, bitkisel, biyoyumlu malzemeler ile ucuz kolay üretilebilir dayanıklı yüksek süperhidrofobik kaplama yöntemi aşağıda açıklanan yöntem adımları ile gerçekleştirilmektedir.

### ***Alttař yüzeyin seçilmesi ve temizlenmesi:***

Buluř kapsamında, herhangi bir yüzey üzerine süperhidrofobik kaplama yapılması istenen yüzey alttař olarak seçilir. Seçilen alttař yüzey üzerine kaplama başlamadan temizlenmelidir. Buluř konusu yöntem ile gerçekleştirilen bir çalışmada, alttař yüzey olarak cam seçilmiş ve yüzeyi tercihen UV- ozon ile temizlenmiştir. Diğer bir çalışmada plastik yüzeyi etil alkol ile birkaç defa yıkanarak temizlenmiş ve azot gazı ile kurutulmuştur. Diğer bir çalışmada ise kağıt yüzeyi önce hava ve ardından hava ile yüzeyde kaba kirliliklerinden kurtulması sağlanmıştır.

### ***Emülsiyonun hazırlanması:***

Alttař yüzey olarak seçilen yüzey üzerinde oluşturulacak süperhidrofobik kaplama için emülsiyon hazırlanır. Emülsiyon seçilen karnauba mumu ve PDMS etil alkol içerisinde karıştırılmasıyla hazırlanmaktadır.

15

Buluř konusu yöntem ile gerçekleştirilen çalışmalarda, karnauba mumu ve PDMS ve kürleme ajanı malzemeleri kullanılmıştır. Karnauba mumu 0,4 g, PDMS ve kürleme ajanı karıştırılarak (tercihen 10/1 oranında) 0,4 g tartılır ve üzerine 20 mL etil alkol eklenerek 130°C sıcaklıkta ısıtılma işlemine tabi tutulur. Karnauba mumu, etil alkolün sıcaklığı 80°C'yi aştığında kendi kendine erimeye ve dağılmaya başlar. Bu erime işlemi için yaklaşık olarak 10 dakika beklenir. Daha sonra manyetik bir balık ile karıştırma işlemine başlanır yaklaşık olarak 10 dakika 130°C'de karıştırma devam ettirilir. Devamında sıcaklık kapatılır fakat ısıtıcı plaka yüzeyinden emülsiyon hemen alınmaz ve yavaş yavaş karıştırma devam ederek soğuması beklenir. Soğuma işlemi (15 dakika) bittikten sonra yaklaşık olarak 5 dakika boyunca tercihen vorteks cihazı ile karıştırmaya tabi tutulur. Daha sonra 10 dakika boyunca ultrasonik banyoda sonikasyona tabi tutularak emülsiyon nihai aşamaya gelir. Kaplama yapmadan önce çökelme riskine karşı tekrar birkaç dakika vorteks yapılır. Aşağıda verilen Tablo 1'de emülsiyon oluşumu için; kullanılan hammaddeler ve ağırlıkça karışım oranları verilmektedir. Buluř konusu yöntemde tercihen en az zararsız ve iyi sonuçları alınan etil alkol kullanılmıştır.

30

35

**Tablo-1: Emülsiyon oluşum için kullanılan hammade içeriği**

| İçerik                                                       | Ağırlıkça Tercih Edilen Miktar (%) | Ağırlıkça Kullanılabilen Miktar (%) |
|--------------------------------------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|
| Mum <b>karnauba mumu, WAX</b>                                | 2                                  | 0,01-10                             |
| Polimer <b>poli(dimetil siloksan), PDMS</b>                  | 2                                  | 0,01-10                             |
| Çözücü madde <b>etil alkol (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O)</b> | 96                                 | 80-99,98                            |
| TOPLAM                                                       | 100                                | 100                                 |

Emülsiyon, Tablo 1’de verilen miktarlarda seçilmiş mum ve polimer seçilmiş çözücü madde olan etil alkol karıştırılmasıyla hazırlanmıştır.

***Hazırlanan emülsiyonun sprej kaplama veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemi ile temizlenmiş alttaş yüzeye kaplanması:***

Hazırlanan emülsiyonun sprej kaplama veya damlatma kaplama veya daldırarak kaplama veya döndürerek kaplama yöntemi ile temizlenmiş olan alttaş yüzeye biriktirilerek kaplanır.

Buluş konusu yöntem ile gerçekleştirilen çalışmalarda, Şekil 1’de ‘C’ işlem basamağında görüldüğü üzere, cam yüzeylere, hazırlanan emülsiyon tercihen sprej kaplama yöntemi ile kaplanmıştır.

Buluş konusu yöntem ile gerçekleştirilen çalışmalarda, Şekil 1’de ‘A’ işlem basamağında görüldüğü üzere, Karnauba mumu ve 10/1 oranında karıştırılmış PDMS ve kürleme ajanı 130°C ısıtılıp, karıştırılmasını göstermektedir. Şekil 1’de ‘B’ işlem basamağında görüldüğü üzere, 10 dakika boyunca ultrasonik banyoda sonikasyon işlemini göstermektedir. Şekil 1’de ‘C’ işlem basamağında görüldüğü üzere, hazırlanan emülsiyonun çökeltme oluşturmaması için vorteks cihazı ve el ile iyice karıştırılmalı ve sprej kaplama ile süperhidrofobik kaplamanın yapıldığını göstermektedir. Şekil 1’de ‘D’ işlem basamağında görüldüğü üzere, süperhidrofobik kaplanmış cam yüzeyin üzerindeki yüksek statik temas açısına (165-170°) sahip su damlacıklarını şematik görselini göstermektedir.

Buluş konusu yöntem ile gerçekleştirilen çalışmalarda, Şekil 2’de cam yüzeyler üzerine kaplanmış süperhidrofobik kaplama, darbe dayanımı yüksek olup su sprej darbe deneyinde

100 tur (beşerli) su spreyi yapılmıştır. Test başlangıcında 170° olan statik temas açısının 100 tur sonunda 169°ye düştüğü görülmektedir. Kayma açısının ise 100 tur sonunda 4,2°den 4,8°ye çıktığı görülmektedir. Test sonucunda sadece 1°lik bir statik temas açısı azalışı olması süperhidrofobik kaplamanın dayanımlı olduğunu göstermektedir.

5

Buluş konusu yöntem ile gerçekleştirilen çalışmalarda, Şekil 3'de cam yüzeyler üzerine kaplanmış süperhidrofobik kaplama, darbe dayanımı yüksek olup su jeti darbe deneyinde 60 saniye su jeti yapılmıştır. Test başlangıcında 170° olan statik temas açısının 60 saniye sonunda aynı kalıp 170° olduğu görülmektedir. Kayma açısının ise 60 saniye sonunda 4,2° olduğu görülmektedir. Test sonucunda statik temas açısında herhangi bir azalılı olmaması süperhidrofobik kaplamanın dayanımlı olduğunu göstermektedir.

10

Şekil 4'de; buluş konusu yöntem ile gerçekleştirilen emülsiyonun sprey kaplama yöntemi ile kaplanmış kağıt üzerindeki süperhidrofobik kaplamanın üstündeki yüksek temas açılı (>165°) su damlacıklarını göstermektedir.

15

Şekil 5'de; buluş konusu yöntem ile gerçekleştirilen emülsiyonun sprey kaplama yöntemi ile kaplanmış kumaş üzerindeki süperhidrofobik kaplamanın üstündeki yüksek temas açılı (>165°) su damlacıklarını göstermektedir.

Şekil 6'da; buluş konusu yöntem ile gerçekleştirilen emülsiyonun sprey kaplama yöntemi ile kaplanmış cam üzerindeki süperhidrofobik kaplamanın üstündeki yüksek temas açılı (>165°) su damlacıklarını göstermektedir.

20

Şekil 7'de; buluş konusu yöntem ile gerçekleştirilen emülsiyonun sprey kaplama yöntemi ile kaplanmış polietilen gıda ambalajı üzerindeki süperhidrofobik kaplamanın üstündeki yüksek temas açılı (>165°) su damlacıklarını göstermektedir.

25

Buluş konusu yöntem ile tercihen gerçekleştirilen çalışmalarda, Şekil 8'de kağıt üzerindeki süperhidrofobik kaplamanın üstüne grafit tozu dökülmüştür. Bu kaplanmış kağıda su damlaları ile dökülerek yüzeydeki tozun kendi kendine temizlenme özelliği gösterilmektedir. Süperhidrofobik kaplanmış kağıdın üzerine 20, 40, 60, 80, 150, 200, 300, 400 su damlasının dökülmesiyle yüzeyin temizlendiği görsellerini göstermektedir.

30

Şekil 9A ve 9B'de; süperhidrofobik kaplanmış camın temas açısı cihazı ile saniyelik görüntüleri alınmış ve su damlasının yüzeyle temas anındaki görüntüleri analiz edilmiştir. Şekil 9A'da yüzeyin su ile temasının 0 - 350 milisaniye deki görüntüleri göstermektedir. Şekilde 9B'de 4° bir açı ile su damlasının yüzeyle temas anındaki görüntüleri analiz edilmiştir. Yüzeyin su ile temasının 0 – 50 milisaniyedeki yuvarlanma görüntülerini göstermektedir.

Şekil 10A, 10B, 10C ve 10D’de; Karnauba mumu ve PDMS ve kürleme ajanı ile hazırlanmış emülsiyonun kaplama işlemi bitiminin ardından farklı sıcaklıklarda bekletilmesi ve sonucunda cam yüzeylerin SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 10A, hazırlanan emülsiyonun kaplama sonrasında oda sıcaklığında 15 dakika bekletilmesiyle elde edilmiştir. Şekil 10B, hazırlanan emülsiyonun kaplama sonrasında 35°C 15 dakika bekletilmesiyle elde edilmiştir. Şekil 10C, hazırlanan emülsiyonun kaplama sonrasında 45°C 15 dakika bekletilmesiyle elde edilmiştir. Şekil 10D’de, hazırlanan emülsiyonun kaplama sonrasında 75°C 15 dakika bekletilmesiyle elde edilmiştir.

Şekil 10A, 10B, 10C ve 10D’de; SEM resimlerinde görüldüğü üzere sıcaklığın artmasıyla yüzeydeki boşluklukların arttığı ve buna bağlı olarak statik temas açısının azaldığı görülmekte ve dolayısıyla en iyi statik temas açısı ( $170^\circ$ ) ve kayma açısının ( $4,2^\circ$ ) oda sıcaklığında elde edildiği görülmektedir. Şekil 10B’de 45°C 15 dakika bekletilerek elde edilen kaplamanın statik temas açısı  $156^\circ$  olduğu görülmektedir. Şekil 10C’de 35°C 15 dakika bekletilerek elde edilen kaplamanın statik temas açısı  $146^\circ$  olduğu görülmektedir. Özellikle şekil 10D’de 75°C 15 dakika bekletilerek elde edilen kaplamanın SEM resimde görüldüğü üzere karnauba balmununun eridiği ve yüzeye tamamen homojen film şekilde yayılması ve diğer sıcaklıklarda elde edilen püzürlü topografyanın olmadığı görülmekte ve bu kaplamanın statik temas açısı değeri  $120^\circ$  dir.

Şekil 11’de; Şekil 1’de buluş konusu yöntemindeki tüm şartlar aynı kalmak koşulu ile bir kontrol deneyi yapılmıştır ve bu kontrol deneyinin statik temas açısı görüntüsünü ve SEM görüntüsünü göstermektedir. Buluş konusu yönteminden tek farkı PDMS ve kürleme ajanı eklenmeden sadece karnauba mumunun aynı şartlarda (etil alkol, yüzde oranları, sıcaklık, süreler vs.) hazırlanıp aynı şartlarda kaplanıp oda sıcaklığında 15 dakika bekletilmesiyle elde edilmiştir. Bu kontrol deneyi sonucu statik temas açısı değerinin  $130^\circ$  olduğu ve SEM görüntüsünde büyük boşlukların olduğu ve pürüzlü topografyanın oluşmadığı görülmektedir.

Şekil 12A, 12B, 12C ve 12D’de; Buluş konusu yöntem ile, aynı şartlarda (etil alkol, yüzde oranları, sıcaklık, süreler vs.) hazırlanan sadece karnauba mumu, karnauba mumu ve PDMS, karnauba mumu ve kürleme ajanı , karnauba mumu, PDMS ve kürleme ajanı ile hazırlanmış emülsiyonların süperhidrofobik kaplanmış cam yüzeyin statik temas açısı görüntüsünü görülmektedir.

Şekil 12A, buluş konusu yöntem ile, aynı şartlarda (etil alkol, yüzde oranları, sıcaklık, süreler vs.) hazırlanan sadece karnauba mumu emülsiyonu ile kaplanan cam yüzeyin statik temas açısı  $130^\circ$  olup aynı zamanda kaplamada büyük boşluklar bulunmakta, homojenliği ve dayanıklılığı karnauba mumu, PDMS ve kürleme ajan ile hazırlanmış emülsiyonla kaplanmış yüzeye göre çok daha zayıf olduğu görülmektedir.

Şekil 12B, buluş konusu yöntem ile, aynı şartlarda (etil alkol, yüzde oranları, sıcaklık, süreler vs.) hazırlanan karnauba mumu ve kürleme ajanı (pdms kürleyecisi) ile hazırlanmış emülsiyon ile kaplanan cam yüzeyin statik temas açısı  $135^\circ$  olup aynı zamanda kaplamanın homojenliği ve dayanıklılığı karnauba mumu, PDMS ve kürleme ajanı ile hazırlanmış emülsiyonla kaplanmış yüzeye göre çok daha zayıf olduğu görülmektedir.

Şekil 12C, buluş konusu yöntem ile, aynı şartlarda (etil alkol, yüzde oranları, sıcaklık, süreler vs.) hazırlanan karnauba mumu ve PDMS ile hazırlanmış emülsiyon ile kaplanan cam yüzeyin statik temas açısı  $139^\circ$  olup aynı zamanda kaplamanın homojenliği ve dayanıklılığı karnauba mumu, PDMS ve kürleme ajanı ile hazırlanmış emülsiyonla kaplanmış yüzeye göre çok daha zayıf olduğu görülmektedir.

Şekil 12D, buluş konusu yöntem ile, hazırlanan karnauba mumu, PDMS ve kürleme ajanı ile hazırlanmış emülsiyon ile kaplanan cam yüzeyin statik temas açısı  $170^\circ$  olup kaplamanın homojenliği ve dayanıklılığı diğer kaplamalara göre çok daha dayanıklı görülmektedir.

#### **Buluşun Sanayiye Uygulanma Biçimi ;**

Buluş konusu yöntem; tekstil sanayi, kağıt sanayi, ambalaj sanayine uygulanabilmesi düşünülmektedir. Buluş yöntemide açıkladığı üzere bir ısıtıcı plaka büyük bir beher, karıştırıcı, ultrasonik cihazı ve sprej tabancası gerektirmektedir. Daha önce bahsedildiği gibi süperhidrofobik kaplama alanında belkide en basit ve ucuz üretime sahip bir yöntem olduğunu düşünülmektedir. Emülsiyonlar hazırlanıp sprej kaplama yöntemi ile fonksiyonel ambalajlar, kağıtlar ve kumaşlar üretilip katma değeri olan ürünler kolay ve ucuz bir şekilde üretilir.