

ÖZET

GELİŞTİRİLMİŞ ÖZELLİKLİ SOL-GEL KATMANLI CAM LEVHA

5 Buluşun amacı, katman asitli ortamda sulu olmayan çözücü içermeyen silisik asitli sulu bir çözeltiyle oluşturulduğu, bir altkatman üzerine bir katmanın sıvı yoluyla çökeltilmesi için bir yöntem, bu yöntem ile elde edilen bir katmanla donatılan bir altkatman; bu altkatmanı içeren bir cam; ve bu camın
10 uygulamalarıdır.

İSTEMLER

1. Bir altkatman üzerinde bir katmanın sıvı yoluyla çökeltilmesi yöntemi olup, özelliği; katmanın asitli ortamda, tek kalınlığa sahip, saydam, 10 ila 100 nm kalınlığa sahip ve sulu olmayan 5 çözücü olmadan sulu bir silisik asit çözeltisi ile oluşturulması ile karakterize edilir.
2. İstem 1'e göre yöntem olup, özelliği; silisik asit hariç bir 10 metal bileşiğinin söz konusu sulu çözelti içinde çözülmesi ile karakterize edilir.
3. İstem 1 veya 2'ye göre yöntem olup, özelliği; söz konusu sulu 15 çözelti içine silisik asit hariç bir metal bileşeni tozunun eklenmesinden oluşan bir işlem içermesi ile karakterize edilir.
4. Önceki istemlerden birine göre yöntem olup, özelliği; söz 20 konusu sulu çözelti içine silisik asit hariç metal bir bileşik süspansiyonu eklenmesinden oluşan bir işlem içermesi ile karakterize edilir.
5. Önceki istemlerden birine göre yöntem olup, özelliği; termik 25 bir işlem içermesi ile karakterize edilir.

TARİFNAME

GELİŞTİRİLMİŞ ÖZELLİKLİ SOL-GEL KATMANLI CAM LEVHA

5 Mevcut buluş, özellikle saydam ve tek yüzeyli, örneğin bir camın yüksek optik kalitesine sahip cam altkatmanlar ve benzerleri üzerine, sol-gel olarak da adlandırılan, sıvı ile oluşturulan ince katmanların çökeltme yöntemleri ile ilgilidir.

10 "İnce katman" terimi burada en fazla 10 ila 100 μm , özellikle en fazla 1 μm bir kalınlığı ifade etmektedir.

Altkatman-katman dizisinden elde edilen optik kalite, yüzeyinde düzensizlik, çatlak vs. olmayan, saydam ve bileşiminde homojen olan, tek bir kalınlığa sahip bir katman gerektirmektedir.

15 Ayrıca prensip olarak katmanın altkatman üzerine iyi yapışmasının yanı sıra iyi mekanik özellikler de aranmaktadır: çiziğe, sürtünmeye vs. direnç.

Günümüzde, çeşitli düz altkatmanlar veya karmaşık formlar (cam, plastik, seramik) üzerinde bu tür çökelmelerin 20 gerçekleştirilmesi için sıkça uygulanan sol-gel yöntemi hidroalkolik çözücü içinde alkoksi-metal tipi başlatıcılar kullanmaktadır.

Bu başlatıcılar maliyetlidir.

25 Ayrıca, alkol kullanımı uygulamaları kısıtlamaktadır, ve alkolün ortadan kaldırılması suya göre daha fazla önlem gerektirmektedir.

Öte yandan, Si/Al, Si/Zr gibi katkılama yoluyla elde edilenlerin dışında, homojen karışımli bileşimlerin, alkoksitlerin reaktivite farkı göz önüne alındığında 30 oluşturulması zordur. Bu reaktivitelerin eşitlenmesi için organik kıskaçlayıcıların kullanılması gerekmektedir. Bu organik bileşikler daha sonra sadece mineral katmanların elde edilmesi için ortadan kaldırılmalıdır. Bu nedenle, organik bileşiklerin termik işlemle ortadan kaldırılması katmanda gözenekliliğe sebep 35 olduğundan yoğun katmanların elde edilmesi güçtür. EP 1293488

sayılı patent belgesinde, bazik ortamda bir sulu silisik asit
çözeltisi kullanan sol-gel katmanının çökeltilmesi için bir
yöntem tanımlanmaktadır. Buluş sahiplerince, farklı
bileşimlerde, bir altkatman üzerine iyi yapışan tek biçimli
5 saydam katmanların oluşturulması için bir yöntemi
açıklayacaktır: % 100 sulu çözücü içinde Si, Si/Al, Si/Zr,
Si/Ti..., ve ucuz başlatıcılar (silikat, metalik tuzlar).
Organik atıkların işlenmesi gerekli değildir.

10 Bu amaçla, mevcut buluşun amacı bir altkatman üzerine bir
katmanın sıvı yoluyla çökeltilmesi için bir yöntemdir, bu katman
asitli ortamda sulu olmayan çözücü içermeyen silisik asitli sulu
bir çözeltiyle oluşturulmaktadır.

15 Bu yöntemin gerçekleştirilmesi kolaydır. Yukarıda bahsedilen
özelliklerde ve özellikle saydam tek kalınlığa sahip, yüksek
optik özellikli, çatlak ve benzeri yüzey düzensizlikleri olmayan
katmanlar elde edilmesini sağlamaktadır. Bu katmanlar,
altkatmana mükemmel şekilde yapışmaktadır ve altkatmandan kopma,
20 dökülme, soyulma gibi hiçbir eğilim sergilememektedir.

Buluşun camının diğer özelliklerine göre:

- silisik asit harici bir metal bileşiği - özellikle Al, Zr
veya Ti bileşiği - söz konusu sulu çözeltide çözülmemektedir;
- 25 - yöntem, söz konusu çözeltiye bir toz, daha sonra silisik
asit hariç bir metal bileşiği süspansiyonunun eklenmesinden
oluşan bir işlem içermektedir;
- katmandan suyun buharlaştırılması için bir termik işlem ve
küçülen ve yoğunlaşan katmanın sertleştirilmesini
30 içermektedir.

Buluş şimdi aşağıdaki örneklerle tanımlanacaktır.

Örnek 1

Bu örnek, başlangıç malzemelerini ve hazırlanışlarını
tanımlamaktadır.

- 35 - Altkatman

Genelde 2 mm kalınlığa sahip, Planilux de Saint Gobain'in cam altkatmanları kullanılmaktadır. Hidrofil yüzeyin elde edilmesi için önceden bir seryum oksit süspansiyonu ile işlenmektedir. Daha sonra, musluk suyunda, ardından damıtılmış suda ve sonra etanolde basınçlı havada kurutulmadan önce temizlenmektedir.

- Silisik asit

Suda 400 ml 1 mol/l sodyum silikat çözeltisi, önceden asitlendirilmiş (HCl, 3 mol/l) bir Amberlite IRN 77 (Rohm & Haas) kolonu üzerinden geçirilmektedir.

Elde edilen asit, 3 (+/- 0,2) pH'a sahiptir. Gravimetri, 1 mol/l silika içeriği göstermektedir.

Silisik asit polisilik asit vermek için polimerize olurken, çözelti zaman içinde daha da viskoz hale gelmektedir. Polimerizasyon hızı sıcaklık ve pH'a göre değişiklik göstermektedir. En az 1,5 pH'a sahiptir.

3 pH altında, oluşturulan polimerler daha çok saydam ve doğrusalken, bu sınır değerinin üzerinde, bilye ve düğüm biçiminde, dallı polimerler elde edilmektedir.

- Böhmit

Suda 0,1 mol/l alüminyum nitrat çözeltisi 7 ila 9 pH'a sahip suda 1 mol/l NaOH ile nötralize edilmektedir. Daha sonra, süspansiyon 95°C'de bir hafta boyunca dinlendirilmektedir. Süspansiyon böylece santrifüjlenmiş (1 h 20000tr/dk), yıkanmış, yeniden santrifüjlenmiş (1 h ila 20000 tr/dk) ve 48 saat boyunca azot akımı altında kurutulmuştur. 10 ila 25 nm boyutunda Al OOH böhmit nanopartikülleri elde edilmektedir.

- Zirkon

Suda 0,1 mol/l zirkonyum oksiklorür çözeltisi bir hafta boyunca 95°C'de dinlenmeye bırakılmaktadır. Beyaz bir çökelti elde edilmektedir. Süspansiyon böylece santrifüjlenmiş (1 h 20000tr/dk), yıkanmış, yeniden santrifüjlenmiş (1 h ila 20000 tr/dk) ve 48 saat boyunca azot akımı altında kurutulmuştur. 100 ila 120 nm boyutunda badeleyit nanopartikülleri elde edilmektedir.

Örnek 2 : böhmit yoluyla bir Si/Al katmanının oluşturulması

a) Tek katman

İkisi de burada tanımlandığı üzere hazırlanan bir silisik asit çözeltisi ile bir böhmit tozu karıştırılmaktadır. Böhmit mol oranı: silisik asit Si(OH)_4 0,2, asit konsantrasyonu 1 mol/l, ve asidin yaşı 7 gün ve 1,5 pH'lı ve 1 °C'dir.

Yayılma, görünür toz topakları olmadan hafif bulutlu olarak homojen bir sıvı elde edilene kadar ultrasonik işleme yapılmaktadır.

Daha sonra, katman, 2000 tr/dk bir hızla döndürmeli kaplama yoluyla, 2 mm kalınlığa sahip, Planilux markası altında Saint-Gobain tarafından piyasaya sürülen cam bir altkatman üzerinde çökeltilmektedir. 5°C/dk'da termik bir işlem gerçekleştirilmektedir ve 45 dk boyunca 500°C'de dengelenmektedir.

81 nm kalınlığa ve 1,412 kırılma endeksli bir katman elde edilmektedir.

b) Çift katman

Çökelmeler arasında açık havada ortam sıcaklığında 5 dakika dinlendirilerek, iki ardışık çökeltme gerçekleştirerek bu örneğin a) kısmı yeniden yapılmaktadır.

Bu katmanın kalınlığı 190 nm'dir ve kırılma endeksi 1,418'dir.

Bu örneğin a) ve b) kısımlarında elde edilen katmanların ^{27}Al 'sinin MEB, DRX ve RMN yoluyla analizi, sürekli bir camsı silis matrisinde alümin kritalin nanopartiküllerinin varlığına işaret etmektedir.

Örnek 3 : nitrat yoluyla bir Si/Al katmanının oluşturulması

Burada tanımlandığı üzere hazırlanan silisik asit, aynı konsantrasyonlu (suda 1 mol/l) bir $\text{Al(NO}_3)_3$ çözeltisi ile karıştırılmaktadır.

Tanıtılan ilgili miktarlar $Al(NO_3)_3$ bir molar oran elde edilmesi için seçilmektedir: 0,5 $Si(OH)_4$.

- 5 Asidin yaşı 2 gündür, 2,8 pH'a sahiptir ve 1°C'dir. Daha sonra, katman, 2000 tr/dk bir hızla döndürmeli kaplama yoluyla, 2 mm kalınlığa sahip, Planilux markası altında Saint-Gobain tarafından piyasaya sürülen cam bir altkatman üzerinde çökeltilmektedir.

10

Termik işlem örnek 2'deki ile aynıdır.

^{29}Si analizi MEB, DRX ve RMN yoluyla sürekli bir vitrifiye alüminosilikat ağı gösteren, 100 nm kalınlığa sahip ve 1,502 kırılma endeksli bir katman elde edilmektedir.

- 15 Örnek 2 ve 3'te elde edilen katmanlar saydam e tek tiplidir. Optik mikroskopide herhangi bir çatlak görülmemektedir.

Örnek 4 : "toz karıştırılması" yoluyla bir Si/Zr katmanının oluşturulması

- Yukarıda tanımlandığı üzere hazırlanan bir silisik asit çözeltisi bir zirkon tozu ile karıştırılmaktadır. Yayılma, görünür toz topakları olmadan hafif bulutlu olarak homojen bir sıvı elde edilene kadar ultrasonik işlemle yapılmaktadır. Daha sonra döndürmeli kaplama (2000 tr/dk) yoluyla katman çökeltilmektedir. Böhmit ile kıyaslandığında, toz içeriğinde çok daha sınırlı olunmaktadır, sınır %10 moldur.

- 25 Örnek 5 : "süspansiyon karıştırılması" yoluyla bir Si/Zr katmanının oluşturulması

- Yukarıda tanımlandığı üzere hazırlanan bir silisik asit çözeltisi ile santrifüjlenmeden önce olduğu gibi bir zirkon süspansiyonu karıştırılmaktadır. Yeniden yayılma bu nedenle yararsızdır. Katmanda bulunan partiküllerin boyutu bu nedenle yayılmanın yaşı ile belirlenebilmektedir. Bu yöntemle, partikülleri bile çok iyi bir şekilde dahil etmek mümkün olduğundan santrifüjleme imkansızdır.

35