



T.C.

**BATMAN ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**AEROJEL YALITIM MALZEMESİ ÜRETİMİ VE
KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİNİN
BELİRLENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Hazırlayan
Mehmet KAYIR**

**Danışman
Dr. Öğr. Üyesi M. Zerkki IŞIK**

**Eylül-2021
BATMAN
Her Hakkı Saklıdır**

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

İmza

Mehmet KAYIR
16.09.2021

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

AEROJEL YALITIM MALZEMESİ ÜRETİMİ VE KARAKTERİSTİK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Mehmet KAYIR

**BATMAN ÜNİVERSİTESİ LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi M. Zerrakki IŞIK

2021, 56 Sayfa

Jüri

Dr. Öğr. Üyesi M. Zerrakki IŞIK

Prof. Dr. Zeki ARGUHAN

Prof. Dr. Hüseyin AYDIN

Aerojel üretimi için beş farklı sentez uygulanmış, gerekli testler yapılmış ve belirlenen veriler incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre üretilen aerojellerin yoğunluklarının 0.66 ile 1.053 g/ml arasında, termal iletkenlik değerlerinin ise 0.067 ile 0.097 W/mK aralığında olduğu belirlendi. Üretim aşamasında sol-jeldeki TEOS ve TMOS konsantrasyonundaki artışın aerojellerin yoğunluklarında ve dolaylı olarak termal iletkenlik değerlerinin de artış gösterdiği belirlendi. Reaktörün geniş iç hacmi ve sıcaklık aşamalarının tam olarak kontrol edilememesi nedeniyle, farklı basınç-sıcaklık geçiş süreçlerinin yapısal etkileri, hedeflenen termofiziksel özelliklere yaklaşımı etkilemiştir. Kurutma işleminin 100 bar gibi yüksek basınç koşullarında gerçekleştirilmesi, hazırlama işleminin uzun ve meşakkatli olması, kullanılan kimyasalların yüksek maliyeti gibi etkenler çözüm denemelerini sınırlamıştır. Geleceğin önemli bir yalıtım malzemesi olarak görülen aerojelin yalıtım özelliğinin gerekli destekler sağlanırsa iyileştirilebileceği düşünülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Aerojel, iletim, ısı iletkenlik, Sol-jel, TMOS, TEOS, yalıtım.

ABSTRACT

MS THESIS

PRODUCTION OF AEROJEL INSULATION MATERIAL AND DETERMINATION OF CHARACTERISTIC PROPERTIES

Mehmet KAYIR

**INSTITUTE OF GRADUATE STUDIES OF BATMAN UNIVERSITY
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
IN MECHANICAL ENGINEERING**

Advisor: Asst. Prof. Dr. M. Zerrakki IŞIK

2021, 56 Pages

Jury

Asst. Prof .Dr. M. Zerrakki IŞIK

Prof. Dr. Zeki ARGUHAN

Prof. Dr. Hüseyin AYDIN

Five different syntheses were applied for the production of aerogel, the necessary tests were carried out and the determined data were examined. According to the results obtained, it was determined that the densities of the produced aerogels were between 0.66 and 1.053 g/ml, and the thermal conductivity values were between 0.067 and 0.097 W/mK. It was determined that the increase in the concentration of TEOS and TMOS in the sol-gel during the production stage increased the densities of the aerogels and indirectly the thermal conductivity values. Due to the large internal volume of the reactor and the inability to fully control the temperature stages, the structural effects of different pressure-temperature transition processes have affected the approach to the targeted thermophysical properties. Factors such as the fact that the drying process is carried out under high pressure conditions such as 100 bar, the preparation process is long and tedious, and the high cost of the chemicals used limited the solution trials. It is thought that the insulation property of aerogel, which is seen as an important insulation material of the future, can be improved if necessary supports are provided.

Keywords: Aerogel, conduction, thermal conductivity, Sol-gel, TMOS, TEOS, insulation

ÖNSÖZ

Çalışma sürecinde öncelikle bana verdikleri destekten dolayı danışmanım Dr.Öğrt.Üyesi Mehmet Zerrakki IŞIK’a, Dr.Öğr.Üyesi Hasan OKTAY ve Doç.Dr. Hasan SAYGILI ’ya teşekkürlerimi sunuyorum. Aileme de bana verdikleri manevi destekten dolayı teşekkürü bir borç bilmekteyim.

Mehmet KAYIR
BATMAN-2021



İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
ÖNSÖZ	vi
İÇİNDEKİLER	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	6
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	10
3.1. Aerojel Üretim Yöntemleri.....	10
3.1.1. Sol-jel Prosesinin Avantajları	12
3.1.2. Sol-jel Prosesinin Dezavantajlar.....	13
3.1.3. Silika Aerojel Üretimi... ..	13
3.1.4. Başlatıcılar, İkincil Çözücüler ve Katalizörler.....	15
3.1.5. Hidroliz ve Kondenzasyon Tepkimeleri.....	18
3.1.6. Jelin Yaşlandırılması.....	20
3.1.7. Çözücü değişimi ve Yüzey Modifikasyonu.....	22
3.1.8. Çözücünün Uzaklaştırılması.....	24
3.1.9. Dondurarak Kurutma.....	24
3.1.10. Süperkritik Kurutma.....	25
3.1.11. Ortam Basıncında Kurutma.....	26
3.1.12. Silika Aerojellerin Yapısı ve Özellikleri.....	27
3.1.12.1. Yüzey ve Gözenek Özellikleri.....	27
3.1.12.2. Isıl Özellikleri.....	28

3.1.12.3. Optik Özellikler.....	29
3.1.12.4. Mekanik Özellikler.....	30
3.2. Deneysel Yöntem.....	30
3.2.1. Kullanılan Başlangıç Malzemeleri.....	31
3.2.2. Silika Aerojel Sentezi.....	34
3.2.2.1. TMOS Çözelti Sentezi.....	34
3.2.2.2. TEOS Çözelti Sentezi.....	36
3.3. Kurutma Deney Seti Üretimi ve Süreçleri.....	38
3.4. Aerojel Yalıtım Malzemelerine Uygulanacak Testler.....	42
3.4.1 Sol-jel ve Aero-jel Yığinsal Yoğunluk Testi.....	43
3.4.2. Isıl İletkenlik Testi.....	43
3.4.3. Malzeme Karakterizasyon Testleri.....	44
4. SONUÇ VE TARTIŞMA	46
4.1. Silika Aerojel Karakterizasyon Çalışmaları	46
4.1.1. SEM Analizi.....	47
4.1.2. XRD Analizi.....	49
4.1.3. BET Analizi.....	51
4.2. Analitik Analizler.....	53
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	56
5.1 Sonuçlar.....	56
5.2 Öneriler.....	56
KAYNAKLAR.....	57
ÖZGEÇMİŞ	63

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

Å	: Uzunluk birimi
AB	: Avrupa Birliği
Bar	: Basınç birimi
°C	: Celcius (Sıcaklık birimi)
cm ³	: Santimetre küp
g	: Gram
GO	: Grafen oksit
K	: Kelvin (Sıcaklık birimi)
k	: Isı iletkenlik katsayısı
Kg	: Kilogram
kV	: Kilovolt
M	: Metre
Mm	: Milimetre
EPS	: Expanded Polystyren Foam
mA	: Miliamper
m ²	: Metre kare
m ³	: Metre küp
NFS	: Nano-fibrillenmiş selüloz
pH	: Hidrojenin Gücü
TEMPO	: Tetrametilpiperidin-1-oksil
U	: Isı geçirgenlik değeri
W	: Watt
λ	: Dalga boyu
%	: Yüzde

Kısaltmalar

Atm	: Açık hava basıncı
BET	: Gözenek Boyut Dağılımı
CO ₂	: Karbondioksit
C ₂ H ₅ OH	: Etanol
CH ₃ OH	: Metanol
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
EtOH	: Etanol
HMDS	: Hekzametildisiloksan
HMDZ	: Hekzametildisilazan
H ₂ O	: Su
IUPAC	: Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği
kPa	: Kilopaskal
Mpa	: Megapaskal
MTES	: Metal alkoksit
MTMS	: Metal alkoksit
MIP	: Cıvalı Porozimetre
NAD	: Azot Adsorpsiyon/Desorpsiyon
NaOH	: Sodyum hidroksit
NH ₃	: Amonyak

NH ₄ F	: Amonyum Florür
NH ₄ OH	: Amonyum hidroksit
Nm	: Nanometre
PEDS	: Polietoksidisiloksan
R-CH ₃	: Alkil
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SiO ₂	: Silisyum dioksit
Si(OC ₂ H ₅) ₄	: Tetraethoxysilane
Si(OCH ₃) ₄	: Tetramethoxysilane
Si(OR) ₄	: Silikon alkoksit
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
TEOS	:Tetraetil ortosilikat
TLS	: Isıl İletken Testi
TMCS	: Trimetilklorosilan
TMOS	: Tetrametil ortosilikat
TPM	: Isıl Porozimetre
XRD	: Kristal Yapı Analizi
-CH ₂ CH ₃	: Alkil

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Silika arojellerin genel nitelikleri (Sıyın, 2016; Hwang ve vd.2004)....	10
Çizelge 3.2. Arojellerin özellikleri ve kullanım alanları (Sıyın, 2016).....	12
Çizelge 3.3. Farklı malzeme ve çözelti değişimlere göre hazırlanan numunelerin içerikleri.....	37
Çizelge 4.1. Üretilen sol-jel ve aero-jel numunelerin termofiziksel özellikleri.....	46
Çizelge 4.2. Üretilen arojel numunelerinin gözenek karakteristik değerleri.....	51

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 3.1. Kurutma türlerine göre aerojeller.....	11
Şekil 3.2. Sırasıyla TEOS ve TMOS moleküler yapıları (Sanlı ve vd. 2013).....	14
Şekil 3.3. Sol-jel yöntemi ile üretilen silika aerojel sentezinin şematik gösterimi (Sanlı ve vd. 2013).....	15
Şekil 3.4. İki aşamalı asit-baz katalizörlü sol-jel yöntemi.....	16
Şekil 3.5. Tek basamaklı ve çift basamaklı sentez adımları (Enes, 2019).....	17
Şekil 3.6. Asit ve baz katalizörüne göre ağ yapıları (Li ve vd. 2014).....	18
Şekil 3.7. TEOS'un hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri (Malay ve vd. 2013).....	19
Şekil 3.8. Hidroliz ve kondenzasyon tepkimelerinin pH'a bağlılığı (Pekala ve vd. 1989).....	20
Şekil 3.9. Yaşlandırma esnasında meydana gelen çökme durumu (Baetens ve vd. 2010).....	21
Şekil 3.10. Büyüme ve olgunlaşma evreleri (Baetens ve vd. 2010).....	21
Şekil 3.11. Silanlama ajanlarının inorganik malzemeler üzerindeki etkinliği (Arkels, 2006).....	23
Şekil 3.12. Karbondioksit ile düşük sıcaklıkta süperkritik kurutma (Ülker, 2011).....	26
Şekil 3.13. Ortam basıncında kurutmada meydana gelen kapiler kuvvetler (Capadona ve vd. 2006).....	27
Şekil 3.14. Silika aerojellerin nano boyuttaki yapısı (Şanlı, 2014).....	27
Şekil 3.15. Aerjel ısı transfer mekanizması.....	29
Şekil 3.16. TMOS ($Si(OCH_3)_4$) kimyasal bileşik hali.....	31
Şekil 3.17. TEOS ($Si(OC_2H_5)_4$) kimyasal bileşik hali.....	32
Şekil 3.18. TMOS silika aerjel sentezi deneysel prosedür.....	34
Şekil 3.19. Yaşlanmaya bırakılmış TMOS numuneleri.....	35
Şekil 3.20. Jelleşmesi tamamlanmış TMOS numunesi.....	36
Şekil 3.21. TEOS silika aerjel sentezi deneysel prosedür.....	36
Şekil 3.22. Süper kritik kurutma kurulumunun şematik gösterimi.....	38
Şekil 3.23. Süper kritik kurutma için deney seti görüntüsü.....	39

Şekil 3.24. Reaktör içerisindeki CO ₂ 'nin süperkritik duruma ulaşması.....	40
Şekil 3.25. Karbondioksitin drenaj edilmesi.....	40
Şekil 3.26. Kurutma işlemi tamamlanmış dikdörtgen şekilli TMOS aerojelleri.....	41
Şekil 3.27. Kurutma işlemi tamamlanmış dairesel TEOS ve TMOS aerojelleri.....	42
Şekil 3.28. Öğütme işlemi sonrası aerojeller.....	42
Şekil 3.29. Aerojellerin ısı iletkenlik tayini.....	43
Şekil 3.30. Taramalı elektron mikroskobu (SEM, JEOL JSM 7001F) cihazı.....	44
Şekil 3.31. Satış alanı ile gözenek dağılımı (BET Micromeritics - TriStar II Plus 3030) cihazı.....	44
Şekil 3.32. X-ışını difraktometre (Bruker D 8 Advance) cihazı.....	45
Şekil 4.1. Aerojellerin yüzey morfolojisinin belirlenmesinde kullanılan SEM cihazı.....	47
Şekil 4.2. Sentezlenen silika aerojellerin farklı büyütme ölçeklerinde (x500, x1000) SEM görüntüleri.....	48
Şekil 4.3. Aerojellerin kristalografik özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan XRD cihazı.....	49
Şekil 4.4. Sentezlenen silika aerojellerin XRD desenleri.....	50
Şekil 4.5. Aerojellerin gözenek karakteristiklerinin belirlenmesinde kullanılan N ₂ adsorpsiyon cihazı.....	51
Şekil 4.6. Sentezlenen aerogel numunelerinin adsorpsiyon-desorpsiyon izoterm eğrileri.....	52
Şekil 4.7. Sentezlenen aerogel numunelerinin boşluk dağılım eğrileri.....	53
Şekil 4.8. Tüm üretilen numunelerin ısı iletkenlik ve yoğunluk arasındaki ilişki.....	54
Şekil 4.9. Tüm üretilen numunelerin ısı iletkenlik ve yoğunluk arasındaki ilişki.....	54
Şekil 4.10. Tüm üretilen numunelerin ısı iletkenlik ve yoğunluk arasındaki ilişki.....	55

1. GİRİŞ

İnsanlığın başlangıcından günümüze kadar geçen sürede enerji hayatın sürdürülmesi için göz ardı edilemez temel gereksinim olmuştur. Yerleşik düzene geçilmesiyle ihtiyaçların artması ve buna konfor beklentisinin de eklenmesiyle birlikte enerjiye gereksinim sürat kazanmıştır. İlk enerjinin menşei, tüketicilere sunum biçimi ve kullanım koşulları ehemmiyet gerektirmese de giderek belirleyici ve mühim unsurlar olarak görevleri su yüzüne çıkmıştır.

Yeryüzü genelinde alternatif enerji uygulamaları artış gösterse de enerji yokluğunun önemli bir bölümü hâlihazırda petrol, kömür ve doğal gaz benzeri fosil kaynaklardan temin edilmektedir. Ekonomik ve toplumsal iyileşmenin en ciddi işareti olan enerjiye ihtiyaç nüfus çoğalışı ve teknolojik gelişmelerle paralel olarak artarak süre gelmektedir.

Petrolün tazelenme süratinin harcanma süratinden çok az olması ve bulunan olanakların dünya nüfus çoğalmasına paralel olarak artan enerji harcanımı 21'nci yüzyılın ortalarına değin gereksinimi karşılayabileceği kanısı, bilim zümresinde yoğun tartışmalara sebep olmaktadır (Sayın ve vd. 2006). Mevcut enerji kaynaklarının süratle bitmekte olması, çevre pisliğini de yanında getirmektedir.

Toplumların mevcudiyeti süratli bir şekilde çoğalmayı sürdürürken çeşitli sıkıntıları da yanında genişletmektedir. Yaşamın sürekliliği için mecburiyetin enerji olduğu yalın olarak ortaya konulursa bu sıkıntıların ilk elden enerji gereksinimi artışının geldiğini tahmin etmenin kolay olacağı değerlendirilir. İnsanoğlu tarafından öngörü olmaksızın şuursuzca tüketilen taşıl enerji imkânları bitmeye düşe yazmıştır. Bu dimağsızlığın öteki acı bedeli de doğa dengesinin tahrip olması ve birlikte getirdiği sağlık problemleridir.

Farkındalığın birincil devresinde yalnızca kaynakların randımanlı faydalanmasının gerekliliğini esas almış çalışmalar bu yönde yol almıştır. Birey sağlığının ömür alanına olan tabiiyetinin ayıklığına varılmasıyla emisyon tesirleri öneme alınmaya çalışılmıştır. Düzenin korunması ve sürdürülmesi için mevcut kaynaklardan faydalanma oranının arttırılması gerekmektedir. Bu kapsamda mevcut birçok sistemde kullanılan ısı etkileşimli sistemlerde yalıtım büyük önem arz etmektedir. Yalıtımda amaç sistemi dış ortam etkisinden mümkün mertebe uzak tutarak, teorik döngü hesaplamalarına yaklaştırmaktır. Bu kullanım endüstriyel bir proses döngüsü olabileceği gibi bir yaşam alanın şartlandırılması gereği olabilir. Isı yalıtımı endüstriyel birçok uygulamada, meskenlerde ve her türlü döşemelerde yararlanılmaktadır. Isı tecrit yürütümleri birlikte yapının yaşam süresi uzatılmakta, gönenceli mekânlar arz etmekte ve yapıdan faydalanma etabında yakacak ve iklimlendirme masraflarında iyi kazançlar edinmek mümkündür.

Gözenekli malzemeler sahip oldukları geniş yüzey alanları sayesinde adsorban, katalizör ve destek malzemeleri gibi pek çok farklı alanda kullanılmaktadırlar. İçerisinde atomik, moleküler ve nanometre boyutunda boşlukların bulunması ve bunların kontrol edilebilir olması, moleküler ve kümeleşmiş boyutta ayırma yaparak reaksiyona girmelerini sağlamaları gözenekli maddeleri bilimsel ve teknolojik açıdan çok önemli bir yere taşımıştır. Gözenekli malzemeleri farklı ve özgün kılan en önemli nokta gözenek içindeki boşluktur. Gözenekli malzemeler; gözenek boyutlarında, uluslararası standart IUPAC (Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği); tanımına göre üç farklı kategoride sınıflandırılmıştır. Çapları 2 nm' den az olan mikro , 2 ile 50 nm arasındaki değerler mezo ve 50 nm' den fazla olanlara makro gözenek olarak adlandırılmıştır. Gözenekli materyaller geniş kullanım alanına sahiptir. Bunlardan bazıları; süper kapasitörler; katalizör yapımı, ayırma teknolojileri; ilaç üretimi, çevresel iyileştirme; suyun tuzdan arınması, saflaştırılması ve ayrılması; optik sensörler, elektronik ve manyetik cihazlardır. Sentetik ve doğal olarak bilinen gözenekli malzemeler; aktif karbon, zeolitler, silikatlar, polimerler ve inorganik gözenekli hibrit malzemelerdir (Enes, 2019).

Bilinen en düşük yoğunluğa sahip katı malzeme olan aerogelin yapısının yaklaşık %95'lik kısmı gözeneklerden oluşmaktadır. Teknolojinin gelişmesi ile birlikte daha performanslı malzemelere ihtiyaç duyulmakta ve aerogel gibi malzemeler dikkat çekmektedir. Aerojeller düşük yoğunluk, yüksek yüzey alan, düşük termal iletkenlik, elektrik dayanım, optik ve akustik gibi özellikleri nedeni ile izolasyon, depolama ve taşıma ortamı, sensör, katalizör, iyon değişimi, ayırma işlemleri gibi pek çok farklı alanda aktif olarak kullanılmaktadır. Silika bazlı aerojeller asidik veya bazik ortamda saf ya da atık silisyum kaynakları kullanılarak sol-jel yöntemi ile üretilmektedir. Silika bazlı aerogel üretiminde genellikle kullanılan silika kaynakları tetraetil ortosilikat (TEOS), Tetrametil ortosilikat (TMOS), sodyum silikat ve su camıdır. Fakat literatürde uçucu kül, pirinç kabuğu külü ve mısır koçanı külü gibi atık malzemeler kullanarak da gerçekleştirilen çalışmalar bulunmaktadır. İyi özelliklerde aerogel üretimi için pahalı silisyum kaynaklarının kullanımına gerek yoktur. Bu nedenle aerogel sentezlenirken çeşitli endüstriyel atıkların kullanılması ile maliyeti düşük ve çevreye duyarlı metotların geliştirilmesine ihtiyaç vardır (Mermer, 2018).

Aerogel, hava ile bünyesindeki sıvı bileşenin yer değiştirmesi ile elde edilen silika esaslı katı maddedir ve ilk olarak 1931 yılının başlarında Stefan Kistler tarafından üretilmiştir. Aerojellerin çok küçük gözeneklerden meydana gelen yüzeyi, süngerini anımsatır. Bünyesinde %99,8 oranda hava bulunduğundan, çok yalıtkan, hafif ve düşük yoğunluğa sahip malzemelerdir. Aerojeller dünyanın en hafif ve yoğunluğu en düşük katısı olarak bilinmektedir (Baetens ve vd. 2011). Bir malzeme için böyle gazla (hava ile) dolu olmak çok fazla karşılaşılan bir konu değildir. Aerogelin çok düşük özgül

ağırlığı onun çok hafif bir malzeme olarak kabul görmesini ve çok yüksek yüzey alanı süper-yalıtkan gözenekli bir malzeme olarak sentezlenmesini sağlamaktadır. Aerojellerin karbon aerjel, silika aerjel, alümina aerjel, metal aerjel ve nanotüp aerjel gibi türleri bulunmaktadır. Doğal hammaddelerden sentezlendiği ve çevre dostu olduğu için en yaygın kullanılanı silika aerjelleridir. Silika aerjeller yüksek yüzey alanı, yüksek gözeneklilik, düşük yoğunluk, düşük dielektrik sabiti ve yüksek porozite gibi üstün özelliklere sahiptir. Aerojeller jelin hazırlanması, yaşlandırılması ve kurutulması aşamaları olmak üzere sol-jel yöntemi ile sentezlenmektedir. Silika kaynağı olarak sentezlenmiş çözelti ile sol gerçekleştirmekte ve katalizör ilave edildiğinde jelleşme başlangıcı gözlemlenmektedir. Meydana gelen jeller ara maddesine bağlı olarak hidrojel, alkojel, aquajel ve aerjel olarak sınıflandırılmaktadır. Katalizör ile birlikte meydana getirilen hidroliz aşamasında iki aşamalı asit - baz, asit yahut baz katalizörü kullanılmaktadır. Siloksanın çapraz bağ seviyesinin artması ve silika güçlü ağına yeni monomerlerin ilave olması yaşlandırma işlemidir. Yaşlanma esnasında aerjelin mukavemeti artarak bağları kuvvetlenmektedir. Kurutma prosesinin gerçekleştirilmesindeki amaç jelin bağ iskelet yapısını koruyarak ve güçlendirerek büzülmesi yok edecek kadar en aza indirmektir. Bu nedenle çözücüyü jelin yapısından tamamen uzaklaştırmak önemli bir husustur (Saraç, 2018).

Aerjel, pencere uygulamaları, mimari süsleme alanları, termal ve akustik yalıtım, uzay ve havacılık prosesleri, katalizör dolguları, yakıt pilleri, kimyasal sensörler, ilaç ve salım sistemleri, gibi birçok önemli sanayi alanlarında kullanılmaktadır. Sızıntı gidericide kimyasal adsorbant, boyalarda yoğunlaştırıcı ve emici amacıyla birçok yararlanılan alanları bulunmaktadır. Aerojeller süper yalıtım özellikleri ile tekne kazanlarında maksimum enerji kazancı sağlamaktadır. Ayrıca bu üstün özelliklere sahip malzemelerin mimari alanda ve binalarda kullanımı çok yaygındır. Aerojeller, yalıtım panellerine yerleştirilerek de kullanım alanı bulmaktadır (Saraç, 2018).

Yeni bir kurutma tekniği, L. Berkeley'in laboratuvarında silika aerjellerin sentezlenmesi sırasında süper kritik CO₂ gazı kullanılarak denenmiştir. Önceden yapılan biyolojik çalışmalarda, yapılardan suyun çıkarmasında sıklıkla tercih edilen Hunt ve Tewari tekniği aerjellerin kurutma işleminde de kullanılmıştır. Kurutma işlemi, basınçlı bir kap içerisine konulan aerjelin içerisindeki sıvı CO₂ (karbondioksit)'nin ortamda bulunan alkol ile yer değişmesiyle gerçekleşmektedir. Ortamda basınç ve sıcaklığın etkisiyle CO₂'nin kritik nokta üzerine çıkılmaktadır (P_c =75 bar, T_c=32°C). Bu işlemler ile aerjolden süperkritik sıvı uzaklaştırılır. Kurutma işleminde kullanılan yüksek sıcaklık ve basınçlı alkol sayesinde yanma özelliği olmayan CO₂'nin düşük seviyelerdeki kritik sıcaklığı avantajı kullanılarak kurutma sırasında yapıda oluşacak olumsuz etkiler azaltılmaktadır. Birçok bilim insanı aerjellerin üstün fiziksel

özelliklerini, sentezlenmesi ve kullanım alanları için uygun hale getirilmeleri için çalışmalar yapmaktadır (Gürsoy, 2019).

Isı yüksek sıcaklıklı ortamdan daha düşük sıcaklıklı ortama transfer olan bir enerji türüdür. İç ortamın soğumasını veya ısınmasını önlemek amacıyla yapılan ısı intikallerini hudutlandırma işlemine “ısı yalıtımı” denir. Avrupa Standartlarında, ısı iletkenlik katsayısı $k=0,065 \text{ W/mK}$ değerinin altında olan materyaller ısı tecrit malzemeleri olarak tariflenir. Bir malzemenin ısı iletkenlik katsayısı (k) ne kadar küçükse, yalıtımı o kadar iyi demektir. Isı iletkenlik katsayısı (k) ile malzemenin dolgunluğu bir arada kıymetlendirildiğinde o malzemenin yalıtım özelliği ile ilgili bir nihayete ulaşabilir. Isı yalıtım malzemesinin ısı iletim katsayısının küçük olma, su buharı geçirgenliğinde olma, yangında tutuşmama ve alevi hızlandırıcı olmama, hafif ve kolay işlenebilir sağlığa dokuncalı olmama, hesaplı ve makul olma özellikleri istenir (Ünal, 2005).

Literatürdeki çalışmalarda silika aerogel sentezinde farklı başlangıç maddeleri (TEOS, TMOS vb.) kullanılarak çalışmalar yapılmıştır. Aerogellerin yapısında yüksek miktarda gözenek bulunduğundan dolayı, ısı ve elektrik iletiminde süper yalıtkan olarak da bilinmektedirler. Günümüzde teknolojinin ilerlemesiyle malzemelerin kullanım yerlerinde de bazı ihtiyaçlar ortaya çıkmıştır. Silika bazlı aerogeller asidik veya bazik ortamda saf ya da atık silisyum kaynakları kullanılarak sol-jel yöntemi ile üretilmektedir. Silika bazlı aerogel üretiminde genellikle kullanılan silika kaynakları tetraetil ortosilikat (TEOS), Tetrametil ortosilikat (TMOS), sodyum silikat ve su camıdır. Fakat literatürde uçucu kül, pirinç kabuğu külü ve mısır koçanı külü gibi atık malzemeler kullanarak da gerçekleştirilen çalışmalar bulunmaktadır (Mermer, 2018). Modifikasyon ile hidrofobik silika aerogel olma özelliği kazandırılmıştır. Yapılan bir çalışmada Gurav ve ark. Silika aerogel sentezinde farklı katalizör çeşitleri (asit veya baz) kullanmıştır. Yüksek oranda tortulu, kendiliğinden polimerik, düşük yoğunluklu (0.065 g/cm^3), optik olarak saydam (% 95), hidrofobik ($153 \text{ }^\circ\text{C}$) silika aerogeller elde edilmiştir (Enes, 2019; Gurav ve vd.2008).

Li ve arkadaşları yapmış oldukları uygulamada, sol - jel süreciyle $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ' de atmosferik basınçta silika aerogel imal edilmişlerdir. Elde edilen silika aerogel kimi analizlere maruz bırakılmıştır. Bu analizler nihayetinde işe koşulan silika aerogelin yığın kesafet $0,33 \text{ g/cm}^3$, gözeneklilik durumu % 87, hepten gözenek hacmi $3,31 \text{ cm}^3/\text{g}$, yaklaşık gözenek çapı $26,5 \text{ nm}$ ve özellikli satıh alanı $500 \text{ m}^2/\text{g}$ olarak sonuç yayımlanılmıştır (Li ve vd. 2008; Yılmaz, 2013).

Yapılan bir çalışmada süperkritik kurutma yapılan silika aerogelin daha az yangın tehlikesi içerdiği ve daha düşük bir duman toksisitesine sahip olduğu görülmüştür. Fakat genel olarak hidrofobik silika aerogelin yangın tehlikesi açısından riskli olduğu görülmüştür (Enes, 2019; Li ve vd. 2018).

Bu alıřmada, ısıl direnci veya yalıtım zellięi yksek, mekanik zellikleri uygun, farklı ieriklerdeki arojel yalıtım malzemelerinin retimi gerekleřtirilecektir. Bylece yerli kaynaklardan elde edilen ve yksek ısıl yalıtım zellięi gsteren malzemelerin, sanayide ve bina yapım sektrnde yararlanılması ile hem memleketimizin enerji savurganlıęı hem de dıřa baęımlı olmasını azalacaktır.



2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Lu ve arkadaşları yaptıkları çalışma ile sol-jel polimerizasyonundan elde edilen organik aerogellerin üretimi için yeni bir yöntemi açıklar. Süper kritik kurutma ile birbirine bağlı açık hücreli bir yapıya sahip gözenekli aerogeller sağlanır. Yapı, sol – jel polimerizasyon şartlarında analiz edilmiş, termal iletkenlik sıcak telli bir cihaz kullanılarak hem monolitler hem de tozlar üzerinde ölçülür. Hâlihazırda silika aerogeller hidroliz yoluyla yapılır ve silika aerogeller nano yapıları olduklarından dolayı ısı iletimi katsayıları düşük malzemelerdir. Yüksek gözenekli silika aerogel düşük bir katı iletkenlik ve oldukça küçük gözenek boyutları sahipler. Bu çalışma ile gayet düşük bir ısı iletkenlik katsayısı olan $0,012 \text{ W/mK}$ değerine ulaşılır. Aerogeller, katı fazın parçacıkları ve birbirine bağlı gaz fazının gözenekleri nanometre boyutundadır. Bu yapı gaz ısı iletiminin ve katı ısı iletimin kısmen bastırılması için son derece düşük termal iletkenlik değerleri görülür. Sonuçlar, termal iletkenlik bileşenlerini aerogel yapısıyla açıkça ilişkilendirilir: gözeneklilik ve parçacıklar arasındaki bağlantı, gözenek boyutu, gaz ısı iletkenliğini ve katı ısı iletkenliğini etkiler (Lu ve vd. 1995).

Gao ve arkadaşları aerogel camlarla enerji verimli binalarda uygulama yapıp, enerji verimliliklerini, süreç ekonomilerini ve çevresel etkilerini değerlendirir. Bu çalışma sayesinde, prototip aerogel cam üniteleri, aerogel granülleri hava boşluğuna dahil ederek birleştirilmiş ve ilgili çift cam ünitelerinin fiziksel özellikleri üzerinde deneysel bir araştırma yaparlar. Pencere ısı yalıtım özelliklerindeki iyileştirme birçok önemli çalışmaya konu olur. Aerogel camlar genel itibarıyla düşük düzeyde ısı iletimine sahiptir ve ortalama $0,6 \text{ W/m}^2\text{K}$ değere kolaylıkla ulaşılır. Bu uygulama ile ısı yalıtımı ve ses yalıtımında faydalar sağlanmış olup mekanik mukavemet özellikleri açısından kayıplar olur (Gao ve vd 2016).

Buratti ve arkadaşları yaptıkları çalışma ile aerogel camlar çift camlara göre yapısal olarak benzer olup çift cam arasına hava boşluğunun yerine silika ile doldurulur. Bu sayede çok iyi düzeyde ısı yalıtımına sahip olunur (ortalama olarak $0,013 \text{ W/mK}$, monolitik ve granüler aerogeller için sırasıyla $0,020 \text{ W/mK}$ elde edilir) (Buratti ve vd. 2012).

Ciszewski ve arkadaşları yaptıkları çalışmada karbon aerogel bileşikler ve karbon nanotüpler için lityum bazlı bir katalizör sentez kullanmışlar, Lityum hidroksit ilavesinin gerçek etkisini değerlendirmişlerdir. Geliştirme işlemleri ile $498 \text{ m}^2/\text{g}$ 'den $786 \text{ m}^2/\text{g}$ 'ye kadar spesifik yüzey alanı ve gözeneklerde önemli değişiklik ve boyut dağılımı

gözlemlenmiştir. Düşük sıcaklıklı süper kritik kurutmada organik bir aerogel hazırlamak için karbondioksit kullanılmıştır. Karbon aerojeller, enerji depolama uygulamaları için araştırmacılara yeni alanlar sunar. Bunun nedeni yüksek yüzey alanları, düşük ağırlıkları, ayarlanabilir özellikleri ve kolay sentezlenme özelliğidir. Lityum hidroksitin daha kısa jelleşme süresi, spesifik yüzey alanını artırır ve yapı içinde daha fazla sayıda mikro gözenek oluşur. Hem yüksek özgül yüzey alanına hem de uygun gözenek boyutu dağılımına erişilir. Bunun sebebi ise yüksek yüzey alanı ve nispeten çok sayıda mikro gözenekli yapıdır (Ciszewski ve vd. 2017).

Gao ve arkadaşları yaptıkları çalışma ile aerojelli camların binaların dış duvarları için kullanılabilir olduğunu ortaya koymuşlar. Bununla birlikte, aerogel camların ayırt edici fiziksel özellikleri ve enerji performansı, aerogel camların yapılara entegrasyonunun mimari zorlukları, estetik problemler, dayanıklılık ve çevresel etki benzeri konuların önemi vurgulamışlardır. Avrupa topluluğu ülkelerinde, yapı sektörü toplam enerjinin yaklaşık %40'ına yakını tüketir ve sera gazı emisyonlarının da %30'unu; bu nedenle, binaların enerji verimliliğinin iyileştirilmesi Avrupa birliği ülkelerinin enerji ve iklim hedeflerine ulaşması için elzem bir önemdedir. Önceki çalışmalarda pencerelerin yapının dış duvarlarından kaynaklanan toplam enerji kaybının %45'ini oluşturabileceğini göstermiş ve düşük ısı geçirgenliğine sahip pencereler enerji kaybını önemli ölçüde azaltır. Aerogel camlar genellikle granüllerle birleştirilir, geliştirilmiş ısı yalıtımı, iyileştirilmiş ışık dağılımı ve azaltılmış ses ile yarı saydam cam üniteleri verir. Aerogel katman kalınlığı 14 mm'den 30 mm'ye kadar, değişim gösterir ve bu nedenle aerogel camların termal performansı önceden tasarlanabilir. Bu diğer cam teknolojilerine göre ümit verici olup enerji verimliliğini karşılamak için geniş bir yelpaze sunar (Gao ve vd. 2016).

Kumar ve arkadaşları çevre kirliliği ve iklim değişikliği önlemek, kirleticileri temizlemek ve sürdürülebilir enerji üretmek için yeni yöntemler gerektiğini açıklamışlardır. Aerojellerin daha yüksek işlevselliğe, yüksek yüzeye sahip gelişmiş gözenekli malzemeler olduğunu belirtmişlerdir. Yüzey alan, yüksek gözeneklilik ve esnek kimya konusunda fırsatlar sunan aerojeller, sol-jel prosedürü kullanılarak hazırlanan kurutulmuş jellerdir. Aerogel uygulamaları ağır metallerin çıkarılmasını içerir, CO₂ yakalama ve azaltma, kirleticilerin fotodegradasyonu, hava temizleme ve su ayırma benzeri konularda, sürdürülebilir çevre için çözümleri içerir. Özel kurutma süreçlerinin kullanıldığı sol-jel reaksiyonları ile gözeneklerin ve ağın tipik yapısını elde etmek için kullanılır. Aerojeller olabildiğince gözenekli, düşük yoğunluklu

malzemelerdir. Aerojeller malzemelerin muazzam termal özelliği, süper hafif doğası ile birlikte akustik özellikleri olup bilim adamlarına geniş yelpaze de çalışma sahası sağladığını belirtmişlerdir (Kumar ve vd. 2018).

Saxon ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, silika arojellerin oluşumu sırasında, sodyum silikat (Na_2SiO_3) kullanmış, hidroklorik ile birlikte silika jelleri hazırlamak için asit sonra oluşan silisik asit reaksiyonun tamamlanmasıyla silika jeli oluşturmak üzere polimerleştiği, su ile yıkayarak kalan klorür iyonları çıkarıldığı, daha sonra jel kurutulduğu, süper kritik kurutma ortam basıncında kurutulmuş monolitik çözücü olarak su kullanılarak silika arojel de sentezlendiğini bildirmişlerdir (Ünal, 2005). Silika arojellerin, yüksek gözeneklilik (%92'den fazla), yüksek özgül yüzey alanı (500 ila $1000 \text{ m}^2/\text{g}$), düşük yığın yoğunluğu ($0,2 - 0,01 \text{ g/cm}^3$), düşük ısı iletkenliği ($0,02 \text{ W/mK}$) özelliklerine sahip eşsiz malzemeler olduğunu belirtmişlerdir (Saxon ve vd. 2000; Kabanov ve vd. 2002).

Maleki ve arkadaşları yaptıkları çalışma ile temel olarak tüm arojel türlerinin sentetik prosedürü oldukça yaygın reaksiyonlar olan sol-jel, yaşlandırma ve kurutma olan üç temel adımı içerir. Farklı olarak karbon ve karbür arojellerde ek bir karbonizasyon süreç gereklidir (Maleki ve vd. 2014).

Lim ve arkadaşları çalışmalarında grafen oksit (GO) başlangıç malzemelerinden türetilen grafen arojellerin yüksek elektriksel iletkenliği, kimyasal stabilitesi ve düşük imal maliyeti konularını incelemiş, süper kritik kurutma ve piroliz sonrasında spektroskopik ve elektrokimyasal analiz yapmışlar. Grafen arojel üretimi için uzun süre boyunca yüksek sıcaklıklarda muhafaza edilen solo jel reaksiyonların kullanılmasının gerektiğini, 12 saat ile birkaç gün arasında değişen bir zaman aralığında ultra hızlı ve asitle katalize edilmiş bir sol-gel oluşumunu bildirmişler. Bu hızlı sentezle bahse konu olan grafen arojel üretiminin elektrokataliz için destek malzemeleri ve elektrokimyasal için yüksek performanslı elektrotlar, kapasitörler ve güneş pilleri alanlarında yeni fırsatlar sunacağını bildirmişlerdir (Lim ve vd. 2015).

Gao ve arkadaşları deneysel çalışmalarında normal beton agregasını kısmen değiştirerek uygulama yapmışlardır. Silika arojel parçacıkların beton yapımına ilave edilmesiyle hafif ve ısı yalıtımlı beton üretimi sağlanmış. Elde edilen 1 cm^3 arojel ilaveli betonların ısı iletkenliği $0,26 \text{ W/mK}$, dayanımı $8,3 \text{ MPa}$, tarama elektron mikroskobu ile yapılan inceleme de çimento malzemeleri için arojel partikülleri durağan oldu tespit edilmiştir. Elde edilen veriler ışığında ısı iletkenlikten kazanım

sağlanırken, betonun sahip olması gerek mukavemetten kayıplar olduğu belirlenmiştir (Gao ve vd. 2014).

Jones ve arkadaşları yaptıkları çalışma ile aerogelin sahip olduğu düşük yoğunluğu, yüksek gözenekli yapısı ve termal bir bariyer oluşturabilmesi üzerine değerlendirme yapmışlar. Silika aerogel ve oksitten oluşan kompozit malzemelerin yeni çalışmalar için geliştirilmekte olup ileride yapılması düşünülen termoelektrik cihazların uzay araştırması, tasarım, çalışmaları devam ettiğini, yakın gelecekte uzay çalışmalarına yeni imkânlar sunacağını bildirirler (Jones, 2006).



3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Aerojel Üretim Yöntemleri

Silika aerogeller, düşük yoğunluk, şeffaflık, yüksek yüzey alanı, yüksek gözeneklilik ve düşük ısı iletkenlik gibi benzersiz ve ilginç özelliklerinden dolayı büyük ilgi gören nanoyapılı materyallerdir. Silika aerogellere olan ilgi bilhassa son 20 yılda artmıştır. Ayrımlı değişkenler ve ayrımlı başlangıç maddeleri kullanılarak yapılan çalışmalar aerogellerin gelişmesi ve yaygınlaşmasına katkı sağlamıştır. Silika aerogeller çapraz bağlanmış SiO_2 ağı içeren üç boyutlu nano yapı malzemelerdir. Silika aerogellerin gözenek çapları genellikle 2-50 nm arasında olup yapılar mezogözenek olarak değerlendirilmektedir. Silika aerogeller yüksek spesifik yüzey alanı, yüksek ısı izolasyon değeri, çok düşük dielektrik sabiti ve düşük kırılma katsayısı gibi normal dışı özelliklere sahiptir (Sıyın, 2016). Çizelge 3.1’de silika aerogellerin nitelikleri açıklanmıştır.

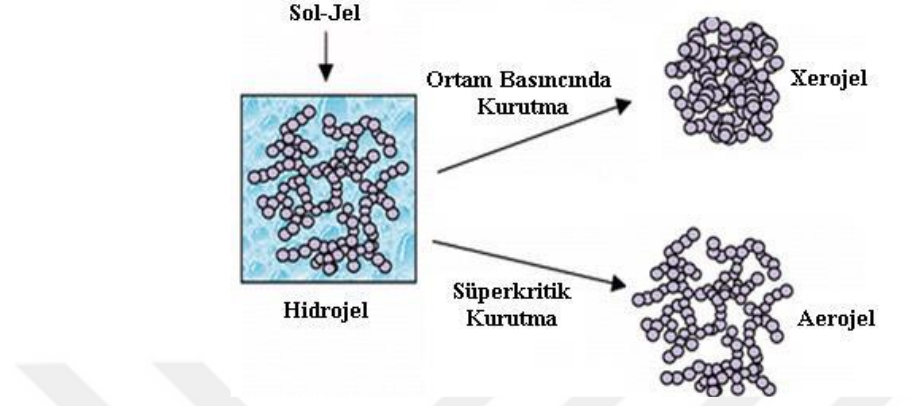
Çizelge 3.1. Silika aerogellerin genel nitelikleri (Sıyın, 2016; Hwang ve vd.2004).

Nitelik	Değeri
Yoğunluk	= 0.003 g/cm ³
Yüzey Alanı	= 500-1000 m ² / g
Gözeneklilik	= % 80 - 99.8
Gözenek Çapı	= 20 - 150 nm
Primer parçacık çapı	= 2 - 5 nm
Isıl İletkenlik	= 0.017-0.021 W/mK
Isıl genleşme katsayısı	= 2.0-4.0×10 ⁻⁶
Ses hızı	= 100 m/s
Dielektrik sabiti	= 1.1
Kırılma indeksi	= 1-1.05

Silika aerogelleri, karmaşık bir kimyasal sentez prosedürü olan iki aşamalı bir sol-jel prosesi sonucunda üretilmektedir. Sol-jel işlemi genellikle çözeltiden seramik oksitler üretebilen herhangi bir kimyasal işlemi tanımlamak için kullanılır. Silika aerogeller; yaygın olarak organosilikon başlatıcılar kullanılarak sol-jel yöntemiyle sentezlenmekte ve süperkritik ekstraksiyon yöntemiyle kurutulmaktadır. Gözenekleri solvent ile dolu olan ve sol-jel yöntemiyle sentezlenen yüksek gözenekli silika aerogeller; kurutma esnasında zayıf ağ yapısındaki çökmelerin engellenmesi için süperkritik koşullarda kurutulmaktadır. Sentez sırasında oluşturulan jeller hem sıvı hem de katı özellik gösteren malzemelerdir. Jeller değişik şekillerde isimlendirilebilir.

Kurutma şekillerine göre;

- Ortam basıncında evaporatif kurutma yapılmış ise “xerogel” veya “ambigel”,
- Süperkritik kurutma yapılmış ise “aerogel”,
- Dondurarak kurutma yapılmış ise “cryogel” olarak adlandırılmaktadır (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. Kurutma türlerine göre aerojeller

Çözücü olarak kullanılan ortam;

- Alkol ise, “alcogel”,
- Su ise, “aquajel” veya “hidrojel”,
- Aseton ise, “acetogel” olarak adlandırılır.

Farklı sentez metodlarına göre adlandırılan jeller de mevcuttur. Örneğin; “sonogel” ultrasonik olarak desteklenmiş sentez ile elde edilen jellere verilen genel isimdir. Kurutma aşaması sonrasında tüm jeller aerogel olarak nitelendirilebilir. Aerogel ismi, gözeneklerin içinde bulunan havadan gelir. Aerojeller dünya üzerindeki bilinen yoğunluğu en düşük malzemedir. %99’a varan oranlarda gözenekliliğe sahip olduğundan ve bu gözeneklerin içi hava ile dolu olduğundan son derece hafif olma özelliği kazanmıştır (Sıyın, 2016). Aerojeller sıradışı özellikleri sayesinde pek çok farklı alanda kullanıma sahiptir. Bunların başlıcaları;

- Isı ve ses yalıtım malzemesi,
- Vernik ve boyalar için dolgu malzemesi,
- Madde yapısı ışıkta yüzergen, ivdirgen taşıyıcısı, zerk görevlisi,
- Toksik organik bileşiklerin adsorbenti,
- İnce filmler üzerinde nem sensörü,
- İspereyarılık ve tarımda taşıyıcı gereç,
- Elektronikte izolator, sensör gereçleri, pigment taşıyıcılar,
- Yüksek basınçta yapılan şok dalgaları çalışmaları şeklindedir (Sıyın, 2016; Ülker, 2011).

Aerojellerin üstün özelliklerine göre kullanıldığı alanlar ve bu alanlarda kullanılmasında öne çıkan özellikleri Çizelge 3.2’de açıklanmıştır.

Çizelge 3.2. Aerojellerin özellikleri ve kullanım alanları (Sıyın, 2016).

	Özellikler	Uygulamalar
Isıl İletkenlik	Yalıtkanlık	Mimari yalıtım, beyaz eşya yalıtımı, taşınabilir soğutucular, nakliye araçları, borular, tavan pencereleri, uzay araçları ve uyduları, döküm kalıpları
	Saydamlık	
	Hafiflik	
	Yüksek Sıcaklığa	
	Dayanabilirlik	
Yoğunluk/ Gözeneklilik	Hafiflik ve esneklik	Katalizörler, sorberler, sensörler, yakıt depoları, iyon değişimi, X-ray lazerleri
	Homojen	
	Yüksek Yüzey Alanı	
Optik	Çoklu Bileşim	Chrenkov detektörleri, hafif optikler, özel etkili optikler
	Düşük Kırılma İndisi	
	Saydamlık	
Akustik	Çoklu Bileşim	Güç çeviriciler için empedans eşleştiricileri, uzaklık ölçer, hoparlörler
	Düşük Ses Hızı	
Mekanik	Elastikiyet	Enerji soğurucular, hiper hız parçacık fırlatıcı
	Hafiflik	
Elektrik	Düşük Dielektrik Sabiti	Vakum elektrotlar için ayırıcılar, kapasitörler
	Yüksek Dielektrik	
	Dayanıklılık	
	Yüksek Yüzey Alanı	

3.1.1. Sol - Jel Prosesinin Avantajları

Sol - jel prosesini diğer metotlara göre seçkin olan nitelikleri şunlardır:

- Katkısız maddelerin sıvı çözeltileri tercih edilmektedir. Bu sayede bağdaşıklaşmanın moleküler düzeyde konaklaması ile sonuçlandırılır. Öncel materyallerin kolayca sadeleştirilmesinin ardından, son mahsul muazzam bir katışıksızlık elde edilebilmektedir.
- Düşük hararetin uygulanması, yüksek hararete buğulaşmadan doğacak eksilmeleri menetmektedir. Düşük hararet kullanılması imkanıyla organik moleküller yahut boyar maddeler basitçe oksit jel ağına nüfuz ettirilmektedir. İşlenen organik grup jelleşmenin ardından değişmeksizin konakladığı için, metal organik ünitenin değişkeni neticisiyle nadide, çok miktarda yeni polimerler üretilmektedir.
- Katışıksız nesnelerin sıvı çözeltileri kullanılarak bağdaşıklaşmanın moleküler seviyeye ulaştırılması gerçekleştirilmiştir. Öncel nesnelerinin arılaştırılmasından ardından, en son mamul büyük saflıkta elde edilebilmektedir.
- Ekolojik ortam pisliliği mucip olup olgunlaşmadan prodüsiyon vücut bulur.

- Faaliyet teşekkülü zımnında sade kaplar ve muhit için atmosferik şartlar kâfidir.
- Atmosferik basınçta da yapılacak sentez maksadıyla üretim zorlu değildir ve muhasebesi de o ayarda indirilmiş olur.
- Doğal çözücü maddeler işletilmektedir.
- Doğru adlanmış gözenek hacim dağılımı ve büyük mekanik kararlılıklı objeler türetilmektedir.
- Üstün satıl alanına ve gözenekli katalizör prodüksiyon imkânı sunar.
- Desteklenmiş metallerin ısı istikrârının mükemmele ulaşması imkânlar dahilindedir.
- Sollerin kaymaya karşı dirençlerinin alçak olmaları zarif şümül filmlerinin düzenlemesini epeyce basitleştirmektedir.
- Değişik maddesel biçimlerde örnekleri oluşturmaya imkân bulunmaktadır (Sıyın, 2016; Lin ve vd. 1997).

3.1.2. Sol-Jel Prosesinin Dezavantajları

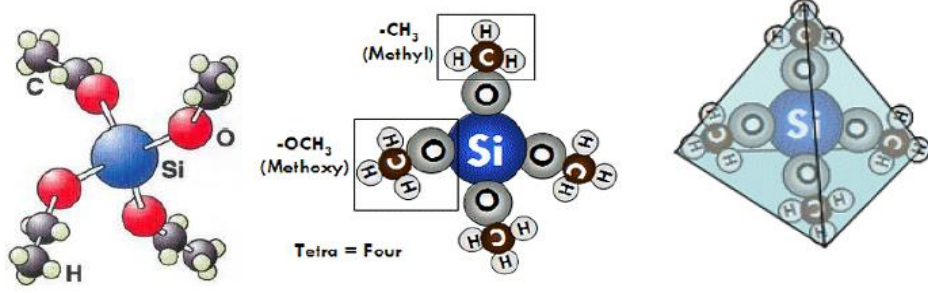
Yukarıda bahsedilen üstünlüklerin yanısıra, kuşkusuz bahse konu olan sürecin zayıf yönleri de bulunmaktadır. Fakat, zayıflıkların bir çoğu ötelenebilmektedir. Bunlar;

- Jelleşme aşamasında yahut jellerin sularının çekilmesi zaman diliminde aşırı kasılmaların meydana gelmesi,
- Oksit örgüsünde aşkın miktarda gözenegin mevcudiyetinin olması ve bunların kontrolü yapılamadığı hallerde sıkıntılara gerekçe olabilmeleri,
- Nitelikli ve randımanlı arojel oluşturmak amaçlandığı takdirde; aşırı yüksek hararetlerde bünyesindeki suyun çıkarılması yapılacağı için maliyetin yekûnlü olduğu ve yüksek sıcaklıklarda ansızın parlamalar yahut alev almaların görülebilmesi,
- Amaçlanmayan, ama deneyde meydana gelen organik ve hidroksil tortuların ayrışmasının meşakkatli olmasıdır (Sıyın, 2016; Lin ve vd. 1997).

3.1.3. Silika Arojel Üretimi

Prekürsör bileşikler, arojel sentezin başlangıç noktalarıdır ve bu nedenle nihai ürünlerin yapısı ve özelliklerinde belirleyici rollere sahiptir. Sol-jel prosesinde, ligand olarak adlandırılan metal ve yan gruplara bağlı olarak türe göre değişebilen metal alkoksit öncülleri kullanılır. Bir metal öncüsünün genel biçimi, M'nin bir silikon, titanyum, alüminyum ya da bir geçiş metali olabileceği $M(OR)_x$ 'dir; R, bir alkil grubudur ve x, metalin sahip olabileceği alkoksit gruplarının sayısı, işlevselliği ve moleküler konformasyonu (Brinker ve vd. 1990; Baetens ve vd. 2010; Binz ve vd.

2005). En yaygın alkil grupları tetra fonksiyonel silikon atomuna bağlı metil ve etil gruplarıdır. Böylece, tetraethoxysilane (TEOS) ve tetramethoxysilane (TMOS) sırasıyla $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ve $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ molekül formüllerine sahip olan en iyi bilinen silika aerojel öncü bileşiklerdir. Şekil 3.2, TEOS ve TMOS öncüllerinin moleküler yapılarını göstermektedir.



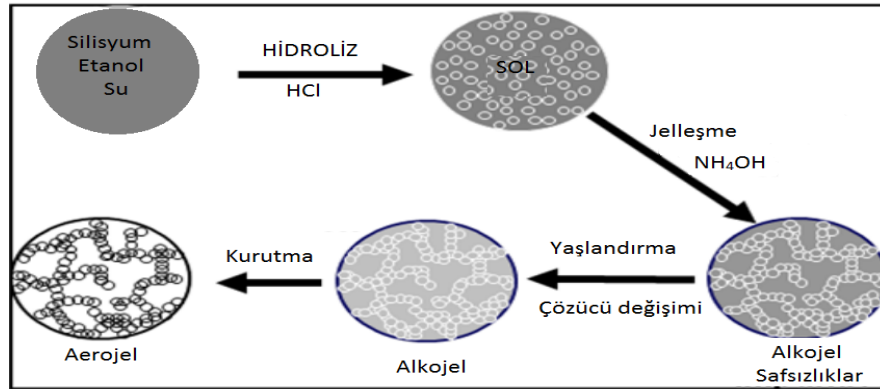
Şekil 3.2. Sırasıyla TEOS ve TMOS moleküler yapıları (Sanlı ve vd. 2013).

Silika aerojeller sol-jel tekniği kullanılarak genel anlamda 5 ana basamakta sentezlenmektedir. Bu ana basamaklar aşağıdaki şekilde gruplandırılabilir:

- Hidroliz,
- Yoğuşma,
- Yaşlandırma,
- Çözücü değişimi ve yüzey modifikasyonu,
- Kurutma.

Silika aerojel sentezinin temelini oluşturan sol-jel prosesinde meydana gelen kimyasal tepkimeleri ve mekanizmaları anlamak, aerojel kompozitleri geliştirebilmek için oldukça önemlidir. Dört alkoksit gruplarına sahip olan silisyum atomu dörtlü fonksiyoneller halinde birbirlerine bağlıdır. Dört alkoksit grubu, dipol momentlerinin iptali ile sonuçlanan üç boyutlu eşit aralıklarla yerleştirilir ve böylece polar olmayan ve suyla karışmayan bir yapıya ve dönüşür. Bu nedenle, hidroliz reaksiyonlarının gerçekleşmesi için, hem ön-madde hem de suyun karışabilir olduğu birlikte-çözücüye duyulan ihtiyaç ortaya çıkar. Yaygın olarak kullanılan yardımcı çözücüler, sırasıyla TEOS ve TMOS için etilalkol ve silikona bağlı alkil gruplarının alkolleridir. Yardımcı çözücüler, hidroliz reaksiyonu için öncünün ve suyun iyi karışabilirliği ve homojen karışımı sağlar (Baetens, 2010; Clyne,2006). Ayrıca, hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarını hızlandırmak için asit veya baz katalizörler yaygın olarak kullanılır. Şekil 3.3, iki adımlı asit bazlı katalizli silika aerojel üretimi için tipik bir sol-jel yolu göstermektedir. Aerojel hibrid materyallerin geliştirilmesi için sol-jel sürecinin altında yatan kimyanın anlaşılması gereklidir. Aynı zamanda aşağıdaki şekilde, sol-jel işleminin her bir adımı olan öncü bileşiğin hidrolizi, hidroliz ürünlerinin

yoğuşturulması, jelleşme, yaşılanma ve süperkritik kurutma gibi silis aerogel sentezinin adımları verilmiştir.

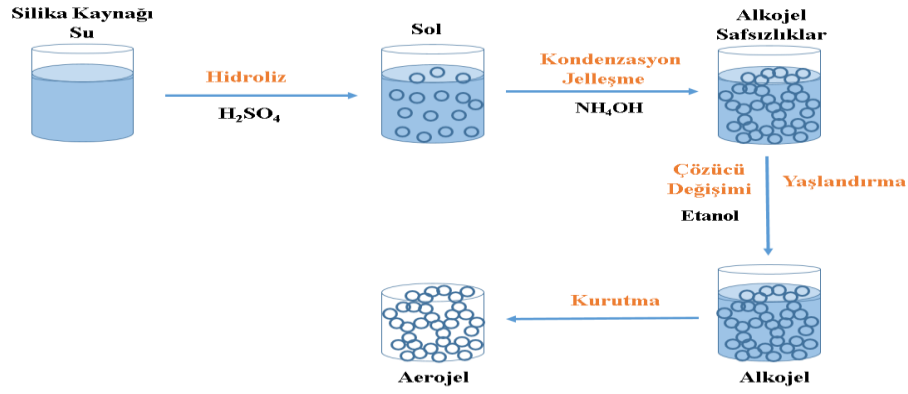


Şekil 3.3. Sol-jel yöntemi ile üretilen silika aerogel sentezinin şematik gösterimi (Sanlı ve vd. 2013).

3.1.4. Başlatıcılar, İkincil Çözücüler ve Katalizörler

Aerogel ilk olarak Steven Kistler tarafından 1931 yılında keşfedilmiştir. Yapılan bu ilk aerojellerde, başlatıcı olarak sodyum silikat çözeltisi kullanılmıştır. Cam suyu olarak da bilinen sodyum silikat çözeltisi için sodyum metasilikat yapısı seçilmiştir. Silika aerojeller sol-jel yöntemi ile sentezlenmektedir. Sol-jel hazırlamadaki ön ürün uygun bir çözücünde çözünen bir metal tuz/alkoksit veya oluşmuş solun kararlı bir koloidal süspansiyonu olabilir. Günümüzde daha çok Si(OR)_4 yapısındaki silikon alkoksit başlatıcılar tercih edilmektedir. Buradaki fonksiyonel grup olan R-CH_3 , $-\text{CH}_2\text{CH}_3$ gibi alkoller olabilir. Bazı durumlarda dört alkoksit grubu yerine bir veya iki alkil grubu da gelebilmektedir. Bu başlatıcılar arasında TMOS, TEOS, MTMS, MTES sayılabilir.

Metal alkoksitler parasal olarak azametli aralıkta eldesiyle ve solüsyon kimyasının iyi tanınması sayesinde sol - jel metoduyla yapılan sentezlerde yaygın kullanım alanı bulmuştur. Şekil 3.4 silika aerogel üretimi için gereken iki aşamalı asit-baz katalizörlü tipik sol-jel yöntemi basamaklarını içermektedir.



Şekil 3.4. İki aşamalı asit-baz katalizörlü sol-jel yöntemi

Alkoksitlerin asıl kullanım amacı yüksek reaktiviteleridir. Sentez sırasında su eklenmesi hidroliz ve kondenzasyon tepkimelerini kolaylaştırır. Hidroliz ve kondenzasyon tepkime hızlarının birbirine yakın olması gerekir. Bu tepkimeleri etkileyen değişkenlerin ürünün özelliği üzerine etkisi oldukça fazladır. Hidroliz ve kondenzasyon tepkime hızları pH'nın bir fonksiyonu olarak değişir ve oluşan jelin yapısı bu değere göre farklılık gösterir. Asidik koşullar altında hidroliz, kondenzasyondan daha hızlı olur ve ortaya çıkan jelde dallanma oranı düşüktür. Alkali koşullar altında ise, ortaya çıkan jelde çapraz bağlar oluşur. Kurutulan ve ısı işlemine tabi tutulan numuneler farklı yüzey fonksiyonlarına ve gözenek yapılarına sahip olurlar (Özdemir ve vd. 2004). Çapraz bağların oluşumu yüksek sıcaklıklarda bile çoğu gözenneğin bozulmadan kalmasını ve güçlü bir yapının oluşmasını sağlar (Lin ve vd. 1997).

Silika aerogeller; tetraetilortosilikat (TEOS), tetrametilortosilikat (TMOS), polietoksidisiloksan (PEDS) gibi değişik öncül materyalleri işleyerek terkiplenebilmektedir. TEOS kabilinde su ile beraber zor karışan maddeler çalıştırıldığında, katışığı homojenize kılmak maksadıyla aseton, alkol, dioksan benzeri değişik çözücüler işletilmektedir. Hidroliz edilmiş başlatıcı, ikinci aşamada bir asit çözeltisi ile kondense edilir ve silika alkojeller elde edilir. Hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri 20 asidik veya bazik koşullar altında yürütülür. Yaşlandırma ve solvent değişimi basamaklarının ardından elde edilen jeller kurutma işlemine tabi tutulur (Ülker, 2011; Özdemir ve vd. 2004; Frickle ve vd. 1997).

Alkoksitler görmemeye sebep olabilen toksik ve yüksek fiyatlı materyaller olan alkoksitlerin bu alehyte durumu ötelemek maksadıyla, günümüzde sıhate yıkıcı tesiri namevcut dahi pahalı olmayan silika menşei olarak sodyum silikat seçilmektedir. Farklı başlangıç maddeleri ve farklı işlem koşulları son ürün olarak elde edilen aerogelin monolit özelliğini, ışık geçirgenliğini ısı iletim katsayısını, gözenekliliğini ve yüzey alanını direkt olarak etkilemektedir (Lin ve vd.1997, Wagh, 1999). Başlatıcı içerisinde reaktif olmayan alkil gruplarını olması daha esnek silika

aerogeller elde edilmesini sağlayabilir (Rao ve vd. 2006; Budunoglu, 2012). Benzer şekilde reaktif olmayan ve yapıda sabit kalan hidrofobik gruplar barındıran başlatıcı veya ikincil başlatıcılar hidrofobik özellik gösteren silika aerogeller elde edilmesini sağlayabilir (Rao ve vd. 2006; Rao ve ad. 2003). Jelleşmeye etki eden diğer önemli değişken ise çözücü tipidir. Sıcaklığı değiştirmek yan tepkimelerin hız oranlarını değiştirebilir. Çözücü tipi ise alkoksitin doğasını değiştirebilir veya kondenzasyon tepkimesini doğrudan etkileyebilir.

Çözücüler genel olarak apolar, polar protik veya polar aprotik olmak üzere 3 grupta incelenebilmektedir. Örneğin; TEOS-su karışımı apolar çözeltiler ile homojen bir karışım vermez. Silika aerogeller için polar protik veya polar aprotik özellik gösteren alkoller, aseton, dimetil formamid veya dimetil sülfoksit gibi çözeltiler kullanılmalıdır. Ayrıca ikincil olarak kullanılan çözücünün türü ve miktarı sol karışımındaki hidroliz tepkimesi kinetiğini doğrudan etkilediğinden aerogelin tanecik boyutunu, monolit özelliğini, fiziksel özelliklerini ve ışık geçirgenliğini değiştirebilmektedir (Rao ve vd. 1994; Malay ve vd. 2013).

Hidroliz hızı katalizör yardımı ile artırılabilir. Silika aerogeller için iki çeşit üretim yöntemi bulunmaktadır. Tek adımlı sentezde, sadece asit veya sadece baz katalizörü kullanılmaktadır. İki adımlı sentezde ise, hem asit hem de baz katalizörleri kullanılarak hidroliz hızı değiştirilir ve bu sayede jelleşme zamanı kısaltılabilir (Enes, 2019). Şekil 3.5 farklı başlangıç malzemeleri ve tek/çift adımlı katalizör ile gerçekleştirilen tepkimelerin izlediği yolları göstermektedir.



Şekil 3.5. Tek basamaklı ve çift basamaklı sentez adımları (Enes, 2019).

Yapılan deneyler sonucunda, asit katalizörü tercih edildiğinde genel olarak hidroliz ve kondenzasyon tepkimelerinin mikro gözeneklere ve güçsüz kollara ayrılmalara illet olduğu ve gelişigüzel zincirlenmiş inşaalar olduğu görülmektedir. Asit ivdirgenlerine HNO_3 , HCl , H_2SO_4 , HF , asetik asit, oksalik asit, formik asit göstermelikleri sunulabilir. Baz ivdirgeni işe koşulduğunda sol dahilinde düzgün irtibat (network) teşekkülü kolaylıkla tahakkuk eder. Baz tezgenlerine emsal olarak NH_3 , NaOH , NH_4OH afişe edilebilir. Çift kademeli baz - asit ivdirgeni işlendiğinde

ise açığa çıkan kesişen tutturmaların çoğaldığı, silika jel içerisinde daha yoğun gözenek dağılımı ve mikro gözenekliliğin azaldığı gözlemlenmiştir (Li ve vd. 2014). Şekil 3.6 katalizör tipine göre ağ yapısında meydana gelen değişiklikleri göstermektedir.



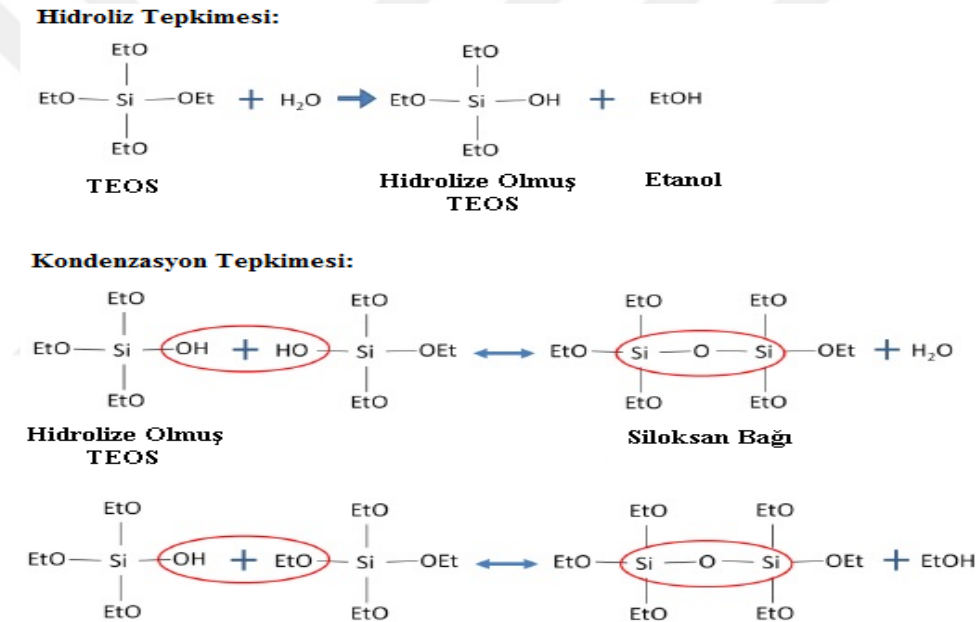
Şekil 3.6. Asit ve baz katalizörüne göre ağ yapıları (Li ve vd. 2014).

3.1.5. Hidroliz ve Kondenzasyon Tepkimeleri

Hidroliz tepkimesi esnasında çözücü içerisinde askıda kalmış süspansiyon halinde parçacıklar bulunur (Sol). Bu kolloidal parçacıkların büyüklükleri, çekirdeklenme ve büyüme mekanizmalarına bağlıdır. Kolloid parçacıklar elde edebilmek için, çekirdeklenme hızının büyüme hızından fazla olması gereklidir. Oluşan kolloid parçacıklar kimyasal bağlar, hidrojen bağları veya van der Waals etkileşimleri ile birbirlerine bağlanmaya ve çözücü içerisinde 3 boyutlu yapılar meydana getirmeye başlar (Jel). Son olarak viskozitesi yüksek, gözenekli ve ıslak jeller meydana gelir. Gözenekler içerisinde halen hidroliz olmamış başlatıcı molekülleri bulunabilmektedir. Bu yüzden hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri jel oluşuktan sonra da devam etmektedir (Pekala, 1989).

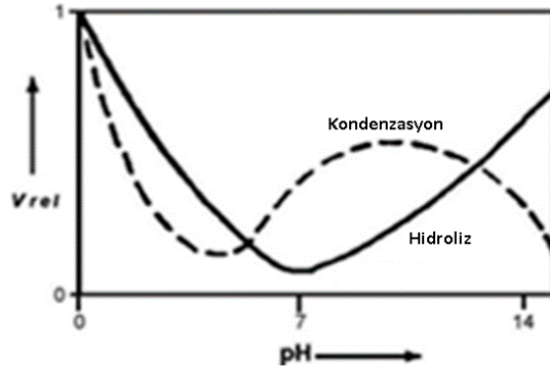
Hidroliz tepkimesi, su molekülünün içinde bulunan oksijen atomunun silikon atomu üzerine nükleofilik hareketi ile meydana gelir. Hidroliz tepkimesinin hızı kullanılan asit ve baz katalizörlerinin kuvvetli olup olmamasına ve derişimine bağlıdır. Mineral asitlerinin aynı derişimdeki baz katalizöre göre daha etkili olduğu bilinmektedir (Baetens ve vd. 2010). Hidroliz tepkimesi, pH ve katalizör tipi haricinde sterik ve endüktif etkiler, H_2O/SiO_2 oranı ve çözücü tipinden de kuvvetli şekilde etkilenir. Sterik etkiler başlatıcının hidrolitik stabilitesi üzerinde etkisini gösterir. Artan H_2O/SiO_2 oranı hidroliz tepkimesine katkıda bulunmasına rağmen, bu artış kondenzasyon tepkimesinin hızını düşürür. Çünkü su molekülü kondenzasyon tepkimesinin yan ürünüdür ve ürün yönünde artan etki, Le Chatelier prensibi gereği onu azaltmaya yönelik davranışı tetikler. Bu durum jelleşme süresinin uzamasına sebep olur (Baetens ve vd. 2010; Hüsing ve vd. 2000).

Kondenzasyon tepkimesi genel anlamda hidrolize olmuş veya olmamış silika başlatıcılarının polimerizasyon tepkimesi sonucu siloksan bağları ile bağlanması olarak açıklanabilir. Bu polimerizasyon tepkimesi ürün tipine bağlı olarak iki yoldan ilerleyebilir. Alkol üreten kondenzasyon tepkimesinde; hidrolize olmamış başlatıcı molekülü hidrolize olmuş başlatıcı molekülü ile tepkimeye girer ve bağlanma noktalarından bir alkol grubu meydana getirir. Diğer taraftan su üreten kondenzasyon tepkimesinde ise; iki hidrolize olmuş başlatıcı molekülünün birleşmesi söz konusudur (Baetens ve vd. 2010; Binz ve vd.2005). Şekil 3.7’de bu iki mekanizma açıklanmıştır. Tüm tepkimeler geri dönüşümlü olduğu ve anlık gerçekleştiği için kondenzasyon adımı sol-jel prosesinin en karmaşık adımıdır. Genellikle siloksan bağları oluşumu hidroliz işlemi tamamen tamamlanmadan başladığı için kondenzasyon tepkimeleri hidroliz aşamasında başlar.



Şekil 3.7. TEOS’un hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri (Malay ve vd. 2013).

Kondenzasyon tepkimeleri tercihen yüksek derecede kondense olmuş tanecikler arasında gerçekleşir. Öncelikle iki monomerin birleşmesi sonucu dimer oluşumu ve ardından birer birer monomerler eklenerek trimer ve tetramerler oluşumu gözlenmesinin yanında dimerizasyon hızı düşüktür. Kondense olmuş moleküller üzerine daha düşük molekül ağırlığına sahip türlerin bağlanmasıyla zincirler, ağlar oluşur ve ağda büyüme gerçekleşir (Baetens ve vd. 2010). Kondenzasyon tepkimelerinin hızı pH=1.5 değerlerinde minimum değerindeyken pH=7 yakınlarında maksimum değerine ulaşır (Leventis ve vd. 2002). Şekil 3.8 hidroliz ve kondenzasyon tepkimelerinin pH’a bağlılığını açıklamaktadır.



Şekil 3.8. Hidroliz ve kondenzasyon tepkimelerinin pH'a bağlılığı (Pekala ve vd. 1989).

3.1.6. Jelin Yaşlandırılması

Yaşlanma, bir jelin meydana gelişi ile çözgenin ötelenmesi aralığındaki vakiti ifade eder. Gözenek akışkanı jel örgüsünde kaldığı zaman zarfında, jel stabil değildir ve pek çok döngüye maruz kalır. Jelleşme sonrasında yapıda hala tepkimeye girmemiş alkoksil grupları ve kondense olmamış hidroksil grupları bulunduğu silika jellerin gözenekleri içerisinde kondenzasyon tepkimesi devam eder. Islak jelden gözenek sıvısının çıkarılması esnasında büzülme meydana gelen büzülme jelleşmeden sonra devam etmekte olan kondenzasyon tepkimeleri esnasında yeni bağ yapıları oluşumu olduğu içindir. Jelleşme gerçekleştikten sonra ıslak halde bulunan jeller uygun bir çözelti içerisinde yaşlandırılır. Yaşlandırma safhası, silika örgüsüne taze monomerlerin ilave edilmesi ile siloksanın kesişen bağlam mertebesinin yükseltilmesidir. Yaşlanma sürecinde meydana gelen aerogelin rijitlik ve dayanıklılık kıymeti büyümekte ve jel bağlamları güçlenmektedir.

Yaşlandırma mühleti, kuraklaştırma esnasında kısılmalar olmaması amacıyla en azda tutulmaya çabalanır. Yaşlandırma aşamasında sol'un inşası ile niteliklerini tetikleyen iki ayrı süreç arz etmektedir. Bahse konu iki reaksiyon aynı zaman aralığında fakat bambaşka tempolarda oluşabilen münhal silika taneciklerinin kaynaşarak tortulaşması oluşan büyüme ve küçük taneciklerin daha koca tanecikler üstlerine ilavesiyle meydana gelen büyümedir.

Yaşlandırma işlemi zarfında çözümleyen buharlaşması ağlar ara yerinde minik göcükler meydana gelmesine ve aerogelde kasılmalar vuku bulmaktadır. Bu tesiri ötelemek için iyonik sıvılar kabiline sakıt buhar basıncına nitelikli çözgenler işlenilmesi önemlidir. H_2O / $EtOH$ dahilinde işlendirilen yaşlandırma süreci yalnızca mekanik nitelikleri gelişmekle durmaz benzer vakitte göze batan tortulaşma peydahlanmaksızın ufak örgülü inşa teşekkülünü de indirger (Ülker, 2011).

Yaşlandırma adımı farklı pH, sıcaklık, basınç ve çözelti derişimi kullanılarak gerçekleştirilebilir. Yaşlandırma esnasında çapraz bağlanma, büzülme, büyüme,

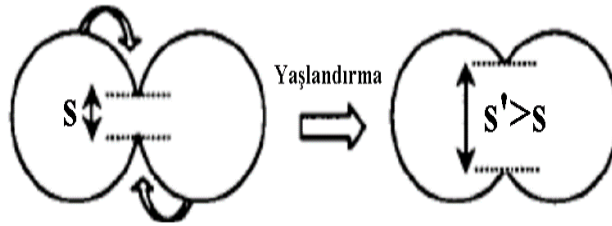
olgunlaşma ve faz değişimi gerçekleştiğinden; ıslak jellerin yapı ve özellikleri hem kimyasal hem de fiziksel olarak değişikliğe uğrar (Baetens ve vd. 2010; Leventis ve vd. 2002; Capadona ve vd. 2006).

Yaşlandırma en etkili mekanizmalar sertleşme ve büzülmedir. Büzülme, hidroksil ve alkoksit grupları arasında zayıf etkileşimler yerine yeni bağlar oluşmasından kaynaklanır. Çökmeler sadece iki hidroksil veya alkoksit molekülü çapından daha küçük çapa sahip olan gözeneklerde gözlenir. Büyük gözeneklerde, bu yüzey grupları birbirleri ile etkileşecek kadar yakında bulunamazlar. Şekil 3.9 yaşlandırma esnasında meydana gelen çökmeleri göstermektedir (Baetens ve vd. 2010).



Şekil 3.9. Yaşlandırma esnasında meydana gelen çökme durumu (Baetens ve vd. 2010).

Büyüme ve olgunlaşma evresinde, malzeme büyük taneciklerin yüzeyinden başlayarak çözünür ve taneciklerin birbirleriyle birleşmiş halde bulunduğu dar boynular üzerinde birikmeye başlar. Bu aşama, gözenek şekilleri ve büyüklüklerine etki ettiği gibi katı yapının güçlenmesini sağlar. Şekil 3.10 büyüme ve olgunlaşma evrelerini açıklamaktadır (Baetens ve vd. 2010).

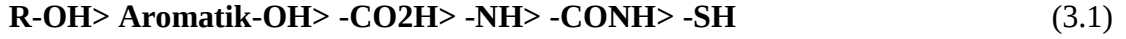


Şekil 3.10. Büyüme ve olgunlaşma evreleri (Baetens ve vd. 2010).

Yaşlandırmanın bir diğer etkisi faz değişimi meydana gelmesidir. Jelleşme çok hızlı bir şekilde gerçekleştiğinde veya su ile karışabilirliği birbirinden farklı olan birden fazla başlatıcı kullanıldığında gözenekli aerojellerde tepkimeye girmemiş başlatıcılardan kaynaklanan izole bölgeler oluşur. Yaşlandırma çözeltisinde gereğinden fazla kalan aerojellerdeki bu bölgeler yapı içinde tepkimeye girip farklı yapı veya içeriğe sahip yeni malzemelerin oluşmasına neden olabilir (Baetens ve vd. 2010). Özet olarak yaşlandırma aşaması silika jellerin mekanik özelliklerini geliştirir ve kuruma sonrasında monolit halinde çatlaksız aerojeller elde edilmesini sağlar.

3.1.7. Çözücü Değişimi ve Yüzey Modifikasyonu

Yüzey modifikasyonu ilgili yüzeylerin fiziksel, kimyasal ve/veya biyolojik özelliklerini değiştirmek için çeşitli alanlarda sıkça kullanılmakta olan bir yöntemdir. Yüzeylere pürüzlülük, yüzey enerjisi, korozyon direnci, biyolojik fonksiyonellik, reaktivite, hidrofilik, elektronik, mekanik, manyetik özellikler kazandırmak gibi geniş bir yelpazede kullanım olanağı bulunan farklı yüzey modifikasyon yöntemleri mevcuttur. Farklı fonksiyonel gruplar içeren silanlama ajanlarının reaktiviteleri aşağıdaki şekilde sıralanabilir:



Yüzey modifikasyon uygulamalarında yerine getirilmesi gereken birinci öncelik; istenen özelliğin ilgilenilen yüzeyin veya yüzey üzerinde belirlenmiş bir bölgenin tamamında muntazam bir şekilde elde edilebilmiş olmasıdır. Homojen bir yüzey karakteristiği elde edilebiliyor olması yüzey modifikasyonun geleneksel yöntemlere göre öne çıkan özelliğidir.

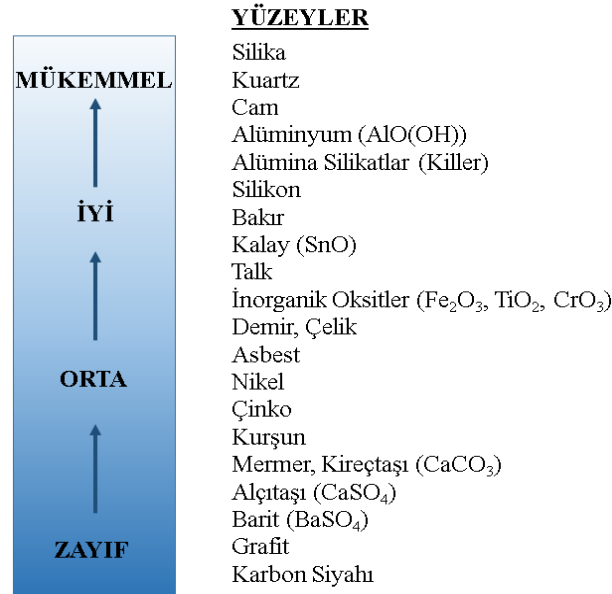
Silanlama, yüzeylere yeni özellikler kazandıran yüzey modifikasyonu yöntemlerinden en yaygın olarak kullanılanıdır. Silanlama ajanları boya ve yapışkanların ışık geçirgenliğini ve inorganik yüzeylere tutunma özelliklerini arttırmak ve viskozitesini düşürmek için kullanılır. Ayrıca yarı iletken enkapsülantlar ve düz ekranlar gibi elektrik uygulamalarında da kullanılmaktadır. Otomotiv sanayiinde; silika ile güçlendirilmiş lastikler, yüksek molekül ağırlıklı kauçuklar, hava koşullarına dayanıklı boyalar ve yeni nesil malzeme üretim teknolojilerinde kullanılmaktadır. Enerji uygulamalarında; güneş panellerinde kullanılan reçinelerde ve rüzgâr enerji sistemlerinde kullanılan hibrit malzeme üretimlerinde kullanılır. Silanlama ajanlarının kullanımına yönelik ilgi yapı sektöründe de gün geçtikçe artmaktadır. Bu ajanlar boya, sıva ve alçılar içine katılarak su geçirmezlik özellik kazandırmak, ayrıca dış cephe boyalarının kalıcılığını sağlamak için kullanılmaktadır. Özelliklerdeki iyileştirmeler kadar araştırma ve uygulama alanlarının çeşitliliği de silanlama ajanlarının günümüzdeki önemini arttırmaktadır (Plueddemann, 2013).

Silanlama işlemi; organik ve inorganik malzemelerle güçlü bağlar kurma özelliği bulunan reaktif gruplar içeren silan bazlı malzeme ile yüzeyin temas etmesiyle gerçekleştirilmektedir. Temas sırasında; silanlama ajanı yüzeydeki silikon ile bağ yapabilecek gruplar sayesinde tepkimeye girer. Yüzeyi silanlamak için yüzeyi yüksek sıcaklıkta silan buharına maruz bırakmak ve yüzeyi sıvı halde bulunan silanlama ajanının içerisinde bırakmak olmak üzere iki yol izlenebilir:

Yüzeyi yüksek sıcaklıkta silan buharına maruz bırakma durumunda; çalışma sıcaklıklarında yüksek buhar basıncına sahip bir silanlama ajanı kullanmak gerekir. Gaz

faz işlemleri uçucu organosilanlar ile sınırlıdır. Yüzeyi sıvı halde bulunan silanlama ajanının içerisinde bırakma durumunda ise; düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Düşük sıcaklıklarda silanlama ajanı ile yüzey arasında doğrudan tepkime gözlenmiyor olmasına rağmen, proses yüksek sıcaklık gerektirmediği için buhar faz yönteminden daha avantajlıdır (Tripp ve vd. 1992; Tripp ve vd. 1992).

Şekil 3.11 silanlama ajanlarının çeşitli yüzeyler üzerindeki etkinliğini açıklamaktadır. En iyi etkinlik silika esaslı malzemelerde olduğundan aerojellere silanlama ajanı ile yüzey modifikasyonu yapmak oldukça başarılı sonuçlar vermektedir. Silika aerojeller birbiri içerisinde geçmiş SiO_4 grupları içerir. Yapı, gözenek yüzeylerinde oksijen atomlarıyla Si-O-Si veya Si-OH grupları oluşturacak şekilde tepkimeler verir. Aerojellerin polarlığı ve reaktivitesi oluşan bu yüzey gruplarının birbirleriyle etkileşimi sonucu ortaya çıkan hidrojen bağları oluşumuna bağlıdır. Yüzeyde -OH grupları olması aerojellere hidrofilik özellik kazandırır. Aerojellerin hidrofilik olması; su buharı adsorpsiyonunun gözenek yapısını bozması ve kullanım ömrünü kısaltması nedeniyle olumsuz bir özellik olarak nitelendirilir. Bu sebeple; Aerojellerin yüzey modifikasyonu genellikle yapıya hidrofobik özellikler kazandıracak fonksiyonel gruplar barındıran silanlama ajanları ile gerçekleştirilir.



Şekil 3.11. Silanlama ajanlarının inorganik malzemeler üzerindeki etkinliği (Arkels, 2006).

Ayrıca, aerojellerin farklı uygulamalarda da kullanılabilmesi (örneğin; bir katalizörün aerjel yüzeyine tutunmasını sağlayacak fonksiyonel bir grubun aerjеле bağlanmasını sağlamak) amacıyla yüzey modifikasyonu yapılabilmektedir (Baetens ve vd. 2010; Binz ve vd. 2005).

3.1.8. Çözücünün Uzaklaştırılması

Kurutma işlemi esnasında gözenekler içerisindeki sıvı uzaklaştırılarak hava ile yer değiştirilir. Aerojel üretiminde mevcutta kullanılan 3 çeşit kurutma yöntemi vardır:

- Dondurarak Kurutma,
- Süperkritik Kurutma,
- Ortam Basıncında Kurutma.

Kurutma, esas olarak sıvının havayla değiştirilerek gözeneklerden uzaklaştırılması ve sol-jel işleminin en önemli adımlarından biridir. Üretilen jellerin nano boşluklu yapısı nedeniyle, dolgu sıvısının uzaklaştırılması, gözenek yapısını bozarak modifiye edilmiş malzeme özelliklerine yol açtığından kuruma genellikle sorunludur. Kurutma esnasında gözenek yapısının tahrip edilmesi sıvı-gaz fazı sınırından dolayı gözeneklerde oluşan kılcal gerilmelerden dolayı meydana gelir. Bu değişiklikler, gözeneklerin çökmesi, makroskopik jel yapısındaki çatlaklara yol açabilir. Bu bozulma daha küçük gözeneklerde daha belirgindir çünkü elde edilen kılcal gerilmeler gözenek boyutuyla ters orantılıdır (Du ve vd. 2009; Ülker, 2011; Özdemir ve vd. 2004). Dolayısıyla temelde sıvının gözeneklerden buharlaşması olan alkojellerin ortamda kurutulması önemli ölçüde büzölmeye ve jel yapısındaki muazzam değişime neden olur.

3.1.9. Dondurarak Kurutma

Dondurarak kurutma yöntemi, dondurulmuş yapıdan su veya başka bir çözücünün uzaklaştırılması işlemi olarak açıklanabilir. Bu proses esnasında süblimleşme gözlenir. Süblimleşme esnasında donan sıvı yeniden sıvı haline gelmeden direk gaz dondurarak kurutma işlemi 3 basamakta gerçekleşir; öncelikle malzeme tümüyle dondurulur, sonrasında öncül kurutma gerçekleştirilir, ardından ikincil kurutma ile işlem sonlandırılır.

Dondurma işlemi esnasında, jel buzdolabında bekletilerek veya sıvı azot aracılığı ile tamamen dondurulur. Jeller, katı gözenekli ağ yapısı içerisinde sıvı çözücüler bulunan sistemlerdir. Hızlı soğutma esnasında jel içerisinde küçük buz kristalleri oluşur. Bu buz kristalleri, mikroskobik yapıyı korumak için önemli olmakla beraber oluşan donmuş ürünün kurutulması işlemini zorlaştırmaktadır. Yavaş soğutma işlemi uygulanırsa, kurutma işlemi için daha uygun koşullar sağlayan büyük buz kristalleri oluşur.

Sıcaklık ve basınç, aerojel içindeki süblimleşmesi gereken tüm donmuş çözücü içeriğini uzaklaştırabilecek şekilde ayarlanmalıdır. Öncül kurutma düşük sıcaklık ve basınçta gerçekleştirilir ve sonucunda kuru ve yapısal olarak sağlam bir ürün elde edilir. Seçilen optimum sıcaklık, jeli dondurmaya ve jelin maksimum buhar basıncını

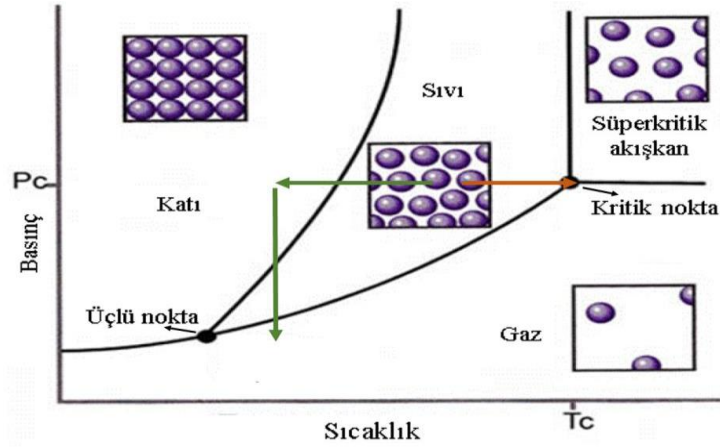
sağlamaya uygun olmalıdır. Ürünün bulunduğu ortamdaki basıncı düşürmek için sistem içerisinde bir vakum pompasına ihtiyaç vardır. Ayrıca, donmuş üründen süblimleşerek uzaklaşan nemi toplamak üzere tasarlanmış soğuk tuzak içeren bir toplama sistemi mevcuttur. Toplama sistemi yoğuşabilecek olan bütün gaz içeriğini toplar; vakum pompası ise yoğuşamayan diğer gazları ortamdan uzaklaştırmak içindir. İkincil kurutma ise, jeli tamamen kurutmak ve içerisinde kalan nem kalıntılarından da arındırmak içindir (ISPLC, 2021).

3.1.10. Süperkritik Kurutma

Süperkritik kurutma silika aerogellerin gözenekleri içerisindeki çözücüyü jele zarar vermeden uzaklaştırabilmek için en çok tercih edilen yöntemdir. Süperkritik akışkanlar tek fazlıdır ve sıvı-buhar ara yüzeyi yoktur. Bu sayede kuruma esnasında yüzey gerilim olmaz ve kapiler kuvvetler yok edilmiş olur. Silika aerogel yapısı kurutma sonrasında bu sayede korunabilmektedir.

Öncelikle süperkritik şartlardaki madde ile çözücü yer değiştirilir. Nice organik çözümler 300 °C ila 600 °C aralığındaki yüksek kritik hararetlerde, 50 atm ila 100 atm aralığındaki kritik basınç uygulamak tehlikeli, tutuşucu dahi parlayıcı nitelikleri vardır. Bu kısıtlarla yüksek sıcaklıkta süperkritik kuraklaştırma olağanüstü emniyet tedbirlerine ihtiyaç duyar (Baetens ve vd. 2011). Uygulama ile kuraklaştırma harareti ve basıncı çözgenin kritik suhnet ve tazyikinden yüksek olmalıdır (Li ve vd. 2008).

Süperkritik kuraklaştırma, gözeneklerdeki faz sınırını dahi dolayısıyla kılcal stresleri ortadan kaldıran en etkili ve zararsız tekniktir. Gözeneklerin içinde en yaygın olarak alkol bulunan ıslak jel, süperkritik durumda solvent ile temas ettirilir. Bu temas üzerine, gözenek sıvısı, tek fazlı bir ikili karışım oluşturan süperkritik akışkan içinde çözülür. Gözenek sıvısı, taze süper kritik akışkanın sürekli akışı ile gözeneklerden boşaltılır. Son olarak, sistemdeki basınç düşürülerek gözeneklerin içindeki jeller gaz haline dönüşür. Proses boyunca hiçbir faz sınırı yaşanmadığından, gözenek sıvısının uzaklaştırılması aerogel yapısını bozmadan başarılıdır (Ülker, 2011;Özdemir ve vd. 2004). Nispeten toksik olmayan ve ucuz olan CO₂, süperkritik kurutma işlemlerinde alkoller için iyi çözündürme gücüne sahip olması nedeniyle en çok kullanılan solventtir. Buna ek olarak, CO₂, 304 K kritik sıcaklık ve 74 barlık bir kritik basınç ile kolayca erişilebilen hafif kritik koşullara sahiptir (Şekil 3.12).



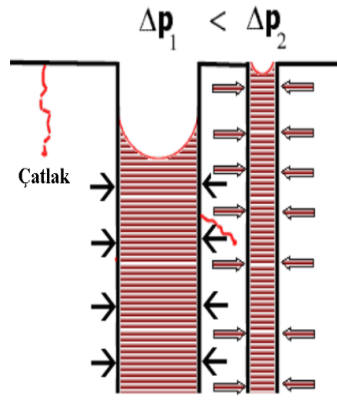
Şekil 3.12. Karbondioksit ile düşük sıcaklıkta süperkritik kurutma (Ülker, 2011).

3.1.11. Ortam Basıncında Kurutma

Aerojellerin süperkritik koşullarda istihsalın faik yekûnlü kalması ile tutuşucu ve patlayan niteliği gibi yitirimleri bulunmaktadır. Bir yandan maliyetleri indirgemek diğerk yandan kullanımını daha güvenli hale getirmek amacıyla, atmosferik basınçta kurutma işlemi son zamanlarda yaygınlaşmaya başlanmış ve başarılı sonuçlar elde edilmiştir (Ülker, 2011). Bu yöntemin en büyük dezavantajı ise, evaporasyon esnasında gözenek duvarları üzerine binen kapiler kuvvetlerdir. Bu kuvvetler jel yapısında büzülme ve çökmeler olmasına yol açmaktadır.

Yaşlandırma adımı sonrasında gözenekler içerisindeki sıvı su içermeyen bir çözücü ile yer değiştirilir. Ortam basıncında kurutma ile elde edilen silika aerojellerin fiziksel ve hidrofobik özellikleri çözücü değişimi ile doğrudan ilişkilidir. Kurutma basamağı öncesinde silika aerojeller hidrofobik özellik göstermektedir. Hidroksil grupları üzerindeki hidrojen atomları hidrofobik gruplarla yer değiştirir. Bunun için silanlama ajanı olarak; trimetilklorosilan (TMCS), heksametildisilazan (HMDZ), heksametildisiloksan (HMDS) vb. gibi kimyasallar kullanılabilir (Jensen ve vd. 2004).

Ortam basıncında kurutma esnasında, gözenekler içerisindeki sıvının sıvı-buhar arayüzeyinde yarattığı yüzey geriliminden dolayı ağ yapısına kapiler kuvvetler etki eder. Silika aerojellerin mekanik dayanımı çok düşük olduğu için, kurutma esnasında meydana gelen bu kuvvet karşısında yapı kendini koruyamaz ve kuvvet gözenek duvarlarında birikir. Bunun sonucunda kurutma esnasında aerojel yapısında çatlaklar meydana gelir. Oluşan kapiler kuvvetler gözenek büyüklüğüyle ters orantılı olduğundan küçük gözenek yapısına sahip silika aerojellerde bu çatlaklar daha çok görülür. Şekil 3.13 sıvı-buhar arayüzündeki gerilmeleri göstermektedir (Baetens ve vd. 2010; Leventis ve vd. 2002; Capadona ve vd. 2006).



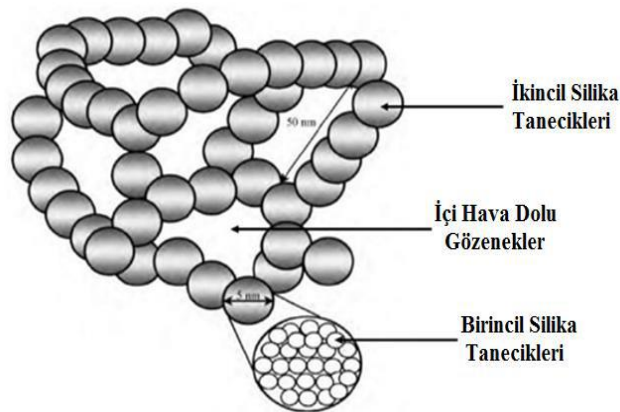
Şekil 3.13. Ortam basıncında kurutmada meydana gelen kapiler kuvvetler (Capadona ve vd. 2006).

Güvenlik ve maliyet avantajı konularından dolayı yapılacak sentezlerde farklı sıcaklık ve yöntemler eşliğinde ortam basıncında kurutma yöntemi kullanılmıştır.

3.1.12. Silika Aerojellerin Yapısı ve Özellikleri

3.1.12.1. Yüzey ve Gözenek Özellikleri

Silika arojellerin katı iskeletleri ikincil silika tanecikleri olarak adlandırılan ve büyüklükleri 5-10 nm mertebelerinde olan rastgele şekilde dizilmiş küreciklerden oluşur. Her bir ikincil silika taneciği ise birincil silika taneciği olarak adlandırılan kendinden çok daha küçük boyutlarda, gözenek içermeyen yoğun silika taneciklerinden oluşur. İkincil silika tanecikleri arasındaki içi hava ile dolu olan boşluklar ise nano boyuttaki gözeneklerdir. Şekil 3.14 birincil ve ikincil silika taneciklerini göstermektedir (Şanlı, 2014).



Şekil 3.14. Silika arojellerin nano boyuttaki yapısı (Şanlı, 2014).

Silika aerojellerin yüzey alanı literatürde genellikle 600-1000 m²/g arasındadır. Bu değerler başlatıcı tipi, çözücü tipi, yüzey modifikasyon ajanı ve kurutma yöntemine bağlı olarak değişebilmektedir. Gözenek çapı 2 nm'den küçük olan yapılar mikrogözenek, 2-50 nm arası olan yapılar mezogözenek ve 50 nm' den büyük olan yapılar ise makrogözenek olarak adlandırılır. Silika aerojeller genellikle üç gözenek tipinde de gözenekler bulundurmakla beraber ağırlıklı olarak mezogözeneklidir. Silika aerojeller yüksek gözenekliliğe sahip malzemelerdir. Üretim yöntemine bağlı olarak %99'a varan değerlerde gözeneklilik elde etmek mümkündür.

Silika aerojeller açık hücreli yapıdadırlar ve gözenekler içerisinde bulunan akışkan ağ yapısı boyunca hareket edebilmektedir. Silika aerojellerin yüzey alanı ve gözenek özelliklerini belirlemek için genellikle Civalı Porozimetre (Mercury Intrusion Porosimetry-MIP), Isıl Porozimetre (Thermoporometry-TPM) ve Azot Adsorpsiyon/Desorpsiyon (Nitrogen Adsorption/Desorption-NAD) teknikleri kullanılır. Numune hazırlama aşamasında silika aerojellerin elektriksel yalıtkanlığından dolayı elektrostatik yüklenmeleri zor olmasına rağmen, Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscopy-SEM) ve Geçirimli Elektron Mikroskobu (Transmission Electron Microscopy-TEM) tanecik ve gözenek boyutları hakkında daha fazla bilgi sahibi olmak için kullanılan diğer önemli karakterizasyon cihazlarıdır. Ayrıca, aerojeller istenen şekil ve büyüklüklerde üretilebilecek monolitik özellik göstermektedirler. Tüm iyi özelliklerinin yanında aerojellerin en önemli dezavantajı yapılarının mekanik yük kaldıramayacak kadar kırılgan olmalarıdır. Bu da aerojellerin üretim ve işleme süreçlerinde zorluk yaşanmasına sebep olmaktadır. Bu problem aerojelleri bir polimer ile destekleyerek veya fiber matris içine emdirerek mekanik özelliklerinin geliştirilmesi sayesinde çözülebilmektedir (Ülker, 2011).

3.1.12.2. Isıl Özellikleri

Aerojellerdeki ısı transferi endüstriyel uygulamalarda olduğu kadar bilimsel araştırmalar için de çözülmesi gereken önemli bir konu olmuştur. Aerojellerdeki ısı transfer olayı, yüksek gözenekli yapıdan dolayı devamlı ve tek bir faza sahip malzemelere göre çok daha karmaşık bir mekanizmaya sahiptir. Geleneksel ısı transfer teorileri aerojellerdeki ısı transferini açıklamaya yeterli gelmediği için yeni yaklaşımlar türetilmiştir. Aerojellerdeki ısı transfer mekanizmasını açıklamak için gözenekli yapıların ısı transferine etkilerinin ve aerojellerin yapısal özelliklerinin tam anlamıyla bilinmesi gerekir. Bu bölümde ısı transfer mekanizmaları ve yapısal değişkenlerin ısı transfer mekanizmalarına etkisi anlatılmıştır.

Gözenekli malzemelerin toplam ısıl iletkenliği; katı iskeleti üzerinden ilerleyen iletkenlik, gaz moleküllerinden kaynaklanan iletkenlik ve radyasyon bileşenlerinden oluşur. Katı malzemeler arası kondüksiyon mevcut iken; gaz iletkenliği gaz

taneciklerinin kondüksiyonu ve konveksiyonu olmak üzere iki aşamada incelenmelidir. Denklem toplam ısı iletkenliği veren ifadeleri açıklamaktadır (Al-Ajlan, 2006).

$$\lambda_T = \lambda_K + \lambda_R + \lambda_C + \lambda_{CK} \quad (3.2)$$

λ_T = Toplam ısı transferi.

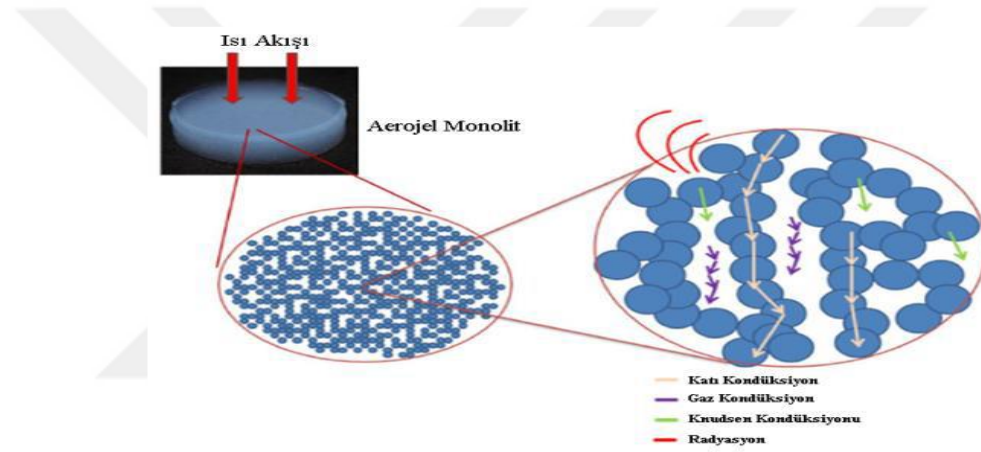
λ_K = Katı iskelet boyunca ilerleyen kondüksiyon.

λ_R = Gözenek yüzeyleri arasındaki radyasyon.

λ_C = Malzemenin gözenekleri içerisindeki gaz kondüksiyonu.

λ_{CK} = Gözenekler içerisinde bulunan havanın konveksiyonu.

Şekil 3.15 gözenekli malzeme içindeki farklı ısı transfer mekanizmalarının şematik gösterimidir.



Şekil 3.15. Aerojel ısı transfer mekanizması

3.1.12.3. Optik Özellikler

Nispetsiz öncül materyalleri işe koşarak tespit edilebilen silika aerogeller, çok düşük ısı iletkenliklerinden dolayı çok iyi bir yalıtım özelliği ve görünür bölgede yüksek ışık geçirgenliği gösterir. Silika aerogelin ışık geçirgenlik, yüksek enerji fiziğiyle meşgul olan bilim insanlarınca Cherenkov ışıma algılayıcılarında genel itibarıyla işlenilmektedir. Öteki tarafta aerogellerin optik şeffaflık ve çok düşük ısı iletimi niteliğinden ötürü çift tabakalı cam imalatında da kullanımı mevcuttur. Aerogellerin mikro yapısı ışığın dalga boyuyla karşılaştırıldığında daha minik dalga boyutuna sahipliği gözlenmektedir (Jensen ve vd. 2004; Jensen ve vd. 2005). Kurutma sonrası ısıtmak, silanlama ajanı kullanmak, ortam basıncında kurutma prosesi için çözücü değişimi yapmak ve sol-jel parametrelerini değiştirmek silika aerogelin ışık geçirgenliğini etkileyen önemli değişkenlerdir. Silika aerogelin mikro yapısı, gözenek büyüklüğü ve tanecik büyüklüğü görünür ışığın dalga boyu ile karşılaştırılabilir.

Geçirgenlik özelliği ışığın yığın ve yüzey saçınımından dolayı azalmasına rağmen silika molekülleri görünür ışığı absorblamaz, aksine görünür bölgede radyasyona karşı yüksek geçirgenlik özelliği vardır. Işık saçınımı arttıkça aerogeller bulanık bir görünüme bürünür. Tanecik büyüklükleri gelen ışığın dalga boyundan küçük ise yığın (Rayleigh) saçınımı gözlenir ve Rayleigh saçınımından dolayı ışık yoğunluğunun azalması Rayleigh-Gans Teorisi ile açıklanır. Homojen olmayan içerikler ve saçınım merkezleri Rayleigh saçınımına sebep olur. Silika aerogel içindeki gözenekler ve bir araya gelen tanecikler saçınım merkezi haline gelir ve hem gözenek hem de tanecik büyüklükleri görünür ışığın dalga boyundan küçük olur. Saçınım merkezlerinin büyüklükleri sol-jel değişkenlerine bağlı olarak kontrol edilebilir. Yüzey saçınımı ise genellikle silika aerogel yüzeyinin pürüzlülüğünü etkiler (Platzer ve vd. 1993; Beck ve vd. 1989).

3.1.12.4. Mekanik Özellikler

Silika aerogeller düşük yoğunluk, yüksek gözeneklilik gibi üstün özellikleri ile oldukça ilgi çeken yeni nesil bir malzemedir. Bu özellikler silika aerogel için avantaj sağlamakla beraber mekanik olarak güçsüz bir yapı oluşmasına da neden olmaktadır. Bazı durumlarda aerogelleri yapısına zarar vermeden işlemek imkânsız hale gelmektedir. Mekanik dayanımı arttırabilmek için silika aerogeller başlatıcı, çözücü ve su içeren ana çözelti içerisinde yaşlandırılır, kompozit silika aerogellerde ise ikincil ve/veya üçüncül fonksiyonel bileşikler veya polimerler yapı içerisine katılır. Ayrıca fiber yapı içerisinde jelleşme gerçekleştirilerek aerogelin fiber matrisi içinde mekanik mukavemet kazanması sağlanabilmektedir (Scherer ve vd. 1996- Parmenter ve vd. 1998). Silika aerogellerin sertlik, basma mukavemeti, kayma gerilmesi ve kırılma/çatlama özellikleri araştırılarak yapısı hakkında daha detaylı bilgi sahibi olunabilir. Üç noktalı eğme metodu ve Dinamik Mekanik Analiz (DMA) ile silika aerogellerin mekanik özellikleri belirlenebilmektedir.

3.2. Deneysel Yöntem

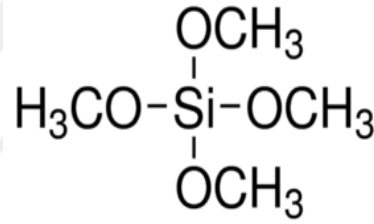
Aerogel sentezi, gözenekleri sıvı ile dolu gözenekli bir yapıya sahip bir jelin oluşturulmasıyla başlar. Jelin ağ yapısını değiştirmeden gözeneklerdeki sıvı havayla değiştirildiğinde aerogel elde edilir. Aerogellerin mikro yapısını kontrol etmek hem de baz hidrolizini birleştirme kabiliyetinin avantajını kullanabilmek için iki aşamalı sol-jel yöntemi seçilmiştir. Çalışmada, ilk aşamada silika öncül kaynağı olarak TMOS kullanılarak NH_4OH baz katalizörü kullanılmıştır. Benzer çalışmalar literatürden incelenerek başlangıç deney koşulları belirlenmiştir. Deneyin ikinci aşamasında TEOS kullanılarak NH_4OH baz katalizörü ve NH_4F katalizörü kullanılmıştır. Yapılan deneysel araştırmalar kapsamında aerogel sentezini etkileyen parametreler incelenmiştir.

3.2.1. Kullanılan Başlangıç Malzemeleri

Silika aerojel türetiminde işlenilen materyaller ve özellikleri aşağıda verilmiştir:

TMOS ($\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$): Aerojel sentezinde silikanın kaynak maddesi olarak Sigma-Aldrich marka TMOS kullanılmıştır. Tetrametil ortosilikat, $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ formülüne sahip kimyasal bileşiktir.

Bu molekül, bir silikon atomuna bağlı dört metoksi grubundan oluşur. Temel özellikler, hidroliz, etanol ürünü, metanolden daha az toksik olduğu için genellikle tercih edilen daha popüler tetraetil ortosilikat ile benzerdir. Öncelikli olarak elektronik endüstrisine göre tedavi materyali olarak izolasyon malzemeleri ve optik cam ve silikon eldesi için ajan pıhtılaştırıcı olarak işlenir. Bahse konu ürün, ısıya mukavemetli kimyasal dirençli kaplamalar, silikon çözücü ve hassas döküm yapıştırıcı materyallerin üretilmesi için de kullanılabilir. Organik sentezlerde genel olarak kullanılan bir ara madde de budur.

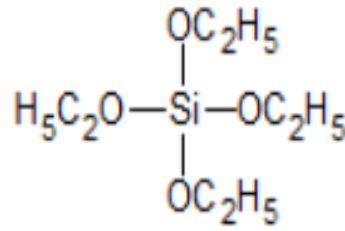


Şekil 3.16. TMOS ($\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$) kimyasal bileşik hali

Formülü	: $\text{SiC}_4\text{H}_{12}\text{O}_4$
Yoğunluk	: 1,03 g/cm ³
Molar kütle	: 152,22 g/mol
Kaynama noktası	: 122 ° C
Kimyasal formül	: $\text{SiC}_4 \text{H}_{12}\text{O}_4$
Molar kütle	: 152.25 g/mol
Erime noktası	: 4 - 5 ° C
Kaynama noktası	: 121 - 122 ° C
Buhar basıncı	: 12 mmHg (25 ° C)
Tehlikeler	: Toksik
Alevlenme noktası	: 96 ° C

TEOS ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$): Aerojel sentezinde silikanın kaynak maddesi olarak Sigma-Aldrich Aldrich marka TEOS kullanılmıştır.

Tetraetoksisilan olarak adlandırılan ve kısaltılmışı TEOS olarak adlandırılan tetraetil ortosilikat, $Si(OC_2H_5)_4$ formülüne sahip kimyasal bileşiktir. TEOS, suda çözünen renksiz bir sıvıdır. TEOS, ortoilsik asit $Si(OH)_4$ 'in etil esteridir. Silikonun en yaygın alkoksitidir. Özellikle duyarlı dökümü için, kimyasal ve ısıya mukavemetli kaplamalar organosilisyum çözücüler ve yapıştırıcılar üretiminde kullanılır. Doğal taş veya diğer inşaat malzemeleri uygulandığı vakit alt - tabaka mukavemetini artırır bağlayıcı (SiO_2) benzeri bir silis - jel oluşturur. Tetraetoksisilan boyalar ve diğer yüzey modifikasyonu uygulamaları için silikon reçinelerin polimerizasyonda kullanılır. Aynı zamanda, sol - jel işlemi için bir ara maddedir. Silikon makromoleküler bileşiklerin yapılması için kullanılan bir malzemedir.



Şekil 3.17. TEOS ($Si(OC_2H_5)_4$) kimyasal bileşik hali

Formülü	: $SiC_8H_{20}O_4$
Yoğunluk	: 940 kg/m ³
Kaynama noktası	: 168 ° C
Erime noktası	: -77 ° C
Özellikleri	
Molar kütle	: 208.33 g·mol ⁻¹
Yoğunluk	: 20 ° C'de 0,933 g / mL
Erime noktası	: -77 ° C (-107 °F; 196 K)
Kaynama noktası	: 168 - 169 ° C
Buhar basıncı	: 1 mmHg
Tehlikeler	: Yanıcı, solunduğunda zararlı
Alevlenme noktası	: 45 °C

Amonyum Hidroksit (NH_4OH): Silika aerojel üretiminde baz katalizörü olarak Sigma-Aldrich marka NH_4OH kullanılmıştır. Oda sıcaklığında gaz fazda bulunan amonyağın sulu çözeltisine verilen addır. Amonyak suyu olarak da bilinir.

Formül	: NH_4OH
Yoğunluk	: 880 kg / m ³
Molar kütle	: 35,04 g / mol

Kaynama noktası	: 24,7 ° C
Erime noktası	: -91,5 °C
Çözünürlük (su içinde)	: Karışabilir

Amonyum Florür: (NH_4F): Silika aerjel üretiminde florür iyonu hidrolizin daha hızlı gerçekleşmesine yardımcı olan bir katalizördür. Deneylerde Sigma-Aldrich marka NH_4F kullanılmıştır.

Amonyum florür, (NH_4F) formülüne sahip inorganik bileşiktir. Küçük renksiz prizmalar halinde kristalleşir, keskin tuzlu tada sahiptir ve suda yüksek oranda çözünür. Tüm florür tuzları gibi, hem akut hem de kronik aşırı dozda orta derecede toksiktir. Amonyum florür, beyaz kristalli bir katıdır. Bu çözünür olan su. Yanmaz. Alüminyum için aşındırıcıdır. Kimyasal analizde, demlemede ve ahşap için koruyucu olarak kullanılır.

Formül	: NH_4F
Molar kütle	: 37,037 g / mol
Erime noktası	: 100 ° C
Yoğunluk	: 1,01 g / cm ³

Metanol (CH_3OH): Silika aerjel sentezinde yaşlandırma basamağında kullanılmaktadır. Aerojelin yapısındaki suyu uzaklaştırma amacıyla Sigma-Aldrich marka metanol kullanılmıştır.

Metanol ya da metil alkol CH_3OH , en basit yapılı alkol. Geçmişte odunun damıtılması ile elde edildiğinden odun alkolü de denir. Günümüzde metanol, karbonmonoksit ile hidrojenin yüksek basınç altında yüksek hararetlerde üretilir. Renksiz, uçucu, zehirli bir sıvıdır. Metanol, polaritesi ve dielektrik sabiti yüksek bir çözücüdür. Metanol, akışkan bir sıvı olup parlak olmayan mavimsi bir alevle yanar. Metanol, bütün organik çözücülerde her oranda çözünür. Çok az miktardaki metanol dahi canlı organizma için zehirlidir. Metanol, endüstride çözücü olarak kullanılmaktadır.

Formül	: CH_3OH
Kaynama noktası	: 64,7 ° C
Yoğunluk	: 792 kg / m ³
Molar kütle	: 32,04 g / mol
Erime noktası	: -97,6 ° C
Buhar basıncı	: 13,02 kPa

Etanol (C_2H_5OH): Silika aerjel sentezinde yaşlandırma işlem aşamasında kullanılmaktadır. Aerojelin inşasındaki suyu uzaklaştırma maksadıyla Sigma-Aldrich marka etanol kullanılmıştır.

Etanol renksiz, hafif hoş kokulu ve yanıcı bir sıvıdır. Alkollü içeceklerde kullanılan tek alkol türüdür. Ayrıca çözücü olarak kullanılmaktadır. Kimyasal formülü C_2H_6O olup EtOH ya da C_2H_5OH olarak da ifade edilmektedir.

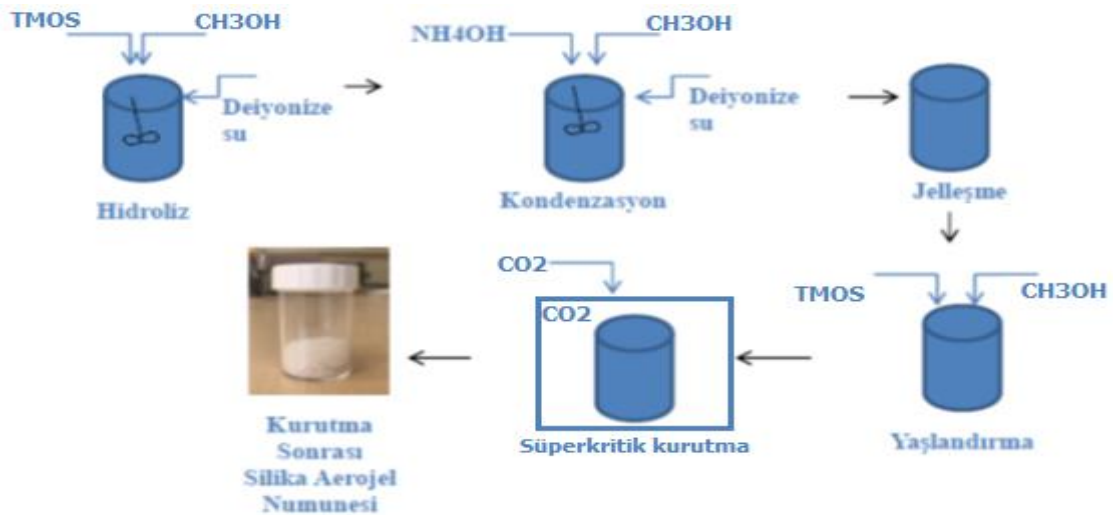
Formül	: C_2H_5OH
Kaynama noktası	: $78,37\text{ }^{\circ}\text{C}$
Yoğunluk	: 789 kg/m^3
Erime noktası	: $-114,1\text{ }^{\circ}\text{C}$
Molar kütle	: $46,07\text{ g/mol}$

3.2.2. Silika Aerojel Sentezi

Çalışmada silika aerogelleri TMOS ve TEOS hidroliz katalizörü olarak etanol ve metanol, yoğunlaştırma katalizörü olarak NH_4OH ve NH_4F kullanılarak sentezlenmiştir. Katalizör ekleme basamaklarında katalizörlerin değiştirilmesi dışında diğer basamaklar aynıdır. Deney beş aşamadan oluşmaktadır. Öncelikle TMOS ve TEOS farklı konsantrasyonlarda etanol ve metanol ile seyreltilmiştir. Daha sonra hidrolizi başlatmak için sürekli karıştırma altında su ve alkol ilave edilmiştir. Baz katalizörün eklenmesiyle yoğunlaşma başlamış olup ve çözelti önceden hazırlanan kalıplarına (5 ml) doldurulmuştur. Silika aerogel üretimindeki deneysel prosedür şu şekildedir:

3.2.2.1. TMOS Çözelti Sentezi

TMOS silika aerogel sentezinin gerçekleşme aşamaları şekil 3.16’de verilmiştir.



Şekil 3.18. TMOS silika aerogel sentezi deneysel prosedür

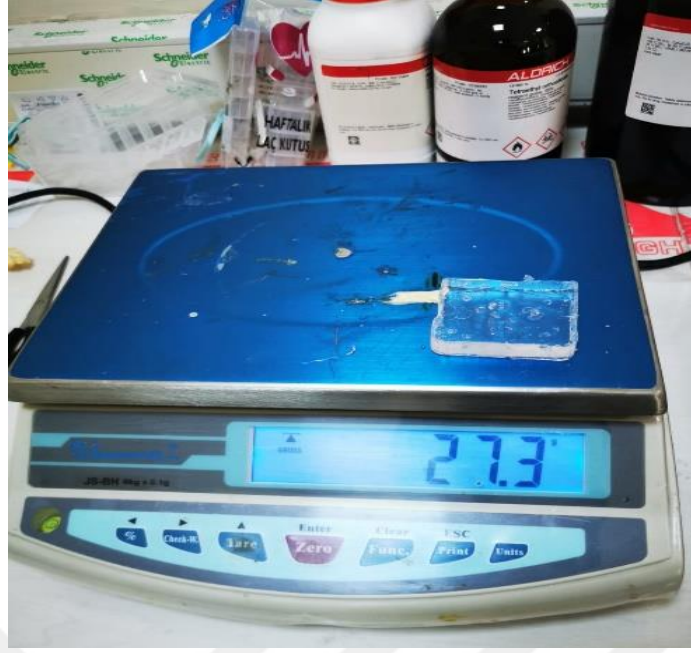
Öncelikle, 5,40 mL konsantre amonyum hidroksit 1000 mL suya eklenerek “amonyum hidroksit çözeltisi” hazırlanır. Hidroliz aşamasında; 10 ml TMOS ve 10,0

mL metanol “alkoksit çözeltisi” oluşturmak üzere bir behere doldurulur ve homojen bir çözelti oluşuncaya kadar manyetik karıştırıcıda karıştırılır. Kondenzasyon aşamasında; 5 mL amonyum hidroksit stok çözeltisi ve 10,0 mL metanol ile başka bir beherde karıştırılarak homojen bir çözelti oluşuncaya kadar manyetik karıştırıcıda karıştırılır. Bu karışım "katalizör çözeltisidir". Daha sonra “alkoksit çözeltisi” ile "katalizör çözeltisi" birleştirilerek oluşan çözelti 25 °C’de 3-5 dakika manyetik karıştırıcıda karıştırılarak daha önceden hazırlanan kalıplara doldurma işlemi yapılır. Jelleşme süreci ortalama 8 ila 15 dakikada tamamlanır. Jel sertleştikten sonra metanol ile jelin en az 24 saat yaşlanmasına izin verilir. Yaşlanmaya bırakılan numuneler Şekil 3.17’de gösterilmiştir.



Şekil 3.19. Yaşlanmaya bırakılmış TMOS numuneleri

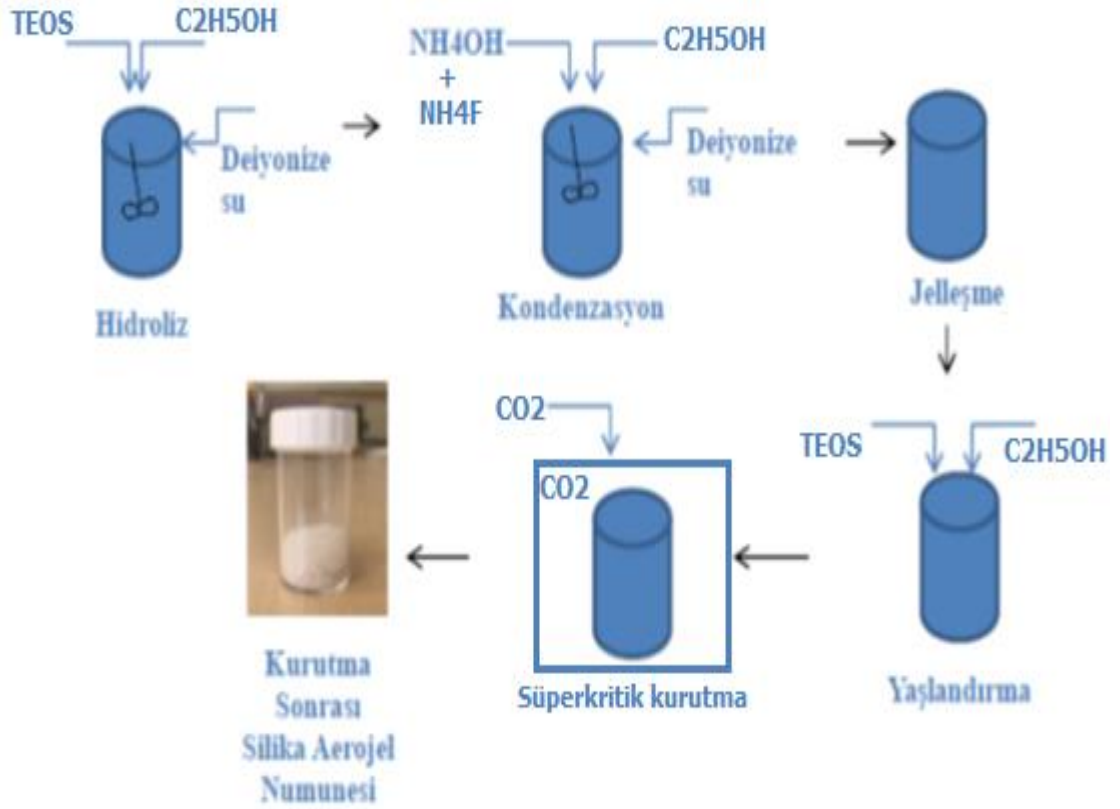
Yaşlanma işlemi birkaç gün ile bir hafta arasında jelin en az dört kez metanol ile değiştirilmesi yardımıyla yapılır. Eğer jel içerisinde fazı sıvı olan akışkan görünüyorsa jelleşme maksadıyla bir süre oyanılması gerekliliği ortaya çıkar. Jelleşmenin sonuçlandığı ürünler şekil 3.18’ te gösterilmiştir. Bu aşamadan sonra kurutma işlemine geçilir.



Şekil 3.20. Jelleşmesi tamamlanmış TMOS numunesi

3.2.2.2. TEOS Çözelti Sentezi

TEOS silika aerjel sentezinin gerçekleşme aşamaları Şekil 3.19'da verilmiştir.



Şekil 3.21. TEOS silika aerjel sentezi deneysel prosedür

Öncelikle, 1,852 g NH_4F ve 22,78 mL amonyum hidroksit solüsyonu 100 mL suya eklenerek “amonyum florür / amonyum hidroksit çözeltisi” hazırlanır. Hidroliz aşamasında; 5 ml TEOS ve 11,0 mL etanol “alkoksit çözeltisi” oluşturmak üzere bir behere doldurulur ve homojen bir çözelti oluşuncaya kadar manyetik karıştırıcıda karıştırılır. Kondenzasyon aşamasında; 7,0 mL saf su ve 11,0 mL etanol başka bir beherde karıştırılarak 0,371 mL amonyum florür/amonyum hidroksit stok solüsyonu eklenir. Homojen bir çözelti oluşuncaya kadar manyetik karıştırıcıda karıştırılır. Bu karışım "katalizör çözeltisidir". Daha sonra “alkoksit çözeltisi” ile "katalizör çözeltisi" birleştirilerek oluşan çözelti 25 °C’de 3-5 dakika manyetik karıştırıcıda karıştırılarak daha önceden hazırlanan kalıplara doldurma işlemi yapılır. Jelleşme süreci ortalama 8 ila 15 dakikada tamamlanır. Jel sertleştikten sonra etanol ile jelin en az 24 saat yaşlanmasına izin verilir. Birkaç gün ile bir hafta arasında jel, en az dört kez etanol ile değiştirilerek yapının güçlenmesi sağlanır. Yaşlandırma basamağı, silika örgüsüne yepyeni tekizlerin ilave olunması dahi siloksanın kesişen bağ mertebesinin artmasıdır. Yaşlanma aralığında ortaya gelen aerogelin, rijitlik ve dayanıklılık niteliği artmakta ve jel bağları güçlenmektedir. Aynı solüsyonlardan hazırlanan ve ağırlıkça aynı konsantrasyonuna sahip jeller, aynı anda farklı yaşlandırma solüsyonlarına yerleştirilirken, kontrol numunesi doğrudan etanol veya metanole aktarılır. Çizelge 3.3’de farklı malzeme ve çözelti değişimlere göre hazırlanan numunelerin içerikleri verilmiştir.

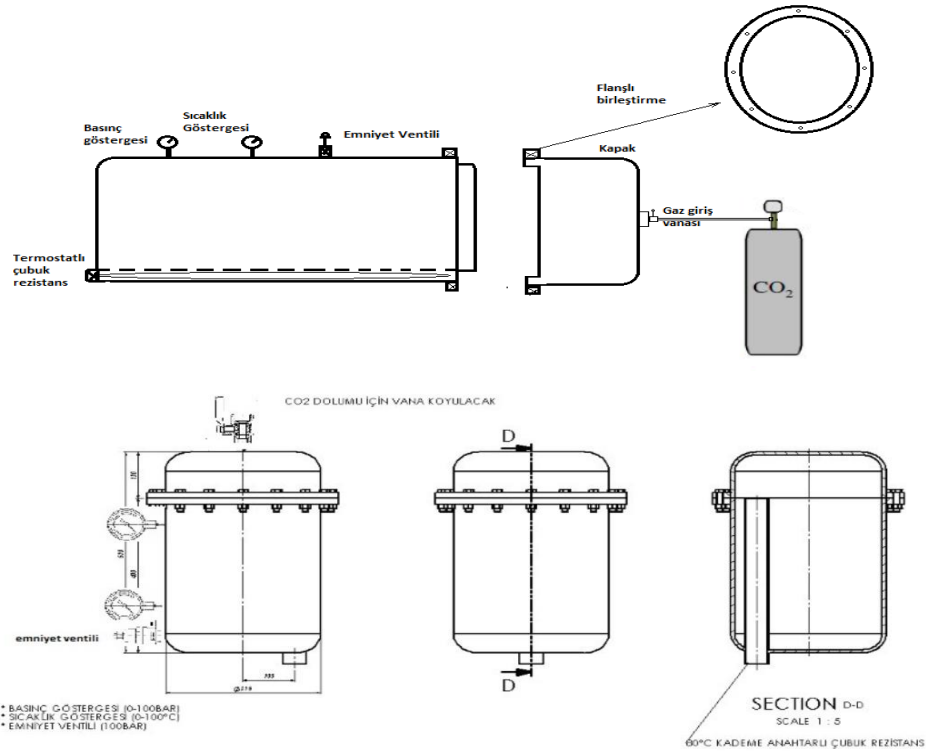
Çizelge 3.3. Farklı malzeme ve çözelti değişimlere göre hazırlanan numunelerin içerikleri

No	TMOS (g)	TEOS (g)	ETANOL (g)	METANOL (g)	SAF SU (g)	NH_4OH (g)	NH_4F (g)
1	-	5,26	19,56	-	8,21	0,06	0,006
2	-	5,52	20,54	-	8,63	0,07	0,007
3	11,66	-	-	18,1	5,55	0,027	-
4	12,24	-	-	19,0	5,97	0,029	-
5	10,35	-	8,03	-	5,04	0,025	-

Çözeltilerdeki TEOS ve TMOS konsantrasyonlarının değişmesiyle jelleşme süresi değişir. Bu süre, katalizör çözeltisinin eklenmesiyle başlayan birkaç dakika kadar kısa olabilir ve bazı zamanlarda çözeltinin kalıba alınması için yeterli zaman olmayabilir. Bu sorun, farklı konsantrasyonlar ve ekleme oranları ile birkaç deney gerçekleştirilerek baz katalizör konsantrasyonu ve ilave oranının optimize edilmesiyle çözülmüştür. Ayrıca yüksek farklı TEOS ve TMOS konsantrasyonlarında kalıbın

çalkalanması ve artan viskozitenin gözlenmesi ile jelleşme gözlenir. Jelleşme noktası gözlemlendikten hemen sonra çözeltiyi kalıptan çıkarmaya çalışmak jelleri parçalamaktadır. Jelleşme noktasında oluşan ağ, jelin sıvı kısmının akmasını önleyecek kadar güçlüdür, ancak kalıptan çıkarılacak kadar güçlü değildir. Bu sorun, jelleşme noktasına ulaşıldıktan sonra 1 saat süreyle kalıplardaki numunelerin yaşlandırılmasıyla çözülür. Jeli kalıptan çıkarırken ve bir solüsyona aktarırken hızlı olmak gerekir. Gözenek sıvısının buharlaşmasını önlemek ve çatlak oluşumunu önlemek için süre kritiktir. Diğer bir kritik konu ise jeli kalıptan monolit olarak çıkarmaktır. İlk olarak kalıp olarak bir cam test tüpü kullanılmış ve test tüpünün ağzı bir tıpa ile kapatılmıştır. Jelleşme noktasına ulaşıldıktan sonra jel test tüpüne yapıştığından test tüpünden jelin çıkarılması mümkün olmamıştır. Jeli çıkarmak için tüp kırıldığında jel de kırılmıştır. Bu yüzden jelleşmenin gerçekleştiği kalıpları çıkarmadan kurutma sağlanarak monolit yapıda aerogellerin üretimi sağlanmıştır. Ayrıca jel gözeneklerdeki adhezyon kuvvetlerini azaltmak ve yapışmayı önlemek amacıyla yuvarlak şekilli teflon kalıpların kullanılması çatlaksız monolit yapının oluşmasına katkı sağlamıştır.

3.3. Kurutma Deney Seti Üretimi ve Süreçleri



Şekil 3.22. Süper kritik kurutma kurulumunun şematik gösterimi



Şekil 3.23. Süper kritik kurutma için deney seti görüntüsü

Süper kritik kurutma dâhil tüm aerojel üretim süreci yaklaşık 3 gün sürmektedir. Kurutma işlemi şu aşamalarda gerçekleşmiştir:

- Kurutma işlemine geçilmeden önce ıslak jel dolu kalıplar reaktöre yerleştirilir ve ilk buharlaşmayı önlemek için üzerleri yeterli seviyede alkol ile doldurulur.
- Daha sonra kapak kapatılarak reaktör üzerindeki somon ve cıvatalar ile sızdırmazlık sağlanır.
- Sıvı karbondioksitin vanası açılarak yükleme işlemi başlatılır. Reaktör içerisinde bulunan jellerin gözenek yapılarının bozulmaması için yükleme işlemi 1 saat süreyle gerçekleştirilir.
- Reaktör tam doluma ulaşıncaya kadar (reaktör içerisindeki basınç karbondioksit tüp basıncına (55 bar) eşitlendiğinde), reaktör giriş vanası kapatılarak sızdırmazlığın kontrolü sağlanır.
- Sızdırmazlığın sağlanmasından sonra 2 gün boyunca reaktör içerisindeki çözücü alkolün sıvı karbondioksit ile değişimi beklenir. Bu durum, kurutma işleminin hızı esas olarak etanolün gözeneklerden difüzyonu ile kontrol edilir.
- Süperkritik kurutma durumuna geçilir.

Süperkritik işlem aşamaları şu şekilde özetlenmiştir: Öncelikle reaktör içerisindeki basınç 82,7 kPa ve sıcaklık 40 °C'ye ulaşana kadar ısıtma yapılır. Reaktör ısıtılırken, basınç oldukça hızlı yükselecektir. Reaktör üzerindeki basınç kontrol valfi, yüksek basınçlara ulaşıldığı takdirde boşaltmaya geçmekte ve basıncın emniyet sınırlarında kalmasını sağlamaktadır. Daha sonra reaktör üzerindeki boşaltma valfi kullanılarak basıncın 73,9 kPa düşmesi (tercihen daha yüksek basınca) sağlanmıştır (Şekil 3.22).



Şekil 3.24. Reaktör içerisindeki CO₂'nin süperkritik duruma ulaşması

Bu durumda reaktör içerisindeki sıcaklık 31,1 °C civarında sabit tutularak karbondioksit gazının kritik duruma ulaşması sağlanmıştır. Bu kritik durum en az 3 saat boyunca sağlanmıştır. Jelin gözeneklerinde bulunan etanol tamamen süperkritik karbon dioksit ile değiştirildikten sonra karbondioksit gazı reaktör içerisinden yaklaşık saatte 7 kPa basınç düşümü oranında tamamen boşaltımı sağlanmıştır (Şekil 3.23).



Şekil 3.25. Karbondioksitin drenaj edilmesi

Kurutma deney seti üretimi ve işlemi gerçekleştirilirken aşağıdaki problemler ile karşılaşmıştır:

- Reaktör üretim sürecinde emniyet kontrolleri yeterli oranda yapılmadığı için yapılan ilk üretim denemesinde 70 bar gibi yüksek basınçta kapak sızdırmazlık contası patlayarak tehlike yarattığı gibi bir haftalık hazırlık sürecini ve hassas malzemelerin boşa gitmesine sebep olmuştur. Tarafımızca yapılan değerlendirmede kullanılan contanın uygun olmadığı belirlenmiş ve uygun olanı temin edilerek montajı

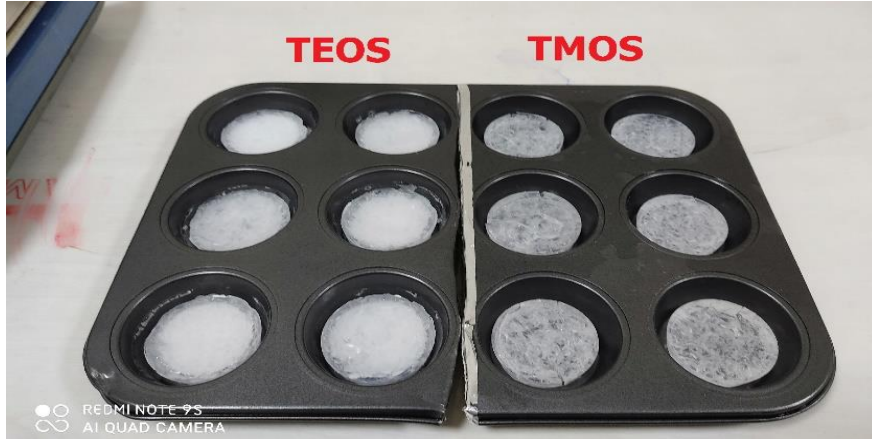
yenilenmiştir. Benzer sorunlar yaşanmaması için her deneme için contaların değiştirilmesi kararlaştırılmıştır.

- Literatür bilgi paylaşımlarında detay kısmındaki eksiklikler nedeniyle daha önceki bir çalışma için temin edilen CO₂ tüplerinin uygun olmadığı belirlenmiş, reaktöre sıvı sevkiyatın yapılabilmesi için kısıtlı kullanım alanı olan sifon özellikli tüpler proje bütçesi dahilinde temin edilmiştir. Sifon eylemi, sıvı karbondioksitin gaz tankından süper kritik kurutucunuza taşınması işlemidir.
- Reaktör üretiminde kullanılan ısıtıcı rezistans süper kritik şartlarına ulaşım için yetersiz geldiği tespit edilmiş, mevcut üretime müdahale sıkıntısı nedeniyle sistem dışardan pürmüz ve elektrikli ısıtıcı ile desteklenmiştir.
- Projede üretim için kullanılacak reaktör çizimi yapılmış, üretimi sağlanmış, teslim alındıktan sonra öncelikli olarak sistemin stabilitesinin için hareketli ve sökülebilir taşıyıcı tezgâh yaptırılarak montajı yapılmıştır. Sistem tasarımında belirlenen basınç göstergesi, emniyet ventili, yüksek basınca dayanıklı drenaj vanası sızdırmazlık elemanı olarak teflon bant kullanılarak montajı yapılmıştır. CO₂ tüpleri ve reaktör arasındaki iletim için ara bağlantı rakoru ve ara bağlantı parçaları yüksek basınca dayanıklı malzemeden seçilerek montajı yapılmıştır.

Süperkritik kurutma aşamasından sonra elde edilen aerojeller oda sıcaklığına getirilerek son hallerini almaları sağlanmıştır. Şekil 3.24 ve Şekil 3.25 kademeli kurutma işleminin tüm aşamaları tamamlandıktan sonra jellerin şeklini göstermektedir.



Şekil 3.26. Kurutma işlemi tamamlanmış dikdörtgen şekilli TMOS aerojelleri



Şekil 3.27. Kurutma işlemi tamamlanmış dairesel TEOS ve TMOS aerojelleri

Kurutma işlemi sonrasında karakterizasyon testleri yapılacak numunelerde öğütme işlemi gerçekleştirilir. Jellerin gözenek yapılarının bozulmaması amacı ile kriyojenik öğütme işlemi gerçekleştirilmiş ve jeller toz haline getirilmiştir. Şekil 3.26 öğütme işlemi sonrası aerogel numuneleri gösterilmektedir.



Şekil 3.28. Öğütme işlemi sonrası aerojeller

3.4. Aerogel Yalıtım Malzemelerine Uygulanacak Testler

Bu bölüm termo-fiziksel ve malzeme karakteristik özelliklerinin tespit testleri olmak üzere üçe ayrılmaktadır. Fiziksel testler yoğunluk, kütle kaybı ve ısı iletkenlik tayini testlerinden oluşmaktadır. Malzeme karakteristik özellikleri şayet gözeneklilik (porozite) dahi özgül yüzey (bet surface) belirleme, XRD ile SEM sınamalarından meydana gelmektedir.

3.4.1. Sol-jel ve Aero-jel Yığmsal Yoğunluk Testi

Bilinen reçeteye uygun olarak belirli hacimlerde (V) hazırlanan Sol-jel ve Aero-jel yapıdaki numunelerin ağırlıkları 0,01 gram hassasiyetle tartılır, aşağıda belirtilen formülasyon ile üç numunenin ortalaması alınarak yoğunluk değerleri hesaplanmıştır.

$$\rho_k = \frac{M_k}{V} \quad (3.3)$$

3.4.2. Isıl İletkenlik Testi

Üretilen farklı numunelerin ısı iletkenlik değeri Thermtest portatif ısı iletkenlik cihazı ile tayin edilmiştir. Thermtest cihazı ısı iletkenlik ölçümünde Geçici hat kaynağı (TLS) yöntemini kullanmaktadır. TLS yöntemi, bir numuneye bir iğne (sonda) yerleştirilerek ve düzenli aralıklarla sıcaklık okumaları yapılırken belirli bir süre boyunca ısıtılarak çalışır. Bu ısıtma süresi tamamlandıktan sonra, soğuma süresi boyunca aynı aralıklarla sıcaklık okumaları alınır. Isıl iletkenlik daha sonra aşağıdaki denklem kullanılarak bu sıcaklık bilgisinden hesaplanır:

$$k = q / 4\pi a \quad (3.4)$$

burada k, termal iletkenliktir (W / mK), q iğnenin ısıtma gücüdür ve a, zamanın log'u boyunca sıcaklık artışı için çizginin eğimidir. Ölçüm için altı farklı numunenin ısı özellikleri belirginleştirilerek ortalamaları alınıp test sonuçlandırılmıştır(Şekil 3.27).



Şekil 3.29. Aerojellerin ısı iletkenlik tayini

3.4.3. Malzeme Karakterizasyon Testleri

İmal edilen aerojel materyallerin satıh morfolojik mübadelelerinin irdelenmesi amacıyla SEM ekran görünenlerinin alımında taramalı elektron mikroskobu (JEOL JSM 7001F) aygıtı; gözenek nitelikleri için satıh alanı ve gözenek kıymetlendirmesi (Micromeritics - TriStar II Plus 3030) aygıtı; kristal inşa değerdendirmesi için X - ışını difraktometre (Bruker D8 Advance) aygıtı işletildi (Şekil 3.28 ,Şekil 3.29 ve Şekil 3.30).



Şekil 3.30. Taramalı elektron mikroskobu (SEM, JEOL JSM 7001 F) cihazı



Şekil 3.31. Satıh alanı ile gözenek dağılımı (BET Micromeritics - TriStar II Plus 3030) cihazı



Şekil 3.32. X-ışını difraktometre (Bruker D8 Advance) cihazı

4. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu kısımda üretilen aerogel malzemelerinin termofiziksel ve mikro bünye özellikleri geçerli testler ile belirlenmesi yapılmıştır. Hazırlanan numunelerin termofiziksel özelliği olarak yığınsal yoğunluk ve ısı iletkenlik testleri gerçekleştirilmiş olup test sonuçları Çizelge 4.1'de gösterilmiştir. Testler yapılırken 6'şar numunenin değeri tespit edilerek ortalamaları alınmıştır.

Çizelge 4.1. Üretilen sol-jel ve aero-jel numunelerin termofiziksel özellikleri

No	Yoğunluk Sol-jel (g/ml)	Yoğunluk Aero-jel (g/ml)	Isıl iletkenlik Aero-jel (W/mK)
1	0,946	0,589	0,087
2	0,990	0,620	0,091
3	1,002	0,636	0,092
4	1,053	0,670	0,097
5	0,660	0,420	0,067

Çizelge 4.1'de sunulan sonuçlara göre, üretilen Aerojellerin yoğunluklarının 0,66 ila 1,053 g/ml, ısı iletkenlik değeri 0,067 ila 0,097 W/mK aralığında olduğu tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde literatürde yapılmış Aerojellerin yoğunluk ve ısı iletkenlik değeri göre daha yüksek değerde malzemelerin olduğu görülmüştür.

4.1. Silika Aerogel Karakterizasyon Çalışmaları

Gözenek büyüklük sıklığı (BET), satıh morfolojisi (SEM) ve kristal bünye (XRD) çözümlemeleri üretilen materyallerin karakteristik özelliklerinin belirlenmesi konusunda önemli rol almaktadır. Bu çözümlemeler yüzünden farklı şart ve muhteviyatlar da türetilen materyallerin nitelikleri mukayese edilebilmekte ve icraat kıymetlendirmesi gözlenmektedir. Gözeneklerin boyutluluğu IUPAC (International Union of Pure And Applied Chemistry, 1985) tarafınca yarıçapları bazında üç grupta kısımlandırılmıştır. Bunlar;

- 1) Makrogözenekler ($r > 50 \text{ nm}$),
- 2) Mezogözenekler ($2 < r < 50 \text{ nm}$),
- 3) Mikrogözenekler ($r < 2 \text{ nm}$).

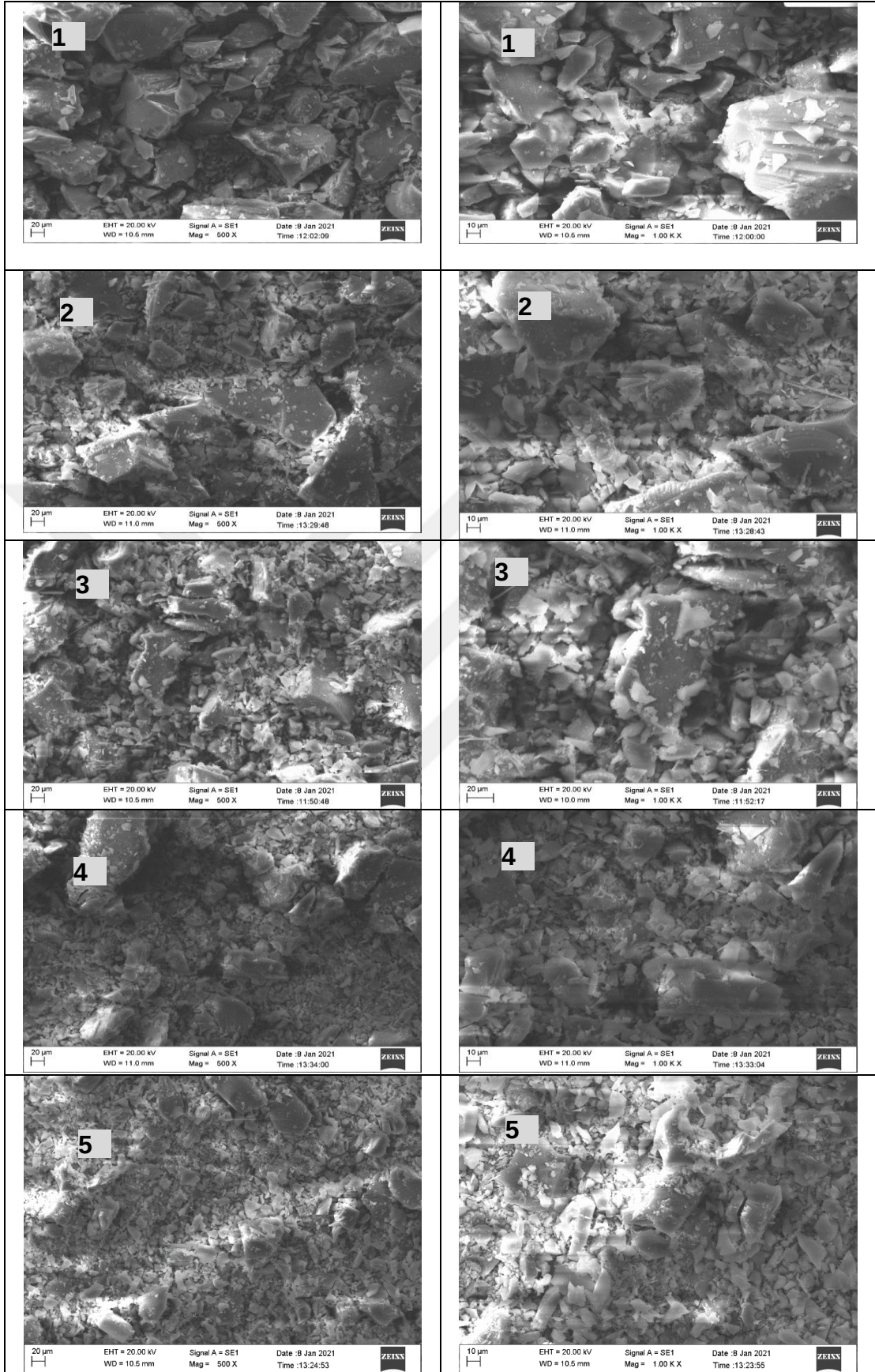
4.1.1. SEM Analizi

Sentezlenen aerogel numunelerinin morfolojik yapılarını incelemek için yapılan analiz, yüksek çözünürlüğe sahip Fırat Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında bulunan, Şekil 4.1’de görülen ZEİSS marka SUPRA 40VP model SEM cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Ölçek olarak x500 ve x1000 kat büyütme alınmıştır. Analiz sonucunda, numunelerin tane boyutları, yüzey yapısı, geometrisi hakkında bilgi edinilmiştir. Elektron mikroskobu yüksek voltaj altında hızlandırılan elektronların malzemenin yüzeyine çarptırılarak yansıma prensibine dayanmaktadır. Burada yansıyan elektronlar ve x-ışınları kullanılarak farklı analizler yapıp yüzeyin topografisi elde edilmektedir.



Şekil 4.1. Aerogellerin yüzey morfolojisinin belirlenmesinde kullanılan SEM cihazı

Şekil 4.2’de, silika aerogellerin farklı büyütme oranlarında (x500, x1000) SEM görüntüleri verilmiştir. Tüm silika aerogellerin morfolojisine bakıldığında genel olarak nanometre boyutlarında küresel partiküllerin agromele (birleşmiş) yapılar oluşturduğu görülmektedir. Bu birleşmiş yapılar 2-20 μm aralığında değişmektedir. Üç farklı yöntemle üretilen aerogellerin yüzey morfolojilerinin hemen hemen birbirine yakın olmakla beraber yer yer farklılıklar sergiledikleri SEM fotoğraflarında belirgin bir şekilde tespit edilebilmektedir.



Şekil 4.2. Sentezlenen silika aerogellerin farklı büyütme ölçeklerinde (x500, x1000) SEM görüntüleri

SEM analizinden elde edilen sonuçlar aerojellerin gelişmiş mikro ve primer mezo gözeneklere sahip olduklarını göstermektedir.

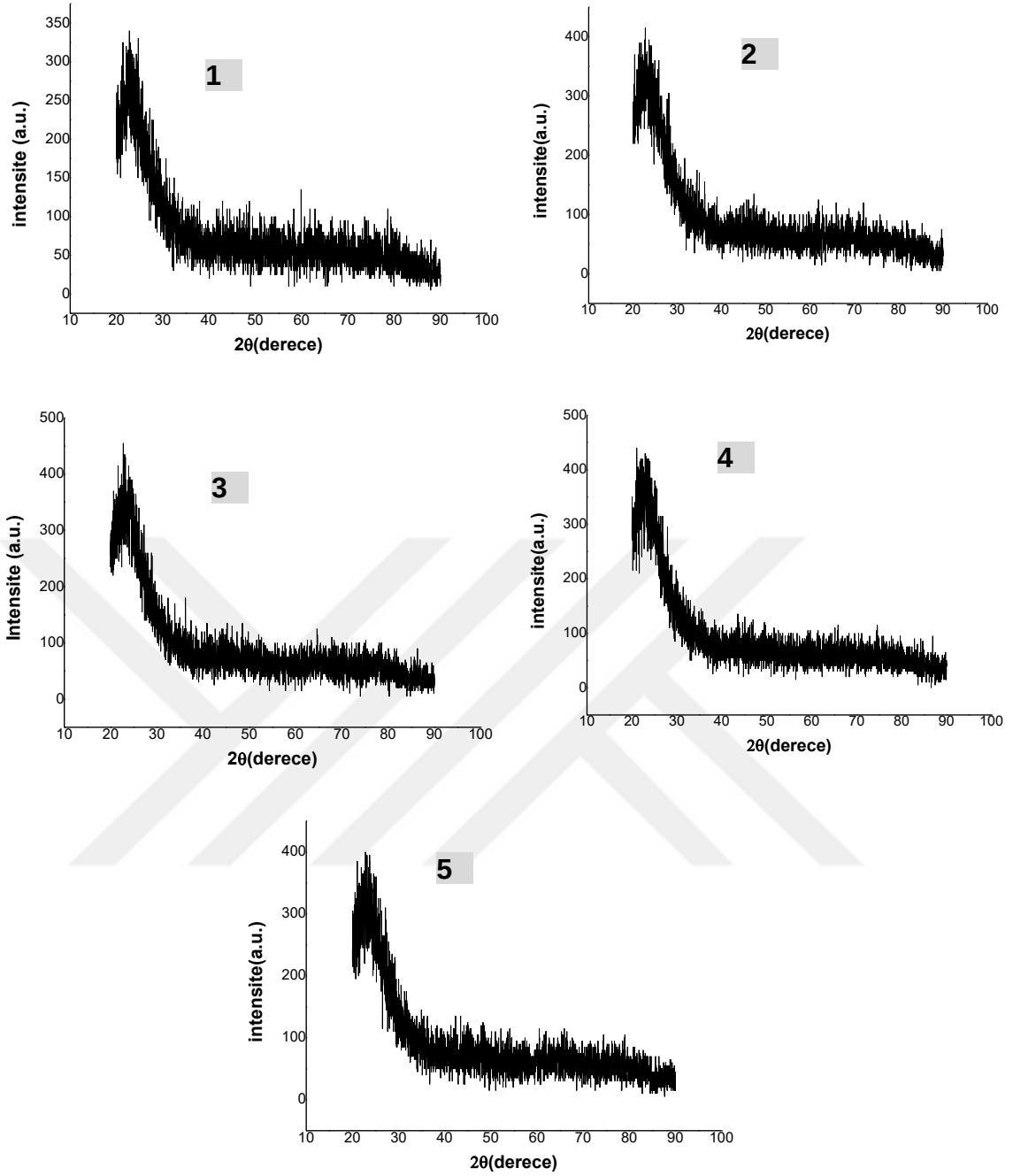
4.1.2. XRD Analizi

Sentezlenen aerjel numunelerinin kristalografik yapılarını incelemek için yapılan analiz, Fırat Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan, Şekil 4.3'te görülen Bruker D8 Advanced marka XRD cihazı ile gerçekleştirilmiştir. 40 kV ve 40 mA gerilim altında Cu K α ışın kullanılarak (λ : 1,54 Å) 20°-90° arasında 2°/dakika tarama hızıyla ölçümler alınmıştır.



Şekil 4.3. Aerjellerin kristalografik özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan XRD cihazı

Katı malzemeler, kendisini oluşturan atom ya da iyonların kendi arasındaki düzenine göre sınıflandırılmaktadır. Atom veya iyonların belirli bir düzen içerisinde olduğu malzemeler kristal, düzenli bir atom dizilişi bulunmayan malzemeler ise amorf malzemeler olarak adlandırılmaktadır. Malzemelerin kristal/amorf yapısı genellikle XRD analiziyle incelenmektedir.

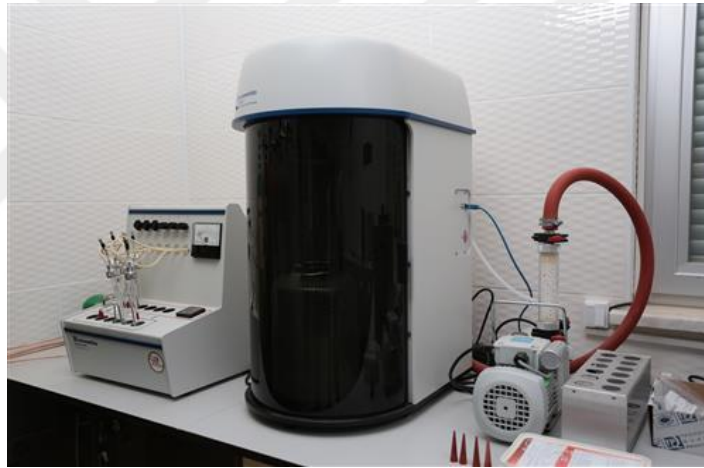


Şekil 4.4. Sentezlenen silika aerogellerin XRD desenleri

Şekil 4.4’de sentezlenen silika aerogellerin XRD desenleri gösterilmiştir. Difraktogramlarda $2\theta=22^\circ$ civarında görülen geniş bantlar, amorf yapıda silika malzemelerin elde edildiğini kanıtlamıştır.

4.1.3. BET Analizi

BET (Brunauer Emmett Teller) Metodu: Cihaz mikro, mezo veya makro boyutta gözenek içeren toz veya katı numunelerde fiziksel adsorpsiyon vasatıyla gözenek boyutunu ve dağılımının yüksek ve düşük basınçlarda belirlenmesinde kullanılır. Yöntem, numune yüzeyinin tek bir moleküler tabaka ile kaplanması için gerekli gaz miktarının hesaplanması prensibine dayanır. Bu hesaplamada Teller ve Brunauer Emmett teorisi kullanıldığından cihazın yaygın bir diğer ismi BET'tir. Bahse konu bu cihaz vasıtasıyla -198°C 'deki sıvı azot ortamında, azot gazı adsorpsiyonu tekniğine dayalı olarak katıların m^2/g olarak satıh alanları boyutlandırılır. Sentezlenen silika aerogellerin BET (N_2 adsorpsiyon) analizi Şekil 4.5'te görülen TriStar II Plus marka satıh alanı ve gözenek çapı belirleme cihazı ile yapılmıştır. Analiz sonucunda 5 malzemenin yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek çap dağılımı hakkında bilgi edinilmiştir.

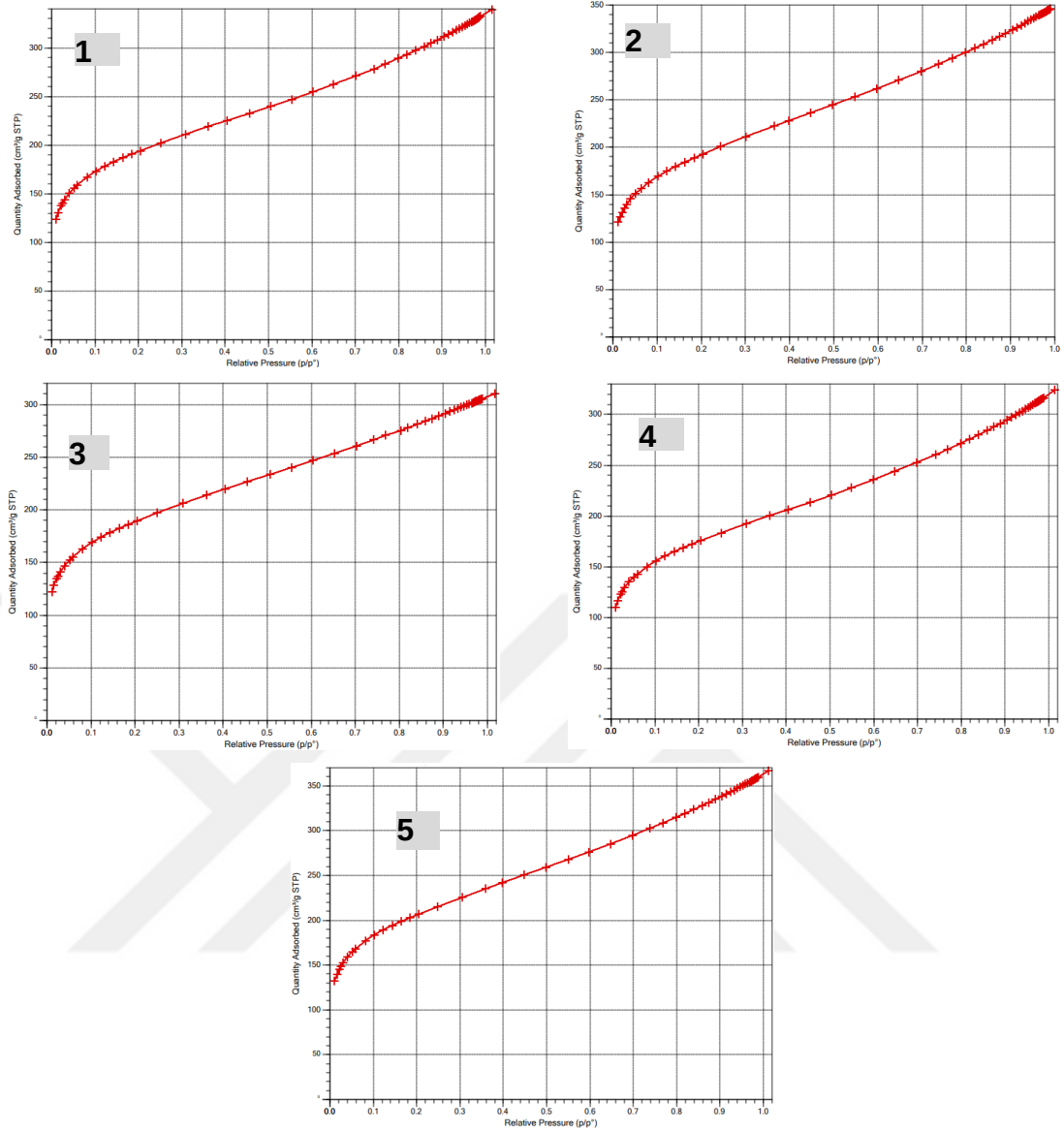


Şekil 4.5. Aerogellerin gözenek karakteristiklerinin belirlenmesinde kullanılan N_2 adsorpsiyon cihazı

Çizelge 4.2'de çalışmada sentezlenen silika aerogellerin yüzey alanı (m^2/g), gözenek boyutu (nm) ve porozitesi (%) verilmiştir. Tablo incelendiğinde en yüksek yüzey alanının TMOS+etanol aerogeline ait olduğu görülmektedir.

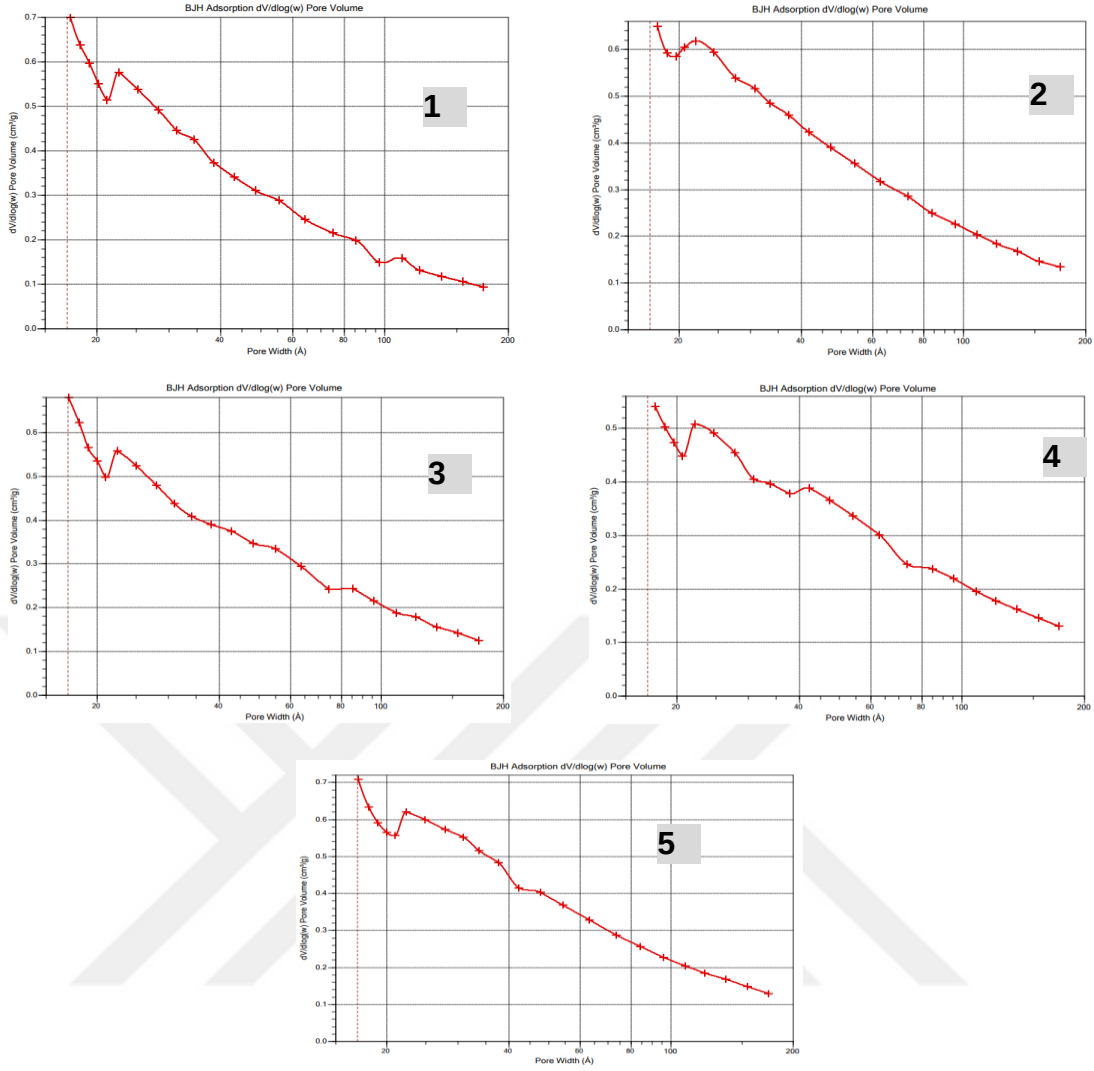
Çizelge 4.2. Üretilen aerjel numunelerinin gözenek karakteristik değerleri

No	Ortalama gözenek çapı (nm)	Porozite (%)	Özgül yüzey (m^2/g)
1	2,84	88,85	662,08
2	3,50	86,45	653,15
3	3,41	84,89	646,08
4	3,19	78,76	608,88
5	3,09	96,36	715,53



Şekil 4.6. Sentezlenen aerogel numunelerinin adsorpsiyon-desorpsiyon izoterm eğrileri

Şekil 4.6 görüldüğü üzere yapılan bet analizinde adsorpsiyon-desorpsiyon izoterm eğrileri incelendiğinde değerlerin ve değişimlerin birbirine çok yakın olduğu, bunun üretilen malzemelerin yapısal olarak birbirine çok yakın olduğunu göstermektedir.



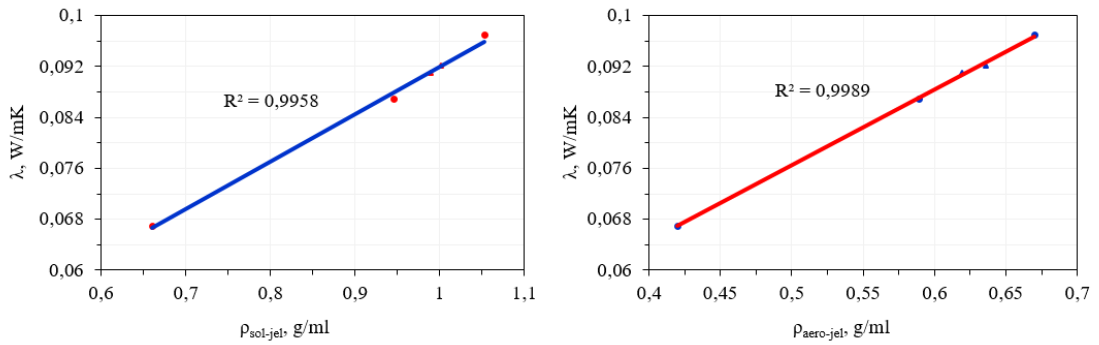
Şekil 4.7. Sentezlenen aerogel numunelerinin boşluk dağılım eğrileri

Şekil 4.7’ de üretilen aerojellerin N₂ adsorpsiyon izotermlerinin IUPAC’a göre ilan edilmiş B.D.D.T (Brunauer, Deming, Deming ve Teller) bölümlendirmesinde yer alan Tip II ve Tip IV izotermlerinin birleşimine uyduğu söylenebilir bu durum aerojellerin gelişmiş mikro ve primer mezo gözeneklere sahip olduklarını göstermektedir.

4.2. Analitik Analizler

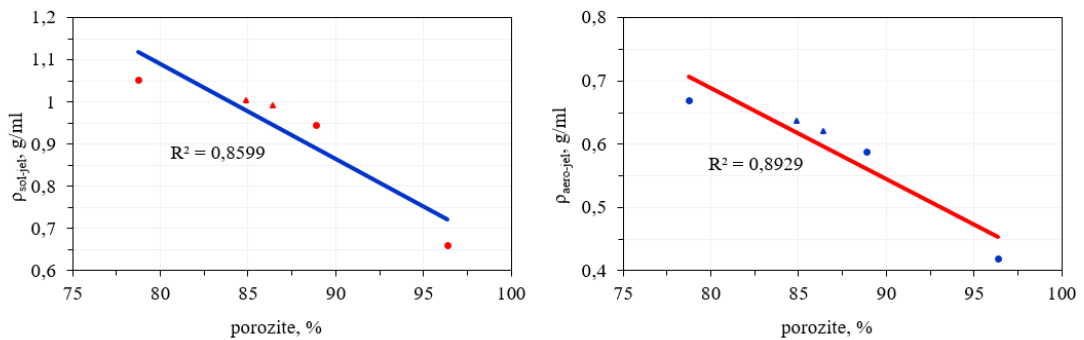
Aşağıdaki çözümlerlerin maksadı, örneklerde denemesi yapan termofiziksel parametrelerin çözümlenmeli olarak mukayese edilip aralarında aracısız bir münasebet olup olmadığını ortaya koymaktır. Denemesi yapılan hususiyetler arasındaki olası münasebetleri kıymetlendirmek için çok parametrelili bir regresyon çözümleme ifa edilmiştir. Bu çözümler, Microsoft Excel gibi bedelsiz bir sayımlamalı yazılım vasıtasıyla başarılmıştır.

Data kümesinde regresyon benzerinin hakikati, çoklu tayin katsayısı “R” ’nin karesi muhasebe edilerek kanıtlanır. R^2 ne kadar “1’e” yaklaşırsa bahse konu data kümesine ait en müsait modelleme tespit olunur. Bu maksatla değişkenlerden en yaraşır eğri olarak doğrusal eğri seçilmiş olup şekiller üzerinde “ R^2 ” değerleri gösterilmiştir. Şekil 4.8’de türetilen numunelerin ısı iletkenlik ve özkütle değerleri arasındaki münasebeti gösterilmektedir. Regresyon çözümleme sonucunda tüm numunelerin sol-jel ve aero-jel yoğunlukları ile ısı iletkenlik değerleri için eğriler çizilmiş olup ilişki doğrusal bir eğri ile temsil edilmiştir.



Şekil 4.8. Tüm üretilen numunelerin ısı iletkenlik ve yoğunluk arasındaki ilişki

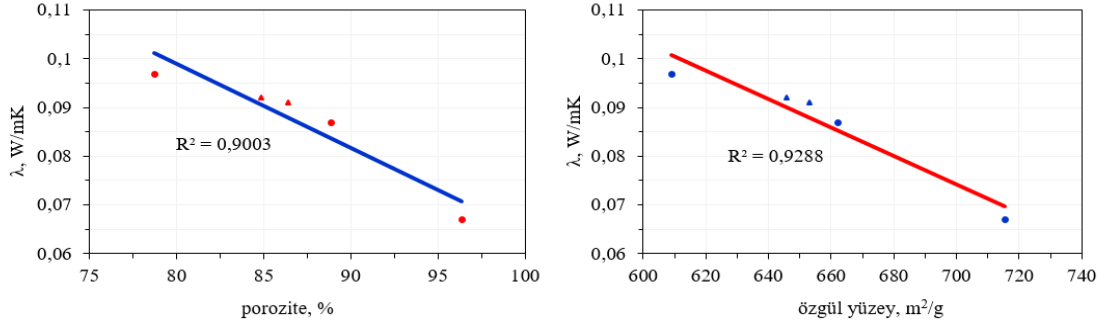
Şekillerden görüldüğü üzere numunelerin sol-jel ve aero-jel yoğunlukları ile ısı iletkenlik arasında tam bir ilişki olduğu tespit edilmiştir. Yoğunluk artışı ile gözenek yapısının azalması ve beraberinde ısı iletkenlik değerinde artışa sebep olduğu görülmüştür.



Şekil 4.9. Tüm üretilen numunelerin ısı iletkenlik ve yoğunluk arasındaki ilişki

Şekil 4.9’da gözeneklilik ile yoğunluk arasında bir ilişki kurulmaya çalışılmıştır. Gözenek yüzdesinin artışının yoğunluk değerinde düşüşe sebep olduğu gözlemlenmektedir.

Yüksek olmakla beraber doğrusal yaklaşımdaki kısmi düşüşün nedeni olarak mevcut gözenek çaplarına farklılık göstermiş olması düşünülmektedir. Isıl iletkenlik ile porozite ve özgül yüzey alanı arasındaki ilişki Şekil 4.10'da görülmektedir.



Şekil 4.10. Tüm üretilen numunelerin ısı iletkenlik ve yoğunluk arasındaki ilişki

Şekillerden anlaşılacağı üzere gözeneklilik ve özgül yüzey artışları ile ısı iletkenlik arasında yüksek doğrusal bir ilişki olduğu görülmüştür. Gözeneklilik artışı içyapıda yer alacak hava miktarını arttırmaktadır. Durgun havanın ısı iletkenlik değeri 0.024 W/mK olup, beklenen etki, yapı içindeki hava miktarının artışıyla bu değere yaklaşımdır. Oluşan yapıda mikro ve gelişmiş mezo boşluk olduğu belirlenmiştir. Özellikle yapı içindeki gözeneklilik yapısı ve boyutu durgun hava bloğu oluşumunda etkilidir, numunelerdeki ısı iletkenlik değerindeki artışın kaynağı buna bağlanabilir. Bununla birlikte iskelet kısmının farklı sentezlerle oluşmuş olması bütünleşik yapının ısı iletkenlik değerinde kısmi farklılıklara sebep olduğu düşünülmektedir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Bu çalışmada aerogel üretimi için beş farklı sentez uygulanmış, gerekli testler yapılmış ve belirlenen veriler incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, üretilen Aerojellerin yoğunluklarının 0,66 ila 1,053 g/ml, ısıl iletkenlik değerlerinin 0,067 ila 0,097 W/mK aralığında olduğu tespit edilmiştir. Beklenen termofiziksel hedeflere tam olarak ulaşılammış olmakla beraber, oluşan numunelerin ısıl iletkenlik değerleri 0,1 W/mK değerinin altında olması nedeniyle yalıtım malzemesi olarak kullanılabilecek özellikleri taşımaktadır. Bunun yanında üretim aşamasında sol-jeldeki TEOS ve TMOS konsantrasyonunun artmasının, aerojellerin yoğunluklarında bir artışa ve dolaylı olarak ısıl iletkenlik değerlerinde artma eğilimini gösterdiği tespit edilmiştir. Sorunun çözülmesi amacıyla çözücünün uzaklaştırılması için karbondioksit drenaj hattının entegrasyonu kısmi iyileşmeler sağlamıştır. Reaktör iç hacminin büyük olması ve özellikle sıcaklık kademelerinin hassas olarak kontrol edilememesi nedeniyle yapılan farklı basınç-sıcaklık geçiş süreçlerinin yapısal etkileri hedeflenen termofiziksel özelliklere yaklaşımı etkilemiştir. Kurutma sürecinin 100 bar gibi yüksek basınç şartlarında gerçekleştirilmesi, hazırlık sürecinin uzun ve meşakkatli olması, kullanılan kimyasalların yüksek maliyeti gibi faktörler çözüm denemelerini kısıtlamıştır.

5.2. Öneriler

Mevcut kısıtlı imkânlarla yapılan çalışma neticesinde gerekli desteklerin sağlanması durumunda, geleceğin önemli bir yalıtım malzemesi olarak görülen aerogelin, yalıtım özelliğinin geliştirilmesinin mümkün olacağı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

A Guide to Freeze Drying for The Laboratory, An Industry Service Publication. Labconco Corporation.

Al-Ajlan, S. A., 2006, Measurements of thermal properties of insulation materials by using transient plane source technique. *Applied thermal engineering*, 26(17-18), 2184-2191.

Arkels, B., 2006, Silane coupling agents: Connecting across boundaries, v2. 0, Gelest. Inc, Morrisville, PA.

Baetens, R., Jelle, B. P., & Gustavsen, A., 2011, Aerogel insulation for building applications: a state-of-the-art review. *Energy and Buildings*, 43(4), 761-769.

Baetens, R., Jelle, B. P., Thue, J. V., Tenpierik, M. J., Grynning, S., Uvsløkk, S., & Gustavsen, A., 2010, Vacuum insulation panels for building applications: A review and beyond. *Energy and Buildings*, 42(2), 147-172.

Baetens, R., Jelle, B. P., Thue, J. V., Tenpierik, M. J., Grynning, S., Uvsløkk, S., & Gustavsen, A., 2010, Vacuum insulation panels for building applications: A review and beyond. *Energy and Buildings*, 42(2), 147-172.

Beck, A., Caps, R., & Fricke, J., 1989, Scattering of visible light from silica aerogels. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 22(6), 730.

Binz, A., Moosmann, A., Steinke, G., Schonhardt, U., Fregnan, F., Simmler, H., ... & Nussbaumer, B., 2005, Vacuum insulation in the building sector: Systems and applications.

Binz, A., Moosmann, A., Steinke, G., Schonhardt, U., Fregnan, F., & Simmler, H., 2005, Vacuum insulation in the building sector. Systems and Applications (Subtask B), Final Report for The IEA/ECBCS Annex 39 HiPTI-Project: High performance thermal insulation for buildings and building systems.

Boury, B., Corriu, R. J., Delord, P., & Le Strat, V., 2000, Structure of silica-based organic–inorganic hybrid xerogel. *Journal of non-crystalline solids*, 265(1), 41-50.

Brinker, C. J., 1990, Scherer. *GW Sol-gel science*. San Diego: Academic Press, 1(990), 9.

Budunoglu, H., Yildirim, A., & Bayindir, M., 2012, Flexible and mechanically stable antireflective coatings from nanoporous organically modified silica colloids. *Journal of Materials Chemistry*, 22(19), 9671-9677.

Buratti, C. and Moretti, E., 2012, Experimental performance evaluation of aerogel glazing systems. *Applied Energy*, 97, 430-437.

Capadona, L. A., Meador, M. A. B., Alunni, A., Fabrizio, E. F., Vassilaras, P., & Leventis, N., 2006, Flexible, low-density polymer crosslinked silica aerogels. *Polymer*, 47(16), 5754-5761.

Ciszewski, M., Szatkowska, E. and Koszorek, A., 2017, Lithium-catalyzed carbon aerogel and its possible application in energy storage materials. *Journal of Electronic Materials*, 46(7), s.4612.

Clyne, T. W., Golosnoy, I. O., Tan, J. C., & Markaki, A. E., 2006, Porous materials for thermal management under extreme conditions. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 364(1838), 125-146.

Çetin, P., 2008, Pore Structure Investigation of Monolithic Carbon Black-Silica Aerogel Composites for High Temperature Insulation Applications, Doctoral dissertation, MS Thesis, Koç University, Istanbul.

Dorcheh, A. S., & Abbasi, M. H., 2008, Silica aerogel; synthesis, properties and characterization. *Journal of materials processing technology*, 199(1-3), 10-26.

Du, X., Wang, C., Li, T., & Chen, M., 2009, Studies on the performances of silica aerogel electrodes for the application of supercapacitor. *Ionics*, 15(5), 561-565.

Enes A., 2019, Silika Aerojel Sentezinde Farklı Katalizör Kullanımının Etkisi ve Adsorpsiyon Kapasitesinin Belirlenmesi, Gazi Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Ankara.

Fricke, J., & Tillotson, T., 1997, Aerogels: production, characterization, and applications. *Thin solid films*, 297(1-2), 212-223.

Gao, T., Ihara, T., Grynning, S., Jelle, B.P. and Lien, A.G., 2016, Perspective of aerogel glazings in energy efficient buildings. *Building and Environment*, 95, 405-413.

Gao, T., Jelle, B. P., Gustavsen, A., & Jacobsen, S., 2014, Aerogel-incorporated concrete: An experimental study. *Construction and Building Materials*, 52, 130-136.

Gao, T., Jelle, B.P. and Gustavsen, A., 2016, Building integration of aerogel glazings. *Procedia Engineering*, 145, 723-728.

Gurav, J., L., Nadargi, D., Y., Rao, V., 2008, Effect of Mixed Catalysts System on TEOS-Based Silica Aerogels Dried at Ambient Pressure, *Applied Surface Science*, 3019-3027.

Gürsoy, M., 2019, Bor atıklarının Aerojel üretiminde değerlendirilmesi, Sakarya Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya.

Henning, S., & Svensson, L., 1981, Production of silica aerogel. *Physica Scripta*, 23(4B), 697.

Hüsing, N., & Schubert, U., 2000, Aerogels. *Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry*.

Hwang, S. W., & Hyun, S. H., 2004, Capacitance control of carbon aerogel electrodes. *Journal of non-crystalline solids*, 347(1-3), 238-245.

Jensen, K. I., Kristiansen, F. H., & Schultz, J. M., 2005, Highly Insulating and Light Transmitting Aerogel Glazing for Super Insulating Windows HILIT.

Jensen, K. I., Schultz, J. M., & Kristiansen, F. H., 2004, Development of windows based on highly insulating aerogel glazings. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 350, 351-357.

Jones, S. M., 2006, Aerogel: space exploration applications. *Journal of sol-gel science and technology*, 40(2), 351-357.

Kabanov, A.V., Batrakova, E.V. and Alakhov, V.Y., 2002, Pluronic® block copolymers as novel polymer therapeutics for drug and gene delivery. *Journal of controlled release*, 82(2-3), 189-212.

Kumar, A., Rana, A., Sharma, G., Sharma, S., Naushad, M., Mola, G.T., Dhiman, P. and Stadler, F.J., 2018, Aerogels and metal–organic frameworks for environmental remediation and energy production. *Environmental Chemistry Letters*, 16(3), 797-820.

Leventis, N., Sotiriou-Leventis, C., Zhang, G., & Rawashdeh, A. M. M., 2002, Nanoengineering strong silica aerogels. *Nano Letters*, 2(9), 957-960.

Li, T., Wang T., 2008, __Preparation of Silica Aerogel from Rice Hull Ash by Drying at Atmospheric Pressure__“ *Materials Chemistry and Physics*, 112:398-401.

Li, Z., Cheng, X., Gong, L., Liu, Q. and Li, S., 2018, Enhanced flame retardancy of hydrophobic silica aerogels by using sodium silicate as precursor and phosphoric acid as catalyst. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 481, 267-275.

Li, Z., Cheng, X., He, S., Huang, D., Bi, H., & Yang, H., 2014, Preparation of ambient pressure dried MTMS/TEOS co-precursor silica aerogel by adjusting NH₄OH concentration. *Materials Letters*, 129, 12-15.

Lim, M. B., Hu, M., Manandhar, S., Sakshaug, A., Strong, A., Riley, L., & Pauzauskie, P. J., 2015, Ultrafast sol–gel synthesis of graphene aerogel materials. *Carbon*, 95, 616-624.

Lin, C., & Ritter, J. A., 1997, Effect of synthesis pH on the structure of carbon xerogels. *Carbon*, 35(9), 1271-1278.

Lin, C., & Ritter, J. A., 1997, Effect of synthesis pH on the structure of carbon xerogels. *Carbon*, 35(9), 1271-1278.

Lu, X., Caps, R., Fricke, J., Alviso, C.T. and Pekala, R.W., 1995, Correlation between structure and thermal conductivity of organic aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 188(3), 226-234.

Malay, O., Yilgor, I., & Menciloglu, Y. Z., 2013, Effects of solvent on TEOS hydrolysis kinetics and silica particle size under basic conditions. *Journal of sol-gel science and technology*, 67(2), 351-361.

Maleki, H., Durães, L., & Portugal, A., 2014, An overview on silica aerogels synthesis and different mechanical reinforcing strategies. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 385, 55-74.

McHugh, M., & Krukonis, V. (2013). *Supercritical fluid extraction: principles and practice*. Elsevier.

Mermer NK., 2018, Silika Temelli Aerojellerin Sol-Jel Yöntemi ile Sentezi ve Yapısal Özelliklerin İncelenmesi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.

Obrey, K. A., Wilson, K. V., & Loy, D. A., 2011, Enhancing mechanical properties of silica aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357(19), 3435-3441.

Özdemir, C., Akın, A. N., & Yıldırım, R., 2004, Low temperature CO oxidation in hydrogen rich streams on Pt-SnO₂/Al₂O₃ catalyst using Taguchi method. *Applied Catalysis A: General*, 258(2), 145-152.

Parmenter, K. E., & Milstein, F., 1998, Mechanical properties of silica aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 223(3), 179-189.

Pekala, R. W., 1989, Organic aerogels from the polycondensation of resorcinol with formaldehyde. *Journal of materials science*, 24(9), 3221-3227.

Platzer, W. J., & Bergkvist, M., 1993, Bulk and surface light scattering from transparent silica aerogel. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 31(2), 243-251.

Plueddemann, E. P., 2013, *Silane coupling agents*. Springer Science & Business Media.

Rao, A. P., Rao, A. V., & Pajonk, G. M., 2005, Hydrophobic and physical properties of the two step processed ambient pressure dried silica aerogels with various exchanging solvents. *Journal of sol-gel science and technology*, 36(3), 285-292.

Rao, A. V., Bhagat, S. D., Hirashima, H., & Pajonk, G. M., 2006, Synthesis of flexible silica aerogels using methyltrimethoxysilane (MTMS) precursor. *Journal of colloid and interface science*, 300(1), 279-285.

Rao, A. V., Kalesh, R. R., & Pajonk, G. M., 2003, Hydrophobicity and physical properties of TEOS based silica aerogels using phenyltriethoxysilane as a synthesis component. *Journal of materials science*, 38(21), 4407-4413.

Rao, A. V., Kulkarni, M. M., Pajonk, G. M., Amalnerkar, D. P., & Seth, T., 2003, Synthesis and characterization of hydrophobic silica aerogels using trimethylethoxysilane as a co-precursor. *Journal of sol-gel science and technology*, 27(2), 103-109.

Rao, A. V., Pajonk, G. M., & Parvathy, N. N., 1994, Effect of solvents and catalysts on monolithicity and physical properties of silica aerogels. *Journal of materials science*, 29(7), 1807-1817.

Sanli, D., & Erkey, C., 2013, Monolithic composites of silica aerogels by reactive supercritical deposition of hydroxy-terminated poly (dimethylsiloxane). *ACS applied materials & interfaces*, 5(22), 11708-11717.

Saraç, N., 2018, Silika esaslı doğal hammadde ve atıklardan aerojel tozu üretimi ve karakterizasyonu, Sakarya Üniversitesi ,Yüksek Lisans Tezi, Sakarya.

Saxon, T.F., Colombo, J., Robinson, E.L. and Frick, J.E., 2000, Dyadic interaction profiles in infancy and preschool intelligence. *Journal of School Psychology*, 38(1), 9-25.

Sayın, C., Çanakçı, M., Kılıçaslan, M.İ., and Özsezen, N., 2006, Çift yakıtlı (benzin + sıvılaştırılmış Petrol gazı) bir benzin motorunun ideal emisyon ürünleri, Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, Denizli, 12(2), 199-205.

Scherer, G. W., Hæreid, S., Nilsen, E., & Einarsrud, M. A., 1996, Shrinkage of silica gels aged in TEOS. *Journal of non-crystalline solids*, 202(1), 42-52.

Sıyın, N., 2016, Yüksek Sıcaklık Isı Yalıtım Uygulamalarına Yönelik Üstün Performanslı Aerojel Şilte Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Şanlı, D., 2014, Development of composites of silica aerogels with hydroxy-terminated poly(dimethylsiloxane), Doktora dissertation, Koç Üniversitesi, The Institute of Engineering and Sciences, İstanbul.

Tripp, C. P., & Hair, M. L., 1992, An infrared study of the reaction of octadecyltrichlorosilane with silica. *Langmuir*, 8(4), 1120-1126.

Tripp, C. P., & Hair, M. L., 1992, Reaction of alkylchlorosilanes with silica at the solid/gas and solid/liquid interface. *Langmuir*, 8(8), 1961-1967.

Ülker, Z., 2011, Preparation and characterization of silica aerogel polymer composites, Yüksek Lisans Tezi, Koç Üniversitesi, İstanbul.

Ülker, Z., 2011, Preparation and characterization of silica aerogel polymer composites, Master's Thesis, Koç University, The Institute of Engineering and Sciences, İstanbul.

Ünal Ö., TMMOB Makine Mühendisleri Odası Ankara Şubesi Enerji Komisyonu https://www.mmo.org.tr/sites/default/files/gonderi_dosya_ekleri/0f0c65cbf947d1c_ek.pdf. [Ziyaret tarihi: 5 Haziran 2021].

Wagh, P. B., Begag, R., Pajonk, G. M., Rao, A. V., & Haranath, D., 1999, Comparison of some physical properties of silica aerogel monoliths synthesized by different precursors. *Materials chemistry and physics*, 57(3), 214-218.

Yılmaz, Y., 2013. Farklı başlangıç maddeleri kullanılarak sol-jel yöntemiyle monolitik silika aerogel ve silika aerogel sentezi ve karakterizasyonu. Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi. Ankara.



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : MEHMET KAYIR
Uyruğu : TÜRKİYE CUMHURİYETİ

EĞİTİM

Derece	Üniversite Adı, İlçe, İl	Bitirme Yılı
Lisans	: Batman Üniversitesi, Merkez, Batman	2018
Yüksek Lisans	: Batman Üniversitesi	
Doktora		

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
2015-2016	Tekin Boru Limited Şirketi	Stajyer