



MONOLİTİK SİLİKA AEROJEL ELDESİ VE KARAKTERİZASYONU

Şeyda GETİR

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

HAZİRAN 2019

Şeyda GETİR tarafından hazırlanan “MONOLİTİK SİLİKA AEROJEL ELDESİ VE KARAKTERİZASYONU” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Gazi Üniversitesi Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. H. Canan CABBAR

Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Başkan: Prof. Dr. Kırali MÜRTEZAOĞLU

Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Üye: Doç. Dr. Suna ERTUNÇ

Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Ankara Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Tez Savunma Tarihi: 28/06/2019

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....
Prof. Dr. Sena YAŞYERLİ
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
 - Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
 - Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
 - Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
 - Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,
- bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Şeyda GETİR

28/06/2019

MONOLİTİK SİLİKA AEROJEL ELDESİ VE KARAKTERİZASYONU
(Yüksek Lisans Tezi)

Şeyda GETİR

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Haziran 2019

ÖZET

Bu çalışmada sol-jel tekniği kullanarak monolitik silika arojelin sentezlenmesi hedeflenmiştir. Çalışmada silika kaynağı olarak; Tetrametil ortosilikat (TMOS) kullanılmıştır. Sol haline getirilen numune, şırınga içinde jelleştirilmekte ve yaşlandırma ile kurutma basamağında ise numuneler şırıngadan çıkartılmaktadır. Isıl işlem (550 °C) yapıldıktan sonra 1 cm çapında, 4 cm boyunda silindirik monolitik (opak-şeffaf) yapı elde edilmiştir. Sol oluşturma basamağında, katalizör olarak kullanılan asetik asitin farklı miktarlarında (2-4 ml) ve derişimlerinde (0,05-0,1 M) çalışmalar yapılmıştır. Yapılan çalışmada asit miktarları arttıkça yüzey alanının düştüğü gözlemlenmiştir. Yaşlandırma sırasında kullanılan amonyum hidroksit derişiminin monolitik silika arojelin yüzey alanına etkisinin de olduğu belirlenmiştir. Araştırılan diğer parametreler ise jelleşme, yaşlandırma ve kurutma sıcaklıklarıdır. Jelleşme sıcaklığı (30-60 °C) ve yaşlandırma sıcaklığı (70-85 °C) değiştirildiğinde monolitik silika arojel yüzey alanında ve ortalama gözenek çap değerlerinde değişim belirlenmiştir. Jelleşme ve yaşlandırma sıcaklıkları arttıkça monolitik silika arojel yapısının daha şeffaf ve kırılğan olduğu gözlenmiştir. Kurutma sıcaklığı (40-100 °C) arttıkça yüzey alanının azaldığı belirlenmiştir. Deneysel çalışmalarda aynı şartlarda elde edilen yüzey alan değerleri birbirine yakın çıkarak, deneylerin tekrarlanabilirliği gözlenmiştir. Son olarak farklı TMOS/Polietilenglikol (PEG) oranında çalışmalar yapılmıştır. TMOS/PEG oranı arttıkça yüzey alanında azalma gözlenmiştir. Üretilen numunelerin Fourier kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analiziyle bağ yapıları, Termal gravimetrik analiz (TGA) sonuçlarıyla termal dayanıklılığı araştırılmıştır. Taramalı elektron mikroskopu (SEM) analizleriyle de yapının monolitikliği ve gözenekliliği doğrulanmıştır.

Bilim Kodu : 91213
Anahtar Kelimeler : Monolitik silika arojel, kurutma sıcaklığı, tetrametil ortosilikat, polietilen glikol
Sayfa Adedi : 90
Danışman : Prof. Dr. H. Canan CABBAR

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF MONOLITHIC SILICA AEROGEL

(M. Sc. Thesis)

Şeyda GETİR

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

June 2019

ABSTRACT

In this study, it is aimed to synthesize monolithic silica aerogels by using sol-gel technique. As a source of silica in the study; Tetramethyl ortosilicate (TMOS) was used. Sample formed into sol is gelled in the syringe and the samples are removed from the syringe in the aging and drying step. After heat treatment (550 °C) monolithic cylindrical (opaque-transparent) structure was obtained in 1 cm diameter and 4 cm long. Studies performed on different amount of acetic acid (2-4 ml) and concentration (0,05-0,1 M) that uses as catalyst in sol forming step. It was observed that as the acid amounts increased, the surface area decreased. It was determined that the concentration of ammonium hydroxide used during aging has an effect on the surface area of monolithic silica aerogel. Other parameters investigated are gelling, aging and drying temperatures. When the gelling temperature (30-60 °C) and the aging temperature (70-85 °C) were changed, the change in monolithic silica aerogel surface area and average pore diameter values were determined. As the gelling and aging temperatures increased, monolithic silica aerogel structure was observed to be more transparent and brittle. The surface area decreased as the drying temperature (40-100 °C) increased. Finally studies performed in different TMOS/(Polyethylene glycol) PEG ratio. The surface area decreases, when TMOS/PEG ratio increases. The Fourier infrared spectroscopy (FTIR) analysis of the samples produced by bond structures, Thermal gravimetric analysis (TGA) results were investigated with thermal durability. It was confirmed porosity and monolithic of the structure by Scanning electron microscope (SEM) analysis.

Science Code : 91213

Key Words : Monolithic silica aerogel, drying temperature, tetramethyl orthosilicate, polyethylene glycol

Page Number : 90

Supervisor : Prof. Dr. H. Canan CABBAR

TEŞEKKÜR

Kimya Mühendisliği lisans ve yüksek lisans eğitimim sırasında kıymetli bilgi, birikim ve tecrübeleri ile bana yol gösterici ve destek olan değerli danışman hocam sayın Prof. Dr. H. Canan CABBAR'a teşekkürü borç bilirim. Tez çalışmam boyunca bilgi ve tecrübeleri ile sorularımı yanıtlayan Yeliz YILMAZ'a, cihazları çalıştırmamda her türlü problemi çözmeme sağlayan Atomika çalışanı Adıgüzel KARŞIGİL'e, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi'nde SEM ve TGA analizlerinin yapılmasında yardımcı olan Merkez Araştırma Laboratuvarı Uzmanı Veli ŞİMŞEK'e ve tez çalışmamdaki yardımlarından dolayı sevgili hocam Dr. Alpay ŞAHİN'e çok teşekkür ederim. Hayatımın her anında ve her kararında beni hiç yalnız bırakmayan ve her zaman yanımda olan değerli annem Zehra ÖZTÜRK'e, değerli babam Ali Rıza ÖZTÜRK'e, değerli eşim Şevket GETİR'e ve biricik kızım Ece GETİR'e en içten teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca her zaman yanımda olan ve desteklerini esirgemeyen dostlarım Bahar Burla ATEŞ'e, H. Tuğçe ÇETİN'e, Tuğba MERT'e, Tuğba DERİCİ'ye, Aybüke Merve KESİK'e, Samet KESİK'e ve Esmâ GÜMÜŞ'e çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xii
RESİMLERİN LİSTESİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. GÖZENEKLİ MALZEMELER	3
3. AEROJELLER.....	5
3.1. Organik Aerojeller (Karbon Aerojeller).....	5
3.2. İnorganik Aerojeller (Silika Aerojeller).....	6
3.2.1. Silika aerojelin genel özellikleri	6
3.2.2. Silika aerojelin kullanım alanları	7
3.3. Silika Aerojel Sentezi.....	8
3.3.1. Silika aerojel üretim yöntemi adımları.....	8
3.3.2. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları.....	9
3.3.3. Jelleşme.....	10
3.3.4. Yaşlanma.....	11
3.3.5. Kurutma	12
3.4. Sol-Jel Prosesinin Avantajları	13
3.5. Sol-Jel Prosesinin Dezavantajları.....	14
4. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	15

5. DENEYSEL YÖNTEM.....	25
5.1. Kullanılan Başlangıç Malzemeleri.....	25
5.2. Monolitik Silika Aerojel Sentezi.....	26
5.2.1. Farklı derişimlerde ve miktarlarda asit katalizörü (CH ₃ COOH) kullanılarak monolitik silika aerojel üretimi.....	29
5.2.2. Farklı jelleşme sıcaklıklarında monolitik silika aerojel üretimi.....	30
5.2.3. Farklı yaşlandırma sıcaklıklarında monolitik silika aerojel üretimi	31
5.2.4. Farklı kurutma sıcaklıklarında monolitik silika aerojel üretimi.....	31
5.2.5. Farklı TMOS/PEG oranlarında monolitik silika aerojel üretimi	32
5.3. Silika Aerojelin Karakterizasyon Çalışmaları.....	32
5.3.1. N ₂ adsorpsiyon analizleri	33
5.3.2. FT/IR analizi	33
5.3.3. SEM analizi.....	34
5.3.4. Simultane termal analiz sistemi (TG-DTA, TG-DSC,TG).....	35
6. BULGULAR	37
6.1. TMOS Kullanılarak Farklı Derişimlerde ve Miktarlarda CH ₃ COOH Katalizörünün Kullanılmasıyla Üretilen Monolitik Silika Aerojeller.....	37
6.1.1. Monolitik silika aerojellere CH ₃ COOH asit katalizör derişimlerinin ve miktarlarının etkisi	37
6.2. Monolitik Silika Aerojel Sentezine Jelleşme Sıcaklığının Etkisi	46
6.3. Monolitik Silika Aerojel Sentezine Yaşlandırma Sıcaklığının Etkisi.....	49
6.4. Monolitik Silika Aerojel Sentezine Kurutma Sıcaklığının Etkisi	52
6.5. Monolitik Silika Aerojel Sentezine TMOS/PEG Oranının Etkisi.....	55
6.6. Monolitik Silika Aerojelin SEM-TGA Analizleri.....	57
7. SONUÇLAR.....	61
KAYNAKLAR	63
EKLER.....	67

	Sayfa
EK-1. FTIR grafikleri	68
EK-2. BET grafikleri	77
ÖZGEÇMİŞ	90



ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Silika aerogelin fiziksel özellikleri.....	7
Çizelge 5.1. Deneysel çalışmada kullanılan kimyasallar.....	26
Çizelge 5.2. Monolitik silika aerogel üretiminde kullanılan madde miktarları.....	30
Çizelge 5.3. Monolitik silika aerogel için jelleşme sıcaklıkları	31
Çizelge 5.4. Monolitik silika aerogel için yaşlandırma sıcaklıkları	31
Çizelge 5.5. Monolitik silika aerogel için kurutma sıcaklıkları	32
Çizelge 5.6. Monolitik silika aerogel için TMOS/PEG oranları	32
Çizelge 6.1. Set 1 deneyinde üretilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri.....	37
Çizelge 6.2. Monolitik silika aerojellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çap ve hacim değerleri (set 1).....	39
Çizelge 6.3. Set 2 deneyinde üretilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri.....	40
Çizelge 6.4. Monolitik silika aerojellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çap ve hacim değerleri (set 2).....	42
Çizelge 6.5. Set 3 deneyinde üretilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri.....	43
Çizelge 6.6. Monolitik silika aerojellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çap ve hacim değerleri (set 3).....	44
Çizelge 6.7. Jelleşme sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri	47
Çizelge 6.8. Jelleşme sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerojellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çapı değerleri.....	48
Çizelge 6.9. Yaşlandırma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri	50
Çizelge 6.10. Yaşlandırma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerojellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çapı değerleri.....	51
Çizelge 6.11. Kurutma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri	53

Çizelge	Sayfa
Çizelge 6.12. Kurutma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen katkısız silika aerjellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çapı değerleri.....	54
Çizelge 6.13. TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen silika aerjellerin FTIR spektrum değerleri	55
Çizelge 6.14. TMOS/PEG oranı değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerjellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çapı değerleri.....	56



ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 3.1. Sol-jel yöntemiyle silika aerogel eldesi akış şeması	9
Şekil 3.2. Sol-jel oluşumunun görseli	12
Şekil 5.1. Monolitik silika aerogel üretim şeması	26
Şekil 6.1. s4 numunesi FTIR spektrumu.....	38
Şekil 6.2. s4 numunesinin izoterm eğrisi	39
Şekil 6.3. s7 numunesi FTIR spektrumu.....	41
Şekil 6.4. s7 numunesinin izoterm eğrisi	42
Şekil 6.5. s16 numunesini FTIR spektrumu.....	44
Şekil 6.6. s16 numunesinin izoterm eğrisi	45
Şekil 6.7. Set 1, Set 2, Set 3’de elde edilen numunelerin eklenen asit miktarının artışı ile yüzey alanı değerlerinin değişim grafiği	46
Şekil 6.8. Jelleştirme sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerogellerin FTIR spektrumları	47
Şekil 6.9. j4 silika aerogelinin izoterm eğrisi	48
Şekil 6.10. Yaşlandırma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerogellerin FTIR spektrumları	50
Şekil 6.11. y1 silika aerogelinin izoterm eğrisi	51
Şekil 6.12. Kurutma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerogellerin FTIR spektrumları	53
Şekil 6.13. k4 silika aerogelinin izoterm eğrisi	54
Şekil 6.14. ‘a3’ TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerogelin FTIR spektrumları	56
Şekil 6.15. ‘a3’ TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerogelin izoterm eğrisi	57
Şekil 6.16. j4 numunesinin TG-DTA grafiği	59
Şekil 6.17. j4 numunesinin TG- °C grafiği (kütle kaybı).....	60

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 3.1. Hidroliz reaksiyonu	10
Resim 3.2. Yoğunlaşma reaksiyonu.....	10
Resim 5.1. Manyetik karıştırıcı üzerindeki numuneler.....	27
Resim 5.2. Jelleşme için hazırlanan numuneler	27
Resim 5.3. Jelleşmesi tamamlanmış numuneler	28
Resim 5.4. Kalıptan çıkarılan numune.....	28
Resim 5.5. NH ₄ OH çözeltisinde numune	28
Resim 5.6. Kurutma işlemi tamamlanmış numune.....	29
Resim 5.7. N ₂ adsorpsiyon cihazı	33
Resim 5.8. Deneysel çalışmada kullanılan FT/IR cihazı	34
Resim 5.9. Deneysel çalışmada kullanılan SEM cihazı.....	34
Resim 5.10. Deneysel çalışmada kullanılan TGA cihazı.....	35
Resim 6.1. j4 numunesinin SEM görüntüsü	58
Resim 6.2. j4 numunesinin (kalsinasyon yapılmadan) SEM görüntüsü	59

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Açıklamalar

C	BET sabiti
D	Gözenek çapı, nm
P₀/P	Nispi basınç
W	Katı kütlesi

Kısaltmalar

Açıklamalar

BET	Brunauer, Emmett ve Teller teorisi
EDS	Enerji dağılım spektroskopisi
FTIR	Fourier kızılötesi spektroskopi
IUPAC	Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği
MTES	Metiltrietoksisilan
PEDS	Polietoksidisiloksan
PEG	Polietilenglikol
PEO	Polietilenoksit
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TEOS	Tetraetoksisilan
TMCS	Trimetilklorosilan
TMOS	Tetrametoksisilan

1. GİRİŞ

Aerogeller son yıllarda çok önem kazanmış ve birçok alanda kullanıma girmiştir. Silika aerogel, yüksek yüzey alanı, yüksek porozite, düşük yoğunluk, düşük dielektrik sabiti ve mükemmel ısı yalıtım özelliklerine sahip nano yapıları malzemedir. Doğada kolay bulunan malzemelerden sentezlenebilmektedir ve böylece üretimi daha ekonomik hale gelmektedir. Endüstride oldukça yaygın kullanım alanı bulunmaktadır. Özellikle inşaat sektöründe, yalıtım ve dolgu malzemesi olarak, elektronikte sensör ve çerenkov dedektörü, kimyada adsorbent ve katalizör taşıyıcısı olarak kullanım alanları vardır.

1992’de kendiliğinden oluşan iki farklı silika mekanizması açıklanmıştır. Birincisi sürfaktan ve silikanın mezo gözenekli silikaya önderlik eden kendinden oluşum mekanizmasıdır. İkincisi ise mezo gözenek ve makro gözenek boyutları arasında kontrol edilebilen ve bu iki tip gözenek boyutunun dağılımına sahip monolitik silikanın oluşumunu sağlayan polimer ve silikanın spinodal ayrılma olarak da adlandırılan faz ayrılması mekanizmasıdır. Genel olarak monolitik silikanın üretim prosesi suda çözünebilen bir polimer içinde alkoksisilanların hidrolizi ve polikondenzasyonuna dayanır [1].

Gözenek yapısında ve potansiyel uygulama alanlarındaki çeşitlilik nedeniyle gözenekli inorganik malzemelere duyulan ilgi büyüktür. Farklı parametre değerlerinde gözenek yapısı ve morfolojisinin eş zamanlı kontrolü ile materyal hazırlanması mezo gözenekli silika malzemelerinin üretiminde köklü ilerleme kaydetmiştir. Böylece mezo gözenekli silika küreler, kristaller, ince filmler, çubuklar, lifler ve monolitler sentezlenmiştir [2].

Bu çalışmada ise silika aerogelin biraz daha spesifikleştirilmiş hali olan monolitik silika aerogel üretimi incelenmiştir. Monolitik silika aerogelinin gözenekleri, birbirleriyle bir demet oluşturan nano gözeneklerden daha geniş gözeneklere sahip kılcallardan oluşmaktadır. Bu durum, monolitik silikanın kapiler basınç düşmesini azaltarak gözeneklerdeki çökmeyi azaltır ve yüzey alanını artırır.

Sol-jel yöntemi ile monolitik silika aerogeller üç aşamada sentezlenmiştir. İlk olarak Tetrametilortosilikat (TMOS) başlangıç malzemesi kullanılarak jelleşme gerçekleştirilmiştir. İkinci aşamada aerogelin sağlamlığını artırmak için yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Üçüncü ve son aşamada ise oluşan jelin yığılmasını engellemek için kurutma

yapılmıştır. Sentez boyunca farklı parametrelerin etkileri incelenmiştir. Sentez sırasında değiştirilen parametreler ise şunlardır:

Jelleşme basamağında katalizör olarak kullanılan asetik asitin farklı miktarlarında ve derişimlerinde çalışmalar yapılmıştır. Ayrıca yaşlandırma sırasında kullanılan amonyum hidroksit derişiminin deęişiminin monolitik silika aerogel üzerinde etkisi incelenmiştir. Araştırılan dięer parametreler ise jelleşme, yaşlandırma ve kurutma sıcaklıklarıdır. Son olarak farklı TMOS/Polietilenglikol (PEG) oranında çalışmalar yapılmıştır. Farklı parametreler uygulanarak sentezlenen monolitik silika aerojellere çeşitli karakterizasyon çalışmaları yapılarak, uygulanan parametrelerin sentezlenen aerojellerin yüzey alanına ve gözenek çapına olan etkisi incelenmiştir.

2. GÖZENEKLİ MALZEMELER

Gözenekli malzemeler; içerisinde düzenli veya düzensiz, farklı büyüklükte, bazen kompleks yapılarda, bazen de birbirleri ile ilişkili ya da ilişkisiz boşluklara sahip olan katı malzemelerdir. Açık ve kapalı gözenek olmak üzere gözenek çeşitleri ikiye ayrılmaktadır.

Açık gözenekli malzemeler katalizör olarak, ayırma ve yer değiştirme işlemlerinde kullanılırlar. Açık gözenekler maddenin dış yüzeyiyle bağlantılıdır. Ses ve ısı yalıtımında, elektrik alanında ve yeni üretim teknolojilerinde ise kapalı gözenekli malzemeler kullanılırlar. Maddenin dış yüzeyi ile direk bağlantısı bulunmaz.

Gözenekli malzemeler 0,2–0,95 arası gözenekliliğe sahiptirler. Gözeneklilik, katının toplam hacminin ne kadarının boşluk olduğunu verir ve boşluk hacminin numunenin toplam hacmine oranından hesaplanabilir.

Gözenekler düz, eğimli, karmaşık, silindirik yapıya sahip olabilir. Ayrıca gözenek çapları da farklılık gösterebilir. Bunun için Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği (IUPAC) tarafından bir sınıflandırma yapılmıştır. Gözenek boyutları;

- $D < 2$ nm ise mikro gözenek,
- $2 < D < 50$ nm ise mezo gözenek ve
- $D > 50$ nm ise makro gözenek olarak sınıflandırmıştır.

Bir malzemeye gözenekli malzeme denebilmesi için aşağıdaki temel özelliklere sahip olmalıdır.

- Malzeme kendi boyutları ile karşılaştırıldığında içerisinde çok küçük ve birbiri ile bağlantılı boşluklar içerir.
- Akışkan katı malzemenin bir ucundan girip diğer ucundan çıkabilmelidir.

Doğal bir gözenekli ortam içinde bulunan boşlukların büyüklüğü ve şekli düzensizdir. Gözenekli ortamın bütün makroskopik özellikleri bu düzensizlik ve gözenekli malzemenin ortalama özelliklerini temsil eder rastgelelikten etkilenir. Bu durumda, makroskopik gözenek yapısı değişkenleri gözenekli malzemenin ortalama özelliklerini temsil eder [3].



3. AEROJELLER

Aerogeller, gözenekler içinde bulunan sıvı maddenin hava ile yer değiştirilerek oluşturulduğu katı maddelerdir. Aerogellerin tüm yüzeyi tıpkı bir sünger gibi delikli gözeneklerden oluşmaktadır. Aerogeller çoğunlukla mezo gözenek yapısına ve % 90-% 98 aralığında gözenekliliğe sahiptir. Aerogeller; silika, karbon, organik ve biyolojik polimerler, metal oksitler (demir oksit, kalay oksit), yarı iletken nano yapılar, metaller (bakır ve altın gibi) değişik maddelerden elde edilebilirler.

Aerogeller ile ilgili ilk çalışmalar, 1930'lu yıllarda yapılmıştır. Steven KISTER, jellerin içerisindeki sıvıyı uzaklaştırarak hafif ama yüksek yüzey alanına sahip maddeler elde etmeye çalışmıştır. Jel içerisindeki suyu uzaklaştırmak için yapılan kurutma sırasında yapının büzülerek bozulabileceğini düşünmüştür. Kister yapının bozulmaması için suyun yerine geçecek tek şeyin hava olması gerektiğine karar vermiştir. Sıcaklığı artırıp sıvıyı buhar basıncından daha yüksek bir basınçta tuttuğumuzda kritik sıcaklıkta sıvı, gaz hale geçmektedir. Kister'e göre bu yöntemle gözenekler hava ile dolmuştur. Kister ürettiği ilk aerogeli 1931 yılında bir makale ile bilim dünyasına duyurmuştur. 1970 yılında Fransa'da bir üniversitede gözenekli yapılarda roket yakıtı ya da hidrojen depolanması konusu bir öğrenciye tez konusu olarak verilmiştir. İlk zamanlar aerogel üretmek amacıyla çok uğraşmıştır ama sonunda yeni tür aerogel üretilmiştir. Sol-jel kimyasının uygulaması olarak ortaya çıkacak olan bu süreçte aerogeller üzerine olan ilgiler artmıştır ve aerogellerin geliştirilmesi üzerine bilim insanları çalışmaya başlamıştır [4].

Aerogelin genel olarak, iki farklı çeşidi vardır. Bunlar inorganik ve organik aerogellerdir. Organik aerogeller sulu çözelti içindeki resorsinol-formaldehit karışımının polimerizasyonu ile sentezlenmektedir. Metal alkoksitlerin polimerizasyonundan sentezlenen çapraz bağ yapılı ve şeffaf hidrojellerden üretilenlere ise inorganik aerogeller denilmektedir [5].

3.1. Organik Aerogeller (Karbon Aerogeller)

Organik aerogeller Pekala tarafından ilk olarak 1989 yılında üretilmiştir. Organik aerogellerin oluşumu üç basamakta incelenir. Bunlar; sol-jel polimerizasyonu, solvent değişimi ve süperkritik CO₂ kurutmadır. Baz katalizör olarak sodyum karbonat kullanılmaktadır [6].

Karbon aerojeller üç boyutlu ağ yapısında, nanometre boyutunda ve adsorbent özelliğine sahip olan kovalent bağlı malzemelerdir. Aerojel, yeni bir adsorpsiyon malzemesi olarak reaktif boya atık işleme uygulamalarında kullanılmaktadır. Karbon aerojelin mikro ve mezo gözenek yapısı adsorpsiyon kapasitesine önemli katkı sağlamaktadır. Ayrıca gözenek yapısı kontrol edilebilir özelliğe sahip olduğundan katı şekillerde, toz ve yaprak gibi değişik formlarda üretilebilmektedir [7].

Karbon aerojeller, organik aerojellerin pirolizinden elde edilen yüksek gözenekliliğe (% 50'nin üzerinde), düşük yoğunluğa ($0,1 \text{ g/cm}^3$), 100 nm'den daha az gözenek çapına ve yüksek yüzey alanına sahip malzemelerdir. Ayrıca karbon aerojeller zehirsiz, inert ve çevre dostudurlar. Bu özelliklerine ek olarak farklı deneysel uygulamalarda gözenek yapısının optimize edilebilmesi mümkün olduğundan, bilim adamlarının dikkatini çekmişlerdir [8].

3.2. İnorganik Aerojeller (Silika Aerojeller)

İnorganik aerojeller, metal alkoksitlerin polikondenzasyonundan sentezlenen çapraz bağ yapılı ve şeffaf hidrojellerden meydana gelmektedir. En çok bilineni ve tercih edileni silika aerojellerdir. Silika aerojeller; yüksek gözenekli ve düşük yoğunluklu, yüksek spesifik yüzey alanı, yüksek termal yalıtım değeri, çok düşük dielektrik sabiti ve düşük kırılma katsayısı gibi sıra dışı özelliklere sahiptirler. Aerojellerin büyük çoğunluğu havadan oluşmakta olup, dünyanın en hafif katısı olarak bilinmektedirler. Katı bir maddenin molekülleri arasında bu kadar fazla hava barındırması alışılmış bir durum değildir. Yalnızca bir gram aerojelin yüzey alanı 300 m^2 'den 3000 m^2 'ye kadar ulaşabilmektedir. Bu üstün özellikleri nedeniyle silika aerojellerin pek çok kullanım alanı vardır. Yoğunluğunun düşük olması, hafif malzeme olarak kullanılmasını; yüzey alanının geniş olması ise süper-yalıtkan katı olmasını sağlamaktadır [9].

3.2.1. Silika aerojelin genel özellikleri

Silika aerojel için genel olarak literatürden alınan özellikleri Çizelge 3.1'de özetlenmiştir. Çizelge incelendiğinde görüldüğü gibi, silika aerojeller her üç boyutta (makro, mezo, mikro) gözeneklere sahiptir. Ancak gözeneklerin çoğunluğu mezo gözenek aralığına düşmektedir. Gözenek boyutu yaklaşık değerleri 5 ile 100 nm arasında, ortalama gözenek çapı 20 ve 40

nm ve BET yüzey alanı 600 ve 1000 m² arasındadır. Gözeneklilik % 99 gibi yüksek olabilir [10].

Çizelge 3.1. Silika arojelin fiziksel özellikleri

Özellik	Değeri
Yoğunluk	0.003-0.35 g/cm ³
Yüzey alanı	600-1000 m ² /g
% Katı miktarı	% 0.13-15
Gözenek çapı	20-150 nm
Primer parçacık çapı	2-5 nm
Ses hızı	100 m/s
Çekme Dayanımı	16kPa
Isıl İletkenlik	0,017-0,021 W/m.K
Kırılma Tokluğu	~ 0.8 kPa * m ^{1/2}

Literatürden alınan bilgiye göre silika arojel ile yapılmış bir inç kalınlığındaki pencere camı, 20 pencere camıyla aynı yalıtıma eşdeğerdir. Evlerdeki ısı kaybının %30'u pencerelerden kaynaklanır, fakat iyi tasarlanmış bir arojel cam, karşılaştırılabilir boyutta ısıtma ve soğutma maliyetlerini düşürebilir. Eğer silika arojeller 200 °C üzerinde kullanılacak olursa, enerji taşınımı ortadan kaldırılmış olur. Bu durum süper kritik kurutmadan önce ve sonra, arojeye ek bir bileşen eklenerek yapılır. En iyi sonuç veren katkı maddelerinden birisi olan elementel karbon, kızıl ötesi radyasyon emicidir ve gerçekten arojelin mekanik gücünü arttırabilir [10].

3.2.2. Silika arojelin kullanım alanları

Silika arojeller üstün özellikleri sayesinde pek çok değişik alanda kullanıma sahip nano yapılmış malzemelerdir [11-12]. Kullanım alanlarının başlıcaları;

- Termal ve ses yalıtım malzemesi
- Elektronikte izolator, pigment taşıyıcılar, sensör malzemeleri, çerenkov dedektörü, gerilim ayarlayıcılar
- Kimya sektöründe adsorban, katalizör taşıyıcısı, enjeksiyon ajanı

- Katalizör desteđi
- Süperkapasitör
- Vernik ve boyalar için dolgu malzemesi
- İnce filmler üzerinde nem sensörü
- Eczacılık ve tarımda taşıyıcı malzeme
- Yüksek basınçta yapılan şok dalgaları çalışmaları şeklindedir.

3.3. Silika Aerojel Sentezi

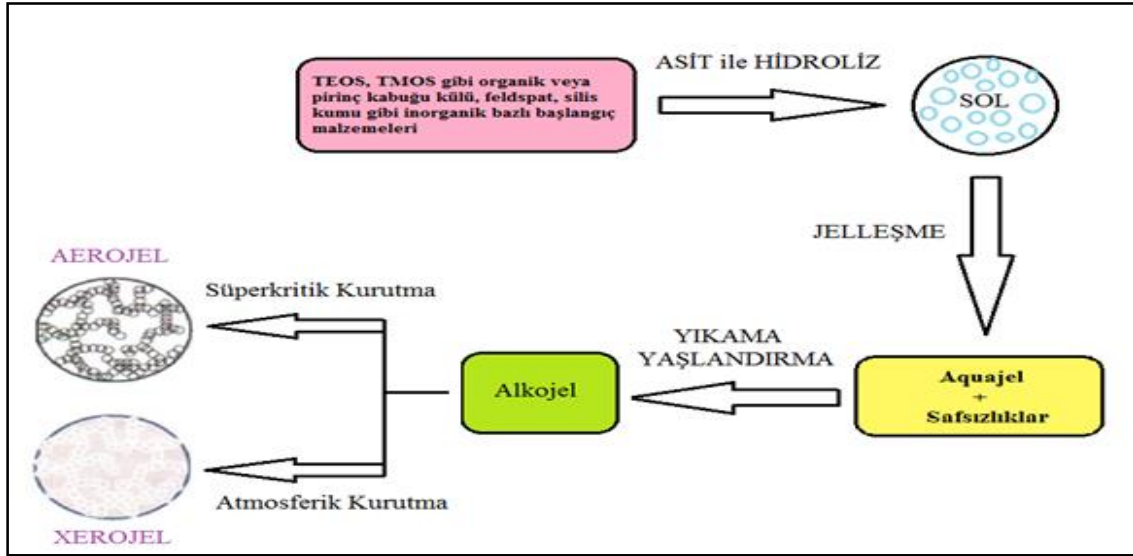
Silika aerojel üretiminde sol-jel metodu kullanılmaktadır. Sol-jel yöntemi inorganik malzemeler hazırlamak için çok uygun bir metottur. Bu yöntemin en önemli avantajı tüm prosesin ortam koşullarında yürütülebilmesidir. Başlangıç malzemelerinin hidroliz ve kondenzasyonuna dayanan sol-jel sentezi, malzeme hazırlamada kullanılan bir yöntemdir. Metal alkoksit çözeltileri veya inorganik bileşiklerin (nitratlar, metal tozları ve oksitler gibi) belirli miktarlarda su ve asit ile birleşerek bir solüsyon oluşturulması ve belirli sıcaklıklarda karıştırılmasıyla birçok kimyasal reaksiyon ile bir ağın oluşması (jelleşme) ve bu ağın büyüyerek bütün sisteme ulaşip bir yapı meydana getirmesidir. Sol-jel üretim metodu, laboratuvar ortamında iyi uygulanabilen bir yöntemdir. Ayrıca büyük ölçekli üretimler için de kullanımı artmaktadır [13].

3.3.1. Silika aerojel üretim yöntemi adımları

Sol-jel prosesi; sol fazdan katı jel fazına geçişi içerir. Genellikle düşük sıcaklıkta gerçekleşen bu proseste bir ön ürünü belirli bir ürüne dönüştürmenin beş önemli adımı vardır:

1. Hidroliz
2. Kondenzasyon
3. Jelleşme
4. Yaşlandırma
5. Gözenek sıvısının uzaklaştırılması (Kurutma)

Üretim yöntemi basamakları şekilsel olarak Şekil 3.1’de görülmektedir.

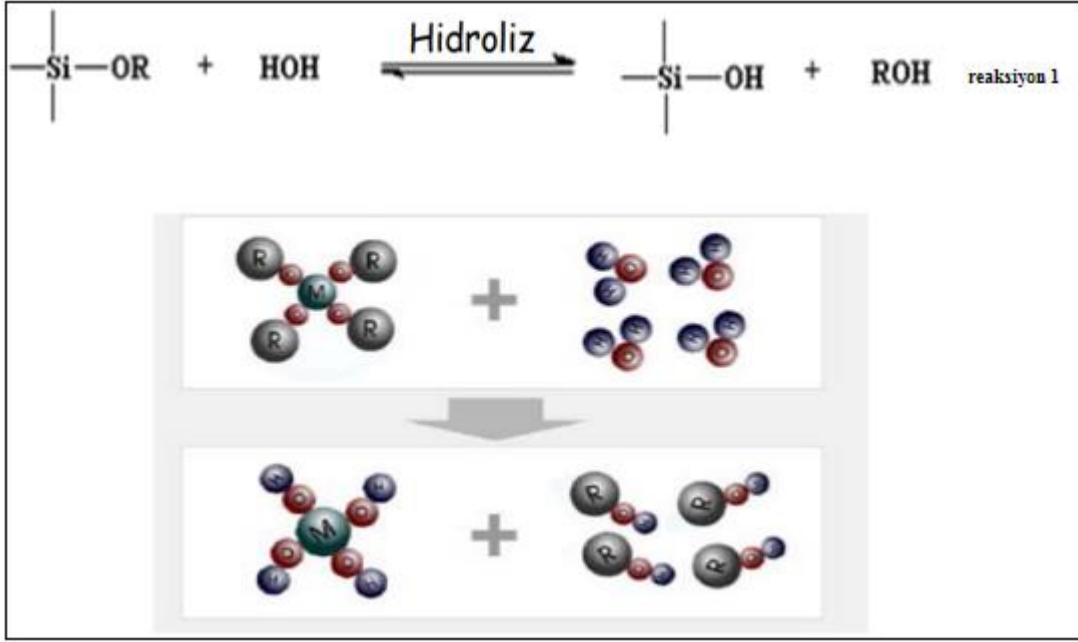


Şekil 3.1. Sol-jel yöntemiyle silika aerogel eldesi akış şeması

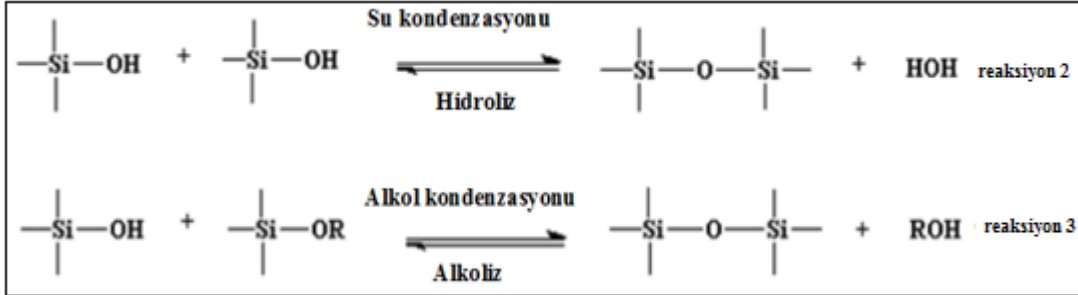
3.3.2. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları

Yöntemin en önemli adımı olan hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları (reaksiyon 1,2 ve 3) aynı anda meydana gelir. Hidroliz reaksiyonlarının sebebi olan adım (reaksiyon 1) esas olarak, hammaddelerden monomer üretiminin başlamasıdır. Sonra siloksan bağları yoğunlaşma ve polimerizasyon reaksiyonları tarafından kümelerin (reaksiyon 2 ve 3) oluşturmasıyla devam eder. Parçacıklar, diğer kümelerin veya jelleşme başlayan monomerler kümelerinin agregasyonu ile büyür. Bu amaç doğrultusunda ortama alkol içeren ve yoğunlaşma reaksiyonlarına katılan çözücüler eklemek gerekmektedir. Bu yöntemin en önemli avantajı, tuzlar gibi yan ürünlerin olmaması ve yıkama döngülerine gerek kalmamasıdır. Bu işlem daha kısadır ve birçok araştırmacı bu yöntem sayesinde aerojeller ile ilgilenmeye başlamıştır. 1984 yılında İsveç'te, TMOS, metanol ve su kullanarak yukarıda anlatılan adımları uygulayarak sol-jel yöntemi ile silika aerogel üretilen bir pilot tesis inşa etmiştir. Üretilen aerojellerin yoğunluğu $70-250 \text{ kg/m}^3$, gözenek boyutu $10-20 \text{ nm}$, ve spesifik yüzey alanı $700 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dir. İki aşamalı yöntemde hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları aynı anda meydana gelmektedir [14].

Hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonları;



Resim 3.1. Hidroliz reaksiyonu



Resim 3.2. Yoğunlaşma reaksiyonu

3.3.3. Jelleşme

Genel olarak jelleşme, bir çözeltinin akışkan özelliğinin kaybolarak elastik katı görünümüne geçmesi olarak tanımlanabilir. Sol jele dönüşürken, yapının viskozitesi artarak yapı jelleşme noktasında akamayacak hale gelir. Parçacıkların oluşturduğu ağısı yapı sıvının tüm hacmi içerisinde yayılır ve sıvının akma durumu sona erer.

Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda oluşan kümeler büyüyüp bağlanarak jeli oluştururlar. Jelleşme olayı, koloidal taneciklerin bağ yapıları ile yakından ilgilidir. Jeli oluşturan moleküller birbirine zayıf veya kuvvetli bağlarla bağlanırlar ve aralarındaki

boşluklarda sıvı bulunan iskelet şeklinde dokular meydana getirirler. Sonuç olarak oluşan yapıya ise “jel” adı verilmektedir.

Jel oluşumu, hazırlanmış olan solüsyon için yeterli küçüklükte sol tanelerini oluşturur. Bu tanecikler yüzey yüklerinin elektrokimyasal etkileşimi ile bir ağı yapı meydana getirerek jel oluşumunu tamamlar. Yoğunlaşma ile gerçekleşen bu durum çözeltinin viskozitesinin artışından belli olmaktadır. Örnek olarak SiO_2 sentezinde jelleşme aşamasında büyüyen partiküllerin yüzeyindeki silanol fonksiyonel grupları bir veya birkaç proton kaybetmiş halde bulunan moleküllerdir ve negatif yükleri iterek solü dengede tutarlar. Daha sonra, çözücünün buharlaştırılarak alkoksilan hidroliziyle su tüketilir ve konsantre çözelti oluşur. Elde edilecek malzemenin şekli ve boyutu jelleşme kısmında belirlenmektedir. Bu nedenle jelleşme işleminin iyi kontrol edilebilmesi önemlidir. Jelleşme zamanı, düşük yoğunluğa sahip ve gözenekli bir ürünün elde edilebilmesi için prosesin en önemli parametrelerinden birini oluşturmaktadır. Jelleşme zamanının artması ile taneciklerin yoğunluğunun arttığı bilinmektedir. Literatüre bakıldığında solün pH değeri düşük olduğunda jelleşme zamanının da uzadığı görülmektedir [3].

3.3.4. Yaşlanma

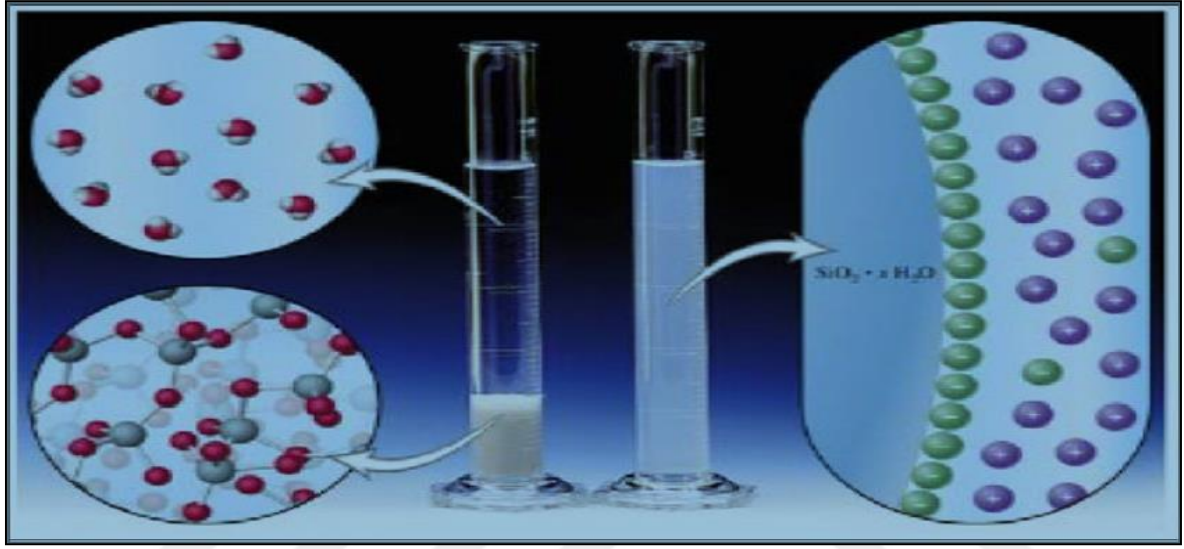
Yaşlandırma; hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları ile sol yapıdan jelin oluşmasından sonraki aşamasıdır. Uzun süre saklanan ıslak jelin içerisinde bulunan kimyasalların gerçekleştirdiği reaksiyonlarla kararlı bir yapının oluşması için beklenen süreye yaşlandırma prosesi denilmektedir [3].

Yaşlandırma işleminde, silika ağ yapısına yeni monomerlerin eklenmesiyle siloksanın çapraz bağ derecesi artabilmektedir. Yaşlandırma aşamasında oluşan aerogelin katılık ve mukavemet değeri artmakta ve jel bağları kuvvetlenmektedir. Kurutma esnasında büzülmelerin olmaması için yaşlandırma süresini minimumda tutmamız gerekmektedir.

Yaşlandırma işleminde sol'ün yapı ve özelliklerine etki eden iki farklı işleyiş vardır. Bu iki yöntem aynı anda ve farklı hızlarda oluşabilmektedir. Bunlar:

- Çözülmüş silika taneciklerinin birleşip çökmesi ile oluşan büyüme
- Küçük taneciklerin daha büyük çökelti üzerine eklenmesi ile oluşan büyüme

Yaşlandırma işlemi boyunca çözücünün buharlaşması, ağ yapıları arasında küçük çöküntüler oluşmasına ve aerogelin büzülmesine sebep olabilmektedir. Bu etkilerin giderilebilmesi için düşük buhar basıncına sahip (iyonik sıvılar gibi) çözücüler kullanılabilir. Kullanılan çözücüler hem mekanik özellikleri iyileştirirler hem de belirgin bir çökme oluşmadan mikro gözenekli yapı oluşumunu da azaltırlar [9]. Şekil 3.2’de çözelti oluşumu (sol) ve jelleşme işleminden sonraki bağların görünümü verilmiştir.



Şekil 3.2. Sol-jel oluşumunun görseli

3.3.5. Kurutma

Yaşlandırma aşamasından sonra kurutma işleminin yapılmasındaki amaç; jel yapısının içindeki sıvıyı uzaklaştırırken yığılmasına engel olmak, jelin iskelet yapısını korumak ve büzülmeyi minimuma indirmektir. Kurutma, süper kritik kurutma, atmosfer basıncında yapılan kurutma, dondurarak kurutma ve mikrodalga ile kurutma olmak üzere pek çok şekilde gerçekleştirilebilir. Bunlar arasında literatürde en yaygın kullanılan kurutmalardan kısaca bahsedilecek olursa;

- Süperkritik kurutma; süperkritik şartlardaki madde (metanol, karbondioksit, etanol vb.) ile çözücünün yer değiştirmesi işlemine denir. Bu yöntemde kurutma sıcaklığı ve basıncı çözücünün kritik sıcaklık ve basıncından daha yüksek olmalıdır. 50-100 atm arasındaki kritik basınçlar ve 300-600 °C arasındaki yüksek kritik sıcaklıklarda, organik çözücülerin çoğu tehlikeli, patlayıcı ve yanıcı özellik göstermektedir. Bu yüzden yüksek sıcaklıkta süperkritik kurutma yapılırken güvenlik önlemlerinin alınması gerekir [3].

- Aerojellerin süperkritik şartlarda üretiminin yüksek maliyetli, tehlikeli, patlayıcı ve yanıcı olması gibi dezavantajları mevcuttur. Bu yüzden maliyeti azaltıp, kullanımını daha güvenli hale getirmek ve hacim büzülmesini en aza indirmek için son zamanlarda çevresel basınçta kurutma işlemi yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır [3].
- Mikrodalga ve dondurarak kurutma yöntemlerinde jellerden çözücünün uzaklaştırılması sağlanır. Genel olarak dondurarak kurutma işlemiyle çözücüsü uzaklaştırılarak kurutulan jellerin buharlaştırılarak kurutulanlara göre daha büyük gözenek hacmine sahip oldukları bilinmektedir [15].
- Klasik kurutma metotlarından farklı olarak, son zamanlarda mikrodalga kalsinasyonu ile yapılan çalışmalar da bulunmaktadır. Klasik ısıtma yöntemlerinde malzemeler yalnızca dış yüzeyden ısıtılırken, mikrodalga ile hem içten hem de dıştan ısıtılarak fotokatalitik aktivite özellikleri geliştirilebilir [15].

3.4. Sol-Jel Prosesinin Avantajları

Sol-jel prosesini diğer yöntemlerden üstün kılan özelliklerden bazıları şunlardır;

- Düşük sıcaklıkta çalışılabilmesi:
 - Genel olarak gelişmiş ve karmaşık fabrikasyon teknolojileri cam, seramik gibi malzemelerin hazırlanmasında yüksek sıcaklık kullanılmaktadır. Bu durum da malzemelerin hazırlanmasına sınırlamalar getirmektedir. Yüksek sıcaklık kullanıldığında malzemelerin hazırlanışı esnasında fiziksel ve kimyasal özelliklerde oluşan değişiklikler kontrol altında tutulamamaktadır. Bu yüzden istenilen teorik yapısal değerlere ulaşmak zorlaşmaktadır.
 - Sıcaklığın düşük tutulması sağlanarak yüksek sıcaklıkta buharlaşmadan meydana gelecek olan kayıplar önlenmektedir. Bu durum oluşabilecek hal değişimlerini ortadan kaldırmaktadır. Düşük sıcaklık uygulamasıyla organik moleküller veya boyar maddeler kolay bir şekilde oksit jel ağına sokulabilmektedirler.
- Ürünün büyük saflıkta elde edilmesi: Saf maddelerin sıvı çözeltileri kullanılarak homojenleşme moleküler seviyede sağlanmaktadır. Başlangıç maddelerinin basit bir şekilde saflaştırılışından sonra, ürün büyük bir saflıkta elde edilebilmektedir.
- Çalışma prosesi kolaylığı: Çalışma için basit kaplar ve ortam için atmosferik şartlar yeterli olabilmektedir.

- Kaplama filmlerini hazırlama rahatlığı: Sollerin viskoziteleri düşük olduğundan ince kaplama filmlerinin hazırlanması daha kolay hale gelmektedir [3].

3.5. Sol-Jel Prosesinin Dezavantajları

Pek çok avantajın yanında, sol-jel prosesinin dezavantajları da vardır. Bunlar;

- Prosesin zaman alıcı ve çok aşamalı olması,
- Jelleşme, yaşlandırma ya da jellerin kurutulması esnasında büyük bir büzülme oluşabileceğinden dikkat gerektirmesi,
- Gözenek yapısının fazla miktarda bulunması ve bunların kontrol edilemediği durumlarda problemlere sebep olabilmeleri,
- Ortamda oluşabilecek istenmeyen, organik kalıntıların ayrılmasının zor olması,
- Başlangıç maddelerinin pahalı ve neme duyarlı olmasıdır [3].

4. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Yapılan literatür araştırmasında silika aerojel eldesinde farklı başlangıç maddeleri olan pirinç kabuğu külü, sodyum silikat, feldspat ve alkoksitler kullanılmıştır. Alkoksitlerden Tetraetoksisilan (TEOS), TMOS, trimetilklorosilan (TMCS) ve metiltrietoksisilan (MTES) literatürde silika aerojel eldesinde kullanılmıştır. Bunlardan TEOS, en çok kullanılan başlangıç malzemesidir. Araştırmalarda, farklı kurutma şartları ve sıcaklıkları, farklı asit ve baz katalizörleri kullanılmış ve her bir çalışmadan elde edilen arojellerin yüzey alanları ve gözenek dağılımları farklılık göstermiştir. Bu bölümde, parametrelerin değişiminden yararlanılarak yapılan silika aerojel sentezi hakkındaki literatür araştırmalarından bazıları özet halinde verilmiştir.

Soleimani Dorcheh ve H. Abbasi yazdıkları "Silika aerojel sentezi, karakterizasyonu ve Özellikleri" adlı makalede son yıllarda üstün nitelikleri sayesinde büyük önem kazanan silika arojellerin mevcut ve potansiyel kullanım alanlarını incelemişlerdir. Bu makalede silika arojellerin fiziksel ve kimyasal özellikleri detaylı bir şekilde anlatılmaktadır. Daha sonra silika arojellerin üretim metotlarından sol-jel metodu ve bu metodun basamakları olan jel hazırlama, jel yaşlandırma ve çözücü uzaklaştırma detaylı bir biçimde ele alınmaktadır. Bunlara ek olarak sol-jel oluşumu için değişkenler ve oranları, süper kritik kurutma, çevresel basınçta kurutma bu makalenin diğer önemli başlıklarıdır [9].

Kaya T.'nin çalışmasında Al_2O_3 ve ZrO_2 sol-jel yöntemi ile üretilerek bu malzemelerden kompozit yapı elde edilmesi hedeflenmiştir. $ZrO_2-Al_2O_3$ kompozit malzeme farklı sıcaklıklarda kalsine edilmiş ve sıcaklık değişiminin faz yapısına olan etkisi X-ışını kırınımı yöntemi ile belirlenmiştir. ZrO_2 bileşeninin kompozisyondaki yüzde oranı değiştirilerek oluşturulan kompozit malzemenin BET yüzey alanına ve gözenek çapına etkileri incelenmiştir. Malzemenin iç yapısındaki değişimler taramalı elektron mikroskobu ile gözlenmiştir. Yapılan deneyler incelendiğinde, sol-jel metodu ile $ZrO_2-Al_2O_3$ kompozit malzeme elde edildiği görülmektedir. 600 °C'de kalsine edilen saf Al_2O_3 numunede en yüksek BET yüzey alanı 210,93 m²/g olarak bulunmuştur [16].

Sarawade ve arkadaşları yaptıkları çalışmada TEOS kullanarak sol-jel metodu ile atmosferik şartlar altında kurutma ile yüksek gözenek hacmine ve yüksek yüzey alanına sahip olan silika aerojel elde etmişlerdir. Elde edilen silika arojelin karakterizasyon işlemleri ise TGA

ve FTIR cihazlarındaki analizlerle yapılmıştır. TGA analizi sonucunda; aerogellerin 320 °C'ye kadar hidrofobik olduğu gözlemlenmiştir. Sonuç olarak, çevre basıncında üretilen yüksek gözenekli bu hidrofobik silika aerogelin, büyük ölçekli sanayi üretimi için uygun olduğunu belirtmişlerdir [17].

Nayak ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada hammadde olarak pirinç kabuğu külü kullanarak çevre basıncında kurutmaya silika aerogel sentezlemişlerdir. Bu aerogelin gözenekliliği % 80, yoğunluğu da 0,67 g/cm³ olarak bulunmuştur. BET metodu ile aerogelin yüzey alanı 273 m²/g, toplam gözenek hacmi 3,1 cm³/g olarak belirlenmiş ve gözenek çapı ise 10-40 nm arasında bulunmuştur. Bu ölçümler sonucunda 4. tip adsorpsiyon izotermi elde edilmiş ve aerogelin mezo gözenek yapısında olduğu belirlenmiştir [18].

Alnaief ve arkadaşları püskürtülen akışkan yatak teknolojisi kullanılarak polimerik bir malzeme ile aerogellerin kaplaması için yeni bir işlem geliştirmişlerdir. Bu çalışmada, 1100 m²/g kadar yüksek bir yüzey alanına sahip küresel silika aerogeller üretilmiştir. Aerogel parçacıklarına süperkritik kurutma ile bir ilacın adsorplanması sağlanmıştır. Bu aerogel parçacıkları iki yatay gaz girişi ve ayarlanabilir gaz kaynağı olan akışkan yatak içinde farklı polimerik malzeme ile kaplanmıştır. Uygun polimerler aerogele, sulu bir süspansiyon ya da eriyik halinde püskürtülmüştür. Kaplama için işlem koşulları (kaplama malzemesi, akışkanlaştırma hava akış hızı, sıcaklık, vb) optimize edilmiştir. Elde edilen malzemenin azot ile adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermi çıkarılmış ve SEM görüntüleri elde edilmiştir [19].

Kim ve arkadaşları yaptıkları çalışmada çevresel kurutma ile sodyum silikat kullanarak nano gözenekli silika aerogel üretmişlerdir. Sodyum silikat çözeltisine, silisik asit, gliserol ve baz katalizörü olarak NH₄OH eklenmiştir. Çözeltide jelleşme meydana gelmesi için 50 °C etüvde bekletilmiştir. Jelleşme işleminde sonra, TEOS/EtOH çözeltisi eklenerek 70 °C'de yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Çözücü değişiminde n-hekzan kullanılmış olup, hemen sonra yüzey modifikasyonu yapılmıştır. Üretilen silika aerogele 75 °C'de kurutma işlemi yapılmıştır. Yüzey alanı BET analizi ile tespit edilmiş, Barrette Joynere Halenda (BJH) kümülatif gözenek hacim yöntemi kullanılarak gözenek boyutu dağılımları ölçülmüştür. Yaşlandırmada kullanılan TEOS/EtOH çözeltisi yüzey alanında azalmalara sebep olmuştur. Gliserolün sole eklenmesi yüzey alanını artırmıştır [20].

Tadjarodi ve arkadaşları yaptıkları çalışmada sol-jel metoduyla, çevresel basınçta kurutma işlemi yaparak silika aerojel üretmişlerdir. 600 °C’de yakılarak kül haline getirilen pirinç kabuğuna 1 M NaOH çözeltisi ilave edilmiştir. Daha sonrasında pH değeri 7 olana kadar 1 M H₂SO₄ ile titre edilmiştir. Çözeltiye TEOS eklenmesi jelleşmeyi meydana getirmiştir. Hazırlanan jele oda sıcaklığında yaşlandırma işlemi uygulanmış ve 40 °C’de kurutma yapılmıştır. Elde edilen silika aerojellere BET, FTIR ve SEM gibi karakterizasyon çalışmaları uygulanmıştır. Yapılan çalışmaların sonunda, üretilen silika aerojelin yüzey alanı 315 m²/g, gözenek hacmi 0,78 cm³/g ve ortalama gözenek boyutu 9,8 nm olarak elde edilmiştir [21].

Liu ve arkadaşları yaptıkları çalışmada sol-jel metodunu kullanarak süperhidrofobik silika aerojel sentezlemişlerdir. Üretilen silika aerojellere yapılan analizler incelendiğinde yoğunluğu 0,2 g/cm³ gibi düşük yoğunluklu, kontak açısının 178° ve minimum hacim düşmesinin % 6 olduğu gözlenmiştir. Ayrıca yapılan deneyler sonucunda, hidrofilik aerojel, sulu bir çözelti içinde eriyebilir organik madde giderilmesinde etkili olurken, hidrofobik aerojelin çözünür organik bileşikler üzerinde daha güçlü bir tutma etkinliğine sahip olduğunu göstermiştir [22].

Hedge ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada, hidrofobik reaktif olarak heksdesiltrimetoksisilan (HDTMS) kullanılarak sol-jel prosesiyle TEOS bazlı hidrofobik silika aerojeller üretmeyi amaçlamışlardır. HDTMS/TEOS molar oranı (M), 0-28,5x10⁻² arasında değişmiştir. Organik modifikasyon, kızılötesi spektroskopik çalışmalar ile doğrulanmıştır ve aerojellerin hidrofobikliği, temas açısı ölçümleriyle test edilmiştir. M=22,8x10⁻² için maksimum 152 ° temas açısı elde edildi. Aerojeller, hidrofobikliği 240 °C sıcaklığa kadar korumuştur ve bu sıcaklığın üstünde aerojeller hidrofilik hale gelmiştir. Aerojeller, termal iletkenlik, yoğunluk, temas açısı ölçümleri, optik iletim ve taramalı elektron mikroskopu ile karakterize edilmiştir [23].

Worsley ve arkadaşları yüksek yüzey alanlı karbon destekli silika ve silisyum karbür aerojellerinin karakterizasyonu ve sentezi üzerine çalışmışlardır. Bu çalışmada, yüzey alanı 3000 m²g⁻¹’den büyük olan aktif karbon aerojeli sol-jel sentezi sırasında destek maddesi olarak kullanılmıştır. Silika kaplanmış karbon aerojeller 2000 m²g⁻¹’den daha yüksek yüzey alanı ve termal kararlılık göstermiştir. 1500 °C ve Argon akışı altında silika kaplanmış karbon aerojeller ısı indirgeme ile karbon destekli silisyum karbür aerojel elde edilmiştir.

2000 m²g⁻¹'den daha yüksek yüzey alanı ve 600 °C'ye yaklaşan sıcaklıklarda kararlı yapıda olduğu gözlenmiştir [24].

Zhang ve arkadaşları yaptıkları çalışmada tek tip gözenek dağılımlı silikanın boyutunu ve şeklini kontrol edilebilirliğini araştırmışlardır. Tek tip gözenek dağılımı için silika oluşumu ilk olarak Kolbe tarafından 1956'da TEOS'un alkol, su ve amonyak karışımı içindeki hidroliz ve kondenzasyonu ile bulunmuştur. Araştırmacılar pek çok hidroliz metodları geliştirmeye çalışmışlardır. Fakat hidroliz metodunda çözülmesi gereken bazı sorunlar vardır. Öncelikle reaktant olan TEOS'un kullanmadan önce distile edilmelidir. İkinci olarak da hidroliz için alkol, su ve amonyak karışımına TEOS'un hızlıca eklenmesidir. Fakat SEM fotoğrafları silika partiküllerinin toplanmalarından dolayı küresel olmayan şekillere sahip olduğunu göstermektedir. Bu amaçla yaptıkları çalışmada etanol ve amonyak karışımına eklenecek TEOS'un hacimce TEOS:etanol oranı 4:1 olacak şekilde seyreltilmesi durumunda silika kürelerinin istenmeyen şekil ve boyutlarda büyüdüklerini görmüşlerdir. Bu da tekil dağılımlı küresel silika elde etmek için TEOS'un seyreltilmesinin gereksiz olduğunu göstermiştir [25].

Hea ve arkadaşları yaptıkları çalışmada farklı koşullarda yaşlandırma yaparak silika aerojel hazırlamışlardır. Silika arojelin hazırlanmasında TEOS, su, etanol, HCl, NH₄OH kullanılmıştır. Elde edilen sol, oda sıcaklığında jelleşmeye bırakılmıştır. Otoklavda 100 °C'de silika jelin yaşlanma sürecini gerçekleştirmek için tutulmuştur. Diğer örneklerle karşılaştırma yapmak için, kalan silika jel oda sıcaklığında etanol içerisinde 5 gün boyunca yaşlandırılmıştır. Farklı koşullarda yaşlanma yapıldıktan sonra her iki numune de CO₂ ile süperkritik kurutma yapılmıştır. 100 °C'de otoklavda yaşlandırılan silika aerojel hidrofobik özellik gösterir, oda sıcaklığında yaşlandırılan silika arojelde hidrofilik özellik gösterir [26].

Yılmaz yapmış olduğu tez çalışmasında farklı başlangıç maddeleri ve farklı parametreler kullanarak sol-jel yöntemi ile silika aerojel sentezlemiştir. Yapılan çalışmada öncelikle başlangıç maddesi olarak feldspat ve silis kumu kullanılmıştır. Sodyum silikat çözeltisi hazırlanması kısmında değişik pH'larda (2-7) çalışma yapılmıştır. Silis kumundan ve feldspattan elde edilen pH değeri 6 olan sodyum silikat çözeltisine jelleşme işleminde HCl katalizörü kullanılmıştır. Daha sonra üretilen jelle 110 °C'de kurutma işlemi uygulanmıştır.

Üretilen silika aerojellerin yüzey alanı değerleri sırası ile 754 m²/g, 802 m²/g ve ortalama gözenek çap değerleri ise 31 Å bulunmuştur [27].

Güler tarafından yapılan tez çalışmasında sol-jel yöntemiyle farklı başlangıç maddeleri kullanılarak silika aerojeller sentezlenmiştir. Başlangıç malzemeleri olarak silis kumu, feldspat ve TEOS kullanılmıştır. Yaşlandırma sıcaklığının (30, 40, 50, 60 ve 80 °C) yüzey alanına ve ortalama gözenek çapına etkisi araştırılmıştır. TEOS'tan farklı sıcaklıklarda yaşlandırma yapılarak üretilen silika aerojellerin yüzey alanları ve gözenek çap değerleri farklılık göstermemiştir. Hem silis kumu hem de feldspattan yaşlandırma sıcaklığı 30 °C'de elde edilen silika aerojellerin yüzey alanı değerleri en yüksek çıkmıştır ve sırasıyla 609 m²/g ve 954 m²/g olarak ölçülmüştür. Tüm yaşlandırma sıcaklığında elde edilen numunelerin gözenek çapı silis kumunda 20-60 Å arasında, feldspatta ise 15-60 Å arasında değişmiştir. Silis kumu kullanılarak üretilen silika aerojeller mezo gözenekli, feldspattan üretilen silika aerojeller mikro ve mezo gözenekli bir yapıya, TEOS'tan elde edilenlerin ise mikro gözenekli yapıya sahip oldukları gözlenmiştir [28].

Son zamanlarda, mikro partikül yapısındaki silika aerojellerin kullanımında bazı sorunlarla karşılaşıldığı için monolitik silika aerjel üretim çalışmaları yoğunluk kazanmıştır. Partikül paketli silika aerojeller sık gözenekli olduğundan ve geçirgenliğinin çok düşük olması nedeniyle yüksek basınç düşüşüne sebep olmaktadır. Bunun önüne ancak geçirgenliği daha yüksek olan monolitik silika kolonlarıyla geçilebilir. Monolitik silika kolonlarının silindirik, daha geniş ve düzenli gözenekleri sayesinde geçirgenliği daha yüksek ve performansı partikül paketli silikaya göre daha iyidir.

Monolitik silika kapilerinin hazırlanması partikül paketli silikaya göre daha zor olmasına rağmen; porojen madde olarak poli(eter-eter-eton) (PEEK) gibi plastiklerin kullanılmasıyla kolon hazırlanmasındaki en zor basamaktan kaçınılabılır. Hazırlama sırasında silikanın çekmesinden dolayı silika yapıları ve kapiler duvarı arasında boşluklar oluşabilir. Örneğin 7 mm çapında bir silika kolonu hazırlamak için 9 mm'lik bir kalıp kullanılmalıdır [29, 30]. Monolitik silika üretiminde silika kaynağı da oldukça önemlidir. Monolitik silikaların üretim amacı gereği basınca dayanıklı ve mukavim bir yapıya sahip olmaları gerekmektedir. Böyle bir yapı ise yukarıda söz edildiği üzere duvar kalınlıklarının daha büyük olması ile gerçekleşir. Ancak, silika aerjel üretiminde genellikle kullanılan TEOS ve TMOS kaynakları ile farklı duvar kalınlıkları elde edilmektedir. TEOS kullanılarak üretilen

monolitik silika şeffaf olmasına rağmen daha kırılğan ve dayanıksızdır. Monolitik silika kolonları, asit (örneğin asetik asit) katalizörü ve suda çözünebilir bir porojen (örneğin PEG) varlığında tetra-alkoksilanın (örneğin TMOS) hidrolitik polikondenzasyonu ile hazırlanır [31]. Bu polimerizasyon prosesinde, hidroliz ve polikondenzasyon reaksiyonları reaksiyonun başlamasıyla birlikte paralel şekilde yürüdüğü bilinir. Hidroliz reaksiyonu sonucunda kondenzasyon yoluyla birbirleriyle reaksiyonuna girerek siloksan oligomerleri ve su oluşturan silanol gruplarının oluşumunu sağlar. Bu siloksan oligomerleri ise birbirleriyle bağlanarak monolitik silika ağlarını meydana getirir. Bu tez çalışmasında monolitik silika üretimi yapıldığından bu bölümde monolitik silika konusunda yapılan araştırmalara yer verilmiştir.

Ishizuka ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada silika kaynağı TMOS kullanılarak monolitik yapıda silika aerogel, hidroliz ve alkoksilanın polimerizasyonu ile hazırlanmıştır. Yapılan deneyde porojen madde olarak polietilen oksit (PEO) ve katalizör olarak asetik asit kullanılmıştır. Bu deneyde elde edilen karışım 100 µm çapa ve 33,5 cm uzunluğa sahip kapiler tüpe dökülerek reaksiyon vermesi için bekletilmiştir. Belirli ısıl işlemlerden sonra monolit hazırlanmıştır. Yapılan karakterizasyon çalışmaları sonuçlarına göre 100 µm yarıçapında, 25 cm uzunluğunda ve iskelet boyutu 2,2 µm olduğu görülmüştür. Ayrıca silika aerogellerin NaOH ile işlem görmesi, silika iskeletinin duvarlara daha iyi şekilde bağlanmasını sağlamıştır [32].

Allen ve arkadaşları yaptıkları araştırmada kalın duvarlı ve geniş gözeneklere sahip monolitik silika kolonu hazırlamak için çalışmışlardır. Bu çalışmada ki amaçları geçirgenliğin artırılıp basınç düşüşünün azaltılması ve mukavemetin artırılmasıdır. Bu şekilde bir monoliti hazırlamak amacıyla ilk başta istenilen uzunlukta ve 100 µm çapında silika kapilere hidrotermal işlem uygulanmıştır. Kapiler öncelikle deiyonize suya batırılmış ve hemen sonra her iki ucu yakılıp kapatılmıştır. Belirli oranlardaki PEG, asetik asit ve TMOS'un eklenmesiyle karışım hazırlanmıştır. Farklı NH₄OH molariteleri kullanılarak, NH₄OH'in gözenek boyutu üzerine etkisi incelenmiştir. Monolitin yüzey alanı düşük bulunmuştur. Bu durumun sebebi gözeneklerin düzenli bir şekilde gelişimini tamamlamamasıdır [33].

Motokawa ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada, etki alanı boyutu yaklaşık 10 µm ya da daha küçük olan silika kolonları geliştirmiş ve 50 µm çapından daha büyük çapa sahip

monolitik silika üretmişlerdir. Burada anlatılan etki alanı boyutu, iskelet boyutuyla gözeneklerin birleşimi veya sol karışımı içerisinde faz ayrılmasından sonra oluşan ağ yapısının birim büyüklüğüdür. Başlangıç maddesi TMOS kullanılarak hazırlanan örneklerde PEG miktarı ve reaksiyon sıcaklığı etki alanı boyutunu etkilemektedir. İç çapı daha geniş olan kılcallar ile kolonların hazırlanması silika iskeletinde çökmeleri meydana getirmiştir. Reaksiyon karışımında PEG miktarının artırılması da monolitik silikanın daha küçük etki alanına ait bir forma girmesine neden olmuştur. TMOS ve metiltrimetoksisilan (MTMS) karışımı ile hazırlanan monolitlerde de aynı sonuçlara ulaşılmıştır ve 100-200 µm'lik kılcallı monolit hazırlanabildiği görülmüştür [34].

Yılmaz yaptığı çalışmada silika kaynağı olarak PEG, TEOS ve HNO₃ katalizörü kullanarak sol-jel yöntemi ile monolitik silika aerogel sentezlemiştir. Farklı katalizör derişimlerinde ve üreli-üresiz ortamlarda üretilen monolitik silika aerojellere karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Yapılan deneyler sonucunda üre eklenmeden ve 0,6 ml HNO₃ varlığında en iyi yüzey alanı sonucu 1200 m²/g olarak belirlenmiştir [27].

Galarneau ve arkadaşları sabit fazda küresel mezo gözenekli monolitik silika eldesini incelemiştir. Silika monolitleri için TMOS, polietilenoksit (PEO), üre kullanmışlardır. Belli bir ısıl işleminden geçirilen kapilerde amonyumun içindeki ürenin bozulması sağlanmış ve kılcal monolitik silika eldesi gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen monolitik silika aerojellere BET, SEM, X-ışını kırınım yöntemi (XRD) gibi karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Analizler sonucunda, üretilen monolitik silika aerojellerin gözenek hacimleri 0,77-1,72 cm³/g ve spesifik yüzey alanları 657-1307 m²/g aralıklarında elde edilmiştir. Ölçümler sonucunda partikül ve monolitik olmak üzere 2 çeşit gözenekli silika sentezi gözlenmiştir. Partikül halinde elde edilen silikadaki çatlaklar ölçüm yapılmasına izin vermezken, monolitik silikanın makro ya da mikro gözenekleri rahatlıkla incelenmektedir [1].

Yu ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada çift gözenek dağılım yapısına sahip, yüksek yüzey alanlı monolitik silika üretimi için çalışmışlardır. Bunun için TMOS ve sitrik asit kullanılarak çatlaksız monolitik silika aerogel elde edilmiştir. Yapıyı kontrol etmek için ayrıca PEG kullanılmış ve çatlak oluşumu önlenmiştir. Karakterizasyon çalışmalarına bakıldığında; kurutmadan sonra TG-DSC analizlerine bakılmış ve oda sıcaklığında ısıtma yapılarak SEM ile analizler yapılmıştır [2].

Koichi Kajihara yapmış olduğu inceleme makalesinde, monolitik silika ve silikat camların üretimi üzerine yapılan araştırmaları özetlemiştir. Kurutma boyunca ıslak jellerin büzülme ve çatlama problemlerini önlemek amacıyla pek çok çalışma yapıldığını anlatmıştır. Makalesinde süperkritik kurutma, silika dolgu maddelerinin birleştirilmesi ve gözenekli sıvının yüzey geriliminin azaltılması, çatlama olmadan monolitik kuru jellerin oluşturulması için kullanıldığını ifade etmiştir. Son çalışmalar, alkoksitlerden türetilen ıslak jellerin, çevre basıncında monolitik yapı bozunmadan daha kısa sürede kurutulabileceğini gösterdiğini söylemiştir. Sentez prosedürü optimize edilerek, reaktif alkoller, organik çözücüler ve diğer katkı maddelerinin kullanımı azaltılabileceğini ve dikkat edilen diğer bir önemli konu ise silika bazlı fonksiyonel camların geliştirilmesi eritme ve buhar faz metodlarıyla sağlanabileceğini makalesinde yer vermiştir [35].

Ötekaya ve arkadaşları "Mikro Silika Monolitik Malzeme Üretim" isimli çalışmalarında silika aerojel üretiminde sol-jel metoduna seçenek olarak kaolenlerin asit liçiyile mikro monolitik malzeme üretimin tekniğine değinmişlerdir. Böylelikle kaolenin özelliklerini TG-DTA, FTIR, XRD ve SEM deneyleriyle incelemişlerdir. Analiz sonuçlarına bakıldığında 800 °C sıcaklıkta kaolen metakaolen haline dönüştürülmüştür. HCl ve H₂SO₄'ün reaktif olarak kullanıldığı asit liçinde kullanılan asidin çeşidine bağlı olarak zaman ve sıcaklık faktörleri bu malzemenin üretiminde etkilidirler. Liç verimine bağlı olarak H₂SO₄, HCl'e göre zaman ve sıcaklık açısından daha iyi başarı göstermiştir. Buna rağmen H₂SO₄'den üretilen malzemenin HCl'den üretilene göre daha büyük taneciklerden ve gözenekli yapılardan oluşmaktadır. Bu yüzden monolitik malzeme üretiminde daha uygun bir reaktif olan HCl'nin kullanılması sonucuna varmışlardır [36].

Cao ve arkadaşları yaptıkları çalışmada mezo ve makro gözenek yapısına sahip silika monolitik kolonlar üretmiştir. Son zamanlarda kataliz, ayırma, kaplama, mikroelektronik ve elektro-optik alanlarındaki potansiyel uygulamaları nedeniyle, mezo ve makro gözenekli malzemeler üzerine yoğunlaşmıştır. Bu çalışmada F127 kopolimeri ve polistiren (PS) bileşimi kullanılarak uzunluğu 1 cm'den daha uzun monolitik silika kolonlar elde edilmiştir. Kolon 870 nm çapında PS mikro kürelerine ve 0,5 g F127 kopolimerine sahiptir ve bu durum makro gözenek yapısını oluşturmuştur. Basınç eğrisi ve hidrolik geçirgenlik deneyinden, monolitik silikanın mekanik kararlılık ve iyi geçirgenliğe sahip olduğu anlaşılmıştır. Yapılan karakterizasyon çalışmalarında BET yüzey alanı 387,4 m² g⁻¹ ve gözeneklilik % 80 olarak ölçülmüştür [37].

Wong ve arkadaşları polyethoxydisiloxane(PEDS-P_{750E20})’den yapılan hidrofobik monolitik silika aerogel hazırlanmasını ve karakterizasyonunu incelemiştir. 0,05-0,32 g/cm³ yoğunluklara sahip olan şeffaf silika aerojeller sentezlenmiş ve aerogelin mekanik, mikro yapısı ve termal özellikleri incelenmiştir. İncelenen örneklerden elde edilenler; esneklik katsayısı (E) 40 kPa-70 MPa, basınç dayanımı 500 kPa-4,2 MPa, çekme dayanımı 11-315 kPa ve ısı iletkenliği 13,5-24,5 mW/m K. Azot adsorpsiyonu kullanılarak yapılan BET analizinde yüzey alanı 740-780 m²/g ve ortalama gözenek çapı 26-72 nm bulunmuştur [38].

Ishizukave arkadaşları tarafından yapılan bu çalışmada sol-jel yöntemiyle makro gözenekli monolitik silika aerogel hazırlanmış ve karakterizasyonu yapılmıştır. Hazırlanan bu jel, iyi bir dağılım gösteren gözenek boyutlarının ve hacminin kontrol edilebildiği bir yapıdadır. Bu çalışmada mezo gözenekli yapı, amonyum hidroksit çözeltisi kullanılarak çözücü değişimi yardımıyla kapalı şartlardaki ürenin hidrolizi ile yaşlandırma sonucu elde edilmektedir. Yaşlandırma sırasında ürenin bu sıcaklıkta bozunarak oluşturduğu gazlar gözeneklerin oluşmasını sağlar. Farklı sıcaklıklarda yapılan çalışmalar sonucunda, 200 °C’den fazla olan sıcaklıklarda makro gözenek (>50 nm) yapısı gözlemlenmiştir [39].

Bhagat ve arkadaşları, çevre basıncında kurutma yaparak MTMS katkılı monolitik silika aerogel üretmişlerdir. Sol-jel sentezi sırasındaki MeOH/MTMS molar oranı monolitik aerogelin üretilmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Kurutma işlemi sırasında çatlama meydana gelmeden silika aerogel elde edilmiştir. Bu süreçte çok düşük kütle yoğunluğuna ve yüksek yüzey alanına (0,062 g/cm³ ve 520 m²/g) sahip silika aerojeller üretilmiştir. Sentezlenen aerojellerin ortalama gözenek çapı 4,5-12,1 nm ve gözenek hacmi 0,58-1,58 cc/g’dir. Buna ek olarak, aerojeller 152° süperhidrofobik temas açısına sahiptir [40].

Abhijit ve arkadaşları, farklı oranlarda MTES/TEOS kullanarak iki aşamalı asit-baz katalizörlüğünde sol-jel işlemi gerçekleştirilmiş ardından süper kritik alkol ile kurutma yaparak yüksek derecede şeffaf ve hidrofobik monolitik silika aerogel elde etmişlerdir. TEOS, EtOH, su, 0,001 M oksalik asit katalizörü ve 1 M amonyum hidroksitin mol oranları sabit tutularak, MTES/TEOS’un molar oranı (M) 0’den 0,75’e değiştirilmiştir. Molar oran değeri arttıkça jelleşme zamanının da arttığı gözlemlenmiştir. 0,25 M değerinde, yüksek geçirgenlik ve daha az hidrofobiklik gözlemlenmiştir. 0,75 M değerinde ise, yarı saydamlık ve mükemmel hidrofobiklik gözlemlenmiştir. Aerojellerin hidrofobikliği bir su damlası ile silika aerogel yüzeyi arasındaki temas açısı ölçülerek test edilmiştir. Hidrofobiklik, FTIR ve temas

açısı ölçümleri ile teyit edilmiştir. Aerojeller, SEM, TGA gibi analizler ile karakterize edilmiştir [41].

Mahadik ve arkadaşları, MTMS kullanarak süperhidrofobik monolitik silika aerojel üretmişlerdir. Silika aerojellerin esnek ve süperhidrofobik özellikleri, termal yalıtım için son derece önemlidir. Esnek silika aerojelleri, iki aşamalı sol-jel işlemi ve MTMS kullanılarak ve ardından süperkritik kurutma ile esnek silika aerojeller üretmişlerdir. Farklı molaritelerde metanol ve MTMS kullanılarak silika aerojeller hazırlanmıştır. $M=28$ olarak elde edilen silika aerojel monolitik fakat elastik olmayan yapıdadır. Ancak, $M=35$ için, elde edilen aerojeller hem monolitik hem de elastik özelliktedir. Mikroyapısal çalışmalar taramalı elektron mikroskopisi ve yüzey alanı ölçümü kullanılarak karakterize edilmiştir. Hidrofobiklik, FTIR ve su temas açısı ölçümleri ile doğrulanmıştır [42].

Wu ve arkadaşları iyonik sıvı kullanarak sol-jel prosesi ile monolitik silika aerojel elde etmişlerdir. İyonik sıvıyı bir solvent olarak kullanarak sol-jel prosesi yoluyla silika aerojel hazırlamak oldukça dikkat çekmiştir. Bu yöntem ile yaşlanma prosesi esnasında sabit bir jel ağı oluşumu gözlenmiştir. Bu çalışmada, farklı molar oranları kullanıldığında üretilen malzeme üzerine etkisi araştırılmıştır. Silika jelin hazırlanmasında, kısa zincirli bir iyonik sıvı olan 1-butil-3-metil-imidazolyum-tetrafluoroborat ($C4mim+BF4^-$), TEOS ve HCl katalizörü kullanılarak sentezlenmiştir. Molar oranı $C4mim+BF4^-/TEOS$ (n_{IL}/n_{TEOS}) 1-3 aralığında çalışılmıştır. n_{IL}/n_{TEOS} oranı 1 olanın BET ile gerçekleştirilen yüzey alanı ölçümünün daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Kurutma işlemi, riskli süperkritik kurutma adımından kaçınmak için bir vakum ile çözücü değiştirme yöntemi ile gerçekleştirilmiştir [43].

5. DENEYSEL YÖNTEM

Bu çalışmada monolitik silika aerogelin sol-jel tekniği ile sentezine farklı parametrelerin etkilerinin incelenmesi hedeflenmiştir. Çalışmada silika kaynağı olarak; TMOS, katalizör olarak asetik asit ve porojen madde olarak PEG kullanılmıştır. Araştırmada, sol oluşturma basamağında katalizör olarak kullanılan asetik asitin farklı miktarlarında ve derişimlerinde çalışmalar yapılmıştır. Ayrıca yaşlandırma sırasında kullanılan amonyum hidroksit (NH_4OH) derişiminin ve miktarının monolitik silika aerogelin yüzey alanına ve gözenek çapına etkisi incelenmiştir. Araştırılan diğer parametreler; jelleşme, yaşlandırma ve kurutma sıcaklıklarıdır. Önemli bir parametre olan TMOS/PEG oranının monolitik silika aerogel oluşumuna etkisi de incelenmiştir. Farklı parametreler uygulanarak sentezlenen monolitik silika aerogellerin FTIR analizi ile bağ yapıları; yüzey alanı, gözenek çapı ve gözenek hacmi yüzey alanı ölçüm cihazı ile incelenmiştir. Ayrıca TGA analiz sonuçları ile termal dayanıklılığı araştırılmıştır. SEM analizleri ile de yapının monolitikliği ve gözenekliliği değerlendirilmiştir.

5.1. Kullanılan Başlangıç Malzemeleri

Monolitik silika aerogel sentezinde kullanılan malzemeler; TMOS, PEG, asetik asit, saf su ve amonyum hidroksittir. Kullanılan malzemelerin özellikleri Çizelge 5.1’de verilmiştir.

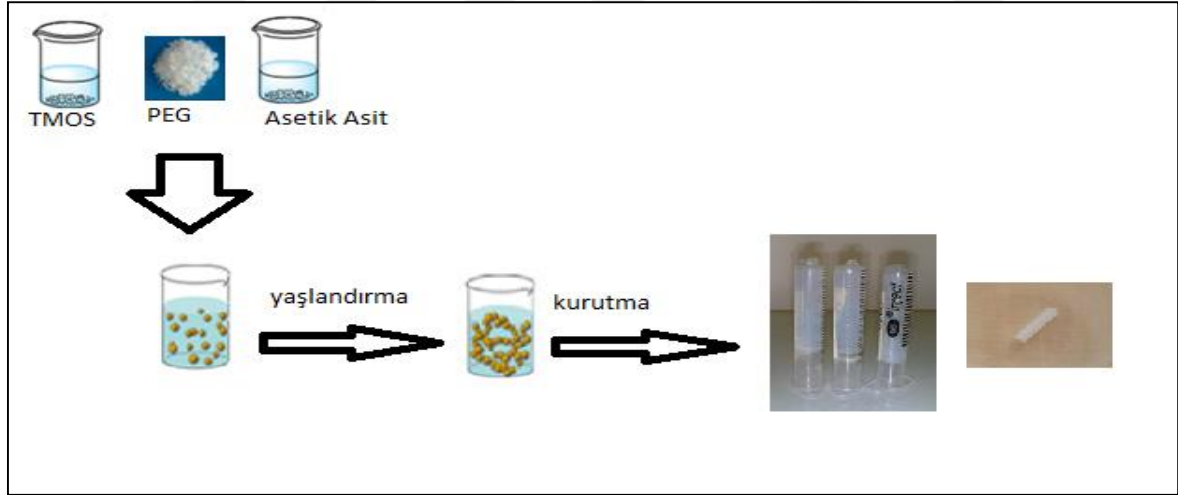
- Çizelgede gösterilen % 98 saflıktaki *TMOS*, Sigma-Aldrich markadır ve silika kaynağı olarak kullanılmıştır.
- Denede porojen madde olarak kullanılan *PEG*, Merck markadır ve 6000 g/mol molekül ağırlığına sahiptir.
- Silika aerogelin üretiminde kullanılan *asetik asit* katalizörü Merck marka 0,05 M, 0,1 M derişimde ve % 99,5 saflıktadır.
- Monolitik silika aerogel üretiminin yaşlandırma işleminde aerogelin yapısında bulunan suyu uzaklaştırmak için, Merck marka 0,5 M, 1M, 2M derişiminde *amonyum hidroksit* kullanılmıştır.
- Hazırlanan çözeltilerde ve silika aerogelin yıkanması işleminde GFL 2008 su distile cihazında *saflaştırılmış su* kullanılmıştır.

Çizelge 5.1. Deneysel çalışmada kullanılan kimyasallar

Özellikler Kimyasallar	Safılık (%)	Erime Noktası (°C)	Mol. Ağırlığı (g/mol)	Yoğunluk (g/cm ³)	Kaynama Noktası (°C)
TMOS	98.0	4-5	152.22	1.023	121-122
CH ₃ COOH	99,5	16.5	60.05	1.266	118.1
NH ₄ OH	99.9	-91.5	35.1	0.696	24.7
PEG	99.0	-	Değişken	1.13	-

5.2. Monolitik Silika Aerojel Sentezi

Monolitik silika aerojel üretiminde TMOS başlangıç maddesi ile birlikte PEG ve katalizör olarak asetik asit kullanılarak deneyler yapılmıştır. Monolitik silika aerojel üretimindeki deneysel prosedür Şekil 5.1’de görüldüğü gibidir.



Şekil 5.1. Monolitik silika aerojel üretim şeması

İlk olarak 0,2 g PEG, 0,05 M ve 0,1 M asetik asit çözeltisinden farklı miktarlarda (2, 3, 4 ml) ağzı kapalı plastik şişe içerisinde çözülmüştür. Resim 5.1’de gösterildiği gibi balıklı manyetik karıştırıcı yardımıyla 0 °C’de 25 dakika boyunca karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Sıcaklığı 0 °C’de sabit tutabilmek için şişeler bir behere konur ve beherle şişelerin arasına sulu-buz karışımı eklenir. Sıcaklığın değişimi gözlemlendiğinde buz takviyesi yapılarak 0 °C’de sabit tutulmaya çalışılır.



Resim 5.1. Manyetik karıştırıcı üzerindeki numuneler

Daha sonra çözeltiliye 1,0 ml TMOS eklenerek aynı sıcaklık şartlarında 25 dakika daha karıştırma işlemi sürdürülmüştür. Karıştırma işlemi tamamlandıktan sonra çözeltiliye jelleşme işlemi için 2 ml'lik (1 cm çapında, 4 cm boyunda) önceden iğne takılan başı yakılarak kapatılan enjektörün içine aktarılır. Resim 5.2'deki gibi enjektörlerin ağzı hava almayacak şekilde bant ile sıkıca kapatılır.



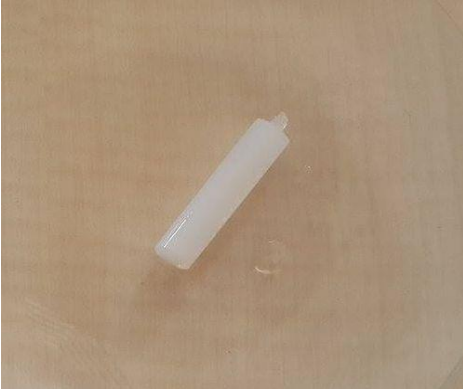
Resim 5.2. Jelleşme için hazırlanan numuneler

Hazırlanan ve kalıplara konulan bu numuneler jelleşme işlemi için farklı sıcaklıklarda (30, 40, 50, 60 °C) etüvde (2-3 gün) bekletilmiştir. Etüvde en az 2, en fazla 3 gün bekletilen numunelerin jelleşmesinin tamamlanmasına, gözlem yapılarak karar verilmiştir. Kalıp içerisine bakıldığında sıvının yok olduğu görülüyorsa, jelleşme olayının gerçekleştiği kabul edilmektedir. Bunun aksine jel ile enjektör arasında sıvı gözleniyorsa jelleşmenin henüz tamamlanmadığına ve bir süre daha beklenilmesi gerektiğine karar verilir. Resim 5.3'te jelleşmenin tamamlandığı numuneler gösterilmektedir.

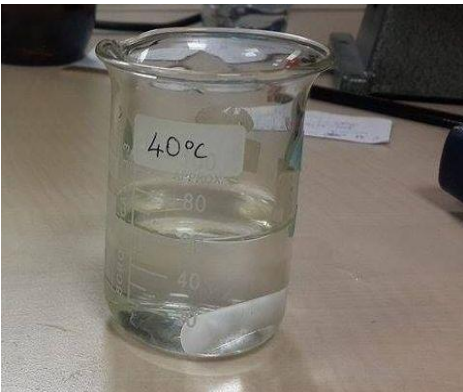


Resim 5.3. Jelleşmesi tamamlanmış numuneler

Jelleşme olayı tamamlandıktan sonra oluşan katı ürünler kalıptan çıkarılarak bir behere alınmış ve oda sıcaklığında 2 saat su banyosunda tutulmuştur. Bu işlemin ardından yaşlandırma basamağında silika aerogeller her biri 50 ml miktarında ama farklı molaritede (1; 0,5; 2 M) NH_4OH çözeltisi içerisinde konularak 24 saat boyunca farklı sıcaklıklarda (70, 75, 80, 85 °C) tutulmuştur. Bu numuneler Resim 5.4 ve Resim 5.5’de görülmektedir.



Resim 5.4. Kalıptan çıkarılan numune



Resim 5.5. NH_4OH çözeltisinde numune

Yaşlandırma işleminden sonra elde edilen monolitik silika, bol miktarda saf su ile yıkanmıştır ve her bir numune için yıkama işlemi 3 defa tekrar edilmiştir. Yıkama işlemi bittikten sonra numuneler 24 saat boyunca etüvde farklı sıcaklıklarda (40, 60, 80, 100 °C) kurutulmaya bırakılmıştır. Kurutma işleminden sonra numune 550 °C'de 3 saat boyunca kalsine edilerek gözeneklerde kalan su buharı ve diğer gazlardan temizlenmiştir. Resim 5.6'da kurutma işlemi tamamlanmış numune görülmektedir. Isıl işlem (550 °C) yapıldıktan sonra 1 cm çapında, 4 cm boyunda silindirik monolitik (opak-şeffaf) yapı elde edilmiştir.



Resim 5.6. Kurutma işlemi tamamlanmış numune

5.2.1. Farklı derişimlerde ve miktarlarda asit katalizörü (CH_3COOH) kullanılarak monolitik silika arojel üretimi

Çözelti oluşturulmasından sonra meydana gelen jelleşme basamağına geçmeden katalizör olarak kullanılan asetik asitin farklı miktarlarında (2-4 ml) ve derişimlerinde (0,05-0,1 M) çalışmalar yapılmıştır. Aşağıdaki Çizelge 5.2'de eklenen asit miktarları ve kontrasyonları verilmektedir. Yapılan işlemlerde sadece asit miktarları ve derişimleri değiştirilmiş bu derişim incelenirken amonyum hidroksit derişimini de gözlemek üzere farklı molaritede çalışmalar yapılmıştır. Numunelerde adlandırma yapılırken 's' sembolü kullanılmıştır, üretilen numunelerin isimleri ve sentez sırasında kullanılan madde miktarları Çizelge 5.2'de özetlenmiştir. Yaşlandırma sırasında kullanılan amonyum hidroksit derişimi değiştirilerek toplamda 3 set deney yapılmıştır. Her bir derişimin tam olarak gözlenebilmesi için diğer parametreler sabit tutulmuştur. Bu yüzden üç set deneyde 60 °C jelleşme sıcaklığı, 85 °C yaşlandırma sıcaklığı, 40 °C kurutma sıcaklığı ve PEG oranı değerleri aynı şartlar altında gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 5.2. Monolitik silika aerojel üretiminde kullanılan madde miktarları

Numuneler	TMOS (ml)	PEG (Mw,6000)	CH ₃ COOH (ml)	CH ₃ COOH (M)	NH ₄ OH (M)
s1	1	0,2	2	0,05	1
s2	1	0,2	3	0,05	1
s3	1	0,2	4	0,05	1
s4	1	0,2	2	0,1	1
s5	1	0,2	3	0,1	1
s6	1	0,2	4	0,1	1
s7	1	0,2	2	0,05	0,5
s8	1	0,2	3	0,05	0,5
s9	1	0,2	4	0,05	0,5
s10	1	0,2	2	0,1	0,5
s11	1	0,2	3	0,1	0,5
s12	1	0,2	4	0,1	0,5
s13	1	0,2	2	0,05	2
s14	1	0,2	3	0,05	2
s15	1	0,2	4	0,05	2
s16	1	0,2	2	0,1	2
s17	1	0,2	3	0,1	2
s18	1	0,2	4	0,1	2

5.2.2. Farklı jelleşme sıcaklıklarında monolitik silika aerojel üretimi

Bir önceki bölümde anlatılan üç set deneyde elde edilen numunelerin; ölçülen yüzey alanları, gözenek boyutu, şeffaflık ve dayanıklılık ölçüleri kıyaslandığında en iyi sonucu veren deney şartları belirlenmiştir. Üretilen silika numuneleri incelendiğinde en yüksek yüzey alanı sonucuna, 0,1 M ve 2 ml CH_3COOH asit katalizörlüğünde ve yaşlandırma basamağında 1M amonyum hidroksit kullanılarak gerçekleştirilen **s4** numunesinde ulaşılmıştır. Bu çalışmada ise jelleşme basamağında sıcaklık parametresi değiştirilerek benzer prosedür kullanılarak monolitik silika aerojel sentezlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla **s4** numunesinin hazırlanma şartları kullanılarak; 85 °C yaşlandırma ve 40 °C kurutma sıcaklıkları sabit tutularak elde

edilen numunelere 4 farklı sıcaklık uygulayarak jelleşmesi gerçekleştirilmiştir. Çizelge 5.3'te farklı sıcaklık değerlerinde sentezlenen numunelerin kısaltılmış adı ve sıcaklık değerleri gösterilmiştir.

Çizelge 5.3. Monolitik silika aerojel için jelleşme sıcaklıkları

Numuneler	Jelleşme Sıcaklığı (°C)
j1	30
j2	40
j3	50
j4	60

5.2.3. Farklı yaşlandırma sıcaklıklarında monolitik silika aerojel üretimi

Jelleşme sıcaklığı etkisi incelendikten sonra yaşlandırma aşamasındaki ortam sıcaklık değerleri değiştirilmiştir. Farklı yaşlandırma sıcaklıklarında monolitik silika aerojeller üretilmiştir. Bu numuneler bir önceki basamaktaki jelleşme sıcaklığı çalışmasından en iyi sonucu veren j4 numunesinde olduğu gibi 60 °C'deki sıcaklıkta jelleştirilmiştir. Bu deneyimizde j4 numunesinin çalışma şartları kullanılarak; 60 °C jelleştirme ve 40 °C kurutma sıcaklıkları sabit tutularak farklı sıcaklıkta yaşlandırma yapılmıştır. Çizelge 5.4'te farklı yaşlandırma sıcaklık değerlerinde sentezlenen numune adı ve sıcaklık değerleri gösterilmiştir.

Çizelge 5.4. Monolitik silika aerojel için yaşlandırma sıcaklıkları

Numuneler	Yaşlandırma Sıcaklığı (°C)
y1	70
y2	75
y3	80
y4	85

5.2.4. Farklı kurutma sıcaklıklarında monolitik silika aerojel üretimi

Yaşlandırma sıcaklığı etkisi incelendikten sonra kurutma aşamasında ortamın sıcaklık değerleri değiştirilerek farklı kurutma sıcaklık şartlarında monolitik silika aerojeller

oluşturulmuştur. Bu numuneler bir önceki basamaklarda elde edilen numunelerin en iyi değerleri temel alınarak (60 °C’de jelleştirme, 85 °C’de yaşlandırma) aynı şartlarda çalışılmıştır. Çizelge 5.5’te farklı kurutma sıcaklık değerlerinde sentezlenen numune adı ve sıcaklık değerleri gösterilmiştir.

Çizelge 5.5. Monolitik silika aerojel için kurutma sıcaklıkları

Numuneler	Kurutma Sıcaklığı (°C)
k1	40
k2	60
k3	80
k4	100

5.2.5. Farklı TMOS/PEG oranlarında monolitik silika aerojel üretimi

Daha önceki bölümlerde anlatılan tüm çalışmalarda TMOS/PEG oranı 0,2 olarak sabit tutularak çalışmalar gerçekleştirilmiştir. **k1** numunesinin çalışma şartları kullanılarak farklı TMOS/PEG oranlarında tekrar edilmiştir. Çizelge 5.6’da farklı TMOS/PEG (kütlesel) oranında sentezlenen numune adı ve oranlar gösterilmiştir.

Çizelge 5.6. Monolitik silika aerojel için TMOS/PEG oranları

Numuneler	PEG(w)	TMOS/PEG(w/w)
a1	0,2	5
a2	0,14	6
a3	0,17	7

5.3. Silika Aerojelin Karakterizasyon Çalışmaları

Üretilen silika arojelin fiziksel ve kimyasal özelliklerini belirlemek için bazı karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Bunlar sentezlenen silika arojelin N₂ adsorpsiyon analizi ve FTIR (Fourier Transform Infrared Spectra) analizidir.

5.3.1. N₂ adsorpsiyon analizleri

Üretilen silika aerogelin N₂ adsorpsiyon analizi Nova 2200e yüzey alanı ve gözenek çapı belirleme cihazıyla yapılmıştır. Analiz sonucunda malzemenin yüzey alanı, gözenek hacmi, gözenek çap dağılımı hakkında bilgi edinilmiştir. N₂ adsorpsiyon cihazı Resim 5.9’da görüldüğü gibidir.



Resim 5.7. N₂ adsorpsiyon cihazı

Analizi yapılacak olan numunenin ilk olarak ağırlığı belirlenir. Numune ilk olarak cihazın degaz bölümüne yerleştirilir ve 1 saat boyunca degaz işlemi gerçekleştirilir. Daha sonra numune cihazın analiz bölümüne yerleştirilir. Analiz için gerekli parametreler (numune ağırlığı, hücre tipi, analiz noktaları) girilir ve numune analizi yapılır. Analiz sonucunda numuneye ait adsorpsiyon izotermi elde edilir. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda numunenin yüzey alanı Brunauer – Emmett – Teller (BET) metodu ile elde edilmektedir.

5.3.2. FT/IR analizi

Üretilen silika aerogelin yapısında bulunan kimyasal bağların tespiti için FT-IR analizi yapılmıştır. FT/IR analizi için JASCO marka FT/IR-480 Plus cihazı kullanılmıştır. Cihaz Resim 5.10’da görüldüğü gibidir. Analiz aşamasından önce numune toz haline getirilmiştir. Toz halindeki numune 7 tonluk pres yardımı ile dairesel pellet haline dönüştürülmüştür. Elde edilen pellet cihaza yerleştirilerek analizi gerçekleştirilmiştir.



Resim 5.8. Deneysel çalışmada kullanılan FT/IR cihazı

5.3.3. SEM analizi

Numunelerin mikro yapısal özelliklerini incelemek için yapılan analiz, yüksek çözünürlüğe sahip Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarında bulunan, Resim 5.11’de görülen ZEİSS marka SUPRA 40VP model SEM cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Ölçek olarak 10000 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.

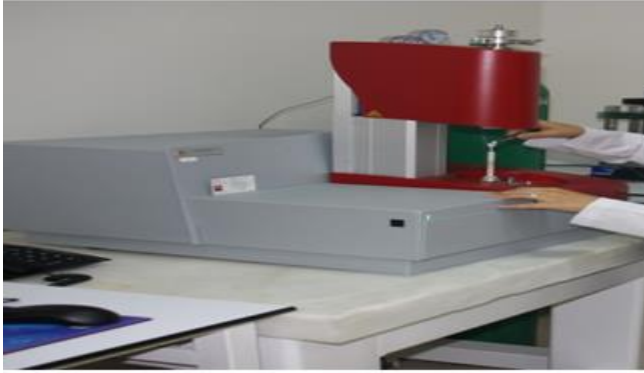


Resim 5.9. Deneysel çalışmada kullanılan SEM cihazı

5.3.4. Simultane termal analiz sistemi (TG-DTA, TG-DSC,TG)

Simultane termal analiz iki veya daha fazla temel analiz tekniğinin aynı anda tek bir numune üzerinde uygulanmasıdır. Termal analiz sistemlerinde maddeye kontrollü sıcaklık programı uygulandığında, maddenin ve/veya reaksiyon ürünlerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülmektedir.

Cihaz ile kütle değişimi, termal kararlılık, dönüşüm entalpisi, spesifik ısı, cam geçiş sıcaklığı, kristalizasyon davranışları, dekompozisyon, dehidrasyon, oksidasyon, piroliz, redüklenme, adsorpsiyon, vs. olaylar tespit edilebilir.



Resim 5.10. Deneysel çalışmada kullanılan TGA cihazı



6. BULGULAR

6.1. TMOS Kullanılarak Farklı Derişimlerde ve Miktarlarda CH_3COOH Katalizörünün Kullanılmasıyla Üretilen Monolitik Silika Aerojeller

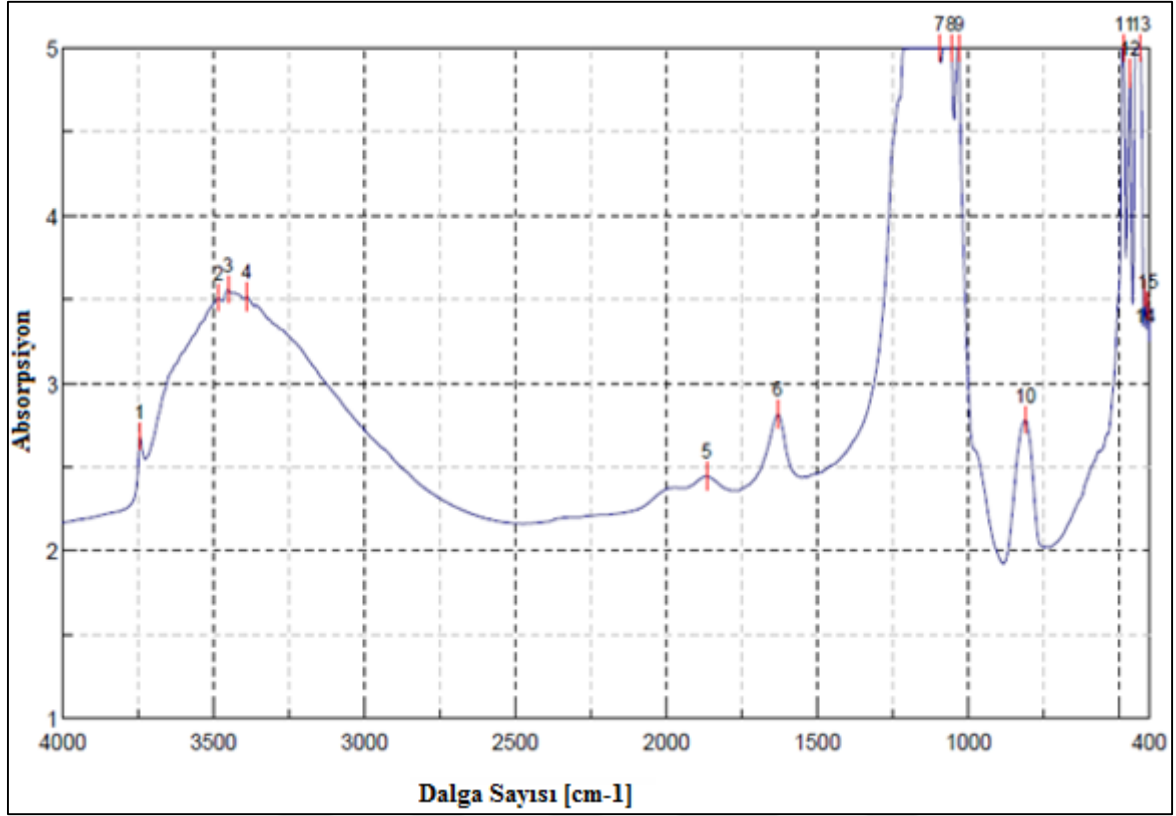
TMOS başlangıç maddesi kullanılarak elde edilen silika jelin sol oluşturma aşamasında asit katalizörü olarak farklı derişimlerde ve miktarlarda CH_3COOH kullanılmıştır. 0,05; 0,1 M derişimlerindeki CH_3COOH 2, 3, 4'er ml kullanılarak monolitik silika aerojeller üretilmiş ve analizler sonucunda farklılıklar gözlemlendiği belirlenmiştir. Set 1 (s1-s6), set 2 (s7-s12) ve set 3 (s13-s18) olarak bulgular ayrı ayrı tartışılmıştır. Her bir sette asit miktar ve molaritesi değiştirilmiştir. NH_4OH molaritesi sırasıyla set 1'de 0.5 M, set 2'de 1 M ve set 3'de 2 M seçilmiş ve her birinde 50 mL kullanılmıştır.

6.1.1. Monolitik silika aerojellere CH_3COOH asit katalizör derişimlerinin ve miktarlarının etkisi

Elde edilen aerojeldeki kimyasal grupların varlığını göstermek için FTIR analizi yapılmıştır. Ek 1.a'da FTIR grafikleri tüm numuneler (set1) için verilmiştir. Grafiklerden okunan FTIR spektrum değerleri Çizelge 6.1'de özetlenmiştir. Örnek olarak Şekil 6.1'de 's4' numunesinin FTIR grafiği verilmiştir.

Çizelge 6.1. Set 1 deneyinde üretilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri

Numuneler	Si-OH Bandı	Si-O-Si Asimetrik Bandı	Si-O-Si Simetrik Bağı	Si-O-Si Ağ Bandı
s1	3432/1631	1099	809	462
s2	3478/1635	1087	809	462
s3	3432/1627	1087	817	462
s4	3482/1631	1095	809	462
s5	3478/1627	1052	813	478
s6	3428/1627	1056	813	458



Şekil 6.1. s4 numunesi FTIR spektrumu

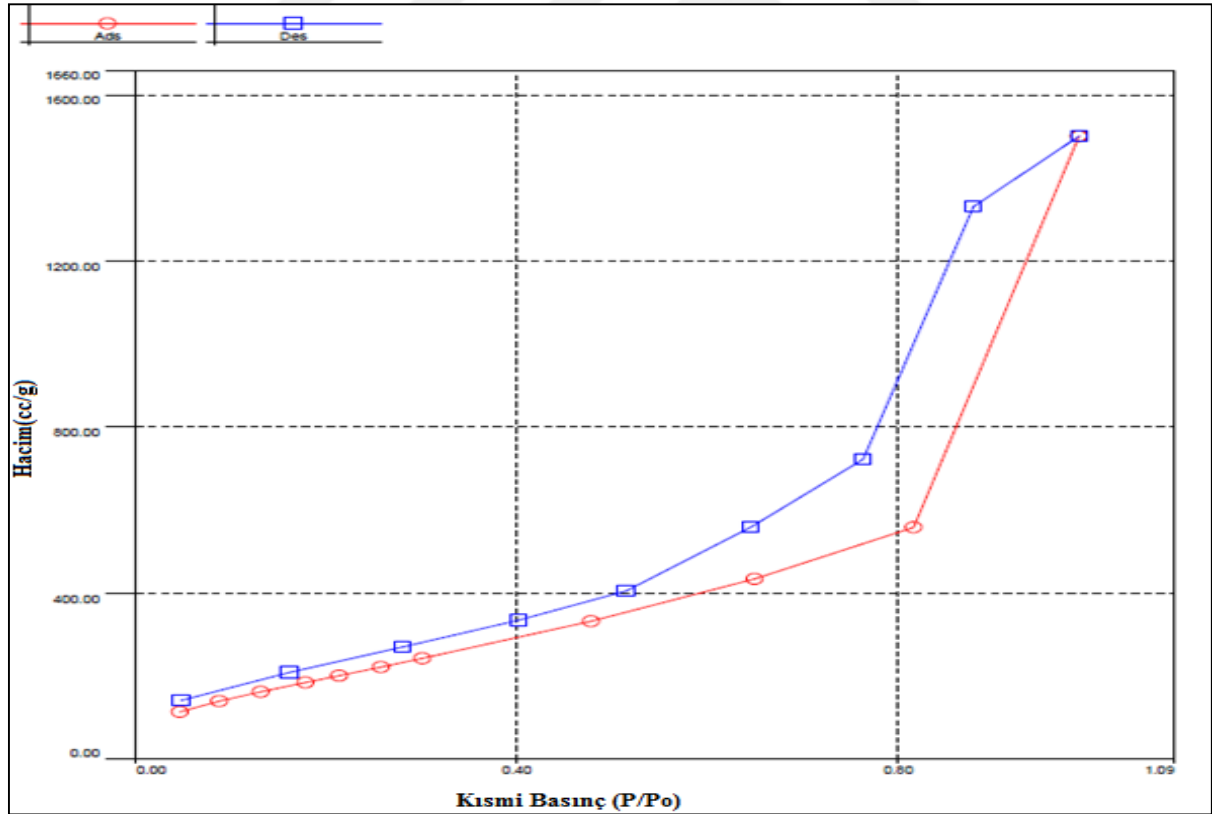
Çizelge 6.1’de elde edilen silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri verilmiştir. Üretilen silika aerojellerin FTIR spektrumları incelendiğinde Si-OH absorpsiyon bandının; 3440/1630, Si-O-Si asimetrik bandının; 1098, Si-O-Si simetrik bandı; 804 ve Si-O-Si ağ bandının; 471 civarında görülmektedir. FTIR analizinde elde edilen veriler ile literatürdeki veriler karşılaştırıldığında oldukça benzerlik gösterdiği görülmektedir [19]. Bu da bu çalışmada silika aerjel sentezinin gerçekleştirildiğini göstermiştir.

Farklı derişimlerdeki ve miktarlardaki CH_3COOH katalizörünün kullanılması ile elde edilen monolitik silika aerojellerin yüzey alanları, ortalama gözenek çapları ve gözenek hacimlerini belirlemek üzere deneysel çalışmalar yüzey alanı ölçüm cihazı ve BET analizi ile gerçekleştirilmiştir. Yüzey alanı ölçüm cihazında öncelikle gözenek boşluklarındaki gazların uzaklaştırılması için degaz işlemi yapılmaktadır. Bu işlemde her bir numune 298 °C’de N_2 gazı gönderilerek 3 saat bekletilmektedir. Set 1 deneyinde yapılan ölçümler sonucundan en yüksek yüzey alanına ‘s4’ numunesinin sahip olduğu gözlenmiştir. Set 1 deneyine ait tüm numunelerin (s1-s6) adsorpsiyon-desorpsiyon izoterm eğrileri Ek 2.a’da verilmiştir. Ayrıca elde edilen numunelerin yüzey alanları, ortalama gözenek çapları ve

hacimleri Çizelge 6.2’de özetlenmiştir. Elde edilen s4 aerajelinin N₂ gazı adsorpsiyon izoterm grafiği Şekil 6.2’de verilmiştir.

Çizelge 6.2. Monolitik silika aerajellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çap ve hacim değerleri (set 1)

CH_3COOH (M)	$CH_3COOH(ml)$	Numuneler	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Gözenek Hacmi (cc/g)	Ortalama Gözenek Çapı (Å)
0,05	2	s1	742,89	1,463	23,76
0,05	3	s2	643,004	1,561	38,98
0,05	4	s3	459,919	1,077	23,76
0,1	2	s4	758,525	1,897	38,98
0,1	3	s5	731,18	1,346	28,44
0,1	4	s6	568,455	1,058	23,76



Şekil 6.2. s4 numunesinin izoterm eğrisi

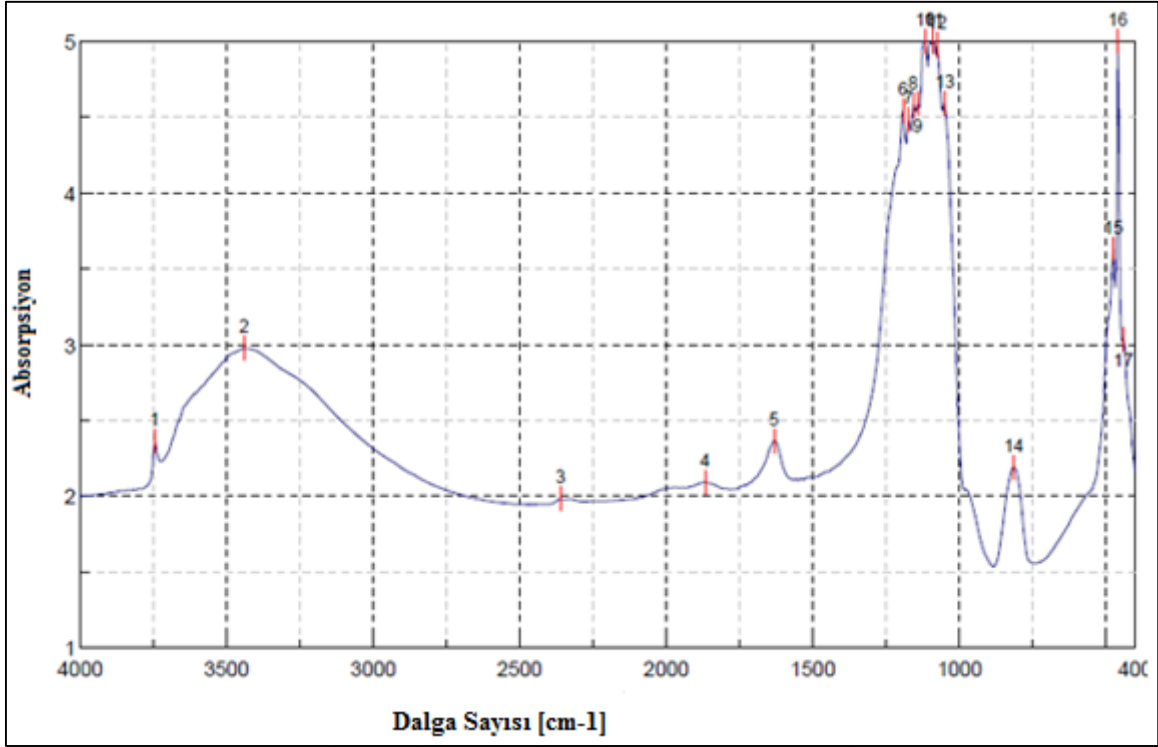
Monolitik silika aerajelin en yüksek BET yüzey alanı değeri, seçilen s4 numunesi için 0,1 M 2 ml asetik asit ilavesinde, 758,525 m²/g bulunmuştur. Çizelgede 6.2’de görüldüğü üzere

asit miktarı artırıldıkça yüzey alanı değerinde azalma gözlenmektedir ve ayrıca asitin molaritesinin artması yüzey alanını artırmıştır. Monolitik silika aerojelin ortalama gözenek çapı değeri, seçilen s4 numunesi için, 38,98Å bulunmuştur ve bu değer literatürdeki bazı çalışmalar gibi mezo gözenekli bir silika aerjel olduğu tespit edilmiştir. s4 numunesi için 1,897 cc/g gözenek hacmi değeri bulunmuştur. Çizelgedeki gözenek çapı değerleri (23-38 Å) aralığında olduğu gözlenmiştir ve genel olarak elde edilen tüm monolitiklerin mezo gözenekli olduğu söylenebilmektedir. Literatüre baktığımızda Yılmaz ve arkadaşları tarafından sentezlenen monolitik silika aerojelin yüzey alanı değeri 607 m²/g, ortalama gözenek çapı değeri 35,054 Å bulunmuştur [27]. Galarneau ve arkadaşları tarafından sentezlenen mezo gözenekli monolitik silika aerojellerin gözenek hacimleri 0,77-1,72 cm³/g, gözenek çapı değerleri 30-45 Å ve spesifik yüzey alanları 657-1307 m²/g aralıklarında elde edilmiştir [1]. Değerlerin literatürle benzer olduğu gözlenmektedir.

Set 2 deneyinde yapılan çalışmalar, set 1 deneyinde yapılan çalışmaların benzeri olacak şekilde tekrar edilmiştir. Burada değişen parametre amonyum hidroksit molaritesidir. Set1’de 1 M olarak kullanılan amonyum hidroksit, set 2’de 0,5 M olarak değiştirilmiştir. Aerojeldeki kimyasal grupların varlığını göstermek için FTIR analizi ile spektrum eğrileri elde edilmiştir. Şekil 6.3’te ‘s7’ numunesinin FTIR analiz sonucu gösterilmektedir. Ek 1.b’de FTIR grafikleri tüm numuneler (s7-s12) için verilmiştir. Ayrıca elde edilen FTIR spektrum değerleri Çizelge 6.3’te özetlenmiştir.

Çizelge 6.3. Set 2 deneyinde üretilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri

Numuneler	Si-OH Bandı	Si-O-Si Asimetrik Bandı	Si-O-Si Simetrik Bağ	Si-O-Si Ağ Bandı
s7	3436/1631	1087	806	462
s8	3451/1631	1091	809	458
s9	3448/1631	1060	809	466
s10	3424/1627	1099	809	458
s11	3444/1631	1083	813	462
s12	3448/1631	1076	809	458



Şekil 6.3. s7 numunesi FTIR spektrumu

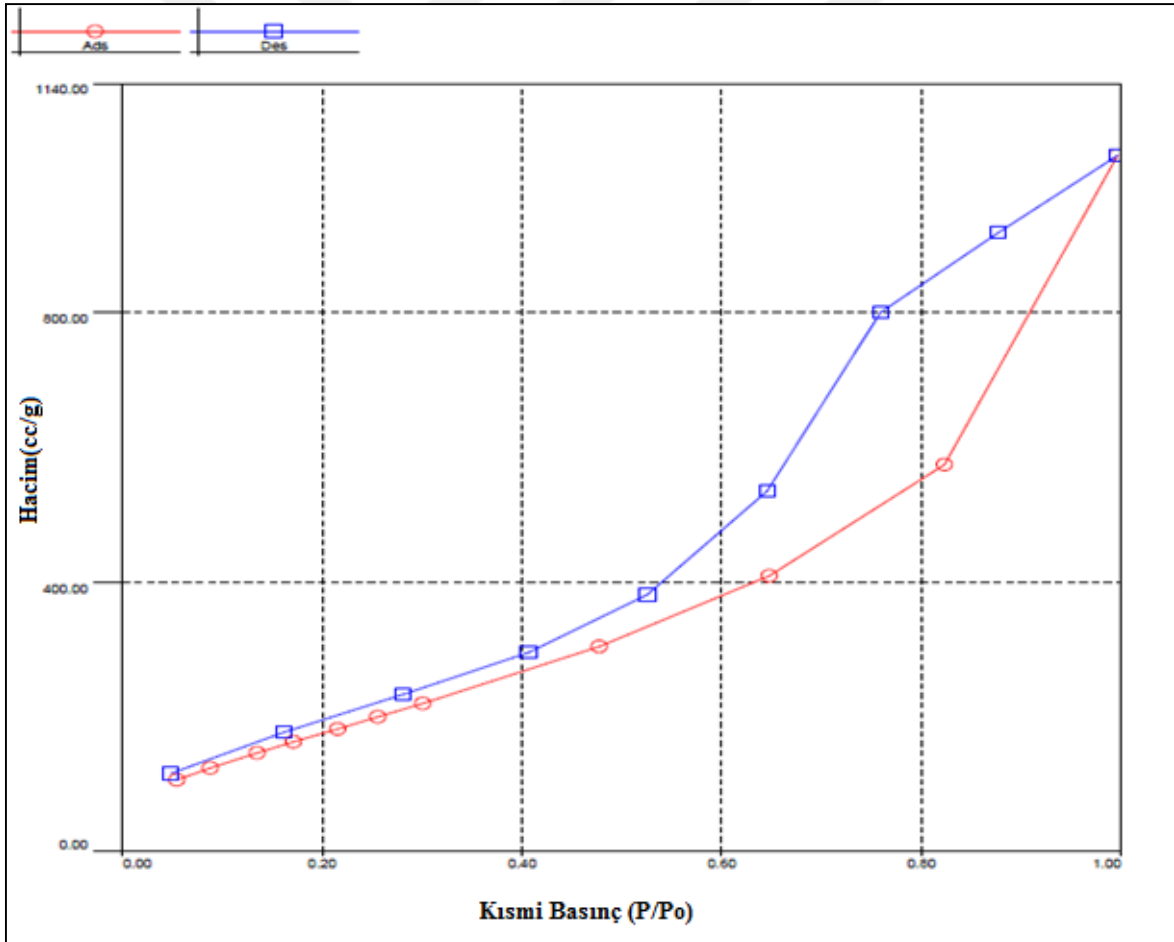
Çizelge 6.3'te set 2 deneyinde elde edilen silika aerogellerin FTIR spektrum değerleri verilmiştir. FTIR spektrum değerleri Si-OH, Si-O-Si asimetrik, Si-O-Si simetrik ve Si-O-Si ağ bandı set 1 deneylerinde elde edilen aralıklarda gözlenmiştir. Bu analiz ile yapısal olarak aynı özellikte monolitik silika aerogel sentezlendiği anlaşılmıştır.

Yapısal özelliği incelenen set 2 numunelerinin (s7-s12), yüzey alanı, ortalama gözenek çapları ve gözenek hacimleri belirlemek üzere BET analizi yapılmıştır. Ek 2.b'de izoterm eğrileri tüm numuneler (s8-s12) için verilmiştir. Ayrıca elde edilen yüzey alanları, ortalama gözenek çapları ve hacimleri Çizelge 6.4'te özetlenmiştir.

Set 2 deneyinde yapılan ölçümler sonucundan 's7' numunesinin en yüksek yüzey alanına sahip olduğu görülmektedir. Elde edilen s7 aerogelinin N₂ gazı adsorpsiyon izoterm grafiği Şekil 6.4'te verilmiştir.

Çizelge 6.4. Monolitik silika aerogellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çap ve hacim değerleri (set 2)

CH_3COOH (ml)	CH_3COOH (M)	Numuneler	BET Yüzey Alanı (m^2/g)	Gözenek Hacmi (cc/g)	Ortalama Gözenek Çapı (Å)
2	0,05	s7	600,515	8,76	22,71
3	0,05	s8	599,442	8,155	22,71
4	0,05	s9	500,549	6,147	14,48
2	0,1	s10	591,370	1,15	27,19
3	0,1	s11	583,287	8,17	22,71
4	0,1	s12	565,785	1,083	26



Şekil 6.4. s7 numunesinin izoterm eğrisi

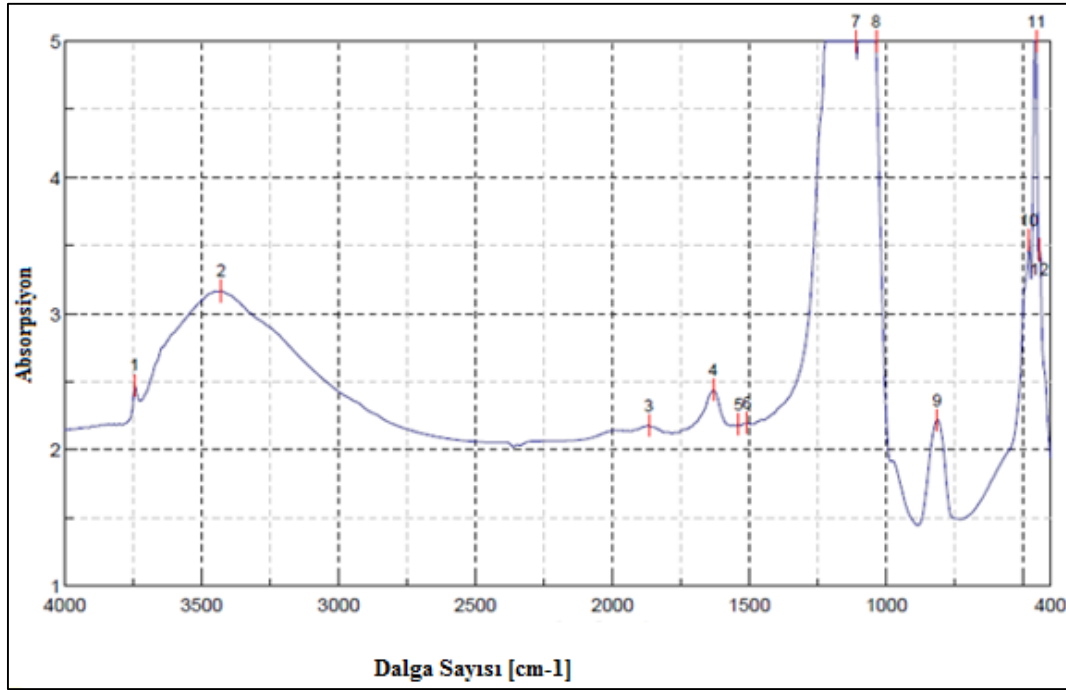
Set 2 deneyinde elde edilen değerler Çizelge 6.4 incelendiğinde 0,05 M asetik asit çözeltisinden 2 ml kullanılarak elde edilen s7 numunesinin yüzey alan değeri $600,515 m^2/g$

en yüksek değeri vermiştir. Aerojelin ortalama gözenek çapı değeri, seçilen s7 numunesi için, 22,71 Å ve gözenek hacmi değeri 8,76 cc/g bulunmuştur. Çizelgedeki değerlere bakıldığında yine asit miktarı artırıldıkça yüzey alanı değerinde azalma gözlenmektedir. Set 1’de gözlemlendiği gibi asit molaritesinin artması ile yüzey alanında artma gözlenmemiş, yaklaşık olarak sabit kaldığı gözlenmiştir. Bunun nedeninin amonyum hidroksit değişiminden kaynakladığı söylenebilmektedir.

Set 3 deneyi, set 1 ve set 2 deneyinde yapılan çalışmaların benzeri olacak şekilde tekrar edilmiştir. Yaşlandırma sırasında set 1’de 1 M, set 2’de 0,5 M olarak kullanılan amonyum hidroksit molaritesi, set 3’te 2 M olarak değiştirilmiştir. Aerojeldeki kimyasal grupların varlığını görmek üzere FTIR analizi yapılmıştır. Şekil 6.5’te ‘s16’ numunesinin FTIR analizi gösterilmektedir. Ek 1.c’de FTIR grafikleri tüm numuneler (s13-s18) için verilmiştir. Ayrıca elde edilen FTIR spektrum değerleri Çizelge 6.5’te özetlenmiştir. FTIR spektrum değerleri Si-OH, Si-O-Si asimetrik, Si-O-Si simetrik ve Si-O-Si ağ bandı set 1 ve set 2 deneylerinde elde edilen aralıklarda gözlenmiştir. Bu analiz ile yapısal olarak aynı özellikte monolitik silika aerojel sentezlendiği anlaşılmıştır.

Çizelge 6.5. Set 3 deneyinde üretilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri

Numuneler	Si-OH Bandı	Si-O-Si Asimetrik Bandı	Si-O-Si Simetrik Bağı	Si-O-Si Ağ Bandı
s13	3440/1631	1056	806	470
s14	3444/1627	1029	813	478
s15	3444/1631	1072	813	482
s16	3428 / 1631	1110	813	451
s17	3463/1627	1037	817	485
s18	3421/1627	1176	813	482



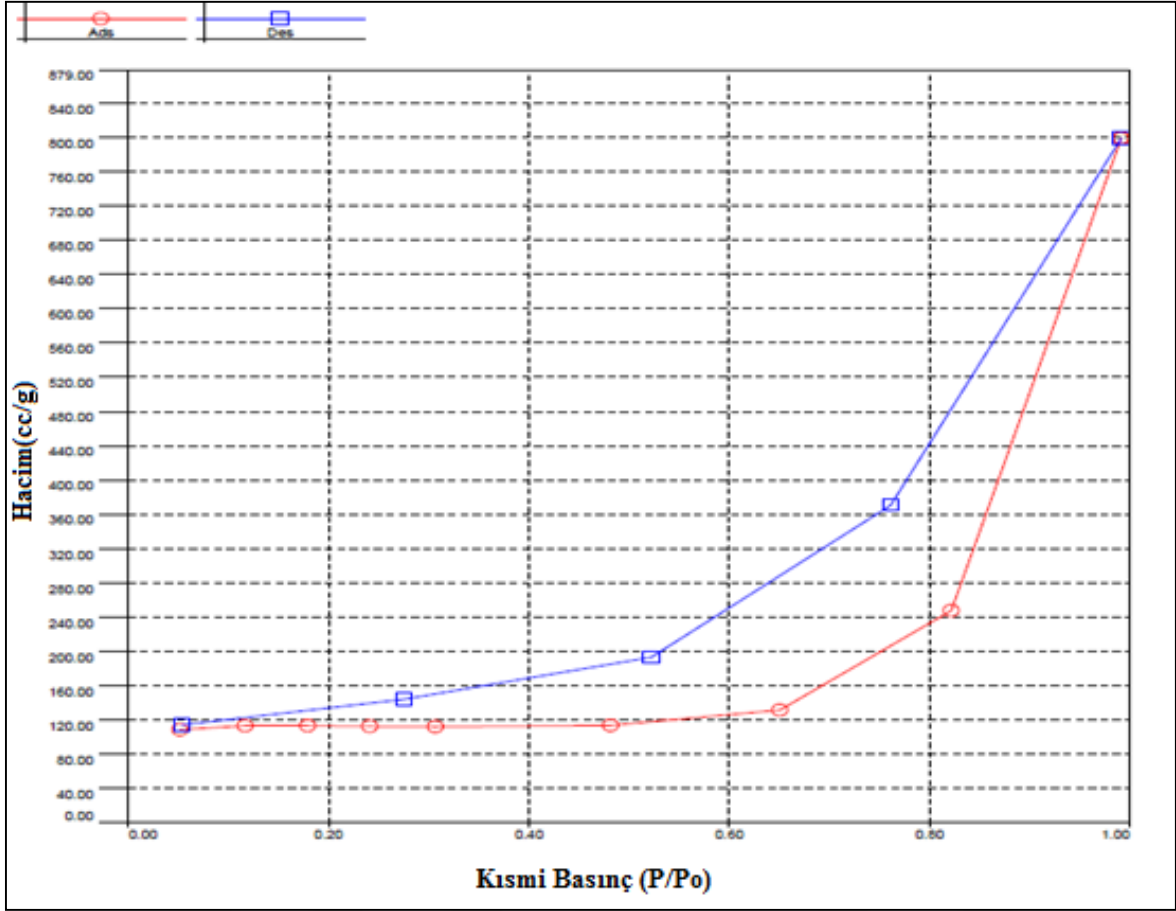
Şekil 6.5. s16 numunesini FTIR spektrumu

Yapısal özelliği incelenen set 3 numunelerinin (s13-s18), yüzey alanı, ortalama gözenek çapları ve gözenek hacimleri belirlemek üzere BET analizi yapılmıştır. Ek 2.c’de izoterm eğrileri tüm numuneler (s13-s18) için verilmiştir. Ayrıca elde edilen yüzey alanları, ortalama gözenek çapları ve hacimleri Çizelge 6.5’te özetlenmiştir.

Set 3 deneyinde yapılan ölçümler sonucundan ‘s16’ numunesinin en yüksek yüzey alanına sahip olduğu görülmektedir. Elde edilen s16 aerogelinin N₂ gazı adsorpsiyon izoterm grafiği Şekil 6.6’da verilmiştir.

Çizelge 6.6. Monolitik silika aerogellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çap ve hacim değerleri (set 3)

CH_3COOH (ml)	CH_3COOH (M)	Numuneler	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Ortalama Gözenek Çapı (Å)	Gözenek Hacmi (cc/g)
2	0,05	s13	313,215	6,545	26
3	0,05	s14	269,102	6,591	26
4	0,05	s15	255,885	6,696	22,71
2	0,1	s16	331,394	5,146	22,71
3	0,1	s17	293,821	5,779	27,19
4	0,1	s18	242,383	8,091	26

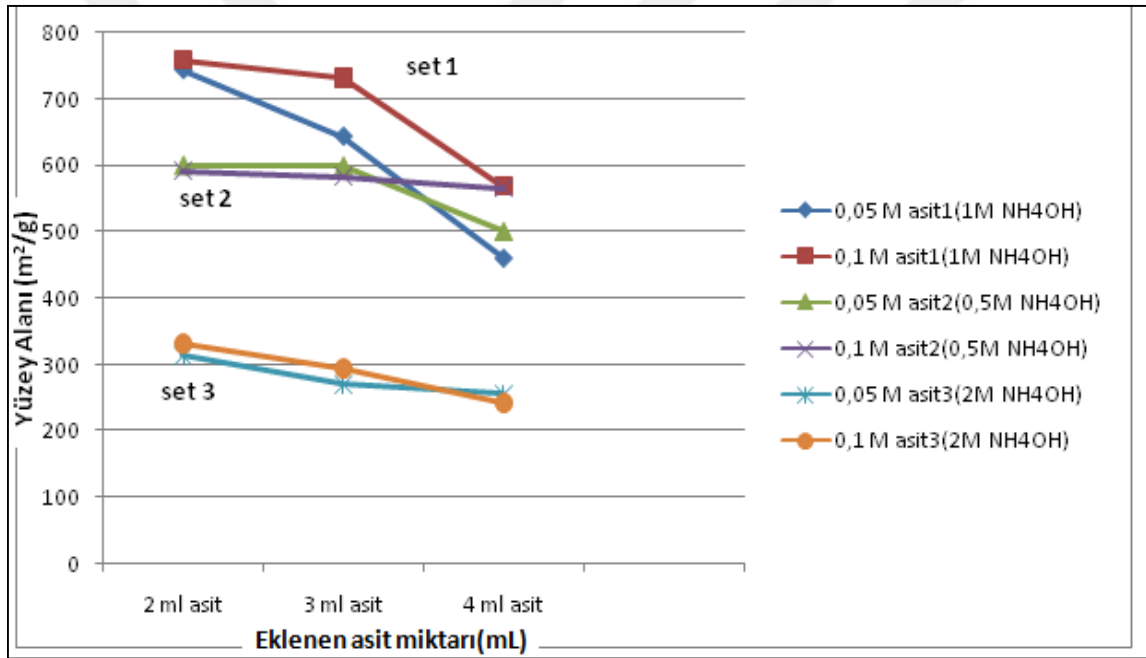


Şekil 6.6. s16 numunesinin izoterm eğrisi

Son olarak Set 3 deneyine bakıldığında 0,1M asetik asit çözeltisinden 2 ml kullanıldığında elde edilen s16 numunesi 331,394 m²/g olacak şekilde en yüksek yüzey alanı değerini vermiştir. Aerojelin ortalama gözenek çapı değeri, seçilen s16 numunesi için, 22,71 Å ve gözenek hacmi değeri 5,146 cc/g bulunmuştur. Çizelgedeki değerlere bakıldığında diğer setlerdeki gibi asit miktarı artırıldıkça yüzey alanı değerinde azalma gözlenmektedir ve ayrıca asitin molaritesinin artması yüzey alanında etkili olmamıştır. Hidroliz olayında katalizör seçimi önemlidir. Genel olarak asit katalizörü altında gerçekleşen silika oluşumu daha düzensiz bir yapı oluştururken baz katalizörü ile yapılan çalışmalarda daha düzgün ağ yapısına rastlanmıştır. Dorcheh ve arkadaşının makalesinde baz katalizörü altında yapılan çalışmada kondenzasyon kinetiğinin hidrolize göre daha hızlı olduğu görülmüştür [9]. Pope ve arkadaşları yaptıkları deneylerde hidroliz ve jelleşmeyi kontrol edebilen tek faktörün pH olmadığını göstermişlerdir [44]. Aynı konsantrasyonlara sahip farklı asitlerle yaptıkları çalışmada jelleşme zamanları incelendiğinde CH₃COOH pH değeri Hidrojen florürün (HF) pH değerinden daha yüksek olmasına rağmen HF'nin jelleşme zamanı daha kısa olduğu

gözlenmiştir. Lee ve arkadaşları yapılan çalışmada pH'ın artmasıyla yoğunluk, gözeneklilik ve yüzey alanının azaldığını gözlemlemişlerdir [45].

Yapılan tüm deneyler (set 1, set 2, set 3) incelendiğinde Şekil 6.7'de görüldüğü gibi yüzey alanlarında artışlar ve azalışlar meydana gelmiştir. Her bir set kendi içinde incelendiğinde eklenen asit miktarı yüzey alanının azalmasına neden olmuştur. En yüksek yüzey alanı set 1 deneyinde 1 M NH_4OH ilavesinde elde edilmiştir. FTIR spektrum değerleri karşılaştırıldığında ise birbirine oldukça benzer değerler elde edildiği görülmektedir. Bundan sonra yapılması planlanan deneyler için en yüksek yüzey alanına sahip s4 numunesinin üretim şartları temel alınarak devam edilmesine karar verilmiştir.



Şekil 6.7. Set 1, Set 2, Set 3'de elde edilen numunelerin eklenen asit miktarının artışı ile yüzey alanı değerlerinin değişim grafiği

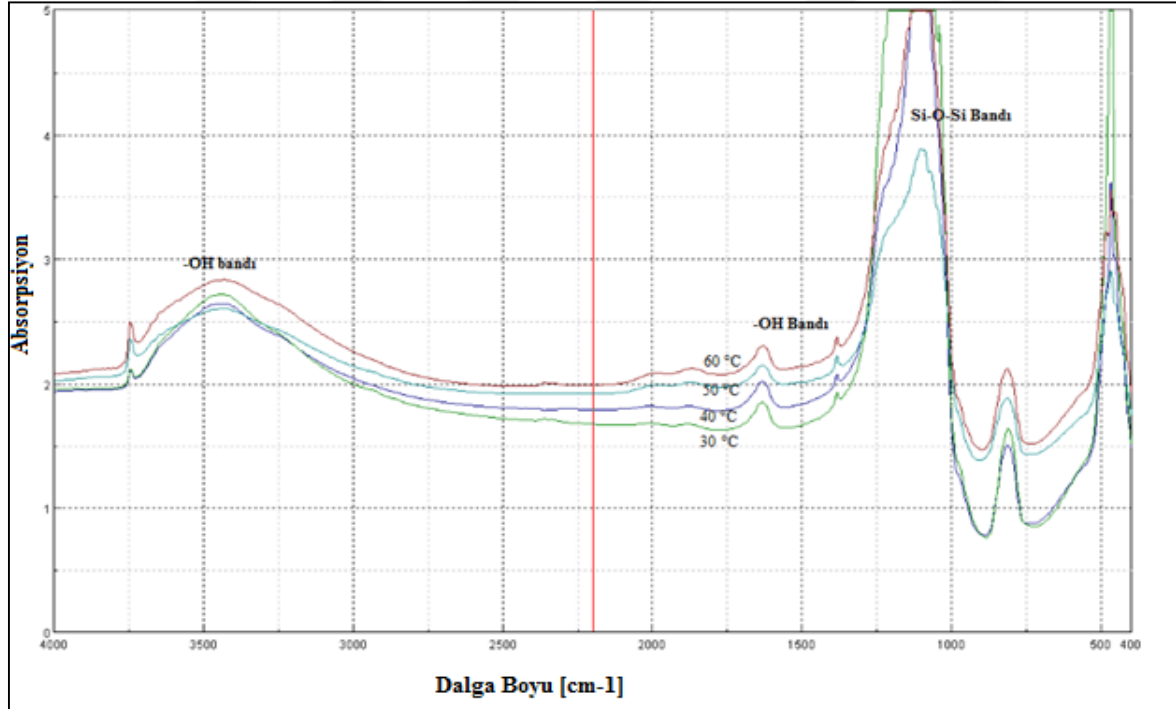
6.2. Monolitik Silika Aerojel Sentezine Jelleşme Sıcaklığının Etkisi

0,1 M; 2 ml asetik asit ve 0,2 g PEG eklenerek 60 °C jelleşme, 85°C yaşlandırma 1 M NH_4OH , 40 °C kurutma ve 550°C'de kalsinasyon işlemlerini gerçekleştirerek elde edilen 's4' adı verilen monolitik silika arojelin en yüksek yüzey alanına sahip olduğu bir önceki çalışmada belirlenmiştir. Bu kısımda, parametre olarak farklı jelleşme sıcaklıkları seçilmiş ve bu sıcaklıkların sentezlenen silika arojelin yüzey alanına ve ortalama gözenek çapına etkisi incelenmiştir.

Aerojeldeki kimyasal grupların varlığını göstermek için FTIR analizi yapılmıştır. Şekil 6.8’de jelleştirme sıcaklıkları değiştirilerek (30,40, 50 ve 60 °C’de) elde edilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrumları verilmiştir. Bu grafiklerden elde edilen band değerleri Çizelge 6.7’de özetlenmiştir. Çizelge incelendiğinde elde edilen aerojellerin band değer aralıklarının hemen hemen birbirine çok yakın olduğu gözlenmiştir. Bu analiz ile yapısal olarak aynı özellikte monolitik silika aerojeller sentezlendiği anlaşılmıştır.

Çizelge 6.7. Jelleşme sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri

Bandlar	30 °C’de (j1)	40 °C’de (j2)	50 °C’de (j3)	60 °C’de (j4)
Si-OH Absorpsiyon Bandı	3432 / 1635	3436 / 1631	3432 / 1631	3428 / 1631
Si-O-Si Asimetrik Bandı	1072	1052	1068	1103
Si-O-Si Simetrik Bağ	813	809	813	813
Si-O-Si Ağ Bandı	466	458	466	470

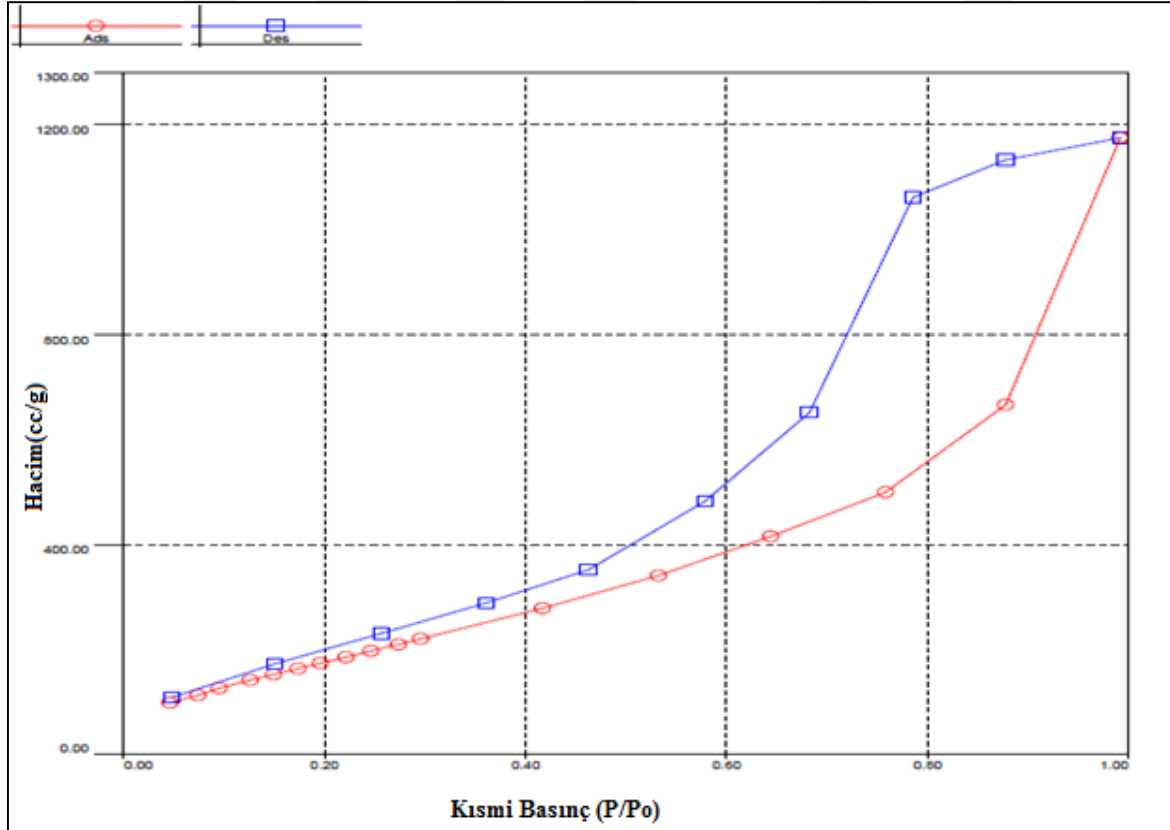


Şekil 6.8. Jelleştirme sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrumları

Bu çalışmadaki numunelerle (j1-j4) yapılan BET analizi ile elde edilen izoterm eğrileri Ek 2.d’de verilmiştir. Ayrıca elde edilen yüzey alanları, ortalama gözenek çapları ve hacimleri Çizelge 6.8’de özetlenmiştir. Yapılan ölçümler sonucundan en yüksek yüzey alanına ‘j4’ numunesinin sahip olduğu tespit edilmiştir. Elde edilen j4 aerojelinin N₂ gazı adsorpsiyon izoterm grafiği Şekil 6.9’da verilmiştir. j4 numunesi ile s4 numunesinin çalışma şartları aynıdır. Her iki numunenin yüzey alanı değerleri birbirine yakın çıkmıştır. Buradan anlaşılacağı üzere deneylerde tekrarlanabilirlik söz konusudur.

Çizelge 6.8. Jelleşme sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerojellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çapı değerleri

Numuneler	Jelleşme Sıcaklıkları	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Ortalama Gözenek Çapı (Å)	Gözenek Hacmi (cc/g)
j1	30	521,69	13,85	5,139
j2	40	537,63	13,85	5,193
j3	50	683,03	23,76	1,471
j4	60	745,04	31,12	1,673



Şekil 6.9. j4 silika aerojelinin izoterm eğrisi

Sonuç olarak jelleştirme basamağındaki sıcaklık önemli bir etkidir. Sıcaklık düşük tutulduğunda jelleşmenin geç olduğu gözlenmiştir ve son ürünün yüzey alanında azalmaların olduğu Çizelge 6.8’de belirlenmiştir. En yüksek yüzey alanı jelleşme sıcaklığının 60 °C (j4) olduğu numunede elde edilmiştir. 745,04 m²/g yüzey alanı ve 31,12 Å gözenek çapı ile mezo gözenekli bir yapıya sahip monolitik silika aerojel elde edilmiştir. Çizelge 6.8’de verildiği gibi jelleşme sıcaklıklarına karşı ortalama gözenek çaplarına bakıldığında ise çap değerlerinin 13-31 Å arasında değiştiği görülmüş ve üretilen monolitik silika aerojellerin mikro ve mezo gözenekli bir yapıya sahip olduğu anlaşılmıştır. Ortalama gözenek çapı değerleri karşılaştırılmak istenirse, 50 ve 60 °C numunelerinin mezo gözenekli yapı aralığına daha uygun olduğu görülmektedir.

Jelleşme sıcaklığı etkisinin incelendiği deneylerin sonucunda hem FTIR sonuçları, hem BET yüzey alanı değerleri, hem de ortalama gözenek çapı sonuçları karşılaştırılarak yapılan çıkarımda, jelleşme sıcaklığı 60 °C (j4) olarak seçilen çalışma ile monolitik silika aerojeller üretilmesi kararlaştırılmıştır.

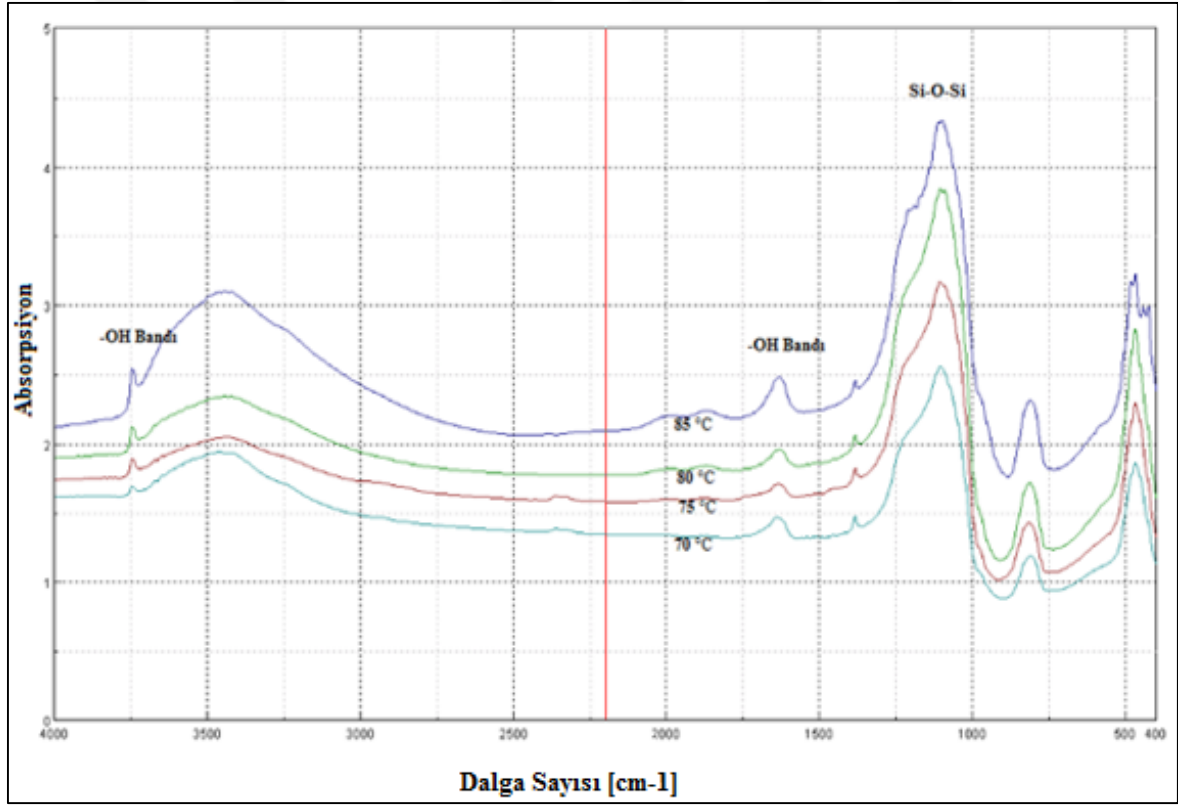
6.3. Monolitik Silika Aerojel Sentezine Yaşlandırma Sıcaklığının Etkisi

Daha önce yapılan deneyler sonucunda; jelleşme sıcaklığı 60 °C’de üretilen monolitik silika aerojelin (j4) üretim şartları kullanılarak, bu aşamada da parametre olarak farklı yaşlandırma sıcaklıklarının değişimi incelenmiştir. Çalışılan farklı yaşlandırma sıcaklıklarının, sentezlenen monolitik silika aerojelin yüzey alanına ve ortalama gözenek çapına etkisi incelenmiştir.

Bu çalışmada yapılan FTIR analizi sonuçları Şekil 6.10’da verilmiştir. FTIR spektrumlarından elde edilen band değerleri Çizelge 6.9’da özetlenmiştir. Çizelgeye bakıldığında; yaşlandırma sıcaklıklarının farklı olmasının elde edilen ürünün yapısında ve varolan kimyasal gruplarda herhangi bir değişime sebep olmadığını göstermiştir.

Çizelge 6.9. Yaşlandırma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri

Bandlar	70 °C'de (y1)	75 °C'de (y2)	80 °C'de (y3)	85 °C'de (y4)
Si-OH Absorpsiyon Bandı	3444 / 1631	3490 / 1627	3471 / 1627	3463 / 1639
Si-O-Si Asimetrik Bandı	1191	1068	1037	1103
Si-O-Si Simetrik Bağı	813	806	817	809
Si-O-Si Ağ Bandı	466	462	458	466



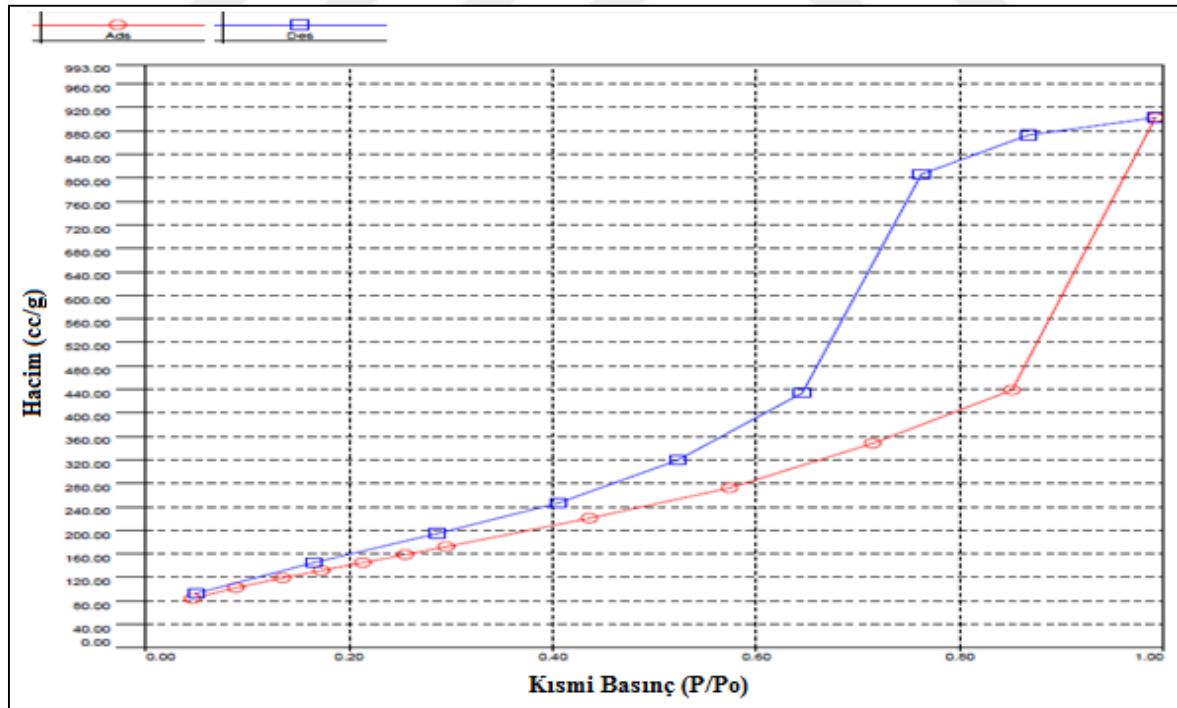
Şekil 6.10. Yaşlandırma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrumları

Farklı yaşlandırma sıcaklıklarında çalışılarak BET analizi ile ölçümler yapılmıştır. Ek 2.e'de izoterm eğrileri tüm numuneler için verilmiştir. Ayrıca elde edilen yüzey alanları, ortalama gözenek çapları ve hacimleri Çizelge 6.10'da özetlenmiştir. Yapılan ölçümler sonucundan en yüksek yüzey alanını 'y4' numunesinde, en düşük yüzey alanı 'y1' numunesinde görülmektedir. 'y4' numunesi ile 'j4' numunesi aynı şartlarda üretilmiştir. Her iki

numunenin yüzey alanı değerleri birbirine çok yakındır. Deneylerin tekrarlanabilirliğinin tekrar teyit edildiği bu deney sonucunda bundan sonra aynı şartlarda deneylerin yapılmamasına karar verilmiştir. Elde edilen 'y1' aerogelinin N₂ gazı adsorpsiyon izoterm grafiği Şekil 6.11'de verilmiştir.

Çizelge 6.10. Yaşlandırma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerogellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çapı değerleri

Numuneler	Yaşlandırma Sıcaklıkları	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Ortalama Gözenek Çapı (Å)	Gözenek Hacmi (cc/g)
y1	70	567,52	28,44	1,288
y2	75	487,71	28,98	1,278
y3	80	553,55	28,44	1,31
y4	85	745,04	31,12	1,673



Şekil 6.11. y1 silika aerogelinin izoterm eğrisi

Yaşlandırma basamağındaki sıcaklık arttıkça monolitik silika aerogel yapısının daha şeffaf ve kırılğan olduğu ayrıca yaşlandırma süresinin azaldığı gözlenmiştir. Çizelge 6.10'da

verildiği gibi yaşlandırma sıcaklıklarına karşı elde edilen yüzey alanı sonuçları incelendiğinde 487-745 m²/g arasında değiştiği görülmüştür. En yüksek yüzey alanı yaşlandırma sıcaklığının 85 °C’de yaşlandırılan numunede elde edilmiştir. Çizelge 6.10’da verildiği gibi yaşlandırma sıcaklıklarına karşı ortalama gözenek çaplarına bakıldığında ise üretilen monolitik silika arojellerin mezo gözenekli bir yapıya sahip olduğu anlaşılmıştır. Ortalama gözenek çapı değerleri karşılaştırılmak istenirse, 75-80 °C arasında değişim olmamakla beraber 85 °C’de numunenin mezo gözenekli yapısı daha net görülmektedir. Tüm numuneler için gözenek hacmi değerleri ise 1,2 ile 1,6 cc/g arasında değişmektedir. Genel olarak, yaşlandırma işlemi sırasında çözücünün buharlaşması yapının büzülmesine neden olur. Bu nedenle, düşük buhar basıncına sahip çözücüler kullanıldığında, bu tür bir büzülme giderilebilir. Reichenauer silika jellerin yaşlanmasının sadece mekanik stabiliteyi arttırmakla kalmayıp aynı zamanda jelin dış ve mikro gözenekli yüzey alanının azaldığını gözlemlemiştir [46]. Hæreid ve arkadaşları yaşlandırma sıcaklıklarının artmasıyla gereken yaşlandırma süresinin azaldığını gözlemlemiştir [47].

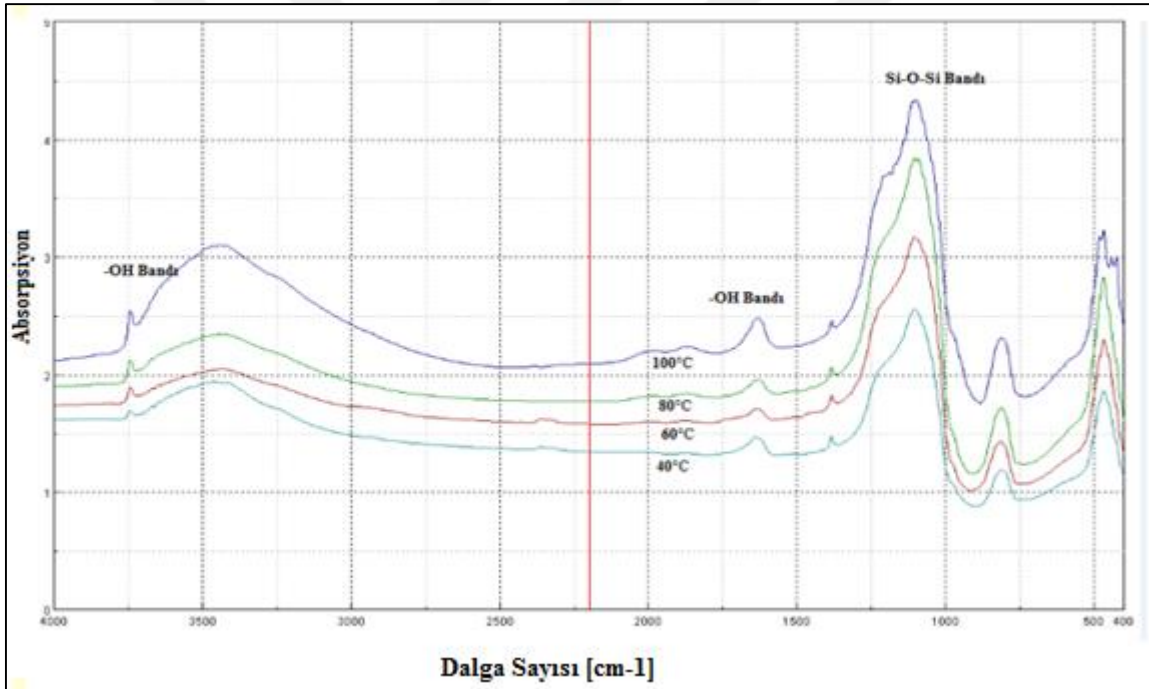
Farklı yaşlandırma sıcaklıklarının etkisinin incelendiği deneylerin sonucunda, yaşlandırma sıcaklığı 85 °C (y4) olarak seçilen çalışma ile monolitik silika arojellerin üretilmesi kararlaştırılmıştır.

6.4. Monolitik Silika Aerojel Sentezine Kurutma Sıcaklığının Etkisi

Şimdiye kadar yapılan çalışmalarda iyi sonuçlar alınan şartlar; kurutma sıcaklığı: 40 °C, jelleşme sıcaklığı: 60°C, yaşlandırma sıcaklığı: 85°C’dir. Aerojelin bu aşamada da parametre olarak farklı kurutma sıcaklıkları seçilmiş ve bu belirlenen sıcaklıkların sentezlenen monolitik silika arojelin yüzey alanına ve ortalama gözenek çapına etkisi incelenmiştir. Şekil 6.12’de kurutma sıcaklıkları değiştirilerek (40, 60, 80 ve 100 °C’de) elde edilen monolitik silika arojellerin FTIR spektrumları verilmiştir. Ayrıca elde edilen band değerleri Çizelge 6.11’de özetlenmiştir. Çizelge incelendiğinde benzer değer aralıkları ile kimyasal yapının bozulmadığı görülmüştür.

Çizelge 6.11. Kurutma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen silika aerojellerin FTIR spektrum değerleri

Bandlar	40 °C'de (k1)	60 °C'de (k2)	80 °C'de (k3)	100 °C'de (k4)
Si-OH Absorpsiyon Bandı	3421 / 1627	3432 / 1627	3421 / 1627	3444 / 1627
Si-O-Si Asimetrik Bandı	1187	1060	1029	1056
Si-O-Si Simetrik Bağı	809	813	813	813
Si-O-Si Ağ Bandı	462	466	478	455

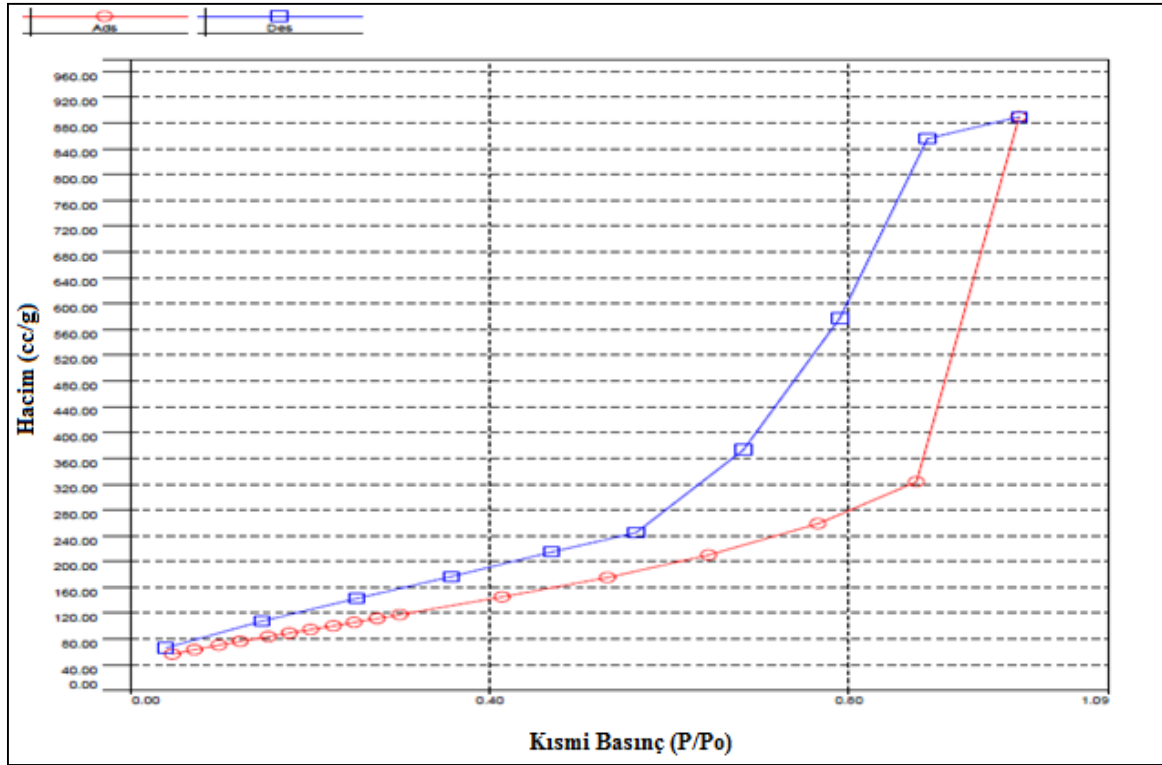


Şekil 6.12. Kurutma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerojellerin FTIR spektrumları

Bu çalışmadaki tüm numuneler (k1-k4) için BET yüzey alanı ölçümleri sonucunda elde edilen izoterm eğrileri Ek 2.f'de verilmiştir. Ayrıca elde edilen yüzey alanları, ortalama gözenek çapları ve hacimleri Çizelge 6.12'de özetlenmiştir. Yapılan ölçümler sonucunda en yüksek yüzey alanını 40 °C kurutma sıcaklığında elde edilen 'k1', en düşük yüzey alanı 100 °C kurutma sıcaklığında elde edilen 'k4' numunesinde görülmektedir. Elde edilen k4 aerojelinin N₂ gazı adsorpsiyon izoterm grafiği Şekil 6.13'te verilmiştir.

Çizelge 6.12. Kurutma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen katkısız silika aerojellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çapı değerleri

Numuneler	Kurutma Sıcaklıkları	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Ortalama Gözenek Çapı (Å)	Gözenek Hacmi (cc/g)
k1	40	745,04	31,12	1,673
k2	60	453,65	27,19	8,572
k3	80	408,54	40,77	1,047
k4	100	386,98	23,76	1,226



Şekil 6.13. k4 silika aerojelinin izoterm eğrisi

Çizelge 6.12’de verildiği gibi kurutma sıcaklıklarına karşı elde edilen yüzey alanı sonuçları incelendiğinde sıcaklık artışı ile yüzey alanının azaldığı görülmektedir. En yüksek yüzey alanı kurutma sıcaklığının 40 °C olduğu numunede elde edilmiştir. Kurutma sıcaklığı arttıkça monolitik yapıda bozulma ve gözeneklerde çökme meydana gelmiştir. Çizelge 6.12’de verildiği gibi kurutma sıcaklıklarına karşı ortalama gözenek çaplarına bakıldığında ise çap değerlerinin 23-40 Å arasında değiştiği görülmüş ve üretilen silika aerojellerin mezo gözenekli bir yapıya sahip olduğu anlaşılmıştır. Küçük gözenek boyutu, kurutma sırasında kırılmaya neden olabilir. Rao ve arkadaşları gözenek büyüklüğü 200 Å’den küçük

olduğunda gözenek sıvısının büyük bir gerilim altında olduğunu belirlemişler [48]. Öte yandan, gözenek boyutu 200 Å'dan büyük olduğunda, büzülme daha az ve çatlama olasılığı daha düşük olmuştur. Bu çalışmada kurutma sıcaklığının yükselmesi ile yüzey alanının düşüş gösterdiği tespit edilmiş, ayrıca elde edilen monolitik numunelerin daha çatlak yapıda olduğu gözlenmiştir.

Kurutma sıcaklığı etkisinin incelendiği deneylerin sonucunda 'k1' olarak seçilen çalışma ile monolitik silika aerogeller üretilmesi kararlaştırılmıştır.

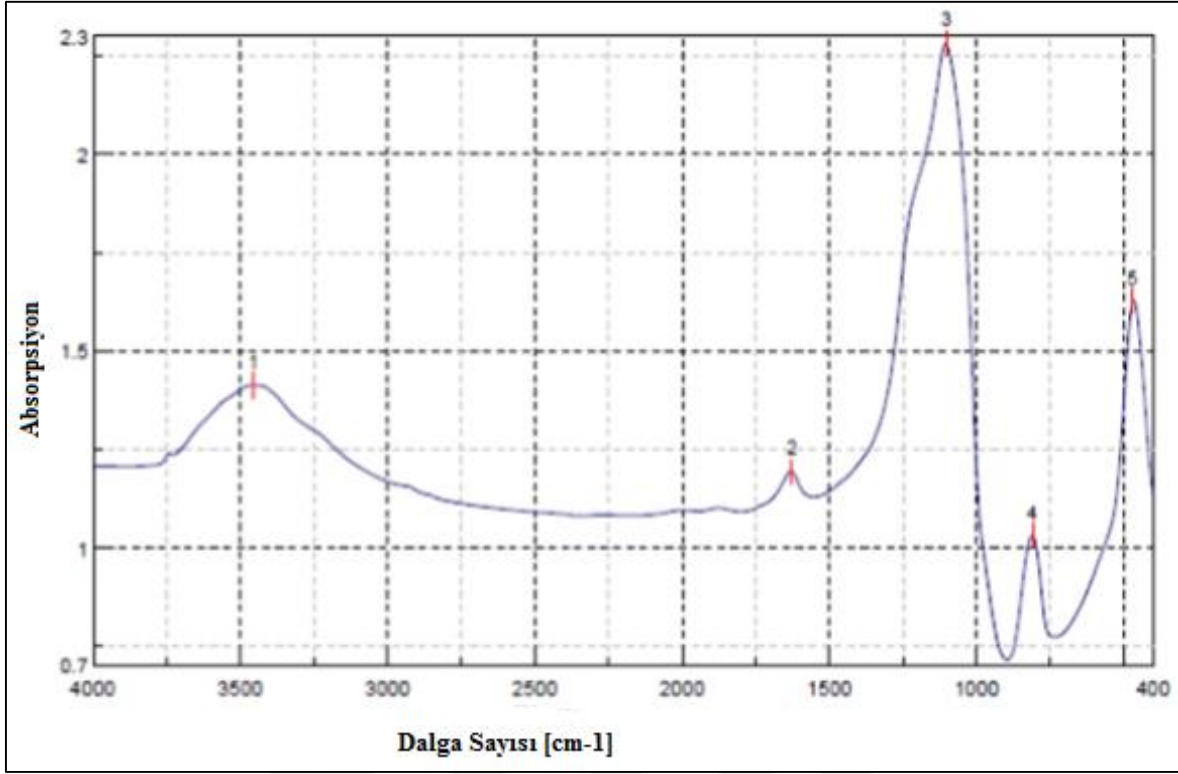
6.5. Monolitik Silika Aerogel Sentezine TMOS/PEG Oranının Etkisi

Daha önceki tüm çalışmalarda TMOS/PEG oranı 5 olarak sabit tutulmuştur. Bu aşamada TMOS/PEG oranları değiştirilerek, diğer parametreler ise sabit tutularak monolitik silika aerogeller üretilmiştir.

Şekil 6.14'te TMOS/PEG oranı 7 olan silika aerogelin (a3) FTIR spektrumu verilmiştir. Ek 1.g'de FTIR grafikleri tüm numuneler için verilmiştir. Ayrıca elde edilen band değerleri Çizelge 6.13'te özetlenmiştir. Çizelge incelendiğinde numunelerde sentez aşamasında herhangi bir fark olmadığı, numunelerin tamamında aynı reaksiyonların aynı zamanlarda gerçekleştiği spektrum değerlerinden anlaşılmaktadır.

Çizelge 6.13. TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen silika aerogellerin FTIR spektrum değerleri

Bandlar	a1 (5)	a2 (6)	a3 (7)
Si-OH Absorpsiyon Bandı	3421 / 1627	3440 / 1627	3455 / 1627
Si-O-Si Asimetrik Bandı	1187	1103	1103
Si-O-Si Simetrik Bağı	809	800	809
Si-O-Si Ağ Bandı	462	462	470

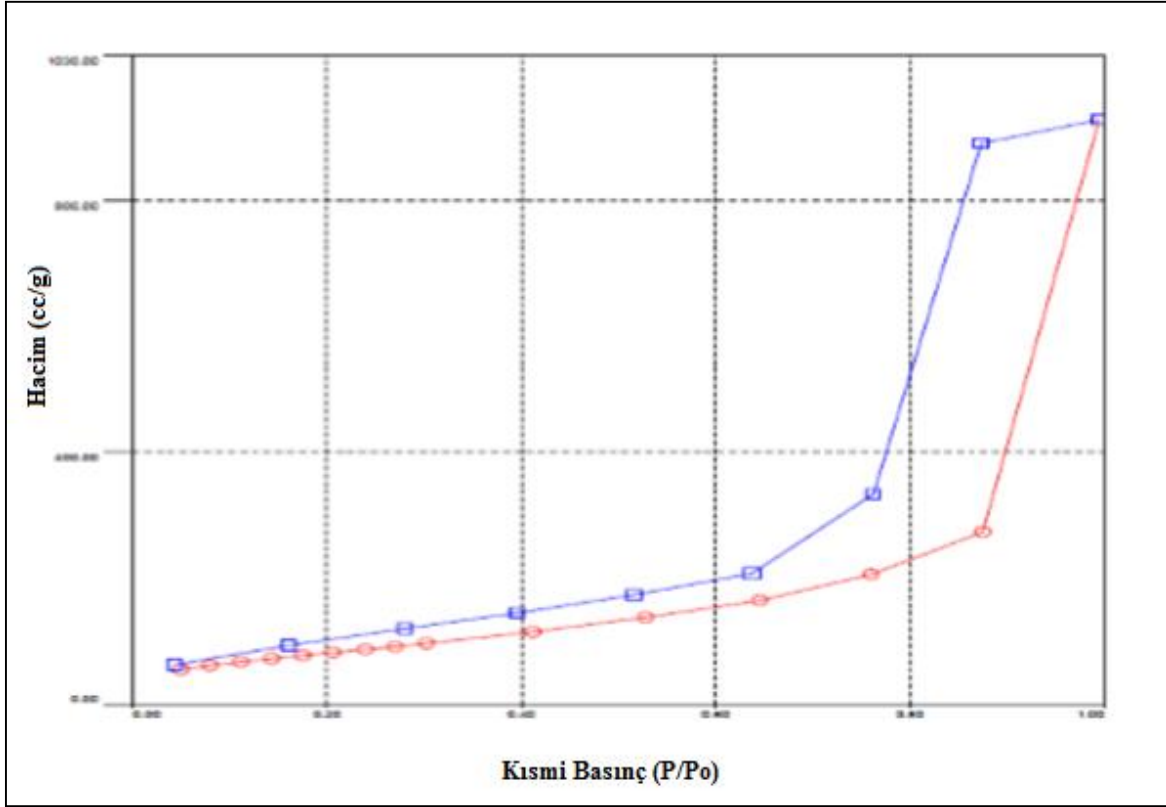


Şekil 6.14. 'a3' TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerogelin FTIR spektrumları

Bu çalışmadaki tüm numuneler (a1-a3) için BET yüzey alanı ölçümleri sonucunda elde edilen izoterm eğrileri tüm numuneler için Ek 2.g'de verilmiştir. Ayrıca elde edilen yüzey alanları, ortalama gözenek çapları ve hacimleri Çizelge 6.14'te özetlenmiştir. Yapılan ölçümler sonucunda en yüksek yüzey alanı elde edilen 'a1' numunesinde görülmektedir. Elde edilen a1 aerogelinin N₂ gazı adsorpsiyon izoterm grafiği Şekil 6.10'da verilmiştir. Örnek olarak bu grup deneylerinden en düşük yüzey alanına sahip a3 numunesinin N₂ gazı adsorpsiyon izoterm grafiği Şekil 6.15'te verilmiştir.

Çizelge 6.14. TMOS/PEG oranı değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerogellerin BET yüzey alanları ve ortalama gözenek çapı değerleri

Numuneler	TMOS/PEG oranları	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Ortalama Gözenek Çapı (Å)	Gözenek Hacmi (cc/g)
a1	5	745,04	31,12	1,673
a2	6	308,505	38,98	1,212
a3	7	290,193	38,98	0,95



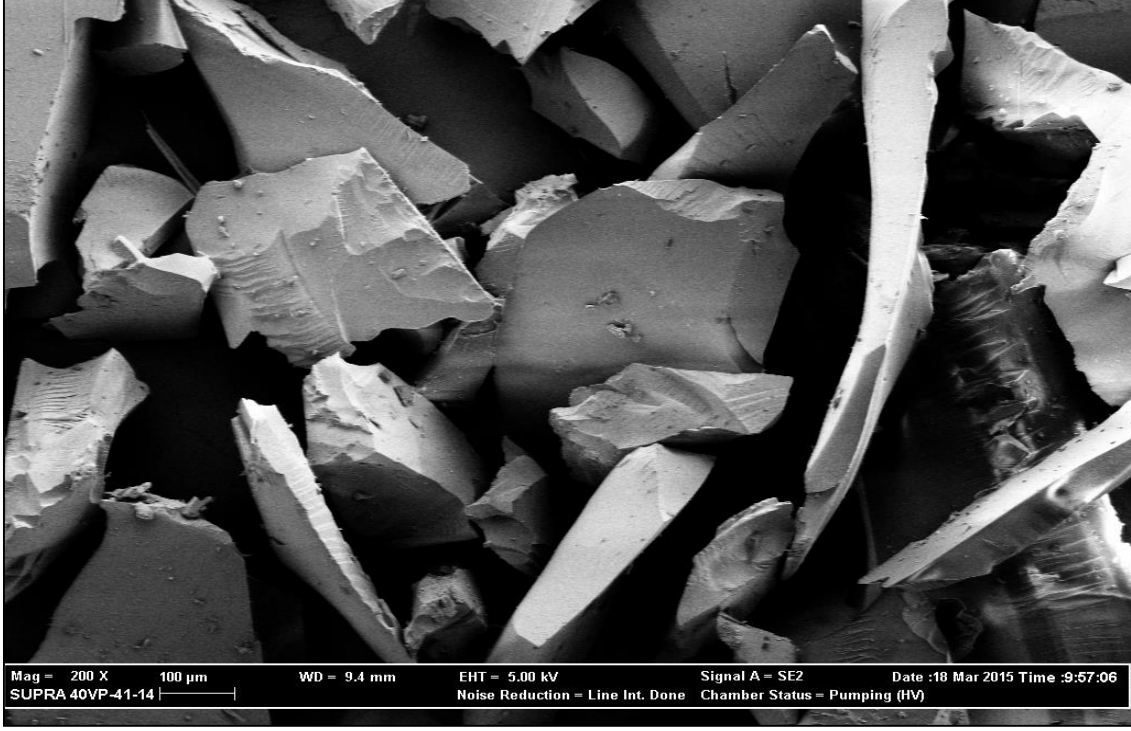
Şekil 6.15. 'a3' TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerajelin izoterm eğrisi

Çizelge 6.14'te verilen TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerajellere bakıldığında oran artışıyla yüzey alanının ve gözenek hacminin azaldığı görülmektedir. En yüksek yüzey alanı TMOS/PEG oranının 5 olduğu numunede elde edilmiştir. Çizelge 6.14'te verildiği gibi ortalama gözenek çaplarına bakıldığında ise çap değerlerinin 31-38 Å arasında değiştiği görülmüştür ve üretilen silika aerajellerin mezo gözenekli bir yapıya sahip olduğu anlaşılmıştır. Martin ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada yüksek konsantrasyonda PEG eklendiğinde katı ağıın zayıfladığını, düşük konsantrasyonlu PEG ilavesinde yapının güçlendiği gözlenmiştir [49]. Bu çalışmada aynı yapı oluşmuş katı ağıın daha düşük konsantrasyonlu çalışmada güçlendiği belirlenmiştir.

6.6. Monolitik Silika Aerajelin SEM-TGA Analizleri

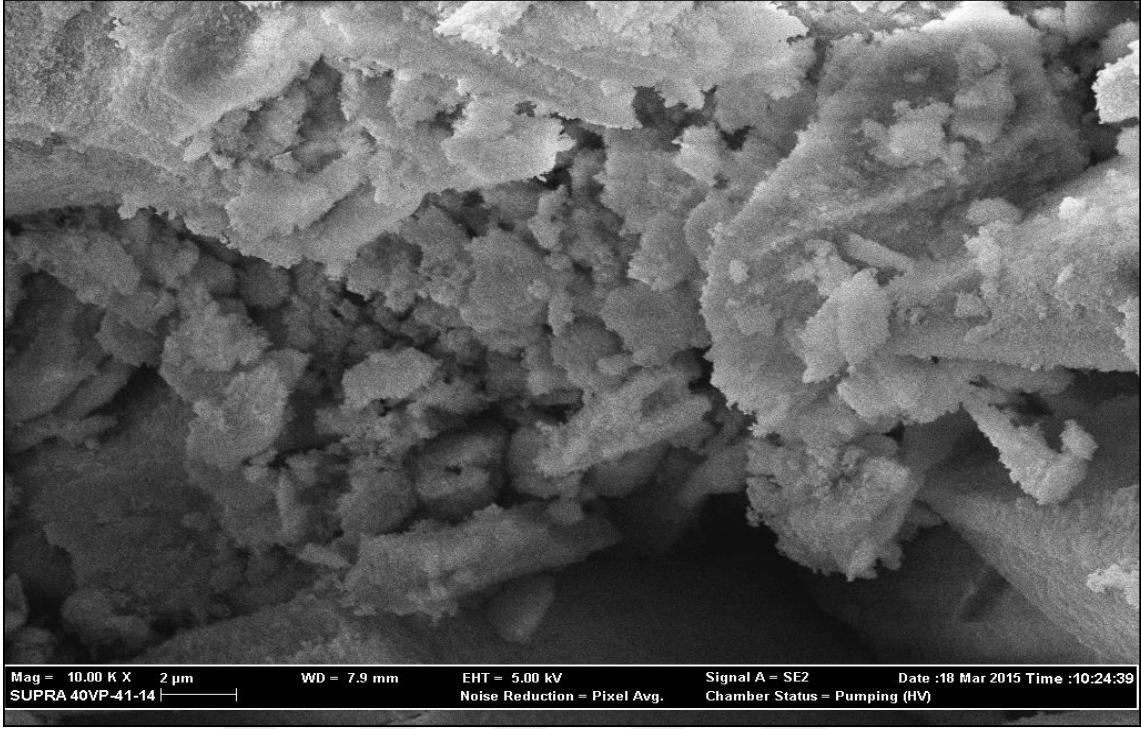
Üretilen monolitik silika aerajellerin gözenek yapısını daha iyi görebilmek için SEM fotoğrafları çekilmiştir. 0,1 M asetik asitten 2 ml alınan ve 0,2 g PEG, 1 ml TMOS eklenerek 60 °C jelleşme, 85°C yaşlandırma, 40 °C kurutma ve 550 °C'de kalsinasyon işlemleri ile elde edilen 745,04 m²/g yüzey alanına sahip j4 numunesinin kalsinasyon öncesi ve sonrası

SEM fotoğrafları çekilmiştir. Ayrıca kalsinasyon işlemi yapılmadan elde edilen j4 numunesinin TGA analizi gerçekleştirilmiştir. En uygun özelliklere sahip olan j4 monolitik silika aerogelin 200 kat büyütmedeki SEM görüntüsü Resim 6.1’de verilmiştir. Resim 6.2’de ise kalsinasyon yapılmadan önceki SEM görüntüsü verilmiştir.



Resim 6.1. j4 numunesinin SEM görüntüsü

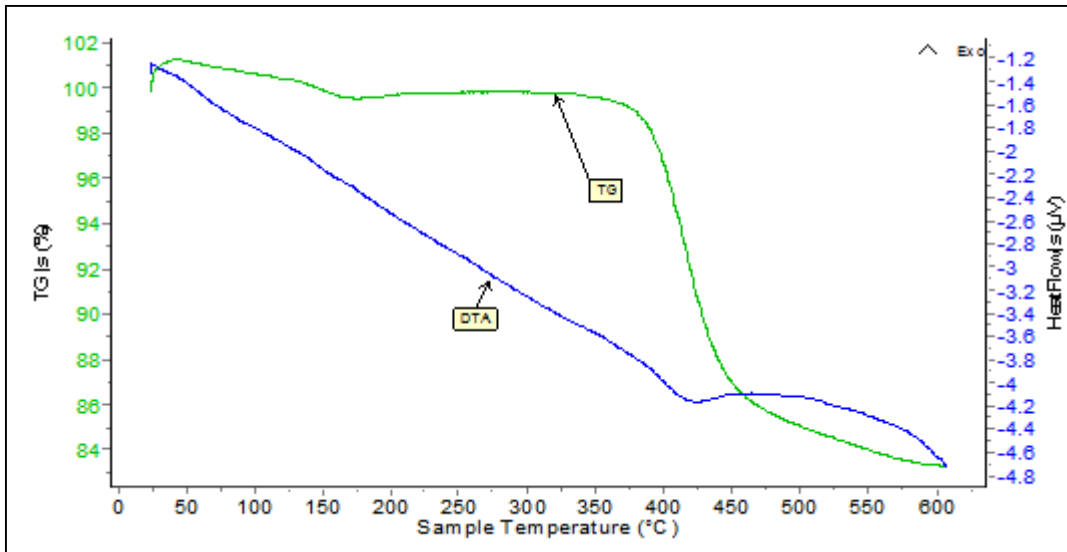
j4 monolitik silika aerogeline kalsinasyon basamağı uygulamadan üretilen aerogelin 10000 kat büyütmedeki SEM görüntüsü Resim 6.2’de verilmiştir.



Resim 6.2. j4 numunesinin (kalsinasyon yapılmadan) SEM görüntüsü

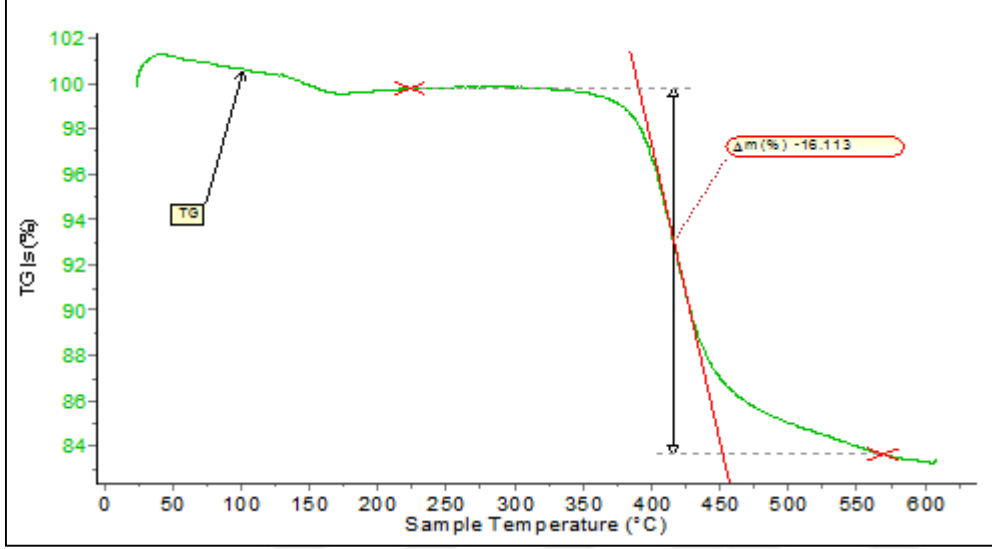
Resim 6.2’de j4 numunesinin (kalsinasyon yapılmadan) küresel nano parçacıklar içerdiği görülmektedir. Bununla birlikte Resim 6.1 ve Resim 6.2’ye bakıldığında ise yüzey görüntülerinin farklı olduğu belirlenmiştir.

Kalsinasyon işlemi yapılmadan elde edilen j4 numunesi için TGA analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.16 ve Şekil 6.17’de TG-DTA grafikleri gösterilmektedir.



Şekil 6.16. j4 numunesinin TG-DTA grafiği

Şekil 6.16’da grafikte görüldüğü üzere kütle, sıcaklık, DTA ve ısı akış miktarı verileri yer almaktadır. Yapılan çalışmada sistem ve referansın sıcaklıkları sabit bir hızda artırılmıştır. Örnek ve referans arasındaki sıcaklık farkı sıcaklığın fonksiyonu olarak yani DTA olarak görülmektedir.



Şekil 6.17. j4 numunesinin TG- °C grafiği (kütle kaybı)

Kütlenin zamana veya sıcaklığa karşı çizilen grafiği TG eğrisidir. Sıcaklığın fonksiyonu olarak malzemenin kütlesindeki değişim ve bu değişimin yayıldığı aralık malzemenin termal kararlılığının göstergesidir. Yukarıda verilen Şekil 6.17’de görüldüğü üzere 0-400 °C arasında artan sıcaklık değerlerinde malzemede önemli bir kütle kaybının olmadığı gözlenmiştir. Bu durum bu aralıkta termal dayanıklılığın mevcut olduğunu göstermektedir. Fakat 400-550 °C aralığında artan sıcaklık değerlerinde bozunma meydana gelmiş olup % 16 oranında kütle kaybı yaşandığı gözlenmiştir.

7. SONUÇLAR

Yapılan deneysel çalışmada ilk olarak farklı derişimlerde ve miktarlarda CH_3COOH katalizörünün kullanılmasıyla monolitik silika aerjel eldesi gerçekleştirilmiştir ve karakterizasyon çalışmaları ile elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır. 0,05; 0,1 M derişimlerdeki CH_3COOH 2, 3, 4'er ml kullanılarak monolitik silika aerjeller üretilmiş ve analizler sonucunda farklılıklar gözleendiği belirlenmiştir. Bu sonuçlara göre;

- Elde edilen silika aerjeller içinden en yüksek BET yüzey alanı değeri, seçilen 0,1 M 2 ml asetik asit ilavesinde (s4), 758,525 m²/g bulunmuştur, ortalama gözenek çapı 38,98Å ve gözenek hacmi 1,897 cc/g ölçülmüştür.

Daha sonra bu çalışmada parametre olarak farklı jelleşme, yaşlandırma ve kurutma sıcaklıkları seçilmiş ve bu belirlenen sıcaklıkların üretilen silika aerjelin yüzey alanına ve ortalama gözenek çapına etkisi incelenmiştir. Farklı jelleşme sıcaklıklarında elde edilen silika aerjellerden en iyi sonuç veren aerjel belirlenmiş ve diğer parametreler bu numune değerleri referans alınarak uygulanmıştır.

- Jelleşme sıcaklıklarına karşı elde edilen yüzey alanı sonuçları incelendiğinde en yüksek yüzey alanı jelleşme sıcaklığının 60 °C (j4) olduğu numunede 745 m²/g yüzey alanı elde edilmiştir.
- Yaşlandırma sıcaklıklarına karşı elde edilen yüzey alanı sonuçları incelendiğinde 487-745 m²/g arasında değiştiği görülmüştür. En yüksek yüzey alanı yaşlandırma sıcaklığının 85 °C olduğu numunede elde edilmiştir.
- Kurutma sıcaklıklarına karşı elde edilen yüzey alanı sonuçları incelendiğinde sıcaklık artışı ile yüzey alanının azaldığı görülmüştür. En yüksek yüzey alanı kurutma sıcaklığının 40 °C olduğu numunede elde edilmiştir.
- Son olarakta TMOS/PEG oranı değiştirilerek monolitik silika aerjeller üretilmiştir. TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen monolitik silika aerjellere bakıldığında oran artışıyla yüzey alanının ve gözenek hacminin azaldığı görülmektedir. En yüksek yüzey alanı TMOS/PEG oranının 5 olduğu numunede elde edilmiştir.

Bütün deneyler sonucunda üretilen monolitik silika aerjellerin mezo gözenekli oldukları görülmüştür ve bütün deneylerin ışığında; 0,1 M, 2 ml asetik asit ve 0,2 g PEG eklenerek 60

°C jelleşme, 85°C yaşlandırma ve 40 °C kurutma işlemlerini gerçekleştirerek elde edilen monolitik silika aerogelin en iyi sonucu verdiği gözlenmiştir.

Elde edilen bu aerogelin FTIR, SEM ve TGA analizi yapılmıştır. FTIR spektrum sonuçlarına bakıldığında her ne kadar sentez aşaması aynı olsa da asit miktarı ve molaritesi, amonyum hidroksit molaritesi, sıcaklık parametreleri, TMOS/PEG oranlarının farklı olması elde edilen son ürünün yapısında ve var olan kimyasal gruplarda herhangi bir değişime sebep olmamıştır. SEM görüntülerinden de monolitik silika aerogelin geniş kanallara ve gözeneklere de sahip olduğu görülmektedir. TGA analiz sonuçlarına göre 400 °C sıcaklığa kadar değişimin olmaması termal dayanıklılığın olduğunu göstermektedir.



KAYNAKLAR

1. Galarneau, A., Iapichella, J., Brunel, D., Fajula, F., Bayram-Hahn, Z., Unger, K., Puy, G., Demesmay, C., Rocca, J., L. (2006). Spherical ordered mesoporous silicas and silica monoliths as stationary phases for liquid chromatography, *Journal of Separation Science*, 29(6), 844-855.
2. Ma, X., Sun, H., Yu, P. (2008). A novel way for preparing high surface area silica monolith with bimodal pore structure. *Journal of Materials Science*, 43(3), 887-891.
3. Balkabak, D. (2009). *Karbon aerjel üretimi ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 3-22.
4. İnternet: Tiryaki, A. Mavi Duman (Aerjel). Katalizör Dergisi, Vol. 4. URL: https://www.katalizor.net/download/Katalizor_Populer_Kimya_Dergisi_Sayi_4.pdf, Son Erişim Tarihi: 15.08.2016
5. Durairaj, R. B. (2005). *Resorcinol: Chemistry, technology and applications*. Germany: Springer Verlag Berlin Heidelberg, 250.
6. Hwang, S. W., Hyun, S. H. (2004). Capacitance control of carbon aerogel electrodes. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 347, 238-245.
7. Meena, A. K., Mishra, G. K., Rai, P. K., Rajagopal, C., Nagar, P. N. (2005). Removal of heavy metal ions from aqueous solutions using carbon aerogel as an adsorbant. *Journal of Hazardous Materials*, 122(1-2), 161-170.
8. Tillotson, T., Fricke, J. (1997). Aerogels: Production, characterization, and application. *Thin Solid Film*, 297, 212- 223.
9. Dorcheh., A., S., Abbasi, M., H. (2008). Silica aerogel; Synthesis, properties and characterization. *Journal of Materials Processing Technology*, 199, 10-26.
10. İnternet: Hunt, A., Ayers, M. A brief history of silica aerogels. Lawrence Berkeley Laboratories: Microstructured Materials Group, 3-41. URL: http://www.vsl.cua.edu/cua_phy/images/c/cf/Aerogel_Aerlon_SilicaAerogels.pdf, Son Erişim Tarihi: 20.06.2016.
11. 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.
12. Wang, C., T., Wu, C., T., Chen, I., C., Huang, Y., H. (2005). Humidity sensors based on silica nanoparticle aerogel thin films. *Sensors and Actuators*, 107, 402-410.
13. Brinker, C., J., Scherer, G., W. (1990). *Sol-gel science, the physics and chemistry of sol-gel processing*. New York: Academic Press.
14. Çetin, P. (2008). *Pore structure investigation of monolithic carbon black-silica aerogel composites for high temperature insulation applications*, Yüksek Lisans Tezi, Koç Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 3-5.

15. Toygun, Ş., Köneçoğlu, G., Kalpaklı, Y. (2013). General principles of sol-gel. *Journal of Engineering and Natural Sciences*, Sigma 31, 456-476.
16. Kaya, T. (2006). *Sol-jel yöntemi ile ZrO₂-AL₂O₃ seramik kompozit oksit üretimi, karakterizasyonu ve ZrO₂'nin parametrik etkilerinin incelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
17. Sarawade, P. B., Quang, D. V., Hilonga, A., Jeon, S.,J., Kim, H., T. (2012). Synthesis and characterization of micrometer-sized silica aerogel nanoporous beads. *Materials Letters*, 81, 37-40.
18. Nayak, J. P., Bera, J. (2009). Preparation of silica aerogel by ambient pressure drying process using rice husk ash as raw material. *Transactions - Indian Ceramic Society*, 68(2), 1-4.
19. Alnaief, M., Antonyuk, S., Hentzschel, C. M., Leopold, C. S., Heinrich, S. Smirnova, I. (2012). A novel process for coating of silica aerogel microspheres for controlled drug release applications. *Microporous And Mesoporous Materials*, 160, 167-173.
20. Kim, C., Yoon, J., Hwang, H. (2009). Synthesis of nanoporous silica aerogel by ambient pressure drying. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 49, 47-52.
21. Tadjarodi, A., Haghverdi, M., Mohammadi, V. (2012). Preparation and characterization of nano-porous silica aerogel from rice husk ask by drying at atmospheric pressure tadjarodi. *Materials Research Bulletin*, 47, 2584-2589.
22. Liu, M., Yang, D. (2008). Preparation of super hydrophobic silica aerogel and study on its fractal structure. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 354, 4927-4931.
23. Hegde, N. D., Rao, A. V. (2006). Organic modification of TEOS based silica aerogels using hexadecyltrimethoxysilane as a hydrophobic reagent. *Applied Surface Science*, 253(3), 1566-1572.
24. Worsley, M. A., Kuntz, J. D., Satcher Jr, J. H., Baumann, T. F. (2010). Synthesis and characterization of monolithic, high surface area SiO₂/C and SiC/C composites. *Journal of Materials Chemistry*, 20(23), 4840-4844.
25. Zhang, J. H., Zhan, P., Wang, Z. L., Zhang, W. Y., Ming, N. B. (2003). Preparation of monodisperse silica particles with controllable size and shape. *Journal of Materials Research*, 18(3), 649-653.
26. He, F., Zhao, H., Qu, X., Zhang, C., Qiu, W. (2009). Modified aging process for silica aerogel. *Journal of Materials Processing Technology*, 209(3), 1621-1626.
27. Yılmaz, Y. (2013). *Farklı başlangıç maddeleri kullanılarak sol-jel yöntemiyle monolitik silika arojel ve silika arojel sentezi ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 39-90.
28. Güler, D. (2012). *Silis kumu, feldspat ve tetraetilortosilikattan sol-jel yöntemi ile silika arojel sentezi ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 37-84.

29. Minakuchi, H., Nakanishi, K., Soga, N., Ishizuka, N., Tanaka, N. (1996). Octadecylsilylated porous silica rods as separation media for reversed-phase liquid chromatography, *Analytical Chemistry*, 68, 3498-3501.
30. Minakuchi, H., Ishizuka, N., Nakanishi, K., Soga, N., Tanaka, N. (1998). Performance of an octadecylsilylated continuous porous silica column in polypeptide separations, *Journal of Chromatography*, 828, 83-90.
31. Nakanishi, K. (1997). Pore structure control of silica gels based on phase separation. *Journal of Porous Materials*, 4(2), 67-112.
32. Ishizuka, N., Minakuchi, H., Nakanishi, K., Soga, N., Nagayama, H., Hosoya, K., Tanaka, N. (2000). Performance of a monolithic silica column in a capillary under pressure-driven and electrodriven conditions. *Analytical Chemistry*, 72(6), 1275-1280.
33. Allen, D., El Rassi, Z. (2003). Capillary electrochromatography with monolithic-silica columns. II. Preparation of amphiphilic silica monoliths having surface-bound cationic octadecyl moieties and their chromatographic characterization and application to the separation of proteins and other neutral and charged species. *Analyst*, 128(10), 1249-1256.
34. Motokawa, M., Kobayashi, H., Ishizuka, N., Minakuchi, H., Nakanishi, K., Jinnai, H., Hosoya, K., Ikegami, T., Tanaka, N. (2002). Monolithic silica columns with various skeleton sizes and through-pore sizes for capillary liquid chromatography. *Journal of Chromatography A*, 961(1), 53-63.
35. Kajihara, K. (2013). Recent advances in sol-gel synthesis of monolithic silica and silica-based glasses. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 1(2), 121-133.
36. Öteyaka, B., Yılmaz, B., Uçar, A., Işık, İ., Aydın, A. (2009). Mikro silika monolitik malzeme üretim. *Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 18, 71-82.
37. Cao, L., Shi, Y., Geng, J., Yang, D. (2011). Fabrication of silica monolithic columns with ordered meso/macropore structure. *Materials Chemistry and Physics*, 130, 1280-1286.
38. Wong, C., H., J., Kaymak, H., Brunner, S., Koebel, M., M. (2014). Mechanical properties of monolithic silica aerogels made from polyethoxydisiloxanes. *Microporous and Mesoporous Materials*, 183, 23-29.
39. Ishizuka, N., Minakuchi, H., Nakanishi, K., Hirao, K., Tanaka, N. (2001). Chromatographic characterization of macroporous monolithic silica prepared via sol-gel process, department of material chemistry, graduate school of engineeri colloids and surfaces. A: *Physicochemical and Engineering Aspects*, 187-188, 273-279.
40. Bhagat, D., S., Oh, C., Kim, Y., Ahn, Y., Yeo, J. (2007). Methyltrimethoxysilane based monolithic silica aerogels via ambient pressure drying. *Microporous and Mesoporous Materials*, 100, 350-355.
41. Pisal, A. A., Rao, A. V. (2017). Development of hydrophobic and optically transparent monolithic silica aerogels for window panel applications. *Journal of Porous Materials*, 24(3), 685-695.

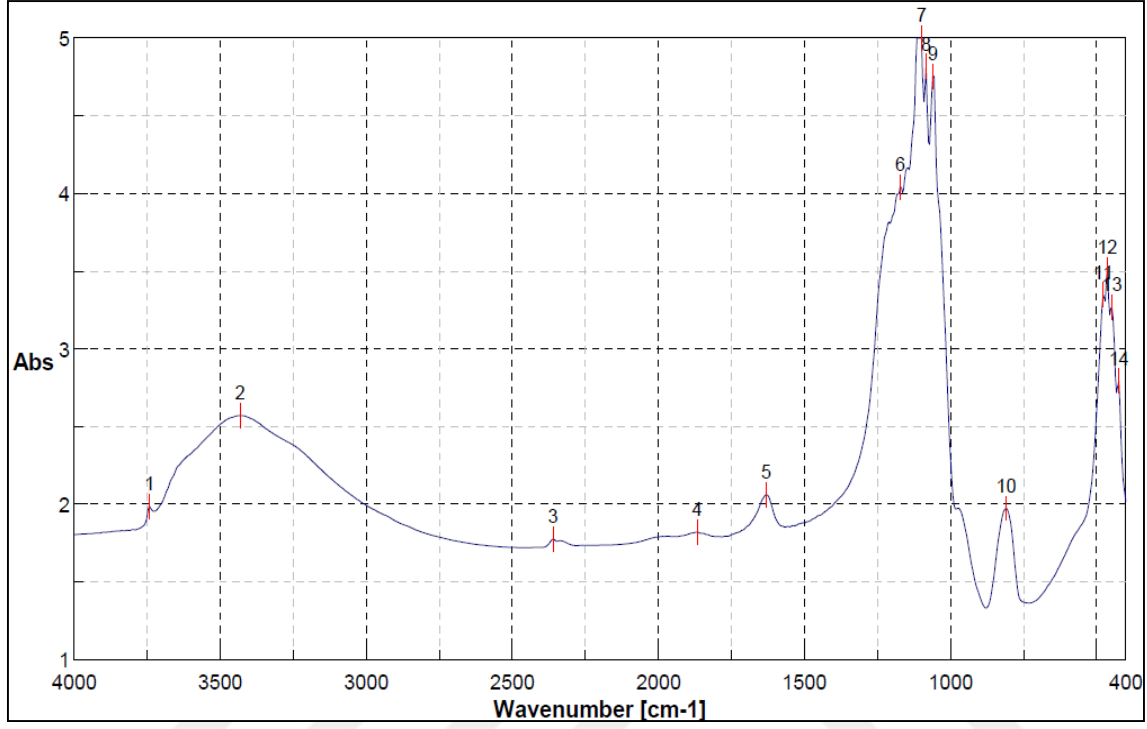
42. Mahadik, D. B., Jung, H., Lee, K. Y., Lee, K., Park, H. (2016). Elastic and superhydrophobic monolithic methyltrimethoxysilane-based silica aerogels by two-step sol-gel process. *Journal of Microelectronics and Packaging Society*, 23(1), 35-39
43. Wu, C., Lin, S., Chen, H. (2012). Structure of a monolithic silica aerogel prepared from a short-chain ionic liquid. *Microporous and Mesoporous Materials*, 156, 189-195.
44. Pope, E. J., Mackenzie, J. D. (1988). Theoretical modelling of the structural evolution of gels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 101(2-3), 198-212.
45. Lee, C. J., Kim, G. S., Hyun, S. H. (2002). Synthesis of silica aerogels from waterglass via new modified ambient drying. *Journal of Materials Science*, 37(11), 2237-2241.
46. Reichenauer, G. (2004). Thermal aging of silica gels in water. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 350, 189-195.
47. Haereid, S., Dahle, M., Lima, S., Einarsrud, M. A. (1995). Preparation and properties of monolithic silica xerogels from TEOS-based alcogels aged in silane solutions. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 186, 96-103.
48. Rao, A. V., Haranath, D. (1999). Synthesis of aerogel-type mesoporous silica. *Microporous and Mesoporous Materials*, 30, 267.
49. Martin, J., Hosticka, B., Lattimer, C., Norris, P. M. (2001). Mechanical and acoustical properties as a function of PEG concentration in macroporous silica gels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 285(1-3), 222-229.



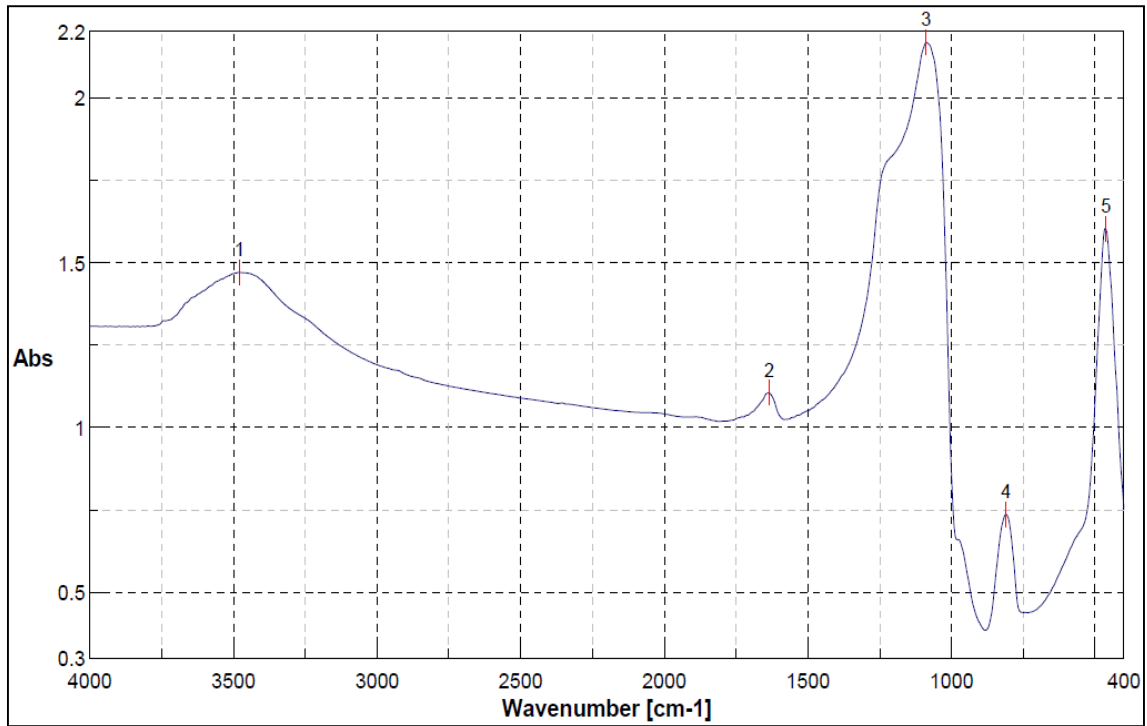
EKLER

EK-1. FTIR grafikleri

Ek 1a. set 1 numunelerin FTIR spektrumları

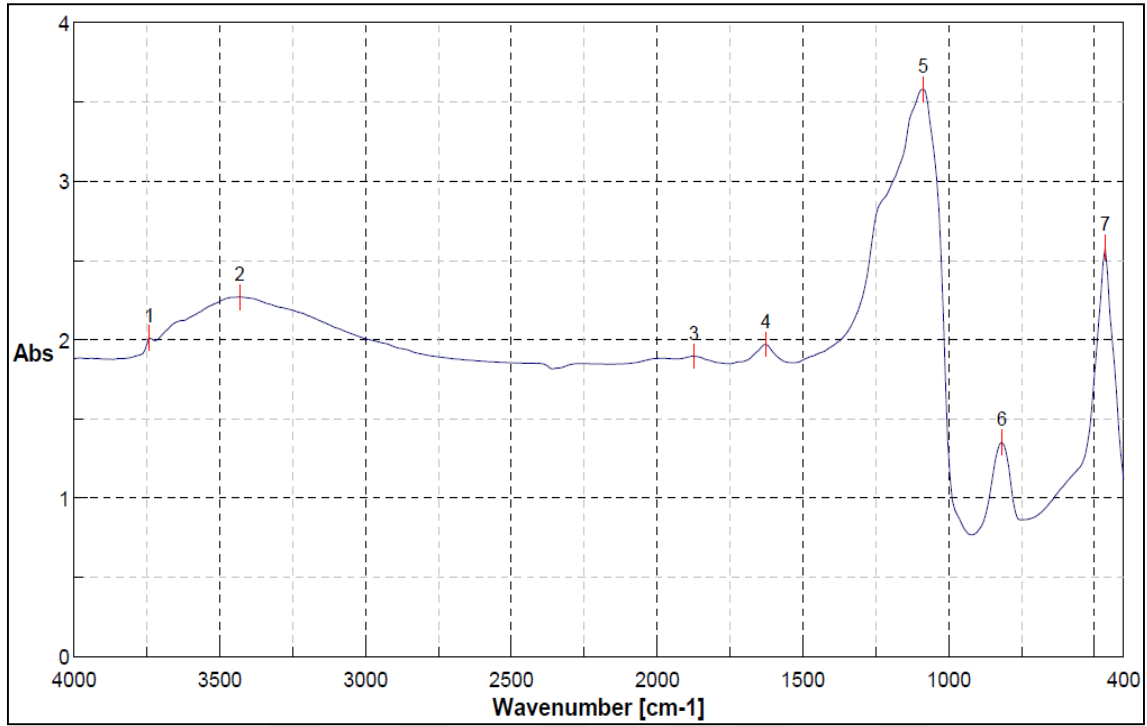


Şekil E1a.1. s1 silika aerjelinin FTIR spektrumu

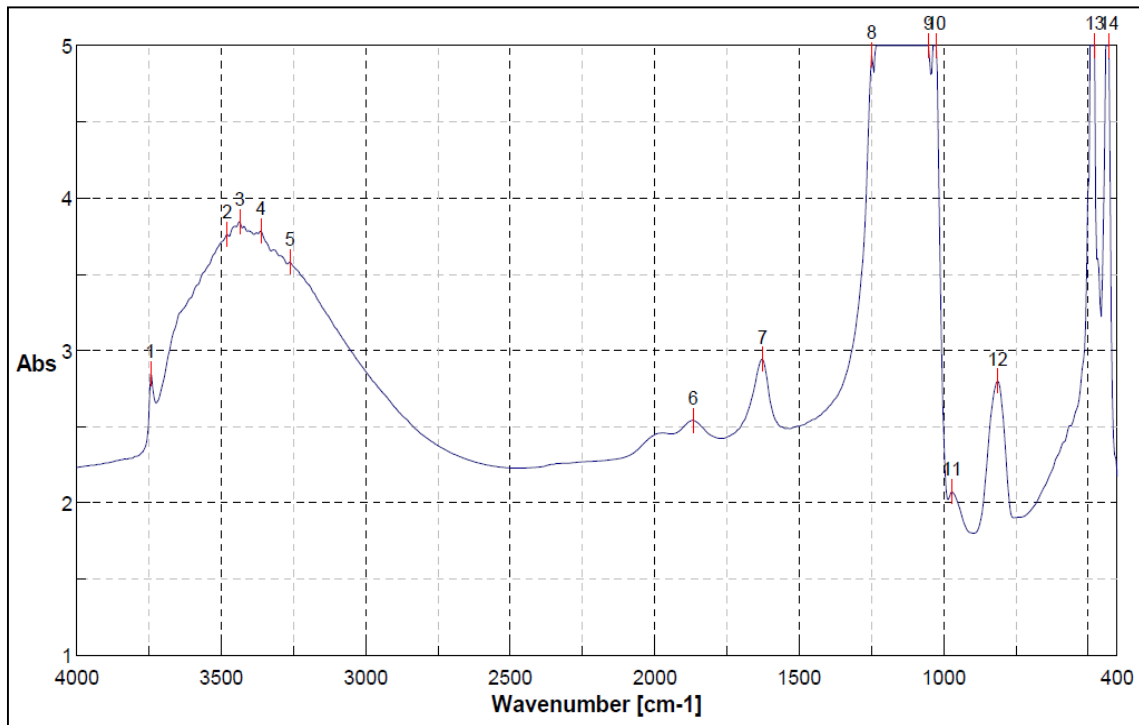


Şekil E1a.2. s2 silika aerjelinin FTIR spektrumu

EK-1. (devam) FTIR grafikleri

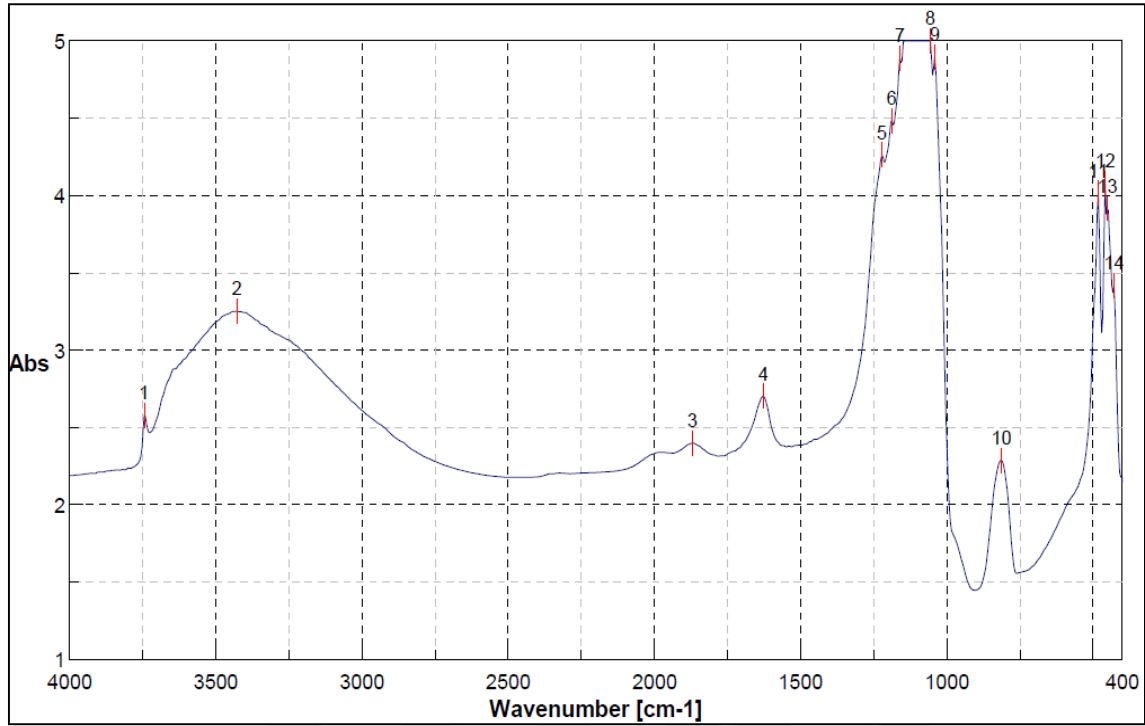


Şekil E1a.3. s3 silika aerogelinin FTIR spektrumu



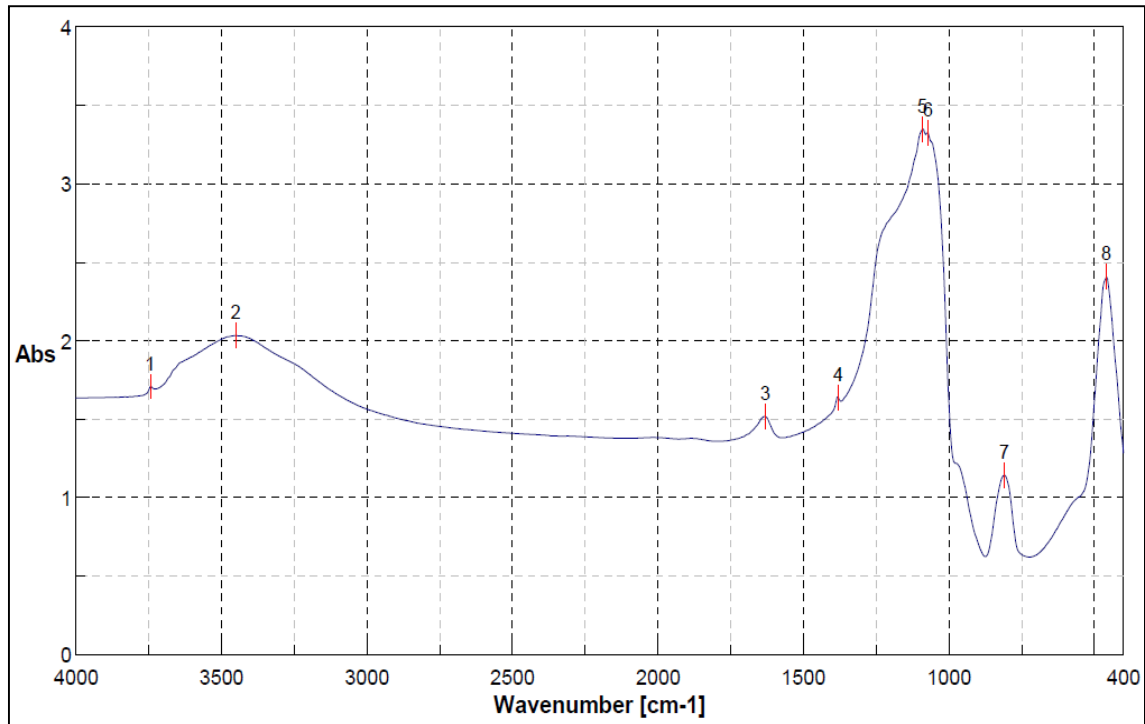
Şekil E1a.4. s5 silika aerogelinin FTIR spektrumu

EK-1. (devam) FTIR grafikleri



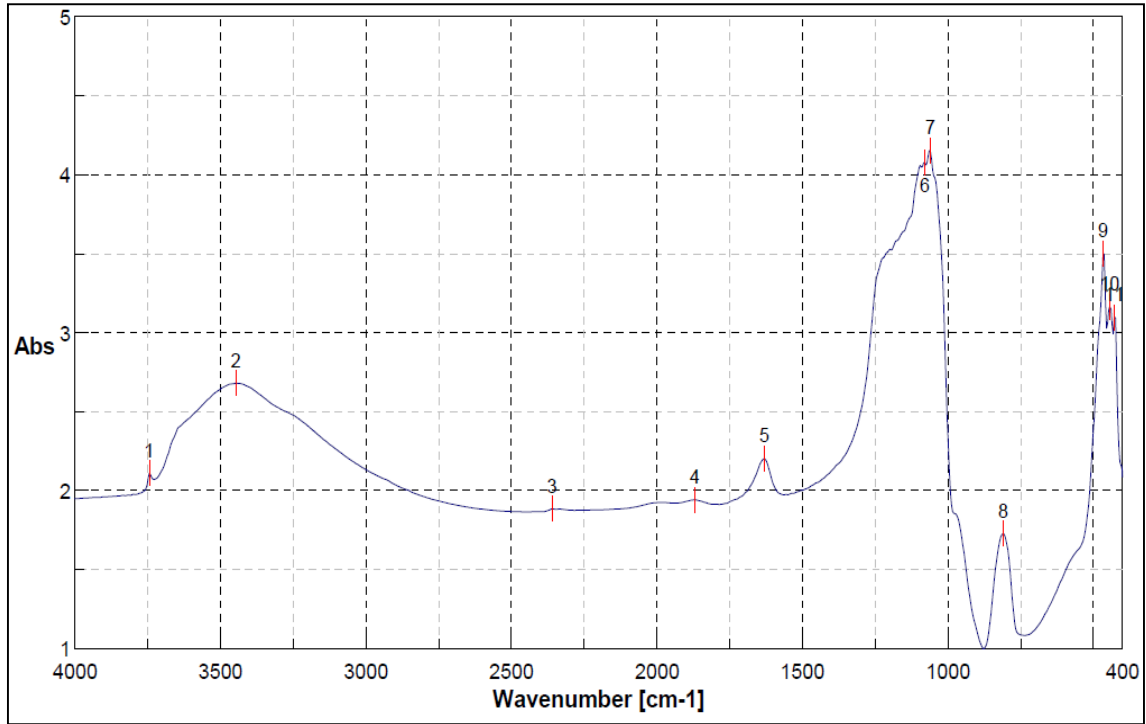
Şekil E1a.5. s6 silika aerogelinin FTIR spektrumu

Ek 1b. set 2 numunelerin FTIR spektrumları

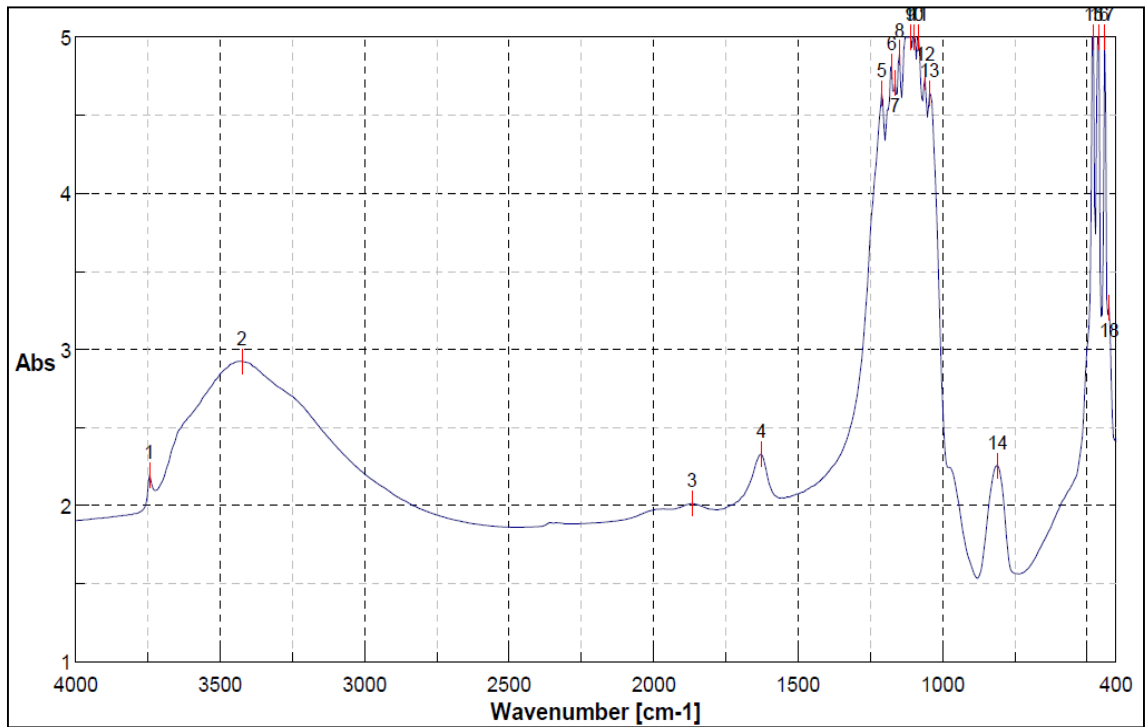


Şekil E1b.1. s8 silika aerogelinin FTIR spektrumu

EK-1. (devam) FTIR grafikleri

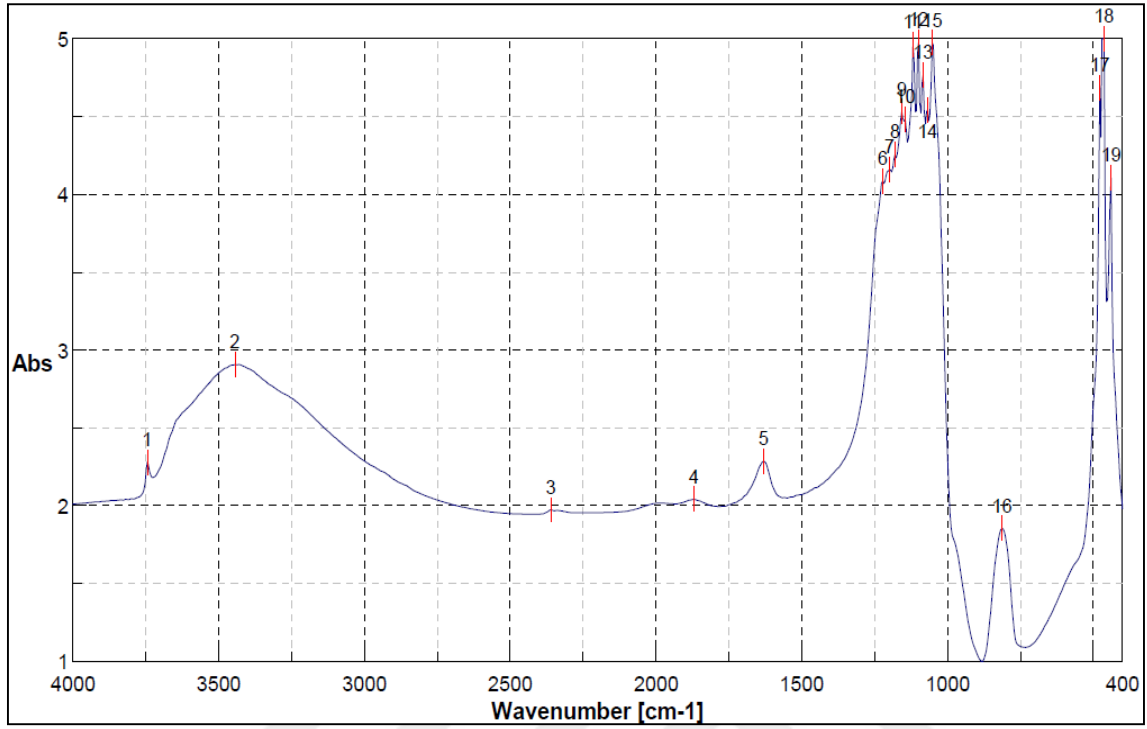


Şekil E1b.2. s9 silika aerogelinin FTIR spektrumu

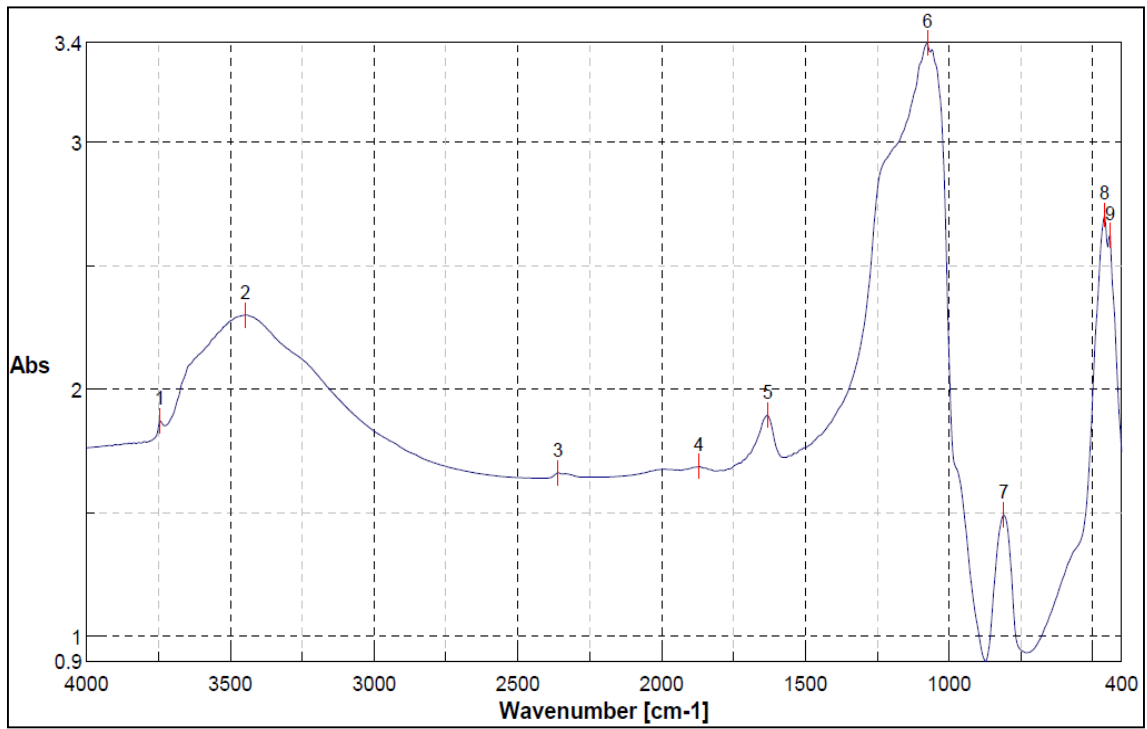


Şekil E1b.3. s10 silika aerogelinin FTIR spektrumu

EK-1. (devam) FTIR grafikleri



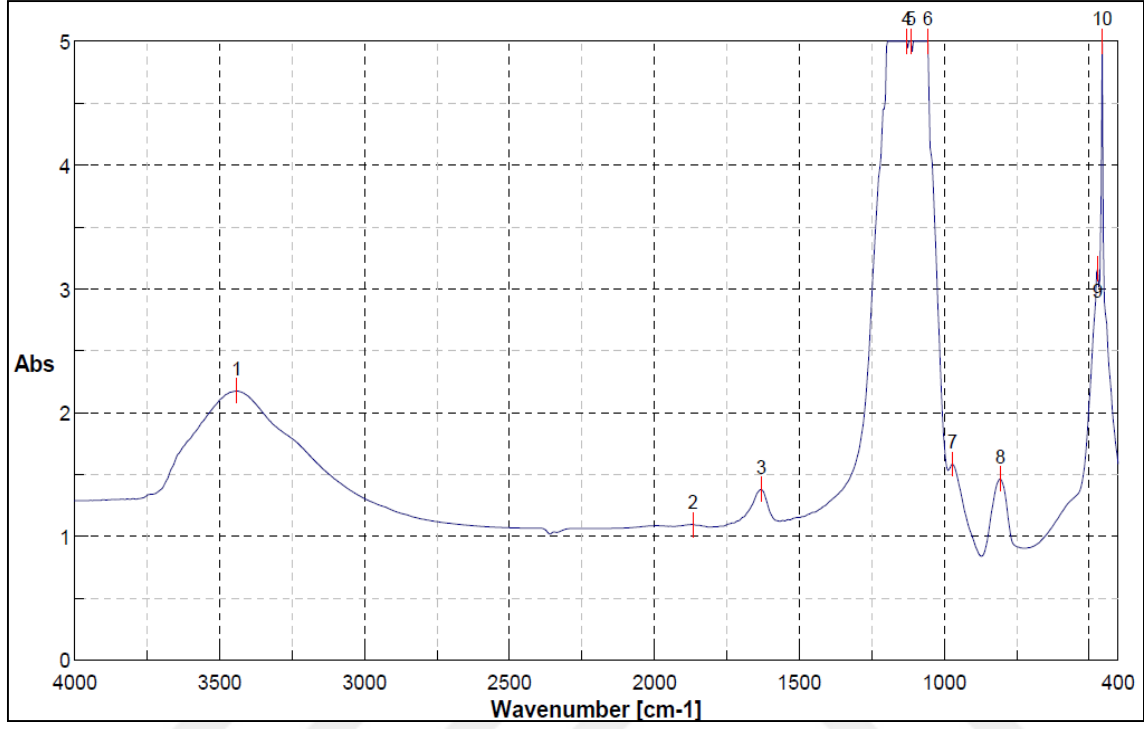
Şekil E1b.4.s11 silika aerogelinin FTIR spektrumu



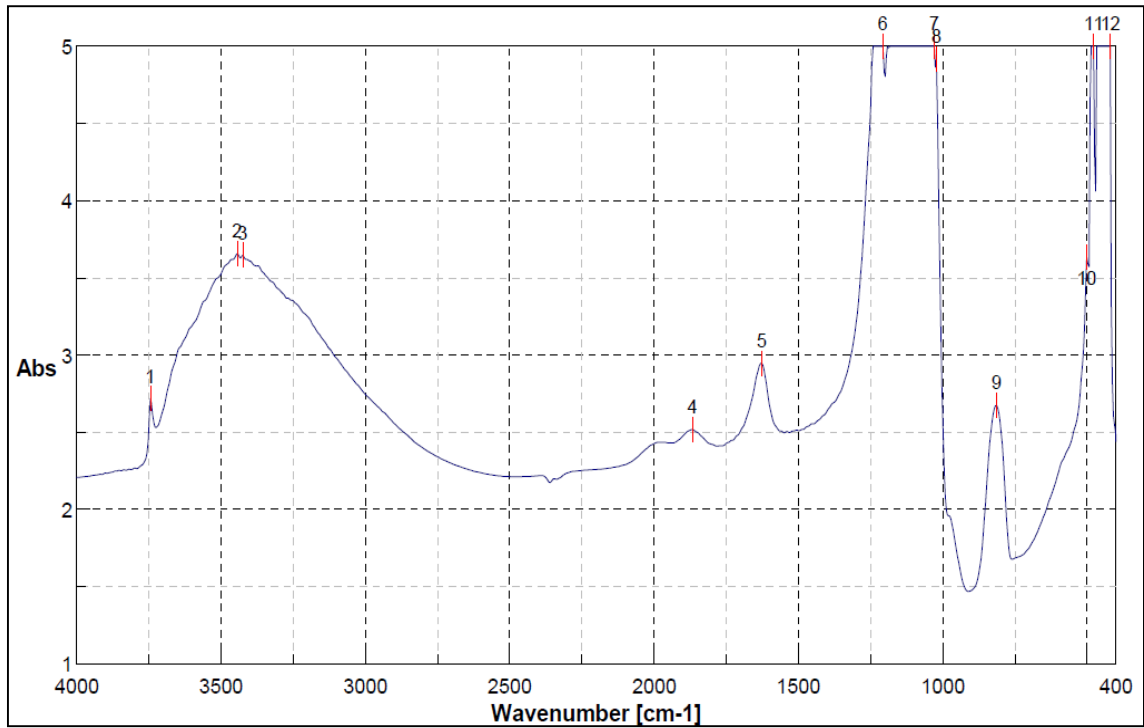
Şekil E1b.5. s12 silika aerogelinin FTIR spektrumu

EK-1. (devam) FTIR grafikleri

Ek 1c. set 3 numunelerin FTIR spektrumları

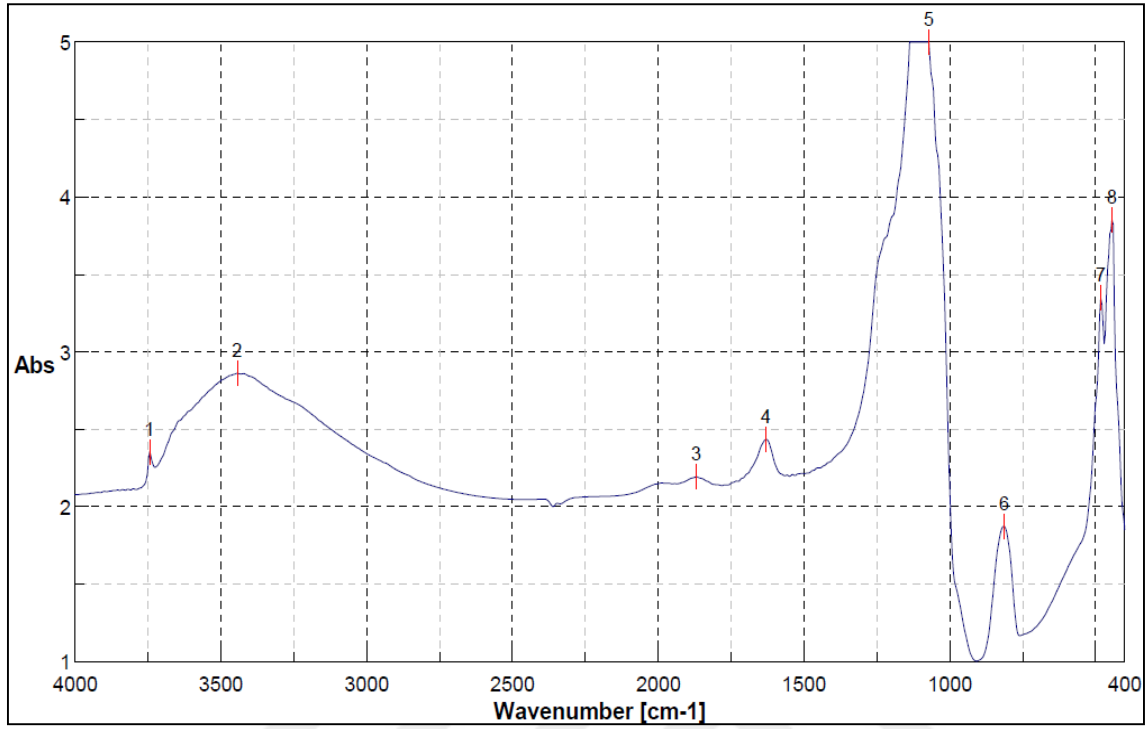


Şekil E1c.1. s13 silika aerogelinin FTIR spektrumu

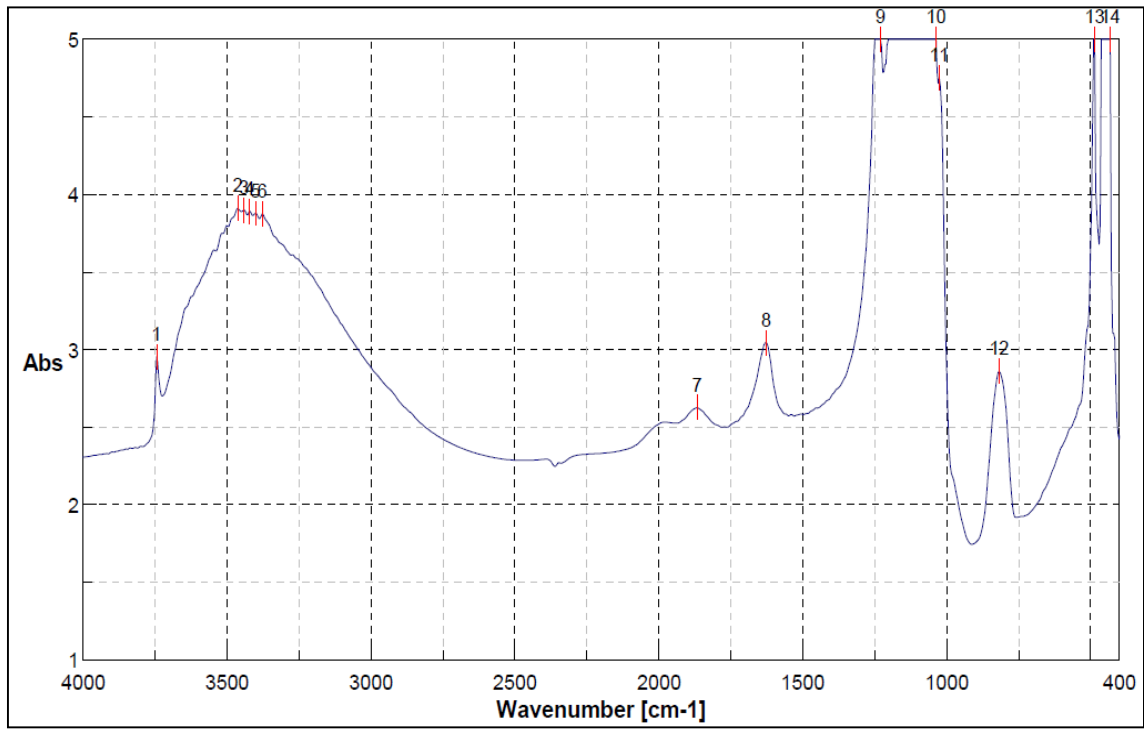


Şekil E1c.2. s14 silika aerogelinin FTIR spektrumu

EK-1. (devam) FTIR grafikleri

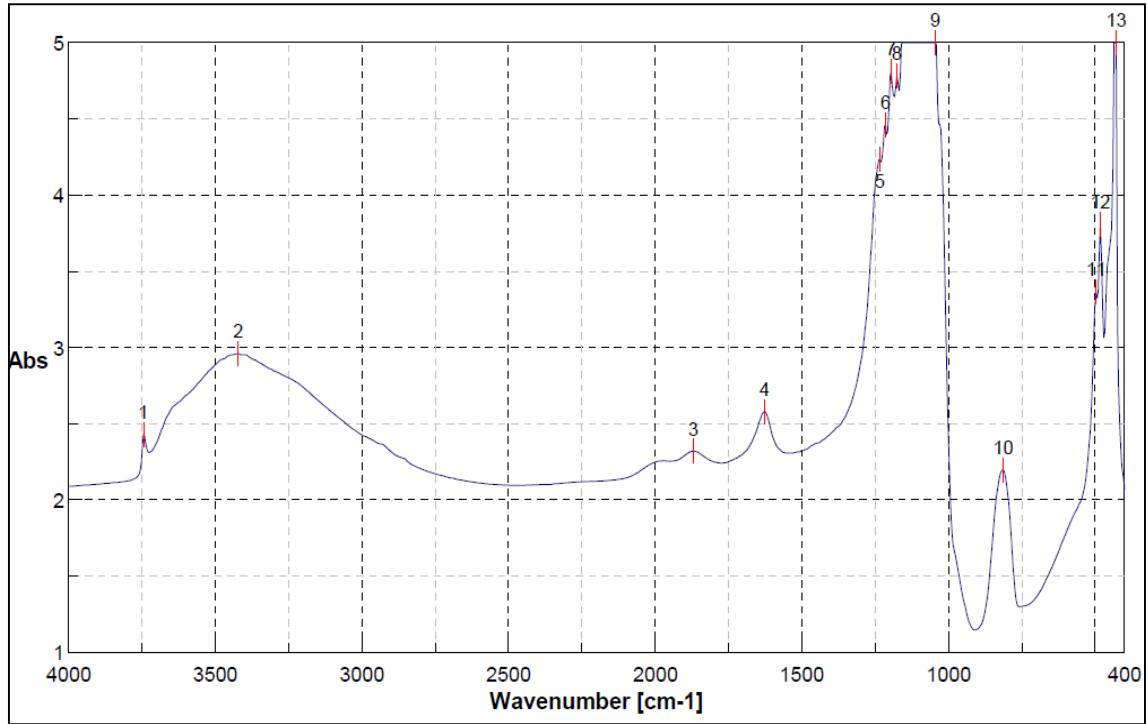


Şekil E1c.3. s15 silika aerogelinin FTIR spektrumu



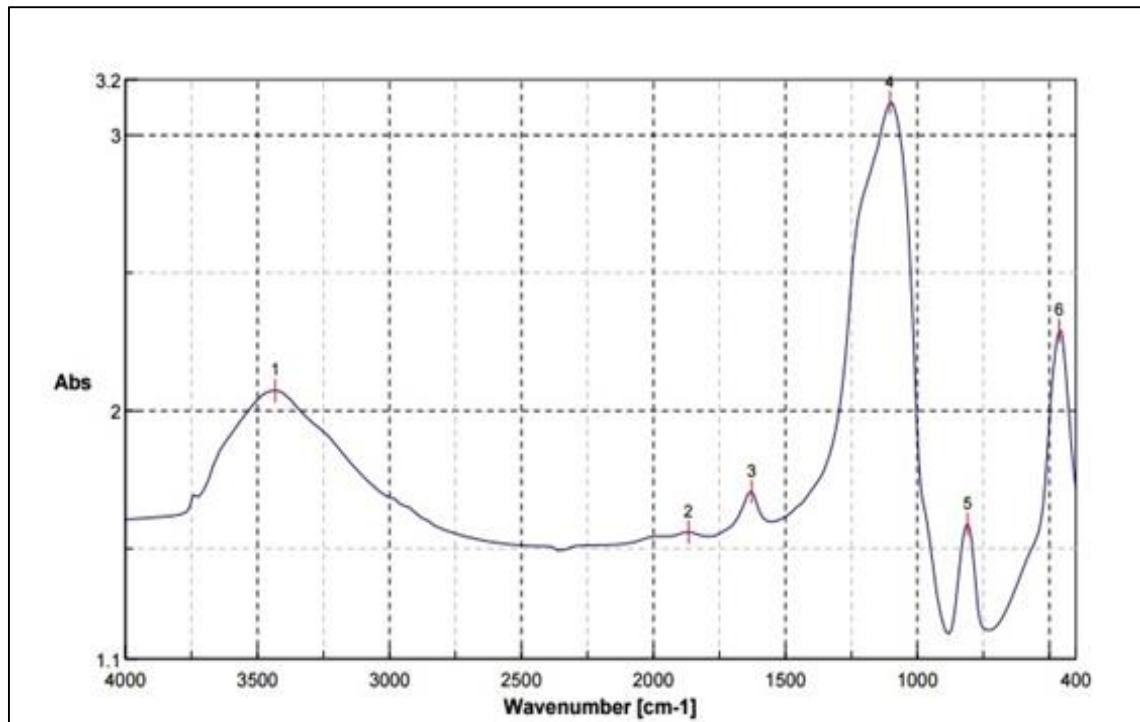
Şekil E1c.4. s17 silika aerogelinin FTIR spektrumu

EK-1. (devam) FTIR grafikleri



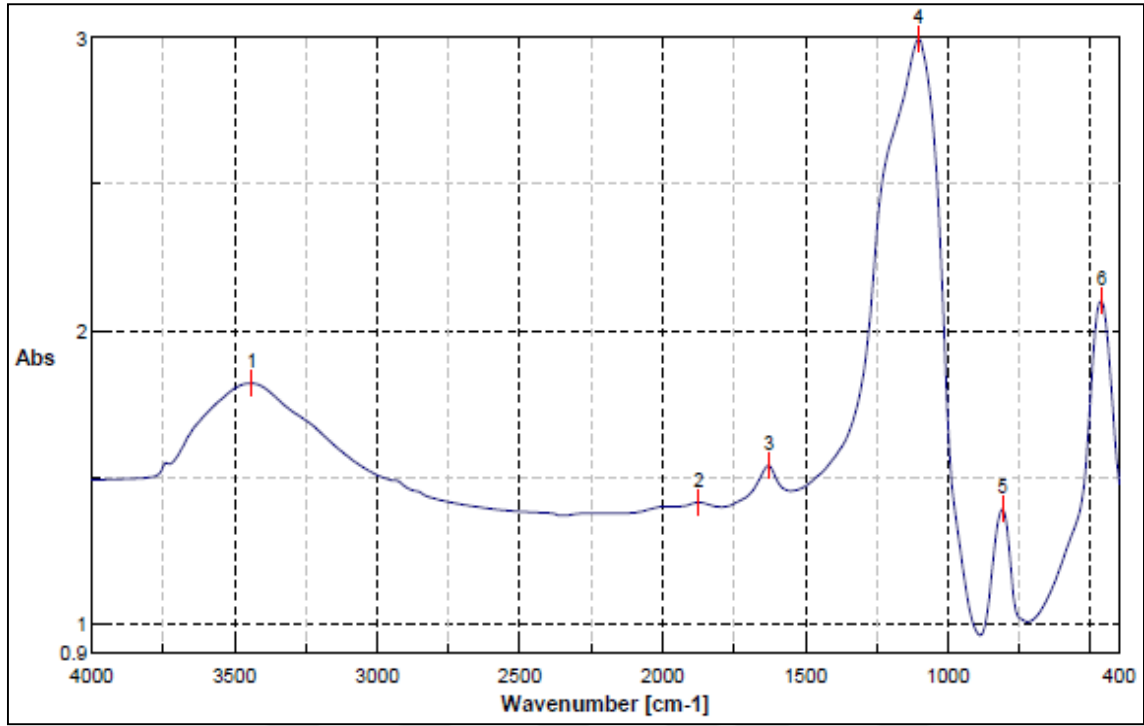
Şekil E1c.5. s18 silika aerogelinin FTIR spektrumu

Ek 1d. TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen numunelerin FTIR spektrumları



Şekil E1d.1. a1 silika aerogelinin FTIR spektrumu

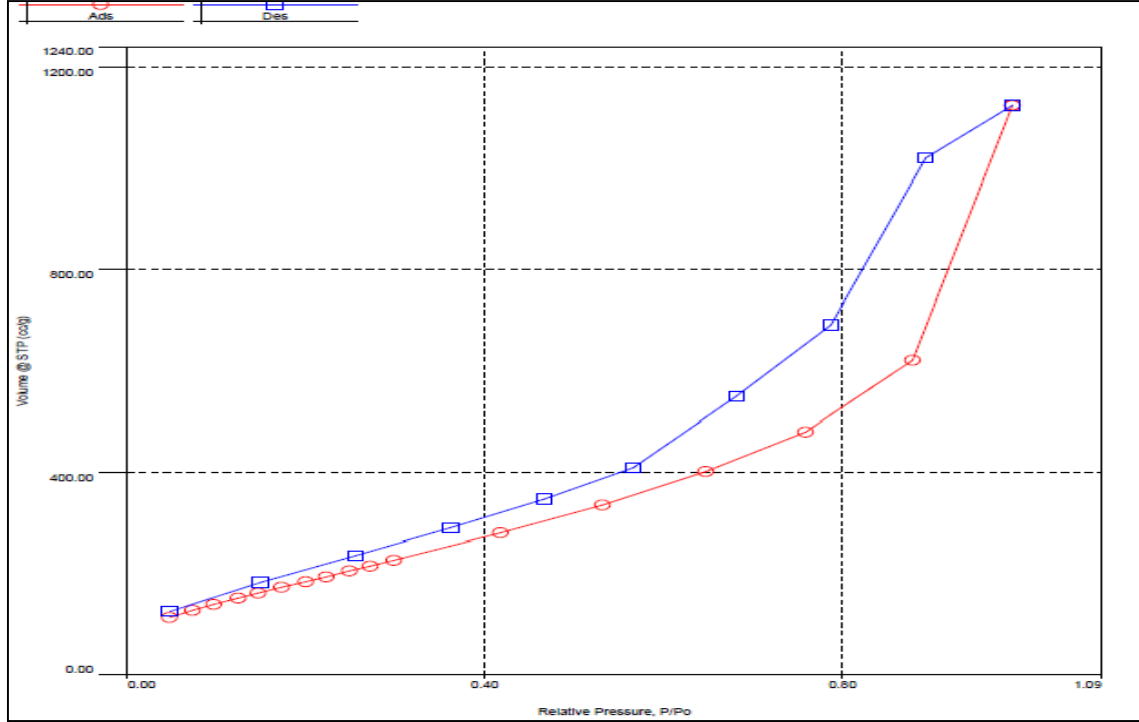
EK-1. (devam) FTIR grafikleri



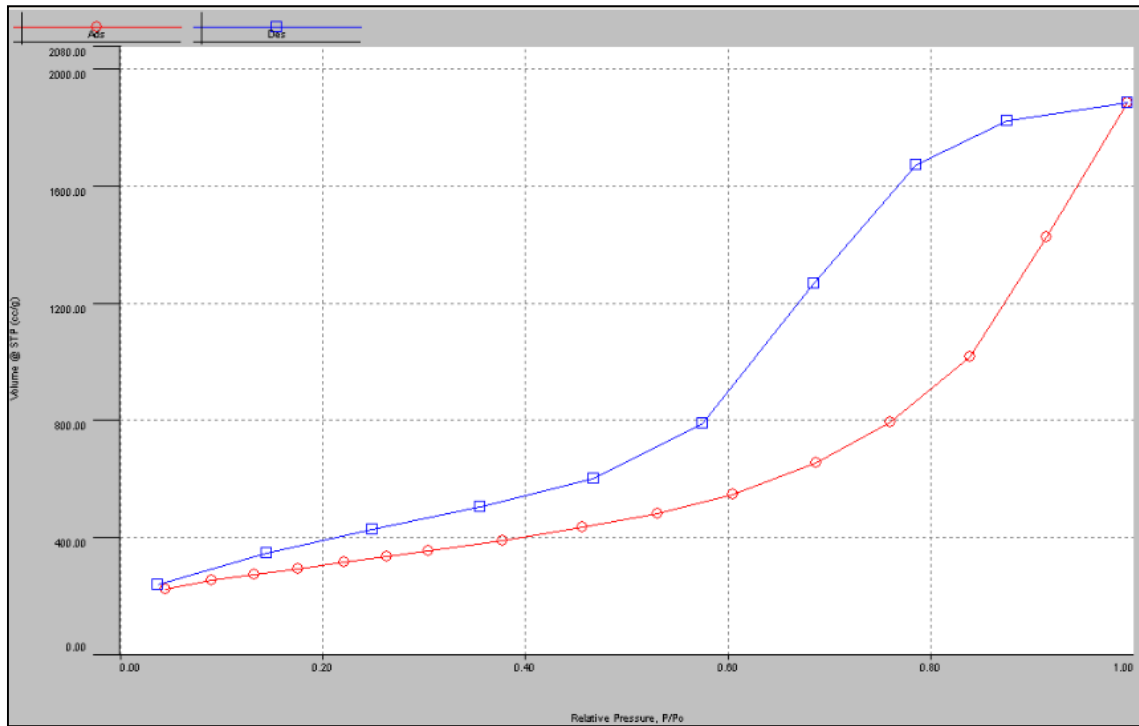
Şekil E1d.2. a2 silika aerogelinin FTIR spektrumu

EK-2. BET grafikleri

Ek 2a. set 1 numunelerinin izoterm eğrileri

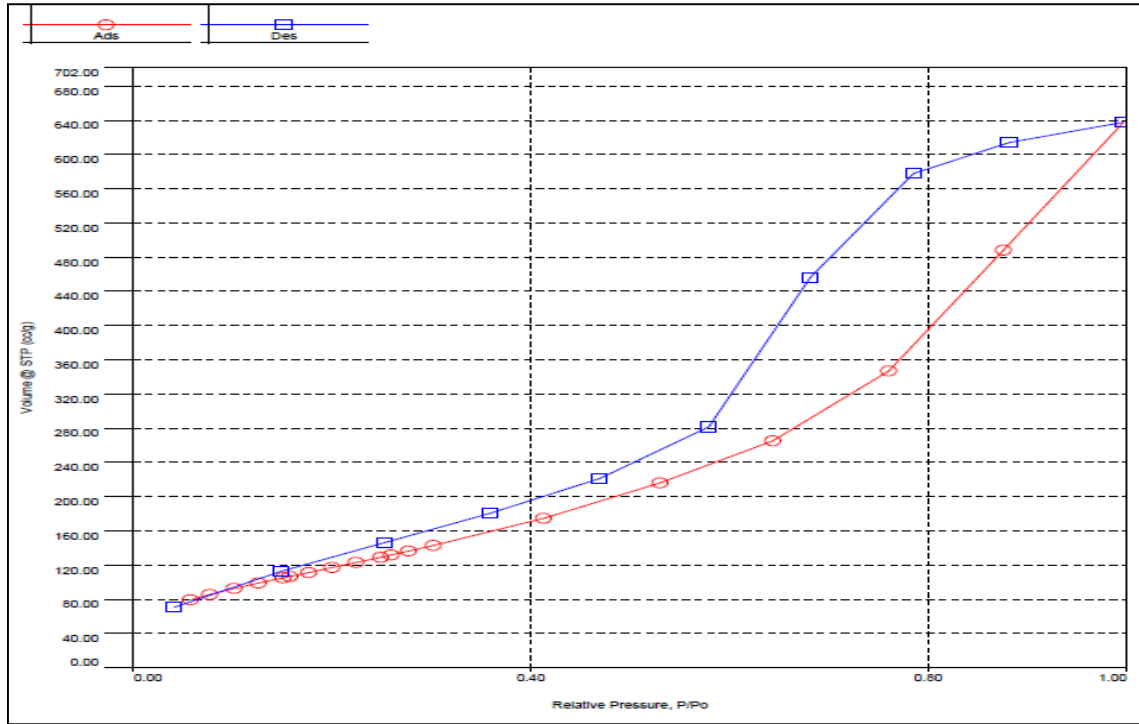


Şekil E2a.1. s1 silika arojelinin izoterm eğrisi

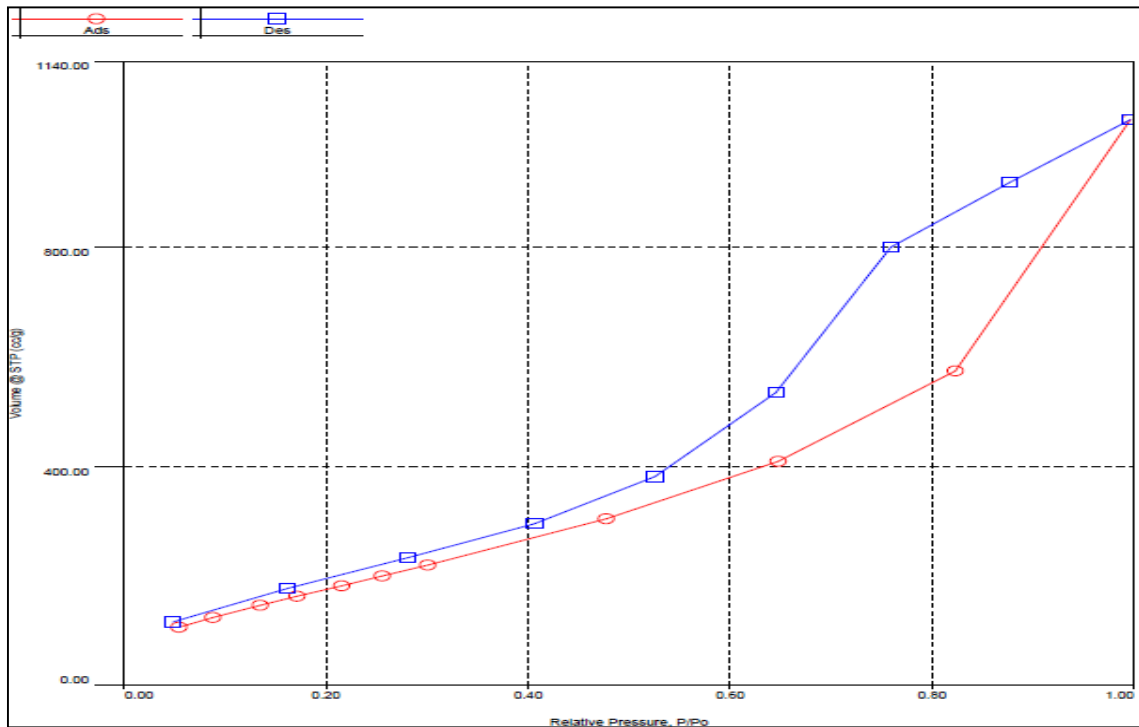


Şekil E2a.2. s2 silika arojelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri

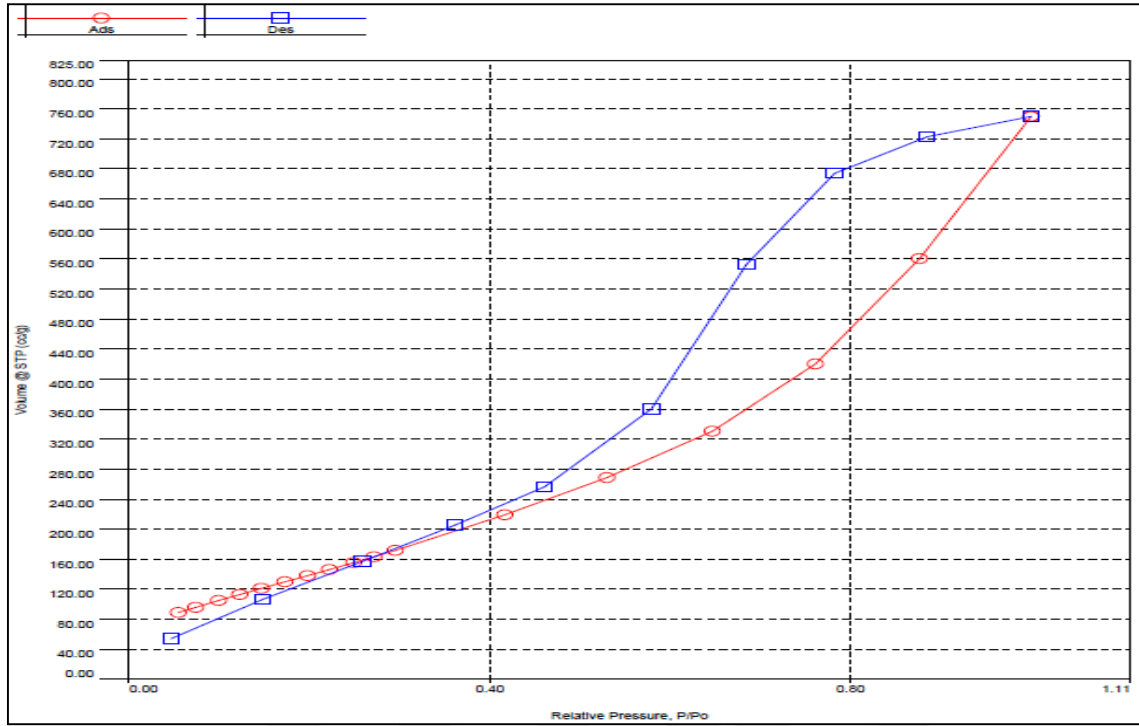


Şekil E2a.3. s3 silika aerojelinin izoterm eğrisi



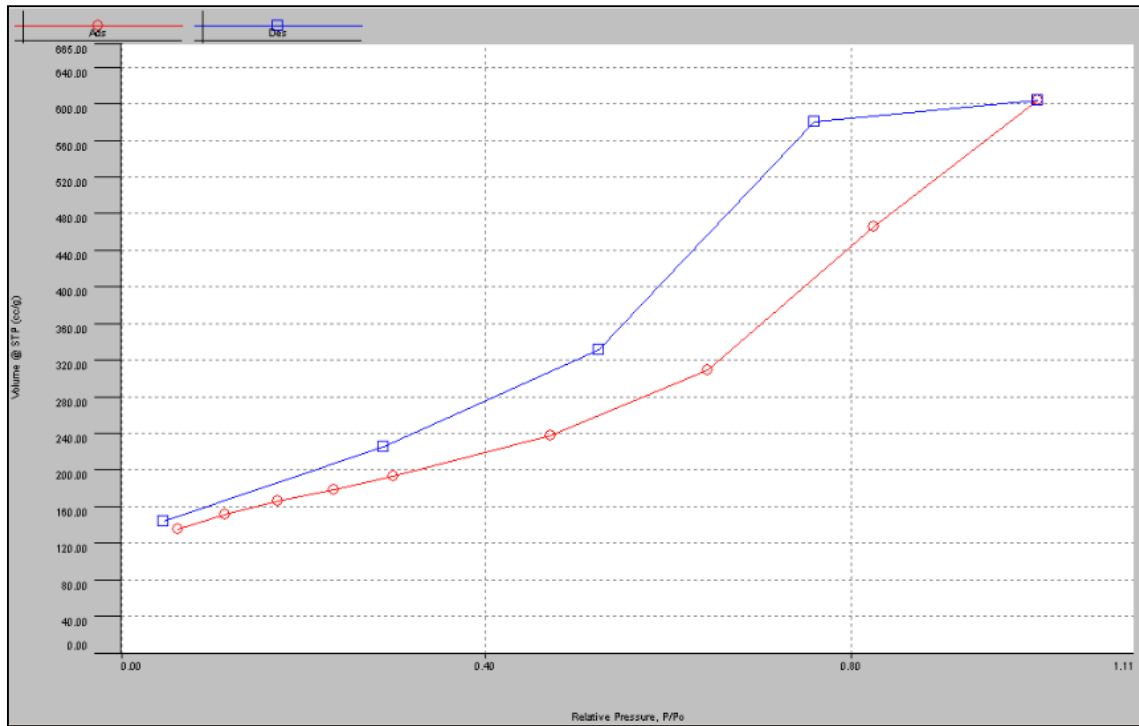
Şekil E2a.4. s5 silika aerojelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri



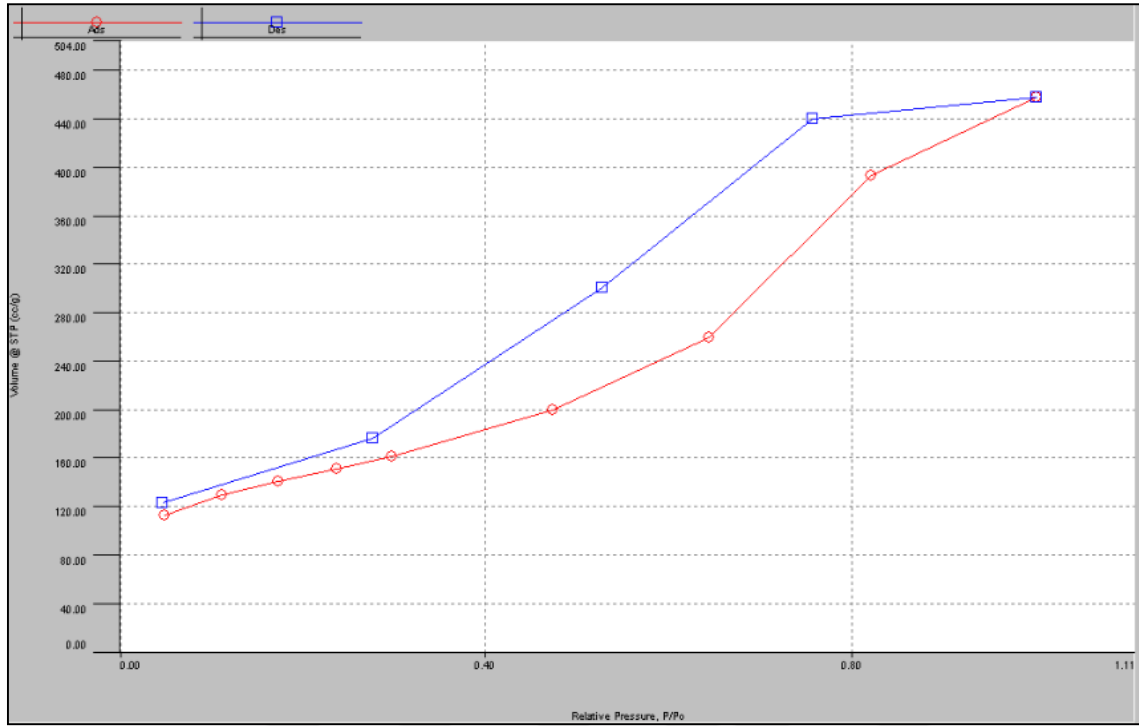
Şekil E2a.5. s6 silika aerogelinin izoterm eğrisi

Ek 2b. set 2 numunelerinin izoterm eğrileri

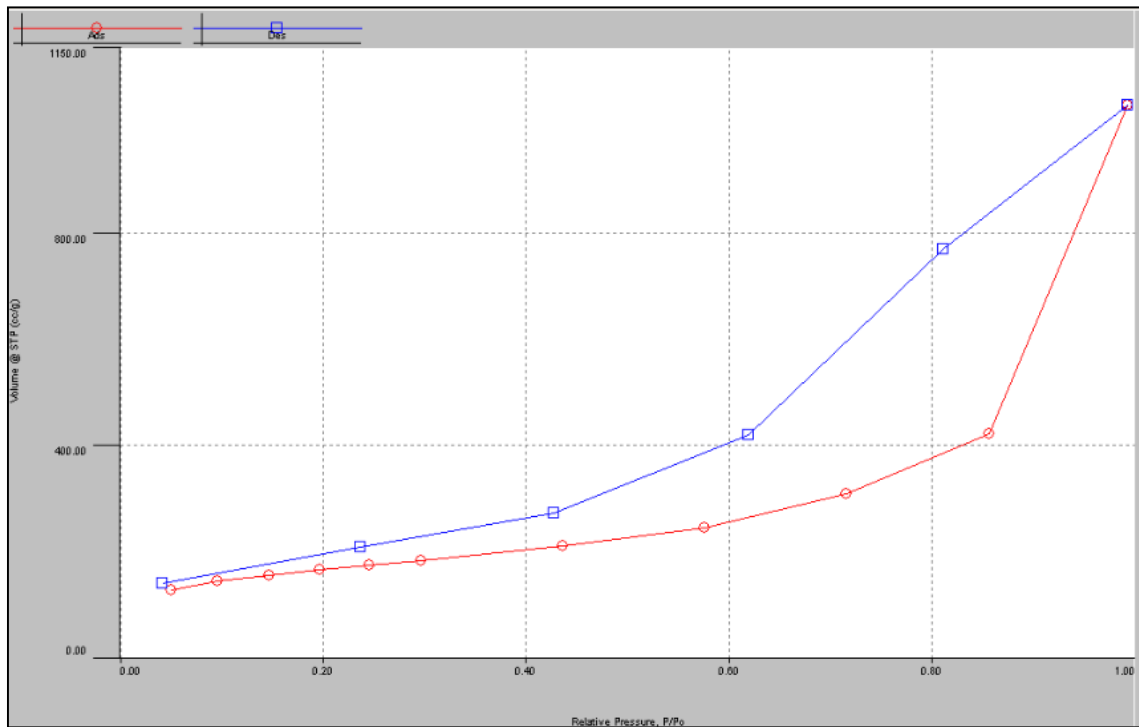


Şekil E2b.1. s8 silika aerogelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri

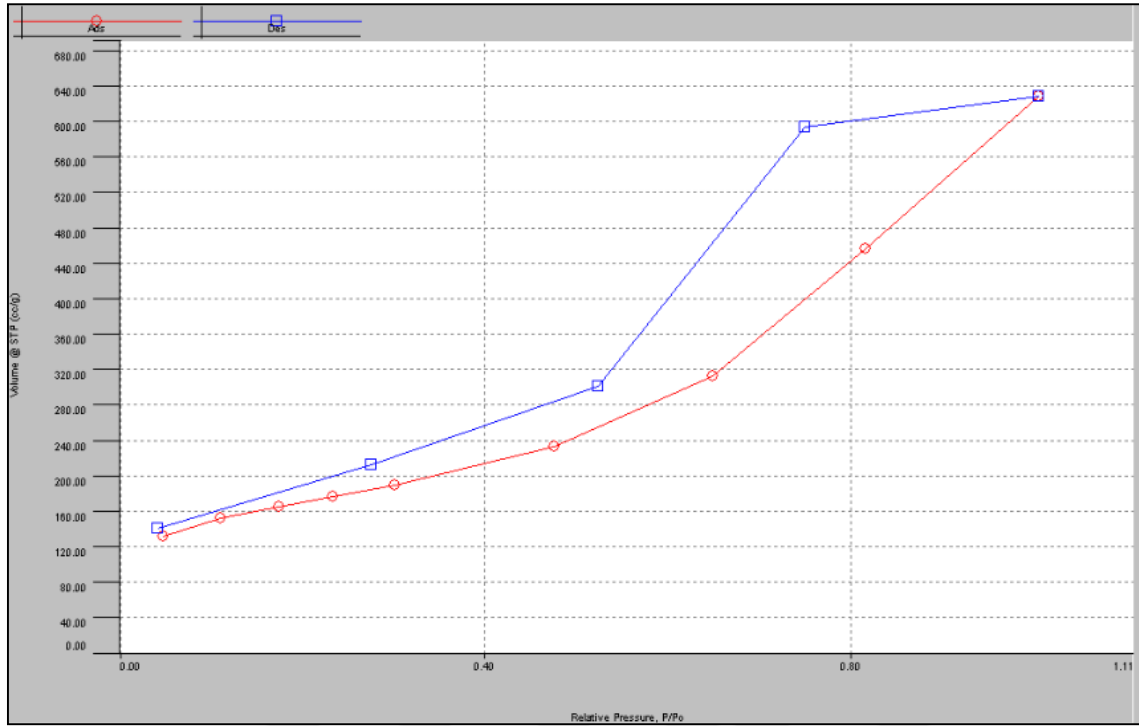


Şekil E2b.2. s9 silika aerojelinin izoterm eğrisi

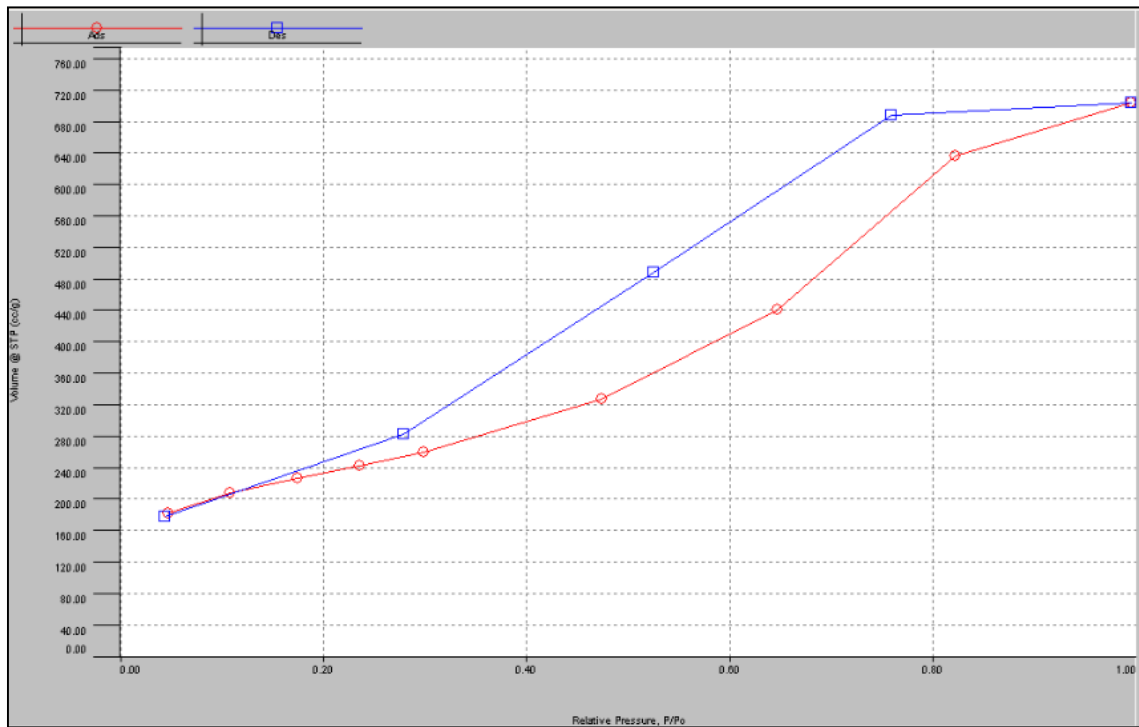


Şekil E2b.3. s10 silika aerojelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri



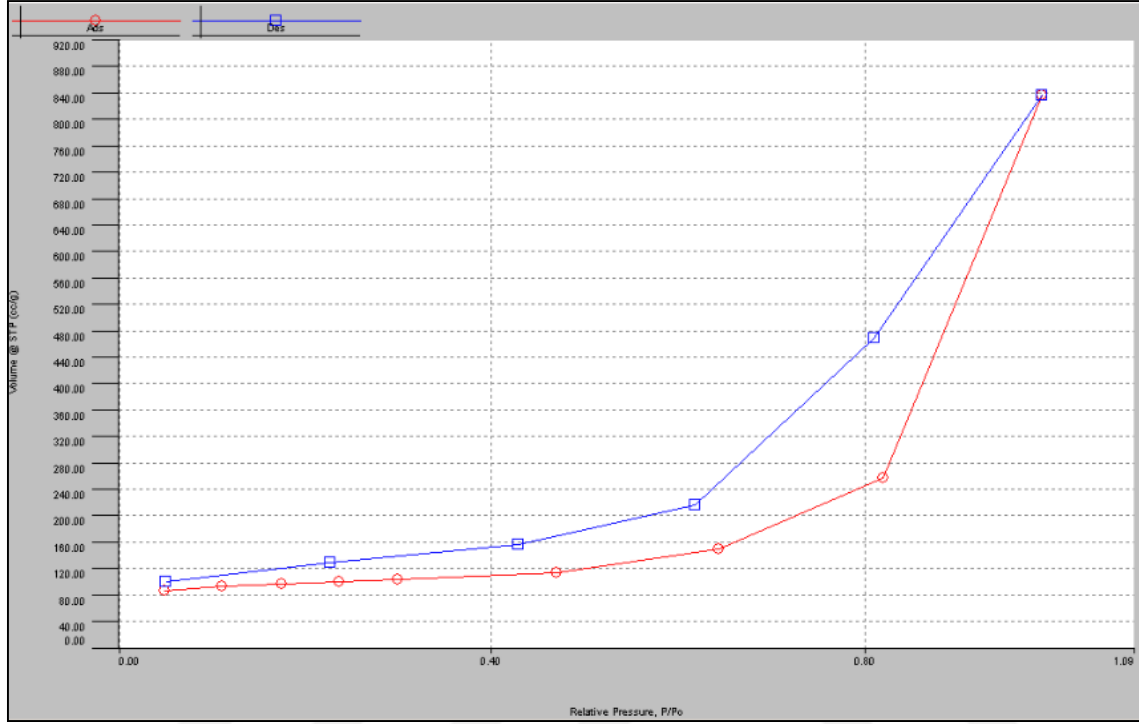
Ek2.9. s11 silika aerjelinin izoterm eğrisi



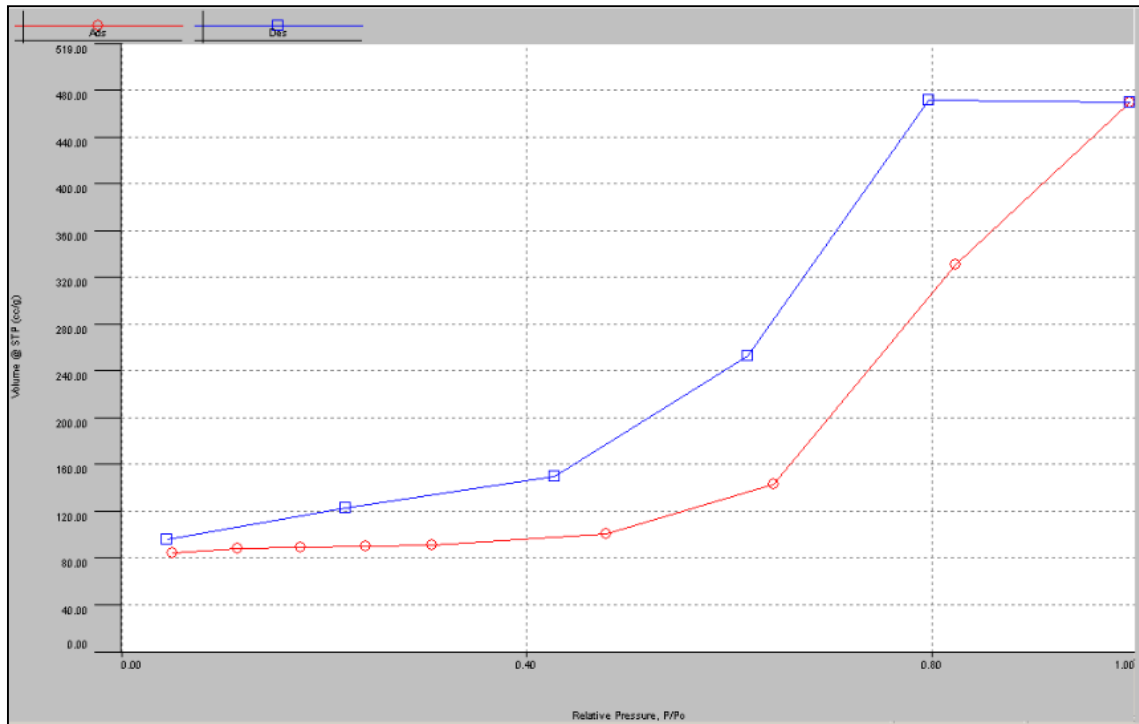
Şekil E2b.4. s12 silika aerjelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri

Ek 2c. set 3 numunelerinin izoterm eğrileri

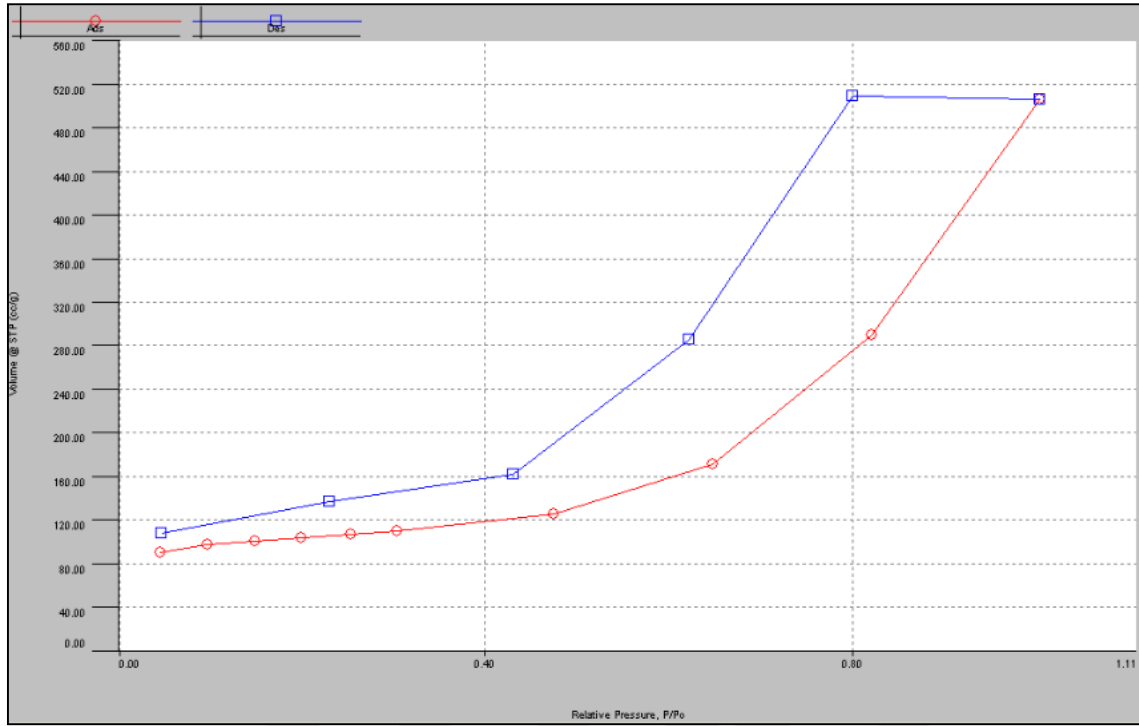


Şekil E2c.1. s13 silika aerjelinin izoterm eğrisi

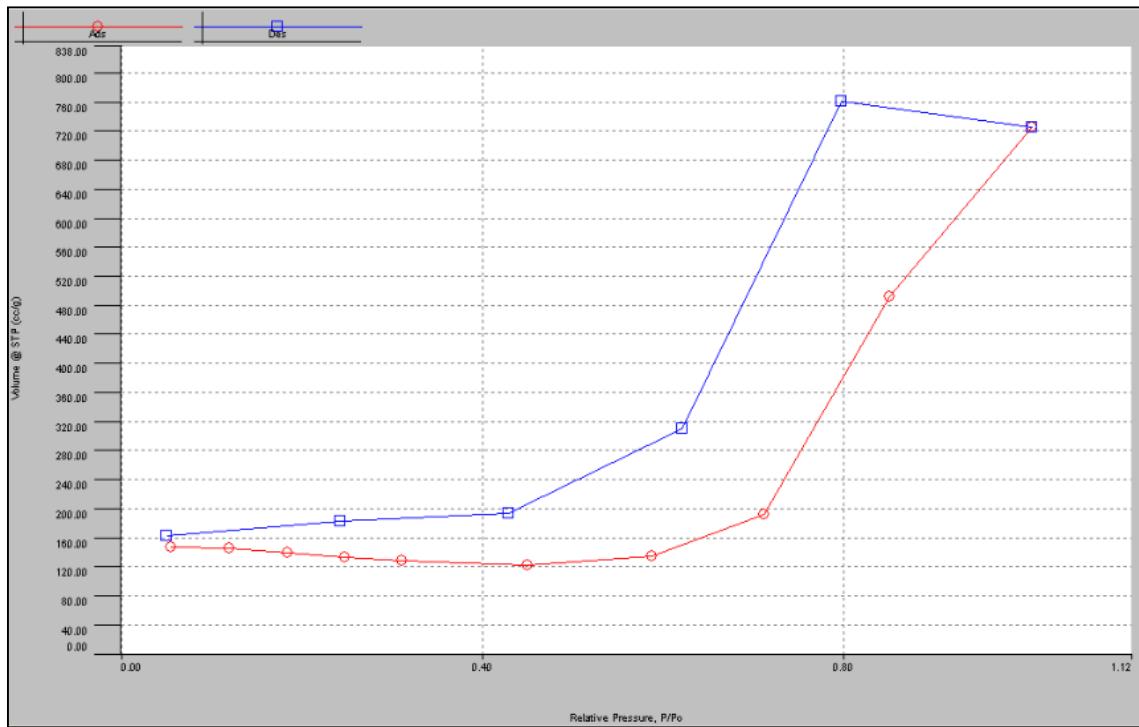


Şekil E2c.2. s14 silika aerjelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri

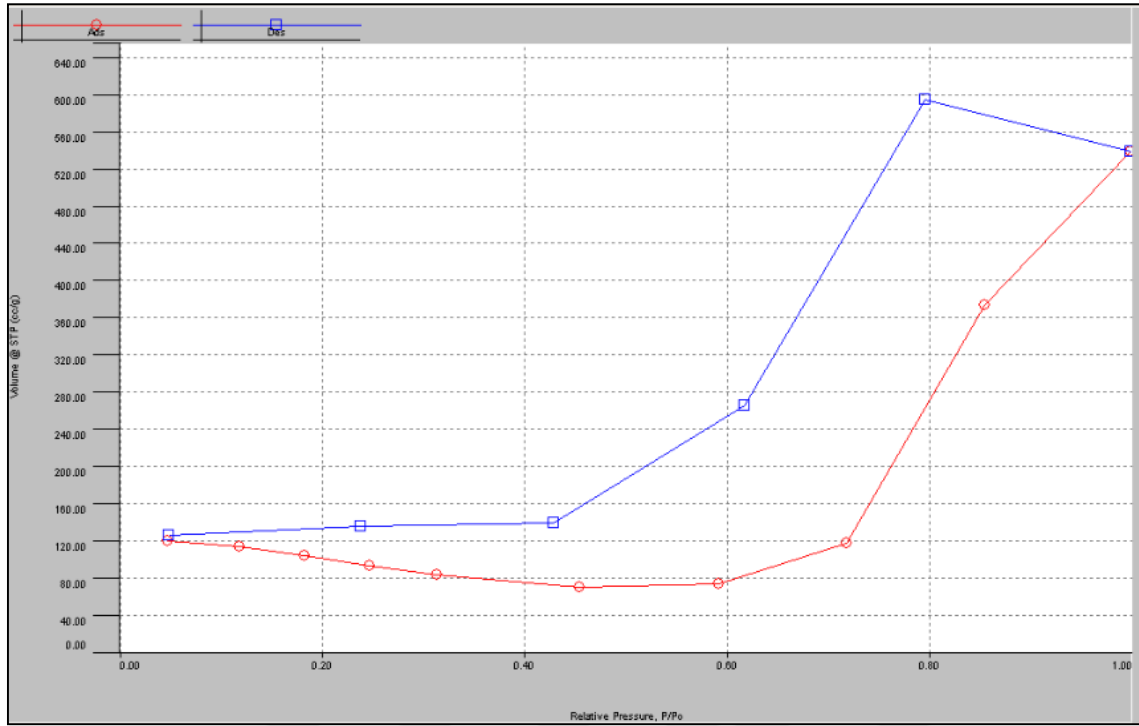


Şekil E2c.3. s15 silika aerojelinin izoterm eğrisi



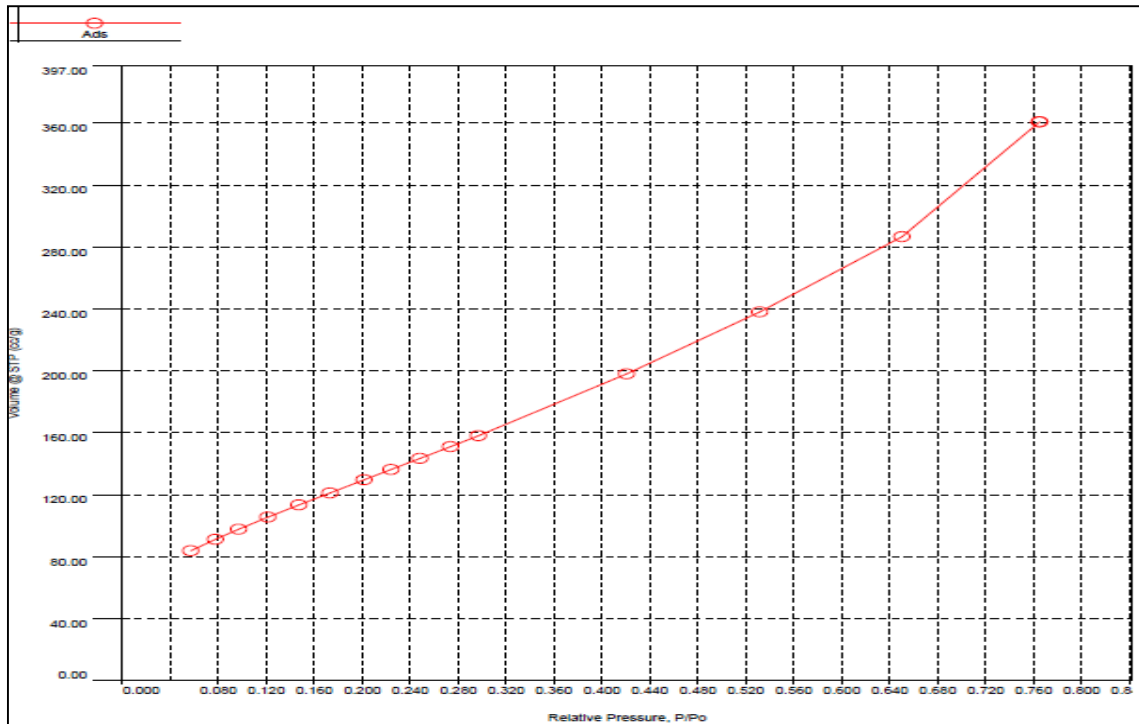
Şekil E2c.4. s17 silika aerojelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri



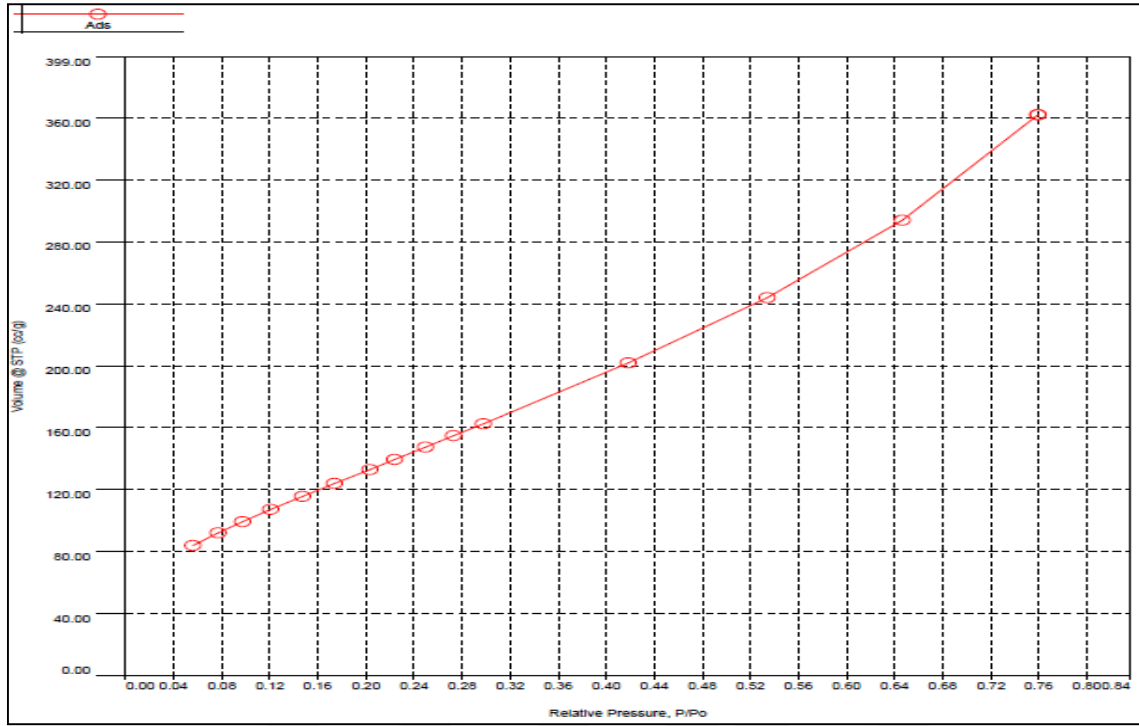
Şekil E2c.5. s18 silika aerogelinin izoterm eğrisi

Ek 2d. Jelleşme sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen numunelerin izoterm eğrileri

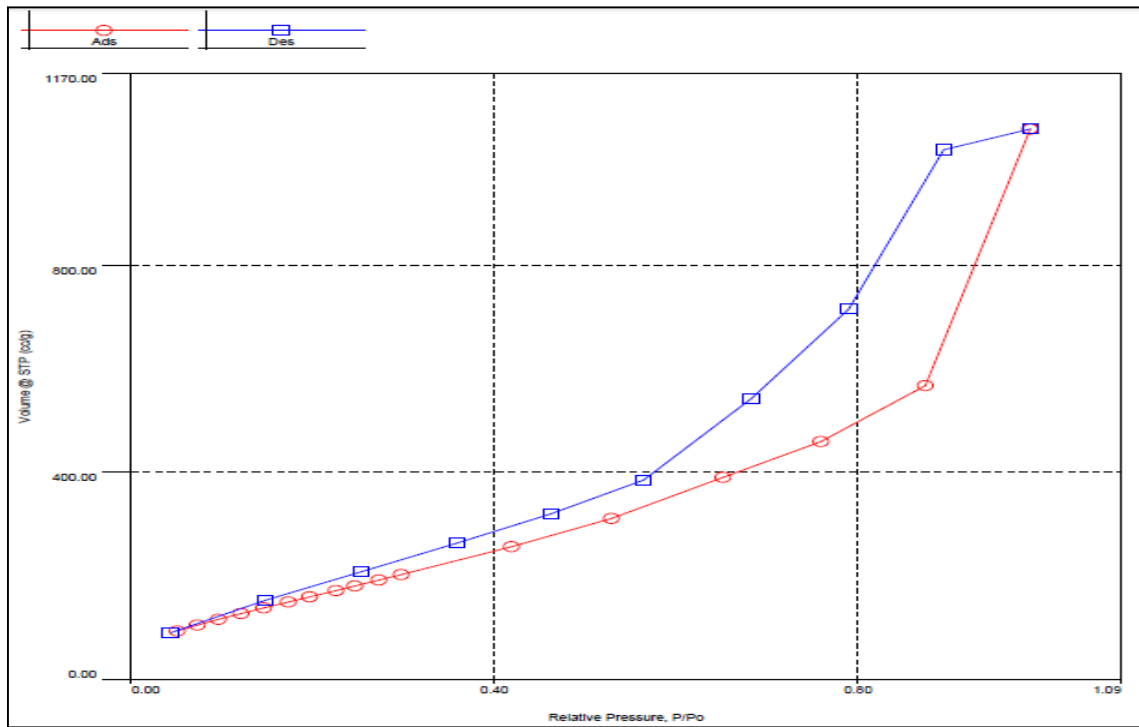


Şekil E2d.1. j1 silika aerogelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri



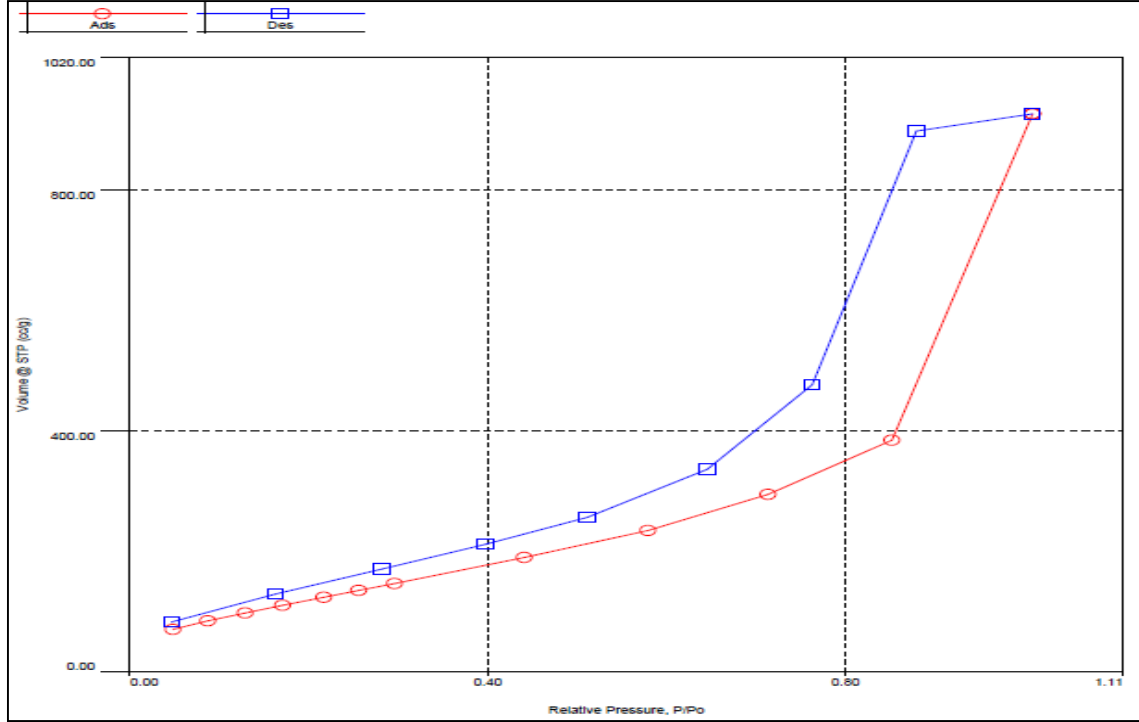
Şekil E2d.2. j2 silika aerogelinin izoterm eğrisi



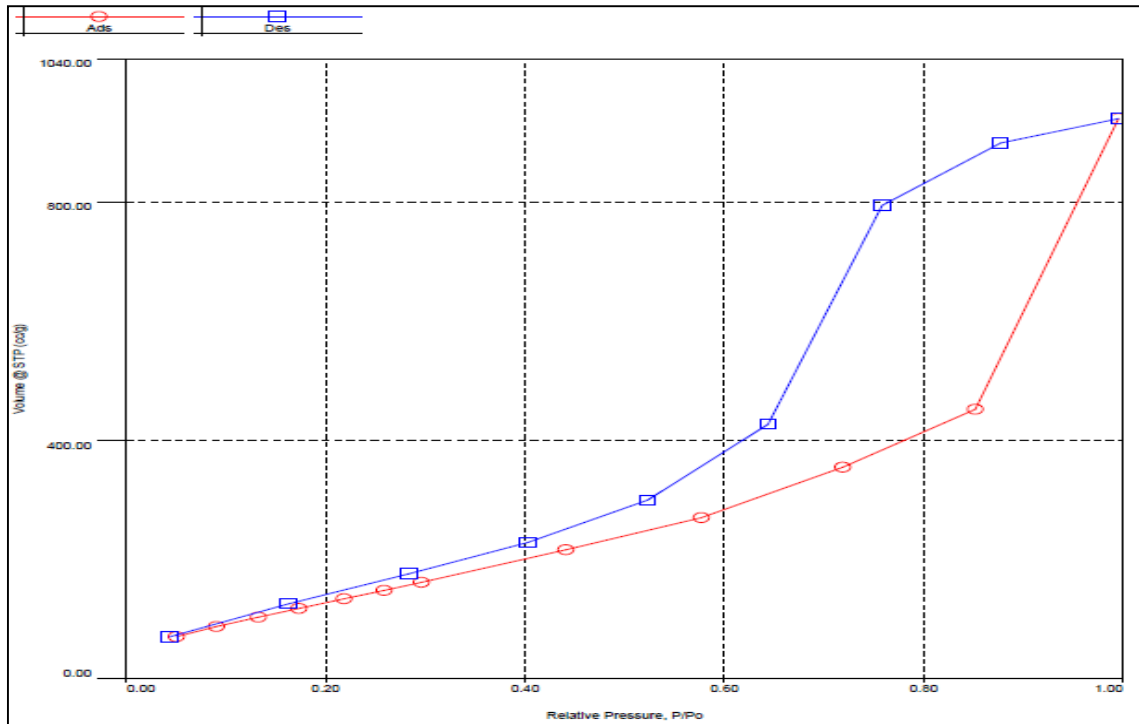
Şekil E2d.3. j3 silika aerogelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri

Ek 2e. Yaşlandırma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen numunelerin izoterm eğrileri

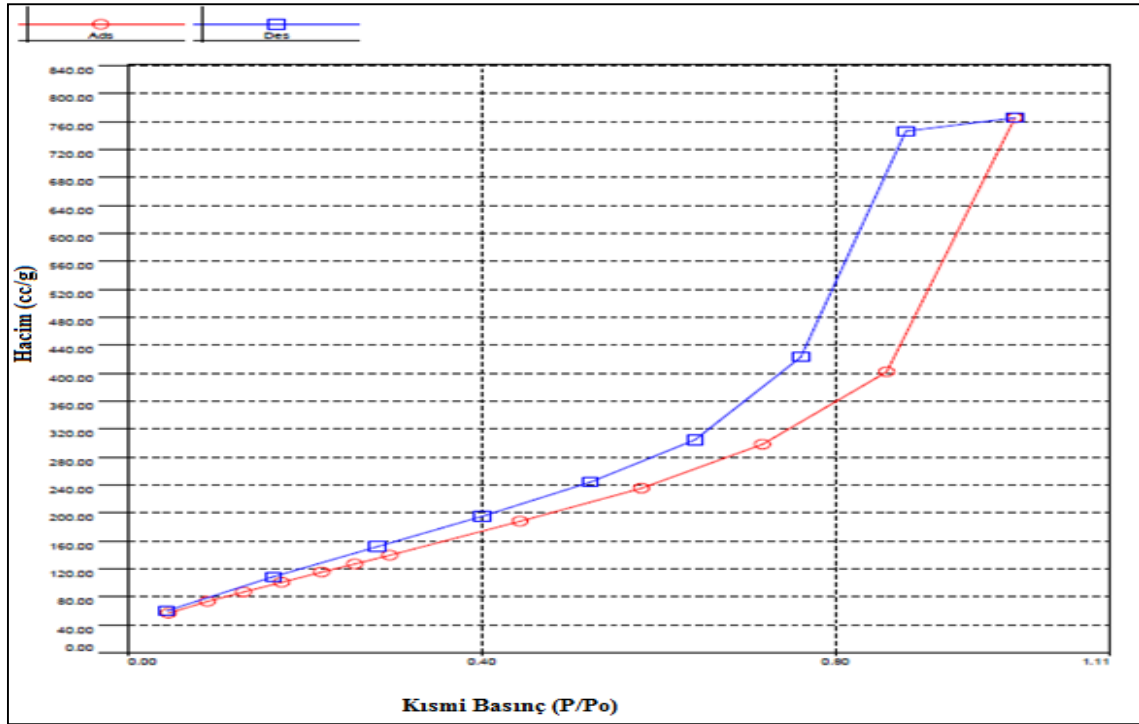


Şekil E2e.1. y2 silika arojelinin izoterm eğrisi



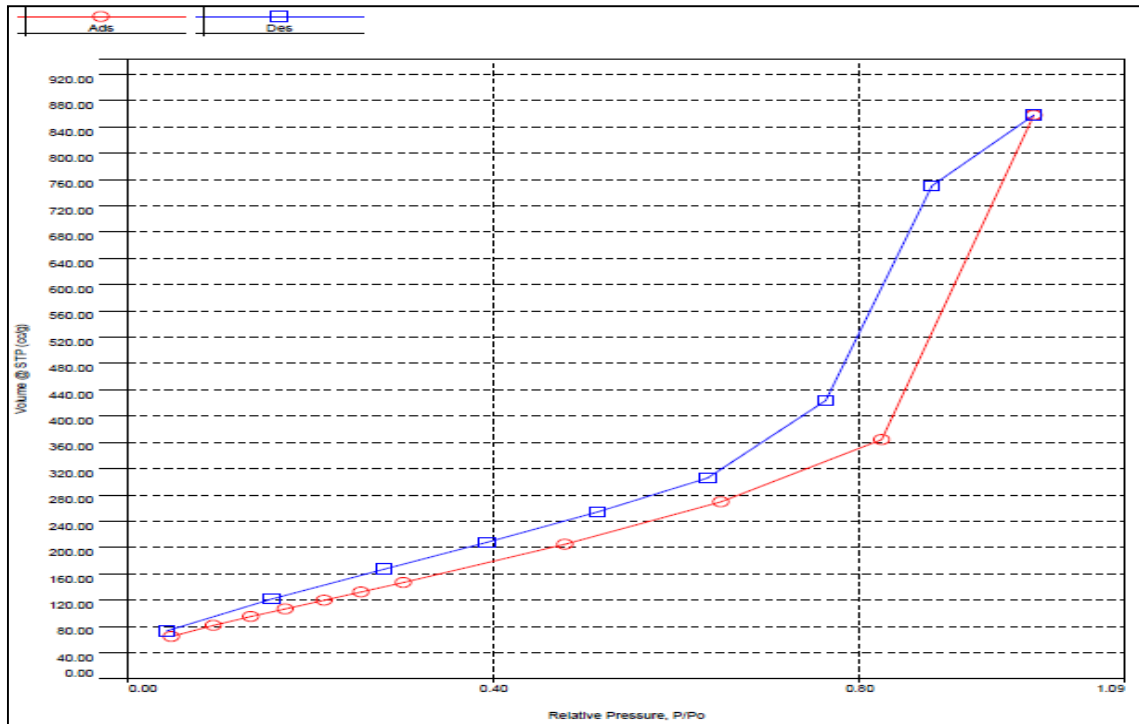
Şekil E2e.2. y3 silika arojelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri



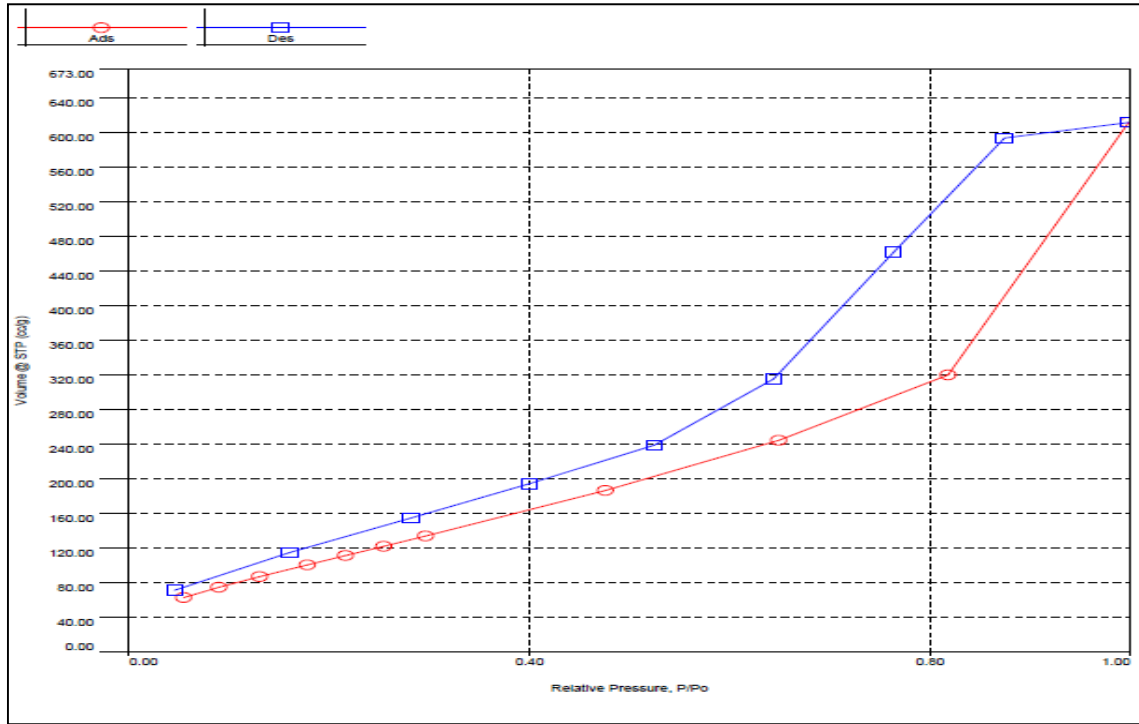
Şekil E2e.3. y4 silika aerogelinin izoterm eğrisi

Ek 2f. Kurutma sıcaklıkları değiştirilerek elde edilen numunelerin izoterm eğrileri

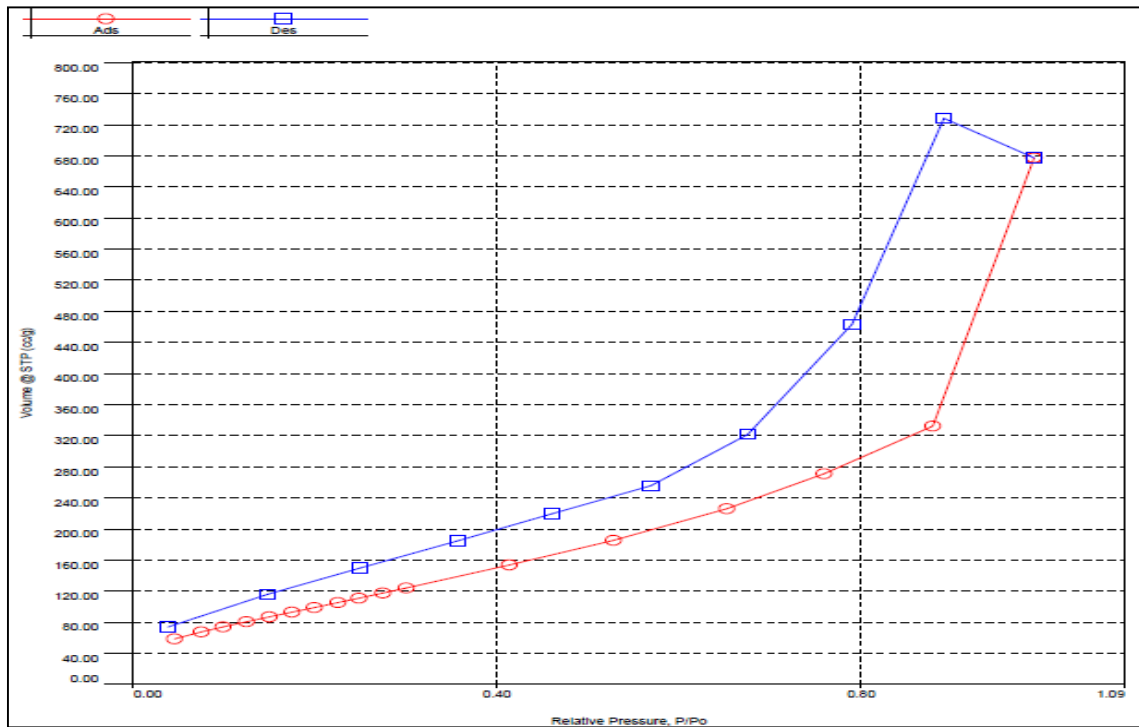


Şekil E2f.1. k1 silika aerogelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri



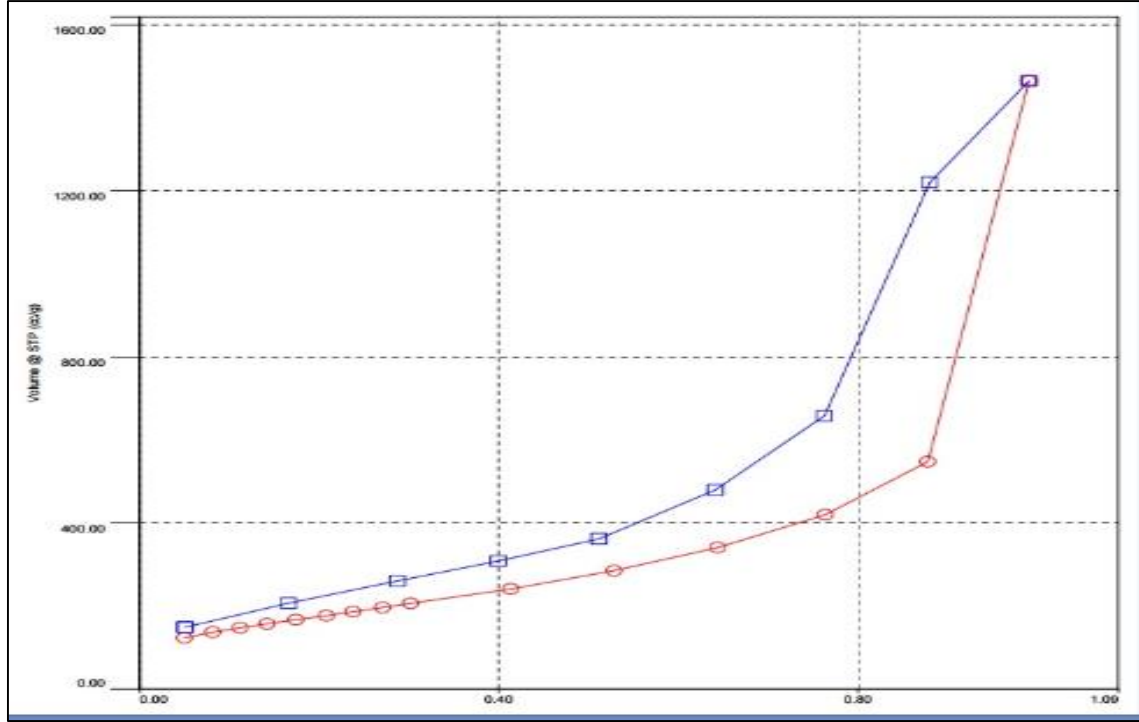
Şekil E2f.2. k2 silika aerojelinin izoterm eğrisi



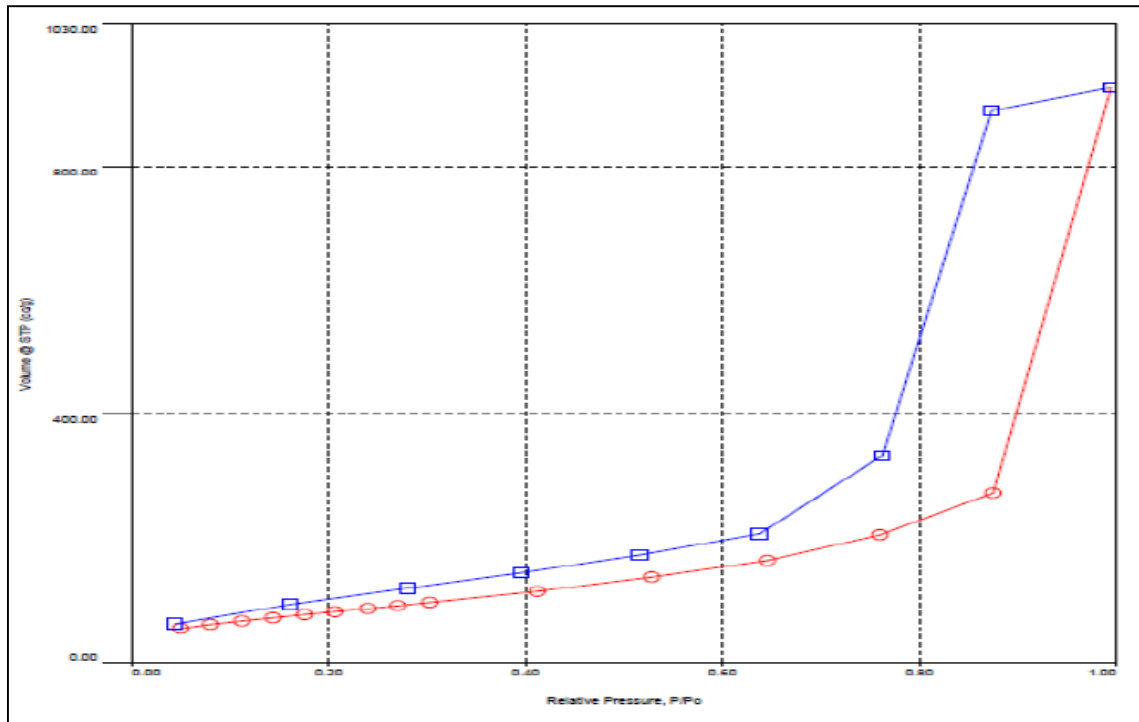
Şekil E2f.3. k3 silika aerojelinin izoterm eğrisi

EK-2. (devam) BET grafikleri

Ek 2g. TMOS/PEG oranları değiştirilerek elde edilen numunelerin izoterm eğrileri



Şekil E2g.1. a1 silika arojelinin izoterm eğrisi



Şekil E2g.2. a2 silika arojelinin izoterm eğrisi

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : GETİR, Şeyda
Uyruğu : T.C.
Doğum tarihi ve yeri : 24.08.1990, Zonguldak
Medeni hali : Evli
Telefon : 0 507 366 90 98
e-mail : seyda.ozturk@windowslive.com.tr



Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Gazi Üniversitesi / Kimya Mühendisliği	Devam Ediyor
Lisans	Gazi Üniversitesi / Kimya Mühendisliği	2012
Lise	Zonguldak Atatürk Anadolu Lisesi	2008

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2016-Halen	Gençlik ve Spor Bakanlığı	Yurt Yönetim Personeli

Yabancı Dil

İngilizce

Yayımlar

Öztürk Ş., Cabbar C. (2015). *Monolitik Silika Aerojel Sentezi ve Karakterizasyonu*, 27. Ulusal Kimya Kongresi, Çanakkale.

Hobiler

Yüzme, Tiyatro, Satranç



GAZİ GELECEKTİR..