



**YENİ NESİL SİLİKA VE GRAFEN AEROJELLERİN
ÜRETİLMESİ, GELİŞTİRİLMESİ VE ENDÜSTRİYEL ALANDA
KULLANIMI**

(Yüksek Lisans Tezi)

Merve AKIN

Kütahya- 2023

T.C.
KÜTAHYA DUMLUPINAR ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

**YENİ NESİL SİLİKA VE GRAFEN AEROJELLERİN
ÜRETİLMESİ, GELİŞTİRİLMESİ VE ENDÜSTRİYEL ALANDA
KULLANIMI**

Danışmanlar:
Prof. Dr. İskender IŞIK
Prof. Dr. Fatih ŞEN

Hazırlayan:
Merve AKIN

Kütahya- 2023

Kabul ve Onay

KÜTAHYA DUMLUPINAR ÜNİVERSİTESİ LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Ana bilim dalında, 801927110104 öğrenci numaralı, Merve AKIN'ın hazırlamış olduğu “Yeni Nesil Silika ve Grafen Aerojellerin Üretilmesi, Geliştirilmesi ve Endüstriyel Alanda Kullanımı” başlıklı yüksek lisans tez çalışması ile ilgili tez savunma sınavı jüri tarafından yapılmış ve adayın tezinin OY BİRLİĞİ ile kabul edilmesine karar verilmiştir.

21/06/2023

Tez Jürisi	İmza	
	Kabul	Red
Prof. Dr. İskender IŞIK (Danışman)		
Prof. Dr. Fatih ŞEN (2. Danışman)		
Prof. Dr. Güray KAYA		
Prof. Dr. Veli UZ		
Dr. Öğr. Üyesi Nihal Derin COŞKUN		

Doç. Dr. Arif KOLAY

Enstitü Müdürü

Bilimsel Etik Bildirimi

Yüksek Lisans tezi olarak hazırladığım “*Yeni Nesil Silika ve Grafen Aerojellerin Üretimi, Geliştirilmesi ve Endüstriyel Alanda Kullanımı*” adlı çalışmanın öneri aşamasından sonuçlandığı aşamaya kadar geçen süreçte bilimsel etiğe ve akademik kurallara özenle uyduğumu, tez içindeki tüm bilgileri bilimsel ahlak ve gelenek çerçevesinde elde ettiğimi, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığımı, bu çalışmamda doğrudan veya dolaylı olarak yaptığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin kaynakçada gösterilenlerden oluştuğunu beyan ederim.

...../...../2023

Merve AKIN

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı, Soyadı : Merve AKIN

Eğitim:

- 2019-2023 / Yüksek Lisans, DPÜ- Malzeme Bilimi ve Mühendisliği
- 2015- 2019 / Lisans / BEÜ- Biyomedikal Mühendisliği
- 2014- 2015 / Lisans / BEÜ- İngilizce Hazırlık
- 2010- 2014 / Lise / İ.T.O Şehit Süleyman Turan Anadolu Öğretmen Lisesi

Yayınlar

- <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2023.142402>
- <https://doi.org/10.1007/s42823-023-00537-9>
- <https://doi.org/10.1016/j.ceja.2023.100471>
- <https://doi.org/10.3390/bios13050531>
- <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.01.325>
- <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2022.10.237>
- <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2022.112874>
- <https://doi.org/10.1016/j.envres.2023.115287>
- <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2022.141390>
- <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2022.10.238>
- <https://doi.org/10.1016/j.fct.2022.113303>
- <https://doi.org/10.1039/D2NJ03209K>
- <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821713-9.00025-1>
- <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821713-9.00010-X>
- <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821713-9.00020-2>
- <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821713-9.00008-1>
- <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821713-9.00003-2>

ÖZET

YENİ NESİL SİLİKA VE GRAFEN AEROJELLERİN ÜRETİLMESİ, GELİŞTİRİLMESİ VE ENDÜSTRİYEL ALANDA KULLANIMI

AKIN, Merve

Yüksek Lisans Tezi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı
Tez Danışmanları: Prof. Dr. İskender IŞIK, Prof. Dr. Fatih ŞEN
Haziran, 2023, 132 sayfa

Günümüzde teknolojinin gelişmesiyle ileri teknolojik malzemelerin üretilmesi hız kazanmıştır. İleri teknolojik malzemelerden biri olan arojeller, düşük termal iletkenliğe, yüksek gözenekliliğe ve yüzey alanına sahip olup hafif katı malzemelerdir. Arojellerin en büyük dezavantajı olan kırılğan yapılarının azaltılması için farklı malzemelerle kompozit çalışması yapılmaktadır. Bu tez kapsamında da silika (SA) ve grafen arojellerin (GA) sentezlenmesi ele alınmış ve bu arojellerin geliştirilmesi adına; kevlar kumaş takviyeli silika ve grafen arojeller, yüksek sıcaklıklara dayanıklı elastik malzemelerin sentezi adına ise Si/Zr/B, Si ve polimerik seramik arojeller, ayrıca enerji üretimi noktasında metanol oksidasyonunda kullanılmak üzere, PtFe₃O₄@GA ve PtFe₃O₄ katalizörleri elde edilerek önemli bulgulara ulaşılmıştır. Sonuç olarak; Si/Zr/B ve Si seramik arojellerin 1200°C ile en yüksek sıcaklığa dayanıklı olan malzeme olduğu termal kamera analizi ile gözlemlenmiştir. Arojellere kevlar takviyesinin arojellerin kırılğanlığını iyileştirdiğini ve polimerik seramik arojellerin en yüksek elastik özelliği gösterdiği görülmüştür. Ayrıca metanol oksidasyonu çalışmasındaki elektrokimyasal analizlerinde, GA'nın yapıya katılması ile 8.72 kat daha yüksek elektro-katalitik aktivite sağlandığı gözlemlenmiştir ve sonuçların uyumlu olduğu görülmüştür. Araştırma bulguları, enerji korunumu ve enerji üretimi noktasında arojellerin yüksek potansiyel sunduğunu göstermekte olup, geliştirilmesi adına elde edilen öneriler çalışma kapsamında listelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Arojel, Enerji, Fiber, Grafen, Kevlar, Silika, Yanmazlık

ABSTRACT**PRODUCTION, DEVELOPMENT AND INDUSTRIAL USE OF
NEW GENERATION
SILICA AND GRAPHENE AEROGELS****AKIN, Merve****Master Thesis, Department of Materials Science and Engineering****Supervisors: Prof. Dr. İskender ISIK, Prof. Dr. Fatih SEN****June, 2023, 132 pages**

Today, with the development of technology, the production of advanced technological materials has accelerated. Aerogels, one of the advanced technological materials, have low thermal conductivity, high porosity and surface area and are light solid materials. In order to reduce the fragile structure of aerogels, which is the biggest disadvantage of aerogels, composite studies are carried out with different materials. Within the scope of this thesis, the production of silica (SA) and graphene aerogels (GA) was discussed and important findings were obtained by obtaining kevlar fabric reinforced silica and graphene aerogels for the development of these aerogels, Si/Zr/B, Si and polymeric ceramic aerogels for the production of flexible materials resistant to high temperatures, and PtFe₃O₄@GA and PtFe₃O₄ catalysts to be used in methanol oxidation for energy production. With the findings obtained, it was observed by thermal camera analysis that Si/Zr/B and Si ceramic aerogels were the material resistant to the highest temperature with 1200°C. It was observed that kevlar reinforcement of aerogels improved the brittleness of aerogels and polymeric ceramic aerogels showed the highest elastic properties. In addition, in the electrochemical analyses in the methanol oxidation study, 8.72 times higher electro-catalytic activity was observed with the addition of GA to the structure and the results were found to be compatible. The research findings show that aerogels offer high potential for energy conservation and energy generation, and the suggestions obtained for their development are listed within the scope of the study.

Keywords: Aerogel, Energy, Fiber, Graphene, Kevlar, Silica, Inflammability

ÖNSÖZ

Yüksek lisans kapsamı boyunca kendimi geliştirmeme yardımcı olan, bilgi ve tecrübesini bizlere aktaran, desteklerini bizden esirgemeyen ve yol gösteren danışmanım Prof. Dr. İskender IŞIK'a çok teşekkür ederim.

Yüksek lisans süresi boyunca kendimi geliştirmeme yardımcı olan, tüm laboratuvar imkanlarını kullanmamızı ve çalışmalarımızın makale ile taçlandırılmasını sağlayan, desteklerini, bilgisini bizlerden esirgemeyen ve motivasyon sağlayan danışmanım Prof. Dr. Fatih ŞEN'e çok teşekkür ederim.

Yüksek lisans başlangıcından bu yana birlikte çalıştığımız ve bana her konuda destek olan, tez çalışmaları kapsamında da yardımlarını esirgemeyen, bilgi ve birikimlerini benimle paylaşan DPÜ Malzeme Bilimi ve Mühendisliği doktora öğrencilerinden Muhammed BEKMEZCİ ve Ramazan BAYAT'a çok teşekkür ederim.

Yüksek lisans tezimin geliştirilmesi için öneri sunan saygıdeğer jüri üyeleri başta olmak üzere, tezde kullanılan kevlar kumaş tedarikini sağlayan Dr. Öğr. Üyesi Hasan Donat Yıldızay'a, SEM çalışmalarında yardımcı olan Dr. Öğr. Üyesi Boğaç Poyraz'a çok teşekkür ederim.

Yüksek lisans kapsamında yine birlikte çalışmalar yürüttüğümüz ve tez çalışmalarında önerileriyle destek veren Deniz Belkıs SUBAŞI, Ayşenur AYGÜN, Rima Nour Elhouda Tiri başta olmak üzere SRG ekibine çok teşekkür ederim.

Bu tez, TUBİTAK 2210-D Sanayiye Yönelik Yüksek Lisans Burs Programı kapsamında desteklenmiştir. Desteklerinden dolayı TUBİTAK'a çok teşekkür ederim.

Sanayiye yönelik ürün eldesi noktasında tez çalışmalarına olan malzeme ve cihaz desteklerinden dolayı SRG Anonim Şirketine çok teşekkür ederim.

Desteklerinden dolayı DPÜ BAP'a çok teşekkür ederim.

Yanımda olmasalar da manevi desteklerini hep yanımda hissettiğim değerli arkadaşlarım Melike, Tuğçe, İrina, Nurgül ve Gamze'ye çok teşekkür ederim.

Bu yaşıma kadar her türlü desteği benden esirgemeyen, maddi manevi yanımda olan, her anıma ortak olan ve tüm duygularımı paylaşan değerli annem Emine AKIN başta olmak üzere, babam Halil İbrahim AKIN'a, abim Mehmet AKIN ve eşi İlknur Kılıç AKIN'a, kuzenim Gülseren ŞİVKA'ya, neşe ve motivasyon kaynaklarım olan yeğenlerim Fatih Selim, Ayşe Hüma ve Uras'a çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	V
ABSTRACT	VI
TABLolar LİSTESİ.....	XI
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	XII
KISALTMALAR	XVIII
GİRİŞ	1

BİRİNCİ BÖLÜM LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

1.1. AEROJELLER.....	4
1.1.1. SİLİKA AEROJELLER.....	6
1.1.2. GRAFEN AEROJELLER	7
1.1.3. SERAMİK AEROJELLER.....	7
1.2. AEROJELLERİN SENTEZİ.....	8
1.2.1. SOL- JEL YÖNTEMİ.....	8
1.2.1.1. Hidroliz, Kondenzasyon, Jelleşme.....	9
1.2.1.2. Yaşlandırma	9
1.2.1.3. Jellerin Yüzey modifikasyonu	10
1.2.1.4. Kurutma	10
1.3. AEROJELLERİN UYGULAMA ALANLARI.....	13
1.4. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	17

İKİNCİ BÖLÜM

MATERYAL METOD

2.1. KULLANILAN BAŞLANGIÇ MALZEMELERİ VE CİHAZLAR.....	25
2.2. SİLİKA AEROJELLERİN İMALATI	26
2.3. GRAFEN AEROJELLERİN SENTEZLENMESİ	28
2.3.1. GO SENTEZİ.....	28
2.3.2. GA'LARIN SENTEZLENMESİ	30
2.4.KEVLAR TAKVİYELİ VE SERAMİK AEROJELLERİN SENTEZLENMESİ	32
2.4.1. KEVLAR TAKVİYELİ SİLİKA VE GRAFEN AEROJELLERİN İMALATI	32
2.4.2. SERAMİK AEROJELLERİN SENTEZLENMESİ.....	33
2.4.2.1. Sol Solüsyonun Hazırlanması.....	34
2.5. YAKIT HÜCRESİ UYGULAMASI İÇİN PTFE ₃ O ₄ @GA PARTİKÜLLERİNİN HAZIRLANMASI	38
2.6. KARAKTERİZASYONDA KULLANILAN CİHAZLAR.....	40
2.6.1. XRD ANALİZİ	40

2.6.2.	FT-IR ANALİZİ	41
2.6.3.	UV ANALİZİ.....	42
2.6.4.	SEM ANALİZİ	42
2.6.5.	TERMAL KAMERA	43
2.6.6.	POTENSİYOSTAT CİHAZI VE ELEKTROKİMYASAL KARAKTERİZASYON.....	44

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

3.1. SİLİKA AEROJELLERİN KARAKTERİZASYONU.....	47
3.1.1. XRD ANALİZİ	47
3.1.2. FT-IR ANALİZİ	47
3.1.3. SEM ANALİZİ	48
3.1.4. YOĞUNLUK ANALİZİ	50
3.1.5. TERMAL KAMERA ANALİZİ.....	51
3.2. GO VE GA’NIN KARAKTERİZASYONU	52
3.2.1. XRD ANALİZİ	52
3.2.2. FT-IR ANALİZİ	53
3.2.3. UV SPEKTROSKOPİSİ.....	53
3.2.4. SEM ANALİZİ	54
3.2.5. YOĞUNLUK ÖLÇÜMÜ	56
3.2.6. TERMAL KAMERA	57
3.3. KEVLAR TAKVİYELİ AEROJELLERİN KARAKTERİZASYONU	58
3.3.1. XRD ANALİZİ.....	58
3.3.3. SEM ANALİZİ	60
3.3.4. YOĞUNLUK ÖLÇÜMÜ	63
3.3.5. TERMAL KAMERA	64
3.4. ELDE EDİLEN FİBERLERİN KARAKTERİZASYONU	65
3.4.1. FTIR	65
3.4.2. FİBERLERİN KALSİNASYON ÖNCESİ VE SONRASI AĞIRLIKLARININ ÖLÇÜMÜ	66
3.4.3. SEM ANALİZİ	67
3.4.4. TERMAL KAMERA ANALİZİ.....	69
3.5. FİBER TAKVİYELİ SERAMİK AEROJELLERİN KARAKTERİZASYONU	72
3.5.1. XRD ANALİZİ.....	72
3.5.2. SEM ANALİZİ	73
3.5.3. YOĞUNLUK ÖLÇÜMÜ	79
3.5.4. TERMAL KAMERA ANALİZİ.....	80
3.5.4.1. Si/Zr/B-Seramik Aerojellerin Termal Kamera Analizi	81
3.5.4.2. Si-Seramik Aerojellerin Termal Kamera Analizi	82
3.5.4.3. Polimerik Seramik Aerojellerin Termal Kamera Analizi.....	84
3.5.6. SERAMİK AEROJELLERİN ELASTİK ÖZELLİKLERİ	85
3.6. ELDE EDİLEN MALZEMELERİN KARAKTERİZASYON SONUÇLARININ KARŞILAŞTIRILMASI	86

3.7. PTFE₃O₄@GA PARTİKÜLLERİNİN KARAKTERİZASYONU.....	88
3.7.1. XRD ANALİZİ	88
3.7.2. SEM ANALİZİ	89

DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

UYGULAMALAR

4.1. YAKIT HÜCRESİNE YÖNELİK METANOL OKSİDASYON ÇALIŞMASI...	92
SONUÇ VE ÖNERİLER.....	98
EK-1.....	102
EK-2.....	103
KAYNAKÇA	102
DİZİN	132

TABLULAR LİSTESİ

	Sayfa
Tablo 2.1. Kullanılan hammaddeler ve özellikleri.....	25
Tablo 2.2: Kullanılan cihaz, materyaller ve kullanım görevleri.	26
Tablo 3.1: Elde edilen arojellerin karşılaştırılması.....	88
Tablo 4.1: Elde edilen katalizörlerin If, Ib değerleri ve oranları.....	93



ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1. 1: Aerojel üretimlerinin tarihçesi	5
Şekil 1. 2: Katı- sıvı- gaz faz diyagramı için basınç- sıcaklık koralasyonu.	12
Şekil 1. 3: Aerojellerin uygulama alanları.....	14
Şekil 2.1: a) Silika sol, b) Silika solün kaba aktarılması, c) Silika solların etüvde tutulması, d) Silika jellerin yaşlandırılması, aşamaları	27
Şekil 2.2: Kurutma sonrası elde edilen toz silika aerojeller	28
Şekil 2.3: a) GO sentez düzeneği, b) Hidrojen peroksit eklenmeden önceki karışım, c) Hidrojen peroksit eklenmesiyle karışımındaki siyah rengin kahverengiye dönmesi.	29
Şekil 2. 4: Kurutmadan sonra elde edilen grafen oksit.....	30
Şekil 2.5: a) AA eklenmiş GO dispersiyonunun etüve konulması, b) Jelleşmenin gerçekleşmesi.	30
Şekil 2.6: a) dH ₂ O içinde jelin yaşlandırma işlemi, b) n-hexan içinde jelin yaşlandırma işlemi.....	31
Şekil 2.7: Kurutma sonrası elde edilen GA'ların farklı çiçekler üzerindeki görüntüleri (GA'ların hafifliğinin vurgulanması amacıyla çiçek kullanılmıştır)	31
Şekil 2.8: a) Kevlar liflerinin çözücüye eklenmesi, b) Elde edilen kevlar çözeltisi, c) Çözeltiye dH ₂ O eklenmesi.	32
Şekil 2.9: a) Silika/kevlar aerojellerin jelleşmesi, b) Kurutulmuş silika/kevlar aerojel, c) Kurutulmuş grafen/kevlar aerojel.	33
Şekil 2.10: Seramik aerojel sentez aşamaları.	34
Şekil 2.11: a) Si/ PVA solüsyonu, b) Si/Zr/B/PVA solüsyonu.	34
Şekil 2.12: Elde edilen solüsyonların alüminyum folyo kaplı döner silindir üzerinde biriktirilmesi, a) Si solüsyonu, b) Si/Zr/B/PVA solüsyonu.....	35
Şekil 2.13: Elektrospinning sonrası elde edilen fiber yapıları.....	36
Şekil 2.14: a) Kalsine öncesi fiber yapısı, b) fiberlerin mufla fırına konulması, c) 200°C sıcaklık verilen fiberlerin yapısı, d) 800°C'de kalsine edilen fiberlerin yapısı.....	36

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.15: a) Parçalara ayrılan fiberlerin dH ₂ O içerisine aktarılması, b) Fiberlerin dH ₂ O içerisinde karıştırılması, c) Homojenleştirilen dH ₂ O/fiber karışımı.	37
Şekil 2.16: a) Elde edilen karışımın kalıplara aktarılması, b) -80°C’de malzemelerin dondurulması, c) Dondurulan malzemelerin liyofilizatör cihazında kurutulması.	37
Şekil 2.17: a) Elde edilen Si-seramik aerojeller ve aleve olan direnci, b) Si/Zr/B-seramik aerojeller, c) Polimer takviyeli seramik aerojeller ve hafifliği	38
Şekil 2.18: Elde edilen GA’ların metanol oksidasyon uygulamasında kullanılması için PtFe ₃ O ₄ @GA katalizörlerinin sentez şeması.	39
Şekil 2. 19: XRD Cihazı.	40
Şekil 2. 20: FTIR Cihazı.	41
Şekil 2. 21: UV-Visible Cihazı.	42
Şekil 2. 22: SEM Cihazı.	43
Şekil 2. 23: TESTO Termal Kamera.	44
Şekil 2.24: a) 3 boyunlu hücre kurulumu, b) Katalizör damlatılan çalışma elektrotlarının etüvde kurutulması, c) Potansiyostat cihazı ve elektrokimyasal analiz sistemi.	45
Şekil 3.1: Amorf Yapılı SA’nın XRD grafiği.	47
Şekil 3.2: Silika Aerojellerin (SA) FTIR spektrumu.	48
Şekil 3.3: Silika aerojellerin SEM ile yapılan mikroyapı görüntü analizleri (a) 40µm, b) 10µm, c) 2 µm, d) 1 µm).	49
Şekil 3.4: Elde edilen SA’ların SEM görüntüsünden elde edilen gözenek çaplarının histogram grafiği.	49
Şekil 3. 5: SA’nın SEM-EDX analizi ve elementel grafiği.	50
Şekil 3.6: Elde edilen SA’ların ağırlığının ölçülmesi (Fotoğraf ölçeği 13cm x13 cm).	51
Şekil 3. 7: Elde edilen SA’ların termal kamera görüntüleri ve sıcaklık grafiği.	51
Şekil 3. 8: GO ve GA’nın XRD grafiği.	52
Şekil 3. 9: GA ve GO’nun FT-IR spektrum grafiği.	53
Şekil 3.10: a) GO ve b) GA’nın UV spektroskopisi.	54

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 3.11: GA'nın a) 100 µm, b) 50 µm, c) 20 µm, d)10 µm büyütmeledeki SEM görüntüleri. (Açık gözeneklilik yapısı görülmüştür).....	54
Şekil 3.12: GA'ların SEM görüntüsünden elde edilen gözenek çaplarının histogram grafiği.....	55
Şekil 3.13: GA SEM-EDX analizi ve elementel grafiği.....	56
Şekil 3.14: a) Grafen aerojellerin ağırlığının hassas terazi ile ölçülmesi, b) GA'nın geometrik ölçülerinin kumpasla ölçülmesi.	57
Şekil 3.15: GA'ların termal kamera görüntüleri ve sıcaklık grafiği.....	58
Şekil 3.16: Kevlar takviyeli SA ve GA'nın XRD grafiği.....	59
Şekil 3.17: a) GA, kevlar ve kevlar takviyeli SA'nın FTIR grafiği, b) SA, kevlar ve kevlar takviyeli SA'nın FTIR grafiği.....	60
Şekil 3.18: GA/Kevlar aerojellerin a,b) 1 µm c,d) 200 nm büyütmedeki SEM görüntüleri.	61
Şekil 3.19: GA/Kevlar aerojellerin EDX alan analizi ve elementel grafiği.	61
Şekil 3.20: SA/Kevlar aerojellerin a) 1µm b) 200 nm büyütmedeki SEM görüntüleri..	62
Şekil 3.21: a) GA/kevlar aerojelin ağırlığının hassas terazi ile ölçülmesi, b) GA/kevlar aerojelin geometrik ölçülerinin kumpasla ölçülmesi, c) SA/kevlar aerojelin ağırlığının hassas terazi ile ölçülmesi, d) SA/kevlar aerojel geometrik ölçülerinin kumpasla ölçülmesi.	63
Şekil 3.22: Elde edilen SA/Kevlar aerojelin termal kamera görüntüleri ve sıcaklık grafiği.	64
Şekil 3.23: Elde edilen GA/Kevlar aerojelin termal kamera görüntüleri ve sıcaklık grafiği.	65
Şekil 3.24: a) Si/Zr/B bazlı fiberlerin kalsine öncesi ve sonrası FT-IR spektroskopisi, b) Si bazlı fiberlerin kalsinasyon öncesi ve sonrası FT-IR spektroskopisi.	66
Şekil 3.25: a) Kalsinasyon öncesi elde edilen fiberlerin ağırlığı, b) Kalsinasyon sonrası elde edilen fiberlerin ağırlığı.....	67

ŞEKİLLER LİSTESİ

- Şekil 3.26:** Si bazlı fiberlerin kalsine sonrası a) 50 μm , b) 20 μm , c) 10 μm , d) 5 μm büyütmelerdeki SEM görüntüleri..... 67
- Şekil 3.27:** GA'ların SEM görüntüsünden elde edilen fiber çaplarının histogram grafiği. 68
- Şekil 3.28:** Kalsine sonrası elde edilen Si bazlı fiberlerin SEM-EDX Analizi ve elementel grafiği. 69
- Şekil 3.29:** a) Termal kamera sistemi, b) Si fiberlerinin bütanol kaynağına maruz bırakılması, c) Si/Zr/B fiberlerin bütanol kaynağına maruz bırakılması. 70
- Şekil 3.30:** Si-fiberleri üzerindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi..... 71
- Şekil 3.31:** Si/Zr/B-fiberleri üzerindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi..... 72
- Şekil 3.32:** Si ve Si/Zr/B seramik aerojellerin $\text{K}\alpha\text{Cu}$ radyasyonu ile yapılan XRD grafiği. 73
- Şekil 3.33:** Si-seramik aerojellerin a, b) 10 μm , c, d) 2 μm yakınlaştırmalardaki fiber yapılı SEM görüntüleri..... 74
- Şekil 3.34:** Si-seramik aerojellerin SEM- EDX analizi ve elementel tablosu. 75
- Şekil 3.35:** Si/Zr/B bazlı seramik aerojellerin, a, b) 5 μm , c, d) 2 μm büyütmedeki SEM görüntüleri. 76
- Şekil 3. 36:** Si/Zr/B-seramik aerojellerin SEM-EDX analizi ve elementel grafiği..... 77
- Şekil 3. 37:** Polimerik seramik aerojellerin a) 20 μm , b) 10 μm c) 1 μm d) 200 nm büyütmedeki SEM görüntüleri..... 78
- Şekil 3. 38:** Polimerik Seramik Aerojellerin SEM-EDX Analizi ve Elementel Grafiği. 79
- Şekil 3.39:** a) Si, b) Si/Zr/B, c) Polimerik seramik aerojellerin hassas terazi ile ağırlıklarının ölçülmesi. 80
- Şekil 3.40:** a) Seramik aerojelin bütanol kaynağına maruz bırakılması (1000°C), b) Seramik aerojelin bütanol kaynağına maruz bırakılması (>1200°C), c) Seramik aerojelin yüksek alev maruz bırakılması sonrası yapının bozulmadığının gösterilmesi. 80

ŞEKİLLER LİSTESİ

- Şekil 3.41:** Termal kamera sistemi ve aerojellerin bütanol çakmağa maruz bırakılmasının, a) arkadan görünümü, b) önden görünümü. 81
- Şekil 3.42:** Si/Zr/B-seramik aerojellerin üzerindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi. 82
- Şekil 3.43:** Si-seramik aerojellerin üzerindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi..... 83
- Şekil 3.44:** Si-seramik aerojellerin arka yüzeyindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi. 84
- Şekil 3.45:** Polimerik seramik aerojellerin yüzeyindeki sıcaklığın termal kamera analizi ve sıcaklık grafiği..... 85
- Şekil 3.46:** a) Yanlardan basınç uygulanan, b) serbest bırakılan ve c) kumpas ile ölçümü gerçekleştirilen 2.9 L/h oranına sahip polimerik seramik aerojeller. d) Yanlardan basınç uygulanan, e) serbest bırakılan, f) kumpas ile ölçümü gerçekleştirilen 25.71 L/h oranına sahip polimerik seramik aerojeller. 86
- Şekil 3.47:** PtFe₃O₄@GA'nın XRD grafiği. 89
- Şekil 3.48:** PtFe₃O₄@GA'nın a) 2 µm, b) 1 µm yakınlaştırmadaki SEM görüntüleri...90
- Şekil 3.49:** Fe₃O₄@GA'nın SEM- EDX analizi ve elementel tablosu. 90
- Şekil 4.1:** 1 M KOH tampon çözeltisi ve 1M CH₃OH içinde, 50 mV/s tarama hızında elde edilen PtFe₃O₄ ve PtFe₃O₄@GA'nın, a) CV ölçümleri, b) CV ölçümünden elde edilen oksidasyon piklerinin karşılaştırılması..... 93
- Şekil 4.2:** 1 M KOH tampon çözeltisi ve 1M CH₃OH içinde, 50 mV/s tarama hızında elde edilen PtFe₃O₄ ve PtFe₃O₄@GA'nın a) LSV ölçümleri, b) LSV ölçümünden elde edilen on-set potansiyellerinin karşılaştırılması. 94
- Şekil 4.3:** a) PtFe₃O₄@GA'nın farklı tarama hızlarında (50,100,150,200 ve 250 mV/s) elde edilen akım değerleri, b) PtFe₃O₄@GA'nın tarama hızının karekökü değerlerine karşı elde edilen akım değerleri, c) PtFe₃O₄'nin farklı tarama hızlarında (50,100,150,200 ve 250 mV/s) elde edilen akım değerleri, d) PtFe₃O₄@GA tarama hızının karekökü değerlerine karşı elde edilen akım değerleri 95

ŞEKİLLER LİSTESİ

- Şekil 4.4:** 1 M KOH tampon çözeltisi ve 1M CH₃OH içinde, 50 mV/s tarama hızında elde edilen PtFe₃O₄ ve PtFe₃O₄@GA'nın a) CA ölçüm grafiği, b) EIS- Nyquist grafikleri...96
- Şekil 4.5:** 1 M KOH tampon çözeltisi ve 1M CH₃OH içinde, 50 mV/s tarama hızında, a) PtFe₃O₄@GA'nın, b) PtFe₃O₄'nin 500 döngü grafikleri97
- Şekil 5.1:** Silika Aerojel Market103



KISALTMALAR

<u>Kısaltma</u>	<u>Açıklama</u>
°C	Santigrat derece
θ	Theta
%	Yüzde
L/ h	Uzunluk/ yükseklik
GO	Grafen oksit
kHz	Kilohertz
mg	Miligram
mA	Miliamper
ml	Mililitre
μm	Mikrometre
μL	Mikrolitre
NP	Nanoparçacık
XRD	X- Işınları Kırınımı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
EDX	Enerji Dağıtıcı X-Işını Spektroskopisi
UV-Vis	Ultraviyole ve Görünür Işık
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
V	Volt
TEOS	Tetraetil Ortosilikat
TMOS	Tetrametil Ortosilikat
HCl	Hidroklorik asit
H ₂ SO ₄	Sülfürik Asit
NaNO ₃	Sodyum Nitrat

KISALTMALAR

<u>Kısaltma</u>	<u>Açıklama</u>
KMnO₄	Potasyum Permanganat
DMSO	Dimetil Sülfoksit
KOH	Potasyum Hidroksit
dH₂O	Deiyonize Su
GA	Grafen Aerojel
SA	Silika Aerojel
PVA	Polivinil Alkol
PAM	Poliakrilamid
CNT	Karbonnanotüp
g	Gram
g/cm³	Gram/ Santimetreküp
B	Bor
Zr	Zirkonyum
C	Karbon
Pt	Platin
Fe₃O₄	Demir (II, III) oksit, Manyetit
s	Saniye
Al₂O₃	Alümina
CH₃OH	Metanol
EIS	Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi
LSV	Lineer Tarama Voltametri
mV/s	Milivolt/ Saniye
SR	Tarama Hızı
CV	Döngüsel Voltametri

KISALTMALAR

<u>Kısaltma</u>	<u>Açıklama</u>
CA	Kronoamperometri
M	Molarite
AA	Askorbik Asit
SC	Süperkritik Kurutma
FD	Dondurarak Kurutma
C-FD	Geleneksel Dondurarak Kurutma
S-FD	Püskürterek Dondurarak Kurutma
Ark.	Arkadaşları



TEZ METNİ

GİRİŞ

Günümüzde teknolojinin gelişmesiyle birlikte, ileri teknolojik malzemelerin oluşturulması ve geliştirilmesi önem kazanmaktadır. Bu noktada, ileri teknolojik malzemelerden biri olan aerojeller, pek çok alanda kullanılabilir özellikler taşıması, çeşitli yöntemlerle üretilmesi, yüksek gözeneklilik göstermesi, düşük termal iletkenliğe sahip olması gibi avantajlar göstermesi pek çok araştırmanın ilgi odağı olmuştur (Cheng vd., 2017). Aerojellerin çok fazla avantajları olsa da kırılgen yapıda olmaları endüstriyel olarak kullanımlarını sınırlamıştır. Bu sınırlamanın geliştirilmesi için aerojellerle, farklı malzemeler kullanılarak kompozit çalışmaları yapılmış ve bu dezavantajların önüne geçilmesi hedeflenmiştir (Güler vd., 2021; Koh vd., 2022). Bu dezavantajların önüne geçilmesi adına, kompozit içeriğinde ve üretim tekniğinde yapılacak değişikliklerle yüksek sıcaklıklara dayanıklı, esnek ve mukavemeti artırılmış ürünlere yönelik çalışmalara devam edilmektedir (Linhares vd., 2019). Yüksek sıcaklıklara dayanıklı olabilmesi için ise alümina ve zirkonyum vb. malzemeler, aerogel uygulamalarındaki kullanımlarının artmasını sağlamıştır (Wu vd., 2022). Ayrıca, aerojellerin farklı malzeme grupları da kullanılarak farklı özelliklere sahip aerojellerin üretilmesi sağlanabilmektedir.

Aerojeller, inorganik veya organik bazlı olarak türlere ayrılmaktadır; ancak günümüzde en çok önem verilen ve yaygın kullanılan aerogel türleri arasında silika ve karbon aerojeller bulunmaktadır (Lamy-Mendes vd., 2018). Bu aerojellerin üretimi ise genel olarak üç aşamada gerçekleşmektedir. Bu adımlardan birincisinde sol solüsyonu hazırlanmaktadır. İkinci aşamada, katalizör ilavesiyle jelleşme sağlanarak yaşlandırma işlemleri uygulanmaktadır. Son ve üçüncü aşamada ise kurutma işlemi gerçekleştirilmektedir ve bu aşama aerojeller için en önemli aşamayı oluşturmaktadır. Kurutma işlemlerinde temel esas, jel yapısını bozmadan, jel içerisindeki sıvının hava ile yer değiştirilmesidir (Shafi vd., 2021). Bu kurutma işlemlerinde ise genel olarak üç yöntem kullanılmaktadır. Bunlar; süperkritik kurutma, dondurarak kurutma ve ortam sıcaklıklarında kurutma teknikleridir. Kurutma teknikleri başta olmak üzere, aerojellerin oluşturulmasında; farklı katalizör kullanımı, pH, sıcaklık, yaşlandırma süresi vb. bazı parametreler aerojellerin yapısını önemli oranda etkilemektedir (Koç vd., 2020). Sonuç olarak, kullanılan farklı parametreler, kurutma teknikleri, kullanılan başlangıç malzemeleri ve çeşitli malzeme sınıflarıyla yapılan kompozitler aerojellere farklı özellikler katarak birçok alanda yüksek performans göstermesine olanak sağlamaktadır.

Bu tez kapsamında, enerjinin korunumu ve üretimi noktasında kullanılmak üzere, silika ve grafen aerojellerin sentezlenmesi ve geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu noktada, elde edilen silika ve grafen aerojellere esnek ve dayanıklılık gibi özelliklerin kazandırılması için kevlar takviyesi uygulanmış, ayrıca daha yüksek sıcaklıklara dayanıklı olması için seramik aerojellerin sentezi gerçekleştirilmiştir. Seramik aerojellerin sentezlenmesi için elektro-spinning yöntemi kullanılarak hazırlanan sollar fiber haline getirilerek kırılabilirliği kısmen azaltılmış ve yüksek sıcaklıklara dayanıklı Si ve Si/Zr/B seramik aerojellerin sentezlenmesi sağlanmıştır. Ayrıca seramik aerojellerin elastik özellik kazandırılması adına polimer takviyeli seramik aerojeller oluşturulmuştur. Elde edilen bu 6 farklı aerojellerin ise, enerji korunumu noktasında bina ısı yalıtımı, yanmaz eldiven vb. uygulamalarında kullanılabilir özellikler taşıması amaçlanmıştır. Enerji üretimi noktasında ise, elde edilen GA'lar; metanol yakıt hücresi anot katalizörü uygulamasında destek malzemesi olarak kullanılarak, $PtFe_3O_4@GA$ katalizörü sentezlenmiştir. Ayrıca elde edilen GA'ların anot katalizöründeki elektrokatalitik aktivitesinin gözlemlenmesi amacıyla sonuçlar $PtFe_3O_4$ katalizörü ile karşılaştırılmıştır.

Tez kapsamında elde edilen malzemelerin; SEM, XRD, FTIR, UV-VIS, Termal Kamera analizleri ile karakterizasyonları yapılmıştır. Ayrıca, $PtFe_3O_4$ ve $PtFe_3O_4@GA$ katalizörlerinin metanol oksidasyon çalışmaları Potentiostat/ Galvanostat cihazı kullanılarak karakterize edilmiştir. Uygulama noktasında ise, bina ısı yalıtımı için kazanımları ve enerji üretimi için yakıt hücresi anot katalizörü uygulamasında kullanılabilirliği ele alınmıştır. Elde edilen ürünlerin endüstriyel olarak kullanımı ise uzun vadeli hedefi olup, prototip ölçekte sentezlenen ürünlerin geliştirilmesi adına öneriler sunulmuştur.



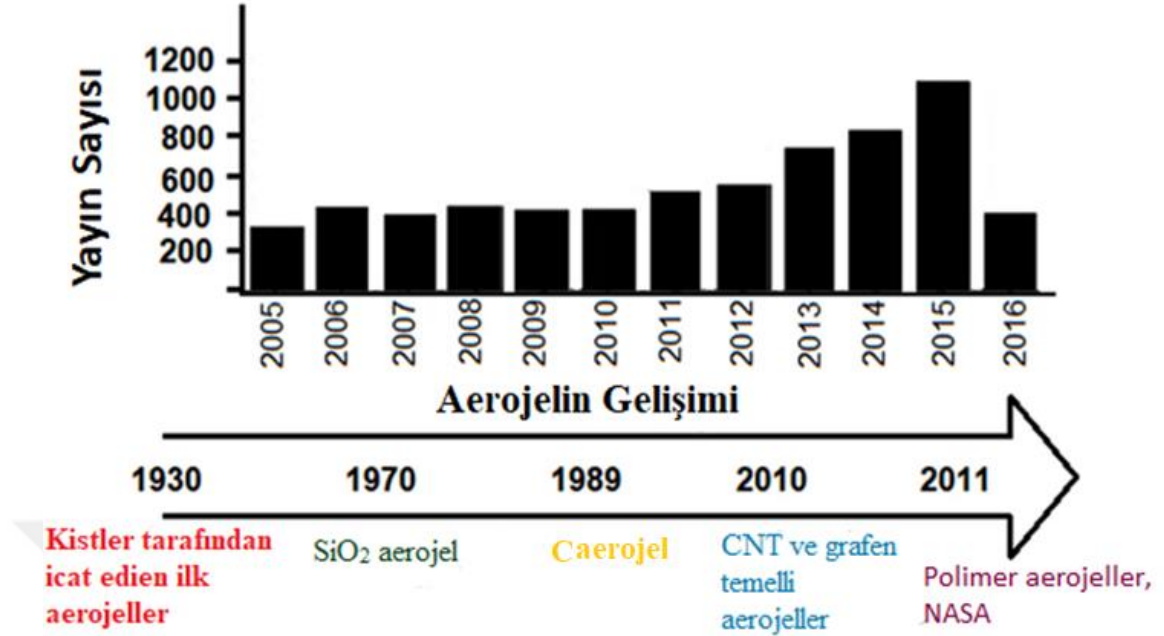
BİRİNCİ BÖLÜM
LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

1.1. AEROJELLER

Sol-jel tekniklerinde yaşanan gelişmeler son yıllarda gözenekli yapıdaki malzemelerin sentezini sağlamaktadır. Gözenekli yapıdaki malzemeler, yüksek yüzey alanları, gözeneklilik özellikleriyle absorpsiyon, kataliz, algılama gibi çeşitli uygulamalar için büyük önem taşımaktadır (Slater ve Cooper, 2015). Gözenekli yapıda olan bu malzemelerden biri de aerojellerdir (Gurav vd., 2010). Aerojeller, mikroskobik olarak, kümelenmiş nanopartiküllerin zayıf ağlarından oluşur ve bu malzemeler kendilerine ait üstün özelliklere sahiptir (Mateusz Bryning vd., 2007). Ayrıca aerojeller mezo ve makro gözeneklere sahip olan ve yapısının %95-99'unu hava oluşturan yapılar olarak da tanımlanabilmektedir (Kim vd., 2016). Aerojellerin yüksek poroziteye sahip olması, aerojellere düşük yoğunluk özelliği kazandırır ve büyük çoğunluğunun havadan oluşmasını sağlamaktadır. Ek olarak, aerojellerin, hacminin genişlemesine sebep olan yapılarındaki yüksek hava, spesifik yüzey alanının artmasına sebep olmaktadır (Chen vd., 2020). Bu durum ise aerojelleri, malzemeler içerisindeki en hafif katı yapmaktadır. Aerojellerin bilinen ve en yaygın fiziksel özelliği hafif olmasıdır. Genel olarak 0.020 g/cm^3 özgül ağırlığındadır (Hayase vd., 2014) ve havadan sadece 15 kat daha ağırdır. Işığı geçiren bir yapıda olması ve köpüğe bir benzer yapısının olmasından dolayı “donmuş duman, katı duman, mavi duman” gibi ticari isimler ile de adlandırılmaktadır (Sarı Yılmaz vd., 2015). Bu isimlendirmelerin aksine dokunuş hissi olarak polistiren gibidir.

Temel olarak aerojellerin üretimi, yapısındaki sıvının gaz ile yer değiştirilmesi prosesine dayanmaktadır. Bu noktada, ilk aerojeller silika jeller kullanılarak 1931 yılında Kistler tarafından sentezlendiği ve süper kritik kurutma kullanarak sıvıyı jelden uzaklaştırmayı başardıkları bildirilmiştir (Lee ve Park, 2020). Ayrıca Kistler silikadan başka, alümina, tungsten oksit, ferrik oksit, kalay oksit, nikel tartarat, selüloz, jelatin, agar vb. temelli aerojeller üretmeye çalışmışlardır. Kistler'in aerojel üretiminde kullandığı yöntemin yorucu ve zaman alması aerojellere olan ilginin fazla olmamasına neden olmuştur (Azum vd., 2021). 1968 yılında S.J Teichner öncülüğündeki ekip yarım gün içerisinde, Tetrametilsilan (TMS) ve NH_4OH baz katalizörü kullanarak silika aerojelleri geliştirmişlerdir (Patil vd., 2020). Bu gelişmelerden sonra aerojellere olan ilgi artmaya başlamıştır (Soleimani Dorcheh ve Abbasi, 2008). Şekil 1.1'de görüldüğü gibi, farklı aerojellerin üretimi, günümüze kadar gelişme sağlamıştır.

Şekil 1. 1: Aerojel üretimlerinin tarihçesi.



(Siddique vd., 2021).

Geçmişten günümüze aerojellerin uygulamalarına bakıldığında, 1974 yılında silika aerogel tabanlı ilk Cerenkov radyasyon (EK1) detektörü Cantin ve ark. tarafından geliştirildiği bildirilmiştir (Pierre ve Pajonk, 2002). 1983 yılında Arlon ve Mikroyapılı Malzemeler Grubu toksit TMOS bileşiği yerine daha güvenli olan TEOS'u bulmuşlardır (Patil, vd., 2020). 1983 sonlarına doğru ise aerojellerin kurutulmasında, alkol yerine CO₂ kullanılabileceği bulunmuştur (Salimian vd., 2018). Üretim teknolojisinde yaşanan gelişmeler, daha sonraki yıllarda artan ilgi ile aerojellerin; lazer deneyleri, sensörler, ısı yalıtımı, atık yönetimi, optik çalışmaları, kapasitörler, görüntüleme cihazları ve pestisitler gibi alanlarda uygulama alanları bulmuştur (Li vd., 2021). Isı yalıtımı noktasında, aerojellerin sahip oldukları açık gözenekli yapısı ve yüksek oranda havadan oluşması, malzemeye çok yüksek yalıtkanlık özelliği kazandırmaktadır (Adhikary, Ashish, vd., 2021). Aerojellerin bu özellikleri, ısı transfer iletimini engellemektedirler. Hava içeride dolaşmadığı için iyi bir konvektif inhibitör özellik göstermektedir (Jabbari vd., 2015). Bu özellikler ise aerojelleri yalıtım sektöründe iyi bir aday yapmaktadır (Hayase vd., 2014).

Aerojellerin üstün özellikleri belirtildiği gibi onları yalıtım malzemesinden, uzay çalışmalarına, enerji uygulamalarından sensör uygulamalarına gibi pek çok alanda kullanımının önünü açmıştır. Bunun sonucu olarak halen artan bir ilgi bulunmakta ve yeni alanlarda uygulamaya yönelik çalışmalar yapılmaktadır. Bu yeni uygulama alanları için

ise aerjel üretiminde kullanılan malzeme içeriğinde farklılıklar yapılmaktadır. Tez kapsamında ise yenilikçi modelleme yöntemleri kullanılarak, karbon sınıfındaki grafen aerjeller, silika aerjeller ve bu yapıların geliştirilmesi adına kevlar takviyeli ve seramik aerjellerin sentezi gerçekleştirilmiştir.

1.1.1. Silika Aerjeller

Silika aerjeller, düşük yoğunluğa ($0,003-0.5 \text{ g.cm}^{-3}$), yüksek özgül yüzey alanına ($500-1200 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$), düşük termal iletkenliğe ($0.005- 0.1 \text{ W/ (mK)}$) ve yüksek gözeneklilik (% 80-99.8), düşük dielektrik ($k= 1.0-2.0$) gibi üstün özelliklere sahip olan önemli bir malzemedir (Soleimani Dorcheh ve Abbasi, 2008; Maleki vd., 2014; Y. X. Chen vd., 2020). Silika aerjellerin bu özellikleri, özellikle ısı yalıtımı, katalizör destekleri, havacılık, yağ/su ayırma ve yağ sızıntısı temizleme gibi pek çok endüstriyel alanda kullanımını sağlamıştır (Li, Zhao, vd., 2020). Silika aerjeller, genellikle kırılmandır ve işlenmesi zordur (Zhao, Siqueria, vd., 2020). Silika aerjellerin bu kırılman yapılarının iyileştirilmesi amacıyla pek çok çalışma yapılmaktadır ve silika aerjellerin üstün özellikleri endüstriyel olarak kullanıma elverişli hale getirilmeye çalışılmaktadır (Koebel vd., 2016). Bu noktada, kırılman yapının güçlendirilmesi amacıyla; hibridizasyon, polimerlerin kullanımı veya aerjellere liflerin dahil edilmesi işlemleri gerçekleştirilebilmektedir (Ghica vd., 2020). Bu yapıların aerjelle katılması mekanik dayanım gibi özelliklerini artırırken, termal iletkenlik gibi özelliklerin azalmasını da sağlayabilmektedir. Ayrıca silika aerjellerin daha yüksek mukavemeti sahip olması adına karbon bazlı malzemeler veya elyaflar kullanılarak da güçlendirme uygulamaları yapılmaktadır (Patil vd., 2020). Silika aerjellerin yapılarının güçlendirilmesi özellikle yalıtım uygulamaları olmak üzere pek çok alanda kullanımlarının artmasına olanak sağlamaktadır (Hasan vd., 2017). Silika aerjeller, ısı yalıtımında başta olmak üzere, panellerde, pencerelerde, battaniyelerde sık sık kullanılmaktadır (He vd., 2019). Ayrıca silika aerjeller, binalardaki verimli ses emilimleri için de polyester örtüler ile kompozit çalışmaları yapılmış ve yüksek ses emme potansiyeli sergilemişlerdir (Talebi vd., 2019). Silika aerjeller petrol sızıntı temizliği için de çevre dostu bir araç olarak kullanılabilir (Renjith vd., 2021). Aerjellerin bu uygulama alanları ile ilgili yapılan çalışmalar, aerjellerin uygulama alanları ve literatür taraması bölümlerinde ele alınmıştır.

1.1.2. Grafen Aerojeller

Karbon arojeller, yüzey alanları, gözenek boyut dağılımları gözenek hacmi özellikleri ile üstün özelliklere sahip ve sentez koşulları ile yüzey özellikleri ayarlanabilen malzemelerdir (Moreno-Castilla ve Maldonado-Hódar, 2005; Xu vd., 2017). Karbon arojel türlerinden grafen arojellerin, grafen levhaların 3 boyutlu (3D) ağ yapısından oluştuğu bilinmektedir (Wang, Lu, vd., 2023). GA'ların sentezlenmesinde, grafen oksitin (GO), hem bazal hem de kenarlarda bulunan oksijen kısımlarının farklı bileşiklerle reaksiyona kovalent olarak girebilmesi iyi bir başlangıç malzemesi olmasını sağlamaktadır (Gorgolis ve Galiotis, 2017). Ayrıca, GO'nun indirgeyici ajanlarla veya hidrotermal, kimyasal, termal, mikrodalga, elektrokimyasal veya çapraz bağlama gibi birçok yolla grafene indirgenebilmektedir (Nassar vd., 2021).

GA'lar, GO öncüsünden başlayarak, gözenekli 3D grafen ağlarını bir araya getirmenin ana stratejilerinden olarak özellikle hidrotermal (Zhu vd., 2022), kimyasal indirgeme (Shadkam vd., 2020) yöntemleri kullanılmaktadır. GA'ların özelliklerine bakıldığında ise, düşük yoğunluk (Quan vd., 2022), yüksek gözeneklilik (González vd., 2019), iyi elektriksel iletkenlik (Tang vd., 2014) ve sıkıştırılabilirlik (Liu vd., 2016) özelliklerini göstermektedir (Zu vd., 2019). Aynı zamanda geniş enerji bandı (Li, Zhi vd., 2020), yüksek ısı yalıtımı (Yue vd., 2016) ve yüksek ışık emilimi özellikleri gösterebilmektedirler (Deng vd., 2020). Bu özellikleri grafen bazlı arojellerin, özellikle süper kapasitörler (Sui vd., 2015), şarj edilebilir piller (Huang vd., 2019) ve yakıt hücreleri gibi uygulamalarda kullanımlarında ilgi çekmektedir (Zhang vd., 2022). GA'ların elektriksel iletkenlikleri ve kararlı yapıları ise kontrol edilebilirdir (Kang vd., 2022). Ayrıca fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilebilmesi mümkündür ve günümüzde pek çok çalışma buna odaklanmaktadır (Zhang vd., 2021). Yapılan çalışmalarla ilgili ayrıntılı bilgiler uygulama alanları ve literatür taraması bölümünde verilmiştir.

1.1.3. Seramik Aerojeller

Seramik arojeller, üç boyutlu mimarilere sahip ve nanoyapılar tarafından bir araya getirilmiş oldukça gözenekli katılardır (Su vd., 2021). Seramik arojeller düşük yoğunluk, yüksek gözeneklilik, geniş yüzey alanları gösterirler (Farrell vd., 2021). Bu arojellerin üretiminde; alüminyum, silikon, titanyum veya zirkonyum oksitler, boritler vb. pek çok seramik malzeme kullanılabilir (Su vd., 2018; Liu vd., 2021). Bu malzemeler, geleneksel silika arojellere göre gelişmiş mukavemet ve termal stabilite

sunabilmektedirler (Xu vd., 2021). Ayrıca ısı yalıtım özellikleri, aşırı sıcaklıklara ve alev karşısı direnç sergileme özellikleri de gösterebilmektedirler (Dou vd., 2022). Seramik aerojellerin mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla, seramik lifler vb. kullanılabilir (Leventis vd., 2010). Bu noktada 1 boyutlu (1D) seramik liflerin oluşturulmasıyla 3D seramik aerojellerin üretimi oldukça ilgi çekicidir (Dou vd., 2020). Fakat amorf seramik liflerinin kristalleşme davranışları göstermesi, hızlı termal şok gibi durumlarda yapısal bozulmalara eğilimli olmaktadır (Xu vd., 2021).

Seramik aerojellerin bir başka önemli noktası da malzemeye elastiklik kazandırılmasıdır. Bu noktada malzeme üretiminde bazı dezavantajlar yaşanmasından dolayı pek çok çalışmada, seramik aerojellerin elastikliği üzerinde durulmuştur (An vd., 2020). Seramik aerojellerin elastikliğinin geliştirilmesi noktasında, organik polimerlerle çapraz bağlama işlemleri yapılabilmektedir ve bu polimerler de malzemenin ısı yalıtım performansını olumsuz etkileyebilmektedir (An vd., 2020). Bu kapsamda, arzu edilen seramik aerojellerin üretiminde hem yüksek sıcaklıklara dayanıklılık hem de elastiklik ön plana çıkmaktadır. Bu malzemeler; binalar için yalıtım malzemeleri (Vakifahmetoglu vd., 2021), havacılık bileşenleri (Mei vd., 2023), uzay araçları için termal koruma sistemleri (Wang, Liu, vd., 2023), katalizör destekleri (Luo vd., 2019), enerji depolama cihazları (Zambotti vd., 2023), sensörler (Song, Zhang, vd., 2022) ve filtrasyon membranları (Peng vd., 2021) için potansiyel uygulama sunmaktadırlar. Günümüzde, hafif seramik malzemelerin geliştirilmesi için yenilikçi, çevre dostu ve düşük maliyetli üretim yöntemlerinin araştırma ve çalışmaları halen sürmektedir (Huo vd., 2019).

1.2. AEROJELLERİN SENTEZİ

Aerajellerin sentez yöntemleri ve sentez aşamasında kullanılan malzemeler önemlidir. Bu noktada bu bölümde, aerajellerin genel üretim aşamaları ve kurutma tekniklerinden bahsedilmiştir.

1.2.1. Sol- Jel Yöntemi

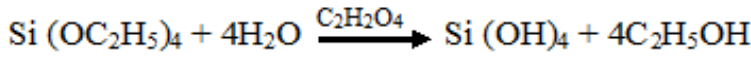
Sol jel yöntemi aerajel üretiminde en sık kullanılan yöntemlerden biridir. Sol-jel işlemi, çözelti içinde düşük sıcaklıklarda inorganik bir ağın kimyasal reaksiyonla sentezini veya çözülden kristalleşmeye karşı amorf bir ağ oluşumunu ifade etmektedir (Gurav vd., 2010). Bu yöntemde temel esas, ana malzemeler kullanılarak bir sol hazırlamaktır ve hazırlanan solların jelleşmesi için katalizör eklenerek jelleşme sağlanmaktadır (Soleimani Dorcheh ve Abbasi, 2008). Jelleşmeden sonra yapının

güçlendirilmesi ve kurutma esnasında yapının çatlamaması için yaşlandırma işlemi gerçekleştirilmektedir (Zhang, Huang, vd., 2020). Son olarak ise elde edilen jellerin kurutma işlemi gerçekleştirilmektedir.

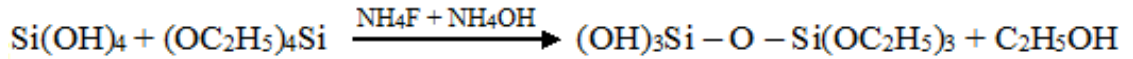
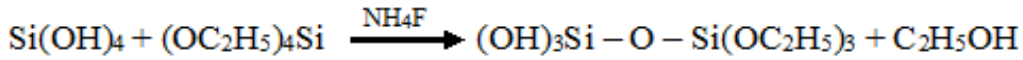
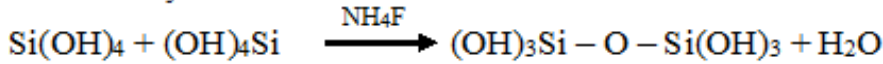
1.2.1.1. Hidroliz, Kondenzasyon, Jelleşme

Silika jelleri öncelikle, bir asit veya bir baz kullanılarak silikon alkoksit öncülerinin hidrolize edilmesiyle sentezlenmektedir (Gurav vd., 2010). Bu tür reaksiyonlar, organik öncülerin karbon atomları arasındaki bağların dallı (çapraz bağlı) yapılara veya doğrusal zincirlere yol açtığı organik kimyadaki bir polimerizasyon işlemi ile eşdeğerdir (Maleki vd., 2014). Jel oluşumu için; başlangıçta silika öncülleri bir çözücü (su, etanol vb.) ile karıştırılır ve hidroliz, yoğunlaşma reaksiyonları başlamaktadır. TMOS, TEOS hızlı hidrolize uğramasından dolayı sıklıkla tercih edilen silika öncüsü malzemelerdendir (Soleimani Dorcheh ve Abbasi, 2008). Jel oluşumundaki reaksiyonlar, aşağıda verilen denklemler de görüldüğü gibi, asit, baz veya iki aşamalı katalizle, silanol gruplarının oluşumu, hidroliz reaksiyonla başlamaktadır ve bu silanol grupların kondenzasyonu ile, siloksan bağını su ve alkol yan ürünleri oluşturmaktadır (Guzel Kaya ve Deveci, 2020). Aşağıda bir sol jel reaksiyonu verilmiştir (Gurav vd., 2008; Guzel Kaya ve Deveci, 2020):

Hidroliz:



Kondenzasyon:



1.2.1.2. Yaşlandırma

Yaşlandırma işlemi, aerojel yapısının sertleşmesini ve dayanıklılığını arttırmak için yapılan bir işlemdir. Bu işlem, parçacıklar arasındaki boyunları güçlendirir ve bu jelin güçlenmesini sağlayarak kurutma aşamasında jelin aşırı büzülmesini önlemeyi sağlamaktadır (Mazrouei-Sebdani vd., 2021). Bu yüzden aerojel üretiminde yaşlandırma süresi önemli olduğu ve genellikle etanol, metanol veya silan öncü çözeltileri (TMOS, TEOS) kullanılarak jellerin güçlendirildiği literatür çalışmaları ile görülmüştür (Iswar

vd., 2017; Iswar vd, 2019; Akhter vd., 2023). Yaşlandırma işlemleri, aerojel yapısının dayanıklılığını arttırılmasını ve aerojellerin uygulama alanlarını genişletilmesine olanak sağlamaktadır (Wang, Li, vd., 2021).

1.2.1.3. Jellerin Yüzey modifikasyonu

Jellerin yüzey modifikasyonu için en yaygın kullanımlardan biri trimetilklorosilan, heksametildisilazan (HMDS) veya heksametildisiloksan (HMDSO) solüsyonuna batırarak silis jel yüzeylerinin trimetilsilil gruplarıyla fonksiyonelleştirilmesidir (Mazrouei-Sebdani vd., 2021). Bu fonksiyonelleştirmedeki amaç genellikle aerojellere hidrofobik özellikler kazandırmak için yapılmaktadır (Nah vd., 2018; Khedkar vd., 2019). Aerojellerin yüzey modifikasyonu, ayrıca malzemelerin performansını artırmak için de kullanılmaktadır. Bu özelliklerin kazandırılması, aerojellerin özellikle adsorban uygulamalarında kullanılmasında çokça tercih edilmektedir (Guo vd., 2018).

1.2.1.4. Kurutma

Aerojellerin oluşturulmasındaki son adım kurutmadır ve aerojel için en kritik adımdır. Bu adımda, ortam basıncında, dondurarak veya süperkritik kurutma teknikleri kullanılmaktadır. Bu kurutma tekniklerinde temel amaç, gözeneklerin içinde bulunan sıvıyı uzaklaştırmaktır (El-Naggar vd., 2020).

1.2.1.4.1. Ortam Basıncında Kurutma

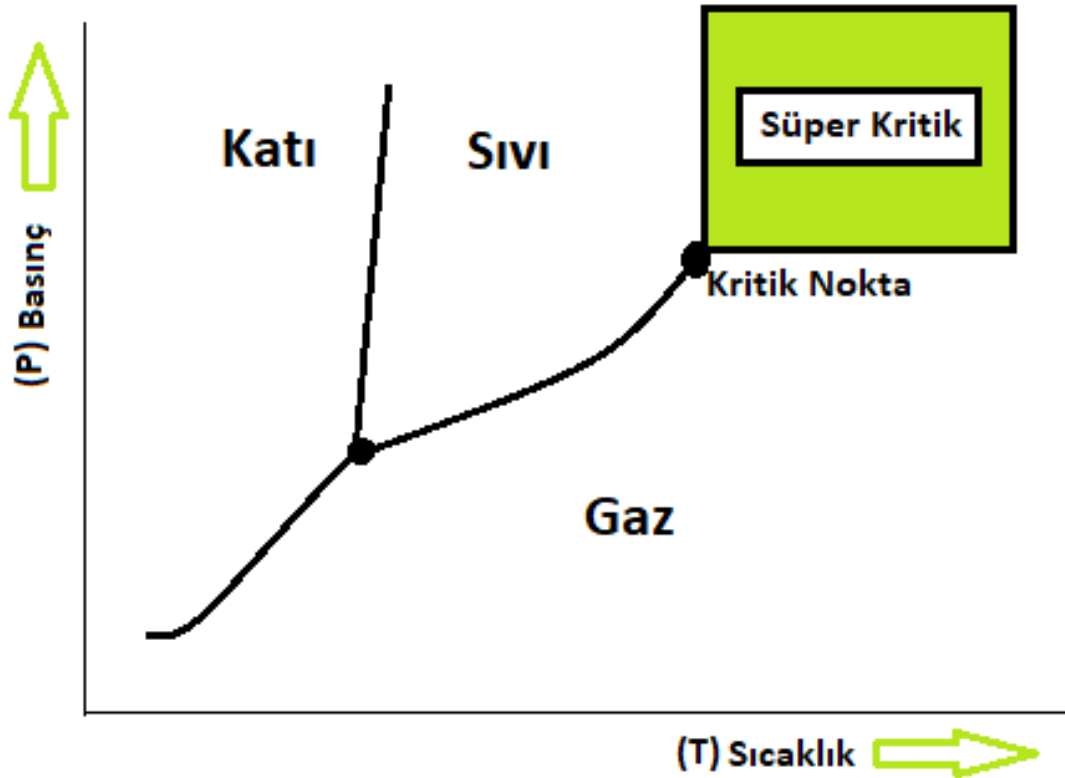
Ortam basıncında kurutmada, oda sıcaklıklarından 200° C'ye kadar farklı sıcaklıklarda ve ortam basıncında, jeldeki sıvının uzaklaştırılmasına dayanmaktadır (Şahin vd., 2017). Bu kurutma tekniğinde, ortam koşullarından dolayı jelde büyük kılcal gerilmelere ve bu da gözeneklerin çökmesine neden olabilmektedir (Kim vd., 2009). Bu kurutma tekniğinde düşük yoğunluklu ve yüksek yüzey alanına sahip malzemeler üretilmektedir (Wu vd., 2004). Aerojellerin ortam basıncında kurutulması güvenli ve ucuz bir yöntem olma avantajı göstermektedir (Bhagat vd., 2007). Birçok çalışmada aerojellerin ortam basıncında kurutulma tekniklerinin iyileştirilmesi ve optimum sıcaklıkların bulunması için çalışmalar gerçekleştirilmektedir (Wu vd., 2011; Liu, Zhang, vd., 2020; Xu vd., 2020).

1.2.1.4.2. Süper Kritik Kurutma

Süper kritik kurutma tekniğinde, yüksek ve düşük sıcaklıklar kullanılarak kurutma yapılabilmektedir. Şekil 1.2’de de görüldüğü gibi, bu sistemde, sıcaklık ve basınç kritik bir noktanın üzerine çıkarıldığında her molekülün serbestçe hareket edebildiği "süperkritik" bir sıvıya dönüşür ve yüzey gerilimi sona erer (Gurav vd., 2010). Böylelikle, bu teknik, jel gözeneklerinde herhangi bir ara buhar-sıvı geçişinin ve yüzey gerilimlerinin varlığını önleyerek, jel yapısının çökmesini önlemektedir (García-González vd., 2012). Bu teknikte, yüksek ve düşük sıcaklıklılarda kurutma işlemi gerçekleştirilebilmektedir. Yüksek sıcaklıkta süperkritik kurutma işleminde, jel içindeki çözücü süper kritik duruma ulaşana kadar ısıtıldığı ve basınçlandırıldığı bir otoklava yerleştirilir (Vareda vd., 2018). Süperkritik sıvı daha sonra sabit sıcaklıkta yavaşça dışarı atılır.

Düşük sıcaklıklardaki süper kritik kurutma yönteminde ise genellikle CO₂ kullanılmaktadır ve jel içindeki organik çözücünün CO₂ içinde çözünür olması gerekmektedir (Borrás vd., 2022). CO₂’nin uygun maliyetli olması, kolay bulunması, yanıcı ve zehirli olmamasından dolayı tercih edilen bir akışkandır (Dincer vd., 2007). Ayrıca CO₂’nin süper kritik duruma ulaşması için 74 bar basınç üzerinde ve 31°C’nin üzerinde ısıtılması gibi oldukça optimum parametreleri bulunmaktadır (Darpentigny vd., 2020). Yapılan çalışmalarda, süperkritik kurutma süresinin genellikle 4 saat sürdüğü ve farklı koşullar sağlanarak, yüksek yüzey alanına sahip aerojellerin elde edilebileceği öne sürülmüştür (Villegas vd., 2019). Ayrıca aerogel üretimde yüksek performanslı ürünler ortaya konulduğu için en çok kullanılan yöntemin süper kritik kurutma yöntemi olduğu da bildirilmiştir (Zhu, 2019). Bu noktada süper kritik kurutma yöntemi, aerojellerin porozitesini ve yapısal özelliklerini koruma yeteneğiyle bilinir ve pek çok çalışma ile bu durum desteklenmiştir (Baldino vd., 2020; Chen vd., 2022). Bu teknikte, porozitenin korunması aerojellerin iç yapısında hava boşlukları oluşturma özelliği ile ilişkilendirilebilir (Sakuma vd., 2021). Süper kritik kurutmanın birçok avantajı olsa da kurutma işlemi daha karmaşık ve pahalı bir prosestir (Knez vd., 2019).

Şekil 1. 2: Katı- sıvı- gaz faz diyagramı için basınç- sıcaklık korelasyonu.



(Barrios vd., 2019).

1.2.1.4.3. Dondurarak Kurutma

Dondurarak kurutma yöntemi ilk olarak Pajonk ve ark. tarafından icat edilmiştir (Pajonk, 1997). Bu yöntem, sıvı ve gaz fazı arasındaki faz sınırının olmadığı ve böylece kılcal basıncın önemli bir rol oynamadığı bir kurutma yöntemidir (Soleimani Dorcheh ve Abbasi, 2008). Bu yöntem, katı yapı korunurken jel benzeri bir maddeden su veya diğer çözücülerin çıkarılmasını içermektedir, bu da oldukça gözenekli ve hafif bir malzeme ile sonuçlanmaktadır (Ciftci vd., 2017). Dondurarak kurutma işlemi, başlangıç malzemesi olarak genellikle işlev gören bir jel oluşumu ile başlamaktadır. Jel oluşumundan sonra belli aşamalardan geçilerek kurutma sağlanmaktadır (Jin vd., 2004). İlk adım, jelin donma noktasının altına soğutulduğu donmadır. Bu, jel içindeki çözücünün katılarak buz kristalleri oluşmasına neden olmaktadır (Tyshkunova vd., 2022). Donma sıcaklığı ve hızı, aerogelin nihai özelliklerini önemli ölçüde etkileyebilmektedir (Guzel Kaya ve Deveci, 2020). Yavaş dondurma veya yönlü dondurma gibi kontrollü dondurma teknikleri, aerogel içinde hizalanmış gözenekler veya gradyanlar gibi belirli yapılar oluşturmak için kullanılabilir (Shao vd., 2020; Dong vd., 2022). Dondurulduktan

sonra ikinci adım süblimleşmedir ve burada donmuş çözücü sıvı fazdan geçmeden doğrudan katı fazdan gaz fazına geçmektedir (Bisson vd., 2007).

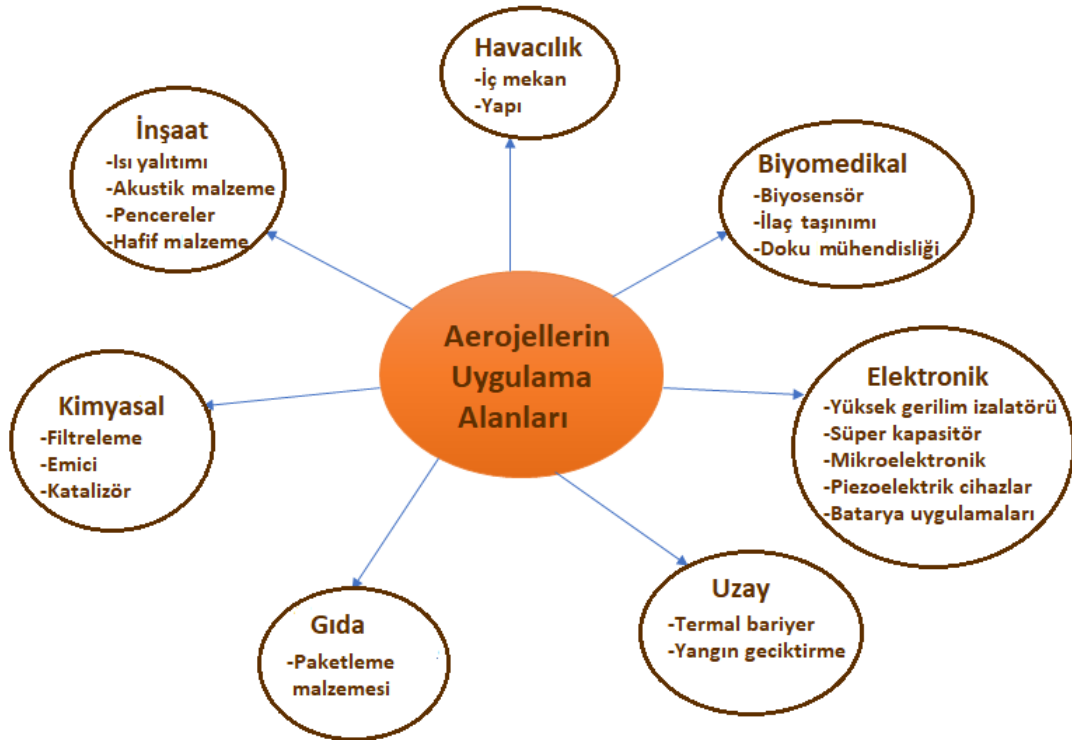
Süblimleşme işlemi, buz kristallerinin buharlaşmasına ve su buharı olarak kaçmasına neden olan ısı uygulamasını içermektedir (Walters vd., 2014). Dondurma işleminden sonra, oluşan buz kristalleri ise süblimleşme işleminde jel yapısına mekanik destek sağlayan bir yapı iskelesi görevi görmektedir (Shahbazi vd., 2020). Bu noktada buz kristali, yüzey gerilimi ve kılcal basınç gözenekli yapının, yaygın olarak çökmesine neden olmadan önce hızla erimekte ve buharlaşmaktadır (Fan vd., 2023). Süblimleşme işleminde, su buharının malzemeden difüzyonu yavaş bir işlem olduğundan önemli miktarda zaman alabilmektedir (Fourteau vd., 2021). Bu noktada ise arojellerin dondurarak kurutma işlemleri 24 ve 56 saat aralığında sürebilmektedir. Kurutmada, basınç ve sıcaklık koşulları ise, jel yapısını bozmadan sıvının uzaklaştırılması için önemli parametrelerdir (Guastaferrero vd., 2021). Ayrıca, malzemelerin dondurma aşamasından sonra erimemesine dikkat edilmelidir. Erime olduktan sonra tekrar dondurulması gözenekliliğin kaybolup, performansın düşmesine neden olmaktadır. Dondurarak kurutma, diğer kurutma yöntemlerine kıyasla arojel üretimi için çeşitli avantajlar sunmaktadır. İlk olarak, jel yapısının korunmasına izin vererek geniş bir yüzey alanına sahip oldukça gözenekli bir malzeme elde edilmesini sağlamaktadır (Borisova vd., 2015). Birbirine bağlı gözenek ağı, arojellere yüksek adsorpsiyon kapasitesi (Hasanpour ve Hatami, 2020) ve ısı yalıtımı gibi benzersiz özellikler sağlamaktadır (Lei vd., 2017). Bu kurutma sonucunda geleneksel arojellerin üretiminde numuneler genellikle toz şeklinde oluşmaktadır (Wu vd., 2017). Kurutma öncesi oluşturulan malzeme özellikleri veya farklı kompozit işlemleri sağlanarak kurutma sonrası yapının korunması da mümkündür (Zhao, Yang, vd., 2020). Dondurarak kurutma tekniği, çevre dostu, ekonomik ve basitliği ile yüksek gözenekliliğe ve düşük büzölmeye sahip arojel üretimi için kullanılabilir (El-Naggar vd., 2020).

1.3. AEROJELLERİN UYGULAMA ALANLARI

Arojeller, yukarıda da bahsedildiği gibi; binalar, otomotiv, optik, elektronik ve giyim vb. alanlarda kullanılan oldukça geniş yelpazeli potansiyel uygulamalarda kullanılabilir özellikler taşımaktadır. Şekil 1.3'de de görüldüğü gibi arojeller; biyosensör (Mahmoudpour vd., 2021), ilaç taşıma (García-González vd., 2021), doku mühendisliği (Mirtaghavi vd., 2020), yüksek gerilim izolatörü (González vd., 2004), süper kapasitör

(Korkmaz ve Kariper, 2020), mikroelektronik (Wang vd., 2017), piezoelektrik cihazlar (Song, Wu, vd., 2022), batarya uygulamaları (Yang vd., 2016), termal bariyer (Yoon vd., 2019), yangın geciktirme (Wang vd., 2018), gıdaların paketlenmesi (de Oliveira vd., 2019), filtreleme (Kim vd., 2016b), emici malzeme (Korhonen vd., 2011), katalizör (Cai vd., 2019), ısı yalıtımı (Zou ve Budtova, 2021), akustik malzeme (Mazrouei-Sebdani vd., 2021), pencereler (Jensen vd., 2004), hafif malzeme (Shu vd., 2022), antibakteriyel (Guzel Kaya vd., 2021) ve havacılık sektöründe yapı malzemesi (Bheekhun vd., 2013) olarak kullanım alanları oldukça geniştir. Bu noktada bu bölümde, bahsedilen uygulamalarla ilgili bilgi verilmiş ve yapılan bazı çalışmalardan kısaca bahsedilmiştir.

Şekil 1. 3: Aerojellerin uygulama alanları.



(Stergar ve Maver, 2016; Kumar ve Saxena, 2020).

Bu uygulamaları detaylı olarak incelemek gerekirse; arojeller, ısı yalıtımı için ileri teknoloji bir ürün olup, günümüzde en yüksek potansiyele sahip malzeme olarak görülebilir (Lamy-Mendes vd., 2021). Yalıtım malzemesi olarak kullanılan arojeller iyi bir yalıtım sağlayarak yüksek düzeyde enerji tasarrufu sağlayabilmektedirler. Yalıtım noktasında, silika arojel en çok kullanılan arojel türü olmakla birlikte, endüstriyel ve bina yalıtımı için yıllık 220 milyon ABD \$'lık bir pazara sahiptir (Zhao, Siqueira, vd., 2020). Isı yalıtımı olarak sadece inşaat sektöründe değil, aynı zamanda uzay araçları,

termal koruyucu giysi (Shaid vd., 2021), borular (Pastushkov vd., 2020), cihaz ve makineler gibi ısı yalıtımına ihtiyaç duyulan noktalarda kullanılabilir özellikler sergilerler. Aynı zamanda faz değıştiren malzemelerin (PCM) termal iletkenliğini azaltmak amacıyla da silika aerojel bazlı PCM uygulamaları da bulunmaktadır (Liu, Gao, vd., 2020). Aerojellerin, tekstil alanında da kullanılabilirliği noktasında yapılan bir çalışmaya örnek verilirse; yapılan bir çalışmada, aramid lifleri ile güçlendirilmiş bir silika aerojel üretimi gerçekleştirmiştir. Üretilen bu malzeme ile eldiven, baret yapılmış -196°C ile 400°C 'nin üzerindeki yüksek sıcaklık koşullarına dayanıklı, $0.034\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$ ısı iletkenlik katsayısı ile yüksek ısı yalıtımı performansı elde edilmiştir (An vd., 2021).

Aerojellerin diğ er çalışma alanlarına bakıldığında ise, yapılan çalışmalar aerojellerin petrol sızıntılarında verilen mücadelelerde çok iyi iş ler baş ardığı gösterilmiştir (Bidgoli vd., 2019; Wu vd., 2023). Bu noktada yapılan bir çalışmada, esterlenmiş süperhidrofobik nanofibrillenmiş selüloz bazlı aerojeller üretilmiş ve yağ/su karışımını geri dönüştürülebilir özellikte, mükemmel seçicilik gösterdiğ ini belirtilmiştir (Chhajed vd., 2019). Yapılan bir diğ er çalışmada ise kâğı t atıkları değerlendirilerek selüloz aerojel üretildiğ i ve üretilen bu aerojellerin ise üç farklı ham petrol için sırasıyla 18,4, 18,5 ve 20,5 g/g'lik yüksek absorpsiyon kapasitelerine ulaştıkları ve farklı sıcaklıklarda daha fazla absorpsiyon sağladıkları belirtilmiştir (Nguyen vd., 2013).

Aerojellerin ayrıca optik özellikler göstermesi, süper yalıtım pencereleri ve Çerenkov radyatörü (EK-1) gibi elektromanyetik (EM) radyasyon kullanan uygulamalar için oldukça elverişlidir (Wang vd., 2020). Bu noktada literatürde, elektromanyetik dalga emilimi noktasında yapılan bir çalışmada SiC nanofiber aerojeller kullanılmıştır ve elde edilen aerojellerin üstün mekanik özellikler sergilediğ i ve %90'dan fazla elektromanyetik dalga soğurma özelliğ i gösterildiğ i belirtilmiştir (An vd., 2019).

Aerojellerin yüksek yüzey alanı ve yüksek gözeneklilik özelliklerine sahip olması ilaç taşıyıcı sistemler uygulamaları için de ilgi çekmiştir (Lovskaya vd., 2015). Bu noktada yapılan araştırmalarda özellikle işlevselleştirilmiş aerojellerin ilaçların adsorpsiyonu ve salınımı üzerindeki pek çok uygulamada yüksek potansiyel sunmaktadır (Ulker ve Erkey, 2014). Bu bakımdan yapılan bir çalışmada, aerojel partiküllerinin Ibuprofen bir ilaç ile yüklendiğ i ve Ibuprofen'in pH kontrollü salınımında başarılı olduklarını belirtilmiştir (Alnaief vd., 2012). Ayrıca ilaç taşıyıcı sistemlerde kullanılabilecek aerojel üretiminin endüstriyel ölçekte üretilmesi ile ilgili çalışmalar

yapılarak çevresel etkileri üzerinde olumlu sonuçlar gösterdiği belirtilmiştir (De Marco vd., 2018).

Biyopolimer bazlı malzemeler kullanılarak üretilen aerojellerin özellikle antibakteriyel özellikleri ile ön plana çıkarak yaraların iyileştirilmesi noktasında uygulama potansiyeli sunduğu görülmektedir (Yahya vd., 2020). Ayrıca bu antibakteriyel özellikteki aerojellerin etin bozulmaması adına da yüksek uygulama potansiyeli göstermektedir. Bu konuda yapılan bir çalışmada karboksimetil selüloz ile in situ indirgenmiş nano-gümüş içeren antibakteriyel aerojeller üretilerek, 7 gün boyunca dolapta saklanan taze etin renk değişimi ve bakteri sayısında önemli derecede azalma meydana geldiği bildirilmiştir (Yang vd., 2022). Ayrıca birçok çalışmada antibakteriyel özelliklerin yanı sıra boya giderimi uygulamalarında da aerojellerin yüksek potansiyel sergilediği gösterilmiştir. Yapılan bir çalışmada şekillendirilebilir bakır-benzendikarboksilat/selüloz aerojel üretilmiş ve metilen mavisi bozulmasına karşı yüksek katalitik aktivite, aynı zamanda E. coli, S. aureus gibi bakterilere karşı antibakteriyel özellikler gösterdiği belirtilmiştir (Ren vd., 2022).

Karbon bazlı malzemelerin üstün iletkenlikleri noktasında elektronik uygulamalarda birçok araştırma ve uygulamalar yapıldığı bilinmektedir. Üstün fiziksel ve kimyasal özellikteki karbon aerojellerin üretilmesi, aerojellerin elektronik alanında da araştırma konusu olmasını sağlamaktadır (Lee ve Park, 2020). Bu noktada mükemmel şarj deşarj yeteneği gösteren süper kapasitör uygulamalarında yüksek gözenekliliğe sahip grafen bazlı aerojellerin yüksek performans gösterdiği yapılan araştırmalarla gösterilmiştir (Pottathara vd., 2020; Shaikh vd., 2021). Bu noktada yapılan bir çalışmada, grafen aerojellerin, 45 Wh kg^{-1} enerji yoğunluğu ve 1 A g^{-1} 'de 325 F g^{-1} spesifik kapasitans gösterdiği belirtilmiştir (Jung vd., 2015). Yine karbon bazlı aerojellerin bu üstün özellikleri enerji dönüştürme noktasında da dikkat çekmektedir (Alwin ve Sahaya Shajan, 2020). Özellikle yakıt hücresi uygulamalarında dikkat çeken aerojellerin yüksek gözeneklilik göstermesiyle, üstün gaz- sıvı kütle transferine sahip olduğu bilinmektedir (Yuan vd., 2019). Bu noktada yapılan bir çalışmada doğrudan metanol yakıt hücreleri için, rodyum dekoreli grafen aerojellerin sentezini bildirmiştir. Bu çalışma sonucunda metanol oksidasyonu için yüksek stabilite ve yüksek kütle aktivitesi gösterdiği belirtilmiştir (Yang vd., 2020). Yine bu tez kapsamında elde edilen grafen aerojellerin de metanol oksidasyon çalışmalarında kullanılabilir olduğu uygulamalar bölümünde gösterilmiştir.

1.4. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Literatür araştırması kapsamında, silika ve grafen aerogellerin üretimi ve farklı alanlarda kullanımları ele alınmıştır. Yapılan araştırmalar, silika ve grafen aerogellerin farklı malzemelerle kompoziti ile yeni özellikler kazandırıldığı görülmüştür. Farklı özellikler ise aerogellerin birçok alanda kullanımına olanak sağlamıştır. Literatür kapsamında elde edilen üretim ve kullanım alanları ayrıntılı olarak bu bölümde sunulmuştur.

Pan ve ark. tarafından yapılan bir çalışmada, silika aerogel üretimi için; MTMS, bütanol ve suyu karıştırarak, ayrıca su ve hidroklorik asiti birleştirilerek ayrı ayrı sollar hazırlanmıştır. Hazırlanan sollar MTMS ve su camı çözeltisi için 0:0.51 molar oranında olacak şekilde 10 dakika boyunca karıştırılmıştır. 2 M NH₄OH katalizörü pH 6.5 olana kadar eklenmiştir ve jelleşme 10 dk'da sağlanmıştır. Oluşan jeller ise oda sıcaklığında 2 gün bekletilmiştir. Elde edilen jeller -83°C 'de 8 saat dondurulmuştur ve dondurulan numuneler, 25 °C sıcaklıkta yaklaşık 48 saat vakumlu bir etüvde bekletilmiştir. Çalışma kapsamında kullanılan sol öncülleri farklı oranlarda kullanılmıştır ve elde edilen sonuçlarda MTMS oranının artması, gözenek hacmi ve ortalama gözenek çapını arttırdığı gözlemlenmiştir. Aynı zamanda MTMS oranının artması, malzemedeki hacimsel küçülmeyi azalttığı gözlemlenmiştir ve bunun dondurarak kurutma sırasında, CH₃ kılcal basıncının azalmasından kaynaklı olduğu belirtilmiştir. Sonuçlar MTMS/Su camı, 5/1 molar oranları kullanıldığında, en yüksek temas açısını (155,1°), en düşük termal iletkenliği (0,0226 W/m·K) ve en düşük yoğunluğu (0,083 g/cm³) gösterdiği belirtilmiştir. 550°C uygulanan aerogelin ise hala mükemmel termal kararlılık sağladığı açıklanmıştır (Pan vd., 2017).

Czlonka ve ark tarafından yapılan çalışmada, tri-izosiyanat monomeri kullanarak aseton içinde çözdürülmüştür ve su eklenmiştir. Hazırlanan solün ağırlığına göre, %0.3 veya %0.6 oranında trietilamin ilave edilmiştir. Elde edilen karışım ise kaplara alınarak bir gün boyunca 30°C'de yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen jeller aseton ile 3 kez yaşlandırma işlemi yapılmıştır. Elde edilen jeller farklı kurutma teknikleri ile kurutulmuştur. İlk olarak otoklavda karbon dioksit ile yer değiştirilmesi için solvent, 15°C'de tutulmuştur. Daha sonra, karbon dioksitin kritik noktasının (30°C ve 7.4 MPa) üzerindeki sıcaklık ve basınca ulaşmak için ısıtılmıştır. Diğer kurutma yönteminde ise, jeller tert-bütanol kullanılarak yaşlandırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen

jeller, buzdolabında -10°C 'de dondurmuştur ve dondurularak kurutulmuştur (Członka vd., 2018).

Çalışma kapsamında, elde edilen sonuçlarda, jelleşme süresi incelenmiştir. Jelleşme süresi 2-24 saat aralığında değiştiği ve katalizör oranı arttıkça bu sürenin kısaldığı görülmüştür. Elde edilen aerojellerin büzölmeleri gözlemlenmiştir ve dondurarak kurutma yönteminde daha fazla büzölme gerçekleştiği görülmüştür. Elde edilen malzemeler SEM ile karakterize edilmiştir ve izosiyanat konsantrasyonunun artışına bağlı olarak da büzölmenin azaldığı görülmüştür. Kullanılan her iki kurutma tekniğinde de belirgin bir çatlak olmadığı da belirtilmiştir. Çalışmada, malzemelerin yüzey alanı ve gözenek hacmi de belirlenmiştir. Bu noktada, süperkritik kurutma (SC) ile kurutulmuş malzemelerde, izosiyanat konsantrasyonu arttıkça yüzey alanı ve gözenek hacminin arttığı; fakat artan katalizörde ise bu alan ve hacmin azaldığı görülmüştür. Aynı zamanda elde edilen gerilim uzama eğrilerine bakıldığında, daha düşük konsantrasyondaki aerojellerin daha sünek olduğunu gösteren daha yumuşak geçişlerin olduğu grafik ile gösterilmiştir. Buna bağlı olarak hesaplanan young modülü hesaplarında, izosiyanat konsantrasyonu arttıkça arttığı görülmüştür. Daha yüksek katalizör oranına sahip aerojellerin ise daha esnek yapıda oldukları belirtilmiştir. Çalışma kapsamında, katalizör ve izosiyanat içeriğine bağlı olarak termal iletkenliğinin 0,026 ile 0,033 W/mK arasında değişkenlik gösterdiği bildirilmiştir. Termal iletkenlik olarak kurutma tekniklerinde dondurarak kurutma (FD) yöntemi ile elde edilen malzemelerin SC ile kurutulan yöntemle karşılaştırılabilir olduğu ve maliyet olarak daha uygun kurutma yöntemi olan FD'nin başarılı bir şekilde kullanılabilir olduğu belirtilmiştir (Członka vd., 2018).

Zhan ve ark. aromatik aminle modifiye edilmiş 3D gözenekli grafen aerogel (DGA) sentezi ve epoksi kompoziti için yaptığı çalışmada, öncelikle modifiye hummers yöntemi kullanarak GO sentezi yapılmıştır. Daha sonra farklı konsantrasyonlara sahip 10 mL GO solüsyonu hazırlanmıştır ve solüsyona 4,4-diamino-difenilmetan (DDM) ve 100 uL amonyak çözeltisi eklenmiştir. Hidrojel oluşumu için 90°C 'de 5 saat ısıtılmıştır. Kullanılan DDM, GO'nun oksijen içeren fonksiyonel gruplarını kimyasal reaksiyonla koordine edilebilirliği belirtilmiştir. Elde edilen jeller 24 saat boyunca asetonda tutulmuştur ve birkaç kez deiyonize su kullanılarak yıkanmıştır. Hidrojeller, aerogel eldesi için -50°C 'de 36 saat dondurularak kurutulmuştur. Daha sonra DGA ve epoksi (EP) kompoziti için, epoksi reçine ve DDM (kürleme maddesi), homojen olarak karıştırılmıştır. Daha önce hazırlanan DGA, epoksi reçineye daldırılarak, vakumlu fırında

30 dakika boyunca tutulmuştur. Son olarak, kürleme işlemi 90°C'de 1 saat, 130°C'de 3 saat ve 180°C'de 2 saat olacak şekilde ısıtılmıştır. DGA/EP kompozitlerinde, GO solüsyon konsantrasyonuna göre DGA miktarı belirlenmiştir (Zhan vd., 2020).

Malzeme karakterizasyonları için, TEM, SEM, FTIR, XPS, TGA, DMA analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen analiz sonuçlarına göre; DGA 200 µm gözenek boyutuna sahip olduğu, FTIR sonuçlarına göre DDM'nin başarılı olarak sentezlendiği, FTIR ve XRD sonuçlarının birbirini desteklediği bildirilmiştir. Elde edilen DGA'nın yük altında yapısal formunu koruduğu ve GO solüsyon konsantrasyonu artışına bağlı olarak basınç stresinin 4,8'den 46,7 kPa'ya kadar yükselebileceği ve yüksek kararlılık sergileyebileceği gösterilmiştir. Grafen yüzeyine DDM'nin eklenmesi, çok sayıda kimyasal grubun ortaya çıkartmıştır. DGA'nın epoksi reçineye dahil edilmesi ise yapısının güçlenmesini ve mekanik olarak yüksek özellikler sergilemesini sağlamıştır. DGA eklenmesi sonucu, saf epoksi reçine kompozitlere kıyasla, basınç dayanımı 44 MPa'dan 52 MPa'ya ve sıkıştırma modülü 693 MPa'dan 798 MPa'ya yükseldiği gösterilmiştir. DGA/EP kompozitlerinin elektriksel iletkenlikleri, yalnızca ağırlıkça %0,4 DGA eklenen epoksi matrisinde 12 kat artış sağladığı görülmüştür. Yapılan çalışmada elde edilen kompozitin elektriksel ve mekanik özelliklerinin önemli derecede iyileştiği yüksek performanslı ürünler ortaya konduğu bildirilmiştir (Zhan vd., 2020).

Riaz ve ark., geri dönüştürülebilir 3D grafen aerojel üretimin yağ emilimi uygulamasında kullanmak üzere sentezlemişlerdir. Çalışmada, öncelikle GO Hummer Yöntemi kullanılarak elde edilmiştir. Daha sonra elde edilen GO, aerojel sentezi için 10 mL grafen oksit çözeltisi hazırlanarak ($>2 \text{ mg mL}^{-1}$) teflon astarlı bir otaklava konulmuştur. 2 saat boyunca 160 °C'de tutularak hidrojel elde edilmiştir. Elde edilen jel, 24 saat boyunca dondurularak kurutulmuştur. Elde edilen aerojel yüzeyi için, perflorooktil-trietoksi-silan (POTS) 15 mL heksan içinde cam bir flakon içinde çözülerek bir çözelti hazırlanmıştır. Daha sonra 1 mL su ilave edilmiştir ve 15 dk. karıştırılmıştır. Grafen aerojel çözeltiye daldırılmıştır ve 12 saat yüzey fonksiyonel grupları ile reaksiyona girebilmesi için karıştırılmıştır. Daha sonra gece boyunca 80 °C'de ısıtılmış ve floroalkil-silan (FS)-GA elde edilmiştir. Çalışmada elde edilen sonuçlarda, ticari olarak kullanılan sorbentlerden 5 kat daha fazla sorpsiyon kapasitesi gösterdiği görülmüştür. Ayrıca yüzeyin floroalkil silan ile işlevselleştirilmesi, 20 gg^{-1} 'den, 5 gg^{-1} 'e düşen bir su emilimi göstererek daha hidrofobik bir yapı sergilendiği belirtilmiştir. Çalışmada elde edilen aerojellerin makro ve mezo gözeneklerinden kaynaklı olduğu

düşünülen, yağlar ve organik çözücülerin sorpsiyon hızının çok hızlı olduğu, GA'nın doyumluğa birkaç saniyede ulaştığı sonucuna varılmıştır. GA'nın sorpsiyon kapasitesi, yağlar için 58–70 gg⁻¹ ve organik çözücüler için 44–68 gg⁻¹ arasında değiştiği çalışmada belirtilmiştir. Aynı zamanda elde edilen malzemenin, yüksek mukavemet göstermesi, geri dönüştürülebilir bir malzeme olmasını sağlamıştır. Yani emilim gösteren GA, sorpsiyon ve desorpsiyon döngüsünü, kapasitesinde yüksek bir kayıp göstermeden farklı yöntemlerle geri kazandırabilir olduğu belirtilmiştir. Geri kazandırılan solvent miktarı, her döngüden sonra makalede, % 90'nın üzerinde olduğu belirtilmiştir (Riaz vd., 2017).

Li ve ark., aramid elyaflar kullanarak silika aerojel kompozitlerini geliştirmişlerdir. Bu çalışmada kullanılan KEVLAR®-49, öncelikle lif açma makinesi kullanılarak liflerin kabarık hale gelmesi sağlanmıştır. Aramid lif katmanlarının oluşması için ise press işlemi gerçekleştirilmiştir. Deneyde, TEOS, etanol, n-heksan, hidroklorik asit (%37) ve amonyak (%27) kullanılmış ve aramid elyaf takviyeli silika aerojel kompozitleri ortam basıncında kurutularak elde edilmiştir. Elde edilen karakterizasyon sonuçlarında $0,0227 \pm 0,0007 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ olarak düşük termal iletkenliğe sahip olduğu gösterilmiştir. Aynı zamanda yapıya aramid liflerinin takviye edilmesi, yapıda önemli bir esneklik kazanmasını sağlamıştır. Aramid lifleri ve yüzeyini kaplayan aerogeller ile olumlu arayüzey yapışması sergilediği ve elde edilen malzemenin boru yalıtımında uygulanabilir özelliklerde olabileceği belirtilmiştir (Li vd., 2016).

Ghica ve ark., Kevlar® hamurla güçlendirilmiş alümina-silika aerojel kompozitlerini hazırlamışlardır. Bu çalışmada, silika öncüsü olarak tetraetoksisilan (TEOS, %98 saflık) ve viniltrimetoksisilan (VTMS, %98 saflık) kullanılmıştır. Bu öncüller etanol ve oksilik asit sulu çözeltisi ile 27 °C'de 16 saat boyunca karıştırılarak silika sol oluşturmuşlardır. Daha sonra, Al/(Al+Si) molar oranı mol olarak %0 ila %15 aralığında olacak şekilde, alümina öncüsü, (alüminyum sek-bütoksit (ATSB, %97 saflık) ve alüminyum klorür heksahidrat (AlCl₃·6H₂O, %99 saflık)) sole eklenmiş, 1,5 saat boyunca 35 °C'de karıştırılmıştır. Bu işlemden sonra, Kevlar® hamuru eklenerek 30 dk daha karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Son olarak katalizör olarak NH₄OH, EDA, PO eklenmiştir. Her bir katalizör ayrı ayrı eklenmiş ve katalizörün etkisi incelenmiştir. Katalizör eklenmesinden sonra 27°C'de jelleşme görülmüştür. Elde edilen jeller, su ve/veya etanol ile 27°C'de 6 gün boyunca yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Ardından n-heptan kullanılarak, 4 gün boyunca 50°C'de solvent değişimi yapılmıştır. Solvent

değişimleri ise 12 saatte bir değiştirilmiştir. Yüzey modifikasyon işlemi için HMDZ kullanılmıştır. Son olarak ise 50 °C'de 16 saat; 60 °C'de 4 saat ortam basıncında kurutma, ardından 150 °C'de 2 saat kurutma ile alümina-silika aerogel kompozitleri elde edilmiştir. Çalışma kapsamında jelleşme için kullanılan malzemelerde en etkili NH₄OH olduğu için tercih edilmiştir. Aynı zamanda farklı silika öncülleri kullanılmış ve VTMS içeren aerojellerin daha yüksek termal kararlılık ve sertlik sağladığı belirtilmiştir. Çalışmada kullanılan farklı alümina öncüsü olarak ise ATSB miktarının artırıldığında ve TEOS/VTMS sisteminde jelleşme süresinde artış meydana geldiği görülmüştür. Çalışmada, TEOS bazlı silis matrisine, alümina öncüllerinin eklenmesi ile daha yüksek termal iletkenlik değerleri sağlandığı görülmüştür. Aynı zamanda çalışmada, NH₄OH kullanımının, EDA ile karşılaştırıldığında daha düşük termal iletkenliğe sahip alümina-silika aerojelleri elde edildiği ve daha düşük büzülme sağladığı belirtilmiştir. Yıkama için kullanılan malzemelerde ise etanol ve heptanın en etkili olduğu görülmüştür. Sonuçlar, AlCl₃ ile hazırlanan aerojeller için yığın yoğunluğu ve termal iletkenlik testlerinin sonuçlarının çok daha düşük değerler gösterdiği belirtilmiştir (Ghica vd., 2022).

Shah ve ark.yaptığı çalışmada, aramid nanofiber takviyeli üç boyutlu grafen hidrojelleri süper kapasitör elektrotları için elde edilmiştir. Çalışmada, GO sentezi, Modifiye Hummers metodu kullanılarak elde edilmiştir. Elde edilen GO ile 200mL'lik bir dispersiyon hazırlanmış ve 200 mL DMSO içerisine ilave edilmiştir. Karışım 30 dk sonikasyona maruz bırakılmış ve suyun çıkarılması için döner buharlaştırma işlemi uygulanmıştır. Aramid nanolifleri için ise satın alınan Kevlar® (K69) ipliği ve KOH, 2 mg/ml ve 3 mg/ml konsantrasyonlarda DMSO içerisine eklenmiştir. Karışım koyu kırmızı renk alana kadar karıştırılmıştır. Elde edilen GO/DMSO (10 mg/ml) dispersiyonuna aramid nanolif/DMSO karışımı (0.2 mg/ml), ilave edilerek vorteks ile karıştırılmıştır. Karışım sonucunda ise dH₂O eklenerek 2 saat boyunca manyetik karıştırma yapılmıştır. Karışım su ile çözücü yer değişimi yapılarak yapıya GO-ANF karışımı, 10 mg/ml GO yüklemeli bir GO-ANF bulamacı verecek şekilde döner bir buharlaştırıcıda konsantre edilmiştir. Jelleşme sağlanması için ise amonyum hidroksit kullanılmıştır ve ısıtılma sağlanarak jelleşme elde edilmiştir. Elde edilen jel yapısı dH₂O ile yıkanmıştır. Daha sonra yapıda ek kimyasal indirgeme sağlanması amacıyla, hidrojelleri 40 mg/ml sulu L-sodyum askorbat solüsyonunda 90 °C'de 5 saat işlenmiştir. Tekrar dH₂O ile yıkama işlemine tabi tutularak aramid nanofiber takviyeli grafen hidrojelleri elde edilmiştir. Elde edilen malzemenin elektriksel iletkenlik ölçümleri

gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın, yük taşıyan enerji depolama cihazlarının geliştirilmesinde, rGO hidrojel elektrotlarının tasarlanmasına yönelik araştırmalara yön gösterdiği belirtilmiştir (Shah vd., 2020).

Zhu ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, PVA nanolif esaslı, hafif, esnek ve çok fonksiyonlu aerojellerin tasarımı konusunda çalışma gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada, öncelikle 8g PVA, 92 g deiyonize suda 95 °C'de 4 saat karıştırılarak hazırlanmıştır. Hazırlanan solüsyon elektro-eğirme için 20kV voltajda nanofiberler üretilmiştir. Elde edilen NF'ler su direncinin artırılması amacıyla, sırasıyla 0, 120 ve 200 °C'de 2 saat vakumlu fırında stabilize edilmiştir. Bunun sonucunda elde edilen NF'ler ise 10000 RPM'de 30 dk boyunca homojenizatör kullanılarak dH₂O içerisinde dağıtılmıştır ve farklı konsantrasyonlarda jelatinleştirilmiş nişasta ilave edilerek 20 dk daha karıştırılmıştır. Nişasta çözeltisinin 100 °C'de 30 dakikada işlenmesi ile de jelatinleştirilmiş nişasta elde edilmiştir. Elde edilen homojen karışım ise bir kalıba alınarak, -90°C'de 2 saat tutulmuştur ve 72 saat dondurularak kurutulmuştur. Son olarak ise mekanik esnekliğe sahip bir aerogel elde etmek için, 180°C'de 2 saat boyunca çapraz bağlanması sağlanmıştır. Çalışmada aerogelin 1000 katına dayanabilen sağlam bir yapının elde edilmesi için, toksik bağlayıcılarının kullanılmadığı belirtilmiştir. Elde edilen yapının yüksek gözenekliliğe (%99,1) ve mükemmel ısı yalıtım performansına, yüksek esnekliğe ve düşük ısı iletkenliğine ($0,033 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) sahip olduğu açıklanmıştır. Çalışma kapsamında özellikle stabilizasyon işleminin önemi vurgulanmıştır. Bu noktada stabilizasyon yapılmayan malzemenin, ilk şeklini koruyamadığı, deforme olduğu ve büzülme gösterdiği SEM karakterizasyonu yapılarak da desteklenmiştir. Aynı zamanda yapıda nişastanın kullanılmasında, görüntüyü etkilemediği; fakat nano elyafları birbirine bağlamak için yapıştırıcı görev üstlendiği ve mekanik özelliklerin gelişmesinde katkı sağladığı belirtilmiştir. Çalışma kapsamında elde edilen aerojellerin, termal giysiler, giyilebilir elektroniklerde hareket sensörleri için ideal olduğu ve hava filtresi uygulamalarında da kullanıma uygun malzemeler olduğu açıklanmıştır (Zhu vd., 2020).

Pan ve arkadaşları, iki farklı geleneksel dondurarak kurutma (C-FD) ve püskürterek dondurarak kurutma (S-FD) tekniği kullanarak silika aerogel sentezi yapmışlardır. Bu çalışmada, geleneksel olarak, sol bazlı malzeme, Na⁺ reçinesi ile işlenmiştir ve katalizör olarak NH₃.H₂O eklenmiştir. pH 6.5 olarak ayarlamıştır ve 10 dk sonra jel olduğu gözlemlenmiştir. Ardında jel 1 gün boyunca yaşlandırılmıştır ve sıvı nitrojen kullanılarak dondurulmuş, dondurarak kurutulmuştur. Püskürterek dondurarak

kurutma işleminde ise sol aynı şekilde hazırlanmıştır ve pH 3.5'e ayarlanarak tert-butil alkol ilavesi gerçekleştirilmiştir. Sol, 0.4 mm iç 1.6 bar sabit basınçta atomizesi sağlanarak, sıvı nitrojene batırılmış bir bakır kalıba püskürtülmüştür. Son olarak ise dondurularak kurutulması sağlanmıştır. Elde edilen aerojeller karşılaştırılmış ve daha düzenli gözenek yapısı, bozulmamış silika jeller olarak püskürtülerek kurutulan yöntemde olduğu görülmüştür. Gözenek yapılarında, C-FD aerojellerin spesifik yüzey alanı 535,8 m²/g olarak, S-FD aerojelin 761,3 m²/g olarak bulunmuştur. Daha sonra elde edilen malzemelere 600°C'de 5 saat ısıl işlem yapılmıştır ve elde edilen sonuçlar SEM karakterizasyonu ile desteklenmiştir. Yapılar incelendiğinde S-FD yöntemi ile hazırlanan aerojellerin termal iletkenliğini koruduğu ve yapısında bozulma göstermediği görülmüştür. C-FD yönteminde ise yapısında ciddi aglomerasyonların olduğu gösterilmiştir. Sonuç olarak S-FD yönteminin klasik yöntemlerden çok daha iyi sonuçlar verdiği gözlemlenmiştir (Pan vd., 2018).



İKİNCİ BÖLÜM
MATERYAL METOD

2.1. KULLANILAN BAŞLANGIÇ MALZEMELERİ ve CİHAZLAR

Aerojel oluşturulması için kullanılan tüm malzemeler Tablo 2.1’de listelenmiştir. Kullanılan cihazlar, materyaller ve kullanım görevleri ise Tablo 2.2’de gösterildiği gibidir.

Tablo 2.1. Kullanılan hammaddeler ve özellikleri.

Kimyasal/ Hammadde Adı	Kullanım Görevi	Marka ve Saflık Derecesi	Saflık Derecesi
TEOS	Silika aerojel sentezi	Sigma-Aldrich	%99
HCl	Silika aerojel sentezi	Merck	%37
NH ₃	Silika aerojel sentezi	Merck	%25
Etanol	Silika aerojel sentezi	Merck	%96
Grafit Tozu	Grafen oksit sentezi	Sigma-Aldrich	<20 µm
H ₂ SO ₄	Grafen oksit sentezi	Sigma-Aldrich	%97
NaNO ₃	Grafen oksit sentezi	Sigma-Aldrich	%99
KMnO ₄	Grafen oksit sentezi	Merck	
Hidrojen Peroksit	Grafen oksit sentezi	Sigma-Aldrich	%35
Askorbik Asit	Grafen aerojel sentezi	Sigma-Aldrich	%99
N-hexane	Grafen oksit sentezi	Tekim	%95
Kevlar	Kevlar takviyeli aerojel sentezi	Ticari	-
DMSO	Kevlar takviyeli aerojel sentezi	Isolab	%99.9
KOH	Kevlar takviyeli aerojel sentezi	Balmumcu Kimya	%85
Fosforik asit	Seramik aerojel sentezi	Sigma-Aldrich	%85
PVA-1788	Seramik aerojel sentezi	Homojen Kimya	%96.82
PAM	Seramik aerojel sentezi	Teget Kimya	%95
Zr	Seramik aerojel sentezi	Toz Metal	%99
Boron	Seramik aerojel sentezi	Toz Metal	%99
PtCl ₄	Yakıt hücresi anot katalizör sentezi	Sigma-Aldrich	%99
NaBH ₄	Kimyasal indirgeme ajanı	Sigma-Aldrich	%98
Fe ₃ O ₄	Yakıt hücresi anot katalizör sentezi	Sigma-Aldrich	%99
Nafion D-521	Yakıt hücresi katalizör sentezi	Alfa Aesar	%5
DMF	Yakıt hücresi katalizör sentezi	Sigma-Aldrich	%99
Metanol	Metanol oksidasyon çalışması	J. T. Baker	%99
dH ₂ O	Tüm sentez aşamaları	Elga- Saf Su Cihazı	-

Tablo 2.2: Kullanılan cihaz, materyaller ve kullanım amaçları.

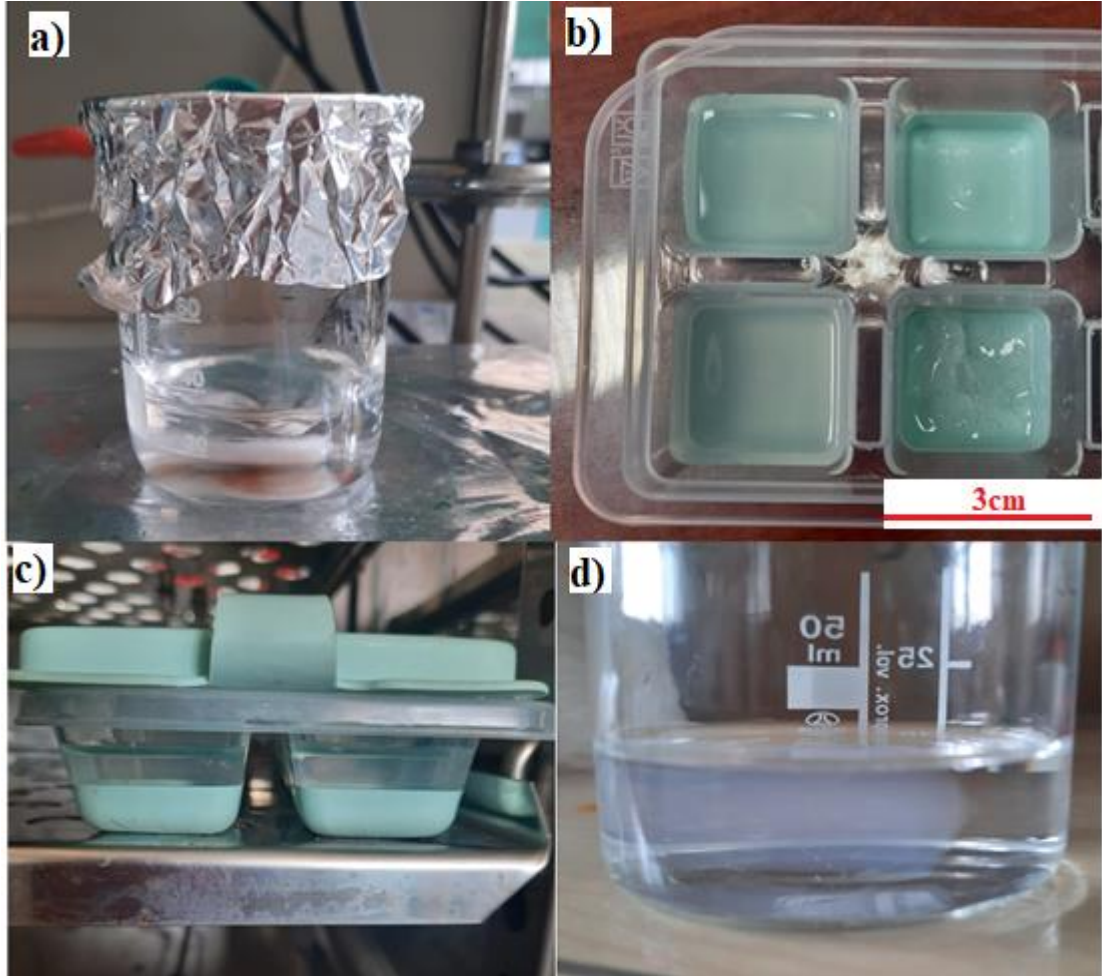
Cihaz ve Kullanılan Materyaller	Kullanım Amacı
Liyofilizatör Cihazı	Malzemelerin Dondurarak Kurutulması
Perfüzyon pompası	Şırıngadan Akacak Solüsyon Hızının Ayarlanması
Döner Silindir/ Alüminyum folyo	Fiberlerin Döner Silindir Üzerindeki Alüminyum Folyo Üzerinde Toplanması
Elektrospinnig Cihazı	Fiber Elde Edilmesi
Mufla Fırını	Malzemelerin Kalsinasyon İşlemi
Etüv	Malzemelerin Jelleşmesi
Mixer/ Karıştırıcı/ Parçalayıcı	Malzemelerin Homojenleştirilmesi
-80°C Buzdolabı	Malzemelerin Dondurulması
Ultrasonikasyon	Kimyasalları Karıştırılması
Manyetik Karıştırıcı	Kimyasalların Karıştırılması
Shlenk Sistemi	Kimyasal İndirgemedede Kullanılan Sistem
Beher	Kimyasalların İçinde Karıştırılması
Şırınga	Elektrospinnig Cihazı
Farklı ölçülerde kalıplar	Homojenleştirilen Malzemenin Kalıplara Alınması
Potensiyostat Cihazı	Yakıt Hücresi Uygulaması
Termal Kamera	Malzeme Karakterizasyonu
UV-Vis	Malzeme Karakterizasyonu
FTIR	Malzeme Karakterizasyonu
SEM	Malzeme Karakterizasyonu
XRD	Malzeme Karakterizasyonu

2.2. SİLİKA AEROJELLERİN İMALATI

Silika arojelin sentezi için, başlangıç olarak TEOS, dH₂O, HCl, NH₃, Etanol kullanılmıştır. Kullanılan malzemelerden öncelikle TEOS, Etanol, dH₂O ve HCl bir beherde ağırlıkça 3:7:2:0.007 oranında manyetik karıştırıcıda bir buçuk saat boyunca karıştırılmıştır. Başka bir beherde ise Etanol, dH₂O ve NH₃ ağırlıkça 10:2.6:0.007 oranında yarım saat boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Elde edilen TEOS karışımına, NH₃ karışımı yavaşça eklenmiş ve 20 dk boyunca tekrar karıştırılmıştır (Şekil

2.1a). Elde edilen sol, bir kaba dökülmüş (Şekil 2.1b) ve 50°C’de etüvde bekletilmiş (Şekil 2.1c) ve 2 saat sonunda jelleşme gerçekleşmiştir. Elde edilen jeller, etanol ile 3 gün boyunca yaşlandırılmış ve dH₂O ile, her 24 saatte bir yenilenmiştir. Bunun sonucunda yaşlandırılan jeller -80°C’de dondurulmuş ve dondurularak kurutulmuştur.

Şekil 2. 1: a) Silika sol, b) Silika solün kaba aktarılması, c) Silika solların etüvde tutulması, d) Silika jellerin yaşlandırılması, aşamaları.



Kurutulduktan sonra elde edilen silika aerogeller toz formunda Şekil 2.2.'de gösterildiği gibidir.

Şekil 2.2: Kurutma sonrası elde edilen toz silika aerogeller.



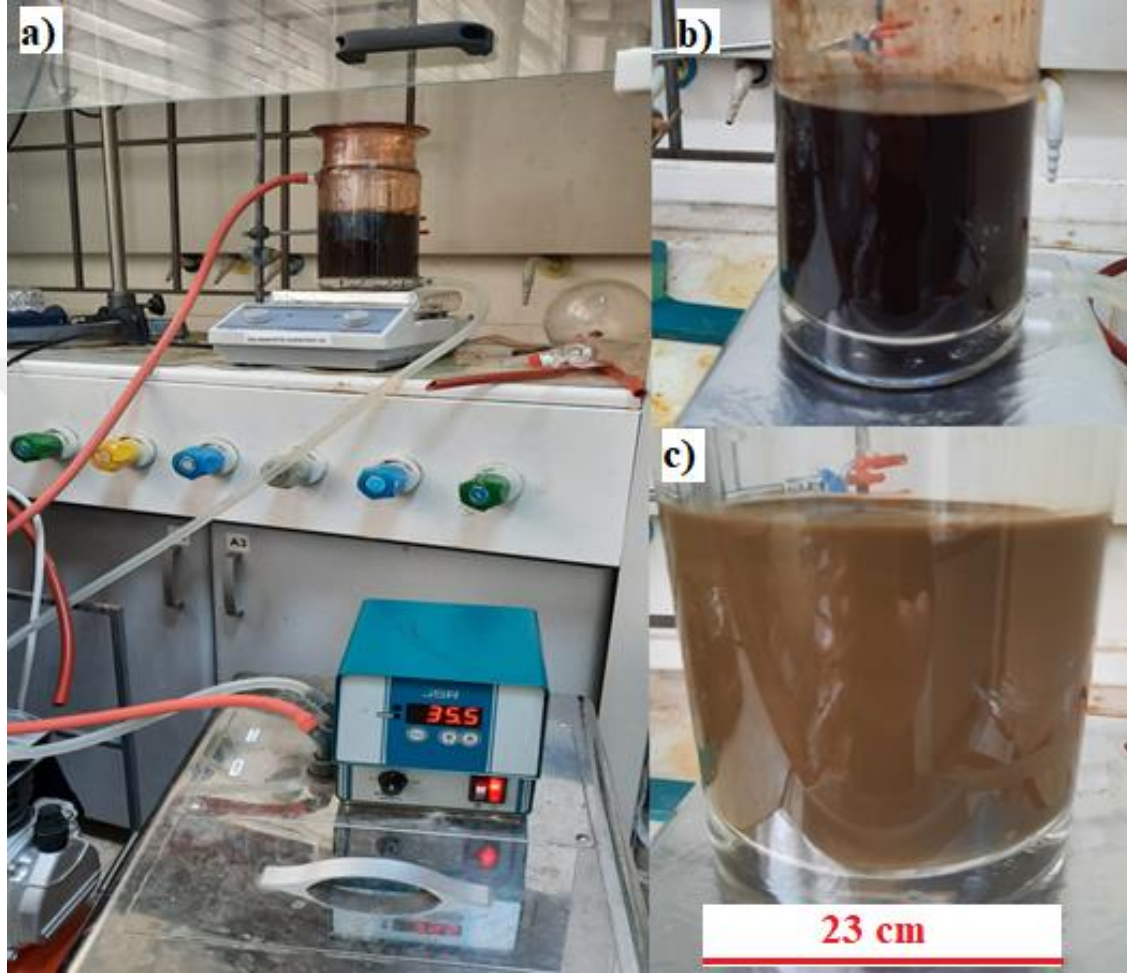
2.3. GRAFEN AEROJELLERİN SENTEZLENMESİ

2.3.1. GO Sentezi

GO sentezi modifiye hummers metodu kullanılarak ilgili literatürlere göre buz banyosu kullanılarak sentezlenmiştir (Yazici vd., 2016; Zaaba vd., 2017). Sentezde ilk olarak, 2.5 g toz grafit tozu, 57.5 mL H_2SO_4 , 1.25 g $NaNO_3$ ilave edilmiş ve 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Daha sonra $KMnO_4$ karışıma eklenmiş ve bu esnada sıcaklığın $5^\circ C$ altında olması sağlanmıştır. Daha sonra ise sıcaklık $35-38^\circ C$ 'lerde olacak şekilde 2 saat daha karıştırılmıştır. Karışıma 250 mL dH_2O eklenerek 1 saat daha karıştırılmış ve 4.2 mL hidrojen peroksit de eklenerek 2 saat daha karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Şekil 2.3'te GO sentezinde kullanılan sistem ve karışım esnasında çekilen görüntüler

verilmiştir. Hidrojen peroksitin karışıma eklenmesiyle rengin kahverengiye döndüğü açık bir şekilde görülmüştür (Şekil 2.3c).

Şekil 2.3: a) GO sentez düzeneği, b) Hidrojen peroksit eklenmeden önceki karışım, c) Hidrojen peroksit eklenmesiyle karışımdaki siyah rengin kahverengiye dönmesi.



Son olarak elde edilen karışım %5'lik HCl solüsyonu ve dH₂O ile 3-4 kez yıkanmıştır. Yıkama işleminden sonra ise Etüvde 45°C'de numune kurutulmuştur. Kurutma işlemi sonrası elde edilen GO'lar Şekil 2.4'te gösterildiği gibidir.

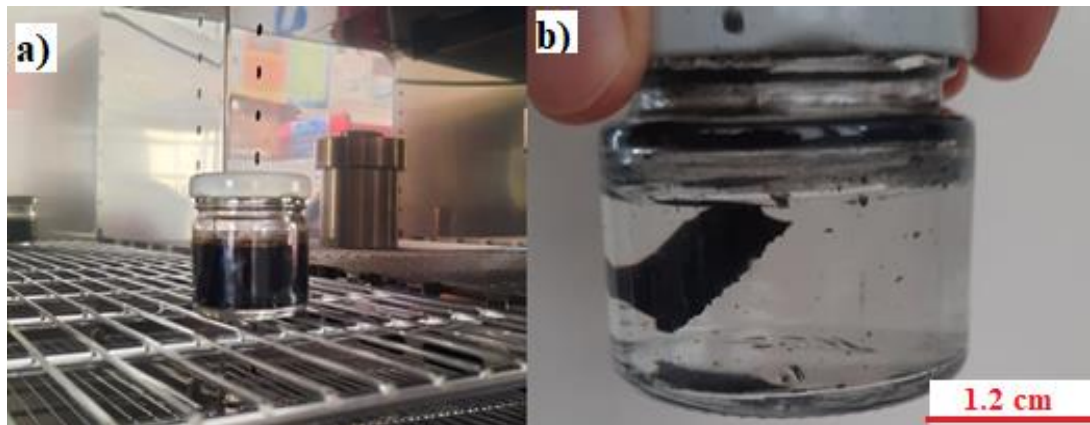
Şekil 2. 4: Kurutmadan sonra elde edilen grafen oksit.



2.3.2. GA'ların Sentezlenmesi

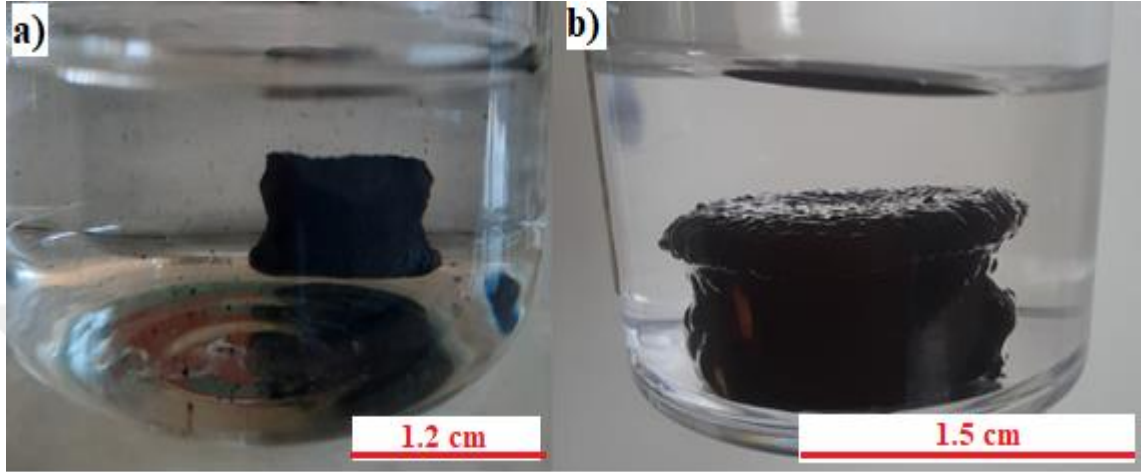
Elde edilen GO'lar, dH₂O kullanılarak bir dispersiyon hazırlanması için 30 dk boyunca sonikasyon işlemine maruz bırakılmıştır. GO tozu 1/4 mg/mL olacak şekilde dH₂O'ya eklenmiştir. Elde edilen dispersiyona 240 mg askorbik asit eklenmiştir ve 95°C'de gece boyunca etüvde bırakılarak jelleşme sağlanmıştır (Şekil 2.5).

Şekil 2.5: a) AA eklenmiş GO dispersiyonunun etüve konulması, b) Jelleşmenin gerçekleşmesi.



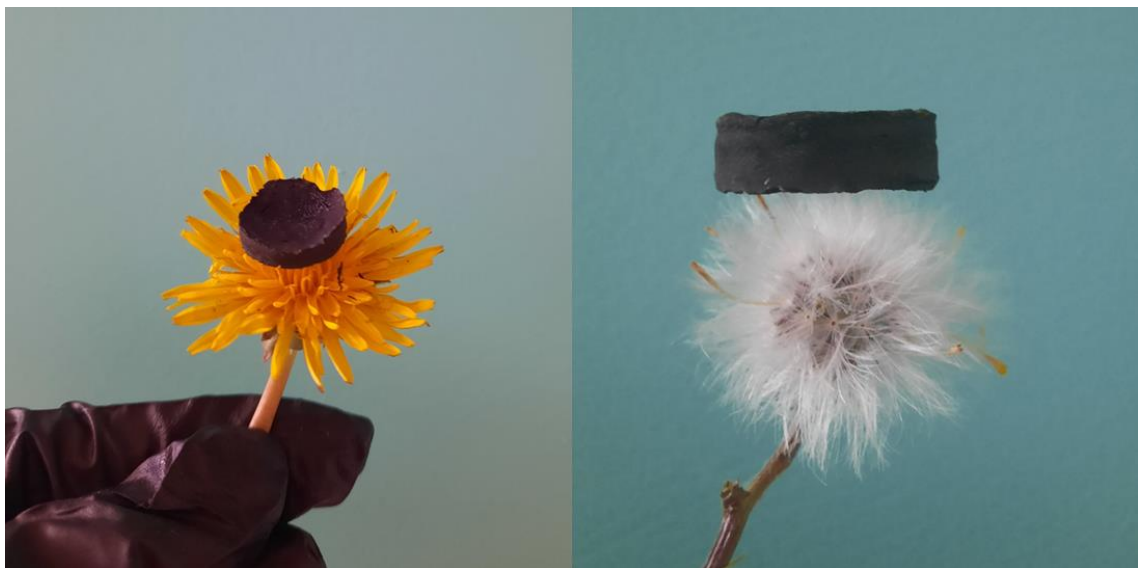
Elde edilen jeller Şekil 2.6a'da görüldüğü gibi dH₂O içinde 3 gün boyunca yaşlandırılmıştır. 1 gün boyunca ise n-hexane içinde yaşlandırma işlemi gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.6b).

Şekil 2.6: a) dH₂O içinde jelin yaşlandırma işlemi, b) n-hexan içinde jelin yaşlandırma işlemi.



Yaşlandırma işleminden sonra, dondurma işlemi için jeller -80°C'ye bırakılmıştır. Son olarak, liyofilizatör cihazı kullanılarak, jeller dondurularak kurutulmuştur. Kurutma sonrası elde edilen grafen aerogeller Şekil 2.7'de gösterilmiştir.

Şekil 2.7: Kurutma sonrası elde edilen GA'ların farklı çiçekler üzerindeki görüntüleri (GA'ların hafifliğinin vurgulanması amacıyla çiçek kullanılmıştır).



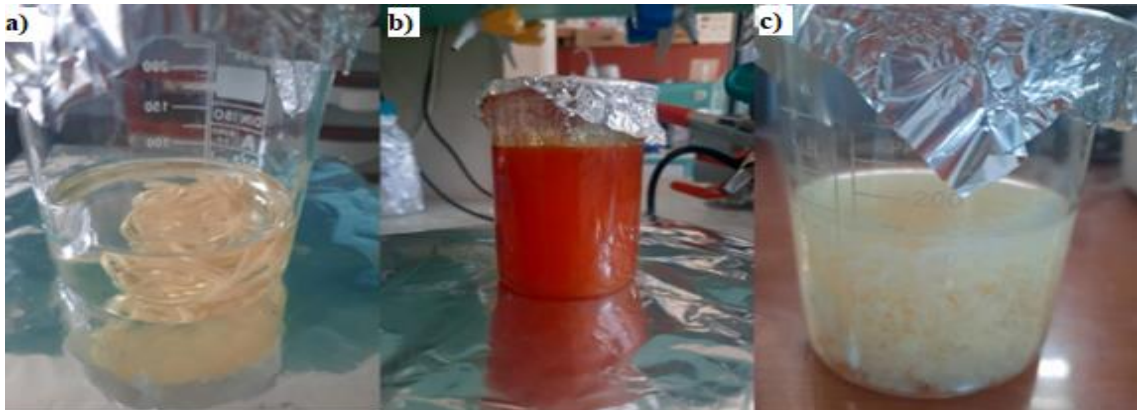
2.4. KEVLAR TAKVİYELİ VE SERAMİK AEROJELLERİN SENTEZLENMESİ

Silika aerogellerin kırılğan yapıda olmalarının giderilmesi amacıyla pek çok çalışma yapılmaktadır. Bu çalışmalardan biri de fiber veya kevlar vb. kumaşlarla aerogel kompozitlerinin güçlendirilmesidir. Çalışma kapsamında ise, kevlar silika ve kevlar grafen aerogelleri sentezlenmiştir. Aynı zamanda, silika sollar hazırlanarak fiberlerin sentezlenmesi sağlanarak, silika bazlı seramik aerogelleri sentezlenmiştir. Sentezlenen aerogellerin sentez yöntemi aşağıda ayrıntılı bir şekilde sunulmuştur.

2.4.1. Kevlar Takviyeli Silika ve Grafen Aerogellerin İmalatı

Çalışma kapsamında kevlar kumaşı kullanılarak kevlar silika ve kevlar grafen aerogeller sentezlenmiştir. Silika kevlar sentezi için, öncelikle 0.4 g kevlar elyafı, 80 mL DMSO ve 0.4 g KOH ile karıştırılmıştır. Daha sonra karışıma 4 mL dH₂O ilave edildi. Karışım, kevlar elyaflarının dağılımı sağlanana kadar karıştırılmıştır (yaklaşık 5 saat) (Şekil 2.8a). Karıştırma sonucu kırmızı bir çözelti elde edilmiştir (Şekil 2.8b). Elde edilen çözeltiliye ise 50 mL dH₂O katılarak jel bir yapı elde edilmiştir (Şekil 2.8c). Elde edilen bu jeller, daha önce bahsedilen silika ve grafen aerogellerin sentez aşamalarına dahil edilmiştir. Silika aerogellerin TEOS ve NH₃ karışımına, kevlar jeller ağırlıkça 2:1.5 oranında dahil edilmiştir. 10 dk karıştırıldıktan sonra ise, oda sıcaklığında jelleşmeye bırakılmıştır (Şekil 2.9a). Elde edilen jeller etanol ile 2 gün yaşlandırılmıştır. Yaşlandırma işleminde her 24 saatte bir etanol değiştirilmiştir. Yaşlandırılan jeller -80°C'de dondurulmuştur ve liyofilizatör cihazında dondurularak kurutulmuştur. Kurutulma sonrası elde edilen Si/Kevlar aerogeller Şekil 2.9b'de gösterilmiştir.

Şekil 2.8: a) Kevlar liflerinin çözücüyeye eklenmesi, b) Elde edilen kevlar çözeltili, c) Çözeltiliye dH₂O eklenmesi.



Grafen kevlar aerojeller ise, yine yukarıda bahsedilen grafen aerojeller imalat yönteminde, elde edilen GO solüsyonuna, askorbik asitle birlikte kevlar jeller, solüsyona ağırlıkça 1:2 olacak şekilde eklenmiştir. Elde edilen karışım 95°C’de bekletilmiştir ve grafen/kevlar jeller elde edilmiştir. Elde edilen bu jeller 2 gün boyunca dH₂O’da yaşlandırılmıştır. Yaşlandırılan jeller -80°C’de dondurulmuş ve liyofilizatör cihazında dondurularak kurutulmuştur. Elde edilen Grafe /kevlar aerojeller Şekil 2.9c’de gösterilmiştir.

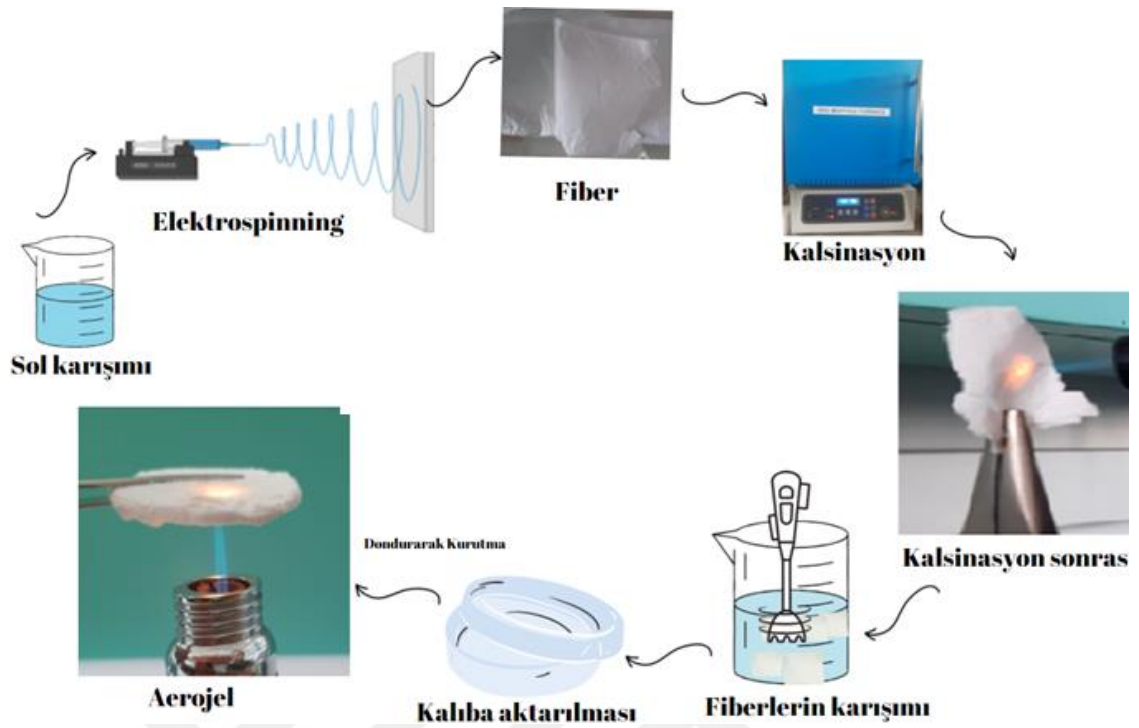
Şekil 2.9: a) Silika/kevlar aerojellerin jelleşmesi, b) Kurutulmuş silika/kevlar aerojel, c) Kurutulmuş grafen/kevlar aerojel.



2.4.2. Seramik Aerojellerin Sentezlenmesi

Sentezlenen silika aerojellerin çok düşük rijitlikte olduğu görülmüştür. Bu noktada silika aerojellerin endüstriyel alanda kullanım özelliklerinin artırılması için seramik aerojel sentezi gerçekleştirilmiştir. Seramik aerojellerin sentez basamakları Şekil 2.10’da gösterildiği gibidir. Burada silika aerojel sentezinden farklı olarak, silika solları polimer takviyesi eklenerek fiberler elde edilmiştir. Elde edilen fiberler, kalsine edilmiş, dH₂O ile karıştırılmış ve dondurulmuştur. Dondurma işleminden sonra, liyofilazör cihazı kullanılarak, seramik aerojeller oluşturulmuştur. Ayrıca seramik aerojellerin sentezi detaylı olarak aşağıda bahsedilmiştir.

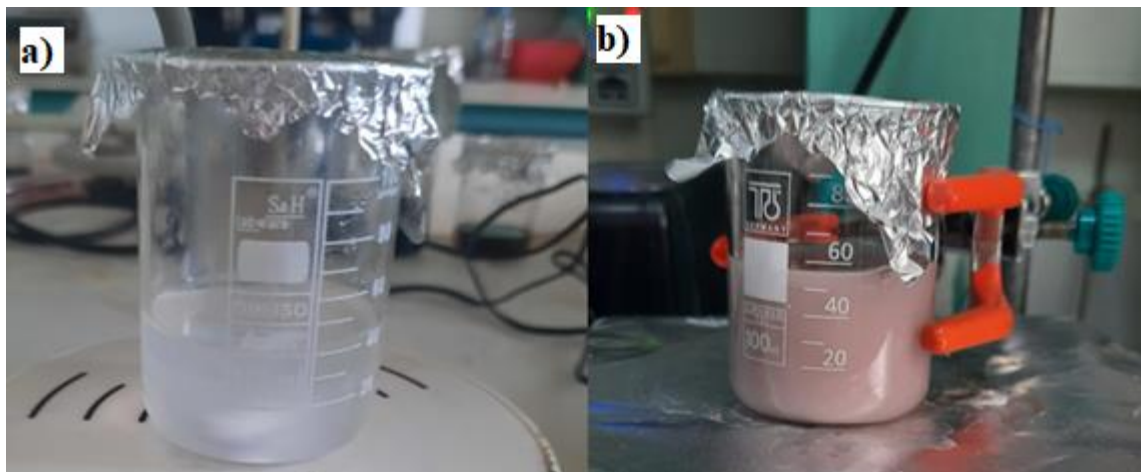
Şekil 2.10: Seramik aerojel sentez aşamaları.



2.4.2.1. Sol Solüsyonun Hazırlanması

Seramik aerojellerin oluşturulması için öncelikle silika solların hazırlanması sağlanmıştır. Bunun için TEOS, dH_2O , fosforik asit, ağırlıkça 10:10:0.01 olacak şekilde bir beherde 8 saat karıştırılmıştır. Ayrı bir beherde ise %10'luk PVA solüsyonu 4 saat boyunca 80°C 'de bir beherde karıştırılmıştır. Elde edilen PVA solüsyonu ve silika solüsyonu ağırlıkça 1:1 oranında olacak şekilde birleştirilip 4 saat daha karıştırılmıştır. Ayrıca farklı bir çalışma olarak, ağırlıkça 0.05:0.3 olacak şekilde bor ve Zr silika sole eklenmiştir. Böylece Si/PVA ve Si/Zr/B/PVA solüsyonları elde edilmiştir (Şekil 2.11).

Şekil 2.11: a) Si/ PVA solüsyonu, b) Si/Zr/B/PVA solüsyonu.



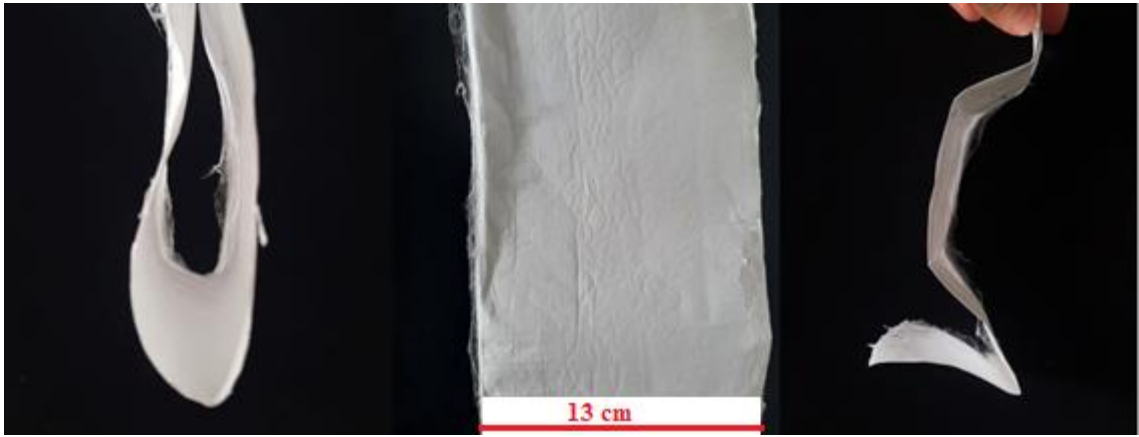
Elde edilen sol karışımları, 10 mL'lik bir şırınga içerisine aktarılmıştır. Daha sonra şırınga, elektrospinning cihazına konulmuş ve 1 mL.h⁻¹ besleme hızında, 20kV voltajda, elde edilen Si/PVA ve Si/Zr/B/PVA solüsyonları, alüminyum folyo kaplı bir döner silindir üzerinde Şekil 2.12'de görüldüğü gibi fiber şeklinde toplanmıştır. Elektrospining işleminde ortam sıcaklığı yaklaşık 20°C olup, %50-52 nem oranına sahiptir.

Şekil 2.12: Elde edilen solüsyonların alüminyum folyo kaplı döner silindir üzerinde biriktirilmesi, **a)** Si solüsyonu, **b)** Si/Zr/B/PVA solüsyonu.



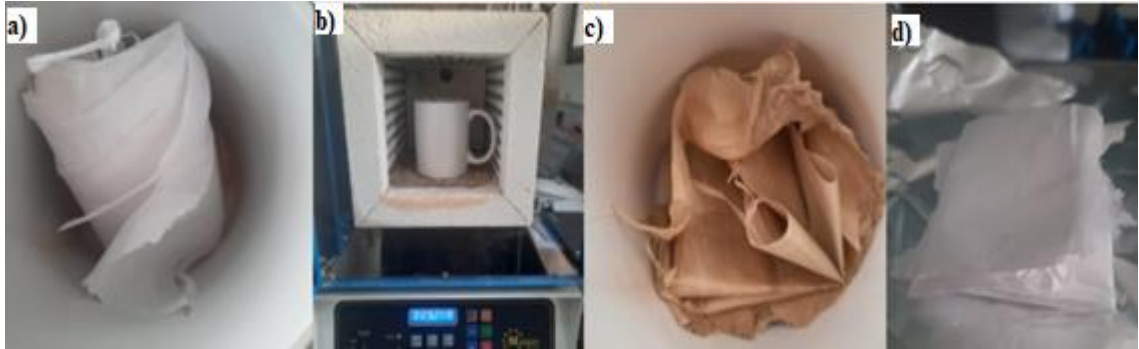
Bu işlem sonrasında alüminyum folyo üzerine toplanan fiberler folyo üzerinden çıkartılmıştır. Elde edilen fiberler Şekil 2.13'te gösterildiği gibidir. Elde edilen fiberlerin oldukça esnek bir yapıda olduğu görülmüştür.

Şekil 2.13: Elektrosinning sonrası elde edilen fiber yapıları.



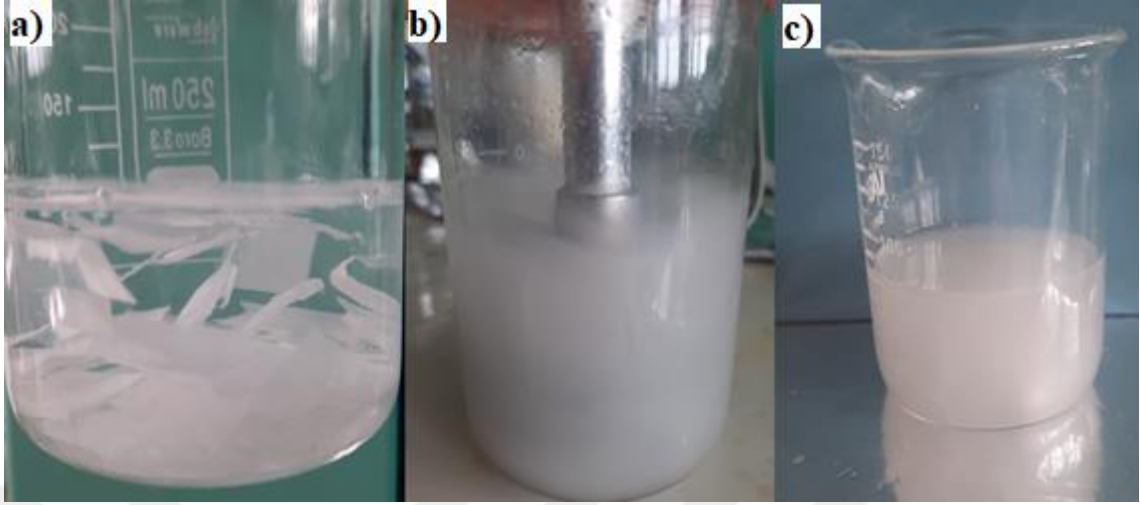
Elde edilen fiberler (Şekil 2.14a) bir mufla fırının içerisine konulmuş (Şekil 2.14b) ve 800°C’de kalsine işlemi gerçekleştirilmiştir. Kalsine işleminde 200°C’lerde gözlemlenen yapı Şekil 2.14c’de gösterilmiştir. Kalsine işlemi sonucu elde edilen fiberlerin yapısından polimerler uzaklaştırılarak Si ve Si/Zr/B fiberler elde edilmiştir (Şekil 2.14d). Kalsine işlemi sonrasında yapıdaki polimerin uzaklaşmasıyla fiberde küçülme meydana geldiği de görülmüştür.

Şekil 2.14: a) Kalsine öncesi fiber yapısı, b) fiberlerin mufla fırına konulması, c) 200°C sıcaklık verilen fiberlerin yapısı, d) 800°C’de kalsine edilen fiberlerin yapısı.



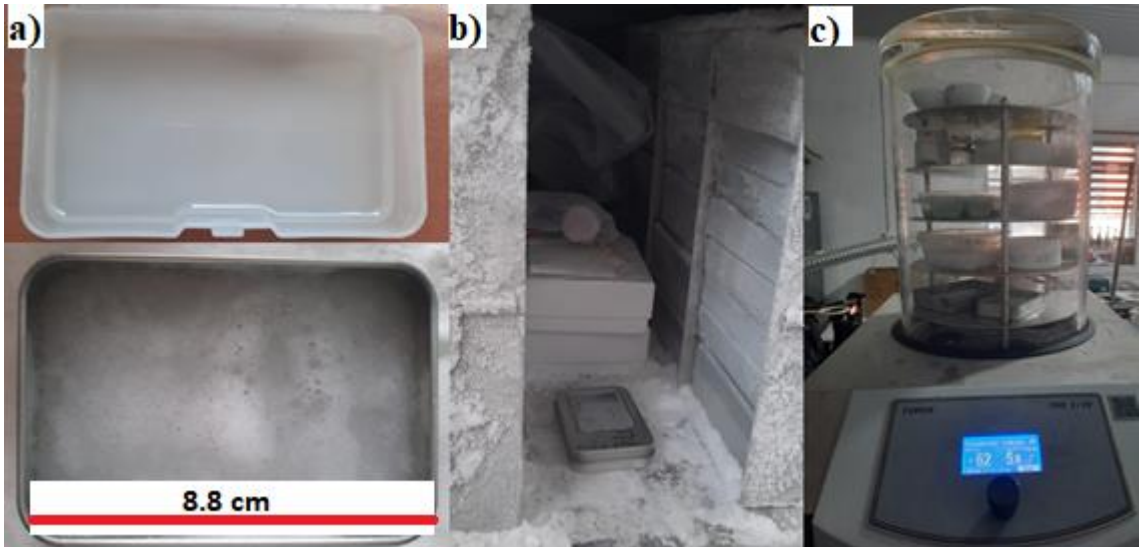
Elde edilen bu fiberler küçük parçalara kesilmiş (Şekil 2.15a) ve %0.01’lik PAM ve %0.33’lük PAM çözeltisinin içerisine eklenmiştir. Bu işlemden sonra, karışım bir parçalayıcı yardımıyla homojen hale getirilmiştir (Şekil 2.15b ve Şekil 2.15c).

Şekil 2.15: a) Parçalara ayrılan fiberlerin dH_2O içerisine aktarılması, b) Fiberlerin dH_2O içerisinde karıştırılması, c) Homojenleştirilen dH_2O /fiber karışımı.



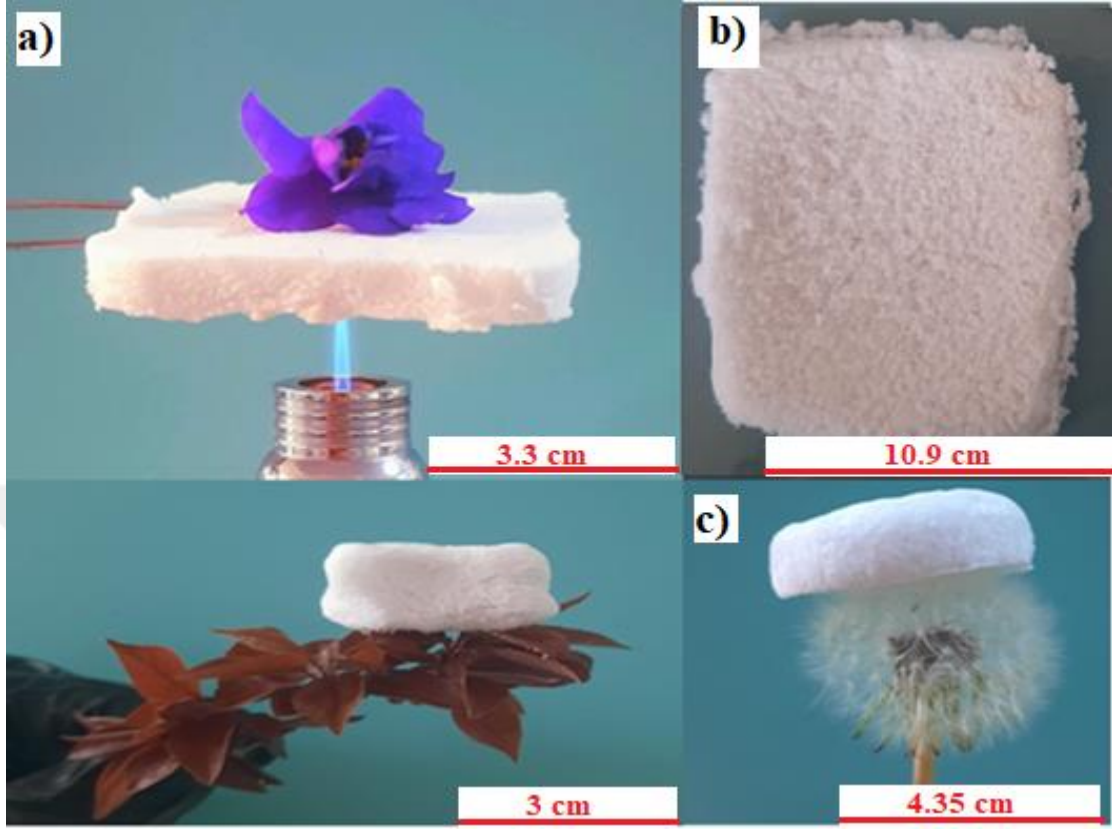
Homojenleştirilen karışım, farklı boyutlardaki kalıplara dökülmüş (Şekil 2.16a) ve -80°C 'de dondurulmuştur (Şekil 2.16b). Dondurulan numuneler, liyofilizatör cihazı kullanılarak 48 saatte kurutulmuştur (Şekil 2.16c).

Şekil 2.16: a) Elde edilen karışımın kalıplara aktarılması, b) -80°C 'de malzemelerin dondurulması, c) Dondurulan malzemelerin liyofilizatör cihazında kurutulması.



Kurutulan aerojeller ise tekrar 700°C - 800°C 'de kalsine edilmiştir. Sonuç olarak Si ve Si/Zr/B seramik aerojeller elde edilmiştir. Polimer takviyeli seramik aerojellerin sentezinde kurutma aşamasından sonra kalsine işlemine tabi tutulmamıştır. Elde edilen aerojeller Şekil 2.17'de gösterildiği gibidir.

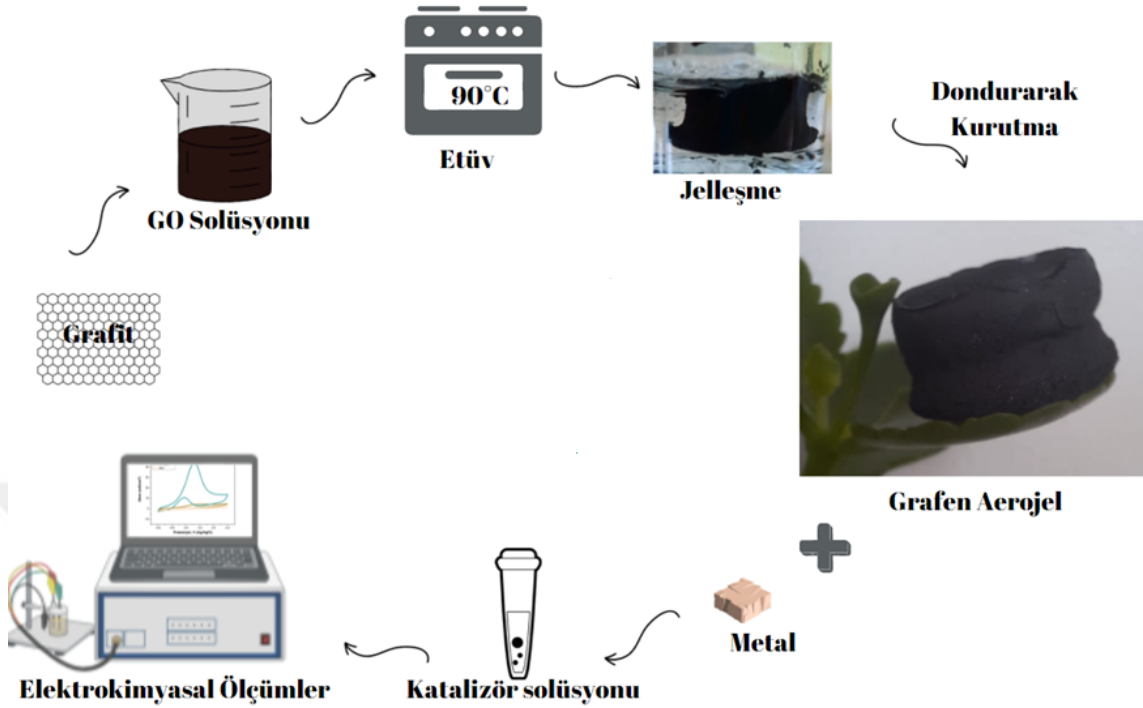
Şekil 2.17: a) Elde edilen Si-seramik aerogellerin aleve olan direnci, b) Si/Zr/B-seramik aerogeller, c) Polimer takviyeli seramik aerogeller ve hafifliği.



2.5. YAKIT HÜCRESİ UYGULAMASI için $PtFe_3O_4@GA$ PARTİKÜLLERİNİN HAZIRLANMASI

Elde edilen grafen aerogeller çalışma kapsamında yakıt hücresi anot katalizöründe destek materyali olarak kullanılmıştır. Bu kapsamda metanol oksidasyonunda yüksek elektrokatalitik aktivite için $PtFe_3O_4@GA$ katalizörü oluşturulmuştur. Ayrıca GA'nın katalizördeki etkisinin incelenmesi amacıyla $PtFe_3O_4$ katalizörü ile karşılaştırma yapılmıştır. Elde edilen katalizörlerin sentez aşaması Şekil 2.18'de gösterildiği gibidir.

Şekil 2.18: Elde edilen GA'ların metanol oksidasyon uygulamasında kullanılması için PtFe₃O₄@GA katalizörlerinin sentez şeması.



Katalizörün oluşturulması için 10 mM Pt, 10 mM Fe₃O₄ ve 10 mg GA 20 mL dH₂O içerisinde karıştırılmış ve shlenk sisteminde 76 mg sodyum borhidrür kullanılarak, kimyasal indirgeme yöntemi tercih edilmiştir. Elde edilen karışım daha sonra 30 dk sonikasyon işlemine tabi tutulup dH₂O ile 3 kez yıkanmıştır. Yıkanan partiküller ise etüvde kurutulmaya bırakılmıştır. Partiküller kurutulduktan sonra ise metanol oksidasyonunda kullanılmak üzere katalizör solüsyonu hazırlanmıştır. Elde edilen PtFe₃O₄@GA partiküllerinden 10 mg alınıp, 75 µL DMF, 37.5 Nafion ve 500 µL dH₂O ile karıştırılmıştır. Elde edilen bu solüsyon 20 dk boyunca sonikasyona bırakılmıştır. Sonikasyon işleminin ardından ise çalışma elektroduna 15 µL damlatılarak, 3 boyunlu hücre kurulmuştur. Potentiostat cihazı kullanılarak ise metanol oksidasyon ölçümleri alınmıştır.

Elde edilen bu aerogellerin fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerinin araştırılması için XRD, FTIR, UV-Vis, SEM, Termal kamera ile görüntüleme analizleri yapılmıştır. Yapılan bu karakterizasyon çalışmalarında kullanılan cihaz ve yöntemler aşağıda açıklanmış ve daha sonra elde edilen sonuçlar sunulmuştur. Ayrıca bu aerogellerin farklı uygulama alanlarında da kullanılabilir olduğunu göstermek amacıyla; elde edilen

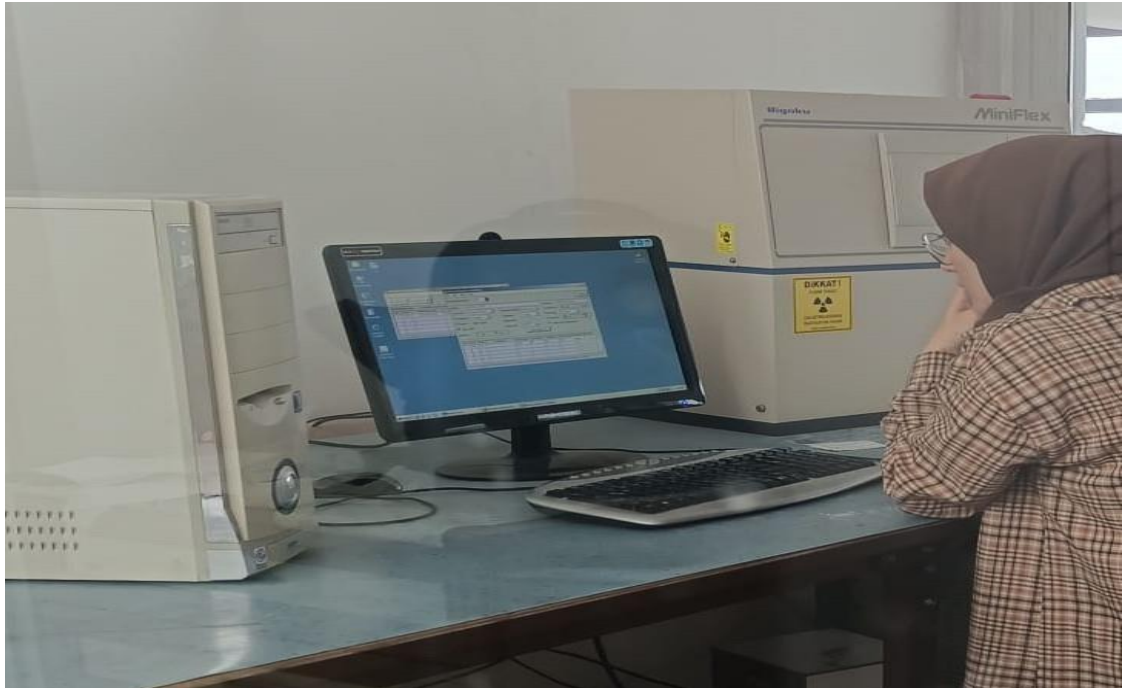
PtFe₃O₄@GA yakıt hücresinde anot katalizörü olarak kullanılmış ve metanol oksidasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Bu sonuçlar ise uygulamalar kısmında sunulmuştur.

2.6. KARAKTERİZASYONDA KULLANILAN CİHAZLAR

2.6.1. XRD Analizi

XRD analizi malzemedeki çeşitli bileşenlerin analizini, kristal yapılarını analiz etmek için kullanılan önemli karakterizasyon tekniklerinden biridir (Roy vd., 2015). “XRD, kristal kafesinde atomik bir düzenlemeye sahip bir malzeme tarafından kırılan ışının bir sonucu olarak ışın kırılma modelini gözlemleyerek çalışır (Fatimah vd., 2022)”. Ayrıca XRD analizinde $t = n\lambda / (B \cos \theta)$ Scherrer formülüne göre malzemelerin boyutu hakkında bilgi sahibi olunabilmektedir (Wang, Xu, vd., 2021). XRD’de gelen X ışını ile numune arasındaki etkileşim Bragg Yasası ile açıklanır ve bu yasa gelen X ışınlarının ışının geliş açısı, dalga boyu ve atomların kristal kafes düzlemleri arasındaki boşluk arasındaki genel ilişkiyi tanımlamaktadır (Chauhan ve Chauhan, 2014). Tez kapsamında XRD analizleri için, DPÜ Malzeme Mühendisliği bölümümde bulunan X Işını Kristalografisi (XRD) (Rigaku MiniFlex, USA) cihazı kullanılmıştır. Kullanılan cihaz Şekil 2.19’da gösterildiği gibidir.

Şekil 2. 19: XRD Cihazı.



2.6.2. FT-IR Analizi

Fourier dönüşümü kızılötesi (FTIR) spektroskopisi, malzemelerin yapılarındaki bağ yapılarının incelenmesi adına önemli bir karakterizasyon tekniğidir. Ayrıca belirli fonksiyonel grupların varlığı veya yokluğu hakkında bilgi sağlayabilmektedir (Hospodarova vd., 2018). Bu teknik, Kızılötesi (IR) radyasyonunun madde ile etkileşimlerine bağlı olarak atomların bağlarını karakterize etmektedir. Bu analiz malzemelerin kimyasal özelliklerini analiz etmek için, oldukça ucuz ve hızlı bir yöntemdir (Durak ve Depciuch, 2020). FTIR; yakın kızılötesi (NIR) 13000–4000 cm^{-1} aralığında, orta kızılötesi (MIR) 4000–400 cm^{-1} aralığında ve uzak kızılötesi (FIR) 400–10 cm^{-1} aralığında olarak 3 spektral alana ayrılmaktadır (Tucureanu vd., 2016). Bu tez kapsamında, MIR bölgede analizler gerçekleştirilmiştir. Analizler için, DPÜ Fen Edebiyat Fakültesi SRG laboratuvarında bulunan FTIR (Perkin Elmer Spectrum Two) cihazı kullanılmıştır (Şekil 2.20).

Şekil 2. 20: FTIR Cihazı.



2.6.3. UV Analizi

Ultraviyole ve görünür spektroskopi, radyasyon emiliminin elektromanyetik spektrumun ultraviyole ve görünür bölgelerinde kaydedilmesidir. Bu teknik, konjuge organik bileşiklerin fonksiyonel gruplarını ve bir çözeltideki moleküllerin konsantrasyonunu bulmada, oldukça önemli ve kullanımı basit bir tekniktir (Mohammed, 2018). Yakın ultraviyole (kuvars) bölgesi (200–400 nm), uzak veya vakum ultraviyole bölgesi (10–200 nm) bölgesi ve görünür bölge 400 ile 800 nm arasındadır. Bu yöntem, malzemelerin absorpsiyon, kırınım, saçılma, kırılma ve yansıtma özelliklerine dayanmaktadır (Yadav, 2005). Tez kapsamında görünür bölgede çekimler alınmış olup, DPÜ Fen Edebiyat Fakültesi SRG laboratuvarında bulunan UV-Visible (Perkin Elmer-Lambda 750) cihazı kullanılmıştır (Şekil 2.21).

Şekil 2. 21: UV-Visible Cihazı.



2.6.4. SEM Analizi

SEM analizi numunelerin boyut ve morfolojisi hakkında bilgi sağlayan önemli bir tekniktir. SEM’de, malzemeyi tarayan odaklanmış elektron demeti, malzemedeki atomlarla etkileşime girerek, üç boyutlu yüzey topografisi sağlar (Pallares-Rusiñol vd.,

2023). SEM’de numunelerin, agregasyon ve dağılma dereceleri, saflığı, homojenliği değerlendirilebilmektedir (Patravale vd., 2012). SEM’in avantajları numune hakkında çok yönlü bilgi içermesidir, kullanımı kolaydır fakat nispeten pahalı bir çekimdir (Singh, 2016). Ayrıca çekim için gerekli numune miktarı mg miktarlarda yeterlidir. Tez kapsamında bazı SEM numuneleri SEM (JEOL JSM-5600LV) cihazı kullanılarak Kütahya Dumlupınar Üniversitesindeki İLTEM ‘de (Şekil 2.22) ve bazı SEM numuneleri Eskişehir Teknik Üniversitesinde çekilmiştir.

Şekil 2. 22: SEM Cihazı.



2.6.5. Termal Kamera

Termal kamera, görüntülenen numunedeki sıcaklık farklılıklarının uzamsal dağılımını gösteren, termal görüntü sağlayan cihazdır (Havens ve Sharp, 2016). Bu kamera ile numunedeki sıcaklık dağılımı gözlemlenebilmektedir. Tez kapsamında DPÜ Fen Edebiyat Fakültesi SRG laboratuvarında bulunan TESTO termal kamera

kullanılmıştır (Şekil 2.23). Kullanılan cihaz 1200°C'ye kadar çıkılan sıcaklıkların ölçülmesini sağlayabilmektedir. Ayrıca elde edilen sıcaklık parametreleri ile zaman-sıcaklık grafikleri elde edilmiştir.

Şekil 2. 23: TESTO Termal Kamera.



2.6.6. Potansiyostat Cihazı ve Elektrokimyasal Karakterizasyon

Potansiyostat cihazı elektrokimyasal arařtırmalarda kullanılan ve pek çok parametrenin ölçülmesini sağlayan önemli bir cihazdır. Tez kapsamında, grafen aerojellerin metanol oksidasyonu uygulamalarında bu cihaz kullanılmıştır. Ölçümlerde DPÜ Fen Edebiyat Fakültesi SRG laboratuvarında bulunan Potansiyostat/Galvanostat (Gamry Reference 3000) cihazı kullanılmıştır.

Elektrokimyasal ölçümler için geleneksel bir üç elektrotlu sistem kullanılmıştır. Bu elektrot sistemi; Çalışma elektrotu (camsı karbon-GCE), karşıt elektrot (platin plaka) ve referans elektrottan (Ag/AgCl) oluşmaktadır. Ayrıca, elektrokimyasal ölçümler yapılmadan önce çalışma elektrotları alümina (Al_2O_3) ile temizlenmiştir ve ultrasonik

işlemlerden geçirilmiştir. Çalışma elektrotunun direnç ölçümleri ise multimetre ile ölçülmüştür. Daha sonra elde edilen katalizör solüsyonundan 15 μ L çalışma elektroduna damlatılarak etüvde kurumaya bırakılmıştır. Daha sonra üç elektrotlu sistem kurularak döngüsel voltametri (CV), kronoamperometri (CA), 500 döngü, Tarama Hızı (SR), ve Empedans (EIS) ölçümleri yapılmıştır. Ölçümler -0,8 V ile 0,2 V potansiyel aralığında 1 M CH₃OH içeren 1 M KOH çözeltisinde yapılmıştır. Katalizörün aktivitesini farklı tarama hızlarında görmek için SR ölçümleri; 1 M CH₃OH içeren 1 M KOH solüsyonunda 50 mV/s, 100, mV/s, 150 mV/s, 200 mV/s, 250 mV/s tarama hızlarında gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ölçümleri yapılmıştır. EIS ölçümleri ise 10 kHz ile 0.01 Hz frekans aralığında 1 M CH₃OH içeren 1 M KOH solüsyonunda yapılmıştır. Çalışma kapsamında kullanılan 3 boyunlu hücre (Şekil 2.24a), çalışma elektrodu (Şekil 2.24b) ve potansiyostat cihazı (Şekil 2.24c) Şekil 2.24'te gösterildiği gibidir.

Şekil 2.24: a) 3 boyunlu hücre kurulumu, b) Katalizör damlatılan çalışma elektrotlarının etüvde kurutulması, c) Potansiyostat cihazı ve elektrokimyasal analiz sistemi.





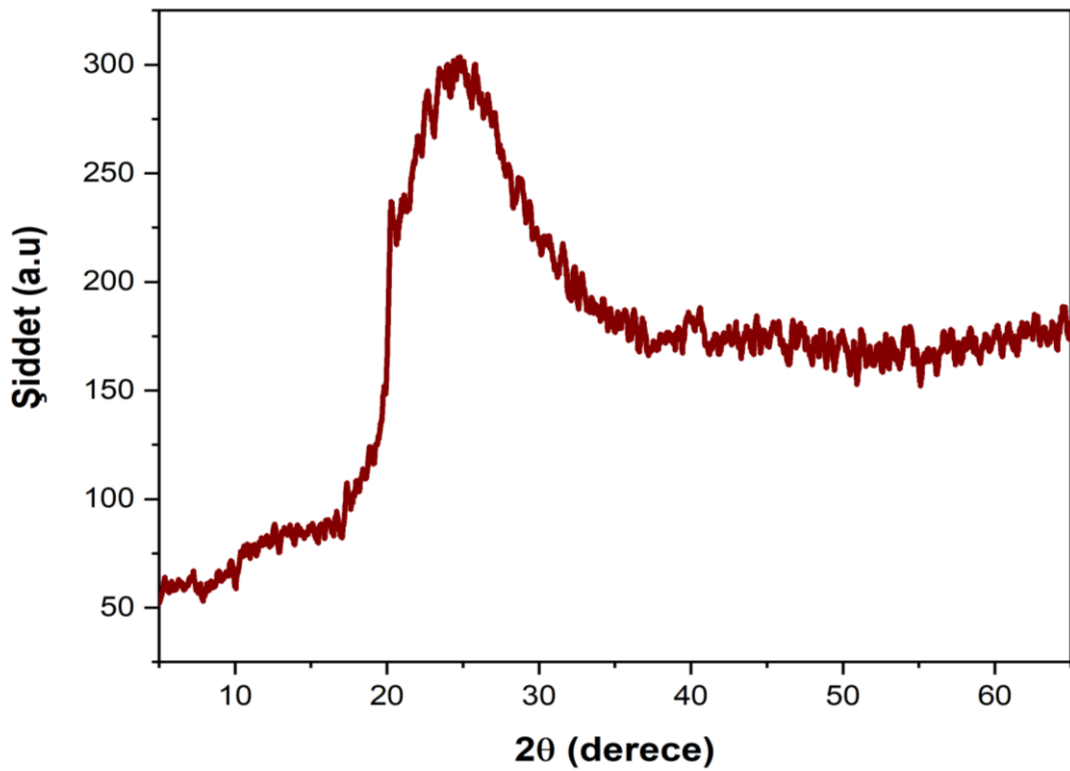
ÜÇÜNCÜ BÖLÜM
SONUÇLAR VE TARTIŞMA

3.1. SİLİKA AEROJELLERİN (SA) KARAKTERİZASYONU

3.1.1. XRD Analizi

Silika aerogellerin atomik ve moleküler yapısını incelemek için XRD analizi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen analizde, silika aerogellerin amorf yapısını ortaya çıkaran 24.68° 'de zirve değeri alınmıştır (Adhikary, Rudžionis, vd., 2021). Alınan bu değer Şekil 3.1'de gösterilmiştir. Scherer denkleminde göre ise partikül boyutu 0.315 nm olarak bulunmuştur.

Şekil 3.1: Amorf yapı SA'nın XRD grafiği.

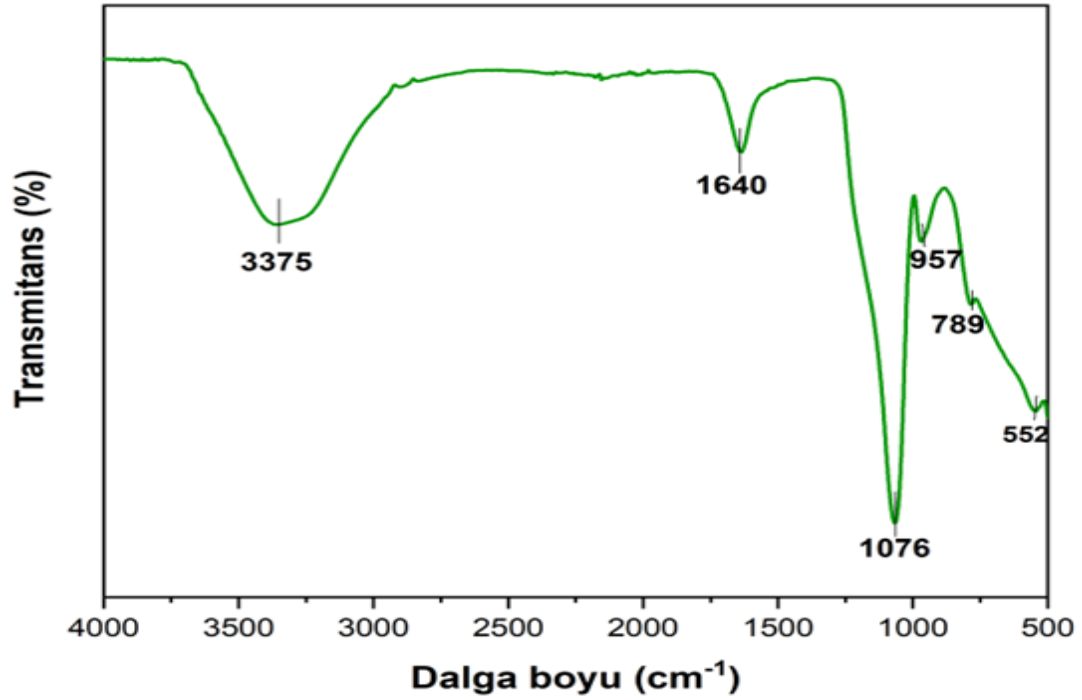


3.1.2. FT-IR Analizi

Silika aerogeldeki bağların yapısının tayin edilmesi için FTIR analizi gerçekleştirilmiştir. Ölçümler $500-4000\text{ cm}^{-1}$ aralığında gerçekleştirilmiş olup Şekil 3.2'de görüldüğü gibidir. 1076 cm^{-1} 'deki yoğun pik ve 789 cm^{-1} 'deki tepe noktaları Si-O-Si asimetrik esneme titreşimlerini, deformasyon titreşimlerini ve simetrik esneme titreşimlerinin varlığını göstermektedir (Ban vd., 2019). Bu titreşimler Silis ürünlerinin yapılarında gözlemlenmektedir (Yu vd., 2015). 2900 cm^{-1} civarı çok küçük bir pik görülmüştür ve bu C-H bağlarına atfedilebilir (Huang vd., 2018). 3375 cm^{-1} 'deki pik

yüzey silanollerinin hidrojenin SiO-H gerilmesinin üst üste binmesine, yaklaşık 1640 cm^{-1} 'de görülen pik ise H_2O moleküllerinin titreşimlerine atfedilmektedir (Khan vd., 2017). Ayrıca 957 cm^{-1} 'de SiOH gruplarının Si-O düzlem içi gerilme titreşimlerine ve 552 cm^{-1} 'de de SiO_2 ağ kusurlarının Si-O gerilmesine atfedilmektedir (Al-Oweini ve El-Rassy, 2009).

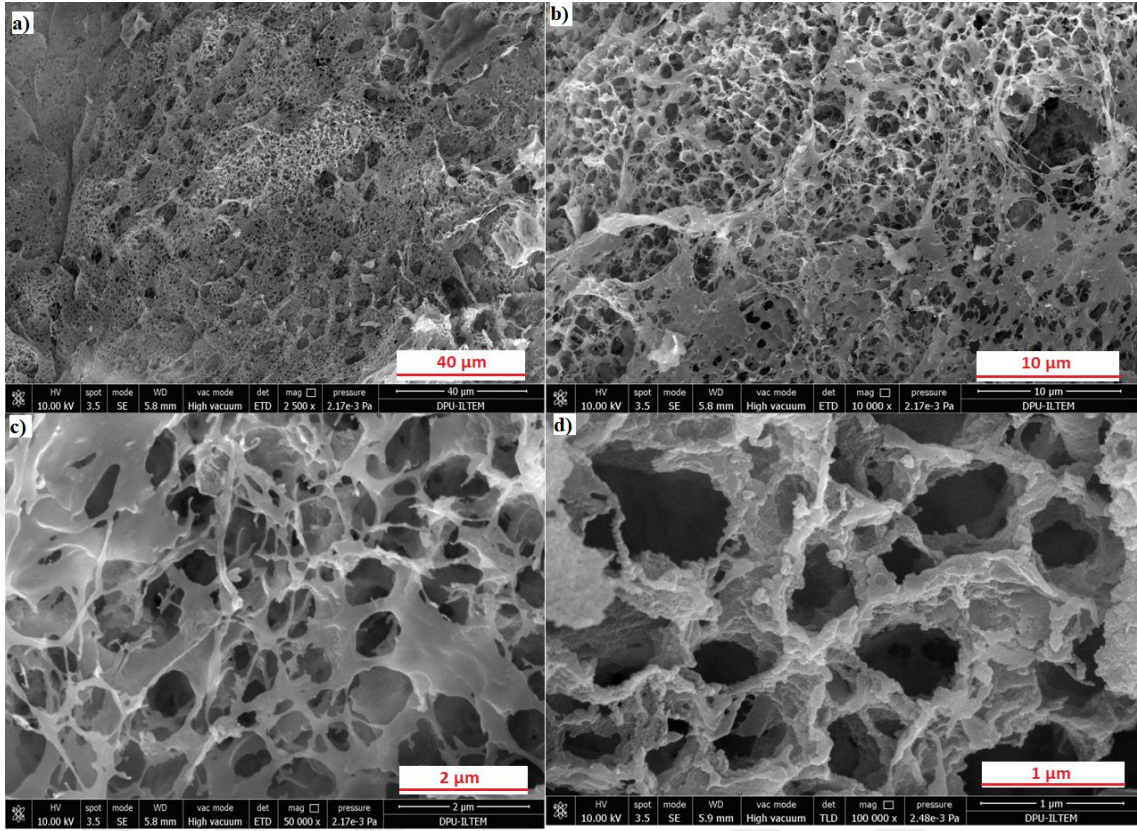
Şekil 3.2: Silika Aerojellerin (SA) FTIR spektrumu.



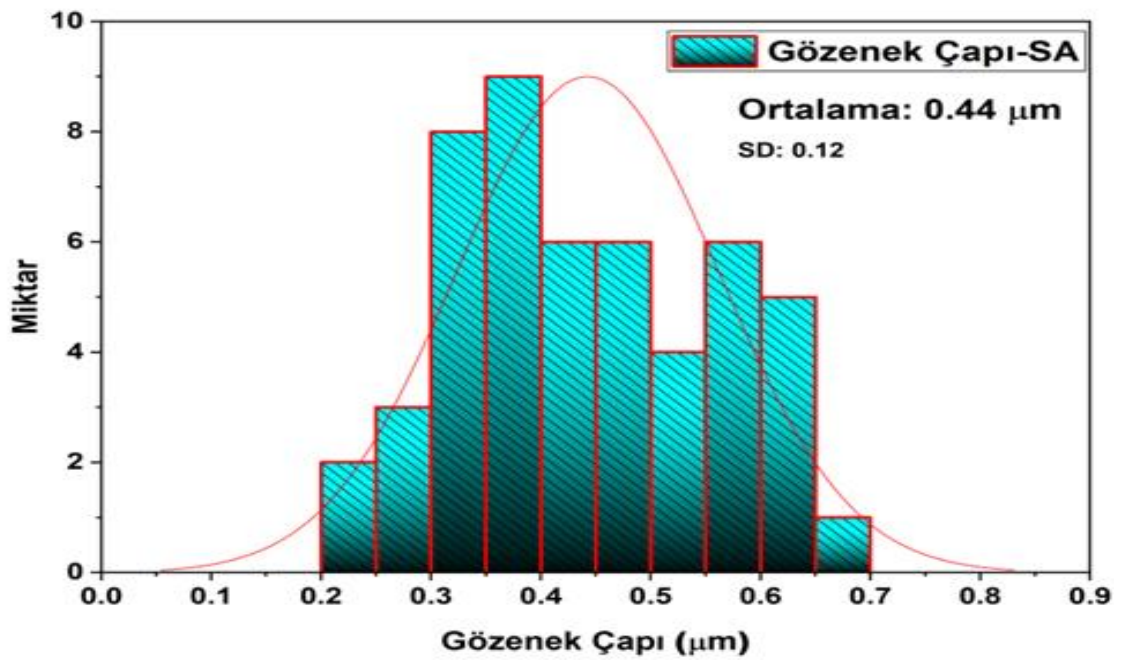
3.1.3. SEM Analizi

Silika aereojellerin yüzey morfolojisinin araştırılması amacıyla gerçekleştirilmiştir. Elde edilen SEM görüntüleri $1\mu\text{m}$, $2\mu\text{m}$, $10\mu\text{m}$ ve $40\mu\text{m}$ yakınlaştırmada görüntülenmiş (Şekil 3.3) ve yüksek gözenekli silika aereojellerin olduğu görülmüştür (He vd., 2019). Aerojeller, üç boyutlu olarak, bir gözeneği çevreleyen partikül zincirleri olarak görünen bir iskelet ağ yapısı oluşturmak üzere birbirine bağlanmaktadır (Katagiri vd., 2018). Bu iskelet ağ yapısı, $1\mu\text{m}$ yakınlaştırmada çok net olarak görülmüştür. Elde edilen sonuçlar silika aereojellerin başarılı bir şekilde oluşturulduğunu göstermektedir. Gözenekli yapılar imageJ programında hesaplanarak ortalama $0.44\mu\text{m}$ olarak bulunmuştur. Elde edilen histogram grafiği ise Şekil 3.4'te gösterilmiştir.

Şekil 3.3: Silika aerojellerin SEM ile yapılan mikroyapı görüntü analizleri (a) 40µm, b) 10µm, c) 2 µm, d) 1 µm)

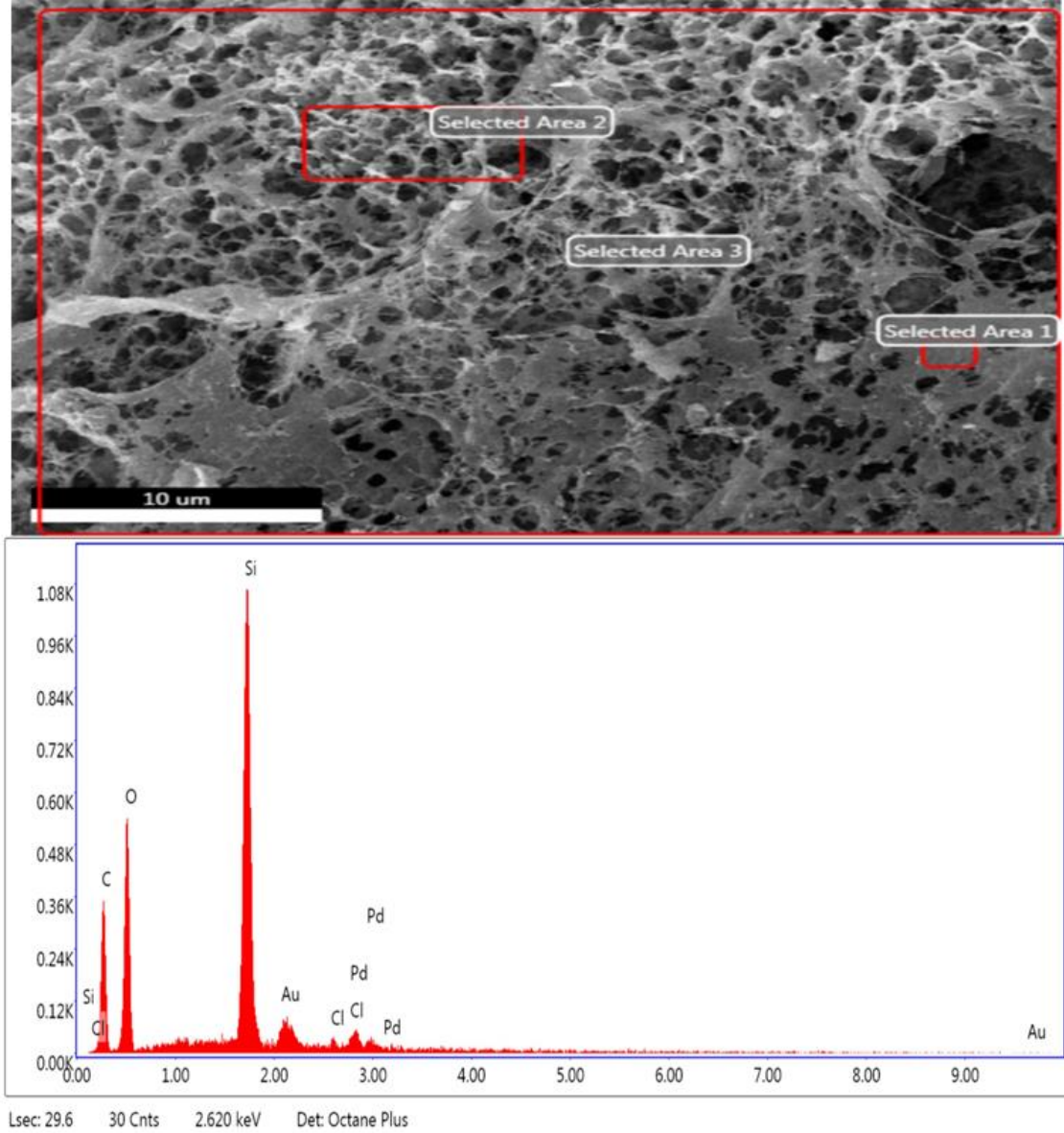


Şekil 3.4: Elde edilen SA'ların SEM görüntüsünden elde edilen gözenek çaplarının histogram grafiği.



Şekil 3.5'te ise SA'nın SEM-EDX analizi gösterilmiştir. Burada Si elementinin ağırlıkça %37.48 oranda olduğu görülmektedir.

Şekil 3. 5: SA'nın SEM-EDX analizi ve elementel grafiği.



3.1.4. Yoğunluk Analizi

Şekil 3.6'te elde edilen SA'ların ağırlığı görülmektedir. Elde edilen aerojeller yüksek miktarda konulmasına rağmen ağırlıklarının oldukça düşük olduğu görülmüştür. Aerojellerin hacminin belirlenmesi amacıyla, mezür içerisindeki belli hacimdeki su içerisine elde edilen Si-aerojeller eklenmiştir ve hacminin 1cm^3 olduğu görülmüştür. Buna göre aerojellerin yoğunlukları 0.05 g/cm^3 olarak hesaplanmıştır.

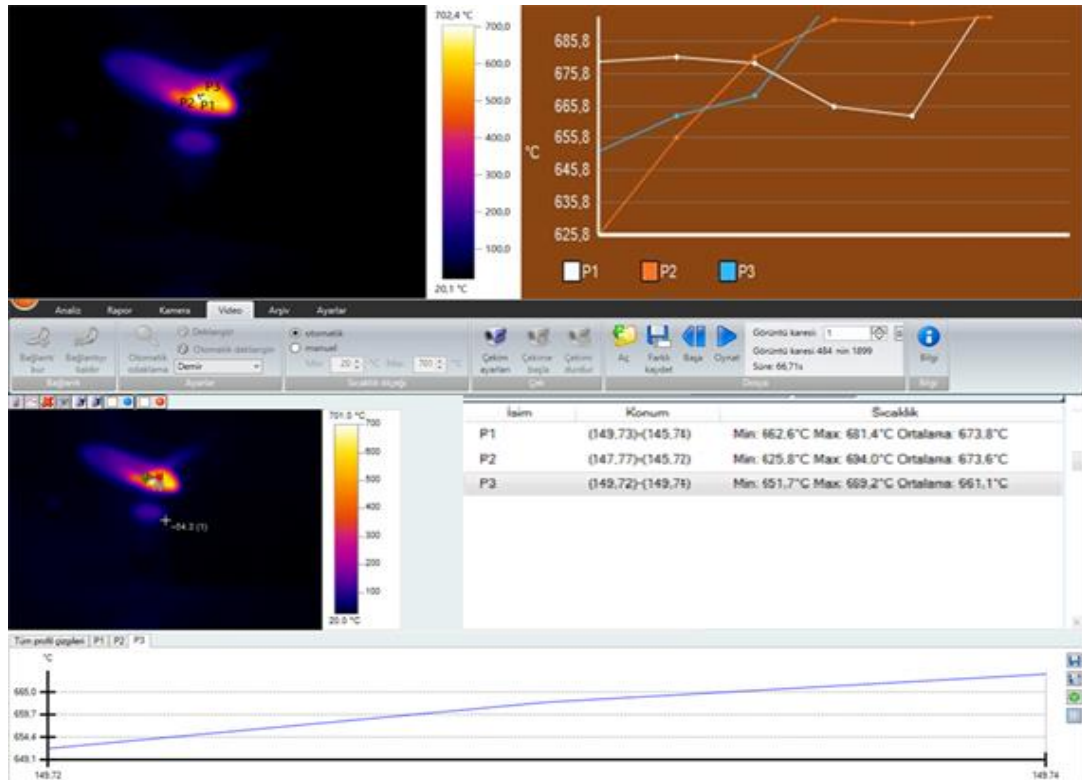
Şekil 3.6: Elde edilen SA'ların ağırlığının ölçülmesi (Fotoğraf ölçeği 13cm x13 cm).



3.1.5. Termal Kamera Analizi

Şekil 3.7'de bir metal üzerinde konumlandırılan toz SA'lara uygulanan sıcaklıkların termal kamera ile ölçüm sonuçları gösterilmiştir. Yaklaşık 703°C'lere kadar elde edilen SA'lara bütanol çakmak yardımıyla sıcaklık verilmiştir. Elde edilen sonuçlarda, SA'ların 700°C'lere kadar dayanıklı olduğu görülmüştür. Daha yüksek sıcaklıklarda ise metal üzerindeki toz SA'ların azalmaya başladığı görülmüştür.

Şekil 3. 7: Elde edilen SA'ların termal kamera görüntüleri ve sıcaklık grafiği.

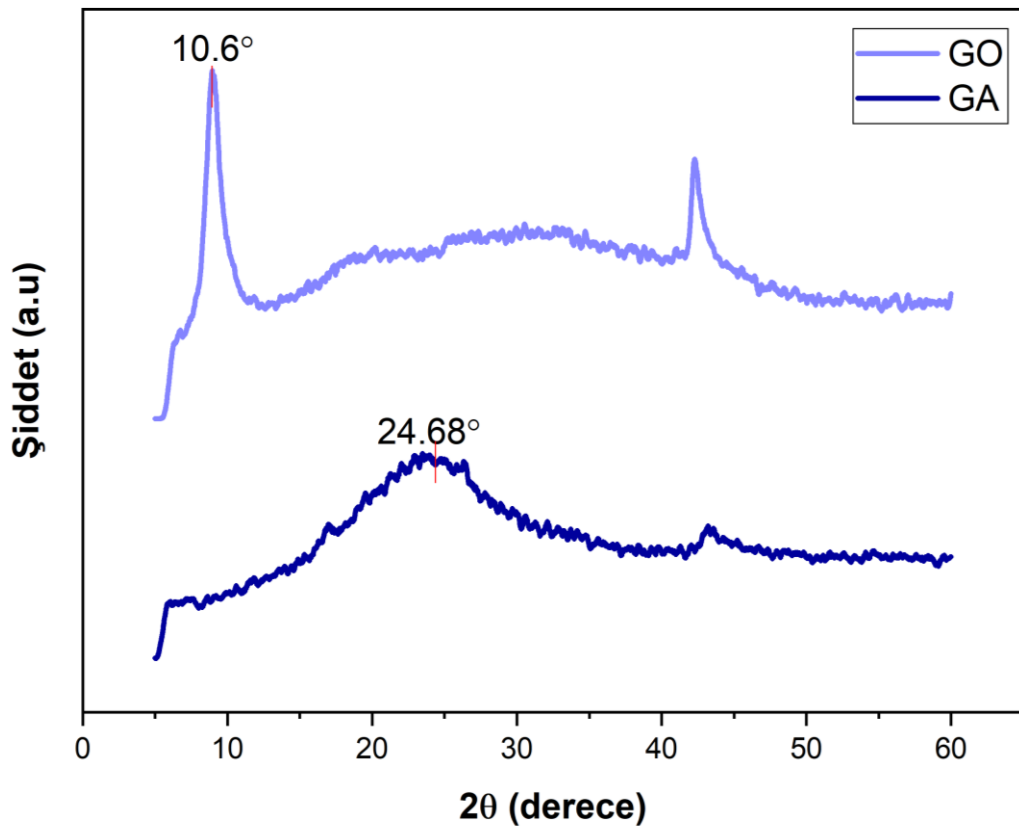


3.2. GRAFEN OKSİT (GO) ve GRAFEN AEROJELLERİN (GA) KARAKTERİZASYONU

3.2.1. XRD Analizi

Çalışma kapsamında elde edilen GO ve GA'nın XRD grafikleri Şekil 3.8'de verilmiştir. GO 10.6°'de zirve piki vermiştir. Bu zirve piki GO'nun oluşumunu göstermektedir (Amir Faiz vd., 2020). Ayrıca Scherrer denkleminde göre GO'nun partikül boyutu 2.73 nm olarak bulunmuştur. GA'nın zirvesi ise GO'ya göre sağa doğru kaymış ve 24.68°'de daha yayvan bir pik göstermiştir. Bu zirve ise GA'nın oluşumunu göstermektedir (Sui vd., 2014). Hesaplanan Scherrer denkleminde göre ise GA'nın partikül boyutu 0.66 nm olarak bulunmuştur. Elde edilen değerlerin literatürle de uyumlu olduğu görülmüştür.

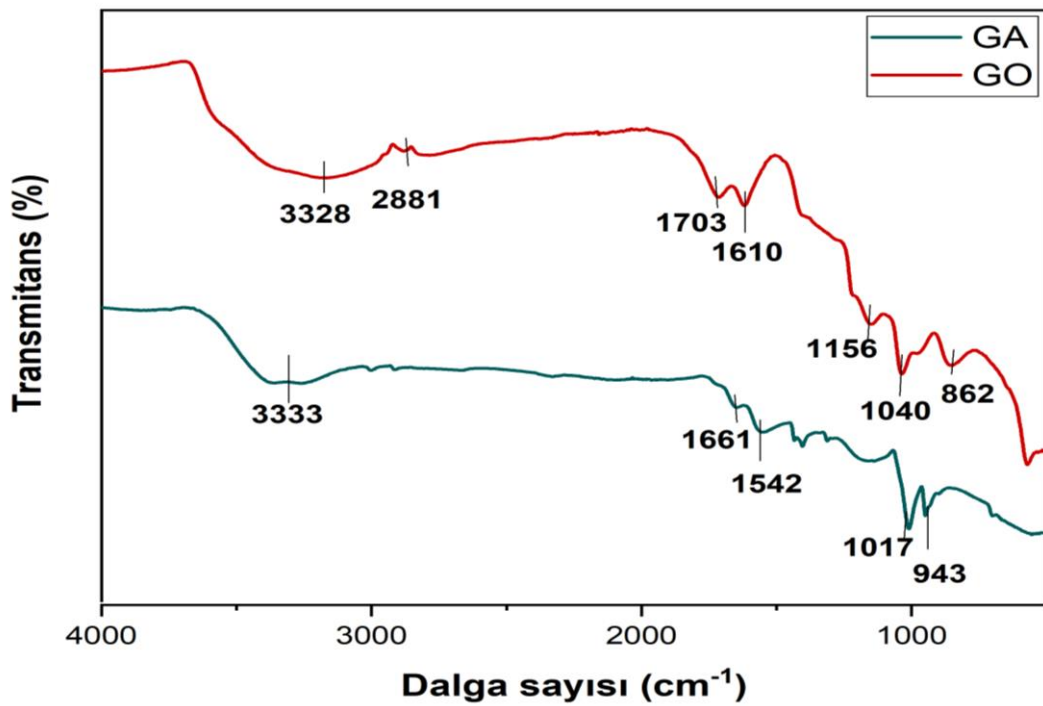
Şekil 3. 8: GO ve GA'nın XRD grafiği.



3.2.2. FT-IR Analizi

GO ve GA'nın yapısındaki bağların analizi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiştir. GO ve GA için elde edilen FT-IR spektroskopisi Şekil 3.9'da gösterildiği gibidir. GO'nun FTIR spektrogramuna bakıldığında, 1040 ve 1156 cm^{-1} 'deki pikler alkoksi'nin C-O gerilme titreşimlerinden kaynaklandığı görülmektedir (Tan vd., 2018). 3000-3800 cm^{-1} 'de 1703 cm^{-1} 'de -OH ve -COOH karbonil gruplarında absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir (Mahdavi vd., 2017). 1610 cm^{-1} 'de ise C=C gerilmelerine atfedilmektedir (Emiru ve Ayele, 2019). GA'nın FT-IR'ına bakıldığında ise, GO piklerine göre pik yoğunluklarında bir azalma meydana geldiği görülmektedir. Ayrıca piklerde kayma olduğu görülmektedir (Pruna vd., 2019). Elde edilen FT-IR spektroskopisi XRD desenlerini ve GA, GO oluşumunu desteklemektedir.

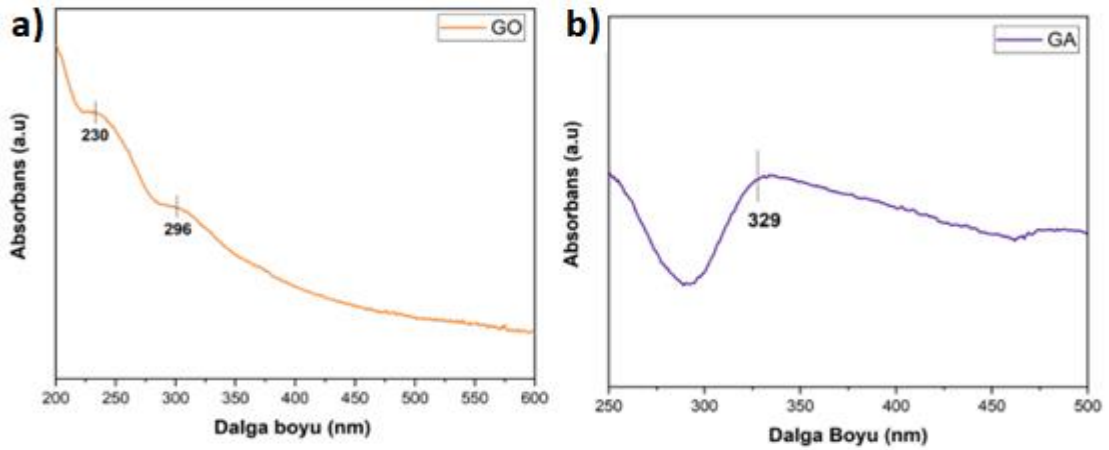
Şekil 3. 9: GA ve GO'nun FT-IR spektrum grafiği.



3.2.3. UV spektroskopisi.

Şekil 3.10'da GA ve GO'nun UV-Vis spektrogramları verilmiştir. Şekil 3.10a'da görülen GO UV spektrogramunda 230 nm ve 296 nm'de sırasıyla p-p* ve n-p* absorpsiyon bantları sergilemişlerdir ve literatür ile uyumludur (Yang vd., 2012). Şekil 3.10b'deki GA'nın UV spektrogramuna bakıldığında ise bu zirvenin sağa kaydığı görülmüştür (Arsalani vd., 2018).

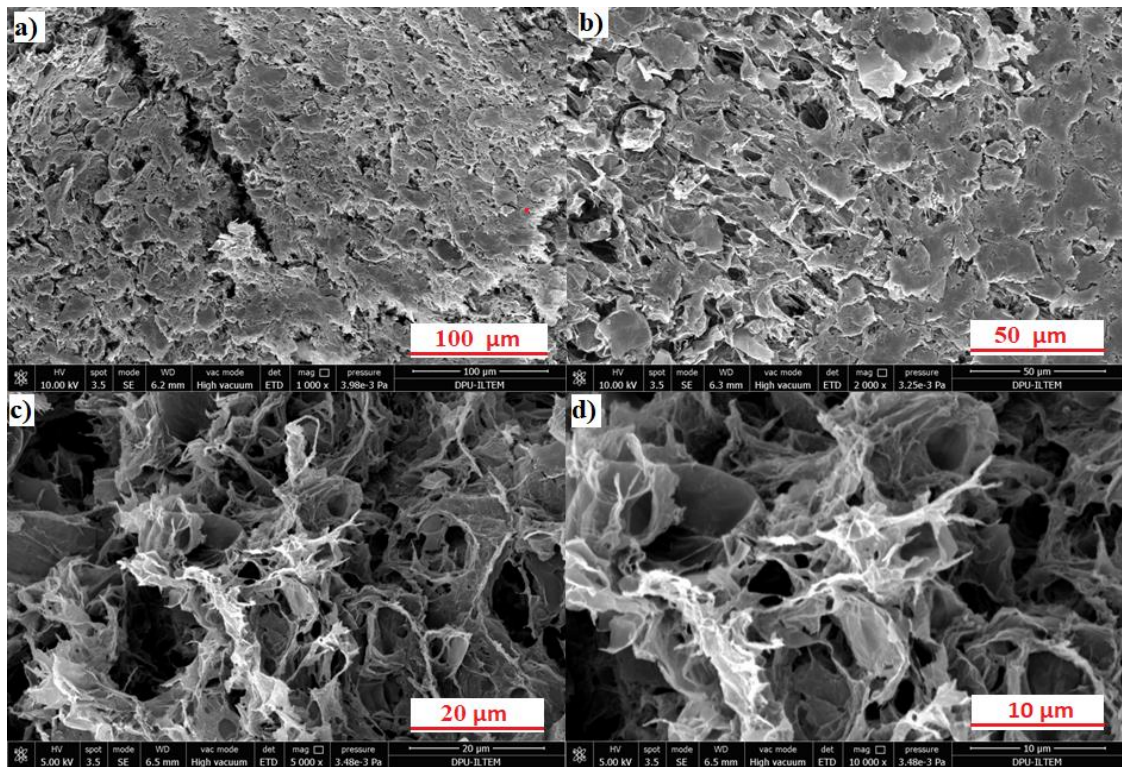
Şekil 3.10: a) GO ve b) GA'nın UV spektroskopisi.



3.2.4. SEM Analizi

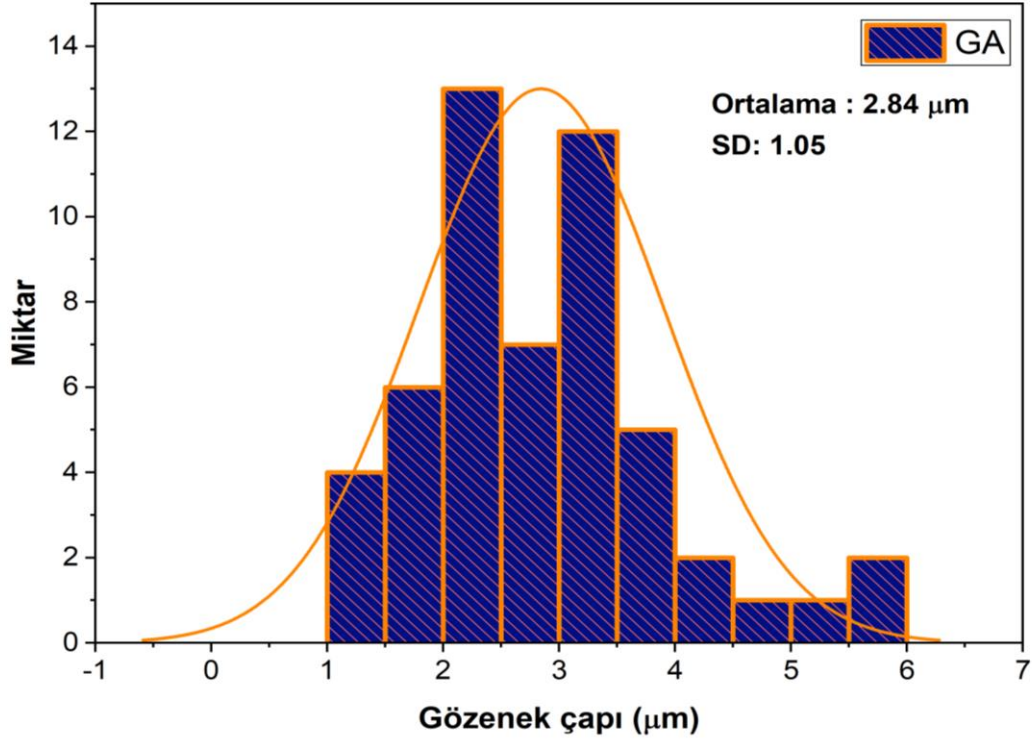
Şekil 3.11'de GA'nın SEM görüntüsü farklı büyütmelerde görülmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi yakınlaştırma oranı arttıkça birbirine bağlı 3D mimariye sahip gözenekli yapılar ortaya çıkmıştır. Elde edilen sonuçlar, grafen aerojel yapısının oluştuğunu göstermektedir (Wufeng Chen ve Yan, 2011).

Şekil 3.11: GA'nın a) 100 μm , b) 50 μm , c) 20 μm , d) 10 μm büyütmelerdeki SEM görüntüleri. (Açık gözeneklilik yapısı görülmektedir).



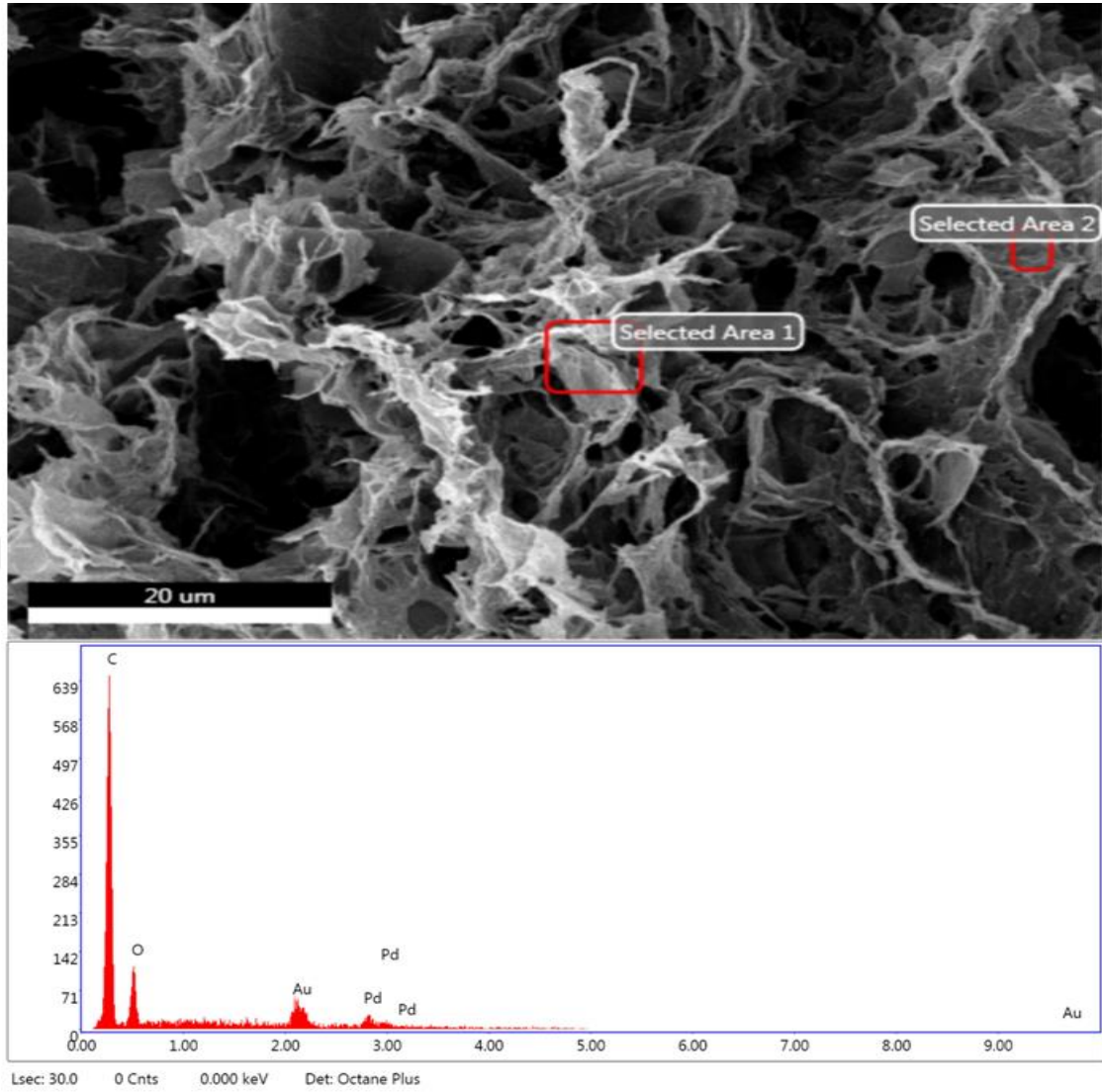
Gözenek boyutu ise imageJ programı kullanılarak, $2.84 \mu\text{m}$ olarak bulunmuştur ve histogram grafiği Şekil 3.12'de gösterilmiştir.

Şekil 3.12: GA'ların SEM görüntüsünden elde edilen gözenek çaplarının histogram grafiği.



Şekil 3.13'te ise GA SEM EDX analizi gösterilmektedir. Burada yapıda %42.51 oranına C olduğu ve % 4.73 oranında O elementi olduğu görülmektedir. EDX analizi ile de şekilde belirtilen alanın analizinde, yapıdaki C oranının varlığı net bir şekilde görülmüştür.

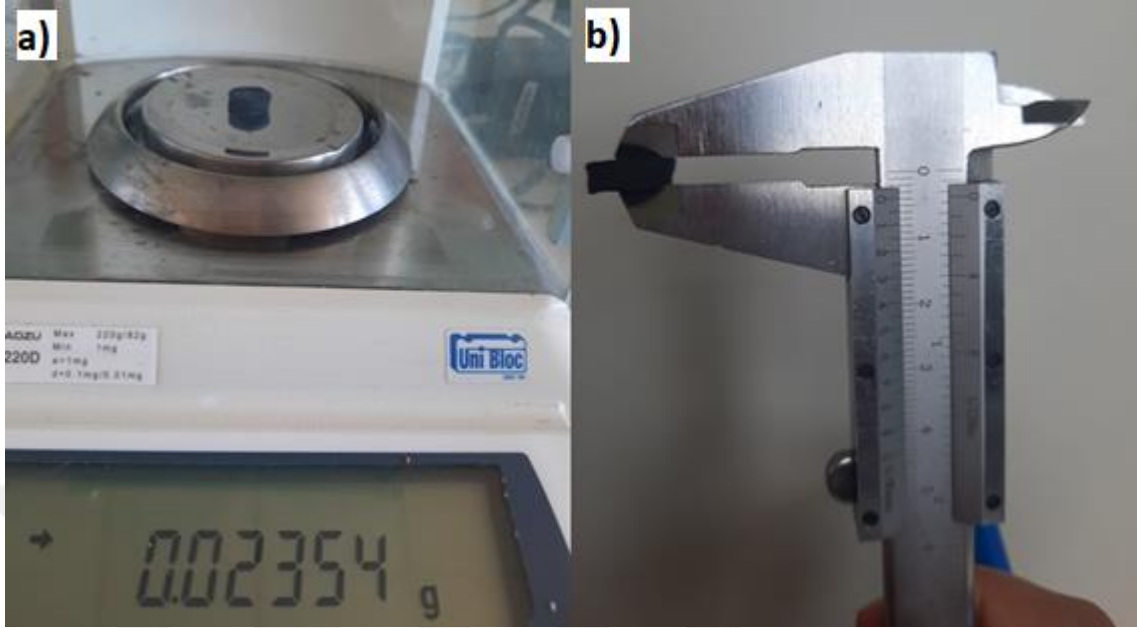
Şekil 3.13: GA SEM-EDX analizi ve elementel grafiği.



3.2.5. Yoğunluk Ölçümü

Elde edilen GA'ların ağırlıkları hassas terazi ile tartılmış olup Şekil 3.14a'da gösterilmiştir. 0.023 g ile oldukça hafif yapıların oluşturulduğu görülmüştür. Şekil 3.14b'de görülen grafen aerojellerin çap ve yüksekliği kumpas yardımıyla ölçülerek hacmi 0.531 cm^3 olarak bulunmuştur. Elde edilen verilerle ise yoğunlukları 0.043 g/cm^3 olarak hesaplanmıştır.

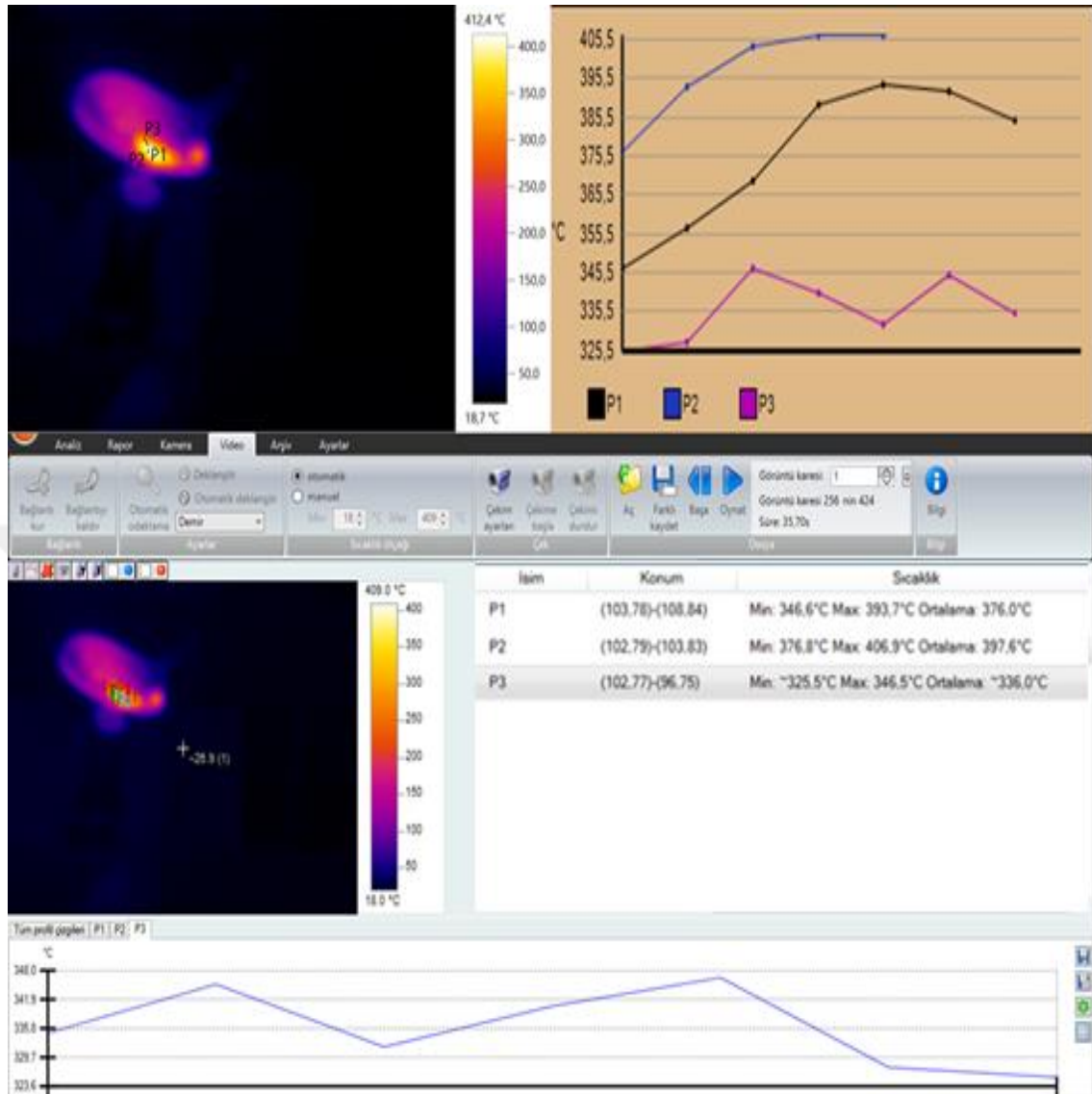
Şekil 3.14: a) Grafen aerojellerin ağırlığının hassas terazi ile ölçülmesi, b) GA'nın geometrik ölçülerinin kumpasla ölçülmesi.



3.2.6. Termal Kamera

Şekil 3.15'te bir metal üzerinde konumlandırılan GA'ya uygulanan sıcaklıkların termal kamera ile ölçüm sonuçları gösterilmiştir. Ölçüm sonuçlarında elde edilen sonuçların TESTO yazılım uygulamasındaki ekran görüntüsü verilmiştir. Yaklaşık 415°C'lere kadar elde edilen GA'ya bütanol çakmak yardımıyla sıcaklık verilmiştir. Elde edilen sonuçlarda, GA'nın 200-250°C'lerden sonra metal yüzeyinde azalmaya başladığı ve 415°C'den sonra tamamen kaybolduğu görülmüştür.

Şekil 3.15: GA'ların termal kamera görüntüleri ve sıcaklık grafiği.

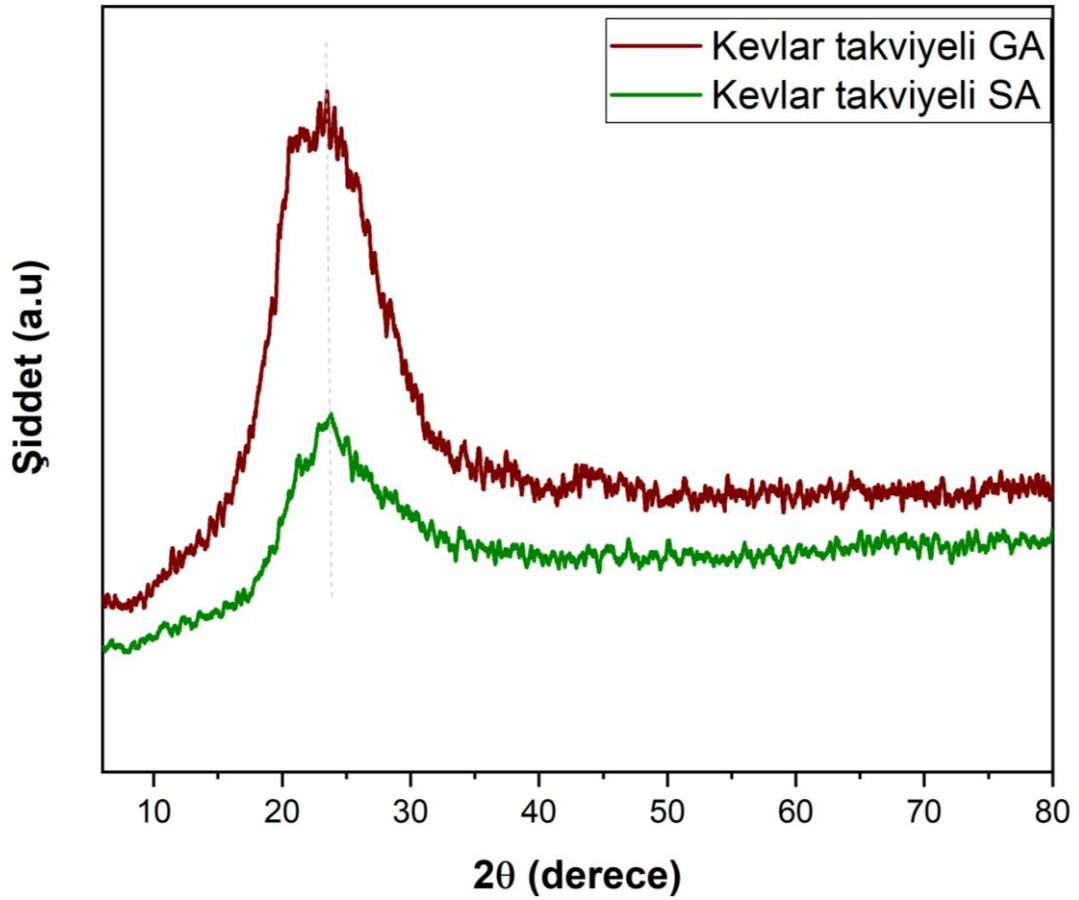


3.3. KEVLAR TAKVİYELİ AEROJELLERİN KARAKTERİZASYONU

3.3.1. XRD Analizi

Aramid elyaf takviyeli GA ve SA'nın kristal yapısının araştırılması için XRD analizi gerçekleştirilmiştir Şekil 3.16'da gösterilmiştir. Bu noktada 20-25°'de bir pik elde edilmiştir. GA için pik zirvesinin yaklaşık 25°'de olması ve kevlar liflerinin de 20-25° arası pik vermesi ile oluşan kevlar takviyeli GA'lar, SA'lara göre daha yüksek yoğunlukta bir pik vermiştir (Jia vd., 2019). Ayrıca silika arojellerin 20°-40° aralığında bir pik göstermesi yapının kısmen kristalleştiğini de göstermektedir (Yang ve Ye, 2022).

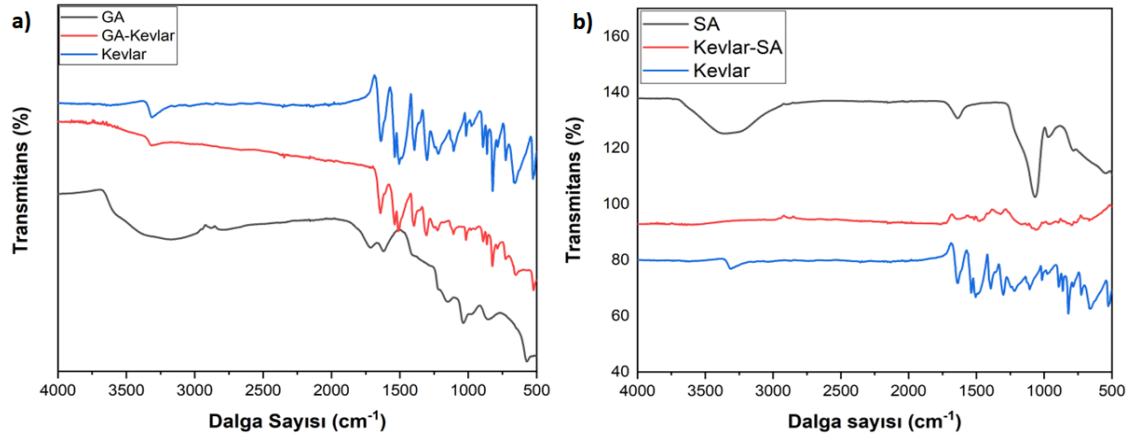
Şekil 3.16: Kevlar takviyeli SA ve GA'nın XRD grafiği.



3.3.2. FTIR Analizi

Şekil 3.17a'da GA-Kevlar aerogellerin FTIR grafiği, GA ve Kevlar FTIR'ı ile karşılaştırılmıştır. Aynı şekilde Şekil 3.17b'de SA-Kevlar FTIR grafiği, Kevlar ve SA, FTIR grafiği ile karşılaştırılmıştır. FTIR spektrumundan 3318 cm^{-1} , 1653 cm^{-1} , 1539 cm^{-1} ve 1307 cm^{-1} 'deki pikler sırasıyla -NH- germe titreşimini, amid grubundaki -C=O bağının gerilmesini, ikincil aminlerin -NH- bükülmesinin karakteristiğini temsil etmektedir (Almeida vd., 2021). Ga-Kevlar FTIR grafiğinde kevlar piklerinin baskın olduğu ve GA ile kompoziti sonucu pik yoğunluklarında azalma meydana geldiği ve $1710\text{-}1740\text{ cm}^{-1}$ de C=O germe titreşim piki kevların artırılmasıyla yavaşça kaybolmaktadır. Bu da kevların GO üzerinde belirli bir indirgemeye sahip olduğunu göstermektedir (Liu vd., 2022). Kevlar-SA FTIR grafiğine bakıldığında ise kevlar ile SA'nın kompoziti sonucu kevlar piklerinin yoğunluğunun azaldığı gözlemlenmiştir ve elde edilen grafik literatürle uyumludur (Li vd., 2016). Oluşan kompozitlerin kevlar ve SA arasında fiziksel bir kombinasyonun olduğunu göstermiştir.

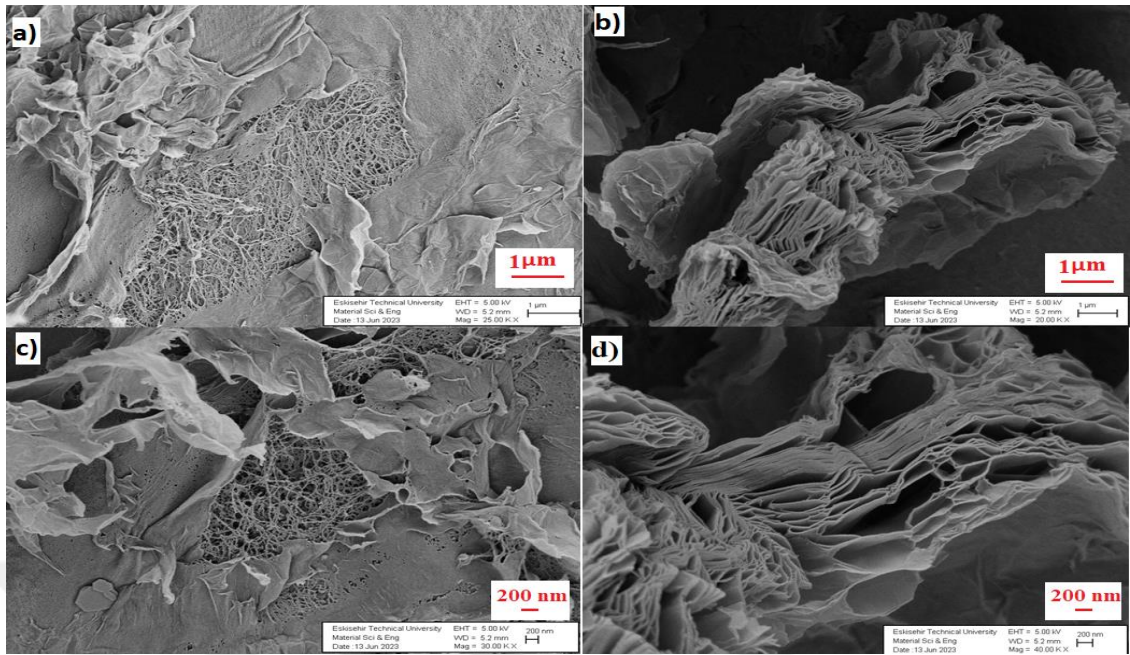
Şekil 3.17: a) GA, kevlar ve kevlar takviyeli SA'nın FTIR grafiği, **b)** SA, kevlar ve kevlar takviyeli SA'nın FTIR grafiği.



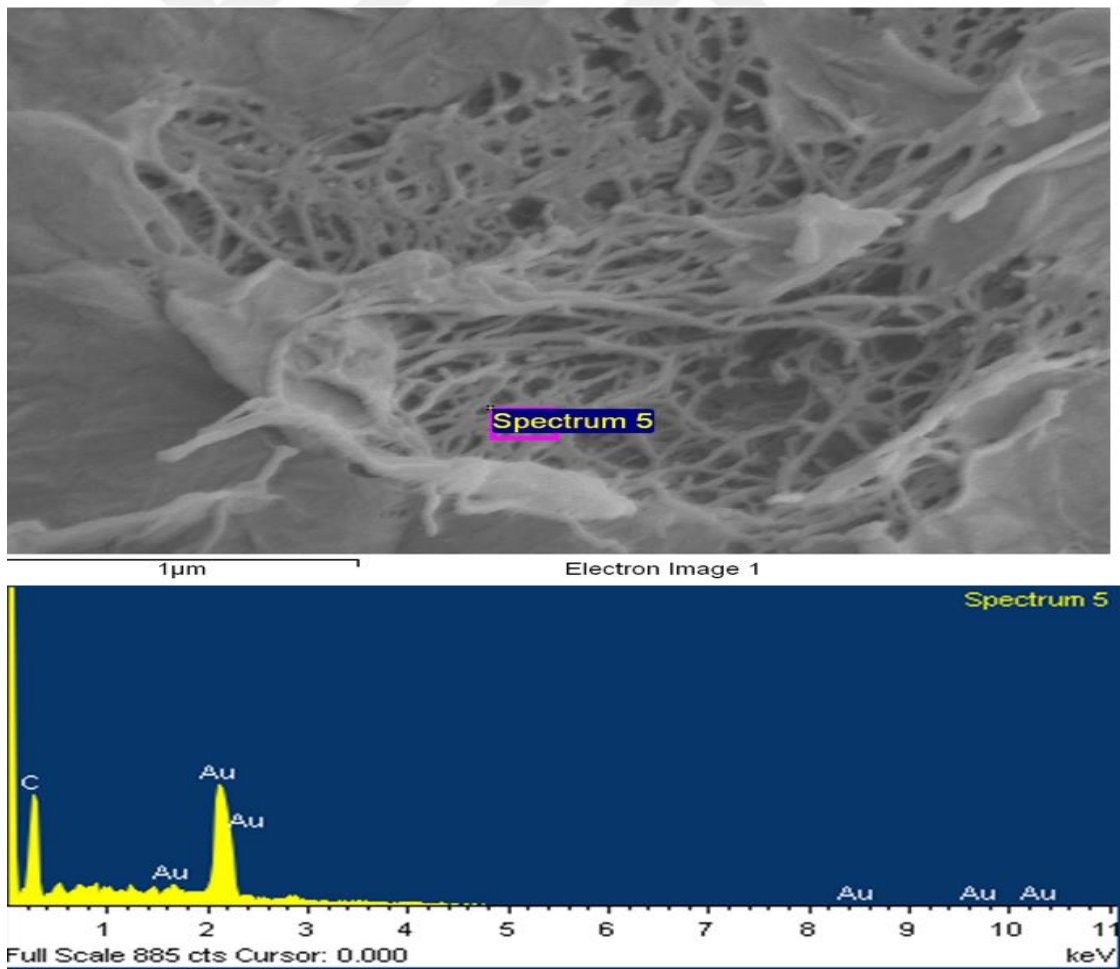
3.3.3. SEM Analizi

Şekil 3.18'de GA/Kevlar'ın SEM görüntüsü farklı büyütme oranlarında görülmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi yakınlaştırma oranı arttıkça birbirine bağlı 3D mimariye sahip gözenekli yapılar ortaya çıkmıştır. Bu görüntülerle yapının GA'ya kevlar takviyesi uygulanmasının yapıyı iyileştirerek kırılabilirliğin azalmasını sağladığını göstermiştir. Elde edilen sonuçlar, literatürle de benzerlik göstermektedir (Li vd., 2021). Şekil 3.19'da ise GA/Kevlar aerogellerin SEM EDX analizi ve elementel grafiği gösterilmiştir. Şekilde gösterilen alandan alınan analize göre yapıda C varlığı saptanmıştır. Au elementi ise yapılan kaplama işleminden geldiği görülmüştür.

Şekil 3.18: GA/Kevlar aerojellerin a,b) 1 μm c,d) 200 nm büyütmedeki SEM görüntüleri.

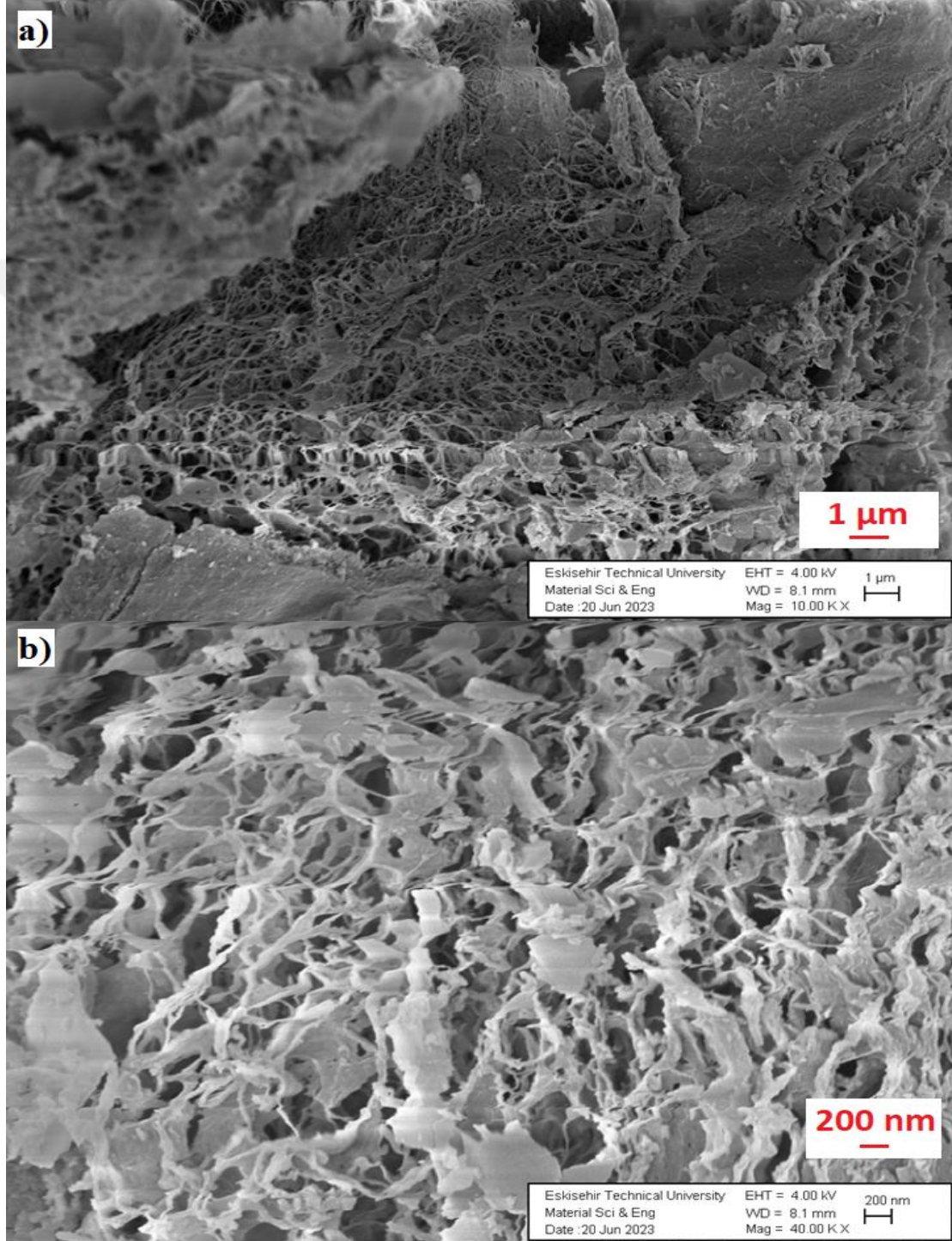


Şekil 3.19: GA/Kevlar aerojellerin EDX alan analizi ve elementel grafiği.



SA/Kevlar aerejellerin SEM görüntüsü ise Şekil 3.20'de gösterilmiştir. Burada Kevlar takviyesinin aerejelin gözenekli yapısını koruduğunu göstermektedir. Ayrıca aerejel bloğunun gözenekli ağları 3 boyutlu olarak görülmektedir. Elde edilen SEM görüntüsü literatürle de uyum sağlamaktadır (Li vd., 2016).

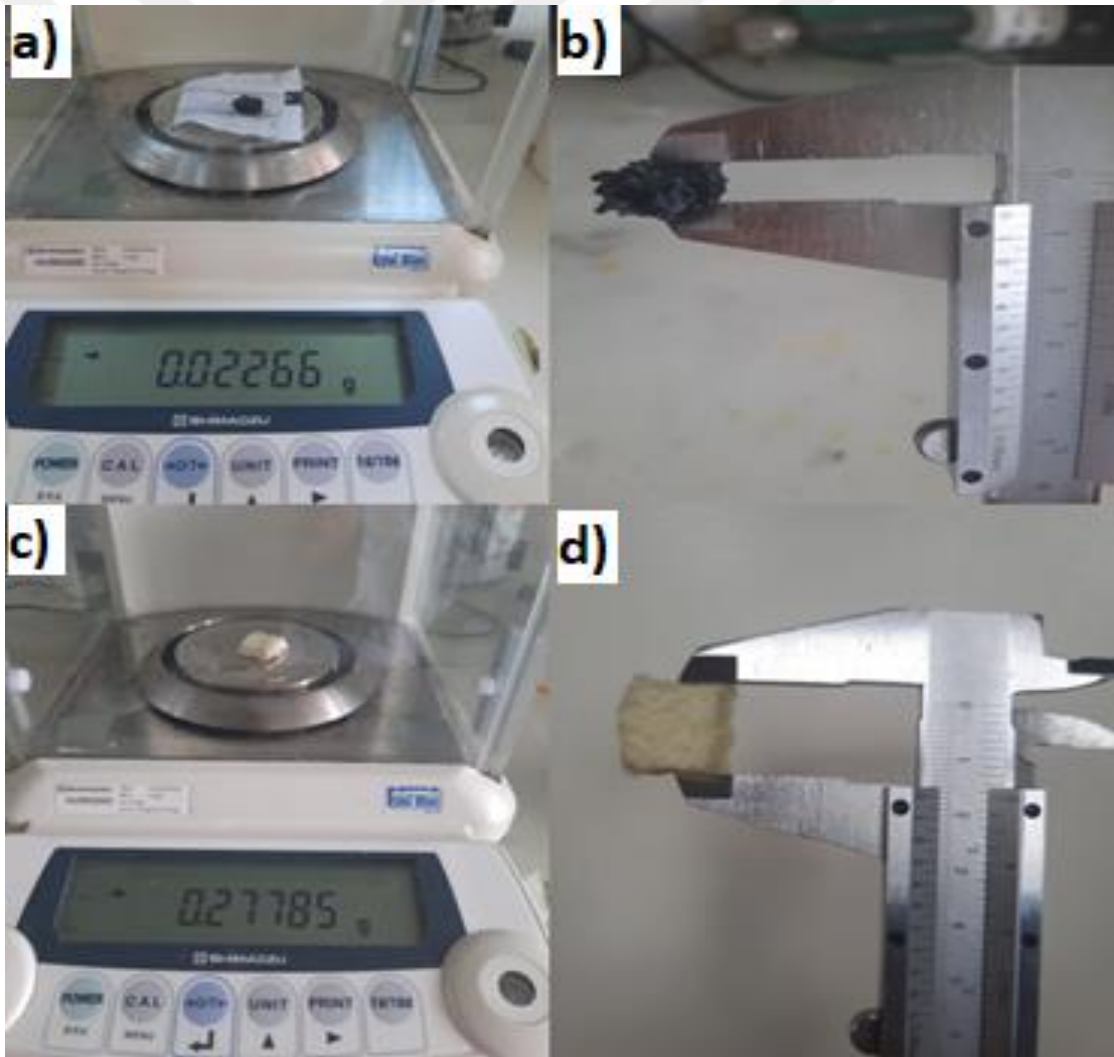
Şekil 3.20: SA/Kevlar aerejellerin a) 1 μ m b) 200 nm büyütmedeki SEM görüntüleri.



3.3.4. Yoğunluk Ölçümü

Elde edilen kevlar takviyeli silika ve grafen aerojellerin ağırlık ölçümleri Şekil 3.21a ve 3.21c'de gösterilmiştir. Oldukça hafif olan bu numunelerin ağırlıkları SA/kevlar ve GA/kevlar için sırasıyla 0.27 g ve 0.022 g olarak bulunmuştur. Elde edilen kevlar takviyeli aerojellerin ölçüleri ise kumpas yardımıyla ölçülerek (Şekil 3.21b ve 3.21d) hacimleri hesaplanmıştır. Bunun sonucunda ise SA ve GA kevlar aerojellerin yoğunlukları sırasıyla; 0.16 ve 0.0187 g/cm³ olarak hesaplanmıştır.

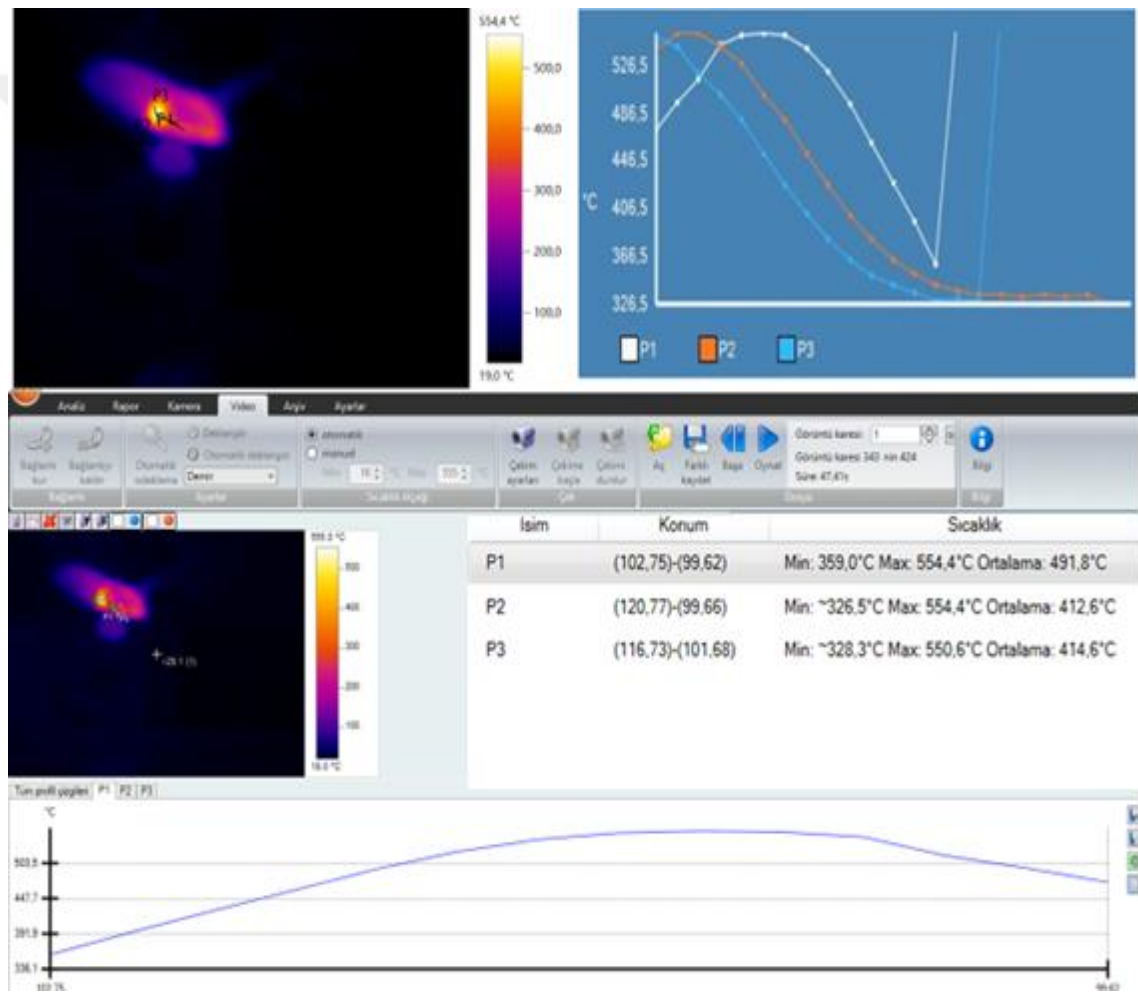
Şekil 3.21: a) GA/kevlar aerojelin ağırlığının hassas terazi ile ölçülmesi, b) GA/kevlar aerojelin geometrik ölçülerinin kumpasla ölçülmesi, c) SA/kevlar aerojelin ağırlığının hassas terazi ile ölçülmesi, d) SA/kevlar aerojel geometrik ölçülerinin kumpasla ölçülmesi.



3.3.5. Termal Kamera

Şekil 3.22'de bir metal üzerinde konumlandırılan SA/ Kevlar aerojellere uygulanan sıcaklıkların termal kamera ile ölçüm sonuçları gösterilmiştir. Yaklaşık 560°C'lere kadar elde edilen SA/Kevlar aerojellere bütanol çakmak yardımıyla sıcaklık verilmiştir. Elde edilen sonuçlarda, SA/Kevlar aerojellerin 350°C'lerde yanmaya başladığını, 560°C'lerde ise yapının tamamen yanarak renk değiştirdiği görülmüştür. Bu sonuç, silika aerojellere kevlar eklenmesiyle kırılgenlik azalsa da yüksek sıcaklıklara olan direncin azaldığını göstermiştir.

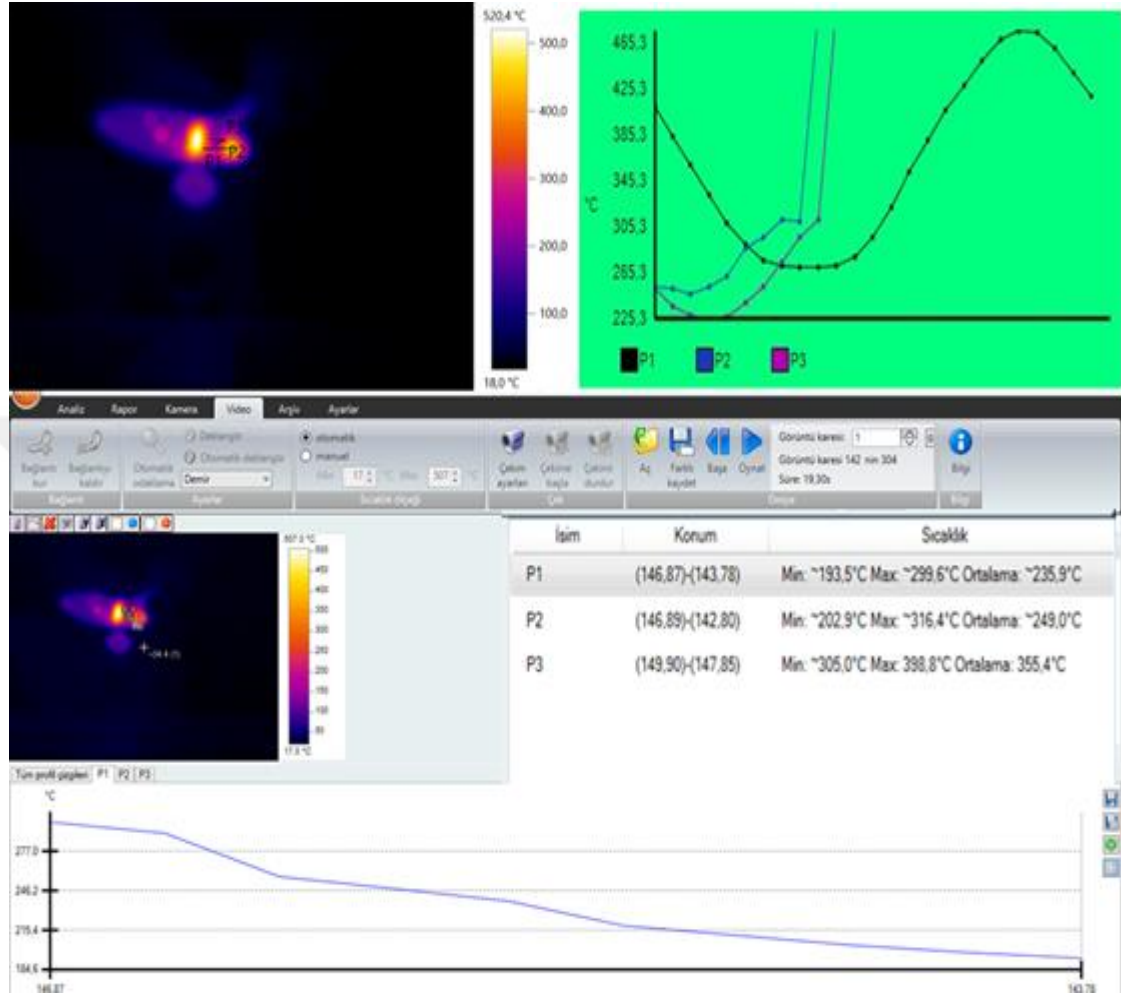
Şekil 3.22: Elde edilen SA/Kevlar aerojelin termal kamera görüntüleri ve sıcaklık grafiği.



Şekil 3.23'te ise bir metal üzerinde konumlandırılan GA/ Kevlar aerojele uygulanan sıcaklıkların termal kamera ile ölçüm sonuçları gösterilmiştir. Yaklaşık 525°C'lere kadar elde edilen GA/Kevlar aerojele bütanol çakmak yardımıyla sıcaklık verilmiştir. Elde edilen sonuçlarda, GA/Kevlar aerojelin 350°C'lere kadar dayanıklılık göstermiş ve daha yüksek sıcaklıklarda GA/Kevlar aerojelin metal yüzeyinde küçülmeye

başladığı görülmüştür. Bu durum GA'ya kevlar eklenmesinin yapıdaki sıcaklık dayanımını arttırdığını göstermiştir.

Şekil 3.23: Elde edilen GA/Kevlar aerogelin termal kamera görüntüleri ve sıcaklık grafiği.



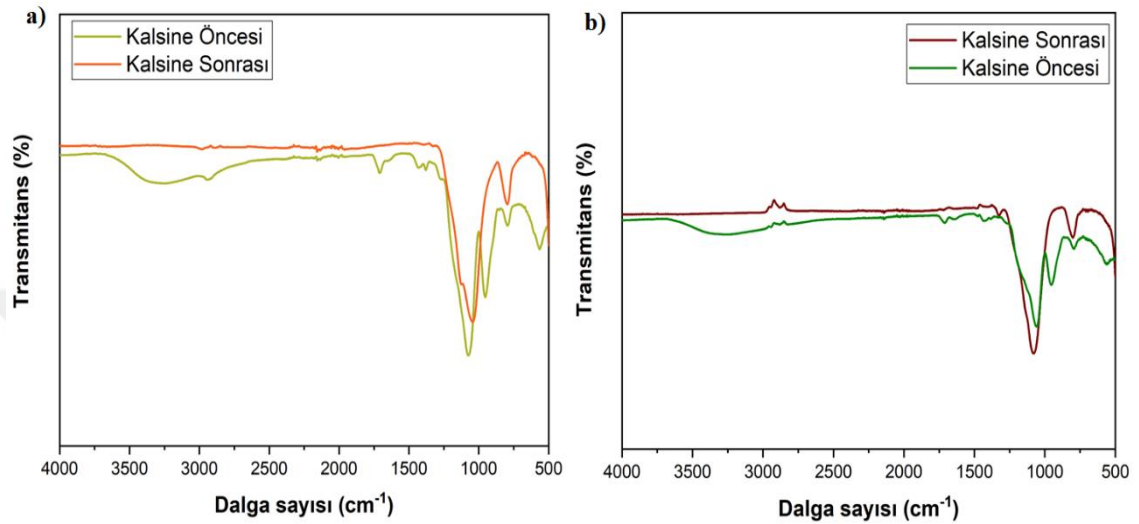
3.4. ELDE EDİLEN FİBERLERİN KARAKTERİZASYONU

3.4.1. FTIR

Kalsinasyon öncesi ve sonrasındaki fiberlerin, kalsine sonrası yapılarındaki polimerlerin uzaklaştırıldığını görmek adına FT-IR analizi yapılmıştır. Elde edilen analiz sonucu Şekil 3.24'te gösterildiği gibidir. Şekilde de gözlemlendiği gibi kalsine öncesi 900 cm^{-1} ve 3300 cm^{-1} 'de sırasıyla Si-OH ve O-H titreşimleri gözlemlenmiştir (Sakai vd., 2012). Kalsine işleminden sonra ise bu tepe noktalarının kaybolduğu net bir şekilde görülmüştür. Bu durum silanol gruplarının 650°C üzerinde yoğunlaşmaya başlaması ile açıklanabilmektedir. Ayrıca 810 cm^{-1} ve 1105 cm^{-1} 'de görülen bantların Si-O-Si bağlarının sallanma ve asimetrik gerilme titreşimine karşılık geldiği bilinmekte ve bu

piklerin korunduğu görülmektedir (Yan vd., 2014). Böylelikle kalsinasyon sonrası yapıdan PVA'nın uzaklaştırıldığı da elde edilen FT-IR analizi ile doğrulanmıştır (Huang vd., 2020).

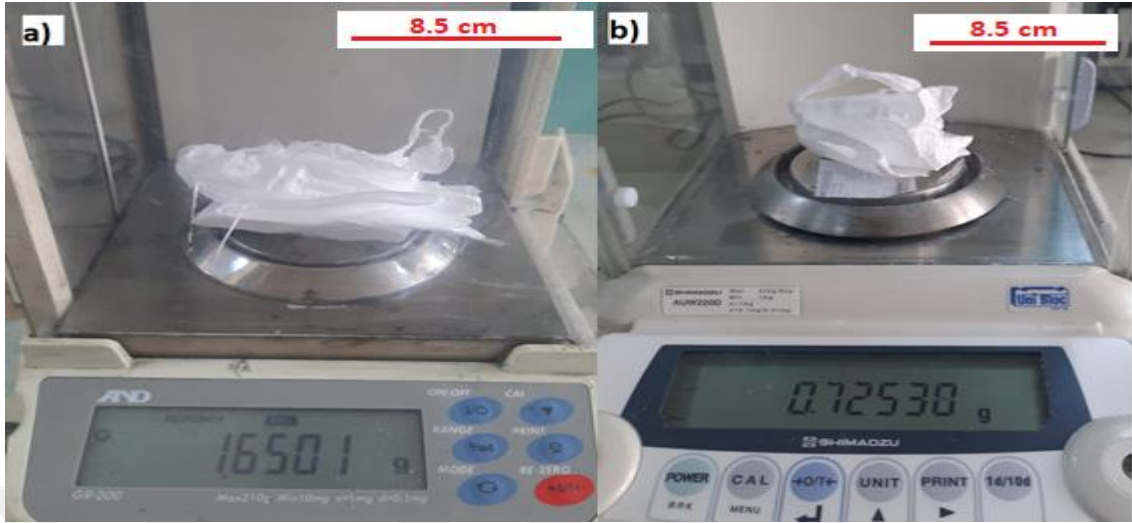
Şekil 3.24: a) Si/Zr/B bazlı fiberlerin kalsine öncesi ve sonrası FT-IR spektroskopisi, b) Si bazlı fiberlerin kalsinasyon öncesi ve sonrası FT-IR spektroskopisi.



3.4.2. Fiberlerin Kalsinasyon Öncesi ve Sonrası Ağırlıklarının Ölçümü

Fiberlerin kalsine öncesi ve sonrasında yapısındaki polimerlerin uzaklaştırılması noktasında ağırlıkların ölçülmesi ile FTIR analiz sonucunun desteklenmesi amaçlanmıştır. Şekil 3.25'te gözlemlendiği gibi, kalsine öncesi elde edilen fiberlerin ağırlığı 1.65 g iken (Şekil 3.25a), kalsine sonrası polimerlerin yapıdan uzaklaştırılmasıyla 0.72 grama (Şekil 3.25b) düşmüştür. Sonuç olarak yapıda ağırlık olarak %56.36 azalma meydana gelmiştir. Bu durum yapıdaki PVA'nın uzaklaştırılmasıyla açıklanabilmektedir.

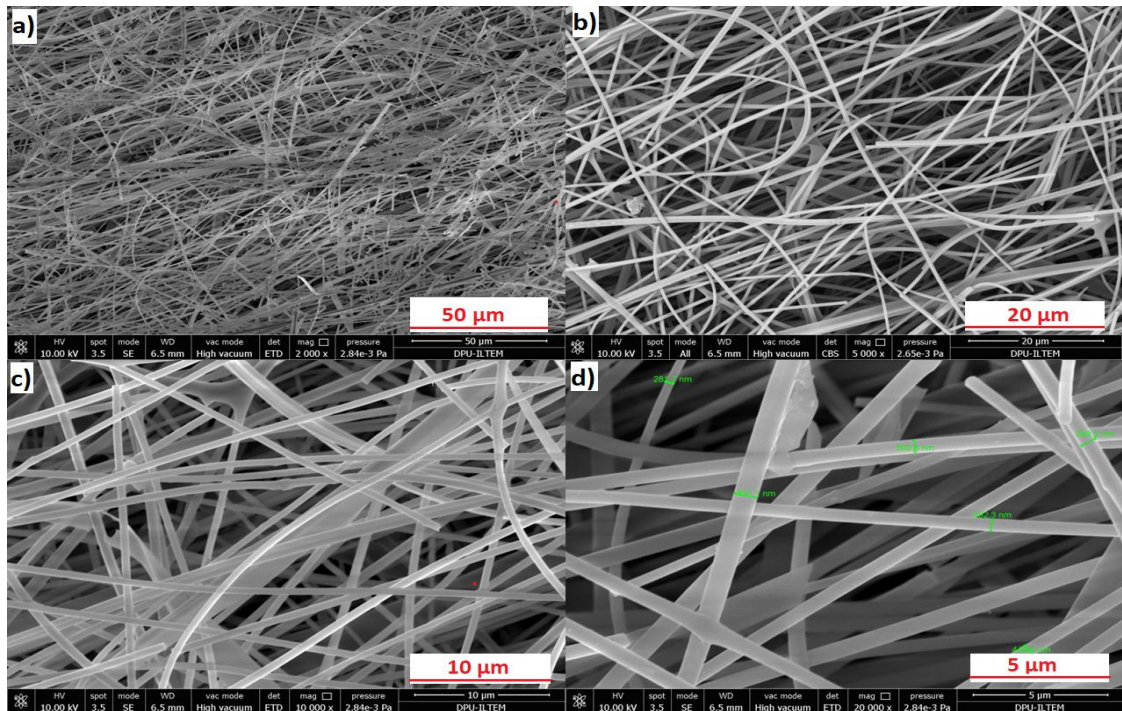
Şekil 3.25: a) Kalsinasyon öncesi elde edilen fiberlerin ağırlığı, b) Kalsinasyon sonrası elde edilen fiberlerin ağırlığı.



3.4.3. SEM Analizi

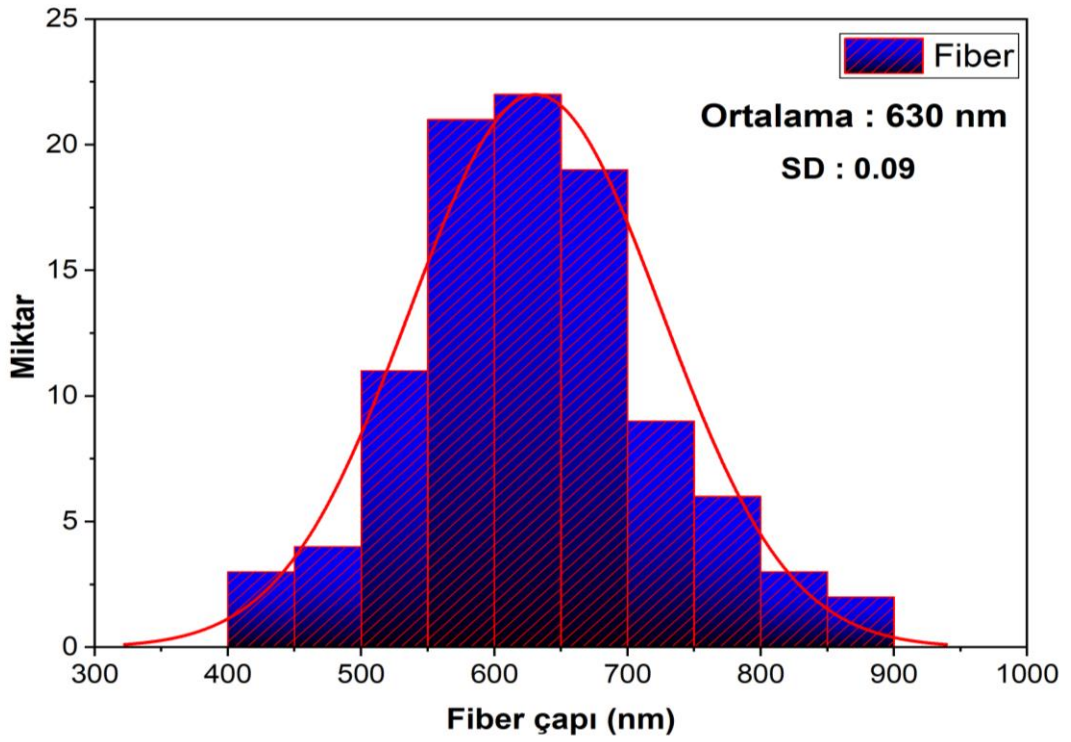
Elde edilen fiberlerin kalsinasyon sonrası SEM görüntüleri Şekil 3.26'da gösterildiği gibidir. Elde edilen görüntülerde, fiber yapılarının olduğu net bir şekilde gözlemlenmiştir. Fiberlerde aglomerasyon görülmemiş olup fiber çaplarının da birbirine yakın değerlerde olduğu gözlemlenmiştir.

Şekil 3.26: Si bazlı fiberlerin kalsine sonrası a) 50 μm , b) 20 μm , c) 10 μm , d) 5 μm büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.

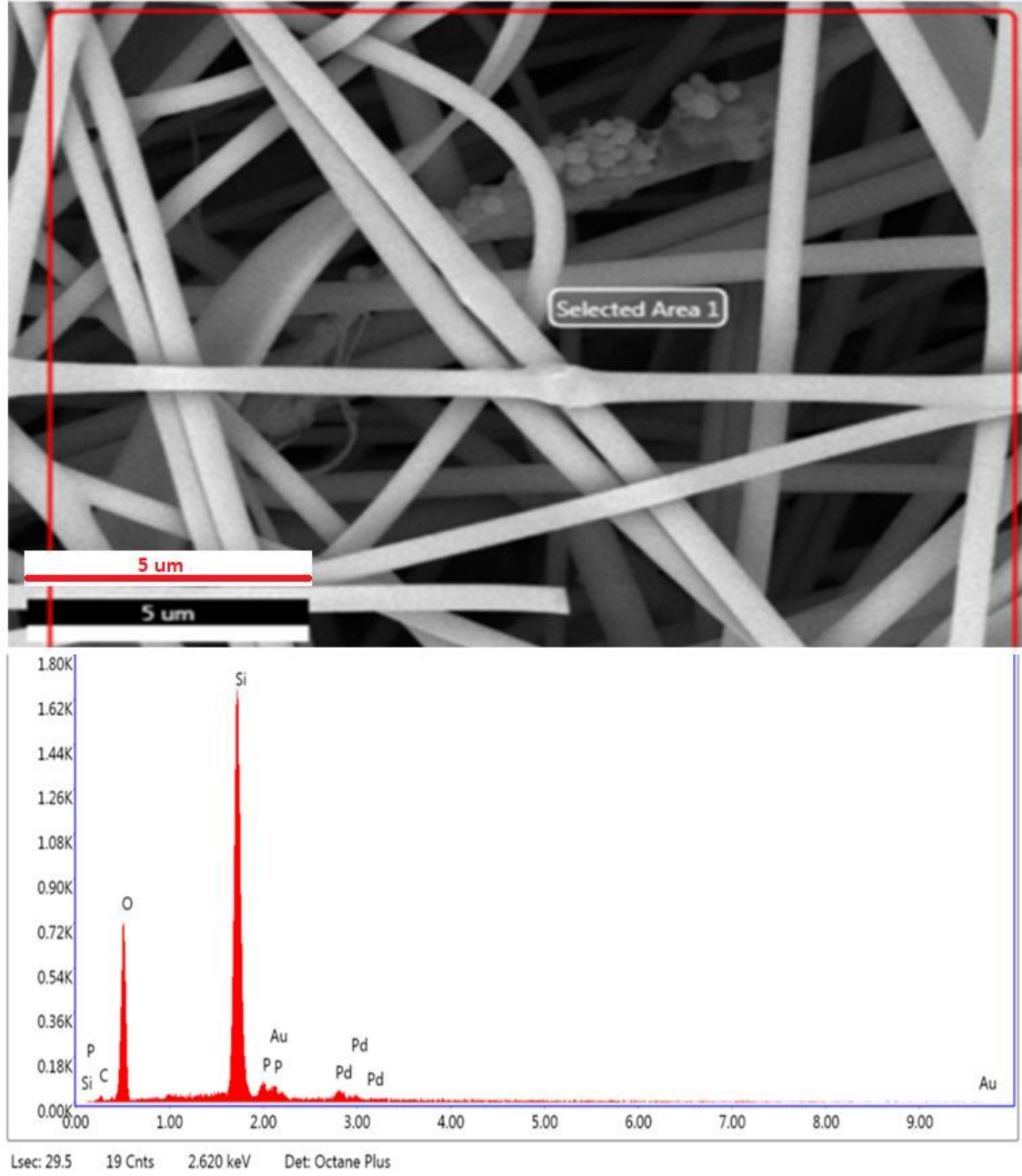


SEM analizi sonucunda ölçülen fiber çap ortalaması ise 630 nm olarak bulunmuştur ve histogram grafiği Şekil 3.27’de gösterilmiştir. Elde edilen fiberlerin kalsine sonrası yapısındaki Si elementinin korunduğu Şekil 3.28’de gösterilen SEM-EDX analizi ile gerçekleştirilmiştir.

Şekil 3.27: GA’ların SEM görüntüsünden elde edilen fiber çaplarının histogram grafiği.



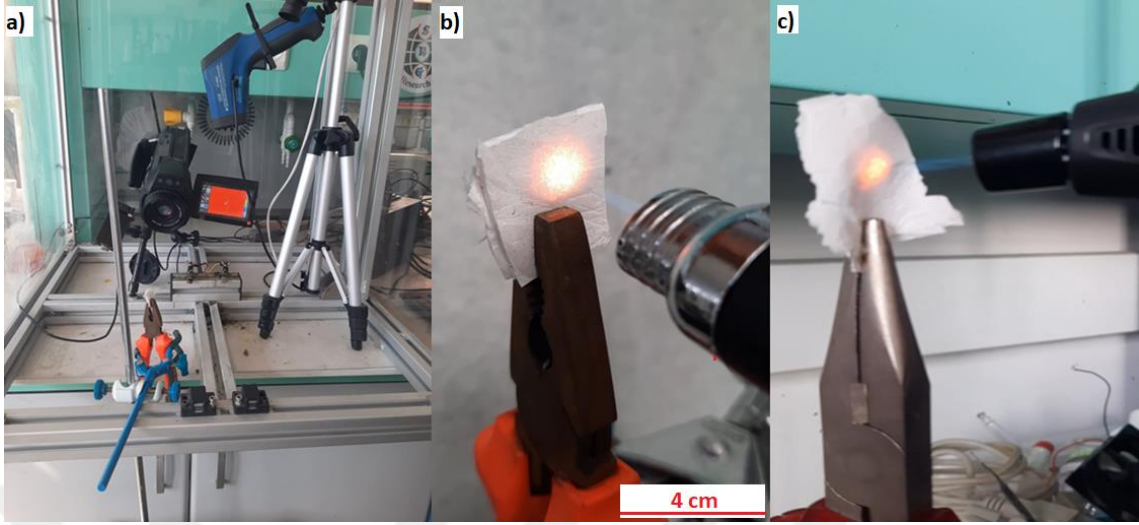
Şekil 3.28: Kalsine sonrası elde edilen Si bazlı fiberlerin SEM-EDX Analizi ve elementel grafiği.



3.4.4. Termal Kamera Analizi

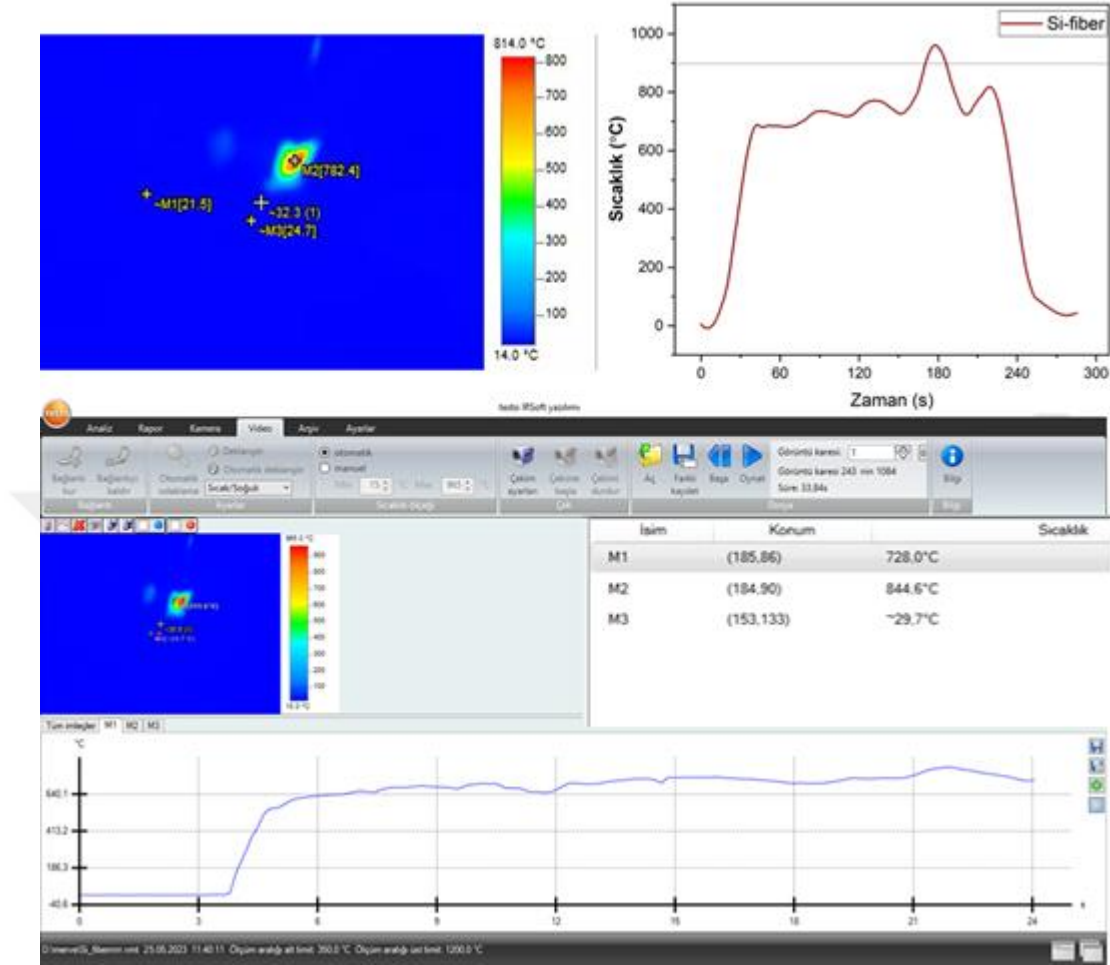
Fiberlerin kalsine edilmesinden sonra, bütanol çakmak kullanılarak aleve olan direnci termal kamera ile test edilmiştir. Elde edilen sonuçlarda, kalsine sonrası elde edilen fiberlerin aleve oldukça dirençli olduğu görülmüştür. Şekil 3.29’da termal kamera sistemi ve fiberlerin aleve olan dirençleri gösterilmiştir.

Şekil 3.29: a) Termal kamera sistemi, b) Si fiberlerinin bütanol kaynağına maruz bırakılması, c) Si/Zr/B fiberlerin bütanol kaynağına maruz bırakılması.



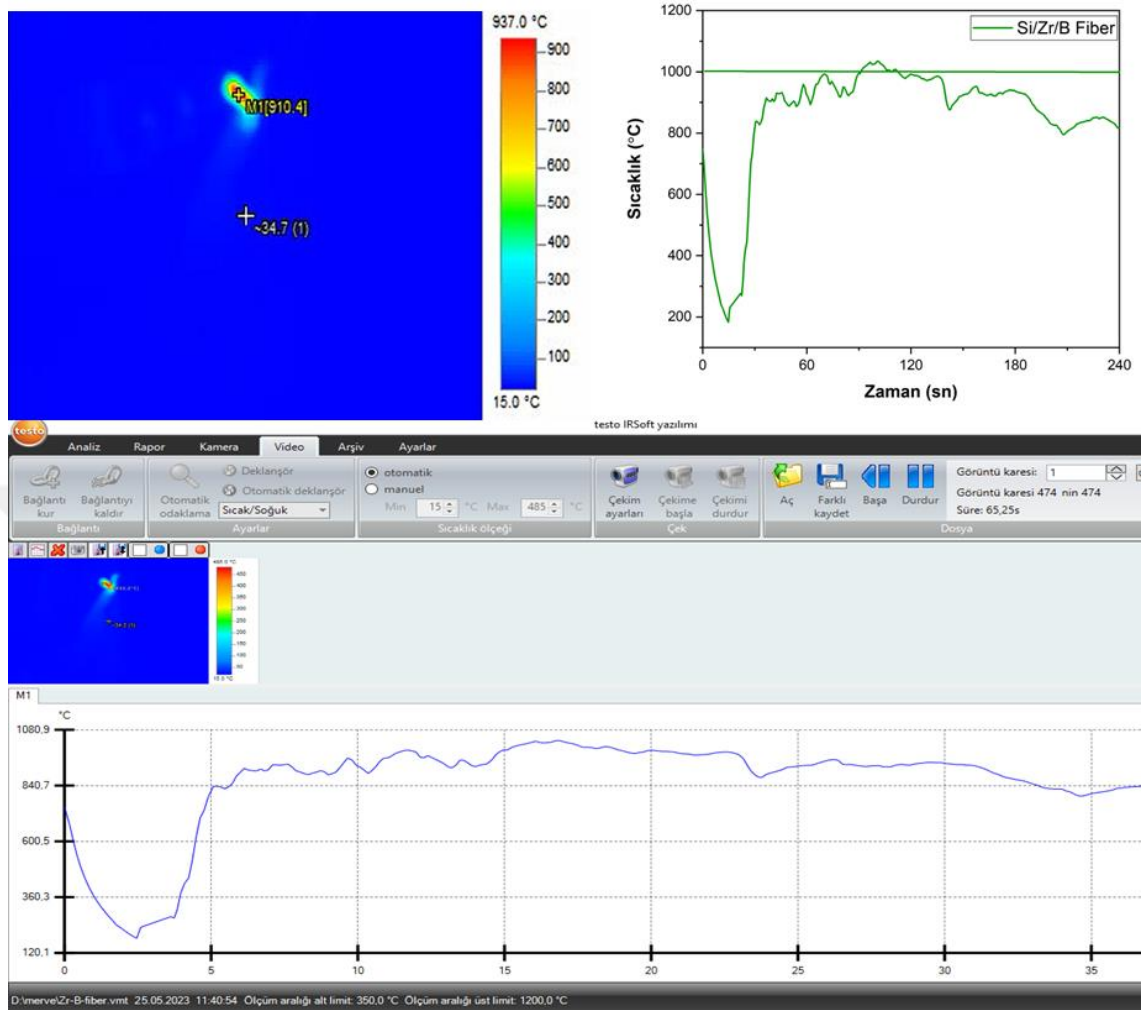
Şekil 3.30'de Si-fiberlerin termal kamera analizi ile yüksek sıcaklıklara olan direnci gösterilmiştir. Termal kamera ile fiber üzerindeki sıcaklık yaklaşık 1000°C'lere kadar çıkmıştır. Elde edilen sonuçlar ise 800-900 °C'lerde oldukça dayanıklı olduğu görülmüştür. Daha yüksek sıcaklıklarda uzun süre bekletmelerde (15 dk) ise fiberde delinmelerin meydana gelebileceği gözlemlenmiştir. Ayrıca alevin fiber yüzeyinden çekilmesiyle fiberin saniyeler içinde soğuduğu da termal kamera sistemindeki sıcaklık-zaman grafiği ile net bir şekilde gözlemlenmiştir.

Şekil 3.30: Si-fiberleri üzerindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi.



Şekil 3.31’de ise Si/Zr/B-fiberlerin termal kamera analizi ile yüksek sıcaklıklara olan direnci gösterilmiştir. Bütanol çakmak yardımıyla fiber üzerindeki sıcaklık 1000°C’lere çıkmıştır. Elde edilen sonuçlar ise 800-900 °C’lerde oldukça dayanıklı olduğu görülmüştür. Daha yüksek sıcaklıklarda ve uzun süre bekletmelerde ise fiberde büzülmelerin meydana geldiği gözlemlenmiştir. Yüzeyle alevin çekilmesi ile yine sıcaklığın saniyeler içerisinde düştüğü gözlemlenmiştir.

Şekil 3.31: Si/Zr/B-fiberleri üzerindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi.

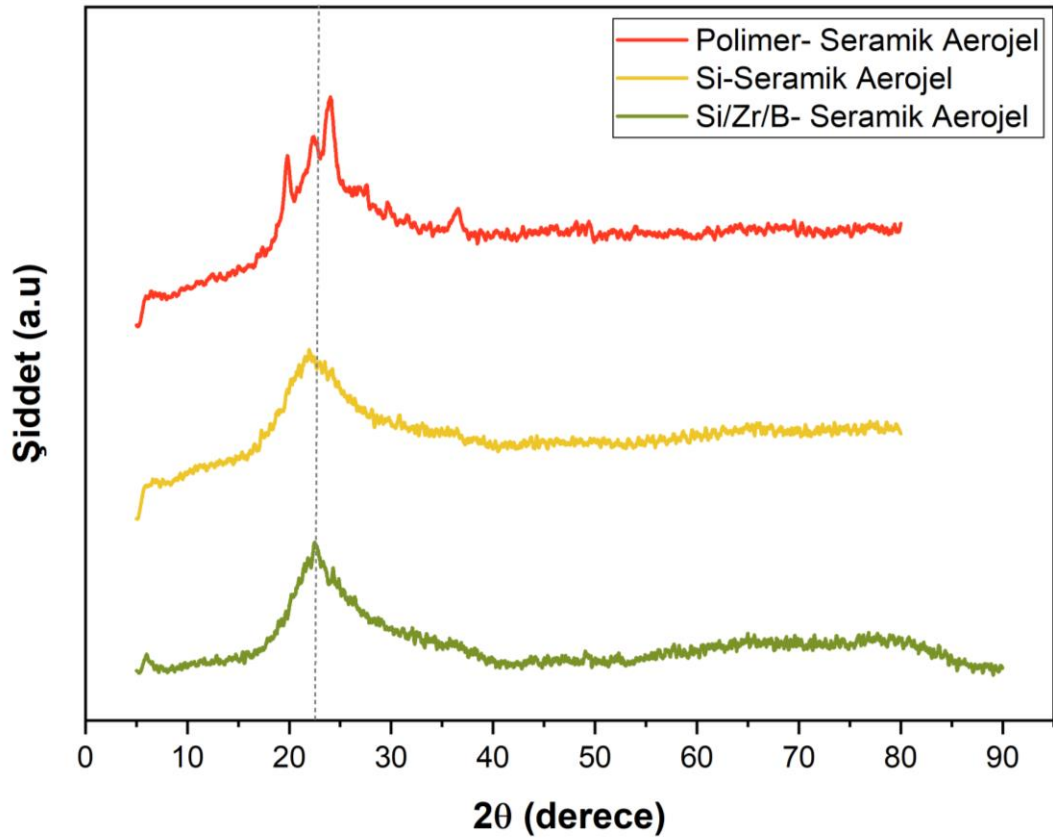


3.5. FİBER TAKVİYELİ SERAMİK AEROJELLERİN KARAKTERİZASYONU

3.5.1. XRD Analizi

Elde edilen Si, Si/B/Zr ve polimer bazlı aerogellerin kristal yapılarının araştırılması amacıyla XRD analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.32) Si/Zr/B bazlı aerogellerin hala amorf yapıda kaldığı ve nedeninin aerogeldeki Si miktarının yüksek olmasıyla kristalleşmenin SiO₂ tarafından bastırılması olarak ön görülmektedir (Liu vd., 2017). Si ve polimer bazlı seramik aerogeller de ise 20 ile 30° aralıklarında tipik pik değeri gözlemlenmiştir. Si ve Si/Zr/B seramik aerogeller 1000°C’de işlem gördükten sonra XRD grafikleri çekilmiştir ve görüldüğü gibi Si-seramik aerogellerin hala tipik amorf bir yapı sergilemeye devam ettiği görülmüştür (Dou vd., 2020). Si/Zr/B-seramik aerogellerde ise hafif kristalleşme yapısı sergilediği görülmektedir.

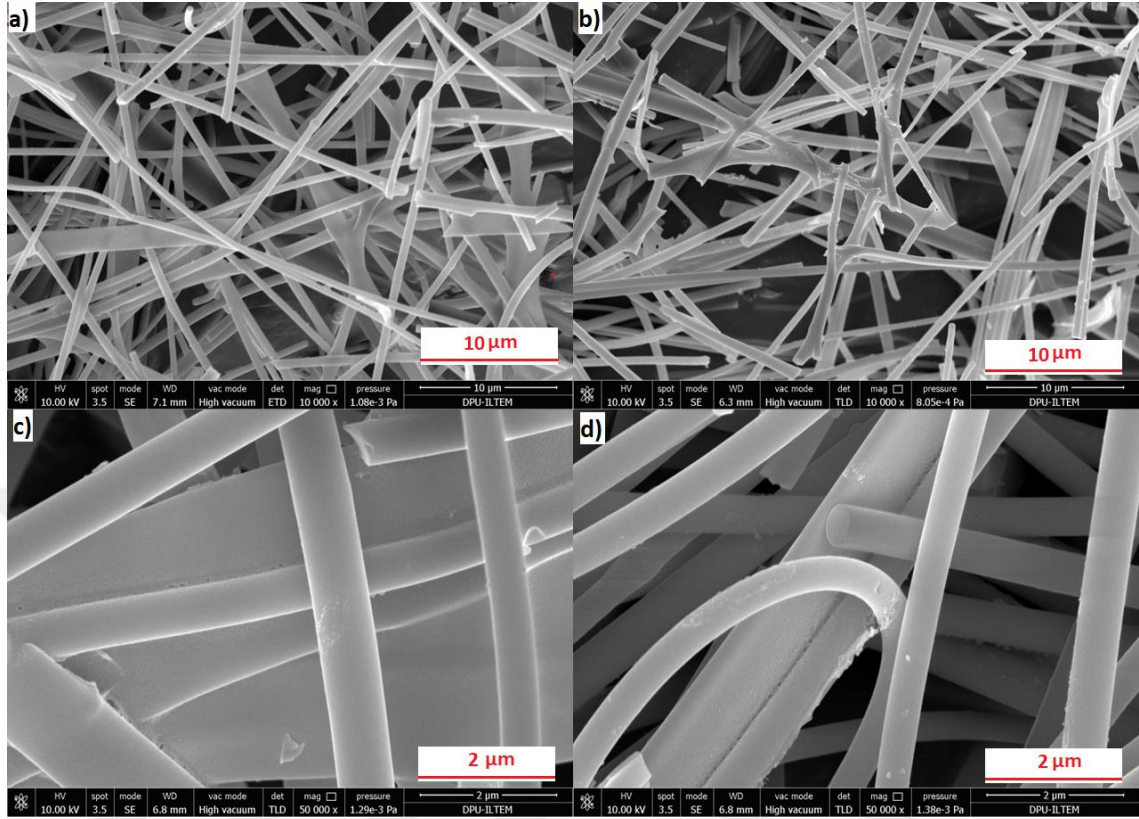
Şekil 3.32: Si ve Si/Zr/B seramik aerojellerin K α Cu radyasyonu ile yapılan XRD grafiği.



3.5.2. SEM Analizi

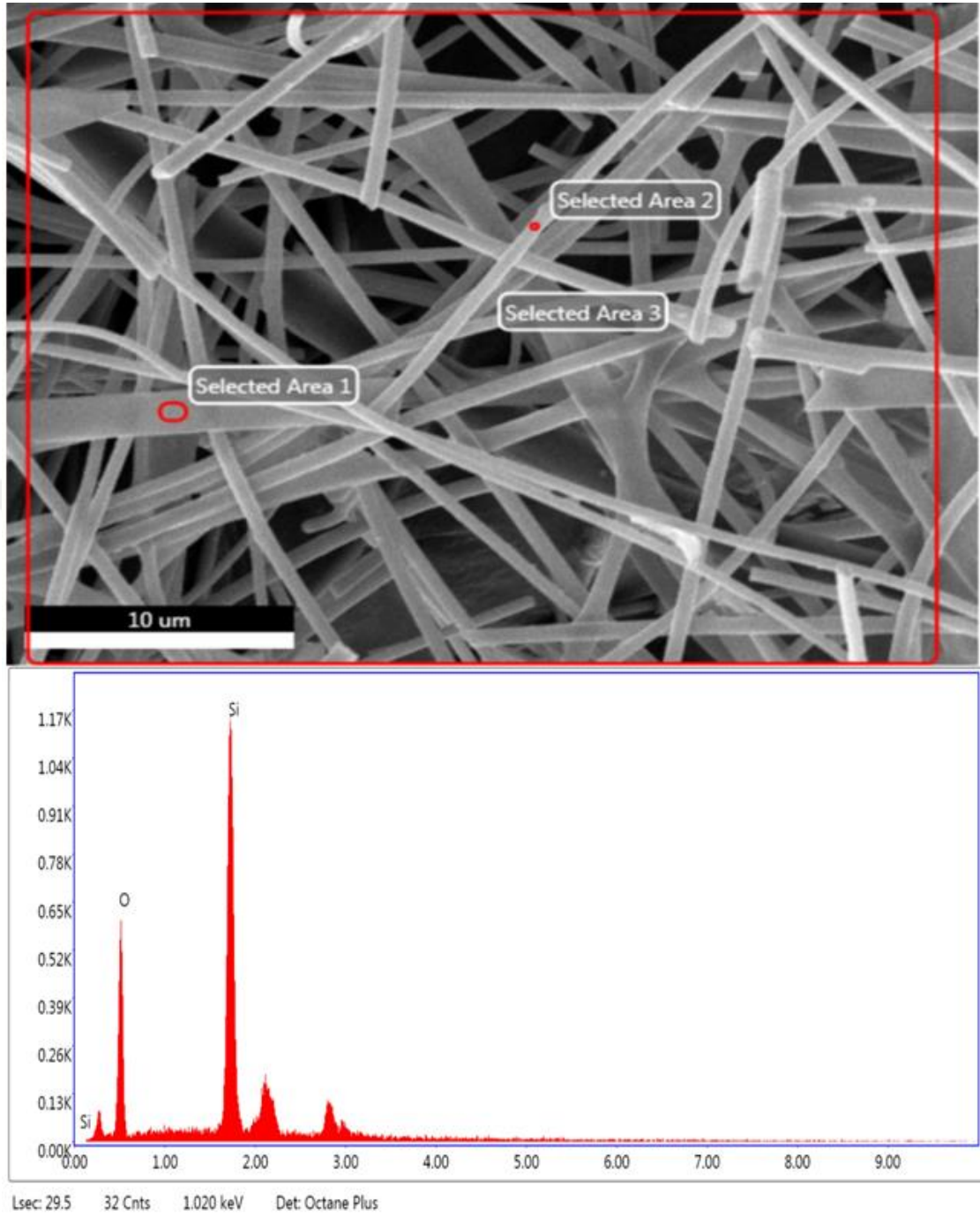
Elde edilen Si ve Si/Zr/B bazlı seramik aerojellerin SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 3.33 ve Şekil 3.35'te gösterildiği gibidir. Elde edilen SEM görüntüleri, aerojellerin kalsinasyon işlemi sonrasında elde edilen aerojellere aittir. Şekil 3.33'teki Si bazlı seramik aerojellerin SEM görüntüsünde, fiber yapılar arasında belirli gözeneklerin oluştuğu görülmüştür. Fiber yapıların yakınlaştırma oranı arttıkça birbirine bağlandığı görülse de çapraz bağların zayıf olduğu ve buna bağlı olarak yapıdaki esnekliğin azaldığı görülmüştür.

Şekil 3.33: Si-seramik aerojellerin a, b) 10µm, c, d) 2 µm yakınlaştırmalardaki fiber yapıları SEM görüntüleri.



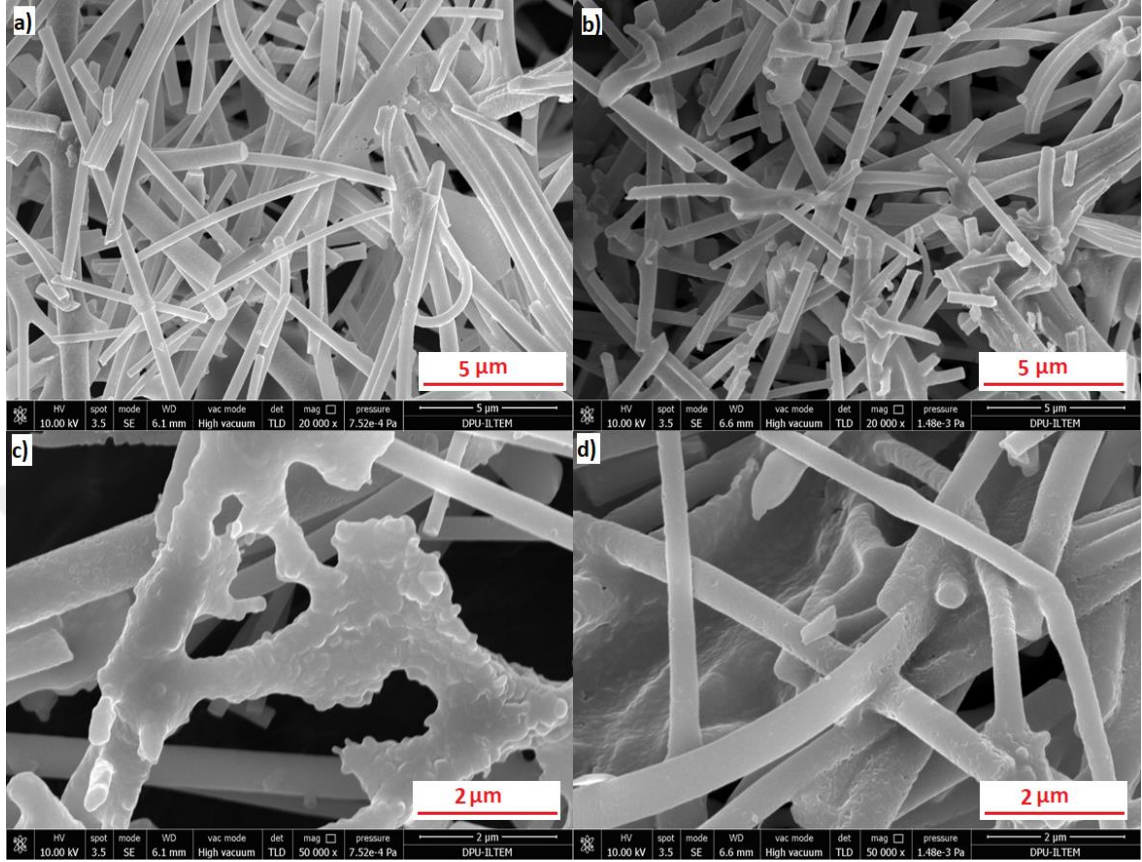
Elde edilen Si bazlı seramik aerojellerin SEM görüntüsünün EDX analizi ise Şekil 3.34'te gösterildiği gibidir. Burada Si elementinin varlığı şekilde de belirtilen alandan yapılan analize göre net bir şekilde gözlemlenmiştir. Ayrıca O varlığı da saptanmıştır.

Şekil 3.34: Si-seramik aerojellerin SEM- EDX analizi ve elementel tablosu.

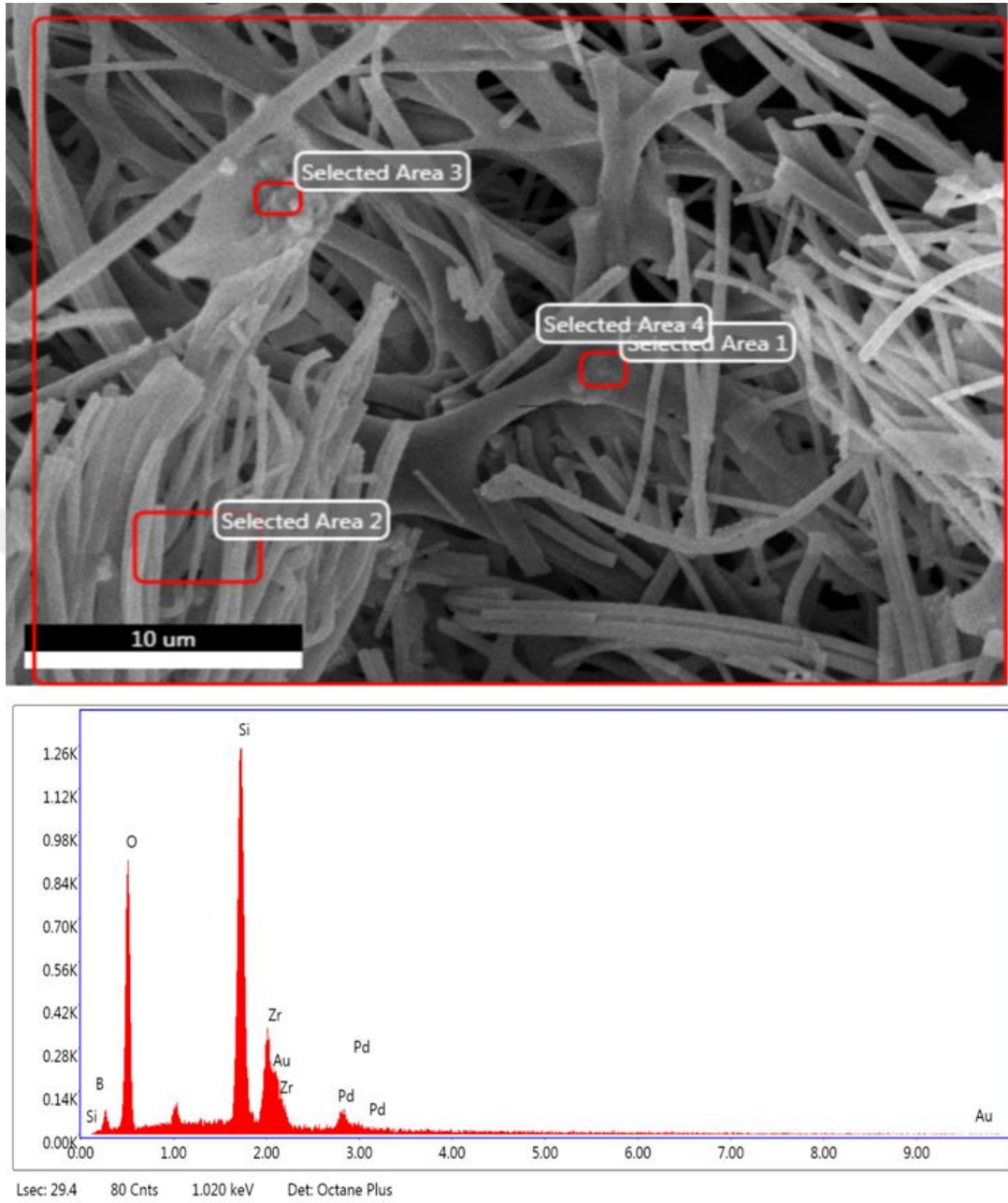


Si/Zr/B bazlı seramik aerojellerin SEM görüntüsü ise Şekil 3.35'te gösterildiği gibidir. Burada yakınlaştırma arttıkça, yine fiber bağlantılarının varlığı gözlemlenmiştir (Şekil 3.35a). Ayrıca fiber yapıları arasında gözenekli yapıların oluştuğu görülmüştür. Yapıdaki bağların güçlü olmadığı ve buna bağlı olarak aerjeldeki esneklikte azalma meydana geldiği görülmüştür. Ayrıca elde edilen Si/Zr/B bazlı seramik aerojellerin SEM görüntüsündeki EDX analizi sonucu Şekil 3.36'da gösterildiği gibidir. Burada, Yapıdaki Si, Zr ve B elementlerinin varlığı net bir şekilde gözlemlenmiştir.

Şekil 3.35: Si/Zr/B bazlı seramik aerojellerin, **a, b)** 5 μm , **c, d)** 2 μm büyütmedeki SEM görüntüleri.

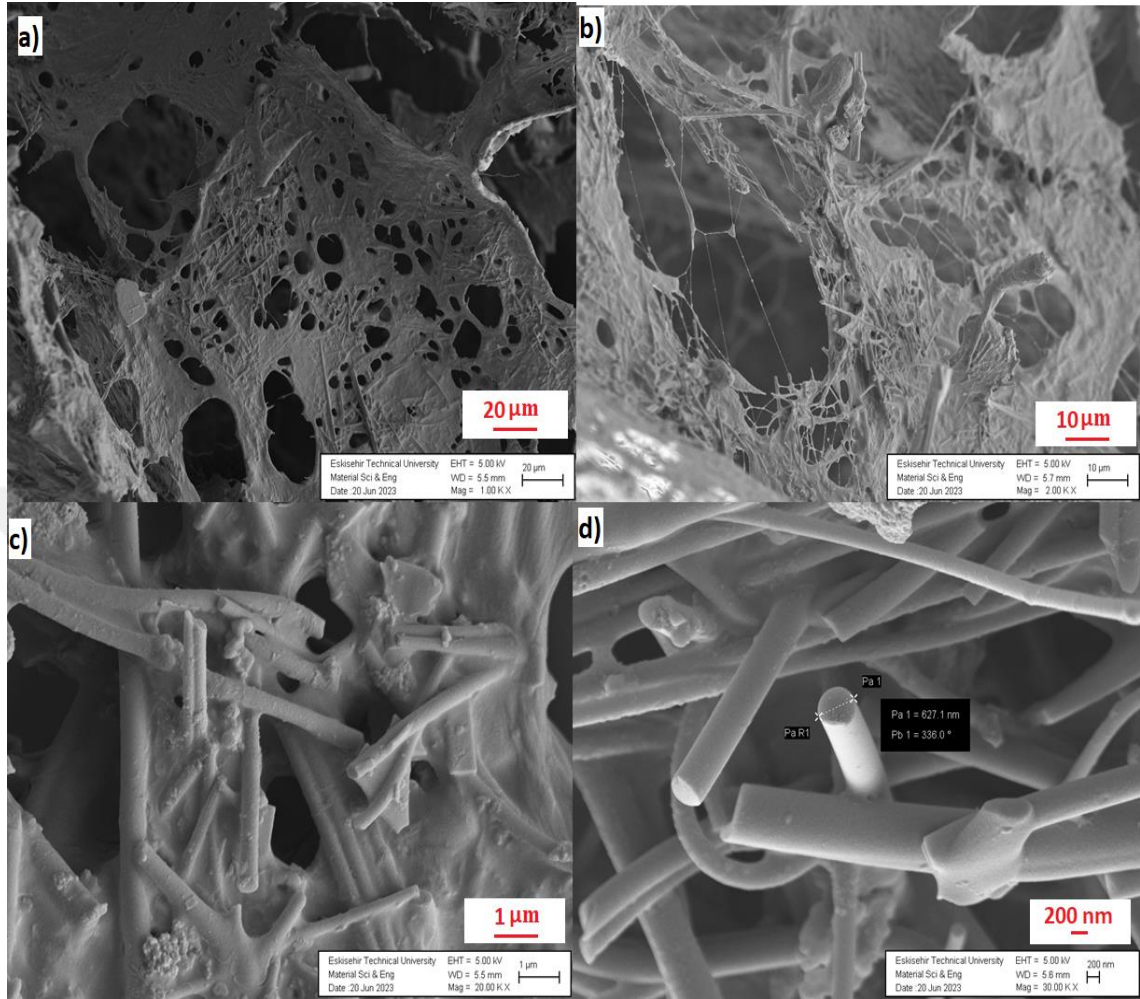


Şekil 3. 36: Si/Zr/B-seramik aerojellerin SEM-EDX analizi ve elementel grafiği.



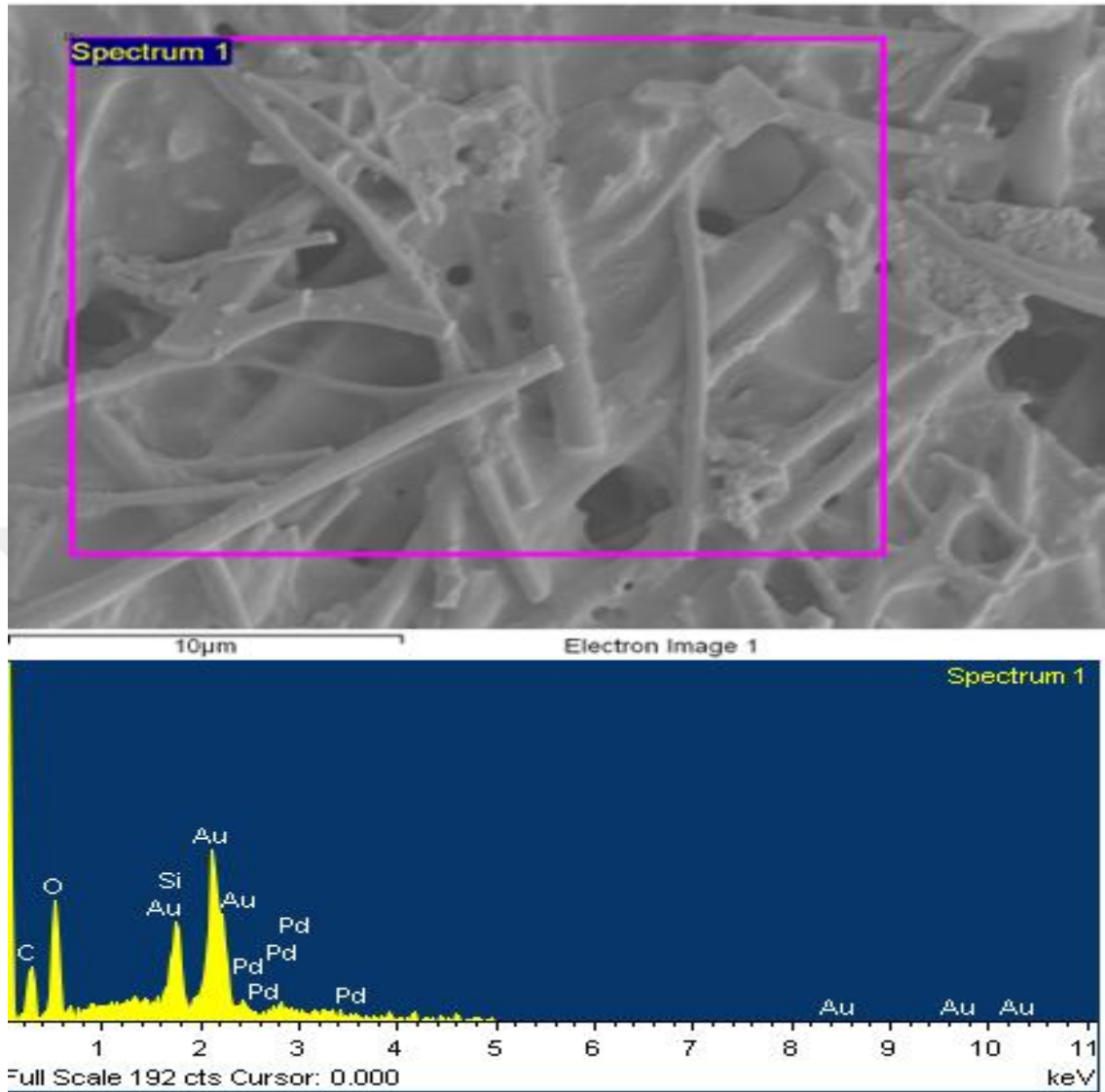
Polimerik seramik aerojellerin SEM görüntüsü ise Şekil 3.37'de gösterildiği gibidir. Burada yakınlaştırma arttıkça, yine fiber bağlantılarının varlığı gözlemlenmiştir (Şekil 3.37d). Fiber yapıların ise çapraz bağlı olduğu ve birbirine bağlandığı görülmüştür. Bu bağların güçlü olması ise, elde edilen polimerik seramik aerojellerin elastik yapıda olmasını sağlamıştır.

Şekil 3. 37: Polimerik seramik aerojellerin **a)** 20 μm , **b)** 10 μm **c)** 1 μm **d)** 200nm büyütmedeki SEM görüntüleri.



Şekil 3.38’de ise polimerik seramik aerojellerin SEM-EDX analizi ve elementel grafiği verilmiştir. Şekilde görülen alanın analizi sonucu yapıda Si, C ve O elementlerinin varlığı saptanmıştır. Au ise SEM analizi için yapılan kaplamadan geldiği görülmüştür.

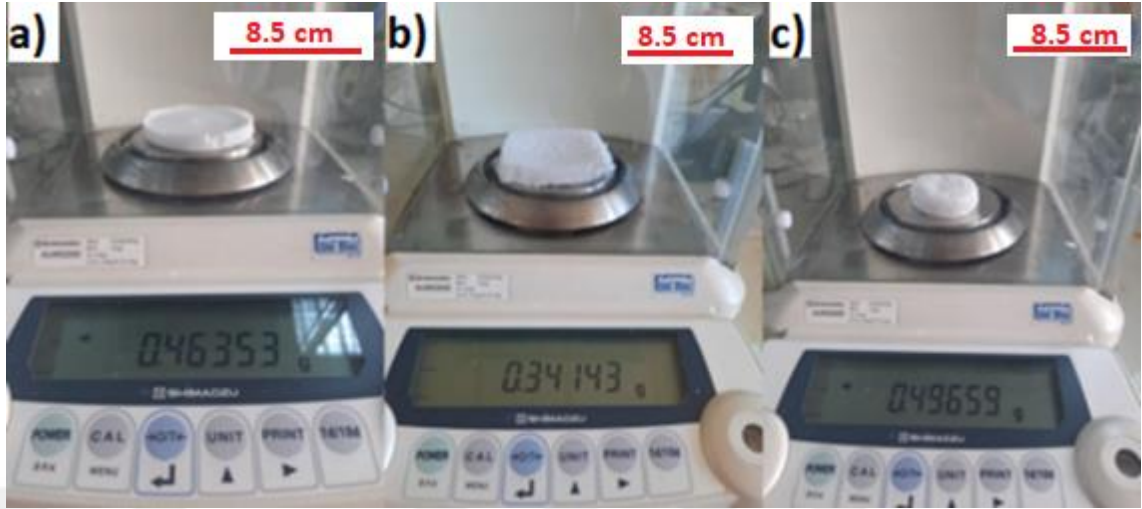
Şekil 3. 38: Polimerik Seramik Aerojellerin SEM-EDX Analizi ve Elementel Grafiği.



3.5.3. Yoğunluk Ölçümü

Elde edilen Si ve Si/Zr/B ve polimerik aerojellerin ağırlıkları Şekil 3.39'da gösterildiği gibidir. Oldukça hafif aerojellerin oluşturulduğu görülmüştür ve sırasıyla aerojellerin ağırlıkları 0.463 g (Şekil 3.39a), 0.341 g (Şekil 3.39b) ve 0.496 g (Şekil 3.39c) olarak hesaplanmıştır. Si, Si/Zr/B, polimerik seramik aerojellerin yoğunlukları ise sırasıyla; 0.015 g/cm³, 0.016 g/cm³, 0.02 g/cm³ olarak hesaplanmıştır.

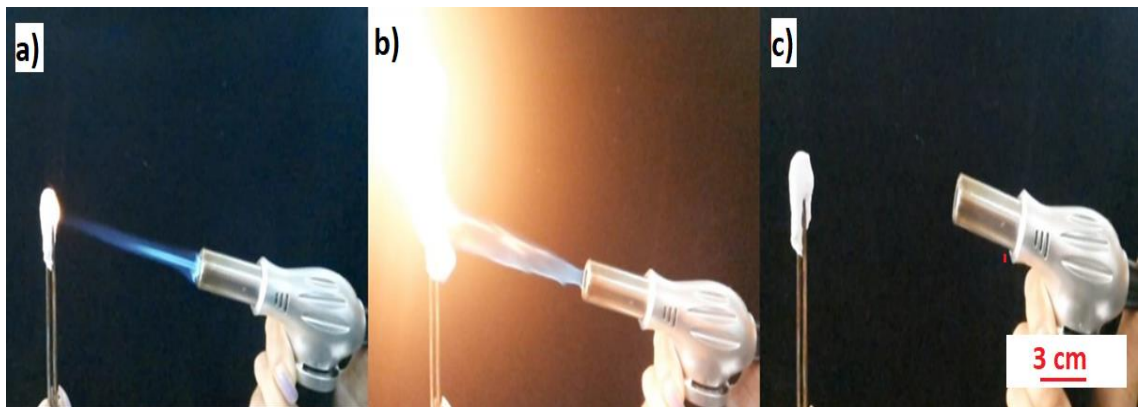
Şekil 3.39: a) Si, b) Si/Zr/B, c) Polimerik seramik aerojellerin hassas terazi ile ağırlıklarının ölçülmesi.



3.5.4. Termal Kamera Analizi

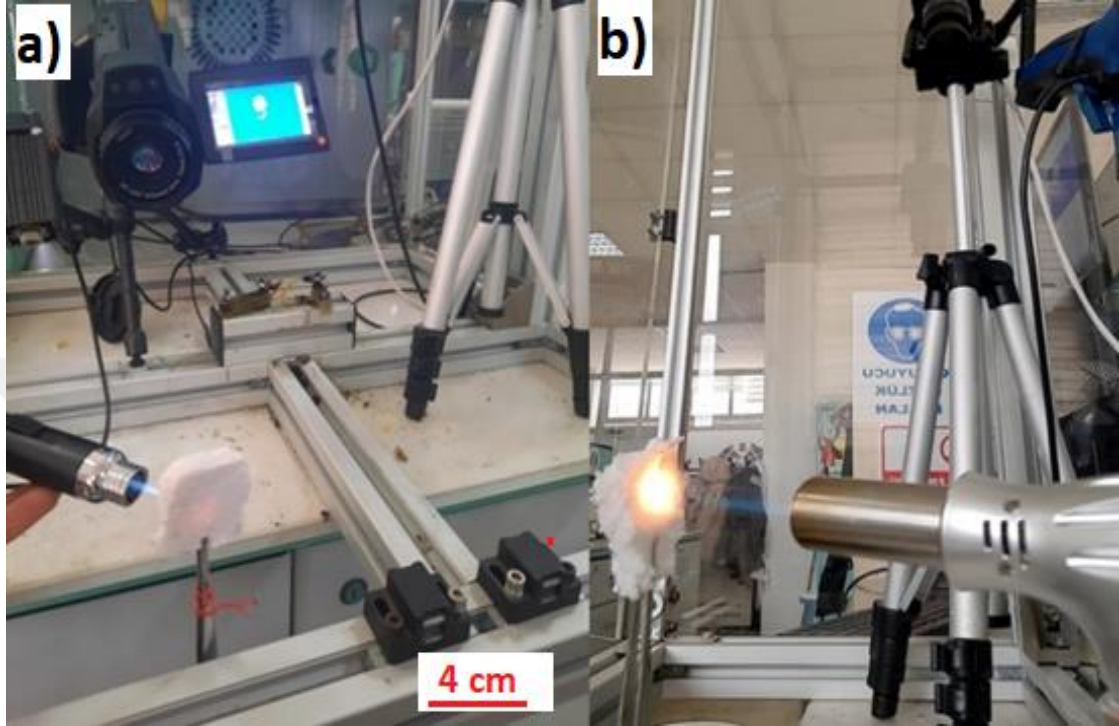
Elde edilen aerojellerin bütanol çakmakla verilen aleve karşı oldukça direnç gösterdiği görülmüştür. Bu noktada Si ve Si/Zr/B seramik aerojellerin yüksek sıcaklıklara karşı dayanımı termal kamera ile görüntülenmiştir. Görüntüler 15-30-60 dk boyunca yüksek sıcaklık verilerek çekilmiştir. Çekimler tekrarlandığında, verilen alevlere karşı hala yüksek direnç gösteren aerojellerin elde edildiği tespit edilmiştir. Bu noktada bütanol çakmakla direk olarak verilen aleve karşı seramik aerojellerin direnci ayrıca Şekil 3.40'ta gösterilmiştir. Bütanol çakmakla 1000 ve daha üzeri sıcaklıklarda çıplak alev verilen seramik aerojellerin sonrasında hala yapısını koruyabildiği gözlemlenmiştir.

Şekil 3.40: a) Seramik aerojelin bütanol kaynağına maruz bırakılması (1000°C), b) Seramik aerojelin bütanol kaynağına maruz bırakılması (>1200°C), c) Seramik aerojelin yüksek alev maruz bırakılması sonrası yapının bozulmadığının gösterilmesi.



Şekil 3.41’de ise termal kamera sistemi ve elde edilen seramik aerojellerin bütanol çakmağa maruz bırakılması gösterilmiştir.

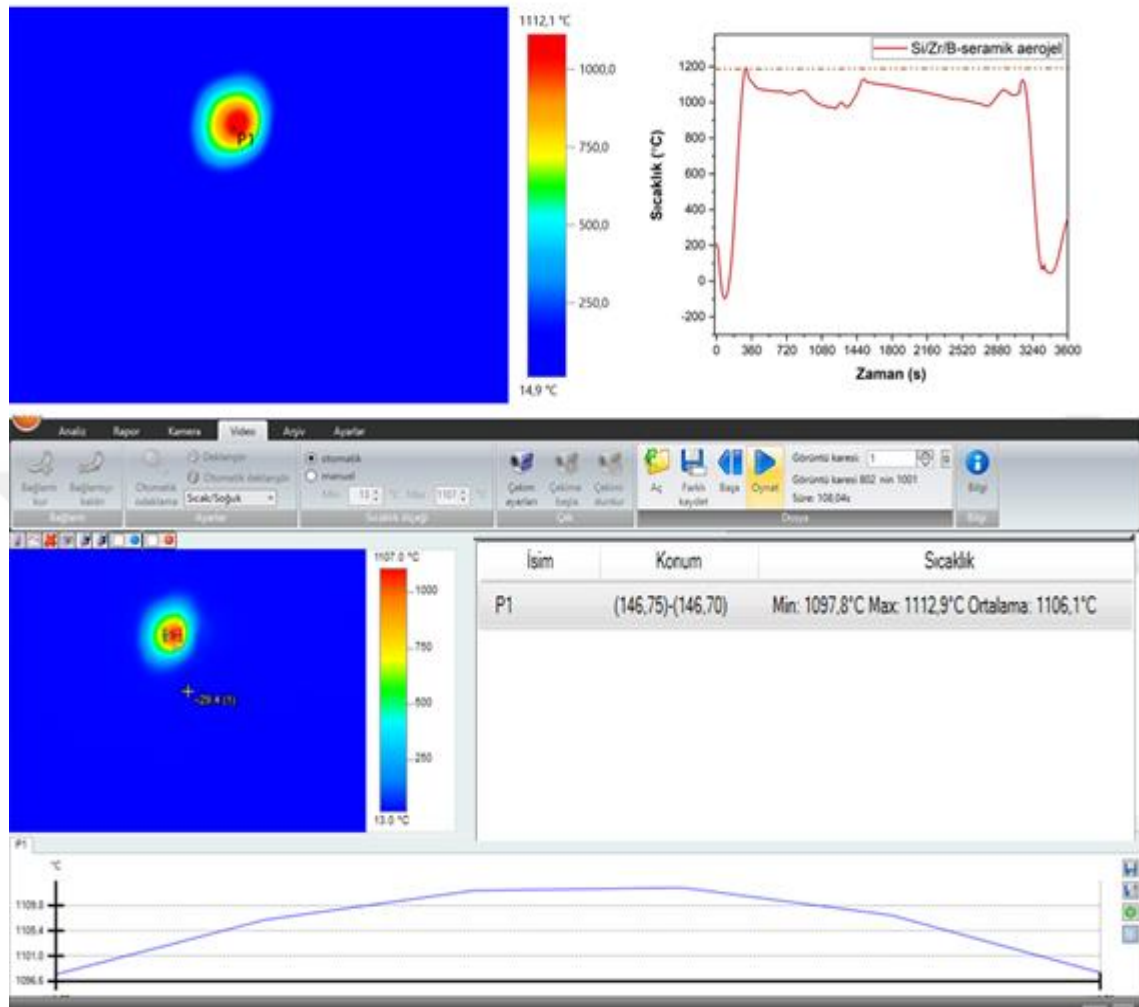
Şekil 3.41: Termal kamera sistemi ve aerojellerin bütanol çakmağa maruz bırakılmasının, a) arkadan görünümü, b) önden görünümü.



3.5.4.1. Si/Zr/B-Seramik Aerojellerin Termal Kamera Analizi

Şekil 3.42’de ise termal kamera ile Si/Zr/B seramik aerojellerin bütanol çakmağa maruz bırakılması sonucu elde edilen sıcaklık- zaman grafiği gözlemlenmektedir. Burada Si/Zr/B seramik aerojeller, 30 dk boyunca 1100-1200°C’ye maruz bırakılmıştır. Yapının bu sıcaklıklara oldukça dayanıklı olduğu ve tekrar kullanımda da dayanıklılığın devam ettiği görülmüştür. Ayrıca, sıcaklığın yüzeyden çekilmesi halinde aerjel yüzeyindeki sıcaklığın hızla azaldığı da gözlemlenmiştir. Si/Zr/B seramik aerjelinde yapıdaki seramik oranının artmasıyla yüksek sıcaklıklara olan dayanım artmış olsa da yapıdaki kırılganlığın artmasına neden olmuştur. Bu noktada ise termal analiz kapsamında yapının dik bir şekilde tutulması noktasında zorluklar yaşanmıştır.

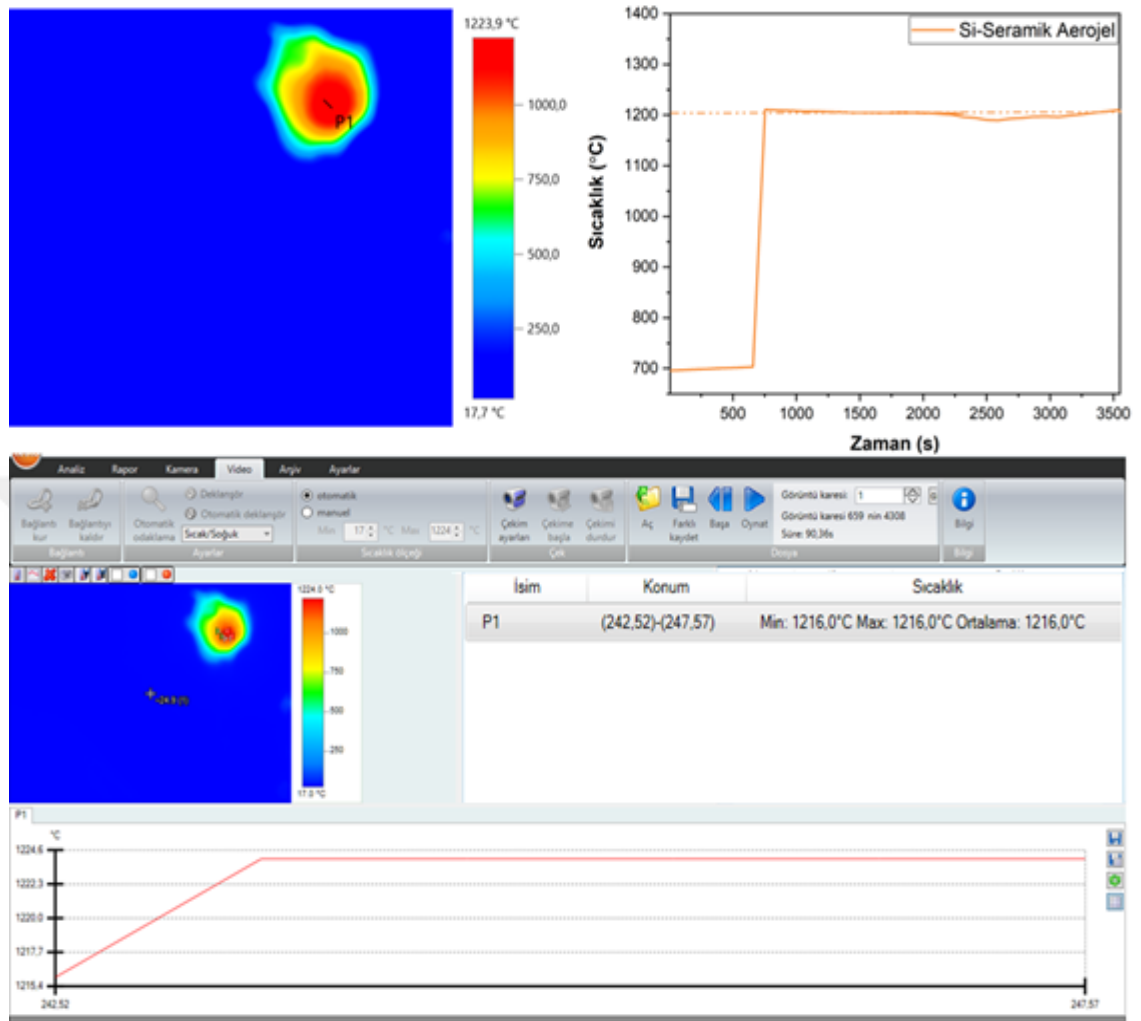
Şekil 3.42: Si/Zr/B-seramik aerojellerin üzerindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi.



3.5.4.2. Si-Seramik Aerojellerin Termal Kamera Analizi

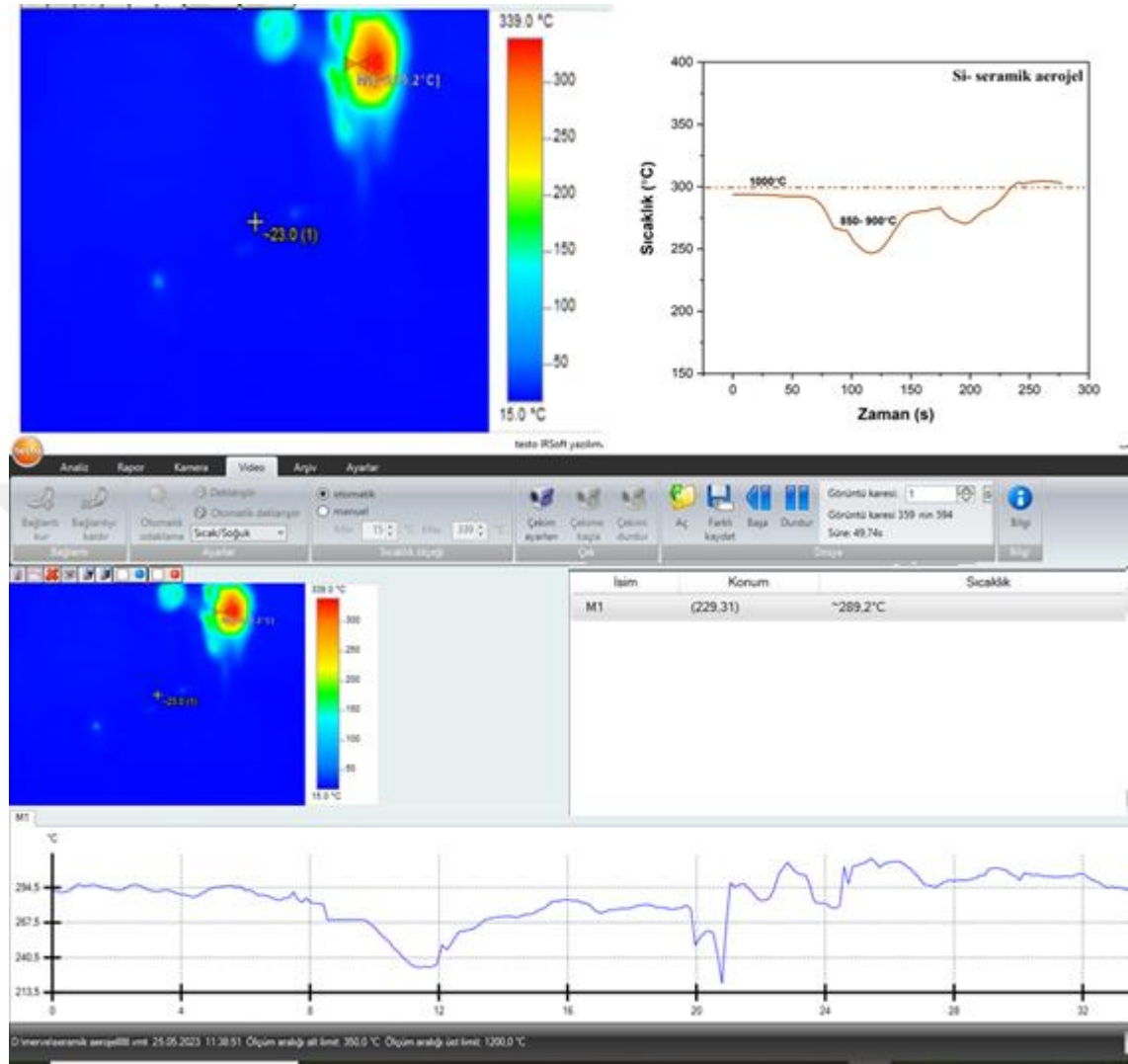
Şekil 3.43'te ise termal kamera ile Si-seramik aerojellerin bütanol çakmağa maruz bırakılması sonucu elde edilen sıcaklık- zaman grafiği gözlemlenmektedir. Burada Si-seramik aerojeller, 60 dk boyunca 1100-1200°C'ye maruz bırakılmıştır. Yapının bu sıcaklıklara oldukça dayanıklı olduğu ve tekrar kullanımda da dayanıklılığın devam ettiği görülmüştür. Ayrıca, sıcaklığın yüzeyden çekilmesi halinde aerjel yüzeyindeki sıcaklığın hızla azaldığı da gözlemlenmiştir. Si/Zr/B seramik aerojellere göre ise kırılma oranının çok daha düşük olduğu görülmüştür.

Şekil 3.43: Si-seramik aerojellerin üzerindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi.



Şekil 3.44'te Si-seramik aerojelin arka yüzeyine geçirdiği sıcaklığın ölçülmesi için termal analiz gerçekleştirilmiştir. Bu noktada ön yüzeyden verilen 1000°C'lik sıcaklığa karşılık olarak arka yüzeyin 340°C sıcaklıkta olduğu görülmüştür. Bu noktada farklı kalınlıklarda yapılan aerojeller için bu oranın değişeceği ön görülmektedir. Bu çalışmada kullanılan aerojel kalınlığı ise, 1.2 cm'dir. Bu kalınlığa sahip aerojelin diğer yüzeyine % 66 oranında sıcaklığın geçmediği söylenebilir.

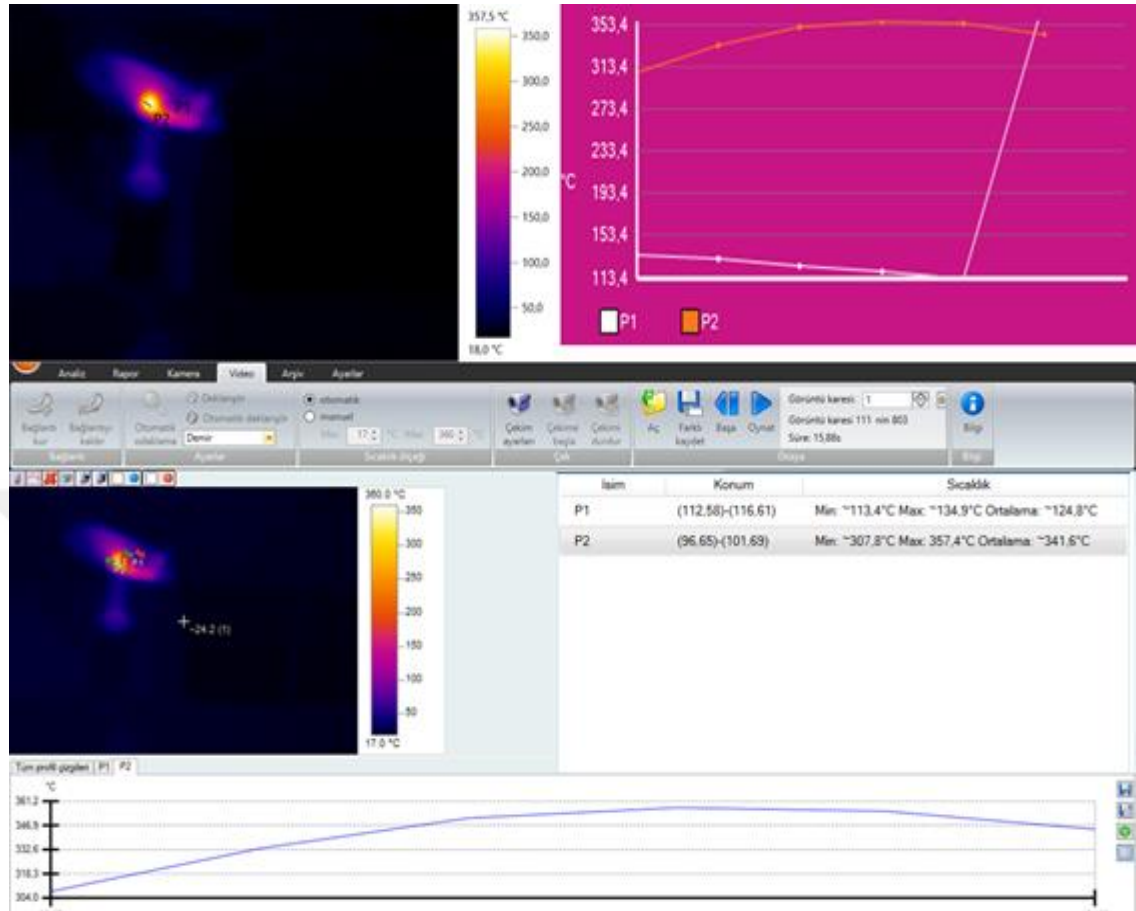
Şekil 3.44: Si-seramik aerojellerin arka yüzeyindeki sıcaklığın termal kamera analizi ile zamana bağlı gösterimi.



3.5.4.3. Polimerik Seramik Aerojellerin Termal Kamera Analizi

Şekil 3.45'te termal kamera ile polimerik seramik aerojellerin bütanol çakmağa maruz bırakılması sonucu elde edilen sıcaklık - zaman grafiği gözlemlenmektedir. Burada polimerik seramik aerojellerin yaklaşık 200°C'lerden sonra yapının bozunmaya başladığı görülmüştür. 350 °C'lere kadar sıcaklık verilen yapıda polimerik yapının bozulduğu net bir şekilde gözlemlenmiştir.

Şekil 3.45: Polimerik seramik aerojellerin yüzeyindeki sıcaklığın termal kamera analizi ve sıcaklık grafiği.



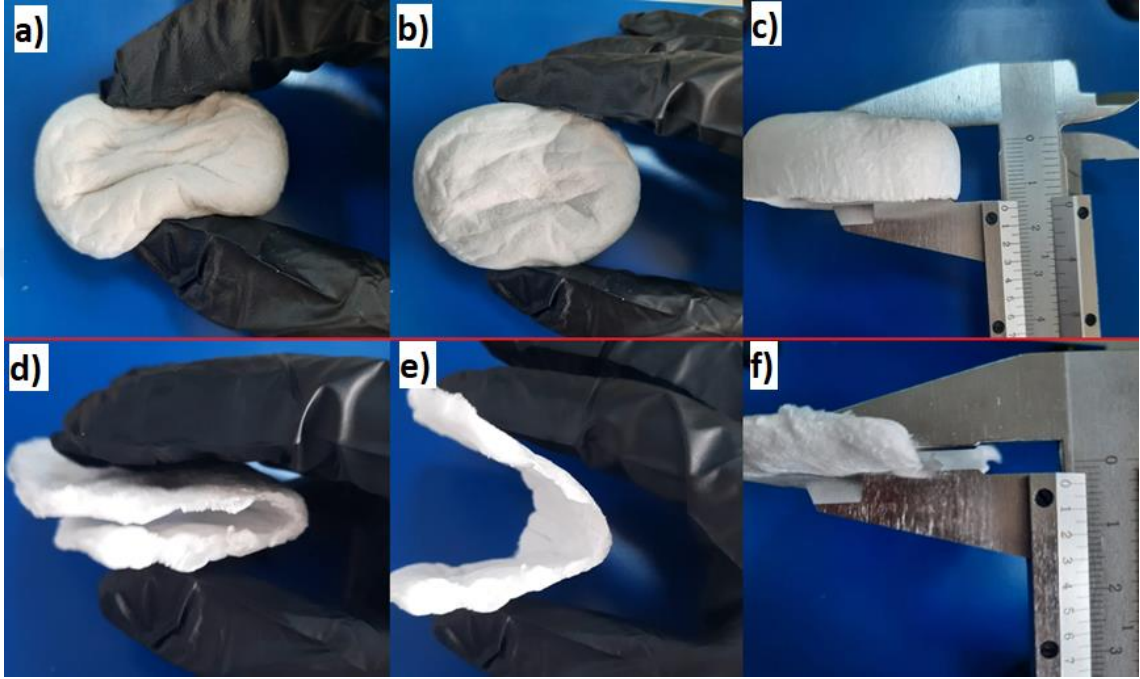
3.5.6. Seramik Aerojellerin Elastik Özellikleri

Elde edilen seramik aerojellerin elastik özelliklerine bakıldığında, Si/Zr/B seramik aerojellerinin gevrek bir yapı sergilediği görülmüştür. Si seramik aerojellerin ise dayanımının daha yüksek olduğu görülmüştür. Fakat iki aerojelin de yapıdaki çapraz bağlanma oranının az olması nedeniyle elastik özellik göstermediği söylenebilmektedir. Bu kapsamda elastik özelliğinin kazandırılması adına, bu yapılar polimerik malzeme eklenmiştir. Sonuç olarak ise, oldukça elastik, aerojellere basınç uygulanması sonucu eski haline dönen bir yapının oluşturulduğu gözlemlenmiştir (Şekil 3.46a, Şekil 3.46b, Şekil 3.46d, Şekil 3.46e). Elde edilen polimerik seramik aerojellerin elastik yapıları Şekil 3.46'da gösterildiği gibidir.

Ayrıca elde edilen polimerik seramik aerojellerin elastikliğinin aerojellerin uzunluk ve yükseklik (L/h) oranına bağlı olduğu da gözlemlenmiştir. Bu kapsamda elde

edilen aerojellerden 25.71 L/h oranına sahip polimerik aerojellerin (Şekil 3.46d, Şekil 3.46e, Şekil 3.46f) daha elastik bir yapı sergilediği gözlemlenmiştir.

Şekil 3.46: a) Yanlardan basınç uygulanan, b) serbest bırakılan ve c) kumpas ile ölçümü gerçekleştirilen 2.9 L/h oranına sahip polimerik seramik aerojeller. d) Yanlardan basınç uygulanan, e) serbest bırakılan, f) kumpas ile ölçümü gerçekleştirilen 25.71 L/h oranına sahip polimerik seramik aerojeller.



3.6. ELDE EDİLEN MALZEMELERİN KARAKTERİZASYON SONUÇLARININ KARŞILAŞTIRILMASI

Tez kapsamında yapılan çalışmalarda, endüstriyel alanda kullanılabilir malzeme üretiminin yapılması hedeflenmiştir. Hedeflenen endüstriyel uygulamalar ise, enerjinin korunumu noktasında yalıtım sektörü ve ateşe dayanıklılık, enerji üretimi noktasında yakıt hücresi uygulamalarında kullanılabilir özellikteki malzemelerin sentezlenmesidir. Bu noktada tez kapsamında elde edilen aerojellerin pek çok uygulamada kullanılabilir özellikler taşıdığı da ayrıca görülmüştür.

Çalışma kapsamında sentezi gerçekleştirilmek istenen malzemeler için her basamakta silika ve grafen aerojellerin daha elastik, rijit ve yanmazlık derecelerinin artırılması hedeflenmiştir. Hedeflenen bu doğrultuda, elde edilen SA ve GA'lara bakıldığında, GA'ların liyofilizatör ile kurutulmasında jel yapısını hala koruyabildiği ve SA'lara göre göreceli olarak dayanıklılığın yüksek olduğu söylenebilmektedir. Bu sonuç;

GA'ların kurutmadan önceki jel yapısını kurutmadan sonra da koruyabilirken, SA'ların kurutmadan önceki jel yapısını koruyamamasından çıkarılmıştır. Jel yapısını koruyabilse de GA'ların da göreceli olarak kırılğan olduğu görülmüştür. Ayrıca aleve dayanıklılık noktasında SA'ların 700°C'lere kadar dayanıklı olduğu termal kamera analizi sonucu gösterilmiştir. Elde edilen SA ve GA'ların kırılğanlıklarının azaltılması noktasında ise öncelikle keklar takviyeli aerojellerin sentezlenmesi hedeflenmiştir. Elde edilen sonuçlarda ise, SA'ların yapısına 2/3 oranında keklar eklenmesi, yapının kırılğanlığını azalttığını ve kurutma sonrası jel yapısının korunduğunu göstermiştir. Fakat yapılan termal kamera analizi aleve karşı olan direncin azalttığını göstermiştir (350°C). Grafen aerojellere ise 1/2 oranında keklar eklenmesi, jel yapının yine kurutmadan sonra da korunduğunu göstermiştir. Ayrıca GA'ya keklar eklenmesinin; termal kamera analizi sonucunda, aleve olan direncini arttığını da göstermiştir (350°C).

Bu çalışmalar sonrasında, aleve olan direncin çok daha yüksek olması ve yapıdaki kırılğanlığın azaltılması noktasında seramik aerojellerin sentezlenmesi hedeflenmiştir. Bu hedef doğrultusunda ise, Si ve Si/Zr/B bazlı sollar hazırlanarak fiber sentezi gerçekleştirilmiş ve seramik aerojellerin sentezi kısmında bahsedilen adımlar takip edilerek seramik aerojellerin sentezi sağlanmıştır. Bu kapsamda elde edilen sonuçlarda, aerojellerin aleve olan direncinin SA'lara göre 1.7 kat, GA'lara göre ise 6 kat arttığı ve özellikle Si-seramik aerojellerin kırılğanlığın azalmasını sağladığı görülmüştür. Yapıdaki seramik malzemelerin artması ise Si-Zr-B- seramik aerojellerin daha gevrek bir yapı sergilemesine neden olmuştur. Son olarak ise daha elastik yapıların oluşturulması ve fiber yapılarındaki çapraz bağların arttırılması adına polimer takviyeli seramik aerojeller oluşturulmuştur. Oldukça elastik bir yapı sergilediği malzemeye uygulanan bükme ve katlamayla eski haline gelebilmesi ile gözlemlenmiştir fakat yapıya polimer eklenmesi, aleve olan direnci azaltmıştır. Elde edilen aerojellerin yoğunluk, elastiklik, kırılğanlık, yüksek sıcaklıklara olan direnç ve ağırlık gibi özellikleri Tablo 3.1'de karşılaştırılmıştır.

Tablo 3.1: Elde edilen arojellerin karşılaştırılması. (- yok, + az, ++ çok, +++ en çok).

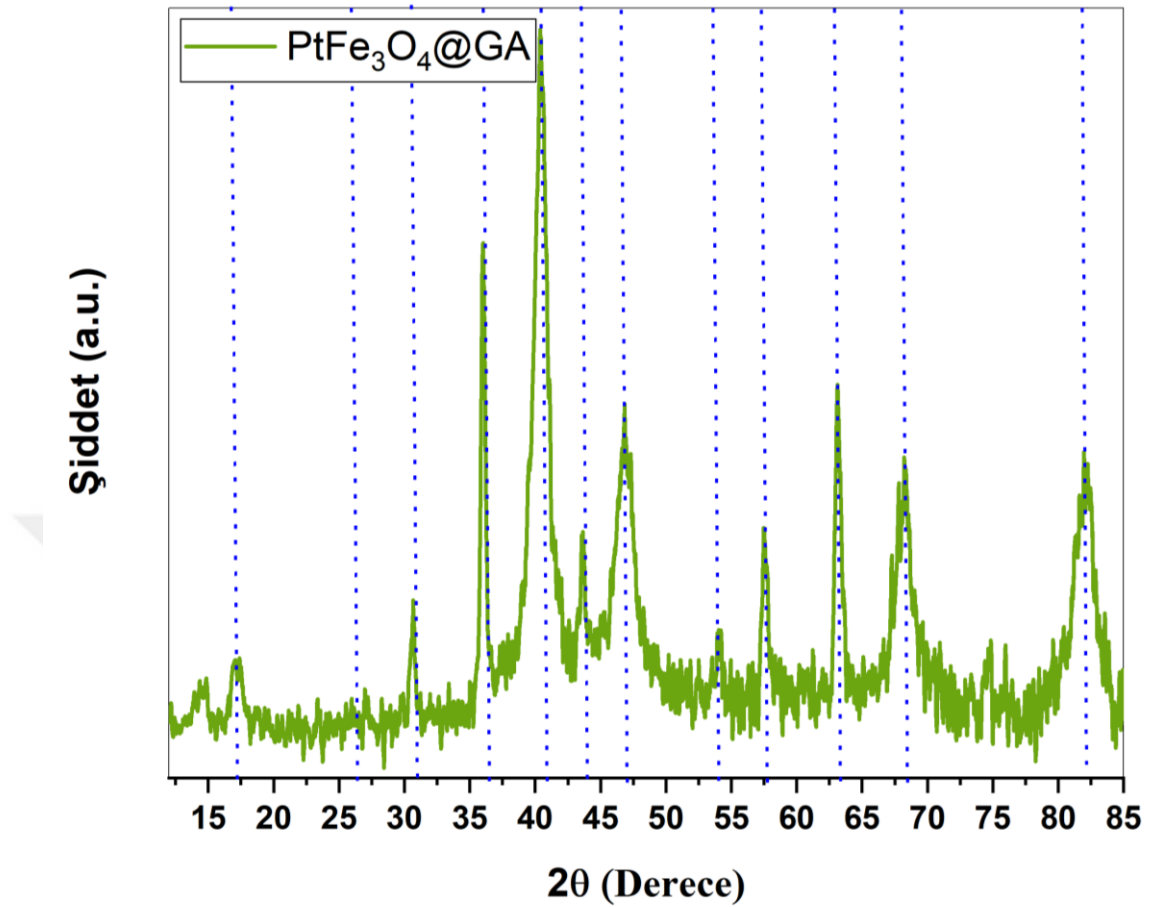
Malzeme	Ağırlık (g)	Yoğunluk g/cm ³	Elastiklik	Kırılgenlik	Sıcaklık Direnci (°C)
SA	0.05	0.05	-	+++	700
GA	0.023	0.043	-	+	200
Kevlar/SA	0.027	0.16	+	+	350
Kevlar/GA	0.022	0.018	+	+	350
Fiber	-	-	+	+	900
Si-Seramik Aerojel	0.463	0.015	+	+	1200
Si/Zr/B-Seramik Aerojel	0.341	0.016	+	++	1200
Polimerik Seramik Aerojel	0.496	0.02	+++	-	200-250

3.7. PtFe₃O₄@GA PARTİKÜLLERİNİN KARAKTERİZASYONU

3.7.1. XRD Analizi

PtFe₃O₄@GA partikülleri SEM ve XRD cihazları kullanılarak karakterize edilmiştir. Elde edilen XRD sonuçları Şekil 3.47’de gösterildiği gibidir. Burada tipik Pt ve Fe₃O₄ zirveleri elde edilmiştir. Fe için, (111), (220), (311), (400), (422), (511) ve (400) kırınım parametreleri sırasıyla, 17°, 30.6°, 36.5°, 40.9°, 54°, 57.4° ve 63° derecelerde ölçülmüştür (Medina vd., 2019). Pt için (111), (200), (220) ve (311) kırınım zirveleri ise sırasıyla 40.4°, 46.8°, 68° ve 81.9° derecelerinde ölçülmüştür (Toyama vd., 2020). Pt ve Fe₃O₄ yapıları karbon zirvesini baskılsa da yapıda C varlığı görülmüştür. Ayrıca Debye Scherrer formülüne göre oluşturulan partikül boyutu 12.5 nm olarak hesaplanmıştır.

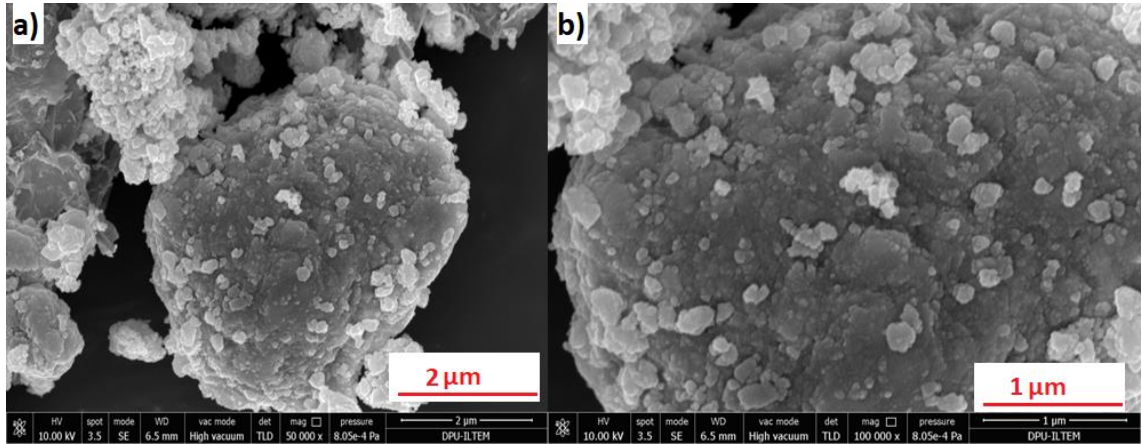
Şekil 3.47: PtFe₃O₄@GA'nın XRD grafiği.



3.7.2. SEM Analizi

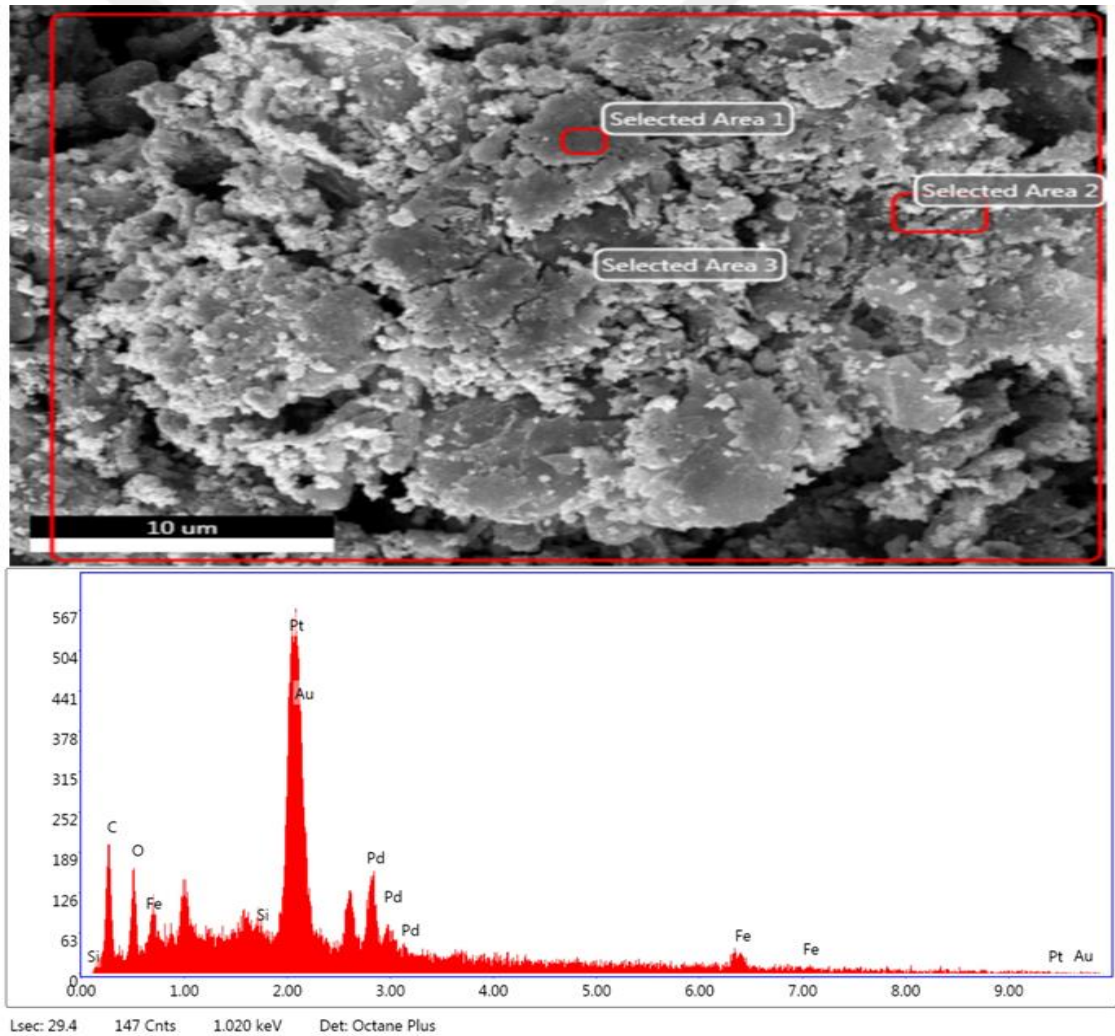
Şekil 3.48'de elde edilen PtFe₃O₄@GA partiküllerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Elde edilen görüntülerde, Pt yapısının varlığı yüzeyde gözlemlenmiştir. GA'ların yüksek yüzey alanına sahip olması yüzey alanının genişlemesine de olanak sağlamaktadır. Bu noktada ise, Pt ve Fe₃O₄ aerojel yüzeyinde geniş bir tutunma alanı elde etmiştir (Zhang, Shi, vd., 2020).

Şekil 3.48: PtFe₃O₄@GA'nın a) 2 µm, b) 1 µm yakınlaştırmadaki SEM görüntüleri.



Şekil 3.49'da SEM-EDX analizi ve elementel grafiği gösterilmiştir. Bunun sonucunda yapıda Pt, Fe ve C varlığı net bir şekilde gözlemlenmiştir.

Şekil 3.49: Fe₃O₄@GA'nın SEM- EDX analizi ve elementel tablosu.





DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

UYGULAMALAR

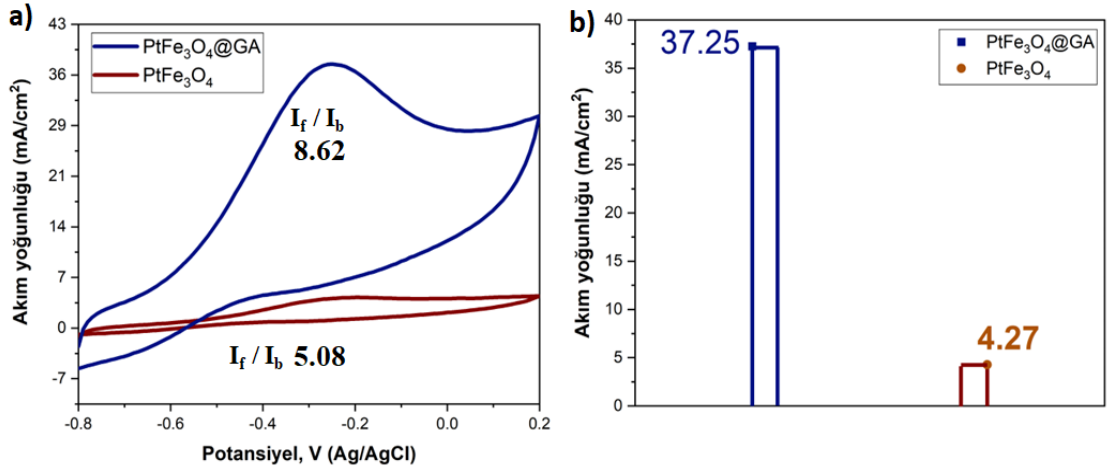
4.1. YAKIT HÜCRESİNE YÖNELİK METANOL OKSİDASYON ÇALIŞMASI

Günümüzde enerji tüketimi, nüfusa bağlı olarak artış göstermektedir. Buna bağlı olarak ise kullanılan fosil yakıtların tüketimi artmakta ve çevre sorunlarını da beraberinde getirmektedir. Bu noktada ise araştırmacılar çevre dostu, yenilenebilir enerji üretimine odaklanmıştır. Çevreci enerji üretiminde öne çıkan teknolojiler arasında ise yakıt hücreleri oldukça dikkat çekmektedir. Yakıt hücreleri çeşitlerinde ise doğrudan alkol yakıt hücreleri (DAFC), alkolün taşınma kolaylığı ve güvenliği açısından tercih edilen enerji üretim teknolojilerinden biridir. DAFC'lerde ise metanol yakıtının kullanılması doğrudan metanol yakıt hücreleri (DMFC) olarak adlandırılmaktadır. DMFC'ler, kimyasal enerjiyi elektrik enerjisine dönüştüren sistemlerdir (Bekmezci vd., 2022). Bu sistemler, yüksek enerji dönüşümü, çevre dostu ve düşük çalışma sıcaklıkları gibi avantajlar sağlamaktadır (Bayat, Darabi, vd., 2023). Yakıt hücrelerinde anot katalizörü olarak en çok tercih edilen malzemelerden biri Pt'dir; fakat maliyeti ve yakıt hücrelerinde zehirlenme oluşturulması nedeniyle farklı yapılarla desteklenerek bu dezavantajların önüne geçilmesi için çalışmalar gerçekleştirilmektedir (Antolini, 2018; Bayat, Burhan vd., 2023; Bekmezci vd., 2022b; Karimi vd., 2023). Bu tez kapsamında ise, bu dezavantajların önüne geçilmesi adına Fe_3O_4 ve GA partikülleri eklenerek $PtFe_3O_4@GA$ katalizörü oluşturulmuştur. Oluşturulan katalizörün metanol oksidasyon analizleri yapılarak ayrıntılı bir şekilde aşağıda sunulmuştur.

Şekil 4.1'de $PtFe_3O_4$ ve $PtFe_3O_4@GA$ katalizörlerinin 50mV/s tarama hızında, 1M KOH tampon çözeltisinde metanol oksidasyonu elektrokimyasal ölçüm sonuçları verilmektedir. Şekil 4.1a'da elde edilen katalizörlerin CV ölçümleri gösterilmekte ve Şekil 4.1b'de CV ölçümlerinden elde edilen oksidasyon pikleri çubuk grafik ile karşılaştırılmaktadır. Grafikte görüldüğü gibi $PtFe_3O_4@GA$ ve $PtFe_3O_4$ katalizörlerinden sırasıyla 37.25 mA/cm² ve 4.27 mA/cm² metanol oksidasyon akım pik değerleri elde edilmiştir. Bu sonuç, GA'nın yapıya katılmasıyla metanol oksidasyonuna karşı gelişmiş katalitik aktivite sağladığını ve 8,72 kat daha yüksek akım değeri elde edildiğini göstermiştir. Ayrıca CV ölçümlerinde Şekil 4.1a'da görülen ileri akım tepe noktaları (I_f) ve ters akım tepe noktaları (I_b) oranları hesaplanmış ve CO zehirlenmesine karşı dirençler hakkında yorum yapılmıştır. Bu piklerden I_f pik metanol oksidasyon pikini verirken geriye doğru akım piki (I_b) oluşan ara ürünlerin oksidasyonunu verir. Bu noktada elde edilen katalizörlerin 1M CH₃OH oksidasyonundan ileri ve geri akım piklerinden elde edilen I_f/I_b oranları Tablo 4.1'deki gibidir. Tablo 4.1'de görüldüğü gibi GA'nın yapıya

katılmasıyla 1,7 kat daha fazla I_f/I_b oranı sağlamıştır. Bu sonuçlar, GA'nın katalizörün CO toleransını da arttırdığını göstermiştir.

Şekil 4.1: 1 M KOH tampon çözeltisi ve 1M CH₃OH içinde, 50 mV/s tarama hızında elde edilen PtFe₃O₄ ve PtFe₃O₄@GA'nın, a) CV ölçümleri, b) CV ölçümünden elde edilen oksidasyon piklerinin karşılaştırılması.

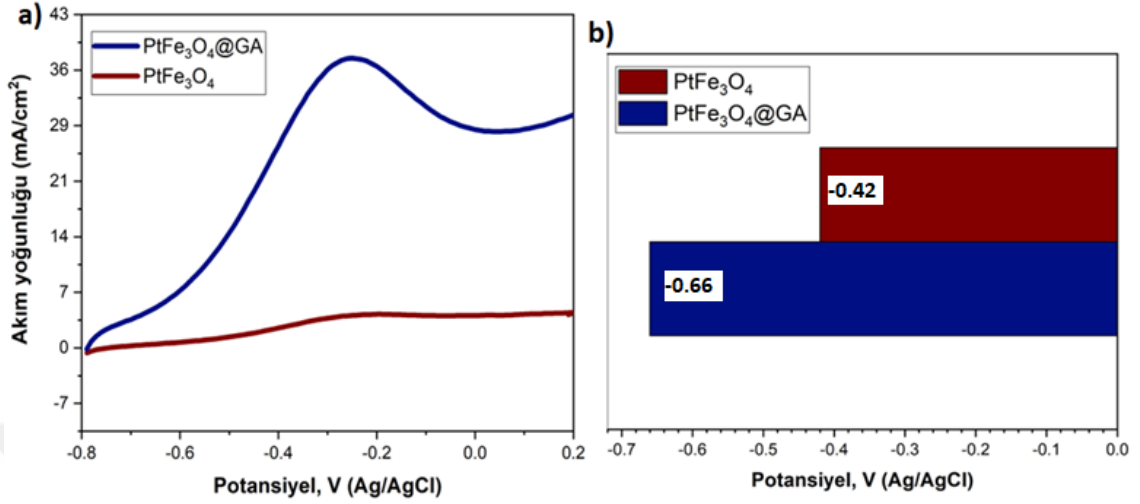


Tablo 4.1: Elde edilen katalizörlerin I_f , I_b değerleri ve oranları.

Katalizör	I_f	I_b	I_f / I_b
PtFe ₃ O ₄ @GA	37.25	4.32	8.62
PtFe ₃ O ₄	4.27	0.84	5.08

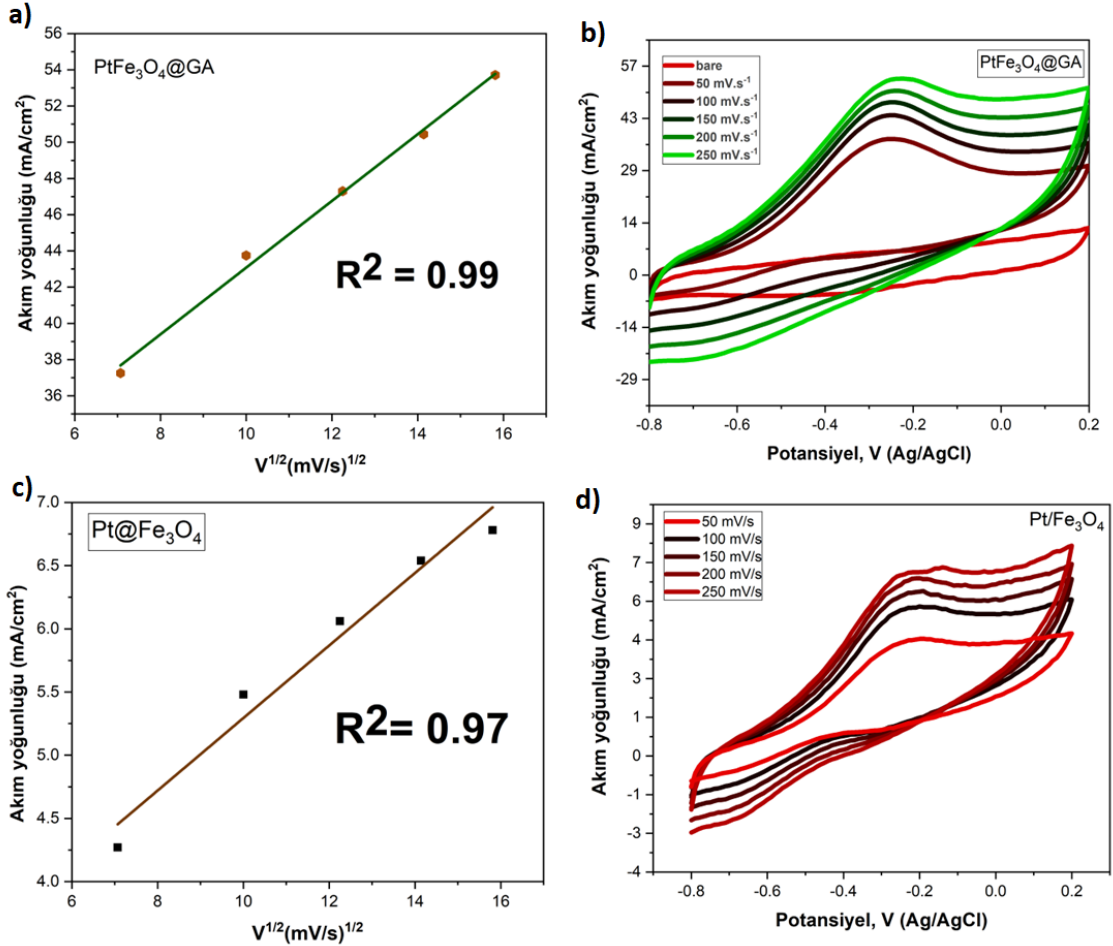
Şekil 4.2a, katalizörlerin LSV sonuçlarını göstermektedir. Elde edilen potansiyel değerlerin karşılaştırılması Şekil 4.2b'de gösterildiği gibidir. LSV sonuçlarına göre PtFe₃O₄@GA, PtFe₃O₄ katalizörlerinin başlangıç potansiyelleri sırasıyla -0.66 V, -0.42 V olarak bulunmuştur. Öte yandan bu sonuçlar, PtFe₃O₄@GA'nın CH₃OH oksidasyonunun daha erken bir potansiyelde başlamasına izin verdiğini ve daha yüksek kinetiklerin oluştuğunu desteklemektedir. Ayrıca katalizörlerin pik potansiyellerine bakıldığında arojel destekli katalizörlerin daha erken pik yaptığı gözlenmiştir. Bu durum, yüzeylerinde meydana gelen metanol oksidasyonunun daha kolay gerçekleşmesine bağlanabilir.

Şekil 4.2: 1 M KOH tampon çözeltisi ve 1M CH₃OH içinde, 50 mV/s tarama hızında elde edilen PtFe₃O₄ ve PtFe₃O₄@GA'nın a) LSV ölçümleri, b) LSV ölçümünden elde edilen on-set potansiyellerinin karşılaştırılması.



Şekil 4.3a, Şekil 4.3b, Şekil 4.3c ve Şekil 4.3d'de katalizörlerin farklı tarama hızlarındaki ölçüm sonuçları ve hesaplanan R² değerleri grafiksel olarak gösterilmiştir. Sonuçlar, tarama hızının artmasıyla akım değerlerinin arttığını göstermiştir. Sonuç olarak tarama hızlarının ve elde edilen akımların karekökü incelendiğinde doğrusal bir ilişki kurulmuştur. Bu, difüzyon kontrollü sistemlerin olduğunu ve metanolün katalizörler üzerindeki elektro-oksidasyonunun toplu taşıma ile kontrol edilebileceğini göstermektedir.

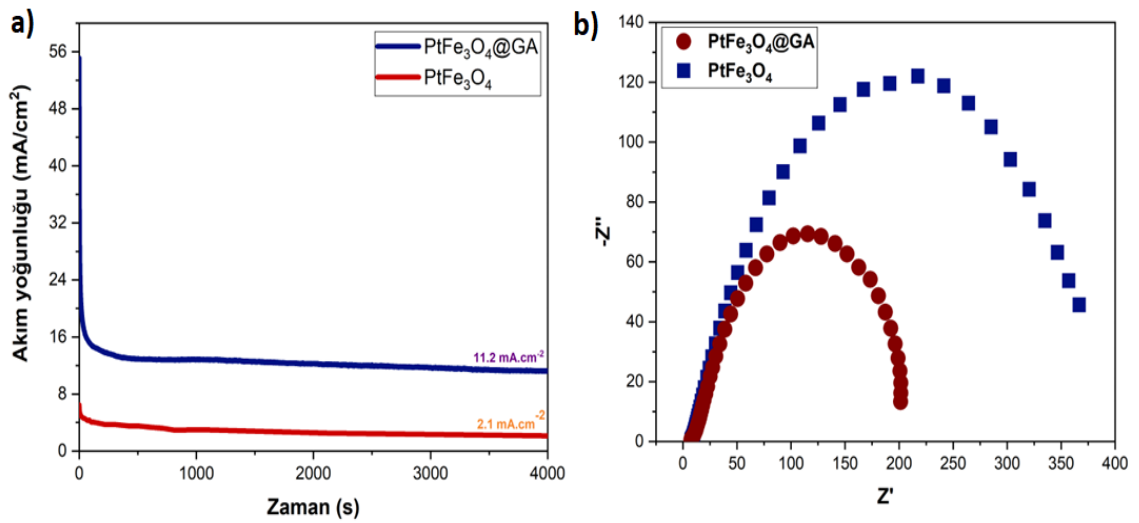
Şekil 4.3: a) PtFe₃O₄@GA'nın farklı tarama hızlarında (50,100,150,200 ve 250 mV/s) elde edilen akım değerleri, b) PtFe₃O₄@GA'nın tarama hızının karekökü değerlerine karşı elde edilen akım değerleri, c) PtFe₃O₄'nin farklı tarama hızlarında (50,100,150,200 ve 250 mV/s) elde edilen akım değerleri, d) PtFe₃O₄@GA tarama hızının karekökü değerlerine karşı elde edilen akım değerleri.



Şekil 4.4a'da katalizörün stabilitesini ve dayanıklılığını incelemek için CA analizi yapılmış ve elde edilen sonuçlar gösterilmiştir. Ölçümlere 4000 saniye devam edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, ilk aşamada katalizörlerin akımlarında hızlı bir azalma olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca PtFe₃O₄@GA'nın 4000 saniye sonunda 11,2 mA/cm² akım değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. PtFe₃O₄ katalizörüne kıyasla bu akım 5,33 kat daha fazladır. Bu sonuçlar, GA'nın uzun süreli testlerde katalizöre çok yüksek stabilite sağladığını göstermektedir. Şekil 4.4b, PtFe₃O₄ ve PtFe₃O₄@GA katalizörlerinin EIS ölçümlerini göstermektedir. EIS ölçümleri, 1 M CH₃OH içeren 1 M KOH tampon çözeltisinde, 0,55 V'ta, 0,1 Hz ila 10 kHz frekans aralığında gerçekleştirilmiştir. EIS

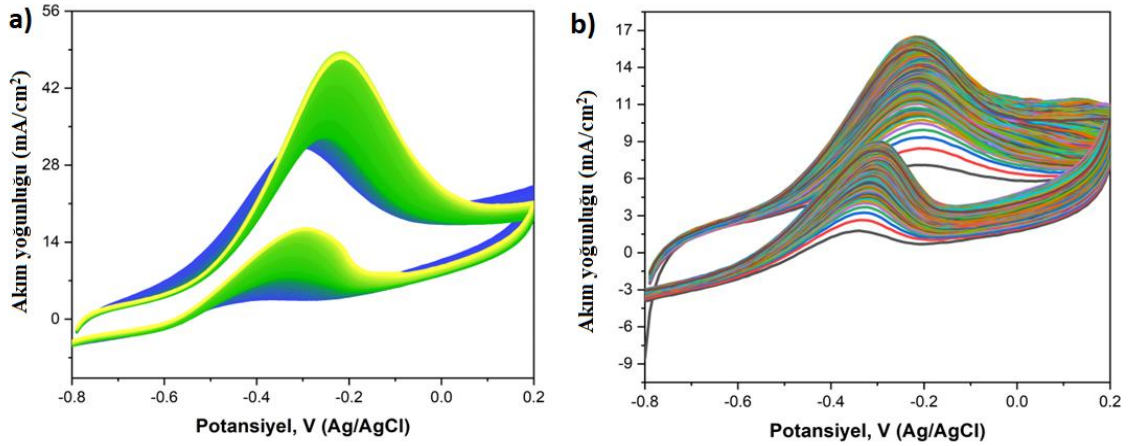
ölçümleri ile elde edilen Nyquist grafikleri yarım daire şeklindedir ve yarım daire çapı yük transfer direnci ile ilişkilidir. Yarım dairenin çapı ne kadar küçükse, daha hızlı bir reaksiyona işaret etmektedir. Şekil 4.4b'de görüldüğü gibi, $\text{PtFe}_3\text{O}_4@GA$, PtFe_3O_4 'ten daha küçük bir yarım daireye sahip olduğu görülmüştür. Bu noktada EIS ölçüm sonuçları $\text{PtFe}_3\text{O}_4@GA$ 'nın PtFe_3O_4 'e göre daha yüksek yük transferine sahip olduğunu göstermektedir.

Şekil 4.4: 1 M KOH tampon çözeltisi ve 1M CH_3OH içinde, 50 mV/s tarama hızında elde edilen PtFe_3O_4 ve $\text{PtFe}_3\text{O}_4@GA$ 'nın a) CA ölçüm grafiği, b) EIS- Nyquist grafikleri.



Şekil 4.5a ve Şekil 4.5'te elde edilen $\text{PtFe}_3\text{O}_4@GA$ ve PtFe_3O_4 katalizörlerinin 500 döngü sonuçlarını göstermektedir. 500 döngü ölçümleri, malzemelerin stabilize özelliklerini incelemek için kullanılan yöntemlerden biridir. Elde edilen sonuçlarda katalizörlerin ileri akım piklerinin belirli çevrimlere kadar arttığı ve belirli bir noktadan sonra akımda azalmalar olduğu tespit edilmiştir. Bu noktada $\text{PtFe}_3\text{O}_4@GA$ katalizörünün akımı 465. çevrime kadar arttırdığı, PtFe_3O_4 katalizörünün ise 280. çevrimden sonra akımın azalmaya başladığı gözlemlenmiştir. Aynı zamanda bu azalmaların her iki katalizörde de yavaş yavaş meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar ayrıca GA'nın katalizörün daha kararlı olmasını sağladığını da göstermiştir.

Şekil 4.5: 1 M KOH tampon çözeltisi ve 1M CH₃OH içinde, 50 mV/s tarama hızında, a) PtFe₃O₄@GA'nın, b) PtFe₃O₄'nin 500 döngü grafikleri



Sonuç olarak elde edilen GA'nın metanol oksidasyonundaki uygulamalarında kullanılmak üzere PtFe₃O₄ ile kimyasal indirgeme yöntemi kullanılarak modifiye edilmiş ve metanol oksidasyonunda yüksek elektro-katalitik performans göstermiştir. Ayrıca GA'lar yapıda geniş bir yüzey alanı sunarak metanol oksidasyonu için daha yüksek kararlılık, stabilite ve iletkenlik göstermiştir. Bu verilerin bir sonucu olarak GA, yakıt hücresi uygulamalarında bir anot katalizörü olarak uygulanabilir özellikler sergilemiştir ve yakıt hücresi çalışmalarında ideal bir katalizörün oluşturulmasında umut vaat etmiştir.

SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında SA, GA, kevlar takviyeli SA ve GA, seramik aerojeller dondurarak kurutma tekniği kullanılarak, kimyasal indirgeme yöntemi kullanılarak ise $PtFe_3O_4$, $PtFe_3O_4@GA$ sentezlenmiştir. Elde edilen aerojeller SEM, XRD, FTIR, UV, termal kamera analizleri ile, metanol oksidasyon çalışmaları için kullanılan $PtFe_3O_4$, $PtFe_3O_4@GA$ ise SEM, XRD ve elektrokimyasal olarak karakterize edilmiştir. Öncelikle, SA ve GA'ların sentezi yapılarak karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlarda liyofilizatör ile kurutma tekniği kullanılarak oldukça gözenekli, hesaplanan yoğunlukları sonucu hafif yapıların oluştuğu görülmüştür. Gözenekli yapıda oldukları SEM ile gözlemlenmiştir ve elde edilen gözenek por çapları imageJ programı kullanılarak hesaplanmıştır. Buna göre SA ve GA için sırasıyla 0.6 μm ve 2.44 μm çaplarında oldukça yüksek por yapıların oluştuğu görülmüştür. Karşılaştırıldığında ise, GA'nın liyofilizatör ile dondurarak kurutulmasında daha yüksek por yapıların oluşturulduğu söylenebilmektedir. Yapılan XRD analizi ile ise, SA'ların tipik amorf yapı sergilediği, GA'ların ise 24.68°'de pik vererek literatürle oldukça uyumlu sonuçlar elde edildiği görülmüştür. FTIR analizlerinde ise SA'larda özellikle silika piklerini gösteren 1076 cm^{-1} 'deki yoğun pik ve 789 cm^{-1} 'deki tepe noktaları elde edilmiştir. GA'nın FTIR grafiği ise GO ile karşılaştırılmıştır ve GO piklerine göre kaymaların oluştuğu görülmüştür. Bu analiz sonuçlarının literatürle uyumlu olduğunu, SA ve GA'nın başarılı bir şekilde oluşturulduğunu göstermiştir. Ayrıca termal kamera kullanılarak SA ve GA yapılarına bütanol çakmak yardımıyla verilen sıcaklıklar gözlemlenmiştir. Bu sonuçlarda ise, SA'nın 700°C gibi yüksek sıcaklıklarda dayanım gösterdiği görülürken, GA'ların 200°C'lere yaklaştığında yapıda bozulma gerçekleştiği görülmüştür.

Elde edilen SA ve GA'ların yapılarının güçlendirilmesi amacıyla ise, kevlar kumaşla kompozit çalışması yapılmıştır. Elde edilen sonuçlarda, kevların SA ve GA yapısına katılarak, SA'ların kırılabilirliğinin azalmasını, GA'ların ise daha yüksek sıcaklıklara dayanım göstermesini sağlamıştır. Bu noktada termal kamera analizlerinde, Kevlar/SA ve Kevlar/GA aerojellerin 350°C'lerde bozulmaya başladığı görülmüştür. Bu durum yapıdaki kevların sıcaklıklara olan dayanımından kaynaklandığını göstermiştir. Elde edilen kevlar takviyeli aerojellerin SA ve GA yapılarını geliştirdiği görülse de elastik bir yapı sergilememesi ve düşük basınç dayanımı göstermesi nedeniyle, bu özelliklerin geliştirilmesi adına, seramik aerojeller sentezlenmiştir. Bu noktada ise, Si ve Si/Zr/B bazlı sollar hazırlanarak seramik aerojellerin sentezi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen seramik

aerojellerin ise 1200°C'lere dayanıklı olduğu termal kamera analizi ile görülmüştür ve özellikle Si seramik aerojellerin tekrar kullanılabilir özellikler gösterdiği gözlemlenmiştir. Ayrıca elde edilen seramik aerojellerin, ön yüzeye gönderilen 1000°C'lerdeki sıcaklıkların arka yüzeyde 350-360°C'lerde olduğu termal kamera ile görüntülenmiştir. Bu durum, yapının oldukça düşük termal iletkenlik katsayısı gösterdiği hakkında da bilgi vermiştir. Elde edilen Si ve Si/Zr/B-seramik aerojeller çok yüksek sıcaklıklara dayanıklı olsa da, yine elastik bir yapı sergilemediği görülmüştür. Bu durumun nedeninin, SEM analizi ile de gözlemlenen, fiberlerin çapraz bağlanmasındaki zayıflıktan olduğu söylenebilir. Bu doğrultuda ise, bu çapraz bağlanmanın güçlendirilmesi amacıyla, polimerik seramik aerojeller sentezlenmiştir ve oldukça elastik yapıların oluşturulduğu görülmüştür. Ayrıca elde edilen polimerik seramik aerojellerin elastikliğinin, L/h oranına da bağlı olduğu ve bu oran yükseldikçe elastikliğin arttığı görülmüştür. Elde edilen polimerik aerojellerin yüzeyine basınç uygulanmasından sonra, tekrar ilk haline dönmesi ise yapının oldukça elastik bir yapı sergilediğini göstermiştir. Aerojellerdeki polimer miktarının artması elastikliği artırsa da yüksek sıcaklıklara olan dayanıklılığın azaldığı termal kamera görüntüleri ile gözlemlenmiştir.

Tez kapsamında, elde edilen 7 farklı aerojelin de farklı alanlarda kullanılabilir özellikler taşıdığı ve liyofilizatör ile dondurarak kurutma tekniğinin üstün özelliklere sahip aerojellerin oluşturulmasında yüksek potansiyel sağladığı görülmüştür. Ayrıca yapılan çalışmalar sonucunda hem yüksek sıcaklıklara dayanıklı hem de elastik seramik aerojellerin sentezlenmesi noktasında oluşturulan fiberlerin güçlü bir çapraz bağlayıcıya ihtiyaç duymaktadır. Bu kapsamda ise, sentez aşamasındaki kalsine edilen fiberlerin, suyun içerisinde homojen bir şekilde dağılması, karışım içerisine eklenen silika sol ve polimerin çalışma kapsamında yapılan pek çok denemeye oldukça önemli olduğu görülmüştür. Bu noktada elde edilen seramik aerojellerin farklı çapraz bağlayıcı ve sollar kullanılarak geliştirilmeye açık olduğu aşıkardır. Aerojellerin enerji korunumu noktasındaki yüksek potansiyel gösterdiği bilinmektedir. Bu noktada, aerojeller yalıtım sektöründe oldukça ilgi çekmektedir ve dünyada hızla büyüyen bir pazar ve rekabet vardır (EK-2). Bu kapsamda, ülkemizin bu ürünleri geliştirilmesi önemli ve stratejiktir. Tez kapsamında özellikle ısı yalıtımı sektöründe kullanılabilir özellikler taşıyan aerojeller için sentezlenen seramik aerojellerin oldukça yüksek potansiyel gösterdiği görülmüştür. Ayrıca yüksek sıcaklıklara dayanıklı yapıların sergilenmesi, itfaiye erlerinin kıyafetlerinde veya yanmaz eldiven vb. ürünlerde kullanılabilir olduğunu da

göstermektedir. Ek olarak elde edilen bu seramik aerojellerin hafif olması, havacılık sektöründe de çok yüksek uygulama potansiyeli sunduğu da söylenebilmektedir. Bu noktada ülkemizde endüstriyel boyutta bu ürünlerin sentezlenmesi ve geliştirilmesi noktasında adımların atılması büyük önem taşımaktadır.

Çalışma kapsamında, ayrıca elde edilen grafen aerojellerin ise enerji üretimi noktasında kullanılmak üzere $PtFe_3O_4@GA$ katalizörü sentezlenmiştir. Sentezlenen bu katalizör ise $PtFe_3O_4$ katalizörü ile karşılaştırılarak GA'nın metanol oksidasyon çalışmalarındaki elektrokatalitik aktivitesi gözlemlenmiştir. Elde edilen sonuçlara bakıldığında ise, GA'nın yapıya katılması ile 8.72 kat daha yüksek elektro-katalitik aktivite sağlanmıştır. Ayrıca daha fazla CO toleransı gösterdiği görülmüştür. Yapılan LSV analizi ile ise, GA'nın yapıya katılmasıyla 1.57 kat daha erken potansiyelde başladığı gözlemlenmiştir. Yapılan EIS çalışmasıyla ise GA'nın yapıya eklenmesiyle daha hızlı yük transferi gerçekleştirdiğini, bu sonuçların CV ve LSV çalışmalarıyla da uyumlu olduğu görülmüştür. Ayrıca yapılan 500 döngü uzun dönem kararlılık testinde, $PtFe_3O_4@GA$ katalizörünün daha kararlı ve stabil olduğu gösterilmiştir. Elde edilen bu sonuçlar GA'nın metanol oksidasyonunda kullanılabilir özellikler taşıdığını ve yakıt hücresi uygulamalarında yüksek potansiyel sunduğu görülmüştür.

Enerji korunumu ve üretimi noktasında elde edilen aerojellerin kullanılabilir özellikler taşıdığı, yüksek uygulama potansiyeli gösterdiği görülmüştür. İleri teknolojik malzeme ürünlerinden biri olan aerojellerin birçok uygulama alanında kullanılması bu malzemelerin üretilmesi gerekliliğini beraberinde getirmektedir. Bu tez çalışmasıyla stratejik ürün aerojellerin, dondurularak kurutma tekniği kullanılarak sentezlenebilirliği ve uygulanabilirliği saptanmıştır.

Elde edilen çıktılar sonucunda, öneriler aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

1. Laboratuvar ölçeğinde elde edilen bu ürünlerin her biri için, ekonomik analizler yapılarak birim fiyatları daha ayrıntılı olarak hesaplanmalıdır.
2. Elde edilen ürünlerin mukavemet ve elastik yapısının geliştirilmesi için sepiyolit ve polimer malzemeler gibi farklı kaynaklarla denenerek sonuçlar irdelenmelidir.
3. Elde edilen ürünlerin hem elastik yapıda hem de yüksek sıcaklıklara ($1000^{\circ}C$ - $1500^{\circ}C$) dayanıklı olması için yüksek moleküler ağırlığa sahip çapraz bağlayıcılarla deneme yapılarak sonuçların irdelenmesi sağlanabilir.

4. Elde edilen ürünlerin ısı yalıtım katsayısı ölçümleri gerçekleştirilerek yalıtım sektöründeki kullanımlarında elde edilecek enerji verimliliği hesaplanmalıdır.
5. Enerji üretimi noktasında GA'ların farklı malzemelerle birleştirilerek, yakıt hücresi veya diğer enerji üretimi noktalarında kullanılmak üzere, yüksek elektrokatalitik aktiviteye sahip katalizörler oluşturulmalıdır.



EK-1

Çerenkov Radyasyonu

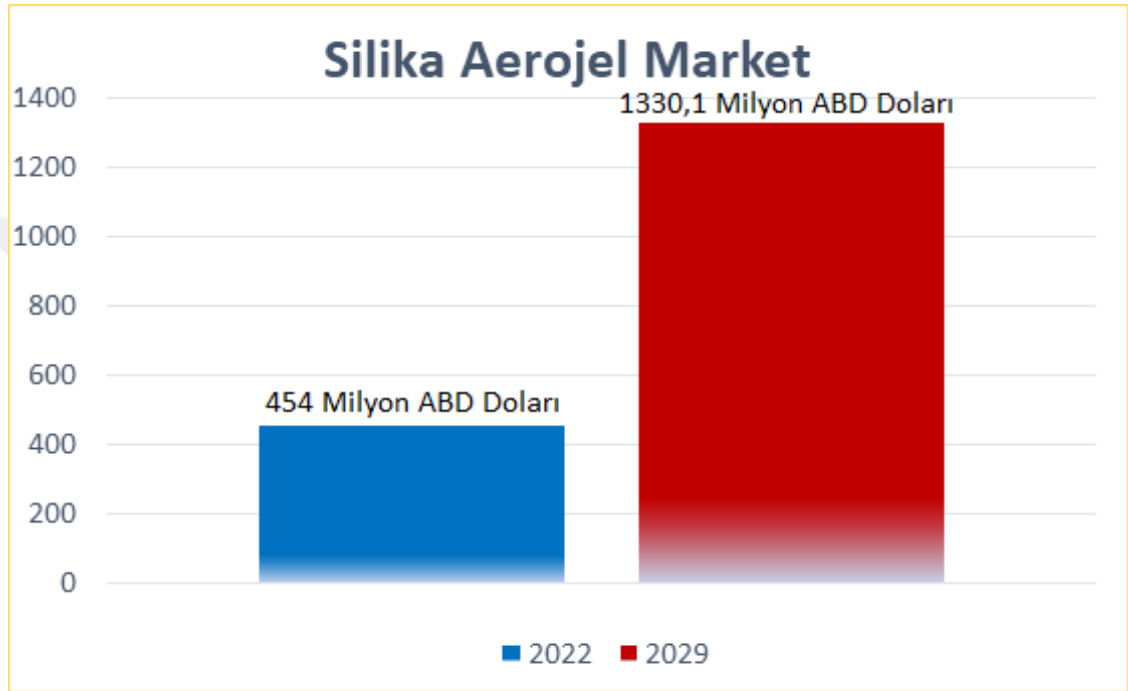
Çerenkov radyasyonu, ilk olarak 1910 yılında Marie Curie tarafından gözlemlenmiştir (L'Annunziata, 2003). 1930 yıllarında ise ilk olarak Pavel Cherenkov ve Sergey Vavilov tarafından fotoemiyon kaynağı olarak tanımlanmıştır (Corbin vd., 2023). Çerenkov radyasyonu, bir ortamda hareket eden yüklü bir parçacık, hızı o ortamdaki ışığın faz hızını aştığında yayılan radyasyondur (Macleod vd., 2019). Yaklaşık 420 nm'de zirve yapan ve ultraviyole bölgesinden spektrumun görünür kısmına uzanan sürekli bir dalga boyu spektrumundan oluşmaktadır (L'Annunziata, 2003). Yüksek seviyelerde Çerenkov radyasyonu üretildiğinde, radyoaktivitenin verimli ölçümü için kullanılabilir (L'Annunziata, 2012). Geniş bant emisyon spektrumu göstermesi gibi üstün özellikler göstermesi özellikle moleküler görüntüleme ve fototerapi uygulamalarında ilgi çekmektedir (Glaser vd., 2015). Çerenkov radyasyonunu tespit edilmesine yönelik parçacık dedektörü ise çerenkov dedektörü olarak adlandırılmaktadır. Bu çerenkov dedektörlerinde kullanılmak üzere ise aerogellerin yüksek potansiyel gösterdiği yapılan uygulamalarla desteklenmiştir (Pestotnik vd., 2008; Kim vd., 2016).

EK-2

Aerojel Pazarı

Silika aerogellerin dünya pazarı Şekil 5.1’de gösterildiği gibi; 2022 yılında 454 milyon ABD doları iken 2029 yılına kadar %16.4’lük büyüme göstererek 1330.1 milyon ABD doları olması beklenmektedir (MarketWatch, 2023).

Şekil 5. 1: Silika Aerojel Market.



(MarketWatch, 2023).

Yapılan araştırmalara göre ise, silika aerogellerin uygulama noktasında en çok; bina yalıtımı, havacılık ve savunma malzemeleri, ulaşım ve petrol, gaz sarf malzemelerinde kullanıldığı öne sürülmüştür. Dünya çapında üretim yapan firmalara bakıldığında ise özellikle; “Aspen Aerogels, Aerogel Technologies, Nano High-Tech, Guangdong Alison Hi-Tech, Active Aerogels, Enersens, Jios Aerogel Cabot Corporation, Corporation, Insulgel High-Tech, Guizhou Aerospace, Green Earth Aerogel Technologies (GEAT)” firmalarının en büyük silika aerogel üreticileri olduğu belirtilmiştir (MarketWatch, 2023).

Silika aerogellerin şu anki satış fiyatlarına bakıldığında ise, 1 kg silika toz aerogellerin 60-90 \$ olduğu, Blanket şeklinde satışa sunulan silika aerogellerin ise, 25x35 cm²’lik bir malzemenin 408.95 TL’ye satıldığı görülmektedir.

EK-2

Grafen arojellerin pazarına bakıldığında ise, 2030 yılına kadar 55.5'lik bir büyüme göstereceği raporlarla sunulmuştur (Dataintel, 2023). Grafen arojellerin uygulama alanlarına göre kullanımına bakıldığında ise en çok; boyalar ve kaplamalar, havacılık, otomotiv, savunma ve endüstriyel uygulamalarda kullanıldığı görülmektedir. Ayrıca dünya çagındaki üreticilere bakıldığında; Aerogel Technologies Llc, American Elements, Aspen Aerogel Inc., BASF SE, Cabot Corp., Graphene 3D Lab Inc., Reade International Corp. En büyük grafen arojel üreticileri olduğu görülmektedir (Dataintel, 2023).

Grafen arojellerin satış fiyatlarına bakıldığında ise, 100 gram grafen arojelin 7929,60 TL'ye satıldığı görülmektedir.

Dünya pazarında önemli bir konuma sahip olan arojellerin ülkemiz kapsamında da üretiminin yapılarak, ihracat yapan ülke haline gelmesinin büyük önem taşıdığı görülmektedir.

KAYNAKÇA

- Adhikary, S. K., Ashish, D. K., Rudžionis, Ž. (2021). Aerogel based thermal insulating cementitious composites: A review. *Energy and Buildings*, 245, 111058. doi:10.1016/j.enbuild.2021.111058
- Adhikary, S. K., Rudžionis, Ž., Tučkutė, S., & Ashish, D. K. (2021). Effects of carbon nanotubes on expanded glass and silica aerogel based lightweight concrete. *Scientific reports*, 11(1), 2104. doi:10.1038/S41598-021-81665-y
- Akhter, F., Soni, H. L., Jamali, A. R., Zoppas, F. M., Ibrahim, S. M. (2023). Efficient adsorption of Lead(II) Ions from artificial wastewater by organically Tailored vs TEOS-doped Silica aerogels: synthesis, characterization and isotherm studies. *Water, Air, and Soil Pollution*, 234(3), 180. doi:10.1007/s11270-023-06204-z
- Almeida, C. M. R., Ghica, M. E., Ramalho, A. L., Durães, L. (2021). Silica-based aerogel composites reinforced with different aramid fibres for thermal insulation in Space environments. *Journal of Materials Science*, 56(24), 13604-13619. doi:10.1007/s10853-021-06142-3
- 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. doi:10.1016/j.micromeso.2012.02.009
- Al-Oweini, R., El-Rassy, H. (2009). Synthesis and characterization by FTIR spectroscopy of silica aerogels prepared using several $\text{Si}(\text{OR})_4$ and $\text{R}''\text{Si}(\text{OR}')_3$ precursors. *Journal of Molecular Structure*, 919(1-3), 140-145. doi:10.1016/j.molstruc.2008.08.025
- Alwin, S., Sahaya Shajan, X. (2020). Aerogels: promising nanostructured materials for energy conversion and storage applications. *Materials for Renewable and Sustainable Energy*, 9(2), 1-27. doi:10.1007/s40243-020-00168-4
- Amir Faiz, M. S., Che Azurahaman, C. A., Raba'ah, S. A., Ruzniza, M. Z. (2020). Low cost and green approach in the reduction of graphene oxide (GO) using palm oil leaves extract for potential in industrial applications. *Results in Physics*, 16, 102954. doi:10.1016/j.rinp.2020.102954

- An, L., Liang, B., Guo, Z., Wang, J., Li, C., Huang, Y., Hu, Y., Li, Z., Armstrong, J. N., Zhou, C., Faghih, D., Ren, S. (2021). Wearable aramid–ceramic aerogel composite for harsh environment. *Advanced Engineering Materials*, 23(3), 2001169. doi:10.1002/adem.202001169
- An, L., Wang, J., Petit, D., Armstrong, J. N., Hanson, K., Hamilton, J., Swoza, M., Zhao D., Li, C., Liu, Y., Huang, Y., Hu, Y., Li, Z., Shao, Z., Desjarlais, A. O., Ren, S. (2020). An all-ceramic, anisotropic, and flexible aerogel insulation material. *Nano Letters*, 20(5), 3828-3835. doi:10.1021/acs.nanolett.0c00917
- An, Z., Ye, C., Zhang, R., Zhou, P. (2019). Flexible and recoverable SiC nanofiber aerogels for electromagnetic wave absorption. *Ceramics International*, 45(17), 22793-22801. doi:10.1016/j.ceramint.2019.07.321
- Antolini, E. (2018). Photo-assisted methanol oxidation on Pt-TiO₂ catalysts for direct methanol fuel cells: A short review. *Applied Catalysis B: Environmental*, 237, 491-503. doi:10.1016/j.apcatb.2018.06.029
- Arsalani, N., Nasiri, R., Zarei, M. (2018). Synthesis of magnetic 3D graphene decorated with CaCO₃ for anionic azo dye removal from aqueous solution: Kinetic and RSM modeling approach. *Chemical Engineering Research and Design*, 136, 795-805. doi:10.1016/j.cherd.2018.06.024
- Azum, N., Rub, M. A., Khan, A., Parwaz Khan, A. A., Asiri, A. M. (2021). Aerogel applications and future aspects. *Advances in Aerogel Composites for Environmental Remediation*, 357-367. doi:10.1016/b978-0-12-820732-1.00019-9
- Baldino, L., Zuppolini, S., Cardea, S., Diodato, L., Borriello, A., Reverchon, E., Nicolais, L. (2020). Production of biodegradable superabsorbent aerogels using a supercritical CO₂ assisted drying. *The Journal of Supercritical Fluids*, 156, 104681. doi:10.1016/j.supflu.2019.104681
- Ban, G., Song, S., Lee, H. W., Kim, H. T. (2019). Effect of acidity levels and feed rate on the porosity of aerogel extracted from rice husk under ambient pressure. *Nanomaterials*, 9(2), 300. doi:10.3390/nano9020300
- Barrios, E., Fox, D., Li Sip, Y. Y., Catarata, R., Calderon, J. E., Azim, N., Afrin, S., Zhag, Z., Zhai, L. (2019). Nanomaterials in advanced, high-performance aerogel composites: A review. *Polymers*, 11(4), 726. doi:10.3390/polym11040726

- Bayat, R., Burhan, H., Bekmezci, M., Isgin, E. S., Akin, M., Sen, F. (2023). Synthesis and characterization of lignin-based carbon nanofiber supported Platinum–Ruthenium nanoparticles obtained from wood sawdust and applications in alcohol fuel cells. *International Journal of Hydrogen Energy*, 48(55), 21128-21138. doi:10.1016/j.ijhydene.2022.10.237
- Bayat, R., Darabi, R., Coguplugil, Z. K., Akin, M., Bekmezci, M., Sen, F., Karimi, F. (2023). Synthesis and applications of highly stable silane modified reduced graphene oxide supported cobalt based platinum nanoparticle for anodic part of direct methanol fuel cells. *International Journal of Hydrogen Energy*. doi:10.1016/j.ijhydene.2023.01.325
- Bekmezci, M., Subasi, D. B., Bayat, R., Akin, M., Coguplugil, Z. K., Sen, F. (2022). Synthesis of a functionalized carbon supported platinum–iridium nanoparticle catalyst by the rapid chemical reduction method for the anodic reaction of direct methanol fuel cells. *New Journal of Chemistry*, 46(45), 21591-21598. doi:10.1039/d2nj03209k
- Bhagat, S. D., Oh, C. S., Kim, Y. H., Ahn, Y. S., Yeo, J. G. (2007). Methyltrimethoxysilane based monolithic silica aerogels via ambient pressure drying. *Microporous and Mesoporous Materials*, 100(1-3), 350-355. doi:10.1016/j.micromeso.2006.10.026
- Bheekhun, N., Abu Talib, A. R., Hassan, M. R. (2013). Aerogels in aerospace: An overview. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013. doi:10.1155/2013/406065
- Bidgoli, H., Mortazavi, Y., Khodadadi, A. A. (2019). A functionalized nano-structured cellulosic sorbent aerogel for oil spill cleanup: Synthesis and characterization. *Journal of Hazardous Materials*, 366, 229-239. doi:10.1016/j.jhazmat.2018.11.084
- Bisson, A., Rigacci, A., Lecomte, D., Rodier, E., Achard, P. (2007). Drying of silica gels to obtain aerogels: Phenomenology and basic techniques. *21*(4), 593-628. doi:10.1081/drt-120019055

- Borisova, A., De Bruyn, M., Budarin, V. L., Shuttleworth, P. S., Dodson, J. R., Segatto, M. L., Clark, J. H. (2015). A sustainable freeze-drying route to porous polysaccharides with tailored hierarchical meso- and macroporosity. *Macromolecular Rapid Communications*, 36(8), 774-779. doi:10.1002/marc.201400680
- Borrás, A., Rosado, A., Fraile, J., López-Periago, A. M., Giner Planas, J., Yazdi, A., Domingo, C. (2022). Meso/microporous MOF@graphene oxide composite aerogels prepared by generic supercritical CO₂ technology. *Microporous and Mesoporous Materials*, 335, 111825. doi:10.1016/j.micromeso.2022.111825
- Cai, B., Eychmüller, A., Cai, B., Eychmüller, + A. (2019). Promoting electrocatalysis upon aerogels. *Advanced Materials*, 31(31), 1804881. doi:10.1002/adma.201804881
- Chauhan, A., & Chauhan, P. (2014). Powder XRD technique and its applications in science and technology. *J Anal Bioanal Tech*, 5(5), 1-5. doi:10.4172/2155-9872.1000212
- Chen, Weiwang, Liu, S., Sun, Y., Zhou, X., Zhou, F. (2022). Melamine-crosslinked polyimide aerogels from supercritical ethanol drying with improved in-use shape stability against shrinking. *Macromolecular Materials and Engineering*, 307(2), 2100645. doi:10.1002/mame.202100645
- Chen, Wufeng, Yan, L. (2011). In situ self-assembly of mild chemical reduction graphene for three-dimensional architectures. *Nanoscale*, 3(8), 3132-3137. doi:10.1039/c1nr10355e
- Chen, Y. X., Hendrix, Y., Schollbach, K., Brouwers, H. J. H. (2020). A silica aerogel synthesized from olivine and its application as a photocatalytic support. *Construction and Building Materials*, 248, 118709. doi:10.1016/j.conbuildmat.2020.118709
- Cheng, Y., Zhou, S., Hu, P., Zhao, G., Li, Y., Zhang, X., & Han, W. (2017). Enhanced mechanical, thermal, and electric properties of graphene aerogels via supercritical ethanol drying and high-temperature thermal reduction. *Scientific reports*, 7(1), 1439. doi:10.1038/s41598-017-01601-x

- Chhajed, M., Yadav, C., Agrawal, A. K., Maji, P. K. (2019). Esterified superhydrophobic nanofibrillated cellulose based aerogel for oil spill treatment. *Carbohydrate Polymers*, 226, 115286. doi:10.1016/j.carbpol.2019.115286
- Ciftci, D., Ubeyitogullari, A., Huerta, R. R., Ciftci, O. N., Flores, R. A., Saldaña, M. D. A. (2017). Lupin hull cellulose nanofiber aerogel preparation by supercritical CO₂ and freeze drying. *The Journal of Supercritical Fluids*, 127, 137-145. doi:10.1016/j.supflu.2017.04.002
- Corbin, B. A., Lutter, J. C., White, S. A., Al-ani, E., Biro, E. S., Karns, J. P., Allen, M. J. (2023). Imaging. *Comprehensive Inorganic Chemistry III, Third Edition*, 407-459. doi:10.1016/b978-0-12-823144-9.00157-6
- Członka, S., Bertino, M. F., Kośny, J., Shukla, N. (2018). Freeze-drying method as a new approach to the synthesis of polyurea aerogels from isocyanate and water. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 87(3), 685-695. doi:10.1007/s10971-018-4769-9
- Darpenigny, C., Nonglaton, G., Bras, J., Jean, B. (2020). Highly absorbent cellulose nanofibrils aerogels prepared by supercritical drying. *Carbohydrate Polymers*, 229, 115560. doi:10.1016/j.carbpol.2019.115560
- Dataintel. (2023). Graphene Aerogel Market Report | Global Forecast From 2023 To 2031. <https://dataintel.com/report/global-graphene-aerogel-market>.
- De Marco, I., Iannone, R., Miranda, S., Riemma, S. (2018). An environmental study on starch aerogel for drug delivery applications: effect of plant scale-up. *International Journal of Life Cycle Assessment*, 23(6), 1228-1239. doi:10.1007/s11367-017-1351-6
- De Oliveira, J. P., Bruni, G. P., Fabra, M. J., da Rosa Zavareze, E., López-Rubio, A., Martínez-Sanz, M. (2019). Development of food packaging bioactive aerogels through the valorization of *Gelidium sesquipedale* seaweed. *Food Hydrocolloids*, 89, 337-350. doi:10.1016/j.foodhyd.2018.10.047
- Deng, X., Nie, Q., Wu, Y., Fang, H., Zhang, P., Xie, Y. (2020). Nitrogen-doped unusually superwetting, thermally insulating, and elastic graphene aerogel for efficient solar steam generation. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 12(23), 26200-26212. doi:10.1021/acsami.0c05666

- Dincer, S., Acaralı B, N., Uzun N, İ., Deniz, S. (2007). A second option in special separation operations: supercritical fluid processes. *Journal of Engineering and Natural Sciences*, 25(2), 106-128.
- Dong, X., Chua, B. W., Li, T., Zhai, W. (2022). Multi-directional freeze casting of porous ceramics with bone-inspired microstructure. *Materials & Design*, 224, 111344. doi:10.1016/j.matdes.2022.111344
- Dou, L., Si, Y., Yu, J., Ding, B. (2022). Semi-template based, biomimetic-architected, and mechanically robust ceramic nanofibrous aerogels for thermal insulation. *Nano Research*, 15(6), 5581-5589. doi:10.1007/s12274-022-4194-9/metrics
- Dou, L., Zhang, X., Shan, H., Cheng, X., Si, Y., Yu, J., Ding, B. (2020). Interweaved cellular structured ceramic nanofibrous aerogels with superior bendability and compressibility. *Advanced Functional Materials*, 30(49), 2005928. doi:10.1002/adfm.202005928
- Durak, T., Depciuch, J. (2020). Effect of plant sample preparation and measuring methods on ATR-FTIR spectra results. *Environmental and Experimental Botany*, 169, 103915. doi:10.1016/j.envexpbot.2019.103915
- El-Naggar, M. E., Othman, S. I., Allam, A. A., Morsy, O. M. (2020). Synthesis, drying process and medical application of polysaccharide-based aerogels. *International Journal of Biological Macromolecules*, 145, 1115-1128. doi:10.1016/j.ijbiomac.2019.10.037
- Emiru, T. F., Ayele, D. W. (2019). Controlled synthesis, characterization and reduction of graphene oxide: A convenient method for large scale production. *Egyptian Journal of Basic and Applied Sciences*, 4(1), 74-79. doi:10.1016/j.ejbas.2016.11.002
- Fan, J., Li, H., Tang, S., Li, B., Xin, Y., Hsieh, Y. Lo, Zhou, J. (2023). Compensation strategy for constructing high-performance aerogels using acrylamide-assisted vacuum drying and their use as water-induced electrical generators. *Chemical Engineering Journal*, 452, 139685. doi:10.1016/j.cej.2022.139685
- Farrell, E. S., Ganonyan, N., Cooperstein, I., Moshkovitz, M. Y., Amouyal, Y., Avnir, D., Magdassi, S. (2021). 3D-printing of ceramic aerogels by spatial photopolymerization. *Applied Materials Today*, 24, 101083. doi:10.1016/j.apmt.2021.101083

- Fatimah, S., Ragadhita, R., Al Husaeni, D. F., & Nandiyanto, A. B. D. (2022). How to calculate crystallite size from x-ray diffraction (XRD) using Scherrer method. *ASEAN Journal of Science and Engineering*, 2(1), 65-76. doi:10.17509/ajse.v2i1.37647
- Fourteau, K., Domine, F., Hagemuller, P. (2021). Macroscopic water vapor diffusion is not enhanced in snow. *Cryosphere*, 15(1), 389-406. doi:10.5194/tc-15-389-2021
- García-González, C. A., Camino-Rey, M. C., Alnaief, M., Zetzl, C., Smirnova, I. (2012). Supercritical drying of aerogels using CO₂: Effect of extraction time on the end material textural properties. *The Journal of Supercritical Fluids*, 66, 297-306. doi:10.1016/j.supflu.2012.02.026
- García-González, Carlos A., Sosnik, A., Kalmár, J., De Marco, I., Erkey, C., Concheiro, A., Alvarez-Lorenzo, C. (2021). Aerogels in drug delivery: From design to application. *Journal of Controlled Release*, 332, 40-63. doi:10.1016/j.jconrel.2021.02.012
- Ghica, M. E., Almeida, C. M. R., Fonseca, M., Portugal, A., Durães, L. (2020). Optimization of polyamide pulp-reinforced silica aerogel composites for thermal protection systems. *Polymers*, 12(6), 1278. doi:10.3390/polym12061278
- Ghica, M. E., Almeida, C. M. R., Rebelo, L. S. D., Cathoud-Pinheiro, G. C., Costa, B. F. O., Durães, L. (2022). Novel Kevlar® pulp-reinforced alumina-silica aerogel composites for thermal insulation at high temperature. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 101(1), 87-102. doi:10.1007/s10971-021-05692-x
- Glaser, A. K., Zhang, R., Andreozzi, J. M., Gladstone, D. J., Pogue, B. W. (2015). Cherenkov radiation fluence estimates in tissue for molecular imaging and therapy applications. *Physics in Medicine & Biology*, 60(17), 6701. doi:10.1088/0031-9155/60/17/6701
- González, F. J., Ashley, C. S., Clem, P. G., Boreman, G. D. (2004). Antenna-coupled microbolometer arrays with aerogel thermal isolation. *Infrared Physics & Technology*, 45(1), 47-51. doi:10.1016/s1350-4495(03)00177-4
- González, M., Baselga, J., Pozuelo, J. (2019). Modulating the electromagnetic shielding mechanisms by thermal treatment of high porosity graphene aerogels. *Carbon*, 147, 27-34. doi:10.1016/j.carbon.2019.02.068

- Gorgolis, G., Galiotis, C. (2017). Graphene aerogels: a review. *2D Materials*, 4(3), 032001. doi:10.1088/2053-1583/AA7883
- Guastaferrero, M., Baldino, L., Reverchon, E., Cardea, S. (2021). Production of porous agarose-based structures: Freeze-drying vs. supercritical CO₂ drying. *Gels*, 7(4), 198. doi:10.3390/gels7040198
- Guo, X., Shan, J., Lai, Z., Lei, W., Ding, R., Zhang, Y., Yang, H. (2018). Facile synthesis of flexible methylsilsesquioxane aerogels with surface modifications for sound-absorbance, fast dye adsorption and oil/water separation. *Molecules*, 23(4), 945. doi:10.3390/molecules23040945
- Gurav, J. L., Jung, I. K., Park, H. H., Kang, E. S., Nadargi, D. Y. (2010). Silica aerogel: Synthesis and applications. *Journal of Nanomaterials*, 2010, 1-11. doi:10.1155/2010/409310
- Gurav, J. L., Nadargi, D. Y., Rao, A. V. (2008). Effect of mixed Catalysts system on TEOS-based silica aerogels dried at ambient pressure. *Applied Surface Science*, 255(5), 3019-3027. doi:10.1016/j.apsusc.2008.08.059
- Guzel Kaya, G., Aznar, E., Deveci, H., Martínez-Máñez, R. (2021). Aerogels as promising materials for antibacterial applications: a mini-review. *Biomaterials Science*, 9(21), 7034-7048. doi:10.1039/d1bm01147b
- Guzel Kaya, G., Deveci, H. (2020). Synergistic effects of silica aerogels/xerogels on properties of polymer composites: A review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 89, 13-27. doi:10.1016/j.jiec.2020.05.019
- Güler, Ö., Başgöz, Ö., Yavuz, Ç. (2021). Production of new type insulation material: Expanded Perlite-Silica aerogel composite. *Turkish Journal of Engineering*, 5(3). doi:10.31127/tuje.674035
- Hasan, M. A., Sangashetty, R., Esther, A. C. M., Patil, S. B., Sherikar, B. N., Dey, A. (2017). Prospect of thermal insulation by silica aerogel: A brief review. *Journal of The Institution of Engineers (India): Series D*, 98(2), 297-304. doi:10.1007/s40033-017-0136-1
- Hasanpour, M., Hatami, M. (2020). Application of three dimensional porous aerogels as adsorbent for removal of heavy metal ions from water/wastewater: A review study.

Advances in Colloid and Interface Science, 284, 102247.
doi:10.1016/j.cis.2020.102247

- Havens, K. J., Sharp, E. J. (2016). Imager selection. *Thermal Imaging Techniques to Survey and Monitor Animals in the Wild*, 121-141. doi:10.1016/b978-0-12-803384-5.00008-7
- Hayase, G., Kanamori, K., Abe, K., Yano, H., Maeno, A., Kaji, H., Nakanishi, K. (2014). Polymethylsilsesquioxane-cellulose nanofiber biocomposite aerogels with high thermal insulation, bendability, and superhydrophobicity. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 6(12), 9466-9471. doi:10.1021/am501822y
- He, S., Huang, Y., Chen, G., Feng, M., Dai, H., Yuan, B., Chen, X. (2019). Effect of heat treatment on hydrophobic silica aerogel. *Journal of Hazardous Materials*, 362, 294-302. doi:10.1016/j.jhazmat.2018.08.087
- Hospodarova, V., Singovszka, E., Stevulova, N., Hospodarova, V., Singovszka, E., Stevulova, N. (2018). Characterization of cellulosic fibers by FTIR spectroscopy for their further implementation to building materials. *American Journal of Analytical Chemistry*, 9(6), 303-310. doi:10.4236/ajac.2018.96023
- Huang, H., Zhou, F., Shi, X., Qin, J., Zhang, Z., Bao, X., Wu, Z. S. (2019). Graphene aerogel derived compact films for ultrafast and high-capacity aluminum ion batteries. *Energy Storage Materials*, 23, 664-669. doi:10.1016/j.ensm.2019.03.001
- Huang, T., Zhu, Y., Zhu, J., Yu, H., Zhang, Q., Zhu, M. (2020). Self-reinforcement of light, temperature-resistant silica nanofibrous aerogels with tunable mechanical properties. *Advanced Fiber Materials*, 2(6), 338-347. doi:10.1007/s42765-020-00054-8
- Huang, Y., Gong, L., Pan, Y., Li, C., Zhou, T., Cheng, X. (2018). Facile construction of the aerogel/geopolymer composite with ultra-low thermal conductivity and high mechanical performance. *RSC Advances*, 8(5), 2350-2356. doi:10.1039/c7ra12041a
- Huo, W., Zhang, X., Hou, S., Chen, Y., Wang, Y., Yang, J. (2019). Aerogel-like ceramic foams with super-high porosity and nanoscale cell wall from sol nanoparticles stabilized foams. *Journal of the American Ceramic Society*, 102(6), 3753-3762. doi:10.1111/jace.16229

- Iswar, S., Griffa, M., Kaufmann, R., Beltran, M., Huber, L., Brunner, S., Lattuada, M., Koebel, M. M., Malfait, W. J. (2019). Effect of aging on thermal conductivity of fiber-reinforced aerogel composites: An X-ray tomography study. *Microporous and Mesoporous Materials*, 278, 289-296. doi:10.1016/j.micromeso.2018.12.006
- Iswar, S., Malfait, W. J., Balog, S., Winnefeld, F., Lattuada, M., Koebel, M. M. (2017). Effect of aging on silica aerogel properties. *Microporous and Mesoporous Materials*, 241, 293-302. doi:10.1016/j.micromeso.2016.11.037
- Jabbari, M., Åkesson, D., Skrifvars, M., Taherzadeh, M. J. (2015). Novel lightweight and highly thermally insulative silica aerogel-doped poly(vinyl chloride)-coated fabric composite. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 34(19), 1581-1592. doi:10.1177/0731684415578306
- Jensen, K. I., Schultz, J. M., Kristiansen, F. H. (2004). Development of windows based on highly insulating aerogel glazings. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 350, 351-357. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2004.06.047
- Jia, C., Yuan, C., Ma, Z., Du, Y., Liu, L., Huang, Y. (2019). Improving the mechanical and surface properties of aramid Fiber by Grafting with 1,4-dichlorobutane under supercritical carbon dioxide. *Materials*, 12(22), 3766. doi:10.3390/ma12223766
- Jin, H., Nishiyama, Y., Wada, M., Kuga, S. (2004). Nanofibrillar cellulose aerogels. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 240(1-3), 63-67. doi:10.1016/j.colsurfa.2004.03.007
- Jung, S. M., Mafra, D. L., Lin, C. Te, Jung, H. Y., Kong, J. (2015). Controlled porous structures of graphene aerogels and their effect on supercapacitor performance. *Nanoscale*, 7(10), 4386-4393. doi:10.1039/c4nr07564a
- Kang, S., Qiao, S., Cao, Y., Hu, Z., Yu, J., Wang, Y. (2022). Compression strain-dependent tubular carbon nanofibers/graphene aerogel absorber with ultrabroad absorption band. *Chemical Engineering Journal*, 433, 133619. doi:10.1016/j.cej.2021.133619
- Karimi, F., Akin, M., Bayat, R., Bekmezci, M., Darabi, R., Aghapour, E., Sen, F. (2023). Application of Quasihexagonal Pt@PdS₂-MWCNT catalyst with High Electrochemical Performance for Electro-Oxidation of Methanol, 2-Propanol, and

- Glycerol Alcohols For Fuel Cells. *Molecular Catalysis*, 536, 112874. doi:10.1016/j.mcat.2022.112874
- Katagiri, N., Ishikawa, M., Adachi, N., Fuji, M., Ota, T. (2018). Preparation and evaluation of Au nanoparticle–silica aerogel nanocomposite. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 3(2), 151-155. doi:10.1016/j.jascr.2015.01.003
- Khan, S. A., Zulfikar, U., Hussain, S. Z., Zaheer, U., Hussain, I., Husain, S. W., Subhani, T. (2017). Fabrication of superhydrophobic filter paper and foam for oil–water separation based on silica nanoparticles from sodium silicate. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 81(3), 912-920. doi:10.1007/s10971-016-4250-6
- Khedkar, M. V., Somvanshi, S. B., Humbe, A. V., Jadhav, K. M. (2019). Surface modified sodium silicate based superhydrophobic silica aerogels prepared via ambient pressure drying process. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 511, 140-146. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2019.02.004
- Kim, C. E., Yoon, J. S., Hwang, H. J. (2009). Synthesis of nanoporous silica aerogel by ambient pressure drying. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 49(1), 47-52. doi:10.1007/s10971-008-1828-7
- Kim, S. J., Chase, G., Jana, S. C. (2016). The role of mesopores in achieving high efficiency airborne nanoparticle filtration using aerogel monoliths. *Separation and Purification Technology*, 166, 48-54. doi:10.1016/j.seppur.2016.04.017
- Kim, Y., Herrmann, H. W., McEvoy, A. M., Young, C. S., Hamilton, C., Schwellenbach, D. D., Malone, R. M., Kuafman, M. I., Smith, A. S. (2016). Aerogel Cherenkov detector for characterizing the intense flash x-ray source, Cygnus, spectrum. *Review of Scientific Instruments*, 87(11). doi:10.1063/1.4960541/362637
- Knez, Ž., Pantić, M., Cör, D., Novak, Z., Knez Hrnčič, M. (2019). Are supercritical fluids solvents for the future?. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 141, 107532. doi:10.1016/j.cep.2019.107532
- Koç, F., Çok, S. S., Gizli, N. (2020). Tuning the properties of silica aerogels through pH controlled sol-gel processes. *Research on Engineering Structures and Materials*, 6(3), 257-269. doi:10.17515/resm2019.166ma1203
- Koebel, M. M., Huber, L., Zhao, S., Malfait, W. J. (2016). Breakthroughs in cost-effective, scalable production of superinsulating, ambient-dried silica aerogel and

silica-biopolymer hybrid aerogels: from laboratory to pilot scale. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 79(2), 308-318. doi:10.1007/s10971-016-4012-5

Koh, C. H., Schollbach, K., Gauvin, F., Brouwers, H. J. H. (2022). Aerogel composite for cavity wall rehabilitation in the Netherlands: Material characterization and thermal comfort assessment. *Building and Environment*, 224, 109535. doi:10.1016/j.buildenv.2022.109535

Korhonen, J. T., Kettunen, M., Ras, R. H. A., Ikkala, O. (2011). Hydrophobic nanocellulose aerogels as floating, sustainable, reusable, and recyclable oil absorbents. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 3(6), 1813-1816. doi:10.1021/am200475b

Korkmaz, S., Kariper, A. (2020). Graphene and graphene oxide based aerogels: Synthesis, characteristics and supercapacitor applications. *Journal of Energy Storage*, 27, 101038. doi:10.1016/j.est.2019.101038

Kumar, Y., Saxena, D. C. (2020). A review on starch aerogel: Application and future trends. *ResearchGate*, 978. <https://www.researchgate.net/publication/344202461>

Lamy-Mendes, A., Pontinha, A. D. R., Alves, P., Santos, P., Durães, L. (2021). Progress in silica aerogel-containing materials for buildings' thermal insulation. *Construction and Building Materials*, 286, 122815. doi:10.1016/j.conbuildmat.2021.122815

Lamy-Mendes, A., Silva, R. F., Durães, L. (2018). Advances in carbon nanostructure-silica aerogel composites: a review. *Journal of Materials Chemistry A*, 6(4), 1340-1369. doi:10.1039/c7ta08959g

L'Annunziata, M. F. (2003). Cherenkov Counting. *Handbook of Radioactivity Analysis*, 719-797. doi:10.1016/b978-012436603-9/50014-4

L'Annunziata, M. F. (2012). Cherenkov Counting. *Handbook of Radioactivity Analysis*, 935-1019. doi:10.1016/b978-0-12-384873-4.00015-3

Lee, J. H., Park, S. J. (2020). Recent advances in preparations and applications of carbon aerogels: A review. *Carbon*, 163, 1-18. doi:10.1016/j.carbon.2020.02.073

Lei, Y., Chen, X., Song, H., Hu, Z., Cao, B. (2017). The influence of thermal treatment on the microstructure and thermal insulation performance of silica aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 470, 178-183. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2017.05.020

- Leventis, N., Sadekar, A., Chandrasekaran, N., Sotiriou-Leventis, C. (2010). Click synthesis of monolithic silicon carbide aerogels from polyacrylonitrile-coated 3D silica networks. *Chemistry of Materials*, 22(9), 2790-2803. doi:10.1021/cm903662a
- Li, C., Chen, Z., Dong, W., Lin, L., Zhu, X., Liu, Q., Zhang, Y., Zhai, N., Zhou, Z., Wang, Y., Chen, B., Ji, Y., Chen, X., Xu, X., Yang, Y., Zhang, H. (2021). A review of silicon-based aerogel thermal insulation materials: Performance optimization through composition and microstructure. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 553, 120517. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2020.120517
- Li, J., Li, H., Xu, L., Wang, L., Hu, Z., Liu, L., Huang, Y., Kotov, N. A. (2021). Biomimetic nanoporous aerogels from branched aramid nanofibers combining high heat insulation and compressive strength. *SmartMat*, 2(1), 76-87. doi:10.1002/smm2.1019
- Li, T., Zhi, D., Chen, Y., Li, B., Zhou, Z., Meng, F. (2020). Multiaxial electrospun generation of hollow graphene aerogel spheres for broadband high-performance microwave absorption. *Nano Research*, 13(2), 477-484. doi:10.1007/s12274-020-2632-0/metrics
- Li, Z., Cheng, X., He, S., Shi, X., Gong, L., Zhang, H. (2016). Aramid fibers reinforced silica aerogel composites with low thermal conductivity and improved mechanical performance. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 84, 316-325. doi:10.1016/j.compositesa.2016.02.014
- Li, Z., Zhao, S., Koebel, M. M., Malfait, W. J. (2020). Silica aerogels with tailored chemical functionality. *Materials & Design*, 193, 108833. doi:10.1016/j.matdes.2020.108833
- Linhares, T., Pessoa De Amorim, M. T., Durães, L. (2019). Silica aerogel composites with embedded fibres: a review on their preparation, properties and applications. *Journal of Materials Chemistry A*, 7(40), 22768-22802. doi:10.1039/c9ta04811a
- Liu, B., Ju, W., Zhang, J., Fan, H., Wang, Q., Yi, X., Yu, Z., Wang, X. (2017). Improvement of mechanical strength of ultralight resorcinol-formaldehyde/silica aerogel by addition of zirconia. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 83(1), 100-108. doi:10.1007/s10971-017-4400-5

- Liu, D., Wang, Y., Zhou, F., Xu, B., Lv, B. (2021). A novel high-entropy (Sm_{0.2}Eu_{0.2}Tb_{0.2}Dy_{0.2}Lu_{0.2})₂Zr₂O₇ ceramic aerogel with ultralow thermal conductivity. *Ceramics International*, 47(21), 29960-29968. doi:10.1016/j.ceramint.2021.07.170
- Liu, P., Gao, H., Chen, X., Chen, D., Lv, J., Han, M., Cheng, P., Wang, G. (2020). In situ one-step construction of monolithic silica aerogel-based composite phase change materials for thermal protection. *Composites Part B: Engineering*, 195, 108072. doi:10.1016/j.compositesb.2020.108072
- Liu, Qian, Tang, L., Li, J., Chen, Y., Xu, Z., Li, J., Chen, X., Meng, F. (2022). Multifunctional aramid nanofibers reinforced RGO aerogels integrated with high-efficiency microwave absorption, sound absorption and heat insulation performance. *Journal of Materials Science & Technology*, 130, 166-175. doi:10.1016/j.jmst.2022.05.014
- Liu, Qun, Liu, Y., Zhang, Z., Wang, X., Shen, J. (2020). Adsorption of cationic dyes from aqueous solution using hydrophilic silica aerogel via ambient pressure drying. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 28(9), 2467-2473. doi:10.1016/j.cjche.2020.04.023
- Liu, T., Huang, M., Li, X., Wang, C., Gui, C. X., Yu, Z. Z. (2016). Highly compressible anisotropic graphene aerogels fabricated by directional freezing for efficient absorption of organic liquids. *Carbon*, 100, 456-464. doi:10.1016/j.carbon.2016.01.038
- Lovskaya, D. D., Lebedev, A. E., Menshutina, N. V. (2015). Aerogels as drug delivery systems: In vitro and in vivo evaluations. *The Journal of Supercritical Fluids*, 106, 115-121. doi:10.1016/j.supflu.2015.07.011
- Luo, Z., Fang, Y., Zhou, M., Wang, X. (2019). A Borocarbonitride Ceramic Aerogel for Photoredox Catalysis. *Angewandte Chemie International Edition*, 58(18), 6033-6037. doi:10.1002/anie.201901888
- Macleod, A. J., Noble, A., Jaroszynski, D. A. (2019). Cherenkov Radiation from the Quantum Vacuum. *Physical Review Letters*, 122(16), 161601. doi:10.1103/physrevlett.122.161601

- Mahdavi, H., Kahriz, P. K., Gholipour-Ranjbar, H., Shahalizade, T. (2017). Synthesis and performance study of amino functionalized graphene aerogel grafted with polyaniline nanofibers as an efficient supercapacitor material. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28(5), 4295-4305. doi:10.1007/S10854-016-6053-5
- Mahmoudpour, M., Dolatabadi, J. E. N., Hasanzadeh, M., Soleymani, J. (2021). Carbon-based aerogels for biomedical sensing: Advances toward designing the ideal sensor. *Advances in Colloid and Interface Science*, 298, 102550. doi:10.1016/j.cis.2021.102550
- Maleki, H., Durães, L., Portugal, A. (2014). An overview on silica aerogels synthesis and different mechanical reinforcing strategies. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 385, 55-74. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2013.10.017
- MarketWatch. (2023). Silica Aerogel Market Research Report on Regional Size and Status 2023-2030. <https://www.marketwatch.com/press-release/silica-aerogel-market-research-report-on-regional-size-and-status-2023-2030-2023-06-15>.
- Mateusz Bryning, B. B., Milkie, D. E., Islam, M. F., Hough, L. A., Kikkawa, J. M., Yodh, A. G. (2007). Carbon Nanotube Aerogels. *Advanced Materials*, 19(5), 661-664. doi:10.1002/adma.200601748
- Mazrouei-Sebdani, Z., Begum, H., Schoenwald, S., Horoshenkov, K., Malfait, W. (2021). A review on silica aerogel-based materials for acoustic applications. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 562, 120770. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2021.120770
- Medina, B., Verdério Fressati, M. G., Gonçalves, J. M., Bezerra, F. M., Pereira Scacchetti, F. A., Moisés, M. P., Bail, A., Samulewski, R. B. (2019). Solventless preparation of Fe₃O₄ and Co₃O₄ nanoparticles: A mechanochemical approach. *Materials Chemistry and Physics*, 226, 318-322. doi:10.1016/j.matchemphys.2019.01.043
- Mei, H., Li, H., Jin, Z., Li, L., Yang, D., Liang, C., Cheng, L., Zhang, L. (2023). 3D-printed SiC lattices integrated with lightweight quartz fiber/silica aerogel sandwich structure for thermal protection system. *Chemical Engineering Journal*, 454, 140408. doi:10.1016/j.cej.2022.140408

- Mirtaghavi, A., Luo, J., Muthuraj, R. (2020). Recent advances in porous 3D cellulose aerogels for tissue engineering applications: A review. *Journal of Composites Science* 2020, 4(4), 152. doi:10.3390/jcs4040152
- Mohammed, A. M. (2018). UV-Visible spectrophotometric method and validation of organic compounds. *European Journal of Engineering and Technology Research*, 3(3), 8-11. doi:10.24018/ejeng.2018.3.3.622
- Moreno-Castilla, C., Maldonado-Hódar, F. J. (2005). Carbon aerogels for catalysis applications: An overview. *Carbon*, 43(3), 455-465. doi:10.1016/j.carbon.2004.10.022
- Nah, H. Y., Parale, V. G., Lee, K. Y., Choi, H., Kim, T., Lim, C. H., Seo, J. Y., Ku, Y. S., Park, J.W., Park, H. H. (2018). Silylation of sodium silicate-based silica aerogel using trimethylethoxysilane as alternative surface modification agent. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 87(2), 319-330. doi:10.1007/S10971-018-4729-4
- Nassar, G., Daou, E., Najjar, R., Bassil, M., Habchi, R. (2021). A review on the current research on graphene-based aerogels and their applications. *Carbon Trends*, 4, 100065. doi:10.1016/j.cartre.2021.100065
- Nguyen, S. T., Feng, J., Le, N. T., Le, A. T. T., Hoang, N., Tan, V. B. C., Duong, H. M. (2013). Cellulose aerogel from paper waste for crude oil spill cleaning. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 52(51), 18386-18391. doi:10.1021/ie4032567
- Pajonk, G. M. (1997). Catalytic aerogels. *Catalysis Today*, 35(3), 319-337. doi:10.1016/s0920-5861(96)00163-0
- Pallares-Rusiñol, A., Bernuz, M., Moura, S. L., Fernández-Senac, C., Rossi, R., Martí, M., Pividori, M. I. (2023). Advances in exosome analysis. *Advances in Clinical Chemistry*, 112, 69-117. doi:10.1016/bs.acc.2022.09.002
- Pan, Y., Cheng, X., Zhou, T., Gong, L., Zhang, H. (2018). Spray freeze-dried monolithic silica aerogel based on water-glass with thermal superinsulating properties. *Materials Letters*, 229, 265-268. doi:10.1016/j.matlet.2018.07.035
- Pan, Y., He, S., Gong, L., Cheng, X., Li, C., Li, Z., Liu, Z., Zhang, H. (2017). Low thermal-conductivity and high thermal stable silica aerogel based on MTMS/Water-

- glass co-precursor prepared by freeze drying. *Materials & Design*, 113, 246-253. doi:10.1016/j.matdes.2016.09.083
- Pastushkov, P. P., Gutnikov, S. I., Pavlenko, N. V., Zheldakov, D. Y., Stolyarov, M. D. (2020). Heat conductivity of aerogel-based rolled materials for high-thermal isolation for equipment and pipelines. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 896(1), 012103. doi:10.1088/1757-899x/896/1/012103
- Patil, G. P., Sharma, R. P., Chakrabarty, A. (2020). Synthesis and characterization of highly hydrophobic, oil-absorbing aerogels for oil spill applications; A Review. *Journal of Physics: Conference Series*, 1644(1), 012047. doi:10.1088/1742-6596/1644/1/012047
- Patil, S. P., Shendye, P., Markert, B. (2020). Molecular dynamics simulations of silica aerogel nanocomposites reinforced by glass fibers, graphene sheets and carbon nanotubes: A comparison study on mechanical properties. *Composites Part B: Engineering*, 190, 107884. doi:10.1016/j.compositesb.2020.107884
- Patravale, V., Dandekar, P., Jain, R. (2012). Characterization techniques for nanoparticulate carriers. *Nanoparticulate Drug Delivery*, 87-121. doi:10.1533/9781908818195.87
- Peng, Y., Xie, Y., Wang, L., Liu, L., Zhu, S., Ma, D., Zhu, L., Zhang, G., Wang, X. (2021). High-temperature flexible, strength and hydrophobic YSZ/SiO₂ nanofibrous membranes with excellent thermal insulation. *Journal of the European Ceramic Society*, 41(2), 1471-1480. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2020.09.071
- Pestotnik, R., Korpar, S., Križan, P., Dolenc, R. (2008). Cherenkov detector of ⁹⁰Sr based on aerogel as radiator. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 595(1), 278-280. doi:10.1016/j.nima.2008.07.069
- Pierre, A. C., Pajonk, G. M. (2002). Chemistry of aerogels and their applications. *Chemical Reviews*, 102(11), 4243-4265. doi:10.1021/cr0101306
- Pottathara, Y. B., Tiyyagura, H. R., Ahmad, Z., Sadasivuni, K. K. (2020). Graphene based aerogels: fundamentals and applications as supercapacitors. *Journal of Energy Storage*, 30, 101549. doi:10.1016/j.est.2020.101549

- Pruna, A., Cárcel, A. C., Barjola, A., Benedito, A., Giménez, E. (2019). Tailoring the performance of graphene aerogels for oil/organic solvent separation by 1-step solvothermal approach. *Nanomaterials*, 9(8), 1077. doi:10.3390/nano9081077
- Quan, L., Wang, C., Xu, Y., Qiu, J., Zhang, H., Cunning, B., Huang, M., Wei, H., Seong, W. K., Seo, J., Wang, H., Qin, F., Zhu, J., Peng, H. X., Ruoff, R. S. (2022). Electromagnetic properties of graphene aerogels made by freeze-casting. *Chemical Engineering Journal*, 428, 131337. doi:10.1016/j.cej.2021.131337
- Ren, Y., Hersch, S. J., He, X., Zhou, R., Dong, T. G., Lu, Q. (2022). A lightweight, mechanically strong, and shapeable copper-benzenedicarboxylate/cellulose aerogel for dye degradation and antibacterial applications. *Separation and Purification Technology*, 283, 120229. doi:10.1016/j.seppur.2021.120229
- Renjith, P. K., Sarathchandran, C., Sivanandan Achary, V., Chandramohanakumar, N., Sekkar, V. (2021). Micro-cellular polymer foam supported silica aerogel: Eco-friendly tool for petroleum oil spill cleanup. *Journal of Hazardous Materials*, 415, 125548. doi:10.1016/j.jhazmat.2021.125548
- Riaz, M. A., Hadi, P., Abidi, I. H., Tyagi, A., Ou, X., Luo, Z. (2017). Recyclable 3D graphene aerogel with bimodal pore structure for ultrafast and selective oil sorption from water. *RSC Advances*, 7(47), 29722-29731. doi:10.1039/c7ra02886e
- Roy, D., Singh, G., Gosai, N. (2015). Identification of possible sources of atmospheric PM10 using particle size, SEM-EDS and XRD analysis, Jharia Coalfield Dhanbad, India. *Environmental Monitoring and Assessment*, 187(11), 1-13. doi:10.1007/s10661-015-4853-3
- Sakai, S., Yamaguchi, T., Putra, R. A., Watanabe, R., Kawabe, M., Taya, M., Kawakami, K. (2012). Controlling apatite microparticles formation by calcining electrospun sol-gel derived ultrafine silica fibers. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 61(2), 374-380. doi:10.1007/s10971-011-2637-y
- Sakuma, W., Yamasaki, S., Fujisawa, S., Kodama, T., Shiomi, J., Kanamori, K., Saito, T. (2021). Mechanically strong, scalable, mesoporous xerogels of nanocellulose featuring light permeability, thermal insulation, and flame self-extinction. *ACS Nano*, 15(1), 1436-1444. doi:10.1021/acsnano.0c08769

- Salimian, S., Zadhoush, A., Naeimirad, M., Kotek, R., Ramakrishna, S. (2018). A review on aerogel: 3D nanoporous structured fillers in polymer-based nanocomposites. *Polymer Composites*, 39(10), 3383-3408. doi:10.1002/pc.24412
- Sarı Yılmaz, M., Dere Özdemir, Ö., Mermer, N. K., Pişkin, M. B. (2015). The Effect of acid concentration on the synthesis of hydrophobic silica based aerogels. *Celal Bayar University Journal of Science*, 11(3), 405-408. doi:10.18466/cbujos.65117
- Shadkam, R., Naderi, M., Ghazitabar, A., Asghari-Alamdari, A., Shateri, S. (2020). Enhanced electrochemical performance of graphene aerogels by using combined reducing agents based on mild chemical reduction method. *Ceramics International*, 46(14), 22197-22207. doi:10.1016/j.ceramint.2020.05.297
- Shafi, S., Rasheed, T., Naz, R., Majeed, S., Bilal, M. (2021). Supercritical CO₂ drying of pure silica aerogels: effect of drying time on textural properties of nanoporous silica aerogels. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 98(3), 478-486. doi:10.1007/s10971-021-05530-0
- Shah, S. A., Kulhanek, D., Sun, W., Zhao, X., Yu, S., Parviz, D., Lutkenhaus, J. L., Green, M. J. (2020). Aramid nanofiber-reinforced three-dimensional graphene hydrogels for supercapacitor electrodes. *Journal of Colloid and Interface Science*, 560, 581-588. doi:10.1016/j.jcis.2019.10.066
- Shahbazi, M. A., Ghalkhani, M., Maleki, H. (2020). Directional freeze-casting: A bioinspired method to assemble multifunctional aligned porous structures for advanced applications. *Advanced Engineering Materials*, 22(7), 2000033. doi:10.1002/adem.202000033
- Shaid, A., Bhuiyan, M. A. R., Wang, L. (2021). Aerogel incorporated flexible nonwoven fabric for thermal protective clothing. *Fire Safety Journal*, 125, 103444. doi:10.1016/j.firesaf.2021.103444
- Shaikh, J. S., Shaikh, N. S., Mishra, Y. K., Pawar, S. S., Parveen, N., Shewale, P. M., Sabale, S., Kanjanabos, P., Praserttham, S., Lokhande, C. D. (2021). The implementation of graphene-based aerogel in the field of supercapacitor. *Nanotechnology*, 32(36), 362001. doi:10.1088/1361-6528/ac0190
- Shao, G., Hanaor, D. A. H., Shen, X., Gurlo, A. (2020). Freeze Casting: From Low-Dimensional Building Blocks to Aligned Porous Structures—A Review of Novel

- Materials, Methods, and Applications. *Advanced Materials*, 32(17), 1907176. doi:10.1002/adma.201907176
- Shu, R., Xu, J., Nie, L., Shi, J. (2022). Facile construction of three-dimensional porous netlike reduced graphene oxide/zinc oxide composite aerogels as the lightweight, flame retardant, compression resilience and high-performance electromagnetic wave absorbers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 160, 107068. doi:10.1016/J.compositesa.2022.107068
- Siddique, J. A., Ansari, S. P., Yadav, M. (2021). Carbon aerogel composites for gas sensing. *Advances in Aerogel Composites for Environmental Remediation*, 49-73. doi:10.1016/B978-0-12-820732-1.00004-7
- Singh, A. K. (2016). Experimental methodologies for the characterization of nanoparticles. *Engineered Nanoparticles*, 125-170. doi: 10.1016/B978-0-12-801406-6.00004-2
- Slater, A. G., Cooper, A. I. (2015). Function-led design of new porous materials. *Science*, 348(6238), aaa8075. doi:10.1126/science.aaa8075
- Soleimani Dorcheh, A., Abbasi, M. H. (2008). Silica aerogel; synthesis, properties and characterization. *Journal of Materials Processing Technology*, 199(1-3), 10-26. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.10.060
- Song, L., Zhang, F., Chen, Y., Guan, L., Zhu, Y., Chen, M., Wang, H., Putra, R. B., Zhang, R., Fan B. (2022). Multifunctional SiC@SiO₂ nanofiber aerogel with ultrabroadband electromagnetic wave absorption. *Nano-Micro Letters*, 14(1), 1-20. doi:10.1007/s40820-022-00905-6
- Song, Y., Wu, T., Bao, J., Xu, M., Yang, Q., Zhu, L., Shi, Z., Hu, G. H., Xiong, C. (2022). Porous cellulose composite aerogel films with super piezoelectric properties for energy harvesting. *Carbohydrate Polymers*, 288, 119407. doi:10.1016/j.carbpol.2022.119407
- Stergar, J., Maver, U. (2016). Review of aerogel-based materials in biomedical applications. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 77(3), 738-752. doi:10.1007/s10971-016-3968-5

- Su, L., Niu, M., Lu, D., Cai, Z., Li, M., Wang, H. (2021). A review on the emerging resilient and multifunctional ceramic aerogels. *Journal of Materials Science & Technology*, 75, 1-13. doi:10.1016/j.jmst.2020.10.018
- Su, L., Wang, H., Niu, M., Fan, X., Ma, M., Shi, Z., Guo, S. W. (2018). Ultralight, recoverable, and high-temperature-resistant SiC nanowire aerogel. *ACS Nano*, 12(4), 3103-3111. doi:10.1021/acsnano.7b08577
- Sui, Z. Y., Meng, Q. H., Li, J. T., Zhu, J. H., Cui, Y., Han, B. H. (2014). High surface area porous carbons produced by steam activation of graphene aerogels. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(25), 9891-9898. doi:10.1039/c4ta01387e
- Sui, Z. Y., Meng, Y. N., Xiao, P. W., Zhao, Z. Q., Wei, Z. X., Han, B. H. (2015). Nitrogen-doped graphene aerogels as efficient supercapacitor electrodes and gas adsorbents. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 7(3), 1431-1438. doi:10.1021/am5042065
- Şahin, İ., Özbakır, Y., İnönü, Z., Ulker, Z., Erkey, C. (2017). Kinetics of Supercritical Drying of Gels. *MDPI*, 4(1), 3. doi:10.3390/gels4010003
- Talebi, Z., Soltani, P., Habibi, N., Latifi, F. (2019). Silica aerogel/polyester blankets for efficient sound absorption in buildings. *Construction and Building Materials*, 220, 76-89. doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.06.031
- Tan, S., Li, J., Zhou, L., Chen, P., Xu, D., Xu, Z. (2018). Fabrication of a flexible film electrode based on cellulose nanofibers aerogel dispersed with functionalized graphene decorated with SnO₂ for supercapacitors. *Journal of Materials Science*, 53(16), 11648-11658. doi:10.1007/s10853-018-2413-2
- Tang, G., Jiang, Z. G., Li, X., Zhang, H. Bin, Dasari, A., Yu, Z. Z. (2014). Three dimensional graphene aerogels and their electrically conductive composites. *Carbon*, 77, 592-599. doi:10.1016/j.carbon.2014.05.063
- Toyama, R., Kawachi, S., Iimura, S., Yamaura, J. I., Murakami, Y., Hosono, H., Majima, Y. (2020). Formation of L10-ordered CoPt during interdiffusion of electron-beam-deposited Pt/Co bilayer thin films on Si/SiO₂ substrates by rapid thermal annealing. *Materials Research Express*, 7(6), 066101. doi:10.1088/2053-1591/ab934a

- Țucureanu, V., Matei, A., Avram, A. M. (2016). FTIR spectroscopy for carbon family study. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 46(6), 502-520. doi:10.1080/10408347.2016.1157013
- Tyshkunova, I. V., Poshina, D. N., Skorik, Y. A. (2022). Cellulose cryogels as promising materials for biomedical applications. *International Journal of Molecular Sciences* 2022, Vol. 23, Page 2037, 23(4), 2037. doi:10.3390/ijms23042037
- Ulker, Z., Erkey, C. (2014). An emerging platform for drug delivery: Aerogel based systems. *Journal of Controlled Release*, 177(1), 51-63. doi:10.1016/j.jconrel.2013.12.033
- Vakifahmetoglu, C., Semerci, T., Gurlo, A., Soraru, G. D. (2021). Polymer derived ceramic aerogels. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 25(4), 100936. doi:10.1016/j.cossms.2021.100936
- Vareda, J. P., Lamy-Mendes, A., Durães, L. (2018). A reconsideration on the definition of the term aerogel based on current drying trends. *Microporous and Mesoporous Materials*, 258, 211-216. doi:10.1016/j.micromeso.2017.09.016
- Villegas, M., Oliveira, A. L., Bazito, R. C., Vidinha, P. (2019). Development of an integrated one-pot process for the production and impregnation of starch aerogels in supercritical carbon dioxide. *The Journal of Supercritical Fluids*, 154, 104592. doi:10.1016/j.supflu.2019.104592
- Walters, R. H., Bhatnagar, B., Tchessalov, S., Izutsu, K. I., Tsumoto, K., Ohtake, S. (2014). Next generation drying technologies for pharmaceutical applications. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 103(9), 2673-2695. doi:10.1002/jps.23998
- Wang, Jianyu, Li, H., Liu, H., Feng, Z., Cui, Z., Liao, X., Zhang, B., Li, Q. (2023). Polar bear hair inspired ternary composite ceramic aerogel with excellent interfacial bonding and efficient infrared transmittance for thermal insulation. *Journal of the European Ceramic Society*, 43(11), 4927-4938. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2023.04.049
- Wang, Jieyu, Petit, D., Ren, S. (2020). Transparent thermal insulation silica aerogels. *Nanoscale Advances*, 2(12), 5504-5515. doi:10.1039/d0na00655f
- Wang, Q., XU, Y., BI, S., LU, Y. (2021). Enhanced electromagnetic-interference shielding effectiveness and mechanical strength of Co-Ni coated aramid-carbon

- blended fabric. *Chinese Journal of Aeronautics*, 34(10), 103-114. doi:10.1016/j.cja.2021.03.011
- Wang, Wei, Wang, Y., Lu, Z., Cheng, R., Zheng, H. (2023). Hollow ZnO/ZnFe₂O₄ microspheres anchored graphene aerogels as a high-efficiency microwave absorber with thermal insulation and hydrophobic performances. *Carbon*, 203, 397-409. doi:10.1016/j.carbon.2022.11.103
- Wang, Weilin, Tong, Z., Li, R., Su, D., Ji, H. (2021). Polysiloxane bonded silica aerogel with enhanced thermal insulation and strength. *Materials*, 14(8), 2046. doi:10.3390/ma14082046
- Wang, X., Li, G., Hong, G., Guo, Q., Zhang, X. (2017). Graphene aerogel templated fabrication of phase change microspheres as thermal buffers in microelectronic devices. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 9(47), 41323-41331. doi:10.1021/acsami.7b13969
- Wang, Z., Wei, R., Gu, J., Liu, H., Liu, C., Luo, C., Kong, J., Shao, Q., Wang, N., Guo, Z., Liu, X. (2018). Ultralight, highly compressible and fire-retardant graphene aerogel with self-adjustable electromagnetic wave absorption. *Carbon*, 139, 1126-1135. doi:10.1016/j.carbon.2018.08.014
- Wu, D., Fu, R., Zhang, S., Dresselhaus, M. S., Dresselhaus, G. (2004). Preparation of low-density carbon aerogels by ambient pressure drying. *Carbon*, 42(10), 2033-2039. doi:10.1016/j.carbon.2004.04.003
- Wu, G., Yu, Y., Cheng, X., Zhang, Y. (2011). Preparation and surface modification mechanism of silica aerogels via ambient pressure drying. *Materials Chemistry and Physics*, 129(1-2), 308-314. doi:10.1016/j.matchemphys.2011.04.003
- Wu, W., Du, M., Shi, H., Zheng, Q., Bai, Z. (2023). Application of graphene aerogels in oil spill recovery: A review. *Science of The Total Environment*, 856, 159107. doi:10.1016/j.scitotenv.2022.159107
- Wu, X., Shao, G., Liu, S., Shen, X., Cui, S., Chen, X. (2017). A new rapid and economical one-step method for preparing SiO₂ aerogels using supercritical extraction. *Powder Technology*, 312, 1-10. doi:10.1016/j.powtec.2017.01.067

- Wu, Y., Wang, X., & Shen, J. (2023). Metal oxide aerogels for high-temperature applications. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, *106*(2), 360-380. doi:10.1007/s10971-021-05720-w
- Xu, F., Xu, J., Xu, H., Lu, Y., Yang, H., Tang, Z., Lu, Z., Fu, R., Wu, D. (2017). Fabrication of novel powdery carbon aerogels with high surface areas for superior energy storage. *Energy Storage Materials*, *7*, 8-16. doi:10.1016/j.ensm.2016.11.002
- Xu, W., Chen, S., Zhu, Y., Xiang, X., Bo, Y., Lin, Z., Wu, H., Liu, H. (2020). Preparation of hyperelastic graphene/carboxymethyl cellulose composite aerogels by ambient pressure drying and its adsorption applications. *Journal of Materials Science*, *55*(24), 10543-10557. doi:10.1007/s10853-020-04720-5
- Xu, X., Fu, S., Guo, J., Li, H., Huang, Y., Duan, X. (2021). Elastic ceramic aerogels for thermal superinsulation under extreme conditions. *Materials Today*, *42*, 162-177. doi:10.1016/j.mattod.2020.09.034
- Yadav, L. D. S. (2005). Ultraviolet (UV) and Visible Spectroscopy. *Organic Spectroscopy*, 7-51. doi:10.1007/978-1-4020-2575-4_2
- Yahya, E. B., Jummaat, F., Amirul, A. A., Adnan, A. S., Olaiya, N. G., Abdullah, C. K., Rizal, S., Haafiz, M. K. M., Abdul Khalil, H. P. S. (2020). A Review on revolutionary natural biopolymer-based aerogels for antibacterial delivery. *Antibiotics*, *9*(10), 648. doi:10.3390/antibiotics9100648
- Yan, F., Jiang, J., Chen, X., Tian, S., Li, K. (2014). Synthesis and characterization of silica nanoparticles preparing by low-temperature vapor-phase hydrolysis of SiCl₄. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, *53*(30), 11884-11890. doi:10.1021/ie501759w
- Yang, H., Ye, F. (2022). Microtexture, microstructure evolution, and thermal insulation properties of Si₃N₄/silica aerogel composites at high temperatures. *RSC Advances*, *12*(19), 12226-12234. doi:10.1039/d2ra01336c
- Yang, J., Zhang, X., Chen, L., Zhou, X., Fan, X., Hu, Y., Niu, X., Xu, X., Zhou, G., Ullah, N., Feng, X. (2022). Antibacterial aerogels with nano-silver reduced in situ by carboxymethyl cellulose for fresh meat preservation. *International Journal of Biological Macromolecules*, *213*, 621-630. doi:10.1016/j.ijbiomac.2022.05.145

- Yang, S., Yue, W., Huang, D., Chen, C., Lin, H., Yang, X. (2012). A facile green strategy for rapid reduction of graphene oxide by metallic zinc. *RSC Advances*, 2(23), 8827-8832. doi:10.1039/c2ra20746j
- Yang, X., Wei, C., Zhang, G. (2016). Activated carbon aerogels with developed mesoporosity as high-rate anodes in lithium-ion batteries. *Journal of Materials Science*, 51(11), 5565-5571. doi:10.1007/s10853-016-9861-3
- Yang, Y., Song, Y., Sun, H., Xiang, D., Jiang, Q., Lu, Z., He, H., Huang, H. (2020). Rh-decorated three-dimensional graphene aerogel networks as highly-efficient electrocatalysts for direct methanol fuel cells. *Frontiers in Energy Research*, 8, 60. doi:10.3389/fenrg.2020.00060/bibtex
- Yazici, M., Tiyek, İ., Sabri ERSOY, M., Hakkı ALMA, M., Dönmez, U., Yildirim, B., Salan, T., Karataş, Ş., Uruş, S., Karteri, İ., Yıldız, K. (2016). Modifiye hummers yöntemiyle grafen oksit (GO) sentezi ve karakterizasyonu. *Gazi University Journal of Science GU J Sci Part C*, 4(2), 41-48.
- Yoon, S., Han, G. D., Jang, D. Y., Kim, J. W., Kim, D. H., Shim, J. H. (2019). Fabrication of yttria-stabilized zirconia aerogel for high-performance thermal barrier coating. *Journal of Alloys and Compounds*, 806, 1430-1434. doi:10.1016/j.jallcom.2019.07.156
- Yu, H., Liang, X., Wang, J., Wang, M., Yang, S. (2015). Preparation and characterization of hydrophobic silica aerogel sphere products by co-precursor method. *Solid State Sciences*, 48, 155-162. doi:10.1016/j.solidstatesciences.2015.08.005
- Yuan, W., Zhang, X., Zhang, Y., Liu, X. (2019). Improved anode two-phase mass transfer management of direct methanol fuel cell by the application of graphene aerogel. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 7(13), 11653-11661. doi:10.1021/acssuschemeng.9b01665
- Yue, C., Feng, J., Feng, J., Jiang, Y. (2016). Low-thermal-conductivity nitrogen-doped graphene aerogels for thermal insulation. *RSC Advances*, 6(12), 9396-9401. doi:10.1039/c5ra23236h
- Zaaba, N. I., Foo, K. L., Hashim, U., Tan, S. J., Liu, W. W., Voon, C. H. (2017). Synthesis of Graphene Oxide using Modified Hummers Method: Solvent influence. *Procedia Engineering*, 184, 469-477. doi:10.1016/j.proeng.2017.04.118

- Zambotti, A., Biesuz, M., Bortolotti, M., Dorigato, A., Valentini, F., Fredi, G., Sorarù, G. D. (2023). Low-temperature thermal energy storage with polymer-derived ceramic aerogels. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 20(1), 39-50. doi:10.1111/ijac.14158
- Zhan, W., Fu, X., Wang, F., Zhang, W., Bai, G., Xiao, W., Zhou, A., Sui, G., Yang, X. (2020). Effect of aromatic amine modified graphene aerogel on the curing kinetics and interfacial interaction of epoxy composites. *Journal of Materials Science*, 55(24), 10558-10571. doi:10.1007/s10853-020-04746-9
- Zhang, L., Shi, Z., Zhang, B., Huang, J. (2020). Silver attached graphene-based aerogel composite phase Change material and the enhancement of thermal conductivity. *Materials*, 13(15), 3271. doi:10.3390/ma13153271
- Zhang, S., Huang, X., Feng, J., Qi, F., E, D., Jiang, Y., Li, L., Xiong, S., Feng, J. (2020). Structure, compression and thermally insulating properties of cellulose diacetate-based aerogels. *Materials & Design*, 189, 108502. doi:10.1016/j.matdes.2020.108502
- Zhang, X., Zhou, J., Zheng, Y., Wei, H., Su, Z. (2021). Graphene-based hybrid aerogels for energy and environmental applications. *Chemical Engineering Journal*, 420, 129700. doi:10.1016/j.cej.2021.129700
- Zhang, Y., Li, Y., Lei, Q., Fang, X., Xie, H., Yu, W. (2022). Tightly-packed fluorinated graphene aerogel/polydimethylsiloxane composite with excellent thermal management properties. *Composites Science and Technology*, 220, 109302. doi:10.1016/j.compscitech.2022.109302
- Zhao, S., Siqueira, G., Drdova, S., Norris, D., Ubert, C., Bonnin, A., Galmarini, S., Ganobjak, M., Pan, Z., Brunner, S., Nyström, G., Wang, J., Koebel, M. M., Malfait, W. J. (2020). Additive manufacturing of silica aerogels. *Nature*, 584(7821), 387-392. doi:10.1038/s41586-020-2594-0
- Zhao, X., Yang, F., Wang, Z., Ma, P., Dong, W., Hou, H., Fan, W., Liu, T. (2020). Mechanically strong and thermally insulating polyimide aerogels by homogeneity reinforcement of electrospun nanofibers. *Composites Part B: Engineering*, 182, 107624. doi:10.1016/j.compositesb.2019.107624

- Zhu, F. (2019). Starch based aerogels: Production, properties and applications. *Trends in Food Science & Technology*, 89, 1-10. doi:10.1016/j.tifs.2019.05.001
- Zhu, J., Lv, S., Yang, T., Huang, T., Yu, H., Zhang, Q., Zhu, M. (2020). Facile and Green Strategy for Designing Ultralight, Flexible, and Multifunctional PVA Nanofiber-Based Aerogels. *Advanced Sustainable Systems*, 4(4), 1900141. doi:10.1002/adsu.201900141
- Zhu, Y. H., Zhang, Q., Sun, G. T., Chen, C. Z., Zhu, M. Q., Huang, X. H. (2022). The synthesis of tannin-based graphene aerogel by hydrothermal treatment for removal of heavy metal ions. *Industrial Crops and Products*, 176, 114304. doi:10.1016/j.indcrop.2021.114304
- Zou, F., Budtova, T. (2021). Polysaccharide-based aerogels for thermal insulation and superinsulation: An overview. *Carbohydrate Polymers*, 266, 118130. doi:10.1016/J.carbpol.2021.118130
- Zu, G., Kanamori, K., Nakanishi, K., Lu, X., Yu, K., Huang, J., Sugimura, H. (2019). Superelastic multifunctional aminosilane-crosslinked graphene aerogels for high thermal insulation, three-component separation, and strain/pressure-sensing arrays. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 11(46), 43533-43542. doi:10.1021/acsami.9b16746

DİZİN

-A-

Aerojeller, 33, 37, 38, 50, 72, 81, 82,
Akım, 92, 94, 95, 96

-B-

Bina yalıtımı, 2, 14

-C-

CA, 45, 95, 96
CV, 45, 92, 93, 100

-D-

Dondurarak Kurutma, 12

-E-

EDX analizi, 50, 56, 68, 74, 75, 77, 90
EIS, 45, 95, 96, 100
Elektrokimyasal, 7, 44, 45, 92, 98
Elektrospinning, 36

-F-

Fiber, 32, 67, 68, 70, 71, 73, 75, 77, 87
FTIR, 26, 39, 41, 47, 53, 59, 65, 66, 98

-G-

GA, 56, 57, 60, 65, 68, 86, 90 100
GO, 28, 29, 30, 33, 52, 53, 54, 59, 98
Gözenek boyutu, 55

-H-

Homojen, 18, 22, 36, 99

-J-

Jel oluşumu, 9

-K-

Kalsinasyon, 26, 65, 66, 67
Kevlar, 58, 59, 60, 63, 64, 65, 87, 98

-L-

Liyofilizatör, 31, 32, 33, 37, 86, 98, 99

-M-

Metanol, 39, 40, 44, 92, 93, 97, 98, 100

-O-

Oksidasyon, 16, 25, 39, 92, 93, 98, 100
Ortam Basıncında Kurutma, 10

-P-

Polimer takviyeli seramik aerojeller, 38
Potensiyostat cihazı, 44, 45
PtFe₃O₄@GA, 40, 88, 89, 90, 94, 100
PVA, 22, 25, 34, 35, 66

-S-

SA, 58, 59, 60, 63, 64, 86, 88, 98
SEM, 39, 42, 48, 49, 50, 54, 55, 56, 60,
Seramik Aerojeller, 7
Si/Zr/B, 2, 38, 71, 79, 80, 81, 82, 85,
Sol, 8, 9, 17, 20, 22, 27, 35, 99

-T-

Termal Kamera, 2, 26, 43, 51, 57, 64,

-X-

XRD, 52, 53, 58, 59, 72, 73, 88, 89, 98

-Y-

Yakıt hücresi, 16, 38, 86, 97, 100
Yalıtım, 5, 6, 8, 14, 15, 22, 86, 99
Yaşlandırma işlemi, 9, 17, 20, 31
Yoğunluk, 50, 56, 63, 79, 88
Yüksek gözeneklilik, 1, 6, 7, 15, 16