

**T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SİLİKA TEMELLİ AEROJELLERİN SOL-JEL YÖNTEMİ İLE SENTEZİ VE YAPISAL
ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ**



NEVİN KARAMAHMUT MERMER

**DOKTORA TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ PROGRAMI**

**DANIŞMAN
PROF. DR. SABRİYE PİŞKİN**

İSTANBUL, 2018

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SİLİKA TEMELLİ AEROJELLERİN SOL-JEL YÖNTEMİ İLE SENTEZİ VE YAPISAL
ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ**

Nevin KARAMAHMUT MERMER tarafından hazırlanan tez çalışması 16.03.2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı

Prof. Dr. Sabriye PİŞKİN
Yıldız Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Sabriye PİŞKİN
Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Gamze GÜÇLÜ
İstanbul Üniversitesi

Prof. Dr. Saadet Kevser PABUCCUOĞLU
İstanbul Üniversitesi

Doç. Dr. Emek MÖRÖYDOR DERUN
Yıldız Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. Nurcan TUĞRUL
Yıldız Teknik Üniversitesi

ÖNSÖZ

Doktora tezi kapsamında gerçekleştirmiş olduğum bu çalışmada bilgisi ve deneyimi ile yol gösteren, çalışmalarımın gerçekleşmesi için imkânlar sunan kıymetli hocam Prof. Dr. Sabriye PİŞKİN'e sonsuz teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Tezimin ilgili yardımlarının yanı sıra günlük hayatımda da yanımda olan saygıdeğer hocalarım Doç. Dr. Emek MÖRÖYDOR DERUN ve Doç. Dr. Nurcan TUĞRUL'a; desteklerini hep yanımda hissettiğim hocalarım Arş. Gör. Dr. Müge SARI YILMAZ, Arş. Gör. Dr. Özgül DERE ÖZDEMİR ve Arş. Gör. Dr. Azmi Seyhun KIPÇAK'a sonsuz teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım. Sevili arkadaşlarım Arş. Gör. Meral YILDIRIM'a, Kimya Yüksek Mühendisi Funda DEMİR'e, Kimya Yüksek Mühendisi Sıla KIZILTAŞ DEMİR'e ve Kimya Yüksek Mühendisi Gizem BALKAN KÜÇÜKER'e çok teşekkür ederim. Manevi desteklerinden dolayı değerli arkadaşlarım Zeynep Neslihan EROL'a ve Ahmet Hüseyin ATALIK'a teşekkürlerimi ve sevgilerimi sunarım.

Doktora tezime kapsamında kullanılan bazı hammaddeleri temin etmem için finansal destek sağlayan Çanakkale Seramik'e; XRF ve SEM analizlerine destek olan TETRA Teknolojik Sistemler A.Ş.'ye; Afyon Kocatepe Üniversitesi TUAM bünyesinde çalışan Uzman Hakan ŞAHİN'e; Seyitömer Termik Santrali'nden çalışmada kullanılan uçucu kül ve taban külünü temin edebilmemde yardımcı olan Yasin YILDIRIM'a teşekkür ederim.

Her zaman ve her konuda tükenmeyen bir sabırla en büyük destekçim olarak beni bugünlere getiren, bana her zaman güvenen, doktoram süresince de beni içtenlikle destekleyen annem Cemile KARAMAHMUT, babam Bayram Ali KARAMAHMUT ve kardeşim Fatih KARAMAHMUT'a sonsuz teşekkürlerimi ve sevgilerimi sunarım.

Doktora sürecimin en yakın takipçisi ve destekçisi olan, her iyi ve kötü günümde olduğu gibi bu süreçte de sıkıntımı göğüsleyen, daima yanımda bulunan sevgili eşim Muzaffer Bora MERMER'e sabır, anlayış ve desteği için teşekkürlerimi ve sevgilerimi sunarım.

Uzun uğraş ve çabalar neticesinde gerçekleşen doktora çalışmamı hayatımın her döneminde en büyük güven kaynağım olan sevgili babam Bayram Ali KARAMAHMUT'a armağan ediyorum.

Mart, 2018

Nevin KARAMAHMUT MERMER

İÇİNDEKİLER

| | Sayfa |
|--|-------|
| SİMGE LİSTESİ | x |
| KISALTMA LİSTESİ | xi |
| ŞEKİL LİSTESİ..... | xii |
| ÇİZELGE LİSTESİ | xviii |
| ÖZET | xix |
| ABSTRACT | xx |
| BÖLÜM 1 | |
| GİRİŞ..... | 1 |
| 1.1 Literatür Özeti..... | 1 |
| 1.2 Tezin Amacı..... | 2 |
| 1.3 Hipotez..... | 2 |
| BÖLÜM 2 | |
| GÖZENEKLİ MALZEMELER..... | 4 |
| 2.1 Gözenekli Malzemelerin Özellikleri ve Kullanım Alanları | 5 |
| BÖLÜM 3 | |
| AEROJEL | 7 |
| 3.1 Aerojelin Tarihçesi | 7 |
| 3.1.1 Aerojelin geliştirilmesinde önemli adımlar..... | 8 |
| 3.2 Aerojel Çeşitleri..... | 9 |
| 3.2.1 Organik arojeller | 10 |
| 3.2.2 İnorganik arojeller | 11 |
| 3.2.2.1 Silika arojeller..... | 11 |
| 3.3 Arojellerin Özellikleri | 12 |
| 3.3.1 Yoğunluk..... | 13 |

| | | |
|--------------------------|--|----|
| 3.3.2 | Gözenek yapısı..... | 14 |
| 3.3.3 | Hidrofobisite..... | 15 |
| 3.3.4 | Termal iletkenlik..... | 16 |
| 3.3.5 | Dielektrik sabit..... | 18 |
| 3.3.6 | Optik..... | 18 |
| 3.4 | Aerojellerin Kullanım Alanları..... | 18 |
| 3.4.1 | Yapı sektöründe kullanımı..... | 20 |
| 3.4.1.1 | Opak aerojel izolasyon malzemeleri..... | 20 |
| 3.4.1.2 | Yarısaydam ve saydam izolasyon aerojel malzemeleri..... | 22 |
| BÖLÜM 4 | | |
| SOL-JEL YÖNTEMİ..... | | 24 |
| 4.1 | Meydana Gelen Reaksiyonlar..... | 24 |
| 4.2 | Yöntem Basamakları..... | 25 |
| 4.2.1 | Hidroliz..... | 25 |
| 4.2.2 | Kondenzasyon..... | 26 |
| 4.2.3 | Jelleşme..... | 27 |
| 4.2.4 | Yaşlandırma..... | 28 |
| 4.2.5 | Kurutma..... | 28 |
| 4.3 | Avantaj ve Dezavantajları..... | 29 |
| BÖLÜM 5 | | |
| DENEYSEL ÇALIŞMALAR..... | | 31 |
| 5.1 | Hammaddeler ve Kimyasal Malzemeler..... | 31 |
| 5.1.1 | Hammaddeler..... | 31 |
| 5.1.2 | Kimyasal malzemeler..... | 32 |
| 5.2 | Enstrümental Analiz Cihazları..... | 33 |
| 5.2.1 | X-Işını floresans spektrometresi (XRF)..... | 33 |
| 5.2.2 | X-Işınları difraktometresi (XRD)..... | 33 |
| 5.2.3 | İndüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometresi (ICP/OES)..... | 34 |
| 5.2.4 | Fourier transform infrared spektrometresi (FT-IR)..... | 35 |
| 5.2.5 | Taramalı elektron mikroskopu (SEM)..... | 35 |
| 5.2.6 | Azot adsorpsiyon-desorpsiyon cihazı..... | 36 |
| 5.2.7 | Optik Mikroskop..... | 37 |
| 5.2.8 | Termal iletkenlik katsayısı ölçüm cihazı..... | 37 |
| 5.3 | Ekipmanlar..... | 38 |
| 5.3.1 | Etüv..... | 38 |
| 5.3.2 | Kül fırını..... | 38 |
| 5.3.3 | Ultrasonik prob..... | 38 |
| 5.3.4 | Riflaks kolonu..... | 38 |
| 5.3.5 | Çalkalamalı su banyosu..... | 39 |
| 5.4 | DeneySEL Yöntem..... | 39 |
| 5.4.1 | Atıktan silisyum çözültisi eldesi..... | 40 |
| 5.4.2 | Saf silika kaynağından aerojel üretimi..... | 42 |

| | |
|---|----|
| 5.4.3 Arıtma çamurundan aerojel üretimi ve üretim parametrelerinin taranması | 42 |
| 5.4.4 Uçucu kül, taban külü ve kumdan aerojel üretimi ve üretim parametrelerinin taranması..... | 43 |
| 5.4.5 Belirlenen optimum numunelerin yalıtım amaçlı sıva üretiminde kullanılması | 44 |

BÖLÜM 6

| | |
|--|----|
| DENEYSEL SONUÇLAR | 45 |
| 6.1 Altın Madeni Arıtma Çamurunun Karakterizasyonu | 45 |
| 6.2 Uçucu Külün Karakterizasyonu | 46 |
| 6.2.1 Uçucu külden elde edilen silisyum çözeltisinin analizleri..... | 47 |
| 6.3 Taban Külünün Karakterizasyonu | 49 |
| 6.3.1 Taban külünden elde edilen silisyum çözeltisinin analizleri..... | 49 |
| 6.4 Kumun Karakterizasyonu | 52 |
| 6.4.1 Kumdan elde edilen silisyum çözeltisinin analizleri | 53 |
| 6.5 Alçı Sivanın Karakterizasyonu | 55 |
| 6.6 Çeşitli Silisyum Kaynaklarından Aerojel Üretimi..... | 56 |
| 6.6.1 TEOS'tan üretim | 56 |
| 6.6.1.1 FT-IR analizi | 56 |
| 6.6.1.2 Temas açısı..... | 56 |
| 6.6.1.3 Yoğunluk | 57 |
| 6.6.2 Altın madeni arıtma çamurundan üretim | 57 |
| 6.6.2.1 pH etkisi | 57 |
| Yoğunluk | 57 |
| Temas Açısı | 58 |
| FT-IR Analizi..... | 59 |
| 6.6.2.2 Si/toplam madde miktarı | 60 |
| Yoğunluk | 60 |
| Temas Açısı | 61 |
| FT-IR Analizi..... | 61 |
| 6.6.2.3 Rifleks sıcaklığı..... | 62 |
| Yoğunluk | 62 |
| Temas Açısı | 63 |
| FT-IR Analizi..... | 64 |
| 6.6.2.4 Rifleks süresi..... | 64 |
| Yoğunluk | 65 |
| Temas Açısı | 65 |
| FT-IR Analizi..... | 66 |
| 6.6.2.5 Yaşlandırma sıcaklığı | 67 |
| Yoğunluk | 67 |
| Temas Açısı | 68 |
| FT-IR Analizi..... | 69 |
| 6.6.2.6 Yaşlandırma süresi | 69 |
| Yoğunluk | 70 |
| Temas Açısı | 71 |

| | |
|---------------------------------------|----|
| FT-IR Analizi..... | 71 |
| 6.6.2.7 Kurutma tipi | 72 |
| Yoğunluk | 73 |
| Temas Açısı | 74 |
| FT-IR Analizi..... | 74 |
| 6.6.3 Uçucu külden üretim | 75 |
| 6.6.3.1 pH etkisi | 75 |
| Yoğunluk | 75 |
| Temas Açısı | 76 |
| FT-IR Analizi..... | 77 |
| 6.6.3.2 Si/toplam madde miktarı | 78 |
| Yoğunluk | 78 |
| Temas Açısı | 79 |
| FT-IR Analizi..... | 79 |
| 6.6.3.3 Rifleks sıcaklığı..... | 80 |
| Yoğunluk | 81 |
| Temas Açısı | 81 |
| FT-IR Analizi..... | 82 |
| 6.6.3.4 Rifleks süresi..... | 83 |
| Yoğunluk | 83 |
| Temas Açısı | 84 |
| FT-IR Analizi..... | 84 |
| 6.6.3.5 Yaşlandırma sıcaklığı | 85 |
| Yoğunluk | 86 |
| Temas Açısı | 86 |
| FT-IR Analizi..... | 87 |
| 6.6.3.6 Yaşlandırma süresi | 88 |
| Yoğunluk | 88 |
| Temas Açısı | 89 |
| FT-IR Analizi..... | 89 |
| 6.6.3.7 Kurutma tipi | 90 |
| Yoğunluk | 91 |
| Temas Açısı | 92 |
| FT-IR Analizi..... | 92 |
| 6.6.4 Taban külünden üretim | 93 |
| 6.6.4.1 pH etkisi | 93 |
| Yoğunluk | 93 |
| Temas Açısı | 94 |
| FT-IR Analizi..... | 95 |
| 6.6.4.2 Si/toplam madde miktarı | 95 |
| Yoğunluk | 96 |
| Temas Açısı | 96 |
| FT-IR Analizi..... | 97 |
| 6.6.4.3 Rifleks sıcaklığı..... | 98 |
| Yoğunluk | 98 |
| Temas Açısı | 99 |

| | |
|---------------------------------------|-----|
| FT-IR Analizi..... | 100 |
| 6.6.4.4 Riflaks süresi..... | 101 |
| Yoğunluk | 101 |
| Temas Açısı | 102 |
| FT-IR Analizi..... | 102 |
| 6.6.4.5 Yaşlandırma sıcaklığı | 103 |
| Yoğunluk | 104 |
| Temas Açısı | 104 |
| FT-IR Analizi..... | 105 |
| 6.6.4.6 Yaşlandırma süresi | 106 |
| Yoğunluk | 106 |
| Temas Açısı | 107 |
| FT-IR Analizi..... | 108 |
| 6.6.4.7 Kurutma tipi | 108 |
| Yoğunluk | 109 |
| Temas Açısı | 110 |
| FT-IR Analizi..... | 110 |
| 6.6.5 Kumdan üretim..... | 111 |
| 6.6.5.1 pH etkisi | 111 |
| Yoğunluk | 111 |
| Temas Açısı | 112 |
| FT-IR Analizi..... | 113 |
| 6.6.5.2 Si/toplam madde miktarı | 114 |
| Yoğunluk | 114 |
| Temas Açısı | 115 |
| FT-IR Analizi..... | 115 |
| 6.6.5.3 Riflaks sıcaklığı..... | 116 |
| Yoğunluk | 117 |
| Temas Açısı | 117 |
| FT-IR Analizi..... | 118 |
| 6.6.5.4 Riflaks süresi..... | 119 |
| Yoğunluk | 119 |
| Temas Açısı | 120 |
| FT-IR Analizi..... | 120 |
| 6.6.5.5 Yaşlandırma sıcaklığı | 121 |
| Yoğunluk | 122 |
| Temas Açısı | 122 |
| FT-IR Analizi..... | 123 |
| 6.6.5.6 Yaşlandırma süresi | 124 |
| Yoğunluk | 124 |
| Temas Açısı | 125 |
| FT-IR Analizi..... | 125 |
| 6.6.5.7 Kurutma tipi | 126 |
| Yoğunluk | 126 |
| Temas Açısı | 127 |
| FT-IR Analizi..... | 128 |

| | | |
|---------|---|-----|
| 6.7 | Optimum Koşullarda Sentezlenen Aerojellerin Karakterizasyonu | 129 |
| 6.7.1 | TEOS'tan üretim | 129 |
| 6.7.1.1 | XRD analizi..... | 129 |
| 6.7.1.2 | N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi | 129 |
| 6.7.1.3 | SEM analizi | 131 |
| 6.7.2 | Altın madeni arıtma çamurundan üretim | 132 |
| 6.7.2.1 | XRD analizi..... | 132 |
| 6.7.2.2 | N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi | 132 |
| 6.7.2.3 | SEM analizi | 134 |
| 6.7.3 | Uçucu külden üretim | 135 |
| 6.7.3.1 | XRD analizi..... | 135 |
| 6.7.3.2 | N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi | 135 |
| 6.7.3.3 | SEM analizi | 137 |
| 6.7.4 | Taban külünden üretim | 138 |
| 6.7.4.1 | XRD analizi..... | 138 |
| 6.7.4.2 | N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi | 138 |
| 6.7.4.3 | SEM analizi | 140 |
| 6.7.5 | Kumdan üretim..... | 141 |
| 6.7.5.1 | XRD analizi..... | 141 |
| 6.7.5.2 | N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi | 141 |
| 6.7.5.3 | SEM analizi | 143 |
| 6.8 | Optimum Aerojeller Kullanılarak Üretilen Sıvaların Isıl İletkenlik Analizi | |
| | Sonuçları | 144 |
| 6.8.1 | TEOS'tan üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri | 144 |
| 6.8.2 | Altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri..... | 145 |
| 6.8.3 | Uçucu külden üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri..... | 146 |
| 6.8.4 | Taban külünden üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri.... | 147 |
| 6.8.5 | Kumdan üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri | 148 |

BÖLÜM 7

| | |
|------------------------------------|-----|
| GENEL SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR..... | 149 |
|------------------------------------|-----|

| | |
|----------------|-----|
| KAYNAKLAR..... | 154 |
|----------------|-----|

EK-A

| | |
|------------------------------------|-----|
| TEMAS AÇISI ÖLÇÜM GÖRÜNTÜLERİ..... | 159 |
|------------------------------------|-----|

| | |
|---|-----|
| A-1 Arıtma Çamurundan Üretilen Aerojellerin Temas Açısı Ölçümleri | 159 |
|---|-----|

| | |
|--|-----|
| A-2 Uçucu Külden Üretilen Aerojellerin Temas Açısı Ölçümleri | 165 |
|--|-----|

| | |
|---|-----|
| A-3 Taban Külünden Üretilen Aerojellerin Temas Açısı Ölçümleri..... | 172 |
|---|-----|

| | |
|---|-----|
| A-4 Kumdan Üretilen Aerojellerin Temas Açısı Ölçümleri..... | 178 |
|---|-----|

SİMGE LİSTESİ

| | |
|----------------|--|
| h | Aerojel yüzeyine temas eden su damlasının yüksekliği |
| k | Dielektrik sabiti |
| KBr | Potasyum bromür |
| kV | Kilovolt |
| mA | Miliamper |
| mm | Milimetre |
| nm | Nanometre |
| psi | Basınç birimi |
| s | İskelet |
| T _c | Süperkritik sıcaklık |
| U | İki fazın yapıdaki dağılımı |
| w | Aerojel yüzeyine temas eden su damlasının genişliği |
| V _a | Aerojel hacmi |
| V _g | Alkojel hacmi |
| µm | Mikrometre |
| ρ _b | Katı yoğunluğu |
| θ | Temas açısı |

KISALTMA LİSTESİ

| | |
|---------|---|
| ASTM | American Society for Testing and Materials |
| BA | Bergama Altın Madeni Arıtma Çamuru |
| BET | Brunauer–Emmett–Teller |
| DESY | German Electron Synchrotron |
| DTA/TG | Diferansiyel Termal Analiz/Termogravimetri Cihazı |
| FT-IR | Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi |
| ICP-OES | Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy |
| IUPAC | International Union of Pure and Applied Chemistry |
| K | Kum |
| MCM | Mobil Composition of Matter |
| MF | Melamin-Formaldehit |
| MIP | Civa İntrüzyon |
| MOF | Metal-Organic Framework |
| NAD | Nitrojen Adsorpsiyon/ Desorpsiyon |
| R | Riflaks |
| POF | Porous Organic Framework |
| RF | Resorsinol-Formaldehit |
| RPM | Revolutions Per Minute |
| S | Sıcaklık |
| SBA | Santa Barbara Amorphous |
| SEM | Scanning Electron Microscope |
| T | Süre |
| TASSO | Two-Arm Spectrometer Solenoid |
| TEM | Transmission Electron Microscopy |
| TEOS | Tetraetil Ortosilikat |
| TK | Taban Külü |
| TMCS | Chlorotrimethylsilane |
| TMOS | Tetrametil Ortosilikat |
| TPM | Termoporometre |
| UK | Uçucu Kül |
| Y | Yaşlandırma |
| XRD | X-Ray Diffraction |
| XRF | X-Ray Fluorescence Spectrometer |

ŞEKİL LİSTESİ

| | Sayfa |
|---|-------|
| Şekil 2. 1 Gözenek tipleri..... | 4 |
| Şekil 2. 2 Gözenek boyutlarına göre sınıflandırma | 5 |
| Şekil 3. 1 Aerojel görüntüleri a) Monolitik b) Toz c) Film | 9 |
| Şekil 3. 2 Aerojellerin sınıflandırılması | 10 |
| Şekil 3. 3 Kalifornia Teknoloji Enstitüsünden Peter Tsau'nun aerojel numunesi ile görüntüsü..... | 13 |
| Şekil 3. 4 Silika aerojellerin gözenek karakteristikleri; a) SEM görüntüsü b) TEM görüntüsü..... | 14 |
| Şekil 3. 5 Aerojellerin kimyasal yapıları a)Hidrofilik, b)Hidrofobik | 15 |
| Şekil 3. 6 Silika aerojel üzerindeki su damlasının görüntüsü | 16 |
| Şekil 3. 7 Silika aerojellerin diğer izolasyon materyallerine kıyasla 10 mm'lik tabakada termal iletkenliği | 17 |
| Şekil 3. 8 Trombe duvar dizaynı | 17 |
| Şekil 3. 9 Üst katı aerojel ürün ile kaplanmış, alt katı ise herhangi bir uygulama yapılmamış bir ev | 21 |
| Şekil 3. 10 Sıvanın üç orijinal bileşenini (tanecikli aerojel, kalsiyum hidroksit ve su) ve karışımın farklı adımlarını göstermektedir. (a) orijinal bileşenler; (b) karıştırma aşaması; (c) sıvanın son bileşimi | 22 |
| Şekil 3. 11 Güneşi için yüksek termal izolasyon performansı gösteren iki adet yarı saydam aerojel izolasyon örnekleri | 23 |
| Şekil 4. 1 Aerojel oluşumunun şematik gösterimi | 25 |
| Şekil 4. 2 Silisyumun asit ve baz katalizörlüğündeki hidroliz mekanizması | 25 |
| Şekil 4. 3 Silisyumun asit ve baz katalizörlüğündeki kondenzasyon mekanizması..... | 26 |
| Şekil 4. 4 Asit ve baz katalizörleri eşliğinde gerçekleşen reaksiyonlar sonucu oluşan jellerin şematik görünümü | 27 |
| Şekil 4. 5 Zamana karşı viskozite grafiği | 28 |
| Şekil 5. 1 XRF cihazı | 33 |
| Şekil 5. 2 XRD cihazı | 34 |
| Şekil 5. 3 ICP-OES cihazı | 34 |
| Şekil 5. 4 FT-IR cihazı | 35 |
| Şekil 5. 5 SEM cihazı | 36 |
| Şekil 5. 6 Adsorpsiyon cihazı | 36 |
| Şekil 5. 8 Termal iletkenlik katsayısı ölçüm cihazı..... | 37 |
| Şekil 5. 9 Ultrasonik prob | 38 |

| | |
|--|----|
| Şekil 5. 10 Çalkalamalı su banyosu | 39 |
| Şekil 5. 11 Alkali füzyon yöntemi ile silisyum eldesi şeması | 41 |
| Şekil 5. 12 Silisyum çözeltisinin pH ayarlaması yapılmadan önceki hali (a) ve sonraki hali (b) | 42 |
| Şekil 6. 1 Arıtma çamuruna ait XRD diyagramı | 45 |
| Şekil 6. 2 Uçucu küle ait XRD diyagramı..... | 46 |
| Şekil 6. 3 Füzyon sonrası katı fazın XRD analizi a)UK, b)UK-0.8, c)UK-1, d)UK-1.2, e)UK-1.4, f)UK-1.6, g)UK-1.8,h)UK-2 | 48 |
| Şekil 6. 4 Taban külüne ait XRD diyagramı..... | 49 |
| Şekil 6. 5 Füzyon sonrası katı fazın XRD analizi a)TK, b)TK-0.8, c)TK-1, d)TK-1.2,..... e)TK-1.4, f)TK-1.6, g)TK-1.8, h)TK-2 | 51 |
| Şekil 6. 6 Kuma ait XRD diyagramı | 52 |
| Şekil 6. 7 Füzyon sonrası katı fazın XRD analizi a)K, b)K-0.8, c)K-1, d)K-1.2, e)K-1.4, f)K-1.6, g)K-1.8, h)K-2 | 54 |
| Şekil 6. 8 Alçı sıvaya ait XRD diyagramı | 55 |
| Şekil 6. 9 TEOS arojelin FT-IR spektrumu | 56 |
| Şekil 6. 10 TEOS arojelerine ait temas açısı ölçüm görüntüsü | 57 |
| Şekil 6. 11 BA-pH-X numunelerinin yoğunluk grafiği | 58 |
| Şekil 6. 12 BA-pH-X numunelerinin temas açısı grafiği | 58 |
| Şekil 6. 13 BA-pH-X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu..... | 59 |
| Şekil 6. 15 BA -X numunelerinin temas açısı grafiği..... | 61 |
| Şekil 6. 16 BA- X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 62 |
| Şekil 6. 17 BA-R-XS numunelerinin yoğunluk grafiği | 63 |
| Şekil 6. 18 BA-R-XS numunelerinin temas açısı grafiği | 63 |
| Şekil 6. 19 BA-R-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 64 |
| Şekil 6. 20 BA-R-XT numunelerinin yoğunluk grafiği | 65 |
| Şekil 6. 21 BA-R-XT numunelerinin temas açısı grafiği | 66 |
| Şekil 6. 22 BA-R-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 66 |
| Şekil 6. 23 BA-Y-XS numunelerinin yoğunluk grafiği..... | 68 |
| Şekil 6. 24 BA-Y-XS numunelerinin temas açısı grafiği..... | 68 |
| Şekil 6. 25 BA-Y-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 69 |
| Şekil 6. 26 BA-Y-XT numunelerinin yoğunluk grafiği..... | 70 |
| Şekil 6. 27 BA-Y-XT numunelerinin temas açısı grafiği..... | 71 |
| Şekil 6. 28 BA-Y-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 72 |
| Şekil 6. 29 BA-SABİT ve BA-KADEMELİ numunelerinin yoğunluk grafiği | 73 |
| Şekil 6. 30 BA-SABİT ve BA-KADEMELİ numunelerinin temas açısı grafiği | 74 |
| Şekil 6. 31 BA-SABİT ve BA-KADEMELİ numunelerinin FT-IR spektrumu..... | 75 |
| Şekil 6. 33 UK-pH-X numunelerinin temas açısı grafiği..... | 76 |
| Şekil 6. 34 UK-pH-X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 77 |
| Şekil 6. 35 UK- X numunelerinin yoğunluk grafiği..... | 78 |
| Şekil 6. 36 UK -X numunelerinin temas açısı grafiği..... | 79 |
| Şekil 6. 37 UK- X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 80 |
| Şekil 6. 38 UK-R-XS numunelerinin yoğunluk grafiği | 81 |
| Şekil 6. 39 UK-R-XS numunelerinin temas açısı grafiği | 82 |
| Şekil 6. 40 UK-R-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 82 |
| Şekil 6. 41 UK-R-XT numunelerinin yoğunluk grafiği | 83 |

| | |
|---|-----|
| Şekil 6. 42 UK-R-XT numunelerinin temas açısı grafiği | 84 |
| Şekil 6. 43 UK-R-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 85 |
| Şekil 6. 44 UK-Y-XS numunelerinin yoğunluk grafiği..... | 86 |
| Şekil 6. 45 UK-Y-XS numunelerinin temas açısı grafiği..... | 87 |
| Şekil 6. 46 UK-Y-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 87 |
| Şekil 6. 47 UK-Y-XT numunelerinin yoğunluk grafiği | 88 |
| Şekil 6. 48 UK-Y-XT numunelerinin temas açısı grafiği | 89 |
| Şekil 6. 49 UK-Y-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 90 |
| Şekil 6. 50 UK-SABİT ve UK-KADEMELİ numunelerinin yoğunluk grafiği | 91 |
| Şekil 6. 51 UK-SABİT ve UK-KADEMELİ numunelerinin temas açısı grafiği..... | 92 |
| Şekil 6. 52 UK-SABİT ve UK-KADEMELİ numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 93 |
| Şekil 6. 53 TK-pH-X numunelerinin yoğunluk grafiği | 94 |
| Şekil 6. 55 TK-pH-X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 95 |
| Şekil 6. 56 TK- X numunelerinin yoğunluk grafiği | 96 |
| Şekil 6. 57 TK -X numunelerinin temas açısı grafiği | 97 |
| Şekil 6. 58 TK- X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 97 |
| Şekil 6. 59 TK-R-XS numunelerinin yoğunluk grafiği | 99 |
| Şekil 6. 60 TK-R-XS numunelerinin temas açısı grafiği | 99 |
| Şekil 6. 61 TK-R-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu..... | 100 |
| Şekil 6. 62 TK-R-XT numunelerinin yoğunluk grafiği..... | 101 |
| Şekil 6. 63 TK-R-XT numunelerinin temas açısı grafiği..... | 102 |
| Şekil 6. 64 TK-R-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu..... | 103 |
| Şekil 6. 65 TK-Y-XS numunelerinin yoğunluk grafiği | 104 |
| Şekil 6. 66 TK-Y-X°C numunelerinin temas açısı grafiği | 105 |
| Şekil 6. 67 TK-Y-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 105 |
| Şekil 6. 68 TK-Y-XT numunelerinin yoğunluk grafiği | 106 |
| Şekil 6. 69 TK-Y-XT numunelerinin temas açısı grafiği | 107 |
| Şekil 6. 70 TK-Y-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu..... | 108 |
| Şekil 6. 71 TK-SABİT ve TK-KADEMELİ numunelerinin yoğunluk grafiği | 109 |
| Şekil 6. 72 TK-SABİT ve TK-KADEMELİ numunelerinin temas açısı grafiği | 110 |
| Şekil 6. 73 TK-SABİT ve TK-KADEMELİ numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 111 |
| Şekil 6. 74 K-pH-X numunelerinin yoğunluk grafiği | 112 |
| Şekil 6. 75 K-pH-X numunelerinin temas açısı grafiği | 113 |
| Şekil 6. 76 K-pH-X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 113 |
| Şekil 6. 77 K- X numunelerinin yoğunluk grafiği | 114 |
| Şekil 6. 78 K -X numunelerinin temas açısı grafiği | 115 |
| Şekil 6. 79 K- X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 116 |
| Şekil 6. 80 K-R-XS numunelerinin yoğunluk grafiği | 117 |
| Şekil 6. 81 K-R-XS numunelerinin temas açısı grafiği | 118 |
| Şekil 6. 82 K-R-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu..... | 118 |
| Şekil 6. 83 K-R-XT numunelerinin yoğunluk grafiği | 119 |
| Şekil 6. 84 K-R-XT numunelerinin temas açısı grafiği..... | 120 |
| Şekil 6. 85 BA-R-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu | 121 |
| Şekil 6. 86 K-Y-XS numunelerinin yoğunluk grafiği | 122 |
| Şekil 6. 87 K-Y-XS numunelerinin temas açısı grafiği | 123 |
| Şekil 6. 88 K-Y-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu..... | 123 |

| | |
|--|-----|
| Şekil 6. 89 K-Y-XT numunelerinin yoğunluk grafiği | 124 |
| Şekil 6. 90 K-Y-XT numunelerinin temas açısı grafiği | 125 |
| Şekil 6. 91 K-Y-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu..... | 126 |
| Şekil 6. 92 K-SABİT ve K-KADEMELİ numunelerinin yoğunluk grafiği | 127 |
| Şekil 6. 93 K-SABİT ve K-KADEMELİ numunelerinin temas açısı grafiği | 128 |
| Şekil 6. 94 K-SABİT ve K-KADEMELİ numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu... | 128 |
| Şekil 6. 95 TEOS'tan üretilen aerojelin XRD diyagramı | 129 |
| Şekil 6. 96 TEOS'tan üretilen aerojelin a) N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği | 130 |
| Şekil 6. 97 TEOS'tan üretilen aerojele ait SEM görüntüleri a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X..... | 131 |
| Şekil 6. 98 Arıtma çamurundan üretilen optimum aerojelin XRD diyagramı | 132 |
| Şekil 6. 99 Arıtma çamurundan üretilen optimum aerojelin a) N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği | 133 |
| Şekil 6. 100 Arıtma çamurundan üretilen aerojel numunesinin SEM görüntüsü a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X..... | 134 |
| Şekil 6. 101 Uçucu külden üretilen optimum aerojelin XRD diyagramı..... | 135 |
| Şekil 6. 102 Uçucu külden üretilen optimum aerojelin a) N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği | 136 |
| Şekil 6. 103 Uçucu külden üretilen aerojel numunesinin SEM görüntüleri a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X..... | 137 |
| Şekil 6. 104 Taban külünden üretilen optimum aerojelin XRD diyagramı..... | 138 |
| Şekil 6. 105 Taban külünden üretilen optimum aerojelin a) N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği | 139 |
| Şekil 6. 106 Taban külünden üretilen aerojel numunesinin SEM görüntüleri a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X..... | 140 |
| Şekil 6. 107 Kumdan üretilen optimum aerojelin XRD diyagramı | 141 |
| Şekil 6. 108 Kumdan üretilen optimum aerojelin a) N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği | 142 |
| Şekil 6. 109 Kumdan üretilen aerojel numunesinin SEM görüntüleri a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X | 143 |
| Şekil 6. 110 TEOS'tan üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri..... | 144 |
| Şekil 6. 111 Altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri | 145 |
| Şekil 6. 112 Uçucu külden üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri | 146 |
| Şekil 6. 113 Taban külünden üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri | 147 |
| Şekil 6. 114 Kumdan üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri..... | 148 |
| Şekil A. 1 BA-pH-3 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 159 |
| Şekil A. 2 BA-pH-5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 159 |
| Şekil A. 3 BA-pH-7 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 160 |
| Şekil A. 4 BA-pH-9 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 160 |
| Şekil A. 5 BA-pH-11 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 160 |

| | |
|--|-----|
| Şekil A. 6 BA-0.25 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 160 |
| Şekil A. 7 BA-0.50 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 161 |
| Şekil A. 8 BA-0.75 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 161 |
| Şekil A. 9 BA-R-80S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 161 |
| Şekil A. 10 BA-R-100S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 161 |
| Şekil A. 11 BA-R-120S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 162 |
| Şekil A. 12 BA-R-30T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 162 |
| Şekil A. 13 BA-R-60T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 162 |
| Şekil A. 14 BA-R-120T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 162 |
| Şekil A. 15 BA-Y-25S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 163 |
| Şekil A. 16 BA-Y-50S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 163 |
| Şekil A. 17 BA-Y-70S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 163 |
| Şekil A. 18 BA-Y-0T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 163 |
| Şekil A. 19 BA-Y-6T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 164 |
| Şekil A. 20 BA-Y-12T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 164 |
| Şekil A. 21 BA-Y-24T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 164 |
| Şekil A. 22 BA-Y-48T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 164 |
| Şekil A. 23 BA-SABİT numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 165 |
| Şekil A. 24 BA-KADEMELİ numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 165 |
| Şekil A. 25 UK-pH-3 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 165 |
| Şekil A. 26 UK-pH-5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 166 |
| Şekil A. 27 UK-pH-7 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 166 |
| Şekil A. 28 UK-pH-9 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 166 |
| Şekil A. 29 UK-pH-11 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 166 |
| Şekil A. 30 UK-0.25 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 167 |
| Şekil A. 31 UK-0.50 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 167 |
| Şekil A. 32 UK-0.75 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 167 |
| Şekil A. 33 UK-R-80S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 167 |
| Şekil A. 34 UK-R-100S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 168 |
| Şekil A. 35 UK-R-120S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 168 |
| Şekil A. 36 UK-R-30T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 168 |
| Şekil A. 37 UK-R-60T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 168 |
| Şekil A. 38 UK-R-120T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 169 |
| Şekil A. 39 UK-Y-25S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 169 |
| Şekil A. 40 UK-Y-50S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 169 |
| Şekil A. 41 UK-Y-75S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 169 |
| Şekil A. 42 UK-Y-0T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 170 |
| Şekil A. 43 UK-Y-6T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 170 |
| Şekil A. 44 UK-Y-12T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 170 |
| Şekil A. 45 UK-Y-24T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 170 |
| Şekil A. 46 UK-Y-48T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 171 |
| Şekil A. 47 UK-SABİT numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 171 |
| Şekil A. 48 UK-KADEMELİ numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü..... | 171 |
| Şekil A. 49 TK-pH-3 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 172 |
| Şekil A. 50 TK-pH-5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 172 |
| Şekil A. 51 TK-pH-7 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 172 |

| | |
|---|-----|
| Şekil A. 52 TK-pH-9 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 173 |
| Şekil A. 53 TK-pH-11 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 173 |
| Şekil A. 54 TK-0.25 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 173 |
| Şekil A. 55 TK-0.5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 173 |
| Şekil A. 56 TK-0.75 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 174 |
| Şekil A. 57 TK-R-80S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 174 |
| Şekil A. 58 TK-R-100S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 174 |
| Şekil A. 59 TK-R-120S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 174 |
| Şekil A. 60 TK-R-30T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 175 |
| Şekil A. 61 TK-R-60T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 175 |
| Şekil A. 62 TK-R-120T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 175 |
| Şekil A. 63 TK-Y-25S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 175 |
| Şekil A. 64 TK-Y-50S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 176 |
| Şekil A. 65 TK-Y-70S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 176 |
| Şekil A. 66 TK-Y-6T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 176 |
| Şekil A. 67 TK-Y-12T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 176 |
| Şekil A. 68 TK-Y-24T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 177 |
| Şekil A. 69 TK-Y-48T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 177 |
| Şekil A. 70 TK-SABİT numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 177 |
| Şekil A. 71 TK-KADEMELİ numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 177 |
| Şekil A. 72 K-pH-3 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 178 |
| Şekil A. 73 K-pH-5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 178 |
| Şekil A. 74 K-pH-7 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 178 |
| Şekil A. 75 K-pH-9 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 179 |
| Şekil A. 76 K-pH-11 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 179 |
| Şekil A. 77 K-0.25 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 179 |
| Şekil A. 78 K-0.5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 179 |
| Şekil A. 79 K-0.75 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 180 |
| Şekil A. 80 K-R-80S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 180 |
| Şekil A. 81 K-R-100S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 180 |
| Şekil A. 82 K-R-120S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 180 |
| Şekil A. 83 K-R-30T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 181 |
| Şekil A. 84 K-R-60T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 181 |
| Şekil A. 85 K-R-120T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 181 |
| Şekil A. 86 K-Y-25S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 181 |
| Şekil A. 87 K-Y-50S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 182 |
| Şekil A. 88 K-Y-70S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 182 |
| Şekil A. 89 K-Y-0T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 182 |
| Şekil A. 90 K-Y-6T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 182 |
| Şekil A. 91 K-Y-12T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 183 |
| Şekil A. 92 K-Y-24T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 183 |
| Şekil A. 93 K-Y-48T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 183 |
| Şekil A. 94 K-SABİT numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 183 |
| Şekil A. 95 K-KADEMELİ numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü | 184 |

ÇİZELGE LİSTESİ

| | Sayfa |
|---|-------|
| Çizelge 3. 1 Silika aerojellerin özellikleri..... | 12 |
| Çizelge 3. 2 Aerojellerin kullanım alanları..... | 19 |
| Çizelge 5. 1 Kimyasal malzemeler ve genel özellikleri..... | 32 |
| Çizelge 5. 2 Silisyum çözeltisi eldesi için kullanılan parametreler..... | 40 |
| Çizelge 5. 3 Arıtma çamurundan aerjel üretiminde kullanılan parametreler..... | 43 |
| Çizelge 6. 1 Arıtma çamuruna ait XRF çizelgesi..... | 46 |
| Çizelge 6. 2 Uçucu küle ait XRF çizelgesi..... | 46 |
| Çizelge 6. 3 Uçucu külden elde edilen silisyum çözeltilerinin ICP-OES analiz sonuçları.. | 47 |
| Çizelge 6. 4 Füzyon sonrası katı fazın XRF analizi..... | 48 |
| Çizelge 6. 5 Taban külüne ait XRF çizelgesi..... | 49 |
| Çizelge 6. 6 Taban külünden elde edilen silisyum çözeltilerinin ICP-OES analiz sonuçları..... | 50 |
| Çizelge 6. 7 Füzyon sonrası katı fazın XRF analizi..... | 51 |
| Çizelge 6. 8 Kuma ait XRF çizelgesi..... | 52 |
| Çizelge 6. 9 Kumdan elde edilen silisyum çözeltilerinin ICP-OES analiz sonuçları..... | 53 |
| Çizelge 6. 10 Füzyon sonrası katı fazın XRF analizi..... | 54 |
| Çizelge 6. 11 Alçı sıvaya ait XRF analiz sonucu..... | 55 |
| Çizelge 6. 12 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (TEOS)..... | 144 |
| Çizelge 6. 13 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (altın madeni arıtma çamuru)..... | 145 |
| Çizelge 6. 14 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (uçucu kül)..... | 146 |
| Çizelge 6. 15 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (taban külü)..... | 147 |
| Çizelge 6. 16 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (kum)..... | 148 |

SİLİKA TEMELLİ AEROJELLERİN SOL-JEL YÖNTEMİ İLE SENTEZİ VE YAPISAL ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ

Nevin KARAMAHMUT MERMER

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Doktora Tezi

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Sabriye PİŞKİN

Aerojeller düşük ısı iletkenlik katsayısı, düşük yoğunluk, gözeneklilik ve yüksek yüzey alanı gibi özellikleri nedeni ile çok farklı alanlarda kullanılmaktadır. Bu doktora tezi çalışması kapsamında farklı silisyum kaynakları kullanılarak silika bazlı aerojel sentezi gerçekleştirilmiş ve çeşitli üretim parametrelerinin malzemenin özelliği üzerindeki etkileri incelenmiştir. Silisyum kaynağı olarak saf silisyum kaynakları ile birlikte yüksek silisyum içeriğine sahip altın madeni saflaştırma tesisi atık arıtma çamuru, termik santral uçucu külü ve taban külü ile kum herhangi bir ön arıtma işlemine tabi tutulmadan kullanılmıştır. Atıklardan gerçekleştirilen üretimler için pH, silisyum/toplam malzeme miktarı, riflaks süresi, riflaks sıcaklığı, yaşlandırma süresi, yaşlandırma sıcaklığı ve kurutma tipi gibi farklı parametrelerin etkisi incelenmiştir. Belirlenen optimum parametreler ile yüksek performanslı malzemenin sentezi gerçekleştirilmiş ve atık kullanımı ile hem çevreye hem de üretim ekonomisine önemli oranda katkı sağlanmıştır. Karakterizasyon analizleri yapılarak saf silisyumdan sentezlenen numune ile atıktan sentezlenen numuneler karşılaştırılmıştır. Elde edilen optimum değere sahip numuneler kullanılarak ısı yalıtımı sağlayan sıvaların üretimleri gerçekleştirilmiş ve numunelerin ısı iletkenlik katsayıları karşılaştırmalı olarak incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Gözenekli malzemeler, silika aerojel, arıtma çamuru, uçucu kül, taban külü, kum, yalıtım sıvası.

**SYNTHESIS OF SILICA BASED AEROGELS BY SOL-GEL METHOD AND
INVESTIGATION OF STRUCTURAL PROPERTIES**

Nevin KARAMAHMUT MERMER

Department of Chemical Engineering

Ph.D. Thesis

Adviser: Prof. Dr. Sabriye PİŞKİN

Due to their properties such as low coefficient of thermal conductivity, low density, porosity and high surface area, aerogels find usability in many different fields. In this study, silica based aerogel synthesis was carried out by using different silicon sources and the effect of various production parameters on the properties of materials was investigated. In addition to pure silica sources, industrial wastes with high silica content such as tailings slurry of gold mine treatment plant fly and bottom ashes of thermal power plant and sand was used without any pre-purification. The effects of different parameters on the synthesis such as pH, silicon / total material amount, reflux time, reflux temperature, aging time, aging temperature and drying type were investigated for the synthesis of aerogel from waste materials. Synthesis of high performance material with optimum parameters has been possible and usage of the waste has contributed to both the environment and the production economics. Characterization analyzes were performed to compare the synthesized samples from the pure silica and waste. By using the samples which synthesized with optimum parameters, plasters production for thermal insulation was carried out and thermal insulation coefficients were examined comparatively.

Keywords: Porous materials, silica based aerogel, tailing slurry, fly ash, bottom ash, sand, insulation plaster.

1.1 Literatür Özeti

Gözenekli malzemeler sahip oldukları geniş yüzey alanları sayesinde adsorban, katalizör ve destek malzemeleri gibi pek çok farklı alanda kullanılmaktadırlar [1]. Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği (IUPAC)'a göre gözenekli malzemeler gözenek hacimlerine göre mikro gözenekli, mezo gözenekli ve makro gözenekli olarak sınıflandırılmaktadırlar [2].

Bilinen en düşük yoğunluğa sahip katı malzeme olan aerogelin yapısının yaklaşık %95'lik kısmı gözeneklerden oluşmaktadır. Teknolojinin gelişmesi ile birlikte daha performanslı malzemelere ihtiyaç duyulmakta ve aerogel gibi malzemeler dikkat çekmektedir [3].

Aerogeller düşük yoğunluk, yüksek yüzey alanı, düşük termal iletkenlik, elektrik dayanımı, optik ve akustik gibi özellikleri nedeni ile izolasyon, depolama ve taşıma ortamı, sensör, katalizör, iyon değişimi, ayırma işlemleri gibi pek çok farklı alanda aktif olarak kullanılmaktadır [4].

Silika bazlı aerogeller asidik veya bazik ortamda saf ya da atık silisyum kaynakları kullanılarak sol-jel yöntemi ile üretilmektedir. Silika bazlı aerogel üretiminde genellikle kullanılan silika kaynakları tetraetil ortosilikat (TEOS), Tetrametil ortosilikat (TMOS), sodyum silikat ve su camıdır. Fakat literatürde uçucu kül, pirinç kabuğu külü ve mısır koçanı külü gibi atık malzemeler kullanarak da gerçekleştirilen çalışmalar bulunmaktadır. İyi özelliklerde aerogel üretimi için pahalı silisyum kaynaklarının kullanımına gerek yoktur. Bu nedenle aerogel sentezlenirken çeşitli endüstriyel atıkların kullanılması ile maliyeti düşük ve çevreye duyarlı metotların geliştirilmesine ihtiyaç vardır.

1.2 Tezin Amacı

Tezin amacı dünya genelinde büyük bir öneme sahip olan aerojel malzemesinin saf silika kaynağı kullanılarak ve silisyum içeriği yüksek olan çeşitli endüstriyel atıklardan silisyum çözeltisi elde edilerek farklı parametrelerle üretiminin gerçekleştirilmesi, optimum üretim koşullarının tespit edilmesi ve üretim parametrelerinin hidrofobisite ve yoğunluk üzerindeki etkilerinin incelenmesidir.

Tez çalışmasının diğer bir amacı ise elde edilen optimum yoğunluğa sahip numunelerin yalıtım amaçlı siva üretiminde değerlendirmesidir.

Üretim basamaklarını oluşturan işlemler sırası ile endüstriyel atıklardan silisyum çözeltisi eldesi, sol-jel yöntemi ile hidrofobik aerojel üretimi ve üretilen aerojelin yalıtım amaçlı siva üretiminde kullanılması şeklindedir. Tez kapsamında daha önceki çalışmalarda yer almamış olan altın madeni atığı, taban külü ve kumun yeni bir malzeme olan aerojel üretiminde kullanılması sağlanarak çevreci ve ekonomik bir üretim gerçekleştirilecektir.

1.3 Hipotez

Gerçekleştirilen literatür taramaları sonucunda aerojel malzemesinin genellikle saf kimyasallardan üretildiği görülmüştür. Tez kapsamında gerçekleştirilen çalışmada aerojel üretiminde şimdiye kadar değerlendirilmemiş olan termik santral taban külü, kum ve altın madeni arıtma çamuru silisyum kaynağı olarak kullanılacaktır. Daha önce uçucu külden aerojel üretimi ile ilgili yapılan çalışmalar olmasına rağmen; aynı termik santralden temin edilen taban külü ve uçucu kül ayrı ayrı hammadde olarak değerlendirilecek ve üretime etkileri incelenecektir. Literatürde genel olarak karşılaşılan yöntemin aksine sentez ve hidrofoblaştırma işlemleri iki ayrı basamakta değil aynı anda tek basamaklı bir prosesle gerçekleştirilecektir.

Üretimi etkileyen parametreler incelenerek üretime etkileri belirlenecektir. Üretilen malzemelerin yoğunluk, temas açısı ölçümü ve FT-IR analizleri yapılarak saf silikadan üretilen aerojellerin fiziksel ve kimyasal özellikleri ile kıyaslanacaktır. Sentezlenen aerojellerin yüzey alanı, morfolojik yapısı ve yapısal özellikleri analizlerle belirlenecektir.

Sentezlenen numunelerden en iyi özellikte olanlar yalıtım amaçlı sıva üretiminde kullanılacak ve hammaddelere göre sonuçlar karşılaştırılacaktır.

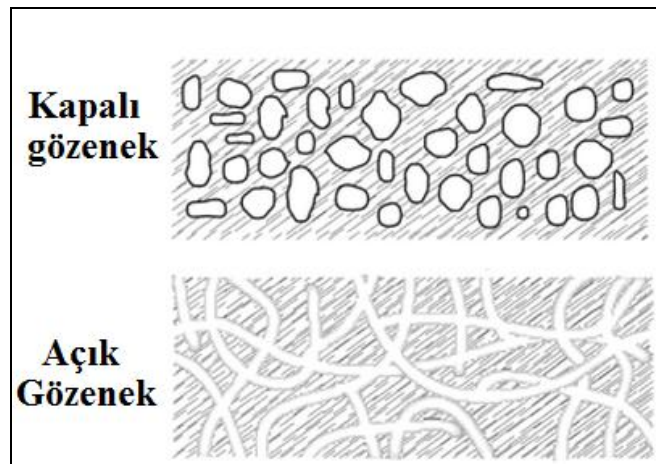
Sonuç olarak, bu çalışma aerojel sentezi için saf silika kaynağı yerine kum, uçucu kül, taban külü ve altın madeni arıtma çamurunun kullanıldığı, üretim parametrelerinin sentezlenen malzemenin özelliklerine etkisinin incelendiği ve elde edilen ürünün yalıtım amaçlı sıva üretiminde kullanıldığı özgün bir çalışma olacaktır.



GÖZENEKLİ MALZEMELER

Yapısında açık ya da kapalı, düzenli ya da düzensiz çeşitli büyüklüklerde ve hatta bazen oldukça karmaşık özellikte boşluklar bulunan katı malzemeler gözenekli malzemeler olarak adlandırılır. Bu malzemeler 0.2 ile 0.95 arasında poroziteye sahiptir. Porozite malzemenin yapısındaki boşluk hacminin malzemenin toplam hacmine oranıdır [3].

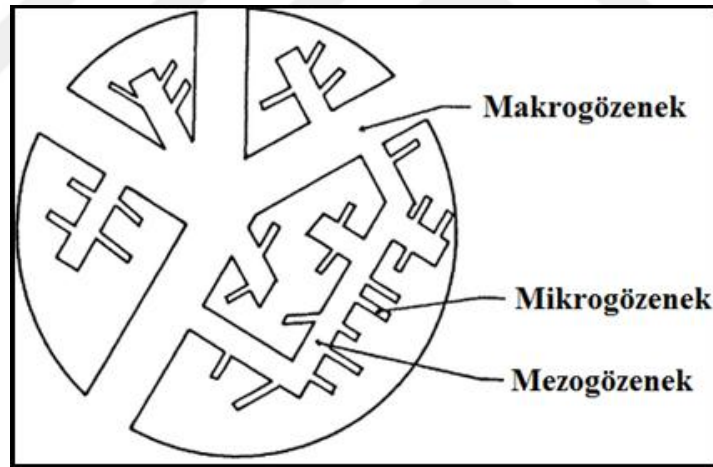
Gözenekli malzemelerin çeşitli şekillerde sınıflandırılması mümkündür. Gözenek tipine göre sınıflandırma, açık ve kapalı gözenek olmak üzere iki çeşittir. Şekil 2.1’de açık ve kapalı gözenek görüntüleri yer almaktadır. Açık gözenekli malzemelerde gözenekler malzemenin dış yüzeyi ile bağlantılı olup bu tip malzemeler ayırma işlemleri, katalizör uygulamaları ve yer değiştirme işlemlerinde kullanılırlar. Kapalı gözenekli malzemelerde ise gözeneklerin maddenin dış yüzeyi ile bağlantısı bulunmayıp bu malzemeler ısı ve ses yalıtımı, elektrik uygulamaları ve yeni nesil malzeme üretiminde kullanılmaktadır [3, 5].



Şekil 2. 1 Gözenek tipleri [6]

Gözenekli malzemeler bulunuş şekillerine göre doğal ve yapay olmak üzere iki şekilde incelenmektedir. Doğal gözenekli malzemeler doğada hazır halde bulunup maliyeti düşük olan fakat kullanımdan önce çeşitli ön işlemler gerektiren malzemelerdir. Yapay gözenekli malzemeler ise kullanım alanına göre istenilen özellik ve porozitede sentezlenebilmekte ve dolayısı ile doğal gözenekli malzemelere göre daha maliyetli olmaktadır. Yapay gözenekli malzemeler genellikle alüminyum ve silisyum yapısındadırlar. Başlıca kullanıma sahip yapay gözenekli malzemeler arasında zeolitler, aktif karbonlar, karbon aerogeller ve silika aerogeller yer almaktadır [7].

Gözenekli malzemelerin gözenek çapına bağlı olarak sınıflandırılması Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği (IUPAC) tarafından yapılmıştır. IUPAC'ın yapmış olduğu sınıflandırmaya göre ortalama gözenek çapı 2 nm'den küçük ise mikro, 2 nm'den büyük 50 nm'den küçük ise mezo ve 50 nm'den büyük ise makro gözenek olarak adlandırılmaktadır. Şekil 2.2'de IUPAC sınıflandırması görsel olarak verilmiştir [2].



Şekil 2. 2 Gözenek boyutlarına göre sınıflandırma [8]

2.1 Gözenekli Malzemelerin Özellikleri ve Kullanım Alanları

Bilim ve teknoloji alanında oldukça önemli olan gözenekli malzemeler kimyasal olarak asidik, bazik, redoks-aktif, inert, iletken ve yarı iletken özellikte olabilirler. Gözenekli malzemeler gözenek boyutları ve özelliklerinin atomik, moleküler ve nano düzeyde kontrol edilebilmesi nedeni ile pek çok uygulama alanına sahiptir.

Gözenekli malzemelerin petrol rafinasyonu, molekül ayırma, heterojen kataliz, gaz depolama, katalizör, deterjan endüstrisi, medikal uygulamalar, ayırma ve saflaştırma prosesleri gibi pek çok alanda kullanımı mevcuttur [9-11].

Son yüzyılda gözenekli malzemelere olan ilgi sürekli artmış ve çeşitli teknolojik gelişmeler yaşanmıştır. Başlıca gözenekli malzemeler zeolitler, mezogözenekli malzemeler (SBA, MCM ailesi vb.), metal-organik kafes yapıları (MOFs), gözenekli organik kafes yapıları (POFs)'dır. Gözenekli malzemelerin yüzey alanları Brunauer–Emmett–Teller (BET) ve Langmuir modelleri ile hesaplanabilmektedir.

Tarihsel olarak gözenekli malzemelerin incelenmesi İsveçli mineralogların 1756 yılında doğal zeolitleri incelemesi ile başlamıştır. Bu süreci zeolitlerin hidrotermal yöntemle üretimi izlemiş ve ardından MCM ailesinin (MCM-41, MCM-48, MCM-50 vb.) düzenli mezogözenekli yapısının incelendiği çalışmalar takip etmiştir. 1992 yılına gelindiğinde MOFs ile ilgili çalışmalar yapılmış ve ilerleyen süreçte hafif elementlerden gözenekli organik kafes yapıları üretilmiştir. Günümüzde gözenekli malzemelerden çeşitli kompozit malzemeler üretilmekte ve kullanım alanları her geçen gün gelişmektedir. Gözenekli malzemeler ana hatları ile benzerlikler gösterse de kendi içlerinde oldukça çeşitli özelliktedirler [12].

BÖLÜM 3

AEROJEL

Aerogeller çok yüksek bağıl gözenek hacmine sahip olan kuru jeller olarak bilinmektedirler. Üretimlerinin ilk basamağı genellikle düşük sıcaklıkta sol-jel metodu ile gerçekleştirilmekte, kurutma tipine göre malzeme değişik özellikler göstermektedir. Aerogeller genellikle çok düşük yoğunluklu, geniş yüzey alanına sahip, amorf yapıda ve termodinamik açıdan yarı kararlı olan malzemelerdir [13].

3.1 Aerogelin Tarihçesi

Aerogel terimi ilk kez 1932 yılında Kaliforniya'daki Pacific College'da çalışan Steven Kistler tarafından jelin yapısında bulunan sıvının; jelin yapısını bozmadan hava ile yer değiştirmesinin ardından literatüre geçmiştir. Daha önceki dönemlerde jeller buharlaştırma ile kurutulurken Kistler süperkritik yöntemle jeli kurutma işlemini gerçekleştirmiştir. Silika aerogellerin yapısında herhangi bir bozulma olmadan elde edilmesi daha kolay olduğu için Kistler daha çok bu konuya yoğunlaşmış aynı zamanda zayıf mekanik özellik gösteren alümina aerogeller de üretmiştir. Bunun yanında demir oksit, kalay oksit, nikel tartarat, selüloz, nitro selüloz, jelatin ve yumurta akı içeren aerogellerle ilgili çalışmalar da yapmıştır. Birkaç yıl sonra da üniversitedeki görevinden ayrılıp Monsanto adında bir şirkete geçerek ilk ticari aerogelleri piyasaya sürmüştür. Monsanto'da üretilen aerogeller Kistler'in ilk ürettiği malzemeden farklı olarak tanecikli yapıda bir silika malzemedir. Bu aerogellerin nasıl yapıldığına ilişkin çok şey bilinmemekle birlikte, üretim sürecinin yine Kistler'in özgün çalışmasındakine benzer olduğu düşünülmekte ve üretilen aerogeller kozmetik sanayinde ve diş macunlarında

katkı maddesi olarak kullanılmıştır. Bunu izleyen 20 yıl boyunca aerogeller üzerine pek yeni çalışma yapılmadığı görülmektedir.

1970'li yıllarda Fransız hükümetinin Claud Bernard Üniversitesi ile işbirliğine gidip gözenekli malzemelerde oksijen ya da roket yakıtı depolamanın yollarını araması aerojelle ilgili çalışmaların yeniden güncellik kazanmasına neden olmuştur. Teichner ve arkadaşları metanol çözeltisi içinde TMOS'un (tetrametilorthosilikat) hidrolizi sonucunda elde edilen ürünün (alkojel) süperkritik koşullarda kurutulması ile de aerogel elde etmişlerdir. Sol-jel yöntemi daha da geliştirilip tekli ve ikili oksitler kullanılarak aerogel üretilmiştir.

İlerleyen yıllarda borat aerogeller Sandia Ulusal Laboratuvarları'nda sentezlenmiştir. Pekala (1989) Berkeley'de bulunan Lawrence Livermore Ulusal Laboratuvarı'nda polikondenzasyon yöntemi ile yeni bir aerogel olan rezorsinol formaldehit bazlı aerojeli ($0.012 \text{ Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$ 'den düşük termal iletkenliğe sahip) sentezlemiştir [14].

3.1.1 Aerojelin geliştirilmesinde önemli adımlar

1980'li yılların başlarında parçacık fiziği alanında çalışan bilim insanları Cherenkov ışımalarının üretimi için aerogellerin uygun ortam sunduğunu fark etmişlerdir. Bu deneyler için gerekli olan yüklü miktarda aerogel TMOS yöntemi kullanılarak sentezlenerek iki adet dedektör yapılmıştır. Bu dedektörlerden ilki Almanya'da yer alan ve 1700 litre silika aerogel kullanılarak yapılan DESY'deki TASSO dedektörü, diğeri ise Cern'de bulunan ve 1000 litre aerogel kullanımı ile yapılan dedektördür.

Aerogel üretecek ilk pilot fabrika İsveç'te yer alan Lund grup tarafından kurulmuştur. Fakat 1984 yılında aerogel üreten 3000 litrelik otoklavda bir sızıntı olmuş ve konumlandığı oda metanol buharıyla dolup patlamıştır. Yeniden inşa edilen fabrika şuan özel bir şirket tarafından işletilmektedir.

1983 yılında Berkeley üniversitesinde bulunan bir çalışma grubu TMOS'a göre çok daha güvenli bir bileşik olan TEOS'un aerogel üretiminde kullanılabileceğini keşfetmiştir. Ayrıca gerçekleştirdikleri çalışmalara göre TMOS ve TEOS'tan üretilen aerogellerde kalite açısından bir farklılık olmadığı gözlenmiştir. Yine aynı çalışma grubu üretim esnasında jelin içinde alkol yerine CO₂ kullanılabileceğini bulmuştur. Bu üretimde

herhangi bir olumsuzluğa sebep olmazken; karbondioksitin kritik değere erişmesi (31°C ve 1050 psi) metanolün kritik değere (240°C ve 1600 psi) erişmesi ile kıyaslandığında çok daha güvenlidir.

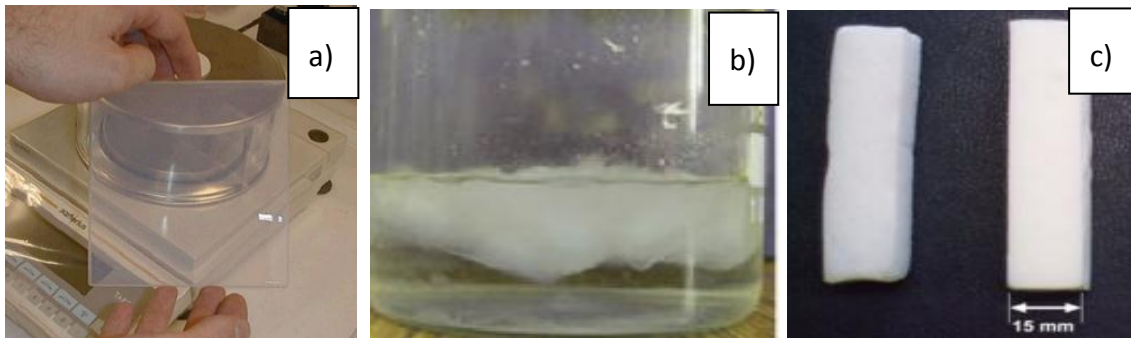
1980'lerin sonunda Larry Hrubesh ve ekibi 0.003 g/cm³ yoğunlukla bilinen en hafif katı malzeme olan aerojeli üretmeyi başarmışlardır. Aynı zamanda üretilen bu aerojelin yoğunluğu havanın yoğunluğunun yalnızca 3 katıdır. Üretimde olduğu kadar kullanım alanları ile de gelişme gösteren aerojellerin uzay araçlarında yüksek hızlı kozmik toz toplamak amacıyla kullanılması da devrim niteliğinde bir gelişmedir.

İlerleyen zamanlarda New Mexico Üniversitesi'nde bir grup araştırmacı aerojel üretimi için zorunlu olduğu düşünülen süper kritik kurutma aşamasını ortadan kaldırarak daha ılımlı yöntemlerle üretim maliyetini oldukça düşürmüşlerdir.

Tüm bu gelişmeler ışığında aerojellerle ilgili ilk sempozyum 1985 yılında Almanya'nın Würzburg şehrinde düzenlenirken organizasyonda 25 tane çalışma yer almıştır. Bir sonraki aerojel sempozyumu 1988 yılında Fransa'nın Montpellier şehrinde gerçekleştirilmiş ve bu sempozyumu 1991 senesinde Würzburg'da, 1994 senesinde Kaliforniya'da bulunan Berkeley'de, 1997 yılında Montpellier'de, 2000 senesinde New Mexico'da ve 2003 yılında Washington'da yapılan sempozyumlar takip etmiştir. Her yeni sempozyumda daha fazla katılım gözlenmiştir [15].

3.2 Aerojel Çeşitleri

Aerojellerin sınıflandırılması için farklı metotlar kullanılmaktadır. Görünümüne göre aerojeller monolit, toz ve film şeklinde sınıflandırılabilir. Şekil 3.1'de görünümüne göre aerojel sınıflandırmasının görseli verilmiştir [16].



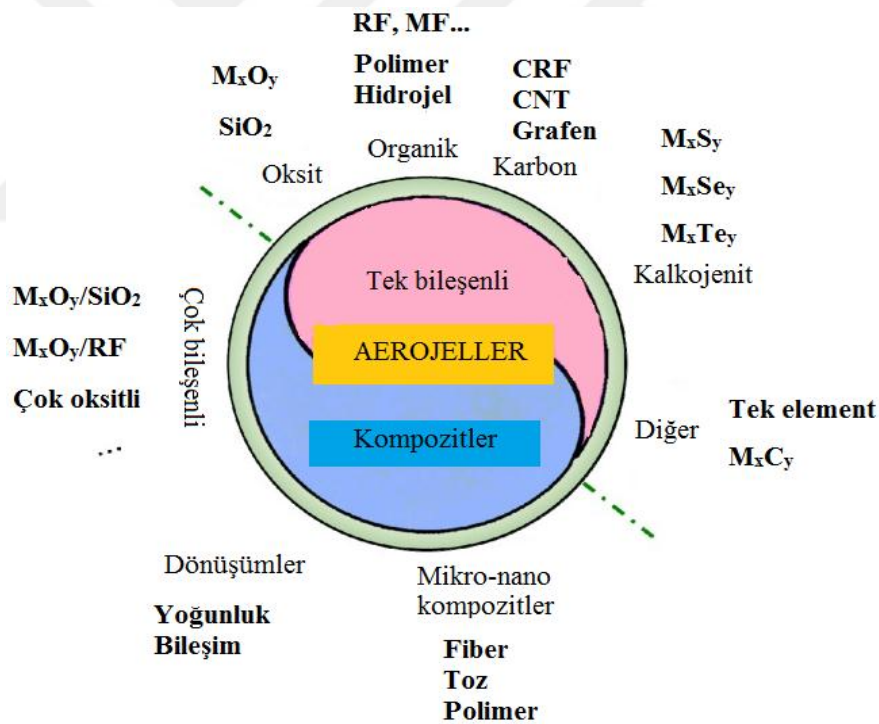
Şekil 3. 1 Aerojel görüntüleri a) Monolitik b) Toz c) Film [14]

Hazırlanış yöntemine göre aerojeller; aerjel, kserojel, kriyojel ve aerojelle ilişkili malzemeler olarak sınıflandırılmaktadır [13].

Mikro yapılarına göre aerojeller mikro gözenekli (<2 nm), mezo gözenekli (2~50 nm) ve karışık gözenekli aerojeller olarak sınıflandırılmaktadır.

Aerjellerin sınıflandırılmasında genel olarak en uygun bulunan yaklaşım malzemeyi bileşimine göre sınıflandırmaktır. Buna göre aerjeller tek bileşenli aerjeller ve aerjel kompozitler olarak ikiye ayrılmaktadır. Bileşimine göre aerjel çeşitlerinin sınıflandırıldığı görsel Şekil 3.2’de yer almaktadır.

Tek bileşenli aerjeller oksitten oluşan aerjeller (silis olmayan silika), organik aerjeller (reçine esaslı ve selüloz bazlı), karbon aerjeller (kömürleşmiş plastik ve grafen), bakır aerjel ve diğer tek elementli aerjellerdir. Aerjel kompozitler ise çok bileşenli aerjeller, değişken aerjeller ve mikro / nano aerjel kompozitlerdir [16].



Şekil 3. 2 Aerjellerin sınıflandırılması [16]

3.2.1 Organik aerjeller

Aerjeller çoğunlukla inorganik malzemeden üretilmekle birlikte organik malzemelerden üretilen organik aerjeller de mevcuttur. Organik aerjellerin üretimi genel olarak organik hammaddelerin çapraz kovalent bağlar yaparak kondenzasyonu

ile gerçekleştirilmektedir [17, 18]. Organik aerogellerin sentezi temel olarak üç basamakta gerçekleşir. Öncelikle sol-jel yöntemi ile polimerizasyon gerçekleştirilir, ardından solvent değişimi yapılır ve son olarak süperkritik kurutma ile üretim sonuçlanır. Organik aerogeller ilk olarak Kistler ve ilerleyen dönemde Pekala ve arkadaşları tarafından çalışılmıştır. Resorsinol-formaldehit (RF) ve melamin-formaldehit (MF) organik aerogel üretiminde kullanılan genel başlatıcılardır. Organik aerogellerin inorganik aerogellere göre temel avantajı daha az kırılkan olmasıdır [19].

Karbon aerogeller organik aerogellerin pirolizi ile elde edilen düşük yoğunluklu (0.1 g/cm^3), yüksek gözenekli (% 50'nin üzerinde) ve yüksek yüzey alanına sahip malzemelerdir [5].

3.2.2 İnorganik aerogeller

En yaygın olarak üretilen aerogeller sol-jel yöntemi ile metal alkoksitlerin polikondenzasyonundan üretilen inorganik aerogellerdir. İnorganik aerogeller silisyum oksit, alüminyum oksit, zirkonyum oksit, titanyum oksit ve tungsten oksit bazlı olabilir. İnorganik aerogellerin yoğunlukları (0.003 g/cm^3) oldukça düşüktür. Genellikle çok kırılkan yapıdadırlar [19]. İnorganik aerogeller içinde en çok bilineni silika aerogellerdir.

3.2.2.1 Silika aerogeller

Silika aerogeller yapısının %95'inden fazlası hava olduğu için düşük yoğunluklu maddelerdir. Düşük yoğunluk, hidrofobiklik, düşük ısı iletkenlik katsayısı ve optik özelliklerinden dolayı bilim ve teknoloji açısından oldukça ilgi gören bir malzemedir. Sol-jel yöntemi ile çeşitli kaynaklardan sentezlenirler. Gözeneklerinde bulunan sıvının kurutma teknikleri ile yapıdan uzaklaştırılıp, gözeneklerin hava ile dolu olması gerekir. Bunun için en çok kullanılan yöntem süperkritik yöntem olmakla birlikte günümüzde ortam koşullarında da üretim yapılabilmektedir [4].

Silika aerogeller $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ yüzey alanı, $18 \text{ cm}^3/\text{g}$ gözenek hacmi ve 0.05 g/cm^3 yoğunluğu olan malzemelerdir. Silika aerogeller hidrofobik olabileceği gibi hidrofilik de olabilir. Ayrıca saydam veya opak olmaları da mümkündür.

Silika aerojellerin hazırlanmasında sol-jel prosesi silika kaynağının su ve alkol ile karıştırılıp koloidal taneciklerin oluşturulması ile başlar. Bu koloidal tanecikler çapraz bağlı yapıya sahiptir ve "sol" olarak bilinir. Daha sonra bu yapı gözenekleri sıvı ile dolu, mikrometreden uzun boyutta ve birbirine bağlanmış jeli oluşturur. Bu jel üç boyutlu gözenekleri sıvı ile dolu olan silikon oksit yapısıdır. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarının oranı asit veya baz katalizörü ilavesi ile artırılabilir [21].

3.3 Aerojellerin Özellikleri

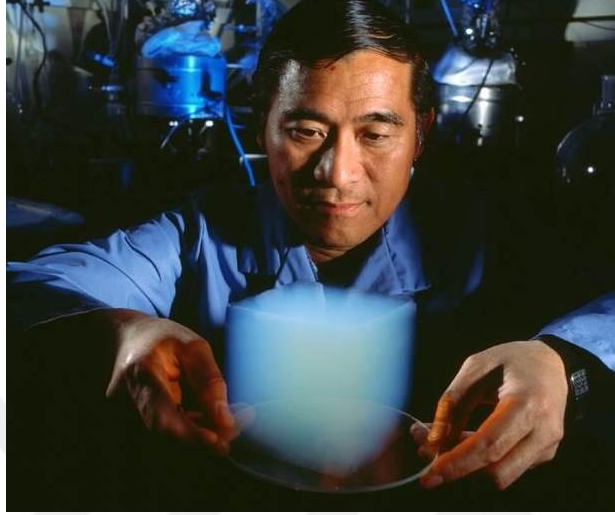
Aerojeller katı ve gözenek kısmı olmak üzere iki ayrı fazı yapısında bulundurlar. Her iki faz da ayrı faz fraksiyonu, karakteristik uzama ve bağlantı gösterirler. Bu iki fazın yapıdaki dağılımı malzemenin özellikleri etkileyen temel nedendir. Aerojellerin kullanım alanları da özelliklerine bağlı olarak şekillenmektedir. Örneğin malzemenin saydam ya da opak, gevrek ya da sünek oluşu, kolay deforme olup olmaması, organik ya da inorganik yapıda olması hangi amaçla kullanılacağını belirlemektedir. Çizelge 3.1'de aerojellerin genel özellikleri verilmektedir [14].

Çizelge 3. 1 Silika aerojellerin özellikleri [22]

| Özellik | Değeri |
|--------------------------------|--------------------------------|
| Yoğunluk | 0.003 – 0.35 g/cm ³ |
| Yüzey alanı | 600 - 1000 m ² /g |
| Gözeneklilik | %80 – 99.8 |
| İçindeki katı miktarının oranı | % 0.13 – 15 |
| Primer parçacık çapı | 2 - 5 nm |
| Ortalama gözenek çapı | ~20 nm |
| Kırılma indeksi | 1.0 – 1.08 |
| Isıl genişleme katsayısı | 2.0 – 4.0 × 10 ⁻⁶ |
| Isıl iletkenlik | 0.017 – 0.021 W/m.K |
| Dielektrik sabiti | ~1.1 |
| Aerojelde sesin hızı | 100 m/s |

3.3.1 Yoğunluk

Aerojelin yapısının %80 ila %99.8'i gözeneklerden oluşmaktadır. Bu nedenle yoğunluğu oldukça düşüktür. Aerojeller literatürde bilinen en hafif katı malzeme olarak yerini almıştır. Şekil 3.3'de monolit aerojel görüntüsü yer almaktadır [23].



Şekil 3. 3 Kaliforniya Teknoloji Enstitüsünden Peter Tsau'nun aerojel numunesi ile görüntüsü [24]

Aerojellerin karakterizasyonunda katı yoğunluğu ve iskelet yoğunluğu olmak üzere iki farklı terim kullanılır. Katı yoğunluğu (ρ_b) aerojel kütlelerinin aerojel hacmine oranıdır. Aerojellerin dokusu çok ince katı parçacıklardan oluşmaktadır. Bu parçacıkların iskelet yoğunluğunun katı yoğunluğuna oldukça yakın olması beklenir. Bu değer helyum piknometresi kullanılarak elde edilmektedir. Hacimce büzülme, gözenek hacmi ve gözeneklilik aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır.

$$\% \text{Hacimce büzülme} = (1 - (V_a / V_g)) \times 100 \quad (3.1)$$

$$\text{Gözenek hacmi (cm}^3/\text{g)} = (1/\rho_b) - (1/\rho_s) \quad (3.2)$$

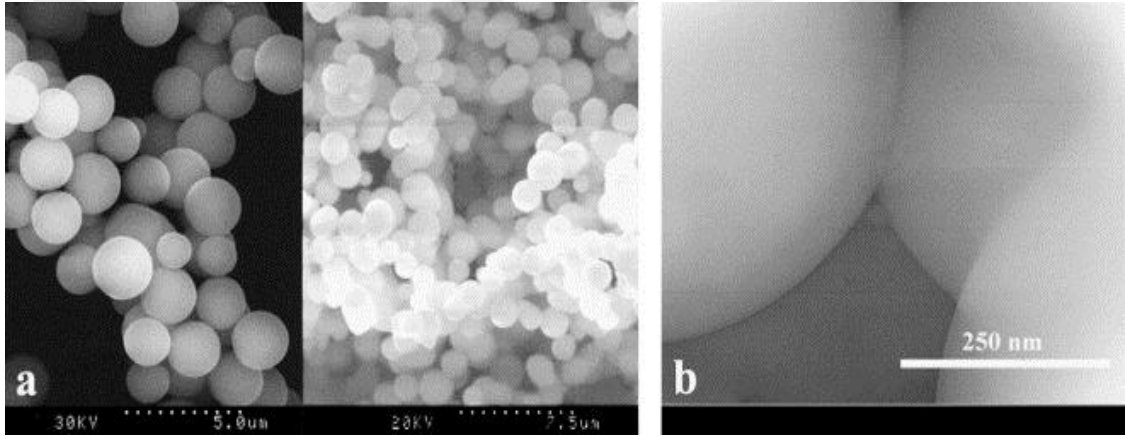
$$\text{Gözeneklilik} = (1 - (\rho_b / \rho_s)) \times 100 \quad (3.3)$$

V_a ve V_g sırasıyla aerojel ve alkojel hacmi, s iskelet ve b katı yoğunluğunu göstermektedir [22].

3.3.2 Gözenek yapısı

Silika aerogeller mikro, mezo veya makro gözeneklere sahip olabilirler. Fakat bu malzemelerin büyük bir kısmı mezogözenekli yapıdadır. Gözenek boyutlarının yaklaşık değeri 5-100 nm aralığında, ortalama gözenek yarıçapı 20-40 nm ve BET yüzey alanları ise 600-1000 m²/g aralığındadır. Şekil 3.4'de silika aerogelin gözenek karakteristiğine dair SEM ve TEM görüntüleri verilmiştir.

Civa intrüzyon (MIP), termoporometre (TPM) ve nitrojen adsorpsiyon/ desorpsiyon (NAD) gibi bilinen metotlar kullanılarak gözeneklilik karakterizasyonu yapılır. Bu teknikler aerogel ağları üzerindeki geniş hacimsel basınç elemanları gözenek boyutu ve hacminin doğru olmayan değerlerine yol açan kılcal basınçların uygulamalarına bağlıdır.



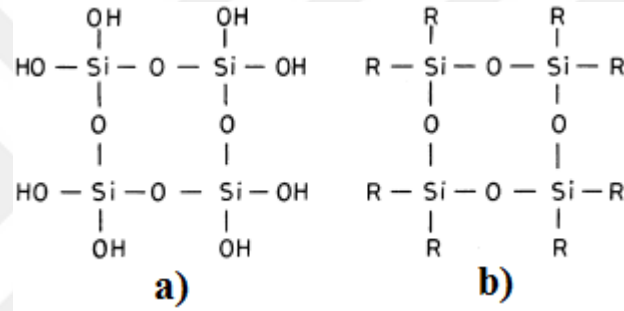
Şekil 3. 4 Silika aerogellerin gözenek karakteristikleri; a) SEM görüntüsü b) TEM görüntüsü [22]

Tüm aerogel çeşitlerinde olduğu gibi silika aerogellerde de gözenekliliği belirlemek için nitrojen adsorpsiyon / desorpsiyon yöntemi veya BET (Brunauer, Emmett ve Teller teorisi) en yaygın şekilde kullanılan metotlardandır. Bu yöntemlerle malzemenin bünyesinde adsorpladığı gaz miktarı ölçülmekte ve morfolojik özelliklerin belirlenmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve geçişli elektron mikroskobu (TEM) kullanılmaktadır [22].

3.3.3 Hidrofobisite

Polar gruba sahip olan moleküller su ile hidrojen bağı oluşturarak suyun içerisinde çözünürler. Bu tür moleküllere hidrofilik moleküller denirken apolar moleküller su içerisinde çözünmezler ve hidrofobik olarak isimlendirilirler.

Silika aerogeller sentezlenme koşullarına bağlı olarak hidrofobik veya hidrofilik özellik gösterebilirler. Aerogel yapısında bulunan polar silanol grupları Si-OH yapısının yani aerogeldeki hidrofilikliğin sebebidir. Hidrofobik aerogeller yüzey OH grupları ile çözücünün reaksiyona girmesi sonucunda metoksi grubu (-OCH₃)X oluşturarak oluşmaktadır. Şekil 3.5'te hidrofilik ve hidrofobik aerogellerin kimyasal yapılarının gösterimi yer almaktadır.

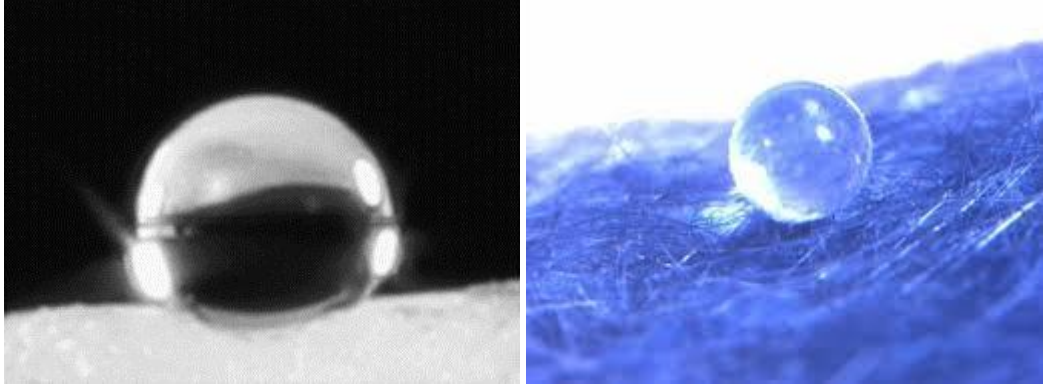


Şekil 3. 5 Aerogellerin kimyasal yapıları a)Hidrofilik, b)Hidrofobik [25]

Aerogel üretiminde hidrofobluk iki şekilde sağlanabilir. Bu yöntemlerden ilki sol-jel aşamasında karışıma hidrofoblaştırıcı ajanların eklenmesidir. İkinci yaklaşımda ise aerogelin hidrofoblaştırılması için kurutma işleminden sonra modifikasyon yapılarak hidrofoblaştırma sağlanmaktadır. Aerogellerin hidrofobisitesi temas açısı ölçümü ile test edilmektedir. Silika aerogel üzerindeki su damlası görüntüleri Şekil 3.6'da görülmektedir. Aerogel yerleştirilmiş düz yüzeye su damlatılarak temas açısı ölçülür ve bu ölçümde aşağıdaki eşitlik kullanılmaktadır.

$$\theta = \tan^{-1} (2h/w) \quad (3.4)$$

h yüksekliği ve w ise aerogel yüzeyine temas eden su damlasının genişliği simgelemektedir.



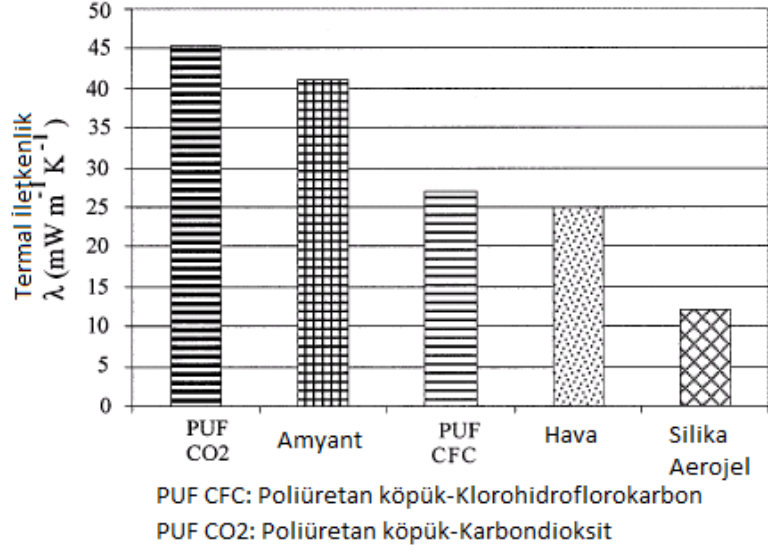
Şekil 3. 6 Silika aerogel üzerindeki su damlasının görüntüsü [26]

Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) aerojellerin kimyasal bağlanma durumunu incelemek için kullanılmaktadır. Hidrofob özelliğin muhafaza edilmesi sadece belirli sıcaklıklara kadar mümkün olabilmektedir. Bu nedenle aerojellerin termal stabilitesi diferansiyel termal analizler (TGA-DTA) yapılarak tespit edilmektedir [22].

3.3.4 Termal iletkenlik

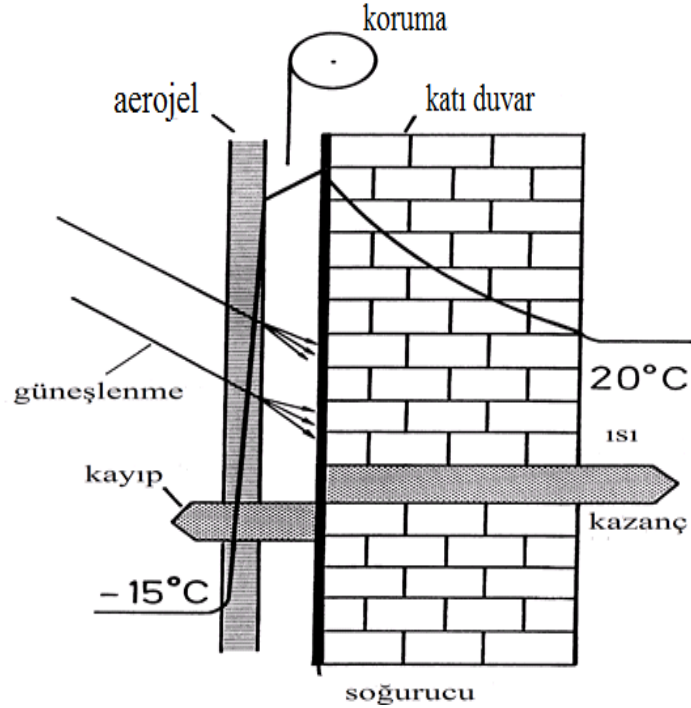
Silika bazlı aerojellerin temel özelliklerinden biri de çok düşük termal iletkenlik katsayısına sahip olmasıdır. Aerojellerin termal iletkenlik katsayısı aynı koşullar altında havanın ve yalıtım amaçlı kullanılan pek çok malzemenin termal iletkenlik katsayısından daha düşüktür. Ayrıca silika aerojellerin amorf olması da yangın dayanımı açısından avantajlarından biridir.

Şekil 3.7’de silika aerojellerin diğer yalıtım malzemelerine kıyasla 10 mm’lik tabaka halindeki numunelerde termal iletkenlik değerleri verilmiştir. Çizelgeye bakılarak en düşük termal iletkenlik sayısına sahip malzemenin aerogel olduğu ve yalıtım amaçlı olarak kullanılan diğer malzemelere göre çok daha kullanıma elverişli olduğu görülmektedir.



Şekil 3. 7 Silika arojellerin diğer izolasyon materyallerine kıyasla 10 mm'lik tabakada termal iletkenliği [13]

Şekil 3.8'de görülen trombe duvar dizaynı güneş enerjisinin pasif kullanımına izin vermektedir. Geleneksel ev duvarları arojel cam sistemleriyle kaplanabilmektedir. Doğru ya da dağınık olan güneş ışınımı arojel kaplamaya nüfuz eder ve ev duvarlarını ısıtır. Aerojel sistemin termal izolasyonu ev duvarlarından daha iyi olduğu için ısının çoğu evin içine transfer edilir. Aşırı ısınma ise örtü tarafından engellenir [27].



Şekil 3. 8 Trombe duvar dizaynı [27]

3.3.5 Dielektrik sabit

Aerogeller ultra düşük dielektrik sabitine sahip malzemelerdir. Literatüre 0.1 g/cm^3 yoğunluğundaki aerogelin dielektrik sabiti k 'nın 1-2 aralığında olduğu bilgisi yer almaktadır. Aerogellerin hidrofoblaştırma işleminden sonra daha düşük dielektrik sabitine sahip olduğu görülmüştür. Yani hidrofobisite arttıkça dielektrik sabiti azalır [22].

Aerogellerin mikro yapısı ve gözenekliliği, dielektrik ve elektronik özelliklerinin temelini oluşturmaktadır. Aerogelin dielektrik özellikleri gözeneklerinde bulunan gazın hacim fraksiyonundan ve adsorplanan molekülün iç yüzeyi doldurmasından etkilenmektedir. Dielektrik katsayısındaki değişimler ölçülerek aerogel yoğunluğu ile dielektrik katsayısı arasında lineer bir değişim olduğu saptanmıştır [28].

3.3.6 Optik

Silika aerogelleri optik açıdan en iyi tanımlayan ifade şeffaf olmalarıdır. Cam ile aynı hammaddeler kullanılarak yapılan silika aerogeller arkasında belirli bir mesafede bulunan malzemelerin görülmesini engellemezler. Malzeme koyu bir arka planın önüne yerleştirildiğinde ışığın hafif kırmızımsı bir görünüm alması ve malzemede mavimsi bir pus gözlemlenmesi Rayleigh saçılmasının bir sonucudur [29]. Malzemelerin görünür bölgedeki ışık geçirgenliği Rayleigh saçılmasına bağlıdır. Aerogellerin şeffaf ve ya opak olması üretim parametreleri değiştirilerek sağlanabilen bir özelliktir [30].

Ayrıca silika aerogeller kızılötesi spektrumda yüksek geçirgenliğe sahiptir. Bu geçirgenlik, özellikle yüksek sıcaklıkta, tüm aerogellerde termal iletkenliği artırır. Eğer geçirgenlik istenmiyorsa, görülebilir aralıktaki doğrudan-yanıküresel yayılma izopropanol veya diğer opaklaştırıcıların aerogele eklenmesiyle %50'ye kadar azaltılabilmektedir [31].

3.4 Aerogellerin Kullanım Alanları

Aerogeller termal iletkenlik, düşük yoğunluk, yüksek gözeneklilik, optik, mekanik ve elektriksel özellikleri nedeni ile pek çok uygulama alanında kullanım şansı bulmuşlardır. Aerogellerin kullanıldığı uygulama alanları Çizelge 3.2'de verildiği gibi özetlenebilir [4].

Çizelge 3. 2 Aerojellerin kullanım alanları

| Özellik | İçerik | Uygulama |
|--------------------------|--------------------------------|------------------------------|
| Termal iletkenlik | En iyi yalıtım malzemesi | Yapı ve cihaz izolasyonu |
| | Şeffaf | Depolama ortamı |
| | Yüksek sıcaklık dayanımı | Otomobil ve uzay araçları |
| | Hafiflik | Güneş ekipmanları |
| Yoğunluk ve gözeneklilik | En hafif sentetik katı malzeme | Katalizör |
| | Yüksek gözeneklilik | Sensör |
| | Çoklu bileşim | Yakıt depolama |
| | | İyon değişimi |
| | | Kirlenici gaz ayırma |
| | | Pigment taşıyıcı |
| | | Şablon |
| Optik | Şeffaf | Hafif optik malzemeler |
| | Düşük refraktif indeks | Çerenkov dedektörü |
| | Çoklu bileşim | Hafif optik dalga kılavuzu |
| Akustik | Düşük ses iletimi | Ses geçirmeyen odalar |
| | | Ultrasonik mesafe sensörleri |
| Mekanik | Elastik | Enerji adsorplama |
| | Hafiflik | Hiper hızlı parçacık tuzağı |
| Elektrik | En düşük dielektrik sabiti | Kapasitör |
| | Yüksek elektrik dayanımı | Vakum elektrot |
| | Yüksek gözeneklilik | |

3.4.1 Yapı sektöründe kullanımı

Isı, birbiri arasında sıcaklık farkı bulunan ortamlarda sıcaklığın yüksek olduğu taraftan düşük olduğu tarafa doğru geçme eğilimindedir. Bu geçişin minimum seviyeye indirilmesi mekanlar arasındaki malzemenin ısı iletkenlik özelliklerine bağlıdır. Termal yalıtım bu anlamda ısı geçişini azaltan bir dirençtir. Isı kaybının azaltılması, yoğuşmanın azaltılarak küflenmenin önlenmesi, sıcaklık nedeni ile yapılarda oluşan çatlakların önlenmesi, yakıt tasarrufu, yakıt tasarrufu nedeni ile hava kirliliğinin azalması ısı yalıtımının avantajları arasındadır [32].

Yapılarda ısı yalıtımı döşemelerde, duvarlarda, çatı-teraslarda, dış cephe ve pencerelerde olmak üzere çeşitli amaçlarla yapılmaktadır. Ülkemizde yalıtım amacıyla cam yünü, plastik köpük (polistiren, poliüretan), mantar, perlit, sentetik elyaf, preslenmiş kamış levhalar, gaz beton, briket ve bims tuğla vb. malzemeler kullanılmaktadır [33].

Silika aerojeller yapı sektöründe özellikle geleneksel yalıtıma alternatif olarak yenilikçi bir yalıtım uygulaması amacıyla kullanılmaktadır [34]. Düşük üretim hacmi ve yüksek üretim maliyetleri sebebi ile aerojeller geleneksel yalıtım malzemelerine göre daha pahalıdır [35].

Yapı sektörü gibi maliyetin düşük olmasının tercih sebebi olduğu sektörlerde aerojel kullanımının arttırılması için aerojel üretim maliyetinin düşürülmesi amacıyla çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalarda hem aerojel maliyetinin düşürülmesi hem de daha az maliyetle daha iyi yalıtım sağlayabilecek malzemelerin üretilmesi hedeflenmiştir.

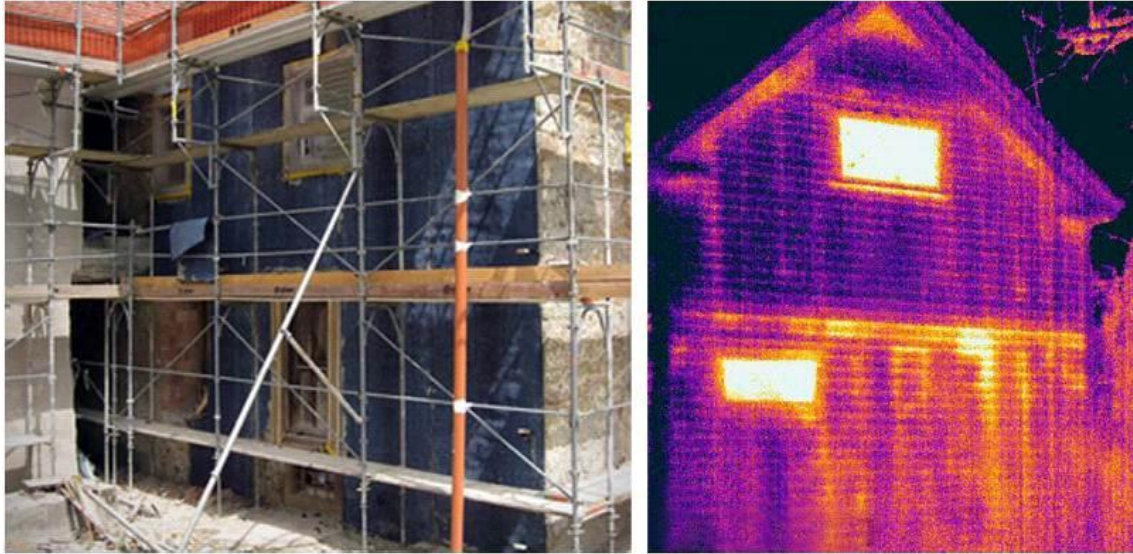
Yapı sektöründe termal yalıtım amaçlı olarak kullanılan aerojeller, temel olarak yüksek termal performans sağlayan silika aerojeller ve granül yapıdaki aerojel tabanlı şeffaf yalıtım malzemeleri olarak iki sınıfa ayrılmaktadır. Kullanılacak olan malzeme çeşidi uygulama alanını göre belirlenebilmekte, gün ışığından faydalanılmak istendiği yerlerde şeffaf aerojeller cam uygulamalarında kullanılmaktadır [34].

3.4.1.1 Opak aerojel izolasyon malzemeleri

Aerojeller diğer yalıtım malzemelerine kıyasla çok daha üstün özelliklere sahiptir. Kloroflorokarbon ve hidrokloroflorokarbon içermemesi, inorganik aerojellerin yanıcı

olmaması ve ısı direnci yüksek olduğu için uygulamada daha az hacim gerektirmesi başlıca avantajlarıdır [36].

Beatens ve arkadaşlarının gerçekleştirmiş olduğu çalışmaya ait görüntü Şekil 3.9'da verilmektedir. Çalışmada üst katı aerojel ürün ile kaplanmış ve alt katı kaplanmamış olan evin infrared termografi ile görüntülenmiş hali gösterilmiştir. Şekile bakılarak evin alt ve üst katlarındaki ısı kaybı farkı çok net bir şekilde görülmektedir [34].



Şekil 3. 9 Üst katı aerojel ürün ile kaplanmış, alt katı ise herhangi bir uygulama yapılmamış bir ev [34]

Son dönemlerde aerojellerin bilinen en düşük ısı iletkenlik sayısına sahip malzeme ($0.015 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) olması sebebiyle sıva ve beton harçlarında ısı yalıtımı özelliği sağlaması amacıyla kullanıldığı çalışmalar yapılmıştır. Gao ve arkadaşları gerçekleştirmiş oldukları çalışmada beton harcına silika aerojel parçaları katarak hem betonun daha hafif olmasını hem de termal iletkenlik katsayısının düşürülmesini amaçlamışlardır [37]. Buratti ve arkadaşları ise çalışmalarında geleneksel kireç bazlı sıvaya değişik oranlarda aerojel ekleyerek termal ve akustik iletkenlik üzerindeki etkilerini incelemişlerdir (Şekil 3.10) [38].



Şekil 3. 10 Sivanın üç orijinal bileşenini (tanecikli aerojel, kalsiyum hidroksit ve su) ve karışımın farklı adımlarını göstermektedir. (a) orijinal bileşenler; (b) karıştırma aşaması; (c) sıvanın son bileşimi [38]

3.4.1.2 Yarısaydam ve saydam izolasyon aerojel malzemeleri

Aerojeller cam gibi yüksek ışık ve güneş geçirgenliği olan ve normalden farklı olarak çok iyi ısı yalıtım özelliği sağlayan malzemelerdir. Şeffaf cam ya da duvar olarak kullanıldığında ısı yalıtımı sağlar. Özellikle güneş kolektörleri ve ofis binalarında kullanımı mevcuttur.

1983 yılında Rubin ve Lampert'in iki saydam panel arasına aerojel yerleştirerek kullandığı yalıtım malzemesi ile ilgili çalışmaları mevcut olmasına rağmen 2005 yılına kadar seri imalatta monolit aerojel üretimi mümkün olmamıştır [39, 40].

Aerojel, saydam veya yarısaydam bir izolasyon malzemesi olarak düşük termal iletkenlik, yüksek gün ışığı ve güneş enerjisi geçirgenliğine sahip olması dolayısıyla son 10 yıldır toz ve monolit aerojel bazlı, ileri derecede izole edilmiş pencerelerin ve yalıtım panellerinin geliştirilmesi üzerine çalışmalar gerçekleştirilmektedir.

Bayern Zae tarafından tanecikli aerojel bazlı pencere geliştirilmiş ve iki tip toz aerojel kullanılmıştır. Biri 10 mm'lik paketlenen tabakada $0.53 \text{ W/m}^2\text{K}$ geçirgenliğe sahip yarısaydam küreler ve $0.88 \text{ W/m}^2\text{K}$ geçirgenliğe sahip taneciklerdir. Bu tanecikli aerojel, pencere camı ve iki boşluk arasında, 16 mm genişliğinde polimetilmetakrilat çift zar örtü içinde dağılır. Şekil 3.11'de çalışmanın görseli yer almaktadır [40].



Şekil 3. 11 Günüşü için yüksek termal izolasyon performansı gösteren iki adet yarı saydam aerjel izolasyon örnekleri [41]

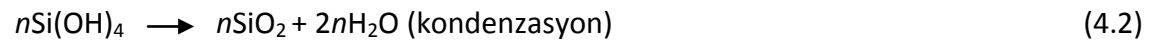
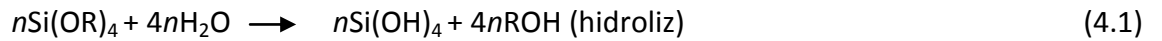
SOL-JEL YÖNTEMİ

Sol-jel, ilk kez 1853'de Faraday tarafından çalışıldığı bilinen üretim yöntemidir. Sol kolloidal katı taneciklerin kararlı süspansiyonlarına verilen isimken, jel ise üç boyutlu gözenekli birbirine bağlanmış haldeki katı oluşumların bir sıvı içine dağılmış halidir. Jelin hacmi içinde bulunduğu kap ile sınırlandırılmıştır [42].

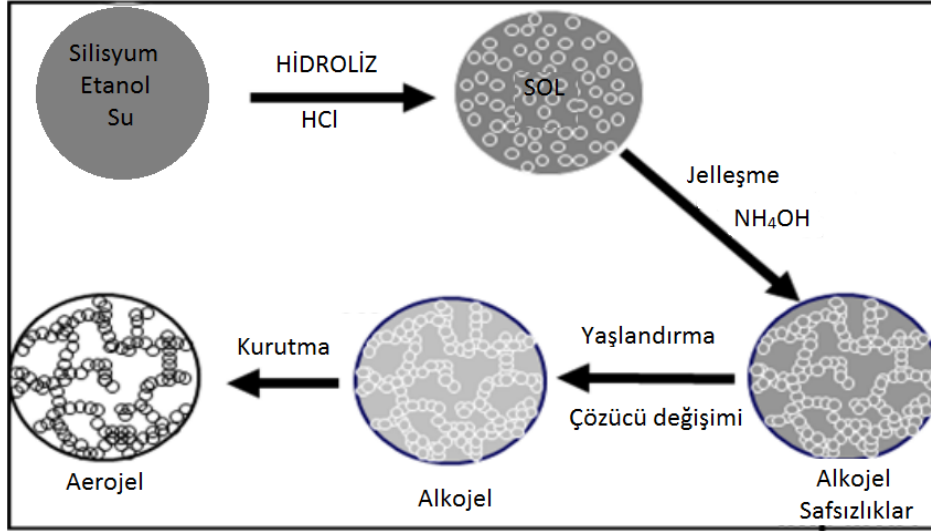
Sol-jel yöntemi inorganik polimerizasyon reaksiyonlarına dayanmaktadır. Metal veya ametal olmayan alkoksitlerin öncülleri su ile reaksiyona girmektedir. Hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarını katalize etmek için sisteme bir asit veya baz ilave edilebilmektedir. Sonra jelleşmenin meydana geldiği ortamdan çözücü kurutulularak uzaklaştırılmaktadır. Çözücünün uzaklaştırılması işleminden sonra, genellikle yüksek sıcaklıkta ısıtım uygulanmaktadır. Metal öncüsünü parçalayıp metal veya metal oksit nanopartikülleri oluştururlar [21].

4.1 Meydana Gelen Reaksiyonlar

Aerojel sentezinde gerçekleşen klasik sol-jel reaksiyonları olan hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları aşağıda verilmektedir.



Tipik tek basamaklı üretimde silisyum kaynağı, su, alkol ve katalizör karıştırıldığında hidroliz reaksiyonu başlamaktadır. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları eş zamanlı olarak ilerler. Kondenzasyon reaksiyonları ile silanol gruplarından siloksan bağları oluşmaktadır. Şekil 4.1'de aerojel oluşumu şematik olarak gösterilmektedir [22, 43].



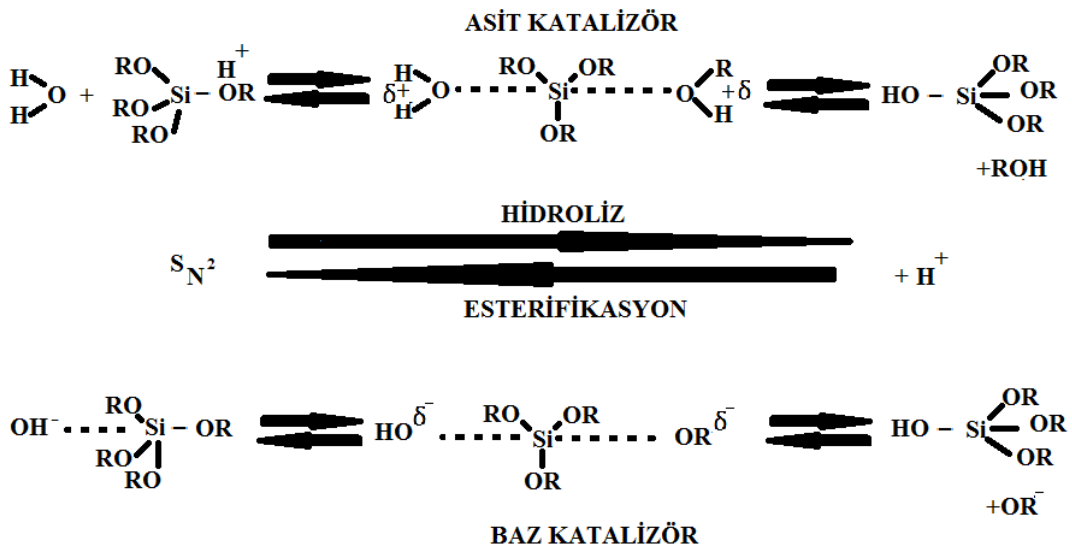
Şekil 4. 1 Aerojel oluşumunun şematik gösterimi [21]

4.2 Yöntem Basamakları

Sol-jel yöntemi sırasıyla hidroliz, kondenzasyon, jelleşme, yaşlandırma ve kurutma olmak üzere beş basamakta gerçekleşmektedir.

4.2.1 Hidroliz

Hidrolizin ilk basamağında asit ya da baz katalizörü kullanılması mümkündür. Hangi pH koşulunda hidrolizin daha iyi olacağı malzemenin izoelektrik noktası ile bağlantılıdır. İzoelektrik noktada jelleşme zamanı en uzundur. Şekil 4.2'de silisyumun asit ve baz katalizörlüğünde gerçekleşen hidroliz reaksiyon mekanizması görülmektedir [44].

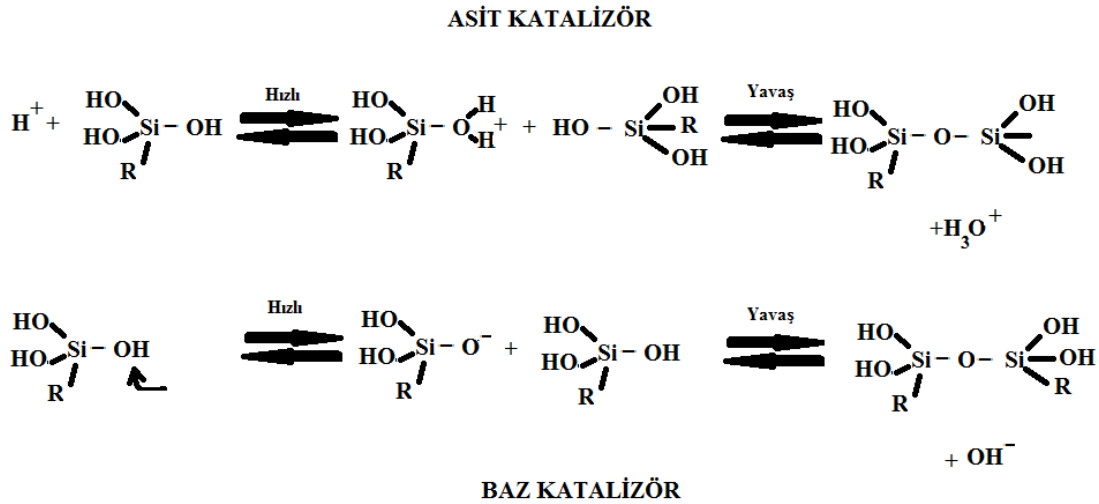


Şekil 4. 2 Silisyumun asit ve baz katalizörlüğündeki hidroliz mekanizması [44]

Alkoksil grupları hidroksil gruplarına göre daha fazla elektron verme eğilimindedirler. Bu nedenle asit katalizörlüğündeki reaksiyonların pozitif yüklü iyon geçişi daha fazla alkoksil grubunun hidroksil grubu ile yer değiştirmesi ve reaksiyon oranının düşmesi ile daha kararsız bir hal alması anlamına gelmektedir. Bu durumun tam tersi olarak da baz katalizörlüğündeki reaksiyonların negatif yüklü iyon geçişleri için daha fazla OH grubunun daha hızlı reaksiyon ve geçiş fazında daha kararlı yapı anlamına gelmektedir [44].

4.2.2 Kondenzasyon

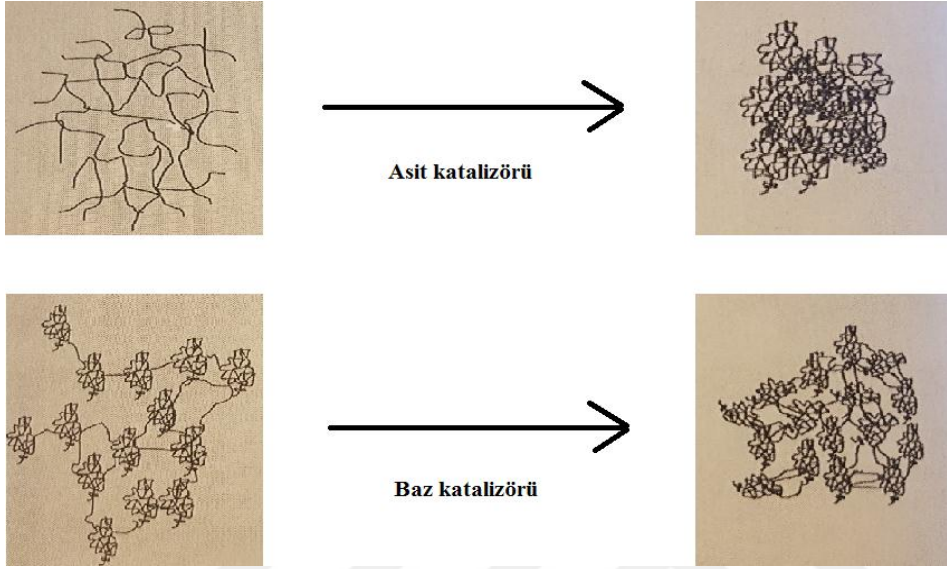
Kondenzasyon reaksiyonları alkol veya su ortamında gerçekleşebilmektedir. Tersinir reaksiyonlar sırasıyla hidroliz ve alkoliz olarak adlandırılmaktadır. Başlangıçtaki hidroliz reaksiyonuna bağlı olarak kondenzasyon basamağı da asidik ya da bazik olabilmektedir. Her iki durum için de proton ve ya hidroksil grup varlığında reaksiyon hızlı ilerlemektedir. Bunu ortamda bulunan nötr silikon ile gerçekleşen yavaş reaksiyon takip etmektedir. Şekil 4.3'de silisyumun asit ve baz katalizörlüğünde gerçekleşen kondenzasyon reaksiyon mekanizması görülmektedir.



Şekil 4. 3 Silisyumun asit ve baz katalizörlüğündeki kondenzasyon mekanizması [44]

Asit katalizörlüğünde gerçekleşen hidroliz reaksiyonlarında hidrolizin ilk basamağı ve bu ürün için gerçekleşen kondenzasyon reaksiyonu hızlı gerçekleşmektedir. Dolayısı ile açık ağ yapıları hidroliz ve bağlı kondenzasyon reaksiyonları ile ilerlemektedir. Bunun aksine baz katalizörlüğünde gerçekleşen reaksiyonlar negatif yüklü geçişler ile daha

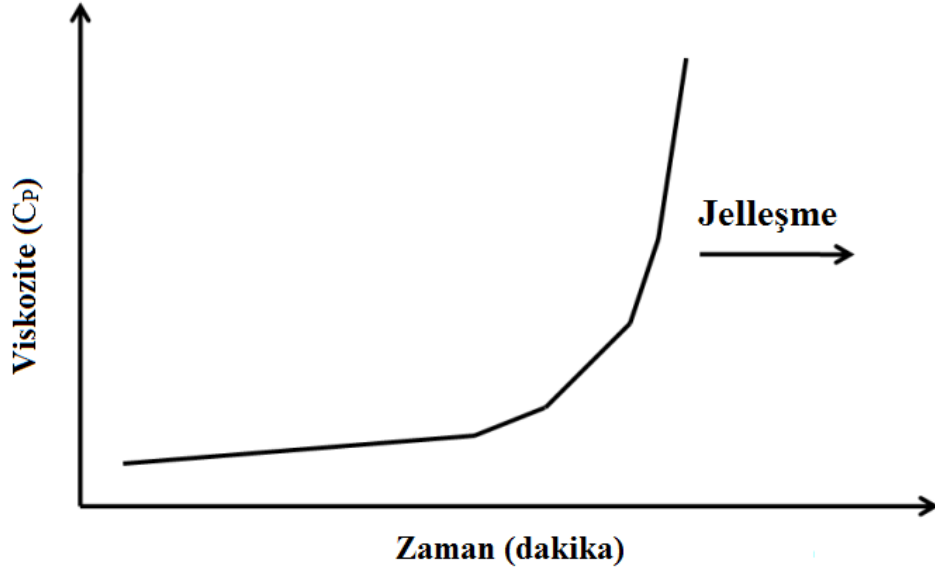
kararlı bir yapı oluşturarak daha fazla hidroksil grubu alkoksil grubu ile yer değiştirmektedir. Baz katalizörlüğünde gerçekleşen reaksiyonlarda çapraz bağlı geniş sol elde edilmektedir. Bu durum da birbirine bağlanan malzemelerin daha geniş gözeneklere sahip olmasını sağlamaktadır. Asit ve baz katalizörleri eşliğinde gerçekleşen reaksiyonlar sonucu oluşan jel yapısı Şekil 4.4’de verilmektedir [44].



Şekil 4. 4 Asit ve baz katalizörleri eşliğinde gerçekleşen reaksiyonlar sonucu oluşan jellerin şematik görünümü [44]

4.2.3 Jelleşme

Jelleşme silika partiküllerinin hidroliz ve kondenzasyonu sonrasında dev yığın kümeleri oluşturarak bulunduğu kabın çeperlerine ulaşması ile meydana gelmektedir. Bu noktada, karışım yüksek bir viskoziteye sahip olmasına rağmen, kap devrildiğinde dökülmez, birçok sol parçacık halen bulunur, sıkışır ve yayılan kümelenmeye karışır. Jelleşme noktasında ekzotermik ya da endotermik herhangi bir değişim ya da kimyasal reaksiyon gerçekleşmez sadece ani bir viskozite artışı söz konusudur. Büyüyen polimer parçacıklarının çevresindeki büyüyen zincirlerin yoğunluğunun parçacık büyüdükçe artacağını öngörür [44]. Jelleşme noktasında çözelti akışkan özelliklerini kaybeder. Buna rağmen jelleşmenin ölçülmesi oldukça zordur. Jelleşmenin tespit edilmesi için kullanılan en kesin yöntem çözeltinin viskozitesinin zamana karşı ölçümüdür. Şekil 4.5’te zamana karşı viskozite ölçümünü gösteren grafik verilmiştir.



Şekil 4. 5 Zamana karşı viskozite grafiği [45]

Verilen şekile göre viskozitede ani bir artış olduğu ve zamanla maksimum değerine ulaştığı gözlemlenmektedir [45].

4.2.4 Yaşlandırma

Jelleşme malzemenin oluşmasında çok önemlidir. Fakat yaşlandırma jelleşmeden sonra devam eden fiziksel ve kimyasal değişimler sebebiyle yapının oluşmasında daha büyük bir öneme sahiptir. Jelleşme bazı durumlarda oda sıcaklığında aylarca sürebilmektedir. Jelleşme pH, sıcaklık ve jel kompozisyonuna bağlıdır. Bu işlemin net etkisi, numunenin sertleştirilmesi ve büzülmesidir. Büzülme, yüzey hidroksi ve alkoksi grupları arasında yalnızca zayıf bir etkileşimin bulunduğu yeni bağlar oluştuğu için meydana gelmektedir. Bu büzülme, jelin gözeneklerinden sıvı çıkarmasına yol açar, böylece kapalı kaplardaki jel numuneleri, homojen jellerden sıvıya dalmış şeffaf parçalanmış katı monolitlerin görünümünde kademeli olarak değişir. Bu proses sinerez yani sıvı bırakımı olarak bilinmektedir [44].

4.2.5 Kurutma

Kurutma işlemi jelin iskeletinin korunması ve büzülmenin en aza inmesi sağlanarak çözücünün jelden uzaklaştırılması işlemidir. Aerojellerin kurutulmasında çeşitli kurutma tipleri kullanılabilir [5].

Bunlar ortam basıncında kurutma, süper kritik kurutma ve dondurarak kurutma işlemleridir [46-48].

Ortam şartlarında kurutma: Bu kurutma işleminde, ortam şartları basıncının üzerine herhangi bir basınçlandırma işlemi yapılmadan gerçekleştirilir [49].

Süper kritik kurutma: Gazların kritik sıcaklık ve basınçlarının üzerinde ısıtılması ile süperkritik akışkanlar oluşur. Süper kritik sıcaklık (T_c) malzemenin o sıcaklığın üzerine ne kadar basınç uygulanırsa uygulansın sıvı hale geçemeyeceği maksimum sıcaklıktır [50].

Süper kritik kurutma işleminde ayırma kritik sıcaklık ve basıncın üzerinde bulunan bir akışkanla gerçekleştirilir. Süper kritik koşullardaki akışkanın özellikleri kolaylıkla ayarlanabilmektedir ve bu durum kurutma ve ayırma işlemlerinde kolaylık sağlamaktadır.

Süper kritik kurutma işlemi özellikle gıda, kozmetik, kimya ve biyokimya endüstrilerinde gerçekleştirilen çalışmalarda kullanılmaktadır [51].

Dondurarak kurutma: Tek yönlü dondurarak kurutma yöntemi, çeşitli gözenekli maddelerin hazırlanması için kullanılmaktadır. Organik ve inorganik maddeler ile Al_2O_3 , SiO_2 ve TiO_2 dondurarak kurutma işlemi kullanılarak çalışılan, literatürde en çok yer alan malzemelerdir [52]. Dondurularak kurutma işleminde hızlıca dondurulan çözücü yüksek vakum altında bekletilerek kurutulmaktadır. Böylece kurutma işlemi tamamlanmış ve çözücü ortamdan ayrılmış olur. Bu işlemde farklı özelliklerdeki dondurucular kullanılmaktadır [50].

4.3 Avantaj ve Dezavantajları

Sol-jel yönteminin çeşitli avantaj ve dezavantajları mevcuttur. Sol-jel yönteminin avantajları;

- Nispeten düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilir.
- Çok küçük tane boyutuna sahip tozlar oluşturulabilir.
- Katı hal yöntemi ile üretilmesi mümkün olmayan kompozisyonlar oluşturulabilir.

- Gözeneklilik ve tane boyutu dahil olmak üzere yapı kontrol edilebilir.
- Herhangi bir oksit yapının oluşumuna, bazı oksit içermeyen yapıların ve kompozitlerin oluşturulmasında kullanımı mümkündür.
- Moleküler seviyede karışma sebebiyle daha homojen yapılar elde edilir.
- Özel ve pahalı donanım kullanımına gerek yoktur.

Sol-jel yönteminin dezavantajları;

- Bazı hammaddeler için kimyasal maliyeti yüksek olabilir.
- Kuruma esnasında sıklıkla hacimce çatlama ve daralmalar meydana gelir.
- Yatırım maliyeti düşük olmasına rağmen hassas çalışma gerektirir.
- Bazı üretimler için reaksiyon süresinin uzun olmasıdır [53- 55].

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1 Hammaddeler ve Kimyasal Malzemeler

5.1.1 Hammaddeler

Deneysel çalışmalarda, silika kaynağı olarak Bergama Ovacık Altın Madeni Saflaştırma Tesisi'nden temin edilen arıtma çamuru, Çelikler Holding'e bağlı Seyitömer Termik Santrali'nden sağlanan uçucu kül ve taban külü ile İstanbul Silivri'den temin edilen kum kullanılmıştır. Deneysel çalışmalar öncesinde, altın madeni arıtma çamuru, uçucu kül ve kum 105°C'de 12 saat kurutulmuş ve ardından ASTM standartlarına göre kalibre edilmiş eleklerle 90 µm altına elenmişlerdir. Taban külü ise tane boyutu diğer malzemelere göre daha büyük olduğundan 105°C'de 2 saat süreyle gerçekleştirilen kurutma işleminin ardından öğütülmüş ve öğütme işleminin ardından 90 µm altına elenmiştir. Hammaddelerin karakterizasyon işlemleri XRD ve XRF cihazları kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Tez kapsamında gerçekleştirilen çalışmalarda saf silika kaynağına alternatif olarak atıkların silisyum kaynağı olarak kullanımı çevresel ve ekonomik açıdan oldukça önemlidir. Altın madeni saflaştırma tesislerinde saf altın elde etmek için oldukça fazla miktarda katı atık üretilmekte ve bu atıkların bertarafı ile ilgili sıkıntılar yaşanmaktadır [56]. Altın madeni atığı daha önce ülkemizde gerçekleştirilen çeşitli çalışmalarda da silisyum kaynağı olarak kullanılmış fakat aerogel üretiminde değerlendirilmesi ile ilgili yapılmış çalışma bulunmamaktadır [11, 57, 58].

1920'li yıllarda kullanılmaya başlayan ve günümüzde de devam eden kömür yakarak elektrik enerjisi elde edilmesi prosesi termik santrallerde gerçekleştirilmekte, santrallerde dünya çapında yıllık ortalama 600 milyon ton kül açığa çıkmakta ve bu miktar her geçen gün artmaktadır. Santrallerde açığa çıkan külün ortalama %75-80'lik kısmını uçucu kül geri kalan kısmı da taban külü oluşturmaktadır. Uçucu küller zararlı gaz giderimi, adsorpsiyon, zeolit sentezi, yapı endüstrisi, yol alt yapı malzemesi ve maden dolgusu gibi alanlarda kullanılmaktadır [59]. Tüm dünyada bu tür endüstriyel atıkların doğru şekilde bertaraf edilmesi ile ilgili problemler yaşanmakta ve atık miktarının fazla olması problemin büyümesine neden olmaktadır [60]. Bu tür atıkların kullanışlı ve teknolojik malzemelerin üretiminde kullanılması çevre ve ekonomi açısından ciddi önem arz etmektedir.

Kum volkanik ve metamorfik kayaların erozyon sonucu aşınması ile ortaya çıkan; cam, yapı, döküm, saflaştırma ve kimya gibi alanlarda kullanılan bir malzemedir.

5.1.2 Kimyasal malzemeler

Deneysel çalışmada kullanılan kimyasal malzemeler genel özellikleri ile birlikte Çizelge 5.1'de verilmektedir.

Çizelge 5. 1 Kimyasal malzemeler ve genel özellikleri

| Kimyasal Malzeme Adı | Temin Edilen Yer | Saflik Derecesi (%) | Kullanım Amacı |
|--|------------------|---------------------|---|
| Tetraetilortosilikat ($\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$) | MERCK | 99 | Saf silika kaynağı olarak |
| Sodyum Hidroksit (NaOH) | Labor Teknik | 99 | Silisyumun ekstraksiyonu reaksiyonunda |
| Etanol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$) | Sigma Aldrich | 25 | Aerojel üretim reaksiyonunda |
| Hidroklorik Asit (HCl) | MERCK | 37 | Aerojel üretim reaksiyonunda |
| Sülfürik Asit (H_2SO_4) | MERCK | 95-97 | Silisyum çözeltisinin pH ayarlanmasında |
| Amonyak (NH_3) | MERCK | 25 | Baz katalizörü olarak |
| Trimetilklorosilan ($\text{C}_3\text{H}_9\text{ClSi}$) | Sigma Aldrich | ≥ 99 | Hidrofoblaştırma ajanı olarak |

5.2 Enstrümental Analiz Cihazları

5.2.1 X-Işını floresans spektrometresi (XRF)

Toz haldeki katı hammaddeler füzyon reaksiyonu öncesinde (uçucu kül, taban külü, kum ve altın madeni çamuru) Rigaku NEX CG marka XRF cihazında Ca-U elementleri aralığında analiz edilmiş ve her ölçüm üç paralel olarak gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.1’de çalışmalarda kullanılan XRF cihazının görüntüsü verilmektedir.



Şekil 5. 1 XRF cihazı

Toz haldeki numuneler basınçla pellet haline getirilmiş ve numune haznesine yerleştirilmiştir. Analizler sonunda elde edilen XRF verileri deneysel sonuçlar bölümünde yer almaktadır.

5.2.2 X-Işınları difraktometresi (XRD)

Kurutulmuş hammaddeler, füzyon sonucu oluşan filtrat ve optimum özellikteki silika aerojel numunelerinin kristalografik özellikleri Panalytical X’Pert-Pro marka XRD cihazı ile 45 kV ve 40 mA değerlerinde ve CuK α tüpü kullanılarak analiz edilmiştir. Çalışmalar sırasında kullanılan XRD cihazının görüntüsü Şekil 5.2’de verilmektedir.



Şekil 5. 2 XRD cihazı

Toz haldeki numuneler alüminyum numune kabına düz bir yüzey oluşturacak şekilde yerleştirilmiş ve 5-90° arasında değişen difraksiyon açılarında çalışılmıştır. Analizler sonunda elde edilen XRD diyagramları deneysel sonuçlar bölümünde yer almaktadır.

5.2.3 İndüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometresi (ICP/OES)

Uçucu kül, taban külü ve kumdan elde edilen çözeltilerin kimyasal analizleri ve konsantrasyonları Perkin Elmer marka Optima 2100 DV model ICP/OES spektrometresi kullanılarak tespit edilmiştir. Çalışmada kullanılan ICP-OES cihazının görüntüsü Şekil 5.3'de verilmiştir.



Şekil 5. 3 ICP-OES cihazı

Al, Na, Si ve Fe elementlerinin tespit edildiği analiz sonuçları deneysel sonuçlar bölümünde yer almaktadır.

5.2.4 Fourier transform infrared spektrometresi (FT-IR)

Sentezlenen tüm arojel numunelerinin fonksiyonel bağ özellikleri Perkin Elmer Spectrum One marka FTIR spektrometresinde $4000-450\text{ cm}^{-1}$ dalga boyları arasında 4 tekrarla çalışılmıştır. Pellet yöntemi ile gerçekleştirilen analize numune hazırlamak için numune ve KBr 1/100 oranında homojen hale gelinceye dek öğütülmüş ve hidrolik preste 10 ton basınç altında 5 dakika bekletilmiştir. Çalışmada kullanılan FT-IR cihazına ait görüntü Şekil 5.4'te verilmektedir.



Şekil 5. 4 FT-IR cihazı

Analizler sonucunda elde edilen FTIR spektrumları deneysel sonuçlar bölümünde verilmektedir.

5.2.5 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Elde edilen optimum ürünlerin mikroyapısal özellikleri Hitachi Tabletop Microscope TM3030Plus SEM cihazında incelenmiştir. Numuneler yapışkan bant yardımıyla cihazın örnek kabına sabitlenerek analiz edilmişlerdir. Analizlerde kullanılan cihazın görüntüsü Şekil 5.5'te verilmektedir.



Şekil 5. 5 SEM cihazı

5.2.6 Azot adsorpsiyon-desorpsiyon cihazı

Numunelerin gözeneklilik analizleri Micromeritics ASAP 2020 adsorpsiyon cihazında yapılmıştır. Analizlerde kullanılan cihazın görüntüsü Şekil 5.6'da verilmiştir.



Şekil 5. 6 Adsorpsiyon cihazı

Numuneler $10^{\circ}\text{C}/\text{dak}$ ısıtma hızıyla 30°C 'den 120°C 'ye kadar ısıtılmış ve gaz giderme işlemi 133 mbar basınç altında 6 saat sürmüştür. Analiz sonuçlarından yararlanılarak Brunauer-Emmett-Teller (BET) yüzey alanları hesaplanmıştır. Boyut dağılımı ve gözenek hacmi değerleri ise Barrett-Joyner-Halenda (BJH) yöntemine göre hesaplanmıştır.

5.2.7 Optik Mikroskop

Sentezlenen tüm aerogel numunelerinin temas açısı ölçümleri RoHs marka optik mikroskop ve Picpick yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.7'de kullanılan mikroskoba ait görsel yer almaktadır.



Şekil 5. 7 Temas açısı ölçüm mikroskobu

Temas açısı ölçümü sonucunda elde edilen veriler, deneysel sonuçlar bölümünde verilmektedir.

5.2.8 Termal iletkenlik katsayısı ölçüm cihazı

Optimum numunelerle hazırlanan sıva karışımlarının termal iletkenlik kat sayıları C-THERM / TCi Thermal Conductivity cihazı ile belirlenmiştir. Analizler oda sıcaklığında gerçekleştirilmekte ve cihazın sensörü üzerine koyulan malzemenin termal iletkenlik sabiti (k), W/mK cinsinden belirlenmektedir. Düz numune yüzeyinin cihazın sensörü ile teması sağlanır ve buna bağlı olarak termal iletkenlik katsayısı belirlenir. Şekil 5.8'de analiz için kullanılan cihazın görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 5. 8 Termal iletkenlik katsayısı ölçüm cihazı

5.3 Ekipmanlar

5.3.1 Etüv

Aerojel sentezi sırasında sıcaklıkla gerçekleşen yaşlandırma ve kurutma işlemleri Binder ve Ecocel marka etüvler kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

5.3.2 Kül fırını

Katı hammaddeden silisyum eldesi için yapılan alkali füzyon işlemleri Protherm marka kül fırınında gerçekleştirilmiştir.

5.3.3 Ultrasonik prob

Riflaks aşamasına geçilmeden önce reaksiyona giren maddelerin homojen olarak karışması için manyetik karıştırma işlemi yerine Bandelin Sonopuls UW 3100 marka ultrasonik prob kullanılarak homojenizasyon yapılması tercih edilmiştir. Şekil 5.9'da üretimde kullanılan ultrasonik probun görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 5. 9 Ultrasonik prob

5.3.4 Riflaks kolonu

Aerojel sentezi yüzey alanını arttırmak amacıyla riflaks kolonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Riflaks kolonunda kullanılan en yüksek sıcaklık 120°C olup kullanım esnasında sürekli soğutma sağlanmıştır.

5.3.5 alkalamalı su banyosu

ZHWY-200B model alkalamalı su banyosu silisyum özeltisi eldesinde kullanılmıştır. alıřmada 150 rpm karıřtırma hızı, 25°C sıcaklık ve 16 saat süre ile alkalamalı su banyosu kullanılmış ve ekipmanın görüntüsü Őekil 5.10'da verilmiştir.



Őekil 5. 10 alkalamalı su banyosu

5.4 Deneysel Yöntem

Silika bazlı aerojel üretimi sol-jel yöntemi kullanılarak kum, altın madeni arıtma amuru, uçucu kül, taban külü ve TEOS gibi farklı silika kaynakları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Deneysel alıřmalar sırasıyla ařağıda verildiğı gibi yapılmıştır.

- 1.Uçucu kül, taban külü ve kum kullanılarak en yüksek silisyum içeriğı için oran belirlenmesi,
- 2.Saf silika kaynağından aerojel üretimi,
- 3.Arıtma amurundan aerojel üretimi ve üretim parametrelerinin taranması,
- 4.Uçucu külden aerojel üretimi ve üretim parametrelerinin taranması,
- 5.Taban külünden aerojel üretimi ve üretim parametrelerinin taranması,
- 6.Kumdan aerojel üretimi ve üretim parametrelerinin taranması,
- 7.Belirlenen optimum numunelerin yalıtım amaçlı siva üretiminde kullanılması.

5.4.1 Atıktan silisyum çözültisi eldesi

Uçucu kül, taban külü, kum ve altın madeni arıtma çamuru temin edildikten sonra 105°C'de kurutulmuştur. Kurutulan malzemelerden kum ve taban külü mekanik öğütücüde öğütülerek tane boyutlarının homojen hale gelmesi sağlanmıştır. Uçucu kül ve altın madeni arıtma çamuru için öğütme işlemine gerek kalmamıştır. Öğütme işleminden sonra malzemeler kalibre edilmiş eleklerle 90 µm altına eilenmiş ve herhangi bir ön işlem yapılmaksızın kullanılabilir hale getirilmiştir.

Atıktan silisyum çözültisi eldesi işlemi için Shigemoto ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen füzyon işlemi temel alınıp bazı modifikasyonlar yapılarak gerçekleştirilmiştir [61].

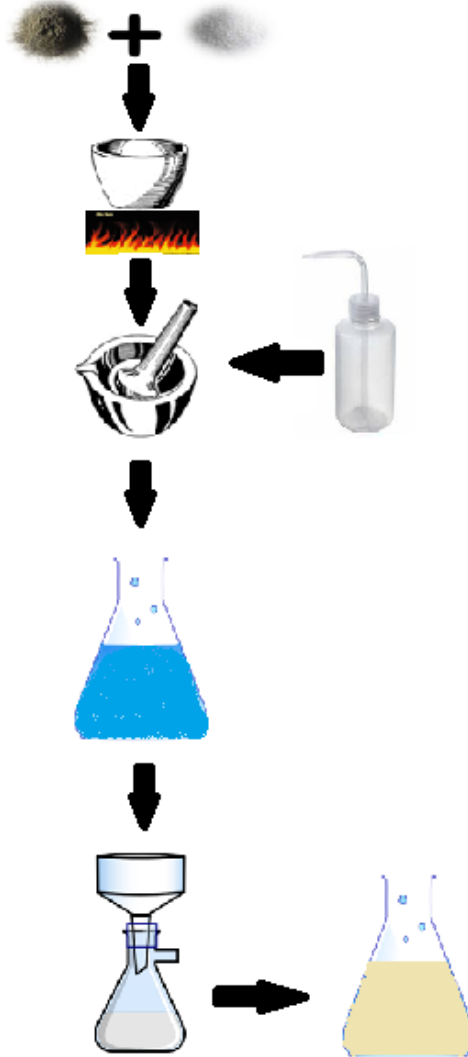
Bergama altın madeni arıtma çamurundan silisyum çözültisi eldesi işleminde Sarı Yılmaz'ın (2013, 2015) füzyon koşulları esas alınmıştır [11, 57].

Uçucu kül, taban külü ve kumdan silisyum eldesi için NaOH kullanılarak füzyon işlemi gerçekleştirilmiş ve NaOH/Si kaynağı oranı için 0.8, 1, 1.2, 1.4, 1.6 1.8 ve 2 oranları denenmiştir. Uçucu kül, taban külü ve kumdan alkali füzyon yöntemi ile silisyum ekstraksiyonu işleminde taranan parametreler Çizelge 5.2'de verilmektedir.

Çizelge 5. 2 Silisyum çözültisi eldesi için kullanılan parametreler

| Hammaddeler | Hammadde/NaOH oranı | Sıcaklık (°C) | Süre (saat) |
|--------------------------------|---------------------|---------------|-------------|
| Uçucu kül Taban külü Kum | 1:0.8 | 550 | 1 |
| | 1:1 | 550 | 1 |
| | 1:1.2 | 550 | 1 |
| | 1:1.4 | 550 | 1 |
| | 1:1.6 | 550 | 1 |
| | 1:1.8 | 550 | 1 |
| | 1:2 | 550 | 1 |

Silisyum kaynağı (kum, uçucu kül ve ya taban külü) belirlenen oranda NaOH ile nikel kroze içerisinde homojen hale getirilinceye kadar karıştırılmış 550°C'de kül fırınında 1 saat süreyle ısı işleme tabi tutulmuştur. Farklı füzyon oranlarının elde edilen çözeltideki silisyum konsantrasyonuna etkisi böylelikle incelenmiştir. Füzyon neticesinde elde edilen katı ürün yeniden öğütülerek belirli miktarda saf su ile karıştırılmıştır. Sulu çözelti 25°C'de 16 saat süreyle çalkalamalı su banyosunda karıştırılmıştır. Elde edilen karışım mavi bantlı süzgeç kağıdı kullanılarak ana çözeltiden ayrılmıştır. Alkali füzyon yöntemi ile atıktan Si ekstraksiyonunun akış diyagramı Şekil 5.12'de verilmiştir. Elde edilen sıvı fazın silisyum içeriği ICP-OES analizi ile belirlenmiştir. Silisyum kaynağının katı fazına füzyon işlemi öncesinde ve sonrasında XRD ve XRF analizleri yapılmıştır.



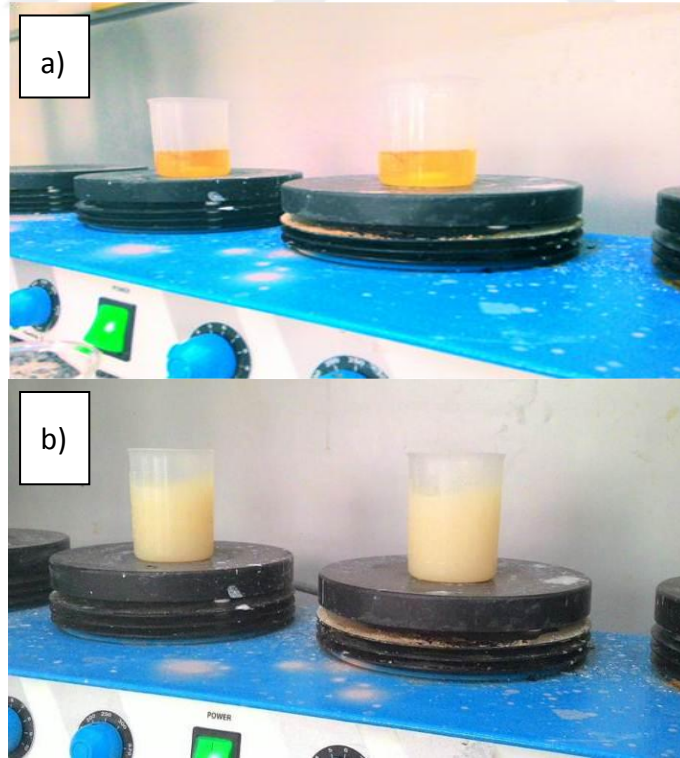
Şekil 5. 11 Alkali füzyon yöntemi ile silisyum eldesi şeması

5.4.2 Saf silika kaynağından aerojel üretimi

Üretimde saf silika kaynağı olarak TEOS kullanılmıştır. TEOS : TMCS : Etanol : H₂O : HCl mol oranları 1:0.36:3.1:1.2:7x10⁻⁴ olacak şekilde malzemeler eklenerek ultrasonik probda 1-1 saniye sarsma ile 10 dakika süresince karıştırılmıştır. Ardından 80°C'de 1 saat süreyle soğutmalı riflaks kolonunda bekletilmiştir. Riflaksın ardından etanol su ve amonyak mol oranları 1: 7: 5x10⁻⁴ olacak şekilde başlangıç çözeltisine eklenip manyetik karıştırıcıda 15 dakika süre ile karıştırılmıştır. Oluşan jel oda sıcaklığında 24 saat süre ile yaşlandırmaya bırakılmış süre sonunda oluşan jel hegzan ile yıkanarak 50°C'de kurutulmuştur.

5.4.3 Arıtma çamurundan aerojel üretimi ve üretim parametrelerinin taranması

Bergama altın madeni arıtma çamurundan füzyon işlemi ile silisyum çözeltisi elde edilmiştir. Bu işlem için daha önce belirlenmiş olan koşullar kullanılmıştır. Silisyum çözeltisinin pH'ı sülfürik asit kullanılarak istenilen değere ayarlanmıştır. pH ayarlamasından önce ve sonra silisyum çözeltilerine ait görüntü Şekil 5.12'de görülmektedir.



Şekil 5. 12 Silisyum çözeltisinin pH ayarlaması yapılmadan önceki hali (a) ve sonraki hali (b)

pH'ı ayarlanan çözelti TMCS: Etanol: H₂O: HCl mol oranları 1: 0.36:3.1:1.2:7x10⁻⁴ olacak şekilde ultrasonik probda 1-1 saniye sarsma ile 10 dakika süresince karıştırılmıştır. Karışım belirlenen süre ve sıcaklıklarda reflaks işlemine tabi tutulmuştur. Reflaks sonrası etanol su ve amonyak mol oranları 1: 7: 5x10⁻⁴ olacak şekilde başlangıç çözeltisine eklenip manyetik karıştırıcıda 15 dakika süre ile karıştırılmıştır. Yaşlandırma süre ve sıcaklıkları için gerekli bekleme yapılarak numune hekzanla yıkanmış ve kurutma uygulanmıştır. Bu çalışma için pH, silisyum/toplam malzeme oranı, reflaks sıcaklığı, reflaks süresi, yaşlandırma sıcaklığı, yaşlandırma süresi ve kurutma tipinin üretime etkisi incelenmiştir. Sentezde taranan parametreler Çizelge 5.3'de verilmiştir.

Çizelge 5. 3 Arıtma çamurundan aerojel üretiminde kullanılan parametreler

| pH | Si/Toplam Madde miktarı | Riflaks sıcaklığı (°C) | Riflaks süresi (dak) | Yaşlandırma sıcaklığı (°C) | Yaşlandırma süresi (dak) | Kurutma tipi |
|----|-------------------------|------------------------|----------------------|----------------------------|--------------------------|----------------------------------|
| 3 | 0.25 | 80 | 30 | Oda şartları | 0 | 50°C sabit kurutma |
| 5 | 0.5 | 100 | 60 | 50 | 6 | 60-80-120-180°C kademeli kurutma |
| 7 | 0.75 | 120 | 120 | 70 | 12 | - |
| 9 | - | - | - | - | 24 | - |
| 11 | - | - | - | - | 48 | - |

5.4.4 Uçucu kül, taban külü ve kumdan aerojel üretimi ve üretim parametrelerinin taranması

Uçucu kül, taban külü ve kumdan aerojel üretimi işlemi için altın madeni arıtma çamurundan üretimde kullanılan yöntem seçilmiştir. Öncelikle füzyon yöntemi ile elde edilen silisyum çözeltisinin pH'ı sülfürik asit kullanılarak istenilen değere ayarlanmıştır. pH'ı ayarlanan çözelti TMCS: Etanol: H₂O: HCl mol oranları 1: 0.36:3.1:1.2:7x10⁻⁴ olacak şekilde ultrasonik probda 1-1 saniye sarsma ile 10 dakika süresince karıştırılmıştır. Karışım belirlenen süre ve sıcaklıklarda reflaks altında bekletilmiştir. Reflaks sonrası etanol, su ve amonyak mol oranları 1: 7: 5x10⁻⁴ olacak şekilde başlangıç çözeltisine

eklenip manyetik karıştırıcıda 15 dakika süre ile karıştırılmıştır. Yaşlandırma süre ve sıcaklıkları için gerekli bekleme yapılarak numune hekzanla yıkanıp kurutmaya alınmıştır. Bu çalışma için pH, silisyum/toplam malzeme oranı, reflaks sıcaklığı, reflaks süresi, yaşlandırma sıcaklığı, yaşlandırma süresi ve kurutma tipinin üretime etkisi incelenmiştir. Sentezde taranan parametreler Çizelge 5.3'te verildiği gibidir.

5.4.5 Belirlenen optimum numunelerin yalıtım amaçlı siva üretiminde kullanılması

Sentezlenen numunelerin gözenekli yapıları nedeni ile düşük termal iletkenlik katsayısına sahip olması beklenmektedir. Bu nedenle gerçekleştirilen çalışmada optimum koşullarda sentezlenen numuneler, yalıtım amaçlı siva üretiminde değerlendirilmiştir. Tüm parametreler tarandıktan sonra elde edilen numunelerden her bir silika kaynağı için en düşük yoğunluğa sahip olan numune tespit edilerek yalıtım amaçlı siva üretiminde kullanılmıştır. Siva yapımında aerojel belirli bir miktar etanolde homojen hale gelinceye kadar karıştırılarak çözülmüştür. Eş zamanlı olarak yapı marketten temin edilen alçı esaslı siva su ile karıştırılmıştır. Her iki karışımın homojenizasyonu sağlandığında, aerojel içeren karışım siva karışımına eklenmiştir. Elde edilen karışım bir süre karıştırılarak daha önceden temin edilen siva kalıplarına dökülmüştür. Kütlece aerojel içeriği %1, %5 ve %10 olacak şekilde siva karışımları hazırlanmış ve termal iletkenlik analizleri yapılarak en uygun oran belirlenmiştir. Şekil 5.13'te kalıplara dökülmüş haldeki karışımın görüntüsü verilmiştir.



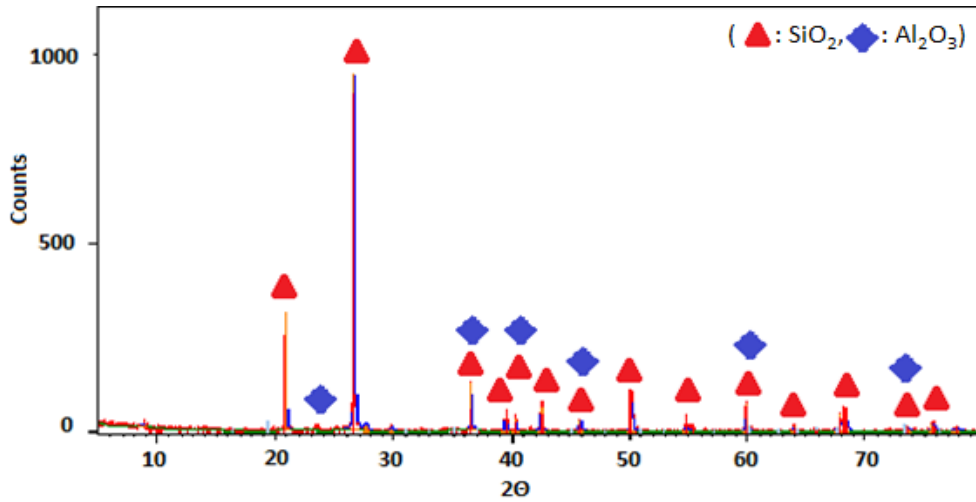
Şekil 5. 13 Aerojel içerikli siva karışımı

DENEYSEL SONUÇLAR

6.1 Altın Madeni Arıtma Çamurunun Karakterizasyonu

Deneysel çalışmada kullanılan altın madeni arıtma çamurunun yapısal ve fiziksel özellikleri XRD ve XRF analizleri ile incelenmiştir.

Arıtma çamurunun kristal yapısı, XRD analizi 3-80° arasında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.1'de arıtma çamuruna ait XRD diyagramı verilmektedir. Analiz sonucuna göre arıtma çamurunun yapısında kuvars (SiO_2 , PDF no: 01-085-0504) ve alüminyum oksit (Al_2O_3 , PDF no: 00-012-0539) bulunmaktadır.



Şekil 6. 1 Arıtma çamuruna ait XRD diyagramı

Arıtma çamurunun kimyasal bileşimi XRF analizi ile tespit edilmiş ve çamurun %89,6 oranında silisyum içerdiği tespit edilmiştir. Analiz sonucu Çizelge 6.1'de verilmiştir.

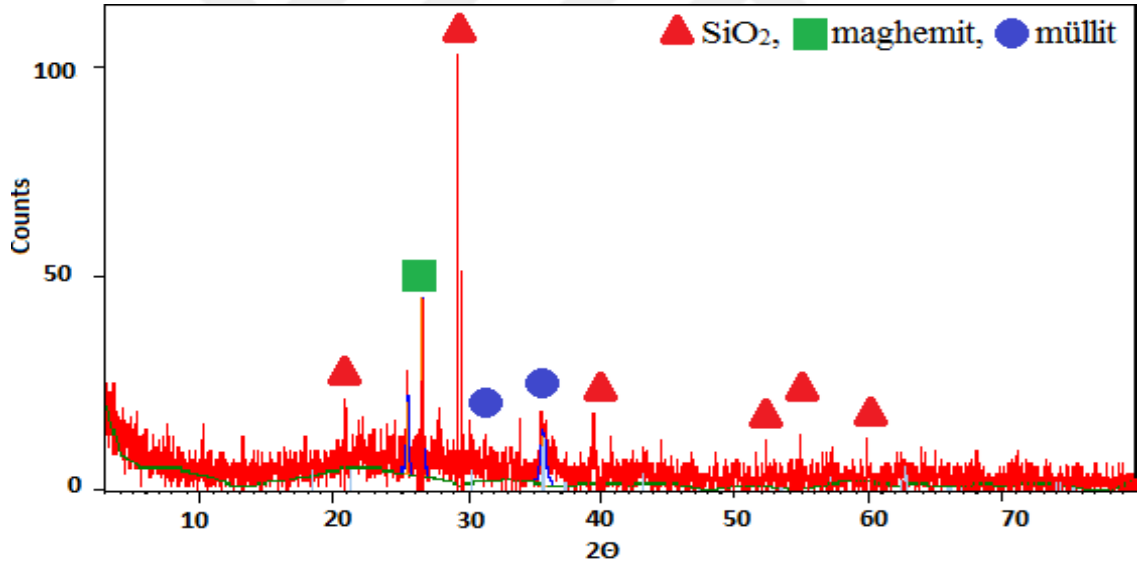
Çizelge 6. 1 Arıtma çamuruna ait XRF çizelgesi

| Bileşik | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | K ₂ O | Fe ₂ O ₃ | Na ₂ O | CaO | MgO | SO ₃ | P ₂ O ₅ |
|-------------------|------------------|--------------------------------|------------------|--------------------------------|-------------------|------|------|-----------------|-------------------------------|
| Yüzde içerik (ağ) | 89,6 | 3,63 | 2,3 | 1,57 | 1,08 | 0,77 | 0,61 | 0,31 | 0,08 |

6.2 Uçucu Külün Karakterizasyonu

Deneysel çalışmada kullanılan Seyit Ömer termik santrali uçucu külünün yapısal ve fiziksel özellikleri XRD ve XRF analizleri gerçekleştirilerek incelenmiştir. Uçucu külden elde edilen silisyum çözeltisinin konsatrasyonu ise ICP-OES cihazı kullanılarak tespit edilmiştir.

Uçucu külün kristal yapısı XRD analizi ile 3-80° arasında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.2’de uçucu küle ait XRD diyagramı verilmektedir. Analiz sonucuna göre uçucu külün yapısında kuvars (SiO₂, PDF no: 03-065-0466), maghemit (PDF no: 00-039-1346) ve müllit (PDF no: 01-082-1237) bulunmaktadır.



Şekil 6. 2 Uçucu küle ait XRD diyagramı

Uçucu külün kimyasal bileşimi XRF analizi ile tespit edilmiş ve külün %47,5 oranında silisyum içerdiği tespit edilmiştir. Analiz sonucu Çizelge 6.2’de verilmiştir.

Çizelge 6. 2 Uçucu küle ait XRF çizelgesi

| Bileşik | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | K ₂ O | Fe ₂ O ₃ | Na ₂ O | CaO | MgO | SO ₃ | P ₂ O ₅ |
|-------------------|------------------|--------------------------------|------------------|--------------------------------|-------------------|------|------|-----------------|-------------------------------|
| Yüzde içerik (ağ) | 47.5 | 15.4 | 2.05 | 11.6 | 1.79 | 8.33 | 8.08 | 5.10 | 0.22 |

6.2.1 Uçucu külden elde edilen silisyum çözeltilisinin analizleri

Uçucu külden silisyum çözeltilisi eldesi işleminin ardından elde edilen sıvı çözeltiliye ICP-OES analizi yapılarak en yüksek silisyum konsantrasyonunun elde edildiği Si/NaOH miktarı belirlenmiştir. Çalışmaların daha hassas olması açısından iki paralel kullanılarak çalışılmıştır. Çizelge 6.3’de uçucu külden elde edilen silisyum çözeltililerinin ICP-OES analiz sonuçları verilmektedir.

Çizelge 6. 3 Uçucu külden elde edilen silisyum çözeltililerinin ICP-OES analiz sonuçları

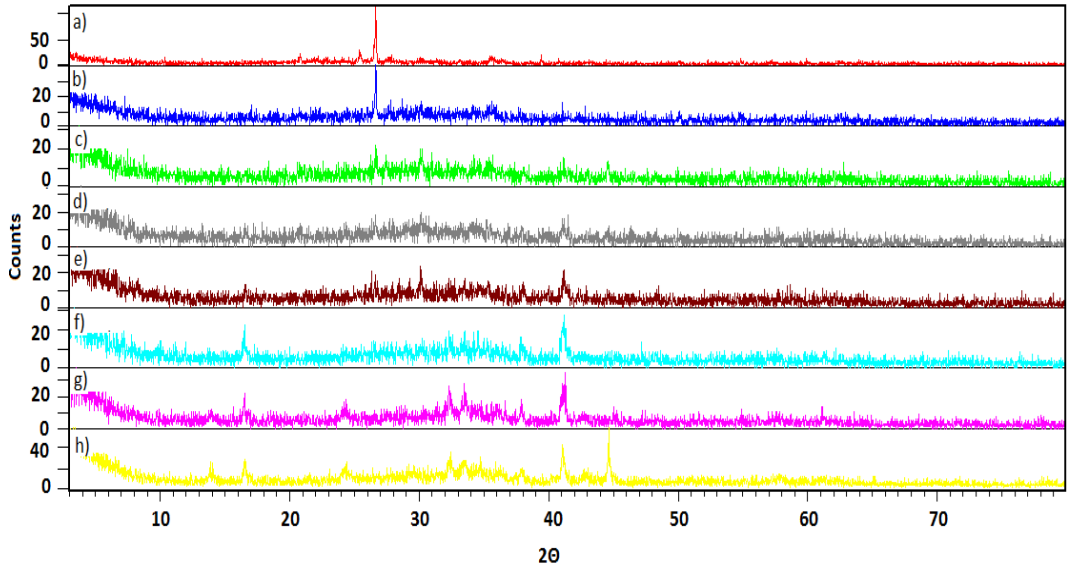
| Numune Adı | Konsantrasyon (ppm) | | | | Ortalama Si Konsantrasyonu (ppm) |
|------------|---------------------|------------------|-------------------|--------------|----------------------------------|
| | Al | Si | Na | Fe | |
| UK-0.8 | 121.95 ± 8.41 | 6213 ± 301.22 | 101485 ± 8223.65 | 0.37 ± 0.03 | 6213 |
| UK-1 | 207.6 ± 6.20 | 10246.5 ± 839.81 | 110050 ± 8980 | 0.383 ± 0.03 | 10246 |
| UK-1.2 | 282.05 ± 11.95 | 14580 ± 876.80 | 152050 ± 4171.90 | 0.415 ± 0.02 | 14580 |
| UK-1.4 | 269.9 ± 24.32 | 17260 ± 353.50 | 172200 ± 1697 | 0.503 ± 0.05 | 17260 |
| UK-1.6 | 1118.5 ± 43.13 | 21910 ± 1216.20 | 245700 ± 15273.50 | 0.527 ± 0.05 | 21910 |
| UK-1.8 | 1423.5 ± 95.45 | 20780 ± 989.95 | 231250 ± 23122.40 | 0.599 ± 0.05 | 20780 |
| UK-2 | 2295.5 ± 51.62 | 20690 ± 961.66 | 308700 ± 29698.48 | 1369 ± 90.51 | 20690 |

Sonuçlar incelendiğinde uçucu kül/NaOH oranı 1:1.6 oluncaya kadar füzyonda işleme sokulan NaOH miktarı arttıkça elde edilen çözeltilinin Si konsantrasyonunun arttığı görülmektedir. 1:1.6 oranından sonraki oranlarda silisyum konsantrasyonunda bir azalma meydana gelmiştir. Ayrıca alkali füzyon işleminden sonra silisyum çözeltilisi filtrasyon ile ayrılıp elimizde kalan katı faza da XRD ve XRF analizleri uygulanmış, böylece füzyon işleminin katı faza etkisi de incelenmiştir. ICP-OES analizi sonuçları XRF analizi ile desteklenerek oran belirlenmiştir. Uçucu kül için kül/NaOH oran taraması katı fazın XRF sonuçları Çizelge 6.4’de verilmiştir.

Çizelge 6. 4 Füzyon sonrası katı fazın XRF analizi

| Numune Adı | Kütlece % Bileşim | | | | | | |
|------------|-------------------|-----|--------------------------------|------------------|------------------|------|--------------------------------|
| | Na ₂ O | MgO | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | K ₂ O | CaO | Fe ₂ O ₃ |
| UK-0.8 | 47 | 4 | 8.9 | 23.8 | 0.812 | 5.88 | 9.61 |
| UK-1 | 49 | 2 | 8.5 | 22.9 | 0.71 | 6.07 | 10.5 |
| UK-1.2 | 52 | 2 | 8.5 | 21 | 0.6 | 5.96 | 10.3 |
| UK-1.4 | 50 | 5 | 8 | 19 | 0.55 | 6.11 | 10.6 |
| UK-1.6 | 51 | 5 | 8 | 18 | 0.48 | 6.32 | 11.2 |
| UK-1.8 | 51 | 5 | 8 | 17 | 0.45 | 6.61 | 11.7 |
| UK-2 | 55 | 5 | 7.6 | 15 | 0.38 | 6,01 | 11 |

Uçucu kül için elde edilen katı fazın XRD diyagramları karşılaştırılarak Şekil 6.3'de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre ana kristal faz olarak SiO₂ yapısında olan uçucu külün alkali füzyon işlemi sonrasında sodyum silikat ve NaOH içeriğine sahip olduğu ve SiO₂ piklerinin artan NaOH oranına bağlı olarak sodyum silikata dönüşüp kaybolduğu görülmektedir [62,63].

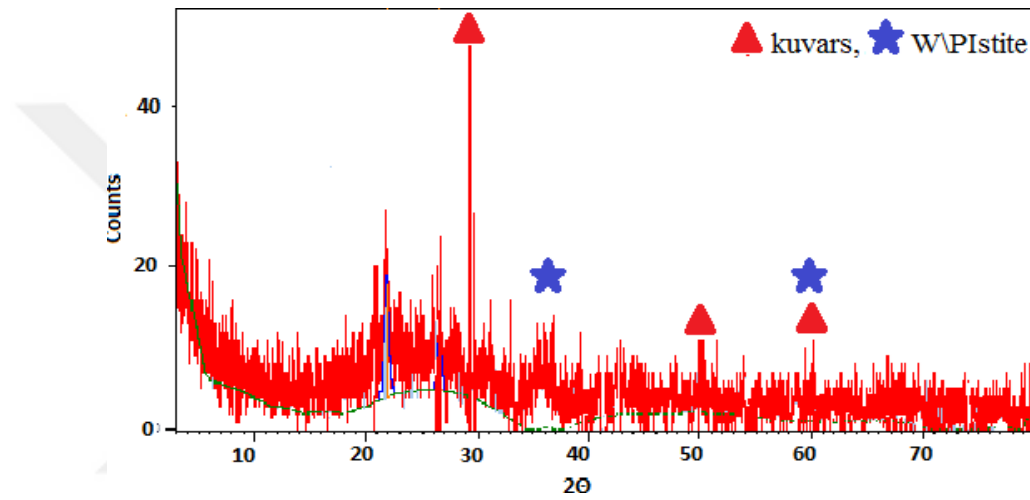


Şekil 6. 3 Füzyon sonrası katı fazın XRD analizi a)UK, b)UK-0.8, c)UK-1, d)UK-1.2, e)UK-1.4, f)UK-1.6, g)UK-1.8,h)UK-2

6.3 Taban Külünün Karakterizasyonu

Deneysel çalışmada kullanılan Seyit Ömer termik santrali taban külünün yapısal ve fiziksel özellikleri XRD ve XRF analizleri ile incelenmiştir. Taban külünden elde edilen silisyum çözeltisinin konsantrasyonu ise ICP-OES cihazı kullanılarak tespit edilmiştir.

Taban külünün kristal yapısı XRD analizi ile 3-80° arasında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.4'de taban külüne ait XRD diyagramı verilmektedir. Analiz sonucuna göre taban külünün yapısında ana faz olarak kuvars (PDF no: 01-089-8938) ve W\PIstite (PDF no: 01-079-2176) bulunmaktadır.



Şekil 6. 4 Taban külüne ait XRD diyagramı

Taban külüne kimyasal bileşimi XRF analizi ile tespit edilmiş ve külün %58.3 oranında silisyum içerdiği tespit edilmiştir. Analiz sonucu Çizelge 6.5'de verilmiştir.

Çizelge 6. 5 Taban külüne ait XRF çizelgesi

| Bileşik | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | K ₂ O | Fe ₂ O ₃ | Na ₂ O | CaO | MgO | SO ₃ | P ₂ O ₅ |
|-------------------|------------------|--------------------------------|------------------|--------------------------------|-------------------|------|------|-----------------|-------------------------------|
| Yüzde içerik (ağ) | 58.3 | 13 | 1.15 | 10.2 | 1.04 | 4.82 | 9.10 | 2.3 | 0.16 |

6.3.1 Taban külünden elde edilen silisyum çözeltisinin analizleri

Taban külünden silisyum çözeltisi eldesi işleminin ardından elde edilen sıvı çözeltiye ICP-OES analizi yapılarak en yüksek silisyum konsantrasyonunun elde edildiği Si/NaOH miktarı belirlenmiştir. Daha hassas olması açısından 2 paralel kullanılarak çalışılmıştır.

Çizelge 6.6'da taban külünden elde edilen silisyum çözeltilerinin ICP-OES analiz sonuçları verilmektedir.

Çizelge 6. 6 Taban külünden elde edilen silisyum çözeltilerinin ICP-OES analiz sonuçları

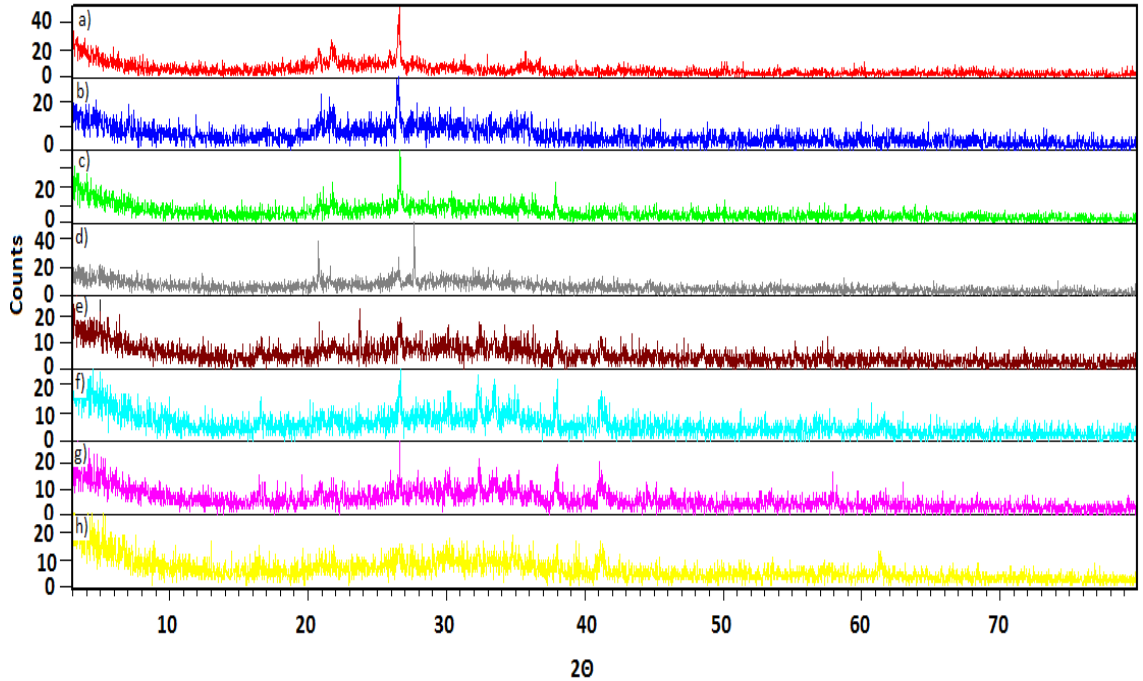
| Numune Adı | Konsantrasyon (ppm) | | | | Ortalama Si Konsantrasyonu (ppm) |
|------------|---------------------|------------------|-------------------|---------------|----------------------------------|
| | Al | Si | Na | Fe | |
| TK-0.8 | 57335 ± 5.43 | 1754 ± 77.78 | 145000 ± 10465.2 | 0.3015 ± 0.01 | 1754 |
| TK-1 | 85.06 ± 4.81 | 4761 ± 239 | 146150 ± 70.71 | 0.468 ± 0.001 | 4761 |
| TK-1.2 | 94.52 ± 7.61 | 5718 ± 568.5 | 143000 ± 14283.56 | 0.9295 ± 0.06 | 5718 |
| TK-1.4 | 155.47 ± 12.63 | 8481 ± 719.83 | 225900 ± 22627.4 | 0.929 ± 0.08 | 8481 |
| TK-1.6 | 162.9 ± 14.57 | 10211.5 ± 888.83 | 167000 ± 18243 | 0.76 ± 0.06 | 10211.5 |
| TK-1.8 | 244.95 ± 12.94 | 2653.5 ± 154.85 | 135100 ± 9333.8 | 0.775 ± 0.04 | 2653.5 |
| TK-2 | 137.8 ± 12.02 | 2658 ± 155.56 | 93925 ± 5706.35 | 0.389 ± 0.01 | 2858 |

ICP-OES sonuçlarına bakılarak uçucu kül/NaOH kütle oranı arttıkça elde edilen çözeltinin Si konsantrasyonunun arttığı görülmektedir. 1:1.6 oranından sonra konsantrasyonda bir azalma meydana geldiği gözlenmiştir. Ayrıca alkali füzyon işleminden sonra silisyum çözeltisi filtrasyon ile ayrılıp elimizde kalan katı faza da XRD ve XRF analizleri uygulanmış, böylece füzyon işleminin katıya etkisi de incelenmiştir. ICP-OES analiz sonuçları XRF analizi ile desteklenerek oran belirlenmiştir. Uçucu kül için kül/NaOH oran taramasından elde edilen katı fazın XRF sonuçları Çizelge 6.7'de verilmiştir.

Çizelge 6. 7 Füzyon sonrası katı fazın XRF analizi

| Numune Adı | Kütlece % Bileşim | | | | | | |
|------------|-------------------|-----|--------------------------------|------------------|------------------|------|--------------------------------|
| | Na ₂ O | MgO | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | K ₂ O | CaO | Fe ₂ O ₃ |
| TK-0.8 | 42 | 4 | 9.1 | 30.9 | 0.56 | 3.77 | 9.84 |
| TK-1 | 48 | 8 | 7.2 | 23.5 | 0.48 | 3.67 | 9.51 |
| TK-1.2 | 41 | 5 | 9.5 | 29.5 | 0.48 | 4.05 | 11 |
| TK-1.4 | 53 | 8 | 6.3 | 20 | 0.4 | 3.6 | 9.16 |
| TK-1.6 | 52 | 4 | 8.1 | 22 | 0.33 | 3.76 | 10.1 |
| TK-1.8 | 49 | 4 | 9 | 22 | 0.32 | 4.21 | 11.3 |
| TK-2 | 49 | 5 | 8.8 | 22 | 0.27 | 4.32 | 10.8 |

Taban külü için elde edilen katı fazın XRD diyagramları Şekil 6.5’de verilmiştir. Analiz sonuçlarına bakılarak kristal SiO₂ yapısında olan taban külünün alkali füzyon işlemi sonrasında sodyum silikat ve NaOH içeriğine sahip olduğu ve SiO₂ piklerinin artan NaOH oranına bağlı olarak sodyum silikata dönüşüp kaybolduğu görülmektedir [62, 63].

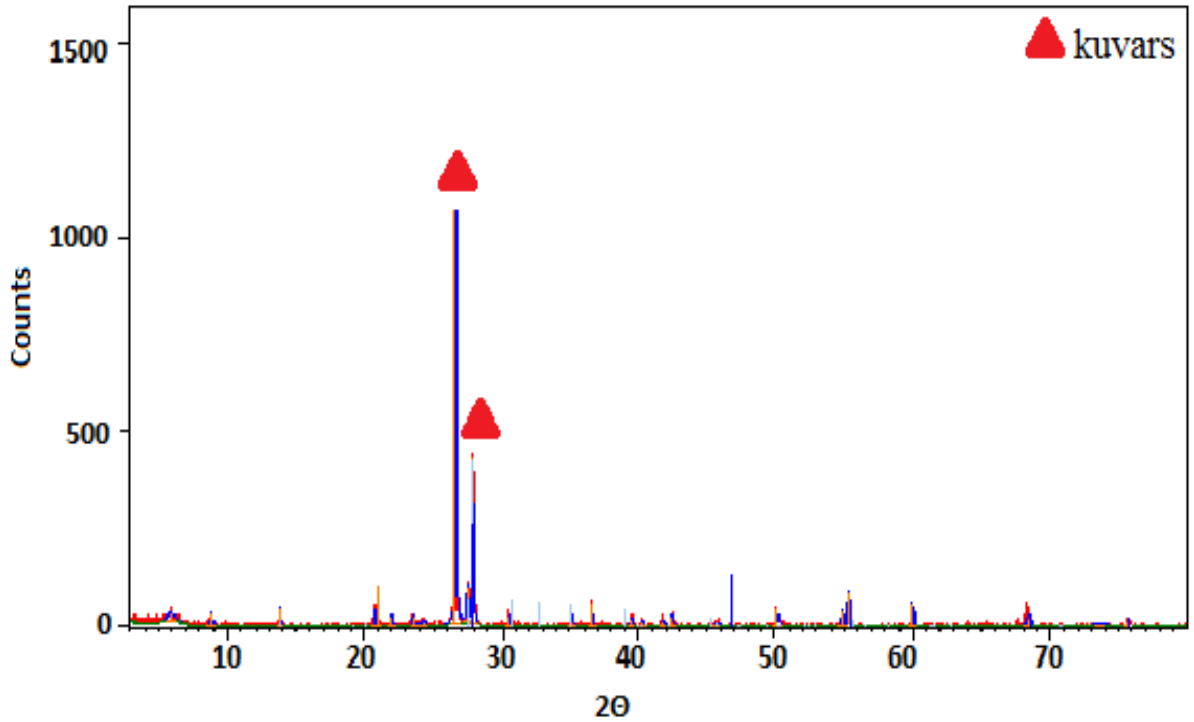


Şekil 6. 5 Füzyon sonrası katı fazın XRD analizi a)TK, b)TK-0.8, c)TK-1, d)TK-1.2, e)TK-1.4, f)TK-1.6, g)TK-1.8, h)TK-2

6.4 Kumun Karakterizasyonu

Deneysel çalışmada kullanılan kumun yapısal ve fiziksel özellikleri XRD ve XRF analizleri gerçekleştirilerek incelenmiştir. Kumdan elde edilen silisyum çözeltisinin konsatrasyonu ise ICP-OES cihazı kullanılarak tespit edilmiştir.

Kumun kristal yapısı XRD analizi ile 3-80° arasında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.6'da kuma ait XRD diyagramı verilmektedir. Analiz sonucuna göre kumun yapısında (PDF no: 01-085-0794) kuvars bulunmaktadır.



Şekil 6. 6 Kuma ait XRD diyagramı

Kumun kimyasal bileşimi XRF analizi ile tespit edilmiş ve kumun %76.1 oranında silisyum içerdiği tespit edilmiştir. Analiz sonucu Çizelge 6.8'de verilmiştir.

Çizelge 6. 8 Kuma ait XRF çizelgesi

| Bileşik | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | K ₂ O | Fe ₂ O ₃ | Na ₂ O | CaO | MgO | SO ₃ | P ₂ O ₅ |
|-------------------|------------------|--------------------------------|------------------|--------------------------------|-------------------|------|------|-----------------|-------------------------------|
| Yüzde içerik (ağ) | 76.1 | 7.79 | 3.73 | 1.77 | 6.4 | 2.01 | 1.77 | 0.08 | 0.13 |

6.4.1 Kumdan elde edilen silisyum çözeltilisinin analizleri

Kumdan silisyum çözeltilisi eldesi işleminin ardından elde edilen sıvı çözeltiliye ICP-OES analizi yapılarak en yüksek silisyum konsantrasyonunun elde edildiği Si/NaOH miktarı belirlenmiştir. Daha hassas olması açısından iki paralel kullanılarak çalışılmıştır. Çizelge 6.9'da kumdan elde edilen silisyum çözeltililerinin ICP-OES analiz sonuçları verilmektedir. ICP-OES sonuçlarına bakılarak kum/NaOH kütle oranı arttıkça elde edilen çözeltilinin Si konsantrasyonunun arttığı görülmektedir. 1:1.8 oranından sonra konsantrasyonda bir azalma meydana gelmiştir. Ayrıca alkali füzyon işleminden sonra silisyum çözeltilisi filtrasyon ile ayrılıp elimizde kalan katı faza da XRD ve XRF analizleri uygulanmış, böylece füzyon işleminin katıya etkisi incelenmiştir.

Çizelge 6. 9 Kumdan elde edilen silisyum çözeltililerinin ICP-OES analiz sonuçları

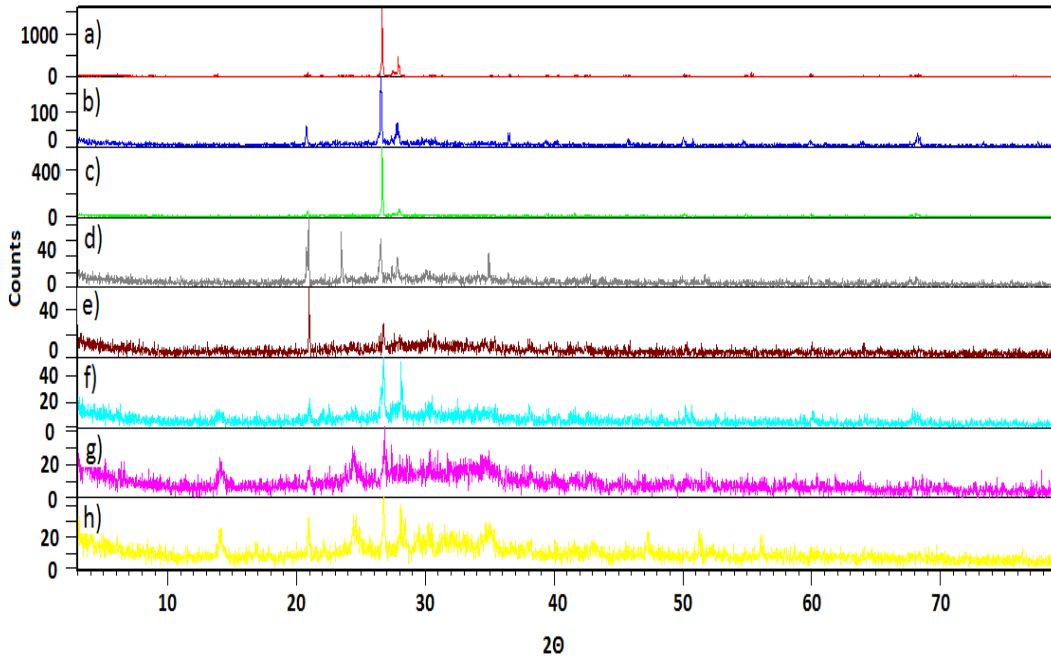
| Numune Adı | Konsantrasyon (ppm) | | | | Ortalama Si Konsantrasyonu (ppm) |
|------------|---------------------|------------------|-------------------|---------------|----------------------------------|
| | Al | Si | Na | Fe | |
| K-0.8 | 799.5 ± 4.94 | 29250 ± 1796.05 | 58200 ± 3408.3 | 29.79 ± 0.23 | 29250 |
| K-1 | 1374 ± 4.24 | 46680 ± 1838.48 | 86055 ± 530.33 | 39.675 ± 3.20 | 46680 |
| K-1.2 | 1790.5 ± 103.94 | 52400 ± 70.71 | 105450 ± 7141.78 | 35.085 ± 0.56 | 52400 |
| K-1.4 | 2448.5 ± 109.60 | 94465 ± 8676.2 | 181000 ± 17253.4 | 30.165 ± 2.01 | 94465 |
| K-1.6 | 3130 ± 246.07 | 84870 ± 4157.79 | 147200 ± 7495.33 | 13.705 ± 0.44 | 84870 |
| K-1.8 | 2978.5 ± 238.295 | 150610 ± 9913.63 | 186300 ± 8768,12 | 11.67 ± 0.39 | 150610 |
| K-2 | 3738.5 ± 348.6 | 108500 ± 1979.89 | 213000 ± 20647.52 | 12.16 ± 1.25 | 108500 |

ICP-OES analizi sonuçları XRF analizi ile desteklenerek kum/NaOH oranı belirlenmiştir. Kum için kül/NaOH oran taramasından elde edilen katı fazın XRF sonuçları Çizelge 6.10'da verilmiştir.

Çizelge 6. 10 Füzyon sonrası katı fazın XRF analizi

| Numune Adı | Kütlece % Bileşim | | | | | | |
|------------|-------------------|-----|--------------------------------|------------------|------------------|------|--------------------------------|
| | Na ₂ O | MgO | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | K ₂ O | CaO | Fe ₂ O ₃ |
| K-0.8 | 45 | 2 | 9.4 | 37 | 1.92 | 1.94 | 2.1 |
| K-1 | 46 | 3 | 10 | 34.7 | 1.68 | 2.17 | 2.5 |
| K-1.2 | 42 | 3 | 10 | 36.7 | 2.03 | 2.88 | 3.51 |
| K-1.4 | 41 | 3 | 10 | 36.7 | 2.02 | 3.5 | 3.69 |
| K-1.6 | 44 | 3 | 8.7 | 34.8 | 2.33 | 3.76 | 3.19 |
| K-1.8 | 57 | 9.5 | 5.6 | 20.2 | 1.33 | 2.88 | 3.28 |
| K-2 | 46 | 3 | 8.9 | 33.7 | 1.72 | 3.36 | 3.07 |

Kum için kum/NaOH oran taramasından elde edilen katı fazın XRD diyagramları Şekil 6.7’de verilmiştir. Analiz sonuçlarına bakılarak kristal SiO₂ yapısında olan kumun alkali füzyon işlemi sonrasında sodyum silikat ve NaOH içeriğine sahip olduğu ve SiO₂ piklerinin artan NaOH oranına bağlı olarak sodyum silikata dönüşüp kayb olduğu görülmektedir [62, 63].

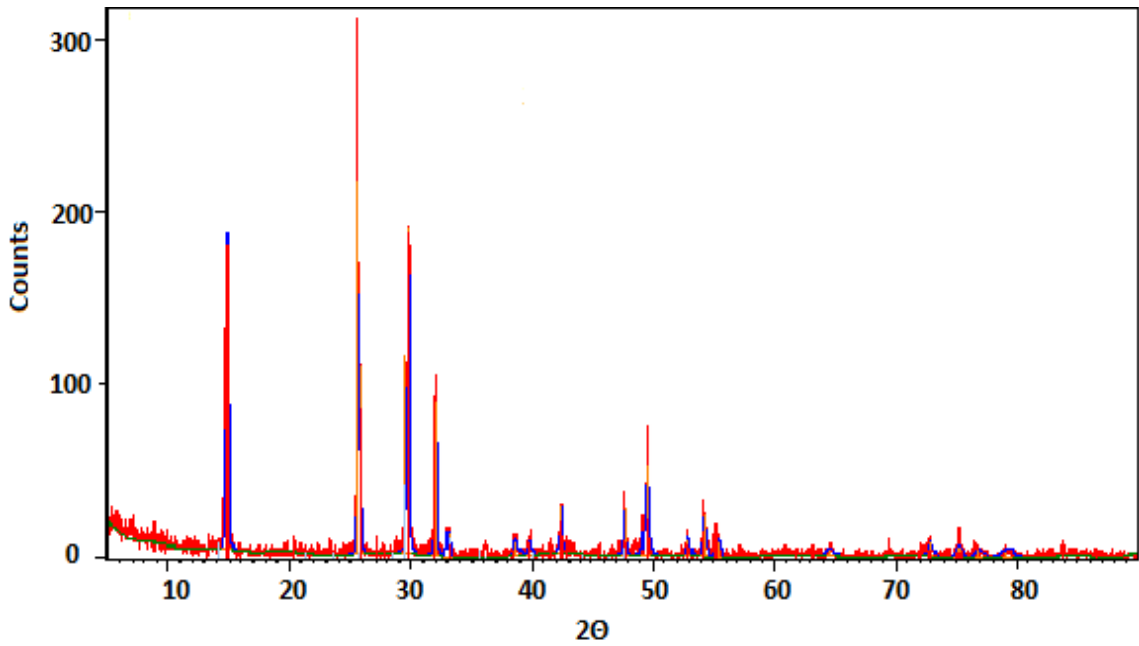


Şekil 6. 7 Füzyon sonrası katı fazın XRD analizi a)K, b)K-0.8, c)K-1, d)K-1.2, e)K-1.4, f)K-1.6, g)K-1.8, h)K-2

6.5 Alçı Sıvanın Karakterizasyonu

Deneysel çalışmada yalıtım özelliği kazandırmak amacı ile kullanılan alçı sıva yapı marketten temin edilmiş ve hiçbir ön işleme tabii tutulmadan kullanılmıştır. Alçı sıvanın yapısal ve fiziksel özellikleri XRD ve XRF analizleri gerçekleştirilerek incelenmiştir.

Alçı sıvanın kristal yapısı XRD analizi ile 0-90° arasında değişen difraksiyon açılarında gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.8'de sıvaya ait XRD diyagramı verilmektedir. Analiz sonucuna göre sıvanın yapısında (PDF no: 00-014-0453) bassanit ($\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$) bulunmaktadır.



Şekil 6. 8 Alçı sıvaya ait XRD diyagramı

Alçı sıvanın kimyasal bileşiminin belirlenmesi için XRF analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucunda elde edilen yüzde kimyasal bileşim oranları Çizelge 6.11'de verilmiştir.

Çizelge 6. 11 Alçı sıvaya ait XRF analiz sonucu

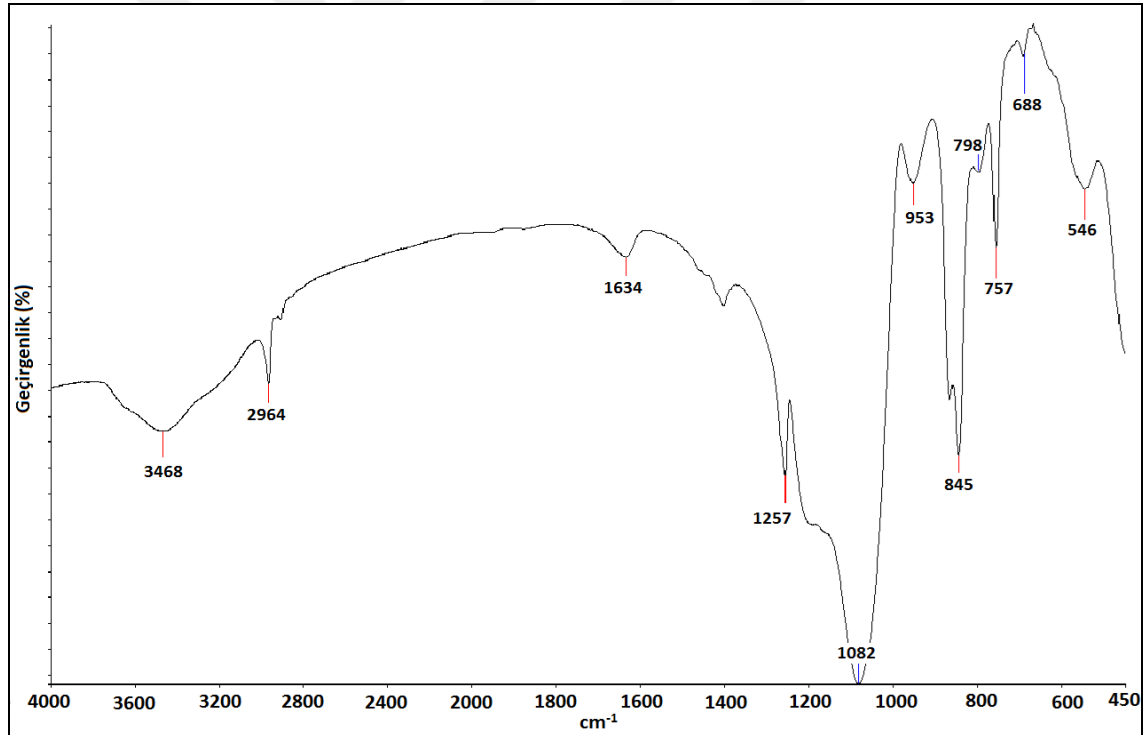
| Bileşik | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | K ₂ O | CaO | SO ₃ | P ₂ O ₅ |
|-------------------|------------------|--------------------------------|------------------|------|-----------------|-------------------------------|
| Yüzde içerik (ağ) | 0.3 | 1 | 0.1 | 50.8 | 45.9 | 1.5 |

6.6 Çeşitli Silisyum Kaynaklarından Aerojel Üretimi

6.6.1 TEOS'tan üretim

6.6.1.1 FT-IR analizi

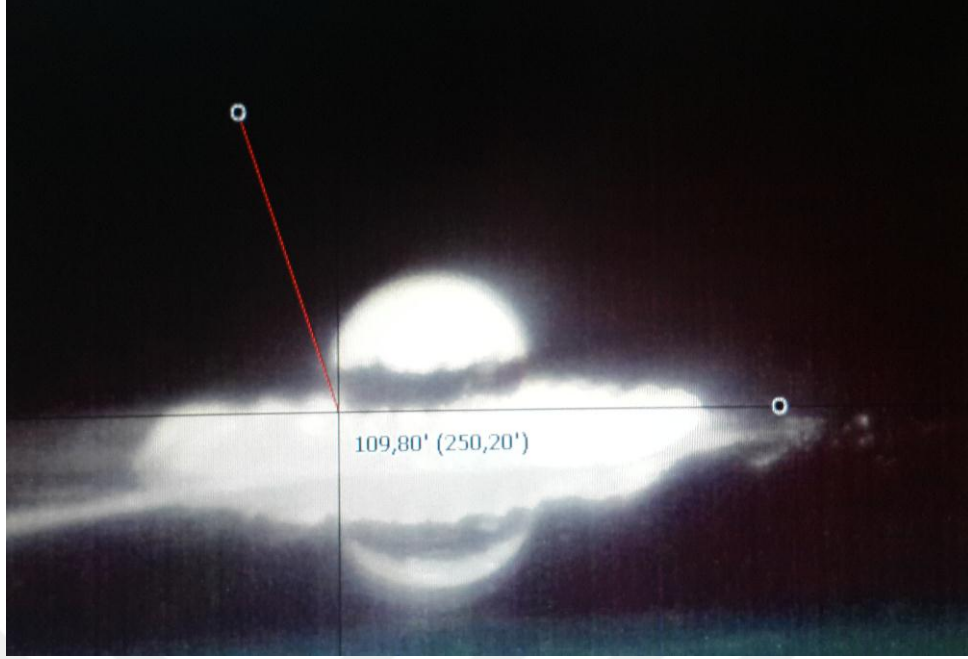
Elde edilen ürünün FTIR analizi $4000-450\text{ cm}^{-1}$ aralığında gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.9'da verilmiştir. Analiz sonucuna göre 3468 ve 1634 cm^{-1} 'de pelletleme işlemi sırasında fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimlerinden, 1082 cm^{-1} ve $757-798\text{ cm}^{-1}$ 'de her silisyum içerikli numuneden görülebilecek asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmelerinden, 2964 cm^{-1} 'de $-\text{CH}_3$ grubundan, 1257 cm^{-1} ve 845 cm^{-1} 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantlarından kaynaklanmaktadır [64, 65].



Şekil 6. 9 TEOS aerojelin FT-IR spektrumu

6.6.1.2 Temas açısı

Elde edilen numunenin temas açısı ölçümü gerçekleştirilmiş ve yapılan ölçüm sonucunda malzemenin temas açısı $109,8^\circ$ olarak bulunmuştur. Ölçüme ait görüntü Şekil 6.10'de verilmiştir.



Şekil 6. 10 TEOS aerojela ait temas açısı ölçüm görüntüsü

6.6.1.3 Yoğunluk

Hacimsel olarak gerçekleştirilen yoğunluk ölçümü sonucunda TEOS aerojel numunesinin yoğunluğu 0.07 g/cm^3 olarak hesaplanmıştır.

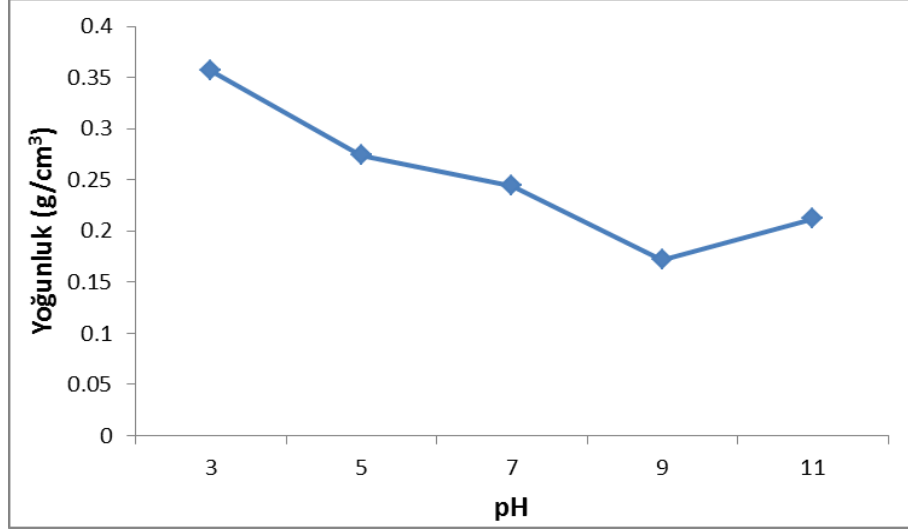
6.6.2 Altın madeni arıtma çamurundan üretim

6.6.2.1 pH etkisi

Malzeme üretimine pH etkisini incelenirken diğer bütün parametreler sabit tutulmuş ve sentezlenen numuneler BA-pH-X şeklinde isimlendirilmiştir. BA; Bergama altın madeni atığını temsil etmektedir. pH değerini temsil eden X değeri 3, 5, 7, 9 ve 11 olacak şekilde taranmıştır. Elde edilen numunelerin yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş ve yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği pH, değeri üretim için optimum pH olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

pH etkisi incelenirken; pH değeri 3, 5, 7, 9 ve 11 olarak sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve Şekil 6.11'de grafik olarak verilmiştir.

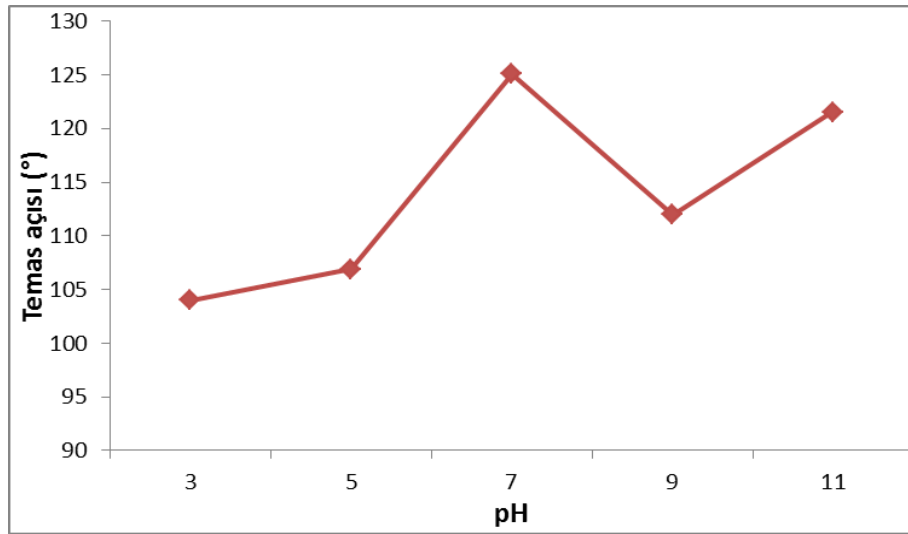


Şekil 6. 11 BA-pH-X numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerjel numunesi için en düşük yoğunluk değeri pH 9'da elde edilmiştir. BA-pH-9 numunesinin yoğunluk değeri 0.172 g/cm^3 olarak bulunmuştur. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında arıtma çamurundan üretim için optimum pH değeri 9 olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Değişik pH değerlerinde hazırlanan numunelerin hidrofobluk özelliğinin incelenmesi için temas açıları ölçülmüş ve değerler grafik olarak Şekil 6.12'de verilmiştir. Temas açısı ölçümü görselleri EK A'da sunulmuştur.

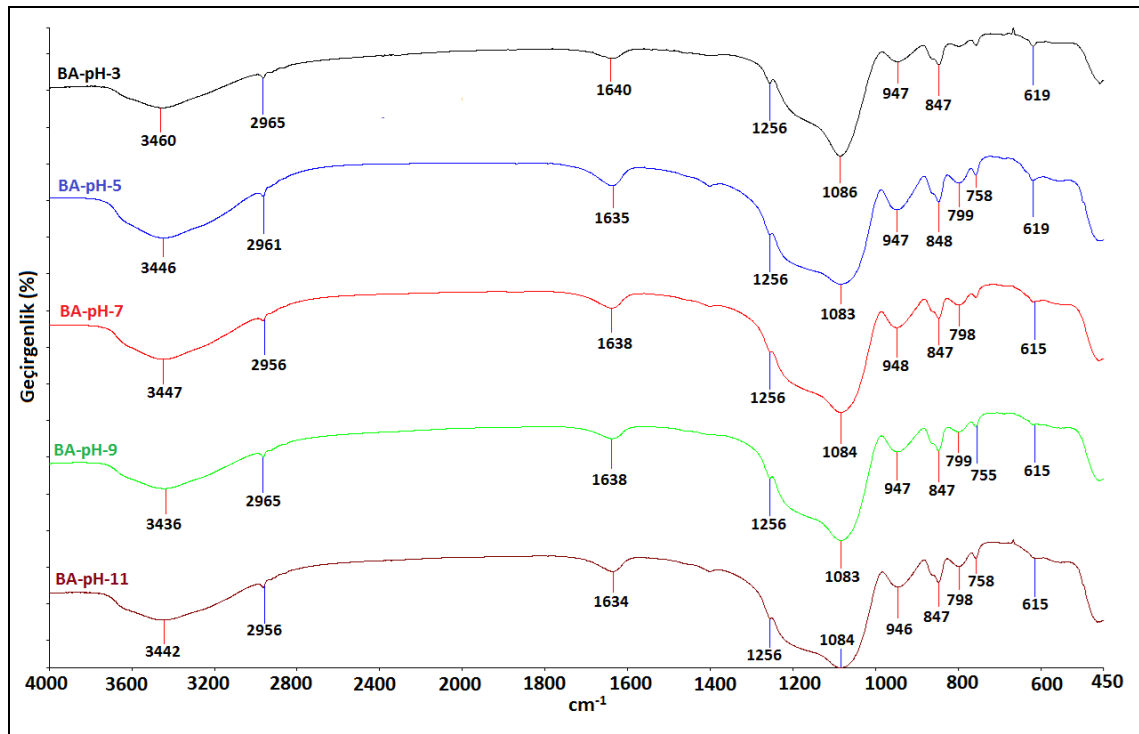


Şekil 6. 12 BA-pH-X numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezde kullanılan tüm pH değerlerinde üretilen numunelerin 90°C'den büyük temas açısına sahip oldukları görülmüştür. En yüksek hidrofobisitenin elde edildiği pH değeri 7 olarak belirlenmiştir.

FT-IR Analizi

BA-pH-X numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.13'de verilmiştir.



Şekil 6. 13 BA-pH-X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

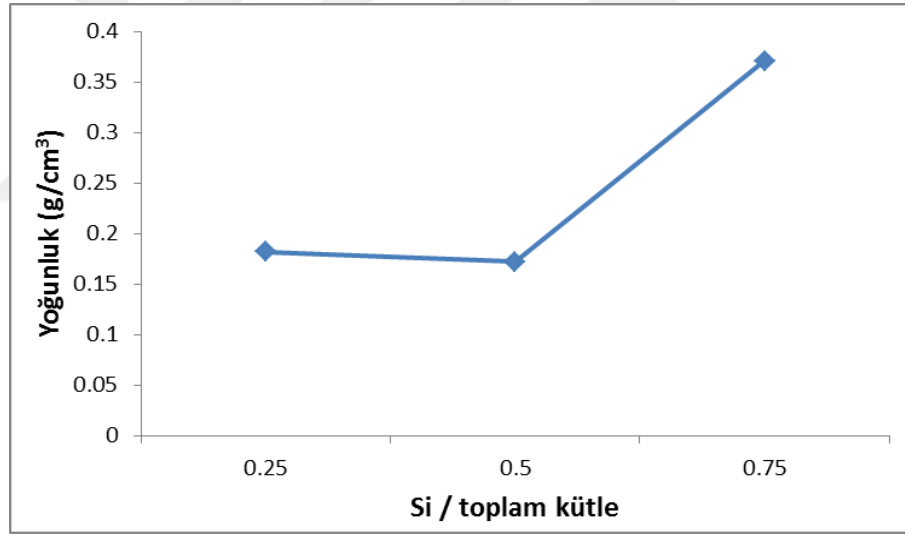
Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; 3400 cm^{-1} ve 1630 cm^{-1} dolaylarında fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 cm^{-1} ve 750-790 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$ grubundan, 1250 cm^{-1} ve 840-850 cm^{-1} 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. Karşılaştırmalı analiz sonucuna bakılarak tüm pH değerleri için üretimin başarıyla gerçekleştirildiği görülmektedir.

6.6.2.2 Si/toplam madde miktarı

Malzeme üretimine Si/toplam madde miktarının etkisini incelerken pH 9 olarak alınarak diğer bütün parametreler sabit tutulmuş ve numuneler BA-X şeklinde isimlendirilmiştir. BA; Bergama altın madeni atığını temsil etmektedir. Madde miktarı etkisi incelenirken X değeri 0.25, 0.5 ve 0.75 olacak şekilde taranmıştır. Elde edilen numunelerin yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş ve yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği madde miktarı değeri üretim için optimum olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Silisyum miktarı/toplam madde miktarının üretime etkisi incelenirken; Si/toplam madde miktarı değeri 0.25, 0.5 ve 0.75 olarak sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve Şekil 6.14'de grafik olarak verilmiştir.

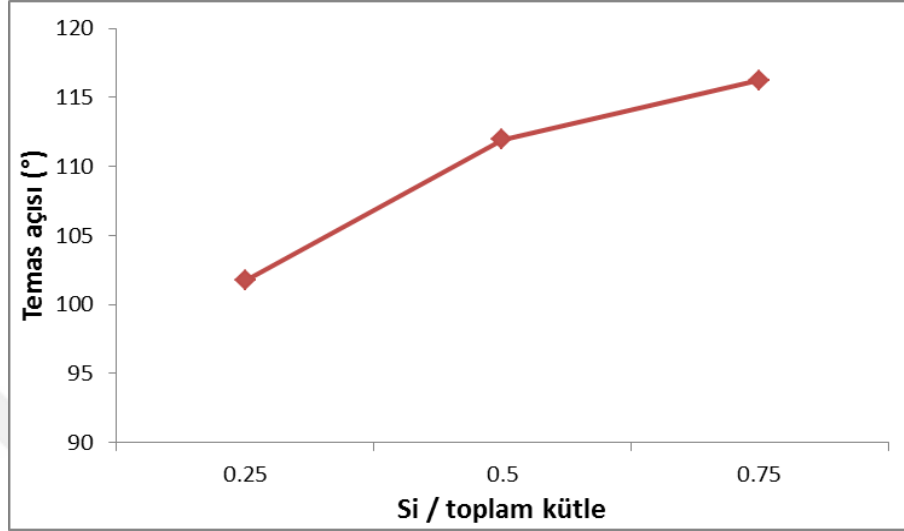


Şekil 6. 14 BA- X numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerojel numuneleri için en düşük yoğunluk değeri silisyum kütlesinin toplam reaksiyona giren malzeme kütlesinin 0.5'ini oluşturduğu durumda elde edilmiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında arıtma çamurundan üretim için pH 9 ve Si/toplam malzeme kütlesi 0.5 olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Değişik Si/toplam malzeme kütlesi değerlerine göre hazırlanan numunelerin hidrofobluk özelliğinin incelenmesi için temas açıları ölçülmüş ve değerler grafik olarak Şekil 6.15'de verilmiştir. Temas açısı ölçümü görselleri EK A'da sunulmuştur.

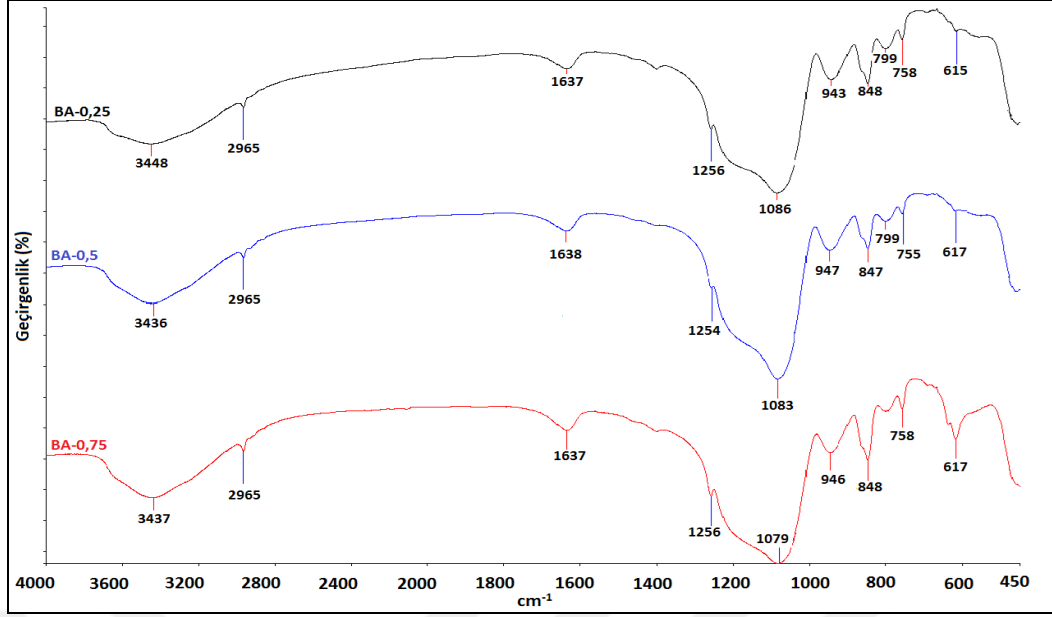


Şekil 6. 15 BA -X numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezde kullanılan tüm malzeme oranı değerleri için üretilen numunelerinin 90° 'den büyük temas açısına sahip oldukları ve dolayısıyla hidrofob özellikte oldukları görülmüştür. En yüksek hidrofobisitenin elde edildiği 0.75 oranında elde edilmiştir.

FT-IR Analizi

BA- X numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.16'da verilmiştir. Numunelerin $4000-450 \text{ cm}^{-1}$ aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; 3400 cm^{-1} ve 1630 cm^{-1} dolaylarında numune analiz için hazırlanırken oluşan fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 ve $750-790 \text{ cm}^{-1}$ 'de asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$ grubundan, 1250 ve $840-850 \text{ cm}^{-1}$ 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir.



Şekil 6. 16 BA- X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

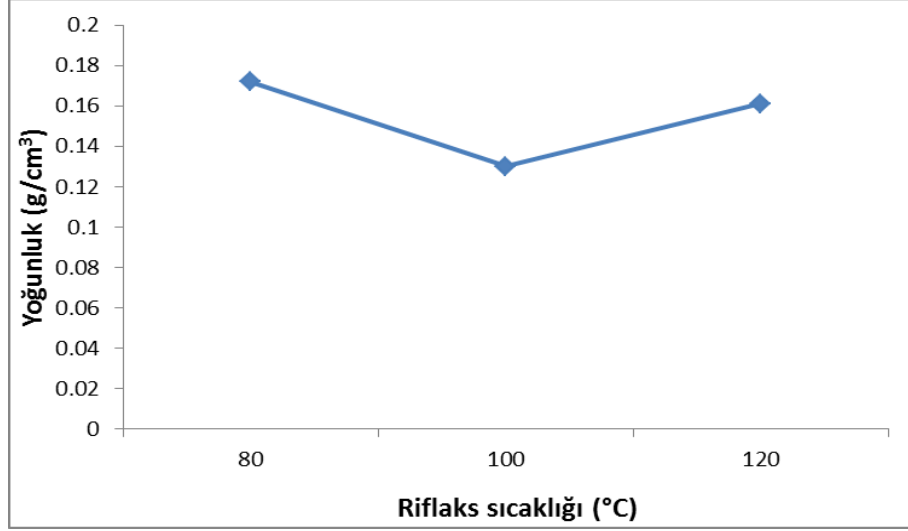
Karşılaştırmalı analiz sonucuna bakılarak tüm sıcaklık değerleri için üretimin başarıyla gerçekleştirildiği görülmektedir. Analiz sonucunda elde edilen pikler karakteristik silika bazlı aerojel pikleri ile uyumluluk göstermektedir.

6.6.2.3 Riflaks sıcaklığı

Numuneler sentezlenirken üretime etkisi incelenen bir diğer parametre de riflaks sıcaklığıdır. Üretim veriminin artması için kullanılan riflaks kolonunda numune karıştırken kullanılan sıcaklık değerleri için 80°C, 100°C ve 120 °C denenerek elde edilen numunelere yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri yapılmış, yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği riflaks sıcaklığı değeri üretim için optimum riflaks sıcaklığı olarak belirlenmiştir. Malzeme üretimine riflaks sıcaklığı etkisini incelerken diğer bütün parametreler sabit tutulmuş ve numuneler BA-R-XS şeklinde isimlendirilmiştir

Yoğunluk

Sentez aşamasında kullanılan riflaks sıcaklığının üretim üzerindeki etkisi incelenirken; 80°C, 100°C ve 120 °C sıcaklıklar denenmiş ve sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.17’de grafik halinde verilmiştir.

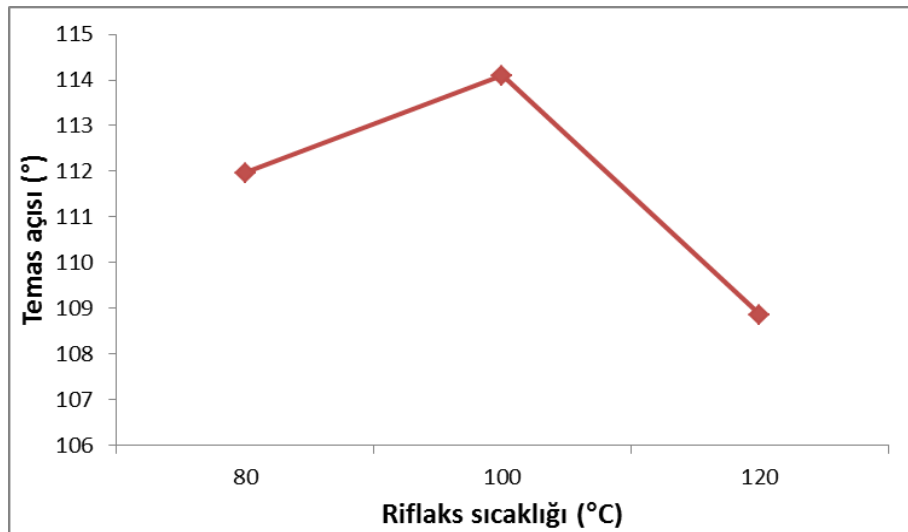


Şekil 6. 17 BA-R-XS numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerojel numuneleri için en düşük yoğunluk değeri 100°C riflaks sıcaklığında elde edilmiş olup daha önce taranmış olan parametrelere göre daha düşüktür. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında arıtma çamurundan üretim için pH 9, silisyum/toplam malzeme kütlesi 0.5 ve riflaks sıcaklığı 100°C olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Malzemenin hidrofobluk özelliğinin tespitinde kullanılan yöntemle göre sentezlenen tüm numuneler analiz edilmiş ve sonuçları grafik haline getirilerek Şekil 6.18'de verilmiştir. Temas açısı ölçümü görselleri EK A'da sunulmuştur.

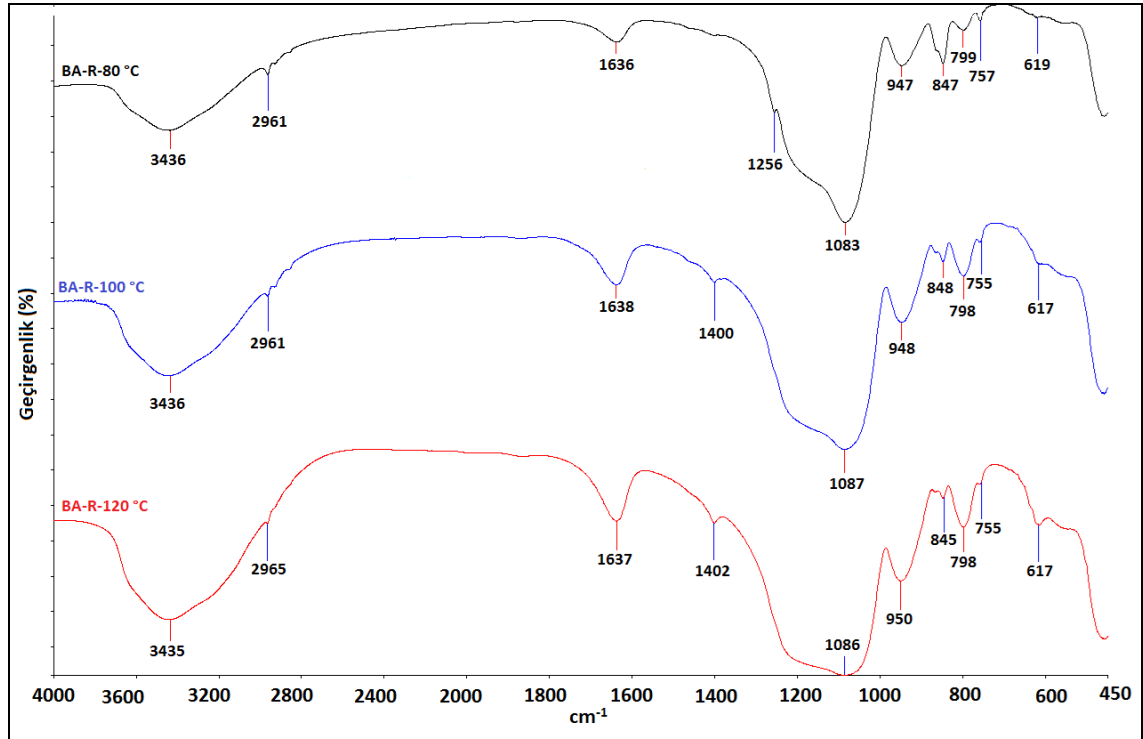


Şekil 6. 18 BA-R-XS numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezin riflaks aşamasında kullanılan tüm sıcaklık değerleri için üretilen numunelerin hidrofob özellikte olduğu gözlemlenmiş ve en yüksek hidrofobite değerinin 100°C'de elde edildiği görülmüştür.

FT-IR Analizi

BA-R-XS numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.19'da verilmiştir.



Şekil 6. 19 BA-R-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm⁻¹ aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlemlenen O-H titreşimleri, asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. Analiz sonuçları göz önüne alınarak tüm sıcaklık değerlerinde aerojel numunelerinin başarıyla gerçekleştirildiği ve elde edilen spektrumda görülen piklerin karakteristik silika aerojel pikleri ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir.

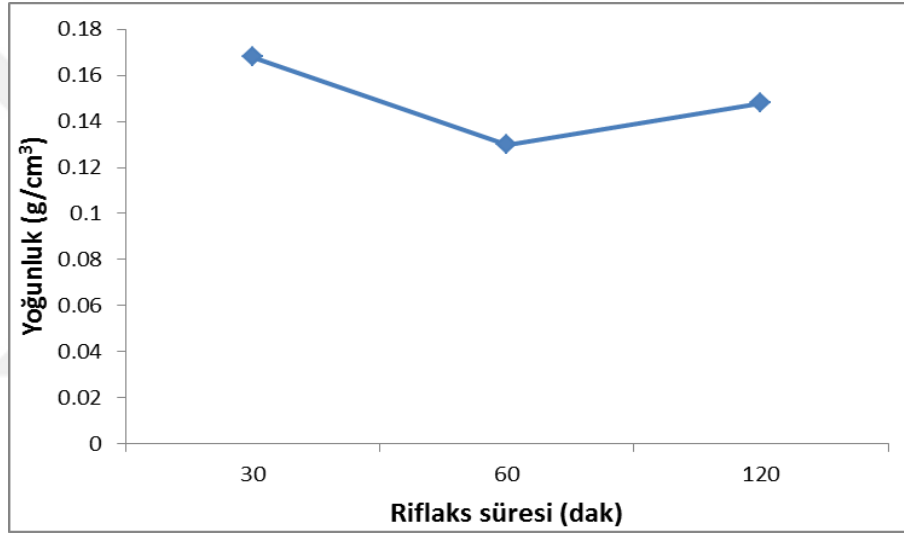
6.6.2.4 Riflaks süresi

Üretim parametreleri taranırken riflaks süresinin üretime etkisi incelenmiştir. Riflaks kolonunda numune karıştırırken taranan süreler 30, 60 ve 120 dakikadır. Üretime riflaks

süresinin etkisini incelemek adına sentezlenen numunelere yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri yapılmış ve elde edilen numuneler BA-R-XT olarak adlandırılmıştır. Yoğunluk ölçümü sonucunda en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin sentezlendiği riflaks süresi optimum riflaks süresi olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Sentez aşamasında kullanılan riflaks süresinin üretim üzerindeki etkisi incelenirken; 30, 60 ve 120 dakika süreleri denenmiş ve sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.20’de grafik halinde verilmiştir.

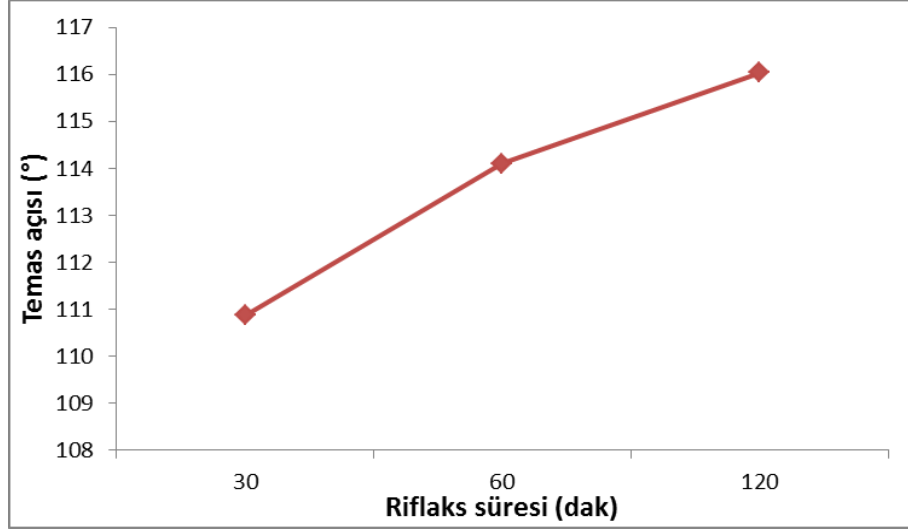


Şekil 6. 20 BA-R-XT numunelerinin yoğunluk grafiği

Yoğunluk değerlerine karşılık çizilen grafiğe göre altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerjel numuneleri için en düşük yoğunluk değeri 60 dakikalık riflaks süresinde elde edilmiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında arıtma çamurundan üretim için optimum üretim parametreleri pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.5, riflaks sıcaklığı 100°C ve riflaks süresi 60 dakika olarak belirlenmiştir.

Temas Açısı

Temas açısı ölçümü sonucunda elde edilen açı değerleri grafik olarak Şekil 6.21’de yer almaktadır. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A’da verilmiştir.

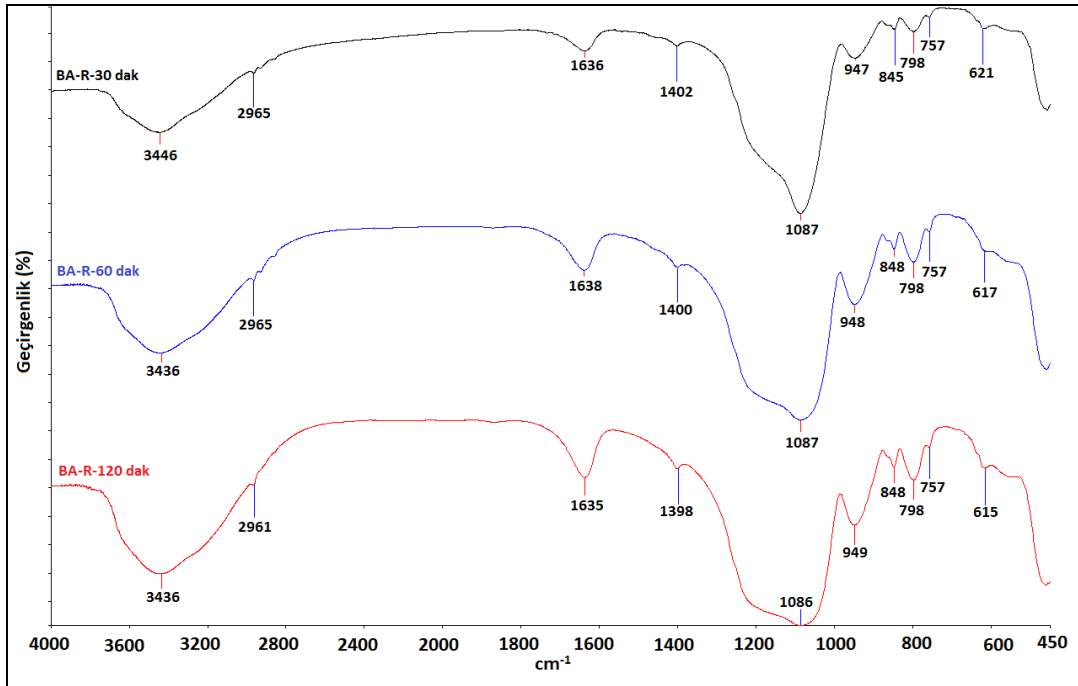


Şekil 6. 21 BA-R-XT numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezin riflaks aşamasında kullanılan tüm süre değerleri için üretilen numunelerin hidrofob özellikte olduğu gözlemlenmiş ve en yüksek hidrofobite değerinin 120 dakikalık riflaks süresinde elde edildiği ayrıca riflaks süresi arttıkça hidrofobitenin arttığı gözlemlenmiştir.

FT-IR Analizi

BA-R-XT numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.22’de verilmiştir.



Şekil 6. 22 BA-R-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

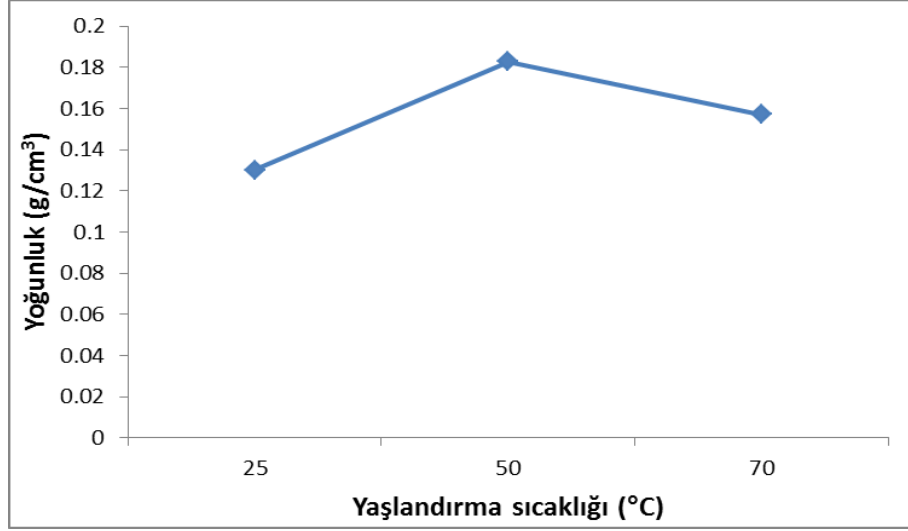
Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlemlenen O-H titreşimleri, asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. Analiz sonuçları göz önüne alınarak tüm sıcaklık değerlerinde aerjel numunelerinin başarıyla sentezlendiği ve elde edilen spektrumda görülen piklerin karakteristik silika aerjel pikleri ile uyumlu olduğu gözlemlenmiştir. Çalışmada arıtma çamurunda üretim aşamasında taranan reflaks süreleri için malzemenin yapısında herhangi bir değişiklik gözlenmemiş tüm sürelerde sentez gerçekleşmiştir.

6.6.2.5 Yaşlandırma sıcaklığı

Yaşlandırma aerjel üretimindeki en önemli basamaklardan biridir. Dolayısıyla yaşlandırma sıcaklığının üretim ve malzeme özellikleri üzerine olan etkisinin incelenmesi amacıyla çeşitli parametreler taranmıştır. Yaşlandırma jelleşmenin ardından devam eden ve çeşitli kimyasal-fiziksel değişimler sebebiyle yapının oluşmasına katkıda bulunan bir basamaktır. Oluşan jelin yaşlandırmaya bırakılması ile daha kararlı yapının oluşması beklenmektedir. Üretim aşaması ile kurutma aşamaları arasında gerçekleştirilen yaşlandırma işleminde sıcaklığın etkisi taranarak yaşlandırma sıcaklığı olarak 25°C, 50°C ve 75°C denenmiştir. Elde edilen numuneler BA-Y-XS olarak adlandırılmıştır. BA-Y-25, BA-Y-50 ve BA-Y-75 numunelerine yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin yaşlandırıldığı sıcaklık en iyi yaşlandırma sıcaklığı olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Sentez ile kurutma basamakları arasında gerçekleştirilen yaşlandırma işleminin üretim üzerindeki etkisi incelenirken sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.23'de grafik halinde verilmiştir.

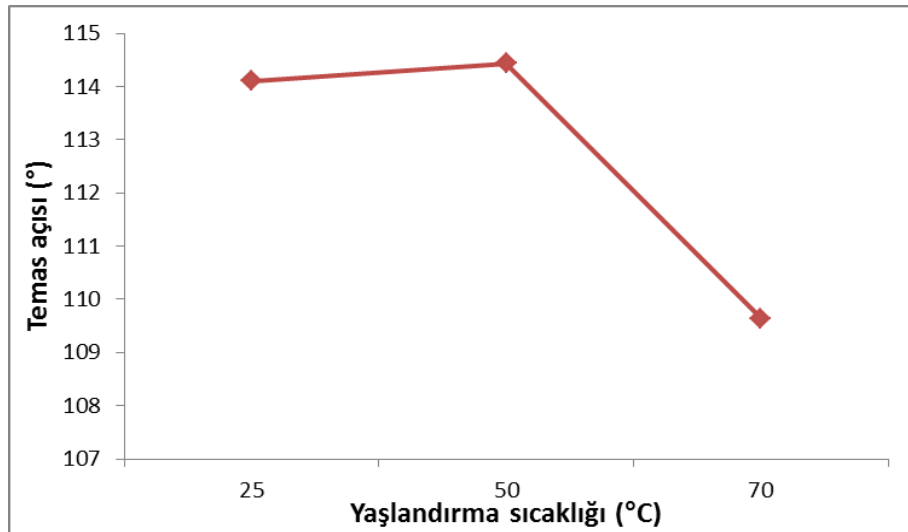


Şekil 6. 23 BA-Y-XS numunelerinin yoğunluk grafiği

Değişik yaşlandırma sıcaklığı değerlerine karşı ölçülerek grafiğe geçirilen yoğunluk değerlerine göre en düşük yoğunluk değeri 25°C'de elde edilmiş ve sıcaklığa bağlı olarak malzemenin yapısında doğrusal bir değişim gözlenmemiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında arıtma çamurundan üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.5, reflaks sıcaklığı 100°C, reflaks süresi 60 dakika ve yaşlandırma sıcaklığı 25°C olarak alınmıştır.

Temas Açısı

BA-Y-25, BA-Y-50 ve BA-Y-75 numunelerinin temas açısı değerleri ölçülmüş ve Şekil 6.24'te grafik olarak verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da verilmiştir.

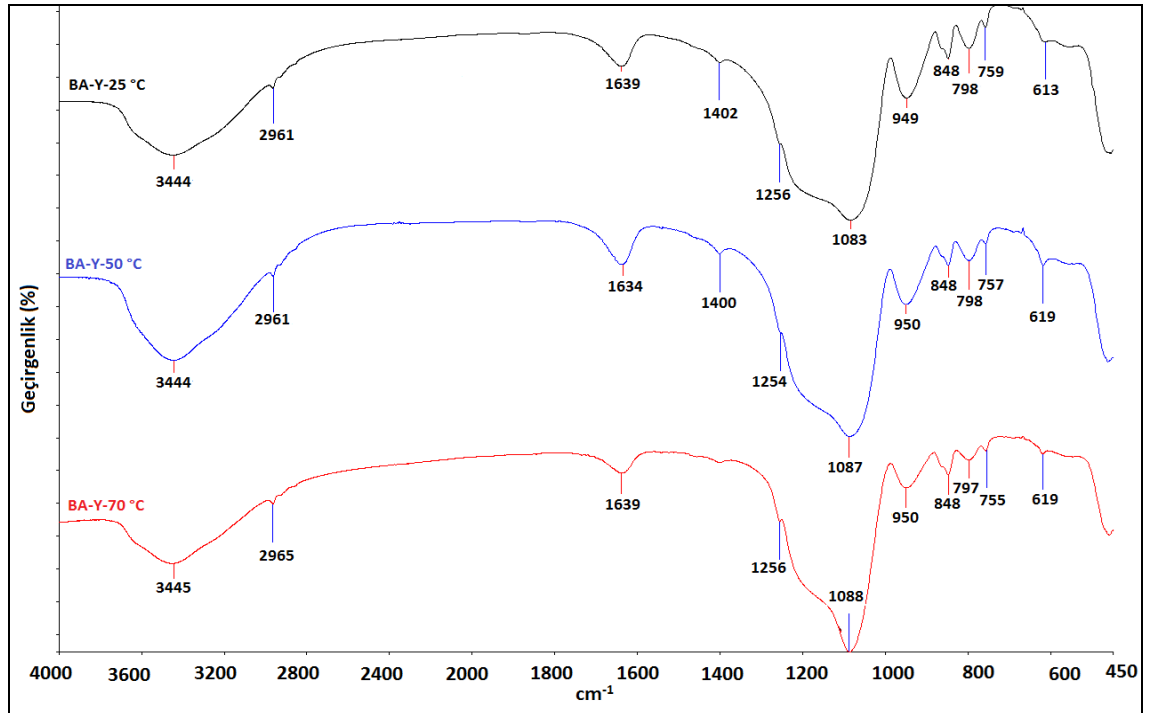


Şekil 6. 24 BA-Y-XS numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre tüm numunelerin hidrofob olarak sentezlendiği ve temas açılarının 109,64° ile 114,43° arasında değişmekte olduğu belirlenmiştir. En yüksek temas açısı değeri BA-Y-50 numunesine aittir.

FT-IR Analizi

BA-Y-XS numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.25’de verilmiştir.



Şekil 6. 25 BA-Y-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlemlenen pikler gözlemlenmiştir. Karşılaştırmalı FT-IR spektrumuna göre BA-Y-25, BA-Y-50 ve BA-Y-75 numunelerinin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve tüm yaşlandırma sıcaklığı koşullarında sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.

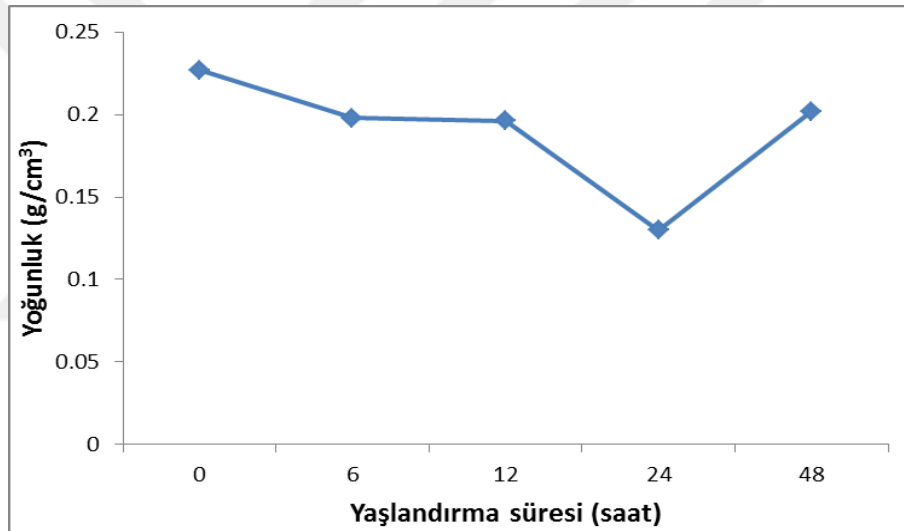
6.6.2.6 Yaşlandırma süresi

Yaşlandırma süresi aerojel üretimini etkileyen parametrelerden bir diğeridir. Arıtma çamurundan üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.5, riflaks sıcaklığı 100°C,

riflaks süresi 60 dakika ve yaşlandırma sıcaklığı 25°C alınarak deneyler yapılmıştır. Yaşlandırma süresi olarak verilen X değeri 0, 6, 12, 24 ve 48 saat süreler taranmış ve elde edilen numuneler BA-Y-XT olarak adlandırılmıştır. Numunelere daha önceki parametrelerde olduğu gibi yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin yaşlandırma süresi en iyi yaşlandırma süresi olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Farklı yaşlandırma sürelerinde sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.26'da grafik halinde verilmiştir.



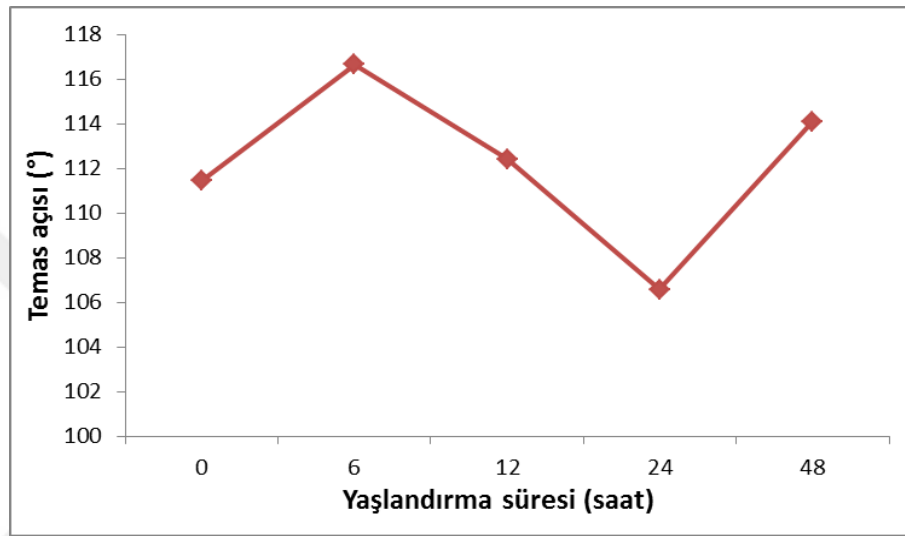
Şekil 6. 26 BA-Y-XT numunelerinin yoğunluk grafiği

Değişik yaşlandırma sürelerine karşı ölçülerek grafiğe geçirilen yoğunluk değerlerine göre en düşük yoğunluk değeri BA-Y-24 numunesinde elde edilmiştir. Yaşlandırma süresi ile sentezlenen malzemenin yoğunluğu arasında doğrusal bir değişim olmadığı; başlangıçta yer alan sürelerde yoğunluk az miktarda değişim gösterirken BA-Y-12 numunesinden sonra düşüş gösterdiği ve 24 saatten sonra yoğunluğun yükselerek başlangıç değerine yaklaştığı görülmektedir. 0,23 g/cm³ ile 0,130 g/cm³ aralığında değişen yoğunluk verileri elde edilmiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında arıtma çamurundan üretim için optimum değerler; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.5, riflaks

sıcaklığı 100°C, reflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C ve yaşlandırma süresi 24h olarak belirlenmiştir.

Temas Açısı

Farklı süre değerleri için sentezlenen numunelerin temas açıları ölçülerek hidrofobluk özelliği test edilmiştir. Ölçülen temas açısı değerleri Şekil 6.27'deki grafikte verilmektedir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.



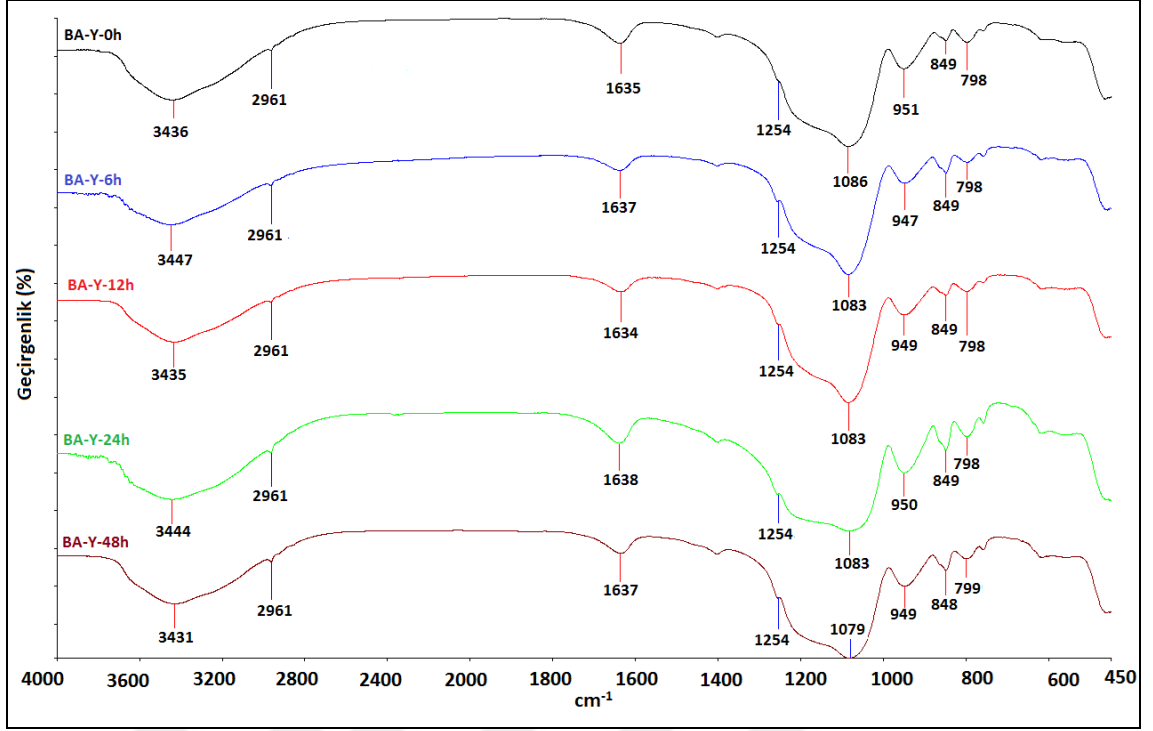
Şekil 6. 27 BA-Y-XT numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre tüm numunelerin hidrofob karakteristik gösterdiği ve ölçülen temas açılarının 106,57° ve 116,66° arasında değiştiği görülmektedir. En yüksek temas açısı değeri BA-Y-6 numunesine aittir.

FT-IR Analizi

BA-Y-XT numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.28'de verilmiştir.

Numunelerin 4000-450 cm⁻¹ aralığında ATR yöntemi ile gerçekleştirilen gerçekleştirilen analiz sonucuna göre aerjel numunelerine ait karakteristik pikler gözlenmiştir. Karşılaştırmalı FT-IR spektrumuna göre BA-Y-0, BA-Y-6, BA-Y-12, BA-Y-24 ve BA-Y-48 numunelerinin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve tüm yaşlandırma sıcaklığı koşullarında sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.



Şekil 6. 28 BA-Y-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

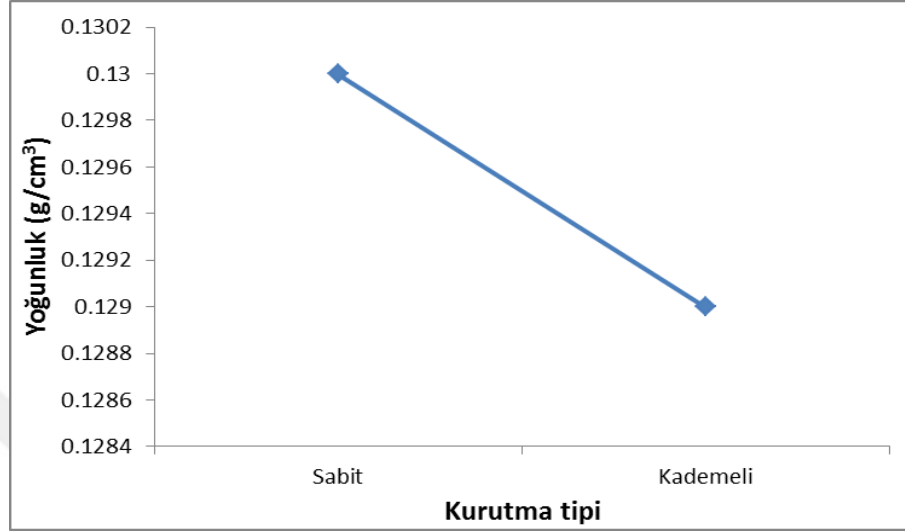
6.6.2.7 Kurutma tipi

Literatüre bakıldığında aerjel üretiminde genellikle tercih edilen kurutma yöntemi süperkritik kurutmadır. Bunun yanında dondurarak kurutma ve ortam koşullarında kurutma ile ilgili de çalışmalar yer almaktadır. Çalışma kapsamında ortam basıncında kurutma ile yine ortam basıncında kademeli sıcaklık değişimi kullanılarak kurutma işlemleri gerçekleştirilmiş ve bu iki işlemin malzemenin yapısında ve özelliklerinde herhangi bir değişime neden olup olmadığı incelenmiştir. Sabit kurutma ve kademeli kurutma olarak adlandırılan işlemlerde; sabit kurutma 50°C'de 6 saat süreyle ve kademeli kurutma işlemi 60°C, 80°C, 120°C ve 180°C'de ikişer saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Numuneler BA-SABİT ve BA-KADEMELİ olarak isimlendirilmiştir.

Numunelere daha önceki parametrelerde olduğu gibi yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numune, altın madeni arıtma çamurundan üretimde en iyi özellikteki numune olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Daha önceki aşamalarda optimum olarak belirlenen parametreler kullanılarak üretim gerçekleştirilmiş ve kurutma etkisini belirlemek için elde edilen numunelerin yoğunluk ölçümleri Şekil 6.29'da grafik halinde verilmiştir.



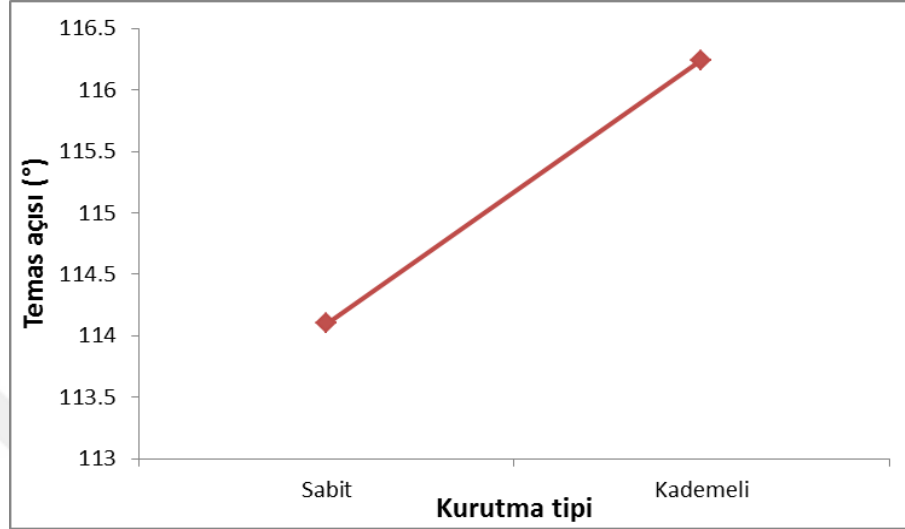
Şekil 6. 29 BA-SABİT ve BA-KADEMELİ numunelerinin yoğunluk grafiği

Grafikte verilen değerlere göre BA-KADEMELİ numunesinin daha düşük yoğunluğa sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca sabit ve kademeli kurutma işlemleri için numunenin yoğunluğunda çok ciddi bir değişim gözlenmemiştir. BA-SABİT numunesinin yoğunluğu $0,130 \text{ g/cm}^3$ iken BA-KADEMELİ numunesinin yoğunluğu 0.129 g/cm^3 'tür.

Bergama altın madeni arıtma çamurundan gerçekleştirilen üretim için belirlenen tüm parametreler tarandığında, başlangıçta 0.172 g/cm^3 olan yoğunluk değerinin optimum koşullar belirlenerek %25'lik bir değişimle 0.129 g/cm^3 'e düşürüldüğü görülmektedir. Taranan parametreler göz önüne alınarak arıtma çamurundan aerojel üretiminde optimum sentez koşulları; pH 9, silisyum/toplam malzeme kütlesi 0.5, riflaks sıcaklığı 100°C ,riflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C , yaşlandırma süresi 24h ve kademeli kurutma olarak belirlenmiştir. Sentezlenen optimum numunenin XRD, SEM ve BET analizleri yapılarak, numune yalıtım amaçlı siva üretiminde değerlendirilmiştir.

Temas Açısı

Sabit ve kademeli kurutma işlemi ile sentezlenen numunelerin temas açıları ölçülerek hidrofobluk özelliği test edilmiştir. Ölçülen temas açısı değerleri Şekil 6.30'daki grafikte verilmektedir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.



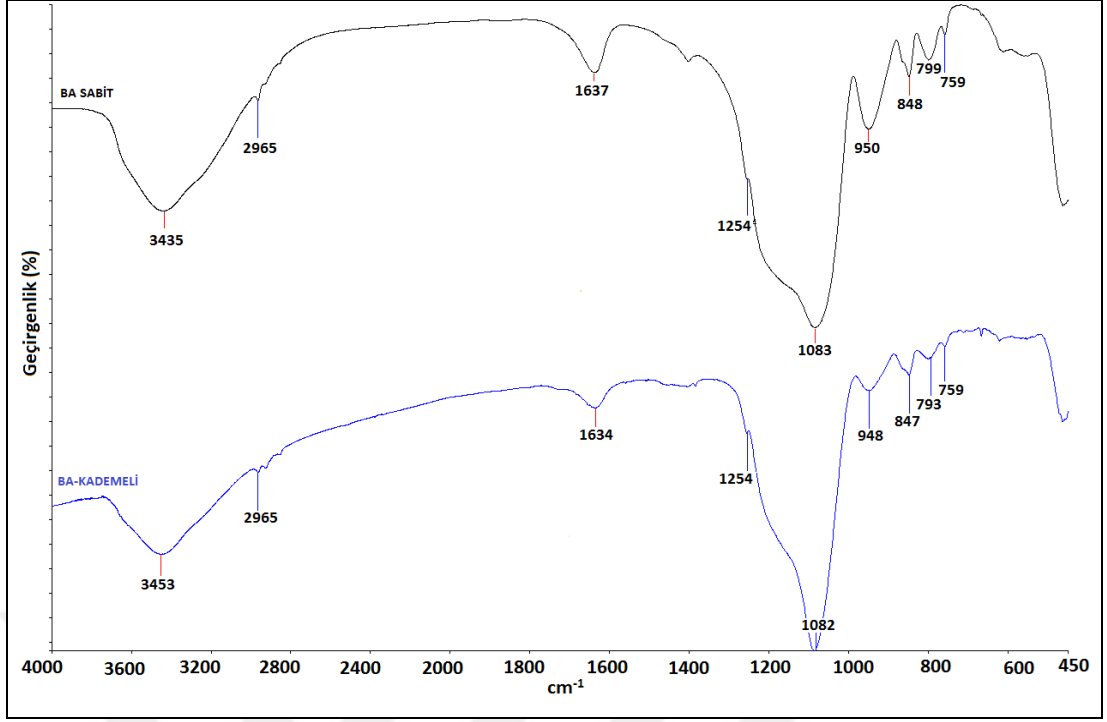
Şekil 6.30 BA-SABİT ve BA-KADEMELİ numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre her iki kurutma yöntemi için sentezlenen numunelerin hidrofob özellik gösterdiği belirlenmiştir. BA-SABİT numunesinin temas açısı 114.1° iken ve BA-KADEMELİ numunesinin temas açısı 116.24°'dir.

FT-IR Analizi

BA-SABİT ve BA-KADEMELİ numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.31'de verilmiştir.

Numunelerin FT-IR spektrumuna göre; 3400 ve 1630 cm^{-1} dolaylarında fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 ve 750-790 cm^{-1} 'de asimetric ve simetric Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$ grubundan, 1250 ve 840-850 cm^{-1} 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlenmiştir. Numunelerinin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve her iki kurutma koşulunda da sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.



Şekil 6. 31 BA-SABİT ve BA-KADEMELİ numunelerinin FT-IR spektrumu

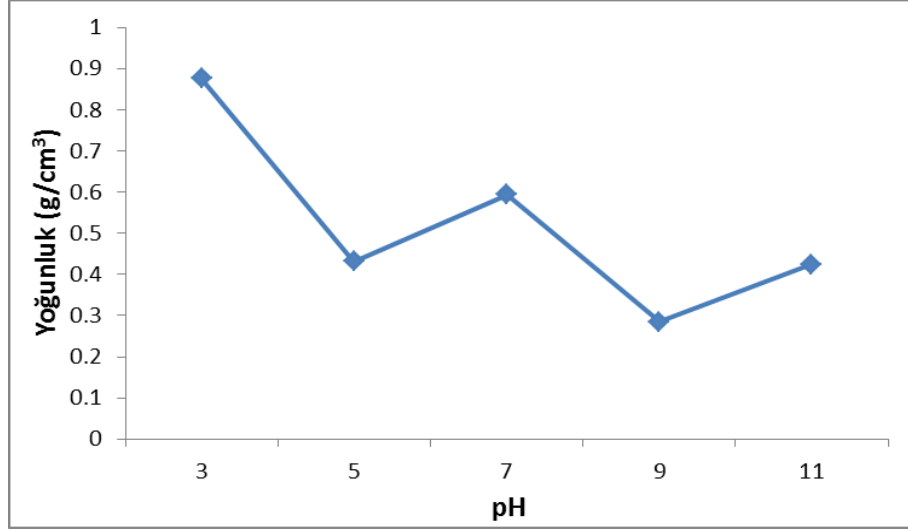
6.6.3 Uçucu külden üretim

6.6.3.1 pH etkisi

Uçucu külden aerogel üretim parametrelerinin etkisi incelenirken arıtma çamurunda olduğu gibi önce pH etkisi üzerine çalışılmıştır. Tüm diğer parametreler sabit tutularak gerçekleştirilen pH taramasında numuneler UK-pH-X şeklinde isimlendirilmiştir. UK uçucu küle temsil etmektedir. pH değerini temsil eden X değeri 3, 5, 7, 9 ve 11 olacak şekilde sentez yapılmıştır. Elde edilen numunelerin yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş ve yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği pH değeri üretim için optimum pH olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

pH değeri 3, 5, 7, 9 ve 11 olarak sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve Şekil 6.32'de grafik olarak verilmiştir.

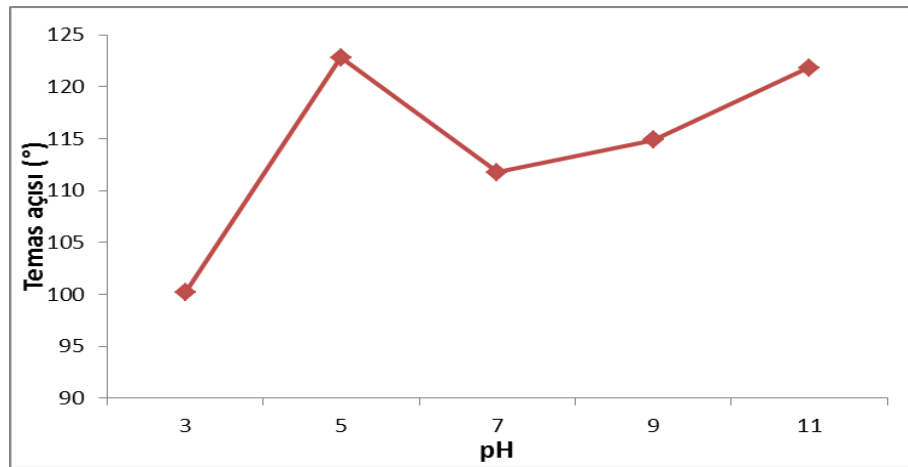


Şekil 6. 32 UK-pH-X numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre uçucu külden üretilen aerjel numuneleri için en düşük yoğunluğun pH 9'da 0.285 g/cm^3 olarak elde edildiği görülmektedir. pH değişimi ile yoğunluk arasında doğrusal bir değişiklik gözlenmemekle birlikte ölçülen pH değerleri 0.875 g/cm^3 ile 0.285 g/cm^3 arasında değişmektedir. Optimum pH değerinin belirlenmesi ile malzemenin yoğunluğunda % 67,4'lük düşüş sağlanmıştır. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında uçucu külden üretim için optimum pH değeri pH 9 olarak belirlenmiştir.

Temas Açısı

Uçucu külden değişik pH değerlerinde hazırlanan numunelerin hidrofobluk özelliğinin incelenmesi için temas açıları ölçülmüş ve değerler grafik olarak Şekil 6.33'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

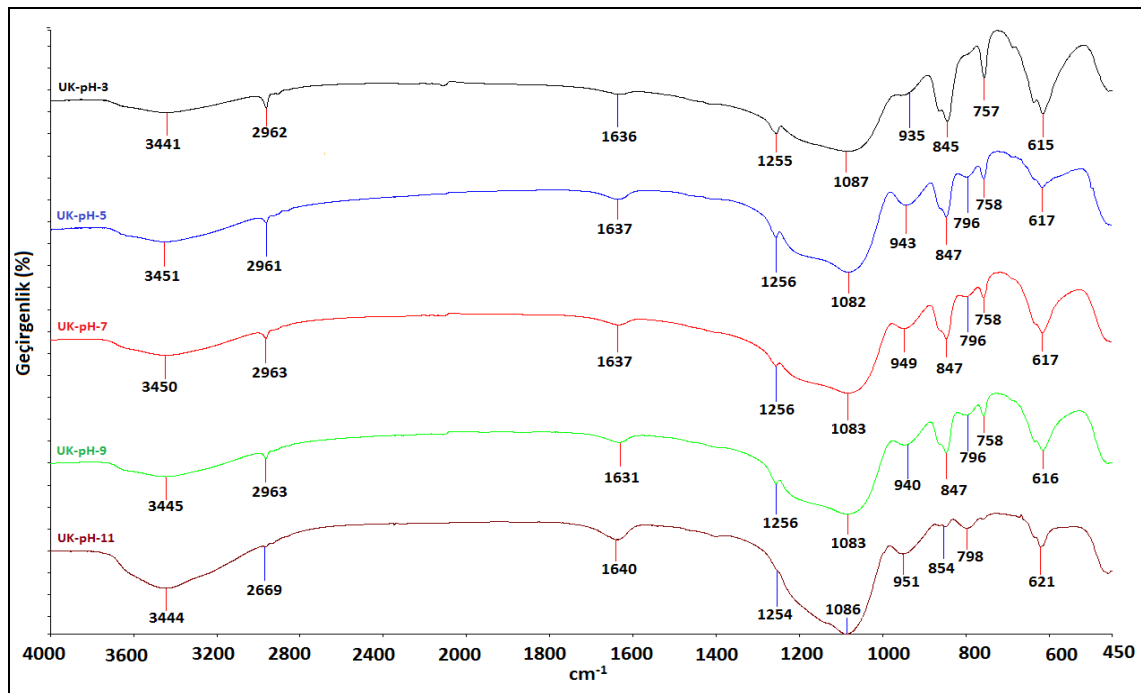


Şekil 6. 33 UK-pH-X numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezde kullanılan tüm pH değerlerinde üretilen numunelerinin 90°'den büyük temas açısına sahip oldukları ve dolayısıyla hidrofob özelliğe sahip oldukları görülmüştür. En yüksek hidrofobisitenin elde edildiği pH değeri 5 olarak belirlenmiştir. UK-pH-X numunelerinin temas açıları 100.16° ile 122.82° aralığında değişmektedir.

FT-IR Analizi

UK-pH-X numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.34'te verilmiştir.



Şekil 6. 34 UK-pH-X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

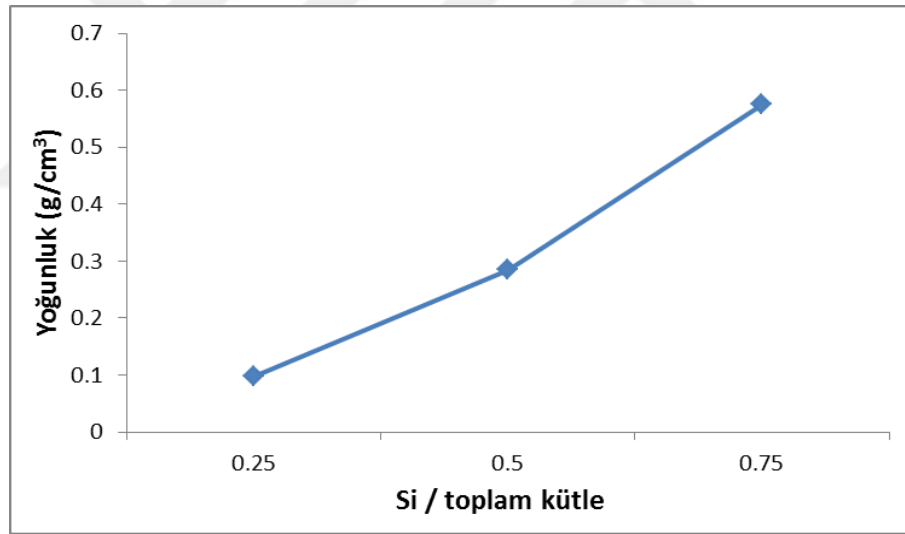
Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen FT-IR analizi sonuçlarına göre; 3400 ve 1630 cm^{-1} dolaylarında fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 ve 750-790 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$ grubundan, 1250 ve 840-850 cm^{-1} 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. Karşılaştırmalı analiz sonucuna bakılarak tüm pH değerleri için üretimin başarıyla gerçekleştirildiği görülmektedir.

6.6.3.2 Si/toplam madde miktarı

Malzeme üretimine silisyum miktarı/toplam madde miktarının etkisini incelerken pH değeri 9 olarak alınmış ve diğer bütün parametreler sabit tutulmuştur. Sentezlenen numuneler UK-X şeklinde isimlendirilmiştir. Madde miktarı etkisi incelenirken X değeri 0.25, 0.5 ve 0.75 olacak şekilde taranmıştır. Elde edilen numunelerin yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş ve yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği madde miktarı değeri üretim için optimum olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Si/toplam madde miktarının üretime etkisi incelenirken; Silisyum miktarı/toplam madde miktarı değeri 0.25, 0.5 ve 0.75 olarak sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve Şekil 6.35'de grafik olarak verilmiştir.

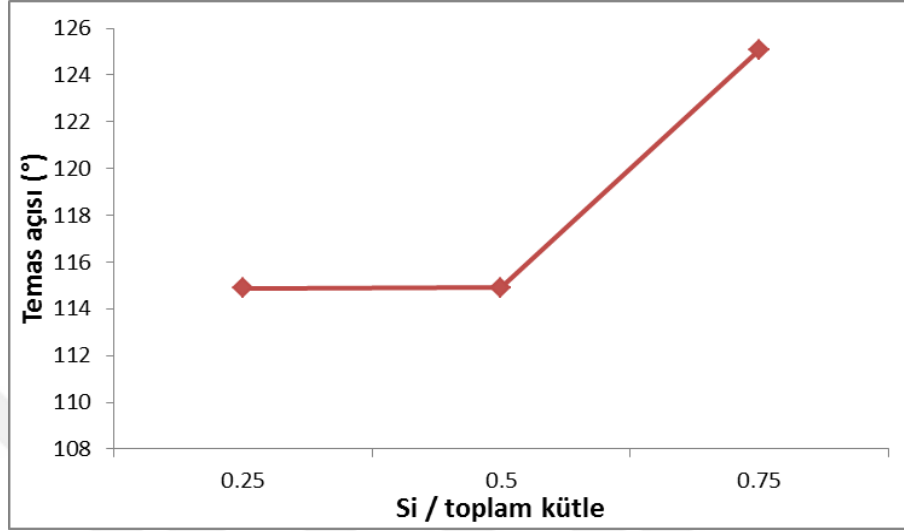


Şekil 6. 35 UK- X numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre uçucu külden elde edilen aerojel numuneleri için reaksiyona giren silisyum oranı arttıkça yoğunluğun arttığı dolayısıyla en düşük yoğunluğun UK-0,25 numunesinde elde edildiği görülmektedir. UK-0.75 numunesinin yoğunluğu 0.576 g/cm³, UK-0.50 numunesinin yoğunluğu 0.285 g/cm³ ve UK-0.25 numunesinin yoğunluğu 0.097 g/cm³'tür. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında uçucu külden üretim için pH 9 ve Si/toplam malzeme kütlesi 0.25 olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Çeşitli Si/toplam malzeme kütlesi değerlerine göre hazırlanan numunelerin hidrofobluk özelliğinin incelenmesi için temas açıları ölçülmüş ve değerler grafik olarak Şekil 6.36'da verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

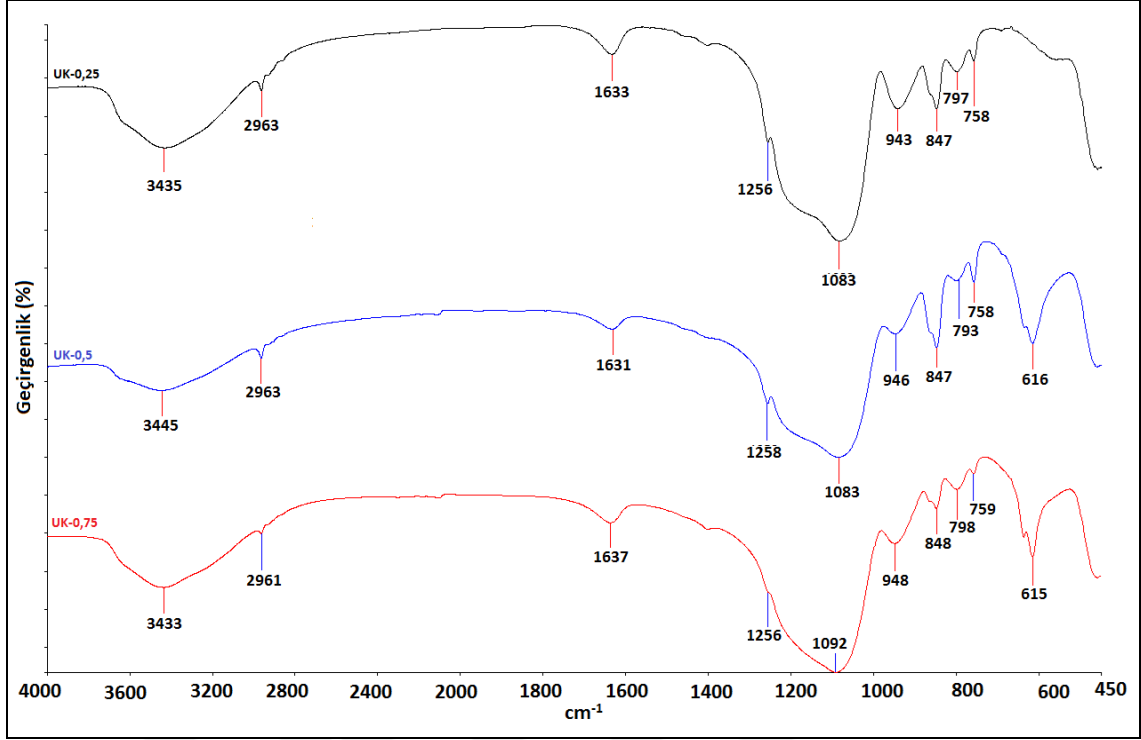


Şekil 6. 36 UK -X numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezde kullanılan tüm malzeme oranı değerleri için üretilen numunelerinin 90°den büyük temas açısına sahip oldukları ve dolayısıyla hidrofob özellikte oldukları görülmüştür. En yüksek hidrofobite ise 0.75 oranında elde edilmiştir. UK-0.25 numunesinin temas açısı 114.89°, UK-0.50 numunesinin temas açısı 114.9° ve UK-0.75 numunesinin temas açısı 125.07° olarak ölçülmüştür.

FT-IR Analizi

UK-X numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.37'de verilmiştir.



Şekil 6. 37 UK- X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

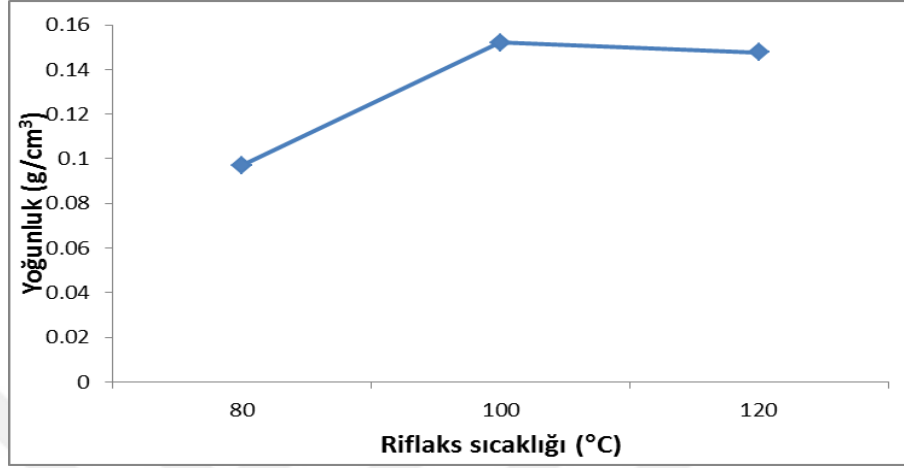
Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki aşamalarda elde edilen FT-IR verileri ile paralellik gösteren O-H titreşimleri, asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, $-\text{CH}_3$, Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. FT-IR spektrumları doğrultusunda tüm Si/toplam madde oranları için üretimin başarıyla gerçekleştirildiği ve hidrofoblaştırıcı ajanın yapıya bağlandığı görülmektedir. Analiz sonucunda elde edilen pikler karakteristik silika bazlı aerjel pikleri ile uyum içerisindedir.

6.6.3.3 Riflaks sıcaklığı

Sentez aşamasında kullanılan riflaks işlemi uçucu külden aerjel sentezi için de sıcaklık ve süre açısından taranacak parametreler arasında ter almaktadır. Riflaks kolonunda numune karıştırırken kullanılan sıcaklık değerleri 80°C, 100°C ve 120 °C alınarak elde edilen numunelere yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmış, yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği riflaks sıcaklığı değeri üretim için optimum riflaks sıcaklığı olarak belirlenmiştir. Malzeme üretimine riflaks sıcaklığı etkisini incelerken diğer bütün parametreler sabit tutulmuş ve numuneler UK-R-XS şeklinde isimlendirilmiştir.

Yoğunluk

Riflaks sıcaklığının sentezlenen malzemenin özellikleri üzerindeki etkisi incelenirken denenen üç farklı sıcaklık için numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve grafik haline getirilerek Şekil 6.38’de verilmiştir.



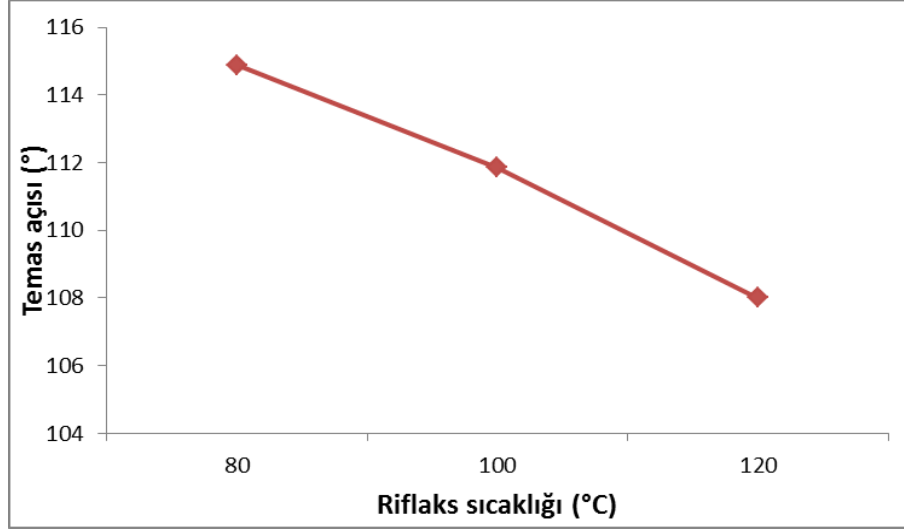
Şekil 6. 38 UK-R-XS numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre uçucu külden üretilen aerjel numuneleri için en düşük yoğunluk değeri 80°C riflaks sıcaklığında elde edilmiş olup riflaks sıcaklığının artması ile yoğunlukta artış olduğu gözlenmiştir. Bu nedenle çalışmanın ilerleyen kısımlarında uçucu külden üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25 ve riflaks sıcaklığı 80°C olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Uçucu külden elde edilen aerjellerin hidrofobluk derecesinin belirlenmesi amacıyla temas açıları ölçülmüş ve ölçüm neticesinde elde edilen sonuçlar grafik haline getirilerek Şekil 6.39’da verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A’da yer almaktadır.

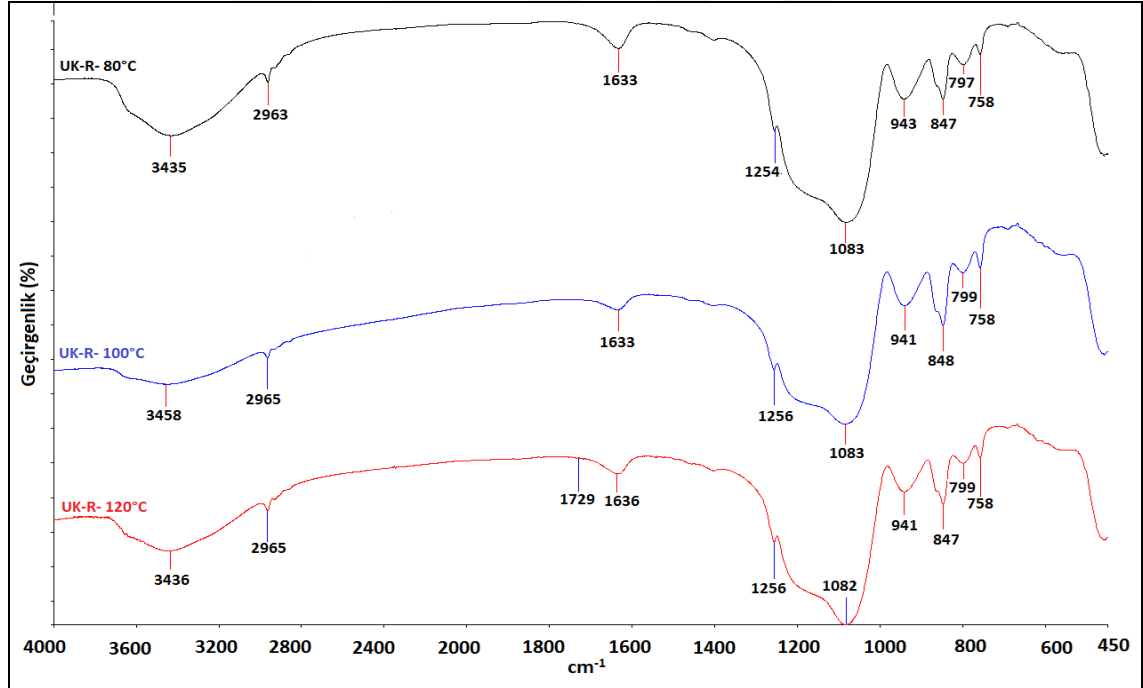
Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezin riflaks aşamasında kullanılan tüm sıcaklık değerleri için üretilen numunelerin hidrofob özellikte olduğu gözlenmiş ve en yüksek hidrofobite değerinin 80°C’de elde edildiği görülmüştür. Ayrıca riflaks sıcaklığı ile temas açısı arasında ters orantı olduğu görülmektedir.



Şekil 6. 39 UK-R-XS numunelerinin temas açısı grafiği

FT-IR Analizi

UK-R-XS numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.40'ta verilmiştir.



Şekil 6. 40 UK-R-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlemlenen O-H titreşimleri, asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. Analiz sonuçları göz önüne alınarak tüm sıcaklık değerlerinde aerjel numunelerinin başarıyla sentezlendiği

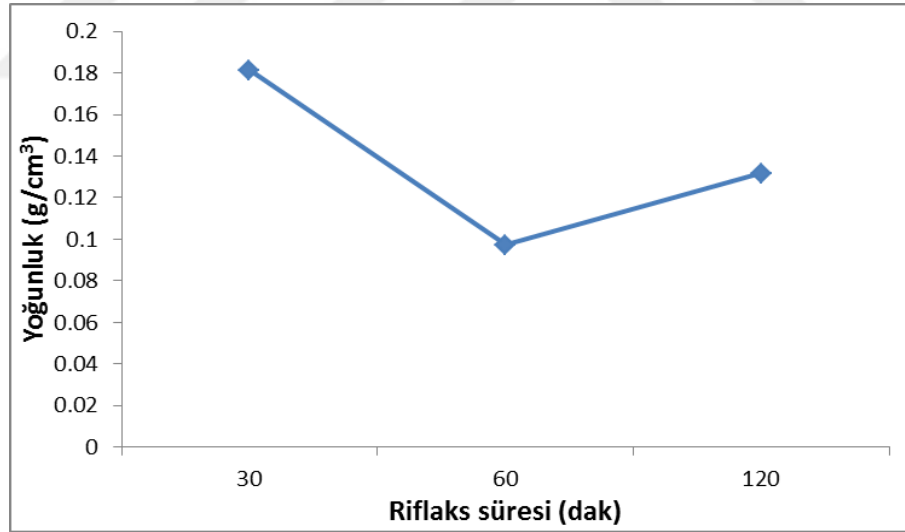
ve elde edilen spektrumda görülen piklerin karakteristik silika aerojel pikleri ile uyumlu olduğu gözlenmiştir.

6.6.3.4 Riflaks süresi

Üretim parametreleri taranırken riflaks süresinin üretime etkisi incelenmiştir. Riflaks kolonunda numune karıştırırken taranan süreler 30, 60 ve 120 dakikadır. Üretime riflaks süresinin etkisini incelemek adına sentezlenen numunelere yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Elde edilen numuneler BA-R-XT olarak adlandırılmıştır. Yoğunluk ölçümü sonucuna göre en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin sentezlendiği riflaks süresi optimum riflaks süresi olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Riflaks süresinin üretim üzerine olan etkisi incelenirken sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.41’de grafik halinde verilmiştir.



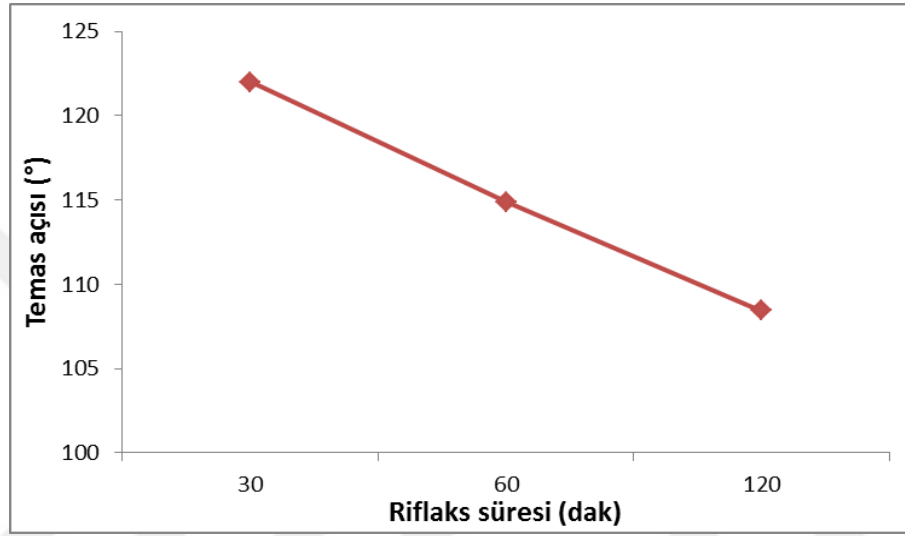
Şekil 6. 41 UK-R-XT numunelerinin yoğunluk grafiği

Yoğunluk değerlerine karşılık riflaks süreleri kullanılarak çizilen grafik göz önüne alındığında en düşük yoğunluk değerinin 1 saatlik riflaks süresinde elde edildiği gözlenmiştir. Grafikte görülen değerlere göre de riflaks sıcaklığı ile yoğunluk arasında doğrudan bir bağıntı olmadığı görülmektedir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında uçucu

külden üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, reflaks sıcaklığı 80°C ve reflaks süresi 60 dakika olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Uçucu külden aerogel üretimi için reflaks sıcaklığı incelenirken elde edilen numunelerin temas açıları ölçülmüş ve grafik haline getirilerek Şekil 6.42’de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A’da yer almaktadır.

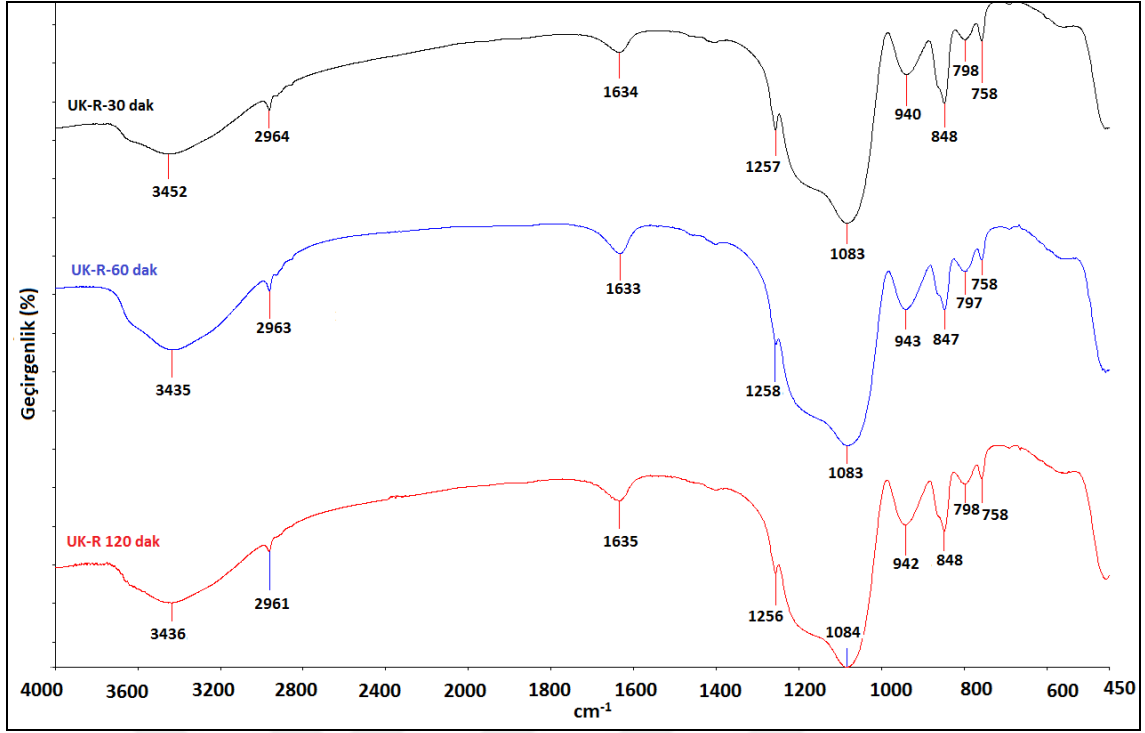


Şekil 6. 42 UK-R-XT numunelerinin temas açısı grafiği

Verilen grafiğe göre sentezin reflaks aşamasında kullanılan tüm süre değerleri için üretilen numunelerin 90°’den büyük temas açısına sahip olarak hidrofob özellikte olduğu görülmektedir. Uçucu külden aerogel sentezinde reflaks süresi arttıkça hidrofobisitenin azaldığı gözlenmiştir.

FT-IR Analizi

UK-R-XT numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.43’de verilmiştir.



Şekil 6. 43 UK-R-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

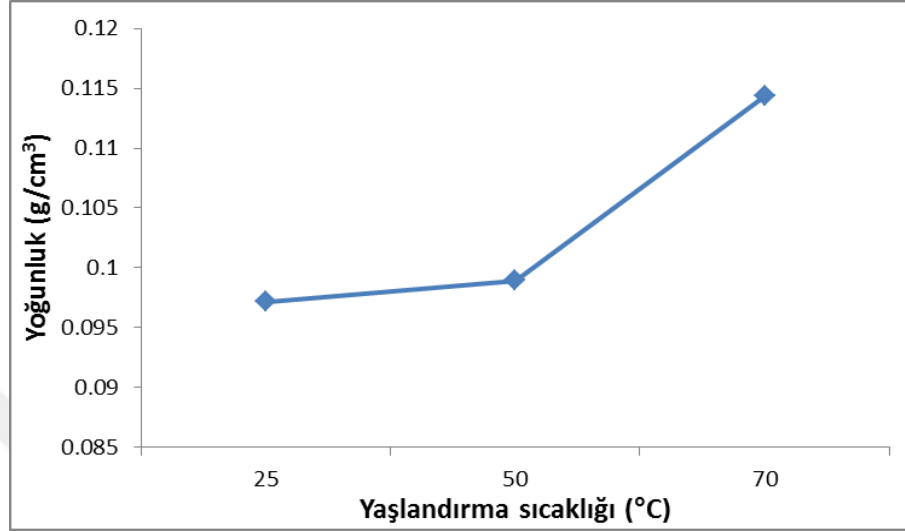
Numunelerin analiz sonucuna göre; 3400 cm^{-1} ve 1600 cm^{-1} dolaylarında görülen numune hazırlama sürecinde fiziksel olarak adsorplanan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 cm^{-1} ve $750\text{--}790\text{ cm}^{-1}$ 'de malzemenin silisyum yapısından kaynaklanan asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} ve $840\text{--}850\text{ cm}^{-1}$ 'de hidrofoblaştırıcı ajan olarak kullanılan TMCS'nin aerjel yapısına bağlanmasından kaynaklanan Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. Taranan tüm süre değerleri için sentezin başarıyla gerçekleştiği görülmektedir.

6.6.3.5 Yaşlandırma sıcaklığı

Altın madeni arıtma çamurunda olduğu gibi uçucu külden sentezde de yaşlandırma sıcaklığı parametresi taranmıştır. Üretim ile kurutma aşamalarının arasında yer alan yaşlandırma basamağında yaşlandırma sıcaklığı olarak 25°C , 50°C ve 75°C denenmiştir. Elde edilen numuneler UK-Y-XS olarak adlandırılmıştır. UK-Y-25S, UK-Y-50S ve UK-Y-75S numunelerine yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin yaşlandırıldığı sıcaklık en iyi yaşlandırma sıcaklığı olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Sentez ile kurutma basamakları arasında gerçekleştirilen yaşlandırma işleminin üretim üzerindeki etkisi incelenirken sentezlenen aerojel numunelerinin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.44'de grafik halinde verilmiştir.



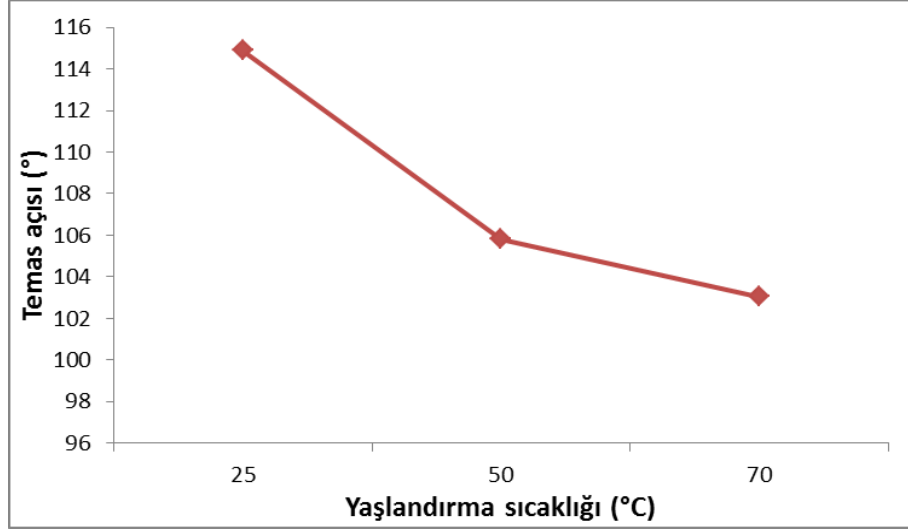
Şekil 6. 44 UK-Y-XS numunelerinin yoğunluk grafiği

Verilen grafiğe göre en düşük yoğunluk değeri 25°C'de elde edilmiş ve sıcaklığa bağlı olarak malzemenin yapısında doğrusal bir değişim gözlenmemiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında yaşlandırma sıcaklığı 25°C olarak alınmıştır.

Temas Açısı

UK-Y-25S, UK-Y-50S ve UK-Y-75S numunelerinin temas açısı değerleri ölçülmüş ve hidrofobluk özelliği belirlenmiştir. Elde edilen temas açısı ölçüm sonuçları grafik haline getirilerek Şekil 6.45'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

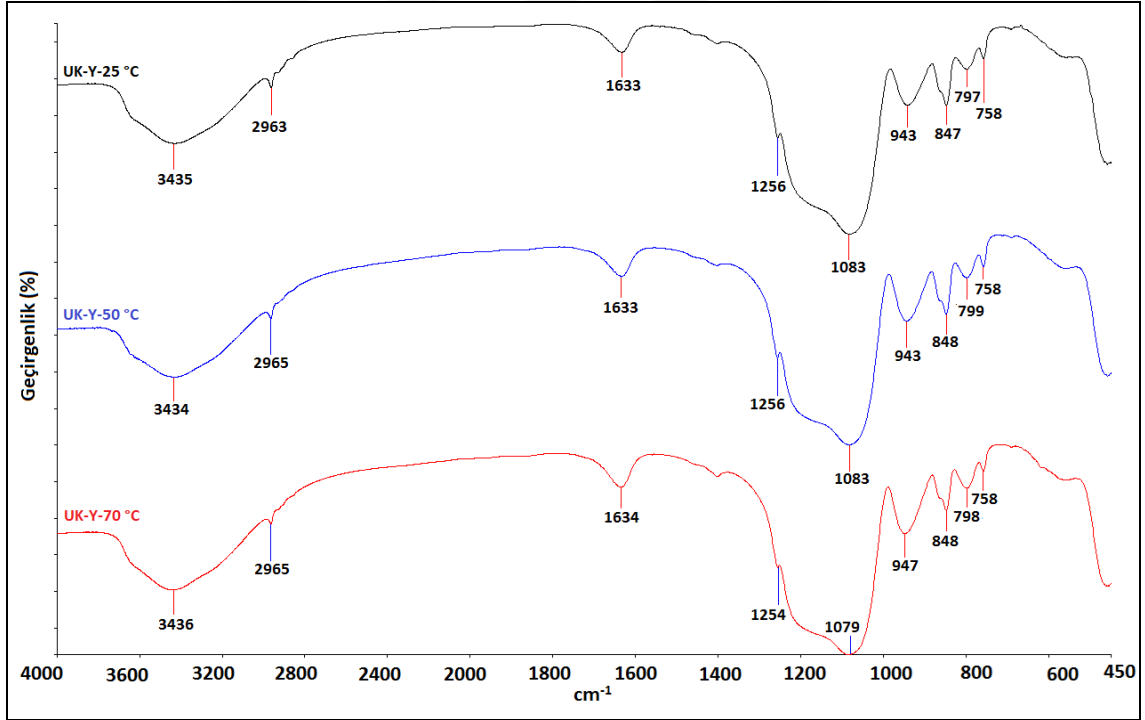
Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre tüm numunelerin hidrofob olarak sentezlendiği ve temas açılarının UK-Y-25S için 114.89°, UK-Y-50S için 105.81 ve UK-Y-70S için 103.5° olduğu bulunmuştur. En yüksek temas açısı değeri 25 °C'de yaşlandırma basamağı gerçekleştirilen UK-Y-25S numunesine ait olduğu görülmüştür.



Şekil 6. 45 UK-Y-XS numunelerinin temas açısı grafiği

FT-IR Analizi

UK-Y-XS numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.46'da verilmiştir.



Şekil 6. 46 UK-Y-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen pikler yeniden gözlenmiştir. Karşılaştırmalı FT-IR spektrumuna göre UK-Y-25S, UK-Y-50S ve UK-Y-75S numunelerinin aynı karakteristik

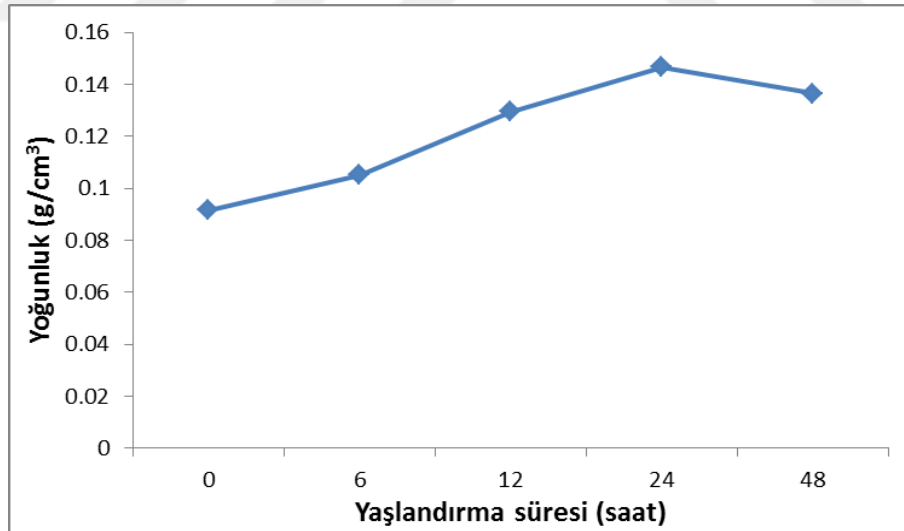
pikleri içerdiği ve tüm yaşlandırma sıcaklığı koşullarında sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.

6.6.3.6 Yaşlandırma süresi

Yaşlandırma süresi uçucu külden aerogel üretimini etkileyen parametrelerden bir diğeridir. Yaşlandırma süresi olarak 0, 6, 12, 24 ve 48 saat süreler taranmış ve elde edilen numuneler UK-Y-XT olarak adlandırılmıştır. Numunelere daha önceki parametrelerde olduğu gibi yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin yaşlandırma süresi optimum yaşlandırma süresi olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Önceki basamakta belirlenen en iyi yaşlandırma sıcaklığı olan 25°C kullanılarak farklı yaşlandırma sürelerinde sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek grafik halinde Şekil 6.47'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.



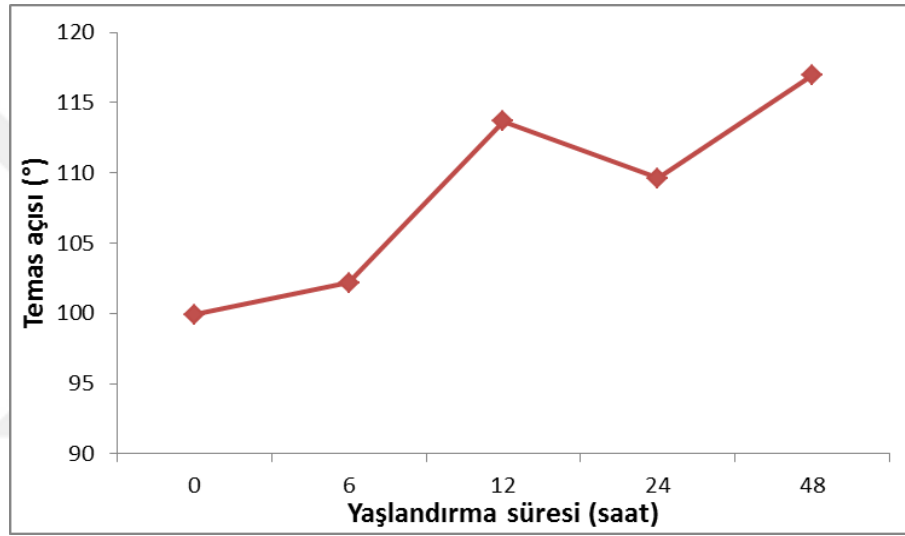
Şekil 6. 47 UK-Y-XT numunelerinin yoğunluk grafiği

Değişik yaşlandırma sürelerine karşı ölçülerek grafiğe geçirilen yoğunluk değerlerine göre en düşük yoğunluk değeri 0 saatte yani yaşlandırma işlemi olmadan sentezlenen numunede elde edilmiştir. 24 saate kadar olan sürede malzemenin yoğunluğunun doğrusal olarak arttığı ve 24 saatten sonra yeniden azalma olduğu görülmüştür.

Ölçülen yoğunluk değerleri 0.091 g/cm^3 ile 0.146 g/cm^3 arasında değişmektedir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında uçucu külden üretim için; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, reflaks sıcaklığı 80°C , reflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C ve yaşlandırma süresi 0 saat olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Farklı süre değerleri için sentezlenen numunelerin temas açıları ölçülerek hidrofobluk özelliği test edilmiştir. Ölçülen temas açısı değerleri Şekil 6.48'deki grafikte verilmektedir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

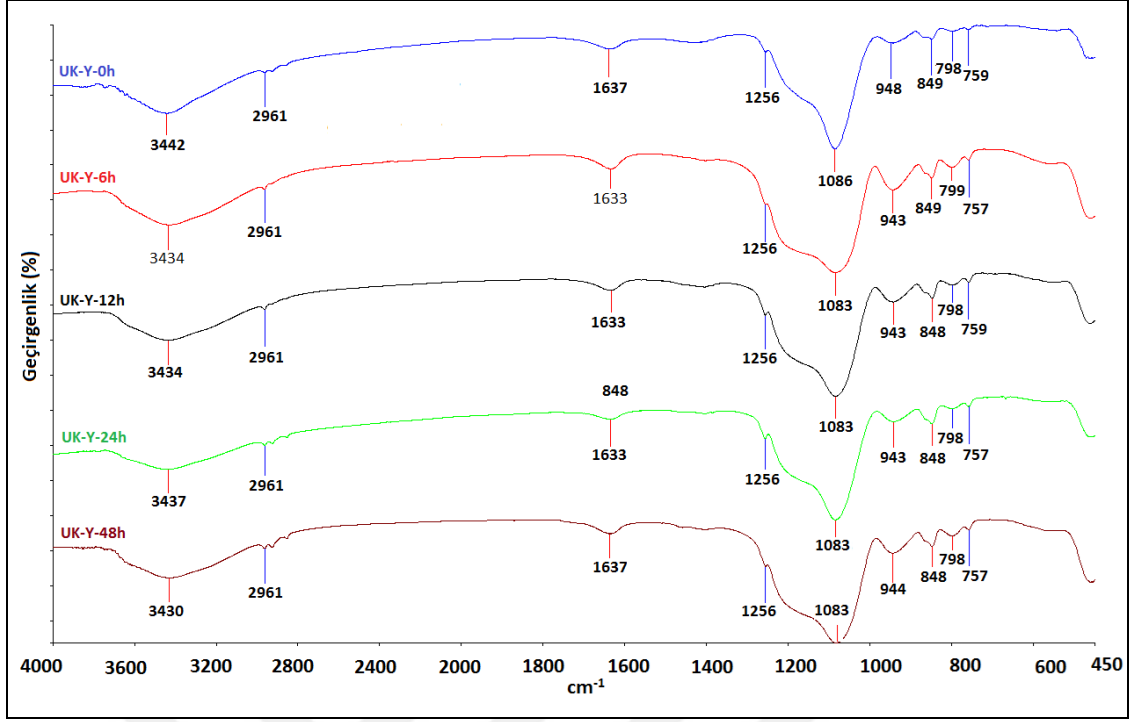


Şekil 6. 48 UK-Y-XT numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre tüm numunelerin hidrofob karakteristik gösterdiği ve ölçülen temas açılarının 99.9° ve 116.93° arasında değiştiği görülmektedir. En yüksek temas açısı değeri UK-Y-48T numunesine aittir. Ayrıca ölçülen temas açıları ile yaşlandırma süreleri arasında net bir bağıntı olmadığı gözlenmiştir.

FT-IR Analizi

UK-Y-XT numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.49'da verilmiştir.



Şekil 6. 49 UK-Y-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen pikler yeniden gözlenmiştir. Karşılaştırmalı FT-IR spektrumuna göre UK-Y-0T, UK-Y-6T, UK-Y-12T, UK-Y-24T ve UK-Y-48T numunelerinin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve tüm yaşlandırma sıcaklığı koşullarında sentezin başarı ile gerçekleştiği ve elde edilen sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmektedir.

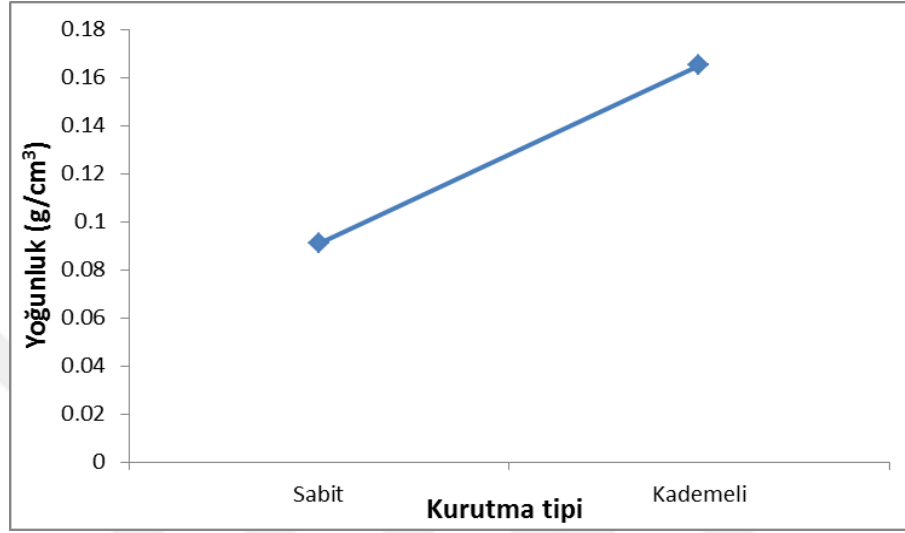
6.6.3.7 Kurutma tipi

Çalışma kapsamında ortam basıncında kurutma ile yine ortam basıncında kademeli sıcaklık değişimi kullanılarak kurutma işlemleri gerçekleştirilmiş ve bu işlemin malzemenin yapısında ve özelliklerinde herhangi bir değişime neden olup olmadığı incelenmiştir. Sabit kurutma ve kademeli kurutma olarak adlandırılan işlemlerde; sabit kurutma 50°C'de 6 saat süreyle ve kademeli kurutma işlemi 60°C, 80°C, 120°C ve 180°C'de ikişer saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Numuneler UK-SABİT ve UK-KADEMELİ olarak isimlendirilmiştir.

Numunelere daha önceki parametrelerde olduğu gibi yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numune uçucu külden üretimde en iyi özellikteki numune olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Uçucu külden silika bazlı aerojel üretiminde daha önceki aşamalarda optimum olarak belirlenen parametreler kullanılarak üretim gerçekleştirilmiş ve kurutma etkisini belirlemek için elde edilen numunelerin yoğunluk ölçümleri Şekil 6.50'de grafik halinde verilmiştir.



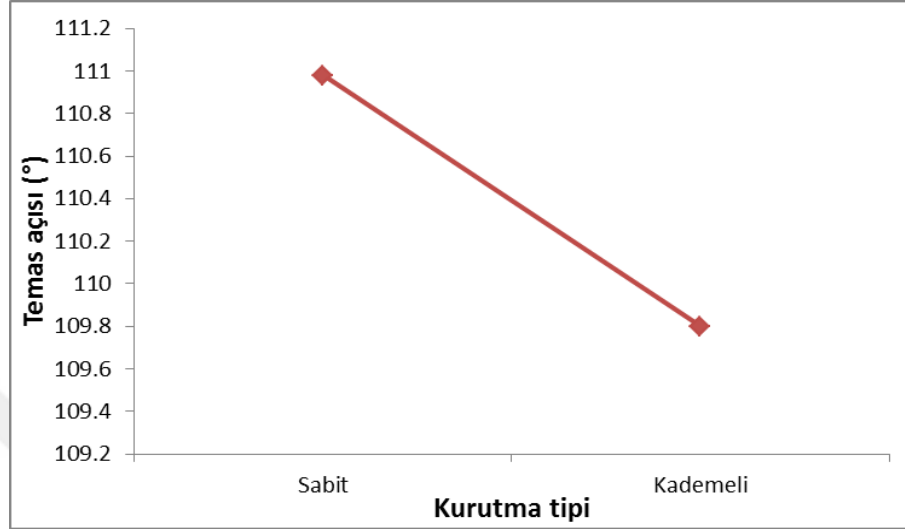
Şekil 6. 50 UK-SABİT ve UK-KADEMELİ numunelerinin yoğunluk grafiği

Grafikte görülen değerlere göre uçucu külden sentezde sabit kurutma ile elde edilen numunenin yoğunluğunun daha düşük olduğu belirlenmiştir. UK-SABİT numunesinin yoğunluğu 0.091 g/cm^3 iken UK-KADEMELİ numunesinin yoğunluğu 0.165 g/cm^3 'tür.

Uçucu külden gerçekleştirilen üretim için belirlenen tüm parametreler tarandığında, başlangıçta 0.285 g/cm^3 olan yoğunluk değerinin optimum koşullar belirlenerek %68'lik bir değişimle 0.091 g/cm^3 'e düşürüldüğü görülmektedir. Taranan parametreler göz önüne alınarak uçucu külden aerojel üretiminde optimum sentez koşulları; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, riflaks sıcaklığı 80°C ,riflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C , yaşlandırma süresi 0 saat ve kurutma tipi sabit kurutma olarak belirlenmiştir. Sentezlenen optimum numuneye XRD, SEM ve BET analizleri yapılarak numune yalıtım amaçlı sıva üretiminde değerlendirilmiştir.

Temas Açısı

Sabit ve kademeli kurutma işlemi ile sentezlenen numunelerin temas açıları ölçülerek hidrofobluk özelliği test edilmiştir. Ölçülen temas açısı değerleri Şekil 6.51'deki grafikte verilmektedir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

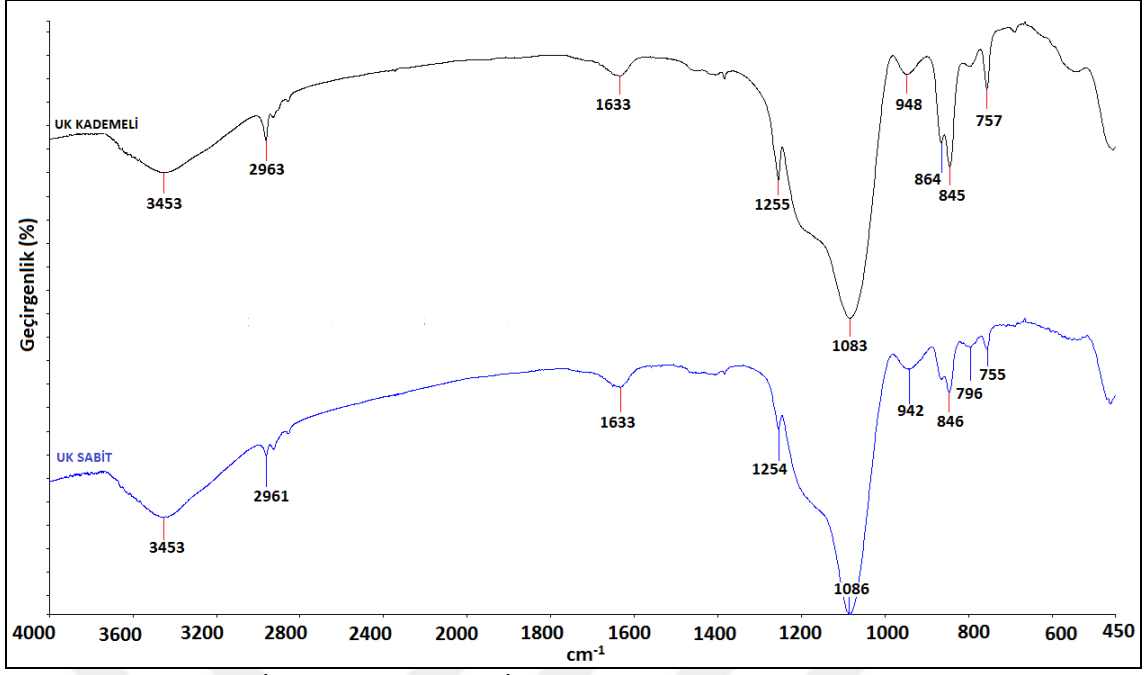


Şekil 6. 51 UK-SABİT ve UK-KADEMELİ numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre her iki kurutma yöntemi için sentezlenen numunelerin hidrofob özellik gösterdiği belirlenmiştir. UK-SABİT numunesinin temas açısı 102.24° iken ve UK-KADEMELİ numunesinin temas açısı 110.98°'dir.

FT-IR Analizi

UK-SABİT ve UK-KADEMELİ numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.52'de verilmiştir. Numunelerin FT-IR spektrumuna göre; 3400 ve 1630 cm^{-1} dolaylarında fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 ve 750-790 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$ grubundan, 1250 ve 840-850 cm^{-1} 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlenmiştir. Numunelerin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve her iki kurutma koşulunda da sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.



Şekil 6. 52 UK-SABİT ve UK-KADEMELİ numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

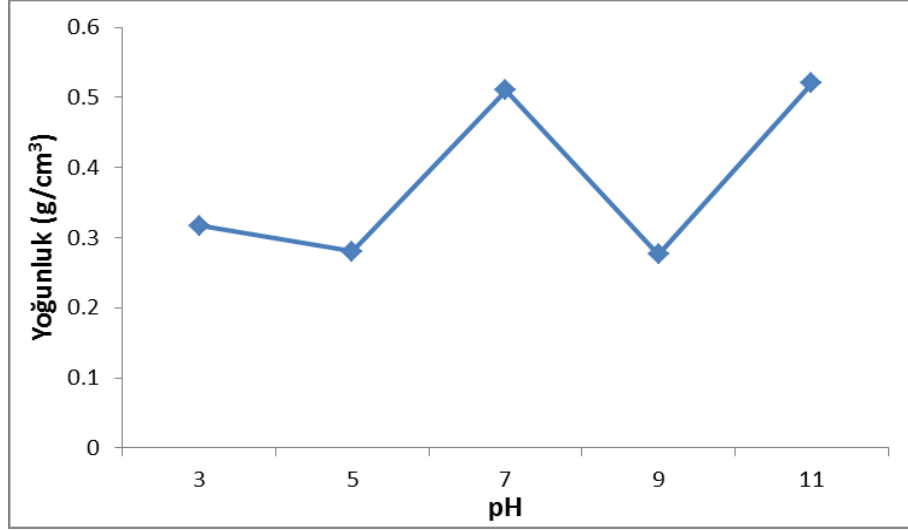
6.6.4 Taban külünden üretim

6.6.4.1 pH etkisi

Taban külünden aerojel üretim parametrelerinin etkisi incelenirken arıtma çamurunda ve uçucu külde olduğu gibi önce pH etkisi üzerine çalışılmıştır. Tüm diğer parametreler sabit tutularak gerçekleştirilen pH taramasında numuneler TK-pH-X şeklinde isimlendirilmiştir. TK taban külünü temsil ederken pH değerini temsil eden X değerleri 3, 5, 7, 9 ve 11 olacak şekilde sentez yapılmıştır. Elde edilen numunelerin yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş ve yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği pH değeri üretim için optimum pH olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Farklı pH değerlerinde sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.53'de grafik olarak verilmiştir.

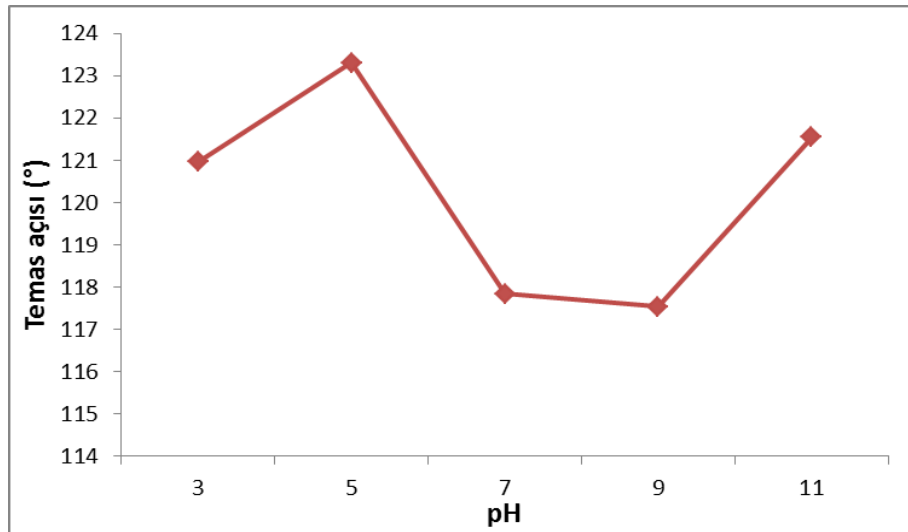


Şekil 6. 53 TK-pH-X numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin pH 9'da yoğunluğu 0.276 g/cm^3 olarak elde edildiği ve yoğunlukta pH değişimi ile doğrusal bir değişim meydana gelmediği gözlenmiştir. Numunelerin ölçülen yoğunlukları pH 3'ten başlayarak sırası ile 0.317 g/cm^3 , 0.280 g/cm^3 , 0.511 g/cm^3 , 0.276 g/cm^3 ve 0.520 g/cm^3 olarak ölçülmüştür. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında taban külünden üretim için pH 9 olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Taban külünden değişik pH değerlerinde hazırlanan numunelerin hidrofobluk özelliğinin incelenmesi için temas açıları ölçülmüş ve değerler grafik olarak Şekil 6.54'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

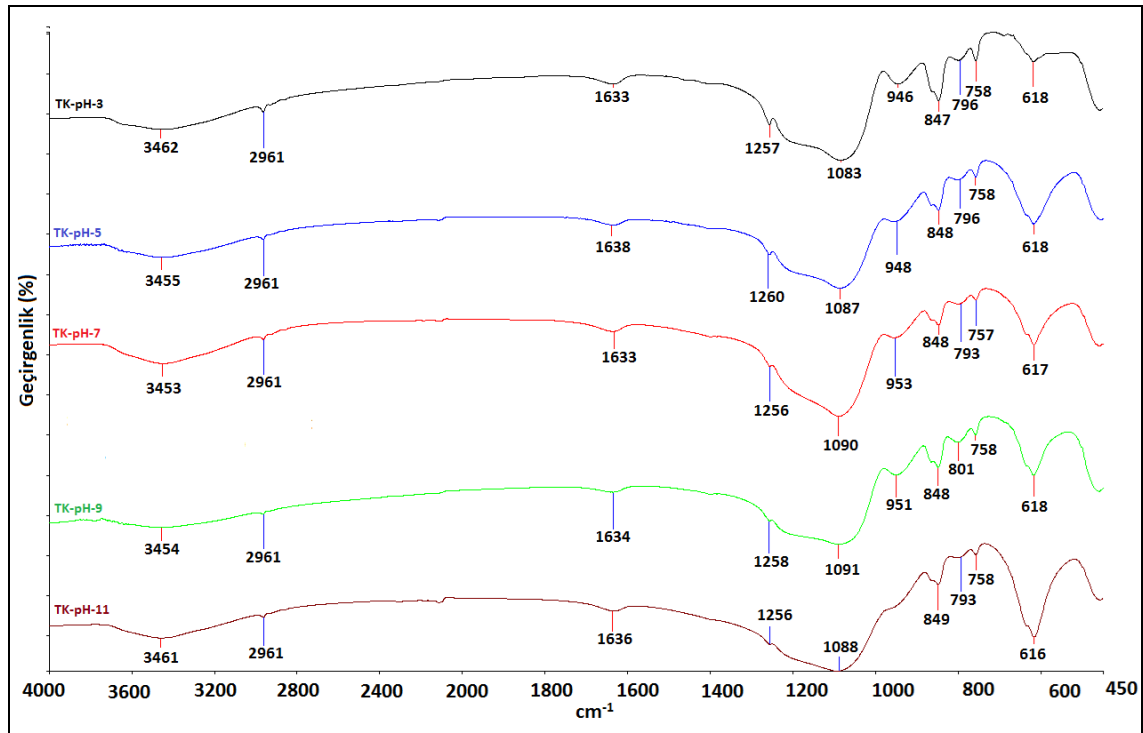


Şekil 6. 54 TK-pH-X numunelerinin temas açısı grafiği

pH değerlerine karşılık temas açıları getirilerek çizdirilen grafiğe göre numunelerin tamamının 90°'den büyük temas açısına sahip olmaları sebebiyle hidrofob özellikte olduğu belirlenmiştir. En yüksek temas açısı değeri pH 5'te elde edilmiştir. Numunelerin temas açısı değerlerinin farklı pH değerlerinde 117.53° ile 123.3° aralığında değiştiği görülmektedir.

FT-IR Analizi

TK-pH-X numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.55'de verilmiştir.



Şekil 6.55 TK-pH-X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm⁻¹ aralığında gerçekleştirilen FT-IR analizi karşılaştırmalı sonuçlarına bakılarak tüm pH değerleri için üretimin başarıyla gerçekleştirildiği ve daha önce elde edilen sonuçlarla uyum içinde olduğu görülmüştür.

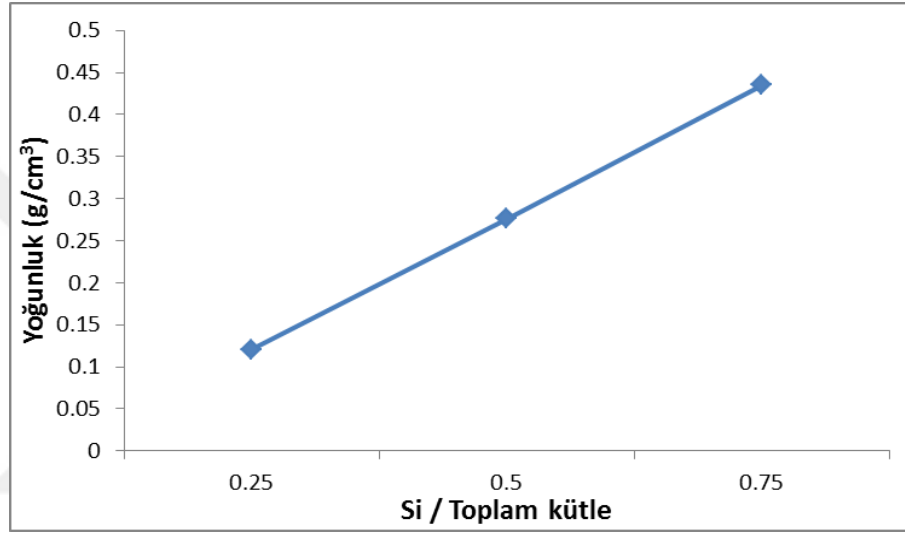
6.6.4.2 Si/toplam madde miktarı

Taban külünden silisyum bazlı aerojel sentezinde Si/toplam madde miktarının etkisi incelenirken; daha önceki aşamada en iyi sonucu veren pH değeri olarak belirlenen pH 9'da üretim yapılmış ve diğer tüm parametreler de sabit tutulmuştur. Numuneler TK-X

şeklinde adlandırılıp, X değeri 0.25, 0.5 ve 0.75 olacak şekilde çalışılmıştır. Sentezlenen numunelerin yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş ve yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği madde miktarı değeri üretim için optimum olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Farklı Si/toplam madde miktarına göre sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve Şekil 6.56'da grafik olarak verilmiştir.

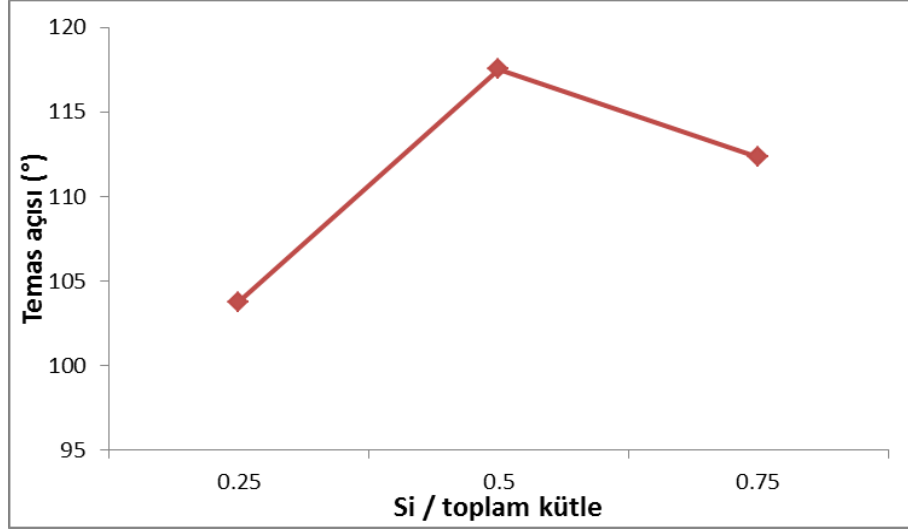


Şekil 6. 56 TK- X numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre taban külünden yapılan sentez için silisyum oranı arttıkça yoğunluğun arttığı gözlenmektedir. Buna bağlı olarak en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin TK-0.25 olduğu tespit edilmiştir. Daha önceki aşamada çalışılmış olan uçucu külünden üretimde de benzer sonuçlar elde edilmiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında taban külünden üretim için pH 9 ve silisyum/toplam malzeme kütlesi 0.25 olarak alınmıştır.

Temas Açısı

TK-0.25, TK-0.50 ve TK-0.75 numunelerinin hidrofobluk özelliklerinin incelenmesi için temas açısı ölçümleri gerçekleştirilmiş ve ölçüm sonucunda elde edilen açı değerleri grafik halinde Şekil 6.57'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

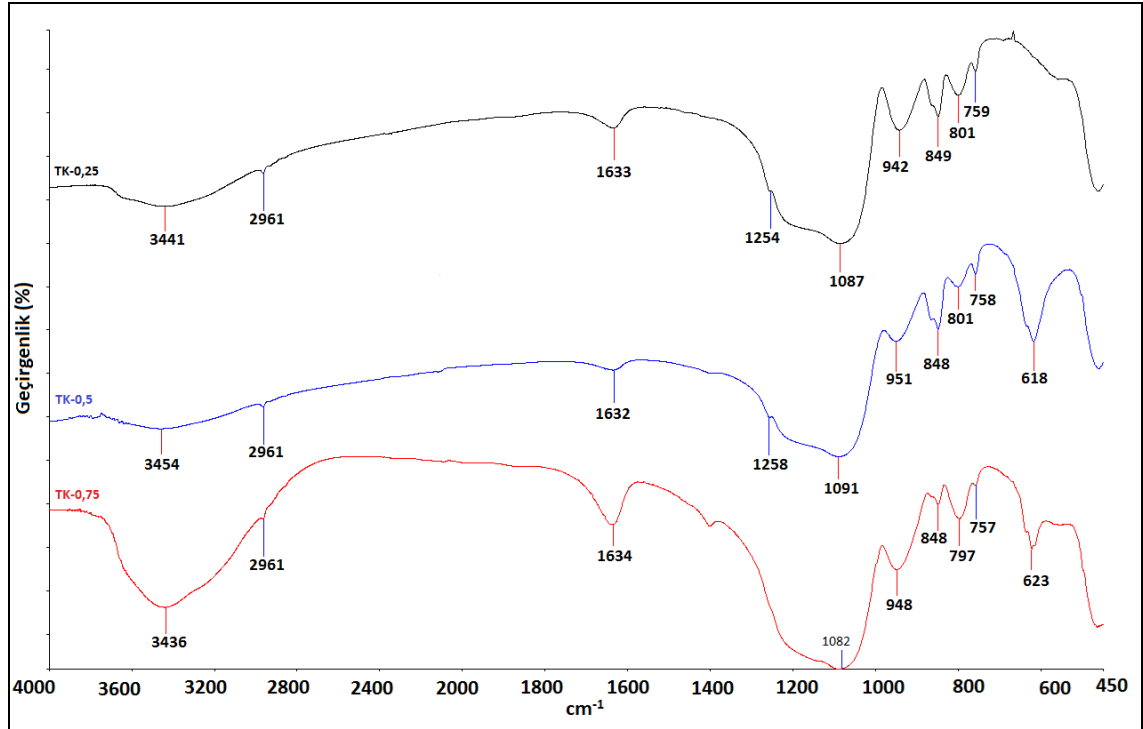


Şekil 6. 57 TK -X numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına bakılarak her üç numunenin de hidrofob özellik gösterdiği ve en yüksek hidrofobisiteye sahip numunenin 117.54° ile TK-0.50 olduğu tespit edilmiştir. TK-0,25 103.78° ve TK-0.75 112.34°'lik temas açlarına sahiptir.

FT-IR Analizi

TK-X numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.58'de verilmiştir.



Şekil 6. 58 TK- X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki aşamalarda elde edilen FT-IR verileri ile paralellik gösteren O-H titreşimleri, asimetric ve simetric Si-O-Si gerilmeleri, $-\text{CH}_3$, Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlenmiştir. FT-IR spektrumları doğrultusunda tüm Si/toplam madde oranları için üretimin başarıyla gerçekleştirildiği ve hidrofoblaştırıcı ajanın yapıya bağlandığı görülmektedir. Analiz sonucunda elde edilen pikler karakteristik silika bazlı aerojel pikleri ile uyum içerisindedir.

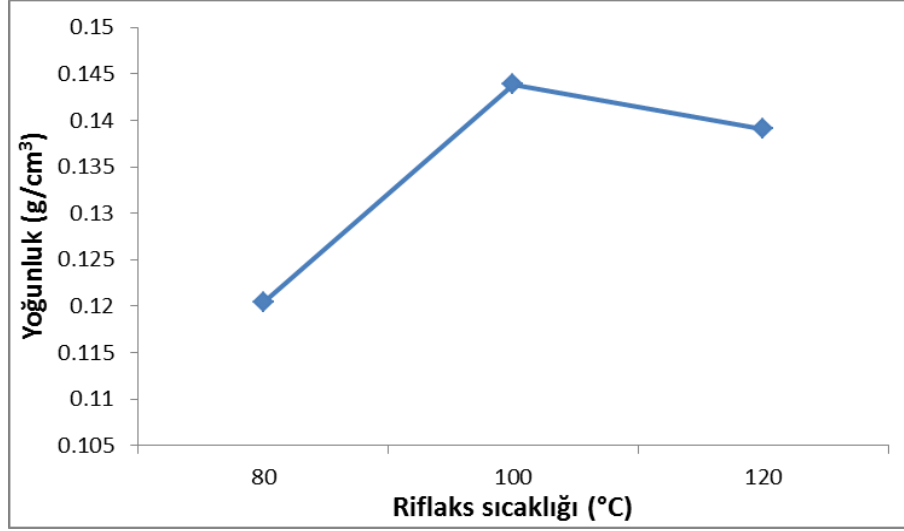
6.6.4.3 Riflaks sıcaklığı

Daha önceki aşamalarda altın madeni arıtma çamuru ve uçucu külden üretimde olduğu gibi taban külünden silika bazlı aerojel sentezinde de riflaks parametreleri taranmıştır. Önceki çalışmalara paralel olarak riflaks kolonunda numune karıştırken kullanılan sıcaklık değerleri için 80°C, 100°C ve 120 °C denenerek elde edilen numunelere yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri yapılmış, yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği riflaks sıcaklığı değeri üretim için optimum riflaks sıcaklığı olarak belirlenmiştir. Malzeme üretimine riflaks sıcaklığı etkisini incelerken diğer bütün parametreler sabit tutulmuş ve numuneler TK-R-XS şeklinde isimlendirilmiştir.

Yoğunluk

Riflaks sıcaklığının sentezlenen malzemenin özellikleri üzerindeki etkisi incelenirken denenen üç farklı sıcaklık için numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve grafik haline getirilerek Şekil 6.59'da verilmiştir.

Şekilde verilen grafiğe göre taban külünden üretilen aerojel numuneleri için en düşük yoğunluk değeri 80°C riflaks sıcaklığında elde edilmiş olup riflaks sıcaklığının artması ile yoğunlukta artış olduğu gözlenmiştir. Ayrıca elde edilen sonuçların uçucu külden üretilen aerojeller için ölçülen değerlerle benzerlik gösterdiği tespit edilmiştir. Bu nedenle çalışmanın ilerleyen kısımlarında uçucu külden üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25 ve riflaks sıcaklığı 80°C olarak alınmıştır.

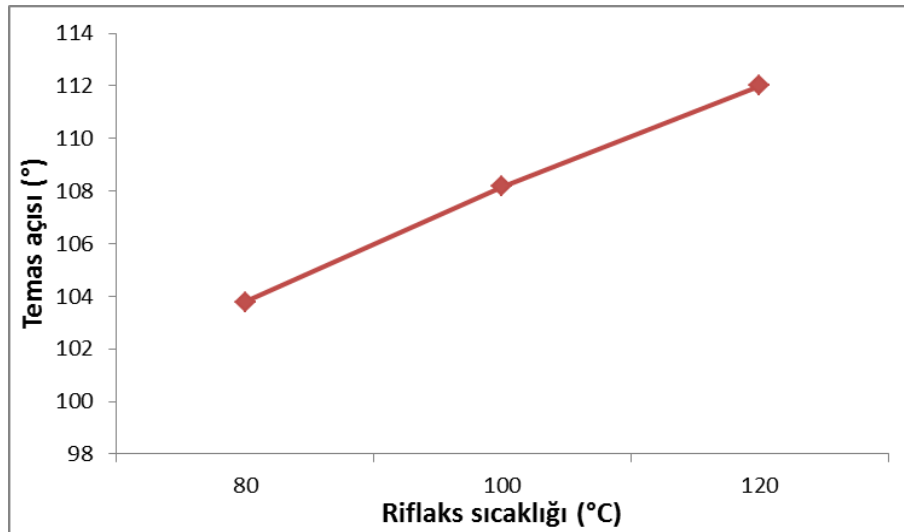


Şekil 6. 59 TK-R-XS numunelerinin yoğunluk grafiği

Şekilde verilen grafiğe göre taban külünden üretilen aerjel numuneleri için en düşük yoğunluk değeri 80°C riflaks sıcaklığında elde edilmiş olup riflaks sıcaklığının artması ile yoğunlukta artış olduğu gözlenmiştir. Ayrıca elde edilen sonuçların uçucu külden üretilen aerjeller için ölçülen değerlerle benzerlik gösterdiği tespit edilmiştir. Bu nedenle çalışmanın ilerleyen kısımlarında uçucu külden üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25 ve riflaks sıcaklığı 80°C olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Taban külünden aerjel sentezi çalışmalarında bu basamak için elde edilen TK-R-80S, TK-R-100S ve TK-R-120S numunelerinin temas açıları ölçülüp grafik haline getirilerek Şekil 6.60'da verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

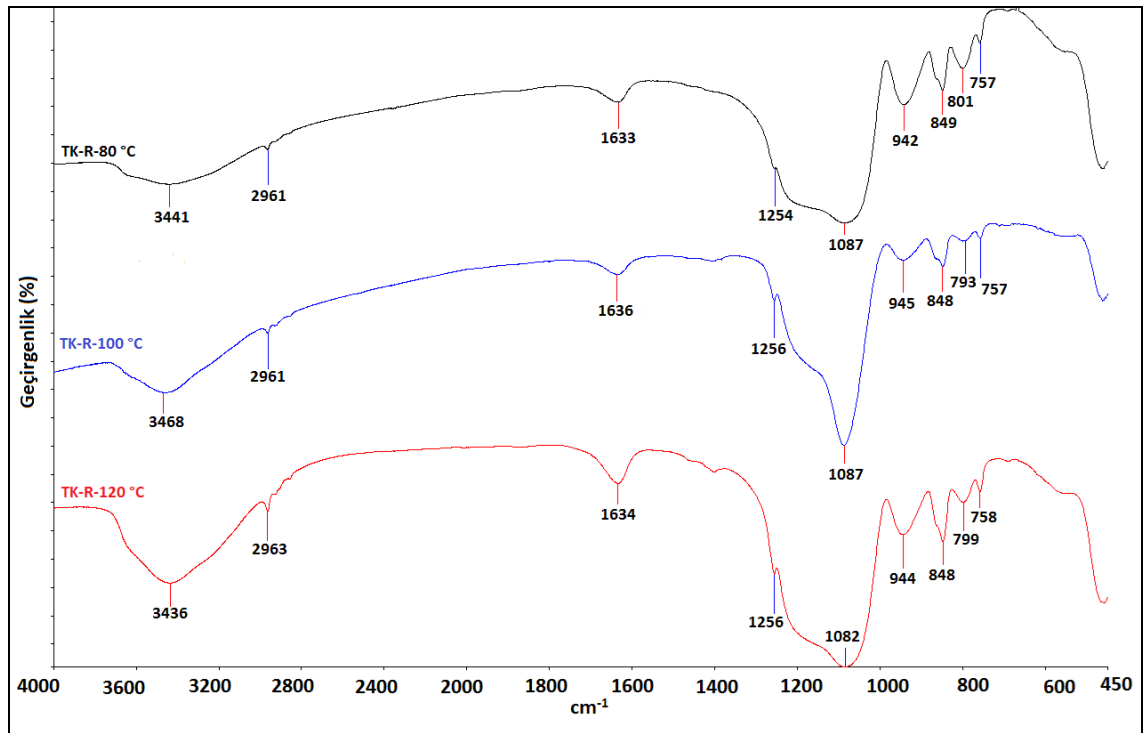


Şekil 6. 60 TK-R-XS numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezin riflaks aşamasında kullanılan tüm sıcaklık değerleri için üretilen numunelerin hidrofob özellikte olduğu gözlenmiş ve en yüksek hidrofobite değerinin 120°C'de elde edildiği görülmüştür. Ayrıca riflaks sıcaklığı ile temas açısı arasında doğru orantı olduğu görülmektedir.

FT-IR Analizi

TK-R-80S, TK-R-100S ve TK-R-120S numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.61'de verilmiştir.



Şekil 6. 61 TK-R-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

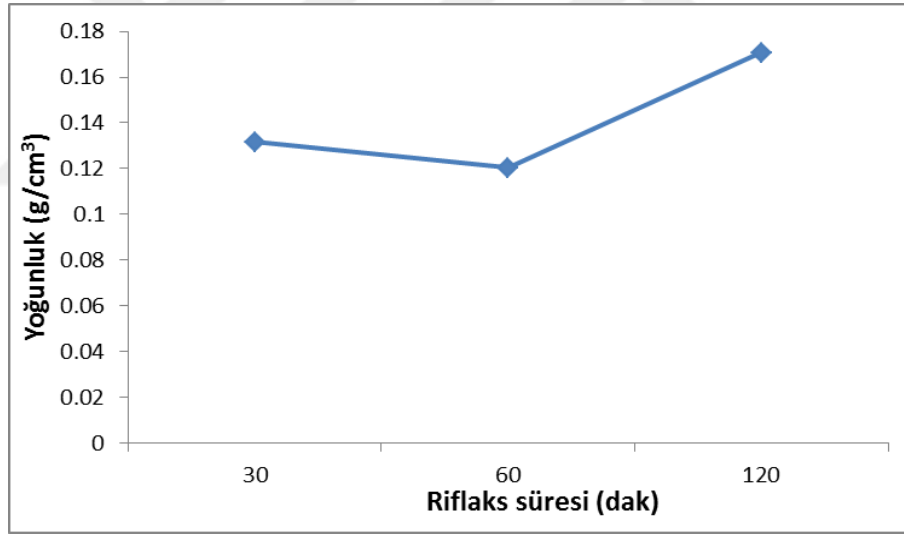
Numunelerin 4000-450 cm⁻¹ aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen O-H titreşimleri, asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlemlenmiştir. Analiz sonuçları göz önüne alınarak tüm sıcaklık değerlerinde aerjel numunelerinin başarıyla gerçekleştirildiği ve elde edilen spektrumda görülen piklerin karakteristik silika aerjel pikleri ile uyumlu olduğu gözlenmiştir.

6.6.4.4 Riflaks süresi

Üretim parametreleri taranırken daha önceki hammaddelerde olduğu gibi taban külden üretim için de riflaks süresinin üretime etkisi incelenmiştir. Riflaks kolonunda numune karışırken taranan süreler 30, 60 ve 120 dakikadır. Üretime riflaks süresinin etkisini incelemek adına sentezlenen numunelere yoğunluk ve temas açısı ölçümleri ile FT-IR analizleri yapılmış ve elde edilen numuneler TK-R-XT olarak adlandırılmıştır. Yoğunluk ölçümü sonucunda en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin sentezlendiği riflaks süresi optimum riflaks süresi olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Riflaks süresinin üretim üzerindeki etkisi incelenirken; 30, 60 ve 120 dakika süreleri denenmiş ve sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.62’de verilmiştir.

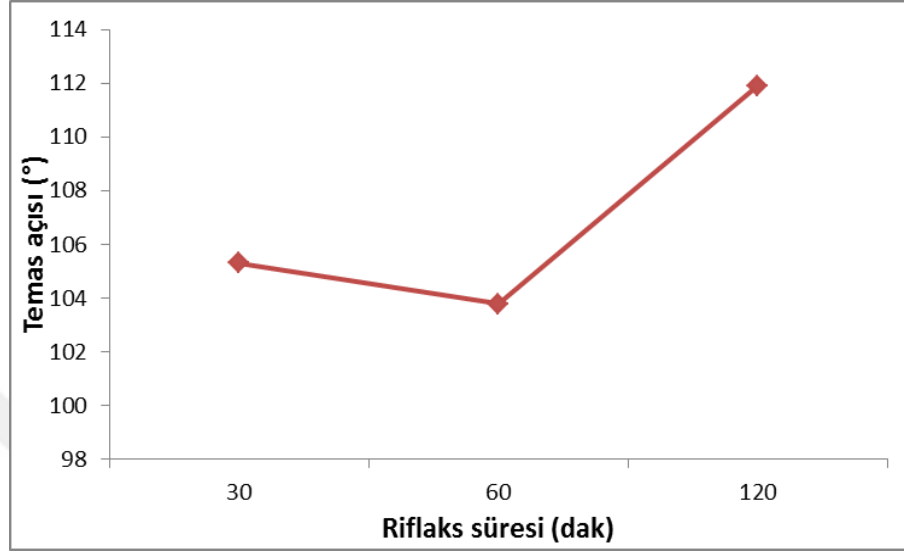


Şekil 6. 62 TK-R-XT numunelerinin yoğunluk grafiği

Yoğunluk değerlerine karşılık riflaks süreleri ile çizilen grafik göz önüne alınarak en düşük yoğunluk değerinin 60 dakikalık riflaks süresinde elde edildiği gözlenmiştir. Grafikte görülen değerlere göre de riflaks sıcaklığı ile yoğunluk arasında doğrudan bir bağıntı olmadığı görülmektedir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında uçucu külden üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, riflaks sıcaklığı 80°C ve riflaks süresi 60 dakika olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Taban külünden aerojel üretimi için riflaks sıcaklığı incelendiğinde elde edilen numunelerin temas açıları ölçülmüş ve grafik haline getirilerek Şekil 6.63'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.



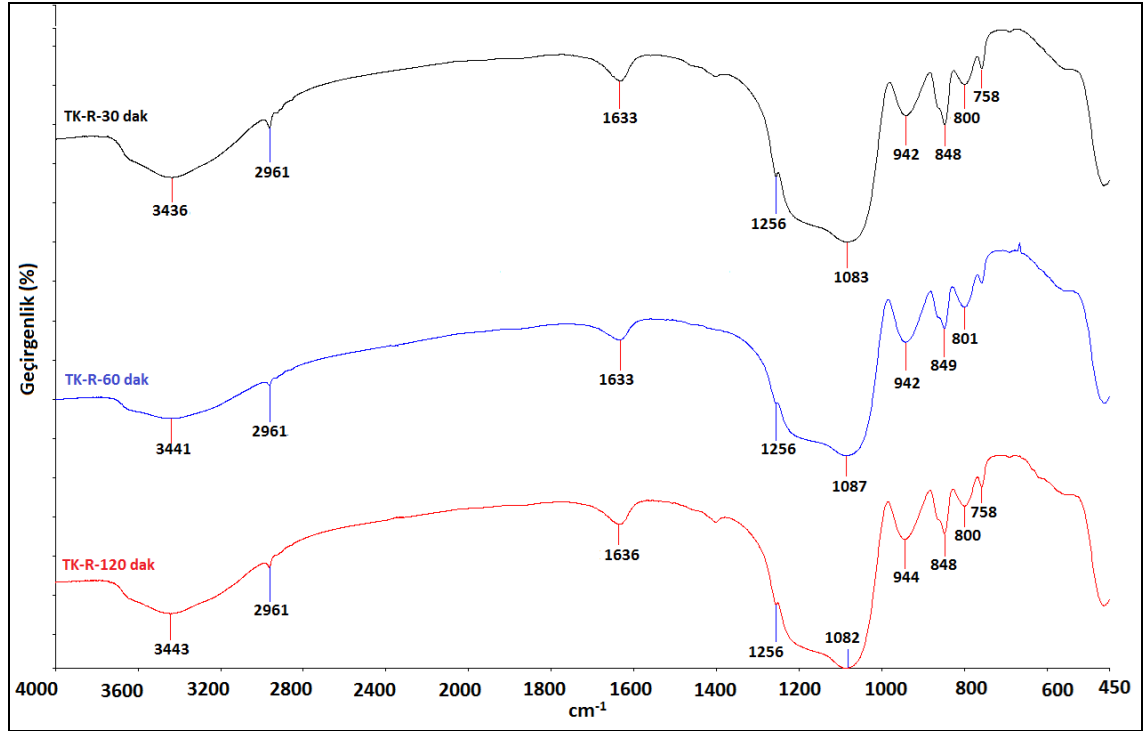
Şekil 6. 63 TK-R-XT numunelerinin temas açısı grafiği

Grafiğe bakılarak en yüksek temas açısı değerinin TK-R-120T numunesine ait olduğu ve bununla birlikte TK-R-30T ve TK-R-60T numunelerinin de 90°'den büyük temas açısına sahip olarak hidrofob özellikte olduğu gözlemlenmiştir. Taban külünden aerojel sentezinde riflaks süresi ile temas açısı arasında düzenli bir bağlantı olmadığı görülmektedir.

FT-IR Analizi

TK-R-XT numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.64'te verilmiştir. Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; 3400 cm^{-1} ve 1600 cm^{-1} dolaylarında görülen numune hazırlama sürecinde fiziksel olarak adsorplanan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 cm^{-1} ve 750-790 cm^{-1} 'de malzemenin silisyum yapısından kaynaklanan asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} ve 840-850 cm^{-1} 'de hidrofoblaştırıcı ajan olarak kullanılan TMCS'nin aerojel yapısına bağlanmasından kaynaklanan Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlenmiştir. Taranan

tüm süre değerleri için silika bazlı hidrofobik aerojel sentezinin başarıyla gerçekleştiği görülmektedir.



Şekil 6. 64 TK-R-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

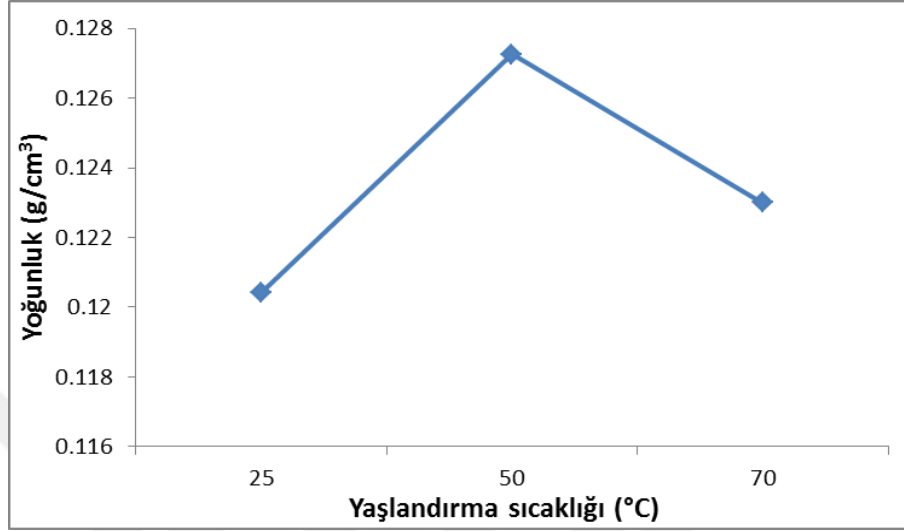
6.6.4.5 Yaşlandırma sıcaklığı

Altın madeni arıtma çamurunda ve uçucu külde olduğu gibi taban külden sentezde de yaşlandırma sıcaklığı parametresi taranmıştır. Üretim ile kurutma aşamalarının arasında yer alan yaşlandırma basamağında yaşlandırma sıcaklığı olarak 25°C, 50°C ve 75°C denenmiştir.

Elde edilen numuneler TK-Y-XS olarak adlandırılmıştır. TK-Y-25S, TK-Y-50S ve TK-Y-75S numunelerine yoğunluk, temas açısı ölçümü ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin yaşlandırıldığı sıcaklık en iyi yaşlandırma sıcaklığı olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Sentez ile kurutma basamakları arasında gerçekleştirilen yaşlandırma işleminin üretim üzerindeki etkisi incelenirken sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.65’de grafik halinde verilmiştir.



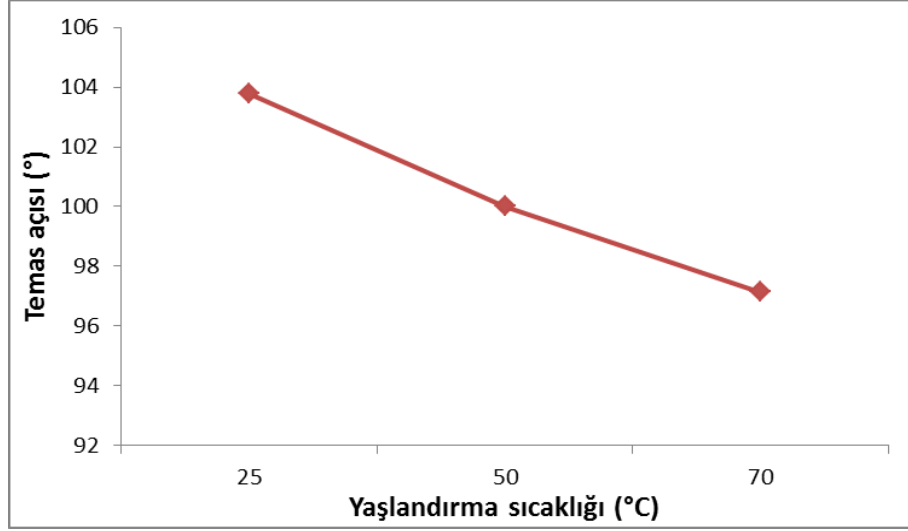
Şekil 6. 65 TK-Y-XS numunelerinin yoğunluk grafiği

Değişik yaşlandırma sıcaklığı değerlerine karşı ölçülerek grafiğe geçirilen yoğunluk değerlerine göre en düşük yoğunluk değeri 25°C’de elde edildiği ve malzemenin yapısında sıcaklığa bağlı olarak düzenli bir değişim olmadığı gözlenmiştir. Taban külünden sentez için ilerleyen aşamalarda yaşlandırma sıcaklığı 25°C olarak alınmıştır.

Temas Açısı

TK-Y-25S, TK-Y-50S ve TK-Y-75S numunelerinin temas açısı değerleri ölçülmüş ve hidrofobluk özelliği belirlenmiştir. Elde edilen temas açısı ölçüm sonuçları grafik haline getirilerek Şekil 6.66’da verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A’da yer almaktadır.

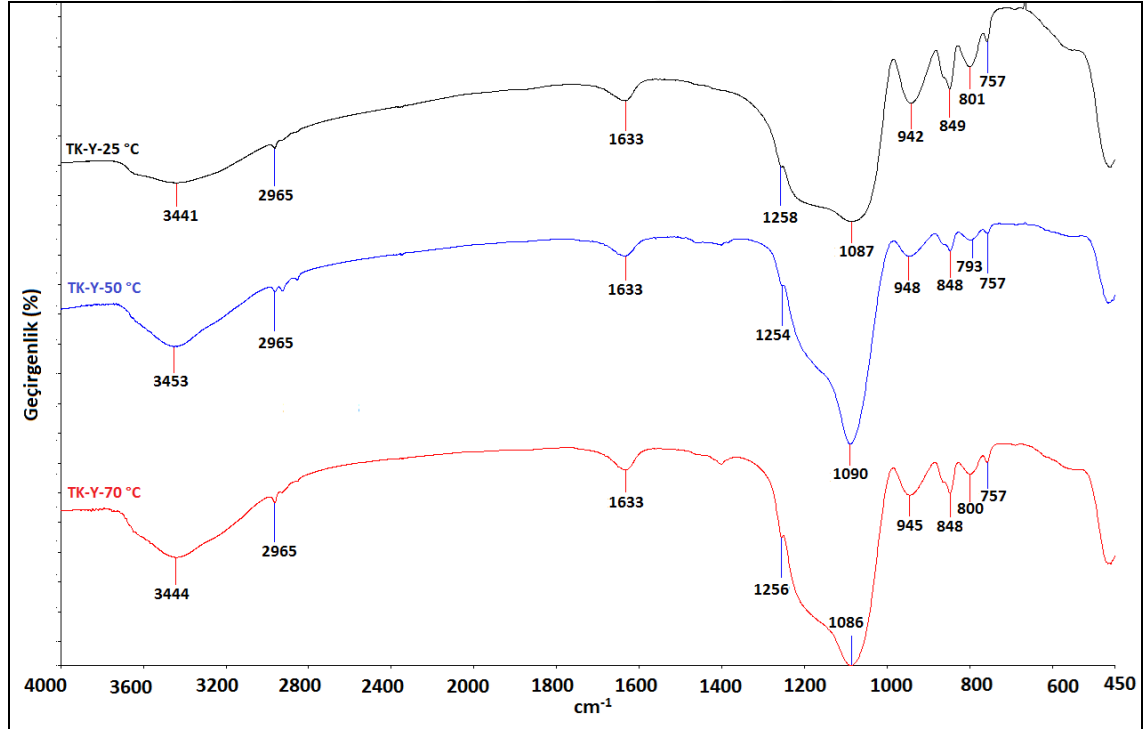
Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre tüm numunelerin hidrofob özellikte olduğu ve temas açılarının TK-Y-25S için 103.78°, TK-Y-50S için 100.01 ve TK-Y-70S için 97.14° olduğu bulunmuştur. En yüksek temas açısı değeri 25 °C’de yaşlandırma basamağı gerçekleştirilen TK-Y-25S numunesine ait olduğu görülmüştür.



Şekil 6. 66 TK-Y-X°C numunelerinin temas açısı grafiği

FT-IR Analizi

TK-Y-XS numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.67’de verilmiştir.



Şekil 6. 67 TK-Y-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen pikler yeniden gözlemlenmiştir. Karşılaştırmalı FT-IR spektrumuna göre TK-Y-25S, TK-Y-50S ve TK-Y-75S numunelerinin aynı karakteristik

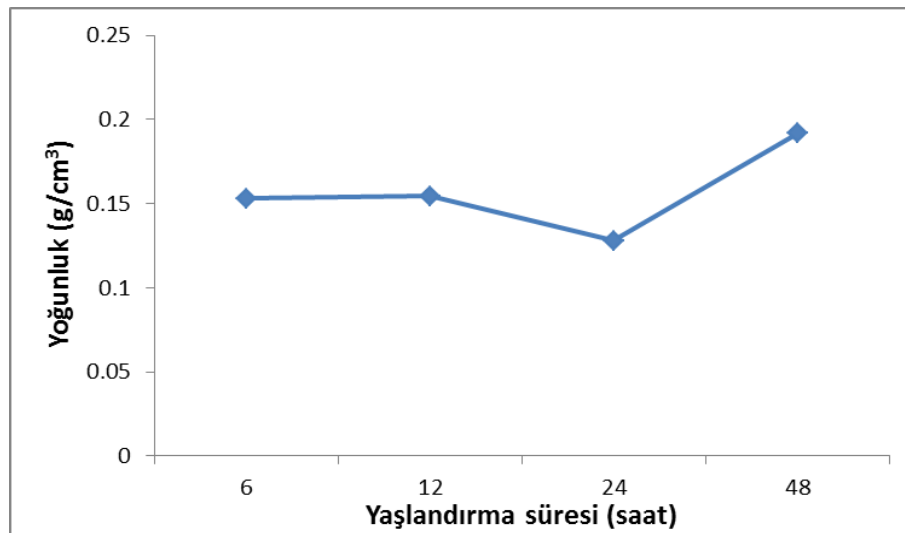
pikleri içerdiği ve tüm yaşlandırma sıcaklığı koşullarında sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.

6.6.4.6 Yaşlandırma süresi

Yaşlandırma süresi aerojel üretimini etkileyen ve daha önce arıtma çamuru ve uçucu külden üretim için de taranan parametrelerden bir diğeridir. Aynı parametreler taban külü için de taranarak optimum koşullar belirlenmiştir. Yaşlandırma süresi olarak 0, 6, 12, 24 ve 48 saat süreler taranmış ve elde edilen numuneler TK-Y-XT olarak adlandırılmıştır. Numunelere daha önceki parametrelerde olduğu gibi yoğunluk, temas açısı ölçümü ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin yaşlandırma süresi en iyi yaşlandırma süresi olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarda sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Taban külünden üretim için önceki basamaklarda belirlenen optimum koşullar kullanılarak farklı yaşlandırma süreleri denenmiştir. Sentezlenen numunelerin yoğunluk değerleri grafik halinde Şekil 6.68'de verilmiştir.



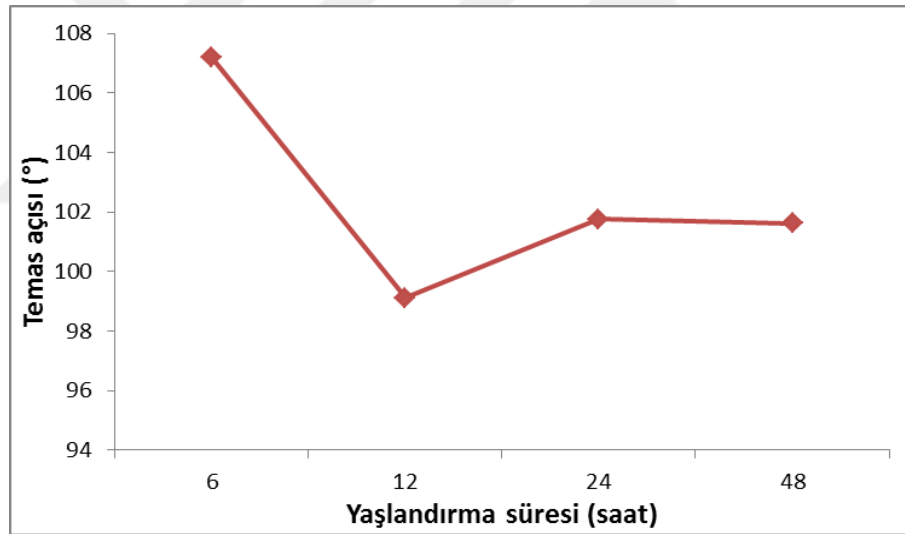
Şekil 6. 68 TK-Y-XT numunelerinin yoğunluk grafiği

Sentezlenen numuneler için ölçülen yoğunluk değerleri grafiğe geçirildiğinde en düşük yoğunluk değerinin 24 saat yaşlandırma süresi ile üretilen TK-Y-24T numunesine ait olduğu görülmektedir. Yaşlandırma süresinin uygulanmadığı sentezde aerojel oluşumu

gözlenmemiştir. Ölçümler sentezi başarılı olan numuneler için yapılmıştır. 6 ve 12 yaşlandırma uygulanan numuneler çok ciddi bir değişim göstermezken 24 saat yaşlandırma uygulanan numunede yaklaşık olarak %17'lik bir azalma olurmuş, 48 saat yaşlandırma uygulanan numunenin yoğunluğunun 0.128 g/cm^3 'e yükseldiği belirlenmiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında taban külünden üretim için; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, reflaks sıcaklığı 80°C , reflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C ve yaşlandırma süresi 24 saat olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Uçucu külden aerogel sentezinde yaşlandırma süresi etkisi incelenirken sentezlenen numunelerin temas açıları ölçülerek hidrofobluk özelliği test edilmiştir. Ölçülen temas açısı değerleri Şekil 6.69'daki grafikte verilmektedir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

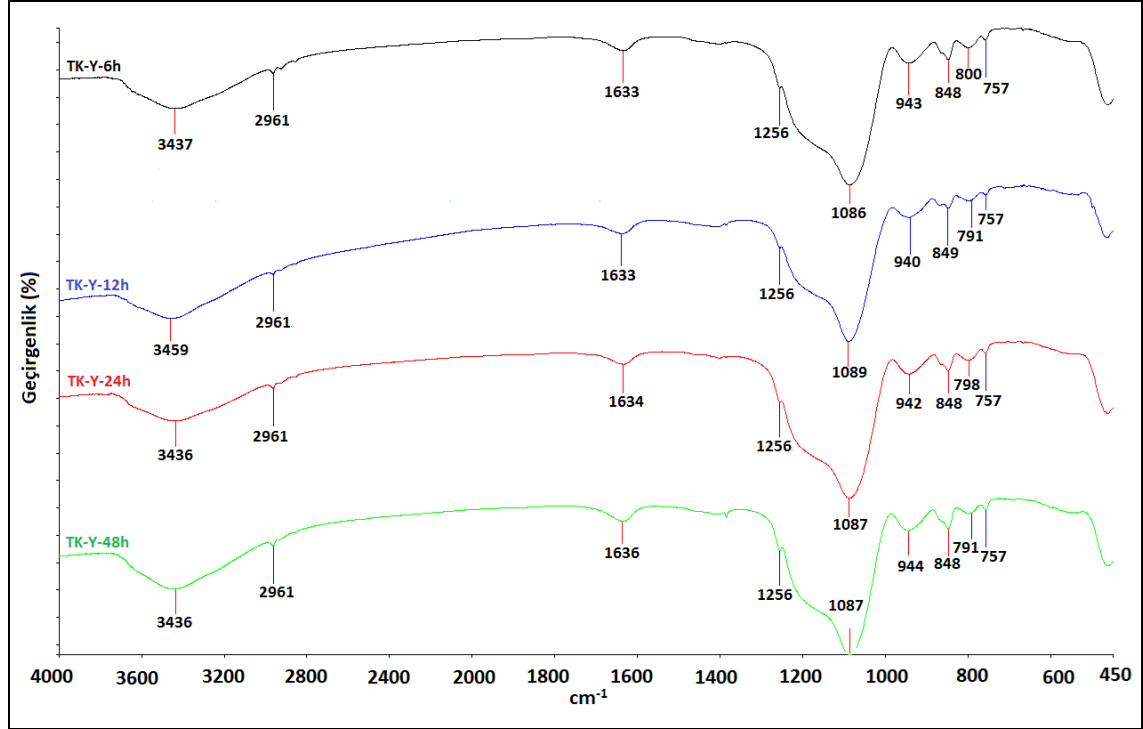


Şekil 6. 69 TK-Y-XT numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre tüm numunelerin hidrofob karakteristik gösterdiği ve ölçülen temas açılarının TK-Y-6T için 107.18° , TK-Y-12T için 99.11° , TK-Y-24T için 101.75° ve TK-Y-48T için 101.61° olarak tespit edilmiştir.

FT-IR Analizi

TK-Y-6T, TK-Y-12T, TK-Y-24T ve TK-Y-48T numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.70'de verilmiştir.



Şekil 6.70 TK-Y-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm⁻¹ aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen pikler yeniden gözlemlenmiştir. Karşılaştırmalı FT-IR spektrumuna göre numunelerin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve tüm yaşlandırma sıcaklığı koşullarında sentezin başarı ile gerçekleştiği ve elde edilen sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmektedir.

6.6.4.7 Kurutma tipi

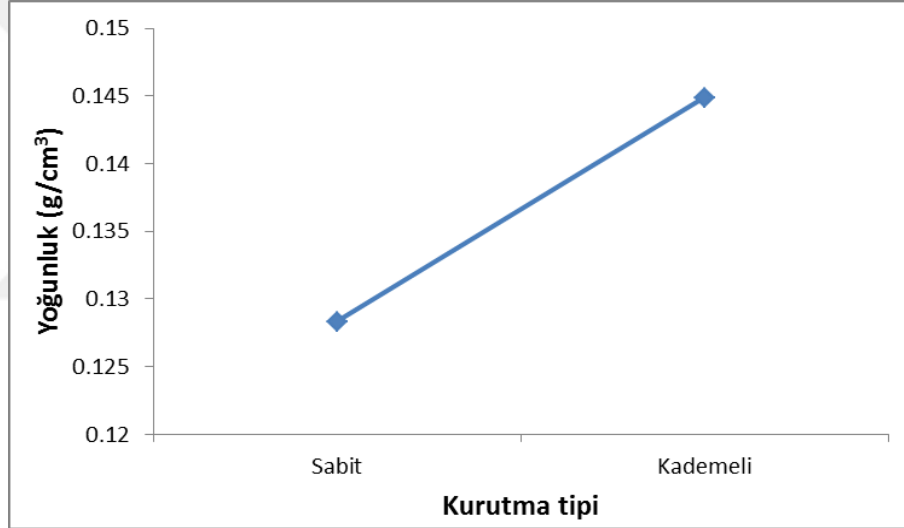
Çalışma kapsamında ortam basıncında kurutma ile yine ortam basıncında kademeli sıcaklık değişimi kullanılarak kurutma işlemleri gerçekleştirilmiş ve bu işlemin malzemenin yapısında ve özelliklerinde herhangi bir değişime neden olup olmadığı incelenmiştir. Sabit kurutma ve kademeli kurutma olarak adlandırılan işlemlerde; sabit kurutma 50°C'de 6 saat süreyle ve kademeli kurutma işlemi 60°C, 80°C, 120°C ve

180°C'de ikişer saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Numuneler TK-SABİT ve TK-KADEMELİ olarak isimlendirilmiştir.

Numunelere daha önceki parametrelerde olduğu gibi yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numune taban külünden üretimde en iyi özellikteki numune olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Taban külünden silika bazlı aerojel üretiminde daha önceki aşamalarda en iyi sonucu verdiği tespit edilen koşullarda yeni üretimler gerçekleştirilerek kurutma tipinin malzeme özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. Elde edilen numunelerin yoğunluk ölçümleri Şekil 6.71'de grafik halinde verilmiştir.



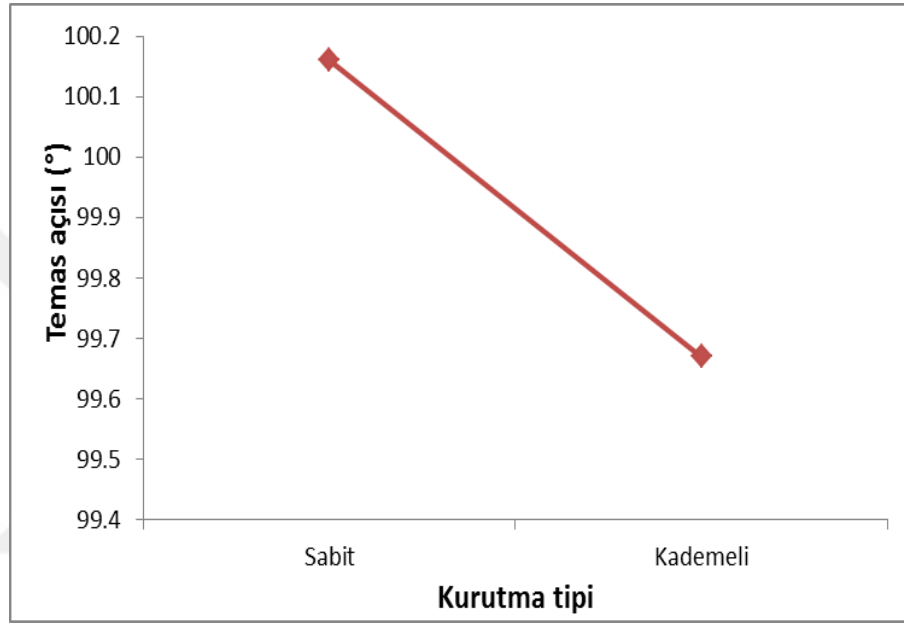
Şekil 6. 71 TK-SABİT ve TK-KADEMELİ numunelerinin yoğunluk grafiği

Grafikte görülen değerlere göre taban külünden gerçekleştirilen sentezde sabit kurutma ile elde edilen numunenin yoğunluğunun daha düşük olduğu belirlenmiştir. Elde edilen sonuç, uçucu külden elde edilen sonuç ile uyumluluk göstermektedir. TK-SABİT numunesinin yoğunluğu 0.120 g/cm³ iken TK-KADEMELİ numunesinin yoğunluğu 0.144 g/cm³'tür. Taban külünden sentez için tüm parametreler taranırken; başlangıçta 0.276 g/cm³ olan yoğunluk değerinin optimum koşullar belirlenerek %6'lık bir değişimle 0.120 g/cm³'e düşürüldüğü görülmektedir. Taranan parametreler göz önüne alınarak taban külünden aerojel üretiminde optimum sentez koşulları; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, riflaks sıcaklığı 80°C, riflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C, yaşlandırma süresi 24 saat ve sabit kurutma olarak belirlenmiştir. Sentezlenen

optimum numuneye XRD, SEM ve BET analizleri yapılarak numune yalıtım amaçlı sıva üretiminde değerlendirilmiştir.

Temas Açısı

Sabit ve kademeli kurutma işlemi ile sentezlenen numunelerin temas açıları ölçülerek hidrofobluk özelliği test edilmiştir. Ölçülen temas açısı değerleri Şekil 6.72'deki grafikte verilmektedir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

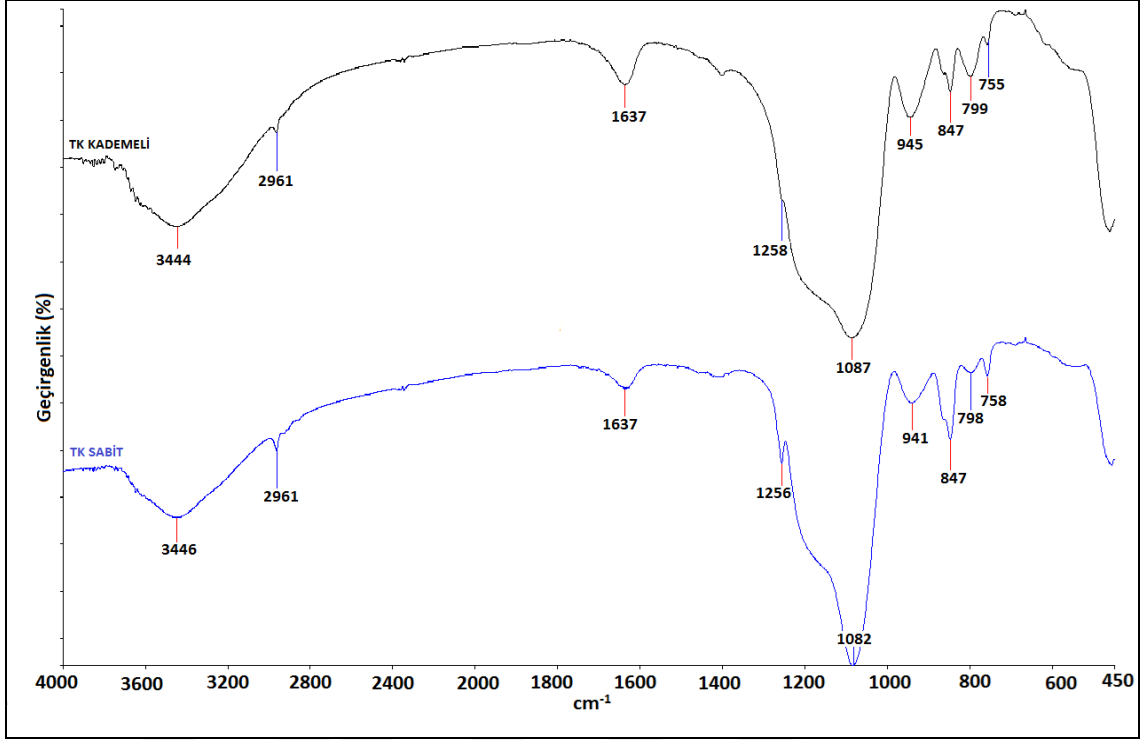


Şekil 6. 72 TK-SABİT ve TK-KADEMELİ numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre her iki kurutma yöntemi için sentezlenen numunelerin hidrofob özellik gösterdiği belirlenmiştir. TK-SABİT numunesinin temas açısı 100.16° iken ve TK-KADEMELİ numunesinin temas açısı 99.67°'dir.

FT-IR Analizi

TK-SABİT ve UK-KADEMELİ numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.73'de verilmiştir. Numunelerin FT-IR spektrumuna göre; 3400 cm^{-1} ve 1630 cm^{-1} dolaylarında fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 ve 750-790 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$ grubundan, 1250 cm^{-1} ve 840-850 cm^{-1} 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlenmiştir.



Şekil 6. 73 TK-SABİT ve TK-KADEMELİ numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu. Numunelerinin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve her iki kurutma koşulunda da sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.

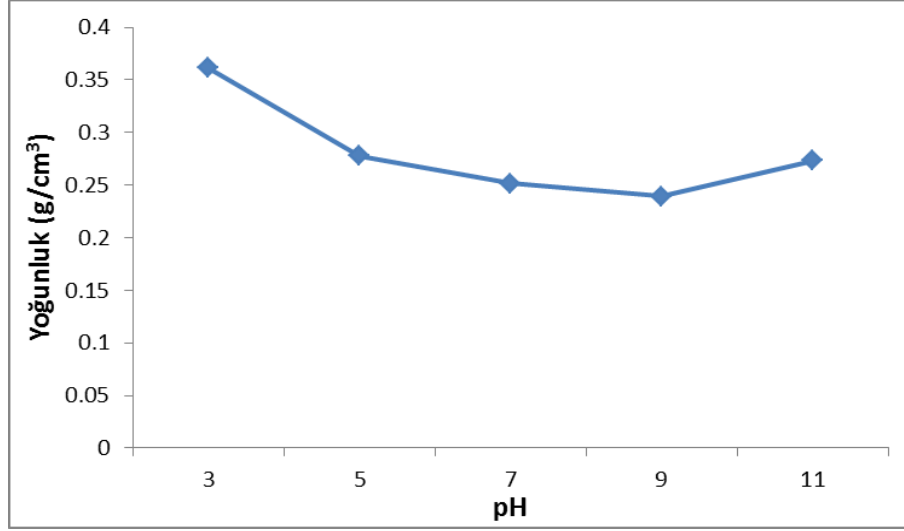
6.6.5 Kumdan üretim

6.6.5.1 pH etkisi

Malzeme üretimine pH etkisini incelerken diğer bütün parametreler sabit tutulmuş ve numuneler K-pH-X şeklinde isimlendirilmiştir. K; kumu temsil etmektedir. pH değerini temsil eden X değeri 3, 5, 7, 9 ve 11 olacak şekilde taranmıştır. Elde edilen numunelerin yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş, yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği pH değeri üretim için optimum pH olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Farklı pH'larda sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve Şekil 6.74'de grafik olarak verilmiştir.

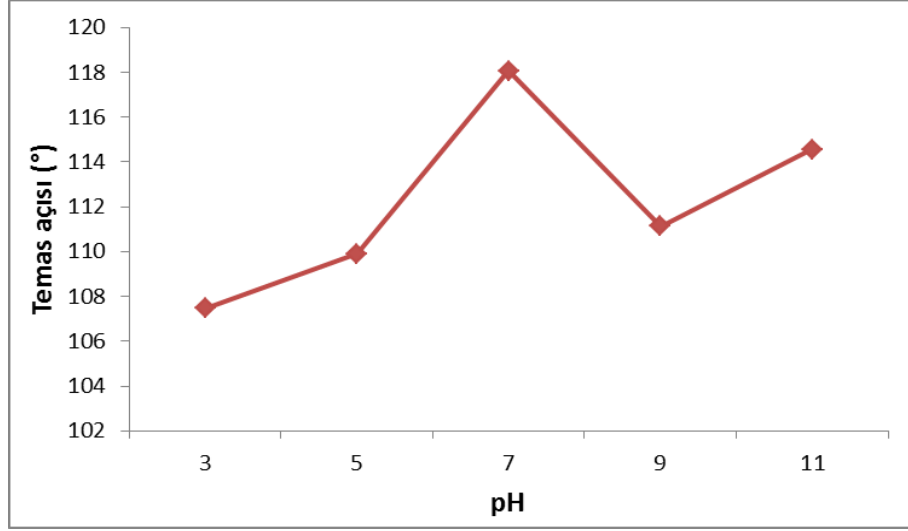


Şekil 6. 74 K-pH-X numunelerinin yoğunluk grafiği

Kumdan üretim için gerçekleştirilen pH taraması sonuçlarına göre en düşük yoğunluk değerinin grafikte görüldüğü gibi pH 9'da elde edildiği görülmektedir. Yoğunluk değeri pH 9'a kadar azalış göstermekte ve pH 11'de yeniden artmaktadır. Yoğunluğunun düşük olması sebebiyle en iyi numune olarak belirlenen K-pH-9 numunesinin yoğunluğu 0.239 g/cm^3 olarak ölçülmüştür. İleriki aşamalarda kumdan üretim için parametreler taranırken optimum pH 9 olarak alınmıştır.

Temas Açısı

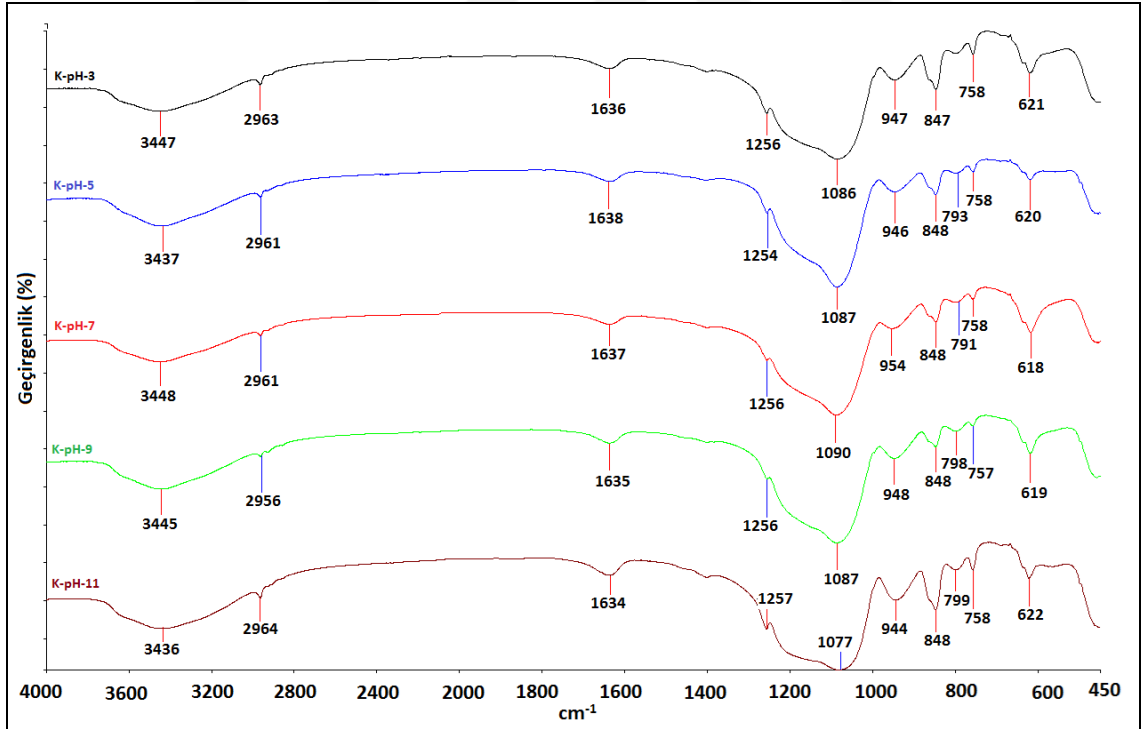
Değişik pH değerleri kullanılarak hazırlanan numunelerin hidrofobluk özelliğinin incelenmesi için temas açıları ölçülmüş ve değerler grafik olarak Şekil 6.75'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır. Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezde kullanılan tüm pH değerlerinde üretilen numunelerinin 90° 'den büyük temas açısına sahip oldukları görülmüştür. En yüksek hidrofobisitenin elde edildiği pH değeri 7 olarak belirlenmiştir. K-pH-3 numunesinin temas açısı 107.46° iken, K-pH-5 numunesinin temas açısı 109.89° , K-pH-7 numunesinin temas açısı 118.06° , K-pH-9 numunesinin temas açısı 111.12° ve K-pH-11 numunesinin temas açısı 114.56° 'dir.



Şekil 6. 75 K-pH-X numunelerinin temas açısı grafiği

FT-IR Analizi

K-pH-X numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi ve hidrofoblaştırıcı ajan olan TMCS'nin yapıya bağlanıp bağlanmadığının saptanması için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.76'da verilmiştir.



Şekil 6. 76 K-pH-X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; 3400 cm^{-1} ve 1630 cm^{-1} dolaylarında fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 ve 750-790 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960

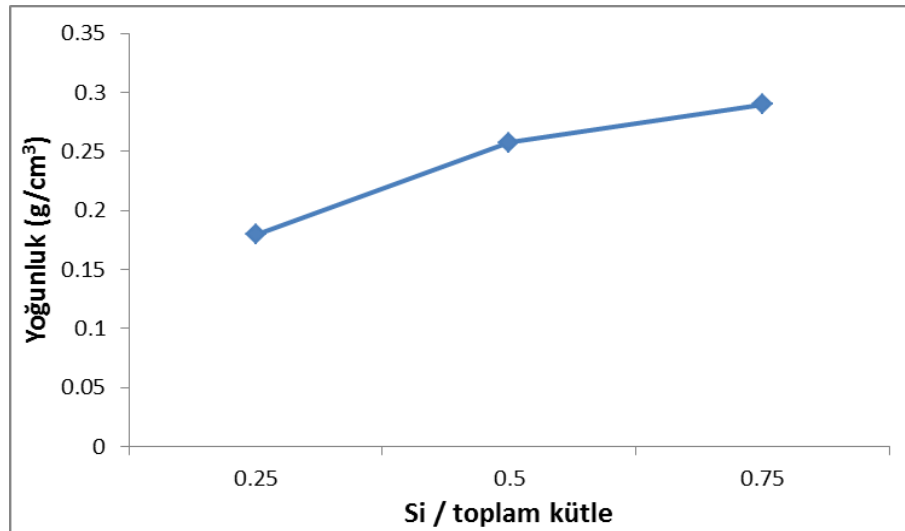
cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$ grubundan, 1250 ve $840-850 \text{ cm}^{-1}$ 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlenmiştir. Karşılaştırmalı analiz sonucuna bakılarak tüm pH değerleri için üretimin başarıyla gerçekleştirildiği görülmektedir. Ayrıca tüm pH değerleri için hidrofoblaştırma ajanının yapıya bağlandığı da tespit edilmiştir.

6.6.5.2 Si/toplam madde miktarı

Malzeme üretimine silisyum miktarı/toplam madde miktarının etkisini incelerken pH 9 olarak alınarak diğer bütün parametreler sabit tutulmuş ve numuneler K-X şeklinde isimlendirilmiştir. K; kumu temsil etmektedir. Si/toplam madde miktarını temsil eden X değeri 0.25, 0.5 ve 0.75 olacak şekilde taranmıştır. Elde edilen numunelerin yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri gerçekleştirilmiş ve yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği madde miktarı değeri üretim için optimum olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Farklı silisyum miktarı/toplam madde miktarının üretime etkisi incelenirken; Si/toplam madde miktarı değeri kullanılarak sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve Şekil 6.77'de grafik olarak verilmiştir.



Şekil 6. 77 K- X numunelerinin yoğunluk grafiği

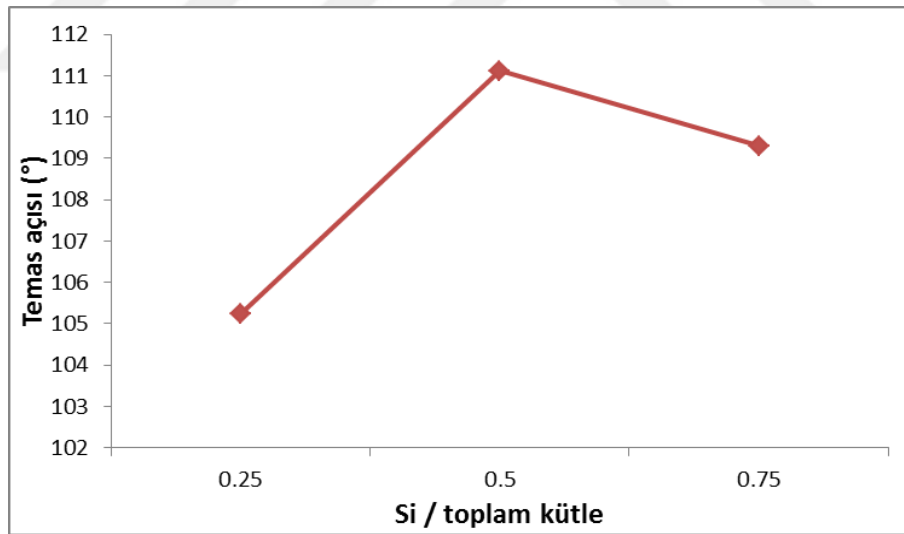
Şekilde verilen grafiğe göre kumdan üretilen aerjel numuneleri için en düşük yoğunluk değeri silisyum kütlesinin toplam reaksiyona giren malzeme kütlesinin 0.25'ini

oluşturduğu durumda elde edilmiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında kumdan üretim için pH 9 ve Si/toplam malzeme kütlesi 0.25 olarak alınmıştır. Grafiğe bakılarak Si /toplam malzeme oranı arttıkça elde edilen aerogelin yoğunluğunun arttığı gözlenmiştir. Yoğunluk değerleri K-0.25 için 0.162 g/cm^3 , K-0.50 için 0.239 g/cm^3 ve K-0.75 için 0.322 g/cm^3 olarak bulunmuştur.

Temas Açısı

Değişik Si/toplam malzeme kütlesi değerlerine göre hazırlanan numunelerin hidrofobluk özelliğinin incelenmesi için temas açıları ölçülmüş ve değerler grafik olarak Şekil 6.78'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

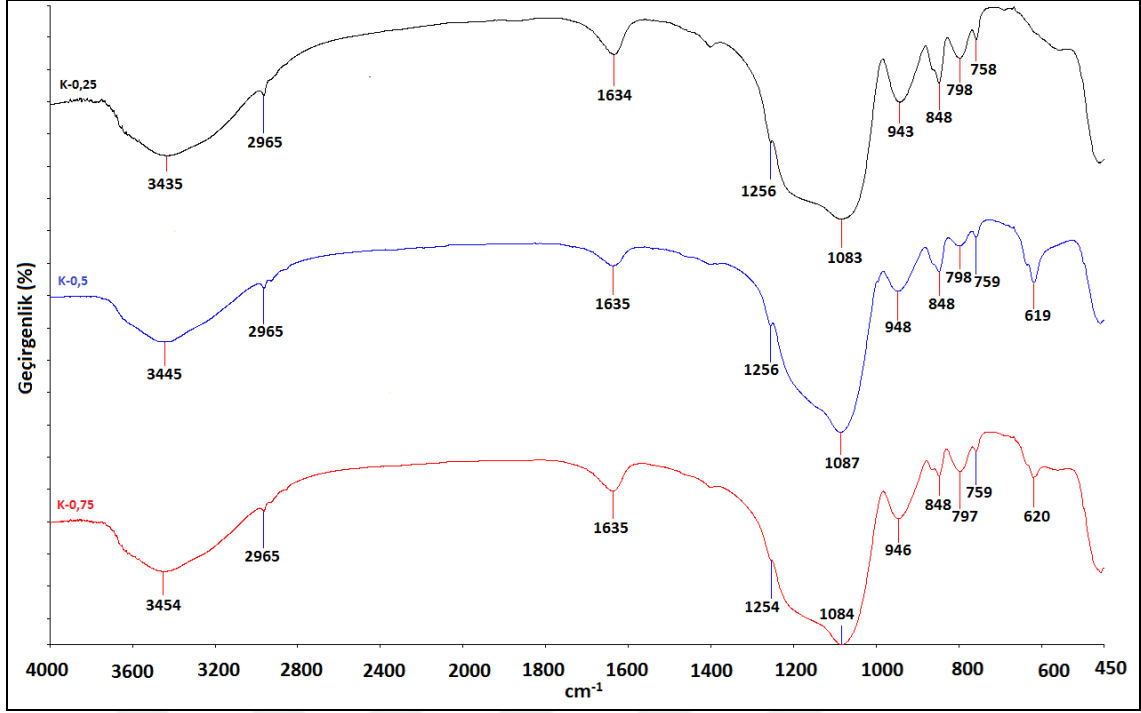
Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezde kullanılan tüm malzeme oranları değerleri için üretilen numunelerinin 90° 'den büyük temas açısına sahip oldukları ve dolayısıyla hidrofob özellikte oldukları görülmüştür. En yüksek hidrofobite 0.5 oranında elde edilmiştir. Temas açısı değerleri K-0.25 için 105.24° , K-0.50 için 111.12° ve K-0.75 için 109.3° olarak bulunmuştur



Şekil 6. 78 K -X numunelerinin temas açısı grafiği

FT-IR Analizi

K- X numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.79'da verilmiştir.



Şekil 6. 79 K- X numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

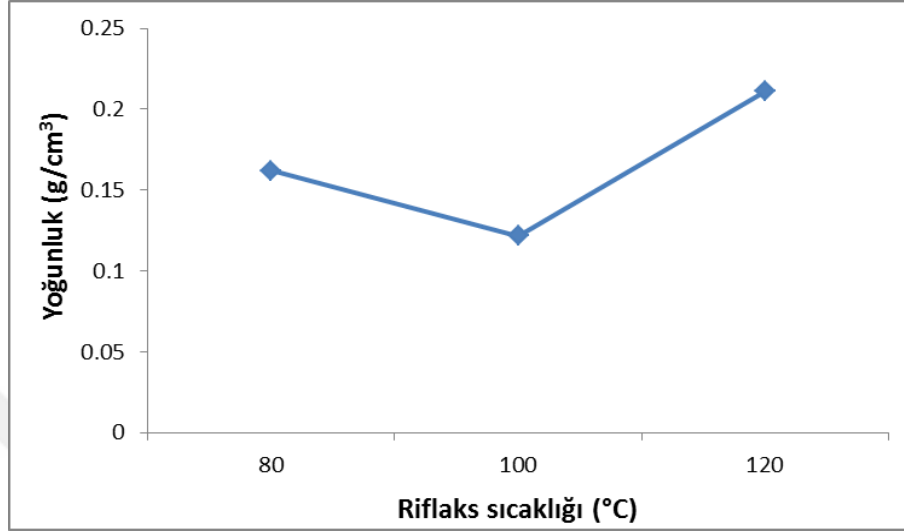
Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; 3400 cm^{-1} ve 1630 cm^{-1} dolaylarında numune analiz için hazırlanırken oluşan fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 cm^{-1} ve 750-790 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$ grubundan, 1250 cm^{-1} ve 840-850 cm^{-1} 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si- CH_3 absorpsiyon bantları gözlenmiştir. Karşılaştırmalı analiz sonucuna bakılarak tüm sıcaklık değerleri için üretimin başarıyla gerçekleştirildiği görülmektedir. Analiz sonucunda elde edilen pikler karakteristik silika bazlı aerojel pikleri ile uyumluluk göstermektedir.

6.6.5.3 Riflaks sıcaklığı

Daha önceki aşamalarda olduğu gibi kumdan üretim için de riflaks parametrelerinin etkisi incelenmiştir. Riflaks kolonunda numune karıştırırken kullanılan sıcaklık değerleri için 80°C, 100°C ve 120 °C denenerek elde edilen numunelere yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmış, yoğunluğu en düşük olan numunenin sentezlendiği riflaks sıcaklığı değeri üretim için optimum riflaks sıcaklığı olarak belirlenmiştir. Malzeme üretimine riflaks sıcaklığı etkisini incelerken diğer bütün parametreler sabit tutulmuş ve numuneler K-R-XS şeklinde isimlendirilmiştir

Yoğunluk

Sentez aşamasında kullanılan riflaks sıcaklığının üretim üzerindeki etkisi incelenirken; 80°C, 100°C ve 120 °C sıcaklıklar denenmiş ve sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.80'de grafik halinde verilmiştir.



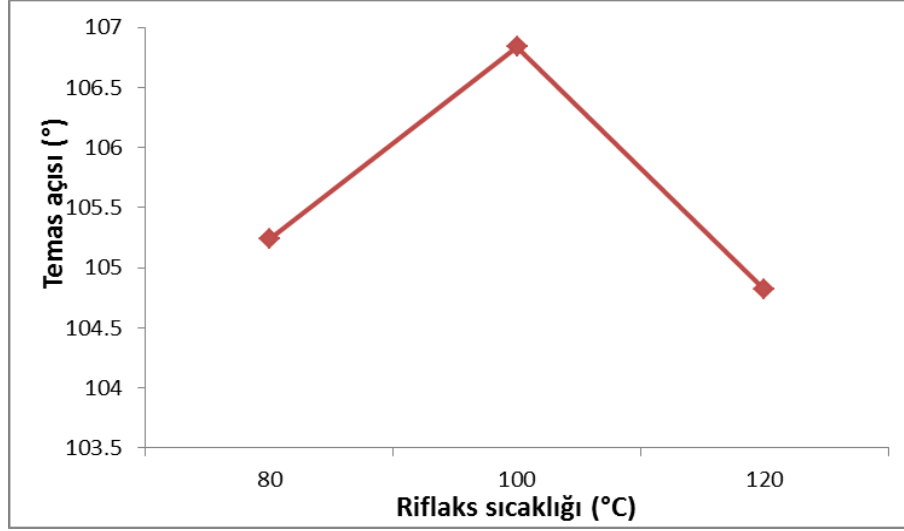
Şekil 6. 80 K-R-XS numunelerinin yoğunluk grafiği

Yoğunluk ölçüm sonuçlarına göre çizilen grafikte; kumdan üretim için riflaks sıcaklığı etkisi incelenirken en düşük yoğunluğa sahip olan K-R-100S numunesinin sentezlendiği sıcaklık optimum riflaks sıcaklığı olarak belirlenmiştir. Çalışmanın ilerleyen bölümlerinde kumdan üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25 ve riflaks sıcaklığı 100°C olarak alınmıştır. Değişik riflaks sıcaklıklarında elde edilen numunelerin yoğunluk değerleri 0.122 g/cm³ ile 0.211 g/cm³ aralığında değişmektedir.

Temas Açısı

Malzemenin hidrofobluk özelliğinin tespitinde kullanılan yöntemle göre sentezlenen tüm numuneler analiz edilmiş ve sonuçları grafik haline getirilerek Şekil 6.81'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

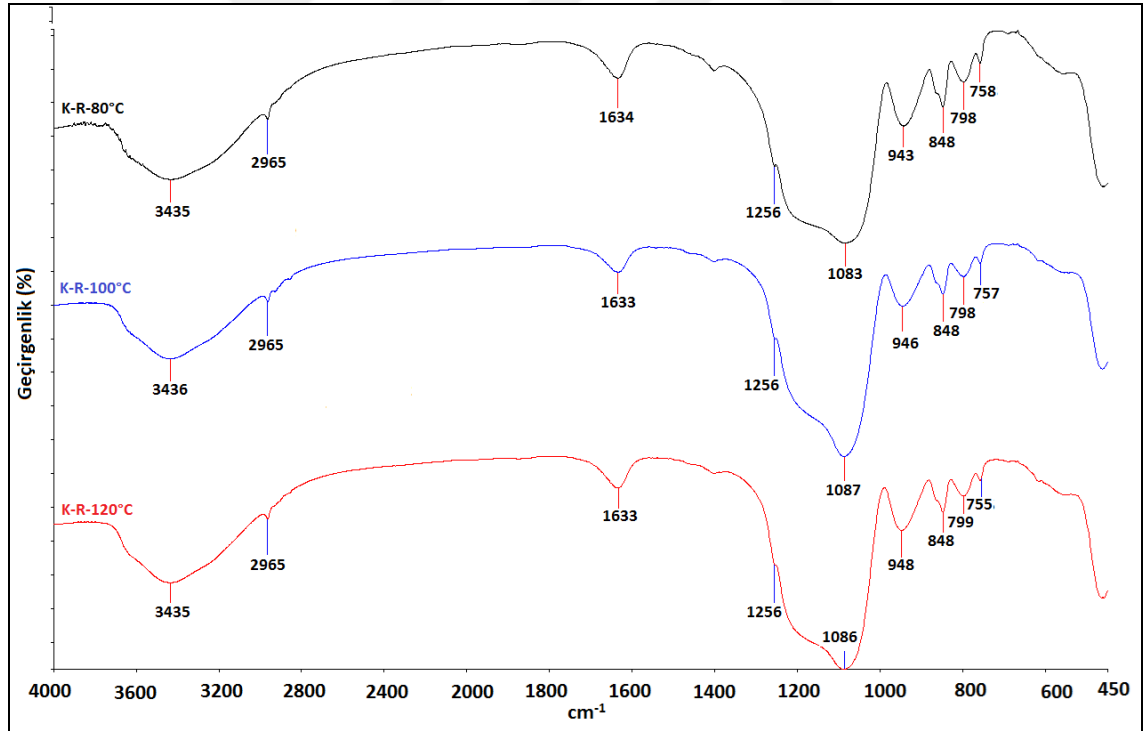
Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezin riflaks aşamasında kullanılan tüm sıcaklık değerleri için üretilen numunelerin hidrofob özellikte olduğu gözlenmiştir. En yüksek hidrofobite değerinin altın madeni arıtma çamurundan üretimde riflaks sıcaklığı etkisi taranırken olduğu gibi 100°C'de elde edildiği görülmüştür.



Şekil 6. 81 K-R-XS numunelerinin temas açısı grafiği

FT-IR Analizi

K-R-XS numunelerine ait bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.82'de verilmiştir.



Şekil 6. 82 K-R-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen O-H titreşimleri, asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlenmiştir. Analiz sonuçları göz önüne alınarak tüm sıcaklık değerlerinde aerojel numunelerinin başarıyla sentezlendiği

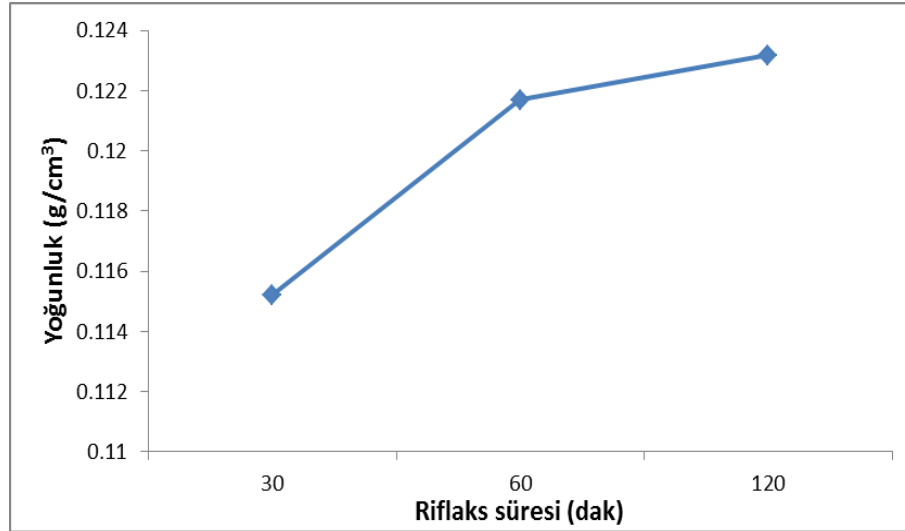
ve elde edilen spektrumda görülen piklerin karakteristik silika aerojel pikleri ile uyumlu olduğu gözlenmiştir.

6.6.5.4 Riflaks süresi

Daha önceki aşamalarda farklı silisyum kaynaklarından üretim yapılırken olduğu gibi kumdan üretimde de riflaks süresinin üretime etkisi incelenmiştir. Riflaks kolonunda numune karışırken taranan süreler (X) 30, 60 ve 120 dakikadır. Üretime riflaks süresinin etkisini incelemek adına sentezlenen numunelere yoğunluk, temas açısı ölçümü ve FT-IR analizleri yapılmış ve elde edilen numuneler K-R-XT olarak adlandırılmıştır. Yoğunluk ölçümü sonucunda en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin sentezlendiği riflaks süresi optimum süre olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Sentez aşamasında kullanılan riflaks süresinin üretim üzerindeki etkisi incelenirken; 30, 60 ve 120 dakika süreleri denenmiş ve sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.83’de grafik halinde verilmiştir.



Şekil 6. 83 K-R-XT numunelerinin yoğunluk grafiği

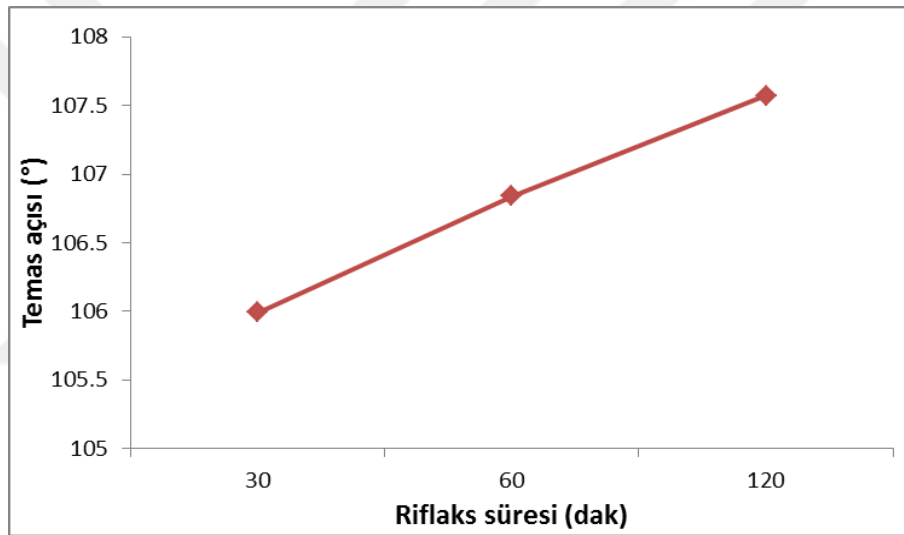
Yoğunluk değerlerine karşılık çizilen grafiğe göre kumdan üretilen aerojel numuneleri için en düşük yoğunluk değeri 30 dakikalık riflaks süresinde elde edilmiştir. K-R-30T numunesinin yoğunluğu 0.115 g/cm^3 , K-R-60T numunesinin yoğunluğu 0.122 g/cm^3 ve K-R-120T numunesinin yoğunluğu 0.123 g/cm^3 olarak ölçülmüştür. Çalışmanın ilerleyen

kısımlarında kumdan üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, riflaks sıcaklığı 100°C ve riflaks süresi 30 dakika olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Temas açısı ölçümü sonucunda elde edilen açı değerleri grafik olarak Şekil 6.84'de verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

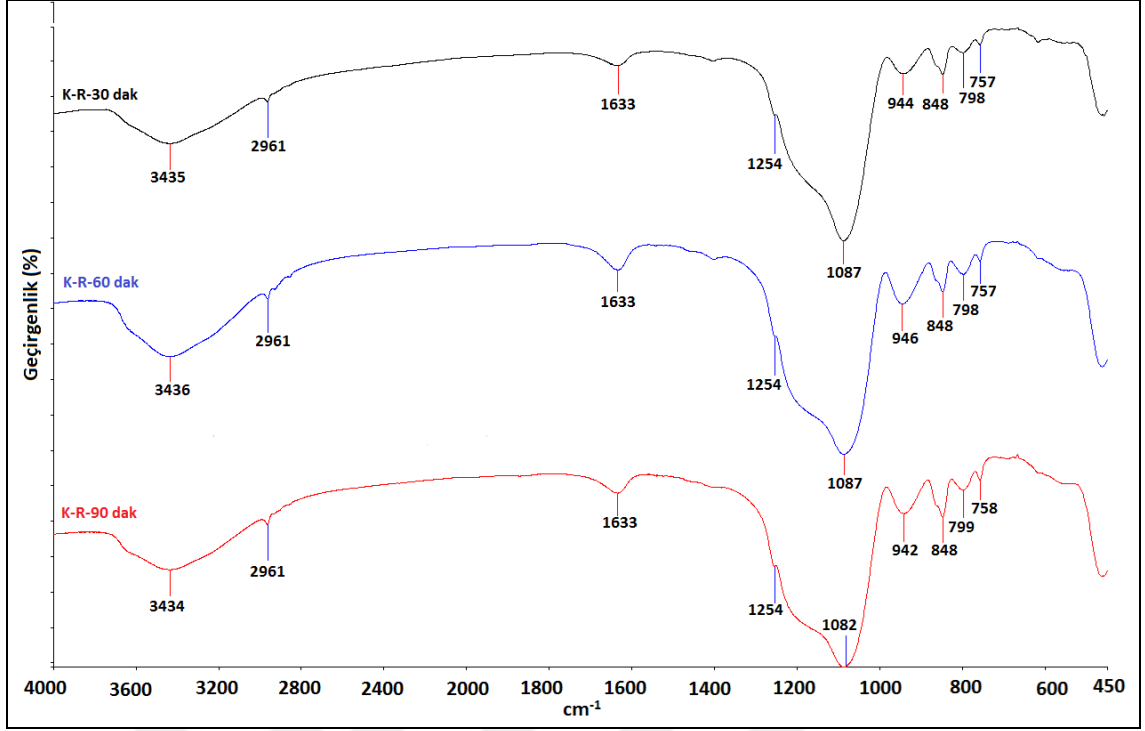
Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre sentezin riflaks aşamasında kullanılan tüm süre değerleri için üretilen numunelerin hidrofob özellikte olduğu gözlenmiş ve en yüksek hidrofobite değeri 120 dakikalık riflaks süresinde K-R-120T numunesinde bulunmuştur. Ayrıca riflaks süresi arttıkça hidrofobitenin arttığı gözlenmiştir.



Şekil 6. 84 K-R-XT numunelerinin temas açısı grafiği

FT-IR Analizi

K-R-XT numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.85'de verilmiştir. Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen O-H titreşimleri, asimetric ve simetric Si-O-Si gerilmeleri, Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlenmiştir.



Şekil 6. 85 BA-R-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

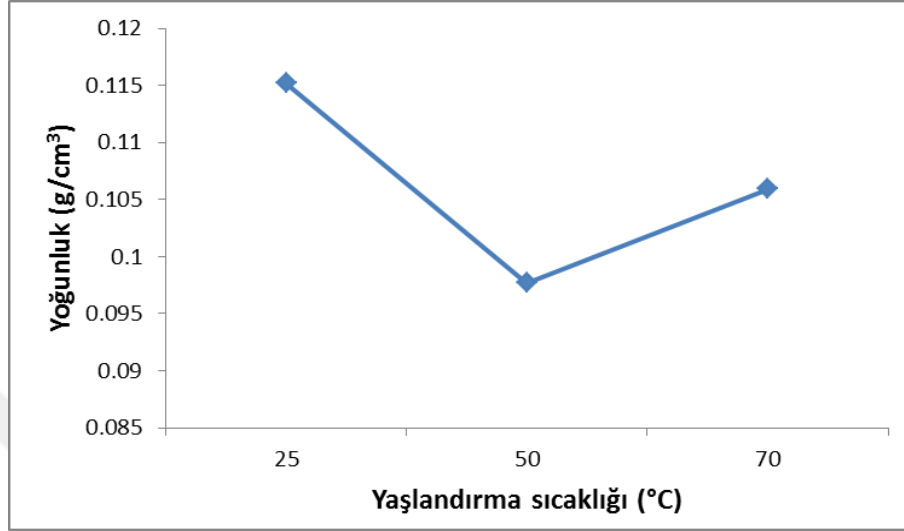
Analiz sonuçları göz önüne alınarak tüm sıcaklık değerlerinde aerjel numunelerinin başarıyla gerçekleştirildiği ve elde edilen spektrumda görülen piklerin karakteristik silika aerjel pikleri ile uyumlu olduğu gözlenmiştir. Çalışmada kumdan üretim aşamasında taranan rifleks süreleri için malzemenin yapısında herhangi bir değişiklik gözlemlenmemiş tüm sürelerde sentez gerçekleşmiştir.

6.6.5.5 Yaşlandırma sıcaklığı

Kumdan silika bazlı aerjel üretiminde yaşlandırma sıcaklığı daha önceki kaynaklarda olduğu gibi üretime etkisi incelenen parametreler arasındadır. Üretim ile kurutma aşamaları arasında gerçekleştirilen yaşlandırma işleminde sıcaklığın etkisi taranarak yaşlandırma sıcaklığı olarak 25°C, 50°C ve 75°C denenmiştir. Elde edilen numuneler K-Y-XS olarak adlandırılmıştır. K-Y-25S, K-Y-50S ve K-Y-75S numunelerine yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin yaşlandırıldığı sıcaklık en iyi yaşlandırma sıcaklığı olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Sentez ile kurutma basamakları arasında gerçekleştirilen yaşlandırma işleminin üretim üzerindeki etkisi incelenirken sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.86'da grafik halinde verilmiştir.

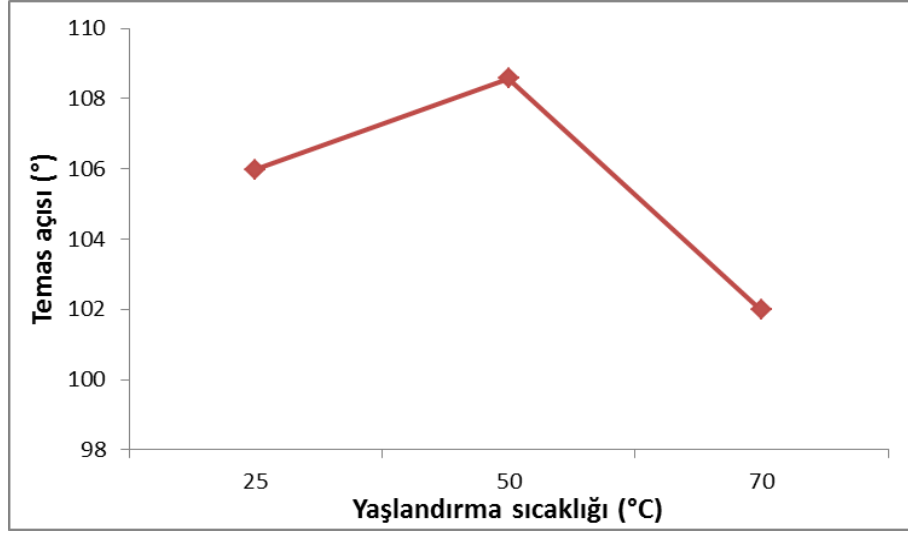


Şekil 6. 86 K-Y-XS numunelerinin yoğunluk grafiği

Değişik yaşlandırma sıcaklığı değerlerine karşı ölçülerek grafiğe geçirilen yoğunluk değerlerine göre en düşük yoğunluk değeri 50°C'de elde edilmiş ve sıcaklığa bağlı olarak malzemenin yapısında doğrusal bir değişim gözlenmemiştir. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında kumdan üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, reflaks sıcaklığı 100°C, reflaks süresi 30 dakika ve yaşlandırma sıcaklığı 50°C olarak alınmıştır.

Temas Açısı

K-Y-25S, K-Y-50S ve K-Y-75S numunelerinin temas açısı değerleri ölçülmüş ve Şekil 6.87'de grafik olarak verilmiştir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

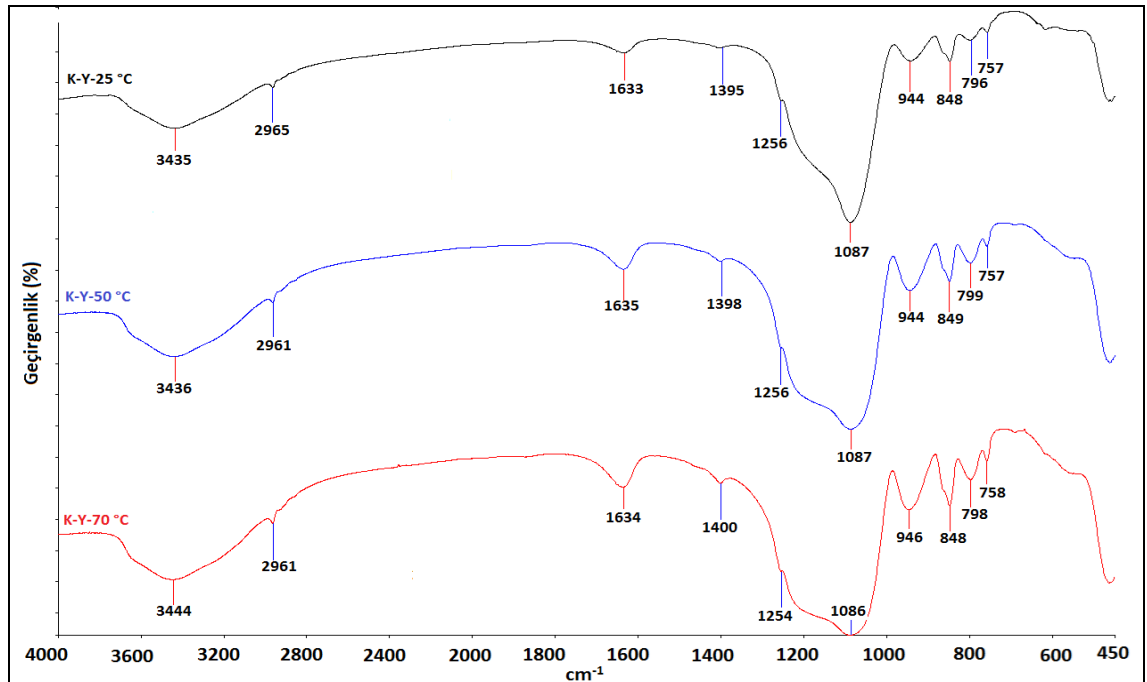


Şekil 6. 87 K-Y-XS numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre tüm numunelerin hidrofob olarak sentezlendiği ve temas açılarının K-Y-25S numunesi için 105.99°, K-Y-50S numunesi için 108.58° ve K-Y-75S numunesi için 101.98° olduğu tespit edilmiştir. En yüksek temas açısı değeri K-Y-50S numunesine aittir.

FT-IR Analizi

K-Y-XS numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.88’de verilmiştir.



Şekil 6. 88 K-Y-XS numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

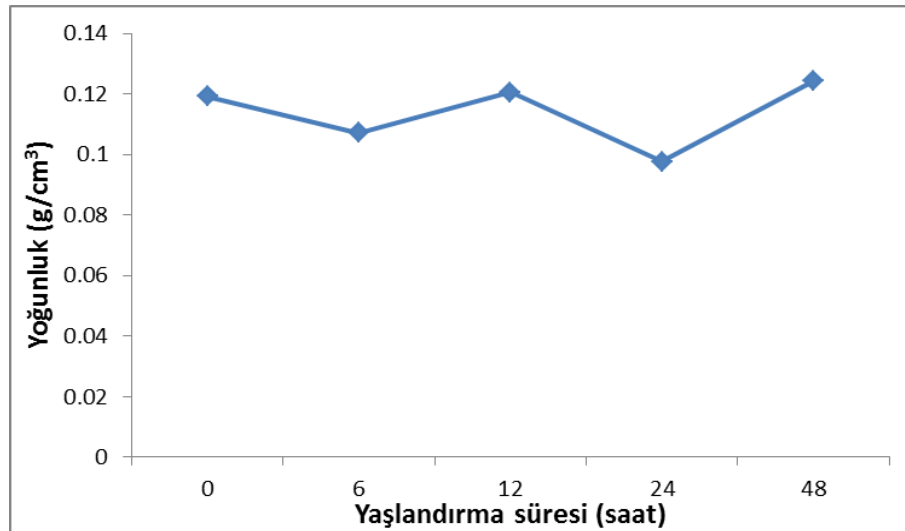
Numunelerin $4000-450\text{ cm}^{-1}$ aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen pikler yeniden gözlenmiştir. Karşılaştırmalı FT-IR spektrumuna göre K-Y-25S, K-Y-50S ve K-Y-75S numunelerinin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve tüm yaşlandırma sıcaklığı koşullarında sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.

6.6.5.6 Yaşlandırma süresi

Tez çalışması kapsamında tüm hammadde gibi kum içinde yaşlandırma süresinin üretime etkisi incelenmiştir. Yaşlandırma süresi olarak 0, 6, 12, 24 ve 48 saat süreler taranmış ve elde edilen numuneler K-Y-XT olarak adlandırılmıştır. Numunelere daha önceki parametrelerde olduğu gibi yoğunluk, temas açısı ölçümleri ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numunenin yaşlandırılma süresi en iyi yaşlandırma süresi olarak belirlenmiş ve çalışmanın ilerleyen basamaklarında sabit tutulmuştur.

Yoğunluk

Bir önceki aşamada belirlenen yaşlandırma sıcaklığı olan 50°C yaşlandırma işlemi belirtilen sürelerle gerçekleştirilmiş ve sentezlenen numunelerin yoğunlukları ölçülerek Şekil 6.89'da grafik halinde verilmiştir.



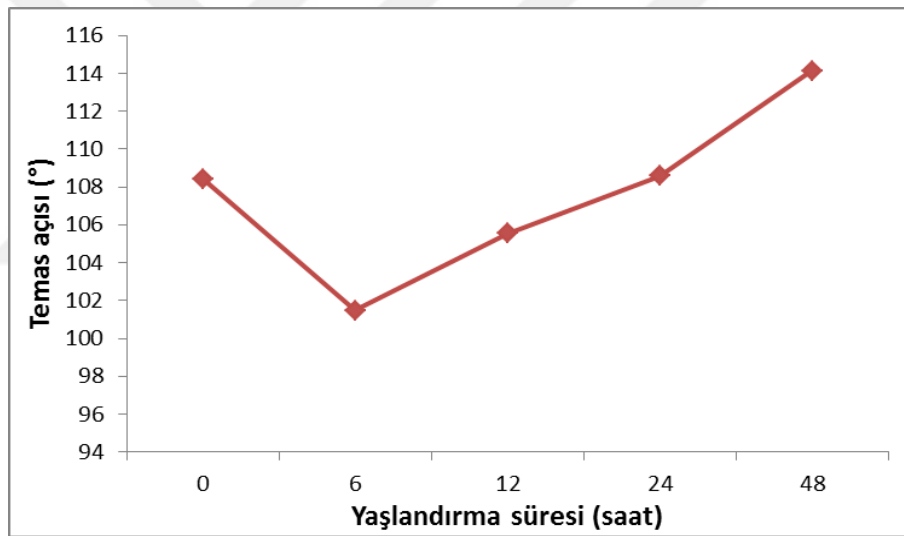
Şekil 6. 89 K-Y-XT numunelerinin yoğunluk grafiği

Değişik yaşlandırma sürelerine karşı ölçülerek grafiğe geçirilen yoğunluk değerlerine göre en düşük yoğunluk değeri K-Y-24T numunesinde elde edilmiştir. Yaşlandırma

süresi ile sentezlenen malzemenin yoğunluğu arasında doğrusal bir değişim olmadığı görülmektedir. K-Y-0T numunesinin yoğunluğu 0.119 g/cm^3 , K-Y-6T numunesinin yoğunluğu 0.107 g/cm^3 , K-Y-12T numunesinin yoğunluğu 0.120 g/cm^3 , K-Y-24T numunesinin yoğunluğu 0.097 g/cm^3 ve K-Y-48T numunesinin yoğunluğu 0.124 g/cm^3 olarak bulunmuştur. Çalışmanın ilerleyen kısımlarında kumdan üretim için pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, reflaks sıcaklığı 100°C , reflaks süresi 30 dakika ve yaşlandırma sıcaklığı 50°C ve yaşlandırma süresi 24 saat olarak alınmıştır.

Temas Açısı

Farklı süre değerleri için sentezlenen numunelerin temas açıları ölçülerek hidrofobluk özelliği test edilmiştir. Ölçülen temas açısı değerleri Şekil 6.90'daki grafikte verilmektedir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

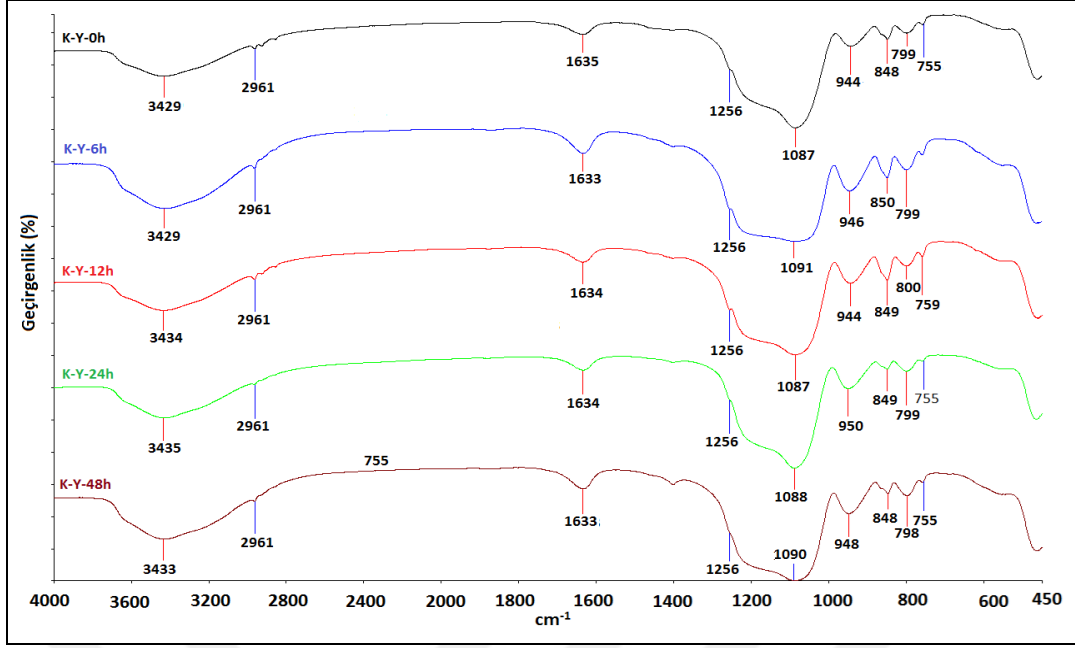


Şekil 6.90 K-Y-XT numunelerinin temas açısı grafiği

Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre tüm numunelerin hidrofob karakteristik gösterdiği ve ölçülen temas açılarının 101.47° ve 114.14° arasında değiştiği görülmektedir. En yüksek temas açısı değeri K-Y-48T numunesine aittir.

FT-IR Analizi

K-Y-XT numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.91'de verilmiştir.



Şekil 6. 91 K-Y-XT numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

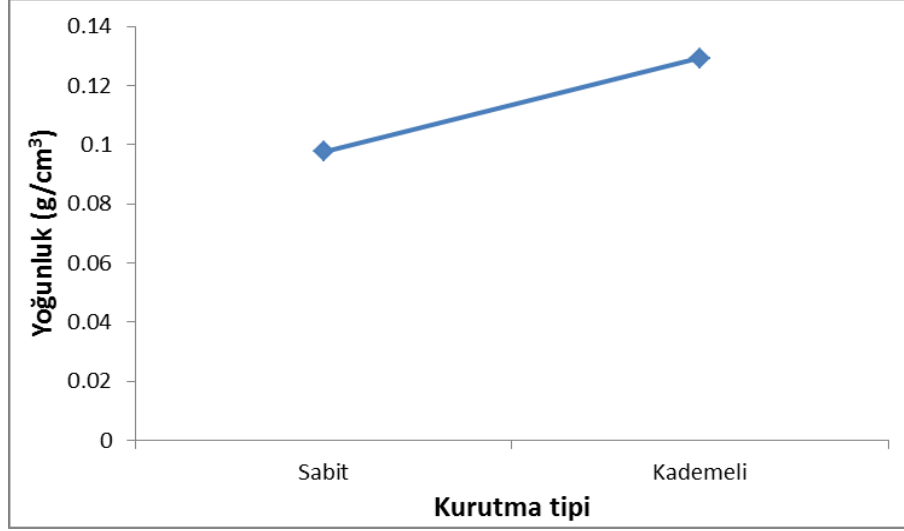
Numunelerin 4000-450 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilen analiz sonucuna göre; daha önceki numunelerde gözlenen pikler yeniden gözlenmiştir. Karşılaştırmalı FT-IR spektrumuna göre K-Y-0T, K-Y-6T, K-Y-12T, K-Y-24T ve K-Y-48T numunelerinin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve tüm yaşlandırma sıcaklığı koşullarında sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.

6.6.5.7 Kurutma tipi

Çalışma kapsamında daha önce diğer hammaddeler için uygulanan sabit kurutma 50°C'de 6 saat süreyle ve kademeli kurutma işlemi 60°C, 80°C, 120°C ve 180°C'de ikişer saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Numuneler K-SABİT ve K-KADEMELİ olarak isimlendirilmiştir. Numunelere daha önceki parametrelerde olduğu gibi yoğunluk, temas açısı ölçümü ve FT-IR analizleri yapılmıştır. Yoğunluk ölçümü neticesinde en düşük yoğunluğa sahip olan numune, kumdan üretimde en iyi özellikteki numune olarak belirlenmiştir.

Yoğunluk

Daha önceki aşamalarda optimum olarak belirlenen parametreler kullanılarak üretim gerçekleştirilmiş ve kurutma etkisini belirlemek için elde edilen numunelerin yoğunluk ölçümleri Şekil 6.92'de grafik halinde verilmiştir.



Şekil 6. 92 K-SABİT ve K-KADEMELİ numunelerinin yoğunluk grafiği

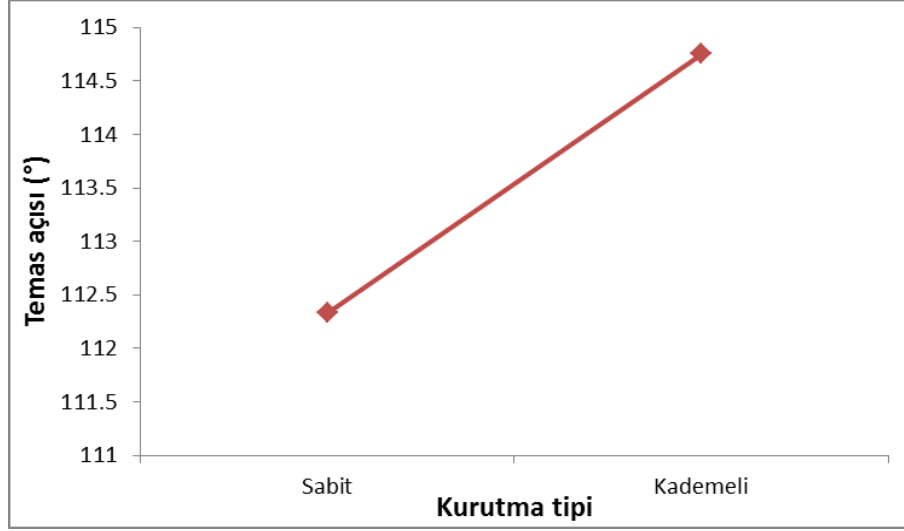
Grafikte görülen değerlere göre K-SABİT numunesi daha düşük yoğunluğa sahiptir. K-SABİT numunesinin yoğunluğu 0.097 g/cm^3 iken K-KADEMELİ numunesinin yoğunluğu 0.129 g/cm^3 'tür. Kurutma şekline bağlı olarak malzemenin yoğunluğunda %24.8'lik bir değişim gözlenmektedir.

Aerojel sentezinde; kumdan gerçekleştirilen üretim için taranan parametreler göz önüne alınarak optimum sentez koşulları; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, riflaks sıcaklığı 100°C , riflaks süresi 30 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 50°C , yaşlandırma süresi 24 saat ve kurutma tipi sabit kurutma olarak belirlenmiştir. Sentezlenen optimum numuneye XRD, SEM ve BET analizleri yapılarak numune yalıtım amaçlı sıva üretiminde değerlendirilmiştir.

Temas Açısı

Sabit ve kademeli kurutma işlemi ile sentezlenen numunelerin temas açıları ölçülerek hidrofobluk özelliği test edilmiştir. Ölçülen temas açısı değerleri Şekil 6.93'deki grafikte verilmektedir. Temas açısı ölçüm görüntüleri EK A'da yer almaktadır.

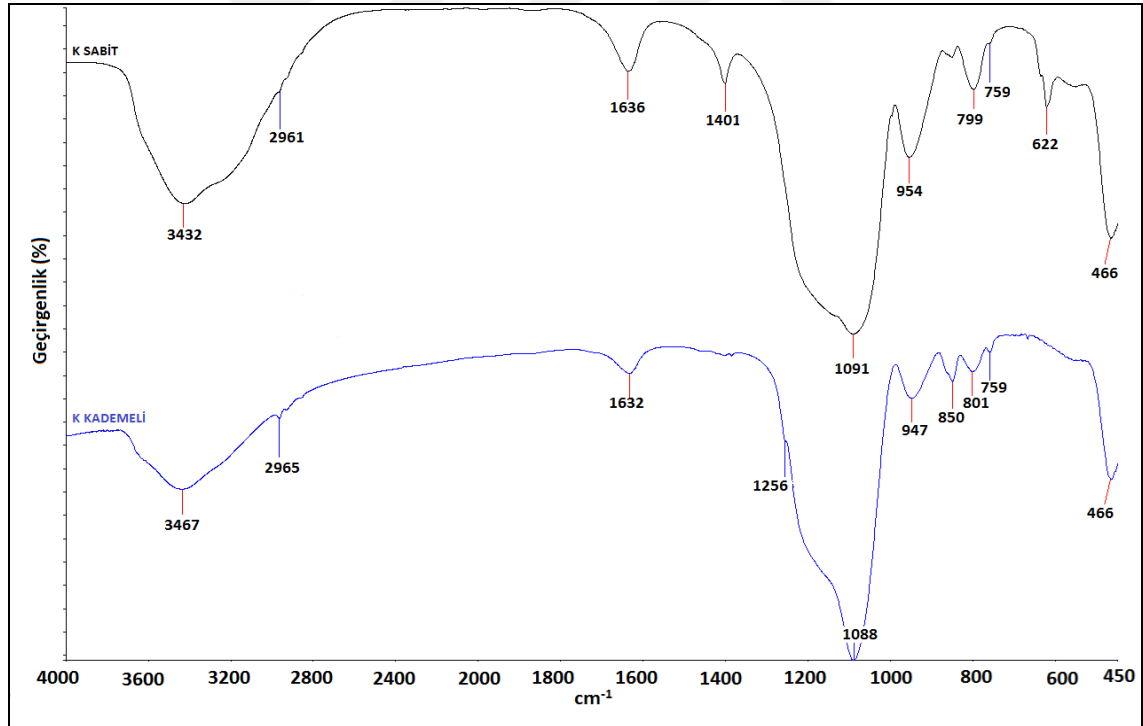
Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre her iki kurutma yöntemi için sentezlenen numunelerin hidrofob özellik gösterdiği belirlenmiştir. K-SABİT numunesinin temas açısı 112.33° iken ve K-KADEMELİ numunesinin temas açısı 114.75° 'dir.



Şekil 6. 93 K-SABİT ve K-KADEMELİ numunelerinin temas açısı grafiği

FT-IR Analizi

K-SABİT ve K-KADEMELİ numunelerine ait karakteristik bağ özelliklerinin belirlenmesi için FT-IR analizi gerçekleştirilmiş ve analiz sonucu Şekil 6.94'de verilmiştir.



Şekil 6. 94 K-SABİT ve K-KADEMELİ numunelerinin karşılaştırmalı FT-IR spektrumu

Numunelerin FT-IR spektrumuna göre; 3400 cm^{-1} ve 1630 cm^{-1} dolaylarında fiziksel olarak adsorplanmış olan sudan kaynaklanan O-H titreşimleri, 1080 cm^{-1} ve 750-790 cm^{-1} 'de asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri, 2960 cm^{-1} dolaylarında $-\text{CH}_3$

grubundan, 1250 cm^{-1} ve $840\text{-}850\text{ cm}^{-1}$ 'de hidrofoblaştırma ajanı olarak kullanılan TMCS'nin yapıya bağlanmasından dolayı oluşan Si-C ve Si-CH₃ absorpsiyon bantları gözlenmiştir. Numunelerinin aynı karakteristik pikleri içerdiği ve her iki kurutma koşulunda da sentezin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir.

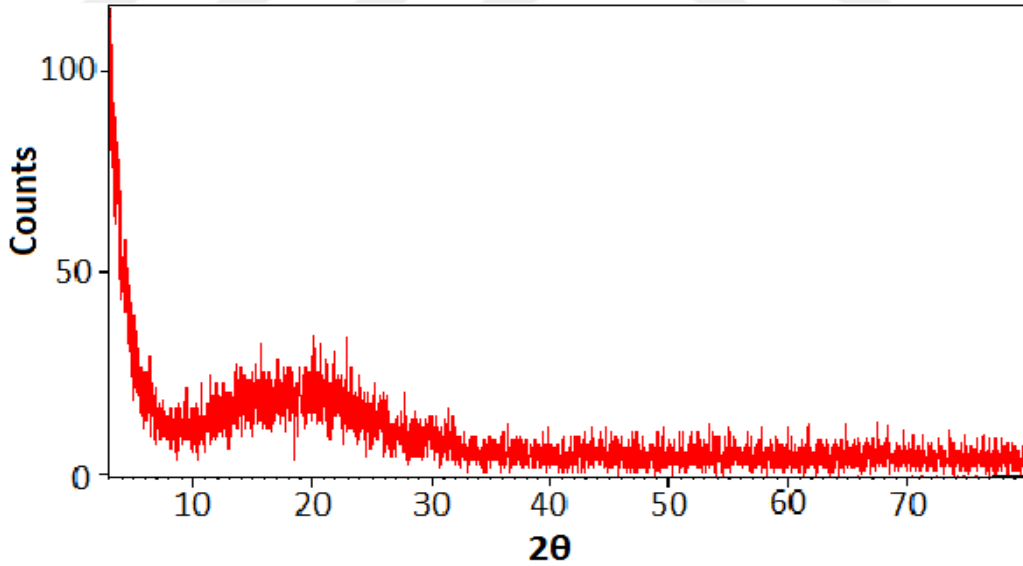
6.7 Optimum Koşullarda Sentezlenen Aerojellerin Karakterizasyonu

6.7.1 TEOS'tan üretim

TEOS'tan üretimde elde edilen numunenin XRD, N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon ve SEM analizleri gerçekleştirilmiştir.

6.7.1.1 XRD analizi

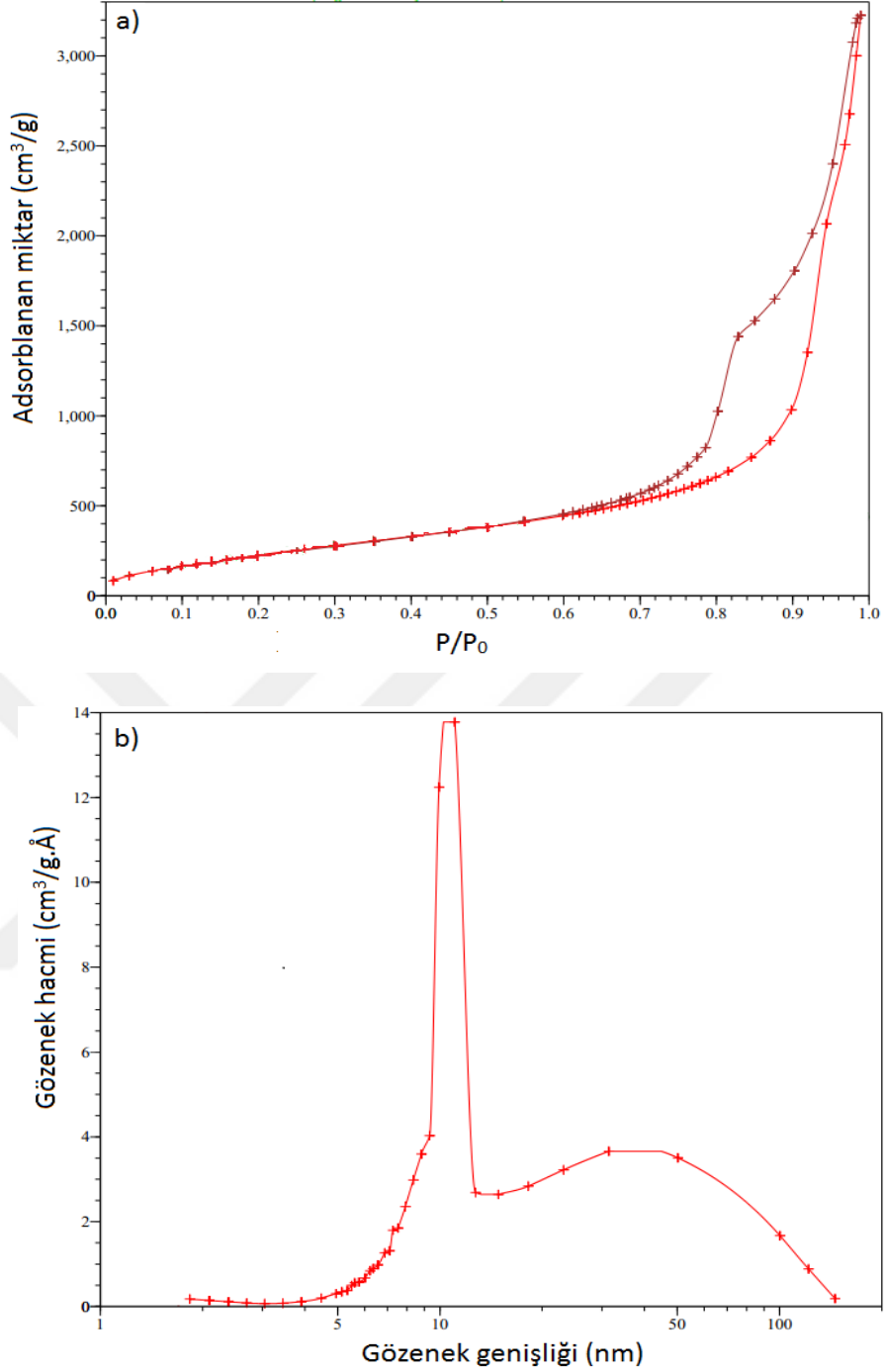
Şekil 6.95'de TEOS'tan üretilen aerjel numunesi için verilen XRD diyagramına bakılarak numunenin amorf yapıda olduğu görülmektedir. Yaklaşık olarak $2\theta = 24^\circ$ 'de numuneye ait amorf silisyum piki yer almaktadır. Amorf silisyum dışında bir yapıya rastlanmamıştır.



Şekil 6. 95 TEOS'tan üretilen aerjelin XRD diyagramı

6.7.1.2 N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi

TEOS'tan üretilen aerjelin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek dağılım grafiği Şekil 6.96 (a) ve (b)'de verilmektedir.



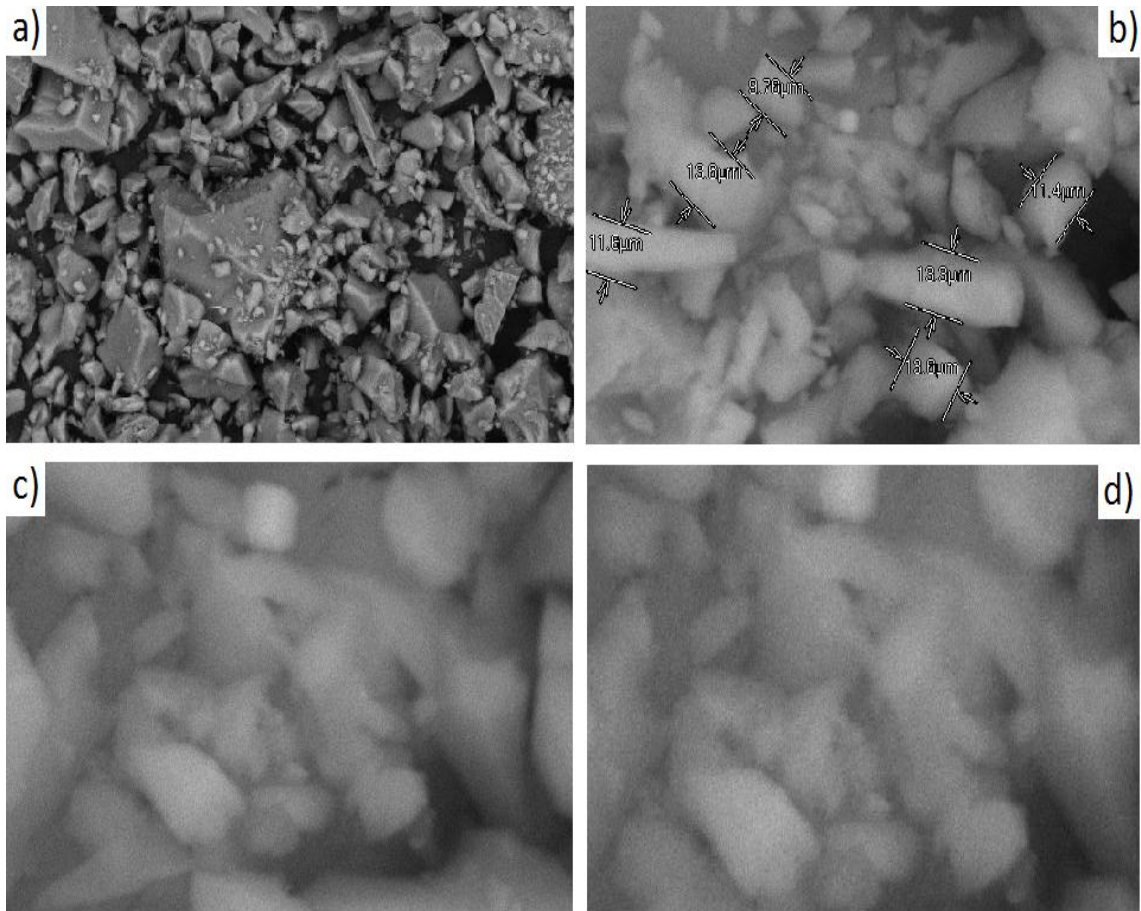
Şekil 6. 96 TEOS'tan üretilen aerogelin a) N_2 adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği

77 K'de elde edilen adsorpsiyon/desorpsiyon eğrisi incelendiğinde adsorblanan gaz miktarının kısmi basıncın bir fonksiyonu olarak ifade edildiği görülmektedir. Silika aerogelin literatürle uyumlu olarak aerogelin IUPAC sınıflandırmasına göre IV. tip N_2 adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ile uyumlu ve H1-tipi histerisine sahip olduğu görülmektedir [66-68]. Numunenin gözenek dağılım grafiğinde görüldüğü gibi iki ayrı

pik oluşumu mevcuttur. Keskin olan ilk pik küçük mezo gözenek yapılarının varlığını ve ikinci yayvan pik ise büyük mezo gözenek yapılarının varlığını göstermektedir [67]. Numunenin yüzey alanı $943.8 \text{ m}^2/\text{g}$ ve ortalama gözenek genişliği 16.01 nm olarak bulunmuştur.

6.7.1.3 SEM analizi

TEOS'tan üretilen aerojele ait SEM görüntüleri Şekil 6.97'de verilmiştir.



Şekil 6. 97 TEOS'tan üretilen aerojele ait SEM görüntüleri a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X

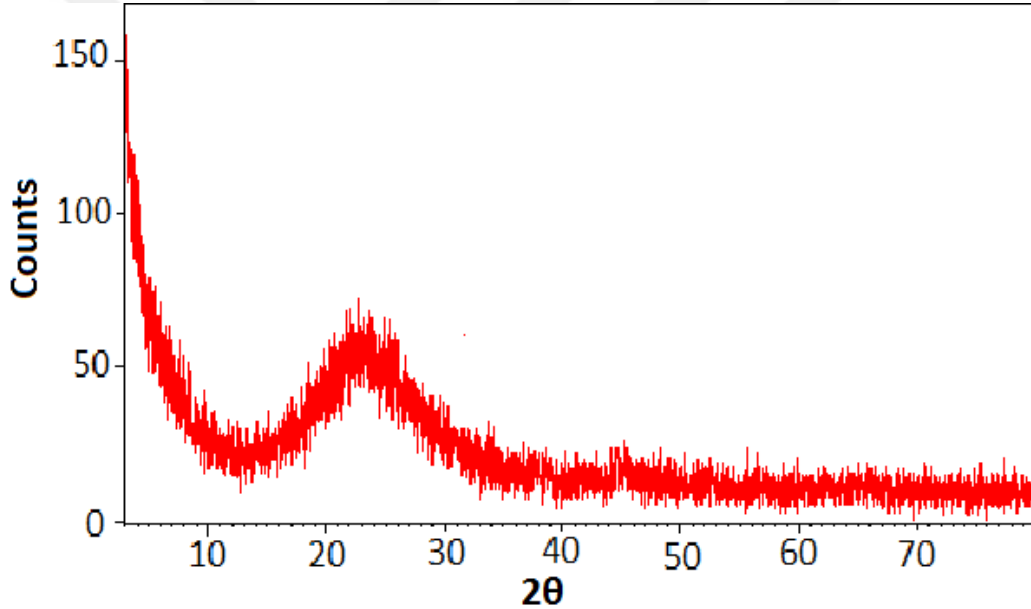
SEM görüntülerine bakılarak malzemenin homojen tane boyutuna sahip olmadığı, taneciklerin hafif köşeli yapıda olduğu ve topklanarak kümeler haline geldiği gözlenmiştir [69]. 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutunun $9.76 \mu\text{m}$ ile $13.6 \mu\text{m}$ aralığında değişmektedir.

6.7.2 Altın madeni arıtma çamurundan üretim

Altın madeni arıtma çamurundan aerojel üretiminde optimum sentez koşulları (pH 9, silisyum/toplam malzeme kütlesi 0.5, reflaks sıcaklığı 100°C, reflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C, yaşlandırma süresi 24saat ve kademeli kurutma) kullanılarak sentezlenen numunenin karakterizasyonu, XRD, N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon ve SEM analizleri ile gerçekleştirilmiştir.

6.7.2.1 XRD analizi

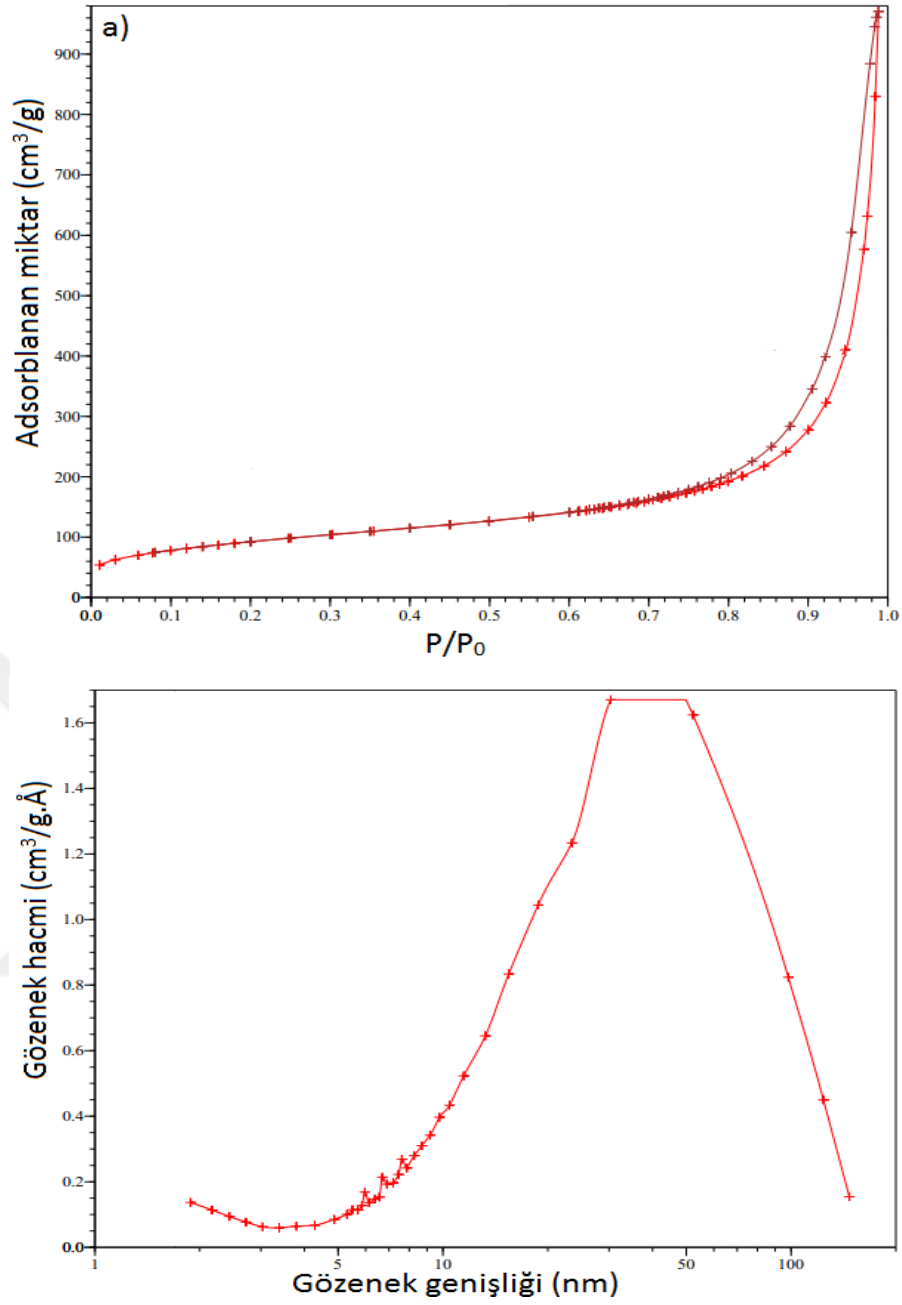
Şekil 6.98'de arıtma çamurundan üretilen aerojel numunesi için verilen XRD diyagramına bakılarak numunenin amorf yapıda olduğu ve $2\theta = 24^\circ$ 'de amorf silisyum piki yer aldığı görülmektedir.



Şekil 6. 98 Arıtma çamurundan üretilen optimum arojelin XRD diyagramı

6.7.2.2 N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi

Arıtma çamurundan üretilen aerojel numunesinin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek dağılım grafiği Şekil 6.99 (a) ve (b)'de verilmektedir.



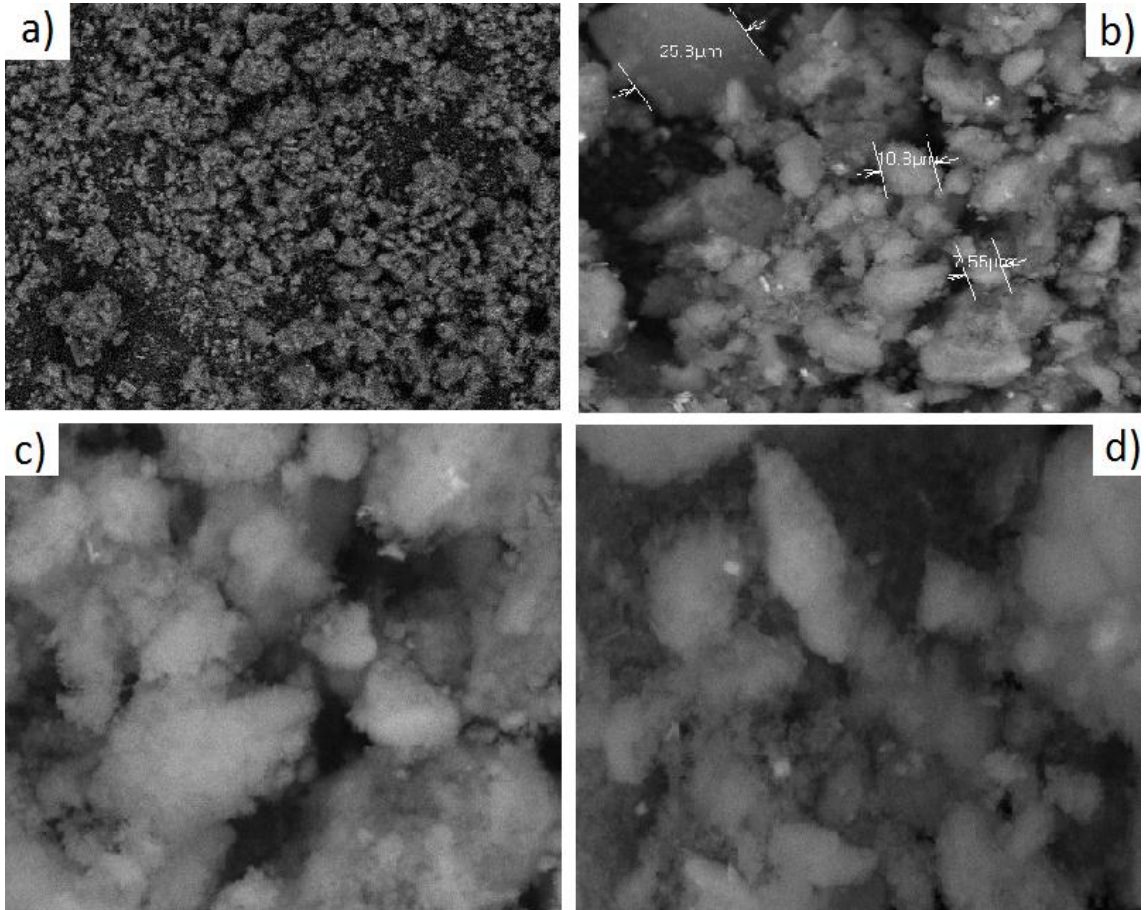
Şekil 6. 99 Arıtma çamurundan üretilen optimum aerojelin a) N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği

77 K'de elde gerçekleştirilen adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucu adsorblanan gaz miktarının kısmi basıncın bir fonksiyonu olarak verilmiştir. Silika aerojelin literatürle uyumlu olarak aerojelin IUPAC sınıflandırmasına göre IV. tip N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ile uyumlu ve H3-tipi histerisine sahip olduğu görülmektedir [66-68]. Numunede gözlenen histerisis doygun basınç altında

numunenin gözeneklerinde oluşan kılcal yoğunlaşma ile açıklanabilir [67]. Numunenin yüzey alanı $325.56 \text{ m}^2/\text{g}$ ve ortalama gözenek genişliği 21.65 nm olarak bulunmuştur.

6.7.2.3 SEM analizi

Aritma çamurundan üretilen aerojel numunesinin SEM analizine ait görüntü Şekil 6.100'de verilmiştir.



Şekil 6. 100 Arıtma çamurundan üretilen aerojel numunesinin SEM görüntüsü a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X

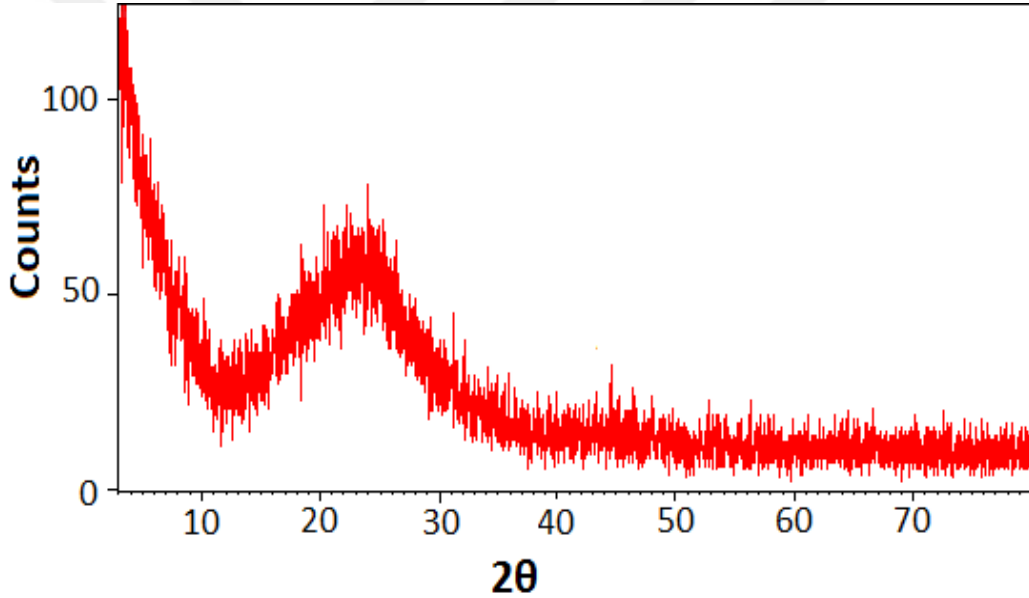
SEM görüntülerine bakılarak malzemenin homojen tane boyutuna sahip olmadığı, taneciklerin hafif köşeli yapıda olduğu ve topaklanarak kümeler haline geldiği gözlenmiştir [69]. 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutu, $7.55 \mu\text{m}$ ile $25.8 \mu\text{m}$ aralığında değişmektedir.

6.7.3 Uçucu külden üretim

Uçucu külden aerjel üretiminde optimum sentez koşulları (pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, reflaks sıcaklığı 80°C, reflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C, yaşlandırma süresi 0 saat ve sabit kurutma) kullanılarak sentezlenen numunenin karakterizasyonu için XRD, N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon ve SEM analizleri gerçekleştirilmiştir.

6.7.3.1 XRD analizi

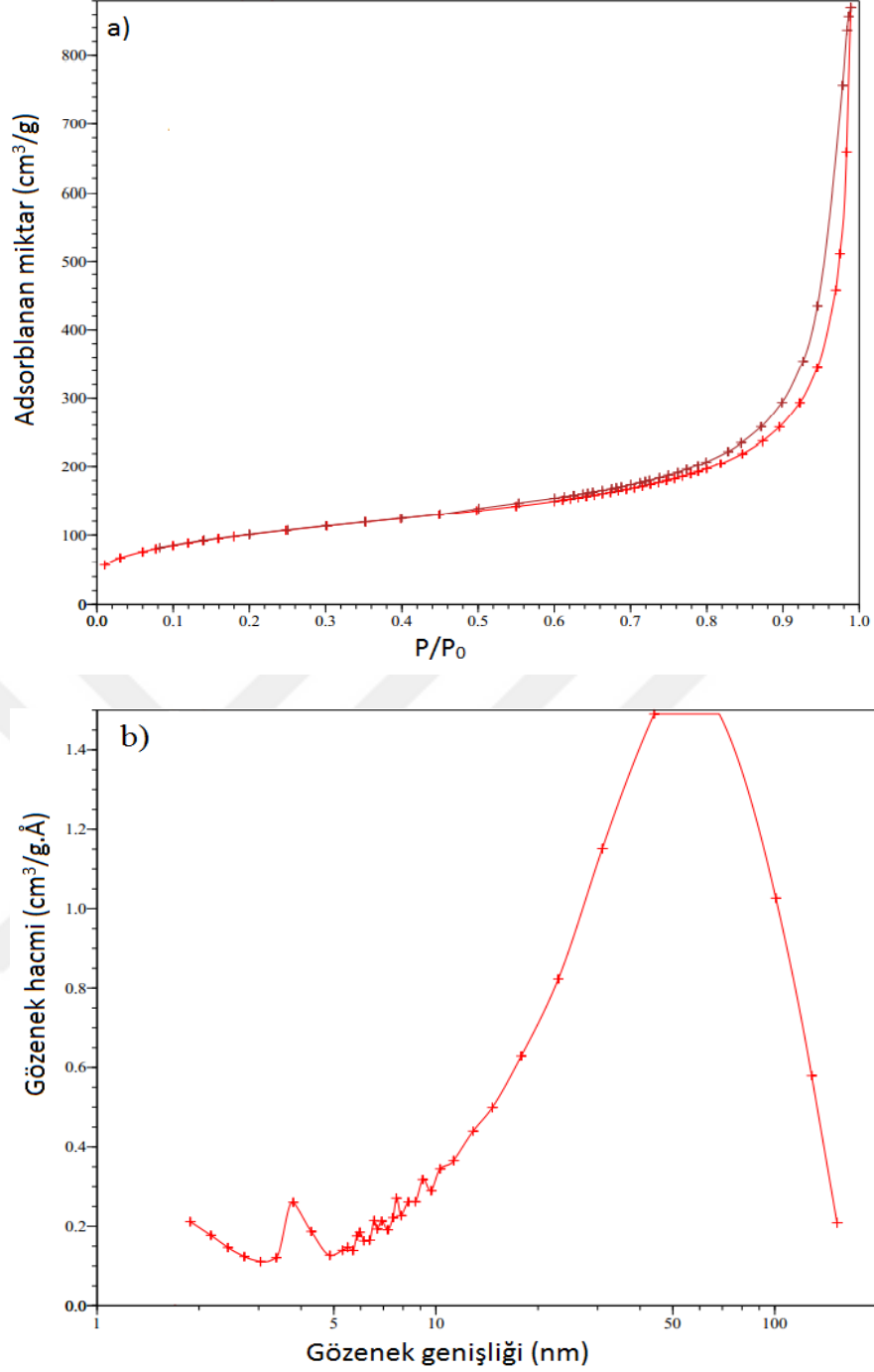
Şekil 6.101'de uçucu külden üretilen optimum aerjel numunesi için verilen XRD diyagramına bakılarak numunenin amorf yapıda olduğu ve $2\theta = 24^\circ$ 'de amorf silisyum piki yer aldığı ve başka bir oluşumun bulunmadığı görülmektedir.



Şekil 6. 101 Uçucu külden üretilen optimum aerjelin XRD diyagramı

6.7.3.2 N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi

Uçucu külden üretilen optimum aerjel numunesinin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek dağılım grafiği Şekil 6.102 (a) ve (b)'de verilmektedir.



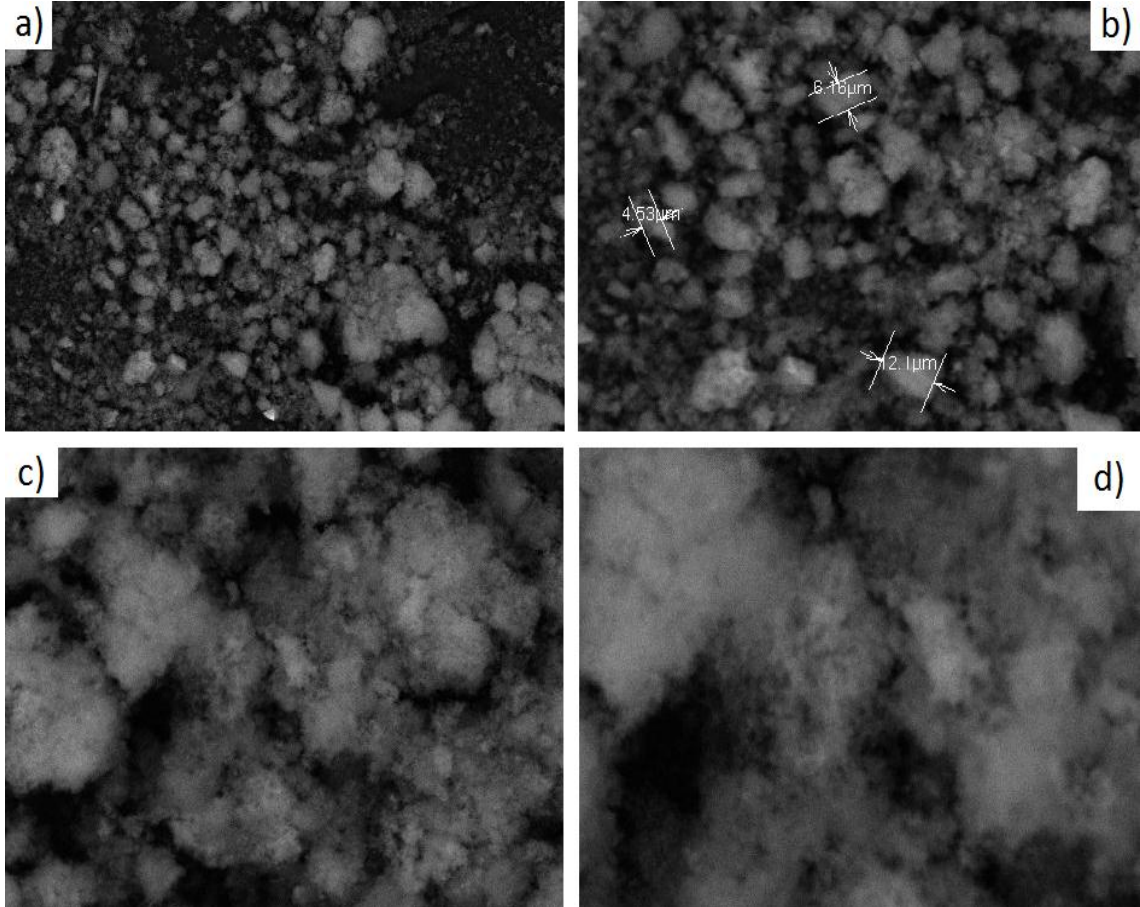
Şekil 6. 102 Uçucu külden üretilen optimum aerogelin a) N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği

77 K'de elde gerçekleştirilen adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucu adsorblanan gaz miktarı kısmi basıncın bir fonksiyonu olarak verilmektedir. Silika aerogelin literatürle uyumlu olarak aerogelin IUPAC sınıflandırmasına göre IV. tip N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ile uyumlu ve H3-tipi histerisine sahip olduğu görülmektedir [66-68]. Numunede gözlemlenen histerisis doygun basınç altında

numunenin gözeneklerinde oluşan kılcal yoğunlaşma ile açıklanabilir [67]. Numunenin yüzey alanı $355.44 \text{ m}^2/\text{g}$ ve ortalama gözenek genişliği 18.53 nm olarak bulunmuştur.

6.7.3.3 SEM analizi

Uçucu külden üretilen aerjel numunesinin SEM analizine ait görüntü Şekil 6.103'de verilmiştir.



Şekil 6. 103 Uçucu külden üretilen aerjel numunesinin SEM görüntüleri a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X

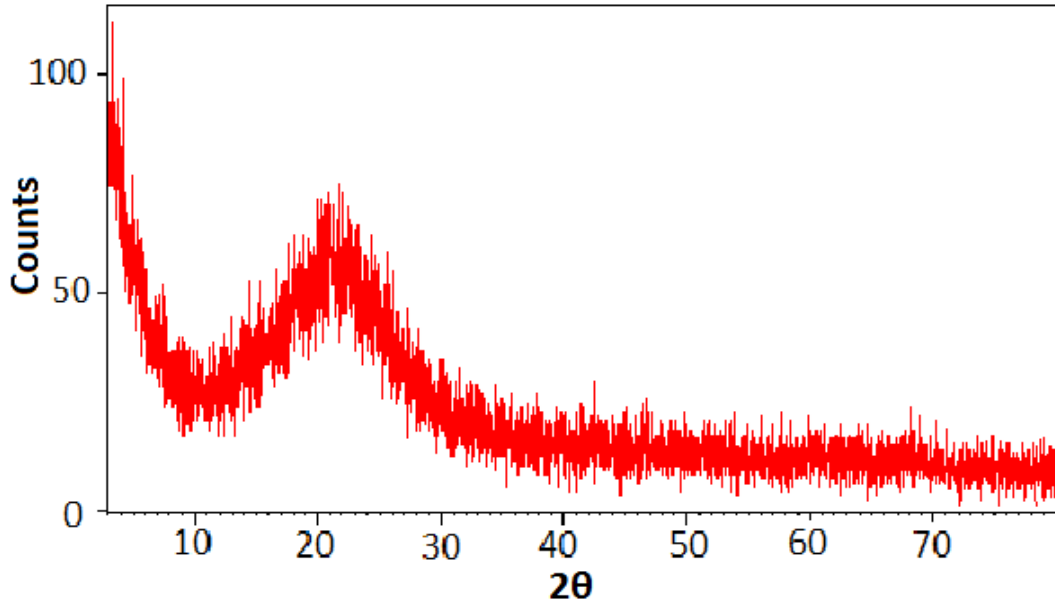
SEM görüntülerine bakılarak malzemenin homojen tane boyutuna sahip olmadığı, taneciklerin hafif köşeli yapıda olduğu ve topaklanarak kümeler haline geldiği gözlenmiştir [69]. 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutu 4.53 µm ile 12.1 µm aralığında değişmektedir.

6.7.4 Taban külünden üretim

Taban külünden aerojel üretiminde optimum sentez koşulları (pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, reflaks sıcaklığı 80°C, reflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C, yaşlandırma süresi 24 saat ve sabit kurutma) kullanılarak sentezlenen numunenin karakterizasyonu için XRD, N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon ve SEM analizleri gerçekleştirilmiştir.

6.7.4.1 XRD analizi

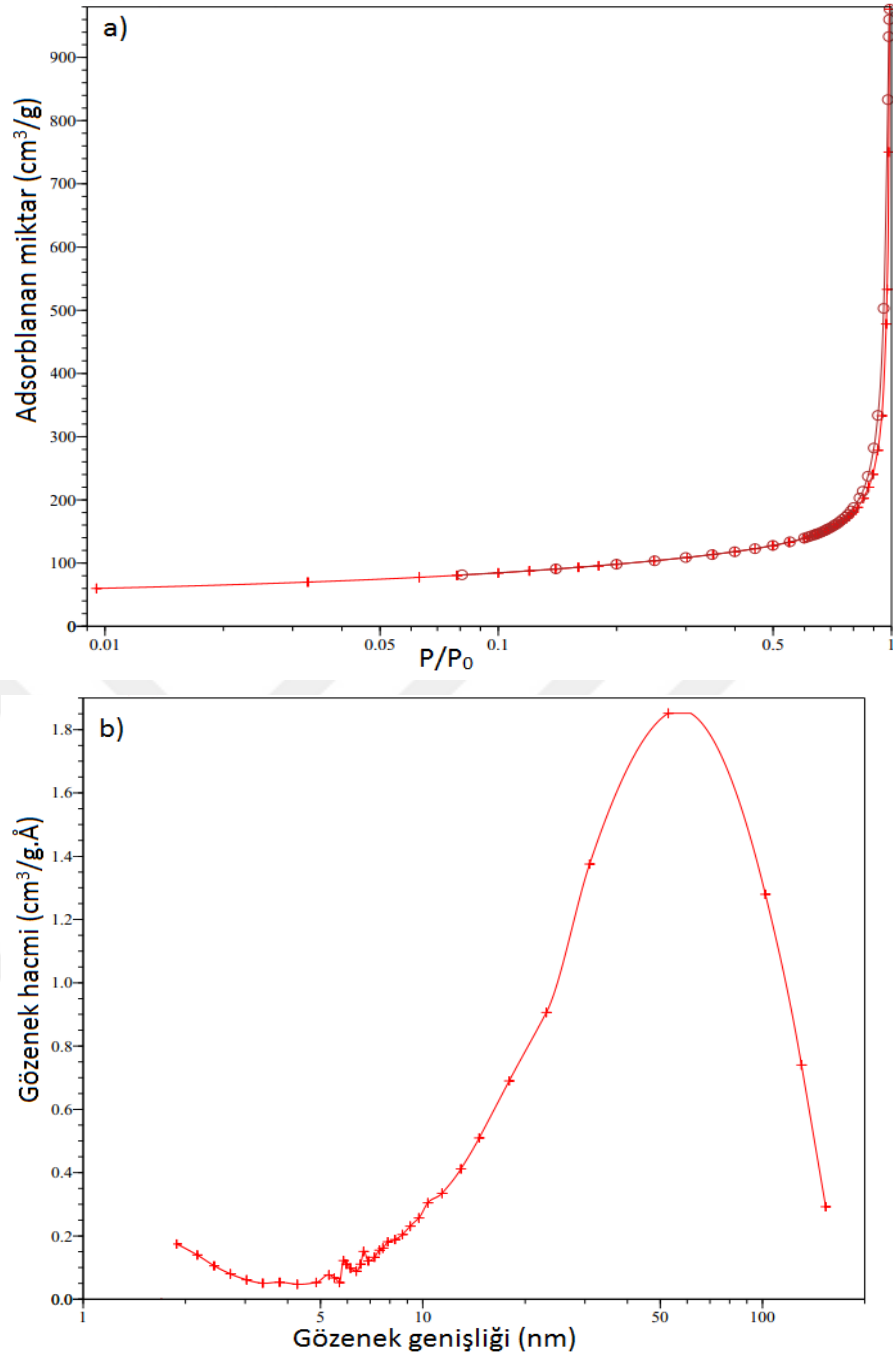
Taban külünden elde edilen optimum aerojel numunesine ait XRD diyagramı Şekil 6.104'de verilmiştir. Literatürle ve daha önceki numunelerle uyumlu olarak bakılarak numunenin amorf yapıda olduğu ve $2\theta = 24^\circ$ 'de amorf silisyum piki yer aldığı ve başka bir oluşumun bulunmadığı görülmektedir.



Şekil 6. 104 Taban külünden üretilen optimum aerojelin XRD diyagramı

6.7.4.2 N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi

Taban külünden üretilen optimum aerojel numunesinin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek dağılım grafiği Şekil 6.105 (a) ve (b)'de verilmektedir.



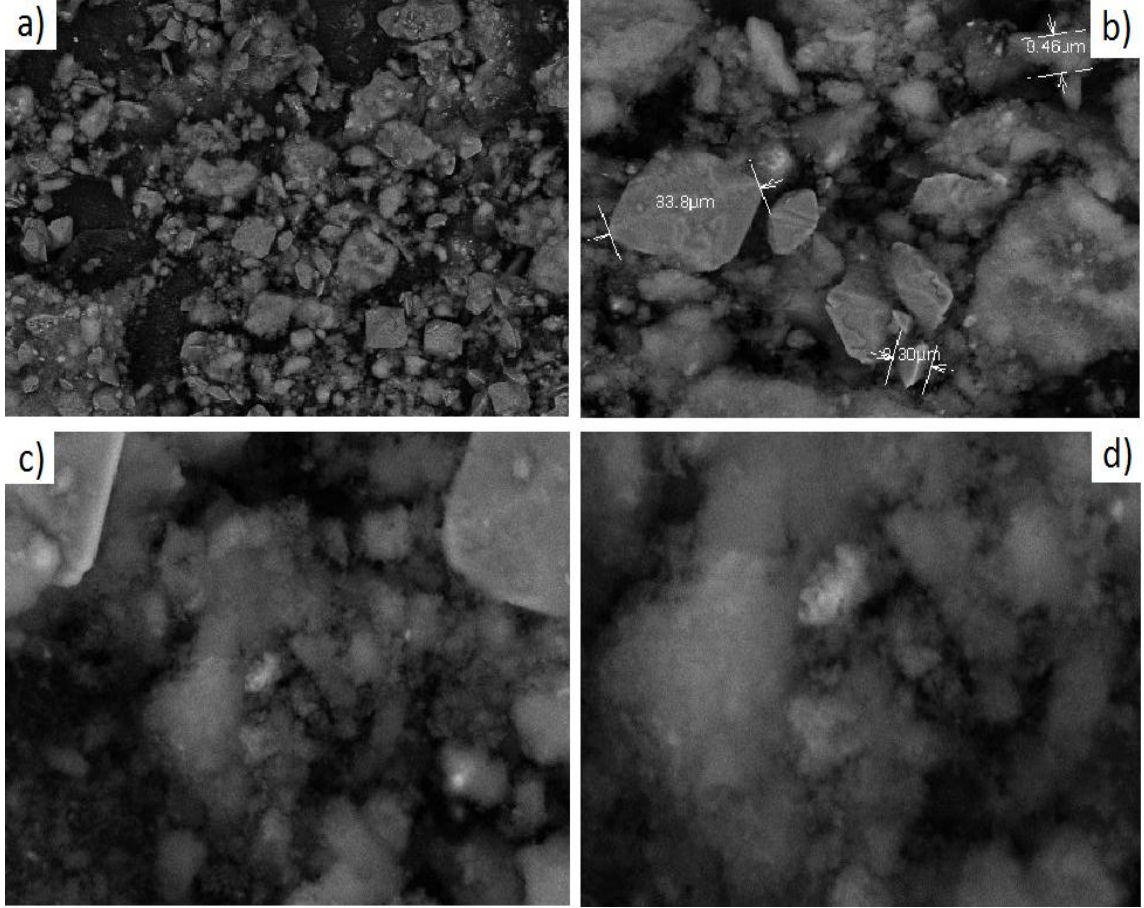
Şekil 6. 105 Taban külünden üretilen optimum aerajelin a) N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği

77 K'de elde gerçekleştirilen adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucu adsorblanan gaz miktarı kısmi basıncın bir fonksiyonu olarak verilmiştir. Silika aerajelin literatürle uyumlu olarak aerajelin IUPAC sınıflandırmasına göre IV. tip N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ile uyumlu ve H3-tipi histerisine sahip olduğu olduğu görülmektedir [66-68]. Numunede gözlemlenen histerisis doygun basınç altında

numunenin gözeneklerinde oluşan kılcal yoğunlaşma ile açıklanabilir [67]. Numunenin yüzey alanı $338.29 \text{ m}^2/\text{g}$ ve ortalama gözenek genişliği 24.31 nm olarak bulunmuştur.

6.7.4.3 SEM analizi

Taban külünden üretilen aerojel numunesinin SEM analizine ait görüntü Şekil 6.106'da verilmiştir.



Şekil 6. 106 Taban külünden üretilen aerojel numunesinin SEM görüntüleri a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X

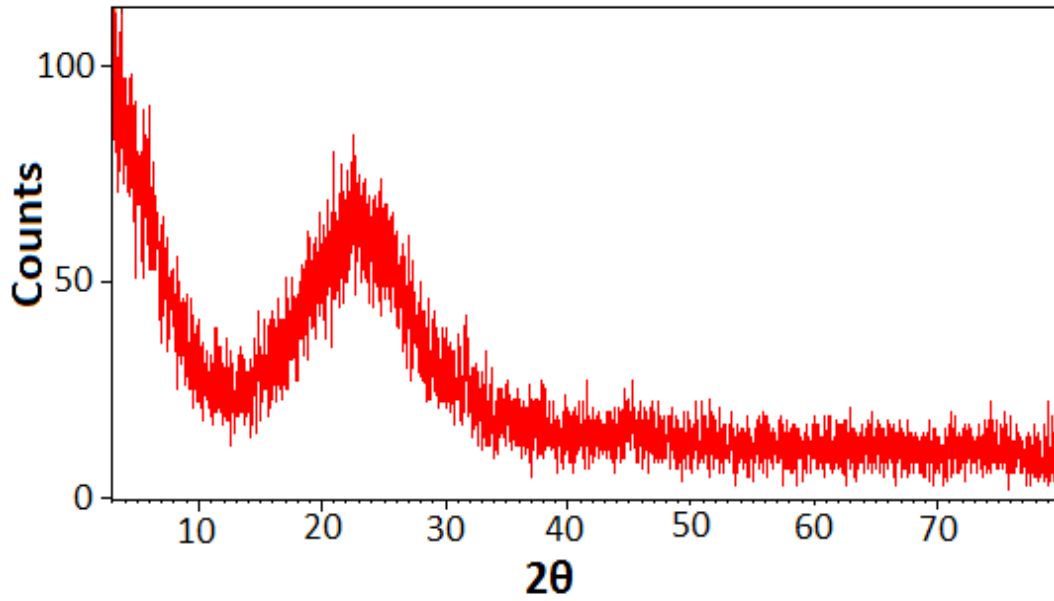
Malzemenin farklı büyütmelerde çekilen SEM görüntülerine bakılarak, malzemenin homojen tane boyutuna sahip olmadığı, taneciklerin hafif köşeli yapıda olduğu ve topaklanarak kümeler haline geldiği gözlenmiştir [69]. 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutu $8.3 \mu\text{m}$ ile $33.8 \mu\text{m}$ aralığında değişmektedir.

6.7.5 Kumdan üretim

Kumdan aerojel üretiminde daha önceki aşamada belirlenen optimum sentez koşulları (pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, reflaks sıcaklığı 100°C, reflaks süresi 30 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 50°C, yaşlandırma süresi 24 saat ve sabit kurutma) kullanılmıştır. Sentezlenen optimum numunenin karakterizasyonu, XRD, N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon ve SEM analizleri ile gerçekleştirilmiştir.

6.7.5.1 XRD analizi

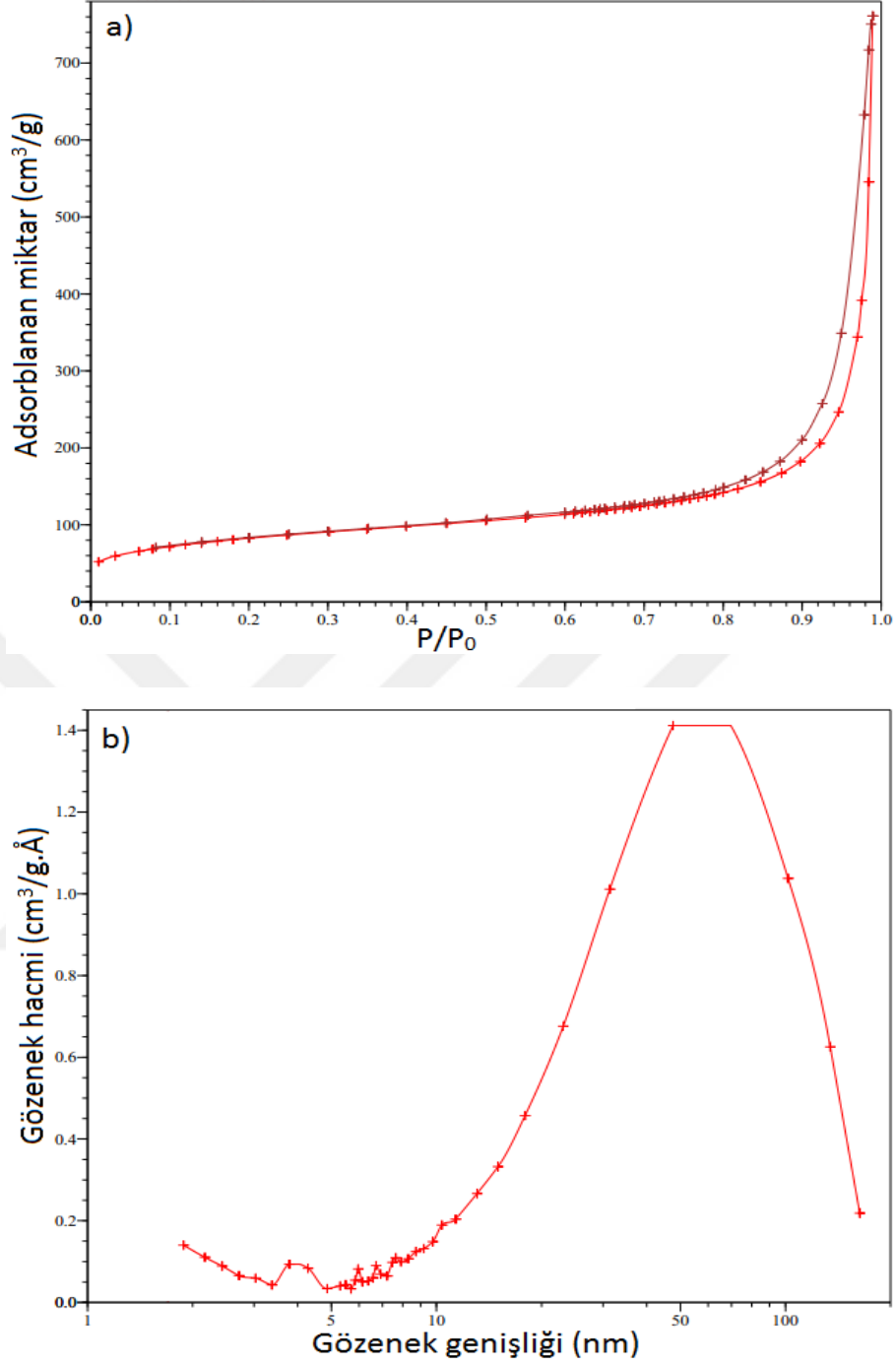
Kumdan elde edilen optimum aerojel numunesine ait XRD diyagramı Şekil 6.107’de verilmektedir. Analiz sonucu elde edilen XRD diyagramı literatürle ve daha önceki numunelerle uyum göstermektedir. Numunenin amorf yapıda olduğu ve $2\theta = 24^\circ$ ’de amorf silisyum piki yer aldığı ve başka bir oluşumun bulunmadığı görülmektedir.



Şekil 6. 107 Kumdan üretilen optimum aerojelin XRD diyagramı

6.7.5.2 N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi

Kumdan üretilen optimum aerojel numunesinin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek dağılım grafiği Şekil 6.108 (a) ve (b)’de verilmektedir.



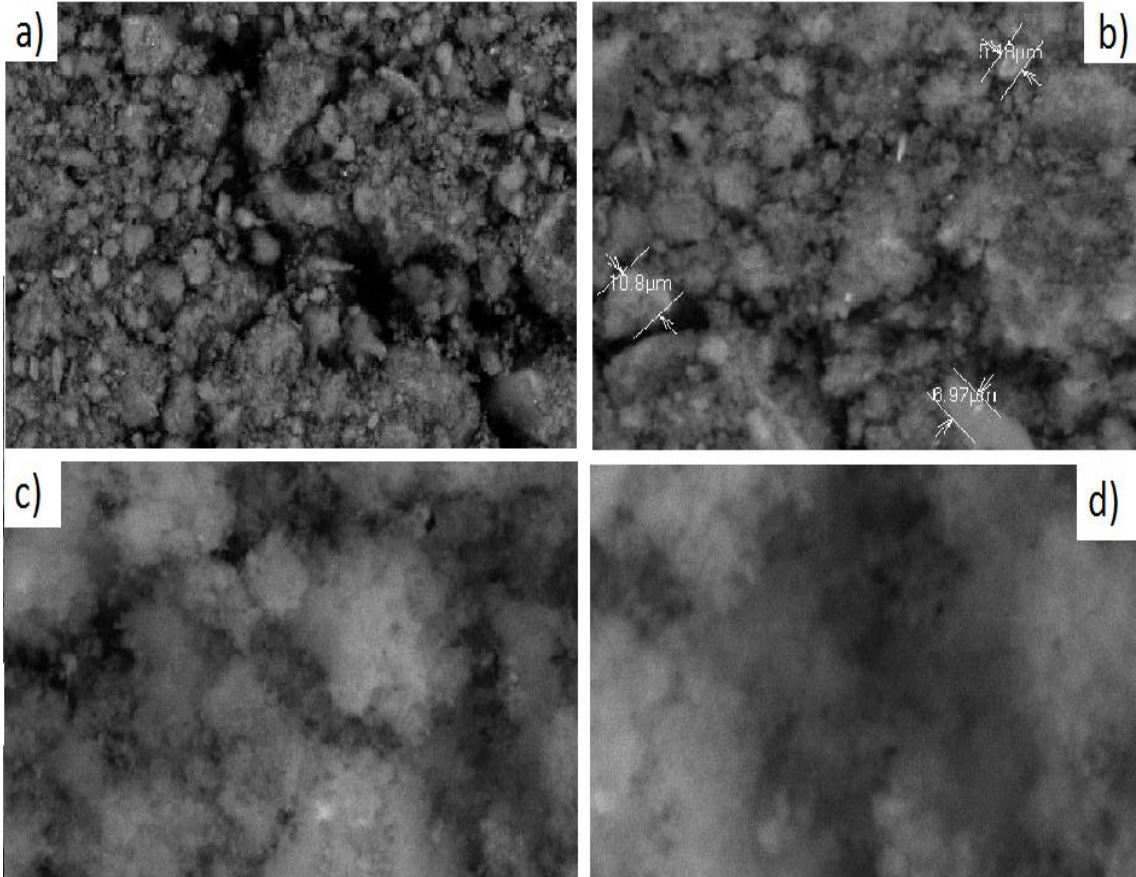
Şekil 6. 108 Kumdan üretilen optimum aerajelin a) N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, b) Gözenek dağılım grafiği

77 K'de elde gerçekleştirilen adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucu adsorblanan gaz miktarı kısmi basıncın bir fonksiyonu olarak verilmiştir. Silika aerajelin literatürle uyumlu olarak aerajelin IUPAC sınıflandırmasına göre IV. tip N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ile uyumlu ve H3-tipi histerisine sahip olduğu görülmektedir [66-68]. Numunede gözlemlenen histerisis doygun basınç altında

numunenin gözeneklerinde oluşan kılcal yoğunlaşma ile açıklanabilir [67]. Numunenin yüzey alanı 281,73 m²/g ve ortalama gözenek genişliği 24.44 nm olarak bulunmuştur.

6.7.5.3 SEM analizi

Kumdan üretilen aerojel numunesinin SEM analizine ait görüntü Şekil 6.109'da verilmiştir.



Şekil 6. 109 Kumdan üretilen aerojel numunesinin SEM görüntüleri a)100X, b)1000X, c)2500X ve d)5000X

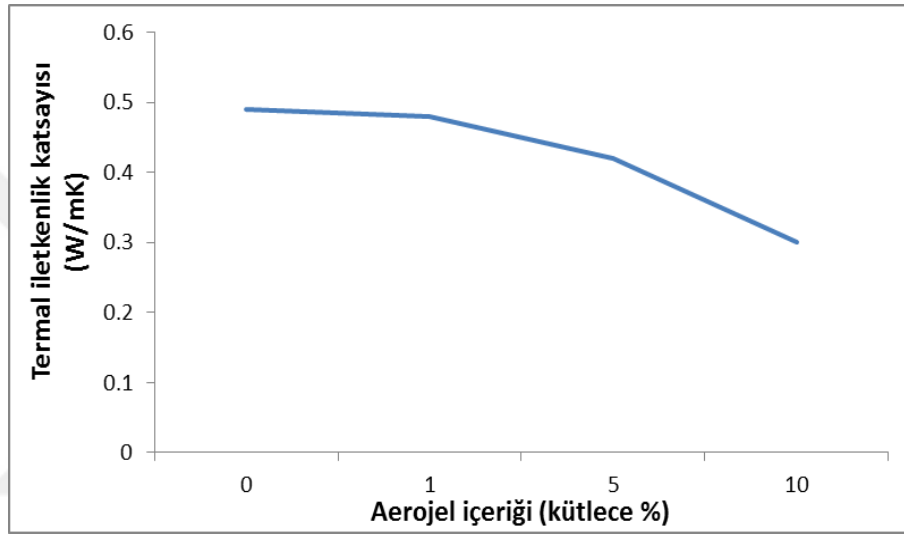
Malzemenin farklı büyütme oranlarında çekilen SEM görüntülerine bakılarak, malzemenin homojen tane boyutuna sahip olmadığı, taneciklerin hafif köşeli yapıda olduğu ve topaklanarak kümeler haline geldiği gözlemlenmiştir [69]. 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutu 5.18 μm ile 29.3 μm aralığında değişmektedir.

6.8 Optimum Aerojeller Kullanılarak Üretilen Sıvaların Isıl İletkenlik Analizi

Sonuçları

6.8.1 TEOS'tan üretilen arojel ile hazırlanan sıva numuneleri

Farklı kütle oranlarında TEOS'tan üretilen arojel numunesi ile hazırlanan yalıtım sıvalarının termal iletkenlik katsayısı ölçüm sonuçları grafik halinde Şekil 6.110'da verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre sıva içerisinde artmakta olan arojel miktarına bağlı olarak termal iletkenlik katsayısının azaldığı görülmektedir.



Şekil 6. 110 TEOS'tan üretilen arojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri

Çizelge 6.12'de kütlece arojel yüzdesine bağlı olarak termal iletkenlik katsayısında meydana gelen düşüş değerleri yüzde hesaplanarak verilmiştir.

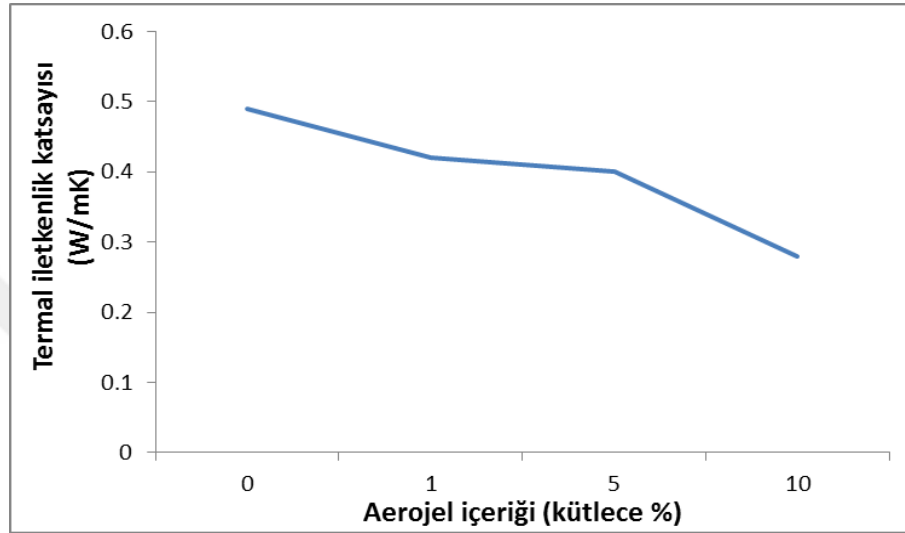
Çizelge 6. 12 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (TEOS)

| Aerojel içeriği (kütlece %) | 0 | 1 | 5 | 10 |
|-----------------------------|---|------|-------|-------|
| Azalma oranı (%) | - | 2.04 | 14.28 | 38.77 |

%10 oranında arojel içeren sıva karışımı arojel içermeyen sıvaya göre %38.77 değerinde daha etkin yalıtım özelliğine sahiptir. Numunede bulunan arojel miktarı arttıkça yalıtım özelliğinin iyileştiği görülmektedir. Daha yüksek oranlar için yapılan denemelerde; arojelin yoğunluğunun düşük olması sebebiyle karışımda hacimce yüksek oranda arojel bulunması sıvanın bağlayıcı özelliğini kaybetmesine sebep olmuştur.

6.8.2 Altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri

Farklı kütle oranlarında altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerojel numunesi ile hazırlanan yalıtım sıvalarının termal iletkenlik katsayısı ölçüm sonuçları grafik halinde Şekil 6.111’de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre sıva içerisinde artmakta olan aerojel miktarına bağlı olarak termal iletkenlik katsayısının azaldığı görülmektedir.



Şekil 6. 111 Altın madeni arıtma çamurundan üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri

Çizelge 6.13’de kütlece aerojel yüzdesine bağlı olarak termal iletkenlik katsayısında meydana gelen düşüş değerleri yüzdece hesaplanarak verilmiştir.

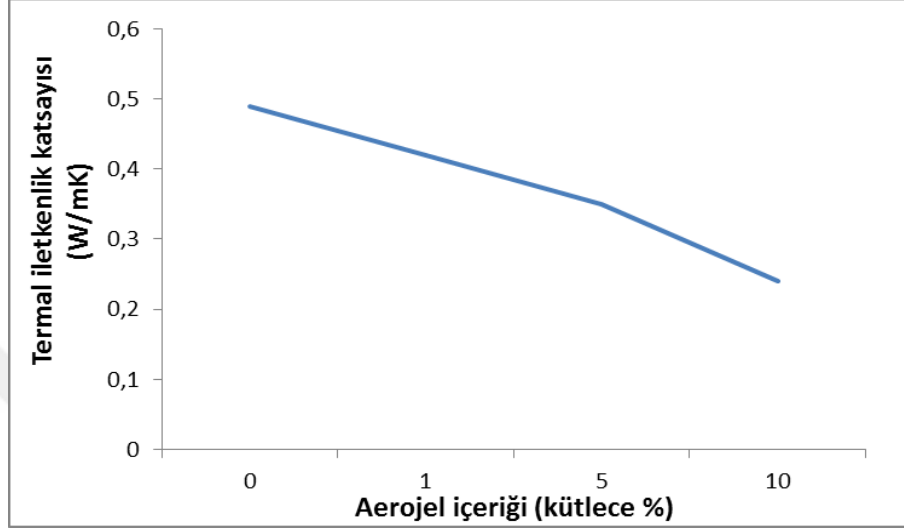
Çizelge 6. 13 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (altın madeni arıtma çamuru)

| Aerojel içeriği (kütlece %) | 0 | 1 | 5 | 10 |
|-----------------------------|---|-------|-------|-------|
| Azalma oranı (%) | - | 14.28 | 18.37 | 42.86 |

%1 oranında aerojel içeren sıva karışımı %14.28 oranında daha iyi yalıtım sağlarken artan aerojel miktarı ile birlikte %10 oranında aerojel içeren sıva karışımı aerojel içermeyen sıvaya göre %42.86 değerinde daha etkin yalıtım özelliğine sahiptir. Numunede bulunan aerojel miktarı arttıkça yalıtım özelliğinin iyileştiği görülmektedir. Daha yüksek oranlar için yapılan denemelerde; aerojel malzemesinin yoğunluğunun düşük olması sebebiyle karışımda hacimce yüksek oranda aerojel bulunması sıvanın bağlayıcı özelliğini kaybetmesine sebep olmuştur.

6.8.3 Uçucu külden üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri

Farklı kütle oranlarında uçucu külden üretilen aerojel numunesi ile hazırlanan yalıtım sıvalarının termal iletkenlik katsayısı ölçüm sonuçları grafik halinde Şekil 6.112’de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre sıva içerisinde artmakta olan aerojel miktarına bağlı olarak termal iletkenlik katsayısının azaldığı görülmektedir.



Şekil 6. 112 Uçucu külden üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri

Çizelge 6.14’de kütlece aerojel yüzdesine bağlı olarak termal iletkenlik katsayısında meydana gelen düşüş değerleri yüzdece hesaplanarak verilmiştir.

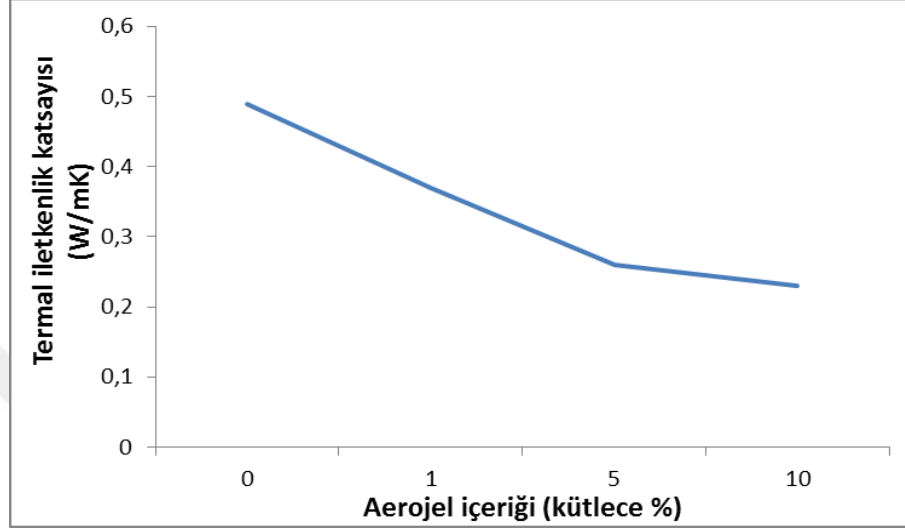
Çizelge 6. 14 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (uçucu kül)

| Aerojel içeriği (kütlece %) | 0 | 1 | 5 | 10 |
|-----------------------------|---|-------|-------|-------|
| Azalma oranı (%) | - | 14.28 | 28.57 | 51.02 |

%10 oranında aerojel içeren sıva karışımı aerojel içermeyen sıvaya göre %51.02 değerinde daha etkin yalıtım özelliğine sahiptir. Numunede bulunan aerojel miktarı arttıkça yalıtım özelliğinin iyileştiği görülmektedir. Daha yüksek oranlar için yapılan denemelerde; aerojel malzemesinin yoğunluğunun düşük olması sebebiyle karışımda hacimce yüksek oranda aerojel bulunması sıvanın bağlayıcı özelliğini kaybetmesine sebep olmuştur.

6.8.4 Taban külünden üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri

Farklı kütle oranlarında taban külünden üretilen aerojel numunesi ile hazırlanan yalıtım sıvalarının termal iletkenlik katsayısı ölçüm sonuçları grafik halinde Şekil 6.113'de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre sıva içerisinde artmakta olan aerojel miktarına bağlı olarak termal iletkenlik katsayısının azaldığı görülmektedir.



Şekil 6. 113 Taban külünden üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri

Çizelge 6.15'de kütlece aerojel yüzdesine bağlı olarak termal iletkenlik katsayısında meydana gelen düşüş değerleri yüzdece hesaplanarak verilmiştir.

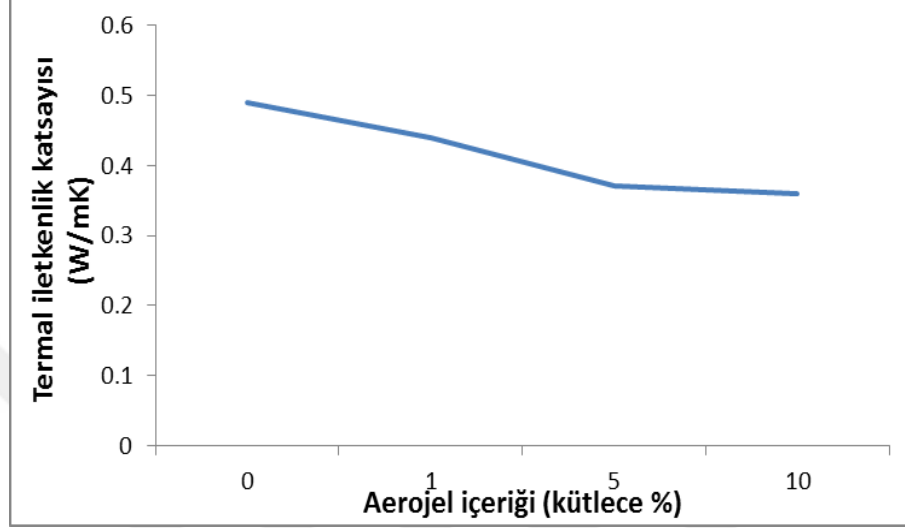
Çizelge 6. 15 Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (taban külü)

| Aerojel içeriği (kütlece %) | 0 | 1 | 5 | 10 |
|-----------------------------|---|-------|-------|-------|
| Azalma oranı (%) | - | 24.49 | 46.94 | 53.06 |

%10 oranında aerojel içeren sıva karışımı aerojel içermeyen sıvaya göre %53.06 değerinde daha etkin yalıtım özelliğine sahiptir. Numunede bulunan aerojel miktarı arttıkça yalıtım özelliğinin iyileştiği görülmektedir. Daha yüksek oranlar için yapılan denemelerde; aerojel malzemesinin yoğunluğunun düşük olması sebebiyle karışımda hacimce yüksek oranda aerojel bulunması sıvanın bağlayıcı özelliğini kaybetmesine sebep olmuştur.

6.8.5 Kumdan üretilen aerojel ile hazırlanan sıva numuneleri

Farklı kütle oranlarında kumdan üretilen aerojel numunesi ile hazırlanan yalıtım sıvalarının termal iletkenlik katsayısı ölçüm sonuçları grafik halinde Şekil 6.114'de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre sıva içerisinde artmakta olan aerojel miktarına bağlı olarak termal iletkenlik katsayısının azaldığı görülmektedir.



Şekil 6. 114 Kumdan üretilen aerojel kullanılarak üretilen sıva numunelerinin termal iletkenlik katsayısı değerleri

Çizelge 6.16'da kütlece aerojel yüzdesine bağlı olarak termal iletkenlik katsayısında meydana gelen düşüş değerleri yüzdece hesaplanarak verilmiştir.

Çizelge 6. 16Yalıtım sıvaların termal iletkenlik azalış oranları (kum)

| Aerojel içeriği (kütlece %) | 0 | 1 | 5 | 10 |
|-----------------------------|---|------|-------|-------|
| Azalma oranı (%) | - | 10.2 | 25.36 | 26.05 |

%10 oranında aerojel içeren sıva karışımı aerojel içermeyen sıvaya göre %26.05 değerinde daha etkin yalıtım özelliğine sahiptir. Numunede bulunan aerojel miktarı arttıkça yalıtım özelliğinin iyileştiği görülmektedir. Daha yüksek oranlar için yapılan denemelerde; aerojel malzemesinin yoğunluğunun düşük olması sebebiyle karışımda hacimce yüksek oranda aerojel bulunması sıvanın bağlayıcı özelliğini kaybetmesine sebep olmuştur.

GENEL SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR

Bu doktora tez çalışmasında, silika bazlı aerojel üretiminde TEOS, termik santral uçucu külü, altın madeni saflaştırma tesisinden çıkan atık arıtma çamurunun yanı sıra, şimdiye kadar hiç kullanılmamış olan, termik santral taban külü ve kum silisyum kaynağı olarak kullanılmıştır. En uygun deneysel koşulların belirlenmesi amacıyla üretime etki eden tüm parametreler taranmıştır. Bununla beraber elde edilen en iyi özellikteki numuneler kullanılarak yalıtım sıvası hazırlanmış ve yalıtım performansı incelenmiştir.

Deneysel çalışmalar sonucunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

- Altın madeni saflaştırma tesisinden çıkan atık arıtma çamurunun XRD analizi yapılarak ana faz olarak kuvars (SiO_2) ve alüminyum oksit (Al_2O_3) içerdiği,
- XRF analiz sonuçlarına göre arıtma çamurunun içerisinde %89,6 oranında SiO_2 bulunduğu,
- Arıtma çamurunun yapısında bulunan silisyum ve alüminyumun alkali füzyon işlemi sonucunda sodyum silikat ve sodyum alüminyum oksit yapılarına dönüştüğü,
- Uçucu külün XRD analizi sonucu kuvars (SiO_2), maghemit (Fe_2O_3) ve müllit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) içerdiği,
- XRF analiz sonuçlarına göre uçucu külün içerisinde %47.5 oranında SiO_2 bulunduğu,
- Uçucu külün yapısında bulunan silisyum ve alüminyumun alkali füzyon işlemi sonucunda sodyum silikat ve sodyum alüminyum oksit yapılarına dönüştüğü,

- En yüksek oranda silisyum elde edilmesi için alkali füzyon reaksiyonları neticesinde ICP analizi ile belirlenen kül/NaOH oranının 1:1.6 olduğu,
- Taban külünün XRD analizi yapılarak kuvars (SiO₂) ve demir oksit içerdiği,
- XRF analiz sonuçlarına göre taban külünün %58.3 oranında SiO₂ içerdiği,
- Taban külünde bulunan silisyumu ekstrakte etmek için gerçekleştirilen alkali füzyon işleminde en etkin kül/NaOH oranının 1:1.6 olduğu,
- Kumun XRD analizi neticesinde silisyum ve kuvars içerdiği,
- XRF analizi sonucuna göre %76.1'lik kısmının SiO₂ olduğu,
- Kum/NaOH oranı 1:1.8 olduğu durumda en yüksek konsantrasyonda silisyum ekstraksiyonunun mümkün olduğu,
- TEOS'tan üretimde elde edilen aerogelin XRD analizi sonucuna göre amorf silisyum yapıda olduğu,
- TEOS'tan üretimde elde edilen aerogelin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucuna göre 943.8 m²/g yüzey alanına ve ortalama 16.01 nm gözenek çapına sahip olduğu,
- TEOS'tan üretilen numuneye 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutunun 9.76 µm ile 13.6 µm aralığında değişme olduğu,
- Aritma çamurundan aerogel üretimi için üretim parametreleri taranarak sentez için en iyi koşulların; pH 9, silisyum/toplam malzeme kütlesi 0,5, reflaks sıcaklığı 100°C, reflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C, yaşlandırma süresi 24 saat ve kademeli kurutma olduğu,
- Aritma çamurundan üretilen optimum numunenin yoğunluğunun 0.172 g/cm³, temas açısının 116.24° olarak bulunduğu ve FT-IR analizi sonuçlarına göre literatürle uyumlu olduğu,
- Aritma çamurundan üretilen optimum aerogel numunesinin XRD analizi sonucuna göre amorf silisyum yapıda olduğu,

- Arıtma çamurundan üretilen optimum aerojel numunesinin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucuna göre 325.56 m²/g yüzey alanına ve ortalama 21.65 nm gözenek çapına sahip olduğu,
- Arıtma çamurundan üretilen optimum aerojel numunesinin 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutunun 7.55 µm ile 25.8 µm aralığında değişmekte olduğu,
- Uçucu külden aerojel üretimi için üretim parametreleri taranarak sentez için en iyi koşulların; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, riflaks sıcaklığı 80°C, riflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C, yaşlandırma süresi 0 saat ve sabit kurutma olduğu,
- Uçucu külden üretilen optimum numunenin yoğunluğunun 0.091 g/cm³, temas açısının 102.24° olarak bulunduğu ve FT-IR analizi sonuçlarına göre literatürle uyumlu olduğu,
- Uçucu külden üretilen optimum aerojel numunesinin XRD analizi sonucuna göre amorf silisyum yapıda olduğu,
- Uçucu külden üretilen optimum aerojel numunesinin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucuna göre 355.44 m²/g yüzey alanına ve ortalama 18.53 nm gözenek çapına sahip olduğu,
- Uçucu külden üretilen optimum aerojel numunesinin 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutu 4.53 µm ile 12.1 µm aralığında değişmekte olduğu,
- Taban külünden aerojel üretimi için üretim parametreleri taranarak sentez için en iyi koşulların; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, riflaks sıcaklığı 80°C, riflaks süresi 60 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 25°C, yaşlandırma süresi 24 saat ve sabit kurutma olduğu,
- Taban külünden üretilen optimum numunenin yoğunluğunun 0.120 g/cm³, temas açısının 100.16° olarak bulunduğu ve FT-IR analizi sonuçlarına göre literatürle uyumlu olduğu,
- Taban külünden üretilen optimum aerojel numunesinin XRD analizi sonucuna göre amorf silisyum yapıda olduğu,

- Taban külünden üretilen optimum aerjel numunesinin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucuna göre 338.29 m²/g yüzey alanına ve ortalama 24.31 nm gözenek çapına sahip olduğu,
- Taban külünden üretilen optimum aerjel numunesinin 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutu 8.3 µm ile 33.8 µm aralığında değişmekte olduğu,
- Kumdan aerjel üretimi için üretim parametreleri taranarak sentez için en iyi koşulların; pH 9, Si/toplam malzeme kütlesi 0.25, riflaks sıcaklığı 100°C, riflaks süresi 30 dakika, yaşlandırma sıcaklığı 50°C, yaşlandırma süresi 24 saat ve sabit kurutma olduğu,
- Kumdan üretilen optimum numunenin yoğunluğunun 0.097 g/cm³, temas açısının 112.33° olarak bulunduğu ve FT-IR analizi sonuçlarına göre literatürle uyumlu olduğu,
- Kumdan üretilen optimum aerjel numunesinin XRD analizi sonucuna göre amorf silisyum yapıda olduğu,
- Kumdan üretilen optimum aerjel numunesinin N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon analizi sonucuna göre 281.73 m²/g yüzey alanına ve ortalama 24.44 nm gözenek çapına sahip olduğu,
- Kumdan üretilen optimum aerjel numunesinin 1000 büyütmede yapılan tane boyutu ölçümüne göre malzemenin tane boyutunun 5.18 µm ile 29.3 µm aralığında değişmekte olduğu,
- TEOS'tan üretilen aerjel numunesi için kütlece %1, %5 ve %10 aerjel içeren sıva numunelerinin termal iletkenlik analizi sonucuna göre; en düşük iletkenlik değeri 0.3 W/mK olarak %10 aerjel içeren numunede,
- Aritma çamurundan üretilen optimum aerjel numunesi için kütlece %1, %5 ve %10 aerjel içeren sıva numunelerinin termal iletkenlik analizi sonucuna göre; en düşük iletkenlik değeri 0.28 W/mK olarak %10 aerjel içeren numunede,
- Uçucu külden üretilen optimum aerjel numunesi için kütlece %1, %5 ve %10 aerjel içeren sıva numunelerinin termal iletkenlik analizi sonucuna göre en düşük iletkenlik değeri 0.24 W/mK olarak %10 aerjel içeren numunede,

- Taban külünden üretilen optimum aerojel numunesi için kütlece %1, %5 ve %10 aerojel içeren sıva numunelerinin termal iletkenlik analizi sonucuna göre en düşük iletkenlik değeri 0.23 W/mK olarak %10 aerojel içeren numunede,

- Kumdan üretilen optimum aerojel numunesi için kütlece %1, %5 ve %10 aerojel içeren sıva numunelerinin termal iletkenlik analizi sonucuna göre en düşük iletkenlik değeri 0.36 W/mK olarak %10 aerojel içeren numunede elde edilmiştir.

Sonuç olarak arıtma çamuru, uçucu kül, taban külü ve kumun hiçbir ön arıtma işlemi uygulanmadan silisyum kaynağı olarak aerojel üretiminde kullanılabileceği görülmüştür. Uygun maliyet ve çevreci üretim koşulları nedeni ile çalışma kapsamında silisyum kaynağı olarak kullanılan atıkların gözenekli malzeme üretiminde değerlendirilmesi önerilmektedir. Ayrıca bu çalışma sayesinde her sene yüksek miktarlarda ortaya çıkan atıklara yeni bir kullanım alanı yaratılacaktır. Bununla beraber, saf silika kaynağından ve atıklardan üretilen aerojellerin termal yalıtım sağlayan sıva üretiminde kullanılabileceği belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

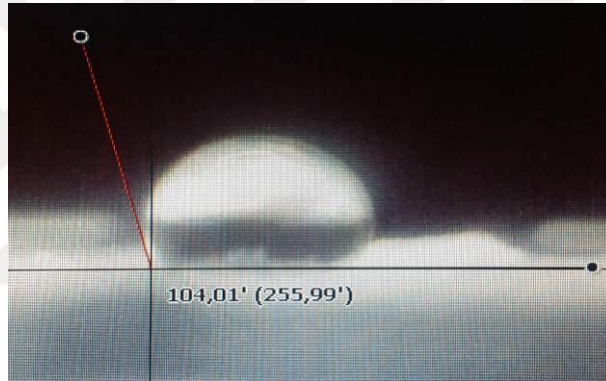
- [1] Ciesla, U. ve Schuth, F., (1999). "Ordered Mesoporous Materials", *Microporous and Mesoporous Materials*, 27:131.
- [2] Lu, G.Q. ve Zhao, X.S., (2004). "Nanoporous Materials: Science and Engineering", Imperial College Press, 4.
- [3] Balkabak, D., (2009). Karbon Aerojel Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [4] Gurav, J.Y., Jung, I., Park, H., Kang, E.S. ve Nadargi, E.Y., (2010). "Review Article Silica Aerogel: Synthesis and Applications", Hindawi Publishing Corporation, *Journal of Nanomaterials*, 2010:1-11.
- [5] Güler, D., (2012). Silis Kumu, Feldspat Ve Tetraetil Orto Silikattan Soljel Yöntemi İle Silika Aerojel Sentezi Ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [6] Cox, T.J. ve D'Antonio, P., (2009). *Acoustic Absorbers and Diffusers: Theory, Design and Application*, CRC Press, II. Baskı, NewYork, Amerika.
- [7] Yılmaz, Y., (2013). Farklı Başlangıç Maddeleri Kullanılarak Sol-jel Yöntemiyle Monolitik Silika Aerojel ve Silika Aerojel Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [8] Dąbrowski, A., (1998). "Studies in Surface Science and Catalysis, Adsorption and Its Applications in Industry and Environmental Protection", Elsevier, 1:77.
- [9] Aquino, C. Ve Maschmeyer, T., (2009)., "A New Family of Mesoporous Oxides— Synthesis, Characterisation and Applications of TUD-1", Elsevier, 1-30.
- [10] Rouquerol, J., Rouquerol, F., Llewellyn, P., Maurin, G. ve Sing, K.S.W., (2012). *Adsorption by Powders and Porous Solids: Principles, Methodology and Applications*, Second Edition, Academic Press, Elsevier.
- [11] Yılmaz, M.S., (2013). Farklı Silika Kaynaklarından SBA-15 Üretimi, Karakterizasyonu ve Uygulama Alanının İncelenmesi, Doktora Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

- [12] Ren, G.Z.H., (2015). Porous Organic Framework Design, Synthesis and Their Advanced Applications, Springer.
- [13] Pierre, A.C. ve Pajonk, M.G., (2002). "Chemistry of Aerogels and Their Applications", Chemical Reviews, 102:4243 –4265.
- [14] Aegerter, M.A., Leventis, N. ve Koebel, M.M., (2011). Aerogels Handbook, Springer, New York Dordrecht Heidelberg London.
- [15] Buğdaycı, İ., (2008). "Dünyanın En İyi Katısı Aerojel", Bilim ve Teknik Dergisi.
- [16] Du, A., Zhou, B., Zhang, Z. ve Shen, J., (2013). "A Special Material or a New State of Matter: A Review and Reconsideration of the Aerogel", Materials, 6:941-968.
- [17] Zhichao, W., Zhicheng, Z. ve Manwei, Z., (1996). "Synthesis of a New Organic Aerogel", Chinese Journal of Polymer Science, 14:2.
- [18] Peikolainen, L., Perez-Caballero, F. ve Koel, M., (2008). "Low-Density Organic Aerogels From Oil Shale by-Product 5-Methylresorcinol A.", Oil Shale, 25:348-358.
- [19] Tan, C., Fung, B.M., Newman, J.K. ve Vu, C., (2001). "Organic Aerogels with Very High Impact Strength", Advanced Materials, 13:644-646.
- [20] Teichner, S.J., Nicolaon, G.A., Vicarini, M.A. ve Gardes, G.E.E., (1976). "Inorganic Oxide Aerogels", Advances in Colloid and Interface Science, 5:245-273.
- [21] Bozbağ, S.E., (2012). A Fundamental Study On The Synthesis Of Aerogel Supported Bimetallic Nanoparticles Using Supercritical Deposition, Yüksek Lisans Tezi, Koç Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [22] Dorcheh, A.S. ve Abbasi, M.H., (2008). "Silica Aerogel; Synthesis, Properties and Characterization", Journal of Materials Processing Technology, 199:10–26.
- [23] IDC Technologies, http://www.idc-online.com/technical_references/pdfs/chemical_engineering/Aerogel.pdf, 20 Ekim 2016.
- [24] NASA, Jet Propulsion Laboratory, <http://stardust.jpl.nasa.gov/>, 20 Ekim 2016.
- [25] Wagh, P.B. ve Ingale, S.V., (2002). "Comparison of Some Physico-Chemical Properties of Hydrophilic and Hydrophobic Silica Aerogels", Ceramics International, 28:43–50.
- [26] AeroTerm, Aerogel Insulation, <http://www.aerotherminalinsulation.com/science>, 21 Ekim 2016.
- [27] Tillotson, T.M. ve Fricke, T.J., (1997). "Aerogels: Production, characterization, and application" Thin Solid Film, 297:212-223.
- [28] Hrubesh, L.W., (1994). "Aerogels for Electronics", Technology 2004 National Aeronautical & Space Association, Washington, D.C.
- [29] The Norris Research Group, <https://pamelanorris.wordpress.com/>, 21 Ekim 2016.

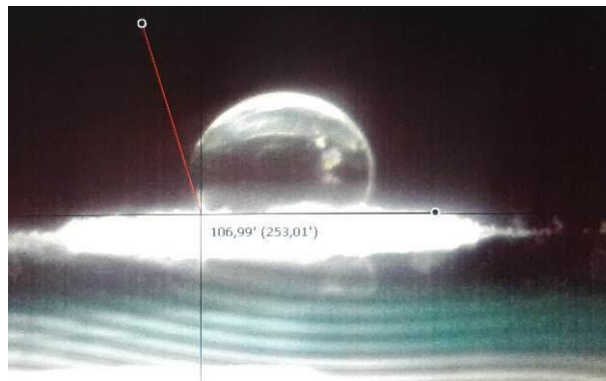
- [30] Pajonk, G.M., Elaloui, E., Chevalier, B., Begag, R., (1997). "Optical Transmission Properties of Silica Aerogels Prepared from Polyethoxidisiloxanes", Journal of Non-Crystalline Solids 210:224–231.
- [31] Reichenauer, G., Fricke, J., Manara, J. ve Henkel J., (2004). "Switching Aerogels from Transparent to Opaque", Journal of Non-Crystalline Solids, 305:364–371.
- [32] TMMOB, İnşaat Mühendisleri Odası, <http://www.imo.org.tr/>, 11 Ekim 2016.
- [33] MEGEP, (2007). Meslekî Eğitim Ve Öğretim Sisteminin Güçlendirilmesi Projesi, İnşaat Teknolojisi, Yalıtım, Ankara.
- [34] Baetensa, R., Jelle, B.P. ve Gustavsend, A., (2011). "Aerogel Insulation for Building Applications: A State-of-the-Art Review", Energy and Buildings, 43:761–769.
- [35] Shukla, N., Fallahi, A. Ve Kosny, J., (2012). Aerogel for Thermal Insulation of Interior Wall Retrofits in Cold Climates, Fraunhofer Center for Sustainable Energy Systems.
- [36] Carlson, G., Lewis, D., McKinley, K., Richardson, J. ve Tillotson, T., (1995). "Aerogel Commercialization: Technology, Markets and Costs", Journal of Non-Crystalline Solids, 186:372-379.
- [37] Gao, T., Jelle, B.P., Gustavsen, A. ve Jacobsen, S., (2014). "Aerogel-Incorporated Concrete: An Experimental Study", Construction and Building Materials, 52:130–136.
- [38] Buratti, C., Moretti, E., Belloni, E. Ve Agosti, F., (2014). "Development of Innovative Aerogel Based Plasters: Preliminary Thermal and Acoustic Performance Evaluation", 6:5839-5852.
- [39] Rubin, M. Ve Lampert, C.M., (1983). "Transparent Silica Aerogels For Window Insulation", Solar Energy Materials, 7:393-400.
- [40] Buratti, C. ve Moretti, E., (2011). "Transparent Insulating Materials for Buildings Energy Saving: Experimental Results and Performance Evaluation", Third International Conference on Applied Energy, 16-18 May 2011, Italy.
- [41] Kallwall, KALWALL High-performance Translucent Building Systems, <http://www.kalwall.com/custom.htm>, 29 Eylül 2010.
- [42] Pierre, A.C., (2002). Introduction to Sol-Gel Processing, Kluwer Academic Publishers, Boston.
- [43] Tillotson, T.M. ve Hrubesh, L.W., (1992). "Transparent Ultralow-Density Silica Aerogels Prepared by a Two-Step Sol-Gel Process", Journal of Non-Crystalline Solids, 145:44-50.
- [44] Wright, J.D. ve Sommerdijk, N.A.J.M., (2001). Sol-Gel Materials Chemistry and Applications, Taylor and Franchis, NewYork, Amerika.
- [45] Yıldırım, A., (2009). Fluorescent Aerogel Films for Tnt Sensing, Yüksek Lisans Tezi, Bilkent Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

- [46] El Rassy, H., Buisson, P., Bouali, B., Perrard, A. ve Pierre, A.C., (2003), "Surface Characterization of Silica Aerogels with Different Proportions of Hydrophobic Groups, Dried by the CO₂ Supercritical Method", *Langmuir*, 19:358–363.
- [47] Venkateswara Rao, A., Nilsen, E. ve Einarsrud, M.A., (2001). "Effect of Precursors, Methylation Agents and Solvents on the Physicochemical Properties of Silica Aerogels Prepared by Atmospheric Pressure Drying Method", *Journal of Non-Crystalline Solids*, 296:165-171.
- [48] Zhang, X., Sui, Z., Xu, B., Yue, S., Luo, Y., Zhan, W., Liu, B. ve Mater, J., (2011). "Mechanically Strong and Highly Conductive Graphene Aerogel and Its Use as Electrodes for Electrochemical Power Sources, *Chem.*, 21:6494-6497.
- [49] Wu, D., Fu, R., Zhang, S., Dresselhaus, M.S. ve Dresselhaus, G., (2004). "Preparation of Low-Density Carbon Aerogels by Ambient Pressure Drying", *Carbon*, 42:2033–2039.
- [50] Arıkan, A., (2013). Doku İskelelerinin Süperkritik Karbondioksit Ortamında Hazırlanması Ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [51] Dinçer, S., Baran Acaralı, N., İpar Uzun, N. ve Deniz, S., (2007). "A Second Option in Special Separation Operations: Supercritical Fluid Processes, *Journal of Engineering and Natural Sciences*, 25:106-128.
- [52] Wu, X., Liu, Y., Li, X., Wen, P., Zhang, Y., Long, Y., Wang, X., Guo, Y., Xing, F. ve Gao, J., (2010). "Preparation of Aligned Porous Gelatin Scaffolds by Unidirectional Freeze-Drying Method", *Acta Biomaterialia*, 6:1167–1177.
- [53] Carter, C.B. ve Norton, M.G., (2007). *Ceramic Materials Science and Engineering*, Springer Science+Business Media, LLC.
- [54] Marques, A.C., (2007). *Sol-Gel Process: An Overview Gel Process*, Lehigh University, Departamento de Engenharia de Materiais, Portekiz.
- [55] Brinker, C.J. ve Scherer, G.W., (1990), *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press INC., New York.
- [56] Hilson, G. ve Murck, B., (2001). "Progress toward Pollution Prevention and Waste Minimization in the North American Gold Mining Industry", *Journal of Cleaner Production*, 9:405-415.
- [57] Yılmaz, M. S. ve Piskin, S., (2015). "Evaluation of Novel Synthesis of Ordered SBA-15 Mesoporous Silica from Gold Mine Tailings Slurry by Experimental Design", *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 46:176-182.
- [58] Acaroğlu, D.I., Sarı, M. ve Pişkin, S., (2017). *Recycle of Gold Mine Tailings Slurry into MCM-41 Mesoporous Silica with High Specific Surface Area*, 1 January 2017 by National Library of Serbia in Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly, İstanbul.
- [59] Ahmaruzzaman, M., (2010). *A Review on the Utilization of Fly Ash*, *Progress in Energy and Combustion Science*, 36:327–363.

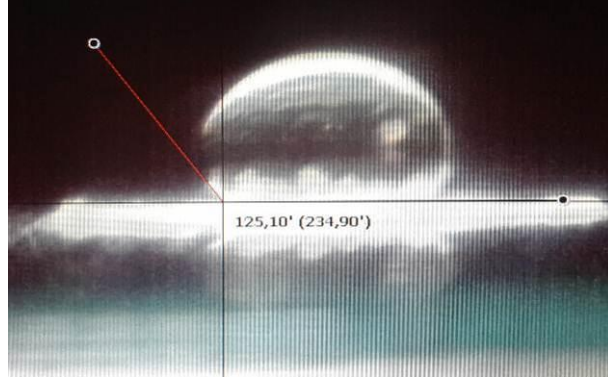
- [60] McKinnon, E., (2002). "The Environmental Effects of Mining Waste Disposal at Lihir Gold Mine", *Journal of Rural and Remote Environmental Health*, 1:40-50.
- [61] Shigemoto, N., Hayashi, H. ve Miyaura, K., (1993). "Selective Formation of Na-X Zeolite from Coal Fly Ash by Fusion with Sodium Hydroxide Prior to Hydrothermal Reaction", *Journal of Materials Science*, 28:4781-4786.
- [62] Music, S., Filipovic-Vincekovic, N. ve Sekovanic, L., (2011). "Precipitation of Amorphous SiO₂ Particles and Their Properties", *Kinetics and Catalysis; Reaction Engineering; and Materials Science*, 28.
- [63] Majchrzak-Kucęba, I. ve Nowak, W., (2011). "Characterization of MCM-41 Mesoporous Materials Derived from Polish Fly Ashes", *International Journal of Mineral Processing*, 101:100–111.
- [64] Wang, B., MA, H. ve Song, K., (2014). "Preparation and Characterization of Silica Aerogels from Diatomite via Ambient Pressure Drying", *Russian Journal of Physical Chemistry A*, 88:1196-1201.
- [65] Shi, F., Liu, J.X., Song, K. ve Wang, Z.Y., (2010). "Cost-Effective Synthesis of Silica Aerogels from Fly Ash via Ambient Pressure Drying", *Journal of Non-Crystalline Solids*, 356:2241– 2246.
- [66] Sarawade, P.B., Kim, J.K., Kim, H.K., Kim, H.T., (2007). "High specific surface area TEOS-based aerogels with large pore volume prepared at an ambient pressure", *Applied Surface Science*, 254:574–579.
- [67] Sarawade, P.B., Shao, G.N., Quang D.V. ve Kim, H.T., (2013). Effect of Various Structure Directing Agents on the Physicochemical Properties of the Silica Aerogels Prepared at an Ambient Pressure, *Applied Surface Science*, 287:84-90.
- [68] Thommes, M., (2010). "Physical Adsorption Characterization of Nanoporous Materials", *Chemie Ingenieur Technik*, 82:1059-1073.
- [69] Chetty, L., Serukenya, I.W. ve Ijumba, N.M., (2013). "Vegetable Oil Based Liquid Nanocomposite Dielectric", *South African Journal of Science*, 109:1-6.

TEMAS AÇISI ÖLÇÜM GÖRÜNTÜLERİ**A-1 Arıtma Çamurundan Üretilen Aerojellerin Temas Açısı Ölçümleri**

Şekil A. 1 BA-pH-3 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



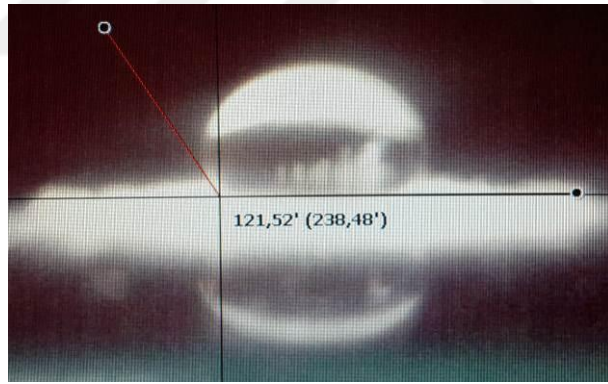
Şekil A. 2 BA-pH-5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



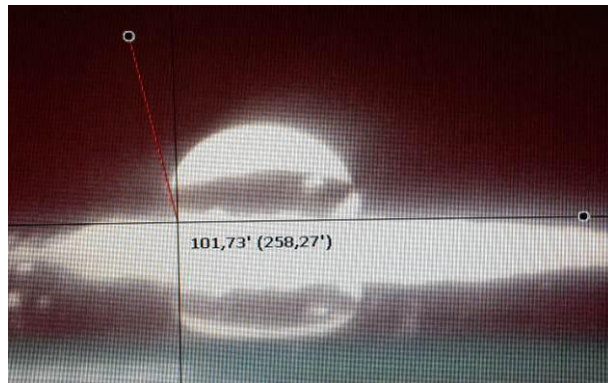
Şekil A. 3 BA-pH-7 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



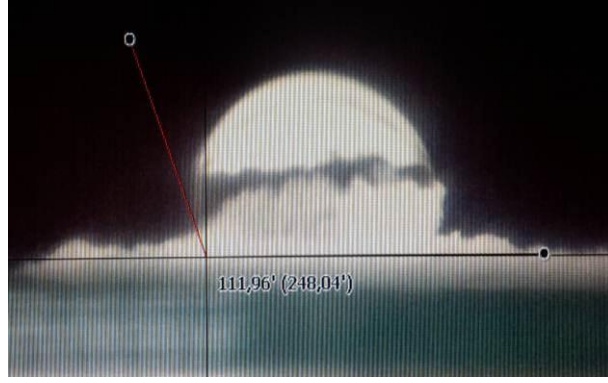
Şekil A. 4 BA-pH-9 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



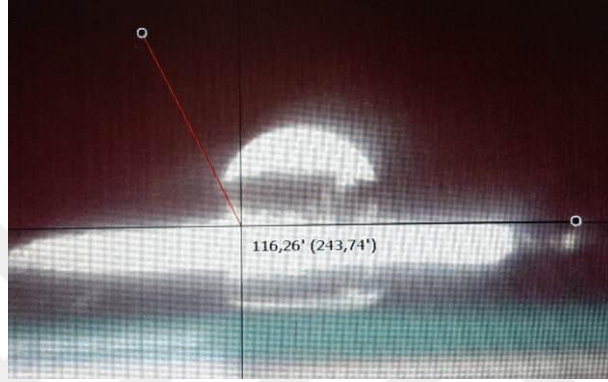
Şekil A. 5 BA-pH-11 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



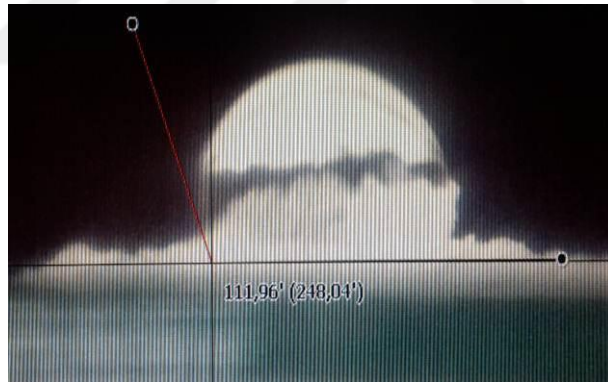
Şekil A. 6 BA-0.25 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



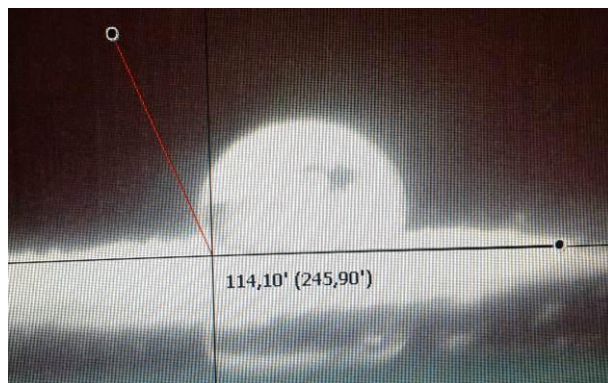
Şekil A. 7 BA-0.50 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



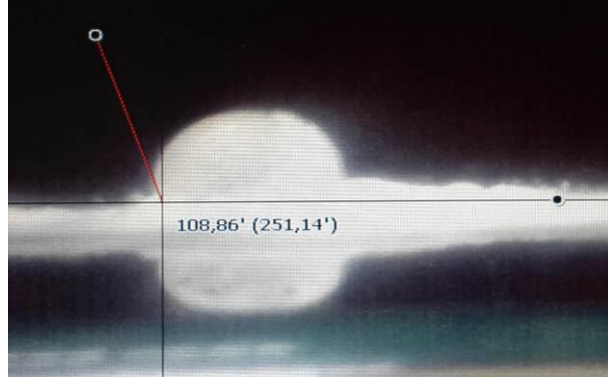
Şekil A. 8 BA-0.75 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



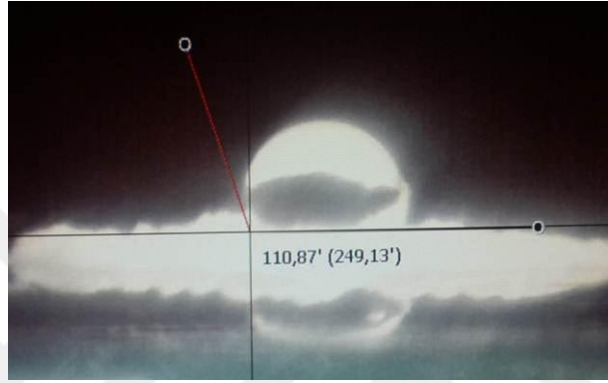
Şekil A. 9 BA-R-80S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



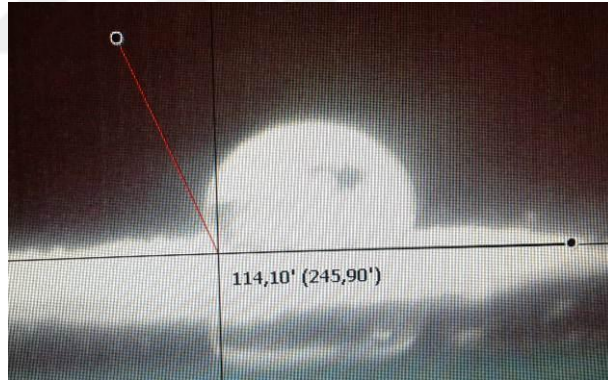
Şekil A. 10 BA-R-100S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



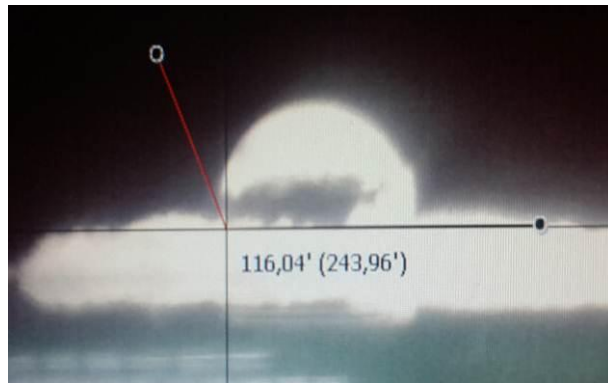
Şekil A. 11 BA-R-120S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



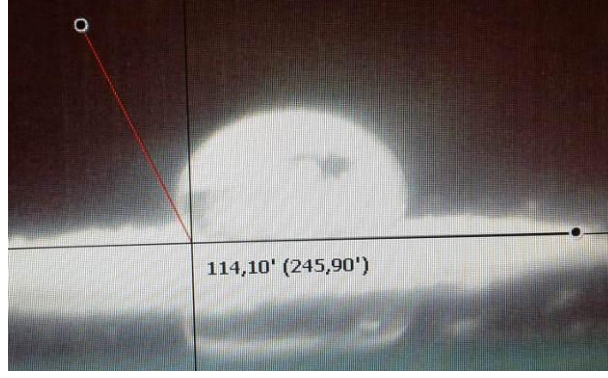
Şekil A. 12 BA-R-30T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



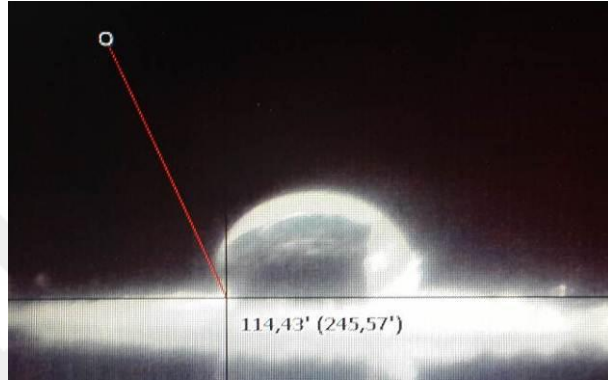
Şekil A. 13 BA-R-60T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



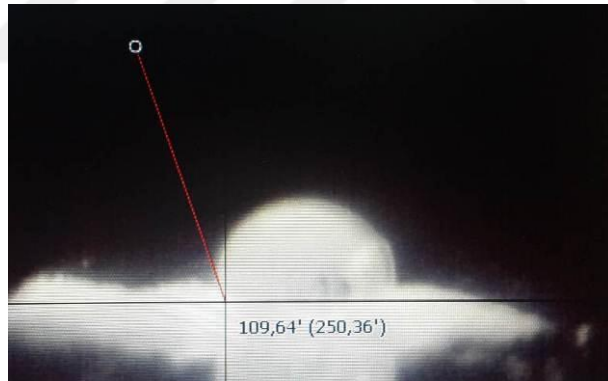
Şekil A. 14 BA-R-120T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



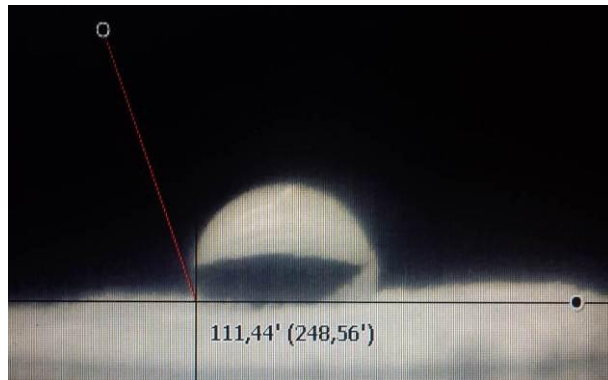
Şekil A. 15 BA-Y-25S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



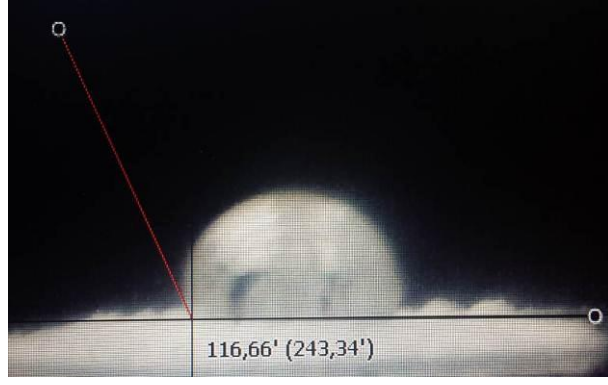
Şekil A. 16 BA-Y-50S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



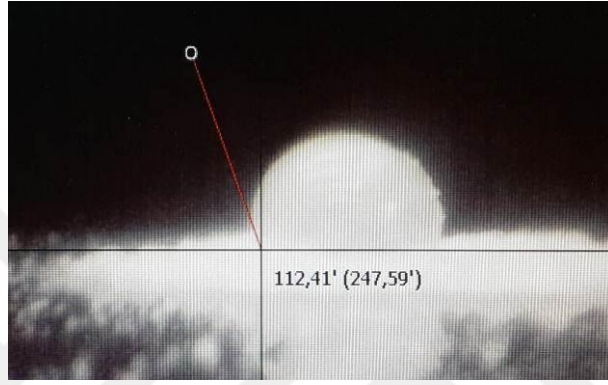
Şekil A. 17 BA-Y-70S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



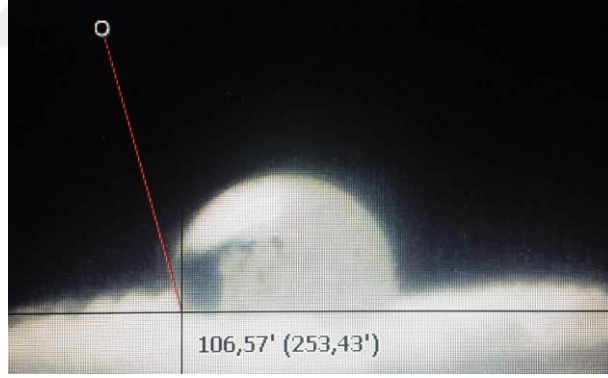
Şekil A. 18 BA-Y-0T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



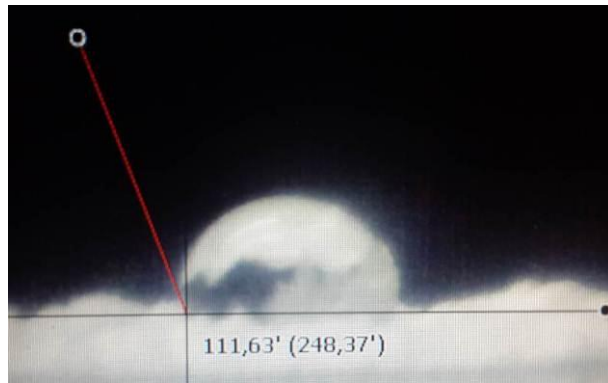
Şekil A. 19 BA-Y-6T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



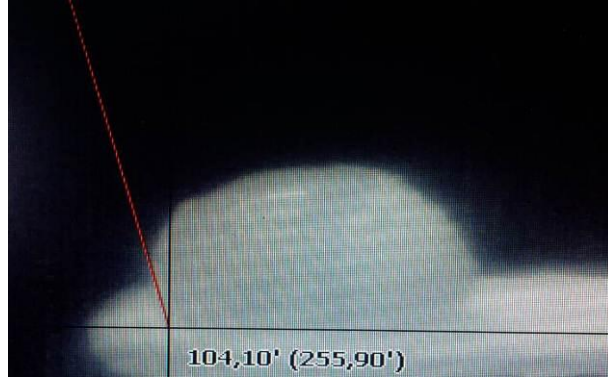
Şekil A. 20 BA-Y-12T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



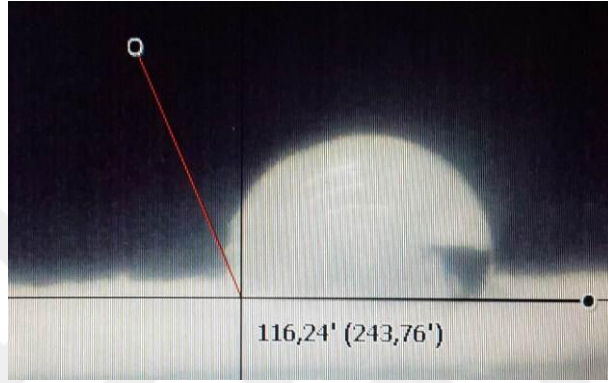
Şekil A. 21 BA-Y-24T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



Şekil A. 22 BA-Y-48T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü

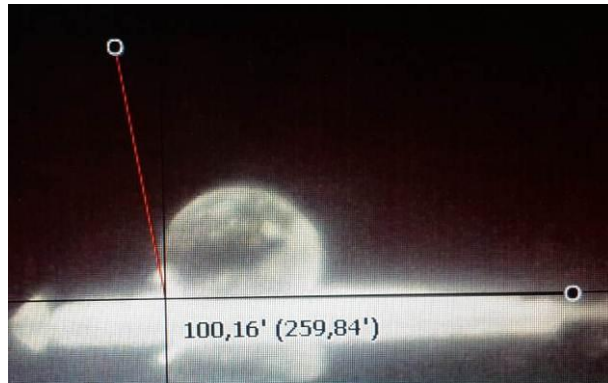


Şekil A. 23 BA-SABİT numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü

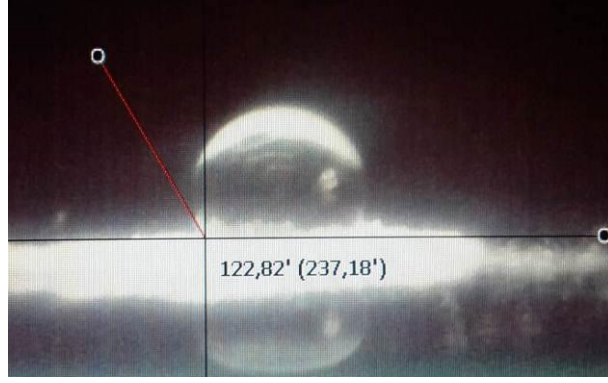


Şekil A. 24 BA-KADEMELİ numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü

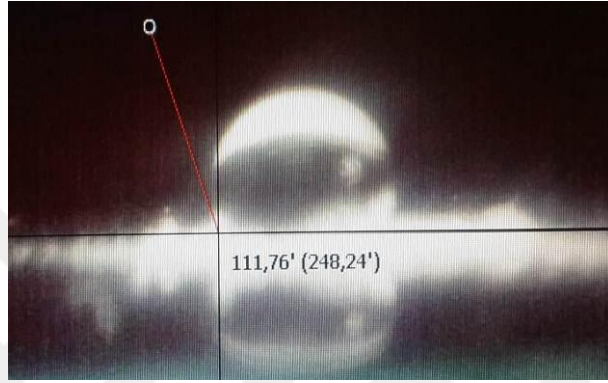
A-2 Uçucu Külden Üretilen Aerojellerin Temas Açısı Ölçümleri



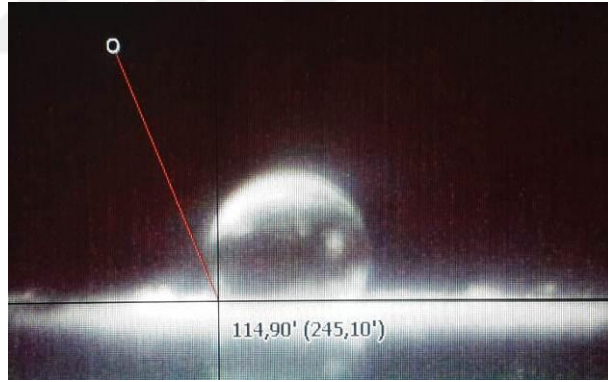
Şekil A. 25 UK-pH-3 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



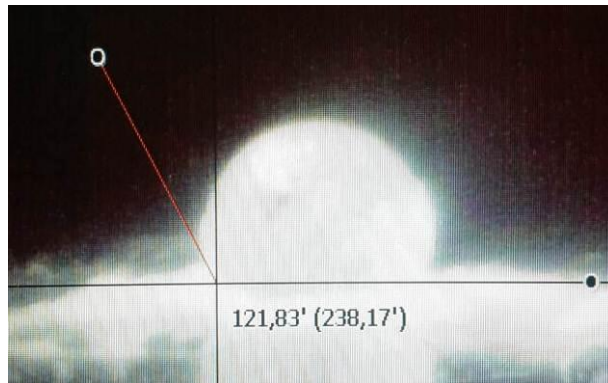
Şekil A. 26 UK-pH-5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



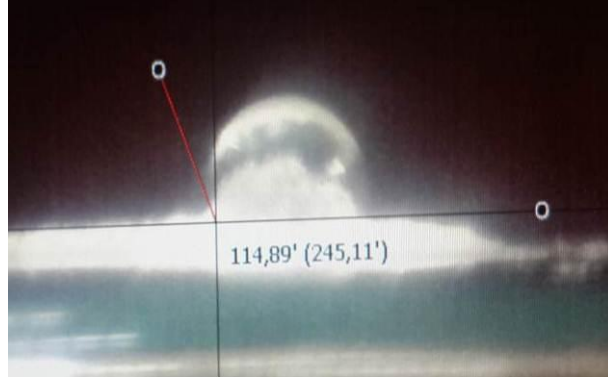
Şekil A. 27 UK-pH-7 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



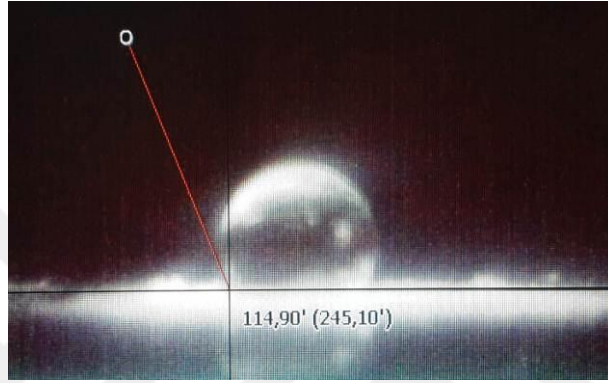
Şekil A. 28 UK-pH-9 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



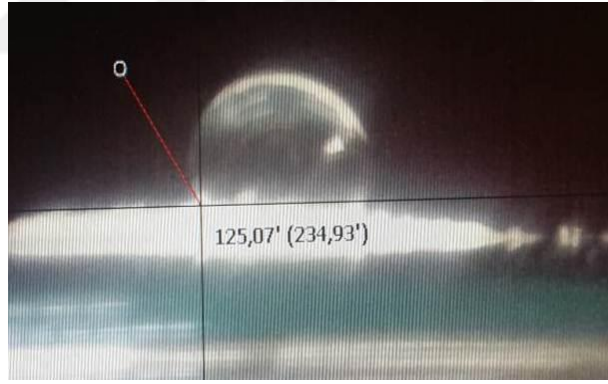
Şekil A. 29 UK-pH-11 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



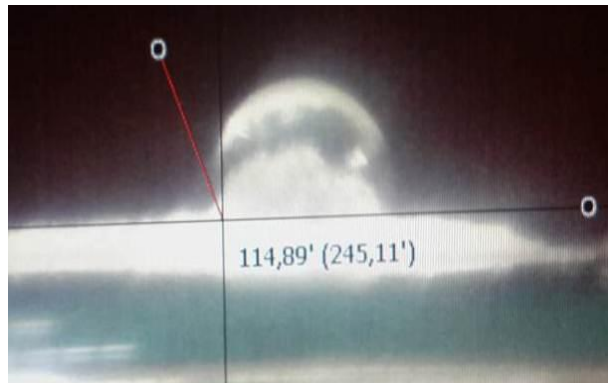
Şekil A. 30 UK-0.25 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



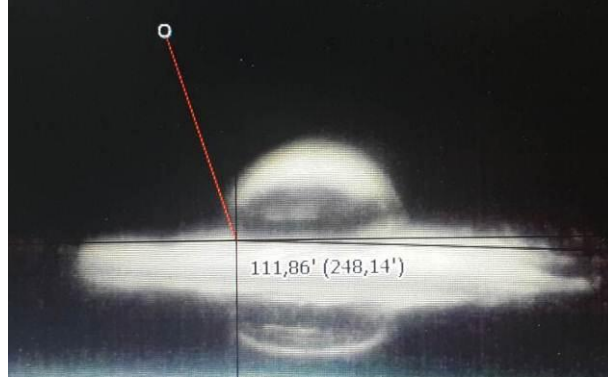
Şekil A. 31 UK-0.50 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



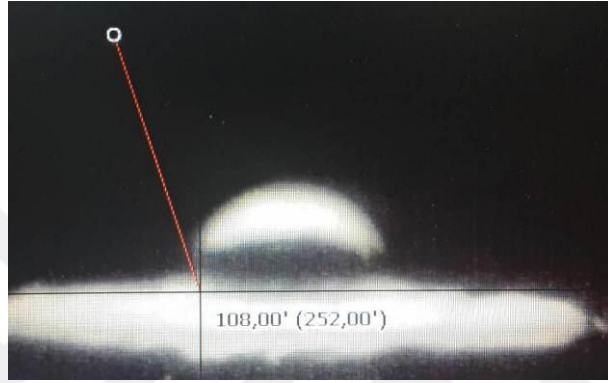
Şekil A. 32 UK-0.75 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



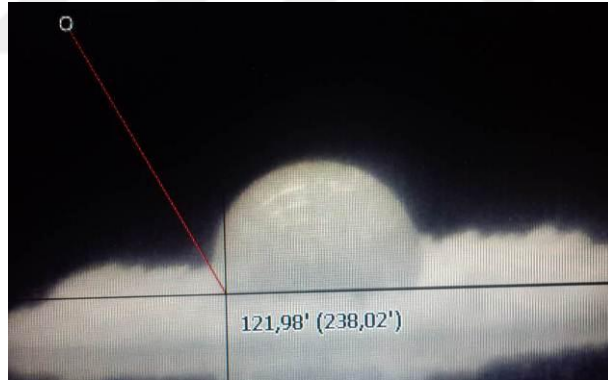
Şekil A. 33 UK-R-80S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



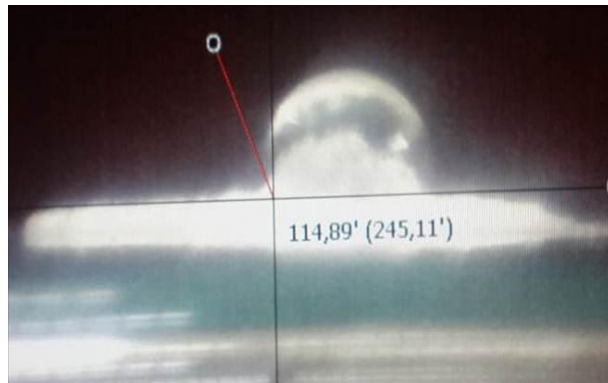
Şekil A. 34 UK-R-100S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



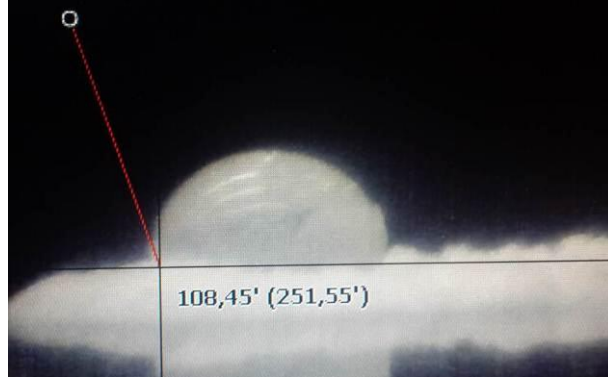
Şekil A. 35 UK-R-120S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



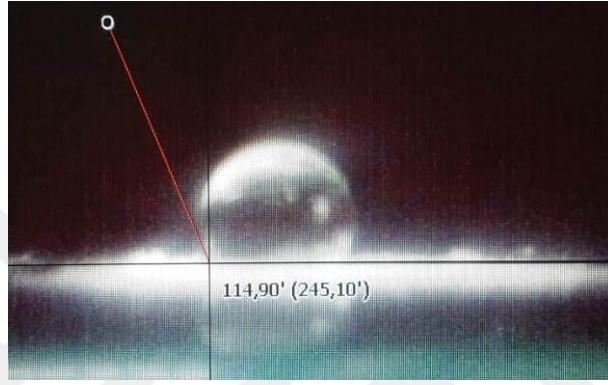
Şekil A. 36 UK-R-30T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



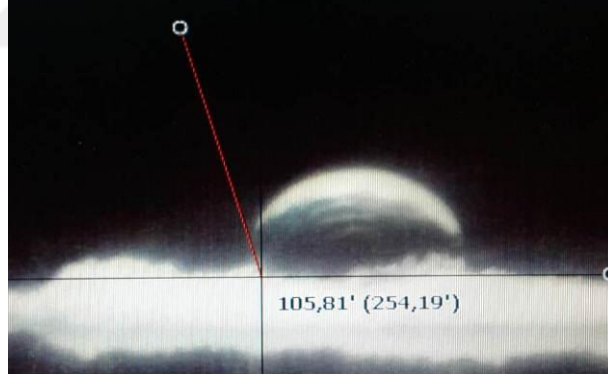
Şekil A. 37 UK-R-60T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



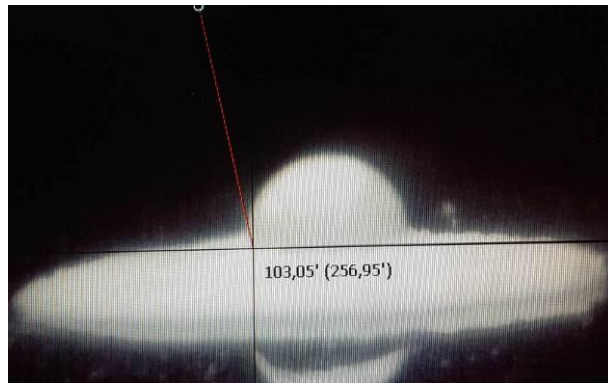
Şekil A. 38 UK-R-120T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



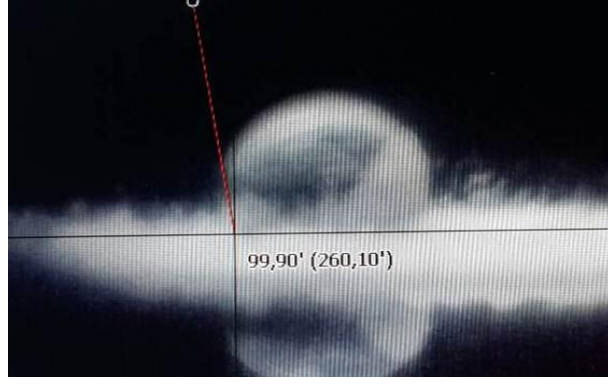
Şekil A. 39 UK-Y-25S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



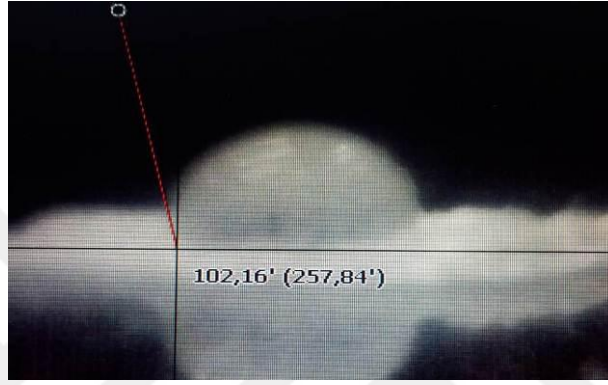
Şekil A. 40 UK-Y-50S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



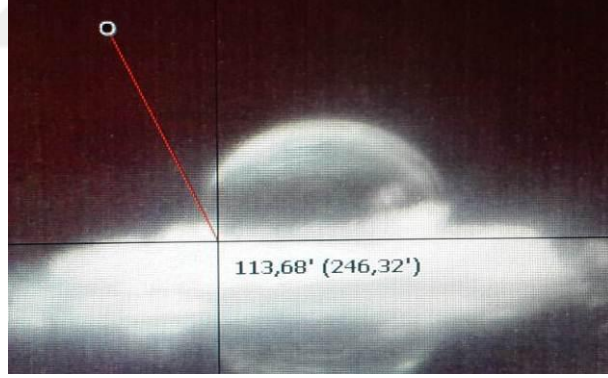
Şekil A. 41 UK-Y-75S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



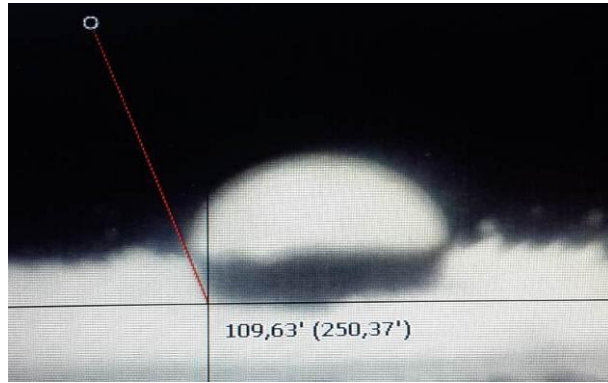
Şekil A. 42 UK-Y-0T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



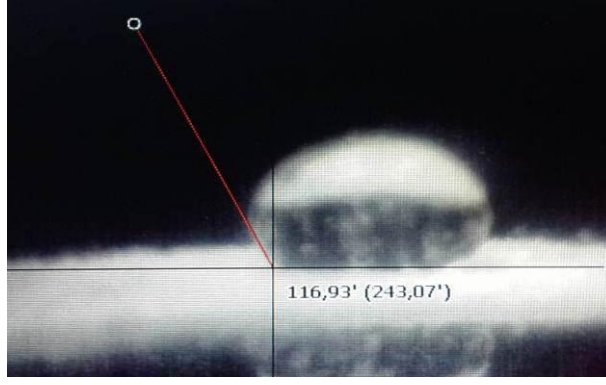
Şekil A. 43 UK-Y-6T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



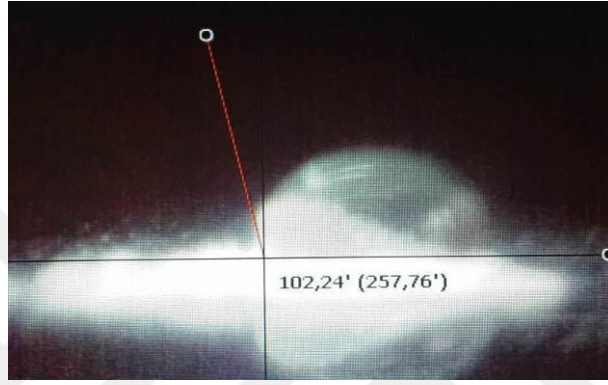
Şekil A. 44 UK-Y-12T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



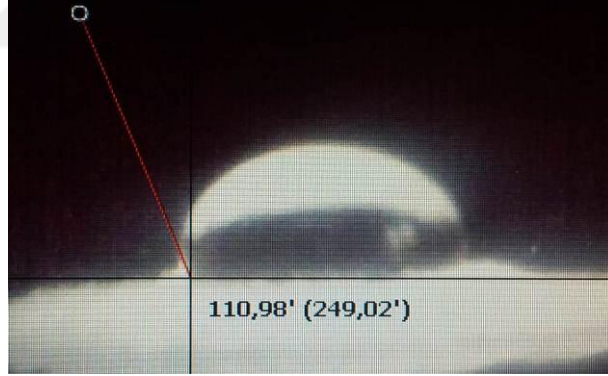
Şekil A. 45 UK-Y-24T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



Şekil A. 46 UK-Y-48T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü

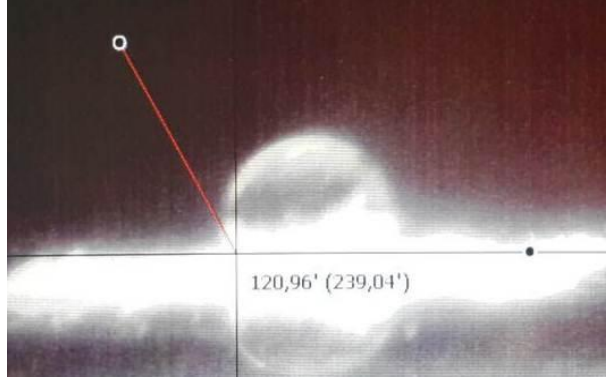


Şekil A. 47 UK-SABİT numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



Şekil A. 48 UK-KADEMELİ numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü

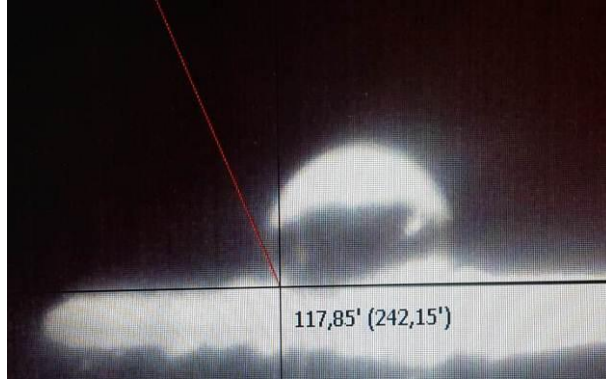
A-3 Taban Külünden Üretilen Aerojellerin Temas Açısı Ölçümleri



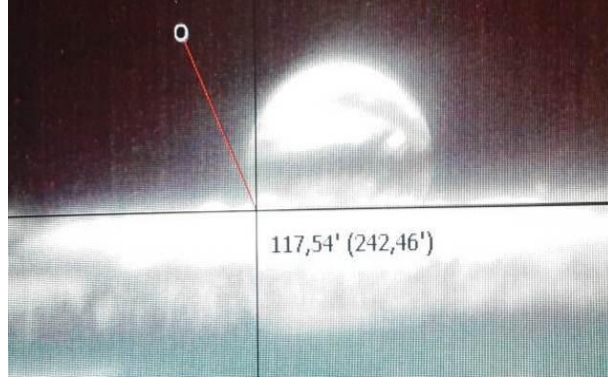
Şekil A. 49 TK-pH-3 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



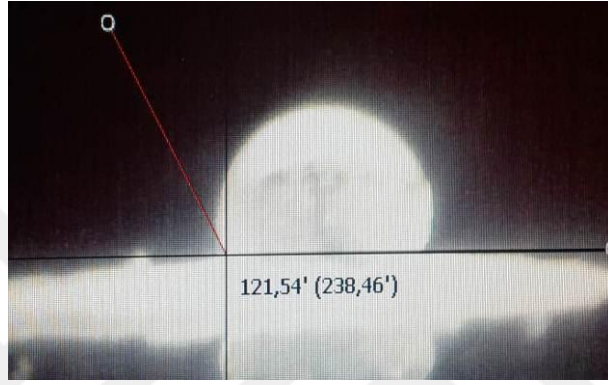
Şekil A. 50 TK-pH-5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



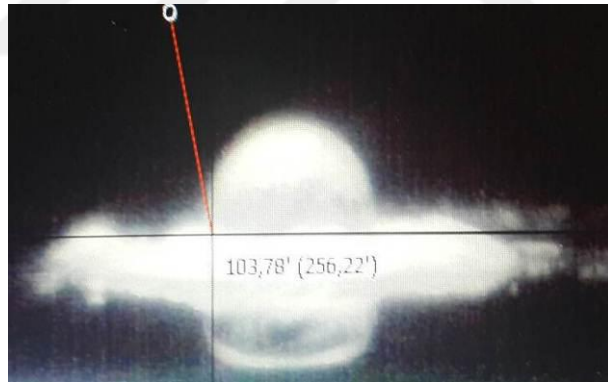
Şekil A. 51 TK-pH-7 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



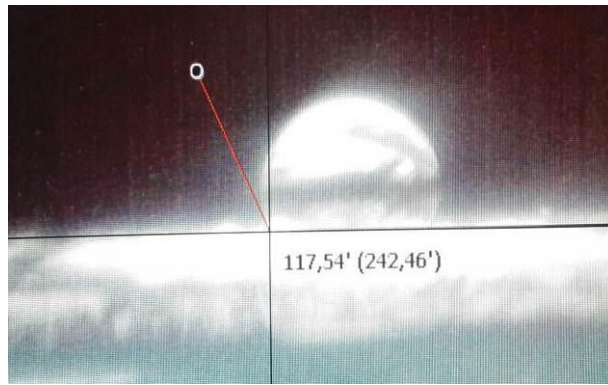
Şekil A. 52 TK-pH-9 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



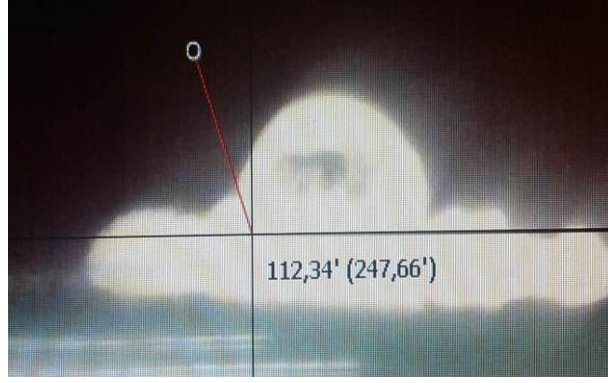
Şekil A. 53 TK-pH-11 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



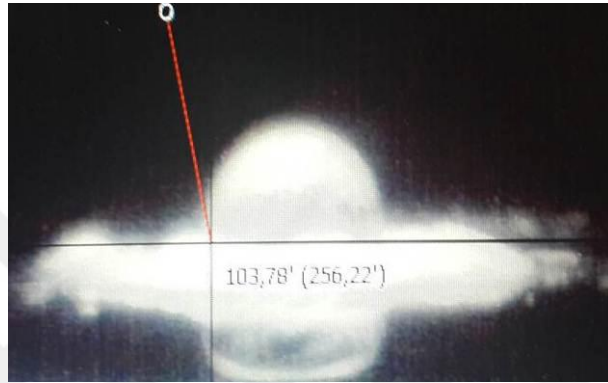
Şekil A. 54 TK-0.25 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



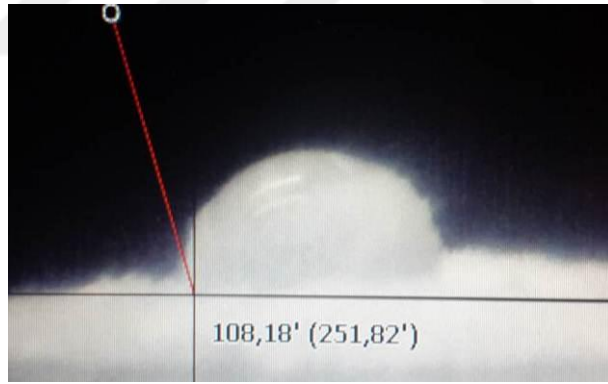
Şekil A. 55 TK-0.5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



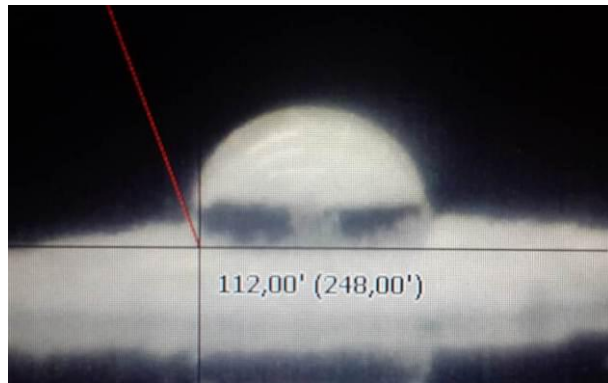
Şekil A. 56 TK-0.75 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



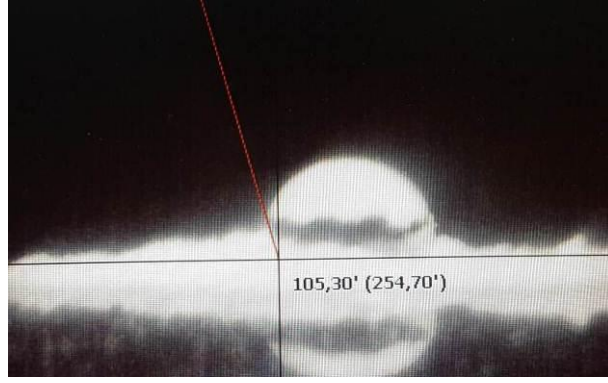
Şekil A. 57 TK-R-80S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



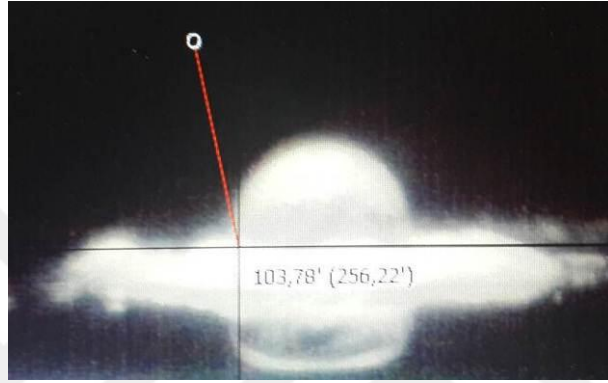
Şekil A. 58 TK-R-100S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



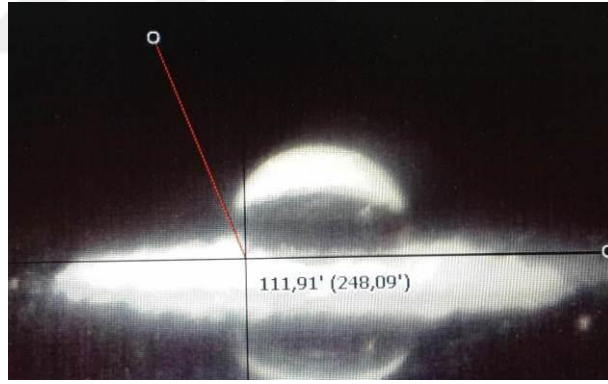
Şekil A. 59 TK-R-120S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



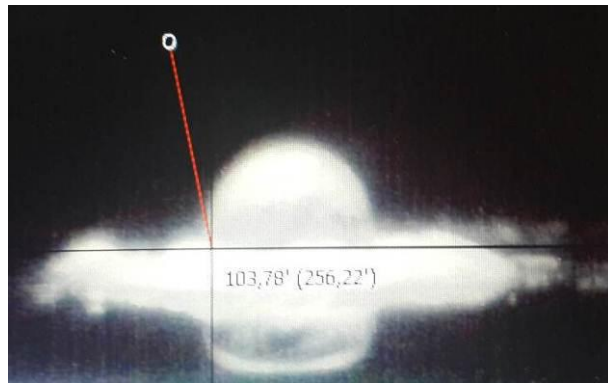
Şekil A. 60 TK-R-30T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



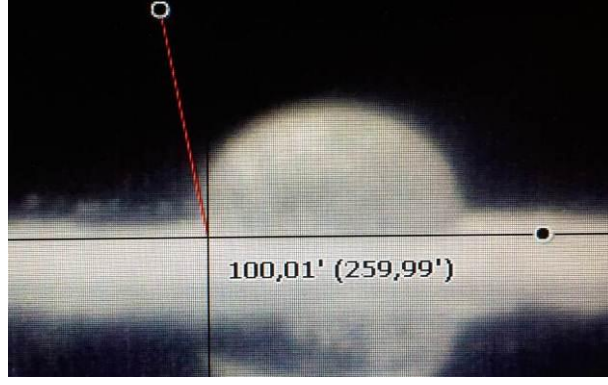
Şekil A. 61 TK-R-60T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



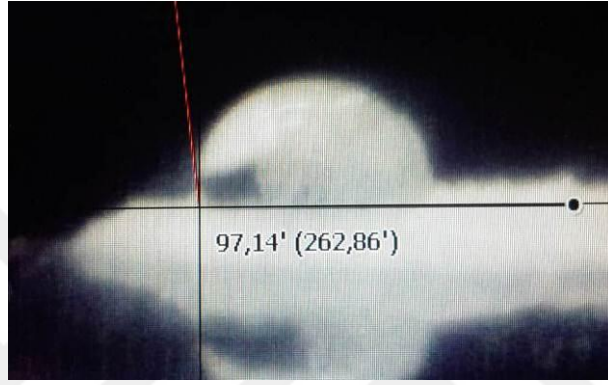
Şekil A. 62 TK-R-120T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



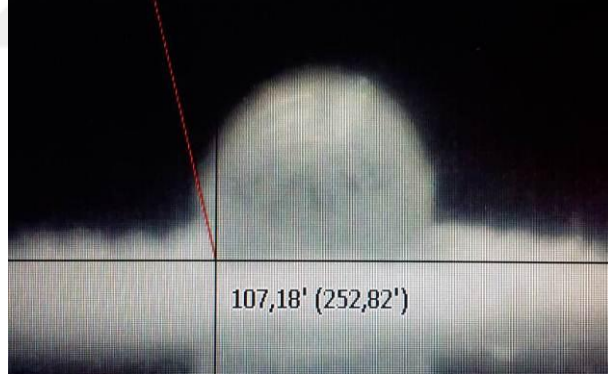
Şekil A. 63 TK-Y-25S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



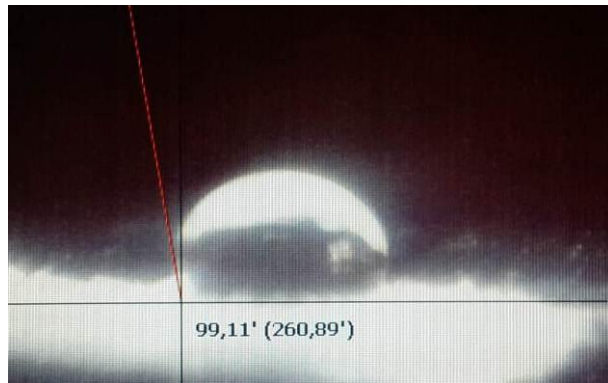
Şekil A. 64 TK-Y-50S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



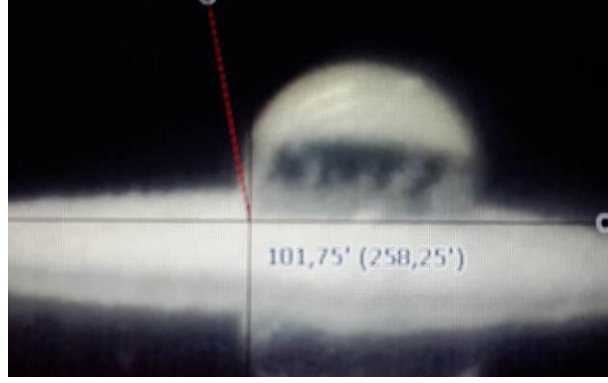
Şekil A. 65 TK-Y-70S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



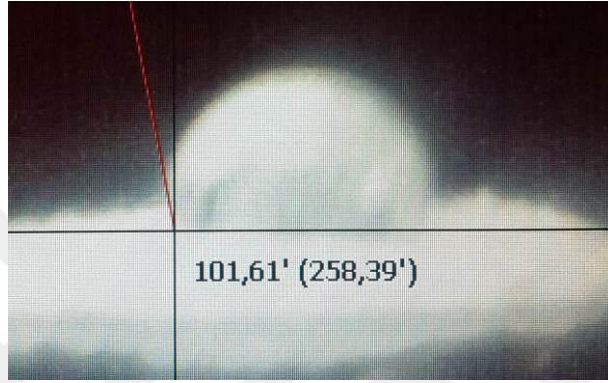
Şekil A. 66 TK-Y-6T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



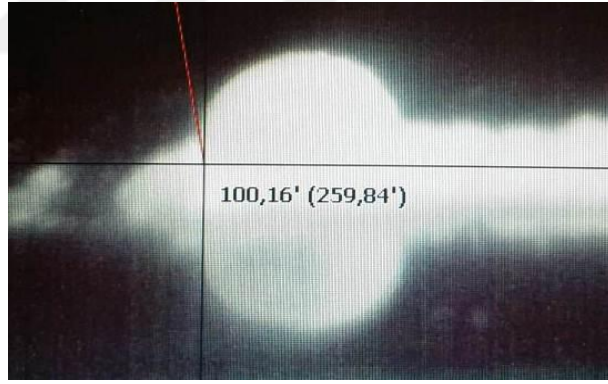
Şekil A. 67 TK-Y-12T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



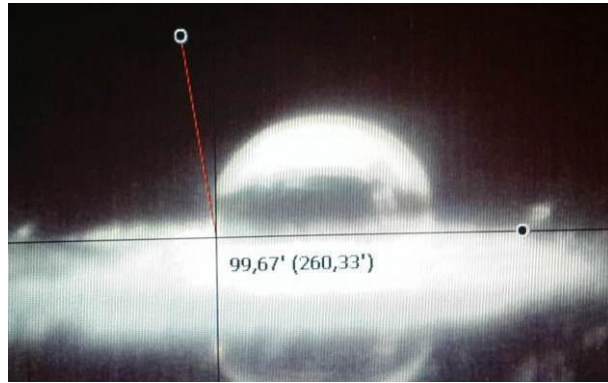
Şekil A. 68 TK-Y-24T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



Şekil A. 69 TK-Y-48T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü

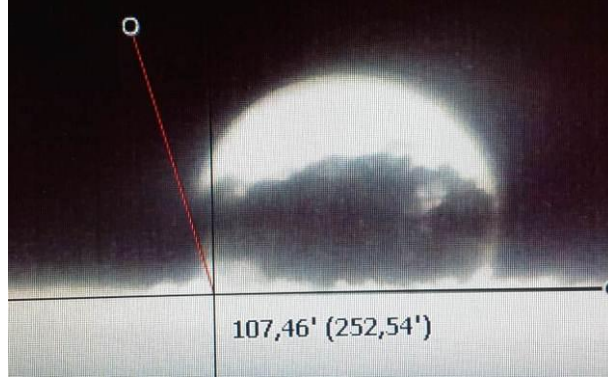


Şekil A. 70 TK-SABİT numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü

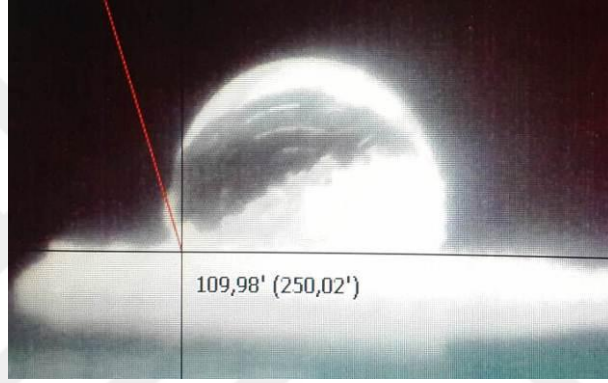


Şekil A. 71 TK-KADEMELİ numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü

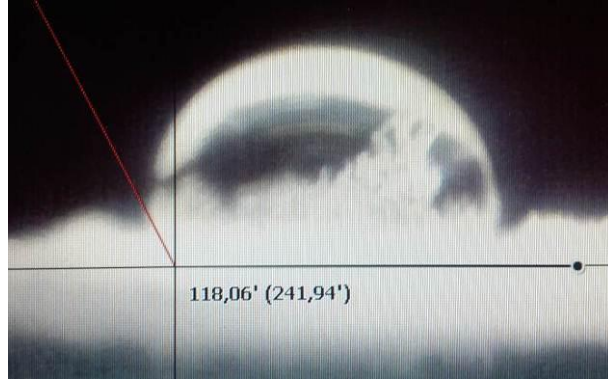
A-4 Kumdan Üretilen Aerojellerin Temas Açısı Ölçümleri



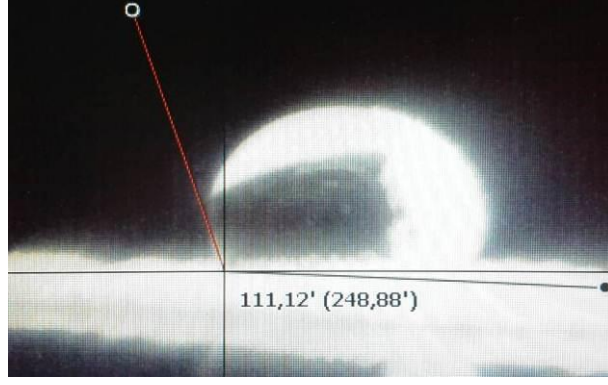
Şekil A. 72 K-pH-3 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



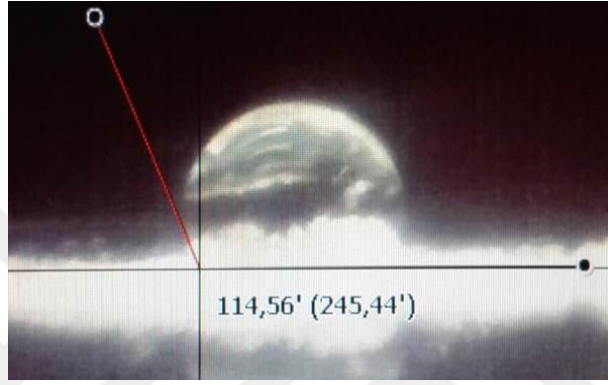
Şekil A. 73 K-pH-5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



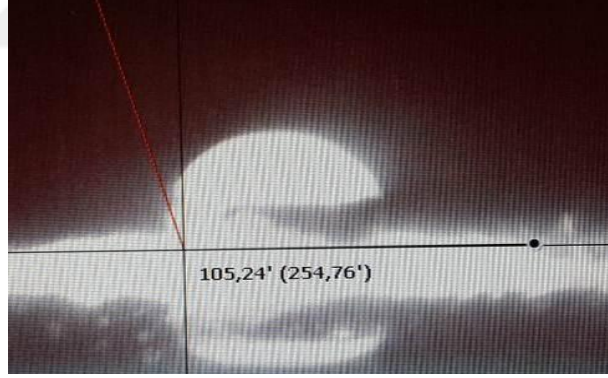
Şekil A. 74 K-pH-7 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



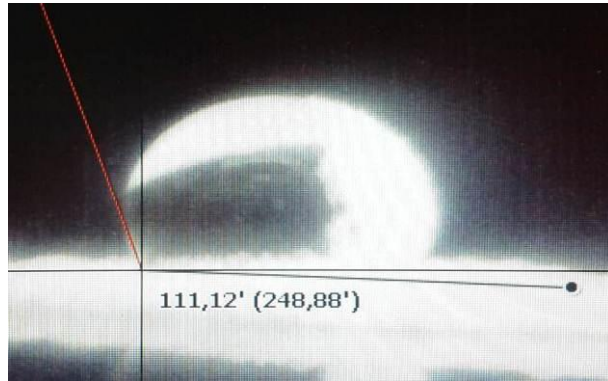
Şekil A. 75 K-pH-9 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



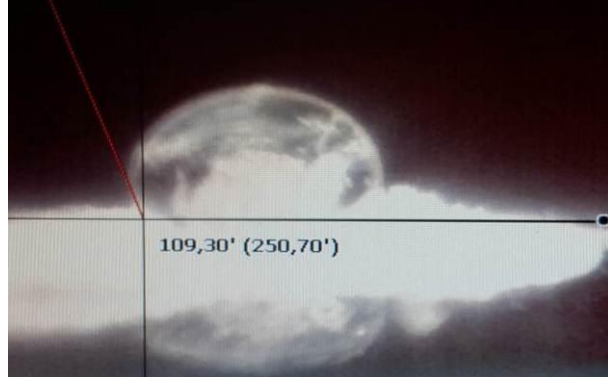
Şekil A. 76 K-pH-11 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



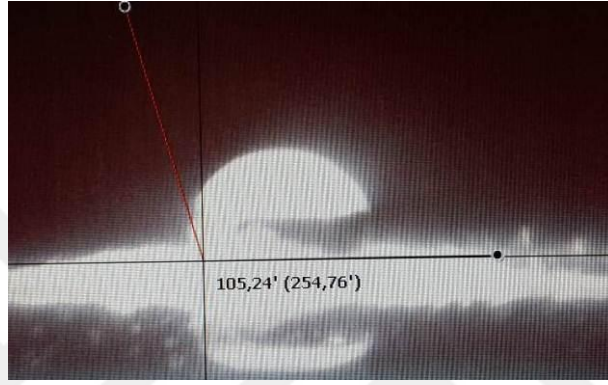
Şekil A. 77 K-0.25 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



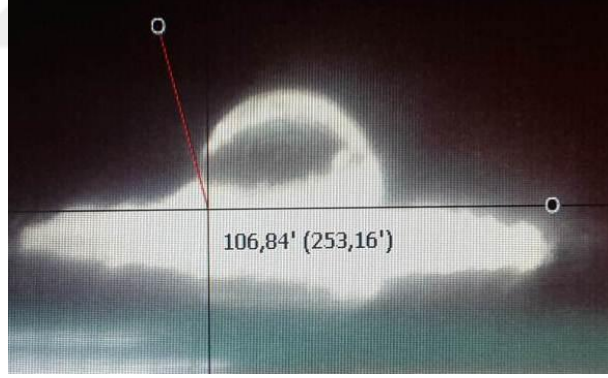
Şekil A. 78 K-0.5 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



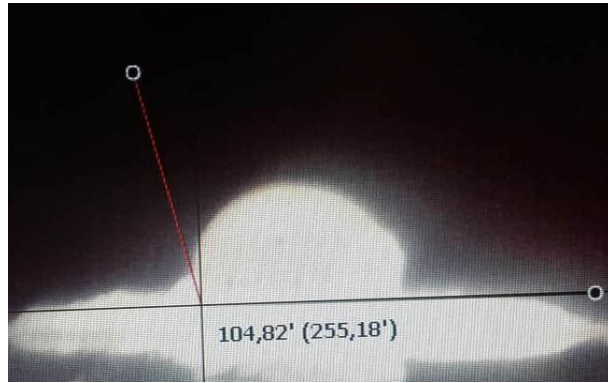
Şekil A. 79 K-0.75 numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



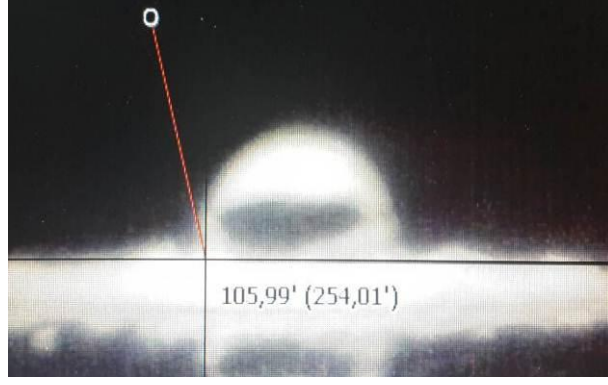
Şekil A. 80 K-R-80S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



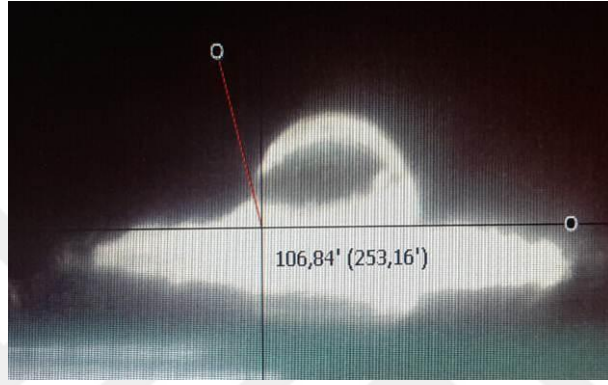
Şekil A. 81 K-R-100S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



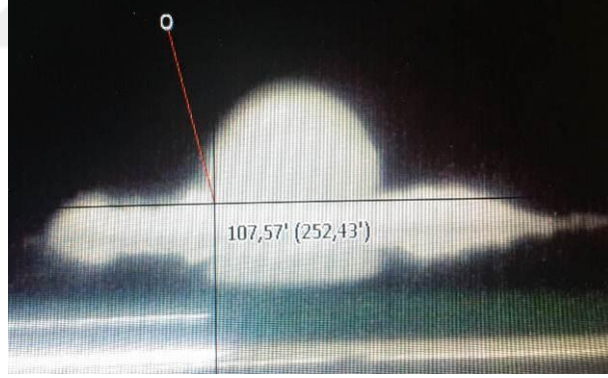
Şekil A. 82 K-R-120S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



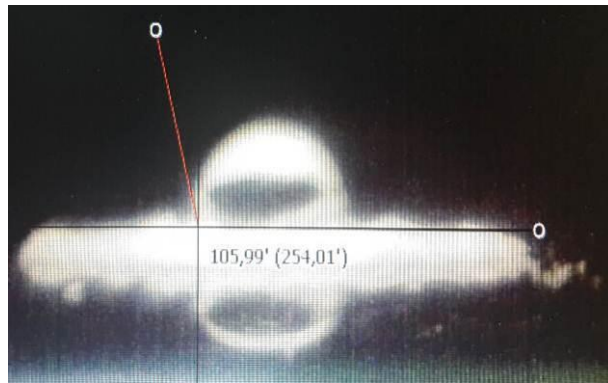
Şekil A. 83 K-R-30T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



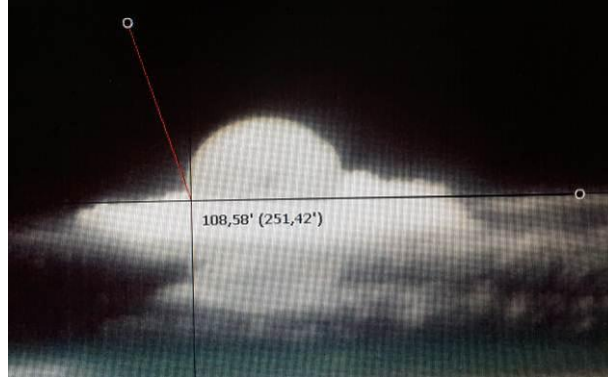
Şekil A. 84 K-R-60T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



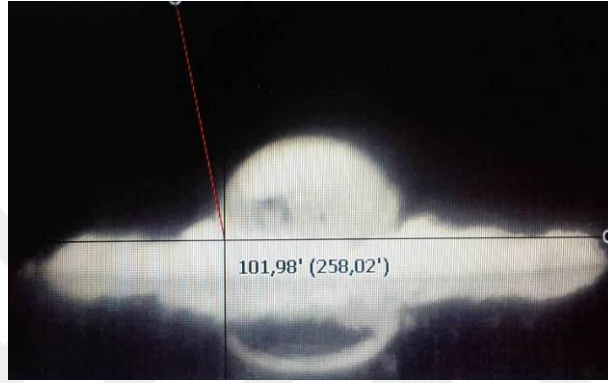
Şekil A. 85 K-R-120T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



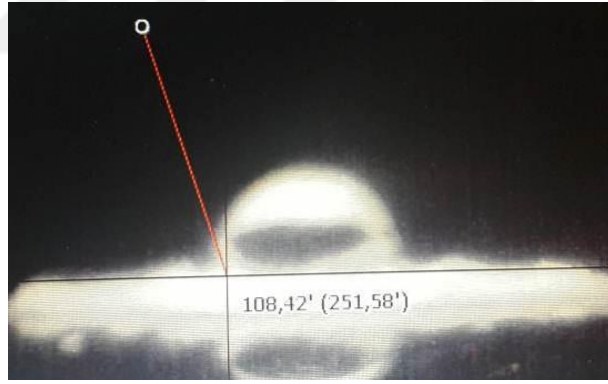
Şekil A. 86 K-Y-25S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



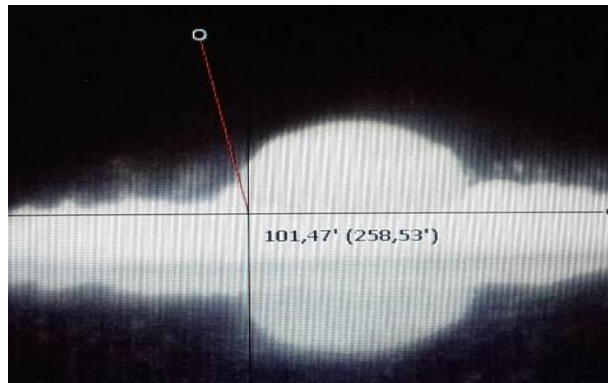
Şekil A. 87 K-Y-50S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



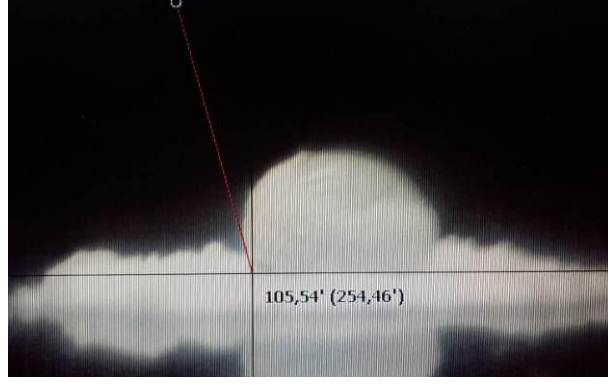
Şekil A. 88 K-Y-70S numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



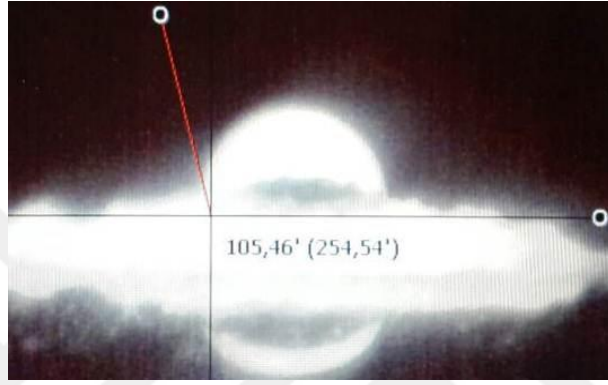
Şekil A. 89 K-Y-0T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



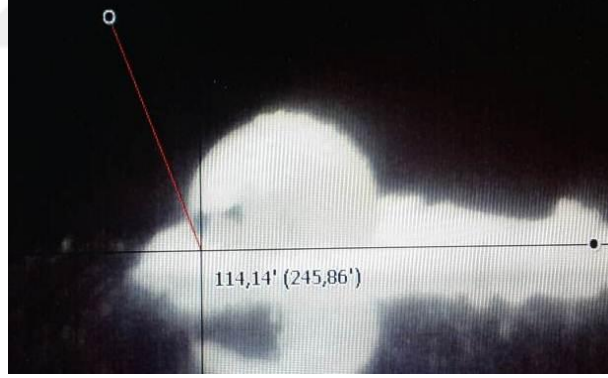
Şekil A. 90 K-Y-6T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



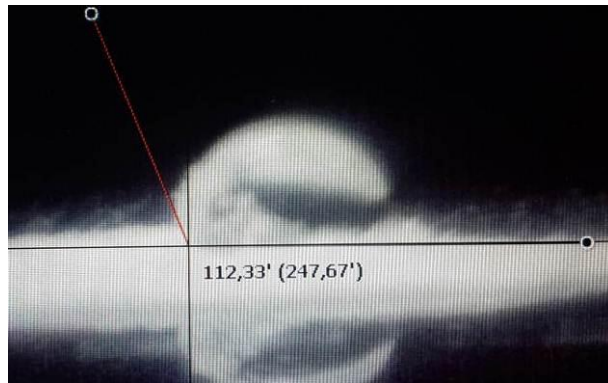
Şekil A. 91 K-Y-12T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



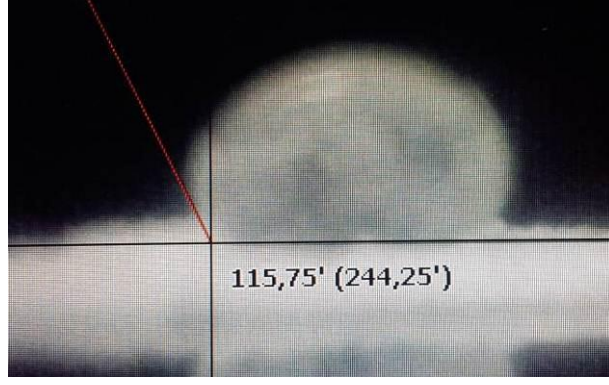
Şekil A. 92 K-Y-24T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



Şekil A. 93 K-Y-48T numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



Şekil A. 94 K-SABİT numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



Şekil A. 95 K-KADEMELİ numunesinin temas açısı ölçüm görüntüsü



KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : NEVİN KARAMAHMUT MERMER
Doğum Tarihi ve Yeri : 13.05.1989-İstanbul
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : nevinkaramahmut@hotmail.com

ÖĞRENİM DURUMU

| Derece | Alan | Okul/Üniversite | Mezuniyet Yılı |
|-----------|--------------------|----------------------------|----------------|
| Y. Lisans | Kimya Mühendisliği | Yıldız Teknik Üniversitesi | 2014 |
| Lisans | Kimya Mühendisliği | Yıldız Teknik Üniversitesi | 2012 |
| Lise | Fen Bilimleri | Pertevniyal Anadolu Lisesi | 2007 |

İŞ TECRÜBESİ

| Yıl | Firma/Kurum | Görevi |
|-----------|--|-----------------|
| 2013-2015 | Seranit Granit Seramik San. Ve Tic. AŞ | Ar-Ge Mühendisi |
| 2010-2012 | Tekmat Elektronik A.Ş. | Satış Mühendisi |
| 2010 | Diversey Kimya | Stajyer |
| 2009-2010 | Neutec Ar-Ge Sanayi | Stajyer |

YAYINLARI

Makale

1. Şarı Yılmaz Müge, Karamahmut Mermer Nevin, The Preparation of Silicon and Aluminum Extracts from Tuncbilek and Orhaneli Fly Ashes by Alkali Fusion, World Academy of Science, Engineering and Technology Chemical and Molecular Engineering Vol:2, No:5, 2015.
2. Karamahmut, N., Yılmaz, M.S., Dere Ozdemir, O., Piskin, M.B., The Effect of Acid Concentration on the Synthesis of Hydrophobic Silica Based Aerogels, Celal Bayar University Journal of Science, 11, 3, 405-408, 2015.
3. Karamahmut, N., Karakas, S.B., Yılmaz, M.S., The Synthesis of MSU-X Mesoporous Materials from Sodium Silicate, Celal Bayar University Journal of Science, 11, 3, 401- 404, 2015.
4. Karamahmut, N., Yılmaz, M.S., Piskin, S., Preparation of Gas Concrete Materials from Various Industrial Waste, Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences, 34 (4), 545-553, 2016.
5. Yılmaz, M.S., Karamahmut, N., Conversion of Fly Ashes from Different Regions to Mesoporous Silica: Effect of the Mineralogical Composition, J Sol-Gel Sci Technology, 78 (2), 239–247,2016.
6. Karamahmut, N., Yılmaz, M.S., Dere Ozdemir, O., Piskin, M.B., The Synthesis of Silica-Based Aerogel from Gold Mine Waste for Thermal Insulation, J Therm Anal Calorim., 129, (3) 1807–1812, 2017.
7. Senberber, F.T., Yildirim, M., Karamahmut, N., Derun, E.M., Adsorption of Cr(III) from Aqueous Solution using Borax Sludge, Acta Chimica Slovenica, 64,(3), 654-660, 2017.
8. Nevin KARAMAHMUT MERMER, Sabriye PİŞKİN, Silica Based Aerogel Synthesis from Fly Ash and Bottom Ash: The Effect of Synthesis Parameters on The Structure, Main Group Chemistry, DOI 10.3233/MGC-180254, (Basımda).

Bildiri

1. Zmeskal, O., Barinka, R., Karamahmut, N., The Use Of PCM Boards For Solar Cells Cooling, European Conference on Thermophysical Properties, 19th ECTP August 28 – September 1, Thessaloniki, 2011.
2. Dere Ozdemir, O., Yilmaz, S.M., Karamahmut, K., Piskin, S., CO2 Adsorption on Zeolite X, 1st International Porous and Powder Materials Symposium and Exhibition PPM 2013, Cesme, İzmir, 3-6 September 2013.
3. Karamahmut, N., Yilmaz, S.M., Dere Ozdemir, O., Piskin, S., A Study on the Synthesis of MCM-41, 1st International Symposium on Innovative Technologies in Engineering and Science, 7-9 June, 2013, Sakarya, Turkey.
4. Karamahmut, N., Piskin, S., “Kapalı Ortam Hava Kirleticilerini Giderici İç Cephe Sıvasının Etkinliğinin İncelenmesi”, 11. Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi, 2014.
5. Erturk, S., Karamahmut N., Yilmaz, S.M., Piskin, S., “Kurutma Koşullarının Aerojel Üretimine Etkisi”, 11. Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi, 2014.
6. Karamahmut, N., Yilmaz, S.M., Dere Ozdemir, O., Piskin, M.B., Effect of pH and Aging Temperature on Synthesis of Silica Based Aerogel, Bio Engineering Conference, Istanbul Turkey, 2014.
7. Piskin, M.B., Karamahmut, N., Yilmaz, S.M., Dere Ozdemir, O., Characterization of Hydrophobic Aerogel For Insulation Application”, TMS 2015 144th Annual Meeting & Exhibition (TMS 2015), Orlando, Fl, USA. March 15-19, 2015.
8. Karamahmut, N., Yilmaz, S.M., Dere Ozdemir, O., Piskin, M.B., Investigation of Properties of Hydrophobic Aerogel, 2nd International Conference on Advances in Mechanical Engineering, ICAME2016 10-13 May, Yildiz Technical University, 656-661, 2016.
9. Karamahmut, N., Piskin, S., Preparation of Silica Solution from Sand by Alkalı Fusion Method, 2nd International Conference on Advances

- in Mechanical Engineering, ICAME2016 10-13 May, Yildiz Technical University, 664-667, 2016.
10. Karamahmut, N., Dere Ozdemir, D., Potential of Zeolite Synthesis from Waste Alkaline Solution, 2nd International Conference on Advances in Mechanical Engineering, ICAME2016 10-13 May, Yildiz Technical University, 689-692, 2016.
 11. Karamahmut, N., Dastan, B., Pehlivan, M., Dere Ozdemir, O., Piskin, S., Investigation of Synthesis of Hierarchical Zeolites from Fly Ash, Ines International Academic Researches Congress 2016, Side, Antalya.
 12. Karamahmut, N., Yilmaz, S.M., Synthesis of Mesoporous Silica Mcm-41 from Sand, Ines International Academic Researches Congress 2016, Side, Antalya.
 13. Senberber, F.T., Yildirim, M., Karamahmut, N., Derun, E.M., Dissolution Behavior of Tincal in Acetic Acid Solutions, Ines International Academic Researches Congress 2016, Side, Antalya.
 14. Demir, F., Yildirim, M., Karamahmut, N., Derun, E.M., Determination Of Some Element Concentrations of First Infant Milk Formula and Health Risk Assessment, Central Bohemia University International Conference, 22-24 March, 2017.
 15. Karamahmut, N., Yilmaz, S.M., Functionalized MCM-41 Mesoporous Silica, Central Bohemia University International Conference, 22-24 March, 2017.
 16. Yildirim, M., Karamahmut, N., Demir, F., Derun, E.M., Removal of As (V) By Using Bottom Ash as Adsorbent, Central Bohemia University International Conference, 22-24 March, 2017.
 17. Korkut, E., Kurt, G., Karamahmut, N., The Effect of Pretreatment Process on Zeolite Synthesis from Coal Fly Ash, Maltepe University International Student Congress, 27-28 April 2017.

Proje

1. Hidrofobik Aerojellerin İnşaat Sektöründe Yalıtım Amaçlı Sıva Olarak Kullanımının İncelenmesi, BAP Arastırma Projesi, 2014-07-04-KAP02, Araştırmacı, 2017.
2. CO₂ Adsorpsiyonu için Amin Destekli Mezogözenekli Silika Adsorbanların Sentezi, BAP, 2014-07-01-GEP04, Araştırmacı, 2017
3. Türkiye'deki Termik Santrallerden Temin Edilen Uçucu Külleri Kullanarak MCM-41 Üretimi, BAP, 2014-07-01-GEP03, Araştırmacı, 2016
4. Uçucu Külden Zeolit Sentezi Prosesi Atık Çözültisinin Değerlendirilmesi, YTÜ-BAPK (GEP), 2015-07-01-GEP02, Araştırmacı, 2018.
5. Hidrofobik Karakterli Gaz Beton Üretimi, BAP Arastırma Projesi, 2015-07-01-KAP02, Araştırmacı, 2016.