



# Sol-Jel Yöntemi ile Üretilen Silika Tabanlı Hidrofobik Aerojellerin Karakterizasyon Özelliklerinin İncelenmesi

İsmail Topcu

Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi, Rafet Kayış Mühendislik Fakültesi,  
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Alanya, Antalya, Türkiye, (ORCID: 0000-0002-2998-6569), ismail.topcu@alanya.edu.tr

(1st International Conference on Scientific and Academic Research ICSAR 2022, December 10 - 13, 2022)

(DOI: 10.31590/ejosat.1210106)

**ATIF/REFERENCE:** Topcu, İ. (2022). Sol-Jel Yöntemi ile Üretilen Silika Tabanlı Hidrofobik Aerojellerin Karakterizasyon Özelliklerinin İncelenmesi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (45), 1-7.

## Öz

1930 yılından günümüze uzanan aerogeller; Guinness rekorlar kitabına giren en hafif ve katı malzeme olarak seçilmiştir. Yüksek ısı absorpsiyon özelliği, çok iyi yalıtıcılık kabiliyeti, mezo gözenek yapısı mukavemetinin ve yüzey alanının yüksek olması gibi üstünlüklerinin birçok malzemeye alternatif kullanım avantajı ve birçok sektörde kullanım olanağı sunmaktadır. Bu çalışmada, sol-jel tekniği kullanılarak yüksek saflıkta silika tabanlı hidrofobik aerogel üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu doğrultuda, yapılan çalışmalarda aerogelin karakterizasyonu çeşitli yöntemlerle belirlenerek mikroyapıya olan etkileri incelenmiştir. Elde edilen aerogelin oldukça küçük tane boyutuna ve mezo gözenek yapısına sahip olduğu belirlenmiş ve yüksek seviyede hidrofobik özellik sağladığı tespit edilmiştir. Üretilmiş olan aerogel numuneleri çeşitli testlere tabi tutulmuş ve ilginç sonuçlar elde edilmiştir. Ayrıca üretilen silika aerogellerin sol-jel metodu ile sentezi, işlem basamakları ve kullanılan bileşikler (kullanılan bileşiklerin etkisi incelenmiştir olmalı) incelenmiştir. Yapılan çalışmalar kapsamında üretilmiş olan silika aerogel numunelerinin (kısaltmalardan önce yöntemin tam ismi yazılır. Örneğin Fourier Infrared Spektroskopisi-FTIR gibi) FITIR, BET, XRF ve XRD yöntemleri kullanılarak karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Optik ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak mikro yapı analizleri belirlenmiştir. Yapılan karakterizasyon ve mikro yapı analizleri sonucunda aerosilikajelin, 20-50 nm aralığında gözenek boyutuna sahip, temas açısı değerleri 160° - 170° aralığında ölçülmüştür. Yapılan boyut analizi testlerinde üretilen aerogel numunelerinin sırasıyla 1116.09 µm, 1553.14 µm, 1123.48 µm tane boyut değerlerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Karakterizasyon çalışmalarının tanecek görüntülenmeleri (SEM analizleri) sonucunda ise sol jel yöntemi ile üretilmiş olan silika tabanlı aerogelin %97.90 saflıkta olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Aerogel; Hidrofobik; Sol-jel; Karakterizasyon

## Investigation of Characterization Properties of Silica-based Hydrophobic Aerogel Produced by Sol-gel Method

### Abstract

From 1930 until today's manufactured aerogels; It has been chosen as the lightest and solid material in the Guinness Book of Records. Its advantages such as high thermal absorption feature, very good insulating ability, mesopore structure strength and high surface area offer an alternative use advantage to many materials and use in many sectors. In this study, high purity silica-based hydrophobic aerogel was produced using the sol-gel technique. In this direction, the characterization properties of the aerogel and its effects on the microstructure were investigated. It was determined that the obtained aerogel had a very small particle size and mesoporous structure, and it was concluded that it provided a high level of hydrophobic properties. The produced aerogel samples were subjected to various tests and interesting results were obtained. In addition, the synthesis of the produced silica aerogels by the sol-gel method, the processing steps and the compounds used (the effect of the compounds used should have been investigated). The characterization studies of the silica aerogel samples produced within the scope of the studies (the full name of the method is written before the abbreviations. For example, Fourier Infrared Spectroscopy-FTIR) were carried out using FITIR, BET, XRF and XRD methods. Microstructure analyzes were determined using optical and scanning electron microscopy (SEM). As a result of the characterization and microstructure analyzes in the experimental studies were determined with a pore size in the range of 20-50 nm and the contact angle values were measured in the range of 160° - 170°. In the dimensional analysis tests, it was determined that the aerogel samples produced had grain size values of 1116.09 µm, 1553.14 µm, and 1123.48 µm, respectively. As a result of the particle imaging (SEM analysis) of the characterization studies, it was concluded that the silica-based aerogel produced by the sol gel method was 97.90% pure.

**Keywords:** Aerogel; Hydrophobic; Sol-gel; Characterization

## 1. Giriş

Aerojeller yüksek yüzey alanları, gözeneklilikleri ve yüksek absorpsiyon kabiliyetleriyle birçok alanda kullanılmaktadır. Aerojellerin mekanik, kimyasal ve fiziksel özellikleri çeşitli yöntemlerle geliştirilebilmektedir [1]. Günümüzde, çok fazla sayıda farklı aerojel türü olmasına rağmen, silika aerojeller en yaygın olanı ve en çok tercih edilenidir. Silika aerojeller 30-40 nm'lik gözeneklerle çevrilmiş 3-4 nm'lik taneciklerden meydana gelirler. Çok küçük ve milyonlarca gözenekten oluştuğu için süngerimsi bir yüzeye sahiptir. İyapısı % 99.8 oranında hava olabilir [2,3]. Ayrıca silika aerojeller; iyi yüzey alanı (500-1200m<sup>2</sup> /g), yüksek porozite (%80-99.8), düşük yoğunluk (0.003g/cm<sup>3</sup> ) ve yüksek termal yalıtım değerine (0.005W/mK) sahiptirler. Bu özellikleriyle silika aerojeller özellikle ticari uygulamalarda (termal yalıtım, akustik bariyer, süper kapasitörler vb) tercih edilmektedir [4,5]. Silika aerojellerin sentezlenmesi üç aşamada gerçekleşmektedir: (1) Sol jelleşme aşaması, (2) aerojelin katılık ve sağlamlılığını artırmak için yaşlandırma ve (3) jel yapısının birikinti oluşmasını engellemek için kurutulması. Yapılan sentezleme işlemi esnasında farklı özelliklerde maddelerden faydalanılarak aerojellerin yapısı iyileştirilebilir. Aerojel, jelin sıvı bileşeninin gaz ile yer değiştirildiği gözenekli, ultra hafif bir katı maddedir [6]. İlk defa Stefan Kistler tarafından 1931 yılında üretilmiştir. Çok küçük ve milyonlarca gözenekten oluştuğu için süngeri andıran bir yüzeye sahiptir. Yapılarının %99.8'e kadarı hava olabilir ve çok iyi yalıtıkcıdır. Aerojeller çok düşük yoğunluklu, yüksek özellikli yüzey alanı ve yüksek porozite özellikleri ile katalizör destekleri, absorpsiyon malzemeleri, termal ve elektriksel yalıtım ve yalıtıcı malzemeler gibi birçok alanda kullanılırlar. Aerojellere yüksek porozite, yüksek absorpsiyon kabiliyeti verir. Aerojeller, atık suyun ve petrol sızıntılarının veya organik sıvıların ayrıştırılması veya ağır metal iyonlarının uzaklaştırılması gibi atıkların arıtımı için kullanılabilir. Ayrıca silika tabanlı aerojeller gibi birçok aerojel geliştirilmiştir [7]. Bunlar metal oksitler esaslı aerojeller, seramik esaslı aerojeller, polimer esaslı aerojeller ve karbon esaslı aerojeller vb. olarak isimlendirilir. Genellikle, aerojelin mekanik özelliklerini geliştirmek için bazı kimyasal maddeler kullanılır; bunlar, aerojelin kauçuk kullanılarak modifikasyonu, aerojel kompozitlerin hazırlanması, sol-jel parametrelerinin ayarlanması ve hava jelinin çapraz bağlanması için epoksi, polistiren ve izosiyanat kullanılmaktadır [8]. Aerojeller temelde inorganik ve organik aerojel olarak ikiye ayrılırlar. Organik olmayanlar metal alkoksitlerin polikondenzasyon işleminden elde edilen çapraz (cross) bağlı ve saydam hidrojelardan elde edilmektedir. Organik özellik gösterenler de su ile hazırlanan solüsyonda resorsinol ile formaldehitin sol-jel polikondenzasyon reaksiyonları ile üretilmektedir [9]. Silika aerojelleri, nanoporoz (nanogözenek) yapısal özelliklerinden dolayı birçok benzersiz ve olumlu özelliklere sahip olan bir mezogözenek seramik materyal sınıfı olarak alınır. Silika aerojeller çok iyi özelliklere sahip olduğu için mühendislik alanında yüksek talep görmektedir. Bu özellikler; çok iyi özel yüzey alanı, yoğun porozite, buna bağlı olarak düşük

yoğunluk sonucu, iyi kırılma indeksi ile düşük ses hızı (100 m / s) yanmaz ve amorf kimyasal olarak inert ve düşük ısı iletkenliği - 0.03 W/mK gibi özelliklerinden dolayı çeşitli uygulamalar alanlarında, özelliklede ısı yalıtımı alanında daha fazla ilgi görmüştür[10,11]. Bununla birlikte, yüksek açık yapı olması, düşük yoğunluğu ve yüksek gözeneklilik gibi bazı özellikleri aerojellerin kırılma gücüne neden olur. Zayıf mekanik özellikleri ve bu dezavantajları saf silika aerojel kullanımı zorlaştırır. Bu nedenle, silika aerojellerin avantajlarını arttırmak için son yıllarda termal yalıtım malzemeleri ile silika aerojel birleştirilerek bazı kompozit malzemeler üretilmiştir. Örnek olarak silika aerojel / cam elyafı, polietilen tereftalat / silika aerojel, silika aerojel / poliizosiyanurat sert köpük, silika aerojel / polistiren göbeği kabuğu, silika aerojel / polivinil alkol (PVA) verilebilir [12,13]

Literatür taramasında, silika aerojellerin üretim yöntemi, malzemelerin ve işlemlerin kullanım alanları ile ilgili sınırlı sayıda patent ve yayın bulunduğu anlaşılmıştır. Silika aerojelleri karakterize etmek için iki farklı terim kullanılmaktadır. Bunlar sırası ile "yığın yoğunluğu" ile "iskelet yoğunluğu" . Yığinsal yoğunluk, aerojel kütlelerinin aerojelin hacmine olan oranı olarak tanımlanır. Aerojellerin katı bölümlerinin dokusunu çok ince parçacıklar oluşturur. Bu parçacıkların iskelet yoğunluğunun değeri katı yığın değerine oldukça yakındır. Yığın ve iskelet yoğunluğu değerlerini ölçmek için helyum piknometresi kullanılmaktadır [14,15]. Gözenekli malzemeler için (international union of pure and applied chemistry) IUPAC sınıflamasına göre çap olarak 2 nm 'den küçük gözenekler "mikro gözenekler" olarak adlandırılır; çapları 2 ile 50 nm olanlar "mezo gözenekleri" olarak adlandırılır ve çapı 50 nm 'den büyük olanlara ise "makro gözenekler" denir. Silika aerojeller mikro, makro ve mezo gözenek boyutuna sahiptirler fakat daha çok mezo gözenek yapısındadırlar. Gözenek oranı % 80 - % 99,8 oranlarında bulunmasına rağmen farklı çalışmalarda % 99,8 civarında hesaplamalarda mevcuttur. Silika aerojellere uygulanan Brunauer, Emmett, Teller (BET) yüzey alanı ölçümü ve absorpsiyon/desorpsiyon yöntemi gözeneklilik tespiti için en çok tercih edilen yöntemlerden biridir. BET yönteminde absorblanan gaz miktarı ölçülmektedir [16]

Silika esaslı aerojel malzemeler gözenekli yapısı ve nanometrik boyutlu boşlukları nedeniyle yalıtım materyali olarak tercih edilebilmektedir. Bu malzemelerin termal iletkenliğinin hava ile karşılaştırıldığında daha düşük olduğu ortaya çıkmıştır. Kistler, uygun çevresel koşullarda uygulanan basınç altında aerojellerin termal iletkenliğini ortalama 0,02 W/m.K olarak hesaplamıştır [17]. Aerojellerin sentezlenme yöntemlerine göre hidrofilik veya hidrofobik özellikler gösterdiği kanıtlanmıştır. Aerojellerin yapısında bulunan silanol Si-OH polar grupların hidrofilik kaynağı olduğu bilinmektedir. Suyun emilimini arttırması ile birlikte bu özellik elde edilmek istenen aerojellere daha düşük sıcaklıkta CO<sub>2</sub> ile kurutma yapılmaktadır. Hidrofobik özellik kazanımı için ise yüksek sıcaklıkta süper 10 kritik kurutma yapılmaktadır. Oluşan farklılığın kaynağı olarak kurutma işlemi sırasında farklı yüzey gruplarının oluşması gösterilebilir. Hidrofobik özelliği daha aktif hale getirmek için iki yöntem söz konusudur. Hidrofobik karakter, sol-jel basamağında bir ajan

eklenerek artırılabilir. Ortam basıncı ile kurutma yöntemlerinde kullanılır. Aerojelin hidrofobikliğini artırabilmek amacıyla kurutma işleminin ardından malzemeye yüzey modifikasyonu işlemi yapılır [18]. Silika aerojeller, çoğu gözenekli malzemelerin aksine transparan bir yapıya sahiptir. Bu şeffaf özelliği nedeniyle, yüksek enerji fiziği alanında çalışan bilim insanları Cherenkov ışınım dedektörlerinde sürekli olarak silika aerojelleri kullanılmaktadırlar. Aerojellerin sahip oldukları optik saydamlık ve oldukça iyi termal yalıtım nitelikleri sebebiyle çift katmanlı cam imalatında uygulanması düşünülmektedir. Ayrıca, aerojeller mikro yapısından dolayı ışığın dalga boyuna kıyasla çok daha küçük dalga boyuna sahiplerdir[19]. Silika esaslı aerjel malzemelerin ilginç ve çok iyi nitelikleri sebebi ile yeni ve farklı uygulama sahaları ortaya çıkmaktadır. Havacılık, ultrasonik algılama, gaz sensör, atık giderme, optik, enerji depolama, katalizör ve yalıtım dahi olmak üzere birçok endüstriyel alanda uygulanma alanları bulmuştur [20].

Silika esaslı aerojeller sol-jel süreç parametreleri içerisinde uygun sentezlenme yöntemi ile imal edilmektedir. Söz konusu üretim süreci üç aşamada gerçekleşmektedir. Birinci aşama sol hazırlamak için gerekli çözelti silika kaynaklıdır ve bu çözeltiye tepkime kolaylaştırıcı katalizör eklendiğinde yapıda jelleşme başlamaktadır. İkinci aşama meydana gelen bu jel yapılar takviye dağıtıcı malzemesine nitelik ve oranına bağlı olarak hidrojel, aquajel, alkojel ve aerjel olarak sınıflandırılmaktadır. İlk aşamada silikon alkoksitlerin, tetraetil ortosilikat (TEOS), tetrametilortosilikat (TMOS), polietoksidisiloksan (PEDS) gibi ön takviye malzemeleri uygulanır (Gurav 2008, Einarsrud 1998). "Sol -jel" kelimelerinden de anlaşacağı üzere süreç koloidal çözeltisinin meydana gelişi ile birlikte inorganik yapının imalatı, jelin oluşması, sol'un jelleşmesi ve kurutma sonrası bu jelin (xerogel) kuru jele dönüşmesi ile meydana gelir. Bu imalat işlemi bir sol ya da elde etmek istenen jeli ara kademe olarak işleyerek bilinen yöntemlerden daha düşük sıcaklıklarda, solüsyondan katı bir materyalin hazırlanması prensibine dayanmaktadır. Bu teknoloji, inorganik polimerlerin ve organik -inorganik hibrit malzemelerin üretiminde farklı bakış açıları oluşmasına neden olmaktadır [21,22]. Uygulanan yöntem ile ihtiyaç duyulan niteliklere (optik şeffaflık, sertlik, kimyasal dayanım, gözeneklilik ve kimyasal direnç vb.) dönük olarak homojen inorganik oksit malzemeler ve yüksek sıcaklıklardan ziyade oda sıcaklığında inorganik camlar üretmek için avantaj sağlamaktadır.

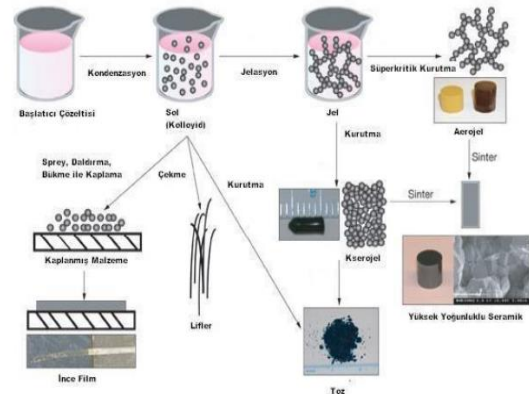
## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Sol-gel Üretim Prosesi

Bu deneysel çalışmada, saf silika ile hidrofobik silika aerjel (SA) üretimi için sol - jel yöntemi kullanılmıştır (Şekil 1). Deney beş aşamadan oluşmaktadır. Başlangıç olarak hidroliz aşamasında; 3,02 mL tetraetil ortosilikat (TEOS), 3,16 ml etil alkol (EtOH) , 0,14 ml hidrojen klorür (HCl) ve 0,24 ml saf su eklenerek oluşan karışım 60 °C 'ta 1 saat karıştırılmıştır. Kondenzasyon aşamasında; 1,58 ml EtOH 1,71 ml saf su ve 0,15 ml amonyum hidroksit (NH<sub>4</sub>OH) ilavesi yapılarak manyetik

karıştırıcıda 25 °C'de 40 dakika karıştırılmıştır. Hidroliz ve kondenzasyon işlemini içeren sol aşamasından sonra jelleşme aşamasına geçilmiştir. Jelleşme için etüvde 25°C' de numuneler iki gün bekletilmiştir. Jelleşme aşamasından sonra yaşlandırma aşamasına geçilmiş ve 11,8 ml EtOH, 8,3 ml TEOS eklenerek 70°C' de 16 saat bekletilmiştir. Çözücü değişimi için hekzan ilave edilerek 45°C' de 24 saat bekletilmiştir. Çözücü değişiminin ardından 2 ml trimetilklorosilan (TMCS), 20 ml hekzan ilave edilerek 55°C' de 24 saat bekletilmiştir. Numuneler hekzan ile yıkanarak 40 °C' de 2 saat bekletilmiştir. Son olarak numuneler 55°C' de 24 saat bekletilerek kurutulmuştur. Hazırlanan malzemelerin FTIR analizi, XRD analizi, SEM analizi, temas açısı ölçümü, yüzey alanı ve gözenek boyut analizi, toprak ve genel metal analizi yapılmıştır.

Numuneler hidrofobik olduğu için yüzeye çıkılmaları engellemek amacıyla beherlerin üzeri saat camı ile kapatılmıştır. Sol-jel çözeltisini oluşturmak için kullanılan başlatıcı uygun çözücü içerisinde çözülürken başlangıç çözeltisi hazırlanır. Gerçekleşen hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri sonucunda sol oluşur. Kondenzasyon işlemi ve kullanılan çözücünün uçması sonucunda sıvı sol, katı jele dönüşür. Bu noktada ürün aniden viskoz sıvıdan elastik özellikler gösteren bir materyale dönüşür. Sol jel yöntemi üretim süreci Şekil 1'de sunulmuştur.



Şekil 1. Sol-jel yöntemi üretim süreci

Sol-jel süreci sıvı faz durumunda madde eklenmesine olanak tanımaktadır. Basit bir karıştırma sonrasında katkı maddesinin değişmeyen bir şekilde çözelti içerisinde dağılmasına daima izin vermektedir.

### 2.2. Deneysel çalışmalarda kullanılan test cihazları

#### 2.2.1. FTIR Analizi

FTIR analiz yöntemi, test örneklerini taramak ve kimyasal özelliklerini belirlemek için kızılötesi ışık kullanılmaktadır. FTIR cihazı, radyasyon gönderir. Emilen radyasyon, numune moleküller tarafından titreşimsel bir enerjiye dönüştürülür. Her bir molekül veya kimyasal yapı, benzersiz bir spektral parmak izi üretir. Bu yöntemde numuneler, sıvı, gaz veya katı formda

olabilir. Bu numunelerden kızıl ötesi spektrumu elde edilir. Spektral verilerin geniş bir spektral alandan alınması mümkündür. Bu teknik niteleyici ve niceleyici analizleri hızlı bir şekilde gerçekleştirmeyi sağlar. İncelenen yapının içerdiği uçucu bileşen konsantrasyonlarını belirlemede ve mineraller arası izotop değişimlerin belirlenmesinde kullanılır. FTIR analiz cihazı Resim 1’de verilmiştir.

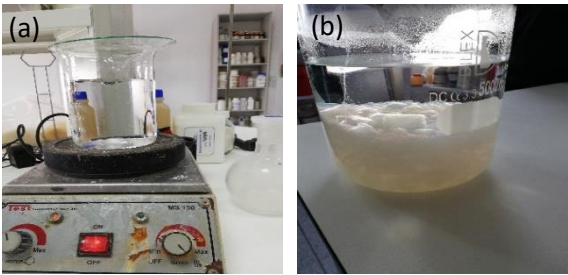


Resim 1. FTIR analiz cihazı

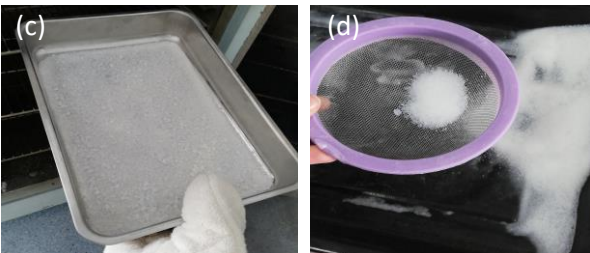
## 2.2.2. XRF ve XRD analizi

XRF ile ölçülen örnek hakkında niteliksel bilgi sağlar. Bununla birlikte, XRF kantitatif bir tekniktir. Numunedeki atomlar tarafından yayılan X-ışınları bir dedektör tarafından toplanır ardından analiz kısmında işlenerek enerjiye karşı X-ışınının yoğunluk noktalarını gösteren bir spektrum oluşturulur.

X-ışını difraksiyonu, malzemelerin kristalografik özelliklerinin ve içerdikleri fazların belirlenmesini sağlayan hasarsız analiz yöntemidir. Toz numunelere uygulanan X-ışını difraksiyonu sonucu kristal yapısının yanısıra, tane boyutu ve tercihli yönelme gibi özellikler belirlenebilir. Şekil 3’te sol gel üretim proses aşamaları gösterilmiştir.



Şekil 2. Sol jel yöntemi üretim süreci; a: sol jel karışımının hazırlanması ve karıştırma, b: yaşlandırma



Şekil 2. Sol jel yöntemi üretim süreci; c: kurutma, d: silika aerojel

## 2.2.3. Temas açısı ölçümü

Sapsız damla temas açısı, katı bir substrat üzerindeki saf bir sıvının profilini yakalamak için optik bir alt sistem kullanan bir temas açısı gonyometresi ile ölçülür. Sıvı-katı ara yüzü ile sıvı-buhar ara yüzü arasında oluşan açı temas açısıdır.

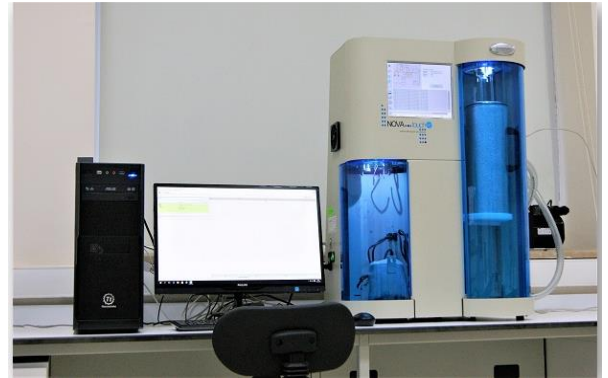
Temas açısı, ıslatılabilirlik, serbest yüzey enerjisi, soğurma, yüzey gerilimi, yayılma gibi özellikleri tayin eder. Damla formu, sıvının yüzey geriliminin, sıvı ile sıvının çevresindeki ortamın yoğunluk farkının bir bağıntısı olarak düşünülebilir. Emülsiyon kararlılığı, ara yüzey gerilimi temas açısı ve serbest yüzey enerjisi ölçümleri; sıvı emilimi, sıvı yayılması, yüzey temizliği, sıvıyı yüzeyde tutma, ıslama bilirlilik yüzey heterojenliği, yüzey gerilimi vb. gibi malzeme özelliklerini tayin eder. (Şekil 4). Temas açısı ölçüm cihazı Resim 2’de verilmiştir.



Resim 2. Temas açısı ölçüm cihazı

## 2.1.4. BET analizi (Yüzey ölçüm cihazı)

BET cihazı katı veya toz numunelerde fiziksel adsorpsiyon yöntemiyle yüzey alanı ölçümleri, mikro, mezo ve makro gözenek boyutunu ve gözenek boyut dağılımını düşük basınçlarda ve yüksek çözünürlükte tespit edebilmektedir. BET Yüzey ölçüm cihazı Resim 3’te e verilmiştir.



Resim 3. BET Yüzey ölçüm cihazı

### 2.2.5. SEM analizi

İlgi alanlarını ve bölgelerini içeren bir numune, SEM kolonunun altında bulunan vakum bölgesine yerleştirilir. Kolonun tepesinde bulunan bir elektron kaynağı, kolondan geçen ve numune üzerinde meydana gelen elektronlar üretir. SEM görüntüleme cihazı Resim 4'te verilmiştir.



Resim 4. SEM görüntüleme cihazı

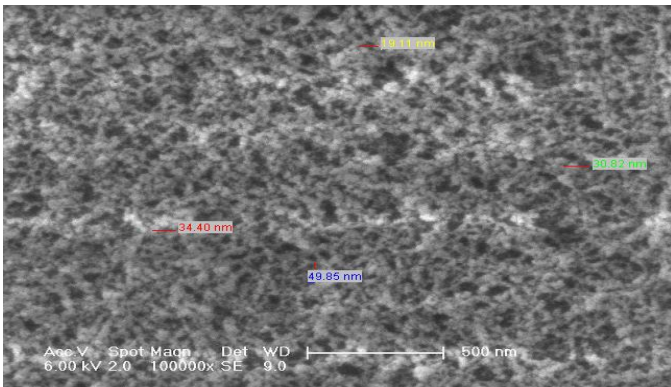
## 3. Bulgular

### 3.1 FTIR Analiz sonuçları

Bu deneysel çalışmada, sol-jel yöntemi kullanılmıştır. Silika tabanlı aerogel malzemesi Si-O-Si asimetrik bağıdır. Bu kuvvetli bağ 1000-1200  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyu aralığında bulunmaktadır. Genel olarak da 1089-1095  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyu aralığında gözlenmektedir. Si-O-Si simetrik bandı 800  $\text{cm}^{-1}$  'de, Si-O-Si ağ bandı 469-467  $\text{cm}^{-1}$  'de görülmektedir. Si-OH bantları 960  $\text{cm}^{-1}$  , - OH gerilme bandı 3000-3500  $\text{cm}^{-1}$  absorblanan su moleküllerinin pikleri 1650  $\text{cm}^{-1}$  hidroliz olmayan epoksi gruplarından kaynaklanan C-H bantları da 1380  $\text{cm}^{-1}$

### 3.2. SEM Yüzey Analiz Sonuçları ve Temas Açısı Ölçümleri

Numunelere SEM analizi yapılmış ve tane ve gözenek çapı: 20-50 nm aralığında çıkmıştır. Malzeme homojen olmayan tane boyut dağılımına sahiptir. Tanecikler yapısal olarak hafif sivri ve köşeli olmakta ve topaklanma oluşumu ile küme oluşturmaktadır[25]. Görüntüler Şekil 4'te gösterilmiştir. Ayrıca yapılan temas açısı ölçümlerinde temas açısı değerleri ( $\theta$ ) 60-170 (Max. 178) olarak bulunmuştur. Üretilmiş olan aerogel numunelerin SEM cihazında görüntüleri Şekil 4'te verilmiştir.

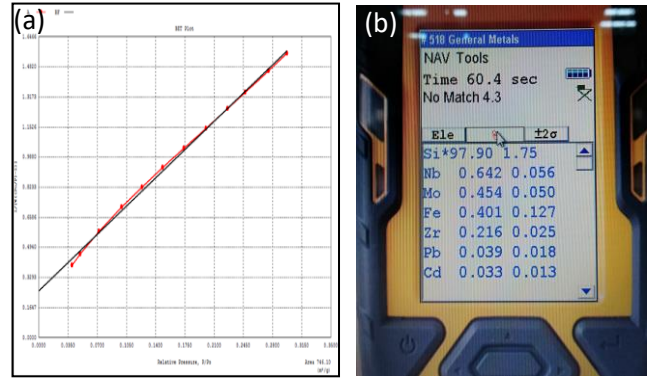


### Şekil 4. Üretilmiş olan aerojellere ait SEM görüntüsü

Analiz ortalama 1 dakika 4 sn sürmüştür.

### 3.3. Genel Metal Analizleri

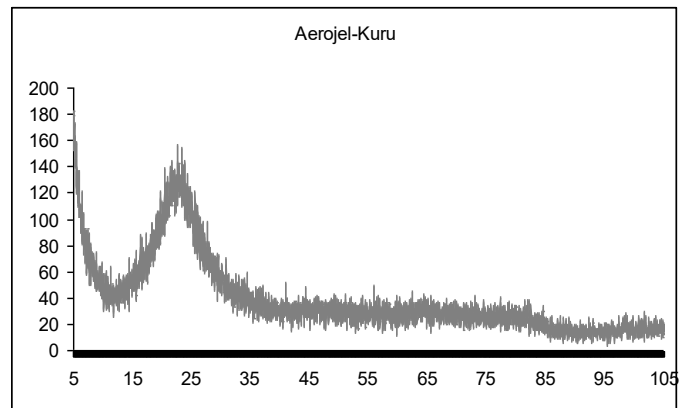
Yapılan genel metal analizinden elde edilen veriler sonucunda, yapıdaki mevcut Si oranı 97.90 % ağırlıkça atom çıkmıştır. Yapının geri kalanında az miktarlarda Nb, Mo, Fe, Zr, Pb, Cd tespit edilmiştir. Veriler ve oluşan pikler göz önüne alındığında Nb en sivri piki vererek yapıdaki en yüksek değere sahip olduğu belirlenmiş ve pik değeri 0,642 % ağırlıkça atomdur. 0.033 % ağırlıkça atom değeri ile ise Cd yapının en az ihtiva ettiği elementtir. Yapılan yüzey analizi ve XRF analizleri yapılmıştır. (Şekil 4.a ve 4.b).



Şekil 5. (a) Aerojellerin yüzey özellik testi , (b) Üretilmiş olan aerojellerin XRF analiz sonuçları.

### 3.4.XRD Analiz Sonuçları

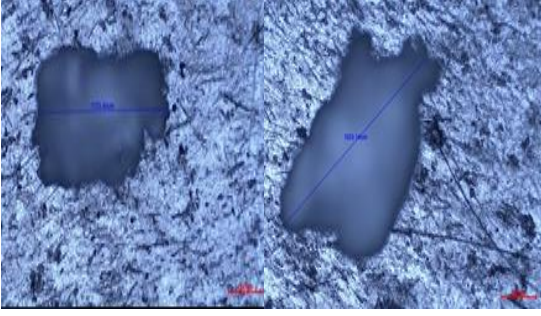
En şiddetli pik yoğun olan bölgede ortalama 23 °C sıcaklığında ve 144 şiddetindedir. Aerogel amorf yapıda çıkmıştır. Yapıda oluşan pik amorf yapıdaki silisyum piki olmakla beraber yapıda başka bir oluşum gözlenmemiştir[26]. Numuneye ait XRD patern çalışmaları titizlikle yapılmıştır (Şekil 6).



Şekil 6. Silika aerogelin XRD

Numunelere tane boyut analiz testi yapılmıştır ve analiz sonucunda tane boyutlarının 1123.48  $\mu\text{m}$ , 1553.14  $\mu\text{m}$  ve 1116.09  $\mu\text{m}$  değerlerine sahip olduğu tespit edilmiştir [27,28]. Tanecik

boyut ölçümleri belirlenen cihazda birkaç defa yapılmıştır (Şekil 7).



Şekil 7. Aerojel tanecik boyut görüntüleri

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışma da, sol jel yöntemi ile elde edilmiş olan hidrofobik silika aerojel numuneleri belli bir sürede ve sıcaklıkta yaşlandırma işlemi ile birlikte süper kritik ortam şartlarında kütleme zamanlarının söz konusu üretilmiş olan silika aerojel malzemesinin karakterizasyon özellikleri üzerine etkisi detaylı olarak incelenmiştir. Üretilmiş olan ve yaşlandırılarak kurutulan aerojelin yüzey alanının arttığı görülmüştür. Bunun yanı sıra silika alümina aerojel sünger gözenek ile birlikte numunenin yüzey alanına uygulanmış olan aseton işlemi kütleme zamanının, süper kritik kurutma zamanına kıyasla daha fazla etkili olduğu, elde edilen sonuçlardan açıkça görülmektedir. FTIR analizi sonucu elde edilen spektrumlar ise literatür göre incelendiğinde kayda değer görülmektedir. Üretilmiş aerojellerin kurutma banyosunda zamanı dikkate alındığında üretilmiş olan numunenin yapısında herhangi bir değişimin söz konusu olmadığı görülmüştür. Aynı şekilde yapılmış olan kimyasal ve ısı işlemler sonucunda da yine mevcut kimyasal grupların hiç birinde herhangi bir değişim söz konusu değildir.

#### 6. Teşekkür

Bu çalışma alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi 2019-02-03-LAP01 numaralı BAP proje destekleri ile gerçekleştirilmiştir.

#### Kaynakça

- [1] Adıyaman, O. 2016. İkincil Dönel Eksenli ile Klasik Düzlem Yüzey Taşlama Mekanizmasında Kesme Parametrelerinin Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisinin Deneysel İncelenmesi, Technological Applied Sciences (NWSATAS), 2A0092, 1, 10-23.
- [2] Dorcheh AS, Abbasi MH.2008. Silica aerogel; synthesis, properties and characterization. J. Mater. Process. Technol. Elsevier,199, 10–26.
- [3] Studart AR, Gonzenbach UT, Tervoort E, Gauckler LJ.2006. Processing routes to macroporous ceramics: a review. J. Am. Ceram. Soc.89,1771–1789.

- [4] Kelly A.2006. Why engineer porous materials Philos. Trans. R. Soc. London A Math. Phys. Eng. Sci. The Royal Society; 364, 5–14
- [5] Alemán J V, Chadwick A V, He J, Hess M, Horie K, Jones RG, et al.2007. Definitions of terms relating to the structure and processing of sols, gels, networks, and inorganic-organic hybrid materials (IUPAC Recommendations ). Pure Appl. Chem. 79, 1801–29.
- [6] Aghabararpour M, Mohsenpour M, Motahari S, Abolghasemi A.2017. Mechanical properties of isocyanate crosslinked resorcinol formaldehyde aerogels. J. Non. Cryst. Solids. Elsevier. 481, 548-555.
- [7] Meena AK, Mishra GK, Rai PK, Rajagopal C, Nagar PN.2005. Removal of heavy metal ions from aqueous solutions using carbon aerogel as an adsorbent. J. Hazard. Mater. Elsevier; 122, 161–170.
- [8] Zu G, Shen J, Zou L, Wang F, Wang X, Zhang Y, et al.2016. Nanocellulose-derived highly porous carbon aerogels for supercapacitors. Carbon N. Y. Elsevier; 99:203–211.
- [9] Lee YJ, Jung JC, Yi J, Baek S-H, Yoon JR, Song IK.2010. Preparation of carbon aerogel in ambient conditions for electrical double-layer capacitor. Curr. Appl. Phys. Elsevier; 10, 682–6.
- [10] Nazeran N, Moghaddas J.2017. Synthesis and characterization of silica aerogel reinforced rigid polyurethane foam for thermal insulation application. J. Non. Cryst. Solids. Elsevier; 461,1–11.
- [11] Dervin S, Lang Y, Perova T, Hinder SH, Pillai SC 2017. Graphene oxide reinforced high 37 surface area silica aerogels. J. Non. Cryst. Solids. Elsevier; 465:31–38.
- [12] Brinker CJ, Scherer GW.2013. Sol-gel science: the physics and chemistry of sol-gel processing. Academic press.
- [13] Livage J.1997. Sol-gel processes. Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. Elsevier; 2,132–138.
- [14] Znaidi L.2010. Sol–gel-deposited ZnO thin films: A review. Mater. Sci. Eng. B. Elsevier; 174:18–30.
- [15] Li W, Fries DP, Malik A.2004. Sol–gel stationary phases for capillary electrochromatography. J. Chromatogr. A. Elsevier;1044, 23–52.
- [16] Mackenzie JD, Bescher EP.2007. Chemical routes in the synthesis of nanomaterials using the sol–gel process. Acc. Chem. Res. ACS Publications; 40,810–818.
- [17] Şahin S.2011. Medikal alanda kullanılan tekstillerde antibakteriyel etkiler için sol-jel uygulamaları. DEÜ Fen Bilimleri Enstitüsü.75-87, İzmir
- [18] Dilsiz N, Akovalı G.2002. Study of sol–gel processing for fabrication of low density alumina microspheres. Mater. Sci. Eng. A. Elsevier; 332,91–96.
- [19] Topcu İ, A.N. Güllüoğlu, M. K.Bilici, H. Ö.Gülsoy, 2019. Investigation of wear behavior of Ti-6Al-4V/CNT composites reinforced with carbon nanotubes, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University 34:3, 1441-1449.

- [20] Liu, M. Yang, D.2008. Preparation of Super Hydrophobic Silica Aerogel and Study on its Fractal Structure. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 354, 49274931.
- [21]Topcu,2021. İ.Mechanical properties of PLA and ABS parts produced with fused filament fabrication Method, *Journal of Ceramic Processing Research*. 22, 2,143-148
- [22]Tadjarodi, A., Haghverdi, M., Mohammadi, V.,2012. Preparation and Characterization of Nano-porous Silica Aerogel From Rice Husk Ask by Drying at Atmospheric Pressure Tadjarodi. *Materials Research Bulletin*, 47, 2584-2589.
- [23]Yılmaz,Y.,2013. Farklı başlangıç maddeleri kullanılarak sol-jel yöntemiyle monolitik silika arojel ve silika arojel sentezi ve karakterizasyonu”, *Yüksek Lisans Tezi.117, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, (2013).*
- [24]Güler, D., Silis kumu, feldspat ve tetraetilortosilikattan sol-jel yöntemi ile silika arojel sentezi ve karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, (2012).*
- [25] İ.Topcu,B. N. Çetiner, A. N. Güllüoğlu and G. Özkan, “Investigation of Creep Behavior of CNT Reinforced Ti6Al4V Under Dynamic Loads,” *J.Chem.Soc.Pak.*, vol.42, n.1, pp.70-80,2020.
- [26] İ.Topcu, M Ceylan and E, B Yılmaz, “Experimental investigation on mechanical properties of Multi Wall Carbon Nanotubes (MWCNT) reinforced aluminium metal matrix composites,” *Journal of Ceramic Processing Research*, vol.21,n.5, pp.596-601,2021.
- [27] İ. Topcu, A. N. Güllüoğlu, H.Ö.Gulsoy and M.K. Bilici “Karbon nanotüp takviyeli Ti-6Al-4V/KNT kompozitlerin aşınma davranışlarının incelenmesi” *Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, c. 34, s.3, ss.1441-144.2019.
- [28] İ.Topcu “Investigation of Wear Behavior of Particle Reinforced AL/B4C Composites under Different Sintering Conditions” *Journal of Technical Glasnic*, vol. 14, n.1, pp. 7-14,2020.