

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ALÜMİNA ESASLI HAMMADDE VE ATIKLARDAN
ALÜMİNA ESASLI AEROJEL TOZU ÜRETİMİ
VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Şengül ŞEN KOÇER

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ**
Tez Danışmanı : Prof. Dr. Nil TOPLAN

Mayıs 2019

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ALÜMİNA ESASLI HAMMADDE VE ATIKLARDAN
ALÜMİNA ESASLI AEROJEL TOZU ÜRETİMİ
VE KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

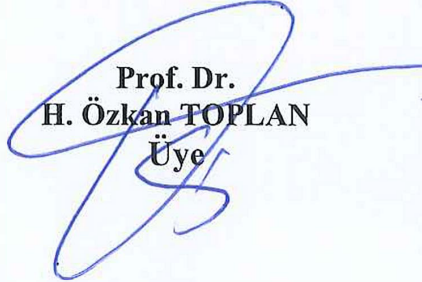
Şengül ŞEN KOÇER

Enstitü Anabilim Dalı

: METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ

Bu tez 24.05.2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği / oyçokluğu ile kabul edilmiştir.


Prof. Dr.
Nil TOPLAN
Jüri Başkanı


Prof. Dr.
H. Özkan TOPLAN
Üye


Doç. Dr.
Mustafa CAN
Üye

BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.

Şengül Şen Koçer
05.04.2019

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmam süresince değerli bilgi ve deneyimleriyle beni her konuda destekleyen ve ahlaki değerleri ile örnek aldığım saygıdeğer danışmanım Prof. Dr. Nil TOPLAN ve zorlandığım her aşamada bana bir çıkış yolu gösteren Prof. Dr. H. Özkan TOPLAN başta olmak üzere tecrübeleriyle bana ışık tutan tüm hocalarıma saygılarımı sunarım.

Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Komisyon Başkanlığı'na 2018-2-7-296 numaralı yüksek lisans projeme maddi açıdan destek oldukları ve Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölüm Başkanlığı'na tez çalışmam süresince laboratuvar imkanlarını bana sundukları için teşekkür ederim. Analizlerde desteklerini benden esirgemeyen değerli hocalarım Dr. Öğr. Üyesi Murat TUNA ve Dr. Öğr. Üyesi Ünal UYSAL'a teşekkür ederim.

Ayrıca yüksek lisans eğitimine başlamam için beni teşvik eden daimi destekçim annem Şükran ŞEN'e ve hayatımın her alanında benden destek ve özverisini bir an olsun esirgemeyen sevgili eşim Ergün KOÇER'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR	i
İÇİNDEKİLER	ii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	v
ŞEKİLLER LİSTESİ	vi
TABLOLAR LİSTESİ	xi
ÖZET	xii
SUMMARY	xiii

BÖLÜM 1.

GİRİŞ	1
-------------	---

BÖLÜM 2.

AEROJELLER	3
2.1. Aerojelin Tanımı ve Tarihçesi.....	3
2.2. Aerojel Çeşitleri	4
2.2.1. Alümina arojeller	5
2.2.2. Silika arojeller	6
2.2.3. Karbon arojeller	8
2.2.4. Diğer arojeller	8
2.3. Aerojellerin Kullanım Alanları	9
2.4. Aerojel Sentezi ve Sol-Jel Prosesi	11
2.4.1. Jelin hazırlanması.....	11
2.4.2. Jelin yaşlandırılması.....	12
2.4.3. Jelin kurutulması.....	12
2.4.3.1. Atmosferik şartlarda kurutma	12
2.4.3.2. Süper kritik şartlarda kurutma	13

2.4.3.3. Dondurarak kurutma	14
2.4.4. Sol-jel prosesinin avantajları.....	14
2.4.5. Sol-jel prosesinin dezavantajları	15
2.5. Alümina Aerojeller Hakkında Literatür Taraması	15
BÖLÜM 3.	
DENEYSEL ÇALIŞMALAR	22
3.1. Amaç	22
3.2. Alümina Esaslı Aerojel Üretiminde Kullanılan Başlangıç Maddeleri..	24
3.2.1. İkincil alüminyum cürufu	24
3.2.2. Şamot tuğla harcı	24
3.2.3. Seydişehir alüminası	25
3.2.4. Alüminyum eloksal atık.....	25
3.2.5. Atık alümina pota tozu.....	26
3.3. Alümina Esaslı Aerojel Tozu Üretiminde Kullanılan Sarf Malzemeler	26
3.4. Alümina Esaslı Aerojel Tozunun Üretimi.....	26
3.4.1. Çözeltinin hazırlanması	26
3.4.2. Jelin yaşlandırılması.....	27
3.4.3. Jelin atmosferik şartlarda kurutulması	28
3.5. Alümina Esaslı Aerojel Tozunun Karakterizasyonu	29
3.5.1. SEM analizi.....	29
3.5.2. FESEM analizi	30
3.5.3. XRD analizi	31
3.5.4. FTIR analizi	32
3.5.5. BET analizi	33
3.5.6. Termal analiz (DSC- TGA).....	34
3.5.7. Termal iletkenlik analizi	35
3.5.8. Yoğunluk analizi	35
BÖLÜM 4.	
DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME	36
4.1. Giriş.....	36

4.2. Mikroyapı Analizi	38
4.3. Faz Analizi	64
4.4. FTIR Analizi..	69
4.5. BET Analizi	81
4.6. Termal Analiz.....	88
4.7. Termal İletkenlik Analizi	95
4.8. Yoğunluk Analizi	96
BÖLÜM 5.	
GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER	98
5.1. Genel Sonuçlar.....	98
5.2. Öneriler	100
KAYNAKLAR.....	103
ÖZGEÇMİŞ	109

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

AIP	: Alüminyum izopropoksit
ASB	: Alüminyum sek bütoksit
ASTM	: Amerikan test standartları topluluğu
BET	: Bruanuer emmet ve teller analizi
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
DTA	: Diferansiyel termal analiz
EDS	: Enerji dağılımlı x-ışınları analizi
ETAC	: Etil asetoasetat
FESEM	: Alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu
FTIR	: Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
IUPAC	: Uluslararası uygulamalı kimya birliği
P	: Buhar basıncı
P0	: Doygun buhar basıncı
RF	: Resorsinol formaldehit
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
TEM	: Geçirimli elektron mikroskobu
TEOS	: Tetraetoksilan
TG	: Termogravimetri
TMMOS	: Trimetilmetoksisilan
XRD	: X-ışınları dikraktometresi
XRF	: X-ışını floresans analizi

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Aerojel ve aerojel tozu makro görüntüsü.....	4
Şekil 2.2. Aerojellerin a. Stardust uydusunda b. Bina camında kullanımı	10
Şekil 2.3. CO ₂ sıcaklık basınç diyagramı	13
Şekil 3.1. Alümina esaslı aerojel tozu üretimi akış şeması.....	23
Şekil 3.2. İkincil alüminyum cürufunun a.Bazik çözelti ile karıştırma b.Filtre edilmesi c. Sol çözeltisi eldesi işlemleri	27
Şekil 3.3. İkincil alüminyum cürufundan elde edilen jelin a.Yaşlandırma aşaması ve b.Yaşlandırma işlemi sonrası filtre işlemi	28
Şekil 3.4. Alüminyum cürufundan elde edilen a. Yaşlandırma işlemleri sonrası jel hali, b.Atmosferik şartlar altında kurutma işlemi ve c. Elde edilen alümina esaslı aerojel tozları.....	28
Şekil 3.5. SEM çalışma prensibi	29
Şekil 3.6. SEM cihazı.....	30
Şekil 3.7. FESEM cihazı	31
Şekil 3.8. XRD prensibi	31
Şekil 3.9. XRD cihazı.....	32
Şekil 3.10. FTIR çalışma prensibi.....	32
Şekil 3.11. FTIR cihazı	33
Şekil 3.12. BET cihazı	34
Şekil 3.13. a. DTA cihazı ve b. Termal iletkenlik ölçüm cihazı	35
Şekil 4.1. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının makro görüntüleri	38
Şekil 4.2. Alümina aerojel tozu sentezi için kullanılan kaynaklara ait SEM görüntüleri (100X) ve EDS analizleri a.Alümina eloksal atığı b. İkincil Al cürufu c. Şamot tuğla harcı d. Seydişehir alüminası e. Atık pota tozu.....	39

Şekil 4.3. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait 100X ve 1000X büyütmedeki SEM görüntüleri.....	41
Şekil 4.4. Alümina eloksal atığından üretilen S1 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri.....	43
Şekil 4.5. Alümina eloksal atığından üretilen S1 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü ve b. EDS analizi	44
Şekil 4.6. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri.....	45
Şekil 4.7. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b. EDS analizi.....	46
Şekil 4.8. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S3 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri.....	47
Şekil 4.9. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S3 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b. EDS analizi.....	48
Şekil 4.10. Şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri.....	49
Şekil 4.11. Şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b. EDS analizi.....	50
Şekil 4.12. Şamot tuğla harcından üretilen S5 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri.....	51
Şekil 4.13. Şamot tuğla harcından üretilen S5 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b.EDS analizi.....	52
Şekil 4.14. Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri.....	53
Şekil 4.15. Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b. EDS analizi.....	54
Şekil 4.16. Seydişehir alüminasından üretilen S7 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri.....	55
Şekil 4.17. Seydişehir alüminasından üretilen S7 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b.EDS analizi.....	56
Şekil 4.18. Atık pota tozundan üretilen S9 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b.300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri.....	57

Şekil 4.19. Atık pota tozundan üretilen S9 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmadaki FESEM görüntüsü b. EDS Analizi.....	58
Şekil 4.20. Atık pota tozundan üretilen S10 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b.300.000X büyütmadaki FESEM görüntüleri.....	59
Şekil 4.21. Atık pota tozundan üretilen S10 kodlu aerojel tozunun a. 500X büyütmadaki FESEM görüntüsü b. EDS analizi.....	60
Şekil 4.22. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının 100.000X ve 300.000X büyütmeledeki FESEM görüntüleri	61
Şekil 4.23. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait faz analizleri a. S1, b. S2, c. S3, d. S4, e. S5, f. S6, g. S7, h. S9, ı. S10.....	64
Şekil 4.24. İkincil Al cürufundan üretilen S2 ve S3 kodlu numunelere ait XRD paterni.....	66
Şekil 4.25. Şamot tuğla harcından üretilen S4 ve S5 kodlu numunelere ait XRD paterni.....	67
Şekil 4.26. Seydişehir alüminasından üretilen S6 ve S7 kodlu numunelere ait XRD paterni	67
Şekil 4.27. Atık pota tozundan üretilen S9 ve S10 kodlu numunelere ait XRD paterni.....	68
Şekil 4.28. Alüminyum eloksalsal atığından üretilen S1 kodlu alümina aerojel tozunun FTIR analizi	71
Şekil 4.29. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi	72
Şekil 4.30. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S3 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi	72
Şekil 4.31. Şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi	74
Şekil 4.32. Şamot tuğla harcından üretilen S5 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi	74
Şekil 4.33. Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi	75
Şekil 4.34. Seydişehir alüminasından üretilen S7 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi	75

Şekil 4.35. Atık pota tozundan üretilen S9 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi	76
Şekil 4.36. Atık pota tozundan üretilen S10 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi	76
Şekil 4.37. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına yapılan FTIR analizi grafikleri a. S1, b. S2, c. S3, d. S4, e. S5, f. S6, g. S7, h. S9, ı. S10. ...	77
Şekil 4.38. Alümina eloksal atığından üretilen S1 kodlu numuneye ait izoterm eğrileri	84
Şekil 4.39. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu numuneye ait izoterm eğrileri	85
Şekil 4.40. Şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu numuneye ait izoterm eğrileri	85
Şekil 4.41. Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu numuneye ait izoterm eğrileri	86
Şekil 4.42. Alüminyum eloksal atığından elde edilen S1 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri.....	88
Şekil 4.43. İkincil Al cürufundan elde edilen S2 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri.....	89
Şekil 4.44. İkincil Al cürufundan elde edilen S3 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri.....	89
Şekil 4.45. Şamot tuğla harcından elde edilen S4 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri.....	90
Şekil 4.46. Şamot tuğla harcından elde edilen S5 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri.....	90
Şekil 4.47. Seydişehir alüminasından elde edilen S6 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri.....	91
Şekil 4.48. Seydişehir alüminasından elde edilen S7 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri.....	91
Şekil 4.49. Atık Al pota tozundan elde edilen S9 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri	91
Şekil 4.50. Atık Al pota tozundan elde edilen S10 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri	92

Şekil 4.51. Aerojel tozlarına ait DTA grafikleri a. S1, b. S2, c. S3, d. S4, e. S5, f. S6, g. S7, h. S9, ı. S10.	92
Şekil 4.52. Aerojel tozlarına ait TG grafikleri a. S1, b. S2, c. S3, d. S4, e. S5, f. S6, g. S7, h. S9, ı. S10.....	93

TABLULAR LİSTESİ

Tablo 2.1. Bazı yalıtım malzemelerinin ısı iletkenlik katsayıları	3
Tablo 2.2. Aerojellerin özellikleri ve kullanım alanları	10
Tablo 3.1. İkincil alüminyum cürufunun XRF analizi	24
Tablo 3.2. Şamot tuğla harcının XRF analizi	25
Tablo 3.3. Seydişehir alüminasına ait XRF analizi	25
Tablo 3.4. Alüminyum eloksal atığına ait XRF analizi	26
Tablo 4.1. Alümina esaslı arojel tozu üretiminde kullanılan numune kodları ve üretim parametreleri	37
Tablo 4.2. Alümina esaslı arojel tozlarına ait FTIR dalga boyu değerleri	70
Tablo 4.3. Literatür taraması sonucu elde edilen FTIR dalga boyları	81
Tablo 4.4. Alümina esaslı arojel tozlarına ait BET yüzey alanı analizi	82
Tablo 4.5. Alümina esaslı arojel tozlarına ait BET gözenek hacmi analizi	82
Tablo 4.6. Alümina esaslı arojel tozlarına ait BET gözenek boyutu analizi	83
Tablo 4.7. Alümina esaslı arojel tozlarına ait BET analizinin genel sonuçları	83
Tablo 4.8. Üretilen alümina esaslı arojel tozlarının yoğunluk değerleri	96

ÖZET

Anahtar kelimeler: Alümina esaslı aerojel tozu, atmosferik kurutma, sol-jel yöntemi

Mevcut çalışmada, alümina esaslı atık malzemeler (ikincil alüminyum cürufu, alüminyum eloksal atığı, şamot tuğla harcı ve alümina pota) ve doğal alümina esaslı hammadde olan Seydişehir alüminası kullanılarak atmosferik şartlar altında kurutma ile alümina esaslı aerojel tozu üretimi hedeflenmiştir. Alümina esaslı başlangıç malzemelerinin, hazırlanan baz/saf su çözeltilerinde karıştırma ve sıcaklık etkisi ile çözünmeleri sağlanmış ve ardından filtre işlemi yapılarak alüminaca zengin sıvı çözeltiler elde edilmiştir. Çözeltilerin pH'ı asit/saf su çözeltisi kullanılarak nötralize edilmiş ve üzerleri streç film ile kapatılan çözeltiler yaşlandırma işlemi için kapalı ortamda bekletilmiştir. Yaşlandırma işlemine sırasıyla, ağırlıkça %20'lik Saf Su/ Etanol, Etanol ve n-heptan içerisinde bekletilerek devam edilmiştir. Yaşlandırma işlemi ardından süzülen alüminaca zengin çözeltiler, belirlenen sürelerde farklı sıcaklıklarda atmosferik şartlarda kurutma ile kurutularak alümina esaslı aerojel tozları elde edilmiştir. Elde edilen tozlar, SEM, EDS, XRD, FESEM, DTA, BET, FTIR, termal iletkenlik ve yoğunluk analizlerine tabi tutulmuştur. Farklı şartlar altında üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının özellikleri karşılaştırılmıştır.

Yapılan analiz sonuçlarına göre; üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının nano boyutlarda oldukları (10-120 nm) ve gözenekli yapıya sahip oldukları bu sayede düşük yoğunluğa sahip oldukları anlaşılmıştır. Yapılan FTIR analizlerinde görülen O-H pikleri, yapıda fiziksel suyun adsorblandığını, Al-O-H ve Al-O pikleri, sentezlenen aerojel tozlarının kuvvetli Al bağlarını içerdiğini göstermektedir. BET analizi sonuçlarına göre, alümina esaslı aerojel tozlarının yüzey alanları, partikül boyutları, gözenek hacimleri belirlenmiştir. Alümina esaslı aerojel tozlarının sıcaklığa bağlı değişimlerinin gözlendiği termal analiz sonuçlarında görülen endotermik pikler, yapıda mevcut olan nemin varlığını kanıtlamıştır. Oksidasyon ve yeni faz oluşumlarından kaynaklı ekzotermik pikler tozların sıcaklık değişimine olan tepkilerini göstermektedir. Termal iletkenlik testinde alümina esaslı aerojel tozundan beklenen düşük termal iletkenlik katsayısı elde edilmiştir. Hacmi belirli bir kap yardımıyla üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının yoğunluk değerleri ölçülmüş ve oldukça düşük oldukları tespit edilmiştir.

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ALUMINA BASED AEROGEL POWDER USE OF ALUMINA BASED RAW MATERIAL AND WASTES

SUMMARY

Keywords: Alumina based aerogel powder, atmospheric drying, sol-gel method.

In the present study, alumina based powder production was aimed using alumina based waste materials (secondary aluminium slag, aluminium anodic waste, chamotte mortar and alumina pot) and raw material (Seydişehir alumina) under atmospheric conditions. Alumina-based materials were dissolved in the prepared base/pure water solution with effect of mixing and temperature and alumina solutions were obtained by filter process. The pH of the solutions was neutralized by using acid/pure water solution and were kept in for aging process. The aging process was continued in percentage by weight %20 pure water/ethanol, ethanol and n-heptane respectively. After aging, solutions were filtered and alumina-based aerogel powder were obtained by drying under atmospheric pressure determined temperature and time. The produced alumina based aerogel powder were characterized with SEM, EDS, FESEM, XRD, DTA, BET, FTIR, thermal conductivity and density analysis. The properties of alumina based aerogel powder produce under different conditions were compared.

According to the results of the analysis; produced alumina based aerogel powder are nano-sized (10-120 nm) and have a porous structure thus they have low density values. O-H peaks seen in the FTIR analyzes show that physical water is adsorbed in porous structure. Al-O-H and Al-O peaks show that aerogel powder contain strong alumina bonds. Surface area, particle size and pore volume of alumina based aerogel powder were determined by BET analysis. Endothermic peaks that observed in the thermal analysis results of the alumina based aerogel powder have proven the presence of moisture in the structure. Exothermic peaks caused by oxidation and new phase formation show the reaction of the powder to the temperature change. The low thermal conductivity coefficient as expected was obtained in the thermal conductivity analysis. The density values of alumina based aerogel powder were determined use of a certain container and very low density values were obtained.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Aerojel terimi ilk olarak 1932 yılında Kistler tarafından, katı ağı çökelme-sizin sıvının gaz ile yer deęiřtirdiđi jelleri tanımlamak için kullanılmıřtır. Aerojeller bünyesinde %99,8 hava bulundurduđundan dünyanın yoğunluđu en düşük ($0,003 \text{ g/cm}^3$ kadar) katı cismi olmasının yanı sıra geniş yüzey alanı ($1200 \text{ m}^2/\text{g}$ kadar) ve süngerimsi gözeneklerinin (%85-99,8 gözeneklilik) hava dolu olması sayesinde süper yalıtkan özellik taşıır. Aerojeller dondurulmuş duman görünümünde olduklarından saydamdırlar ve saydam yalıtım malzemesi olarak kullanılırlar. Aerojellerin bu eşsiz özellikleri sayesinde aerojellere olan ilgi artmış ve Kistler'den sonra aerojel yapımında farklı kimyasal bileşimde malzemeler kullanılmaya başlanmıştır [1-3].

Aerojellerin başlıca çeşitleri silika aerojel, metal oksit aerojeller (alümina aerojel) ve karbon aerojel iken, artan ilgi sonucunda üretilen aerojeller çeşitlenmiş ve kalkogenit aerojeller, grafen aerojeller, silikon aerojeller, karbon nanotüp aerojeller, gradient aerojeller ve diđer birçok aerojel kompozitleri üretilmeye başlanmıştır. Bu geniş aerojel ailesinden yola çıkılarak neredeyse tüm malzemelerden aerojel üretiminin mümkün olduđu söylenebilir [3].

Alümina aerojeller çevre dostu olmaları, gelişmiş termal ve kimyasal kararlılıkları ve nispeten yüksek mukavemetleri sayesinde yüksek sıcaklıklarda kullanım alanı bulurlar. Termal kararlılıkları, yüksek sıcaklıklarda silis aerojellere göre daha iyi yalıtım sağlamalarını imkan kılar. Yüksek sıcaklık alařımlarını ergitme proseslerinde, yüksek sıcaklıktaki katalizörler ve depolama sistemlerinde kullanılırlar. Ayrıca ilaç taşıyıcı sistemlerinde, nükleer atık depolamada, dedektörlerde, bina inřaatında, otomobil ve uzay araçlarında, güneş panellerinde, hafif optiklerde, ses geçirmez odalarda, enerji absorblayıcılarda, aşırı hızlı parçacık

tuzaklayıcılarda (kurşun geçirmez yelek gibi) uygulama alanı bulan oldukça hafif ve yalıtkan malzemelerdir [4,5].

Alümina arojeller sol-jel yöntemi kullanılarak üç aşamada (jelin hazırlanması, yaşlandırılması ve kurutulması) sentezlenmektedir. İlk olarak alüminaca zengin sol çözeltisi hazırlanmakta ve katalizör eklenerek hazırlanan çözeltinin jelleşmesi sağlanmaktadır. Yaşlandırma aşamasında yapılan işlemler sayesinde bağ mukavemetini arttırarak jelin iskelet yapısının sağlamlaştırılması, kurutma aşamasında ise omurgası güçlenen jelin yığılmaksızın kuruması sağlanmaktadır [4].

Mevcut çalışmada, alümina esaslı arojel tozunu elde etmek amacıyla alümina esaslı atık malzemeler (ikincil alüminyum cürufu, alüminyum eloksal atığı, şamot tuğla harcı ve atık alümina pota tozu) ve doğal alümina esaslı hammadde olan Seydişehir alüminası kullanılmıştır. Sol-jel yöntemi kullanılarak baz katalizörü yardımıyla alümina esaslı başlangıç malzemeleri çözeltiye alınıp alüminaca zengin sol çözeltisi elde edilmiştir ve asit katalizörü kullanılarak jelleşme sağlanmıştır. Elde edilen jel çeşitli kimyasallar ve saf su kullanılarak safsızlıklarından uzaklaştırılmış ve jelin iskelet yapısı güçlendirilmiştir. Ardından atmosferik şartlar altında kurutma yapılarak düşük yoğunluğa sahip alümina esaslı arojel tozları elde edilmiştir. Tozların mikroyapısal, fiziksel ve termal karakteristikleri yapılan analizlerle belirlenmiştir.

BÖLÜM 2. AEROJELLER

2.1. Aerojelin Tanımı ve Tarihçesi

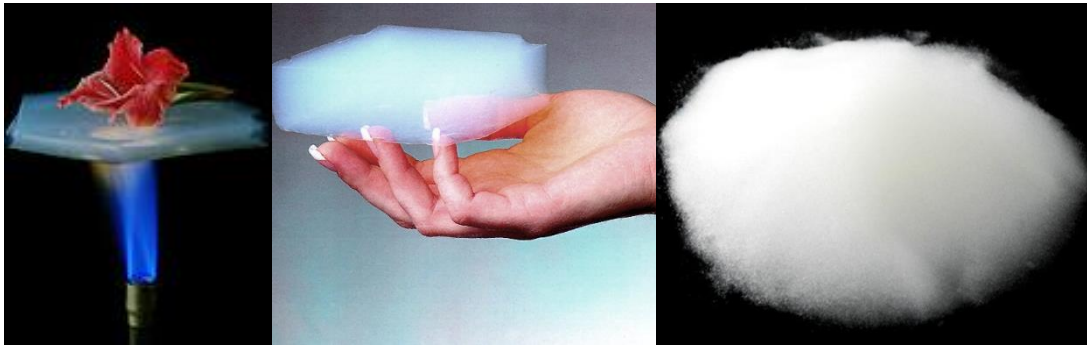
Aerogeller %99 mertebelerinde havadan meydana geldikleri için oldukça hafif ve gözenekli malzemelerdir. Boyutları milimetrenin milyarda biri olan bu gözenekler malzemenin içini bir ağ gibi kuşatır ve onlara düşük ısı iletkenlik katsayısı ve düşük dielektrik sabiti gibi özellikler sağlar. Yüksek yalıtım kabiliyetleri, fiberglas yalıtım malzemelerinden 40 kat daha üstündür ve oldukça dayanımlı malzemelerdir. Şalomadan çıkan ateşi yalıtılabilmekte ve kendisi de yüksek ateşte kararlı kalabilmektedir [2,4,6]. Tablo 2.1.'de bazı yalıtım malzemelerin termal iletkenlik katsayıları verilmiştir. Tablo 2.1.'de görüldüğü üzere aerojelin yalıtım katsayısı, önemli birçok yalıtım malzemesinininkinden daha düşüktür.

Tablo 2.1. Bazı yalıtım malzemelerinin ısı iletkenlik katsayıları [7]

Isı Yalıtım Malzemesi	Isıl İletim Katsayısı (W/mK)
Polietilen	0,040
Cam yünü	0,040
Taş yünü	0,040
Elastomerik Kauçuk Köpük	0,036
Poliüretan	0,035
Aerojel	0,013

Aerojel kavramı ilk olarak 1932 senesinde S. Kistler'in tanımıyla jel içerisindeki sıvının büzülme olmaksızın gaz ile yer değiştirdiği malzemeler olarak ortaya çıkmıştır. Üretilen ilk aerogel silika bazlı iken, aerogeller üzerine artan ilgi sonrasında üretilen aerogeller çeşitlenmiştir. Teichner ve arkadaşları basit ve ikili oksitleri

araştırmışlardır. 1940'dan sonra aerogeller ticari olarak kullanılacak düzeye ulaşmıştır ve 1980 sonrasında üretilip çeşitli alanlarda kullanılmaya başlanmıştır. 1990'lı yılların başlarında karbon aerogeller üretilmeye başlanmıştır. Aerogellerin özelliklerinin daha da iyileştirilmesi için kompozit aerogeller üzerine çalışmalar yapılmıştır. Süregelen çalışmalar sonrasında karbon nanotüp aerogeller, karbit aerogeller, silikon aerogeller ve grafen aerogeller üretilmiştir. Böylelikle neredeyse her malzemeyi kullanarak aerogel üretiminin mümkün olduğu anlaşılmıştır [1,3,6,8]. Şekil 2.1.'de aerogel ve aerogel tozuna ait makro görüntüler sunulmuştur.



Şekil 2.1. Aerogel ve aerogel tozu makro görüntüsü [9,10]

Aerogellerin düşük yoğunlukları, yüksek gözenekli yapıları haricinde geniş yüzey alanına sahip olmaları onların geniş bir yelpazede kullanılmalarına imkan kılmaktadır. Aerogeller kimya, inşaat, elektrik, havacılık ve uzay, biyoloji alanlarında üstün özellikleri sayesinde birçok fayda sağlamaktadırlar. Ancak tüm bu avantajlarına rağmen aerogeller günümüzde yaygın olarak kullanım alanı bulamamışlardır. Bunun sebepleri kırılkan olmaları, sanayi için büyük ölçekte hazırlanmalarının zor olması ve ancak yüksek maliyette üretilebilmeleridir [3,11,12].

2.2. Aerogel Çeşitleri

Aerogel ilk olarak silika esaslı üretilse de, günümüzde aerogel üretimi için kullanılan başlangıç malzemeleri oldukça çeşitlenmiştir. Başlıca aerogel çeşitleri silika aerogeller, metal oksit (alümina) aerogeller ve karbon aerogellerdir. Mevcut çalışmada

alümina aerojel başta olmak üzere, silika ve karbon arojeller tanıtılmış ve bunların yanı sıra diğer aerojel malzemelere de değinilmiştir.

2.2.1. Alümina arojeller

Yüksek yüzey alanına sahip olan alüminalar genellikle Bayer Prosesi ile üretilmektedirler ve üretim esnasında yapıda kalan kalıntılar, alüminanın çeşitli uygulamalarda kullanımını negatif yönde etkilemektedir. Alümina bazlı seramikler yüksek yüzey alanı dışında, yüksek mukavemete ve gelişmiş termal kararlılığa sahiptirler. Alüminanın bu özellikleri kullanılarak düşük yoğunluklu alümina arojeller üretilmiştir. Yüksek gözenek hacmi ve yüzey alanına sahip alümina arojeller için genellikle alüminyum sek bütoksit vb. gibi pahalı alümina kaynakları kullanılmaktadır [5,13]. Alümina aerojel üretimi esnasında hidroliz olayı meydana gelir ve Al-OH yapısının yoğunlaşmasıyla alümina aerojel oluşmaya başlar. Sonrasında Al-O-Al (metal-oksid-metal) köprüsü meydana gelerek alümina aerojel yapısını oluşturur. Yani alümina arojeller alüminyum alkoksitlerin hidrolizi ile üretilen ıslak jellerin kurutulmasıyla elde edilirler. Alümina aerojel üretiminde değişken şartların yanı sıra, 7,5 saat gibi kısa bir sürede alümina aerojel üretmenin mümkün olduğu görülmüştür [14-16]. Alümina arojellerin özelliklerini üretim esnasında başka özel malzemeler ekleyerek geliştirmek mümkündür. Örneğin alümina arojellerin hidrofobik özellikleri üretim sırasında TMMOS ile modifiye edilmeleri sonucunda kazandırılabilir. Alümina arojelin üretilmesi kuruma sırasındaki çatlamaya yatkınlığından ve karmaşık reaksiyonlardan dolayı oldukça zordur. Çeşitli değişkenler jelin yapısını önemli ölçüde etkiler [4,11,15].

Elde edilen alümina arojeller ortalama olarak 800°C'de 98 mW/mK kadar düşük bir ısıl iletkenlik katsayısına sahiptir. Alümina arojellerin yüzey alanı 460 ile 840 m²/g aralığında, yoğunlukları ise 0,025 ile 0,079 g/cm³ aralığında değişmektedir. Açık hücreli gözenek yapısına sahip alümina arojeller oldukça düşük yoğunluğa sahiptir. Literatürde silika arojellere göre daha az çalışma yapıldığı görülen alümina arojellere ait en yüksek gözenekliliğin %95 dolaylarında olduğu görülmüştür.

Mevcut prosedürler ile üretilmesi daha zor olan alümina aerogeller, silika aerogellere göre daha yüksek sıcaklıklarda termal yalıtım sağlayabilmektedir [5,15,16].

Alümina aerogeller yüksek mukavemetleri ve yüksek sıcaklıklardaki termal kararlılıkları sayesinde, özellikle aşındırıcı ortamlardaki uygulamalarda kullanım alanı bulmuşlardır. İçleri gözeneklerle bir ağ gibi sarılı olan alümina aerogeller, yüksek sıcaklıktaki ısı izolasyonlarda, ısı depolama sistemlerinde, güneş sistemlerinde, gaz filtrelerinde ve katalizörlerde kullanılırlar. Yüksek yüzey alanları reaksiyona maruz kalan bölgenin artmasını sağlar ve verimi artırır. Alümina aerogeller alkol dehidrasyonlarında ve çeşitli azaltma katalizörleri olarak da kullanılırlar. Geniş sıcaklık aralığında kullanım alanı bulan alümina aerogeller otomotiv katalitik konvertörlerinde platin veya paladyum destekli alümina, katalizör olarak kullanılırlar. Özellikle $Fe_2O_3-Al_2O_3$ kompozit aerogeli emici veya manyetik taşıyıcı olarak kullanılabilir [11,15,16,17].

Alümina aerogellerin geniş ölçekli kullanımları yüksek maliyetleri ve hidrofilik yüzeyleri nedeniyle sınırlı kalmıştır. Yüksek maliyette üretilmesi süper kritik şartlar altında kurutma yöntemi kullanılmasından ve pahalı hammaddelerin tercih edilmesinden kaynaklanmaktadır. Alümina aerogellere daha geniş kullanım alanının sağlanması özelliklerinin geliştirilmesiyle ve atmosferik şartlar altında kurutma yönteminin kullanılmasıyla mümkün kılınabilir [15].

2.2.2. Silika aerogeller

Silika aerogeller, silika esaslı hammaddeler kullanılarak üretilmiş, yüksek yalıtım kabiliyetine, düşük kırılma indisine, gözenekli yapıya ve düşük yoğunluğa sahip nano yapı malzemelerdir. Oldukça hafif olan silika aerogellerin yoğunlukları, 0,03 ile 0,35 g/cm³ aralığındadır. Gözenekli yapıya sahip olmaları onlara bir gramda 500-1500 m² kadar geniş bir yüzey alanı sağlar. Ortalama gözenek çapları 20 nm iken, partiküllerinin ortalama boyutu 2 ile 10 nm aralığındadır. IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry)'ın gözenekli malzemeleri sınıflandırmasına göre; malzemelerin ortalama gözenek çapı >50 nm ise makro, 2-50 nm aralığında ise

mezo, <2 nm ise mikro gözenekli olarak isimlendirilir. Silika arojellerde geniş gözenek boyut aralığı görülebilmekteyken, genellikle mezo gözenekli yapıda oldukları bilinmektedir. Silika arojellerin sahip oldukları gözenekli yapı, onların daha az termal iletim yapmalarına neden olur. Kistler'in yaptığı çalışmada, çevre basıncında silika arojelin termal iletkenliğini $0,02$ W/mK olarak bulduğu bilinmektedir [18,19].

Düşük yoğunlukları ve geniş yüzey alanları onlara birçok alanda kullanılmak için olanak sağlar. Entegre devrelerde düşük elektrik iletkenlikleri sayesinde kullanılırlarken, birçok metal-oksit bazlı cihazların performansını geliştirmede fayda sağlarlar. Silika arojellerin şeffaf yapıda olmaları, Cherenkov dedektörlerinde kullanım alanı bulmalarına ve ayrıca çift katmanlı cam yapımında ara katman olarak tercih edilmelerine imkan sağlamıştır. Silika arojeller havacılık ve askeri alanlarda kullanımlarının dışında, ısı yalıtım malzemesi olarak birçok sosyal alanda kullanım alanı bulmuştur. Silika arojellerin adsorpsiyon kapasiteleri aktif karbonlara göre 10 kat daha yüksektir. Güneş enerji sistemlerinde, buzdolaplarında, termal şişelerde ve termonükleer füzyon reaksiyonlarında süper yalıtkan olarak kullanılırlar. Yapılan çalışmalarda çimento karışımının kütlece %2'sine silika arojel eklendiğinde termal yalıtımın %75 oranında arttığı görülmüştür [12,19,20].

En iyi özellik sergileyen yalıtım malzemelerine göre daha iyi yalıtım sağlayan silika arojellerin kullanımı yüksek maliyetleri sebebiyle sınırlı kalmıştır. Örneğin inşaat sektöründe yalıtım ürünü olarak beton ve harç içerisinde kullanılabilecekken, yüksek maliyeti sebebiyle kullanılamamıştır [20].

Silika arojeller alümina arojellerde olduğu gibi sentez koşullarına bağlı olarak hidrofobik ya da hidrofilik özellik göstermektedir. Arojelin yapısındaki Si-OH polar grubu suyu adsorblama özelliği gösterdiğinden hidrofilik yapı sunar. Yüksek sıcaklıklarda yapılan süper kritik kurutma sonrasında hidrofobik özellik kazandırılır. Bu özellik değişiminin kökeninde kurutma esnasında farklı yüzey gruplarının meydana gelmesidir [19].

2.2.3. Karbon aerojeller

Karbon aerojeller, düşük yoğunluğa ve gözenekli yapıya sahip malzemelerdir. Gözenekleri kontrol edilebilir olan karbon aerojeller yaprak ve toz formlarında üretilebilirler. Organik aerojellerin pirolizi yöntemi ile elde edilirler. Resorsinol-formaldehit (RF) aerojeller genellikle karbon aerjel üretiminde ön ürün olarak kullanılırlar. Karbon aerojeller $0,1 \text{ g/cm}^3$ mertebelerinde düşük yoğunluğa ve 300-3000 m^2/g aralığında yüzey alanına sahiptirler. Üretimine göre fiziksel özellikleri değişen karbon aerojeller yüksek elektrik iletkenliği de gösterebilmektedirler. Monolitik karbon aerojeller yüksek elektrik iletkenliğine sahiptirler. Karbon aerojeller farklı fiziksel özelliklerde üretilebileceği gibi, farklı fiziksel formlarda da üretilebilirler. Buna örnek olarak karbon kağıtların karbon aerojellere emdirilmesiyle oluşan karbon aerjel kompozit kağıtları verilebilir [2,21].

Oldukça mukavemetli olan karbon aerojeller kızılötesi spektrumda siyah olmaları nedeniyle solar enerji depolayıcı olarak kullanılırlar. Enerji absorblayabilme yetkinlikleri sayesinde güvenlik alanında önemli bir yer tutacaktır. Ses yalıtımında ve cam malzemelerle birlikte kullanımı mümkündür. Yüksek absorblama yetenekleri karbon aerojellere reaktif boya atık işleme uygulamalarında da kullanım sağlamıştır [2,14].

Çevre dostu olmaları karbon aerojellerin tercih edilmesinde önemli bir etkidir. Atık suların arındırılmasında mükemmel verimlilik sağlamaktadır. Yine bazı organik kirleticilerin uzaklaştırılmasında, iyon giderme teknolojisinde ve çeşitli yalıtım alanlarında kullanılabilirler [6].

2.2.4. Diğer aerojeller

Aerjojeller kullanılan başlangıç malzemesine bağlı olarak özellik gösterdiklerinden farklı maddelerden elde edilebilirler. Üretilen aerjel çeşitlerinden başlıcaları silika aerjel, metal oksit aerjojeller (Fe_2O_3 , Al_2O_3 vb.) ve karbon esaslı aerjojellerdir. Kistler selüloz, jelatin, tungstik gibi birçok maddeden aerjel sentezleyebilmiştir.

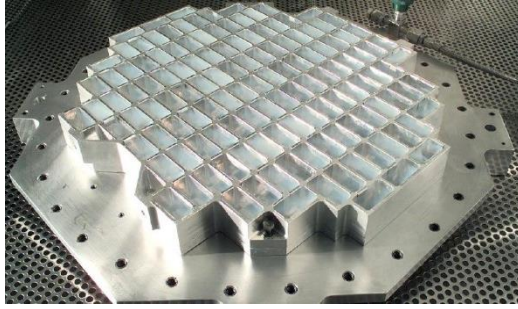
Bunların yanı sıra organik ve biyolojik polimerlerden, metallere, aktinit ve lantinit metal oksitlerden arojel üretmek mümkündür. Aerojellerin eşsiz özelliklerini arttırmak adına kompozit arojel üretimleri denenmiş ve başarılı olunmuştur. Kalkojenit arojeller, gradient arojeller, karbon nanotüp arojeller, grafen arojeller, karbit arojeller ve silikon arojeller de üretilerek arojel çalışmaları geniş bir alana yayılmıştır [3,19].

Arojeller üretildikleri madde ve üretim şartlarına bağlı olarak çeşitli üstün özellikler sunmaktadırlar. Diğer arojel örneklerinden biri olan bakır esaslı metal arojeller optik saydamlık ve ışık geçirgenliği açısından benzersiz bir yapıdadır. Yapılan çalışmalar neticesinde elde edilen 0,16 mg/cm³ yoğunluğu sahip grafen arojel en hafif katı olmasının yanı sıra oldukça önemli bir absorbanttır. 1 gram grafen arojelin saniyede 68,8 gram petrolü emebileceği ve bu sayede deniz kirliliklerini önlemede önemli rol oynayabileceği farkedilmiştir [14,22].

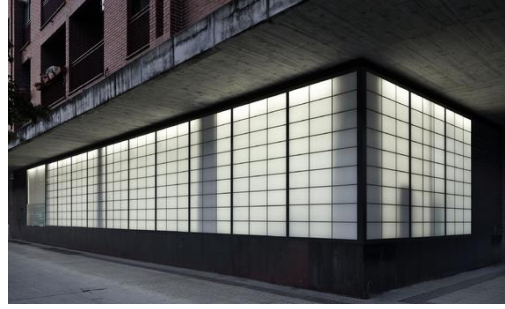
2.3. Aerojellerin Kullanım Alanları

Arojeller sahip oldukları eşsiz özellikler sayesinde, birçok alanda kullanılarak fayda sağlayan malzemelerdir. Sahip oldukları düşük yoğunluk ve yüksek yalıtım özellikleri sayesinde uzay ve havacılık, inşaat, elektrik, elektronik, tekstil, kimya ve biyoloji gibi pek çok alanda uygulama alanı bulurlar. Gözenekli yapıları sayesinde sulardaki atıkların uzaklaştırılmasında ve denize yayılan petrolün emdirilmesinde kullanılırlar [2]. Bunların yanı sıra henüz akla gelmeyen farklı alanlarda da arojel kullanımı yıldan yıla artış gösterecektir. Aerojellerin en önemli özellikleri ve günümüzdeki kullanım alanları Tablo 2.2.'de verilmiştir.

Arojeller pek çok alanda verimi artırıp fayda sağlamalarına rağmen yüksek maliyetleri sebebiyle geniş kullanım alanı bulamamışlardır. Maliyetlerinin düşürülmesi ile çeşitli alanlarda kullanılacaklardır. Şekil 2.2.'de arojellerin Stardust uydusunda ve bina camında kullanımı gösterilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 2.2. Aerojellerin a. Stardust uydusunda b. Bina camında kullanımı [23,24]

Tablo 2.2. Aerojellerin özellikleri ve kullanım alanları [3,18]

ANA ÖZELLİK	AEROJEL ÖZELLİĞİ	UYGULAMA ALANI
Yoğunluk/Gözeneklilik	-Düşük yoğunluk -Geniş yüzey alanı	-Sensör -İyon değıştirci -Katalizör -Adsorbant madde
Termal İletkenlik	-Düşük yalıtım katsayısı -Yüksek sıcaklık dayanımı	-Depolama ortamı -İnşaat sektöründe termal yalıtım -Uzay ve hava araçları -İlaç taşıyıcı sistemler -Tekstil ürünleri
Optik	-Şeffaflık -Düşük kırılma indisi	-Cherenkov dedektörleri -Çift cam vb. yapılar
Elektrik	-Düşük dielektrik sabiti -Geniş yüzey alanı	-Kapasitörler -Entegre devreler -Yüksek voltaj izolasyonu
Akustik	-Düşük ses geçirgenliği	-Ses geçirmez odalar -Akustik empedans eşleştirci
Mekanik	-Elastiklik	-Enerji absorblayıcı -Aşırı hızlı parçacık tuzaklayıcı

2.4. Aerojel Sentezi ve Sol-Jel Prosesi

Aerojeller, metal alkoksitlerin veya inorganik tuzların hidrolizi ve kondenzasyonu olarak tanımlanabilen sol-jel yöntemi ile sentezlenirler. Sol-jel prosesi bir sol çözeltisinin oluşturulup, daha sonra jelleştirilmesi ve ardından jelin kurutulması ile gerçekleşir. Sol çözeltisi boyutları 1nm ile 1 μ aralığında değişen katı partiküllerin sıvı süspansiyonu şeklinde tanımlanabilir. Sol partiküllerinin ağ yapısına daha çok kondenzasyonu sayesinde iki fazlı malzeme olan jel meydana gelir. Oluşan jeller, kullanılan çözücüye göre isimlendirilirler. Su çözücü olarak kullanıldığında oluşan jel akuajel olarak adlandırılırken, alkol çözücü olarak kullanıldığında alkojel olarak adlandırılır. Jeller yaşlandırma işlemine tabi tutulduktan sonra, yapıdaki çözücünün uzaklaştırılması için kurutulurlar. Kurutma işlemine tabi tutulan akuajeller kserojel, alkojeller arojel adını alırlar [2,4].

Sol-jel prosesi, malzemenin yoğunluk, sertlik, esneklik, kırılma indisi ve aşınma karşıtı direnç gibi fiziksel özelliklerinin istenen şekilde değiştirilebilmesine imkan tanır. Aynı zamanda kullanılan organik moleküller sayesinde malzemenin gözenekliliği kontrol edilebilir. Sol-jel prosesi ile üretilebilen kompozit malzemeler, üstün özelliklere sahiptir ve birçok alanda kullanılırlar. Sol-jel prosesi kaplama alanında da aktif olarak kullanılır. Düşük sıcaklıklardaki cam-seramik üretimleri için de tercih edilmesi kaçınılmaz bir yöntemdir [2].

2.4.1. Jelin hazırlanması

Jelin hazırlanması aşaması, katı partiküllerin sıvı içerisinde dağıldığı sol çözeltisinin eldesi ve partiküllerin çöktürülmesiyle elde edilen gözenekli jelin oluşturulmasını kapsar. Açıklamak gerekirse; arojel üretimi için kullanılan kaynak malzeme katalizör ile belirli sıcaklıkta karıştırma yardımıyla çözeltiye alınır. Elde edilen zengin sol çözeltisi yine bir katalizör yardımı ile ya da bekletilerek jelleşme meydana getirilir. Yani jelasyon çözeltisinin akışkanlığını kaybedip, elastik katı olarak tanımlanabilen bir şekil almasıdır. Oluşan jel, reaksiyona girmeyen alkoksit

gruplarını ihtiva eder. Bu nedenle yaşlandırmaya tabi tutularak safsızlıklarından arındırılması ve omurga yapısının güçlendirilmesi gerekir [4,18].

2.4.2. Jelin yaşlandırılması

Yaşlandırma işlemi alkol/su karışımının jele emdirilmesiyle, bileşimde meydana gelen değişiklikleri kapsar. Jelin hazırlanması aşamasında yapıda kalan kalıntıların ve reaksiyona girmemiş grupların bu aşamada giderilmeleri amaçlanır. Bu amaçla hazırlanan jel çözeltisi belirli sürelerde alkol/su veya saf alkol karışımlarında bekletilir. Meydana gelen kimyasal reaksiyonlar sonrasında yapıdaki çapraz bağlar artar ve böylelikle jelin viskozitesi artar. Yaşlandırma sayesinde omurgası güçlenen jel, kurutma adımı esnasında minimum büzüşme sağlayarak yüzey alanını korur [4,18].

2.4.3. Jelin kurutulması

Aerojel üretiminde jelin kurutulması aşaması oldukça önemlidir. Yaşlandırma aşaması sonrasında iskelet yapısı güçlenen jelin, bu aşamada yığılma olmaksızın aerojel formunu kazanması beklenir. Çözücünün jelden uzaklaştırılması için yapılan kurutma işlemi, atmosferik şartlarda kurutma, süper kritik kurutma ve dondurarak kurutma olmak üzere üç farklı yolla yapılabilir [4].

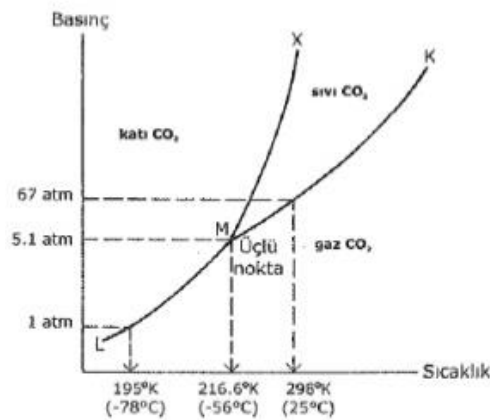
2.4.3.1. Atmosferik şartlarda kurutma

Atmosferik şartlar altında kurutma yöntemi, ıslak jelin etüvde ortam basıncında kurutulmasıdır. Yüksek basınç şartları gerektirmediğinden yöntem oldukça ekonomik ve tehlikesizdir. Tüm kurutma yöntemlerinde olduğu gibi atmosferik şartlar altında kurutmada da jelin yapısındaki çözücünün, büzülme olmaksızın yapıdan uzaklaşması istenir. Atmosferik şartlar altında kurutma tekniği ile yüzey modifikasyonu yapılmış hidrofobik arojeller üretmek mümkündür [18].

2.4.3.2. Süper kritik şartlarda kurutma

Önceleri atmosferik şartlarda kurutularak elde edilen aerojellerin, daha az büzülme meydana gelerek kuruması için Kistler 1930'lu yıllarda süper kritik şartlar altında kurutma yöntemini geliştirmiştir. Bu yöntem ile elde edilen aerojeller çok gözenekli bir yapıya sahiptir [1].

Süper kritik şartlarda kurutma, karbondioksit, etanol ve metanol gibi bir madde ile çözücünün yer değiştirmesi olarak tanımlanabilir. Karbondioksit, süper kritik şartlara ($T_c=304K$, $P_c=7,38$ MPa) kolay erişebilirliği ve sistemden rahatça uzaklaştırılabilmesi sayesinde çokça tercih edilmektedir. İnert ve ucuz olmasının yanı sıra yanıcı olmaması en önemli avantajlarından. CO_2 'ye ait sıcaklık-basınç faz diyagramı Şekil 2.3.'te görülmektedir. Kritik sıcaklık ve basınç üzerine çıkan maddeler kritik sıvı olarak adlandırılırlar. Süper kritik şartlara çıkan sıvı molekülleri serbest bir şekilde gezebilecek enerjiye sahiptir ve bu şekilde ıslak jel içerisinden rahatça boşaltılabilir. Bu sayede oldukça gözenekli yapıda "kuru katı iskelet" elde edilmiş olur. Başka bir tanımla, süper kritik şartlar altında kurutma tekniği jeldeki gözeneklerde sıvı-buhar ara yüzünün meydana gelmesini engeller. Gözenekleri dolduran sıvı, süper kritik şartlar altındaki CO_2 ile giderilir. Ortam şartlarına geldiğinde CO_2 gaz halini alacağından aerojelin iskelet yapısı korunmaya devam eder. Böylece gözenek hacmi yüksek, partikül boyutu düşük aerojeller elde edilir [4].



Şekil 2.3. CO_2 sıcaklık basınç diyagramı [25]

Süper kritik şartlarda kurutmanın iki farklı şekli vardır. Bunlar düşük ve yüksek sıcaklıklarda süper kritik kurutma yöntemleridir. Yüksek sıcaklıklarda süper kritik kurutma 1930'lu yıllarda geliştirilirken, düşük sıcaklıklarda süper kritik kurutma ilk olarak 1985 yılında denenmiştir. Bunların yanı sıra hızlı süper kritik kurutma tekniği de geliştirilmiştir [18].

2.4.3.3. Dondurarak kurutma

Aerojel sentezinde kullanılan bir diğer kurutma yöntemi olan dondurarak kurutma yönteminde, sıvı-gaz arasındaki faz sınırı bulunmamaktadır ve böylece kapiler basıncın önemli bir rolü kalmamaktadır. Yapıdan uzaklaştırılmak istenen çözücü, yüksek süblimleşme basıncı ve düşük genleşme katsayısında uzaklaştırılır. Gözenekler dondurularak kriyojel adı verilen malzeme elde edilir. Genellikle -50 ile -85 °C aralığında bir donma sıcaklığı tercih edilir. Bu yöntemde, süper kritik şartlarda kurutma yönteminin beraberinde gelen tehlike yoktur. Daha ucuz olan dondurarak kurutma yönteminin bir diğer avantajı da kısa sürede sonuç alınmasıdır [16,18].

2.4.4. Sol-jel prosesinin avantajları

Üretim yöntemi olarak sol-jel prosesini tercih etmenin avantajları şu şekilde sıralanabilir;

- Düşük sıcaklıklarda uygulanabilirliği,
- Düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi sayesinde, yüksek sıcaklıklardaki faz dönüşümlerinin ve buharlaşma kaynaklı kayıpların olmaması,
- Yüksek saflıkta ürün elde edilmesi,
- Çalışma şartlarının kolaylığı (özellikle atmosferik şartlar altında kurutma tercih edilirse),
- Sol çözeltilerinin akışkanlıklarının yüksek olması sayesinde ince kaplama film tabakalarının kolay hazırlanması,
- Yüksek sıcaklıklarda malzemelerin hazırlanmaları esnasında fiziksel ve kimyasal değişikliklerin meydana gelme riskinin olmaması.

2.4.5. Sol-jel prosesinin dezavantajları

Sol-jel prosesinin avantajlarının yanı sıra dezavantajları da vardır. Fakat dezavantajların büyük kısmı bertaraf edilebilmektedir. Sol-jel prosesinin dezavantajları şöyle özetlenebilir;

- Başlangıç hammaddelerin ve üretim esnasında kullanılan sarf malzemelerin pahalılığı,
- Jelleşmenin veya jellerin kurutulması esnasında azımsanmayacak bir büzülmenin meydana gelmesi,
- Proses esnasında oluşmuş hidroksil veya organik kalıntılar ve bunların ortamdaki uzaklaştırılmaması,
- Oksit ağındaki kontrol edilemeyecek kadar fazla gözenekli yapı oluşması [6].

2.5. Alümina Aerojeller Hakkında Literatür Taraması

Literatür araştırmalarında, alümina aerojel üretimi ve özelliklerinin geliştirilmesi için farklı başlangıç ve sarf malzemelerin, çeşitli kurutma yöntemlerinin ve yüzey modifikasyonlarının denendiği görülmüştür. Yapılan çalışmalarda uygulanan her bir faktör sonucunda aerojel yapısında farklılıklar meydana geldiği gözlenmiştir. Tez çalışmasının bu bölümünde literatür verileri derlenmiş, çeşitli alümina aerojel üretim çalışmaları ve analiz sonuçları sıralanmıştır.

Öz ve arkadaşları hammadde olarak seçtikleri alüminyum tri-*sek*-bütoksit uygulamaları işlemler sonucu süper kritik şartlarda kurutma yöntemi ile kurutmuş ve farklı özellikte arojeller elde etmişlerdir. Kurutma ve yaşlandırma süresinin, arojelin fiziksel özelliklerine etkileri araştırılan bu çalışmada, alüminyum tri-*sek*-bütoksit, etanol ve saf su belirli molar oranlarda 60°C’de 45 dk kadar karıştırılmıştır. Karışım öncesi bulanık renkte olan çözeltinin, karıştırma sonrası berraklaştığı yani hidroliz işlemi tamamlanıp sol çözeltisinin oluştuğu gözlenmiştir. Sol çözeltisinin eldesinin ardından, jelleşmenin sağlanması için asetik asit, metanol ve sudan oluşan karışım çözeltiye dökülüp 30 dk karıştırılmıştır. 2 saat sonunda elde edilen jelin şeffaf ve kırılmalı yapıda olduğu gözlenmiştir. İskelet yapısının güçlenmesi adına

jeller, 24 saat metanol banyosunda, sonrasında ise 7 ve 30 gün olmak üzere aseton banyosunda yaşlandırmaya tabii tutulmuştur. Yaşlandırma işlemi ardından jeller süperkritik şartlar altında 45°C'de, CO₂ ortamında, 100 bar basınçta 2 ve 4 saat olmak üzere farklı süre zarflarında kurutulmuştur. Farklı yaşlandırma ve kurutma süreleri sonucu elde edilen aerogeller yoğunluk, BET, FTIR ve SEM analizlerine tabii tutulmuştur. Yoğunluk tayini sonucunda, aerogellere uygulanan yaşlandırma ve kurutma sürelerinin artmasıyla yoğunluğun azaldığı görülmüştür. Yüzey alanı analizlerinde saptanan sonuç, yaşlandırma ve kurutma süresinin yüzey alanını arttırdığı yönündedir. Yaşlandırma süresinin, kurutma süresine göre yüzey alanının artmasında daha çok etkili olduğu görülmüştür. Bunun nedeni, yaşlandırma süresinin artmasıyla iskelet yapısının daha da güçlenmesi, daha fazla çapraz bağ oluşması ve bunun sonucunda kurutma esnasında büzülmelerin daha az olmasıdır. FTIR analizi sonuçları incelendiğinde, değişkenler sonucu numunelerin kimyasal yapılarında önemli bir değişikliğin olmadığı, yani moleküllerin iskelet yapılarının aynı oldukları görülmektedir. Kurutma süresinin artmasıyla yüzey alanının artması sonucu, gözenek boyut ve dağılımlarında iyileşmeler olması elde edilen bir başka neticedir [4].

Grımbot ve arkadaşlarının alüminyum kaynağı olarak alüminyum tri-sek-bütoksit (ASB) kullandıkları bir çalışmada, alümina aerogel üretiminde kullanılan kompleks malzemelerin ASB'ye oranı araştırılmıştır. Çözücü olarak kullanılan 100 ml bütan-2-ol Al kaynağı olan 50 ml ASB ile 85°C'de karıştırılmıştır. Sonrasında farklı oranlarda bütan 1-3-diol eklenmiş ve çözeltinin reaksiyona girmesi sonucu yarı saydam jelimsi yapı meydana gelmiştir. Kompleks molekülün (bütan 1-3-diol) farklı oranlarda eklendiği tüm çözeltilerde jelleşmenin meydana geldiği, kompleks molekül oranının artmasıyla yapıda beyaz partiküllerin oluştuğu gözlenmiştir. 82°C'de 1 saat karıştırılan çözeltiler 1 saat oda sıcaklığında bekletilmiş ve ardından 40°C'de vakuma tabii tutulmuştur. Elde edilen tozlar 12 saat boyunca 100°C'de kurutulmuş ve 500°C'de kalsine edilmiştir. FTIR, XRD ve yüzey alanı analizleri uygulanarak oluşan farklılıklar saptanmıştır. Kompleks molekül ilavesinin artmasıyla yapıdaki Al oranı azalmış ve C oranı artmıştır. Kompleks molekül olmadan üretilen numunelerin O/Al stokiyometrisinin böhmite ile yakın olduğu görülmüştür. Küçük kompozisyon çeşitliliklerinin jelin yapısındaki organik kalıntılar ve su moleküllerinden

kaynaklandığı düşünölmektedir. Tüm numunelerin XRD paternleri az çok kristalleşmiş böhmit karakteristiğindedir. Kompleks molekül kullanılan numunelerin FTIR analizlerinde 1070 cm^{-1} 'de görölen pik böhmit kristaliyle ilişkilendirilebilen Al-OH pikidir. 500°C 'de kalsine işlemleri sonrasında yüzey analizi sonuçlarına bakıldığında, eklenen kompleks molekül oranının artıkça yüzey alanının arttığı görölmektedir. En yüksek gözenek hacmine sahip numune sadece ASB ile üretilen numune iken, ortalama gözenek boyutu kompleks malzeme eklenmesiyle azalmıştır [13].

Carroll ve arkadaşlarının Al kaynağı olarak $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kullandıkları bir çalışmada, metanol, etanol ve 2-propanol çözücü madde olarak kullanılmıştır. 2,96 gr $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 20 ml çözücü içerisinde çözdürölmüştür. Ardından 9,48 ml propilen oksit çözeltiliye eklenmiş ve jel formuna gelene dek karıştırılmıştır. 24 saat bekletilen jel birkaç parçaya ayrılmıştır. Yapılan çözücü değışikliklerinden sonra jel süper kritik şartlar altında kurutulmuştur. Süper kritik kurutma $2,2^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ hızla 250°C 'ye kadar çıkılarak ve 250 kN basınç altında uygulanmıştır. Alümina arojel aynı hızla soğutularak 5 saat sonunda kurutma sağlanmışır. Elde edilen alümina arojel FTIR, BET ve SEM analizlerine tabii tutulmuştur. Bir kez çözücüsü değıştirilen ve çözücü olarak metanol kullanılan numune $790\text{ m}^2/\text{g}$ ile en yüksek yüzey alanına sahiptir. Yine en düşük yoğunluğa sahip numune de bir kez çözücü değışikliğı yapılmış metanol kullanılan numunedir. Birden fazla çözücü değışirme işleminin yoğunluk ve yüzey alanına önemli bir etkisi görölmemiştir. Üretilen alümina arojellerin gözenek boyutlarının 10 ile 150 nm arasında olduğı saptanmıştır. FTIR analizleri sonucu elde edilen piklerden, hidroksil gruplarının varlığı Al-O, Al-O-H bağlarının oluştuğı saptanmıştır. XRD analizlerinde, içerdığı su nedeniyle böhmitin zayıf kristalize hali olan sözde böhmit gözlenmektedir [17].

Huang ve arkadaşları atmosferik şartlar altında kurutma yöntemi ile hidrofobik alümina arojel üretimi için Al kaynağı olarak alüminyum sek-bütoksit (ASB) kullanmışlardır. ASB etanol ve saf su içerisinde 60°C 'de 45 dk boyunca karıştırılarak sol çözeltisi hazırlanmış ve hidrolizin tamamlanması için metanol, su, asetik asit ve dimetilformamid çözeltiliye eklenmiştir. Oda sıcaklığında 30 dk karıştırılan çözelti

jelleşmenin oluşması için kapalı kutulara konularak 24 saat bekletilmiştir. TMMOS(Trimetilmetoksisilan) içeren hekzan çözeltisinde 48 saat boyunca 50°C'de bekletilen çözeltilerin kimyasal modifikasyonları gerçekleştirilmiştir. Yüzey modifikasyonu yapılmış jeller 30°C'de 72 saat ve 100°C'de 2 saat bekletilerek atmosfer basıncında kurutulmuştur. Elde edilen yüzey modifikasyonlu alümina aerojeller SEM, BET, FTIR ve DTA analizlerine tabi tutulmuştur. TMMOS/ASB oranının artmasıyla temas açısının artmış olması, hidrofobiklik özelliğinin geliştiğini göstermiştir. FTIR analizleri sonuçlarında parmak izi bölgesinde Al-O ve Al-O-Al bağlarına ait titreşim pikleri görülmektedir. TMMOS/ASB oranının artmasıyla gelişen hidrofobik özellik sayesinde O-H gruplarının ortadan kalktığı görülmektedir. Üretilen aerojellerin termal analizleri incelendiğinde, yüzey modifikasyonu yapılmamış aerojelin 50 ile 150°C aralığında suyun yoğuşması sebebiyle ağırlık kaybı yaşadığı görülmektedir. Hidrofobik aerojelin ise 260°C'ye kadar önemli bir ağırlık kaybı yaşamadığı anlaşılmaktadır. Bu fark, hidrofobik alümina aerojelin yüzeyindeki Si(CH₃)₃ gruplarının bağlanmasından ve bu bağlanmanın nem adsorpsiyonunu engellemesinden kaynaklanmaktadır. Yani yüzey modifikasyonu sonrasında aerojeller 260°C'ye kadar termal olarak kararlı yapıdadır. Yüzey alanı ve gözenek boyutu analizleri sonucunda hidrofobik alümina aerojelin gözenek boyutunun 2,15 nm, yüzey alanının ise 428 m²/g olduğu tespit edilmiştir. Yoğunluğu 0,17 g/cm³ olan aerojellerin yüzeylerindeki çatlaklar kurutma esnasında meydana gelmiştir [15].

Hrubesh ve arkadaşları yüksek poroziteli monolitik alümina aerojel sentezlemeyi amaçlamışlardır. Bunun için alüminyum sek-bütoksiti (ASB), belirli oranlarda saf su ve etanol ile 60°C'de 45 dk boyunca karıştırarak çözeltilmeye almışlardır. Karıştırılan çözeltinin ilk önce bulanık olduğu, daha sonra hidrolizin tamamlanmasıyla berraklaştığı gözlenmiştir. Berraklaşan çözeltiliye metanol, su ve asetik asit eklenerek 30 dk boyunca karıştırılmıştır. 120 dk bekletilen jel, hızlı süper kritik kurutma yöntemi ile aerojel formu kazanmıştır. Süper kritik kurutma, otoklav 8°C/dk ısıtma hızında 300°C'ye kadar ısıtılarak kontrollü basınçta yapılmıştır. Üretilen alümina aerojel mikroyapı, termal iletkenlik ve yüzey alanı analizine tabi tutulmuştur. Termal iletkenlik analizi sonucunda alümina aerojelden elde edilen değerler; 30°C'de 0,029

W/mK, 400°C'de 0,058 W/mK ve 800°C'de 0,098 W/mK'dir. Alümina aerojele yapılan BET analizi sonucunda, yüzey alanının 376 m²/g olduğu görülmüştür. Alümina aerogelin yoğunluğu 37 kg/m³ olarak ölçülürken elastik modülünün 550 kPa olduğu tespit edilmiştir [5].

Bono ve arkadaşlarının hızlı süper kritik kurutma yöntemi ile alümina aerogel ürettikleri bir çalışmada, Al kaynağı olarak kullanılan alüminyum isopropoksit (AIP), metanol ve saf su ile 1200 rpm hızla karıştırılmıştır. Buharlaştırmanın önlenmesi için ağzı kapatılan beher içerisindeki çözeltiyi karıştırma işlemi, 60°C'de 1200 rpm hızla 2 saat boyunca devam etmiştir. AIP'nin hidrolizi için HNO₃ eklenmiş ve sıcaklığı artırılarak 120 dk karıştırılmıştır. Banyo sıcaklığı 45°C'ye düşürülerek 90 dk daha manyetik karıştırıcıda karıştırılmış ve oda sıcaklığında bir gece bekletilmiştir. Süper kritik şartlar altında kurutma yaparak alümina aerogeli elde eden Carroll ve arkadaşları, kademeli basınç ve ısıtma sağlayarak 240°C'ye kadar fırının sıcaklığını artırmış, sonrasında kademeli basınç ve sıcaklık düşüşüyle kurutmayı tamamlamışlardır. Üretilen alümina aerojellere SEM, XRD, BET ve yoğunluk analizleri yapılmıştır. Üretilen aerojellerin yüzey alanlarının, yapılan BET analizleri sonucunda 460 ile 840 m²/g aralığında olduğu tespit edilmiştir. Numunelerin yoğunlukları ise 0,025 ile 0,079 g/cm³ aralığında değişmektedir. Çözeltideki HNO₃ miktarının artmasıyla yüzey alanının arttığı ve yoğunluğun azaldığı gözlenmiştir [16].

Xu ve arkadaşlarının atmosferik koşullarda kurutma ile alümina aerogel sentezini araştırdıkları bir çalışmada, başlangıç malzemesi olarak Al(NO₃)₃(H₂O)₉ kullanılmıştır. Al kaynağı alkol ile karıştırıldıktan sonra kontrollü kurutma sağlamak için formamid, yaşlanma indükleyici ajan olarak propan oksit eklenmiştir. Oda sıcaklığındaki çözeltide jelleşme gözlenmiştir ve oluşan jel 48 saat 40°C'de yaşlandırılmıştır. Daha sonra 60°C'de 24 saat boyunca bekletilen jeller, TEOS/alkol çözeltilerinde 24 saat bekletilerek akışkan değişiklikleri amaçlanmıştır. TEOS kalıntılarını gidermek için saf alkolde yıkanan jeller, oda sıcaklığından 10°C/dk hızla 70°C'ye çıkmak koşuluyla kurutulmuştur ve alümina aerojeller elde edilmiştir. Elde edilen alümina aerojellerin ağırlıkları ve hacimleri hesaplanarak yoğunlukları

belirlenmiştir. Mikroyapıları SEM ve TEM'den elde edilen görüntülerle incelenmiş ve BET analizi yapılarak yüzey alanları ve gözenek hacimleri belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar neticesinde, alümina aerojel üretimi için optimum bileşen saptanmıştır. Bu molar orana göre hazırlanmış alümina arojelin yoğunluğu $0,35 \text{ g/cm}^3$, yüzey alanı $450 \text{ m}^2/\text{g}$ olarak saptanmıştır. Değişen molar oranlar sonucunda yoğunluğun $0,2 \text{ g/cm}^3$ ile $0,45 \text{ g/cm}^3$, yüzey alanının ise $120 \text{ m}^2/\text{g}$ ile $540 \text{ m}^2/\text{g}$ aralığında değiştiği gözlenmiştir. TEM analizinden elde edilen verilere göre partikül boyutunun $10\text{-}30 \text{ nm}$ aralığında olduğu tespit edilmiştir. SEM'den elde edilen görüntülerde arojellerin homojen dağılmış küresel parçacıklardan oluştuğu görülmektedir. BET analizlerinde partikül boyutunun $10\text{-}20 \text{ nm}$ aralığında tespit edilmesi TEM verilerini desteklemektedir. Bu çalışma sonucunda, kullanılan propilen oksit ve TEOS oranının alümina arojellerin yapısı üzerine etkileri incelenmiştir [26].

Jiang ve arkadaşlarının etil asetoasetatın alümina arojeller üzerine etkilerini araştırdıkları bir çalışma incelendiğinde, Al kaynağı olarak alüminyum sek bütoksit (ASB) kullanıldığı görülmüştür. Kurutma yöntemi olarak süper kritik şartlar altında kurutma tercih edilen çalışmada, ASB, etanol, saf su ve etil asetoasetat (ETAC) 60°C 'de 1 saat karıştırılmıştır. Farklı oranlarda etilasetoasetat içeren çözeltilere, metanol, saf su ve asetik asit karışımı eklenerek 10 dk boyunca karıştırılmıştır. Yaklaşık 60-75 dk sonra jel formunu alan çözelti 48 saat boyunca oda sıcaklığında yaşlandırılmıştır. Yaşlandırılan jel, 260°C 'de 10MPa basınçta etanol ile süper kritik şartlar altında kurutulmuştur. Elde edilen alümina arojellere XRD, FTIR, FESEM, BET ve DTA analizleri yapılmıştır. XRD analizine ait grafiklere bakıldığında, numunelerin genellikle aynı piklere sahip oldukları ve karakteristik böhmite pikini içerdikleri görülmüştür. 1200°C 'deki ısıtma işlem sonrasında etil asetoasetatın kullanılmadığı numune haricinde, böhmite pikinin kaybolduğu ve $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ pikinin oluştuğu gözlenmiştir. FTIR analizlerinde su moleküllerinin varlığından dolayı 1650 cm^{-1} ve 3480 cm^{-1} 'de O-H pikleri görülmüştür. Parmak izi bölgesinde Al-O ve Al-O-Al bağlarının gerilme titreşimlerine ait pikler mevcuttur. ETAC'ın artmasıyla hidrolizin tamamen tamamlanması, C=O gruplarına ait piklerin oluşumunu engellemiştir. Küçük organik kalıntılar nedeniyle hidrokarbon gruplarının titreşmesi

sonucu 2966, 2896 cm^{-1} dalga boylarında C-H pikleri saptanmıştır. Termal analiz verilerinde yaklaşık 100°C 'de görülen endotermik pik, yapıdaki suyun fiziksel bağlanmasından kaynaklanmaktadır. ETAC kullanılmayan numunede beliren iki önemli pik alümina aerojel yüzeyinde oluşan oksidasyon ve yapıdaki faz dönüşümünden kaynaklanmaktadır. BET yüzey analizi verilerine göre numunelerin yüzey alanı 61-98 m^2/g aralığındadır. Gözenek hacmi 0,83 ile 2,28 cm^3/g aralığında iken, ortalama gözenek boyutu 12,2 ile 26,9 nm aralığındadır. ETAC/Al molar oranının artması yüzey alanı, gözenek hacmi ve ortalama gözenek boyutunu arttırdığı gözlenmiştir. Fakat ETAC/Al oranının 0,40'a artması verilerin istenen dışına çıkmasına neden olmuştur. Yani ETAC/Al oranının artması alümina arojelin özelliklerini geliştirirken, belirli oranlardan sonra alümina arojelin özelliklerini düşürmektedir. En iyi sonuç ETAC/Al oranının 0,15 olduğu numunede elde edilmiştir [27].

Literatürde alümina aerojel üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde, üretim yöntemi olarak sol-jel prosesinin tercih edildiği ve başlangıç malzemesi olarak genellikle yüksek maliyetteki alümina kaynaklarının kullanıldığı görülmüştür. Bu kaynakların kullanımı alümina aerojel üretim maliyetini artırdığından, mevcut çalışmada literatür örnek alınarak sol-jel prosesi kullanılmış fakat alümina kaynağı için öncelikli olarak atıkların değerlendirilmesi ve doğal hammadde olarak Seydişehir alüminasının kullanılması tercih edilmiştir.

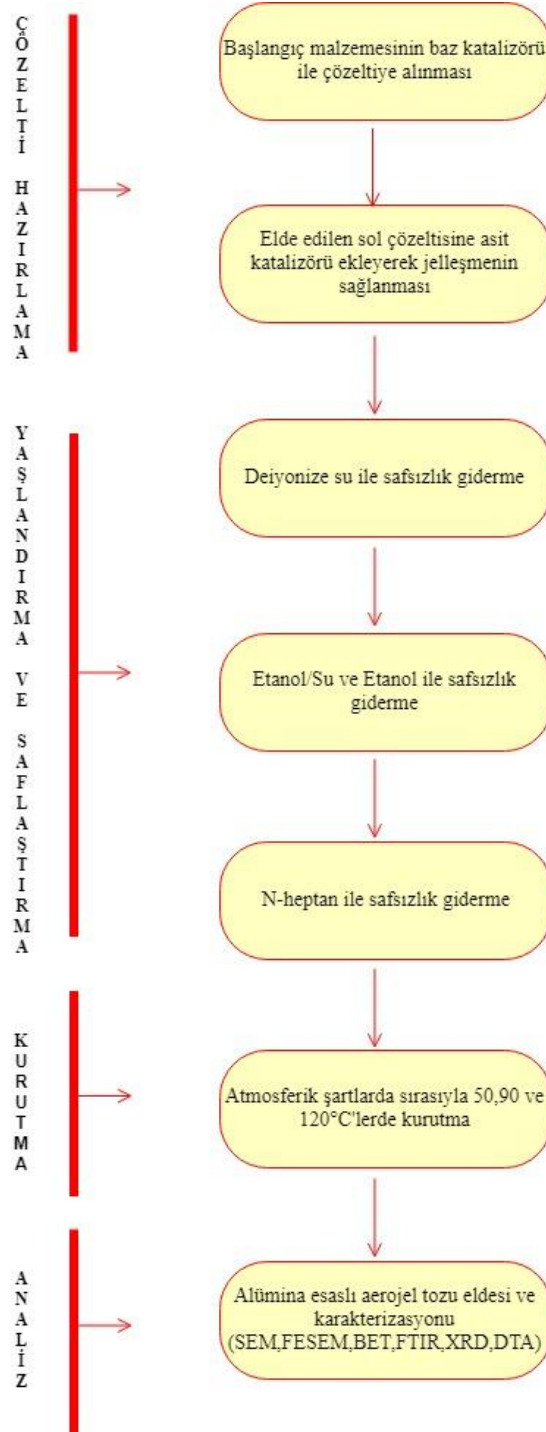
BÖLÜM 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Amaç

Mevcut çalışmada, atık malzeme kaynağı olarak ikincil alüminyum cürufu, alüminyum eloksal atığı, şamot tuğla harcı ve atık alümina pota tozu, doğal alümina esaslı hammadde olarak Seydişehir alüminası kullanılarak sol-jel yöntemi ile alümina esaslı aerogel tozu üretimi hedeflenmiştir. Çevre için oldukça zararlı olan ve geri dönüşümü olmayan bu atık malzemelerin kullanımı ile hem oldukça değerli ve eşsiz özellikleri olan aerogelin uygun maliyetteki eldesi hem de çevre için zararlı olan atığın bertaraf edilmesi sağlanmıştır. Atıktan üretilen aerogelin maliyetinin düşük olması sayesinde, aerojeller daha fazla kullanım alanı bulabilecek ve insan hayatını kolaylaştıracaktır. Üretimde atık kullanılarak yapılan kazancın yanı sıra, aerojellerin üstün yalıtım özellikleri sayesinde azalacak enerji sarfiyatları ekonomi için oldukça önemli bir adımdır. Yapılan çalışmada; başlangıç malzemesi, kullanılan asit ve baz katalizörleri ve yaşlandırma zamanı değişken olarak belirlenmiştir.

Alümina esaslı başlangıç malzemelerinin, hazırlanan baz/saf su çözeltilerinde karıştırma ve sıcaklık etkisi çözünmeleri sağlanmıştır ve ardından filtre işlemi yapılarak alüminaca zengin sıvı çözeltiler elde edilmiştir. Çözeltilerin pH'ı asit/saf su çözeltisi kullanılarak nötralize edilmiş ve üzerleri streç film ile kaplanan çözeltiler yaşlandırma işlemi için belirli sürelerde bekletilmiştir. Yaşlandırma işlemlerine sırasıyla, hacimce %20'lik saf su/etanol (1 gün), etanol (1 gün) ve n-heptan (2 gün) içerisinde jeller bekletilerek devam edilmiştir. Yaşlandırma işlemi ardından süzülen, iskelet yapısı kuvvetlenmiş alüminaca zengin jeller, belirlenen sürelerde farklı sıcaklıklarda atmosfer basıncı altında kurutma ile kurutulmuş yapılarındaki sıvı uzaklaştırılmış olup alümina esaslı aerogel tozları elde edilmiştir. Şekil 3.1.'de atık malzemelerden ve hammaddelerden sol jel yöntemi ile üretilen alümina esaslı aerogel

tozlarının üretim akış şeması verilmiştir. Elde edilen alümina esaslı arojel tozları SEM, EDS, FESEM, XRD, DTA, BET, FTIR, yoğunluk ve termal iletkenlik analizlerine tabi tutulmuş ve üretilen alümina esaslı arojel tozlarının özellikleri karşılaştırılmıştır.



Şekil 3.1. Alümina esaslı arojel tozu üretimi akış şeması

3.2. Alümina Esaslı Aerojel Üretiminde Kullanılan Başlangıç Maddeleri

3.2.1. İkincil alüminyum cürufu

Alüminyum cürufları, içerdiği metalik alüminyum oranına göre beyaz ve siyah cüruf diye adlandırılan, birincil ve ikincil alüminyum üretimi sonucu oluşan atıklardır. İkincil alüminyum cürufu, cevherden üretilen birincil alüminyumun kullanım ömrü dolduktan sonra toplanan hurdanın tekrar ergitilmesi ile meydana çıkar. Mevcut çalışmada kullanılan atık ikincil alüminyum üretimi sonucunda oluşan kara cüruf olduğundan içeriğinde; %12 ila 18 arasında Al metali, daha fazla alüminyum oksit ve yüksek miktarda tuz bileşenleri barındırmaktadır. İkincil alüminyum cürufu tehlikeli atık sınıfında bulunduğu için içeriğindeki tuzlar yıkanma koşuluyla alınmaktadır [28,29].

Tablo 3.1. İkincil alüminyum cürufunun XRF analizi

Element	Al ₂ O ₃	Cl	Na ₂ O	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	SiO ₂	TiO ₂	BaO
Ağ. %	69.87	9.45	6.24	4.59	3.05	2.74	1.78	0.85	0.44	0.36

Tablo 3.1.'de alümina esaslı aerojel tozu üretimde kullanılan ikincil alüminyum cürufunun XRF analizi verilmiştir. Alüminyum kullanımının artışı yani daha fazla üretilmesi sonucunda cüruf oluşumunu artacaktır. Birincil tesislerin cürufları, ikincil tesisler için hammadde olduğundan, oluşan ikincil alüminyum cürufun geri kazanımı hem ekonomik hem de çevre açısından önemli bir yer tutmaktadır [29].

3.2.2. Şamot tuğla harcı

Şamot; refrakterik kil ve benzeri hammaddelerin pişirilip öğütülmesi sonucu elde edilen kalsine edilmiş hammadde biçiminde tanımlanabilir. Üretim aşamasında uğradığı işlemler sonucunda yapısında tuz veya organik madde bulundurmaz [30,31]. Tablo 3.2.'de alümina esaslı aerojel tozu üretiminde kullanılan şamot tuğla harcına ait XRF analizi sunulmuştur.

Şamot ateş tuğlası, refrakter malzemeler arasında en çok sarfedilen malzeme olup sanayide kullanımı %55 seviyelerindedir. Şamot ateş tuğlasının başlıca yapısını Al_2O_3 ve SiO_2 oluşturmaktadır. Genellikle feldspatik kayaçların çözünmesi sonucu oluşan kil yapısında çözünme esnasında oluşan mineralleri de bulundurur. Şamot killerine İstanbul ve çevresinde, şifertonlara ise Zonguldak ve çevresinde rastlanmaktadır [32,33]. Yapısında bulundurdukları ağırlık %53 ve üzerinde alüminyum oksit sayesinde şamot tuğla harcı mevcut çalışmada önemli bir alümina kaynağı olarak kullanılmıştır.

Tablo 3.2. Şamot tuğla harcının XRF analizi

Element	Al_2O_3	SiO	TiO_2	Fe_2O_3	CaO	MgO	Alkali	Ateş Zaiyatı
Ağırlık %	53	42	1.3	1.5	0.3	0.2	0.4	2.3

3.2.3. Seydişehir alüminası

Ülkemizde alüminyum ve alümina üretimi 1973 yılında faaliyete geçen Seydişehir Alüminyum Tesislerinde Bayer prosesi ile gerçekleştirilmektedir. Boksit alüminyum metalinin temel hammaddesini oluşturur ve yapısını önemli ölçüde böhmite ($AlOOH$), gibsite ($Al(OH)_3$), ve diasporite ($Al_2O_3.H_2O$) mineralleri oluşturur. Boksitler yaygın olarak NaOH çözeltilerinde çözündürülüp uygulama alanı bulurlar [34]. Tablo 3.3.'te alümina esaslı aerojel tozu üretiminde doğal hammadde olarak kullanılan Seydişehir alüminasına ait XRF analizi verilmiştir. Analizden anlaşılacağı üzere yapıdaki en önemli safsızlık Na elementidir.

Tablo 3.3. Seydişehir alümina ait XRF analizi

Element	Al	Na	Fe	Si	Mg	Ca
Ağırlık %	99.5606	0.24	0.018	0.009	0.0024	0.008

3.2.4. Alüminyum eloksal atık

Alüminyum eloksal atığı alüminyumun çeşitli kullanım alanları sonucunda oluşan ve geri dönüşüm imkanı bulamamış çevreye zararlı bir atık türüdür. Tablo 3.4.'te alüminyum eloksal atığa ait XRF analizi verilmiştir.

Tablo 3.4. Alüminyum eloksal atığına ait XRF analizi

Element	Al ₂ O ₃	K.K.	ZnO	Na ₂ O	SiO ₂	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O
Ağ.%	62.777	28.66	4.660	1.129	1.098	0.559	0.517	0.365	0.169

3.2.5. Atık alümina pota tozu

Alümina potalar yüksek sıcaklık dayanımları ve kimyasal kararlılıkları sebebiyle seramik döküm proseslerinde ve metal ergitme alanlarında altlık malzeme olarak kullanılmaktadır. Kapasiteleri 5 ile 2000 ml arasında değişen alumina potalar düşük termal genleşme ve yüksek ısıl iletkenliğe sahiptir. Onların bu özellikleri kısa vadede, yeterli mekanik dayanım sağlamalarına ve maksimum hizmet sıcaklıklarına ulaşmalarına olanak sağlar [35,36]. Alümina potalar altlık malzeme olarak kullanıldıktan sonra ani sıcaklık değişimleri nedeni ile termal şoka uğrayıp genellikle kırılıp atık hale gelirler. Mevcut çalışmada bu atık potaların da alümina aerojel tozu üretiminde değerlendirilebilirliği araştırılmıştır.

3.3. Alümina Esaslı Aerojel Tozu Üretiminde Kullanılan Sarf Malzemeler

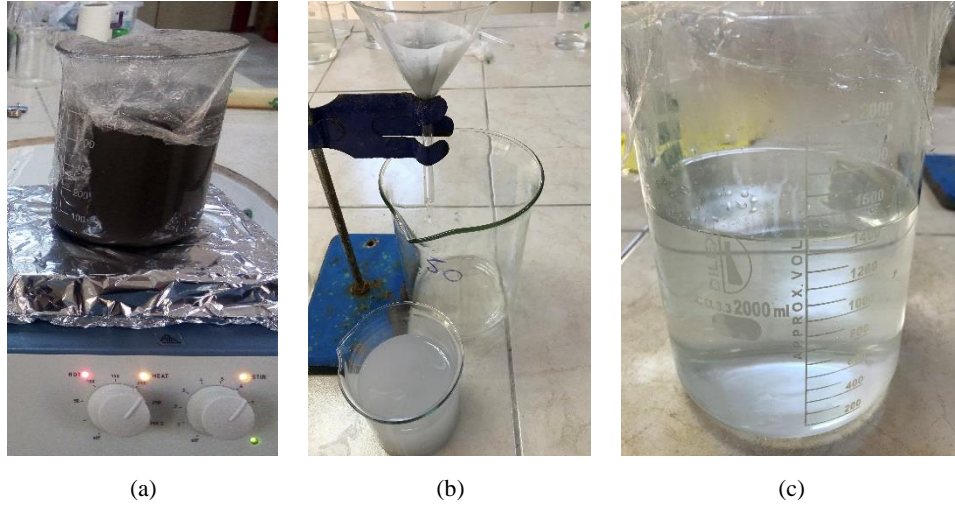
Alümina esaslı arojel tozu üretiminde alümina kaynağı olarak; Seydişehir alüminası, ikincil alüminyum cürufu, şamot tuğla harcı, eloksal alüminyum atığı ve atık alümina pota kullanılmıştır. Üretim esnasında Merck marka sodyum hidroksit (NaOH), amonyum hidroksit (NH₄OH), hidroklorik asit (HCl, %37'lik), Sülfirik asit (H₂SO₄), etanol (C₂H₅OH), n-heptan (C₇H₁₆) ve saf su kullanılmıştır.

3.4. Alümina Esaslı Aerojel Tozunun Üretimi

3.4.1. Çözeltinin hazırlanması

20 gram başlangıç tozu 1 M'lık 250 ml baz/saf su çözeltisi ile beher içerisinde manyetik karıştırıcıda 3 saat süreyle 70°C sıcaklıkta karıştırılarak alüminaca zengin çözelti elde edilmiştir. Çözelti bir süre bekletilip soğutulduktan sonra çözünmeyen katı parçacıkların ayrılması işlemi için filtre edilmiştir. Filtreleme işlemi için 125 mm çapında filtre kağıtları kullanılmıştır. Şekil 3.2.'de örnek olarak ikincil

alüminyum cürufuna uygulanan karıştırma, filtre etme ve sol çözeltisi eldesi aşamaları gözlenmektedir. Çözeltinin hazırlanması prosesi, hazırlanan diğer numuneler için de aynı şekilde gerçekleştirilmiştir.

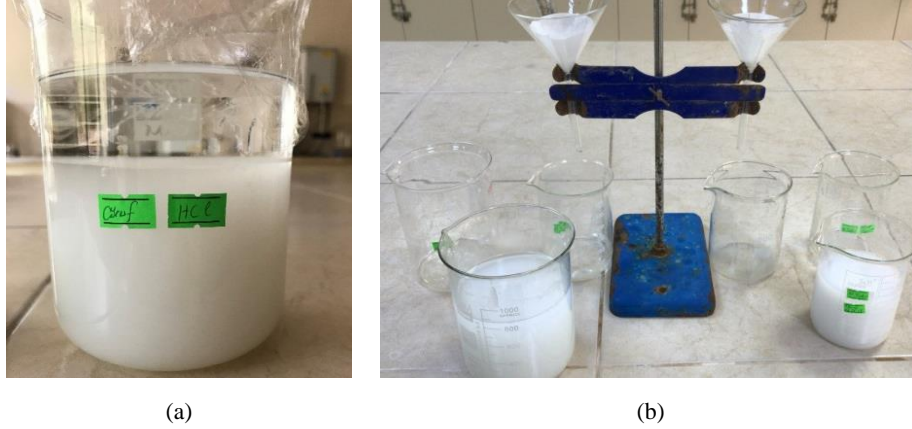


Şekil 3.2. İkincil alüminyum cürufunun a. Bazık çözelti ile karıştırma b. Filtre edilmesi c. Sol çözeltisi eldesi işlemleri

3.4.2. Jelin yaşlandırılması

Hazırlanan alüminaca zengin çözeltinin pH'ı, jel oluşumunu sağlamak amacıyla nötrale edilerek 7 olacak şekilde ayarlanmıştır. Bu işlem için 1M'lık 250 ml asit/saf su çözeltisi kullanılmıştır. Nötrale edilen çözelti oda sıcaklığında kapalı ortamda, belirlenen sürelerde yaşlandırma aşamasının gerçekleşmesi için bekletilmiştir. Elde edilen jel süzülerek çözeltilerden ayrıştırılmıştır. Çözelti içeriğindeki safsızlık oranını minimuma indirmek için, iki kez 1'er gün süre ile saf suda bekletilip tekrar süzülmüştür. Jeli yaşlandırma işlemine hacimce %20'lik H₂O/Ethanol çözeltisinde 1 gün süreyle 50°C'de etüvde bekletilerek devam edilmiştir. Jelin iskelet yapısını sağlamlaştırmak ve bağları güçlendirmek için yapılan yaşlandırma işlemine, çözeltiyi tekrar filtre edip etanol çözeltisi içerisinde 70°C'de etüvde bekletilerek devam edilmiştir. Filtre edilen jel, yaşlandırma işlemi esnasında yapıya dahil olabilecek safsızlıkları gidermek amacı ile n-heptan içerisinde 1 gün 50°C'de etüvde ve 1 gün oda sıcaklığında bekletilmiştir. Yaşlandırma işlemi tamamlandıktan sonra, iskelet yapısı güçlenmiş jel süzülerek kurutma işlemi için hazır hale getirilmiştir. Şekil

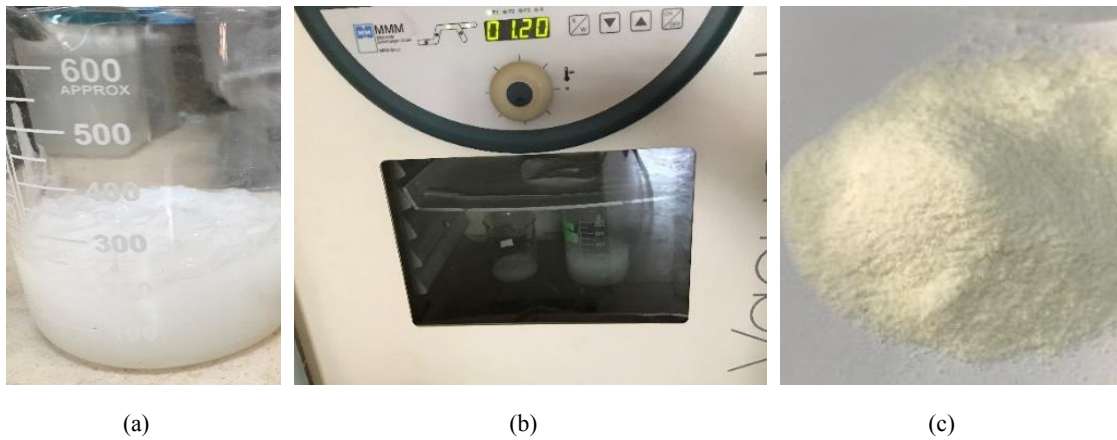
3.3.'te ikincil alüminyum cürufundan elde edilmiş yaşlandırma aşaması için bekletilen jel ve yaşlandırma aşamasındaki filtre işlemi görülmektedir.



Şekil 3.3. İkincil alüminyum cürufundan elde edilen jelin a. Yaşlandırma aşaması ve b. Yaşlandırma işlemi sonrası filtre işlemi

3.4.3. Jelin atmosferik şartlarda kurutulması

Jelin iskelet yapısını korumak amacı ile çözücünün jelden uzaklaştırılması için yaşlandırma işlemi tamamlanan jel, etüvde 50, 90 ve 120°C'lerde toplam 48 saat sürede atmosferik şartlarda kurutulmuştur. Kurutma işlemi sonrasında alümina esaslı aerojel tozu elde edilmiştir. Şekil 3.4.'te ikincil alüminyum cürufunun yaşlandırılma sonrası jel hali, atmosferik şartlar altında kurutma ve aerojel tozu eldesi aşamaları görülmektedir.



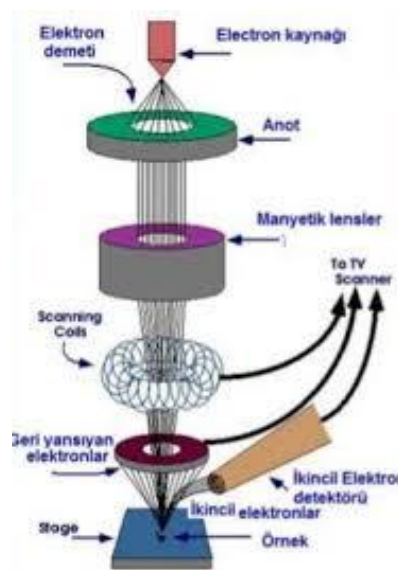
Şekil 3.4. Alüminyum cürufundan elde edilen a. Yaşlandırma işlemleri sonrası jel hali, b. Atmosferik şartlar altında kurutma işlemi ve c. Elde edilen alümina esaslı aerojel tozları

3.5. Alümina Esaslı Aerojel Tozunun Karakterizasyonu

Farklı atık malzemeler ve doğal hammaddeden üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının yapısal özellikleri karakterizasyon çalışmaları yapılarak belirlenmiştir. SEM (Scanning Electron Microscopy) ve FESEM (Field Emission Scanning Electron Misroscopy) ile üretilen tozların mikro yapıları, toz tane aralık ve boyutları, XRD (X-Işını Difraktometresi) ile faz tayini, TG/DSC analizi ile, tozların termal davranışları, FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) analizi ile bileşiklerin tanımlanması ve kimyasal bağ durumları, BET (Brunauer-Emmett-Teller) metodu ile spesifik yüzey alanı ve ortalama gözenek çapı ve tane boyutu analizi yapılmıştır. Bunlar haricinde termal iletkenlik analizi yapılarak termal iletkenlik katsayısı elde edilmiştir. Hacmi belirli bir kap kullanılarak yoğunluk ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

3.5.1. SEM analizi

Taramalı elektron mikroskobisi, bir elektron demetinin analiz edilen numune boyunca taranması ve bu numuneden saçılan elektronların algılanıp görüntü haline getirilmesi şeklinde uygulanan topografik bir inceleme metodudur ve numunelerin mikro yapısal özelliklerini belirlemek için yapılır [37]. Şekil 3.5.'te taramalı elektron mikroskobunun çalışma prensibi verilmiştir.



Şekil 3.5. SEM çalışma prensibi [37]

Elde edilen alümina esaslı aerojel tozlarının mikro yapıları Şekil 3.6.'da görülen Jeol 6060 LV model SEM kullanılarak, 20.000X büyütme kadar çıkılarak gözlenmiştir. Bunun yanı sıra tozların ihtiva ettiği elementlerin miktarını belirlemek için EDS analizi yapılmıştır.



Şekil 3.6. SEM cihazı

3.5.2. FESEM analizi

Alan emisyonlu taramalı elektron mikroskopunda, elektron kaynağından koparılan elektronlar vakum altında bulunan bir kolonda toplayıcı mercekler yardımıyla numune üzerine düşürülmekte numune yüzeyinde bulunan atomlarla elektron demetinin etkileşmesi sonucunda ortaya çıkan parçacıklar ve X-ışınları detekte edilerek, incelenmekte olan örneğin (numunenin) topoğrafyası ve kimyasal kompozisyonu hakkında bilgi edinilmektedir. Taramalı elektron mikroskopuna göre daha yüksek büyütmelerde ve yüksek çözünürlüklerde analiz yapılabilir [38].

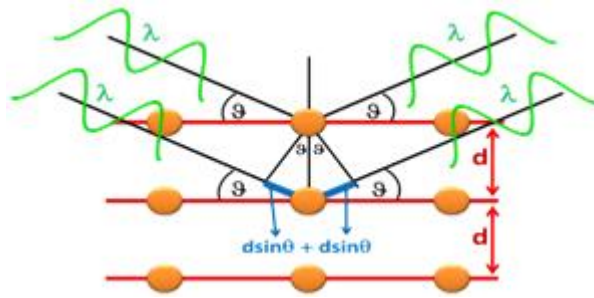
Elde edilen alümina aerojel tozlarının mikro yapısal özelliklerini daha yüksek büyütmelerde tespit etmek için Şekil 3.7.'de görülen Quanta 450 FEG Marka FESEM cihazı kullanılmıştır.



Şekil 3.7. FESEM cihazı

3.5.3. XRD analizi

X-Işını difraktometresi her kristalin fazın kendisine ait atomik dizilimine bağlı olarak belirli düzen içerisinde kırılması esasına dayanır. Bu kırınımın bir nevi kişinin parmak izi gibi ait olduğu kristali tanımlar [39]. Şekil 3.8.'de X-Işını difraktometresinin uygulama prensibi verilmiştir.



Şekil 3.8. XRD prensibi [40]

Elde edilen alümina esaslı aerjel tozlarının faz analizleri Şekil 3.9.'da görülen RIGAKU D/MAX/2200/PC marka X-Işınları difraktometresi cihazı kullanılmak suretiyle gerçekleştirilmiştir. Analizler sırasında $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5408 \text{ \AA}$) radyasyonu kullanılarak $2^\circ/\text{dk}$ tarama hızında elde edilen X-ışınları difraksiyon paternleri

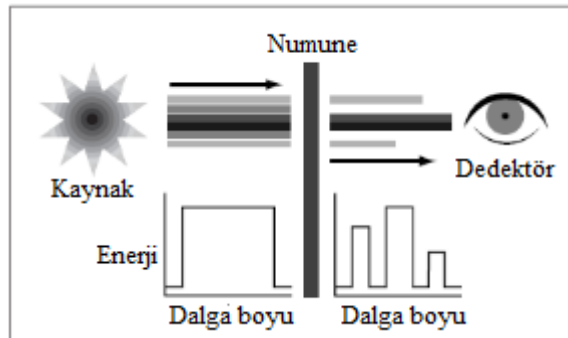
üzerinde yapılan hesaplamalar sonucunda belirlenen düzlemler arası mesafe değerleri ASTM kartlarıyla karşılaştırılarak fazlar tespit edilmiştir.



Şekil 3.9. XRD cihazı

3.5.4. FTIR analizi

Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FTIR), numunelerin kimyasal bileşimlerini karakterize etmek için uygulanan güvenilir ve ucuz bir tekniktir. Her maddenin kendine özgü olan IR spektrumu, maddenin yapı taşı olan atomların arasındaki bağların titreşmesi sonucu oluşan frekanslara karşılık gelen absorpsiyon pikleridir. FTIR spektroskopisi kısa sürede az miktarda örnekle sonuç vermektedir [41]. Şekil 3.10.'da Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektrometresinin çalışma prensibi görülmektedir.



Şekil 3.10. FTIR çalışma prensibi [42]

Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının kimyasal analizlerini karakterize etmek için kullanılan PerkinElmer Spectrum Two markalı FTIR cihazı Şekil 3.11.'de görülmektedir.



Şekil 3.11. FTIR cihazı

3.5.5. BET analizi

Gözenekli yapıya sahip alümina esaslı aerojel tozlarının yüzey alanları, boşluk hacimleri ve dağılımları BET (Brunauer, Emmet ve Teller) cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Bu yöntem katı maddelerin yüzey enerjileri nedeni ile atmosferdeki gaz moleküllerini adsorplama prensibi üzerine kuruludur. BET cihazı numune yüzeyini tek moleküler tabaka kaplamak amacıyla gerekli gaz miktarını belirlemekte ve BET izoterm denklemini kullanarak yüzey alanı hesabı yapmaktadır. Bir malzemenin BET cihazı ile yüzey alanı ölçüleceği zaman, o malzemedan alınan numune yüzey alanı 16.2 A^2 olan sıvı azot gazıyla aynı ortama konur. Azot gazı numunenin bütün yüzeyine tutunur, çok küçük boyutta olduğundan numunenin çatlaklarından içeri nüfus ederek mikro porların yüzeyini kaplar [43]. Elde edilen alümina esaslı aerojel tozlarının BET analizleri 77K'de sıvı azot gazı ortamında, Şekil 3.12.'de görülen Micromeritics/ASAP 2020 marka BET cihazı kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 3.12. BET cihazı

3.5.6. Termal analiz (DSC- TGA)

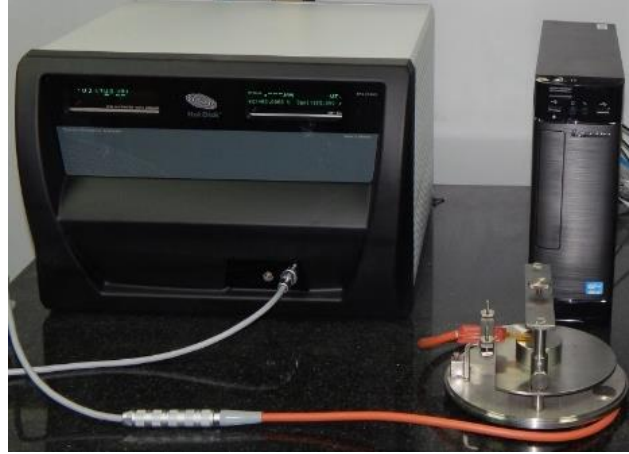
Termal analiz yöntemi numuneye kontrollü sıcaklık artışı uygulandığında, maddede gerçekleşen kütle değişimleri sonucunda elde edilen, sıcaklığın fiziksel özelliklere fonksiyonudur. Termogravimetri (TG), Diferansiyel Termal Analiz (DTA), Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC), termal analiz yöntemlerindedir. Temel olarak duyarlı bir analitik terazi ve fırından oluşan termogravimetre cihazı sıcaklık artmasıyla numunede gerçekleşen kütle kaybı (suyun uzaklaşması vb.) ya da kütle artışı (metalden metal oksit oluşumu) gibi olayların tayinini yapar. Bazı maddeler ısı etkisiyle parçalandığından yöntem her zaman başarı ile sonuçlanmayabilir. Diferansiyel termal analizde, numune ve referans madde arasındaki sıcaklık farkı uygulanan sıcaklığın fonksiyonu olarak incelenir. Oluşan piklerin endotermik veya ekzotermik olay piki olduğu saptanabilir [44].

Elde edilen alümina esaslı aerojel tozlarının termal analizleri Şekil 3.13.'te görülen Netzsch marka STA 449 model DTA-TG cihazı kullanılarak yapılmıştır. Sıcaklık $10^{\circ}\text{C}/\text{dk}$ hızla 1000°C sıcaklığa kadar doğrusal olarak artırılacak şekilde ayarlanarak, azot atmosferinde, alümina DTA pota içerisinde inert alümina referans

olarak tanımlanarak analiz gerçekleştirilmiştir. Elde edilen eğriler yorumlanarak alümina esaslı aerojel tozlarının termal analiz davranışları saptanmıştır.



(a)



(b)

Şekil 3.13. a. DTA cihazı ve b. Termal iletkenlik ölçüm cihazı

3.5.7. Termal iletkenlik analizi

Malzemelerin termofiziksel özellikleri arasında olan termal iletkenlik, bir malzemenin ısı taşıma özelliğinin belirlenmesidir. Termal iletkenlik özelliklerinin bilinmesi, malzemelerin kullanım alanlarında optimum performans gösterebilmeleri için oldukça önemlidir. Termal iletkenlik analizi ile malzemelerin termal iletkenlik katsayısı elde edilebilmektedir [45]. Analizler Şekil 3.13.'te verilen Hot Disk marka termal iletkenlik ölçüm cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3.5.8. Yoğunluk analizi

Üretilen alümina esaslı aerojel tozları yoğunluk analizine tabi tutulmuştur. Önceden hacmi $d=m/v$ (d =yoğunluk, m =kütle, v =hacim) formülü ile belirlenen kap kullanılarak alümina esaslı aerojel tozların özgül ağırlıkları yaklaşık olarak hesaplanmıştır.

BÖLÜM 4. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME

4.1. Giriş

Mevcut tez çalışmasında, doğal hammadde olarak Seydişehir alüminası, atık malzeme olarak ikincil alüminyum cürufu, şamot tuğla harcı, alümina pota ve alümina eloksal atığı kullanılarak sol-jel yöntemi aracılığı ile farklı karakteristik özelliklere sahip alümina esaslı aerojel tozları elde edilmiştir. Üretilen bu alümina esaslı aerojel tozlarının mikroyapı analizleri SEM, FESEM, EDS ile, faz analizleri XRD yardımı ile, gözenek çapı ve yüzey alanı analizleri BET ile, kimyasal bağ durumları FTIR analizi ile, termal analizleri DTA cihazı ile gerçekleştirilmiştir ve elde edilen veriler yorumlanarak üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının özellikleri saptanmıştır.

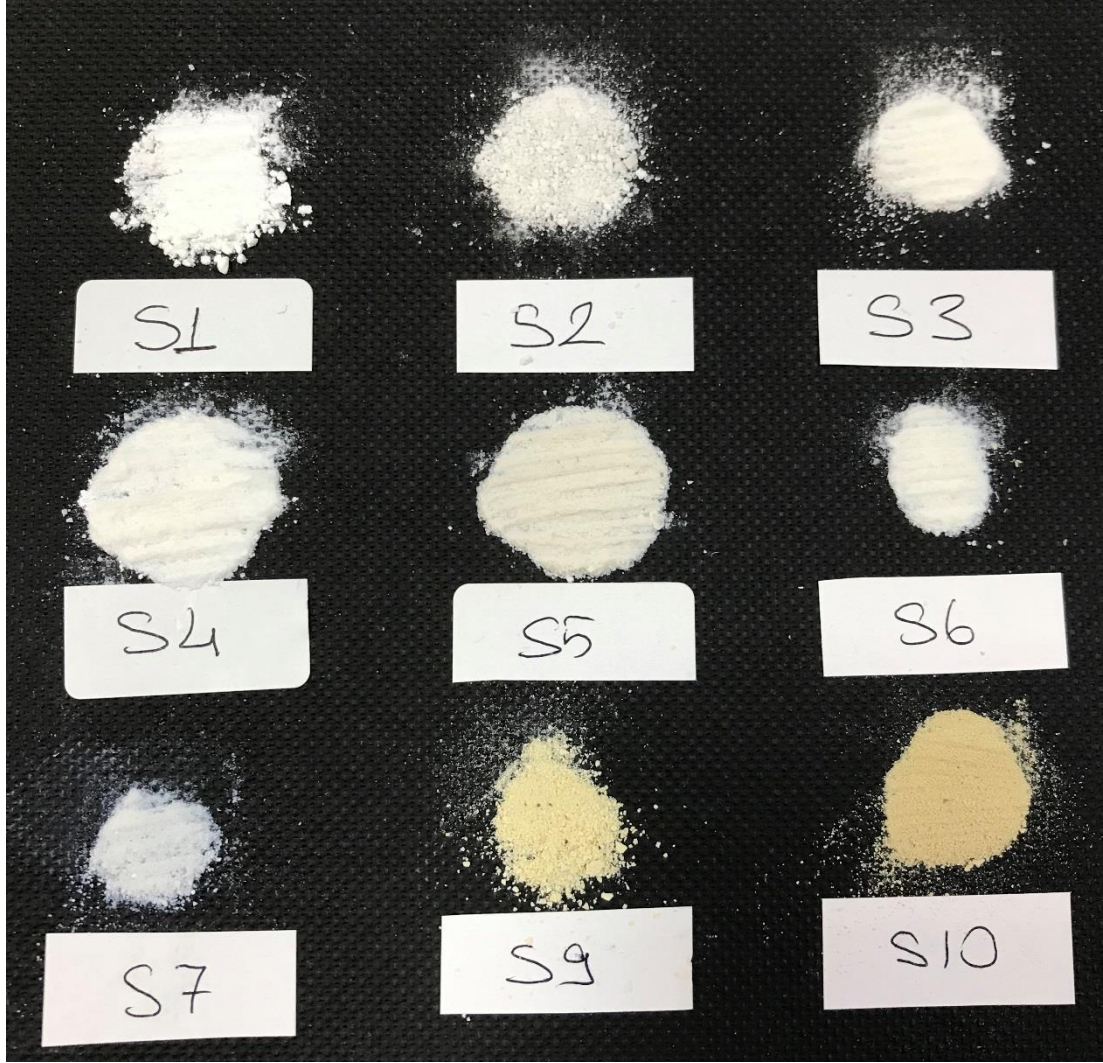
Değerlendirmelerin daha net ve anlaşılır biçimde olması için numuneler Tablo 4.1.'deki gibi numaralandırılmıştır. Alümina esaslı aerojel tozu üretim aşamasındaki farklı parametreler Tablo 4.1.'de görülmektedir. Alümina eloksal atığından üretilen S1 kodlu numune başarılı jel oluşumu sağladığından yeterli görülmüş ve aynı atık kullanılarak başka parametreler denenmemiştir. S2 ve S3 kodlu numuneler ikincil Al cürufu kullanılarak üretilmiş ve yaşlandırma süresinin aerojel yapısına etkisi araştırılmıştır. S4 ve S5 kodlu numuneler şamot tuğla harcı kullanılarak üretilmiş ve sırasıyla HCl ve H₂SO₄ asitlerinin etkileri araştırılmıştır. S6 ve S7 kodlu numuneler çalışmadaki tek doğal hammadde olan Seydişehir alüminasından üretilmiş ve sırasıyla HCl ve H₂SO₄ asitlerinin etkileri araştırılmıştır. S8, S9 ve S10 kodlu numuneler atık pota tozundan üretilmiş olup, molaritenin alümina esaslı aerojel tozu üretimindeki etkileri araştırılmıştır. S11 ve S12 kodlu numuneler yine alümina potadan üretilmiş olup, sırasıyla NaOH-H₂SO₄ ve NH₄OH-HCl asit-baz ikililerinin

etkileri araştırılmıştır. S11 ve S12 kodlu numunelerde yeterli jelleşme sağlanamamış ve denemeler başarısız olmuştur. S8 kodlu numuneden oldukça az miktarda aerojel tozu elde edilmiş ve bu sebeple S8 kodlu numuneye ancak bazı testler (SEM, EDS) yapılabilmektedir.

Tablo 4.1. Alümina esaslı aerojel tozu üretiminde kullanılan numune kodları ve üretim parametreleri

Numune Kodu	Başlangıç Al Kaynağı	Kullanılan Baz Katali.	Kullanılan Asit Katali.	Yaşlandırma Süresi
S1	Alümina Eloksal Atık	NaOH	HCl	2 Hafta
S2	İkincil Al Cürufu	NaOH	HCl	4 Hafta
S3	İkincil Al Cürufu	NaOH	HCl	3 Hafta
S4	Şamot Tuğla Harcı	NaOH	HCl	4 Hafta
S5	Şamot Tuğla Harcı	NaOH	H ₂ SO ₄	4 Hafta
S6	Seydişehir Alüminası	NaOH	HCl	4 Hafta
S7	Seydişehir Alüminası	NaOH	H ₂ SO ₄	4 Hafta
S8	Atık Alümina Pota Tozu	NaOH	HCl	4 Hafta
S9	Atık Alümina Pota Tozu	NaOH (5M)	HCl	4 Hafta
S10	Atık Alümina Pota Tozu	NaOH (10M)	HCl	4 Hafta
S11	Atık Alümina Pota Tozu	NaOH	H ₂ SO ₄	4 Hafta
S12	Atık Alümina Pota Tozu	NH ₄ OH	HCl	4 Hafta

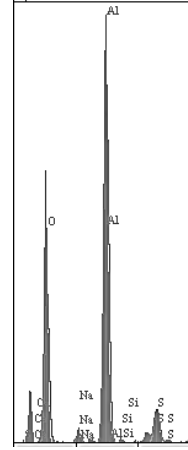
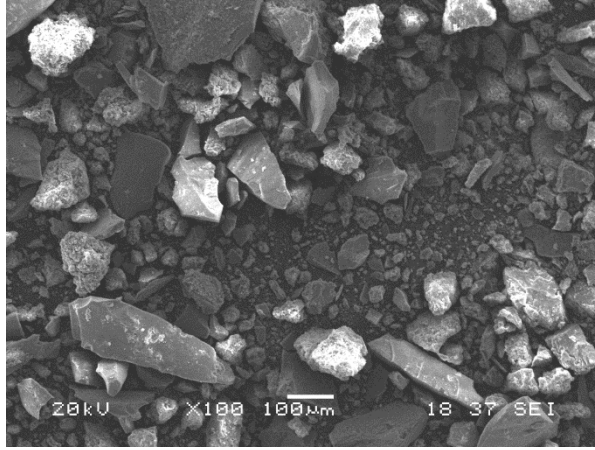
Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının makro görüntüleri Şekil 4.1.'de verilmiştir. Görüntülerde tozların genelde beyaz renkte oldukları görülmektedir. S9 ve S10 kodlu alümina pota kullanılarak molaritenin değişken parametre olduğu numunelerin sarımsı renkte olması, artan HCl asit molar oranından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.1. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının makro görüntüleri

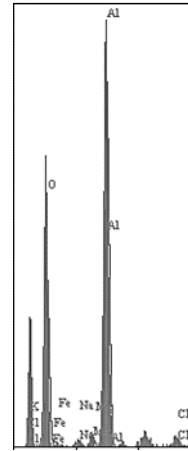
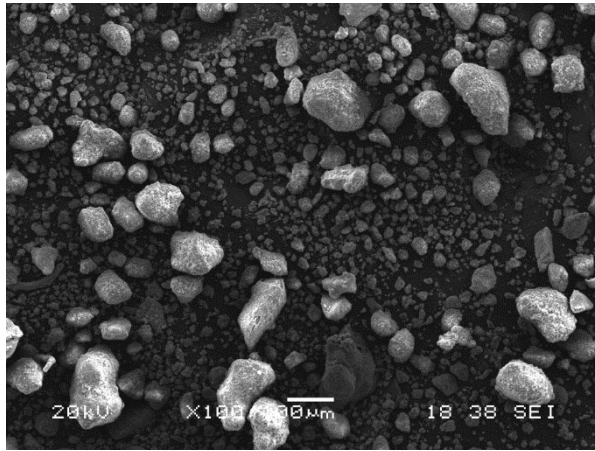
4.2. Mikroyapı Analizi

Mikroyapısal analiz sonuçlarında, hem alümina kaynağı olarak kullanılan doğal hammadde ve atıkların hem de yürütülen proses sonucunda elde edilmiş alümina esaslı aerojel tozlarının analizleri yapılmış ve mevcut çalışmada veri olarak sunulmuştur. Üretilen alümina esaslı aerojel tozları nano boyutta olduğundan, yapılan SEM-EDS analizlerinin yanı sıra, FESEM-EDS analizleri yapılarak edinilen veriler daha net kılınmıştır. Şekil 4.2.'de alümina esaslı aerojel tozu elde etmek için kullanılan atık malzeme ve doğal hammadde kaynaklarının 100X büyütmede genel SEM görüntüleri ve bu bölgelerden alınan genel EDS analizleri verilmiştir.



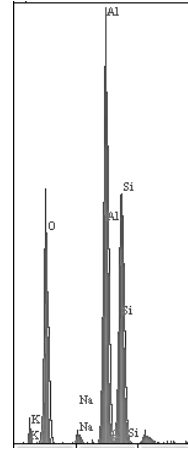
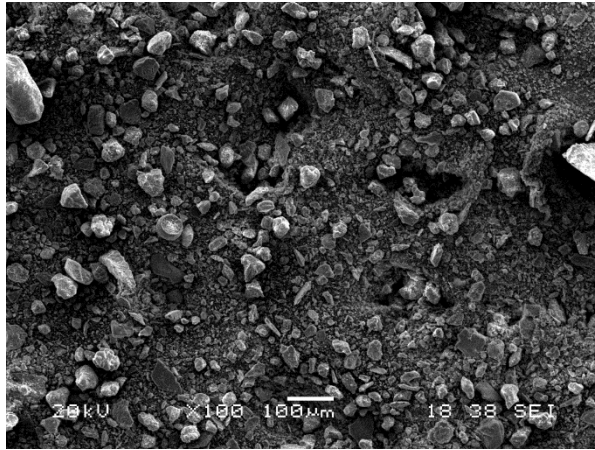
Elt.	ağ.%
O	49.292
Na	1.809
Al	42.358
Si	0.520
S	5.268
Ca	0.754

(a)



Elt.	ağ. %
O	48.577
Na	1.016
Mg	1.332
Al	42.160
Cl	1.352
Fe	4.031

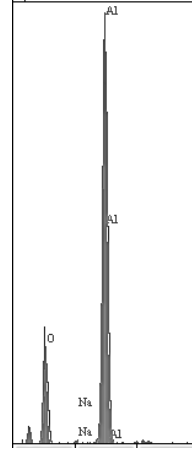
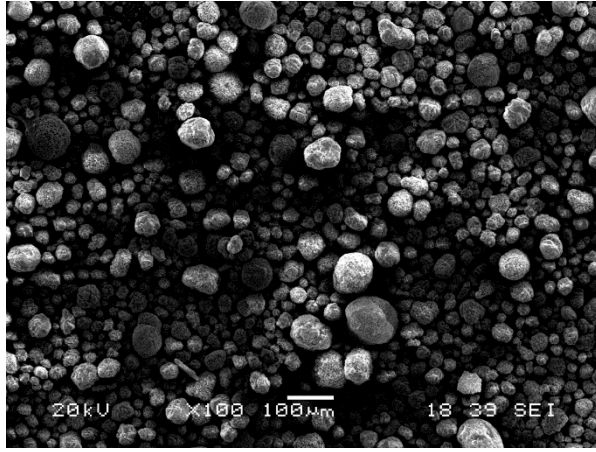
(b)



Elt.	ağ.%
O	42.22
Na	1.038
Al	28.837
Si	26.57
K	1.331

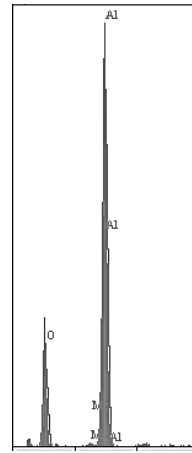
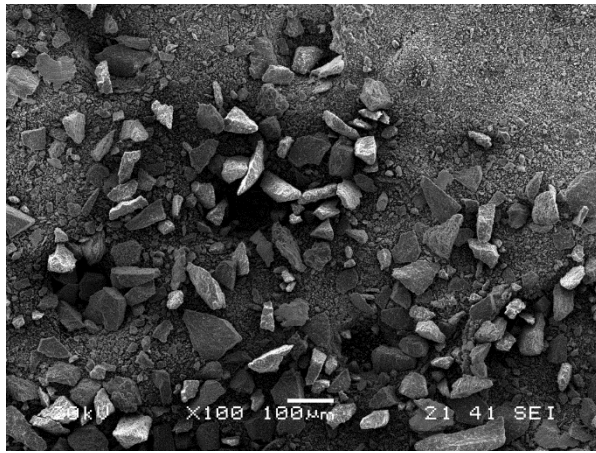
(c)

Şekil 4.2. Alümina aerojel tozu sentezi için kullanılan kaynaklara ait SEM görüntüleri (100X) ve EDS analizleri
 a. Alümina eloksal atığı b. İkincil Al cürufu c. Şamot tuğla harcı d. Seydişehir alüminası e. Atık alümina pota tozu



Elt.	ağ.%
O	39.126
Na	0.240
Al	60.634

(d)

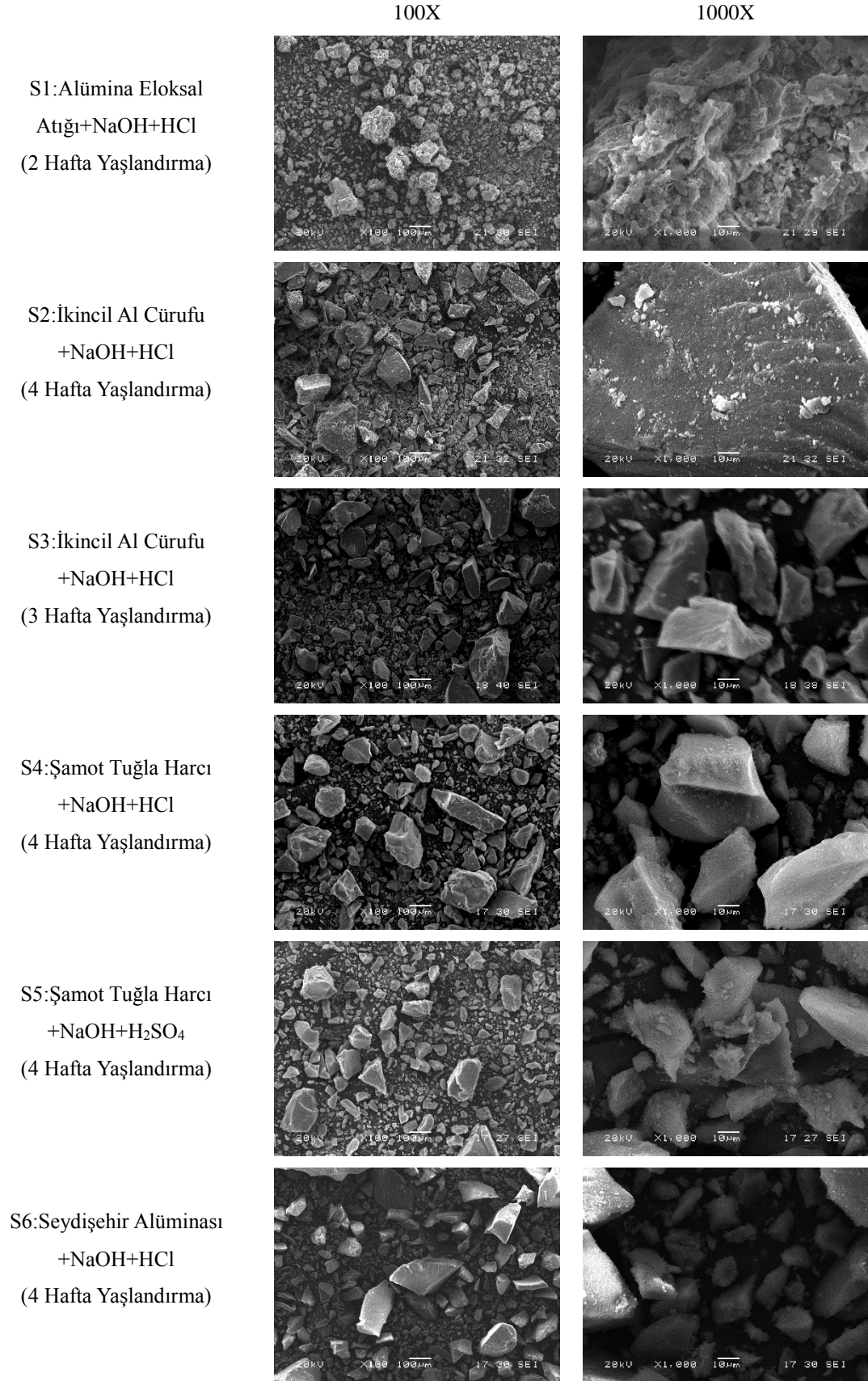


Elt.	ağ.%
O	39.811
Mg	0.545
Al	59.644

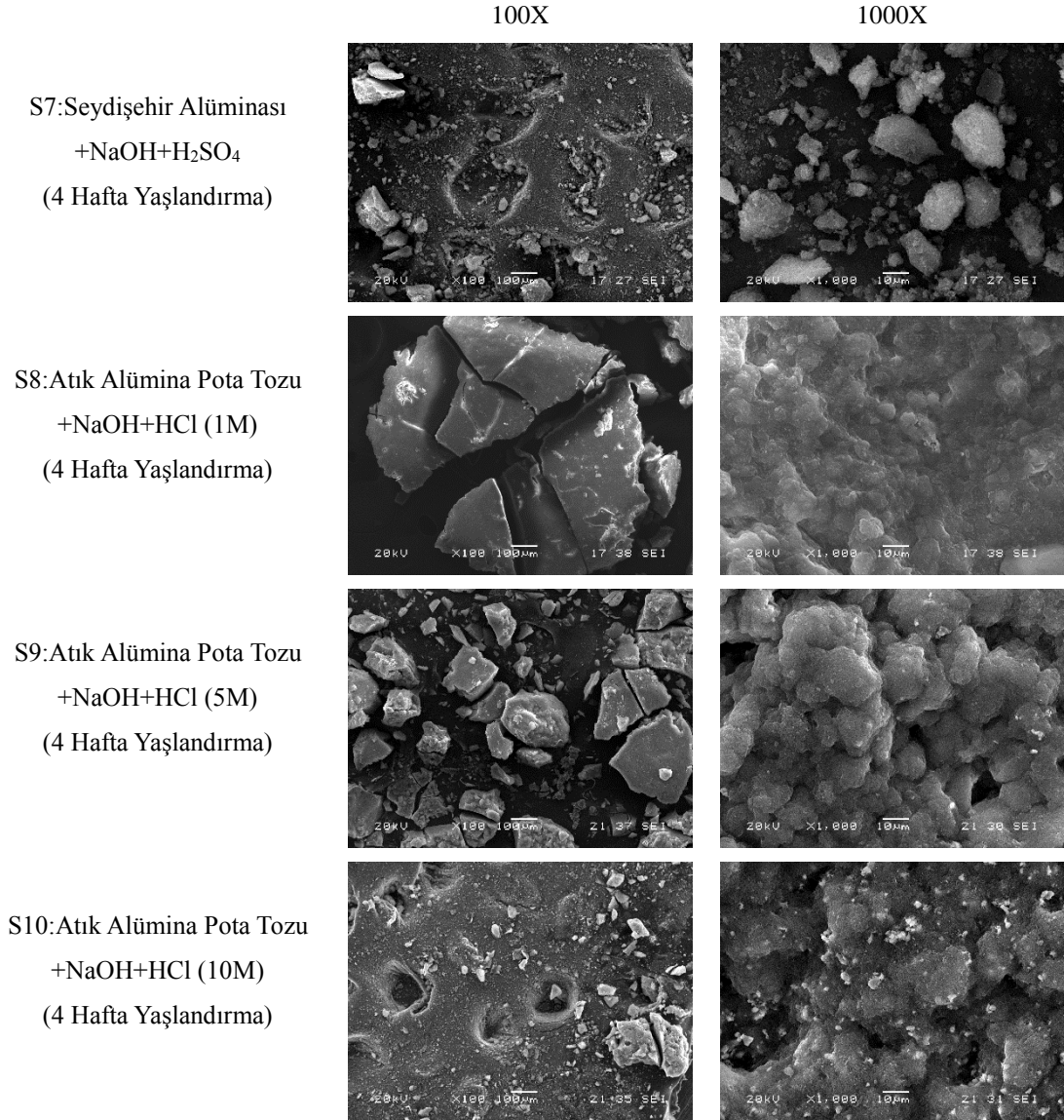
(e)

Şekil 4.2. (Devamı)

Yapılan analizlerden anlaşılacağı üzere kullanılan kaynaklar farklı oranlarda Al içeriğine ve safsızlıklara sahiptir ve mikroyapı görüntüleri farklılık göstermektedir. Alüminyum eloksal atığının geniş toz boyut aralığında köşeli tane yapısına sahip olduğu ve içerisindeki safsızlıkların yanısıra yüksek oranda Al ihtiva ettiği görülmektedir. İkincil Al cürufundan elde edilen veriler atığın azımsanamayacak Al oranını göstermektedir ve çekilen SEM görüntülerinde geniş toz boyut aralığına sahip olduğu görülmektedir. Şamot tuğla harcının toz boyutunun daha küçük olduğu ve nispeten daha az Al ihtiva ettiği görülürken, Seydişehir alüminasının küremsi toz yapısı ve yüksek Al içeriği dikkat çekmektedir. Alümina pota atığında ise mekanik öğütme işlemine tabi tutulduğu için keskin köşeli toz yapısı gözlenmektedir.



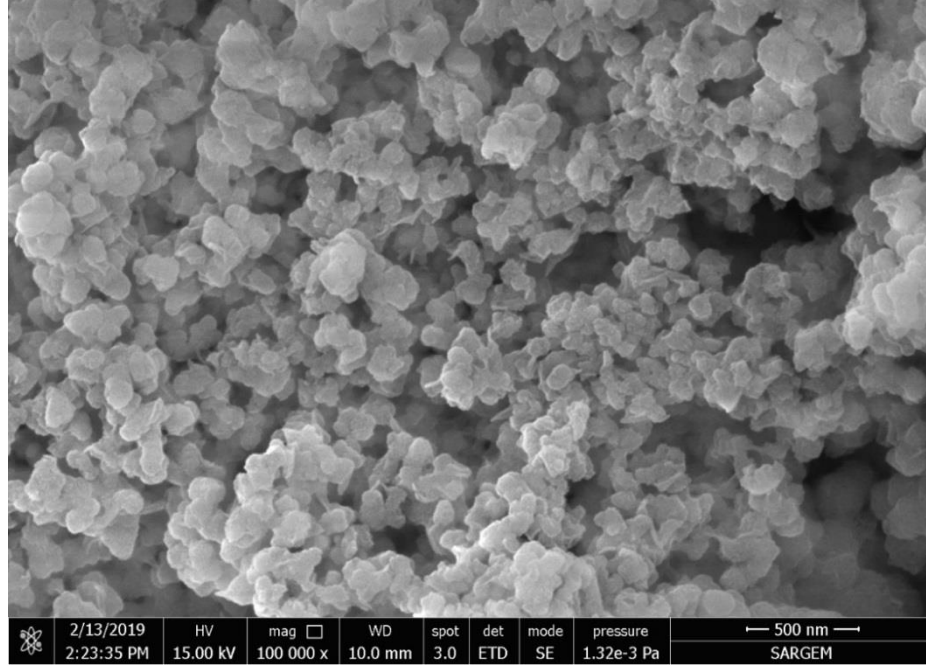
Şekil 4.3. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait 100X ve 1000X büyütmedeki SEM görüntüleri



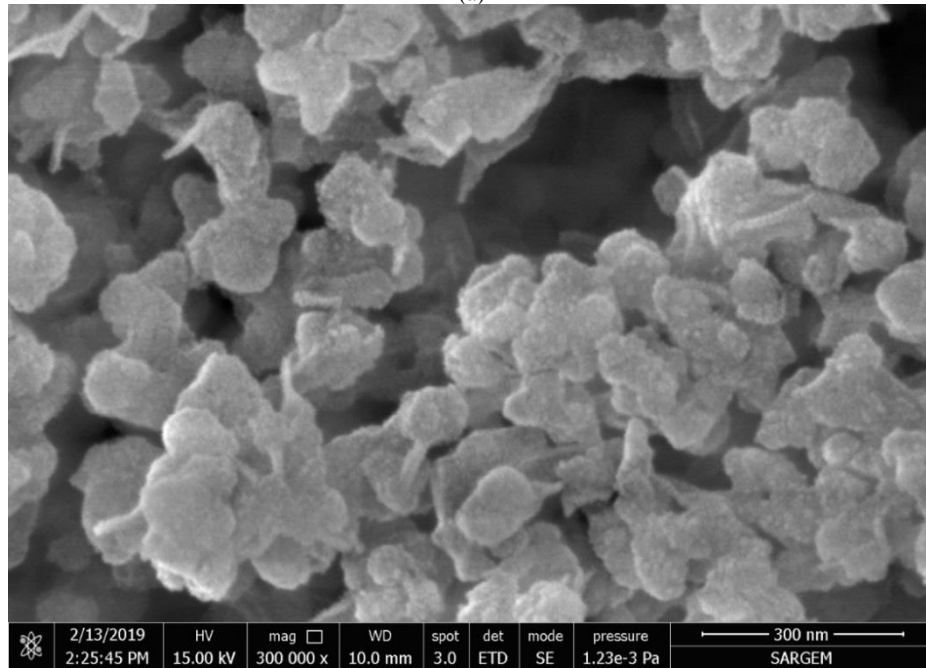
Şekil 4.3. (Devamı)

Farklı bileşimlerde hazırlanan numunelerden üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının SEM görüntüleri (100X ve 1000X) Şekil 4.3.'te verilmiş olup mikroyapısal analizleri toplu olarak incelenmiştir. Yapılan analizler neticesinde eloksal Al atığından elde edilen S1 kodlu alümina esaslı aerojel tozuna ait görüntülerde, küçük tane boyutlu tozların yanı sıra gözlemlenen iri taneler, yapıda aglomerasyonun meydana geldiğini göstermektedir. Üretilen diğer alümina esaslı aerojel tozlarının da nano boyutta oldukları gözlemlenirken genel olarak aglomere oldukları gözlemlenmiştir. Nano boyuttaki tozların daha iyi yorumlanabilmesi için

yüksek büyütmelelerde elde edilen FESEM görüntüleri alınmış ve BET analizi yapılarak tozların ortalama toz tane boyutları tespit edilmiştir.



(a)

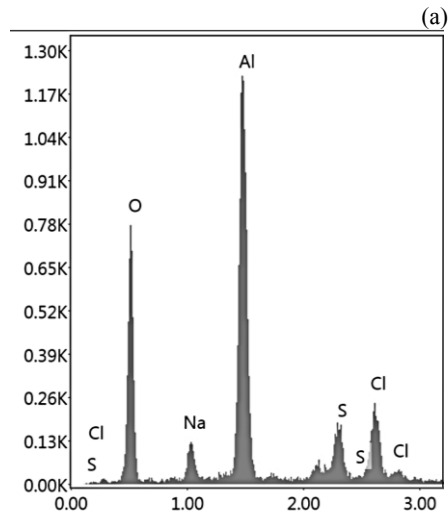
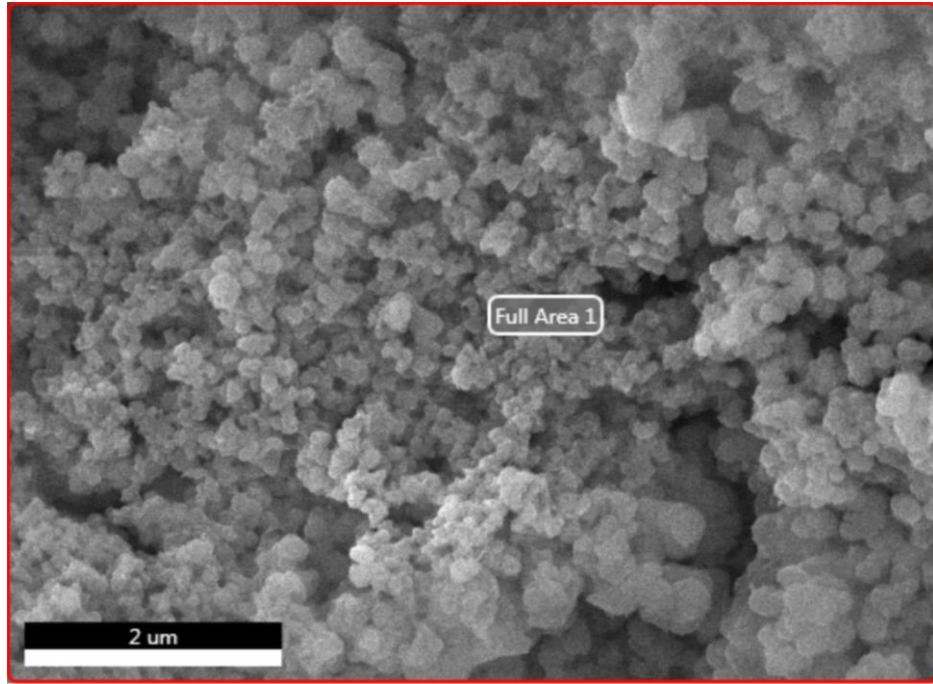


(b)

Şekil 4.4. Alümina eloksalsal atığından üretilen S1 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri

Şekil 4.4.'te görülen alümina eloksalsal atığı kullanılarak elde edilen alümina esaslı aerojel tozunun FESEM görüntüleri incelendiğinde, tozun gözenekli yapıya sahip

olduğu ve tozların nano boyutta olduğu belirlenmiştir. Toz boyutunun ortalama olarak 100 nm olduğu gözlenmiştir ve elde edilen bu sonuç yapılan BET analizi ile örtüşmektedir. Yapılan FESEM-EDS analizleri sonucunda Şekil 4.5.'te belirtildiği üzere yapıdaki hakim elementlerin Al ve O olduğu görülmektedir.

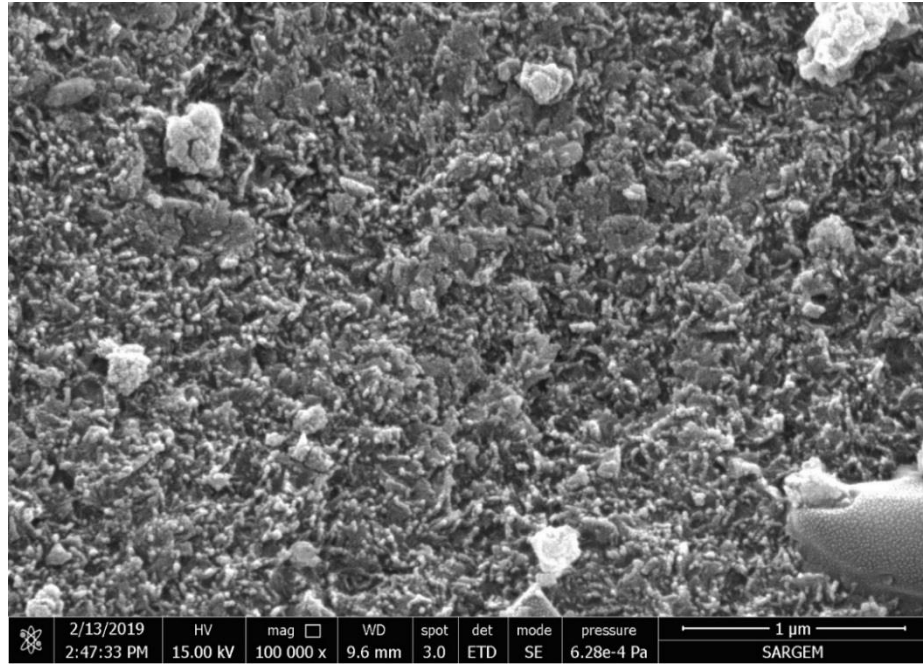


Element	ağ.%
O	41.71
Na	3.36
Al	34.83
S	8.67
Cl	11.43

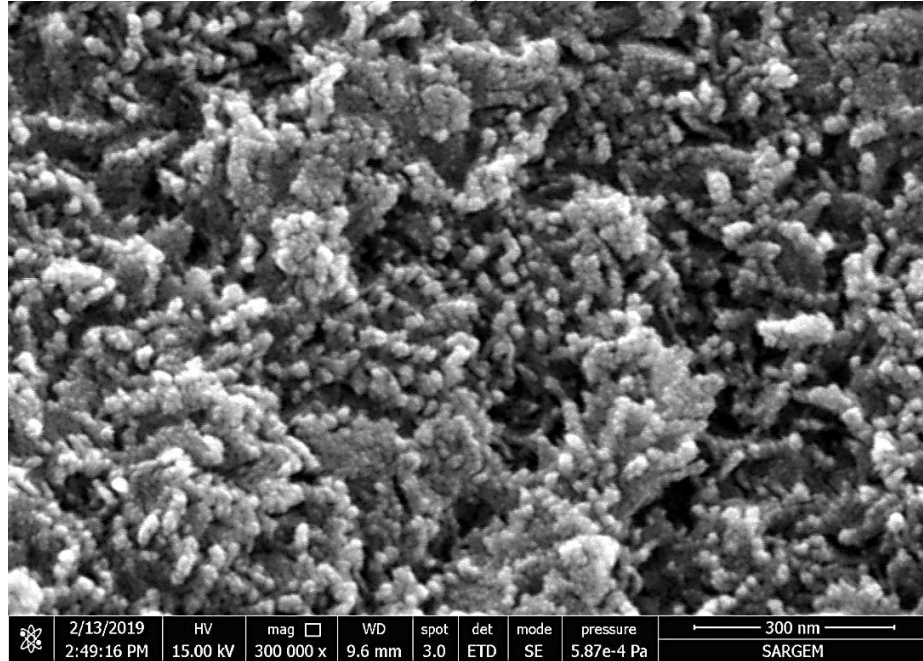
(b)

Şekil 4.5. Alümina eloksal atığından üretilen S1 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü ve b. EDS analizi

Safsızlıkları gidermek için uygulanan yıkama işlemleri neticesinde Si ve Ca gibi safsızlıkların giderildiği görülürken, yaşlandırma işlemi esnasında kullanılan asit ve baz katalizörlerinden dolayı yapıdaki Na ve Cl oranının eloksal atık kullanılarak üretilen toza göre arttığı görülmektedir. Şekil 4.6.'da ikincil alüminyum cürufundan elde edilen S2 kodlu alümina esaslı aerojel tozuna ait FESEM görüntüleri verilmiştir.



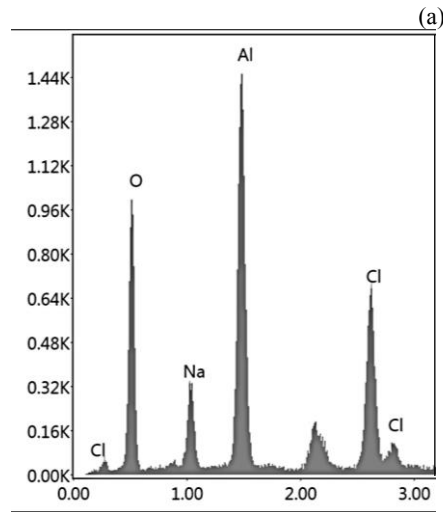
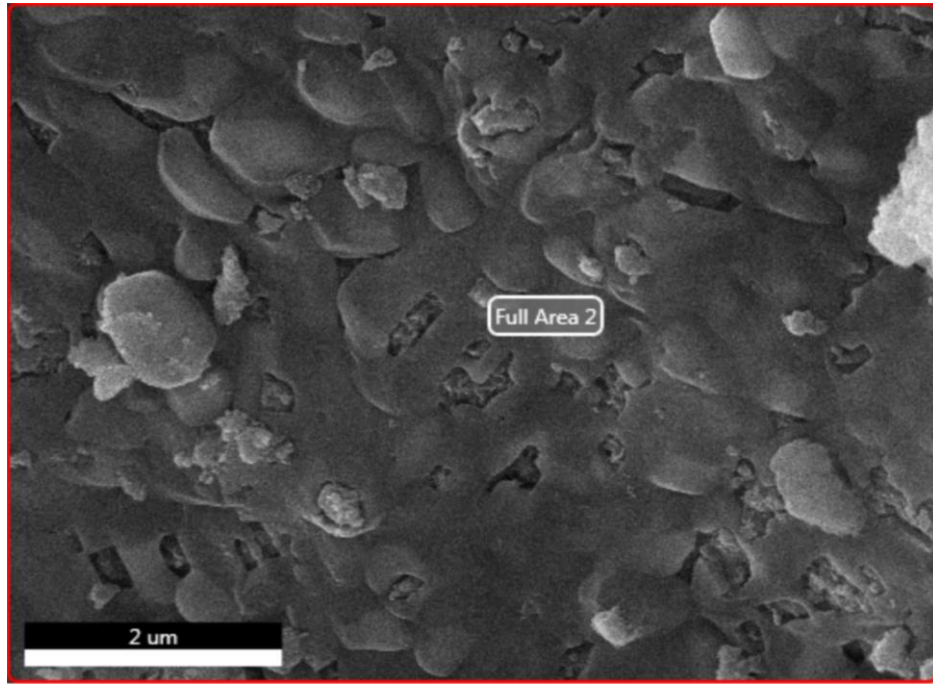
(a)



(b)

Şekil 4.6. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri

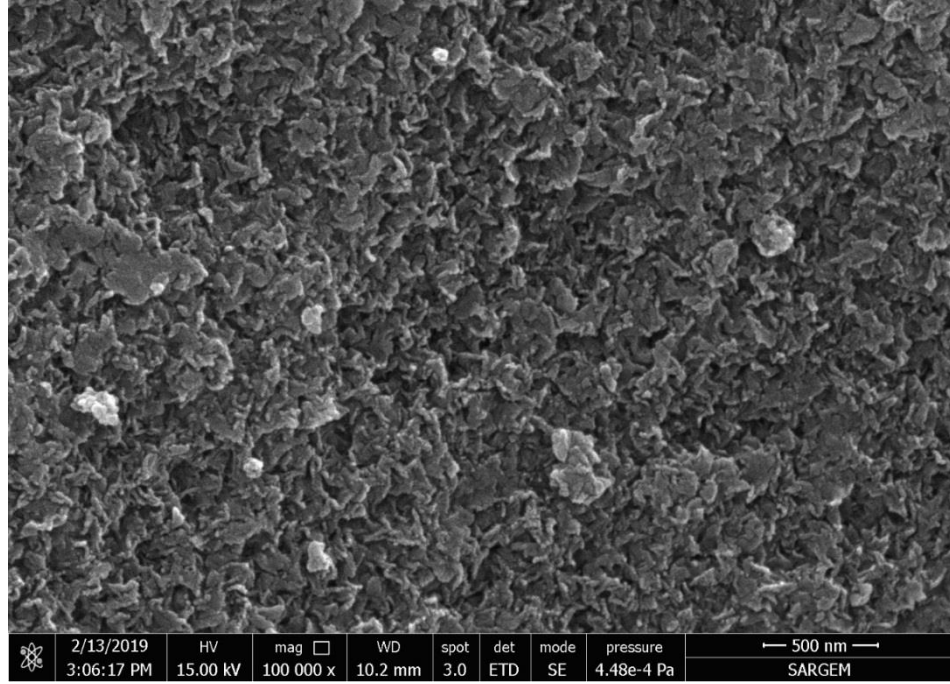
İkincil Al cürufundan elde edilen S2 kodlu aerjel tozunun Şekil 4.6.'da verilen FESEM görüntülerine göre toz boyutunun 20 nm mertebelerinde ve tozun gözenekli yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.7.'de sunulan FESEM-EDS analizleri başlangıç tozunun analizleri ile kıyaslandığında yapılan yıkama işlemleri sayesinde yapıdaki Fe ve Mg elementlerinin giderildiği görülürken, kullanılan asit baz katalizörlerinin yapıdan uzaklaştırılmadığı görülmüştür.



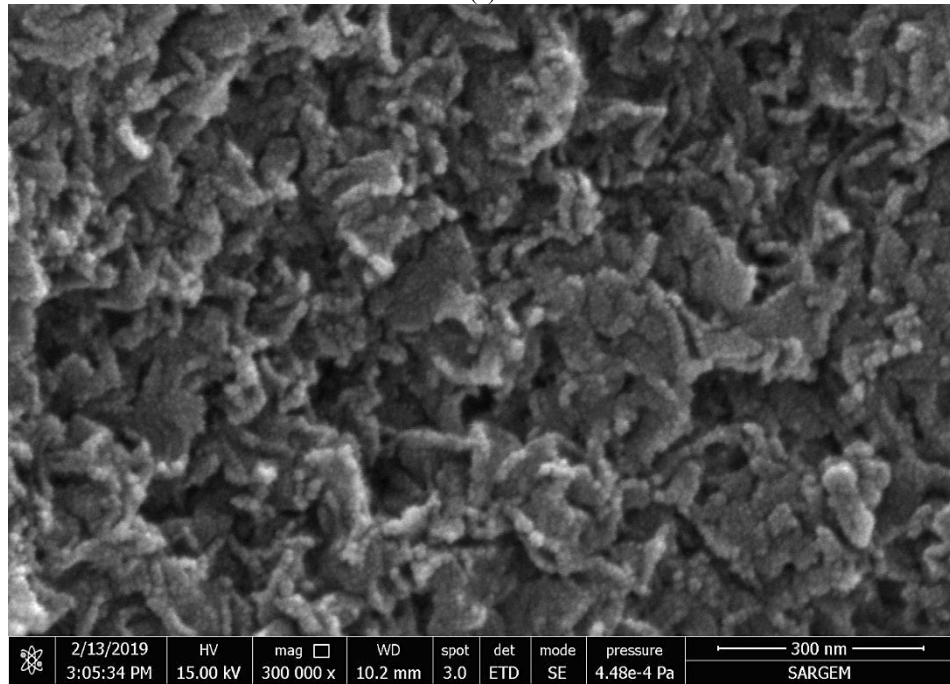
Element	ağ. %
O	42.22
Na	6.79
Al	28.99
Cl	21.99

(b)

Şekil 4.7. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu aerjel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b. EDS analizi



(a)

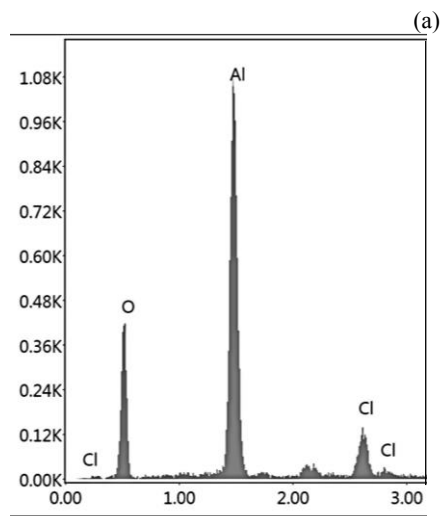
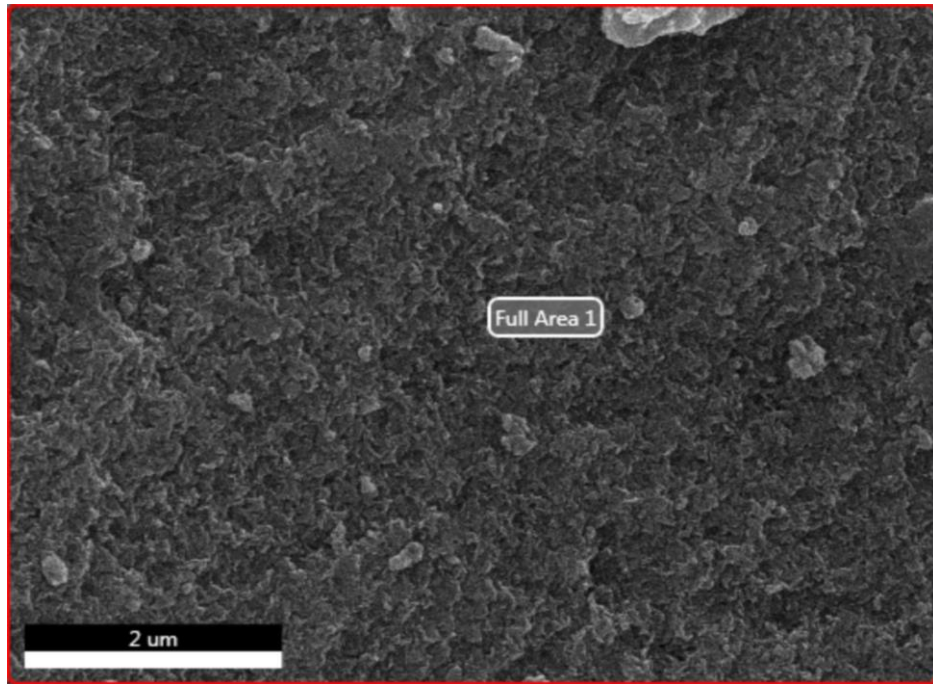


(b)

Şekil 4.8. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S3 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri

Şekil 4.8.'de ikincil Al cürufundan elde edilen S3 kodlu aerojel tozuna ait 100.000X ve 300.000X büyütmelelerdeki FESEM görüntüleri ile Şekil 4.9.'da 50.000X büyütmedeki FESEM-EDS analizi verilmiştir. FESEM görüntülerinden, üretilen

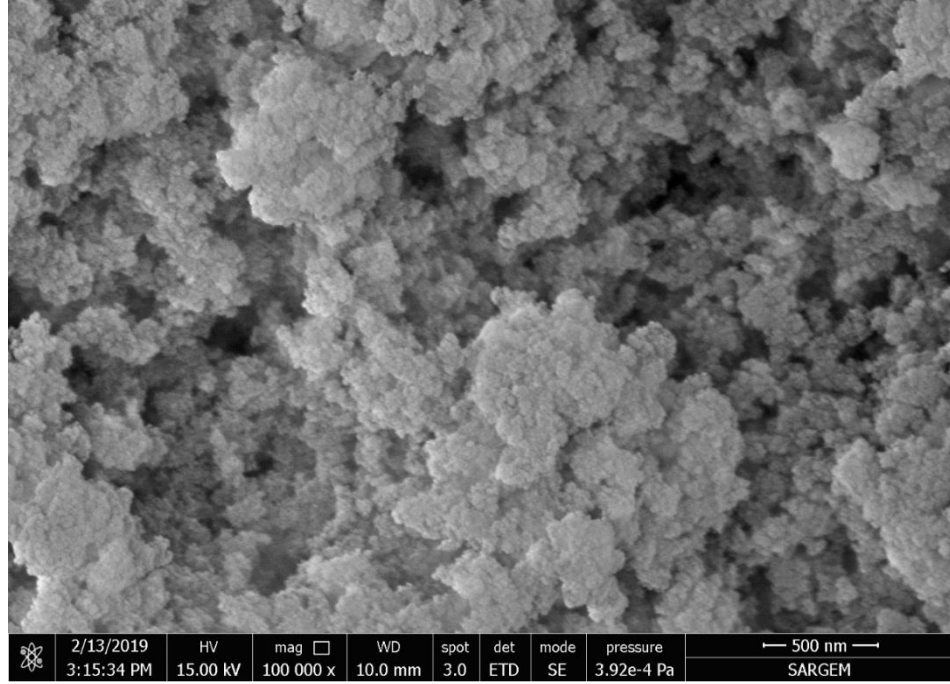
alümina esaslı aerojel tozunun 20 nm'nin altında toz tane boyutuna sahip olduğu tespit edilmiştir. Yapılan işlemler neticesinde yapıdaki safsızlıkların büyük oranda giderildiği ve Al oranının %49,12'ye kadar yükseltildiği görülmektedir. S2 ve S3 kodlu numunelerin her ikisi de ikincil alüminyum cürufundan üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait olup; üretim parametrelerindeki tek farklılık yaşlandırma işlem kademesindeki bekleme süreleridir. S2 kodlu numune 4 hafta yaşlandırılmış iken; S3 kodlu numunede süre 3 haftada sonlandırılmıştır.



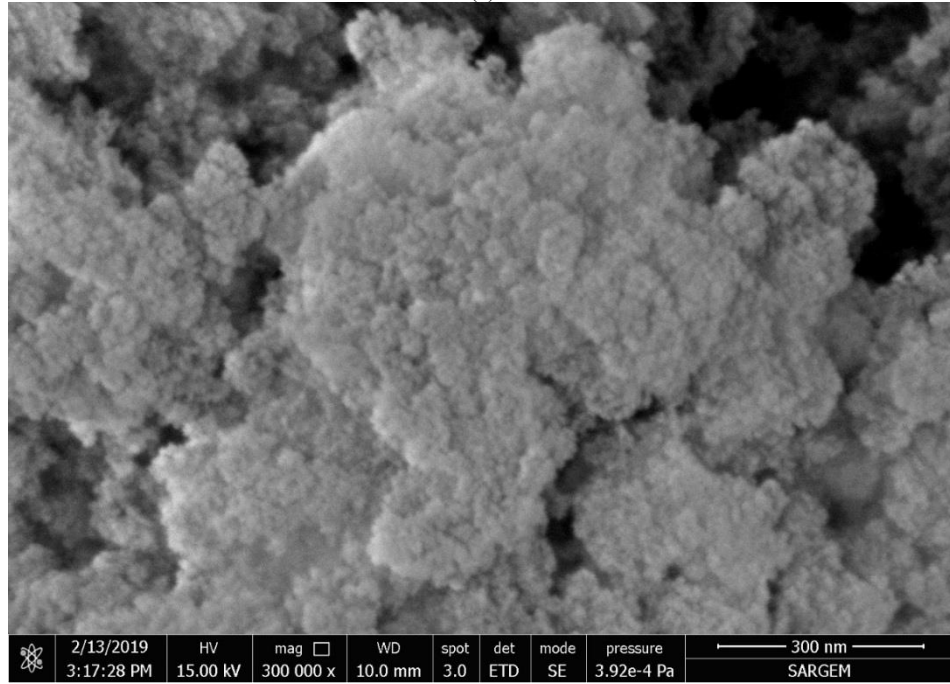
Element	ağ.%
O	39.79
Al	49.12
Cl	11.10

(b)

Şekil 4.9. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S3 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b. EDS analizi



(a)

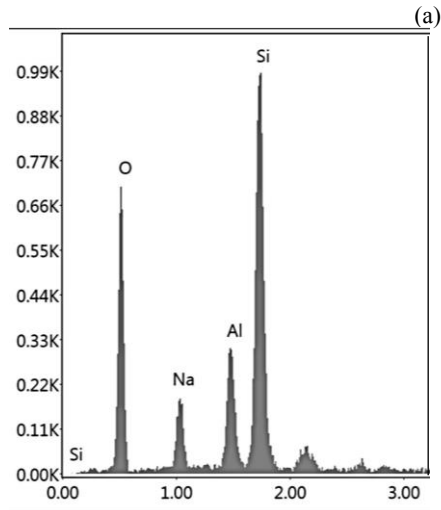
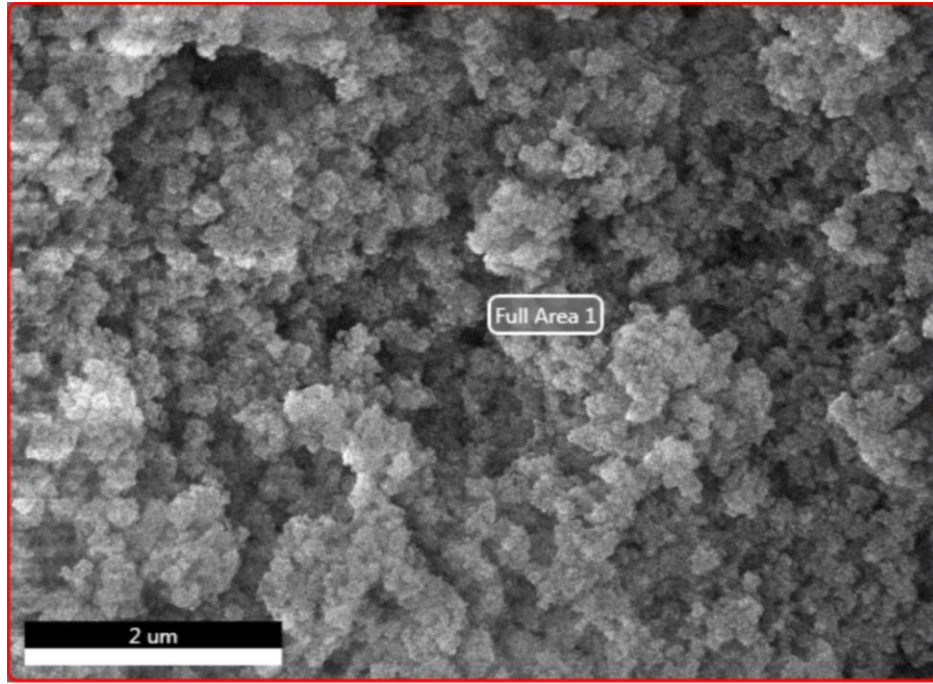


(b)

Şekil 4.10. Şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu aerjel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri

Şekil 4.10. ve Şekil 4.12.'de şamot tuğla harcından üretilen sırasıyla S4 ve S5 kodlu numunelere ait 100.000X ve 300.000X büyütmelerdeki FESEM görüntüleri ile Şekil 4.11. ve 4.13.'te FESEM-EDS analizleri verilmiştir. Elde edilen verilere göre üretilen alümina esaslı aerjel tozlarının tane boyutlarının 10-15 nm aralığında olduğu tespit

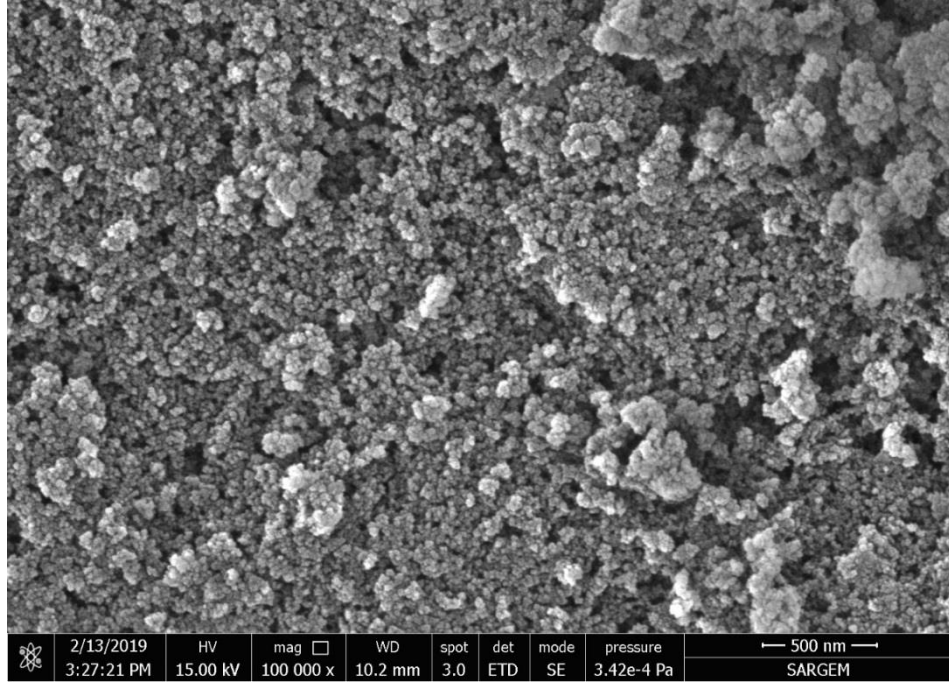
edilmiştir. Aerojel üretimi esnasında yapılan işlemler neticesinde EDS analizine göre numunelerdeki Si oranının arttığı ve Al oranının azaldığı görülmektedir. Üretilen tüm alumina esaslı aerojel tozları arasında en düşük Al pik değeri şamot tuğla harcı tozlarından üretilen aerojelerde elde edilmiştir. Bu durumun kullanılan hammaddenin başlangıç bileşiminden kaynaklandığı düşünülmektedir.



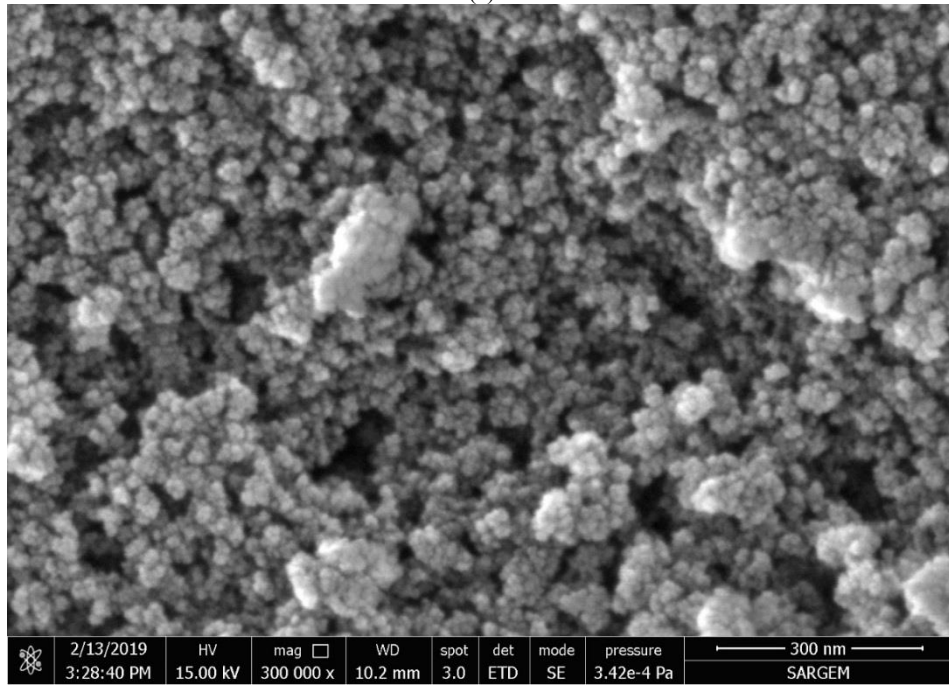
Element	ağ. %
O	42.69
Na	6.73
Al	10.00
Si	40.58

(b)

Şekil 4.11. Şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü
b. EDS analizi

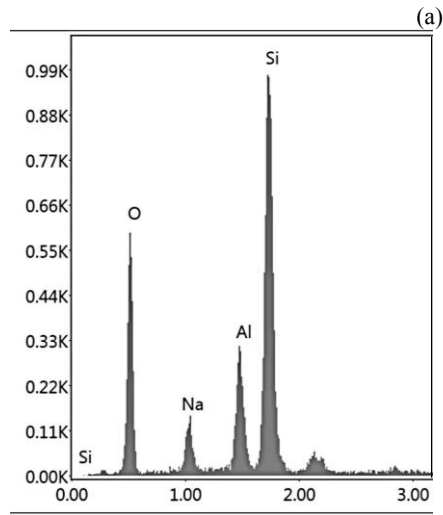
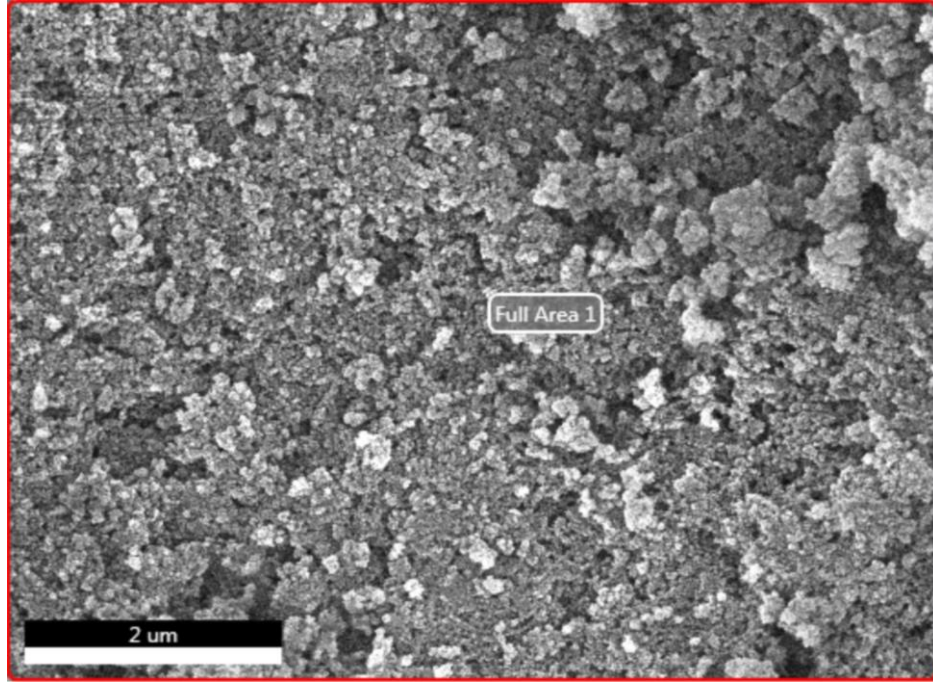


(a)



(b)

Şekil 4.12. Şamot tuğla harcından üretilen S5 kodlu aerjel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri

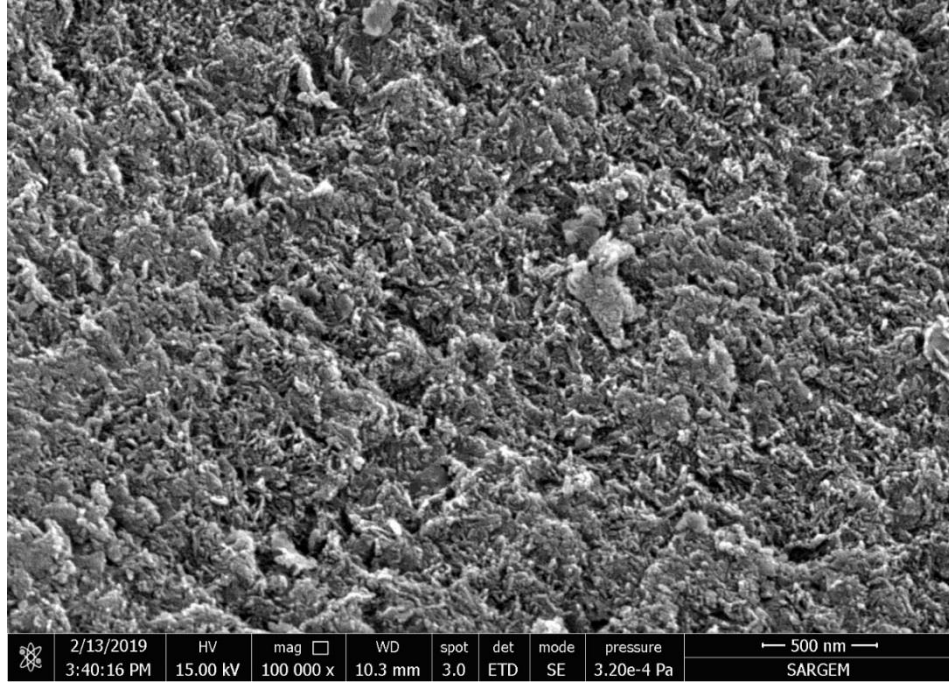


Element	ağ.%
O	39.58
Na	5.62
Al	11.26
Si	43.53

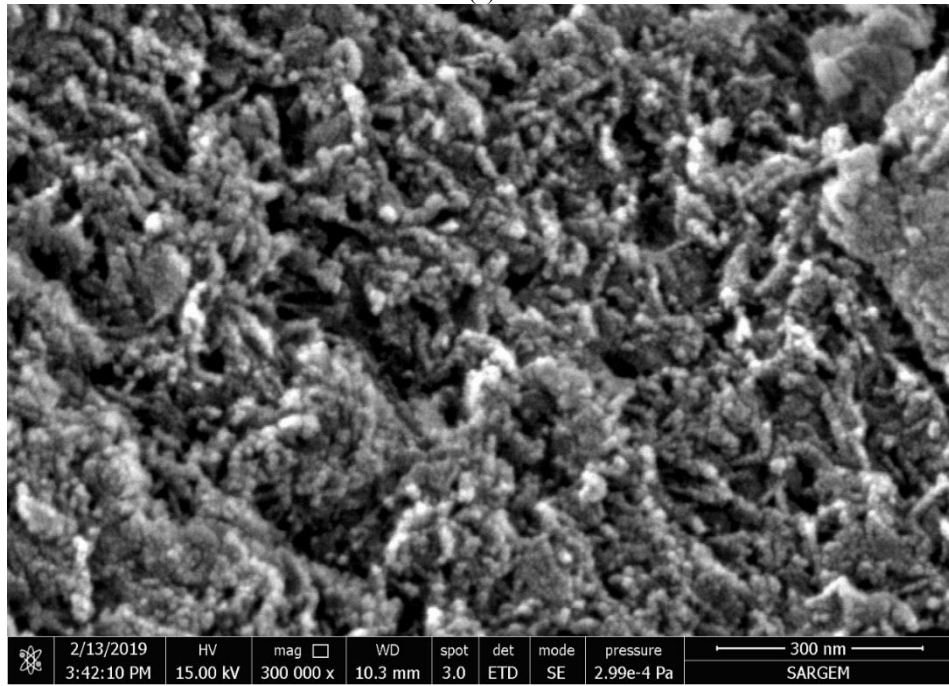
(b)

Şekil 4.13. Şamot tuğla harcından üretilen S5 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b.EDS analizi

Seydişehir alüminasından elde edilen S6 ve S7 kodlu aerojel tozlarının FESEM görüntüleri sırasıyla Şekil 4.14. ve Şekil 4.16.'da verilmiştir. Görüntülere göre toz boyutlarının 20-25 nm aralığında olduğu saptanmıştır ve bu değerler BET analizi ile örtüşmektedir. Aerojel tozlarının sırasıyla %43,17 ve %57,50 oranlarında Al ihtiva ettiği Şekil 4.15. ve Şekil 4.17.'deki FESEM-EDS analizlerinde görülmektedir.

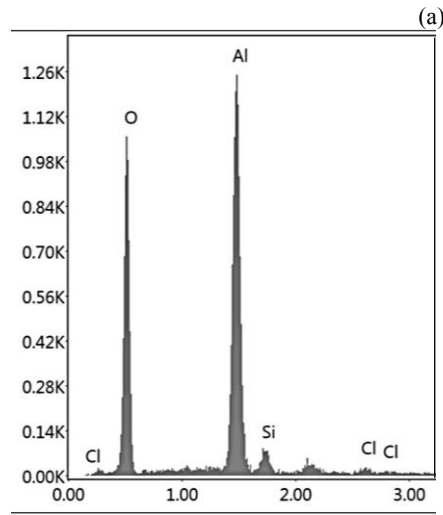
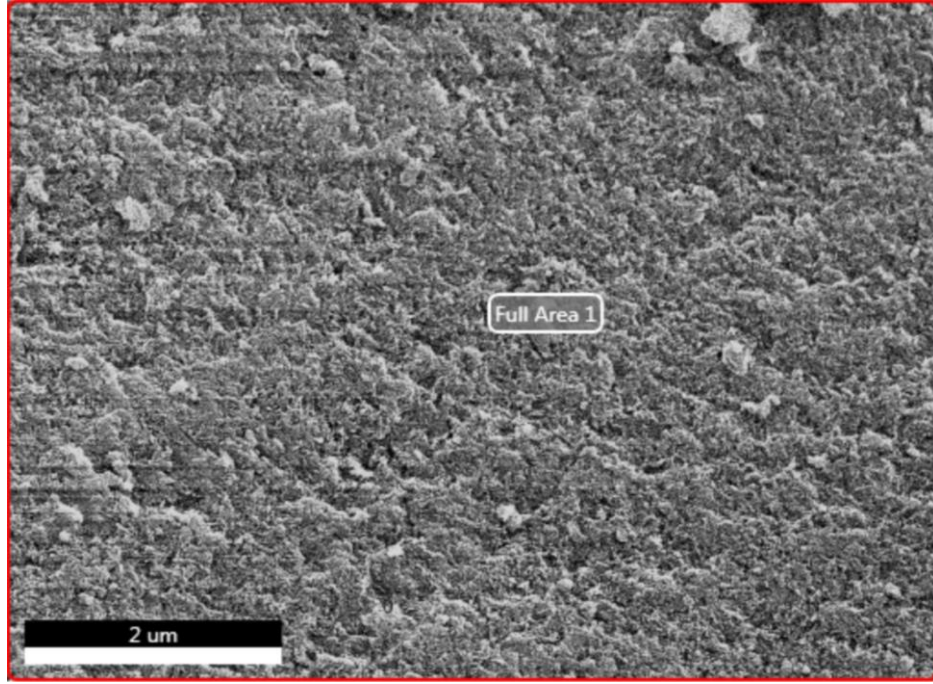


(a)



(b)

Şekil 4.14. Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri

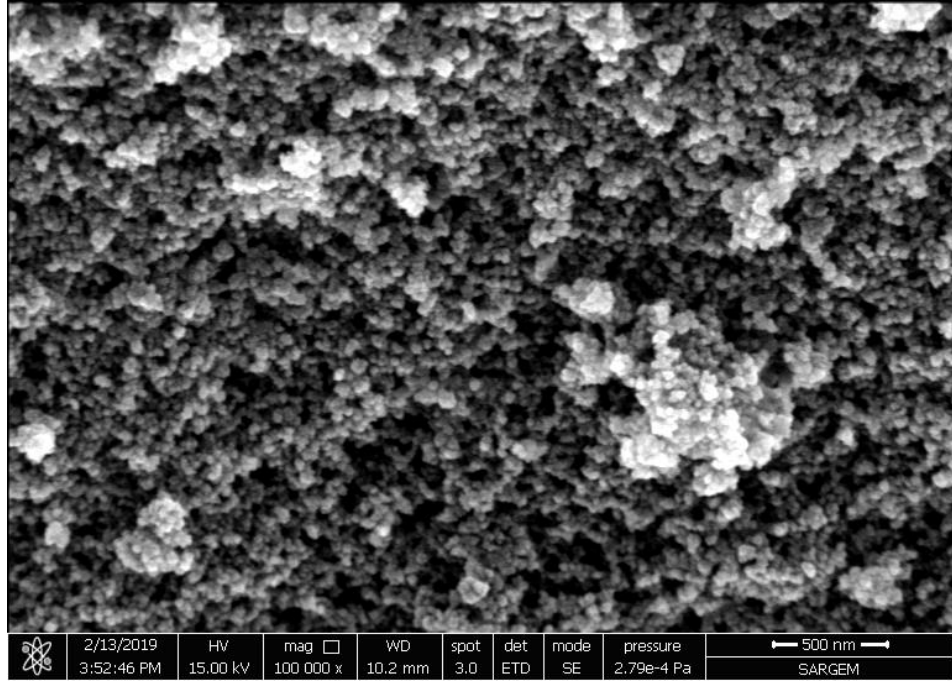


Element	ağ.%
O	53.36
Al	43.17
Si	2.94
Cl	0.52

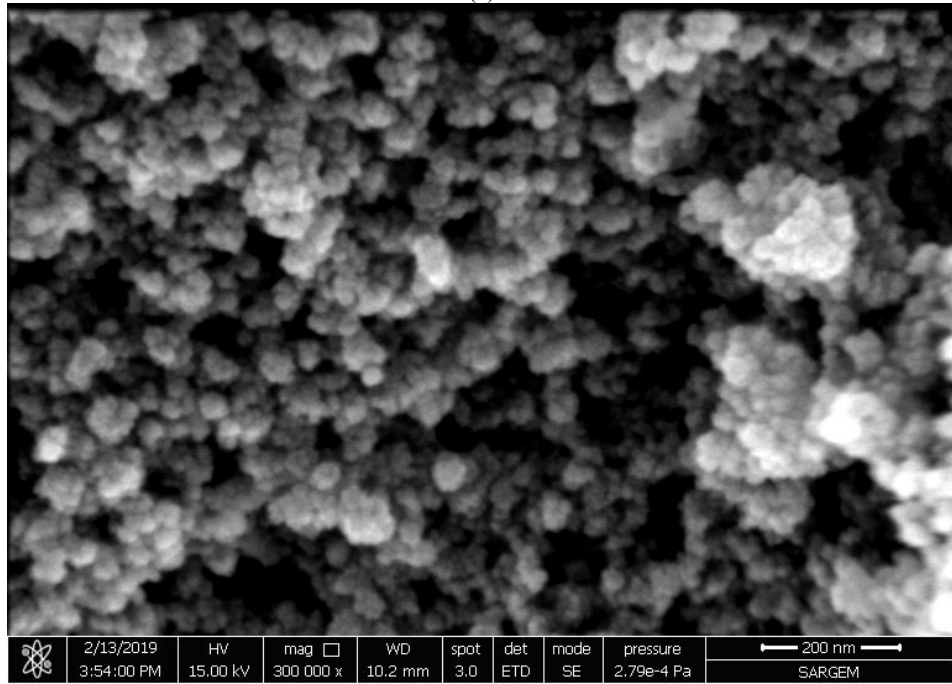
(b)

Şekil 4.15. Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b. EDS analizi

Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu numunenin ağırlıkça %43,17'lik Al içeriğinin yanı sıra %2,94 Si ve %0,52 Cl ihtiva ettiği Şekil 4.15.'te görülmektedir. %57,5'lik Al içeriği ile S7 kodlu numune de ise Si ve Cl oranları sırasıyla %3,22 ve %1,07'dir. Yapıdaki bu farklılıklar, alümina esaslı aerojel tozu üretimi esnasında kullanılan asitin etkisini göstermektedir. S7 kodlu numunede olduğu gibi asit katalizörü olarak H_2SO_4 'ün kullanılması yapıya geçen Al miktarını arttırırken, Si ve Cl oranını da arttırmıştır.

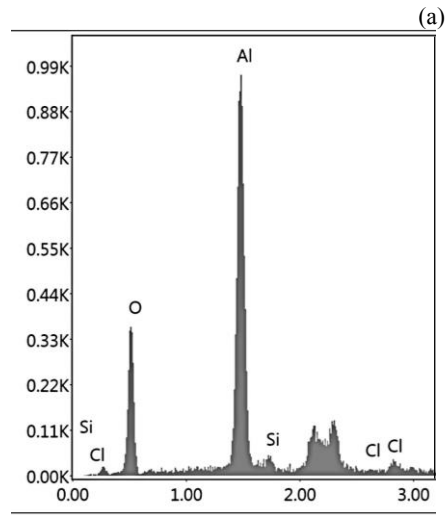
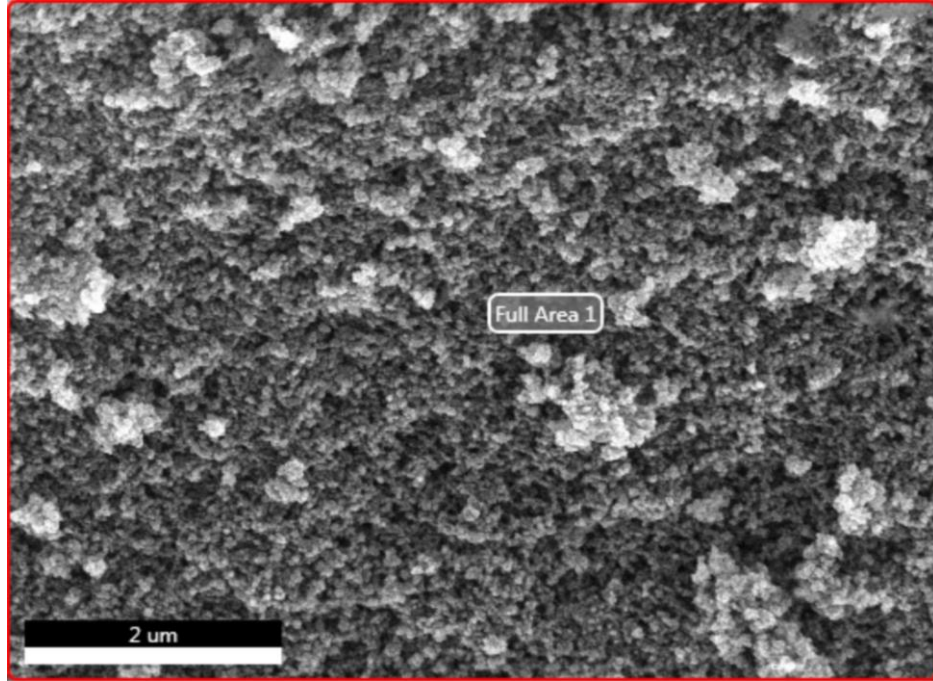


(a)



(b)

Şekil 4.16. Seydişehir alüminasından üretilen S7 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri



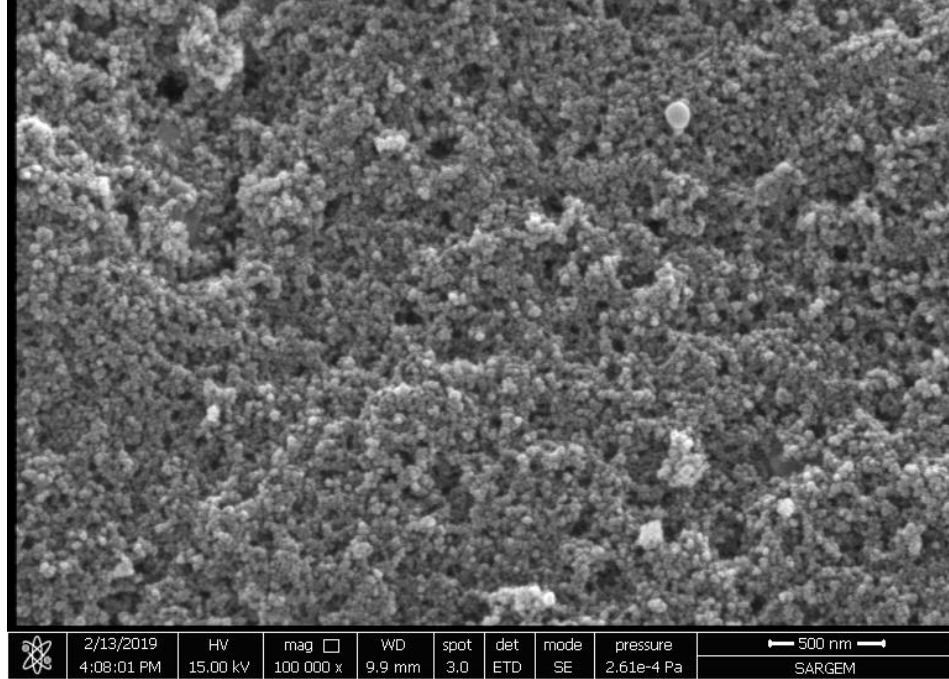
Element	ağ.%
O	38.21
Al	57.50
Si	3.22
Cl	1.07

(b)

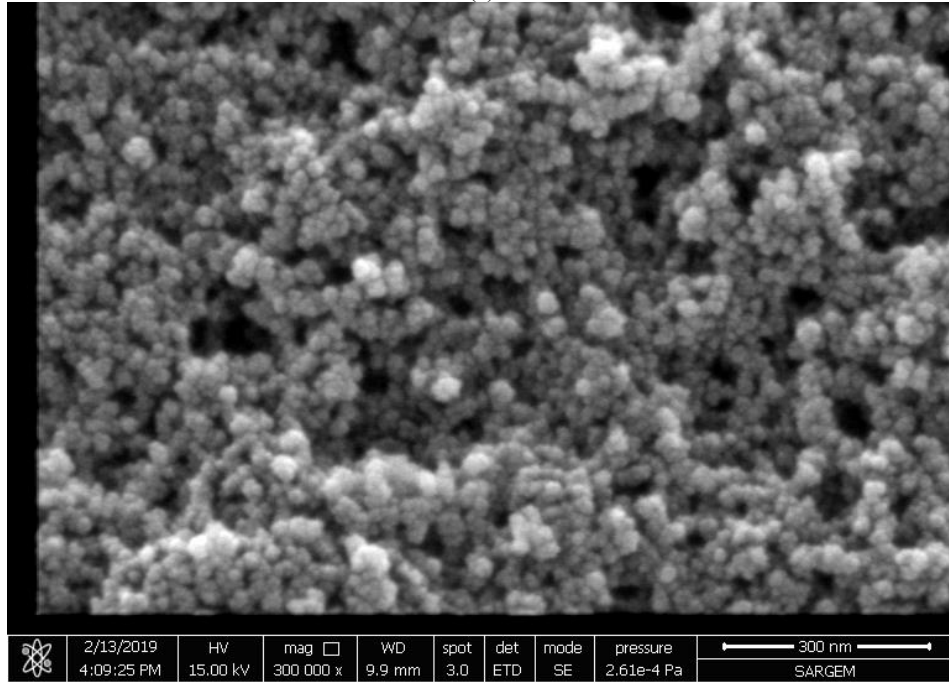
Şekil 4.17. Seydişehir alüminasından üretilen S7 kodlu aerogel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü b.EDS analizi

Atık pota tozundan üretilen S9 ve S10 kodlu aerogel tozlarının FESEM analizinden elde edilen görüntüler sırasıyla Şekil 4.18. ve Şekil 4.20.'de verilmiştir. Yapılan analize göre tozların nano boyutta olduğu ve yaklaşık 10-15 nm aralığında olduğu tespit edilmiştir. S9 ve S10 kodlu numunelere ait FESEM-EDS analizleri sırasıyla Şekil 4.19. ve 4.21.'de verilmiştir. Elde edilen EDS analizlerinde gözlenen yüksek Si içeriğinin, alümina potanın atık durumuna gelmeden önce kullanıldığı seramik döküm işlemlerinden kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Üretilen alümina esaslı

aerojel tozlarının 100.000X ve 300.000X büyütmelerdeki FESEM görüntüleri Şekil 4.22.'de görülmektedir. Verilen görüntüler arasında S8 nolu numuneye ait veri olmaması; numuneden yeteri kadar toz elde edilememesinden kaynaklanmaktadır.

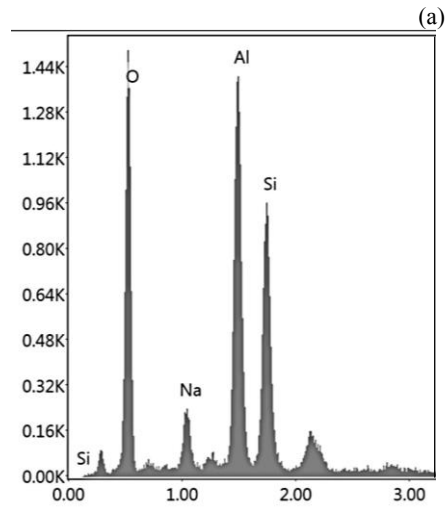
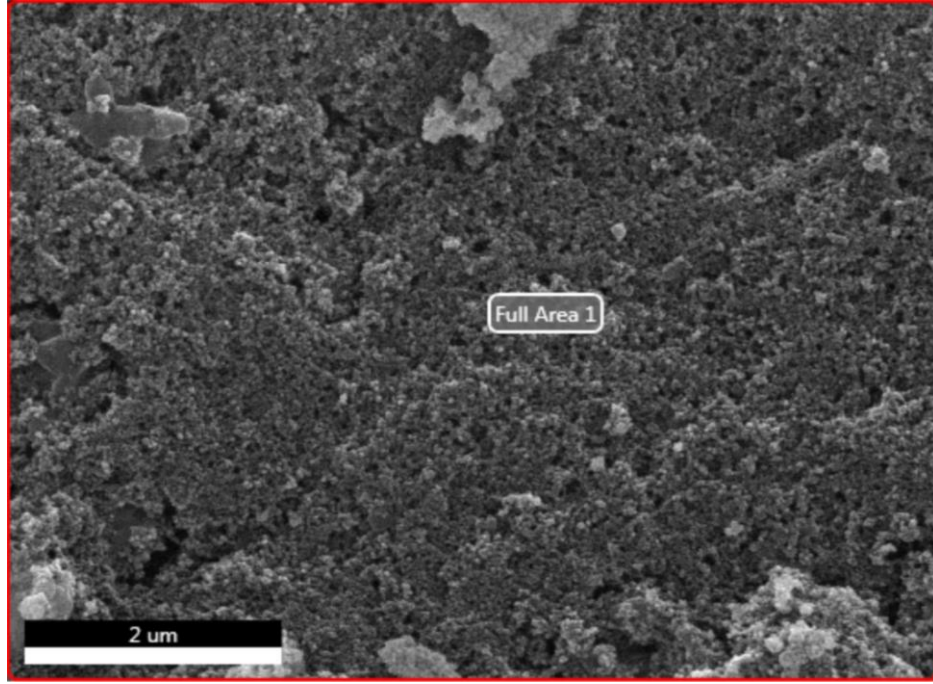


(a)



(b)

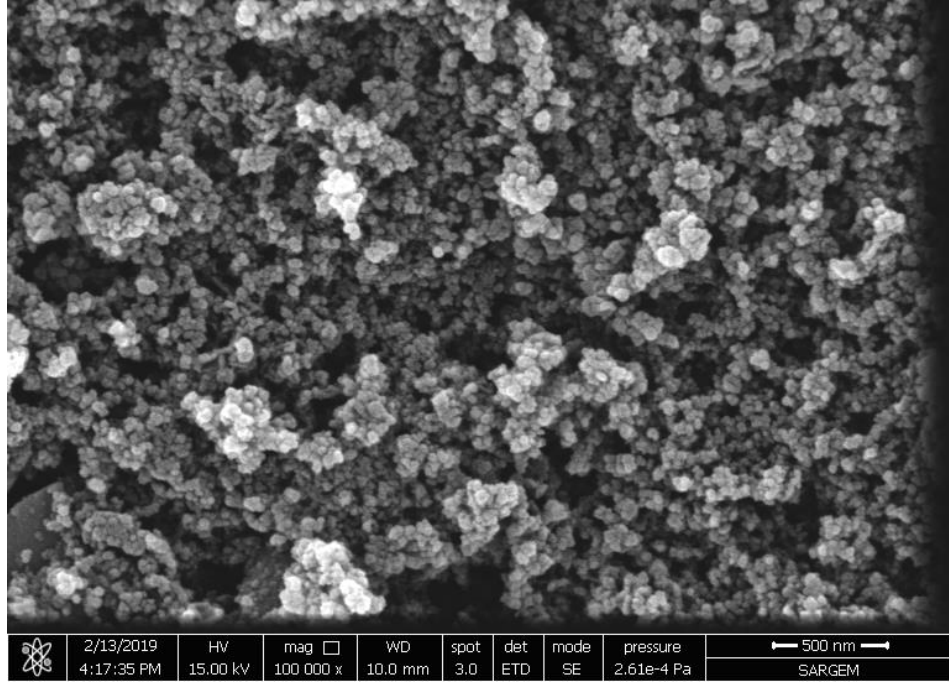
Şekil 4.18. Atık pota tozundan üretilen S9 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri



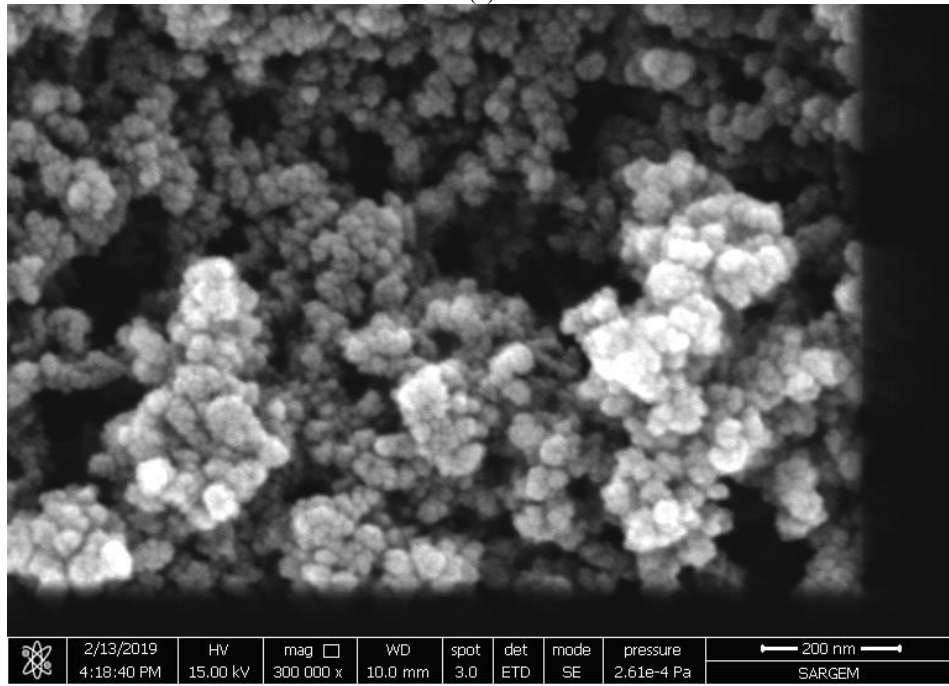
Element	ağ.%
O	45.14
Na	5.35
Al	26.93
Si	22.58

(b)

Şekil 4.19. Atık pota tozundan üretilen S9 kodlu aerojel tozunun a. 50.000X büyütmedeki FESEM görüntüsü
b. EDS Analizi

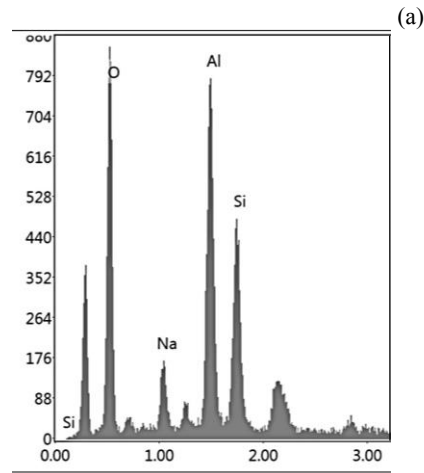
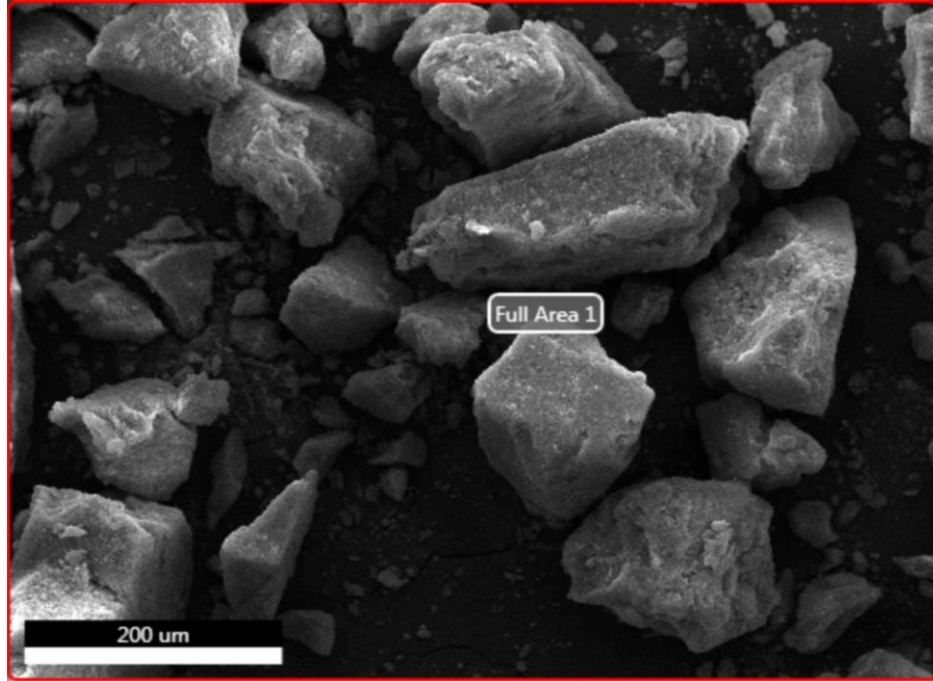


(a)



(b)

Şekil 4.20. Atık pota tozundan üretilen S10 kodlu aerojel tozunun a. 100.000X ve b. 300.000X büyütmedeki FESEM görüntüleri

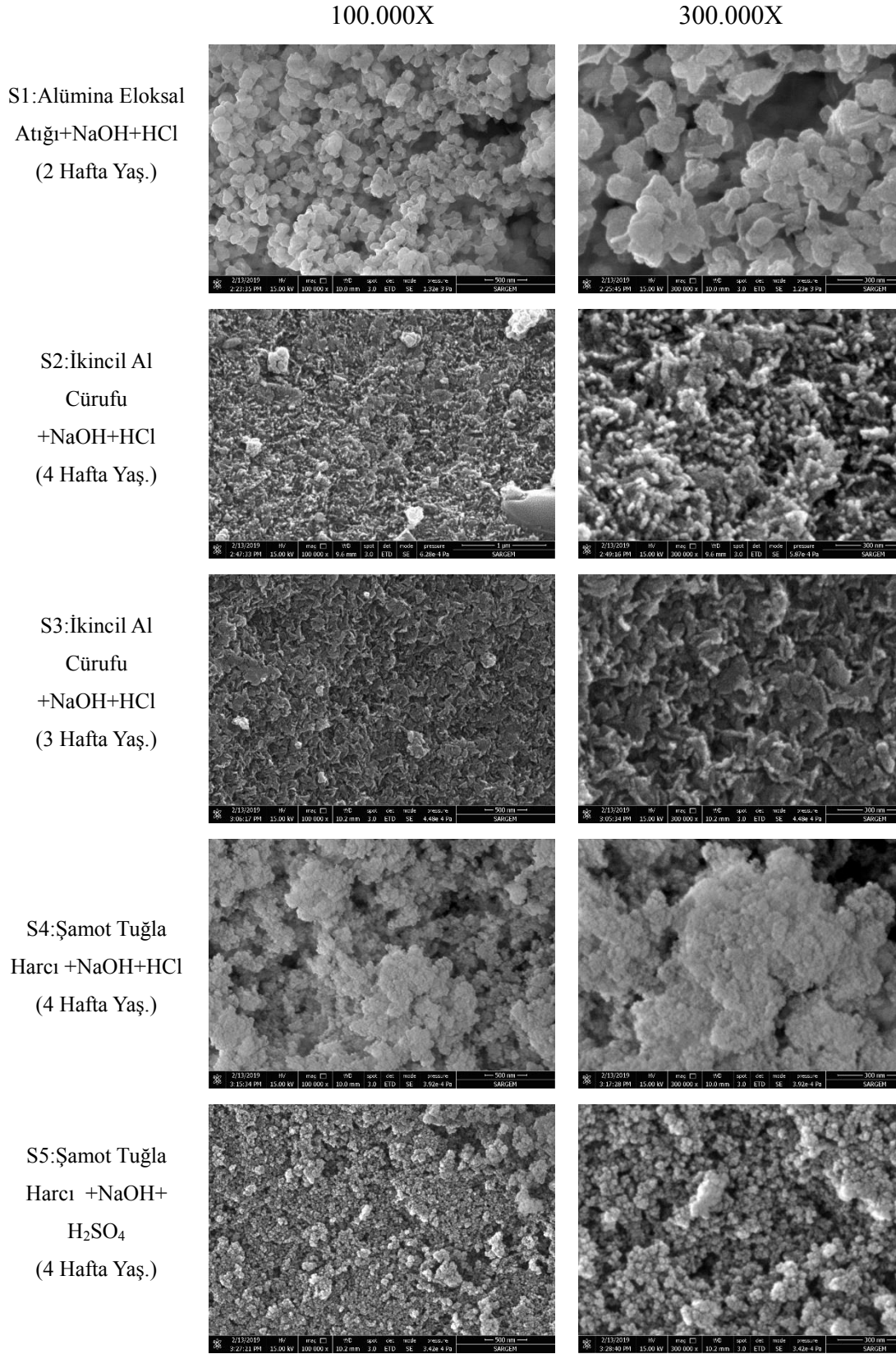


Element	ağ. %
O	47.59
Na	5.33
Al	26.88
Si	20.20

(b)

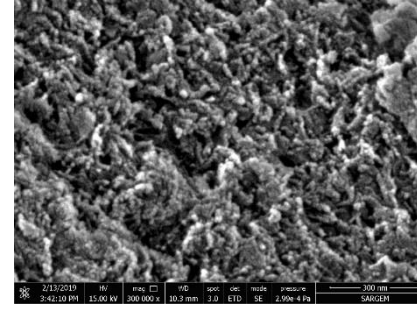
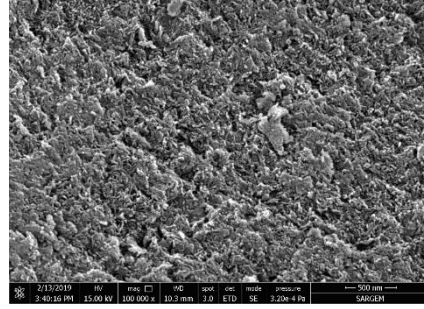
Şekil 4.21. Atık pota tozundan üretilen S10 kodlu aerojel tozunun a. 500X büyütmedeki FESEM görüntüsü
b. EDS analizi

Atık pota tozlarından elde edilen S9 ve S10 kodlu alümina esaslı aerojel tozlarının içerdikleri Al miktarlarının sırasıyla, ağırlıkça %26,93 ve %26,88 olduğu belirlenmiştir. Al'nin yapıya alınmasındaki verim düşüklüğünün sebebinin, alümina potaların 1600°C gibi yüksek sıcaklıklarda birden fazla kez işlem görmeleri ve bu işlem sonucunda mukavemetlerinin artmış olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

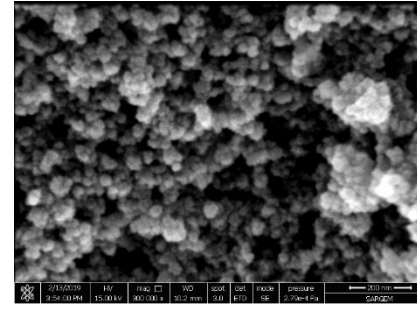
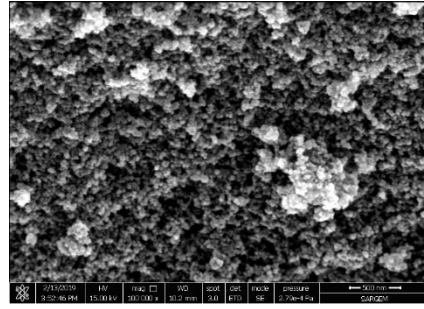


Şekil 4.22. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının 100.000X ve 300.000X büyütmeledeki FESEM görüntüleri

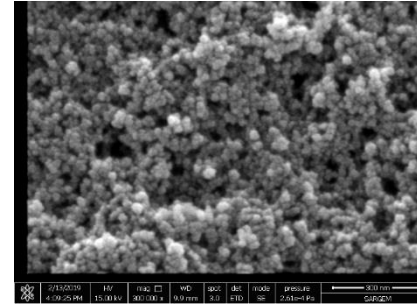
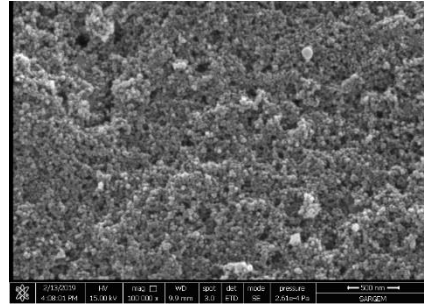
S6: Seydişehir
Alüminası
+NaOH+HCl
(4 Hafta Yaş.)



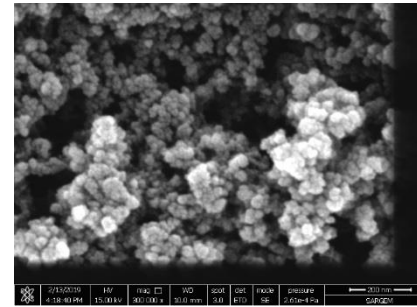
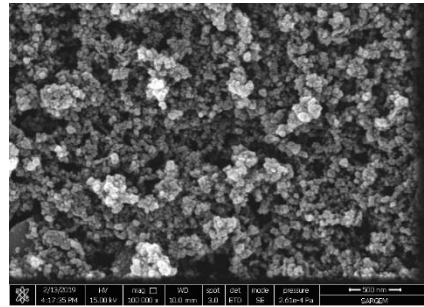
S7: Seydişehir
Alüminası
+NaOH+ H₂SO₄
(4 Hafta Yaş.)



S9: Atık Alümina
Pota
+NaOH+HCl
(5M)
(4 Hafta Yaş.)



S10: Atık Alümina
Pota
+NaOH+HCl
(10M)
(4 Hafta Yaş.)



Şekil 4.22. (Devamı)

Çeşitli bileşim ve şartlarda üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının yüksek büyütmelede yapılan FESEM analizleri neticesinde üretilen tozların nano boyutta oldukları, homojen dağıldıkları ve gözenekli tane yapısına sahip oldukları anlaşılmıştır. Elde edilen sonuçlar, literatür verileri ile karşılaştırıldığında üretilen tozların istenilen toz tane boyut aralığında ve gözenekli yapıda olduğu gözlenmiştir. Toz tane boyutları BET analizi ile de tespit edilmiş olup; FESEM ile gözlenen

değerler ile BET analizi ile tespit edilen sonuçlar örtüşmektedir. Yapılan benzer konulardaki çalışmalara yönelik literatür araştırması yapılmıştır ve bu çalışmalarda da üretilen arojellerin ve arojel tozların nano boyutta oldukları görülmüştür. Şamot tuğla harcından üretilen arojel tozları gibi Si oranı yüksek olan alüminasilikat arojellerin partikül boyutlarının daha küçük olduğu gözlenmiştir.

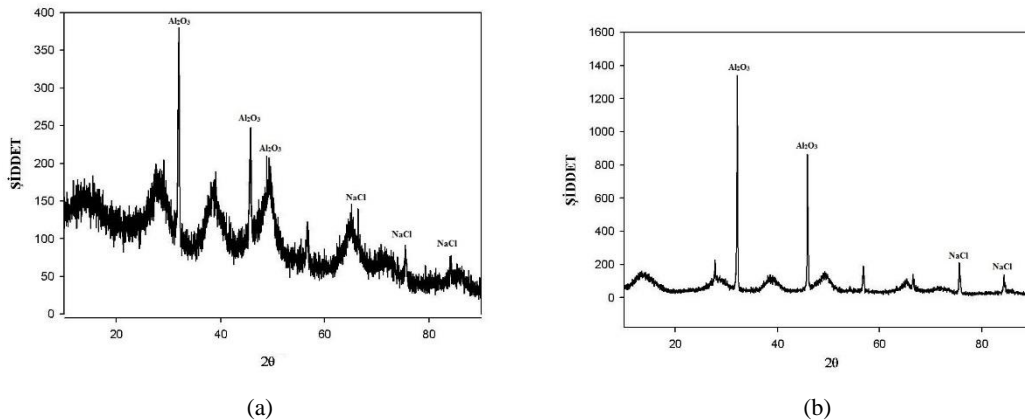
Xu ve arkadaşlarının alümina arojel sentezinde metan amid ve TEOS'un etkilerini araştırdıkları bir çalışmada; başlangıç malzemesi olarak $Al(NO_3)_3(H_2O)_9$ kullanarak sol-jel yöntemi ile atmosfer basıncı altında kurutma sonucunda elde ettikleri arojellerin iskeletinin 10-30 nm aralığında partiküllerden oluştuğu ve homojen, sürekli ve küresel ağ yapısına sahip olduğu gözlenmiştir [26].

Öz ve arkadaşlarının alümina arojellerin fiziksel karakteristikleri üzerine kurutma ve yaşlandırma süresinin etkisini araştırdıkları bir çalışmada; başlangıç malzemesi olarak alüminyum tri-sek-bütoksit kullanılarak sol-jel yöntemi ile hazırlanan arojeller süper kritik kurutma şartları altında sentezlenmiştir. Kurutma süresinin, üretilen arojeller üzerinde önemli bir etkisi görülmezken, yaşlandırma süresinin artmasıyla yüzey alanında kayda değer bir artma olduğu görülmüştür. Yapılan çalışmada sunulan farklı şartlardaki numunelere ait SEM görüntülerinde tozların oldukça küçük homojen dağılmış nano parçacıklardan oluştuğu ve yüzey alanının artmasıyla gözenek boyutlarında iyileşmeler olduğu gözlemlenmiştir [4].

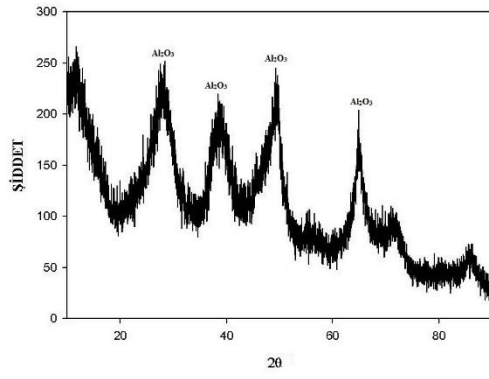
Shalygin ve arkadaşlarının sol jel yöntemi ile ürettikleri alüminasilikat arojellerin özelliklerine, silisyum/alüminyum oranının etkisini araştırdıkları bir çalışmada farklı oranda Si/Al'dan oluşan numuneler denenerek elde edilen sonuçlar incelenmiştir. %100 alüminyum içeriğinden oluşan alümina arojele ait TEM görüntülerinde tozları oluşturan nano parçacıkların yaklaşık 50 nm boyutlarında bohmit kristalin yapısına sahip olduğu görülmektedir. Farklı oranlarda hazırlanan alüminasilikat arojellerin mikroyapı görüntüleri incelendiğinde 3-100 nm aralığında nano parçacıkların yapıyı oluşturduğu tespit edilmiştir [46].

4.3. Faz Analizi

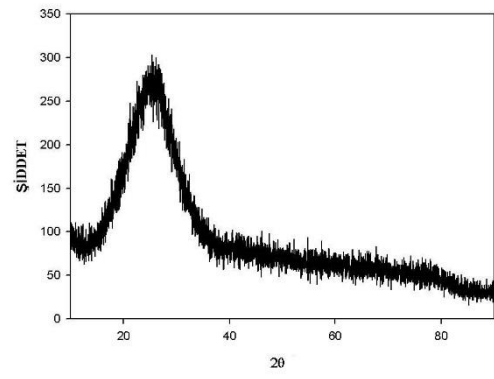
Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarında mevcut olan fazlar X-ışınları difraktometresi kullanılarak tespit edilmiştir ve elde edilen grafikler karşılaştırılmak üzere sunulmuştur. XRD analizleri 2°/dk tarama hızında yapılmıştır. Şekil 4.23.'te üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait XRD paternleri toplu olarak verilmiştir. Aerojel tozlarına ait X-ışınları paternlerinde amorf ve kristalin yapılar gözlenmiştir. Bu farklılığın sebebinin toz boyutunun nano ölçekte olmasından dolayı 2°/dk'lık çekim standartının (hızının) yeterli gelmemesi olduğu düşünülmektedir. Elde edilen alümina esaslı aerojel tozlarının kararlı kristalin yapıda oldukları düşünülmektedir. Şekil 4.23.'te verilen alüminyum eloksal atığından üretilen S1 kodlu aerojel tozunun grafiğinde $2\theta=37,44$ ve 50° 'lerde Al_2O_3 piklerinin, $2\theta=65,75$ ve 90° 'lerde NaCl piklerinin olduğu görülmektedir. Yapıda tespit edilen NaCl fazının, jelleştirme aşamasında kullanılan NaOH ve HCl'den kaynaklandığı düşünülmektedir. İkincil Al cürufundan üretilen alümina esaslı aerojel tozları Şekil 4.24.'te karşılaştırmalı olarak sunulmuştur. Paternde 4 hafta yaşlandırılan S2 kodlu numunenin kristalin yapıda olduğu görülürken, 3 hafta yaşlandırılan S3 kodlu numunenin amorf yapıda olduğu görülmektedir. İkincil Al cürufundan üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının ikisinin de kristalin yapıda olduğu ancak 2°/dk 'lık çekim standartının yeterli olmamasından kaynaklı bu farklılığın olduğu düşünülmektedir. 4 hafta yaşlandırılan S2 numunesinde Al_2O_3 ve NaCl fazları oluşurken, 3 hafta yaşlandırılan S3 kodlu numunede yalnız Al_2O_3 fazı oluşmuştur.



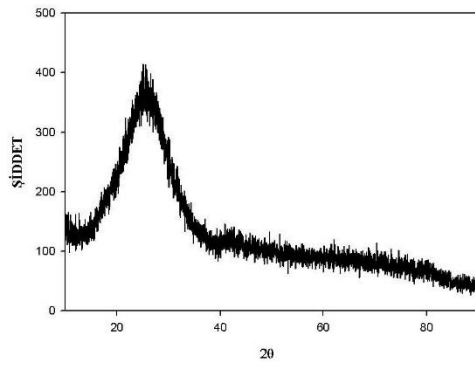
Şekil 4.23. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait faz analizleri a. S1, b. S2, c. S3, d. S4, e. S5, f. S6, g. S7, h. S9, i. S10



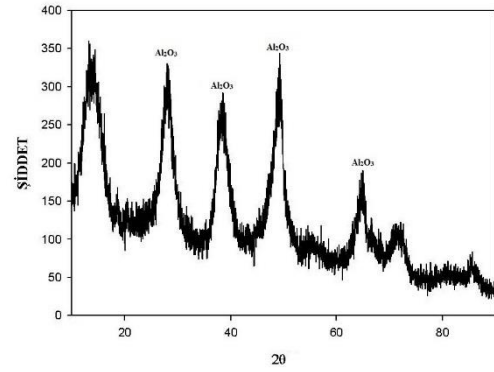
(c)



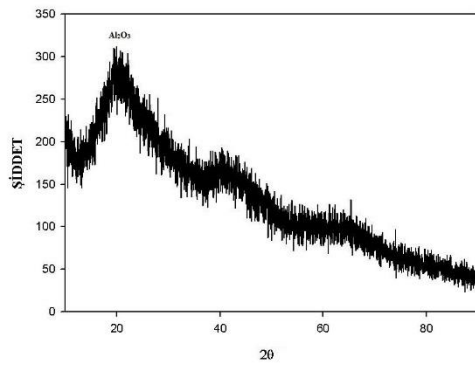
(d)



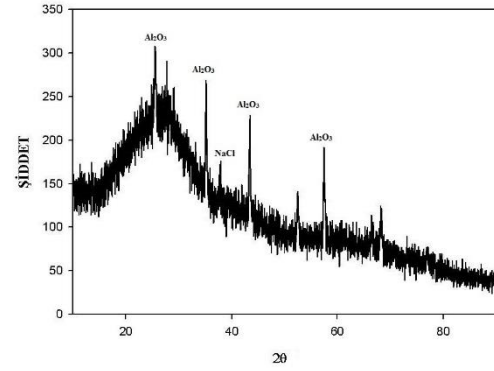
(e)



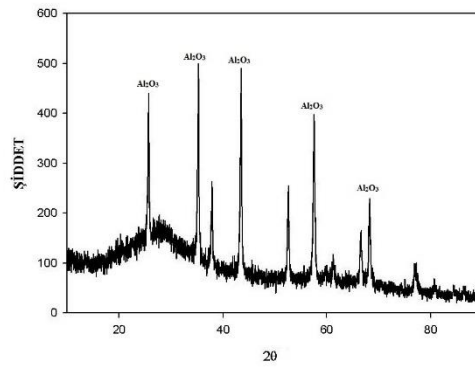
(f)



(g)

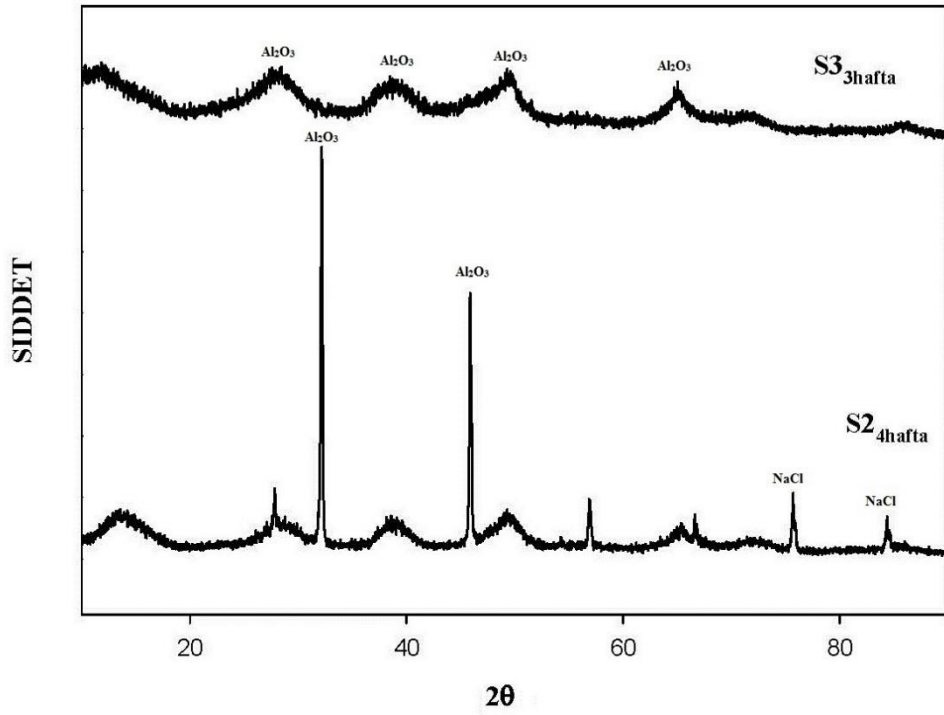


(h)



(i)

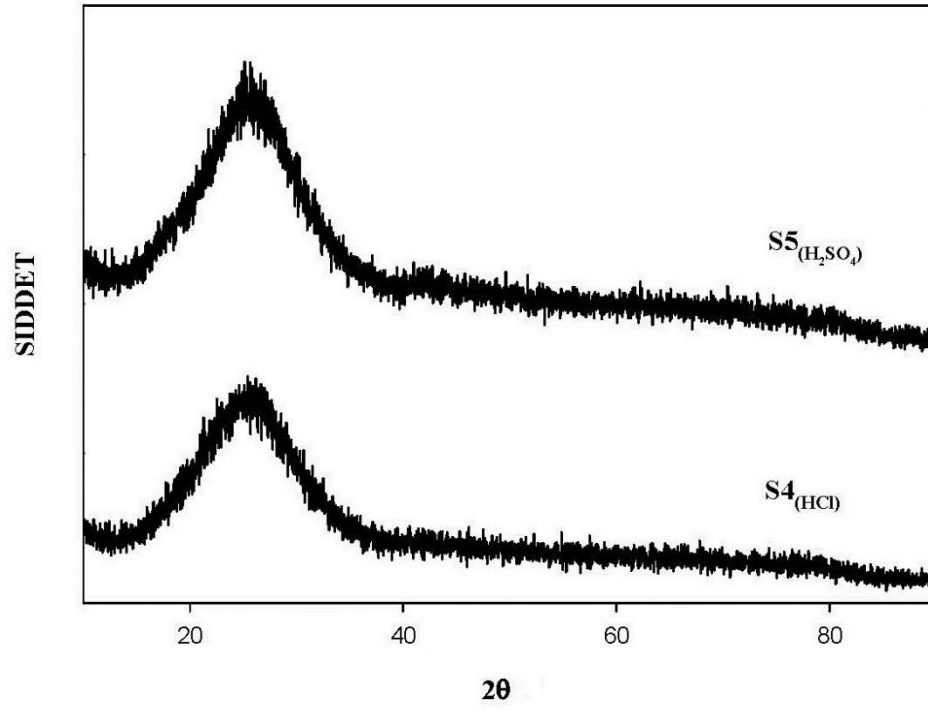
Şekil 4.23. (Devamı)



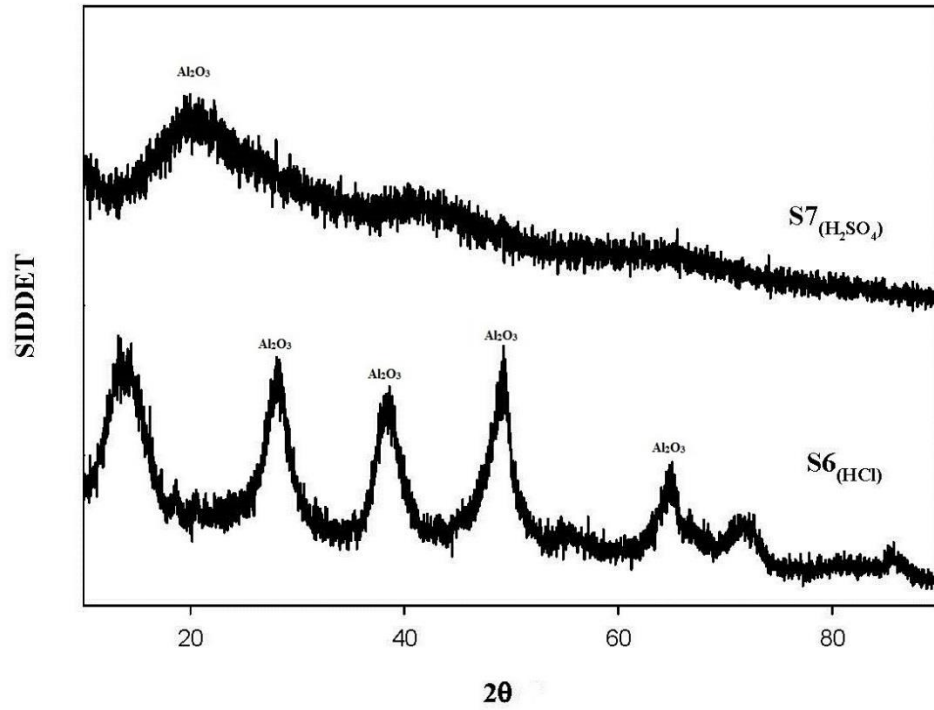
Şekil 4.24. İkincil Al cürufundan üretilen S2 ve S3 kodlu numunelere ait XRD paterni

Şamot tuğla harcının başlangıç malzemesi olarak kullanılıp üretilen S4 ve S5 kodlu alümina esaslı aerojel tozlarına ait XRD paternleri Şekil 4.25.'te sunulmuştur. Üretilen aerojel tozlarında değişken HCl ve H₂SO₄ olmak üzere asit katalizörüdür. Şamot tuğla harcı kullanılarak üretilen aerojel tozlarının tane boyutları oldukça küçük olduğundan (<10 nm), çekim hızı yetersiz gelmiş ve amorf yapılı grafikler elde edilmiştir.

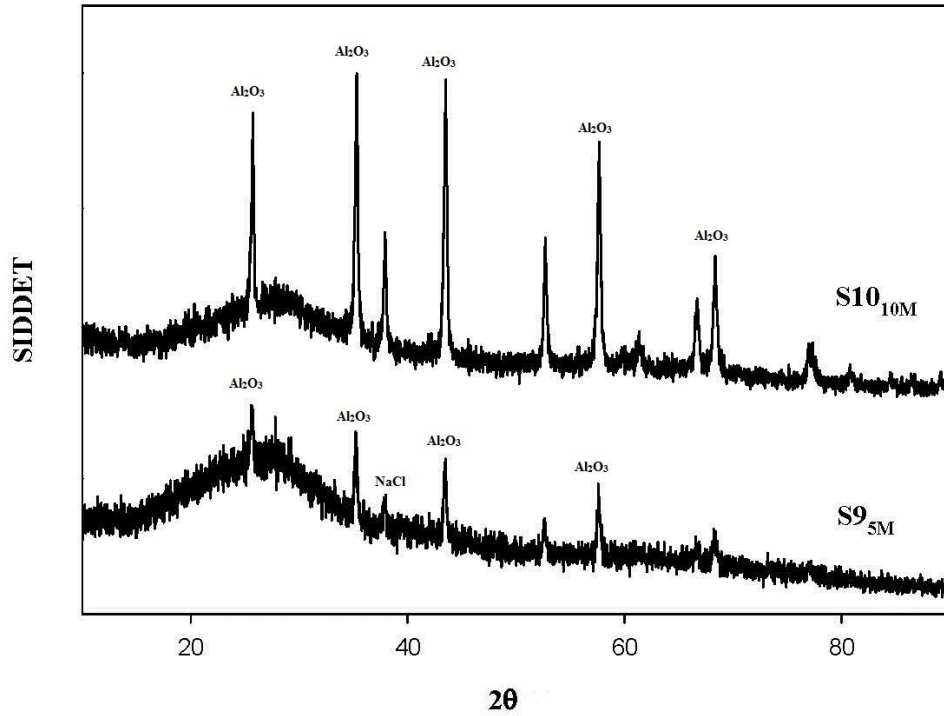
Şekil 4.26.'da Seydişehir alüminası kullanılarak üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait XRD paternleri sunulmuştur. HCl asit katalizörü kullanılarak üretilen S6 kodlu aerojel tozunda ve H₂SO₄ katalizörü kullanılarak üretilen S7 kodlu aerojel tozunda Al₂O₃ fazının ihtiva ettiği görülmektedir. Atık pota tozu kullanılarak üretilen farklı molar oranlarda hazırlanan S9 ve S10 kodlu aerojel tozlarına ait XRD paternleri Şekil 4.27.'de sunulmuştur. 5M'lık NaOH çözeltisi ile hazırlanan S9 kodlu numune bünyesinde Al₂O₃ ve NaCl fazını barındırmaktadır. 10M'lık NaOH çözeltisi kullanılarak hazırlanan S10 kodlu numune yapısında Al₂O₃ fazını bulunmaktadır.



Şekil 4.25. Şamot tuğla harcından üretilen S4 ve S5 kodlu numunelere ait XRD paterni



Şekil 4.26. Seydişehir alüminasından üretilen S6 ve S7 kodlu numunelere ait XRD paterni



Şekil 4.27. Atık alümina pota tozundan üretilen S9 ve S10 kodlu numunelere ait XRD paterni

Üretilen alümina esaslı aerjel tozlarının hepsinin yapısında istendiği gibi alümina fazlarını barındırdığı görülmektedir. XRD paternlerinde pik veren NaCl, jelleştirme esnasında yapıya karışmış ve yetersiz yıkama nedeniyle yapıdan uzaklaştırılmamıştır. Sunulan grafiklerde S8 nolu numuneye ait verinin olmaması, numune veriminin düşük olup (yeterli jelleşme sağlanmamasından kaynaklı) X-ışınları analizi için yeteri kadar toz elde edilememesinden kaynaklanmaktadır.

Jiang ve arkadaşları süper kritik şartlarda kurutma yöntemini kullandıkları bir çalışmada, alüminasilikat aerjellerin termal ve yapısal kararlılıklarına asetoasetatın etkisini araştırmışlardır. Ürettikleri aerjelleri FESEM, FTIR, BET, DTA analizlerinin yanı sıra XRD analizine de tabii tutmuşlardır. Kurutulmuş ve 1200°C'de ısıtılmış aerjellerin X-ışını kırınım desenleri karakteristikleri çalışmada sunulmuştur. Kurutma sonrasında elde edilen tüm numunelere ait pikler AlO(OH) pikleridir. 1200°C ısıtılmış aerjellerin XRD paterninde etil asetoasetatın kullanılmadığı numune hariç tüm numunelerde böhmite fazının kaybolduğu ve θ -Al₂O₃ fazlarının meydana geldiği gözlenmiştir. Etil

asetoasetat kullanılmayan alümina aerojelde α -Al₂O₃ fazının $2\theta=27, 45$ ve 55° lerde pik verdiği gözlenmiştir [27].

Hurwitz ve arkadaşlarının ısıya maruz bırakılan alüminasilikat aerojellerin gözenek yapısının korunmasında faz değişikliklerinin rolünü araştırdıkları bir çalışmada, üretilen alümina ve alüminasilikat aerojeller süperkritik şartlar altında kurutulduktan sonra 600, 1000, 1100, 1200 ve 1300°C’lerde 18’er dakika bekletilmiştir. Elde edilen XRD paternlerinde kurutulmuş alümina aerojelin $2\theta=27, 37$ ve 47° lerinde γ -böhmit pikleri verdiği görülmektedir. Belirli sıcaklıklarda bekletilen alümina aerojeller çeşitli faz dönüşümlerine sahiptir ve 1300°C’de bekletilen alümina aerojel $2\theta=25, 35, 37, 42, 52$ ve 57° lerde α -Al₂O₃’ya ait keskin pikler vermektedir [47].

Thirumalaikumarasamy ve arkadaşlarının AZ₃₁B-Magnezyum alaşımının alümina kaplanmasında gözeneklilik seviyesine atmosferik plazma spreylemesinin parametrelerinin etkilerini tepki yüzey metodunu kullanarak araştırdıkları bir araştırmada, α -Al₂O₃ piklerinin $2\theta=30, 38, 41, 45, 55, 70$ ve 80° lerde, β -Al₂O₃ piklerinin ise $2\theta=20, 25, 47, 60$ ve 85° lerde oluştuğu görülmektedir [48].

Gafur ve arkadaşlarının alümina-zirkonya kompozitlerini araştırdıkları bir araştırmada elde edilen XRD paterninde gözlenen α -Al₂O₃ eşkenar dörtgen yapı içeren alüminanın en kararlı kristalin halidir. α -Al₂O₃’ya ait üç karakteristik pikin değerleri $2\theta= 35^\circ, 43^\circ$ ve 57° dir [49].

4.4. FTIR Analizi

Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının yapısındaki farklı bağlara ait titreşim frekansları ölçülmesi aracılığıyla fonksiyonel gruplar hakkında bilgi sahibi olmak adına FTIR analizi gerçekleştirilmiştir. Spektrum 400-4000 cm⁻¹ dalga boyu aralığında yapılmıştır. Spektrumdaki 3600-1200 cm⁻¹ aralığındaki bölge fonksiyonel grup bölgesi olarak adlandırılırken, 1200-600 cm⁻¹ aralığındaki bölge malzemede ki küçük yapısal değişikliklerin görüldüğü parmak izi bölgesidir. Tablo 4.2.’de çeşitli

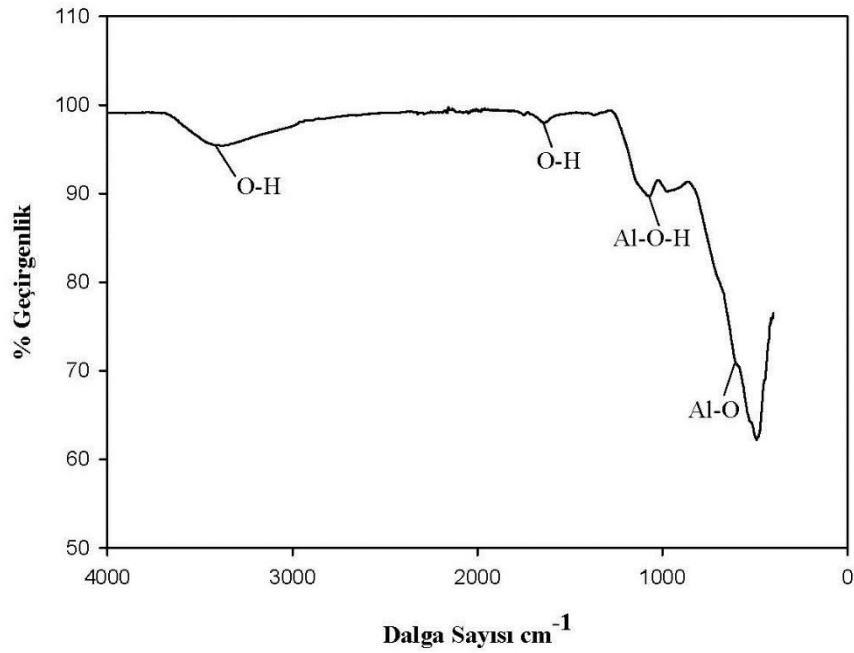
hammadeler ve atık malzemeden üretilen alümina aerojel tozlarına ait FTIR sonuçları verilmiştir

Tablo 4.2. Alümina esaslı aerojel tozlarına ait FTIR dalga boyu değerleri

Numune Kodu	O-H Piki	Al-O-H Piki	Al-O Piki	Al-O-Al Piki	Si-O-Si Piki
S1	~3413 cm ⁻¹ ~1643 cm ⁻¹	~1068 cm ⁻¹	~597 cm ⁻¹	-	-
S2	~3369 cm ⁻¹ ~1636 cm ⁻¹	~1062 cm ⁻¹ ~1008 cm ⁻¹	~474 cm ⁻¹ ~440 cm ⁻¹	-	-
S3	~3360 cm ⁻¹ ~1630 cm ⁻¹	~1068 cm ⁻¹	~471 cm ⁻¹ ~440 cm ⁻¹	-	-
S4	~3416 cm ⁻¹ ~1636 cm ⁻¹	~909 cm ⁻¹ ~780 cm ⁻¹	~428 cm ⁻¹	-	~1024 cm ⁻¹
S5	~3416 cm ⁻¹ ~1636 cm ⁻¹	~902 cm ⁻¹ ~705 cm ⁻¹	~435 cm ⁻¹	-	~1025 cm ⁻¹
S6	~3388 cm ⁻¹ ~1643 cm ⁻¹	~1058 cm ⁻¹ ~977 cm ⁻¹	~468 cm ⁻¹	-	-
S7	~3410 cm ⁻¹ ~1640 cm ⁻¹	~1102 cm ⁻¹ ~978 cm ⁻¹	~593 cm ⁻¹ ~546 cm ⁻¹	-	-
S9	~3406 cm ⁻¹ ~1739 cm ⁻¹ ~1636 cm ⁻¹	-	~671 cm ⁻¹ ~562 cm ⁻¹	~993 cm ⁻¹	-
S10	~3425 cm ⁻¹ ~1748 cm ⁻¹ ~1645 cm ⁻¹	-	~646 cm ⁻¹ ~562 cm ⁻¹ ~487 cm ⁻¹	~990 cm ⁻¹	-

Alümina esaslı aerojel tozlarına yapılan FTIR analizi sonucunda elde edilen titreşim frekansları ve frekansların ait olduğu bağların toplu olarak verildiği Tablo 4.2.'de sadece S4 ve S5 kodlu numunelerde Si-O-Si bağları gözlenmiştir. Bunun sebebinin hammadde bileşiminde mevcut olan silikanın üretim işlem kademelerinde varlığını sürdürmesi kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Şekil 4.28.'de alüminyum eloksal atığından üretilen S1 kodlu alümina esaslı aerojel tozuna uygulanan FTIR analizi

sonucunda elde edilen grafik verilmiştir. Yapıda bulunan nemden kaynaklı 3413 ve 1643 cm^{-1} 'de hidroksil grubuna ait olan O-H pikleri meydana gelmiştir. 1068 cm^{-1} 'de Al-O-H gerilmesine ait pik görülürken, numunenin parmak izi sayılan 597 cm^{-1} 'de yapının zengin alümina içeriğinden kaynaklı Al-O gerilmesine ait kuvvetli bir pik gözlenmiştir. FTIR analizinde oluşan bağın ne derece kuvvetli olduğunu piklerin şiddeti göstermektedir.

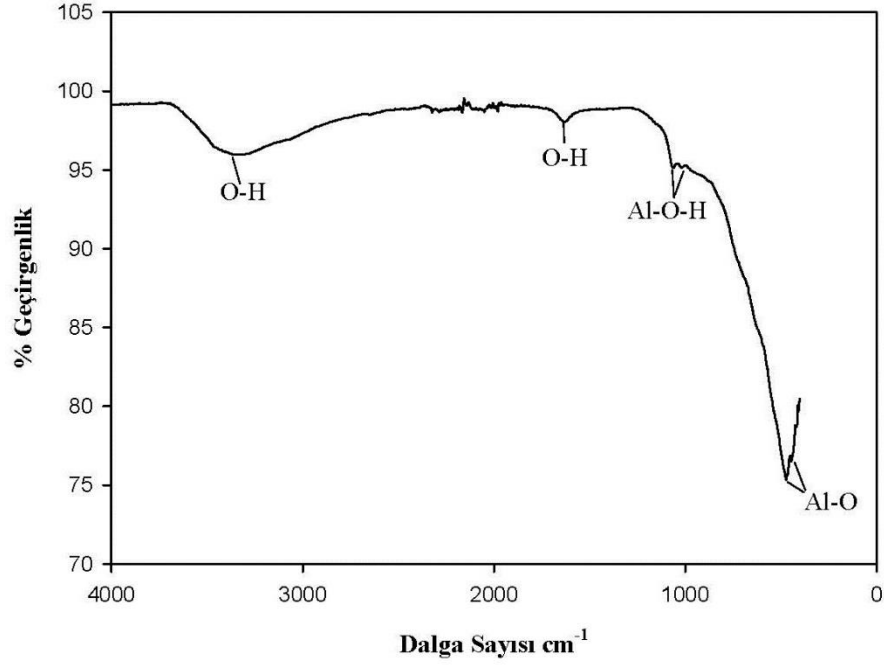


Şekil 4.28. Alüminyum eloksal atığından üretilen S1 kodlu alümina aerojel tozunun FTIR analizi

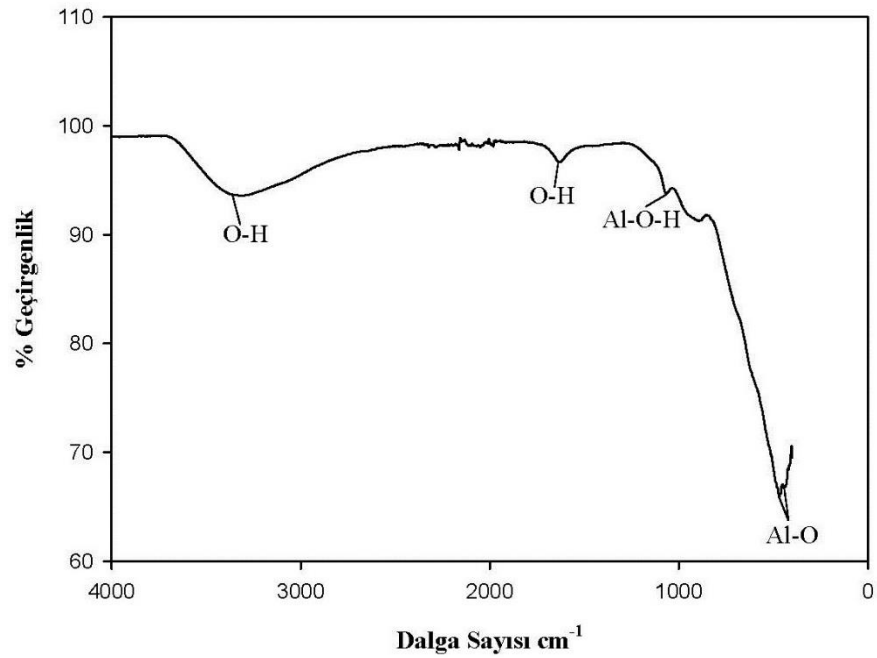
İkincil alüminyum cürufuna yaşlandırma zamanının etkisinin denendiği S2 kodlu numuneye ait FTIR analizi grafiği Şekil 4.29.'daki gibidir. Grafikte 3368 cm^{-1} ve 1636 cm^{-1} 'de O-H bandına ait gerilme gözlenmiştir. Bu bağlar gözenekli yapının suyu çekmesinden kaynaklanmaktadır. Grafikte 1062 cm^{-1} ve 1008 cm^{-1} 'de Al-O-H gerilme bandına ait pik mevcut iken, 474 cm^{-1} ve 440 cm^{-1} 'de kuvvetli bir şekilde bağlanmış Al-O bağlarının gerilmesine ait pikler görülmüştür.

Şekil 4.30.'da ikincil alüminyum cürufundan elde edilen ve 3 hafta yaşlandırmaya tabi tutulan S3 kodlu numuneye ait FTIR analizi grafiği sunulmuştur. 3360 cm^{-1} ve 1630 cm^{-1} 'de görülen O-H pikleri, kurutma işleminin yapılmasına karşın yapıda kalan suyun göstergesidir. 1068 cm^{-1} 'de Al-O-H gerilmesine ait pik gözlenirken 471

cm^{-1} ve 440 cm^{-1} 'de şiddetli bir Al-O pikinin oluşması, Al-O arasında oluşan kuvvetli bağların mevcudiyetinden kaynaklanmaktadır.



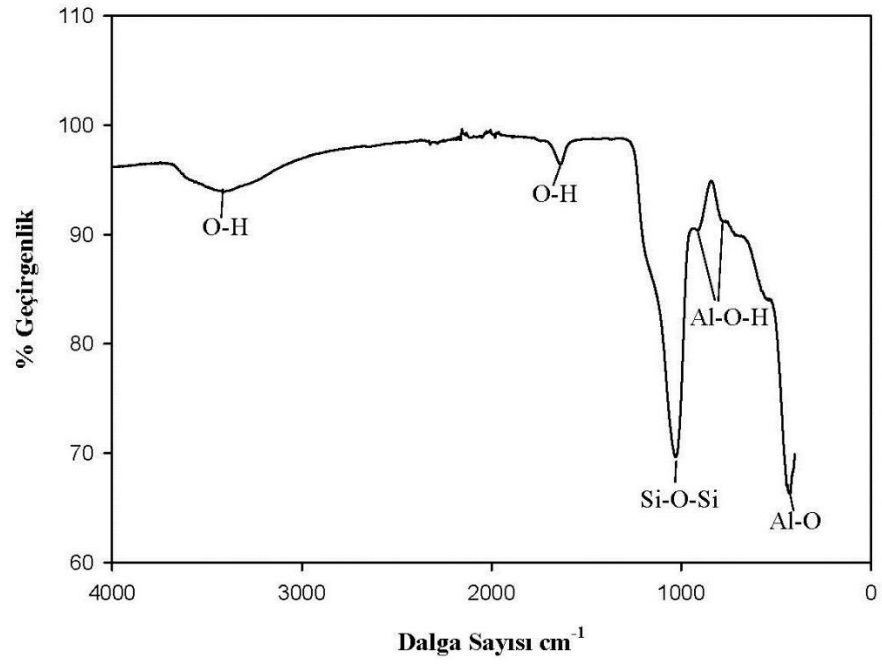
Şekil 4.29. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi



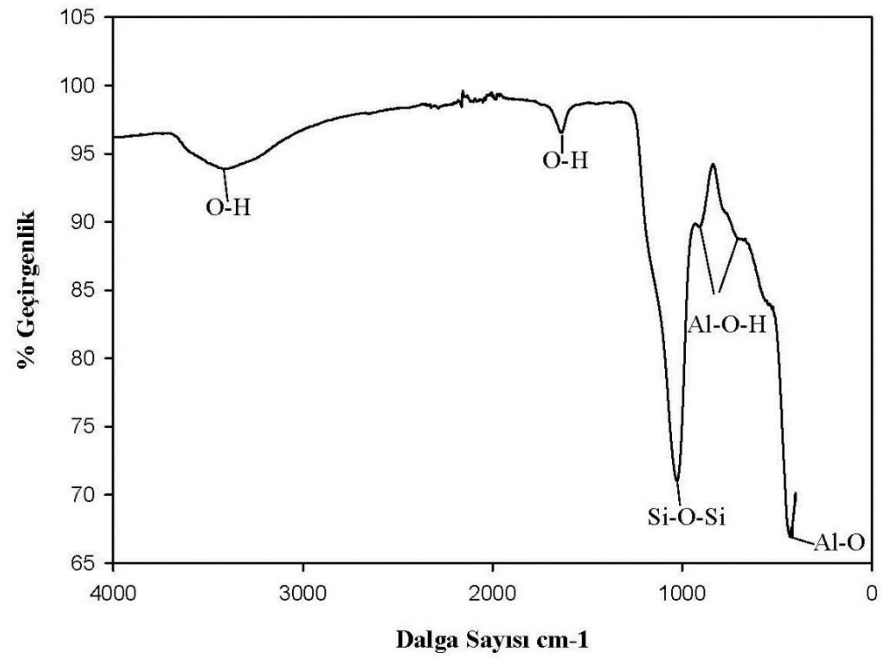
Şekil 4.30. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S3 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi

Şekil 4.31. ve Şekil 4.32.'de şamot tuğla harcı kullanılarak üretilen sırasıyla HCl asitinin katalizör olarak kullanıldığı S4 kodlu ve H₂SO₄ asitinin katalizör olarak kullanıldığı S5 kodlu alümina esaslı aerojel tozlarına ait FTIR analizleri verilmiştir. Hidroksil grubuna ait O-H gerilmesine ait pikler S4 ve S5 kodlu numuneye ait her iki grafikte de 3416 cm⁻¹ ve 1636 cm⁻¹ dalga boylarında gözlenmiştir. Al-O-H gerilmesine ait pikler S4 kodlu numuneye ait grafikte 909 cm⁻¹ ve 780 cm⁻¹'de görülürken, S5 kodlu numuneye ait grafikte 902 cm⁻¹ ve 705 cm⁻¹'de görülmektedir. Malzemenin parmak izi bölgesinde Al-O gerilmelerine ait şiddetli pikler vardır. Bu pikler S4 kodlu numunede 428 cm⁻¹'de, S5 kodlu numunede 435 cm⁻¹'de görülmüştür. Şamot tuğla harcından üretilen arojellerin yapısında bulunan yüksek Si miktarı nedeniyle 1025 cm⁻¹'de şiddetli bir asimetrik ve simetrik Si-O-Si piki oluşturmuştur. Bu da üretilen arojelin alümina ve silikaca zengin alüminasilikat aerojel grubuna dahil olduğunun bir göstergesidir.

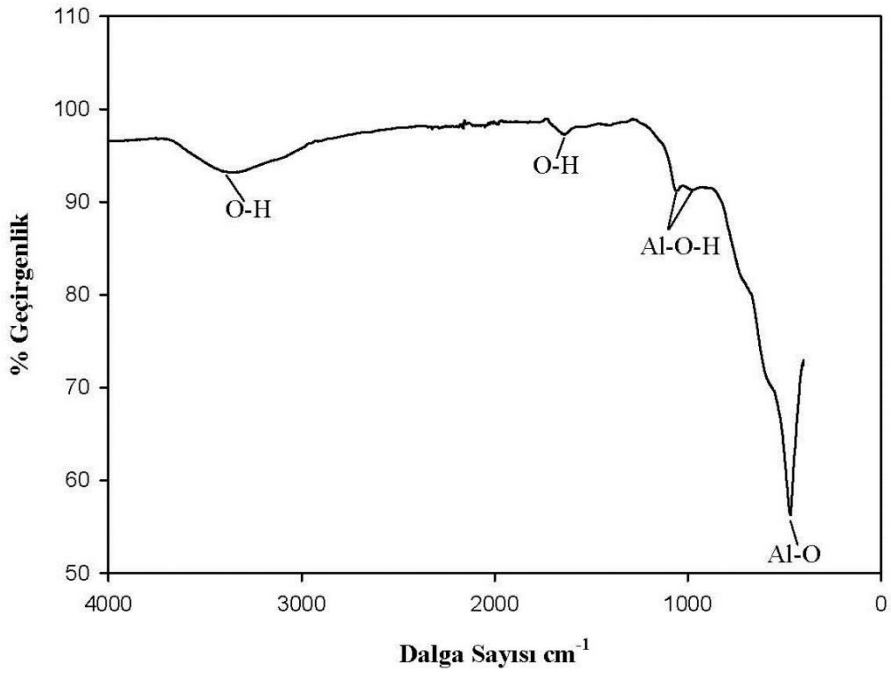
%99'luk yüksek alümina içeriğine sahip Seydişehir alüminası kullanılarak elde edilmiş alümina esaslı aerojel tozlarında HCl asit katalizörünün etkisinin araştırıldığı S6 kodlu ve H₂SO₄ asit katalizörünün etkisinin araştırıldığı S7 kodlu alümina esaslı aerojel tozlarına ait FTIR analizleri sırasıyla Şekil 4.33. ve Şekil 4.34.'te verilmiştir. Uygulanan kurutma işleminin yetersiz kalması ve aerojel toz yapısının gözenekli olması sebebiyle yapıda bulunan nem, S6 kodlu numuneye ait grafikte 3388 cm⁻¹ ve 1643 cm⁻¹'de, S7 kodlu numuneye ait FTIR analizinde 3410 cm⁻¹ ve 1640 cm⁻¹'de O-H piki olarak ortaya çıkmıştır. S6 kodlu alümina esaslı aerojel tozuna ait grafikte 1058 cm⁻¹ ve 977 cm⁻¹'de Al-O-H gerilmesine ait pikler görülmektedir. 468 cm⁻¹'de ise Al-O gerilme bandına ait pik görülmektedir. S7 kodlu numuneye ait FTIR analizi grafiğine bakıldığında 1102 cm⁻¹ ve 978 cm⁻¹'de Al-O-H piki gözlenirken, 593 cm⁻¹ ve 546 cm⁻¹'de Al-O gerilmesine ait pik gözlenmiştir.



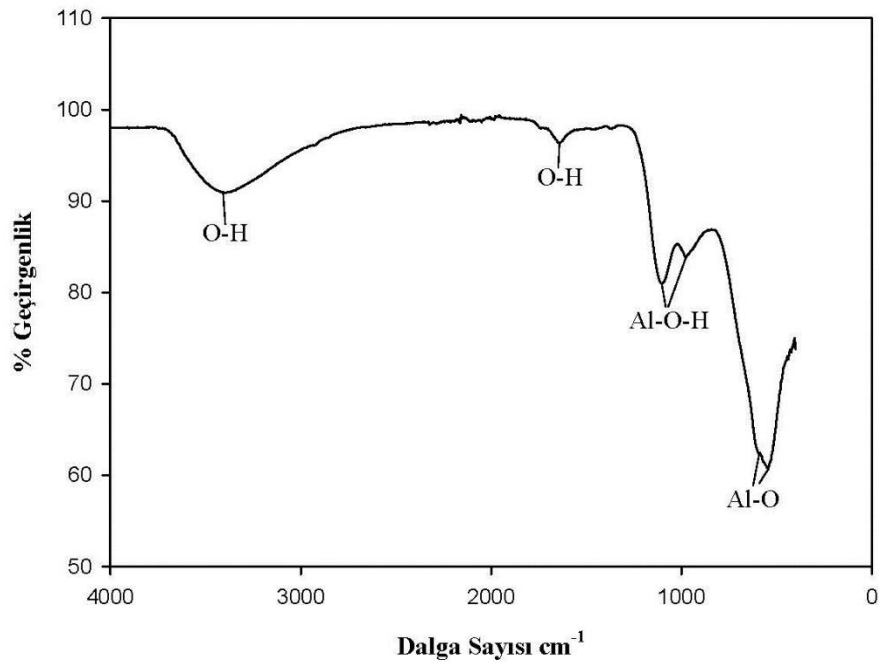
Şekil 4.31. Şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu aerjel tozunun FTIR analizi



Şekil 4.32. Şamot tuğla harcından üretilen S5 kodlu aerjel tozunun FTIR analizi



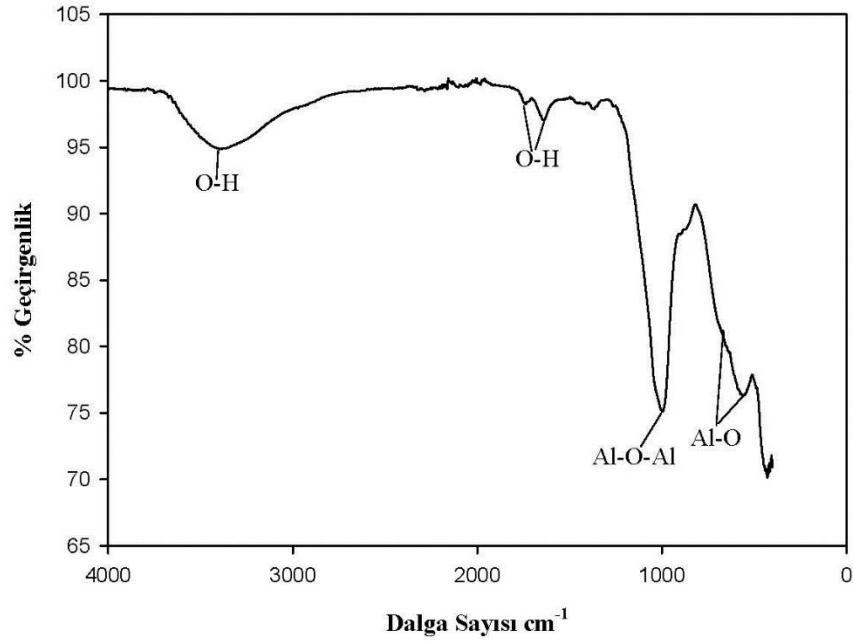
Şekil 4.33. Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu aerjel tozunun FTIR analizi



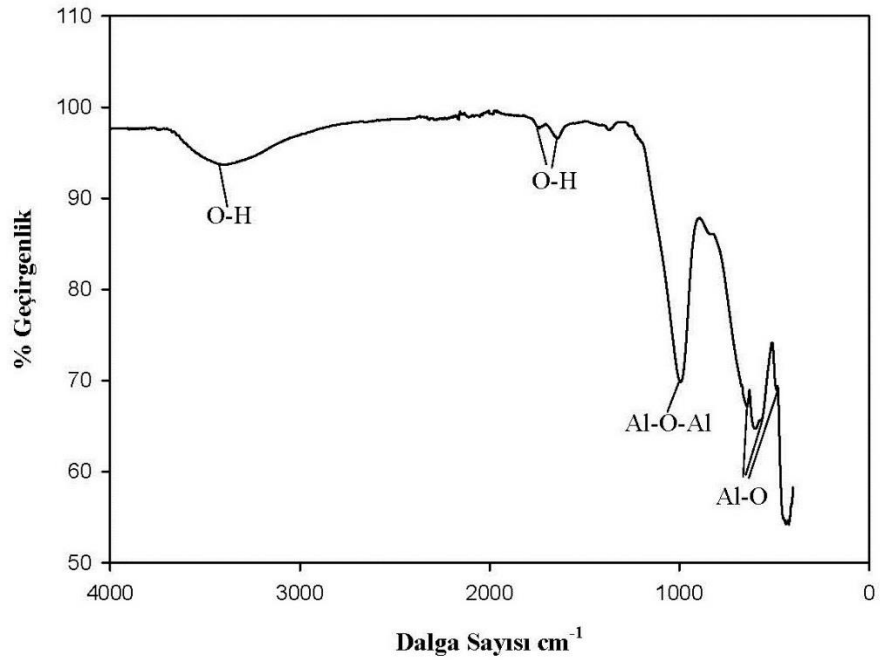
Şekil 4.34. Seydişehir alüminasından üretilen S7 kodlu aerjel tozunun FTIR analizi

Şekil 4.35. ve Şekil 4.36.'da atık alümina pota tozu kullanılarak üretilen sırasıyla S9 ve S10 kodlu alümina esaslı aerjel tozlarına ait FTIR analizleri verilmiştir. S9 nolu numuneye ait Şekil 4.35.'teki grafikte 3406 cm^{-1} , 1739 cm^{-1} ve 1636 cm^{-1} 'de

hidroksil grubunun pikleri gözlenmektedir. 671 cm^{-1} ve 562 cm^{-1} 'de Al-O titreşimine ait pikler görülürken, 993 cm^{-1} 'de Al-O-Al titreşimine ait pik görülmektedir.

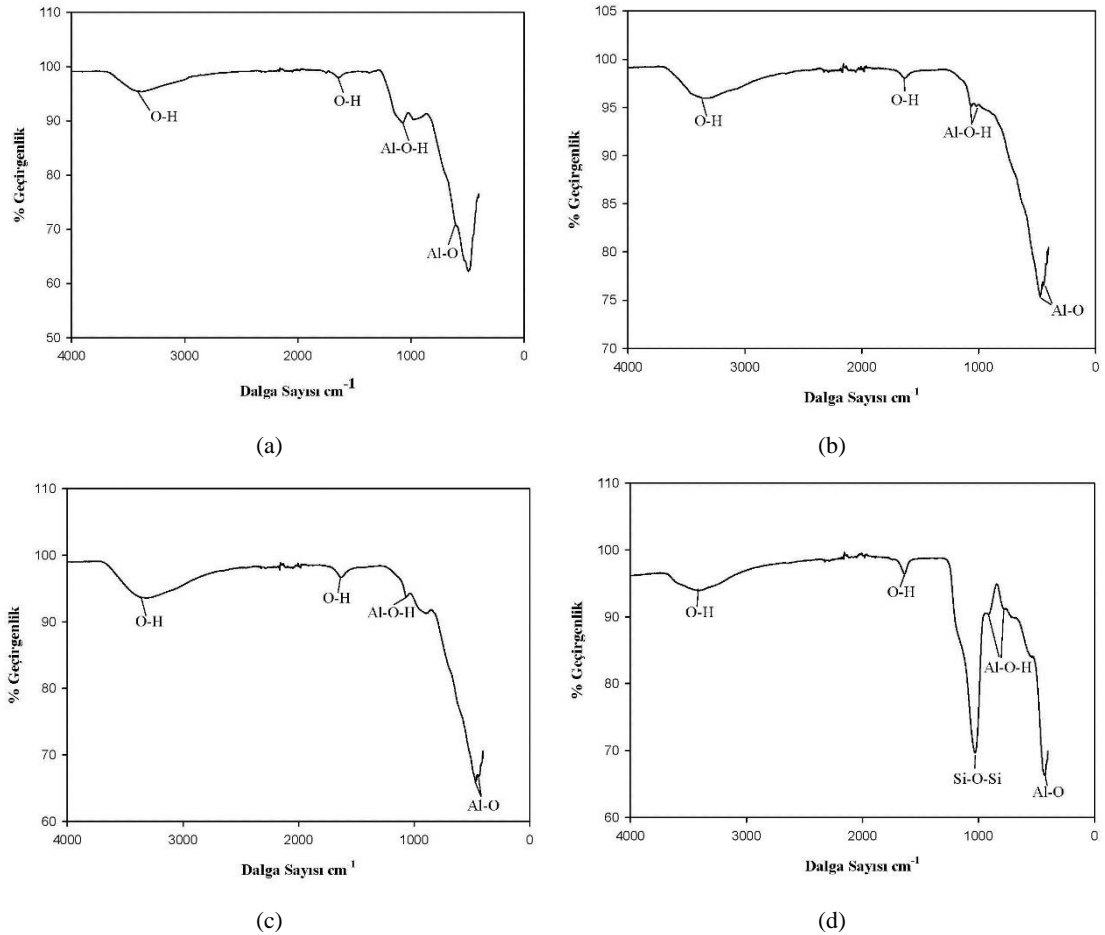


Şekil 4.35. Atık alümina pota tozundan üretilen S9 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi

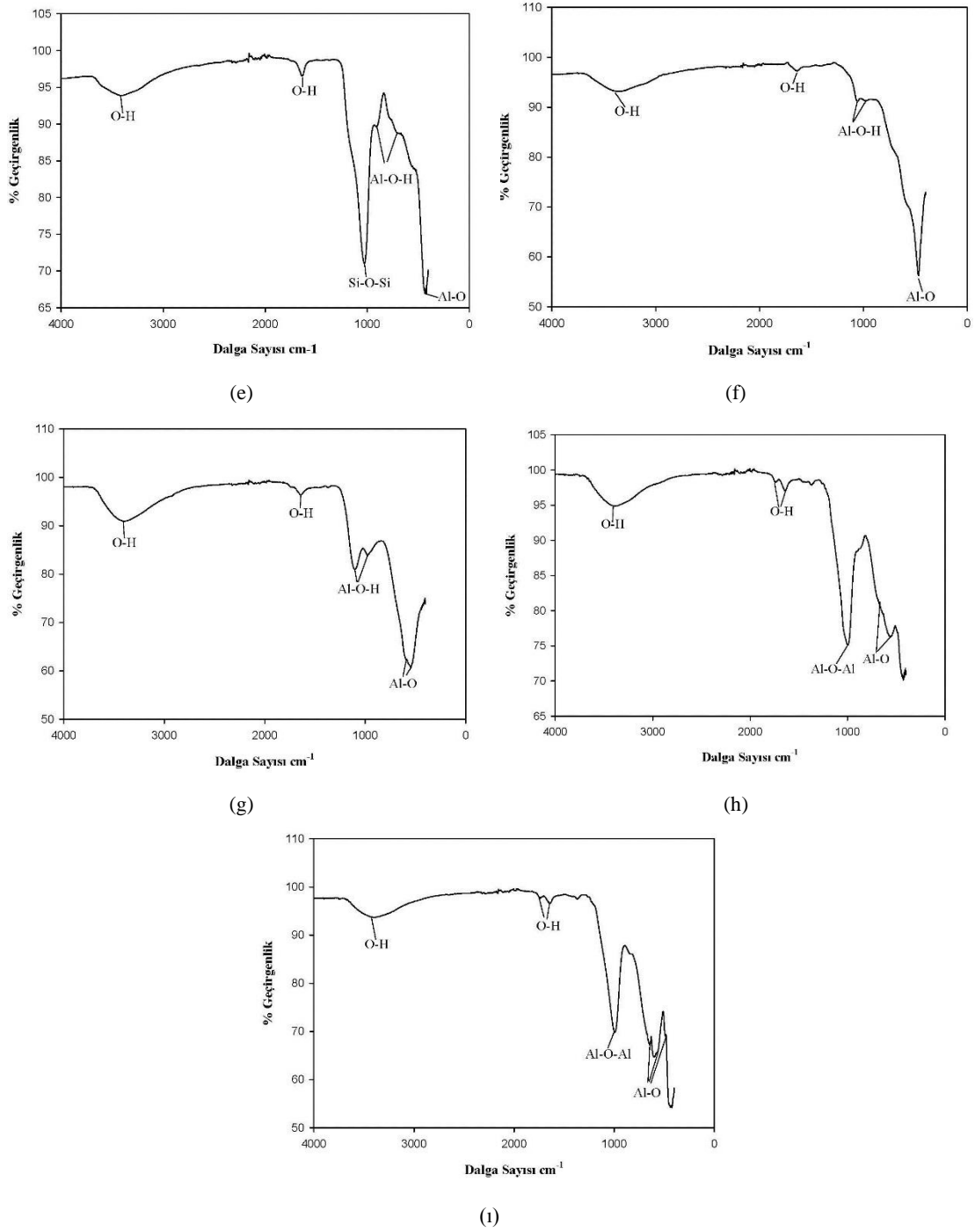


Şekil 4.36. Atık alümina pota tozundan üretilen S10 kodlu aerojel tozunun FTIR analizi

S10 kodlu aerojel tozuna ait Şekil 4.36.'daki grafikte 3425 cm^{-1} , 1748 cm^{-1} ve 1645 cm^{-1} 'de O-H gerilme bandının pikleri görülürken, 646 cm^{-1} , 562 cm^{-1} ve 487 cm^{-1} 'de Al-O titreşimine ait pikler 990 cm^{-1} 'de is Al-O-Al titreşimine ait pikler görülmektedir. Atık pota tozu kullanılarak üretilen S8 kodlu numuneye ait grafiğin olmaması analiz yapılabilmek için yeterli miktarda toz üretilmemesinden kaynaklanmaktadır. Şekil 4.37.'de üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait FTIR analizlerinin grafikleri toplu biçimde sunulmuştur. Genel olarak grafiklere bakıldığında tüm aerojel tozlarının nem ihtiva ettiği ve alümina esaslı oldukları söylenebilir. Şamot tuğla harcından üretilen aerojel tozlarını, ihtiva ettikleri yüksek silika oranı sebebiyle alüminasilikat aerojel olarak adlandırmak mümkündür.



Şekil 4.37. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına yapılan FTIR analizi grafikleri a. S1, b. S2, c. S3, d. S4, e. S5, f. S6, g. S7, h. S9, i. S10



Şekil 4.37. (Devamı)

Öz ve arkadaşları başlangıç malzemesi olarak alüminyum tri-sek bütoksit kullanarak ürettikleri alümina aerojellerin fiziksel özelliklerine yaşlandırma süresinin etkisini karşılaştırmak için, hazırladıkları jelleri aseton banyosunda 7 ve 30 gün olarak bekletmişlerdir. Süperkritik şartlar altında kurutulan aerojellere yapılan FTIR analizi sonucunda, 1050 cm⁻¹'de Al-O-H titreşmesine ait absorpsiyon piki oluştuğu

gözlenmektedir. 650 cm^{-1} ve 750 cm^{-1} 'de Al-O gerilmeksine ait pikler görülmektedir [4].

Süper kritik şartlar altında ürettikleri epoksit katkılı alümina aerojellere FTIR analizine tabii tutan Carroll ve arkadaşları 3400 cm^{-1} ve 3645 cm^{-1} 'de O-H gerilmesine ait pikleri gözlemlenmişlerdir. Okto hedral Al-O gerilmesine ait pik 608 cm^{-1} 'de oluşurken karakteristik C-H pikleri yaklaşık 2972 cm^{-1} ve 1114 cm^{-1} dalga boylarında oluşmuştur [17].

Huang ve arkadaşlarının gerçekleştirdikleri hidrofobik alümina aerojellerin yüzey modifikasyonunu araştırdıkları bir çalışmada, atmosferik şartlar altında kurutma yapılarak alüminyum sek bütoksitten alümina aerjel üretilmiştir. Üretilen alümina aerojellere uygulanan FTIR analizi sonucunda meydana gelen 800 cm^{-1} 'de tetrahedral yapıdaki Al-O bağlarının titreşmesi sonucu oluşurken, 559 cm^{-1} ve 667 cm^{-1} 'de oluşan titreşim gerilmeleri oktahedral yapıdaki Al-O bağlarına aittir. 1020 cm^{-1} 'de Al-O-Al gerilmesine ait pik gözlenmiştir. 3424 cm^{-1} ve 1639 cm^{-1} 'de O-H gruplarının titreşmesiyle oluşan pikler Al-OH'ın absorpladığı sudan kaynaklanmaktadır. Yüzey modifikasyonu için kullanılan TMMOS, Si-CH₃ yapısını oluşturduğundan 2976 cm^{-1} ve 1412 cm^{-1} 'de C-H pikleri gözlenmektedir [15].

Jiang ve arkadaşları alümina aerojellerin termal ve yapısal kararlılıklarına etil asetoasetatın etkisini araştırdıkları çalışmada, hammadde olarak alüminyum sek bütoksit kullanmışlardır. Süper kritik kurutma sonucunda elde edilen aerojeller uygulanan FTIR analizinde O-H gerilmesine ait pikler 3480 cm^{-1} ve 1650 cm^{-1} 'de oluşmuşlardır. Tetrahedral yapıdaki Al-O bağlarının titreşimi sonucunda 800 cm^{-1} 'de pik oluşurken, 1020 cm^{-1} 'de Al-O-Al titreşim gerilmesine ait pik görülmektedir. Organik kalıntıların olduğu tipik bir IR bandındaki gibi 2966 cm^{-1} ve 2896 cm^{-1} 'de hidrokarbon grubuna ait C-H gerilmeleri görülmektedir [27].

Fe₂O₃-Al₂O₃ kompozit aerojellerin araştırıldığı bir çalışmada Ren ve arkadaşları alümina sol çözeltisini ve demir oksit sol çözeltisini ayrı ayrı hazırlamış ve sonrasında kompozit aerjel üretmek için karıştırmışlardır. Üretilen kompozit

aerojellere yapılan FTIR analizi sonucunda 616 cm^{-1} ve 1050 cm^{-1} 'de Al-O-Al gerilmesine ait pikler görülürken, 3680 cm^{-1} ve 3730 cm^{-1} 'de hidroksil gruplarına ait gerilme pikleri görülmektedir [11].

Hurwitz ve arkadaşlarının ısıya maruz bırakılan alüminasilikat aerojellerin gözenek yapısının korunmasında faz değişikliklerinin rolünü araştırdıkları bir çalışmada yapılan FTIR analizi sonucu 3430 cm^{-1} 'de O-H titreşmesine ait pikin olduğu gözlenmektedir. 1074 cm^{-1} ve 780 cm^{-1} 'de gözlenen pikler karakteristik böhmite pikleri iken; 450 cm^{-1} 'de oluşan pik yalnızca oktahedral alüminanın içerdiği α -alümina dönüşümünden kaynaklanır. Üretilen alüminasilikat aerojelin yapısında 1110 cm^{-1} 'de varlığını gösteren tetrahedral Si-O piki vardır. 1190 cm^{-1} 'de ki pik de Si-O gruplarına atfedilebilir. 561 cm^{-1} 'de gözlenen pik θ -alüminanın varlığını göstermektedir [47].

Liu ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği bir çalışmada, FTIR analizi $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ aralığında gerçekleştirilerek fonksiyonel gruplara ait pikler grafikleştirilmiştir. Hidroksil gruplarına ait O-H gerilme pikleri 3404 cm^{-1} ve 3089 cm^{-1} 'de gözlenmiştir. 479 cm^{-1} ve 621 cm^{-1} 'de gözlenen pikler böhmite yapısında bulunan Al-O bağlarından kaynaklanmaktadır [50].

Vasudevan ve arkadaşlarının yürüttükleri bir çalışmada, sudan florürün çıkarılması işleminde alternatif ve doğru akımın etkileri araştırılmıştır. Al^{3+} iyonlarının AlF_6 'yı oluşturması sebebiyle anot olarak Al, elektrolit olarak Al^{3+} kullanılmıştır. Alüminyumun aktif olarak kullanıldığı bu çalışmada, 3450 cm^{-1} 'de $\text{Al}(\text{OH})_3$ yapısındaki O-H bağlarının titreşiminden kaynaklı keskin bir pik oluşmuştur. Diğer bir kuvvetli pik ise 1019 cm^{-1} 'de meydana gelen Al-O-H pikidir [51].

Tüm bu incelemeler sonucunda literatürdeki benzer çalışmalar incelenerek mevcut çalışma ile karşılaştırma yapılmıştır. Literatür verileri ile mevcut çalışma sonuçlarının örtüştüğü gözlenmiştir. Literatürden elde edilen farklı fonksiyonel gruplara ait piklerin meydana geldikleri dalga boyları Tablo 4.3.'te özetlenerek sunulmuştur.

Tablo 4.3. Literatür taraması sonu elde edilen FTIR dalga boyları

Literatür Verisi	O-H Piki	C-H Piki	Al-O-H Piki	Al-O Piki	Al-O-Al Piki	Si-O-Si Piki
Öz ve ark. [4]	-	~2850 cm ⁻¹ ~2950 cm ⁻¹	~1050 cm ⁻¹	~650 cm ⁻¹ ~750 cm ⁻¹	-	-
Carroll ve ark. [17]	~3400 cm ⁻¹ ~3645 cm ⁻¹	~2972 cm ⁻¹ ~1114 cm ⁻¹	-	~608 cm ⁻¹	-	-
Huang ve ark. [15]	~3424 cm ⁻¹ ~1639 cm ⁻¹	~2976 cm ⁻¹ ~1412 cm ⁻¹	-	~559 cm ⁻¹ ~667 cm ⁻¹	~1020 cm ⁻¹	-
Jiang ve ark. [27]	~3480 cm ⁻¹ ~1650 cm ⁻¹	~2966 cm ⁻¹ ~2896 cm ⁻¹	-	~800 cm ⁻¹ ~559 cm ⁻¹	~1020 cm ⁻¹	-
Ren ve ark. [11]	~3680 cm ⁻¹ ~3730 cm ⁻¹	-	~616 cm ⁻¹ ~1050 cm ⁻¹	-	-	-
Xudong ve ark. [12]	~3450 cm ⁻¹ ~1650 cm ⁻¹	-	-	-	-	~1060 cm ⁻¹
Hurwitz ve ark. [47]	~3430 cm ⁻¹	-	~1074 cm ⁻¹ ~780 cm ⁻¹	~528 cm ⁻¹ ~561 cm ⁻¹ ~450 cm ⁻¹	-	-
Liu ve ark. [50]	~3404 cm ⁻¹ ~3089 cm ⁻¹	-	-	~621 cm ⁻¹ ~479 cm ⁻¹	-	-
Vasudevan ve ark. [51]	~3450 cm ⁻¹	-	~1019 cm ⁻¹ ~760 cm ⁻¹	-	-	-
Merdivan ve ark. [52]	~2416 cm ⁻¹	~2920 cm ⁻¹ ~2875 cm ⁻¹	-	-	-	-

4.5. BET Analizi

Üretilen alümina esaslı aerogel tozları arasından en verimli dört numune seçilmiş ve BET yüzey analizleri yapılmıştır. BET yüzey analizi sonucunda tozlara ait BET yüzey alanı, Langmuir yüzey alanı, toplam gözenek hacmi, ortalama partikül boyutu, ortalama gözenek boyutu verileri ve izoterm eğrileri elde edilmiş olup, veriler literatür verileri ile karşılaştırılmıştır. Tozlara ait BET ve Lagmuir yüzey alanları

verileri Tablo 4.4.'te, tozlara ait adsorpsiyon ve desorpsiyon ve gözenek hacimleri Tablo 4.5.'te, adsorpsiyon ve desorpsiyon gözenek boyutları Tablo 4.6.'da verilmiştir.

Tablo 4.4. Alümina esaslı aerojel tozlarına ait BET yüzey alanı analizi

Numune Kodu	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Langmuir Yüzey Alanı (m ² /g)
S1	47,1359	64,7825
S2	245,0202	337,2534
S4	388,0016	531,6512
S6	248,1784	339,2635

Analiz sonuçlarına göre en yüksek BET yüzey alanı 388,0016 m²/g'lık yüzey alanı ile S4 kodlu şamot tuğla harcından üretilen aerojel tozundan elde edilmiştir. Onu sırasıyla 248,1784 m²/g yüzey alanına sahip S6 kodlu Seydişehir alüminasından üretilen aerojel tozu, 245,0202 m²/g'lık yüzey alanı ile S2 kodlu ikincil alüminyum cürufundan üretilen aerojel tozu ve 47,1359 m²/g yüzey alanına sahip S1 kodlu alümina eloksal atığından üretilen aerojel tozu takip etmiştir. Lagmuir yüzey alanı analizi, farklı hesaplamalar sonucunda elde edildiğinden veriler farklı olsa da yüzey alanı sıralaması BET analizi ile aynı şekildedir. En yüksek yüzey alanı S4 kodlu şamot tuğla harcından üretilen alümina esaslı aerojel tozundan elde edilmiştir.

Tablo 4.5. Alümina esaslı aerojel tozlarına ait BET gözenek hacmi analizi

Numune Kodu	Adsorpsiyon Toplam Gözenek Hacmi (cm ³ /g)	Desorpsiyon Toplam Gözenek Hacmi (cm ³ /g)
S1	0,150448	0,160708
S2	0,258584	0,256451
S4	0,839525	0,850021
S6	0,681438	0,710155

Tablo 4.6. Alümina esaslı aerojel tozlarına ait BET gözenek boyutu analizi

Numune Kodu	Adsorpsiyon Ortalama Gözenek Boyutu (nm)	Desorpsiyon Ortalama Gözenek Boyutu (nm)
S1	12,7672	13,6378
S2	4,22143	4,18661
S4	8,65486	8,76307
S6	10,98304	11,44588

S1 kodlu numune 127,2916 nm, S2 kodlu numune 24,4878 nm, S4 kodlu numune 15,4639 nm ve S6 kodlu numune 24,1762 nm ortalama partikül boyutuna sahiptir. Üretilen tozların nano boyutta oldukları yapılan BET analizi ile kesinleşmiştir ve yapılan FESEM analizi verileri ile örtüşmektedir.

En yüksek gözenek boyutuna sahip numune 13,2025 nm ile S1 kodlu numune olmuştur. S6 kodlu numune 11,21446 nm gözenek boyutuna ve S4 kodlu numune 8,710835 nm gözenek boyutuna sahipken, S2 kodlu numune 4,203955 nm'lik gözenek boyutu değeri ile en düşük gözenek boyutuna sahip numunedir. Gözenek boyutu verilerine göre numunelerin mezo gözenekli yapıda olduğu anlaşılmıştır. Gözenek hacmi verileri 0,15- 0,84 cm³/g aralığında değişkenlik göstermektedir. En yüksek gözenek hacmi S4, en düşük gözenek hacmi S1 nolu numunede gözlenmiştir.

Tablo 4.7. Alümina esaslı aerojel tozlarına ait BET analizinin genel sonuçları

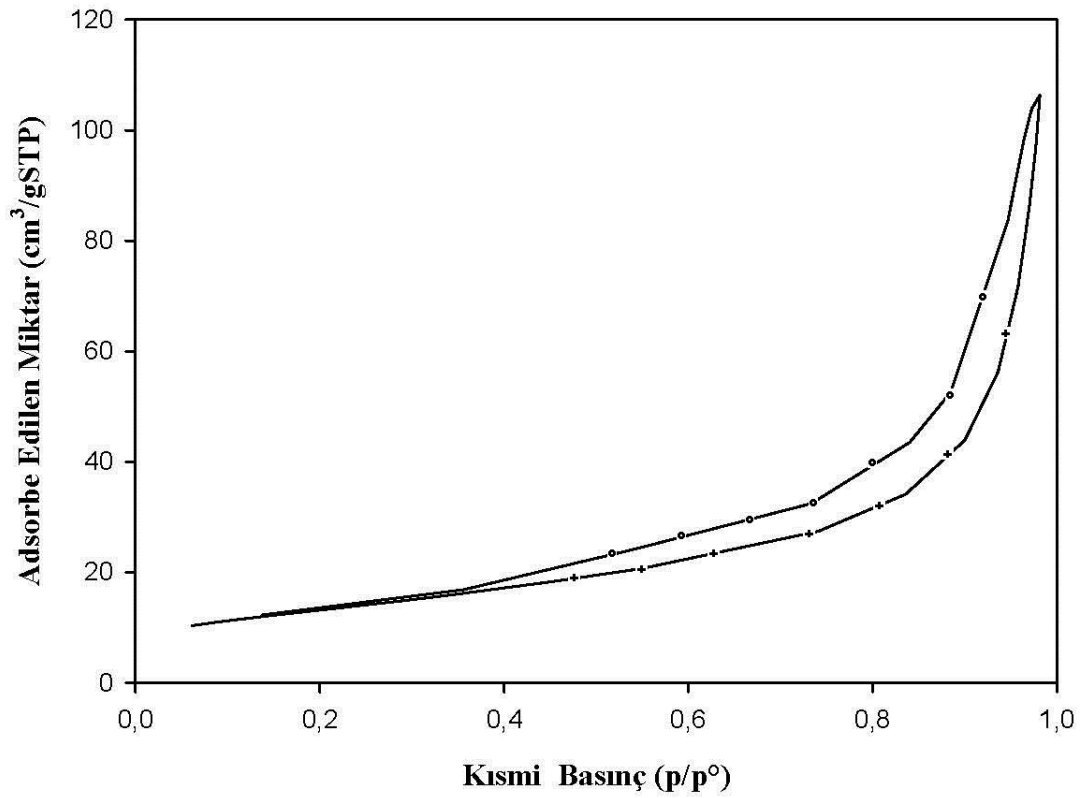
Numune Kodu	BET Yüzey Alanı (m²/g)	Ort.Partikül Boyutu (nm)	Ort.Gözenek Boyutu (nm)	Gözenek Hacmi (cm³/g)
S1	47,1359	127,2916	13,2025	0,155578
S2	245,0202	24,4878	4,203955	0,257517
S4	388,0016	15,4639	8,710835	0,844773
S6	248,1784	24,1762	11,21446	0,695796

BET analizleri yapılan tozlara ait BET yüzey alanı, ortalama partikül boyutu, ortalama gözenek boyutu ve gözenek hacmi verileri karşılaştırmaların daha iyi yapılabilmesi amacıyla toplu olarak Tablo 4.7.'de sunulmuştur.

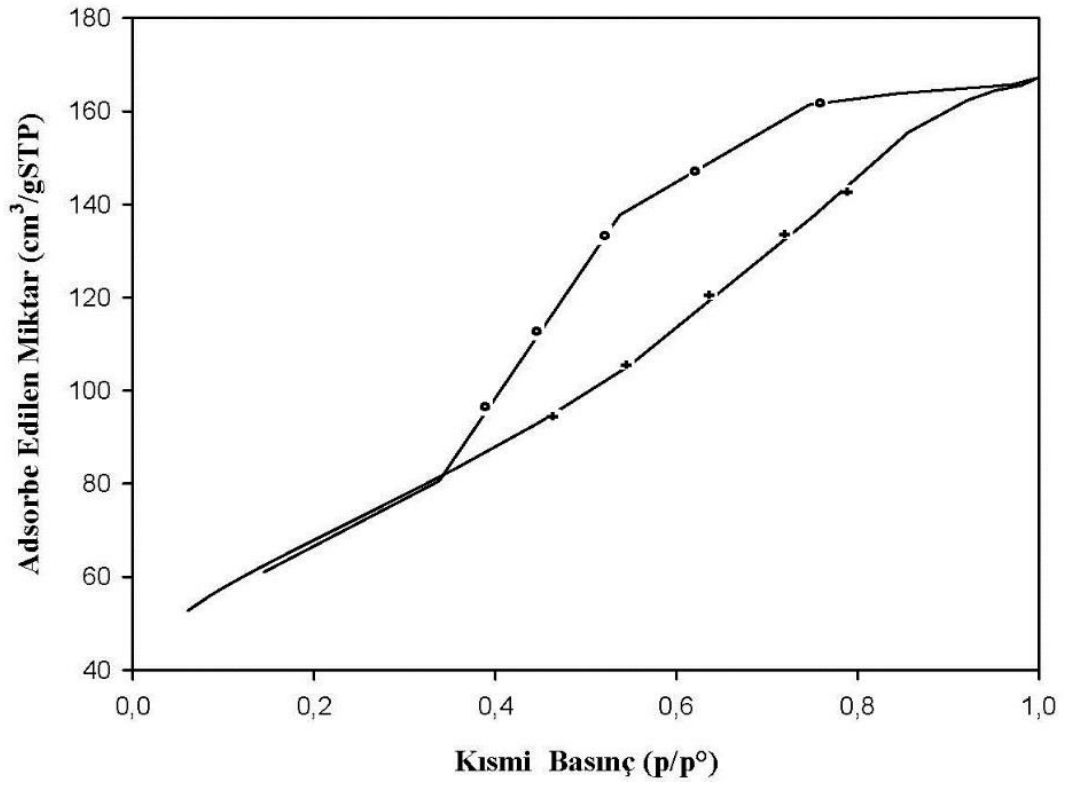
Alümina esaslı arojel tozlarına yapılan BET analizi sonucunda elde edilen adsorpsiyon-desorpsiyon izoterm eğrileri Şekil 4.38.-Şekil 4.41. aralığında sunulmuştur.

+ Adsorpsiyon

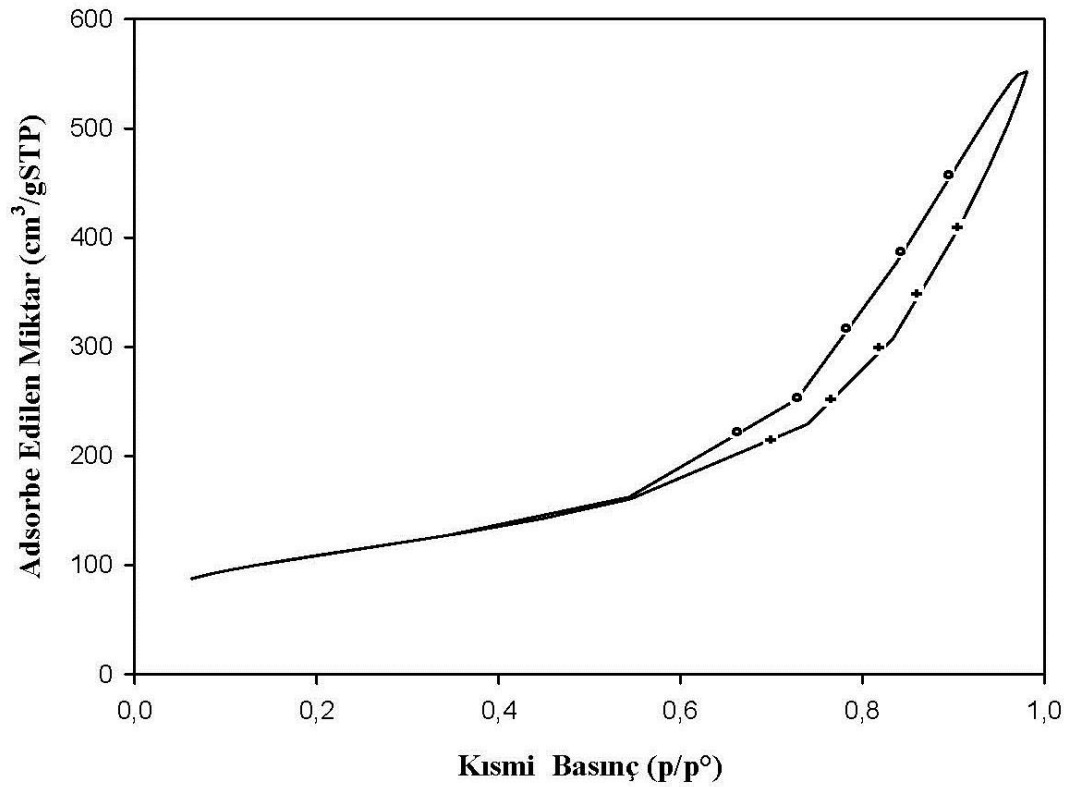
o Desorpsiyon



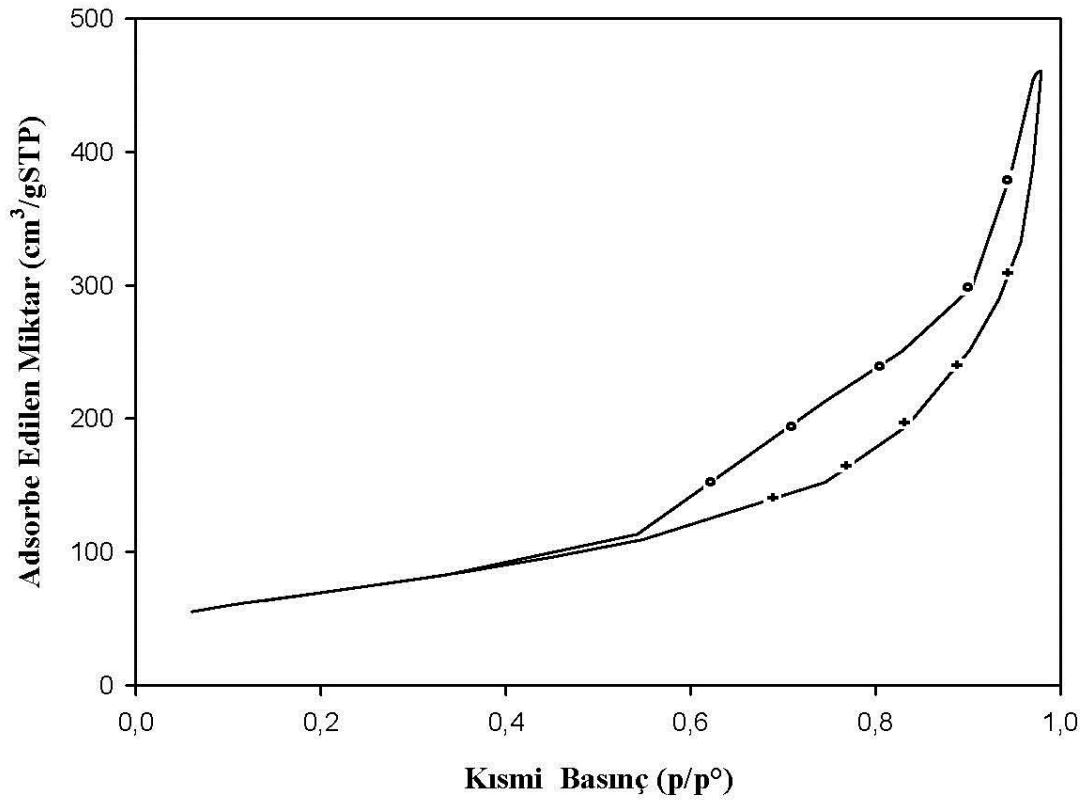
Şekil 4.38. Alümina eloksal atığından üretilen S1 kodlu numuneye ait izoterm eğrileri



Şekil 4.39. İkincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu numuneye ait izoterm eğrileri



Şekil 4.40. Şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu numuneye ait izoterm eğrileri



Şekil 4.41. Seydişehir alüminasından üretilen S6 kodlu numuneye ait izoterm eğrileri

Öz ve arkadaşlarının alümina aerojellerin fiziksel özellikleri üzerine yaşlandırma ve kurutma süresinin etkisini araştırdıkları çalışmada, üretilen aerojellere 77,3 K'de sıvı N₂ gazı adsorpsiyonu tekniği esas alınarak çok noktalı BET analizi yapılmıştır. Yapılan analizler sonucunda numunelere ait BET yüzey alanları 302,353 m²/g ile 825,614 m²/g aralığında değiştiği görülmüştür [4].

Carroll ve arkadaşlarının hızlı süper kritik kurutma ile ürettikleri epoksit destekli alümina aerojellerine yapılan BET analizi 0.01-0.30 (p/p⁰) aralığında değişen kısmi basınç altında 12 veri noktası alınarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen verilerden ortalama gözenek boyutunun 10-150 nm aralığında olduğu görülmüştür [17].

Hrubesh ve arkadaşları tarafından yüksek poroziteli monolitik alümina aerjel sentezi hakkında yapılan bir çalışmada yüzey analizi BET azot adsorpsiyon/desorpsiyon yöntemi kullanılarak yapılmıştır ve yüzey alanı 376 m²/g olarak bulunmuştur [5].

Huang ve arkadaşlarının atmosfer basıncı altında kurutma ile ürettikleri hidrofobik alümina aerojellerin yüzey alanı BET analizi ile gözenek boyut ve dağılımları BJH yöntemi ile hesaplanmıştır. Elde edilen izoterm eğrilerine göre aerojellerin mezo gözenekteki malzemelerin tipik eğrilerini gösterdiği görülmüştür. BET yüzey alanının yaklaşık 476 m²/g olduğu görülmektedir. Yüksek poroziteli homojen gözenek dağılımına sahip aerojellerin ortalama partikül boyutu 2.15 nm olarak hesaplanmıştır [15].

Xu ve arkadaşlarının atmosferik şartlarda sentezledikleri alümina aerojellere 77K'de N₂ adsorpsiyon/desorpsiyon yöntemi ile yapılan BET yüzey alanı verilerinin 317,6 m²/g ile 448,4 m²/g aralığında değiştiği görülmektedir. Ortalama tane boyutunun 9,44 ile 15,36 nm aralığında olduğu yani üretilen aerojellerin nano boyutta olduğu görülmektedir [26].

Hurwitz ve arkadaşları tarafından ısıya maruz bırakılan alümina ve alümina silikat aerojellerin gözenek yapısındaki değişikliklerin araştırıldığı bir çalışmada, alümina aerojellerin yüzey alanı 424 m²/g olarak hesaplanmışken alüminasilikat aerojellerin yüzey alanı 375 m²/g olarak hesaplanmıştır. Süperkritik şartlar altında kurutulan aerojellerin gözenek boyutlarının 21-22 nm oldukları saptanmıştır [47].

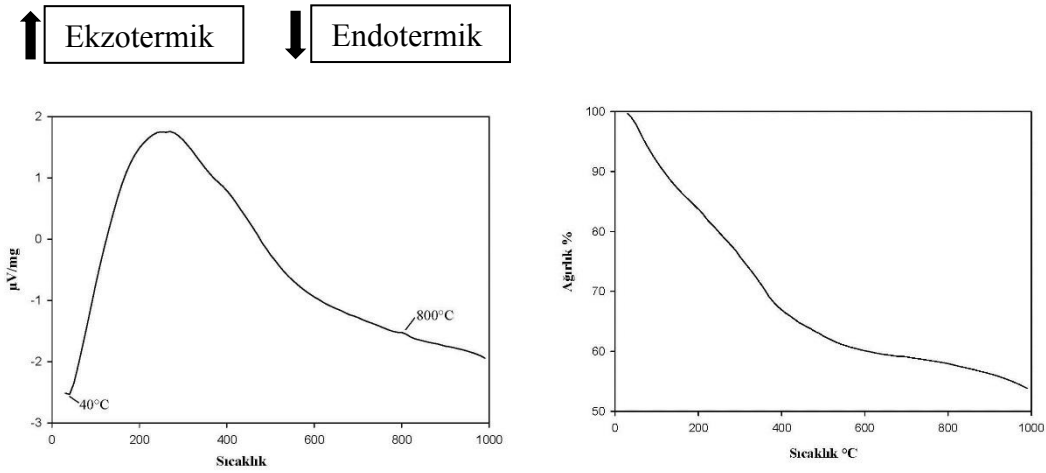
Jiang ve arkadaşları tarafından etil asetoasetatın alümina aerojellerin yapısal ve termal kararlılıklarına etkisinin araştırıldığı bir çalışmada dört farklı numuneye ait BET analizi verileri sunulmuştur. Verilere göre, alümina aerojellerin yüzey alanları 66 m²/g ile 98 m²/g aralığındadır. En yüksek gözenek hacmi değeri 2,28 cm³/g iken, en düşük gözenek hacmi değeri 0,83 cm³/g'dir. Ortalama gözenek boyutu değerleri sırasıyla 26,9 nm, 22,9 nm, 19,1 nm, 12,2 nm'dir [27].

Ren ve arkadaşlarının monolitik Fe₂O₃-Al₂O₃ kompozit aerogel sentezinde organik solvent süblimasyon kurutmayı denedikleri bir çalışmada, alümina aerogelin BET yüzey alanı 413,46 m²/g iken Fe₂O₃-Al₂O₃ kompozit aerojellerin yüzey alanlarının farklı Fe-Al molar oranlarında 376,07 m²/g (1 Fe:1 Al) ile 545,66 m²/g (1 Fe:2 Al) aralığında oldukları saptanmıştır. Gözenek hacmi ölçümlerinde alümina aerogelin

gözenek hacmi $1,3562 \text{ cm}^3/\text{g}$ iken, $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ kompozit aerojellerin gözenek hacimleri $0,6798$ ile $0,9007$ aralığında değişmektedir. Alümina aerojelin ortalama gözenek boyutu $11,74 \text{ nm}$ 'dir. Farklı molar oranlarda hazırlanmış $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ kompozit aerojellerin gözenek hacimleri $3,6885 \text{ nm}$ ile $8,8982 \text{ nm}$ aralığındadır [11].

4.6. Termal Analiz

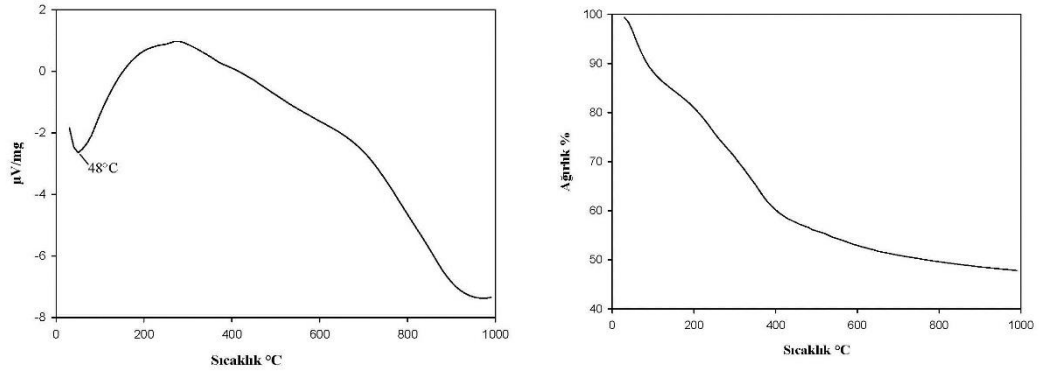
Üretilen alümina esaslı aerjel tozlarının fiziksel özelliklerine sıcaklığın etkisini ölçmek için tozlar termal analize tabii tutulmuştur. TG üretilen tozların sıcaklığa bağlı zamanla ağırlık kaybı verilerini içerirken, DTA sıcaklığın artmasıyla meydana gelen reaksiyonun endotermik veya ekzotermik yapıda olduğunu saptanmasını sağlar. Üretilen alümina esaslı aerjel tozlarına 1000°C 'ye kadar $10^\circ/\text{dk}$ hızla doğrusal olarak sıcaklığı artırılan DTA cihazında termal analiz yapılmıştır ve elde edilen veriler grafiklere dönüştürülerek yorumlanmıştır.



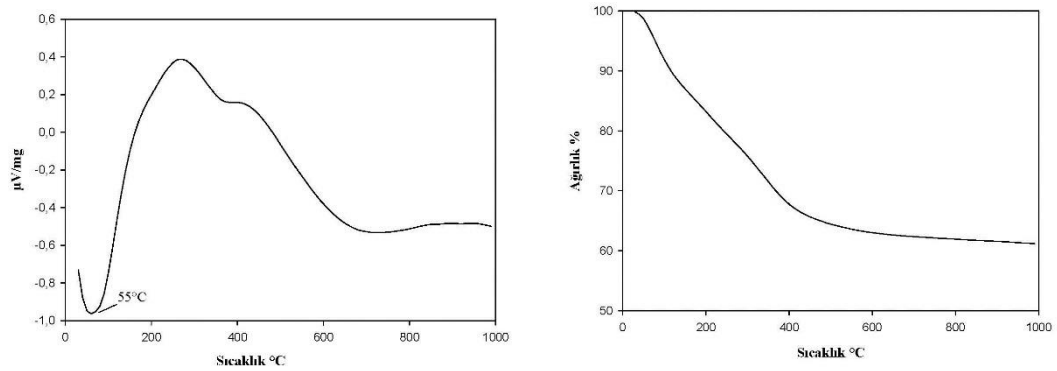
Şekil 4.42. Alüminyum eloksal atığından elde edilen S1 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri

Şekil 4.42.'de alüminyum eloksal atığından elde edilen aerjel tozunun DTA ve TG grafikleri verilmiştir. DTA grafikleri incelendiğinde 40°C 'deki endotermik pikin suyun buharlaşmasından, 800°C 'deki ekzotermik pikin ise $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'nın $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'ya dönüşümden meydana geldiği düşünülmektedir. TG grafiği incelendiğinde 400°C 'ye kadar yapıdaki su ve uçucuların uzaklaşmasından kaynaklı hızlı bir ağırlık kaybının yaşandığı ve sonrasında da ağırlık kaybının devam ederek %50 mertebelerine ulaştığı

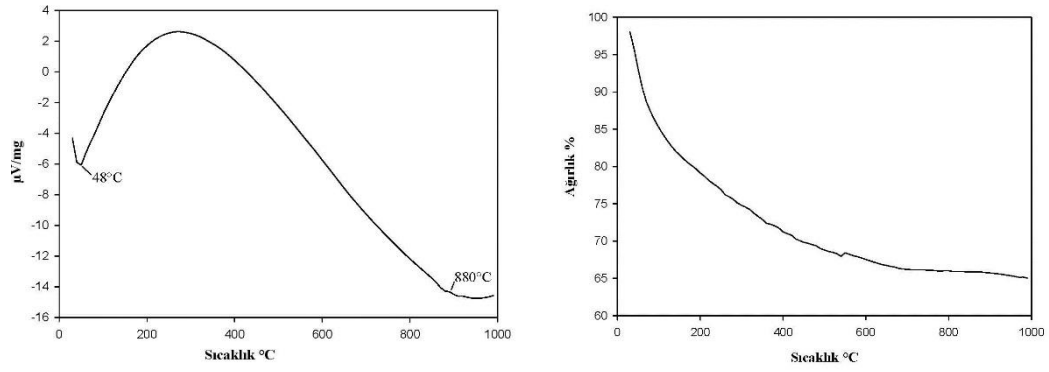
görülmüştür. Şekil 4.43.'te ikincil Al cürufundan elde edilen S2 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri verilmiştir. DTA grafiğinde oluşan 48°C'deki endotermik pik suyun buharlaşmasından kaynaklıdır. Sıcaklığın artmasıyla buharlaşan su ve uçucular nedeniyle toz ağırlığında %50 kayıp yaşamıştır. Şekil 4.44.'te verilen ikincil Al cürufundan elde edilmiş S3 nolu numuneye ait grafiklerde görülen 55°C'deki endotermik pik yapıdaki nemin buharlaşmasından kaynaklıdır. 300-400°C dolaylarında meydana gelen ekzotermik piklerin yapıda gerçekleşen bohmit fazının γ -Al₂O₃ 'ya dönüşümü nedeniyle oluştuğu düşünülmektedir. Sıcaklığın artmasıyla yapıda %40 dolaylarında ağırlık kaybı yaşanmış olup, 600°C ve sonrasında ağırlık kaybı devam etmemiş yapı daha kararlı bir hal almıştır.



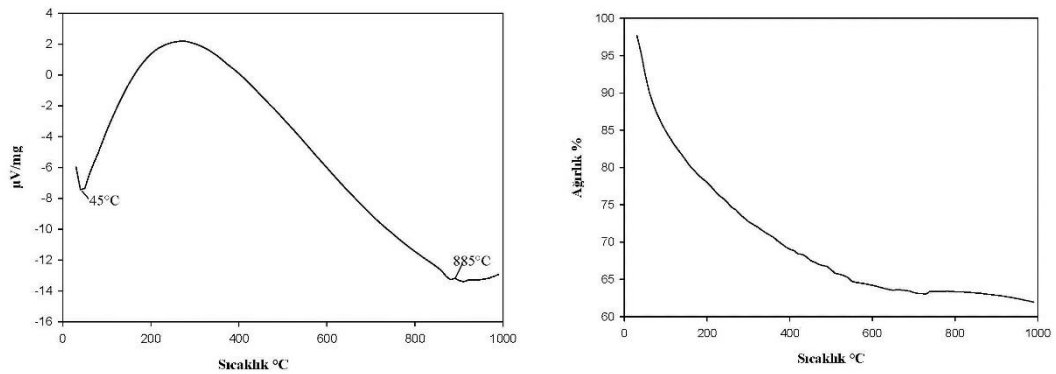
Şekil 4.43. İkincil Al cürufundan elde edilen S2 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri



Şekil 4.44. İkincil Al cürufundan elde edilen S3 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri



Şekil 4.45. Şamot tuğla harcından elde edilen S4 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri

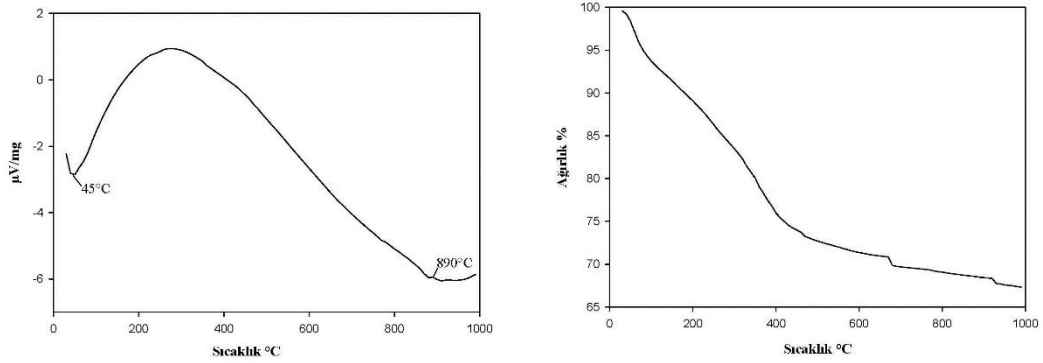


Şekil 4.46. Şamot tuğla harcından elde edilen S5 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri

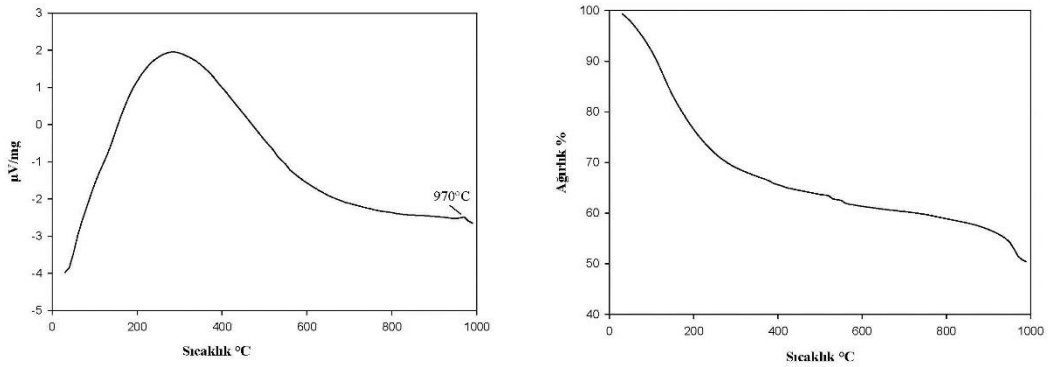
Şekil 4.45.'te verilen şamot tuğla harcından elde edilen S4 nolu numuneye DTA grafiğinde meydana gelen 48°C 'deki endotermik pik suyun buharlaşmasından, 880°C'deki ekzotermik pik ise η -Al₂O₃ 'nın θ -Al₂O₃ 'ya dönüşümünden kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Sıcaklığın artmasıyla tozun ağırlığı %45 azalmıştır. Şamot tuğla harcından elde edilen S5 nolu numuneye ait termal analiz verileri Şekil 4.46.'da verilmiştir. 45°C'de oluşan endotermik pik suyun buharlaşmasından kaynaklıdır. 885°C'deki ekzotermik pik yapıda yeni bir faz oluşumunun gerçekleştiğini göstermektedir. Bu faz oluşumunun η -Al₂O₃ 'nın θ -Al₂O₃ 'ya dönüşümü olduğu düşünülmektedir. Sıcaklığın artmasıyla 400°C'lere kadar hızlı bir ağırlık kaybı gözlenirken, 1000°C'ye kadar ağırlık kaybı devam etmiştir.

Şekil 4.47. ve 4.48.'de Seydişehir alüminasından elde edilen sırasıyla S6 ve S7 kodlu numunelere ait DTA ve TG grafikleri verilmiştir. DTA grafiklerinde 300°C dolaylarında gözlenen geniş ekzotermik pik yapıda gerçekleşen faz dönüşümünü

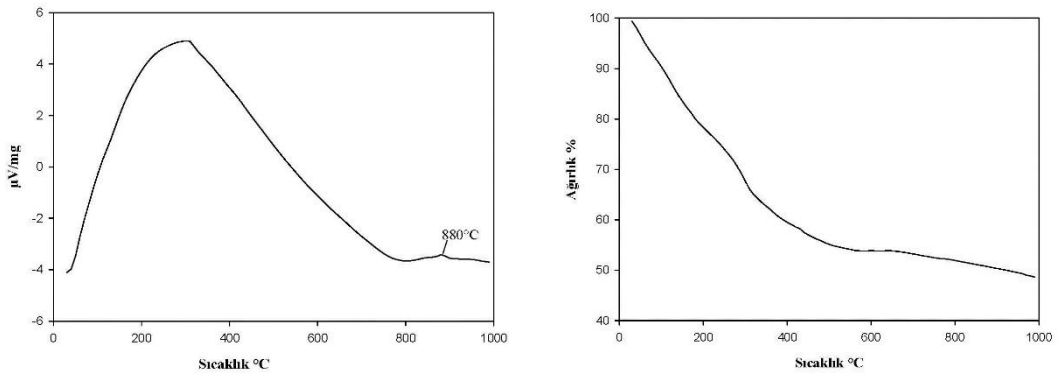
göstermektedir. S6 kodlu numuneye ait grafikte görülen 870°C'deki ekzotermik yapıdaki pik η -Al₂O₃ 'nın θ -Al₂O₃ 'ya dönüşümü, S7 kodlu numuneye ait grafikte görülen 970°C'deki ekzotermik pik χ -Al₂O₃'nın κ -Al₂O₃'ya dönüşümü sonucunda meydana gelmiştir. Yapıdaki nemden dolayı ağırlık kaybı 200°C'ye kadar hızlı bir şekilde yaşanırken, sonrasında da devam etmiştir.



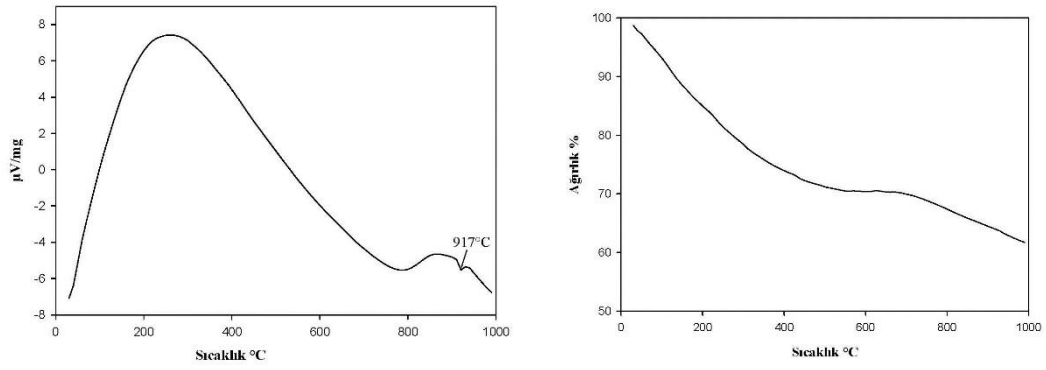
Şekil 4.47. Seydişehir alüminasından elde edilen S6 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri



Şekil 4.48. Seydişehir alüminasından elde edilen S7 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri

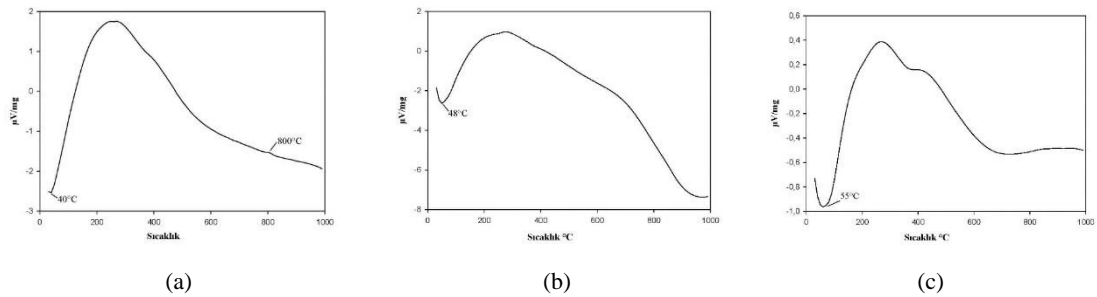


Şekil 4.49. Atık Al potadan elde edilen S9 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri

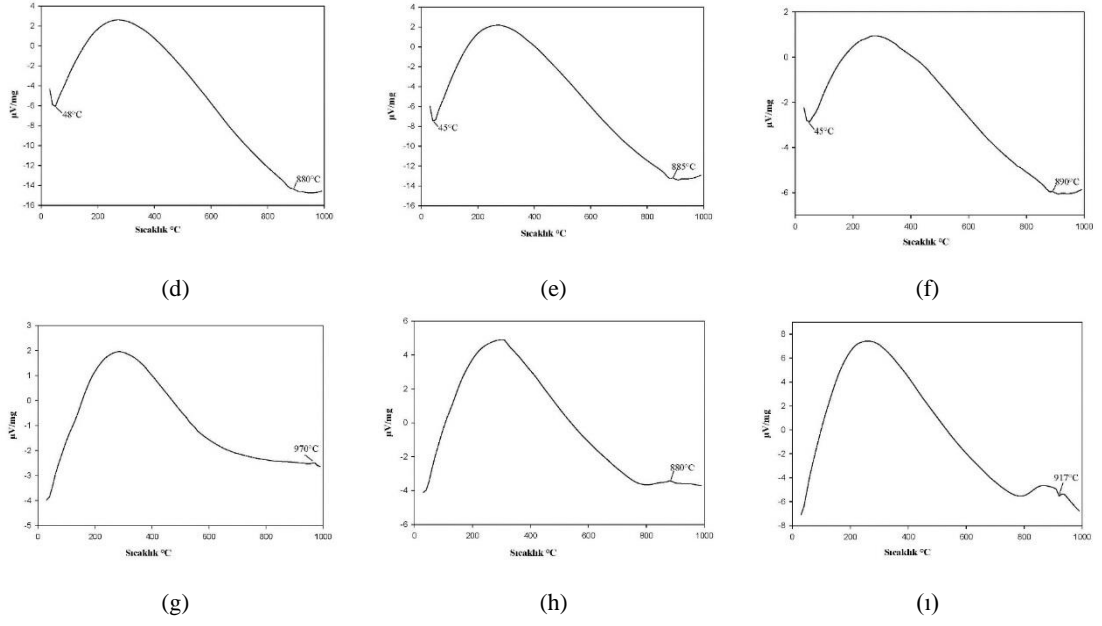


Şekil 4.50. Atık Al potadan elde edilen S10 kodlu numuneye ait DTA ve TG grafikleri

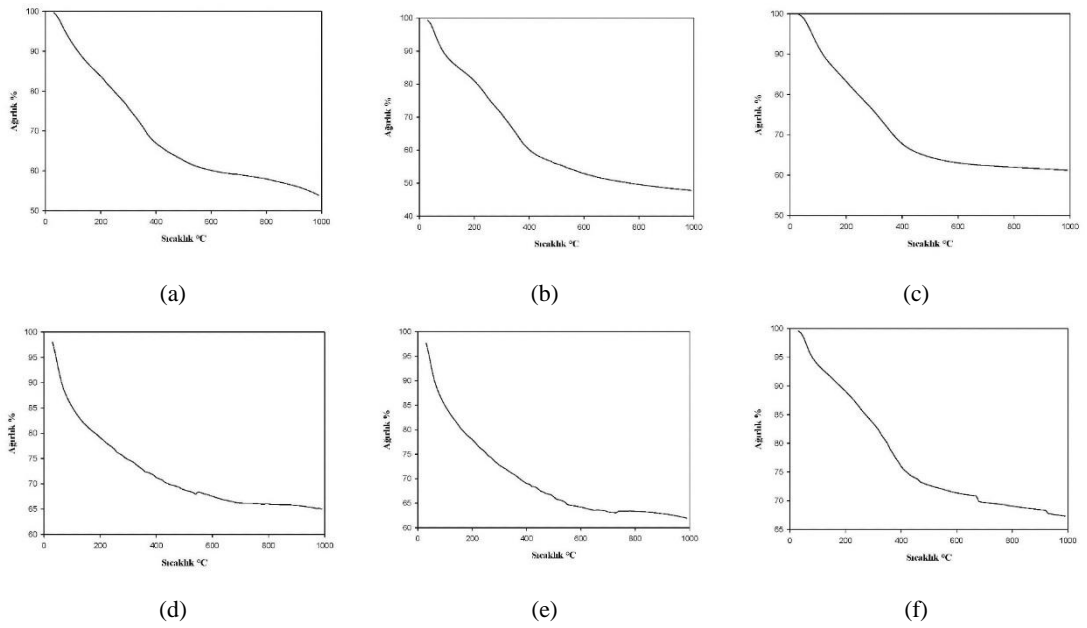
Atık Al potadan elde edilen S9 ve S10 kodlu numunelere ait termal analiz grafikleri sırasıyla Şekil 4.49. ve 4.50.'de verilmiştir. Aerojel tozlarının ikisinde de $\sim 300^{\circ}\text{C}$ 'de yapıda gerçekleşen faz dönüşümünden kaynaklı ekzotermik pik oluştuğu gözlenmektedir. S9 kodlu numunede gerçekleşen 870°C 'deki ekzotermik pikin $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'nın $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'ya dönüşümü, S10 kodlu numunede 917°C 'deki endotermik pikin ise yapıda ihtiva eden etanolün yanması kaynaklı olduğu bilinmektedir. Aerojel tozlarının ağırlıkları sıcaklığın artmasıyla kademeli olarak azalmıştır. Şekil 4.51.'de üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına ait DTA grafikleri, Şekil 4.52.'de TG grafikleri üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının termal davranışlarının karşılaştırılabilmeleri amacıyla toplu olarak sunulmuştur.



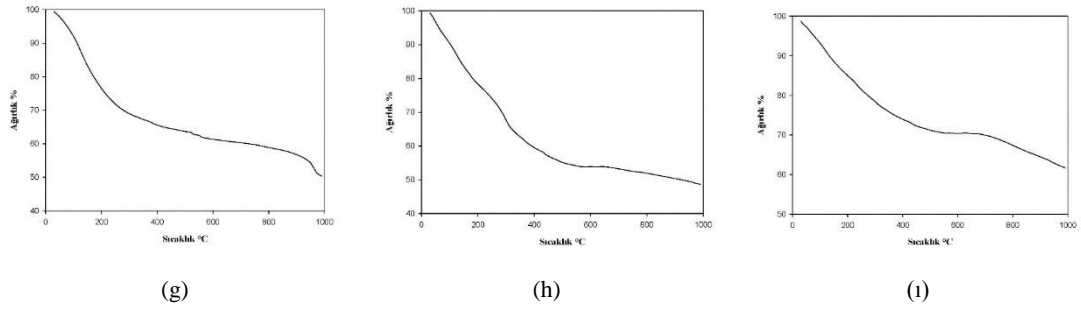
Şekil 4.51. Aerojel tozlarına ait DTA grafikleri a. S1, b. S2, c. S3, d. S4, e. S5, f. S6, g. S7, h. S9, ı. S10



Şekil 4.51. (Devamı)



Şekil 4.52. Aerojel tozlarına ait TG grafikleri a. S1, b. S2, c. S3, d. S4, e. S5, f. S6, g. S7, h. S9, ı. S10



Şekil 4.52. (Devamı)

Jiang ve arkadaşlarının etil asetoasetatın alümina aerojellerin termal ve yapısal kararlılıklarına etkisini araştırdıkları bir araştırmada, üretilen aerojellere yapılan termal analizler oda sıcaklığından 1200°C'ye kadar dakikada 10°C'lik doğrusal bir artış olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. 100°C ve öncesinde gerçekleşen ağırlık kaybı ve 100°C'deki endotermik pik yapıdaki suyun buharlaşmasından veya artık organik çözücülerin uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. 400°C'deki ekzotermik pikler alümina aerjel yüzeyindeki $Al(OC_4H_9)$ gruplarının oksidasyonundan, 500°C'deki endotermik pik ise kristalin fazın dönüşümünden kaynaklanmaktadır. 600°C'nin üstündeki ağırlık kaybı Al_2O_3 'ün metastabil faza dönüşümünden kaynaklanmaktadır. TG grafiklerinden toplam ağırlık kaybının ~%30 olduğu görülmektedir [27].

Huang ve arkadaşlarının atmosferik şartlar altında ürettikleri hidrofobik alümina aerojellerin yüzey modifikasyonunun araştırıldığı bir çalışmada, termal analiz hidrofobikliğin korunduğu bölge belirlenerek 10°C/dk ile sıcaklık doğrusal olarak artırılarak tamamlanmıştır. Modifikasyonsuz aerjelde 50°C ile 150°C aralığında ağırlık kaybı görülmektedir. Buna bağlı olarak 92°C'de endotermik pik meydana gelmiştir. Bu Al-OH ya da $Al(OC_4H_9)$ grupları arasındaki fiziksel bağlı suyun uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır. Modifikasyonsuz aerjelde görülen ağırlık kaybının TMMOS modifikasyonlu aerjelde görülmemesinin sebebi alümina yüzeyine bağlanan $Si(CH_3)_3$ grubunun nem adsorpsiyonunu engellemesinden kaynaklanır. 260-370°C aralığında hidrofobik aerojellerin ağırlık kaybının hidrofilik aerojellere göre daha çok olduğu görülmektedir. 325°C'de görülen ekzotermik pik

yapıda kalan organik parçaların yanmasından kaynaklıdır. 450°C’de görülen ekzotermik pik böhmit-alümina dönüşümüne aittir [15].

4.7. Termal İletkenlik Analizi

Üretilen alümina esaslı arojel tozlarının termal iletkenlik davranışlarının araştırılması önemli bir husustur. Ancak termal iletkenlik analizinin yapılabilmesi için belirli miktarda toz gerekmektedir. Termal iletkenlik analizine yetecek kadar toz yalnızca alüminyum eloksal atığından üretilen S1 kodlu numuneden elde edilmiştir. Bu sebeple S1 kodlu numune dışındaki numunelerin termal iletkenlik davranışları araştırılamamıştır. 30°C’de gerçekleştirilen termal analiz sonucunda S1 kodlu numuneye ait termal iletkenlik katsayısı 0,087 W/mK olarak ölçülmüştür. Alüminyum eloksal atığının işlem görmeden önceki termal iletkenlik katsayısının 0,8 W/mK olduğu tespit edilmiştir. Yani yapılan işlemler sonrasında alüminyum eloksal atığının iletkenlik katsayısı on kat gerilediği belirlenmiştir. Elde edilen bu değer literatür ile karşılaştırıldığında başarılı sayılabilecek ölçütte olduğu anlaşılmaktadır.

Hrubesh ve arkadaşlarının yüksek poroziteli monolitik alümina arojellerin sentezini araştırdıkları bir araştırmada, alümina arojellere ait termal iletkenlik değerleri; 30°C’de 0,029 W/mK, 400°C’de 0,058 W/mK, 800°C’de 0,098 W/mK olarak hesaplanmıştır. Bu değerler silika arojeller ile kıyaslandığında silika arojellerin sahip oldukları yüksek yüzey alanlarına rağmen daha düşük oldukları görülmüştür [5].

Zu ve arkadaşlarının monolitik alümina arojellerin hazırlanması ve karakterizasyonunu araştırdıkları bir araştırmada alüminyum sek bütoksit başlangıç malzemesi olarak kullanılmıştır. Üretilen monolitik alümina arojellerin termal iletkenlik değerleri 30°C ve 400°C’de sırasıyla 0,028 W/mK ve 0,065 W/mK’dir [53].

4.8. Yoğunluk Analizi

Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının yoğunlukları hacmi belirli bir kap kullanılarak belirlenmiştir. Tablo 4.8.'de üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının yoğunlukları verilmiştir. Alümina eloksal atığından üretilen S1 kodlu numunenin yoğunluğu $0,266 \text{ g/cm}^3$ 'tür. İkincil Al cürufundan üretilen S2 ve S3 kodlu numunelerin özgül ağırlıkları sırasıyla $0,947$ ve $0,997 \text{ g/cm}^3$ 'tür. S1 kodlu numuneden elde edilen yoğunluk değeri ikincil Al cürufundan elde edilen S2 ve S3 kodlu numunelerin yoğunluk değerlerine göre oldukça düşüktür. Şamot tuğla harcından üretilen S4 ve S5 kodlu numunelerin yoğunlukları sırasıyla $0,412$ ve $0,312 \text{ g/cm}^3$ iken, Seydişehir alüminası kullanılarak üretilen S6 ve S7 kodlu numunelerin özgül ağırlıkları $0,409$ ve $0,283 \text{ g/cm}^3$ 'tür. Yoğunluk analizinde en düşük veriler atık pota tozu kullanılarak üretilen S9 ve S10 kodlu numunelerden elde edilmiştir. S9 kodlu numunenin yoğunluk değeri $0,230 \text{ g/cm}^3$ iken, S10 kodlu numunenin yoğunluk değeri $0,225 \text{ g/cm}^3$ 'tür.

Tablo 4.8. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının yoğunluk değerleri

Numune Kodu	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S9	S10
Yoğunluk (cm^3/g)	0,266	0,947	0,997	0,412	0,312	0,409	0,283	0,230	0,225

Huang ve arkadaşlarının atmosferik şartlar altında kurutma yöntemini kullanarak hidrofobik alümina aerojel ürettikleri bir çalışmada alüminyum sek-bütoksit (ASB) Al kaynağı olarak kullanılmıştır. Üretilen aerogeller TMMOS içerisinde modifiye edilmiştir. Ortalama gözenek boyutu $2,15 \text{ nm}$ olan hidrofobik alümina aerogelin yoğunluğu $0,17 \text{ g/cm}^3$ olarak ölçülmüştür [15]. ASB gibi pahalı bir hammadde kullanılarak üretilen ve sonrasında kimyasal modifikasyonları yapılan hidrofobik alümina aerogele göre, mevcut çalışmada atıklar kullanılarak $0,22 \text{ g/cm}^3$ mertebelerinde yoğunluk değerlerinin elde edilmesi oldukça başarılı olarak değerlendirilmiştir.

Hrubesh ve arkadaşlarının monolitik alümina arojel sentezlemeyi amaçladıkları bir çalışmada, ASB başlangıç malzemesi olarak kullanılmıştır. Süper kritik şartlar altında kurutularak elde edilen alümina arojelin yoğunluğu $0,037 \text{ g/cm}^3$ olarak ölçülmüştür [5].

Carroll ve arkadaşları alüminyum isopropoksit (AIP) kullanarak hızlı süper kritik kurutma yöntemi ile alümina arojel üretmişlerdir. Farklı şartlarda üretilen alümina arojel numunelerinin yoğunluklarının $0,025$ ile $0,079 \text{ g/cm}^3$ aralığında değiştiği görülmüştür [16].

Xu ve arkadaşlarının başlangıç malzemesi olarak $\text{Al}(\text{NO}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_9$ kullandıkları çalışmada alümina arojel sentezi için atmosferik şartlar altında kurutma yöntemi tercih edilmiştir. Alümina arojel üretimi için TEOS/alkol oranının denendiği çalışmada optimum oran belirlenmiştir. Bu bileşime ait numunenin yoğunluğu $0,35 \text{ g/cm}^3$ olarak belirlenmiştir [26].

BÖLÜM 5. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Genel Sonuçlar

Mevcut tez çalışması, doğal hammadde ve çevreye zararlı olan atıkları değerlendirerek atmosferik basınçta kurutma tekniği kullanılarak üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının üretimini ve tozların karakterizasyonunu içermektedir. Araştırma sonrasında gözlenen sonuçlar ve elde edilen veriler şunlardır;

- Alümina esaslı aerojel tozu üretiminde hammaddelerin yanı sıra atık malzemelerin de aerojel üretiminde kullanılarak bertaraf edilebilecekleri, bu şekilde çevreye verecekleri zararın önemli ölçüde önlenebileceği ve birçok eşsiz özelliği sahip aerojel malzemelere dönüştürülebilecekleri ispatlanmıştır.
- Mevcut çalışmada hammadde kaynağı olarak Seydişehir alüminası kullanılarak üretilen aerojel tozu dışında tüm aerojel tozları atıklar kullanılarak elde edilmiş ve bu sayede hammadde maliyeti elimine edilmiştir.
- Daha düşük maliyette üretilen alümina esaslı aerojel tozları, inşaat, tekstil, uzay ve havacılık gibi birçok alanda aerojel kullanımının artmasını sağlayacak ve böylelikle enerji yalıtımı sarfiyatları da azalacaktır.
- Farklı başlangıç malzemeleri aynı miktarlarda kullanılarak, değişken şartlarda (yaşlandırma zamanı, asit ve baz katalizörü) üretilen alümina esaslı aerojel tozları atmosferik şartlarda kurutma sonrasında farklı miktarlarda elde edilmiştir. Üretilen toz miktarının farklı olmasının sebebi, kullanılan başlangıç malzemelerine ve üretim parametrelerine bağlı olarak çözeltinin jelleşme verimidir.
- Yapılan mikroyapı analizleri sonucunda, üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının toz tane boyutlarının 10 ile 100 nm aralığında değiştiği ve gözenekli bir yapıya sahip oldukları belirlenmiştir. Beraberinde yapılan EDS analizleri sonucunda Al ve O'nun yapıdaki hakim elementler oldukları yani

istenen şekilde alümina esaslı aerojel tozları üretildiği tespit edilmiştir. Şamot tuğla harcı kullanılarak üretilen aerojel tozlarında Al ve O elementlerinin yanı sıra Si elementinin de yapıda mevcut olduğu ve bu sebeple üretilen aerojelin alüminasilikat aerojel sınıfında yer aldığı belirlenmiştir. Aerojel tozlarının yapısında az da olsa Na, Cl gibi bazı safsızlıkların bulunduğu görülmektedir.

- Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarına uygulanan faz analizleri sonucunda tozların, Al_2O_3 fazının yanı sıra yetersiz yıkama işlemlerinden dolayı NaCl fazını ihtiva ettiği görülmüştür. XRD paternlerinde gözlenen amorf yapının sebebi, tarama hızının nano boyuttaki tozların faz yapılarını tespit edecek düzeyde düşük olmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Alümina esaslı aerojel tozlarına uygulanan FTIR analizi sonucunda elde edilen IR spektrumlarında Al-O-H bağlarının gerilmelerinden meydana gelmiş pikler görülmektedir. Spektrumların parmak izi bölgelerinde gözlenen Al-O keskin pikleri kuvvetli bağlanmanın bir göstergesidir. Şamot tuğla harcı kullanılarak üretilen aerojel tozlarına ait spektrumlarda gözlenen Si-O-Si bağlarının titreşiminden kaynaklı oluşan pikler, yapıda Al-O nun yanı sıra Si-O-Si kuvvetli bağlarının mevcudiyetinden kaynaklanmaktadır. Üretilen alümina esaslı aerojel tozlarının gözenekli yapısından kaynaklı absorbe edilen su, O-H pikleri olarak ortaya çıkmıştır.
- BET yüzey alanı analizinin verileri incelendiğinde; en yüksek yüzey alanına sahip numunenin $388,00 \text{ m}^2/\text{g}$ yüzey alanı ile şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu numune olduğu gözlenirken, en düşük yüzey alanına sahip numune $47,13 \text{ m}^2/\text{g}$ yüzey alanı ile alüminyum eloksal atığından üretilen S1 kodlu numune olduğu tespit edilmiştir. Ortalama partikül boyutu verileri incelendiğinde; en büyük partikül boyutunun $127,29 \text{ nm}$ ile alüminyum eloksal atığından üretilen S1 kodlu numunede, en küçük partikül boyutunun ise $15,46 \text{ nm}$ ile şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu numunede olduğu belirlenmiştir. Partikül boyutu verilerinin, yüksek büyütmelede yapılan FESEM analizleri sonucunda elde edilen veriler ile örtüştüğü ve tozların hedeflendiği üzere nano boyutta oldukları gözlenmiştir. Üretilen aerojel tozlarının tane boyutları literatür ile karşılaştırıldığında, toz tane boyutlarının kabul edilebilir sınırlar arasında olduğu belirlenmiştir.

- BET analizi sonucunda üretilen alümina esaslı arojel tozların gözenek hacmi ve partikül boyutlarına ait veriler elde edilmiştir. Elde edilen bu verilere göre ortalama gözenek boyutu 4,20-13,20 nm aralığında değişmektedir. En büyük gözenek boyutuna S1 kodlu alüminyum eloksal atığından üretilen arojel tozu sahipken, en küçük gözenek boyutuna ikincil alüminyum cürufundan üretilen S2 kodlu arojel tozunun sahip olduğu kanıtlanmıştır. 0,844 cm³/g ile en büyük gözenek hacmi değerine şamot tuğla harcından üretilen S4 kodlu numune sahip iken, 0,155 cm³/g ile en küçük gözenek hacmi değerine alüminyum eloksal atığından elde edilen S1 kodlu numune sahiptir. Arojel tozlarının süngerimsi yapısı yapılan BET analizleri sonucunda kanıtlanmıştır.
- Üretilen arojel tozlarının özelliklerinin sıcaklıkla değişimi saptamak adına yapılan termal analizler sonucunda, arojel tozlarının yapısında bulunan suyun açığa çıkması ve organiklerin yanması ile ivmeli ve dekompozisyonlar sonucunda devam eden %40-50 aralığında ağırlık kayıplarının olduğu belirlenmiştir. ~50°C’de suyun yapıdan uzaklaşması sebebiyle endotermik pikler meydana gelirken, 800-950 °C aralığında faz dönüşümlerinden kaynaklı ekzotermik pikler meydana gelmiştir.
- Yeterli toz miktarının elde edildiği S1 kodlu numuneye yapılan termal iletkenlik analizi sonucunda, arojel tozunun termal iletkenlik katsayısının 0,087 W/mK olduğu belirlenmiştir ve bu değer literatür ile kıyaslandığında başarılı bir sonuç olduğu söylenebilir.

5.2. Öneriler

Mevcut tez çalışmasında araştırılan atıklardan arojel tozu üretimi sayesinde arojeller uygun maliyetlerde yaygın kullanım alanı bulabilecek ve insan hayatında önemli faydalar sağlayacaktır. Çevre için tehlikeli olan bu atıkların da geri dönüşümü için mevcut çalışmanın geliştirilmesi gerekmektedir. Bu doğrultuda yapılacak yeni çalışmalara sunulabilecek öneriler şunlardır;

- Mevcut tez çalışmasında başlangıç malzemesi olarak Seydişehir alüminası, ikincil alüminyum cürufu, alüminyum eloksal atığı, şamot tuğla harcı ve atık pota tozu kullanılmıştır. Asit katalizörü olarak HCl, H₂SO₄, baz katalizörü

olarak NaOH, NH₄OH kullanılmıştır. Yapılan tüm bu çalışmalardan yola çıkılarak geri dönüşümü olmayan başka atık malzemeler kaynak olarak kullanılabilir ve sarf malzemeler değiştirilerek yapıda meydana gelen değişimler izlenebilir.

- Sol çözeltisinin hazırlanması aşamasında başlangıç tozları baz katalizörü ile 70°C’de 3 saat karıştırmaya tabii tutulmuştur. Tozların çözelti yapısına daha yüksek oranda katılabilmesi için sıcaklık ve süre değiştirilerek denemeler yapılabilir.
- Sol çözeltisinin hazırlanması aşamasında, kaynak malzemelerin sol çözeltisinde daha iyi çözünbilmesi için çözelti hazırlama aşamasından önce tozlara mekanik aktivasyon yapılarak kararsız hale getirilerek reaksiyona girme eğilimleri arttırılabilir.
- Mevcut çalışmada alüminaca zengin sol çözeltisi hazırlanarak alümina esaslı aerojel tozu elde edilmiştir. Alümina arojellerin yapısal kararlılıklarını artırmak adına farklı bileşimlerdeki sol çözeltileri birleştirilip alümina bazlı kompozit aerojel elde edilebilir ve kimyasal özellikleri alümina arojellerle kıyaslanabilir.
- Jelin yaşlandırılması aşamasında iskelet yapısını güçlendirmek için etanol ve n-heptan kullanılmıştır. Bunların yanı sıra benzer modifiye edici ajanlar kullanılabilir.
- Yaşlandırma esnasında yapıya katılan safsızlıkları gidermek için saf su ile birden fazla yıkama işlemi yapılmasına rağmen hem EDS hem XRD analizlerinde yapıda Na, Cl gibi safsızlıkların olduğu anlaşılmıştır. Bu nedenle yıkama sayısı artırılarak veya sıcak su ile yıkama işlemi yapılarak yapıdaki safsızlıklar elimine edilebilir.
- Üretilen alümina esaslı aerojel tozları atmosferik şartlar altında kurutma tekniği ile üretilmiştir. Tehlikesiz ve çevreye zararsız olan bu yöntem ne yazık ki tozların büzülmesine engel olamamıştır. Aerojel üretiminde kullanılan kurutma yöntemlerinden diğer ikisi olan süper kritik şartlar altında kurutma ve dondurarak kurutma yöntemi denenerek üretilen tozların karakteristik özellikleri bu çalışma ile karşılaştırılabilir.

- Elde edilen arojel tozları yoğunluk, mikroyapı, termal, faz ve termal iletkenlik gibi birçok teste tabi tutulmuştur. Yetersiz toz miktarı sebebiyle tüm arojel tozlarına termal iletkenlik analizi yapılamamıştır. Toz miktarı artırılarak tüm arojel tozlarına termal iletkenlik testi yapılabilir ve TEM analizi yapılarak üretilen alümina esaslı arojel tozlarının mikroyapıları daha detaylı incelenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] Aegerter, M. A., Leventis, N., & Koebel, M. M. (Eds.). (2011). *Aerogels Handbook*. Springer Science & Business Media.
- [2] Radha, M. A. *Atık Sularda Karbon Aerojel ile Ağır Metal Tutunması*. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2008.
- [3] <http://www.olo.com.tr/tr/bulten/aerojel-ustun-ozellikleri-cesitleri-ve-gelisen-uygulama-alanlari.>, Erişim Tarihi: 14.03.2019.
- [4] Öz, D. C., Öz, B., & Kaya, N. (2018). Alümina Aerojellerin Fiziksel Özellikleri Üzerine Yaşlandırma ve Kurutma Süresinin Etkisi. *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 20(1), 198-211.
- [5] Poco, J. F., Satcher Jr, J. H., & Hrubesh, L. W. (2001). Synthesis Of High Porosity, Monolithic Alumina Aerogels. *Journal Of Non-Crystalline Solids*, 285(1-3), 57-63.
- [6] Balkabak. D. *Karbon Aerojel Üretimi ve Karakterizasyonu*. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2009.
- [7] Özçelik, M. Y., Soylu, S. K., & Atmaca, İ. (2017). Endüstriyel Bir Tesiste Aerojel ile Yalıtımın Teknik ve Ekonomik Analizi.
- [8] [http://www.yalitim.net/yayin/483/surdurulebilir-yapılarda-aerojel-kullanimi_14291.html#.XIn5PyIzbiU.](http://www.yalitim.net/yayin/483/surdurulebilir-yapılarda-aerojel-kullanimi_14291.html#.XIn5PyIzbiU), Erişim Tarihi: 14.03.2019.
- [9] [http://thenanoage.com/silica-aerogel.htm.](http://thenanoage.com/silica-aerogel.htm), Erişim Tarihi: 14.03.2019.

- [10] https://www.bondingchemical.com/inc/sdetail/silica_aerogel_powder/574/4726., Erişim Tarihi: 14.03.2019.
- [11] Ren, L., Li, X., & Cui, S. (2016). Synthesis Of Monolithic Fe₂O₃-Al₂O₃ Composite Aerogels Via Organic Solvent Sublimation Drying. *Journal Of Nanomaterials*, 2016.
- [12] He, S., Huang, D., Bi, H., Li, Z., Yang, H., & Cheng, X. (2015). Synthesis And Characterization Of Silica Aerogels Dried Under Ambient Pressure Bed On Water Glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 410, 58-64.
- [13] Le Bihan, L., Dumeignil, F., Payen, E., & Grimblot, J. (2002). Chemistry Of Preparation Of Alumina Aerogels In Presence Of A Complexing Agent. *Journal Of Sol-Gel Science And Technology*, 24(2), 113-120.
- [14] https://www.slideshare.net/cedric_cedric/aerogel-abdurrahma-budayc., Erişim Tarihi: 14.03.2019.
- [15] Wu, L., Huang, Y., Wang, Z., Liu, L., & Xu, H. (2010). Fabrication Of Hydrophobic Alumina Aerogel Monoliths By Surface Modification And Ambient Pressure Drying. *Applied Surface Science*, 256(20), 5973-5977.
- [16] Bono, M. S., Anderson, A. M., & Carroll, M. K. (2010). Alumina Aerogels Prepared Via Rapid Supercritical Extraction. *Journal Of Sol-Gel Science And Technology*, 53(2), 216-226.
- [17] Juhl, S. J., Dunn, N. J., Carroll, M. K., Anderson, A. M., Bruno, B. A., Madero, J. E., & Bono Jr, M. S. (2015). Epoxide-Assisted Alumina Aerogels By Rapid Supercritical Extraction. *Journal Of Non-Crystalline Solids*, 426, 141-149.
- [18] Bozoğlu, D. Aerojel Katkılı Polimer Kompozitlerin Hazırlanışı, Karakterizasyonu ve Dielektrik Özelliklerinin İncelenmesi. İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2014.

- [19] Yılmaz, Y. Farklı Başlangıç Maddeleri Kullanılarak Sol-Jel Yöntemiyle Monolitik Silika Aerojel ve Silika Aerojel Sentezi ve Karakterizasyonu. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2013.
- [20] Liu, Z. H., Ding, Y. D., Wang, F., & Deng, Z. P. (2016). Thermal Insulation Material Based On Sio₂ Aerogel. *Construction And Building Materials*, 122, 548-555.
- [21] Balkabak, D., Öztürk, B., & Cabbar, H. C. (2013). Karbon Aerojel Üretiminde Piroliz ve Aktivasyonun Etkisi. *Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 28(3).
- [22] <https://www.gercekbilim.com/dunyanin-en-hafif-maddesi-artik-grafen-aero-jel/>, Erişim Tarihi: 14.03.2019.
- [23] <https://astrobiology.nasa.gov/news/gems-like-objects-in-stardust-samples/>, Erişim Tarihi: 14.03.2019.
- [24] <https://www.buildingcentre.co.uk/supermaterial/aerogel-insulation-wall-panel/>, Erişim Tarihi: 14.03.2019.
- [25] <https://www.slideshare.net/iuslu/tek-bileenli-sistemler>, Erişim Tarihi: 19.03.2019.
- [26] Gan, L., Xu, Z., Feng, Y., & Chen, L. (2005). Synthesis Of Alumina Aerogels By Ambient Drying Method And Control Of Their Structures. *Journal Of Porous Materials*, 12(4), 317-321.
- [27] Xu, L., Jiang, Y. G., Feng, J. Z., & Feng, J. (2015). Influence Of Ethyl Acetoacetate On The Structure And Thermal Stability Of Alumina Aerogel. In *Materials Science Forum* (Vol. 816, Pp. 157-162). Trans Tech Publications.
- [28] Ateş, A., & Akçil, M. (2018). Alüminyum Cürufundan Çelik Endüstrisi İçin Flaks Üretimi. *Akademik Platform Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi*, 6(1), 8-16.
- [29] https://www.metalurji.org.tr/dergi/dergi175/d175_3543.pdf, Erişim Tarihi: 19.03.2019

- [30] [Http://ozintas.blogspot.com/2017/08/samot-harc-samot-nedir.html](http://ozintas.blogspot.com/2017/08/samot-harc-samot-nedir.html)., Erişim Tarihi: 07.01.2019.
- [31] Arı, K., Erdiñç, M., & Haktanır, T. (2004). Kalsiyum Alüminatlı Çimentonun Refrakter Olarak Kullanılması.
- [32] Kösematođlu, A. Ateş Mukavim Malzeme ve Sanayide Kullanma Yerleri. Bilimsel Madencilik Dergisi, 1(4), 241-246.
- [33] Kösematođlu, A. Yurdumuzdaki Şamot Ateş Tuđlası Ham Madde Yatakları. Bilimsel Madencilik Dergisi, 1(2), 98-109.
- [34] Kızılırmak, E., V. Seydişehir Alüminasından Alüminyum Nitrür Toz Üretimi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliđi Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2002.
- [35] <http://www.mseteknoloji.com.tr/sarf-malzemeler/seramik-pota>., Erişim Tarihi: 07.01.2019.
- [36] <http://tr.ceramics-global.com/alumina-ceramic/alumina-ceramic-crucible.html>., Erişim Tarihi: 07.01.2019.
- [37] <https://www.slideshare.net/iuslutaramal-elektron-mikroskobu>., Erişim Tarihi: 07.01.2019.
- [38] [https://arum.ogu.edu.tr/sayfa/index/80/alan-emisyonlu-taramali-elektron-mikroskobu -fe-sem](https://arum.ogu.edu.tr/sayfa/index/80/alan-emisyonlu-taramali-elektron-mikroskobu-fe-sem)., Erişim Tarihi: 07.01.2019.
- [39] https://www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5877/tr., Erişim Tarihi: 07.01.2019.
- [40] <http://www.ankaanalitik.com.tr/x-isini-kirinimi>., Erişim Tarihi: 15.01.2019.
- [41] Büyüksırt, T., & Kuleaşan, H. (2015). Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi ve Gıda Analizlerinde Kullanımı. GIDA, 39(4), 235-241.
- [42] web.deu.edu.tr/metalurjimalzeme/pdf/MMZ3015MalzemekarakterizasyonuII/flir.pdf., Erişim Tarihi: 15.01.2019.

- [43] <http://blog.aku.edu.tr/evcin/files/2016/11/8.pdf>., Erişim Tarihi: 15.01.2019.
- [44] <https://acikders.ankara.edu.tr/mod/resource/view.php?id=10738>., Erişim Tarihi: 15.01.2019.
- [45] <https://merlab.metu.edu.tr/tr/termal-iletkenlik-analiz-cihazı-tic>., Erişim Tarihi: 15.01.2019.
- [46] Shalygin, A. S., Kozhevnikov, I. V., Gerasimov, E. Y., Andreev, A. S., Lapina, O. B., & Martyanov, O. N. (2017). The Impact Of Si/Al Ratio On Properties Of Aluminosilicate Aerogels. *Microporous And Mesoporous Materials*, 251, 105-113.
- [47] Hurwitz, F. I., Rogers, R. B., Guo, H., Yu, K., Domanowski, J., Schmid, E., & Fields, M. G. (2017). The Role Of Phase Changes In Maintaining Pore Structure On Thermal Exposure Of Aluminosilicate Aerogels. *MRS Communications*, 7(3), 642-650.
- [48] Thirumalaikumarasamy, D., Shanmugam, K., & Balasubramanian, V. (2012). Influences Of Atmospheric Plasma Spraying Parameters On The Porosity Level Of Alumina Coating On AZ₃₁B Magnesium Alloy Using Response Surface Methodology. *Progress In Natural Science: Materials International*, 22(5), 468-479.
- [49] Gafur, M. A., Sarker, M. S. R., Alam, M. Z., & Qadir, M. R. (2017). Effect Of 3 Mol% Yttria Stabilized Zirconia Addition On Structural And Mechanical Properties Of Alumina-Zirconia Composites. *Materials Sciences And Applications*, 8(07), 584.
- [50] Liu, C., Shih, K., Gao, Y., Li, F., & Wei, L. (2012). Dechlorinating Transformation Of Propachlor Through Nucleophilic Substitution By Dithionite On The Surface Of Alumina. *Journal Of Soils And Sediments*, 12(5), 724-733.
- [51] Vasudevan, S., Kannan, B. S., Lakshmi, J., Mohanraj, S., & Sozhan, G. (2011). Effects Of Alternating And Direct Current In Electrocoagulation Process On The Removal Of Fluoride From Water. *Journal Of Chemical Technology & Biotechnology*, 86(3), 428-436.

- [52] Totur, D., Bozkurt, S. S., & Merdivan, M. (2012). Use Of Pyrocatechol Violet Modified Sodium Dodecyl Sulfate Coated On Alumina For Separation And Preconcentration Of Uranium (VI). *Journal Of Radioanalytical And Nuclear Chemistry*, 292(1), 321-327.
- [53] Zu, G., Shen, J., Wei, X., Ni, X., Zhang, Z., Wang, J., & Liu, G. (2011). Preparation And Characterization Of Monolithic Alumina Aerogels. *Journal Of Non-Crystalline Solids*, 357(15), 2903-2906.

ÖZGEÇMİŞ

Şengül Şen Koçer, 30.01.1993'te Bursa'da doğdu. İlk ve orta eğitimini Bursa'da tamamladı. 2011 yılında Bursa Şükrü Şankaya Anadolu Lisesi'nden mezun oldu. 2011 yılında Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi'nde başladığı metalurji ve malzeme mühendisliği eğitimini Haziran 2015'te tamamladı. Ocak 2016'da Bursa'da özel bir şirkette kalite mühendisi olarak çalışmaya ve aynı zamanda Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı'nda yüksek lisans eğitimine başladı. 2019 yılında yüksek lisans eğitimine devam etmektedir.