YÜKSEK ISI YALITIMI SAĞLAYAN ESNEK AEROJEL YAPILARIN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Abdullah TAV

T.C.
BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK ISI YALITIMI SAĞLAYAN ESNEK AEROJEL YAPILARIN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Abdullah TAV
0000-0002-6999-8548

Doç. Dr. Halil İ. AKYILDIZ
Bursa Uludağ Üniversitesi
(Danışman)

Doç. Dr. Yahya ÖZ
Türk Havacılık ve Uzay Sanayii AŞ
(İkinci Danışman)

DOKTORA TEZİ
POLİMER MALZEME ANABİLİM DALI

BURSA – 2024
Her Hakkı Saklıdır

ÖZET

Doktora Tezi

YÜKSEK ISI YALITIMI SAĞLAYAN ESNEK AEROJEL YAPILARIN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Abdullah TAV

Bursa Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Polimer Malzemeler Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Halil İbrahim AKYILDIZ
İkinci Danışman: Doç. Dr. Yahya ÖZ (TUSAŞ)

Sol-jel metodolojisi, özellikle tekstil ve aerojel teknolojisi alanlarında malzeme sentezi ve yüzey modifikasyonu esnekliğini sergilemektedir. İlk olarak, vurgu, artırılmış sıcaklık direnci için silika kaplı tekstillerin sentezlenmesine yerleştirilir. Pamuk, PA 6.6 ve PET gibi kumaşlar, tetraetil ortosilikat hidrolizinden elde edilen silika sol süspansiyonları kullanılarak, SEM ve FTIR analizleri ile süreç doğrulandıktan sonra homojen bir şekilde kaplanır. Ardından, silika bazlı aerojellerde bulunan kırılganlığı ele alan sonraki araştırmalar, esnek yalıtım substratları ile entegre edilmiş "aerojel battaniye" adı verilen bileşik malzemelerin geliştirilmesini amaçlamaktadır. MTMS prekürsörü ve SDS yüzey aktif maddeleri kullanarak, bu kompozitler değişken ağırlıklar sergiler ve iyileştirilmiş hidrofobik özelliklerin yanı sıra termal iletkenlikte dikkate değer iyileştirmeler gösterir. Sonraki olarak, aerojel yalıtım battaniyelerini sentezlemek için vakum destekli sol-jel infüzyon (VASI) tekniği adı verilen yeni bir yaklaşım tanıtılır ve katı hal NMR ve FTIR analizleri, malzemenin yapısını ve morfolojisini açıklamak için kullanılır. Özellikle, ağırlıkça %10 MSQ içeren aerojel kompozit battaniyelerin, havacılık uygulamalarında umut vaat eden birer malzeme olduğu gözlemlenir. Bu kompozit battaniyelerin yoğun alev koşullarında performansının daha fazla incelenmesi, GC-MS analizi ile değerli içgörüler sunar; burada, permetiloktasilseskioksan malzemesi bulunurken, XPS analizleri, emisyon dumanındaki belirli bileşiklerin varlığını vurgular ve alevlerin malzemenin yüzeyindeki kimyasal etkilerini aydınlatır. Bu kapsamlı araştırma, aerojel tabanlı malzemelerin aşırı ortamlardaki davranışını anlamamızı artırır ve havacılık alanında uygulamaları için değerli sonuçlar sunar. Sonuç olarak, VASI aerojel battaniyelerinin malzeme özelliklerini artırma ve termal yalıtım yeteneklerini iyileştirme etkinliği vurgulanır. Bu gelişmeler, özellikle uçak termal yönetiminde güvenlik ve performansı artırmaya yönelik vaatler sunar. Gerçek zamanlı değerlendirmeler, aerojel yalıtım battaniyelerinin katı termal yönetim standartlarına uygunluğunu sağlar ve uçak operasyonlarında genel güvenlik ve verimliliği artırır.

Anahtar Kelimeler: Tekstil kumaşı, MSQ aerojel, aerojel battaniye, sol-jel proses, yüksek sıcaklık yakma testi

2024, xiii + 160 sayfa.

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF FLEXIBLE AEROGEL STRUCTURES PROVIDING HIGH HEAT INSULATION

Abdullah TAV

Bursa Uludağ University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Polymer Materials

Supervisor: Associate Professor. Dr. Halil Ibrahim AKYILDIZ
Co-Supervisor: Associate Professor. Dr. Yahya OZ (TUSAŞ)

The sol-gel methodology showcases material synthesis and surface modification versatility, particularly in textiles and aerogel technology. Initially, emphasis is placed on synthesizing silica-coated textiles for enhanced heat resistance. Fabrics like cotton, PA 6.6, and PET undergo uniform coating using silica sol suspensions derived from tetraethyl orthosilicate hydrolysis, with SEM and FTIR analyses confirming the process. Subsequent investigations address brittleness inherent in silica-based aerogels, aiming to improve their strength by developing composite materials named "aerogel blankets" integrated with flexible insulation substrates. Employing the MTMS precursor and SDS surfactants, these composites exhibit variable weights and demonstrate remarkable enhancements in thermal conductivity alongside improved hydrophobicity traits. A novel approach utilizing the vacuum-assisted sol-gel infusion (VASI) technique is then introduced to synthesize aerogel insulation blankets, with solid-state NMR and FTIR analyses employed to elucidate the material's structure and morphology. Notably, aerogel composite blankets containing 10% MSQ by weight exhibit superior insulation and thermal stability, presenting promising prospects in aviation applications. Further exploration into the performance of these composite blankets under intense flame conditions reveals valuable insights through GC-MS analysis, where permethyloctasilsesquioxane material is found, and XPS analyses, highlighting the presence of specific compounds in emission smoke and elucidating the chemical effects of flames on the material's surface. This comprehensive investigation enhances our understanding of aerogel-based materials' behavior in extreme environments, offering valuable implications for their application in aerospace settings. In conclusion, the effectiveness of VASI aerogel blankets in augmenting material properties and enhancing thermal insulation capabilities is underscored. These advancements promise to improve safety and performance in aerospace applications, particularly in aircraft thermal management. Real-time assessments validate the practical utility of aerogel insulation blankets, ensuring compliance with stringent thermal management standards and bolstering overall safety and efficiency in aircraft operations.

Key words: Textile fabrics, MSQ aerogel, aerogel blanket, high temperature, burn test,

2024, xiii + 160 pages.

TEŞEKKÜR

Evvela, yerin ve göklerin ve arasındakilerin ve tüm nimetlerin sahibi olan Allah'a hamdolsun ve O'nun elçisi Hz. Muhammed'e selam ve salat olsun.

Tez çalışmamın tamamlanmasında göstermiş olduğu akademik, bilgi ve tecrübelerinden istifade ettiğim danışman hocam Doç. Dr. Halil İbrahim AKYILDIZ'a mentorluğundan dolayı teşekkürü borç bilirim. TUSAŞ İleri Kompozit Malzemeler Teknoloji Merkezinde Şef Mühendis olarak görev yapan eş danışmanım olan hocam Doç. Dr. Yahya ÖZ'e tez çalışmam sürecinde göstermiş deneysel yardım ve tartışmalardan dolayı teşekkürlerimi sunarım.

Tez İzleme Jüri üyeleri, Prof. Dr. Asim OLGUN ve Prof. Dr. Hasan B. KOÇER'e tez sürecindeki değerli destekleri için en içten teşekkürlerimi sunarım. Dönemin, TUSAŞ-Uludağ Üniversitesi AR-GE Merkezi Müdürü Prof. Dr. Kemal FİDANBOYLU'na, bana sağladığı mentorluk ve destek için ayrıca teşekkürlerimi sunarım.

Aerojel yalıtım malzemesinin yüksek sıcaklıklarda yakılması (2000-2500°C) ve duman toplama sistemi kurulumunu gerçekleştiren, BenaLab'ın sahibi makine mühendisi Yusuf TANACI bey'e, aynı zamanda elde edilen dumanın karakterizasyonu için gerçekleştirdiği GC-MS duman ürün analizi için gösterdiği yapıcı ve kolaylaştırıcı çabalarından dolayı UNAM'da görev yapan Uzm. Dr. Zeynep ERDOĞAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilen (1300°C) yakma testinde bize değerli desteklerini esirgemeyen TENMAK Boron Araştırma Enstitüsü (BOREN) elemanları olan Nasuh ARIK ve Cennet YILDIRIM'a içtenlikle teşekkür ediyorum. TUSAŞ Ar-Ge laboratuvarlarında Furkan KARABOĞA ve Dr. Merve ÖZKUTLU'ya aerojel yalıtım battaniyelerinin montaja hazırlık testlerinin verilerinin toplanması ve analizindeki yardımlarından dolayı ayrıca teşekkür ederim. Ayrıca, Bursa Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Fizik Laboratuvarı'nda görevli olan Dr. Mehmet TİRİTOĞLU'na da çalışmalarımız sırasında gösterdiği yardımdan dolayı teşekkür ederim. Doktora öğrencisi Esma KORKMAZ'a FTIR ölçümlerindeki yardımlarından ve laboratuvarda birlikte çalıştığım ARG üyelerine de teşekkür etmek isterim. Son olarak, değerli arkadaşım Yüksek Mimar Oğuzhan ŞAHİN'e teknik resim çiziminden dolayı teşekkür ederim.

TÜBİTAK-BİDEB 2244 Sanayi Doktora Programı'nın bir parçası olarak yürütülen 118C100 numaralı "Bursa Uludağ Üniversitesi-TUSAŞ Sanayi Doktora Programı" projesi çerçevesinde bir bursiyer olarak doktora çalışmamama desteklerinden dolayı TÜBİTAK'a ve TUSAŞ'a teşekkürlerimi sunarım.

BİDEB 2250 bursu ile katkıda bulunan TÜBİTAK'a da şükranlarımı ifade ederim. Ayrıca, (Proje No: AR-GE-21-017) projesine sağladıkları destek için TUSAŞ-BAP ve aynı zamanda BUÜ-BAP tarafından sağlanan (Proje No: FDK-2021-697) proje desteği ile, tez çalışmamın tamamlanmasında desteklerinden dolayı teşekkürlerimi sunarım.

Abdullah Tav
02/04/2024

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET....i
ABSTRACT....ii
TEŞEKKÜR....iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ....vii
ŞEKİLLER DİZİNİ....ix
ÇİZELGELER DİZİNİ....xii
1. GİRİŞ....1
2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI....5
2.1. Aerojel Tanımı....5
2.2. Aerojel Genel Özellikleri....6
2.2.1. Jel Tanımı....6
2.2.2. Aerojel Malzemelerin Sınıflandırılması....6
2.2.3. İnorganik Aerojeller....6
2.2.4. Organik Aerojeller....7
2.2.5. Hibrit Aerojeller....7
2.3. Aerojel Malzemelerin Tarihçesi....8
2.4. Termal İzolasyonun Malzemelerinin Kullanımı....9
2.5. Havacılıkta Termal İzolasyonun Önemi....10
2.5.1. Aerojel Malzemelerin Havacılık ve Uzay Teknolojisindeki Kullanımı....12
2.6. Silika Aerojeller....13
2.7. Silika Aerojellerin Sol-Jel Yöntemiyle Elde Edilmesi....14
2.7.1. Hidroliz....15
2.7.2. Kondenzasyon....15
2.7.3. Jelleşme....15
2.7.4. Yaşlandırma Reaksiyonları....16
2.7.5. Yüzey Modifikasyonu....16
2.7.6. İn-Situ Yüzey Modifikasyonu....17
2.7.7. Post-Sentez Yüzey Modifikasyonu....17
2.8. Kurutma....18
2.8.1. Süperkitik Kurutma....19
2.8.2. Dondurarak Kurutma Yöntemi....19
2.8.3. Atmosferik Basınç Altında Kurutma (ABK)....19
2.9. Prekürsör Seçimi ve Atmosferik Basınç Altında Uyutularak Sentezlenen Hidrofobik Aerojeller....20
2.10. MSQ Aerojel: Surfaktan Kullanımının Önemi ve Atmosferik Basınç Altında Aerojel Sentezi....22
2.11. MSQ Aerojel Battaniye Sentezi, Ticari Uygulamaları, Literatürdeki Örnek Çalışmalar ve Seramik Battaniyenin Havacılık Çalışmalarında Tercih Edilmesi....24
2.12. VASI MSQ Aerojelin Pilot Ölçekte Sentezlenmesi ve Hacminin Büyütülmesi....26
2.12.1. VASI Yönteminin Daldırma Kaplama Yöntemine göre Avantajları....26
2.12.2. Sol-Jel Kaplamada Jelleşme Süresi ve Ekipmanların Önemi....26
2.12.3. Süreç Kontrolü....27
2.12.4. Zaman Yönünden İncelenmesi....28
2.12.5. Tüm Bölgelerde Homojen Kaplama....28
2.13. Pilot Ölçekli Sentez Yöntemleri Üzerine Literatür Çalışmaları....30
2.13.1. Vakum İnfüzyonu ve Sol-Jel Kimyasının Kullanımı....31

2.14. Uçakların Termal Yönetimi ve Aerodinamik Isınma.....32
2.14.1. Pasif Soğutma Sistemlerinde Yaygın Kullanılan Malzemeler.....35
2.14.2. Concorde'un Süpersonik Hızda Karşılaştığı Termal Zorluklar.....36
2.15. Havacılık Araçlarında Tercih Edilen Malzemelerin Aşırı Sıcaklılarda Analiz Edilmesi 37
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....41
3.1. Materyal 41
3.1.1. Kimyasallar 41
3.2. YÖNTEM.....42
3.2.1. Sol-Jel Silika Kaplanmış Kumaşların Isıl ve Mekanik Özellikleri 42
3.2.2. Anyonik Bir Yüzey Aktif Madde Kullanılarak Hazırlanan MSQ Aerojel Seramik Battaniye Sentezi.....43
3.2.3. VASI Yöntemi Kullanılarak MSQ Aerojel Battaniyelerin Üretilmesi 46
3.2.4. VASI MSQ Aerojel Battaniyesinin 2000-2500°C Arasında Yakılarak Özelliklerinin Belirlenmesi 49
3.2.5. VASI MSQ Aerojel Battaniyesinin Montaj Sistemine Uygun olarak Analiz Edilmesi 50
3.3. Karakterizasyon Teknikleri.....55
3.4. Yüzey Morfolojisinin Belirlenmesi.....55
3.4.1. Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Analizi 55
3.4.2. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi 55
3.4.3. N_2 Absorpsiyon-Desorpsiyon Ölçümü, Yüzey Alanı ve Gözenek Özelliklerin Belirlenmesi 55
3.5. Kimyasal Yapının Tayin Edilmesi.....56
3.5.1. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi.....56
3.5.2. Katı ^{13}C ve ^{29}Si Nükleer Manyetik Rezonans (KNMR) Analizi.....56
3.5.3. Raman Analizi.....56
3.5.4.X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) Yüzey Kimyasal Yapısının Belirlenmesi 57
3.6. X-Işını Difraktometresi (XRD) Kristalin Yapının Belirlenmesi.....57
3.7. Numunelerin Fiziksel Yapısının Belirlenmesi.....57
3.7.1. Numunelerin Kütle Yoğunluğunun Tayin Edilmesi 57
3.7.2. Numunelerin Porozite Miktarının Tayin Edilmesi.....57
3.8. Numunelerin Mekanik Performansının Belirlenmesi 58
3.8.1. Çekme Testi 58
3.8.2. Üç Noktalı Eğme Testi.....58
3.9. Numunelerin Termal Performansının Belirlenmesi.....59
3.9.1. Termogravimetrik Analiz (TGA).....59
3.9.2. Eşzamanlı TGA-FTIR.....59
3.10. Termal İletkenlik Ölçümleri.....59
3.10.1. Hot Disk TPS Termal İletkenlik Ölçümleri 59
3.10.2. Lazer Flaş Analizi 60
3.10.3. Yüksek Sıcaklık Dayanım Testi (ISO 2685).....60
3.11. Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi (GC-MS) 60
3.12. Hava Geçirgenliği Testi 61
3.13. Su Temas Açısı Testi 61
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....63
4.1. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların Termal ve Mekanik Özellikleri 63

4.1.1. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların SEM Görselleri 63
4.1.2. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların Kimyasal Özelliklerinin FTIR Yöntemiyle Belirlenmesi 66
4.1.3. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların Termal Stabilite Özelliklerinin Araştırılması 69
4.1.4. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların Mekanik Performansının Çekme Kopma Testi ile Araştırılması 72
4.2. Anyonik Yüzey Aktif Madde Kullanılarak Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Özellikleri 77
4.2.1. MSQ Aerojel Battaniyenin Morfolojik SEM Görselleri 77
4.2.2. MSQ Aerojel Battaniyenin SEM-EDX Analizi 79
4.2.3. MSQ Aerojel Battaniyenin BET Yüzey Alanı Özellikleri 80
4.2.4. MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Özelliklerinin FTIR Yöntemiyle Belirlenmesi 82
4.2.5.MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Özelliklerinin Raman Yöntemiyle Belirlenmesi 84
4.2.6 MSQ Aerojel Battaniyenin Kristalin Yapasının XRD Yöntemiyle Belirlenmesi 86
4.2.7.MSQ Aerojel Battaniyenin TEM Analizi Uygulanarak Mikro-Yapısının Belirlenmesi ve Analizin Yapılması 87
4.2.8. MSQ Aerojel Battaniyenin Kütle Yoğunluğunu ve Hacim Özelliklerini Etkileyen Faktörler 88
4.2.9. MSQ Aerojel Battaniyenin Termal İletkenlik Performansının Hot Disk TPS Yöntemiyle Belirlenmesi 89
4.2.10. TGA Yöntemiyle MSQ Aerojel Battaniyenin Termal Stabilite Özelliklerinin Araştırılması 92
4.2.11. Eşzamanlı TGA-FTIR Yöntemiyle MSQ Aerojel Battaniyenin Piroliz Sırasında Ortaya Çıkan Dumanların Araştırılması 95
4.2.12. MSQ Aerojel Battaniyenin Mekanik Performansının Çekme Kopma Testi ile Araştırılması 98
4.2.13. MSQ Aerojel Battaniyenin Mekanik Performansının Üç Noktalı Eğme Testi ile Araştırılması 100
4.2.14. MSQ Aerojel Battaniyenin Yüzey Karakteristik Özelliklerinin Su Temas Açısıyla Belirlenmesi 102
4.2.15. MSQ Aerojel Battaniyenin Hava Geçirgenlik Özelliklerinin İncelenmesi 106
4.3. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Genel Özelliklerinin Belirlenmesi 108
4.3.1. VASI Yöntemiyle MSQ Aerojel Battaniyenin Morfolojik SEM Görselleri 108
4.3.2. VASI Yöntemiyle MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Yapısının FTIR Yöntemiyle Tayin Edilmesi 109
4.3.3. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Yüzey özelliklerinin Karakteristik Yapısının Su Temas Açısıyla Belirlenmesi 110
4.3.4. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Yapısının ^{29}Si KNMR Yöntemiyle Tayin Edilmesi 112
4.3.5. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Yapısının ^{13}C KNMR Yöntemiyle Tayin Edilmesi 113
4.3.6. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin 1300°C Yakma Testinin Yapılması ve Ön-Orta-Arka Yüzey Sıcaklıklarının Analiz Edilmesi 115
4.3.7.VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyesinin Termal Stabilitesinin TGA Yöntemiyle Belirlenmesi 119

4.3.8. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyesinin Termal İletkenlik Özelliklerinin LFA Yöntemiyle Belirlenmesi 120
4.4. VASI MSQ Aerojel Battaniyesinin 2000-2500°C Arası Yakılarak Özelliklerinin Belirlenmesi 123
4.4.1. VASI MSQ Aerojel Battaniyesinin 2000-2500°C Arasında Yakılarak SEM Tekniğiyle Morfolojisinin Belirlenmesi 124
4.4.2. Eşzamanlı TGA-FTIR Yöntemiyle ve VASI MSQ Aerojel Battaniyenin Piroliz Sırasındaki Ortaya Çıkan Dumanın Araştırılması 125
4.4.3. Piroliz Sonrasında Oluşması Muhtemel Yapıların Kimyasal Yapısı 128
4.4.4. 2000-2500°C Yakma Sıcaklığında Dumanın Toplanması ve GC-MS Cihazı Kullanılarak Dumanın Yapısı ve Kimyasal Yapısının Analiz Edilmesi 129
4.4.5. 2000-2500°C Yakma Sıcaklığında Ana Yapının XPS Analizi ile Kimyasal Özelliklerin ve Yüzey Yapısının İncelenmesi 132
4.4.6. 2000-2500°C Yakma Sıcaklığında Kalan Malzemenin FTIR Analizi ile Kimyasal Özelliklerin Belirlenmesi 138
4.5. Aerojel Yalıtım Battaniyelerinin Montaja Hazır Olarak Analiz Edilmesi 140
5. SONUÇLAR 142
KAYNAKLAR 148

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler : Açıklama

°C	:Santigrat derece
cm	:Santimetre
% ağr	:Ağırlık yüzdesi
W/mK	:Watt/metre-Kelvin
ρ	:Malzeme yoğunluğu
m^2/g	:Kütle cinsinden yüzey alanı
$L/m^2/s$	:Birim alan başına düşen hava akışı hızı
Pa	: Pascal basınç birimi
pH	: Potansiyel hidrojen
MHz	: Megahertz
m/z	: Kütle-yük oranı
mJ/m^2	: Metrekare başına düşen mili-Joule
mN/m	: Bir metre uzunluktaki mili-Newton cinsinden gerilme kuvveti
γ_s	: Katı yüzey gerilimi
γ_{lv}	: Yüzey gerilimi
θ	: Sıvı temas açısı

Kısaltmalar :Açıklama

ABK	:Atmosferik basınç altında kurutma
ASTM	:Amerikan Test ve Malzeme Topluluğu
k.b.	:Fiziksel bir birimi temsil etmeyen keyfi bir değer
BAP	:Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi
BET	:Brunauer–Emmett–Teller (absorpsiyon ölçümü)
BJH	:Barrett–Joyner–Halenda (gözenek boyutu dağılımı)
BSS	:British Standards Specification
CTAB	:Setyltrietilamonyum bromür
DI	:Deiyonize (deiyonize edilmiş)
ESA	:Avrupa Uzay Ajansı
FAA	:Federal Havacılık İdaresi
FTIR	:Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopi
GCMS	:Gaz kromatografisi-kütle spektrometrisi
IUPAC	:Uluslararası Saf ve Uygulamalı Kimya Birliği
LFA	:Lazer flaş analizi
Mach	: Cismin ses hızına oranlanan hızı
MTES	:Metiltrietoksisilan
MTMS	:Metiltrimetoksisilan
MSQ	:Metilsilseskviyoksan
NASA STD	:NASA standartı
NMR	:Nükleer manyetik rezonans
POSS	:Polihedral oligomerik silseskivoksan
SDS	:Sodyum deodesil sülfat
SEM	:Taramalı elektron mikroskopu

TGA	:Termogravimetrik analiz
TEOS	:Tetraetoksisilan
TMOS	:Tetrametoksisilan
TÜBİTAK	:Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
TUSAŞ	:Türk Havacılık ve Uzay Sanayii AŞ
TEM	:Transmisyon elektron mikroskopu
TMOS	:Tetrametoksisilan
VASI	:Vakum yardımlı sol-jel infüzyon
XPS	:X-ışını fotoelektron spektroskopisi
XRD	:X-ışını Kırınımı

ŞEKİLLER DİZİNİ

		Sayfa
Şekil 2.1.	Aerojellerin sınıflandırılması (Meti et al. 2023)	8
Şekil 2.2.	Ticari aerojel yalıtım malzemesinin, geleneksel yalıtım malzemeleriyle iç yüzey sıcaklığını korumak için gereken malzeme kalınlıkları açısından benzer performans sergilemesi (Strand 2015)	12
Şekil 2.3.	Silika aerojel sol-jel akış şeması	13
Şekil 2.4.	MTMS prekürsörünün, hidroliz ve kondenzasyon adımları (Aegerter et al. 2011)	14
Şekil 2.5.	Vakum infüzyon yöntemi ve uygulanması (Liu et al. 2019)	30
Şekil 2.6.	Mach 2.0 hızında seyir halindeki Concorde uçağının yüzey sıcaklığı (Aerospaceweb.org | Ask Us - Concorde History III)	37
Şekil 3.1.	Daldırma yöntemiyle kaplanan kumaşların görüntüleri	44
Şekil 3.2.	MSQ aerojel ve aerojel yalıtım malzemesinin sentez akış şeması	46
Şekil 3.3.	MSQ aerojelin sentez aşamaları ve son ürüne ulaşma sürec	47
Şekil 3.4.	VASI yöntemi kullanılarak MSQ aerojel battaniyesinin üretim akış şeması	48
Şekil 3.5.	VASI yöntemi kullanılarak laboratuvar ortamında sentezlenen aerojel battaniyesinin, b) aerojel yalıtım battaniyesinin fiziksel görünümü	49
Şekil 3.6.	Yanma süreci (2000-2500°C) sırasında ortaya çıkan UOB'lerin daha sonra analiz edilmek üzere cam viallerde toplanması	50
Şekil 3.7.	a) 1300°C yakma testi sırasındaki görselleri, b) 2000-2500°C yakma testi sırasındaki MSQ aerojel battaniyelerinin yakma testi sırasındaki görselleri	51
Şekil 3.8.	a-b) Aerojel yalıtım battaniyelerin yaşlandırma aşaması, c) kurutma aşaması öncesinde kalıba sarılması, d) kurutma işlemi tamamlanan aerojel yalıtım battaniyesi, e-f) VASI yöntemi kullanılarak sentezlenen 60*100cm^2 ebatlarındaki büyük aerojel yalıtım battaniyeleri	52
Şekil 3.9.	Jet motor egzoz sisteminin kesit görünümü (Aeolus | Exhaust - JetX Engineering)	53
Şekil 3.10.	a) Prototip egzoz ünitesinin teknik resim görüntüsü, b) aerojel yalıtım battaniyesinin egzoz üstünde montajı ve test edilmesi, c) test süresince egzoz sıcaklığının veri kaydedici ile kaydedilmesi	55
Şekil 4.1.	a) ham, b) silika kaplamalı, c) PVA kaplamalı, d) silika+PVA kaplamalı pamuklu kumaşları e) ham, f) silika kaplamalı, g) PVA kaplamalı h) silika+PVA kaplamalı PA 6.6 kumaşları, k) ham, l) silika kaplamalı, m) PVA kaplamalı, n) silika+PVA kaplamalı PET kumaşların SEM mikrografik görüntüleri	66
Şekil 4.2.	a) Ham ve kaplanmış pamuk kumaşlarının, b) ham ve kaplanmış PA 6.6 kumaşlarının, c) ham ve kaplanmış PET kumaşlarının FTIR spektrumları	70

Şekil 4.3.	a) Ham ve kaplanmış pamuk kumaşlarının, b) ham ve kaplanmış PA 6.6 kumaşlarının, c) ham ve kaplanmış PET kumaşlarının TGA ağırlık kaybı	73
Şekil 4.4.	a) Ham ve kaplanmış pamuk kumaşlarının, b) ham ve kaplanmış PA 6.6 kumaşlarının, c) ham ve kaplanmış PET kumaşlarının Çekme-Uzama Performansı	76
Şekil 4.5.	a) MSQ ve b) MSQ ile SDS aerojelleri, c) ham, d) %5 ağırlık, e) %10 ağırlık, f) %15 ağırlık, g) %20 ağırlık, h) %25 ağırlık, j) %30 ağırlık MSQ aerojel yalıtım battaniyelerin SEM görüntüleri	79
Şekil 4.6.	%15 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesinin kesitsel morfolojisini gösteren SEM görüntüleri	80
Şekil 4.7.	a) MSQ aerojeli ve ham seramik battaniye ile b) MSQ yalıtım battaniyelerinin (% ağırlıkça 10-20-30) N2 absorpsiyon-desorpsiyon izotermeleri	82
Şekil 4.8.	a) MSQ aerojel ve battaniyelerin FTIR-ATR yöntemiyle kimyasal yapının belirlenmesi	84
Şekil 4.9.	a, b) MSQ+SDS aerojel ve c, d) %10, 30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesi Raman Spektroskopisi	86
Şekil 4.10.	a, b) MSQ ve MSQ+SDS aerojel ve c, d) %10, 30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyelerinin XRD analizleri	87
Şekil 4.11.	a) MSQ ve b) MSQ+SDS aerojel TEM görüntüleri	88
Şekil 4.12.	MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin kütle yoğunluğu ve hacim büzülmesi	90
Şekil 4.13.	a) MSQ aerojel, ham seramik battaniye ve MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin (%5-15 ağırlıkça), b) MSQ aerojel, seramik battaniye ve MSQ seramik battaniyesinin (%ağırlıkça 20 – 30) TGA sonuçları	94
Şekil 4.14.	a) MSQ aerojel, b) %10 ağırlıkça, c) %30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin eşzamanlı TGA-FTIR grafiği	98
Şekil 4.15.	Ham seramik battaniye ve MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin çekme uzama grafiği	100
Şekil 4.16.	MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin üç noktalı eğilme testi	103
Şekil 4.17.	a) ham seramik battaniye, b) %5, c) %10, d) %15, e) %20, f) %25, g) %30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniye, h) MSQ aerojelin su temas açısı sonuçları	104
Şekil 4.18.	Su temas açısı ve serbest yüzey enerjisi ve yüzey gerilimi analizi	106
Şekil 4.19.	Ham seramik battaniye ve MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin farklı basınç aralıklarında hava geçirgenlik akış hızı	108
Şekil 4.20.	a) Ham seramik battaniye, b) %10, c) %20 ve d) %30 MSQ aerojel battaniye SEM görüntüleri	110
Şekil 4.21.	%10, %20 ve %30 MSQ aerojel yalıtım battaniyesi ile ham seramik battaniye ATR-FTIR spektrumları	111
Şekil 4.22.	a) Ham seramik battaniye, b) %10, c) %20, d) %30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesi	112

Şekil 4.23.	Ham seramik battaniye ve MSQ aerojel battaniye ve MSQ aerojelin ^{29}Si CPMAS spektrumları	114
Şekil 4.24.	Ham seramik battaniye ve MSQ aerojel battaniye ve MSQ aerojelin ^{13}C CPMAS spektrumları	115
Şekil 4.25.	a) 1300°C yüksek sıcaklıkta yakma testi sisteminin kurulması, b) bütan torç kaynağının aerojel yalıtım malzemesine karşı yerleştirilmesi ve optik pirometrenin mesafelerinin belirlenmesi	117
Şekil 4.26.	1300°C yüksek sıcaklıkta yakma testi sırasında termal kameranın sıcaklık ölçümü	118
Şekil 4.27.	MSQ aerojel battaniyesi, ham seramik battaniye ve etanol yıkanmış ham seramik battaniyenin 15 dakikalık yanma süresine göre arka yüzey sıcaklık değişimi	119
Şekil 4.28.	Ham seramik battaniye ve %10-30 MSQ aerojel battaniyeleri için TGA analizi	121
Şekil 4.29.	2000-2500°C yakma testi sonrası MSQ aerojel, seramik yalıtım malzemesi ve VASI MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin fiziksel görüntüsü	124
Şekil 4.30.	Yanmamış a) %10, b) %30 MSQ aerojel battaniye, c) ham seramik battaniye, için 2000-2500 °C yanmış d) %10, e) %30 aerojel battaniye ve f) seramik battaniye	126
Şekil 4.31.	a) Ham seramik battaniye, b) %10 ağırlıkça, c) %30 ağırlıkça VASI MSQ aerojel yalıtım battaniyesi eşzamanlı TGA-FTIR grafiği	128
Şekil 4.32.	Piroliz işlemi sırasında oluşabilecek muhtemel yeni kimyasal yapılar	130
Şekil 4.33.	GC-MS iyon kromatogramında duman malzemesinin havayla karşılaştırılması ve iyon bileşenlerinde tutulma sürelerinin karşılaştırılması	131
Şekil 4.34.	Tüm numunelerin GC-MS iyon kromatogramındaki duman analizi	132
Şekil 4.35.	a) Ham seramik battaniye, MSQ aerojel battaniye ve MSQ aerojel XPS spektrumu, b) 2000 °C sonrası seramik battaniye, aerojel battaniye ve MSQ aerojel XPS spektrumu	133
Şekil 4.36.	Yakılmamış numunelerin XPS elementel bağlanma enerjileri	136
Şekil 4.37.	Yakılmış numunelerin XPS elementel bağlanma enerjileri	138
Şekil 4.38.	Yakma işlemi sonrasında numunelerin kimyasal yapısının FTIR yöntemiyle belirlenmesi	140
Şekil 4.39.	Montaja hazır aerojel yalıtım battaniyesi	142

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 4.1.	Ham ve kaplanmış kumaşların çekme uzama performansları ve standart sapmaları	77
Çizelge 4.2.	MSQ aerojel, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi elementel kompozisyonu	81
Çizelge 4.3.	MSQ aerojel, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi BET yüzey alanı (m^2/g) ve BJH adsorpsiyon gözenek hacmi (cm^3/g)	83
Çizelge 4.4.	MSQ aerojel, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi termal iletkenlik (W/mK), kütle yoğunluğu (g/cm^3) ve porozite değerleri	92
Çizelge 4.5.	MSQ aerojel, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi $Td_{\%5}$ (5 % ağırlık kaybının gerçekleştiği sıcaklık), kül miktarı	96
Çizelge 4.6.	MSQ aerojel battaniyelerinin mekanik özelliklerin incelenmesi, maksimum çekme dayanımı ve çekme dayanımındaki uzama	101
Çizelge 4.7.	MSQ aerojel battaniyelerinin, yüzey enerjisi ve yüzey gerilimi sonuçları	105
Çizelge 4.8.	VASI MSQ aerojel battaniyelerinin, yüzey enerjisi ve yüzey gerilimi sonuçları	113
Çizelge 4.9.	MSQ aerojel, %10-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi 30-200°C termal yayılım (mm^2/s) performansı	122
Çizelge 4.10.	Ham seramik battaniye, etanolle yıkanmış seramik battaniye, %10-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, arka, ön ve kütle yoğunluğu ve porozite değerleri	123
Çizelge 4.11.	Yanmamış seramik battaniye, %10-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi ve yanmış seramik battaniye, %10-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin XPS bağlanma enerjileri	139
Çizelge 4.12.	Aerojel yalıtım battaniyelerinin montaja hazır şekilde analiz edilmesi	141

1. GİRİŞ

Aerojel, son derece düşük yoğunluk ve yüksek gözeneklilik özelliklerine sahip özgün bir malzemedir. Bu malzemeler, sol-jel kimyasıyla sentezlenirler. Sentez sürecinde koloid süspansiyon (sol) oluşur ve uygun şartlar sağlandıktan sonra jelleşerek üç boyutlu devamlı bir yapısı elde edilir. Silika aerojeller, nano gözenekli bir silika ağ yapısına ve düşük yoğunluğa sahiptir. Yüksek gözeneklilikleri, geniş yüzey alanları ve etkili termal yalıtım özellikleri nedeniyle havacılık ve uzay araçlarından bina yalıtımına kadar çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Aerojeller, inorganik kökenli olanları içinde en yaygın ve sıkça çalışılan türlerden biridir. Bu sınıf içinde silika aerojeller, en yaygın araştırma alanına sahip olanlardır ve yoğunlukları 70-150 kg/m^3 arasında değişmektedir. Silika aerojellerin sentezinde tetrametil ortosilikat (TMOS), tetraetil ortosilikat (TEOS) ve sodyum silikat gibi prekürsörler oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak, bu prekürsörlerin yaygın olarak kullanılmasının yanı sıra hidrofilik (suyu seven) karaktere sahip olmaları, sentezleme aşamasında zorluklara neden olabilir. Bu nedenle, araştırmacılar genellikle hidrofobik (suyu sevmeyen) prekürsörlerle ve çözeltilerle çalışmayı tercih etmektedir. Bu yaklaşım, bu malzemelerin daha geniş bir uygulama alanına sahip olabilmesine olanak tanır. Bu prekürsörlerin başlıcaları metiltrietoksisilan (MTES) ve metiltrimetoksisilan (MTMS) olarak adlandırılabilir.

Bu doktora tez çalışması beş bölümden oluşmaktadır. Birinci bölümde, göreceli olarak uygun maliyetli ve esnek yapılı tekstil malzemelerinin yüksek teknolojik kompozit uygulamalarında, kullanım potansiyelinin araştırılması amaçlandı. Sol-jel yöntemiyle tekstil kumaşlarının yüzey modifikasyonu için kullanılan çok yönlü sentez yöntemi olarak tanımlanmaktadır. Bu bağlamda, TEOS hidrolizi ile hazırlanan silika sol süspansiyonları, pamuk, poliamid 6.6 (PA 6.6) ve poli(etilen tereftalat) (PET) gibi tekstil kumaşlarını kaplamak için kullanıldı ve kaplamanın termal ve mekanik özelliklerine olan etkisi incelendi. Silika sol süspansiyonu, herhangi bir ilave katkı kullanılmadan ve bağlayıcı olarak poli(vinil alkol) (PVA) kullanılarak kumaşların kaplanmasında kullanıldı. Kaplama işleminden önce ve sonra malzemelerin morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelendi ve yüzey morfolojisi araştırıldı. Fonksiyonel grupların kaplama üzerine etkisi araştırılarak elde edilen kimyasal yapılar karşılaştırıldı. Silika kaplanmış kumaş numunelerinin termal bozunması, termogravimetrik analiz (TGA)

kullanılarak incelendi. Kaplama sonrasında polimerlerin ısıl bozunma davranışlarının büyük ölçüde aynı kaldığı ancak kalıntı miktarlarında kaplama yapılan kompozisyona göre bir değişim olduğu ortaya çıktı. Kaplamaların mekanik performansı olan etkisini araştırmak için, çekme-uzama testi yapılmış ve sonuçlar kaplanmış kumaşların mekanik performansının büyük ölçüde kumaş hammaddesine bağlı olduğu görüldü. Bu çalışmada, göreceli olarak uygun maliyetli tekstil kumaşlarının (pamuk, PA66 ve PET) silika, PVA ve silika+PVA ile kaplanarak tekstil malzemelerinin performansları incelendi.

İkinci bölümde, MTMS prekürsörü kullanılarak üretilen aerojelin, anyonik surfaktant kullanımının etkilerine odaklanıldı. Silika esaslı aerojellerin yalnız başına kullanılması, kırılganlıklarından dolayı çeşitli zorluklarla karşılaşılmış ve bu nedenle potansiyel kullanım alanlarına ulaşmada zorluklar yaşandı. Bu malzemeyi daha etkili bir şekilde kullanabilmek için, esnek yalıtım malzemeleri üzerine immobilize edilerek "aerojel battaniye" isimli kompozit malzemeler sentezlenebilir hale getirildi. İn-situ sol-jel yöntemi, aerojel malzemesinin doğrudan lifli matris üzerinde sentezlenmesiyle kompozitler hazırlandı. Bu nedenle, MTMS prekürsörüyle birlikte sodyum deodesil sülfat (SDS) yüzey aktif maddeleri kullanılarak atmosferik basınç altında konvansiyonel etüvde kurutularak önce aerojel ve sonra aerojel battaniyeler sentezlendi. Termal ve fiziksel performansı araştırılan bu malzemelerin X-ışını kırınımı (XRD) analizi, surfaktant kullanılarak sentezlenen aerojellerin daha düzenli bir kristal benzeri yapıya sahip olduğu gözlemlendi. Surfaktanın silika aerojelin morfolojisine olan etkisini daha iyi anlamak için Raman spektroskopisi ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) analizleri de gerçekleştirildi; elde edilen sonuçlar, morfolojik yapıda meydana gelen değişimi doğruladı. Bu kompozitler içindeki aerojellerin ağırlıklarının oranı %5 ile %30 arasında değişti. Elde edilen sonuçlara göre, malzemenin termal performansı önemli ölçüde arttığı ve kullanım alanına bağlı olarak tercih edilebilecek özelliklere sahip olduğu ölçüldü. Tüm malzemeler, termal, mekanik ve morfolojik özellikleri açısından detaylı bir şekilde karakterize edildi. Aerojel yalıtım battaniyesinin termal iletkenlik performansı, ham seramik battaniyeye göre %30 daha iyi bir performans gösterdi. Su temas açısı ölçümlerine göre, başlangıçta hidrofilik karakter gösteren seramik battaniyesi aerojelin eklenmesiyle hidrofobik karakter gösterdi.

Üçüncü bölümde, MTMS prekürsörü kullanılarak, büyük ölçekli bir aerojel yalıtım battaniyesi elde edilmesi ve karakterize edilmesi gerçekleştirildi. Vakum infüzyon sol-jel (VASI) üretim yöntemi kullanılarak aerojel yalıtım battaniyesi sentezlendi. Üçüncü bölümdeki bu çalışma VASI yöntemiyle aerojel battaniyelerin sentezlenebilir bir konsept olduğunun bir ispatı olarak gerçekleştirildi. Bu yöntem, karmaşık geometrilere sahip ürünlerin üretilmesine imkân sağlıyor. Sentezlenen yeni aerojel battaniyelerin morfolojisi, kimyasal yapısı ve ısı transferi incelendi. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ile morfolojisi; Fourier Dönüşümü Kızılötesi (FTIR) ve Katı hal Nükleer Manyetik Rezonans (KNMR) analizleriyle de kimyasal yapısı ve ISO 2685 test standartlarına uygun olarak 15 dakika süresince 1300 °C'de yakma testiyle de ön, arka ve kesit alanı sıcaklıkları belirlenerek ısı transferi araştırıldı. Analiz sonuçlarına göre, sentezlenen numuneler arasında %10 MSQ aerojel kompozit battaniyesinin en iyi yalıtım performansına ve termal stabiliteye sahip olduğu, en ideal aerojel kompozit battaniyesi formülasyonu olduğu ortaya konuldu. Sonuçlar değerlendirildiğinde, bu malzemelerin uzay-havacılık yalıtım uygulamalarında potansiyel kullanımları ortaya çıktı.

Dördüncü bölümde, VASI yöntemiyle elde edilen kompozit battaniyelerin 2000-2500°C arasındaki yoğun alev altındaki performansı araştırıldı. Standart gaz kromatografisi cihazlarında maksimum sıcaklık kapasitesi 1000°C'ye kadar ölçüm alınırken 2000-2500°C aralığındaki yüksek sıcaklık aralığında analiz yapmak mümkün değildi. Bu zorluğu aşmak için özgün bir yaklaşımla malzemelerin 2000-2500°C arasındaki sıcaklıkta termal bozunumunu gerçekleştirebilen bir sistem geliştirildi. Bu özgün sistem sayesinde, malzemenin yanması sırasında ortaya çıkan duman, cam vialler içinde toplanarak Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi (GC-MS) ile analiz edildi. Analiz sonucunda, duman içinde GC-MS cihaz kütüphanesinde tanımlı bileşen "permetiloktasilseskioksan" olduğu tespit edildi. Ayrıca, yanma sırasında ortaya çıkan oksidatif durumların analizini yapmak amacıyla yanmış örneklerde X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) yüzey analizleri yapılarak, alevin malzeme üzerindeki kimyasal etkileri detaylı bir şekilde incelendi. Bu özgün çözüm sayesinde, yüksek sıcaklık şartlarındaki malzemenin davranışı ve alevin kimyasal etkileri hakkında daha derinlemesine bilgi elde edildi.

Beşinci (son) bölümde, çeşitli boyutlarda (30 cm ve 100 cm uzunluklarında) aerojel yalıtım battaniyeleri belirli uygulama gereksinimlerine uygun olarak sentezlendi. Daha sonra, sentezlenen malzemeler gerçek zamanlı testler için TUSAŞ-ARGE laboratuvarlarında, prototip olarak geliştirilen bir motor egzoz ünitesine monte edilerek numunelerin ısı transferi araştırıldı. Bu aşamada, testlerin daha gerçekçi sonuçlar vermesi amacıyla aerojel yalıtım battaniyesi montaja hazır hale getirildi ve ilgili teste tabi tutuldu. Test aşamasında, 600°C sıcaklığındaki bir silindir üzerine giydirilen aerojel yalıtım battaniyesinin dış yüzey sıcaklığı analiz edilerek, malzemenin termal performansı araştırıldı. Bu analiz sonucunda, aerojel yalıtım battaniyesinin dış yüzeyinin 200°C'den daha düşük bir sıcaklıkta kaldığı tespit edildi. Bu sonuçlar, malzemenin motor egzoz sistemi gibi yüksek sıcaklıkta çalışan uygulamalarda etkin bir şekilde kullanılabilir olduğu gösterildi.

2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1. Aerojel Tanımı

Aerojeller, son çeyrek asırdan beri hem bilimsel hem de ticari uygulamalarda yaygın olarak incelenen bir malzeme olmuştur. Bu malzemelerin geniş kapsamlı doğası, tek bir tanımın belirlenmesini zorlaştırmaktadır. Araştırmacılar arasında, aerojellerin kesin tanımı konusunda süregelen bir tartışma mevcuttur. Aerojel, Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği (IUPAC) tarafından, "dağılmış fazın bir gaz olduğu mikro poroz bir katıdan oluşan bir jel" olarak tanımlanmaktadır. Aerojellerin tanımlanmasında önemli özellik, katı fazda olmaları ve yüksek gözenekliliğe sahip olmalarıdır. Ancak, belirli gözenek boyutları ve yüzde (%) gözeneklilik için spesifik değerler halen tartışılmaktadır. Aerojellerin üretim süreci ve elde edilen ürün arasındaki ilişki de tartışmalıdır. Bu malzemelerin temel özellikleri, nano yapıya sahip katı bir faz ve birbirine bağlı nanometre ölçekli gözenekli bir ağ yapısıdır. Aerojellerin terminolojisi, araştırmacılar arasında bazı belirsizliklere neden olmaktadır. Örneğin, "jel" teriminden türetilen terimlerin kullanımı karışıklığa yol açabilir. Aerojellerin çeşitli uygulamalardaki benzersiz özellikleri, bu malzemelerin önemini arttırmaktadır. Aerojeller, geniş bir yelpazede incelenen ve çeşitli uygulamalarda kullanılan malzemelerdir. Bu malzemeler, yüksek gözeneklilik, düşük kütle yoğunluğu, yüksek yüzey alanı ve düşük termal iletkenlik gibi özelliklere sahip oldukları için endüstriyel alanlarda değerli hale gelmektedirler. Aerojellerin nanoyapısı, özellikle termal yalıtım özelliklerinin geliştirilmesinde büyük bir potansiyel sunmaktadır. Bu özellikler, aerojellerin gelecekteki uygulamalarının ve endüstriyel kullanım alanlarının çeşitlenmesine imkân tanımaktadır. Sonuç olarak, aerojellerin araştırma ve geliştirme alanındaki aşamaları, bu malzemelerin çeşitliliğini ve potansiyelini vurgulamaktadır. Araştırmacılar, bu alandaki gelişmelere paralel olarak yeni zorluklar ve fırsatlarla karşılaşmaktadır ve geleneksel mezoporoz aerojelleri tamamlayan yeni malzeme mimarileri üzerinde çalışmalarını sürdürülmektedir (Aegerter vd., 2022).

2.2. Aerojel Genel Özellikleri

2.2.1. Jel Tanımı

Jel, çoğunlukla polimerik, biyolojik ve daha büyük moleküllü bileşenler ile sıvı faz arasındaki kimyasal ve fiziksel etkileşimler sonucunda ortaya çıkarılan bir malzeme olarak bilinir. Bu etkileşimler genellikle moleküler düzeyde çapraz bağlanma ve çeşitli çözücülerle etkileşime dayanır. Jeller, sıvı hareketliliği ile katı sabitliği birleştirilerek özgün fiziksel özelliklere sahip olma eğiliminde bulunur (Guglielmi, 1990). Silika aerojeller, özel bir tür jel olan aerojel türüdür ve sıvı fazın özel bir yöntemle çıkarılmasıyla elde edilir. Böylece üç boyutlu ağ yapılı aerojel yapısı ortaya çıkar. Silika aerojeller, geniş yüzey alanları, düşük yoğunlukları ve üstün yalıtım performansları nedeniyle çeşitli alanlarda yaygın olarak kullanılmakta ve araştırılmaktadır ("Aerogels Handb.", 2011).

2.2.2. Aerojel Malzemelerin Sınıflandırılması

Aerojeller, 21. yüzyılın en ilgi çekici malzemelerinden biri olarak kabul edilmektedir. Aerojeller, temel olarak üç ana kategoriye ayrılabilir: inorganik (metal ve metal oksitler), organik (sentetik polimerler ve biyopolimerler) ve hibrid (organik–inorganik) malzemeler (Meti vd., 2023).

2.2.3. İnorganik Aerojeller

İnorganik aerojeller, genellikle metal oksitlerden ve diğer inorganik malzemelerden özel bir süreçle türetilen malzemeler olarak tanımlanır. Bu aerojel kategorisinde öne çıkanlar arasında silika, alümina ve titanyum aerojeller bulunur. Bu malzemeler, özellikle termal yalıtım uygulamalarında geniş bir kabul görmüştür. Alümina aerojeller, endüstriyel yalıtım, yüksek sıcaklık uygulamaları ve uzay araştırmalarında sağladığı dayanıklılıkla bilinir. Yüksek sıcaklıklara karşı direnci ve uzay koşullarında performansı, bu aerojellerin endüstriyel ve bilimsel alanlarda çok yönlü olarak kullanılmasını sağlar. Titanyum

aerojeller, düşük yoğunlukları ve yüksek termal iletkenlikleri ile öne çıkar. Bu özellikler, enerji depolama ve iletkenlik uygulamalarında büyük potansiyel taşımaktadır. Endüstriyel, bilimsel ve enerji sektörlerinde kullanılan bu malzemeler, üstün fiziksel özellikleri sayesinde çeşitli uygulamalarda tercih edilmektedir (Aegerter vd., 2022).

2.2.4. Organik Aerojeller

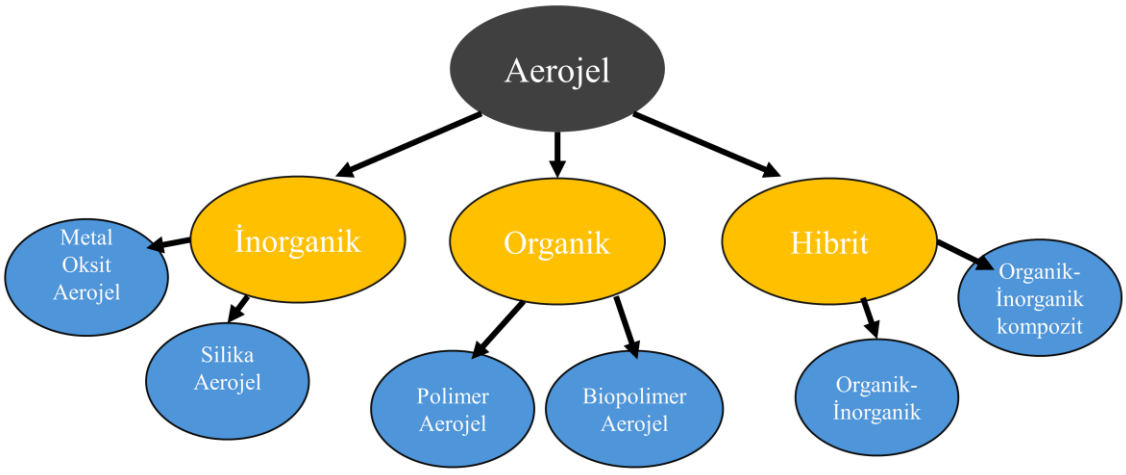
Organik aerojeller, genellikle polimerlerin süperkritik kurutma yöntemiyle aerojel formuna dönüştürülmesiyle elde edilen özel malzemelerdir. Organik aerojellerin belirgin özellikleri arasında düşük yoğunluk, esnek yapısı ve biyomedikal uygulamalarda potansiyeli bulunmaktadır (Mazraeh-shahi vd., 2015).

Polimer aerojeller, genellikle polimerlerin süperkritik kurutma yöntemi ile aerojel formuna dönüştürülmesiyle elde edilir. Bu süreç, polimerin üstün özelliklerini ve poroz yapısını koruyarak düşük yoğunluğa sahip bir malzemenin ortaya çıkmasını sağlar. Polimer aerojellerin biyomedikal uygulamalarda kullanılabilmesi, özellikle ilaç taşıma sistemlerinde avantaj sağlamaktadır. Bu aerojeller, ilaçların kontrollü salınımını sağlayarak tedaviye yönelik yenilikçi çözümler sunabilirler. Biyopolimer aerojeller, genellikle doğal kaynaklardan elde edilen ve biyobozunabilir özelliklere sahip polimerlerden üretilir. Bu malzemeler, çevre dostu özelliklere sahip olmaları nedeniyle öne çıkar. Selüloz, kitin gibi doğal polimerlerin kullanımıyla elde edilen biyopolimer aerojeller, özellikle biyo-malzemeler, gıda ambalajlaması ve çevresel temizlik uygulamalarında kullanılabilirler. Bu malzemeler, biyolojik olarak parçalanabilir olmaları sayesinde çeşitli çevresel uygulamalarda sürdürülebilir çözümler sunabilirler (Zuo vd., 2015).

2.2.5. Hibrit Aerojeller

Hibrit aerojeller, inorganik ve organik bileşenlerin entegre edilmesiyle oluşturulan özel malzemelerdir. Örneğin, silika jeli ve polimerin birleşiminden elde edilen hibrit aerojeller, yüksek mekanik dayanıklılığı ile termal izolasyon özelliklerini birleştirir. Bu

benzersiz özellikleri, malzemenin biyomedikal implantlardan endüstriyel yalıtım sistemlerine kadar geniş bir uygulama yelpazesi içinde değerlendirilmesine olanak tanır. Hibrit aerojeller, inorganik ve organik bileşenlerin özelliklerini birleştirerek özelleştirilmiş ve çok yönlü malzemelerin elde edilmesini sağlar. Bu malzemelerin üretiminde, özel bir dengenin sağlanmasıyla birlikte, mekanik mukavemet, termal yalıtım kapasitesi ve çeşitli endüstriyel ihtiyaçlara uygun özellikler elde edilebilir (Zuo vd., 2015). Özellikle biyomedikal uygulamalarda kullanılan hibrit aerojeller, biyouyumlu özelliklerini ve mekanik sağlamlığını birleştirerek implant malzemelerinde kullanım potansiyeli sunarlar. Endüstriyel yalıtım sistemlerinde ise bu aerojeller, dayanıklılıkları ve termal izolasyon yetenekleriyle öne çıkarlar, enerji tasarrufu ve performans açısından etkili bir çözüm sunarlar. Bu şekilde, hibrit aerojeller, geniş bir uygulama yelpazesinde çeşitli endüstriyel ve bilimsel alanlarda kullanılabilirler. Şekil 2.1'de aerojellerin sınıflandırılmasını göstermekte olup, silika aerojellerin inorganik sınıfa ait olduğunu göstermektedir.



Şekil 2.1. Aerojellerin sınıflandırılması (Meti vd., 2023)

2.3. Aerojel Malzemelerin Tarihçesi

Samuel KISTLER'in süperkritik kurutma konusundaki araştırmaları 1920'li yıllara kadar uzanmaktadır. KISTLER, yüksek lisans tezinde, süperkritik akışkanlar altında amino asitlerin kristallenmesi üzerinde çalışmıştır. Ancak, 1931 yılındaki aerojellerle ilgili

yayını, daha geniş bir tanınırlık kazanmıştır. Bu çalışmada özetle, atmosferik basınç altında gerçekleşen kurutma işlemi sırasında yüksek kapiler kuvvetin ortaya çıkması, jel yapısını korumada zorluklara ve yapı deformasyonlarına neden olmaktadır. Bu zorluğun üstesinden gelebilmek amacıyla süperkritik kurutma yöntemi uygulandı ve jel başarılı bir şekilde kurutuldu. Kistler, "aerojel" terimini kullanarak bu terimin kendisine atfedildiği ve bu teknolojinin, çözücü esaslı malzemelerin jel ağ yapısına etki etmeden jel yapılarının yapısını incelemenin yeni bir yöntemini sunduğu ifade edilmektedir (Kistler, 1931). KISTLER ekonomik sebeplerden dolayı (maliyet ve temin edilebilirlik) çalışmalarının büyük bir bölümünü silika aerojellere ayırmıştır. Ayrıca, çeşitli malzemelerden oksit tabanlı ürünlerle de çalışmıştır. Literatürdeki birkaç malzeme haricinde, genellikle jelleri başarıyla süperkritik ortamda kurutmuştur. Ancak, üretim maliyeti ve tekniğin karmaşıklığı nedeniyle yaygınlaşamadı. 1970 yılında Fransız Hükümeti, havacılık ve uzay çalışmalarındaki potansiyelin fark edilmesi ve teşvik edilmesiyle bu alanda çalışmalara yeniden başlamıştır. Ancak, KISTLER'in jel sentezi metodunun karmaşık ve zaman alıcı olması bir engel teşkil etmekteydi. Bu nedenle, GA NİCOLOAN'ın sol-jel yöntemini kullanarak üretim süresini aylardan günler düzeyine önemli ölçüde azaltması, bu teknolojinin yeniden kullanımını mümkün kılmıştır. Sol-jel yöntemi, aerojel üretim sürelerini önemli ölçüde azaltarak araştırmalara hız kazandırmıştır (Abu Talib & Bheekhun, 2018). Aerojel alanındaki önemli bir gelişme ise, süperkritik alkol yerine süperkritik karbondioksitin (CO_2) kullanılmasıdır. Bu yaklaşım, üretim süreçlerini daha verimli hale getirerek aerojel araştırmalarına yeni bir boyut kazandırmaktadır. Son 20 yılda, aerojellere olan ilgi hem akademik hem de ticari çevrelerde büyük bir ivme kazanmıştır. Bu artan ilgi, aerojel teknolojisinin potansiyelini keşfetme, geliştirme ve uygulama alanlarını genişletme konusundaki hızlı gelişmelere dayanmaktadır (Aegerter vd., 2022).

2.4. Termal İzolasyonun Malzemelerinin Kullanımı

Termal izolasyon, sıcaklık farklarının düzenlenmesi ve enerji verimliliğinin arttırılması açısından yaygın olarak çeşitli endüstrisinde kilit bir öneme sahiptir. İnşaat sektöründe, binaların duvarları, çatıları ve zeminleri üzerindeki termal izolasyon malzemeleri, enerji performansını önemli ölçüde arttırmaktadır. Endüstriyel tesislerde, boru hatları ve

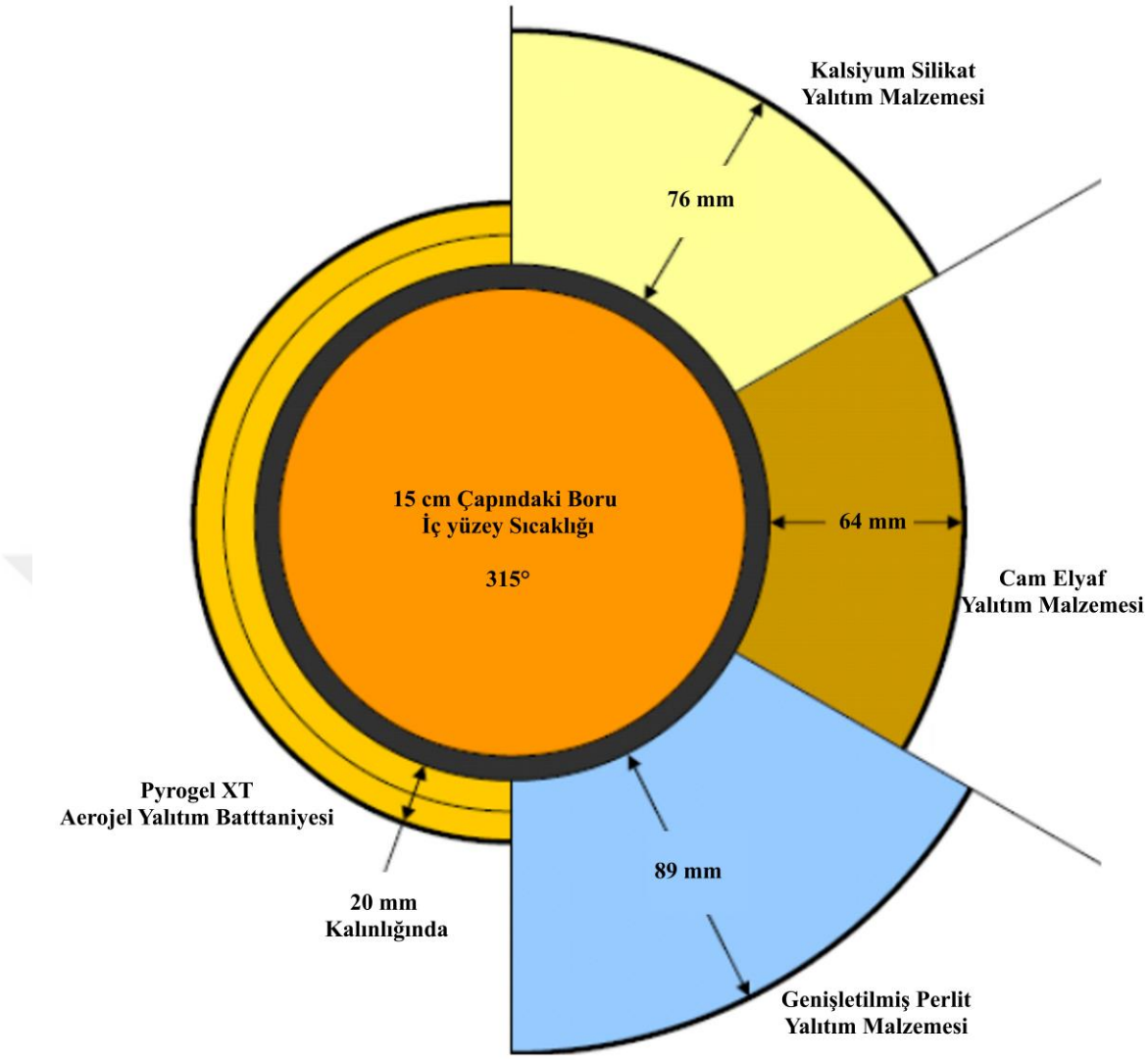
kazanlar gibi kritik bileşenlerin korunması için termal izolasyon hayati bir rol oynamaktadır. Ayrıca, elektronik cihazlardan araçlara ve çeşitli soğutma sistemlerine kadar geniş bir uygulama yelpazesinde kullanılmaktadır. Termal izolasyon malzemeleri, özellikle polistiren, poliüretan köpük, cam yünü, mineral yün, seramik elyaf ve köpük cam gibi çeşitli malzemelerden oluşan bir yelpaze sunmaktadır. Her bir malzeme, spesifik uygulama gereksinimlerini karşılamak üzere seçilir, bu da termal izolasyonun geniş kullanım alanlarında esnek ve etkili bir çözüm sunar (Hasan vd., 2017; Lakatos vd., 2021).

2.5. Havacılıkta Termal İzolasyonun Önemi

Havacılık endüstrisinde termal yalıtım, enerji verimliliğinin yanı sıra uçak komponentlerinde sıcaklıkları düzenleme konusunda kritik bir rol oynamaktadır. Bu uygulama, malzemelerin aşınmasını azaltarak uçakların genel performansını optimize etmektedir. Havacılıkta termal yalıtım malzemesi seçimi, hafiflik, dayanıklılık, yangın güvenliği ve termal izolasyon yetenekleri gibi faktörlere odaklanmaktadır. Bu süreç, uluslararası standartlara ve endüstri düzenlemelerine uygun olarak gerçekleşir. Havacılık sektöründe silika aerojellerin kullanılmadığı bir senaryoda, geleneksel malzemelerin tercih edilmesi muhtemel olacaktır. Bu değişiklik, artan ağırlığı beraberinde getirebilir ve bu durum, yakıt verimliliği ve genel uçak performansı üzerinde olumsuz bir etki yaratabilir. Ayrıca, termal verimlilikteki bir düşüş, kritik uçak bileşenlerinde optimal çalışma koşullarını sürdürmekte zorluklara neden olabilir. Silika aerojellerin benzersiz özellikleri, onları havacılık dinamiklerini, verimliliğini ve sürdürülebilirliği optimize etmede vazgeçilmez kılan özel malzemeler olarak öne çıkar (Bheekhun, vd., 2013).

Havacılık sektöründe silika aerojellerin kullanılmadığı bir senaryoda, geleneksel malzemelerin tercih edilmesi muhtemel olacaktır. Bu durum, alternatif malzemelerin yoğunluklarının artmasına ve dolayısıyla uçağın toplam ağırlığının artmasına neden olacaktır. Bu ağırlık artışı, yakıt verimliliğini olumsuz yönde etkileyebilir, çünkü daha fazla yakıt tüketimi gerekecektir. Ayrıca, artan ağırlık genel uçak performansını düşürebilir, özellikle hız ve manevra kabiliyeti üzerinde etkiler yapabilir. Silika aerojellerin özelliklerinden kaynaklanan termal yalıtım yetenekleri, enerji tasarrufu

sağlamak için kritik öneme sahiptir. Bu özellikler sayesinde, uçaklardaki motor bölmeleri ve diğer kritik bileşenlerin sıcaklık düzenlemesinde etkili bir şekilde kullanılabilir. Bu durum, yakıt tüketiminde tasarruf sağlayarak enerji verimliliğini arttırabilir. Bu bağlamda, silika aerojellerin düşük termal iletkenlik katsayısına sahip olması, ısı transferini azaltarak uçak bileşenlerinin daha etkili bir şekilde termal koruma sağlamasına olanak tanır. Matematiksel bir ifadeyle, $Q = k.A.\frac{\Delta T}{l}$ formülü üzerinden bu azalmayı ifade edilebilir, burada Q ısı transferini, k termal iletkenlik katsayısını, A yüzey alanını, ΔT sıcaklık farkını ve l ısı transferinin gerçekleştiği mesafenin uzunluğunu temsil etmektedir. Silika aerojellerin bu özellikleri, uçaklardaki termal izolasyonun verimliliğini arttırarak enerji tasarrufunu sağlar. Örneğin, Şekil 2.2'de ticari aerojel yalıtım malzemesi ve geleneksel yalıtım malzemeleriyle karşılaştırıldığında, şekildeki silikatın 76 mm, cam elyafın 63 mm, perlitin 88 mm ve aerojel yalıtım malzemesinin 20 mm olduğu görülüyor. Borunun iç yüzey sıcaklığının sabit ve korunması için etkili bir termal yalıtım malzemesi seçimi ve termal iletkenlik katsayısının küçük olduğu malzemeler tercih edilmelidir. Silika aerojellerin küçük termal iletkenlik katsayısına sahip olması, daha az enerji transferi gerektireceği anlamına gelir, bu da iç yüzeyin sıcaklığını korumak için daha az enerji tüketimine işaret eder. Ayrıca, aerojel battaniyenin etkinliğinin ölçülmesi de önemlidir. Belirli bir kalınlıktaki aerojel battaniye, belirli bir sıcaklık farkında ne kadar ısı transferini engelliyorsa, enerji tasarrufu potansiyelini değerlendirmek mümkündür. Bu hesaplamalar ve ölçümler, uçak termal yalıtımında daha etkili ve enerji tasarruflu çözümler geliştirmek için temel sağlar. Şekil 2.2'de, borunun iç yüzey sıcaklığını koruyabilmek için malzeme türlerine göre ihtiyaç duyulan kalınlıktaki malzemelerle sağladıkları yalıtım performansı birbirine benzemektedir (Strand, 2015).



Şekil 2.2. Ticari aerojel yalıtım malzemesinin, geleneksel yalıtım malzemeleriyle iç yüzey sıcaklığını korumak için gereken malzeme kalınlıkları açısından benzer performans sergilemesi (Strand, 2015)

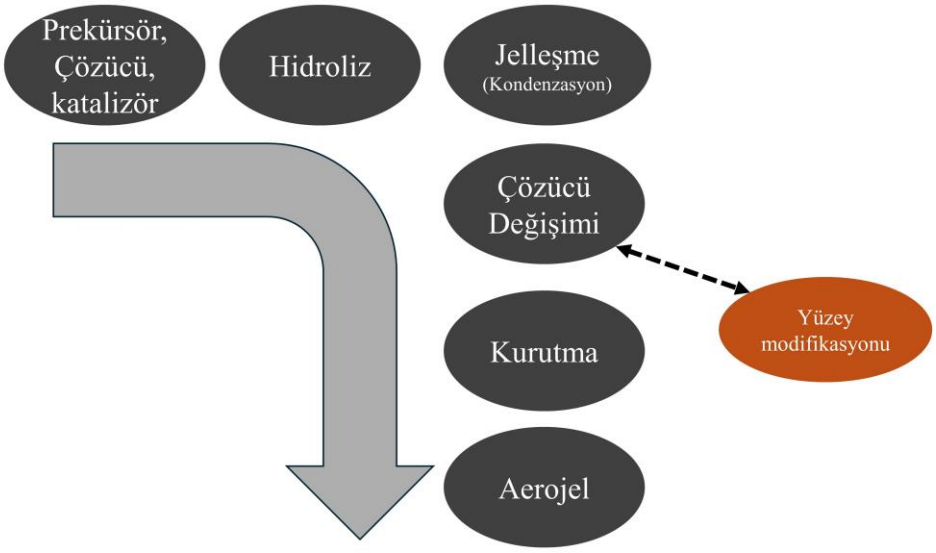
2.5.1. Aerojel Malzemelerin Havacılık ve Uzay Teknolojisindeki Kullanımı

Günümüzde sivil- askeri havacılık ve uzay çalışmalarında önemli bir itici güç olan enerji tasarrufu, dünya genelindeki hükümetlerin düşük karbon ayak izi nedeniyle hızla yeni regülasyonlar oluşturmasına yol açmaktadır. Bu regülasyonlar, yüksek performanslı, enerji tasarruflu ısı yalıtım malzemelerinin kullanımını zorunlu kılmaktadır. Silika aerojeller, mevcut geleneksel yalıtım malzemelerine göre oldukça başarılı sonuçlar elde edilmektedir. Isı yalıtımı, pilotların, operatörlerin ve yolcuların konforunu olumlu yönde

etkilemenin yanı sıra kabin içi ve motor bölgesindeki elektronik ekipmanların kullanım ömrüne de olumlu katkıda bulunmaktadır. Havacılık sektöründeki silika aerojellerin yaygın kullanımına dair yeterli literatür çalışması bulunmamaktadır (Bheekhun vd., 2013). Son yıllarda, yüksek performanslı kompozit aerojeller, nanomalzemelerin üretimi ve çeşitli uygulama alanlarına odaklanarak büyük bir ilgi çekmiş ve bu odaklanma, nanomalzeme teknolojisinde önemli gelişmelere yol açmıştır. Bu özel malzemeler, havacılık ve uzay çalışmalarında aerojeller aracılığıyla nanomalzeme teknolojisine yeni bir boyut kazandırarak, endüstriyel ve bilimsel alanlarda geniş bir uygulama yelpazesi sunmaktadır (Koebel vd., 2012).

2.6. Silika Aerojeller

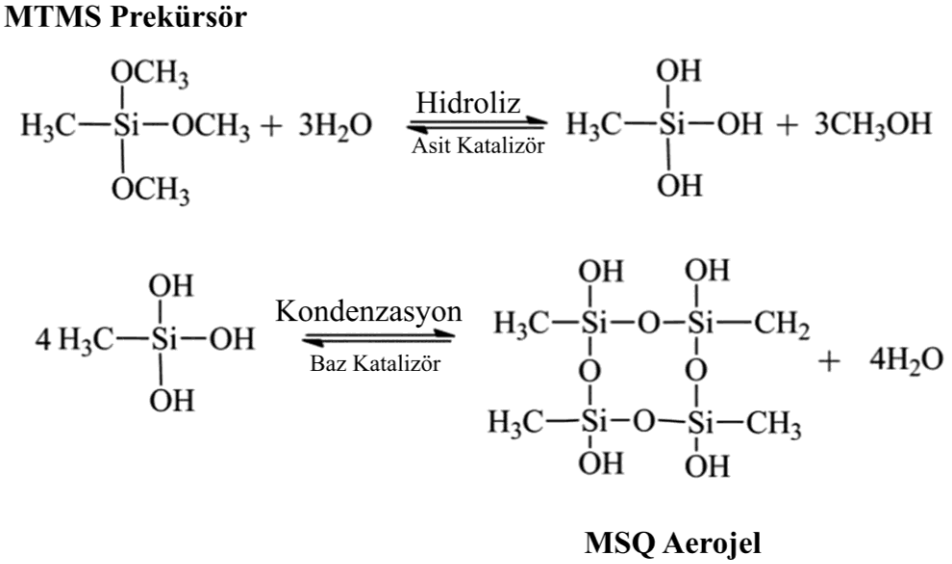
Silika aerojeller, genellikle dört aşamalı olarak sol-jel işlemiyle sentezlenirler. Sol-jel sentezi, karmaşık bir kimyasal sentez prosedürü içermektedir. Bu prosedür, bir prekürsörü çözelti içinde karıştırarak jel oluşturma işlemiyle başlar. Ardından, yaşlandırma süreci, jel oluşumunu tamamlar ve gerektiğinde yüzey modifikasyonu yapılabilir. Çözücü değişimi, bu süreci takip eder ve son olarak kurutma aşamasıyla tamamlanır. Şekil 2.3'te, basit bir silika aerojel sol-jel sentez aşamalarının grafik gösterimi bulunmaktadır.



Şekil 2.3. Silika aerojel sol-jel akış şeması

2.7. Silika Aerojellerin Sol-Jel Yöntemiyle Elde Edilmesi

Bu işlemde, tipik olarak polimerizasyon gerçekleşir ve çoğunlukla siloksan köprüleri (≡Si–O–Si≡) üzerinden reaksiyonlar yürümektedir. Oluşan bağların bir araya gelmesiyle kolloidal ve daha büyük molekül ağırlıklı olarak polimerik özellik kazanmaktadır. Senteze başlamak için prekürsör, genellikle HCl gibi bir asitle reaksiyona girer, ilk olarak hidroliz aşamasını geçirir. En yaygın kullanılan prekürsörler, metil ve etil grupları içeren alkoksi gruplarından türetilir (Pisal vd., 2016). Bu yapılar, dört fonksiyonlu silikon atomuna bağlıdır ve tetraetoksisilan (TEOS) ile tetrametoksisilan (TMOS) olarak bilinen en bilinen silika aerojel prekürsör bileşiklerini oluşturur; bunlar sırasıyla $Si(OC_2H_5)_4$ ve $Si(OCH_3)_4$ moleküler formülüne sahiptir ("Aerogels Handb.", 2011). Organik grup içeren esaslı silika jeller hazırlamak için kullanılan bazı diğer silikon alkoksi prekürsörleri şunlardır: metiltrimetoksisilan (MTMS), metiltrietoksisilan (MTES) ve perfloroalkilsilan (PFAS). Bu dört alkoksi grubu, üç boyutta düzenli bir şekilde yerleştirilerek tetrafonksiyonel bir yapı oluşturur (Parakkulam Ramaswamy & Rigacci, 2021a; Yun vd., 2017). Literatürde MTMS prekürsörü kullanılarak elde edilen silika aerojellerin, hidroliz ve kodenzasyon adımları Şekil 2.4 gösterilmiştir ("Aerogels Handb.", 2011).



Şekil 2.4. MTMS prekürsörünün, hidroliz ve kondenzasyon adımları ("Aerogels Handb.", 2011)

2.7.1. Hidroliz

Hidroliz aşaması asit katalizi ile gerçekleşir ve alkoksi grupları (OR), hidroksil grupları (OH) yer değiştirilir. Hidroliz reaksiyonlarının hızı doğrudan pH'a bağlıdır. Bu reaksiyonlar, kullanılan katalize bağlı olarak asit katalizörüyle gerçekleştirilebilir. Bir diğer önemli parametre, reaksiyonları etkileyen sterik denge koşullarıdır. Kullanılan prekürsöre uyumlu olarak, asit ve su gibi çözücülerin dengeli bir şekilde hazırlanması gerekmektedir. Aynı zamanda, prekürsörün dallanmış ve yüksek molekül ağırlığına sahip olması, hidrolizi yavaşlatır; bu nedenle, TMOS prekürsörüyle elde edilen jeller, TEOS'a göre daha hızlıdır. Son olarak, jelleşme kinetiğini etkileyen silika ve su konsantrasyonları (stokiyometrik denge) ile fizikokimyasal özellikler arasında polarite, dipol momenti ve viskozite gibi önemli parametreler bulunmaktadır (Soleimani vd., 2008).

2.7.2. Kondenzasyon

Kondenzasyon reaksiyonları, benzer malzemelerin yoğunluğu arasındaki birleşme sonucu ortaya çıkar. Ancak, reaksiyonun ilerlemesi aşamalıdır ve başlangıçta yavaş olan dimerleşme trimerleri meydana getirir. Bu trimerler daha sonra sırasıyla monomerlerle reaksiyona girerek tetramerleri oluşturur. Daha sonra küçük yapılar bir araya gelerek oligomerleri, oligomerler bir araya gelerek makromolekülleri ve sonunda polimer zincir gruplarını oluşturur (Soleimani vd., 2008).

2.7.3. Jelleşme

Jelleşme, kolloidal sol partiküller arasında hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda oluşan bağlantılarla meydana gelir. Reaksiyon sürecinde artan viskozite, devam eden reaksiyonun bir belirtisi olup, elde edilen jeller genellikle düşük elastisiteye sahip ve kırılgandır. Jelleşme esnasında herhangi bir endotermik veya ekzotermik sıcaklık değişimi meydana gelmez ve aynı zamanda belirgin bir kimyasal değişiklik gözlenmez (Soleimani vd., 2008).

2.7.4. Yaşlandırma Reaksiyonları

Jel oluşumu bu aşamada büyük bir kısmı tamamlanmış olsa da süreç boyunca hâlâ devam eden kimyasal reaksiyonlar mevcuttur. Elde edilen jel gözenekli olduğu için, çözücü içerisinde hâlen reaksiyona girmemiş -OH grupları bulunabilir. Bu durum, reaksiyonun bu aşamada hâlâ devam edebilmesine imkân tanır. Yaşlandırma aşamasının sonunda, son ürünün özgül yapı, yüzey alanı ve porozite yapısı bu adımda belirginleşmektedir (Soleimani vd., 2008).

2.7.5. Yüzey Modifikasyonu

Başlangıçta, sentez aşamasında seçilen çözücülerle aerojel nano gözenekleri arasında düşük yüzey enerjili etkileşim oluşturmak, hidroksil esaslı yapılar içeren jellerin (hidrofilik) önemli bir parametredir. Sentez esnasında ve yaşlandırma aşamasında polar çözücülerin kullanılması, kurutma sürecinde olumsuzluklara neden olabilir. Silika ağ yapısında meydana gelen büzülme, yapı bütünlüğünün bozulmasına yol açabilir. Özellikle polar çözücülerin kullanılması, bu büzülme oranını arttırabilir. ABK yöntemi, diğer bilinen kurutma yöntemleri ile karşılaştırıldığında hızlı ve ekonomik olması nedeniyle önemli bir avantaj sunmaktadır. Yüzey modifikasyonu, bir malzemenin yüzeyinde yapılan değişiklikleri ifade eder ve aerojel üretiminde genellikle sentez sırasında ve post-proses (sonrasında yapılan işlemlerin) iki aşamada kullanılabilir (Hwang vd., 2008; Guoqiang Wu vd., 2020).

Silika aerojellerin yüzey modifikasyonu süreci, titizlik gerektiren ve çok yönlü bir sentez işlemidir. Bu modifikasyon işlemi, genellikle sentez süreci sırasında (in-situ) ya da sonraki (post-proses) işlemleriyle gerçekleştirilebilir. Bu işlem, aerojellerin fiziksel ve kimyasal özelliklerini ayarlamak, özellikle de yüzey özelliklerini değiştirmek için kullanılır. Yüzey modifikasyonu, aerojellerin belirli uygulamalara uygun hale getirilmesini sağlar ve malzemenin performansını optimize etmek için önemli bir adımdır. Bu işlem genellikle malzemenin kimyasal çözeltilerle işlenmesini içerir, böylece yüzey kimyasal grupları değiştirilir ve yeni fonksiyonel gruplar kazandırılabilir (Aegerter vd., 2022).

2.7.6. İn-Situ Yüzey Modifikasyonu

İn situ yüzey modifikasyonu, aerojel yapısına dâhil edilen ko-prekürsörler ya da katkı maddelerinin sentez sırasında kullanılmasını tanımlamaktadır. Bu süreç, özel ve çeşitli fonksiyonel özelliklerin aerojel yapısına kazandırılmasını esas almaktadır. İn-situ modifikasyon, özellikle hidrofobiklik gibi belirli özelliklerin geliştirilmesinde etkili olup, yüzey kimyası üzerinde hassas kontrol sağlar. Bu modifikasyon süreci aynı zamanda mekanik performansı arttırma potansiyeline sahiptir. Ayrıca, bu yaklaşım, sentez sürecini basitleştirirken ek işlemlerin ihtiyacını en aza indirir. Bu sayede, aerojel malzemelerin özellikleri daha etkin bir şekilde özelleştirilebilir ve istenilen uygulamalara daha uygun hale getirilebilir (Aegerter vd., 2022).

2.7.7. Post-Sentez Yüzey Modifikasyonu

Elde edilen bu malzemeye, post-proses yüzey modifikasyonu uygulanarak çeşitli yeni özellikler kazandırılabilir. Esnek ve uyarlanabilir olan bu yöntem, çeşitli modifiye edicilerin sisteme entegre edilmesine ve yüzey özelliklerinin çeşitli uygulama gereksinimlerine özel olarak ayarlanmasına olanak sağlar. Post-modifikasyon, silika aerojellerin uygulama alanlarını genişletmek amacıyla çeşitli fonksiyonel grupların entegrasyonunu içerir. Tetrametilsilan (TMCS) prekürsörlerinin silika alkojel sentezi içinde entegrasyonu, özellikle hidrofobik özelliklerin kazandırılmasına yönelik karmaşık bir yüzey modifikasyon sürecini temsil eder. Bu süreçte, TMCS'nin prekürsörünün belirli bir ağırlık oranında önceden hazırlanan çözelti içine entegrasyonu, silika alkojel malzemesinin gözeneklerinde ve yüzeyinde hidroliz ve kondensasyon reaksiyonlarını başlatarak bu süreci yönlendirir. TMCS'nin bu sisteme dâhil edilmesiyle, hidrofobik özelliklerin oluşturulması açısından kritik bir rol oynar. Bu kimyasal etkileşimler, silika alkojel matrisinin iç yapısını ve yüzey özelliklerini değiştirerek silanlama işlemini tamamlar. Bu işlem, son ürünün istenilen özelliklere sahip olmasını sağlar ve silika aerojellerin yüzey modifikasyonunda yüksek düzeyde kontrol ve özelleştirmeyi mümkün kılar. Bu işlemin temelindeki kimyasal reaksiyonlar, özel yüzey özelliklerine sahip üç boyutlu bir silika ağının kontrol edilmiş oluşumunu sağlar. TMCS'nin uçucu ve yanıcı özelliği göz önüne alındığında, güvenlik önlemleri titiz bir şekilde uygulanmalı ve katı

güvenlik protokollerine sıkı bir şekilde uyulmalıdır. Silanlama işlemi sırasında TMCS konsantrasyonu ve reaksiyon koşulları gibi reaksiyon parametrelerinin nüanslı etkileşimi, istenen hidrofobik modifikasyonları başarıyla gerçekleştirmek ve aynı zamanda elde edilen silika aerojel matrisinin yapısal bütünlüğünü korumak açısından kritik bir rol oynar. Bu detaylı yaklaşım, silika aerojel matrisinde hidrofobik özelliklerin hassas özelleştirmesini sağlayarak çeşitli bilimsel ve endüstriyel bağlamlarda uygulanabilirliğini arttırır (Aegerter vd., 2022; Richerson vd., 2018).

Bu modifikasyonlar aracılığıyla, aerojel yüzeylerinde hidrofobiklik değişiklikleri gerçekleştirilebilmekte, mekanik dayanıklılık arttırılabilmekte ve kimyasal dayanımı arttırabilmektedir. Böylelikle, silika aerojellerin geniş bir uygulama yelpazesi içinde daha etkili ve çeşitli kullanım imkânlarına sahip olmalarını sağlayarak malzemenin potansiyelini maksimize etmektedir. Post-proses yüzey modifikasyonu, aerojel malzemesi üretildikten sonra kimyasal yöntemlerle yüzey özelliklerinin değiştirilmesini sağlar. Bu aşama, elde edilen aerojelin özel özellikler kazandırılması amacıyla gerçekleştirilebilir. Yüzey modifikasyonu, malzemenin genel performansını iyileştirmek ve belirli uygulama gereksinimlerine uyacak şekilde özelleştirmek için yapılan bir dizi işlemi içerir. Bu işlemler genellikle kimyasal reaksiyonlar veya kaplama yöntemleri ile gerçekleştirilir; bu da aerojel malzemesinin yüzey özelliklerini istenilen şekilde değiştirmeye olanak tanır. Bu modifikasyonlar, malzemenin dayanıklılığını, direncini ve genel performansını belirli kullanım şartlarına göre optimize etmek amacıyla yapılır (Ren, Zhu vd., 2016).

2.8. Kurutma

Silika aerojel sentezinde kurutma adımı, akışın en kritik adımlarından biridir. Bu aşamada, çözücü gözeneklerden çıkarılıp yerine hava konulmasını içerir. Nano-gözenekli yapısı olan bu jellerin kurutulması oldukça zorlayıcıdır ve kurutma işlemi düzgün yapılmazsa, jellerin kuruma anında yapısal bütünlüğü bozulabilir. Kurutma sürecinde, sıvı-gaz faz sınırından kaynaklanan kapiler gerilimler, gözenek yapısının tahrip olmasına neden olur ve silika jellerin morfolojik yapısını etkileyen temel bir parametredir. Süperkritik ortamda kurutma, atmosferik basınç altında kurutma ve dondurarak kurutma

yöntemleri, literatürde yaygın olarak kullanılan yöntemler arasında yer almaktadır (“Aerogels Handb.”, 2011).

2.8.1. Süperkitik Kurutma

Süperkritik kurutma sırasında çözücü (sıvı) ve buhar arasında belirgin bir sınır bulunmamaktadır; bu durum, çözücünün jel içinde serbestçe hareket edebilmesine olanak tanır. Çözücünün neden olduğu kapiler gerilme kuvvetleri oldukça düşüktür. Bu yöntem, nano gözenekli jellerin homojen bir şekilde ve büzülme olmadan kurdurtulmasına imkân tanır. Ancak, bu yöntemin kullanımı oldukça maliyetlidir, yüksek sıcaklık ve performansa dayanıklı cihazlar gerektirir (Soleimani vd., 2008).

2.8.2. Dondurarak Kurutma Yöntemi

Kapiler gerilme etkilerini aşmak amacıyla kullanılan alternatif bir kurutma yöntemidir. Dondurarak kurutma için önemli olan parametreler, çözücünün düşük genleşme katsayısına sahip olması ve yüksek sublimasyon basıncına sahip olmasıdır; aksi takdirde, ilk dondurma aşamasında jel yapısının bütünlüğü bozulabilir. İkinci olarak, sublimasyon basıncı da kritiktir; çözücünün yüksek sublimasyon basıncına sahip olması, cihazın proses şartları arasında uygun olmalıdır Genellikle, dondurarak kurutma süreci üç aşamalı olarak gerçekleştirilmektedir (Luigi vd., 2022).

2.8.3. Atmosferik Basınç Altında Kurutma (ABK)

Bu kurutma işlemi, konvansiyonel bir kurutma cihazı kullanılarak atmosferik basınç koşullarında gerçekleştirilir. Herhangi bir basınçlandırma işlemine gerek duyulmadan, atmosferik koşullarda, özellikle bir basınç haznesine ihtiyaç duymadan, doğal olarak ortam basıncında uygulanır. Bu metodoloji, maliyet açısından etkili bir alternatif olarak değerlendirilir ve pahalı ekipmanlara ihtiyaç duymaz (Luigi vd., 2022). Ancak, yüksek poroziteyi ve yapı bütünlüğünü korumak için aerojellerin kimyasal formülasyonları ve modifikasyonları dikkatlice gerçekleştirilmelidir. Aerojel gözeneklerinin iç yüzeylerinin

kimyasal olarak modifiye edilmesi, kurutma sırasında kapiler gerilmelerle başa çıkarak daha yüksek yapısal stabilite elde etmeye yardımcı olabilir. Bu bağlamda, aerojellerin hidrofilik ve hidrofobik özelliklerinin kurutma parametrelerini nasıl etkilediğini ve post-prosesin önemini incelemek önemlidir (Guoyou Wu vd., 2011; X. Yang vd., 2020).

2.9. Prekürsör Seçimi ve Atmosferik Basınç Altında Uyutularak Sentezlenen Hidrofobik Aerojeller

Sol-jel aşamasında en çok kullanılan alkoksisilan prekürsörler arasında TMOS ve TEOS bulunmaktadır. Bu prekürsörler, yüksek reaksiyon hızları ve çok yönlülükleri nedeniyle en çok çalışılan prekürsörlerdir. Bu prekürsörler hidroliz olduktan sonra, çözelti içindeki hidroksil grupları ile reaksiyona girerek jel oluşumunu tetikler. TMOS ve TEOS'un seçilme nedenleri, çeşitli uygulamalara uygun farklı özelliklere sahip aerojellerin elde edilmesidir. Bu prekürsörler kendi aralarında tercih edilme eğilimindedir çünkü TEOS, TMOS'a göre daha yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunun nedenleri arasında TMOS'un yüksek maliyeti ve sağlık riskleri bulunmaktadır. Ancak, bu alkoksisilanlar sol-jel sentezi sırasında aynı şekilde elde edilseler bile, yapılarındaki organik grupların uzunluğu ve hacmi reaksiyon hızını önemli ölçüde etkiler. Bu nedenle, TMOS, TEOS'tan çok daha hızlı bir şekilde hidrolize olur ve bu da daha hızlı bir jelleşme sürecine yol açar. Uzun organik gruplu prekürsörler genellikle tercih edilmez (Pisal vd., 2016). Alternatif alkoksilan kompozisyonuna sahip prekürsörleri tercih etmek, mevcut sistemlerde sentezlere devam etmek ve aynı zamanda hidrofobik aerojel elde etmek için bu noktada MTMS prekürsörü ön plana çıkmaktadır. Genellikle modifikasyon ajanları olarak kullanılan bu prekürsörler arasında MTMS, tek başına bir prekürsör olarak silika aerojel oluşturabilen tek tri-alkoksisilandır (Tav vd., 2023).

Atmosferik basınç altında gerçekleştirilen bu kurutma yöntemi, aerojel malzemelerin geniş bir kullanım yelpazesi için optimize edilmesine ve belirli uygulamalara uygun hale getirilmesine imkân tanır. Bu nedenle, hidrofobik köklü prekürsörlerin ve yüzey modifikasyonunun, aerojel sentezi sürecinde önemli bir rol oynadığı bilinmektedir. Sentez sırasında yüzey modifikasyonu kullanılmadığında, süreç daha hızlı bir şekilde tamamlanabilir ve ekstra bir adıma ihtiyaç duyulmadan hidrofobik özellikler elde

edilebilir. Bu durum, aerojel üretim sürecini basitleştirir, maliyeti azaltır ve üretim verimliliğini arttırabilir. Bu bağlamda, yüzey modifikasyonu yapmamak, süreci kolaylaştırabilir ancak yüzey özelliklerinin belirli uygulamalara uygunluğunu etkileyebilir. Aerojel sentezi sürecinde hidrofobik köklü prekürsörlerin kullanılması, elde edilen jelin atmosferik basınç altında daha başarılı bir şekilde kurutulabilmesine olanak sağlar. Bu tür malzemeler, özellikle ABK yöntemi ile daha iyi performans gösterme eğilimindedir (Matias vd., 2016).

MTMS prekürsörü, aerojel malzemelerin sentezi için sıkça kullanılan bir alkoksilan prekürsördür. Bu kimyasal, aerojel üretim sürecinde kilit bir rol oynar ve özellikle hidrofobik özelliklere sahip aerojeller elde etmek için tercih edilir. Bu prekürsör, sürecin verimliliğini arttırabilir ve aerojel malzemelerin belirli uygulamalara uygun hale gelir. Bu doğrudan sentez sürecinde MTMS'nin kullanımı, hidrofobik aerojel malzemelerin elde edilmesini ayrı bir yüzey modifikasyonuna ihtiyaç duymadan mümkün kılar. Ayrıca, son yıllarda, su ve neme karşı daha dirençli aerojeller elde etmek amacıyla MTMS prekürsörleri kullanılmaktadır. MTMS'nin ana veya yardımcı prekürör olarak kullanılması, hidrofobik karaktere sahip malzemelerin elde edilmesine ve kurutma aşamasında daha verimli, dayanıklı aerojeller elde edilmesine olanak tanır. Bu aerojellerin kimyasal yapısında, -Si-CH_3 fonksiyonel grupları bulunmaktadır. Bu, kapiler gerilmelere karşı direnç göstermelerini sağlar ve hidrofobik yüzey karakterine sahip olmalarını mümkün kılar (Bheekhun vd., 2013; Luan vd., 2019; Saoud vd., 2018).

MTMS prekürsörü kullanılarak elde edilen aerojeller metilsilseskioksan (MSQ) aerojel olarak adlandırılmaktadır (Kanamori vd., 2007). MSQ aerojellerin kapiler gerilmelerle başa çıkabilme yetenekleri sayesinde süperkritik kurutma gibi karmaşık bir prosese gereksinim duyulmadan sentezlenebilir. Elde edilen ürünler, ABK gibi aynı zamanda hidrofobik özelliklere sahiptir. Bu süreç, ürünlerin hidrofobik özellikli olmasını sağlar. Önemli bir şekilde, MTMS prekürsörü son zamanlarda geniş çapta araştırılmaktadır. MSQ aerojel, endüstriyel ölçekte büyük miktarda üretim potansiyeline sahip umut vadeden bir aday olarak ortaya çıkmaktadır (Şahin vd., 2018; Xiaodong Wu vd., 2020; Yue vd., 2020).

MSQ aerojellerin endüstriyel ölçekte yaygınlaşmasını engelleyen bir durum, bu malzemelerin dış etkenlere maruz kaldıklarında istenilen elastikiyet ve mekanik

dayanıma sahip olmamalarıdır. MSQ aerojeller, açık hücreli morfolojik yapıları nedeniyle oldukça narin ve kırılgandır. Bu durum, bu aerojellerin endüstriyel uygulamalarda tek başlarına kullanılmak yerine genellikle kompozit formda kullanılmasını gerekli kılar. Bu sorunu çözmek için aerojeller, lifli materyallere eklenerek "aerojel battaniyeleri" olarak adlandırılan yalıtım kompozitleri oluşturmak üzere kullanılmıştır. Bu yöntem, aerojellerin mekanik dayanıklılığını arttırmak, endüstriyel uygulamalarda daha geniş bir kullanım alanına sahip olmalarını sağlamak ve çok amaçlı özelliklere sahip olmalarını sağlamak için geliştirilmiş bir stratejidir (García-González, vd., 2012; Şahin vd., 2018). Bu sorunu çözmek için yürütülen çalışmalardan biri, MSQ aerojel malzemesini farklı yöntemlerle bir battaniye üzerine immobilize edilmiş kompozitler içeren bir araştırmadır. Özellikle, aerojel malzemesinin fiber matris içinde sentezi sağlayan in-situ sol-jel daldırma yöntemi, aerojel malzemesini battaniye üzerinde doğrudan sentezleyerek eklenmesini hedeflemektedir. Bu yaklaşım, malzemenin dayanıklılığını ve sağlamlığını arttırmayı amaçlayarak MSQ aerojellerin potansiyel çalışmalarda ve uygulamalarda kullanılabilirliğini arttırabilir. İn-situ sentez" terimi, bir malzemenin doğrudan uygulama ortamında, yerinde sentezlendiği bir sentez yöntemini ifade eder. MSQ aerojel battaniye sentezi sırasında, malzeme doğrudan lif yüzeyinde sentezlenir. Bu aşamada, MTMS'deki alkoksid gruplarının hidrolizi, silanol (Si-OH) gruplarının oluşturur. Oluşan silanol grupları, ardından birbirleriyle reaksiyona girerek Si-O-Si bağlarını meydana getiren polikondensasyon reaksiyonlarına başlatır. Bu kondensasyon süreci, MSQ'nun üç boyutlu silika ağının oluşumunu devam ettikçe güçlenir. Sentezlenen MSQ malzemesi, içerdiği organik metil grupları ve inorganik siloksan (Si-O-Si) bağları ile bir hibrit organik-inorganik kimyasal yapı sergiler (Kurahashi vd., 2012; Guoyou Wu vd., 2011).

2.10. MSQ Aerojel: Surfaktan Kullanımının Önemi ve Atmosferik Basınç Altında Aerojel Sentezi

Surfaktanlar, aerojel battaniye üretim sürecinde önemli bir rol oynar. Bu bileşenler, malzemenin homojen bir yapısının korunmasına katkı sağlar ve kaplanmış silika jel aerojelin istenen özelliklere sahip olmasını destekler. Surfaktanlar, yüzey gerilimini düşürerek malzemenin homojen dağılımını arttırır ve böylece ürünün mekanik

özelliklerini iyileştirebilir. Ayrıca, surfaktanların kullanımı, aerojel yapılarının stabilitesini arttırabilir ve istenilen morfolojiye ulaşma sürecini optimize edebilir. Bu nedenle, surfaktanların seçimi ve kullanımı, aerojel battaniye üretiminde önemli bir faktördür. Bu surfaktanlar, sol-jel işlemi sırasında çözeltiye eklenerek dispersiyonu arttırabilir ve elektron yükünü düzenleyebilirler (Wa vd., 2015). Ayrıca, elektrofilik elektron yükünü arttırarak, surfaktanlar sol-jel sürecinde kimyasal etkileşimlere katkıda bulunabilir ve oluşturulan malzemenin özelliklerini belirleyebilir. Bu sayede, surfaktanların kontrollü kullanımıyla, üretilen aerojel battaniyelerin kimyasal, morfolojik, termal ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi mümkün olmaktadır. Ramaswamy ve ekibi, MSQ aerojelini kapok liflerine daldırma yöntemiyle kaplamak amacıyla katyonik bir surfaktan olan cetrimonium bromür (CTAB) kullanmışlardır. Bu surfaktanın kullanımı, daha etkili bir aerojel-lif etkileşimi elde etmelerine ve dispersiyonlarını arttırmalarına imkân sağlamıştır. Elde ettikleri kompozit malzeme, düşük yoğunluğa sahip (0.053 g/cm³) ve etkili bir termal yalıtım performansına (0.018 W/mK) sahip bir malzeme olarak karakterize edilmiştir (Parakkulam Ramaswamy vd., 2021).

Aerojel battaniye üretim sürecinde anyonik surfaktan kullanılması, sentezin birkaç önemli avantajına katkılar sunar. Bu durum, aerojel battaniyelerin yüksek termal yalıtım özelliklerine ve dayanıklılığına olumlu bir katkıda bulunur. Ayrıca, anyonik surfaktanın yüzey gerilimini düşürme yeteneği, silika jelinin yüzeyine daha iyi yapışmasını sağlar ve aerojel malzemenin mekanik dayanıklılığını arttırır. Bu avantajlar, anyonik surfaktanın aerojel battaniye üretim sürecinde tercih edilmesini neden olur (P. Li vd., 2016; Vareda vd., 2018; Wa vd., 2015). Ancak literatürde sodyum deodesil sülfat (SDS) ve MSQ aerojelinin sentezine yönelik çalışmalar bulunmasına rağmen (Vareda vd., 2018), bu çalışmaların geliştirilerek bir yalıtım battaniyesi sentezlenmemiş olması dikkat çekicidir. Ayrıca, sol-jel yöntemiyle sentezlenen aerojel battaniyelerin (matrisler ve aerojeller) kimyasal, morfolojik, termal ve mekanik özellikleri üzerine herhangi bir rapor bulunmamaktadır.

2.11. MSQ Aerojel Battaniye Sentezi, Ticari Uygulamaları, Literatürdeki Örnek Çalışmalar ve Seramik Battaniyenin Havacılık Çalışmalarında Tercih Edilmesi

Aerojel kompozit battaniyeleri genellikle dokunmamış battaniye, karbon fiber, cam elyaf, seramik elyaf ve epoksi gibi malzemelerle immobilize edilerek elde edilen yüksek performanslı kompozit malzemeler olarak literatür çalışmaları ve ticari ürünler incelendiğinde gözlemlenmektedir. Yüksek performans gerektiren termal ve mekanik uygulamalarda cam, seramik ve karbon matrisleri kullanılmaktadır (J. He vd., 2018).

Tekstil kumaşlarının aerojelle kaplanması, tekstil endüstrisinde önemli bir araştırma alanıdır. Bu işlem, genellikle kimyasal sentez teknikleri kullanılarak gerçekleştirilir ve sonucunda kumaş yüzeyinde aerojel nanopartiküllerinin düzenli bir şekilde dağılması sağlanır. Aerojel kaplama, kumaşların farklı özelliklerini geliştirerek çeşitli kullanım alanlarında kullanılabilir hale getirir. Suya dayanıklılık sağlayarak, kumaşların su geçirmezliğini arttırır ve dış giyim, spor ekipmanları gibi alanlarda tercih edilir hale getirir. Akustik özellikler üzerinde etkili olabilir; ses emilimini arttırarak, ses yalıtımı veya akustik paneller gibi uygulamalarda kullanılabilir. Havadaki ve su buharındaki geçirgenlik, kumaşın nefes alabilirliğini arttırarak, giysilerdeki konforu arttırır. Kimyasallara dayanıklılık sağlayarak, kumaşın kimyasal maddelere karşı direncini arttırır ve endüstriyel çalışma kıyafetlerinde, kimyasal koruyucu giysilerde kullanılabilir. Ateşe dayanıklılık özelliği, kumaşın yangına karşı dayanıklılığını arttırarak, iş güvenliği ekipmanlarında veya yangına karşı koruyucu kıyafetlerde kullanımını uygun hale getirir. Bu özelliklerin bir araya gelmesi, tekstil endüstrisinde daha sürdürülebilir, fonksiyonel ve çevre dostu ürünlerin geliştirilmesine katkı sağlar (McNeil vd., 2022).

Ticari olarak aerojel battaniyeler üreten büyük şirketler arasında BASF-Slentex™, Aspen Aerojel-Pyrojel™ ve Cabot Corp-Wrap™ yer almaktadır. Bu çalışma, aerojel kompozit battaniyelerin genellikle tekstil kumaşlar, nonwoven battaniye, karbon fiber, cam elyaf, seramik elyaf ve epoksi ile immobilize edilerek elde edilen yüksek performanslı kompozit malzemeleri incelemektedir. Mevcut literatür ve ticari ürünlerin detaylı bir analizi, aerojel battaniyelerin çeşitli endüstriyel uygulamalarda etkili bir şekilde kullanıldığını ve termal yalıtım alanında önemli bir rol oynadığını göstermektedir (Parakkulam vd., 2021). Matris seçimi, kullanım amacına bağlı olarak oldukça kritiktir; özellikle havacılık endüstrisinde

motor parçalarında sıcaklık kontrolü için kullanılacak yalıtım malzemesi seçimi kritik öneme sahiptir. Bu bağlamda, termal yönetim ve havacılık platformlarının yüksek sıcaklık bölgelerinde kullanılma olasılığı oldukça çekicidir. (Jafari, 2018). Yüksek sıcaklık uygulamalarında, seramik battaniyeler, cam elyaf yalıtımını aşan performans sergiler. Seramik lifler, 1800°C'ye kadar dayanabilir ve bu sıcaklıklara maruz kalmalarına rağmen bozulmazlar veya yalıtım özelliklerini kaybetmezler. Bu durum, seramik battaniyeleri özellikle havacılık cihazları için ideal kılar. Ayrıca, seramik battaniyeler, cam elyafa kıyasla üstün dayanıklılık sergileyerek, yüksek sıcaklıklardaki yalıtım uygulamalarında korozif maddelere ve güçlü kimyasallara karşı olağanüstü direnç gösterir (Yalamaç vd., 2017). Ancak, seramik elyafın tercih edilmesinin bir avantajı, seramik elyaf malzemesinin üzerinde herhangi bir kaplama bulundurmamasıdır. Bu özellik, seramik elyafın ek bir hazırlık aşamasına ihtiyaç duymadan doğrudan satın alındığı gibi kullanılabilmesine olanak tanır. Cam elyafın yüzeyden uzaklaştırılması gerekmektedir; aksi takdirde, içerdikleri kaplama maddeleri yüksek sıcaklıklarda uygulama sırasında bozulabilir. Bu durum, ortaya çıkan emisyonun kompozit malzemenin yüzey bütünlüğüne zarar vermesine, aerojel kaplamanın performansını düşürmesine ve toksik gazların ortama salınmasının insan ve ürün sağlığına zarar verme riskine neden olabilir. Ancak, bunun yanı sıra cam elyafın, seramik battaniyeye göre belirli avantajlara sahip olduğu özellikleri bulunmaktadır. Cam elyaf, hafifliği, daha düşük maliyeti ve termal iletkenlik performansının seramik elyafa göre daha iyi olduğu durumlar olabilir. Fakat, havacılık uygulamalarında belirli test standartlarını karşılama zorunluluğu söz konusu olduğunda (örneğin, EASA CS-23 ve CS-29, RTCA DO-160G, MIL-STD-1629A, E-03-CRI-P), seramik battaniye daha üstün bir malzeme olarak değerlendirilebilir. Bu standartlar, yalıtım battaniyeleri için tercih edilen üst sınırları belirlemektedir. Genel olarak, bu normlar çerçevesinde oda sıcaklığında termal iletkenlik değerinin 0,15 W/mK'nın altında olması, en az 1176°C'lik termal stabiliteye sahip olunması, neme karşı direnç gösterilmesi, su geçirmezlik, zararlı ve çapraz bulaşma durumlarında rahatça tespit edilebilmesi için beyaz renkte olunması, emisyonun olmaması ve sızıntıların tespit edilebilmesi için belirli bir renk gereksiniminin karşılanması beklenmektedir (Easa, 2023).

Çalışmanın temel odak noktası, seramik battaniyenin avantajları arasında öne çıkan SDS anyonik surfaktanın MSQ aerojel ile uyumu ve aerojelin atmosferik koşullarda kurutulmasının sağladığı avantajları incelemektir. Bu avantajlar, çalışmanın temel motivasyonunu oluşturarak, seramik battaniye ve MSQ aerojel arasındaki etkileşimleri derinlemesine anlamak amacıyla yapılan araştırmaya yön vermiştir. Ayrıca, literatürde daha önce SDS-MSQ aerojel seramik kompozit yalıtım battaniyesi üzerine yapılan çalışmaların mevcut olmaması, bu alandaki araştırmaların önemli bir boşluğuna işaret etmektedir. İlk defa gerçekleştirilen bu çalışmada, MSQ aerojelinin kompozit battaniyelere seramik battaniye üzerinde dip kaplama in-situ sol-jel işlemiyle sentezlenmesi başarılmıştır. Bu araştırmada, anyonik surfaktanın jelleşme performansı detaylı bir şekilde incelenmiş, ardından elde edilen kaplamanın performansı ayrıntılı bir şekilde değerlendirilmiş ve kimyasal yapıları detaylı bir şekilde ortaya konulmuştur.

2.12. VASI MSQ Aerojelin Pilot Ölçekte Sentezlenmesi ve Hacminin Büyütülmesi

2.12.1. VASI Yönteminin Daldırma Kaplama Yöntemine göre Avantajları

Daldırma kaplama yöntemi, özellikle malzeme özellikleri ve süreç kontrolü açısından çeşitli zorluklar içermektedir. Bu yöntemi geliştirmek ve daha etkili hale getirmek için vakum infüzyon sol jel tekniği kullanılmıştır. Daldırma kaplama tekniğinin sınırlayıcı yönleri sırasıyla şöyledir:

2.12.2. Sol-Jel Kaplamada Jelleşme Süresi ve Ekipmanların Önemi

Daldırma kaplama hacim artışında MSQ aerojel hacminin büyütülmesi için daha büyük ve karmaşık ekipman düzenlemelerine ihtiyaç duyulmaktadır. Büyük daldırma tankları, kuruma odaları ve karmaşık kontrol sistemlerinin gerekliliği lazımdır. Ayrıca, sol-jel süreçlerinin entegrasyonu, prekürsör çözücüsünün hazırlanması ve jel oluşumu mekanizmalarının birleştirilmesi ekipman karmaşıklığını arttırmaktadır. Sol-jel kaplama sürecinde, bazı kaplama malzemelerinin jelleşmesi tersinmezdir. Kaplama sıvısında jelleşme olayı gerçekleştikten sonra, malzeme tekrar kullanılamaz ve atık olarak ayrılır.

Bu nedenle, sol-jel kaplama sıvısı uygulandığında, jel oluşumu belirli bir süre içinde tamamlanmalıdır. Aksi halde, malzeme jelleştiğinde uygulanabilirliği ve kaplama kalitesi üzerinde olumsuz etkileri meydana gelir. Özellikle belirli şartlarda, jelleşme süreci ortalama beş dakika gibi kısa bir sürede tamamlanabilir. Jelleşmenin gerçekleşme süresi, kaplama sürecinin kontrolü ve üretimin planlanması önemli parametreler olarak kabul edilir. Jelleşme tamamlandıktan sonra, kaplama malzemesi daha fazla işleme tabi tutulabilir ve diğer prosedürlere devam edilebilir (Moorcroft vd., 2014; Tang vd., 2017).

2.12.3. Süreç Kontrolü

Daldırma kaplama sürecinin üzerinde hassas kontrol sağlamak, parça hacmi büyüdükçe giderek karmaşık hale gelmektedir. Geri çekilme hızı, çözelti viskozitesi ve sıcaklık gibi faktörlerin yanı sıra, sol-jel kimyasının dahil edilmesiyle ilave olarak jel oluşumu kinetiği, prekürsör bileşimi ve jelleşme kritik parametrelerin var olması süreç kontrolünü dikkatli planlanmasını zorunlu kılar. Sol-jel kaplama işleminde kullanılan bazı kaplama malzemelerinin jelleşme olgusu geri dönülemez bir aşamadır. Bu durum, kaplama malzemesinin jel fazına geçişini ifade eder ve genellikle bir katalizör veya kimyasal reaksiyon sonucunda meydana gelir. Jelleşme gerçekleştikten sonra, malzeme sabit bir form kazanır ve daha fazla akma veya yayılma eğilimi göstermez. Bu nedenle, sol-jel kaplama malzemesi uygulandığında, jel oluşumu belirli bir süre içinde tamamlanmalıdır. Aksi halde, malzeme jelleştiğinde uygulanabilirlik ve kaplama kalitesi üzerinde olumsuz etkiler olabilir. Özellikle belirli şartlarda, jelleşme süreci genellikle beş dakika gibi kısa bir sürede tamamlanabilir. Bu hızlı jelleşme, kaplama malzemesinin uygulama sırasında istenilen özelliklere sahip olmasını sağlamak açısından kritiktir. Ayrıca, jelleşmenin gerçekleşme süresi, kaplama sürecinin kontrolü ve uygun planlaması için önemli bir parametredir. Jelleşme tamamlandıktan sonra, kaplama malzemesi daha fazla işleme tabi tutulabilir veya diğer prosedürlere devam edilebilir (Senturk Parreidt S vd., 2018; “Vacuum Infusion Equipment and Methods - Part One - Fibre Glast”, 2024).

2.12.4. Zaman Yönünden İncelenmesi

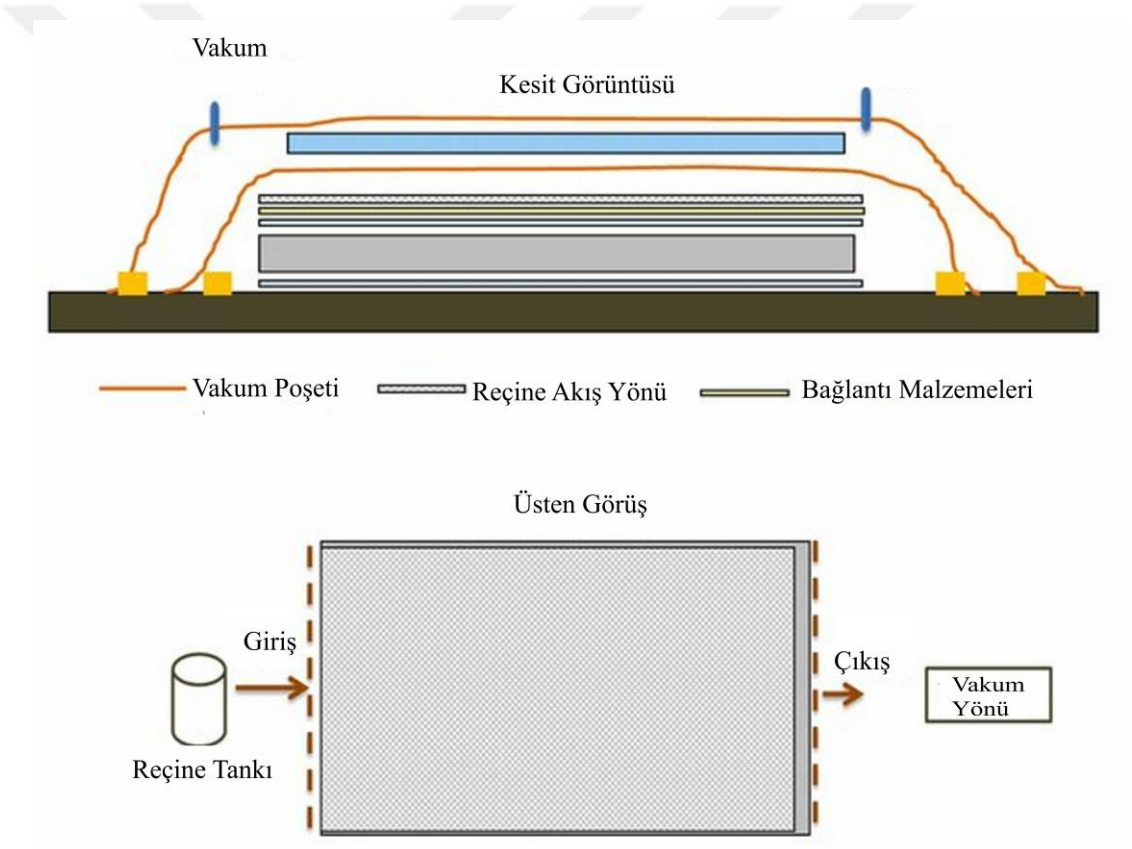
Daldırma kaplamanın büyük ölçekteki etkinliği, özellikle sol-jel işlemleri dahil edildiğinde dikkatli bir şekilde optimize edilmelidir. Kuruma süreleri, geri çekilme hızları ve jel oluşumu kinetiği dengeleme konusunda kritik hale gelir. Uygun kaplama sağlanırken doğru jel oluşumu sağlamak zamanla ilgili zorlukları beraberinde getirir. Karmaşık yapıların üzerinde düzgün kaplama kalınlığı sağlamak, büyük ölçekte daldırma kaplama ile özellikle sol-jel kimyası dahil olduğunda zorlaşır. Jel oluşumunun dinamikleri, kaplama homojenliğini etkiler ve istenen malzeme özelliklerini korumak için gelişmiş stratejilere ihtiyaç duyar (Tang vd., 2017).

2.12.5. Tüm Bölgelerde Homojen Kaplama

Sol-jel işlemleri dahil edildiğinde daha büyük substratlar boyunca tutarlı malzeme doygunluğunu sağlamak daha karmaşık hale gelir. Sol-jel reaksiyonları ile yerçekimi kuvveti arasındaki etkileşim, tutarlı kaplama ve istenen malzeme özelliklerini elde etmek için derin bir anlayış gerektirir. Büyük ölçekte daldırma kaplama, özellikle sol-jel bileşenleri içeriyorsa etkili atık yönetiminin önemini arttırır. Prekürsör çözeltilerden, çözücülerden ve fazla kaplama malzemelerinden kaynaklanan atıkların bertarafı, çevresel standartlara uygun bir şekilde ele alınmalıdır. Sonuç olarak, daldırma kaplamayı ölçeklendirmek, özellikle sol-jel süreçlerini içeriyorsa, bu sınırlamaları aşmak için bilimsel bir yaklaşım gerektirir. Gelişmiş ekipman tasarımı, hassas süreç kontrolü ve atık yönetimi stratejileri, daldırma kaplama ve sol-jel kimyasının başarılı bir şekilde büyük ölçekte uygulanabilmesi için temel unsurlardır (Moorcroft vd., 2014; Tang vd., 2017; “Vacuum Infusion Equipment and Methods - Part One - Fibre Glast”, 2024).

Vakum infüzyonu, hafif ve dayanıklı kompozit parçaların üretiminde özellikle havacılık, otomotiv ve denizcilik endüstrilerinde yaygın olarak kullanılan etkili bir kaplama tekniğidir. Bu süreç genellikle aşağıdaki adımlardan oluşur: yüzey hazırlığı, isteğe bağlı olarak alt tabakanın uygulanması, kaplama malzemesinin hazırlanması ve uygulanması, kürleme aşaması ve son elde etme aşamaları. Yüzey hazırlığı aşamasında, malzemenin uygulanacağı yüzey temizlenir, pürüzsüzleştirilir ve gerektiğinde alt tabakaya astar atma

işlemi uygulanarak kaplanacak olan malzemenin daha iyi adezyona sahip olması amaçlanır. Kaplama malzemesinin hazırlanması aşamasında, kullanılacak matris, kaplama sıvısına uygun şekilde hazırlanır. Kaplama işlemi tamamlandıktan sonra belirli bir süre boyunca vakum altında tutulur. Ardından, kürlemenin tamamlanması için beklenir ve gerektiğinde yüksek sıcaklıkta konvansiyonel bir fırında kürlenmenin tamamlanmasına kadar devam edilir. Elde edilen son ürün, kalite kontrol ve kozmetik olarak kontrol edildikten sonra tamamlanır. Bu süreç, malzeme türü ve özel gereksinimlere bağlı olarak değişiklik gösterebilir (Liu, Yuan vd., 2019). Literatürde, vakum infüzyon yönteminin teknik uygulama yöntemi, Şekil 2.5'te şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.5. Vakum infüzyon yöntemi ve uygulanması (Liu vd., 2019)

Aerojel yalıtım malzemesi, enerji tasarrufu ve sürdürülebilirlik açısından kritik bir rol oynamaktadır. Son yıllarda aerojel formülasyonlarının sürekli olarak geliştirilmesine rağmen, endüstriyel pilot ölçekli üretim için önemli katkılarda bulunmak amacıyla devam eden diğer çalışmalar yürütülmektedir. Ancak, bu aerojel malzemesinin teknik olarak

hassas üretimi, diğer teknik zorluklar, hassas üretim koşulları ve yüksek maliyetler nedeniyle oldukça karmaşıktır. Yüksek teknik gereksinimlerin karşılanması, titiz üretim standartlarının sürdürülmesi ve maliyet faktörleriyle başa çıkılması, aerojel yalıtım malzemesinin etkili bir şekilde üretilmesini güçleştirmektedir. Bu nedenle, bu malzemenin daha verimli bir şekilde üretilebilmesi için yeni ve gelişmiş üretim yöntemleri üzerine araştırmalar yapılmaktadır (Bheekhun vd., 2013; Tang vd., 2017).

2.13. Pilot Ölçekli Sentez Yöntemleri Üzerine Literatür Çalışmaları

Literatürde, aerojel kompozit yalıtım malzemeleri genellikle daldırma kaplama yöntemiyle üretilmektedir. Ancak, bu süreçte farklı yaklaşımlar da mevcuttur ("Aerogels Handb.", 2011). Vakum infüzyon yönteminde, aerojel malzemesi önceden sentezlenir. Daha sonra, bir bağlayıcı yardımıyla fiber matris üzerine eklenerek kompozitler hazırlanır. Bu yöntemde bağlayıcının kullanımı, proses edilebilirliği kompozitin özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Bağlayıcının maksimum servis sıcaklığı, viskozitesi, kimyasal direnci ve korozyon dayanımı, aerojel yalıtım battaniyesinin kullanımını sınırlayabilir. Bir noktada, aerojel yalıtım battaniyesi, kullanılan bağlayıcının sınırlı özellikleri sebebiyle kısıtlanabilir (Brinker vd., 1991; Butt, 2022).

Vakum infüzyon ikinci yönteminde, in-situ sol-jel yöntemiyle gerçekleştirilir. Bu yöntemde genellikle bir bağlayıcı kullanılmadan aerojel, battaniye matris üzerinde in-situ doğrudan sentezlenir. Bu kaplama tekniği, özellikle fiber matris içinde kaplama işlemi sırasında ve sonrasında aerojel malzemelerinin oluşturulmasını amaçlayan karmaşık ve dinamik bir süreçtir. Bu teknik, özel olarak tasarlanmış bir yöntem kullanılarak aerojel malzemelerin homojen bir şekilde ilave edilmesini hedefler. (Brinker vd., 1991; Butt, 2022).

Etkili bir yöntem olan vakum infüzyon, kompozit malzemelerin üretiminde yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Bu süreçte, reçine vakum yardımıyla lifli matrise taşınır. Bu yöntem, geliştirilerek ve modifiye edilerek aynı zamanda hassas malzemeleri, örneğin aerojeli etkili bir şekilde kaplamak için kullanılabilir (Contardi vd., 2017). Ayrıca, bu teknikle birlikte sol-jel kimyasının birleşmesiyle ek yetenekler kazandırılabilir.

Böylelikle, vakum altında sol-jel malzemesi lifli matris içine taşınarak jelleşme süreci bu matris içinde yapılabilmektedir. Vakum infüzyonun kullanılması, düzensizlikleri minimize ederken, sol-jel kimyası özelleştirilebilir kompozisyon ve jelleşmiş işlevsellik sağlar (Hindersmann, 2019).

Vakum infüzyon sol-jel tekniğinin avantajları arasında verimlilik, düşük maliyet, minimal kimyasal tüketim ve üstün işlevsellik bulunmaktadır. Ancak, büyük ölçekli üretim teknikleri ve lifli, gözenekli malzemelerle çalışma durumlarında bazı sınırlamalar ve zorluklar oluşabilir. Bu durumlar, özellikle endüstriyel uygulamalarda daha geniş ölçekte uygulama için yeni stratejilerin geliştirilmesini gerektirebilir. Bu sınırlamalar ve zorluklara karşın daldırma kaplama yöntemiyle kıyaslandığında sol-jel çözeltisinin viskozitesi ve kaplama sıvısının matris içine nüfuz etmesi daha başarılıdır. Bu başarılı nüfuz etmesinin nedeni vakum infüzyon yönteminde dinamik olarak kaplama sıvısının taşınımı ile açıklanır. Bu sayede, kaplama sıvısının viskozitesi ve yüzey gerilimini aşarak her yönde homojen olarak içten dışa doğru düzgün bir şekilde kaplama gerçekleşir. Böylece, son üründe düzensiz katmanlar, boşluklar veya istenilen özelliklerin eksikliği gibi sorunların üstesinden gelinmiş olur. Aksi halde, daldırma kaplama yönteminde olduğu gibi kaplama sıvısının taşınımı statik (aşağı yönde, yerçekimi doğrultusunda) olduğu kaplamalarda sıklıkla mekanik performansın zayıf olmasına, termal iletkenliğin tutarsız olmasına ve delaminasyon sorunlarına yol açabilir (Ceratti vd., 2015; Faustini vd., 2014; Tang vd., 2017). Sol-jel daldırma kaplama ve vakum infüzyon yöntemlerine ilave olarak literatürde, döndürerek kaplama ve çok katmanlı daldırma kaplama yöntemleri de bulunmaktadır (Hindersmann, 2019; Tang vd., 2017).

2.13.1. Vakum İnfüzyonu ve Sol-Jel Kimyasının Kullanımı

Vakum infüzyonu ve sol-jel kimyasının birleşmesiyle, termal yalıtım amacıyla aerojel battaniyelerin üretiminde yenilikçi bir yaklaşım sunmaktadır. Vakum infüzyon tekniği, kaplama ve fiber matris arasındaki etkileşimi arttırarak kaplama bütünlüğünü, homojenliğini ve dayanıklılığını iyileştirme avantajı sağlamaktadır. Bu yöntem aynı zamanda aerojel sentez kimyasında önemli olan yaşlandırma aşamasıyla birleşerek sentez sırasında oluşan safsızlıkları ve çözücü değişimini kontrol ederek kompozit yapının

içinden uzaklaştırılmasına yardımcı olabilir. Dinamik bir yaşlanma aşamasına müdahale edebilme özelliği, tamamlayıcı bir sentez prosedürü olarak öne çıkmaktadır. Ancak, vakum infüzyonu ve sol-jel kimyasının birleştirilmiş yaklaşımı çeşitli zorlukları da beraberinde getirmektedir. Sol-jel sentezi karmaşık ve zaman alıcı bir süreçtir; reaksiyon parametrelerinin ve çözücü buharlaşmasının hassas kontrolünü gerektirir. Bu süreç, istikrarlı ve istenen sonuçları elde etmek için özel ekipman ve süreç parametrelerinin dikkatlice optimize edilmesini gerektirebilir. Zorluklara rağmen, vakum infüzyonu ve sol-jel kimyasının birleştirilmiş yaklaşımı, kaplama teknolojilerini ilerletme potansiyelini barındırmaktadır. Bu çalışmanın temel amacı, literatürde ilk kez vakum infüzyon sol-jel tekniği kullanılarak aerojel yalıtım battaniyelerinin sentezini özgün ve etkili bir yöntem gerçekleştirerek, kimyasal yapısı ve termal performansını analiz etmektir.

2.14. Uçakların Termal Yönetimi ve Aerodinamik Isınma

Uçakların termal tasarımı, uçağın bileşenleri, yapıları ve içeriği üzerindeki olumsuz etkilerini en aza indirmek için alınan kalite kontrol, üretim standartları gibi bir dizi prosedürlerin uygulandığı bir süreç olarak tanımlanabilir. Bu uygulamalar, uçağın performansını, verimliliğini ve güvenilirliğini arttırmayı ve maliyetlerini azaltmayı amaçlamaktadır. Uçak ekipmanlarının yüksek sıcaklıklara maruz kalması, elektronik sistemlerden yapısal bileşenlere kadar birçok noktada zarar verebilir. Bu durum, personel ve ekipman güvenliğine, hatta uçuş güvenliğine zarar verebilir. Bu sebeple, görevli personel termal yönetim konusuna büyük önem vermelidir ve bu önlemleri titizlikle uygulamalıdır.

Askeri uçaklar, pilotların ve uçağın emniyetli uçuş güvenliğini sağlamak için belirli bölgelere ve gelişmiş yangın tespit ve söndürme sistemlerine sahiptir. Yangın bölgelerinin belirlenmesi ve tanımlanması, uçak tasarımı ve güvenlik standartlarının önemli bir parçasıdır ve uçuş güvenliğinin sağlanması için kritik bir rol oynar (Ahlers, 2020; Morgan, 2013).

- Motor Bölgesi
- APU (Yedek Güç Ünitesi) Bölgesi
- Aviyonikler Bölgesi
- Silah Bölgesi
- Yakıt Sistemi Bölgesi
- Hidrolik Sistem Bölgesi

Motor bölgesi, askeri ve sivil uçaklarda olduğu gibi, önceden belirlenmiş alanlarda bulunur ve motor yangınlarının hızlı bir şekilde tespit edilip bastırılması için hayati bir rol oynar. Bu bölgeler, motorların aşırı ısınması ve diğer termal sorunlar nedeniyle yangın riski taşıyan yerlerdir. Ayrıca, motor ve APU yangın bölgeleri, askeri uçaklarda da mevcuttur ve APU için ayrı bir yangın bölgesi belirlenerek yangının yayılması engellenir. APU yangınları, uçağın elektrik ve güç ihtiyacını sağlayan kritik bir sistem olan APU'nun aşırı ısınması sonucunda ortaya çıkabilir. Aviyonikler bölgesi, sofistike elektronik sistemlerin bulunduğu kritik bir alan olup, yangınla mücadele için özel önlemler gerektirir. Bu bölgeler, elektronik harp, radar ve diğer savunma sistemlerinin bulunduğu yerlerdir ve bu sistemlerin yangınla mücadele edebilmesi için özel önlemler alınmalıdır. Silah bölgesi, askeri uçaklarda mühimmat depolama ve kullanımıyla ilişkilidir ve olası yangın risklerini ele alır. Bu bölgelerdeki yangınlar, ciddi maddi hasara ve operasyonel risklere yol açabilir. Yakıt sistemi bölgesi, yakıt sızıntıları veya ateşleme kaynakları gibi riskler nedeniyle belirlenmiş bir alandır ve uçağın uçuş güvenliğini tehlikeye atabilir. Hidrolik sistem bölgesi ise, kritik bileşenleri kontrol eden hidrolik sistemlerle ilişkilidir ve yangın tespit ve söndürme sistemleriyle donatılmıştır. Yangın bölgeleri, uçağın farklı sistemlerinin ve ekipmanlarının tehlike altında olabileceği ve yangının yayılmasını önlemek için özel tedbirler alınması gerektiği kritik alanları ifade eder. Bu bölgelerdeki yangınlar, uçağın güvenliğini ve operasyonel yeteneklerini ciddi şekilde etkileyebilir, bu nedenle yangın risklerinin minimize edilmesi ve yangınla mücadele için etkili önlemlerin alınması önemlidir. Kokpit yangın bölgeleri, pilotun ve aviyonik sistemlerin güvenliğini sağlamak için belirlenmiştir ve pilotun güvenliğini sağlamak için kendi yangın bastırma sistemine sahip olabilir. Kokpit yangınları, uçağın kontrolünü kaybetme riski oluşturabilir ve bu nedenle ciddi bir tehlikedir. İniş takımı bölgesi yangın bölgeleri, askeri uçakların iniş takımı bileşenleriyle ilişkili olası yangın tehlikelerini ele almak için belirlenir. Bu

bölgelerdeki yangınlar, uçağın iniş ve kalkış güvenliğini etkileyebilir ve ciddi kaza risklerine neden olabilir (Ahlers, 2020; Morgan, 2013).

Süpersonik uçuşlar, uçakların normal uçuş hızını aşarak ses hızının üzerine çıktığı hızlardır. Bu tür uçuşlar, özellikle askeri uçaklar için önemlidir çünkü süpersonik hızlar, hedeflere daha hızlı ulaşmayı ve mümkün olduğunca az bir zaman diliminde operasyonları gerçekleştirmeyi sağlar. Askeri hava araçlarının hızı, çoğu zaman hedeflerin etkin bir şekilde izlenmesi ve müdahale edilmesi için kritik bir faktördür. Süpersonik uçuş, savunma yeteneklerini arttırmanın yanı sıra stratejik ve taktik operasyonlara esneklik kazandırır. Ayrıca, süpersonik uçuşlar, düşman hava savunma sistemlerini aşarak düşmana karşı üstünlük sağlar. Bu nedenle, askeri uçaklar, hedeflere hızlı ve etkili bir şekilde ulaşmak için süpersonik uçuş yeteneklerine ihtiyaç duyar. Ancak, süpersonik uçuşlar beraberinde bazı teknik zorlukları da getirir. Yüksek hızlarda uçan uçaklar, aerodinamik ısınma sorunlarına karşılaşır. Süpersonik hızlarda seyahat eden uçaklar, atmosferle etkileşim sonucu gövdelerinde ve kanatlarında ciddi ısınma yaşarlar. Bu durum, malzemelerin dayanıklılığını etkileyebilir ve aşırı ısınma nedeniyle yapısal zayıflıklara yol açabilir. Bu sorunlar, süpersonik uçuş teknolojisinin geliştirilmesi ve uçakların bu zorluklarla başa çıkması için sürekli olarak araştırma ve geliştirme gerektirir (Ahlers, 2020; Morgan, 2013).

Süpersonik uçuşlar sırasında yangın riskinin bulunmadığı bölgelerde dahi çeşitli sorunlar ortaya çıkabilir. Bunların başında, uçak gövdelerinin maruz kaldığı aerodinamik kuvvetler gelir. Bu durum, uçağın stabilitesini etkileyebilir ve kontrol edilebilirlik sorunlarına yol açabilir. Bununla birlikte, yüksek hızdaki uçuşlar sırasında aerodinamik ısıtma da dikkate alınması gereken bir faktördür. Yüksek hızda seyahat eden uçaklar, atmosferle etkileşim sonucu gövdelerinde ve kanatlarında ciddi ısınma yaşarlar. Bu durum, malzemelerin dayanıklılığını etkileyebilir ve aşırı ısınma nedeniyle yapısal zayıflıklara yol açabilir. Tüm bu faktörler, süpersonik uçuşların karmaşıklığını ve teknik zorluklarını vurgular. Uçak tasarımında ve operasyonel planlamada bu sorunların dikkate alınması, uçuş güvenliğinin ve operasyonel verimliliğin sağlanması açısından kritik öneme sahiptir. Askeri jetlerin termal tasarımı, pilotlar, mürettebat, silah sistemleri, elektronik ekipman ve yapılar gibi bileşenlerin maruz kaldığı aşırı sıcaklık ve sıcaklık değişimlerini en aza indirmek amacıyla uygulanan bir süreçtir. Yüksek hızlarda ve yüksek

manevra yetenekleriyle uçuş yapan askeri jetlerde, motorlar, silah sistemleri ve elektronik ekipman gibi unsurlar özellikle termal yönetim açısından önemlidir. Bu sistemlerin aşırı ısınması ve sıcaklık değişimlerine maruz kalması, performanslarını olumsuz etkileyebilir. Bu nedenle, askeri jetlerin termal tasarımı, uçağın operasyonel etkinliğini arttırmak ve görevlerini yerine getirirken maksimum güvenilirliği sağlamak için büyük önem taşır. Termal yönetiminde, aktif ve pasif soğutma sistemleri kullanılarak uçağın iç ve dış bileşenlerinin aşırı ısınmasının önlenmesi amaçlanır. Aktif soğutma sistemleri genellikle hava veya sıvı soğutma yöntemlerini içerirken, pasif soğutma sistemleri ise ısıyı absorbe eden veya yansıtan özel malzemelerin kullanımına dayanır. Özellikle pasif soğutma sistemleri, termal izolasyonu sağlamak için çeşitli malzemelerin kullanımını içerir. Bu malzemeler arasında, yüksek sıcaklıklara dayanıklı seramik battaniyeler ve düşük yoğunluklu, yüksek yalıtım sağlayan aerojel yalıtım battaniyeleri bulunur. Seramik battaniyeler, yüksek ısıya maruz kaldığında dahi dayanıklılığını koruyarak uçağın bileşenlerini korur. Aerojel yalıtım battaniyeleri ise düşük yoğunluklarına rağmen yüksek ısı yalıtımı sağlayarak uçağın içinde oluşan termal enerjinin dengelenmesine yardımcı olur (Ahlers, 2020; Morgan, 2013).

2.14.1. Pasif Soğutma Sistemlerinde Yaygın Kullanılan Malzemeler

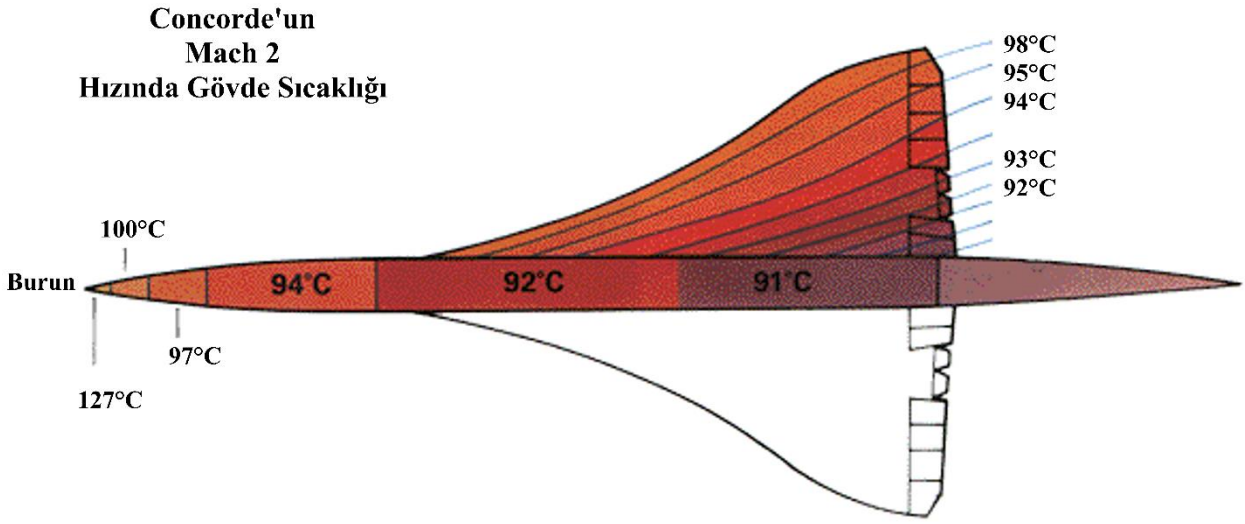
Havacılık açısından pasif soğutma için sıklıkla kullanılan malzemeler arasında polimid, fiberglas, seramik yalıtım malzemesi ve aerojel malzemeleri öne çıkmaktadır. Polimid, ısıya ve kimyasallara karşı dayanıklı, hafif ve esnek bir malzemedir. NASA tarafından uzay araçları için geliştirilen polimid köpüğü, uçak uygulamalarında da etkin şekilde kullanılmaktadır (Williams vd., 2001).

Fiberglas ise cam elyafından oluşmaktadır, termal performansı arttırılmış bir şekilde modifiye edilerek kullanılmaktadır. Sivil uçaklarda en yaygın kullanılan yalıtım malzemesidir. Seramik yalıtım malzemeleri, cam elyaf malzemesine göre daha üstün termal dayanım göstermesinden dolayı daha yüksek sıcaklık performansı ihtiyaç duyulan uygulamalarda kullanılmaktadır. Ancak, cam elyafa göre daha yüksek kütle yoğunluğuna sahip olması sebebiyle kullanımı sınırlıdır. Aerojel, dünyanın en hafif katılarından biri

olarak bilinmektedir. Aerojel malzemelerinin kompozitlerinden hazırlanan malzemelerin gelecekte kullanımı potansiyelini bulunmaktadır (Aegerter vd., 2022; Ahlers, 2020).

2.14.2. Concorde'un Süpersonik Hızda Karşılaştığı Termal Zorluklar

Süpersonik uçaklar, özellikle Concorde gibi 1960'ların ünlü modeli, aerodinamik ısınma sorununu ciddi şekilde ortaya çıkarmıştır. Bu uçaklar, atmosferle süpersonik hızlarda etkileşime girdiklerinde yüzeylerinde yoğun bir sıcaklık artışıyla karşılaşılmıştır. Bu durum, özellikle motor bölgelerinde büyük bir zorluk oluşturmuştur. Yüksek hızda seyir edilirken, motor bileşenleri aşırı ısınma riskiyle karşı karşıya kalmıştır ve bu termal stresle birlikte aerodinamik ısınma sorunu da arttırılmıştır (Huda vd.,, 2010). Örneğin, Concorde'un Mach 2.0 hızında yüzey sıcaklıkları, özellikle burun bölgesinde 127 dereceye kadar çıkabilmekte ve bu durum aerodinamik ısınma olarak adlandırılmaktadır. Bu nedenle, süpersonik uçakların uzun süreler boyunca yüksek hızlarda uçulması, yüzey sıcaklıklarının etkili bir şekilde kontrol edilmesini gerektirmektedir (Aerospaceweb.org 2023). Şekil 2.6'da Mach 2.0 hızında seyir halindeki Concorde uçağının yüzey sıcaklığı gösterilmiştir. Pasif soğutma teknikleri, bu tür ısıtma problemlerinin çözümünde kritik öneme sahiptir. Isıya dayanıklı malzemelerin kullanılması, termal yalıtımın sağlanması, aerodinamik tasarımın dikkate alınması ve radyatif soğutma gibi pasif soğutma yöntemleri, motor bölgelerinde ve yüzeylerde meydana gelen aşırı ısınmanın kontrol altına alınmasına yardımcı olabilir.



Şekil 2.6. Mach 2.0 hızında seyir halindeki Concorde uçağının yüzey sıcaklığı (Aerospaceweb.org, 2023)

2.15. Havacılık Araçlarında Tercih Edilen Malzemelerin Aşırı Sıcaklılarda Analiz Edilmesi

Günümüzde sivil havacılık ve savunma sanayilerinde faaliyet gösteren uçak, jet ve uzay araçlarının, malzeme seçimi oldukça kritik öneme sahiptir. Bu sektörlerde kullanılan hava araçlarının performans, güvenlik ve dayanıklılık değerlerinin karşılaması, özellikle malzeme tercihi sürecinin önemini arttırmaktadır. Bu bağlamda, mühendislik açısından kıymeti, aerodinamik olarak kabul edilebilir değerler, yüksek performans, hafiflik, uzun ömürlü ve güvenilir tasarımlar elde etme amacını taşımalıdır.

Havacılık ve uzay araçlarında malzeme seçimi genellikle özel alaşımlar ve kompozit malzemeleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Örneğin, karbon fiber takviyeli kompozit malzemeler, sivil havacılık sektöründe yaygın olarak kullanılan malzemeler arasında yer almaktadır. Savunma sanayisinde ise, malzeme seçimi çoğunlukla özel uygulamalara yöneliktir. Bu sektörde kullanılan hava ve uzay araçları için seçilen malzemeler genellikle yüksek sıcaklık dayanıklılığı, radar görünmezlik ve balistik direnç gibi özellikleri içermelidir. Titanyum alaşımları ve seramik kompozit malzemeler, savunma sanayisindeki yaygın kullanılan bileşenlerdir (Sharma vd., 2016).

Savunma sanayisinde malzeme seçimi, genel bir perspektiften bakıldığında ve özellikle uçak tasarımında, kritik bir stratejik unsurdur. Bu seçim süreci, askeri uygulamaların ve

hava araçlarının performansını, güvenilirliğini ve dayanıklılığını belirleyen önemli bir faktördür. Sivil havacılık ile savunma sanayisi arasındaki malzeme seçimi farklı gereksinimlere tabi olduğundan, her iki sektörde de malzeme seçimi politikası özel koşulları dikkate alarak uygulanır. Sivil havacılıkta hafiflik, yakıt verimliliği ve yolcu konforu önceliğe sahipken, savunma sanayisinde balistik direnç, radar görünmezlik, yüksek termal dayanım ve özel görevlere uygunluk gibi özellikler aranmaktadır (Sochor, 1991).

Sivil havacılık ve savunma sanayisi arasındaki uçak tasarımı ve malzeme seçimi konusundaki farklılıklar, her iki sektörün kendine özgü ihtiyaçlarından dayanmaktadır. Sivil havacılıkta, uçaklar genellikle ticari taşımacılık ve yolcu konforu geliştirmek amacıyla tasarlanır. Bu uçaklar, yüksek hızda seyahat etme ve yakıt verimliliği gibi özelliklere hedef alır. Güvenlik standartları genellikle sivil otoriteler tarafından belirlenir ve sivil uçakların tasarımı, yolcu güvenliği ve konforunu en üst düzeye çıkarmaya yöneliktir. Ayrıca, maliyet etkinliği ve büyük yolcu kapasitesi gibi ticari faktörler de önemlidir. Bununla birlikte, savunma sanayisindeki uçaklar genellikle askeri operasyonlar, keşif, saldırı ve taşıma gibi özel görevleri yerine getirmek üzere optimize edilmektedir. Bu uçaklarda performans, manevra kabiliyeti, dayanıklılık ve özel ekipmanların kullanılması kritik öneme sahiptir. Güvenlik standartları, düşman tehditlerine karşı dayanıklılık gibi askeri gereksinimlere uygun olarak belirlenir. Maliyet genellikle ikincil bir faktördür ve askeri yetenekler öncelikli olarak değerlendirilir (Pittini vd., 2023).

Havacılık ve uzay sanayilerinde, malzemelerin yanmazlık özellikleri ve genel yangın güvenliği, endüstrinin temel unsurları arasında kritik bir öneme sahiptir. Bu sektörlerde kullanılan malzemelerin yüksek yangın direncine sahip olması, sadece makinelerin ve yapıların dayanıklılığını arttırmakla kalmaz, aynı zamanda potansiyel yangın olaylarının etkilerini minimum düzeye indirerek insan güvenliğini sağlamak adına da hayati bir faktördür. Bu bağlamda, havacılık ve uzay sanayilerindeki malzemelerin yanmazlık özelliklerini değerlendirmek ve standartlaştırmak amacıyla özel test standartları ve yöntemleri geliştirilmiştir (Pittini vd., 2023).
NASA STD 6001B, uzay aracı malzemeleri için belirlenmiş kapsamlı bir test standardını sunmaktadır. Bu standart, malzemelerin yanmazlık, koku, gaz salımı ve uyumluluk

özelliklerini titiz bir şekilde değerlendirerek uzay araçlarının malzeme seçim sürecine kritik belirmektedir. ASTM E662 standart ise malzemelerin yangın durumlarında ortaya çıkan dumanın yoğunluğunu ölçmek amacıyla kullanılır. Özellikle uçak içi yangınlarında dumanın etkili bir rol oynadığı düşünüldüğünden, bu testin sonuçları yangın güvenliği açısından önem arz etmektedir (Technical, 2011).

Amerikan Federal Havacılık İdaresi (FAA) tarafından belirlenen standartları, sivil havacılık sektöründe kullanılan uçakların hava değerliği standartlarını belirler. Bu standartlar, uçak malzemelerinin yangın güvenliği ve dayanıklılığına dair çeşitli gereksinimleri içerir. Bu standartlar ve yöntemler, havacılık ve uzay sanayilerinde kullanılan malzemelerin yangın güvenliği performansını değerlendirmek ve iyileştirmek için mühendislik çözümleri geliştirmek amacıyla kullanılır. Uçak ve uzay aracı tasarımında, malzeme seçiminden başlayarak, bu standartlara uyulması endüstri standartlarına ve düzenlemelere uygunluğu sağlamak açısından kritik bir öneme sahiptir. BSS 7230 ise British standart tarafından geliştirilmiş bir standart olup uçak malzemelerinin yangın sırasında ortaya çıkan gazların toksitisitesini değerlendirir. Bu tür testler, yangın durumlarında ortaya çıkan zehirli gazların kontrol altına alınması ve minimum düzeyde tutulması için hayati önem taşır. Bu endüstrilerde kullanılan malzemelerin performansı, özellikle yangın durumlarına karşı olan reaksiyonları, toksisite gibi çeşitli faktörlerle kapsamlı bir şekilde değerlendirilmektedir (McNeil vd., 2022; Sanders, 1995). BSS 7230 standart testi, uçak malzemelerinin olası yangın durumlarında ortaya çıkan gazların toksisitesini belirlemede kullanılır. Test, belirli bir sıcaklık ve koşullarda malzemelerin dumanının içerdiği toksik gazları analiz ederek, yangın durumlarından kaynaklanan potansiyel sağlık risklerini değerlendirir ve uygun güvenlik önlemlerinin alınmasına olanak sağlar. Bu test, uçak iç mekanlarında kullanılan çeşitli malzemelerin toksisite performansının belirlenmesinde kritik bir rol oynar. Malzemelerin yangın durumlarında ortaya çıkan dumanın içerdiği gazların, yolcu ve mürettebat sağlığı üzerindeki etkileri bu test ile detaylı bir şekilde değerlendirilir. Bu değerlendirme, sadece yangın güvenliği standartlarına uyumu sağlamakla kalmaz, aynı zamanda olası bir yangın durumunda etkili güvenlik önlemlerinin alınmasında hayati bir öneme sahiptir (FAA, 2000). Bu çalışmada, BSS 7230 standart testinin uygulama alanlarını ele almak ve bu testi kendi test sistemimize uygun bir şekilde yenileyerek,

yüksek sıcaklıkta (2000-2500°C) yanıcı özelliklere sahip aerojel kompozit malzemenin yanması sonucu oluşan dumanın GC-MS cihazında karakterize edilmesi amaçlanmıştır. Bu çalışma, geleneksel test yöntemlerinin ötesinde bir analitik yaklaşım sunmaktadır. GC-MS analizi, duman içindeki gazların belirli bileşenlerini tanımlayarak, yangın durumlarında ortaya çıkan potansiyel toksik maddelerin kimyasal kimliğini belirlemekte ve bu maddelerin potansiyel etkilerini değerlendirmede etkili bir araç olarak kullanılmıştır.

Bu çalışma, yüksek sıcaklıkta malzeme yanmasının ve elde edilen dumanın GC-MS analizinin, havacılık ve uzay endüstrilerinde kullanılan malzemelerin yangın güvenliği performansının daha kapsamlı bir şekilde değerlendirilmesine nasıl katkı sağlayabileceğini incelemiştir. Ayrıca, geleneksel test yöntemleri ile elde edilen verilerle karşılaştırılarak, bu yeni yöntemin avantajlarını ve sınırlamalarını analiz edecektir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Kimyasallar

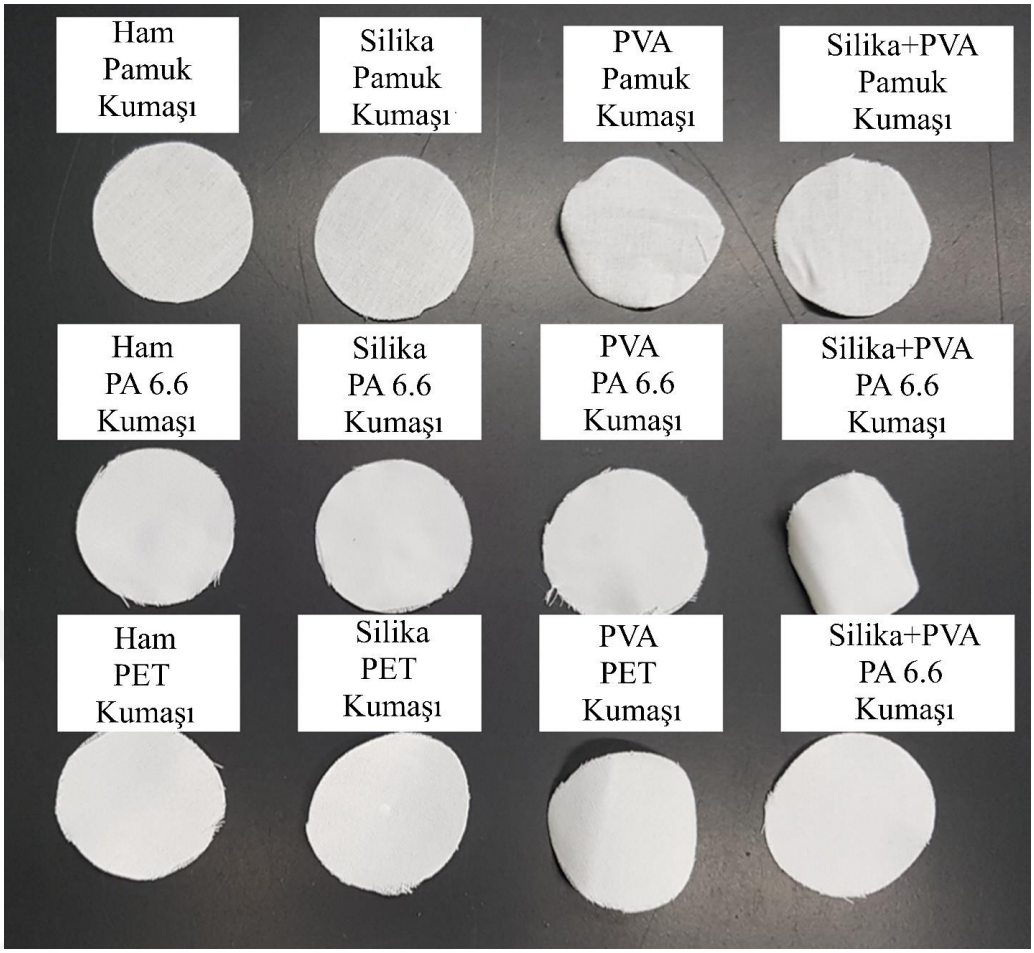
Tetraetil ortosilikat (TEOS, %98, CAS# 78-10-4) ve poli(vinil alkol) (PVA, 88000 Da, asetilasyon %87,0-89,0, CAS# 9002-89-5), Sigma Aldrich'ten tedarik edildi. Hidroklorik asit (HCl, %37 sulu çözelti) ve mutlak etanol (EtOH, %99,9), Isolab Chemicals'ten satın alındı. Deneyler boyunca deiyonize su (DI) kullanıldı. Tüm kimyasallar, ilave bir saflaştırma işlemine tabi tutulmadan alındığı şekliyle kullanıldı. Pamuk (düz dokuma), PA 6.6 (dimi dokuma) ve PET kumaş (dimi dokuma) ve başka bir işleme tabi tutulmadan kullanılmıştır. Kumaşlar, numunelerin 25°C sıcaklıkta ve %65 bağıl nemde bir odada 24 saat bekletilmesiyle şartlandırılmıştır.

Metiltrimetoksisilan (MTMS, %98, CAS# 1185-55-3), sodyum dedodesil sülfat (SDS, %99, CAS# 151-21-3), hidroklorik asit (HCl, %37, CAS#7647-01-0), amonyak solüsyonu (NH_4OH %25, CAS# 1336-21-6) ve n-Hekzan (CAS# 110-54-3) Sigma Aldrich'ten temin edilmiştir. Susuz etanol (EtOH, %99,9) Isolab Chemicals ve Honeywell Riedel-De-Haën alınmıştır. Deneylerde deiyonize su (DI) kullanılmıştır. Seramik yalıtım battaniyeleri, ortalama fiber çapı yaklaşık 4,5 μm sahiptir ve yerel bir satıcıdan satın alınmıştır. İkinci çalışmada kullanılan Seramik yalıtım battaniyeleri (Ravaber 1260), yerel bir tedarikçiden temin edilmiştir. Ravaber 1260'ın teknik veri tablosuna göre, bileşiminde SiO_2 ağırlıkça %54, Al_2O_3 ağırlıkça %45, MgO+CaO ağırlıkça %1 aralığında bulunmaktadır. Seramik yalıtım battaniyeleri, kullanımdan önce 25°C ve %65 nemde 24 saat boyunca kondisyonlanmıştır.

3.2. YÖNTEM

3.2.1. Sol-Jel Silika Kaplanmış Kumaşların Isıl ve Mekanik Özellikleri

Silika solünü hazırlamak için, TEOS'un EtOH ve su ile 3:2:1 ağırlık oranında hidrolizi ile reaksiyon başlatıldı. Hidroliz reaksiyonları, 0,005 M HCl'ın damla damla etanol ve su karışımına eklenerek pH'ının 2'ye ayarlanması ve asidik şartların oluşturulması ile gerçekleştirildi. Hidroliz, oda sıcaklığında pH 2'de 1 saat boyunca gerçekleştirildi. PVA çözeltisi, DI su içinde üç aşamada %5 ağırlık konsantrasyonunda hazırlandı. Öncelikte kuru ağrılık miktarı hesaplanan PVA'nın su içinde şişmesi sağlanarak gece boyunca bekletildi. Bu şekilde, karıştırma esnasında polimer zincirlerinin kırılmadan ve şişmesinden kaynaklı olarak daha rahat çözünmesi sağlandı. Daha sonra ikinci olarak, 60°C'de 2 saat boyunca ultrasonik banyo karıştırıldı. Son olarak, berrak bir çözelti elde etmek için 90°C'de 30 dakika boyunca manyetik karıştırma yapılarak tamamlandı. Numuneler, silika solü, PVA çözeltisi ve Silika+PVA (1:1 hacim oranında) çözeltileri kullanılarak daldırma yoluyla kumaş üzerine kaplanması sağlandı. Daha sonra kumaş örnekleri, her bir kaplama çözeltisine dikey olarak daldırıldı. Kumaşlar tamamen kapandıktan sonra üzerlerindeki fazla çözeltinin damlama bitene kadar oda şartlarında bırakıldı ve akabinde, 80°C'de 30 dakika boyunca kurutuldu. Aynı prosedür, her bir kaplama numunesi için ayrıca tatbik edildi. Sentezden sonra elde kumaşların fiziksel görünüşleri Şekil 3.1 de gösterilmiştir.



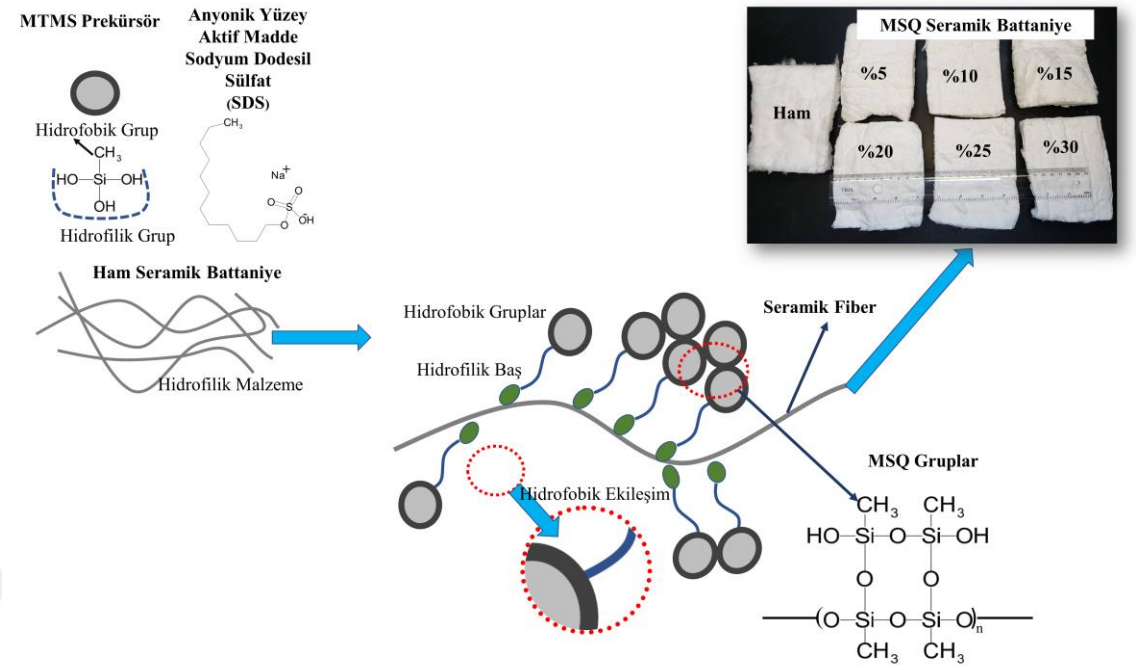
Şekil 3.1. Daldırma yöntemiyle kaplanan kumaşların görüntüleri

3.2.2. Anyonik Bir Yüzey Aktif Madde Kullanılarak Hazırlanan MSQ Aerojel Seramik Battaniye Sentezi

MSQ aerojeli, iki aşamalı asit-baz sol-jel yöntemi kullanılarak sentezlenmiş, ardından yaşlandırma işlemine tabi tutularak çözücü değişimi gerçekleştirildi ve atmosfer basıncında konvansiyonel bir etüvde kurutuldu. Bu süreçte, başlangıçta sentez için anyonik yüzey aktif madde SDS (sabit olarak %0,2 ağırlıkça) ve EtOH/su içinde çözünmesi sağlandı. Tüm örnekler için SDS oranı sabit tutularak hazırlandı ve tüm numunelerde aynı şekilde kullanıldı. SDS, tamamen berrak bir çözelti elde edilebilmesi amacıyla 30 dakika boyunca şiddetli bir şekilde karıştırıldı. Sol içindeki EtOH/su oranı 2:1 ağırlıkça olarak ayarlandı ve tüm numunelerin hazırlanmasında aynı yöntem uygulandı. Devamında, önceden hesaplanan EtOH/su oranı kullanılarak MTMS

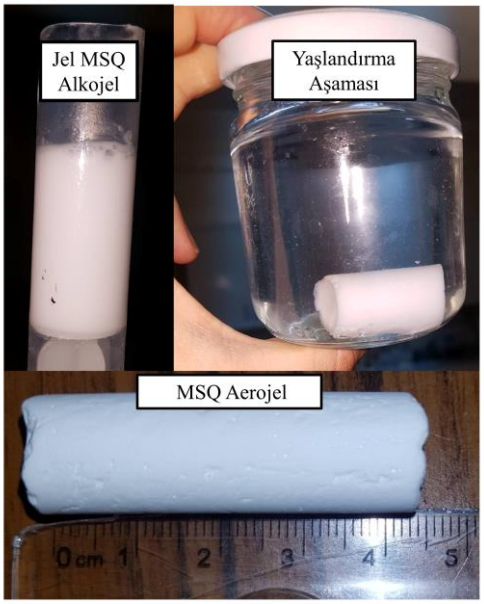
çözeltisine eklenerek hidroliz başlatıldı ve EtOH/su içinde %5-30 arasında değişen ağırlık oranlarıyla hazırlandı. Prekürsör ve çözücü daha önceki çalışmamızda detaylıca açıklanmıştı (Tav vd., 2021). Hidrolizi hızlandırmak amacıyla solüsyona damla damla 0.05 M HCl asidik katalizatör eklenerek pH değeri 2'ye kadar düşürüldü. Bu şartlar altında 4 saat boyunca güçlü bir şekilde karıştırılan karışım, daha sonra kondensasyon reaksiyonlarını başlatabilmek için solüsyona damla damla 0,02M NH_4OH baz katalizatörü eklenerek pH 10'e yükseltildi. Bu aşamada, 5 dakika daha karıştırıldıktan sonra jelleşme tamamlanmadan aerojel elde edebilmek için karışım bir kalıba döküldü. Aerojel yalıtım battaniyelerini elde etmek için (9x2x15 cm^3), seramik battaniye solüne 10 dakika boyunca batırılarak, matrisin ıslanmasına ve sol malzemesinin iç kısımlara nüfuz etmesine imkân tanındı. Numunelerin tamamen jelleşme süresi yaklaşık olarak 6 saat sürdü. Her örnek için bu prosedür ayrı ayrı tekrarlandı ve MSQ alkojel battaniyeleri, %5-30 ağırlıkça olacak şekilde 6 adet aerojel yalıtım battaniyesi hazırlandı. Daha sonra oluşan jel yapısının güçlenebilmesi için numuneler, bir etanol kabına konuldu ve haftada üç kez yeni etanol ile yenilendi. Daha sonra, numunelerin kurutma sürecine hazırlanabilmesi için bu sefer n-hekzan içeren bir kaba transfer edildi ve haftada üç kez tazelenerek tekrarlandı. Amaç, hem yaşlandırma işlemini bu aşamada izlemek hem de kurutma öncesi apolar çözücü ile çözücü değişimi yaparak içyapı içerisinde kalan reaktanlar, yüzey aktif maddeler, su ve etanolü tamamen temizleyerek kurutma işleminde daha verimli sonuçlar elde amacıyla uygulandı. Kuruma aşamasında, iki aşamalı sıcaklık ve kuruma süresi uygulandı. İlk aşamada örnekler, 75°C'de 8 saat boyunca işlem gördü. Bu süreç, kapiler gerilimi mümkün olduğunca azaltarak n-hekzan yapıdan uzaklaşmayı sağladı. Daha sonra, 150°C'de 4 saat daha işlem gördü, tam kuruma sağlandı. Toplamda 12 saat süren bir işlemle kurutuldu.

Silika aerojelin bilimsel sentezi ve fiziksel görünümü, Şekil 3.2'deki akış şemasında gösterilmiştir. Bu akış şeması, silika aerojel ve aerojel yalıtım battaniyelerinin sentezi sırasında meydana gelen reaksiyonları ve sentez prosedürünün adımlarını temsil etmektedir. Ayrıca, akış şeması elde edilen aerojel malzemesinin fiziksel özelliklerini ve aerojel yalıtım battaniyelerin benzersiz yapısal özelliklerini temsil etmektedir.



Şekil 3.2. MSQ aerojel ve aerojel yalıtım malzemesinin sentez akış şeması

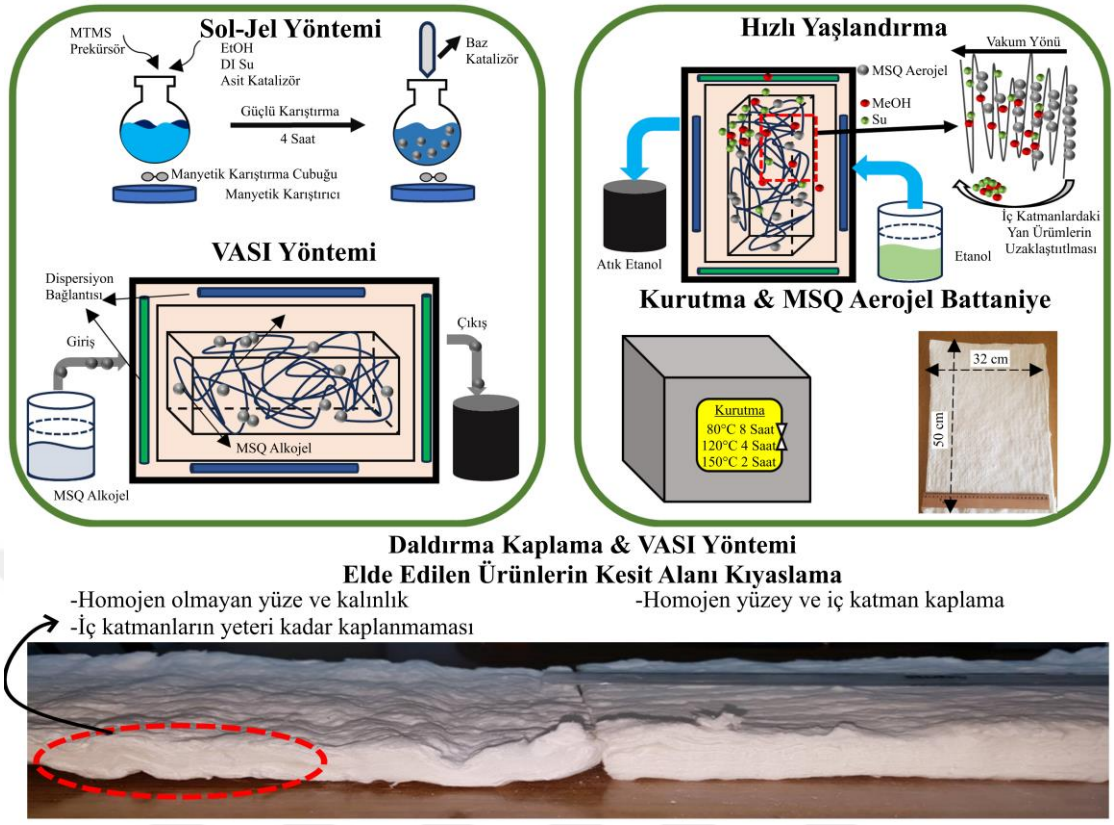
Sentezlenen MSQ aerojellerin jelleşme, yaşlandırma ve kurutma adımlarını takiben elde edilen görüntüsü, Şekil 3.3'te gösterilmiştir. Bu adımlar, MSQ aerojellerin istenen morfolojik ve kimyasal özelliklere ulaşmasını sağlamak için jelleşme sürecinde malzeme, homojen bir yapı kazanırken; kurutma aşaması ise aerojel yapılarının oluşumunu tamamlayarak son ürünün şekillenmesini sağlar. Bu gözlemler, MSQ aerojellerin karakterizasyonu ve performans değerlendirmesi için temel bir referans sunmaktadır.



Şekil 3.3. MSQ aerojelin sentez aşamaları ve son ürüne ulaşma süreci

3.2.3. VASI Yöntemi Kullanılarak MSQ Aerojel Battaniyelerin Üretilmesi

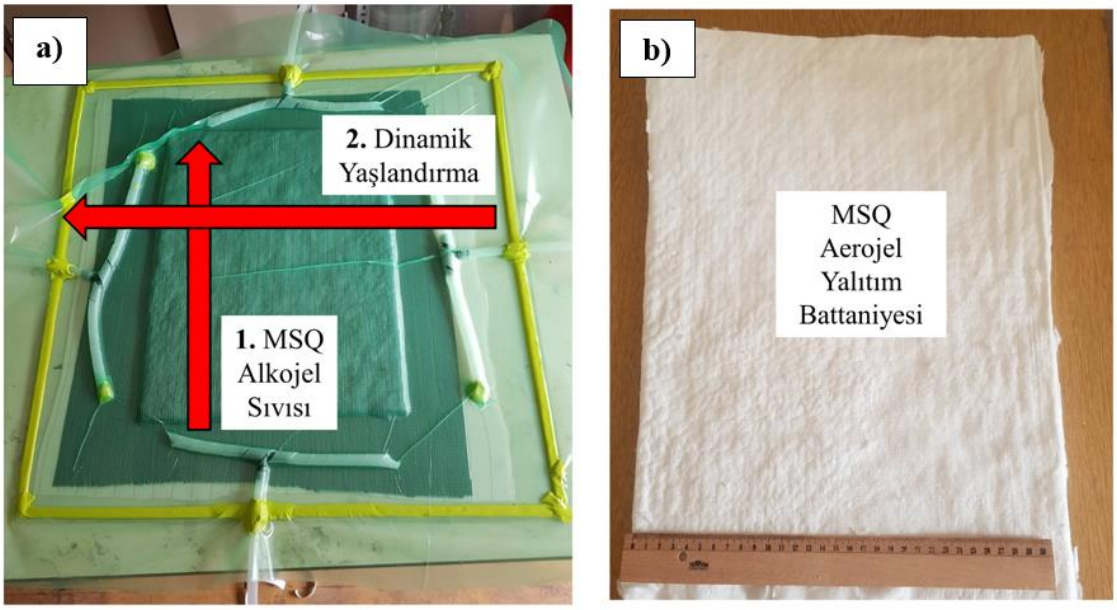
MTMS sentez proses, literatürde detaylı bir şekilde açıklanan iki aşamalı asit-baz sol-jel yöntemi doğrultusunda hazırlandı (Tav vd., 2023). Aerojel yalıtım battaniyesinde, büyük boyutlu aerojel yalıtım battaniyeleri elde etmek için vakum infüzyon sol-jel yöntemi (VASI) kullanıldı. Bu yöntem, geleneksel kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan vakum infüzyon yöntemlerine benzemektedir. (32x2x50 cm^3) büyüklüğündeki battaniyeler, bu tekniği kullanarak üretildi. Şekil 3.4'te VASI yöntemi kullanılarak MSQ aerojel battaniyenin üretim akış şemasını göstermektedir.



Şekil 3.4. VASI yöntemi kullanılarak MSQ aerojel battaniyesinin üretim akış şeması

VASI yöntemiyle üretim yapmanın avantajı, Şekil 3.4'te görüldüğü gibi her noktada homojen kaplama yapılabilmesine olanak sağlamaktadır. Daldırma kaplama yönteminde ise yer çekimi sebebiyle deşarj anında alt kısımda damlama sorunu oluşmaktadır. Deşarj olan kısımlarda daha fazla aerojel birikimi olmakta ve yapı içinde homojen olmayan bölgeler oluşturabilmektedir. Bununla birlikte, jelleşme başladıkça viskozite artışı olmaktadır ve bu durum özellikle iç bölgelerin ıslanmasını zorlaştırarak delaminasyon riskine neden olmaktadır. Aerojel battaniyesinin her noktasını eşit bir şekilde ıslatabilmek için, yer çekimine dik bir şekilde vakum yardımıyla aerojel solu taşınarak matris daha başarılı bir şekilde ıslatılabilir (Hindersmann, 2019; Tang vd., 2017). Ayrıca, VASI yöntemi, yaşlandırma aşamasını da birleştirilmesiyle üretim sürecini daha da optimize edebilir. Yaşlandırma süreci geleneksel üretim adımlarında statik olarak gerçekleştirilir. Sentezlenen alkojel bir konteynere alınarak belirli süreler boyunca çözücü değişimi yapılır ve difüzyon yoluyla malzeme içindeki istenmeyen safsızlıklar uzaklaştırılır. Belirli periyotlar halinde taze çözelti ilavesiyle sürekli olarak tekrarlanır. VASI yönteminde ilk

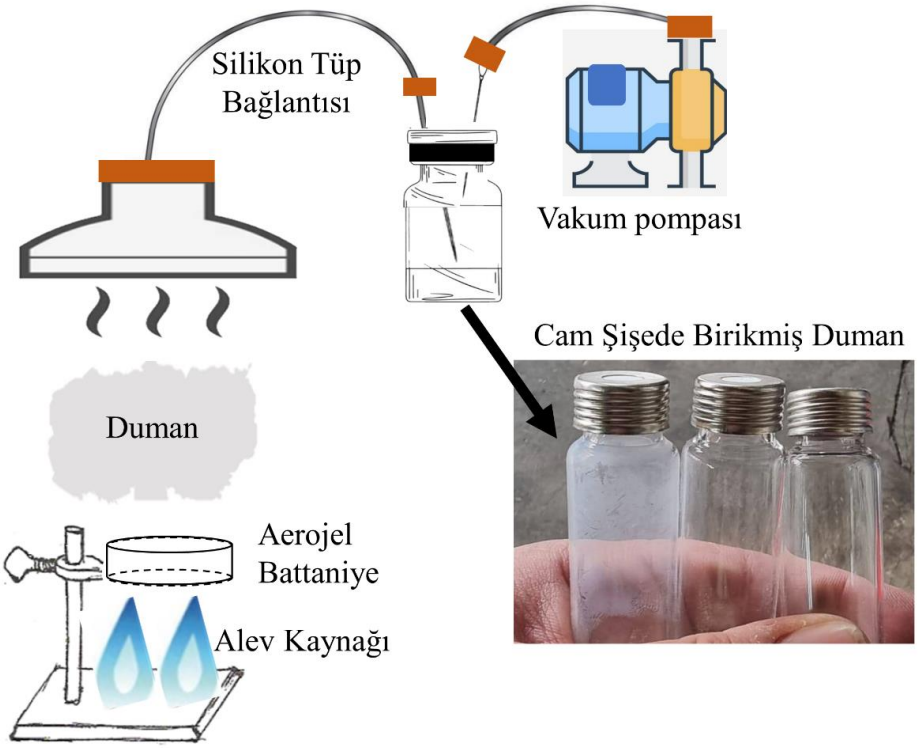
adım, dinamik olarak yaşlandırma adımı gerçekleştirilmektedir. Örneğin, teknik etanol ile yıkama uygulanabilir. Daha sonrasında, jellerin güçlendirilmesi için etanol konteynere alınabilir. Şekil 3.5 a'da görülen VASI yöntemiyle sentezlenen aerojel yalıtım malzemesi, 2. besleme bağlantısından teknik etanol çözeltisiyle beslenerek alkojel battaniyesinin iç kısımlarındaki mevcut safsızlıkları, metanol ve suyu aktif bir şekilde uzaklaştırabilir. Bu iyileştirme, yaşlandırma sürecinin kinetiğini hızlandırır, hızlandırılmış çözücü değişimi sağlanabilir. Bu stratejik birleşim, son kompozitin saflığını önemli ölçüde arttırabilir. Böylece hem zaman hem de malzeme sarfiyatı konusunda tasarruf sağlanarak VASI yönteminin büyük ölçekli üretim için öne çıkan bir seçenek haline gelmektedir. Sonrasında, n-hekzan içinde de yaşlandırılan kompozit malzeme, toplamda 18 saat boyunca atmosferik basınçta konvansiyonel bir etüvde kurutulmuştur. İlk olarak 80°C'de 12 saat süresince kurutulmuş, ardından 120°C'de ekstra 4 saat boyunca daha kurutulmuş ve en son olarak, önceki çalışmaya göre daha hacimli olmasından dolayı ek ilave olarak 150°C'de 2 saat boyunca kurutma işlemi uygulanarak elde edilmiştir. Elde edilen aerojel battaniyenin sentezi ve kurutma tamamlandıktan sonraki fiziksel görüntüsü ise Şekil 3.5 b'de gösterilmiştir.



Şekil 3.5. a) VASI yöntemi kullanılarak laboratuvar ortamında sentezlenen aerojel battaniyesinin, b) aerojel yalıtım battaniyesinin fiziksel görünümü

3.2.4. VASI MSQ Aerojel Battaniyesinin 2000-2500°C Arasında Yakılarak Özelliklerinin Belirlenmesi

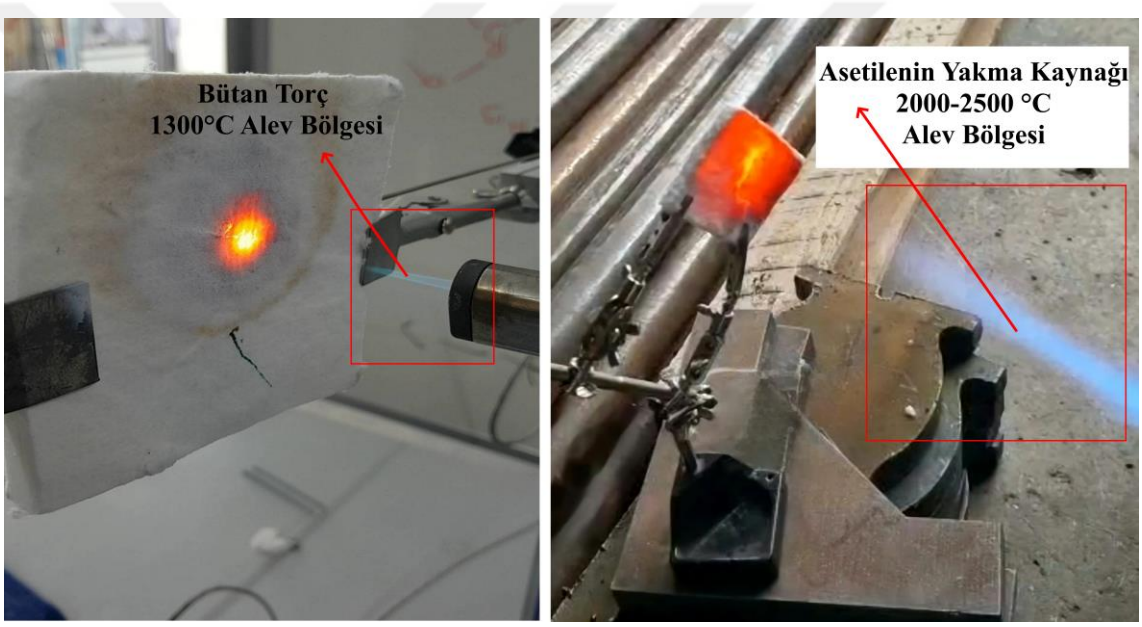
VASI yöntemiyle hazırlanan aerojel battaniyeler, 2000-2500°C yüksek sıcaklıklarda 10 saniye süreyle yakılmıştır. Yanma sırasında ortaya çıkan emisyonlar, kimyasal yapılarının belirlenmesi amacıyla duman örnekleri bir cam vialde toplanmıştır. Yanma süreci sırasında ortaya çıkan uçucu organik bileşenlerin (UOB'ler) kimyasal bileşimleri ve miktarları, detaylı bir şekilde GC-MS analizi ile incelendi. Bu yöntem, dumanın bileşiminin detaylı bir şekilde incelenmesine olanak tanıyarak malzemenin aşırı koşullar altındaki davranışına dair değerli bilgiler sağlar. Bu mekanizmanın bir temsili, Şekil 3.6'da gösterilmiştir.



Şekil 3.6. Yanma süreci (2000-2500°C) sırasında ortaya çıkan UOB'lerin daha sonra analiz edilmek üzere cam viallerde toplanması

Şekil 3.7 a'da numunesinin 1300°C'ye kadar olan bütan torç yanma testi, aerojel yalıtım malzemesine temas ettiğinde meydana gelen durumu gösterilmektedir. Bu test sırasında, numunenin ön yüzeyinde sınırlı bir akkor kırmızı alan oluşturulmuş, ancak sıcaklığın

daha düşük olması nedeniyle bu akkor bölge daha kontrollü bir şekilde yayılmıştır. Şekil 3.7 b'deki numunesinin ise asetilen kaynaklı 2000-2500°C arasında gerçekleştirilen yakma testi, daha zorlu bir koşulda uygulanmıştır. Bu test, daha büyük bir alev kaynağı altında gerçekleştirilmiş ve numune daha yüksek sıcaklıklara maruz bırakılmıştır. Sonuç olarak, numunenin yüzeyi alev temasından dolayı geniş bir akkor kırmızı bölge ile kaplanmış ve kırmızı renkte ışıldayan bir görünüm kazanmıştır. Bu durum, aerojel yalıtım malzemesinin, daha zorlu şartlarda bile yapısal bütünlüğünü koruma yeteneğini göstermektedir. İkinci test, aerojelin yüksek sıcaklıklarda dahi etkili bir şekilde performans gösterebildiğini ve malzemenin daha zorlu koşullara karşı direncini ölçmek için tasarlanmıştır.

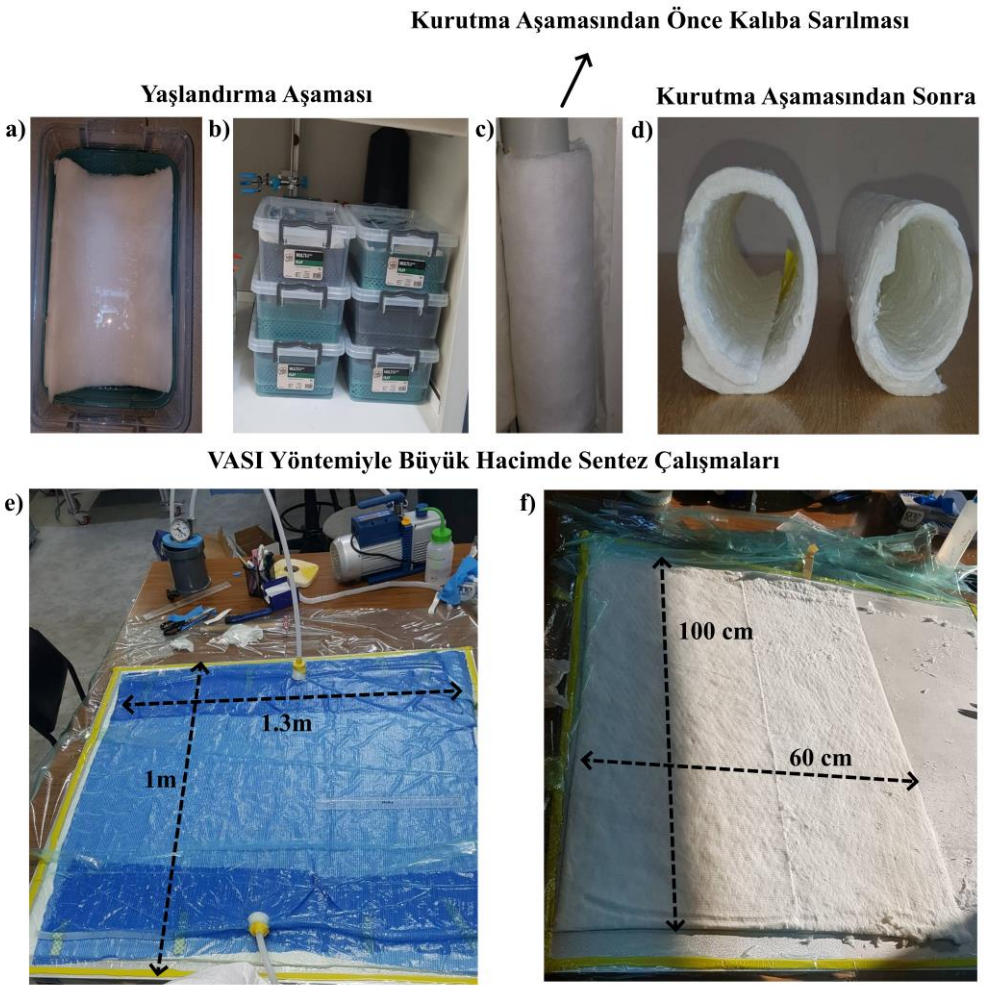


Şekil 3.7. a) 1300°C yakma testi sırasındaki görselleri, b) 2000-2500°C yakma testi sırasındaki MSQ aerojel battaniyelerinin yakma testi sırasındaki görselleri

3.2.5. VASI MSQ Aerojel Battaniyesinin Montaj Sistemine Uygun olarak Analiz Edilmesi

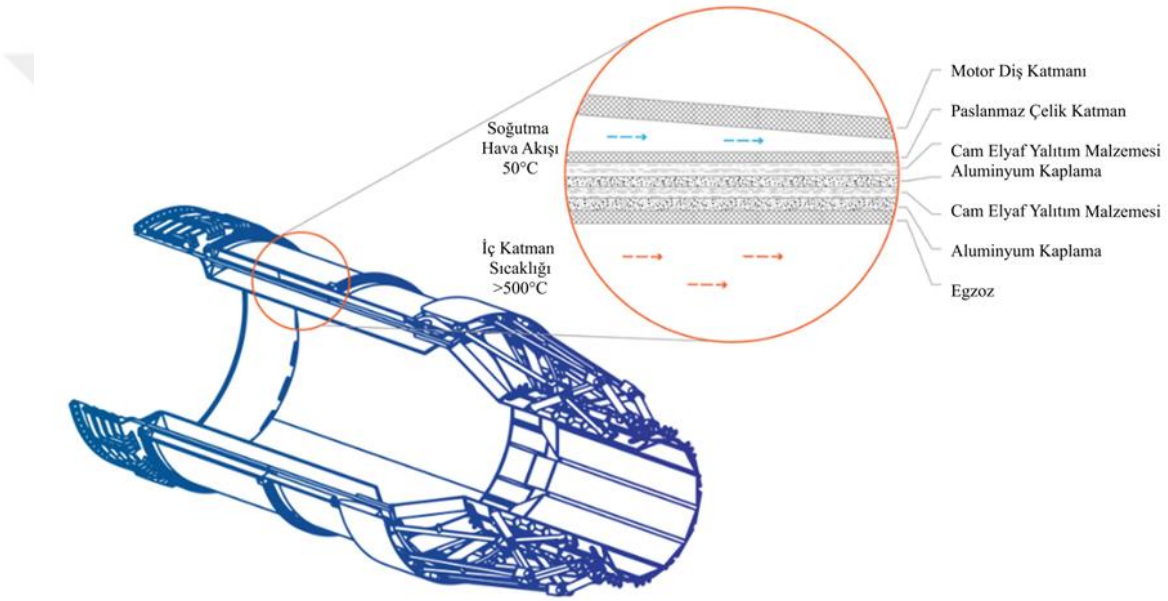
Tablo 3.8'de, MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin büyük ölçekli VASI yöntemiyle sentezlenmesi sürecindeki aşamalar açıkça görülmektedir. Şekil 3.8 a ve Şekil 3.8 b, yaşlandırma konteynerinde bulunan MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin görüntülerini içermektedir. Şekil 3.8 c'de, MSQ alkojel battaniyesi, silindir formunda ortam basıncında

kurutulmuş ve bu işlem sonucunda elde edilen görüntü gösterilmiştir. Yalıtım battaniyesinin kıvrıldıktan sonraki görüntüsü, Şekil 3.8 d'de açıkça gözlemlenebilir. Bu aşamada sentezlenen aerojel yalıtım battaniyeleri, 21 cm genişliğinde, 30 cm uzunluğunda ve 1,5 cm kalınlığındadır. Şekil 3.8 e ve Şekil 3.8 f görsellerinde, daha büyük ölçekli malzeme üretmek amacıyla yeni bir sistem kurulmuş ve tek seferde 1,2 m² yüzey alanına sahip silika aerojel battaniyeleri başarıyla elde edilmiştir. Bu sistemde, toplamda tek seferde 2 parçadan oluşmaktadır. Her bir malzemenin boyutları 60 cm genişliğinde ve 1 m uzunluğundadır ve bu özellikler Şekil 3.8 e'de net bir şekilde görülmektedir. Bu elde edilen numuneler, prototip olarak geliştirilen sistemde ısı yalıtımını sağlamak amacıyla sentezlenmiştir.



Şekil 3.8. a-b) Aerojel yalıtım battaniyelerin yaşlandırma aşaması, c) kurutma aşaması öncesinde kalıba sarılması, d) kurutma işlemi tamamlanan aerojel yalıtım battaniyesi, e-f) VASI yöntemi kullanılarak sentezlenen 60x100cm^2 ebatlarındaki büyük aerojel yalıtım battaniyeleri

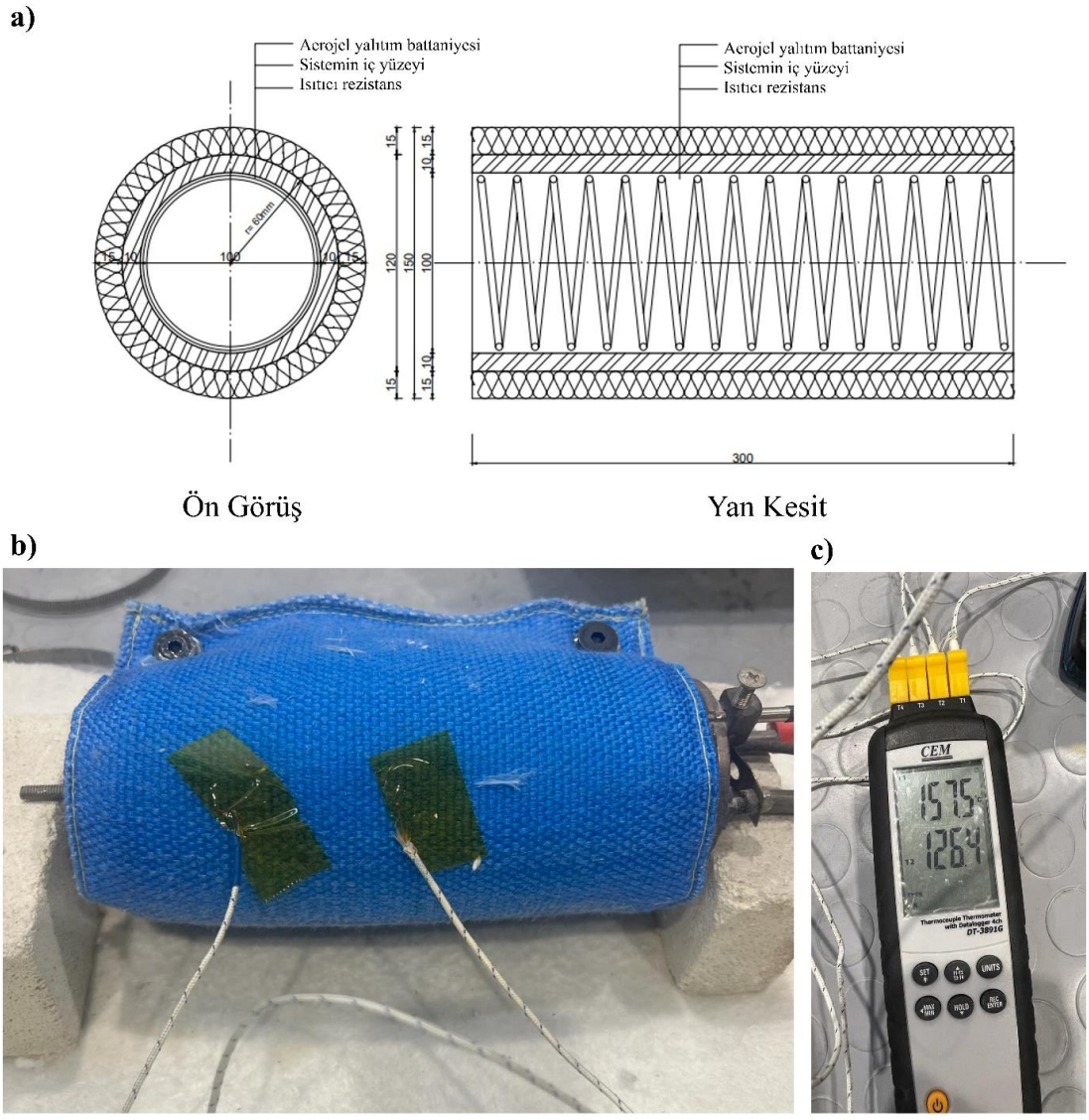
Jet motor egzoz sistemleri, uçaklarda motor tarafından üretilen egzoz gazlarının belirli bir hız ve yönde atmosfere yönlendirilmesinde ve uçağı ileri doğru itmeye yarayan ekipmanlardır. Egzoz sistemleri çoğunlukla yüksek sıcaklıklara dayanıklı alaşımlardan imal edilmektedir. Egzoz gazları motorun işleyişi sırasında çok yüksek sıcaklıklara ulaşabilmektedir. Ancak, egzoz bölgesinde kullanılan malzeme seçimi ve soğutma sistemleri, yüksek sıcaklıklara dayanıklılığı sağlayarak, egzozun dayanıklılığı arttırılmaktadır (Mattingly vd., 2002; Vinay vd., 2017). Şekil 3.9'da jet motor egzoz sisteminin kesit görünümü gösterilmekte ve yalıtım battaniyesinin temsili konumu gösterilmektedir.



Şekil 3.9. Jet motor egzoz sisteminin kesit görünümü ("Aeolus | Exhaust - JetX Engineering", 2024)

Doktora tez süresince sentezlenen aerojel yalıtım battaniyeleri, elde edilen deneyimlere göre en uygun formülasyon geliştirilerek TUSAŞ ARGE laboratuvarlarında gerçek zamanlı montaja uygun olarak termal iletkenlik testi gerçekleştirildi. Test sisteminin teknik resmi, Şekil 3.10 a'da gösterilmiştir. Test sistemi, boru şeklinde bir yapıya sahiptir ve iç yüzey sıcaklığı 600°C'de, serpantin ısıtıcılarla ısıtılarak test analiz sıcaklığına getirilmekte ve analiz süresince aynı sıcaklıkta tutulmaktadır. Bununla birlikte,

Şekil 3.10 b'de uygun hacimde ve ebatta sentezlenen aerojel yalıtım malzemesi, montaja hazır bir şekilde kullanılabilecek şekilde kılıf içerisine giydirilerek test edilmiştir. Bu kılıf, malzemenin test sürecinde doğru bir şekilde konumlandırılmasını sağlamakta ve dış etkenlerden korunmasına yardımcı olmaktadır. Şekil 3.10 c'de, iki farklı noktadan termokupl aracılığıyla dış yüzey sıcaklığı ölçülmüş ve elde edilen sonuçlar data logger üzerinden kaydedilmiştir. Analiz süresi 1 saat olarak belirlenmiş ve bu süre boyunca aerojel yalıtım battaniyesinin termal performansı sürekli olarak izlenmiştir. Bu detaylı analizler, aerojel yalıtım malzemesinin gerçek dünya koşullarında nasıl davrandığını anlamak için önemli bir adım oluşturmaktadır. Tüm bu çalışmalar, prototip laboratuvar sisteminin etkinliğini ve güvenilirliğini göstermektedir. Aerojel yalıtım malzemesinin gerçek zamanlı testi, malzemenin endüstriyel uygulamalardaki performansını değerlendirmek için hayati bir öneme sahiptir ve geliştirilen laboratuvar sistemi bu değerlendirmelerin başarılı bir şekilde gerçekleştirilmesine olanak tanımaktadır.



Şekil 3.10. a) Prototip egzoz ünitesinin teknik resim görüntüsü, b) aerojel yalıtım battaniyesinin egzoz üstünde montajı ve test edilmesi, c) test süresince egzoz sıcaklığının veri kaydedici ile kaydedilmesi

3.3. Karakterizasyon Teknikleri

3.4. Yüzey Morfolojisinin Belirlenmesi

3.4.1. Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Analizi

Morfolojik yapı analizi için Quanta 400F alan taramalı elektron mikroskop (FESEM) cihazı kullanılarak tayin edilmiştir. Numunelerin mikroyapısını inceleyebilmek amacıyla, önceden 15 nm kalınlığında Au/Pd ince film ile kaplanmıştır. Analizde, ikincil elektron detektörü kullanılarak 20 kV potansiyelinde, yüksek vakum ortamında gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda, elementel analiz SEM cihazına bağlı X-ışını spektroskopisi (EDX) yöntemiyle belirlenmiştir.

3.4.2. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi

TEM analizleri, MSQ aerojel ve SDS+MSQ aerojel malzemelerinde kullanılmıştır. Cihaz, 200 kV'de çalışan FEI TALOS F200S TEM kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Analiz numunesinin hazırlığı şu şekildedir: Aerojel numuneleri analizden önce pulvarize edilir, ardından susuz metanol içinde 10 dakika boyunca sonikasyona tabi tutularak çözelti içinde dispers edilir. Daha sonra, standart delikli karbon kaplı bakır kartuşa damlatılarak ölçüm alınır.

3.4.3. N_2 Absorpsiyon-Desorpsiyon Ölçümü, Yüzey Alanı ve Gözenek Özelliklerin Belirlenmesi

Brunauer-Emmett-Teller (BET) ve Barrett-Joyner-Halenda (BJH) yöntemleri kullanılarak örneklerin yüzey alanı ve gözenek yapısı belirlenmiştir. MSQ aerojel, ham seramik battaniye ve MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin azot izotermileri belirlenmiştir. Numuneler, analiz öncesinde 120°C'de 16 saat vakum altında tutularak degaz işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra, -196,15°C'de N_2 adsorpsiyon-desorpsiyon izotermileri elde edilmiştir.

3.5. Kimyasal Yapının Tayin Edilmesi

3.5.1. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi

MSQ aerojel, MSQ yalıtım battaniyesi ve ham seramik battaniyesinin kimyasal yapısını belirlemek amacıyla analizler gerçekleştirilmiştir. Bu analizler, Perkin Elmer Spectrum Two spektrometresi kullanılarak yapılmıştır. 4000-500 cm^{-1} dalga boyu aralığında elde edilen absorpsiyon spektrumları, Attenuated Total Reflectance (ATR) düzeni kullanılarak elde edilmiştir. Bu süreçte, 256 tarama hızı kullanılmış ve çözünürlük 4 cm^{-1} olarak gerçekleştirilmiştir. Analizler, numunenin kimyasal yapısını belirlemek amacıyla her bir numune için 3 ölçüm alınarak gerçekleştirilmiştir.

3.5.2. Katı ^{13}C ve ^{29}Si Nükleer Manyetik Rezonans (KNMR) Analizi

MSQ aerojelinin moleküler yapısı ve bağlanma özelliklerini daha ayrıntılı bir şekilde incelemek amacıyla, ^{13}C ve ^{29}Si magic-angle spinning (MAS) nükleer manyetik rezonans (NMR) analizleri, Bruker Superconducting solid NMR Spectrometer cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Özellikle, Avance TM 300 MHz Wb, B_0 = 7 T manyetik alan şiddeti ile çalışan bu cihaz, Bruker 4 mm MAS probu 1H/BB kullanılarak, örneklerin 8500 Hz'de döndürülmesiyle çalışmıştır. ^{13}C analizi için verici frekansları 75,377ayarlanırken, ^{29}Si MAS NMR analizi için verici frekansı 59,556 olarak MHz olarak belirlenmiştir.

3.5.3. Raman Analizi

Bu çalışmada, numunelerin sentez sonrası yapı içerisindeki kurutma aşamasında giderilemeyen safsızlıklar ve yalıtım battaniyesinin iç katmanlarında çözelti kalıntısı olup olmadığını analiz etmek amacıyla FRA 106/S cihazı kullanılarak analiz gerçekleştirilmiştir. Raman cihazı, analiz için 532 nm lazerle donatılmış ve düşük frekansta tek noktalı tarama yapılmıştır. Elde edilen Raman spektrumları, 3500-100 cm^{-1} dalga sayısı aralığında piklerden oluşmaktadır. Ayrıca, azami çözünürlük 1 cm^{-1} olmak üzere her bir numune için ölçüm sayısı 3 olarak uygulanmıştır.

3.5.4.X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) Yüzey Kimyasal Yapısının Belirlenmesi

Yanma testinden önce ve sonra, tüm numunelerin yüzey kimyasal analizi için kullanılan bir teknik, malzemenin yanma sonucu oluşan oksidasyonu belirlemek amacıyla uygulanmıştır. Analiz için ThermoScientific ESCALAB 250 cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. XPS analizi sırasında, Si, Al ve C elementleri için karakteristik fotoelektron enerjileri araştırılmıştır. Çözünürlüğü 0,1 eV olmak üzere tarama hızı 50 mm/s olarak uygulanmıştır.

3.6. X-Işını Difraktometresi (XRD) Kristalin Yapının Belirlenmesi

Tüm örneklerin desen ve kristalliği, Rigaku-Ultima IV XRD cihazı kullanılarak 1-80° derece aralığında taranmıştır. Analiz sırasında çözünürlük 0,02° (2θ) ve tarama hızı 2°/dk olarak uygulanmıştır.

3.7. Numunelerin Fiziksel Yapısının Belirlenmesi

3.7.1. Numunelerin Kütle Yoğunluğunun Tayin Edilmesi

Kütle yoğunluğu, numunelerin toplam kütlesi, 10^{-4} g hassasiyetli 4 haneli hassas terazi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümler, bilinen bir hacim için bölünerek hesaplanmıştır.

3.7.2. Numunelerin Porozite Miktarının Tayin Edilmesi

Helyum piknometre, malzemenin porozitesini belirlemek için kullanılmıştır. Helyum piknometresi, numunelerin porozitesini belirlemek amacıyla kullanılmıştır. Denklem (3.1) ile verilen ölçüm yöntemi, numunenin iç yapısındaki boşlukların hacmini ölçerek poroziteyi hesaplar. Tüm numuneler, ölçüm öncesinde vakum altında degaz edilmiş ve

ardından ölçüm alınmıştır. Bu süreç, malzemenin içindeki boşluk oranını ve porozite değerlerini etkili bir şekilde belirlemede kullanılan güvenilir bir yöntemdir. Örneklerin kütle yoğunluğu (ρ_b) ve iskelet yoğunluğu (ρ_s), cihazdan elde edilerek sonrasında porozite (%) hesaplaması yapılmıştır.

$$Porozite(\%) = (1 - \frac{\rho_b}{\rho_s})100 \tag{3.1}$$

3.8. Numunelerin Mekanik Performansının Belirlenmesi

3.8.1. Çekme Testi

Bu çalışmada, MSQ aerojel yalıtım battaniyesi ve ham seramik yalıtım battaniyesinin mekanik özelliklerini değerlendirmek amacıyla çekme uzama testi gerçekleştirilmiştir. Her numune 90 mm uzunluğunda, 15 mm genişliğinde ve 20 mm kalınlığında hazırlanarak gerçekleştirilen bu testler, malzemelerin çekme mukavemeti, kopma uzaması performansı araştırılmıştır. Test prosedürü, ISO 4606 standardına uygun olarak gerçekleştirildi. Her numune için test 10 tekrar halinde yapıldı. Testler 1 kN'luk Shimadzu Universal cihazı kullanılarak yapılmıştır. Test sırasında çene mesafesi 100 mm ve çekme hızı 5 mm/dk olarak ayarlanmıştır.

3.8.2. Üç Noktalı Eğme Testi

Aerojel yalıtım battaniyesi ve ham seramik battaniyesinin üç noktalı eğilme testi, ASTM D 790-17 prosedürüne uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Ölçümler, 20 mm/dk basma hızıyla yapılmıştır. Testler 1 kN'luk Shimadzu Universal cihazı kullanılarak yapılmıştır.

3.9. Numunelerin Termal Performansının Belirlenmesi

3.9.1. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Tüm numunelerin termal stabilitesi ve kararlılığı, Perkin Elmer Pyris 1 cihazı kullanılarak, ısıtma hızı dakikada 10°C arttırılarak, azot atmosferi altında 25-1000°C aralığında analiz edilmiştir (Di Luigi vd., 2022; H. Huang vd., 2020).

3.9.2. Eşzamanlı TGA-FTIR

Tüm numunelerin termal bozunma adımları, Perkin Elmer Pyris STA 600 cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. TGA-FTIR analizi sırasında, tüm örneklerin 10 °C/dk ısıtma hızında ve azot atmosferi altında yapıldı. Analiz sırasında ortaya çıkan dumanlar, azot gazı yardımıyla paslanmaz çelik tüplerden taşınarak FTIR cihazına iletilmiştir. Bu süreçte elde edilen spektrumlar, 4000–500 cm^{-1} dalga boyu aralığında kaydedilerek kimyasal yapı tayini yapılmıştır.

3.10. Termal İletkenlik Ölçümleri

3.10.1. Hot Disk TPS Termal İletkenlik Ölçümleri

Termal iletkenlik ölçümleri, Hot Disk TPS 2500S cihazı kullanılarak yapılmıştır. Bu çalışmada, Hot Disk Kapton 5501TM (poliamid) sensörler aracılığıyla ölçümler alınmıştır. Sensör çapı 6.403 mm'dir ve her analizden sonra numuneler soğutularak üst ve alt yüzeylerinden iki kez ölçümler alınarak hata payı minimize edilmiştir. Her bir numune en az 2 cm kalınlığında olacak şekilde dikkatlice seçilmiştir. Analiz sıcaklığı, 30-199°C aralığında TCR modunda yapılmıştır.

3.10.2. Lazer Flaş Analizi

Numunelerin termal yayılma ölçümleri, Netzsch LFA 457 MicroFlash® lazer flaş cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. Analizler 100 mL/dk akış hızında gerçekleştirildi. Analiz için yaklaşık 1 cm çapında ve 2 mm kalınlığında disk şeklinde numuneler kullanıldı. Bu ölçümler için sıcaklık aralığı 30 ve 199°C sıcaklıklarında ölçümler alınmıştır.

3.10.3. Yüksek Sıcaklık Dayanım Testi (ISO 2685)

Yüksek sıcaklık yanma testinde (1300°C), aerojel yalıtım battaniyesi örnekleri bir bütan gazlı meşalenin ön yüzeyine 4,5 cm mesafeden maruz bırakıldı. Ön yüzey sıcaklıkları test süresince termal kamera aracılığıyla kaydedildi. Ardından, örneklerin ön yüzeyi, bütan gazlı meşalenin alevi tarafından oluşturulan 1300°C sıcaklığına maruz bırakıldı. Arkadaki yüzeyin sıcaklığını belirlemek için ise 15 cm mesafeden arka yüzeyden yerleştirilmiş bir optik pirometre kullanıldı, bu da sıcaklık değişimini izlemeye yardımcı oldu. Ayrıca, test süresince daha detaylı sıcaklık verilerini elde etmek için malzemenin orta noktasına bir K tipi termokupl yerleştirilerek orta noktadan sıcaklık değişimi belirlendi. Bu titiz yaklaşım, veri güvenilirliği ve tutarlılığını sağlamak amacıyla uygulanmıştır. Yüksek sıcaklık dayanıklılık testleri, her bir örnek için 15 dakika süresince gerçekleştirilmiş ve güvenilirlik ve tutarlılık sağlamak için her numune için üç kez tekrarlanmıştır. Her deneyin ardından, örneklerin yeni bir deneyi başlatmadan önce ortam sıcaklığına kadar soğuması beklenmiştir.

3.11. Gaz Kromatografisi-Kütle Spektrometresi (GC-MS)

Tüm örneklerin yakma (2000-2500°C) sonucunda oluşan dumanların kimyasal yapısını belirlemek amacıyla GC-MS analizi yapılmıştır. Analiz sırasında Agilent 5975MSD cihazı kullanılarak elektron iyonizasyonu (EI) modunda gerçekleştirilmiştir. Yanma sürecinden elde edilen örnekler, PAL Sampler aracılığıyla yapılan 250 µl'lik enjeksiyonlarla analize tabi tutulmuştur. GC yöntemi, 80°C'den başlayarak 10°C/dk hızında 260°C'ye kadar yükseltilerek, 10 dakika boyunca sabitlenen bir parametrede ölçümler gerçekleştirilmiştir. Duman girişi, 200°C'lik bir ısıtıcı sıcaklığı ve 17 mL/dk

akış hızı ile splitless modda yapılmıştır. Kullanılan kolon Agilent 19091S-433 HP-5MS olup, başlangıç sıcaklığı 80°C ve akış hızı 1 mL/dk olarak ayarlanmıştır. Kütle Seçici Dedektör (MSD) edinim modu tarama olarak belirlenmiş, kütlenin 1,6-1050 m/z aralığında ve çözücü gecikmesinin 3 dakika olduğu bir analiz gerçekleştirilmiştir. Analiz sonucu cihaz kütüphanesinde, dumanın kimyasal yapısı tanımlanmıştır.

3.12. Hava Geçirgenliği Testi

Aerojel yalıtım battaniyesi ve ham seramik battaniyenin hava geçirgenlik performansı Atlas MO21A-SDL kullanılarak belirlendi. Bu test, numunelerin yüzeyinden dik olarak geçen hava akış hızını (L/m2/s) belirleyerek, numuneler üzerinden geçen hava basıncını Pa cinsinden ölçmeyi içermektedir. Elde edilen sonuçlara göre MSQ aerojel oranların hava geçiş performansına etkisi incelenmiştir. Aerojel yalıtım battaniyesi ve ham seramik battaniyenin hava geçirgenlik performansı Atlas MO21A-SDL kullanılarak belirlendi. Bu test, numunelerin yüzeyinden dik olarak geçen hava akış hızını (L/m2/s) belirleyerek, numuneler üzerinden geçen hava basıncını Pa biriminden ölçmeyi içermektedir. Hava basıncı değerleri 200-800 Pa değerlerinde analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre MSQ aerojel oranların hava geçiş performansına etkisi incelenmiştir.

3.13. Su Temas Açısı Testi

Tüm örneklerin yüzeyine Attension Theta Lite cihazı kullanılarak 5 µL su damlaları damlatılarak su temas açısı ölçümleri gerçekleştirildi. Yüzey serbest enerji (SFE) hesaplayabilmek için Neumann denkleminin kullanıldığı belirlendi. Bu denklemlerin önemli avantajı, katı malzeme bilgilerinin ihtiyaç duyulmadan hesaplama yapılabilmesidir. Sadece sıvının özellikleri ve sıcaklığına bağlı olarak belirlenebilir. Bu metodoloji, katı yüzeyin görünür serbest enerjisini sadece sıvının özelliklerinden yola çıkarak hesaplamalar yapma yeteneğine sahiptir. Young denkleminde, katı yüzey gerilimi (γ_{sv}) hesaplaması, yüzey gerilimi (γ_{lv}) olan bir sıvının temas açısı (θ) ile başlar ve Denklem (3.2) ile verilen Young'un denklemi şu şekilde ifade edilir:

$$\gamma_{sl} = \gamma_{sv} - \gamma_{lv}\cos\theta \tag{3.2}$$

Bu bağlamda, γ_{SL} önemli bir rol oynamaktadır. Young'un denklemindeki dört değişkenin içinde, γ_{lv} ve θ kolayca ölçülebilir. Bu nedenle, γ_{sv} belirlemek için ek bilgilere ihtiyaç bulunmaktadır.

Bilindiği üzere, bir sıvının katı yüzeyin yüzey geriliminden γ_{lv}, γ_{sv} daha büyük olması durumunda bir temas açısı oluşur. Eğer sıvının yüzey gerilimi katı yüzeyin yüzey geriliminden daha düşükse, bu durumda tam ıslanma meydana gelir ve (θ=0º) olur. Denklem (3.3) ile verilen Neumann ve ekibinin esas aldığı, bu denklemleri kullanmanın avantajı, katı yüzeyin görünür serbest enerjisini tahmin etmek için yalnızca bir sıvıya ihtiyaç duyulmasıdır; ancak, bu yöntemin bir sınırlaması ne dağılımın ne de polar bileşenin değerlendirilememesidir. Katı yüzey geriliminin, γ_{sv}, hesaplaması, yüzey gerilimi γ_{lv} olan bir sıvının temas açısı θ ile başlar ve Young'ın denkleminin kullanılmasıyla hesaplanır.

$$\gamma_{sl} = \gamma_{lv} + \gamma_{sv} - \sqrt{\gamma_{lv}\gamma_{sv}}e^{-\beta(\gamma_{lv}-\gamma_{sv})^2} \tag{3.3}$$

Neumann denklemi Taylor denklemiyle sadeleştirilerek Denklem (3.4) ile verilen γ_{sv} hesaplanır:

$$\gamma_{sv} = \gamma_{lv} + \frac{\sec^4(\theta/2)}{4\gamma_{lv}\beta} - \sqrt{\left(\gamma_{lv} + \frac{\sec^4(\theta/2)}{4\gamma_{lv}\beta}\right)^2 - (\gamma_{lv})^2 - \frac{1}{2\beta}} \tag{3.4}$$

β, bir sabit olup, hesaplanmış ağırlıklı ortalama değer 0.000125 $(mJ/m^2)^{-2}$'dir (Tavana vd., 2007).

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların Termal ve Mekanik Özellikleri

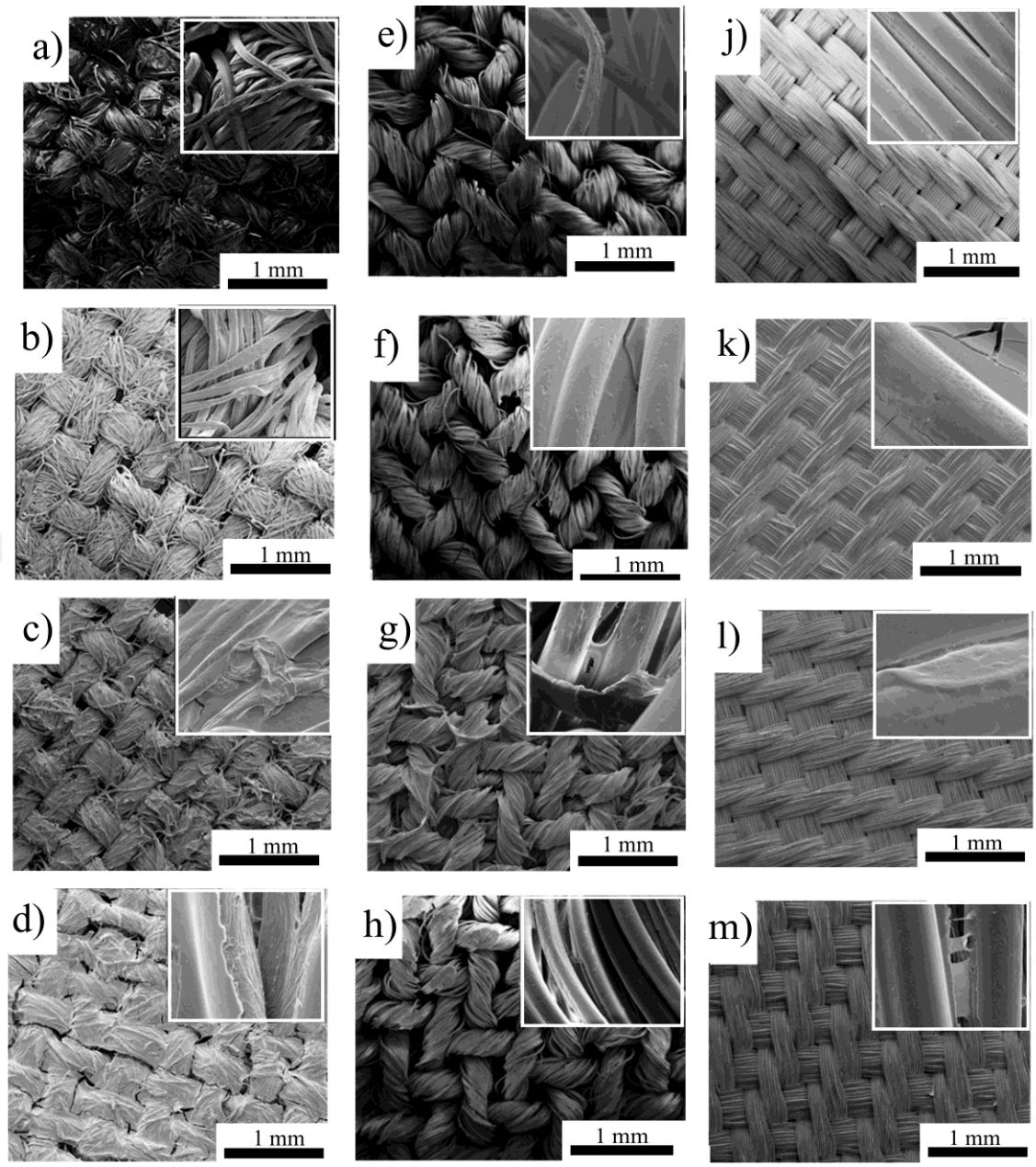
4.1.1. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların SEM Görselleri

Şekil 4.1 a'da düz örgü yapısını ve liflerin şerit benzeri formunu; aynı zamanda bu yapının Şekil 4.1'in iç resminde liflerin yakından görüntüsü; Şekil 4.1 b'de silika sol ile kaplanmış pamuk örneği, homojen bir kaplamayı ve etkili bir dispersiyonu başarılı bir şekilde gösterilmiştir. Bu durum, kaplama sürecinin başarıyla uygulandığını ve malzemenin kumaş yüzeyine homojen bir şekilde dağıldığını teyit etmektedir (Xu vd., 2019). Ardından pamuk kumaşı, PVA çözeltisi ile kaplanmıştır. Elde edilen görsel Şekil 4.1 c'de sunulmuştur. Silika sol ile kaplanmış örnekle karşılaştırıldığında, PVA kaplamasının liflere daha etkili nüfuz ettiği gözlemlenmiştir. Bu durum, numunenin yeterince ıslatılarak başarılı bir kaplama elde edildiğini göstermiştir. Şekil 4.1 d'de ise eşit oranlarda hazırlanan silika ve PVA karışımı ile yapılan kaplamayı gösterilmiştir. Bu kaplama, diğer kaplama malzemelerine göre daha kalın ve yoğun bir yapıyı göstermiştir. Şekil 4.1 b-d numuneleri kendi aralarında kıyaslandığında, Şekil 4.1 d numunesinden elde edilen kaplamanın daha kalın olduğu gözlemlenmiştir. İç görüntüleri ile karşılaştırıldığında, PVA'nın bağlayıcı olarak kullanıldığı durumda silika'nın pamuk kumaşının yüzeyinde daha etkili bir şekilde tutunduğu gözlemlenmiştir.

PA 6.6 kumaşın ham, işlemsiz hali Şekil 4.1 e'de görülmektedir. Şekil 4.1 f'de ise, PA 6.6 kumaşının silika sol ile kaplanmış hali gösterilmekte olup, tüm silika kaplı numuneler arasında en başarılı kaplama bu numunede sağlanmıştır. PA 6.6'nın iç resimlerine bakıldığında, lifler boyunca homojen bir kaplama elde edilmiştir. Bu başarı, PA 6.6 malzemesinin kimyasal yapısının etkili olmasından kaynaklanmıştır. Kaplama sırasında, PA 6.6 numunesinin yüzeyinde bulunan hidrojen gruplarının bağ yapma eğilimi, başarılı bir silika kaplaması elde edilmesine imkân sağlamıştır. Şekil 4.1g'de ise, PA 6.6 kumaşı yalnızca PVA ile kaplanarak elde edilen numunenin görüntüleri paylaşılmıştır. Yapılan çalışmanın sonuçlarına göre, lifler hem dikey hem de yatay düzlemde başarılı bir şekilde kaplanmıştır. Şekil 4.1'de görüldüğü üzere, PA 6.6 kumaşı silika+PVA çözeltisiyle

homojen bir şekilde kaplanmıştır. Aynı numunenin giriş görüntüsü, lifleri bir arada tutan bir bağlayıcı olarak görev yapan PVA'nın belirgin bir şekilde görülmesine olanak tanır. Bu durum, PVA matrisinin aynı zamanda bir bağlayıcı malzeme olarak işlev gördüğü için, silika partiküllerini kumaşa etkili bir şekilde tutulduğu gösterilmiştir (Pirzada vd., 2014).

PET kumaşın ham, işlenmemiş hali Şekil 4.1 j'de, fitilli dokuma örgü yapısıyla işlenmiş hali gösterilmiştir. PET kumaşının silika ile kaplandığında (Şekil 4.1 k), kumaş yapısının korunduğu ancak lif yüzeylerinin silika ile yeteri kadar tutamadığı gözlemlenmiştir. Şekil 4.1 m'de ise PVA çözeltisi ile kaplandığında homojen bir kaplama ve lifler arasında güçlü bağlantılar gösterilmiştir. Şekil 4.1 n'de ise silika+PVA karışımı uygulandığında, lifler birbirine bağlanmış ancak iplikler arasındaki bağlantı daha sınırlı kalmıştır. Bu durum, PVA'nın kumaşı bir arada tutma yeteneğini arttırırken, mekanik özellikler üzerinde daha fazla kontrol sağladığı gösterilmiştir. Genel olarak, silika kaplamalarının düzgün bir yüzey kaplama oluşturduğu ve aglomerasyon olmadığı gözlemlenmiştir. Ancak, iç resimdeki görüntüleri, silika kaplamanın kırılgan özelliklerini belirgin bir şekilde ortaya koymakta iken silika kaplamanın kırılgan doğasını göstermiştir. Ayrıca, PVA'nın bağlayıcı özellikleri, kumaş liflerinin bir arada tutulması ve silika partiküllerinin kumaşa bağlanması konusundaki etkisi ortaya konulmuştur. Bu analizler, kaplama performansının sadece malzeme özelliklerinden değil, aynı zamanda kumaşın yüzey pürüzlülüğü ve tutunabilirliği özelliklerinden de kaynaklandığı gösterilmiştir. Dolayısıyla, kaplama süreçlerinin optimize edilmesi için malzeme ve kumaş özelliklerinin dikkate alınması büyük önem taşımaktadır.



Şekil 4.1. a) ham, b) silika kaplamalı, c) PVA kaplamalı, d) silika+PVA kaplamalı pamuklu kumaşları e) ham, f) silika kaplamalı, g) PVA kaplamalı h) silika+PVA kaplamalı PA 6.6 kumaşları, j) ham, k) silika kaplamalı, l) PVA kaplamalı, m) silika+PVA kaplamalı PET kumaşların SEM mikrografik görüntüleri

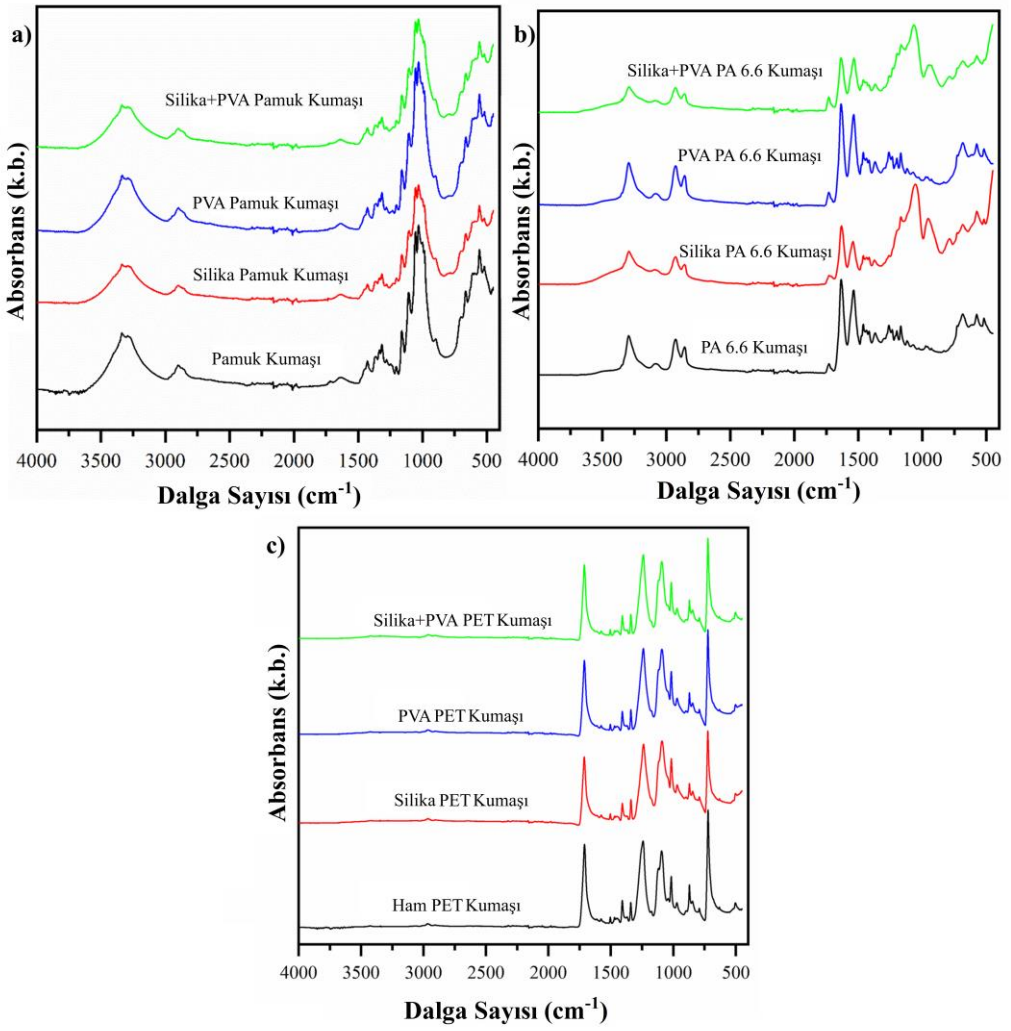
4.1.2. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların Kimyasal Özelliklerinin FTIR Yöntemiyle Belirlenmesi

Şekil 4.2'de, pamuk, PA 6.6 ve PET kumaşlarının kimyasal yapıları ve fonksiyonel grupları belirlenmek amacıyla FTIR spektrumu analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.2 a'da pamuk kumaşının kimyasal yapısı analiz edilmiştir. Bu analize göre pamuk kumaşının kimyasal bileşiminin ve yapısal özelliklerinin belirlenmesinde önemli bir rol oynamaktadır. 3300 cm^{-1}'deki geniş bandın, pamuğa özgü hidroksil (-OH) gruplarının varlığını işaret ettiği tespit edilmiştir. Ayrıca, spektrumda, 2910 cm^{-1}'de O-H ve C-H gerilme, 1650, 1474 ve 1365 cm^{-1}'de O-H ve C-H esneme, 1150, 1064 ve 1040 cm^{-1}'de ise C-C ve C-O gerilme bantları gözlemlenmektedir (Allen vd., 2007; Chung, vd., 2004). Ancak, silika ile kaplı pamuk kumaşının spektral analizi sonucunda, silika kaplı kumaşın spektrumunun ham kumaşa kıyasla önemli bir değişiklik göstermediği, güçlü pamuk sinyallerinin silika kaplanmasıyla birlikte zayıfladığı, silikanın absorbe etme etkisi nedeniyle pamuk liflerinin sinyalinin şiddetinin önemli ölçüde azaldığı gözlemlenmiştir. Silika kaplamasının kızılötesi ışınları ile kumaş yüzeyi etkileşimini anlamlı ölçüde azalttığı gözlemlenmiştir. Literatür çalışmalarına göre, silika malzemesine özgü olan (Si-OH) asimetrik ve simetrik gerilme titreşimleri, 1081-750 cm^{-1} bölgesinde, aynı bölgedeki pamuk band titreşimleriyle örtüştüğü için gölgelendiği gözlemlenmiştir. Bu durum, spektrum analizinde belirginliğini ve silika malzemesinin karakteristik titreşimlerinin doğru şekilde belirlenmesini zorlaştırdığı gözlemlenmiştir (Rosace vd., 2016). Benzer şekilde, 791 cm^{-1}'de gözlemlenen -(Si-O-Si) simetrik gerilme titreşimleri de pamuk band sinyalleri tarafından maskelenmiştir. Bu durumu, silika kaplı pamuk sinyallerinin azalması, yüzeydeki silika varlığının güçlü bir belirtisi olarak yorumlanabilir (Zeng vd., 2015). PVA'nın tipik sinyalleri, moleküller arası ve molekül içi hidrojen bağlarından kaynaklanan 3300 cm^{-1} dalga boyunda geniş bir -OH gerilme bandını içerir. Ayrıca, PVA'nın artık vinil asetat birimleriyle ilişkili olan C=O'nun gerilme titreşimleri 1730 cm^{-1} dalga boyunda ve PVA asetal bağının C-O gerilme titreşimleri ise 1086 cm^{-1} dalga boyunda gözlemlenir. Bu karakteristik bantlar, pamuk kumaşının kimyasal FTIR spektrumunda -OH gruplarına ait karakteristik bantları, C-O gerilme ve C=O gerilme titreşimleri, literatürde belirtildiği şekilde tespit edilmiş ve gösterilmiştir (Costa vd., 2012; Mansur vd., 2008). Bu sinyaller, sadece PVA malzemesine özgü olup, pamuk

spektrumunda gözlemlenmeyen bantlardır. Bununla birlikte, pamuk ve PVA malzemelerinin fonksiyonel gruplarının benzer olması sebebi ile PVA malzemesinin titreşimlerinde önemli bir değişiklik olmamış, ancak sinyallerin şiddeti belirgin şekilde artmıştır. Benzer şekilde, pamuk kumaşının silika+PVA ile kaplandığında, pamuk bantlarına özgü titreşimler baskın olarak gözlenmiştir. Önemli olarak, sadece silika kaplı malzemeye kıyasla bantların şiddeti daha belirgindir; bu durum, PVA'nın sinerjik bir etki oluşturarak sinyal şiddetlerine katkı sağlamasından kaynaklanmaktadır. Ancak, spektrumun şiddeti sadece silika ile kaplanmış örneğe kıyasla belirgin şekilde daha yüksektir, bu da PVA'nın eklenmesiyle yüzeyde biriken silika miktarının azaldığını gösterilmiştir. Şekil 4.2 b'de, ham PA 6.6 örneklerinin FTIR analizi sonucunda elde edilen kimyasal yapıları gösterilmiştir. Poliamid kumaşın spektrumu incelendiğinde, 3295, 2932 ve 2858 cm^{-1}'de O-H ve C-H gerilme, C=O (karbonil) gerilme, N-H ve C-H, 1644, 1531, 1451, 1350, 1262, 1120 ve 675 cm^{-1}'de ise C-C ve C-O gerilme bantları belirgin olarak gözlemlenmektedir (F. Li vd., 2008; Lanjie Li vd., 2009). PA 6.6 kumaş örnekleri, silika solu ile kaplandığında elde edilen FTIR spektrumu, PA 6.6'nın karakteristik bantlarını içermekte iken bu sinyallerin şiddetinin bir önceki duruma kıyasla azaldığı gözlenmiştir. Ayrıca, literatürde belirtildiği gibi, 1100 ve 810 cm^{-1}'de gözlemlenen iki bant, silika varlığını desteklemektedir (Giustino, 2005; Rubio vd., 1998). Bu durum, silika kaplamasının başarıyla uygulandığını göstermiştir. PVA kaplı PA 6.6 kumaşı, FTIR spektrumunda ham PA 6.6 numunesiyle kıyaslanmıştır. PVA'nın kimyasal yapısında, PA 6.6'dan farklı olarak, spektrumda geniş bant bulunması beklenen O-H grupları yer almaktadır. Anlamlı bir değişiklik beklenen bölgede (3300-3600 cm^{-1}) gözlenmemesi, PVA'nın kumaş yüzeyine küçük miktarlarda birikmesinin bir sonucu olduğuna işaret etmektedir. Ancak, PVA'nın bir bağlayıcı malzeme olarak ele alındığında, küçük miktarlarda birikmenin tercih edilebileceği söylenebilir. Örneğin, PVA ve silika ile kaplanmış PA 6.6'da, spektrumun silika kaplı PA 6.6 ile oldukça benzer olduğu gözlenmiştir. Bu durum, silika malzemesinin yüzeye başarılı bir şekilde biriktiğini göstermektedir.

Şekil 4.2 c'de, ham ve kaplanmış PET kumaşlarının FTIR spektrumları gösterilmiştir. PET kumaşının karakteristik bantları arasında, aromatik ve alifatik C-H gerilme sinyali bulunmaktadır. Ayrıca, 1720 cm^{-1}'de gözlemlenen sinyal, PET'e özgü olan karakteristik

ester karbonil grubu bulunmaktadır. PET kumaşında bulunan ester gruplarının gerilme bandı ise yaklaşık olarak 1300 cm^{-1} gerçekleşmektedir. Metilen gruplarının gerilme titreşimleri karşılık gelen sinyal 1096 cm^{-1}'dir. 1165 cm^{-1}'deki ise C-O-C asimetrik gerilme titreşimlerine ait sinyali temsil eder. Ayrıca, 2912 cm^{-1}'de -(C-H) grubunun simetrik gerilmesi, PET numunesini doğrulayan bir karakteristik bant olarak gösterilmiştir. Aynı kumaşın silika sol ile kaplanmasıyla, bant genellikle ham kumaşla benzerlik göstermekte iken 1100 ila 800 cm^{-1} arasında siloksan gruplarının görünümü dikkat çekmektedir. Bu aralıktaki Si-O titreşimleri, silika TEOS kaynaklı malzemeden kaynaklanmakta ve bu fonksiyonel gruplar, kaplama sonrasında silika varlığına atfedilebilmektedir (Giustino, 2005). PET, PVA ile kaplandığında, spektrum ham PET örneğiyle büyük benzerlik göstermektedir. Aynı şekilde, PA 6.6 PVA kaplı numunesinde olduğu gibi, PVA'nın PET kumaş üzerindeki etkisi oldukça sınırlıdır. PET malzemesinin fonksiyonel grup bakımından sınırlı olması ve yüzeyinin pürüzsüz olması, PVA malzemesi ile etkileşimin zayıf kalmasına neden olmuştur. Son olarak silika+PVA ile kaplanmış PET kumaşı, ham örnekle karşılaştırıldığında çok az değişiklik gösteren bir spektrum sergilediği gösterilmiştir. Tüm numuneler karşılaştırıldığında, spektrumlar incelendiğinde, silika malzemesinin PA 6.6 örneklerinde, pamuk ve PET'e kıyasla daha belirgin olduğu görülmektedir (Giustino, 2005; Rubio vd., 1998). Bu sonuç, amid grupları ile silika sol türleri arasında daha fazla etkileşimin gerçekleştiğinin bir göstergesidir.



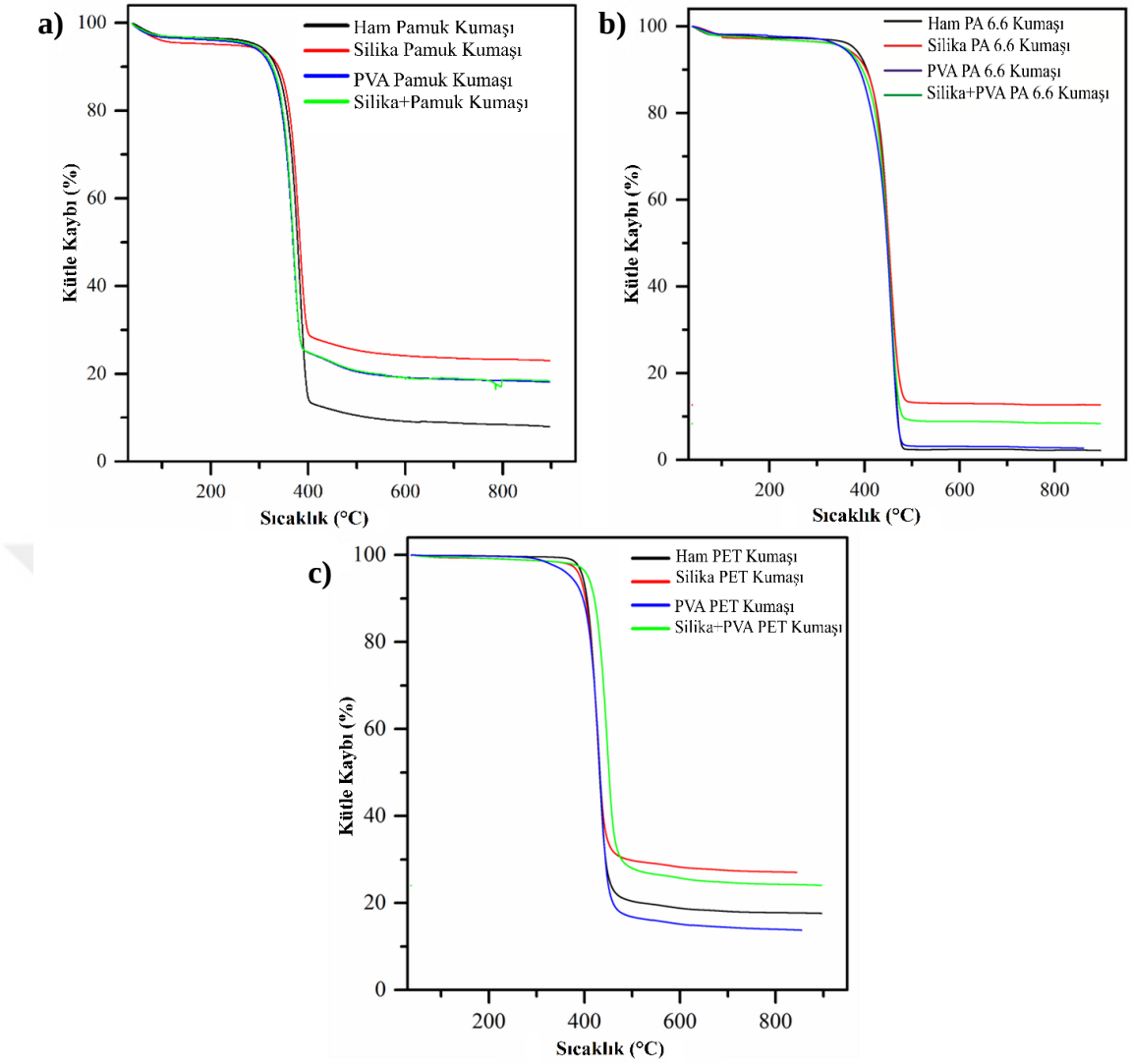
Şekil 4.2. a) Ham ve kaplanmış pamuk kumaşlarının, b) ham ve kaplanmış PA 6.6 kumaşlarının, c) ham ve kaplanmış PET kumaşlarının FTIR spektrumları

4.1.3. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların Termal Stabilite Özelliklerinin Araştırılması

Görselde, pamuk, PA6.6 ve PET kumaş malzemelerinin termal bozunma davranışları, azot atmosferinde gerçekleştirilmiş TGA analizleri sonucunda detaylı bir şekilde incelenmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.3'te grafiklerle gösterilmiştir. Şekil 4.3 a'da, ham pamuk ve kaplanmış pamuk kumaşlarının TGA sonuçlarına detaylı bir bakış sunulmuştur. İlk kütle kaybı, ham pamuk kumaşı ile 100°C'de gösterilmiştir. Bu olay pamuk liflerinin higroskopik özelliğinden kaynaklanan su kaybını göstermektedir. Higroskopik bir malzeme olan pamuk, bu aşamada ağırlığın yaklaşık %5'ini kaybetmiştir.

Ardından uzun zincirli polimer gruplarının bozulması, 280°C'de başlayan ve 400°C'ye kadar devam eden ikinci ağırlık kaybı adımı gerçekleşmiştir. 400°C'den sonra, kül kütlesinde belirgin bir artış gözlemlenmiş olup bu durum karbon kalıntısının yoğunlaşmasıyla ilişkilendirilmiştir. 900°C'ye kadar yapılan inceleme sonucunda, ilk ağırlığın sadece yaklaşık %8'i kalmıştır. Silika ile kaplanmış pamuk kumaşı numunesi, pamuk numuneleri arasındaki en başarılı termal dayanıma sahip malzeme olarak belirlenmiştir. Bu durum silika kaplamasının pamuk zincirlerini koruması ve yanma davranışını yavaşlatmasında etkili olmuştur. Yanma işlemi sonrasında silika ile kaplanmış numunenin geriye kalan kütlesi %24 olarak belirlenmiştir. Sırası ile PVA ile kaplanmış pamuk kumaşı, düşük sıcaklıkta ağırlık kaybı ve polimer bozunma adımları gelir. PVA kaplama durumunda, bozunma sıcaklığı kısmi azalmıştır. Bununla birlikte, PVA kaplı pamuk numunesi, ham pamuk kumaşına göre neredeyse aynı bozunma davranışını sergilemekte olup, son kalan kütle miktarı %10'dan biraz daha fazla olmuştur. Silika+PVA kaplı pamuk kumaşı, silika varlığının numunelerinin termal bozunması üzerinde önemli bir etkisi olduğunu göstermiştir. Ham ve kaplı PA 6.6 kumaşlarının TGA sonuçları Şekil 4.3 c'de gösterilmiştir. Ham PA 6.6 numunesinde, düşük sıcaklıkta solvent ve neme bağlı az bir ağırlık kaybı olmuştur. PA 6.6'nın pamuğa kıyasla daha az hidrofilik olması nedeniyle, sonuç olarak daha düşük bir nem içeriği olmuştur. TGA sonuçları, organik gruplardan oluşan PA 6.6 malzemesinin 400°C'den sonra polimer ana zincirinde belirgin bir kütle azalmasını ve 440°C civarında sona erdiğini göstermiştir. Bu sonuçlar, PA 6.6 malzemesinin termal olarak daha stabil olduğunu göstermiştir. Numune, 900 °C'ye kadar ısıtıldığında, malzemeden geriye yaklaşık %2'si kalmıştır. Bu geriye kalan kül miktarı, sentez sırasında eklenen stabilizatör ve mineral katıklarından kaynaklanmıştır. Silika kaplanmış numunede bozunma yine ikili adımlı bozunma karakteristiği göstermektedir. Silika kaplı PA 6.6 numunesinin deneyi sonucunda %12 oranında kül kalmıştır. Bunun sebebi silika malzemesinden kaynaklanmıştır. PVA kaplı PA 6.6 numunesi, ham PA 6.6 ile birbirine çok yakın kül miktarına sahiptir. Numune silika+PVA ile kaplandığında, bozunma adımları benzer kalırken, kalıntı miktarı yaklaşık %8,5 olmuştur. Silika varlığının numunelerin termal bozunması üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu gösterilmiştir. Aynı şekilde, PA 6.6 numunesi için optimal bir kullanım oranı belirlenmiştir.

Şekil 4.3 c'de, ham ve kaplanmış PET numunelerinin TGA sonuçları verilmiştir. PET'in hidrofobik bir malzeme olması nedeniyle, PET numuneleri için su desorpsiyonuna bağlı düşük sıcaklıklarda, kütle kaybı gözlemlenmemiştir. Bundan dolayı PET numunesi ile çalışırken kondisyonlama adımına ihtiyaç bulunmadan malzeme olduğu gibi doğrudan kullanılabilir. Polimer ana zincirlerinin bozunması, 400°C'nin hemen altında başlar ve 435°C civarında sona erer. Analiz sonucunda PET polimerinden %17 oranında kül elde edilmiştir. Bu, PET polimerinin ana zincirindeki aromatik yapısından kaynaklanan termal stabilitesinin bir göstergesidir. Silika kaplı PET numunesi, diğer silika kaplı numunelerle benzer bir bozunma davranışı göstermektedir. Bozunmanın sonunda kalan kalıntı miktarı %27'ye yükselmiştir. Bununla birlikte, kül miktarındaki artış, silika ve polimerin termal stabilitesini güçlendirmiştir. Bununla birlikte, PVA kaplı PET malzemesi, diğer kumaş malzeme kaplamalarıyla benzer bir bozunma davranışı sergilemiştir. Bu durum, PET polimerinin aromatik yapısına ek olarak PVA kaplanmasıyla gelen alifatik grupların varlığıyla ilişkilendirilmekledir. Alifatik grupların yapıya dahil olması, PET polimerinin termal kararlılığını azaltarak bozunma davranışını etkilemektedir. Bu bozunma genellikle 400°C'nin hemen altında başlar ve ardından PET'in bozunma davranışı takip etmektedir (Meng vd., 2020). Ancak, PVA kaplı PET numunesinin kalıntı miktarı %13,75'e düşer ve bu, PET üzerindeki PVA varlığına bağlanabilir. PET lifleri silika ve PVA ile kaplandığında, bu numunenin bozunma adımı yaklaşık 5°C daha yüksek bir sıcaklıkta gerçekleşir; bu da kaplamanın polimer üzerinde koruyucu bir etkisi olduğunu işaret etmektedir. Bu numunenin kalıntı miktarı yaklaşık %24'tür ve bu miktar, yalnızca silika kaplı numune ile neredeyse aynı olarak gerçekleşmiştir.



Şekil 4.3. a) Ham ve kaplanmış pamuk kumaşlarının, b) ham ve kaplanmış PA 6.6 kumaşlarının, c) ham ve kaplanmış PET kumaşlarının TGA ağırlık kaybı

4.1.4. Sol-Jel Silika Kaplı Kumaşların Mekanik Performansının Çekme Kopma Testi ile Araştırılması

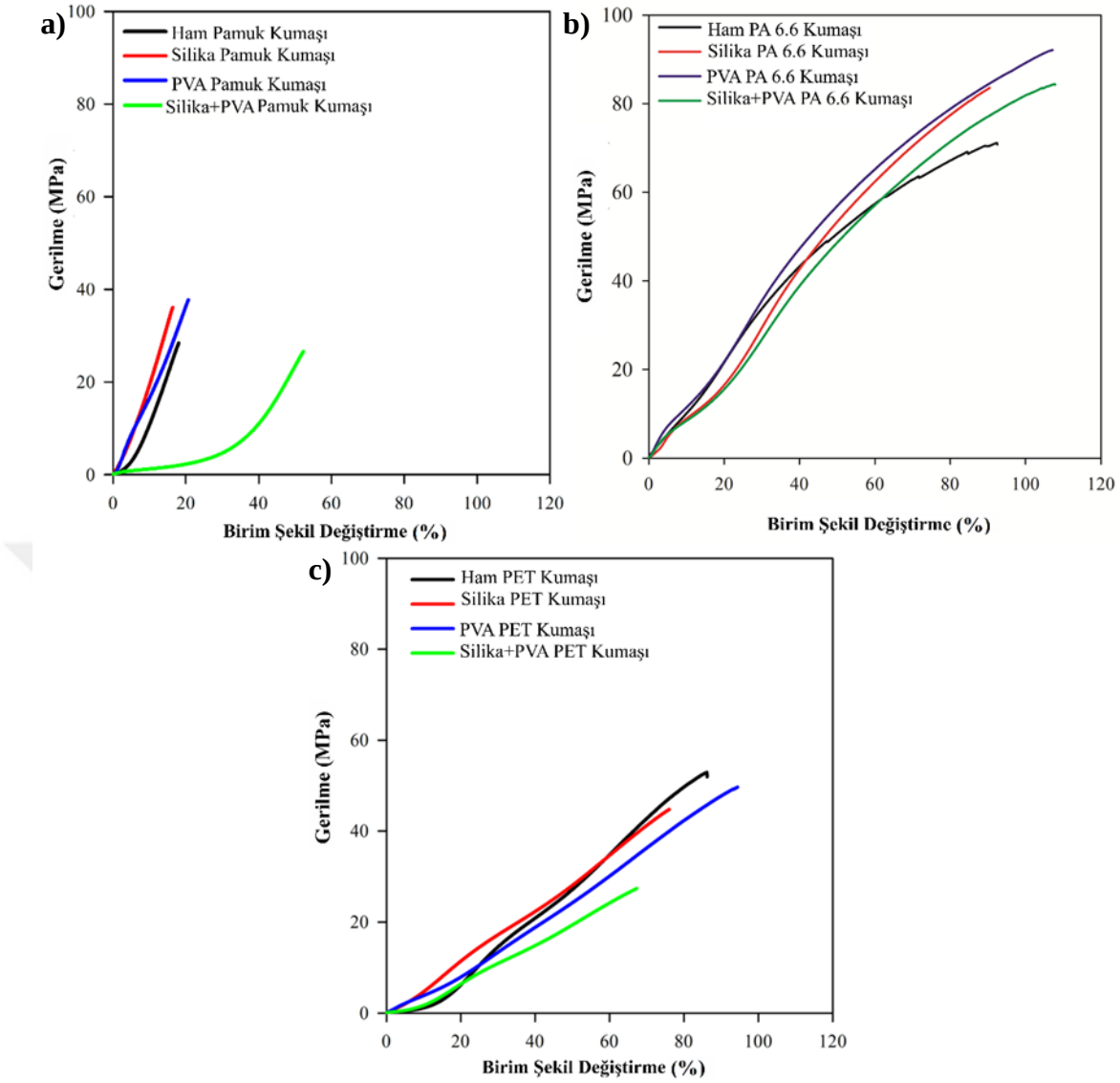
Çekme kopma testine tabi tutulan pamuk, PA 6.6 ve PET kumaşlarının ham ve kaplanmış malzemelerinin mekanik performansı incelenmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.4'te grafik olarak gösterilmiştir. Şekil 4.4a'da, ham pamuk ve kaplanmış kumaşların çekme kopma performansı gösterilmiştir. Ham pamuk kumaşı, kopma noktasında 28 MPa dayanıklılık ve yaklaşık %18 uzama göstermiştir. Silika kaplı pamuk numunesinin çekme noktasındaki dayanımı 36 MPa'ya yükselirken, uzama değeri %16 olarak elde edilmiş,

ham pamuk kumaşına göre kısmi olarak azalmıştır. PVA ile kaplı numune, yaklaşık olarak 38 MPa çekme dayanıklılığı ve %20 uzama göstermiştir. PVA, pamuk kumaşı içindeki boşluklu yapıları doldurarak, stres altında lifleri birbirlerine bağlamasını sağlamış ve bu nedenle ham pamuk kumaşına göre kopma noktasında daha başarılı bir performans göstermiştir. Pamuk kumaşıyla hazırlanan numuneler arasında en ilginç sonuç Silika+PVA kaplı pamuk numunesinden elde edilmiştir. Bu numunede, ~26 MPa çekme dayanıklılığı ve %51 uzama göstermiştir. Bu elde edilen değerler çekme dayanımı ham pamuk numunesinden düşük olsa da oldukça başarılı bir uzama performansı göstermiştir. Bu uzamadaki performansın yalnızca PVA kaplı kumaş numunesinden elde edilememiş olması, silika+PVA kaplanmasının güçlü bir kimyasal etkileşimiyle ilişkilendirilmiştir. Bu yeni yapıdaki uzama performansı, yapı içinde oluşan silika köprü bağlarının, pamuk kumaşındaki -OH gruplarıyla etkileşime girerek mekanik performansını önemli derecede iyileştirmesinden kaynaklanmaktadır (Patel vd., 2014).

Şekil 4.4 b'de, PA 6.6 numunelerinin mekanik performansı gösterilmiştir. Ham PA 6.6 numunesi, ~71 MPa çekme dayanıklılığına ve %91 uzama performansına sahiptir. Silika kaplı PA 6.6 numunesinin çekme dayanıklılığı 83 MPa'ya yükselirken, uzama performansı %90 seviyesinde ve ham PA 6.6 numunesine benzer bir performans göstermiştir. PVA kaplı PA 6.6 numunesi, 91 MPa kopma noktasında dayanım gösterirken, uzama performansı %106 olarak ölçülmüştür. Bu durum, pamuk kumaşlarında olduğu gibi PA6.6 kumaşının PVA kaplanmasıyla, liflerin birbirlerini kopma noktasında gerilme altında desteklemekte ve PVA'nın bağlayıcı olma özelliği, bu numune içinde de devam etmiştir. Silika+PVA ile kaplanmış PA 6.6 numunesinin çekme dayanıklılığı 84 MPa'dir ve gerilme uzaması tüm numuneler arasında en yüksek değere ulaşmıştır; %107 olarak gerçekleşmiştir. Son numunenin performansı incelendiğinde, silika+PVA kaplamalarının uygulanmasıyla başarılı bir ürün ve performanslı bir malzeme elde edildiği görülmüştür. Gerilme uzamasının sadece PVA kaplı malzemenin özelliklerine benzer bir performans gösterdiği, silika+PVA kaplı ürünün neredeyse benzer performans sergilediği görülmüştür. Bu noktada elde edilen sonuçlar, pamuk numuneleriyle karşılaştırıldığında daha başarılı bir performans elde edildiğini göstermektedir. Bu durumun elde edilmesinde, şüphesiz fonksiyonel grupların etkisi önemlidir. Pamuk malzemesinin kaplama malzemeleri ile etkileşime girmesi, pamuk

elyafının yüzeyinde bulunan -OH grupları aracılığıyla gerçekleşirken, PA 6.6 yüzeylerinde etkileşime girecek grupların -NH olduğu tahmin edilmektedir. İkinci bir açıklama olarak, kumaşların üretim süreçlerine bağlı olarak sahip oldukları morfolojik yapı gösterilebilir; pamuk kumaşı, kırpılmış elyafından elde edilirken, PA 6.6'da eriyik liften elde ediliyor olması son kaplamanın mekanik performansını olumlu etkilemiştir. Eriyik liften elde edilen kumaşların mekanik performansının daha yüksek olmasının bir sebebi, liflerin yüzey özelliklerinin daha düzgün ve homojen olmasından kaynaklanmaktadır. Bu durum, uygulanan kaplamanın kumaşın yüzeyinde daha başarılı bir şekilde tutunmasına olanak tanır. Ayrıca, kaplama yapıldığında uçtan diğer uca bağlanması ve bu durumun iplik eksenine paralel olması, daha üstün bir performansa elde edilmesine imkan sağlamıştır (McNeil vd., 2022).

Şekil 4.4c'de, ham ve kaplanmış PET kumaşlarının gerilme-uzama davranışı verilmiştir. Ham PET kumaşın kopma noktasındaki gerilmesi yaklaşık olarak ~53 MPa ve uzama oranı yaklaşık olarak ~86%'dır. PET kumaşlar silika sol ile kaplandıktan sonra çekme performansında bir azalma gözlenmiştir. Kaplama sonucunda elde edilen sonuçlar çekme dayanımını yaklaşık olarak ~45 MPa'ya düşürürken aynı zamanda gerilme uzamasını %76'ya düşürmektedir. PVA ile kaplanmış PET örneği, çekme dayanıklılığını yaklaşık olarak ~50 MPa ve gerilme uzamasını %94 olarak elde etmiştir. Silika kaplanmış PET kumaşının mekanik performansı dramatik olarak zayıflamıştır. Silika+PVA ile birlikte kaplandığında, dayanıklılığın 27 MPa'ya ve gerilme oranının %67'ye sert bir şekilde azaldığı gözlemlenmiştir. Bu durumun temeli, PET kumaşının yüzeyinde fonksiyonel grupların eksikliği ve daha pürüzsüz bir yüzeye sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Bu özellikler, uygulanan kaplamanın yüzeyde düşük bir tutunma performansına sahip olmasının ana sebepleridir. Ayrıca, asidik ortamda gerçekleşen silika kaplamasının, muhtemel PET malzemesinin yüzeyine zarar verebileceği göz önünde bulundurulduğunda, bu durumun ek bir etkisi söz konusu olabilir. Silika+PVA'nın eş zamanlı kullanımı durumunda, PET yüzeyine zayıf bir şekilde tutunan kaplamalar nedeniyle kısmi bir delaminasyon meydana gelebilir. Bu durumda, silika+PVA malzemeleri yüzeye tutunma performansını zayıflatarak, ana zincir PET malzemesi üzerinde etkili bir taşıyıcı performans göstermemiştir.



Şekil 4.4. a) Ham ve kaplanmış pamuk kumaşlarının, b) ham ve kaplanmış PA 6.6 kumaşlarının, c) ham ve kaplanmış PET kumaşlarının Çekme-Uzama Performansı

Çekme-kopma testi sonuçlarına göre elde edilen çekme gerilmesi ve maksimum uzama verileri ile standart sapma değerleri, Çizelge 4.1'de sunulmuştur. Çekme uzaması sonuçları incelendiğinde, kaplamanın numunenin performansını etkileyebileceği ve bu etkinin önemli ölçüde kumaş malzemesinin türüne bağlı olduğu görülmüştür. Bu bağlamda, polimerin kimyasal özellikleri, fonksiyonel grupları ve kumaş yapısı gibi çeşitli faktörlerle ilişkilendirilen mekanik performans sonuçları dikkate alınmalıdır (örneğin, dokuma deseni, kumaşın ağırlığı, iplik türü vb.). Elde edilen mekanik performans verilerinin değerlendirilmesi, benzer nitelikteki ürün gruplarıyla karşılaştırma

yapılmasını gerektirir. Kaplama malzemeleri ile kumaşların kimyasal fonksiyonel grupları (örneğin, pamuk ve PA 6.6), kaplama türüne bağlı olarak benzer performans sergiler. Pamuk ve PA 6.6 malzemeleri arasında karşılaştırma yapılırken, aynı şekilde silika veya PVA kaplanmış kumaşların kendi aralarında değerlendirilmesi önemlidir.

Çizelge 4.1. Ham ve kaplanmış kumaşların çekme uzama performansları ve standart sapmaları

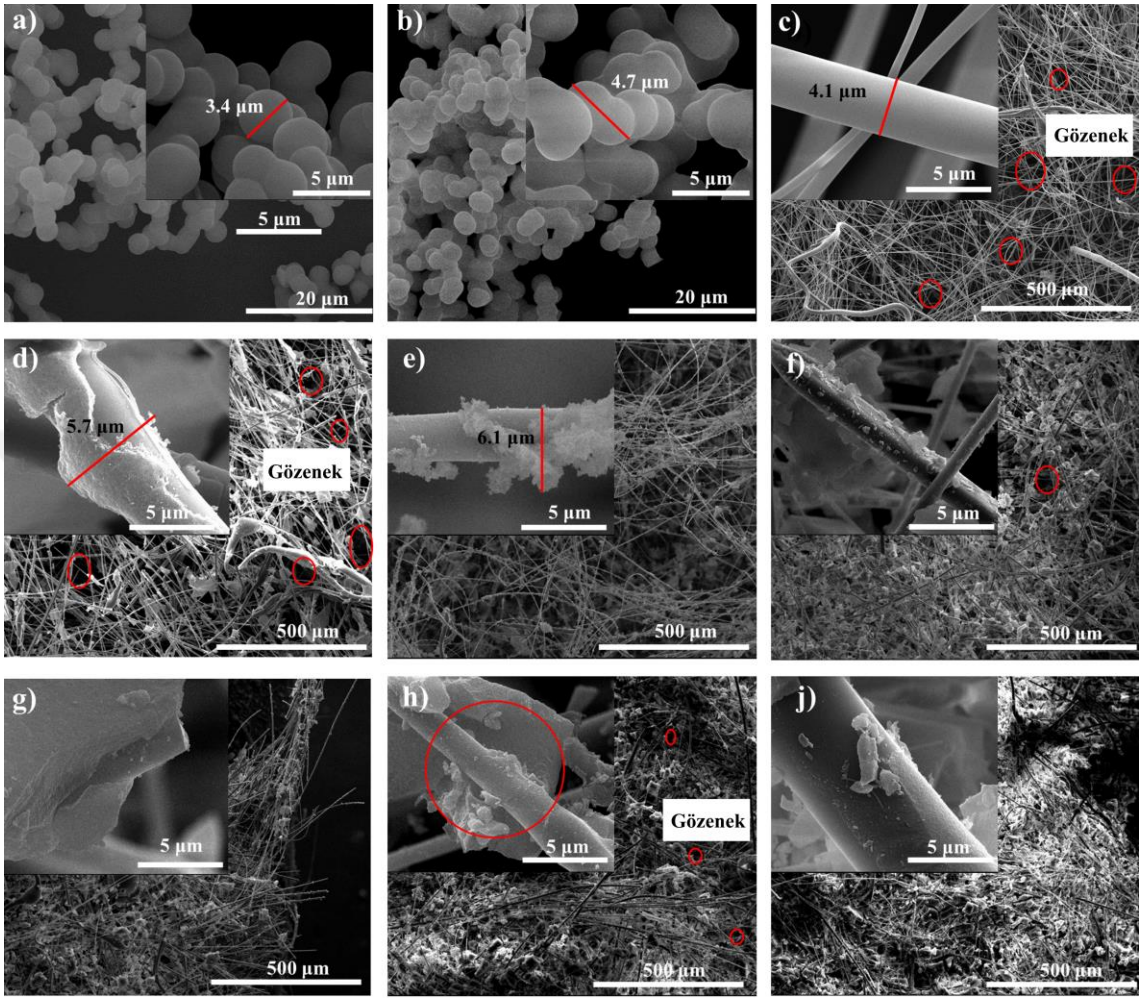
Kumaş Türü	Kaplama Malzemesi	Çekme Gerilmesi (MPa)	Std. Sap.	Maksimum Uzaması (%)	Std. Sap.
Pamuk	Ham	28,0	0,2	18,2	0,4
	Silika	36,0	2,2	16,0	0,8
	PVA	37,8	2,4	20,2	1,0
	Silika+PVA	25,9	9,7	51,0	0,7
PA 6.6	Ham	70,9	0,8	91,0	0,2
	Silika	83,3	0,8	90,2	2,3
	PVA	91,4	2,0	106,7	2,8
	Silika+PVA	84,0	3,9	107,2	3,1
PET	Ham	52,8	1,9	85,9	2,1
	Silika	44,8	1,4	75,9	2,3
	PVA	50,0	9,3	94,5	2,6
	Silika+PVA	27,3	5,9	67,5	6,0

4.2. Anyonik Yüzey Aktif Madde Kullanılarak Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Özellikleri

4.2.1. MSQ Aerojel Battaniyenin Morfolojik SEM Görselleri

Şekil 4.5'de, MSQ aerojel ve aerojel battaniye kompozitlerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri sunulmuştur. Şekil 4.5 a'da, yüzey aktif madde kullanılmadan sentezlenen bir aerojel örneği gösterilmektedir. Şekil 4.5 b'de ise SDS eklenerek sentezlenen aerojelin morfolojik yapısı görülmektedir. MSQ aerojelinin morfolojik yapısı incelendiğinde küresel silika parçacıklarından oluşurken, SDS ile sentezlenen aerojelinin silika partikülleri birbirine daha yakın ve iç içe geçmiş bir yapı oluşturmaktadır. Bu durum, SDS ile elde edilen aerojelinin silika partiküllerinin elektrostatik etkileşimlerinin artmasından kaynaklanan daha kompakt bir yapı elde edilmesini sağlar. Ayrıca, bu kompakt yapı, iç içe geçmenin bir sonucu olarak SDS'nin kurutma anında kapiler gerilmeyi olumsuz etkilemiş olmasının dolaylı bir yan etkisi olarak iç içe geçmeyi desteklemiştir. Tüm bu faktörler göz önüne alındığında, elektronegatif etkileşim, kapiler kuvveti arttırmıştır (P. Li vd., 2016). Ayrıca, gözenek yapısı ve morfolojik yapı SDS tabanlı MSQ aerojel sentezinde SDS kullanımı ile etkilenir, yüzey gerilimini azaltır ve nano partiküllerinin daha rahat yönlendirilebilmesine olanak sağlar (P. Li vd., 2016). Şekil 4.5 c'de, ham seramik battaniyelerin lifleri gösterilmektedir. Şekil 4.5 d'de, %5 aerojel kompozit malzemenin görüntüleri sunulmuştur; burada aerojel parçacıkları, lif boyunca açıkça kaplanmıştır. Şekil 4.5 e'de, MSQ aerojel konsantrasyonu %10'a çıktıkça, lif boyunca daha fazla aerojelle kaplanmış ve aerojel parçacıklarının yoğunluğu artmıştır. MSQ aerojelin ağırlığı arttıkça, seramik battaniyenin içindeki boşluklar belirgin bir şekilde azalmakta ve makro gözenekli yapı Şekil 4.5 f-j'de belirgin bir şekilde azalmaktadır (Parakkulam Ramaswamy vd., 2021; Ul Haq vd., 2017; Zhou vd., 2018). Bu durum, MSQ aerojelinin daha yüksek konsantrasyonlarda yapı içerisinde neredeyse iki ayrı fazın (seramik battaniye ve aerojel parçacıkları) oluşmasına neden olmaktadır. Bu iki faz, MSQ aerojel parçacıklarının ve seramik battaniyenin elektronegatif etkileşimler nedeniyle kendi aralarında birikme eğiliminde oldukları için bu durum ortaya çıkmaktadır. Bu fenomen, yapıdaki MSQ

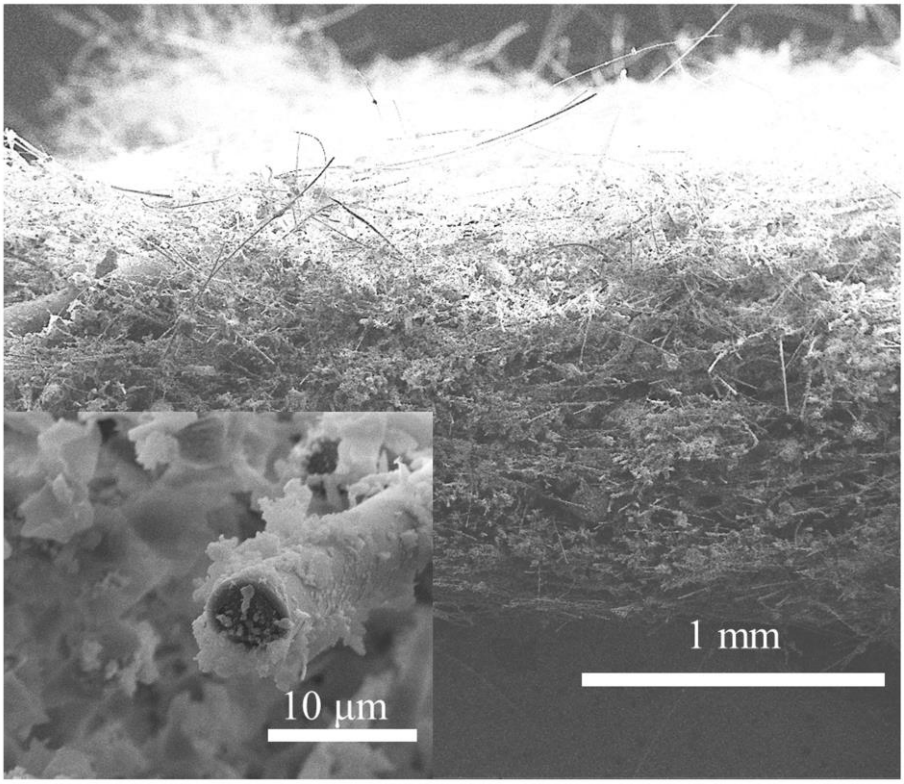
aerojel kümeslerinin belirgin bir şekilde ayrıştığını ve seramik battaniye içerisinde karakteristik bir görüntü oluşturduğunu göstermektedir.



Şekil 4.5. a) MSQ ve b) MSQ ile SDS aerojelleri, c) ham, d) %5 ağırlık, e) %10 ağırlık, f) %15 ağırlık, g) %20 ağırlık, h) %25 ağırlık, j) %30 ağırlık MSQ aerojel yalıtım battaniyelerin SEM görüntüleri

Şekil 4.6'da, aerojel kompozit malzemelerinin sentez sırasında elde edilen kaplamaların iç yüzeylere kadar nüfuz edebilme durumu incelenmiştir. Gerçekleştirilen SEM analizi ile, aerojel örneklerinin iç yüzeylere kadar nüfuz etme ve kaplama homojenliğini değerlendirmek amacıyla %15 ağırlıkça MSQ içeren aerojel battaniyenin merkezi bölgesinin kesit analizi gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçlarına göre, MSQ aerojel belirgin ve homojen bir ağ oluşturmuştur. Homojen bir kaplama elde edilmiş, aerojel malzemesinin seramik yüzey ve iç kısımlarında başarılı bir şekilde dağıldığı ve etkili bir

entegrasyonun gerçekleştiğini göstermektedir. Elde edilen sonuçlar, aerojel battaniyesinin homojen olmasının mekanik performansını ve termal analizlerinde elde edilen verilerin tutarlılığını ve başarı potansiyelini arttırabileceğini göstermektedir (Hou vd., 2017; Matias vd., 2016).



Şekil 4.6. %15 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesinin kesitsel morfolojisini gösteren SEM görüntüleri

4.2.2. MSQ Aerojel Battaniyenin SEM-EDX Analizi

Çizelge 4.2'de, MSQ aerojel, ham seramik battaniye ve MSQ aerojel battaniye numunelerinin elementel kompozisyonu, SEM-EDS analizi ile belirlenmiştir. MSQ aerojel, yaklaşık olarak %23 Si, %29 O ve %48 C içermektedir. Ham seramik battaniyenin elementel kompozisyonu %26 Si, %43 O, %4,64 C ve %27 Al içermektedir. Seramik battaniye, diğer numunelerle karşılaştırıldığında, özellikle Al elementini içermektedir. Ham seramik battaniye Al içerirken, MSQ aerojelde bulunmamaktadır. Elde edilen veriler incelendiğinde, her bir kompozit malzemenin toplam Al ve C içeriği

%31 ila %36 arasında değişmektedir. Kompozit battaniyelerde MSQ aerojel miktarı çoğaldıkça, Al elementinin fraksiyon içindeki katkısı kademeli olarak azalmaktadır; bu durum, kompozit malzemede artan miktarda MSQ aerojel varlığına C miktarını arttırmakta doğrudan ilgilidir. Çalışmanın sonucunda, elementel konsantrasyonlar, C ile Al fraksiyonları ile aerojel arasında bir uyumun olduğunu teyit etmektedir.

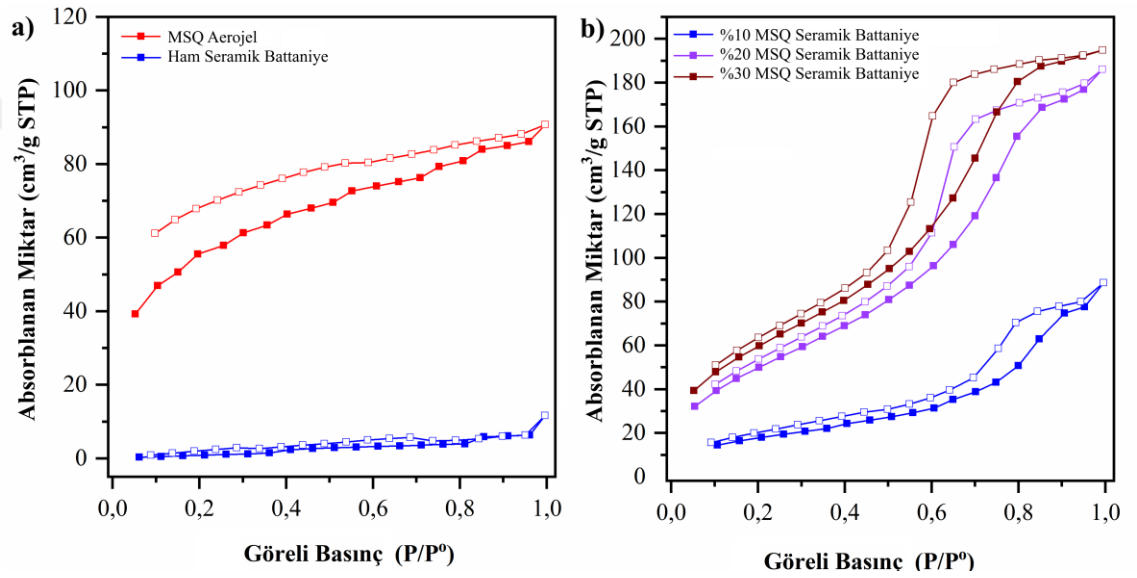
Çizelge 4.2. MSQ aerojel, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi elementel kompozisyonu

Numuneler	Elementel Kompozisyon (%)			
	Si	**O**	**C**	**Al**
MSQ Aerojel	23,25	29,24	47,51	-
%5 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	24,51	39,37	18,50	17,62
%10 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	27,26	40,44	16,04	16,26
%15 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	28,47	37,46	22,23	11,85
%20 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	33,90	33,25	20,54	12,32
%25 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	31,9	36,86	20,22	11,02
%30 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	33,16	31,96	29,80	5,08
Ham seramik Battaniye	25,94	42,76	4,64	26,65

4.2.3. MSQ Aerojel Battaniyenin BET Yüzey Alanı Özellikleri

Şekil 4.7, MSQ aerojel, ham seramik ve aerojel yalıtım battaniyelerin azot absorpsiyon-desorpsiyon izotermelerini göstermektedir. Şekil 4.7 a'da, MSQ aerojel ve ham seramik battaniyelerin izotermi görülmektedir. Seramik battaniye, büyük gözeneklere sahip olmasından dolayı ve seramik malzeme yüzeyinde düşük fonksiyonel gruplarının olması azotla ilişkilendirilebilecek gruplara sahip olmaması nedeniyle fiziksel olarak oldukça düşük ve hatta yok denecek kadar bir absorpsiyon kapasitesine sahiptir. Ancak, bu durum silika aerojel için geçerli değildir. Silika aerojel, mezoporoz gözenek yapısı nedeniyle daha yüksek bir azot absorpsiyon izotermisi sergilemektedir. Mezoporoz yapı, 2-50 nm arasında değişen çaplarda gözenekler olduğu anlamına gelmektedir (Lee vd., 2018). Desorpsiyon aşamasında ise, basınç azaltıldığında, absorbe olan azot gaz molekülleri malzemenin gözeneklerinden desorbe olmaya başlar. Bu süreçte, desorbe olan gaz miktarı, malzemenin gözenek yapısına bağlı olarak değişkenlik göstermektedir.

Desorpsiyon anında ilk başta absorbe edilen azotun büyük gözeneklerde kaldığı, düşük bir basınca ulaşıldığında ise içyapıdaki daha geniş gözenekli bölgelerin bir kısmının dolu kaldığı gözlemlenmektedir (Cychosz vd., 2018). Hazırlanan aerojel yalıtım battaniyelerinin azot absorpsiyon-desorpsiyon izotermi Şekil 4.7 b'de gösterilmiştir. Bu aerojel battaniyeleri, klasik H_2 tipi histerisiz döngülerine karşılık gelen tip IV izoterm gösterirler ve bu da mezoporoz yapıların varlığını teyit etmektedir (Lee vd., 2018; Nikpourian vd., 2020). Özellikle, aerojellerin MTMS konsantrasyonu kademeli olarak yükseldikçe histerisiz döngüleri daha belirgin hale gelir.



Şekil 4.7. a) MSQ aerojeli ve ham seramik battaniye ile b) MSQ yalıtım battaniyelerinin (% ağırlıkça 10-20-30) N_2 absorpsiyon-desorpsiyon izotermeleri

Çizelge 4.3'te, aerojel ve aerojel yalıtım battaniye numunelerinin yüzey alanları ve gözenek özellikleri sırasıyla sunulmuştur. BET sonuçlarına göre, MSQ aerojel numunesinin yüzey alanı 203,5 m^2/g iken, SDS ile sentezlenen MSQ aerojel numunesinin yüzey alanı 191,35 m^2/g olarak elde edildi. Bu durumun nedeni, SDS eklenmiş malzemenin SEM sonuçlarında teyit edildiği gibi partikül büyüklüğünün artması ve boşluklu yapının azalmasıdır, dolayısıyla yüzey alanını düşürmektedir. Ham seramik battaniye ve aerojel kompozit malzemelerin yüzey alanı 5,52 ila 226,1 m^2/g arasında değişkenlik gösterirken, kompozit malzemenin yüzey alanında aerojel ilavesiyle belirgin bir artış elde edilmiştir. Aynı şekilde, kompozit malzemenin gözenek hacmi, MSQ aerojel ilavesiyle BJH yöntemine göre 0,0248 ila 0,3221 cm^3/g arasında çapları artmış ve

değişmiştir. Seramik battaniyenin büyük gözenekli olması sebebiyle, yüzey alanı düşüktür ve karakterizasyonu zorlaştırmaktadır. Bir etki olarak, kompozit malzeme içindeki aerojel miktarındaki artış, gözenek hacminde artışla neticelenmiştir; bu değişiklik, oluşan silika ağı yapısının stabilitesiyle doğrudan alakalıdır ve yakından ilişkilidir. Bu durum, yoğunluğu arttırarak aerojel yapısının gücünü arttırır. Güçlendirilmiş yapı, kuruma sırasında oluşan kapiler kuvvetlere karşı direnci arttırır.

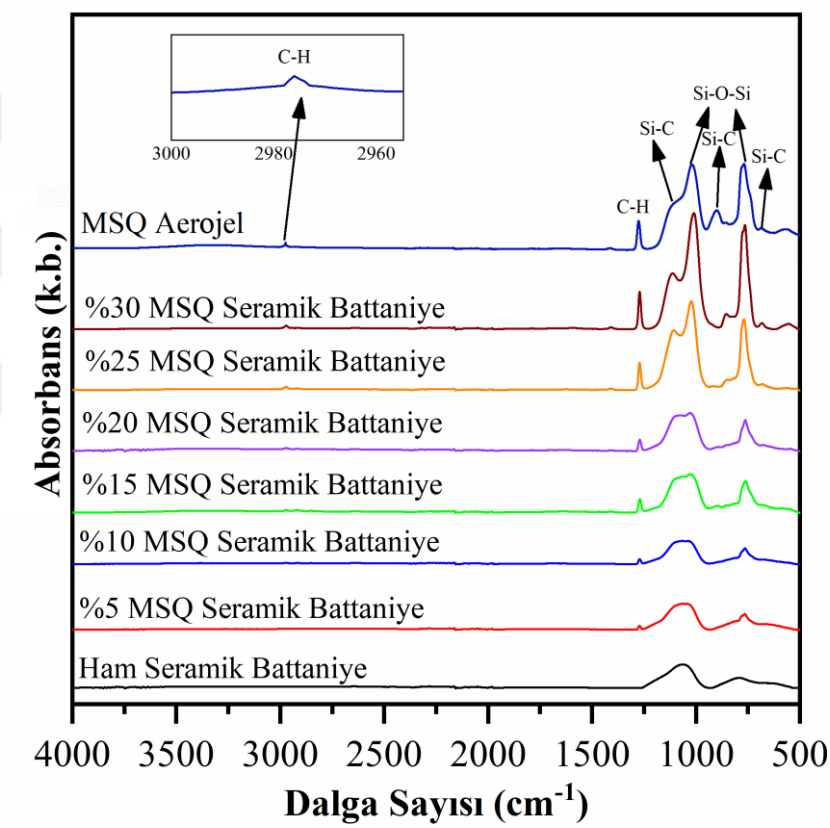
Çizelge 4.3. MSQ aerojel, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi BET yüzey alanı (m^2/g) ve BJH adsorpsiyon gözenek hacmi (cm^3/g)

Numuneler	Çok Noktalı BET Yüzey Alanı (m^2/g)	BJH Yöntemi Adsorpsiyon Gözenek Hacmi (cm^3/g)
MSQ Aerojel	203,50	0,1055
MSQ+SDS Aerojel	191,35	0,1188
Ham Seramik Battaniye	5,52	0,0248
%5 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	65,74	0,1429
%10 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	110,61	0,2473
%15 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	166,90	0,2971
%20 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	191,90	0,3095
%25 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	226,10	0,3205
%30 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	225,10	0,3221

4.2.4. MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Özelliklerinin FTIR Yöntemiyle Belirlenmesi

Şekil 4.8, MSQ aerojel içeren örneklerin, ham seramik battaniye ve içerdiği MSQ silika aerojellerin değişen miktarlarına sahip yalıtım battaniyelerin FTIR spektrumlarını göstermektedir. Kompozit örneklerin sonuçları beraber değerlendirildiğinde, absorpsiyon bantlarından herhangi bir farklılık gözükmemekle birlikte, yalnızca şiddetlerinde farklılık bulunmaktadır. Ancak, MSQ aerojel ile ham seramik yalıtım malzemesi arasında önemli bant farklılıkları bulunmaktadır. Şekil 4.8'te, ham seramik battaniye, yalnızca 828 ve 1063 cm^{-1}'de iki belirgin bant gösterir. Bu bantlar, Si-O-Si'nin asimetrik gerilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır (Henry vd., 2018; Nocentini vd., 2018). Bununla birlikte, ham seramikten farklı olarak, MSQ yalıtım battaniyesinde çeşitli sinyaller

bulunmaktadır. Bu absorpsiyon bantları, Si-C fonksiyonel yapısından kaynaklanan 850 ve 1260 cm^{-1}'de simetrik gerilme bantlarına aittir (Darmawan vd., 2018; S. Huang vd., 2020; Zhi Li vd., 2020; Xiaodong Wu vd., 2020; Xiaoxu Wu vd., 2020). -CH_3 bağlarının titreşim bantları, 2976 ve 1416 cm^{-1}'de görülür (S. Huang vd., 2020; Xiaodong Wu vd., 2020) ve MSQ aerojel ilavesiyle şiddeti artmaktadır. Bu bantlar aynı zamanda, MSQ aerojel ve aerojel yalıtım battaniyelerin hidrofobik özelliklerini doğrulamaktadır. Dolayısıyla, söz konusu bantların gözlenmesi, MSQ aerojel ve kompozitlerinin su ile etkileşimde bulunma eğiliminde olmadığını ve dolayısıyla hidrofobik karaktere sahiptir.



Şekil 4.8. a) MSQ aerojel ve battaniyelerin FTIR-ATR yöntemiyle kimyasal yapının belirlenmesi

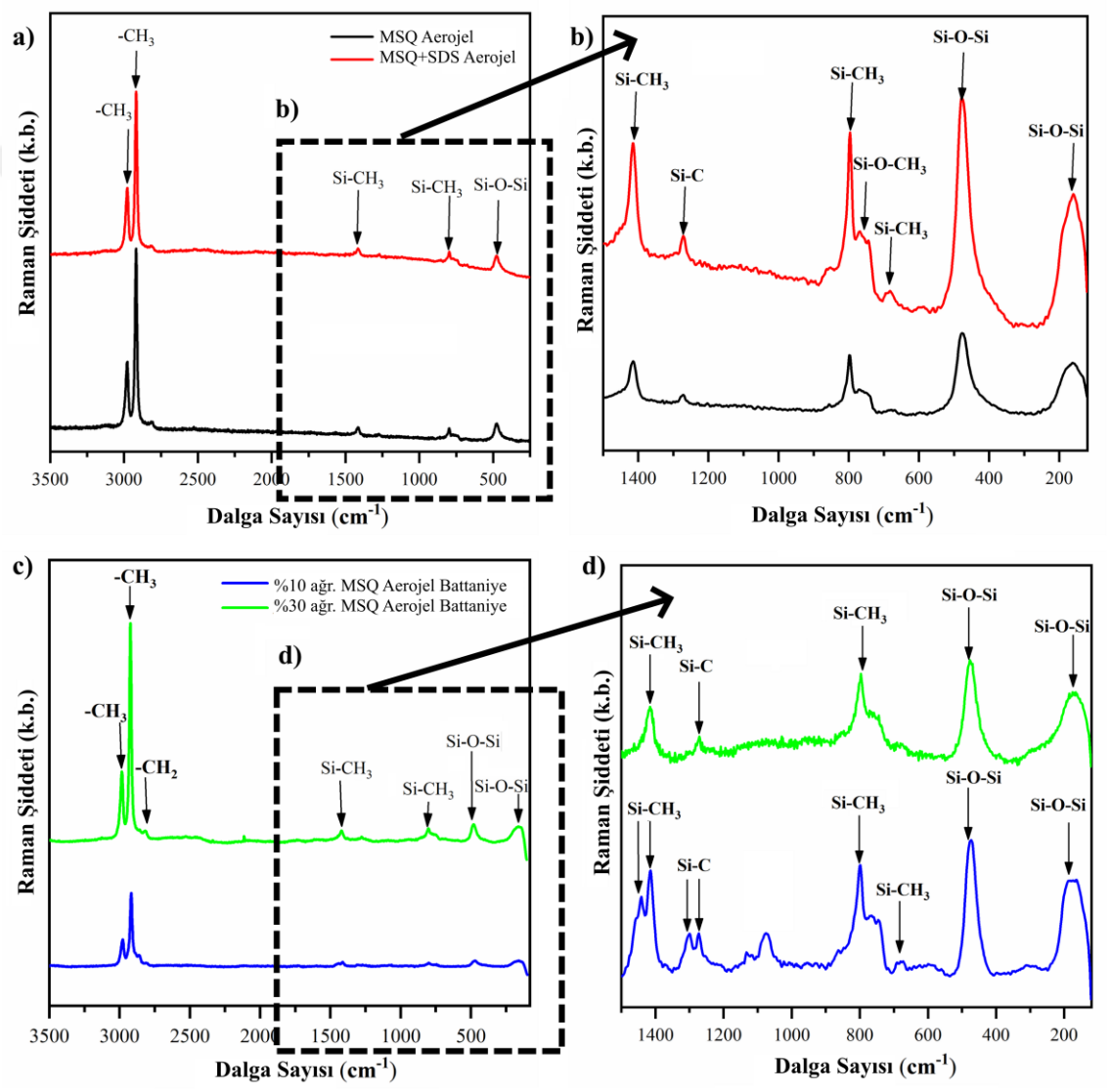
4.2.5.MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Özelliklerinin Raman Yöntemiyle Belirlenmesi

Şekil 4.9'da gösterilen Raman spektrumları, MSQ, MSQ+SDS ve aerojel yalıtım battaniyelerinin moleküler yapısı ve bileşimi hakkında önemli karakteristik pikleri sergilemektedir. Şekil 4.9 a'da, MSQ aerojellerde gözlemlenen -CH_2 gruplarının simetrik ve asimetrik gerilme titreşimleri, sırasıyla 2918 ve 2980 cm^{-1} dalga sayılarında tespit edilmiş, bu da metil gruplarının varlığını doğrulamaktadır (Bazylewski vd., 2017; Lamy-Mendes, vd., 2019). Si-CH_3 gerilme titreşimi, 1420 cm^{-1} dalga sayısında belirgin bir Raman batlarına ait sinyaller sergiler (Kim vd., 2012; Lamy-Mendes vd., 2019), yapıdaki metil gruplarını doğrulayarak destekler. Ayrıca, Si-O-Si grupları titreşimi 798 cm^{-1}'deki bantla tanımlanmaktadır (Ehgartner vd., 2017; Igarashi vd., 1993). 480 cm^{-1}'deki pik, Si-O-CH_3 bağlarının gerilme titreşimine işaret eder ve metoksi gruplarının varlığını destekler (Walrafen vd., 1985). SDS'le sentezlenen MSQ aerojellerin pik şiddeti daha da artmıştır.

Şekil 4.9 b'de, aerojel yalıtım battaniyesinin 475 cm^{-1}'deki sinyal, Si-O-Si bağlarının asimetrik gerilme titreşimini temsil etmektedir (Walrafen vd., 1985). - CH_3 gruplarının asimetrik gerilme titreşimi, 1413 cm^{-1}'de gözlemlenir. (Lamy-Mendes vd., 2019) -Si-C bağlarının simetrik gerilme titreşimi, 1270 cm^{-1}'de belirgin pik tanımlanmıştır. MSQ aerojellerinin moleküler özelliklerini anlamak için, Si-CH_3 bağlarının gerilme titreşimi 798 cm^{-1}, Si-O-CH_3 bağlarının absorpsiyon titreşimi 771 cm^{-1} (Kim vd., 2012) ve Si-CH_3 gruplarının absorpsiyon titreşimleri 684 cm^{-1} tanımlamak gerekmektedir (Bazylewski vd., 2017). SDS, MSQ aerojellerindeki titreşim modları ve saçılma özelliklerindeki değişiklikleri düzenleyerek arıtmaktadır. Raman titreşim bantları daha belirgin ve düzenli hale gelmektedir. Ayrıca, SDS dolaylı olarak MSQ aerojellerinde düzeni arttırır, Raman saçılma ve bant şiddetlerini yoğunlaştırır.

Şekil 4.9 c'de, 10 ve %30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyelerinin karakteristik pikleri, malzemenin moleküler yapısı ve bileşimi hakkında somut veriler vermektedir. MSQ aerojel içeriğinin artmasıyla Raman spektrumlarında önemli değişiklikler gözlemlendi. Özellikle Şekil 4.9 d'de 745, 1069, 1299 ve 1441 cm^{-1}'deki zayıf depolarize olan bantlar gözlemlenmedi, aksine elde edilen bantların şiddeti oldukça azaldı. Bu şiddetin azalması

ve eksilmesi, MSQ aerojelin molekül ağrılığının artmasıyla ilgilidir. Kompozit yapı içindeki seramik battaniyenin oranı değişmezken, MSQ aerojelin artmasıyla Raman spektrumlarındaki çift pikler kayboldu. Ayrıca, daha yüksek MSQ aerojel içeriği, seramik battaniyenin yüzeyini örterek, lazer ışının alt yüzeye girmesini engelledi. Böylelikle seramik battaniyenin bantlarının maskelenmesine, sönümlenmesine neden oldu. Sonuç olarak, Raman spektrumlarındaki değişiklikler, kompozitin düzen oluştuğunu ve MSQ aerojelleri ile seramik battaniye arasındaki etkileşimlerde değişikliklere işaret etmektedir.

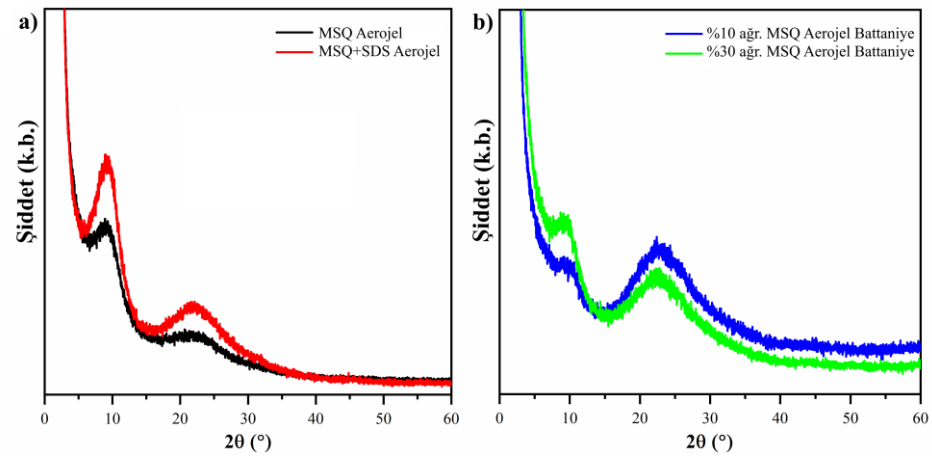


Şekil 4.9. a, b) MSQ+SDS aerojel ve c, d) %10, 30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesi Raman Spektroskopisi

4.2.6 MSQ Aerojel Battaniyenin Kristalin Yapasının XRD Yöntemiyle Belirlenmesi

Sentezlenen aerojel ve aerojel yalıtım malzemelerinin kristalin yapıları incelenmiş, elde edilen veriler Şekil 4.10'da gösterilmiştir. Şekil 4.10 a'da, MSQ ve MSQ+SDS aerojellerinin XRD analizi sonucunda iki geniş pik gözlemlenmiştir. Bu pikler, yapıların amorf olduğunu işaret etmektedir. İlk pik, 9°'de yer almakta ve Si-CH_3 (hidrofobik grup) fonksiyonel grubunu, ikinci pik ise 22°'de görülmekte ve Si-O-Si yapısal öğesini temsil etmektedir. Ancak, SDS eklenmesi bu piklerin aralıklarını daraltmış ve şiddetini arttırmıştır. Bu durum, SDS yüzey aktif maddesinin aerojellerin daha yüksek bir düzen derecesi oluşturmasına ve daha düzenli bir yapıya gelişmelerine katkıda bulunmuş olabilir. Bununla birlikte, SDS'nin sentez sırasında silika partiküllerinin nükleasyonunu arttırdığı düşünülmektedir. Elde edilen sonuçlar, literatürde bildirilenlerle uyumludur (Cazacu vd., 2021; Pohl vd., 2023; Vareda vd., 2021; H. Yang vd., 2022).

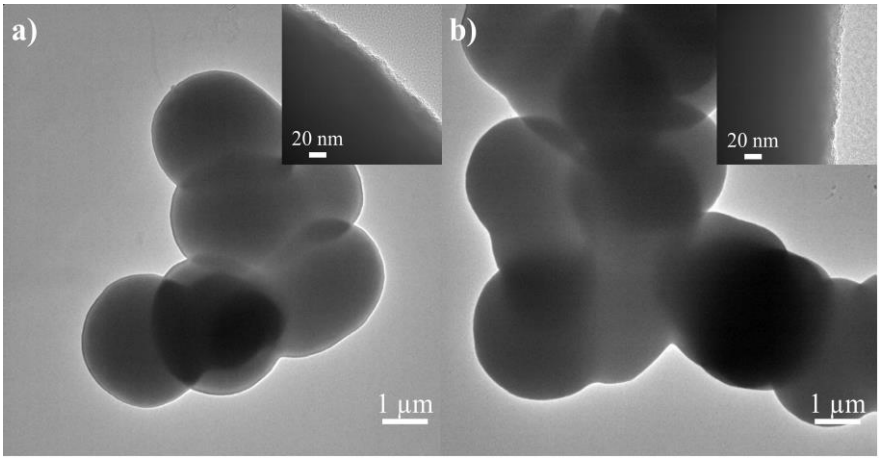
Şekil 4.10 b, %10 ve %30 MSQ aerojel yalıtım battaniyesi XRD analizini göstermektedir. %10 MSQ kompozit malzemesi, 9°'de daha düşük bir pike sahipken ve 25°'de daha yüksek bir pike sahiptir. Bu durum, ham seramik battaniyenin bileşimindeki malzemelerin kristalinite özelliklerini etkilediğini göstermektedir (Lamy-Mendes vd., 2019). Ayrıca, XRD analizindeki 9°'lik pik, artan MSQ içeriğini doğrulamaktadır. Bu ilişki, bağlamsal bir korelasyon oluşturmakta olup, XRD analizindeki pik şiddetinin artışı ve daha düzenli bir yapı haline gelmesiyle karakterize edilmiştir.



Şekil 4.10. a, b) MSQ ve MSQ+SDS aerojel ve c, d) %10, 30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyelerinin XRD analizleri

4.2.7.MSQ Aerojel Battaniyenin TEM Analizi Uygulanarak Mikro-Yapısının Belirlenmesi ve Analizin Yapılması

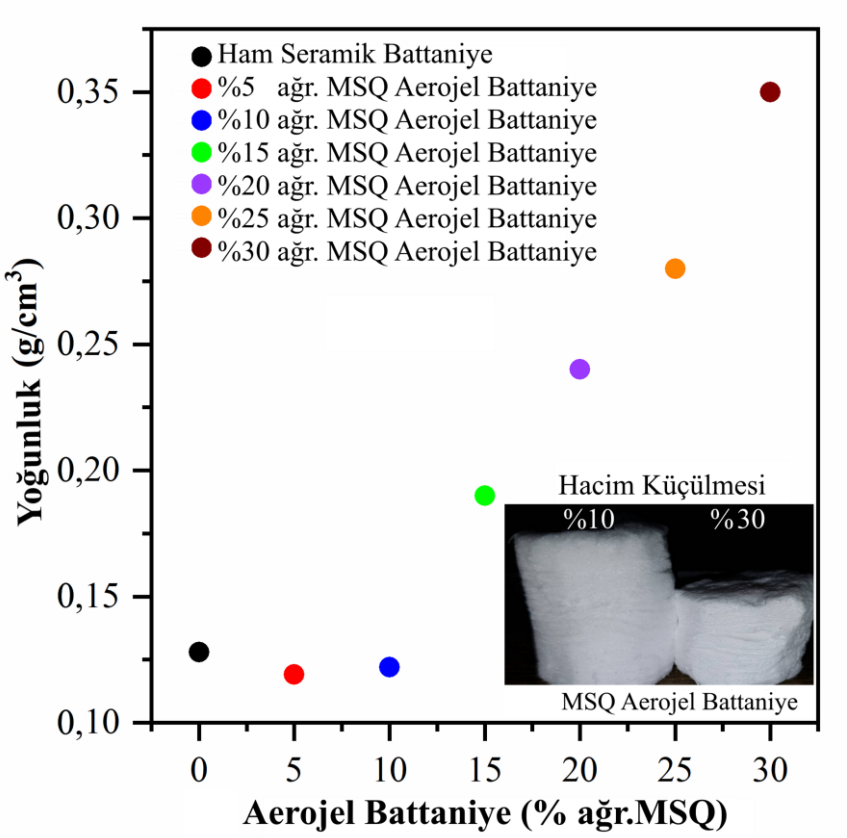
Şekil 4.11'de, aerojel ve SDS katkılı aerojel numunelerinin boyutları, SDS kullanılarak sentezlenen MSQ numunelerinin parçacık boyutlarındaki değişiklikler incelenmiştir. Şekil 4.11 a'daki görüntü, MSQ aerojelini temsil ederken, Şekil 4.11 b'deki görüntü MSQ+SDS aerojel numunesini temsil etmektedir. Elde edilen görüntüler, malzemenin mikroyapısını görsel olarak karşılaştırmalı bir şekilde göstermektedir. Bu görselde, MSQ aerojellerinin örneklerinde, silika aerojel örneklerinde olduğu gibi belirgin bir şekilde gözlemlenen morfolojik küresel yapı mikro yapısını doğrulamış ve bu yapıyı detaylı bir şekilde gösterilmiştir (Yun vd., 2017). TEM görselleri dikkatlice incelendiğinde, SDS katkılı aerojel numunesi kürecikler arasındaki ağ yapısının daha iç içe geçtiği, boşluklu alanların azaldığı ve parçacık boyutunun arttığını göstermektedir. Bu morfolojik yapıdaki değişiklik, partikül büyüklüğündeki artış ve boşluklu yapının azalması, BET sonuçlarıyla birlikte değerlendirildiğinde, her iki veri setinin birbirini doğruladığı görülmektedir. BET sonuçları, SDS katkılı aerojelin yüzey alanının azaldığını göstermiş ve partikül büyüklüğündeki artışın yüzey alanını olumsuz yönde etkilediğini göstermektedir. Bu durumun nedeni, azot gazının boşluklu alana girememesi ve azalması olarak açıklanabilir (Rahman vd., 2009).



Şekil 4.11. a) MSQ ve b) MSQ+SDS aerojel TEM görüntüleri

4.2.8. MSQ Aerojel Battaniyenin Kütle Yoğunluğunu ve Hacim Özelliklerini Etkileyen Faktörler

Yalıtım battaniyelerinin termal iletkenliği, kütle yoğunluğundaki farklılıklar, içerdikleri hava cepleri, dış basınç, mekanik kuvvetler ve kimyasal etkileşimlerin toplamının bir sonucudur. Kütle yoğunluğu, bir cismin hacmi ve kütlesinden türetilir; üretim sürecinde düşük hacimli ürünler, yüksek kütle yoğunluğuyla sonuçlanır. Bu bilgi, sentez sürecimize entegre edilmiştir. Üretim sırasında, ham seramik yalıtım battaniyelerinde lifler arasında çeşitli yan ürünlerin (küçük partiküllerin) bulunduğu gözlemlenmiştir. Bu istenmeyen yan ürünler, aynı zamanda termal performansı olumsuz etkileyerek, lifler üzerinde fiziksel olarak hasar oluşturmuş ve dış kuvvet uygulandığında kolayca ayrılarak yapıdan uzaklaşmıştır. Bu çalışmada, yan ürünlerin çıkarılması için toz alma işlemi uygulanmıştır. Ayrıca, aerojel battaniyelerin sentezi için çözücü değişimi sürecinde sol-jel tekniği kullanılmıştır. Çözücü değişimi süreci, hafif bir hacim artışıyla birlikte lif reoryantasyon tetikler (Lee vd., 2018). Önemli bir not olarak, bu çalışmada %5 ve %10 MSQ aerojel içeren kompozit battaniyelerin, saf seramik battaniyeden daha düşük kütle yoğunluğuna sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bu fark, MSQ aerojellerin doğasında bulunan düşük kütle yoğunluğuna ve kompozit içindeki daha düşük MSQ aerojel içeriğine dayanmaktadır. Bu bulguların literatürdeki destekleyici kanıtlarla uyumlu olduğu önemle vurgulanmalıdır. Ancak, MSQ silika aerojel içeriği kompozit battaniye içinde %15 veya daha fazla olduğunda, ardından bir hacim azalması ve kütle yoğunluğunun artması meydana gelir. Şekil 4.12'de seramik battaniye içindeki MSQ aerojel maddesinin kütle yoğunluklarını açıklar ve yoğunluk değerlerinin termal iletkenlik üzerindeki kritik rolünü vurgular. Ortaya çıkan hacim azalması, gözenekliliği ve termal iletkenlik performansını etkiler. MSQ aerojel yapıları genişledikçe ve lifler bir araya geldikçe ortaya çıkan hacim daralması, Şekil 4.12'de gözlemlenen verilerle doğrulanabilir. Bu hacim daralmasının, seramik yalıtım battaniyelerinde kütle yoğunluğu, gözeneklilik ve termal iletkenlik arasındaki karmaşık etkileşimi anlamak için önemini vurgular.



Şekil 4.12. MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin kütle yoğunluğu ve hacim büzülmesi

4.2.9. MSQ Aerojel Battaniyenin Termal İletkenlik Performansının Hot Disk TPS Yöntemiyle Belirlenmesi

Numunelerin termal iletkenlik performansı, Hot Disk düzlem kaynak cihazı kullanılarak titizlikle analiz edilmiştir. Verilerin daha güvenilir ve tutarlı olabilmesi amacıyla, numunelerin üst ve alt yüzeylerinden elde edilen sonuçların ortalaması alınarak sunulmuştur. Çizelge 4.4'te tüm numunelerin sonuçları detaylı bir şekilde yer almaktadır. MSQ aerojelin literatürde bulunan termal iletkenlik sonuçları, 0,018 $Wm^{-1}K^{-1}$ (Parakkulam Ramaswamy vd., 2021) ile 0,164 $Wm^{-1}K^{-1}$ (Minju vd., 2021) arasında değişmektedir. Bu çalışmada sentezlenen MSQ aerojellerin termal iletkenlik performansı ise 0,099 $Wm^{-1}K^{-1}$ olarak belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar literatürdeki aralık içerisinde yer almaktadır. Bu araştırmada tercih edilen ham seramik yalıtım battaniye, literatürdeki diğer birçok benzer battaniye ile karşılaştırıldığında, nispeten daha yüksek

bir termal iletkenliğe sahip olduğu gözlemlenmiştir (Chakraborty vd., 2016; S. He vd., 2017; Y. Huang vd., 2018; Hung vd., 2021). Genellikle literatürde kullanılan battaniyeler genellikle cam elyaf esaslı malzemelerden oluşmaktadır. Ancak, havacılık uygulamaları için tercih edilen malzemeler çoklu amaçları aynı anda karşılamak durumundadır ve özel bir dizi gereksinimi yerine getirmelidir. Özellikle uçak motor ve aviyonik bölgelerinde kullanılan yalıtım malzemeleri, belirli özelliklere yönelik talepleri ve standartları karşılamak durumundadır. Seramik elyaf, daha yüksek sıcaklıklara dayanabilme, yüzeyinde herhangi bir organik bağlayıcı madde içermemesi, kimyasal ve korozyona karşı dayanıklılığı nedeniyle cam elyafına göre daha başarılıdır (Yalamaç vd., 2017). Tüm bu gereksinimler değerlendirildiğinde, seramik yalıtım malzemesinin cam elyafına kıyasla daha üstün bir termal iletkenlik performansına sahip olduğu sonucuna varılmıştır.

Genel olarak, aerojel eklemenin gözenekli yapısı nedeniyle, ham seramik battaniyeye kıyasla termal iletkenliği azalttığı gözlemlenmiştir. %5 ağırlıkça MSQ aerojel battaniye, tüm numuneler arasında en düşük yoğunluğa (0,119 g/cm³) ve aynı zamanda en düşük termal iletkenliğe sahiptir. Bunu takiben %30 MSQ aerojel battaniye numunesi, malzemenin neredeyse tamamının aerojel ile kaplandığı dolayısıyla termal iletkenliği düşürmede etkili olmuştur. En yüksek yoğunluğa sahip olan, aynı zamanda en düşük termal iletkenlik oranına sahip olan numune önemli ölçüde azalmıştır. Bu gözlem, özellikle termal özelliklerle ilgili havacılık gereksinimlerini karşılamak üzere yalıtım malzemelerinin özel tasarımını vurgular. Aerojel eklediğinizde termal iletkenlik ve yapısal kompozisyon arasındaki dengeyi anlamak önemlidir. Literatürdeki termal iletkenlik performans ölçümleri, kullanılan cihazlar, uygulanan proses ve parametreler nedeniyle elde edilen veriler arasında değişkenlik göstermektedir. Bu faktörler, elde edilen sonuçların kendi arasında kıyaslanabildiğini zorlaştırır. Her ölçüm yöntemi, örneğin, Sabit Sıcak Levha Cihazı, Hot Disk TPS cihazı, Lazer Flaş Cihazı (LFA) gibi cihazlar, tasarım ve yeteneklerine göre ölçümler almaktadır. Ayrıca, termal iletkenlik ölçümleri genellikle literatür çalışmalarında yüksek sıcaklıklar yerine oda sıcaklığında yapılmaktadır ve aerojel battaniyeleri genellikle oda sıcaklığında analiz edilmiştir. Yüksek sıcaklık analizleri oldukça sınırlıdır (Lakatos vd., 2021; Merillas, vd., 2022).

Aerojel battaniyeleri çoğunlukla aşırı koşullarda ve zorlu kullanım alanlarında tercih edildiğinden, bu çalışmanın odak noktası, havacılık uygulamalarını esas alarak, aviyonik yalıtımının RTCA DO-160G standartlarına göre belirlenen kriterlerini içermekte ve bu kriterler doğrultusunda ölçümlerin daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmesine katkıda bulunmaktadır. RTCA DO-160G test standart, havacılık uygulamalarında kullanılan termal yalıtım malzemelerinin performansını belirlemek ve değerlendirmek için belirlenen bir kriter setini içerir. Ancak, termal iletkenlik cihazlarında kullanılan cihazlar aynı olsa bile, elde edilen verilerin analizini yapan personelin deneyimine bağlı olarak değişebilir. Örneğin, Hot Disk TPS ölçümlerinde elde edilen sonuçların, aynı parametreler altında alınan diğer ölçümlerle karşılaştırıldığında (Merillas vd., 2022), elde edilen sonuçların kendi aralarında %30 ila %140 aralığında fark gösterdiği, bu durumun hata payının yüksek olduğunu göstermektedir. Dolayısıyla elde edilen sonuçlar analiz edilirken hangi cihazın nasıl kullanıldığı önemlidir, çünkü cihazların termal iletkenlik sonuçları doğrudan etkilemektedir.

Bu çalışma, 30-199°C aralığındaki termal iletkenlik sonuçlarını araştırmış ve elde edilen sonuçları sıcaklık değişimi üzerinden sunmuştur. Çalışmamızdaki sonuçları literatür sonuçlarıyla doğrudan karşılaştırmak zordur, çünkü mevcut çalışmalarda ölçümler genellikle oda sıcaklığında yapılmaktadır (Berardi vd., 2019). Bu nedenle, ölçüm koşullarındaki bağlamdaki farklılıkların dikkatlice yorumlanması ve tanınması gereklidir.

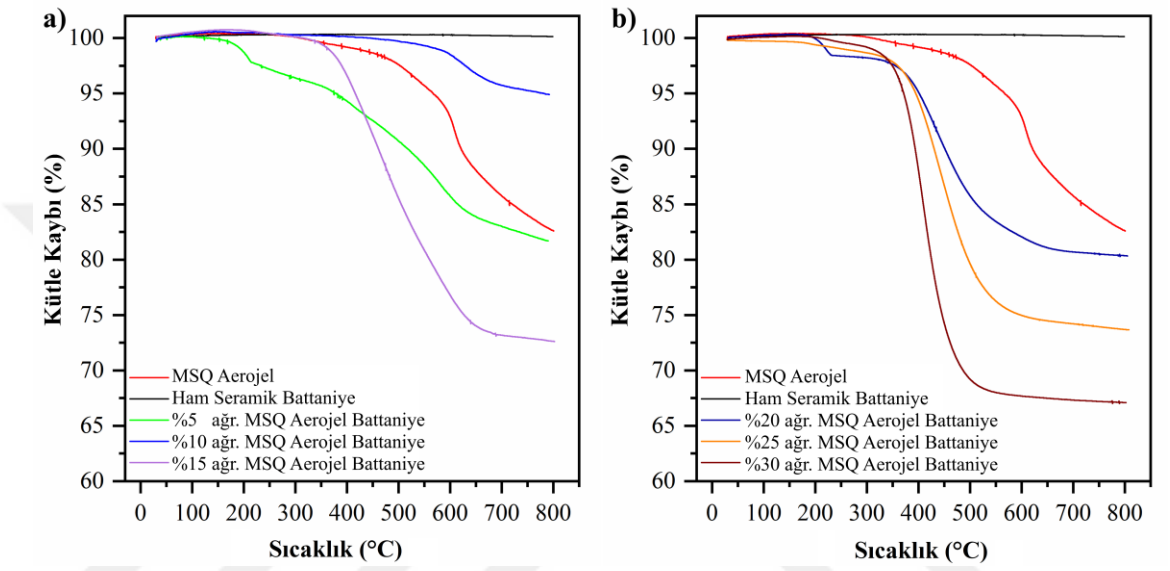
Çizelge 4.4. MSQ aerojel, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi termal iletkenlik (W/mK), kütle yoğunluğu (g/cm^3) ve porozite değerleri

Numuneler	Termal İletkenlik (W/mK)	Kütle Yoğunluğu (g/cm^3)	Porozite (%)
Ham Seramik Battaniye	0,120	0,128	92,39
%5 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,085	0,119	92,47
%10 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,118	0,122	95,20
%15 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,114	0,190	92,08
%20 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,115	0,240	90,60
%25 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,142	0,281	87,12
%30 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,096	0,350	81,64
MSQ Aerojel	0,099	0,092	93,84

4.2.10. TGA Yöntemiyle MSQ Aerojel Battaniyenin Termal Stabilite Özelliklerinin Araştırılması

MTMS prekürsörü kullanılarak sentezlenen silika aerojel ve ham seramik battaniyelerinin termal kararlılığını belirlemek amacıyla TGA analizleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.13'te gösterilmiştir. MSQ aerojel ve kompozitlerin termal bozunma adımları üç aşama halinde gerçekleşmektedir. İlk aşamada, 150°C'ye kadar olan sıcaklıklarda kütle kaybı gözlemlenmiştir. Bu kütle kaybının nedeni, içerisinde bulunan su, çözücü kalıntıları ve reaksiyona girmemiş moleküllerin uzaklaştırılmasıdır. Ardından, 400°C'ye kadar neredeyse önemli bir bozunma davranışı gözlenmemiştir. İkinci kütle kaybı, MSQ aerojel yapısındaki organik grupların parçalanması nedeniyle 400°C'de başlamakta ve 500°C'ye kadar devam etmektedir. Bu adımdaki kütle kaybı, hidroksil (- OH) ve alifatik (-CH_3) silika gruplarındaki fonksiyonel grupların bozunmasından kaynaklanabilir. Üçüncü bozunma adımı, organik yapıların tamamen parçalandığı 500°C'nin üzerindeki sıcaklıkta gerçekleşmektedir (Chakraborty vd., 2016). Elde edilen sonuçlara göre, 800°C'de MSQ aerojellerinin %82,5'inin kül olarak kaldığını göstermektedir, bu da malzemenin yüksek termal kararlılığa sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Bu gözlem, malzemenin yüksek sıcaklık uygulamaları için potansiyel uygunluğuyla uyumlu ve aerojel malzemesinin yüksek sıcaklıklarda termal stabil kalmaktadır. Şekil 4.13 a'daki sonuçlara göre, ham seramik battaniye, herhangi bir bozunma davranışı göstermeyerek yüksek termal kararlılığa sahip olduğunu, yüzeyinde organik grup ya da kaplama (sizing) tespit edilemediğini doğrulamıştır. Bu durum, ham seramik battaniyenin termal kararlılık açısından güçlü bir performans sergilediğini göstermektedir. Kompozit malzemelerin karşılaştırılmasıyla elde edilen sonuçlara göre, en yüksek termal stabiliteye sahip ürün, %10 ağırlık oranındaki MSQ aerojel battaniye malzemesidir. Bu kompozit battaniye, ana malzemelerin birleşiminden kaynaklanan ideal bir değere sahip olarak öne çıkmaktadır. Analiz devam ettikçe, sırasıyla en iyi üçüncü sonucun MSQ aerojel numunesinde elde edildiği belirlenmiştir. MSQ aerojel, termal kararlılık bakımından diğer örneklerden daha üstün bir performans sergilemektedir. Şekil 4.13 b'de görüldüğü gibi, aerojel miktarı arttıkça aerojel yalıtım battaniyelerinin termal bozulma hızı artmaktadır. Çalışma sırasında en düşük termal kararlığa sahip malzeme, %30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesidir ve geriye kalan malzeme miktarı %67

olarak belirlenmiştir. Bu durum, yüksek oranda MSQ aerojel içeren örneklerin termal kararlılık açısından daha düşük performans sergileyebileceğini göstermektedir. Bu sonuçlar, aerojel konsantrasyonunun termal özellikleri üzerindeki etkilerini daha detaylı bir şekilde incelemeyi gerektirebilir. Elde edilen veriler, aerojel battaniyelerin özellikle termal kararlılık açısından kritik öneme sahip olduğunu ve endüstriyel uygulamalarda etkili bir şekilde kullanılabileceğini göstermektedir.



Şekil 4.13. a) MSQ aerojel, ham seramik battaniye ve MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin (%5-15 ağırlıkça), b) MSQ aerojel, seramik battaniye ve MSQ seramik battaniyesinin (%ağırlıkça 20 – 30) TGA sonuçları

Şekil 4.13 a-b'den elde edilen $Td_{\%5}$ (5 % ağırlık kaybının gerçekleştiği sıcaklık) ve kalan kütle verileri, Çizelge 4.5'te sunulmuştur. Bu iki önemli parametre, TGA yöntemiyle incelenir: $Td_{\%5}$ ve ağırlıkça toplam kül miktarı (%). $Td_{\%5}$ malzemenin termal kararlılığı hakkında önemli bilgiler sağlar. Yüksek bir $Td_{\%5}$ değeri, malzemenin yüksek sıcaklıklara dayanabileceği ve bu nedenle termal bozunmaya karşı daha dirençli olduğu anlamına gelir (Park vd., 2023). $Td_{\%5}$ değerleri ise şu şekildedir: MSQ aerojel için 566,97°C, %10 MSQ aerojel battaniye için 702,19°C ve %15 MSQ aerojel battaniye için 415,9°C'dir. Ham seramik battaniye ise herhangi bir bozunma göstermemektedir. Araştırmada, aerojelin konsantrasyonu arttıkça kül ağırlık miktarındaki artışın bozunmanın artmasına neden olduğu gözlemlenmiştir. Bu temel alındığında, Şekil 4.13 ve Çizelge 4.5'in dikkatli bir analizinde, aerojel miktarı ile artan kül içeriği arasında bir korelasyon olduğu anlaşılmaktadır. Seramik battaniye, Çizelge 4.5'te incelenen termal iletkenlik

performansları açısından diğer malzemelerden daha yüksek bir termal iletkenliğe sahiptir. Artan aerojel konsantrasyonları, kompozit içerisinde daha fazla kül miktarının oluşmasına neden olmaktadır. Bu durum, MSQ aerojelden kompozit içerisinde organik malzeme taşınımının fraksiyonel olarak artmasından kaynaklanmaktadır. Ancak, aerojel ve seramik yalıtım battaniyeleri arasındaki termal iletkenlik farklılıkları, aerojel yalıtım malzemelerinin termal stabilitesini olumsuz etkilemektedir. Seramik malzemenin daha iyi ısı iletkenliği için kompozit malzemenin termal bozunmasını hızlandırmaktadır. Bu durum, aerojel konsantrasyonunun termal davranışlar üzerindeki etkilerini daha ayrıntılı bir şekilde incelemeyi gerektirebilir. Bu etkenler bir araya geldiğinde, aerojel parçacıklarının temas ettiği yüzeylerde daha yüksek bir sıcaklık ortaya çıkacaktır. Bu noktadan itibaren organik esaslı gruplar degradasyona uğrayacak ve ortama hidrojen atomu salınacaktır. Bu etkileşim, iç kısımlardan aerojel malzemesinin bozulmasına yol açmaktadır. Devamında, hidrojen oluşumu başlayarak yanma reaksiyonlarını hızlandırmakta ve hidrojen atomları, ortamdan proton kopmasını sağlayarak yanma süreçlerini sürdürmekte ve hızlandırmaktadır. Elde edilen sonuçlar, aerojel konsantrasyonunun malzemenin termal davranışları üzerindeki önemli etkilerini vurgulamakta ve bu durumun endüstriyel uygulamalarda potansiyel ortaya koymaktadır.

Çalışma sonucunda, %10 MSQ aerojel battaniye, en stabil kararlılık ve düşük kütle kaybı göstermiştir. Bu kompozisyon, seramik içeriği ve ağ yapısını dengeleyerek, aerojel yapısındaki -CH_3 gruplarının varlığı, Si-C, Si-O ve Si-O-Si'deki daha güçlü kovalent bağlara kıyasla daha zayıf van der Waals kuvvetlerini göstermektedir. Bu nedenle, -CH_3 gruplarındaki bu daha zayıf bağlanma, moleküler hareketliliği ve termal bozunma hassasiyetini arttırabilir. Sonuç olarak, daha yüksek -CH_3 grup konsantrasyonlarına sahip aerojel battaniyeleri, bu bağlar termal stres altında daha fazla kırılmaya eğilimli olduğundan TGA analizi sırasında daha yüksek kütle kaybı neden olmaktadır.

Daha da derinlemesine incelendiğinde, yüksek konsantrasyonların (örneğin, %15, %20, %25 ve %30) etkilerinin, genel yapısal çerçevedeki karmaşık dengeyi tehlikeye atabileceği açıkça ortaya çıkar. Bu dengesizlik, sırasıyla yalıtım battaniyelerinin genel yapısal bütünlüğünü ciddi şekilde zayıflatabilir ve tutarlı ve dayanıklı bir ağın sürdürülmesinde zorluklar oluşturabilir. Bu tür senaryolarda gözlemlenen artan kütle kaybı, sorunun ciddiyetini vurgulayarak, optimal performans elde etmek için dikkatlice

ayarlanmış bir kompozisyonun gerekliliğini ortaya koyar. Sıcaklıklar yükseldikçe, yalıtım battaniyelerinin aerojel dolu liflerinde bir dizi etki meydana gelir. Bu aerojel yapılarına ısı uygulaması giderek belirgin hale gelir ve termal stres karşısında artan bir savunmasızlık oluşturur. Etkili yalıtım için esas olan lif ağı, ek stres noktaları ile karşılaşır ve yükselen sıcaklıkların neden olduğu zorlukları daha da kötüleştirir. Aerojel bileşenlerindeki -CH_3 organik yapılarının varlığının genel bozulmayı kötüleştirdiği açıkça anlaşılır, bu da yalıtım sistemini olumsuz termal koşullara karşı daha duyarlı hale getirir. Elde edilen bulgulara göre termal bozunma davranışı, literatürdeki verilerle uyumludur (Thapliyal vd., 2014).

Çizelge 4.5. MSQ aerojel, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi $Td_{\%5}$ (5 % ağırlık kaybının gerçekleştiği sıcaklık), kül miktarı

Numuneler	$T_{d5\%}$ (°C)	Kül Miktarı (%)	Maksimum kütle Kaybı Sıcaklığı (°C)
MSQ Aerojel	566,97	82,588	800,48
Ham Seramik Battaniye	-	-	-
%5 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	371,49	81,695	789,77
%10 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	702,19	94,902	792,00
%15 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	415,99	72,615	802,08
%20 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	401,15	80,339	805,78
%25 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	394,56	73,663	807,78
%30 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	371,09	67,087	802,30

4.2.11. Eşzamanlı TGA-FTIR Yöntemiyle MSQ Aerojel Battaniyenin Piroliz Sırasında Ortaya Çıkan Dumanların Araştırılması

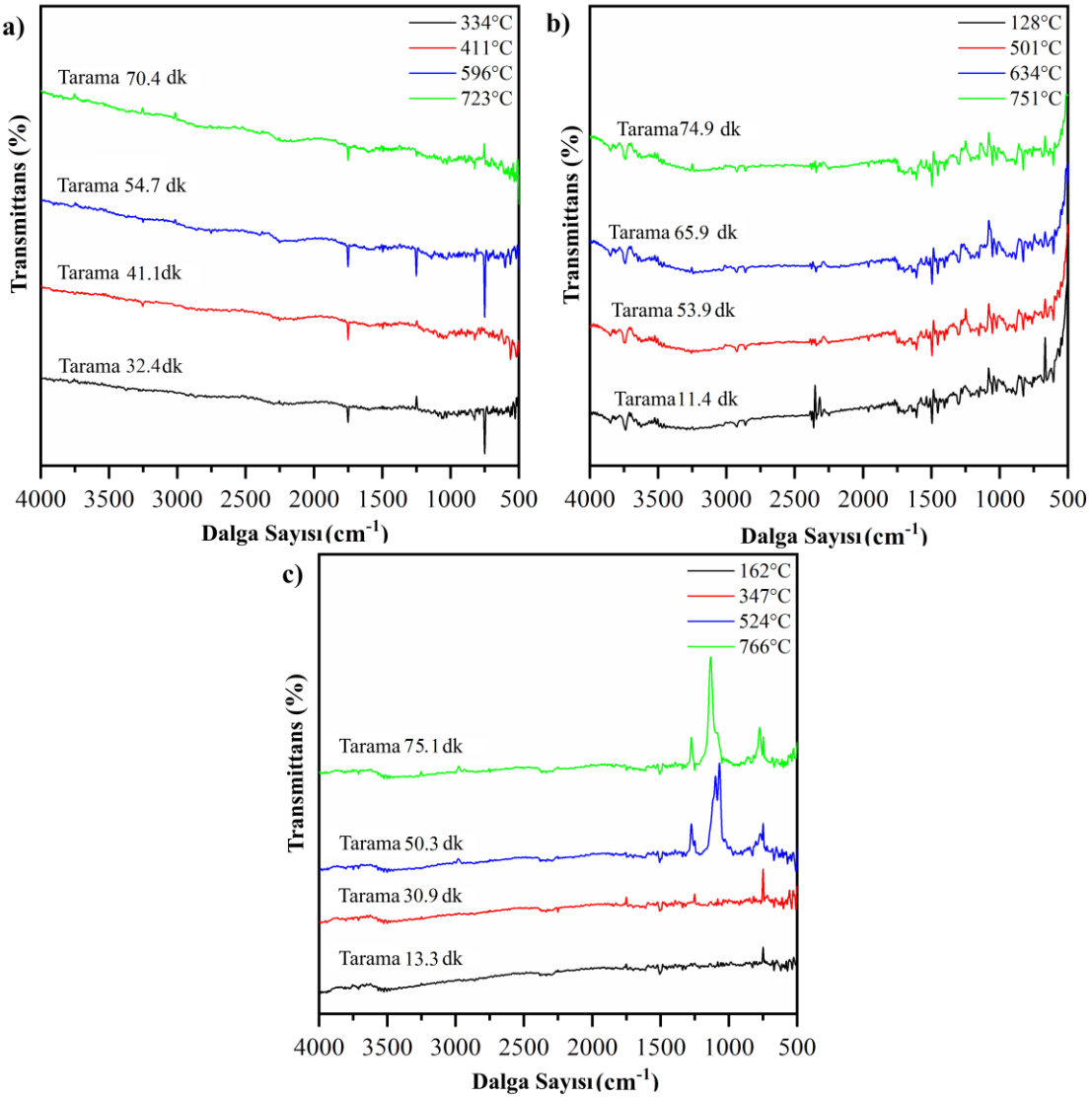
Şekil 4.14'te sunulan eşzamanlı TGA-FTIR analizi, MSQ aerojelin termal bozunma mekanizmasını araştırmak amacıyla gerçekleştirilmiştir. Bu analizde, piroliz sırasında ortaya çıkan gazlar, bir çelik tüp aracılığıyla ve azot gazının taşımasıyla FTIR cihazına transfer edilerek analiz edildi. Elde edilen sonuçlar, tarama (dk) ve sıcaklık (°C) açısından değerlendirilerek, piroliz mekanizması hakkında derinlemesine bilgi edinilmiştir. Şekil 4.14 a'da, MSQ aerojel malzemesinin pirolizi sırasında ortaya çıkan dumanın FTIR

spektrumları gösterilmektedir. Analiz sırasında, tarama sıcaklığı 334, 411, 596 ve 723°C sıcaklıklarına karşılık gelen 32,4; 41,1; 54,7 ve 70,4 dakikasında ortaya çıkan pikler detaylı bir şekilde analiz edildi. Numunelerin pirolizi sırasında su, metan, silan ve karbon dioksit gazları oluşmuş (Zhi Li vd., 2020). Özellikle, 334°C'de 32,4 dakikada, spektrumda nem ve organik çözücü pikleri gözlemlendi. Ayrıca, 1293 ve 2000 cm^{-1} dalga sayısı belirgin karakteristik pikler tespit edildi (Camino vd., 2002). Benzer şekilde, 411°C'de 41,1 dakikalık piklerin analizi sırasında, aerojel içindeki alifatik grup bozunması nedeniyle C-H'de zayıf bir pik gözlemlenmiştir: 3200 cm^{-1}. Ayrıca, 596-723°C arasında en belirgin pikler, yanma reaksiyonları tarafından ortaya çıkan CO_2 gazına aittir. Muhtemel olarak oluşan gruplar, C-H ve Si-CH gruplarından kaynaklanmaktadır. Toplam MSQ aerojel ağırlık kaybı yaklaşık olarak %17,5'tir.

Şekil 4.14 b'de, %10 ağırlıkça MSQ aerojel battaniye piroliz sürecinde elde edilen gaz örneklerinin FTIR spektrumları gösterilmektedir. 11,4 dakika ve 128°C'de yapılan taramada, sentez sırasında reaksiyona girmemiş küçük oligomerlerden kaynaklanabilecek pikler tespit edildi. Yanma reaksiyonları sırasında ise, küçük oligomerlerden hidrojen salınımı nedeniyle çeşitli pikler gözlemlendi. 2300-2200 cm^{-1} civarında güçlü karakteristik pikler, CO_2 ve bozunmanın ürünlerinden kaynaklanmaktadır (Camino vd., 2002; Zhi Li vd., 2020). Tarama 65,9 dakika ve 634°C'de, 1120 cm^{-1} dalga sayısında gözlemlenen asimetrik Si-O-Si titreşimleri, Si-O-Si'nin maksimum bozulma yoğunluğunu ifade etmektedir. Ardından, artan sıcaklıklar için önemli bir pik olmamış, yanma reaksiyonlarının dengeye ulaştığını ve yavaşladığını göstermektedir (Hamciuc vd., 2018). Toplamda, %10 ağrılıkça MSQ aerojel battaniyenin ağırlık kaybı yaklaşık olarak %5,1'dir.

Şekil 4.14 c'de, %30 ağırlık MSQ aerojel battaniyenin piroliz sürecinde elde edilen spektrumlar bulunmaktadır. Tarama sırasında, 30,9 dakikada 820 cm^{-1} dalga sayısında Si-O-C pikleri ortaya çıkmıştır ve bu termal bozulmanın bir göstergesidir (Camino vd., 2002; Gao vd., 2012). Ayrıca, tarama sırasında, 524°C'de başlayan Si-O-Si asimetrik titreşimlere karşılık gelen 1100 cm^{-1} dalga sayısında belirgin ve yoğun pikler gözlemlendi. Bu pikler, yapı içindeki belirli bağlantıların termal bozunmasıyla ilişkilidir. Aynı süreçte, metan pikleri 1300 cm^{-1} dalga sayısında ortaya çıktı ve 766°C'ye kadar varlığını sürdürdü. Artan sıcaklık, inert atmosfer ve yan zincirlerin oluşumu, metanın

oluşumunu destekledi. Bu tür özel reaksiyonlar genellikle deneyin sonlarına doğru meydana gelir ve materyalin termal özelliklerini daha kapsamlı bir şekilde açığa çıkarır (Camino vd., 2002; Gao vd., 2012). Ayrıca, tarama 75,1 dakikada metanın neden olduğu yanma pikleri 1300 cm^{-1} dalga sayısında ve Si-O-Si asimetrik absorpsiyon pikleri 1100 cm^{-1} dalga sayısında gözlemlendi. Ek olarak, 820 cm^{-1} dalga sayısında Si-O-C'nin özgün pikleri ortaya çıktı. Önceki iki analizin aksine, burada elde edilen piklerin şiddeti daha yüksektir. Bu durumun nedeni, yanma reaksiyonlarının aerojel yalıtım battaniyesinin iç katmanlarına kadar yayılması olarak değerlendirilebilir. (Xiaoxu Wu vd., 2020). Bu nedenle, en yüksek kütle kaybı %32,91 olarak belirlenmiştir.

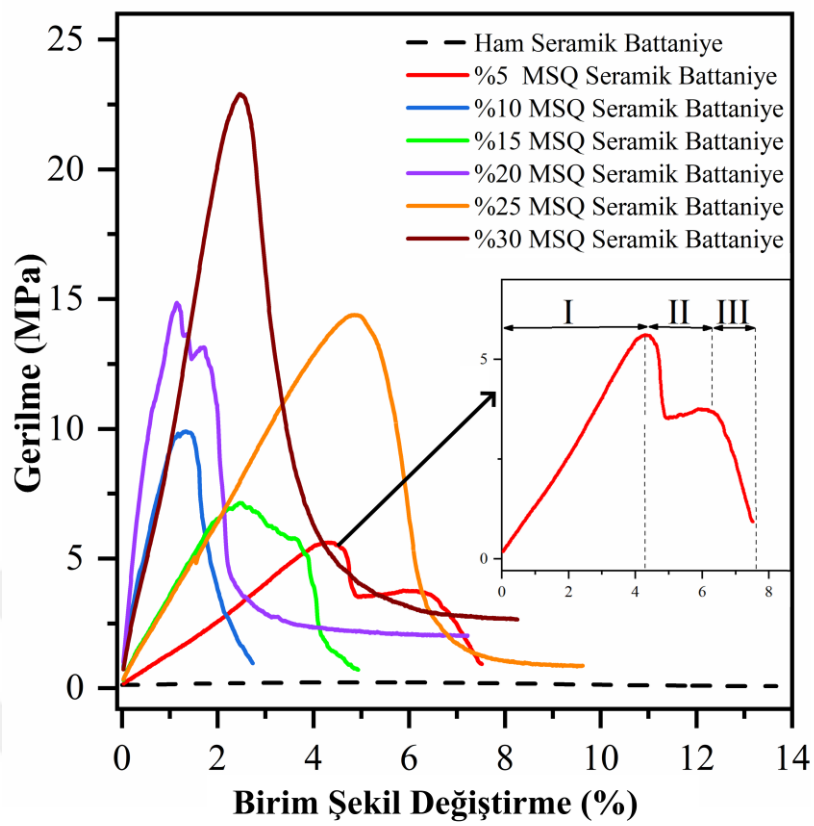


Şekil 4.14. a) MSQ aerojel, b) %10 ağırlıkça, c) %30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin eşzamanlı TGA-FTIR grafiği

4.2.12. MSQ Aerojel Battaniyenin Mekanik Performansının Çekme Kopma Testi ile Araştırılması

Sentezlenen kompozit numunelerin mekanik performansı, içerdikleri aerojel miktarına bağlı olarak üç noktalı eğme ve çekme testleri kullanılarak titiz bir şekilde değerlendirilmiştir. Çekme-kopma testi sonuçları Şekil 4.15'te gösterilmiştir. Bu araştırmanın ana hedefi, farklı MSQ oranlarına sahip kompozit aerojel yalıtım battaniyelerinin dış kuvvetlere karşı yapısal bütünlüklerini sistematik bir biçimde araştırmaktır. Silika aerojellerin açık hücreli özgün morfolojik yapısı sebebiyle, bu malzemeler dış kuvvetlere karşı oldukça kırılgan ve yapısal bütünlüklerini koruma konusunda hassas bir yapıya sahiptirler. Bu durum, aerojellerin düşük mekanik dayanıklılık gösterme eğiliminde olduğunu ve dış kuvvetlere karşı son derece kırılgandır (Park vd., 2023).

Şekil 4.15'te, kompozit battaniyelerin çekme uzama performanslarından elde edilen sonuçlar sunulmuştur. Ham seramik battaniye, çekme testinde herhangi bir sonuç elde edilemedi; numune oldukça kırılgan olup başlangıçtan itibaren katmanları arasında ayrışma ve delaminasyon meydana geldi. Diğer taraftan, aerojel battaniyelerin mekanik performans sonuçları elde edildi. Katkı maddesi olarak %5, %10, %15, %20, %25 ve %30 ağırlıkça içeren aerojel battaniyelerin kopma noktasındaki çekme gerilimleri sırasıyla 5,62; 9,89; 7,14; 14,89; 14,34; ve 22,90 MPa olarak gerçekleşti. Çekme gerilimi grafiği (Şekil 4.15'nin içindeki) %5 MSQ aerojel battaniye malzemesinin üç aşamalı bir bozunma eğrisini göstermektedir: (I) elastik davranış, (II) matris çatlamasını içeren çeşitli hata modlarının yayılması ve (III) delaminasyon ve sürtünme kayma bölgesi. I. aşamanın sonunda basit deformasyon ve çatlak oluşumu başladı. Ancak, kompozit battaniye, delaminasyon başladıktan sonra dahi bir müddet boyunca yapı üzerinde stresi taşıyabildi. Fakat, kritik değerden sonra taşıma kapasitesi giderek azaldı ve sonunda bir kopma meydana geldi. MSQ aerojel silika battaniyelerin çekme gerilimi ve mekanik performansı MTMS içeriğinin artmasıyla birlikte artarken, uzama değerleri elastikiyeti azalttı. Bunun nedeni, aerojellerin seramik matrisin içindeki boşlukları doldurması, elektronegatif etkileşimler sebebiyle lifleri birbirine yaklaştırması ve kompozitlerin rijitliğini arttırmış olmasıdır.



Şekil 4.15. Ham seramik battaniye ve MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin çekme uzama grafiği

Çizelge 4.6, aerojel yalıtım malzemelerinin çekme-kopma mekanik özellikleri üzerinde yapılan çeşitli ölçümleri içermektedir. Maksimum çekme dayanımı (MPa) ve çekme dayanımındaki uzama değerleri, malzemenin mukavemet ve deformasyon karakteristiklerini göstermektedir. Standart sapma değerleri, yapılan analizde ölçümlerin homojenlik ve heterojenlik düzeyini belirtir. Düşük standart sapma değerleri, ölçümlerin birbirine yakın olduğunu ve malzemenin genel mekanik tutarlılığı daha iyi yansıttığını gösterir. Bu sonuçlar, malzemenin özelliklerindeki varyasyonu daha az olduğunu ve istikrarlı bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir.

Çizelge 4.6. MSQ aerojel battaniyelerinin mekanik özelliklerin incelenmesi, maksimum çekme dayanımı ve çekme dayanımındaki uzama

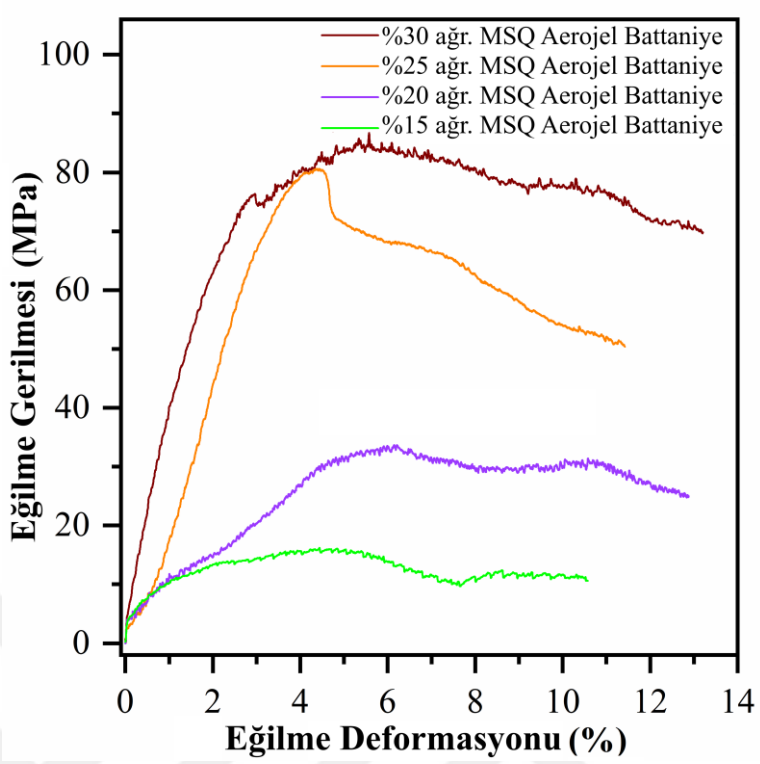
Numuneler	Maksimum Çekme Dayanımı (MPa) ± Standart Sapma (σ)	Maksimum Çekme Dayanımı Noktasındaki Uzama (%) ± Standart Sapma (σ)
%5 ağr. MSQ Aerojel Battaniye	5,62 ± 1,15	4,24 ± 0,22
%10 ağr. MSQ Aerojel Battaniye	9,89 ± 2,53	1,21 ± 0,52
%15 ağr. MSQ Aerojel Battaniye	7,72 ± 1,49	2,42 ± 0,84
%20 ağr. MSQ Aerojel Battaniye	14,29 ± 0,14	1,14 ± 0,18
%25 ağr. MSQ Aerojel Battaniye	14,35± 0,32	4,97 ± 0,87
%30 ağr. MSQ Aerojel Battaniye	21,57± 0.80	2,79 ± 0,94

4.2.13. MSQ Aerojel Battaniyenin Mekanik Performansının Üç Noktalı Eğme Testi ile Araştırılması

Aerojel battaniyenin esnekliği, üç noktalı eğilme testi kullanılarak araştırılmış ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.16'da gösterilmiştir. Ham seramik battaniye ve %15'ten daha az MSQ aerojel battaniyelerin, eğilme testine göre oldukça esnek olduklarından dolayı, bu test cihazında herhangi bir performans değeri ölçülemedi (Parakkulam Ramaswamy vd., 2021). Analiz sonuçlarına göre, kompozit battaniyelerin rijitlik performansı şu sırayla sıralanmıştır: MSQ aerojel battaniye için %30, %25, %20 ve %15 ağırlık oranları için sırasıyla 84,32; 68,4; 33,67; ve 15.34 MPa. Bu bulgular, ham seramik battaniyenin, havacılık uygulamalarında gereken hem rijitlik hem de esneklik özelliklerini karşılamak adına önemli bir potansiyele sahip olduğunu gösteriyor. Ham seramik battaniyenin tek başına kullanılması, potansiyel havacılık platformlarına monte edilmesi sırasında sorunlara yol açabilir, özellikle de malzemenin şeklini koruma ihtiyacı söz konusu olduğunda. Bu durum, özellikle rijitlik ve esneklik gibi önemli mekanik özelliklerin dengelenmesinde ortaya çıkabilir. Optimum MSQ aerojel kullanılarak hazırlanan kompozit yalıtım malzemeleri, bu gereksinimleri karşılamak adına daha uygun bir seçenek sunabilir. Bu bağlamda, bu kompozit malzemeler, havacılık endüstrisinde daha geniş bir uygulama alanına sahip olabilir ve performanslarını arttırabilir. MSQ aerojel ağırlığı arttıkça, eğilme modülü giderek artar; bu da malzemenin rijitliğinin arttığını

gösterir. Ayrıca, silika aerojel liflerin stres altında matristeki hareketini kısıtlar. Genel olarak, örneklerin gerilme kapasiteleri birbirine yakın olsa da yalıtım battaniyesi içindeki aerojel içeriği arttıkça toplam eğilme stresi önemli ölçüde azalır. Lifler birbirine daha da yaklaştıkça ve rijidite arttıkça, örnekler başarısızlık noktasına ulaştığında dalgalanmalar meydana geldi ve örneklerin yapısal bütünlüğü ortadan kalkmaktadır. Bu önemli bulgular, literatürde de benzer şekilde rapor edilmiştir. Lifler birbirine yaklaştıkça ve rijidite arttıkça, kopma noktasına ulaşıldığında dalgalanmalar meydana geldi ve örneklerin yapısal bütünlüğü ortadan kalkar. Bu önemli bulgular, literatürde de benzer şekilde rapor edilmiştir (Zhou vd., 2018).

MSQ aerojel yalıtım malzemesinin %5-15 konsantrasyon aralığında, uygulanan 3-noktalı eğilme testi sonuçlarına göre belirgin bir esneklik sergilemesi, test cihazında spesifik bir sonuç elde edilememesine neden olmuştu. Bu özellik, malzeme grubunun geniş bir kullanım alanına sahip olabileceğini işaret etmektedir. Esnek aerojel malzemesi, yüksek deformasyon toleransı ve bükülebilir özelliklere sahip olarak farklı yüzeylere mükemmel uyum sağlayabilir ve çeşitli geometrilerde kullanılabilir. Ayrıca, titreşim ve darbelere karşı artan dayanıklılığıyla öne çıkarak özellikle titreşim absorpsiyonu, darbe direnci gibi uygulamalarda etkili bir performans sergileyebilir. Esnek aerojel malzemesinin çok yönlü kullanım potansiyeli, değişen endüstri ihtiyaçlarına uyum sağlama ve performans optimizasyonu açısından önemli bir avantaj sunabilir (Saleh vd., 2021).

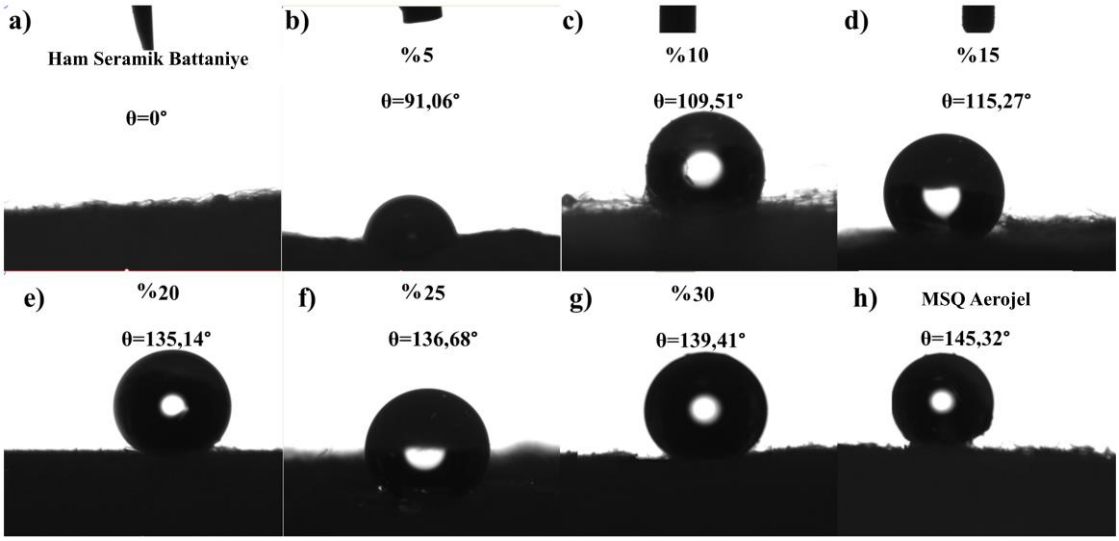


Şekil 4.16. MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin üç noktalı eğilme testi

4.2.14. MSQ Aerojel Battaniyenin Yüzey Karakteristik Özelliklerinin Su Temas Açısıyla Belirlenmesi

Numunelerin yüzey karakteristik özellikleri, su temas açısıyla elde edilen sonuçlar Şekil 4.17'de gösterilmiştir. Malzemelerin hidrofobik özellikleri, temel olarak fiziksel ve kimyasal özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Fiziksel olarak, malzemenin iç yapısı mikroyapı içindeki boşluklar ve hatalardan kaynaklanmaktadır. Kimyasal olarak hidrofobik olabilmesi için ise yapı içerisinde metil fonksiyonel grupları gibi -CH_3 gibi unsurların bulunması gerekmektedir (Chakraborty vd., 2016). Araştırmalara dayalı olarak, MTMS prekürsörleri kullanılarak sentezlenen aerojel ve kompozit malzemelerin yüzeylerinin hidrofobik özelliklere sahip olması beklenmektedir. Bu özellik, MTMS prekürsörün metil gruplarına dayanmaktadır; bu nedenle, son ürünlerin herhangi bir sonraki işleme veya özel yüzey modifikasyon adımına ihtiyaç duymadan bu özelliği sergilemeleri mümkün olmaktadır. Şekil 4.17 a'da, ham seramik battaniyenin su temas açısı sergilemediği ve analiz sırasında üzerine damlatılan su damlasının yapı içine doğru

süzülerek yapıyı terk ettiği gözlemlenmiştir. Şekil 4.5 c'de, ham seramik battaniyesinin SEM görüntüleri referans alındığında, seramik battaniyenin lif yapıları arasında geniş boşluklar tespit edilmiştir. Bu durum, elde edilen test sonuçlarıyla tutarlı bir şekilde örtüşmektedir. Ayrıca, FTIR analizi sonuçlarındaki herhangi bir metil grubunun tespit edilmemesi, elde edilen bulgularla uyumludur. MSQ aerojel malzemenin yüzey özellikleri incelendiğinde, Şekil 17 h'de yüzeyde tipik bir su damlası ve temas açısı olan 145,32° elde edilmiştir. Bu durum, malzemenin süperhidrofobik özelliklere sahip olduğunu göstermektedir. Sonuçları birlikte incelediğimizde, MSQ'nun aerojeldeki eklenmesinin, yalıtım battaniyesinin (Şekil 4.17 b-g) su temas açısının artmasına neden olduğu gözlenmiş ve bu sonuçlar birbirini destekler nitelikte bulunmuştur (S. Huang vd., 2020; Y. Li vd., 2018).



Şekil 4.17. a) ham seramik battaniye, b) %5, c) %10, d) %15, e) %20, f) %25, g) %30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniye, h) MSQ aerojelin su temas açısı sonuçları

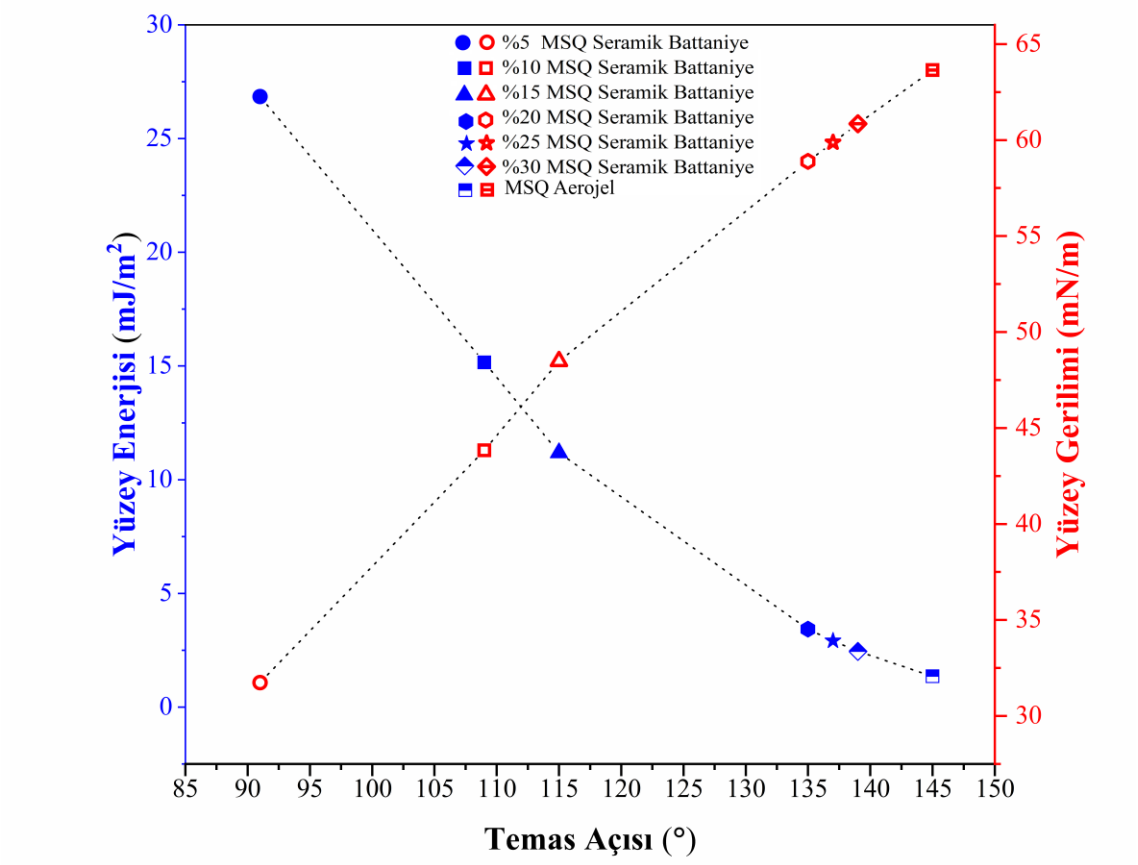
Katı yüzeylerdeki serbest enerji miktarının belirlenmesi, doğrudan ölçüm yöntemlerinin eksikliği nedeniyle zor bir süreçtir. Bununla birlikte, temas açısı ölçümlerine dayanan çeşitli dolaylı deneysel ve yarı-deneysel yaklaşımlar geliştirilmiştir. Yüzey gerilimini tahmin etmek için bir dizi formülasyon mevcuttur ve bu denklemlerin kullanım avantajı, katı yüzeyin görünür serbest enerjisini sadece bir sıvı kullanarak belirlenebilmektedir. Çizelge 4.7'de aerojel ve aerojel battaniyelerinin su temas açısı, yüzey enerjisi ve gerilimi değerlerinin sonuçları gösterilmiştir. Ancak, bu yöntemlerin bir kısıtlaması, dağılım ve

polar bileşeni değerlendirememeleridir. Bu nedenle, γ_{sv}'nin toplam yüzey serbest enerjisini belirlemek için ek bilgi gereklidir. Bu karmaşık süreç, katı yüzeylerin arayüz özelliklerini anlamak için kapsamlı bir anlayışı vurgular ve ölçüm tekniklerini geliştirmek ve katı yüzeylerdeki yüzey enerjilerini daha ayrıntılı bir şekilde değerlendirmek için daha fazla keşfe yol açar. Hidrofobiklik/hidrofiliklik değerlendirmesi, hesaplanan yüzey serbest enerji değerleri ile sıkı bir şekilde bağlantılıdır. Daha düşük bir SFE değeri genellikle daha hidrofobik bir yüzeyle ilişkilendirilir, suyu itme eğilimindedir ve artan derecelerle gözlemlenen su temas açılarına sahiptir, örneğin %10 MSQ Aerojel Battaniye için sağlanan verilerde görüldüğü gibi. Tam tersine, daha yüksek bir SFE değeri, daha hidrofilik bir yüzeyi işaret eder ve daha düşük su temas açılarıyla karakterizedir. Neumann'ın formülü kullanılarak hesaplanan SFE değerlerinin gözlemlenen su temas açısı eğilimleri ile olan korelasyonu, yüzeyin değişen hidrofobikliği hakkında değerli bilgiler sağlar. SFE'nin anlaşılması, çeşitli uygulamalar için özel yüzey özelliklerine sahip malzemelerin tasarımı için kritiktir. Havacılık ve savunma gibi sektörlerde, kontrol edilebilir SFE'ye sahip malzemeler belirli fonksiyonellikler için arzu edilebilir olabilir, örneğin su iticiliği gibi. SFE analizi, üretimde tutarlı yüzey özelliklerini sağlamak için kalite kontrol süreçlerinde kullanılabilirken, istenen özelliklere sahip malzeme formülasyonlarını optimize etmede de yardımcı olur. Özetle, yüzey serbest enerjisi, bir malzemenin yüzeyinin ıslanma davranışını değerlendirmek ve tahmin etmek için kritik bir ölçüdür ve malzeme tasarımı, uygulamalar ve kalite kontrol için önemli bilgiler sağlar (Kavale vd., 2020; Mahadik vd., 2011; Tavana vd., 2007).

Çizelge 4.7. MSQ aerojel battaniyelerinin, yüzey enerjisi ve yüzey gerilimi sonuçları

Numune	Derece (°)	Yüzey Enerjisi (mJ/m^2)	Yüzey Gerilimi (mN/m)
% 5 MSQ Aerojel Battaniye	91,06	26,85	31,74
% 10 MSQ Aerojel Battaniye	109,51	15,16	43,84
% 15 MSQ Aerojel Battaniye	115,27	11,19	48,48
% 20 MSQ Aerojel Battaniye	135,14	3,43	58,89
% 25 MSQ Aerojel Battaniye	136,68	2,92	59,88
% 30 MSQ Aerojel Battaniye	139,41	2,46	60,85
MSQ Aerojel	145,32	1,36	63,65

Su temas açısı temel alınarak yapılan serbest yüzey gerilimi hesaplaması, Neumann denklemleri kullanılarak elde edilen sonuçlar şekil 4.18'de gösterilmiştir. Bu analiz, numunelerdeki aerojel konsantrasyonundaki değişiklikle birlikte hidrofobiklikteki değişimi incelemektedir. Gözlemlenen temas açısındaki artış, artan hidrofobikliği yansıtırken, belirgin bir yüzey enerjisi azalması beraberinde getirir. Bu azalma, malzemenin sıvılarla etkileşim eğiliminde bir düşüşü gösterir. 112,5°'deki ilginç bir kesişme noktasında, yüzey geriliminin yüzey enerjisiyle birleştiği bir termodinamik denge ortaya konmaktadır. Bu birleşme, belirli bir temas açısında ara moleküler kuvvetlerde hassas bir denge olduğunu göstermektedir. Gözlemlenen eğilim, artan hidrofobiklikle azalan yüzey enerjisi ve artan yüzey gerilimi arasındaki ilişkiyi desteklemektedir (Kavale vd., 2020; Mahadik vd., 2011; Tavana vd., 2007).

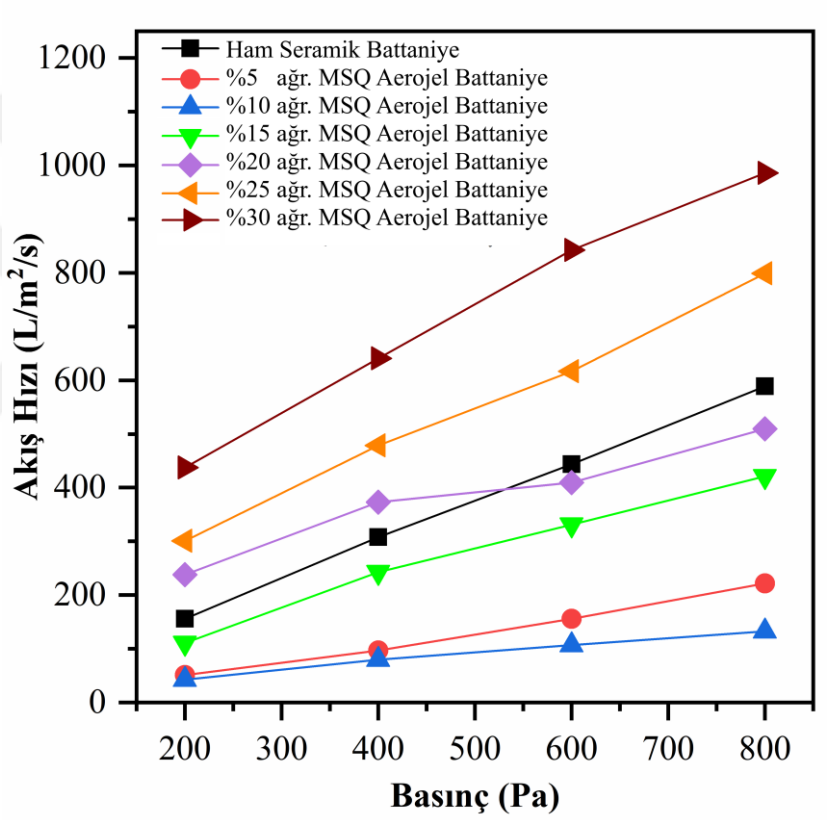


Şekil 4.18. Su temas açısı ve serbest yüzey enerjisi ve yüzey gerilimi analizi

4.2.15. MSQ Aerojel Battaniyenin Hava Geçirgenlik Özelliklerinin İncelenmesi

Şekil 4.19'da sentezlenen MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin hava geçirgenliği performansı incelenmiş ve değişen ağırlık oranlarına sahip aerojel içeren kompozitlerin hava geçirgenlik performansı araştırılmıştır. Hava geçirgenlik performansı, aerojel yalıtım battaniyelerinde hava geçiş performansını incelemek amacıyla gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada, hava geçiş debisi, malzemelerin yüzey alanı ve rijitliği tarafından etkilenmiştir. İncelenen iki önemli parametre arasında malzemenin yüzey alanı ve mekanik performansı, özellikle de esneklik, ön plana çıkmaktadır. Elde edilen sonuçlar, ideal ürün tasarımına yönelik değerlendirmeler yapmak için kullanılabilir. Kompozitler, düşük-orta hava geçirgenliğine sahip olanlar (%5-15 aerojel miktarları) ve yüksek hava geçirgenliğine sahip olanlar (%20-30 aerojel miktarları) olmak üzere iki gruba ayrıldı. Bu durum, hava geçişine etki eden nedenleri araştırmak amacıyla incelenmiştir (McNeil vd., 2022; Nowak vd., 2022). Düşük ve orta hava geçirgenlik performansına sahip kompozit malzemeler oldukça esnek olabilir ancak aynı zamanda malzemelerin yüzey alanı ancak ham seramik battaniyeye göre önemli ölçüde artmıştır. Bu artış, aerojellerin yeni bir katman oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Oluşan bu katman, daha önce ham seramik battaniyede bulunmayan bir katmandır ve bu durum, sırasıyla Şekil 4.18 ve Çizelge 4.3'te gösterilen SEM ve BET sonuçlarıyla da teyit edilmektedir. Lifler arasındaki bu yeni katmanların nano-gözenekli ve girintili-çıkıntılı iç yapısı nedeniyle hava moleküllerinin geçişini engelleyerek, hava geçirgenliğinde önemli bir azalmaya neden olmaktadır. Hem yüzey alanı hem de esneklik, özellikle %5-10 aerojel içeren kompozitler için düşük hava geçirgenliği değerlerine ulaşmak için iki kritik formülasyondur. Hava basıncı yükseldikçe, hava akış hızı önemli ölçüde değişirken, ayrıca %20 aerojel içeren kompozit battaniyede hava geçirgenlik performansında ilginç bir olgu ortaya çıkmıştır. Hava basıncı yükseldikçe, 500 Pa sonrasında hava geçirgenlik performansı azalmaktadır. Bu durum, malzemenin hava geçirgenlik performansında dalgalanmalara neden olmaktadır. 200–500 Pa arasındaki malzeme, ham battaniyeye göre neredeyse aynı hava geçirgenliğine sahip olmasına rağmen yüksek hava geçirgenliği sergiler. Ancak, 500–800 Pa arasındaki hava geçirgenliği daha azdır. Bu durumu değerlendirdiğimizde, kompozit malzemedeki aerojel partikülleri, basınçlı hava etkisiyle koparak yapıdan uzaklaşır; bu da artan basınçlarda hava geçirgenliğinin azalmasına neden

olur. Aynı zamanda, bu durum iç alanın yüzey azalmasına ve yeni boşluklu yapıların oluşabileceğini göstermektedir. Ancak, %25–30 MSQ içeren battaniyeler için hava geçirgenliği önemli ölçüde artmaktadır. Bu durum, sertlik ve yüksek yüzey alanından, düşük gözenekli yapıdan kaynaklanmaktadır. Yüksek rijitlik ayrıca düşük bir sönümleme yeteneğini gösterir. Artan yüzey alanı, karmaşık katmanlı bağlantılı bir yapıya yol açar, böylece matris içindeki boşlukları azaltır ve sınırlı gözenekli alandan hava moleküllerinin daha hızlı geçmesine olanak tanır. Sonuç olarak, hava geçirgenliği önemli ölçüde artar; bu nedenle, optimal bir kompozit formülasyonunun belirlenmesi gereklidir.

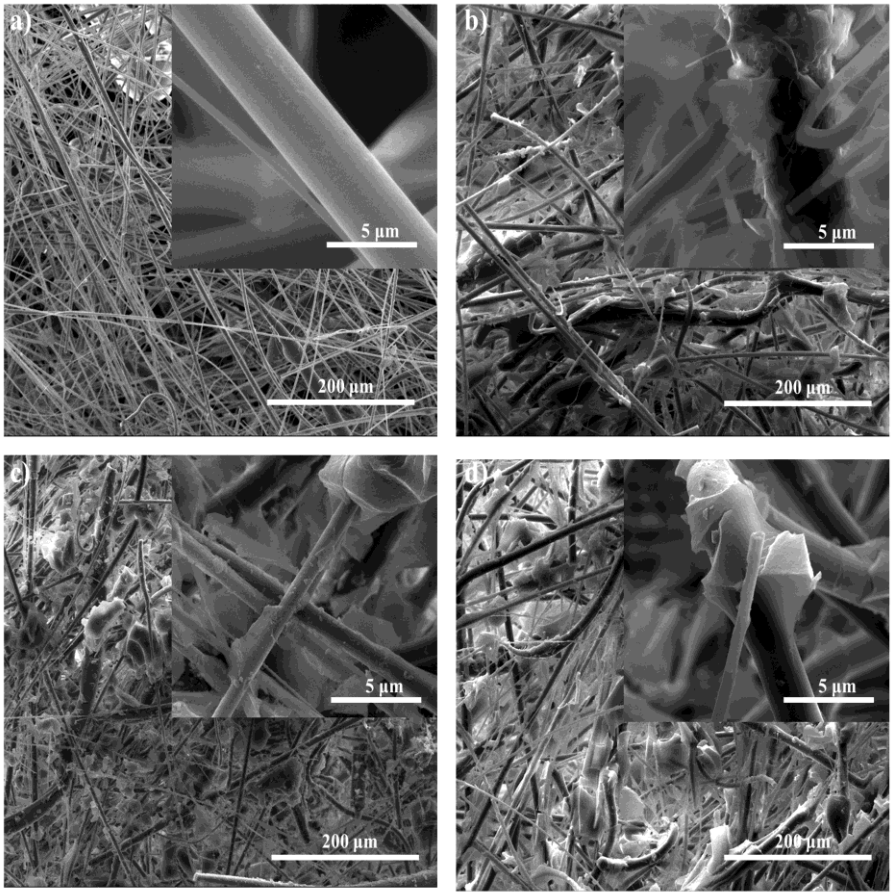


Şekil 4.19. Ham seramik battaniye ve MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin farklı basınç aralıklarında hava geçirgenlik akış hızı

4.3. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Genel Özelliklerinin Belirlenmesi

4.3.1. VASI Yöntemiyle MSQ Aerojel Battaniyenin Morfolojik SEM Görselleri

Şekil 4.20, VASI yöntemiyle üretilen MSQ aerojel battaniyelerinin ve ham seramik battaniyelerin FESEM görüntülerini göstermektedir. Şekil 4.20 a'da, ham seramik yalıtım battaniyesi, öncesinde vakum altında etanolle yıkanarak kurutulmuştur. Elde edilen numunenin görüntüleri SEM sonuçlarında gösterilmiş olup, elde edilen görüntüde daha az toz partikül malzeme gözlemlenmiştir. Şekil 4.20 b-d'de, VASI yöntemi kullanılarak sentezlenen MSQ aerojel kompozit battaniye malzemeleri gösterilmektedir. Tüm malzemelerde, lif matrisi boyunca homojen olarak dağılmış aerojel açıkça görülmektedir. Ancak, MSQ konsantrasyonundaki artış, battaniye üzerindeki aerojel parçacıklarının artmasına ve büyümesine neden olmaktadır. Bu morfolojik yapıdaki değişim, iki farklı şekilde yorumlanabilir. İlk olarak, artan aerojel varlığı, MTMS prekürsörünün artan konsantrasyonu ile ilişkilendirilebilir ve aynı zamanda sentez sırasında prekürsör konsantrasyonu arttıkça monomerler arasındaki elektrostatik etkileşim artar bu da lif yüzeyinde daha verimli polikondenzasyon reaksiyonlarına yol açar. İkinci olarak, MSQ aerojelleri içindeki nanopartiküller vakum koşullarında fiziksel olarak hizalanmakta ve immobilize olmaktadır; bu da hareket kabiliyetlerini sınırlamaktadır. Elde edilen durum neticesinde aerojel parçacıklarının birbirleri üzerinde büyümesiyle sonuçlanmaktadır. Bir önceki çalışma ile karşılaştırıldığında, aerojel parçacıklarının daha geniş ve büyük olduğu tespit edilmiştir. Önemli olarak, %10-30 MSQ aerojel ve ham battaniyelerin kütle yoğunluğu sırasıyla 0,310; 0,360; 0,500 ve 0,128 g/cm³ olarak hesaplanmıştır. Bu yoğunluk artışı, FESEM analizinde gözlemlenen morfolojik değişikliklerle de uyumludur. Yoğunluk ile morfolojik özellikler arasındaki ilişki, sentezlenen malzemelerde kompozisyon ile morfoloji arasındaki ilişki hakkında değerli bilgiler sunmaktadır.

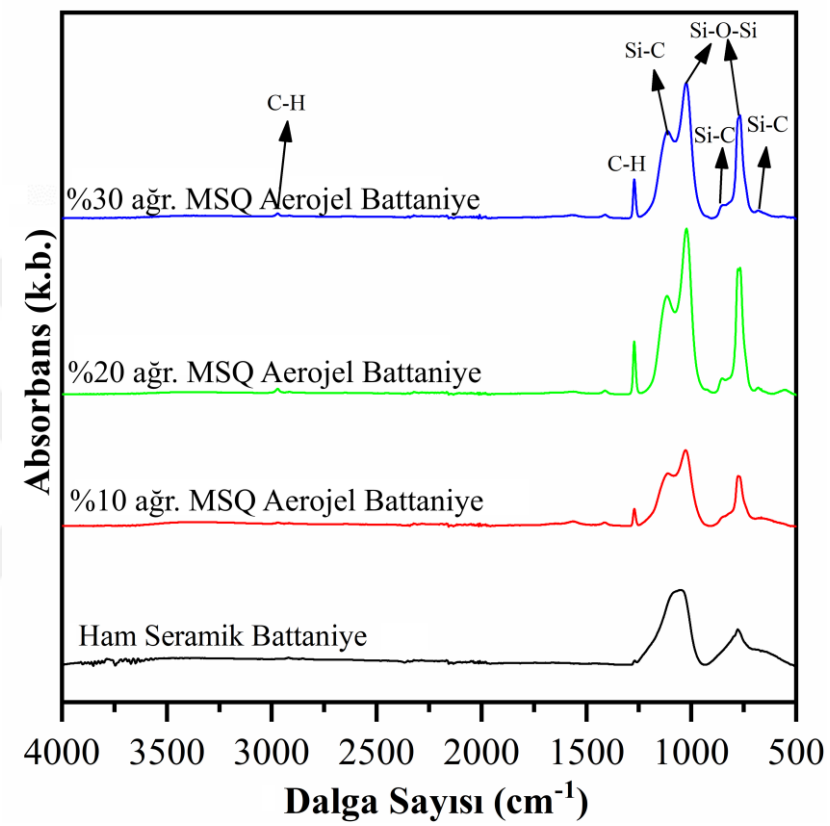


Şekil 4.20. a) Ham seramik battaniye, b) %10, c) %20 ve d) %30 MSQ aerojel battaniye SEM görüntüleri

4.3.2. VASI Yöntemiyle MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Yapısının FTIR Yöntemiyle Tayin Edilmesi

Şekil 4.21'de ham seramik battaniye ile (%10-30 ağırlıkça) MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin FTIR spektrumları gösterilmektedir. Genel olarak, MSQ aerojel'in kompozit hale gelmesiyle, ham seramik battaniye ile karşılaştırıldığında daha fazla bant ortaya çıkmıştır. Ham seramik battaniye yalnızca 830 ve 1068 cm^{-1}'de iki simetrik Si-O-Si bant içerirken, MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinde bu bantların yanısıra ek olarak yeni bantlar gözlemlenmiştir. Bu bantlar, Si-O-Si asimetrik ve gerilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır (Henry vd., 2018; Nocentini vd., 2018). %10 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, Si-C bağlarının gerilme titreşimleri ile ilgili 869 ve 1258 cm^{-1}'de absorpsiyon bantlarına sahiptir (Darmawan vd., 2018; S. Huang vd., 2020; Zhi Li vd.,

2020; Xiaodong Wu vd., 2020). Ayrıca, -CH_3 bağlarının asimetrik gerilmesi, 2970 ve 1416 cm^{-1}'de belirgin bir şekilde tespit edilmiştir (S. Huang vd., 2020; Xiaodong Wu vd., 2020). Diğer aerojel yalıtım battaniyelerinin bantları da benzerdir, ancak içerdikleri MSQ miktarından dolayı bant şiddetleri daha yüksektir, çünkü MSQ, diğer aerojel bileşenlerine kıyasla daha yüksek molekül ağırlığına sahiptir.

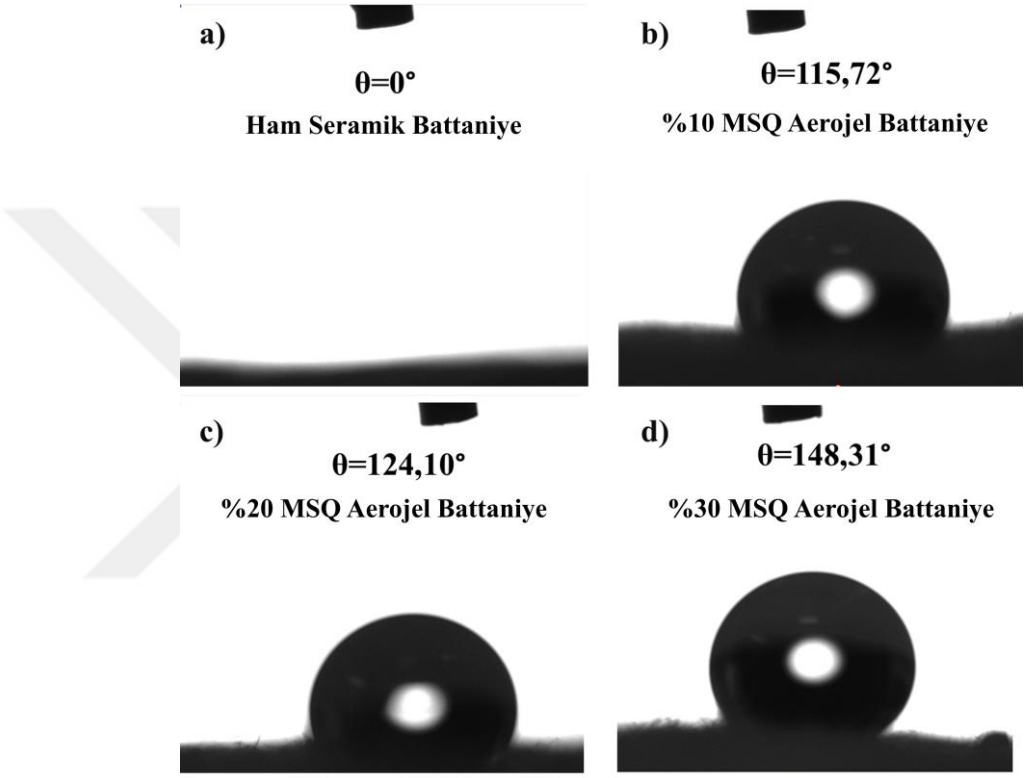


Şekil 4.21. %10, %20 ve %30 MSQ aerojel yalıtım battaniyesi ile ham seramik battaniye ATR-FTIR spektrumları.

4.3.3. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Yüzey özelliklerinin Karakteristik Yapısının Su Temas Açısıyla Belirlenmesi

Şekil 4.22'de, numunelerin yüzey karakteristik yapısını belirlemek amacıyla 5 µL su damlası damlatılarak su temas açısı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Seramik battaniye üzerinde belirgin bir su temas açısı gözlenmemiş ve su damlaları ile temas ettiğinde hemen emilmiştir. Bu gözlem, Şekil 4.20 a'da gösterilen SEM sonuçları ile uyumludur.

Elde edilen sonuçlar, ham seramik battaniyelerin geniş boşluklu gözenekli mikroyapısının su damlalarının yüzeyde tutunmasını zorlaştırdığını ve iç yüzeylere emilimine neden olduğunu ortaya koymuştur. Aerojel yalıtım malzemesi, MSQ aerojelin kompozit yalıtım malzemesine eklenmesiyle birlikte artan bir temas açısı göstermiş ve bu durum iyileşen bir hidrofobisiteyi işaret etmektedir. Bu hidrofobisite, MSQ aerojel'deki metil ($-CH_3$) fonksiyonel gruplarından kaynaklanmaktadır (Chakraborty vd., 2016).



Şekil 4.22. a) Ham seramik battaniye, b) %10, c) %20, d) %30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesi

MSQ aerojel battaniye örneklerinin su ile etkileşim özellikleri, temas açıları θ (°), yüzey enerjisi γ_{sv} (mJ/m^2) ve yüzey gerilimi γ_{lv} (mN/m) parametreleri üzerinden değerlendirilmiştir. İlk örnek için belirlenen temas açısı 115,72°, yüzey enerjisi 11,19 mJ/m^2 ve yüzey gerilimi 48,47 mN/m olarak tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, örnek yüzeyin orta düzeyde hidrofobik olduğunu ve su ile etkileşim eğiliminin olduğunu göstermektedir. İkinci örnekte, temas açısı 124,10°, yüzey enerjisi 7,32 mJ/m^2 ve yüzey gerilimi 53,09 mN/m olarak ölçülmüştür; bu durumda yüzeyin daha fazla hidrofilik özellik gösterdiği gözlemlenmiştir. Üçüncü örnekte ise temas açısı 148,31°, yüzey

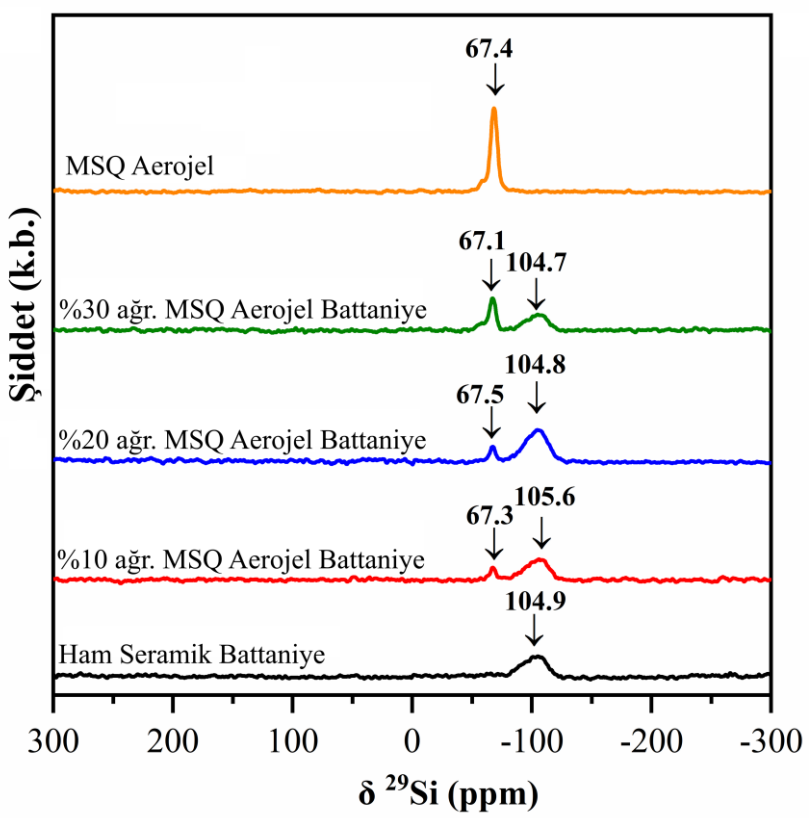
enerjisi 0,963 mJ/m^2 ve yüzey gerilimi 64,97 mN/m olarak belirlenmiştir; bu sonuçlar, örnek yüzeyin belirgin bir hidrofilik özellik gösterdiğini ve su ile etkileşimin yüksek olduğunu ortaya koymaktadır. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.8'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.8. VASI MSQ aerojel battaniyelerinin, yüzey enerjisi ve yüzey gerilimi sonuçları

Numune	Derece (°)	Yüzey Enerjisi (mJ/m^2)	Yüzey Gerilimi (mN/m)
%10 MSQ Aerojel Battaniye	115,72	11,19	48,47
%20 MSQ Aerojel Battaniye	124,10	7,32	53,09
%30 MSQ Aerojel Battaniye	148,31	0,96	64,97

4.3.4. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Yapısının ^{29}Si KNMR Yöntemiyle Tayin Edilmesi

Şekil 4.23'te, MSQ aerojel, ham seramik battaniye ve aerojel yalıtım battaniyelerinin ^{29}Si katı hal KNMR sonuçları sunulmaktadır. MSQ aerojel ve ham seramik battaniyenin malzemeleri sırasıyla -67,4 ve -104,9 ppm piklerini göstermektedir. -67,4 ppm pik MSQ aerojelden kaynaklanmaktadır, -104,9 ppm pik ise seramik yalıtım malzemesinden gelmektedir. Kompozit malzemede ise her iki pik bulunmamaktadır; ancak yalıtım battaniyesinde her iki pik aynı anda bulunmaktadır. MSQ aerojelinin ağırlıkça oranı yükseldikçe, pikler arasındaki aerojel kökenli pik daha belirgin ve baskın hale gelmektedir (%10, 20 ve 30 ağırlıkça). Örneğin, %10 ağırlıkça MSQ aerojel kompozitinde -67,5 ppm'deki pik, aerojel miktarının kompozit içindeki yüzdesinin az olması sebebiyle zayıf bir varlık gösterirken yine ayni %10 MSQ aerojel yalıtım battaniyesinde ham seramik battaniyeden gelen pik oldukça baskın hale gelmektedir. Bu durum, her iki silika kaynağının farklı köklerden gelmesinden kaynaklanmaktadır (Kurahashi vd., 2012; Zhong vd., 2015). Tam tersine, seramik battaniyenin atfedildiği -104,7 ppm'deki pik, bu kompozitte belirgin şekilde zayıflamıştır (Dong vd., 2003; Engelhardt vd., 1994; Gervais, 2023; Ueoka vd., 2024; Yang Zhu vd., 2015). Farklı kompozit kompozisyonlarında, MSQ aerojelinin ortamdaki varlığını desteklediği gözlemlenmektedir. Karakterizasyon sonuçlarına göre, ortamdaki aerojelin konsantrasyona bağlı olarak -67,5 ve -104,7 ppm'deki piklerin şiddeti değişmemiştir.

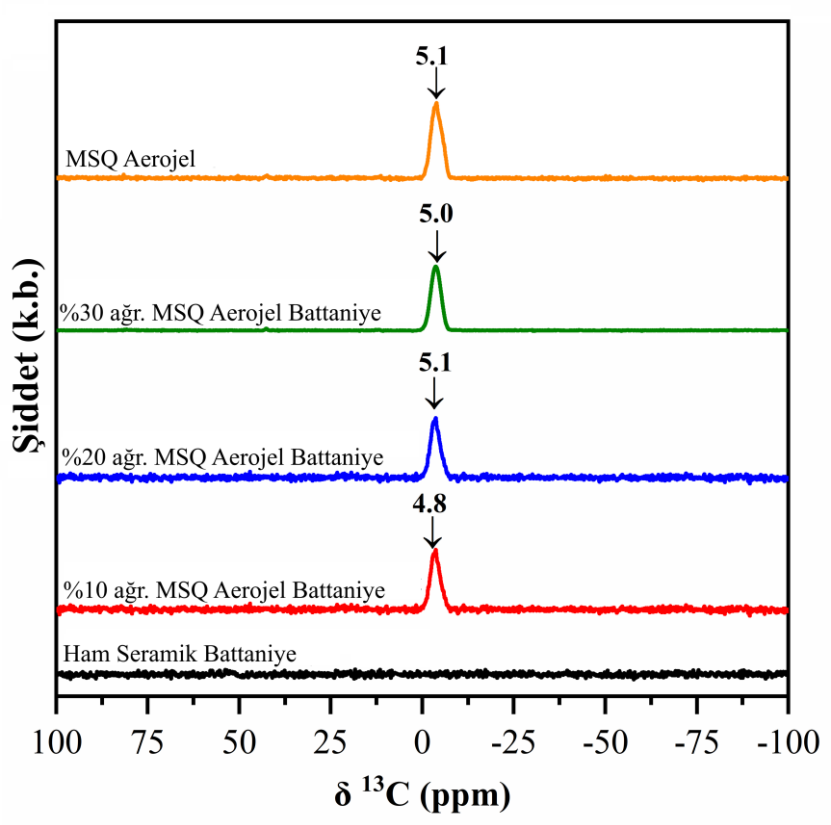


Şekil 4.23. Ham seramik battaniye ve MSQ aerojel battaniye ve MSQ aerojelin ^{29}Si CPMAS spektrumları

4.3.5. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin Kimyasal Yapısının ^{13}C KNMR Yöntemiyle Tayin Edilmesi

Aerojelin, ham seramik battaniye ve aerojel yalıtım battaniyesinin karbon esaslı kimyasal yapısı, katı hal ^{13}C KNMR analizi ile detaylı bir şekilde incelenmiş ve elde edilen spektrumlar Şekil 4.24'te sunulmuştur. ^{13}C NMR spektroskopisindeki karbon pikleri, organik bileşiklerden ve karbon-karbon ile karbon-hidrojen bağları içeren kimyasal gruplardan gelmektedir. Karbon içermeyen bağlara sahip olan ham seramik battaniyeler, beklenildiği üzere herhangi bir pik göstermemiştir (El Rassy vd., 2005). Farklı oranlarda MSQ aerojel içeren kompozit malzemeler (%10, 20 ve 30 ağırlıkça) ^{13}C NMR spektrumlarında -4,8 ve -5,1 ppm'de belirgin pikler göstermektedir. Bu durum, MSQ aerojelinin kompozit yapı içerisindeki varlığını desteklemektedir. MSQ aerojel

molekülünde bulunan Si-CH_3 gruplarının integral alanları da hesaplandı. Spektrumlar, %10-30 MSQ aerojel yalıtım battaniyesi ve MSQ aerojel malzemesi için elde edilmiş olup, hesaplanmış integral alan değerleri yüzdelik (%) olarak sırasıyla 1,32; 1.41; 1.57 ve 3.26 olarak rapor edildi. Elde edilen sinyalin yoğunluğu ve spektral kalitesi, ^{13}C miktarı ve konsantrasyonlarla ilişkilidir. Bu veriler, pik yoğunluğundaki artışın molekül miktarındaki artışa bağlı olduğunu ve dolayısıyla sinyal yoğunluğunun arttığını göstermektedir. Tüm kompozit malzemelerinde değişen MSQ ağırlıklarına rağmen, bu piklerin tutarlı görünümü, sentezin başarılı olduğunu göstermektedir (El Rassy vd., 2005; Ueoka vd., 2024). Bu durum, malzemelerin stabilitesine ve öngörülebilir davranışlarına katkı sağlar.



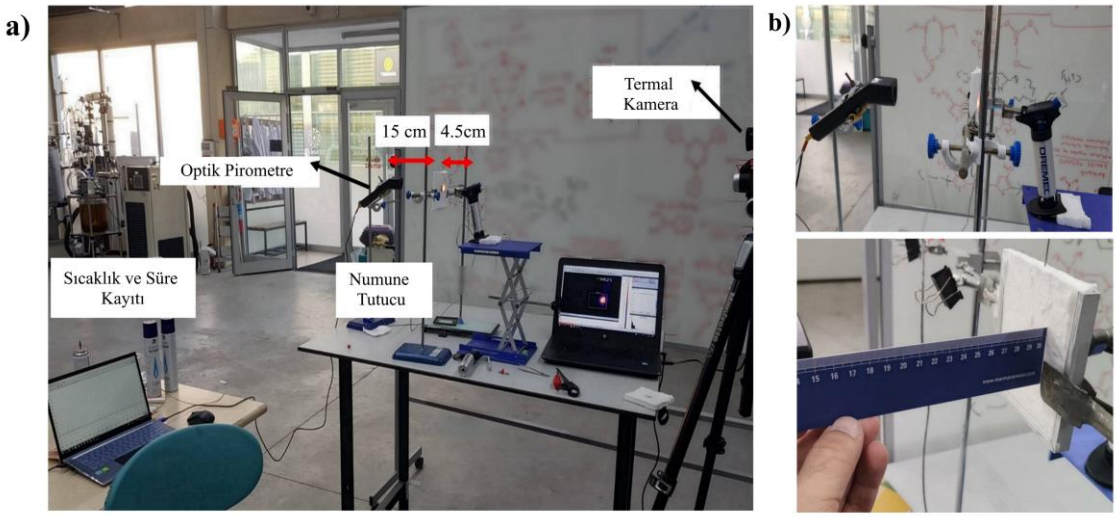
Şekil 4.24. Ham seramik battaniye ve MSQ aerojel battaniye ve MSQ aerojelin ^{13}C CPMAS spektrumları

FTIR ve ^{13}C analizlerinden elde edilen sonuçlar, karbon esaslı yapıları açıkça ortaya koymaktadır. Bu bulgular, önceki bölümlerde gerçekleştirilen FTIR ve su temas açısı analizleriyle elde edilen verilerle uyumludur. Bununla birlikte, bu sonuçlar, MSQ

aerojelinin yalıtım malzemesinin ilave bir yüzey modifikasyonu ve sentez aşamasında ek bir değişiklik yapmadan hidrofobisitesini kazanabileceğini göstermektedir. Bu durum, hidrofobik özelliklerin elde edilmesi için ek bir işlem gerektirmediği anlamına gelir ve üretim sürecini basitleştirir. Ayrıca, malzemenin su direnci gerektiren uygulamalarda kullanılması için uygun bir aday olduğunu vurgular.

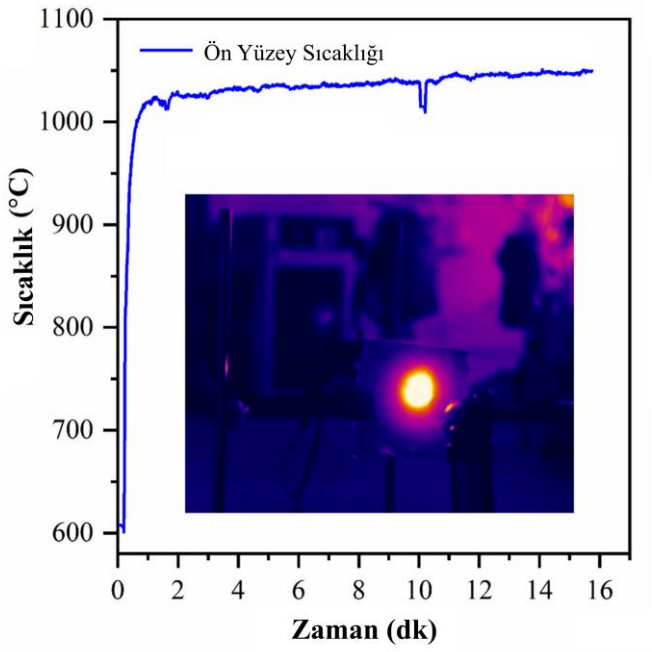
4.3.6. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyenin 1300°C Yakma Testinin Yapılması ve Ön-Orta-Arka Yüzey Sıcaklıklarının Analiz Edilmesi

Aerojel kompozit malzemelerin 1300°C sıcaklık altında yakma performansını incelemek amacıyla Şekil 4.25 a'da gösterilen yakma testi sistemi hazırlandı.1300°C'ye kadar ısı üreten bir bütan torç kullanılarak, tek bir yüzeyden aerojel yalıtım battaniyesi ön yüzeyi yakıldı. Şekil 4.25 b'de bütan torç kullanılarak kaynağının aerojel yalıtım malzemesine karşı yerleştirilmesi ve optik pirometrenin mesafesi ayarlandı. Her numunenin, ön yüzeyi ile alev kaynağı arasındaki mesafe 4,5 cm olacak şekilde yerleştirildi. Ön yüzeyde oluşan sıcaklık farklılığı termal kamera ile kayıt altına alındı. Arka yüzeyde oluşabilecek sıcaklık değişikliğini kontrol edebilmek amacıyla optik pirometre kullanıldı. Optik pirometre numunenin arka yüzeyiyle arasında 15 cm mesafe bırakılarak sistem kuruldu. Aynı zamanda toplanan verilerin daha tutarlı olabilmesi amacıyla, tüm numunelerin kesitin ortasına yerleştirilmiş bir K-tipi termokupl ile iç kısımda oluşan sıcaklık değişimi kaydedildi. Böylelikle numunenin 3 farklı noktasından kaynaklanan sıcaklık değişiklikleri kayıt altına alınmış oldu. Her deneyin süresi 15 dakika olarak belirlendi ve bu süre zarfında termal kamera ön yüzey sıcaklığını kaydederken, aynı anda arka yüzey sıcaklığı optik pirometre kullanılarak kaydedildi (X. Wang vd., 2022). Deney sırasında her numuneden üçer kez daha kayıt alındı ve deney tekrarlandı. Her yakma testinden sonra numunenin oda sıcaklığına kadar soğumasına dikkat edildi. Deneyler, rüzgârsız bir ortamda, hava akışı olmaksızın gerçekleştirildi.



Şekil 4.25. a) 1300°C yüksek sıcaklıkta yakma testi sisteminin kurulması, b) bütan torç kaynağının aerojel yalıtım malzemesine karşı yerleştirilmesi ve optik pirometrenin mesafelerinin belirlenmesi

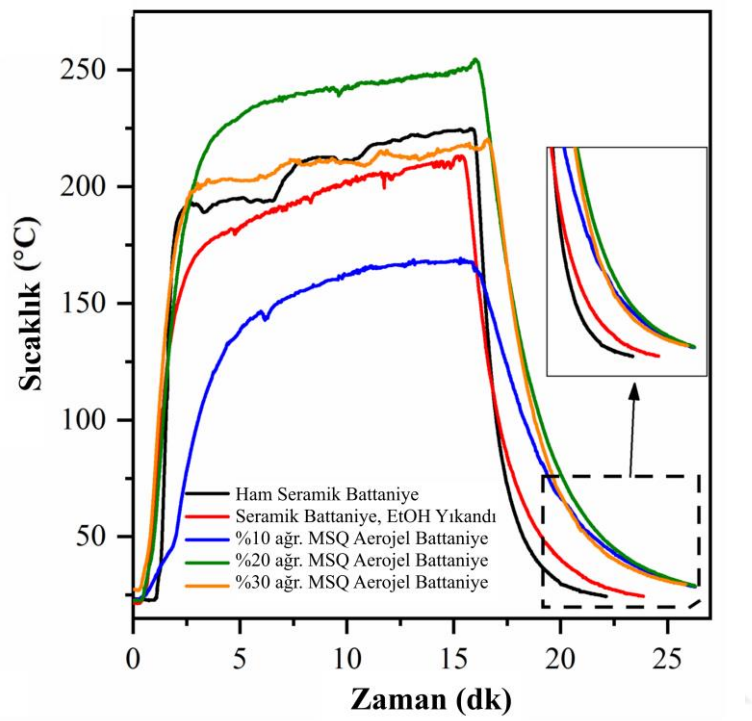
Deney sırasında tüm numunelerin ön yüzey sıcaklığı ~1100°C sıcaklık aralığında değişmektedir. Ön yüzey sıcaklıklarının değerleri, tüm numuneler için benzer olduğu elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, numunelerin arka yüzey sıcaklığı 170-250°C aralığında değişmektedir ve bu sonuçlar Şekil 4.26'da gösterilmiştir.



Şekil 4.26. 1300°C yüksek sıcaklıkta yakma testi sırasında termal kameranın sıcaklık ölçümü

Numunelerin arka yüzey sıcaklıklarının sonuçları Şekil 4.27'de gösterilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, ham seramik battaniyenin EtOH ile yıkanmasıyla, arka yüzey sıcaklığında sınırlı da olsa olumlu bir iyileşme gözlenmiştir. Bu durumun sebebi, battaniye içerisindeki katı parçacıkların etanol ile yıkanmasıyla, tozların yapıdan uzaklaşması olarak yorumlanabilir. Bu durum, yalıtım performansında olumlu bir etki oluşturmuştur. Bununla birlikte, tüm numuneler arasında en düşük arka yüzey sıcaklığına sahip numune, %10 ağırlıkça MSQ yalıtım battaniyesinden elde edilmiştir. Bu yalıtım malzemesinin kaydedilen en yüksek arka yüzey sıcaklığı değeri ~170°C'nin altında kalmıştır ve tüm numuneler arasında en başarılı performansı sergilemiştir. Yalıtım performansı, malzemenin düşük termal iletkenliğe sahip olması sayesinde artar. Düşük termal iletkenlik, malzemenin ısıyı daha az ilettiği anlamına gelir, bu da etkili bir yalıtım sağlar. Öte yandan, konveksiyon, sıvı veya gazın akışkan hareketiyle ısının taşınmasıdır. Konveksiyon özellikle sıvı ve gaz ortamlarında etkilidir ve malzemenin içinde veya etrafında akışkan hareketler olduğunda ısı transferini etkiler. Yüksek performanslı yalıtım malzemeleri, düşük termal iletkenlikleri ile ısı iletimini kısıtlarken aynı zamanda konveksiyon etkilerini minimize ederek enerji tasarrufu sağlar. Bu nedenle, yalıtım

malzemelerinin formülasyonunda, düşük termal iletkenlik ve azaltılmış konveksiyon etkilerini sağlamak için dikkatlice seçilmiş özelliklerin birleştirilmesi kritiktir (Xie vd., 2016; Yu vd., 2022).



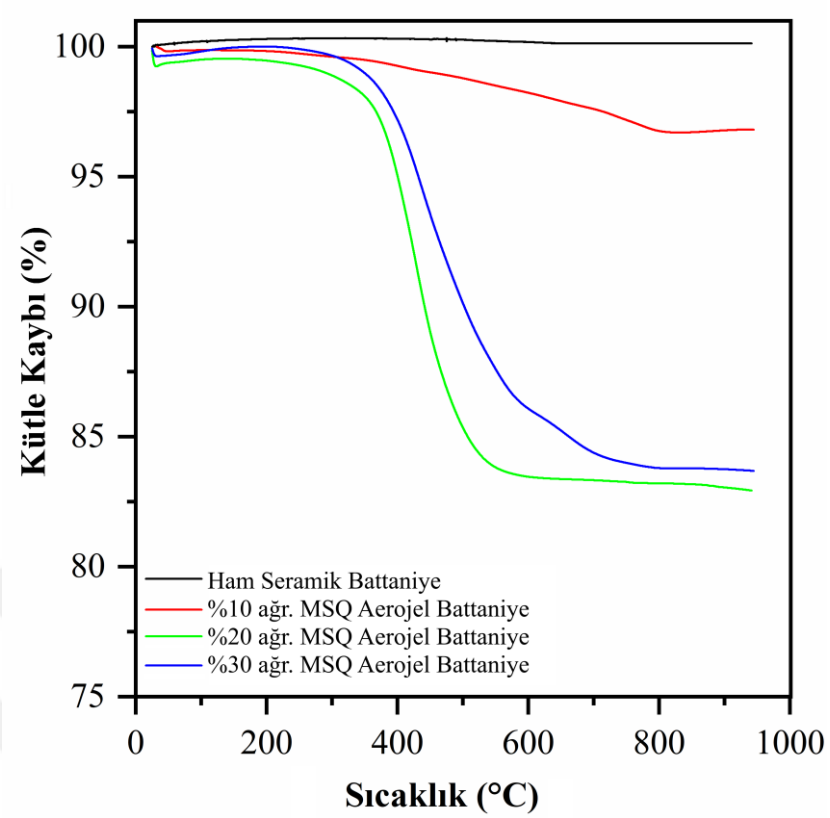
Şekil 4.27. MSQ aerojel battaniyesi, ham seramik battaniye ve etanol yıkanmış ham seramik battaniyenin 15 dakikalık yanma süresine göre arka yüzey sıcaklık değişimi

Ayrıca, %20 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesinin özellikleri incelendiğinde yalıtım performansının zayıfladığı, hatta %30 MSQ aerojel yalıtım malzemesinin ham battaniyeye göre daha düşük yalıtım performansı sergilediği gözlemlenmiştir. Bu eğilim, kompozit malzeme içinde aerojel varlığının artmasıyla birlikte, aerojelin kompozit içinde boşluklu yapının dolması yeni termal yolların oluşmasına neden olmuştur. Bu yollar, potansiyel olarak iletkenlik yapan termal iletimi arttırabilir. Ancak, %30 numunesinin yalıtım performansının %20'lik ve ham seramik battaniyeden daha iyi olması dikkat çekicidir. Bu durumda termal iletimin hem iletkenlik hem de konveksiyon yoluyla gerçekleştiği düşünüldüğünden, bu numunenin aerojel miktarının artması konveksiyon yoluyla ısı iletimini yavaşlatmış olabilir. Daha fazla ilave iletkenlik yoluyla olsa bile, durum dengeye gelerek termal iletkenlik performansında bir denge elde edilmiş olabilir.

Bu durum, daha fazla iletim yolu oluşumuyla sonuçlanarak yalıtım performansının azalmasına neden olmuştur. Bu nedenle, kompozit malzemeleri formüle ederken aerojel içeriği optimum bir aralıkta seçilmeli ve istenen termal özelliklere göre bir denge kurmak kritiktir.

4.3.7.VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyesinin Termal Stabilitesinin TGA Yöntemiyle Belirlenmesi

Şekil 4.28'de, ham seramik battaniyenin ve aerojel yalıtım battaniyelerinin termal stabilitesi, TGA yöntemiyle analiz edilerek elde edilen sonuçlar gösterilmiştir. Ham seramik battaniye, literatürdeki çalışmalarla uyumlu olarak 1000°C'ye kadar herhangi bir termal bozunma davranışı göstermemiştir (Zhonghao Li vd., 2021). Bununla birlikte, MSQ aerojel, literatürdeki sonuçlara uygun olarak, 300-600°C arasında tek basamaklı bir termal bozunma davranışı sergilemiştir, bu davranışın sebebi organik grup içermesidir. Bu çalışmada kullanılan MSQ aerojelleri, yaklaşık %83'lük bir kül içeriği sergileyerek, literatür sonuçlarıyla uyumludur (Kurahashi vd., 2012; Tav vd., 2023). MSQ aerojel battaniyeleri ise 250-500°C arasında başlayan kademeli bir termal bozunma davranışı göstermiştir (Y. Li vd., 2018). Bu bozunma davranışı, MSQ aerojelin yapısı içindeki organik grupların sıcaklık artışıyla birlikte bozunmasına bağlıdır, özellikle hidroksil grupları (-OH) ve alifatik ($-CH_3$) grupları bu reaksiyonları hızlandırmaktadır. Bu reaksiyonlar, ortamdaki hidrojen gaz atomları tarafından tetiklenmekte ve yanma reaksiyonuna katkıda bulunarak daha fazla termal bozunma reaksiyonunu beslemekte ve arttırmaktadır (Gao vd., 2012). Diğer bir önemli durum ise aerojel battaniyelerindeki silika atomu, karbona kıyasla daha büyük atom boyutuna sahip olmasıdır. Bu durum, yanma reaksiyonlarını yavaşlatarak yanma sırasında koruyucu bir bariyer oluşturarak termal bozunmayı sınırlar. VASI yöntemiyle sentezlenen bu aerojel yalıtım malzemeleri, genel olarak daldırma yöntemiyle elde edilen malzemelere kıyasla daha başarılı ve termal olarak daha stabil görünmektedir (Tav vd., 2023). Sonuç olarak, malzeme içindeki organik yapılar termal bozulmaya karşı daha yüksek direnç göstermiştir. Bu sonuç, VASI tekniğinin malzemenin yapısal bütünlüğünü ve termal stabilitesini koruma konusundaki kritik rolünü vurgulamaktadır (Hamdani vd., 2009).



Şekil 4.28. Ham seramik battaniye ve %10-30 MSQ aerojel battaniyeleri için TGA analizi

4.3.8. VASI Yöntemiyle Sentezlenen MSQ Aerojel Battaniyesinin Termal İletkenlik Özelliklerinin LFA Yöntemiyle Belirlenmesi

Farklı ağırlık yüzdelerine sahip (%10, 20 ve 30 ağırlıkça) MSQ aerojel battaniyelerin termal yayılım performansını değerlendirmek için LFA cihazı kullanılarak yapılan termal yayılım ölçümleri, bu çalışmanın önemli bir bölümünü oluşturmaktadır. Bu ölçümler, malzemelerin ısıyı nasıl ilettiğini ve dağıttığını anlamamıza yardımcı olmak amacıyla gerçekleştirilmiştir. Ölçümler, 30 ve 200°C sıcaklıklarında gerçekleştirilmiş olup, elde edilen sonuçlar Çizelge 4.9'da sunulmuştur. 30°C'de, %10, 20 ve 30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyeler için sırasıyla 0,25; 0,14 ve 0,053 mm^2/s termal yayılım değerleri kaydedilmiştir. Bu sonuçlar, MSQ aerojel oranının artmasıyla birlikte termal yayılımdaki azalan bir eğilimi yansıtmaktadır. Daha yüksek aerojel içeriği, daha düşük termal yayılıma işaret eder; bu da azalmış ısı iletim yeteneklerini gösterir. Benzer bir eğilim,

200°C'de de gözlemlenmiş olup, sırasıyla %10, 20 ve 30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyeler için termal yayılım değerleri 0,377; 0,306 ve 0,128 mm^2/s olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar, daha yüksek MSQ aerojel içeriğinin ısı transferini azalttığını doğrulamaktadır. Ancak, ham seramik battaniyesi ölçülebilir termal yayılım değerleri göstermemiştir. Bu durum, cihazın yüzeydeki kusurları ölçememesinden kaynaklanmaktadır, bu da iç yüzey kusurlarının varlığının ısı transferini olumsuz etkileyebileceği anlamına gelmektedir (Lian vd., 2016).

Çizelge 4.9. MSQ aerojel, %10-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, ham seramik battaniyesi 30-200°C termal yayılım (mm^2/s) performansı

Numuneler	30°C Termal Yayılım (mm^2/s)	200°C Termal Yayılım (mm^2/s)
Ham Seramik Battaniye	-	-
%10 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,254	0,377
%20 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,147	0,306
%30 ağr. MSQ Aerojel Yalıtım Battaniyesi	0,053	0,128

Bu çalışmada, numunelerin yakma testi sırasında bütan alevine maruz kaldığı, 1300°C sıcaklıkta alev karşısında numunelerin hem ön, arka ve kesit alanın orta noktasından sıcaklık değişimi kaydedilmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.10'da gösterilmiştir. Yakma testi ve LFA testi sonuçları birlikte değerlendirilerek analiz edilmiştir. Analiz sonuçlarına göre, testin 15. dakikasında, %30 ağırlıkça MSQ battaniyede diğer numuneler arasında en yüksek iç yüzey sıcaklığı 851°C olarak kaydedilmiştir. Bu durum, malzemenin sıcaklığını yavaş transfer ettiğini göstermekte ve iç yüzeyde daha yüksek bir ısı yoğunluğu olduğuna işaret etmektedir. Diğer taraftan, %10 ağırlıkça MSQ battaniye daha düşük orta yüzey sıcaklığı 607°C ve daha düşük arka yüzey sıcaklığı 169°C göstermektedir. Bu durum, ısı transferinin daha iyi ve içten dışa doğru daha başarılı olduğunu yansıtmaktadır. Ayrıca, genellikle daha yüksek kütle yoğunluğuna sahip malzemelerin, daha yüksek termal iletkenlikle ilişkilendirildiği bilinmektedir (Fu vd., 2022). Bu bağlamda, %30 ağırlıkça MSQ battaniye en yüksek yoğunluğa 0,500 g/cm^3 sahip ve muhtemelen en yüksek termal iletkenliğe sahip olduğu düşünülmektedir. Özetle, termal yayılım ölçümleri, %30 ağırlıkça MSQ battaniyenin en düşük verimli ısı transfer

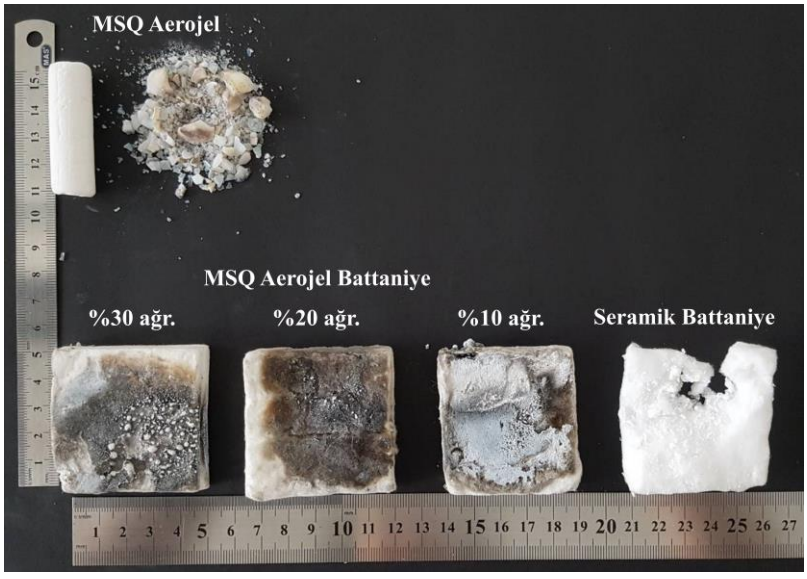
davranışını sergilediğini, %10 ağırlıkça MSQ battaniyenin ise daha iyi ısı transferini gösterdiğini ortaya koymaktadır (Fu vd., 2022; Lou vd., 2023; C. Xu vd., 2022).

Çizelge 4.10. Ham seramik battaniye, etanolle yıkanmış seramik battaniye, %10-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, arka, ön ve kütle yoğunluğu ve porozite değerleri

Numuneler (Battaniye)	**Arka Yüzey Sıcaklığı (°C)**	**Orta Nokta Sıcaklığı (°C)**	**Kütle Yoğunluğu (g/cm^3)**	**Porozite (%)**
Ham Seramik	224,9	550,5	0,128	92,2
EtOH yıkanmış Seramik	213,2	680,1	0,176	-
%10 ağr. MSQ Yalıtım	169,3	607,9	0,310	84,7
%20 ağr. MSQ Yalıtım	248,2	600,1	0,360	81,1
%30 ağr. MSQ Yalıtım	220,4	851,1	0,500	78,4

4.4. VASI MSQ Aerojel Battaniyesinin 2000-2500°C Arası Yakılarak Özelliklerinin Belirlenmesi

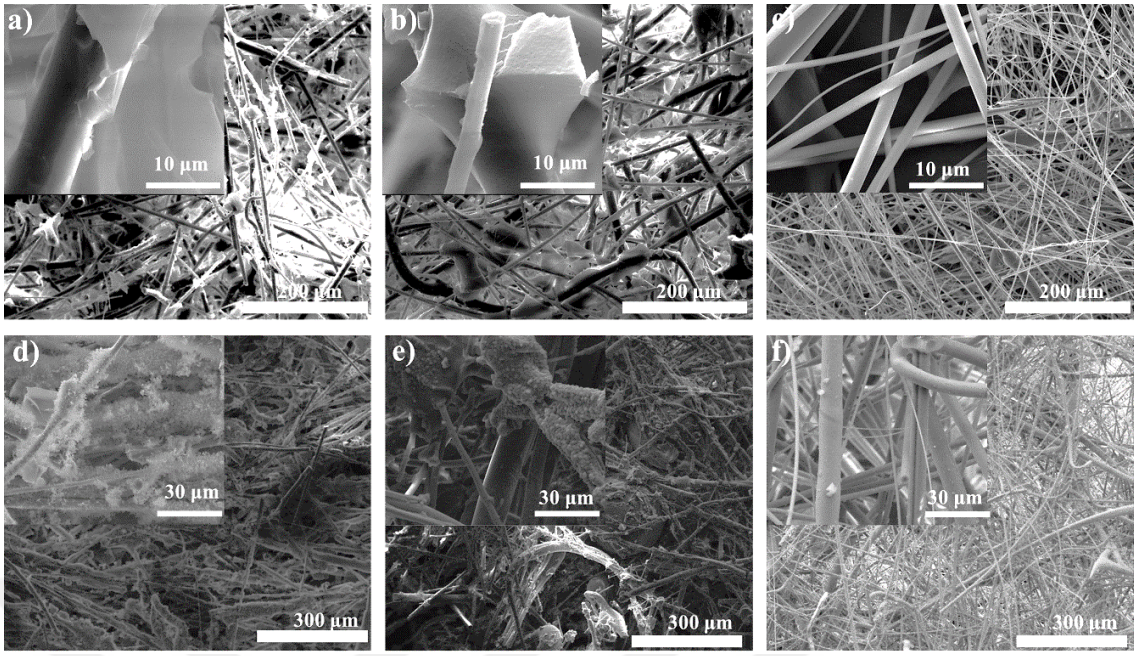
Yüksek sıcaklıklara maruz bırakılan (2000-2500°C) numunelerin yakma testi sonrasında elde edilen görüntü, Şekil 4.29'da gösterilmiştir. Ham seramik battaniyede lokal erimeler gözükmektedir. Ancak, MSQ aerojel numunelerde, yakılma sonrasında yüzeylerinde kararmalar mevcuttur; bu durum ham seramik battaniyesinde gözlenmedi. Ayrıca, seramik battaniye ile aynı mesafede alev maruziyetinde kararma olmazken, yapısında delinme meydana gelmiştir. Ham seramik battaniyesinin maksimum servis sıcaklığı 1260°C ve üzerinde (2000-2500°C'de) doğal olarak liflerin yapısal bütünlüğü oldukça zayıf kalmıştır. Buna karşın MSQ aerojel battaniyelerinde sadece kararma olmuş ve yapısal bütünlükte bir deformasyon (delinme, erime) meydana gelmemiştir. MSQ aerojel battaniyeleri kendi arasında kıyaslandığında, aerojel miktarının artmasıyla birlikte yüzeyde köpüklenme oluşumu gözlenmiştir. Bu durum, aerojelin yüksek sıcaklıklarda dahi kompozit malzemenin yapısını korumada oldukça etkili olduğunu göstermektedir. Kompozit içindeki aerojel varlığı, mikroyapısı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir ve yapısal bütünlüğünü olumlu etkilemiştir. Aynı şekilde, yanma sonrasında numunelerin görüntüsü ve fiziksel yapısı Şekil 4.29'da gösterilmiştir.



Şekil 4.29. 2000-2500°C yakma testi sonrası MSQ aerojel, seramik yalıtım malzemesi ve VASI MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin fiziksel görüntüsü

4.4.1. VASI MSQ Aerojel Battaniyesinin 2000-2500°C Arasında Yakılarak SEM Tekniğiyle Morfolojisinin Belirlenmesi

Yüksek sıcaklık koşullarında (2000-2500°C arasında) gerçekleştirilen numunelerin SEM analizleri, aerojel battaniyelerin mikro yapısal morfolojisini anlamak ve termal performanslarını analiz etmek amacıyla uygulanmıştır. Bu analizler, yüksek sıcaklıklara maruz bırakılan örneklerin, mikro yapılarında ortaya çıkan morfolojik ve termal değişiklikleri sistemli bir biçimde belirleyerek, malzemenin termal dayanıklılığını ortaya koymaktadır. %10 ve %30 MSQ aerojel battaniyeleri ile ham seramik battaniyelerin yüksek sıcaklıklara maruz bırakılmadan önceki görüntüleri Şekil 4.30 a, b, c'de ve yakılmasından sonraki mikro yapısal değişimlerinin görüntüleri Şekil 4.30 d,e,f'de elektron mikroskop görüntüleri aracılığıyla detaylı bir şekilde gösterilmiştir. SEM görüntüleri, yüksek sıcaklıklara maruz bırakılan aerojel battaniyelerin içyapısındaki kritik değişimleri ayrıntılı bir şekilde göstermektedir. Yakma sonrasında daha önceden gözlemlenen büyük aerojel parçacıklarının yerine, oksidasyon nedeniyle hacimce büyümüş aerojel parçacıkları, artan gözenek sayısı ve boyutları gibi mikro yapısal değişiklikler gözlenmektedir. Aerojel battaniyeler yakma testinde karmaşık termo-mekanik etkileşimlere maruz kaldığı görülmektedir. Şekil 4.30 a'da görülen yanma öncesi %10 MSQ aerojel battaniye ve şekil 4.30 d'de görülen yakma sonrası elde edilen görüntüler, bu durumu desteklemektedir. Şekil 4.30 b'de %30 MSQ aerojel battaniyenin yakma öncesi görüntüsü, Şekil 4.30 e'de ise yanma sonrası görüntüsü bulunmaktadır. Bu durumda, daha yüksek ağırlıkça hazırlanan MSQ aerojelinin molekül ağırlığı, yakmanın daha yüksek seviyede gerçekleşmesine neden olmuştur. Bu durumun sebebi, MSQ aerojelde daha fazla bulunan organik yapıların yakma reaksiyonlarını hızlandırmaktadır (Park vd., 2023; Science, 2023). Bu mikro yapısal değişimler aynı zamanda makro yapıdaki değişimlerle de Şekil 4.29'da gösterilen yakma sonrası görüntülerinin incelenmesiyle doğrulanmaktadır. Şekil 4.30 f'de ise, yakma sonrasında ham seramik battaniyenin durumu gösterilmektedir. Yanma sonrasında seramik battaniyenin lifleri erimiştir, bu durum liflerin birbirine yapışmasına neden olmuş, liflerin bazı yüzeylerinde kabarmalar oluşmuş ve gözenekli yapı önemli ölçüde azalmıştır (Youcheng Zhu vd., 2022).



Şekil 4.30. Yanmamış a) %10, b) %30 MSQ aerojel battaniye, c) ham seramik battaniye, için 2000-2500 °C yanmış d) %10, e) %30 aerojel battaniye ve f) seramik battaniye

4.4.2. Eşzamanlı TGA-FTIR Yöntemiyle ve VASI MSQ Aerojel Battaniyenin Piroliz Sırasındaki Ortaya Çıkan Dumanın Araştırılması

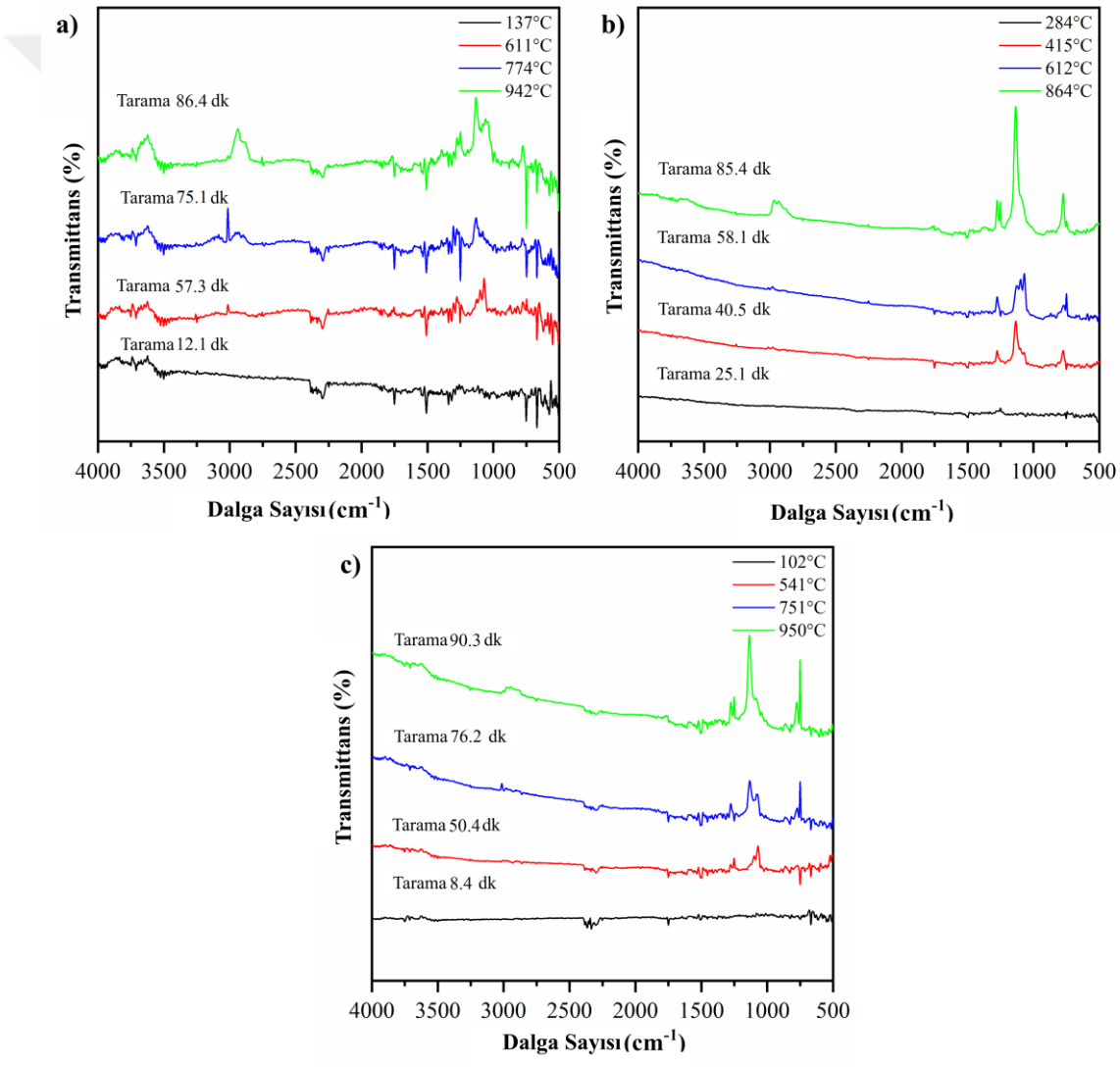
Vakum altında sentezlenen aerojel battaniyesinin bütan torç karşısında yakılma süreçleri incelenmiştir. Özellikle, %30 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesinin yüzey sıcaklığı üzerindeki etkileri üzerinde durulmuştur. Çizelge 4.10'da sunulan verilere göre, bu aerojel battaniyesinin yüzey sıcaklığı, ön yüzeyde 1000°C ve üzerindedir. Kesit alanının orta noktasının sıcaklığı 850°C değerindedir. Arka yüzeyin sıcaklığı ise 240°C olarak ölçülmüştür. Bu analizde, aerojel battaniyesinin etkili bir şekilde ısı transferini yavaşlattığını ve aerojel malzemenin düşük termal iletkenlik özelliklerine dayandığını göstermektedir (Xie vd., 2016). Bundan dolayı eşzamanlı TGA-FTIR analizi tatbik edilerek analiz sırasında ortaya çıkan dumanların yakma reaksiyonlarına ve ısı transferine olan etkisi araştırıldı. Şekil 4.31'de gösterilen FTIR-TGA analizi, aynı anda eşzamanlı olarak gerçekleştirilen analitik bir yöntemdir ve incelenen örnekler arasında ham seramik battaniye, %10 MSQ aerojel ve %30 MSQ aerojel bulunmaktadır. Bu analiz, malzemelerin termal ve kimyasal davranışlarını detaylı bir şekilde anlamak için yapılmıştır. FTIR-TGA, örneklerin ısıl bozunma süreçlerini ve kimyasal değişikliklerini

belirleyerek, özellikle yanma özellikleri ve termal kararlılık gibi kritik bilgiler sunar. Analizin temel amacı, her örneğin yanma sırasında ortaya çıkan piklerinin sıcaklıklarını, yanma eğilimlerini ve kimyasal değişikliklerini anlamak, bu bilgileri kullanarak malzemelerin yanma performansını değerlendirmek ve optimize etmektir. Şekil 4.31 a'da ham seramik battaniye üzerinde yapılan TGA-FTIR analizi, malzemenin termal bozunma ve yanma özelliklerini detaylı bir şekilde açıklamaktadır. Analiz, tarama süreleri ve sıcaklıkları arasındaki ilişkiyi inceleyerek, 12. dakikada başlayan termal bozunma sürecinin 86,4 dakikada 942°C'ye ulaşarak belirgin bir artış gösterdiğini göstermektedir. Pik analizleri, özellikle 12. dakikada başlayan tek bir pikten, 86,4 dakikada 1110 cm^{-1} ve 750 cm^{-1} piklerini içeren belirgin bir değişime işaret etmektedir. Bu süreç, malzemenin yanma davranışındaki önemli değişimler gösterirken (Camino vd., 2002; Gao vd., 2012), 941°C kısmında ortaya çıkan yanma pikinin, üretim sırasında kullanılan karbon esaslı yağın varlığını işaret edebileceği belirtilmiştir.

Şekil 4.31 b'de %10 MSQ aerojel battaniyesi üzerindeki TGA-FTIR analizi, malzemenin termal bozunma ve yanma özelliklerini detaylı bir şekilde ele alınmaktadır. Analiz, tarama süreleri ve sıcaklıklar arasındaki ilişkiyi ortaya koyarak, 25,1 dakikasında başlayan termal bozunma sürecinin 85,4 dakikasında 864°C'ye ulaşarak belirgin bir artış gösterdiğini göstermektedir. Pik analizleri, özellikle 40,5 dakikada 1200 cm^{-1}, 1100 cm^{-1} ve 750 cm^{-1}'de gözlemlenen değişimlerin dikkat çekici olduğunu ortaya koymaktadır (Hamciuc vd., 2018). Sıcaklık 58,1 dakikasında 612°C'ye çıktığında piklerin şiddetinin arttığı, 85,4 dakikasında 2850 cm^{-1}'de yeni bir pik ortaya çıktığı gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar, %10 MSQ aerojel battaniyesinin termal bozunma süreçlerindeki belirgin değişimlerini açıklarken, malzemenin yanma davranışındaki özellikleri detaylı bir şekilde ortaya koymaktadır. Analiz, 40,5 dakikasından itibaren belirginleşen piklerin, malzemenin organik grupların yanmasıyla ilişkilendirilir. Bu bilgiler, %10 MSQ aerojel battaniyesinin termal performansının anlaşılması ve geliştirilmesi açısından önemli bir katkı sağlamaktadır.

Şekil 4.31 c'de %30 MSQ aerojel yalıtım malzemesi üzerinde yapılan TGA-FTIR analizi, malzemenin termal bozunma ve yanma özelliklerini detaylı bir şekilde ortaya koymaktadır. Analiz, tarama süreleri ve sıcaklıklar arasındaki ilişkiyi gözlemleyerek, %30 MSQ aerojelin termal bozunma süreçlerinde belirgin değişikliklere yol açtığını

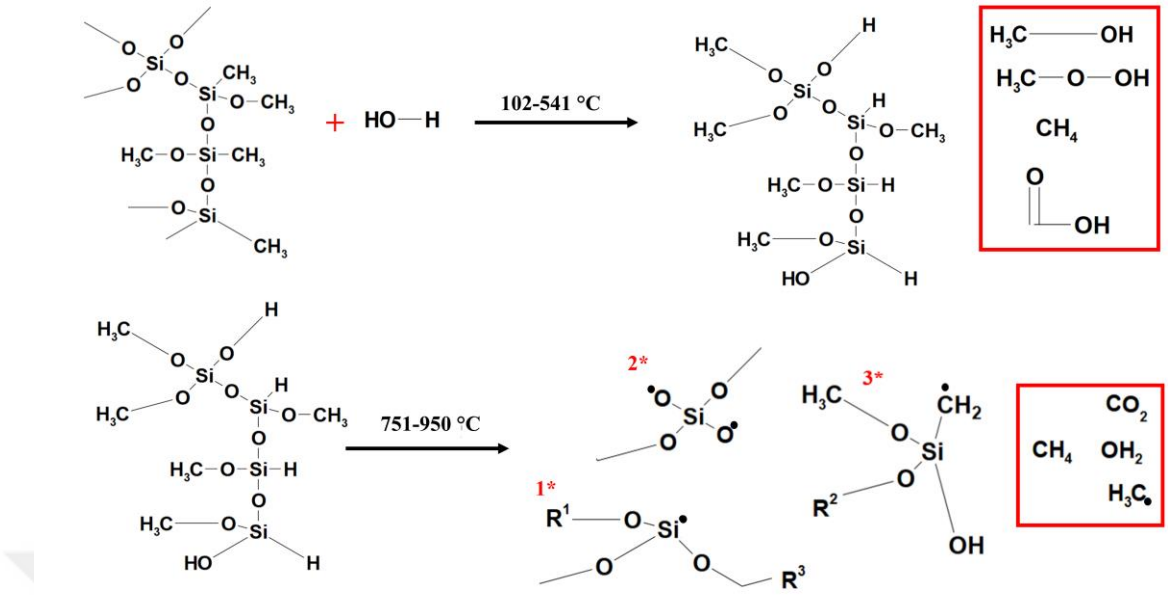
ortaya koymaktadır. Piklerin analizleri, özellikle %30 MSQ aerojelin %10 MSQ aerojele göre daha fazla gürültü içerdiğini ve 750 cm^{-1} pikinin daha belirgin olduğunu göstermektedir. Ayrıca, %30 MSQ aerojel piklerinin %10 MSQ aerojele göre daha zayıf olduğu ve 1100–1200 cm^{-1} aralığındaki Si-O-Si gerilme pikleriyle ayrışmakta olduğu belirlenmiştir (Hamciuc vd., 2018). Bu sonuçlar, %30 MSQ aerojel yalıtım malzemesinin termal davranışındaki farklılıkları anlamamıza ve bu malzemenin performansını optimize etme çabalarımıza kılavuzluk etmektedir. Bu veriler, malzemenin endüstriyel uygulamalardaki potansiyelini değerlendirmek ve geliştirmek adına önemli bir katkı sunmaktadır.



Şekil 4.31. a) Ham seramik battaniye, b) %10 ağırlıkça, c) %30 ağırlıkça VASI MSQ aerojel yalıtım battaniyesi eşzamanlı TGA-FTIR grafiği

4.4.3. Piroliz Sonrasında Oluşması Muhtemel Yapıların Kimyasal Yapısı

MSQ aerojel battaniyesi inert bir atmosfer altında 1100°C'ye kadar yakıldığında termal bozunma meydana gelir ve oluşan dumanların analizi TGA-FTIR cihazıyla yapılarak Şekil 4.31'de sunulmuştur. Bu analizde, yanma reaksiyonları sırasında oluşan dumanların yapıdan ayrılmasıyla birlikte ana yapıda kalan malzemelerin türü belirlenmeye çalışılmıştır. Yanma sırasında, ana yapıdan ayrılan bağ kopmaları ve olası serbest radikallerin oluşumu, ortaya çıkan duman piklerinin analiziyle tahmin edilebilmektedir. Daha sonra, bu serbest radikallerin bir araya gelerek yeni yapılar oluşturduğu gözlemlenmiştir. Literatürde belirtildiği gibi, yanma sürecinde gazlar ve serbest radikaller ortaya çıkabilir. Bu verilerle eşzamanlı TGA-FTIR analiz sonuçlarının yorumlanmasıyla, MSQ aerojelinin yanma mekanizmasını detaylı bir şekilde açıklamak ve yeni kimyasal bağların ortaya çıkardığı yapılar Şekil 4.32'de ayrıntılı bir şekilde görselleştirilmiştir. Yanma tepkimesi tamamlandıktan sonra, serbest radikaller boş orbital oluşturarak (ortamdan hidrojen çekerek) yeniden bağ yapma eğilimine girerler. MSQ aerojelinin yanma süresinde ortaya çıkan gazlar, Şekil 4.32'de gösterilmiştir. Yanma süreci sırasında, serbest radikallerin oluşumuyla birlikte malzemenin kimyasal yapısı bozulmaktadır. Bu yanma reaksiyonlarında, ana zincirden hidrojen çekilerek ve -OH ve -CH_3 gibi uç grupları koparak malzemenin moleküler yapısı değiştirilmektedir. Aerojel battaniye yapısındaki değişimler, 366-471°C sıcaklık aralığında gerçekleşen TGA-FTIR analizinde belirginleşmektedir. Belirli bir sıcaklık aralığında, bir yapıdan ayrılan duman miktarındaki artış, serbest radikallerin oluşumunu arttırılmaktadır. Bu süreç, çevreden hidrojen atomlarının çekilmesiyle yanma reaksiyonunun hızlandırılmasına ve aynı zamanda yeni serbest radikallerin ortaya çıkarılmasına sebep olunmaktadır. Ancak, daha yüksek sıcaklıklarda bu mekanizma daha da hızlandırılmakta ve daha fazla serbest radikal oluşumu sağlanmaktadır. 610°C ve üzerindeki sıcaklıklarda, bozulan gruplar daha fazla hidrojen çekilmekte, bu da daha fazla termal bozunmanın hızlandırılmasına ve çeşitli konfigürasyonlarda daha fazla serbest radikal oluşumuna neden olunmaktadır. Sonrasında, yeni oluşan serbest radikaller birbirleriyle yeniden bağlanmakta ve çapraz bağlı ürünler elde edilmektedir. İnert ortamda gerçekleşen bu reaksiyonlar literatürde silika karbür türevli malzemeler olarak tanımlanmaktadır (Camino vd., 2002; Hamciuc vd., 2018).

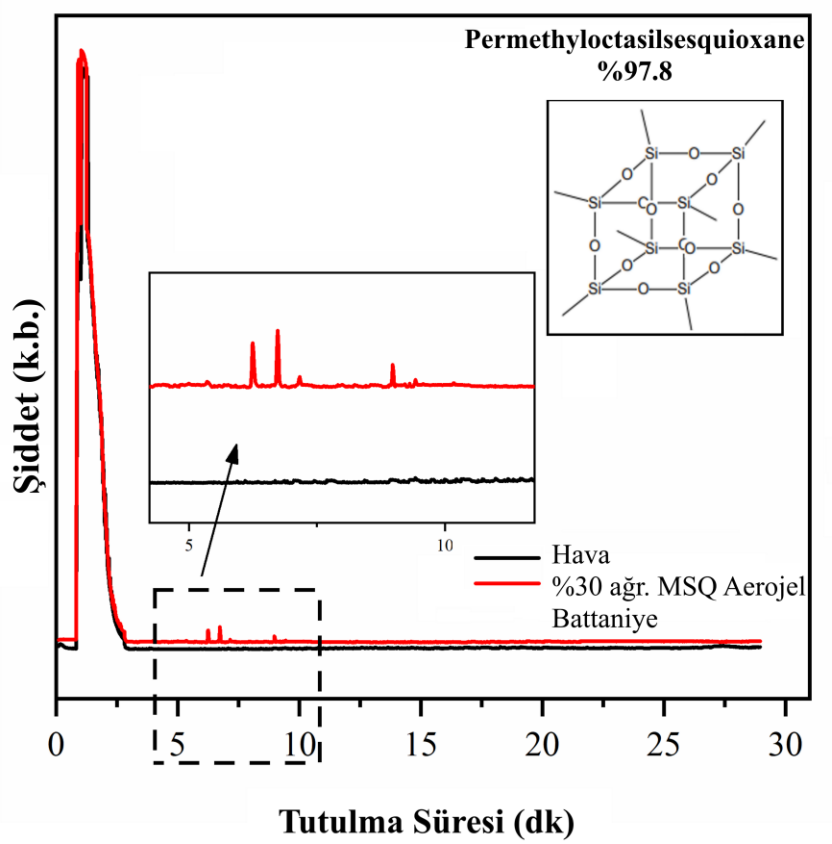


Şekil 4.32. Piroliz işlemi sırasında oluşabilecek muhtemel yeni kimyasal yapılar

4.4.4. 2000-2500°C Yakma Sıcaklığında Dumanın Toplanması ve GC-MS Cihazı Kullanılarak Dumanın Yapısı ve Kimyasal Yapısının Analiz Edilmesi

Şekil 4.33, ham seramik battaniye, MSQ aerojel ve MSQ aerojel battaniyesinin 2000- 2500°C sıcaklıklarında yanması sonucu oluşan dumanların kimyasal bileşimini GC-MS analizi sonuçlarıyla göstermektedir. Bu analiz, duman içerisindeki yapıların kimyasal bileşimini incelemek amacıyla gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.33'te, GC-MS cihazının hava ve %30 aerojel battaniyesinin yakılmasıyla elde edilen dumanının analizini içererek, kromatogramın düzgün bir şekilde çalışıp çalışmadığını kontrol etmek ve kolon deformasyonunun olup olmadığını değerlendirmek amacıyla yapılmıştır. GC kromatografi cihazında, ince tüplü (kolon) yapısı sayesinde numunelerin kimyasal bileşenlerini tespit etmektedir. Bu kolonlar genellikle özel bir silika kaplamayla kaplanır, ancak zaman bakımlarının yapılması gereklidir. Eğer gerekli periyotlarda bakımları aksatılırsa, analiz sırasında silika kaynaklı bir kontaminasyon oluşabilir ve düzgün, tutarlı sonuçların elde edilmesini zorlaştırır. Bu duruma kolon kanaması adı verilmektedir. Bu çalışmada, Şekil 4.33'te MSQ aerojel battaniyenin ana bileşenlerinin silika kaynaklı olduğu için, öncelikle cihazın durumunu kontrol etmek amacıyla hava ile

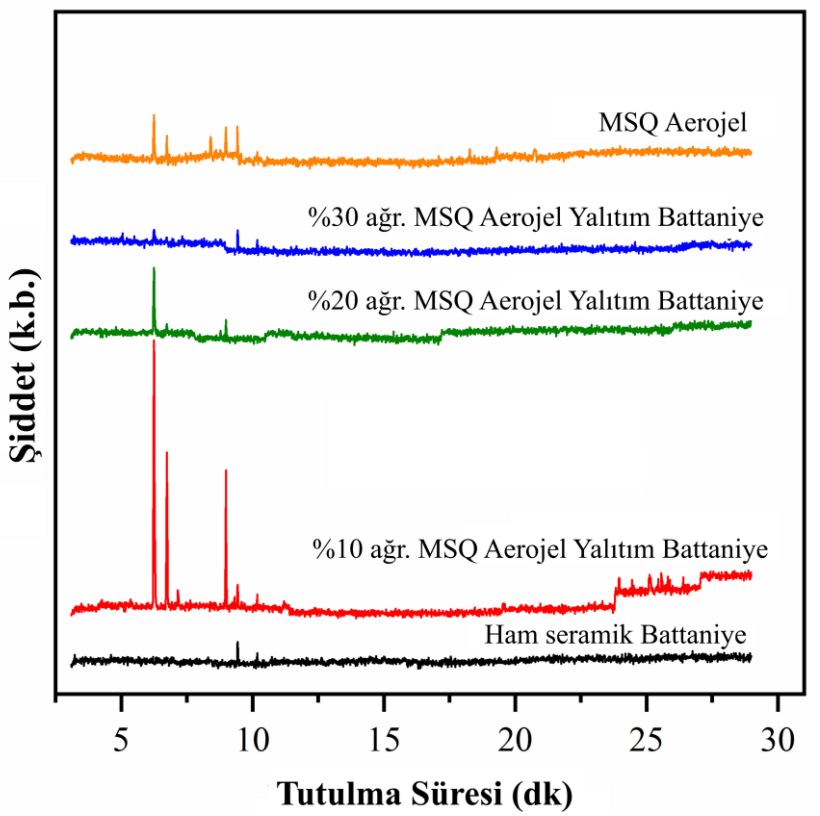
karşılaştırılmıştır. Elde edilen sonuçlarda kromatogram düzgün çalıştığı ve duman numunesinin içinde silika kaynaklı organik bileşenlerin (UOB) permethyloctasilsesquioxane (permetiloktasilseskioksan) olduğunu belirlenmiştir. Bu tespiti kromatogram kütüphanesinden, %97,8 güven aralığı ile belirlenmiştir.



Şekil 4.33. GC-MS iyon kromatogramında duman malzemesinin havayla karşılaştırılması ve iyon bileşenlerinde tutulma sürelerinin karşılaştırılması

Şekil 4.34'te tüm numunelerin 2000-2500°C'de GC-MS spektrumları kendi aralarında karşılaştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar, pik şiddetlerine göre değerlendirilmiştir. %10 MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin pik şiddetleri tüm numuneler arasında en yüksek seviyede olup aynı şekilde ham seramik yalıtım battaniyesinde ise herhangi bir pike rastlanılmamıştır. Dolayısıyla, bu permetiloktasilseskioksan malzemesinin kaynağı MSQ aerojelden gelmektedir. Belirtilen bu UOB'ler, alifatik ve aromatik hidrokarbonlar ile alkol, aldehit ve keton gibi oksijen içeren bileşiklerin, silika kaynağıyla beraber yanmasıyla elde edilmiştir (Z. Wang vd., 2023). Bu, kimyasal bileşenlerin UOB'lerin

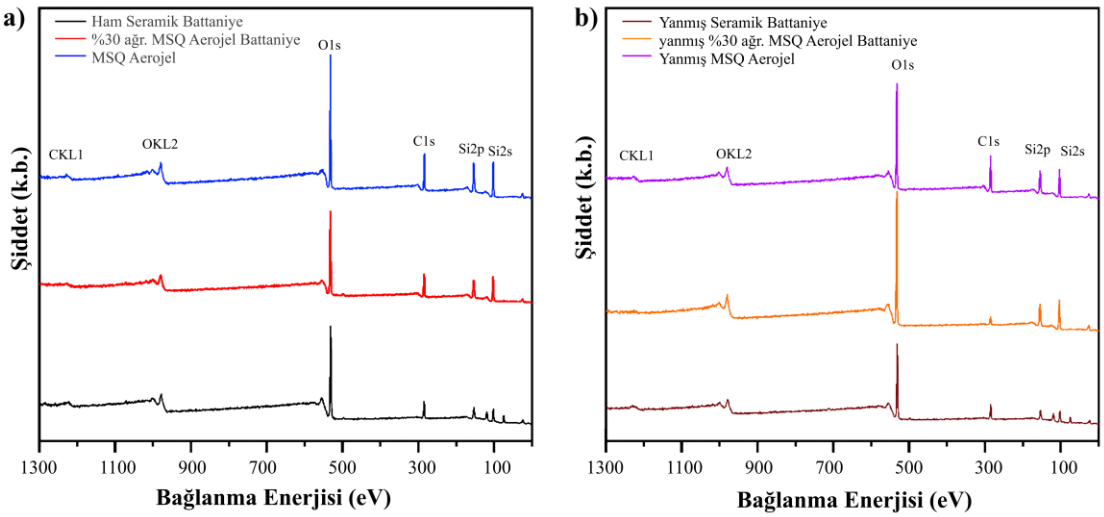
ortaya çıkması potansiyel uygulamalarda aerojel battaniyesinin kullanımını ve insan sağlığına etkisini göz önünde bulundurulmalıdır. Ayrıca, duman içinde bulunan permetiloktasilseskioksan, yapısal olarak polihedral oligomerik silseskioksan (POSS) yapısına benzerlik görülmektedir. POSS ve MSQ aerojelinin sentezinde, MTMS prekürsörü ana alkoksi kaynağı olarak kullanılmaktadır. Bu detay göz önüne alındığında, yüksek sıcaklıklarda yanma işlemlerinde, gerekli oksijen ve karbon kaynaklarının mevcut olduğu durumda, aerojelinin yüksek sıcaklıkta yakılması sırasında, potansiyel olarak bu reaksiyonlar oluşmakta ve permetiloktasilseskioksan elde edilebilmektedir. Aerojel malzemesinin 2000-2500ºC sıcaklığında yakılarak dumanında POSS türevli bir malzemenin tespiti, bu analizde önemli bir bulgudur. Bu bileşiğin varlığını ve davranışını anlamak, malzemenin reaktivitesini ve potansiyel uygulamalardaki olası durumlarını ön görebilmek ve değerlendirmek açısından önemlidir.



Şekil 4.34. Tüm numunelerin GC-MS iyon kromatogramındaki duman analizi

4.4.5. 2000-2500°C Yakma Sıcaklığında Ana Yapının XPS Analizi ile Kimyasal Özelliklerin ve Yüzey Yapısının İncelenmesi

Seramik battaniye, aerojel battaniye ve MSQ aerojel'in kimyasal bileşim analizi, 2000-2500°C arasındaki sıcaklıklarda yapılan yakma işlemlerinin öncesi ve sonrasında gerçekleştirilmiş olup elde edilen sonuçlar detaylı bir şekilde Şekil 4.35'te karşılaştırmalı olarak gösterilmiştir. XPS bir malzemenin yüzeyindeki elementlerin kimyasal durumunu belirlemek amacıyla kullanılır. Bağlanma enerjisi, bir elektronun bir atomdan koparılması için gerekli enerjiyi belirlemek için uygulanmış olup XPS spektrumlarında, Si2p, C1s, O1s ve Al'yi belirlemek amacıyla kullanılmıştır. Şekil 4.35'teki sonuçların, Lorentzian-Gaussian fonksiyonu uygulanarak elde edilmiş olup minimal Na varlığıyla birlikte O, C, Al ve Si elementlerinin baskınlığını görülmektedir. Bu analiz, malzemelerin yüzeyindeki kimyasal bileşimlerindeki değişiklikleri ve özellikle ana elementlerin dağılımındaki modifikasyonlarını anlamamıza önemli bir katkılar sağlamaktadır. Elde edilen sonuçlar, Şekil 4.35 a'da yanmamış numunelerin pik şiddetlerini temsil etmektedir. Şekil 4.35 b'de ise yüksek sıcaklıkta yakılması sonrasında gerçekleştirildikten sonra elde edilen pik şiddetleri gösterilmektedir. Yüksek sıcaklıkta yakılması sonrasında aerojel yalıtım malzemesinin oksijen pik şiddeti belirgin olarak artmış olup gerçekleşen oksidasyonu desteklemektedir.



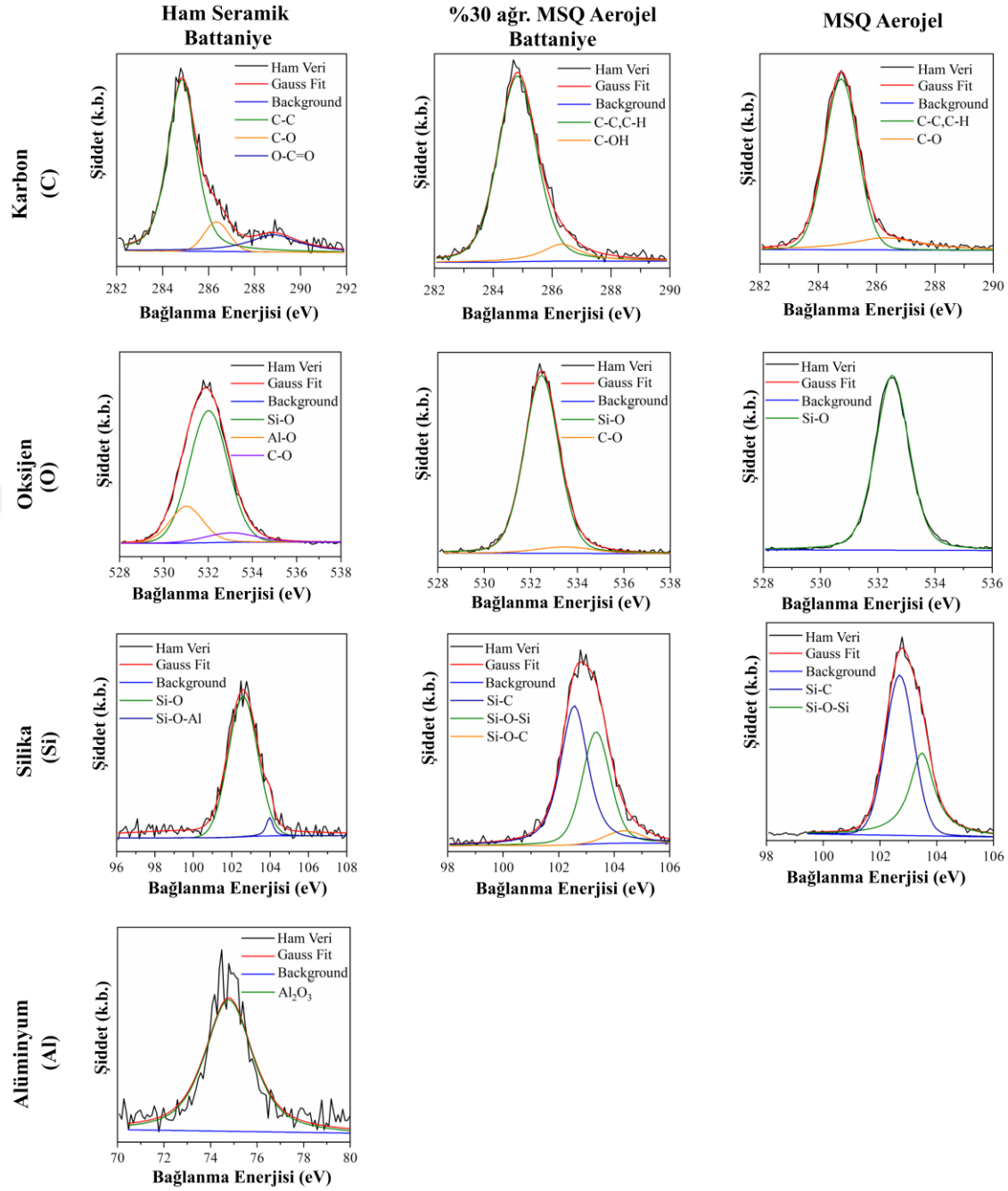
Şekil 4.35. a) Ham seramik battaniye, MSQ aerojel battaniye ve MSQ aerojel XPS spektrumu, b) 2000°C sonrası seramik battaniye, aerojel battaniye ve MSQ aerojel XPS spektrumu

Seramik battaniye, aerojel battaniye ve MSQ aerojel örneklerinin XPS analizleri gerçekleştirilerek, Şekil 4.36 ve Şekil 4.37'de elde edilen görüntüleri gösterilmiştir. Şekil 4.36'da bu numunelerin yanmadan önce durumlarındaki elementlerin bağlanma enerjilerini gösterilmektedir. Şekil 4.37'de ise 2000-2500°C'nin üzerindeki sıcaklıklara maruz bırakıldıktan sonraki elementlerin bağlanma enerjilerini ve numunelerin yüzeylerindeki kimyasal değişimler ortaya konulmuştur.

Analizde; seramik battaniye, aerojel battaniye ve MSQ aerojel örneklerinin yakılmadan önceki durumlarına göre Si2p spektrumu incelendiğinde, seramik battaniyesinin -Si-O-Al bağlarına ait bir pik 102,59 eV'de görülürken, C1s spektrumunda -C-C, -C-O, -O-C=O bağlarına ait üç farklı pik 284,24 eV, 285,11 eV ve 286,62 eV değerleri gözlemlenmiştir. Aynı zamanda O1s spektrumunda -Si-O, -Al-O, -C-O bağlarına ait üç farklı pik 532,01 eV, 531,01 eV ve 533,01 eV değerleri gözlemlenmiştir (Shen vd., 2020). Aerojel battaniyenin yakılmadan önceki durumunda ise Si2p spektrumu, seramik battaniyesi ile benzerlik göstermişken -Si-C, -Si-O-Si, -Si-O-C bağlarına ait üç farklı pik sırasıyla 103,25 eV, 102,48 eV ve 104,44 eV değerleri bulunmuştur. C1s spektrumunda ise -C-C, -C-OH bağlarına ait iki farklı pik 285,37 eV ve 284,61 eV değerleri gözlemlenmiştir. O1s spektrumunda ise -Si-O, -C-O bağlarına ait iki farklı pik 532,46 eV ve 533,46 eV değerleri gözlemlenmiştir. MSQ aerojelin yakılmadan önceki durumunda ise Si2p spektrumu -Si-C, -Si-O-Si bağlarına ait iki farklı pik 102,69 eV ve 103,47 eV gözlemlenirken, C1s spektrumunda -C-C, -C-O bağlarına ait iki farklı pik 284,93 eV ve 286,13 eV değerleri gözlemlenmiştir.

O1s spektrumunda -Si-O bağlarına ait bir pik 532,50 eV görülmüştür. Yanmış durumda, seramik battaniyenin Si2p spektrumunda sadece -Si-O bağına ait bir pik 103,67 eV bulunurken, C1s spektrumunda -C-C, -C-O, -O-C=O bağlarına ait üç farklı pik 285,34 eV, 286,63 eV ve 284,27 eV olarak gözlemlenmiştir. O1s spektrumunda ise -SiO, - Al-O, -C-O bağlarına ait üç farklı pik 532,47 eV, 532,85 eV, 532,85 eV değerleri gözlemlenmiştir. Aerojel battaniyenin yanmış durumunda Si2p spektrumunda sadece -Si-O bağına ait bir pik 103,64 eV gözlemlenirken, C1s spektrumunda ise -C-C, -C-O bağlarına ait iki farklı pik 284,80 eV ve 286,79 eV düzeyinde gözlemlenmiştir. O1s spektrumunda -Si-O, -C-O bağlarına ait iki farklı pik 532,75 eV ve 532,85 eV değerleri görülmüştür (Liangjun Li vd., 2023; Z. Zhu vd., 2023).

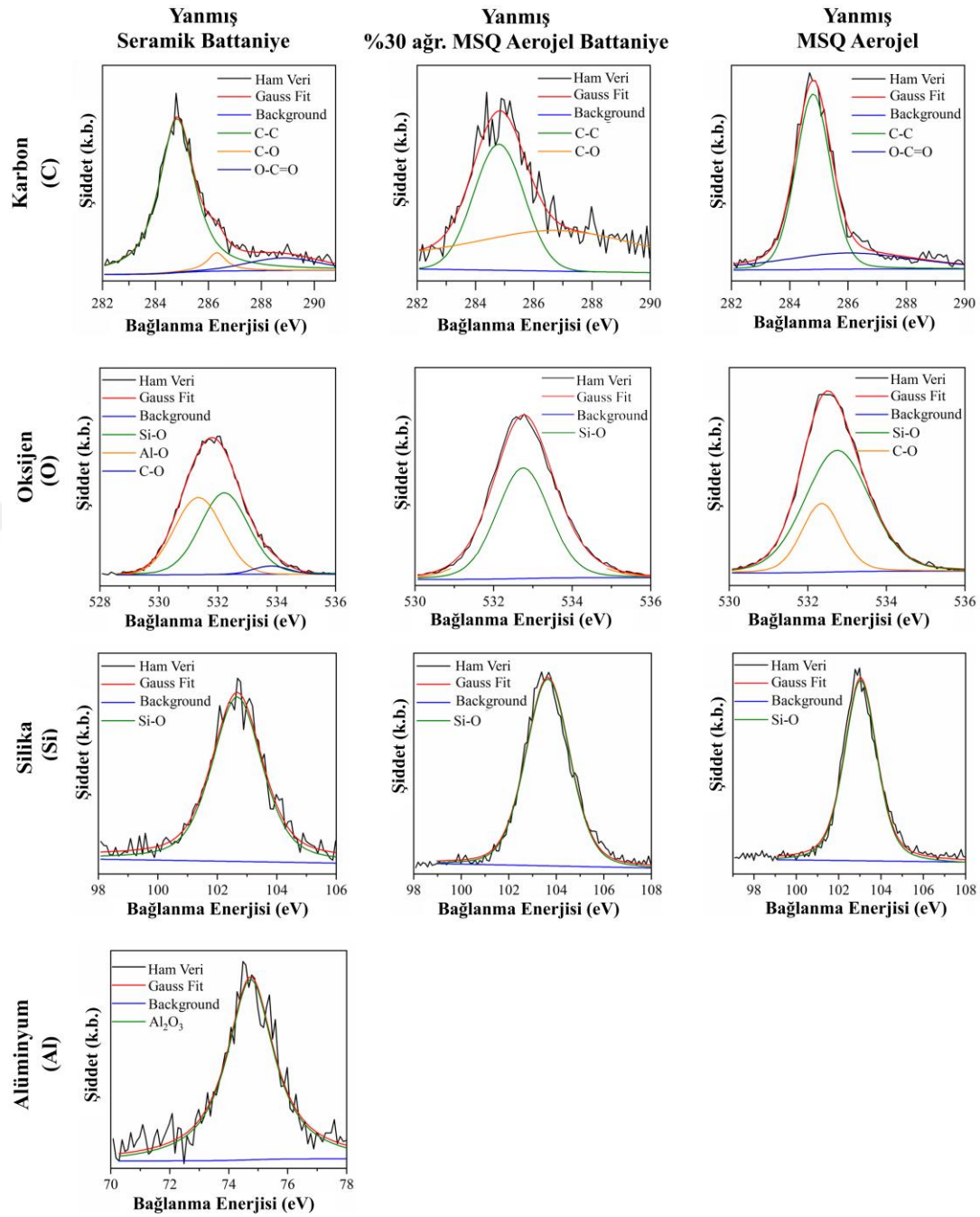
Yanmış MSQ aerojelin Si2p spektrumunda sadece -Si-O bağına ait bir pik 103,01 eV gözlemlenirken, C1s spektrumunda ise -C-C, -O-C=O bağlarına ait iki farklı pik 284,0 eV ve 286,0 eV değerleri gözlemlenmiştir. O1s spektrumunda -Si-O, -C-O bağlarına ait iki farklı pik 533,52 eV ve 532,84 eV değer görülmüştür. Bu bağlanma enerjisi değerleri, her malzemenin yanmamış ve yanmış durumları arasındaki farklılıkları ortaya koymaktadır. Özellikle, yakılmamış seramik battaniyede -Si-O-Al bağının enerjisi 103,97 eV iken, yanmış durumdaki -Si-O bağının enerjisi 103,67 eV olarak tespit edilmiştir. Aerojel battaniyede -Si-O-Si bağının yakılmamış durumda enerjisi 103,25 eV iken yanmış durumda ise 103,64 eV olarak belirlenmiştir. MSQ aerojelde -Si-O-Si bağının yakılmamış durumdaki enerjisi 103,47 eV iken yanmış durumda ise 103,01 eV'dir. C1s ve O1s spektrumlarındaki bağlanma enerjisi değerleri de dikkate alındığında, aerojel battaniye ve MSQ aerojelleri arasındaki benzerliklerin ötesinde, her malzemenin özgün bağlanma özelliklerinin ve oksidasyon reaksiyonlarına karşı tepkilerinin nasıl değiştiği daha açık bir şekilde anlaşılmaktadır (Liangjun Li vd., 2023; Shen vd., 2020; X. Wang vd., 2022; Xiaodong Wu vd., 2018; Z. Zhu vd., 2023). Özellikle, her bir malzemenin yakılmadan önce ve yakılmadan sonraki durumlarındaki C1s ve O1s spektrumlarındaki pik değişiklikleri, malzemenin yanmaya tepkisi ve moleküler yapısındaki değişiklikleri ayrıntılı bir şekilde gösterilmiştir.



Şekil 4.36. Yakılmamış numunelerin XPS elementel bağlanma enerjileri

Şekil 4.37'de yakılmış malzemenin XPS görsellerini gösterilmektedir. Bu veriler, malzemelerin yanma sürecindeki kimyasal değişikliklerinin ve yüzey özelliklerinde meydana gelen değişimlerini detaylı bir şekilde incelemek için önemlidir. Seramik battaniye numunelerindeki Si-O ve Si-O-Al bağları tipik seramik yapıda bileşenlerdir ve beklenen bağlanma enerjileriyle uyumludur. Organik bileşenlerin varlığı, C1s

bölgesindeki -C-C, -C-O ve -O-C=O bağları ile belirlenmiştir. Yakma sonrasındaki Si-O bağının belirginleşmesi ve organik bileşenlerdeki değişikliklerin malzemenin termal işlem sırasında kimyasal yapısına değişimlere yol açtığı görülmektedir. Aerojel battaniyesi ve MSQ Aerojel numunelerindeki silika karbür ve silikon oksit bağları belirgin olarak tespit edilmiştir. Aerojel yapılarındaki bu bileşenler, beklenen bağlanma enerjileri ile uyumludur. Yanmış durumda ise Si-O bağının belirginleşmesi ve organik bileşenlerdeki oluşan değişiklikler, malzemenin termal işlem sonucunda kimyasal bileşenlerinde değişikliklere neden olduğunu desteklemektedir. Genel olarak, XPS analizi sonuçları, her bir malzemenin yanmamış ya da yanmış durumlarında yüzey kimyasal bileşenlerinde belirli değişiklikler olduğunu ve termal işlemin malzemenin kimyasal yapısını etkilediğini göstermektedir.



Şekil 4.37. Yakılmış numunelerin XPS elementel bağlanma enerjileri

XPS analiz sonuçlarıyla elde edilen elementel bağ enerjileri yakılma öncesi ve yakılma sonrası durumları karşılaştırarak yüzeyindeki kimyasal bileşenlere ait değişimleri Çizelge 4.11'de sunulmaktadır. MSQ aerojel yalıtım malzemesinin yanma testleri sonrasında O1s bağ içeriği %36,3'ten %54,2'ye çıkmıştır. Benzer şekilde, C1s karbon atomu %23,6'dan %9,7'ye gerilemiştir. Bu durum, MSQ aerojelinin uç gruplarında bulunan Si-CH bağında

belirgin bir azalma olduğunu göstermektedir. Daha açık bir ifadeyle, hidrofobik Si-CH_3 gruplarını hidrofil Si-OH gruplarına dönüştürmüştür (Liangjun Li vd., 2023; Lun vd., 2022; Z. Zhu vd., 2023). Ayrıca, MSQ aerojelin O1s atomik miktarı, yakma işleminden önce %36,4 olarak ölçülmüşken yakma sonrasında ise %38,2'ye çıkmıştır. C1S pikinin yüzdesi ise %32,4'ten %28'e düşmüştür. Ham seramik yalıtım battaniyesinin O1s miktarı ilk durumda %49,1'den %46,7'ye düşmüştür; C1S atomik miktarı ise %19,1'den %22,4'e yükselmiştir. Al2p seviyesinde ise kısmi bir azalma gözlemlenmiştir. Bu durum, Si-O-Al yapısındaki azalmayla ilişkilendirilebilir (Xiaodong Wu vd., 2020b).

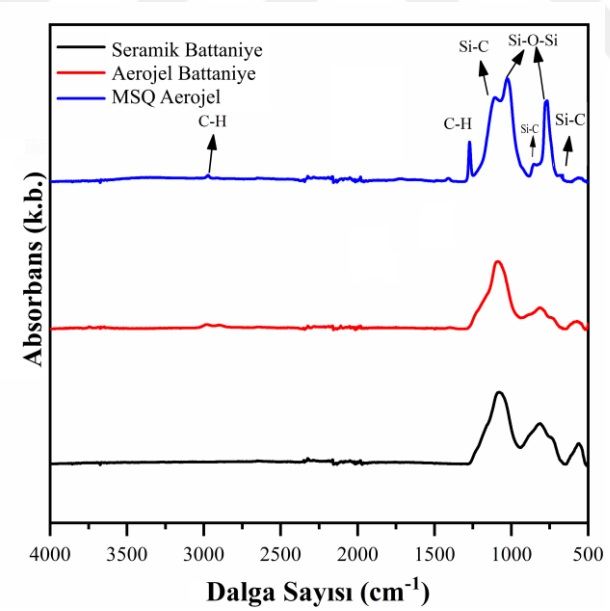
Çizelge 4.11. Yanmamış seramik battaniye, %10-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyesi ve yanmış seramik battaniye, %10-30 ağırlıkça MSQ aerojel yalıtım battaniyelerinin XPS bağlanma enerjileri

Numuneler		**Si2p /Bağlanma Enerjisi (eV)**		**C1s /Bağlanma Enerjisi (eV)**		**O 1s /Bağlanma Enerjisi (eV)**	
Yanmamış	Seramik Battaniye	-Si-O -Si-O-Al	102,59 103,97	-C-C -C-O -O-C=O	284,24 285,11 286,62	-Si-O -Al-O -C-O	532,01 531,01 533.01
	Aerojel Battaniye	-Si-C -Si-O-Si -Si-O-C	103,25 102,48 104,44	-C-C, C-H -C-OH	285,37 284,61	-Si-O -C-O	532,46 533.46
	MSQ Aerojel	-Si-C -Si-O-Si	102,69 103,47	-C-C, C-H -C-O	284,93 286,13	-Si-O	532,50 533,88
Yanmış	Seramik Battaniye	-Si-O	103,67	-C-C -C-O -O-C=O	285,34 286,63 284,27	-Si-O -Al-O -C-O	532,47 532,85 532,85
	Aerojel Battaniye	-Si-O	103,64	C-C, C-H -C-O	284,80 286,79	-Si-O -C-O	532,75 532,85
	MSQ Aerojel	-Si-O	103,01	-C-C, C-H -O-C=O	284,0 286,0	-Si-O -C-O	533,52 532,84

4.4.6. 2000-2500°C Yakma Sıcaklığında Kalan Malzemenin FTIR Analizi ile Kimyasal Özelliklerin Belirlenmesi

Şekil 4.38, yakılmış MSQ aerojeli, ham seramik battaniyeleri ve aerojel battaniyelerini içeren örneklerin FTIR spektrumlarını göstermektedir. FTIR spektrumları, malzemelerin

2000-2500°C yakma sonrası kimyasal yapılarında oluşan yapıyı göstermektedir. MSQ aerojelinin FTIR spektrumunda, 1090 Si-O-Si gerilme titreşimleri, Si-C 950, 841 ve 740 cm^{-1}'de bantları bulunmaktadır. 1424 cm^{-1} pik noktası, Si-O simetrik gerilme titreşimlerini temsil etmektedir (Darmawan vd., 2018; S. Huang vd., 2020; Zhi Li vd., 2020; Xiaodong Wu vd., 2020; Xiaoxu Wu vd., 2020). 1250 ve 840 cm^{-1}'deki pik noktaları, Si-C absorpsiyon bantları karşılık gelmektedir. Malzeme bileşimine bağlı olarak 920 cm^{-1} bant, C-H alifatik ile Si-C gerilme titreşimlerinin birleşmesinden kaynaklanırken 750-790 cm^{-1} asimetrik ve simetrik Si-O-Si gerilmeleri ise C-H absorpsiyon bantlarından kaynaklanmaktadır (Henry vd., 2018; Nocentini vd., 2018). 2950 cm^{-1}'deki sinyal, C-H_3 bağlarına özgü bir absorpsiyona işaret etmekte olup MSQ aerojeline özgüdür. Aerojel battaniyesinin 1250 ve 750 cm^{-1}'deki Si-C absorpsiyon bantları, MSQ aerojelinde gözlemlenen Si-O gerilme titreşimleridir (Darmawan vd., 2018, Huang vd., 2020, Zhi Li vd., 2020, Xiaoxu Wu vd., 2020). Bu bantlar, literatürde POSS referanslarıyla belirtilmiş olup, analiz edilen malzemedeki varlığına benzemektedir ("PSS-Octamethyl substituted 17865-85-9", 2024).



Şekil 4.38. Yakma işlemi sonrasında numunelerin kimyasal yapısının FTIR yöntemiyle belirlenmesi

4.5. Aerojel Yalıtım Battaniyelerinin Montaja Hazır Olarak Analiz Edilmesi

TUSAŞ'ın ARGE laboratuvarında yürütülen pilot ölçekteki analiz, havacılık endüstrisi için kritik bir adım olan aerojel yalıtım battaniyelerinin değerlendirilmesi hedeflenilmiştir. Bu battaniyeler, uygun formülasyonlar kullanılarak sentezlenirler ve daha sonra montaj için önceden kesilip şekillendirilerek test için hazır halde getirilirler. Böylece istenilen yüzeylerde kolayca uygulanabilir ve uçak ekipmanlarının, sistemlerinin termal gereksinimlerine uygun olarak yalıtımını sağlayabilir. Uçak endüstrisindeki termal yönetim açısından kritik olan detaylar göz önünde bulundurulduğunda battaniyelerin doğru şekilde yerleştirilmesini ve uygulanmasına olanak sağlar.

Motor egzoz kanalları, laboratuvar koşullarında prototip bir deney düzeneği olup Şekil 3.7'de sentezlenen aerojel yalıtım battaniyeleri kullanılarak monte edilmiştir. Ardından, sarılan termal yalıtım battaniyelerinin etkinliği değerlendirilmiştir. Testler, projekte edilen motorun tam çalışma koşullarında 600°C sıcaklıkta olacağı varsayımlanarak yapılmıştır. Bu statik çalışmalar, sıcak egzoz gazı sıcaklığının en yüksek olduğu kritik bir durumu temsil etmekte olup sıcaklığı yaklaşık olarak 600°C civarındadır. Deney sırasında yüzey üzerindeki sıcaklıklar ölçülmüş ve deney süresince sıcaklık değişimi kaydedilmiştir. Böylece sıcaklıkların izin verilen sınırlar içinde olup olmadığı tespit edilmiştir. Montaja uygun olarak hazırlanan aerojel yalıtım battaniyesinin görüntüsü Şekil 4.39'da gösterilmiştir.



Şekil 4.39. Montaja hazır aerojel yalıtım battaniyesi

Aynı miktar aerojel malzemesi kullanılarak farklı kalınlıklarda aerojel yalıtım battaniyeleri sentezlenerek farklı kalınlıklara sahip malzemelerin arka yüzey sıcaklıkları araştırıldı. Termal analizler sonucunda elde edilen veriler, aerojel yalıtım battaniyelerinin kalınlıklarına bağlı olarak farklı arka yüzey sıcaklığı göstermektedir ve sonuçlar, Çizelge 4.12'de gösterilmektedir. Analiz sonuçlarına göre, testin başarılı bir şekilde tamamlanabilmesi için aerojel yalıtım battaniyesinin dış katmanının da ölçülen sıcaklık 200°C'nin altında olması gerekmektedir. Sonuçlar, ölçülen sıcaklıkların kabul edilen sınırlar içerisinde olduğunu göstermektedir. Bu da motor egzoz kanalının termal yalıtımının etkin olduğunu ve motor bölmelerindeki yerel sıcaklık artışına katkıda bulunmadığının doğrulandığı anlamına gelmektedir. Bu bulgular, aerojel yalıtım battaniyelerinin uçağın termal yönetim ihtiyaçlarını karşılamak için güvenilir ve etkili bir şekilde kullanılabileceğini göstermektedir.

Çizelge 4.12. Aerojel yalıtım battaniyelerinin montaja hazır şekilde analiz edilmesi

Malzeme	Kalınlık (mm)	Dış Yüzey Sıcaklığı (°)
Numune 1	11.6	166
Numune 2	14.4	158
Numune 3	17.2	178

5. SONUÇLAR

Doktora tez çalışmasında, ilk olarak üç farklı fonksiyonel gruba sahip tekstil kumaşları seçilmiş ve sırasıyla silika, PVA ve silika+PVA kaplamaları ile işlenerek elde edilen kumaşların kimyasal, morfolojik, termal ve mekanik performansları detaylı bir şekilde incelenmiştir. Ardından, atmosferik basınçta SDS anyonik surfaktan kullanılarak MSQ aerojel ve aerojel yalıtım battaniyeleri hazırlanmıştır. Elde edilen bulgulara göre, pilot ölçekli büyük hacimli aerojel yalıtım battaniyesi, VASI yöntemiyle sentezlenerek kimyasal, morfolojik ve termal özellikleri araştırılmıştır. Aynı şekilde bu malzemelerin yüksek sıcaklıklardaki (1300°C) yakma performansı, ön yüzeyden arka yüzeye doğru ısı transferi araştırılarak elde edilen veriler analiz edilmiştir. Devamında, VASI yöntemiyle elde edilen aerojel yalıtım battaniyelerinin ekstrem sıcaklıklar (2000-2500°C) altındaki performansı, yanma anında ortaya çıkan duman analizi ve yapısal bütünlük analizi yapılarak incelenmiştir. Son olarak bu çalışmalardan yararlanarak TUSAŞ ARGE laboratuvarlarında geliştirilen motor egzoz sisteminde, aerojel yalıtım battaniyesi giydirilerek termal yalıtım performansı araştırılmıştır. Doktora tez çalışmasında elde edilen bulguların özeti aşağıda sunulmuştur:

İlk bölümde ham pamuk, PA 6.6 ve PET kumaş malzemelerinin termal ve mekanik performanslarını geliştirmek amacıyla silika, PVA ve silika+PVA kaplamalarının etkisi ayrıntılı bir şekilde değerlendirildi. SEM morfolojik analiz sonuçları, kaplama malzemesinin oluşumunda malzeme tipi, lif ve kumaş yapısının kritik bir rol oynadığının vurgulandı. FTIR analizi, kaplamanın varlığını doğruladı ve özellikle silika kaplı kumaşlarda, silika nedeniyle pik şiddetlerinin arttığını gösterdi. Bunun sebebi silikanın sönümleme etkisi göstermiş olmasıydı. TGA analizi, ham kumaşlar ve özellikle silika kaplı numunelerin termal dayanım performansının önemli ölçüde iyileştirildiğini ortaya koydu; ham PET numunesi normalde %13 oranında kül oluştururken, silika hazırlanan kompozitinde %27 oranında kül oluştu. Kaplama işlemlerinden sonra liflerin mekanik performansında da genel bir iyileşme gözlemlendi. Bu iyileşme, özellikle PA 6.6 kumaşlarında belirgin olup, özellikle PA 6.6 PVA kaplı numunelerde elde edildi. PA 6.6 lifleri boyunca kapanan PVA, çekme yönünde stresi taşımaya yardımcı bağlayıcı bir etki

yaptı. Çekme kopma testinde, ham pamuk kumaş %18 oranında uzarken, silika+PVA kaplı numune %51 oranında daha fazla uzama performansı gösterdi.

İkinci bölümde surfaktanın eklenmesiyle aerojelin morfolojik yapısının etkilendiğini göstermektedir. Aerojel, surfaktanın eklenmesiyle birlikte birbirine daha çok temas eden, küreciklerinin daha fazla iç içe geçtiği, daha kompakt bir yapı oluşturduğunu göstermektedir. Bu durum, SEM görsellerinde açıkça gözlemlenebilmektedir. Ayrıca, SDS surfaktanın kullanımıyla sentezlenen aerojel, aerojel parçacıklarının bir düzen oluşturma eğilimi olduğunu göstermektedir. Bu bağlamda, XRD analizi gerçekleştirilmiş olup surfaktanın kristallenme ve düzen etkisi araştırılmıştır. Elde edilen XRD analizi sonuçları, 9 ve 22°'de belirgin geniş iki pikin olduğunu göstermiştir. Bu piklerden 9° piki Si-CH_3 aerojel fonksiyonel yapısından, 22° piki ise Si-O-Si aerojel fonksiyonel gruplarından kaynaklanmaktadır. Elde edilen sonuçlar literatürdeki sonuçlarla kıyaslandığında uyumluluk göstermektedir. Aynı şekilde, SDS'li aerojelin XRD analizindeki pik şiddetlerinin belirgin bir şekilde arttığı gözlemlenmiştir. Bu verilerle birlikte TEM analizi gerçekleştirilerek aerojel küreciklerinin iç içe geçmesi araştırılmıştır. Aynı şekilde, XRD, SEM, TEM sonuçları birbirlerini desteklemiş ve SDS'li malzemenin kürecikleri biraz daha büyük olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum sonuçlarıyla beraber yorumlandığında, BET yüzey analizinde SDS kullanılmadan sentezlenen MSQ aerojelinin yüzey alanı 203,5 m^2/g olarak elde edilmişken, SDS ile sentezlenen aerojelinin yüzey alanı 191,3 m^2/g olarak elde edilmiştir. Bu sonuçlar, aerojeldeki kürecikler arasındaki elektrostatik etkinin arttığını ve daha kompakt bir yapı elde edildiğini destekleyen ilave bir veridir.

Bu bağlamda, MSQ aerojel esaslı seramik yalıtım battaniyeleri, SDS anyonik yüzey aktif madde kullanılarak in-situ sol-jel yöntemiyle üretilmiş ve daldırma metoduyla kaplama işlemi uygulanarak MSQ aerojel battaniyeleri sentezlenmiştir. Aerojel yalıtım battaniyesi, %5-30 ağırlıkça MSQ aerojel içermektedir. Kompozit malzeme çok yönlü performansa sahip olmasına rağmen genel olarak mekanik performansı (3 noktalı eğme testi) göz önüne alındığında rijitliklerine göre iki kategori altında sınıflandırılabilir. Bu sınıflandırma da %5-15 ağırlıkça malzeme için esnek ve %20-30 ağırlıkça aerojel içeren malzeme için ise rijit olarak performansları incelenebilir. Bu bağlamda, %5-15 ağırlıkça MSQ aerojel battaniyesinin esnekliğe ve düşük kütle yoğunluğuna sahip olduğu

bilinmektedir. Hazırlanan kompozit malzeme, ham battaniyeye göre daha düşük yoğunluğa sahip olmuşken, termal iletkenliği (0,12'den 0,094 W/mK) azalmıştır. Aynı şekilde kütle yoğunluğu azalarak (ham seramik battaniye 0,1280 g/cm^3, %5-10 ağırlıkça MSQ seramik battaniye 0,119 ve 0,122 g/cm^3) elde edilmiştir. Aynı şekilde, ham seramik battaniyenin çekme uzama performansı zayıf olduğundan dolayı kayda değer bir mekanik performans elde edilememiş olmasına rağmen kompozit malzemelerin çekme kopma performansı kopma noktası 9,89 MPa olarak gerçekleşti. TGA termal stabilitesi, tüm numunelerle birlikte değerlendirildiğinde, %10 MSQ aerojel yalıtım malzemesi en yüksek termal stabiliteye sahip olurken yapısının %94,9'u bozulmadan korunmuştur. Aynı malzemenin hava geçirgenlik performansı diğer tüm numunelere kıyasla aralarındaki en iyi performansa sahip olmuştur. Kompozit malzeme içindeki aerojelin nano-gözenekli yapısı ve eklenen katmanlar, hava geçirgenliğini başarılı bir şekilde engellemiştir. Su temas açısı, ham seramik battaniyede gözlemlenmezken değerleri (91,06'dan 109,51°'ye) artan şekilde elde edilmiştir. SFE değerleri, temas açısının artmasıyla birlikte farklılık göstermektedir. Örneğin, 91,06° temas açısına sahip %10 MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin yüzey enerjisi 26,845 mJ/m² iken, 145,32° temas açısına sahip bir %30 MSQ aerojel numunesinin yüzey enerjisi 1,36 mJ/m² olarak belirlenmiştir. Benzer şekilde, yüzey gerilimi değerleri de temas açılarına göre değişiklik göstermektedir. Bu bulgular, hidrofobiklik/hidrofiliklik özelliklerinin değerlendirilmesi açısından önemli hale getirilmektedir.

İkinci grup malzemelerde (%20-30 MSQ) yalıtım aerojel battaniyeleri, kademeli olarak artan rijitlikle (33,67-84,32 MPa) ve yoğunluğunun 0,35 g/cm^3 kadar artmasıyla dikkat çekmektedir. Raman ve FTIR sonuçları, numunelerinin kalın olmasına rağmen başarılı bir kurutma işlemi gerçekleştiği yapı içindeki herhangi çözücü kalıntısı bulunmadığını göstermektedir. Termal iletkenlik sonuçları 0,096 W/mK olarak kaydedilmiştir. Bu değer ham seramik battaniyeye kıyasla daha düşüktür. Aerojel miktarının artmasıyla kompozit malzeme içindeki gözeneklilik miktarı %93,39'dan 81,64'e kadar azalmıştır. Hava geçirgenlik performansı, aerojel miktarının artmasıyla azalmış ve daha yüksek yoğunluklardaki hava geçişi daha az oranda olmuştur. Su temas açısı 139,41°'e çıkarak süperhidrofobik özellik kazanmıştır. Bu özellikler bir araya getirildiğinde ve süperkritik

kurutucunun kullanılmaması ile (yüksek hacimli üretim ve daha az işçilik), havacılık platformlarındaki çeşitli iç kullanım potansiyelinin arttırıldığı söylenebilir.

Üçüncü bölümde, MSQ aerojel yalıtım battaniyesi, seramik yalıtım battaniyesi üzerinde VASI (vakum infüzyon sol-jel) yöntemiyle sentezlenerek atmosferik basınç altında konvansiyonel etüv kullanılarak kurutulmuştur. VASI yöntemi, karmaşık geometrilere ve gözenekli lifli yapıdaki matrislere daha rahat bir şekilde uygulanabilen bir yöntemdir. Ayrıca, büyük hacimli aerojel yalıtım battaniyelerinin sentezlenmesine imkân tanımaktadır. MSQ aerojel battaniyesi, SEM mikroyapı analizi ile incelendiğinde, aerojel parçacıkları vakum immobilizasyonu sayesinde daha büyük parçacıklar halinde elde edilmiştir. Bu durum, silika ağ yapısının gelişimini destekleyerek üç boyutlu büyük aerojel parçacıklarının oluşumuna yardımcı olmuştur. MSQ aerojeline özgü Si-CH_3 ve Si-O-Si fonksiyonel gruplarının kimyasal yapıları, FTIR-ATR ve ^{13}C-^{29}Si KNMR kullanılarak belirlenmiştir. TGA ile termal stabilite performansları incelendiğinde, %10 MSQ aerojel yalıtım battaniyesi %96,7'lik yüksek stabilite göstermiş ve oldukça stabil bir yapı sergilemiştir. Bu sonuçlar, bir önceki daldırma yöntemiyle elde edilen %10 MSQ aerojel yalıtım battaniyesine kıyasla daha iyi bir performans ve yapı olarak daha stabil durum göstermiştir. ISO 2685 test prosedürüne göre yapılan 1300°C'deki yakma testinde en iyi performans, %10 ağırlıkça MSQ yalıtım battaniyesinde elde edilmiştir. Test süresince, 15 dakikalık yakma süresinde malzemenin ön yüzey yakılmıştır. Alev kaynağı olarak ise bütan torç kullanılmıştır. Deney başlangıcından itibaren numunelerin ön yüzey sıcaklığı 1100°C değerlerinde seyretmiştir. Arka yüzey sıcaklığı ise en iyi numunede (%10 MSQ aerojel battaniye) deney süresi boyunca 170°C'ye kadar yükselmiştir. Aynı deney ham seramik yalıtım battaniyesi uygulandığında, arka yüzey sıcaklığı 250°C seviyesine çıkmaktadır. Tüm numuneler arasında %10 MSQ aerojel battaniyesiyle, en iyi performans sergilenerek, %32 oranında yalıtım performansı artışı elde edilmiştir. Ayrıca, su temas açısı ölçümleri 148,31° olarak ölçülmüştür. Bu malzemeler, özelliklerine göre çeşitli havacılık uygulamaları için yüksek potansiyele sahiptir. Üretim süreçleri kolayca modifiye edilebilir ve yüksek hacimde ürün üretimi yapılabilir. Bu özellikleriyle, havacılık sektörüne daha etkili yalıtım çözümleri sunulabilir, enerji verimliliğini arttırılabilir ve çeşitli uygulama alanlarında yeni inovasyonlar yapılabilir.

Dördüncü bölümde, MSQ aerojelinin, MSQ aerojel yalıtım battaniyesinin ve seramik battaniyelerinin 2000-2500°C sıcaklık aralığında gerçekleştirilen yakma testleri sırasında oluşan dumanın cam viallerde toplanarak, GC-MS analizi ile dumanın kimyasal yapısı araştırılmıştır. Analiz sonucunda, dumanın permetiloktasilseskioksan isimli molekülün ağırlığı 527 g/mol olarak bulunmuştur. Bu malzemenin kimyasal yapısı, POSS malzemesinin kimyasal yapısına oldukça benzemektedir. Bu sonuçlar, son derece yüksek sıcaklıklardaki yakma koşullarında meydana gelen kimyasal reaksiyonların dönüşümünü göstermiştir. Ayrıca, yüzeyde meydana gelen yanma reaksiyonlarından sonra XPS analizi gerçekleştirilerek oksidasyon reaksiyonları teyit edilmiştir. Bu sonuçlar, malzemenin performansını geliştirmek ve potansiyel uygulama alanlarını genişletmek bakımından hayati öneme sahiptir. Aynı zamanda, çeşitli uygulamalarda güvenlik ve çevresel etkilerinin değerlendirilmesi için önemli sonuçlar içermektedir.

Son bölümde, motor egzoz kanallarının termal yalıtımını yapabilmek amacıyla sentezlenen aerojel yalıtım battaniyelerinin etkinliğinin incelendiği bir araştırma kapsamında gerçekleştirilmiştir. Testler sonucunda elde edilen verilere göre, aerojel yalıtım battaniyelerinin motor egzoz kanallarının termal yalıtımında etkili olduğu belirlenmiştir. Aerojel yalıtım battaniyelerinin motor egzoz kanallarında ölçülen sıcaklıkların 200°C'nin altında kaldığı belirlenmiştir. Ölçülen sıcaklıkların kabul edilen sınırlar içerisinde olduğu tespit edilmiş ve motor bölmelerindeki yerel sıcaklık artışına katkıda bulunmadığı doğrulanmıştır. Bu bulgular, aerojel yalıtım battaniyelerinin uçağın termal yönetim ihtiyaçlarını güvenilir ve etkili bir şekilde karşılayabileceğini desteklemektedir. Sonuç olarak, motor egzoz kanallarında kullanılan aerojel yalıtım battaniyelerinin termal yalıtım sağlama konusunda başarılı olduğu ve prototip düzeyinde test edilen egzoz ünitesinin performansını olumsuz etkilemediği açıkça belirlenmiştir. Bu sonuçlar, havacılık endüstrisinde termal yönetimin kritik önemini vurgulamakta ve gelecekteki uçak tasarımlarında aerojel yalıtım malzemelerinin daha geniş kapsamda kullanılmasını önermektedir.

Gelecek on yıl içerisinde, ticari açıdan önde gelen malzeme olarak büyük ölçüde silika kullanımının devam edeceği öngörülmektedir. Bu eğilim, güçlü işlem kimyasalları, mevcut tedarik zincirleri, ekonomik öncü malzemeler, istenilen malzeme özellikleri ve geniş işletme esnekliği avantajları gibi faktörlere dayanmaktadır. Ayrıca, sürekli gelişen

işleme teknolojilerinin, bu avantajlara ek katkılar sağlayarak üretimi kolaylaştırması ve maliyetleri düşürmesi beklenmektedir. Sivil ve askeri alanlarda kızılötesi teknolojisinin, özellikle aerojel kullanımına bağlı olarak termal görüntüleme, güvenlik uygulamaları, enerji verimliliği, tıbbi kullanımlar ve askeri operasyonlardaki başarılı kullanım fırsatları bulunmaktadır. Aerojeller, düşük yoğunlukları, yüksek poroziteleri ve etkileyici ısı yalıtım özellikleri ile bu teknolojinin uygulama alanlarında önemli bir role sahiptir. Askeri operasyonlarda, aerojellerin hafif yapısı taşınabilirlik sağlayarak keşif ve hedef tespiti avantajı sunmaktadır. Ayrıca, aerojellerin enerji tesislerinin ve binaların termal verimliliğini arttırmadaki katkısı, sürdürülebilir enerji kullanımını destekleyen önemli bir faktördür. Bu bağlamda, enerji tasarrufu sağlayan ve yüksek performanslı ısı yalıtım malzemelerinin kullanımını zorunlu kılan yeni düzenlemelerin hızla hayata geçirilmesinin de bu başarıya katkıda bulunması beklenmektedir. Havacılık ve savunma endüstrilerinde, aerojel tabanlı malzemelerin kavramsal kanıtları başarıyla gerçekleştirilmiş olup düşük hacimli üretim çalışmaları devam etmektedir. Bu endüstriyel malzemelerin daha geniş ölçekte üretilebilir hale gelmesiyle birlikte, geleneksel yalıtım malzemelerinin yerine kullanılmaları beklenmektedir. Aerojellerin entegre edileceği çeşitli uygulama alanları arasında insansız hava araçları (İHA'lar), kişisel kentsel ulaşım, uçak iç mekanları için yalıtım uygulamaları, radomlar, termal görünmezlik ve çok fonksiyonlu termal ses sönümleme alanları bulunmaktadır.

KAYNAKLAR

Abu Talib, A. R., & Bheekhun, N. (2018). Feasibility study of a novel aerogel-based thermally sprayed coating. *Journal of Engineering Science and Technology*, 13(Special Issue on WRICET (2016)), 1–8.

Aegerter, M. A., Leventis, N., Koebel, M. M., & Steiner, S. A. I. (2022). Handbook of Aerogels. Içinde *Springer*.

Aeolus | Exhaust - JetX Engineering. (y.y.). Tarihinde 14 Mart 2024, adresinden erişildi https://www.jet-x.org/a6.html

Aerogels Handbook. (2011). Içinde M. A. Aegerter, N. Leventis, & M. M. Koebel (Ed.), *Aerogels Handbook* (1. baskı). New York, NY: Springer New York, NY. https://doi.org/10.1007/978-1-4419-7589-8

Aerospaceweb.org | Ask Us - Concorde History III. (y.y.). Tarihinde 11 Mart 2024, adresinden erişildi https://aerospaceweb.org/question/planes/q0199a.shtml

Ahlers, M. (2020). An Introduction to Aircraft Thermal Management. Içinde *An Introduction to Aircraft Thermal Management*. https://doi.org/10.4271/9780768095524

Allen, A., Foulk, J., & Gamble, G. (2007). Preliminary Fourier-transform infrared spectroscopy analysis of cotton trash. *Journal of Cotton Science*, 11(1), 68–74.

Bazylewski, P., Divigalpitiya, R., & Fanchini, G. (2017). In situ Raman spectroscopy distinguishes between reversible and irreversible thiol modifications in l-cysteine. *RSC Advances*, 7(5), 2964–2970. https://doi.org/10.1039/c6ra25879d

Berardi, U., & (Mark) Zaidi, S. (2019). Characterization of commercial aerogel-enhanced blankets obtained with supercritical drying and of a new ambient pressure drying blanket. *Energy and Buildings*, 198, 542–552. https://doi.org/10.1016/J.ENBUILD.2019.06.027

Bheekhun, N., Abu Talib, A. R., & Hassan, M. R. (2013a). Aerogels in aerospace: An overview. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013(March 2014). https://doi.org/10.1155/2013/406065

Bheekhun, N., Abu Talib, A. R., & Hassan, M. R. (2013b). Aerogels in Aerospace: An Overview. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013, 1–18. https://doi.org/10.1155/2013/406065

Brinker, C. J., Frye, G. C., Hurd, A. J., & Ashley, C. S. (1991). Fundamentals of sol-gel dip coating. *Thin Solid Films*, 201(1), 97–108. https://doi.org/10.1016/0040-6090(91)90158-T

Butt, M. A. (2022). Thin-Film Coating Methods: A Successful Marriage of High-Quality and Cost-Effectiveness—A Brief Exploration. *Coatings*, 12(8). https://doi.org/10.3390/coatings12081115

Camino, G., Lomakin, S. M., & Lageard, M. (2002). Thermal polydimethylsiloxane degradation. Part 2. The degradation mechanisms. *Polymer*, 43(7), 2011–2015. https://doi.org/10.1016/S0032-3861(01)00785-6

Cazacu, M., Racles, C., Zaltariov, M. F., Dascalu, M., Bele, A., Tugui, C., … Stiubianu, G. (2021). From amorphous silicones to si-containing highly ordered polymers: Some romanian contributions in the field. *Polymers*, 13(10). https://doi.org/10.3390/POLYM13101605/S1

Ceratti, D. R., Louis, B., Paquez, X., Faustini, M., & Grosso, D. (2015). A New Dip Coating Method to Obtain Large-Surface Coatings with a Minimum of Solution. *Advanced Materials*, 27(34), 4958–4962. https://doi.org/10.1002/adma.201502518

Chakraborty, S., Pisal, A. A., Kothari, V. K., & Venkateswara Rao, A. (2016). Synthesis and Characterization of Fibre Reinforced Silica Aerogel Blankets for Thermal Protection. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2016. https://doi.org/10.1155/2016/2495623

Chung, C., Lee, M., & Choe, E. K. (2004). Characterization of cotton fabric scouring by FT-IR ATR spectroscopy. *Carbohydrate Polymers*, 58(4), 417–420. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.08.005

Contardi, I., Cornaglia, L., & Tarditi, A. M. (2017). Effect of the porous stainless steel substrate shape on the ZrO2 deposition by vacuum assisted dip-coating. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(12), 7986–7996. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.01.024

Costa, H. S., Mansur, A. A. P., Pereira, M. M., & Mansur, H. S. (2012). Engineered hybrid scaffolds of poly(vinyl alcohol)/bioactive glass for potential bone engineering applications: Synthesis, characterization, cytocompatibility, and degradation. *Journal of Nanomaterials*, 2012. https://doi.org/10.1155/2012/718470

Cychosz, K. A., & Thommes, M. (2018). Progress in the Physisorption Characterization of Nanoporous Gas Storage Materials. *Engineering*, 4(4), 559–566. https://doi.org/10.1016/j.eng.2018.06.001

Darmawan, A., Utari, R., Saputra, R. E., Suhartana, & Astuti, Y. (2018). Synthesis and Characterization of Hydrophobic Silica Thin Layer Derived from Methyltrimethoxysilane (MTMS). *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 299(1), 012041. https://doi.org/10.1088/1757-899X/299/1/012041

Di Luigi, M., An, L., Armstrong, J. N., & Ren, S. (2022). Scalable and robust silica aerogel materials from ambient pressure drying. *Materials Advances*, 3(6), 2726–2736. https://doi.org/10.1039/D1MA01086G

Dong, H., Lee, M., Thomas, R. D., Zhang, Z., Reidy, R. F., & Mueller, D. W. (2003). Methyltrimethoxysilane Sol-Gel Polymerization in Acidic Ethanol Solutions Studied by 29Si NMR Spectroscopy. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 28(1), 5–14. https://doi.org/10.1023/A:1025690300105

Easa. (2023). *Easy Access Rules for Large Rotorcraft (CS-29) Amendment 11*. Tarihinde adresinden erişildi http://eur-lex.europa.eu/,

Ehgartner, C. R., Grandl, S., Feinle, A., & Hüsing, N. (2017). Flexible organofunctional aerogels. *Dalton Transactions*, 46(27), 8809–8817. https://doi.org/10.1039/C7DT00558J

El Rassy, H., & Pierre, A. C. (2005). NMR and IR spectroscopy of silica aerogels with different hydrophobic characteristics. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351(19–20), 1603–1610. https://doi.org/10.1016/J.JNONCRYSOL.2005.03.048

Engelhardt, G., & Koller, H. (1994). *29Si NMR of Inorganic Solids*. 1–29. https://doi.org/10.1007/978-3-642-50049-7_1

FAA. (2000). *Aircraft Materials Fire Test Handbook , Revision 3*. (April), 235.

Faustini, M., Ceratti, D. R., Louis, B., Boudot, M., Albouy, P. A., Boissière, C., & Grosso, D. (2014). Engineering functionality gradients by dip coating process in acceleration mode. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 6(19), 17102–17110. https://doi.org/10.1021/am504770x

Fu, Z., Corker, J., Papathanasiou, T., Wang, Y., Zhou, Y., Madyan, O. A., … Fan, M. (2022). Critical review on the thermal conductivity modelling of silica aerogel composites. *Journal of Building Engineering*, 57(June), 104814. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2022.104814

Gao, D., & Jia, M. (2012). Thermal degradation, mechanical behavior and Co 60 gamma-irradiation induced effects of poly(methylphenylsiloxane)/phenylene-silica hybrid material. *High Performance Polymers*, 24(6), 546–558. https://doi.org/10.1177/0954008312446647

García-González, C. A., Camino-Rey, M. C., Alnaief, M., Zetzl, C., & Smirnova, I. (2012). Supercritical drying of aerogels using CO 2: Effect of extraction time on the end material textural properties. *Journal of Supercritical Fluids*, 66, 297–306. https://doi.org/10.1016/J.SUPFLU.2012.02.026

Gervais, C. (2023). Solid-state NMR applied to Si-based polymer derived ceramics: A review. *Open Ceramics*, 15, 100376. https://doi.org/10.1016/J.OCERAM.2023.100376

Giustino, F. (2005). *Infrared Properties of The Si-SiO_2 Interface From First Principles*.

Guglielmi, M. (1990). Sol-gel science. *Materials Chemistry and Physics*, C. 26, ss. 211–212. https://doi.org/10.1016/0254-0584(90)90039-d

Hamciuc, C., Lisa, G., Hamciuc, E., & Tudorachi, N. (2018). Thermal decomposition study of some polyimide-polydimethylsiloxane copolymers. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 129, 204–214. https://doi.org/10.1016/J.JAAP.2017.11.011

Hamdani, S., Longuet, C., Perrin, D., Lopez-cuesta, J. M., & Ganachaud, F. (2009). Flame retardancy of silicone-based materials. *Polymer Degradation and Stability*, 94(4), 465–495. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.11.019

Hasan, M. A., Sangashetty, R., Esther, A. C. M., Patil, S. B., Sherikar, B. N., & Dey, A. (2017). Prospect of Thermal Insulation by Silica Aerogel: A Brief Review. *Journal of The Institution of Engineers (India): Series D*, 98(2), 297–304. https://doi.org/10.1007/s40033-017-0136-1

He, J., Zhao, H., Li, X., Su, D., Ji, H., Yu, H., & Hu, Z. (2018). Large-scale and ultra-low thermal conductivity of ZrO2 fibrofelt/ZrO2-SiO2 aerogels composites for thermal insulation. *Ceramics International*, 44(8), 8742–8748. https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2018.01.089

He, S., Sun, G., Cheng, X., Dai, H., & Chen, X. (2017). Nanoporous SiO2 grafted aramid fibers with low thermal conductivity. *Composites Science and Technology*, 146, 91–98. https://doi.org/10.1016/J.COMPSCITECH.2017.04.021

Henry, C., Criner, A. K., Imel, M., & King, D. (2018). Characterization of ceramic matrix composite degradation using Fourier transform infrared spectroscopy. *AIP Conference Proceedings*, 1949(1), 140008. https://doi.org/10.1063/1.5031613

Hindersmann, A. (2019). Confusion about infusion: An overview of infusion processes. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 126, 105583. https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2019.105583

Hou, X., Zhang, R., & Fang, D. (2017). Novel whisker-reinforced Al2O3–SiO2 aerogel composites with ultra-low thermal conductivity. *Ceramics International*, 43(12), 9547–9551. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.04.043

Huang, H., Yu, Y., Qing, Y., Zhang, X., Cui, J., & Wang, H. (2020). Ultralight Industrial Bamboo Residue-Derived Holocellulose Thermal Insulation Aerogels with Hydrophobic and Fire Resistant Properties. *Materials 2020, Vol. 13, Page 477*, 13(2), 477. https://doi.org/10.3390/MA13020477

Huang, S., Wu, X., Li, Z., Shi, L., Zhang, Y., & Liu, Q. (2020). Rapid synthesis and characterization of monolithic ambient pressure dried MTMS aerogels in pure water. *Journal of Porous Materials*, 27(4), 1241–1251. https://doi.org/10.1007/s10934-020-00902-3

Huang, Y., He, S., Chen, G., Shi, X., Yang, X., Dai, H., & Chen, X. (2018). Mechanical reinforced fiber needle felt/silica aerogel composite with its flammability. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 88(1), 129–140. https://doi.org/10.1007/S10971-018-4796-6/Figures/13

Huda, Z., Zaharinie, T., & Min, G. J. (2010). Temperature Effects on Material Behavior of Aerospace Aluminum Alloys for Subsonic and Supersonic Aircraft. *Journal of Aerospace Engineering*, 23(2), 124–128. https://doi.org/10.1061/(asce)as.1943-5525.0000015

Hung, W. C., Horng, R. S., & Shia, R. E. (2021). Investigation of thermal insulation performance of glass/carbon fiber-reinforced silica aerogel composites. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 97(2), 414–421. https://doi.org/10.1007/s10971-020-05444-3

Hwang, S. W., Kim, T. Y., & Hyun, S. H. (2008). Optimization of instantaneous solvent exchange/surface modification process for ambient synthesis of monolithic silica aerogels. *Journal of Colloid and Interface Science*, 322(1), 224–230. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2008.02.060

Igarashi, K., Tajiri, K., Tai, Y., & Tanemura, S. (1993). Structural study by DSC, SAXS, and Raman spectroscopy of silica aerogel. *Zeitschrift für Physik D Atoms, Molecules and Clusters*, 26(1 Supplement), 207–209. https://doi.org/10.1007/BF01425666/Metrics

Jafari, S. (2018). *applied sciences Thermal Management Systems for Civil Aircraft Engines : Review , Challenges and Exploring the Future*. 1–16. https://doi.org/10.3390/app8112044

Kanamori, K., Aizawa, M., Nakanishi, K., & Hanada, T. (2007). New transparent methylsilsesquioxane aerogels and xerogels with improved mechanical properties. *Advanced Materials*, 19(12), 1589–1593. https://doi.org/10.1002/adma.200602457

Kavale, M. S., Karande, S. S., & Pushpanjali, G. M. (2020). Estimation of the Surface Free Energy of Hydrophobic Monolithic Silica Aerogels. *Macromolecular Symposia*, 392(1). https://doi.org/10.1002/masy.202000113

Kim, C. Y., & Rum Jang, A. (2012). Control of flexibility and pore structure of tetraethylorthosilicate/ methyltriethoxysilane aerogels by hybridization. *Asian Journal of Chemistry*, 24(9), 4217–4224.

Kistler, S. S. (1931). Coherent Expanded Aerogels and Jellies. *Nature 1931 127:3211*, 127(3211), 741–741. https://doi.org/10.1038/127741a0

Koebel, M., Rigacci, A., & Achard, P. (2012). Aerogel-based thermal superinsulation: An overview. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 63(3), 315–339. https://doi.org/10.1007/s10971-012-2792-9

Kurahashi, M., Kanamori, K., Takeda, K., Kaji, H., & Nakanishi, K. (2012). Role of block copolymer surfactant on the pore formation in methylsilsesquioxane aerogel systems. *RSC Advances*, 2(18), 7166–7173. https://doi.org/10.1039/c2ra20799k

Lakatos, Á., Csík, A., & Csarnovics, I. (2021). Experimental verification of thermal properties of the aerogel blanket. *Case Studies in Thermal Engineering*, 25(4), 100966. https://doi.org/10.1016/j.csite.2021.100966

Lamy-Mendes, A., Girão, A. V., Silva, R. F., & Durães, L. (2019). Polysilsesquioxane-based silica aerogel monoliths with embedded CNTs. *Microporous and Mesoporous Materials*, 288, 109575. https://doi.org/10.1016/J.MICROMESO.2019.109575

Lee, K. J., Choe, Y. J., Kim, Y. H., Lee, J. K., & Hwang, H. J. (2018). Fabrication of

silica aerogel composite blankets from an aqueous silica aerogel slurry. *Ceramics International*, 44(2), 2204–2208. https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2017.10.176

Li, F., Xing, Y., & Ding, X. (2008). Silica xerogel coating on the surface of natural and synthetic fabrics. *Surface and Coatings Technology*, 202(19), 4721–4727. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.04.048

Li, Lanjie, & Yang, G. (2009). Variable-temperature FTIR studies on thermal stability of hydrogen bonding in nylon 6/mesoporous silica nanocomposite. *Polymer International*, 58(5), 503–510. https://doi.org/10.1002/pi.2559

Li, Liangjun, Xiao, Y., Zhang, S., Feng, J., Jiang, Y., & Feng, J. (2023). *Lightweight , strong and thermally insulating polymethylsilsesquioxane- polybenzoxazine aerogels by ambient pressure drying*. 422–431. https://doi.org/10.1007/s10971-021-05619-6

Li, P., & Ishiguro, M. (2016). Adsorption of anionic surfactant (sodium dodecyl sulfate) on silica. *Soil Science and Plant Nutrition*, 62(3), 223–229. https://doi.org/10.1080/00380768.2016.1191969

Li, Y., Du, A., Shen, J., Zhang, Z., Wu, G., & Zhou, B. (2018). Temperature dependence of dynamic mechanical behaviors in low density MTMS-derived silica aerogel. *Journal of Porous Materials*, 25(4), 1229–1235. https://doi.org/10.1007/S10934-017-0533-8

Li, Zhi, Zhang, Y., Huang, S., Wu, X., Shi, L., & Liu, Q. (2020). Thermal stability and pyrolysis characteristics of MTMS aerogels prepared in pure water. *Journal of Nanoparticle Research*, 22(10), 1–14. https://doi.org/10.1007/S11051-020-05062-8/TABLES/5

Li, Zhonghao, Liao, R., Jia, R., Liu, Y., Xu, X., Shen, J., … Shi, J. (2021). A novel preparation of superhydrophobic silica aerogels via the combustion drying method. *Ceramics International*, 47(18), 25274–25280. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.05.248

Lian, T. W., Kondo, A., Akoshima, M., Abe, H., Ohmura, T., Tuan, W. H., & Naito, M. (2016). Rapid thermal conductivity measurement of porous thermal insulation material by laser flash method. *Advanced Powder Technology*, 27(3), 882–885. https://doi.org/10.1016/j.apt.2016.01.008

Liu, Y., Yuan, C., Liu, C., Pan, J., & Dong, Q. (2019). Study on the resin infusion process based on automated fiber placement fabricated dry fiber preform. *Scientific Reports*, (April), 1–11. https://doi.org/10.1038/s41598-019-43982-1

Lou, F., Dong, S., Zhu, K., Chen, X., & Ma, Y. (2023). Thermal Insulation Performance of Aerogel Nano-Porous Materials: Characterization and Test Methods. *Gels*, 9(3), 220. https://doi.org/10.3390/gels9030220

Luan, C., Movva, S., Wang, K., Yao, X., Zhang, C., & Wang, B. (2019). Towards next-generation fiber-reinforced polymer composites: a perspective on multifunctionality. *Functional Composites and Structures*, 1(4), 042002. https://doi.org/10.1088/2631-6331/AB47F9

Luigi, M. Di, Guo, Z., & An, L. (2022). *ambient pressure and freeze drying †*. 21213–21222. https://doi.org/10.1039/d2ra03325a

Lun, Z., Gong, L., Zhang, Z., Deng, Y., Zhou, Y., Pan, Y., & Cheng, X. (2022). Improvement of the Thermal Insulation Performance of Silica Aerogel by Proper Heat Treatment: Microporous Structures Changes and Pyrolysis Mechanism. *Gels*, 8(3). https://doi.org/10.3390/gels8030141

Mahadik, D. B., Rao, A. V., Rao, A. P., Wagh, P. B., Ingale, S. V., & Gupta, S. C. (2011). Effect of concentration of trimethylchlorosilane (TMCS) and hexamethyldisilazane (HMDZ) silylating agents on surface free energy of silica aerogels. *Journal of Colloid and Interface Science*, 356(1), 298–302. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2010.12.088

Mansur, H. S., Sadahira, C. M., Souza, A. N., & Mansur, A. A. P. (2008). FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde. *Materials Science and Engineering C*, 28(4), 539–548. https://doi.org/10.1016/j.msec.2007.10.088

Matias, T., Varino, C., de Sousa, H. C., Braga, M. E. M., Portugal, A., Coelho, J. F. J., & Durães, L. (2016). Novel flexible, hybrid aerogels with vinyl- and methyltrimethoxysilane in the underlying silica structure. *Journal of Materials Science*, 51(14), 6781–6792. https://doi.org/10.1007/s10853-016-9965-9

Mattingly, J. D., Heiser, W. H., & Pratt, D. T. (2002). Aircraft Engine Design, Second Edition. Içinde *Aircraft Engine Design, Second Edition*. https://doi.org/10.2514/4.861444

Mazraeh-shahi, Z. T., Shoushtari, A. M., & Bahramian, A. R. (2015). A New Approach for Synthesizing the Hybrid Silica Aerogels. *Procedia Materials Science*, 11, 571–575. https://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.11.072

McNeil, S. J., & Gupta, H. (2022a). Emerging applications of aerogels in textiles. *Polymer Testing*, 106, 107426. https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2021.107426

McNeil, S. J., & Gupta, H. (2022b). Emerging applications of aerogels in textiles. *Polymer Testing*, 106, 107426. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2021.107426

Meng, X., Qi, P., Sun, J., Li, H., Zhang, S., Liu, X., & Gu, X. (2020). Fabrication of transparent clay-polymer hybrid coatings on PET film to enhance flame retardancy and oxygen barrier properties. *Progress in Organic Coatings*, 147(April), 105788. https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2020.105788

Merillas, B., Vareda, J. P., Martín-De León, J., Rodríguez-Pérez, M. Á., & Durães, L. (2022). Thermal Conductivity of Nanoporous Materials: Where Is the Limit? *Polymers*, 14(13). https://doi.org/10.3390/polym14132556

Meti, P., Wang, Q., Mahadik, D. B., Lee, K. Y., Gong, Y. D., & Park, H. H. (2023). Evolutionary Progress of Silica Aerogels and Their Classification Based on Composition: An Overview. *Nanomaterials 2023, Vol. 13, Page 1498*, 13(9), 1498. https://doi.org/10.3390/NANO13091498

Minju, N., Nair, B. N., & Savithri, S. (2021). Sodium silicate-derived aerogels: Effect of processing parameters on their applications. *RSC Advances*, 11(25), 15301–15322. https://doi.org/10.1039/d0ra09793d

Moorcroft, A. L., Burkett, W., Sesti, J., Harshman, B., Tegeler, A., & Weinman, W. (2014). *US8851879B2: Double Bag Vacuum Infusion Process and System for Low Cost, Advanced Composite Fabrication*. 2(45), 0–7.

Morgan, J. (2013). Thermal Simulation and Testing of Expanded Metal Foils Used for Lightning Protection of Composite Aircraft Structures. *SAE International Journal of Aerospace*, 6(2), 371–377. https://doi.org/10.4271/2013-01-2132

Nikpourian, H., & Bahramian, A. R. (2020). Thermo-physical properties of multilayer super insulation: The role of aerogel blanket. *Thermal Science and Engineering*

Progress, 20, 100751. https://doi.org/10.1016/J.TSEP.2020.100751
Nocentini, K., Achard, P., & Biwole, P. (2018). Hygro-thermal properties of silica aerogel blankets dried using microwave heating for building thermal insulation. *Energy and Buildings*, C. 158, ss. 14–22. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2017.10.024
Nowak, B., Bonora, M., Zuzga, M., Werner, L., Jackiewicz-Zagórska, A., & Gac, J. M. (2022). MTMS-based aerogel structure deposition on polypropylene fibrous filter – Surface layer effect and distribution control for improvement of oil aerosol separation properties. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 10(5), 108410. https://doi.org/10.1016/J.JECE.2022.108410
Parakkulam Ramaswamy, A., & Rigacci, A. (2021a). Superinsulating composite aerogels from polymethylsilsesquioxane and kapok fibers. *Materials Chemistry and Physics*, 261, 124252. https://doi.org/10.1016/J.MatChemPhys.2021.124252
Parakkulam Ramaswamy, A., & Rigacci, A. (2021b). Superinsulating composite aerogels from polymethylsilsesquioxane and kapok fibers. *Materials Chemistry and Physics*, 261(January), 124252. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124252
Park, Y. S., Choi, J., Kim, B. S., Baeck, S. H., Shim, S. E., & Qian, Y. (2023). Synergistic effects of P and Si on the flame retardancy in a polymethylsilsesquioxane aerogel prepared under ambient pressure drying. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 148(15), 7623–7632. https://doi.org/10.1007/S10973-023-12244-8/Figures/12
Patel BH, Chaudhari SB, & Patel PN. (2014). Nano silica loaded cotton fabric, Characterization and Mechanical testing. *Research Journal of Engineering Sciences ISSN Res. J. Engineering Sci*, 3(4), 2278–9472. Tarihinde adresinden erişildi https://www.researchgate.net/publication/277651168_Nano_silica_loaded_cotton_fabric_Characterization_and_Mechanical_testing
Pirzada, T., & Shah, S. S. (2014). Water-Resistant Poly(vinyl alcohol)-Silica Hybrids through Sol-Gel Processing. *Chemical Engineering and Technology*, 37(4), 620–626. https://doi.org/10.1002/ceat.201300295
Pisal, A. A., & Rao, A. V. (2016). Comparative studies on the physical properties of TEOS, TMOS and Na2SiO3 based silica aerogels by ambient pressure drying method. *Journal of Porous Materials*, 23(6), 1547–1556. https://doi.org/10.1007/s10934-016-0215-y
Pittini, M., & Kourousis, K. I. (2023). Harmonising and standardising military airworthiness in Europe: a review of key aspects and achievements. *Aeronautical Journal*, 1–17. https://doi.org/10.1017/aer.2023.88
Pohl, S., & Kickelbick, G. (2023). Influence of alkyl groups on the formation of softenable polysilsesquioxanes. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 107(2), 329–346. https://doi.org/10.1007/S10971-023-06126-6/ Figures/9
PSS-Octamethyl substituted 17865-85-9. (y.y.). Tarihinde 10 Eylül 2023, adresinden erişildi https://www.sigmaaldrich.com/TR/en/product/aldrich/526835
Rahman, I. A., Vejayakumaran, P., Sipaut, C. S., Ismail, J., & Chee, C. K. (2009). Size-dependent physicochemical and optical properties of silica nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 114(1), 328–332. https://doi.org/10.1016/J.MatChemPhys.2008.09.068
Ren, H., Zhu, J., Bi, Y., Xu, Y., & Zhang, L. (2016). One-step fabrication of transparent

hydrophobic silica aerogels via in situ surface modification in drying process. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 80(3), 635–641. https://doi.org/10.1007/S10971-016-4146-5/ Figures/5

Richerson, D. W., & Lee, W. E. (2018). Properties, Processing, and use in Design. Içinde *Modern Ceramic Engineering*. Tarihinde adresinden erişildi https://www.routledge.com/Modern-Ceramic-Engineering-Properties-Processing-and-Use-in-Design-Fourth/Richerson-Lee/p/book/9781498716918

Rosace, G., Guido, E., Colleoni, C., & Barigozzi, G. (2016). Influence of textile structure and silica based finishing on thermal insulation properties of cotton fabrics. *International Journal of Polymer Science*, 2016(March). https://doi.org/10.1155/2016/1726475

Rubio, F., Rubio, J., & Oteo, J. L. (1998). A FT-IR study of the hydrolysis of Tetraethylorthoselicate (TEOS). *Spectroscopy Letters*, 31(1), 199–219. https://doi.org/10.1080/00387019808006772

Şahin, İ., Özbakır, Y., İnönü, Z., Ulker, Z., & Erkey, C. (2018). Kinetics of Supercritical Drying of Gels. *Gels*, 4(1). https://doi.org/10.3390/GELS4010003

Saleh, R., Barth, M., Eberhardt, W., & Zimmermann, A. (2021). Bending setups for reliability investigation of flexible electronics. *Micromachines*, 12(1), 1–22. https://doi.org/10.3390/mi12010078

Sanders, D. C. (1995). *Tbxicity , and Survival :*

Saoud, K. M., Saeed, S., Bertino, M. F., & White, L. S. (2018). Fabrication of strong and ultra-lightweight silica-based aerogel materials with tailored properties. *Journal of Porous Materials*, 25(2), 511–520. https://doi.org/10.1007/S10934-017-0463-5/ Figures/9

Science, T. (2023). *Thermal stability investigations of different aerogel insulation materials at elevated temperature*. 42(May). https://doi.org/10.1016/j.tsep.2023.101906

Senturk Parreidt, T., Schmid, M., & Müller, K. (2018). Effect of Dipping and Vacuum Impregnation Coating Techniques with Alginate Based Coating on Physical Quality Parameters of Cantaloupe Melon. *Journal of Food Science*, 83(4), 929–936. https://doi.org/10.1111/1750-3841.14091

Sharma, S. D., Sowntharya, L., & Kar, K. K. (2016). Polymer-based composite structures: Processing and applications. Içinde *Composite Materials: Processing, Applications, Characterizations*. https://doi.org/10.1007/978-3-662-49514-8_1

Shen, M., Jiang, X., Zhang, M., & Guo, M. (2020). Synthesis of SiO 2 – Al 2 O 3 composite aerogel from fl y ash : a low-cost and facile approach. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 281–290. https://doi.org/10.1007/s10971-019-05204-

Sochor, E. (1991). Civil and Military Aviation: Sharing the Same Sky. *The Politics of International Aviation*, 86–106. https://doi.org/10.1007/978-1-349-11347-7_6

Soleimani Dorcheh, A., & Abbasi, M. H. (2008). Silica aerogel; synthesis, properties and characterization. *Journal of Materials Processing Technology*, 199(1), 10–26. https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2007.10.060

Strand, D. (2015). Have Questions ? Benefits of ACS Membership. *ACS Webinar*, 1–32.

Tang, X., & Yan, X. (2017). Dip-coating for fibrous materials: mechanism, methods and applications. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 81(2), 378–404. https://doi.org/10.1007/s10971-016-4197-7

Tav, A., Öz, Y., & Akyıldız, H. İ. (2021). Thermal and Mechanical Properties of Sol-Gel Silica Coated Fabrics. *European Journal of Science and Technology*, 31(31),

309–319. https://doi.org/10.31590/ejosat.1000774
Tav, A., Oz, Y., Halil, ·, & Akyildiz, I. (2023). Formation and thermo-physical properties of aerogel ceramic blanket composites synthesized via scalable atmospheric pressure process with methyltrimethoxysilane precursor. *Journal of Porous Materials 2023*, 1, 1–18. https://doi.org/10.1007/S10934-023-01521-4
Tavana, H., & Neumann, A. W. (2007). Recent progress in the determination of solid surface tensions from contact angles. *Advances in Colloid and Interface Science*, 132(1), 1–32. https://doi.org/10.1016/j.cis.2006.11.024
Technical, N. (2011). *NASA TECHNICAL National Aeronautics and Space Administration NASA-STD-6001B Flammability , Offgassing , and Compatibility Requirements and Test Procedures Measurement System Identificatıon :* (I), 1–108.
Thapliyal, P. C., & Singh, K. (2014). Aerogels as Promising Thermal Insulating Materials: An Overview. *Journal of Materials*, 2014, 1–10. https://doi.org/10.1155/2014/127049
Ueoka, R., Hara, Y., Maeno, A., Kaji, H., Nakanishi, K., & Kanamori, K. (2024). Unusual flexibility of transparent poly(methylsilsesquioxane) aerogels by surfactant-induced mesoscopic fiber-like assembly. *Nature Communications*, 15(1). https://doi.org/10.1038/s41467-024-44713-5
Ul Haq, E., Zaidi, S. F. A., Zubair, M., Abdul Karim, M. R., Padmanabhan, S. K., & Licciulli, A. (2017). Hydrophobic silica aerogel glass-fibre composite with higher strength and thermal insulation based on methyltrimethoxysilane (MTMS) precursor. *Energy and Buildings*, 151, 494–500. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2017.07.003
Vacuum Infusion Equipment and Methods - Part One - Fibre Glast. (y.y.). Tarihinde 14 Mart 2024, adresinden erişildi https://www.fibreglast.com/product/vacuum-infusion-Guide
Vareda, J. P., García-González, C. A., Valente, A. J. M., Simón-Vázquez, R., Stipetic, M., & Durães, L. (2021). Insights on toxicity, safe handling and disposal of silica aerogels and amorphous nanoparticles. *Environmental Science: Nano*, 8(5), 1177–1195. https://doi.org/10.1039/D1EN00026H
Vareda, J. P., Maximiano, P., Cunha, L. P., Ferreira, A. F., Simões, P. N., & Durães, L. (2018). Effect of different types of surfactants on the microstructure of methyltrimethoxysilane-derived silica aerogels: A combined experimental and computational approach. *Journal of Colloid and Interface Science*, 512, 64–76. https://doi.org/10.1016/J.JCIS.2017.10.035
Vinay, C. A., & Chakravarthy, B. (2017). Aerothermal analysis of insulation to protect exhaust ducts of a pusher turbo prop engine aircraft. *Lecture Notes in Mechanical Engineering*, 843–851. https://doi.org/10.1007/978-81-322-2743-4_79
Wa, L., Fengyun, L., Fanlu, Z., Mengjing, C., Qiang, C., Jue, H., … Mingwei, M. (2015). Preparation of silica aerogels using CTAB/SDS as template and their efficient adsorption. *Applied Surface Science*, 353, 1031–1036. https://doi.org/10.1016/J.APSUSC.2015.06.204
Walrafen, G. E., Hokmabadi, M. S., Holmes, N. C., Nellis, W. J., & Henning, S. (1985). Raman spectrum and structure of silica aerogel. *The Journal of Chemical Physics*, 82(5), 2472–2476. https://doi.org/10.1063/1.448292
Wang, X., Tian, Y., Yu, C., Liu, L., Zhang, Z., Wu, Y., & Shen, J. (2022). Organic/inorganic double-precursor cross-linked alumina aerogel with high specific surface area and high-temperature resistance. *Ceramics International*,

48(12), 17261–17269. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.02.287
Wang, Z., Wu, M., Chen, G., Zhang, M., Sun, T., Burra, K. G., … Gupta, A. K. (2023). Co-pyrolysis characteristics of waste tire and maize stalk using TGA, FTIR and Py-GC/MS analysis. *Fuel*, 337, 127206. https://doi.org/10.1016/J.Fuel.2022.127206
Williams, M. K., Nelson, G. L., Brenner, J. R., Weiser, E. S., & St. Clair, T. L. (2001). High Performance Polyimide Foams. *ACS Symposium Series*, 797(September), 49–62. https://doi.org/10.1021/bk-2001-0797.ch005
Wu, Guoqiang, Yang, Y., Lei, Y., Fu, D., Li, Y., Zhan, Y., … Teng, M. (2020). Hydrophilic nano-SiO2/PVA-based coating with durable antifogging properties. *Journal of Coatings Technology and Research*, 17(5), 1145–1155. https://doi.org/10.1007/s11998-020-00338-z
Wu, Guoyou, Yu, Y., Cheng, X., & Zhang, Y. (2011). Preparation and surface modification mechanism of silica aerogels via ambient pressure drying. *Materials Chemistry and Physics*, 129(1–2), 308–314. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2011.04.003
Wu, Xiaodong, Fan, M., Shen, X., Cui, S., & Tan, G. (2018). Silica aerogels formed from soluble silicates and methyl trimethoxysilane (MTMS) using CO2 gas as a gelation agent. *Ceramics International*, 44(1), 821–829. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.10.005
Wu, Xiaodong, Zhong, K., Ding, J., Shen, X., Cui, S., Zhong, Y., … Chen, X. (2020a). Facile synthesis of flexible and hydrophobic polymethylsilsesquioxane based silica aerogel via the co-precursor method and ambient pressure drying technique. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 530, 119826. https://doi.org/10.1016/J.JNONCRYSOL.2019.119826
Wu, Xiaodong, Zhong, K., Ding, J., Shen, X., Cui, S., Zhong, Y., … Chen, X. (2020b). Facile synthesis of flexible and hydrophobic polymethylsilsesquioxane based silica aerogel via the co-precursor method and ambient pressure drying technique. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 530. https://doi.org/10.1016/J.JNONCRYSOL.2019.119826
Wu, Xiaoxu, Huang, S., Zhang, Y., Shi, L., Luo, Y., Deng, X., … Li, Z. (2020). Flame retardant polyurethane sponge/MTMS aerogel composites with improved mechanical properties under ambient pressure drying. *Journal of Nanoparticle Research*, 22(8), 1–15. https://doi.org/10.1007/S11051-020-04958-9/FIGURES/12
Xie, T., & He, Y. L. (2016). Heat transfer characteristics of silica aerogel composite materials: Structure reconstruction and numerical modeling. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 95, 621–635. https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2015.12.025
Xu, J., Jiang, S. X., Peng, L., Wang, Y., Shang, S., Miao, D., & Guo, R. (2019). AgNps-PVA–coated woven cotton fabric: Preparation, water repellency, shielding properties and antibacterial activity. *Journal of Industrial Textiles*, 48(10), 1545–1565. https://doi.org/10.1177/1528083718764908
Yalamaç, E., Sütçü, M., & Baştürk, S. B. (2017). Chapter 9: Ceramic Fibers. Içinde M. Ö. Seydibeyoğlu, A. K. Mohanty, & M. Misra (Ed.), *Fiber Technology for Fiber Reinforced Composites*. Woodhead Publishing Series. Tarihinde adresinden erişildi http://www.sciencedirect.com:5070/book/9780081018712/fiber-technology-for-fiber-reinforced-composites
Yang, H., & Ye, F. (2022). Microtexture, microstructure evolution, and thermal

insulation properties of Si3N4/silica aerogel composites at high temperatures. *RSC Advances*, 12(19), 12226–12234. https://doi.org/10.1039/D2RA01336C

Yang, X., Wu, Z., Chen, H., Du, Q., Yu, L., & Zhang, R. (2020). *A Facile Preparation of Ambient Pressure – Dried Hydrophilic Silica Aerogels and Their Application in Aqueous Dye Removal*. 7(June), 1–10. https://doi.org/10.3389/fmats.2020.00152

Yu, H., Zhang, H., Zhao, J., Liu, J., Xia, X., & Wu, X. (2022). Thermal conductivity of micro/nano-porous polymers: Prediction models and applications. *Frontiers of Physics*, 17(2), 1–33. https://doi.org/10.1007/s11467-021-1107-4

Yue, X., Chen, J., Li, H., Xiao, Z., Yu, X., & Xiang, J. (2020). One pot rapid synthesis of ultra high strength hydrophobic bulk silica aerogels. *Materials Chemistry Frontiers*, 4(8), 2418–2427. https://doi.org/10.1039/d0qm00234h

Yun, S., Guo, T., Zhang, J., He, L., Li, Y., Li, H., … Gao, Y. (2017). Facile synthesis of large-sized monolithic methyltrimethoxysilane-based silica aerogel via ambient pressure drying. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 83(1), 53–63. https://doi.org/10.1007/S10971-017-4377-0/Figures/11

Zeng, C., Wang, H., Zhou, H., & Lin, T. (2015). Self-cleaning, superhydrophobic cotton fabrics with excellent washing durability, solvent resistance and chemical stability prepared from an SU-8 derived surface coating. *RSC Advances*, 5(75), 61044–61050. https://doi.org/10.1039/c5ra08040a

Zhong, L., Chen, X., Song, H., Guo, K., & Hu, Z. (2015). Highly flexible silica aerogels derived from methyltriethoxysilane and polydimethylsiloxane. *New Journal of Chemistry*, 39(10), 7832–7838. https://doi.org/10.1039/C5NJ01477H

Zhou, T., Cheng, X., Pan, Y., Li, C., Gong, L., & Zhang, H. (2018). Mechanical performance and thermal stability of glass fiber reinforced silica aerogel composites based on co-precursor method by freeze drying. *Applied Surface Science*, 437, 321–328. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.12.146

Zhu, C.-Y., Xu, H.-B., Zhao, X.-P., Gong, L., & Li, Z.-Y. (2022). A review on heat transfer in nanoporous silica aerogel insulation materials and its modeling. *Energy Storage and Saving*, 1(4), 217–240. https://doi.org/10.1016/j.enss.2022.07.003

Zhu, Yang, Morimoto, Y., Shimizu, T., Morisato, K., Takeda, K., Kanamori, K., & Nakanishi, K. (2015). Synthesis of hierarchically porous polymethylsilsesquioxane monoliths with controlled mesopores for HPLC separation. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 123(1441), 770–778. https://doi.org/10.2109/jcersj2.123.770

Zhu, Youcheng, Gong, F., & Yang, G. (2022). *A Comprehensive Study on High-Temperature Oxidation Behavior of Ceramic Molds for Hot Embossing*.

Zhu, Z., Wang, S., Zhong, Y., You, Q., Gao, J., Cui, S., & Shen, X. (2023). Spherical Attapulgite/Silica Aerogels Fabricated via Different Drying Methods with Excellent Adsorption Performance. *Materials*, 16(6). https://doi.org/10.3390/ma16062292

Zuo, L., Zhang, Y., Zhang, L., Miao, Y. E., Fan, W., & Liu, T. (2015). Polymer/Carbon-Based Hybrid Aerogels: Preparation, Properties and Applications. Içinde *Materials* (C. 8). https://doi.org/10.3390/ma8105343