KONVANSİYONEL MALZEMELER İÇİN AEROJEL TAKVİYESİ İLE DÜŞÜK TERMAL İLETKENLİK, DÜŞÜK AKUSTİK İLETKENLİK VE İYİ MEKANİK ÖZELLİKLERE SAHİP SÜPER YALITIM KEÇELERİN GELİŞTİRİLMESİ

Cengiz KARABULUT



T.C. BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KONVANSİYONEL MALZEMELER İÇİN AEROJEL TAKVİYESİ İLE DÜŞÜK TERMAL İLETKENLİK, DÜŞÜK AKUSTİK İLETKENLİK VE İYİ MEKANİK ÖZELLİKLERE SAHİP SÜPER YALITIM KEÇELERİN GELİŞTİRİLMESİ

Cengiz KARABULUT 0000-0002-9542-9066

Prof. Dr. Y. Dilek KUT (Danışman) 0000-0002-9059-0838

YÜKSEK LİSANS TEZİ TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

> BURSA – 2022 Her Hakkı Saklıdır

TEZ ONAYI

Cengiz KARABULUT tarafından hazırlanan "KONVANSİYONEL MALZEMELER İÇİN AEROJEL TAKVİYESİ İLE DÜŞÜK TERMAL İLETKENLİK, DÜŞÜK AKUSTİK İLETKENLİK VE İYİ MEKANİK ÖZELLİKLERE SAHİP SÜPER YALITIM KEÇELERİN GELİŞTİRİLMESİ" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Y. Dilek KUT

Başkan	:	Prof. Dr. Yaşar Dilek KUT 0000-0002-9059-0838 Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı	İmza
Üye	:	Doç. Dr. Zeynep ÖMEROĞULLARI BAŞYİĞİT 0000-0002-1526-8662 Uludağ Üniversitesi, İnegöl Meslek Yüksekokulu, Tekstil, Giyim, Ayakkabı ve Deri Anabilim Dalı	İmza
Üye	:	Doç. Dr. Şeyda EYÜPOĞLU 0000-0003-4522-2056 İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Tekstil, Giyim, Ayakkabı ve Deri Anabilim Dalı	İmza

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN Enstitü Müdürü ../../....

B.U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

../../....

Cengiz KARABULUT

TEZ YAYINLANMA FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI BEYANI

Enstitü tarafından onaylanan lisansüstü tezin/raporun tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı (kâğıt) ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda verilen koşullarla kullanıma açma izni Bursa Uludağ Üniversitesi'ne aittir. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet hakları ile tezin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanım hakları tarafımıza ait olacaktır. Tezde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alınarak kullandığını ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederiz.

Yükseköğretim Kurulu tarafından yayınlanan "Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge" kapsamında, yönerge tarafından belirtilen kısıtlamalar olmadığı takdirde tezin YÖK Ulusal Tez Merkezi / B.U.Ü. Kütüphanesi Açık Erişim Sistemi ve üye olunan diğer veri tabanlarının (Proquest veri tabanı gibi) erişimine açılması uygundur.

> Prof. Dr. Y.Dilek KUT 23.08.2022

Cengiz KARABULUT 23.08.2022

İmza Bu bölüme kişinin kendi el yazısı ile okudum anladım yazmalı ve imzalanmalıdır. İmza Bu bölüme kişinin kendi el yazısı ile okudum anladım yazmalı ve imzalanmalıdır.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

KONVANSİYONEL MALZEMELER İÇİN AEROJEL TAKVİYESİ İLE DÜŞÜK TERMAL İLETKENLİK, DÜŞÜK AKUSTİK İLETKENLİK VE İYİ MEKANİK ÖZELLİKLERE SAHİP SÜPER YALITIM KEÇELERİN GELİŞTİRİLMESİ

Cengiz KARABULUT

Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Y. Dilek KUT

Bu tez çalışmasında Silika Aerojel, Poliüretan Aerojel, Poliimid Aerojel, Silika-Poliimid Hibrit Aerojel, Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel, Poliimid-Poliüretan Hibrit Aerojel ve Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel sentezleri gerçekleştirilmiş ve aerojeller toz/parçacık formda keçe malzemeye aktarılmıştır. Geliştirilen yeni aerojel katkılı keçe malzemelerin termal ve akustik izolasyon özellikleri birbirleri arasında ve katkı içermeyen katmanlı keçe malzeme ile karşılaştırılmıştır.

Elektrikli araçlarda tahrik sistemi olarak kullanılan elektrik motorları, fosil yakıtla çalışan günümüz araçlarındaki içten yanmalı motorlara göre farklı termal ve akustik izolasyon ihtiyaçlarına sahiptir. Aerojellerin ultra-yüksek gözenekliliği (%99,8'e varan boşluklu yapısı ve 5-10 nanometre seviyelerine kadar düşebilen ortalama gözenek çapı), özellikle yüksek ses frekanslarında izolasyon ihtiyaçlarına mükemmel cevap verebilmesini sağlamaktadır. Ayrıca elektrikli araçlarda ısıtma ve soğutma sistemleri motor ile değil batarya sistemi ile doğrudan ilişkilidir. Bu nedenle termal yalıtım sistemlerinde de iyileştirmeler yapılması gerekmektedir.

Aerojeller, en az yaklaşık % 85'i (% 99,8'e kadar) havadan oluşan, dünyanın en hafif malzeme sınıfını oluşturan, halihazırda en iyi ısı ve ses yalıtım malzemesi olarak bilinen, yenilikçi malzemelerdir.

Bu çalışma geleneksel yalıtım teknolojisine ve malzemelerine alternatif yenilikçi bir teknoloji ve bu teknolojinin kullanılmasıyla elde edilecek yeni bir ürün gamı oluşmasını sağlayacaktır.

Anahtar Kelimeler: aerojel, keçe, akustik yalıtım, termal yalıtım, hibrit, elektrikli araçlar 2022 xy + 115 sayfa

2022, xv + 115 sayfa.

ABSTRACT

MSc Thesis

DEVELOPMENT OF SUPER INSULATION SEALS WITH LOW THERMAL CONDUCTIVITY, LOW ACOUSTIC CONDUCTIVITY AND GOOD MECHANICAL PROPERTIES WITH AEROGEL REINFORCEMENT FOR CONVENTIONAL MATERIALS

Cengiz KARABULUT

Bursa Uludağ University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Textile Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Y. Dilek KUT

In this thesis, the synthesis of Silica Aerogel, Polyurethane Aerogel, Polyimide Aerogel, Silica-Polyimide Hybrid Aerogel, Silica-Polyurethane Hybrid Aerogel, Polyimide-Polyurethane Hybrid Aerogel and Silica-Polyimide-Polyurethane Hybrid Aerogel were carried out and the aerogels were transferred to the felt in powder/particle form. The thermal and acoustic insulation properties of the newly developed aerogel-incorporated felt materials were compared with each other and with the additive-free layered felt material.

Electric motors, which are used as propulsion systems in electric vehicles, have different thermal and acoustic insulation needs compared to the internal combustion engines in today's fossil fuel-powered vehicles. The ultra-high porosity of aerogels (up to 99.8% porous structure and average pore diameter down to 5-10 nanometers) enables them to respond perfectly to insulation needs, especially at high sound frequencies. In addition, heating and cooling systems in electric vehicles are directly related to the battery system, not the engine. Therefore, improvements should be made in thermal insulation systems as well.

Aerogels are innovative materials that contain at least 85% (up to 99.8%) air, constituting the lightest material class in the world, currently known as the best heat and sound insulation material.

This study will provide an innovative technology alternative to conventional insulation technology and materials, and a new product range would be obtained by applying this technology.

Key words: aerogel, felt, acoustic insulation, thermal insulation, hybrid, electric vehicles 2022, xv + 115 pages.

ÖNSÖZ ve/veya TEŞEKKÜR

Bu tez çalışması Tübitak-1505 Üniversite-Sanayi İşbirliği Destek Programı kapsamında '5200114' proje numarası ile 'Aerojel İçeren Formlamaya Uygun Hibrit Kompozit Yapıların Geliştirilmesi, Termal ve Akustik Özelliklerinin Araştırılması' başlıklı proje kapsamında gerçekleştirilmiştir. Projeye verdikleri destekten dolayı TÜBİTAK'a ve Formfleks Otomotiv Yan San. ve Tic. A.Ş. 'ye teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek Lisans eğitim sürecimde bana her zaman sabır, sevgi ve şefkat ile yaklaşan, beni pozitif yaklaşımı ile cesaretlendiren, bana inanarak yapabileceklerimin her zaman bana, istememe bağlı olduğunu fark ettiren, bilgi, birikim ve tecrübeleri ile yolumu aydınlatan, akademik annem, sevgili tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Y. Dilek Kut'a minnet, şükran ve teşekkürlerimi sunarım.

Projede yer aldığım süreçte gösterdikleri yakın ilgi, bilgi paylaşımı ve değerli katkılarından dolayı Sayın Doç. Dr. Zeynep Ömeroğulları Başyiğit ve Sayın Dr. Cem Ünsal'a,

Akustik ölçümlerin yapılmasında katkı sunan değerli arkadaşım Merve Öğütgen'e ve bu ölçümlerin değerlendirilmesi hususunda desteğini esirgemeyen Sayın Doç. Dr. Fatih Süvari'ye,

Tekstil Mühendisliği laboratuvarlarında gerçekleştirdiğim çalışmalarımda yardımlarını esirgemeyen Sayın Dr. Mehmet Tiritoğlu'na,

Çalışırken bir yandan bu süreci tamamlayabilmem konusundaki destekleri için; en büyük yardımcılarım, kendilerini tanımaktan büyük memnuniyet duyduğum değerli arkadaşlarım Mazyar Ahrari ve Aslı Panduru'ya,

Tekstil Mühendisliği'nde Yüksek Lisans eğitimine başvurmama vesile olan değerli arkadaşım Çağatay Çelik'e,

Lisans ve Yüksek Lisans eğitim süreçlerimde aralarında çalışma imkanı bulduğum maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen başta değerli büyüğüm İbrahim İleritürk ve oğlu Emre İleritürk olmak üzere tüm İleritürk Çanta çalışma arkadaşlarıma,

Hayatım boyunca beni her koşulda destekleyen, daha fazlasını yapabileceğime inanan ve beni bu yolda motive eden, en büyük varlıklarım olan sevgili aileme ve dayıma,

Şükran ve teşekkürlerimi sunarım.

Cengiz KARABULUT/.../2022

	ayfa
OZET	vi
ABSTRACT	vii
ONSOZ ve/veya TEŞEKKUR	viii
SIMGELER ve KISALTMALAR DIZINI	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xvi
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI	3
2.1. Akustik Yalıtım	3
2.1.1. Temel Ses Kavramları	4
2.1.2. Absorpsiyon	7
2.1.3. İletim	8
2.1.4. Yansıma	9
2.1.5. Kırılma	10
2.1.6. Kırınım	10
2.1.7. Gözenekli Malzemeler İçin Ses Kavramları	10
2.1.8. Ses Yalıtımında Etkili Faktörler	17
2.2. Termal Yalıtım	20
2.2.1. Isı Transferi	21
2.2.2. İletim	21
2.3. Aerojeller ve Sentez Adımları	24
2.3.1. Silika Aerojeller	29
2.3.2. Poliüretan Aerojeller	34
2.3.3. Poliimid Aerojeller	39
2.3.4. Hibrit Aerojeller	43
2.4. Aerojellerin Tekstil Materyallerinde Termal ve Akustik Yalıtım Uygulamaları	46
3. MATERYAL ve YÖNTEM	49
3.1. Kullanılan Malzemeler	49
3.1.1. Keçe	49
3.1.2. Silika Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler	49
3.1.3. Poliüretan Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler	50
3.1.4. Poliimid Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler	51
3.1.5. Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler.	53
3.1.6. Silika-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler	53
3.1.7. Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal	
Malzemeler	53
3.1.8. Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezinde Kullanılan	
Kimyasal Malzemeler	54
3.2. Yöntem	54
3.2.1. Silika Aerojel Sentezi	56
3.2.2. Poliüretan Aerojel Sentezi	57
3.2.3. Poliimid Aerojel Sentezi	58
3.2.4. Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel Sentezi	59
3.2.5. Silika-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezi	60
3.2.6. Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezi	61
3.2.7. Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezi	61

İÇİNDEKİLER

3.2.8. Sentezlenen Aerojellerin Keçe Malzeme Arasında Preslenmesi	62
3.2.9. Aerojel Aktarılmış Keçe Malzemelerin Termal İletkenlik Ölçümü	63
3.2.10. Aerojel Aktarılmış Keçe Malzemelerin Akustik Ölçümleri	65
3.2.11. Aerojel Aktarılmış Keçe Malzemelerin Kopma Mukavemeti Ölçümleri	67
3.2.12. FT-IR Analizi	67
3.2.13. SEM Analizi	67
3.2.14. TGA Analizi	67
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	68
4.1.Sentezlenen Aerojellere Ait Analiz Sonuçları	68
4.1.1. Silika Aerojel'e Ait Analiz Sonuçları	68
4.1.2. Poliüretan Aerojel'e Ait Analiz Sonuçları	73
4.1.3. Poliimid Aerojel'e Ait Analiz Sonuçları	76
4.1.4. Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e Ait Analiz Sonuçları	79
4.1.5. Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e Ait Analiz Sonuçları	83
4.1.6. Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e Ait Analiz Sonuçları	87
4.1.7. Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e Ait Analiz Sonuçları	91
4.2. Termal İletkenlik Ölçüm Sonuçları	96
4.3. Akustik Ölçüm Sonuçları	98
4.4. Kopma Mukavemeti Sonuçları	100
5. SONUÇ	102
KAYNAKLAR	108
ÖZGEÇMİŞ	115

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	Açıklama	
λ	Dalga boyu, 1s1l iletkenlik	
f	Frekans	
Lp	Ses basıncı seviyesi	
р	Ses basıncı	
μ	Mikro	
Lw	Ses gücü	
TL	İletim kaybı	
Wref	Watt cinsinden referens miktarı	
Ι	Ses yoğunluğu	
ρ	Atmosferin yoğunluğu	
С	Ses h1z1	
Lı	Ses yoğunluğu seviyesi	
°C	Derece	
α	Absorpsiyon katsayısı	
$e^{j\omega t - \lambda x}$	Yayılma faktörü	
γ	Yayılma sabiti	

Kısaltmalar	Açıklama	
Hz	Hertz	
kHz	Kilohertz	
GHz	Gigahertz	
EPS	Genleştirilmiş polistiren	
XPS	Ekstrüzyon polistiren	
PU	Poliüretan	
PUR	Poliüretan	
Si	Silika	
PI	Poliimid	
Maks	Maksimum	
KKO	Karekök ortalama	
ATM	Atmosfer	
dB	Desibel	
Pa	Paskal	
MPa	Megapaskal	
m	metre	
Κ	Kelvin	
W	watt	
TMOS	Tetrametilortosilikat	
TEOS	Tetraortosilikat	
MTMS	Trimetoksimetilsilan	
TMCS	Trimetil klorosilan	
MeOH	Meteanol	
CO ₂	Karbondioksit	

Tc	Kritik sıcaklık
Pc	Kritik basınç
Tg	Camsı geçiş sıcaklığı
PCM	Faz değiştiren materyaller
CTAC	Heksadesiltrimetilamonyum klorür
PVC	Polivinil klorür
NCO	İzosiyonat
MDI	Metilen diizosiyonat
XDI	Ksilen diizosiyonat
TMXDI	Metatetrametilksililen diizosiyanat
HXDI	Hidrojen ksilen diizosiyanat
PPDI	1,4 Fenilen diizosiyonat
DDDI	3,3'-dimetildifenil-4, 4'-diizosiyanat
NDI	Naftalin 1,5-diizosiyanat
HDI	1,6 heksametilen diizosiyanat
TMDI	2,2,4-trimetilheksametilen diizosiyanat
IPDI	izoforon diizosiyanat
DBDI	4,4'-dibenzil diizosiyanat
H12MDI	4,4'-disiklohekzilmetan diizosiyanat
DABCO	Diaminobisiklooktan
ODA	4,4'-Oksidanilin
BPDA	3,3'4,4'-Bifenil Tetrakarboksilik Asit Dianhidrit
PMDA	Piromellitik Dianhydride
NMP	N-Metil-2-Pirrolidon
BTC	Benzentrikarbonil Triklorür
HC1	Hidrojen Klorür
NH4OH	Amonyum Hidroksit
EtOH	Etanol
BDO	1,4 Bütandiol
PEO	Polietilen Oksit
MDI	Metilendifenil Diizosiyanat
FT-IR	Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Analizi
TGA	Termogravimetrik Analizi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskopu
	-

ŞEKİLLER DİZİNİ

		Sayfa
Şekil 2.1.	Ses dalgalarının gösterimi a) ses dalgalarının havada oluşturduğu sıkışma ve genişleme, b) atmosfer basıncının altında ve üstündeki	-
G 1 1 0 0		5
Şekil 2.2.	Duvardan L mesafe uzaklıga yerleştirilmiş, kalınlığı <i>l</i> olan gözenekli malzeme tabakası	13
Şekil 2.3.	Frekansın bir fonksiyonu olarak 10.000 N.s.m ⁻⁴ akış direncine sahip bir gözenekli malzeme tabakasının tipik ses yutma katsayısı eğrileri	16
Şekil 2.4.	Düzlem geometride 1s1 iletimi	22
Şekil 2.5.	Süperkritik akışkan diyagramı	28
Şekil 2.6.	Silikanın hazırlanması için gerekli işlem adımlarının şematik gösterimi	30
Sekil 2.7.	Poliimidin genel vapısı	40
, Sekil 2.8.	Kimvasal imidizasvon mekanizması	41
, Sekil 3.1.	Aerojel sentezinin gerceklestirildiği düzenek	55
Şekil 3 2	Superey Aero-1000 (süperkritik CO2 kurutma cibazı)	55
Şekil 3.2.	Superex Acto-1000 (superkitik CO ₂ kututina cinazi)	55 57
$\operatorname{SekII} 5.5.$		57
Şekii 5.4.	Etuvden çıkarılmış poliuretan jel \cdots	38
Şekil 3.5.	hibrit jeller	59
Şek1l 3.6.	Sılıka-Poliüretan hibrit jel numunesi	60
Şekil 3.7.	Metanol içerisinde yaşlandırma sırasında poliüretan-poliimid hibrit jel	61
Şekil 3.8.	Kesilmiş keçeler (a) ve keçelerin cihaz kalıbına yerleştirilmesine ait görüntüler (b)	62
Şekil 3.9.	POLMAK-PLM30T cihazı ic (a) ve dıs görünümü (b)	63
Şekil 3.10.	POLMAK-PLM30T presleme (a) ve soğutma (b) bölmelerine kalıbın verlestirilmesi	63
Sekil 3 11	ALAMBETA test cihazının görüntüsü	64
Şekil 3.17	ALAMBETA test cihazinin islevsel semasi	64
Şekil 3.12. Sekil 3.13	Ses vutum kaybı ölcümü sırasında empedans tünü test düzeneği	65
Şekil 3.15. Sekil 3.14	Ses iletim kaybi ölçümü sırasında empedans tüpü test düzeneği	66
Şekil 3.14. Sekil 3.15	a) 29 mm ve h) 100 mm canlarındaki empedans tüpleri	66
Şekil 4 1	Silika aerojele ait FT-IR grafiği	68
Şekil 4.1. Sekil 4.2	Silika aerojele ait SFM görüntüleri 50 kat hüvütme-100 nm	00
ŞCKII 7.2.	sinka actojete alt SEW goruntulen, 50 kat ouyutne-100 min cözünme aralığı (a) 30 kat büyütme 200 nm cözünme aralığı (b.c)	
	15 kat büyütme 400 nm cözünme aralığı (d) 10 kat büyütme 1	
	r_{10} kat buyutine-400 min çozunme arangı (d), 10 kat buyutine- 1µmi cözünme aralığı (e) 5 kat büyütme 1µm cözünme aralığı (f)	70
Sekil 13	Ticari silika aerojele Ait SEM görüntüleri 50 kat büyütme-100 nm	70
Şekii 4.5.	cözünme aralığı (a) 40 kat büyütme-200 nm cözünme aralığı (b) 30	
	kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (c), 10 kat büyütme-1 μ m	71
Solvil 4 4	Silite consists of DSC/TCA = refinite	/1 72
ŞUKII 4.4.	Deliveration apprint at DSU/IGA grangi	12
Şekii 4.5.	Pollureian aerojele alt F1-IK grafigi	13
Şekil 4.6.	Polluretan aerojele alt SEM goruntuleri, 50 kat buyutme-100 nm	
	çozunme aralıgı (a), 30 kat buyutme-200 nm çozunme aralıgı (b), 15	
	kat buyutme-400 nm çozunme aralıgı (c,d), 5 kat buyütme-1 μ m	74
C -1-11 4 7	çozunme aralıgı (e,I)	/4 75
Şek1l 4.7.	Poliüretan aerojele ait DSC/TGA grafiği	15

Şekil 4.8.	Poliimid aerojele ait FT-IR grafiği	76
Şekil 4.9.	Poliimid aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat büyütme-100 nm	
	çözünme aralığı (a,b), 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (c,d),	
	15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (e), 10 kat büyütme-1µm	
	çözünme aralığı (f)	77
Şekil 4.10.	Poliimid aerojele ait DSC/TGA grafiği	78
Şekil 4.11.	Silika-Poliüretan hibrit aerojele ait FT-IR grafiği	79
Şekil 4.12.	Monolitik silika ve poliüretan aerojelleri ile silika-poliüretan hibrit	
	aerojelin FT-IR analizi karşılaştırmaları, Si/Silika-PU (a), PU/Silika-	
	PU (b)	80
Şekil 4.13.	Silika-Poliüretan hibrit aerojele Ait SEM görüntüleri, 50 kat	
	büyütme-100 nm çözünme aralığı (a), 30 kat büyütme-200 nm	
	çözünme aralığı (b), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (c,d),	~ .
a 1 11 4 1 4	10 kat büyütme-1 μ m çözünme aralığı (e,f)	81
Şekil 4.14.	Silika-poliüretan hibrit aerojele ait DSC/TGA grafiği	82
Şek1l 4.15.	Monolitik silika ve poliüretan aerojelleri ile silika-poliüretan hibrit	
	aerojelin DSC/IGA analizi karşılaştırmaları, Si/Silika-PU (a),	•••
0 1 1 4 10	PU/S111Ka-PU (b)	82
SeK11 4.16.	Silika-Poliimid hibrit aerojele ait F1-IR grafigi	83
Şekil 4.17.	Monolitik silika ve politimid aerojelleri ile silika-politimid hibrit	
	DI (b)	81
Sekil 4 18	Silika-Poliimid hibrit aeroiele ait SFM görüntüleri 30 kat hüvütme-	04
Şekii 4.10.	200 nm cözünme aralığı (a), 15 kat büyütme-400 nm cözünme aralığı	
	(b.c). 5 kat büvütme-1 um cözünme aralığı (e)	85
Sekil 4.19.	Silika-Poliimid hibrit aeroiele ait DSC/TGA grafiği	86
Şekil 4.20.	Monolitik silika ve poliimid aerojelleri ile silika-poliimid hibrit	00
,	aerojelin DSC/TGA analizi karşılaştırmaları, Si/Silika-PI (a),	
	PI/Silika-PI (b)	86
Şekil 4.21.	Poliüretan-Poliimid hibrit aerojele ait FT-IR grafiği	87
Şekil 4.22.	Monolitik poliüretan ve poliimid aerojelleri ile poliüretan-poliimid	
	hibrit aerojelin FT-IR analizi karşılaştırmaları, PU/ PU-PI (a),	
	PI/PU-PI (b)	88
Şekil 4.23.	Poliimid-Poliüretan hibrit aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat	
	büyütme-100 nm çözünme aralığı (a), 30 kat büyütme-200 nm	
	çozunme aralıgı (b), 15 kat buyutme-400 nm çozunme aralıgı (c), 5	00
Sabil 1 21	kai buyutme-1 μ m çozunme aralığı (d)	- 89 - 00
Şekii 4.24. Səlvil 4.25	Polluretan-Pollimid nibrit aerojele alt DSC/IGA grafigi	90
Şekii 4.25.	hibrit aerojelin DSC/TGA analizi karsılaştırmaları PU/PU-PI (a)	
	PI/PIJ-PI (h)	90
Sekil 4.26.	Silika-Poliüretan-Poliimid hibrit aeroiele ait FT-IR grafiği	91
Şekil 4.27.	İkili hibrit aerojellerin üclü hibrit aerojel ile FT-IR analizlerinin	/ 1
şenn 11271	karsılastırılması, Si-PU (a), Si-PI (b), PI-PU (c)	92
Şekil 4.28.	Silika-Poliimid-Poliüretan hibrit aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat	
	büyütme-100 nm çözünme aralığı (a,b), 30 kat büyütme-200 nm	
	çözünme aralığı (c), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (d,e),	
	5 kat büyütme-1µm çözünme aralığı (f)	93
Şekil 4.29.	Silika-Poliüretan-Poliimid hibrit aerojele Ait DSC/TGA grafiği	94
Şekil 4.30.	Monolitik ve ikili hibrit aerojellerin silika-poliüretan-poliimid hibrit	
	aerojel ile DSC/TGA analizi karşılaştırılmaları, Si/Si-PU-PI (a),	

	PU/Si-PU-PI (b), PI/Si-PU-PI (c), Si-PU/Si-PU-PI (d), Si-PI/Si-PU-	
	PI (e), PI-PU/Si-PU-PI (f)	95
Şekil 4.31.	Isı iletim katsayısı grafiği	97
Şekil 4.32.	Ses iletim kaybı grafiği	99
Şekil 4.33.	Ses yutum katsayısı grafiği	100

ÇİZELGELER DİZİNİ

1. GİRİŞ

Günümüzde gerçekleşen teknik ve teknolojik gelişmeler araç kullanıcılarında konfor beklentilerini arttırmaktadır. Araç içi kabinlerde gürültü, sıcaklık ve otonom sürüş sistemleri başta olmak üzere sürücü ve yolcuların konfor istekleri bulunmaktadır. Otomotiv üreticileri benzin ve dizel araçların yanı sıra özellikle daha çevreci olan elektrikli araçların yaygınlaşması ile yalıtım malzemelerinin bu araçlara göre geliştirilmesine önem vermektedir. Elektrikli araçlarda tahrik sistemi olarak kullanılan elektrik motorları, fosil yakıtla çalışan günümüz araçlarındaki içten yanmalı motorlara göre farklı termal ve akustik izolasyon ihtiyaçlarına sahiptir. İçten yanmalı motorlarda, gürültü frekans dağılımı düşük frekanslarda (100 – 1500 Hz aralığı - bas sesler / vuruntulu sesler) yoğunlaşırken; elektrik motorlarında bu yoğunlaşma yüksek frekans bandında (1250 – 6000 Hz aralığı – tiz sesler / çınlama sesleri) gerçekleşmektedir. Akustik banttaki bu değişim, elektrikli araçlarda bambaşka akustik izolasyon paket çözümlerini gerektirir. Aerojellerin ultra-yüksek gözenekliliği (%99,8'e varan boşluklu yapısı ve 5-10 nanometre seviyelerine kadar düşebilen ortalama gözenek çapı), özellikle yüksek ses frekanslarında izolasyon ihtiyaçlarına mükemmel cevap verebilmesini sağlamaktadır. Ayrıca artık ısıtma ve soğutma sistemleri motor ile değil batarya sistemi ile doğrudan ilişkilidir. Bu nedenle termal yalıtım sistemlerinde de iyileştirmeler yapılması gerekmektedir.

Termal ve ses yalıtımı sağlamak üzere, esasen düşük termal iletkenliğe sahip bazı geleneksel malzemeler, mineral yün, genleştirilmiş polistiren (EPS), ekstrüzyon polistiren (XPS), poliüretan (PUR) köpük, selüloz ve keçe gibi yapılar yaygın olarak kullanılmaktadır. Otomotiv üreticileri yalıtımı sağlamak için gereken nitelikte malzemeyi en az maliyetle elde etmek istemektedirler. Termal ve akustik yalıtım açısından yüksek performans gösteren gözenekli ve hafif yapılara sahip olan aerojellerin konvansiyonel malzemeler ile birlikte kullanılması veya onların yerine kullanımının istenen iyileştirmeleri sağlayacağı düşünülmektedir. Günümüz teknolojisinin gerektirdiği yüksek performans özelliklerini sağlayacak malzemelerin üretimi sadece otomotiv için değil ayrıca birçok sektör için de önem arz etmektedir. Aerojel malzemeler, geleneksel malzemelerle karşılaştırıldığında, yüksek özgül yüzey alanı, yüksek gözeneklilik, düşük

yoğunluk, düşük dielektrik sabiti, mükemmel ses ve ısı yalıtımı gibi üstün özelliklere sahip ultra hafif yapıları nedeniyle dikkat çekmektedir. Ayrıca aerojel malzemelerin endüstride fonksiyonel kullanımı için elastisite modülü, çekme-basınç dayanımı, kesme modülü ve darbe dayanımı gibi mekanik özellikleri de önem arz etmektedir.

Aerojeller, 1931'de Steven Kistler tarafından sentezlenen oldukça eski malzemelerdir. Sıvı bileşenin bir gazla değiştirilmesiyle silika jellerden ilk aerojeller sentezlenmiştir. Son derece düşük yoğunlukları ve özellikle termal ve akustik yalıtım için olağanüstü fiziksel özellikleri nedeniyle o dönemde bir devrim niteliğinde olduğu söylenebilir. Fakat yakın geçmişe kadar güvenli ve verimli kimyasal işleme olanaklarının sağlanamamış olması nedeniyle üstün spesifik özelliklerine rağmen endüstriyel uygulamalarda yeterli ölçüde Lyon'daki kullanım imkanı bulamamışlardır. Bu durum, Claude Bernard Üniversitesi'nden Teichner'in, Kistler'in sentezlerinde kullandığı sodyum silikat yerine alkoksisilanları kullanması ile jellerdeki inorganik tuz yan ürünlerini ve sudan alkole değişim adımına olan ihtiyacı ortadan kaldırması ile değişmiştir. Bu değişim birçok bilim insanının bu alanda çalışmalara katılmasını sağlamıştır. 1980'li yılların ortalarına kadar gerçekleştirilen çalışmalar sayesinde sol-jel hazırlama başamak adımlarında ilerleme kaydedilmesine rağmen hala kurutma adımında alkolden kaynaklanan patlamalar tehlike arz etmekteydi. Jellerdeki alkolün sıvı karbondioksit ile değiştirilmesi ile bu sorun da ortadan kalkmış oldu. Bu gelişmeler sayesinde son yıllarda aerojellerin birçok endüstriyel alanda kullanım oranında artış görülmektedir. Aerojellerin üretim metodu olan sol-jel ile üretilen malzemeler küçük parçacık boyutlarına, yüksek yüzey alanlarına ve gözeneklere sahip olmalarından dolayı yüksek reaktiviteye sahiptir. Aerojel proses adımlarında farklı öncül kimyasal maddelerin kullanılması, yalnızca inorganik değil organik bazlı aerojellerin sentezlenmesi bunların birlikte kullanımı sağlanarak inorganik/organik hibrit aerojellerin sentezlenmesi, işlem basamak adımlarındaki süreçlerde gerçekleştirilen değişimler ile yeni özelliklere sahip aerojeller de üretilmiştir. Birçok özelliği çalışmalar sayesinde ivileştirilen aerojeller uzay, havacılık, savunma, inşaat, otomotiv, enerji gibi farklı alanlarda uygulama olanağına erişmiştir (Jochen Fricke, 1992; Michel A. Aegerter ve diğerleri, 2011).

Literatürde mevcut tekstil uygulamaları incelendiğinde, aerojellerin granül formda eriyik polimer yapılara dahil edilmesi, reçinelere toz halinde aerojeller eklenerek kumaş yüzeyine ince film kaplama yapılması ve organik/inorganik hibrit malzeme çalışmaları sıklıkla karşımıza çıkmaktadır. Güncel çalışmalarda aerojel katkılı iplik üretimi ve battaniye olarak adlandırılan yapılar dikkat çekmektedir. Yaş çekim, ekstrüzyon/enjeksiyon, dondurarak eğirme ve yaş koaksiyel eğirme yöntemleri aerojel lifleri üretmek için kullanılabilir.

Aerojellerin tekstilde en çok kullanıldığı alan ısı yalıtımı gibi görünse de, su geçirmezlik, hava ve su geçirgenliği, akustik yalıtım, elektromanyetik radyasyon önleme, kimyasal koruma, alev geciktirme ve tekstil proses atıklarının arıtılmasında da kullanıldığı görülmektedir.

Bu tez çalışmasında Silika Aerojel, Poliüretan Aerojel, Poliimid Aerojel, Silika-Poliimid Hibrit Aerojel, Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel, Poliimid-Poliüretan Hibrit Aerojel ve Silika-Poliimid-Poliüretan Hibrit Aerojel sentezleri gerçekleştirilmiş ve aerojeller toz formda keçe malzemeye aktarılmıştır. Geliştirilen yeni aerojel katkılı keçe malzemelerin termal ve akustik izolasyon özellikleri birbirleri arasında ve katkı içermeyen keçe malzeme ile karşılaştırılmıştır. Tez çalışmasını da içeren proje kapsamında ülkemizin otomotiv, savunma, havacılık ve uzay teknolojileri alanındaki stratejik hedeflerinin dışa bağımlılıktan uzak, milli olanaklarla geliştirilmiş ve üretilmiş ultra yüksek performanslı yalıtım malzemeleriyle desteklenmesi amaçlanmıştır.

2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1 Akustik Yalıtım

"Akustik" kelimesi, duymaya veya duymaya hazır anlamına gelen Yunanca ἀκουστικός (akoustikos) kelimesinden türetilmiştir (Christopher L. Morfey, 2000). Akustik, farklı ortamlarda ses üretimi ve yayılımının çalışıldığı bir alandır. Ses, bir malzeme veya nesne titreştiğinde ortaya çıkar. Bu titreşimler katı, sıvı veya gaz ortamında transistörden alıcıya dalga şeklinde yayılır. Bu nedenle, ses dalgası, bir kaynak malzeme veya nesne tarafından yayılan enerjinin ortama aktarılmasıdır. Bir ses dalgası, frekansı, dalga boyu ve genliği ile karakterize edilir. Ses dalgalarının alıcının yüzeyi ile etkileşimi, alıcı materyalin veya nesnenin yüzey özelliklerine bağlı olarak dalga özelliklerini değiştirebilir. Ses dalgası yüzeyden emilebilir, iletilebilir, yansıtılabilir, kırılabilir ve yayılabilir. Ses özelliklerinde meydana gelen değişim, akustik yalıtım alanında kullanılan tekstil materyalleri de dahil olmak üzere günümüze kadar birçok bilimsel uygulamada kullanılmıştır (Rajkishore Nayak ve Rajiv Padhye, 2016).

Sesin iki özelliği vardır: ses şiddeti ve ton (Michael Möser, 2009). Ses şiddetinin fiziksel miktarı ses basıncıdır, ton ise Hertz (Hz) olarak ifade edilen ses frekansıdır. Ton, sesin perdesi olarak da adlandırılabilir. Perde, ses frekansı birimi başına ses hızı olan bir dalga boyu olarak da ifade edilir (Sherman Hollar, 2012).

İnsan kulağı tüm ses frekanslarına duyarlı değildir. Ses, frekansına ve yoğunluğuna bağlı olarak insan kulağı tarafından duyulabilir veya duyulmayabilir. İnsan sesi 500-4000 Hz aralığındadır ve bu aralıktaki sesleri en çok alır (Louise Wintzel, 2014). İnsanlar için duyulabilir ses 20 Hz–20 kHz aralığındadır (Daniel R. Raichel, 2006). Frekansa göre ses, kızılötesi, duyulabilir ses, ultrasonik ve hipersonik ses olarak sınıflandırılır (Çizelge 2.1.).

Çizelge 2.1. Ses frekans kategorileri (Daniel R. Raichel, 2006).

Ses	Frekans
Kızılötesi	<20 Hz
Duyulabilir Ses	20 Hz–20 kHz
Ultrasonik	>20 kHz
Hipersonik	>1 GHz

2.1.1. Temel Ses Kavramları

Akustik bakış açısından, ses ve gürültü, ortalama atmosferik basınçla ilgili olarak atmosferik basınç dalgalanmaları ile benzer olguya sahiptir; ses ve gürültü arasındaki ayrım büyük ölçüde özneldir. Bir kişi için ses olan bir şey, bir başkası için gürültü olabilmektedir. Ses veya gürültü, titreşen bir yüzey veya türbülanslı sıvı akışı tarafından oluşturulan ortamdaki (örneğin hava, su, katı) basınç değişimleri veya salınımların sonucudur. Ses, Şekil 2.1a'da gösterildiği gibi, art arda sıkışmalar ve genişlemeler içeren boyuna dalgalar şeklinde yayılır. Bu basınç dalgalanmaları beynimiz tarafından ses olarak algılanmaktadır (Colin H. Hansen ve diğerleri, 2017).



Şekil 2.1. Ses dalgalarının gösterimi a) ses dalgalarının havada oluşturduğu sıkışma ve genişleme, b) atmosfer basıncının altında ve üstündeki basınç değişiminin gösterimi (Christopher L. Morfey, 2000).

Sinüzoidal bir eğri şeklinde gösterilen basınç dalgalanmaları genlik ve dalga boyu ile karakterize edilmektedir. Sesin havadaki hızı ile frekans ve dalga boyu arasındaki ilişki temelde şu şekilde ifade edilir:

$$c = f. \lambda \tag{2.1}$$

Dalgaboyu (λ), bir döngü sırasında basınç dalgasının kat ettiği mesafe olarak ifade edilmektedir. Bu mesafe birimsel olarak metre ile ifade edilir.

Frekans (f), birim zaman başına ortamdaki basınç değişim döngülerinin sayısı veya basitçe saniyedeki döngü sayısıdır, birimsel olarak Hertz (Hz) ile ifade edilir. Gürültü genellikle birçok frekansın bir araya gelmesinden oluşur.

$$f = 1/T \tag{2.2}$$

Periyot (T), bir dalganın bir döngüsünün sabit bir noktadan geçme süresidir, birimsel olarak saniye ile ifade edilir.

Ses basıncı, atmosferik basınç için kullanılanla aynı birimler olan paskal (Pa) cinsinden ölçülür. Ses basıncı seviyesi, desibel (dB) ölçeği kullanılarak ölçülür ve bunlar, ses seviyelerini bildirmek için en yaygın kullanılan birimlerdir. Paskal cinsinden ses basıncını desibel seviyesine dönüştürmek, logaritma kullanılmasını ve bir referans ses basıncını gerektirir. Referans ses basıncı, bir desibel sayısının iki nicelik arasındaki oranı temsil etmesinden dolayıdır. Ek olarak paskal yerine desibel kullanılması, kulağın 20 μPa'daki (normal işitme eşiği) en küçük seslerden 2000 Pa'daki en yüksek sese (silah sesi) kadar çok geniş bir işitme aralığına sahip olmasından kaynaklanmaktadır ve desibel ölçeği bunu 0 dB'den 160 dB'e sıkıştırmanın bir yoludur. 140 dB'in üzerindeki herhangi bir sesin, kısa bir maruz kalma süresi için bile kalıcı işitme hasarına yol açtığı kabul edilmektedir.

Desibel değerini hesaplamak için kullanılan referans ses basıncı, 1.8 kHz'de normal işitme eşiğine (tercih = 20μ Pa) eşdeğerdir ve bu değerde işitme hassasiyetimiz, en hassas frekansımız olan 3,3 kHz'e yakındır. İnsanların bazıları daha fazla duyarlılığa sahipken, diğerleri daha az duyarlı olduğundan, bu ortalama bir düzeydir.

Ses basıncı seviyesi, desibel cinsinden Lp, aşağıdaki denklemle paskal cinsinden karekök ortalama(KKO) ses basıncı, p ile ilişkilidir.

$$L_p = 10 \log_{10} \frac{(p^2)}{p_{\text{ref}}^2} = 10 \log_{10}(p^2) - 10 \log_{10} p_{\text{ref}}^2 = 10 \log_{10}(p^2) + 94 \quad (\text{dB})$$
(2.3)

Sualtı akustiği (ve diğer sıvılar) disiplininde aynı denklemler geçerlidir, ancak kullanılan referans basınç 20 µPa yerine 1 µPa'dır.

Ses gücü, ses kaynağı tarafından yayılan sesin kaynaktan belirli bir uzaklıkta bir alıcı tarafından hissedilecek ses basıncı seviyesini tahmin etmek için kullanılır. Ses seviyesi

tahmin edilirken atmosfer etkilerinin yanı sıra engellerin ve zeminden yansımaların etkileri de dikkate alınmalıdır. Watt cinsinden ses gücü L_w, $W_{ref} = 10^{-12}$ watt referans miktarı ve aşağıdaki denklem kullanılarak desibel miktarına dönüştürülebilir:

Lw =
$$10 \log \frac{W}{Wref} = 10 \log \omega + 120$$
 (dB) (2.4)

Bilimsel olmayan kaynaklarda ses şiddetinin, ses basıncının yerine kullanımına rastlanmıştır. Ancak bu doğru değildir. Ses şiddeti(yoğunluğu), ses basıncı ile ilgili olsa da farklı bir niceliktir. Ses basıncının aksine, bir yöne ve seviyeye sahip vektörel bir büyüklüktür. Düzlem veya küresel dalga gibi kaynağından ve herhangi bir engelden uzakta yayılan basit bir ses dalgası için, ses yoğunluğu (I), karekök ortalama ses basıncı (p), atmosferin yoğunluğu (ρ) ve sesin hızı (c) ile ilgilidir,

$$I = \frac{p^2}{\rho c} \tag{2.5}$$

Desibel cinsinden ses yoğunluğu seviyesi (L_I), $I_{ref} = 10^{-12}$ watt/m² referans nicelik kullanır ve aşağıdaki gibi tanımlanır.

$$L_{l} = 10 \log_{10} \frac{I}{I_{ref}} = 10 \log_{10} I + 120 = L_{p} - 0.2 \quad (dB)$$
(2.6)

Yukarıdaki denklemdeki 0,2 dB sabiti yalnızca deniz seviyesinde ve 20 °C sıcaklıktaki bir düzlem veya küresel dalga için geçerlidir. Diğer yükseklikler ve basınçlar, Denklem 2.6' da ses hızı ve atmosfer yoğunluğu için farklı değerlerle sonuçlanır.

2.1.2. Absorpsiyon

Yayılan tüm ses dalgaları alıcı tarafından absorplandığında, ses emilimi meydana gelir. Tam olarak sünger emici su gibidir. Ses absorpsiyonu, ses yalıtımı söz konusu olduğunda önemli bir olgudur. Ses emilimi için farklı malzemeler mevcuttur. Ses emiciler gözenekli veya rezonans tipte olabilir. Gözenekli emiciler, lifli malzemeler ve açık hücreli köpükler olarak sınıflandırılır. Lifli malzemeler, ses dalgaları emiciye çarptığında akustik enerjiyi ısı enerjisine dönüştürür. Köpük durumunda, ses dalgası yer değiştirmesi, köpüğün dar bir geçişinden meydana gelir ve ısı kaybına neden olur. Rezonans emiciler, arkasında sıkı bir hava boşluğu olan katı bir plakanın bulunduğu mekanik tiptedir. Köpük gibi bazı malzemelerin ses dalgalarını emmesi, camın ise engellemesi dikkat çekicidir.

Ses absorpsiyonu, malzeme tarafından absorbe edilen enerji miktarını ölçer ve ses absorpsiyon katsayısı (α) olarak ifade edilir. Katsayı, 0 ile 1 arasında değişir; burada 0, absorpsiyon yok ve 1 en yüksek veya toplam absorpsiyondur. Daha yüksek katsayı, daha düşük yankılanma süresi sağlar. Yankılanma süresi, bir ses kaynağı durdurulduktan sonra bir boşlukta sesin kalıcılığıdır (Richard Rennie ve Jonathan Law, 2019). Bir ses kaynağı durdurulduktan sonra sesin 60 dB azalması için saniye cinsinden gecikme süresidir. Akustik ortamı belirli bir amaca uygun hale getirmek için ses emilimi önemlidir; örneğin kayıt stüdyolarında, konferans salonlarında, konser salonlarında, amfilerde vb. 500 Hz'lik düşük frekanslı sesi emmek, yüksek frekanslı sese göre nispeten daha zordur (Rajkishore Nayak ve Rajiv Padhye, 2016).

2.1.3. İletim

Kaynaktan çıkan ses dalgaları, emilmeden veya yansıtılmadan ortam ve alıcı boyunca yayılır ve ses iletimi olarak bilinen herhangi bir frekans kaybı olmadan alıcıdan geçer (Rajkishore Nayak ve Rajiv Padhye, 2016).

Gözenekli tekstillerde yayılan ses dalgası için, gözenekli gazla doldurulmuş ortam genellikle analiz amacıyla eşdeğer bir üniform ortam olarak kabul edilir; dolayısıyla bir yayılma faktörü $e^{j\omega t-\lambda x}$, yayılan dalganın t zamanına ve x yayılma koordinatına bağımlılığını tanımlamak için kullanılır (Daniel R. Raichel, 2006). Burada $\omega = 2\pi f$ açısal frekans ve f dalga frekansıdır. Yayılma sabiti γ , karmaşık bir sayı olan ve şu şekilde tanımlanabilen yayılma katsayısı olarak da adlandırılır:

$$\gamma = \alpha + jk \tag{2.7}$$

burada k = ω/c yayılma dalga sayısı faz katsayısı olarak da adlandırılır, α zayıflama katsayısı olarak adlandırılır ve c sesin ortamdaki hızıdır. Zayıflama katsayısı α , $e^{-\alpha x}$ ile yayılma yönündeki mesafe ile ilerleyen bir dalganın genliğinde azalmayı tanımlar. Bu katsayı aslında enerji zayıflama katsayısı yerine genlik zayıflama katsayısıdır.

Bir bölme veya tekstil tabakası üzerine bir ses dalgası geldiğinde, bunun bir kısmı gelen ortama geri yansıtılacak ve bir kısmı bölme veya tekstil tabakası yoluyla iletilecektir. Gelen enerjinin iletilen fraksiyonuna aktarım katsayısı (s) denir. Başka bir enerji kaybı veya yansıması yoksa, iletim katsayısı ile zayıflama katsayısı arasındaki ilişki şu şekildedir:

$$\tau = 1 - \alpha^2 \tag{2.8}$$

İletim kaybı (TL), iletim katsayısının tersinin logaritması olarak tanımlanır:

$$TL = -10 \log_{10} \tau$$
 (2.9)

Genel olarak, gözenekli bir tabaka boyunca iletim kaybı, geliş açısına bağlıdır ve malzeme yoğunluğunun, kalınlığının, akış direncinin ve frekansın bir fonksiyonudur. Düşük frekans aralığında, gözenekli katmanların iletim kaybı genellikle 20 dB'den azdır, ancak yüksek frekans aralığında 20 dB'den büyük olabilir. İletim kaybı genellikle malzeme yoğunluğu, kalınlığı, akış direnci ve frekansı ile artar (Richard Rennie ve Jonathan Law, 2019).

2.1.4. Yansıma

Ses dalgaları sert veya pürüzsüz bir yüzeye çarptığında, özelliklerini değiştirmeden tüm enerjileriyle geri yansıyabilirler. Ses dalgasının yansıtıcı yüzeyden yansıma açısı, gelme açısına eşittir. Açılar, yansıyan düzlemin normali ile gelen ve yansıyan dalgalar arasında tanımlanır. Böylece yansıyan ses dalgaları, hem geliş hem de yansıma açılarının eşit olduğu Huygen geometrisini takip eder (Daniel R. Raichel, 2006).

Ses dalgalarının yansıma olgusu birçok uygulama bulur. Örneğin, yansıtıcı yüzeyden üretilen yankı yardımıyla deniz seviyesinden suyun derinliğini ölçmek için yansıyan bir ses dalgası kullanılır. Okyanusun dibindeki ve yer kabuğunun içindeki jeolojik bileşim de ses dalgasının yansıması kullanılarak belirlenir (Daniel R. Raichel, 2006). Yankı, ses yansıması olgusunun basit bir örneğidir. Ses kaynağına dik olan ses dalgası düz ve pürüzsüz bir yüzeye çarptığında yankı duyulabilir (Rajkishore Nayak ve Rajiv Padhye, 2016).

2.1.5. Kırılma

Kırılma, ses dalgaları yüzey boyunca iletildiğinde ve düz hareket çizgisinden uzaklaştığında meydana gelir. Sesin kırılması, sesin hızı, sesin yayılma yönü ile rüzgar yönü arasındaki açı gibi faktörlere ve sıcaklık ve bağıl nem gibi atmosferik koşullara bağlıdır (D. Keith Wilson, 2003).

2.1.6. Kırınım

Kırınım, bir yüzeye çarparken ses dalgalarının yönünde gerçekleşen değişikliği içerir. Bir bariyere çarptığında ses dalgalarının bazıları yansır, bazıları yayılır ve bazıları kırılır. Ses kaynağı bariyere yaklaştıkça daha az ses kırınımı elde edilir. Düşük frekanslardaki ses, yüksek frekanslardaki sese göre daha kolay kırılma eğilimindedir (Daniel R. Raichel, 2006).

2.1.7. Gözenekli Malzemeler İçin Ses Kavramları

Gözenekli emiciler, birbirine bağlı gözenekler ağında ses yayılımının, viskoz ve termal etkilerin akustik enerjinin dağılmasına neden olacak şekilde gerçekleştiği malzemelerdir (Sherman Hollar, 2012). Halılar, akustik karolar, açık hücreli akustik köpükler, perdeler, minderler, pamuk ve cam yünü gibi mineral yünler bu tür malzemelerdir. Hava viskoz bir akışkandır ve sonuç olarak akustik enerji, gözenek boyutunun yeterince küçük olması koşuluyla, gözenek duvarları ile sürtünme yoluyla dağıtılır. Viskoz etkilerin yanı sıra

özellikle düşük frekansta havadan soğurucu malzemeye ısı iletimi nedeniyle kayıplar olmaktadır. Absorpsiyonun etkili olması için malzeme boyunca birbirine bağlı hava yolları olmalıdır; bu nedenle açık gözenekli bir yapı gereklidir (Louise Wintzel, 2014). Viskoz ve termal etkiler, gözenek çapı, ağ şekli ve düzeni, yoğunluğu ve hücre boyutu ve kalınlığı gibi malzemenin diğer fiziksel özelliklerinden etkilenir, bu nedenle gözenekli malzemelerde ses absorpsiyonunun altındaki fiziksel mekanizmaları anlamak için mikro modeller oldukça karmaşıktır.

Fakat, tek tip bir tekstil tabakasının ses emilimi için bu mikro etkiler, yaklaşık olarak bir makro miktar, yani spesifîk akış direnci ile temsil edilebilir. Bir tekstil tabakasının akış direnci, tekstilin kendine özgü bir özelliğidir ve havanın gözenekli bir tekstil malzemesine ne kadar kolay girebileceğinin ve hava akışının malzeme boyunca karşılaştığı direncin bir ölçüsüdür.

Gözenekli tekstillerde yayılan ses dalgası için, gazla doldurulmuş gözenekli ortam, genellikle, karmaşık bir yoğunluk ve karmaşık sıkıştırılabilirlik ile boyutsuz değişkenlerle karakterize edilebilen, analiz amacıyla eşdeğer bir üniform ortam olarak kabul edilir (Richard Rennie ve Jonathan Law, 2019). Bu miktarlar akış direncinden hesaplanabilir ve daha sonra gözenekli malzemenin karakteristik empedansını ve karmaşık yayılma sabitini hesaplamak için kullanılabilir. Aşağıdaki ampirik formüller, az miktarda bağlayıcıya sahip ve çapı 15 μ m'den küçük kısa liflere sahip cam elyafı ve taş yünü malzemeleri için doğrudan akış direncinden gözenekli malzemenin karakteristik empedansını, Zm'yi ve karmaşık yayılma sabitini, km'yi tahmin etmek için kullanılabilir (M.E. Delany ve E.N. Bazley, 1969),

$$Z_m = \rho_0 c_0 \left[1 + 0.0571 \left(\frac{\rho_0 f}{\sigma} \right)^{-0.754} - j 0.087 \left(\frac{\rho_0 f}{\sigma} \right)^{-0.732} \right]$$
(2.10)

$$k_m = k_0 \left[1 + 0.0978 \left(\frac{\rho_0 f}{\sigma} \right)^{-0.700} - j 0.189 \left(\frac{\rho_0 f}{\sigma} \right)^{-0.595} \right]$$
(2.11)

Bir tekstil tabakası üzerine bir ses dalgası geldiğinde, enerjinin bir kısmı etki ortamına geri yansıtılır ve bir kısmı da bölme veya tekstil tabakası yoluyla iletilir. Sınırdaki absorpsiyon katsayısı, sınıra ulaşan ve yansıtılmayan akustik gücün oranıdır ve değeri, yalnızca malzemenin özelliklerine değil, aynı zamanda malzemenin arkasındaki boşluğun özelliklerine de bağlıdır. Bir tekstil tabakası için, arkası sert bir duvarla desteklendiğinde, bir odaya asıldığındaki emme katsayısından farklıdır. Değer, tabaka ile duvarlar arasındaki mesafenin yanı sıra geliş açısına da bağlıdır. Düzlem dalga ile en basit normal geliş durumu için, absorpsiyon katsayısı yansıma katsayısı (R) ile aşağıdaki gibi hesaplanabilir (Richard Rennie ve Jonathan Law, 2019),

$$\alpha = I - |R|^2 = I - \left| \frac{Z_s - \rho_0 c_0}{Z_s - \rho_0 c_0} \right|^2$$
(2.12)

Katmanın ön yüzeyindeki spesifik akustik empedans, Zs, [7] ve [8] ile *l* kalınlığında bir gözenekli malzeme tabakası için empedans transfer fonksiyonu ile formüle edilebilir,

$$Z_S = Z_m \frac{Z_L + jZ_m tan(k_m l)}{Z_m + jZ_L tan(k_m l)}$$
(2.13)

Z_m, k_m ve Z_L sırasıyla gözenekli malzemenin arka yüzeyindeki karakteristik empedans, yayılma sabiti ve akustik empedanstır. Şekil 2.2'de gösterilen konfigürasyon için, duvar rijit olduğunda ve tabaka ile duvar arasındaki mesafe L olduğunda, Z_L şu şekilde hesaplanabilir:

$$Z_L = -j \,\rho_0 c_0 \cot(k_0 L) \tag{2.14}$$

Burada $k_0 = \omega/c_0$ havadaki dalga sayısıdır.

Sert duvara karşı yerleştirilmiş bir tekstil tabakası için, L = 0, yani $Z_L = -\infty$ olur, (Denk. (2.13).



Şekil 2.2. Duvardan L mesafe uzaklığa yerleştirilmiş, kalınlığı *l* olan gözenekli malzeme tabakası (Richard Rennie ve Jonathan Law, 2019).

$$Z_s = -jZ_m cot(k_m l) \tag{2.15}$$

Denklem 2.10'daki karakteristik empedans basitçe $Z_m = \rho_p c_p$ şeklinde ifade edilebilir, burada ρ_p karmaşık yoğunluk ve c_p gözenekli malzeme tabakasındaki ses hızıdır. Denklem 2.11'deki karmaşık yayılma sabiti basit olarak $k_m = k_p - j\alpha_p$ olarak da ifade edilebilir, burada yayılma dalga sayısı $k_p = 2\pi f l c_p$ faz katsayısıdır ve α_p gözenekli malzeme tabakasındaki zayıflama katsayısı olarak adlandırılır. Bunların yerlerini Denklem 2.15 'te değiştirirsek,

$$Z_s \approx -j\rho_p c_p \cot(k_p l - j\alpha_p l)$$
(2.16)

Bu özel akustik empedansı, hava verimlerinin karakteristik empedansı ile tabakanın ön yüzeyi için standartlaştırırsak;

$$\frac{Z_s}{\rho_0 c_0} = \frac{-j\rho_p c_p cot(k_p l - j\alpha_p l)}{\rho_0 c_0} = \gamma A + j\gamma B$$
(2.17)

burada $\gamma = \frac{\rho_p c_p}{\rho_0 c_0}$, gözenekli malzemenin karakteristik empedansının havaya oranıdır ve

$$A = \frac{\sinh(2\alpha_p l)}{\cosh(2\alpha_p l) - \cos(2k_p l)} \qquad B = \frac{-\sin(2k_p l)}{\cosh(2\alpha_p l) - \cos(2k_p l)}$$
(2.18)

Denklem 2.12'de kullanıldığında, normal etki altında doğrudan sert duvara karşı yerleştirilmiş bir gözenekli malzeme tabakası için absorpsiyon katsayısıdır.

$$\alpha = \frac{4\gamma A}{(1+\gamma A)^2 + (\gamma B)^2} \tag{2.19}$$

Bu denklem, gözenekli malzemenin ses emme mekanizmalarını göstermek için kullanılabilir. Örneğin, malzemenin ses azaltma kapasitesi yeterince güçlü olduğunda veya soğurma malzemesinin kalınlığı yeterince uzun olduğunda, yani $\alpha_p l \gg 1$ o zaman sinh $(2\alpha_p l)$ ve cosh $(2\alpha_p l)$ sonsuz büyük olma eğilimindedir, dolayısıyla A \approx 1 ve B \approx 0, absorpsiyon katsayısı olur.

$$\alpha = \frac{4\gamma}{(1+\gamma)^2} \tag{2.20}$$

Absorpsiyon katsayısının ancak $\gamma = 1$ olduğunda 1 olabileceği açıktır, yani gözenekli malzemenin karakteristik empedansı havadaki empedansa eşit olacaktır. Gözenekli bir malzemenin ses azaltma kapasitesi, ses emme kabiliyetine eşdeğer değildir. Mükemmel ses absorpsiyon kabiliyetine sahip olmak için, gözenekli malzemenin karakteristik empedansının havadaki ile eşleşmesi gerekir, böylece hiçbir ses geri yansımaz ve malzemeye iletilen ses malzeme tarafından kısmen veya tamamen emilebilir veya dağıtılabilir (Colin H. Hansen ve diğerleri, 2017).

 $k_p l = \pi/2$ yani $l = \frac{\gamma_p}{4}$, γ_p malzemedeki sesin dalga boyu ise $A = \tanh(\alpha_p l)$ ve

B=0 ise absorpsiyon katsayısı maksimum değeri verecektir,

$$\alpha_{maks} = \frac{4\gamma \tanh(\alpha_p l)}{[1+\gamma \tanh(\alpha_p l)]^2}$$
(2.21)

 $k_p l = \pi$ yani $l = \frac{\gamma_p}{2}$, $A = \frac{1}{tanh(\alpha_p l)}$ ve B= 0 ise absorpsiyon katsayısı minimum değeri verecektir,

$$\alpha_{min} = \frac{4\gamma \tanh(\alpha_p l)}{[\gamma + \tanh(\alpha_p l)]^2}$$
(2.22)

Maksimum ve minimum değerlere karşılık gelen frekanslara rezonans frekansı ve antirezonans frekansı denir.

Malzeme tabakası ile duvar arasında bir boşluk olduğu zaman, yani L \neq 0, absorpsiyon katsayısının değişimi (2.12)–(2.14) denklemleri ile benzer şekilde analiz edilebilir. Sonuç olarak beklenen, malzeme tabakası ile duvar arasındaki boşluğun, düşük frekansta absorpsiyon değerini arttırmasıdır. Fiziksel olarak açıklamak gerekirse, duvara yakın ses dalgasının parçacık hızının genellikle sıfır olmasıdır, bu nedenle malzemeyi arka yüzeyden daha uzağa yerleştirmek, ses dalgasının yüksek parçacık hızı nedeniyle daha fazla absorpsiyon değerine sahip olmasını sağlar (Colin H. Hansen ve diğerleri, 2017).



Şekil 2.3. Frekansın bir fonksiyonu olarak 10.000 N.s.m⁻⁴ akış direncine sahip bir gözenekli malzeme tabakasının tipik ses yutma katsayısı eğrileri (Düz çizgi, doğrudan sert bir duvara yerleştirilmiş 5 cm kalınlığında bir malzemeninkine karşılık gelir, nokta çizgi, sert duvardan 10 cm uzağa yerleştirilmiş 5 cm kalınlığındaki gözenekli malzemeninkine karşılık gelir ve kesikli çizgi ise sert duvara yerleştirilmiş 15 cm kalınlığında gözenekli malzemeye karşılık gelmektedir) (Colin H. Hansen ve diğerleri, 2017).

Şekil 2.3, gözenekli bir malzemenin tipik ses absorpsiyon katsayısı eğrilerini frekansın bir fonksiyonu olarak gösterir; şekilde düz çizgi, doğrudan sert bir duvara karşı yerleştirilmiş 10.000 N.s.m⁻⁴ akış direncine sahip 5 cm kalınlığında gözenekli bir malzemeninkine karşılık gelir; nokta çizgisi, sert duvardan 10 cm uzağa yerleştirilmiş 5 cm kalınlığındaki gözenekli malzemeninkine karşılık gelir ve kesikli çizgi ise sert duvara yerleştirilmiş 15 cm kalınlığında gözenekli malzemeye karşılık gelmektedir. Absorpsiyon katsayısının frekansla arttığı görülmektedir. Düşük frekansta düşük absorpsiyon katsayısının mekanizması Denklem 2.13 ile gösterilebilir. Çok düşük frekansta, $k_m l \ll$ 1 iken $tank_m l$ sıfır olma eğilimi gösterir, bu nedenle Zs neredeyse Z_L'ye eşittir ve gözenekli malzeme yok gibi görünür. Denklem 2.14 ile hesaplanabilen Z_L, gözenekli malzemenin arka yüzeyindeki akustik empedanstır ve genellikle havanın karakteristik empedansından çok daha büyüktür, bu nedenle gelen akustik enerjinin çoğu, empedans uyumsuzluğu nedeniyle geri yansıtılacaktır (Colin H. Hansen ve diğerleri, 2017).

2.1.8. Ses Yalıtımında Etkili Faktörler

Tekstil malzemeleri için, lif türü, malzeme kalınlığı, lif boyutu, gözeneklilik, yoğunluk, kıvrımlılık ve sıkıştırma gibi birçok faktör malzemenin ses emilimini etkileyebilse de, ses yutma katsayısı değeri ile bu faktörler arasında doğrudan ve basit bir ilişki yoktur.

Akustik amaçlı kullanılabilen çoğu tekstil malzemesi, içlerinde birbirine bağlı birçok gözenek veya boşluk nedeniyle açık gözenekli bir yapıya sahiptir. Gözenekli bir tekstil malzemesinin akustik performansı, esas olarak, tekstilin kendine özgü bir özelliği olan ve havanın gözenekli bir tekstil malzemesine ne kadar kolay girebileceğinin ve hava akışının malzeme boyunca karşılaştığı direncin bir ölçüsü olan akış direnci ile belirlenir. Akış direnci, statik akış direnci olarak da bilinir ve bazı yapısal özellikleri dolaylı olarak tanımlamak için kullanılır. Malzemelerin yapısı ile bazı akustik özellikler arasında bağıntılar kurmak için kullanılabilir. Gözenekli tekstillerin karakteristik empedans, yayılma sabiti ve ses emme katsayısı gibi birçok içsel akustik özelliğinin hesaplanmasında kritik bir rol oynar.

$$\sigma = \frac{R_f}{h} \tag{2.23}$$

Akış direncinin birimi N.s.m⁻⁴ tür ve birim kalınlığa özgü akış direnci σ ile tanımlanır. R_f, h kalınlığında tek tip bir tekstil tabakasının özgül akış direncidir ve şu şekilde tanımlanır:

$$R_f = \frac{\Delta_p S}{V_0} \tag{2.24}$$

burada Δ_p , V_0 hacim akış hızı ile yavaş sabit akış koşulları altında S yüzey alanına sahip katman boyunca basınç düşüşüdür.

Statik akış direnci, gözenekli bir eleman boyunca basınç düşüşünün, sabit düşük hızlı akış koşulları altında içinden akan hacim hızına oranıdır. Akış direnci, düşük hızlarda hacim hızından neredeyse bağımsızdır; ancak, frekansa bağlıdır. İnce (akustik bir dalga boyuna kıyasla) gözenekli tekstil tabakasının dinamik spesifik akış direnci, belirli bir frekansta karmaşık spesifik akış empedansının sabit kısmıdır, bu, katman boyunca basınç düşüşünün, nispi yüzey hızına oranı olarak tanımlanır. Frekans sıfıra yaklaştığında, dinamik spesifik akış direnci frekansla çok az değişir, bu nedenle neredeyse statik akış direncine eşittir.

Tekstil yapılarının kalınlığı, ses emilimini etkileyen önemli parametrelerden biridir. Tekstil yapılarının yüzeyindeki akustik empedans ortamınkiyle eşleşirse, ses ortama geri yansımaz, yapı ne kadar kalın olursa ses empedansı o kadar büyük olur. Bu durumda yapıda etkili bir ses yutumuna sahip olmak için yapının kalınlığı, gelen ses dalgasının dalga boyunun en az onda biri olmalıdır. Bu, uzun dalga boyundan dolayı düşük frekanslı sesi emmek için daha kalın yapıların gerekli olduğu anlamına gelir. Tekstil yapılarının yüzeyindeki akustik empedans, ortamınkiyle kısmen eşleşirse, daha kalın yapılar, özellikle düşük frekans aralığında, ortama geri yansıtılmayan daha fazla sesi emecektir. Tekstil yapılarının yüzeyindeki akustik empedans ortamınkinden önemli ölçüde farklıysa, çoğu ses ortama geri yansıtılır. Bu durumda, yapıların kalınlığı ses emilimini pek etkilemez.

Akış direnci, lif çapının karesi ile ters orantılıdır. Diğer tüm parametrelerin sabit tutulduğu durumda, daha ince lifler daha yüksek akış direncine sahip olacaktır. Akış direnci ve ses emilimi arasındaki ilişki karmaşıktır. Akış direnci çok küçükse, yapının karakteristik empedans ve yayılma sabiti ortamdakiler ile benzer olma eğilimindedir. Lif boyutu büyük olduğunda yapıların akış direnci düşük sonuç vermeyebilir veya yapıların akış direnci düşük sonuç vermeyebilir veya yapıların akış direnci düşük ise, yüksek ses emilimi göstermeyebilir. Yapıların akış özdirenci çok yüksekse, yapının karakteristik empedans ve yayılma sabiti ortamdakilerden çok farklı olabilir, dolayısıyla yapının ses yutumu küçük olabilir.

Bir malzemenin gözenekliliği, yapıda mevcut olan boş alan veya boşluk miktarını gösterir. Gözeneklilik, yapıdaki boşluk miktarının numunenin toplam hacmine oranı

olarak ifade edilir; burada Ve boş alanın hacmi, Vt malzemenin toplam hacmidir. Gözeneklerin türü, boyutu ve sayısı ses emilimini etkiler. Bir yapıdaki daha fazla sayıda gözenek veya büyük gözeneklilik genellikle küçük gözenekli malzeme yığın yoğunluğu anlamına gelmektedir. Lif boyutuna benzer şekilde yüksek gözenekliliğe sahip yapıların akış direnci düşük sonuç vermeyebilir veya yapıların akış direnci düşük ise, yüksek ses emilimi göstermeyebilir. Yapıların akış özdirenci çok yüksekse, yapının karakteristik empedans ve yayılma sabiti ortamdakilerden çok farklı olabilir, dolayısıyla yapının ses yutumu küçük olabilir.

$$P_{g\"{o}zeneklilik} = \frac{v_e}{v_t}$$
(2.25)

Bir malzemenin yoğunluğu, birim hacim başına kütle olarak ölçülen malzemenin kütle konsantrasyonunu gösterir. Gözenekli yapılarda , kütle yoğunluğu akustik absorpsiyon için önemlidir. Gözenekli malzeme yığın yoğunluğu, akış direncini doğrusal olmayan bir şekilde etkiler. Genellikle, yapının diğer tüm parametreleri aynı kalırsa, yüksek yoğunluk değeri yüksek akış direncine neden olur. Ancak yüksek yoğunluğa sahip yapılarda, akış özdirencinin de yüksek olması durumunda, yapının karakteristik empedans ve yayılma sabiti ortamdakilerden önemli ölçüde farklı olabilir ve bu durum yapının küçük ses emilimi göstermesini sağlamaz. Yine yapılar düşük yoğunluğa sahip olması durumunda düşük akış özdirenci ve yüksek ses emilimi göstermeyebilirler.

Kumaş eğimliliği, gözenekli bir yapıdaki boşluk alanlarının kıvrımlılığını ve birbirine bağlılığını ifade eder. Gözenekli bir malzemenin sıvı ve katı fazları arasındaki atalet bağlantısını ölçmek için kullanılır. Kumaş eğimliliği, çalışma alanına bağlı olarak çeşitli tanımlara sahiptir. Genel olarak, kıvrımlılık, lifli yapılar gibi gözenekli ortamlarda difüzyonu etkiler. Akustik malzemeler söz konusu olduğunda kıvrımlılık, gözeneklerden geçen yolun uzamasını tanımlar. Kıvrımlı lifler kıvrımlı yol demektir bu durum daha yüksek hava direnci oluşturacaktır. Hava direnci artışı nedeniyle ses yutum katsayısında artış sağlanmaktadır (Colin H. Hansen ve diğerleri, 2017).

Akustik absorpsiyon için kullanılan tekstil yapıları sıkıştırılabilir, bu da ses absorpsiyon özelliğini değiştirebilir. Tekstil yapısı veya gözenekli bir malzeme sıkıştırıldığında gözeneklilik ve kalınlık değerleri azalır, ancak yoğunluk artar. Diğer parametreler sabit tutulduğunda, yüksek yoğunluğa sahip yapıların akış direnci de yüksek olacaktır. Yüksek bir akış direnci ile yapının karakteristik empedansı ve yayılma sabiti, ortamdakilerden önemli ölçüde farklı olabilir ve bu, yapının düşük ses emilimi ile sonuçlanır; bununla birlikte, her sıkıştırılan yapı için küçük ses emilimi beklentisi doğru bir yaklaşım değildir. Genellikle sıkıştırma, yüksek frekans aralığında ses emilimini azaltabilir ancak düşük frekans aralığında ses emilimini arttırmaktadır.

Gözenekli bir malzemenin akustik emilimi, hava akımı direncinden büyük ölçüde etkilenir. Dokunmuş bir yapıdaki ipliklerin birbirine geçmesi veya dokuma olmayan bir yapıdaki liflerin birbirine geçmesi, tekstillerin kendine özgü bir özelliği olan havanın geçişine karşı bir direnç sağlar. Hava akımı direnci, malzemenin birim kalınlık başına sağladığı direnç cinsinden ölçülür. Denklem 2.23 ve 2.24 ile aralarındaki ilişki ifade edilmektedir.

Bir yapının yüzey empedansı, sınır yüzeyinin bitişik bir ses alanına sunduğu spesifik akustik empedans olarak tanımlanan yapının spesifik sınır empedansının kısa adıdır, sınır yüzeyinin bitişik bir ses alanına sunduğu spesifik akustik empedans olarak tanımlanır ve değeri, akustik yüzey basıncının karmaşık oranı, sınıra pozitif yönde yüzeydeki sıvının normal hızına eşittir. Denklem 2.12'de gösterildiği gibi, bir yapının absorpsiyon katsayısı, tabaka yüzeyinin spesifik akustik empedansının ortamın karakteristik empedansına oranından hesaplanabilir (Colin H. Hansen ve diğerleri, 2017).

2.2. Termal Yalıtım

Bir malzemenin termal yalıtım özelliği normalde ısıl iletkenlik (λ) veya ısıl geçirgenlik (U-Değeri) ile ölçülür. Isıl iletkenlik, sıcaklık gradyanının bir sonucu olarak bir malzemenin birim kesit alanının yüzeyine dik bir doğrultuda bir malzemenin birim uzunluğundaki ısı transfer hızı olarak tanımlanabilir. W/mK birimleri kullanılarak ifade
edilir. Isıl geçirgenlik, 1 Kelvin sıcaklık farkıyla bir metrekarelik bir malzemeden ısının aktarılma hızıdır. W/m²K ile gösterilir.

Isı iletkenliği, ısı yalıtım malzemesini değerlendirmek için en önemli parametre olarak kabul edilir. 0,07 W/mK'den daha düşük bir ısıl iletkenliğe sahip bir malzeme, bir ısı yalıtkanı olarak kabul edilebilir (Asdrubali ve diğerleri, 2015). Termal iletkenlik, uluslararası ASTM C518 (2017) standardı izlenerek ölçülebilir ve ısıl geçirgenlik, ISO 6946 (2017) izlenerek tahmin edilebilir.

2.2.1. Isı Transferi

Isi transferi, enerji süreçlerine zaman boyutunu ekler. Bir sistem bir denge durumundan diğerine geçerken ısı enerjisinin aktarım hızı ile ilgilenir. Örnek olarak, T₁ başlangıç sıcaklığındaki bir sıcak metal nesnenin T₂ sıcaklığındaki bir sıvı tarafından soğutulduğunu düşünelim. İşlem sırasında cisimden sıvıya ısı akar ve cismin sıcaklığı düşer. Nesne sonunda sıvının sıcaklığına T₂ ulaşır. Termodinamik, işlem sırasında sıvıya aktarılan ısı miktarını tahmin edebilir. Isı transferi daha fazla ayrıntı sağlar. Cismin sıcaklığının T₁'den T₂'ye geçmesinin ne kadar süreceğini tahmin edebilir. Isı transferi, işlem sırasında farklı zamanlarda nesnedeki sıcaklık dağılımını da sağlayabilir. Tezin bu kısmında, ısı transferinin üç modundan (iletim, konveksiyon, radyasyon) tez konusu ile alakalı olan iletim konusuna ve denklemlerine yer verilecektir (Charles H. Forsberg, 2020).

2.2.2. İletim

İletim yoluyla ısı transferi katılarda ve esas olarak hareket etmeyen sıvılarda ve gazlarda meydana gelir. Birim alan başına ısı transfer hızının malzemedeki sıcaklık gradyanı ile orantılı olduğu (deney yoluyla) gözlemlenmiştir. Yani,

$$\frac{q_n}{A_n} \propto \frac{\partial T}{\partial n} \tag{2.26}$$

burada n, 1sı akışının yönünü belirtir; örneğin, Kartezyen koordinatlarda x, y veya z.

Bu denklemde q_n , n yönündeki ısı akış hızıdır, A_n içinden ısının aktığı kesit alanıdır ve $\partial T/\partial n$, n yönündeki sıcaklık gradyanıdır. (A alanı, ısı akışına dik olan alandır.)

Denklem 2.26'ya k orantı parametresi eklenir ve pozitif yöndeki n ısı akışının sayısal olarak pozitif değer vermesi için denklemde k orantı parametresi önüne eksi işareti konursa, Fourier yasasını elde ederiz.

$$\frac{q_n}{A_n} = -k \ \frac{\partial T}{\partial n} \tag{2.27}$$

burada k, malzemenin termal iletkenliğidir. Eğer q'nun watt, alanın m² ve sıcaklık gradyanının °C/m olduğu SI birim sistemini kullanıyorsak, o zaman k, W/m.°C birimlerine sahiptir.

Bu formülasyonu bir düzlem için düşündüğümüzde,



Şekil 2.4. Düzlem geometride 1s1 iletimi (Charles H. Forsberg, 2020).

Şekil 2.4 ile gösterilen düzlem geometride malzemeyi düşünün. Malzeme kalınlığı L olup y ve z yönlerinde çok büyüktür.

Duvarın sol yüzü T₁ sıcaklığında ve x = 0 konumunda. Duvarın sağ yüzü T₂ sıcaklığında ve x = L konumunda.

 $T_1 > T_2$ olduğunu varsayalım. Isi akışı tek boyutlu ve pozitif x yönünde olacaktır.

Tüm ısı akışı x yönünde olduğundan, Denklem 2.27'de, "n" ve "x" yer değiştirse (veya sadece "q"yu kullanırsak) ve kısmi türev toplam türev ile değiştirilebilir. Yani sonuç olarak,

$$\frac{q}{A} = -k \frac{dT}{dx}$$
(2.28)

Denklemde dx diğer tarafa geçirilir ve tekrar düzenlenirse;

$$\frac{q}{A} \int_0^L dx = -\int_{T_1}^{T_2} k dT$$
 (2.29)

$$\frac{q}{A}L = -\int_{T_1}^{T_2} k dT$$
 (2.30)

Genel olarak, iletkenlik k sıcaklığın bir fonksiyonudur. Burada k sabit kabul edilirse integral dışına alınabilir (Charles H. Forsberg, 2020). O zaman denklem şu şekilde düzenlenebilir:

$$\frac{q}{A}L = k(T_1 - T_2)$$
(2.31)

$$q = \frac{kA}{L} (T_1 - T_2)$$
 (2.32)

2.3 Aerojeller ve Sentez Adımları

Aerojel terimi için genel olarak flu mavi renkli silika aereojellerin görüntüsü akla gelmektedir. Literatürde yer alan aerojeller hakkındaki araştırmalar incelendiğinde yakın geçmişe kadar sıklıkla silika aereojeller üzerine çalışmalar yapılması bu durumu açıklamaktadır. Samuel Stephen Kistler, 1930'lu yıllarda jellerin yapısının bozulmadan aynı boyut ve şekilde katı bir jel yapmanın mümkün olduğunu kanıtlamaya çalışırken aerojeli keşfetmiştir. Kistler'in kimya profesörü olmasının yanında bir girişimci olduğunu söylemek doğru olacaktır. Keşfi ile aerojellerin bir malzeme olarak potansiyelini fark etmiş ve endüstri ile bunun seri üretimi için iş birliği yapmıştır. 1940 yılında Monsanto Chemical Corporation, Santocel ticari adı ile aerojel üretimine ve satışına başlamıştır. 1970 yılına kadar aerojel çalışmaları ve araştırmaları devam etmiş ancak Santocel'in üretimi, yüksek üretim maliyeti ve daha ucuz silika tozlarının mevcudiyeti nedeniyle durdurulmuştur. 1968'de Nicolaon ve Teichner gerçekleştirdikleri çalışma ile silika aerojellerin hazırlanmasını büyük ölçüde kolaylaştırmayı başarmışlardır. Kistler'in kullandığı sodyum silikat yerine alkoksit bazlı öncül olan tetrametilortosilikat (TMOS) kullanılarak, yüksek kaliteli monolitik aerojel sentezini gerçekleştirmişlerdir. Hunt ve arkadaşları (1985), ortam sıcaklığında süperkritik CO2 kurutma ile silika aerojellerin hazırlandığını bildirdiklerinde aslında akademik olarak aerojel devriminin başladığını işaret etmişlerdi. Alman kimya şirketi BASF süreçte optimizasyon gerçekleştirerek Basogel adını verdikleri ürünü piyasaya sürdü fakat bu gelişme de bir sanayi devrimi için yeterli olmamıştır. Aerojeller hakkında akademik çalışmaların arttığı bu dönemde Jochen Fricke, 1985 yılında Almanya'nın Bavyera kentindeki ZAE'de ilk Uluslararası Aerojel Sempozyumu'nu düzenlemiştir. Bunu takip eden yıllarda ilk organik reçine bazlı aerojel olan resorsinol-formaldehit (RF) bazlı silika aerojellere ait çalışma Pekala (1992) tarafından yayınlanmıştır. 1993 yılında poliüretan aerojel sentezi ile ilgili yayınlar literatürde yer almıştır. Jeff Brinker ve Doug Smith, ortam sıcaklığında kurutulmuş aerojel sentezini gerçekleştirmiş ve daha erişilebilir hale getirmiştir. Bu süreç içerisinde Hoechst ve Dow Chemicals gibi kimya endüstrisi devlerinin aldıkları patentler ile aerojeller endüstriyel alanda ikinci kez yer almıştır. 2003 yılı itibariyle hem Aspen Aerogels hem de Cabot Aerojel sırasıyla battaniye ve granül silika aerojel ürünlerinin endüstriyel üretimine başlamışlardır. 2008'den sonra aerojel yalıtım malzemeleri, inşaat endüstrisinde bina yalıtım uygulamaları için giderek daha fazla kullanım alanı bulmuştur. Bunda iklim değişikliği konusuna ilişkin artan sosyal ve politik farkındalıkla desteklenen (daha ince) ısı yalıtımı yoluyla enerji tasarrufu yaklaşımının etkili olduğu bir gerçektir (Jochen Fricke, 1992; Michel A. Aegerter ve diğerleri, 2011; David Levy ve Marcos Zayat, 2015).

Aerojeller, sol-jel işlemi ve süper kritik kurutma ile hazırlanan oldukça gözenekli malzemelerdir. Aerojeller üç fiziksel bileşen ile karakterize edilir: katı faz, gözenek fazı ve iki fazı ayıran geniş spesifik yüzey alanı. Farklı bileşenlerin özellikleri ve etkisi, katı fazın kimyasal bileşimi, gözeneklilik boyutu, ara yüzün doğası ve erişilebilirliği, aerojellere bazı özel ve benzersiz özellikler kazandırmaktadır. Bu özellikler aerojeller için birbirinden farklı alanlarda uygulamalara yol açacaktır (Woignier ve diğerleri 2018).

Farklı içeriğe sahip birçok aerojel türü bulunmaktadır. Sentez ve işlem adımlarının ana yönleri incelendiğinde hepsinin ortak yönlere sahip olduğu bilinmektedir. Aerojeller genellikle yaş(ıslak) kimyasal sentez yaklaşımıyla hazırlanır. Aerojel sentezinde sol-jel işlemi sonucunda katı faz oluşmaktadır. Katı faz, aerojellerde iskelet yapısının bozulmadan çıkarılması süreci için önemlidir. Katı faz, aerojelin iskeletini oluşturur ve işlem sırasında reaktiflerin ve çözücülerin konsantrasyonu ve türü, sıcaklık ve pH gibi her bir parametre jel oluşumunu önemli ölçüde etkiler. Tasarım aşamasında aerojellerin üretimi için her aşamada ortaya çıkan sonuçları ve etkileri anlamak gereklidir (Susan Montes ve Hajar Maleki, 2020).

Sol-jel prosesinde ilerleme, sentez boyunca nano mimarinin kontrol kolaylığından kaynaklanmaktadır. Nano sistemlerin yapısını ilkel proses adımlarından uyarlayarak gelişmiş özelliklere sahip saf malzemelerin hazırlanması sağlanır. Çeşitli uygulamalarda lifler, filmler, ince tozlar ve monolitler gibi uygun şekilde kullanılabilmelerini sağlar. Aerojellerin hazırlanması için en uygun yöntem sol-jel yöntemidir. Bu yöntem monolitik inorganik aerojel sentezi ve organik-inorganik hibrit aerojellerin sentezi için de uygun bir yöntemdir. Aerojellerin hazırlanması tipik olarak üç farklı adımı içerir: (1) sol-jel geçişi (jelasyon), (2) ağ mükemmelliği (yaşlanma) ve (3) jel-aerojel geçişi (kurutma). Ancak jelin mekanik ve karakteristik özelliklerini geliştirmek için ek işlemlerin dahil edilmesine

de olanak sağlamaktadır. Aerojel üretimi için malzemeler seçildikten sonra, öncü malzemeler bir sıvı (yani koloidal dağılım) içinde dağılır ve jelleşmeye bırakılır, böylece sıvı boyunca sürekli bir katı parçacık ağı oluşturulur. Bazı malzemeler için, kolloidal bir dispersiyondan jele geçiş, çapraz bağlayıcı malzemeler eklenmeden gerçekleşir. Diğerlerinde ise, jeli oluşturmak ve katı parçacıkların güçlü etkileşimini teşvik etmek için dispersiyona çapraz bağlayıcı malzemeler eklenir. Jelleşme süresi, öncül madde çözeltisinin kimyasal bileşimi, öncül maddelerin ve katkı maddelerinin konsantrasyonu, işlem sıcaklığı ve pH gibi çeşitli faktörlere büyük ölçüde bağlıdır. Aerojel ağını güclendirmek icin bircok malzeme jellesmeden sonra ek kürleme gerektirebilir. Jellesme tamamlandıktan sonra jel, katı ağın gözenekleri içindeki yüzey gerilimini en aza indirecek şekilde kurutulur. Sentezde yer alan tüm basamak adımları ve ek işlemler, jelin oluşumuna katkıda bulunur ve özelliklerini etkiler. İlk olarak, koloidal partiküller ve/veya pre-polimer yapılar oluşturularak sol (çözelti) elde edilir. Sonraki reaksiyonların bir sonucu olarak bir jel oluşur. Jel oluşumunu yaşlandırma ve kurutma aşamaları takip eder. Aerojellerin keşfinden bu yana aerojel hazırlanması sırasında karşılaşılan en zorlu süreç, nano-gözenekli aerojel yapısını bozmadan sıvı çözücüyü jelden uzaklaştırma yani kurutma adımıdır. İslak jelden solventi uzaklaştırmak için tercih edilen temelde dört kurutma yöntemi mevcuttur. Bunlar; süperkritik sıvı ekstraksiyonu ile kurutma, dondurarak kurutma, atmosferik basınç altında kurutma ve buharlaştırma ile kurutmadır. Yaş jeller kurutma yöntem ve koşullarına göre; aerojel, kserojel, kriyojel ve ambijel şeklinde sınıflandırılabilir. Kurutma tipi değiştiğinde aerojel malzemeler için saydığımız özgül yüzey alanı, gözeneklilik, yoğunluk gibi aerojelin yapısal özelliklerinde değişiklikler gözlenmektedir. Bu nedenle aerojel üretimi esnasında jellerin kurutma yöntemi, kullanım alanı ve istenen yapısal özellikleri için avantaj ya da dezavantaj yaratacağından çok önemlidir (Saoirse Dervin ve Suresh C. Pillai, 2017; Elizabeth Barrios ve diğerleri, 2019; Dilek Cantürk Öz ve Nihan Kaya, 2020).

Yaşlanma sırasında iki farklı mekanizma geçerlidir. Genel olarak, yaşlanma basamağı her zaman jelin yapı-mekanik özelliklerini güçlendirmeyi amaçlamaktadır. Tipik olarak, yaşlanma sırasında iki süreçten en az biri meydana gelir. Bunlardan ilki çözeltide halihazırda mevcut olan ve partikül yüzeylerinden çözülmüş moleküler ve moleküler küme tipi silika türlerinden yeniden çökelmeden partiküller arası boyun kısımlarında büyüme gerçekleşmektedir. Bu sayede malzeme daha sert bir jel ağı veren partiküller arasında jelin omurga bölgesine taşınır. İkinci süreçte ise daha küçük parçacıklar çözünerek ve daha büyük parçacıkların üzerine çökmektedir. Partiküller arası omurga bölgelerinde meydana gelen birikime ek olarak, en küçük partiküller tercihen çözünmektedir. Her iki işlem de daha büyük parçacıklar üzerine çökeltme yoluyla jel ağ yapısının güçlendirilmesine yol açmaktadır.

Kistler'in ilk yıllardaki işlem metodolojisine kıyasla modern sol-jel işleminin ana avantajı, çözücü değiştirme aşaması veya aşamalarının zaman alıcı olmaması bu sayede tüm sürecin büyük ölçüde hızlanması ve kaliteli bir aerojel malzemesinin hazırlanması için kritik olmamasıdır. Genel olarak, düşük buhar basıncı ve düşük yüzey gerilimli yardımcı çözücüler bir jeldeki yüzey gerilimini azaltır ve daha az büzülme üretir. Alkolün zincir uzunluğunun artmasıyla, hidrofobik kısım hidrofilik kısım üzerinde baskın hale gelir, bu da su ile zayıf koordinasyona ve dolayısıyla da azaltılmış su giderme verimliliğine neden olmaktadır (Michel A. Aegerter ve diğerleri, 2011).

Aerojellerin hazırlanmasındaki en büyük zorluk, halihazırda var olan nano gözenekli yapıyı çökertmeden sıvı çözücüyü jelden çıkarmak ve böylece kuru jelin büzülmesini ve çatlamasını önlemektir. Genel olarak, üç farklı kurutma tekniği kullanılabilmektedir. Geleneksel kurutma işlemleri düşünüldüğünde, kserojellere yol açan jel yapısını koruyamayan ortam havasıyla kurutma yönteminde, ıslak jellerin gözeneklerinin boşalması sırasında geri çekilen jelin gözeneklerinde sıvı-buhar menisküsleri oluşmaktadır. Çözücünün uzaklaştırılması üzerine, jel nano gözeneklerde bulunan sıvının yüzey gerilimi, gözenek duvarlarında 100-200 MPa'ya kadar basınçlara ulaşan ve gözenekleri daraltabilen bir kılcal basınç gradyanına neden olmaktadır. Bu durum jel ağının çökmesine yol açmaktadır. Bir diğer yöntem olan dondurarak kurutmada jelin sıcaklığının çözücünün kristalleşme sıcaklığının altına düşürülmesi gerekmektedir. Cözücü daha sonra basınç düşürülerek bir buhar olarak çıkarılmaktadır. Bu islemin son ürünü kriyojel olarak adlandırılmaktadır. Bununla birlikte, dondurarak kurutma yönteminde birçok dikkat edilmesi gereken husus vardır. Örneğin, düşük süblimasyon hızı, bazı durumlarda solvent değişimi ve özellikle kristalizasyon üzerine solvent hacminin artırılması gerekmektedir. Çözücünün bu hacim genişlemesi, kabuktan içeriye

doğru yönlendirilen jelde gerilmelere neden olacaktır, bu da kabuk tabakalarının küçük parçacıklar halinde büzülmesine ve kırılmasına neden olmaktadır. Esasında dondurarak kurutma ürünlerinin çoğunun toz olduğu ve monolit üretiminin son derece zor olduğu bu şekilde açıklanabilir. Süperkritik kurutma işlemi, ıslak jelin yüksek açık gözenekliliğini ve üstün tekstürel özelliklerini kuru bir biçimde korumak için geleneksel kurutma yöntemleriyle karşılaşılan sorunların üstesinden gelen, genellikle süperkritik CO₂ olmak üzere süperkritik akışkanların kullanımıyla desteklenen alternatif bir kurutma tekniğidir. 1822 yılında ilk kez bir maddenin kritik sıcaklık noktası Baron Cagniardde'la Tour tarafından keşfedilmiştir. Kritik sıcaklık (Tc), basınç değeri seviyesi önem arz etmeksizin o sıcaklığın üzerinde sıvı fazda bulunamayacağı değeri ifade etmektedir. Bu kritik sıcaklıktaki buhar basıncı ise kritik basınç (Pc) olarak ifade edilmektedir. Madde, kritik basınç ve kritik sıcaklık üzerine çıkarıldığı zaman maddenin katı, sıvı ve gaz hallerinden daha farklı bir akışkana dönüşmektedir. Bu süperkritik akışkana ait diyagram Şekil 2.5'te verilmiştir.



Şekil 2.5. Süperkritik akışkan diyagramı (Mert Kılınçel ve diğerleri, 2014)

Her bir madde için kritik nokta karakteristiktir. Süperkritik kurutma işlemi, herhangi bir sıvı faz kalıntısı olmaksızın jel gözeneklerinde süperkritik sıvı karışımlarının varlığına yol açar. Böylece bu kurutma prosedürü, jel gözeneklerinde herhangi bir ara buhar-sıvı geçişinin ve yüzey gerilimlerinin mevcudiyetini önleyerek, çözücü eliminasyonu sırasında jel yapısının gözeneklerinde çökme olmamasını (yani, makroskopik seviyedeki değişikliklerden) sağlar. Bu teknikte süperkritik CO₂, kesikli modda belirli bir süre kurutulacak jel ile temas ettirilir. Öncelikle kurutması gerçekleştirilecek aerojel malzemenin içerisindeki alkol, sıvı CO₂ ile değiştirilir. Basınç ve sıcaklık kritik noktaya getirildiğinde ekstrasyon işlemi başlatılır. Buradaki süre, aerojel öncül maddesine (organik-inorganik vb.), morfolojik özelliklerine, yoğunluğuna ve miktarına bağlı olarak düzenlenmelidir (C.A. García-González, 2012).

2.3.1 Silika Aerojeller

Bir aerojelin hazırlanması, Şekil 2.6'de gösterilen sol-jel sentezi ((i)-(iii) ve son işlem ((iv)-(vi) adımlarını içerir. Nano-yapılı katı silika ağı yani jel, bir çözücü ortamında, genel olarak su veya alkol-su karışımlarında oluşturulur. Jelden gözenek sıvısının uzaklaştırılması ile aerojel elde edilir. İlk adımda bir silikon kaynağından ya da (i) ön başlatıcı çözeltisinden amorf silika nano-parçacıkların kolloidal bir süspansiyonu yani sol (ii) hazırlanır. Birincil kolloid çapları (aynı zamanda birincil parçacıklar olarak da adlandırılır) boyut olarak birkaç nanometre mertebesindedir. Solu üretmek ve jelleşme sürecini tetiklemek için kullanılan asitlerin veya bazların tipine bağlı olarak, silika fazı, ya küresel parçacıklar halinde ya da "az ya da çok" doğrusal oligomerler biçiminde farklı morfolojilerde bulunur. Jelleşme aşaması, elektrostatik parçacıklar arası itmeyi engelleyen yüzey yüklerinin kısmi nötralizasyonu ile basitçe açıklanabilir. Bu daha sonra, daha büyük ikincil parçacık kümelerinden oluşan üç boyutlu bir açık gözenekli jel ağ yapısı (iii) oluşumuyla sonuçlanan birincil parçacıkların kümelenmesine yol açar. Katı iskeleti silikon oksit ağı ile bir arada tutmaktan sorumlu olan kimyasal bağ, oldukça dinamik bir dengedir: Siloksan bağları (Si-O-Si), silanol gruplarının (Si-OH), kimyasal itici gücün yoğunlaşmasıyla oluşur. Bu süreç büyük ölçüde moleküler suyun (H₂O) ortadan kaldırılmasından kaynaklanan entropi artışına atfedilir. Jel ağ yapısının nihai doğrulaması ve kararlılığı, yoğunlaştırma ve hidroliz reaksiyonunun kinetiğine (siloksan bağlarının su ile çözülmesi) dolaylı olarak bu da sıvı fazın pH'ına bağlıdır. Silika aerojel preparasyonunda, jel daha sonra yaşlandırılır (iv) ve solvent değişimine ve isteğe bağlı olarak son aerojel malzemesini (vi) vermek üzere kurutulmadan önce yüzey modifikasyon adımlarına (v) tabi tutulabilir.



Şekil 2.6. Silikanın hazırlanması için gerekli işlem adımlarının şematik gösterimi (David Levy ve Marcos Zayat, 2015).

Jelleşme asidik koşullar altında gerçekleştiğinde, sürece hidroliz hakimdir veya bir başka deyişle, hidroliz hızı, yoğuşma hızından daha büyüktür. Bu şekilde sentezi gerçekleştirilen jel, zayıf fakat oldukça gözenekli bir yapıya sahip olmaktadır. Aynı öncül monomer ile baz eklendiğinde durum tersine dönmektedir. Yani jelleşme genellikle asidik koşullar altında olduğundan çok daha hızlı gerçekleşmektedir. Bu tür jeller daha yüksek mekanik bağlantı ve dayanıklılığa sahipken aynı zamanda daha düşük gözeneklilik ve daha düşük yoğunlukta serbest silanol grupları içermektedir. Genel olarak, hem alkoksit hem de sodyum silikat öncülleri, tek veya iki aşamalı bir işlem vasıtasıyla jelleştirilebilir. İki aşamalı sistemde asit katalizör eklenerek ilk adım olan hidroliz basamağı gerçekleştirilerek jel ağı oluşması sağlanmaktadır.

Silika jellerin hazırlanması için farklı tipte öncül maddeler kullanılabilir. En basit inorganik öncül Kistler'in çalışmalarında silika aerojelleri üretmek ve ticarileştirmek için yaygın olarak kullandığı sodyum silikat (Na₂O.nSiO₂) tır. Sodyum silikatı jele dönüştürmenin en basit yolu, Denklem 2.1.'deki gibi HCl gibi bir asit ile nötralizasyondur. Bu yöntemin dezavantajı, yan ürün olan NaCl'nin zahmetli diyaliz ile elimine edilmesi gerekmesidir. Daha verimli bir yol, kuvvetli asidik bir iyon değişim reçinesi aracılığıyla Na⁺'nın H⁺ ile iyon değişimi ve ardından baz ile nötralizasyondur

$$Na_{2}O \cdot nSiO_{2} + 2HCl \longrightarrow nSiO_{2} \cdot H_{2}O + 2NaCl$$

$$(2.1)$$

Günümüzde, sıklıkla alkoksisilan bazlı (Si(OR)4 formülasyonundaki) öncül maddeler kullanılmaktadır. En yaygın kullanılan alkoksilan türleri tetraetoksisilan (TEOS) ve tetrametoksisilan (TMOS) 'dır. Polietoksidisiloksan (PEDS), TEOS'un önceden hidrolize edilmiş bir formudur ve kolay hazırlanması nedeniyle yarı endüstriyel işlemlerde önem kazanmaktadır. Alkilalkoksisilan bileşiklerinin (ko)prekürsörleri olarak kullanımı da artmaktadır, çünkü bu tür bileşikler, geliştirilmiş esnekliğe sahip jellerin ve aerojellerin hazırlanmasına izin vermektedir. Bu bileşik sınıfının en yaygın kullanılanları metiltrimetoksisilan (MTMS), metiltrietoksisilan (MTES), N-oktiltrietoksisilan (C8-TEOS), dimetildietoksisilan (DMDES) ve perfloroalkilsilan (PFAS) dır. Alkoksit sol-jel kimyası organik bir çözücü içinde ve Denklem 2.2'de verilmiş olan eş zamanlı veya ardışık olacak şekilde hidroliz ve polikondenzasyon basamak adımları ile gerçekleştirilir.

$Si - OR + H_2O \longrightarrow Si - OH + R - OH$	Hidroliz
$Si - OH + Si - OH \longrightarrow Si - O - Si + H_2O$	Polikondenzasyon
$Si - OR + Si - OH \longrightarrow Si - O - Si + R - OH$	(2.2)

Genel olarak, hem alkoksit hem de sodyum silikat öncül maddeleri, tek veya iki aşamalı işlem adımı/adımları ile jelleştirilebilir. Sodyum silikat nötralizasyonu, baz katalizli alkoksit jel oluşumuna benzemektedir. Hidroliz ve polikondenzasyon basamak adımları ile gerçekleştirilen iki aşamalı işlemler, yük stabilize kolloid oluşumunun baz katalizli

jelleşme işleminden net bir şekilde ayrılmasını sağladıklarından daha fazla tercih edilmektedir (David Levy ve Marcos Zayat, 2015).

Liu ve arkadaşları monolitik silika aerojel bazlı kompozit PCM'leri hızlı ve kolay bir şekilde elde etmek için tek adımlı bir teknik geliştirmişlerdir. Silika aerojeller zayıf bir ısı iletkenliğine sahiptir ve polietilen glikol (PEG) veya oktadekanol gibi PCM'leri kapsüllemede kompozit PCM'ler üretmek için kullanılabilmektedirler. Elde edilen monolitik oktadekanol@silika aerojel, PEG2000@silika aerojel ile karşılaştırılmış ve düşük termal iletkenliğe (0.12 W.m⁻¹.K⁻¹), yüksek gizli ısıya (127.73 J/g), büyük sıkıştırma mukavemetine (11 MPa), güçlü hidrofobikliğe (124° temas açısı) ve daha yüksek termal döngü stabilitesine sahip olduğu belirtilmiştir. Ayrıca kompozit yapının, silika aerojelin düşük termal iletkenliği ile ısıyı izole edebileceği ve FDM'lerin yüksek ısı kapasitesi sayesinde ısıyı emebileceğine değinilmiş ve mükemmel ısı yalıtımı ve yüksek basınç dayanımının sinerjik entegrasyonuna sahip olacağı ifade edilmiştir. Bu sayede termal koruma uygulamalarında kullanılmasının mümkün olduğu çalışma sonucunda vurgulanmıştır (Panpan Liu, 2020).

Kucharek ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada, reçine viskozitesinin gözenek infiltrasyonu ve elde edilen kompozitlerin yoğunluğu üzerindeki etkisi araştırılarak aerojel partikül dolgulu epoksi üretimi gerçekleştirilmiştir. Silika ve reçinenin belirlenen viskozitede birleştirilmesiyle aerojel gözeneklerinin doldurulmasının engellenerek aerojelin gözenekli yapısının korunduğu belirtilmiştir. Sonuç olarak, aerojel parçacıklarının reçineye dahil edilmesinin hem yoğunlukta hem de termal iletkenlikte %40'ın üzerinde bir azalmaya yol açabileceğini ancak silika aerojel/epoksi kompozitlerin sıkıştırma özellikleri ile termal iletkenliği arasında doğrusal bir değiş tokuş olduğu da çalışmada vurgulanmıştır. Bu çalışmanın bulguları, çalışma yönteminin faydasının yanı sıra partikül boyutu ve yüklemenin aerojel dolgulu reçine kompozitleri üzerindeki etkisi hakkında çıkarımların yapılmasını sağlamaktadır (Mariusz Kucharek, 2020).

Bu çalışmada silika aerojellerin kırılganlık, hidrofiliklik ve yüksek maliyetli üretiminin endüstriyel ve sivil alanlardaki uygulamalarda kullanımını sınırlandırdığı belirtilerek Ortak öncüler yöntemini ve ortam basıncında kurutma yöntemini kullanan Xiaodong ve arkadaşları yeni bir esnek ve hidrofobik silika aerojel üretmek için bir yöntem tanımlamıştır. Aerojellerin kırılganlık, hidrofiliklik ve yüksek maliyetli üretiminin endüstriyel ve sivil alanlardaki uygulamalarda kullanımını sınırlandırdığı belirtilerek çalışmalarında heksadesiltrimetilamonyum klorür (CTAC) ile ortak öncüler olarak tetraetilortosilikat (TEOS)/trimetoksimetilsilan (MTMS) kullanılarak ortam basıncında kurutma işlemi gerçekleştirmişlerdir. Üretilen aerojelin, 20-30 nanometre boyutlarında aglomere partiküller ve onlarca nanometre boyutlarında mezogözenekler içerdiği belirtilmiştir. Esnek ve hidrofobik aerojelin, büyük kapsamlı özelliklere sahip yeni bir acık gözenekli malzeme sınıfı olacağı ve pratik uygulamaların ısı yalıtım malzemeleri ve genişleyebileceği organik kirletici adsorbanlar olarak çalışma sonucunda öngörülmektedir (Wu Xiaodong ve diğerleri, 2020).

Nguyen ve ark. bir silika aerojel (SA) parçacığı geliştirmiş ve üzerinde çalışmışlardır. Çalışmada yüzey alanı, gözenek hacmi, görünür yoğunluk ve gözeneklilik gibi silika aerojel fiziksel parametreleri üzerinde, silisik asit çözeltisindeki silika içeriğinin etkileri ve trimetil klorosilan (TMCS)/SiO₂:Na₂O molar oranı incelenmiştir. Silika konsantrasyonu ağırlıkça % 4'ten % 7'ye (ağırlıkça %) yükseltildiğinde, silika aerojel yüzey alanı 628.5 m²/g'den 914.4 m²/g'ye ve ardından >%9 seviyesine çıktığı belirtilmiştir. Trimetilklorosilanın (TMCS), ıslak bir jelin yüzeyinde Si-OH ile kuvvetli bir şekilde reaksiyona girerek jel yapısının parçalanmasına neden olabileceği çalışmada ifade edilmiştir. Silika jel modifikasyonu ve jel yapısının korunması için gereken TMCS miktarı, Sodyum Silikat (SiO₂:Na₂O) molar değerinin 0,3 ila 0,4 katı arasında olması gerektiği de vurgulanmıştır (Thi Hai Nguyen, 2020).

Berardi ve ark. çerçeve boşluklarına yerleştirilmiş silika aerojel granüllerine sahip yeni bir polivinil klorür (PVC) pencere çerçevesi üzerinde çalışmışlardır. Testlere göre basit bir PVC çerçeve ile bile termal geçirgenlikte % 30 azalma sağlayabildiği gözlemlenmiştir. Çalışmada çerçevenin termal geçirgenliği, mevcut boşlukların çoğu aerojel granülleri ile doldurularak 0,80 W/m²K'e düşürüldüğü belirtilmiştir. Pencere çerçevelerinde ısı yalıtımını geliştirmek için çerçeve boşluklarında aerojel taneciklerinin kullanılmasının uygulanabilir olacağı söylenebilir. Bulgulara göre tüm boşluklar aerojel ile doldurulmamılıdır. Tasarım yöntemi, hangi boşlukların doldurulması için gerekli

olduğunu belirleyerek, aerojelin pahalı bir süper yalıtkan olmasına rağmen kullanılabilir olacağı çalışmanın sonucunda ifade edilmiştir (Umberto Berardi, 2020).

2.3.2 Poliüretan Aerojeller

İnorganik aerojeller kadar uzun süredir var olmasına rağmen, Lawrence Livermore Ulusal Laboratuvarı'ndaki bilim ekibinin 1980'lerde resorsinol-formaldehit reçinelerinden ürettiği organik aerojellere kadar gelişim göstermemiştir. Organik bir aerojel, polimer veya biyopolimer yapı taşlarından oluşturulur. Metal oksit analoglarıyla karşılaştırıldığında, organik aerojel yapı daha esnek ve daha az kırılgandır. Oksit jellerin (örneğin silika) organik bileşikler ve jellerle birleştirilmesi, organik-inorganik hibrit veya kompozit aerojel malzemeler olarak adlandırılan malzemelerin eldesini sağlar (David Levy ve Marcos Zayat, 2015).

Poliüretanın kimyasal bileşimi, poliüretanı oluşturmak üzere reaksiyona giren spesifik poliol ve izosiyanat içeren türlere bağlı olarak büyük ölçüde değişebilir. Poliüretan için mümkün olan birçok farklı kimyasal yapı ve fiziksel form, onu çok yönlü, yaygın olarak kullanılan bir polimer haline getirir. Bu nedenle diğer polimerlerin aksine bireysel terimlerle sınıflandırmak zordur. Poliüretan malzemeler yapılarına, kaynaklarına, termal tepkilerine, özelliklerine ve uygulamalarına göre sınıflandırılmaktadır.

- Termal Tepkilerine Göre; Termoplastik Termoset
- Özellik ve Uygulamalarına Göre;
 Köpük
 Termoplastik Elastomer
 Yapıştırıcı
 Reçine
 Elastomer
 İyonomer
 Lif

- Yapılarına Göre; Lineer
 Dallanmış
- Kaynaklarına Göre;
 Petrol
 Biyobazlı

Poliüretan, bir di/poli izosiyanat ile bir diol veya poliol arasındaki kimyasal reaksiyonla oluşturulmaktadır ve genellikle bir zincir uzatıcı, katalizör ve/veya diğer katkı maddelerinin varlığında tekrarlayan üretan grupları oluşturulur. Genellikle, poliüretan omurgasında üretan bağları ile birlikte ester, eter, üre ve aromatik halkalar da bulunmaktadır. Poliüretan jeller bir noktada çözücü karışımında çözünmez hale gelen büyüyen polimer fazları oluşturmak için organik polikondenzasyon reaksiyonları ile oluşturulmaktadır. Nano-emülsiyon içindeki partiküllerin toplanması ve artık yüzey fonksiyonel grubu aracılığıyla kimyasal bağlanma, polimerik bir jele yol açar. Bir solvent değişim adımını takiben, Poliüretan aerojelleri genellikle ıslak jellerin süper kritik sıvıyla kurutulmasıyla izole edilir.

İzosiyanatlar, poliüretan sentezi için gerekli olan temel bileşenlerdir. Bunlar, molekül başına iki veya ikiden fazla izosiyonat (NCO) grubu içeren iki veya çok işlevli izosiyanatlardır. Bunlar, toluen diizosiyonat (TDI), metilen diizosiyonat (MDI), ksilen diizosiyanat (XDI), meta-tetrametilksililen diizosiyanat (TMXDI), hidrojene ksilen diizosiyanat (HXDI), naftalen 1,5-diizosiyanat (NDI), pfenilen gibi alifatik, sikloalifatik, polisiklik veya aromatik olabilir. Diizosiyanat (PPDI), 3,3'-dimetildifenil-4, 4'-diizosiyanat (DDDI), 1,6 heksametilen diizosiyanat (HDI), 2,2,4-trimetilheksametilen diizosiyanat (TMDI), izoforon diizosiyanat (IPDI), 4,4'-disiklohekzilmetan diizosiyanat (H12MDI), norbornan diizosiyanat (NDI), 4,4'-dibenzil diizosiyanat (DBDI) bazı yaygın izosiyanat örnekleridir. Poliüretan üretimi için izosiyanat seçiminde, son kullanım uygulamaları için gereken özellikler baz alınmaktadır (Niranjan Karak, 2017).

Çok sayıda hidroksil grubu taşıyan maddeler, polioller olarak adlandırılır. Hidroksil grupları ile birlikte ester, eter, amid, akrilik, metal, metaloid ve diğer işlevsellikleri de

içerebilmektedirler. Polyester polioller, bir omurgada ester ve hidroksi gruplarından oluşur. Poliüretanların özellikleri, başlangıç polyester poliollerinin moleküler ağırlığının yanı sıra çapraz bağlanma derecesine de bağlıdır. Yüksek düzeyde dallanmış polyester polioller, iyi ısı ve kimyasal dirençli sert poliüretan yapıyı sağlarken, daha az dallanmış polyester polioller, poliüretana iyi esneklik (düşük sıcaklıkta) ancak düşük kimyasal direnç gösterirler. Benzer şekilde, düşük moleküler ağırlıklı polioller sert poliüretan, yüksek moleküler ağırlıklı uzun zincirli polioller esnek poliüretan yapıyı sağlamaktadır. Polieter polioller, polyester poliollerden daha ucuzdur. Etilen veya propilen oksidin alkol veya amin başlatıcılar veya başlatıcılar ile asit veya baz katalizör varlığında ilave reaksiyonu ile üretilirler. Polieter poliollerden geliştirilen poliüretan, yüksek nem geçirgenliği ve düşük camsı geçiş sıcaklığı (Tg) göstermektedir (Fahmina Zafar ve Eram Sharmin, 2012).

Bir poliol ve bir izosiyanatın yanı sıra, poliüretan sentezi sırasında, öncelikle reaksiyonu kontrol etmek, reaksiyon koşullarını değiştirmek ve ayrıca nihai ürünü bitirmek veya değiştirmek için bazı katkı maddeleri de gerekebilir. Bunlara katalizörler, zincir uzatıcılar, çapraz bağlayıcılar, dolgu maddeleri, nem tutucular, renklendiriciler ve diğerleri dahildir. Poliüretan sentezinde, bloke edilen izosiyanatların blokajını kaldırmak, bloke etme ve kürleme sıcaklıklarını ve sürelerini azaltmak için reaksiyonun daha yüksek reaksiyon hızlarında, daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesini teşvik etmek için katalizörler eklenir. Bir dizi alifatik ve aromatik aminler (örneğin, diaminobisiklooktan DABCO), organometalik bileşikler (örneğin, dibütilkalay dilaurat, dibütiltin diasetat), karboksilik asitlerin ve fenollerin alkali metal tuzları (kalsiyum, magnezyum, stronsiyum, baryum, heksanoik, oktanik, oktanik tuzlar) linolenik asit) katalizör olarak kullanılır. Üçüncül aminler söz konusu olduğunda, bunların katalitik aktiviteleri, bazlarının yanı sıra yapıları tarafından belirlenir; katalitik aktivite artan baziklik ile artar ve aminin azot atomu üzerindeki sterik engellemesi ile azalır. Üçüncül aminin azot atomundaki elektronları izosiyanatın pozitif yüklü karbon atomuna aktararak, amin ve izosiyanat arasındaki kompleks oluşumuyla katalitik etkilerini arttırırlar. Metal katalizörler, nispeten daha az uçucu ve daha az toksik oldukları için üçüncül aminlere göre üstünlük taşırlar. Metaller, hem izosiyanat hem de hidroksil gruplarıyla kompleks oluşturarak izosiyanathidroksil reaksiyonunu katalize eder. Pozitif metal merkez, hem izosiyanat hem de

hidroksil gruplarının elektronca zengin oksijen atomu ile etkileşime girerek bir ara kompleks oluşturur, bu da daha fazla yeniden düzenleme ile üretan bağlarının oluşumuyla sonuçlanır. İki işlevli düşük moleküler ağırlıklı dioller (etilen glikol, 1,4-bütandiol, 1,6heksandiol), sikloheksan dimetanol, diaminler, hidroksil-aminler (dietanolamin ve trietanolamin) poliüretan sentezinde yumuşak segment olarak kullanılabildiği gibi zincir uzatıcılar olarak da kullanılabilmektedir (Fahmina Zafar ve Eram Sharmin, 2012). Zincir uzatıcılar (veya sertleştiriciler), poliüretanların bilinen elastomerik özelliklerini üreten düşük moleküler ağırlıklı reaktanlardır. İki işlevli bileşikler, zincir uzatıcılar olarak kabul edilirken, daha yüksek işlevselliğe sahip bileşikler, çapraz bağlayıcılar olarak kabul edilmektedir (Michael Szycher, 2013).

Termal özelliklerin tahmini için Goodarzi ve arkadaşları üç denetimli makine öğrenimi tekniği geliştirmiştir. Çeşitli aerojellerle ilgili önceki deneysel araştırmalardan elde edilen bilgiler, bir referans öğrenme veri seti oluşturmak için kullanılmıştır. Kullanılan makine öğrenimi regresyon yöntemleri arasında K-en yakın komşu (KNN), yarıçap en yakın komşu (RNN) ve Gauss süreçleri (GP) olarak belirtilmiştir. Önerilen makine öğrenimi tabanlı modelleri doğrulamak için poliüretan aerojel ve silika-resorsinol formaldehit aerojelin termal iletkenlikleri tahmin edilmiş ve gerçek iletkenlik değerleriyle karşılaştırılmıştır. Isıl iletim katsayı değerlerinin ve ısı yalıtımı uygulamaları için optimum parametrelerin tahminine yönelik sonuçlar kabul edilebilir düzeyde bulunmuştur. Çalışmada bu stratejinin, belirli uygulamalar için yeni aerojellerin tasarlanması, sentezlenmesi ve istenen termal özelliklerin elde edilmesi için maliyet ve zaman azalmasına yol açabileceği, özellikle, en az sayıda veriye ve mevcut özelliklere sahip makine öğrenimi teknolojisi, teori ve deneylerin tamamlayıcısı olarak (alternatif değil) kompozit aerojelleri araştırmak için kolaylaştırıcı olabileceği yönünde görüşe yer verilmiştir. Ayrıca, gelecekte yeni aerojellerin ve daha fazla deneysel kaynağın ortaya çıkmasıyla, öğrenme veri setinin daha fazla genişletilebileceği, bunun sonucu olarakta aerojel tasarımı için daha iyi netice verecek ve daha kolay prosedürlerin olabileceği çalışmanın sonucu olarak verilmiştir (Babak Valipour Goodarzi ve Ahmad Reza Bahramian, 2021).

BASF tarafından pilot boyutta sert paneller şeklinde üretilen bir poliüretan aerojel için ısı iletkenlik çalışmalarının karşılıklı karşılaştırmasının bulguları Ebert ve diğerleri tarafından sunulmuştur. Numune, karşılaştırmadan önce tekrarlanabilirlik ve homojenlik açısından incelenmiştir. Termal iletkenlik, ortam basıncı ve sıcaklığı ile ilgili olarak da incelenmiştir. Bildirilen termal iletkenlikler üzerinde önemli bir etkisi olan deneysel özellikleri belirlemek için kullanılan çeşitli deneysel metodolojiler açısından 12 katılımcının sonuçları tartışılmıştır. Sıcak tel testleri için ayrıca, sabit ölçüm yöntemlerinde termal temas dirençlerindeki sistematik belirsizliklerin ölçüm bulguları ve dolayısıyla ortalama değer üzerinde küçük bir etkisi olabileceğini ortaya koymuşlardır. 20 °C, 40 °C ve 60 °C'de termal iletkenlik için elde edilen ortalama değerlerin, %0,6 ila %0,9 aralığındaki bağıl belirsizliklerle ilgili olduğu ve elde edilen ısıl iletkenlik değerlerinin katılımcıların bulunduğu laboratuvarın coğrafi konumuna ve atmosferik hava koşullarına bağlandığı anlaşılmaktadır. Geçici sıcak tel yönteminin hala kabul edilebilir termal iletkenlik değerleri sağladığı, diğer yöntemlerin sonuçlarının ise ölçüm yöntemlerinin yetersizliğinden etkilendiği belirtilmiştir. Sıcak tel ölçümlerinin sonuçları baz alınarak, sabit ölçüm yöntemlerindeki termal temas dirençlerine ilişkin sistematik belirsizliklerin, ölçüm sonuçları ve dolayısıyla ortalama değer üzerinde etkiye sahip olabileceği de çalışmada belirtilmiştir. Düşük termal iletkenlik değerlerinin belirlenmesinin, özellikle küçük numune geometrileri veya genellikle küçük boyutlu numuneler için ölçüm cihazları açısından zor olacağı çalışmanın sonucunda ifade edilmiştir (Hans Peter Ebert ve diğerleri, 2021).

Sadeq Malakooti ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada, monolitik olarak poliüretan aerojel köpük sentezi gerçekleştirilmiştir. Sentez işleminde herhangi bir kalıp ya da köpükleştirici malzeme kullanmadan basınçlı bir sol-jel yaklaşımı kullanılarak köpük benzeri yapıyı elde ettiklerini belirtmişlerdir. Bu yeni teknik ile ürettikleri aerojel köpükler muadili olan aerojellerle karşılaştırılmış ve yaklaşık %25 daha düşük kütle yoğunluk değeri ile yaklaşık %10 daha yüksek gözeneklilik sergilemişlerdir. Aerojel köpüklerin termal iletkenliklerinin, karşılık gelen bozulmamış aerojellere kıyasla önemli ölçüde (% 25) 0.104'ten 0.077 Wm⁻¹ K⁻¹'e düştüğü gözlemlenmiştir. Jelleşme sıcaklığının ve enjekte edilen hava basıncının etkilerini kontrol etmek için daha fazla araştırma yapılmasına ihtiyaç bulunmaktadır. Yağ sızıntısı temizleme, CO₂ yakalama, kan

parçalama, hemodiyaliz için filtre vb. gibi uygulamaları gösteren aerojellerle, aerojel köpüklerin tüm bu uygulamalarda daha fazla nicel iyileştirmeler gösterebileceği çalışmanın sonucunda öneri olarak sunulmuştur (Sadeq Malakooti ve diğerleri, 2021).

2.3.3 Poliimid Aerojeller

Fonksiyonel bir organik aerojel olarak poliimid aerojellere son yıllardaki araştırmalarda sıkça rastlanmaktadır. Poliimidler, Şekil 2.7'de gösterildiği gibi, tekrar birimlerinde heterosiklik imid işlevselliklerine sahip olan adım veya yoğunlaşma polimerleridir. Genellikle organik diaminlerin ve organik tetrakarboksilik asitlerin veya bunların türevlerinin reaksiyonundan türetilirler. Poliimid aerojellerin sentezi için DuPont işlemi klasik yol olarak kabul edilir ve genellikle poliimid aerojelleri, diaminler ve dianhidritler kullanılarak iki aşamalı yöntemle sentezlenmektedir. Aromatik poliimidlerin sentezinde ilk aşama poliamik asit yani ön-polimer sentezidir. Kullanılan bu yaygın yöntemde ilk aşamada öncelikle aromatik diamin polar aprotik çözücüler içerisinde çözülmektedir. Bu çözelti içerisine dianhidrit oda sıcaklığında yavaş bir şekilde eklenerek poliamik asit eldesi gerçekleşir. İkinci aşamada, imidizasyon reaksiyonu ile poliamik asit halkasının kapanması gerçekleşir.

Literatürde en çok çalışılmış aerojel olan silika aerojeller gibi diğer inorganik aerojeller de yüksek kullanıma sahiptir. Ancak genellikle kırılgan yapıda olmaları ve özelliklerinin iyileştirilmesi gerektiğinden bu durum onların kullanım alanlarını daraltmaktadır. Polimerlerle güçlendirilmiş hibrit silika aerojellerin mükemmel mekanik güçleri vardır, ancak bu termal stabilitelerini düşürmektedir. Silika aerojellerle karşılaştırıldığında, poliimid aerojeller, mükemmel ısı yalıtım özellikleri, düşük yoğunluk ve esneklik ile birlikte mükemmel mekanik ve termal kararlılık sergileyerek, onları uzay ve havacılık uygulamaları için ideal bir yalıtım malzemesi haline getirmiştir.



R' = alifatik, aromatik R = sikloalifatik, aromatik

Şekil 2.7. Poliimidin genel yapısı (N. Gunduz, 2001).

Üç farklı imidizasyon yöntemi ile halka kapanması reaksiyonu gerçekleştirilebilir. Bunlar termal(kütle) imidizasyon, kimyasal imidizasyon ve çözelti imidizasyonudur. Çözelti imidizasyonunda farklılıklar olmasına rağmen, en yaygın yöntem reaksiyon çözücüsü olarak NMP'de dianhidrit ve diamin sentezidir. Halka kapanmasını sağlamak ve reaksiyon sırasında oluşan suyu çıkarmak için bir azeotropik madde kullanılır. Genelde kullanılan azeotropik çözücüler odiklorobenzen (o-DCB), sikloheksilpirrolidon (CHP), toluen veya ksilendir. Bu prosedürde, reaksiyon birkaç saat boyunca yüksek sıcaklıklarda (160-190 °C) gerçekleştirilir, bu da imidizasyon ile üretilen suyun bir DeanStark tuzağına damıtılmasına olanak vermektedir. Termal imidizasyon yöntemi uygun bir substrat üzerine bir poliamik asit çözeltisinin dökülmesinin ardından zaman ve sıcaklık döngüsünde kademeli gerçekleştirilecek olan proses ile solventin çıkarılmasını içermektedir. Zincir sertliğindeki artıştan dolayı halka kapanması üzerine çökebilen poliamik asitler için termal imidizasyon yönteminin kullanılması daha uygundur. Bu tez çalışmasında ön-polimer adımı olan poliamik asit sentezi gerçekleştirildikten sonra dehidre edici madde asetik anhidrit ve katalizör olarak piridin kullanılarak kimyasal imidizasyon ile halka kapanması sağlanmıştır. Bu imidizasyon yöntemi sırasında su salınmadığından, bu yaklaşım, termal konsolidasyon sırasında hidrolitik moleküler ağırlık bozunma potansiyelini ortadan kaldırmaktadır. Ayrıca bu yöntem ile yüksek sıcaklıklara ihtiyaç duymadan sürecin kısaltılması amaçlanmıştır. Sekil 2.8'de kimyasal imidizasyon mekanizması verilmiştir. Baz katalizör olarak piridin veya trietilamin kullanıldığında, amik asit, karışık bir anhidrit oluşturmak üzere asetik anhidrit ile reaksiyona girer. Karışık anhidrit ara ürününün oluşumu, rezonans yapısı 1 ve 2'ye yol açmaktadır. A yolunun termodinamik olarak elverişli olduğu belirtilmelidir. Bununla

birlikte, kinetik açıdan uygun izoimidizasyon ürünleri için, izoimidin termodinamik olarak daha kararlı imid formuna izomerize olması da mümkündür.



Şekil 2.8. Kimyasal imidizasyon mekanizması (N. Gunduz, 2001).

Poliimid sentezi farklı yöntemlerle de gerçekleştirilmektedir. Bunlar;

- Yüksek sıcaklıkta çözelti imidizasyonu ile tek adımda poliimid sentezi,
- Naylon-Tuz metodu ile poliimid sentezi,
- Transimidizasyon ile poliimidlerin sentezi,
- Diizosiyanatların ve dianhidritlerin polimerizasyonu ile poliimid sentezi,
- Aromatik nükleofilik yer değiştirme polimerizasyonu ile poliimid sentezi,
- Poliamik asitlerin türevleri yoluyla poliimidlerin sentezi gerçekeştirilebilmektedir. (D. Wilson ve diğerleri, 1990; Malay K. Ghosh ve K. L. Mittal, 2018)

Lee ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada aerojel sentez adımlarından biri olan solvent değişim işlemi için kullanılan solvent tipinin vakumla kurutulmuş poliimid aerojellerin gözenekliliği ve gözenek yapısı üzerindeki etkisi vurgulanmıştır. Çalışmada ayrıca ortam koşullarında ve vakum ile kurutma metodunun geliştirilmesinin endüstriyel kullanım için önemine değinilmiştir. Gözenek yapısı ve gözenekliliğin, solvent oranlarının basitçe ayarlanmasıyla kolayca kontrol edilebildiği çalışmada görülmektedir. Çözücü değiştirme işlemi sırasında karışık çözücülerin oranını ayarlayarak uygun bir gözeneklilik elde edilebileceği de anlaşılmaktadır. Ayrıca, solvent değişim süresi, endüstriyel uygulama için önceki çalışma raporlamalarına göre yaklaşık 10 saat gibi bir süre olarak ölçülmüştür. Mekanik özellikler, gözenekliliğe ve gözenek yapısına büyük ölçüde bağımlıdır çalışmada bağıl geçirgenlik, kontrollü gözenekliliğe göre geniş bir aralıkta ayarlanabilmiştir. Bu çalışmada önerilen yeni yaklaşımın, çeşitli endüstriyel uygulamalar için vakum/ortam-kurutulmuş PI aerojelleri tasarlamaya uygun olmasının beklendiği ve farklı aerojel tipleri içinde kullanılabileceği çalışmanın sonucunda ifade edilmiştir (Dae HoLee ve diğerleri, 2020).

Ghaffari Mosanenzadeh ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada iki farklı diamin ve iki farklı dianhidritin farklı oranlarda karıştırılmasıyla çeşitli poliimid aerojel sentezleri gerçekleştirilmiş. Sentezlenen yapılar termal, mekanik ve kimyasal özellikleri bakımından karşılaştırılmıştır. İki diaminin, iki dianhidrit ile çapraz bağlama kimyasalı BTC kullanılarak sentezi gerçekleştirilen aerojelin en düşük termal iletkenlik katsayısına sahip olduğu görülmektedir. Fakat tüm özellikleri ayrı ayrı ya da birlikte değerlendirmek gerektiğinde yoğunluk, gözeneklilik, büzülme, dayanım, bozulma sıcaklıkları da tartışılmalıdır. Üretilen çift omurga aerojel, daha önce araştırılan poliimid aerojellere göre 19.7 mW/mK⁻¹'lik %40 daha düşük ısı iletkenliğine ve ayrıca 0.068 g/cm⁻³'lük nispeten düşük bir yoğunlukta 1.64 MPa'lık bir sıkıştırma modülüne sahip olduğu belirtilmiştir (Shahriar Ghaffari Mosanenzadeh ve diğerleri, 2020).

Li ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada organo-çözünür poliimide dayalı güçlü poliimid aerojel lifleri üretmek için dondurarak kurutma ile birleştirilmiş kolay bir yaş çekim tekniği geliştirilmiştir. Çalışmada elde edilen poliimid aerojel liflerin yüksek gerilme mukavemeti (265 MPa) ve başlangıç modülüne (7,9 GPa) sahip olduğu ve bu özelliklerin poliimid aerojel liflere ince dokuma yeteneği kazandırdığı belirtilmiştir. Poliimid aerojel liflerin 3 boyutlu birbirine bağlı gözenekli ağ yapısı, life düşük ısı iletkenliği (0,052 W m⁻¹.K⁻¹) ve kumaşına, bastırılmış termal konveksiyon nedeniyle zorlu ortamlarda (–190 ila 320 °C) üstün bir ısı yalıtım özelliği kazandırdığı bildirilmiştir.

Ayrıca, poliimid aerojele faz değiştiren materyal aktarılması yoluyla yeni bir faz geçişli kompozit elyaf başarıyla üretilmiş ve faz değitiren kumaş, sıcaklık tamponlama performansına sahip fonksiyonel bir tekstil malzemesi olarak termo düzenleme kabiliyeti ve potansiyel uygulama göstermiştir. Isı yalıtımına ek olarak, gözenekli poliimid aerojel lifler, kolay bir akımsız kaplama işlemi ile elektriksel iletken lifler olarak da işlevselleştirilmiş ve elde edilen kumaşlar, mükemmel EMI ekranlama performansı sergilemişlerdir. İyi mekanik mukavemet, yüksek termal kararlılık, ultra düşük termal iletkenlik ve poliimid aerojel liflerin yüksek elektrik iletkenliği dahil olmak üzere kolay işlem, hafiflik ve çok fonksiyonlu performans özellikleri ile yeni nesil liflerde bir potansiyel olduğu çalışmanın sonucunda ifade edilmiştir (Mengmeng Li ve diğerleri, 2021).

Hou ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada silisyum karbur kristal kısa lifler eklenerek verimli ısı yalıtımı ve yüksek sıkıştırma performansına sahip yeni PI aerojel kompozitleri sentezlenmiştir. Bu kompozitler farklı SiC miktarları ile hazırlanmış ve karşılaştırılmışlardır. Çalışmanın sonucu olarak aerojeldeki SiC'ün büzülme önleyici ve yüksek sıcaklık dengeleyici olduğu görülmüştür. Ayrıca özellikle %5 SiC ilavesinin PI aerojel kompozitlerinin basınç dayanımını 1,09'dan 1,96 MPa'ya yükselttiği ve 0.0363 W/m.K gibi bir termal iletkenliğe sahip olduğu neticede güçlendirme ve sertleştirme etkisi ile yüksek sıcaklık kararlılığı da sağladığı çalışmada görülmektedir. Hazırlanan PI aerojel kompozitlerin, havacılıkta uygulama için aday olabilecek yüksek sıcaklık direnci, düşük termal iletkenlik ve yüksek basınç dayanımı gibi bütünleşmiş özelliklere sahip olduğu çalışmanın sonucunda ifade edilmiştir (Xianbo Hou ve diğerleri, 2021).

2.3.4 Hibrit Aerojeller

Aerojel malzemelerin geliştirilmesi, termal süper yalıtkanlar gibi genişletilmiş uygulamalar için artan mekanik mukavemet ve işlevsellik açısından önem arz etmektedir. Organik-inorganik hibridizasyon, sol-jel alanında gösterilen diğer materyallerde olduğu gibi aerojel bilim ve teknolojisinde bu amaçlar için anahtar stratejilerden biridir. Organikinorganik hibrit malzemeleri elde etmenin ana amacı, organik ve inorganik kısımların sinerjik kombinasyonları yoluyla yeni fonksiyonel malzemelerin keşfedilmesinde yatmaktadır. Organik-inorganik hibrit malzemeler, organik ve inorganik kısımlar arasındaki bağlantıya bağlı olarak sınıf I ve II olarak sınıflandırılmışlardır (Sanchez ve Ribot, 1994; Boury ve Corriu, 2002). Çeşitli hibrit malzemeler arasında, sınıf II hibritler genel olarak mikro yapılarda ve fiziksel özelliklerde daha iyi fizikokimyasal stabilite ve kontrol edilebilirlik göstermektedirler. Hibrit malzemelerin gelişimi, sol-jel prosesinin ilerlemesi ve yüksek sıcaklık gerektirmeyen diğer düşük sıcaklıklı sentetik yaklaşımlar tarafından teşvik edilmiştir (Sanchez ve diğerleri 2011, 2014). Sınıf I hibritleri, tasarlanmış bir sol-jel sisteminde iki ayrı organik ve inorganik bileşenin karıştırılmasıyla hazırlanabilirken, sınıf II hibritlerin sentezinde genellikle organo-ikameli inorganik öncüler veya silillenmiş polimerler kullanılmaktadır. Düşük yoğunluklu sınıf I ve II hibritlerde öncü bir çalışma olarak Novak ve arkadaşları aerojeller için iç içe geçen ağ kavramını tanımlamışlardır (Novak ve diğerleri, 1993).

Myoeum Kim ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, düşük büzülme, mekanik olarak güçlü bifenil tetrakarboksilik dianhidrit (BPDA) ve yüzeyi modifiyeli içi boş mezogözenekli silika (AHMS) nanoparçacıklarını içeren 4,4'-oksidianilin (ODA) poliimid hibrit aerojelleri, kimyasal imidizasyon ve süperkritik CO₂ kurutma ile sentezlenmiştir. Kurutma işlemi sırasında meydana gelen ıslak jellerin yüksek hacimli büzülmesini önlemek için, AHMS nanoparçacıkları, PI aerojellerinin ağ yapısına bir çapraz bağlayıcı olarak dahil edildiği ve bunun etkili olduğu belirtilmiştir. Bu çalışmada hazırlanan tüm aerojel numuneleri, poliimid hibrit nanoliflerin yüksek düzeyde birbirine bağlı, ağ benzeri yapısını göstermektedir. Hibrit nanolifler, yaklaşık 27.6 nm'lik bir ortalama çap ile oldukça iyi sonuç vermiştir. Aerojellerin bozunma sıcaklığı, 527.9 °C'dir. Aerojellerdeki amino işlevli silika, daha yüksek bir yüzey alanı, düşük büzülme ve düşük termal iletkenlik sağlamıştır. Ek olarak, PI aerojelleri, daha önce bildirilen polimer takviyeli silika aerojellerden daha yüksek modüle sahiptir. Mükemmel ısıl kararlılık, düşük yoğunluk, düşük büzülme, yüksek gözeneklilik ve yüksek yüzey alanı, bu malzemeleri 1sı yalıtımı, kataliz, düşük dielektrik, ince parçacık toplama alanlarındaki uygulamalar için avantajlı kılmaktadır (Myoeum Kim ve diğerleri, 2018)

Wei Fan ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada dondurarak kurutma yöntemi ve ardından termal imidizasyon ile PI/SiO₂ kompozit aerojeller sentezlenmiştir.

Çapraz bağlayıcılar gibi davranan amino işlevli SiO₂ nanoparçacıkları, büzülmeyi (< %20) önleyebilir ve aerojellerin yüksek gözenekliliğini (> %95) koruyabilir, bu da iyi yapı stabilitesine ve tek tip gözenekli yapıya sahip PI/SiO₂ kompozit aerojelleri ile sonuçlanır. Son derece gözenekli yapı ve nano boyutlu bileşenler (SiO₂ nanoparçacıkları), sırasıyla gaz iletimini engelleyerek ve ara yüzey termal direnci sağlayarak termal iletkenliğin azaltılmasına yarar sağlamışlardır. Sonuç olarak, düşük yoğunluklu PI/SiO₂ aerojel, aerojel malzemelerdeki en yüksek seviyelerden biri olan 334 kN.m.kg⁻¹ kadar yüksek spesifik sıkıştırma modülü ile iyi mekanik özellikler sergilemişlerdir. Daha da önemlisi, PI/SiO₂ kompozit aerojeller, oda sıcaklığında ve 300 °C'de sırasıyla 21.8 ve 33.2 mW.m⁻¹.K⁻¹ düşük ısı iletkenliği ile geniş bir sıcaklık aralığında süper yalıtım özellikleri göstermişlerdir. Mükemmel mekanik ve süper yalıtım özelliklerine sahip PI/SiO₂ kompozit aerojel, birçok sivil ve askeri alanda geniş uygulamalar için önerilebilir (Wei Fan ve diğerleri, 2019).

Xinhai Zhang ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada, hiyerarşik olarak gözenekli yapılara sahip termal yalıtkan ve alev geciktirici silika/poliimid (SiO₂/PI) nanokompozit aerojel, "ko-jel" yöntemi ile üretilmiştir. İlk olarak ko-jel ile suda çözünür poliimid (PAC) ve silika öncüleri kullanılarak homojen nanokompozit jel oluşturulmuştur. Ardından, kompleks jel dondurarak kurutmaya ve imidizasyon işlemine tabi tutulmuştur. Poliimid ve silika parçacıklarının serpiştirildiği ikili ağ yapısına sahip hedef nanokompozit aerojel elde edilmiştir. SiO2/PI nanokompozit aerojeller ayrıca yüksek hidrofobik özellikler (120 °-127 ° su temas açısı) sergileyerek, ısı yalıtım malzemelerinin önemli bir özelliği olan nem direnci de göstermişlerdir. Kullanılan TEOS miktarına göre numuneler isimlendirilmiş bu numunelerden SiO₂/PI-3 nanokompozit aerojel, 1.96 MP sıkıştırma modülü ve 52.7 m^2/s^2 özgül modülü ile yüksek mekanik özellik göstermiştir. Polimer bazlı aerojel ve aerojel benzeri malzemeler ile karşılaştırıldığında, hazırlanan SiO₂/PI nanokompozit aerojellerin, düşük yangın büyüme oranı (0,2-0,6 W/s) ile mükemmel alev dirençleri ve 25 °C ve 300 °C arasında 31,1 $mW/(m \cdot K)$ ile 58,5 mW.m⁻¹.K⁻¹ arasında değişen düşük termal iletkenliklerle mükemmel ısı yalıtım özellikleri sergilediği sonucu paylaşılmıştır. Bu nanokompozit aerojel, yangın güvenliğinin gerekli olduğu ısı yalıtımı alanlarında kullanım imkanı bulabilecek bir örnek teşkil etmektedir (Xinhai Zhang ve diğerleri, 2020).

Ling Lin ve Chaoxia Wang tarafından gerçekleştirilen çalışmada silikon aerojellerin ısı yalıtım performansının ve mekanik özelliğinin korunması amaçlanmıştır. Silikon aerojelin ısı yalıtım performansı ile poliüretan aerojellerin mekanik özelliğini birleştirmek için sol-jel tekniği kullanılarak hibrit aerojel sentezi gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan yeni hibrit materyal ile ısı yalıtımı ve mekanik performans göstermesi için gerekli yüksek spesifik yüzey alanı ve gözenek hacmine erişilmiştir. Bundan binaftil gruplarının ısıl yansıtıcı etkisininde payı olduğu çalışmada ifade edilmiştir. Termal stabilite silikon aerojele benzer ve ısı direnç sıcaklığı 445 °C'dir. Makromoleküler polimerlerin eklenmesi, partiküller arasındaki temas noktalarını, ağ iskeletlerinin partikülleri arasındaki temas alanlarını ve malzeme yapısının stabilitesini sağlayan iskelet malzemesinin destekleyici etkisini arttırdığı anlaşılmaktadır. Hazırlanan kompozitin sıkıştırma modülü, saf SiO₂ aerojellerinden 600 kat daha fazla olan 2.465 MPa'ya bu çalışma ile yükseltilmiştir (Ling Lin ve Chaoxia Wang, 2021).

2.4. Aerojellerin Tekstil Materyallerinde Termal ve Akustik Yalıtım Uygulamaları

Gürültü kontrol uygulamalarında pek çok farklı ses emici malzeme kullanılmaktadır. Bu malzemeler cam elyafı, polimerik elyaflı malzemeler ve çeşitli köpük türlerini içermektedir (Bryan H. Song ve J. Stuart Bolton, 1999). Akustik malzeme, oda akustiğinin kontrolü, endüstriyel gürültü kontrolü, stüdyo akustiği ve otomotiv akustiği gibi kavramlar akustik mühendisliğinde önem arz etmektedir. Daha yüksek veya eşit akustik performans ile düşük ağırlık, son yıllarda otomotiv endüstrisinin ana hedefidir. Bir ses dalgasının içinden geçerken akustik enerjisini absorpsiyon olayı ile azaltan malzemelere ses yutucu malzemeler denir. Yansıyan dalgaların genliğini azaltarak kapalı bir hacmin akustik ortamını yumuşatmak için yaygın olarak kullanılırlar (H.S. Seddeq, 2009). Keçe tipi malzemeler genellikle düşük frekanslardan yüksek frekanslara doğru yarı doğrusal olarak artan bir ses emme katsayısına sahiptir. Bir keçenin orta frekans absorpsiyon performansını artırmak isteyebileceğiniz durumlar olabilir. Yakın gelecekte, elektrikli araçların varlığıyla, günümüzün içten yanmalı motorlarının ürettiği geniş bantlı bir arka plan gürültüsünün olmaması nedeniyle ton sesleri bugünden daha önemli hale gelecektir. Bu gibi durumlarda, günümüz akustik paketlerine benzer ağırlıklara sahip ayarlanabilir ses yutucu malzemeler daha önemli olacaktır.

Dongmei Huang ve Chenning Guo tarafından gerçekleştirilen çalışmada, itfaiyecilerin koruyucu giysilerine silika aerojel eklenmiştir. Çalışmada silika aerojel içeren ve içermeyen kumaşlar karşılaştırılmıştır. Aerojel katkılı malzemenin termal performansı daha iyi sonuç vermiştir. Çalışma sonucunda belirli bir kalınlık sonrası aerojel etkisinin yüzeydeki ısıya etkisinin azaldığı bu nedenle optimal bir kalınlık belirlenmesi gerektiği belirtilmiştir. Termal gravimetrik analiz sonucunda ticari termal astar malzemesinin toplam kütle kaybı, silika aerojelinkinden önemli ölçüde daha büyük çıkmıştır. Termal astar malzemesinde, piroliz 200 °C'de başlayan pirolitik bozunma yoluyla gerçekleşmiş; silika aerojelde ayrışma 300 °C'de başlamıştır (Dongmei Huang ve Chenning Guo, 2017).

Liu ve arkadaşları, bina yalıtımında kullanılan geleneksel malzemelerin nem çekme dezavantajına çözüm olabilecek polyester elyaf keçe/silika aerojel kompozit ısı yalıtım malzemesi hazırlamışlardır. Polyester elyaf keçenin ısıl iletkenliğinin ve nem emiciliğinin, ortam neminin artmasıyla önemli ölçüde arttığı gözlemlenmiştir. Silika aerojel ile birleştirildikten sonra, hem nem emme hem de termal iletkenlik önemli ölçüde azalmış ve yüksek nemde bile küçük bir değer görülmüştür. Kompozitlerin nem emme oranı yaklaşık %1 ve termal iletkenlik 0.0176–0.0187 W/m.K olarak bulunmuştur. Özellikle nem emme oranları karşılaştırıldığında yeni malzemede 15 kat azalma gözlenmiştir. Hazırlanan lifli keçe/silika aerojel kompozitlerin bina yalıtımında nemli alanlarda bile yaygın olarak kullanılabileceği çalışma sonucunda ifade edilmiştir (Yanchen Liu ve diğerleri, 2020).

Hung ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada farklı Cam Lifi ve Karbon Lifi oranlarıyla birleştirilen Silika Aerojellerin ısı yalıtım performansı incelenmiştir. Cam Lifi/Silika Aerojel ile Cam Lifi/Karbon Lifi/Silika Aerojel kompozit yapıları karşılaştırılmıştır. Sandviç termal yalıtım battaniyesi olarak oluşturulan Silika Aerojel/Cam Lifi/Karbon Lifi kompozitler (ısı yalıtım katmanı olarak %5 taraklama KF ve yapı güçlendirme katmanları olarak iki CF battaniye katmanı kullanılmıştır) daha iyi eğilme mukavemeti ve daha düşük termal iletkenlik göstermiştir. Bu çalışma da sonuç olarak, pratik kullanımlar için sağlam ve sürdürülebilir ısı yalıtımı amaçlı aerojel kompozitleri hazırlamak için alternatif bir yol olduğu çalışmanın sonucunda ifade edilmiştir (Wei-Cheng Hung ve diğerleri, 2020)

Talebi ve arkadaşları silika aerojel/polyester (PET) battaniyelerin ses emici özellikleri incelenmiştir. PET elyaflar, endüstriyel ölçekte bir kompakt eriyik çekim makinesinde çekilmiş ve ardından laboratuvar ölçeğinde bir iğneleme hattında dokunmamış kumaşlara dönüştürülmüştür. Silika aerojel örtüleri, iki aşamalı bir tetraetoksisilan sol-jel tekniği kullanılarak dokusuz kumaşlar üzerinde silika aerojel sentezlenerek ve ortam basıncında kurutularak yapılmıştır. Değişen gözenek yapıları ve karakteristiklere sahip aerojel partikülleri üretmek için çeşitli sentez koşulları kullanılmıştır. Daha düşük kütle yoğunlukları, daha büyük gözenek boyutları ve daha yüksek gözenekler ile silika aerojellerde ses absorpsiyonunun üstün olduğu gösterilmiştir (Zahra Talebi ve arkadaşları, 2019)

Cláudio M. R. Almeida ve arkadaşları tarafından farklı aramid lifleri ile güçlendirilmiş silika aerojel kompozitleri sentezlenmiş ve uzay araçlarının termal koruma sistemlerinde potansiyel kullanımları göz önünde bulundurularak karşılaştırılmıştır. Kompozitler tetraetoksisilan ve viniltrimetoksisilandan hazırlanmış ve ağ aramid lifleri ile güçlendirilmiştir. Sonuçlar, liflerin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin önemli olduğunu ve farklı özelliklere/performanslara sahip kompozitlere yol açtığını göstermiştir. Elde edilen yığın yoğunluğu değerlerinin, 150 kg.m⁻³'e kadar düştüğü gözlenmiştir. Sonuç olarak 28 ile 36 mW.m⁻¹.K⁻¹ arasında termal iletkenliklere ve 550 °C'ye kadar termal stabiliteye ulaşan çok iyi düzeyde termal özellik değerlerine ulaşılmıştır. Kısa lifler, daha düşük termal iletkenliğe sahip daha sert kompozitler üretirken, daha uzun lifler arasında meta-aramid içeren lifler, en iyi yalıtım performansına sahip nanokompozitler oluşturmuştur. Uzay koşullarına uygunluğu değerlendirmek için, bu aerojel kompozitlerin bu uygulama için uygunluğunu teyit etmek üzere, uzay malzemeleri kalifikasyonu için termal döngü ve gaz çıkışı gibi standart testler yapılarak değerlendirmeler buna göre gerçekleştirilmiştir. (Cláudio M. R. Almeida, 2021)

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Kullanılan Malzemeler

3.1.1 Keçe

Ağırlıkça %30 epoksi toz reçine içeren 1000 g/m² gramaja sahip tekstil üretim atıklarından geri kazanılmış elyaftan hava dinamiği yöntemi ile üretilmiş dokusuz yüzey keçe alt ve üst katman olarak kullanılmıştır. Keçe malzemeler Formfleks Otomotiv Yan San. ve Tic. A.Ş. tarafından proje kapsamında üretilmiştir.

3.1.2. Silika Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Monolitik Silika Aerojel sentezinde % 98 saflıkta tetraetil ortosilikat, % 99,8 saflıkta metanol (MetOH), % 99,9 saflıkta etanol (MeOH), % 25'lik amonyum hidroksit (NH4OH), 0,5 N hidroklorik asit (HCl) kimyasalları kullanılmıştır. TEOS ve MeOH Sigma Aldrich firmasından, EtOH, NH4OH ve HCl İsolab firmasından tedarik edilmiştir (Çizelge 3.1).

Kimyasalın Adı	Kimyasal Formülasyonu	CAS Numarası	Kimyasal Yapısı
TEOS Tetraetilortosilikat	(C ₂ H₅O)₄Si	78-10-4	
MeOH Metanol	СН₃ОН	67-56-1	————он
EtOH Etanol	CH ₃ CH ₂ OH	64-17-5	ОН
Amonyum Hidroksit	NH4OH	1336-21-6	NH4 ⁺ OH
Hidrojen Klorür	HC1	7647-01-0	HCI

Çizelge 3.1. Silika aerojel sentezinde kullanılan kimyasal malzemeler

3.1.3. Poliüretan Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Monolitik Poliüretan Aerojel sentezinde % 98 saflıkta metilendifenil diizosiyanat (MDI), moleküler kütle dağılımında yaklaşık 1000000 toz nominal değere sahip polietilen oksit (PEO), % 99 saflıkta 1,4 bütandiol (BDO) ve % 99,5 saflıkta N-Metil-2-Pirrolidon (NMP) ve % 99,9 saflıkta etanol (EtOH) kullanılmıştır. Poliüretan aerojel sentezinde kullanılan tüm kimyasallar Sigma Aldrich firmasından tedarik edilmiştir. Kimyasallara ait CAS numaraları, kimyasal yapı ve formülasyonları Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Kimyasalın Adı	Kimyasal Formülasyonu	CAS Numarası	Kimyasal Yapısı
(MDI) Metilendifenil Diizosiyanat	CH ₂ (C ₆ H ₄ NCO) ₂	101-68-8	
PEO Polietilen Oksit	(-CH ₂ CH ₂ O-) _n	25322-68-3	
BDO 1,4 Bütandiol	HO(CH ₂) ₄ OH	110-63-4	но
NMP N-Metil-2- Pirrolidon	C₅H9NO	872-50-4	

Çizelge 3.2. Poliüretan sentezinde kullanılan kimyasal malzemeler

3.1.4. Poliimid Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Monolitik Poliimid Aerojel sentezinde % 97 saflıkta 3,3'4,4'-Bifenil tetrakarboksilik asit dianhidrit (BPDA), % 97 saflıkta piromellitik dianhydride (PMDA), % 97 saflıkta 4,4'- oksidanilin (ODA), % 98 saflıkta 1,3,5 Benzentrikarbonil triklorür (BTC), N-Metil-2-Pirrolidon (NMP) ve % 99,9 saflıkta etanol (EtOH) kullanılmıştır. Poliimid aerojel sentezinde kullanılan tüm kimyasallar Sigma Aldrich firmasından tedarik edilmiştir (Çizelge 3.3).

Kimyasalın Adı	Kimyasal Formülasyonu	CAS Numarası	Kimyasal Yapısı
BPDA 3,3'4,4'-Bifenil Tetrakarboksilik Asit Dianhidrit	$C_{16}H_6O_6$	2420-87-3	
PMDA Piromellitik Dianhidrit	C ₁₀ H ₂ O ₆	89-32-7	
ODA 4,4'-Oksidanilin	O(C ₆ H ₄ NH ₂) ₂	101-80-4	H ₂ N NH ₂
BTC Benzentrikarbonil Triklorür	C ₆ H ₃ (COCl) ₃	4422-95-1	
Asetik Anhidrit	(CH ₃ CO) ₂ O	108-24-7	
Piridin	C5H3N	110-86-1	

Çizelge 3.3. Poliimid sentezinde kullanılan kimyasal malzemeler

3.1.5. Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel sentezinde % 98 saflıkta tetraetil ortosilikat, %99,8 saflıkta metanol (MetOH), % 99,9 saflıkta etanol (MeOH), % 25'lik amonyum hidroksit (NH4OH), 0,5 N hidroklorik asit (HCl), % 98 saflıkta metilendifenil diizosiyanat (MDI), moleküler kütle dağılımında yaklaşık 1000000 toz nominal değere sahip polietilen oksit (PEO), % 99 saflıkta 1,4 bütandiol (BDO), ve % 99,5 saflıkta N-Metil-2-Pirrolidon (NMP) kimyasalları kullanılmıştır. EtOH, NH4OH ve HCl kimyasalları İsolab firmasından, diğer kimyasallar ise Sigma Aldrich firmasından tedarik edilmiştir (Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.2).

3.1.6. Silika-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel sentezinde % 98 saflıkta tetraetil ortosilikat, % 99,8 saflıkta metanol (MetOH), % 99,9 saflıkta etanol (MeOH), % 25'lik amonyum hidroksit (NH4OH), 0,5 N hidroklorik asit (HCl), % 97 saflıkta 3,3'4,4'-Bifenil tetrakarboksilik asit dianhidrit (BPDA), %97 saflıkta piromellitik dianhydride (PMDA), % 97 saflıkta 4,4'- oksidanilin (ODA), % 98 saflıkta 1,3,5 Benzentrikarbonil triklorür (BTC) ve N-Metil-2-Pirrolidon (NMP) kullanılmıştır. EtOH, NH4OH ve HCl kimyasalları İsolab firmasından, diğer kimyasallar ise Sigma Aldrich firmasından tedarik edilmiştir (Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.3).

3.1.7. Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel sentezinde % 98 saflıkta metilendifenil diizosiyanat (MDI), moleküler kütle dağılımında yaklaşık 1000000 toz nominal değere sahip polietilen oksit (PEO), % 99 saflıkta 1,4 bütandiol (BDO) ve % 99,5 saflıkta N-Metil-2-Pirrolidon (NMP), % 97 saflıkta 3,3'4,4'-Bifenil tetrakarboksilik asit dianhidrit (BPDA), %97 saflıkta piromellitik dianhydride (PMDA), % 97 saflıkta 4,4'-oksidanilin (ODA), % 98 saflıkta 1,3,5 Benzentrikarbonil triklorür (BTC), N-Metil-2-Pirrolidon (NMP) ve % 99,9 saflıkta etanol (EtOH) kullanılmıştır. Sentez işleminde kullanılan tüm kimyasallar Sigma Aldrich firmasından tedarik edilmiştir (Çizelge 3.2 ve Çizelge 3.3).

3.1.8. Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezinde Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel sentezinde % 98 saflıkta tetraetil ortosilikat, % 99,8 saflıkta metanol (MetOH), % 99,9 saflıkta etanol (MeOH) , % 25'lik amonyum hidroksit (NH4OH), 0,5 N hidroklorik asit (HCl), % 98 saflıkta metilendifenil diizosiyanat (MDI), moleküler kütle dağılımında yaklaşık 1000000 toz nominal değere sahip polietilen oksit (PEO), % 99 saflıkta 1,4 bütandiol (BDO) ve % 99,5 saflıkta N-Metil-2-Pirrolidon (NMP), % 97 saflıkta 3,3'4,4'-Bifenil tetrakarboksilik asit dianhidrit (BPDA), %97 saflıkta piromellitik dianhydride (PMDA), % 97 saflıkta 4,4'-oksidanilin (ODA), % 98 saflıkta 1,3,5 Benzentrikarbonil triklorür (BTC) , N-Metil-2-Pirrolidon (NMP) ve % 99,9 saflıkta etanol (EtOH) kullanılmıştır. EtOH, NH4OH ve HCl kimyasalları İsolab firmasından, diğer tüm kimyasallar ise Sigma Aldrich firmasından tedarik edilmiştir (Çizelge 3.1, Çizelge 3.2 ve Çizelge 3.3).

3.2. Yöntem

Sol-Jel Yöntemi inorganik ve organik/inorganik hibrit polimerik yapıların elde edilmesinde kullanılabilen bir yöntemdir. Sol-Jel Yöntemi, sentezi gerçekleştirilecek yapıya ulaşmadan henüz ön başlatıcının dönüşümü sırasında reaksiyon yolunda moleküler seviyede kontrol imkânı sunar, bu durum katı hal prosesleri düşünüldüğünde önemli bir özelliktir. Ancak bu yöntemde sentez işlem adımlarının tekrarlanabilirliğini sağlamak reaksiyon parametrelerinin (pH, sıcaklık, karıştırma hızı, vb.) sayısının fazla olması dolayısı ile önem arz etmektedir. Bu nedenle yöntemde etkili olan parametrelere dikkat edilmelidir. Bu tez çalışmasında monolitik ve hibrit aerojel sentezleri Sol-Jel Yöntemi ile gerçekleştirilmiştir (Şafak Toygun ve diğerleri, 2013). Sol-Jel işlemi ile ilgili basamak adımları tezin '**2.3. Aerojeller ve Sentez Adımları**' başlığı altında detaylı şekilde anlatılmıştır.

Tez çalışmasında gerçekleşen tüm aerojel sentezleri inert gaz (azot) ortamında Şekil 3.1.'de yer verdiğimiz düzenekte gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.1. Aerojel sentezinin gerçekleştirildiği düzenek

Aerojel sentezinin son işlem adımı olan kurutma adımı Şekil 3.2'de görüntüsü yer alan Superex Aero-1000 ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.2. Superex Aero-1000 (süperkritik CO₂ kurutma cihazı)

Sentezi gerçekleşen monolitik ve hibrit aerojellerden 100'er gram alınmış ve 40 cm² şeklinde kestiğimiz keçe malzemelerin arasına toz/parçacık şeklinde dağıtılmıştır. Hazırlamış olduğumuz keçeler Bursa Teknoloji Koordinasyon Arge Merkezi'nde POLMAK-PLM30T cihazında 170 °C'de kalıplanmıştır.

3.2.1. Silika Aerojel Sentezi

Silika aerojel sentezini hem asidik hem bazik koşulları içeren iki adımlı sentez yöntemi ile gerçekleştirdik. İki aşamalı sistemde asit katalizör eklenerek ilk adım olan hidroliz basamağı gerçekleştirildi ardından baz katalizör eklenerek ikinci adım olan kondenzasyon basamağı gerçekleştirilerek jel ağı oluşması sağlanmıştır (David Levy ve Marcos Zayat, 2015).

İlk olarak iki ayrı çözelti hazırlanmıştır. Bunlardan ilki Çizelge 3.4.'te verilen hacim oranlarında TEOS ve MeOH karıştırılarak hazırlanan alkoksit çözeltisidir. İkinci çözelti ise Çizelge 3.5.'teki 7/1000 oranında seyreltilmiş %25'lik NH4OH ile MeOH karıştırılarak hazırlanan çözeltidir. Her iki çözelti de manyetik karıştırıcıda 3 saat 400 rpm'de hazırlanmıştır. Alkoksit çözeltisi 3 saat boyunca hidrolize edildikten sonra kondenzasyonun sağlanması için hazırlanan ikinci çözelti alkoksit çözeltisi üzerine ilave edilmiştir. Hazırlanan bu sol çözeltisi yarım saat karıştırıldıktan sonra silikon yapışmaz kalıplara dökülmüştür. Yaklaşık 2 saat sonra jel kıvamına gelen silika jeller jel ağının güçlendirilmesi için etanol içerisinde yaşlandırılmıştır. Yaşlandırma işleminin yapıldığı 3 gün süresince etanol çözeltisi 24 saatte bir değiştirilmiştir.

Hidrolize Edilen Alkoksit Çözeltisi		
Kimyasal	Hacimsel Oran	
TEOS	100	
МеОН	100	
HCl	1	

Çizelge 3.4. Alkoksit çözeltisi
Polikondenzasyon İçin Hazırlanan Çözelti	
Kimyasal	Hacimsel Oran
Seyreltilmiş NH4OH	50
MeOH	100

Çizelge 3.5. Polikondenzasyon için hazırlanan çözelti

Son olarak 100 bar ve 40°C'de son işlem adımı olan kurutma, süperkritik CO₂ cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.3.'te sentezlemiş olduğumuz Silika Aerojel numunesi görülmektedir.



Şekil 3.3. Silika aerojel numunesi

3.2.2. Poliüretan Aerojel Sentezi

Poliüretan sentezi iki adım prosesi ile gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemde ilk adımda poliol ve aşırı diizosiyanat reaksiyona sokularak ön-polimer eldesi gerçekleştirilmiştir. İkinci adımda ise zincir uzatıcı reaksiyona sokularak yüksek molekül ağırlıklı poliüretan sentezi gerçekleşmiştir(Michael Szycher, 2013;Niranjan Karak, 2017).

PEO, NMP çözücüsü içerisinde 60 °C'de su banyosunda manyetik karıştırıcıda 400 rpm'de çözülmüştür.

MDI, NMP çözücüsü içerisinde 60 °C'de su banyosunda manyetik karıştırıcıda 400 rpm'de çözülmüştür.

Hazırlanan izosiyonat çözeltisi poliol çözeltisine eklenmiştir. Ön-polimer çözeltisi 60 °C'de su banyosunda manyetik karıştırıcıda 1000 rpm'de 2 saat karıştırılmaya devam etmiştir. Ardından ön-polimer çözeltisine 1,4 BDO eklenmiş ve 2 saat boyunca 60 °C'de su banyosunda 1000 rpm'de manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Ardından banyo suyu değiştirilmiş 25 °C'de 1200 rpm'de manyetik karıştırıcıda 3 saat karıştırılmış ve polimer 80 °C'de etüvde yaklaşık 5 saat boyunca jelleşmeye bırakılmıştır. Jelleşmenin ardından yaşlandırma işlem adımı gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.4. Etüvden çıkarılmış poliüretan jel

Yaşlandırma işleminin yapıldığı 3 gün süresince etanol çözeltisi 24 saatte bir değiştirilmiştir. Son olarak 100 bar ve 40°C'de süperkritik CO₂ cihazı ile son işlem adımı olan kurutma gerçekleştirilmiştir.

3.2.3. Poliimid Aerojel Sentezi

İlk aşama yüksek molekül ağırlığına sahip poliamik asit eldesidir. Bunun için bir diaminin (ODA) aprotik bir çözücüde (NMP) çözülmesi ve ardından bu çözeltiye tetrakarboksilik dianhidritin (BPDA ve PMDA) yavaş yavaş oda sıcaklığında ya da buz banyosu içinde ilavesiyle elde edilir. İkinci basamak ise poliamik asidin uygun bir yöntemle (kütle, kimyasal veya çözelti imidizasyonu) siklodehidratasyonu ile halka kapanmasıyla poliimidlerin elde edilmesidir (D. Wilson ve diğerleri, 1990; Malay K. Ghosh ve K. L. Mittal, 2018).

NMP çözücüsüne sırası ile ODA, BPDA, PMDA ve son olarak BTC eklenmiştir. Hazırlanan poliamik asit çözeltisi 80 °C'de 2 saat karıştırılmıştır. Halka kapanması birkaç yolla yapılabilmektedir. Tez çalışmasında kimyasal imidizasyon tercih edilmiştir. Bu yüzden Asetik Anhidrit çözeltiye ilave edilmiş ve jelleşme sürecinin kısalması için piridin katalizör olarak çözeltiye eklenmiştir. Birkaç dakika içerisinde jelleşme gözlenmiştir. Jelleşmenin ardından yaşlandırma işlem adımı gerçekleştirilmiştir. Yaşlandırma işleminin yapıldığı 3 gün süresince etanol çözeltisi 24 saatte bir değiştirilmiştir.



Şekil 3.5. Yaşlandırma sürecinde monolitik poliimid jeller ve silika-poliimid hibrit jeller

Son olarak 100 bar ve 40°C'de süperkritik CO₂ cihazı ile son işlem adımı olan kurutma gerçekleştirilmiştir.

3.2.4. Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel Sentezi

Monolitik sentezler sırasında hazırlandığı üzere benzer şekilde silika sol çözeltisi ve poliüretan sentezi sırasında hazırlanan ön-polimer 1:1 oranında oda sıcaklığında 400 rpm'de manyetik karıştırıcıda 1 saat karıştırılmıştır. Ardından jelleşmeye bırakılmıştır.

Jelleşme 6 saat sonunda gerçekleşmiştir. Jelleşmenin ardından yaşlandırma işlem adımı gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.6. Silika-Poliüretan hibrit jel numunesi

Yaşlandırma işleminin yapıldığı 3 gün süresince etanol çözeltisi 24 saatte bir değiştirilmiştir. Son olarak 100 bar ve 40°C'de süperkritik CO₂ cihazı ile son işlem adımı olan kurutma gerçekleştirilmiştir.

3.2.5. Silika-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezi

Monolitik sentezler sırasında hazırlandığı üzere benzer şekilde silika sol çözeltisi ve poliimid sentezi sırasında hazırlanan poliamik asit 1:1 hacimsel oranda oda sıcaklığında 400 rpm'de manyetik karıştırıcıda 1 saat karıştırılmıştır. Halka kapanmasının sağlanması için 15 mL Asetik Anhidrit çözeltiye ilave edilmiş ve jelleşme sürecinin kısalması için 3 mL piridin katalizör olarak çözeltiye eklenmiştir. Yaklaşık 1 saat içerisinde jelleşme gözlenmiştir. Jelleşmenin ardından yaşlandırma işlem adımı gerçekleştirilmiştir. Yaşlandırma işleminin yapıldığı 3 gün süresince etanol çözeltisi 24 saatte bir değiştirilmiştir. Son olarak 100 bar ve 40°C'de süperkritik CO₂ cihazı ile son işlem adımı

3.2.6. Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezi

Monolitik poliüretan sentezi sırasında hazırlanan ön-polimer ve poliimid sentezi sırasında hazırlanan poliamik asit 1:1 oranında 60 °C'de su banyosunda 400 rpm'de manyetik karıştırıcıda 2 saat karıştırılmıştır. Halka kapanmasının sağlanması için 5 mL Asetik Anhidrit çözeltiye ilave edilmiş ve jelleşme sürecinin kısalması için 1 mL piridin katalizör olarak çözeltiye eklenmiştir. Yaklaşık 1 saat içerisinde jelleşme gözlenmiştir. Jelleşmenin ardından yaşlandırma işlem adımı gerçekleştirilmiştir. Yaşlandırma işleminin yapıldığı 3 gün süresince etanol çözeltisi 24 saatte bir değiştirilmiştir. Yaşlandırma sırasındaki görüntüsü Şekil 3.7'de verilmiştir.



Şekil 3.7. Metanol içerisinde yaşlandırma sırasında poliüretan-poliimid hibrit jel

Son olarak 100 bar ve 40°C'de süperkritik CO₂ cihazı ile son işlem adımı olan kurutma gerçekleştirilmiştir.

3.2.7. Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel Sentezi

Silika sol çözeltisi, poliüretan sentezi sırasında hazırlanan ön-polimer ve poliimid sentezi sırasında hazırlanan poliamik asit 1:1:1 oranında 25 °C'de su banyosunda 400 rpm'de manyetik karıştırıcıda 1 saat karıştırılmıştır. Halka kapanmasının sağlanması için 15 mL

Asetik Anhidrit çözeltiye ilave edilmiş ve jelleşme sürecinin kısalması için 3 mL piridin katalizör olarak çözeltiye eklenmiştir. Yaklaşık 2 saat içerisinde jelleşme gözlenmiştir. Jelleşmenin ardından yaşlandırma işlem adımı gerçekleştirilmiştir. Yaşlandırma işleminin yapıldığı 3 gün süresince etanol çözeltisi 24 saatte bir değiştirilmiştir. Son olarak 100 bar ve 40°C'de süperkritik CO₂ cihazı ile son işlem adımı olan kurutma gerçekleştirilmiştir.

3.2.8. Sentezlenen Aerojellerin Keçe Malzeme Arasında Preslenmesi

Sentezi gerçekleşen monolitik ve hibrit aerojellerden 100'er gram alınmış ve 40 cm² şeklinde kestiğimiz keçe malzemelerin arasına toz/parçacık şeklinde dağıtılmıştır. Yani burada keçe malzemenin 1/8 oranında aerojel katkısı yapılmıştır. Termal ve akustik yalıtım değerlerinin karşılaştırmalarının doğru sonuçlar vermesi için aerojel katkılı keçeler ile eşit ağırlıkta katkısız keçede hazırlanmıştır. Hazırlamış olduğumuz keçeler Bursa Teknoloji Koordinasyon Arge Merkezi'nde POLMAK-PLM30T cihazında 170 °C'de kalıplanmıştır (Şekil 3.8, Şekil 3.9, Şekil 3.10).



Şekil 3.8. Kesilmiş keçeler (a) ve keçelerin cihaz kalıbına yerleştirilmesine ait görüntüler (b)



Şekil 3.9. POLMAK-PLM30T cihazı iç (a) ve dış görünümü (b)

POLMAK-PLM30T cihazı kalıbında soğutma işlemi de yapılabilmektedir. Presleme ve soğutma işlemlerini gerçekleştirmek üzere kalıbı yerleştirdiğim sırada çekilmiş görüntüler Şekil 3.10'da görülmektedir.



Şekil 3.10. POLMAK-PLM30T presleme (a) ve soğutma (b) bölmelerine kalıbın yerleştirilmesi

3.2.9. Aerojel Aktarılmış Keçe Malzemelerin Termal İletkenlik Ölçümü

Monolitik, ikili hibrit ve üçlü hibrit olmak üzere 7 adet aerojel sentezlenmiştir. Sentezi gerçekleşen monolitik ve hibrit aerojellerden 100'er gram alınmış ve 40 cm² şeklinde kestiğimiz keçe malzemelerin arasına toz/parçacık şeklinde dağıtılmıştır. Aerojel katkılı ve katkı içermeyen keçelerin termal iletkenlik ölçümleri Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Laboratuvarı'nda ALAMBETA cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.11.).



Şekil 3.11. ALAMBETA test cihazının görüntüsü



Şekil 3.12. ALAMBETA cihazının işlevsel şeması (1- ölçüm kafası, 2- bakır blok, 3elektrikli ısıtıcı, 4 - ısı akış sensörü, 5- ölçülen numune, 6 - alet tabanı, 7 - kafa kaldırma mekanizması, 8 - direnç termometre, 9 – tekstil malzemesi) (Gunesoglu, S. ve diğerleri, 2005)

Cihazda numune ölçüm kafası ile alet tabanı arasına konulmaktadır. Ölçüm için cihaz başlatıldığında, ısı akış sensörünü ihtiva eden ölçüm kafası aşağıya inmektedir ve alt plakaya düzlemsel bir şekilde yerleştirilen numuneye 200 Pa basınç ile temas etmektedir. Bu ölçüm metodunda üst ölçüm plakası 32 °C ve alt ölçüm plakası 22 °C sıcaklığındadır. Alambeta cihazında termal iletkenlik katsayısı (k), termal difüzyon katsayısı (a), termal absorbsiyon katsayısı(b), termal direnç katsayısı (r), materyal kalınlığı (h), maksimum ve

kararlı ısı akış yoğunluk oranı (p), kararlı ısı akış yoğunluğu (q_s) ölçüm değerleri ölçümü de yapılabilmektedir. (Güney, F. ve Üçgül, İ., 2010).

Bu tez çalışmasında kalınlık tüm numuneler için sabit tutulmuş ve sadece termal iletkenlik katsayısı ölçümü gerçekleştirilmiştir. Isı iletkenlik katsayısı (λ) ile malzemenin kalınlığı malzemenin yalıtım özelliği ile ilgili gerekli sonuca ulaşmamız için yeterli olmuştur.

3.2.10. Aerojel Aktarılmış Keçe Malzemelerin Akustik Ölçümleri

Malzemelerin ses yutum katsayısının belirlenmesi için iki mikrofonlu transfer fonksiyon metoduna göre ölçüm yapan empedans tüpü test metodu kullanılarak ISO 10534-2 standardına göre ölçümler gerçekleştirilmiştir. Empedans tüpü test düzeneği bir adet Brüel&Kjær tüp donanımı, bir adet NI veri toplama sistemi, bir adet amfi, iki adet ¼ Gras mikrofon ve toplanan verilerin hesaplanması ve grafiğinin çizilmesi için TestSens yazılımından oluşmaktadır(Şekil 3.13) (Tunahan Doğru, 2020).



Şekil 3.13. Ses yutum kaybı ölçümü sırasında empedans tüpü test düzeneği (Tunahan Doğru, 2020)

Malzemelerin ses yutum katsayısı ölçümleri ASTM E2611–19 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Bu test yönteminde test düzeneği bir adet Brüel&Kjær tüp donanımı, bir adet NI veri toplama sistemi, bir adet amfi, dört adet ¼ Gras mikrofon ve toplanan

verilerin hesaplanması ve grafiğinin çizilmesi için TestSens yazılımından oluşmaktadır. Ölçümler için test düzeneği 6 dB amfi ses seviyesine ayarlanarak 24 saniyelik ölçüm süresinde ve rastgele ses dalgalarında gerçekleştirilmiştir(Tunahan Doğru, 2020).



Şekil 3.14. Ses iletim kaybı ölçümü sırasında empedans tüpü test düzeneği (Tunahan Doğru, 2020).

Ses yutum katsayısı ve ses iletim kaybı ölçümleri, yüksek frekanslar için 29 mm çaplı küçük tüp ile, düşük frekanslar için 100 mm çaplı büyük tüp ile test edilmiştir(Şekil 3.15)



Şekil 3.15. a) 29 mm ve b) 100 mm çaplarındaki empedans tüpleri (Tunahan Doğru, 2020).

3.2.11. Aerojel Aktarılmış Keçe Malzemelerin Kopma Mukavameti Ölçümleri

Numunelerin kopma mukavemeti deneyleri TS EN 29073-3 "Dokunmamış (nonwoven) mamuller için deney metotları kısım 3: Kopma mukavemeti ve uzama tayini" standardına göre Shimadzu AG-X HS mukavemet test cihazında gerçekleştirilmiştir. Çene mesafesi 100 mm, çene hızı 10 mm/dk ve ön gerilme 2 Newton olacak şekilde 45 adet numuneye kuvvet uygulanarak maksimum kuvvet değerleri ölçülmüştür. 9 örnek numune için 5 tekrarlı test yapılıp ortalama değer alınmıştır.

3.2.12. FT-IR Analizi

Monolitik ve hibrit aerojellerin kompozisyonunun tespiti, bağ yapısının analizi ve oluşturulan yapıların bağlanma yerlerinin tespiti için 400-4000 nm dalga boyu aralığında FT-IR analizi yapılmıştır. FT-IR analizi için Bursa Teknoloji Koordinasyon ve Arge Merkezi'nde bulunan SHİMADZU IRTracer-100 cihazı kullanılmıştır.

3.2.12. SEM Analizi

Monolitik ve hibrit aerojellerin morfolojik özelliklerinin tespiti için numunelere farklı büyütme ve çözünme aralıklarında SEM karakterizasyon analizi yapılmıştır. SEM analizi için Bursa Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda ZEİSS/GEMİNİ 300 cihazı kullanılmıştır.

3.2.13. TGA Analizi

Monolitik ve hibrit aerojellerin termal izolasyon performanslarının tespiti için termal olarak meydana gelen kütle kaybı ölçülerek termogravimetri testi (TGA) yapılmıştır. TGA Analizi için Bursa Teknoloji Koordinasyon ve Arge Merkezi'nde bulunan TA markasının SDT-Q600 model cihazı kullanılmıştır.

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

Çalışmanın bu kısmında, sentezlenen aerojellere ait FT-IR/ATR, DSC/TGA ve SEM analizleri ile aerojel katkılı keçe malzemelere ait mukavemet, termal ve ses yalıtım ölçümleri sonuçlarına yer verilmiştir.

Ayrıca analiz sonuçlarına göre aerojellerin sentezlerinin başarı ile gerçekleştirilebildiğine dair yorumlamalar ile aerojel katkılı keçelerin birbirleri ve katkısız keçe ile termal, akustik ve mukavemet performanslarının değerlendirmeleri yapılmıştır. Sonuç olarak aerojel katkılı keçelerin beklenen performans özelliklerini hangi durum ve şartlarda sağladığı hakkında bilgi birikimi edinilmiştir.

4.1. Sentezlenen Aerojellere Ait Karakterizasyon Analiz Sonuçları

4.1.1. Silika Aerojel'e Ait Karakterizasyon Analiz Sonuçları

Sentezi gerçekleştirilen silika aerojele ait FT-IR/ATR analizi Şekil 4.1'de verilmiştir.



Şekil 4.1. Silika aerojele ait FT-IR grafiği

Spektrum incelendiğinde Si-OH absorpsiyon bandlarının 798.530 cm⁻¹'de görülen band Si–O–Si titreşim modunun tipik zirvesidir ve 964.408 cm⁻¹, Si–OH gerilmesinden gelir. 1647.209 cm⁻¹'deki tepe noktası silika aerojelin hidrofobik özelliğini gösteren suyun titreşimine karşılık gelmektedir. 2900-3000 aralığında değeri çıkmamış olan bandın ise Si-O-C₂H₅ simetrik gerilmesinden ya da C-H gerilme titreşimlerinden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. 1056.981 cm⁻¹'deki kuvvetli bant ise Si-O-Si iskelet titreşimine ait asimetrik banda aittir. Silika aerojele ait literatür incelendiğinde karakteristik piklerin örtüştüğü bunun neticesinde silika aerojel sentezinin başarı ile gerçekleştiği söylenebilir (Şeyda Getir, 2019; Bülent E. Yoldaş, 1984; Mariano Casu ve diğerleri, 2003; A. Venkateswara Rao ve diğerleri, 2001; A. Venkateswara Rao ve diğerleri, 2002)

Sentezi gerçekleştirilen silika aerojele ait SEM görüntüleri Şekil 4.2'de verilmiştir.



Şekil 4.2. Silika aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat büyütme-100 nm çözünme aralığı (a), 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (b,c), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (d), 10 kat büyütme- 1µm çözünme aralığı (e), 5 kat büyütme- 1µm çözünme aralığı (f)

Farklı büyütme ve çözünme aralıklarında silika aerojelin farklı kısımlarından alınan görüntülerin yüksek gözenek yapısına ve kanallı bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Şekil 4.3'te ticari bir aerojele ait SEM görüntülerine de karşılaştırma yapılabilmesi için yer verilmiştir. Ayrıca literatür incelendiğinde de benzer yüzey görüntülere rastlanmıştır

(Tao Xia ve diğerleri, 2019; Zahra Mazrouei Sebdani ve diğerleri, 2021; Weilin Wang ve diğerleri, 2021; Yue Zhao ve diğerleri, 2018).



Şekil 4.3. Ticari silika aerojele Ait SEM görüntüleri, 50 kat büyütme-100 nm çözünme aralığı (a), 40 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (b), 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (c), 10 kat büyütme-1µm çözünme aralığı (d)

Sentezi gerçekleştirilen silika aerojele ait DSC/TGA analizi Şekil 4.4'te verilmiştir.



Şekil 4.4. Silika aerojele ait DSC/TGA grafiği

Silika aerojelin ağırlık kaybı davranışı, 0-900 °C sıcaklık aralığında incelenmiştir. 151 °C'ye kadar olan kısımda kalıntı olarak kalan çözücü ve suyun ısı ile buharlaşmasından kaynaklı sabit bir düşüş olduğu görülmektedir. Bu nedenle bu kısım ihmal edilebilir. 151 °C ile 331 °C arasındaki düşüşün organik Si-CH₃'ün oksidasyonundan kaynaklanmaktadır. 331 °C ile 599 °C'ye kadar olan kısımda metil gruplarının oksidasyonu devam etmiştir. 599 °C'den sonra dekompozisyon bitmiş ve kristalizasyon başlamıştır (Şeyda Getir, 2019; Bülent E. Yoldaş, 1984; Mariano Casu ve diğerleri, 2003; A. Venkateswara Rao ve diğerleri, 2001; A. Venkateswara Rao ve diğerleri, 2002).

4.1.2. Poliüretan Aerojel'e Ait Karakterizasyon Analiz Sonuçları



Sentezi gerçekleştirilen poliüretan aerojele ait FT-IR/ATR analizi Şekil 4.5'te verilmiştir.

Şekil 4.5. Poliüretan aerojele ait FT-IR grafiği

Poliüretan sentezinin başarısı izosiyonat (-NCO) bandının (2270 cm⁻¹) kaybolması ile belirlenmektedir. Poliüretan için 3300 cm-1 civarında -NH , 2800-2900 cm⁻¹ aralığında simetrik ve asimetrik CH₂, 1650 cm⁻¹ civarında C=O, 1590 cm⁻¹ civarında C=C ve 1400-1550 aralığında C-N gerilmesi ile N-H eğilmelerinden kaynaklanan piklerin görülmesi beklenir. 1400-1550 cm⁻¹ aralığında en az üç bant görülmesi iyi bir uyum olduğunun göstergesidir. Poliüretan aerojel için FT-IR/ATR analizimize bakıldığında izosiyonat (-NCO) bandının (2270 cm⁻¹) kaybolduğu ve poliüretan için karakteristik tüm bantların uyumlu olduğu görülmektedir. Bu da poliüretan aerojel sentezinin başarı ile gerçekleştiğini göstermektedir (Martina Rodriguez Sala ve diğerleri, 2020; Noemie Diascorn ve diğerleri, 2015; Arnaud Rigacci ve Patrick Achard, 2011; Beatriz Merillas ve diğerleri, 2021; Zia Saadatnia ve diğerleri, 2019).

Sentezi gerçekleştirilen poliüretan aerojele ait SEM görüntüleri Şekil 4.6'da verilmiştir.



Şekil 4.6. Poliüretan aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat büyütme-100 nm çözünme aralığı (a), 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (b), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (c,d), 5 kat büyütme-1µm çözünme aralığı (e,f)

Farklı büyütme ve çözünme aralıklarında poliüretan aerojelin farklı kısımlarından alınan SEM görüntülerinde poliüretan köpüklerde olduğu gibi açık hücreli bir yapı görülmektedir. Ayrıca yüzey görüntüsünde kümelerin oluştuğu da gözlemlenmektedir. Açık hücreli köpüklerde hava boşlukları sentezlediğimiz poliüretan aerojeldeki gibi bir ağ şeklinde birleşir ve tüm hücreler birbiri ile temas halindedir. Literatürde de poliüretan aerojel SEM görüntüleri incelendiğinde benzer yüzey görüntüleri ile karşılaşılmıştır (Martina Rodriguez Sala ve diğerleri, 2020; Noemie Diascorn ve diğerleri, 2015; Arnaud Rigacci ve Patrick Achard, 2011; Beatriz Merillas ve diğerleri, 2021; Zia Saadatnia ve diğerleri, 2019).

Sentezi gerçekleştirilen poliüretan aerojele ait DSC/TGA görüntüleri Şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil 4.7. Poliüretan aerojele ait DSC/TGA grafiği

Poliüretan aerojelin ağırlık kaybı davranışı, hava atmosferinde 0-900 °C sıcaklık aralığında incelenmiştir. Gerçekleşen 1. ısıl olayların, kalıntı olarak kalan çözücü ve sentez kimyasallarında bulunan suyun ısı ile buharlaşmasından kaynaklı sabit bir düşüş olduğu düşünülmektedir. Bu nedenle bu kısım ihmal edilebilir. Termal bozunmanın, numunenin tutarlı ve hızlı kütle kaybı yaşamaya başladığı 2. ve 3. ısıl olayların gerçekleştiği 78°C - 210 °C ve 210 °C - 600 °C arasında meydana geldiği görülmektedir. 600 °C'den sonra da dekompozisyon sonlanmıştır (Zia Saadatnia ve diğerleri, 2019; M. Ozgur Seydibeyoglu ve diğerleri, 2017)

4.1.3. Poliimid Aerojel'e Ait Karakterizasyon Analiz Sonuçları



Sentezi gerçekleştirilen poliimid aerojele ait FT-IR/ATR analizi Şekil 4.8'de verilmiştir.

Şekil 4.8. Poliimid aerojele ait FT-IR grafiği

Poliimid sentezlerinde imid yapısını karakterize eden bantlar 1774 cm⁻¹ de C=O simetrik gerilmesi, 1720 cm⁻¹ C=O asimetrik gerilmesi ve 1377 cm⁻¹ C-N gerilmesi görülmektedir. Aerojel sentezinde Hani E. Naguib ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmadan esinlenerek iki dianhidrit birlikte kullanarak çift omurgaya sahip poliimid aerojel sentezlenmiştir. Reaksiyona girmemiş anhidrit varlığını gösteren 1860 cm-1 bandına rastlanılmamıştır. Ancak 1539 cm⁻¹ amid (C-N) ve 1666 cm⁻¹ amik asit (C=O) bantlarına yakın küçük tepe noktalarının varlığı, imidizasyonda küçük bir eksiklik olduğuna atfedilebilir. Poliimid aerojel sentezinin de literatür incelendiğinde başarı ile gerçekleştiği söylenebilir (Shahriar Ghaffari Mosanenzadeh ve diğerleri, 2020).

Sentezi gerçekleştirilen poliimid aerojele ait SEM görüntüleri Şekil 4.9'da verilmiştir.



Şekil 4.9. Poliimid aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat büyütme-100 nm çözünme aralığı (a,b), 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (c,d), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (e), 10 kat büyütme-1µm çözünme aralığı (f)

Farklı büyütme ve çözünme aralıklarında poliimid aerojelin farklı kısımlarından alınan görüntülerde yoğun şekilde paketlenmiş kümelerin veya parçacık dizilerinin önemli ölçüde farklı morfolojisi ile karşılaşılmıştır. Bu durumun iki farklı dianhidrit kullanılmasından kaynaklandığını düşünüyoruz. Literatürde yer alan Hani E. Naguib ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği çalışmada da benzer sonuçlarla karşılaşılmıştır. Ayrıca açık hücreli ve kanallı görülen yapılarda poliimid köpük benzeri yapılarla benzerlik

göstermektedir. Ağ şeklinde birleşen kanalların ve hücrelerin birbiri ile temas halinde olduğu net olarak görülmektedir (Süleyman Köytepe, 2007; Carolina Simon Herrero ve diğerleri, 2019; Shahriar Ghaffari Mosanenzadeh ve diğerleri, 2020; Emrah Çakmakçı, 2013).

Sentezi gerçekleştirilen poliimid aerojele ait DSC/TGA görüntüleri Şekil 4.10'da verilmiştir.



Şekil 4.10. Poliimid aerojele ait DSC/TGA grafiği

Poliimidler genellikle diğer organik polimerlere kıyasla daha yüksek bozunma başlangıcına sahiptir. Morfolojilerine rağmen, poliimid aerojellerin bozunma başlangıcı esas olarak onların omurga kimyasından etkilenir. 1. Isıl olayda gerçekleşen kayıp gerçekleşmemiş imidzasyona atfedilebilir. 2. Isıl olay poliimid aerojelin ilk kütle kaybı olarak alınabilir. Kütle kaybının özellikle 550 °C'ye kadar iyi stabilite gösterdiği sonrasında gerçekleşen yüksek kütle düşüşünün PI molekülünün ana zincirlerinin termal bozunma sürecinden kaynaklandığı söylenebilir. Literatürde incelendiğinde de Poliamik asit ve Poliimid için yorumlarımıza benzer sonuçlarla karşılaşılmıştır (Süleyman Köytepe, 2007; Emrah Çakmakçı, 2013; Carolina Simon Herrero ve diğerleri, 2019; Shahriar Ghaffari Mosanenzadeh ve diğerleri, 2020; Liyao Xiong ve diğerleri, 2022).

4.1.4. Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e Ait Karakterizasyon Analiz Sonuçları

Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait FT-IR/ATR analizi Şekil 4.11'de, Silika ve PU monolitik aerojellerine ait FT-IR analizlerinin, Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait FT-IR analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafik ise Şekil 4.12'de verilmiştir.



Şekil 4.11. Silika-Poliüretan hibrit aerojele ait FT-IR grafiği



Şekil 4.12. Monolitik Silika ve Poliüretan aerojelleri ile silika-poliüretan hibrit aerojelin FT-IR analizi karşılaştırmaları, Si/ Silika-PU (a), PU/Silika-PU (b)

Şekil 4.12 ile verilen Silika ve PU monolitik aerojellerine ait FT-IR analizlerinin, Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait FT-IR analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafikler hibrit olarak sentezin başarılı şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir. Bazı bantlarda kuvvetlenmeler ve kaymalar görülmektedir. Bu durumun silika sol çözeltisinin ve poliüretanın ön polimer şeklinde tek bir çözelti haline getirildiğinde birbirleri ile etkileşimlerinden oluşan yeni bağlanmalardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Literatürde incelediğimiz çalışmalarda da Silika-Poliüretan hibrit yapılarda benzer bantlar olduğu görülmektedir (Lin Ling ve diğerleri, 2021; Soheil Alasti Bonab ve diğerleri, 2019; Meng-En Li, 2019)

Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait SEM görüntüleri Şekil 4.13'te verilmiştir.



Şekil 4.13. Silika-Poliüretan hibrit aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat büyütme-100 nm çözünme aralığı (a), 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (b), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (c,d), 10 kat büyütme- 1μ m çözünme aralığı (e,f)

Silikanın, poliüretanın üç boyutlu gözenekli ağ yapısı üzerine eşit şekilde dağılmış bir görüntü oluşturduğu görülmektedir. Ayrıca SEM görüntüsündeki ince uzun polimerik lif görünümlü bağlantılar FT-IR analizindeki bantlardaki kuvvetlenmeleri ve kaymaları da kanıtlamaktadır. Chaoxia Wang ve Ling Lin tarafından yapılan çalışmada ile literatürdeki hibrit çalışmalarda da benzer SEM görüntüleri ile karşılaşılmıştır (Lin Ling ve diğerleri, 2021; Letizia Verdolotti ve diğerleri, 2015; Jin-mei Wang, 2018).

Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait DSC/TGA analizi Şekil 4.14'te, Silika ve PU monolitik aerojellerine ait DSC/TGA analizlerinin, Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait DSC/TGA analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafik ise Şekil 4.15'te verilmiştir.



Şekil 4.14. Silika-poliüretan hibrit aerojele ait DSC/TGA grafiği



Şekil 4.15. Monolitik silika ve poliüretan aerojelleri ile silika-poliüretan hibrit aerojelin DSC/TGA analizi karşılaştırmaları, Si/Silika-PU (a), PU/Silika-PU (b)

Grafikleri karşılaştırmak için grafiği 0-200 °C, 200-400 °C, 400-600 °C ve 600-800 °C olarak kategorilendirdiğimizi düşünelim. 0-200 °C'de poliüretan aerojel benzeri bir düşüş var bu etkiyi silika aerojeldeki kısmı düşüşünde etkilediği görülmektedir. 200-400 °C'de yine monolitik aerojellerin etkisine benzer etki ile bir düşüş söz konusu ancak bu

düşüşlerde termal dayanımı zayıf olan poliüretanın etkisinin daha fazla olduğu açıkça görülmektedir. 400-600 °C'de tahminlerimize göre çok düşük miktarda poliüretan aerojele ait kütle kaldığı söylenebilir bunun nedeninin monolitik silika aerojelin 400 °C'den sonraki kaybının çok az ve 670 °C'den sonra kalan kütlenin tamamının silika aerojele ait olduğu söylenebilir (Xin'guo Zhen ve diğerleri, 2021; Meng-En Li, 2019)

4.1.5. Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e Ait Karakterizasyon Analiz Sonuçları

Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR/ATR analizi Şekil 4.16'da, Silika ve PI monolitik aerojellerine ait FT-IR analizlerinin, Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafik ise Şekil 4.17'de verilmiştir.



Şekil 4.16. Silika-Poliimid hibrit aerojele ait FT-IR grafiği



Şekil 4.17. Monolitik silika ve poliimid aerojelleri ile silika-poliimid hibrit aerojelin FT-IR analizi karşılaştırmaları, Si/ Silika-PI (a), PI/Silika-PI (b)

Şekil 4.17 ile verilen Silika ve PI monolitik aerojellerine ait FT-IR analizlerinin, Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafikler hibrit olarak sentezin başarılı şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir. Bazı bantlarda kuvvetlenmeler ve kaymalar görülmektedir. Bu durumun silika sol çözeltisinin ve poliamik asit şeklinde tek bir çözelti haline getirildiğinde birbirleri ile etkileşimlerinden oluşan yeni bağlanmalardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Amid bandlarında oluşan zayıflığın silikanın nem çekici reaktif özelliği ile ilişkili olabileceği düşünülebilir. Literatürde incelediğimiz çalışmalarda da Silika-Poliimid hibrit yapılarda benzer bantlar olduğu görülmektedir (Shuai Wu ve arkadaşları, 2016; Peng Yan ve arkadaşları, 2014; Wei Fan, 2019; Xinhai Zhang, 2020).

Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait SEM görüntüleri Şekil 4.18'de verilmiştir.



Şekil 4.18. Silika-Poliimid hibrit aerojele ait SEM görüntüleri, 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (a), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (b,c), 5 kat büyütme-1µm çözünme aralığı (d,e)

Silikanın, poliimidin petek benzeri üç boyutlu gözenekli ağ yapısının daha yoğun ve gözenek boyutunun küçüldüğü ayrıca silikanın poliimid hücreleri üzerine eşit şekilde dağılmış bir görüntü oluşturduğu görülmektedir. Literatürde birebir benzer çalışmalara rastlanmamıştır. Ancak silika-poliimid hibrit kompozit yapılar ve farklı başlangıç maddeleri ile sentezlenmiş yapılarla uyumu karşılaştırıldığında benzerlik görülmektedir (Shuai Wu ve arkadaşları, 2016; Peng Yan ve arkadaşları, 2014; Wei Fan ve arkadaşları, 2019; Xinhai Zhang ve arkadaşları, 2020).

Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait DSC/TGA analizi Şekil 4.19'da, Silika ve PI monolitik aerojellerine ait DSC/TGA analizlerinin, Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait DSC/TGA analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafik ise Şekil 4.20'de verilmiştir.



Şekil 4.19. Silika-Poliimid hibrit aerojele ait DSC/TGA grafiği



Şekil 4.20. Monolitik silika ve poliimid aerojelleri ile silika-poliimid hibrit aerojelin DSC/TGA analizi karşılaştırmaları, Si/Silika-PI (a) , PI/Silika-PI (b)

Monolitik Silika Aerojel ve Poliimid Aerojel 600 C'ye kadar benzer özellik göstermekteydiler. 700 C'den sonrasında kalan kütle miktarının büyük kısmının

karşılaştırmalı grafiklerden anlaşılacağı gibi Silika'dan kaynaklandığını ifade etmek doğru olacaktır. Literatürde birebir benzer çalışmalara rastlanmamış olsa da silikapoliimid hibrit kompozit yapılar ve farklı başlangıç maddeleri ile sentezlenmiş yapılarla uyumu karşılaştırıldığında benzerlik görülmektedir (Xinhai Zhang ve arkadaşları, 2020; Myoeum Kim ve arkadaşları, 2018; Shuai Wu ve arkadaşları, 2016)

4.1.6. Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e Ait Karakterizasyon Analiz Sonuçları

Sentezi gerçekleştirilen Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR/ATR analizi Şekil 4.21'de, PU ve PI monolitik aerojellerine ait FT-IR analizlerinin, Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafik ise Şekil 4.22'de verilmiştir.



Şekil 4.21. Poliüretan-Poliimid hibrit aerojele ait FT-IR grafiği



Şekil 4.22. Monolitik poliüretan ve poliimid aerojelleri ile poliüretan-poliimid hibrit aerojelin FT-IR analizi karşılaştırmaları, PU/ PU-PI (a), PI/PU-PI (b)

Şekil 4.22 ile verilen PU ve PI monolitik aerojellerine ait FT-IR analizlerinin, Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafikler hibrit olarak sentezin başarılı şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir. Bazı bantlarda kuvvetlenmeler ve kaymalar görülmektedir. Bu durumun ön-polimer ve poliamik asit şeklinde tek bir çözelti haline getirildiğinde aynı bant aralıklarında olan bağların birleşerek daha kuvvetli bantlar oluşturdukları görülmektedir. Literatürde incelediğimiz çalışmalarda da Poliüretan-Poliimid hibrit yapılarda benzer bantlar olduğu görülmektedir (Min Zuo ve Tsutomu Takeichi, 1997,1999; Hamid Yeganeh ve Mohammad Amin Shamekhi, 2004; Hamid Yeganeh ve diğerleri, 2008)

Sentezi gerçekleştirilen Poliimid-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait SEM görüntüleri Şekil 4.23'te verilmiştir.



Şekil 4.23. Poliimid-Poliüretan hibrit aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat büyütme-100 nm çözünme aralığı (a), 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (b), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (c), 5 kat büyütme-1µm çözünme aralığı (d)

SEM görüntülerinde hücre şekilleri yaklaşık olarak küresel ve çokyüzlü olarak görülmektedir. Ayrıca hava boşluklarının monolitik yapılardaki gibi burada da mevcut olduğu ayrıca polimer liflerine benzer ağların olduğu da görülmektedir. Literatürde birebir benzer çalışmalara rastlanmamıştır. Ancak sentezini gerçekleştirdiğimiz monolitik poliimid ve poliüretan aerojel görüntüleri ile benzerlikler görülmektedir.

Sentezi gerçekleştirilen Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait DSC/TGA analizi Şekil 4.24'te, PU ve PI monolitik aerojellerine ait DSC/TGA analizlerinin, Silika-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait DSC/TGA analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafik ise Şekil 4.25'te verilmiştir.



Şekil 4.24. Poliüretan-Poliimid hibrit aerojele ait DSC/TGA grafiği



Şekil 4.25. Monolitik poliüretan ve poliimid aerojelleri ile poliüretan-poliimid hibrit aerojelin DSC/TGA analizi karşılaştırmaları, PU/ PU-PI (a), PI/PU-PI (b)

FTIR sonuçlarında da değindiğimiz bağların kuvvetlenmesinden kaynaklı olarak kütle kaybında da 196 °C'ye kadar olan düşüş monolitik poliüretan ve poliimid aerojel yapılara göre daha az olarak görülmektedir. Poliimid katkısının poliüretanın termal kararlılığını olumlu etkilediği görülmektedir. 400- 600 °C arasındaki kütle kaybı poliimid aerojeldekine benzerdir. 700 °C'de hibrit yapının tamamen tükenmesinin benzer bağ yapılarının daha düşük sıcaklıklarda uzaklaşmasına atfedilebilir. Çünkü bu durumun yapının daha yüksek sıcaklıklar için zayıflamasına neden olacağı düşünülmektedir.

4.1.7. Silika- Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e Ait Karakterizasyon Analiz Sonuçları

Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR/ATR analizi Şekil 4.26'da, Si-PU, Si-PI, PU-PI hibrit aerojellerine ait FT-IR analizlerinin, Silika-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafik ise Şekil 4.27'de verilmiştir.



Şekil 4.26. Silika-Poliüretan-Poliimid hibrit aerojele ait FT-IR grafiği



Şekil 4.27. İkili hibrit aerojellerin üçlü hibrit aerojel ile FT-IR analizlerinin karşılaştırılması, Si-PU (a), Si-PI (b), PI-PU (c)

Şekil 4.27 ile verilen Si-PU, Si-PI, PU-PI hibrit aerojellerine ait FT-IR analizlerinin, Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait FT-IR analizleri ile aynı graft üzerinde yer aldığı grafikler hibrit olarak sentezin başarılı şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir. Bazı bantlarda kuvvetlenmeler ve kaymalar görülmektedir. Bu durumun silika sol, önpolimer ve poliamik asit şeklinde tek bir çözelti haline getirildiğinde aynı bant aralıklarında olan bağların birleşerek daha kuvvetli bantlar oluşturmalarından kaynaklandığı düşünülmektedir.
Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliimid-Poliüretan Hibrit Aerojel'e ait SEM görüntüleri Şekil 4.28'de verilmiştir.



Şekil 4.28. Silika-Poliimid-Poliüretan hibrit aerojele ait SEM görüntüleri, 50 kat büyütme-100 nm çözünme aralığı (a,b), 30 kat büyütme-200 nm çözünme aralığı (c), 15 kat büyütme-400 nm çözünme aralığı (d,e), 5 kat büyütme-1µm çözünme aralığı (f)

Silika-Poliüretan-Poliimid üçlü hibrit yapının Silika-Poliüretan, Silika-Poliimid ve Poliüretan-Poliimid yapılarında görülen üç boyutlu hücresel yapılar ile hava kanallarının olduğu görülmektedir. İkili hibrit aerojel yapılar ile üçlü hibrit aerojel yapı görsel ve dokusal olarak polimerik köpüklere benzemektedir.

Sentezi gerçekleştirilen Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait DSC/TGA analizi Şekil 4.29'da, sırası ile Si, PU, PI, Si-PU, Si-PI, PU-PI monolitik ve hibrit aerojellerait DSC/TGA analizlerinin, Silika-Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel'e ait DSC/TGA analizleri ile monolitik ve hibrit aerojellerin aynı graft üzerinde yer aldığı grafik ise Şekil 4.30'da verilmiştir.



Şekil 4.29. Silika-Poliüretan-Poliimid hibrit aerojele Ait DSC/TGA grafiği



Şekil 4.30. Monolitik ve ikili hibrit aerojellerin silika-poliüretan-poliimid hibrit aerojel ile DSC/TGA analizi karşılaştırılmaları, Si/Si-PU-PI (a), PU/Si-PU-PI (b), PI/Si-PU-PI (c), Si-PU/Si-PU-PI (d), Si-PI/Si-PU-PI (e), PI-PU/Si-PU-PI (f)

Isil olaylar göz önüne alındığında 212 °C'ye kadar olan kısımda özellikle poliüretana bağlı gruplar ile kalıntı olarak kalan çözücü ve sentez kimyasallarında bulunan suyun ısı ile buharlaşmasından kaynaklı kütle kayıpları olduğu görülmektedir. Ancak poliimid ve silika aerojel TGA analizleri de göz önüne alındığında 0-212 °C aralığında kütle kayıplarının kısmen bunlardan dolayı da kaynaklandığı söylenebilir. 400 °C'den sonraki kısımda poliüretan monomer kalıntıları ile poliimid ve silika kütle kayıpları görülmeye başlanmıştır. 600 °C'den sonra kalan miktar silikaya aittir.

Literatürde silika, poliüretan ve poliimidin ikili ve üçlü olarak yer aldığı bu tür yapılara pek sık rastlanmamaktadır. Bu yüzden karşılaştırmalar özellikle monolitik aerojel sentezleri ile literatürde yer alan aerojel dışında hibrit yapılar ile yapılmıştır.

4.2. Termal İletkenlik Ölçüm Sonuçları

Monolitik, ikili hibrit ve üçlü hibrit olmak üzere 7 adet aerojel sentezlenmiştir. Sentezi gerçekleşen monolitik ve hibrit aerojellerden 100'er gram alınmış ve 40 cm² şeklinde kestiğimiz keçe malzemelerin arasına toz/parçacık şeklinde dağıtılmıştır. Ölçümler Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Laboratuvarı'nda ALAMBETA cihazında gerçekleştirilmiştir.

Cihaz alt ve üstte iki plakadan oluşmaktadır. Bu plakalardan üst kısımda yer alan 32°C ve altta yer alanın sıcaklığı 22°C'dir. Numune bu plakalar arasına yerleştirilir ve ölçüm alınır. Sıcak plaka 200 Pa basınç değeri ile kumaşa temas etmektedir.

Elde edilen verilen Çizelge 4.1'de ve verilere ait grafik Şekil 4.31'de verilmiştir.

Numune No	Numune	Isı İletim Katsayısı k
		(W/mK) 10 ⁻³
1	SİLİKA	69
2	SİLİKA-POLİÜRETAN-POLİİMİD	73
3	SİLİKA-POLİİMİD	87
4	POLİİMİD	90
5	KATKISIZ 2 KAT	92
6	SİLİKA-POLİÜRETAN	94
7	POLİÜRETAN-POLİİMİD	95
8	POLİÜRETAN	105
9	KATKISIZ EŞ GRAM	114

Çizelge 4.1. Isı iletim katsayısı ölçüm değerleri



Şekil 4.31. Isı iletim katsayısı grafiği

Isı iletim katsayısı değerleri incelendiğinde Silika Aerojel Katkılı Keçe diğer hazırlanan keçe numunelerine göre daha düşük ısı iletim katsayısı değerine sahiptir. Silika aerojeller keçe malzeme arasına parçacıklar şeklinde dağıtılmıştır. Bu sayede gözenekli iskelet yapılarının büyük kısmının korunması hedeflenmiştir. Presle basılma sırasında bir kısmının toza dönüşmüş olduğu ancak numunelere gerçekleştirdiğimiz mukavemet testlerinde parçacıkların büyük bir kısmının korunduğu da gözlemlenmiştir. Bunun iki nedeni olduğu tarafımızca düşünülmektedir. İlk neden TGA/DSC analizi incelendiğinde preslemenin uygulandığı 170 °C'ye kadar silikada sadece yaklaşık %15'lik bir kütle kaybının görülmesidir. Yani sıcaklık numuneye nüfus ettiğinde aerojelin %85 oranında korunduğunu bize gösterir. İkinci neden ise eriyen epoksi keçenin içerisine silika aerojel parçacıklarının nufüs ettiği ve presleme sırasında formunu korunduğu bu nedenle gözenekli silika aerojel yapının ısı iletim katsayısını iyileştirdiğini düşünüyoruz. Benzer durumun sıralamada ikinci en iyi sonuca sahip Silika-Poliüretan-Poliimid Hibrit Aerojel yapıda da görüldüğü düşünülmektedir. Ancak burada özellikle poliüretanın preslemenin uygulandığı 170 °C'de yaklaşık %25, silika ve poliimidin ise yaklaşık %15 kütle kaybı olduğu TGA/DSC analizleri baz alınarak düşünülürse keçe malzemede presleme sırasında keçe gözeneklerini doldurmasından kaynaklı negatif bir etki söz konusu olduğu söylenebilir. Bu esasında poliüretanın termal stabilitesinin zayıf olmasından dolayı

monolitik poliüretan aerojel ile ve poliüretanın yer aldığı ikili hibrit aerojel yapılardaki ısı iletim katsayısındaki negatif etkiyi açıklar. Organik polimer yapı olan poliüretan ve poliimid için ayrıca şunu eklemekte doğru olacaktır. Bu yapıların monolitik ve hibrit aerojelleri daha yoğun köpük benzeri yapılardır. Bu yapıların korunmasının numunelerde uyguladığımız parçacık şeklinde ilave edilmesinden daha fazla faydalı olacağı kanısındayız. Son olarak aerojel katkılı numunelerle eş ağırlıkta oluşturduğumuz katmanlı yapının en yüksek iletkenlik katsayısına sahip olmasının nedeni ise preslenme sonucu yapının daha yoğun hale gelmesinden kaynaklandığı söylenebilir. Çünkü numunenin ağırlığı artmış ama kalınlığı presleme sonucu sabit tutulmuştur. Eş değer ağırlık bakımından incelendiğinde en düşük iletim katsayısı ile en yüksek katsayı değerleri göz önüne alındığında %8 ile % 40 arasında aerojel katkılı yeni keçelerin termal yalıtıma katkı yaptığı görülmektedir.

4.3. Akustik Ölçüm Sonuçları

Monolitik, ikili hibrit ve üçlü hibrit olmak üzere 7 adet aerojel sentezlenmiştir. Sentezi gerçekleşen monolitik ve hibrit aerojellerden 100'er gram alınmış ve 40 cm² şeklinde kestiğimiz keçe malzemelerin arasına toz/parçacık şeklinde dağıtılmıştır.

Ses iletim kaybı, malzemeye gelen enerjinin karşı tarafa aktarılan enerjiye logaritmik oranıdır. Temelde iki metot ile ölçülmektedir. Bunlar empedans tüpü metodu ve akustik oda metodudur. Çalışmada ölçümler Empedans (Kundt) tüpü yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Elde edilen verilere ait Ses İletim Kaybı grafiği Şekil 4.32'de ve Ses Yutum Katsayısı grafiği Şekil 4.33'te verilmiştir.



Şekil 4.32. Ses iletim kaybı grafiği

0-400 Hz aralığındaki düşük frekanslar katılık kontrol bölgesidir, bu kısımda poliüretan aerojel ve Si-PU-PI üçlü hibrit aerojel katkılı keçe numuneler daha katı tutum sergilemişlerdir. Bu durum poliüretan aerojel formunun rijit yapısından kaynaklanmıştır. Bu yüzden ses iletim kaybı değeri diğer keçelerden daha iyi sonuç vermiştir.

400-2000 Hz aralığındaki kısımda da benzer şekilde ses iletim kaybı değerleri açısından PU aerojel ve Si-PU-PI üçlü hibrit aerojel katkılı keçe numuneler daha iyi sonuçlar vermiştir. Diğer keçe numunelerin kütlelerindeki değişimle iletim kaybı değeri iyileştirilebilir. Ek olarak silika ve poliimid aerojel katkılı keçe malzemelerde bu frekans aralığında iletim kaybı değerlerinde bir iyileşme söz konusudur. Buradan silika ve poliimid katkılı keçenin yüksek frekanslarda daha iyi yalıtım özelliği göstereceği söylenebilir.

2000- 4000 Hz aralığındaki kısımda çakışma frekansı bölgesidir. Bu bölgede ses iletim kaybı genelde düşmektedir. Ancak frekans değeri yükseldikçe silika ve poliimid katkılı keçelerdeki ses iletim kaybı değerlerindeki iyileşme daha da dikkat çekmektedir. Orta ve düşük frekans değerlerinde poliüretan aerojel katkılı keçe numunelerinin, yüksek

frekanslara çıkıldıkça poliimid ve silika aerojel katkılı keçe numunelerinin kullanımı daha uygun olacaktır.



Şekil 4.33. Ses yutum katsayısı grafiği

Termal yalıtım yorumlamamızda silika ve poliimidin TGA/DSC performansları ile gözenekli yapının korunduğuna dair bir ilişki kurmuştuk. Malzemenin gözenekliliğindeki artma ses yutum katsayısını da arttırmaktadır.

4.4. Kopma Mukavemeti Sonuçları

Numunelerin kopma mukavemeti testleri TS EN 2907-3 'Dokunmamış (nonwoven) mamuller için deney metotları kısım 3: Kopma mukavemeti ve uzama tayini' standardına göre Shimadzu AG-X HS mukavemet test cihazında gerçekleştirilmiştir. Her sonuç için 5 tekrarlı deneme yapılmıştır.

Numune	Kopma Mukavemeti (N)	% Kopma Uzaması
SİLİKA	2290	3,85
SİLİKA-POLİÜRETAN-POLİİMİD	406	3.17
SİLİKA-POLİİMİD	1256	3.33
POLİİMİD	1349	7.26
SİLİKA-POLİÜRETAN	1123	5,99
POLİÜRETAN-POLİİMİD	1203	6.96
POLİÜRETAN	850	5.58
KATKISIZ EŞ DEĞER GRAMAJ	2865	3,44
KATKISIZ 2 KAT	1507	3.83

Çizelge 4.2. Keçe numunelerinin mukavemet ölçümleri

Kopma mukavemeti değerleri açısından en iyi değere eş değer gramajda katkısız olan numune sahiptir. Katmanlar arasına eklenen aerojel katkıların mukavemet açısından olumsuz etki yaptığı görülmektedir. Burada olumsuz yönde en az etkilenen silika aerojel katkılı keçe malzemedir. Silika aerojelin epoksi reçine ile etkileşiminin monolitik ya da hibrit diğer aerojel katkılı keçe malzemelere oranla daha yüksek olduğu anlaşılmaktadır. Nano boyutta killerin epoksi kompozit malzemelerde mukavemet arttırıcı özellik gösterdiği literatürde de yer almaktadır (Chan ve diğerleri, 2011; Akbari ve Bagheri, 2007). Kil sulu alüminyum silikatlardan meydana gelmektedir. Bu durum silika aerojelin epoksi ile etkileşiminin daha iyi olmasını açıklar. En düşük mukavemet değerinin üçlü hibrit yapıda görülmesinin nedeni olarak poliüretanın rijit yapısı ve üçlü yapının presleme işlemi sırasında uygulanan sıcaklık etkisi ile monolitik ve ikili hibrit yapılara göre daha yüksek oranda bir kütle kaybına uğraması olduğu söylenebilir. Monolitik poliüretan aerojel katkılı keçede görülen düşük kopma mukavemet değeri üçlü yapıda da mukavemeti benzer şekilde azaltmaktadır. % kopma uzaması değerleri açısından polimerik katkılı keçe yapıların daha iyi sonuçlar vermesi beklenmektedir. Genel itibari ile bu durumda beklenen gerçekleşmiştir. Kopma mukavemetindeki % değişim ile değerlendirildiğinde de % kopma uzama değerleri artış ve düşüş açısından benzer uyum göstermektedir.

5. SONUÇ

Bu tez çalışması Tübitak-1505 Üniversite-Sanayi İşbirliği Destek Programı kapsamında '5200114' proje numarası ile 'Aerojel İçeren Formlamaya Uygun Hibrit Kompozit Yapıların Geliştirilmesi, Termal ve Akustik Özelliklerinin Araştırılması' başlıklı proje kapsamında gerçekleştirilmiştir. Araç NVH sistemleri ile son yıllarda ülkemizin hızla gelişen savunma, havacılık ve uzay teknoloji ürünlerinin ihtiyaç duyduğu termal ve akustik yalıtım özelliklerine sahip malzemelerin geliştirilmesi hedeflenmiştir. Tez çalışmasında araç NVH sistemlerinde kullanılan keçe malzeme katmanları arasına monolitik ve hibrit olarak hazırlanan aerojeller toz/parçacık şeklinde dahil edilmiştir.

Bu çalışmada keçe malzemeye dahil edilmek üzere 3 adet monolitik ve 4 adet hibrit olmak üzere toplamda 7 adet aerojel hazırlanmıştır. Bunlar;

- Silika Aerojel
- Poliüretan Aerojel
- Poliimid Aerojel
- Silika/Poliüretan Hibrit Aerojel
- Silika/Poliimid Hibrit Aerojel
- Poliimid/Poliüretan Hibrit Aerojel
- Silika/Poliüretan/Poliimid Aerojel

Hazırlanan aerojel numunelerinin sentezlerinin doğrulanması amacıyla;

 Aerojel numunelerindeki karakteristik bantlar ile bu bantlardaki değişimlerin gözlenmesi için FTIR-ATR karakterizasyon testi 750-4000 nm dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiştir.

- Aerojel numunelerindeki yüzeylerin morfolojik özelliklerinin tespiti için SEM görüntü analizi farklı çözünme ve büyütme boyutlarında gerçekleştirilmiştir.
- Aerojel numunelerindeki kütle kaybı ve ısıl olayların gerçekleştiği sıcaklık aralıklarının tespiti için 0-1000 °C arasında DSC/TGA analizi gerçekleştirilmiştir.

Gerçekleştirilen FT-IR/ATR ve SEM analizleri sonucunda monolitik ve hibrit olmak üzere tüm aerojel sentezlerinin başarı ile gerçekleştiği görülmektedir. DSC/TGA analizlerinde gerçekleşen kütle kayıpları sonuçlarında;

- Silika aerojel ve silika içeren hibrit aerojellerin 600 °C'den sonra bile varlığını silika varlığı oranında sürdürdüğü görülmektedir.
- Poliimid aerojellerin 0-650 °C aralığında kütle kaybının diğer aerojel türlerine göre daha az olduğu görülmektedir. Bu durum poliimid katkılı aerojel türlerinde de poliimid oranına bağlı olarak sürmektedir.
- Poliüretan aerojellerin kütle kaybının büyük kısmının 3. ısıl olayın gerçekleştiği 210-600 °C aralığında gerçekleştiği görülmektedir.
- Poliüretan aerojel ve poliimid aerojellerde gerçekleşen ısıl olaylar ve kütle kayıpları bu yapıların köpükleri ile benzerlik göstermektedir. Dış görünüş olarak poliüretan aerojel ve poliüretan köpük, poliimid aerojel ve poliimid köpük yapıları birbirine benzerlik göstermektedirler. Ek olarak aerojeller köpük yapılarına göre daha yoğun ve rijit yapıdadır.
- Hibrit yapılar değerlendirilirse Silika/Poliimid hibrit aerojel yapının 600 °C'ye kadar kütle kaybı performansı açısından en iyi sonucu vermiştir.

Hazırlanan katkılı ve katkısız keçelerin mekanik özelliklerinin karşılaştırılması için Shimadzu AG-X HS cihazı ile kopma mukavemeti ve % kopma uzaması, termal yalıtım karşılaştırmaları için ALAMBETA cihazı ile ısı iletim katsayısı, ses yalıtım karşılaştırmaları için Empedans (Kundt) tüpü yöntemiyle ses iletim kaybı ve ses yutum katsayısı ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

Kopma mukavemeti ölçüm sonuçlarına göre;

- Eş değer ağırlıkta hazırlanan keçe malzeme en iyi sonucu vermiştir. Bunun nedeni katmanlar arasında presleme sırasında mukavemeti etkileyecek boşluk yoktur.
- Silika aerojel katkılı keçede aerojel toz parçacıklarının keçe katmanları arasında ayrı bir katman oluşturmadığı daha çok keçe içerisindeki boşluklara sızdığı koptuktan sonra görülmüştür. Bu nedenle mukavemet değerinde diğer polimerik aerojellerden daha iyi kopma mukavemeti göstermiştir.
- Poliüretanın rijit yapısı burada da etkili olmuştur ve malzeme mukavemetini olumsuz etkilemiştir.

% Kopma Uzaması ölçüm sonuçlarına göre,

- Poliimid aerojel katkılı keçe malzeme en iyi değere sahiptir. Bazı polimerlerin çekildiklerinde 5 kat kadar daha uzadıkları bilinmektedir. Polimerlerin bu davranışı keçe malzemeye bu yönde bir katkı sağlamıştır.
- Katkısız ve silika katkılı keçelerde bu uzama oranının birbirine yakın olduğu görülmektedir.

Isı iletim katsayısı ölçüm sonuçlarına göre;

 Silika aerojel katkılı keçe en iyi performansı göstermiştir. Bunun presleme esnasında DSC/TGA sonuçları göz önüne alındığında silika aerojel parçacıklarının daha az etkilenmesinden kaynaklandığı tarafımızdan düşünülmektedir.

- Silika/Poliüretan/Poliimid üçlü hibrit aerojel diğer monolitik ve hibrit aerojel katkılı keçe yapılar ile karşılaştırıldığında iyi performans göstermiştir. Aslında beklenen poliüretan katkısının bu yapıda da ısıl iletim katsayısının artmasına neden olacağıdır. Ancak üçlü yapı, FT-IR/ATR sonuçlarında görüldüğü gibi bazı bantlarda kaymalar ve büyümelere neden olmuştu ayrıca sadece üçte bir oranında poliüretan bulunması keçe malzemedeki gözenekliliğe etkiyi azaltmıştır. Bu nedenle beklenenin üstünde performans olarak iyi bir sonuç vermiştir.
- Eş değer ağırlıkta üretilen keçenin performansının en düşük olmasının sebebi kalınlığın değişmediği ama yapının yoğunluğunun artmasından kaynaklıdır. Bu yapıda ağırlık artmış ve gözenekli yapı bozulmuştur. Termal yalıtımda amaçlanan hedef hafif, düşük gözenek boyutuna sahip yüksek gözenekli yapılar elde etmektir.

Ses iletim kaybı ölçüm sonuçlarına göre;

- Poliüretan aerojel ve poliüretan katkılı aerojel katkılı keçelerin daha iyi sonuçlar verdiği görülmektedir. Poliüretan sentezinin monomerlerindeki poliolün moleküler ağırlığı düşüktür bu nedenle rijit bir yapıya sahiptir. Bu da sert olmasını açıklar. Sert yapılar ses iletim kaybı performansını genellikle olumlu yönde etkilemektedir.
- Poliimid aerojelde grafik incelendiğinde ses iletim kaybı değerleri performansı açısından poliüretan ve poliüretan katkılı aerojellerden sonra gelmektedir.
- Düşük (0-400 Hz) ve orta frekans (400-2000) aralığında poliüretan aerojel ve poliüretan aerojel katkılı keçelerin kullanımı daha uygunken, yüksek frekansta (2000 üzeri) poliimid aerojel ve silika aerojel katkılı keçelerin kullanımı daha uygundur.

Ses yutum katsayısı ölçümleri sonucuna göre,

- Isıl presleme sırasında keçenin erimesi (170 °C) ile birlikte DSC/TGA grafiklerinde gerçekleşen ısıl olaylardaki kütle kayıplarının göz ardı edilmemesi gerekir. Ses yutum katsayısında etkili olan birkaç parametre olsa da temel parametre gözenek boyutudur. Araçlarda istenen özellikle 500-1000 Hz arasındaki ses yalıtım değerleri için bakıldığında ses yutumu açısından Silika ve poliimid aerojel katkılı keçeler iyi performans göstermişlerdir.
- Eş değer gramajda oluşturulan keçe ile 2 katmanlı katkısız keçe karşılaştırıldığında aynı kalınlıkta olan bu keçeler yoğunluk bakımından farklıdırlar. Yoğunluğu fazla olan eş değer gramajda olan keçenin gözenek boyutu ve gözenekliliği sıkıştırılmadan dolayı zarar görmüştür.

Gerçekleştirilen bu çalışma ile monolitik ve hibrit aerojellerin sentezi ve bunların katmanlı keçe malzemeye aktarılması sonucu gösterdikleri termal, akustik ve mekanik özellikler hakkında literatüre katkı sağlanmıştır.

Literatürde gerçekleştirilen birçok çalışmada silika aerojellerin kırılgan yapısının iyileştirilmesi için farklı ön başlatıcıların kullanılması ya da silikanın toz formunda köpük yapıların içerisine dahil edilmesi ile gerçekleştiği görülmüştür. Bu çalışmada parçacıklar şeklinde keçe katmanları arasına eklenen aerojellerin gözenekli yapılarını koruması sağlanmaya çalışılmıştır. Ayrıca silikanın kırılgan yapısı, polimer yapılarla birlikte (poliüretan ve poliimid) kullanıldığında iyileştiği görülmüştür. Poliüretan sentezinde kullanılan poliolün daha yüksek molekül ağırlığındaki bir poliol ile değiştirilmesi ile daha esnek poliüretan aerojeller elde edilebilir. Bu termal, akustik ve mekanik ölçümleri de etkileyecektir.

Ayrıca yine literatürde gerçekleştirilen çalışmalarda silika, poliüretan ve poliimid yapılarının üçünün bir arada kullanılarak gerçekleştirildiği bir hibrit aerojel türü olmaması açısından bu çalışmanın farklı organik/inorganik yapılarda çoklu hibrit aerojel sentezlerine öncülük edeceği düşünülmektedir.

Çoklu yapıda hibrit aerojel oluşumları sayesinde aerojellerin olumsuz yönlerinin geliştirilmesi ve bu sayede birçok uygulama alanında kullanımı mümkün olacaktır. Araştırmaların bu yönde yapılması faydalı olacaktır.

KAYNAKLAR

Almeida, C. M., Ghica, M. E., Ramalho, A. L., & Durães, L. (2021). Silica-based aerogel composites reinforced with different aramid fibres for thermal insulation in Space environments. *Journal of Materials Science*, *56*(24), 13604-13619.

Aegerter, M. A., Leventis, N., & Koebel, M. M. (Eds.). (2011). *Aerogels handbook*. Springer Science & Business Media.

Akbari, B., & Bagheri, R. (2007). Deformation mechanism of epoxy/clay nanocomposite. *European Polymer Journal*, 43(3), 782-788.

Berardi, U., Kisilewicz, T., Kim, S., Lechowska, A., Paulos, J., & Schnotale, J. (2020). Experimental and numerical investigation of the thermal transmittance of PVC window frames with silica aerogel. *Journal of Building Engineering*, *32*, 101665.

Bonab, S. A., Moghaddas, J., & Rezaei, M. (2019). In-situ synthesis of silica aerogel/polyurethane inorganic-organic hybrid nanocomposite foams: Characterization, cell microstructure and mechanical properties. *Polymer*, *172*, 27-40.

Boury, B., & Corriu, R. J. (2002). Auto-organisation of hybrid organic-inorganic materials prepared by sol-gel chemistry. *Chemical communications*, (8), 795-802.

Casu, M., Casula, M. F., Corrias, A., & Paschina, G. (2003). Textural characterization of high temperature silica aerogels. *Journal of non-crystalline solids*, *315*(1-2), 97-106.

Çakmakçı, E. (2013). Yeni yüksek performanslı Poliimidlerin Sentezi Ve Karakterizasyonu (Doctoral dissertation, Marmara Universitesi (Turkey)).

Chan, M. L., Lau, K. T., Wong, T. T., Ho, M. P., & Hui, D. (2011). Mechanism of reinforcement in a nanoclay/polymer composite. *Composites Part B: Engineering*, 42(6), 1708-1712.

Delany, M. E., & Bazley, E. N. (1970). Acoustical properties of fibrous absorbent materials. *Applied acoustics*, *3*(2), 105-116.

Dervin, S., & Pillai, S. C. (2017). An introduction to sol-gel processing for aerogels. In *Sol-Gel Materials for Energy, Environment and Electronic Applications* (pp. 1-22). Springer, Cham.

Diascorn, N., Calas, S., Sallée, H., Achard, P., & Rigacci, A. (2015). Polyurethane aerogels synthesis for thermal insulation-textural, thermal and mechanical properties. *The Journal of Supercritical Fluids*, *106*, 76-84.

Doğru, T. (2020) Otomotiv İç Trim Malzemelerinde Akustik Özelliklerin Isi İletimi İle İlişkisinin Araştırılması (Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı) Ebert, H. P., Braxmeier, S., Reichenauer, G., Hemberger, F., Lied, F., Weinrich, D., & Fricke, M. (2021). Intercomparison of thermal conductivity measurements on a nanoporous organic aerogel. *International Journal of Thermophysics*, *42*(2), 1-18.

Fan, W., Zhang, X., Zhang, Y., Zhang, Y., & Liu, T. (2019). Lightweight, strong, and super-thermal insulating polyimide composite aerogels under high temperature. *Composites Science and Technology*, *173*, 47-52.

Faustini, M., Grosso, D., Boissière, C., Backov, R., & Sanchez, C. (2014). "Integrative sol-gel chemistry": a nanofoundry for materials science. *Journal of sol-gel science and technology*, *70*(2), 216-226.

Forsberg, C. H. (2020). Heat transfer principles and applications. Academic Press.

Fricke, J. (1992). Aerogels and their applications. *Journal of non-crystalline solids*, 147, 356-362.

Ghaffari Mosanenzadeh, S., Alshrah, M., Saadatnia, Z., Park, C. B., & Naguib, H. E. (2020). Double dianhydride backbone polyimide aerogels with enhanced thermal insulation for high-temperature applications. *Macromolecular Materials and Engineering*, 305(4), 1900777.

Ghosh, M. (2018). Polyimides: fundamentals and applications. CRC press.

Getir, Ş. (2019). *Monolitik silika aerojel eldesi ve karakterizasyonu* (Doctoral dissertation, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği).

Goodarzi, B. V., & Bahramian, A. R. (2022). Applying machine learning for predicting thermal conductivity coefficient of polymeric aerogels. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, *147*(11), 6227-6238.

Gunduz, N. (2001). Synthesis and characterization of sulfonated polyimides as proton exchange membranes for fuel cells (Doctoral dissertation, Virginia Tech).

Gunesoglu, S., Meric, B., & Gunesoglu, C. (2005). Thermal contact properties of 2-yarn fleece knitted fabrics. Fibres and Textiles in Eastern Europe, 13(2), 46.

Güney, F., & Üçgül, İ. (2010). Koruyucu Giysiler İçindeki Nefes Alabilir Membranların Termal Yalıtım Özellikleri. *Journal Of Textile & Apparel/Tekstil Ve Konfeksiyon*, 20(1).

Hansen, C. H., Doolan, C. J., & Hansen, K. L. (2017). Fundamentals of acoustics and frequency analysis. *Wind Farm Noise: Measurement, Assessment*.

Hierarchically porous SiO2/polyurethane foam composites towards excellent thermal insulating, flame-retardant and smoke-suppressant performances. *Journal of hazardous materials*, *375*, 61-69.

Hollar, S. (Ed.). (2012). Sound. Britannica Educational Publishing.

Hou, X., Li, Y., Luo, X., & Zhang, R. (2021). SiC whiskers-reinforced polyimide aerogel composites with robust compressive properties and efficient thermal insulation performance. *Journal of Applied Polymer Science*, *138*(8), 49892.

HUANG, D., & Chenning, G. U. O. (2017). Thermal Protective Performance under Fire Conditions of Silica Aerogel Felt-bedded Firefighters' Protective Clothing. *Materials Science*, *23*(4), 335-341.

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.

Karak, N. (2017). Biobased smart polyurethane nanocomposites: from synthesis to applications. Royal Society of Chemistry.

Kilincel, M., Toklu, E., & Polat, F. (2014). Classification of Supercritical Drying Methods and a Reactor Design. *Journal of Engineering Research and Applied Science*, 3(1), 217-225.

Kim, M., Eo, K., Lim, H. J., & Kwon, Y. K. (2018). Low shrinkage, mechanically strong polyimide hybrid aerogels containing hollow mesoporous silica nanospheres. *Composites Science and Technology*, *165*, 355-361.

Köytepe, S. (2007). Hibrit poliimidlerin piridin temelli monomerlerden sentezlenmesi ve özelliklerinin incelenmesi.

Kucharek, M., MacRae, W., & Yang, L. (2020). Investigation of the effects of silica aerogel particles on thermal and mechanical properties of epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *139*, 106108.

Lee, D. H., Jo, M. J., Han, S. W., Yu, S., & Park, H. (2020). Polyimide aerogel with controlled porosity: solvent-induced synergistic pore development during solvent exchange process. *Polymer*, 205, 122879.

Levy, D., & Zayat, M. (Eds.). (2015). *The Sol-Gel Handbook, 3 Volume Set: Synthesis, Characterization, and Applications* (Vol. 2). John Wiley & Sons.

Li, M. E., Wang, S. X., Han, L. X., Yuan, W. J., Cheng, J. B., Zhang, A. N., ... & Wang, Y. Z. (2019). Hierarchically porous SiO2/polyurethane foam composites towards excellent thermal insulating, flame-retardant and smoke-suppressant performances. *Journal of hazardous materials*, *375*, 61-69.

Li, M., Gan, F., Dong, J., Fang, Y., Zhao, X., & Zhang, Q. (2021). Facile preparation of continuous and porous polyimide aerogel fibers for multifunctional applications. *ACS Applied Materials & Interfaces*, *13*(8), 10416-10427.

Lin, L., & Wang, C. (2021). Thermal insulating property of an optically-active polyurethane-based silicon aerogel. *Thermal Science*, (00), 133-133.

Liu, P., Gao, H., Chen, X., Chen, D., Lv, J., Han, M., ... & Wang, G. (2020). In situ onestep construction of monolithic silica aerogel-based composite phase change materials for thermal protection. *Composites Part B: Engineering*, *195*, 108072.

Liu, Y., Wu, H., Zhang, Y., Yang, J., & He, F. (2020). Structure characteristics and hygrothermal performance of silica aerogel composites for building thermal insulation in humid areas. *Energy and Buildings*, *228*, 110452.

Malakooti, S., Zhao, E., Tsao, N., Bian, N., Soni, R. U., ud Doulah, A. S., ... & Lu, H. (2020). Synthesis of aerogel foams through a pressurized sol-gel method. *Polymer*, *208*, 122925.

Mazrouei-Sebdani, Z., Begum, H., Schoenwald, S., Horoshenkov, K. V., & Malfait, W. J. (2021). A review on silica aerogel-based materials for acoustic applications. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *562*, 120770.

Merillas, B., Martin-de Leon, J., Villafane, F., & Rodriguez-Perez, M. A. (2021). Transparent Polyisocyanurate-Polyurethane-Based Aerogels: Key Aspects on the Synthesis and Their Porous Structures. *ACS Applied Polymer Materials*, *3*(9), 4607-4615.

Montes, S., & Maleki, H. (2020). Aerogels and their applications. In *Colloidal Metal Oxide Nanoparticles* (pp. 337-399). Elsevier.

Morfey, C. L. (2000). Dictionary of acoustics. Academic press.

Möser, M. (2009). Engineering acoustics. Nova York (Estados Unidos): Springer Publishing.

Nayak, R., & Padhye, R. (2016). Acoustic textiles: an introduction. In *Acoustic Textiles* (pp. 1-32). Springer, Singapore.

Nguyen, T. H., Mai, N. T., Reddy, V. R. M., Jung, J. H., & Truong, N. T. N. (2020). Synthesis of silica aerogel particles and its application to thermal insulation paint. *Korean Journal of Chemical Engineering*, *37*(10), 1803-1809.

Nicole, L., Laberty-Robert, C., Rozes, L., & Sanchez, C. (2014). Hybrid materials science: a promised land for the integrative design of multifunctional materials. *Nanoscale*, *6*(12), 6267-6292.

Novak, B. M. (1993). Hybrid nanocomposite materials—between inorganic glasses and organic polymers. *Advanced Materials*, 5(6), 422-433.

Ozgur Seydibeyoglu, M., Demiroğlu, S., Erdoğan, F., Ecem, A. K. I. N., Ayvalık, A., & Karavana, H. A. (2017). Natural fiber reinforced polyurethane rigid foam. *Gazi* University Journal of Science, 30(2), 97-109.

ÖZ, D. C., & Nihan, K. A. Y. A. (2020). Sol-jel yöntemiyle üretilen alümina alkojelin fizikokimyasal ve yapısal özellikleri üzerine kurutma türünün etkisi. *Politeknik Dergisi*, *23*(3), 657-669.

Rao, A. V., Nilsen, E., & Einarsrud, M. A. (2001). Effect of precursors, methylation agents and solvents on the physicochemical properties of silica aerogels prepared by atmospheric pressure drying method. *Journal of non-crystalline solids*, 296(3), 165-171.

Rao, A. V., & Kulkarni, M. M. (2002). Hydrophobic properties of TMOS/TMES-based silica aerogels. *Materials Research Bulletin*, *37*(9), 1667-1677.

Raichel, D. R. (2006). *The science and applications of acoustics*. Springer Science & Business Media.

Rennie, R., & Law, J. (Eds.). (2019). A dictionary of physics. Oxford University Press.

Rigacci, A., & Achard, P. (2011). Cellulosic and polyurethane aerogels. In *Aerogels Handbook* (pp. 191-214). Springer, New York, NY.

Saadatnia, Z., Mosanenzadeh, S. G., Li, T., Esmailzadeh, E., & Naguib, H. E. (2019). Polyurethane aerogel-based triboelectric nanogenerator for high performance energy harvesting and biomechanical sensing. *Nano Energy*, *65*, 104019.

Sala, M. R., Skalli, O., Leventis, N., & Sabri, F. (2020). Nerve response to superelastic shape memory polyurethane aerogels. *Polymers*, *12*(12), 2995.

Sanchez, C., & Ribot, F. (1994). Design of hybrid organic-inorganic materials synthesized via sol-gel chemistry. *New Journal of Chemistry*, *18*(10), 1007-1047.

Sanchez, C., Shea, K. J., & Kitagawa, S. (2011). Recent progress in hybrid materials science. *Chemical Society Reviews*, 40(2), 471-472.

Sharmin, E., & Zafar, F. (2012). Polyurethane: an introduction. Polyurethane, 3-16.

Simón-Herrero, C., Chen, X. Y., Ortiz, M. L., Romero, A., Valverde, J. L., & Sánchez-Silva, L. (2019). Linear and crosslinked polyimide aerogels: synthesis and characterization. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(3), 2638-2648.

Stenzenberger, H. D., & Hergenrother, P. M. (1990). *Polyimides* (p. 34). D. Wilson (Ed.). Glasgow: Blackie.

Szycher, M. (2013). Polyurethanes. Boca Raton: CRC press.

Talebi, Z., Soltani, P., Habibi, N., & Latifi, F. (2019). Silica aerogel/polyester blankets for efficient sound absorption in buildings. *Construction and Building Materials*, 220, 76-89.

Toygun, Ş., Köneçoğlu, G., & Kalpaklı, Y. (2013). General principles of sol-gel. Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences, 31(4), 456-476.

Verdolotti, L., Lavorgna, M., Lamanna, R., Di Maio, E., & Iannace, S. (2015). Polyurethane-silica hybrid foam by sol-gel approach: Chemical and functional properties. *Polymer*, *56*, 20-28.

Wang, J. M. (2018). Preparation and properties of SiO2 aerogel and fabric composite based on polyurethane. *Integrated Ferroelectrics*, 189(1), 36-43.

Wang, W., Tong, Z., Li, R., Su, D., & Ji, H. (2021). Polysiloxane bonded silica aerogel with enhanced thermal insulation and strength. *Materials*, *14*(8), 2046.

Wilson, D. K. (2003). The sound-speed gradient and refraction in the near-ground atmosphere. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 113(2), 750-757.

Wintzell, L. (2014). Acoustic Textiles: the case of wall panels in home environment.

Woignier, T., Phalippou, J., Despetis, F., & Calas-Etienne, S. (2018). Aerogel processing.

Wu, S., Du, A., Xiang, Y., Liu, M., Li, T., Shen, J., ... & Zhou, B. (2016). Silica-aerogelpowders "jammed" polyimide aerogels with excellent hydrophobicity and conversion to ultra-light polyimide aerogel. *RSC advances*, *6*(63), 58268-58278.

Wu, X., Zhong, K., Ding, J., Shen, X., Cui, S., Zhong, Y., ... & Chen, X. (2020). 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.

Xia, T., Yang, H., Li, J., Sun, C., Lei, C., Hu, Z., & Zhang, Y. (2019). Synthesis and physicochemical characterization of silica aerogels by rapid seed growth method. *Ceramics International*, 45(6), 7071-7076.

Xiong, L., Zheng, W., Cao, S., & Zheng, Y. (2022). Organic–Inorganic Double-Gel System Thermally Insulating and Hydrophobic Polyimide Aerogel. *Polymers*, 14(14), 2818.

Yan, P., Zhou, B., & Du, A. (2014). Synthesis of polyimide cross-linked silica aerogels with good acoustic performance. *RSC Advances*, 4(102), 58252-58259.

Yeganeh, H., & Shamekhi, M. A. (2004). Poly (urethane-imide-imide), a new generation of thermoplastic polyurethane elastomers with enhanced thermal stability. *Polymer*, 45(2), 359-365.

Yeganeh, H., Mehdipour-Ataei, S., & Ghaffari, M. (2008). Preparation and properties of novel poly (urethane-imide) s via blending of reactive polyimide and epoxy-terminated urethane prepolymers. *High Performance Polymers*, 20(2), 126-145.

Yoldas, B. E. (1984). Modification of polymer-gel structures. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 63(1-2), 145-154.

Zhang, X., Li, W., Song, P., You, B., & Sun, G. (2020). Double-cross-linking strategy for preparing flexible, robust, and multifunctional polyimide aerogel. *Chemical Engineering Journal*, *381*, 122784.

Zhao, Y., Li, Y., & Zhang, R. (2018). Silica aerogels having high flexibility and hydrophobicity prepared by sol-gel method. *Ceramics International*, 44(17), 21262-21268.

Zhang, X., Ni, X., Li, C., You, B., & Sun, G. (2020). Co-gel strategy for preparing hierarchically porous silica/polyimide nanocomposite aerogel with thermal insulation and flame retardancy. *Journal of Materials Chemistry A*, 8(19), 9701-9712.

Zheng, X. G., Dong, Q., Wang, X., Yu, P., Wang, W., Zhang, J., & Ren, L. (2021). Improvement of flame retardancy of polyurethane foam using DOPO-immobilized silica aerogel. *Frontiers in Materials*, 158.

Zuo, M., & Takeichi, T. (1997). Novel method for the preparation of poly (urethaneimide) s and their properties. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 35(17), 3745-3753.

Zuo, M., & Takeichi, T. (1999). Preparation and characterization of poly (urethaneimide) films prepared from reactive polyimide and polyurethane prepolymer. *Polymer*, 40(18), 5153-5160.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı Doğum Yeri ve Tarihi Yabancı Dil	: Cengiz Karabulut : Bursa – 01.03.1987 : İngilizce
Eğitim Durumu Lise Lisans	: Bursa Yıldırım Beyazıt Lisesi : U.Ü Fen Edeb. Fak Kimya Bölümü
İletişim (e-posta)	: cngzkrblt1987@gmail.com
Akademik Çalışmalar	:

Karabulut, C., Başyiğit Z., Unsal, C., Kut, D., Aerogel applications in textile materials, Autex 2022 Conference, Lodz University of Technology, June 7-10 2022,Lodz, Poland

Dünya Fikri Mülkiyet Örgütü WIPO'ya PCT/TR2022/050330 ve PCT/TR2022/050341 başvuru numaraları ile iki adet patent başvuru girişi yapılmıştır.