

فاطمه پاشائی سورباقی، مهرداد کوکبی*،
احمدرضا بهرامیان

گروه مهندسی پلیمر، دانشکده مهندسی شیمی،
دانشگاه تربیت مدرس، تهران

افزایش پایداری حرارتی ابروژل سیلیکایی نانو متخلخل

چکیده

افزایش پایداری حرارتی ابروژل‌های سیلیکایی نانو متخلخل تهیه شده به روش فوق بحرانی بدون از دست دادن خواص منتسب به ابروژل‌ها، چالش اصلی است. نتایج نشان داد که با انجام عملیات حرارتی کنترل شده بر روی ابروژل‌های سیلیکایی، با حفظ پایداری ساختاری و ابعادی، پایداری حرارتی آن‌ها به دمای بالاتر، ارتقا یافته است. نتایج FTIR موید پیوندهای شیمیایی مشابه در ابروژل مرجع و گرمادیده است. بررسی بیش‌تر با استفاده از SEM ریز ساختار نانومتری مشابه در ابروژل‌ها و افزایش تراکم در نمونه گرمادیده را نشان می‌دهد. مطالعات گرماوزن سنجی به خوبی پایداری حرارتی نمونه گرمادیده را تا دمای ۶۰۰°C نشان می‌دهد. همچنین نتایج نشان داد که مدلسازی ریاضی یک بعدی به روش حل معکوس و به کارگیری روش اصلاح شده صفحه داغ و تصاویر دمانگاری، پیش بینی معتبری از نفوذ حرارتی به دست می‌دهد.

کلمات کلیدی: ابروژل سیلیکا، سل ژل، عملیات حرارتی، نانو متخلخل، خشک‌کردن فوق بحرانی.

۱- مقدمه

ابروژل‌ها از شبکه نانوذرات بهم پیوسته‌ای^۱ تشکیل شده‌اند که بین آن‌ها فضای نانومتری وجود دارد. این مواد نانوساختار، با چگالی بسیار پایین و سطح ویژه بالا خواص استثنایی از خود نشان می‌دهند و به همین علت کاربردهای آن‌ها در زمینه‌های مختلف همچون باتریهای قابل شارژ، پایه کاتالیست‌ها، پیل‌های سوختی و به عنوان ابرعایق‌های حرارتی و صوتی و سامانه‌های دارورسانی در حال گسترش است [۱-۵]. ابروژل‌ها شامل انواع مختلف پلیمری، فلزی، اکسیدهای فلزی و اکسیدها شبه فلزی هستند. در میان انواع مختلف ابروژل‌ها، ابروژل سیلیکا دارای بهترین خواص حرارتی است. داشتن هدایت حرارتی اندک در کنار پایداری حرارتی بالا باعث استفاده وسیع از این ماده در کاربردهای عایق حرارتی شده است [۶]. ابروژل سیلیکایی نانو ساختار با چگالی اندک ($0.5-0.3 \text{ g/cm}^3$) در میان جامدات کم‌ترین هدایت حرارتی، در مقایسه با هوا (0.026 W/m.K) را دارد [۷]. ساخت ابروژل سیلیکا شامل دو مرحله کلی پلیمرشدن سل-ژل و سپس خشک کردن است. در مرحله پلیمر شدن مونومر آلکوکسی سیلان در محیط

1. Interconnected Nano Particle Network

*Correspondent Author Email: mehrir@modares.ac.ir

تاریخ پذیرش: ۹۴/۹/۱۱

تاریخ دریافت: ۹۳/۸/۳

آب و الکل و حضور کاتالیست بازی یا اسیدی به ژل تبدیل می‌شود و سپس خشک می‌شود. به دلیل وجود تخلخل‌های نانومتری و نیروهای موینگی بزرگ خروج حلال از ژل می‌تواند باعث جمع شدگی و ترک خوردن ساختار شود. خشک شدن ابروژل‌ها امروزه به سه روش خشک کردن انجمادی، خشک کردن محیطی و خشک کردن فوق بحرانی انجام می‌شود [۸]. روش فوق بحرانی علی‌رغم ضرورت رعایت نکات ایمنی خاص، بهترین نتیجه را از لحاظ عدم جمع‌شدگی و حفظ ساختار یکپارچه^۱ حاصل کرده است. ابروژل‌های سیلیکایی خواص خود را از ریزساختار نانومتری و ام گرفته‌اند اما در دمای کارکرد بالا دچار تغییرات ساختاری و ابعادی می‌شوند [۹]. این تغییرات می‌تواند موجب تغییرکارایی آن‌ها به عنوان عایق شود. به همین دلیل افزایش پایداری حرارتی ابروژل‌های مذکور در دمای بالا از چالش‌های تحقیقاتی است. از طرف دیگر با توجه به گستره وسیع دمایی عایق‌ها، بررسی کارایی و اندازه‌گیری خواص اصلی عایق شامل پایداری حرارتی، هدایت حرارتی و ضریب نفوذ حرارتی حائز اهمیت است. در این تحقیق به منظور افزایش پایداری حرارتی ابروژل‌ها در دمای بالا، از عملیات حرارتی کنترل شده استفاده شده است. از آن‌جا که قطعات ابروژل معمولاً در ابعاد کوچک ساخته می‌شوند و به علت محدودیت‌های مربوط به ساخت، روش‌های متداول اندازه‌گیری هدایت و نفوذ حرارتی یعنی روش سطح داغ گذرا^۲، شار سنج حرارتی و روش لیزرفلش به دلیل محدودیت ابعاد ابروژل و عدم امکان کنترل دقیق ابعاد، روش‌های مناسبی نیستند [۱۰]. به این دلیل، در این پژوهش با استفاده از مدل ریاضی و روش حل معکوس، ضریب نفوذ حرارتی ابروژل‌ها محاسبه و تعیین شده است.

۲- مدل‌سازی

مدل‌سازی با هدف محاسبه ضریب نفوذ حرارتی ابروژل‌ها در این قسمت ارائه می‌شود، فرضیات عبارتند از:

-انتقال حرارت فقط در جهت عمود بر سطح، جهت z رخ می‌دهد.

-سطح مقطع ثابت است.

-واکنش شیمیایی رخ نمی‌دهد.

مدل ساده شده (۱) از معادله بقای انرژی به دست می‌آید:

$$\rho c \frac{dT}{dt} = \frac{\partial}{\partial z} \left(K \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad (1)$$

در این رابطه K هدایت حرارتی، ρ چگالی و c ظرفیت حرارتی است.

با توجه به استفاده از صفحه داغ برای محاسبه ضریب نفوذ حرارتی شرایط اولیه و شرایط مرزی عبارت است از:

$$T(z, 0) = T_0 \quad (2)$$

$$T(0, t) = T_1 \quad (3)$$

$$T(h, t) = T \quad (4)$$

T_0 دمای اولیه نمونه، T_1 دمای سطح پایین نمونه و T دمای سطح بالای نمونه است. برای اندازه گیری این دماها از تغییر دمای سطح نمونه قرار داده شده روی صفحه داغ در دمای ثابت استفاده شد. از مقاومت تماسی بین نمونه و سطح صفحه داغ صرف نظر و دمای سطح داغ و سطح پایین نمونه برابر در نظر گرفته شد. با اعمال روش حل معکوس، معادله ۳ به صورت زیر در می آید، [۱۱].

$$\frac{1}{\alpha_{eff}} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \quad (5)$$

که در این رابطه:

$$\alpha_{eff}(T) = \frac{K}{\rho c} \quad (6)$$

با اعمال شرایط مرزی در معادله ۵ و حل عددی معادله مذکور، ضریب نفوذ حرارتی محاسبه می شود.

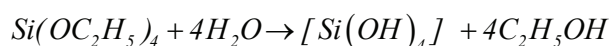
۳- روش تجربی

در این تحقیق مونومر تترااتیل اورتوسیلیکات^۱ (TEOS)، اسید اگزالیک، آمونیوم هیدروکسید (NH_4OH) و اتانول از شرکت Merck تهیه شده است.

برای بررسی ریزساختار ابروزل سیلیکایی از میکروسکوپ الکترونی روبشی Zeiss ساخت کشور آلمان استفاده شد. دستگاه گرماوزنسنجی مدل TGA/DSC 1 ساخت شرکت Mettler برای ارزیابی پایداری گرمایی و دستگاه طیفسنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR) مدل IR100 ساخت شرکت Nicoled کشور آمریکا برای تعیین پیوندهای شیمیایی به کار رفت. برای اندازه گیری چگالی، جرم نمونه ها توسط ترازوی دقیق با دقت ۴ رقم اعشار و حجم آن ها با اندازه گیری ابعاد توسط کولیس با دقت ۰/۰۲ mm محاسبه شد. برای خشک کردن نمونه ها از محفظه فوق بحرانی ساخته شده در دانشگاه تربیت مدرس استفاده شد. کوره حرارتی برنامه پذیر مدل آذر از شرکت اکسایتون ساخت ایران، برای انجام عملیات گرمایی به کار رفت. همچنین برای اندازه گیری دمای سطح از دوربین دمانگاری FLIR سری i به کار رفت.

• روش سنتز و شکل دهی ابروزل سیلیکایی

در این پژوهش از مونومر تترا اتوکسیسیلان ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$)^۱ و پلیمر شدن دو مرحله ای برای تولید ژل سیلیکا استفاده شد. مرحله اول، آبکافت^۲ در حضور کاتالیست اسیدی است. از اگزالیک اسید به عنوان کاتالیست اسیدی استفاده شده است:



واکنش آبکافت در دمای 60°C و در مدت ۲۴ ساعت انجام شد و پس از آن با افزودن کاتالیست بازی، آمونیاک، واکنش پلیمر شدن تراکمی و فرایند ژل شدن (مرحله دوم) در داخل قالب استوانه ای به طول ۰/۵ و قطر ۲ سانتیمتر انجام شد:



1. TEOS
2. Hydrolysis

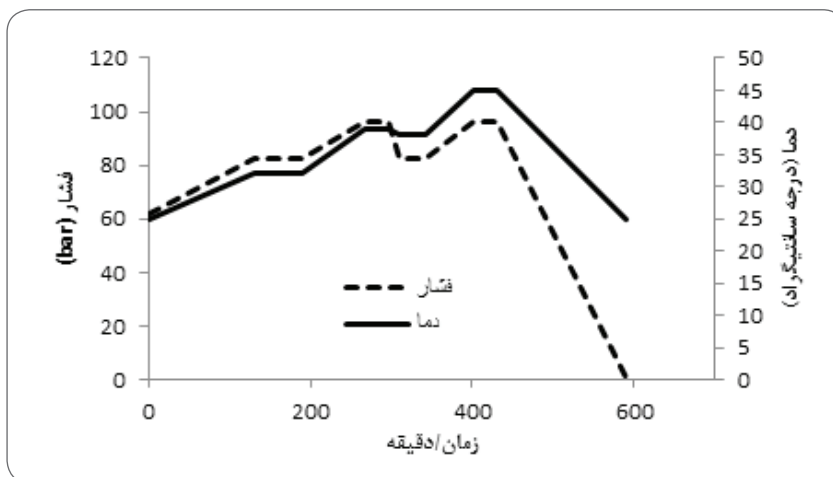
نسبت مولی به کار رفته برای مونومر: آب: الکل: اسید اگزالیک: آمونیوم عبارت است از: ۷: ۶: ۰/۰۰۰۸: ۰/۲: ۰.

• روش خشک کردن

برای خارج کردن آب و الکل و خشک کردن ژلها از روش فوق بحرانی استفاده شد. فرایند فوق بحرانی در محفظه فشار بالا و با استفاده از دی اکسید کربن و در فشار ۸۰ بار انجام شد. شکل ۱ تصویر محفظه فشار بالا را نشان می‌دهد. برای خشک کردن فوق بحرانی ابتدا محفظه تا رسیدن دی اکسید کربن مایع به نقطه فوق بحرانی گرم می‌شود و سپس فرایند تخلیه با نرخ اندک (حدود ۰/۶ bar/min) شروع می‌شود. شکل ۲ منحنی تغییرات فشار و دما با زمان را در این فرآیند نشان می‌دهد.



تصویر ۱: تصویر محفظه فشار بالا



شکل ۲: نمودار شرایط دما و فشار در روش خشک کردن فوق بحرانی با مایع دی اکسید کربن

• روش انجام عملیات حرارتی

در این تحقیق برای کاهش اثر تنش حرارتی، نمونه‌های دیسک مانند استفاده شد و برای به دست آوردن نرخ مناسب گرمادهی، نرخ های ۱، ۵، ۱۰ و ۲۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه انتخاب شد. عملیات حرارتی نمونه از دمای محیط تا 800°C و سپس چهار ساعت اقامت در این دما انجام شد.

• روش صفحه داغ

در این پژوهش، با اقتباس از روش مرسوم شارسنجی حرارتی به کمک صفحه داغ که برای نمونه‌هایی با ابعاد بزرگتر از ۱۵ سانتیمتر در شرایط پایا با تعبیه ترموکوپل در قطعه، استفاده می‌شود، با انجام تغییراتی برای ایزوژل‌های سیلیکایی به کار گرفته شد.

در این روش با ایجاد تغییر دما در نمونه‌های با ابعاد کوچک (دیسک به قطر ۲ سانتیمتر و ضخامت ۰/۵ سانتیمتر)، شرایط مرزی مورد نیاز به عنوان ورودی برنامه رایانه‌ای حل معادله ۶ به روش حل معکوس در شرایط گذرا، به دست می‌آید. بدین منظور نمونه روی صفحه داغ با امکان کنترل دما با دقت $\pm 0.1^\circ\text{C}$ قرار می‌گیرد. از آن جا که ایزوژل‌ها شکننده هستند و امکان تعبیه ترموکوپل در آن‌ها وجود ندارد، برای اندازه‌گیری دمای سطح نمونه از روش غیر تماسی دوربین دمانگاری^۱ مادون قرمز استفاده شده است. نمونه دیسک مانند روی صفحه داغ قرار گرفته است و دور نمونه با عایق نمدی و پودر ایزوژل پوشانده شده است تا انتقال حرارت به انتقال در راستای ضخامت محدود شود.

۴- نتایج و بحث

اثر نرخ گرمادهی بر پایداری ابعادی و ساختاری

نرخ‌های ۵، ۱۰ و ۲۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه باعث ایجاد گرادیان دما و تنش حرارتی در نمونه‌ها و در نتیجه فروپاشی ابعادی آن‌ها شده است، جدول ۱. تعیین نرخ گرمادهی مناسب به طریقی که در نمونه گرادیان دمایی ایجاد نشود و مابین هر دو گام دمایی زمان مناسب برای همدم شدن نمونه وجود داشته باشد، حائز اهمیت است. در نرخ گرمادهی ۱ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه، نمونه‌ای یکپارچه، شفاف فاقد هرگونه ترک با پایداری ابعادی و ساختاری مناسب به دست آمد. از این رو نرخ گرمادهی ۱ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه، نرخ بهینه است. برای مقایسه خواص ایزوژل سیلیکایی گرمادیده^۲ با نمونه مرجع، مشخصه‌یابی‌های آتی بر روی آن دو نمونه انجام شده است.

چگالی و درصد تخلخل

چگالی نمونه‌های خرد شده به دلیل ایجاد شکل نامنظم به روش تعیین نسبت جرم به حجم قابل اندازه‌گیری نیست. نتایج مربوط به چگالی نمونه‌های سالم در جدول ۱، درج شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود در اثر عملیات حرارتی چگالی نمونه گرمادیده نسبت به نمونه مرجع، ۵۲ درصد افزایش نشان می‌دهد، ولی کماکان چگالی نمونه گرمادیده در محدوده قابل قبول برای ایزوژل‌ها قرار دارد. برای تعیین درصد تخلخل از رابطه ۷ استفاده شد. در این رابطه ρ_s و ρ_b چگالی توده ایزوژل و چگالی دیواره تخلخل است و ρ_s برای ایزوژل سیلیکا 1900 g/cm^3 است [۱۲].

$$P = \left(1 - \frac{\rho_b}{\rho_s}\right) \times 100 \quad (7)$$

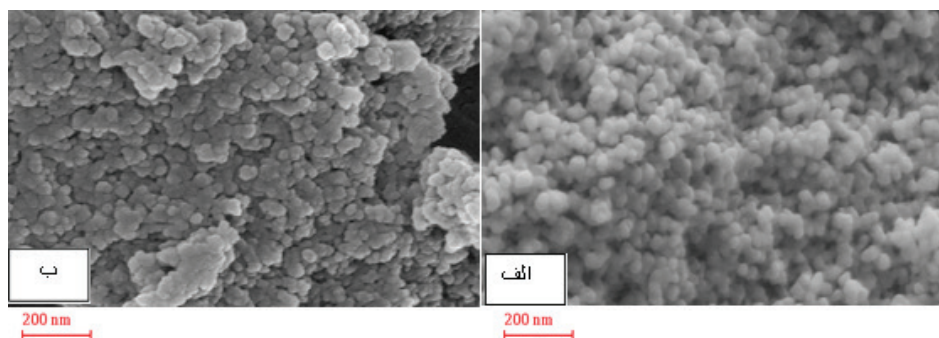
1. Thermography
2. Heat Treated

جدول ۱: مشخصه های ایروژل ها تولیدی

شکل ظاهری	سرعت گرمایش °C/min	درصد تخلخل	چگالی g/cm ³	نمونه
فاقد ترک 	---	۸۸	۲۳۰	ایروژل ۱
فاقد ترک 	۱	۸۲	۳۵۰	ایروژل ۲
نمونه شکسته 	۵	۸۱	۳۶۰	ایروژل ۳
نمونه شکسته 	۱۰	---	--	ایروژل ۴
نمونه شکسته 	۲۰	----	--	ایروژل ۵

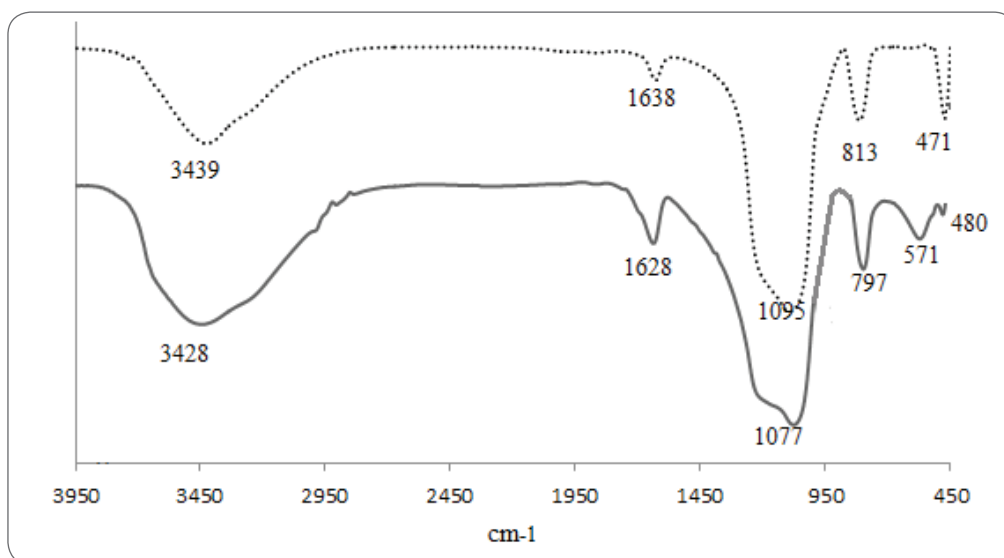
ریزساختار

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ریزساختار نانومتری نمونه ها قبل (مرجع) و بعد از گرمادهی (گرمادیده) در شکل ۳ نشان داده شده است. تصاویر شبکه نانو متخلخل متشکل از دانه های کلوییدی را برای هر دو نمونه ایروژل تایید می کند. ریزساختار در نمونه گرمادیده، متراکم تر به نظر می رسد که این برداشت با کاهش درصد تخلخل محاسبه شده در جدول ۱ تطابق دارد.



شکل ۳: تصاویر SEM (الف) نمونه ایروژل مرجع، (ب) نمونه ایروژل گرمادیده

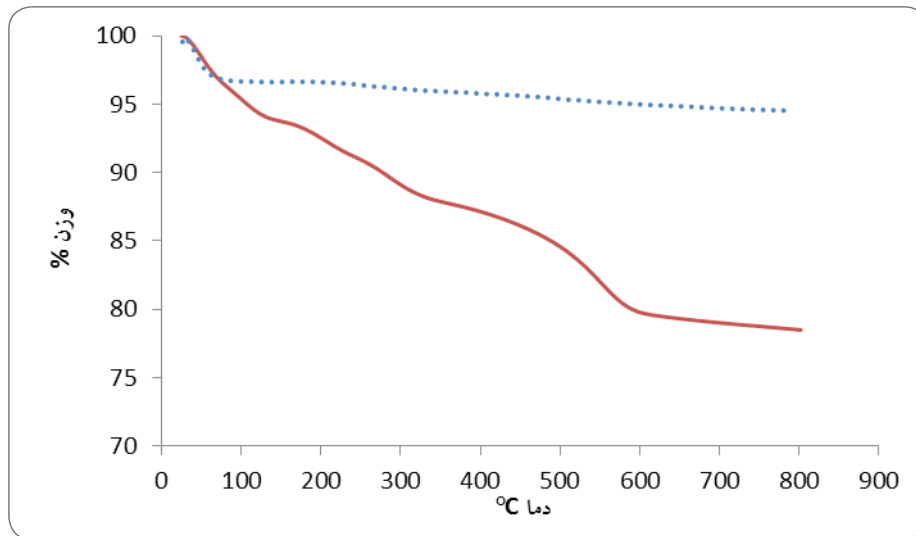
شکل ۴ به ترتیب نتایج FTIR نمونه مرجع و نمونه گرمادیده را نشان می‌دهد. نمونه مرجع ایروزل سیلیکایی به دلیل وجود پیوندهای سیلانول سطحی، دارای خاصیت آبدوستی و قدرت جذب آب است. پیک پهن در حوالی ۳۴۵۰ حاصل از روی هم افتادن پیوند کششی O-H مولکول‌های آب دارای پیوند هیدروژنی (H-O-H...H) و سیلانولهای سطحی دارای پیوند هیدروژنی با آب است. طیف جذبی ناحیه ۱۶۲۸-۱۶۳۸ مربوط به هیدروکسیل مولکول‌های آب جذب شده است. پیک بسیار پهن و قوی و شانه پیک در ناحیه ۱۰۷۷ و پیک ناحیه ۷۹۵ و ۴۸۰ مربوط به پیوند Si-O-Si است. پیک کم انرژی ناحیه ۵۶۰ مربوط به کششهای Si-O نواقص شبکه است که این پیک در نمونه ایروزل گرمادیده از بین رفته است. همچنین این طیف‌ها پیک‌های مربوط به پیوند C-H ناشی از وجود مونومر آبکافت نشده را نشان نمی‌دهند، بنابراین زمان آبکافت تجربی انتخاب شده (۲۴ ساعت) مناسب بوده است.



شکل ۴: پیک FTIR نمونه ایروزل مرجع (...) و نمونه گرمادیده (-).

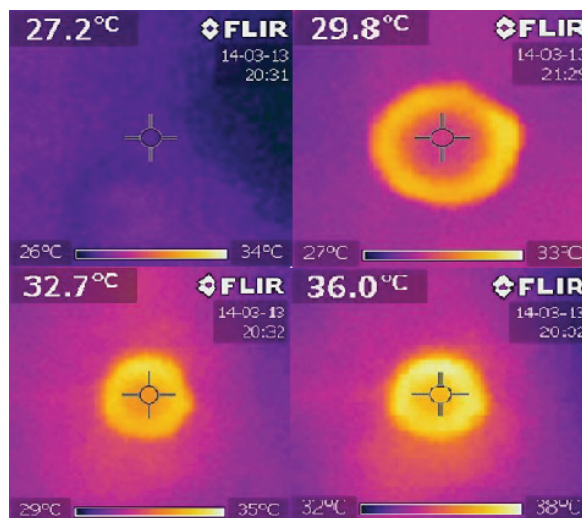
پایداری و کارایی حرارتی

شکل ۵ منحنی‌های گرماوزن سنجی نمونه ایروزل مرجع و ایروزل گرمادیده را نشان می‌دهد. با توجه به منحنی نمونه مرجع، افت جرم اولیه در محدوده ۳۰ تا ۱۵۰°C مربوط به خروج آب آزاد باقی مانده در تخلخل‌های آن است. در همین منحنی، کاهش وزن در دمای بالاتر از ۱۵۰°C مربوط به خروج آب دارای اتصال فیزیکی با گروههای سیلانول سطحی، همچنین خروج برخی گروههای هیدروکسیل از ایروزل سیلیکایی است [۱۳]. کاهش وزن در دمای بالاتر از ۳۶۰°C مربوط به کاهش فاز فعال سیلیکا است [۱۴]. منحنی گرماوزن سنجی مربوط به نمونه گرمادیده (منحنی نقطه چین) فقط یک پله کاهش جرم در محدوده دمای محیط تا ۱۵۰°C رخ داده که مربوط به خروج آب آزاد جذب شده از محیط در ایروزل مذکور است. نکته مهم در این منحنی پایداری حرارتی ایروزل گرمادیده تا دمای ۷۰۰°C است. بدین ترتیب می‌توان اظهار داشت که با انجام عملیات حرارتی در نرخ گرمادهی پایین، ایروزل پایداری، از نظر حرارتی و ابعادی (جدول ۱)، به دست آمده است.



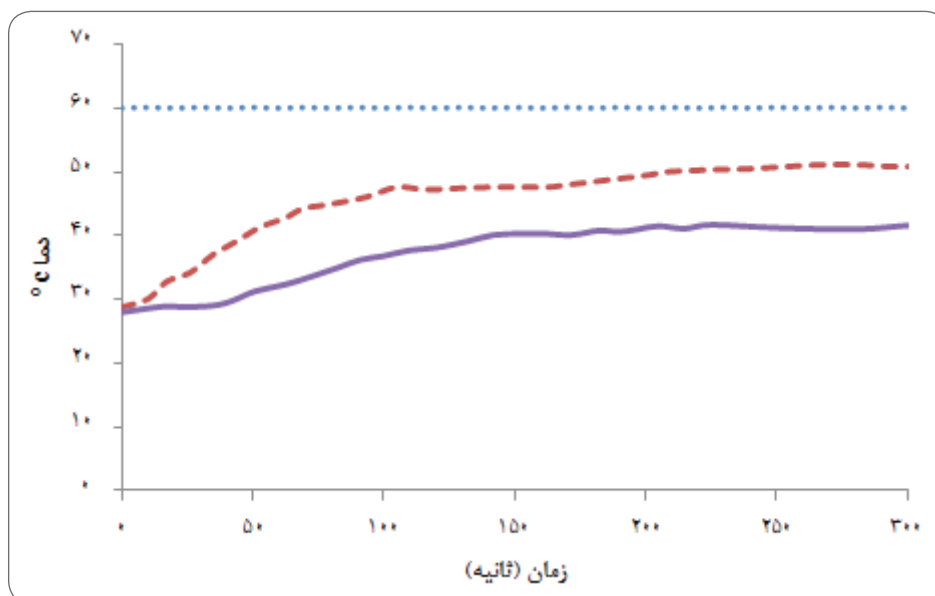
شکل ۵: منحنی گرما وزن سنجی نمونه ایروزل مرجع (-)، نمونه ایروزل گرما دیده (...).

همان‌طور که ذکر شد در این پژوهش، ارزیابی میزان تغییر در خواص حرارتی ایروزل، به صورت مشخص، نفوذ حرارتی آن، در اثر عملیات حرارتی کنترل شده، با استفاده از مدل ریاضی پیش بینی ضریب نفوذ حرارتی ایروزل در شرایط گذرا و آزمون صفحه داغ انجام شده است. شکل ۶ تصاویر دمانگاری اندازه‌گیری دمای سطح را در چهار دمای ثابت اختیاری نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، همزمان با افزایش دما، تغییر رنگ سطح نمونه از رنگ تیره (سرمه‌ای) به رنگ روشن (زرد) صورت می‌گیرد. لازم به یادآوری است که برای اندازه‌گیری ضریب نفوذ حرارتی از دمای نقطه مرکزی نمونه استفاده شده است، زیرا فرض یک بعدی انتقال حرارت در راستای ضخامت، در نقاط مرکزی ایروزل دقیق‌تر است. برای کم کردن خطای اندازه‌گیری، لازم است اطراف نمونه با عایقی قوی‌تر از ایروزل پوشانده شود، اما یافتن عایقی قوی‌تر از ایروزل دشوار است. در این تحقیق اطراف نمونه با دو لایه نمد ایروزل پوشانده شده است به نحوی که یک لایه هوا مابین آن قرار گیرد تا ضریب عایقی بودن آن افزایش یابد. فضای جزیی خالی اطراف نمونه با پودر ظریف ایروزل پر شده است.



شکل ۶: تصاویر دمانگاری مادون قرمز در چهار دمای ثابت اختیاری.

ثبت تصاویر بلافاصله پس از قرار گرفتن نمونه روی صفحه داغ هر دو ثانیه یکبار انجام شده، منحنی تغییر دمای سطح نمونه نسبت به زمان با استفاده از نرم افزار دمانگاری به دست آمده است، شکل ۶. نمودار مربوط به ایزوژل گرمادیده افزایش دم و به تبع ضریب نفوذ حرارتی را نسبت به نمونه مرجع به خوبی نشان می‌دهد، که انتظار می‌رود برنامه رایانه‌ای مورد استفاده نیز آن را تخمین بزند.



شکل ۶: تغییر دمای سطح نمونه‌ها با زمان پس از قرار گرفتن روی صفحه داغ: (—) ایزوژل اصلی، (---) ایزوژل گرمادیده، (....) صفحه داغ.

با اعمال نتایج شکل ۶ به عنوان شرایط مرزی در برنامه رایانه‌ای توسعه یافته در این گروه تحقیقاتی، ضرایب نفوذ حرارتی محاسبه شده در خصوص ایزوژل مرجع و گرمادیده در جدول ۲ درج شده است، که بیانگر افزایش ۱۲ درصدی ضریب نفوذ حرارتی ایزوژل گرمادیده نسبت به ایزوژل مرجع است.

جدول ۲: نتایج محاسبه ضریب نفوذ حرارتی.

نمونه	ضریب نفوذ حرارتی (m^2/s)
ایزوژل سیلیکایی مرجع	$1/22 \times 10^{-7}$
ایزوژل سیلیکایی گرمادیده	$1/37 \times 10^{-7}$

۵- نتیجه‌گیری

ایزوژل سیلیکایی یکپارچه، شفاف (نمونه مرجع) با پایداری ابعادی و ساختاری، در دمای پایین، به روش فوق بحرانی با موفقیت ساخته شد. عملیات حرارتی کنترل شده روی ایزوژل سیلیکایی موجب افزایش پایداری حرارتی قابل توجه ایزوژل حاصل (گرمادیده) در دمای بالا می‌شود. ایزوژل گرمادیده کماکان دارای پایداری ساختاری، چگالی و درصد تخلخل در محدوده متناسب به ایزوژل هاست و

علیرغم افزایش ۵۰ درصدی چگالی، تنها افزایش ۱۲ درصدی در ضریب نفوذ حرارتی نشان می‌دهد. مدلسازی یک بعدی و روش حل معکوس محاسبه ضریب نفوذ به کمک روش صفحه داغ و تصاویر دمانگاری مادون قرمز برای نمونه‌های با ابعاد کوچک از دقت قابل قبولی برخوردار است.

قدردانی

نویسندگان مقاله مراتب قدردانی و تشکر خود را از دانشگاه تربیت مدرس و ستاد ویژه توسعه فناوری نانو به دلیل حمایت‌های مالی از این پژوهش ابراز می‌دارند.

مراجع

1. W. Hrubesh, Aerogel Applications. J. Non-Cryst. Solids 225(2010), 335-342.
2. P. Tsou, Silica Aerogel Captures Cosmic Dust Intact. J. Non-Cryst. Solids 186(2010), 415-427.
3. T. Mehling, I. Smirnova, U. Guenther, R. H. H. Neubert, Polysaccharide-Based Aerogels as Drug Carriers. J. Non-Cryst. Solids. 355 (2009), 2472-2479.
4. I. Smirnova, S. Suttirungwong, W. Arlt, Feasibility Study of Hydrophilic and Hydrophobic Silica Aerogels as Drug Delivery Systems. J. Non-Cryst. Solids. 350 (2004), 54-60.
5. C.A. Garcia-Gonzalez, M. Alnaief, I. Smirnova, Polysaccharide-Based Aerogels Promising Biodegradable Carriers for Drug Delivery Systems. Carbohydr. Polym. 86 (2011), 1425-1438.
6. M. A. Aegerter, Aerogels Handbook. Advances in Sol-Gel Derived Materials and Technologies, Springer, New York, 2011.
7. M. Koebel, A. Rigacci, P. Achard, Aerogel-based thermal superinsulation: an overview. J. Sol-Gel, Sci. Techn. 63(2012), 315-39.
8. N. Hüsing, U. Schubert, Aerogels Airy Materials: Chemistry, Structure, and Properties. Angew. Chem. Int. Ed. 37 (1998), 22-45, 998.
9. K. Jesenak, L. Kuchta, P. Hudec, V.A. Fajnor, Calcination of SiO₂-Aerogel in Oxidizing Atmosphere. J. Therm. Anal. Calorim. 55(1999), 773-7.
10. E. Cohen, Thermal Properties of Advanced Aerogel Insulation, PhD Thesis, Massachusset Institute of Technology, USA, 2011.
11. A.R. Bahramian, M. Kokabi, F.P. Soorbaghi, Carbon Fiber Reinforced β -SiAlON for Ultra High Temperature Ablative Heat Shields. Int. J. Appl. Ceram. Tec. 10(2013), 203-14.
12. R. Venkateswara, S. D. Bhagat, Synthesis and Physical Properties of TEOS-based Silica Aerogels Prepared by Two Steps (acid-base) Sol-Gel Process. Solid State Sci. 6(2004), 945-52.
13. S. K. M. Meera, S. R. Murali, A. Murali, S.N. Jaisankar, A.B. Mandal, Sol-Gel Network Silica/modified Montmorillonite Clay Hybrid Nanocomposites for Hydrophobic Surface Coatings. Colloids Surfaces B 90(2012), 204-210.
14. F. Shi, L. Wang, L. Jingxiao, M. Zeng, Effect of Heat Treatment on Silica Aerogels Prepared via Ambient Drying. J. Mater. Sci. Technol. 23(2007), 402-406.

