

HARRAN ÜNİVERSİTESİ MÜHENDİSLİK DERGİSİ

HARRAN UNIVERSITY JOURNAL of ENGINEERING

e-ISSN: 2528-8733 (ONLINE) URL: <u>http://dergipark.org.tr/humder</u>

Pomza agregası içeren hafif geopolimer kompozitin ötojen rötre ve mikroyapısal özelliklerinin değerlendirilmesi

Evaluation of autogenous shrinkage and microstructural properties of lightweight geopolymer composite incorporating pumice aggregate

Yazar(lar) (Author(s)): Şevin EKMEN¹Kasım MERMERDAŞ², Zeynep ALĞIN³

¹ ORCID ID: 0000-0002-2577-696X ² ORCID ID: 0000-0002-1274-6016 ³ ORCID ID: 0000-0001-7004-8403

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article): Ekmen Ş., Mermerdaş K., Alğın Z., "Pomza agregası içeren hafif geopolimer kompozitin ötojen rötre ve mikroyapısal özelliklerinin değerlendirilmesi", *Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi*, 7(3): 113-127, (2022).

Erişim linki (To link to this article): <u>http://dergipark.org.tr/humder/archive</u>

HRU Muh Der, 7(3): 113-127 (2022)

Harran Üniversitesi



Mühendislik Dergisi

http://dergipark.org.tr/humder



Araştırma Makalesi

Pomza Agregası İçeren Hafif Geopolimer Kompozitin Otojen Rötre ve Mikroyapısal Özelliklerinin Değerlendirilmesi

Şevin EKMEN^{1, *}, Kasım MERMERDAŞ², Zeynep ALĞIN³

Öz

¹Harran Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 63290, Haliliye/ŞANLIURFA
²Harran Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 63290, Haliliye/ŞANLIURFA
³Harran Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 63290, Haliliye/ŞANLIURFA

Makale Bilgisi

Başvuru: 31/03/2022 Yayın: 30/12/2022

Anahtar Kelimeler

Pomza Agregası Geopolimer Rötre Mikro Yapı

Keywords

Pumice Aggregate Geopolymer Shrinkage Micro Structure Geopolimer üretimi, çimento kullanımının devre dışı bırakılarak yapı sektörüne alternatif bağlayıcı malzeme sunulmasına olanak sağlamaktadır. Bu çalışmada, farklı sodyum hidroksit molariteleri, sodyum silikat/sodyum hidroksit oranları ve alkali/uçucu kül oranları ile hazırlanan geopolimer kompozitlerin mikroyapısal özelliklerinin yanı sıra otojen büzülme sonuçları da araştırılmıştır. Rötre değerlerine ulaşılması için numuneler plastik örtü ile kaplanmıştır. Alkali/uçucu kül, sodyum silikat/sodyum hidroksit oranlarının düşmesi ve sodyum hidroksit molaritesinin artması, basınç dayanımının artmasına rötre değerlerinin ise azalmasına neden olmuştur. X-ışını difraktometresi analiz sonuçları irdelendiğinde, sodyum hidroksit konsantrasyonundaki artışın geopolimer jeldeki fazların yeniden düzenlenmesine ve basınç dayanımında iyileşme ile sonuçlanan daha yüksek miktarda reaksiyon ürünü oluşumuna olanak sağladığı görülmüştür. Ayrıca Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektrometre analiz sonuçları göstermiştir ki, alkali/uçucu kül oranının 0,55'ten 0,45'e düşmesi 3400 cm⁻¹ civarında daha yüksek absorbans spektrumları ile geopolimerizasyon aşamasında daha fazla suyun bağlanması ile sonuçlanımıştır.

Evaluation of Autogenous Shrinkage and Microstructural Properties of Lightweight Geopolymer Composite Incorporating Pumice Aggregate

Abstract

The production of geopolymer provides an alternative binding material to the construction industry through omission of utilization of cement. In this study, microstructural properties and the autogenous shrinkage characteristics of the geopolymer composites prepared by various sodium hydroxide molarities, sodium silicate/sodium hydroxide and alkali/fly ash ratios were investigated. The samples were covered with a plastic sheet to reach the shrinkage values. The decrease in the alkali/fly ash, sodium silicate/sodium hydroxide ratios and the increase in the sodium hydroxide molarity caused the increase of compressive strength and decrease of the shrinkage values. When the X-ray diffractometry results were examined, it was seen that the increase in sodium hydroxide concentration allowed the reorganization of the phase in the geopolymer gel and the formation of a higher amount of reaction products resulting in an improvement in compressive strength. In addition, the Fourier-transform infrared spectroscopy results showed that the decrease of the alkali/fly ash ratio from 0,55 to 0,45 resulted in higher absorbance spectra around 3400 cm⁻¹ and more water binding in the geopolymerization stage.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

İnşaat sektörü, fosil enerji tüketimi nedeniyle doğal kaynak tüketimi ve sera gazı salınımı ile çevreye zarar veren ve iklim değişikliğine neden olan sektörler arasında yer almaktadır. Bu bağlamda, araştırmacıların

sürdürülebilir bir gelecek için çimentonun olumsuz çevresel etkilerini azaltma çabaları, uzun zaman önce alternatif bağlayıcıların araştırılmasıyla başlamıştır [1].

Geopolimer teknolojisi ile çimento kullanımı ortadan kaldırılarak, yaygın olarak kullanılan doğal mineral veya endüstriyel atıkların (uçucu kül, yüksek firin cürufu, metakaolin vb.) çeşitli alkali çözeltilerle (NaOH, KOH, Na₂SiO₃) reaksiyonu sonucu elde edilen yüksek mekanik ve dayanıklılık özelliklerine sahip yapı kompozitleri üretilmektedir [2-3].

Geopolimerlerin zamana bağlı davanışlarının incelenmesinde oldukça önemli yere sahip olan rötre sonuçları ve bu sonuçları etki eden parametrelerin değerlendirilmesi amacıyla farklı tip ve oranlarda malzemeler kullanılarak çeşitli araştırmalar yapılmıştır. Krizan ve Zivanovic [4] camsuyu ve sodyummetasilikat ile aktifleştirilmiş küllü harçların rötre değerlerinin Portland çimentolu harçlarınkinden daha fazla olduğu sonucuna varmışlardır. Bu durum hidratasyon sırasında alkali ortamda silika jelinin oluşumunun daha da kolaylaştığı ve oluşan jelin yüksek su oranına sahip olması dolayışıyla suyun dışarı çıkması sonucunda rötrenin başladığı bilgilerine yer verilerek açıklanmıştır. Camsuyu ve sodyummetasilikat miktarının artmasıyla rötre değerlerinde de artış gözlenmiştir. Neto ve ark. [5], geopolimer harçlar üzerine yapılan çalışma ile silika miktarının artışına bağlı olarak erken hidratasyonun gerçekleşmeşi sebebiyle aktivatör miktarının kuruma ve otojen rötreyi etkilediğini belirlemişlerdir. Sodyum silikat aktivatör miktarındaki artışın toplam poroziteyi azalttığı, yapılan mikro analizler ile orta hacimdeki boşluk miktarını arttırdığı, numuneler üzerinde yapılan ölçümler sonucunda ise rötre değerlerini arttırdığı sonuçlarına varılmıştır. Ridtirud ve ark. [6], çalışmalarında uçucu kül içeren geopolimerlerin rötresini incelemislerdir. Sonuclar geopolimerlerin rötresinin daha cok kür sıcaklığına ve sıvı/kül oranına bağlı olduğunu göstermiştir. Rötre artışı, geopolimerlerin düşük dayanım gelişimiyle ilişkili bulunmuştur. Chi ve ark. [7], buharlaşabilen su miktarını ve yüzeye doğru hareket eden suyun hızını belirlemesi amacıyla yürütülen çalışma ile sıvı/bağlayıcı (s/b) oranı arttıkça geopolimer harç için kuruma rötresinin arttığını belirtmişlerdir. Aynı zamanda yüksek s/b oranının tek faktör olmayıp kum/bağlayıcı oranı arttıkça kuruma rötresinin de azaldığı sonuçlarına varmışlardır. Ayrıca yüksek kürleme sıcaklığı ne kadar fazla olursa rötrevi kısıtlayan hidrate olmamıs tanelerin hacminin o kadar az olduğu bilgisine ver verilmistir. Ma ve Ye [8] tarafından alkali ile aktive edilmiş uçucu külün rötre özellikleri incelenmiştir. SiO₂/Na₂O oranı yüksek olan numuneler maksimum basınc dayanımı ve daha yüksek otojen büzülme göstermistir. Alkali cözelti konsantrasyonundaki %50'lik bir artış, otojen büzülmeyi neredeyse ikiye katlamıştır. Geopolimer hamurların kuruma büzülmesi 800-2100 mikro uzama civarında, OPC çimento macunu için ise yaklaşık 2500 mikro uzama olarak elde edilmiştir. Bazı çalışmalarda elde edilen kompozitlerin mühendislik özellikleri belirlenen mikro vapi incelemeleri ile de desteklenmistir. Chi ve Huang [9], basınc dayanım testi, eğilme dayanım testi, su emme testi, kuruma rötresi testi, taramalı elektron mikroskobu ve X-ray difraksiyon (XRD) analizi ile çeşitli alkali ile aktive edilmiş uçucu kül/cüruf (AAUC) bazlı harçların bağlanma mekanizmasını ve özelliklerini incelemişlerdir. Çalışmada artan uçucu kül oranının kuruma rötresinde bir düşüşe neden olduğunu göstermişlerdir. Aynı çalışmada ayrıca, alkali ile aktive olan bağlayıcılardaki sodyum oksit dozundaki artışın, rötre sonuçlarında azalmaya neden olduğu gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara dayalı olarak optimum karışım tasarımı olarak, %6 Na₂O konsantrasyonu ile uçucu kül/cüruf oranı 50/50 olan AAUC harçları önerilmiştir. Abdulkareem ve ark. [10], geopolimerlerin mekanik, termal ve mikro yapısını yüksek sıcaklık etkileri altında incelemişlerdir. Genleştirilmiş kil agregasının kullanılması, numunelerin 400, 600 ve 800 °C sıcaklıklara direncine katkıda bulunmuştur. Mikro yapı analizine göre 600 ve 800 °C sıcaklıklarının agrega ile matris arasındaki yapıya ciddi şekilde zarar verdiği görülmüştür.

Düşük ölü yük, daha iyi ısı yalıtımı, yangına dayanıklılık ve daha düşük nakliye maliyeti gibi avantajları nedeniyle yapısal veya yapısal olmayan malzeme uygulamalarında çeşitli hafif agregaların kullanımına yönelik devam eden bir ilgi vardır [11-12]. Üretim yöntemine göre doğal agrega (örn. Süngertaşı, volkanik tüf, cüruf) ve yapay agrega (örn. Genişletilmiş kil, perlit, şeyl) olarak iki gruba ayrılabilirler [13-14]. Doğal olarak oluşan pomza, magma içindeki gazların ani soğuma sırasında kütleden ayrılmasıyla oluşan çok

gözenekli, camsı bir volkanik taştır. Buna göre Türkiye'deki pomza yatakları dünya pomza rezervlerinin %15,8'ine tekabül etmektedir [15].

Bu çalışmada farklı karışım oranları kullanılarak yüksek uçucu kül miktarına sahip hafif ağırlıklı geopolimer harçların üretilmesi amaçlanmıştır. Bu bağlamda çeşitli karışım parametrelerine sahip pomza agregası içeren hafif geopolimer harçların; basınç dayanımı ve otojen rötre sonuçlarına ulaşılmıştır. Sertleşmiş hafif geopolimer harçların, morfolojik, kimyasal yapısı ve oluşumu bilgilerine ulaşmak için ise X-ışını difraktometresi (XRD) ve Fourier dönüşümü kızılötesi spektrometre (FTIR) yöntemleri ile mikro yapısal özellikleri incelenmiştir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM (MATERIALS AND METHODS)

2.1. Materyal

Bu çalışmada kullanılan malzemeler, uçucu kül, sodyum hidroksit ve sodyum silikat çözeltileri, pomza agregası, dere kumu ve süper akışkanlaştırıcıdır. Şekil 1'de kullanılan malzemelerin görüntüsüne yer verilmekte olup kullanılan malzemelerin detaylı özelliklerine Ekmen, [16] çalışmasından ulaşılabilir.



Şekil 1. Kullanılan malzemelerin görüntüsü

Çalışmada kullanılan uçucu kül Türkiye'nin Zonguldak ilinde bulunan Çatalağzı termik santralinden temin edilmiştir. Kullanılan uçucu külün bünyesinde bulunan SiO₂, Al₂O₃ ve Fe₂O₃ oksit miktarlarının toplamı %70'in üzerindedir. Bu nedenle, ASTM C-618'e göre, bu çalışmada ana alüminosilikat kaynağı olarak kullanılan uçucu kül, F sınıfı olarak kategorize edilebilmektedir. Uçucu külün yoğunluk ve özgül yüzey alanı değerleri sırasıyla 2 kg/dm³ ve 2,018 m²/g olarak belirlenmiştir. Çalışmada 10 M, 12 M ve 14 M konsantrasyonlu sodyum hidroksit (SH) çözeltileri kullanılmıştır. Kullanılan diğer bir kimyasal malzeme olan ve modül değeri (SiO₂/Na₂O) 2,5 olan sodyum silikat (SS), hazırlanan SH çözeltileri ile homojen bir karışım elde etmek için kullanımdan 24 saat önce karıştırılmıştır. Deneysel çalışmada kullanılan pomza agregası ve dere kumunun özgül ağırlık değerleri sırasıyla 1,2 ve 2,72 iken su emme değerleri ise sırasıyla %26 ve %1,4 olarak belirlenmiştir. Çalışmada her iki agrega türü için de 4 mm çaplı elek altında kalan kısım kullanılmıştır. Karışım oranı, kullanılan uçucu kül miktarının kütlece %1,5'i olarak belirlenen süper akışkanlaştırıcının özgül ağırlık değeri ise 1,07 olarak bulunmuştur.

Pomza agregası, toplam agrega hacminin %35'i oranında nehir kumu ile ikame edilmiştir. Çeşitli SH konsantrasyonlarının, SS/SH oranlarının ve A/UK oranlarının sertleşmiş hafif geopolimer harç numunelerinin mühendislik özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmak için on sekiz farklı karışım tasarlanmıştır. Hafif geopolimer harç karışımları için SS/SH oranları 2,5, 2, 1,5 olarak, SH konsantrasyonları 10 M, 12 M, 14 M olarak, A/UK oranları ise 0,45 ve 0,55 olarak belirlenmiştir. Karışım oranlarının ayrıntıları Tablo 1'de verilmiştir.

A/UK	SS/SH	SH [M]	SS (kg/m ³)	Kum (kg/m ³)	PA (kg/m ³)	S.A (kg/m ³)
		10	188,42	888	228	9,4
0,45		12	188,42	893	230	9,4
	2,5	14	188,42	897	231	9,4
		10	175,86	887	228	9,4
	2	12	175,86	892	229	9,4
		14	175,86	897	231	9,4
		10	158,28	885	228	9,4
	1,5	12	158,28	891	229	9,4
		14	158,28	897	231	9,4
0,55	2,5	10	215,44	873	225	8,8
		12	215,44	878	226	8,8
		14	215,44	883	227	8,8
		10	201,08	872	224	8,8
	2	12	201,08	877	226	8,8
		14	201,08	883	227	8,8
		10	180,97	869	224	8,8
	15	12	180,97	876	225	8,8
	1,5	14	180,97	883	227	8,8

Tablo 1. Karışım oranları

A:(Sodyum silikat+ Sodyum hidroksit) UK: Uçucu Kül PA:Pomza Agregası SS:Sodyum Silikat SH:Sodyum Hidroksit [M]:Molarite S.A: Süper akışkanlaştırıcı

Tüm geopolimer karışımlar standart bir karışım prosedürü ile hazırlanmıştır. Nehir kumu ve pomza agregasının karıştırılmasından sonra uçucu kül ilave edilerek toplam 5 dakika tüm kuru malzemeler birlikte karıştırılmıştır. Daha sonra SH ve SS alkali aktivatörleri ve süper akışkanlaştırıcı kuru karışıma yavaş yavaş ilave edilerek yaklaşık 5 dakika daha karıştırıldıktan sonra taze geopolimer harç karışımı, çeşitli test süreçlerinde kullanılacak numuneleri elde etmek için çelik kalıplara dökülmüş ve ısı ile kürlemesi gerçekleştirilmiştir. Isıl kürleme şartları 75 °C'de 24 saat bekletme olarak belirlenmiştir.

2.2. Metot

Basınç dayanımı değerleri ASTM C109/C109M-16a standardına göre 50 mm boyutunda küp numuneler kullanılarak belirlenmiştir. Basınç dayanımı testi 1., 7. ve 28. günlerde uygulanmıştır. Test için 0,25 MPa/s'lik bir hız oranı dikkate alınmıştır. Kullanılan test cihazı ve numuneleri Şekil 2'de gösterilmiştir.



Şekil 2. Basınç dayanım tayini

Rötre ölçümü, ASTM C596 (2009) standardına göre 25×25×285 mm boyutlu numuneler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Kalıptan çıkarılan numuneler, ölçüm işlemi için 25 °C ve %50 nem durumuna sahip odaya yerleştirilmiştir. Prizmatik numunelerin ortalama uzunluk değişimi 90 gün süreyle kaydedilmiştir. Otojen rötre değerlerine, numunelerin kurumasını engellemek için plastik örtü ile kaplanmış farklı iki prizma çubuğunun ortalama değeri kullanılarak ulaşılmıştır. Rötre okumalarının gerçekleştirildiği cihaz ve numuneler Şekil 3'te gösterilmiştir.



Şekil 3. Rötre değerlerinin tayini

Numunelerin minerolojik özelliklerini araştırmak için X-ışını difraktometresi (XRD) analizi yapılmıştır. Analiz sırasında 1 s/adımlık bir tarama hızı ve 10°-80° (2θ) tarama aralığı benimsenmiştir. XRD analizinin gerçekleştirildiği cihaz Şekil 4'te gösterilmiştir.



Şekil 4. XRD cihaz görüntüsü

Hafif geopolimer harç numunelerinin kimyasal özelliklerini araştırmak için Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektrometre (FTIR) yöntemi kullanılmıştır. FTIR analizi SHIMADZU IRTracer 100 cihazı ile 400–4000 cm⁻¹ aralığında absorpsiyon spektrumları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. FTIR analizinin gerçekleştirildiği cihaz Şekil 5'te gösterilmiştir.



Şekil 5. FTIR analizi deney cihazı

3. BULGULAR ve TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

Tablo 2, çeşitli SS/SH oranlarında farklı SH molariteleri ve A/UK oranlarına sahip hafif geopolimer harçların basınç dayanımı sonuçlarını göstermektedir. Ekmen ve ark. [17] çalışmasında, elde edilen dayanım değerlerinin detaylı olarak irdelenmesine yer verilmiştir. Bu çalışmada sunulan rötre sonuçları ve mikro yapı incelemelerinin uygun şekilde yorumlanabilmesi ve gerekli bağlantıların kurulabilmesi amacıyla dayanım değerleri Tablo 2'de yer verilmiştir.

A/UK	SS/SH	SH [M]	1. gün	7. gün	28. gün
		10 M	11,86	12,02	12,72
	2,5	12 M	13,87	14,06	15,47
		14 M	21,03	21,56	23,52
		10 M	14,64	16,99	18,19
	2	12 M	15,75	18,52	20,37
0,45		14 M	22,33	26,1	28,81
		10 M	14,26	18,42	20,46

Table 2	Hafif	aponolimpr	harclarin	hasing	davanımı	doğorləri	(MPa)	(Ekmon vo ark	[17]
1 aviv 2.	inajij	geoponmer	narçıarın	businç i	aayanimi	uegenen	(<i>MF u</i>)	(Ekmen ve ark.	

	1,5	12 M	20,66	23,21	25,53
		14 M	23,87	27,94	30,74
		10 M	10,07	11,1	11,41
	2,5	12 M	12,21	13,41	15,15
		14 M	16,21	18,07	19,38
0,55	2	10 M	12,41	13,5	14,35
		12 M	19,47	21,27	23,8
		14 M	20,27	22,38	24,52
		10 M	13,42	17,01	18,21
	1,5	12 M	17,5	22,08	23,69
		14 M	20,49	26,05	28,65

3.1. Rötre ölçümü

Çeşitli SS/SH oranlarının, SH molaritelerinin ve A/UK oranlarının hafif geopolimer harç numunelerinin otojen rötre sonuçları üzerindeki etkileri Şekil 7 ve Şekil 8'de verilmiştir. Daha yüksek SS/SH oranı daha düşük otojen rötre sonuçlarına yol açmıştır. Otojen rötre seviyesi, matristeki reaksiyon gelişimi ile ilgilidir. Bu nedenle, otojen rötre değerleri ile SS/SH oranları arasındaki eğilim, bu çalışmada elde edilen SS/SH oranındaki düşüşe bağlı olarak ulaşılan dayanım artışı bulgusuna paralel sonuç sunmuştur. Benzer bir gözlem, SH konsantrasyon artışının basınç dayanımı sonuçları üzerindeki olumlu etkisi dikkate alındığında, SH molaritesi ve otojen rötre sonuçları arasındaki ilişki için geçerli olabilir.



Şekil 7. Hafîf geopolimer harçların A/UK: 0,45 için otojen rötresi sonuçları a) SS/SH:1,5, b) SS/SH:2 ve c) SS/SH:2,5



Şekil 8. Hafif geopolimer harçların A/UK: 0,55 için otojen rötresi sonuçları a) SS/SH:1,5, b) SS/SH:2 ve c) SS/SH:2,5

SH molarite artışının otojen rötre değerleri üzerindeki etkisi, kullanılan SS/SH oranları ve A/UK oranlarına göre değişiklik göstermiştir. Örneğin, SH konsantrasyonu 10 M'den 12 M'ye çıktığında, en fazla otojen rötre artışı %40,4 olarak 2 SS/SH oranı ve 0,55 A/UK oranına sahip karışım ile elde edilmiştir. %33

maksimum otojen rötre artışına, 12 M'den 14 M'ye olan SH molaritesinin 12 M'den 14 M'ye çıkarılması sonucunda 2,5 SS/SH oranı ve 0,45 A/UK oranı içeren karışım ile ulaşılmıştır. Şekil 7 ve 8'den, A/UK oranı artışının otojen rötre sonuçları üzerindeki sınırlı etkisi de görülmektedir. A/UK oranının 0,45'ten 0,55'e artmasıyla en yüksek otojen rötre artışı, tüm karışımlar dikkate alınarak 10 M SH molaritesi ve 2 SS/SH oranı ile %11,15 olarak belirlenmiştir. Tüm sonuçlar göz önünde bulundurulduğunda, minimum ve maksimum otojen rötre değerleri 219 ve 368 mikro uzama olarak belirlenmiştir.

3.2. Mikro Yapı İncelemesi

3.2.1. XRD analizi

Şekil 9, 75 °C'de 24 saat kürlenen ve çeşitli SH konsantrasyonları, SS/SH oranları ve A/UK oranları ile hazırlanan hafif ağırlıklı geopolimer hamurların XRD modellerini göstermektedir. Bu bölümde numunelerin mineralojik bileşimlerinin tespiti amaçlanmıştır. Hamurların XRD kırınım grafiği tepe eğilimleri, hamur bileşenleri nedeniyle benzerdir. Bununla birlikte, tepe noktalarının yoğunluğu, geopolimerizasyon derecesine bağlı olarak çeşitli değerlerde görünmektedir. Amorf yapı, tüm numuneler için 25-35° (2θ) bölgesindeki geniş alan ile görülmüştür.



Şekil 9. Hafif geopolimer hamurların XRD grafikleri

Şekil 9'da sembollerle işaretlenmiş tepeler, uçucu kül bileşimi ve geopolimerizasyon reaksiyonundan türetilen kristalli bileşenleri temsil etmektedir. Kuvars (SiO₂), Mullit (3Al₂O₃2SiO₂), Hematit (Fe₂O₃), Magnetit (FeO.Fe₂O₃) ve Anorthit (CaAl₂Si₂O₈) bu sertleşmiş hafif geopolimer örneklerinde tespit edilen kristal yapılardır. Elde edilen kristal yapılar kullanılan yüksek uçucu kül miktarına bağlı olarak SiO₂, Al₂O₃ ve Fe₂O₃ bileşenlerini içermektedir. Tepe yoğunluklarındaki değişim, fazların kristalleşmesine bağlanmaktadır. A/UK oranının 0,45'ten 0,55'e yükselmesi, kristal fazların yoğunluklarında küçük artışlar göstermiş ve amorf aralık küçük oranlarda ötelenmiştir.

SH konsantrasyonundaki artışın, daha düşük pik yoğunlukları ile de ortaya çıkan hamurların kristallik fazlarını azalttığı ve geopolimer jeldeki fazların yeniden düzenlenmesinin, basınç dayanımında iyileşme ile sonuçlanan daha yüksek miktarda reaksiyon ürünü oluşumuna olanak sağladığı görülmüştür. Ham uçucu külden kaynaklanan ana piklerin (kuvars, mullit ve hematit) yoğunluk değerleri, geopolimerizasyon reaksiyonunun gelişimine bağlı olarak değişiklik göstermiştir.

3.2.2. FTIR analizi

Hafif geopolimer harçların aktivasyon ürünlerinin incelenmesi amaçlandığından FTIR spektrum araştırması gerçekleştirilmiştir. Şekil 10(a), 10(b) ve 10(c), sırasıyla 10 M, 12 M ve 14 M SH konsantrasyonuna sahip hafif geopolimer harçların FTIR spektrum grafiklerini sunmaktadır. Tüm harç numuneleri için reaksiyon ürünlerine bağlı olarak benzer FTIR bantları oluşmuştur. Hafif geopolimer harçların elde edilen ana FTIR bant aralıkları Tablo 3'te gösterilmiştir.

Dalga sayısı (cm ⁻¹)	Oluşum
3425-3483	O-H gerilme titreşimi
1607-1648	H-O-H eğilme titreşimi
1407-1447	O-C-O bağlarının gerilme titreşimi
1007-1093	Si/Al-O-Si bağlarının gerilme titreşimi
857-890	Al-O eğilme modu
510-574	Si/Al-O eğilme modu

Tablo 3. FTIR bant aralıkları

3425-3483 ve 1607-1648 cm⁻¹'deki tepe bantları, sırasıyla tüm sentezlenmiş harç numunelerinde bağlı suyun gerilme titreşimi ve eğilme titreşimi ile ilişkilidir. Hidratasyon sürecinin ve reaksiyon ürünlerinin oluşumunu kanıtladığı için iki absorbans spektrumları oldukça önemlidir [18-19]. Bant değerlerinin artışı, emilen su moleküllerinin derecesi ile ilişkilendirilebilir.





Şekil 10. Hafîf geopolimer harçların a) 10M SH konsantrasyonu, b) 12M SH konsantrasyonu ve c) 14M SH konsantrasyonu için FTIR sonuçları

Şekil 10(a) 'dan görüldüğü gibi, A/UK oranının 0,55'ten 0,45'e düşmesi, 3400 cm⁻¹ civarında daha yüksek absorbans spektrumları ile sonuçlanmıştır, bu da geopolimerizasyon aşamasında daha fazla suyun bağlandığını göstermektedir. 1407-1447 cm⁻¹ aralığındaki bantlar, tüm hafif geopolimer harç örneklerinde karbonat gruplarının oluşumunun kanıtı olan O-C-O bağlarının gerilme titreşimine karşılık gelmektedir [20-23]. Atmosferik karbonatlaşma, yüksek SH konsantrasyon değerlerine bağlanmaktadır. Şekil 10(a), 10(b) ve 10(c) karşılaştırıldığında, 1400 cm⁻¹ civarındaki dalga sayısı değerlerinin harç karışımlarındaki SH molarite artışından bağımsız olarak değiştiği tespit edilmiştir. 1007 ve 1093 cm⁻¹ arasındaki belirgin bantlar ise Si/Al-O-Si bağlarının asimetrik gerilme titreşimine bağlanmaktadır [24]. Düşük bant frekansları, geopolimerizasyon ürünlerinin artışına karşılık gelmektedir. Bu kapsamda, SS/SH oranındaki düşüşle 1000 cm⁻¹ civarındaki bantların yoğunluklarının azaldığı ve basınç dayanımı sonuçları ile uyumlu olduğu Şekil 10'dan görülmektedir. 857-890 cm⁻¹ arasında değişen küçük absorbans pikleri, yapıdaki AlO4 gruplarının titreşimi ile ilişkilendirilirken [25] 510-574 cm⁻¹ aralığındaki pikler ise SiO4 veya AlO4 tetrahedranının eğilme modu ile ilişkildir [26]. Bu iki pik frekansı, geopolimerizasyon derecesine göre daha düşük değerlere kaymaktadır.

Tüm FTIR spektrumları göz önüne alındığında, çeşitli SS/SH oranları, SH molariteleri ve A/UK oranlarının kullanılmasının sentezlenen geopolimerizasyon ürünleri üzerindeki etkisinin çeşitli jel gruplarının oluşumuna bağlı olarak değişebileceği elde edilmektedir.

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Çeşitli SH molaritelerinin, SS/SH oranlarının ve A/UK oranlarının hafif geopolimer harçların sertleşmiş özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Belirlenen parametreler dikkate alınarak otojen rötre ve mikroyapısal (XRD ve FTIR) analiz sonuçları elde edilmiş ve basınç dayanım sonuçları ile ilişkilendirilmiştir. Deneysel çalışmadan elde edilen bulgular şu şekilde özetlenebilir: 28 günlük hafif geopolimer harçların basınç dayanımı sonuçları, 0,45 ve 0,55 A/UK oranları için sırasıyla 12,72-30,74 MPa ve 11,41-28,65 MPa arasında değişmiştir.

A/UK oranının 0,45'ten 0,55'e artmasıyla en yüksek otojen büzülme artışı, 10 M SH molaritesi ve 2 SS/SH oranı ile %11.15 olarak belirlenmiştir. Tüm sonuçlar dikkate alınarak minimum ve maksimum otojen büzülme değerleri 219 ve 355 mikro uzama olarak elde edilmiştir.

XRD sonuçlarına bakıldığında, SH konsantrasyonundaki artışın geopolimer jeldeki fazların yeniden düzenlenmesine ve basınç dayanımında iyileşme ile sonuçlanan daha yüksek miktarda reaksiyon ürünü oluşumuna olanak sağladığı görülmüştür.

FTIR sonuçları incelendiğinde A/UK oranının 0,55'ten 0,45'e düşmesi sonucunda 3400 cm⁻¹ civarında daha yüksek absorbans spektrumları ile geopolimerizasyon aşamasında daha fazla suyun bağlandığı görülmüştür.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] S. A. Zareei, F. Ameri, and N. Bahrami, Microstructure, strength, and durability of eco-friendly concretes containing sugarcane bagasse ash, Construction and Building Materials, 184:258-268, 2018.
- [2] B. V. Rangan, Fly ash-based geopolymer concrete, 2008.
- [3] M. Dener, M. Karatas, and M. Mohabbi, Sulfate resistance of alkali-activated slag/Portland cement mortar produced with lightweight pumice aggregate, Construction and Building Materials 304 (2021): 124671.
- [4] D. Krizan, and B. Zivanovic, Effects of dosage and modulus of water glass on early hydration of alkali– slag cements. Cement and Concrete Research, 32(8):1181-1188, 2002.
- [5] A.A.M. Neto, M.A. Cincotto, and W. Repette, Drying and autogenous shrinkage of pastes and mortars with activated slag cement. Cement and Concrete Research, 38(4):565-574, 2008.
- [6] C. Ridtirud, P. Chindaprasirt, and K. Pimraksa, "Factors affecting the shrinkage of fly ash geopolymers". International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 18(1):100-104, 2011.
- [7] Y.Ma and Ye.G. "The shrinkage of alkali activated fly ash." Cement and Concrete Research 68 (2015): 75-82.
- [8] M. Chi, C. Chang, J.-J. and R.Huang, Strength and drying shrinkage of alkali-activated slag paste and mortar, Advances in Civil Engineering, 2012.
- [9] M. Chi, and R.Huang, Binding mechanism and properties of alkali-activated fly ash/slag mortars, Construct. Build Mater., 40:91–298, 2013.
- [10] O. A. Abdulkareem, A. M. Al Bakri, A. M. H. Kamarudin, I. Nizar, I. and A. S. Ala'eddin, Effects of elevated temperatures on the thermal behavior and mechanical performance of fly ash geopolymer paste, mortar and lightweight concrete, Construction and Building Materials, 50: 377-387, 2014.

- [11] A. M. Neville, Properties of concrete, Vol. 4. London: Longman, 1995.
- [12] O. Kayalı, Fly ash lightweight aggregates in high performance concrete, Construction and Building Materials, 22(12):2393-2399, 2008.
- [13] P. Posi, C. Teerachanwit, C. Tanutong, S. Limkamoltip, S. Lertnimoolchai, V. Sata, and P. Chindaprasirt, Lightweight geopolymer concrete containing aggregate from recycle lightweight block, Materials and Design, 52:580-586, 2013.
- [14] A. Wongsa, V. Sata, P. Nuaklong, P., and P. Chindaprasirt, Use of crushed clay brick and pumice aggregates in lightweight geopolymer concrete, Construction and Building Materials, 188:1025-1034, 2018.
- [15] Pomza-Arastirma-ve-Uygulama-Merkezi-Fizibilite-Raporu.pdf (ahika.gov.tr)
- [16] Ş. Ekmen, Uçucu kül esaslı hafif geopolimer harçların taze ve sertleşmiş özelliklerinin incelenmesi, modellenmesi ve optimizasyonu. Doktora tezi, Harran Üniversitesi, 129, 2021.
- [17] Ş. Ekmen, K. Mermerdaş, and Z. Algin, Effect of oxide composition and ingredient proportions on the rheological and mechanical properties of geopolymer mortar incorporating pumice aggregate, Journal of Building Engineering, 34, 101893, 2021.
- [18] I.Giannopoulou, I and D.Panias, Hydrolytic stability of sodium silicate gels in the presence of aluminum. J. Mater. Sci, 45 (19): 370–5377, 2010.
- [19] M. Kovtun, E. P. Kearsley, and J. Shekhovtsova, Chemical acceleration of a neutral granulated blastfurnace slag activated by sodium carbonate, Cement and Concrete Research, 72: 1-9, 2015.
- [20] V. C. Farmer, Infrared spectra of minerals. Mineralogical society, 1974.
- [21] M. Criado, A. Palomo and A. Fernández-Jiménez, Alkali activation of fly ashes. Part 1: Effect of curing conditions on the carbonation of the reaction products, Fuel, 84(16): 2048-2054, 2005.
- [22] C. K. Yip, J. L. Provis, G. C. Lukey, and J. S. Van Deventer, Carbonate mineral addition to metakaolinbased geopolymers, Cement and Concrete Composites, 30(10): 979-985, 2008.
- [23] Y. Cui, D. Wang, Y. Wang, R. Sun, and Y. Rui, Effects of the n (H2O: Na2Oeq) ratio on the geopolymerization process and microstructures of fly ash-based geopolymers, Journal of Non-Crystalline Solids, 511: 19-28, 2019.
- [24] A. Pereira, J. L Akasaki, J. L. Melges, M. M. Tashima, L. Soriano, M. V. Borrachero, and J. Payá, Mechanical and durability properties of alkali-activated mortar based on sugarcane bagasse ash and blast furnace slag, Ceramics International, 41(10): 13012-13024, 2015.
- [25] A. F. Abdalqader, F. Jin, and A. Al-Tabbaa, Development of greener alkali-activated cement: utilisation of sodium carbonate for activating slag and fly ash mixtures. Journal of Cleaner Production, 113: 66–75, 2016.
- [26] H. Rahier, W. Simons, B.V. Mele, and M. Biesemans, Low-temperature synthesized aluminosilicate glasses: Part III Influence of the composition of the silicate solution on production, structure and properties, J. Mater. Sci. 32(9): 2237–2247, 1997.