



T.C.
BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

BOR MADENİ ATIKLARINDAN TEK BİLEŞENLİ YENİ TİP
GEOPOLİMER BAĞLAYICI GELİŞTİRİLMESİ

DOKTORA TEZİ

Cavit Çağatay KIZILTEPE

İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı

İnşaat Mühendisliği Doktora Programı

HAZİRAN 2024

T.C.
BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

BOR MADENİ ATIKLARINDAN TEK BİLEŞENLİ YENİ TİP
GEOPOLİMER BAĞLAYICI GELİŞTİRİLMESİ

DOKTORA TEZİ

Cavit Çağatay KIZILTEPE

(181327470001)

ORCID: 0000-0001-9907-0225

İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı
İnşaat Mühendisliği Doktora Programı

Danışman: Profesör, İsa YÜKSEL

ORCID: 0000-0002-5176-9990

İkinci Danışman: Profesör, Serdar AYDIN

ORCID: 0000-0002-0830-5357

HAZİRAN 2024

BTÜ, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü'nün 181327470001 numaralı Doktora Öğrencisi Cavit Çağatay KIZILTEPE, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “BOR MADENİ ATIKLARINDAN TEK BİLEŞENLİ YENİ TİP GEOPOLİMER BAĞLAYICI GELİŞTİRİLMESİ” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. İsa YÜKSEL**
Bursa Teknik Üniversitesi

İkinci Danışman : **Prof. Dr. Serdar AYDIN**
Dokuz Eylül Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Doç. Dr. Mehmet CANBAZ**
Eskişehir Osmangazi Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Süleyman ÖZEN
Bursa Teknik Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Derya ÖVER
Eskişehir Teknik Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Hacer BİLİR ÖZHAN
Bursa Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi :
Savunma Tarihi : 28 Haziran 2024



20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, Bursa Teknik Üniversitesi’nin aboneliği olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Lisansüstü Eğitim Enstitüsü’nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

Bu tez, 219M426 numaralı TÜBİTAK projesi ile desteklenmiştir.

İNTİHAL BEYANI

Bu tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belgelediğimi, aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

Öğrencinin Adı Soyadı: Cavit Çağatay KIZILTEPE

İmzası:





Bu tez, bu süreçte her zaman yanımda olan biricik eşime ithaf edilmiştir,

ÖNSÖZ

Doktora tezimi 219M426 numaralı TÜBİTAK 1001 projesi kapsamında destekleyen Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'na,

Doktora eğitimim boyunca akademik bilgi birikimi ve tecrübeleriyle beni destekleyen, tez danışmanlarım Sayın Prof. Dr. İsa Yüksel ve Sayın Prof. Dr. Serdar AYDIN' a,

Bu süreçte bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen Sayın Doç. Dr. Mehmet CANBAZ ve Sayın Dr. Öğr. Üyesi Süleyman ÖZEN'e,

Laboratuvar çalışmalarında titiz ve özverili çalışmaları ile her zaman yardımcı olmaya çalışan Sayın Ayşenur SİĞİNDERE ve Sayın Öznur BAŞARAN'a,

Doktora tezim boyunca malzeme desteği veren başta Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü olmak üzere, Oyak Çimento Fabrikaları A.Ş., Tekkim ve Limak Çimento'ya,

Sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak, hayatım boyunca desteklerini hep yanımda hissettiğim ve akademik camiada yer almamdaki özverili katkılarından dolayı eşim Aylin Kübra AKDEMİR KIZILTEPE'ye, annem Emine KIZILTEPE'ye, babam Salih KIZILTEPE'ye ve kardeşim Cem Seçkin KIZILTEPE'ye sonsuz şükranlarımı sunarım.

Haziran 2024

Cavit Çağatay KIZILTEPE
Yüksek İnşaat Mühendisi

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER	viii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	x
ŞEKİL LİSTESİ.....	xi
ÖZET.....	xiv
SUMMARY	xvi
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	5
2.1.Bor Atıklarının Portland Çimentolu Sistemlerde ve Tuğla Üretiminde Değerlendirilmesi	5
2.2.Bor İçeren Alkalilerin ve Bor Madeni Atıklarının İki Bileşenli Geopolimer Bağlayıcı Üretiminde Kullanıldığı Çalışmalar	8
2.3.Kolemanit Zenginleştirme Atıklarının Alkali Aktivasyon Potansiyeli ile İlgili Çalışmalar	10
2.4.Alkali Füzyon Yöntemi ile Üretilen Tek Bileşenli Geopolimer Bağlayıcı Çalışmaları.....	11
3. GEREÇ ve YÖNTEM.....	15
3.1 Malzemeler.....	15
3.1.1 Bor madeni atıkları	15
3.1.2 Yüksek fırın cürufu	15
3.1.3 Alkali aktivatörler	15
3.1.4 Agregası.....	16
3.2 Yöntem	16
3.3 Alkali Füzyon Yöntemi ile Tek Bileşenli Geopolimer Bağlayıcıların Hazırlanması.....	17
3.4 Tek Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Hazırlanması	18
3.5 Karışımların Kür İşlemi	19
3.6 Yapılan Deneyler.....	19
3.6.1 Priz sürelerinin belirlenmesi	19
3.6.2 Eğilme ve basınç dayanımı	19
3.6.3 Kapiler su emme deneyi.....	19
3.6.4 Toplam su emme deneyi	20
3.6.5 Kuruma büzülmesi deneyi	20
3.6.6 Suya karşı kalıcılık deneyi	20
3.6.7 Yüksek sıcaklığa dayanıklılık deneyi	20
3.6.8 İç yapı analizleri.....	20
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	22
4.1 Malzemelerin Karakterizasyonu.....	22
4.1.1 XRF analizi sonuçlarının değerlendirilmesi	22
4.1.2 TG/DT analizi sonuçlarının değerlendirilmesi	23

4.1.3 XRD analizi sonuçlarının değerlendirilmesi.....	26
4.1.4 SEM analizi sonuçlarının değerlendirilmesi.....	34
4.2 İki Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Basınç Dayanımları	36
4.3 Yüksek Sıcaklık Kürü Uygulanan Tek Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Deneysel Sonuçları.....	40
4.3.1 Farklı Na ₂ O oranına sahip sodyum hidroksit esaslı aktivatör ile üretilecek geopolimer bağlayıcı üzerinde kalsinasyon süresinin etkisinin araştırılması.....	41
4.3.2 Kalsinasyon sıcaklığının geopolimer bağlayıcılar üzerindeki etkisinin araştırılması.....	45
4.3.3 Na ₂ O oranı, kalsinasyon sıcaklığı ve kalsinasyon süresinin geopolimer bağlayıcı üzerindeki etkisinin araştırılması.....	47
4.3.4 Sodyum karbonat oranı, kalsinasyon sıcaklığı ve kalsinasyon süresinin geopolimer bağlayıcılar üzerindeki etkisinin araştırılması	50
4.3.5 Tek bileşenli geopolimer harçların optimum kür sıcaklığı ve süresinin belirlenmesi	52
4.4 Oda Sıcaklığı Kürü Uygulanan Tek Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Deneysel Sonuçları.....	62
4.5 Emet Bor Atığı Kullanılarak Üretilen Tek Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Deneysel Sonuçları.....	68
4.6 Tek bileşenli geopolimer harçlarla ilgili 3. aşama deney sonuçları	72
4.6.1 Alkali füzyon yöntemi ile elde edilen tek bileşenli geopolimer toz bağlayıcıların karakterizasyonu	72
4.6.2 Yüksek sıcaklık kürü uygulanan geopolimer harç numunelerinden elde edilen deneysel sonuçlar ve iç yapı analizleri.....	76
4.6.2.1 Priz sürelerinin belirlenmesi	76
4.6.2.2 Harç numunelerinin basınç ve eğilme dayanımları.....	76
4.6.2.3 Harç numunelerinin kapiler su emme değerleri.....	82
4.6.2.4 Harç numunelerinin kuruma büzülmesi değerleri.....	83
4.6.2.5 Harç numunelerinin yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özellikleri.....	84
4.6.2.6 Harç numunelerinin suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi	89
4.6.3 Oda sıcaklığı kürü uygulanan geopolimer harç numunelerinden elde edilen deneysel sonuçlar ve iç yapı analizleri.....	90
4.6.3.1 Priz sürelerinin belirlenmesi	90
4.6.3.2 Harç numunelerinin basınç ve eğilme dayanımları.....	91
4.6.3.3 Harç numunelerinin kapiler su emme değerleri.....	95
4.6.3.4 Harç numunelerinin kuruma büzülmesi değerleri.....	97
4.6.3.5 Harç numunelerinin yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özellikleri.....	98
4.6.3.6 Harç numunelerinin suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi	103
5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	104
KAYNAKLAR	108
ÖZGEÇMİŞ.....	113

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 3. 1: Yüksek fırın cürufunun (YFC) kimyasal kompozisyonu.....	15
Çizelge 4. 1 : Kırka (ham), Emet (ham) ve Kırka (kalsine) XRF analizleri.....	23
Çizelge 4. 2 : Hazırlanan iki bileşenli harç karışımlarının özellikleri.	37
Çizelge 4. 3 : Hazırlanan iki bileşenli harç karışımlarının basınç dayanımı sonuçları.	39
Çizelge 4. 4 : Farklı sürelerde kalsine edilen %10 Na ₂ O içeren geopolimer harç karışımlarının ortalama basınç dayanımı sonuçları.....	41
Çizelge 4. 5 : Farklı Na ₂ O oranının ve kalsinasyon sürelerinin geopolimer bağlayıcı özellikleri ve hazırlanan harç karışımlarının sonuçları (Kür:100°C ve 24 saat).....	42
Çizelge 4. 6 : Farklı Na ₂ O, farklı kalsinasyon sıcaklığı ve sabit kalsinasyon süresinin üretilen geopolimer bağlayıcı üzerindeki etkisi (Kür: 100°C ve 24 saat).....	46
Çizelge 4. 7 : Farklı Na ₂ O, farklı kalsinasyon sıcaklığı ve farklı kalsinasyon süresinin üretilen geopolimer bağlayıcı üzerindeki etkisi (Kür:100°C ve 24 saat).....	48
Çizelge 4. 8 : Sodyum karbonat esaslı aktivatör içeren geopolimer harç karışımlarının özellikleri ve ortalama basınç dayanımı sonuçları.....	51
Çizelge 4. 9 : %15 ve %20 sodyum karbonat içeren geopolimer harç karışımlarının özellikleri ve ortalama basınç dayanımı sonuçları.....	51
Çizelge 4. 10 : Harç karışımlarının özellikleri.....	52
Çizelge 4. 11 : Oda sıcaklığında kür edilen harç karışımlarının özellikleri.	63
Çizelge 4. 12 : Oda sıcaklığında kür edilen harç karışımlarının farklı yaşlardaki basınç dayanımı değerleri.....	65
Çizelge 4. 13 : Oda sıcaklığında kür edilen harç karışımlarının özellikleri.	66
Çizelge 4. 14 : Emet atığı ile yapılan karışımların özellikleri.	69
Çizelge 4. 15 : Priz süreleri belirlenen hamur karışımlarının karışım dizaynları, priz başlangıç ve bitiş değerleri.....	76
Çizelge 4. 16 : Priz süreleri belirlenen hamur karışımlarının karışım dizaynları, priz başlangıç ve bitiş değerleri.....	91

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1. 1 : Atık barajlarında depolanan bor atıkları.....	2
Şekil 3. 1 : Kül fırını ve öğütücü.	18
Şekil 3. 2 : a) Kalsine atık, b) alkali aktivatör, c) hamur karışımı, d) hamur karışımının bilye şekline getirilmiş hali, e) kalsinasyonda kullanılan kaplar, f) kapların fırın içerisine yerleştirilmesi.....	18
Şekil 4. 1 : Kırka atığının TG/DT analizi.....	25
Şekil 4. 2 : Emet atığının TG/DT analizi.....	26
Şekil 4. 3 : Ham Kırka XRD analizi.....	27
Şekil 4. 4 : 500 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş Kırka atığının XRD analizi.....	27
Şekil 4. 5 : 600 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş Kırka atığının XRD analizi.....	28
Şekil 4. 6 : 700 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş Kırka atığının XRD analizi.....	28
Şekil 4. 7 : 800 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş Kırka atığının XRD analizi.....	29
Şekil 4. 8 : Ham Bigadiç XRD analizi.....	32
Şekil 4. 9 : 550 °C sıcaklıkta kalsine edilen Bigadiç atığının XRD analizi.	32
Şekil 4. 10 : 700 °C sıcaklıkta kalsine edilen Bigadiç atığının XRD analizi.	33
Şekil 4. 11 : 850 °C sıcaklıkta kalsine edilen Bigadiç atığının XRD analizi.	33
Şekil 4. 12 : 900 °C sıcaklıkta kalsine edilen Bigadiç atığının XRD analizi.	34
Şekil 4. 13 : a) Kırka Ham, b) Kırka 600 °C, c) Kırka 700 °C, d) Kırka 800 °C, e) Kırka 700 °C büyütülmüş f) Kırka 800 °C büyütülmüş.	35
Şekil 4. 14 : Kırka bor atığı ile hazırlanan iki bileşenli harç karışımlarının basınç dayanımı sonuçları.....	40
Şekil 4. 15 : Sabit kalsinasyon sıcaklığında, farklı Na ₂ O oranları ve kalsinasyon sürelerinde geopolimer harçların basınç dayanımları.	45
Şekil 4. 16 : Farklı Na ₂ O oranı ve kalsinasyon sıcaklığının geopolimer harçların basınç dayanımına etkisi.....	47
Şekil 4. 17 : %4 ve %8 Na ₂ O oranına sahip ve 3 saat kalsine edilmiş numunelerin ortalama basınç dayanımlarının kalsinasyon sıcaklığına bağlı değişimi.	49
Şekil 4. 18 : %4 ve %8 Na ₂ O oranına sahip ve 5 saat kalsine edilmiş numunelerin ortalama basınç dayanımlarının kalsinasyon sıcaklığına bağlı değişimi.	50
Şekil 4. 19 : Harç karışımlarının yayılma değerleri.....	54
Şekil 4. 20 : Harç karışımlarının basınç dayanımı değerleri.	55
Şekil 4. 21 : 100 °C sıcaklıkta ve farklı sürelerde kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.....	56
Şekil 4. 22 : 80 °C sıcaklıkta ve farklı sürelerde kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.....	57
Şekil 4. 23 : 60 °C sıcaklıkta ve farklı sürelerde kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.....	58

Şekil 4. 24 :	12 saat süre ile farklı sıcaklıklarda kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.....	59
Şekil 4. 25 :	24 saat süre ile farklı sıcaklıklarda kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.....	60
Şekil 4. 26 :	36 saat süre ile farklı sıcaklıklarda kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.....	61
Şekil 4. 27 :	Farklı kür sıcaklıklarının ve sürelerinin basınç dayanımına etkisi.....	62
Şekil 4. 28 :	%8 Na ₂ O içeren Kırka bor atığı ile farklı oranlarda YFC içeren karışımların basınç dayanımı değerleri.....	67
Şekil 4. 29 :	%12 Na ₂ O içeren Kırka bor atığı ile farklı oranlarda YFC içeren karışımların basınç dayanımı değerleri.....	68
Şekil 4. 30 :	Tek bileşenli toz malzeme ile bu toz malzeme ile üretilen hamur karışımının XRD patern çekimi (NEF: Nefelin, K: Kuvartz, SKB: Sodyum kalsiyum borat, KBO: Kalsiyum borat).....	72
Şekil 4. 31 :	Farklı oranlarda SH içeren bağlayıcıların XRD patern çekimleri (ME: Mervinit, M: Montiselit, SO: Sodyum Oksit, MO: Magnezyum Oksit).....	74
Şekil 4. 32 :	Farklı oranlarda SK içeren bağlayıcıların XRD patern çekimleri (SMS: Sodyum magnezyum silikat, ME: Mervinit, M: Montiselit, SO: Sodyum Oksit, MO: Magnezyum Oksit).....	74
Şekil 4. 33 :	Alkali füzyon yönteminin mineralojik yapıya etkisi (K: Kalsit, D: Dolomit, T: Tinkalkonit, Dİ: Diopsit, KMB: Kalsiyum Magnezyum Borat).	75
Şekil 4. 34 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan karışımların basınç dayanımı sonuçları.....	77
Şekil 4. 35 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin eğilme dayanımı sonuçları.....	78
Şekil 4. 36 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan kontrol hamur karışımlarının XRD patern çekimleri (SMS: Sodyum magnezyum silikat; SAS: sodyum alüminyum silikat, ME: Mervinit; M: Montiselit; SO: Sodyum Oksit; MO: Magnezyum Oksit; MH: magnezyum hidroksit; Rİ: riversideite; TN: Thermonatrite).	79
Şekil 4. 37 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan hamur karışımlarının yüksek sıcaklığa dayanıklılık FTIR spektrumları.	80
Şekil 4. 38 :	SK10 ve SK20 kontrol hamur numunelerinin SEM görüntüleri.....	82
Şekil 4. 39 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin kapiler su emme deneyi sonuçları.	83
Şekil 4. 40 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin kuruma büzülmesi sonuçları.....	84
Şekil 4. 41 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin, yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özelliklerinin belirlenmesi deneyinde elde edilen basınç dayanımı değerleri.	85
Şekil 4. 42 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan hamur karışımlarının farklı sıcaklıklarda XRD patern çekimleri (SMS: Sodyum magnezyum silikat; ME: Mervinit, M: Montiselit; SO: Sodyum Oksit; MO: Magnezyum Oksit; MH: magnezyum hidroksit; Rİ: riversideite, TN: Thermonatrite).....	86
Şekil 4. 43 :	Yüksek sıcaklık kürü uygulanan hamur karışımlarının yüksek sıcaklığa dayanıklılık FTIR spectrumları.	87

Şekil 4. 44 : SK10 hamur numunesinin 600 °C ve 900 °C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri.....	88
Şekil 4. 45 : SK20 hamur numunesinin 600 °C ve 900 °C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri.....	89
Şekil 4. 46 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin, suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi aşamasında elde edilen basınç dayanımı değerleri.	90
Şekil 4. 47 : Oda kürü uygulanan numunelerin 7,28 ve 56. günlerdeki basınç dayanımı değerleri.	92
Şekil 4. 48 : Oda kürü uygulanan numunelerin 28. gündeki eğilme dayanımı değerleri.	92
Şekil 4. 49 : Oda kürü uygulanan hamur karışımlarının XRD patern çekimleri (GA: Gaylussite).	94
Şekil 4. 50 : Oda kürü uygulanan K50-12 hamur karışımının FTIR spectrumu çekimleri.	95
Şekil 4. 51 : Oda kürü uygulanan numunelerin kapiler su emme deneyi sonuçları. .	96
Şekil 4. 52 : Kapiler su emme deneyi esnasında numuneler.	96
Şekil 4. 53 : Oda kürü uygulanan numunelerin toplam su emme deneyi sonuçları. .	97
Şekil 4. 54 : Oda kürü uygulanan numunelerin kuruma büzülmesi sonuçları.....	98
Şekil 4. 55 : Oda kürü uygulanan numunelerin, yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özelliklerinin belirlenmesi deneyinde elde edilen basınç dayanımı değerleri.	99
Şekil 4. 56 : Oda kürü uygulanan K50-12 hamur karışımının farklı sıcaklıklardaki XRD patern çekimleri.	100
Şekil 4. 57 : Oda kürü uygulanan K50-12 hamur karışımının farklı sıcaklıklardaki FTIR spektrumları.	101
Şekil 4. 58 : Oda kürü uygulanan K50-12 kontrol, 600 °C ve 900 °C maruz bırakılmış hamur karışımlarının SEM görüntüleri.....	102
Şekil 4. 59 : Oda kürü uygulanan numunelerin, suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi aşamasında elde edilen basınç dayanımı değerleri.	103

BOR MADENİ ATIKLARINDAN TEK BİLEŞENLİ YENİ TİP GEOPOLİMER BAĞLAYICI GELİŞTİRİLMESİ

ÖZET

Dünya bor rezervlerinin önemli bir kısmı (>%70) Türkiye’de bulunmaktadır. Bu nedenle bor madeni, Türkiye açısından stratejik öneme sahip bir madendir. Bor madenine uygulanan zenginleştirme işleminin sonucunda; içerisinde yaklaşık %15-20 oranında bor içeren atık malzeme ortaya çıkmaktadır. Bu atıklar bütünüyle herhangi bir sektörde değerlendirilememekte olup, büyük bir kısmı işletmeler tarafından inşa edilen atık barajlarında depo edilmektedir. Bor zenginleştirme prosesi esnasında açığa çıkan atık malzemenin sürdürülebilir yapı malzemelerinin üretiminde değerlendirilmesi oldukça önemlidir.

Bu tez kapsamında hammadde olarak Emet-Kütahya, Kırka-Eskişehir ve Bigadiç-Balıkesir bölgelerinde yer alan ve bor üretim tesislerinde ortaya çıkan bor atıklarının, alkali füzyon yöntemi ile kalsine edilerek, tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde ham madde olarak kullanılabilirliği araştırılmıştır. Tez kapsamında gerçekleştirilen deneysel çalışmalar üç aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamada, tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde, optimum kalsinasyon sıcaklığı ve süresi, aktivatör tipi ve oranları belirlenmiştir. Bu aşamada sodyum hidroksit ve sodyum karbonat olmak üzere iki farklı aktivatör kullanılmıştır. Kalsinasyon öncesinde toz malzemeler, belirli oranlarda sodyum hidroksit (bağlayıcının kütlece %2, %4, %6, %8 ve %10’u kadar Na₂O içeren) ve sodyum karbonat (bağlayıcının kütlece %5, %10, %15, %20’si kadar) ile karıştırılmıştır. Daha sonrasında ise aktivatör içeren karışımlar 600 °C, 650 °C ve 700 °C kalsinasyon sıcaklıklarında 1, 2, 3, 4, 5 ve 6 saat süre ile kalsine edilmiştir. İkinci aşamada, birinci aşama deneyleri sonucunda seçilen harç üzerinde optimum kür sıcaklığı ve süresi belirlenmiştir. Hazırlanan harç karışımları 60, 80 ve 100 °C sıcaklıklarda ve 12, 24 ve 36 saat süre ile kür edilmiştir. Kür işleminin ardından numunelerin basınç dayanımı değerleri belirlenmiştir. Üçüncü ve son aşamada ise tezin birinci ve ikinci aşamasında belirlenen optimum parametreler kullanılarak harç numuneleri üretilmiştir. Üretilen harç numunelerinin taze hal (priz süresi ve işlenebilirlik), mekanik (basınç ve eğilme dayanımları), permeabilite (kapiler su emme ve toplam su emme), kuruma büzülmesi, suya karşı kalıcılık, yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık deneyleri ve hamur karışımları üzerinde iç yapı analizleri yapılmıştır. Bu aşamada ayrıca proje kapsamında üretilen tek bileşenli geopolimer bağlayıcı ile elde edilen harç numunelerine yüksek sıcaklık kürünün yanı sıra, oda kürü de uygulanmıştır.

Elde edilen sonuçlara göre, tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde ham madde olarak kullanıma en uygun atık Kırka-Eskişehir bölgesinde bulunan bor atığıdır. Bor atıklarından tek bileşenli geopolimer bağlayıcı elde edebilmek için, bor atığı alkali füzyon yöntemi ile en az 650 °C sıcaklıkta ve 3 saat kalsine edilmelidir. %100 bor atığı kullanılarak hazırlanan harç numunelerinden makul düzeyde basınç dayanımları elde edebilmek için kür sıcaklığının 100 °C ve kür süresinin 12 saat olması gerekmektedir.

Oda kr uygulanması durumunda, Kırka bor atıęının, yksek fırın crufu ile kısmen yer deęiřtirmesi gerekmektedir. Yksek sıcaklık kr uygulanan numuneler ierisinde en yksek basın dayanımı (24,2 MPa) %4 Na₂O ieren ve sodyum hidroksit ile aktive edilmiř numunelerden elde edilmiřtir. Oda kr uygulanan numuneler arasında 7. gnde en yksek basın dayanımı deęeri 18,4 MPa ile %50 bor atıęı (% 12 Na₂O ieren ve sodyum hidroksit ile aktive edilmiř) ve %50 yksek fırın crufu karıřımından elde edilmiřtir. Bu karıřımın basın dayanımı deęeri, 28. gnde 28,9 MPa ve 56. gnde 35,3 MPa bulunmuřtur. İ yapı analizleri sonucunda, geopolimer hamur numunelerinde ana reaksiyon rn olarak oluřan ve baęlayıcılık zellięi olan riversideite fazı etkilidir. Bu faz tobermorit grubunun bir yesi olup, har numunelerinin basın dayanımının geliřimini saęlayan C-S-H jelidir. Ayrıca, oda kr uygulanan numunelerin i yapısında C-(A)-S-H yapısı oluřtuęu saptanmıřtır.

Anahtar kelimeler: Alkali fzyon, Bor, Bor atıęı, Geopolimer, Baęlayıcı.



DEVELOPMENT OF ONE-PART NEW TYPE GEOPOLYMER BINDER FROM BORON MINE WASTES

SUMMARY

Our country has the largest part of boron reserves of all over the World (>70%). Hence, boron is a strategic mine for Turkey. Waste materials containing a sum of boron (15-20%) occur during boron beneficiation with different mining procedures. Boron mine tailings are not been evaluated completely in any sector and a large portion of these waste materials are stored in tailing dams. The evaluation of waste materials is of great importance in terms of producing the sustainable construction materials.

In the scope of this thesis, the use of boron waste as a raw material, discarded from Boron facilities located at the regions of Emet-Kütahya, Kırka- Eskişehir ve Bigadiç-Balıkesir, was investigated to produce one-part geopolymer binder via alkali fusion method. The experimental studies have performed in three stages. At the first stage, the optimum calcination temperature and duration, the type and ratios of activator were determined in the production of one-part geopolymer binder. In this stage, two different activators, which were sodium hydroxide and sodium carbonate were used. The powder materials were mixed with sodium hydroxide (2%, 4%, 6%, 8% and 10%) sodium carbonate (5%, 10%, 15% and 20%) at several ratios. After that, the mixtures containing activator were calcined at 600 °C, 650 °C and 700 °C of calcination temperatures during 1h, 2h, 3h, 4h, 5h and 6h. At the second stage, the optimum curing temperature and duration were determined on the mortar mixture, which was selected at the end of test results of first stage. The prepared mortar mixtures were cured at 60 °C, 80 °C and 100 °C during 12h, 24h and 36h. The compressive strength values of the mortar specimens were obtained after the end of curing process. At the third stage, the mortar specimens were produced using the optimum parameters, which were obtained at the end of both first and second stage. The experiments of the fresh state (setting time and workability), mechanical (compressive and flexural strengths), permeability (capillary and total water absorption), drying shrinkage, resistance to water, resistance to high-temperatures were conducted on the mortar mixtures. Furthermore, microstructure investigations were performed on the selected paste mixtures. In addition to high temperature curing process, the ambient temperature curing process was carried out on some mortar specimens produced with one-part geopolymer binder.

According to obtained results, the best boron waste in the production of one-part geopolymer binder was the waste which is located Kırka-Eskişehir. The boron waste should be calcined at minimum 650 °C during 3h to produce one-part geopolymer binder. Furthermore, the curing temperature and duration should be at least 100 °C and 12 h to obtain reasonable level compressive strength from the mortar mixtures prepared with 100% boron waste. In case of implementing ambient temperature curing, the blast furnace slag should be partly replaced with boron waste. In case of heat curing, the maximum compressive strength value (24.2 MPa) was obtained from

the mortar specimens with sodium hydroxide activator containing 4% Na₂O. Among the mortar specimens cured at ambient temperature, the maximum compressive strength value (18.4 MPa) was obtained from the mortar specimens containing 50% of boron waste, which was activated with sodium hydroxide containing 12% Na₂O at 7 days. Moreover, the compressive strength values of this mortar specimens at the age of 28 and 56 days were 28.9 MPa and 35.3 MPa, respectively. As a result of microstructure analyses, the main reaction product of one-part geopolymer paste specimens has been riversideite phase, which has the binding property. In other words, this phase is C-S-H gel which is a member of tobermorite gel. C-S-H gel is responsible for the improvement of the compressive strength of the mortar specimens. Finally, the C-(A)-S-H gel was detected to form in the microstructure of mortar specimens cured at ambient temperature.

Keywords: Alkali fusion, Boron, Boron waste, Geopolymer, Binder.



1. GİRİŞ

Türkiye yeryüzünde yer alan toplam bor rezervlerinin yaklaşık %74'ü ile, dünyada en çok rezerve sahip ülkedir [1-4]. 2015 yılında yayınlanan verilere göre, bor pazarındaki talebin yarısı Türkiye tarafından arz edilmiştir. Ülkemizde Kütahya, Balıkesir, Bursa ve Eskişehir illerimizde zengin bor rezervleri bulunmaktadır [1,3]. Dünya'da bor içeren mineral sayısı yaklaşık 200 adettir. Bu minerallerden tinkal, kolemanit ve üleksit mineralleri ticari değere sahip olmaları ve ülkemizde bol miktarda bulunmalarından dolayı önemlidir [1-4]. Kütahya'da kolemanit ve üleksit, Eskişehir'de tinkal, Balıkesir'de kolemanit ve üleksit, Bursa'da kolemanit yatakları mevcuttur. Bor, temizlik sanayi, inşaat sektörü, seramik sanayi, nükleer sanayi başta olmak üzere, bir çok farklı alanda kullanılan stratejik bir madendir [5,6]. Bor madenine uygulanan zenginleştirme işleminin sonucunda; içerisinde yaklaşık %15-20 oranında bor içeren atık malzeme ortaya çıkmaktadır [7]. Ortaya çıkan bor atıkları, işletmeler tarafından maden sahası içerisinde yer alan atmosfere açık atık havuzlarında depolanmakta ve herhangi bir sektörde hammadde olarak kullanılamamaktadır. Ayrıca üretimin devam etmesi ile birlikte işletmeler, yeni atık havuzlarına ihtiyaç duymakta ve bu durum depolama maliyetlerini arttırmaktadır. Atık havuzlarının atmosfere açık olması sonucunda, atıkların bünyesinde yer alan bor minerallerinin yağmur ve kar suları tarafından çözünmesi çevre kirliliğine neden olmaktadır. Bu durum o bölgelerde yaşayan her türlü canlı sağlığına olumsuz etki yaratmaktadır [8,9]. Emet Bor İşletme tesisinde ortaya çıkan bor madeni atıklarının depolandığı atık barajları Şekil 1.1'de örnek olarak gösterilmiştir. Bu şekilde bir depolama yöntemi hem çevre sağlığı hem de insan sağlığı açısından pek çok riski barındırmaktadır.



Şekil 1. 1: Atık barajlarında depolanan bor atıkları.

Atmosfere açık bir şekilde inşa edilen atık barajlarının yıkılma tehlikesi ve bunun sonucunda maden atıklarının doğaya karışması, hem doğal çevre hem de insan sağlığı açısından çok büyük bir risktir. Son yıllarda Brezilya ve Rusya’da yer alan demir ve altın madenlerinin atıklarının depo edildiği barajların yıkılması çevre kirliliğine sebep olmuştur [10-12]. Yapılan bir çalışmada [13], 1965-2000 yılları arasında toplam 29 adet atık barajının yıkıldığı rapor edilmiştir. Quadra vd. [10], Brezilya’da 2015 yılının Kasım ayında demir cevheri atıklarının depolandığı Fundao atık barajının yıkılması sonucunda meydana gelen çevre felaketinin; sadece geniş bir alanı kapsamakla kalmadığı; aynı zamanda, canlılar ve doğal çevre üzerinde ki olumsuz etkisinin çok uzun yıllar boyunca süreceğini rapor etmiştir. Almedia vd. [11], Fundao atık barajının yıkılması sonucunda yaklaşık 60 milyon ton atığın, Doce Nehri boyunca sürüklenerek yaklaşık 600-kilometre uzaklıktaki Atlantik Okyanusuna ulaştığını belirtmiştir. Ayrıca nehir ekosisteminin, atık barajının yıkılması sonucunda ciddi oranda bozulduğunu rapor etmişlerdir. Glotov vd. [12], Rusya Federasyonu’nun kuzey-doğusunda yer alan Magadan bölgesindeki altın madeni atık barajının (Karakem) 2009 yılında yıkılması sonucunda içme suyu kaynaklarının toksik elementler tarafından kirletildiğini rapor etmiştir. Yaşanan çevresel felakette 2 kişinin öldüğü ve birçok evin ciddi biçimde hasar gördüğü rapor edilmiştir. Geçtiğimiz yıllarda Brezilya’nın güneybatısında yer alan Brumadinho kenti yakınlarında bulunan maden atıklarının depolandığı bir barajın çökmesi sonucunda 110 kişi yaşamını yitirmiştir. Son olarak 13 Şubat 2024 tarihinde Erzincan İliç’te altın üretimi yapan maden ocağı sahası içerisinde bulunan, atık malzemelerin depolandığı atık sahasında heyelan meydana gelmiş ve 9 kişi yaşamını yitirmiştir. Dünya’nın birçok ülkesinde atık barajlarının yıkılması sonucunda meydana

gelen çevresel felaketlerin, doğal çevre ve insan sağlığı başta olmak üzere birçok olumsuz etkisi bulunmaktadır. Bu nedenle, maden atıklarının farklı bir sektörde hammadde olarak değerlendirilmesinin önemi giderek daha çok artmaktadır. Depolama giderlerinin ve çevreye verilen zararın azaltılması, içerisinde yer alan bor minerallerinin; nötron tutma kabiliyetleri sayesinde, gelişmiş özelliklere sahip yapı malzemelerinin üretilmesi amacı ile bor zenginleştirme sürecinde ortaya çıkan atığın inşaat sektöründe hammadde olarak değerlendirilmesi sürdürülebilirlik açısından oldukça önemlidir.

Portland çimentosu 200 yılı aşkın bir süredir inşaat sektöründe en çok kullanılan bağlayıcı malzemedir. Fakat Portland çimentosu üretim sürecinde ham madde olarak kullanılan kil ve kireçtaşının temini sırasında doğal çevre ciddi tahribata uğratılmaktadır. Bunun yanı sıra Portland çimentosu üretimi aşamasında atmosfere salınan gazlar (CO₂, SO₂, NO_x vb.) çevre kirliliğine neden olmaktadır. Çimento karma oksit bileşiklerinin yaklaşık 1300-1400 °C gibi yüksek sıcaklık seviyelerinde oluşmasından dolayı enerji sarfiyatı da oldukça yüksek düzeydedir [14]. Portland çimentosu üretim sürecinde yukarıda bahsedilen dezavantajların yanı sıra, Portland çimentosu ile üretilen yapı malzemelerinin/elemanlarının kullanım ömürleri süresince bazı çevre koşullarındaki kalıcılık özellikleri yeterli değildir. Bu sebeple, son yıllarda Portland çimentosuna alternatif yeni bağlayıcıların geliştirilmesi ile ilgili bir çok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalar içerisinde en çok rağbet gören araştırma alanı, iki bileşenli olarak üretilen geopolimer bağlayıcılar olmuştur. İki bileşenli geopolimer bağlayıcılar; alkali hidroksit, silikat, sülfat ve karbonatların konsantre sulu çözeltileri ile amorf alüminyum ve silis içeren toz malzemeler arasındaki geopolimerizasyon reaksiyonları sonucu oluşmaktadır. Fakat iki bileşenli geopolimer bağlayıcıların üretiminde kullanılan alkali aktivatörler, vücuda temas etmesi durumunda insan sağlığı açısından tehlikeli olmaktadır. Ayrıca, bu tip bağlayıcılar yerinde döküm işlemlerinde uygulanabilir olmamaktadır. Son yıllarda raporlanan yaşam döngüsü değerlendirmesi (Life Cycle Assesment) çalışmalarında, aktivatör olarak yalnızca sodyum hidroksit kullanılarak üretilen tek bileşenli geopolimer bağlayıcıların, çevresel açıdan Portland çimentosundan daha üstün olduğu belirtilmiştir [15]. Yukarıda belirtilen sebeplerden dolayı son yıllarda araştırmacılar, Portland çimentosu gibi kullanılabilen tek bileşenli (yalnızca su ilavesi yapılan) geopolimer bağlayıcıların üretimi çalışmalarına hız vermiştir. Bu doğrultuda; tez kapsamında, dünya

rezervlerinin büyük bir kısmının ülkemizde bulunması sebebi ile ülkemize özgü bor madeni atıklarının, inşaat sektöründe tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde değerlendirilmesi oldukça önemlidir.

Bu tez kapsamında hammadde olarak Emet-Kütahya, Kırka-Eskişehir ve Bigadiç-Balıkesir bölgelerinde yer alan ve bor üretim tesislerinde ortaya çıkan bor atıklarının, alkali füzyon yöntemi ile kalsine edilmesinin ardından, tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde ham madde olarak kullanımının mümkün olup olmadığı araştırılmıştır. Tez kapsamında gerçekleştirilen deneysel çalışmalar üç aşamadan oluşmaktadır.

1. Aşama: Tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde, optimum kalsinasyon sıcaklığı, süresi ve aktivatör tipi ve oranlarının belirlenmesi.
2. Aşama: Birinci aşama deneyleri sonucunda seçilen harç karışımı üzerinde optimum kür sıcaklığı ve süresinin belirlenmesi.
3. Aşama: Seçilen karışımlar üzerinde taze hal (priz süresi ve işlenebilirlik), mekanik (basınç ve eğilme dayanımları), kapiler su emme - toplam su emme, kuruma büzülmesi, suya karşı kalıcılık, yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık deneylerinin ve iç yapı analizlerinin yapılması.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Tez konusu ile ilgili literatür özeti aşağıda açıklanan dört başlık altında verilmiştir.

1. Bor atıklarının Portland çimentolu sistemlerde ve tuğla üretiminde değerlendirilmesine yönelik çalışmalar,
2. Bor içeren alkalilerin geopolimer bağlayıcı üretiminde aktivatör olarak kullanıldığı ve bor madeni atıklarının iki bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde bağlayıcı olarak kullanıldığı çalışmalar,
3. Kolemanit zenginleştirme atıklarının alkali aktivasyon potansiyeli ile ilgili çalışmalar,
4. Son yıllarda tek bileşenli geopolimer üretimi ile ilgili yapılan çalışmalar.

2.1. Bor Atıklarının Portland Çimentolu Sistemlerde ve Tuğla Üretiminde Değerlendirilmesi

Sevim [16], Emet-Kütahya bölgesinde bulunan bor atığını, %3, %5, %10 ve %15 oranlarında Portland çimentosu ile yer değiştirmiştir. Hazırlanan numunelerin basınç dayanımı belirlenmiş ve kuruma büzülmesi değerleri ölçülmüştür. Karışımların içerisinde bor atığı oranı arttıkça, numunelerin erken yaşlardaki basınç dayanımlarının azaldığı, %3 ve %5 bor atığı içeren beton numunelerin 28. gündeki basınç dayanımı değerinin referans numune değerine göre bir miktar arttığı rapor edilmiştir. İkame oranının artması ile numunelerin basınç dayanımı değerleri azalmıştır. Beton numunelerin içerisindeki bor atığı miktarının artması ile kuruma büzülmesi değerleri referans numune değerleri ile karşılaştırıldığında, %7 ile %37 oranında azalmıştır.

Uslu ve Arol [17], bor atığını %10, %20, %30, %40 ve %100 oranlarında tuğla üretimi için kullanılan kil yerine kullanmıştır. Numuneler 700, 800 ve 900 °C sıcaklıklarda 4,5 saat boyunca pişirilmiştir. Sıcaklığın artması ile %100 bor atığı kullanılan numuneler hariç, diğer tuğla numunelerinin hepsinde basınç dayanımı değerlerinde artış olmuştur. %100 bor atığı ile üretilen numunelerin 700 ve 800 °C sıcaklıklarda pişirilmesi sonucunda, numunede çatlaklar oluşmuş, 900 °C sıcaklıkta ise numune ergimiştir. Bor

atığının %30 orana kadar kil numunesi ile yer değiştirmesi tuğla numunelerinin basınç dayanımı, su emme ve yoğunluk değerlerini olumlu yönde etkilediği ve tuğla pişme sıcaklıklarının düşmesine neden olduğu rapor edilmiştir.

Koumpouri ve Angelepoulos [18], belit çimentosu üretiminde, %1 ve %6,5 oranlarında bor atığını ve %1,5 oranında borik asidi kuru toz karışımına ilave ederek 3 farklı klinker üretmiştir. Toz karışımları 1280-1360 °C arasındaki sıcaklıklarda 20 °C artış adımları ile ayrı ayrı 40 dakika süreyle kalsine edilmiştir. Üretilen klinkerler 4000-4100 cm²/g inceliğe kadar öğütülmüştür. Sonrasında %5 oranında alçıtaşı ile karıştırılmış ve belit çimentosu elde edilmiştir. Çalışma sonucunda, bor oksit ilavesi klinkerleşme sıcaklığını düşürmüştür ve %6,5 bor atığı bulunan numunelerin klinkerleşme sıcaklığı 1310 °C'ye düşmüştür. Toz malzeme içerisindeki bor oksit miktarının artması α' - belit stabilizasyonunun daha düşük sıcaklıklarda oluşmasına neden olmuştur. Üretilen klinkerler üzerinde yapılan XRD analizleri sonuçlarına göre; iç yapıda C₃S, C₂S, C₅BS, C₃A ve C₄AF gibi kristal fazların oluştuğu rapor edilmiştir. Yüzde 1 bor atığı ve %1,5 borik asit içeren numunelerin 28. gündeki basınç dayanımı değerleri sırası ile 60 MPa ve 52,7 MPa bulunmuştur. Öte yandan, %6,5 bor atığı içeren numunelerin basınç dayanımları yaklaşık 5 MPa elde edilmiştir. Ayrıca kalsinasyon işlemi sırasında ergiyen faz miktarının artması ile üretilen klinkerin iç yapısında C₅BS miktarında artış olduğu ve çimentoların bağlayıcılık özelliğinin olumsuz etkilendiği rapor edilmiştir. Sonuç olarak içerisinde bor bulunan malzemelerin belit çimentosu üretiminde kullanılabileceği rapor edilmiştir.

Özdemir ve Öztürk [19], iki farklı bor atığının (CW1 ve CW2), Portland çimentosu üretim sürecinde mineral katkı maddesi olarak kullanımının uygun olup olmadığını araştırmıştır. İki farklı bor atığı; %1, %2,5, %5 ve %10 oranlarında klinker ve alçıtaşından oluşan karışıma eklenmiştir. %1 CW1 atığı içeren numunelerin basınç dayanımının, referans numunesine kıyasla yüksek olduğu rapor edilmiştir. Numunelerin içeriğindeki bor atığı oranının artması, basınç dayanımı değerlerinde düşüşe neden olmuştur. CW1 ve CW2 bor atıklarının sırasıyla %5 ve %10'a kadar çimentolu sistemlerin üretim sürecinde kullanımının uygun olduğu bildirilmiştir.

Mutuk ve Mesci [20], ana bağlayıcısı Portland çimentosu olan harç karışımları üzerinde, bor atığının ve pirinç kabuğu külünün etkisini incelemiştir. Çalışmada farklı oranlarda bor atığı ve pirinç kabuğu külü içeren 16 farklı harç numunesi

hazırlanmıştır. Bor atığı ikame oranları %1, %3 ve %5 iken pirinç kabuğu külü ikame oranları ise %5, %10 ve %15'tir. Bor atığı ile üretilen harç numunelerinin basınç dayanımı değerlerinin, referans numune değerine göre daha düşük olduğu rapor edilmiştir. Fakat elde edilen basınç dayanımı değerleri, Türk Standartlarında belirtilen sınır değerler içerisinde kalmıştır.

Kavas [21], iki farklı bor atığını (CW ve FW) ayrı ayrı %5, %10 ve %15 oranlarında kırmızı çamur ile yer değiştirerek tuğla numuneleri üretmiştir. Tuğla numuneleri 700, 800 ve 900 °C olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta pişirilmiştir. Numunelerin dayanımları, büzülme değerleri, su emme özellikleri, donma-çözölmeye karşı kalıcılıkları, içeriğindeki magnezyum oksit ve kireç miktarları belirlenmiştir. Bor atıklarının %15 oranında kırmızı çamur ile yer değiştirmesi sonucunda numunelerin pişme sıcaklıklarında düşüş rapor edilmiştir. 900 °C sıcaklıkta pişirilen numunelerin mekanik özellikleri, diğer sıcaklıklarda pişirilen numunelerinkine göre daha yüksektir. 900 °C'de pişirilen %15 CW ve FW ile üretilen numunelerin kuruma büzülmesi, pişme esnasındaki büzülme miktarı ve su emme değerlerinin sırasıyla %4,55-4,46, %1,25-1,10 ve %9,59-8,38 olduğu rapor edilmiştir. Ayrıca numunelerin donma-çözölme çevrimlerine karşı kalıcılıklarının yüksek olduğu, zararlı magnezyum oksit ve kireç içermedikleri rapor edilmiştir.

Abalı vd. [22], bor atığı ve gübre üretimi yan ürünü olan alçıtaşı ile hafif tuğla üretimi gerçekleştirmiştir. Çalışmada bor atığı ile yıkanmış ve yıkanmamış fosfat alçıtaşı %1, %3, %5, %10 ve %20 oranlarında kil yerine kullanılarak üretilen numuneler üzerinde incelemelerde bulunmuştur. Tuğla numunelerinde bor atığı oranının artması, fırın içerisinde pişirme aşamasında numunelerde yoğun çatlakların oluşumuna neden olmuştur. Sonuç olarak bor atığının hafif tuğla üretiminde kullanımının uygun olmadığı rapor edilmiştir.

Över vd. [23], bor atığını 600 °C'de 1 saat süreyle kalsine etmiştir. Daha sonrasında kalsine bor atığı %5, %10 ve %25 oranlarında çimento yerine kullanılarak harç numuneleri hazırlamıştır. Harç numunelerinin basınç dayanımı değerleri, numune içerisindeki bor atığı miktarı arttıkça azalmıştır. %5 bor atığı içeren numunelerin 7 ve 28 günlük basınç dayanımı değerleri, referans numunelerinin ardından en yüksek değere sahiptir. Referans numunesi ve %5 bor atığı içeren harç numunelerinin basınç dayanımları, 90. günde 50 MPa olarak bulunmuştur. %5'in üzerindeki bor atığı ikame

oranlarında ise 90 günlük basınç dayanımlarında azalma olduğu rapor edilmiştir. Fakat deneysel olarak elde edilen basınç dayanımı değerlerinin, Türk standartlarında belirtilen sınır değerler içerisinde kaldığı rapor edilmiştir.

Olgun vd. [24], bor atığınının, alçı taşı yerine kullanımının mümkün olup olmadığını ve melamin sülfona formaldehit, naftalin sülfona formaldehit, sodyum sülfat ve kalsiyum klorür gibi kimyasal aktivatörlerin numunelerin basınç dayanımı ve iç yapıları üzerine etkisini incelemiştir. Bor atığının alçıtaşı ile yer değiştirilerek kullanılması ile erken yaşta basınç dayanımları düşmüştür. Kimyasal aktivatörlerin ikamesi ile, erken yaşlarda numunelerin basınç dayanımı değerlerinde artış olmuştur. Basınç dayanımı gelişiminde kalsiyum klorürün, diğer kimyasal aktivatörlere göre daha etkili olduğu rapor edilmiştir.

2.2 Bor İçeren Alkalilerin ve Bor Madeni Atıklarının İki Bileşenli Geopolimer Bağlayıcı Üretiminde Kullanıldığı Çalışmalar

Bagheri vd. [25], uçucu kül ve yüksek fırın cürufu içeren toz karışımını, aktivatör çözeltisi olarak sodyum boraks-sodyum silikat karışımı kullanarak geopolimer numuneler üretmiştir. Uçucu kül ve cüruf ile üretilen geopolimer numunelerin basınç dayanımları, aktivatör çözeltisinde bulunan sodyum silikat oranının azalması ile düşmüştür. Aktivatör çözeltisinde sodyum boraksın varlığı, iç yapıda B-O bağlarının oluşmasına neden olmuş ve bu bağlar numunelerin basınç dayanımlarındaki düşüşü önemli derecede azaltmıştır.

Al Saadi vd. [26], bağlayıcı olarak kullandığı cam tozunu, sodyum hidroksit ve susuz boraks karışımından oluşan aktivatör çözeltisi ile aktive etmiş ve borosilikat inorganik polimer (BSİP) numunelerini üretmiştir. BSİP numuneleri 60 °C sıcaklıkta 24 saat boyunca kür edilmiştir. Kür işleminin ardından numuneler 7 gün boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş ve sonrasında 550-850 °C sıcaklıkları arasında 1 saat süre ile yüksek sıcaklığa maruz bırakılmıştır. Yüksek sıcaklıklarda BSİP numunelerinde, görünür porozitelerinin artması sonucunda hacim artışı meydana gelmiştir. Karışımlara %10 oranında uçucu kül ilave edilmesi ile, BSİP numunelerinin yüksek sıcaklıklarda göstermiş olduğu davranışlarında kayda değer bir değişiklik olmamıştır. Fakat nemli ortamlara karşı dayanılabilirliğinin geliştiği rapor edilmiştir. 60 °C'de kür edilen BSİP numuneleri üzerinde yapılan iç yapı incelemeleri, NaOH ile bor arasında

meydana gelen reaksiyonların sonucunda, sodyum meta borat hidrat kristal fazının oluştuğu rapor edilmiştir.

Uysal vd. [27], kolemanit atığı ve silis dumanını belirli oranlarda (%10, 20, 30 ve 40) ayrı ayrı metakaolin ile yer değiştirerek geopolimer harç karışımları üretmiştir. Harç karışımları sodyum silikat ve sodyum hidroksit karışımı aktivatör çözeltisi ile aktive edilmiş olup iki bileşenli geopolimer bağlayıcı olma özelliğini taşımaktadır. Bu çalışmada kullanılan kolemanit atığı Eti Maden Bigadiç Bor Tesisinden elde edilmiş olup herhangi bir ön işleme (kalsinasyon, öğütme, eleme vb.) tabi tutulmamıştır. Oda sıcaklığında geopolimer harç karışımlarının geopolimerizasyon reaksiyonlarının hızlandırılması için tüm karışımlara yüksek fırın cürufu ilavesi yapılmıştır. Geopolimer harç karışımları, yerleştirme işlemlerinden 2 saat sonra kalıplardan çıkarılmıştır. Yirmi dört saat oda sıcaklığında bekletilen geopolimer harç karışımları daha sonra 3 gün boyunca 60 °C'de kür edilmiştir. Hazırlanan geopolimer harç karışımlarının ilk aşamada basınç dayanımları ile geçirimli boşluk oranı ve su emme gibi fiziksel özellikleri incelenmiştir. Geopolimer harç karışımlarının basınç dayanımları kolemanit atığı miktarı arttıkça (%10 hariç) azalmıştır. %10 kolemanit atığı içeren geopolimer harç karışımının 7 ve 28 günlük basınç dayanımı değerleri kontrol karışımına göre yaklaşık %2 daha fazladır. Geopolimer harç karışımları içerisindeki kolemanit atığı miktarının %20'den %40'a artmasıyla 7 ve 28 günlük basınç dayanımları ciddi oranda azalmıştır. Kolemanit atığı içeren geopolimer harç karışımlarının toplam su emme ve geçirimli boşluk oranları da kontrol karışımına göre daha yüksek seviyelerde çıkmıştır. Kolemanit atığı içeren geopolimer harç karışımlarının (%10 içeren hariç) aşınmaya karşı dayanıklılıklarının da kontrol karışımına göre daha zayıf olduğu belirtilmiştir.

Çelik vd. [28], dört farklı sentetik lifin (poliolefin, modifiye edilmiş poliamit, bazalt ve polivinil alkol), %10 kolemanit atığı içeren metakaolin esaslı geopolimer kompozitlerin yüksek sıcaklıklara (300, 600 ve 900 °C; 3 saat boyunca) karşı dayanıklılıklarına ve mekanik özelliklerine etkisini incelemiştir. Harç karışımlarının hazırlanışı ve uygulanan kür yöntemi bir önceki çalışmada uygulanan yöntemler ile aynıdır [27]. Polivinil alkol tipi lif içeren geopolimer kompozitlerin 28 günlük basınç dayanımlarının diğer geopolimer kompozitlerine göre daha yüksek olduğu rapor edilmiştir. Yüksek sıcaklıklara maruz bırakılan polivinil alkol ve bazalt tipi lif içeren

geopolimer kompozitlerin dayanımlarındaki kayıpların, poliolefin ve modifiye edilmiş poliamit tipi lif içeren geopolimer kompozitlere göre daha az olduğu rapor edilmiştir. Hacimce %1,2 polivinil alkol tipi lif ilavesiyle geopolimer kompozitlerin 28 günlük eğilme dayanımları yaklaşık %28 artmıştır. Geopolimer kompozitler 600 ve 900 °C sıcaklığa maruz bırakıldıklarında basınç ve eğilme dayanımlarında ciddi düşüşler olduğu rapor edilmiştir. Geopolimer kompozitlerin aşınmaya karşı dayanıklılıkları lif hacmi arttıkça artmıştır.

2.3. Kolemanit Zenginleştirme Atıklarının Alkali Aktivasyon Potansiyeli ile İlgili Çalışmalar

“Kolemanit Zenginleştirme Atıklarının Alkali Aktivasyon Potansiyelinin Araştırılması” başlıklı tez çalışması, kolemanit atıklarının hammadde olarak alkali aktivasyon sistemi içerisinde kullanıldığı ilk tez çalışmasıdır. Bu tez çalışması kapsamında elde edilen sonuçlar, bor atıklarının reaktivitelerinin artırılabilmesi için kalsinasyon işlemine maruz kalmalarının gerekli olduğunu göstermiştir. Bu sebeple öncelikle; 500, 600, 700, 800 ve 900 °C kalsinasyon sıcaklıklarının bor atığının reaktifliğine etkisi incelenmiştir. Bor atığının kalsinasyon süresi 2 saat olarak uygulanmıştır. Kalsinasyon sonucu elde edilen bağlayıcı, alkali aktivatör çözeltisi ile aktive edilerek iki bileşenli harç numuneleri hazırlanmıştır. Harç numunelerinin basınç dayanımları değerlendirilerek, optimum kalsinasyon sıcaklığı belirlenmiştir. Kalsinasyon sıcaklığının belirlenmesinin ardından, aktivatör tipi ve oranının yanı sıra farklı kür koşullarının harçların taze hal, mekanik, boyutsal stabilite ve su emme özelliklerine etkisi incelenmiştir. Son aşamada deneysel olarak elde edilen veriler ile iç yapıda oluşan değişikliklerin birlikte yorumlanabilmesi için, iç yapı analizleri yapılmıştır [29].

Deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir;

1. Bor atığının reaktifliğinin artması ve kalsine bor atığı ile üretilen numunelerden basınç dayanımı elde edebilmek için bor atıkları en az 700 °C sıcaklıkta kalsine edilmelidir. En yüksek basınç dayanımları, 800 °C sıcaklıkta kalsine edilen bor atığı ile üretilen numunelerden elde edilmiştir.
2. Kalsinasyon işlemi ile bor atığında bulunan kil mineralleri 800 °C’de tamamen bozunmuştur.

3. Kalsinasyon işlemi ile iğnemsiz yapıdaki kalsiyum ve magnezyum borat kristalleri oluşmuş ve mekanik özelliklere olumlu katkısı olmuştur.
4. Deneysel çalışma sonucunda kalsine bor atığının aktivasyonunda kullanılacak aktivatör çözeltisinin; minimum bağlayıcının %6'sı oranında Na₂O içermesi ve SiO₂/Na₂O oranının minimum 1,2 olması gerektiği görülmüştür. Hem buhar kürü hem de nem kürü uygulanan harç numunelerinden 37-39 MPa aralığında basınç dayanımları elde edilmiştir.
5. %6 Na₂O içeren ve SiO₂/Na₂O oranı 1,2 ve 1,8 olan aktivatörler ile üretilen harç numunelerinin su emme karakteristikleri, buhar kürü uygulanmış numunelerde daha iyidir.
6. Buhar kürü uygulanan harç numunelerinin kuruma büzülmesi değerleri nem kürü uygulanan numunelere daha düşük bulunmuştur.

2.4. Alkali Füzyon Yöntemi ile Üretilen Tek Bileşenli Geopolimer Bağlayıcı Çalışmaları

Ye vd. [30], kırmızı çamur ve bağlayıcının %10 ve %15 Na₂O oranına denk gelecek miktardaki sodyum hidroksiti 800 °C sıcaklıkta 1 saat kalsine etmiştir. Kalsinasyon sonucunda üretilen geopolimer bağlayıcılar, %5, 10, 15, 20, 25 ve 30 oranlarında silis dumanı ile yer değiştirerek hamur karışımları hazırlanmıştır. Hamur karışımlarının su/bağlayıcı oranları 0,65'tir. Ayrıca su/bağlayıcı oranının hamur numunelerinin basınç dayanımı üzerindeki etkisinin incelenebilmesi için %25 silis dumanı içeren karışımlar 0,65'in yanı sıra 0,60 ve 0,55 su/bağlayıcı oranlarında da hazırlanmıştır. Sodyum lignosülfonat esaslı kimyasal katkı maddesi kullanılarak, sodyum hidroksit oranı %10 ve silis dumanı oranı %25 olan hamur numunesinin su/bağlayıcı oranı 0,45'e kadar düşürülmüştür. Geopolimer hamur karışımlarına 20 °C sıcaklıkta kür işlemi uygulanmıştır. Hazırlanan hamur karışımları üzerinde çözünme ve basınç dayanımı testlerinin yanı sıra iç yapı analizleri yapılmıştır. Silis dumanı miktarının artması ve karışım içerisindeki su miktarının azalmasıyla hamur numunelerinin basınç dayanımlarında artış olduğu rapor edilmiştir. Yüzde 0,5 lignosülfonat esaslı kimyasal katkı içeren karışımlardan 28 gün sonunda yaklaşık 32 MPa basınç dayanımı elde edilmiştir. Kırmızı çamurun alkalilerle birlikte kalsinasyon işlemine maruz kalması ile çözünebilir sodyum alümina silikatların oluştuğu ve bu yapıların su ile temasının

ardından çözünerek boşluk suyu çözeltisinin alkalinitesini yükselterek Si ve Al atomlarının geopolimerizasyon reaksiyonlarında rol oynadığı rapor edilmiştir.

Abdel-Gawwad ve Khalil [31], %60 çimento fırını tozu ve %40 feldispattan oluşan karışımı alkalilerle birlikte kalsine etmesiyle tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretmiştir. Çalışmada aktivatör olarak kullanılan sodyum karbonat %10 ve %20 olmak üzere iki farklı oranda kullanılmıştır. Hammaddeler 1200 °C ve 1300 °C sıcaklıklarda, 2 saat ve 3 saat boyunca kalsine edilmiştir. Kalsinasyon işleminin ardından geopolimer bağlayıcılar havada hızlı bir şekilde soğutulduktan sonra öğütme işlemi gerçekleştirilmiştir. Üretilen bağlayıcılar ile su/bağlayıcı oranı 0,29 olan geopolimer hamur karışımları hazırlanmıştır. Hazırlanan hamur karışımları 23 °C ve %99 bağıl neme sahip ortamda kür edilmiştir. Çimento fırını tozu ve feldispattan oluşan karışımın, sodyum karbonat ilavesi olmadan, 1300 °C kalsinasyon sıcaklığında 2 saat süresince kalsine edilmesi ile üretilen tek bileşenli bağlayıcının amorf faz miktarının önemli derecede arttığı (%13'ten %59'a) rapor edilmiştir. Kalsinasyon süresinin 3 saat olması halinde ise amorf faz miktarı %36'ya düşmüştür. Yüzde 20 sodyum karbonat ilavesi ile 1200 °C sıcaklıkta 3 saat süreyle kalsine edilerek üretilen geopolimer bağlayıcının tamamının amorf fazdan oluştuğu XRD analizi ile kanıtlanmıştır. Basınç dayanımları ise 28. günün sonunda yaklaşık 52 MPa'dır.

Peng vd. [32], bentonit ile sodyum karbonat ve sodyum hidroksiti 700 °C, 850°C ve 1000 °C kalsinasyon sıcaklıklarında 3 saat süreyle kalsine ederek tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretmiştir. Kalsinasyon işleminin ardından geopolimer klinker fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutulmuş ve geopolimer bağlayıcının %95'i 75 µm elekten geçecek şekilde öğütülmüştür. Üretilen geopolimer bağlayıcılar ile su/katı oranı 0,3 olan geopolimer hamur karışımları hazırlanmıştır. Hazırlanan karışımlar 80 °C sıcaklıkta 3 gün kür edilmiş ve sonrasında 20 °C sıcaklıkta doymuş su buharında test gününe kadar bekletilmiştir. 1000 °C kalsine edilen bentonit+sodyum hidroksit (%25) ve 850 °C sıcaklıkta kalsine edilen ve %33 oranında sodyum karbonat içeren karışımlardan elde edilen tek bileşenli geopolimer bağlayıcı ile hazırlanan hamur karışımlarının 210. günündeki basınç dayanımları sırasıyla 45 MPa ve 55 MPa olarak bulunmuştur. Bentonitin alkalilerle birlikte 700 °C sıcaklıkta kalsinasyonu ile bentonit içerisinde yer alan kristalin kuvarsın, kristal yapısının değişerek bağlayıcı faza dönüştüğü bildirilmiştir. Ayrıca demir oksit ve kalsiyum oksitin geopolimer hamur

karışımlarının bağlayıcılık özelliklerinin artmasında önemli bir rol oynadığı rapor edilmiştir.

Ke vd. [33], sodyum hidroksit-kırmızı çamur karışımını 800 °C kalsinasyon sıcaklığında 1 saat boyunca kalsine etmiştir. Elde edilen bağlayıcı ile üretilen hamur numunelerinin basınç dayanımı ve iç yapı özellikleri incelenmiştir. Kalsinasyon işleminden önce kırmızı çamur 300 µm elekten elenerek 24 saat süresince 45 °C sıcaklıkta kurutulmuştur. Daha sonrasında ağırlığının %5, %10 ve %15'i Na₂O oranında sodyum hidroksit ile karıştırılmış ve bilyalı değirmende öğütülmüştür. Öğütülen ve farklı oranlarda sodyum hidroksit içeren karışımlar 800 °C sıcaklıkta 1 saat kalsine edilmesinin ardından oda sıcaklığına gelene kadar fırın içerisinde soğutulmuştur. Soğuma işlemi tamamlandıktan sonra numuneler tekrar 300 µm elekten elenerek kullanılmıştır. Üretilen geopolimer bağlayıcılar ile su/bağlayıcı oranı 0,60 olan geopolimer hamur karışımları hazırlanmıştır. Hazırlanan geopolimer hamur karışımları 20 °C sıcaklığa ve %95 bağıl neme sahip ortamda kür edilmiştir. Yüzde 5 sodyum hidroksit içeriğine sahip tek bileşenli bağlayıcı ile üretilen hamur numunelerinin ilk bir haftada sertleşmediği, ancak 14. günden sonra dayanım kazandığı rapor edilmiştir. Bu durum geopolimer bağlayıcının yapısında bulunan reaktif faz miktarının düşük olmasına bağlanmıştır. Yüzde 10 ve 15 oranlarında sodyum hidroksit içeriğine sahip tek bileşenli bağlayıcılar ile üretilen numunelerin 7. gündeki basınç dayanımı değerleri sırasıyla 10 MPa ve 8 MPa'dır. Bu karışımların basınç dayanımları 28. günde önemli oranda düşmüştür (~2 MPa). Basınç dayanımlarında meydana gelen düşüş karbonatlaşma ve çiçeklenmeden ötürü matris fazının bozunmasına bağlanmıştır. Ayrıca alüminyum yönünden zengin kırmızı çamurun alkalilerle birlikte kalsine edilmesi ile peralkalin sodyum alüminosilikat, C₃A ve alfa C₂S gibi hidrolitik bağlayıcılık özelliği fazla olmayan fazların oluştuğu bildirilmiştir.

Feng vd. [34], albiti (sodyum feldispat) belirli oranlarda (%10, %30 ve %50) ayrı ayrı sodyum hidroksit ve sodyum karbonat ile karıştırarak dört farklı sıcaklıkta (850, 900, 1000 ve 1150 °C) kalsine etmiştir. Albit ve alkalilerden oluşan kuru karışım 30 dakika boyunca maksimum sıcaklıkta tutulmasının ardından fırın içerisinde oda sıcaklığına kadar soğutulmuş ve laboratuvar tipi bilyalı değirmen ile öğütme işlemi gerçekleştirilmiştir. Üretilen geopolimer bağlayıcı kullanılarak su/bağlayıcı oranları

0,30 olan geopolimer hamurlar üretilmiş ve yaklaşık 25 °C sıcaklıkta çevresel koşullarda kür edilmiştir. Hamur karışımları üzerinde iç yapı analizleri ile basınç dayanımı deneyi yapılmıştır. Albit ile alkalilerin yüksek sıcaklıklarda kalsinasyonu ile albitin yapısının bozunduğu ve amorf bir yapının elde edildiği rapor edilmiştir. Albit ile %50 sodyum hidroksit ve %50 sodyum karbonatın karıştırılarak 1000 °C sıcaklıktaki kalsinasyonu ile üretilen geopolimer bağlayıcıların kullanılması ile 28 günlük basınç dayanımları sırasıyla 44 MPa ve 42 MPa olan geopolimer hamurlar üretilmiştir. Ayrıca herhangi bir şekilde ısı işleme maruz kalmamış ham albit ve 1000 °C sıcaklığa maruz kalmış (alkaliler olmadan) albitin, 7,5 M NaOH çözeltisi ile aktive edilmesi ile üretilen tek bileşenli hamurların 28 günlük basınç dayanımları 2 MPa olarak rapor edilmiştir.

Peng vd. [35], bentonit ile dolomit ve sodyum karbonatı belirli oranlarda (çalışmada oranlar verilmemiş olup, karışımlar sadece kimyasal kompozisyonuna göre ayrılmıştır) karıştırarak iki farklı sıcaklıkta (1100 ve 1200 °C) 3 saat boyunca kalsine etmiştir. Kalsinasyon işleminin ardından havada ani soğutma yapılmış ve üretilen geopolimer bağlayıcı 150 µm elekten elenmiş ve elek altında kalan malzeme ile su/bağlayıcı oranı 0,35 olan hamur karışımları hazırlanmıştır. Hazırlanan hamur karışımları 3 gün boyunca 80 °C sıcaklıkta ve hemen ardından 25 gün boyunca 25 °C sıcaklıkta kür edilmiştir. Bazı numuneler ise sadece 20 °C sıcaklıkta kür edilmiştir. Üç gün boyunca 80 °C sıcaklıkta kür edilen hamur karışımlarının basınç dayanımlarının, 20 °C sıcaklıkta kür edilenlere göre daha fazla olduğu rapor edilmiştir. Sodyum karbonat ilavesi ile 1100 °C sıcaklıkta kalsine edilerek üretilen geopolimer bağlayıcı kullanılarak hazırlanan hamur karışımının basınç dayanımı 38,3 MPa olarak rapor edilmiştir.

Tez kapsamında yapılan detaylı literatür taraması sonucunda; tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretim sistemlerinde, bor madeni atıklarının ham madde olarak kullanımını inceleyen herhangi bir çalışma bulunmamaktadır. Literatürdeki bu boşluğu doldurmak için bu tez kapsamında; alkali füzyon yöntemi ile kalsine edilen bor atıklarının, tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde ham madde olarak kullanımının mümkün olup olmadığı araştırılmıştır.

3. GEREÇ ve YÖNTEM

3.1 Malzemeler

Deneysel çalışma kapsamında hazırlanan harç ve hamur karışımlarında; bağlayıcı olarak bor atıkları ve yüksek fırın cürufu (YFC), alkali aktivatör olarak sodyum hidroksit ve sodyum karbonat, agrega olarak ise standart CEN kumu kullanılmıştır. Bu malzemelere ilişkin bilgiler aşağıda verilmiştir.

3.1.1 Bor madeni atıkları

Proje kapsamında kullanılan bor madeni atıkları; Kırka Bor İşletme Tesisi, Bigadiç Bor İşletme Tesisi ve Emet Bor İşletme Tesisi olmak üzere üç farklı kaynaktan temin edilmiştir. Bu atıklar söz konusu işletmelerde içerisindeki bor cevheri büyük oranda alınmış; fakat yine de az miktarda bor ihtiva eden ve açık alanda depolanmış atıklardır.

3.1.2 Yüksek fırın cürufu

Ereğli Demir-Çelik Fabrikasından elde edilen öğütülmüş yüksek fırın cürufu (YFC) Oyak Çimento Fabrikaları A.Ş.'den tedarik edilmiştir. Kimyasal kompozisyonu Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3. 1: Yüksek fırın cürufunun (YFC) kimyasal kompozisyonu

Bileşen	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	S	K.Kayı
Ağırlıkça, %	40,20	35,90	11,66	5,88	1,68	1,47	0,30	0,90	0,88

3.1.3 Alkali aktivatörler

Aktivator olarak TEKKİM firması tarafından tedarik edilen %98 saflığa sahip payet formdaki sodyum hidroksit (NaOH) ve %99 saflığa sahip toz formdaki sodyum karbonat (Na₂CO₃) kullanılmıştır.

3.1.4 Agregata

Deneysel alıřmalarda Limak imento Pınarhisar tesislerinden temin edilen standart CEN kumu kullanılmıřtır.

3.2 Yöntem

Deneysel alıřmanın birinci ařamasında alkali füzyon yöntemi ile üretilecek tek bileřenli geopolimer baėlayıcıların, optimum kalsinasyon sıcaklıėı ve süresi, aktivatör tipi ve oranlarının belirlenmesi ile ilgili alıřmalar yapılmıřtır. Bu ařamada sodyum hidroksit ve sodyum karbonat olmak üzere iki farklı aktivatör kullanılmıřtır. Kalsinasyon öncesinde toz malzemeler, belirli oranlarda sodyum hidroksit (baėlayıcının kütlece %2, %4, %6, %8 ve %10'u kadar Na₂O ieren) ve sodyum karbonat (baėlayıcının kütlece %5, %10, %15, %20'si kadar) ile kuru olarak karıřtırıldıktan sonra 600, 650 ve 700 °C kalsinasyon sıcaklıklarında, 1, 2, 3, 4, 5 ve 6 saat süre ile kalsine edilmiřtir.

İkinci ařamada ise birinci ařama deneyleri sonucunda seilen har karıřımı üzerinde optimum kür sıcaklıėı ve süresinin belirlenmesine yönelik alıřmalar yapılmıřtır. Hazırlanan har ve/veya hamur numuneleri 60, 80 ve 100 °C sıcaklıklarda ve 12, 24 ve 36 saat süre ile kür edilmiřtir. Kür iřleminin ardından numunelerin basın dayanımları belirlenmiřtir.

Üüncü ařamada, birinci ve ikinci ařamada belirlenen optimum parametreler kullanılarak har numuneleri üretilmiřtir. Üretilen har numunelerinin taze hal (priz süresi ve iřlenebilirlik), mekanik (basın ve eėilme dayanımları), geçirimsizlik (kapiler su emme ve toplam su emme), kuruma büzülmesi, suya karřı kalıcılık, yüksek sıcaklıėa karřı dayanıklılık deneyleri ve hamur karıřımları üzerinde i yapı analizleri yapılmıřtır. Bu ařamada ayrıca tez kapsamında üretilen tek bileřenli geopolimer baėlayıcı ile elde edilen har numunelerine yüksek sıcaklık kürünün yanı sıra, oda kürü de uygulanmıřtır.

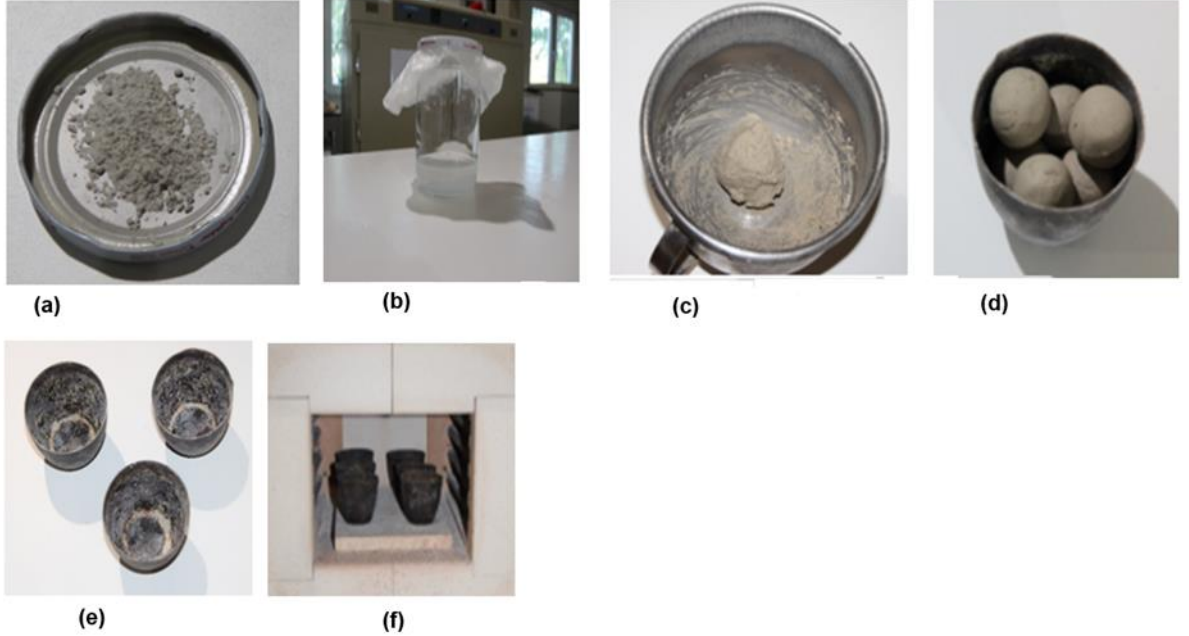
3.3 Alkali Füzyon Yöntemi ile Tek Bileşenli Geopolimer Bağlayıcıların Hazırlanması

Kullanılan tüm malzemeler kalsinasyon prosesinden önce öğütme işlemine tabii tutulmuştur. Kalsinasyon prosesinden önce yapılan öğütme yöntemi tüm numunelerde aynıdır. Kalsine edilecek malzemeler öncelikle 2 dakika boyunca 400 rpm hızında Retsch marka yüksek devirli öğütücüde öğütülmüştür. Uygulanan bu ön öğütmedeki amaç numune yığını içerisindeki tane boyutlarının benzer boyutlarda olmasını sağlamaktır.

Öğütme işleminin ardından kalsinasyon işlemine geçilmiştir. Kalsinasyon prosesinden önce toz malzemeler, bağlayıcının %30-40'ı arasında su ve Bölüm 3.2'de belirtilen oranlarda aktivatör ile karıştırılarak hamur haline getirilmiştir. Sonrasında numuneler el yordamıyla bilye büyüklüğünde yuvarlanmıştır. Bu işlem sayesinde kalsinasyon sürecinde malzemenin hem birbirine hem de kaba temas yüzeyi azaltılmıştır. Böylece tam ergime halinde numunenin kaba yapışması gibi kalsinasyon süreci boyunca gerçekleşebilecek istenmeyen durumların oluşumu engellenmeye çalışılmıştır. Kalsinasyon için kullanılan kül fırını hedeflenen sıcaklığa ulaştıktan sonra, malzemeler fırın içerisine konulmuş ve Bölüm 3.2'de belirtilen sıcaklık ve sürelerde kalsine edilmiştir. Kalsinasyon işlemi sonunda numuneler kül fırınından hemen çıkarılıp, laboratuvar şartlarında ani soğumaya bırakılmıştır. Numune sıcaklığının oda sıcaklığına düşmesinin ardından numuneler 3 dakika süreyle 400 rpm hızında öğütülmüştür. Malzemelerin hazırlanmasında kullanılan cihazlar ile prosese ilişkin adımlara ait fotoğraflar Şekil 3.1 ve Şekil 3.2'de gösterilmiştir.



Şekil 3. 1 : Kül fırını ve öğütücü.



Şekil 3. 2 : a) Kalsine atık, b) alkali aktivatör, c) hamur karışımı, d) hamur karışımının bilye şekline getirilmiş hali, e) kalsinasyonda kullanılan kaplar, f) kapların fırın içerisine yerleştirilmesi.

3.4 Tek Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Hazırlanması

Tek bileşenli geopolimer harç karışımlarının üretiminde Hobart mikser kullanılmıştır. Tek bileşenli geopolimer harç karışımlarının agrega/bağlayıcı oranı 2,5 olarak sabit tutulmuştur. Öncelikle toz bağlayıcı ve standart kum karışımı homojen hale gelinceye

kadar yaklaşık 1 dakika süresince karıştırılmıştır. Sonrasında su, kuru karışıma eklenmiştir. İki dakikası yavaş devirde ve 1 dakikası hızlı devirde olmak üzere yaklaşık 3 dakikanın sonunda karıştırma işlemi sona erdirilerek, hazırlanan harç karışımları kalıplara yerleştirilmiş ve sarsma tablasında sarsılarak sıkıştırılmıştır.

3.5 Karışımların Kür İşlemi

Hazırlanan karışımlara yüksek sıcaklık ve oda kürü olmak üzere iki farklı kür yöntemi uygulanmıştır. Yüksek sıcaklık kürüne maruz bırakılan numuneler, karışım kalıplara yerleştirildikten sonra yeterli dayanıma ulaşabilmeleri için 16 saat boyunca etüvde yaklaşık 23 °C sıcaklıkta bekletilmiştir. Ardından, Bölüm 3.2’de belirtilen sıcaklık ve sürelerde kür edilmiştir. Oda kürü uygulanan numuneler ise deney gününe kadar laboratuvar şartlarında kür edilmiştir. Kür tipine bakılmaksızın tüm numunelerin yüzeyi, matris fazında bulunan suyun buharlaşmasını engellemek için streç film ile kaplanmıştır.

3.6 Yapılan Deneyler

3.6.1 Priz sürelerinin belirlenmesi

Tek bileşenli geopolimer hamur karışımlarının priz süresi TS EN 196-3 standardına göre belirlenmiştir [36]. Hazırlanan hamur karışımlarının su/bağlayıcı oranları, harç karışımında bulunan agreganın emdiği su miktarı, karışım suyundan çıkarılarak belirlenmiştir.

3.6.2 Eğilme ve basınç dayanımı

Numunelerin eğilme dayanımları ASTM C348 standardı kullanılarak belirlenmiştir [37]. Numunelere üç noktalı eğilme deneyi uygulanmıştır. Mesnetler arası uzaklık 120 mm’dir. Basınç dayanımı değerleri 50x50x50 mm boyuta sahip numuneler üzerinde ASTM C109/C109M-05 standardına göre belirlenmiştir [38]. Dayanım değerleri, 3 numunenin ortalaması şeklinde rapor edilmiştir.

3.6.3 Kapiler su emme deneyi

Harç numunelerinin kapiler su emme deneyi ASTM C1403 standardı kullanılarak belirlenmiştir [39]. Deneye başlamadan önce numuneler fırın kurusu haline getirilmiştir. Numunelerin fırın kurusu durumundaki ağırlıkları hassas terazi

kullanılarak belirlenmiştir. Sonraki aşamada numunelerin alt yüzeylerinin suyla temas etmesi sağlanmış ve 5., 15., 30., 60., 240. ve 1440. dakikalarda numunelerde ağırlık ölçümleri yapılmıştır.

3.6.4 Toplam su emme deneyi

Harç numunelerinin toplam su emme deneyi ASTM C642 standardına göre yapılmıştır [40]. Harç numuneleri etüvde kurutularak fırın kurusu durumuna getirilmiştir. Hemen ardından hassas terazi ile ağırlık ölçümü yapılarak fırın kurusu durumunun ağırlığı (A) belirlenmiştir. Sonraki aşamada numuneler, 2 gün boyunca oda sıcaklığında bulunan su içerisine konulmuştur. Süre sonunda harç numunelerin kuru yüzey doygun ağırlıkları (B) belirlenmiştir. Harç numunelerinin toplam su emme değerleri Denklem 3.1’de verilen bağıntı ile hesaplanmıştır.

$$\text{Toplam su emme (\%)} = \frac{(B-A)}{A} \times 100 \quad (3.1)$$

3.6.5 Kuruma büzülmesi deneyi

Harç numunelerinin kuruma büzülme değerleri ASTM C596 standardına göre belirlenmiştir [41]. Numunelerde meydana gelen boy değişimlerinin ölçümleri 50 gün boyunca yapılmıştır.

3.6.6 Suya karşı kalıcılık deneyi

Kür işleminin ardından numuneler 28 gün boyunca 23 °C sıcaklığa sahip su içerisinde bekletilmiştir. 28. gün sonunda numuneler su içerisinden alınarak, basınç deneyi yapılmıştır. Basınç dayanımları Bölüm 3.6.2’de belirtilen prosedüre uygun bir şekilde belirlenmiştir.

3.6.7 Yüksek sıcaklığa dayanıklılık deneyi

Kür işleminin ardından 50x50x50 mm boyutlu numuneler 300, 600 ve 900 °C sıcaklıklarda 3 saat boyunca bekletilmiştir. Fırının sıcaklık artış hızı 10 °C/dakika olarak ayarlanmıştır. Numunelerin fırın içerisinde soğumasının ardından, ASTM C109/C109M-05 standardına göre basınç dayanımları belirlenmiştir [38].

3.6.8 İç yapı analizleri

Toz numunelerin termogravimetrik analizleri (TGA/DTA) 25-1000 °C sıcaklıkları arasında 10 °C/dakika sıcaklık artış adımı ile N₂ ortamında yapılmıştır. X-ışını

difraksiyonu (XRD) analizleri ham, kalsine toz numuneler ve hamur numuneleri üzerinde 5° - 70° aralığında 2θ açısında ve 0,02 tarama aralığında elde edilmiştir. ATR-Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopi (ATR-FTIR) incelemeleri ham, kalsine toz numuneler ve hamur numuneleri üzerinde 400 - 4000 cm^{-1} dalga boyları aralığında gerçekleştirilmiştir. Geopolimer hamur numunelerinin morfolojik özelliklerinin belirlenebilmesi için ikincil elektron modunda (SE) taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. İncelemeler kırık yüzeyler üzerinde yapılmış ve numune yüzeyleri altın ile kaplanmıştır. Reaksiyonlar sonucu oluşan yapıların kimyasal kompozisyonları ise Enerji Dispersif Spektroskopisi (EDS) analizi ile belirlenmiştir.



4. BULGULAR ve TARTIŞMA

Bu bölümde deneysel çalışmalarda elde edilen sonuçlar ilgili başlıklar altında verilmiştir.

4.1 Malzemelerin Karakterizasyonu

Bor atıklarının ham halde (hiçbir işleme tabi tutulmamış) ve farklı sıcaklıklarda kalsine edildikten sonra karakterizasyonu yapılmıştır.

Karakterizasyon çalışmalarında; numunelerin kimyasal bileşimi XRF (X-Işınları Floresans Spektrometresi) analizi, numunelerin sıcaklık artışıyla bünyelerinde meydana gelen ağırlık kayıpları ve bu esnada oluşan endotermik ve ekzotermik reaksiyonlar TG/DT (Termogravimetrik ve Diferansiyel Termal) analizleri ile, mineralojik özellikleri XRD (X-ışını difraksiyonu analizi), morfolojik özellikleri ikincil elektron modunda (SE) taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile belirlenmiştir.

Kırka'dan temin edilen bor atığı, 500, 600, 700 ve 800 °C sıcaklıklarda, Bigadiç'ten temin edilen bor atığı ise 550, 700, 800 ve 900 °C sıcaklıklarda kalsine edilmiştir. Emet bor atığıyla ilgili iç yapı özellikleri, Kızıltepe [29] tarafından tamamlanan yüksek lisans çalışmasında ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Bigadiç bor atığı ile hazırlanan harç karışımlarından ilerideki bölümlerde açıklanacağı üzere istenilen hedef yayılma ve basınç dayanımı değerleri elde edilememiştir. Bu nedenlerle Bigadiç ve Emet bor atıklarının detaylı iç yapı analizleri bu tez kapsamında yapılmamıştır. Analizlerde kullanılan yöntemler ve elde edilen sonuçlar aşağıda sunulmuştur.

4.1.1 XRF analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

Kırka ve Emet bor atıklarının XRF sonuçları Çizelge 4.1'de verilmiştir. Analizler 105 °C'de 24 saat etüvde kurutulan numuneler üzerinde yapılmıştır. Çizelge 4.1'den görüldüğü gibi, Kırka atığında CaO, MgO, Na₂O ve kızdırma kaybı değerleri Emet atığından daha fazla iken; SiO₂, Al₂O₃, B₂O₃ ise daha az miktarlarda bulunmaktadır. Kırka atığında kızdırma kaybı değerinin daha fazla olması, bileşiminde yer alan

karbonatlı bileşiklerin Emet atığına kıyasla daha fazla olduğuna işaret etmektedir. Her iki atığın kimyasal kompozisyonlarının birbirinden önemli derecede farklı olması, bu atıkların kullanılması ile elde edilecek geopolimer bağlayıcıların da farklı özelliklere sahip olacağını göstermektedir. Ayrıca 600 °C sıcaklıkta 1 saat boyunca kalsine edilen Kırka atığının kimyasal kompozisyonunda; SiO₂, CaO ve MgO bileşenlerinde bir miktar artış olmuştur. Diğer oksit değerleri ise ham Kırka atığında elde edilen değerlerle benzerdir. Sözü edilen 3 oksit miktarının değişimi kızdırma kaybının azalması sonucunda, kütle içerisindeki bu oksitlerin yoğunluğunun artmasından kaynaklanmaktadır.

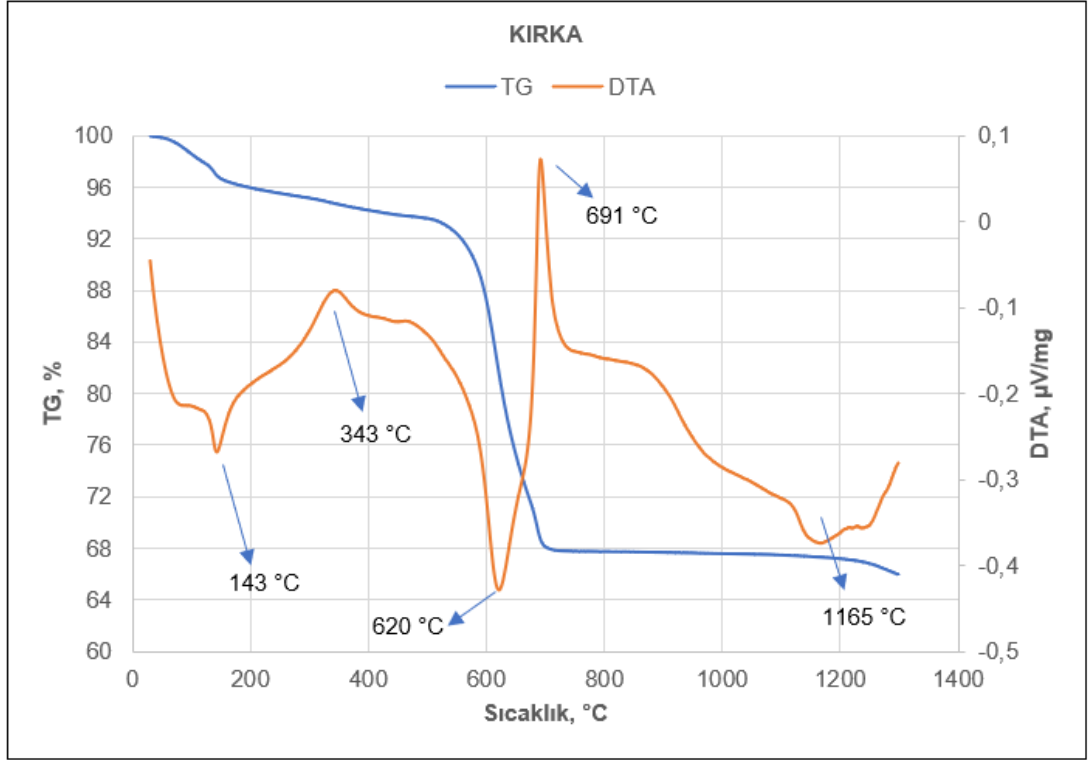
Çizelge 4. 1 : Kırka (ham), Emet (ham) ve Kırka (kalsine) XRF analizleri.

Atık Türü	Bileşenler, Ağırlıkça (%)										
	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	SO ₃	TiO ₂	K.Kayıbı
Emet (Ham)	29,09	9,66	8,09	26,21	6,08	2,80	1,64	0,34	0,16	0,36	15,58
Kırka (Ham)	19,20	16,12	1,47	6,40	18,60	0,68	0,31	4,81	0,24	-	32,17
Kırka (Kalsine)	25,21	22,03	1,59	7,34	24,55	0,93	0,40	5,55	0,38	-	12,03

4.1.2 TG/DT analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

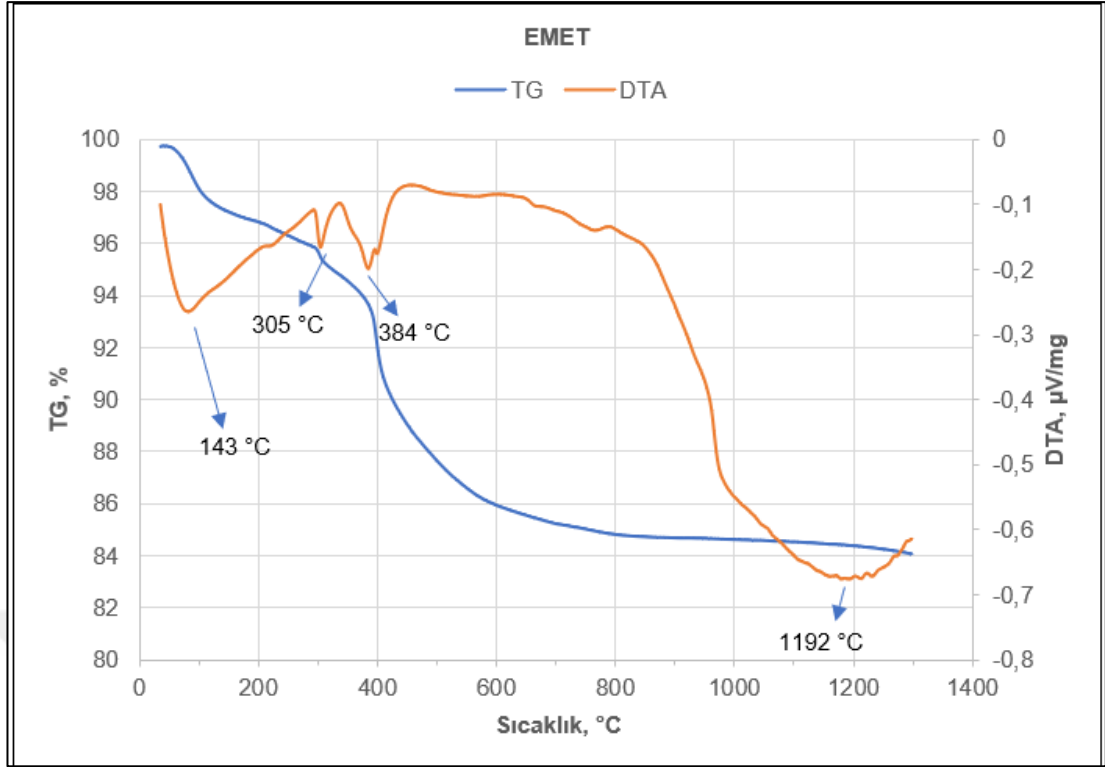
Kırka ve Emet bor atıklarının TG/DT analizi sonuçları sırasıyla Şekil 4.1 ve Şekil 4.2’de verilmiştir. Analizler 30-1300 °C arasında 10 °C/dak artım hızında ve N₂ ortamında yapılmıştır. Kırka numunesinin TG eğrisine bakıldığında kütle kaybının 2 aşamada gerçekleştiği görülmektedir. Birinci aşama, 30-500 °C sıcaklık bölgesi arasında olup bu bölgedeki kütle kaybı yaklaşık %8’dir. Bu bölgede meydana gelen kütle kaybı, bor atığı içerisindeki minerallerde yer alan kimyasal olarak bağlı olmayan suyun serbest kalması, tinkalkonit içerisinde yer alan yapısal suyun bünyeden ayrılması ve atık içerisinde yer alan organik maddelerin bozunmasına bağlanmıştır [2]. Yaklaşık %25’lik kütle kaybının yaşandığı ikinci aşama ise 500-700 °C sıcaklık bölgesinde meydana gelmiştir. Yaklaşık 200 °C sıcaklık aralığında ani ve sert kütle kayıplarının meydana gelmesi, bor atığının içerisinde yer alan karbonatlı bileşiklerin bozunması sonucunda bünyesindeki CO₂ salınımından kaynaklanmaktadır. Ayrıca bünyede yer alan tinkalkonitin bu sıcaklık aralığında dehidraksilasyonu ve buna bağlı olarak anhidrit boraksa (Na₂B₄O₇) dönüşmesine bağlıdır [2]. TG analizine göre toplam kütle kaybı yaklaşık olarak %33’tür. Bu değer XRF analizi sonucu bulunan kızdırma kaybı değerine (%32,17) oldukça yakındır. 700 °C – 1300 °C arasında kayda değer bir

kütle kaybı olmamıştır. Bu durum 700 °C sıcaklığa kadar numunenin yapısında var olan fazların bozunma reaksiyonlarının tamamlandığını göstermektedir. DT analizi sonuçlarına göre, 3 adet endotermik ve 2 adet ekzotermik pik bulunmaktadır. Şekil 4.1'de görülen, 143 °C'de yer alan pik, bor atığı içerisinde bulunan minerallerde yer alan kimyasal olarak bağlı olmayan ve ara katmanlarda yer alan suyun bünyeden uzaklaşmasından kaynaklanmaktadır [42-47]. Yaklaşık 343 °C sıcaklıkta oluşan ekzotermik pik ise bünye içerisinde bulunan organik maddelerin bozunmasından kaynaklanmaktadır [42]. Bor atığı içerisinde yer alan organik maddelerin, cevher içerisinde bor mineralinin elde edilmesi sırasında kullanılan organik kimyasallardan kaynaklı olma ihtimali bulunmaktadır [48-51]. Ayrıca Över vd. [23], ham Kırka atığının içerisinde yer alan tinkalkonitin (bkz. Şekil 4.3) yapısında bulunan, kristal suyun uzaklaşması ve hidroksil iyonlarının yapıdan ayrılmasının yaklaşık 100 °C ile 550 °C arasında olduğunu rapor etmiştir. Yaklaşık 620 °C'de yer alan endotermik pik ise bünyede yer alan karbonatlı bileşiklerin (kalsit ve dolomit) bozunması ve 500-700 °C arasında tinkalkonitin kademeli bir şekilde anhidrit boraksa ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) dönüşmesinden kaynaklanmaktadır [2]. Literatürde doğal olarak bulunan dolomit ve kalsiyum karbonat gibi, karbonatlı bileşiklerin bozunma reaksiyonlarının 950 °C'ye kadar sürdüğü rapor edilmiştir [23]. Burada bu reaksiyonların yaklaşık 500- 700 °C sıcaklıktan sonra kayda değer bir kütle kaybının yaşanmamasından dolayı tamamlandığı anlaşılmaktadır. Bu sonuçlara göre, bünyede yer alan karbonatlı bileşiklerin bozunma reaksiyonları yaklaşık 200 °C daha düşük sıcaklıkta tamamlanmıştır. Bu durumun bünyede yaklaşık %12 civarında bulunan eritken oksitlerin (B_2O_3 , K_2O , Na_2O ve Fe_2O_3) ve %35 civarında bulunan alkali toprak oksitlerin varlığından kaynaklı olduğu düşünülmektedir [52,53]. Kalsinasyon esnasında bu yardımcı oksitlerin bulunması daha az viskoz sıvı bir fazın gelişimini sağlamaktadır. Bunun sonucunda da densifikasyon kinetiği gelişmektedir [2]. Yaklaşık 691 °C'de yer alan ekzotermik pik ise, yeniden kristalizasyon reaksiyonları sonucunda meydana gelen yeni kristal fazların (montiselit, diopsit gibi) oluştuğunu göstermektedir [42].



Şekil 4. 1 : Kırka atığının TG/DT analizi.

Emet numunesinin TG/DT analizi sonucunda, 4 adet endotermik pik bulunmaktadır. Fakat analizin yapıldığı sıcaklık aralığında belirgin ekzotermik pik bulunmamaktadır. Bu sonuç Kızıltepe [29] tarafından yapılan tez çalışmasında sunulan sonuçlarla kıyaslandığında pik sayıları ve türleri bakımından farklılık göstermektedir. Bu farklılığın numunelerin farklı zamanlarda alınmış olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Numune alım zamanları arasındaki zaman farkı iki yıldan fazladır. Bu süreçte atık kompozisyonlarının ve özelliklerinin bir miktar değişime uğraması olağandır. Analiz boyunca numunede meydana gelen toplam kütle kaybı yaklaşık olarak %15'tir. Bu değer XRF analizi sonucu bulunan kızdırma kaybı değerine (%15,58) oldukça yakındır. Kırka numunesinde olduğu gibi yaklaşık 700 °C sıcaklıktan sonra numunede dikkate değer kütle kaybı meydana gelmemiştir. Şekil 4.2'den görüldüğü gibi, 143 °C'de bulunan pik, bünyede var olan kimyasal olarak bağlı olmayan suyun buharlaşması ile oluşmuştur. Kızıltepe [29] çalışmasında, 300-400 °C sıcaklık aralığında bulunan diğer endotermik piklerin numunenin iç yapısında yer alan kolemanit mineralinin dehidroksilasyonu sonucu oluştuğunu rapor etmiştir.



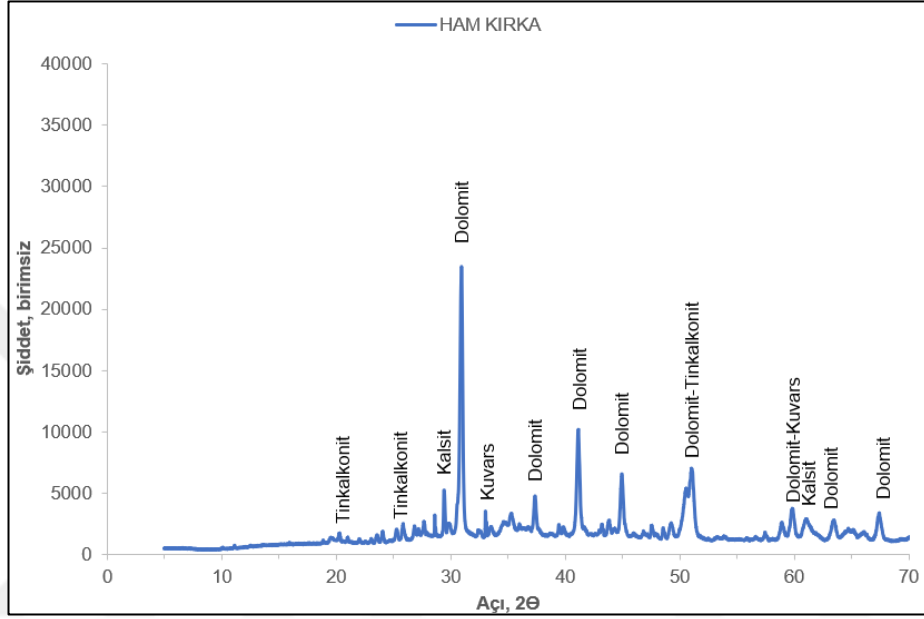
Şekil 4. 2 : Emet atığının TG/DT analizi.

4.1.3 XRD analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

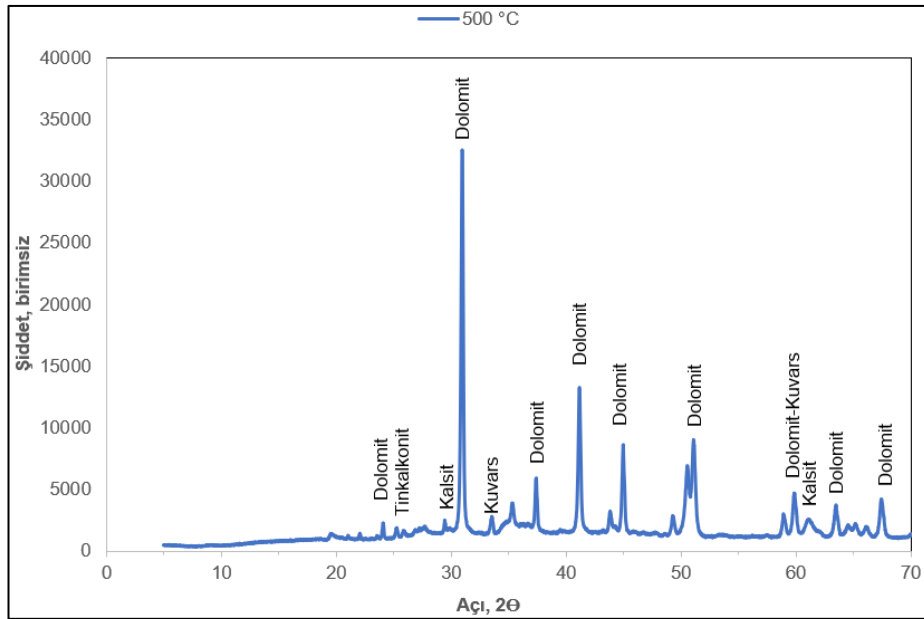
Kırka bor atığının, ham ve kalsine edilmiş toz numuneleri üzerinde XRD analizi yaptırılmıştır. XRD analizi sonuçları, 5-70° 2 θ aralığında, 0,02° tarama adım aralığı ile ve 2,4°/dak hızında elde edilmiştir (bkz. Şekil 4.3-7).

Kırka'dan elde edilen ham bor atığının mineralojik yapısında; tinkalkonit, kalsit, dolomit ve kuvars mineralleri bulunmaktadır (bkz. Şekil 4.3). Şekil 4.3'ten görüldüğü gibi, bor atığı içerisinde en baskın ve buna bağlı olarak en yüksek pik şiddetine sahip olan faz dolomit mineralidir. Ham bor atığının 1 saat süreyle 500 °C'de kalsinasyonu ile numunenin mineral kompozisyonunda birtakım değişimler meydana gelmiştir (bkz. Şekil 4.4). Ham bor atığında bulunan tinkalkonitin pik şiddeti, 500 °C'de kalsine edilen numunede azalmıştır. Bu durum tinkalkonitin 500°C'den düşük sıcaklıkta bozunmaya başladığına işaret etmektedir. Bu sonuç TG/DT analizi sonucu ile örtüşmektedir. Kalsit piklerinde bir miktar azalma görülürken, dolomit piklerinde kayda değer bir değişim olmamıştır. Isıl işlemin ardından kuvars piki de herhangi bir değişime uğramadan, kararlı yapısını sürdürmektedir. Kalsinasyon sıcaklığı 600°C'ye çıktığında, pik şiddetlerinde ve numune içerisinde yer alan fazlarda değişim görülmüştür (bkz. Şekil 4.5). Ayrıca 25-30° 2 θ aralığında oluşan kambur, numunenin

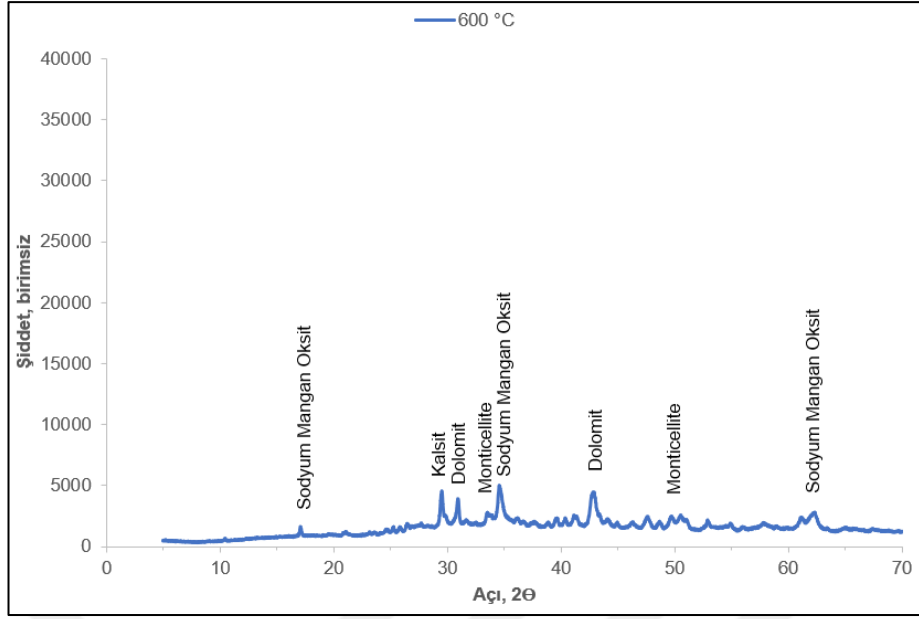
amorflüğünün arttığına işaret etmektedir. 500 °C’de görülen dolomit piklerinin 600°C’de büyük çoğunluğu görülmemektedir. 500 °C’ de görülen dolomitin en yüksek pikinin (31-32° 2 Θ) şiddetinde kayda değer bir azalma meydana gelmiştir. Bu durum dolomitin kristal yapısının 600 °C sıcaklıkta dekarbonizasyon reaksiyonlarının meydana gelmesi ile kısmi olarak bozunduğunu, fakat bu reaksiyonların bütünüyle tamamlanmadığını göstermektedir.



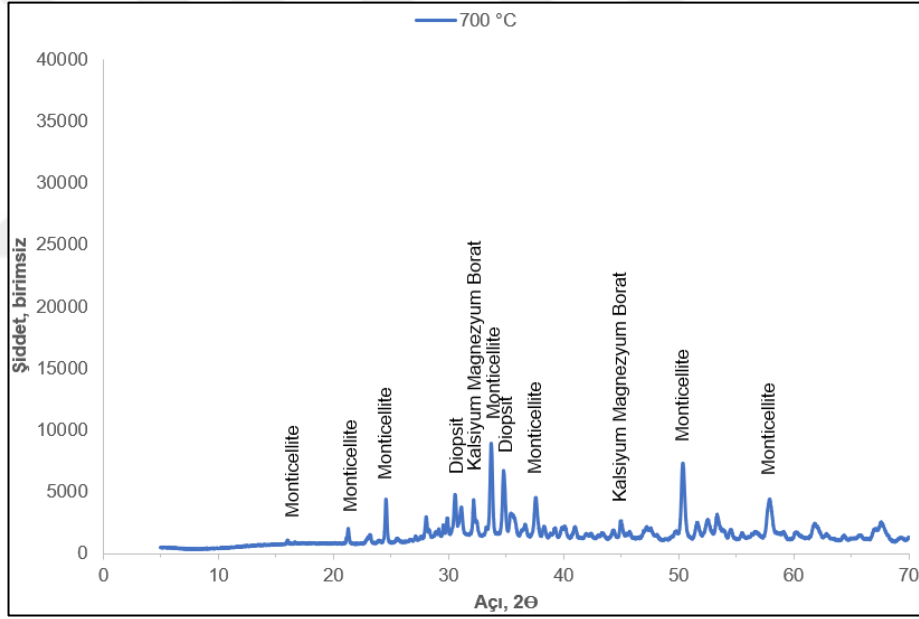
Şekil 4. 3 : Ham Kırka XRD analizi.



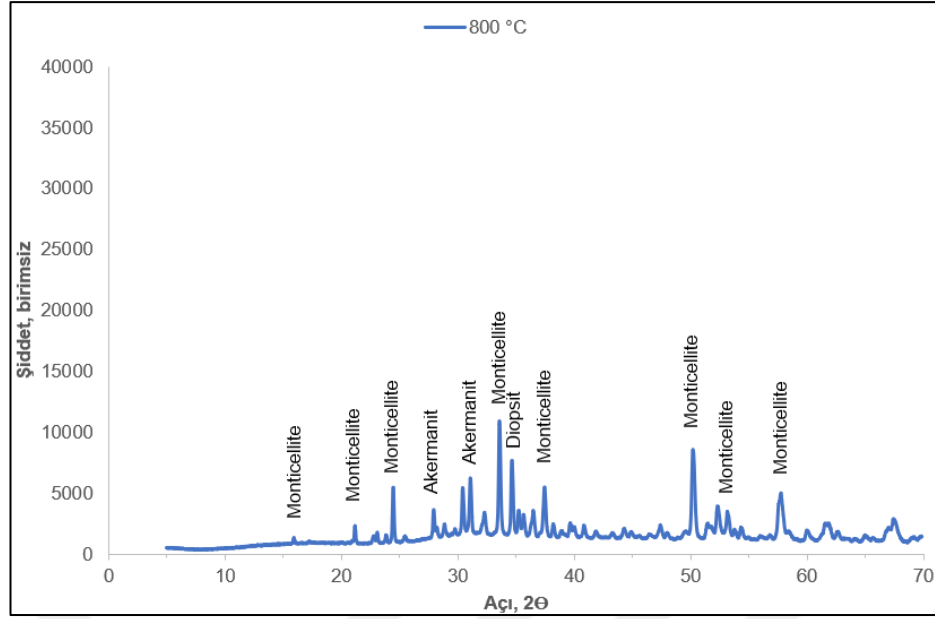
Şekil 4. 4 : 500 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş Kırka atığının XRD analizi.



Şekil 4. 5 : 600 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş Kırka atığının XRD analizi.



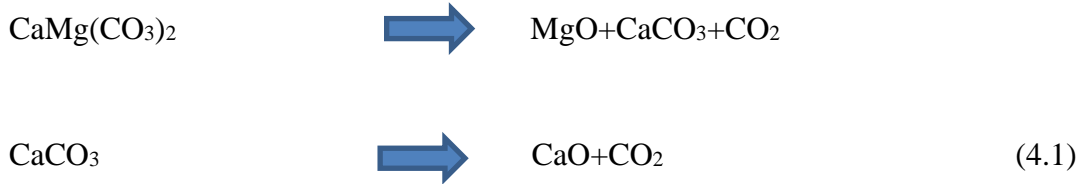
Şekil 4. 6 : 700 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş Kırka atığının XRD analizi.



Şekil 4. 7 : 800 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş Kırka atığının XRD analizi.

Bu aşamada elde edilen sonuçlar literatürde yer alan deneysel çalışma sonuçları ile benzerlik göstermektedir [23]. Bor atığının farklı sıcaklıklarda kalsine edilmesi sonucunda iç yapıda meydana gelen reaksiyonlar ve bu reaksiyonlar sonucunda oluşan ürünler aşağıda açıklanmıştır.

Yukarıda belirtildiği gibi dolomit 600 °C’de kısmi olarak bozunmaya başlamış ve 700 °C sıcaklıkta tamamen yok olmuştur. Dolomitin dekarbonizasyon reaksiyonu Denklem (4.1)’ de gösterilmiştir. Bu reaksiyon sırasında dolomit bozunarak öncelikle MgO ve CaCO₃ kristal fazları oluşmakta ve kalsinasyon sıcaklığının artması ile CaCO₃ fazı, kalisyum oksit ve karbondioksit olarak ayrılmaktadır [2,42].



600 °C’de kalsine edilen numunelerin analizinde, kalsit pikinin (yaklaşık 29° 2θ) şiddetinin bir miktar arttığı görülmektedir. Bu durumun dolomitin bozunma reaksiyonları ile ilgili olduğu düşünülmektedir. Dolomitin ilk etapta bozunmasıyla oluşan ürünler (Denklem 4.1’de görüldüğü gibi) MgO, CaCO₃ ve CO₂’dir. Dolomitin bozunma kinetiğinde sistem içerisinde ekstrasdan kalsit oluşması, 600 °C’de kalsine edilen numunelerin analizinde, yer alan kalsit piki şiddetinin bir miktar artmasına

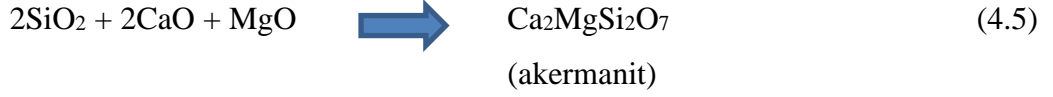
neden olmuştur. Atığın içerisinde yer alan ve dolomitin dekarbonizasyon reaksiyonunun başlangıcında oluşan kalsit pikleri 700 °C’de CaO fazına dönüşerek tamamen bozunmuştur. Bu sonuç Şekil 4.6’da yer alan XRD analizi ile uyumludur. Ayrıca 600 °C sıcaklıkta kalsine edilen atıkta, 500 °C’de kalsine edilen numunelerde tespit edilen kuvars piki kaybolmuştur. Kuvars pikinin bu sıcaklıkta yok olması, sistemde var olan kuvarsın amorf hale dönüştüğünü göstermektedir. Dolomitin bozunması sonucunda ortaya çıkan MgO, kalsiyum karbonatın bozunması sonucunda oluşan CaO ve amorf hale dönüşen kuvarsın aralarındaki reaksiyonlar sonucunda, montiselit fazı meydana gelmiştir (Denklem 4.2) [2,42].



Kalsinasyon sıcaklığı 700 °C’ye çıkarıldığında, dolomit ve kalsit fazları tamamen yok olmuştur (bkz. Şekil 4.6). Montiselit fazının pik sayısı artmış, diopsit ve kalsiyum magnezyum borat fazları meydana gelmiştir [42]. Diopsit ve kalsiyum magnezyum borat fazlarının oluşum reaksiyonları sırasıyla Denklem (4.3) ve Denklem (4.4)’te verilmiştir. Görüldüğü gibi diopsit ve montiselit oluşum reaksiyonları birbirlerine benzerdir. Kalsiyum magnezyum borat ise, kalsitin bozunması ve dolomitin dekarbonizasyonu sonucunda meydana gelen CaO, MgO ve tinkalkonitin bozunma reaksiyonları sonucunda açığa çıkan B₂O₃’ün uygun oranlarda birleşmesi sonucunda meydana gelmiştir.



Kalsinasyon sıcaklığı 800 °C’ye çıkarıldığında ise, mineralojik kompozisyonda kayda değer bir değişim olmamıştır (bkz Şekil 4.7). Bu sıcaklıkta; montiselit, diopsit ve kalsiyum magnezyum borat fazının yanı sıra, akermanit fazı oluşmuştur. Akermanit fazının oluşum reaksiyonu Denklem (4.5)’te verilmiştir.

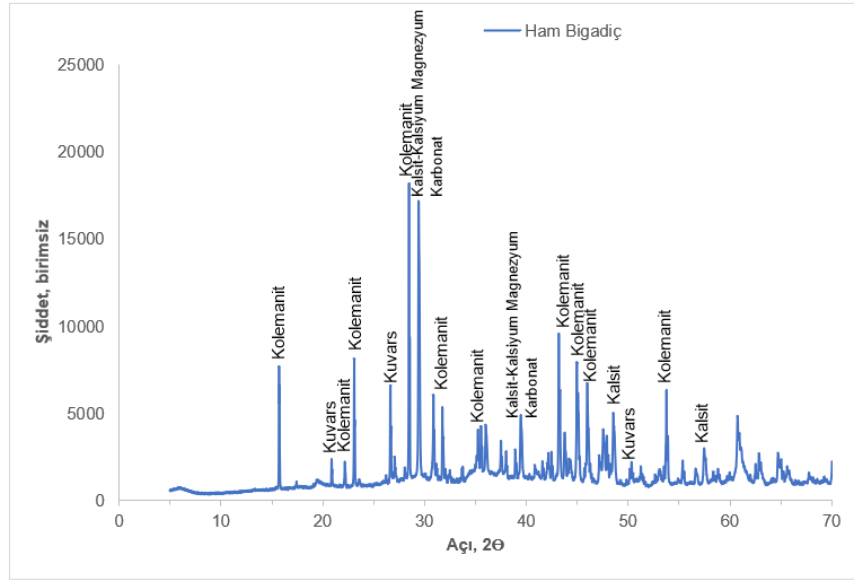


Sonuç olarak; 600 °C'den yüksek sıcaklıklarda numunelerde yeniden kristalizasyon reaksiyonları neticesinde yeni fazlar meydana gelmiş ve bu nedenle kristal faz içeriğinin arttığı görülmüştür. Bu sonuç Şekil 4.1'de yaklaşık 700 °C sıcaklıkta meydana gelen ekzotermik pikin varlığı ile desteklenmektedir. Bu durum numunelerin aktivatör ile reaksiyona girme hızlarını ve geopolimerizasyon reaksiyonları sonucunda oluşan nihai ürünleri etkilemektedir.

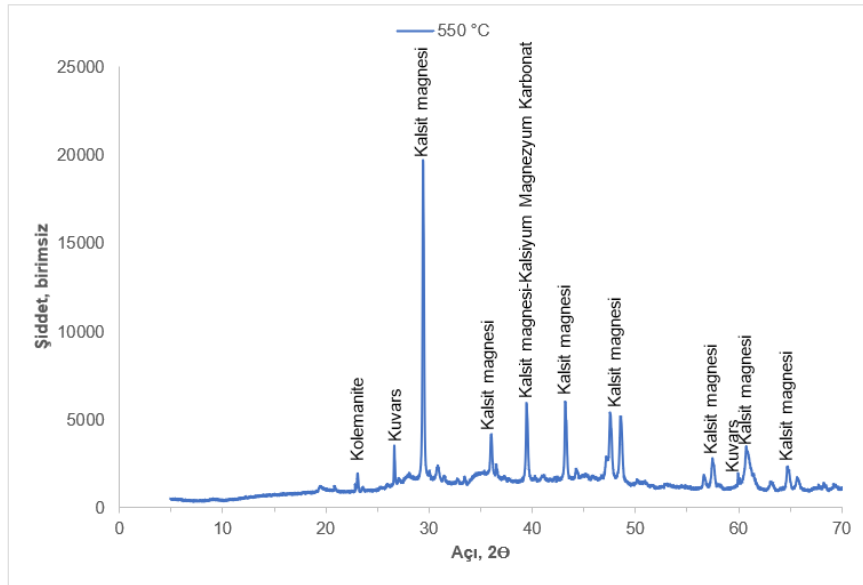
Bigadiç'ten temin edilen bor atığının ham ve farklı sıcaklıklarda kalsine edilmiş numunelerinin XRD analizleri Şekil 4.8-12'de verilmiştir. Herhangi bir işlem uygulanmamış (ham) atığın mineralojik yapısında; kolemanit, kuvars, kalsit, kalsiyum-magnezyum karbonat mineralleri bulunmaktadır (bkz. Şekil 4.8). Pik sayıları ve şiddetlerinden de anlaşılacağı üzere, ham Bigadiç atığında en fazla yer alan mineral kolemanittir. Sıcaklığın 550 °C'ye çıkması ile, kolemanit minerali piklerinin büyük ölçüde yok olduğu görülmektedir (bkz. Şekil 4.9). Bu durum 550 °C altında kolemanit mineralinin, bozunma reaksiyonlarının başladığını ve 550 °C'de büyük ölçüde tamamlandığını göstermektedir. Ayrıca bu sıcaklıkta, kalsit magnesi fazının çok yoğun bir şekilde oluştuğu, kalsiyum magnezyum karbonat mineralinin ise bozunmadan kaldığı görülmektedir. Kalsinasyon sıcaklığının 700 °C'ye çıkması ile mineralojik yapıda kayda değer bir değişim olmamıştır (Şekil 4.10). 550 °C sıcaklıkta yer alan mineral fazlar, 700 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş numunelerde de bulunmaktadır. 850 °C sıcaklıkta kalsine edilen numunenin XRD analizinde ise (bkz. Şekil 4.11), kalsiyum borat, kalsiyum magnezyum silikat ve kalsiyum oksit gibi yeni kristal fazların oluştuğu görülmektedir.

Kırka atığında yeniden kristalizasyon reaksiyonları sonucunda oluşan yeni fazlar, 600 °C'de görülmeye başlamış ve 700 °C'de ise pik sayıları ve şiddetleri artış göstermişti. Kırka atığında yeniden kristalizasyon reaksiyonlarının başlama sıcaklığı, Bigadiç atığına göre yaklaşık 250 °C daha düşüktür. Bu durum, Kırka atığı içerisinde yer alan eritken oksitlerin miktarının daha yüksek olmasından dolayı, reaksiyonların daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesine bağlanmıştır. Kalsinasyon sıcaklığı 900 °C olan numunelerin içerisinde yer alan fazlar 850 °C'de kalsine edilen numunede yer alan

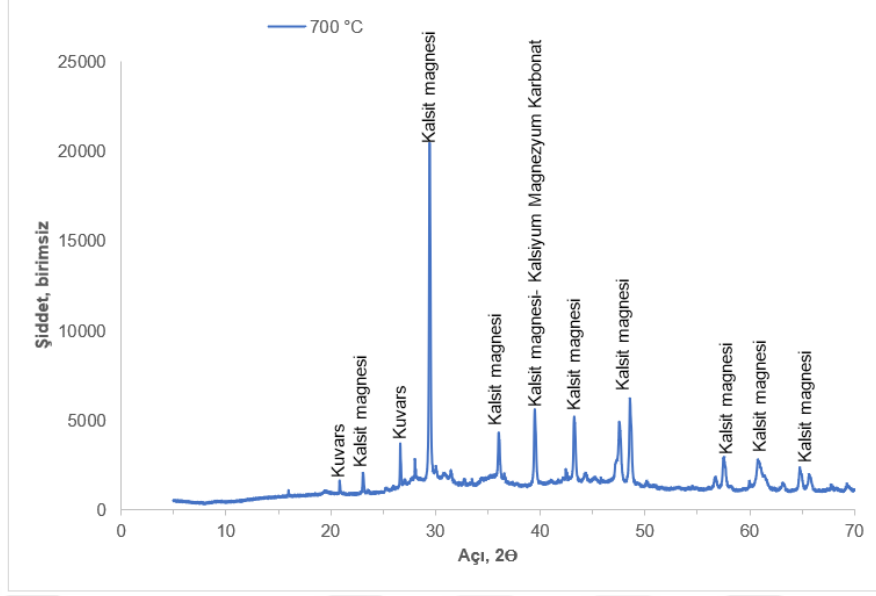
fazlarla bire bir aynıdır (bkz. Şekil 4.12). Mineralojik yapıda herhangi bir değişim olmamıştır.



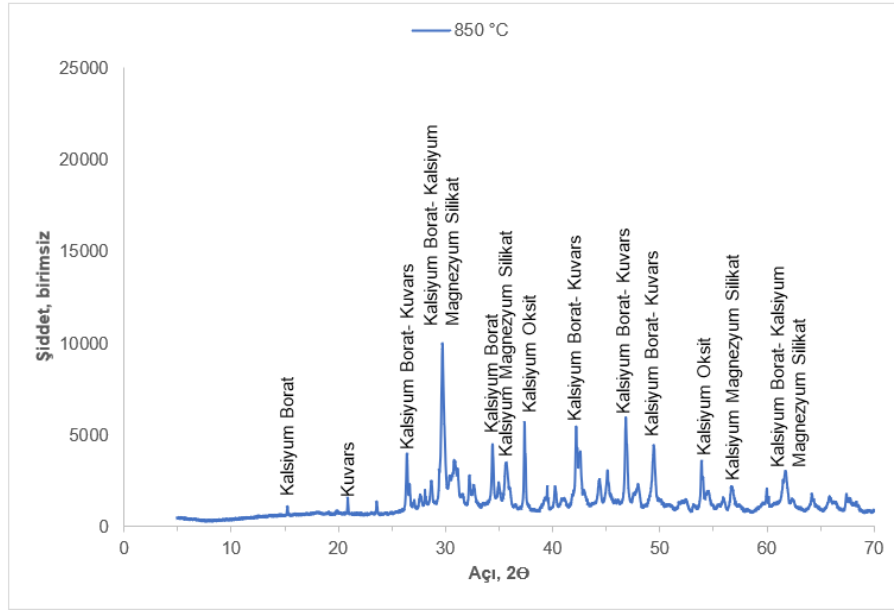
Şekil 4. 8 : Ham Bigadiç XRD analizi.



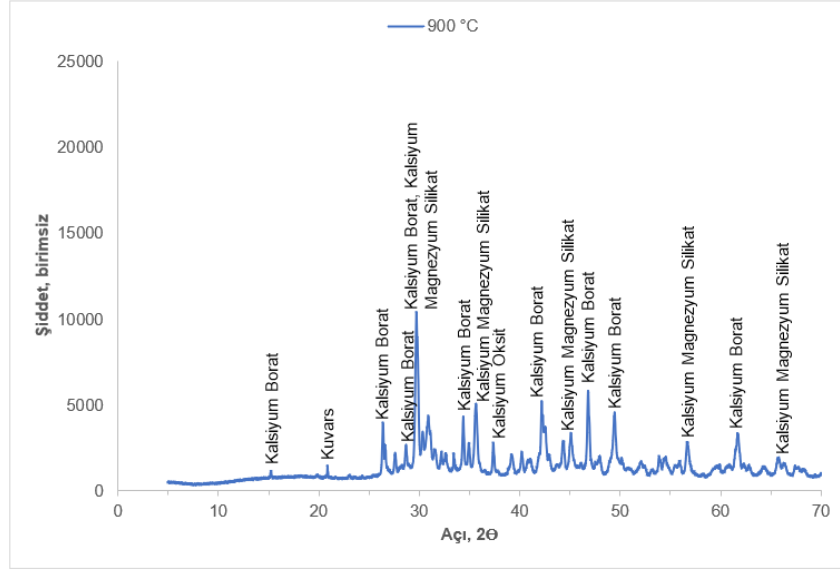
Şekil 4. 9: 550 °C sıcaklıkta kalsine edilen Bigadiç atığının XRD analizi.



Şekil 4. 10 : 700 °C sıcaklıkta kalsine edilen Bigadiç atığının XRD analizi.



Şekil 4. 11 : 850 °C sıcaklıkta kalsine edilen Bigadiç atığının XRD analizi.

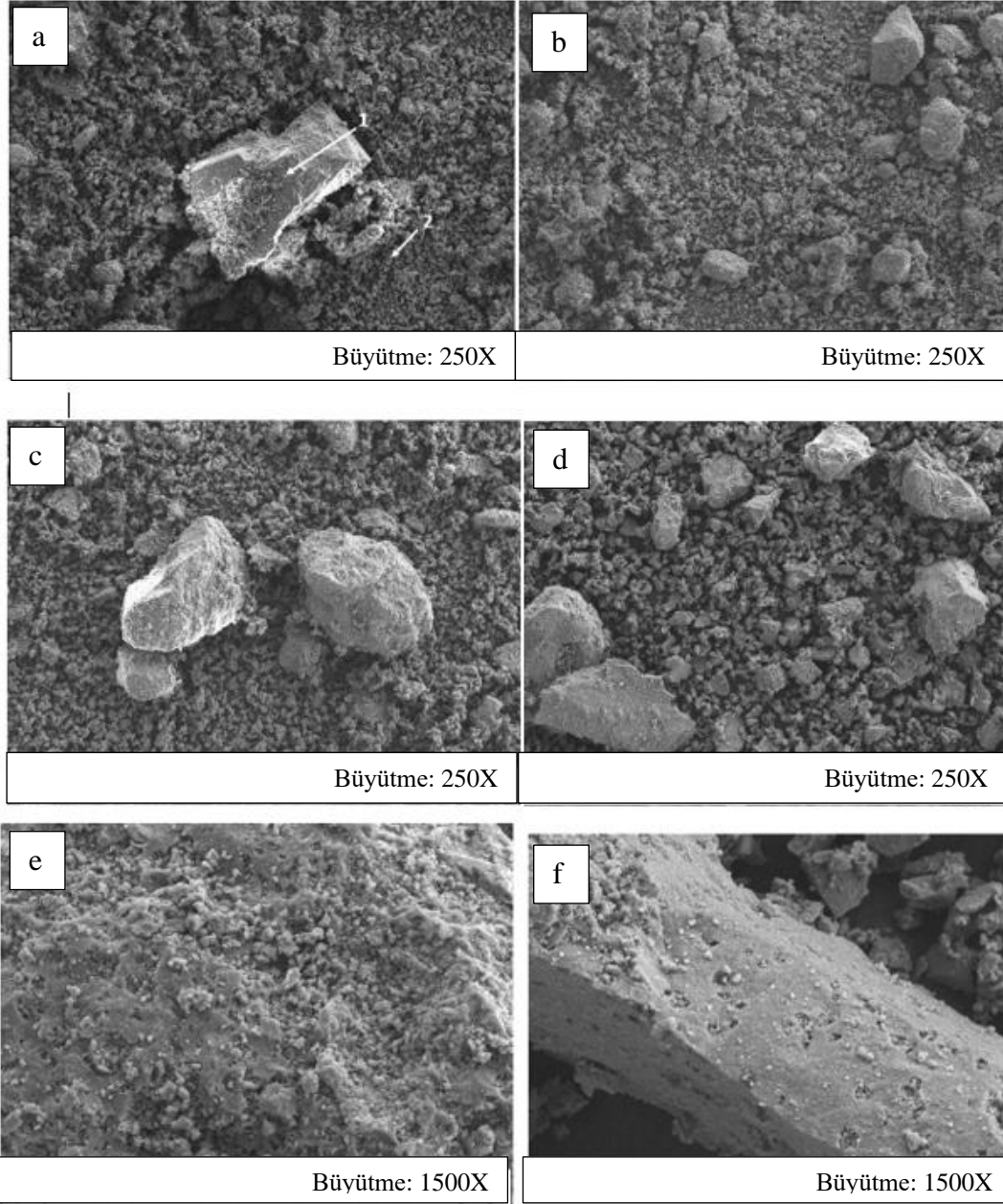


Şekil 4. 12 : 900 °C sıcaklıkta kalsine edilen Bigadiç atığının XRD analizi.

4.1.4 SEM analizi sonuçlarının değerlendirilmesi

Şekil 4.13'te Kırka bor atığının ham ve farklı sıcaklıklarda kalsine edilmiş örneklerinin SEM fotoğrafları görülmektedir. Ham bor atığının (bkz. Şekil 4.13) genel morfolojik yapısının heterojen olduğu görülmektedir. Çok yaygın olmamakla birlikte Şekil 4.13a üzerinde numaralandırılmış farklı morfolojide yapılar görülmüştür. Numaralandırılmış kısımdaki fazların tespit edilebilmesi için EDS analizi yaptırılmıştır. Bir (1) numaralı bölgede sodyum (Na), silisyum (Si) ve oksijen (O) atomları bulunmaktadır. Bu atomların sırayla kütlece oranları; %5,3, %40,9 ve %53,8'dir. Na oranı oldukça düşük olmasına rağmen, Si oranı oldukça yüksek olan bu yapının kuvars olduğu anlaşılmaktadır. Nitekim bu sonuç XRD analizi ile de uyum göstermektedir (bkz. Şekil 4.3). İki numaralı bölgede yapılan EDS analizi sonucunda ise, kalsiyum (Ca), magnezyum (Mg) ve silisyum (Si) atomları bulunmuştur. Bu atomların kütlece değerleri; %12,4, %13,7, %19,9'dur. Magnezyum, kalsiyum ve silisyum atomlarının bulunması bu bölgede dolomit ve kuvarsın karışık bir şekilde olduğunu işaret etmektedir. Buradan çıkan sonuç, XRD analizinde (bkz. Şekil 4.3) dolomit ve kuvars piklerinin yer alması ile örtüşmektedir. Zira, XRD analizi sonucunda toz malzeme içerisinde yer alan en baskın fazın dolomit olduğu belirlenmişti.

Kalsine edilen bor atıklarının Şekil 4.13b-c-d’de verilen SEM fotoğraflarından genel anlamda morfolojik özelliklerde belirgin bir değişiklik görülmemiştir. Bununla birlikte, Şekil 4.13e ve Şekil 4.13f’de sunulan yüksek büyütme oranlarındaki SEM görüntülerinden kalsinasyon sıcaklığının 700 °C ve 800 °C’ye çıkması halinde malzemenin sinterlenmeye başladığı net bir şekilde görülmüştür.



Şekil 4. 13 : a) Kırka Ham, b) Kırka 600 °C, c) Kırka 700 °C, d) Kırka 800 °C, e) Kırka 700 °C büyütülmüş f) Kırka 800 °C büyütülmüş.

4.2 İki Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Basınç Dayanımları

Tez kapsamında hazırlanan iki bileşenli geopolimer harç karışımları ile ilgili detaylı bilgiler Çizelge 4.2’de verilmiştir. Harç karışımları için hedef yayılma değeri 135 ± 10 mm olarak belirlenmiştir. Hedef yayılma değerine göre ilk aşamada harç karışımlarının su/bağlayıcı oranları belirlenmeye çalışılmıştır.

Aktivatör çözeltilerinin hazırlanması aşamasında, pellet NaOH ve belirlenen miktardaki su karıştırılmış ve çözelti soğumaya bırakılmıştır. Çözeltinin soğumasının ardından üzerine, istenen Ms ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) değerini sağlayabilmek için sıvı formdaki sodyum silikat eklenmiştir. Karışımlarda kullanılacak alkali aktivatörler 24 saat boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş ve sonrasında harç karışımlarının üretiminde kullanılmıştır. Harç karışımları hazırlanırken Bölüm 3.4’te açıklanan protokol uygulanmıştır. Hazırlanan karışımlar 5 saat boyunca laboratuvar koşullarında bekletildikten sonra, 48 saat boyunca $80\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıktaki etüv içerisinde numunelerin üzeri nem kaybını minimize etmek için streç filmle kapatılarak kür edilmiştir. Sıcaklık artış hızı $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{dak}$ olarak ayarlanmıştır.

$500\text{ }^\circ\text{C}$ ’de kalsine edilen Kırka numuneleri ile hazırlanan harç karışımları 0,50 su/bağlayıcı oranında hazırlandığı halde hedeflenen yayılma değerlerini vermemiştir. Ayrıca harç karışımlarının kalıplara yerleştirilmesi esnasında reaksiyonların çok hızlı gelişmesinden dolayı, yerleştirme işleminde zorluklar yaşanmıştır. Bu kalsinasyon sıcaklığında su/bağlayıcı oranı arttırılarak hedeflenen yayılma değerlerine ulaşılabilmesi öngörülmesine rağmen; mekanik özelliklerde yaşanacak kayıplar göz önünde bulundurularak su/bağlayıcı oranı 0,50 olarak sabit tutulmuştur. Elde edilen su/bağlayıcı oranları ve yayılma değerleri Çizelge 4.2’de verilmiştir.

Çizelge 4.2 : Hazırlanan iki bileşenli harç karışımlarının özellikleri.

Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Atığın Menşei	Ms (SiO ₂ /Na ₂ O)	Na ₂ O (%)	Su/Bağlayıcı Oranı	Yayılma Değeri (mm)
500	Kırka	0,6	6	0,50	110
		1,2	6	0,50	110
		1,8	6	0,50	Yok
600	Kırka	0,6	6	0,52	137
		1,2	6	0,50	136
		1,8	6	0,50	130
700	Kırka	0,6	6	0,47	145
		1,2	6	0,43	124
		1,8	6	0,44	139
800	Kırka	0,6	6	0,44	120
		1,2	6	0,43	133
		1,8	6	0,50	130
550	Bigadiç	1,2	6	0,52	100
700	Bigadiç	1,2	6	0,52	174
		1,2	6	0,51	YOK
850	Bigadiç	1,2	6	0,52	112
900	Bigadiç	1,2	6	0,52	122

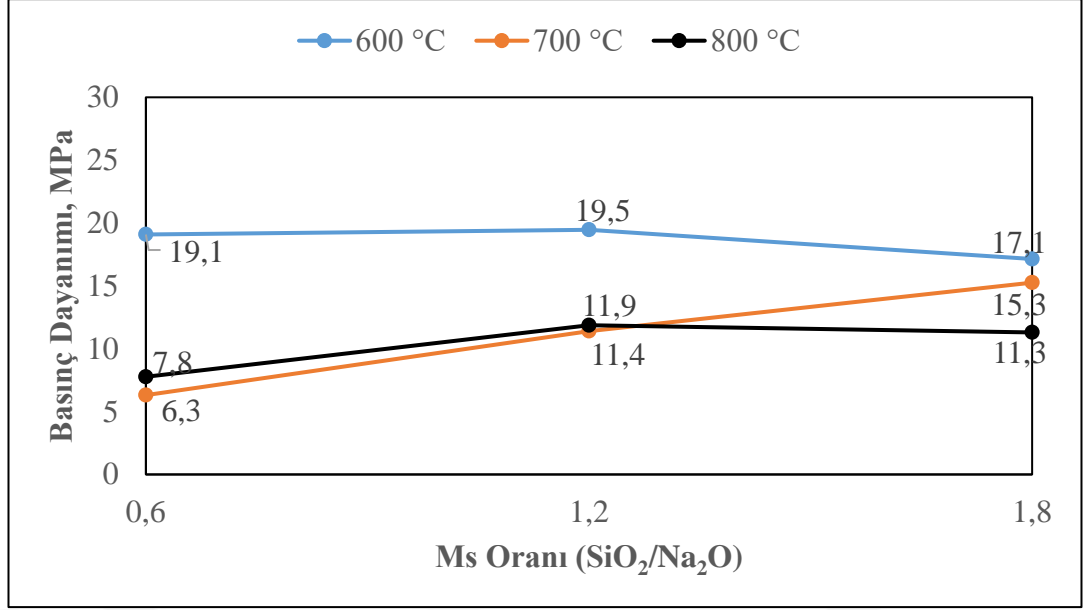
Kırka atığı için dayanım ve yayılma değerleri bakımından optimum sonuçlar, tüm kalsinasyon sıcaklıkları için Ms=1,2 ve %6 Na₂O içeren karışımlardan elde edilmiştir. Bu nedenle Bigadiç atığıyla yapılan çalışmalarda, harç karışımlarının hazırlanmasında %6 Na₂O içeren Ms=1,2 olan aktivatör çözeltisi kullanılmıştır. Her iki atıkla yapılan karışımların yayılma değerleri su/bağlayıcı oranından çok fazla etkilenmektedir. Bu durum Bigadiç'ten temin edilen atıklarda daha fazla ön plana çıkmıştır. Örneğin, 700 °C'de kalsine edilen numune ile 0,52 su/bağlayıcı oranında hazırlanan karışımdan 174 mm yayılma değeri elde edilirken; 0,51 su/bağlayıcı oranında yayılma elde edilememiştir. Diğer sıcaklıklarda (550, 850 ve 900 °C) kalsine edilen numuneler ile

0,52 su/bağlayıcı oranında hazırlanan karışımlarda da hedef yayılma aralığında değerler elde edilememiştir. Yayılma değerlerinin kontrol edilememesinden dolayı, tezin bundan sonraki kısmında Bigadiç atığının çalışılmamasına karar verilmiştir.

Kırka bor atığı ile hazırlanan harç karışımlarının basınç dayanımı değerleri Çizelge 4.3'te verilmiştir. 500 °C sıcaklıkta kalsine edilen Kırka bor atığı ile hazırlanan karışımlar (Ms oranlarına bakılmaksızın) etüv kürü sırasında çatladığından basınç dayanımları belirlenememiştir. Ayrıca bu karışımlardan istenilen yayılma değerleri de elde edilememiştir (Çizelge 4.2). Kırka bor atığı ile hazırlanan karışımların basınç dayanımları, kalsinasyon sıcaklığı arttıkça azalmaktadır. SEM analizi sonuçlarında, yüksek sıcaklıklarda malzemenin önemli oranda sinterlendiği (bkz. Şekil 4.13e ve f) görülmektedir. Bu durum malzemelerin reaktifliklerini azaltmakta ve bu nedenle alkali aktivatörler ile reaksiyona tam olarak girememektedirler. Bunun sonucunda geopolimerizasyon reaksiyonları yeterli düzeyde gelişmemekte ve matris fazındaki boşluklar reaksiyon ürünleri ile dolmadığı için, numunelerin basınç dayanımları düşük çıkmaktadır. Ayrıca XRD analizi sonucunda 700 °C ve 800 °C'de yeni kristal fazların yoğun bir şekilde oluşması, malzemenin bu sıcaklıklarda sinterleşmesine bağlanmıştır (bkz. Şekil 4.6 ve 7). Bu nedenle basınç dayanımları azalmaktadır. Farklı sıcaklıklarda kalsine edilerek hazırlanan malzemeler ile hazırlanan karışımların Ms oranı ve basınç dayanımı arasındaki ilişki Şekil 4.14'te gösterilmiştir. 600 °C'de kalsine edilen malzeme ile Ms=0,6 ve 1,2 değerlerinde hazırlanan karışımların dayanımları (19,1 MPa ve 19,5 MPa, sırasıyla) birbirine hemen hemen eşitken, Ms değerinin 1,8'e çıkması ile dayanım değeri, %12 düşerek 17,1 MPa bulunmuştur. 700 °C de ise Ms değerlerinin 0,6'dan 1,8'e artması ile basınç dayanımlarında (6,3 MPa, 11,4 MPa, 15,3 MPa sırasıyla) belirgin bir artış gözlemlenmiştir. Bu durum Ms oranının artması ile azalan su/bağlayıcı oranı ve artan silis içeriği ile açıklanabilir. 800 °C'de ise Ms değerinin 0,6'dan 1,2'e çıkması ile basınç dayanımı değerlerinde (7,8 MPa ve 11,9 MPa, sırasıyla) yaklaşık %53'lük artış meydana gelmiştir. Fakat Ms oranının 1,8'e artması ile basınç dayanımında (11,3 MPa) yaklaşık %5'lik düşüş olmuştur. Bu düşüşte Ms oranı 1,8 olan karışımın su/bağlayıcı oranının (0,50) ciddi anlamda artması etkili olmuştur. Bu sonuçlara göre, Kırka atığı kullanılarak üretilen harç karışımlarından en yüksek basınç dayanımı değeri (19,5 MPa), 600 °C'de kalsine edilmiş toz malzeme ile Ms 1,2 oranında ve su/bağlayıcı oranı 0,50 olan numunelerden elde edilmiştir.

Çizelge 4. 3 : Hazırlanan iki bileşenli harç karışımlarının basınç dayanımı sonuçları.

Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Atığın Menşei	Ms (SiO₂/Na₂O)	Na₂O (%)	Su/Bağlayıcı Oranı	Basınç Dayanımı (MPa)
500	Kırka	0,6	6	0,50	Numuneler kür esnasında çatlamıştır. Bu nedenle basınç dayanımları belirlenememiştir.
		1,2	6	0,50	
		1,8	6	0,50	
600	Kırka	0,6	6	0,52	19,1
		1,2	6	0,50	19,5
		1,8	6	0,50	17,1
700	Kırka	0,6	6	0,47	6,3
		1,2	6	0,43	11,4
		1,8	6	0,44	15,3
800	Kırka	0,6	6	0,44	7,8
		1,2	6	0,43	11,9
		1,8	6	0,50	11,3
550	Bigadiç	1,2	6	0,52	13,7
700	Bigadiç	1,2	6	0,52	7,0
		1,2	6	0,51	-
850	Bigadiç	1,2	6	0,52	20,8
900	Bigadiç	1,2	6	0,52	10,1



Şekil 4. 14 : Kırka bor atığı ile hazırlanan iki bileşenli harç karışımlarının basınç dayanımı sonuçları.

Bigadiç atığı ile üretilen harç karışımlarından, su/bağlayıcı oranları yüksek olmasına rağmen hedeflenen yayılma değerleri elde edilememiştir. Çizelge 4.3'ten görüldüğü gibi, kalsinasyon sıcaklığı ile basınç dayanımları arasında net bir ilişki bulunmamaktadır. Bu grupta, en yüksek basınç dayanımı (20,8 MPa) 850 °C sıcaklıkta kalsine edilmiş toz malzeme ile hazırlanan numunelerden elde edilmiştir. Fakat bu karışım için hem hedef yayılma değerlerinin elde edilememiş olması; hem de Kırka bor atığına göre, en yüksek dayanımların 200 °C daha yüksek kalsinasyon sıcaklığında elde edilmesi arzu edilen bir durum değildir. Çünkü tezin ana amaçlarından biri de kalsinasyon sıcaklığını olabildiğince düşük tutarak kabul edilebilir düzeylerde basınç dayanımı elde etmektir. Zira, kalsinasyon sıcaklığının artması üretilen geopolimerin klasik Portland çimentolu sistemlere göre avantajlarını azaltmaktadır. Ayrıca, bu aşamada Emet atığı ile, Kızıltepe [29] tarafından tamamlanan yüksek lisans çalışmasındaki karışımla aynı özelliklere sahip karışım hazırlanmış ve yüksek lisans çalışmasındaki sonuca paralel olarak 40 MPa basınç dayanımı elde edilmiştir.

4.3 Yüksek Sıcaklık Kürü Uygulanan Tek Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Deneysel Sonuçları

Bu bölümde yapılan deneysel çalışmalar, Kırka ve Emet bor atıklarından, alkali füzyon yöntemi ile (sodyum hidroksit ve sodyum karbonat) tek bileşenli geopolimer bağlayıcı geliştirilmesini kapsamaktadır. Bu kapsamda, Kırka atıkları ile farklı oranlarda

sodyum hidroksit (%2, %4, %6, %8 ve %10) ve sodyum karbonat (%5, %10, %15 ve %20) içeren tek bileşenli geopolimer bağlayıcılar; farklı sıcaklıklar (600 °C, 650 °C ve 700 °C) ve sürelerde (1, 2, 3, 4, 5 ve 6 saat) kül fırını içerisinde kalsine edilerek hazırlanmıştır. Elde edilen sonuçlar ilgili bölümlerde kapsamlı bir şekilde açıklanmıştır.

4.3.1 Farklı Na₂O oranına sahip sodyum hidroksit esaslı aktivatör ile üretilen geopolimer bağlayıcı üzerinde kalsinasyon süresinin etkisinin araştırılması

Kalsinasyon süresinin etkisinin araştırılması için yapılan ön deneyler %10 Na₂O oranına sahip karışımlar üzerinde yapılmıştır. Ön deneyler kapsamında %10 Na₂O içeren karışımlar; 600 °C’de 1, 2, 3, 4, 5 ve 6 saat boyunca kalsine edilmiş ve elde edilen bağlayıcı ile harç numuneleri hazırlanarak basınç dayanımları tespit edilmiştir. Çizelge 4.4’ten de görüldüğü gibi 1 ve 2 saatlik kalsinasyon sürelerinde kalsine edilen bağlayıcılarla hazırlanan, harç numunelerinin basınç dayanımları 10 MPa’dan daha düşük çıkmıştır. Bu dayanım değerleri kabul edilebilir dayanım değerlerinden çok düşük olduğu için 1 ve 2 saatlik kalsinasyon süreleri tez kapsamı dışında tutulmuştur.

Çizelge 4. 4 : Farklı sürelerde kalsine edilen %10 Na₂O içeren geopolimer harç karışımlarının ortalama basınç dayanımı sonuçları.

Karışım Kodu	Su/bağlayıcı Oranı	Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Kalsinasyon Süresi (Saat)	Basınç Dayanımı (MPa)
SH10	0,52	600	1	Dayanım Elde Edilemedi
SH10	0,52	600	2	9,0
SH10	0,52	600	3	15,5
SH10	0,52	600	4	16,6
SH10	0,52	600	5	22,1
SH10	0,52	600	6	24,0

Bu aşamada üretilen geopolimer bağlayıcılar ve bu bağlayıcılar ile üretilen harç karışımlarının özellikleri ve sonuçları Çizelge 4.5’te verilmiştir. Çizelge 4.5’te görüldüğü gibi, %10, %8, %6 ve %4 Na₂O oranına sahip karışımlar ile hazırlanan harç karışımlarının su/bağlayıcı oranı 0,52’dir. Bununla birlikte aynı su/bağlayıcı oranında hazırlanan ve %2 Na₂O içeren karışımlar işlenebilirlik problemi nedeniyle kalıplara yerleştirilememiştir. Bu nedenle %2 Na₂O içeren karışımlar tez kapsamından çıkarılmıştır.

Çizelge 4. 5 : Farklı Na₂O oranının ve kalsinasyon sürelerinin geopolimer bağlayıcı özellikleri ve hazırlanan harç karışımlarının sonuçları (Kür:100°C ve 24 saat).

Karışım Kodu	Su/bağlayıcı Oranı	Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Kalsinasyon Süresi (Saat)	Basınç Dayanımı (MPa)
SH10	0,52	600	3	15,5
SH8	0,52	600	3	19,0
SH6	0,52	600	3	15,7
SH4	0,52	600	3	13,7
SH2	0,57	600	3	11,5
SH10	0,52	600	4	16,3
SH8	0,52	600	4	20,1
SH6	0,52	600	4	18,6
SH4	0,52	600	4	17,6
SH2	0,57	600	4	15,0
SH10	0,52	600	5	22,1
SH8	0,52	600	5	24,5
SH6	0,52	600	5	20,5
SH4	0,52	600	5	16,1
SH2	0,57	600	5	13,6
SH10	0,52	600	6	24,0
SH8	0,52	600	6	21,3
SH6	0,52	600	6	22,2
SH4	0,52	600	6	19,5
SH2	0,57	600	6	6,4

Farklı Na₂O oranlarına ve kalsinasyon sürelerine sahip geopolimer bağlayıcılar ile hazırlanan harç karışımlarının basınç dayanımları Şekil 4.15'te gösterilmiştir. Üç saat süresince kalsine edilen karışımlarda, Na₂O oranının %8'e kadar çıkması ile basınç dayanımları artmıştır. Na₂O oranının %2'den %4'e artması ile basınç dayanımı değerinde (11,5 MPa ve 13,7 MPa sırasıyla) yaklaşık %19'luk artış olmuştur. %6 Na₂O içeren numunelerin basınç dayanımları (15,7 MPa) %36; %8 Na₂O içeren numunelerin basınç dayanımları (19,0 MPa) ise %65 oranında artmıştır. %10 Na₂O oranına sahip numunelerin basınç dayanımı (15,5 MPa), %8 Na₂O içeren numunelerin dayanımına göre yaklaşık %18 daha düşüktür.

Kalsinasyon süresi dört saat olan geopolimer bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımlarındaki genel eğilim, kalsinasyon süresi 3 saat olan geopolimer bağlayıcılar ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımlarıyla benzerlik göstermektedir. Na₂O içeriğinin %2'den %4'e artması ile numunelerin basınç dayanımları (15,0 MPa ve 17,6 MPa sırasıyla) yaklaşık %17 artarken; %6 Na₂O içeren geopolimer numunelerinin basınç dayanımları (18,6 MPa) %24; %8 Na₂O içeren geopolimer numunelerinin basınç dayanımları (20,1 MPa) ise %34 artmıştır. Na₂O oranının artmasıyla dört saat kalsine edilen bağlayıcılar ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımı değerlerindeki artış oranları, kalsinasyon süresi 3 saat olan bağlayıcılarla hazırlanan harç numunelerinin basınç dayanımlarının artış oranından daha azdır. %10 Na₂O oranına sahip numunelerin basınç dayanımları, %8 Na₂O oranına sahip numunelerin basınç dayanımlarına göre %19 azalarak 16,3 MPa bulunmuştur.

Kalsinasyon süresi beş saat olan geopolimer bağlayıcı ile hazırlanan numunelerde Na₂O oranının %2'den %4'e artması ile basınç dayanımları (13,6 MPa ve 16,1 MPa, sırasıyla) yaklaşık %18 artmıştır. Ayrıca %6 Na₂O içeren harç numunelerinin basınç dayanımları (20,5 MPa) %50; %8 Na₂O içeren harç numunelerinin basınç dayanımları (24,5 MPa) ise %80 artmıştır. %10 Na₂O oranına sahip numunelerin basınç dayanımı %8 Na₂O içeren numunelerin basınç dayanımına kıyasla %10 azalarak 22,1 MPa bulunmuştur.

Kalsinasyon süresi altı saat olan ve farklı Na₂O içeriğine sahip geopolimer bağlayıcılar ile üretilen harç numunelerin basınç dayanımlarında diğer serilerden farklı olarak, Na₂O oranının %4' ten %8'e artmasıyla (19,5 MPa ve 21,3 MPa sırasıyla) basınç dayanımlarında belirgin bir artış olmamıştır. %4 Na₂O içeren numunelerin basınç dayanımı, %6 Na₂O içeren numunelerin basınç dayanımından (19,5 MPa ve 22,2 MPa sırasıyla) yaklaşık %13 daha düşüktür. %8 Na₂O içeren harç numunelerinin basınç dayanımı (21,3 MPa) ise %4 Na₂O içeren numunelerin basınç dayanımından yaklaşık %9 daha fazladır. %10 Na₂O içeren numunelerden en yüksek basınç dayanımı (24,0 MPa) elde edilmiştir.

Sabit Na₂O ve farklı kalsinasyon sürelerine sahip geopolimer bağlayıcıların basınç dayanımları arasındaki ilişki incelendiğinde, %4 Na₂O oranına sahip bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımları, kalsinasyon süresinin artması ile artmıştır.

En düşük basınç dayanımı değeri 13,7 MPa ile 3 saat kalsinasyon süresinde elde edilirken; en yüksek basınç dayanımı 19,5 MPa ile 6 saat kalsine edilen numunelerden elde edilmiştir. Kalsinasyon süresinin dört saat olduğu bağlayıcılar ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımları, kalsinasyon süresinin 3 saat olduğu bağlayıcılar ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımından (17,6 MPa ve 13,7 MPa sırasıyla) yaklaşık %28 fazla iken, kalsinasyon süresinin 5 saat ve 6 saat olduğu bağlayıcılar ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımları (16,1 MPa ve 19,5 MPa sırasıyla) kalsinasyon süresinin 3 saat olduğu bağlayıcılar ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımından sırasıyla %17 ve %42 daha yüksek elde edilmiştir.

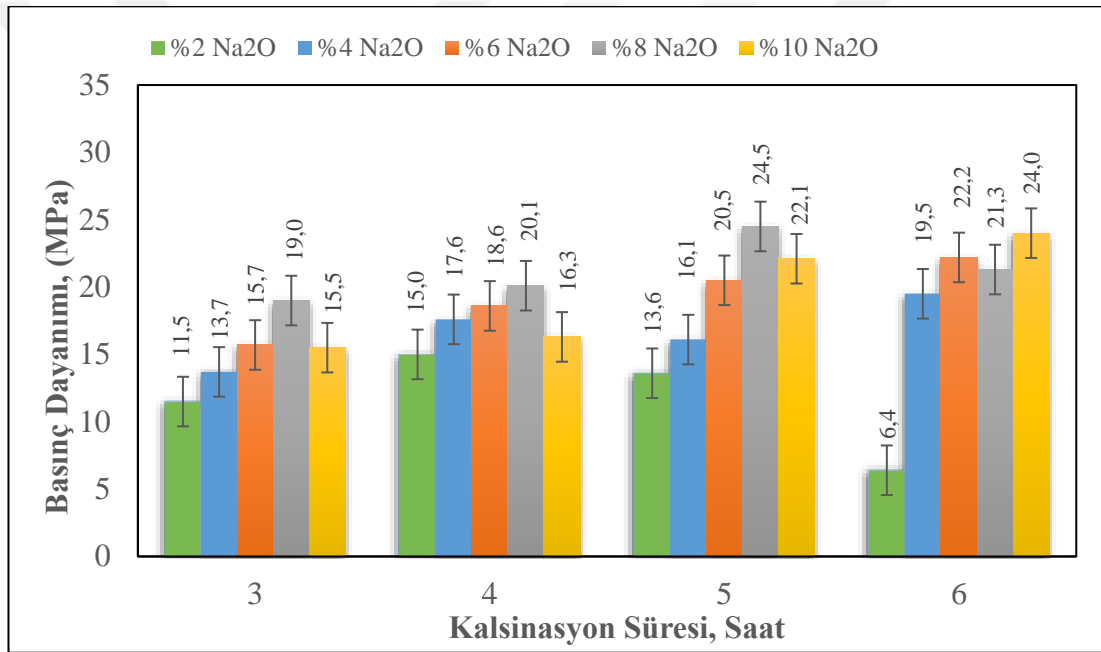
Yüzde 6 Na₂O oranına sahip karışımlarda kalsinasyon süresinin artması ile basınç dayanımlarında artış gözlemlenmiştir. En düşük basınç dayanımı değeri 15,7 MPa ile kalsinasyon süresi 3 saat olan geopolimer bağlayıcı ile üretilen numunelerden elde edilirken, en yüksek basınç dayanımı ise 22,2 MPa ile kalsinasyon süresi 6 saat olan geopolimer bağlayıcı ile üretilen numunelerden elde edilmiştir. Kalsinasyon süresi dört saat olan bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımı (18,6 MPa) yaklaşık %18 artarken, kalsinasyon süresi 5 saat ve 6 saat olan geopolimer bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımları (20,5 MPa ve 22,2 MPa sırasıyla) sırasıyla %30 ve %41 artmıştır.

Yüzde 8 Na₂O oranına sahip karışımlarda, 5 saate kadar kalsine edilen bağlayıcılar ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımları artarken, kalsinasyon süresi 6 saat olan geopolimer bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımı ise azalmıştır. En düşük basınç dayanımı değeri 19,0 MPa ile kalsinasyon süresi 3 saat olan bağlayıcı ile hazırlanan numunelerden elde edilirken, en yüksek basınç dayanımı ise diğer serilerden farklı olarak 24,5 MPa ile kalsinasyon süresi 5 saat olan bağlayıcı ile hazırlanan numunelerden elde edilmiştir. Kalsinasyon süresi dört saat olan bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımı (20,1 MPa) yaklaşık %6 artarken, kalsinasyon süresi 5 saat ve 6 saat olan bağlayıcılarla hazırlanan numunelerin basınç dayanımları (24,5 MPa ve 21,3 MPa sırasıyla) sırasıyla %28 ve %12 artmıştır.

Yüzde 10 Na₂O oranına sahip karışımlarda, kalsinasyon süresi arttıkça basınç dayanımları artmıştır. En düşük basınç dayanımı değeri 15,5 MPa ile kalsinasyon süresi 3 saat olan bağlayıcı ile hazırlanan numunelerden elde edilirken, en yüksek basınç dayanımı ise 24,0 MPa ile kalsinasyon süresi 6 saat olan bağlayıcı ile hazırlanan

numunelerden elde edilmiştir. Kalsinasyon süresi dört saat olan bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımı (16,3 MPa) yaklaşık %5 artarken, kalsinasyon süresi 5 saat ve 6 saat olan bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin basınç dayanımları (22,1 MPa ve 24,0 MPa sırasıyla) sırasıyla %42 ve %54 artmıştır.

Yukarıda bahsedilen veriler ışığında basınç dayanımları üzerinde; kalsinasyon süresinin etkisinin, Na₂O oranının etkisinden daha fazla olduğu görülmektedir. Karışımların Na₂O oranlarına bakılmaksızın, 600 °C sıcaklıkta optimum süre 5 saattir (%4 Na₂O içeren karışım hariç). Sabit kalsinasyon süresine ve farklı Na₂O oranına sahip karışımlardaki genel eğilim, Na₂O oranının artması ile basınç dayanımlarında artış şeklindedir.



Şekil 4. 15 : Sabit kalsinasyon sıcaklığında, farklı Na₂O oranları ve kalsinasyon sürelerinde geopolimer harçların basınç dayanımları.

4.3.2 Kalsinasyon sıcaklığının geopolimer bağlayıcılar üzerindeki etkisinin araştırılması

Bu aşamada farklı Na₂O oranına (%4, %6, %8 ve %10) ve kalsinasyon sıcaklığına (600 °C, 650 °C ve 700 °C) sahip ve sabit kalsinasyon süresinde (4 saat) geopolimer bağlayıcılar üretilmiştir. Üretilen geopolimer bağlayıcılar ile üretilen harç numunelerinin özellikleri incelenmiştir. Hazırlanan karışımların özellikleri ve basınç dayanımı sonuçları Çizelge 4.6'da verilmiştir. Farklı Na₂O oranına sahip karışımlar,

600, 650 ve 700 °C sıcaklıklarda 4 saat boyunca kalsine edilmiştir. Bu harç karışımlarının su/bağlayıcı oranları 0,52'dir.

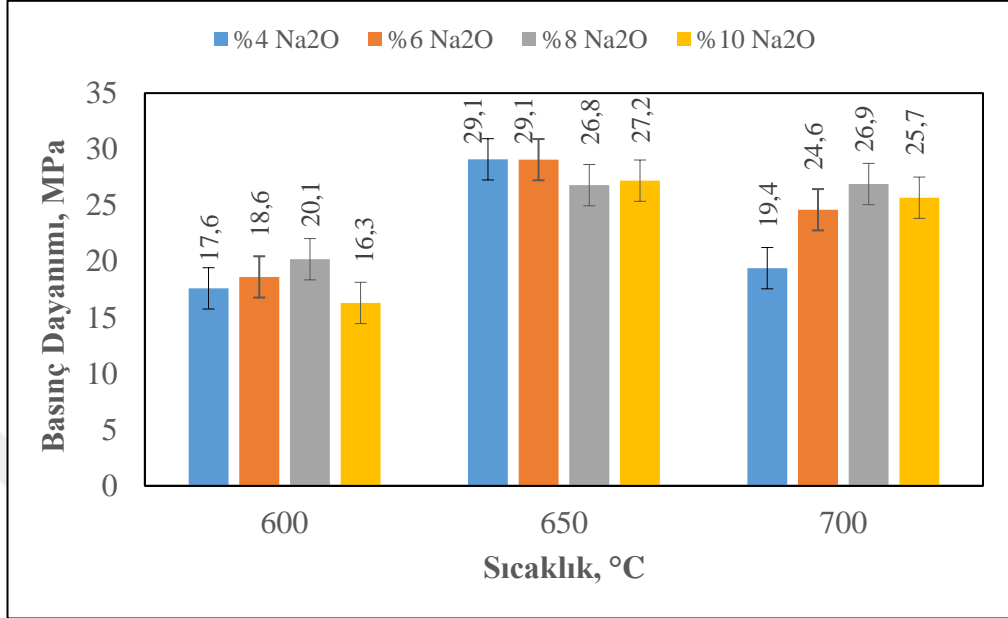
Çizelge 4. 6 : Farklı Na₂O, farklı kalsinasyon sıcaklığı ve sabit kalsinasyon süresinin üretilen geopolimer bağlayıcı üzerindeki etkisi (Kür: 100°C ve 24 saat).

Karışım Kodu	Su/bağlayıcı Oranı	Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Kalsinasyon Süresi (Saat)	Basınç Dayanımı (MPa)
SH4	0,52	600	4	17,6
SH4	0,52	650	4	29,1
SH4	0,52	700	4	19,4
SH6	0,52	600	4	18,6
SH6	0,52	650	4	29,0
SH6	0,52	700	4	24,6
SH8	0,52	600	4	20,1
SH8	0,52	650	4	26,8
SH8	0,52	700	4	26,9
SH10	0,52	600	4	16,3
SH10	0,52	650	4	27,2
SH10	0,52	700	4	25,7

Bu aşamada hazırlanan geopolimer harç numunelerinden elde edilen basınç dayanımı sonuçları Şekil 4.16'da gösterilmiştir. Karışımların Na₂O oranlarına bakılmaksızın, kalsinasyon sıcaklığının 600 °C'den 650 °C'ye çıkması ile basınç dayanımlarındaki artış oranları %32 ile %65 aralığında değişmektedir. Kalsinasyon sıcaklığının 700 °C'ye çıkması ile karışımların basınç dayanımlarında düşüş gözlemlenmiştir. Bu durumun yüksek sıcaklıklarda malzeme içerisinde oluşan kristal faz oluşumlarıyla ilgili olduğu düşünülmektedir. Basınç dayanımlarında bu sıcaklıkta en fazla düşüş %4 ve %6 Na₂O oranına sahip numunelerde olurken (%33 ve %15 sırasıyla), %8 Na₂O oranına sahip numunelerin basınç dayanımı değerleri birbirine eşit iken %10 Na₂O oranına sahip numunelerin basınç dayanımlarındaki düşüş (%6) sınırlı seviyede kalmıştır.

Şekil 4.16'da görüldüğü gibi Na₂O miktarının numunelerin basınç dayanımı üzerindeki etkisi 600 °C ve 650 °C kalsinasyon sıcaklıklarında oldukça sınırlıdır. 600 °C sıcaklıkta Na₂O miktarı %8'e kadar arttıkça basınç dayanımları (17,6 MPa, 18,6 MPa ve 20,1 MPa sırasıyla) artmış, %10 Na₂O'da ise basınç dayanımında (16,3 MPa) düşüş gözlemlenmiştir. Benzer bir durum 700 °C sıcaklıkta kalsine edilen numunelerin basınç dayanımları sonuçlarında da görülmektedir. 650 °C sıcaklıkta ise %4 Na₂O ve %6 Na₂O oranlarında basınç dayanımları 29,1 MPa ile eşit olup, daha yüksek Na₂O oranlarında ise basınç dayanımları düşüş eğilimindedir. Elde edilen sonuçlara göre

kalsinasyon sıcaklığının, tıpkı kalsinasyon süresi gibi Na_2O oranından daha etkili bir parametre olduğu anlaşılmaktadır. Tüm Na_2O oranlarında en uygun kalsinasyon sıcaklığı $650\text{ }^\circ\text{C}$ olarak bulunmuştur.



Şekil 4. 16 : Farklı Na_2O oranı ve kalsinasyon sıcaklığının geopolimer harçların basınç dayanımına etkisi.

4.3.3 Na_2O oranı, kalsinasyon sıcaklığı ve kalsinasyon süresinin geopolimer bağlayıcı üzerindeki etkisinin araştırılması

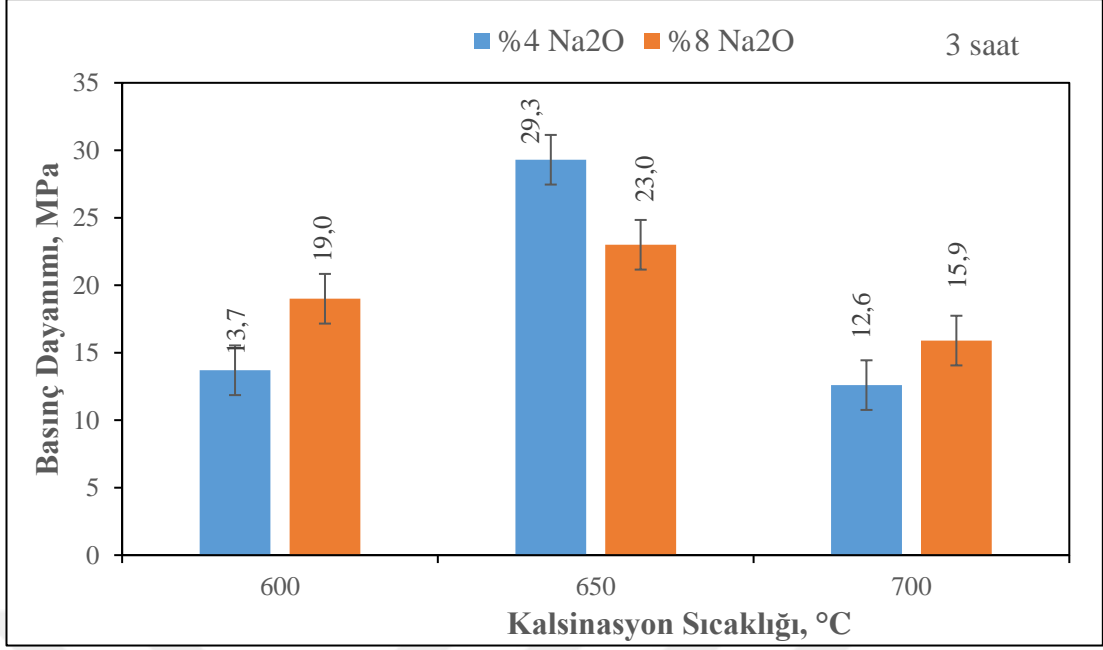
Bu aşamada farklı Na_2O oranına (%4 ve %8), kalsinasyon sıcaklığına ($600\text{ }^\circ\text{C}$, $650\text{ }^\circ\text{C}$ ve $700\text{ }^\circ\text{C}$) ve kalsinasyon sürelerine (3 ve 5 saat) sahip geopolimer bağlayıcılar üretilmiştir. Üretilen bağlayıcılar ile hazırlanan harç numunelerinin özellikleri incelenmiştir. Hazırlanan karışımlar ve basınç dayanımı sonuçları Çizelge 4.7'de verilmiştir.

Çizelge 4. 7 : Farklı Na₂O, farklı kalsinasyon sıcaklığı ve farklı kalsinasyon süresinin üretilen geopolimer bağlayıcı üzerindeki etkisi (Kür:100°C ve 24 saat).

Karışım Kodu	Su/bağlayıcı Oranı	Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Kalsinasyon Süresi (Saat)	Basınç Dayanımı (MPa)
SH4	0,52	600	3	13,7
SH4	0,52	650	3	29,3
SH4	0,58	700	3	12,6
SH4	0,52	600	5	16,1
SH4	0,52	650	5	26,4
SH4	0,58	700	5	8,7
SH8	0,52	600	3	19,0
SH8	0,52	650	3	23,0
SH8	0,58	700	3	15,9
SH8	0,52	600	5	24,5
SH8	0,52	650	5	24,6
SH8	0,58	700	5	12,8

700 °C sıcaklıkta kalsine edilerek üretilen geopolimer bağlayıcı ile hazırlanan harç karışımlarının su/bağlayıcı oranı 0,58 iken, yayılma değerini sabit tutabilmek için diğer karışımlarda su/bağlayıcı oranı 0,52 olarak kullanılmıştır. 700 °C’de kalsine edilen geopolimer bağlayıcı karışımlarının su ihtiyacında meydana gelen artışın, farklı mikro yapıların oluşmasıyla ilişkili olduğu düşünülmektedir. Bu aşamada hazırlanan geopolimer harç numunelerinden elde edilen basınç dayanımı sonuçları Şekil 4.17 ve Şekil 4.18’de gösterilmiştir.

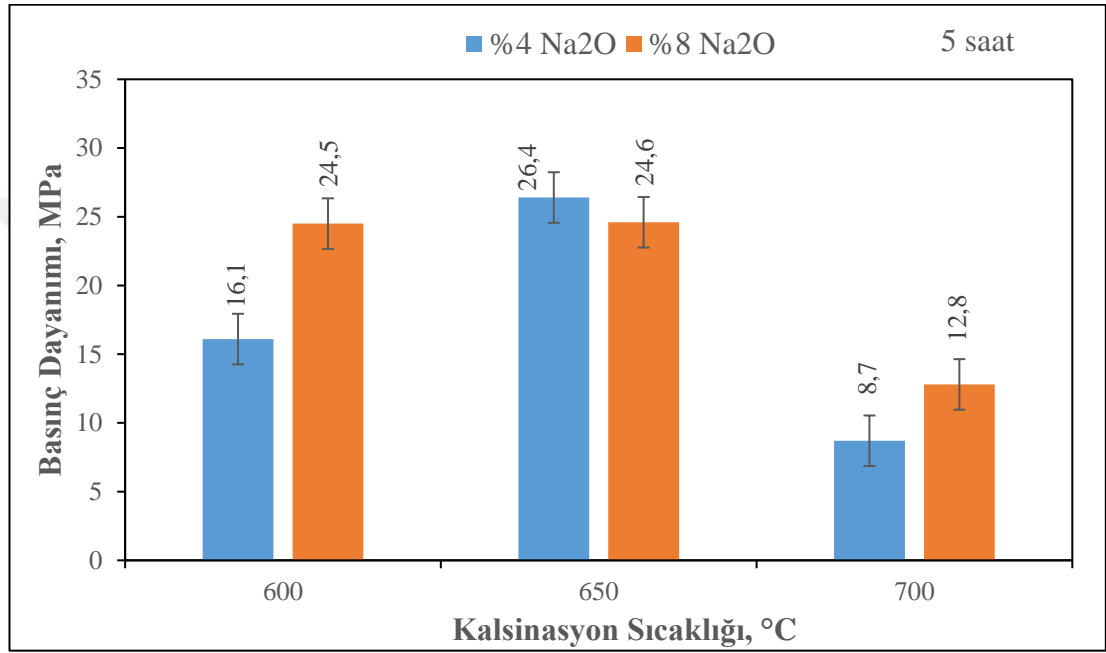
Şekil 4.17’de %4 Na₂O ve %8 Na₂O oranına sahip, farklı sıcaklıklarda 3 saat kalsine edilmiş numunelerin basınç dayanımı değerleri görülmektedir. %4 Na₂O içeren numunelerden en yüksek basınç dayanımı değeri 29,3 MPa ile 650 °C’de elde edilmiştir. Sıcaklığın 700 °C’ye çıkması ile basınç dayanımı %57’lik düşüş ile 12,6 MPa’a düşmüştür. %8 Na₂O içeren numunelerden en yüksek basınç dayanımı değeri 23,0 MPa ile 650 °C kalsinasyon sıcaklığında elde edilmiştir. Kalsinasyon sıcaklığının 700 °C’ye çıkması ile basınç dayanımı %31’lik azalış göstererek 15,9 MPa’a düşmüştür.



Şekil 4. 17 : %4 ve %8 Na₂O oranına sahip ve 3 saat kalsine edilmiş numunelerin ortalama basınç dayanımlarının kalsinasyon sıcaklığına bağlı değişimi.

Şekil 4.18’de %4 Na₂O ve %8 Na₂O oranına sahip, farklı sıcaklıklarda 5 saat kalsine edilmiş numunelerin basınç dayanımı değerleri görülmektedir. %4 Na₂O içeren numunelerde genel eğilim 3 saat süre ile kalsine edilen numunelerden elde edilen basınç dayanımlarına benzerdir. En yüksek basınç dayanımı değeri 26,4 MPa ile 650 °C’de elde edilmiştir. Sıcaklığın 700 °C’ye çıkması ile basınç dayanımı %68’lik azalış ile 8,7 MPa’a düşmüştür. Kalsinasyon süresine bakılmaksızın en yüksek basınç dayanımları 650 °C’de kalsine edilen numunelerden elde edilmiştir. Her iki kalsinasyon süresinde de kalsinasyon sıcaklığının 700 °C’ye çıkması ile basınç dayanımlarında ciddi düşüşler gözlemlenmiştir. Kalsinasyon süresinin 3 saatten 5 saate çıkması ile basınç dayanımlarında düşüş gözlemlenmiştir (600 °C hariç). %8 Na₂O içeren numunelerde en yüksek basınç dayanımı değerleri 24,5 ve 24,6 MPa ile 600 °C ve 650 °C sıcaklıklarda elde edilmiştir. Sıcaklığın 700 °C’ye çıkması ile basınç dayanımı %48’lik düşüş ile 12,8 MPa değerine düşmüştür. Kalsinasyon süresine bakılmaksızın en yüksek basınç dayanımları 650 °C’de kalsine edilen numunelerden elde edilmiştir. Her iki kalsinasyon süresinde de kalsinasyon sıcaklığının 700 °C’ye çıkması ile basınç dayanımlarında ciddi düşüşler gözlemlenmiştir. Diğer serilerden farklı olarak %8 Na₂O oranında kalsinasyon süresinin 3 saatten 5 saate çıkması ile basınç dayanımlarında 700 °C sıcaklıkta üretilen numuneler hariç olmak üzere artış (600 °C sıcaklıkta %29 ve 650 °C sıcaklıkta %7) gözlemlenmiştir. Ayrıca yüksek

Na₂O oranlarında, 600 °C sıcaklıkta kalsine edilen numunelerin basınç dayanımları, kalsinasyon süresine bakılmaksızın artmıştır. 600 °C sıcaklıkta 3 saat boyunca kalsine edilen SH4 karışımının basınç dayanımı 13,7 MPa iken, 600 °C sıcaklıkta 3 saat boyunca kalsine edilen SH8 karışımının basınç dayanımı %39'luk artışla 19 MPa olarak elde edilmiştir. 600 °C sıcaklıkta 5 saat boyunca kalsine edilen SH4 karışımının basınç dayanımı 16,1 MPa iken, 600 °C sıcaklıkta 5 saat boyunca kalsine edilen SH8 karışımının dayanımı %52'lik artışla 24,5 MPa bulunmuştur.



Şekil 4. 18 : %4 ve %8 Na₂O oranına sahip ve 5 saat kalsine edilmiş numunelerin ortalama basınç dayanımlarının kalsinasyon sıcaklığına bağlı değişimi.

4.3.4 Sodyum karbonat oranı, kalsinasyon sıcaklığı ve kalsinasyon süresinin geopolimer bağlayıcılar üzerindeki etkisinin araştırılması

Bu aşamada farklı oranlarda sodyum karbonat içeren aktivatörler ile hazırlanan geopolimer bağlayıcıların basınç dayanımlarına kalsinasyon sıcaklığı ve süresinin etkileri incelenmiştir. Farklı sodyum karbonat oranlarında 700 °C sıcaklıkta 5 saat süreyle kalsine edilen geopolimer bağlayıcılar ile hazırlanan harç karışımlarının su/bağlayıcı oranları ve basınç dayanımı değerleri Çizelge 4.8'de verilmiştir. SK5 kodlu karışımda basınç dayanımı, diğer karışımların basınç dayanımlarına göre oldukça düşük (4 MPa) çıkmıştır. Zira diğer karışımların basınç dayanımı değerleri 10-11 MPa düzeyindedir. Dolayısıyla %5 sodyum karbonat içeren SK5 karışımın basınç dayanımı, hedeflenen basınç dayanımının çok altında kalmıştır. Ayrıca SK10

kodlu karışım ise işlenebilirlik açısından beklenen performansı gösterememiştir. Bu nedenle bu iki karışım bundan sonraki aşamalarda yer almayacaktır.

Çizelge 4. 8 : Sodyum karbonat esaslı aktivatör içeren geopolimer harç karışımlarının özellikleri ve ortalama basınç dayanımı sonuçları.

Karışım Kodu	Sodyum Karbonat Oranı (%)	Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Kalsinasyon Süresi (Saat)	Su/bağlayıcı Oranı	Basınç Dayanımı (MPa)
SK5	5	700	5	0,64	4,0
SK10	10	700	5	0,64	11,0
SK15	15	700	5	0,64	11,1
SK20	20	700	5	0,64	10,3

650 °C kalsinasyon sıcaklığında üretilen bağlayıcılarda, kalsinasyon süresinin etkisi araştırılırken, hedeflenen basınç dayanımı düzeylerine erişebilmek için su/bağlayıcı oranları 700 °C’de kalsine edilenlere göre bir miktar azaltılmıştır. Bu aşamada karışımlar 0,55 su/bağlayıcı oranında hazırlanmıştır. %15 ve %20 sodyum karbonat içeren, 3 ve 5 saat kalsine edilen karışımların basınç dayanımı sonuçları Çizelge 4.9’da gösterilmiş olup, Çizelge 4.9’dan görüldüğü gibi, geopolimer harç numunelerin basınç dayanımları 22-24 MPa aralığında ve hedeflenen dayanım düzeyindedir. Bu sonuçlara göre sodyum karbonat içeriğinin ve kalsinasyon süresinin, geopolimer harç numunelerinin basınç dayanımları üzerindeki etkisi oldukça sınırlıdır. Bunun yanında, su/bağlayıcı oranının düşmesi ile basınç dayanımlarında %100’den fazla artış meydana gelmiş ve diğer parametrelere göre basınç dayanımları üzerinde daha etkin bir parametre olduğu görülmüştür.

Çizelge 4. 9 : %15 ve %20 sodyum karbonat içeren geopolimer harç karışımlarının özellikleri ve ortalama basınç dayanımı sonuçları.

Karışım Kodu	Sodyum Karbonat Oranı (%)	Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Kalsinasyon Süresi (Saat)	Su/bağlayıcı Oranı	Basınç Dayanımı (MPa)
SK15	15	650	3	0,55	24,1
SK20	20	650	3	0,55	22,5
SK15	15	650	5	0,55	23,0
SK20	20	650	5	0,55	23,6

Tek bileşenli geopolimer bağlayıcı geliştirilmesi çalışmalarında, optimum kalsinasyon sıcaklığı ve süresinin belirlenmesi için yapılan çalışmaların sonucunda; kırka atığı için

optimum kalsinasyon sıcaklığı 650 °C ve kalsinasyon süresi 3 saat olarak belirlenmiştir. Bundan sonraki çalışmalarda seçilen bu parametreler kullanılacaktır.

4.3.5 Tek bileşenli geopolimer harçların optimum kür sıcaklığı ve süresinin belirlenmesi

Kırka atığı ile tek bileşenli geopolimer bağlayıcı eldesi çalışmaları yapılmış ve elde edilen geopolimer bağlayıcı kullanılarak üretilen harç karışımlarının basınç dayanımları belirlenmiştir. Bu aşamada harç karışımlarının su/bağlayıcı oranları, harç karışımlarının yayılma değerleri 135±5 mm arasında kalacak şekilde belirlenmiştir. Hazırlanan harç karışımları etüv kürü öncesinde 16 saat boyunca ortam koşullarında bekletilmiştir. Ön bekleme süresinin ardından ise 100 °C sıcaklıkta 24 saat boyunca kür edilmiştir. Kür işleminin ardından numuneler oda sıcaklığına ininceye kadar soğuduktan sonra basınç dayanımları belirlenmiştir. En yüksek basınç dayanımına sahip karışım üzerinde optimum kür süresi ve kür sıcaklığı tayin edilmiştir.

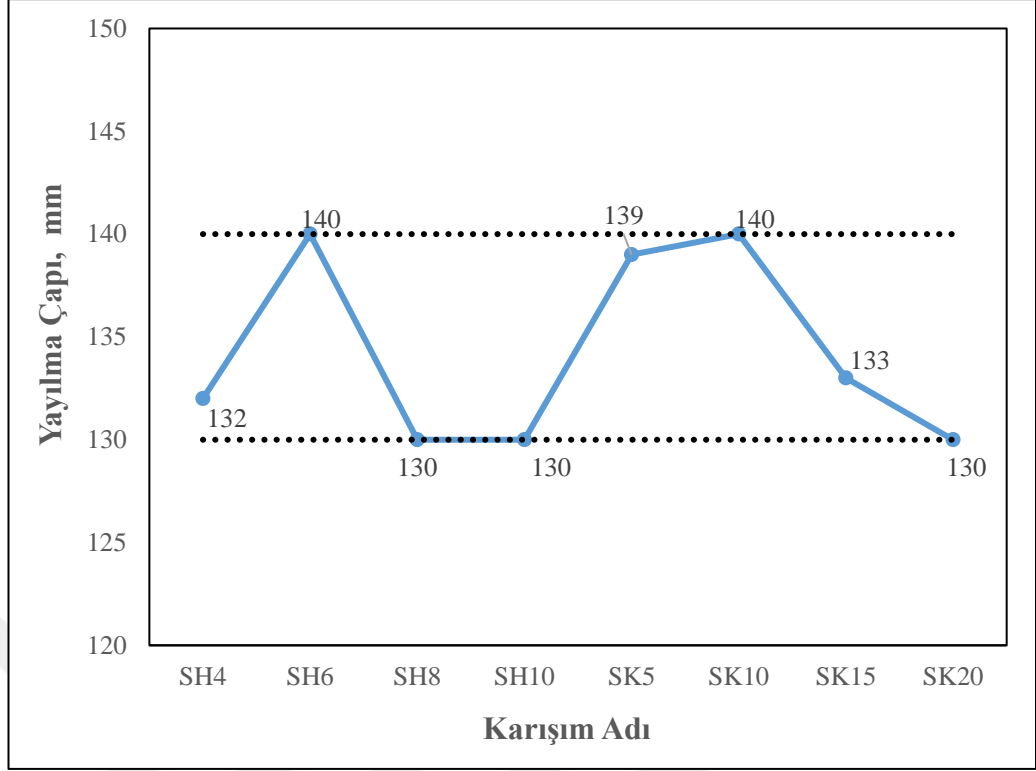
İlk aşamada, %4, %6, %8 ve %10 sodyum hidroksit (SH) ile %15 ve %20 sodyum karbonat (SK) içeren 6 farklı karışım üzerinde çalışılmıştır. Karışım özellikleri Çizelge 4.10'da verilmiştir. Çizelge 4.10'da görüldüğü gibi harç karışımlarının su/bağlayıcı oranları 0,52 ile 0,56 arasında değişmektedir.

Çizelge 4. 10 : Harç karışımlarının özellikleri.

Karışım Kodu	Aktivatör Tipi	Aktivatör Oranı (%)	s/b Oranı
SH2		2	0,60
SH4		4	0,55
SH6	Sodyum hidroksit	6	0,54
SH8		8	0,52
SH10		10	0,55
SK5		5	0,58
SK10	Sodyum karbonat	10	0,565
SK15		15	0,54
SK20		20	0,56

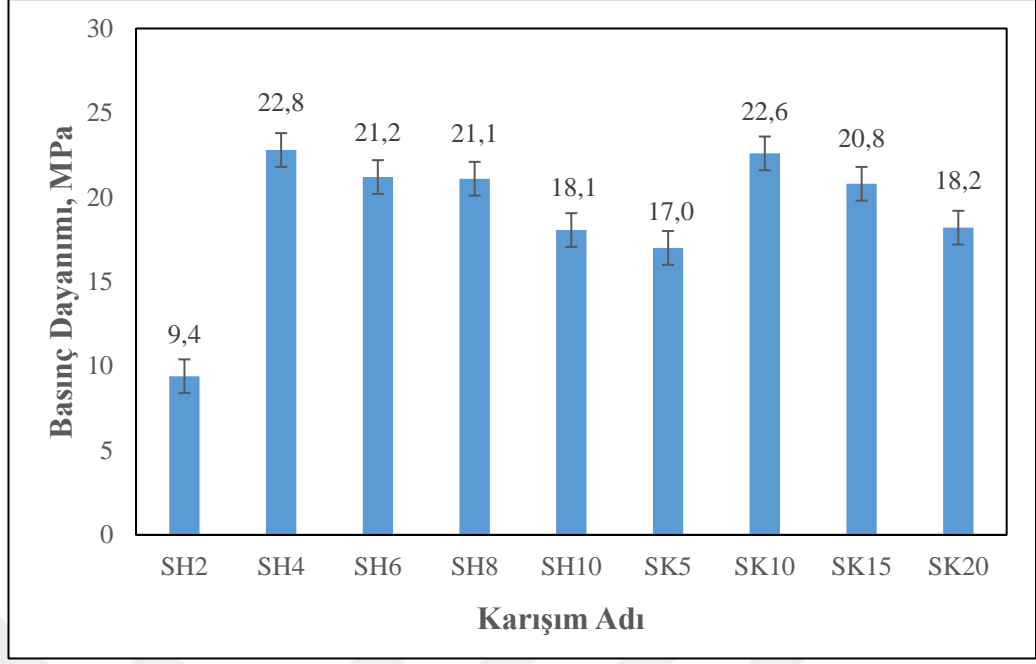
Çizelge 4.10'da verilen oranlarda hazırlanan harç karışımlarının yayılma değerleri Şekil 4.19'da görülmektedir. Bu yayılma değerleri, hedef yayılma sınırları içerisinde yer almaktadır. Bu yüzden bundan sonraki çalışmalarda Çizelge 4.10'da yer alan su/bağlayıcı (s/b) oranları kullanılacaktır.

Ayrıca SH2 karışımı 0,60 s/b oranında dahi yayılma göstermemiştir. Bu sebeple Şekil 4.19'da SH2 karışımının yayılma değeri gösterilmemiştir. Ayrıca Şekil 4.20'de görüldüğü gibi, bu numunelerden elde edilen basınç dayanımı 9,4 MPa ile diğer SH içeren numunelerin basınç dayanımlarına göre düşük kalmıştır. Bundan dolayı SH2 karışımı ile çalışmalara devam edilmemiştir. Elde edilen sonuçlara göre SK5 karışımının yayılma değerinin, hedef yayılma değerleri arasında olabilmesi için s/b oranı 0,58 bulunmuştur. SK5 karışımının yayılma değeri 139 mm ile hedef yayılma değerleri aralığında kalmıştır. SK10 karışımında ise s/b oranı 0,565 olarak belirlenmiş ve bu karışımın yayılma değeri 140 mm olarak bulunmuştur. SK oranı azaldıkça karışımların su ihtiyacı artmaktadır. SK5 karışımının basınç dayanımı 17 MPa ve SK10 karışımının basınç dayanımı 22,6 MPa bulunmuştur. Bu değer Şekil 4.20'de görüldüğü gibi SK15 ve SK20 içeren numunelerin basınç dayanımından daha büyüktür. SK oranının azalması ile basınç dayanımlarında artma eğiliminin olduğu görülmektedir. Fakat bu durum SK5 için geçerli değildir. Bu sonuçlara göre SK içeren numuneler arasında optimum sonuç %10 değerinde bulunmuştur.



Şekil 4. 19 : Harç karışımlarının yayılma değerleri.

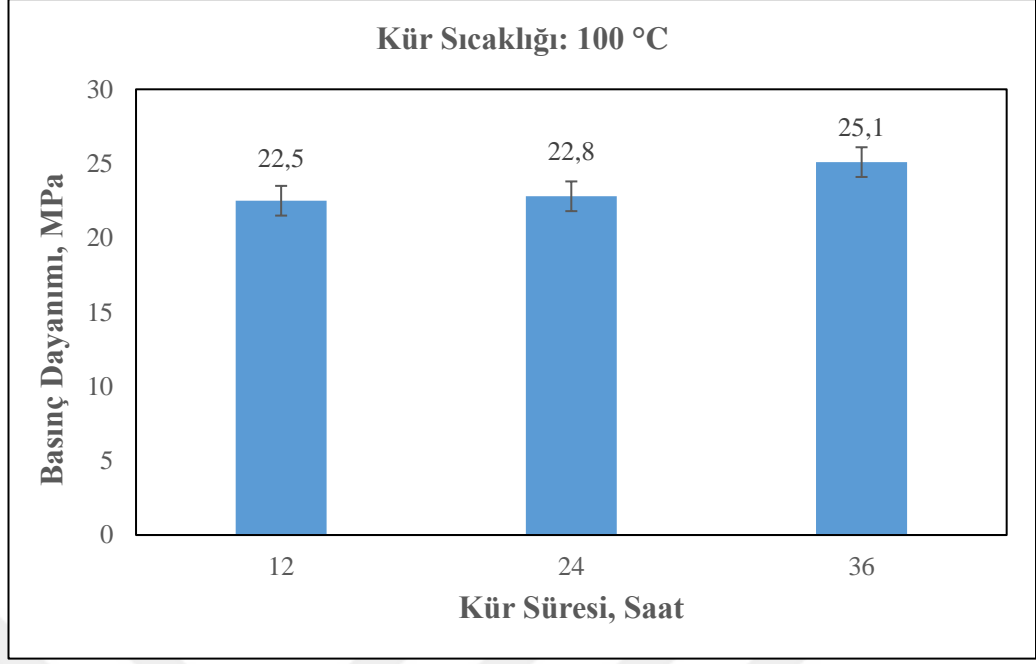
Bu aşamada üretilen harç karışımlarının basınç dayanımı değerleri Şekil 4.20’de gösterilmiştir. Sodyum hidrokisit serisi içerisinde en yüksek basınç dayanımı değeri (22,8 MPa) SH4 karışımından elde edilmiştir. SH oranı %4’ün üzerine çıktığında karışımların basınç dayanımları düşüş eğilimindedir. SH6 ve SH8 numunelerinin basınç dayanımları (sırasıyla 21,2 ve 21,1 MPa) SH4 numunesinin basınç dayanımından yaklaşık %8, SH10 numunesinin basınç dayanımı (18,1 MPa) ise yaklaşık %26 daha düşük bulunmuştur. Sodyum karbonat içeren numunelerin basınç dayanımları SK oranının %5’ten %10’a çıkmasıyla artmış, %10’un üzerinde ise azalmıştır. SK10 numunesinin basınç dayanımı 22,6 MPa iken, SK15 ve SK20 numunelerinin basınç dayanımı (20,8 MPa ve 18,2 MPa), SK10 numunesinin basınç dayanımı değerinden sırasıyla yaklaşık %8 ve %20 daha düşüktür. SH ve SK ile yapılan çalışmalarda, elde edilen sonuçlara göre en yüksek basınç dayanımı SH4 numunesinden elde edilmiştir. Bu nedenle optimum kür süresi ve sıcaklığının tespiti için SH4 karışımı üzerinde çalışmalara devam edilmiştir.



Şekil 4. 20 : Harç karışımlarının basınç dayanımı değerleri.

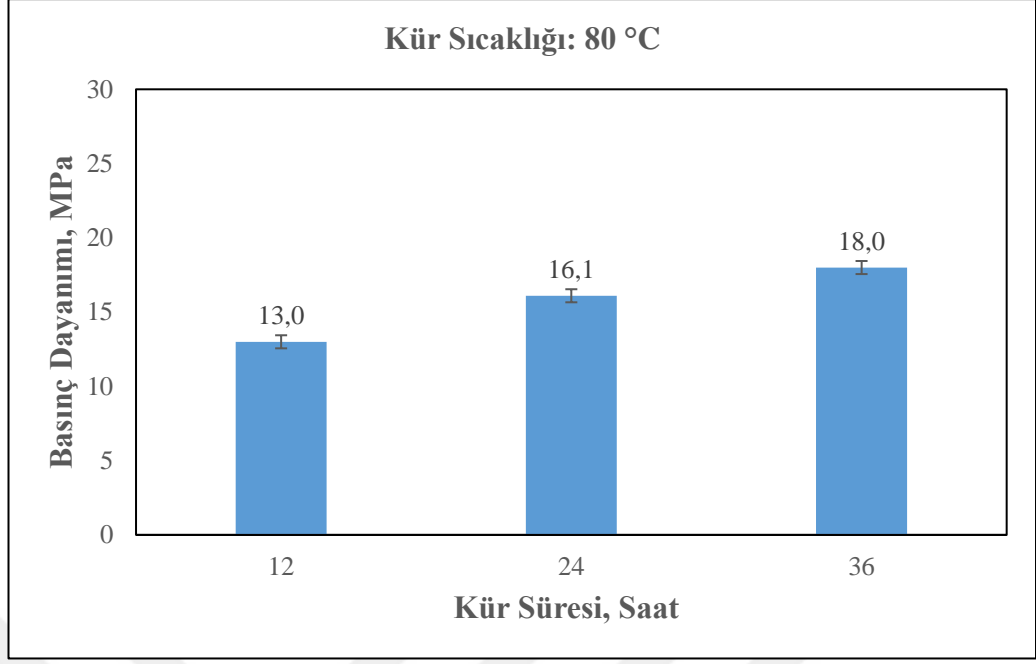
İkinci aşamada hazırlanan SH4 karışımları üzerinde optimum kür sıcaklığı ve süresinin tayini için çalışmalar yapılmıştır. Hazırlanan harç numuneleri üç farklı kür sıcaklığında (60 °C, 80 °C ve 100 °C) ve kür süresinde (12, 24 ve 36 saat) kür edilmiştir. Kür işlemi başlamadan önce tüm numuneler yeterli dayanım kazanabilmeleri için 16 saat boyunca oda koşullarında bekletilmiştir. Kür işleminin ardından numuneler etüv içerisinde soğumaya bırakılmış ve hemen ardından basınç dayanımları belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar hem kür sıcaklığının hem de kür süresinin basınç dayanımları üzerindeki etkisine göre ayrı ayrı açıklanacaktır.

Şekil 4.21'de 100 °C sıcaklıkta üç farklı sürede (12, 24 ve 36 saat) kür edilmiş numunelerin basınç dayanımı sonuçları görülmektedir. 100 °C sıcaklıkta 12 ve 24 saat kür edilen numunelerin basınç dayanımları sırasıyla 22,5 MPa ve 22,8 MPa olup, hemen hemen birbirine eşittir. Kür süresinin 36 saate çıkması ile basınç dayanımında (25,1 MPa) yaklaşık %12'lik artış gözlemlenmiştir.



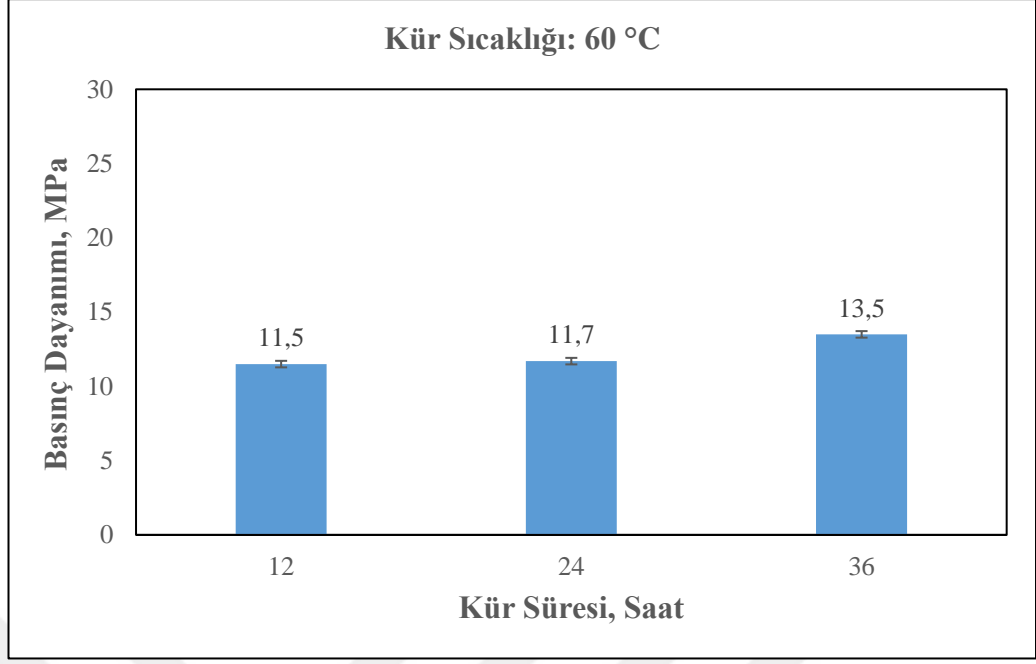
Şekil 4. 21 : 100 °C sıcaklıkta ve farklı sürelerde kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.

Şekil 4.22’de 80 °C sıcaklıkta üç farklı sürede (12, 24 ve 36 saat) kür edilmiş numunelerin basınç dayanımı sonuçları görülmektedir. Şekil 4.22’den görüldüğü gibi, kür süresindeki artışla basınç dayanımlarında kayda değer artışlar olmuştur. En düşük basınç dayanımı değeri 13,0 MPa ile 12 saat kür edilen numunelerden, en yüksek basınç dayanımı ise 18,0 MPa ile 36 saat kür edilmiş numunelerden elde edilmiştir. Kür süresinin 12 saatten 24 saate çıkması ile basınç dayanımı yaklaşık %24 artarken, kür süresinin 36 saate çıkması durumunda ise basınç dayanımı yaklaşık %38 artmıştır.



Şekil 4. 22 : 80 °C sıcaklıkta ve farklı sürelerde kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.

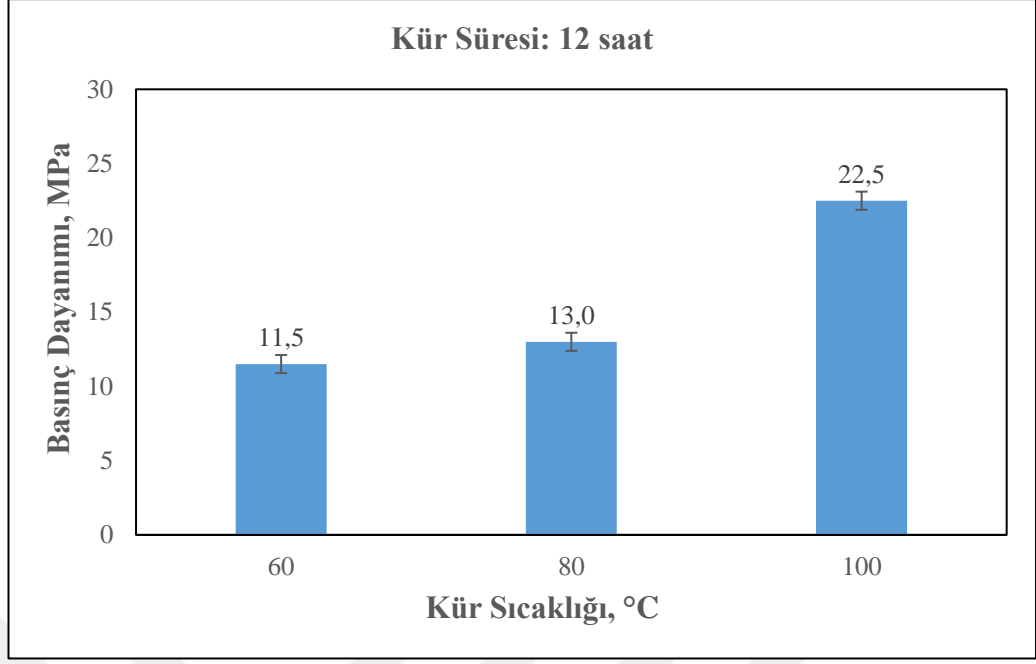
Şekil 4.23'te 60 °C sıcaklıkta üç farklı sürede (12, 24 ve 36 saat) kür edilmiş numunelerin basınç dayanımı sonuçları görülmektedir. Bu seride 12 saat ve 24 saat boyunca kür edilen numunelerin basınç dayanımları sırasıyla 11,5 MPa ve 11,7 MPa bulunmuştur. 36 saat süreyle kür edilen numunelerin basınç dayanımı ise 13,5 MPa bulunmuştur. Kür süresinin 12 saatten 36 saate çıkması ile basınç dayanımındaki artış oranı yaklaşık %17'dir. Bu sıcaklıkta kür edilen numunelerin basınç dayanımları 80 °C ve 100 °C sıcaklıkta kür edilen numunelerin basınç dayanımlarına göre oldukça düşük kalmıştır.



Şekil 4. 23 : 60 °C sıcaklıkta ve farklı sürelerde kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.

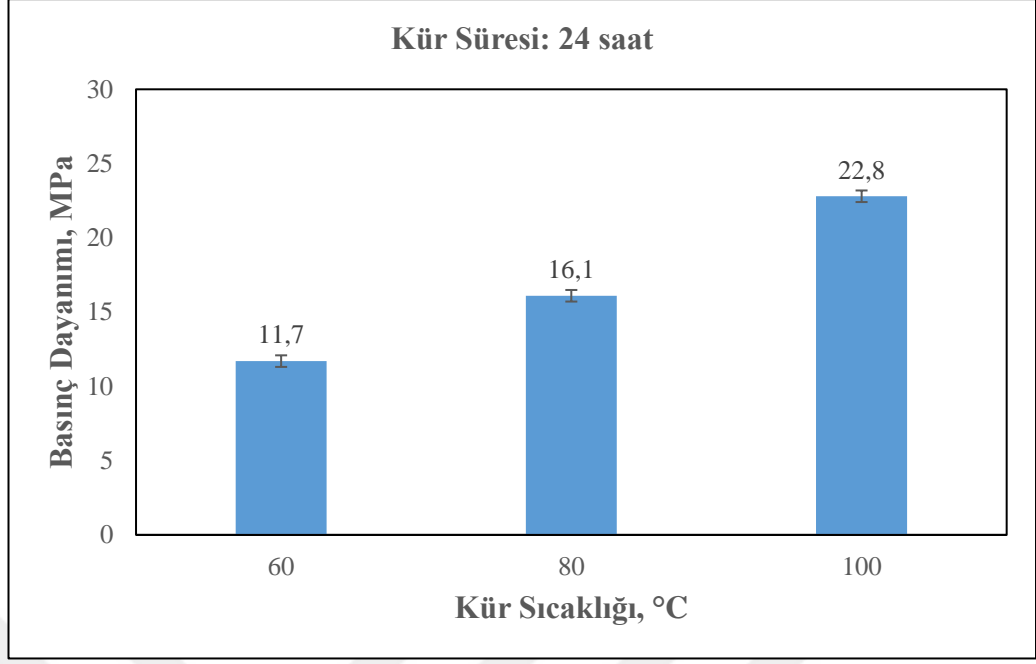
Farklı sıcaklıklarda kür edilen numunelerin basınç dayanımları üzerindeki etkisinin daha net görülebilmesi için; Şekil 4.24, Şekil 4.25 ve Şekil 4.26’da sabit kür süresinde ve değişken kür sıcaklıklarında kür edilen numunelerin basınç dayanımları gösterilmiştir.

Şekil 4.24’te 12 saat süre ile üç farklı sıcaklıkta kür edilen numunelerden elde edilen basınç dayanımı sonuçları görülmektedir. Şekil 4.24’ten görüldüğü gibi 12 saat süre ile kür edilen numunelerin basınç dayanımı değerleri, kür sıcaklığının artması ile ciddi bir şekilde artmıştır. En düşük basınç dayanımı değeri 11,5 MPa ile 60 °C sıcaklıkta kür edilen, en yüksek basınç dayanımı ise 22,5 MPa ile 100 °C sıcaklıkta kür edilen numunelerden elde edilmiştir. Kür sıcaklığının 60 °C sıcaklıktan 80 °C’ye çıkması ile basınç dayanımındaki artış yaklaşık %13 iken kür sıcaklığının 100 °C sıcaklığa çıkması ile basınç dayanımındaki artış %96’dır. Bu sonuçlardan harç numunelerinin basınç dayanımları üzerinde, kür sıcaklığının etkisinin oldukça belirgin olduğu görülmektedir.



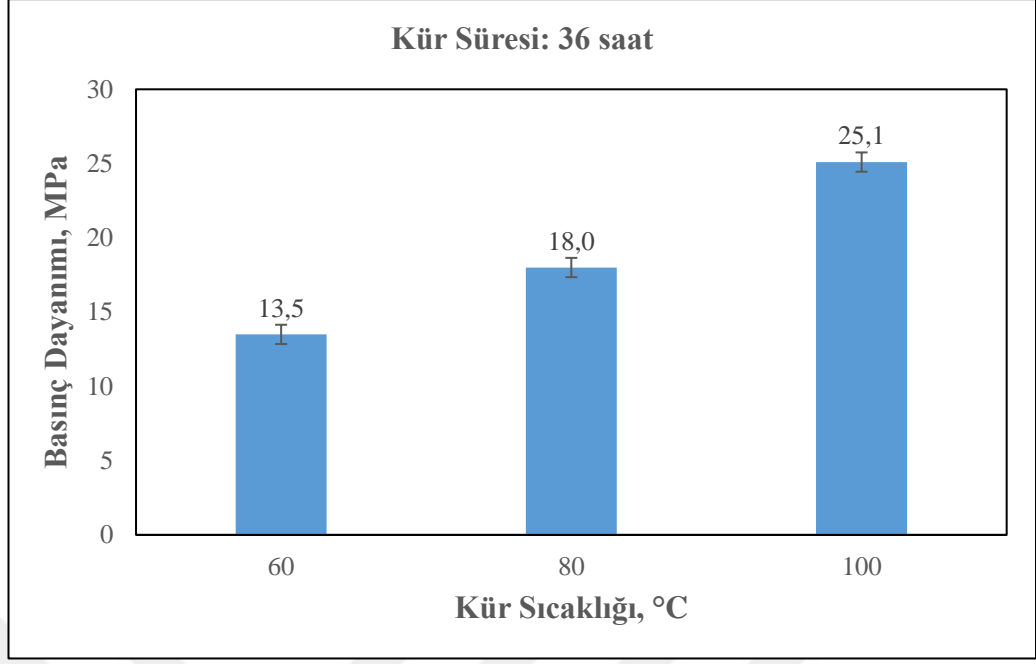
Şekil 4. 24 : 12 saat süre ile farklı sıcaklıklarda kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.

Şekil 4.25'te farklı sıcaklıklarda 24 saat süre ile kür edilen numunelerin basınç dayanımları görülmektedir. Bir önceki seride olduğu gibi, bu seride de kalsinasyon sıcaklığının artması ile basınç dayanımlarında artış meydana gelmiştir. Kalsinasyon sıcaklığının 60 °C'den 80 °C'ye çıkması ile numunelerin basınç dayanımında meydana gelen artış %38 iken kür sıcaklığının 100 °C'ye çıkması ile basınç dayanımındaki artış %95 olmuştur. En düşük basınç dayanımı 60 °C'de 11,7 MPa, en yüksek basınç dayanımı ise 100 °C'de 22,8 MPa bulunmuştur.



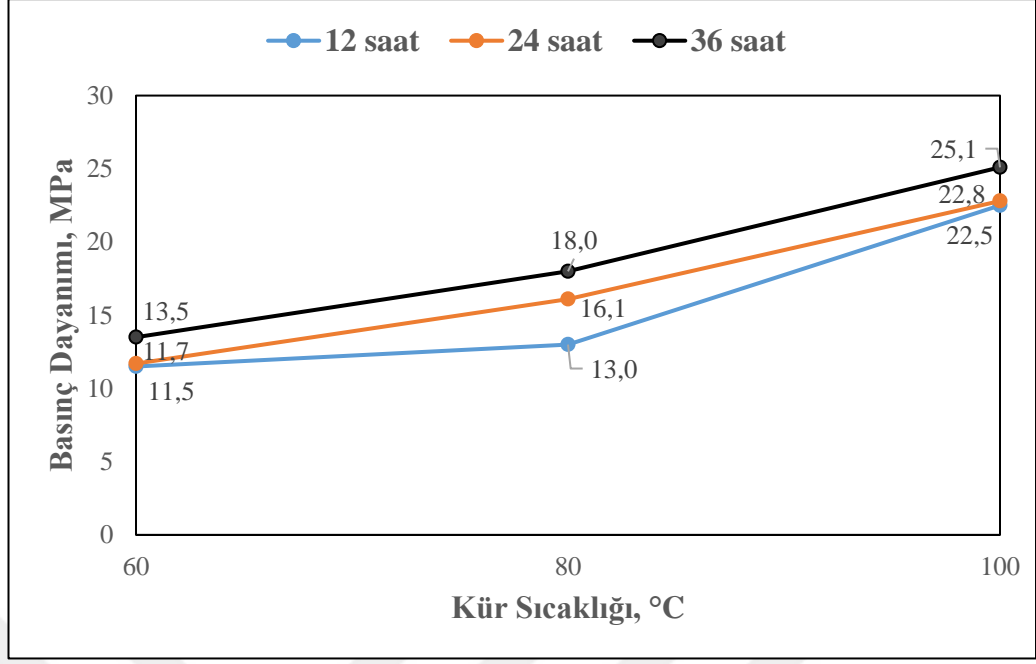
Şekil 4. 25 : 24 saat süre ile farklı sıcaklıklarda kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.

Şekil 4.26'da 36 saat boyunca kür edilen numunelerin basınç dayanımları gösterilmiştir. Kür sıcaklığının artması ile basınç dayanımı artış eğilimi göstermektedir. Diğer serilerde olduğu gibi en düşük basınç dayanımı 60 °C'de 13,5 MPa, en yüksek basınç dayanımı ise 100 °C'de 25,1 MPa olarak bulunmuştur. Kür sıcaklığının 60 °C'den 80 °C'ye çıkması ile numunelerin basınç dayanımındaki artış %33 iken 100 °C'ye çıkması ile %86'ya ulaşmıştır.



Şekil 4. 26 : 36 saat süre ile farklı sıcaklıklarda kür edilen SH4 numunesinin basınç dayanımı sonuçları.

Şekil 4.27’de farklı kür sıcaklıklarının ve sürelerinin, geopolimer harç numunelerinin basınç dayanımları üzerindeki etkisi birlikte gösterilmiştir. Şekil 4.27’den görüldüğü gibi sabit sıcaklıkta kür edilen numunelerin basınç dayanımı değerleri kür süresi arttıkça artmıştır. Ayrıca sabit sürede kür edilmiş numunelerin basınç dayanımları da kür sıcaklığı arttıkça artmıştır. Fakat basınç dayanımlarındaki artış oranı incelendiğinde, kür sıcaklığının etkisinin kür süresinin etkisinden daha fazla olduğu net bir şekilde görülmektedir.



Şekil 4. 27 : Farklı kür sıcaklıklarının ve sürelerinin basınç dayanımına etkisi.

Yukarıda sunulan sonuçlara göre, en yüksek basınç dayanımı (25,1 MPa) 100°C’de 36 saat süreyle kür edilen numunelerden elde edilmiştir. Öte yandan 100 °C sıcaklıkta 12 saat boyunca kür edilen numunelerin basınç dayanımı 22,5 MPa olarak bulunmuştur. Kür süresinin 24 saat uzaması ile basınç dayanımında yaklaşık %11’lik artış meydana gelmektedir. Bu artış enerji gereksinimi ve üretim maliyetleri açısından düşünüldüğünde göz ardı edilebilir. Çalışmanın bundan sonraki aşamaları için, yukarıda belirtilen nedenlerden dolayı optimum kür süresi 12 saat, optimum kür sıcaklığı 100 °C olarak belirlenmiştir.

4.4 Oda Sıcaklığı Kürü Uygulanan Tek Bileşenli Geopolimer Harç

Karışımlarının Deneysel Sonuçları

Yüksek sıcaklıklarda kür edilecek numunelerin optimum kür sıcaklığı ve süresinin belirlenmesinin ardından, oda sıcaklığında kür edilen geopolimer harç karışımları ile ilgili deneylere geçilmiştir. Yukarıda elde edilen sonuçlara bakıldığında, en düşük dayanım değerleri (11MPa-14 MPa) 60 °C sıcaklıkta kür edilen geopolimer harç numunelerinden elde edilmiştir. Ayrıca bu değerler, 80 °C ve 100 °C sıcaklıkta kür edilen harç numunelerin basınç dayanımlarına göre de oldukça düşüktür. Kür sıcaklığının 60 °C olması durumunda dahi basınç dayanımlarında ciddi düşüşlerin olduğu görülmüştür. Tüm bu sonuçlara bakıldığında %100 kırka bor atığı kullanılarak

hazırlanan ve oda sıcaklığında kür edilen numunelerden istenilen basınç dayanımı elde edilebilmesi oldukça zordur. Bu nedenle, hazırlanan karışımlarda Kırka bor atığı yerine belirli oranlarda YFC ikamesi yapılmıştır. Bu aşamada üretilen harç karışımlarının yayılma değerleri için hedef yayılma aralığı 125 ± 5 mm olarak belirlenmiştir. Karışımların su/bağlayıcı oranları hedef yayılma değer aralığına göre belirlenmiştir. Harç karışımların özellikleri Çizelge 4.11’de verilmiştir. Karışım kodları, harç karışımı içerisinde yer alan Kırka bor atığı oranına ve hammadesi Kırka bor atığı olan geopolimer bağlayıcının üretim aşamasında kullanılan Na_2O oranına göre belirlenmiştir. Örneğin; K10-4 karışımı, %4 Na_2O ile kalsine edilmiş Kırka bor atığının karışım içerisindeki oranının %10 ve YFC oranının ise %90 olduğunu ifade etmektedir.

Çizelge 4. 11 : Oda sıcaklığında kür edilen harç karışımlarının özellikleri.

Karışım No	Karışım Kodu	Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Kalsinasyon Süresi (Saat)	Aktivatör Tipi	Aktivatör/Bağlayıcı (%)	YFC Oranı (%)	s/b Oranı	Yayılma (mm)
1	K10-4	650	3	Sodyum Hidroksit	0,4	90	0,42	126
2	K20-4	650	3	Sodyum Hidroksit	0,8	80	0,43	126
3	K30-4	650	3	Sodyum Hidroksit	1,2	70	0,445	125
4	K40-4	650	3	Sodyum Hidroksit	1,6	60	0,46	124
5	K50-4	650	3	Sodyum Hidroksit	2,0	50	0,47	123
6	K10-8	650	3	Sodyum Hidroksit	0,8	90	0,43	128
7	K20-8	650	3	Sodyum Hidroksit	1,6	80	0,43	122
8	K30-8	650	3	Sodyum Hidroksit	2,4	70	0,45	124
9	K40-8	650	3	Sodyum Hidroksit	3,2	60	0,47	129
10	K50-8	650	3	Sodyum Hidroksit	4,0	50	0,48	122

Oda sıcaklığında kür çalışmaları için ilk etapta toplam 10 adet karışım hazırlanmıştır. Karışımlar içerisinde %4 ve %8 Na_2O ile birlikte 650 °C sıcaklıkta 3 saat süreyle kalsine edilmiş Kırka bor atığı farklı oranlarda (%90, %80, %70, %60 ve %50) YFC ile yer değiştirilerek kullanılmıştır. Karışımların hazırlanmasının ardından bünyede yer alan suyun buharlaşmasını engellemek için kalıp üst yüzeyleri streç film ile

kapatılmış ve oda sıcaklığında bekletilmiştir. Harç numunelerinin basınç dayanımları 14, 28 ve 56. günler olmak üzere 3 farklı yaşta belirlenmiştir.

Çizelge 4.12’de harç numunelerin farklı yaşlarda elde edilmiş basınç dayanımı değerleri verilmiştir. Aktivatör oranına bakılmaksızın K10 karışımlarından 14 gün sonunda basınç dayanımı elde edilememiştir. 14 günlük basınç dayanımı sonuçlarına bakıldığında, karışım içerisinde kırka bor atığı oranının artması ile basınç dayanımlarında artış olduğu görülmektedir. Kırka bor atığının artması aynı zamanda Çizelge 4.11’de görüldüğü gibi aktivatör/bağlayıcı oranının artması demektir. Sistem içerisinde aktivatör oranının artması ile basınç dayanımlarında da artış eğilimi görülmüştür. En yüksek basınç dayanımları sırasıyla 15,8 MPa ve 25,0 MPa ile K50-4 ve K50-8 kodlu numunelerden elde edilmiştir. 28. günde ise tüm numunelerden basınç dayanımı elde edilmiştir. K50-4 karışımının basınç dayanımı 14. günden 28. güne gelindiğinde yaklaşık %100 artmıştır. Öte yandan K50-8 kodlu numunenin basınç dayanımı ise %32 artmıştır. Diğer serilerde de (K40-8 hariç) basınç dayanımlarında belirgin artışlar olmuştur. 56. günde ise basınç dayanımlarında en belirgin artış yaklaşık %20 ile (40,5 MPa) K50-8 karışımından elde edilmiştir. Diğer karışımlarda 56. güne gelindiğinde elde edilen basınç dayanımı değerleri, 28. günde elde edilen değerlerle birbirine yakındır. Kısacası 28. günden sonra (K50-8 hariç) numunelerin dayanım kazanma hızları düşmüştür. Bu aşamaya kadar elde edilen sonuçlara göre, oda sıcaklığında kür edilecek tek bileşenli geopolimer harç karışımının içerisinde en az %50 oranında kırka bor atığının olma zorunluluğu ortaya çıkmıştır. Diğer bir deyişle sistem içerisinde, toplam bağlayıcının en az %2’si kadar aktivatör bulunması gerekmektedir. Çünkü harç numunelerinden yüksek basınç dayanımlarının elde edilebilmesi için YFC tanelerinin sodyum hidroksitli bileşikler tarafından aktive edilmesi ve bunun sonucunda reaksiyon ürünlerinin oluşması gerekmektedir. Elde edilen basınç dayanımlarına göre YFC tanelerinin aktivasyonu aktivatör/bağlayıcı oranının artmasından dolayı, %50 kırka bor atığı oranında daha fazla olmaktadır. Ayrıca Na₂O oranının yüksek olması da ilerleyen yaşlarda basınç dayanımı gelişimi için oldukça önemli olup en az %8 oranında olmalıdır. Ayrıca kırka bor atığının %30’un altına düşmesi ile aktivatör/bağlayıcı oranı %1,2’nin altına düşmüş ve bu nedenle basınç dayanımlarında istenen değerlere ulaşamamıştır.

Çizelge 4. 12 : Oda sıcaklığında kür edilen harç karışımlarının farklı yaşlardaki basınç dayanımı değerleri.

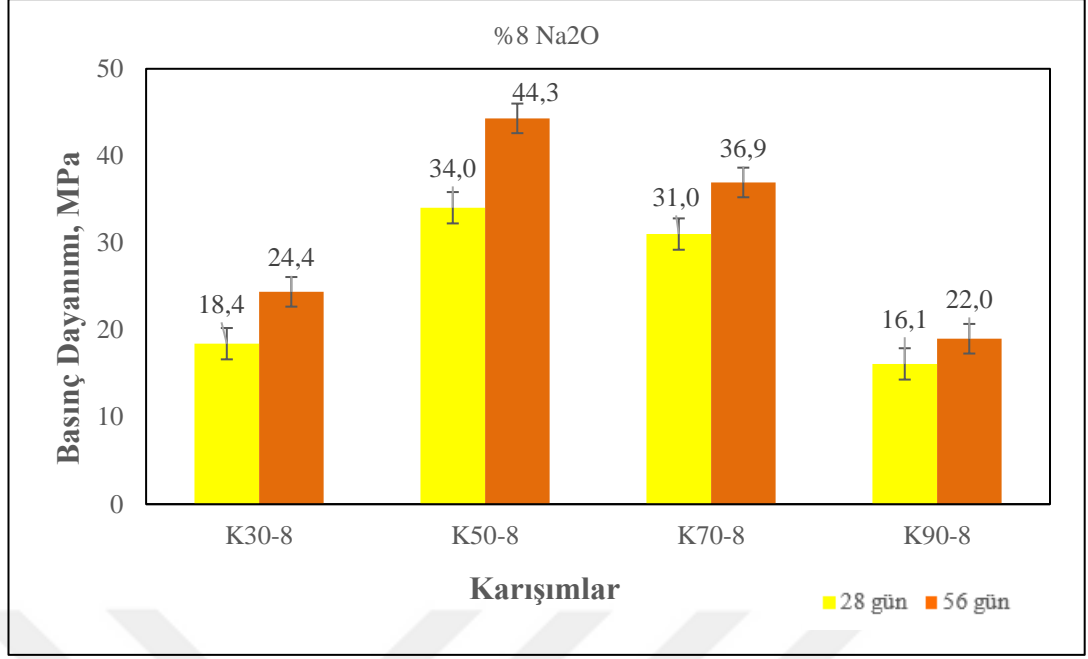
Karışım No	Karışım Kodu	Aktivatör/Bağlayıcı Oranı (%)	YFC Oranı (%)	s/b Oranı	14 Günlük Basınç Dayanımı (MPa)	28 Günlük Basınç Dayanımı (MPa)	56 Günlük Basınç Dayanımı (MPa)
1	K10-4	0,4	90	0,42	Değer Elde Edilemedi.	7,8	7,6
2	K20-4	0,8	80	0,43	5,4	11,8	9,9
3	K30-4	1,2	70	0,445	8,7	13,2	14,7
4	K40-4	1,6	60	0,46	15,5	24,0	23,7
5	K50-4	2,0	50	0,47	15,8	29,4	28,9
6	K10-8	0,8	90	0,43	Değer Elde Edilemedi.	5,7	5,5
7	K20-8	1,6	80	0,43	1,6	8,4	10,2
8	K30-8	2,4	70	0,45	8,0	16,4	18,3
9	K40-8	3,2	60	0,47	15,9	18,8	18,3
10	K50-8	4,0	50	0,48	25,0	33,2	40,5

Tez çalışması kapsamında ana bağlayıcının bor atığı olmasından dolayı, atık miktarının harç karışımları içerisinde mümkün olduğunca yüksek oranda tutulması hedeflenmiştir. Yukarıda bahsedilen sonuçların elde edilmesinin ardından, Kırka atığı oranının artırılması ile birlikte, artan Na₂O miktarının karışımların basınç dayanımlarına etkisinin incelenebilmesi için yeni karışımlar dökülmüştür. Bu kapsamda hazırlanan karışımlar K30-8, K50-8, K70-8 ve K90-8 ile K30-12, K50-12, K70-12 ve K90-12'dir. Dökülen karışımların özellikleri Çizelge 4.13'te verilmiştir. Bu karışımların 28. ve 56. gün basınç dayanımları belirlenmiştir.

Çizelge 4. 13 : Oda sıcaklığında kür edilen harç karışımlarının özellikleri.

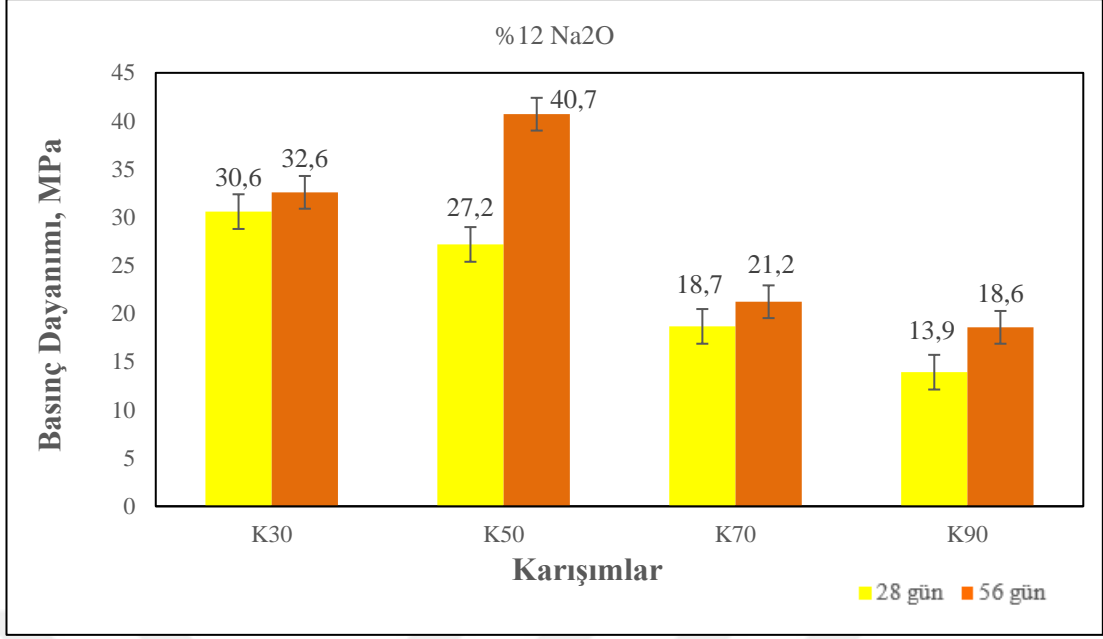
Karışım No	Karışım Kodu	Aktivatör/Bağlayıcı (%)	YFC Oranı (%)	s/b Oranı
1	K30-8	2,4	70	0,44
2	K50-8	4,0	50	0,46
3	K70-8	5,6	30	0,49
4	K90-8	7,2	10	0,50
5	K30-12	3,6	70	0,45
6	K50-12	6,0	50	0,47
7	K70-12	8,4	30	0,495
8	K90-12	10,8	10	0,50

Karışımlar içerisinde kırka bor atığı miktarının artması ile karışımların su ihtiyacı artmıştır. Hedeflenen yayılma değerleri daha yüksek su/bağlayıcı oranında elde edilmiştir. Diğer yandan sabit kırka bor atığı oranında ve farklı Na₂O oranına sahip karışımlarda, Na₂O oranının su/bağlayıcı oranı üzerinde çok etkin olmadığı sonucu çıkarılabilmektedir. Oda sıcaklığında kür ile ilgili çalışmaların ikinci aşamasında hazırlanan harç karışımlarından elde edilen sonuçlar Şekil 4.28 ve Şekil 4.29'da görülmektedir. Şekil 4.28'de görüldüğü gibi, tüm karışımlarda beklenildiği üzere, 56 günlük numunelerin basınç dayanımları 28 günlük basınç dayanımlarına göre daha yüksektir. Bu durum 28. günden sonra da iç yapıda reaksiyonların devam ettiğini ve numunelerin dayanım kazanma sürecinin devam ettiğini göstermektedir. Optimum sonuç K50-8 numunesinden elde edilmiştir. K50-8 numunesinin basınç dayanımı değeri her iki yaşta (28 ve 56) da en yüksek (34,0 MPa ve 44,3 MPa) değerdir. Basınç dayanımındaki artış oranı yaklaşık %30'dur. Karışımlar içerisinde yer alan kırka bor atığının %50'nin üzerine çıkması ile karışımların basınç dayanımlarında düşüş meydana gelmiştir. Çizelge 4.13'te görüldüğü gibi, kırka bor atığının %50'nin üzerine çıkması ile aktivatör/bağlayıcı oranı %4'ün üzerine çıkmakta ve bu durum basınç dayanımlarını düşürmektedir. Aktivatör oranının yanı sıra su/bağlayıcı oranının da artması basınç dayanımlarının düşmesinde etkili olmuştur.



Şekil 4. 28 : %8 Na₂O içeren Kırka bor atığı ile farklı oranlarda YFC içeren karışımların basınç dayanımı değerleri.

%12 Na₂O oranına sahip bor atığı kullanılarak hazırlanan ve belirli oranlarda YFC içeren karışımlardan elde edilen basınç dayanımı değerleri Şekil 4.29'da gösterilmektedir. K30 ve K70 karışımlarının basınç dayanımı incelendiğinde, 28 ve 56 günlük basınç dayanımları arasında belirgin bir fark görülmemektedir. Bu numunelerin 28. günden sonra dayanım kazanma hızı azalmıştır. En yüksek dayanım 28 günde K30 (30,6 MPa) karışımında, 56 günde K50 (40,7 MPa) numunesinden elde edilmiştir. Optimum sonuç ise %8 Na₂O içeren seride olduğu gibi, K50 numunesinden elde edilmiştir. Karışımlar içerisinde yer alan Kırka bor atığı oranının %50'nin üzerine çıkması ile özellikle 56 günlük numunelerin basınç dayanımlarında %50'yi aşan azalma olmuştur. Yukarıda bahsedildiği gibi su/bağlayıcı ve aktivatör/bağlayıcı oranlarının artması bu serilerde de basınç dayanımlarında düşüşe neden olmuştur.



Şekil 4. 29 : %12 Na₂O içeren Kırka bor atığı ile farklı oranlarda YFC içeren karışımların basınç dayanımı değerleri.

Oda kuru uygulanan karışımlarla ilgili yapılan deney sonuçları değerlendirildiğinde oda kuru uygulanacak karışımların ana deney çalışmaları için 4 adet karışım seçilmiştir. Bu karışımlar K50-8, K50-12, K70-8 ve K70-12'dir. Bu karışımların seçilmesinin nedeni, farklı bor atığı ve Na₂O oranının deneysel çalışma sonuçlarını nasıl etkidiğinin görülmek istenmesidir.

4.5 Emet Bor Atığı Kullanılarak Üretilen Tek Bileşenli Geopolimer Harç Karışımlarının Deneysel Sonuçları

Kırka atığı için elde edilen optimum kalsinasyon sıcaklığı ve süresi, Emet atığı için de denenmiştir. Emet atığı da Kırka atığı gibi 650 °C sıcaklıkta 3 saat boyunca kalsine edilmiş ve sonrasında aynı prosedürler uygulanarak harç karışımları hazırlanmıştır. Fakat Kırka için bulunan optimum değerlerle, Emet atığından basınç dayanımı elde edilememiştir. Bu nedenle çalışmalara Çizelge 4.14'te özellikleri verilen karışımlar üzerinde devam edilmiştir.

Çizelge 4. 14 : Emet atığı ile yapılan karışımların özellikleri.

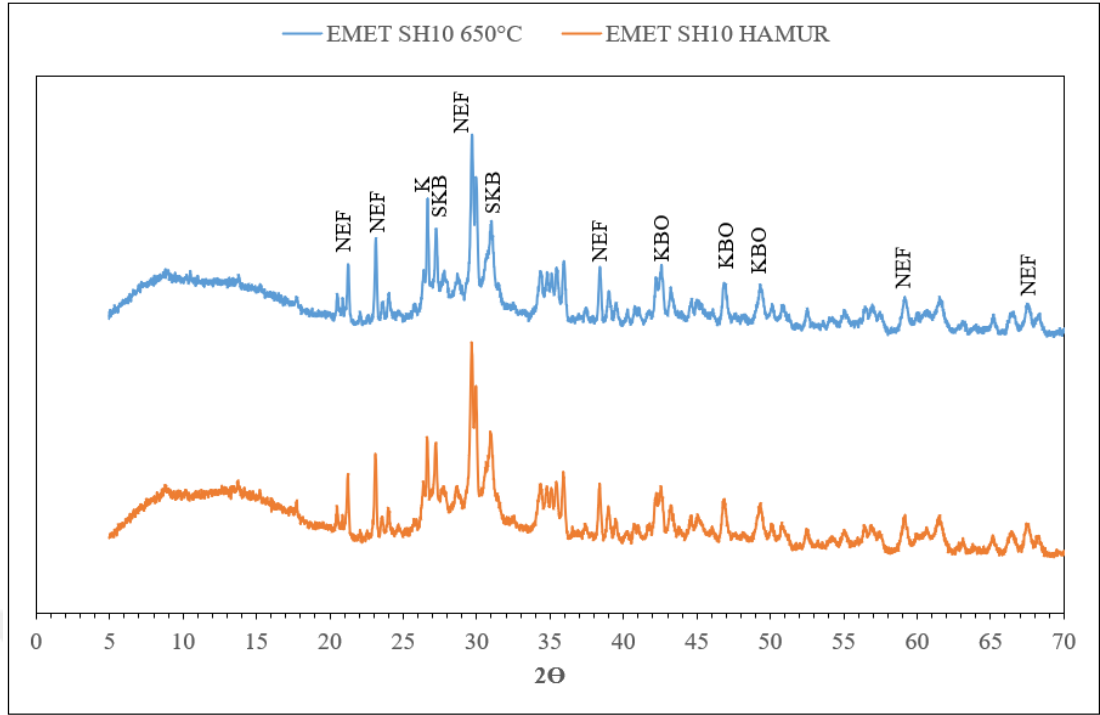
Karışım No	Karışım Kodu	Kalsinasyon Sıcaklığı (°C)	Kalsinasyon Süresi (Saat)	Aktivatör Tipi	Aktivatör Oranı (%)	YFC Oranı (%)	s/b Oranı	Yayılma (mm)
1	SH4	650	3	Sodyum hidroksit	4	-	0,50	107
2	SH8	650	3	Sodyum hidroksit	8	-	0,50	109
3	SK20	650	3	Sodyum karbonat	20	-	0,55	195
4	SK10	550	3	Sodyum karbonat	10	-	0,60	Yayılma yok
5	SK15	550	3	Sodyum karbonat	15	-	0,60	115
6	SK20	550	3	Sodyum karbonat	20	-	0,60	132
7	SK10	600	3	Sodyum karbonat	10	-	0,60	113
8	SK15	600	3	Sodyum karbonat	15	-	0,60	160
9	SK20	600	3	Sodyum karbonat	20	-	0,60	Yayılma yok.
10	SH4	625	3	Sodyum hidroksit	4	-	0,55	139
11	SH8	625	3	Sodyum hidroksit	8	-	0,52	115
12	SK20	625	3	Sodyum karbonat	20	-	0,50	Yayılma yok.
13	SH8	700	3	Sodyum hidroksit	8	-	0,50	135
14	SK20	700	3	Sodyum karbonat	20	-	0,50	134
15	SH10	700	2	Sodyum hidroksit	10	-	0,48	
16	SH14	700	2	Sodyum hidroksit	14	-	0,48	Yayılma değerlerine bakılmadı.
17	SH8	700	3	Sodyum hidroksit	8	50	0,45	
18	SK20	700	3	Sodyum karbonat	20	50	0,45	

Literatürde, Kırka bor atıklarının geopolimer bağlayıcı üretiminde ana bağlayıcı olarak kullanımı ile ilgili herhangi bir çalışma bulunamamıştır. Ayrıca Kırka bor atıklarının çimentolu sistemler içerisinde kullanımı ile ilgili çalışma sayısı da oldukça kısıtlıdır. Çalışmalar sonucunda Kırka bor atığı kullanılarak tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Fakat iki bileşenli geopolimer sistemi içerisinde

çok iyi sonuçlar veren Emet atığı ile üretilen tek bileşenli harç karışımlarından basınç dayanımı elde edilememiştir.

Kırka ve Emet bor atıklarının Çizelge 4.1’de verilen kimyasal bileşimleri kıyaslandığında, iki atık arasında önemli farkların olduğu görülmektedir. Kırka bor atığı içerisinde yaklaşık %19 MgO ve %5 Na₂O bulunmaktadır. Emet atığında ise bu oksit miktarları Kırka atığı ile kıyaslandığında düşük kalmaktadır. Ayrıca her iki atık CaO oranları bakımından incelendiğinde de belirgin bir farkın olduğu görülmektedir. Kırka atığı içerisinde CaO ve MgO miktarının fazla olmasının sebebi yapısında dolomit fazının bulunmasından kaynaklanmaktadır. Emet atığında SiO₂ ve Al₂O₃ miktarları sırasıyla %29 ve %8 iken Kırka atığında bu değerler %19 ve %1,5 düzeyindedir. Bilindiği gibi geopolimer sistemleri içerisinde SiO₂ ve Al₂O₃ geopolimerizasyon ürünlerinin oluşumunda önemli bir rol oynamaktadır. Bu nedenle Emet atığında daha fazla bulunmaları ilk etapta avantaj olarak görülebilir. Fakat her iki atık bor oranları bakımından incelendiğinde, Emet atığında %26 iken Kırka atığında %6’dır. Bagheri vd. [25], yapmış oldukları çalışmada sodyum boraksı (Na₂B₄O₇) aktivatör olarak geopolimer bağlayıcı sistemi içerisinde kullanmıştır. Yazarlar sodyum boraksın karışım içerisindeki değerinin artması ile karışımların basınç dayanımlarına negatif etkisinin olduğunu ve dramatik bir düşüşün meydana geldiğini rapor etmiştir. Bu tezde ham maddeler alkali füzyon yöntemi ile kalsine edilmektedir. Yani ham maddeler sodyum hidroksit ile birlikte kalsine edilmektedir. Emet atıklarının kalsinasyonu sırasında içerisinde bulunan bor minerali ile sodyum hidroksitin birleşerek, sodyum ve bor içeren yeni bileşiklerin oluşma ihtimali oldukça yüksektir. Bu bileşiklerin oluşup oluşmadığını belirleyebilmek için, SH10 içeren tek bileşenli toz malzeme ile bu malzemeden üretilen hamur karışımının XRD patern çekimleri yapılmıştır. XRD patern çekimleri Şekil 4.30’da gösterilmiştir. Şekil 4.30’dan da görüldüğü gibi tek bileşenli toz malzeme ve bu toz malzeme ile üretilen hamur karışımının XRD patern çekimleri aynıdır. Şekil 4.30’da toz malzeme ile hamur karışımı arasında herhangi bir farkın oluşmaması, tek bileşenli toz malzemenin su ile birleşmesinin ardından yeni reaksiyon ürünlerinin meydana gelmediğini göstermektedir. Alkali füzyon yönteminin ardından iç yapıda, nefelin (Na₃K_{0.74}(AlSiO₄)₄, PDF Kart No: 01-083-4902), kuvarz (SiO₂, PDF Kart No: 00-005-0490) sodyum kalsiyum bor oksit (NaCaB₅O₉, PDF Kart No:04-012-8233) ve kalsiyum borat (CaB₂O₄, PDF Kart No: 00-032-0155) kristal yapıları oluşmuştur.

XRD analizi sonucunda iç yapıda, sodyum kalsiyum bor oksit ve kalsiyum borat gibi, sodyum ve bor içeren yeni bileşiklerin oluştuğu görülmektedir. Bor atığı ve sodyum hidroksitin birlikte kalsine edilmesi sırasında oluşan bu yapılar, daha önce rapor edilen çalışmada olduğu gibi hazırlanan karışımların basınç dayanım gelişimini engellemiştir [25]. Ayrıca sodyum ve bor içeren fazların, çimentolu ve geopolimer bağlayıcı sistemlerde reaksiyon hızını düşüren bir etkisinin olduğu bilinmektedir. Bununla birlikte 650 °C sıcaklıkta kalsinasyon işleminin ardından Şekil 4.30'dan da görüldüğü gibi nefelin fazı oluşmuştur. Literatürde nefelin fazının 900 °C ve üzeri sıcaklıklarda oluştuğu rapor edilmektedir [55]. Tez kapsamında nefelin fazının yaklaşık 250 °C daha düşük sıcaklıkta oluştuğu görülmektedir. Çizelge 4.1'de görüldüğü üzere Emet bor atığının içerisinde bor oksit miktarının fazla olması ve alkali füzyon yöntemi sırasında bağlayıcının %10'u kadar sodyum hidroksit ilavesi yapılması, bu oksitlerin matris fazındaki miktarlarını arttırmıştır. Bu oksitlerin aynı zamanda ergitici özelliklerinin olmasından dolayı, nefelin fazının daha düşük sıcaklıklarda oluştuğu düşünülmektedir. Sonuç olarak alkali füzyon yöntemi sonucunda üretilen toz malzemenin içerisinde oluşan, nefelin ve diğer kristal yapılar malzemenin reaktifliğini azaltarak geopolimer reaksiyonlarını engellediği düşünülmüştür. Bu nedenle bu bağlayıcı, su ile karıştırıldığında bağlayıcı özelliği olan yeni bir ürün oluşturmamış ve Kırka atığından elde edilen basınç dayanımları elde edilememiştir. Yeni oluşan fazların yanı sıra, atıklardaki MgO miktarı da numunelerin basınç dayanımı gelişimi üzerinde etkili olmuştur. Yang vd. [54], yapmış oldukları çalışmada kalsine edilmiş dolomitin, tek bileşenli geopolimer sistemler üzerindeki etkisini incelemiştir. Yapılan çalışmada reaktif MgO oluşumu ile geopolimerizasyon reaksiyonları sonucunda oluşan reaksiyon ürünlerinin arttığını ve buna bağlı olarak 28 günlük basınç dayanımlarında artışların gözlemlendiğini rapor etmiştir. Bu tez kapsamında da Kırka atığından dayanım elde edilmesi ve Emet atığından dayanım elde edilememesinin nedenlerinden birisinin de atıkların içerisindeki MgO içeriğinin farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Kırka atığı içerisinde dolomit fazı bulunmaktadır. Dolomitten gelen magnezyum ve kalsiyum karbonatlı bileşikler, kalsinasyon sürecinde bozularak reaktif MgO ve CaO fazlarını oluşturmaktadır (Denklemler 4.1). Bu fazlar da geopolimerizasyon ürünlerinin oluşumunda pozitif katkıları bulunmaktadır. Görüldüğü gibi tez kapsamında bulunan deneysel sonuçlar, iç yapı analizleri ve literatürde daha önceden rapor edilen sonuçlar örtüşmektedir.



Şekil 4. 30 : Tek bileşenli toz malzeme ile bu toz malzeme ile üretilen hamur karışımının XRD patern çekimi (NEF: Nefelin, K: Kuvartz, SKB: Sodyum kalsiyum borat, KBO: Kalsiyum borat).

4.6 Tek bileşenli geopolimer harçlarla ilgili 3. aşama deney sonuçları

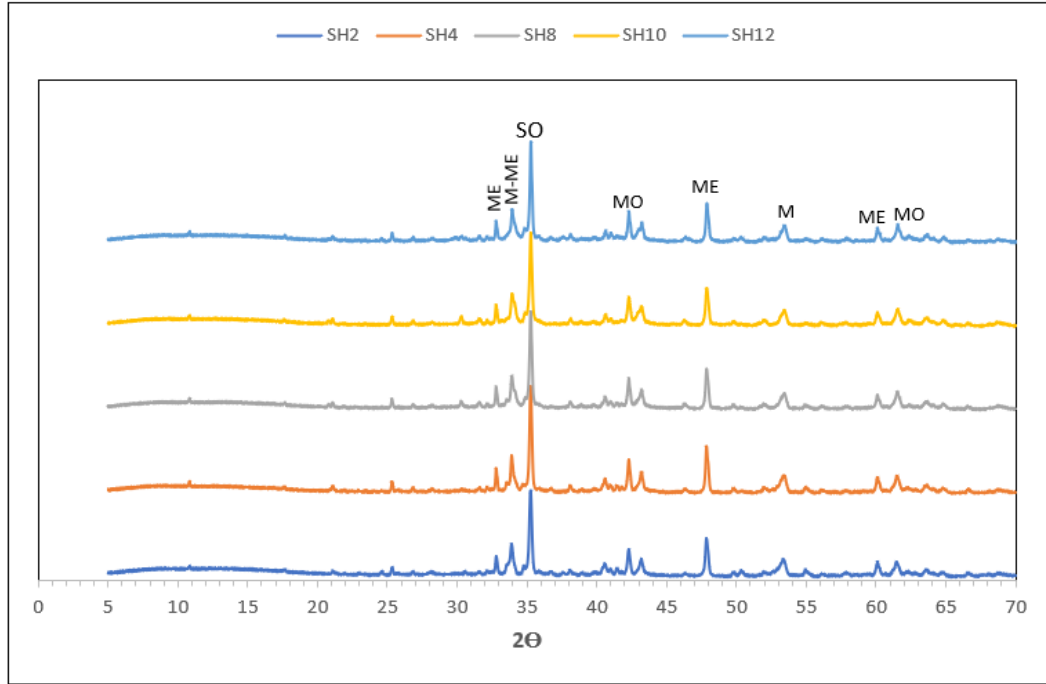
Bu aşamada hazırlanan numunelere iki farklı kür yöntemi (yüksek sıcaklık ve oda kürü) uygulanmıştır. Bölüm 4.3.5'te de belirtildiği gibi, yüksek sıcaklık kürü uygulanan numuneler 100 °C sıcaklıkta 12 saat boyunca kür edilmiştir. Hazırlanan numunelerin basınç ve eğilme dayanımları, kılcallık (kapilarite) katsayısı ve toplam su emme değerleri, kuruma büzülmesi özellikleri, suya karşı kalıcılık özellikleri, yüksek sıcaklığa dayanıklılık özelliklerinin yanı sıra karışımların priz başlangıç ve priz bitiş süreleri belirlenmiştir. Ayrıca seçilen karışımlar üzerinde mikro yapı analizleri yapılmıştır. Bu bölümde, daha önceki bölümlerde yapılan deneyler sonucunda belirlenen parametreler kullanılmıştır.

4.6.1 Alkali füzyon yöntemi ile elde edilen tek bileşenli geopolimer toz bağlayıcıların karakterizasyonu

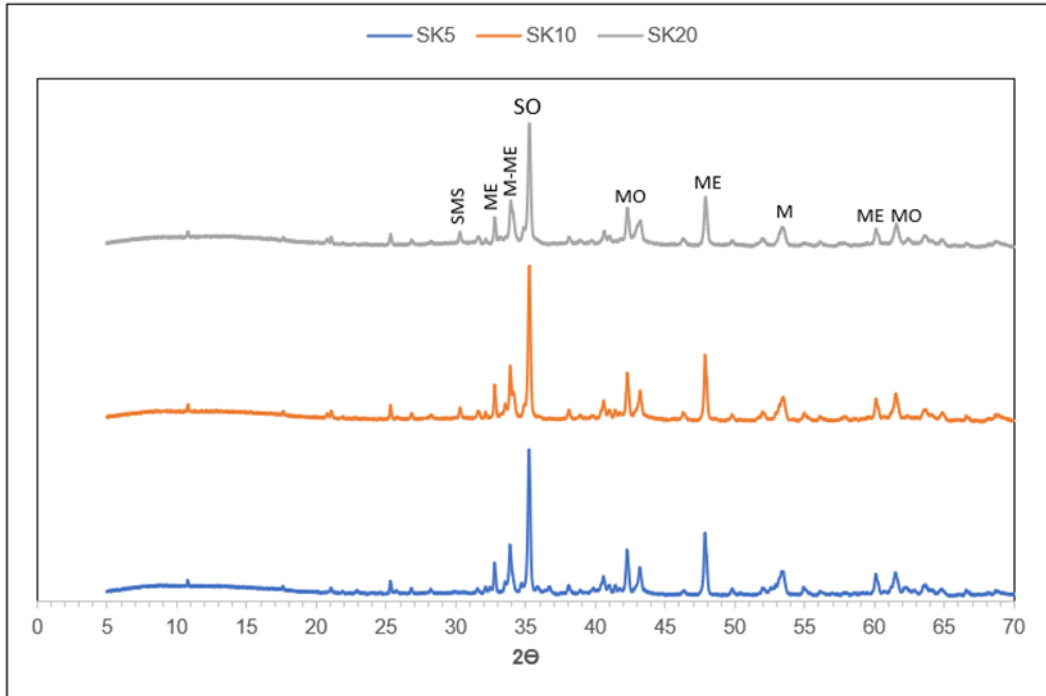
Bölüm 4.1'de Kırka, Bigadiç ve Emet bor atıkları ile ilgili yapılan karakterizasyon çalışmaları ile ilgili elde edilen sonuçlar rapor edilmiştir. Bölüm 4.1'de analiz sonuçları verilen kalsine malzemelerin kalsinasyon işlemi, alkali füzyon yöntemi kullanılmadan yapılmıştır. Bu bölümde alkali füzyon yöntemi kullanılarak üretilen toz

malzemelerin iç yapı analizleri ile ilgili değerlendirmeler sunulmuştur. Ayrıca alkali füzyon yöntemi kullanılarak elde edilen toz malzemeler ile alkali füzyon yöntemi kullanılmadan elde edilen toz malzemelerin iç yapı farklılıklarına değinilecektir. Tez kapsamında yer alan üçüncü aşama deneylerinde, 8 farklı geopolimer bağlayıcı kullanılmıştır. Bunların beşi aktivatör olarak sodyum hidroksit (SH2, SH4, SH8, SH10 ve SH12) kullanılarak elde edilen bağlayıcılar iken; geri kalan üç bağlayıcıda aktivatör olarak sodyum karbonat (SK5, SK10 ve SK20) kullanılmıştır. Üretilen geopolimer bağlayıcıların (650 °C sıcaklık ve 3 saat) XRD patern çekimleri Şekil 4.31 ve Şekil 4.32’de verilmiş olup, bu şekillerden de görüldüğü gibi aktivatör tipi ve dozajına bakılmaksızın, Kırka bor atıklarının alkali füzyon yöntemi kullanılarak kalsinasyonu sonucunda oluşan fazlarda herhangi bir farklılık görülmemektedir. Alkali füzyon yöntemi kullanılarak yapılan kalsinasyon işleminin ardından iç yapıda mervinit ($\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$, PDF Kart No: 04-011-6738), montiselit (CaMgSiO_4 , PDF Kart No: 00-035-0590), sodyum oksit (Na_2O_2 , PDF Kart No: 00-001-1105), magnezyum oksit (MgO , PDF Kart No: 01-080-4184) ve sodyum alüminyum silikat (PDF Kart No: 04-008-0811) kristal yapıları saptanmıştır. SK10 ve SK20 karışımlarında ise, diğer karışımlardan farklı olarak sodyum magnezyum silikat ($\text{Na}_2\text{MgSiO}_4$, PDF Kart No: 04-013-3491) yapısının oluştuğu görülmektedir. Mervinit ($\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$) ve montiselit (CaMgSiO_4) kalsiyum magnezyum silikat grubunun üyesidir. Çizelge 4.1’de yer alan ham Kırka bor atığının XRF analizi incelendiğinde, iç yapıda en fazla silisyum, kalsiyum ve magnezyum oksitlerin olduğu görülmektedir. Bu nedenle iç yapıda kalsiyum, magnezyum ve silisyum içeren yeni fazlar oluşmuştur. Tüm bağlayıcılarda yaklaşık 35° (2θ) bulunan pik ise sodyum oksite aittir. Bu pikin varlığı aktivatör olarak kullanılan sodyum hidroksit ve sodyum karbonattan kaynaklanmaktadır. Ayrıca sodyum oksitin kristal faz olarak gözükmesi, alkali füzyon yönteminin ardından matris fazında serbest sodyum oksitin varlığına işaret etmektedir. Şekil 4.3’te verilen ham Kırka bor atığının XRD patern çekiminde dolomit piklerinin ağırlıkta olduğu görülmektedir. Dolomitin Denklem 4.1’de verilen dekarbonizasyon reaksiyonu sonucunda bozunması ile MgO yapısı oluşmaktadır. Açığa çıkan MgO yapısının bir kısmı, kalsiyum ve silisyum ile birleşerek mervinit ve montiselit fazlarını oluştururken, bir kısmı da herhangi bir şekilde kimyasal bağ yapmayarak sistem içerisinde olduğu gibi kalmıştır. Şekil 4.3’te tinkalkonit pikleri görülürken, alkali füzyon yönteminin ardından elde edilen bağlayıcılarda tinkalkonit pikine rastlanılmamıştır. Tinkalkonite ait bir pikin olmaması ve/veya bor içeren herhangi bir

kristal fazın olmaması, bor bileşiklerinin kristal yapılarının bozunduğunu göstermektedir.

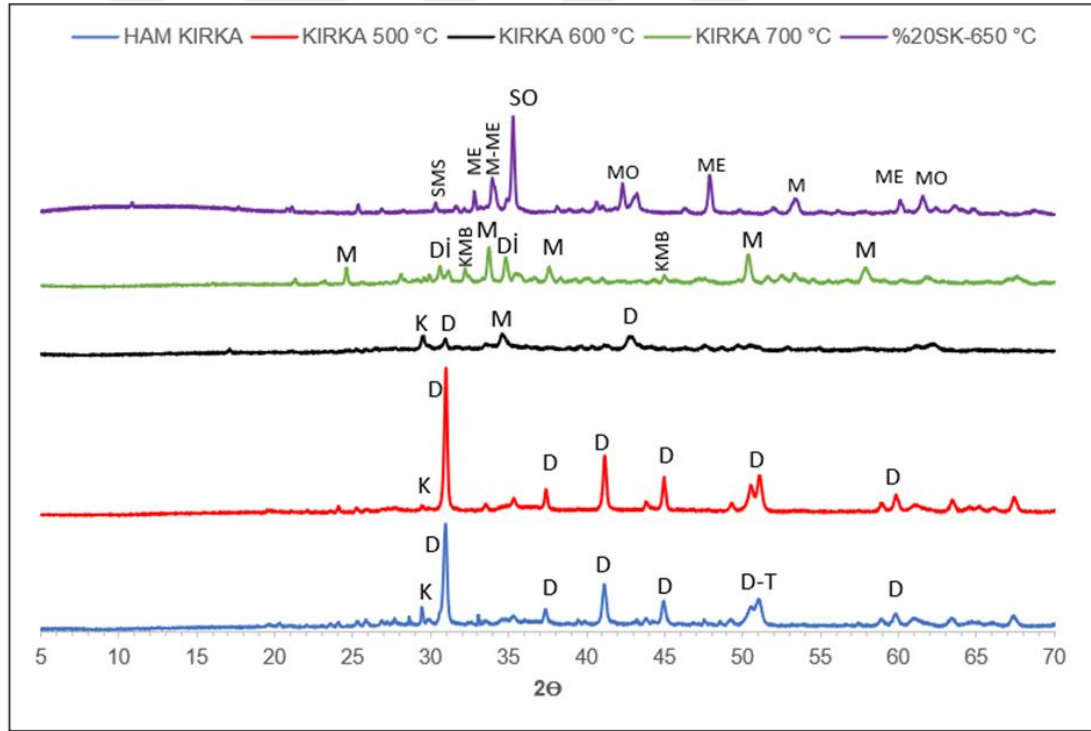


Şekil 4. 31 : Farklı oranlarda SH içeren bağlayıcıların XRD patern çekimleri (ME: Mervinit, M: Montiselit, SO: Sodyum Oksit, MO: Magnezyum Oksit).



Şekil 4. 32 : Farklı oranlarda SK içeren bağlayıcıların XRD patern çekimleri (SMS: Sodyum magnezyum silikat, ME: Mervinit, M: Montiselit, SO: Sodyum Oksit, MO: Magnezyum Oksit).

Alkali füzyon yöntemi kullanılarak yapılan kalsinasyon işlemleri ile alkali füzyon yöntemi kullanılmadan yapılan kalsinasyon işleminin Kırka bor atığının mineralojik yapısında meydana getirdiği farklılık Şekil 4.33'te görülmektedir. %20 sodyum karbonat içeren ve alkali füzyon yöntemi ile elde edilen bağlayıcı (SK20) ile farklı sıcaklıklarda ve alkali füzyon yöntemi kullanılmadan elde edilen toz malzemelerin XRD patern çekimleri karşılaştırılmıştır. Alkali füzyon yöntemi kullanılmadan 600 °C sıcaklıkta elde edilen bağlayıcının yapısında az da olsa dolomit pikleri mevcut iken, 650 °C sıcaklıkta alkali füzyon yöntemi ile elde edilen malzemede dolomit pikleri tamamen bozunmuştur. Her iki yöntemde de yüksek sıcaklıklarda kalsinasyon işlemi sonucunda montiselit pikleri oluşmuştur. Alkali füzyon yöntemi uygulanmadan 700 °C sıcaklıkta kalsine edilen Kırka bor atığında kalsiyum magnezyum borat ve diopsit pikleri mevcut iken, alkali füzyon yöntemi ile elde edilen bağlayıcıda bu piklere rastlanılmamıştır.



Şekil 4. 33 : Alkali füzyon yönteminin mineralojik yapıya etkisi (K: Kalsit, D: Dolomit, T: Tinkalkonit, Di: Diopsit, KMB: Kalsiyum Magnezyum Borat).

4.6.2 Yüksek sıcaklık kürü uygulanan geopolimer harç numunelerinden elde edilen deneysel sonuçlar ve iç yapı analizleri

4.6.2.1 Priz sürelerinin belirlenmesi

Çizelge 4.15'te geopolimer hamur numunelerinin priz başlangıç ve bitiş süreleri görülmektedir. Çizelge 4.15'ten görüldüğü gibi, kullanılan sodyum hidroksit ve sodyum karbonat miktarının artması ile hem priz başlangıç hem de priz bitiş sürelerinde kısalma olmuştur. Aktivatör oranının artması geopolimerizasyon reaksiyonlarının daha hızlı gelişmesine ve priz sürelerinin kısalmasına neden olmuştur. SH4 ve SK10 hamur numunelerinde priz başlangıç süreleri sırasıyla 550 ve 420 dakikadır. SH10 ve SK20 numunelerinde ise priz başlangıç süreleri aktivatör miktarının artması ile birlikte sırasıyla 125 ve 60 dakika olmuştur. Ayrıca priz bitiş süreleri göz önüne alındığında aktivatör oranı yüksek numunelerde priz bitiş yaklaşık 3 saattir. Bu sonuçlardan reaksiyonların gelişiminde aktivatör oranının etkisi net bir şekilde görülmüştür.

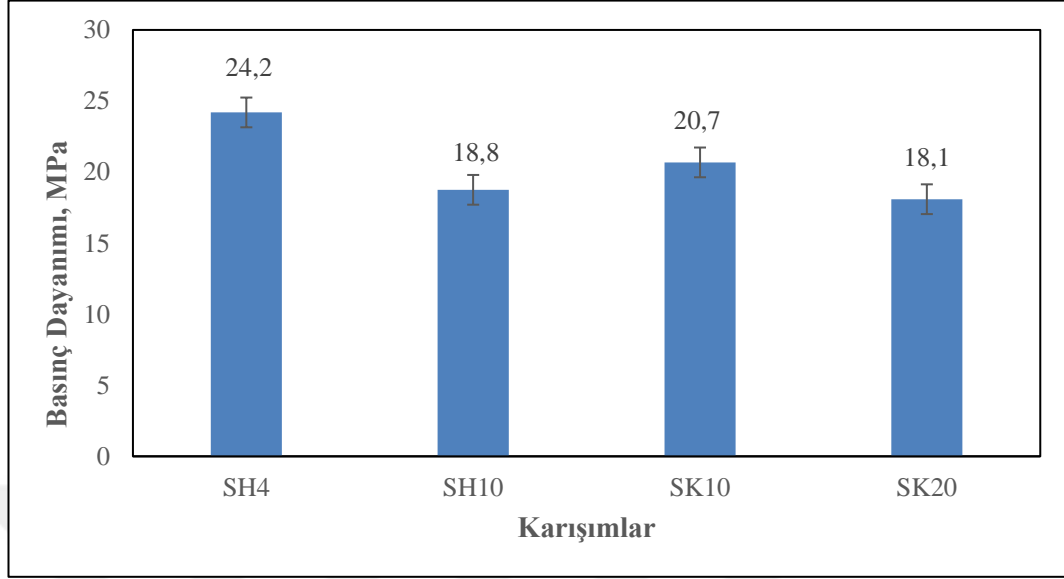
Çizelge 4. 15 : Priz süreleri belirlenen hamur karışımlarının karışım dizaynları, priz başlangıç ve bitiş değerleri.

Karışım No	Karışım Kodu	Aktivatör Oranı (%)	Aktivatör Tipi	Priz Başlangıcı (dakika)	Priz Bitişi (dakika)
1	SH4	4	Sodyum Hidroksit	550	720
2	SH10	10	Sodyum Hidroksit	125	180
3	SK10	10	Sodyum Karbonat	420	660
4	SK20	20	Sodyum Karbonat	60	175

4.6.2.2 Harç numunelerinin basınç ve eğilme dayanımları

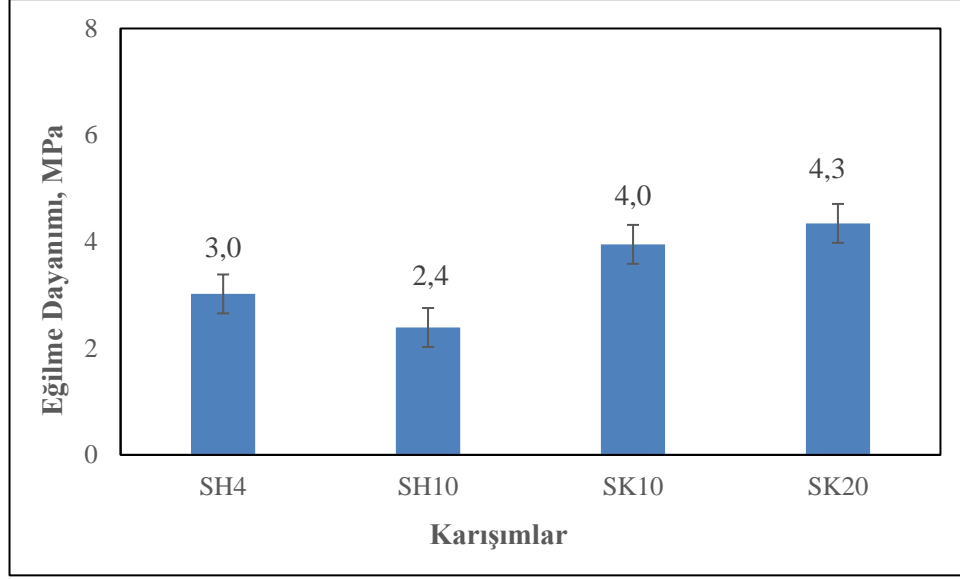
Şekil 4.34'te yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin basınç dayanımı sonuçları gösterilmiştir. Şekil 4.34'ten görüldüğü gibi aktivatör tipine bakılmaksızın, aktivatör oranı arttıkça basınç dayanımları azalmıştır. En yüksek basınç dayanımı (24,2 MPa) %4 Na₂O içeren numunelerden elde edilmiştir. Na₂O oranının %10'a artması ile basınç dayanımında (18,8 MPa) yaklaşık %28'lik düşüş olmuştur. Aktivatör olarak sodyum karbonat içeren numunelerde de sodyum hidroksit içeren numunelere benzer olarak, daha düşük aktivatör oranlarında basınç dayanımları daha yüksek bulunmuştur. Farklı oranlarda sodyum hidroksit içeren numunelerin basınç dayanımları arasında yaklaşık

%30 fark var iken, sodyum karbonat içeren numunelerin basınç dayanımları arasında bu fark yaklaşık %14'tür.



Şekil 4. 34 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan karışımların basınç dayanımı sonuçları.

Şekil 4.35'te yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin eğilme dayanımı sonuçları verilmiştir. Sodyum hidroksit içeren numunelerin eğilme dayanımı değerleri, Na₂O oranı arttıkça, %20 oranında azalmıştır. Sodyum hidroksit içeren numunelerin eğilme dayanımlarında var olan eğilim, basınç dayanımındakilerle benzerdir. Fakat sodyum karbonat içeren numunelerde, sodyum karbonat oranı arttıkça (basınç dayanımının aksine) eğilme dayanımı bir miktar artmıştır.

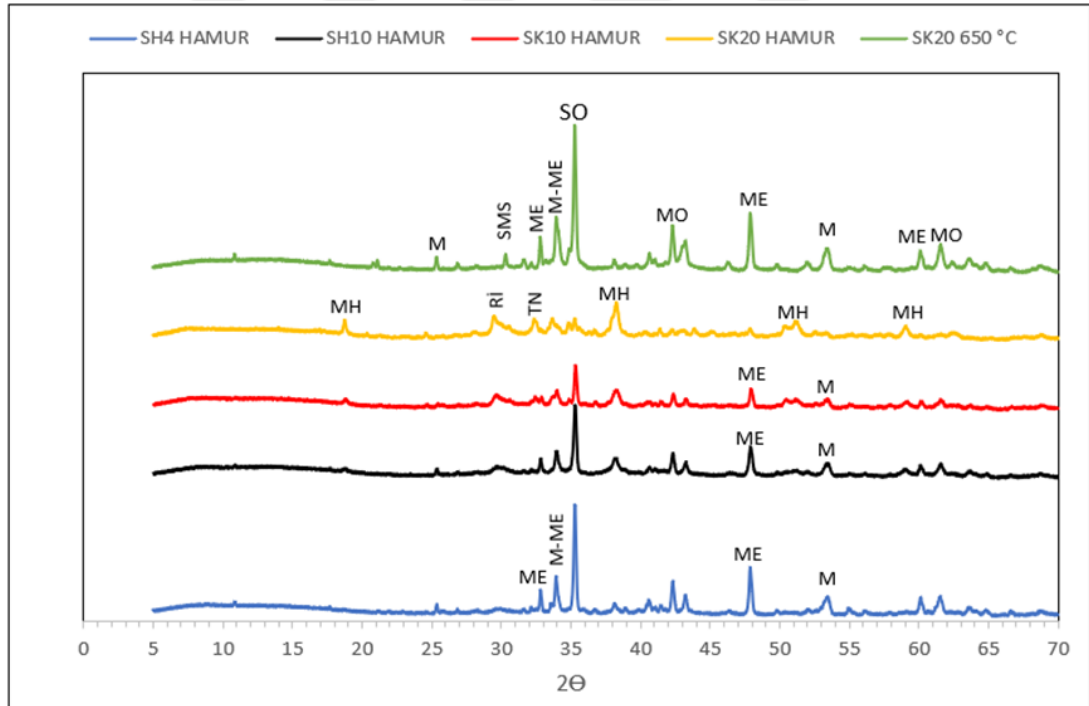


Şekil 4. 35 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin eğilme dayanımı sonuçları.

Deneysel olarak mekanik sonuçların elde edilmesinin ardından sonuçların yorumlanması, kalsinasyon sürecinde ve tek bileşenli geopolimer bağlayıcıların su ile reaksiyonu sonucunda iç yapıda meydana gelen değişimlerin tespiti için bazı iç yapı analizleri yapılmıştır. Yapılan XRD, FT-IR ve SEM analizleri sonucunda elde edilen bulgular aşağıda ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır.

Şekil 4.34'te basınç dayanımı sonuçları verilen hamur karışımlarının XRD patern çekimi, Şekil 4.36'da görülmektedir. Ayrıca Şekil 4.36'da hamur numunelerinin XRD patern çekiminin yanı sıra alkali füzyon yöntemi sonucu elde edilen SK 20 tek bileşenli bağlayıcının XRD patern çekimi de bulunmaktadır. Buna göre, hamur numunelerinin XRD analizi sonucu elde edilen piklerin yerleri ve büyüklükleri benzerlik göstermektedir. Genel olarak hamur numunelerinde brusit ($Mg(OH)_2$, PDF Kart No:01-073-8391), thermonatrite ($Na_2CO_3 \cdot H_2O$, PDF Kart No:00-008-0448), riversideite ($Ca_5Si_6O_{16}(OH)_2$, PDF Kart No:00-029-0329), montiselit fazları bulunmaktadır. SK20 toz numune ve SK20 hamur numunesi sonuçları karşılaştırıldığında; hamur numunesinde yeni fazların oluştuğu görülmektedir. SK20 toz numunesinde bulunan MgO, hamur üretimi sırasında su ile reaksiyona girerek magnezyum hidroksit fazını oluşturmuştur. Bu nedenle magnezyum oksit piki SK20 toz numunesinde görünürken, başta SK20 hamur numunesinde olmak üzere bu pik kaybolmuş ve magnezyum hidroksit piki oluşmuştur. Ayrıca SK20 toz malzemede bulunan sodyum oksit pik şiddeti, özellikle SK20 hamur numunesinde azalmış ve thermonatrite piki oluşmuştur. Bu faz sodyum oksit, havadaki CO_2 ve suyun birleşmesi

sonucunda meydana gelmiştir. Thermonatrite fazı SK20 hamur numunesinde belirgin bir şekilde görülmekte iken, diğer hamur numunelerindeki pik şiddeti düşüktür. Toz numunesinde var olan mervinite ve montiselit fazları hamur numunelerinde de görülmektedir. Ayrıca hamur numunelerinde 29° (2θ)'de yeni bir pik oluşmuştur. Bu pik riversideite fazına aittir. Bu faz tobermorit grubunda olup hamur numunelerinin basınç dayanımının gelişimini sağlayan ve bağlayıcılık özelliği olan C-S-H jelidir. SK20'de bu faza ait pikin şiddeti daha fazla ve pik genişliği daha az iken, SH4 numunesinde pik şiddetinde azalmanın olduğu ve pik genişliğinde de artış olduğu görülmektedir. Bu durum SH4 numunesinde bu fazın kristal yapıdan amorf yapıya dönüşmüş olabileceğine işaret etmektedir. Bu nedenle de SH4 numunesinin basınç dayanımı değeri, SK20 numunesinin basınç dayanımı değerinden yaklaşık %30 daha fazla çıkmıştır. SH4, SH10 ve SK10 numunelerinde 35° (2θ)'de var olan sodyum oksit pik şiddetindeki azalmanın, SK20 hamur numunesine kıyasla daha düşük mertebelerde kaldığı görülmektedir. Bu sonuçlara göre hamur numunelerinde oluşan ve basınç dayanımından sorumlu ana bağlayıcı faz C-S-H jelidir.



Şekil 4. 36 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan kontrol hamur karışımlarının XRD patern çekimleri (SMS: Sodyum magnezyum silikat; SAS: sodyum alüminyum silikat, ME: Mervinit; M: Montiselit; SO: Sodyum Oksit; MO: Magnezyum Oksit; MH: magnezyum hidroksit; RI: riversideite; TN: Thermonatrite).

Şekil 4.37'de SH4, SH10, SK10 ve SK20 hamur numunelerinin FTIR spektrumları görülmektedir. Şekil 4.37'den de görüldüğü üzere tüm numunelerde 960 cm⁻¹ dalga

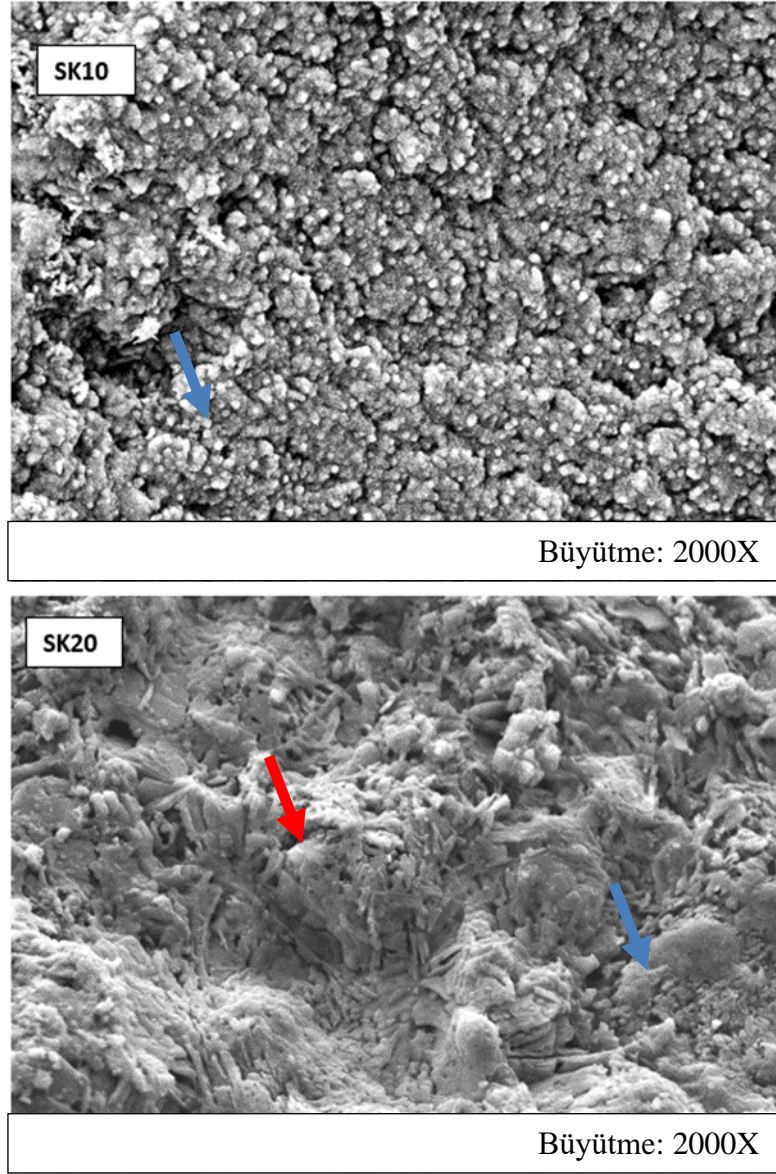
boyunda pik oluşumu gerçekleşmiştir. Bu dalga boyunda oluşan pik geopolimer yapının içerisinde var olan Si-O-T (T: Si veya Al) bağlarının asimetrik titreşiminden kaynaklanmaktadır [56]. SH4 numunesinde bu pikin genişliği ve şiddeti diğer numunelere göre daha fazladır. Bu durum SH4 numunesinin basınç dayanımının, diğer hamur numunelerine göre daha fazla olmasının nedenlerinden biridir. Yaklaşık olarak 1450 cm^{-1} bandında yer alan pik O-C-O bağlarının gerilme titreşimlerinden kaynaklanmakta olup, numunelerde atmosferik karbonatlaşmanın meydana geldiğini göstermektedir [56]. Yaklaşık olarak 880 cm^{-1} bandında oluşan pik geopolimer jel zincirlerinin oluşumunda etkili olan Si-O bağının terminal titreşimine aittir [57]. Bu pikin bant genişliğinin SH4 numunesinde, diğer numuneler kıyasla daha geniş olması basınç dayanımının diğer hamur numunelerine göre daha yüksek olmasında etkili olduğu düşünülmektedir. Yaklaşık olarak 3500 cm^{-1} ve 1650 cm^{-1} bantlarında oluşan pikler, sırasıyla OH^- iyonlarının gerilme titreşimleri ve su moleküllerinin eğilme titreşimlerine aittir [58].



Şekil 4. 37 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan hamur karışımlarının yüksek sıcaklığa dayanıklılık FTIR spektrumları.

Şekil 4.38’de SK10 ve SK20 kontrol hamur numunelerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.38’den de görüldüğü gibi SK10 numunesinin morfolojik yapısı SK20 numunesinden farklıdır. SK10 numunesinde mavi ok ile gösterilen bölgenin EDS analizi, kütlece %36 sodyum, %39 oksijen ve %23,66 kalsiyum atomlarından

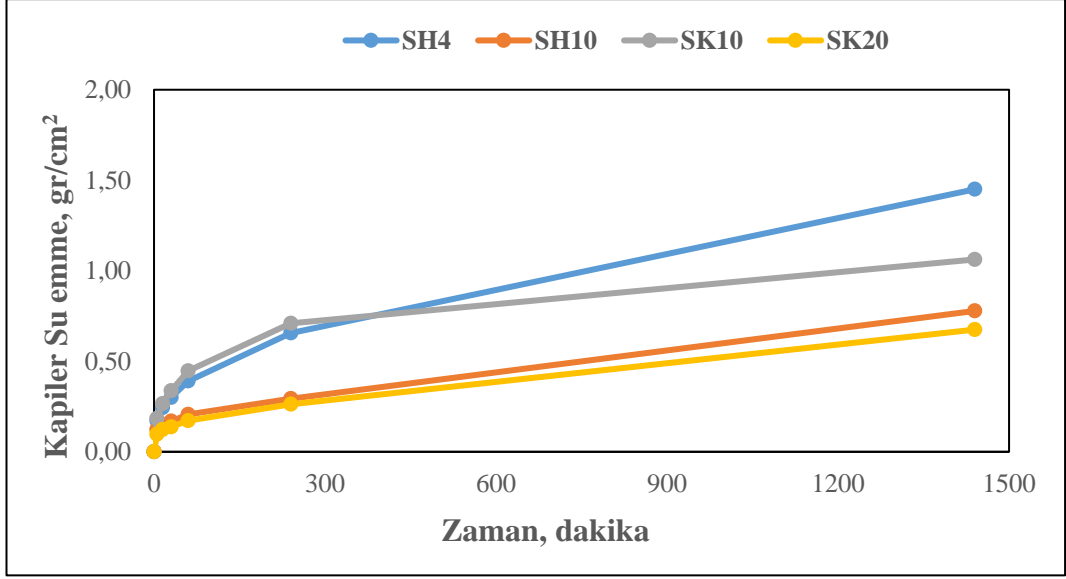
oluşturduğunu göstermiştir. Bu durum SK10 numunesinde, sodyum ve kalsiyumlu bileşiklerin reaksiyona girmeden matris fazı üzerine çöktüğü anlamına gelmektedir. Şekil 4.36'da yer alan XRD analizinden de görüleceği gibi hem %10 SK hem de %20 SK numunelerinde thermonatrite fazının oluştuğu görülmektedir. Bu sonuçla SEM analizinde bulunan sonuç birbiri ile uyumaktadır. Hem sodyumlu hem de kalsiyumlu bileşiklerin, oluşan reaksiyon ürünlerinin üzerine çökelmiş olması, matris fazında bulunan atomların EDS analizi ile belirlenmesini güçleştirmektedir. SK20 numunesinde ise 2 farklı noktada EDS analizi yapılmıştır. Kırmızı ok ile gösterilen bölgenin EDS analizi, %42,39 sodyum, %28,52 kalsiyum ve %27,40 oksijen atomundan oluşmaktadır. Mavi ok ile gösterilen bölgede ise %57,59 sodyum, %39,03 oksijen ve %2,09 kalsiyum atomları bulunmaktadır. Mavi ok ile gösterilen bölgede bulunan atomlar, bu yapının sodyum oksit olduğunu göstermektedir. Bu durumda sistem içerisinde sodyum oksit bileşeninin tamamen harcanmadığı ortaya çıkmaktadır. Şekil 4.36'da da SK20 numunesinde sodyum oksit pikinin bulunması bu durumu doğrulamaktadır. SK20 numunesinde kırmızı ok ile gösterilen bölgede de tıpkı SK10 numunesinde olduğu gibi kalsiyumlu ve sodyumlu bileşenlerin matris fazının üzerine çökmesi söz konusudur.



Şekil 4. 38 : SK10 ve SK20 kontrol hamur numunelerinin SEM görüntüleri.

4.6.2.3 Harç numunelerinin kapiler su emme değerleri

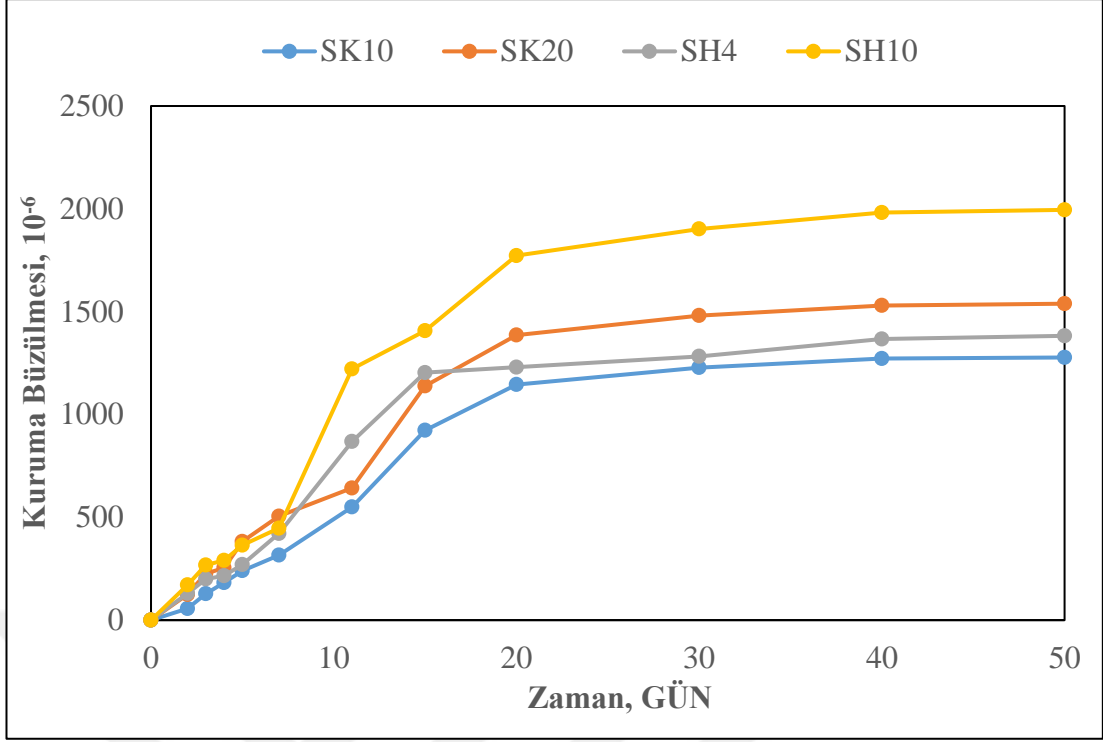
Şekil 4.39’da numunelerin kapiler su emme deneyi sonuçları görülmektedir. Aktivatör tipine bakılmaksızın, aktivatör oranı arttıkça, kapiler su emme değerlerinde düşüş meydana gelmiştir. SH10 ile SK20 numunelerinin kapiler su emme deneyinde göstermiş oldukları performans birbirlerine benzer ve en az kapiler su emme değerine sahip numuneler olmuşlardır. Fakat SH4 ve SK10 numunelerinin kapiler su emme özellikleri birbirlerinden farklıdır. Bu farklılık özellikle 300. dakikadan sonra kendini göstermiş olup, SH4 numunesinin kapiler su emme değeri artan bir eğilim içerisinde girmiştir. SK10 numunesi ise 300. dakikanın ardından, SH10 ve SK20 numunelerinkine benzer eğilim göstermiştir.



Şekil 4. 39 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin kapiler su emme deneyi sonuçları.

4.6.2.4 Harç numunelerinin kuruma büzülmesi değerleri

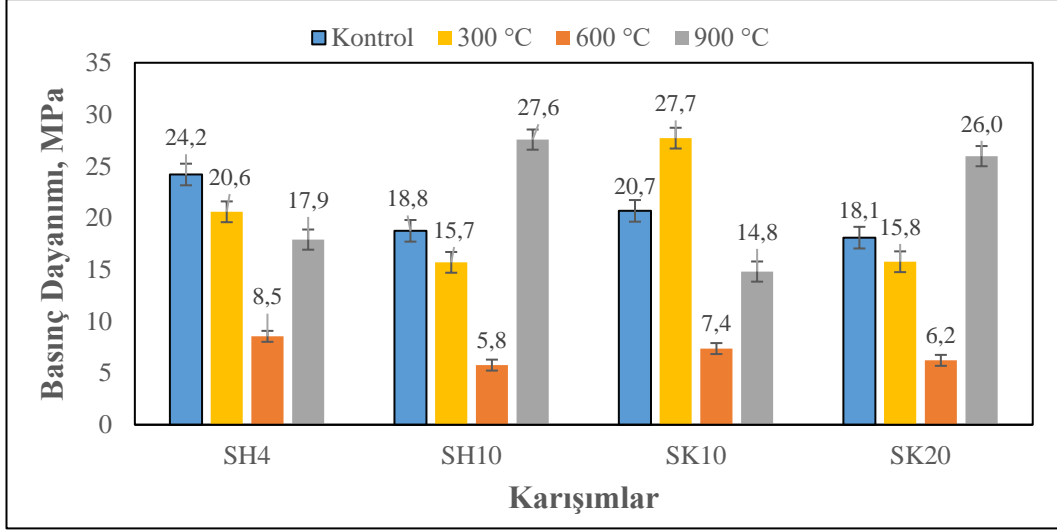
Numunelerin kuruma büzülmesi grafiği Şekil 4.40'ta gösterilmiştir. Tüm numunelerde ilk 20 gün kuruma büzülmesi değerlerinin artış hızı fazladır. 20. günden sonra kuruma büzülmesi artış hızında ciddi azalmalar meydana gelmiş ve sonrasında kuruma büzülmesi değerleri yatay bir seyir izlemiştir. En yüksek kuruma büzülmesi gösteren numune SH10 iken, en az kuruma büzülmesi gösteren numune ise SK10 olmuştur. Aktivatör tipine bakılmaksızın, aktivatör oranı arttıkça numunelerin kuruma büzülmesi değerleri de artış göstermiştir. Fakat sodyum hidroksit içeren numunelerin kuruma büzülmesindeki artış, sodyum karbonat içeren numunelerinkine kıyasla çok daha fazladır.



Şekil 4. 40 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin kuruma büzülmesi sonuçları.

4.6.2.5 Harç numunelerinin yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özellikleri

Şekil 4.41’de yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin, yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özelliklerinin belirlenmesi deneyinde elde edilen basınç dayanımı değerleri verilmiştir. Sıcaklığın 600 °C’ye kadar artması ile numunelerin basınç dayanımlarında (SK 10-300 °C hariç) düşüş gözlemlenmiştir. Özellikle 600 °C sıcaklıkta 3 saat boyunca bekletilen numunelerin basınç dayanımlarında, kontrol numunelerine kıyasla çok ciddi düşüşler meydana gelmiştir. Tüm numuneler kontrol numunelerine kıyasla dayanımının %50’sinden fazlasını kaybetmiştir. Sıcaklığın 900 °C’ye çıkması ile, aktivatör tipi ve oranına bakılmaksızın tüm numunelerin basınç dayanımlarında 600 °C’ye göre, çok ciddi artışlar meydana gelmiştir. Örneğin, SH4 numunesindeki artış yaklaşık olarak %100 iken, SH10 numunesinde %375 artış olmuştur. Aynı şekilde SK10 numunesinde artış %100 iken, SK 20 numunesinde %319’dur. Görüldüğü gibi aktivatör tipine bakılmaksızın, numunelerin içerisindeki aktivatör oranı arttıkça, basınç dayanımlarında ki artış oranı çok daha fazla bulunmuştur.

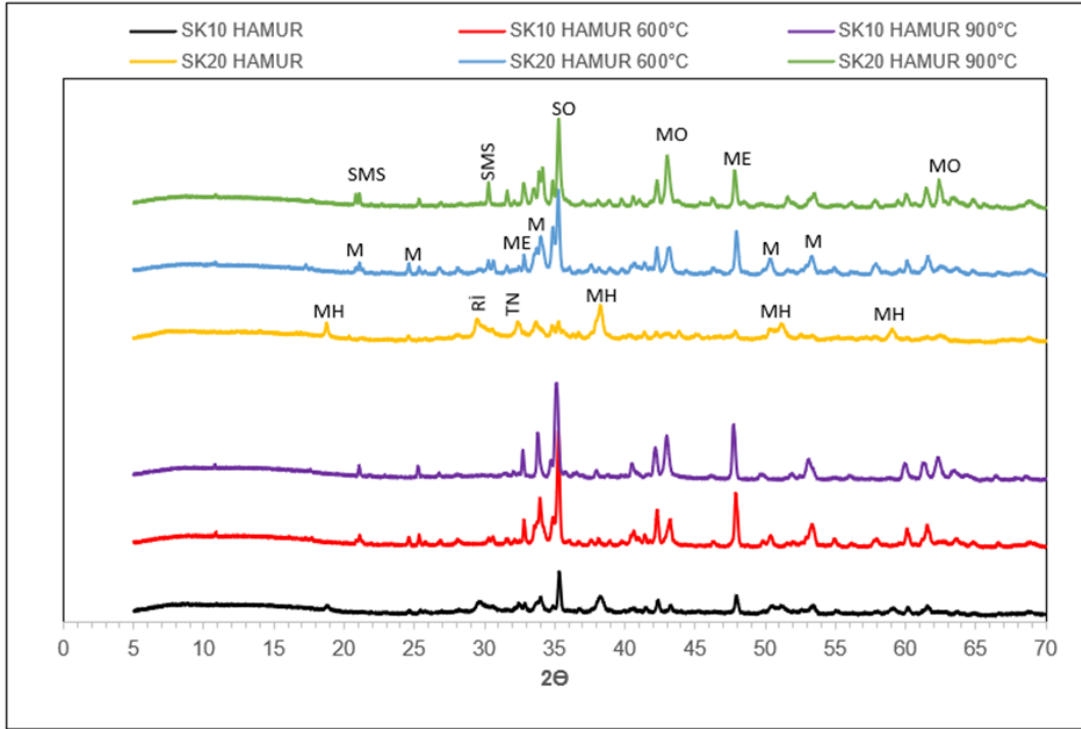


Şekil 4. 41 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin, yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özelliklerinin belirlenmesi deneyinde elde edilen basınç dayanımı değerleri.

Yüksek sıcaklığa maruz kalmış harç numunelerinin basınç dayanımı sonuçlarının elde edilmesinin ardından; numunelerin iç yapısında meydana gelen değişimlerin tespiti ve bu değişimlerin numunelerin basınç dayanımına etkisinin açıklanması için XRD, FTIR ve SEM analizleri yapılmış ve bulgular aşağıda ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır.

Şekil 4.42’de yüksek sıcaklık deneyi kapsamında 600 °C ve 900 °C sıcaklıklara 3 saat boyunca maruz kalmış SK10 ve SK20 hamur numunelerinin XRD patern çekimleri verilmiştir. Ayrıca deney öncesi durumu ile karşılaştırabilmek amacıyla aynı karışımların kontrol numunelerine ait XRD patern çekimleri de eklenmiştir. SK10 ve SK20 numunelerinin yüksek sıcaklığa maruz kalmış numunelerin XRD patern çekimlerinde, çıkan piklerin şiddetleri ve yerleri birbirine benzerdir. Yüksek sıcaklığın etkisiyle, kontrol numunelerinde bulunan magnezyum hidroksit fazının yok olduğu görülmektedir. Yüksek sıcaklığa maruz kalmış numunelerin XRD patern çekimlerinde magnezyum hidroksit fazı yerine, magnezyum oksit pikinin yer aldığı görülmektedir. Bu durum magnezyum hidroksitin yüksek sıcaklığın etkisiyle, yapısında bulundurduğu su moleküllerini kaybetmesi sonucunda meydana gelmiştir. Kontrol numunelerinde var olan montiselit ve mervinite pikleri, yüksek sıcaklığın etkisine rağmen kararlı yapılarını korumuşlardır. Kontrol numunelerinde var olan ve numunelerin basınç dayanımı gelişiminden sorumlu riversideite fazının 600 °C sıcaklıkta pik vermediği görülmüştür. Bu fazın yapısının bozunmasıyla birlikte Bölüm 4’te açıklandığı gibi 600 °C sıcaklığa maruz kalan numunelerin basınç dayanımlarında

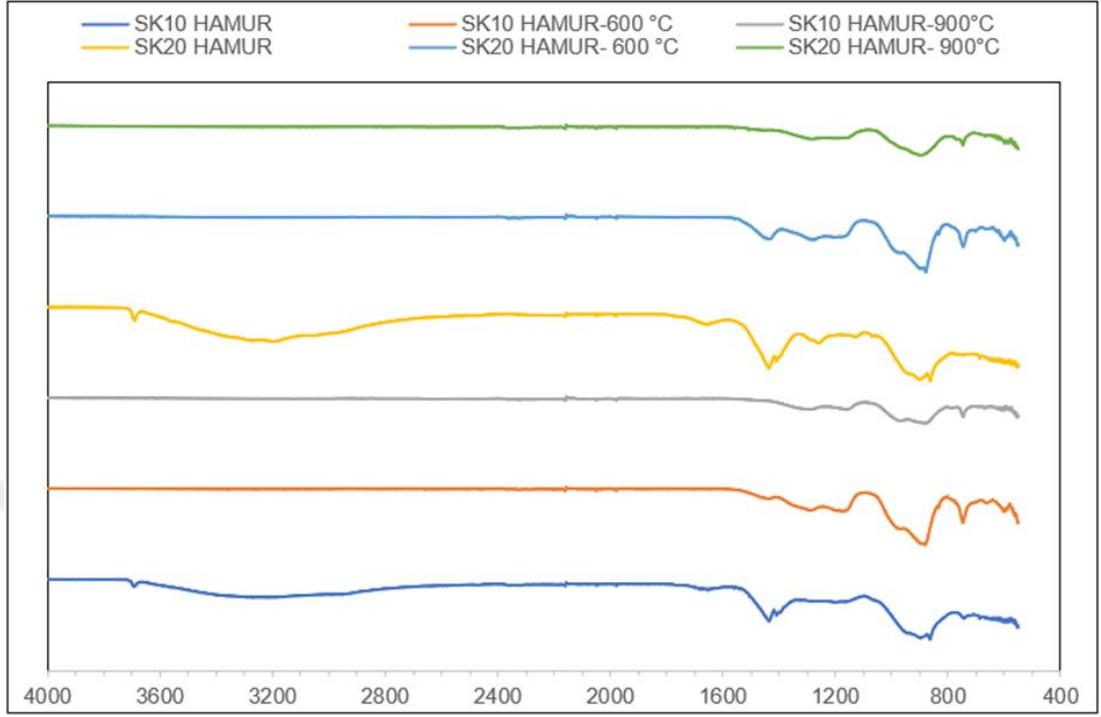
ciddi düşüşler meydana gelmiştir. Şekil 4.41’de SK10 ve SK20 numunelerinin 900 °C sıcaklığa maruz kaldıklarında, basınç dayanımlarında 600 °C sıcaklığa maruz kalan numunelerin basınç dayanımlarına göre sırasıyla %100 ve %319 oranında artışın olduğu görülmektedir. Aradaki bu fark SK20-900°C numunesinin XRD patern çekiminde olan fakat SK10-900 °C XRD patern çekiminde pik vermeyen sodyum magnezyum silikat yapısından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4. 42 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan hamur karışımlarının farklı sıcaklıklarda XRD patern çekimleri (SMS: Sodyum magnezyum silikat; ME: Mervinit, M: Montiselit; SO: Sodyum Oksit; MO: Magnezyum Oksit; MH: magnezyum hidroksit; Rİ: riversideite, TN: Thermonatrite).

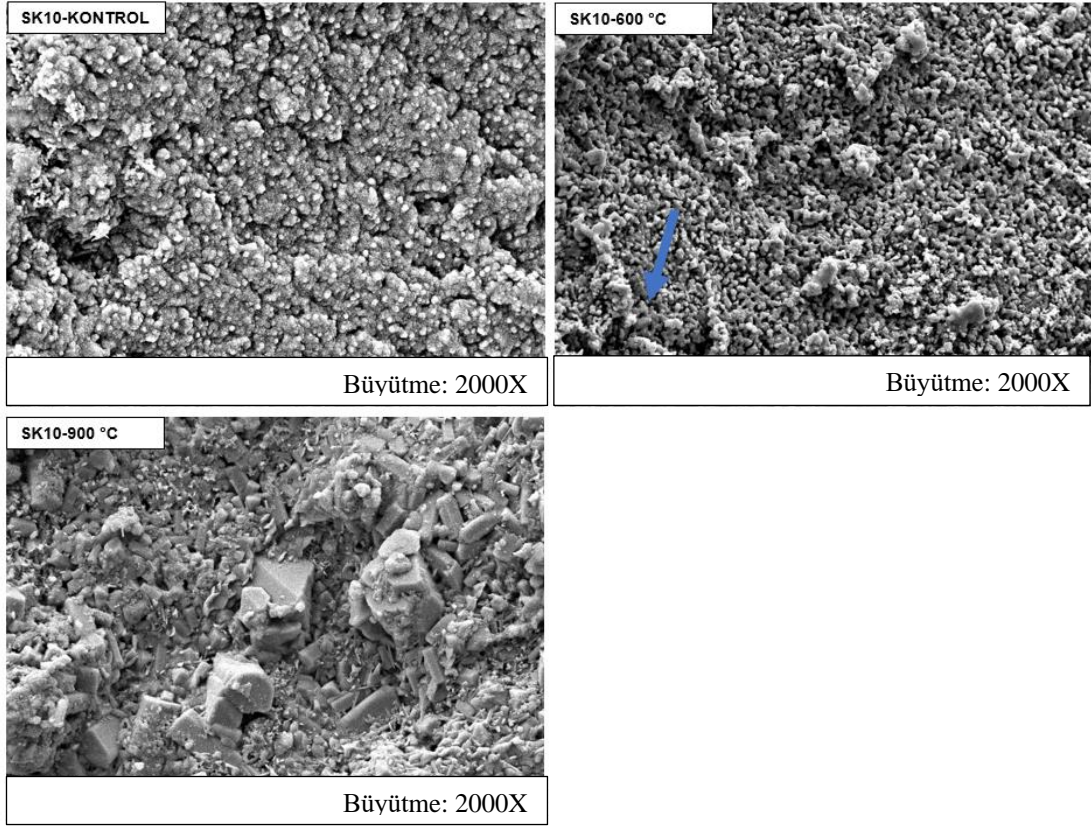
Şekil 4.43’te yüksek sıcaklık deneyi kapsamında 600 °C ve 900 °C sıcaklıklara 3 saat boyunca maruz kalmış SK10 ve SK20 hamur numunelerinin FTIR spektrumları verilmiştir. Ayrıca deney öncesi durumu ile karşılaştırabilmek adına aynı karışımların kontrol numunelerine ait FTIR spektrumları da eklenmiştir. SK10-600 °C, SK10-900 °C ve SK20-900 °C numunelerinin FTIR spektrumları, kontrol numunelerinininki ile kıyaslandığında, 1450 cm^{-1} bandında yer alan ve O-C-O bağlarının gerilme titreşimlerinden kaynaklanan pik ile kontrol numunesinde 3500 cm^{-1} ve 1650 cm^{-1} bantlarında oluşan OH^- iyonlarının gerilme titreşimlerine ve su moleküllerinin eğilme titreşimlerine ait olan pikler yüksek sıcaklığın etkisi ile kaybolmuştur. Bunun yanı sıra SK10 ve SK20 900 °C numunelerinde bulunan ve geopolimer yapının varlığına işaret

eden 960-880 cm^{-1} arasında yer alan pikin genişliği, 600 °C sıcaklığa maruz kalan numunelerin pik genişliklerine göre artış göstermiştir.



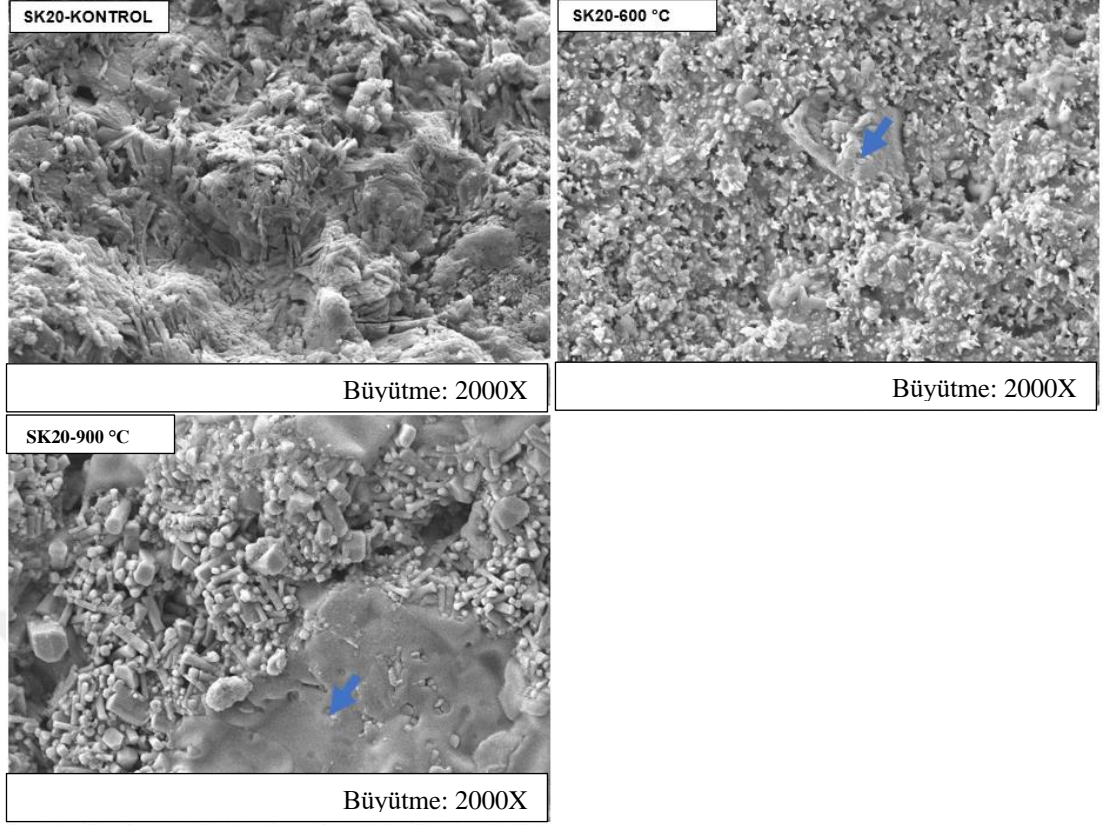
Şekil 4. 43 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan hamur karışımlarının yüksek sıcaklığa dayanıklılık FTIR spectrumları.

Şekil 4.44'te SK10 hamur numunesinin kontrol, 600 °C ve 900 °C sıcaklığa maruz kaldıktan sonraki SEM görüntüleri verilmiştir. SK10-900 °C numunesinin morfolojik yapısı, SK10-600 °C numunesine göre farklıdır. SK10-900 °C numunesi matrisinde boşluksuz sıkı bir yapının olduğu görülmektedir. Bu durum yüksek sıcaklık etkisi ile numune içerisinde bazı fazların eriyerek boşlukları doldurmasından kaynaklanmaktadır. Bu sebeple 900 °C sıcaklıkta basınç dayanımları artmıştır. SK10-600 °C'de mavi ok ile gösterilen bölgede yapılan EDS analizi sonucunda, %48,82 kalsiyum, %21,47 silisyum, %6,91 magnezyum, %10,10 sodyum ve %10,72 oksijen atomu bulunmuştur. Bu sonuç bu bölgede kalsiyum, magnezyum ve silikat yapısından oluşan bir yapının varlığına işaret etmektedir. Şekil 4.42'deki XRD analizinden de görüleceği gibi, bu bölgede montiselit ve/veya mervinit fazlarının varlığı söz konusudur.



Şekil 4. 44 : SK10 hamur numunesinin 600 °C ve 900 °C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri.

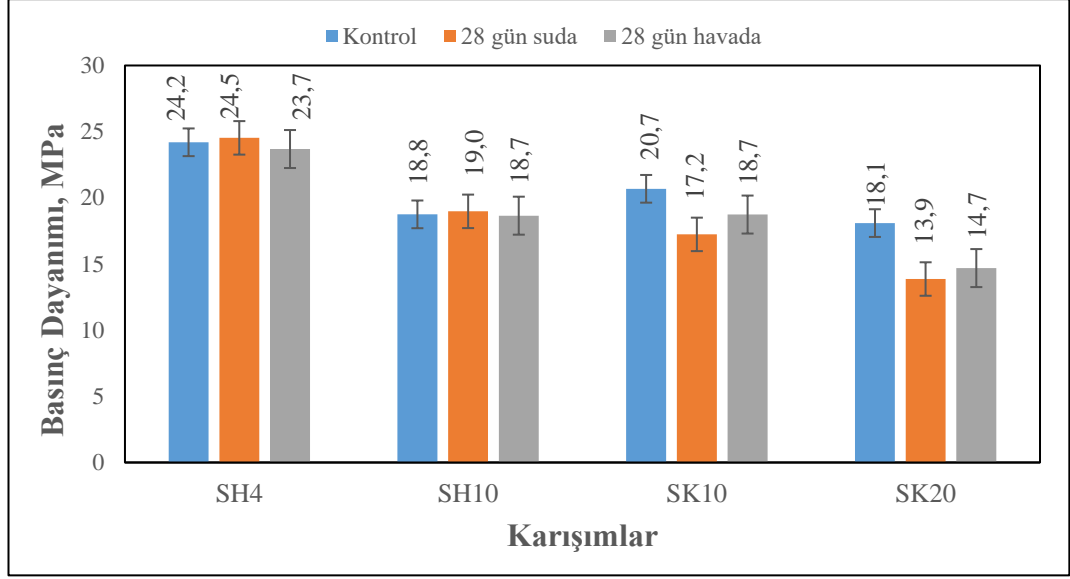
Şekil 4.45'te SK20 hamur numunesinin 600 °C ve 900 °C sıcaklığa maruz kaldıktan sonraki SEM görüntüleri verilmiştir. SK10 numunesine benzer şekilde, SK20-900 °C numunesinin morfolojik yapısı da SK20-600 °C numunesine göre daha farklıdır. SK20-900 °C numunesi matrisinde boşluksuz sıkı bir yapının olduğu görülmektedir. Bu durumun nedeni yüksek sıcaklığın etkisi ile numune içerisinde bazı fazların ergimeye başlayarak boşlukları doldurmasından kaynaklanmaktadır. Bu durum da 900 °C sıcaklıkta basınç dayanımlarının daha yüksek çıkmasına neden olmaktadır. Ayrıca SK20 numunesinde bulunan sodyum karbonat oranının daha fazla olması, iç yapı içerisinde meydana gelen ergime miktarını arttırmıştır. Bu da matris fazında bulunan boşluk miktarını azaltmıştır. SK10 ve SK20 numunelerinin 900°C sıcaklıkta basınç dayanımlarının artış hızlarının birbirinden farklı olmasının nedeni de ergime derecesinden kaynaklanmaktadır. SK20-600 °C'de mavi ok ile gösterilen bölgede yapılan EDS analizi sonucunda, %48,6 kalsiyum, %7,3 silisyum, %1,8 magnezyum, %7,6 sodyum ve %31,5 oksijen atomu bulunmuştur. SK20-900 °C' de ok ile gösterilen bölgede ise %1,7 kalsiyum, %12,9 silisyum, %5 magnezyum, %23,5 sodyum, %37,9 oksijen ve %6,2 oranında bor atomu bulunmuştur.



Şekil 4. 45 : SK20 hamur numunesinin 600 °C ve 900 °C sıcaklıklardaki SEM görüntüleri.

4.6.2.6 Harç numunelerinin suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi

Şekil 4.46’da numunelerin, suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi aşamasında elde edilen basınç dayanımı değerleri gösterilmektedir. Bu aşamada kontrol numunesi, 28 gün havada bekletilen ve 28 gün suda bekletilen olmak üzere toplam 3 farklı seri bulunmaktadır. Şekil 4.46’da görüldüğü gibi sodyum hidroksit içeren ve hem havada hem de suda bekletilen numunelerin basınç dayanımı değerleri, kontrol numunesi dayanım değerleri ile hemen hemen aynıdır. Sodyum karbonat içeren numunelerde ise özellikle suda bekletilen numunelerin basınç dayanımlarında düşüş gözlemlenmiştir. SK10 numunesi 28 gün suda bekletilmesinin ardından basınç dayanımı 20,7 MPa’dan 17,2 MPa’a düşmüştür. SK20 numunesinin basınç dayanımı ise 18,1 MPa’dan 13,9 MPa’a düşmüştür. SK 20 numunesindeki düşüş oranı yaklaşık %30 iken SK 10 numunesindeki düşüş %20 civarındadır. Sodyum karbonat içeren numunelerin havada 28 gün bekletilmesi sonucunda, kontrol numunelerine kıyasla basınç dayanımlarında, suda bekletilen numunelere benzer şekilde düşüş olmuştur.



Şekil 4. 46 : Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin, suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi aşamasında elde edilen basınç dayanımı değerleri.

4.6.3 Oda sıcaklığı kürü uygulanan geopolimer harç numunelerinden elde edilen deneysel sonuçlar ve içyapı analizleri

4.6.3.1 Priz sürelerinin belirlenmesi

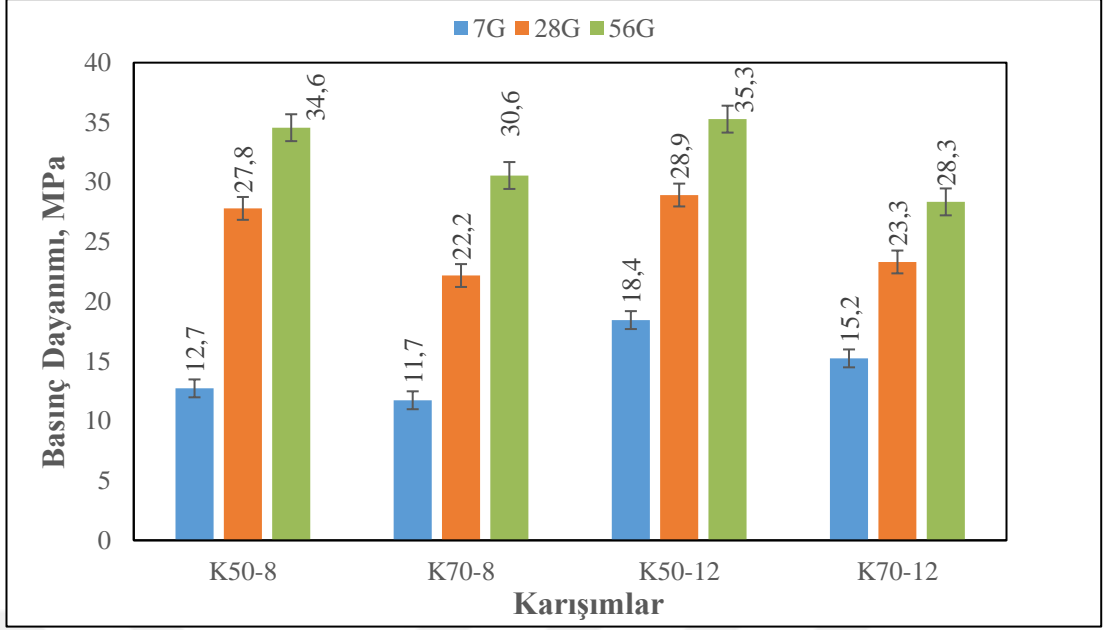
Çizelge 4.16’da oda kürü uygulanan geopolimer hamur karışımlarının priz başlangıç ve bitiş süreleri görülmektedir. Çizelge 4.16’dan görüldüğü gibi, kullanılan sodyum hidroksit ve yüksek fırın cürufu miktarının artması, priz başlangıç ve bitiş sürelerini kısaltmıştır. Fakat elde edilen sonuçlara göre aktivatör oranının, hamur numunelerin priz başlangıç ve bitiş süreleri üzerindeki etkisi, yüksek fırın cürufu oranından daha etkilidir. Aktivatör oranının artması, geopolimerizasyon reaksiyonlarının daha hızlı gelişmesine ve buna bağlı olarak da priz başlangıç ve bitiş sürelerinin kısalmasına neden olmaktadır. K50-8 ve K50-12 hamur numunelerinde priz başlangıç süreleri sırasıyla 180 ve 115 dakikadır. K70-8 ve K70-12 numunelerinde ise priz başlangıç süreleri sırasıyla 195 ve 130 dakika ölçülmüştür. Ayrıca %12 SH içeren numunelerde priz bitiş yaklaşık 4 saat iken, %8 SH içeren numunelerde priz bitiş süresi yaklaşık 6 saattir.

Çizelge 4. 16 : Priz süreleri belirlenen hamur karışımlarının karışım dizaynları, priz başlangıç ve bitiş değerleri.

Karışım No	Karışım Kodu	Aktivatör Oranı (%)	Aktivatör Tipi	Priz Başlangıcı (dakika)	Priz Bitişi (dakika)
1	K50-8	8	Sodyum Hidroksit	180	295
2	K70-8	8	Sodyum Hidroksit	195	350
3	K50-12	12	Sodyum Hidroksit	115	205
4	K70-12	12	Sodyum Hidroksit	130	220

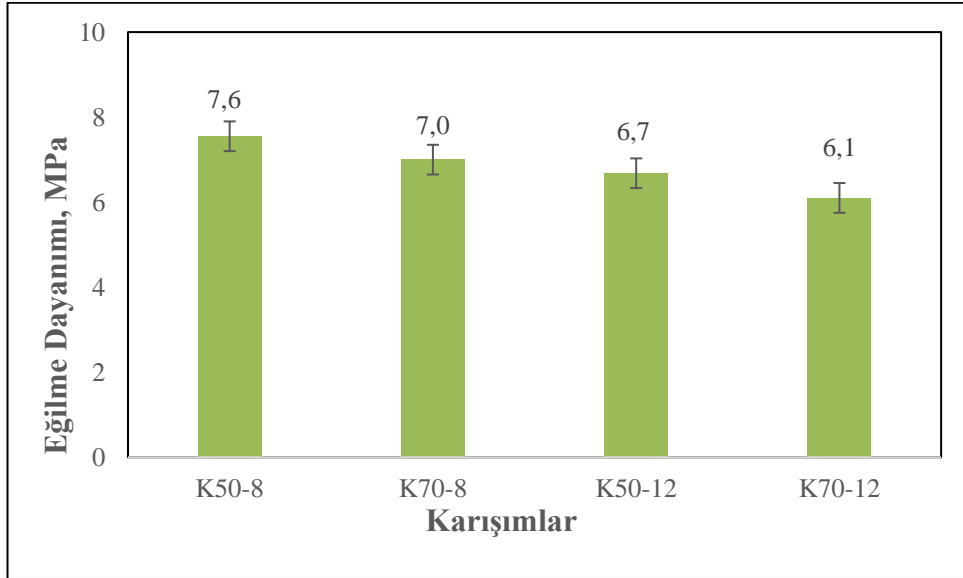
4.6.3.2 Harç numunelerinin basınç ve eğilme dayanımları

Şekil 4.47’de geopolimer harç numunelerinin 7, 28 ve 56. günlerdeki basınç dayanımı değerleri görülmektedir. Beklenildiği gibi tüm karışımların basınç dayanımı değerleri, zamanla artmıştır. 7 günde en yüksek basınç dayanımına sahip olan karışım 18,4 MPa ile K50-12 olmuştur. Sonrasında aynı karışımın basınç dayanımı değeri, 28. günde 28,9 MPa ve 56. günde 35,3 MPa bulunmuştur. Tüm karışımların basınç dayanımları göz önüne alındığında, 7. günden 28. güne basınç dayanımlarındaki artış oranı %53 ile %118 arasında değişirken, 28. günden 56. güne basınç dayanımlarındaki artış oranı %21 ile %37 arasında kalmıştır. Aynı oranda Kırka bor atığı içeren ve farklı oranda sodyum hidroksit içeren karışımlar karşılaştırıldığında (K50-8 ve K50-12) 7. gün basınç dayanımları hariç, diğer yaşlardaki basınç dayanımları birbirine çok yakındır. Aynı eğilimin K70-8 ve K70-12 numuneleri için de var olduğu görülmektedir. Ayrıca sabit SH oranına ve farklı Kırka bor atığı oranına sahip numunelerin basınç dayanımları karşılaştırıldığında, karışımın içerisinde yer alan Kırka bor atığı miktarı arttıkça, tüm yaşlarda basınç dayanımları düşmektedir.



Şekil 4. 47 : Oda kürü uygulanan numunelerin 7,28 ve 56. günlerdeki basınç dayanımı değerleri.

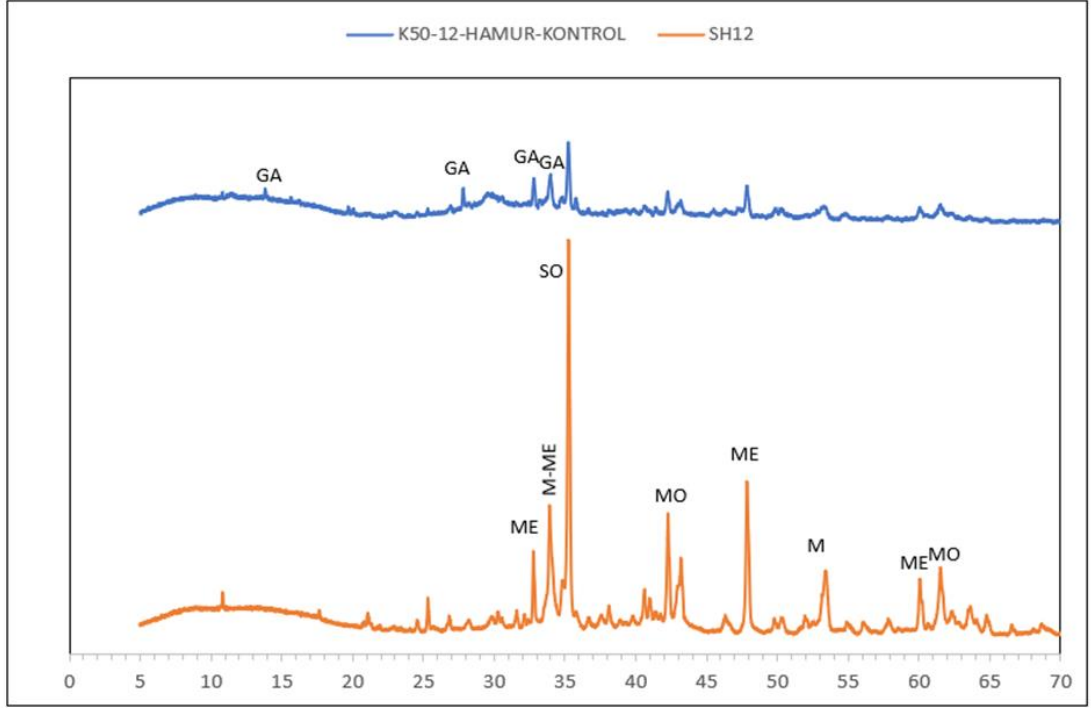
Şekil 4.48’de oda kürü uygulanan numunelerin 28. gündeki eğilme dayanımı değerleri görülmektedir. Şekil 4.48’den de görüldüğü gibi numunelerin eğilme dayanımları, kırma bor atığı ve aktivatör oranının artmasıyla bir miktar azalmaktadır. En yüksek eğilme dayanımı 7,6 MPa ile K50-8 numunesinden elde edilirken, en düşük eğilme dayanımı ise 6,1 MPa ile K70-12 numunesinden elde edilmiştir. K70-8 ve K50-12 numunelerinden elde edilen eğilme dayanımları sırasıyla 7,0 MPa ve 6,7 MPa’dır.



Şekil 4. 48 : Oda kürü uygulanan numunelerin 28. gündeki eğilme dayanımı değerleri.

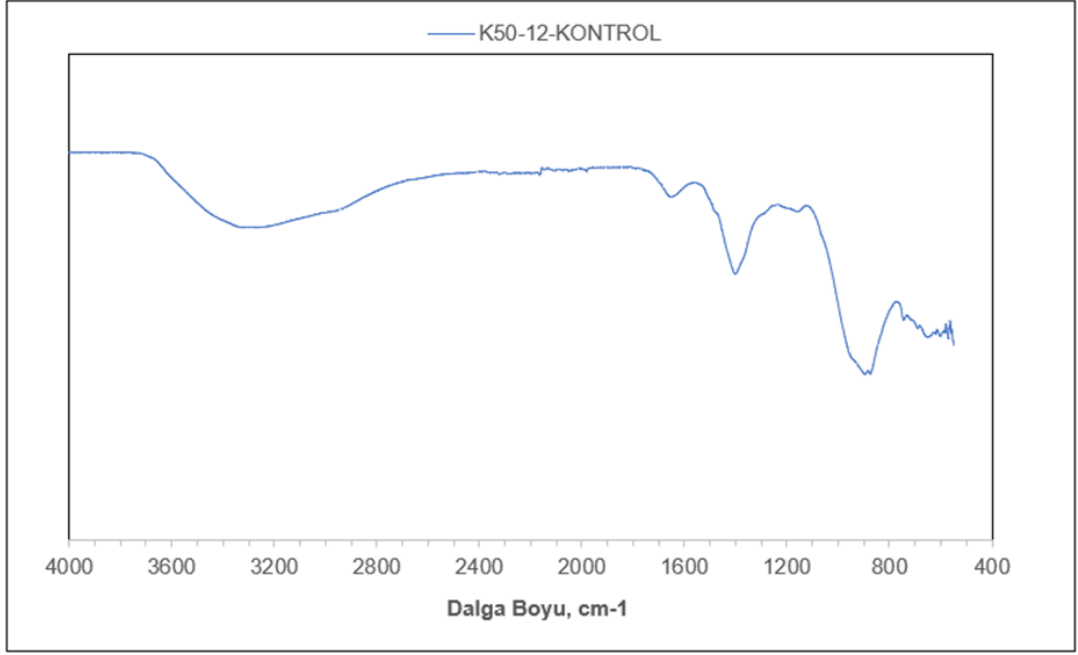
Deneysel olarak mekanik sonuçların elde edilmesinin ardından sonuçların yorumlanması, YFC ikameli tek bileşenli geopolimer bağlayıcıların su ile reaksiyonu sonucunda iç yapıda meydana gelen değişimlerin tespiti için bazı iç yapı analizleri yapılmıştır. Yapılan XRD, FTIR ve SEM analizleri sonucunda elde edilen bulgular aşağıda ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır.

Şekil 4.47’de karışımların 28. gündeki basınç dayanımları kıyaslandığında en yüksek basınç dayanımı 28,9 MPa ile K50-12 numunesinden elde edilmiştir. Bu nedenle bu bölümde verilecek iç yapı analizleri için K50-12 karışımı seçilmiştir. SH12 ve K50-12 numunesinin XRD patern çekimi Şekil 4.49’da verilmiştir. K50-12 numunesinin iç yapısında, bir önceki bölümde açıklanan SH12 tek bileşenli geopolimer bağlayıcının iç yapısında bulunan fazların dışında gaylussite ($\text{Na}_2\text{Ca}(\text{CO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_5$, PDF KART NO: 04-010-3621) fazının olduğu görülmektedir. Yüksek fırın cürufunda yer alan kalsiyum iyonları ve SH12 numunesinde yer alan sodyum oksit kimyasal bağ yaparak gaylussite fazını oluşturmuştur. Bu nedenle K50-12 numunesinde yer alan sodyum oksit pik şiddeti, SH12 karışımında yer alan sodyum oksit pik şiddetine göre azalmıştır. Ayrıca K50-12 numunesinde $25-35^\circ$ (2θ) aralığında oluşan kambur, iç yapıda oluşan C-(A)-S-H yapısının amorf olduğunun kanıtıdır. Bu durum da basınç dayanımının yüksek çıkmasının nedenini oluşturmaktadır. Ayrıca K50-12 numunesinde, montiselit ve mervinit fazları da bulunmaktadır. Yüksek sıcaklık kürü uygulanan hamur karışımlarının iç yapısında yer alan magnezyum hidroksit fazı ise K50-12 numunesinde bulunmamaktadır.



Şekil 4. 49 : Oda kuru uygulanan hamur karışımlarının XRD patern çekimleri (GA: Gaylussite).

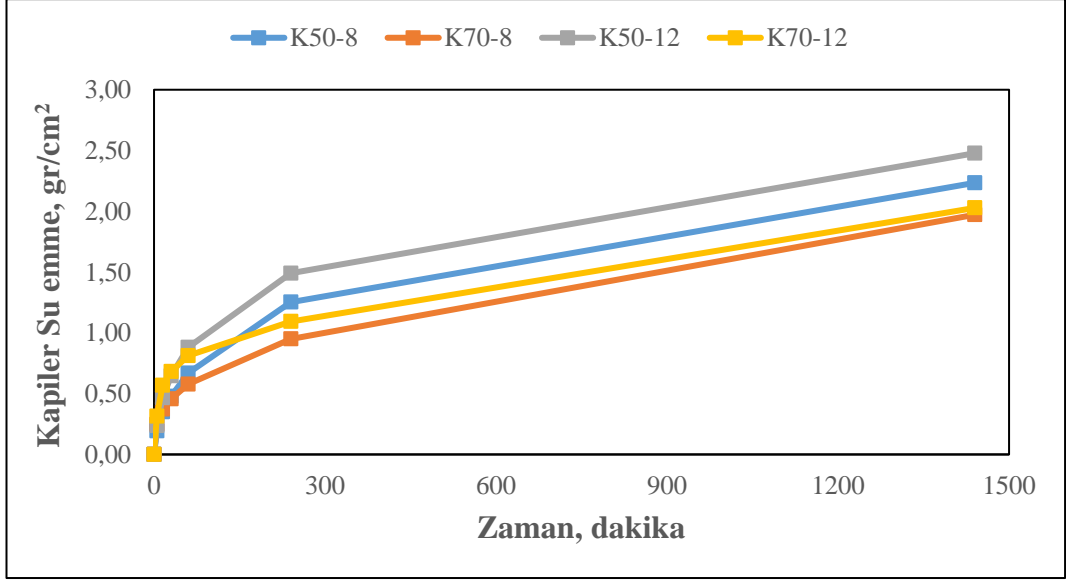
Şekil 4.50'de oda kuru uygulanan K50-12 hamur numunesinin FTIR spectrumu görülmektedir. Yaklaşık olarak 1400 cm^{-1} bandında yer alan pik, O-C-O bağlarının gerilme titreşimlerinden kaynaklanmakta ve bu durum numunelerde atmosferik karbonatlaşmanın olduğunu göstermektedir [56]. $896\text{-}875\text{ cm}^{-1}$ bandında oluşan küçük pikler geopolimer jel zincirlerinin oluşumunda etkili olan Si-O bağının terminal titreşimine aittir [57]. 1157 cm^{-1} bandında oluşan pik geopolimer yapının içerisinde var olan Si-O-T (T: Si veya Al) bağlarının asimetrik titreşiminden kaynaklanmaktadır [59]. Yaklaşık olarak 3200 cm^{-1} ve 1650 cm^{-1} bantlarında oluşan pikler, sırasıyla OH⁻ iyonlarının gerilme titreşimlerini ve su moleküllerinin eğilme titreşimlerine aittir [58].



Şekil 4. 50 : Oda kürü uygulanan K50-12 hamur karışımının FTIR spectrumu çekimleri.

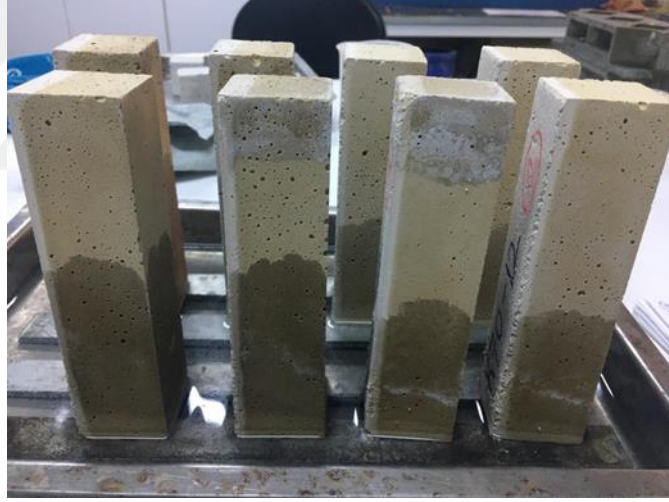
4.6.3.3 Harç numunelerinin kapiler su emme değerleri

Numunelerin kapiler su emme deneyi sonuçları Şekil 4.51’de gösterilmiş olup; aktivatör oranının artması ile kapiler su emme değerlerinde artış görülmektedir. Kırka bor atığı miktarındaki artış kapiler su emme değerlerinde azalmaya neden olmuştur. En yüksek kapiler su emme değerine sahip karışım K50-12 iken en düşük kapiler su emme değerine sahip karışım K70-8 olmuştur. Deneyin 300. dakikasına kadar kapiler su emme değerleri tüm numunelerde hızlı bir artış göstermiştir. 300. dakika ile 24 saat arasında ise numunelerin kapiler su emme değerlerinde artış görülmüş, fakat artış hızlarının önemli ölçüde azaldığı gözlemlenmiştir.



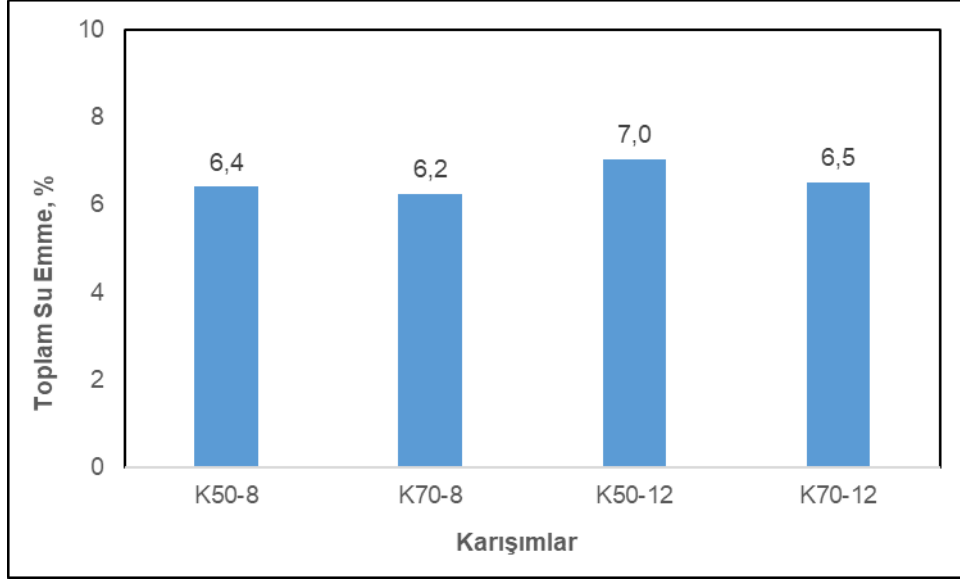
Şekil 4. 51 : Oda kürü uygulanan numunelerin kapiler su emme deneyi sonuçları.

Ayrıca Şekil 4.52’den görüldüğü gibi kapiler su emme deneyi esnasında, numunelerde bir miktar çiçeklenme meydana gelmiştir.



Şekil 4. 52 : Kapiler su emme deneyi esnasında numuneler.

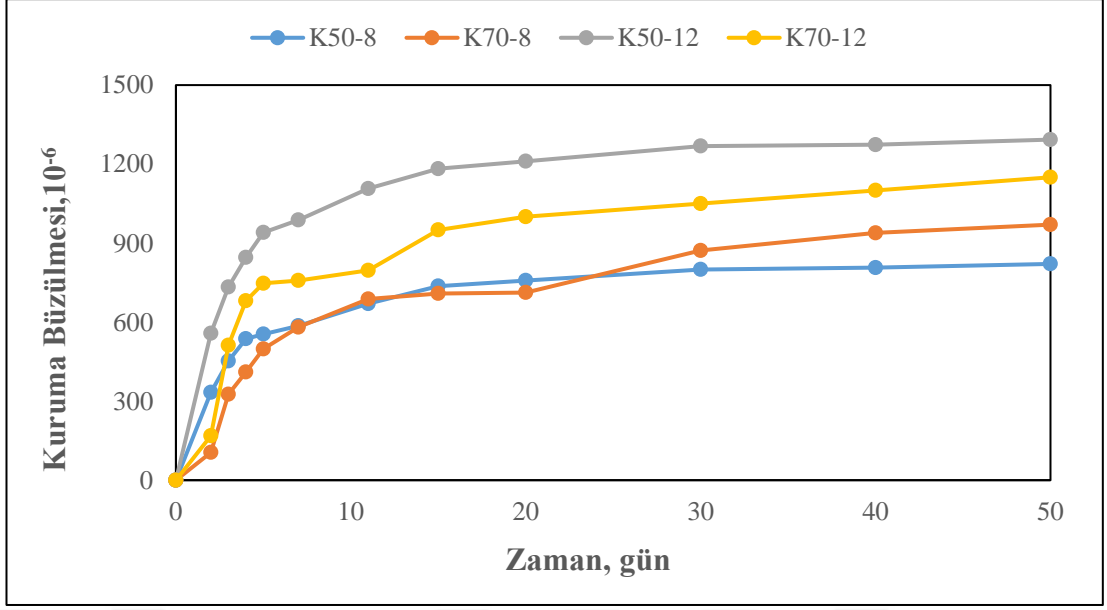
Şekil 4.53’te oda kürü uygulanan numunelerin toplam su emme deneyi sonuçları görülmektedir. Toplam su emme deneyi sonuçları, kapiler su emme deneyi sonuçları ile paralellik göstermektedir. K50-12 karışımı hem kapiler su emme hem de toplam su emme deneyinde (%7) en yüksek değere sahip karışım olmuştur. Diğer karışımların toplam su emme değerleri ise birbirine çok yakın olup, %6,2 ile %6,5 arasında değerler almıştır.



Şekil 4. 53 : Oda kürü uygulanan numunelerin toplam su emme deneyi sonuçları.

4.6.3.4 Harç numunelerinin kuruma büzülmesi değerleri

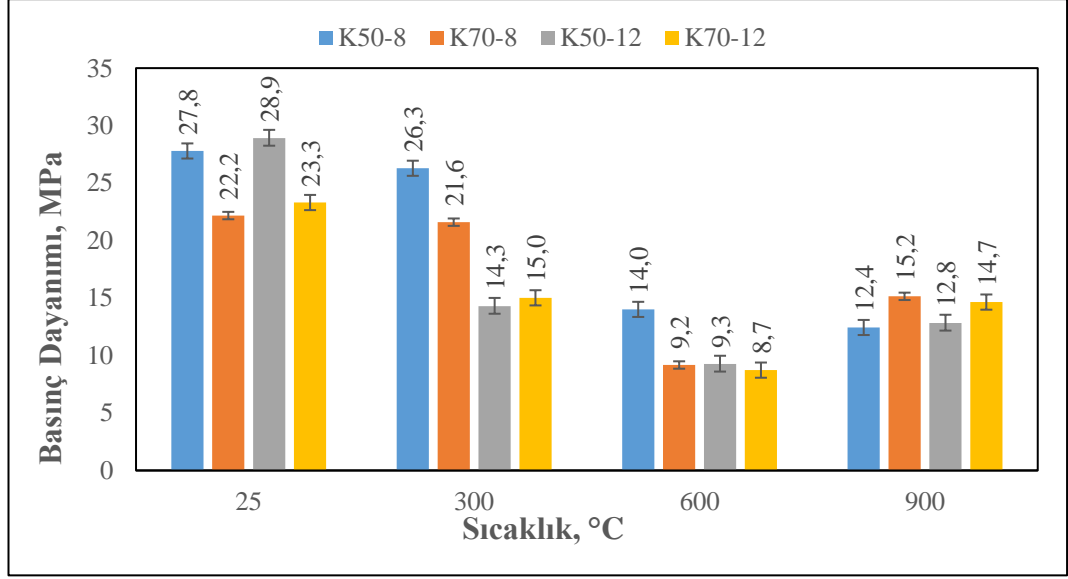
Numunelerin kuruma büzülmesi grafiği Şekil 4.54'te gösterilmiştir. Tüm numunelerde ilk 7 gün kuruma büzülmesi değerlerinin artış hızı fazladır. 7. günden sonra kuruma büzülmesi artış hızında ciddi azalma meydana gelmiş ve sonrasında kuruma büzülmesi değerleri yatay bir seyir izlemiştir. En yüksek kuruma büzülmesi gösteren numune K50-12 iken, en az kuruma büzülmesi gösteren numune ise K50-8 olmuştur. Genel olarak aktivatör oranının artması ile kuruma büzülmesi değerleri artmıştır. SH12 içeren karışımlar karşılaştırıldığında, numune içerisinde yer alan kırk bor atığı miktarının artması ile kuruma büzülmesi değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. SH8 içeren numunelerde ise 20. güne kadar daha fazla kırk bor atığı içeren K70 numunesinin kuruma büzülmesi değerleri, K50 numunesine göre daha az iken, 20. günden sonra kuruma büzülmesi değerleri, K50 numunesi kuruma büzülmesi değerlerinin üzerine çıkmıştır.



Şekil 4. 54 : Oda kuru uygulanan numunelerin kuruma büzülmesi sonuçları.

4.6.3.5 Harç numunelerinin yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özellikleri

Şekil 4.55'te numunelerin yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özelliklerinin belirlenmesi deneyinde elde edilen basınç dayanımı değerleri verilmiştir. Sıcaklığın 900 °C'ye kadar artması ile numunelerin basınç dayanımlarında, kontrol numunelerinkine göre düşüş gözlemlenmiştir. Basınç dayanımlarındaki en belirgin düşüş 600 °C sıcaklığa maruz kalan numunelerde olmuştur. Karışım oranlarına bakılmaksızın tüm numunelerin basınç dayanımı değerleri, kontrol numunelerine kıyasla %50 azalmıştır. Sıcaklığın 900 °C'ye çıkması ile, tüm numunelerin (K50-8 hariç) basınç dayanımlarında az da olsa artış olmuştur. Ayrıca SH12 içeren numunelerin 300 °C sıcaklıktaki basınç dayanımı değerleri, kontrol karışımına oranla yaklaşık %50 daha düşüktür. Fakat SH8 içeren numunelerde bu oranda düşüş gözlemlenmemiştir.

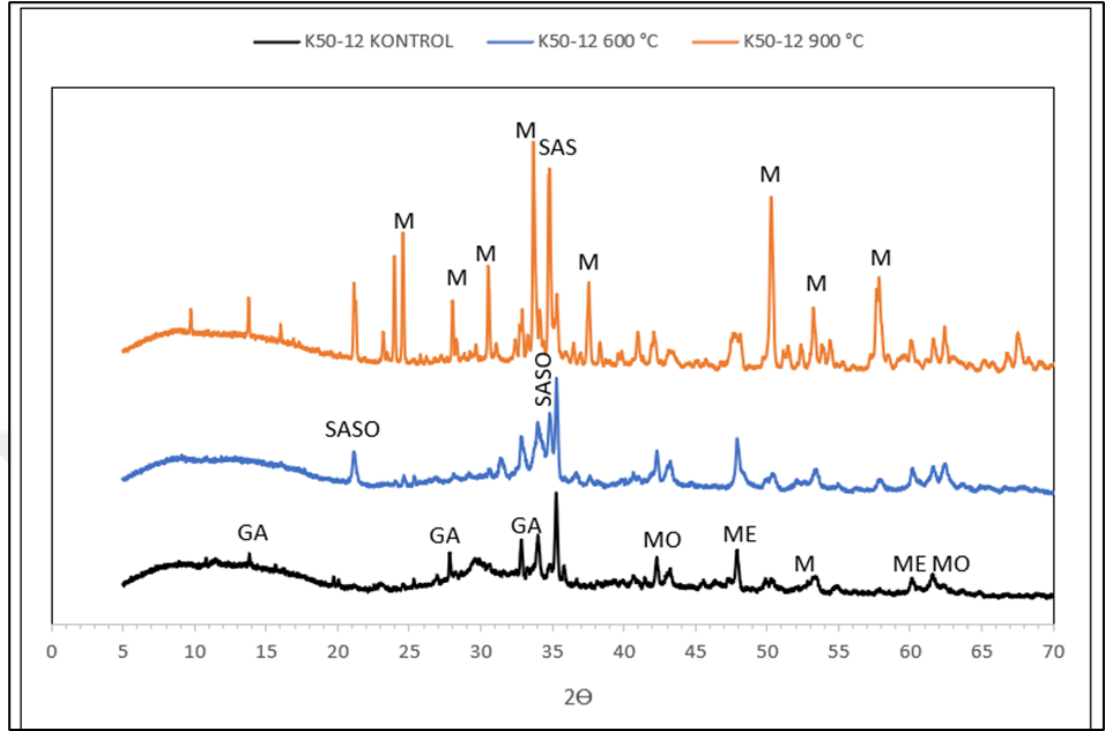


Şekil 4. 55 : Oda kuru uygulanan numunelerin, yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özelliklerinin belirlenmesi deneyinde elde edilen basınç dayanımı değerleri.

Yüksek sıcaklıklara maruz kalmış harç numunelerinin basınç dayanımı sonuçlarının elde edilmesinin ardından; numunelerin iç yapısında meydana gelen değişimlerin tespiti ve bu değişimlerin numunelerin basınç dayanımına etkisinin açıklanması için XRD, FTIR ve SEM analizleri yapılmış ve bulgular aşağıda ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır.

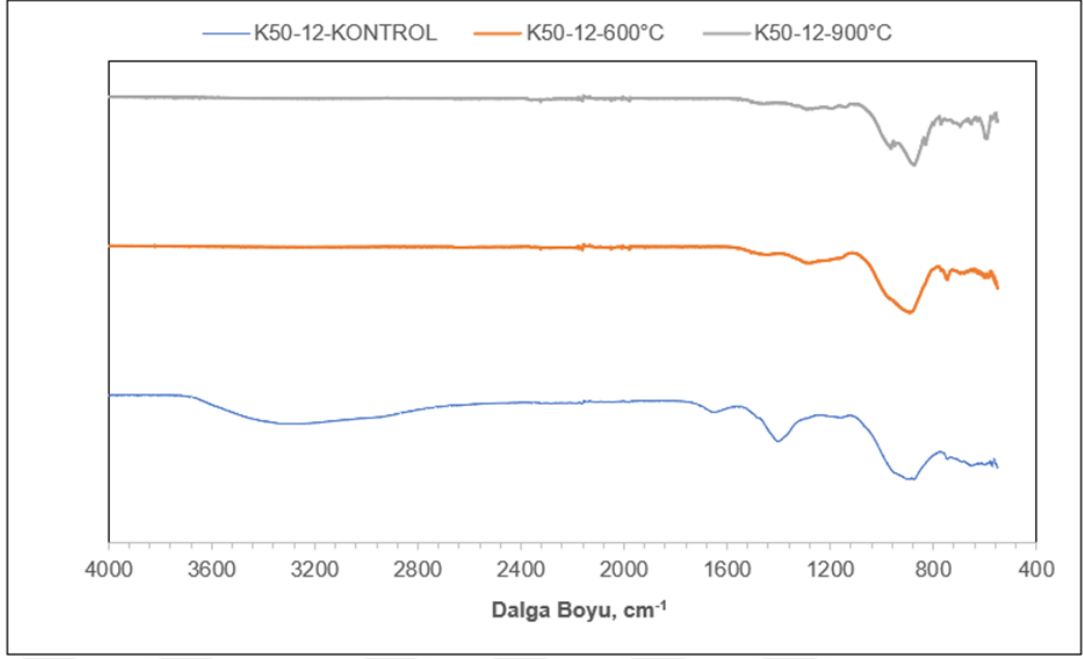
Şekil 4.56’da yüksek sıcaklık deneyi kapsamında 600 °C ve 900 °C sıcaklıklara 3 saat boyunca maruz kalmış K50-12 hamur numunesinin XRD patern çekimleri verilmiştir. Ayrıca deney öncesi durumu ile karşılaştırabilmek adına aynı karışımın kontrol numunelerine ait XRD patern çekimi de eklenmiştir. K50-12 numunesinin yüksek sıcaklığa maruz kalmış numunelerin XRD patern çekimlerinde, K50-12 hamur numunesinde yer alan gaylussite fazının pikleri görünmemektedir. K50-12 600 °C’de, yeni faz olarak sodyum alüminyum silikon oksit ($\text{Na}_2\text{AlSiO}_{4.5}$, SASO, PDF KART NO: 04-00-9949) fazı oluşmuştur. K50-12 900°C numunesinde ise yeni faz olarak sodyum alüminyum silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$, SAS, PDF KART NO: 00-047-1498) fazı oluşmuştur. Yüksek sıcaklıklara maruz kalan K50-12 numunesinin XRD patern çekimlerinden de görüldüğü gibi, iç yapıda kristal faz miktarı artmış ve özellikle 900 °C sıcaklıkta montiselit fazının pik sayısında artış meydana gelmiştir. K50-12 numunesinde var olan 25-35° (2 θ) aralığındaki kambur yüksek sıcaklıklarda görülmemektedir. Bu durum, yüksek sıcaklık altında K50-12 numunesinde oluşan C-

(A)-S-H yapısının bozunarak bağlayıcılık özelliğini yitirdiğine kanıttır. Yüksek sıcaklıklarda basınç dayanımlarında meydana gelen azalma da ortaya çıkan bu sonuçla uyumludur. Sıcaklık arttıkça iç yapı içerisinde kristal faz miktarı ve şiddetleri artmıştır.



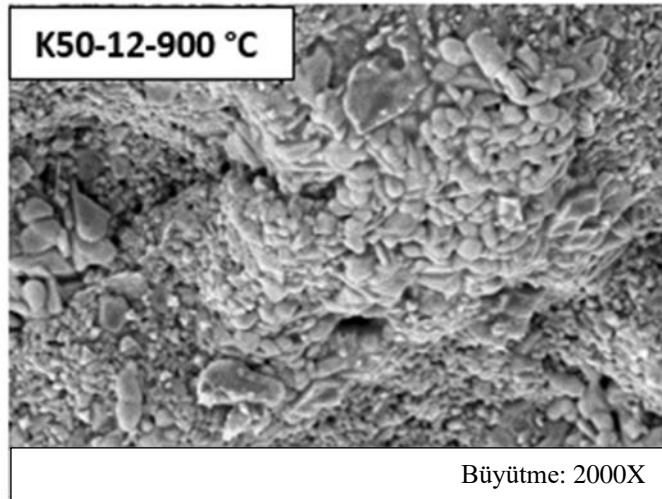
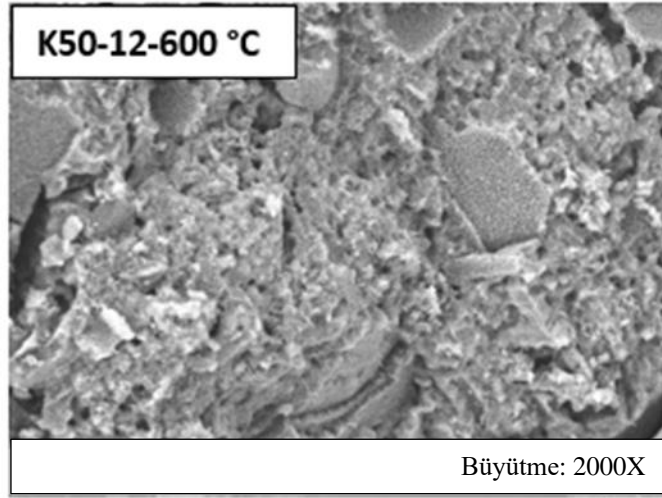
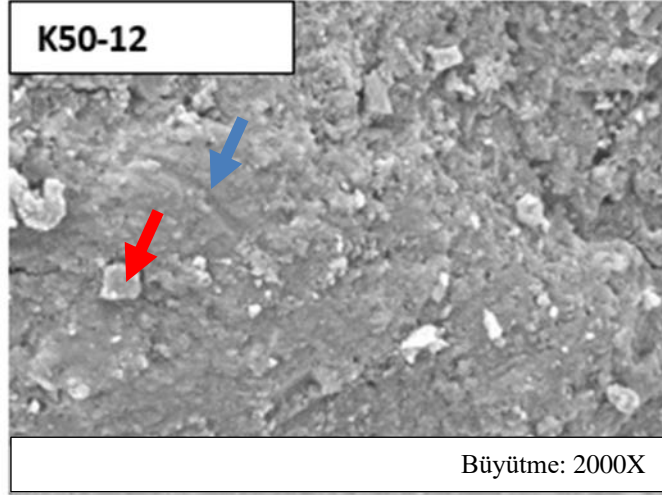
Şekil 4. 56 : Oda kürü uygulanan K50-12 hamur karışımının farklı sıcaklıklardaki XRD patern çekimleri.

Şekil 4.57’de yüksek sıcaklık deneyi kapsamında 600 °C ve 900 °C sıcaklıklara 3 saat boyunca maruz kalmış K50-12 hamur numunelerinin FTIR spektrumları verilmiştir. Ayrıca deney öncesi durumu ile karşılaştırabilmek için aynı karışımların kontrol numunelerine ait FTIR spektrumları da eklenmiştir. K50-12-600 °C ve K50-12-900 °C numunelerinin FTIR spektrumları, kontrol numunelerinininki ile kıyaslandığında, 1450 cm^{-1} bandında yer alan ve O-C-O bağlarının gerilme titreşimlerinden kaynaklanan pik ile kontrol numunesinde 3500 cm^{-1} ve 1650 cm^{-1} bantlarında oluşan OH^- iyonlarının gerilme titreşimlerine ve su moleküllerinin eğilme titreşimlerine ait olan pikler yüksek sıcaklığın etkisi ile kaybolmuştur.



Şekil 4. 57 : Oda kuru uygulanan K50-12 hamur karışımının farklı sıcaklıklardaki FTIR spektrumları.

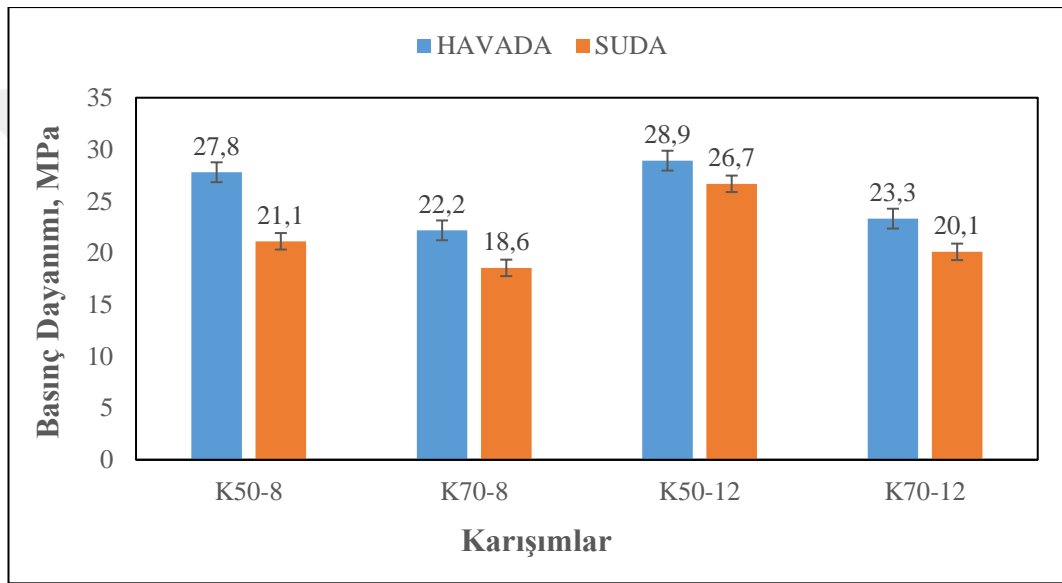
Şekil 4.58'de K50-12 hamur numunesi ile 600 °C ve 900 °C maruz kalmış hamur numunelerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Yüksek sıcaklığa maruz kalmamış K50-12 numunesinin matris fazının, yüksek sıcaklığa maruz kalmış numunelere göre daha yoğun olduğu görülmektedir. Sıcaklık arttıkça matris fazında bulunan tanecikler arasındaki bağlar zayıflayarak daha boşluklu bir yapının oluşmasına neden olmaktadır. Özellikle 900 °C sıcaklığa maruz kalan numunelerde bu durum daha net görülmektedir. Bu nedenle hamur karışımlarının maruz kaldığı sıcaklık arttıkça, basınç dayanımlarında da düşüşler meydana gelmiştir. Yüksek sıcaklığa maruz kalmamış numunede mavi ok ile gösterilen bölgede yapılan EDS analizi sonucunda, %48,8 kalsiyum, %2,7 silisyum, %7,6 magnezyum, %2,4 sodyum ve %36,9 oksijen atomu bulunmuştur. Kırmızı ok ile gösterilen bölgede ise, %24,4 kalsiyum, %9,0 silisyum, %0,4 magnezyum, %3,4 sodyum ve %57,4 oksijen ve %3,0 bor atomu bulunmuştur.



Şekil 4. 58 : Oda kuru uygulanan K50-12 kontrol, 600 °C ve 900 °C maruz bırakılmış hamur karışımlarının SEM görüntüleri.

4.6.3.6 Harç numunelerinin suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi

Şekil 4.59’da numunelerin suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi aşamasında elde edilen basınç dayanımı değerleri verilmiştir. Bu aşamada 28 gün havada ve 28 gün suda bekletilen olmak üzere toplam 2 farklı seri bulunmaktadır. Havada bekletilen numuneler aynı zamanda kontrol numuneleridir. Şekil 4.59’da görüldüğü gibi numunelerin 28 gün su içerisinde bekletilmesinden sonra elde edilen basınç dayanımı değerleri, kontrol numunelerine kıyasla daha düşüktür. K50-8 numunesinin basınç dayanımı değerinde yaklaşık %30’luk bir düşüş gözlemlenirken, diğer numunelerde %10 ile %20 arasında düşüşler gözlemlenmiştir.



Şekil 4. 59 : Oda kürü uygulanan numunelerin, suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi aşamasında elde edilen basınç dayanımı değerleri.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu tez kapsamında hammadde olarak Emet-Kütahya, Kırka-Eskişehir ve Bigadiç-Balıkesir bölgelerinde yer alan ve bor üretim tesislerinde ortaya çıkan atıklar, alkali füzyon yöntemi kullanılarak kalsine edilmiştir. Bor atıklarının inşaat sektöründe tek bileşenli geopolimer bağlayıcı üretiminde ham madde olarak kullanımının mümkün olup olmadığı araştırılmıştır.

Elde edilen sonuçlar aşağıda kısaca özetlenmiştir.

1. İnşaat sektöründe yeni tip bağlayıcı üretiminde ham madde olarak bu tezde incelenen atıklar arasında kullanıma en uygun olanı Kırka-Eskişehir bölgesinde bulunan bor madeni atığıdır. Alkali füzyon yöntemiyle üretilen bağlayıcılarda bor içeren herhangi bir kristal faz tespit edilmemiştir. Üretilen bağlayıcıların mervinit, montiselit, sodyum oksit ve magnezyum oksit kristal yapılarını içerdiği görülmüştür. SK10 ve SK20 karışımlarında ise, diğer karışımlardan farklı olarak sodyum magnezyum silikat yapısının oluştuğu görülmektedir.
2. Bigadiç ve Emet bölgesinde yer alan bor madeni atıklarıyla yapılan çalışmalar sonucunda tek bileşenli bağlayıcılarla üretilen harç karışımlarından basınç dayanımı elde edilememiştir.
3. Emet atığının alkalü füzyon yöntemi ile kalsine edilmesinin ardından iç yapısında; sodyum kalsiyum bor oksit ve kalsiyum borat gibi, sodyum ve bor içeren yeni bileşiklerin oluştuğu görülmektedir. Bor atığı ve sodyum hidroksitin birlikte kalsine edilmesi sırasında oluşan bu yapılar hazırlanan harç numunelerinin basınç dayanımı gelişimini engellemiştir. Bahsedilen kristal fazların yanı sıra, iç yapıda nefelin fazının da oluştuğu XRD analizi sonucunda belirlenmiştir. Nefelin fazının oluşması, tek bileşenli geopolimer bağlayıcının reaktifliğini azaltmış ve buna bağlı olarak harç numunelerinden basınç dayanımı elde edilememiştir.
4. Kırka bor atığından üretilen tek bileşenli geopolimer bağlayıcı ile hazırlanan numunelerin yüksek mekanik dayanıma erişebilmeleri için, atığın alkali füzyon yöntemi ile 650 °C sıcaklıkta 3 saat boyunca kalsine edilmesi gereklidir.

5. Harç numunelerinde %100 bor atığı kullanılarak kabul edilebilir düzeyde basınç dayanımları elde edebilmek için kür sıcaklığının 100 °C ve kür süresinin 12 saat olması gerekmektedir. Numunelere oda kürü uygulanması durumunda ise Kırka bor atığının, YFC ile kısmen yer değiştirmesi gerekmektedir.
6. Alkali olarak sodyum hidroksit içeren ve yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin basınç dayanımları, sodyum karbonatlı numunelerin basınç dayanımlarından daha yüksektir. En yüksek basınç dayanımı (24,2 MPa) %4 Na₂O içeren numunelerden elde edilmiştir. Yüksek sıcaklık kürü uygulanan Kırka bor atığı ile üretilen tek bileşenli geopolimer numunelerden elde edilen basınç dayanımının kaynağının tobermorit grubuna ait bir mineral olan riversideite fazı (C-S-H) olduğu görülmüştür.
7. Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerde aktivatör tipine bakılmaksızın; aktivatör oranı arttıkça, kapiler su emme değerlerinde düşüş meydana gelmiştir. SH10 ve SK20 numunelerinin kapiler su emme performansı benzer olup, deney yapılan karışımlar arasında kapiler su emmesi en düşük karışımlardır.
8. Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerde en yüksek kuruma büzülmesi gösteren numune SH10 iken, en az kuruma büzülmesi gösteren numune ise SK10 olmuştur. Aktivatör tipine bakılmaksızın, aktivatör oranı arttıkça numunelerin kuruma büzülmesi değerleri artmaktadır.
9. Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin, yüksek sıcaklığa karşı dayanıklılık özelliklerinin belirlenmesi deneyinde sıcaklığın 600 °C'ye kadar artması ile numunelerin basınç dayanımlarında (SK 10 hariç) düşüş gözlemlenmiştir. Sıcaklığın 900 °C'ye çıkması ile, aktivatör tipi ve oranına bakılmaksızın tüm numunelerin basınç dayanımlarında 600 °C'ye göre çok ciddi artışlar meydana gelmiştir. Örneğin, SH4 numunesindeki artış yaklaşık olarak %100 iken, SH10 numunesinde %375 artış olmuştur. Aynı şekilde SK10 numunesinde artış %100 iken, SK 20 numunesinde %319'dur. Aktivatör oranı daha fazla olan numunelerde dayanım artışı daha fazla olmuştur. SEM incelemeleri, 900 °C sıcaklığa maruz kalan numunelerde ergimenin olduğunu ve bu sayede daha yoğun, boşluksuz bir morfolojinin meydana geldiğini göstermiştir. Bu yapı değişimi söz konusu dayanım artışlarının nedeni olarak görülmektedir.

10. Yüksek sıcaklık kürü uygulanan numunelerin, suda kalıcılık özelliklerinin belirlenmesi aşamasında, sodyum hidroksit içeren ve hem havada hem de suda bekletilen numunelerin basınç dayanımı değerleri ve kontrol numunesi dayanım değerleri birbirine benzer bulunmuştur. Sodyum karbonat içeren numunelerde ise özellikle suda bekletilen numunelerin basınç dayanımlarında düşüş gözlemlenmiştir. SK10 ve SK20 numunelerinin 28 gün suda bekletilmesinin ardından basınç dayanımları sırasıyla, %17 ve %23 oranında düşmüştür.
11. Oda kürü uygulanan numuneler arasında 7. günde en yüksek basınç dayanımına sahip olan karışım 18,4 MPa ile K50-12 olmuştur. Bu karışımın basınç dayanımı değeri, 28. günde 28,9 MPa ve 56. günde 35,3 MPa bulunmuştur. Numuneler zamanla dayanım kazanmaya devam etmekte olup, oda kürü uygulanan numunelerde yaş faktörü basınç dayanımı gelişimi açısından önemlidir. Ayrıca sabit SH oranlarında, Kırka bor atığı oranı arttıkça numunelerin basınç dayanımları düşmektedir. Oda kürü uygulanan K50-12 numunesinin XRD analizinde 25-35 ° (2 Θ) aralığında oluşan kambur, amorf C-(A)-S-H yapısının oluşumu ile ilgili olup, yüksek basınç dayanımının kaynağını oluşturmaktadır.
12. Oda kürü uygulanan numunelerde aktivatör oranının artması ile kapiler su emme değerlerinde artış olurken, Kırka bor atığı miktarının artması ile kapiler su emme değerlerinde azalma olmuştur. En yüksek kapiler su emme değerine sahip karışım K50-12 iken en düşük kapiler su emme değerine sahip karışım K70-8 olmuştur. Öte yandan numunelerde bir miktar çiçeklenme olduğu görülmüştür.
13. Oda kürü uygulanan numunelerin kuruma büzülmesi değerleri genellikle, aktivatör oranının artmasıyla artmıştır. Ayrıca elde edilen kuruma büzülmesi değerleri, bağlayıcısı YFC olan numunelerin kuruma büzülme değerlerine göre oldukça düşüktür. Kırka bor atığının, kuruma büzülmesine olumlu bir etkisinin olduğu görülmüştür.
14. Oda kürü uygulanan numuneler, yüksek sıcaklığa maruz kaldığında basınç dayanımlarının azaldığı görülmüştür. 600 °C sıcaklığa maruz kalan numunelerin basınç dayanımı değerleri, kontrol numunelerine kıyasla %50 azalmıştır. Öte yandan, sıcaklığın 900 °C'ye çıkması ile, tüm numunelerin (K50-8 hariç) basınç

dayanımlarında 600 °C sıcaklığa maruz kalan numunelere kıyasla az da olsa dayanım artışı meydana gelmiştir.

15. Oda kuru uygulanan numunelerin ve 28 gün suda bekletilen numunelerin basınç dayanımları, kontrol numunelerine kıyasla daha düşük bulunmuştur. Basınç dayanımı değerlerinde %10 ile %30 arasında düşüş gözlemlenmiştir.

Bundan sonra yapılacak çalışmalarda;

1. Kırka bor atığı kullanılarak alkali füzyon yöntemi ile üretilecek bağlayıcıların uzun dönemli mekanik ve durabilite özelliklerinin belirlenmesi,
2. Kırka atığı kullanılarak üretilecek tek bileşenli ve iki bileşenli geopolimer numunelerinin mekanik ve iç yapı özelliklerinin karşılaştırılması,
3. Tek bileşenli geopolimer bağlayıcının performansının diğer bağlayıcılar ile hibrit kullanımının araştırılması,
4. Kırka atıkları için harç numunelerinden geopolimer betonu aşamasına geçilerek hali hazırda elde edilen dayanımları yükseltmeye yönelik çalışmaların yapılması önerilmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] **Kocak, I., Eke, C. A. N. E. L., Buyuk, B., Kamislioglu, M., & Ozaydin Ozkara, R.** (2024). Determination of natural radioactivity level of boron waste deposits in Bandirma, Balikesir, Turkey. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 21(1), 845-856.
- [2] **Celik, H.** (2015). Recycling of boron waste to develop ceramic wall tile in Turkey. *Transactions of The Indian Ceramic Society*, 74(2), 108-116.
- [3] **Türker, O. C., Böcük, H., & Yakar, A.** (2013). The phytoremediation ability of a polyculture constructed wetland to treat boron from mine effluent. *Journal of Hazardous Materials*, 252, 132-141.
- [4] **Ediz, N., & Yurdakulb, A.** (2009). Characterization of porcelain tile bodies with colemanite waste added as a new sintering agent. *Journal of Ceramic Processing Research*, 10(4), 414-422.
- [5] **Boron Sector Report.** (2011). Eti mine works general management. *Turkey: Boron Sector Report.*
- [6] **Garrett, D. E.** (1998). Borates: handbook of deposits, processing, properties, and use. *Elsevier.*
- [7] **Kavas, T., Christogerou, A., Pontikes, Y., & Angelopoulos, G. N.** (2011). Valorisation of different types of boron-containing wastes for the production of lightweight aggregates. *Journal of Hazardous Materials*, 185(2-3), 1381-1389.
- [8] **Kavas, T.** (2006). Use of boron waste as a fluxing agent in production of red mud brick. *Building and Environment*, 41(12), 1779-1783.
- [9] **Seiler, H. G., Sigel, H., & Sigel, A.** (1988). Handbook on toxicity of inorganic compounds.
- [10] **Quadra, G. R., Roland, F., Barros, N., Malm, O., Lino, A. S., Azevedo, G. M., & Campos, J. M. S.** (2019). Far-reaching cytogenotoxic effects of mine waste from the Fundão dam disaster in Brazil. *Chemosphere*, 215, 753-757.
- [11] **Almeida, C. A., de Oliveira, A. F., Pacheco, A. A., Lopes, R. P., Neves, A. A., & de Queiroz, M. E. L. R.** (2018). Characterization and evaluation of sorption potential of the iron mine waste after Samarco dam disaster in Doce River basin–Brazil. *Chemosphere*, 209, 411-420.
- [12] **Glotov, V. E., Chlachula, J., Glotova, L. P., & Little, E.** (2018). Causes and environmental impact of the gold-tailings dam failure at Karamken, the Russian Far East. *Engineering Geology*, 245, 236-247.
- [13] **Rico, M., Benito, G., & Diez-Herrero, A.** (2008). Floods from tailings dam failures. *Journal of Hazardous Materials*, 154(1-3), 79-87.
- [14] **Neville, A.M.** (2011). *Properties of Concrete*. 5th Edition, Longman, England.
- [15] **Ouellet-Plamondon, C., & Habert, G.** (2015). Life cycle assessment (LCA) of alkali-activated cements and concretes. *In Handbook of alkali-activated cements, mortars and concretes* (pp. 663-686). Woodhead Publishing.

- [16] **Sevim, U. K.** (2011). Colemanite ore waste concrete with low shrinkage and high split tensile strength. *Materials and Structures*, 44, 187-193.
- [17] **Uslu, T., & Arol, A. I.** (2004). Use of boron waste as an additive in red bricks. *Waste Management*, 24(2), 217-220.
- [18] **Koumpouri, D., & Angelopoulos, G. N.** (2016). Effect of boron waste and boric acid addition on the production of low energy belite cement. *Cement and Concrete Composites*, 68, 1-8.
- [19] **Özdemir, M., & Öztürk, N. U.** (2003). Utilization of clay wastes containing boron as cement additives. *Cement and Concrete Research*, 33(10), 1659-1661.
- [20] **Mutuk, T., & Mesci, B.** (2014). Analysis of mechanical properties of cement containing boron waste and rice husk ash using full factorial design. *Journal of Cleaner Production*, 69, 128-132.
- [21] **Kavas, T.** (2006). Use of boron waste as a fluxing agent in production of red mud brick. *Building and Environment*, 41(12), 1779-1783.
- [22] **Abalı, Y., Yurdusev, M. A., Zeybek, M. S., & Kumanhoğlu, A. A.** (2007). Using phosphogypsum and boron concentrator wastes in light brick production. *Construction and Building Materials*, 21(1), 52-56.
- [23] **Över, D., Köroğlu, L., Ayas, E., & Güney, Y.** (2017). The effect of heat-treated boron derivative waste at 600 °C on the mechanical and microstructural properties of cement mortar. *Construction and Building Materials*, 154, 743-751.
- [24] **Olgun, A. S. İ. M., Kavas, T., Erdogan, Y., & Once, G.** (2007). Physico-chemical characteristics of chemically activated cement containing boron. *Building and Environment*, 42(6), 2384-2395.
- [25] **Bagheri, A., Nazari, A., Sanjayan, J. G., & Rajeev, P.** (2017). Alkali activated materials vs geopolymers: Role of boron as an eco-friendly replacement. *Construction and Building Materials*, 146, 297-302.
- [26] **Al Saadi, T. H. A., Badanoiu, A. I., Nicoara, A. I., Stoleriu, S., & Voicu, G.** (2017). Synthesis and properties of alkali activated borosilicate inorganic polymers based on waste glass. *Construction and Building Materials*, 136, 298-306.
- [27] **Uysal, M., Al-mashhadani, M. M., Aygörmez, Y., & Canpolat, O.** (2018). Effect of using colemanite waste and silica fume as partial replacement on the performance of metakaolin-based geopolymer mortars. *Construction and Building Materials*, 176, 271-282.
- [28] **Celik, A., Yilmaz, K., Canpolat, O., Al-Mashhadani, M. M., Aygörmez, Y., & Uysal, M.** (2018). High-temperature behavior and mechanical characteristics of boron waste additive metakaolin based geopolymer composites reinforced with synthetic fibers. *Construction and Building Materials*, 187, 1190-1203.
- [29] **Kiziltepe, C. Ç.** (2018). *Kolemanit Zenginleştirme Atıklarının Alkali Aktivasyon Potansiyelinin Araştırılması*. (Master's thesis), Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.

- [30] **Ye, N., Yang, J., Liang, S., Hu, Y., Hu, J., Xiao, B., & Huang, Q.** (2016). Synthesis and strength optimization of one-part geopolymer based on red mud. *Construction and Building Materials*, *111*, 317-325.
- [31] **Abdel-Gawwad, H. A., & Khalil, K. A.** (2018). Application of thermal treatment on cement kiln dust and feldspar to create one-part geopolymer cement. *Construction and Building Materials*, *187*, 231-237.
- [32] **Peng, M. X., Wang, Z. H., Shen, S. H., Xiao, Q. G., Li, L. J., Tang, Y. C., & Hu, L. L.** (2017). Alkali fusion of bentonite to synthesize one-part geopolymeric cements cured at elevated temperature by comparison with two-part ones. *Construction and Building Materials*, *130*, 103-112.
- [33] **Ke, X., Bernal, S. A., Ye, N., Provis, J. L., & Yang, J.** (2015). One-part geopolymers based on thermally treated red mud/NaOH blends. *Journal of the American Ceramic Society*, *98*(1), 5-11.
- [34] **Feng, D., Provis, J. L., & van Deventer, J. S.** (2012). Thermal activation of albite for the synthesis of one-part mix geopolymers. *Journal of the American Ceramic Society*, *95*(2), 565-572.
- [35] **Peng, M. X., Wang, Z. H., Xiao, Q. G., Song, F., Xie, W., Yu, L. C., & Yi, S. J.** (2017). Effects of alkali on one-part alkali-activated cement synthesized by calcining bentonite with dolomite and Na₂CO₃. *Applied Clay Science*, *139*, 64-71.
- [36] **Türk Standartları Enstitüsü** (2014). Çimento deney metotları-Bölüm3: Priz süresi ve hacim genişleme tayini. TS EN, 196-3.
- [37] **ASTM C348** (2014). Standard test method for flexural strength of hydraulic-cement mortars. *Annual Book of ASTM Standards*, USA.
- [38] **ASTM C109/C109M-05** (2017). Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens). *Annual Book of ASTM Standards*, USA.
- [39] **ASTM C1403** (2015). Standard test method for rate of water absorption of masonry mortars. *Annual Book of ASTM Standards*, USA.
- [40] **ASTM C642** (2013). Standard test method for density, absorption, and voids in hardened concrete. *Annual Book of ASTM Standards*, USA.
- [41] **ASTM C596** (2017). Standard test method for drying shrinkage of mortar containing hydraulic cement. *Annual Book of ASTM Standards*, USA.
- [42] **Obut, A., Aktosun, Z., Girgin, İ., Deveci, H., & Yörükoğlu, A.** (2022). Characterization and treatment of clayey waste using a sulfuric acid roasting-water leaching process for the extraction of lithium. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, *58*(4).
- [43] **Allen, R. D.** (1957). *Differential thermal analysis of selected borate minerals* (No. 1036-K). US Govt. Print. Off.,.
- [44] **Earnest, C. M.** (1983). Thermal analysis of hectorite. Part II. Differential thermal analysis. *Thermochimica Acta*, *63*(3), 291-306.
- [45] **Waclawska, I.** (1995). Thermal decomposition of borax. *Journal of thermal analysis*, *43*, 261-269.

- [46] **Kurama, S., Kara, A., & Kurama, H.** (2006). The effect of boron waste in phase and microstructural development of a terracotta body during firing. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(4-5), 755-760.
- [47] **Önal, M., & Sarıkaya, Y.** (2007). Thermal behavior of a bentonite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 90(1), 167-172.
- [48] **Simsek, O.** (2006). *Beneficiation of Kirka Tincal Ore by Decripitation Method.* (M.Sc. Thesis), Eskisehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- [49] **Cai, J., Bao, Y., Yang, S., Wang, X., Fan, D., Xu, J., & Wang, A.** (2007). Research on preservation and enrichment mechanisms of organic matter in muddy sediment and mudstone. *Science in China Series D: Earth Sciences*, 50(5), 765-775.
- [50] **Ma, J., Fu, K., Shi, J., Sun, Y., Zhang, X., & Ding, L.** (2016). Ultraviolet-assisted synthesis of polyacrylamide-grafted chitosan nanoparticles and flocculation performance. *Carbohydrate polymers*, 151, 565-575.
- [51] **Panna, W., Szumera, M., & Wyszomirski, P.** (2016). The impact of modifications of the smectite-bearing raw materials on their thermal expansion ability. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 123, 1153-1161.
- [52] **Trindade, M. J., Dias, M. I., Coroado, J., & Rocha, F.** (2010). Firing tests on clay-rich raw materials from the Algarve basin (southern Portugal): study of mineral transformations with temperature. *Clays and Clay Minerals*, 58(2), 188-204.
- [53] **Koroglu, L., & Ayas, E.** (2018). A systematic study on solid-state synthesis of monticellite (CaMgSiO₄) based ceramic powders obtained from boron derivative waste. *Advanced Powder Technology*, 29(11), 2835-2844.
- [54] **Yang, T., Zhang, Z., Zhu, H., Zhang, W., Gao, Y., Zhang, X., & Wu, Q.** (2019). Effects of calcined dolomite addition on reaction kinetics of one-part sodium carbonate-activated slag cements. *Construction and Building Materials*, 211, 329-336.
- [55] **Kuenzel, C., Grover, L. M., Vandeperre, L., Boccaccini, A. R., & Cheeseman, C. R.** (2013). Production of nepheline/quartz ceramics from geopolymer mortars. *Journal of the European Ceramic Society*, 33(2), 251-258.
- [56] **Çetintaş, R., & Soyer-Uzun, S.** (2018). Relations between structural characteristics and compressive strength in volcanic ash based one-part geopolymer systems. *Journal of Building Engineering*, 20, 130-136.
- [57] **Moukannaa, S., Aboulayt, A., Hakkou, R., Benzaazoua, M., Ohenoja, K., Palomo, A., & Fernández-Jimenez, A.** (2022). Fusion of phosphate by-products and glass waste for preparation of alkali-activated binders. *Composites Part B: Engineering*, 242, 110044.

- [58] **Kouamo, H. T., Elimbi, A., Mbey, J. A., Sabouang, C. N., & Njopwouo, D.** (2012). The effect of adding alumina-oxide to metakaolin and volcanic ash on geopolymer products: A comparative study. *Construction and Building Materials*, 35, 960-969.
- [59] **Shah, S. F. A., Chen, B., Ahmad, M. R., & Haque, M. A.** (2021). Development of Cleaner One-part geopolymer from lithium slag. *Journal of Cleaner Production*, 291, 125241.



ÖZGEÇMİŞ

TARANMIŞ
VESİKALIK
FOTOĞRAF

Ad-Soyad : Cavit Çağatay KIZILTEPE

Doğum Tarihi ve Yeri :

E-posta :

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2014, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü
- **Yüksek Lisans** : 2018, Dokuz Eylül Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı, Yapı Malzemesi

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- Araştırma Görevlisi, Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü (2016-Halen)

TEZDEN TÜRETİLEN ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Kızıltepe, C.Ç., Yüksel İ., Aydın, S., & Sığındere, A.** (2022). Bor Madeni Atıklarından Alkali Füzyon Yöntemi ile Tek Bileşenli Geopolimer Bağlayıcı Geliştirilmesi, *Türkiye İnşaat Mühendisliği 18. Teknik Kongre ve Sergisi*, (pp. 707-715, İstanbul, Türkiye.
- **Kızıltepe, C.Ç., Yüksel İ., & Aydın, S.** (2024). One-Part Geopolymer Binder Based on Boron Wastes: Effects of Calcination Temperature and NaOH Dosage on Strength and Microstructure, *Journal of Innovative Science and Engineering*, 8(1), 53-62.

DİĞER ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Aydın, S., & Kızıltepe, C. Ç.** (2019). Valorization of Boron Mine Tailings in Alkali-Activated Mortars. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 31(10), 04019224.

- **Öztürk, B. C., Kızıltepe, C. C., Ozden, B., Güler, E., & Aydın, S.** (2020). Gamma and neutron attenuation properties of alkali-activated cement mortars. *Radiation Physics and Chemistry*, 166, 108478.
- **Kızıltepe, C. Ç., & Aydın, S.** (2017). Kolemanit Zenginleştirme Artığı Killerin Alkalilerle Aktivasyon Potansiyeline Kalsinasyon Sıcaklığının Etkilerinin Araştırılması, *Beton 2017: Hazır Beton Kongresi*, İstanbul, Türkiye.

