

2209-B
SANAYİYE YÖNELİK LİSANS ARAŞTIRMA PROJELERİ
DESTEKLEME PROGRAMI

SONUÇ RAPORU

PROJE BAŞLIĞI: Nanokristalin Selülozun (NKS) Çimento Harçlarının Mekanik Performansını İyileştirme Özelliklerinin İncelenmesi

PROJE YÜRÜTÜCÜSÜNÜN ADI: Selami ZOR

AKADEMİK DANIŞMANININ ADI: Dr. Öğr. Üyesi Didem OKTAY

SANAYİ DANIŞMANININ ADI: Prof. Dr. Nabi YÜZER

GENEL BİLGİLER

PROJENİN KONUSU	Nanokristalin Selülozun (NKS) Çimento Harçlarının Mekanik Performansını İyileştirme Özelliklerinin İncelenmesi
PROJE YÜRÜTÜCÜSÜNÜN ADI	Selami ZOR
DANIŞMANIN ADI	Dr. Öğr. Üyesi Didem OKTAY Prof. Dr. Nabi YÜZER
PROJE BAŞLANGIÇ VE BİTİŞ TARİHLERİ	16.10.2021 – 07.09.2022

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER	III
ŞEKİL LİSTESİ	IV
TABLO LİSTESİ	V
1. GİRİŞ	1
2. RAPOR DÖNEMLERİNDE YAPILAN ÇALIŞMALAR	2
2.1. Malzeme ve Karışım Tasarımları.....	2
2.1.1. Malzeme	2
2.1.2. Karışım Tasarımları	4
2.1.3. NKS Süspansiyonun Hazırlanması.....	4
2.2. Deney Yöntemleri	5
2.2.1.1. Yayılma Deneyi	5
2.2.1.2. Priz Süresi	6
2.2.1.3. Reoloji Ölçümleri	7
2.2.2. Sertleşmiş Hal Özellikleri	8
2.2.2.1. Su Emme	8
2.2.2.2. Basınç Dayanımı.....	9
2.2.3. İç Yapı Özellikleri.....	3
2.2.3.1. Termogravimetrik Analiz (TGA)	3
2.2.3.2. Taramalı Elektronik Mikroskopi (SEM) ve Enerji Dağıtıcı Spektroskopi (EDS)	4
3. SONUÇ	6
3.1. Taze Hal Özelliklerinin Sonuçları	6
3.1.1. Yayılma Deneyi Sonuçları	6
3.1.2. Priz Süresi Sonuçları.....	6
3.1.3. Reolojik Ölçüm Sonuçları.....	7
3.2. Sertleşmiş Hal Özelliklerinin Sonuçları	9
3.2.1. Su Emme Sonuçları	9
3.2.2. Basınç Dayanımı Sonuçları.....	10
3.3. İç Yapı Özelliklerinin Sonuçları.....	11
3.3.1. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları	11
3.3.2. Taramalı Elektronik Mikroskopi (SEM) ve Enerji Dağıtıcı Spektroskopi (EDS) Sonuçları	13

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1 Portland çimento CEM I 42.5 R, b) Standart CEN kumu, c) Süper akışkanlaştırıcı,.....	2
d) Toz nanokristalin selüloz	2
Şekil 2.2 NKS'nin SEM görüntüsü	3
Şekil 2.3 a) Çimento hamuru mikseri, b) çimento harcı mikseri	4
Şekil 2.4 a) Ultrasonik banyo içerisinde NKS solüsyonları, b) Hazırlanmış NKS solüsyonu.....	5
Şekil 2.5 a) Yayılma tablası, b) Yayılma çapı ölçümü	6
Şekil 2.6 a) Vicat cihazı, b) Priz süresi ölçümü.....	7
Şekil 2.7 a) Rotasyonel reometre, b) Reometre ölçüm kiti	8
Şekil 2.8 a) Etüvde kurutma işlemi, b) Fırında kaynatma işlemi, c) Suda asılı kütle ölçümü.....	9
Şekil 2.9 a) Kalıba dökülen numune, b) Kür içerisinde bekletilen numuneler.....	2
Şekil 2.10 Basınç testi için hazırlanan numuneler	2
Şekil 2.11 a) Tüp kalıplarda hazırlanan numune, b) Küçük parçalara ayrılmış numune, c) Toz hale getirilmiş numune	3
Şekil 2.12 a) Epoksi reçineler, b) Epoksi ile birleştirilmiş numuneler, c) Alkali silika parlatıcılar, d) Ultrasonik banyoda durulanan numune, e) Fazlalıkları kesilmiş numune, f) Parlatılmış numune.....	5
Şekil 2.13 SEM-EDS cihazı.....	5
Şekil 3.1 NKS dozajına göre yayılma çapı eğrisi.....	6
Şekil 3.2 Numunelerin prize başlama ve priz tamamlama süreleri.....	7
Şekil 3.3 Akış eğrisi	8
Şekil 3.4 Değiştirilmiş Bingham modeline göre reolojik parametreler	8
Şekil 3.6 NKS dozajına göre 3, 7, 28, 90 günlük basınç dayanımları	10
Şekil 3.7 Termogravimetrik analiz sonuçları a) 7 günlük, b) 28 günlük.....	12
Şekil 3.8 Numunelerin SEM-EDS analiz görüntüleri	16

TABLO LİSTESİ

Tablo 2.1 Çimentonun ve NKS'nin fiziksel ve kimyasal özellikleri	3
Tablo 2.2 Harç Karışım Oranları ve Numune Kodları	4
Tablo 3.1 Basınç dayanım sonuçları	10
Tablo 3.2 Numunelerin kimyasal bağlı su ve hidratasyon dereceleri	13

1. GİRİŞ

Çimento esaslı malzemeler günümüzde en yaygın kullanılan yapı malzemeleridir. Ancak yenilenemez kaynaklardan elde edilen bu malzemeler; yüksek enerji kullanımı, doğal kaynakların tüketimi ve yüksek karbon emisyonu gibi dezavantajlara sahiptir. Bu dezavantajları giderebilen ve istenen özellikleri karşılayabilecek yeni bir malzeme türü olarak selüloz kaynaklı ham maddeler karşımıza çıkmaktadır. Hem doğal kaynaklardan hem de tarımsal atıklardan elde edilebilmesi mümkün olan bu malzemeler, düşük enerji tüketimi ve karbon emisyonuna sahiptir.

Artan çevresel kaygılar ile birlikte düşük karbon ayak izine sahip selüloz liflerin farklı uygulamalarda kullanımı hızla artmıştır. Son yıllarda yenilenebilir ve sürdürülebilir nano malzemelere önem verilmekte ve nano malzemeler üzerinde araştırma faaliyetleri çoğalmaktadır. Bununla birlikte yüksek karbon emisyonuna ve doğal kaynakların tüketilmesine yol açtığı için, beton üretiminde çimento kullanımının azaltılması ve sürdürülebilir yapı malzemelerinin kullanılması tercih edilmektedir. Bu iki durum göz önüne alınarak atık malzemelerden elde edilen ve nano özellikteki yapısı sayesinde betona ileri yapı malzemesi özelliği kazandırabilecek NKS'nin betonda kullanımının araştırılması proje konusu olarak seçilmiştir. Bu proje kapsamında atık malzemelerden elde edilen ve çevre dostu bir ürün olan nanokristalin selülozun (NKS) kullanılması ve çimento esaslı kompozitlerin mekanik performansını iyileştirme özelliklerinin incelenmesi hedeflenmektedir. NKS ilavesi ile üretilen çimento esaslı kompozitler üzerine yapılan çalışmaların büyük oranda yurt dışında yapıldığı görülmektedir. Bu durum göz önüne alındığında bu projenin bir diğer amacı da yurt dışından teknoloji transferinin yapılması ve betona üstün özellikler katan bu ürünün yerli üretimlerde kullanılmasının yaygınlaştırılmasıdır.

2. RAPOR DÖNEMLERİNDE YAPILAN ÇALIŞMALAR

2.1. Malzeme ve Karışım Tasarımları

Deneyisel çalışma kapsamında kullanılan malzemelere ait özellikler ve karışım tasarımları aşağıda detaylı olarak açıklanmıştır.

2.1.1. Malzeme

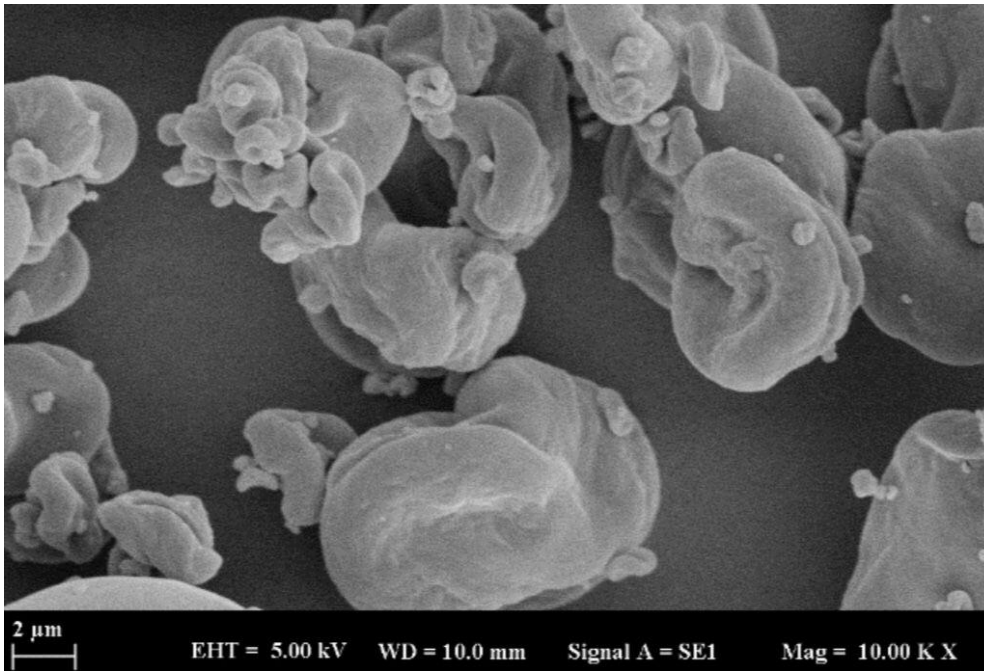
Üretimlerde bağlayıcı olarak CEM I 42.5 R sınıfı Portland çimentosu (Şekil 2.1a) ve TS EN 196-1'e uygun standart CEN kumu kullanılmıştır (Şekil 2.1b). Düşük su miktarına sahip işlenebilir bir harç elde etmek için, tüm karışımlarda polikarboksilat esaslı bir süperakışkanlaştırıcı (Plastol Ultra 218) ilave edilmiştir (Şekil 2.1c). CelluForce'tan getirilen selüloz nanokristalleri (NKS) topaklanmasını önlemek için üretim öncesinde ultrasonik banyo yardımı ile su içinde dağıtılarak karışımda kullanılmıştır (Şekil 2.1d). Deneyisel çalışmada kullanılan çimento ve NKS'ye ait fiziksel özellikler ve XRF analizinden elde edilen kimyasal kompozisyon Tablo 2.1'de verilmiştir. Deneyisel çalışmada kullanılan NKS'nin SEM görüntüsü Şekil 2.2'de yer almaktadır.



Şekil 2.1 Portland çimento CEM I 42.5 R, b) Standart CEN kumu, c) Süper akışkanlaştırıcı, d) Toz nanokristalin selüloz

Tablo 2.1 Çimentonun ve NKS'nin fiziksel ve kimyasal özellikleri

Kimyasal Özellikler		
Kompozisyonlar (%)	Çimento	NKS
CaO	81,5	5,6
SiO ₂	5,3	-
Al ₂ O ₃	0,3	-
Fe ₂ O ₃	5,9	2,4
MgO	1,6	-
Na ₂ O	-	-
K ₂ O	1,1	-
SO ₃	2,6	52,8
PdO	-	22,4
Yanma kaybı	1,7	-
Fiziksel Özellikler		
Spesifik yüzey alanı m ² /g	0,378	400
Kütle yoğunluğu g/cm ³	3,1	0,7



Şekil 2.2 NKS'nin SEM görüntüsü

2.1.2. Karışım Tasarımları

Harç üretimleri ASTM C305'e göre yapılmıştır. Üretimlerde NKS karışımlara çimento ağırlığının yüzdeki olarak ilave edilmiştir. Deneysel çalışmalarda, karışımların işlenebilirliği göz önünde tutularak çimento hamuru ve çimento harcı için farklı su/bağlayıcı oranları kullanmıştır. Harç üretimlerine ait karışım oranları Tablo 2.1 verilmiştir. Hamur üretimlerinde priz süresi deneyleri için 0,35, reolojik ölçümler için 0,40 su/çimento oranı seçilmiştir.

Tablo 2.2 Harç Karışım Oranları ve Numune Kodları

Numuneler	Su (g)	Çimento (g)	Kum (g)	NKS (%)	SA (%)
Referans	225	450	1350	-	1.2
NKS0,25	225	450	1350	0,25	1.2
NKS0,50	225	450	1350	0,50	1.2
NKS0,75	225	450	1350	0,75	1.2



Şekil 2.3 a) Çimento hamuru mikseri, b) çimento harcı mikseri

2.1.3. NKS Süspansiyonun Hazırlanması

Odun lifi kaynaklı NKS tozu, çimento ağırlığının %0,25, %0,50 ve %0,75 oranında karma suyu içinde ultrasonik banyo (Şekil 2.4a) kullanılarak dağıtılmış ve sıvı süspansiyon elde edilmiştir (Şekil 2.4b). NKS'nin toz halinde kullanılması yerine sıvı hallerinde kullanılması, bu malzemelerin çimento karışımlarında partikül aglomerasyonunu önlemek amaçlıdır. Nanomalzemelerin karışımlardaki süspansiyon hallerinde kullanılması, bu malzemelerin

parçacıklarının çimento karışımlarında iyi dağılmasına izin verir, bu da bu malzemelerin parçacıklarının tüm karışım boyunca eşit olarak dağılmasına olanak tanır.



Şekil 2.4 a) Ultrasonik banyo içinde NKS solüsyonları, b) Hazırlanmış NKS solüsyonu

2.2.Deney Yöntemleri

Bu bölümde numune hazırlama ve test yöntemleri açıklanmıştır. İlk olarak numunelerin taze hal deneyleri gerçekleştirilmiştir, daha sonra sertleşmiş hal deneyleri ve iç yapı özelliklerinin incelenmesi yapılmıştır.

2.2.1 Taze Hal Özellikleri

2.2.1.1. Yayılma Deneyi

Yayılma deneyi ASTM C1437'ye uygun olarak yayılma konisi ve sıkıştırma tokmaklı bir yayılma tablası kullanılarak yapılmıştır. Harç numunelerde yapılan deneyde iki kademedeki koni içine doldurulan harç 20 defa tokmaklandıktan sonra koni kaldırılmış ve 15 sn. içinde 25 sarsma yapılarak harcın yayılması sağlanmıştır. Birbirine dik iki doğrultuda ölçülen yayılma çaplarının ortalaması olarak yayılma değerleri hesaplanmıştır.



Şekil 2.5 a) Yayılma tablası, b) Yayılma çapı ölçümü

2.2.1.2. Priz Süresi

NKS'nin priz süresi üzerindeki etkisini incelemek için priz süresi testi gerçekleştirilmiştir. Priz süresi için hazırlanan hamurlarda S/Ç oranı 0,35 olarak kullanılmıştır Numuneler daha önce Şekil 2.3a'da gösterildiği gibi hamur mikseri kullanılarak hazırlanmıştır. Test, çimento hamurları üzerinde ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir. Karışım hazırlandıktan sonra vicat kalıbına döküldü ve vicat cihazına yerleştirilmiştir (Şekil 2.6a). Cihazın iğnesi her 10 dakikada bir çimento hamuruna batacak şekilde deneye başlanmıştır. İğnenin taze karışıma batığı zaman batma miktarı cihaz tarafından ölçülmüştür (Şekil 2.6b). Batma miktarındaki değişime göre priz başlama ve bitiş süreleri hesaplanmıştır.



Şekil 2.6 a) Vicat cihazı, b) Priz süresi ölçümü

2.2.1.3. Reoloji Ölçümleri

NKS içeriğinin değişmesinin çimento hamurlarının reolojik özelliklerine etkisini araştırma için AntonPaar RheolabQC marka bir rotasyonel reometre ile reolojik ölçümler yapılmıştır (Şekil 2.7a). Reolojik ölçüm için hazırlanan hamurlarda S/Ç oranı 0,40 olarak kullanılmıştır. NKS çimento ağırlığına göre %0,25 %0,50 ve %0,75 oranında eklenmiştir. Numunelerini hazırlamak için bir hamur mikseri kullanılmıştır (Şekil 2.3a) ve numunelerin karıştırılması ASTM C305'e göre yapılmıştır. Hazırlandıktan sonra numuneler silindirik kaba dökülmüştür ve hava boşluklarının giderilmesi sağlanmıştır. Şekil 2.7b'de gösterildiği reoloji kiti reolojik ölçümlerin ölçülmesinde kullanılmıştır. NKS karışımlarının plastik viskozite ve akma gerilmesi gibi reolojik parametreleri incelenmiştir. Reolojik işlem 20 °C sabit sıcaklıkta gerçekleşirdi. Homojen bir karışım elde etmek ve hava kabarcıklarını ortadan kaldırmak için 100 s⁻¹ kayma hızında 30 saniyelik bir ön kayma uygulanarak reolojik prosedüre başlanmış ve daha sonra karışım hemen 30 saniye dinlendirilmiştir. Deney daha sonra kayma hızı değerini kademeli olarak 0,1'den 100 s⁻¹'e yükselterek tamamlandı. NKS hamur karışımlarının eşik kayma gerilmesi ve plastik viskozite değerleri, kayma hızıyla orantılı ikinci derece bir terim içeren denklem 2.1'de gösterildiği gibi Değiştirilmiş Bingham modeli kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\tau = \tau_0 + \mu \times \dot{\gamma} + c \times \dot{\gamma}^2 \quad (2.1)$$

Modifiye edilmiş Bingham denkleminde, τ kayma gerilimini, τ_0 eşik kayma gerilmesi (Pa) μ viskoziteyi ve $\dot{\gamma}$ kayma hızını temsil etmektedir. Ayrıca, taze karışımlarının doğrusal olmayan davranışını incelemek için reolojik indeks (c / μ) değeri kullanılmıştır. Bu değer pozitif ise kayma kalınlaşması, negatif ise karışımlarda kayma incelmesi davranışı meydana gelmektedir.



Şekil 2.7 a) Rotasyonel reometre, b) Reometre ölçüm kiti

2.2.2. Sertleşmiş Hal Özellikleri

2.2.2.1. Su Emme

Su emme testi ASTM C642'ye göre yapılmıştır. Her karışım için 50x50x50 mm boyutlarında üç küp numune üretilmiştir. Bu numunelerin 28 gün boyunca standart kürlenmesinden sonra, numuneler su emme testi için külden çıkarılmıştır. İlk olarak, numuneler ayrı ayrı tartıldıktan sonra, 24 saat boyunca 110 ± 5 °C sıcaklıkta kurutulmak üzere etüve yerleştirilmiştir ve işlemten sonra kuru ağırlıkları bulunmuştur (Şekil 2.8a). Kuru ağırlıkları alındıktan sonra doymuş ağırlığı hesaplamak için numuneler tekrar 48 ± 5 saat suya yerleştirilmiştir. Numuneler, daha sonra sudan çıkarılmıştır ve havlu ile kurutularak suya doymun yüzey kuru hale getirilmiştir. Suyu doymun yüzey kuru ağırlıkları belirlenmiştir. Daha sonra numuneler 5 saat kaynatılmıştır (Şekil 2.8b), kaynama süresinin bitmesiyle birlikte, numuneler 14 ± 4 saat

soğutularak tekrar ağırlıkları ölçülmüştür. Son olarak, numuneler su içerisinde asılı kalacak şekilde suya batırılmıştır ve görünen ağırlığı belirlenmiştir (Şekil 2.8c). Her NKS grubu için hazırlanan 3 numunenin ortalaması alınarak denklem 2.2 yardımıyla su emme oranı ve denklem 2.3 ile boşluk oranı hesaplanmıştır.

$$\text{Su emme (\%)} = (m_{\text{sdyk}} - m_{\text{kuru}}) / (m_{\text{kuru}}) \quad (2.2)$$

$$\text{Boşluk oranı (\%)} = (g_2 - g_1) / (g_2) \quad (2.3)$$

m_{sdyk} : suya doymuş yüzey kuru kütle

g_1 : Kuru numune yoğunluğu

m_{kuru} : Etüvde kurutulduktan sonraki kütle

g_2 : Su içinde asılı numune yoğunluğu

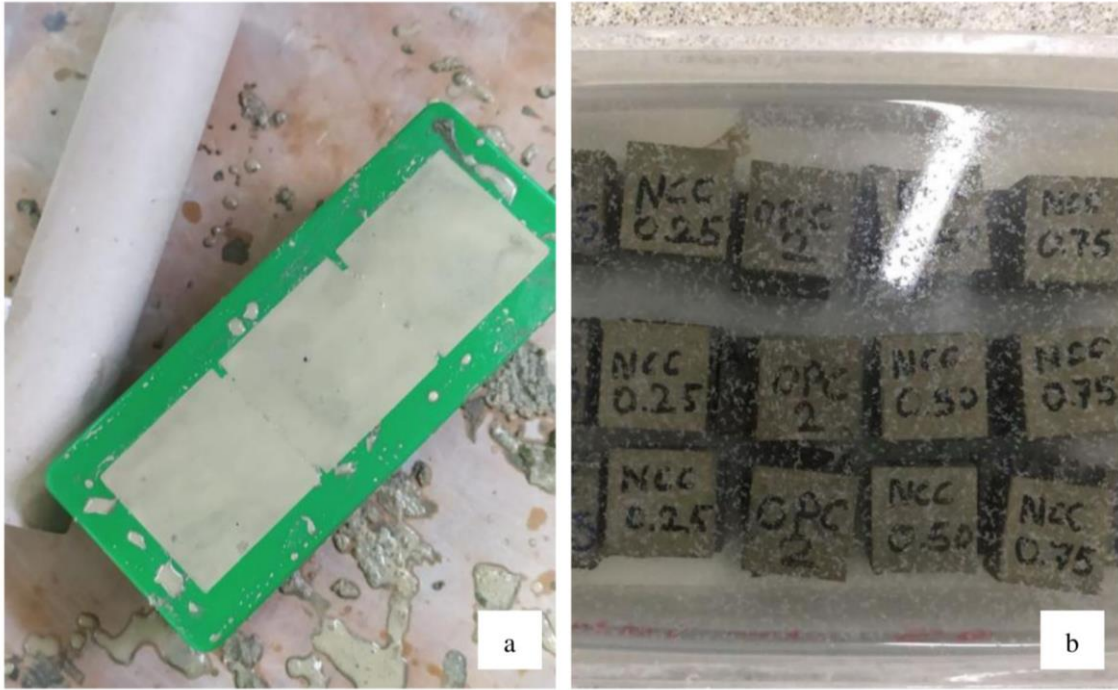


Şekil 2.8 a) Etüvde kurutma işlemi, b) Fırında kaynatma işlemi, c) Suda asılı kütle ölçümü

2.2.2.2. Basınç Dayanımı

Harç numuneleri için basınç dayanımı testi kullanılarak mekanik performans incelenmiştir. Her seri için üç küp 50x50x50 mm çimento harcı hazırlanmıştır. Karışım kalıplarda döküldü ve sarsma tablası ile içerisindeki hava kabarcıkları dışarıya alınmıştır (Şekil 2.9a). Daha sonra suyun buharlaşmasını önlemek için streç film yardımı ile kalıplar sarıldı ve sıcaklığı $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ortamda $24 \pm 0,5$ saat sertleşmeye bırakılmıştır. Sertleşme sonunda numuneler kalıplardan çıkartılıp test günleri gelene kadar (3, 7, 28 ve 90 gün) kür içerisinde ve sıcaklığı 20°C olan dolapta muhafaza edilmiştir (Şekil 2.9b). Numuneler, hidrolik test cihazı kullanılarak ASTM C109/C109M'e uygun şekilde 4 mm/dak yükleme hızına sahip bir basınç yüküne tabi

tutularak test edilmiştir. Basınç dayanımı, her seri için hazırlanan üç numunenin ortalaması alınarak hesaplanmıştır.



Şekil 2.9 a) Kalıba dökülen numune, b) Kür içinde bekletilen numuneler



Şekil 2.10 Basınç testi için hazırlanan numuneler

2.2.3. İç Yapı Özellikleri

Hazırlanan çimento hamuru falkon tüpüne dökülmüştür (Şekil 2.11a) ve sertleşmesini sağlamak için 20°C sıcaklık ve %55±5 bağıl neme sahip dolapta beklemeye bırakılmıştır. Farklı serilere ait hidrasyon dereceleri hesaplanmıştır.

2.2.3.1. Termogravimetrik Analiz (TGA)

TGA, ağırlık kaybını ve göreceli ısı akışını değerlendirmek için kullanılmıştır. TGA analizi için hamur örnekleri hazırlanmıştır. Sertleştirilmiş numuneler 7. Ve 28. günlerde tüpten çıkarıldı, her numune için az miktarda kesilmiştir (Şekil 2.11b) ve havan kullanılarak toz haline getirilmiştir (Şekil 2.11c) . Toz numune elek no200 (75 µm) kesik parçalar 15-25 mg şeklinde hazırlanmıştır. Analiz Exstar TG/DTA 6300 cihazı kullanılarak yapılmıştır. Sıcaklık aralıklarının sınırlarını bulmak için her numune eğrisinin ilk türevi elde edilmiştir. İnert azot atmosferinde sıcaklık ortam sıcaklığından 1000 °C'ye kadar 10 °C/dak sabit hızda ısıtılmıştır.



Şekil 2.11 a) Tüp kalıplarda hazırlanan numune, b) Küçük parçalara ayrılmış numune, c) Toz hale getirilmiş numune

2.2.3.2. Taramalı Elektronik Mikroskopi (SEM) ve Enerji Dağıtıcı Spektroskopi (EDS)

Çeşitli miktarlarda NKS ilavesiyle hazırlanan çimento hamurlarının içyapı gelişimini incelemek için SEM-EDS testleri yapıldı. İlk olarak, numune hazırlama, sertleştirilmiş hamurların tüpten çıkarılması, hamurların parçalara ayrılması ve emprenye işlemi uygulandı.

Emprenye

Emprenye, Şekil 2.12a'da gösterilen düşük viskoziteli bir epoksi reçinesi kullanılarak yapıldı. Kesilmiş numuneler ile epoksiyi birleştirmek için silindirik kap (Şekil 2.12b) kullanıldı. Numunelerin üzerine karışık epoksi döküldü ve 24 saat boyunca sertleştirilmeye bırakıldı.

Parlatma

Epoksi ile kaplanan numunenin sertleştirildiğinden emin olduktan sonra, numune kalıptan çıkarıldı ve mürekkepli kalem ile işaretlendi. P320, P500 ve P1200 olmak üzere 3 Ü SiC zımpara kağıdı kullanıldı. İlk olarak, silindirik numunenin alt kısmının öğütüldü ve numuneleri alttan kaplayan ekstra epoksi düz hale (Şekil 2.12e). Her zımparalamadan sonra numune, yüzeydeki kalıntıları çıkarmak için ultrasonik banyoda (Şekil 2.12d) durulandı. Epoksi içindeki numunenin sınırı ortaya çıktıktan sonra, numunenin tabanını 1 µm ve 6 µm'lik elmas süspansiyonla parlatıldı ve son olarak numune, son parlatma için 0.2 µ m alkali füme silika ile parlatıldı (Şekil 2.12c).

Test etme

Parlatma işlemi tamamlandıktan sonra (Şekil 2.12f), numune test gününden 2 gün önceye kadar kurutucuda saklanmıştır. Test gününde, numune SEM cihazı ile taranmak üzere hazırlandı. ZEISS mikroskobu ile 7 kV ivme ile taranmıştır (Şekil 2.13).



Şekil 2.12 a) Epoksi reçineler, b) Epoksi ile birleştirilmiş numuneler, c) Alkali silika parlatıcılar, d) Ultrasonik banyoda durulanan numune, e) Fazlalıkları kesilmiş numune, f) Parlatılmış numune



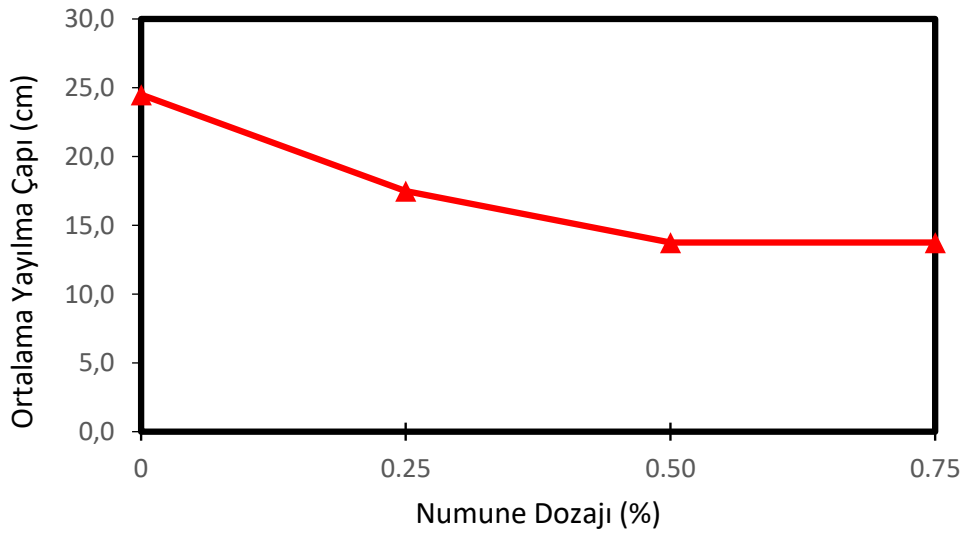
Şekil 2.13 SEM-EDS cihazı

3. SONUÇ

3.1.Taze Hal Özelliklerinin Sonuçları

3.1.1. Yayılma Deneyi Sonuçları

Taze hal için yapılan yayılma deneyi sonucunda elde edilen veriler numunenin içerdiği NKS oranına göre Şekil 3.1’de yer almaktadır. Deney sonuçlarından elde edilen verilere göre numune içindeki NKS dozajının artması akıcılığı azaltmaktadır. Referans numuneye göre %0,25, %0,50 ve %0,75 içerikte NKS içeren numunelerin yayılma çapı sırasıyla 7 cm, 11 cm ve 11 cm azalmıştır. Bu durum, NKS’nin tüm gruplar için işlenebilirliği azalttığı anlamına gelmektedir. NKS'nin uzamış morfolojisi nedeniyle sunduğu direnç, NKS içeren karışımlarda yayılma çapının azalmasına neden olmuştur. Son olarak, NKS’nin akış değerlerindeki düşüş, morfolojilerinin ve boyutlarının bir sonucudur. Akıştaki azalma suya bağlanabilir olan küçük parçacık boyutuyla ilişkilendirilebilir.

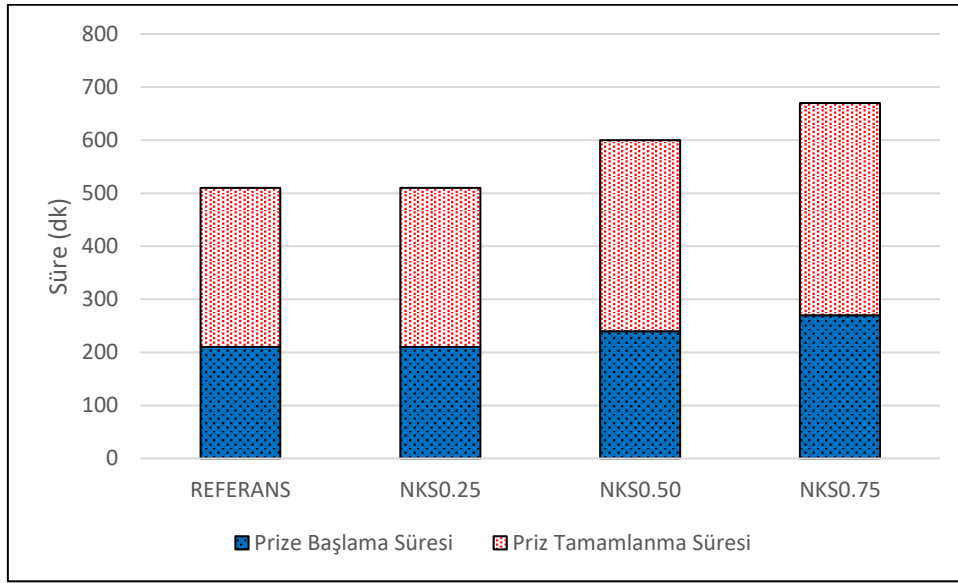


Şekil 3.1 NKS dozajına göre yayılma çapı eğrisi

3.1.2. Priz Süresi Sonuçları

Prize başlama ve priz sonu ayar süresine ilişkin sonuçlar, referans numune ile farklı dozajda NKS içeren numuneler arasında karşılaştırılmalı olarak Şekil 3.2’de verilmiştir. Deney sonucuna göre NKS kullanılması çimento hamurlarının priz almaya başlama süresinde gecikme

meydana getirdi. %0,25 dozajda prize başlamada gecikme meydana gelmez iken gecikme %0.5 ve %0,75 doz numunelerinde gözlemlenmiştir. Referans numune ile karşılaştırıldığında NKS0,25, NKS0,50 ve NKS0,75 numunelerinin prize başlamasındaki gecikmeleri sırasıyla 0 dk, 30 dk ve 60 dk olarak belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar, NKS dozajının artmasının prize başlama zamanını geciktirdiğini göstermektedir. Referans numune ile karşılaştırıldığında NKS0,25, NKS0,50 ve NKS0,75 numunelerinin priz tamamlanma gecikmeleri sırasıyla 0 dk, 60 dk ve 100 dk olarak belirlendi. Sonuçlardan, çimento hamuru içerisinde ne kadar NKS dahil edilirse, priz süresindeki gecikmeyi arttırdığı sonucuna varılmıştır.

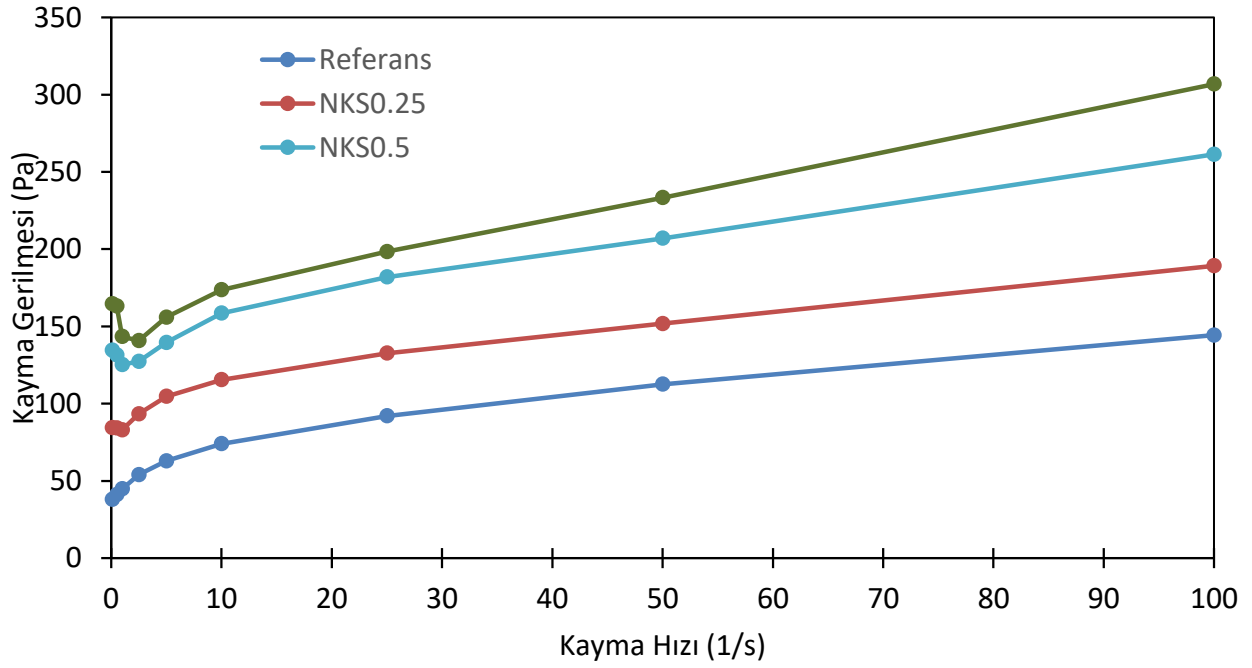


Şekil 3.2 Numunelerin prize başlama ve priz tamamlama süreleri

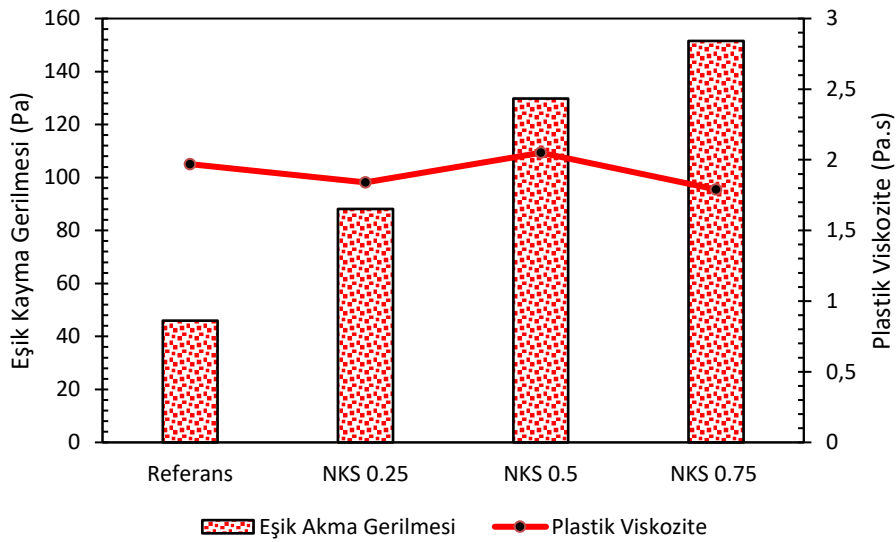
3.1.3. Reolojik Ölçüm Sonuçları

NKS'nin çimento hamuru karışımları üzerindeki reolojik özelliklere etkisi Şekil 3.3'te verilmiştir. Çimento karışımlarının eşik kayma gerilmesi ve plastik viskozite değerleri, Bölüm 2.2.1.3'te belirtildiği gibi, Modifiye Bingham modeli (Denklem 2.1) kullanılarak bulunmuştur ve tüm serilerde yüksek Regresyon katsayısı ($R > 0,97$) ile reolojik parametreler hesaplanmıştır. Bu çalışmada incelenen tüm çimento hamurlarında kayma incelmeleri davranışı gözlemlenmiştir. Regresyon katsayısı 0.97 ile 0.98 arasındaydı. Şekil 3.3 ve 3.4'te yer alan sonuçlardan, yola çıkarak karışımlarındaki NKS oranının artması ile eşik kayma gerilmesinin arttığı gözlemlenmiştir, referans numuneye göre eşik kayma gerilmesinde NKS 0,25'te %50, NKS 0,50'de %65 ve NKS 0,75'te %70,5 artış gözlemlenmiştir. Ayrıca NKS takviyeli hamurlarda

plastik viskozite değeriinde değışiklik gözlemlenmedi ve referans numuneye kıyasla plastik viskozite değeri aynı kaldı.



Şekil 3.3 Akış eğrisi

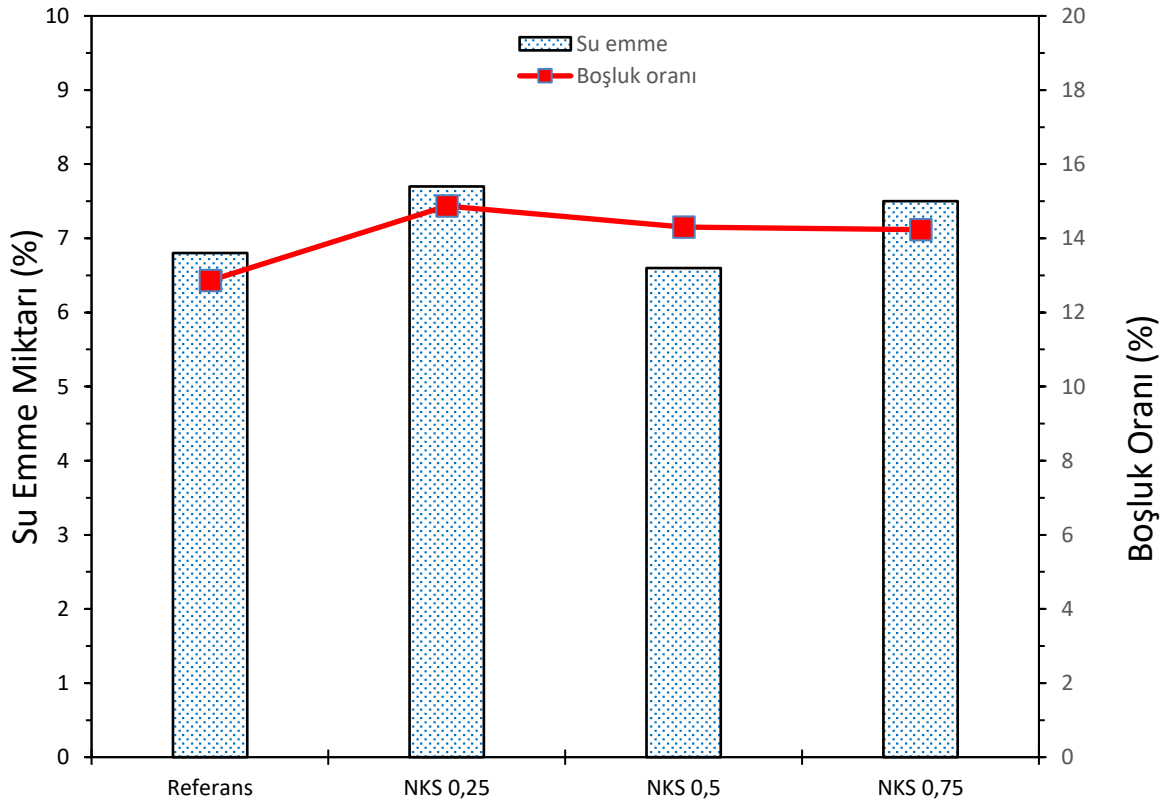


Şekil 3.4 Değiştirilmiş Bingham modeline göre reolojik parametreler

3.2.Sertleşmiş Hal Özelliklerinin Sonuçları

3.2.1. Su Emme Sonuçları

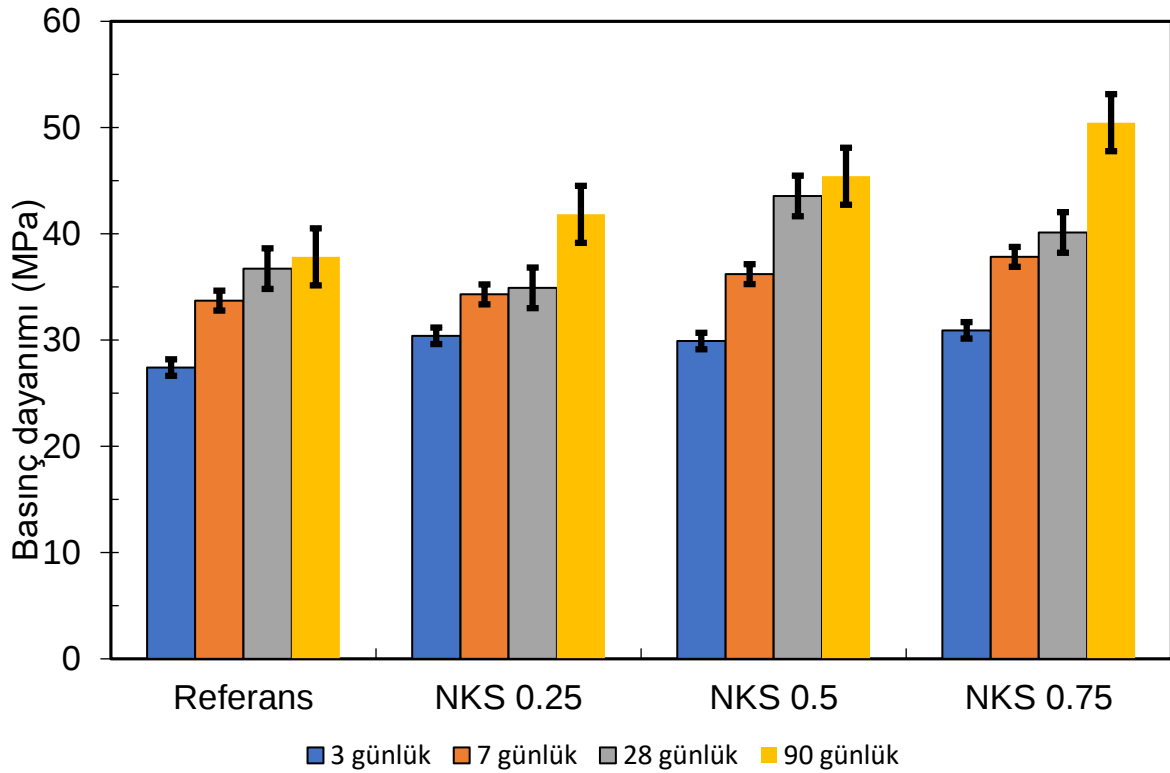
Şekil 3.5’te sunulan sonuçlar NKS ilavesinin çimento harçlarının emicilik özelliğine etkisi göstermektedir. NKS0,25 numunesinin su emme ve boşluk oranı sonuçları referansa göre sırasıyla %10,4 ve %7,5 artmıştır. NKS0,50 numunesinde ise referansa göre bu değerler sırasıyla %3 ve %3,5 azalma göstermiştir. NKS0,75 bakıldığında bu değerlerin referansa göre sırasıyla %4,8 ve %3,9 artmış olduğu gözlemlenmektedir. Yüksek boşluk oranının ve su emiliminin çimento harçları üzerinde olumsuz etki yarattığını düşünürsek NKS0,25 ve NKS0,75 harcın mekanik dayanımını azaltabilir.



Şekil 3.5 NKS dozajına bağlı su emme ve boşluk miktarı sonuçları

3.2.2. Basınç Dayanımı Sonuçları

Basınç dayanımı, sertleştirilmiş çimento numunelerinde belirlenmesi gereken en önemli parametredir. Ağırlıkça %0 (referans), %0,25, %0,50, %0,75 NKS içeren çimento harçlarından üretilen numunelerin basınç dayanım testi sonuçları Şekil 3.6 ve Tablo 3.1’ verilmiştir. Basınç testleri numuneler 3, 7, 28, 90 gün kürleme sonunda yapılmıştır. Basınç testi sonuçlarına bakıldığı zaman 3 ve 90 günlük testlerde referansa göre en fazla dayanım artışını NKS0,75 elde etmiştir. 7 ve 28 günlük testlerde ise en fazla dayanımı NKS0,50 içerikli numuneler göstermiştir. NKS0,75 3 ve 90 günlük testlerde referansa göre sırasıyla %14,13 ve %33,36 dayanım artışı sağlamıştır. Aynı şekilde NKS0,50 3 ve 28 günlük testler referansa göre %7,4 ve %18,62 dayanım kazandırmıştır. NKS0,50 ve NKS0,75 numunelerinin basınç dayanımları arasındaki değişiklikler, NKS eklendiğinde kalsiyum kristallerinin önemli ölçüde gelişmesini açıklayabilir, çünkü hidrofilik doğası gereği suyun gözenekli yapıya emilmesine yol açabilir.



Şekil 3.6 NKS dozajına göre 3, 7, 28, 90 günlük basınç dayanımları

Tablo 3.1 Basınç dayanım sonuçları

Basınç Dayanımı (Mpa)				
Numune	3 günlük	7günlük	28 günlük	90 günlük
Referans	27,42 ± 2,57	33,71 ± 1,44	36,73 ± 1,32	37,83 ± 4,49
NKS0,25	30,4 ± 0,64	34,3 ± 0,93	34,92 ± 2,33	41,83 ± 3,72
NKS0,50	29,91 ± 1,71	36,21 ± 1,6	43,57 ± 4,08	45,42 ± 2,71
NKS0,75	30,92 ± 1,76	37,83 ± 0,91	40,13 ± 4,51	50,46 ± 5,53

3.3.İç Yapı Özelliklerinin Sonuçları

3.3.1. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları

NKS hamur numunelerinin 7 ve 28 günlük kürlenme sonundaki termogravimetrik eğrileri Şekil 3.7'de gösterilmiştir. Tüm numunelerin 1000 °C'ye kadar yüksek sıcaklığa dayandığı gözlemlendi. 7 günlük numunelerin analiz sonucuna göre referans numunesinin NKS içerikli numunelere göre daha az kütle kaybı yaşadığı tespit edildi. 28 günlük test sonuçları göre ise %0,25 içerikli numunenin kütle kaybının en az olduğu tespit edildi. DTG eğrileri TG verilerinden çizildi ve hidratlanmış numunelerin çeşitli fazlarının kesin sınırlarını tanımlamak için aynı şekil üzerinde gösterilmiştir. Yapılan analiz kütle kaybının üç ana aşamada meydana geldiğini gösterdi. İlk aşama 50°C ile 400°C arasında gözlenmiştir. Bu aşamadaki kilo kaybı, ettringit ve C-S-H jelinin dehidrasyonundan kaynaklanmaktadır. Kilo kaybının ikinci aşaması 400°C ile 500°C arasında meydana gelmiştir ve CH'nin dehidrasyonu sonunda açığa çıkan portlanditten (Ca(OH)₂) kaynaklanmış olabilir. Kilo kaybının son aşaması, 600°C ve üzeri sıcaklıklarda CaCO₃ molekülünün dekarbonizasyonundan kaynaklanmaktadır. CH'nin hava ile karbonizasyonu sonunda kalsiyum karbonat üretilir. Denklem 3.1'deki kimyasal bağlı su (W_b) ve α olarak kabul edilen hidrasyon derecesi, Denklem 3.2'deki Bhatti'nin yöntemi kullanılarak tüm numuneler için hesaplanmıştır.

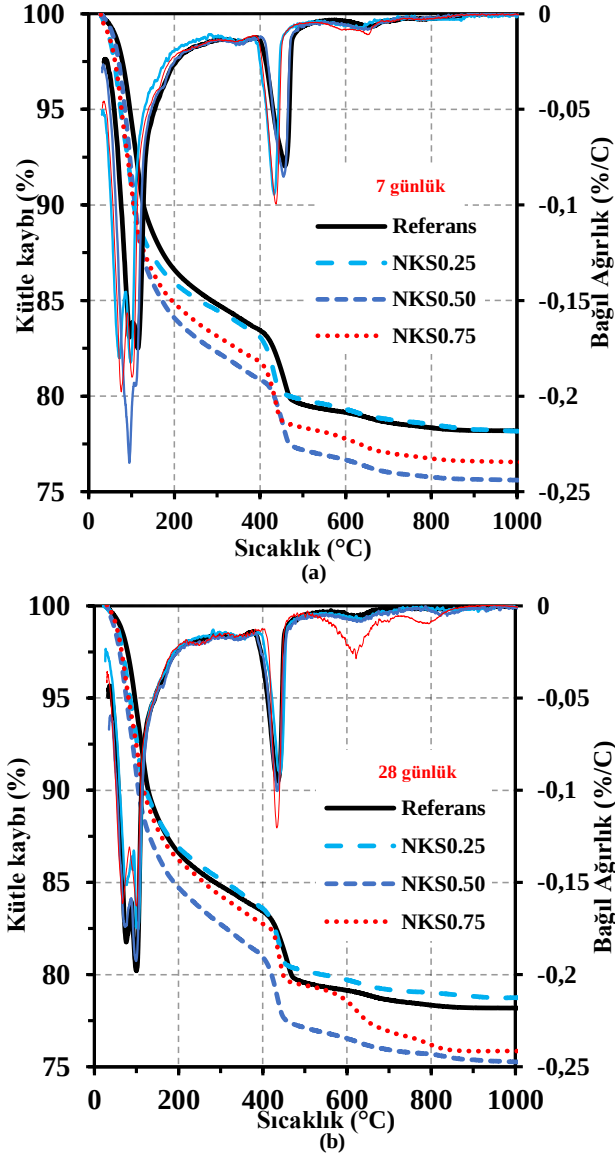
$$W_b = L_{dh} + L_{dx} + 0,41L_{dc} \quad (3.1)$$

$$\alpha = W_b / 0.24 \times 100 \quad (3.2)$$

L_{dh} C-S-H dehidrasyonuna bağlı göreceli kütle kaybını, L_{dx} portlandit dehidrasyonuna bağlı göreceli kütle kaybını ve L_{dc}, karbonasyona bağlı olarak göreceli kütle kaybını ifade etmektedir. L_{dh}, L_{dx} ve L_{dc}'yi belirlemek için kullanılan sıcaklık aralıkları, sırasıyla 50-

400°C, 400-50 °C ve 600-1000°C şeklindedir. Bağlı su ve hidrasyon derecesi sonuçları Tablo 3.2'de sunulmuştur.

Test sonuçları, 7 ve 28 günlük numuneler arasından NKS0,50'nin en yüksek hidrasyon derecesine sahip olduğunu gösterdi. Karışımlara NKS ilave edilmesi, 7 ve 28 günlük kür sonunda çimento hamurunun hidrasyon derecesinin iyileşmesini sağlamıştır.



Şekil 3.7 Termogravimetrik analiz sonuçları a) 7 günlük, b) 28 günlük

Tablo 3.2 Numunelerin kimyasal bağı su ve hidratasyon dereceleri

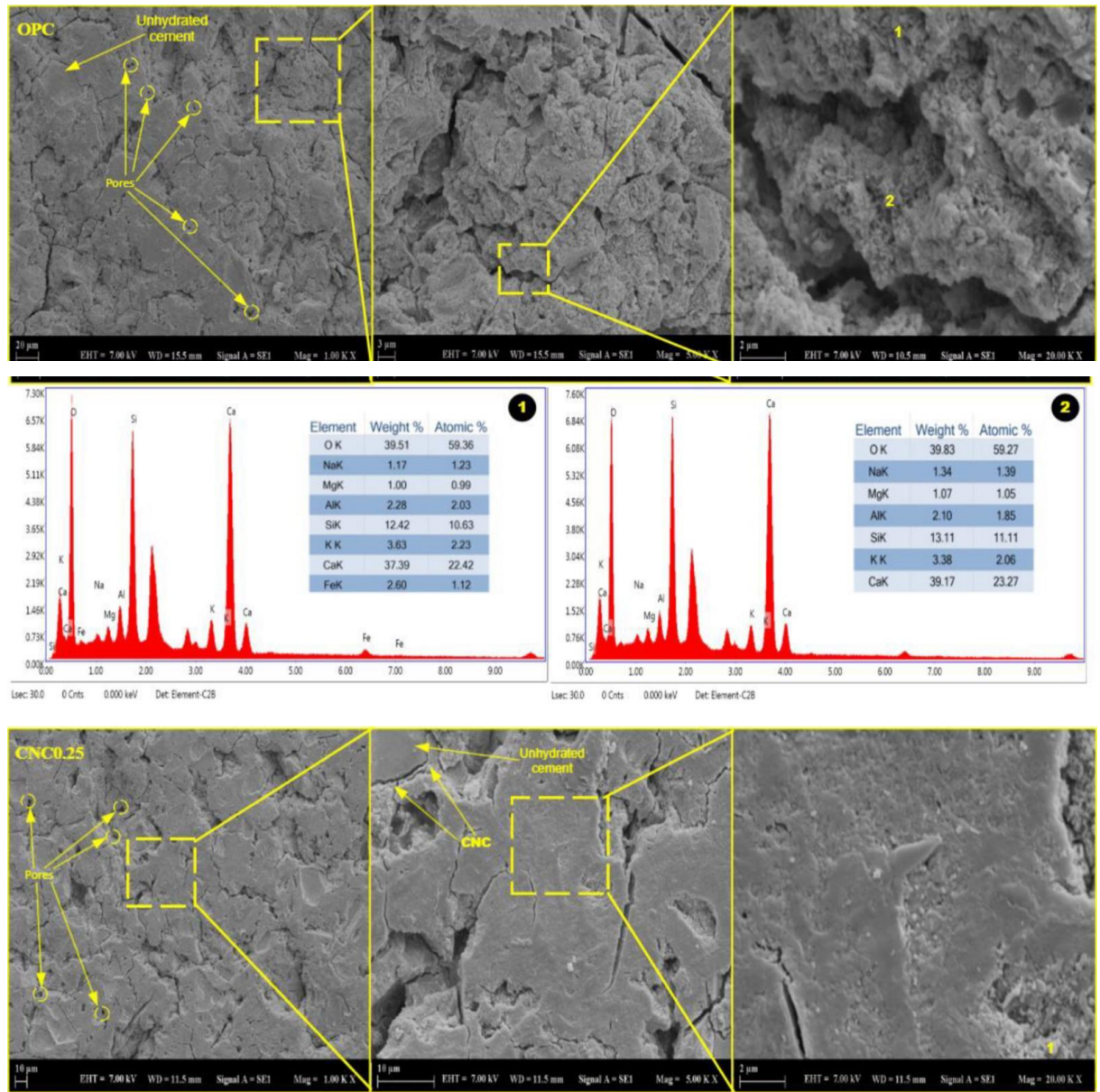
7 günlük					
Numune	Kütle Kayıpları			Kimyasal bağı su (Wb) (%)	Hidratasyon derecesi (α) (%)
	Ldh	Ldx	Ldc		
Referans	14.415	2.961	1.978	18.19	75.78
NKS0,25	14.301	2.988	2.091	18.15	75.61
NKS0,50	15.726	3.044	1.341	19.32	80.51
NKS0,75	14.467	2.997	1.722	18.17	75.71
28 günlük					
Numune	Kütle Kayıpları			Kimyasal bağı su (Wb) (%)	Hidratasyon derecesi (α) (%)
	Ldh	Ldx	Ldc		
Referans	16.126	3.105	1.440	19.82	82.60
NKS0,25	15.589	3.008	1.808	19.34	80.57
NKS0,50	18.784	3.478	1.384	22.83	95.12
NKS0,75	18.145	3.190	1.531	21.96	91.51

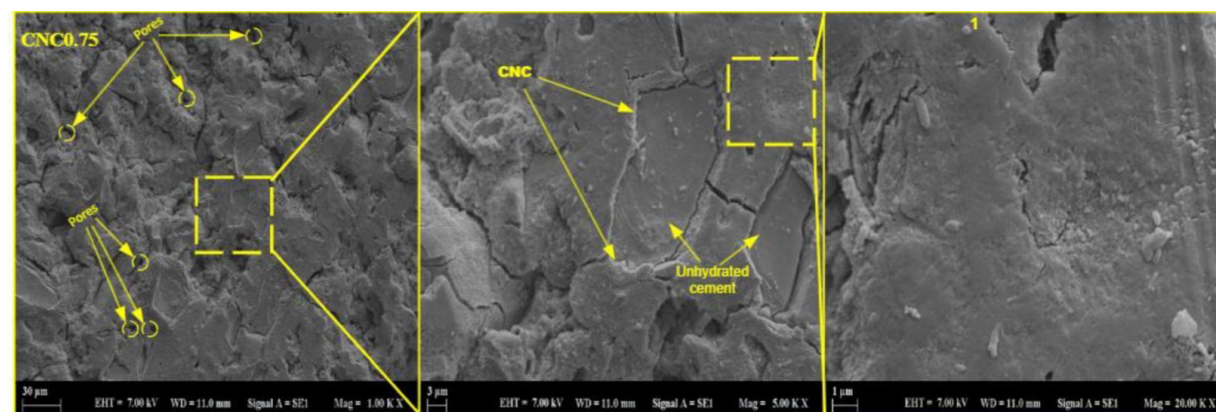
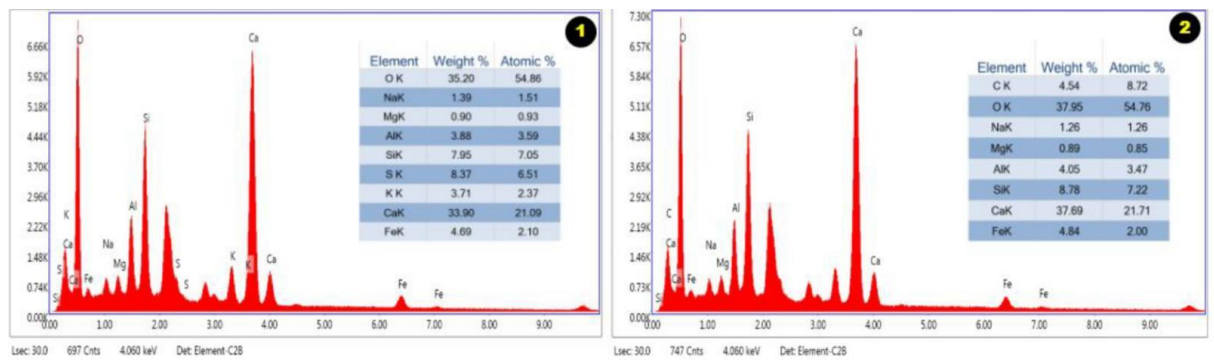
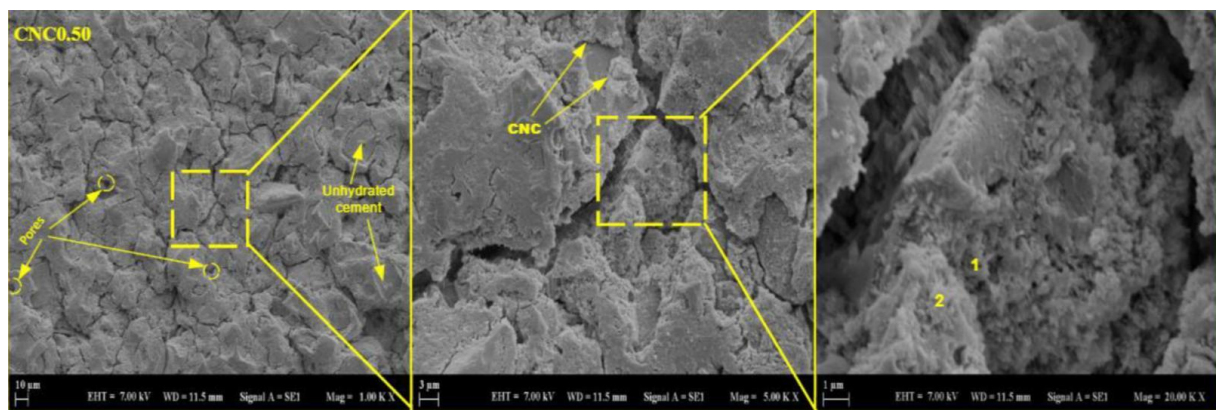
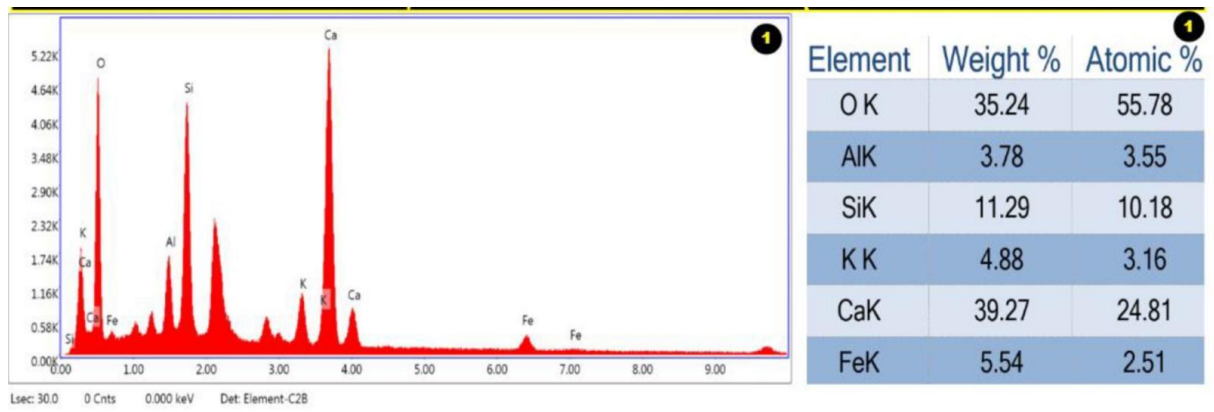
3.3.2. Taramalı Elektronik Mikroskopi (SEM) ve Enerji Dağıtıcı Spektroskopi (EDS) Sonuçları

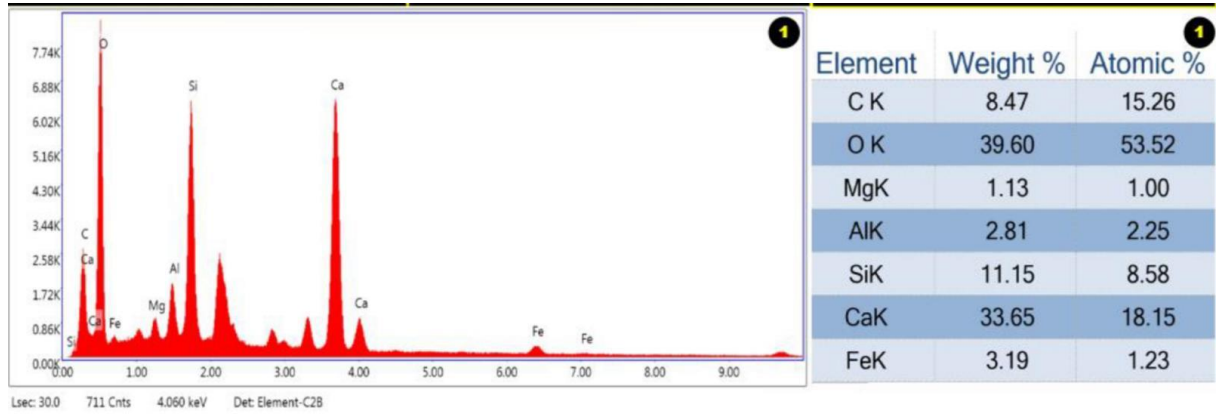
SEM-EDS analizleri çimento hamurlarından elde edilen parçacıklar üzerinde 28 gün kürleme sonunda yapılmış ve her bir numune için SEM görüntüleri Şekil 3.8'de verilmiştir. Normal büyütme SEM görüntüleri, numunelerde hidrate olmamış parçaları, kısmi veya eksik hidratlanmış parçaları, gözenekleri ve mikro çatlakları ortaya çıkarmıştır. Yüksek gözenekli numunelerde mikro çatlaklar gözlemlenmiştir. Numunelerin tümünde gözlemlenen mikro çatlakların birçoğunun numunenin parlatılmasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Referans numunenin, diğer numunelere kıyasla aşırı miktarda gözenek ve mikro çatlaka sahip olduğu görülmüştür. NKS içerikli numuneler içinde en az gözenekli yapı NKS0,50 içerikli numunede gözlenirken NKS0,25 ve NKS0,75 numunelerinde gözenek gözlemlenmiştir. Referans numune 1.00 kX büyütülüp incelendiğinde içerisinde hidrate olmamış çimento parçacıkları gözlemlenmiştir. NKS içeren numuneler, 1.00 kX ve 5.00 kX büyütülüp incelendiğinde içinde bulunan birçok hidrate olmamış çimento partikülü etrafında bir halka veya kabuk oluşumu tespit edilmiştir.

EDS analizinde, hidratasyon ürünleri, 1.50 ila 2.00 arasında bir Ca/Si oranına sahip çimentolarda bulunan C-S-H alanını tanımlamak için açıklanan kimyasal bileşiklerin atomik oranları kullanılarak tanımlanmıştır. NKS takviyeli numunelerde bazı alanlarda karbon ortaya çıktı. NKS0,25'te ve NKS0,75'te %12-%17 atom oranıyla daha fazla karbon gözlemlenmiştir.

Referans numunede 1 ve 2 numaraları ile işaretlenen seçimlerin C-S-H olduğu tespit edilmiştir. NKS 0,25, NKS0,50 ve NKS0,75 numunelerinde seçilenlerin ise C_3S olduğu belirlenmiştir. Şekil 3.8'de gösterilen EDS sonuçlarında görüldüğü gibi, karbon atomu gözlenmiş ve artan NKS dozjına bağlı olarak Ca ve Si atomlarının azaldığı belirlenmiştir. Karbon atomundaki orantılı artış ve Ca ve Si atomundaki düşüş, selüloz nanokristallerinin varlığını göstermektedir. Son olarak referans numunesinde kükürt atomunun bulunduğu ve NKS içeriğinin artması ile azaldığı tespit edilmiştir.







Şekil 3.8 Numunelerin SEM-EDS analiz görüntüleri

Bu çalışma kapsamında nanokristalin selüloz (NKS) kullanımının çimento esaslı malzemelerin mekanik ve mikroyapısal performansı üzerine etkileri araştırılmıştır. Çimento hamurlarının içyapı analizi ve reolojik ölçümler için sırasıyla 0,35 ve 0,40 su/çimento oranı kullanılarak hazırlanmıştır. Taze durum özellikleri sonuçları yayılma süresi, priz süresi ve reometre testleri kullanılarak elde edilmiştir. Sertleştirilmiş hal özellikleri sonuçları basınç dayanımı ve su emme testi ile yapılmıştır. Sonuçların geçerliliğini doğrulamak için mikroyapı analizleri (TGA ve SEM-EDS) yapılmıştır. Proje sonucunda çıkarılan bazı sonuçlar aşağıda açıklanmıştır.

- Yayılma testi sonuçları, NKS içeriğinin artmasıyla yayılma çapında azalma gözlemlenmiştir. Referans numuneye göre yayılma çapı sırasıyla NKS0,25 ve NKS0,50 içerikte numunelerde 7 cm'ye ve 11 cm'ye kadar azalmıştır. Buna göre NKS'nin işlenebilirliği azalttığı belirlenmiştir.
- Priz süresi sonuçlarına bakıldığı zaman, NKS'nin priz geciktirici katkı maddesi olarak rol oynadığı ve çimento karışımının hem prize başlama hem de priz tamamlama süresinde geciktirdiği gözlemlenmiştir. Bu özellik, çimento karışımlarındaki NKS dozajının artmasıyla artmıştır. Bu yönü ile beton üretiminde priz geciktirici kimyasallar yerine NKS kullanılmasının çevre kirliliği azaltacağı ve priz geciktirici sektöründe kullanılabilecek yeni bir hammadde olacağı belirlenmiştir.
- NKS içeren hamur karışımları, nanomalzemelerin eklenmesiyle eşik kayma gerilmesinde bir artış gözlemlenmiştir. Numuneler arasında en büyük eşik kayma gerilmesi NKS0,75'te gözlenmiştir. NKS'nin plastik viskoziteyi yok denecek kadar az

miktarda etkilediği belirlenmiştir. Bu sonuçlara göre NKS içerikli betonların taşıma gücünün arttıracağı ve NKS'nin inşaat sektöründe sürdürülebilir malzeme olarak kullanılabileceği anlaşılmıştır.

- Çimento numunelerine NKS ilavesinin basınç dayanımına olumlu etki ettiği belirlenmiştir. Basınç dayanımı için ideal NKS dozajının %0,50 olduğu tespit edilmiştir. Buna göre bir atık ürün olan NKS kullanılarak çevreye zararsız, dayanıklı beton üretilebileceği düşünülmektedir.
- Basınç dayanımına ve su emme verilerine göre NKS'nin harç karışımındaki optimum oranın %0,50 olduğu belirlenmiştir. Referans numuneye kıyasla, NKS0.50 su emiliminde %3'lük bir azalma ve boşluk içeriğinde %3,5'lik bir azalma göstermiştir.
- TGA analizi, en yaygın hidratasyon ürünlerinin C-S-H, Ca(OH)_2 ve CaCO_3 olduğunu ortaya koymuştur. TGA analizinden hidratasyon derecesinin ölçülmesi, NKS numuneleri arasında NKS0,50'nin hem 7 hem de 28 gün içinde en yüksek hidrasyon derecesine sahip olduğu tespit edilmiştir.
- SEM-EDS analizi, NKS takviyeli numunelerin çoğunlukla NKS0.25 ve NKS0.75'te gözenekler gösterdiğini, NKS0.50'nin ise daha az sayıda gözeneğe sahip olduğunu açıkça göstermiştir. Bu sonuçtan yola çıkarak beton içerisinde uygun dozda NKS kullanılmasının gözenekleri azalttığı görülmüştür.

Yapılan çalışma sonuçlarından yola çıkarak, çimento esaslı malzemelerin mekanik ve mikroyapısal özelliklerini olumlu yönde etkilemek için NKS%0,50'nin (çimento ağırlığınca) optimum oran olduğu tespit edilmiştir.

Bu çalışmaya sonucunda içyapısal analizlerle ilgili olarak, çimento bazlı malzemelerin iyileştirilmesinde NKS'nin olumlu etki ettiği belirlenmiştir.

PROJE YÜRÜTÜCÜSÜNÜN ADI – SOYADI - İMZA	AKADEMİK DANIŞMANIN ADI – SOYADI - İMZA	SANAYİ DANIŞMANIN ADI – SOYADI - İMZA
Selami ZOR	Dr.Öğr.Üyesi Didem OKTAY	Prof. Dr. Nabi YÜZER
		

Tarih : 05.09.2022

Bütçe kısmındaki deęişimler

Proje kapsamında yapılan içyapı analizleri Yıldız Teknik Üniversitesi bünyesinde ücret alınmadan yapılmış bu nedenle proje bütçesinde yer alan 2000 TL hizmet alımı kalemi kullanılmamıştır. Ek olarak alınması planlanmış olan sarf malzemenin bir kısmının Yıldız Teknik Üniversitesi bünyesi altında bulunan laboratuvarlarda bulunmasından dolayı 3000 TL olarak belirlenen sarf malzeme bütçesinden 2600 TL kullanılmıştır. Bunun sonucunda tarafıma yatırılan 4952,6 TL desteklemeden 2600 TL kullanılarak 2352,6 TL harcanmamış olup tarafınıza gönderilmiştir.

