

Tane Boyutunun Sinterlenmiş Kil Esaslı Geopolimer Malzeme Özelliklerine Etkisi

*¹ Gökhan Görhan ve ²Gökhan Kürklü

*¹Afyon Kocatepe Üniversitesi, Müh. Fak., İnşaat Müh. Bölümü, Afyonkarahisar, Türkiye

²Afyon Kocatepe Üniversitesi, Müh. Fak., İnşaat Müh. Bölümü, Afyonkarahisar, Türkiye

Özet

Bu çalışmada, farklı tane boyutuna sahip sinterlenmiş kil esaslı geopolimer malzeme özellikleri araştırılmıştır. Öncelikle kil malzemesi 700 °C’de sinterlenmiş ardından da laboratuvar tipi değirmende öğütülmüştür. Öğütülen malzemeler üç farklı incelikte (- 832, - 500 ve - 250 µm) elendikten sonra geopolimer malzeme üretiminde kullanılmış olup malzemelerin hazırlanmasında 50 x 50 x 50 mm’lik küp metal kalıplar kullanılmıştır. Örneklerin hazırlanması amacıyla, öğütülmüş ve elenmiş olan kil malzemesi daha önceden hazırlanmış olan alkali solüsyonla (NaOH ve Sodyum silikat solüsyonu) otomatik çimento mikserinde karıştırılmıştır. Hazırlanan karışım metal kalıplara vibrasyon yöntemiyle yerleştirilmiş ve akabinde örnekler kalıplarla birlikte etüve yerleştirilerek 5 saat süre ile 90 °C’de kür edilmiştir. Kür edilen örnekler kalıplardan alındıktan sonra 7 gün laboratuvar ortamında bekletilerek fiziksel ve mekanik özellikleri belirlenmiştir. Elde edilen bulgulara göre sinterlenmiş kil tane boyutunun azalması ile örneklerin birim hacim ağırlık ve basınç dayanım değerlerinin arttığı belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Kil, geopolimer, tane boyutu, sinterleme.

Effect on the Particle Size on Sintered Clay-Based Geopolymer Material Properties

Abstract

In this study, the properties of the sintered clay-based geopolymer material which has different particle size was investigated. Firstly, the clay material is sintered at 700 ° C and then it was grinded at the laboratory type mill. The milled material was used in the production of the geopolymer material after grinding in three different fineness (- 832, - 500 and - 250 µm). For the preparation of materials, 50 x 50 x 50 mm cube metal molds were used. The aim of preparing example, alkaline solution (NaOH and sodium silicate solution) and the prepared clay materials were mixed in the automatic cement mixer. And then, the mixtures prepared by metal mould with vibration method. Subsequently, the samples were cured at 90 °C for 5 hours with the molds in the oven. After the curing samples are left in the laboratory environment during 7 days because of the physical and mechanical properties were determined. According to the findings, it was determined that the values of the unit volume weight and compressive strength of the samples increased with the decrease of sintered clay grain size.

Key words: Clay, geopolymer, particle size, sintering.

1. Giriş

Geopolimerlerin mekanik özellikleri sentezleme ve kür şartları kadar geopolimerizasyonda kullanılan hammaddeye önemli derecede bağlıdır [1]. Bununla birlikte geopolimer malzemelerin basınç dayanımları kullanılan alkali aktifleştirici tuzun mol oranlarına ve kür yöntemiyle önemli oranda değişebilmektedir. Geopolimerizasyon termal kür işlemleri altında hammadde ile alkali aktivatörler arasında meydana gelmektedir [2]. Elde edilen inorganik alüminosilikat polimerlerin karakteristiklerinin kaolinin sinterlenme koşullarına bağlı olduğu bilinmektedir [3, 4]. Elimbi [3], inorganik alüminosilikat polimerlerin özelliklerine kaolin sinterleme sıcaklığının etkilerini çalışmış ve 700 °C sıcaklığın en iyi sonuçları ortaya çıkardığını belirtmiştir.

Kaolin'in termal işleme maruz kalmasıyla, spesifik yüzey alanı ve ortalama tane boyutu artmaktadır [5]. Aynı zamanda pişirme hızının metakaolin bulk yoğunluğuna ve spesifik yüzey alanına önemli bir katkı yapmadığı bilinmektedir. SiO₂ ve Al₂O₃ oranlarının pişirme hızı arttıkça azaldığı, molar oranlarının sabit kalırken, kızdırma kayıplarının ise arttığı gözlenmiştir. Geopolimer üretiminde, alkali ortamda reaktif olan fazın, metakaolindeki amorf faz olduğu bilinmektedir [6].

Literatürde kaolinin sinterlenmesi üzerine birçok çalışma yapılmış ve bu çalışmalarda elde edilen sonuçlar farklı karakteristiklere sahip olmuştur. Geopolimer ürünlerin üretiminde kullanılan kaolinin sinterleme sıcaklığının 500 – 700 °C arasında olması durumunda malzeme özelliklerinin arttığı, daha yüksek sıcaklıklarda ise düştüğü gözlenmiştir. Kaolin killerinin dehidroksilasyonu gerçekleştiğinde ortaya çıkan metakolin yapısı kalsinasyon sıcaklığına göre bozuk bir yapıdadır. Bu yapı 700 °C civarında maksimum düzeneğe erişmekte ve bu sıcaklığın üzerine çıkıldıkça kaolin killerinin kalsinasyonu metakaolin yapısında bozulma eğilimini azaltmakta ve bu nedenden dolayı daha az performans gösteren geopolimer ürünlerini oluşturmaktadır [3].

Geopolimer üretiminde metakaolinden istenilen karakteristikler yada farklı metakaolin örneklerinden yapılan geopolimerlerin performansları üzerine çok az bilgi literatürde bulunmaktadır [4]. Yapılan bu çalışmada ise farklı tane boyutlarında hazırlanan sinterlenmiş kil esaslı geopolimer malzemeler üretilmiş ve hazırlanan örneklerin fiziksel özelliklerine ve basınç dayanım değerlerine sinterlenmiş kil tane boyutunun nasıl bir etki yaptığı belirlenmeye çalışılmıştır.

2. Materyal ve Metot

2.1. Kullanılan malzemeler

Geopolimer malzemelerin üretiminde kullanılan hammadde kaolin kilidir ve Kütahya'da faaliyet gösteren NG Kütahya Seramik fabrikasından elde edilmiştir. Elde edilen kaolen killeri öncelikle laboratuvar tipi değirmende yeterli inceliğe gelinceye kadar öğütülmüştür. Öğütülen kil malzemesi daha sonra 5 cm çapında ve 10 cm yüksekliğinde olacak şekilde plastik kıvamda manuel olarak metal silindir kalıplar yardımıyla şekillendirilmiştir. Ardından örnekler laboratuvar tipi elektrikli fırında 700 °C'de ve son sıcaklıkta 1 saat kalacak şekilde sinterlenmiştir.

Geopolimerleşme mekanizmasının gerçekleştirilebilmesi amacıyla hazırlanan alkali çözeltide yüksek saflıkta (> 99 %) NaOH pellet ve üç modül sodyum silikat solüsyonu kullanılmıştır.

2.2. Örneklerin hazırlanması

Geopolimer malzeme üretiminde kullanılmak üzere silindir şeklindeki sinterlenmiş killer çekiç yardımıyla kırılmıştır. Ardından gerekli incelik değerlerine ulaşabilmesi amacıyla laboratuvar tipi değirmende öğütülmüştür. Tablo 1’de verildiği gibi öğütme işleminde, sinterlenmiş killer üç farklı tane boyutuna ayrılmıştır.

Tablo 1. Kullanılan Malzemeler ve Karışım Oranları

Örnek grubu	Sinterlenmiş kil tane boyutu (µm)	Sinterlenmiş kil (gr)	NaOH (gr)	Sodyum silikat solüsyonu (gr)
-832	- 832 + 500	375	112.5	225
-500	-500 + 250	375	112.5	225
-250	-250	375	112.5	225

Elenen malzemeler ile daha önceden hazırlanan 9M konsantrasyonlu NaOH çözeltisi ve sodyum silikat solüsyonu otomatik programlanabilir çimento mikserinde bir dakika süre ile karıştırılmıştır. Karıştırma işleminin ardından hazırlanan karışımlar 50 x 50 x 50 mm’lik ebatlara sahip olan metal küp kalıplara vibrasyon yardımıyla yerleştiriliş olup hazırlanan örnekler Tablo 1’de verilmiştir.

Kalıplara yerleştirilen örnekler geopolimerizasyon mekanizmasının hızlandırılması amacıyla 90 °C’de ve 5 saat süre ile kür edilmiştir. Kür işleminin ardından örnekler etüvden alınarak laboratuvar ortamında bir gün bekletildikten sonra kalıplardan alınmıştır (Şekil 1).



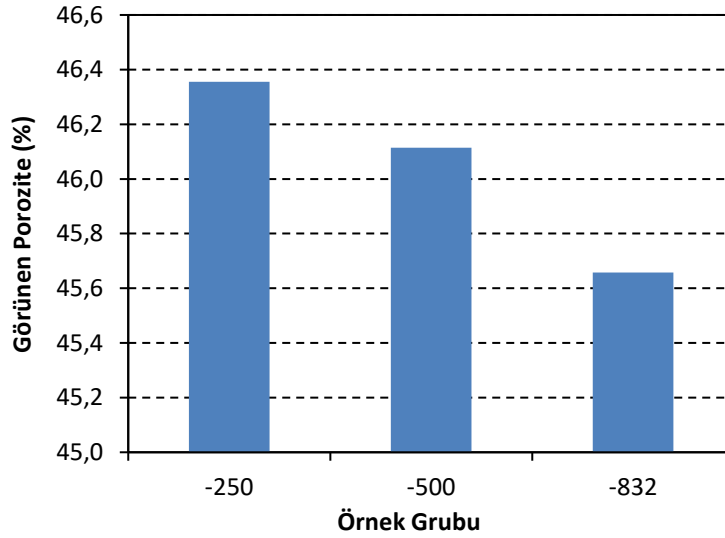
Şekil 1. Etüvden alınan geopolimer mazlemeler

2.3. Uygulanan Testler

Üretilen geopolimer malzemelerin fiziksel özelliklerin belirlenebilmesi amacıyla, ilgili örneklerin tartımları Arşimet terazisinde yapılmış ve TS EN 772-4 [7] ile TS EN 771-1 [8] nolu standartlarda verilen denklemlere göre örneklerin fiziksel özellikleri belirlenmiştir. Geopolimer malzemelerin basınç dayanım testleri ise TS EN 196-1 [9]'e göre bilgisayar kontrollü otomatik basınç presinde yapılmıştır. Deneylerde tüm örnek gruplarından 7 günlük ve 3'er adet numune kullanılmış olup bulgular bölümünde bu örneklerin ortalama değerleri sunulmuştur.

3. Bulgular ve Tartışma

Geopolimer malzemelerin görünen porozite oranları arasında büyük bir farklılığın oluşmadığı gözlenmiştir. Sinterlenmiş kil tane boyutunun azaldığı geopolimer ürünlerde; porozite miktarının biraz daha fazla olduğu, tane boyutunun artması ile de porozite oranlarının azaldığı Şekil 2'de görülmektedir. Örneklerin görünen porozite oranları % 45.66 - % 46.36 arasında değişkenlik göstermiştir.

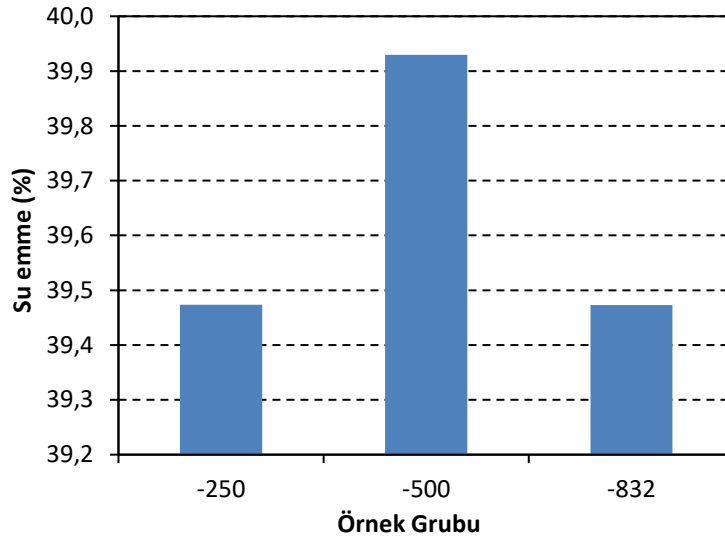


Şekil 2. Geopolimer malzemelerin görünen porozite oranları

Görünen porozitenin ve su emme oranlarının birbirleriyle ilişkili olduğu bilinmektedir. Bu nedenle geopolimer malzemelerin su emme oranlarının da birbirlerine yakın değerler vermesi beklenmektedir. Örneklerden elde edilen su emme oranları incelendiğinde bulguların birbirine çok yakın olduğu ve değişimlerin çok küçük aralıklarda kaldıkları Şekil 3'de görülebilmektedir.

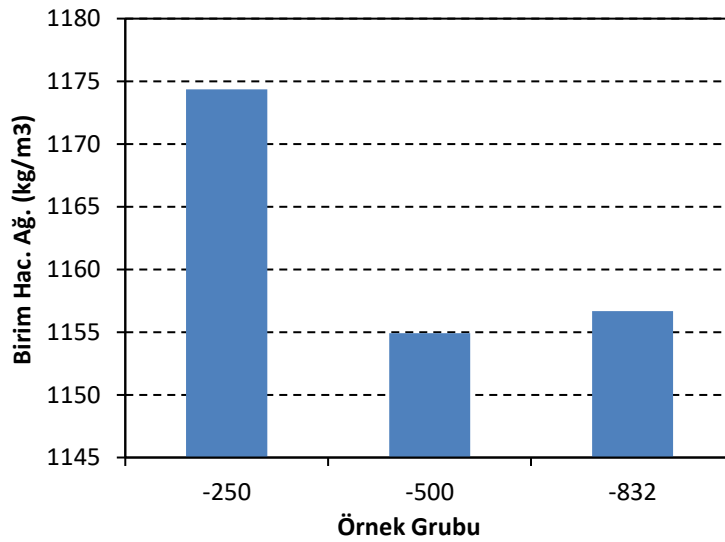
Sinterlenmiş kil tane boyutunun örneklerden elde edilen su emme oranlarına doğrusal bir etki yapmamasının yanında en küçük (-250) ve en büyük (-832) tane boyutuna sahip örneklerde aynı oranda su emme değerleri elde edilirken, en yüksek su emme oranları -500 örnek grubu numunelerinden elde edilmiştir. Geopolimer malzemelerin su emme oranları % 39.47 - % 39.93

arasında değişkenlik göstermiştir.



Şekil 3. Geopolimer malzemelerin su emme oranları

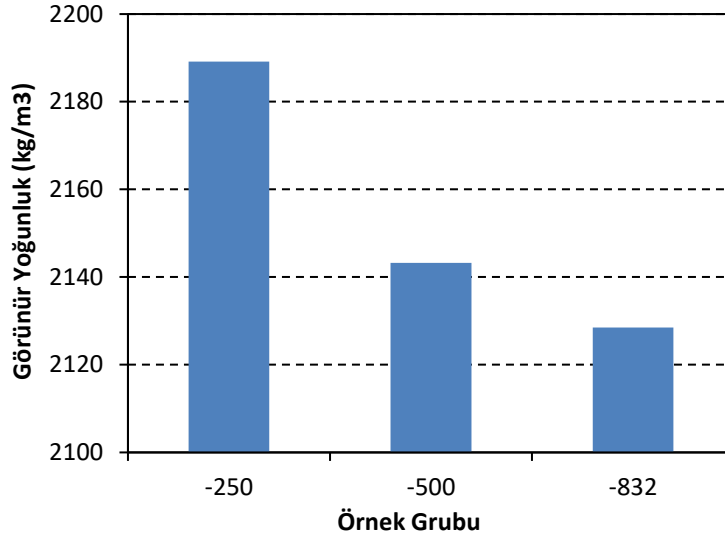
Örneklerin boşluklu yoğunluklarına birim hacim ağırlık denilebilmektedir. Malzemenin birim hacim ağırlığının azalması ile kullanıldığı yerde taşıyıcı elemana daha az yük aktarılmaktadır. Bu nedenle yapılarda kullanılacak malzemelerin mümkün mertebede hafif olması istenmektedir. Çalışmada üretilen geopolimer malzemelerin birim hacim ağırlıklarının sinterlenmiş kil tane boyutu ile doğrudan ilişkili olmadığı Şekil 4’de gösterilmiştir. Bu örneklerde en düşük birim hacim ağırlık değerlerinin 1154.9 kg/m^3 ile -500 örnek grubundaki numunelerden elde edildiği belirlenmiştir. Geopolimer malzemelerin birim hacim ağırlıkları $1154.9 \text{ kg/m}^3 - 1174.3 \text{ kg/m}^3$ arasında değişkenlik göstermiştir.



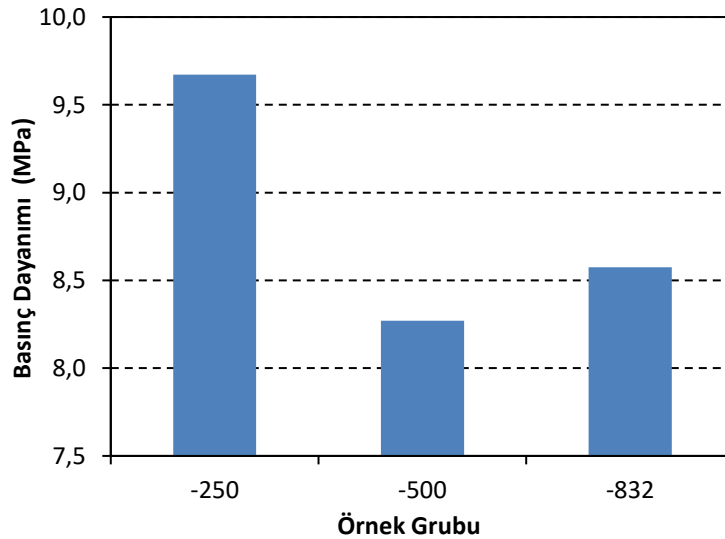
Şekil 4. Geopolimer malzemelerin birim hacim ağırlıkları

Bu değerler ile hazırlanan geopolimer örneklerin, gözenekli hafif agregalar kullanılarak üretilen betonlarla benzer ve/veya daha düşük; yatay veya düşey delikli tuğlalardan üretilen duvarların birim hacim ağırlık değerlerinden ise daha düşük seviyelerde kaldığı belirlenmiştir [10].

Malzemelerin yoğunluğu Şekil 5’de gösterilmiştir. Örneklerin yoğunluğunun sinterlenmiş kil tane boyutunun artması ile azaldığı gözlenmiştir. Geopolimer malzemelerin yoğunluk değerleri $2128.5 \text{ kg/m}^3 - 2189.2 \text{ kg/m}^3$ arasında değişkenlik göstermiştir.



Şekil 5. Geopolimer malzemelerin görünür yoğunlukları



Şekil 6. Geopolimer malzemelerin basınç dayanım değerleri

Malzemelerin en önemli mekanik özelliklerinden birisi de basınç dayanımıdır. Bir malzemenin

basınç dayanımı ne kadar yüksekse diğer özelliklerinin de o kadar iyi olduğu varsayılmaktadır. Şekil 6'da görüldüğü üzere sinterlenmiş kil tane boyutunun elde edilen değerler ile doğrusal bir ilişkisi olmadığı gözlenmiştir. En yüksek basınç dayanımı değerlerinin -250 grubu örneklerinde elde edildiği, en düşük basınç dayanımı değerlerinin ise -500 grubu örneklerinde elde edildiği gözlenmiştir. Geopolimer malzemelerin basınç dayanım değerleri 8.3 MPa – 9.7 MPa arasında değişkenlik göstermiştir. Üretilen geopolimer malzemelerden elde edilen değerler TS EN 771-1 [8] standardına göre yatay ve düşey delikli kil kagir birimler (tuğlalar) için istenilen asgari basınç dayanım değerlerini de karşılamaktadır.

Sonuçlar

Malzemelerin hazırlanmasında kullanılan sinterlenmiş kil tane boyutlarındaki farklılığın geopolimer malzeme özelliklerine yaptığı etkiler şunlardır;

- Tane boyutunun görünen porozite ve su emme oranlarını önemli ölçüde etkilemediği bununla birlikte tane boyutunun artması ile porozite oranlarının düştüğü belirlenmiştir.
- Geopolimer malzemelerin birim hacim ağırlıklarının sinterlenmiş kil tane boyutu ile doğrudan ilişkili olmadığı, bunun yanında artan tane boyutunun görünür yoğunlukları azalttığı belirlenmiştir.
- Geopolimer malzemelerin basınç dayanımlarının sinterlenmiş kil tane boyutları ile doğrudan bir ilişkisinin bulunmadığı bununla birlikte Türk Standartlarında verilen asgari basınç dayanım değerleri dikkate alındığında üretilen örneklerin yapılarda duvar elemanları olarak kullanılabileceği kanaatine varılmıştır.

Teşekkür

Yazarlar, bu çalışmayı maddi olarak destekleyen Afyon Kocatepe Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne (BAPK Proje No:16.KARİYER.184) teşekkür eder.

Kaynaklar

- [1] Özer I, Soyer Uzun S. Relations between the structural characteristics and compressive strength in metakaolin based geopolymers with different molar Si/Al ratios. *Ceramics International* 2015; 41 (8): 10192-8.
- [2] Logesh Kumar M, Revathi V. Metakaolin bottom ash blend geopolymer mortar – A feasibility study. *Construction and Building Material* 2016;114:1-5.
- [3] Elimbi A, Tchakoute HK, Njopwouo D. Effects of calcination temperature of kaolinite clays on the properties of geopolymer cements. *Construction and Building Materials* 2011; 25: 2805-12.

- [4] Kuenzel C, Neville TP, Donatello S, Vandeperre L, Boccaccini AR, Cheeseman CR. Influence of metakaolin characteristics on the mechanical properties of geopolymers. *Applied Clay Science* 2013; 83-84: 308-14.
- [5] Fabbri B, Gualtieri S, Leonardi C. Modifications induced by the thermal treatment of kaolin and determination of reactivity of metakaolin. *Applied Clay Science* 2013; 73: 2-10.
- [6] Kenne Dikko BB, Elimbi A, Cry M, Dika Manga J, Tchakoute Kouamo H. Effect on the rate of calcination of kaolin on the properties of metakaolin-based geopolymers. *Journal of Asian Ceramic Societies* 2015; 3(1): 130-8.
- [7] TS EN 772-4. 2000. “Kagir Birimler, deney metotları – Bölüm 4: Tabii taş kâgir birimlerin toplam ve görünen porozitesi ile boşluksuz ve boşluklu birim hacim kütlelerinin tayini (Methods of test for masonry units – Part 4: Determination of real and bulk density and of total and open porosity for natural stone masonry units)”, TSE, Ankara-Turkey.
- [8] TS EN 771-1. 2005. “Kagir Birimler, Özellikler- Bölüm 1: Kil kâgir birimler (Tuğlalar) (Specification for masonry units – Part 1: Clay masonry units)”, TSE, Ankara-Turkey.
- [9] TS EN 196-1. 2002. “Çimento DeneyMetotları- Bölüm1: Dayanım(Methods of testing cement – Part 1: Determination of strength)”, TSE, Ankara – Turkey.
- [10] TS 825. 2008. “Binalarda ısı yalıtım kuralları (Thermal insulation requirements for buildings)”, TSE, Ankara-Turkey.