

Atıf İçin: Demirel, M. ve Karaaslan, C. (2025). Alkali-Füzyon Yöntemiyle Aktive Edilen Volkanik Küller ile Geopolimer Üretimi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 15(3), 975-985.

To Cite: Demirel, M. & Karaaslan, C. (2025). Geopolymer Synthesis from Volcanic Ash Activated via Alkali-Fusion. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 15(3), 975-985.

Alkali-Füzyon Yöntemiyle Aktive Edilen Volkanik Küller ile Geopolimer Üretimi

Merve DEMİREL¹, Cemal KARAASLAN^{2*}

Öne Çıkanlar:

- Alkali-füzyonun mineralojik yapı üzerindeki etkisi araştırılmıştır.
- Alkali-füzyonun geopolimerlerin dayanımına etkisi araştırılmıştır.
- Alkali-füzyon volkanik küllerin reaktivitesini artırmasına karşın geopolimerin dayanımını artırmamaktadır.

Anahtar Kelimeler:

- Alkali-füzyon
- Volkanik kül
- Geopolimer
- Basınç dayanımı
- FTIR

ÖZET:

Bu çalışmada, alkali-füzyon işlemine tabi tutulan volkanik küllerin geopolimer üretiminde toz bağlayıcı olarak kullanılabilirliği ve bu yöntemin etkinliği araştırılmıştır. Bu kapsamda, volkanik kül ile toz haline getirilmiş NaOH belirli oranlarda karıştırılarak yüksek sıcaklıkta alkali-füzyon işlemi uygulanmıştır. NaOH'nin volkanik küle ağırlıkça oranı 0.6, 0.8 ve 1.0 olarak belirlenmiştir. Her oran için kalsinasyon işlemi 550 °C ve 700 °C sıcaklıklarda ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir. Böylece toplam altı farklı alkali-füzyona uğramış volkanik kül elde edilmiştir. Elde edilen bu volkanik küller kullanılarak geopolimer harçlar üretilmiştir. Alkali-füzyon ile volkanik küldeki kristal yapılar önemli oranlarda kırılmakta ve amorf fazlar oluşmaktadır. Alkali-füzyon ile volkanik küllerin reaktivitesi artmasına karşın bu malzemeler ile üretilen geopolimerlerin basınç dayanımı, iyileşmemektedir.

Geopolymer Synthesis from Volcanic Ash Activated via Alkali-Fusion

Highlights:

- The effect of alkali fusion on the mineralogical structure was investigated
- The effect of alkali fusion on the strength of geopolymers was investigated.
- Alkali fusion increases reactivity of volcanic ash but not geopolymer strength.

Keywords:

- Alkali-fusion
- Volcanic ash
- Geopolymer
- Compressive strength
- FTIR

ABSTRACT:

In this study, the usability and effectiveness of alkali-fused volcanic ashes as powder binders in geopolymer production were investigated. For this purpose, volcanic ash was mixed with powdered NaOH at predetermined ratios and subjected to high-temperature alkali fusion. The weight ratios of NaOH to volcanic ash were set at 0.6, 0.8, and 1.0. For each ratio, calcination was carried out separately at 550 °C and 700 °C, resulting in six different alkali-fused volcanic ashes. Geopolymer mortars were then produced using these materials. The alkali fusion process significantly disrupted the crystalline structures in volcanic ash and led to the formation of amorphous phases. Although the reactivity of volcanic ash increased through alkali fusion, the compressive strength of the resulting geopolymers did not improve.

¹ Merve DEMİREL ([Orcid ID: 0009-0001-8638-0387](https://orcid.org/0009-0001-8638-0387)), İğdır Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, İnşaat Mühendisliği Ana Bilim Dalı, İğdır, Türkiye

² Cemal KARAASLAN ([Orcid ID: 0000-0002-8993-7566](https://orcid.org/0000-0002-8993-7566)) İğdır Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, İnşaat Bölümü, İğdır, Türkiye

***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Cemal KARAASLAN, e-mail: cemal.karaaslan@igdir.edu.tr

Bu çalışma Merve Demirel'in Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

GİRİŞ

Volkanik kül, volkanik patlamalar sırasında oluşan ve lavın ani soğumasıyla ince taneli toz haline dönüşen doğal bir piroklastik kayadır. Bu tür patlamalarda, eriyik halde bulunan magma parçacıkları, atmosfere fırlatılmakta ve hızla soğuyarak ince yapılı kül parçacıklarına dönüşmektedir. Oluşan kül, genellikle birkaç yüz kilometrelik bir alana yayılarak çevredeki yerleşim alanlarını, tarım arazilerini ve su kaynaklarını etkileyebilmektedir. Bu alanların tekrardan kazandırılması açısından volkanik küllerin geniş çaplı kullanımı, önem arz etmektedir. Yüksek silis ve alümin içeriği sayesinde volkanik küller, uzun süredir çimento esaslı malzemelerde, özellikle Portland çimentosunun kısmen yerine kullanılabilecek potansiyel bir bağlayıcı olarak değerlendirilmektedir. Ancak amorf faz içeriği düşük olduğundan volkanik kül, çimento esaslı harç ve betonlarda kullanıldığında bu malzemelerin katılma süreleri uzamakta ve ilk günlerdeki dayanımları azalmaktadır. Bu nedenle volkanik kül, sınırlı düzeyde çimentonun yerine kullanılabilmektedir (Djobo ve ark., 2017; Karaaslan ve ark., 2022a, 2022b; Djobo ve Tome, 2024).

Son yıllarda, volkanik küllerin geopolimer harç ve betonlarda kullanılmasına yönelik çalışmalar büyük bir artış göstermiştir. Çimentonun kullanılmadığı bu malzemelerde volkanik kül, asit veya alkali çözeltilerle aktifleştirilerek bağlayıcı hale gelmektedir. Volkanik küllerin asit ile aktive edilmesinde fosforik asit kullanılmaktadır (Djobo ve ark., 2020; Ndjock ve ark., 2021; Pougong ve ark., 2022; Missota Priso Dickson ve ark., 2022). Fosforik asit çözeltisinde Fe, Ca ve Mg elementleri kolayca çözünmektedir. Bu, volkanik kül gibi reaktif olmayan malzemelerin aktivasyonunda avantaj sağlamaktadır. Ancak fosfat kaynaklarının sınırlı olması ve fosforik asit ile aktive edilen volkanik kül esaslı geopolimerlerin durabilitesine ilişkin belirsizliklerin bulunması, bu bağlayıcıların kullanım alanlarını kısıtlamaktadır (Djobo ve Tome, 2024). Volkanik küllerin alkali ortamda aktivasyonunda ise potasyum esaslı çözeltiler (KOH ve K_2SiO_3) kullanılabilmekle birlikte, özellikle sodyum hidroksit (NaOH) ve sodyum hidroksit ile sodyum silikatın ($NaOH + Na_2SiO_3$) birlikte kullanıldığı alkali çözeltiler yaygın olarak tercih edilmektedir. Bu alkali çözeltiler, yüksek pH ortamı oluşturarak volkanik külden Si ve Al bileşenlerinin çözünmesini sağlamaktadır.

Volkanik kül esaslı geopolimerlerin üretiminde alkali-aktivasyon yöntemi, asit ile aktivasyon metodundan daha çok tercih edilmektedir. Ancak mineralojik bileşiminden dolayı volkanik kül, alkalik ortamda düşük düzeyde tepkimeye girebilmektedir. Volkanik kül, genellikle yüksek oranda kristalli mineraller içermektedir (Tchadjé ve ark., 2016). Volkanik külün kristal fazlarını azaltmak için kalsinasyon ve mekanik aktivasyon yöntemleri kullanılabilmektedir (Bondar ve ark., 2011; Djobo ve ark., 2016; Demirel ve Karaaslan, 2024). Ayrıca volkanik küllerin reaktivitesini artırmak için son yıllarda, alkali-füzyon metodu kullanılmaktadır. Alkali-füzyon yöntemi, volkanik kül ile toz halindeki sodyum hidroksit karışımının, NaOH'nin erime noktasının üzerindeki sıcaklıklarda kalsine edilmesiyle gerçekleştirilen alkali termal bir ön aktivasyon işlemidir (Tchadjé ve ark., 2016). Yapılan çalışmalarda, toz halindeki NaOH'nin toz bağlayıcıya ağırlıkça oranı, genellikle 0.6 ile 1.0 arasında değişmektedir. Bu yöntemde kalsinasyon işlemi, genellikle 550 ile 700 °C arasındaki sıcaklıklarda genellikle 1 ile 2 saat arasında uygulanarak gerçekleştirilmektedir. Bu süreçte, malzemede topaklaşma meydana geldiğinden dolayı alkali-füzyona uğramış volkanik, öğütme işlemine tabi tutulduktan sonra kullanılmaktadır. Ayrıca alkali-füzyon sürecinde reaksiyonlara katılmayan artık sodyum hidroksitleri tüketmek ve karışımındaki Na/Al oranını dengelemek üzere, genellikle metakaolin gibi reaktif alümin kaynakları belli oranlarda kullanılmaktadır. Alkali-füzyona uğramış volkanik kül ile metakaolinden oluşan toz bağlayıcı, sodyum silikat çözeltisi ile karıştırılarak geopolimer bağlayıcılar

sentezlenmektedir (Ojha ve ark., 2004; Xu ve ark., 2010; Tchakouté ve ark., 2015; Djobo ve ark., 2017; Moukannaa ve ark., 2019; Demir ve Derun, 2019).

Bu çalışma, alkali-füzyon yönteminin volkanik kül esaslı geopolimer bağlayıcıların sentezlenmesinde kullanılabilirliğini incelemektedir. Toz halindeki NaOH'nin volkanik küle ağırlıkça oranı 0.6, 0.8 ve 1.0 olacak şekilde hazırlanan üç farklı karışım, 550 °C ve 700 °C sıcaklıklarda ayrı ayrı kalsine edilmiştir. Böylece, toplam altı farklı alkali-füzyona uğramış volkanik kül elde edilmiştir. Bu volkanik küller belirli oranlarda metakaolin ile değiştirilerek harç karışımlar üretilmiştir. Bu karışımlardan elde edilen numunelerin basınç dayanımları belirlenmiştir. Ayrıca alkali-füzyon işleminin volkanik küllerin mineralojik bileşiminde ve kimyasal bağ yapısında yaptığı değişiklikleri izlemek için X-ışını kırınımı (XRD) ve Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizleri gerçekleştirilmiştir.

MATERYAL VE METOT

Geopolimer Üretiminde Kullanılan Malzemeler

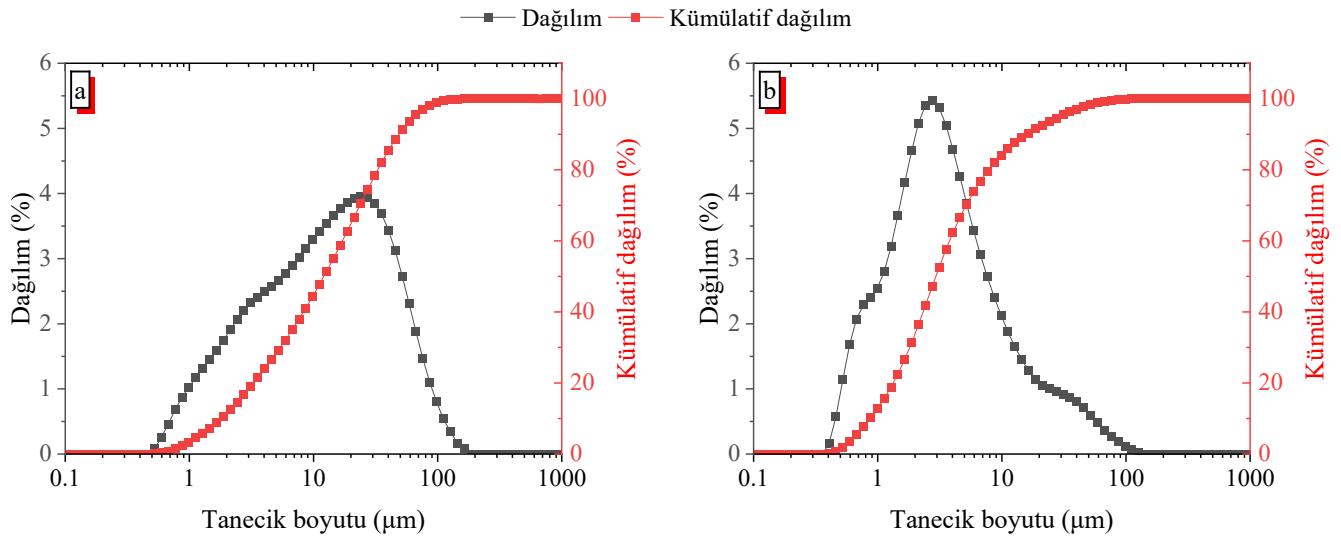
Geopolimer üretiminde toz bağlayıcı olarak volkanik kül kullanılmıştır. Ayrıca, alkali-füzyonla aktive edilmiş volkanik külün bir kısmı, metakaolin ile ikame edilmiştir. Volkanik kül ile metakaolinin XRF metodu ile belirlenen kimyasal kompozisyonları Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Volkanik külün kimyasal bileşimi (ağırlıkça %)

	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	KK
Volkanik kül	4.6	56.7	16.2	4.0	2.1	5.4	5.9	0.2	3.4
Metakaolin	0.4	53.3	43.2	0.6	0.2	0.3	0.3	0.2	2.6

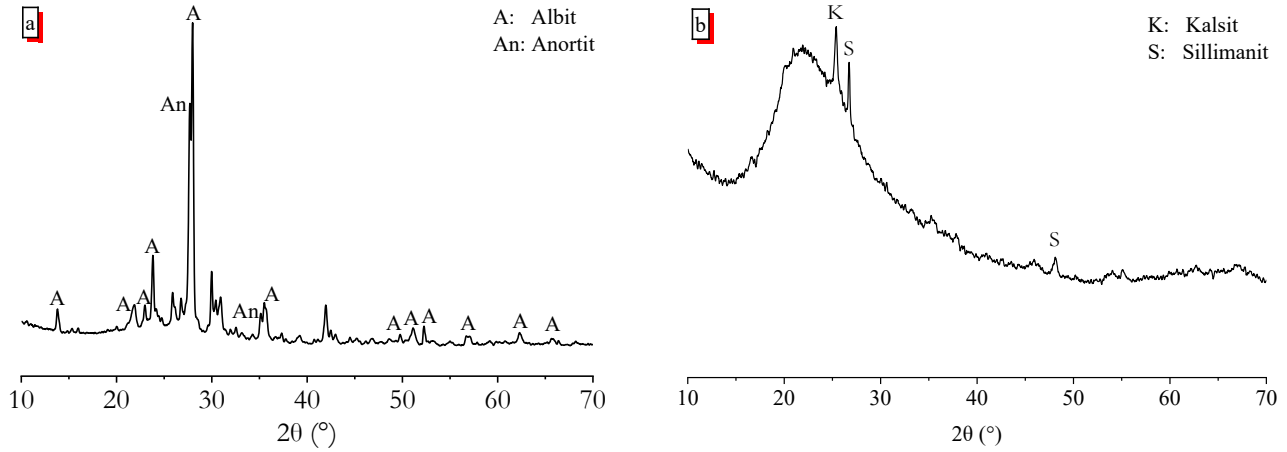
KK: Kızdırma kaybı

Volkanik kül ile metakaolinin tanecik boyutu dağılımları, Şekil 1'de verilmiştir. Şekil 1'den görüldüğü üzere, volkanik kül taneciklerinin boyutları ağırlıklı olarak 1 µm ile 100 µm arasında yoğunlaşırken, metakaolin tanecikleri ise 0.5 µm ile 20 µm aralığında yoğunlaşmaktadır.



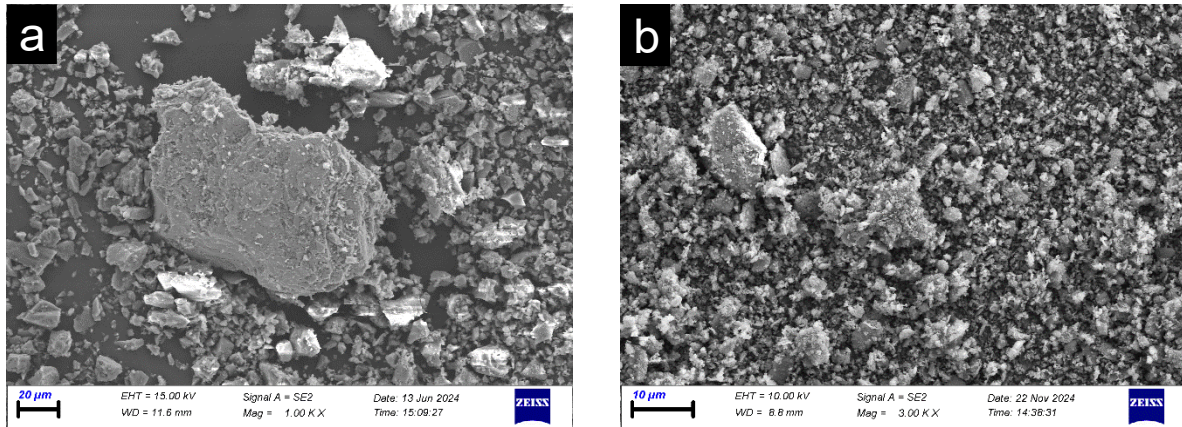
Şekil 1. Toz bağlayıcıların tanecik boyutu dağılımları: a) volkanik kül ve b) metakaolin

Şekil 2, volkanik kül ile metakaolinin XRD tekniği ile belirlenmiş mineralojisini göstermektedir. Volkanik külün XRD deseni, volkanik külün yüksek derecede kristal fazlara sahip olduğunu ve genel olarak albit ve anortit minerallerini içerdiğini göstermektedir. Metakaolinin XRD deseni ise metakaolinin yüksek düzeyde amorf fazlar içerdiğini göstermektedir. Bu, metakaolinin reaktivitesinin oldukça fazla olduğunu göstermektedir.



Şekil 2. Toz bağlayıcıların mineralojik bileşimleri: a) volkanik kül ve b) metakaolin

Şekil 3, volkanik kül ile metakaolinin SEM görüntülerini göstermektedir. Volkanik külün SEM görüntüsü, volkanik kül taneciklerinin öğütme işleminin bir sonucu olarak düzensiz boyut ve şekillerdeki köşeli taneciklerinden oluştuğunu göstermektedir. Metakaolinin SEM görüntüsü ise metakaolin taneciklerinin volkanik kül taneciklerine oranla boyut olarak daha homojen bir dağılıma sahip olduğunu göstermektedir. Ancak metakaolin tanecikleri de şekil olarak düzensiz ve köşelidirler.



Şekil 3. Toz bağlayıcıların SEM görüntüleri: a) volkanik kül ve b) metakaolin

Volkanik külün alkali-füzyonu için %98 saflıktaki payet NaOH kullanılmıştır. Ayrıca, geopolimer sentezinde ağırlıkça %24.50 SiO₂ içeren ve SiO₂/Na₂O oranı 2.04 olan sodyum silikat çözeltisi kullanılmıştır.

Geopolimer harçların üretiminde ince agrega olarak TS EN 196-1 (2016)'ya uygun standart kum kullanılmıştır.

Alkali-Füzyon Yöntemi

Volkanik külün alkali-füzyon işlemi için sodyum hidroksit (NaOH) kullanılmıştır. Bu amaçla, NaOH'nin volkanik küle ağırlıkça oranı 0.6, 0.8 ve 1.0 olacak şekilde üç farklı düzeyde belirlenmiştir. Belirlenen oranlarda tartılan volkanik kül ve NaOH, karışımın homojenliği ve NaOH'nin yeterli inceliğe ulaşması amacıyla bilyalı öğütücüde 15 dakika süreyle öğütülmüştür. Öğütme işlemi tamamlandıktan sonra elde edilen toz karışım kül fırınına alınmıştır.

Fırın sıcaklığı, 5 °C/dakika ısı artış hızıyla hedef sıcaklıklara (550 °C ve 700 °C) çıkarılmış ve her bir sıcaklıkta 2 saat süreyle ısıtım uygulanmıştır. Bu süre sonunda fırının kapağı açılmış ve alkali-füzyona uğramış volkanik kül, yarım saat boyunca bu şekilde fırın içinde bekletilmiştir.

Ardından, alkali-füzyona uğramış volkanik kül laboratuvar ortamına alınarak tamamen soğuyuncaya kadar ağzı kapalı biçimde bekletilmiş ve sonrasında kapalı bir poşete aktarılmıştır.

Elde edilen alkali-füzyona uğramış volkanik kül, 125 µm göz açıklığına sahip kare delikli bir elekten geçirilerek sonraki işlemlerde kullanılmak üzere hazırlanmıştır. Bu işlem adımları, farklı NaOH oranları ve kalsinasyon sıcaklıkları dikkate alınarak hazırlanan altı farklı alkali-füzyona uğramış volkanik kül numunesinin her biri için aynı şekilde uygulanmıştır.

Geopolimer Harçların Üretilmesi

Geopolimer karışımların üretiminde, alkali-füzyona uğramış volkanik kül ve metakaolin çimento mikserinde homojen bir şekilde karıştırılmış; ardından standart kum ilave edilerek karıştırma işlemi sürdürülmüştür. Katı bileşenlerin karıştırılmasının ardından, karışıma son olarak sodyum silikat çözeltisi eklenmiş ve karıştırma işlemi toplam 5 dakika olacak şekilde tamamlanmıştır. Geopolimer harçların karışım oranları, Çizelge 2’de verilmiştir. Çizelge 2’den de görülebileceği gibi alkali-füzyon işleminde kullanılan NaOH miktarına bağlı olarak harç karışımındaki metakaolin miktarı artmaktadır. Alkali-füzyon işlemi sonunda artık kalan sodyumların (Na) bir alümin kaynağı ile dengelenmesi gerektiğinden bu çalışmada, NaOH miktarının artışına bağlı olarak metakaolin artırılmıştır. Ayrıca alkali-füzyon yönteminin etkinliğini belirlemek amacıyla 3 ayrı kontrol karışımı da üretilmiştir.

Çizelge 2. Geopolimer harçların karışım oranları (g)

Karışım	Ham volkanik kül	Alkali-füzyona uğramış volkanik kül	Metakaolin	NaOH	Na ₂ SiO ₃	Kum
R1-SH/SS	600	-	-	120	240	1350
R2-SS	600	-	-	-	410	1350
R3-MK-SS	390	-	210	-	450	1350
N0.6-S550	-	420	180	-	450	1350
N0.6-S700	-	420	180	-	450	1350
N0.8-S550	-	390	210	-	450	1350
N0.8-S700	-	390	210	-	450	1350
N1.0-S550	-	360	240	-	450	1350
N1.0-S700	-	360	240	-	450	1350

*Karışımların isimlendirilmesinde R harfi karışımın referans grubunda olduğunu, SH sodyum hidroksiti, SS sodyum silikati ve MK metakaolini ifade etmektedir. Alkali-füzyona uğramış volkanik küllelerin kullanıldığı karışımlarda ise N harfinden sonra gelen sayı, NaOH’nin volkanik küle ağırlıkça oranını ve S harfinden sonra gelen sayı, kalsinasyon sıcaklığını göstermektedir.

Geopolimer harç karışımları, boyutları 40 mm olan plastik küp kalıplara yerleştirilerek ısı küre tabi tutulmuştur. Isıl kür, 70 °C sıcaklıktaki etüvde 24 saat ve ardından 90 °C sıcaklıktaki etüvde 48 saat bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Bu sürenin sonunda etüvden alınan numuneler, kalıptan çıkarılarak test gününe kadar ortam sıcaklığında (~24 °C) bekletilmiştir.

Deneyisel Yöntemler

Geopolimer harçların basınç dayanımı, 7. günde belirlenmiştir. Her bir karışım için verilen dayanım değeri, üç numuneden elde edilen sonuçların ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

Ham volkanik kül ve metakaolinin tanecik boyutu dağılımları, lazer kırınımı tanecik boyut analizörü (Malvern Mastersizer 3000) ile belirlenmiştir.

Ham volkanik kül, metakaolin ve alkali-füzyona uğramış volkanik külün mineralojik bileşimleri, Malvern Panalytical Empyrean model X-Işını Kırınım (XRD: X-Ray Diffractometer) cihazı kullanılarak saptanmıştır. XRD ölçümleri, 10°–80° (2θ) aralığında ve 0.02° adım ile yapılmıştır.

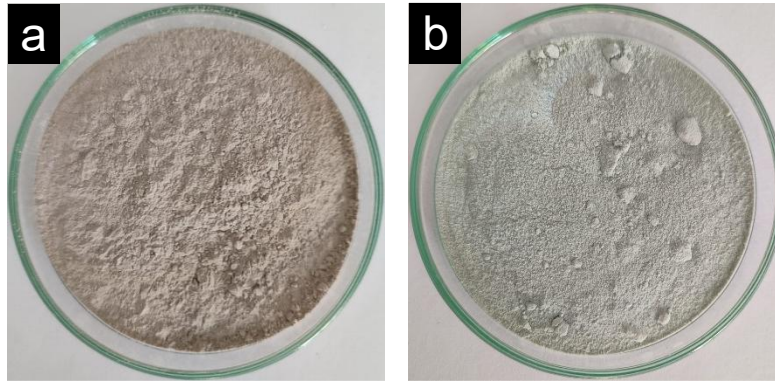
Ham volkanik kül ve metakaolinin mikroyapıları, ZEISS Gemini Sigma 300 model Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM; Scanning Electron Microscope) kullanılarak gözlemlenmiştir.

Ham volkanik ile alkali-füzyon işlemine tabi tutulan volkanik küllerin kimyasal bağ yapıları, 4000–650 cm^{-1} dalga boyu aralığında çalışan bir Agilent Cary 630 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR: Fourier- Transform Infrared) spektroskopisi kullanılarak incelenmiştir.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Alkali-Füzyon İşlemi ile Renk Değişimi

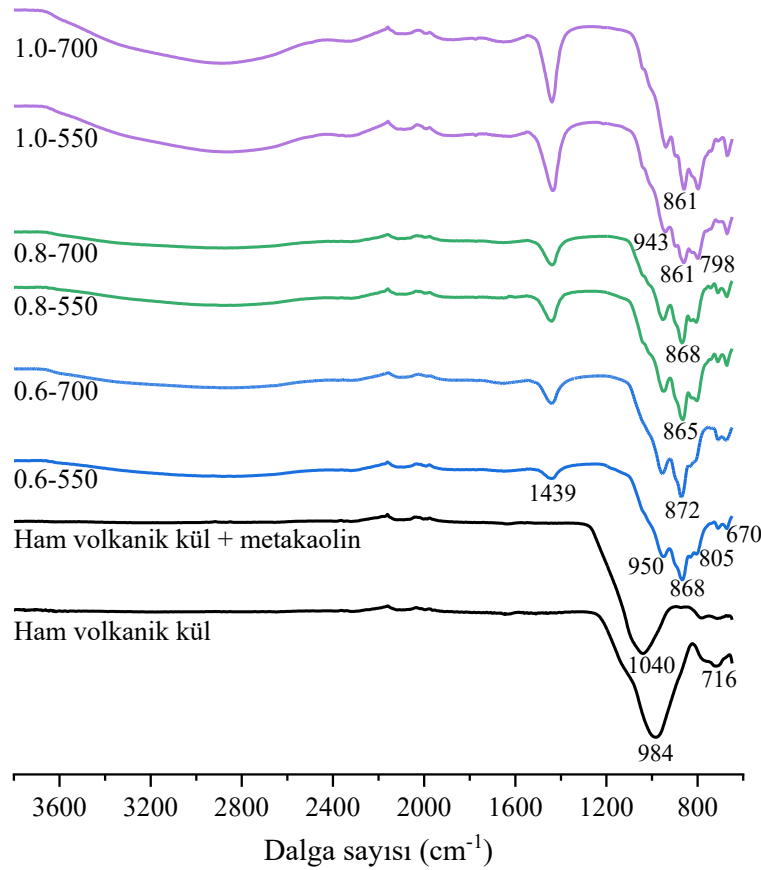
Şekil 4, ham volkanik kül ile NaOH/volkanik kül oranı 0.8 olacak şekilde 700 °C’de alkali-füzyon işlemine tabi tutulan volkanik külün görünümünü göstermektedir. Görülebileceği gibi alkali-füzyon işlemine tabi tutulmuş volkanik külün rengi turkuaza yaklaşmaktadır. Bu, alkali-füzyon ile volkanik külün kimyasal yapısında değişiklikler olduğuna işaret etmektedir.



Şekil 4. Volkanik külün ham haldeki görünümü (a) ve alkali-füzyon işleminden sonraki görünümü (b)

Alkali-Füzyon İşleminin Volkanik Külün Kimyasal Bağ Yapısına Etkisi

Şekil 5, ham volkanik kül, ham volkanik kül ile metakaolinden oluşan karışım ve alkali-füzyona uğrayan volkanik küllerin FTIR spektrumlarını göstermektedir. Ham volkanik külün FTIR deseninde en belirgin pik, 984 cm^{-1} dalga sayısında görülmektedir. Bu, alüminosilikat malzemelerin T–O–Si (T: Si veya Al) bağlarının gerilme titreşimine işaret etmektedir. Volkanik külün ağırlıkça %35’i metakaolin ile değiştirildiğinde bu ana bant, daha yüksek dalga sayısına kaymaktadır (1040 cm^{-1}). Bu durum, metakaolin ile toz bağlayıcıda amorf yapıdaki reaktif silika bileşenlerinin artığına işaret etmektedir. Diğer taraftan, alkali füzyon ile volkanik külün FTIR spektrumundaki ana bandın daha düşük dalga sayılarına indiği görülmektedir. Alkali-füzyon işleminde NaOH’nin volkanik küle oranının 0.6 ve 0.8 olduğu toz bağlayıcılarda ana bandın dalga sayısı, 984 cm^{-1} ’den 950 cm^{-1} ’e gerilemiştir. NaOH’nin volkanik küle oranının 1.0 olduğu durumda ise dalga sayısı, 984 cm^{-1} ’den 943 cm^{-1} ’e düşmüştür. Bu sonuca benzer şekilde, Ke ve ark. (2015), alkali-füzyon işleminde kullanılan NaOH miktarının artması ile FTIR spektrumundaki ana bandın daha düşük dalga sayılarına indiğini rapor etmiştir. Bu kayma, kristalin yapıların bozulup amorf fazların oluştuğunu gösterir. Alkali füzyon sırasında Si–O–Si ve Al–O–Si bağları kırılmakta ve sistemde ortak oksijen atomlarının sayısı azalırken, bağımsız oksijen atomları artmaktadır. Bu durum, bağların daha zayıf ve daha iyonik hale gelmesine neden olmaktadır. Böylece Si–O–T titreşim bandı, daha düşük dalga sayılarına kaymaktadır (Ke ve ark., 2015; Tchadjie ve ark., 2016).



Şekil 5. Geopolimer üretiminde kullanılan toz bağlayıcıların FTIR spektrumları

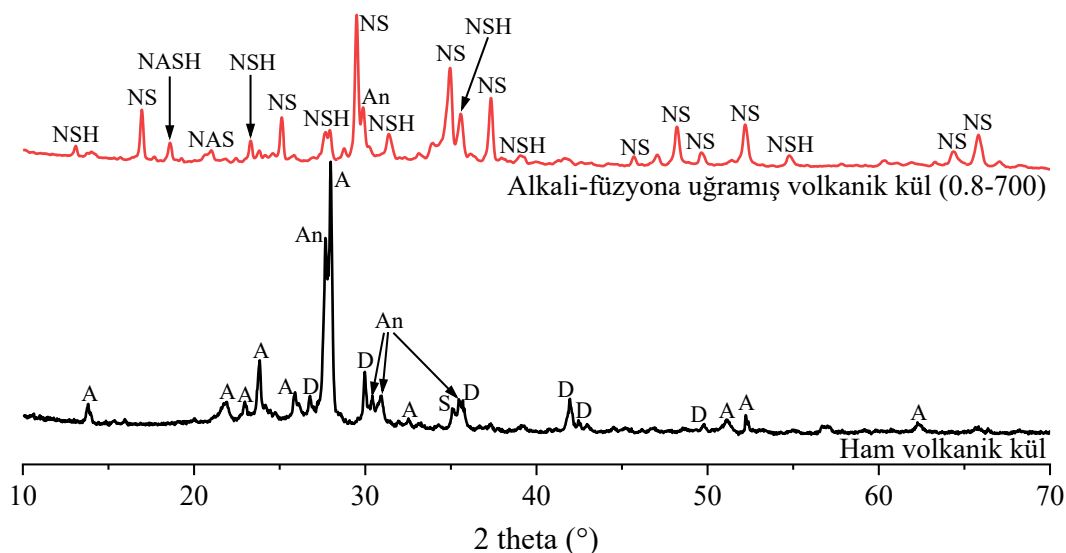
Feng ve ark. (2012) çalışmasında da benzer şekilde, albit mineralinin alkali-füzyon işlemi sırasında yapısal düzeni bozulmuş ve bu durum FTIR spektrumunda ana bandın daha düşük dalga sayılarına kaymasına neden olmuştur. Alkali-füzyon sonucunda, albit mineraline özgü 700–1300 cm^{-1} aralığındaki karakteristik bantlar kaybolmuş ve bu bölgedeki bantlar daha geniş hale gelmiştir. Bu durum, kristalin Si ve Al düzeninin bozulduğunu ve amorf fazların oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca, silikat yapının alkali ile depolimerizasyonu sonucu yapıda köprü oluşturmeyen oksijen atomlarının sayısı artmış, bu da TO_4 (T: Si, Al) birimleri arasındaki bağların daha iyonik karakter kazanmasına ve daha düşük titreşim kuvvetine sahip olmasına yol açmıştır. Bu değişiklikler, FTIR spektrumunda T–O–Si gerilme titreşim bandının daha düşük dalga sayılarına kaymasıyla sonuçlanmıştır. Bu, ayrıca, alkali-füzyona uğrayan volkanik küllerin FTIR spektrumlarında 861–872 cm^{-1} aralığında oluşan yeni piklerle de kendini göstermektedir.

Ham malzemelerin FTIR spektrumlarında (Şekil 5: siyah renkli olanlar) görülmeyen ancak alkali-füzyona uğrayan volkanik küllerin spektrumlarında 1439 cm^{-1} 'de oluşan pikler, karbonat (CO_3^{2-}) gruplarındaki O–C–O bağının asimetric gerilme titreşimleriyle ilişkilidir (Karaaslan, 2025). Alkali-füzyon sırasında reaksiyonlara katılmayan artık Na^+ iyonları, atmosferle temas halinde olduğunda CO_2 ile bir araya gelerek sodyum karbonatı (Na_2CO_3) oluşturmaktadır. Şekil 5'ten görülebileceği gibi alkali-füzyon işleminde kullanılan NaOH arttıkça bu pikin şiddeti artmaktadır.

Ham malzemelerin FTIR spektrumlarında olmayıp alkali-füzyona uğrayan volkanik küllerin spektrumlarında beliren ve NaOH miktarındaki artış ile belirginliği artan diğer bir pik ise yaklaşık olarak 2400–3650 cm^{-1} aralığında bulunan geniş banttır. Bu bant, su molekülünün gerilme titreşimleri ile ilişkilidir. Bu durum, alkali-füzyon işleminde kullanılan NaOH arttıkça alkali-füzyona uğramış volkanik külün yüzeyinde zayıf bir şekilde adsorbe edilmiş suyun (H_2O) varlığını göstermektedir (Ke ve ark., 2015; Tchadjé ve ark., 2016).

Alkali-Füzyon Etkisi ile Mineralojik Değişim

Şekil 6, ham volkanik kül ile alkali-füzyona uğramış volkanik külün XRD desenlerini göstermektedir. Alkali-füzyona uğramış volkanik külle ile üretilen geopolimer harçlar arasında en yüksek dayanıma N0.8-S700 ulaştığından dolayı NaOH/volkanik kül oranı 0.8 olup 700 °C’de kalsine edilen volkanik külün XRD deseni, ham olanı ile kıyaslanmıştır. Ham volkanik külün mineralojik bileşimini Albit (A), Diopsit (D), Anortit (An) ve Sanidin (S) oluşturmaktadır. Alkali-füzyona uğramış volkanik külün mineralojik bileşimini ise anortitin yanında sodyum silikatlı bileşikler oluşturmaktadır: Sodyum silikat (NS), Sodyum silikat hidrat (NSH), Sodyum alüminat silikat hidrat (NASH) ve Sodyum alüminat silikat (NAS). Şekil 6’dan görülebileceği gibi ham volkanik külün XRD desenindeki pikler, belirgin ve yüksek şiddete sahiptirler. Bu, doğal haliyle volkanik külün minerallerinin iyi kristalleştiğini gösterir. Aynı zamanda XRD deseninde 18 ile 40° (2θ) arasındaki geniş bir tepenin (hump) olmaması, volkanik külün amorf fazının az olduğuna işaret etmektedir (Tchakouté ve ark., 2013; Tchadjié ve ark., 2016). Yüksek kristalleşme ve amorf fazın olmaması, volkanik külün doğal haliyle alkaline ortamda düşük düzeyde çözünmesinin nedenidir.

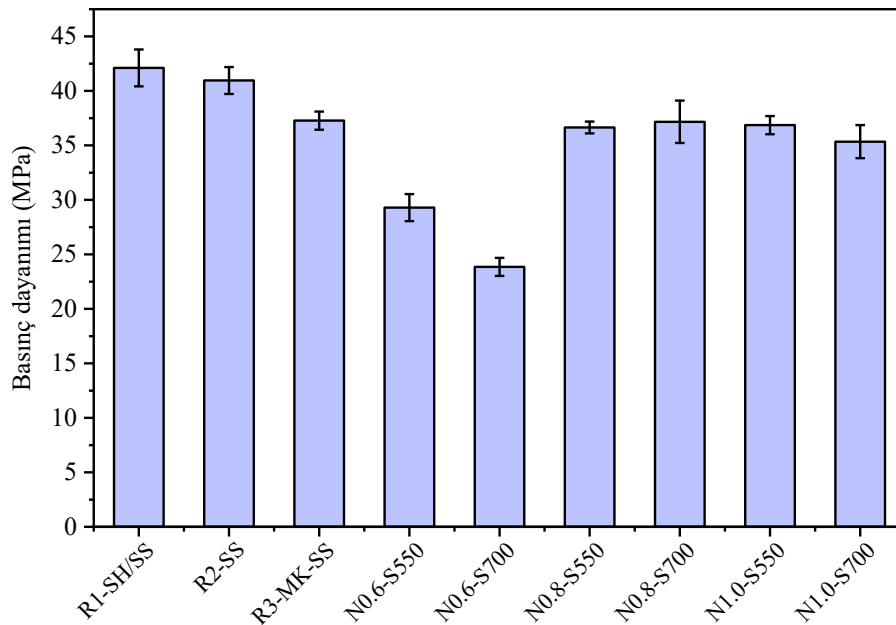


Şekil 6. Geopolimer üretiminde kullanılan toz bağlayıcıların XRD desenleri

Alkali-füzyon işlemi ile volkanik külün XRD deseninde çok büyük bir değişimin olduğu görülmektedir (Şekil 6). Volkanik külün XRD desenindeki albit ve anortit minerallerine ait piklerin bazılarının alkali-füzyon sonrası yok olmadıkları ancak şiddetlerinin önemli oranda azaldığı anlaşılmaktadır. Bu, sözü edilen minerallerin alkali-füzyon ile önemli oranda parçalandıklarını göstermektedir. Daha önce açıklandığı üzere alkali-füzyon ile volkanik külün FTIR spektrumundaki ana bandın daha düşük dalga sayılarına kayması, kristal yapıların azaldığına ve amorf fazların arttığına işaret etmektedir (Şekil 5). Bu durum, XRD desenleri ile de desteklenmektedir. Ayrıca alkali-füzyon işleminin volkanik külün mineralojik bileşiminde sodyum açısından zengin yeni kristal yapılar oluşturduğu gözlemlenmektedir. Bu yeni yapılar, sodyum silikat (Na_2SiO_3) oluşumuna işaret etmektedir. Tchadjié ve ark. (2016), sodyum silikat fazının, alkali-füzyon sırasında $-\text{OH}$ gruplarının etkisiyle başlangıçtaki alüminosilikat minerallerinin parçalanması (SiO_4 ve AlO_4 tetrahedronlarının açığa çıkması) ve serbest Na^+ iyonlarıyla (NaOH’den gelen) birleşmesi sonucu oluştuğunu bildirmektedir. Bu tepkime, volkanik kül ve NaOH tozundan oluşan karışımın sıcaklığının yaklaşık 318 °C’ye ulaşması ile başlar. Bu sıcaklıkta NaOH erir ve kısmen iyonlaşır. Böylece serbest Na^+ iyonları, alüminosilikat minerallerden parçalanmış silikatlarla tepkimeye girerek sodyum silikatı oluşturur (Ke ve ark., 2015; Tchadjié ve ark., 2016).

Alkali-Füzyonun Basınç Dayanımına Etkisi

Geopolimer harçların 7 günlük basınç dayanımları, Şekil 7’de verilmiştir. Ham volkanik külün sodyum hidroksit ve sodyum silikat çözeltileri ile beraber aktive edildiği harç numunelerin (R1-SH/SS) dayanımı, 42.1 MPa’dır. Ham volkanik kül sadece sodyum silikat çözeltileri ile aktive edildiğinde harç numunelerin (R2-SS) dayanımı, 41.0 MPa’ya düşmektedir. Ham volkanik kül ve metakaolin ile sentezlenen R3-MK-SS karışımına ait numunelerin basınç dayanımı ise 37.3 MPa olarak ölçülmüştür. Diğer taraftan, alkali-füzyona uğramış volkanik kül ve metakaolinin kullanıldığı geopolimer harç numunelerin basınç dayanımları, referans numunelerinin dayanımından düşük olmuştur. Bu düşüş, NaOH içeren füzyonlu ürünlerin sulu ortamda fazlalık olan Na^+ ve OH^- türlerini salması sonucu korozif etkiler oluşturmaları ile ilgili olabilir (Chen ve ark., 2023). Özellikle NaOH/volkanik kül oranının 0.6 olduğu karışımların basınç dayanımları, belirgin bir şekilde referans numunelerinin basınç dayanımından düşüktür. N0.6-S550 ve N0.6-S700 numunelerinin basınç dayanımları sırası ile 29.3 MPa ve 23.9 MPa’dır. N0.8-S700 karışımına ait numunelerin basınç dayanımı ise 37.2 MPa ile R3-MK-SS karışımına ait numunelerin basınç dayanımına en yakın olanıdır. Bunun yanında, NaOH/volkanik kül oranının 0.8 ve 1.0 olduğu karışımlara ait numunelerin basınç dayanımları, R3-MK-SS numunelerinin dayanımından belirgin bir fark göstermeyerek 35.3 MPa ile 37.2 MPa arasında değişmektedir.



Şekil 7. Geopolimer harç numunelerin basınç dayanımları

Alkali-füzyonla ilgili çalışmalarda genellikle kullanılan NaOH miktarı, kalsinasyon sıcaklığı ve metakaolin oranı gibi parametrelerin geopolimerlerin dayanımı üzerindeki etkileri araştırılmaktadır. Bu çalışmalar, söz konusu parametrelerin dayanımı nasıl etkilediğine odaklanmakta; alkali-füzyon ile geleneksel alkali aktivasyonu karşılaştırmamaktadır (Tchakouté ve ark., 2013; Tchadjé ve ark., 2016). Ayrıca, alkali-füzyon işlemi sonrasında toz bağlayıcının mineralojik yapısındaki değişimler ele alınmakta ve bu sayede reaktivitenin arttığı vurgulanmaktadır. Ancak, bu değişimlerin geopolimerlerin mekanik özelliklerine ve dayanıklılığına katkı sağlayıp sağlamadığı çok net değildir. Bu çalışmada görüldüğü üzere benzer metakaolin içeriğinde ham volkanik kül kullanılan geopolimer harcın dayanımı diğerlerinden daha yüksektir. Bu, metakaolinin kullanılması ile volkanik kül esaslı geopolimerlerin özelliklerini geliştirmenin alkali-füzyona göre daha etkili olduğunu göstermektedir. Alkali-füzyon tekniğine göre uygulanması daha kolay olan çevresel etki ile maliyet açısından daha

üstün olan ‘volkanik külün bir kısmının metakaolin ile değiştirilmesi yöntemi’nin tercih edilmesi, daha doğru bir seçim olacaktır.

SONUÇ

Bu çalışmada, NaOH’nin volkanik küle ağırlıkça oranı 0.6, 0.8 ve 1.0 olacak şekilde hazırlanan karışımlar, 550 °C ve 700 °C sıcaklıklarda ayrı ayrı kalsine edilerek alkali-füzyona uğramış altı farklı volkanik kül elde edilmiştir. Bu volkanik küller kullanılarak geopolimer harçlar üretilmiş ve çalışma sonucunda aşağıdaki bulgular elde edilmiştir:

1. Alkali-füzyon, volkanik küldeki kristal yapıların kısmen kırılmasını ve amorf fazların oluşmasını sağlamaktadır. Bu durum, volkanik küllerin alkaline ortamdaki reaktivitesini artırmaktadır.
2. Alkali-füzyona uğrayan volkanik küllerde sodyum silikat (Na_2SiO_3) benzeri sodyumca zengin bileşenler oluşmaktadır.
3. Alkali füzyon işlemi, volkanik külün reaktivitesini artırsa da nihai ürün olan geopolimer harcın dayanımını artırmamaktadır.
4. Alkali-füzyon işleminde NaOH/volkanik kül oranı 0.8 ve 1.0 olduğunda kalsinasyon sıcaklığı, geopolimer harçların dayanımını pek değiştirmemektedir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma, 223M326 numaralı TÜBİTAK Projesi tarafından desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Makale yazarları, aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

KAYNAKLAR

- Chen, C., Sasaki K., Tian Q., Zhang H. (2023). Effect of alkali fusion methods on the preparation of one-part geopolymer from coal gasification slag. *ACS omega*, 8: 39366-75.
- Demir, F., Derun E. M. (2019). Response surface methodology application to fly ash based geopolymer synthesized by alkali fusion method. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 524: 119649.
- Demirel, M., Karaaslan C. (2024). Effect of Calcination Temperature and Duration on the Compressive Strength and Water Resistance of Volcanic Ash-Based Geopolymer Mortars. 4. *International Eurasia Congress of Building Materials, Architecture and Engineering Sciences*. Adana: IKSAD Publications.
- Djobo, J N Y., Elimbi A., Tchakouté H K., Kumar S. (2017). Volcanic ash-based geopolymer cements/concretes: the current state of the art and perspectives. *Environmental Science and Pollution Research*, 24: 4433-46.
- Djobo, J N Y., Stephan D., Elimbi A. (2020). Setting and hardening behavior of volcanic ash phosphate cement. *Journal of Building Engineering*, 31: 101427.
- Djobo, J N Y., Tome S. (2024). Insights into alkali and acid-activated volcanic ash-based materials: A review. *Cement Concrete Composites*: 105660.
- 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: 565-72.

- Karaaslan, C. (2025). Unary, binary and ternary use of slag, nano-CaCO₃, and cement to enhance freeze-thaw durability in fly ash-based geopolimer concretes. *Journal of Building Engineering*, 99: 111631.
- Karaaslan, C., Yener E., Bağatur T., Polat R. (2022a). Improving the durability of pumice-fly ash based geopolimer concrete with calcium aluminate cement. *Journal of Building Engineering*, 59: 105110.
- Karaaslan, C., Yener E., Bağatur T., Polat R., Gül R., Alma M H. (2022b). Synergic effect of fly ash and calcium aluminate cement on the properties of pumice-based geopolimer mortar. *Construction and building materials*, 345: 128397.
- 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: 5-11.
- Missota Priso Dickson, B., Dika Manga J., Pougong T E., Baenla J., Ndongo Ebongue L., Elimbi A. (2022). Effects of kinetic parameters on initial setting time, microstructure and mechanical strength of volcanic ash-based phosphate inorganic polymers. *Silicon*: 1-13.
- Moukannaa, S., Nazari A., Bagheri A., Loutou M., Sanjayan J., Hakkou R. (2019). Alkaline fused phosphate mine tailings for geopolimer mortar synthesis: Thermal stability, mechanical and microstructural properties. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 511: 76-85.
- Ndjock, B D L., Robayo-Salazar R., de Gutiérrez R M., Baenla J., Mbey J., Cyr M., Elimbi A. (2021). Phosphoric acid activation of volcanic ashes: Influence of the molar ratio $R=(MgO+CaO)/P_2O_5$ on reactivity of volcanic ash and strength of obtained cementitious material. *Journal of Building Engineering*, 33: 101879.
- Ojha, K., Pradhan N C., Samanta A N. (2004). Zeolite from fly ash: synthesis and characterization. *Bulletin of Materials Science*, 27: 555-64.
- Pougong, T E., Belibi P D B., Baenla J., Thamer A., Tiffo E., Elimbi A. (2022). Effects of chemical composition of amorphous phase on the reactivity of phosphoric acid activation of volcanic ashes. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 575: 121213.
- Tchadjíé, L., Djobo J., Ranjbar N., Tchakouté H., Kenne B D., Elimbi A., Njopwouo D. (2016). Potential of using granite waste as raw material for geopolimer synthesis. *Ceramics international*, 42: 3046-55.
- Tchakoute, H K., Elimbi A., Kenne B D., Mbey J., Njopwouo D. (2013). Synthesis of geopolymers from volcanic ash via the alkaline fusion method: Effect of Al₂O₃/Na₂O molar ratio of soda-volcanic ash. *Ceramics international*, 39: 269-76.
- Tchakouté, H K., Kong S., Djobo J N Y., Tchadjíé L N., Njopwouo D. (2015). A comparative study of two methods to produce geopolimer composites from volcanic scoria and the role of structural water contained in the volcanic scoria on its reactivity. *Ceramics international*, 41: 12568-77.
- TS-EN-196-1. 2016. "Çimento deney metotları - Bölüm 1: Dayanım tayini (Methods of testing cement - Part 1: Determination of strength)." In. Ankara-Turkey: TSE.
- Xu, H., Li Q., Shen L., Zhang M., Zhai J. (2010). Low-reactive circulating fluidized bed combustion (CFBC) fly ashes as source material for geopolimer synthesis. *Waste Management*, 30: 57-62.