

Macun Dolgu Duraylılığının Ultrasonik P-Dalga Hızı ile Değerlendirilmesi

Assessment of the Durability of Paste Backfill Using P-Wave Velocity

FERDİ CİHANGİR^{1*}

¹Karadeniz Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, 61080 Trabzon

Geliş (received) : 19 Nisan (April) 2016

Kabul (accepted) : 15 Aralık (December) 2016

ÖZ

Bu çalışmada sülfürlü atıklardan normal (NPÇ) ve puzolanik (PPÇ) Portland çimentolarla alkali aktive cüruf çimentoları (AAC: LSS-C; sodyum silikat ve SH-C; sodyum hidroksit ile aktifleştirilmiş cüruf) kullanılarak hazırlanan macun dolgu duraylılığı, dolgunun mikroyapı özelliklerine bağlı olarak P-dalga hızı ile değerlendirilmiştir. Yapılan çalışmalarda, NPÇ ve PPÇ numunelerinde uzun dönemde asit ve sülfat etkileri nedeniyle %6-%25 oranlarında dayanım kaybı meydana geldiği anlaşılmıştır. En yüksek dayanım kaybının NPÇ numunelerinde görüldüğü PPÇ denemelerinde ise, asit ve sülfat etkilerinin azaldığı belirlenmiştir. Çalışmalar neticesinde, AAC numunelerinin asit ve sülfat etkilerine karşı daha dayanıklı olduğu, NPÇ ve PPÇ örneklerine göre yaklaşık 3-4.5 kat daha yüksek dayanım değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. LSS-C örneklerinde dayanım kaybının olmadığı, SH-C örneklerinde uzun dönemde yaklaşık %8 dayanım kaybı olduğu gözlemlenmiştir.

Deneysel çalışmalar, P-dalga hızları ile dayanım sonuçlarının birbirleri ile ilişkili olduğunu göstermiştir. Bir başka deyişle, dayanım artışına bağlı olarak P-dalga hızı artmış, dayanımdaki düşüşe bağlı olarak da P-dalga hızı düşmüştür. Asit ve sülfat ile porozite ve taramalı elektron mikroskop (SEM) analizlerine göre P-dalga hızı ve dayanımdaki azalmaların sebepleri, sülfürlü maden atıklarından hazırlanan macun dolgu numunelerinin içsel özelliklerine bağlı olarak oluşan asit ve sülfat etkileri nedeniyle i) zamanla C-S-H ürünlerinde meydana gelen bozunma, ii) genleşme minerallerinin (ikincil jips ve etrenjit) sebep olduğu heterojen yapı ve iii) SH-C numunelerinde uzun dönemde oluşan kuruma çatlakları olarak ortaya çıkmıştır. P-dalga hızı ile dayanım sonuçlarının oldukça iyi örtüşmesi, belirli bir atık türü için zamana bağlı olarak macun dolgu performansının sağlıklı bir şekilde takip edilebileceğini göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Asit ve sülfat etkisi, duraylılık, macun dolgu, mikroyapı, P-dalga hızı.

ABSTRACT

In this study, the durability of paste backfill (CPB) made from sulphidic tailings, ordinary (OPC) and pozzolanic (PPC) Portland cements and alkali activated slag cements (AAS: LSS-S; slag activated with sodium silicate and SH-S; slag activated with sodium hydroxide) was investigated based on P-wave velocity by taking the microstructural properties of CPB into consideration. The study indicated that strength losses of about 6-25% occurred in cement samples due to acid and sulphate effects in the long term. While the highest strength losses were observed in OPC samples, PCC decreased the acid and sulphate effects. AAS specimens were found to be more resistant to acid and sulfate attack, and produced 3-4.5 times higher strengths than cement samples. On the other hand, there was no loss in strength for LSS-S samples. However, approximately 8% strength loss was obtained for SH-S samples after 224 days.

P-wave velocity and strength results were directly proportional to each other. Acid and sulphate, porosity and scanning electron microscope (SEM) analyses showed that the reasons behind the decrease in strength and P-wave velocity were derived from the acid and sulphate effects depending on the intrinsic properties of CPB. These effects are as i) the decomposition of C-S-H products, ii) heterogeneous structure due to the expansive phases (such as secondary gypsum and ettringite formation) and iii) drying shrinkage cracks in SH-S samples as curing time increased. This study showed that the performance of CPB for a specific type of tailings can be followed in an improved way since the P-wave velocity is in good agreement with strength values.

Keywords: Acid and sulphate effect, durability, microstructure, paste backfill, P-wave velocity.

*F. Cihangir

e-posta: cihangir@ktu.edu.tr

GİRİŞ

Ultrasonik P–dalga hızı, beton gibi çimentolu malzemeler ile kayaçların jeoteknik özelliklerinin belirlenmesine yönelik maden, inşaat ve jeoteknik mühendisliğinde gerek laboratuvarında gerekse arazide kolaylıkla uygulanabilen hasarsız bir test yöntemidir (Altındağ, 2012; Kahraman, 2002a). Daha önce yapılan çalışmalarda P–dalga hızı ile kayaçların fiziksel, mekanik ve jeoteknik özelliklerinin tayin edilebileceği belirtilmiştir (Altındağ, 2012; Kahraman, 2007, 2001; Karakul ve Ulusay, 2012; Karaman ve Kesimal, 2013; Kılıç ve Teymen, 2008; Vasconcelos vd., 2008; Yağız, 2011; Yaşar ve Erdoğan, 2004). Kayaçlarda gözeneklilik ile ayrışma derecesi uyumlu olup, ayrışma özelliklerinin tam olarak anlaşılabilmesi için kayaç petrografik özelliklerinin göz önüne alınması gerekmektedir. Ayrıca ayrışma derecesindeki artışa bağlı olarak mekanik özelliklerinin negatif yönde geliştiği ve ultrasonik P–dalga hızının azaldığı görülmüştür (Karpuz ve Paşamehmetoğlu, 1997). Kaya malzemelerinde mikro–çatlakların yoğunluğunun artması da P–dalga hızında bir azalmaya yol açmaktadır (Hamdi ve Lafhaj, 2013; Kahraman, 2002b; Karakul ve Ulusay, 2012). Yöntem, malzeme özelliklerinde (anizotropi ve heterojenlik gibi) meydana gelen değişimlere karşı oldukça hassas olduğundan (Hamdi ve Lafhaj, 2013), kaya ve çimentolu malzemelerin kalite–kontrol ve sınıflandırılmasında (Christaras, 2009; Demirboğa vd., 2004; Kahraman vd., 2007) oldukça etkili çözümler sunmaktadır.

Metalik cevherlerin zenginleştirilmesi sonucu yüksek miktarlarda ortaya çıkan sülfürlü ve tehlikeli atıkların yeraltına depolanmasını mümkün kılan macun dolgu da çimentolu bir malzemedir. Pratik, kolay uygulanabilir, hızlı ve ucuz bir yöntem olduğundan P–dalga hızı ile macun dolgu malzemelerinde dayanım tahminine yönelik çalışmalarda da son yıllarda artış gözlenmiştir (Erçıkı vd., 2014; Wu vd., 2016; Yılmaz vd., 2014).

Çimentolu macun dolgunun kalitesi genellikle tek eksenli basınç dayanımı ile ölçülmektedir. Birçok maden işletmecisi 28 günlük kür süresinde dolgu dayanımının 1.0 MPa olmasını ve uzun dönemde duraylı kalması için bu dayanımı >90 günde muhafaza etmesini yeterli görmektedirler (Landriault, 1995). Duraylılık yeraltında dolgu etrafındaki üretimi planlanmış diğer blokların güvenli bir şekilde üretilebilmesi için kritik öneme sahiptir. Macun dolguda duraylılık; jeoteknik, jeokimyasal ve mikroyapısal anlamda pek çok

çalışma ile iyi bir şekilde incelenmiştir (Benzaazoua vd., 1999; Cihangir vd., 2015a, 2012; Erçıkı vd., 2010a, 2009a, 2009b; Fall ve Pokharel, 2010; Fall vd., 2009, 2005; Nehdi ve Tariq, 2007).

Yapılan deneysel çalışmalara göre macun dolgu yüksek porozite içerdiğinden (%32–43) ve bünyesinde uzun süreler yüksek oranlarda nem bulundurduğundan (%15–23) (Cihangir vd., 2015a, 2015b), bileşimindeki sülfürlü mineraller oksidasyona uğrayarak asit ve sülfat ürünleri oluşturmaktadır (Cihangir vd., 2012; Erçıkı vd., 2010b, 2009b; Nehdi ve Tariq, 2007). İlk 56 günlük kür süresinde sülfat ürünleri hidrasyon ürünleri ile reaksiyona girmekte ve daha zayıf C–S–H jel yapısına neden olmaktadır (Fall ve Pokharel, 2010). Diğer taraftan sülfat ürünleri CH (portlandit) tarafından tamamen tüketilmekte ve ortamda CH tükendikten sonra da sülfat iyonları artmaktadır (Cihangir vd., 2015a, 2012). pH ise 14 günlük kür süresinden sonra ortamda oluşan asit ürünlerini nötralize etmek için ve tüketilen CH ürünlerinden dolayı düşmektedir. Böylece uzun dönemde asit ve sülfat etkileri nedeniyle C–S–H ürünleri bir yandan dekalsifiye olarak bozunurken, diğer taraftan ikincil mineral çökelimleri (Pokharel ve Fall, 2013) dolgu bünyesinde heterojen yapıya sebebiyet vermektedir. Bu reaksiyonlar dolgunun dayanım kazanımı ve duraylılık özelliklerini olumsuz etkilemektedir (Benzaazoua vd., 1999; Erçıkı vd., 2009a).

Son yıllarda asit ve sülfat etkilerinden kaynaklanan dayanım ve duraylılık kayıplarını engellemeye yönelik mineral katkı maddelerinin kullanımının yanında (Benzaazoua vd., 1999; Erçıkı vd., 2010a, 2009a, 2009b), bu maddelerin alkali aktivasyon teknikleri ile aktifleştirilmesinden elde edilen jeopolimerlerin kullanılmasıyla asit ve sülfat etkilerine karşı daha dayanıklı ve daha yüksek dayanıma sahip dolgu üretilebildiği belirtilmektedir (Cihangir vd., 2015a, 2012; Khater, 2014).

Alkali aktive yüksek fırın cürufu ile üretilen macun dolgu duraylılığının P–dalga hızı ile değerlendirilmesine yönelik literatürde yapılmış bir çalışma bulunmamaktadır. Dolayısıyla bu çalışmada, sülfürlü tesis atıklarından üretilen macun dolguda asit etkileri ile bağlayıcı yapının bozunması ve sülfat ürünleri sonucu dolgu yapısında meydana gelen heterojen yapının dolgu dayanım ve duraylılık özelliklerine etkisi ultrasonik P–dalga hızı ile değerlendirilmiştir. Hamdi ve Lafhaj (2013), kayaçların mikroyapılarının analizinde

ultrasonik dalga hızı ve porozitenin oldukça sağlıklı sonuçlar verdiğini, ancak kayaç mikroyapısının daha iyi anlaşılabilmesi için taramalı elektron mikroskop (Scanning Electron Microscope–SEM) ve civalı porozimetre (Mercury Intrusion Porosimeter–MIP) gibi ileri mikroyapı analiz yöntemlerinin de kullanılması gerektiğini ifade etmiştir. Bu nedenle, bu çalışmada elde edilen deneysel sonuçlar, SEM ve MIP analizleri ile desteklenmiştir.

MALZEME ve METOD

Atık ve Bağlayıcı Malzemeler

Deneysel çalışmalarda kullanılan atık malzeme Rize ilinin Çayeli ilçesi Madenköy sınırları içinde bulunan Çayeli Bakır İşletmeleri'nden sülfürlü bakır cevherinin (non–spek cevher: sfalerit (Zn minerali) içeriği en az %10 olan cevher tipi (Yılmaz, 2013)) zenginleştirildiği flotasyon tesisinden alınmıştır. Madende arakatlı kaz–doldur yeraltı üretim metodu uygulanmaktadır. Dolayısıyla maden üretimi sonucu oluşan yer altı açıklıkları, cevher zenginleştirme işlemlerinden sonra ortaya çıkan atık malzeme+çimento+suyun belirli bir dizayna göre karışımından oluşan malzeme (macun kıvamında) ile geri doldurulmaktadır. Böylece yeraltı boşlukları bir taraftan doldurulurken, diğer taraftan hem atık malzemeler yeniden kullanılmakta hem de bitişikteki çevre bloklarının üretimi için uygun platform ve yeraltı çalışma ortamları oluşturulmaktadır.

Malvern Mastersizer Hydro 2000 MU cihazı ile yapılan tane boyu dağılımı analizine göre atık malzemenin (non–spek cevher atığı/NSA) 20 µm altı malzeme miktarı ağırlıkça %54.67 olup, tesiste işlenen diğer cevher tiplerine göre pirit içeriği biraz daha düşük, inceliği biraz daha yüksek orta boyutlu atık sınıfına girmektedir (Landriault, 2001). Üniformluk katsayısı (C_u) ve eğrilik katsayısı (C_c) göz önüne alındığında (Çizelge 1) malzeme iyi bir tane boyut dağılımı göstermiştir. Atık malzemenin özgül ağırlığı (ÖA) ASTM D854–14. (2014) standardına göre belirlenmiştir. Kimyasal analizi ACME kimyasal analiz laboratuvarlarında (Kanada) gerçekleştirilmiştir. Yüksek S⁻² (sülfid kükürdü; %34.38) içeriğine bağlı olarak atık malzeme yaklaşık %64.47 oranında pirit minerali içermektedir. SiO₂ + Al₂O₃ (%) içeriği ise %14.72'dir (Çizelge 2).

Macun dolgu malzemelerinin hazırlanmasında bağlayıcı olarak normal (NPÇ) ve kompoze çimentolar

(PPÇ) ile jeopolimer bağlayıcılar (AAC) için yüksek fırın cürufu kullanılmıştır. Yüksek fırın cürufu sıvı sodyum silikat (LSS:Na₂O·2SiO₂) ve granül sodyum hidroksit (SH: NaOH) ile aktifleştirilmiştir. Bağlayıcı malzemelerin kimyasal analizleri ACME laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Özgül ağırlıkları (G_s) ASTM C188–14. (2011) standardına, özgül yüzey alanları ise (incelik) TS EN 196–6 (2010) standardına göre belirlenmiştir. Bağlayıcı maddelerin fiziksel, kimyasal ve mineralojik analizleri Çizelge 1 ve Çizelge 2'de verilmiştir.

Macun Dolgu Numunelerin Hazırlanması ve Dayanım testleri

Macun dolgu malzemeleri, tesis atıkları, karışım suyu, aktivatörler ve bağlayıcı malzemelerin, 20.8 litre kapasiteli bir karıştırıcıda (Univex SRMF20 Stand Model) karıştırılarak homojenleştirilmesiyle hazırlanmıştır. Sektörel uygulamalarda macun dolgu kıvamı 6.0 ila 10.0 inç aralığında değiştiğinden, bu çalışmada macun dolgu malzemelerinin başlangıç slampaları yaklaşık 8 inç (203 mm) olarak alınmıştır.

Dolgu numunelerinin hazırlanmasında bağlayıcı oranı, sülfür içeriği yüksek atıkların kullanılması durumunda daha önce yapılan çalışmalardan (Kesimal vd. 2010; Cihangir vd., 2015a, 2012; Erçıkı vd., 2009b) kısa dönemde ulaşılması hedeflenen 1.0 MPa eşik dayanım değeri (Landriault, 1995) esas alınarak %7 olarak belirlenmiştir. Burada %7 bağlayıcı oranı; yaklaşık 8 inç kıvama sahip slampın elde edildiği toplam katı oranına göre (bağlayıcı+atık) hesaplanan sabit bir bağlayıcı oranını ifade etmektedir. NPÇ ve PPÇ için bağlayıcı faz dolgu bünyesindeki toplam katının ağırlıkça %'sidir. Jeopolimer (AAC) bağlayıcılarda LSS–C için 1.0 modül oranı (modül oranı NaOH kullanılarak ayarlanmıştır) ve %8 Na₂O aktivatör dozajı esas alınmıştır. Dizaynlarda AAC, NPÇ ve PPÇ için bağlayıcılar ağırlıkça eşit şekilde kullanılmıştır. AAC'de bağlayıcı faz (her bir farklı dizaynda kullanılan malzemeleri içerecek şekilde); cüruf, sodyum silikatın katı bileşenleri sodyum oksit (Na₂O) ve silisyum dioksit (SiO₂) ile sodyum hidroksitten oluşmaktadır.

Çalışma kapsamında tek eksenli basınç dayanımı testleri için her kür süresinde (14–28–56–112–224– ve 360 gün) 3'er numune olmak üzere deneysel koşulları Çizelge 3'te verilen toplam 72 adet numune hazırlanmıştır. Sektörde numune testleri 100 mm çap x 200 mm uzunluktaki numunelerle gerçekleştirildiğinden,

Çizelge 1. Atık ve bağlayıcı maddelerin fiziksel özellikleri
Table 1. Physical properties of tailings and binders

| Atığın fiziksel özellikleri | | | | | | | | |
|-------------------------------------|------|--------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|--------------------|--------------------|
| | ÖA | ÖYA (cm ² /g) | D ₁₀ (µm) | D ₃₀ (µm) | D ₆₀ (µm) | D ₉₀ (µm) | C _c (-) | C _u (-) |
| Atık Malzeme | 4.08 | 3775 | 2.21 | 6.62 | 24.43 | 89.13 | 0.82 | 11.05 |
| Bağlayıcıların fiziksel özellikleri | | | | | | | | |
| | ÖA | ÖYA (cm ² /g) | +32 µm elek (ağ.%) | | +45 µm elek (ağ.%) | | | |
| NPÇ | 3.07 | 4120 | 7.48 | | 2.17 | | | |
| PPÇ | 3.05 | 3990 | 8.67 | | 3.34 | | | |
| Cüruf | 2.89 | 4600 | 9.60 | | 4.15 | | | |

Çizelge 2. Atık ve bağlayıcı maddelerin kimyasal ve mineralojik özellikleri
Table 2. Chemical and mineralogical properties of tailings and binders

| Bileşim | SiO ₂ (%) | Al ₂ O ₃ (%) | Fe ₂ O ₃ (%) | MgO (%) | CaO (%) | Na ₂ O (%) | K ₂ O (%) | BaSO ₄ (%) | T. Kükürt (S;%) | Kızdırma Kaybı |
|--|----------------------|------------------------------------|------------------------------------|-------------------|-------------------|------------------------------|----------------------|-----------------------|-----------------|----------------|
| Atık | 10.90 | 3.82 | 46.08 | 1.93 | 3.02 | 0.21 | 0.23 | 7.07 | 36.60 | 26.20 |
| NPÇ | 21.88 | 4.74 | 2.90 | 1.40 | 65.0 | 0.39 | 0.75 | - | 1.07 | 2.50 |
| PPÇ | 25.78 | 7.47 | 3.96 | 1.12 | 56.11 | 0.62 | 1.62 | - | 1.09 | 2.80 |
| Cüruf | 39.75 | 10.91 | 0.80 | 5.92 | 38.02 | 0.32 | 1.19 | - | 0.65 | 0.20 |
| Bağlayıcıların mineralojik özellikleri | | | | | | | | | | |
| | C ₃ S | C ₂ S | C ₃ A | C ₄ AF | Serbest Kireç (%) | Reaktif SiO ₂ (%) | | Bazıklık İndeksi | | |
| NPÇ | 50.42 | 27.76 | 7.66 | 8.83 | 1.04 | - | | - | | |
| PPÇ | - | - | - | - | - | - | | - | | |
| Cüruf | - | - | - | - | - | 39.10 | | 1.03 | | |

bu çalışmada numune boyutları 100 mm çap ve 200 mm uzunluğundadır. Numune kalıplarının altlarında 2 mm çapında 7 adet drenaj deliği (Kesimal vd. 2004) bulunmakta olup numuneler 20±1°C ve %85±1 nem koşullarında hava sızdırmaz plastik paketler içinde olmak üzere yeraltı koşullarını yansıtabilecek şekilde kür işlemine tabi tutulmuştur. Tek eksenli basınç dayanım testleri 14–28–56–112–224– ve 360 günlük kür sürelerinde ASTM C39/C39M–14a. (2012) standardında gerçekleştirilmiştir. Kısa ve uzun dönem-

de dayanım ve duraylılık değerlendirmelerinde eşik dayanım değeri 1.0 MPa olarak alınmıştır. Dayanım testlerinde yükleme hızı 0.5 mm/dk olacak şekilde 5 tonluk servo kontrollü pres kullanılmıştır.

Asit ve Sülfat Analizleri

Atıkların yüksek oranda pirit içermesinden dolayı, kür süresi ile bozunan pirit, asit ve sülfat ürünleri oluşturmaktadır. Asit ve sülfat etkilerinin dolgu da-

Çizelge 3. Macun dolgu numuneleri için deneysel koşullar
Table 3. Experimental conditions for paste backfill material

| Bağlayıcı tipi | Katı oranı (%) | Su içeriği (%) | Katı yoğunluğu (g/cm ³) |
|----------------|----------------|----------------|-------------------------------------|
| NPÇ | 78.50 | 21.50 | 2.43 |
| PPÇ | 80.54 | 19.46 | 2.53 |
| LSS-C | 80.48 | 19.52 | 2.52 |
| SH-C | 78.78 | 21.22 | 2.49 |

yanım ve duraylılığına etkisini araştırmak için dolgu numunelerinin tek eksenli basınç dayanımı testlerini takiben, bütün kür sürelerinde pH ve sülfat analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada dolgu gözenek suyunun asit ve serbest sülfat içeriğinin belirlenmesinde Cihangir (2011) tarafından macun dolguya uyarlanan analiz metodu izlenmiştir. Atığın başlangıç sülfat içeriği 1640 ppm'dir.

Mikroyapı (Porozite ve Taramalı Elektron Mikroskop:SEM) Analizleri

Macun dolgu numunelerinin porozite analizleri civalı porozimetre (Micromeritics Autopore IV 9410) cihazı ile ASTM D4404-10. (2010) standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Numuneler 0.003 µm'lik gözeneklere Hg intrüzyonunu sağlayacak şekilde 0-414 MPa (60,000 psi) aralığında hidrostatik basınç altında deneye tabi tutulmuştur. Deneysel çalışmalarda Hg yüzey gerilimi 0.485 N/m ve Hg ile numune yüzeyleri arasındaki kontak açısı 130° olarak alınmıştır. MIP testleri ile orta (0.002-0.05 µm arası) ve iri boyutlu (>0.05 µm) porozite ölçülebilmektedir. Porozite analizleri bu çalışma için 14-28 ve 360 günlük kür sürelerinde gerçekleştirilmiştir.

Dolgu numunelerinin mikroyapı analizleri ZEISS-EVO MA model taramalı elektron mikroskop (SEM) ile 28 ve 360 günlük kür süreleri için yapılmıştır.

İlgili kür sürelerinde MIP ve SEM analizleri için dolgu numunelerinin ortalarından alınan temsili örnekler ağırlıkları sabit oluncaya kadar etüvde 50°C'de 36 saat süreyle kurutulmuş ve nemden etkilenmemesi için desikatöre konularak soğutulmuştur. MIP testleri için numuneler macun dolgu örneklerinin tam orta kısımlarından yaklaşık 1cmx1cmx1.5cm boyutlarında hazırlanmıştır. SEM analizleri için numune yüzeyleri Au ile kaplanarak iletken hale getirilmiştir.

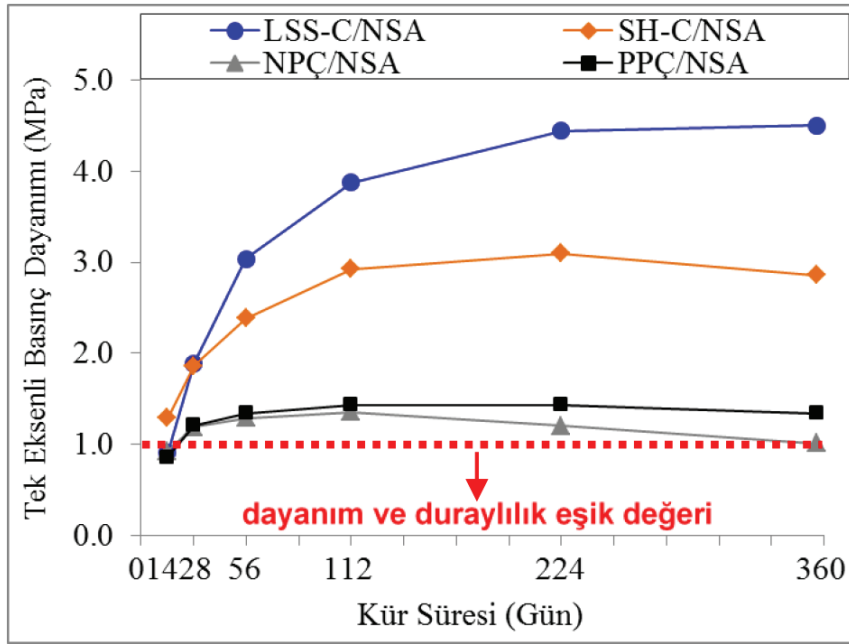
Ultrasonik P-dalga Hızı Testi

Ultrasonik P-dalga hızı (UPV) testleri PUNDIT Plus marka cihaz ile ASTM C597-09. (2009) standardına uygun olarak yapılmıştır. Macun dolgu numunelerinin uç kısımları basınç dayanımı testlerinden önce düzeltilmiş ve uzunlukları ±0.1 mm doğrulukta ölçülmüştür. Jeofonlar ile iyi temas sağlanması için numune yüzeyleri ince bir jel tabakası ile kaplanmıştır. Sinyal iletici ve alıcı jeofonlar birbirine karşılıklı olarak tutulmuş ve sürekli ölçüm modunda doğrudan geçiş süresi ölçülerek minimum okuma değeri kaydedilmiştir. Daha sonra P-dalga hızı (V_p), " $V_p = x/t$ " eşitliği ile hesaplanmıştır. Burada " V_p ; P-dalga hızını-m/s", " x ; numune uzunluğunu-mm" ve " t ; sinyalin numune üzerinden geçiş süresini-µs" ifade etmektedir. İlgili kür süreleri için üçer numunenin ölçümlerinin ortalamaları, UPV değeri olarak sunulmuştur.

BULGULAR VE TARTIŞMA

Bağlayıcı özelliklerinin dayanım ve duraylılık özelliklerine etkisi

Dolgu örneklerinin kısa ve uzun dönemdeki dayanım performansları Şekil 1'de verilmiştir. Bütün seriler kısa (28 gün) ve uzun (90-360 gün) kür süresinde 1.0 MPa'lık dayanımı sağlamıştır. Uzun dönemde çimento örneklerinde dayanım kayıpları meydana gelmiştir. Dayanım kaybı oranları NPÇ numuneleri için 112 günlük küresinden sonra %25.3, PPÇ numunelerinde ise 224 günlük kür süresinden sonra %6.37 olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla PPÇ kullanımının uzun dönemde dayanım kaybını azalttığı anlaşılmıştır. Buna bağlı olarak da PPÇ örneklerinin NPÇ numunelerine göre kısa dönemde benzer, uzun dönemde ise biraz daha yüksek dayanım değerleri verdiği tespit edilmiştir.



Şekil 1. Macun dolgu numunelerinin dayanım özellikleri
Figure 1. Strength behaviour of paste backfill specimens

LSS-C örneklerinde dayanım kür süresi boyunca artış göstermiş ve en yüksek dayanım değerlerini üretmiştir. LSS-C/NSA örnekleri SH-C, NPÇ ve PPÇ örneklerinden sırasıyla 0.70–1.58, 0.97–4.45 ve 1.05–3.36 kat yüksek dayanım üretmiştir.

Erken kür sürelerinde en yüksek dayanım kazanım oranı SH-C örneklerinde gözlenmiştir. SH-C örnekleri NPÇ ve PPÇ örneklerinden sırasıyla 1.39–2.83 ve 1.51–2.16 kat yüksek dayanımlar vermiştir. SH-C örneklerinde 224 günlük kür süresinden sonra %7.67 oranında dayanım kaybı söz konusudur.

PPÇ kullanımı, NPÇ'ye kıyasla uzun dönemde dayanım kaybı oranı daha az olan daha dayanıklı dolgu üretimini mümkün kılmıştır. Irassar vd. (2000) NPÇ'lerin diğer çimentolara göre daha yüksek oranda C_3S ve C_3A içerdiğini ve bu tür çimentoların sülfat etkilerine karşı daha dayanıksız olduğunu belirtmiştir. Ayrıca C_3S 'in hidratasyonu sonucu oluşan CH miktarı, C_2S hidratasyonu sonucu oluşan CH miktarının 2.2 katıdır (Irassar vd., 2000). Erçikdi vd. (2009b) PPÇ kullanılması durumunda, bu çimentoların düşük C_3A ve C_3S/C_2S içeriklerinden dolayı, asit ve sülfat etkilerine karşı daha dayanıklı olduğunu, PPÇ içeren dolgu numunelerinde uzun dönemde daha düşük oranda dayanım kaybının meydana geldiğini belirtmiştir. Dolayısıyla bu çalışmada NPÇ örneklerindeki dayanım

kayıplarının bu çimentoların mineralojik içeriği ile doğrudan ilişkili olduğu görülmektedir.

LSS-C numunelerindeki sürekli dayanım artışı ise, i) hidratasyonun başlamasıyla birlikte silikat polimerizasyonu ile sülfürlü atık tanelerinin yüzeylerinin Si iyonlarınca zengin/geçirimsiz C-S-H jel tabakası ile kaplanmasına, ii) iç kısımlardaki C-S-H ürünlerinin asit ve sülfat etkilerinden böylece korunmasına, iii) taneler arası boşlukların doldurulması ve bağ kuvvetine bağlanabilir (Cihangir vd., 2012; Komljenović vd., 2012; Shi vd., 2006).

Daha önce yapılan çalışmada yüksek sülfür içeriğine sahip atıklardan SH-C ile üretilen dolgu numunelerinde dayanım kaybı görülmemiştir (Cihangir vd., 2012). Bu çalışmada SH-C örneklerinde dayanım kayıplarının görülmesi, atık ve bağlayıcı etkileşiminin önemli olduğunu ortaya koymuştur. Benzaazoua vd. (2004a) bu çalışmada elde edilen bulguya benzer şekilde farklı bağlayıcıların belirli bir atık türü için farklı dayanımlar ürettiğini belirtmiştir.

Asit ve Sülfat Etkilerinin Değerlendirilmesi

Macun dolgu numunelerinin pH seviyeleri ile sülfat içeriklerindeki değişim Şekil 2a,b'de verilmiştir. Atık

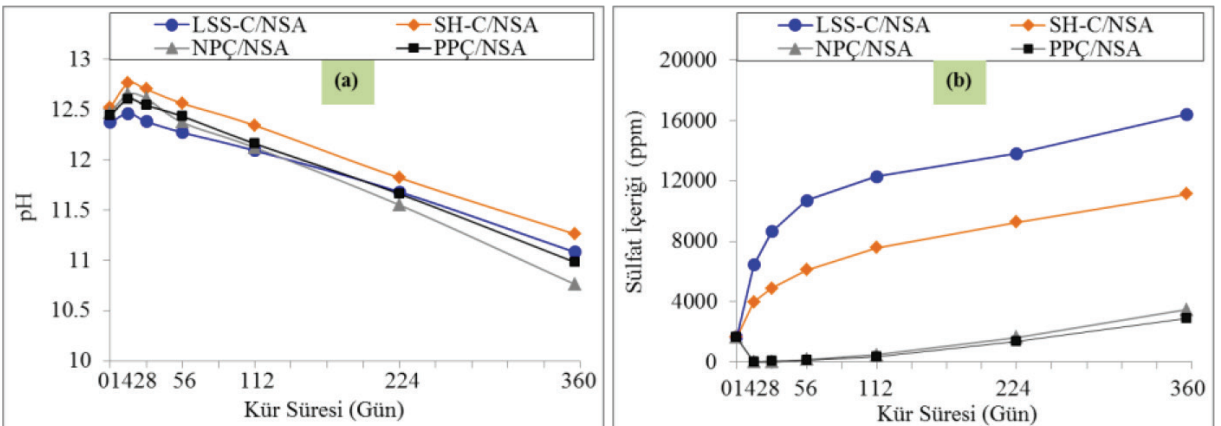
ve bağlayıcı malzemeler su ile karıştırılarak dolgu malzemesi üretildiğinde özellikle bağlayıcı malzemelerin baziklik özelliğinden dolayı karışımın pH değeri başlangıçta 12.40-12.60 seviyesine yükselmiştir. Oluşan hidrasyon ürünlerinden dolayı ilk 14 günlük kür süresinde pH değerleri ilave yükselme eğilimi göstermiştir. Bu noktadan sonra kür süresine bağlı olarak bütün numunelerin pH'ları düşme eğilimine girmiştir. pH'ı en fazla düşen NPÇ, en az düşen ise AAC numuneleridir (Şekil 2a). NPÇ numunelerinde erken kür sürelerinde başlangıçta atık bünyesinde bulunan sülfat iyonlarının tamamının tüketildiği, AAC numunelerinde ise (LSS-C numunelerinde en yüksek oranda olmak üzere) sülfat iyonlarının kür süresi ile birlikte arttığı (Şekil 2b) görülmektedir.

Çimentonun hidrasyonu ile birlikte portlandit oluşmaktadır. Bu ürün C-S-H bağları arasında zayıf halkalar oluşturmaktadır. pH'nın 12'nin altına düşmesiyle portlandit çözünür (Shi ve Stegemann, 2000) ve geride gözenekli bir yapı bırakır (Gaitero vd., 2008). Diğer taraftan çimento ürünlerinde pH'nın hızlı düşmesinin diğer nedeni, portlanditin sülfat iyonları tarafından tüketilmesine de bağlanabilir. Erken kür sürelerinde sülfat iyonlarının çimento dolgu numunelerinde tamamen tüketilmesi sülfat atak mekanizmasının başlangıçtan itibaren gerçekleştiğini göstermektedir. Fall ve Pokharel (2010) yeterli miktarda sülfat içeren ikincil genleşme özelliğine sahip minerallerin (alçıtaşı ve etrenjit gibi) macun dolguda boşluklu yapıyı iyileştirdiğini ve dayanım kazanımına olumlu yönde katkı yaptığını belirtmektedir. Ancak bu minerallerin genleşme özelliklerinden dolayı aşırı miktarda oluşması-

nın macun dolgu yapısının homojen yapısını bozduğu, düşük kalitede C-S-H oluşumuna neden olduğu ve içsel gerilmelere sebep olarak dolgu bütünlüğünü bozduğu, böylece dolgu duraylılığını olumsuz yönde etkilediği belirtilmektedir (Cihangir vd., 2012; Erçikdi vd., 2009a, 2009b; Fall ve Pokharel, 2010; Fall vd., 2005; Nehdi ve Tariq, 2007).

"AAC" içeren malzemelerin hidrasyonunda başlangıç pH'ı ne kadar yüksek olursa, hidrasyon olayı da o derece yüksek oranda gerçekleşmektedir (Fernández-Jiménez ve Puertas, 2003; Rashad vd., 2013; Song vd., 2000). Özellikle SH-C numunelerinde erken kür süresindeki yüksek dayanım değerleri bu durumla ilişkilendirilebilir.

Diğer taraftan, pH'nın düşmesi ile birlikte C-S-H ürünlerinde dekalsifikasyon başlar (Chen vd., 2006). Çimento dolgu numunelerinde dayanım kaybı portlanditin tüketilmesi sonucu boşlukların oluşmasına, genleşme ürünlerinin oluşumuna ve C-S-H bünyesinin ve bağ kuvvetlerinin kalsiyum dekalsifikasyonu sonucu zayıflamasına bağlanabilir (Komljenović vd., 2012). Cihangir vd. (2012) AAC kullanılması durumunda oluşan C-S-H jellerinin düşük Ca/Si oranına sahip olduğunu ve silisyum içeriğince zengin jellerin pirit yüzeylerini kapladığını belirtmiştir. AAC numunelerinde yüksek pH ve artan sülfat iyonu seviyeleri, kür süresinin artması ile birlikte Si iyonları zengin koruyucu tabakanın pirit minerallerinin reaktivitesini düşürmesine bağlanabilir.



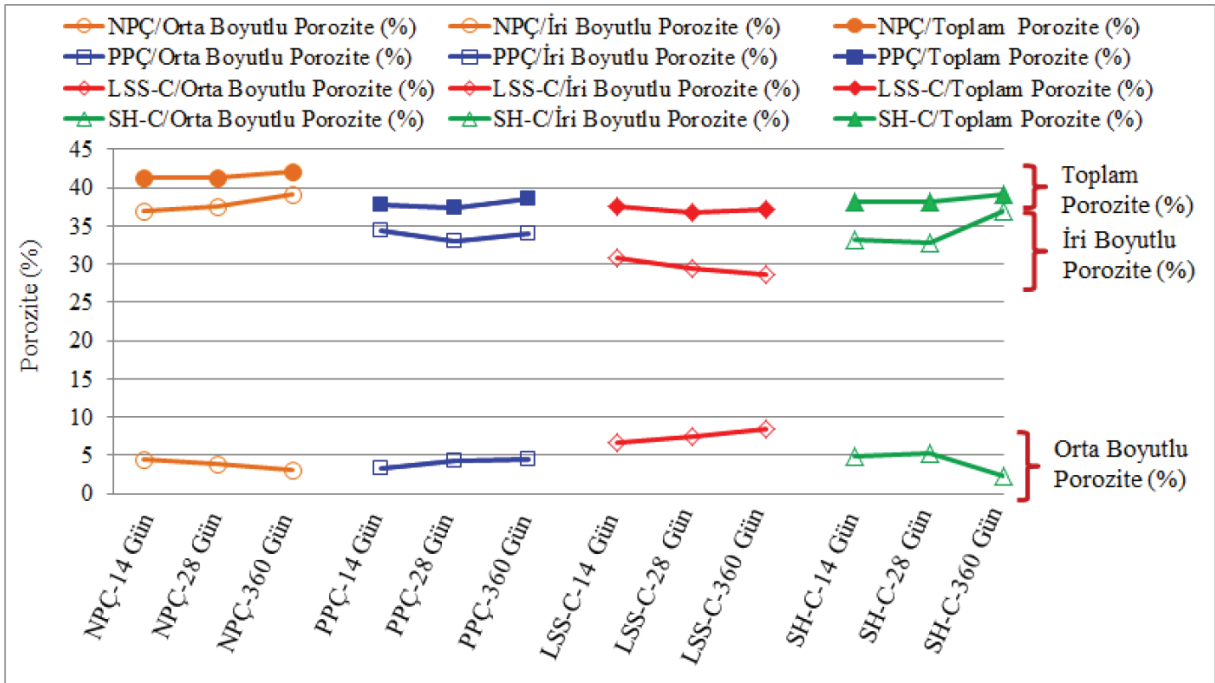
Şekil 2. Macun dolgu numunelerinin pH ve sülfat içerikleri
Figure 2. pH levels and sulphate contents of paste backfill samples

Gözenekli Yapının Değerlendirilmesi

Macun dolgu numunelerinin kür süresine bağlı (14–28 ve 360 gün) olarak gözenekli yapılarındaki değişim Şekil 3'te verilmiştir. Erken kür süresinde hidrasyonun devam etmesiyle bütün numunelerde boşluklu yapı az da olsa düşmüştür. Uzun dönemde ise LSS-C dışındaki numunelerin poroziteleri başlangıca göre artmıştır. NPÇ, PPÇ, LSS-C ve SH-C numunelerinin poroziteleri sırasıyla ortalama %41.6, %37.82, %37.15 ve %38.47 olarak tespit edilmiştir. PPÇ, LSS-C ve SH-C numuneleri NPÇ'ye göre poroziteyi sırasıyla ortalama %9.1, %10.7 ve % 7.6 oranında azaltmıştır. En düşük iri boyutlu porozite ve en fazla orta boyutlu porozite içeriği ile atık taneleri en iyi LSS-C numunelerinde kenetlenmiştir. İri boyutlu gözenek miktarı uzun dönemde en fazla SH-C numunelerinde artmıştır. Cincotto vd. (2003) LSS-C örneklerinde orta boyutlu porozite miktarının SH-C örneklerine nazaran daha fazla olduğunu belirtmiştir. Macun dolgu numunelerinde gözenekli yapıdaki iyileşme ile dayanım sonuçları birlikte değerlendirildiğinde oldukça iyi bir korelasyon gözükmektedir.

Bu çalışmada kullanılan atıkta olduğu gibi 20 mikron altı malzeme miktarı fazla olan atıklar yüksek özgül

yüzey alanlarından dolayı yüksek su tutma kapasitesine sahiptir. Poroziteli yapı, dolgu içerisine oksijen difüzyonuna imkân kılmakta, dolayısıyla nem ve oksijen varlığında pirit mineralleri bozunmakta, sonuçta asit (H^+) ve sülfat (SO_4^{-2}) oluşmaktadır. Asit, hidrasyon ürünlerinin (C-S-H jeli) ayrışmasına ($pH < 9$) ve bağlayıcılık özelliklerini kaybetmelerine neden olmaktadır. Sülfat ise hidrasyon ürünleri olan portlandit ($Ca(OH)_2$) ve trikalsiyum alüminat ($3CaO \cdot Al_2O_3$) ile reaksiyona girerek ikincil alçıtaşı ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) ve etrenjit ($3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O$) mineralleri oluşturmaktadır. İnan Sezer vd. (2008) oluşan ikincil minerallerin 2.2 ila 2.8 kat genleşebileceğini belirtmiştir. Genleşme özelliğine sahip bu mineraller dolgu içerisinde içsel gerilme çatlaklarına sebep olmaktadır. Dolayısıyla asit ve sülfat etkileri ile özellikle CaO içeriği yüksek NPÇ içeren macun dolgu numunelerinde uzun dönemde dayanım ve duraylılık problemlerine neden olmaktadır (Benzaazoua vd., 2004b, 1999; Cihangir vd., 2012; Erçikdi vd., 2010a, 2009a, 2009b; Fall ve Benzaazoua, 2005; Kesimal vd., 2005; Nehdi ve Tariq, 2007; Yılmaz vd., 2015).



Şekil 3. Macun dolgu numunelerinin porozite içerikleri
Figure 3. Porosity contents of paste backfill specimens

Mikroyapı Özelliklerinin Değerlendirilmesi

Macun dolgu numunelerinin 28 ve 360 günlük kür sürelerindeki mikroyapıları Şekil 4'te verilmiştir. Tarımalı elektron mikroskop (SEM) ve porozite analizlerine göre kür süresine bağlı olarak PPÇ ve özellikle NPÇ numunelerinin mikroyapılarında asit etkileri nedeniyle zamanla boşlukların oluştuğu izlenmiştir. NPÇ numunelerinde sülfat etkileri nedeniyle başlangıçtan itibaren ikincil alçıtaşı oluşumları (Şekil 2b ve Şekil 4a) ve NPÇ-PPÇ numunelerinde erken kür sürelerinde iğnemi etrenjit mineralleri görülmüştür (Şekil 4a.c). Uzun dönemde ise özellikle NPÇ numunelerinde geniş alanlara yayılmış ikincil alçıtaşı mineralleri oluşmuştur (Şekil 4b). Asit etkileri nedeniyle artan kür sürelerinde çimento örneklerinde bağlayıcı jel (C-S-H) yapıları zayıflamıştır. NPÇ ve PPÇ örneklerinde erken kür süresindeki amorf-lifimsi C-S-H yapısı, uzun dönemde PPÇ için yapılaşmış-kristalize yapıya dönüşmüştür. Bu durumun, PPÇ içeriğinde yer alan puzolanik katkının (reaktif silisyumca zengin) sebep olduğu ikincil C-S-H jel oluşumlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

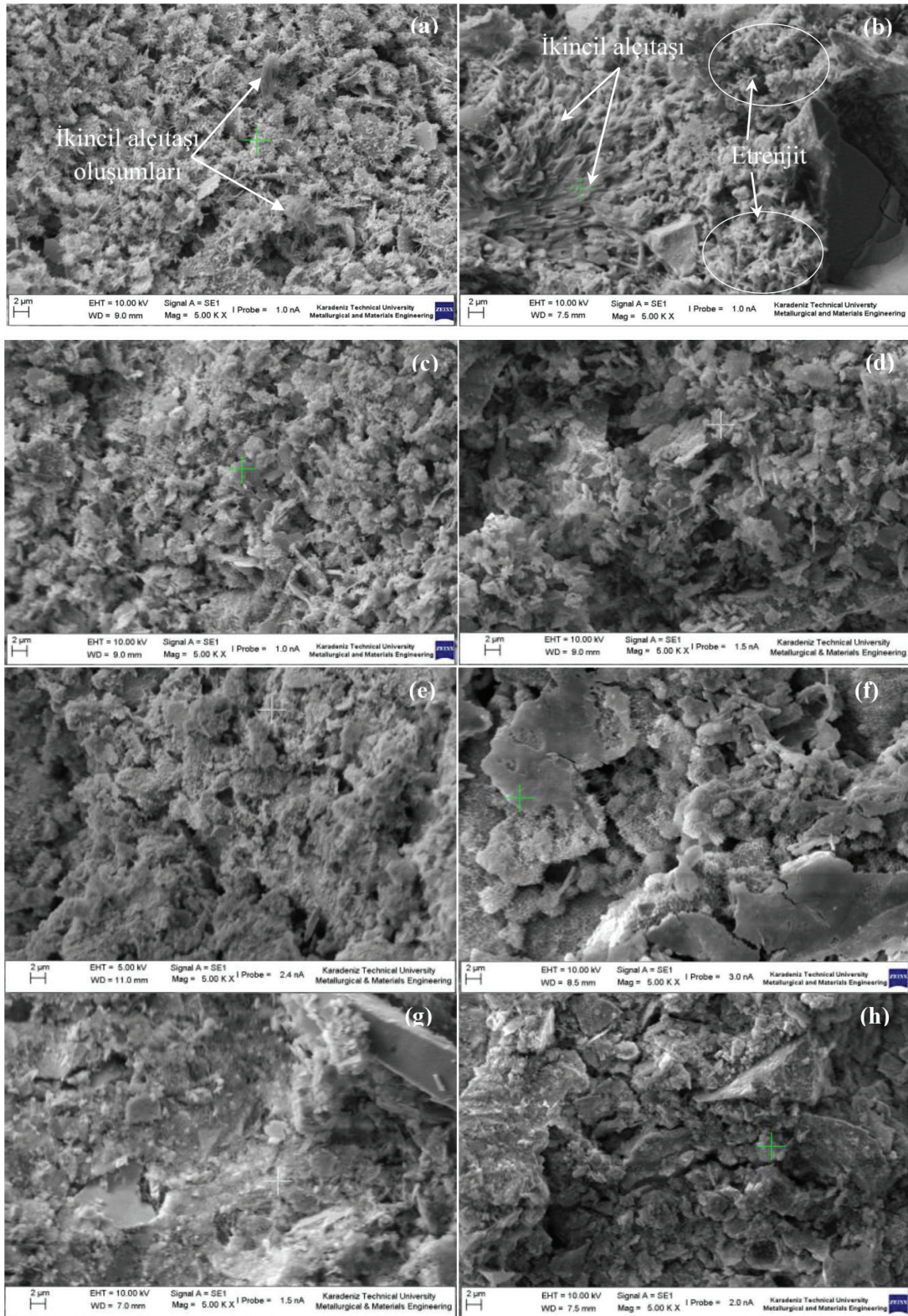
AAC örneklerinde, çimento örneklerine kıyasla taneler birbirine daha bağlı ve mikroyapı daha sıkidir. Bağlayıcı jeller LSS-C numunelerinde erken dönemde amorf-yapılaşmış-kristalize, uzun dönemde ise yapılaşmış-kristalize-tortumsu (Silisyumca zengin); SH-C numunelerinde ise erken ve uzun dönemde amorf-yapılaşmış-kristalize teşkil etmiştir. LSS-C örneklerinde kür süresinin artmasıyla asit etkilerinden dolayı bağlayıcı yapıda (C-S-H) meydana gelen Ca^{2+} liçinden dolayı bağlayıcı dokusu Si iyonlarınca zengin yapılaşmış-kristalize-tortumsu görünüşlü (Şekil 4f) tabakalara dönüşmüştür (Cihangir vd., 2012; Shi vd., 2006). LSS-C numunelerinde dayanımın sürekli artması, bu numunelerde silisyumca zengin az geçirimli/koruyucu C-S-H jel tabakalarının (Şekil 4f-Şekil 5a) oluşması ile asit etkilerinin engellenmesine bağlanabilir. Dolayısıyla, sülfürlü minerallerin yüzeylerinin Si iyonlarınca zengin bir polimerize tabaka ile kaplanmasıyla asit ve sülfat etkileri azaltılırken, bağlayıcı yapı-bağ kuvveti korunmakta, böylece dayanım ve duraylılık problemleri minimum seviyeye inmektedir (Cihangir vd., 2015a, 2012; Komljenović vd., 2012; Shi vd., 2006).

LSS-C örneklerinde ikincil jips minerallerine uzun dönemde nadiren rastlanmıştır. Belirli bir miktara kadar ikincil genleşme mineral oluşumu numune

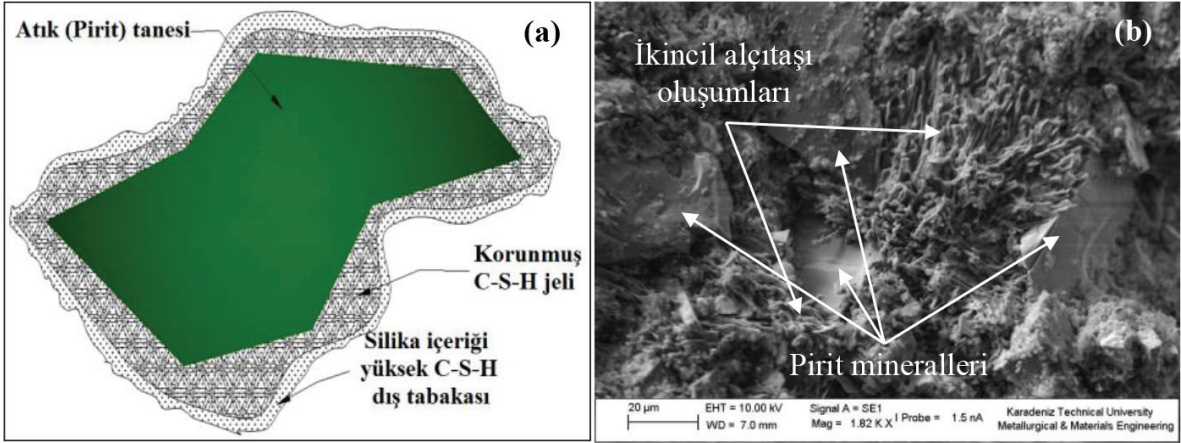
dayanımını ve mikroyapı gelişimini pozitif yönde etkilemektedir (Erçıkı vd., 2013; Fall ve Benzaazoua, 2005; Fall ve Pokharel, 2010).

28 günlük kür süresinde en yoğun C-S-H oluşumu SH-C örneklerinde izlenmiştir (Şekil 4g). Bu gözlem cürufun çözünmesini sağlayan ve SH-C numunelerinde erken kür sürelerinde elde edilen en yüksek pH değerleriyle (Şekil 2a) (Fernández-Jiménez ve Pueras, 2003; Shi vd., 2006; Song vd., 2000) ve dolayısıyla erken kür sürelerinde en yüksek dayanım değerlerinin SH-C örneklerinden elde edilmesi (Şekil 1) ile örtüşmektedir. Ancak, LSS-C örneklerine kıyasla SH-C örneklerinde 360 günlük kür süresinde bağlayıcı jel mikroyapısının zayıfladığı, kuruma çatlaklarının (Şekil 4h) ve ikincil alçıtaşı ürünlerinin oluştuğu (Şekil 5b) gözlenmiştir. Dolayısıyla yukarıda değinilen bulgular ışığında uzun dönemde SH-C örneklerindeki dayanım kayıplarının (Şekil 1) C-S-H jellerinin zayıflaması ve uzun dönemde oluşan ikincil genleşme mineralleri ile kuruma çatlaklarıdır. SH-C numunelerinde uzun dönemde artan iri boyutlu porozitenin, oluşan bu kuruma çatlaklarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu durum ise bu numunelerde gevrekliğe yol açmaktadır.

SEM ve porozite analizleri birlikte değerlendirildiğinde PPÇ'nin porozite miktarını %9.1 azaltmasına rağmen LSS-C ve SH-C çimentolarından daha düşük dayanım üretmeleri, PPÇ'nin hidratasyonu sonucu oluşan bağlayıcı jel kuvvetinin daha düşük olmasına ve dokularının farklı olmasına bağlanabilir. AAC numunelerindeki yüksek dayanım sonuçları yoğun C-S-H oluşumu, daha kompakt mikroyapı ve özellikle de LSS-C numuneleri için yüksek bağ kuvveti, diğer numunelere kıyasla daha az iri boyutlu ve daha yüksek oranda orta boyutlu poroziteye bağlanabilir. Dolayısıyla farklı çimentolar farklı kuvvette C-S-H jel yapısı, bağlayıcı dokusu ve mikroyapısından dolayı farklı dayanım ve duraylılık özelliklerine sahiptirler. Powers (1958), farklı çimentoların farklı hidratasyon kinetiği nedeniyle farklı bağ kuvvetleri ve içsel özelliklerinden dolayı farklı dayanım seviyesine sahip olduğunu belirtmiştir. Bununla birlikte silisyumca zengin mikroyapıları nedeniyle AAC numunelerinde asit ve sülfat ürünlerinin olumsuz etkileri dolgu dayanım ve duraylılığı üzerine daha az oranda yansımıştır. Bu çalışmadan görüldüğü üzere özellikle LSS-C kullanımının, düşük poroziteli, daha kuvvetli bağlayıcı bağları içeren, asit ve sülfat etkilerine dayanıklı daha duraylı dolgu üretimini mümkün kılacağı görülmektedir.



Şekil 4. Numunelerin mikroyapı özellikleri: NPÇ/28 gün (a), NPÇ/360 gün (b), PPÇ/28 gün (c), PPÇ/360 gün (d), LSS-C/28 gün (e), LSS-C/360 gün (f); SH-C/28 gün (g); SH-C/360 gün (h)
 Figure 4. SEM images of CPBs; OPC/28 days (a), OPC/360 days (b), PPC/28 days (c), PPC/360 days (d), LSS-S/28 days (e), LSS-S/360 days (f); SH-C/28 days (g); SH-C/360 days (h)



Şekil 5. LSS-C içeren numunelerde zamanla oluşan az geçirimli silisyumca zengin C-S-H modeli (a), SH-C/360 örneklerinde atık tanesi etrafında ikincil alçıtaşı oluşumu (b)

Figure 5. Low-permeable Si-rich C-S-H layer model for CPB of LSS-S over curing (a), secondary gypsum formation around pyrite grains in SH-S/360 days sample (b)

Macun Dolgu Dayanım Ve Duraylılığının P-dalga Hızı ile Değerlendirilmesi

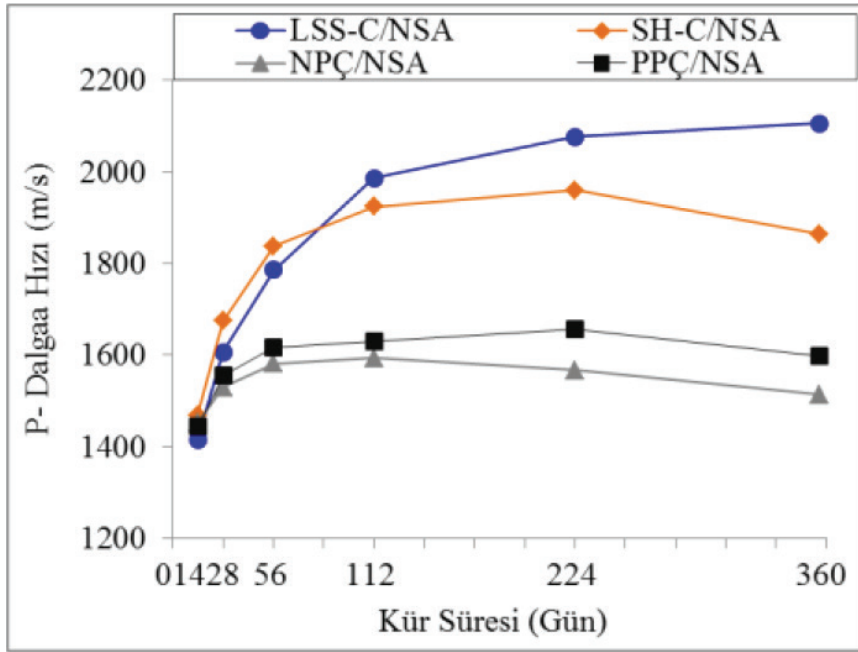
Macun dolgu numunelerine ait P-dalga hızları Şekil 6'da verilmiştir. Çizelge 4'te ise kür süresine bağlı olarak farklı bağlayıcı tipleri için ortalama dayanım ve P-dalga hızı değerlerinin değişimi sunulmuştur. Şekil 6 ve Çizelge 4 birlikte değerlendirildiğinde genel olarak en düşük P-dalga hızlarının NPÇ ve PPÇ numunelerinde ölçüldüğü görülmektedir. NPÇ numunelerinde 112 gün ve PPÇ ile SH-C numunelerinde 224 günlük kür süresinden sonra P-dalga hızları düşme eğilimi göstermiştir. Uzun kür sürelerinde en yüksek P-dalga hızları LSS-C örneklerinden elde edilmiştir. LSS-C numunelerinde P-dalga hızı, SH-C, PPÇ ve NPÇ numunelerinden 360 günlük kür süresinde sırasıyla %12.9, %31.7 ve %39.1; SH-C numunelerine ait P-dalga hızları ise PPÇ ve NPÇ numunelerinden sırasıyla %16.6 ve %23.1 ve PPÇ numunelerine ait P-dalga hızları NPÇ numunelerinden %5.6 daha yüksektir. Macun dolgu numunelerinin dayanımları arasında 4.45 kate kadar yüksek oranlar mevcut iken P-dalga hızları arasında 1.05-1.39 kat fark bulunmaktadır. Ancak, Çizelge 4 ve Şekil 6 birlikte değerlendirildiğinde dayanım ve P-dalga hızları arasında oldukça kuvvetli bir ilişki olduğu görülmektedir.

LSS-C numunelerinin P-dalga hızlarının diğerlerinden yüksek olması, bu çimentolarda hidrasyon mekanizmasının silikat polimerizasyonu sürecinden

ibaret olmasına (Shi vd., 2006), dolayısıyla daha yüksek oranda sertleşme ve dayanım kazanımı oranı ile yüksek bağ kuvvetine (Shi vd., 2006) bağlanabilir. LSS-C örneklerinde sadece erken kür sürelerinde P-dalga hızlarının düşük olması, bu çimentolarda dayanım kazanım hızının erken kür sürelerinde çok yüksek su/çimento oranlarında (Cihangir vd., 2012) düşük olmasından kaynaklanmaktadır. Dayanım ve P-dalga hızlarının bu örneklerde daha yüksek olmasının diğer nedeni ise Çizelge 3'ten görüldüğü üzere katı oranının yüksek ve su/çimento oranının düşük olmasıdır (Erçıkı vd., 2014; Galaa vd., 2011; Hamdi ve Lafhaj, 2013; Trtnik vd., 2009). Ayrıca, LSS-C numunelerinde P-dalga hızının sürekli yükselmesi porozite ve SEM analizleri birlikte değerlendirildiğinde, bu numunelerinin mikroyapılarının daha kompakt olması ve bağlayıcı jel yapılarının daha iyi korunmasıyla ilişkilendirilebilir. Bu çalışmadan elde edilen bulgular Erçıkı vd. (2014) çalışmasından elde edilen bulgular ile oldukça iyi örtüşmektedir.

NPÇ ve PPÇ örneklerinde P-dalga hızındaki azalma, pH, porozite ve SEM analizlerine göre asit etkilerinden dolayı bu numunelerde bağlayıcı jel yapılarının zayıflamasından, numunelerin boşluklu yapılarının zamanla artmasından ve sülfat etkileri nedeniyle oluşan genişleme minerallerinden (ikincil jips ve etrenjit) kaynaklanmaktadır.

SH-C numunelerinde 224 günlük kür süresinden sonra meydana gelen dayanım kayıpları (Çizelge 4) ve



Şekil 6. Macun dolgu dayanım ve duraylılığının P-dalga hızı ile değerlendirilmesi
Figure 6. Evaluation of paste backfill strength and durability by using P-wave velocity

Çizelge 4. Kür süresine bağlı olarak ortalama dayanım ve P-dalga hızı değişimi
Table 4. Variation of average strength and P-wave velocity according to the curing time

| Bağlayıcı Tipi | Parametre | Kür Süresi (Gün) | | | | | |
|----------------|--------------------|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|
| | | 14 | 28 | 56 | 112 | 224 | 360 |
| LSS-C/NSA | Dayanım (MPa) | 0.9 | 1.89 | 3.04 | 3.88 | 4.44 | 4.50 |
| | P-dalga hızı (m/s) | 1414.80 | 1607.63 | 1786.06 | 1986.89 | 2076.71 | 2106.02 |
| SH-C/NSA | Dayanım (MPa) | 1.29 | 1.86 | 2.39 | 2.92 | 3.09 | 2.86 |
| | P-dalga hızı (m/s) | 1468.81 | 1674.84 | 1837.36 | 1924.59 | 1960.29 | 1864.64 |
| PPÇ/NSA | Dayanım (MPa) | 0.86 | 1.21 | 1.34 | 1.43 | 1.43 | 1.34 |
| | P-dalga hızı (m/s) | 1443.63 | 1556.89 | 1616.12 | 1631.24 | 1657.35 | 1598.85 |
| NPÇ/NSA | Dayanım (MPa) | 0.93 | 1.19 | 1.29 | 1.35 | 1.20 | 1.01 |
| | P-dalga hızı (m/s) | 1451.86 | 1529.98 | 1581.80 | 1593.92 | 1567.83 | 1514.41 |

P-dalga hızındaki azalma, SEM ve porozite analizleri değerlendirildiğinde bu numunelerde uzun dönemde C-S-H jellerinin zayıflaması, sadece bu numunelerde görülen kuruma çatlakları (Şekil 4h) ve ikincil jips oluşumlarından (Şekil 5b) kaynaklanmaktadır.

Asit ve sülfat etkileri atık tanelerini birbirine bağlayan ve taneler arası boşlukları dolduran bağlayıcı bağlar zayıflatarak ayrıştırırken, ikincil mineral oluşumları da dolgu mikroyapısını daha heterojen hale getirmektedir. Bu unsurlar P-dalga hızının daha fazla kırılarak

yayılmasına ve azalmasına neden olmaktadır (Aydın ve Doven, 2006; Smolarkiewicz vd., 2000). Dolgu numunelerinde bağlayıcı yapılarda meydana gelen bozunma, dolgunun sağlamlığını ve sertliğini etkileyerek dayanımla birlikte P-dalga hızı gibi diğer mühendislik özelliklerinin düşmesine doğrudan neden olmaktadır (Gupta ve Seshagiri Rao, 1998; Vasconcelos vd., 2008). Dolayısıyla, Karpuz ve Paşamehmetoğlu (1997)'nin bulguları esas alındığında, macun dolgu numunelerinin içsel özelliklerine bağlı olarak zamanla C-S-H ürünlerinde asit ve sülfat etkileri ile meydana gelen bozunma ve oluşan heterojen yapı (özellikle çimento örnekleri için), dayanım ve P-dalga hızlarının düşmesinin nedenleri olarak ortaya çıkmaktadır. P-dalga hızının kür süresine bağlı olarak ölçülmesinin macun dolgu numunelerinin dayanım ve duraylılık özelliklerinin değerlendirilmesinde önemli katkı yapacağı görülmektedir. Buradan hareketle, belirli bir atık türü ve macun dolgu bileşimi için dayanım ve duraylılık özellikleri P-dalga hızı ile sağlıklı bir şekilde takip edilebilir.

SONUÇLAR

Yüksek sülfür içeriğine sahip atıklardan hazırlanan macun dolguda hedeflenen kısa ve uzun dönem dayanım için bağlayıcı içeriği optimize edilmelidir. Bu çalışmada %7 bağlayıcı oranında hazırlanan dolgu numunelerinin tamamının hedef dayanım değerini sağladığı belirlenmiştir. Normal Portland çimento (PPÇ) ve puzolanik Portland çimento (PPÇ) numunelerinde uzun dönemde asit ve sülfat etkileri nedeniyle sırasıyla yaklaşık %25 ve %6 oranlarında dayanım kayıpları görülmüştür. En yüksek dayanım kayıpları NPÇ örneklerinde meydana gelmiştir. NPÇ kullanımı asit ve sülfat etkilerini azaltmıştır.

Sodyum silikat ile (LSS-C) ve sodyum hidroksit ile aktifleştirilmiş cüruf (SH-C) çimentoları kullanılması durumunda ise NPÇ ve PPÇ örneklerine kıyasla yaklaşık 4.5 ve 3 kat daha yüksek dayanım sonuçları elde edilmiştir. SH-C örneklerinde uzun dönemde yaklaşık %8 dayanım kaybı görülmüştür. AAC numuneleri asit ve sülfat etkilerine karşı daha dayanıklı sonuçlar üretmiştir. Sülfürce zengin atıklarla en iyi etkileşimi LSS-C örnekleri vermiştir.

En düşük P-dalga hızları NPÇ ve PPÇ, en yüksek P-dalga hızları ise LSS-C numunelerinde ölçülmüştür. P-dalga hızları ile dayanım sonuçlarının birbirleri ile korele oldukları belirlenmiştir. pH, porozite ve SEM

analizlerine göre P-dalga hızı ve dayanımdaki azalmalar, sülfürce zengin maden atıklarından hazırlanan macun dolgu numunelerinin içsel özelliklerine bağlı olarak zamanla C-S-H ürünlerinde asit ve sülfat etkileri nedeniyle meydana gelen bozunma, genleşme minerallerinin (ikincil jips ve etrenjit) sebep olduğu heterojen yapı ve kuruma çatlaklarından kaynaklanmıştır. Dolayısıyla belirli bir atık türü için macun dolgu bileşiminin zamana bağlı dayanım ve duraylılık özelliklerinin P-dalga hızı ile sağlıklı bir şekilde takip edilebileceği görülmüştür.

KATKI BELİRTME

Bu çalışma, Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimince desteklenen 8629 no'lu KTÜ BAP03 araştırma projesi kapsamında yapılmıştır. P-dalga hızının ölçülmesinde yardımcı olan Maden Yüksek Mühendisi Sinan OCAK'a ve değerlendirme sürecinde değerli zamanlarını ayırarak makaleye teknik ve içerik yönünden katkı sağlayan hakemlere teşekkür ediyorum.

KAYNAKLAR

- Altındağ, R., 2012. Correlation between P-wave velocity and some mechanical properties for sedimentary rocks. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 112, 229-237.
- ASTM C188-14., 2011. Standard Test Method for Density of Hydraulic Cement.
- ASTM C39/C39M-14a., 2012. Standard Test Method for Compressive Strength of Cylindrical Concrete Specimens, ASTM International.
- ASTM C597-09, 2009. Standard Test Method for Pulse Velocity Through Concrete, American Society of Testing Materials.
- ASTM D4404-10., 2010. Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry.
- ASTM D854-14., 2014. Standard Test Methods for Specific Gravity of Soil Solids by Water Pycnometer. ASTM Int 1-8.
- Aydın, E., and Doven, A.G., 2006. Influence of water content on ultrasonic pulse-echo measurements through high volume fly ash cement paste - Physicomechanical

- characterization. *Research in Nondestructive Evaluation*, 17, 177–189.
- Benzaazoua, M., Fall, M., and Belem, T., 2004a. A contribution to understanding the hardening process of cemented pastefill. *Minerals Engineering*, 17, 141–152.
- Benzaazoua, M., Marion, P., Picquet, I., and Busiere, B., 2004b. The use of pastefill as a solidification and stabilization process for the control of acid mine drainage. *Minerals Engineering*, 17, 233–243.
- Benzaazoua, M., Ouellet, J., Servant, S., Newman, P., and Verburg, R., 1999. Cementitious backfill with high sulfur content Physical, chemical, and mineralogical characterization. *Cement and Concrete Research*, 29, 719–725.
- Chen, J.J., Thomas, J.J., and Jennings, H.M., 2006. Decalcification shrinkage of cement paste. *Cement and Concrete Research*, 36, 801–809.
- Christaras, B., 2009. P-wave velocity and quality of building materials. *Recent Advances in Geology and Seismology, Proceedings of the 3rd IASME/WSEAS International Conference on Geology and Seismology (GES 2009)*, WSEAS Press, Cambridge, UK, February 24–26, p.41–46.
- Cihangir, F., 2011. Aktifleştirilmiş yüksek fırın cürufunun macun dolguda bağlayıcı olarak kullanılabilirliğinin araştırılması. Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, p.181 (Yayımlanmamış).
- Cihangir, F., Ercikdi, B., Kesimal, A., Turan, A., and Deveci, H., 2012. Utilisation of alkali-activated blast furnace slag in paste backfill of high-sulphide mill tailings: Effect of binder type and dosage. *Minerals Engineering*, 30, 33–43.
- Cihangir, F., Ercikdi, B., Kesimal, A., Deveci, H., and Erdemir, F., 2015a. Paste backfill of high-sulphide mill tailings using alkali-activated blast furnace slag: Effect of activator nature, concentration and slag properties. *Minerals Engineering*, 83, 117–127.
- Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H., Erçikdi, B., ve Akyol, Y., 2015b. Aktifleştirilmiş yüksek fırın cürufuyla hazırlanan macun dolgunun performans ve mikroyapı özelliklerinin araştırılması. Karadeniz Teknik Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projesi (Proje no: 8629), Trabzon, Türkiye (Yayımlanmamış).
- Cincotto, M.A., Melo, A.A., and Repette, W.L., 2003. Effect of different activators type and dosages and relation to autogenous shrinkage of activated blast furnace slag cement, *Proceedings of the 11th International Congress on the Chemistry of Cement (ICCC)*, 11-16 May, Durban South Africa, p.1878–1888.
- Demirboga, R., Turkmen, I., and Karakoc, M.B., 2004. Relationship between ultrasonic velocity and compressive strength for high-volume mineral-admixed concrete. *Cement and Concrete Research*, 34, 2329–2336.
- Erçikdi, B., Baki, H., and Izki, M., 2013. Effect of desliming of sulphide-rich mill tailings on the long-term strength of cemented paste backfill. *Journal of Environmental Management*, 115, 5–13.
- Erçikdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H., and Alp, I., 2010a. Effect of natural pozzolans as mineral admixture on the performance of cemented-paste backfill of sulphide-rich tailings. *Waste Management and Research*, 28, 430–435.
- Erçikdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H., and Alp, I., 2010b. Utilization of water-reducing admixtures in cemented paste backfill of sulphide-rich mill tailings. *Journal of Hazardous Materials*, 179, 940–946.
- Erçikdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H., and Alp, I., 2009a. Utilization of industrial waste products as pozzolanic material in cemented paste backfill of high sulphide mill tailings. *Journal of Hazardous Materials*, 168, 848–856.
- Erçikdi, B., Kesimal, A., Cihangir, F., Deveci, H., and Alp, I., 2009b. Cemented paste backfill of sulphide-rich tailings: Importance of binder type and dosage. *Cement and Concrete Composites*, 31, 268–274.
- Erçikdi, B., Yılmaz, T., and Külekci, G., 2014. Strength and ultrasonic properties of cemented paste backfill. *Ultrasonics* 54, 195–204.
- Fall, M., Adrien, D., Célestin, J.C., Pokharel, M., and Touré, M., 2009. Saturated hydraulic

- conductivity of cemented paste backfill. *Minerals Engineering*, 22, 1307–1317.
- Fall, M., and Benzaazoua, M., 2005. Modeling the effect of sulphate on strength development of paste backfill and binder mixture optimization. *Cement and Concrete Research*, 35, 301–314.
- Fall, M., Benzaazoua, M., and Ouellet, S., 2005. Experimental characterization of the influence of tailings fineness and density on the quality of cemented paste backfill. *Minerals Engineering*, 18, 41–44.
- Fall, M., and Pokharel, M., 2010. Coupled effects of sulphate and temperature on the strength development of cemented tailings backfills: Portland cement-paste backfill. *Cement and Concrete Composites*, 32, 819–828.
- Fernández-Jiménez, A., and Puertas, F., 2003. Effect of activator mix on the hydration and strength behaviour of alkali-activated slag cements. *Advances in Cement Research*, 15, 129–136.
- Gaitero, J.J., Campillo, I., and Guerrero, A., 2008. Reduction of the calcium leaching rate of cement paste by addition of silica nanoparticles. *Cement and Concrete Research*, 38, 1112–1118.
- Galaa, A.M., Thompson, B.D., Grabinsky, M.W., and Bawden, F.B., 2011. Characterizing stiffness development in hydrating mine backfill using ultrasonic wave measurements. *Canadian Geotechnical Journal*, 48, 1174–1187.
- Gupta, A.S., and Seshagiri Rao, K., 1998. Index properties of weathered rocks: Inter-relationships and applicability. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 57, 161–172.
- Hamdi, E., and Lafhaj, Z., 2013. Microcracking based rock classification using ultrasonic and porosity parameters and multivariate analysis methods. *Engineering Geology*, 167, 27–36.
- Inan Sezer, G., Ramyar, K., Karasu, B., Burak Goktepe, A., and Sezer, A., 2008. Image analysis of sulfate attack on hardened cement paste. *Materials Design*, 29, 224–231.
- Irassar, E.F., Gonzalez, M., and Rahhal, V., 2000. Sulphate resistance of type V cements with limestone filler and natural pozzolana. *Cement and Concrete Composites*, 22, 361–368.
- Kahraman, S., 2007. The correlations between the saturated and dry P-wave velocity of rocks. *Ultrasonics* 46, 341–348.
- Kahraman, S., 2002a. Estimating the direct P-wave velocity value of intact rock from indirect laboratory measurements. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Science*, 39, 101–104.
- Kahraman, S., 2002b. The effects of fracture roughness on P-wave velocity. *Engineering Geology*, 63, 347–350.
- Kahraman, S., 2001. Evaluation of simple methods for assessing the uniaxial compressive strength of rock. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Science*, 38, 981–994.
- Kahraman, S., Ulker, U., and Delibalta, M.S., 2007. A quality classification of building stones from P-wave velocity and its application to stone cutting with gang saws. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 107, 427–430.
- Karakul, H., ve Ulusay, R., 2012. Kayaların Dayanım Özelliklerinin Farklı Doymunluk Koşullarında P-dalga Hızından Kestirimi ve P-Dalga Hızının Fiziksel Özelliklere Olan Duyarlılığı Prediction of Strength Properties of Rocks at Different Saturation Physical Properties. *Yerbilimleri*, 33, 239–268.
- Karaman, K., ve Kesimal, A., 2013. Kayaçların Tek Eksenli Basınç Dayanımı ile Ultrasonik Dalga Hızı Arasındaki İlişkinin Değerlendirilmesi. *MT Bilimsel, Yer Altı Kaynakları Dergisi*, 4, 9–17.
- Karpuz, C., and Paşamehmetoğlu, A.G., 1997. Field characterisation of weathered Ankara andesites. *Engineering Geology*, 46, 1–17.
- Kesimal, A., Yılmaz, E., and Ercikdi, B., 2004. Evaluation of paste backfill mixtures consisting of sulphide-rich mill tailings and varying cement contents. *Cement and Concrete Research*, 34 (10), 1817–1822.

- Kesimal, A., Yilmaz, E., Ercikdi, B., Alp, I., and Deveci, H., 2005. Effect of properties of tailings and binder on the short-and long-term strength and stability of cemented paste backfill. *Materials Letters*, 59, 3703–3709.
- Kesimal, A., Cihangir, F., Ercikdi, B., Deveci, H., ve Alp I., 2010. Optimization of paste backfill performance for different ore types in Cayeli Copper Mine. Karadeniz Technical University, Revolving Fond Project, Trabzon, Turkey (Yayımlanmamış, in English).
- Khater, H.M., 2014. Studying the effect of thermal and acid exposure on alkali-activated slag geopolymer. *Advances in Cement Research*, 26, 1–9.
- Kılıç, A., and Teymen, A., 2008. Determination of mechanical properties of rocks using simple methods. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 67, 237–244.
- Komljenović, M.M., Baščarević, Z., Marjanović, N., and Nikolić, V., 2012. Decalcification resistance of alkali-activated slag. *Journal of Hazardous Materials*, 233-234, 112–121.
- Landriault, D.A., 2001. Backfill in underground mining: Underground mining methods engineering fundamentals and international case studies. Society for Mining, Metallurgy and Exploration, Hustrulid, W.A., Bullock, R.L. (Eds.), Litleton, Colorado, p.601–614.
- Landriault, D.A., 1995. Paste backfill mix design for Canadian underground hard rock mining, Proceedings of the 97th Annual General Meeting of the CIM Rock Mechanics and Strata Control Session, Nova Scotia, Canada, p.652–663.
- Nehdi, M., and Tariq, A., 2007. Developing durable paste backfill from sulphidic tailings. Proceedings of the Institution of Civil Engineers–Waste and Resource Management, 160-4, 155–166.
- Pokharel, M., and Fall, M., 2013. Combined influence of sulphate and temperature on the saturated hydraulic conductivity of hardened cemented paste backfill. *Cement and Concrete Composites*, 38, 21–28.
- Powers, T.C., 1958. Structure and Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste. *Journal of the American Ceramic Society*, 41, 1–6.
- Rashad, A.M., Bai, Y., Basheer, P.A.M., Milestone, N.B., and Collier, N.C., 2013. Hydration and properties of sodium sulfate activated slag. *Cement and Concrete Composites*, 37, 20–29.
- Shi, C., Krivenko, P.V., and Roy, D., 2006. *Alkali-Activated Cements and Concretes*. Taylor and Francis, London and New York.
- Shi, C., and Stegemann, J.A., 2000. Acid corrosion resistance of different cementing materials. *Cement and Concrete Research*, 30, 803–808.
- Smolarkiewicz, P.P., Nogueira, C.L., and Willam, K.J., 2000. Ultrasonic Evaluation Damage in Heterogeneous Concrete Materials. European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering (ECCOMAS 2000), Barcelona, p.1–13.
- Song, S., Sohn, D., Jennings, H.M., and Mason, T.O., 2000. Hydration of alkali-activated ground granulated blast furnace slag. *Journal of Materials Science*, 35, 249–257.
- Trtnik, G., Kavčič, F., and Turk, G., 2009. Prediction of concrete strength using ultrasonic pulse velocity and artificial neural networks. *Ultrasonics* 49, 53–60.
- TS EN 196-6., 2010. Methods of testing cement - Part 6: Determination of fineness.
- Vasconcelos, G., Lourenço, P.B., Alves, C.A.S., and Pamplona, J., 2008. Ultrasonic evaluation of the physical and mechanical properties of granites. *Ultrasonics* 48, 453–466.
- Wu, D., Zhang, Y., and Liu, Y., 2016. Mechanical performance and ultrasonic properties of cemented gangue backfill with admixture of fly ash. *Ultrasonics* 64, 89–96.
- Yağız, S., 2011. P-wave velocity test for assessment of geotechnical properties of some rock materials. *Bulletin of Materials Science*, 34, 947–953.
- Yaşar, E., and Erdoğan, Y., 2004. Correlating sound velocity with the density, compressive strength and Young's modulus of carbonate rocks. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Science*, 41, 871–875.

- Yılmaz, E., 2013. Factors affecting the performance of crushing plant operations. Proceedings of the 23rd International Mining Congress and Exhibition of Turkey, IMCET 2013, Kemer, Antalya, Turkey, April 16-19, p.293-301.
- Yılmaz, E., Belem, T., Bussi re, B., Mbonimpa, M., and Benzaazoua, M., 2015. Curing time effect on consolidation behaviour of cemented paste backfill containing different cement types and contents. *Construction and Building Materials*, 75, 99–111.
- Yılmaz, T., Ercikdi, B., Karaman, K., Kulekci, G., 2014. Assessment of strength properties of cemented paste backfill by ultrasonic pulse velocity test. *Ultrasonics* 54, 1386–1394.

