



## Investigation of the effects of dosage and direct current intensity in new generation mortars with graphene oxide additives

İsmail Hocaoğlu\*

Construction Dept., Bolvadin Vocational School, Afyon Kocatepe University, 03300, Bolvadin, Afyonkarahisar, Türkiye

### Highlights:

- Mortar production with graphene oxide (GO).
- Estimation of final setting time with surface moisture measurement.
- The physical, mechanical, and microstructural performance with GO addition and direct current (DC) application.

### Keywords:

- Mortar
- Graphene oxide
- Direct current
- Internal temperature
- Superficial moisture

### Article Info:

Research Article

Received:21.05.2021

Accepted:11.02.2022

### DOI:

10.17341/gazimmfd.940271

### Correspondence:

Author: İsmail Hocaoğlu

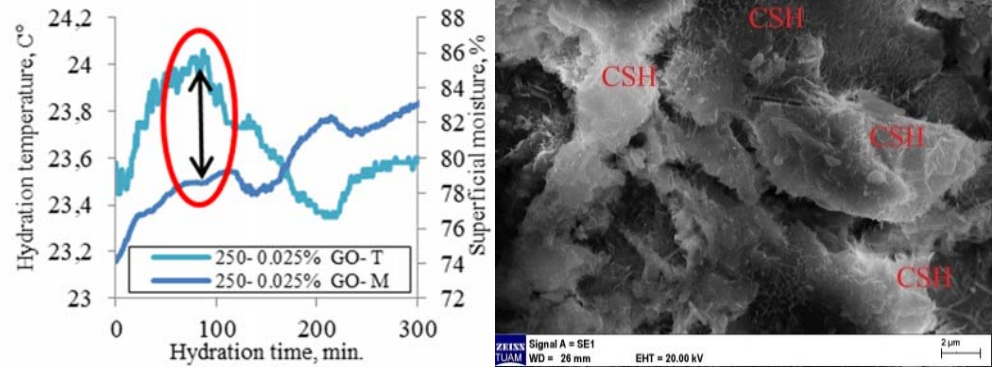
e-mail:

ihocaoglu@aku.edu.tr

phone: +90 272 218 3464

### Graphical/Tabular Abstract

As a result of technological developments, new generation products are used in cement-based composite materials. The use of nano-technological products in cement-based materials brings incredible innovation to construction building materials. In this study, it was determined that the final setting time could be predicted by measuring the moisture ratio of mortars. Another result obtained from this study is that adding GO and applying DC could improve mortar microstructure properties. (Figure A).



**Figure A.** Estimating the final setting time of cement-based mortars by measuring moisture, and improving microstructure properties by applying DC, and adding GO

### Purpose:

The experimental study aimed to improve the physical, mechanical, and microstructural properties of the mortar by adding GO to cement-based mortars in a particular proportion by weight instead of cement and applying DC.

### Theory and Methods:

In this study, cement-based mortars with 250, 300, 350, and 400 dosages whose dimensions are 4cm x 4cm x 16cm were produced with the water/cement ratios are 0.85. While preparing the mortars, in some specimens, 0.025 % GO was used instead of cement, while the other series were used as reference samples for comparison. In order to investigate the effects of DC current on cement-based mortars to which are produced as 300-dosage; 0V, 15V, 20V, 25V, and 30V stress intensities were applied while the mortars are in the fresh situation with a DC power source for 24 hours. During the formation of hydration reactions in all mortars, the internal temperature values were measured, and the data were recorded in a data logger every minute. Surface moisture ratios were measured on some series and data were recorded in the data logger. Various comparisons have been made by making final setting times, surface moisture ratios, porosity, flexural strength, compressive strength, and micro examination of mortars.

### Results:

It was observed that when 0.025 % GO by weight was substituted instead of cement in mortars with 250, 300, 350, and 400 dosages; the internal temperature values were approximately 2.67°C , 0.10°C , 0.58°C , 1.95°C, higher than the reference mortars. When 25V DC stress intensity was applied to the mortars, an increase of approximately six °C was observed in the mortar internal temperature values.

### Conclusion:

In cement-based mortars, it is determined that the final setting time could be estimated by measuring surface moisture.



## Grafen oksit katkılı yeni nesil harçlarda dozaj ve doğru akım şiddetinin etkilerinin araştırılması

İsmail Hocaoğlu\*<sup>ID</sup>

Afyon Kocatepe Üniversitesi, Bolvadin Meslek Yüksek Okulu, İnşaat Bölümü, 03300, Bolvadin, Afyonkarahisar, Türkiye

### Ö N E Ç I K A N L A R

- Grafen oksit katkılı çimento esaslı harç üretimi
- Priz bitiş süresinin yüzeyel nem ölçümü ile tahmin edilmesi
- Grafen Oksit'in ve doğru akımın (DC); fiziksel, mekanik ve mikro yapıya etkileri

### Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 21.05.2021

Kabul: 11.02.2022

### DOI:

10.17341/gazimmfd.940271

### Anahtar Kelimeler:

Harç,  
grafen oksit,  
doğru akım,  
iç sıcaklık,  
yüzeyel nem

### ÖZ

Bu çalışmada 250, 300, 350, 400 dozajlı (1m<sup>3</sup> harç üretimi için kullanılan çimento miktarı, kg cinsinden) ve su/çimento oranları 0,85 olarak tasarlanmış 4cm x 4cm x 16cm boyutunda harçlar üretilmiştir. GO'nun harç fiziksel ve mekanik özelliklerine etkisini araştırmak amacıyla çimento yerine ağırlıkça %0,025 GO konulan numuneler üretilmiştir. Doğru akımın (DC) etkisini araştırmak amacıyla 300 dozajlı harçlar taze halde iken DC güç kaynağı vasıtasıyla 24 saat süresince 15V, 20V, 25V ve 30V gerilime maruz bırakılmıştır. Çalışma kapsamında dozajın; priz bitiş süresine, eğilme dayanımına ve basınç dayanımına etkileri araştırılmıştır. Hidratasyon reaksiyonları başlangıcından itibaren harçların iç sıcaklık değerleri ve yüzeyel nem oranları dakikada bir ölçülmüştür. Harçların fiziksel ve mekanik özelliklerini iyileştirme açısından en uygun dozajın 300 olduğu, en uygun gerilim şiddetinin ise 25V olduğu sonucuna varılmıştır. Harçlara GO konulduğunda harçların iç sıcaklık değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Harçlarda yüzeyel nem oranı ölçülmesi ile priz bitiş süresinin tahmin edilebileceği belirlenmiştir. Çimento yerine hem GO konulması hem de DC gerilim uygulanması ile harçların mikro yapısında fark edilir iyileşme gözlenmiştir.

## Investigation of the effects of dosage and direct current intensity in new generation mortars with graphene oxide additives

### H I G H L I G H T S

- Cement-based mortar production with graphene oxide additive
- Estimation of final setting time by surface moisture measurement
- Effects of Graphene Oxide and direct current on physical, mechanical and microstructure

### Article Info

Research Article

Received:21.05.2021

Accepted:11.02.2022

### DOI:

10.17341/gazimmfd.940271

### Keywords:

Mortar,  
graphene oxide;  
direct current,  
internal temperature,  
superficial moisture

### ABSTRACT

In this study, mortars with 250, 300, 350, and 400 dosages (amount of cement used in the production of 1m<sup>3</sup> of mortar in kg) and a water/cement ratio of 0.85 were produced whose sizes are 4cm x 4cm x 16cm. In order to investigate the effect of graphene oxide on the physical and mechanical properties of mortar, samples containing 0.025%GO were produced instead of cement. In order to investigate the effect of DC on 300 dosage mortars; 15V, 20V, 25V, and 30V, stress intensities were applied for 24 hours through the DC power source while the mortars were in fresh. Within the scope of the study, the effects of the dosage on final setting time, flexural strength, and compressive strength were investigated. The mortars' internal temperature and surface moisture were measured every minute from the beginning of the hydration reactions. It was concluded that the optimum dosage is 300 in terms of improving the physical and mechanical properties of the mortars, and the optimum stress intensity is 25V. It was observed that when GO was added to the mortars, the internal temperature values of the mortars increased. It has been determined that the final setting time can be predicted by measuring the surface moisture in mortars. A noticeable improvement was observed in the microstructure of the mortars with the addition of GO and the application of DC.

## 1. Giriş (Introduction)

Teknolojik gelişmeler neticesinde çimento esaslı kompozit malzemelerde yeni nesil ürünler kullanılmaktadır. Nano-teknolojinin özellikle inşaat yapı malzemesi olarak kullanılması yapı malzemesi hakkında çalışan mühendislerin dikkatini çekmektedir [1]. Bu ürünlerden bazıları nano-teknoloji kullanılarak üretilen nano lif, nano karbon, nano GO, nano silika, nano titanyum oksit vb. ürünlerdir [2]. Günümüzde çimento esaslı matrislerde nano boyutlu malzemelerin kullanılmasının başlıca nedeni, nano parçacıkların; kompozit malzemenin içerisinde yayılarak malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirmesidir [3]. Kullanılan nano boyutlu malzemeler sayesinde taze haldeki ve sertleşmiş durumdaki çimento esaslı malzemenin özellikleri geliştirilebilmektedir [4]. Nano boyutlu malzemelerin bir diğer özelliğinin ise mikro çatlakların oluşumunu azalttığı düşüncesidir [5]. GO; sulu çözeltilerde iyi dağılılabilmesi, özgül ağırlığının yüksek olması, ısı-elektrik iletkenliğinin iyi olması ve esnek yapıya sahip olması özellikleri sayesinde araştırmacıların dikkatini çekmektedir [6]. GO sahip olduğu bu üstün özelliklerinden dolayı, gaz sensörleri, kompozit membranlar, yüksek performanslı fiberler, enerji cihazları, elektrokimyasal uygulamalar, alan etkili transistörler ve benzer uygulamalarda tercih edilen bir malzemedir [7-8]. Çimento esaslı malzemelerde nano boyuttaki parçacıkların kullanımı sonucu elektriksel iletkenliğin artırılmasına yönelik bazı araştırmalar yapılmıştır. Bazı araştırmacılar betonun iletkenlik özellikleri ile dayanımını arttırmak amacı ile beton içerisine karbon tozu, grafit tozu, karbon lifi, alüminyum tozu, çelik lif, çelik talaşı ve demir oranı yüksek olan agregalar koymuşlardır. Phrompet vd. [9] yapmış oldukları deneysel araştırmalar sonucunda, indirgenmiş GO katkısı ile yapının çok daha yüksek mekanik, dielektrik, termal özellikler gösterdiği sonucuna varmışlardır. İndirgenmiş GO'nun yapıda artması ile elektriksel iletkenliğin arttığı sonucuna ulaşmışlardır. Aslan ve Seydibeyoğlu [10] araştırmalarında GO'lu nanoakışkanların yüksek ısı iletkenlik özelliğine sahip olduğu sonucuna ulaşmışlardır. Saf GO ve bilyeli öğütülmüş GO ilavesinin çimento esaslı malzemeler üzerindeki elektriksel ve mekanik özelliklere etkileri Sharma ve Kothiyal [11] tarafından araştırılmıştır. Her iki ilavenin de malzemenin basınç dayanımını artırdığı sonucuna varılmıştır. Korucu vd. [12] istatistiksel deneysel tasarım yöntemi (Taguchi metodu) ile karbon esaslı malzemelerin çimento esaslı malzemelere etkisini incelemişler, çimento esaslı malzemelerde GO takviyesi ile 28 günlük basınç dayanımının artırılacağı sonucuna ulaşılmıştır. Jing vd. [13] yaptıkları araştırmalar ile; çimento harcına çimento yerine ağırlıkça %0,003 GO ilave edildiğinde basınç dayanımının %9 oranında arttığı sonucuna ulaşılmıştır. Indukuri vd. [14] GO'nun çimento esaslı kompozitlerin mukavemetini ve tokluğunu artırma konusunda eşi görülmemiş bir malzeme olduğu ve sahip olduğu reaktif oksijenli grup içeriği ile bağlayıcı parçacıklar ile reaksiyona girmek için uygun olduğu sonuçlarından yola çıkarak; GO'nun, uçucu külün ve silis dumanının çimentolu kompozitlerde mikro yapı ve mekanik özelliklerine etkileri üzerine araştırmalar yapmışlardır. XRD tekniği ile oluşan yapıdaki fazlar ve mikro yapılar incelenmiş olup; uçucu küllerin varlığı ile GO katkılı harçların akışkanlığının arttığı, çimento harcında GO ve silis dumanı birlikte olduklarında ise; GO'nun yapı içerisinde daha iyi dağıldığı sonucuna varılmıştır. Yapılan bir diğer araştırmada çimento yerine ağırlıkça %0,09'a kadar GO içeren çimento karışımları hidroklorik asit'e (HCl) maruz bırakılmış ve bu karışımların hidratasyon, reoloji ve difüzyon dirençleri araştırılmıştır. Ağırlıkça %0,09'a kadar GO içeren numunelerde hiç GO içermeyen (kontrol) numunelere kıyasla daha az kütle kaybı ve kesit alan kaybı yaşandığı gözlemlenmiştir [15]. Akarsh ve Bhat [16] çimento yerine ağırlıkça %0,05, %0,10, %0,15 ve %0,20 oranlarında GO ilave etmişlerdir. Ağırlıkça GO artışı ile numunelerin işlenebilirlik özellikleri kademeli olarak azaldığı gözlemlenmiştir. Yapılan testler sonucunda optimum GO ilave oranının %0,15 olduğu tespit edilerek; basınç, eğilme, çekme dayanımı gibi mekanik özelliklerin ciddi şekilde arttığı belirlenmiştir [16]. Yapılan araştırmalardan da görüldüğü üzere çimento esaslı

kompozitlerde GO kullanımı ile fiziksel ve mekanik özelliklerinde önemli iyileşmeler gözlemlenmiştir. Çimento yerine ağırlıkça belirli oranlarda GO konulması ile çimento esaslı kompozit malzemenin elektriksel iletkenliği artırılabilir. Bu araştırmada 300 dozajlı GO katkılı harçlarda gerilim şiddetinin (15V, 20V, 25V, 30V) harç üzerindeki etkileri araştırılmıştır. En verimli DC gerilim şiddetinin (25V) olduğu belirlendikten sonra çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulan farklı çimento-dozajlı (250, 300, 350, 400) harçlara 25V DC gerilim uygulanması ile harçların fiziksel ve mekanik özelliklerini iyileştirmek amaçlanmıştır. GO katkılı harçlarda harç içerisindeki çimento miktarının artması (su/çimento oranı sabit (0.85) tasarım yapıldığından) ile, karışım içerisindeki çimento miktarı referans harçlara göre azalmakta; karışım içerisindeki GO miktarı ise artmaktadır. Araştırma kapsamında çimento esaslı malzemelerde yüzeysel nem ölçümü ile priz bitiş süresinin belirlenip belirlenemeyeceği de araştırılmıştır. Literatürdeki araştırmalarda çimento esaslı malzemelerde çimento yerine ağırlıkça belirli oranlarda GO kullanımı denenmiş olduğu görülse, de GO katkılı harçlarda DC'nin ve şiddetinin etkilerinin de araştırılması bu çalışmaya özgünlük kazandırmaktadır. Özellikle soğuk hava koşullarına maruz kalan veya çabuk tamlar gerektiren inşaat işlerindeki çimento esaslı malzemelerde hidratasyon reaksiyonlarını hızlandırmak büyük önem arz etmektedir. Bu doğrultuda bu çalışmada taze haldeki harçlara çimento yerine ağırlıkça hem %0,025 oranında GO konulması hem de DC uygulanması ile harç iç sıcaklıklarının artırılması hedeflenmiştir.

## 2. Materyal ve Metod (Material and Method)

### 2.1. Deneysel Kullanılan Malzemeler (Materials Used in Experiments)

Çimento esaslı harçların hazırlanmasında çimento olarak Afyonkarahisar Çimento Fabrikası tarafından üretilen standartlara uygun, CEM I 42,5 R tipi çimento kullanılmıştır [17]. Çimentodaki C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A ve C<sub>4</sub>AF oranları sırasıyla %60,11, %11,02, %6,97 ve %9,95 olup [18]; çimentonun fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri Tablo 1'de gösterilmiştir. Harç karışımları hazırlanırken içilebilir nitelikte su kullanılmıştır.

**Tablo 1.** Çimentonun fiziksel ve kimyasal özellikleri (Physical and chemical properties of cement) [18]

CEM I 42,5 R	İçerik, %
CaO	63,60
SiO <sub>2</sub>	19,60
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,72
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,27
MgO	1,91
K <sub>2</sub> O	1,06
SO <sub>3</sub>	4,72
TiO <sub>2</sub>	0,41
KK	2,69
Özgül ağırlık	3,10
İncelik, cm <sup>2</sup> /g	3308
28 günlük basınç dayanımı, MPa	50,40

### 2.2. Grafen Oksit Üretimi (Production of Graphene Oxide)

GO üretimi Marcano vd., [19] tarafından geliştirilmiş olan yöntemle yapılmıştır. GO üretimi yapılırken 360 mL Sülfürik asit (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) (%98) ve 40 mL Fosforik asit (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) içinde grafit tozu (3 g) ve Potasyum permanganat (KMnO<sub>4</sub>) (2 g) sürekli karıştırılarak 5°C'de tutulmuştur. Karışım daha sonra 5°C'de 12 saat karıştırılmasından sonra çözelti soğutulmuştur. Süspansiyona çok yavaş bir şekilde buzlu su ve 4 ml hidrojen peroksit (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) eklenerek karıştırılmıştır. Reaksiyon sıcaklığını 15°C'nün altında tutmak amacıyla H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ekleme

oranına dikkat edilmiştir. Başlangıçta çözeltinin mango rengi olduğu gözlemlenmiştir. Karışım, rengi kahverengiye dönene kadar 5-10°C'de yaklaşık bir saat karıştırılmıştır. Saflaştırma için karışım 200 ml deiyonize su ile yıkanmıştır. Daha sonra %20 Hidroklorik asit (HCl) ve %80 su (H<sub>2</sub>O) karışımı ile süzülmiştir. Son olarak 70 ml etanol ile süzülmiştir. Oda sıcaklığında süzülen ve kurutulan GO pulları toz olarak elde edilmiştir. Sonrasında GO pulları, 15 saatlik bir süre boyunca bilyeli öğütme ile birkaç tabakalı tabakaya dönüştürülmüştür. GO'nun oluşup oluşmadığını incelemek amacıyla XRD (X- ışını kırınımı) analizi yapılmıştır (Şekil 1). Alma vd. [20] XRD spektroskopisi analizinde GO için  $2\theta = 12,55^\circ$ 'de pik oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Bu çalışmada, XRD analizi sonucunda GO için yaklaşık olarak  $2\theta = 12,60^\circ$ 'de pik ve  $2\theta = 26,30^\circ$ 'de pik oluştuğu belirlenmiştir (Şekil 1). Literatürdeki araştırmalara göre, ikinci pikin grafit olduğu düşünülmektedir [21]. XRD analizi sonucu gözlenen bu pikler, GO'nun oluştuğunu göstermektedir.

### 2.3. Numune Üretimi ve Yapılan Deneyler (Production of Specimen and the Experiments Conducted)

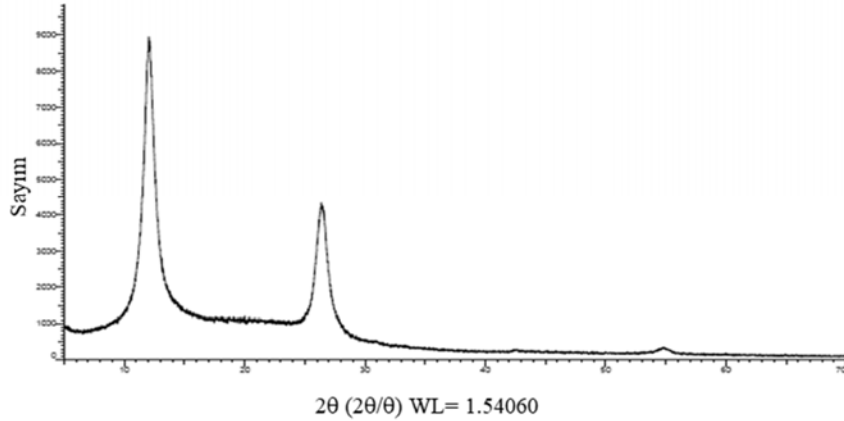
Çimento esaslı harç üretimi TS EN 197-1 [22] standardına göre yapılmış olup; iki yüz elli, 300, 350 ve 400 dozajlı ve su/çimento oranı 0,85 olarak tasarlanmış olup; çimento yerine ağırlıkça %0,025 GO katılmak suretiyle seriler üretilmiştir. Karşılaştırma yapabilmek amacıyla aynı içerikli GO içermeyen harçlar üretilmiştir. Harç karışımı yapılırken önce kuru karışım hazırlanmıştır. Kuru karışım yapılırken çimento ve kırma kum 5 dakika süre ile karıştırılmış, hazırlanan kuru karışıma su ilave edilerek kapasitesi yaklaşık 250 litre olan karıştırıcı vasıtasıyla 5 dakika süreyle karıştırılarak harçlar hazırlanmıştır. Nano-malzeme harç üretimi ASTM C305-20 [23] standartına göre yapılmaktadır. GO içeren harçlar üretilirken GO karışıma en son konularak yaklaşık 1 dakika süreyle karıştırmaya devam edilmiştir. Hazırlanan harçlar, boyutları 4cm x 4cm x 16cm olan ahşap kalıplara yerleştirilmiştir. 1 m<sup>3</sup> harç karışım hesabı Tablo 2'de gösterilmiştir. Harçlarda kullanılan kırma kum (0-4mm) doymun yüzey kuru ağırlığına göre tasarlanmış olup; özgül ağırlığı 2,68 olarak

ölçülmüştür. Harçlar taze halde iken kalıpların içerisine saplama tipi ısıölçer yerleştirilerek harçların iç sıcaklıkları hidratasyon reaksiyonlarının başlangıcından itibaren dakikada bir ölçülmüştür. Harçların yüzey sel nemleri ile iç sıcaklıkları arasında ilişki olup olmadığını araştırmak için, bazı serilerde yüzey sel nem ölçümleri yapılmıştır. Veri kaydedici kullanılarak harçların iç sıcaklık değerleri ve yüzey sel nem oranları hidratasyon reaksiyonları başlangıç anından itibaren 24 saat süresince kaydedilmiştir.

Kalıplara yerleştirilen (250, 300, 350 ve 400 dozajlı) harçların bir kısmına 2 kanallı 30V'a kadar ayarlanabilir ve 3Amper kapasiteli DC güç kaynağı vasıtasıyla 24 saat süresince 25 V gerilim şiddeti uygulanmıştır. Diğer numuneler ise elektrik akımı uygulanmadan referans (kontrol) numuneleri olarak kullanılmıştır. En uygun gerilim şiddetini belirlemek için ise sabit dozajlı (300) harçlar üzerine 15V, 20V, 25V ve 30V gerilim şiddetleri uygulanmıştır. Harçlara gerilim uygulaması ile aynı zamanda iç sıcaklık ölçümü yapılmıştır. Bir gün sonunda kalıplardan çıkartılan numuneler 28 gün süreyle kirece doymun suda kür edilmiştir. Harçlara DC uygulayabilmek için hazırlanan deney düzeneği Şekil 2'de gösterilmiştir. Gerilim uygulanan numunelerde harç iç sıcaklık artış miktarları incelenmek suretiyle harçların hidratasyon reaksiyonları oluşum zamanları karşılaştırılmıştır.

Harçlar her seriden 2'şer adet olacak şekilde üretilmiştir. 7 ve 28 gün kür edilen numunelere, kür havuzundan çıkarıldıktan sonra sudaki ağırlıkları ölçülmüş, sonrasında numune yüzeyleri kuru bezle silinerek doymun yüzey kuru ağırlıkları ölçülmüştür. Sonrasında numuneler yaklaşık 110 °C'de etüvde 1 gün süreyle kurutulmuş, yeteri kadar soğutulduktan sonra tartılmıştır. Akım uygulanan ve akım uygulanmayan harçların poroziteleri TS EN 12390-7 [24] standartlarına göre Eş. 1 yardımıyla hesaplanmıştır.

$$Porozite = \left( \frac{W_2 - W_0}{W_2 - W_1} \right) \times 100 \quad (1)$$



Şekil 1. GO'nun XRD analizi (XRD (X-ray diffraction) spectroscopy analysis of GO)

Tablo 2. 1 m<sup>3</sup> harç karışım hesabı (Component of mortar per cubic meter)

Dozaj	GO, %	Çimento, kg/m <sup>3</sup>	Agrega, kg/m <sup>3</sup>	GO, kg/m <sup>3</sup>	Su, lt/m <sup>3</sup>
250	0	250,00	1846,00	-	212,50
250	0,025	249,93	1846,00	0,062	212,44
300	0	300,00	1688,00	-	255,00
300	0,025	299,92	1688,00	0,075	254,93
350	0	350,00	1531,00	-	297,50
350	0,025	349,91	1531,00	0,087	297,42
400	0	400,00	1373,00	-	340,00
400	0,025	399,90	1373,00	0,100	339,91



Şekil 2. Harçlara DC uygulanması (DC application on mortars)

Eşitlikte  $W_0$ : Numunenin etüv kurusu ağırlığını (g),  $W_1$ : Numunenin su içerisindeki ağırlığını (g),  $W_2$ : Numunenin doymun havadaki ağırlığını (g) temsil etmektedir. Porozite deneyleri yapılan numuneler üzerinde TS EN 196-1 [25] standardına göre eğilme ve basınç testi uygulanarak, çeşitli karşılaştırmalar yapılmıştır. Harçlarda eğilme testi; 40x40x160 mm boyutlu prizmatik numunelerin iki mesnede yerleştirilip orta noktasından kırılınca kadar yüklenmesi ile kırılma yükü belirlenmiştir. Eğilme deneyi sonucunda iki parçaya ayrılan yarım prizmalar üzerinde tek eksenli basınç testine tabi tutulmuştur. Harçlar üzerinde uygulanan basınç testleri 4 numune üzerinde yapılmış olup; en verimsiz sonuç alınan numune dikkate alınmamıştır. 28 gün kür edilmiş akım uygulanmamış GO katkısız ve akım uygulanmış GO katkılı numuneler üzerinde mikro inceleme gerçekleştirilmiştir. Mikro inceleme yapılan numunelerin yüzeyleri öncelikle karbonla kaplanmıştır. Sonrasında numuneler SEM (Scanning Electron Microscope) cihazına yerleştirilerek 10.000 kat büyütülmek suretiyle mikro-inceleme gerçekleştirilmiştir.

### 3. Sonuçlar ve tartışmalar (Results and Discussions)

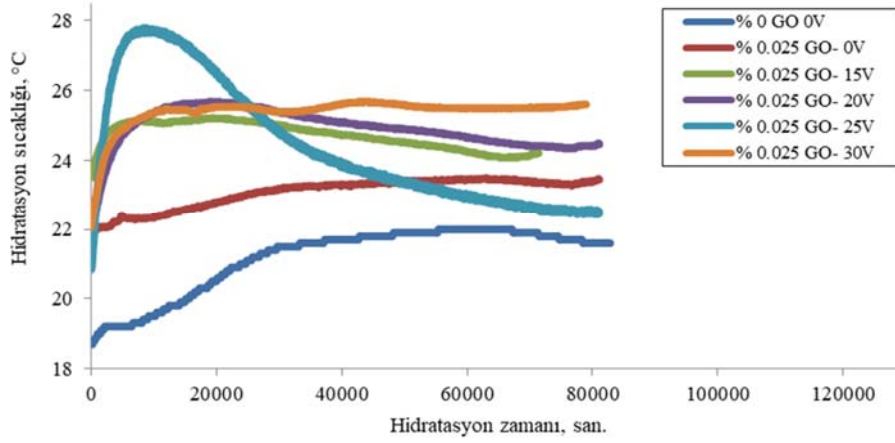
#### 3.1. GO İçeren ve İçermeyen Harçlarda Hidratasyon Sıcaklığı Karşılaştırması

(Comparison of Hydration Temperatures in Mortars Containing and Without GO)

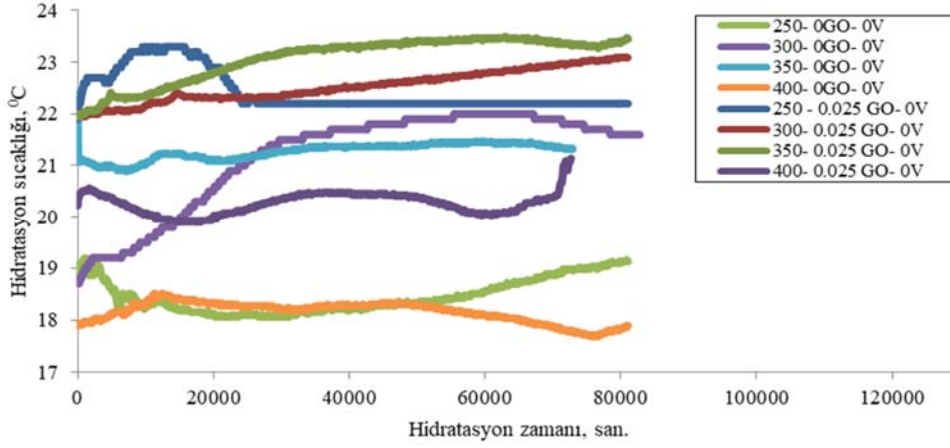
Çimento esaslı malzemelerde hidratasyon süresince iç sıcaklık ölçümü ile; malzemenin olgunluğu, fiziksel ve mekanik özellikleri hakkında bilgi sahibi olmamıza imkân sağlamaktadır. Gerilim şiddetinin ve GO'nun hidratasyon süresince ölçülen harç iç sıcaklıklarına etkisi Şekil 3'te gösterilmiştir. Üç yüz dozajlı harçlarda çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması ile hidratasyon reaksiyonlarının başlangıç aşamasında harç iç sıcaklığının referans harca göre yaklaşık olarak 3,20°C daha yüksek çıktığı gözlenmiştir. Buradan GO'in çimento esaslı malzemelerin hidratasyon sıcaklığını artabileceği sonucuna ulaşılmıştır. Aynı oranda GO (%0,025) içeren 300 dozajlı harçlara sırasıyla 0V, 15V, 20V, 25V ve 30V DC gerilim şiddeti uygulandığında ve en yüksek iç sıcaklık değerleri karşılaştırıldığında; GO konulmayan ve gerilim uygulanmayan harçlara göre en yüksek iç sıcaklıkları yaklaşık olarak 1,50°C, 3,22°C, 3,68°C, 5,89°C ve 3,68°C daha yüksek çıktığı gözlenmiştir (Şekil 3). Buradan GO katkılı harçlarda harç iç sıcaklığını arttırmada en etkili DC gerilim şiddetinin 25V olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Ceylan vd. [26] silis dumanı ve mikronize edilmiş zeolit katkılı betonların hidratasyon ısısını araştırmışlardır.

Silis dumanı ve mikronize edilmiş zeolit, yüksek yüzey alanına sahip olması nedeniyle hidratasyon ısısını arttırmada etkili olduğu sonucuna ulaşılmıştır. GO yüksek yüzey alanına sahip olması nedeniyle bu çalışmada da Ceylan vd. [26] tarafından yapılan araştırma ile benzer sonuçlar elde edilmiştir. Çimento esaslı kompozit malzemelerde hidratasyonun ilk aşamalarında elektriksel iletkenlik karışım suyu vasıtasıyla gerçekleşmektedir. Harçlar üzerine 30V akım uygulandığında harç iç sıcaklığının 25V akım uygulanan harca göre daha düşük değerler alması hidratasyonun ilk aşamalarında 30V gerilim uygulanan numunede terleme yoluyla daha çok hidratasyon suyunun buharlaşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Çimento esaslı harçlarda dozajın (250, 300, 350, 400) ve GO'nun (%0,025) hidratasyon sıcaklığına etkisini araştırmak için Şekil 4 hazırlanmıştır. Şekil 4 incelendiğinde tüm dozajlar için GO katkılı harçların referans harçlara göre daha yüksek iç sıcaklık değerleri aldığı gözlenmiştir. GO katkısız harçlarda harç içerisindeki çimento miktarı arttıkça genel olarak hidratasyon sıcaklığının arttığı görülmüştür. İki yüz elli, 300, 350 ve 400 dozajlı harçlara %0,025 oranında GO konulması ile referans harçlara göre hidratasyon sıcaklıklarının tepe değerleri yaklaşık olarak 2,21°C, 1,50°C, 1,09°C ve 2,63°C daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Her ne kadar harçların iç sıcaklık değerlerindeki değişiklikler 3°C'nin altında gerçekleştiği görülse de harçlara GO konulması ile hidratasyon reaksiyonlarının daha hızlı gerçekleşebileceği yorumu yapılmıştır. Dört yüz dozajlı GO içermeyen harcın iç sıcaklık değerleri diğer dozajlı harçlara göre daha düşük değerler aldığı gözlenmiştir. Bu durumun 400 dozajlı harçlarda karışım içerisindeki çimento miktarı artması ile kıvamın azalmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. GO içeren 400 dozajlı harcın diğer dozajlı harçlara göre oldukça düşük iç sıcaklık değerleri alması ise GO'nun yüksek su emme kapasitesiyle açıklanabilir. GO katkılı harçlarda optimum uygulanması gereken akım şiddetinin 25V olduğu belirlendikten sonra dozajın harç iç sıcaklığına etkisini araştırmak için Şekil 5 hazırlanmıştır. Şekil 5 incelendiğinde 300 dozajlı GO katkılı harçların üzerine 25V DC gerilim uygulaması ile en yüksek iç sıcaklık değerlerine ulaşılmıştır. Akım uygulanan GO katkılı harçların en yüksek iç sıcaklık değerleri karşılaştırıldığında; genel olarak harç içerisindeki çimento miktarı arttıkça en yüksek iç sıcaklık değerlerinin azaldığı gözlenmiştir (Şekil 5). Akım uygulanmayan harçlarda da dozaj arttıkça genel olarak hidratasyon sıcaklığının genel olarak azaldığı görülmüştür. Yalnızca 250 dozajlı harçlarda tam tersi durum gözlenmiştir. Bu durumun 250 dozajlı numunede özellikle hidratasyonun ilk aşamalarında daha fazla terleme meydana gelmesi ve hidratasyon suyunun bir kısmının buharlaşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

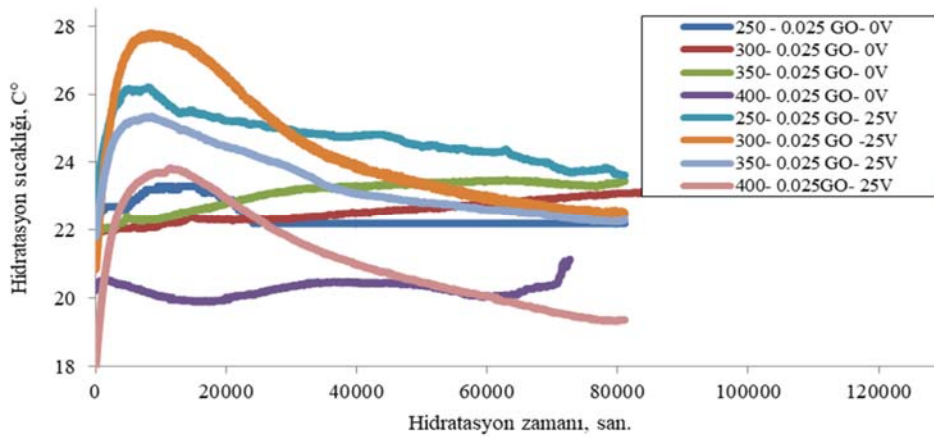




Şekil 3. Farklı DC gerilim şiddeti uygulanan harçların iç sıcaklık değerleri  
(Internal temperature values of mortars with different DC stress intensity application)



Şekil 4. Farklı dozajlı harçların iç sıcaklık değerleri (Internal temperature values of different dosage of mortars)



Şekil 5. Çimento yerine ağırlıkça %0,025 GO konulan harçlarda DC gerilimin harç iç sıcaklık değerlerine etkisi  
(The effect of DC current on mortar internal temperature values in mortars with 0,025% GO instead of cement by weight)

### 3.2. Akımın ve GO'nun Priz Bitiş Süresine Etkisi (Effect of Current And GO on Final Setting Time)

Taze haldeki çimento esaslı kompozit malzemelerin zamana bağlı hidrasyon sıcaklıklarının ölçülmesi ile priz bitiş süresinin tahmin

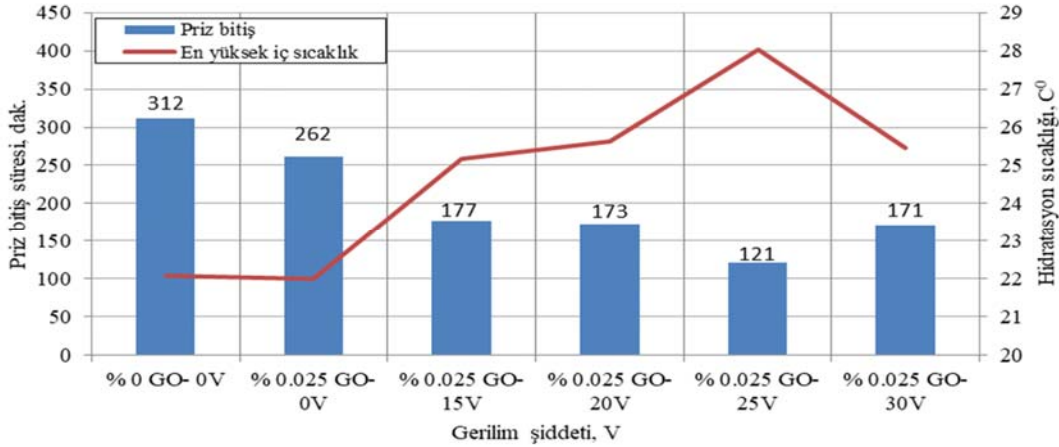
edilebileceği ile ilgili literatürde bazı çalışmaların yapıldığı görülmüştür [27]. Bu çalışmada taze haldeki çimento esaslı harçların hidrasyon süresince iç sıcaklıkları ölçülmüş olup, harç iç sıcaklıklarının yaklaşık olarak en yüksek değerler aldığı dakikaların tespit edilmesi suretiyle harçların priz bitiş süreleri belirlenmiştir.

Çimento esaslı harca çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulmasıyla priz sona erme süresi yaklaşık olarak 50 dakika daha erken gerçekleşmiştir. Gerilim şiddetinin (0V-15V-20V-25V-30V) priz bitiş süresine etkisini araştırmak için Şekil 6 hazırlanmıştır. GO katkılı harçlarda genel olarak akım şiddeti arttıkça priz bitiş süresinin kısaldığı gözlenmiştir. Özellikle harçlar üzerine 25V gerilim şiddeti uygulandığında harç iç sıcaklığında en çok (yaklaşık 6°C'lik) artış gözlenmesi nedeniyle en erken sürede priz almıştır.

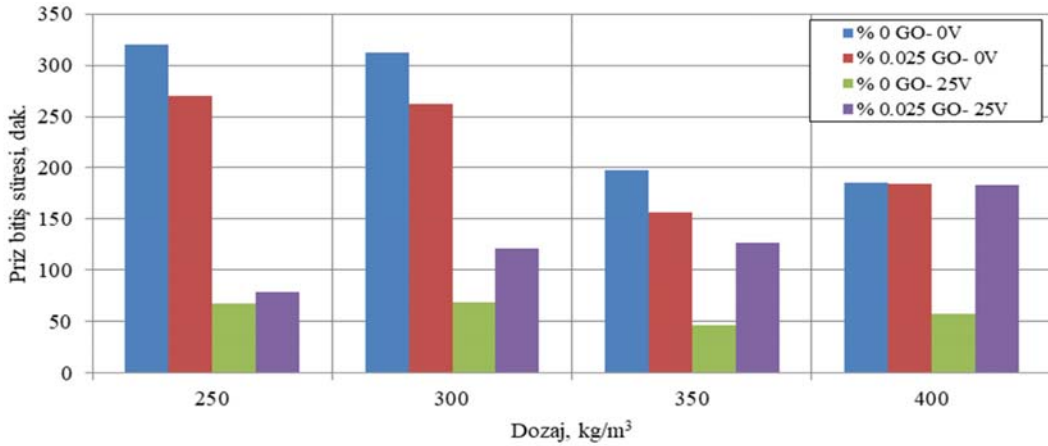
Dozajın (250, 300, 350, 400), GO'nun (%0,025) ve DC gerilimin (25V) priz bitiş süresine etkisini araştırmak için Şekil 7 hazırlanmıştır. GO katkısız harçlarda dozaj arttıkça genel olarak priz bitiş süresinin azaldığı görülmüştür. Tüm dozajlar için çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulmasıyla priz sona erme süresi kısaltılabileceği sonucuna ulaşılmıştır. Priz bitiş süresini en fazla kısaltan dozajların 250 ve 300 olduğu belirlenmiştir. Bu durum bu dozajlardaki harçlara GO konulması sonucu iç sıcaklık değerlerinin artması ile açıklanabilir. Tüm dozajlarda; GO içermeyen harçlar üzerine 25V DC gerilim şiddeti uygulandığında priz bitiş sürelerinin fark edilebilir derecede azaldığı gözlenmiştir. Harçlara hem ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması hem de 25V gerilim şiddeti uygulanması ile priz süresinin kısaldığı, ancak; GO içermeyen 25V gerilim şiddeti uygulanan harçlar kadar priz süresini kısaltmadığı gözlenmiştir. Bu durumun GO'nun hidrasyon suyunun bir miktarını emmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. 250, 300, 350 ve 400 dozajlı harçlara hem çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO

konulması hem de 25V DC gerilim şiddeti uygulanması ile referans numunelere göre priz bitiş süreleri sırasıyla 242, 191, 72 ve 3 dakika daha erken gerçekleştiği gözlemlenmiştir.

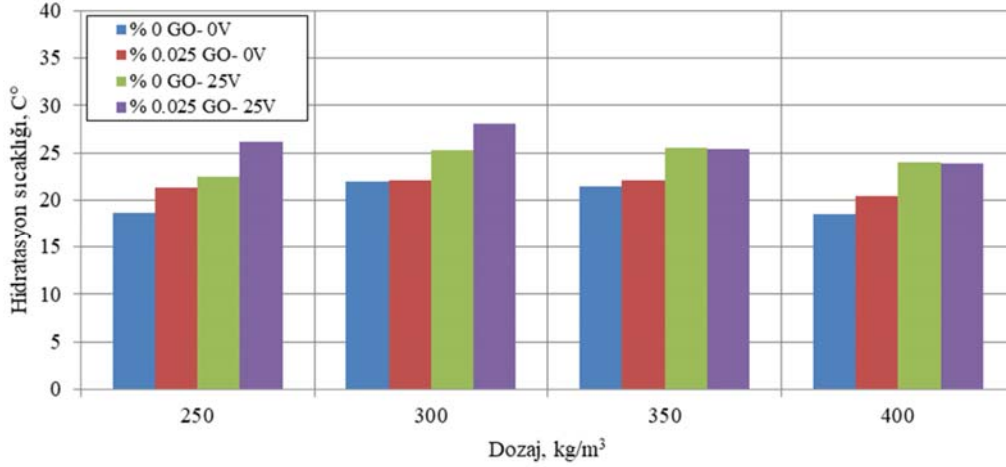
Taze haldeki çimento esaslı malzemelerde hidrasyon sıcaklığının artması ile iyon hareketliliği artarak iyon direnci azalmaktadır [28]. Arrhenius denklemlerine göre çimento esaslı sistemlerin 10 ve 45°C aralığında ASTM C1074-14'teki olgunluk yöntemleri kullanılarak; çimento esaslı malzemenin hidrasyon reaksiyonlarının başlangıcından itibaren iç sıcaklıklarının ölçülmesi ile fiziksel ve mekanik özellikleri tahmin edilebilmektedir [29]. Yapılan bazı araştırmalar neticesinde çimento esaslı kompozit malzemelerde iç sıcaklığın 100°C'ye kadar yükselmesiyle hidrasyon reaksiyonlarının hızlanabileceği sonucuna ulaşılmıştır [30]. Farklı dozajlı çimento esaslı harçlarda, harçların en yüksek iç sıcaklıklarını karşılaştırmak için Şekil 8 hazırlanmıştır. Genel olarak; tüm dozajlar için çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması ile harçların iç sıcaklıklarının arttığı gözlenmiştir. Buradan çimento esaslı malzemelerde çimento yerine ağırlıkça az miktarda GO konulması ile kendi kendini ısıtabileceği sonucuna ulaşılmıştır. Kjaernsmo vd. [31] %0, %0,01, %0,02, %0,03 ve %0,05 GO içeren harçlar üretmişler ve harçların iç sıcaklıklarını incelemişlerdir. En verimli iç sıcaklığın %0,02 oranında GO içeren harçlarda oluştuğunu gözlemlemişlerdir. 250, 300, 350 ve 400 dozajlı harçlar üzerine 25V DC gerilim uygulanması ile en yüksek iç sıcaklık değerleri kontrol numunelere



Şekil 6. Harçların GO ve DC uygulanmasına göre priz bitiş süreleri ve en yüksek iç sıcaklıkları (Final setting times and highest internal temperature values of mortars according to graphene oxide and DC current application)



Şekil 7. Çimento esaslı harçlarda dozajın, DC'nin ve GO'nun priz bitiş süresine etkisi (The effect of dosage, DC current, and graphene oxide on the final setting time in cement-based mortars)



**Şekil 8.** Farklı dozajlı harçların GO ve DC uygulanmasına göre en yüksek iç sıcaklık değerleri (Highest internal temperature values of mortars with different dosages according to GO and DC application)

göre sırasıyla 3,83°C, 3,31°C, 4,01°C ve 5,50°C artmıştır. 250, 300, 350 ve 400 dozajlı harçlarda çimento yerine hem %0,025 oranlarında GO konulması hem de 25V DC gerilim şiddeti uygulanması ile harç iç sıcaklıklarının kontrol numunelere göre yaklaşık olarak 7,58°C, 7,99°C, 3,30°C ve 3,37°C arttığı gözlenmiştir. Özellikle GO katkılı harçlarda DC'nin priz bitiş süresine çok büyük etkisi olmasa da, harçların iç sıcaklığının artması ile harç fiziksel ve mekanik özelliklerinin geliştirilebileceği düşünülmektedir.

### 3.3. Çimento Esaslı Harçlarda Nem Oranı İle Priz Sona Erme Süresi Arasındaki İlişki (Relationship Between Moisture Content and Final Setting Time in Cement-Based Mortars)

Sırasıyla 250, 300, 350 ve 400 dozajlı çimento esaslı harçların %0 ve %0,025 GO içeriklerine göre hidrasyon reaksiyonları başlangıcından itibaren yüzeysel nem oranları dakikada bir ölçülmüş olup; veriler veri kaydediciye kaydedilerek grafikleri çizilmiştir (Şekil 9). Şekil 9 incelendiğinde; genel olarak tüm serilerde çimento esaslı harçların yüzeysel nem oranları hidrasyon başlangıcından itibaren önce arttığı sonara azalarak en düşük değerler aldığı, sonrasında tekrar arttığı gözlenmiştir. Hidrasyonun başlangıç aşamalarında harçların nem oranlarının artmasının nedeni harç içerisindeki hidrasyon suyunun bir miktarının harç yüzeyine çıkmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Sonrasında nem oranının azalması ise harçların prizini aldıkları anlamına gelmektedir. Genel olarak tüm dozajlarda harç içerisinde çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması ile harçların yüzeysel nem oranlarının düştüğü gözlenmiştir. Bu durum neticesinde; GO'nün karışımdaki bir miktar suyu emmesi ve hidrasyon reaksiyonlarını hızlandırması sonucu, harçların daha çabuk sertleşmeye başlayabileceği yorumu yapılabilir. Üç yüz elli ve 400 dozajlı harçlarda karışım içerisinde ağırlıkça daha fazla GO içerdiğinden ve hidrasyon suyunu daha çok emdiğinden sertleşmeye başlama sürelerinin daha erken olacağı yorumu da yapılabilmektedir. Uygunoğlu ve Topçu [32] yerinde dökülen betonların hidrasyon süresince nem oranlarını incelemişlerdir. Betonların yüzeysel nemlerinin azalması betonun kurduğunun ve sertleşmeye başladığının göstergesi olduğu sonucuna ulaşmışlardır. Bu çalışmada elde edilen sonuçlar Uygunoğlu ve Topçu [32] tarafından yapılan araştırma sonuçlarıyla örtüşmektedir.

Yapılan bazı araştırmalara göre çimento esaslı kompozit malzemelerde priz bitiş süreleri, iç sıcaklığın hemen hemen en yüksek değerler aldığı dakikalarda gerçekleşmektedir [33]. Hocaoğlu [34] zeolit ve GO katkılı harçlarda yüzeysel nem ölçümü ile priz başlangıç

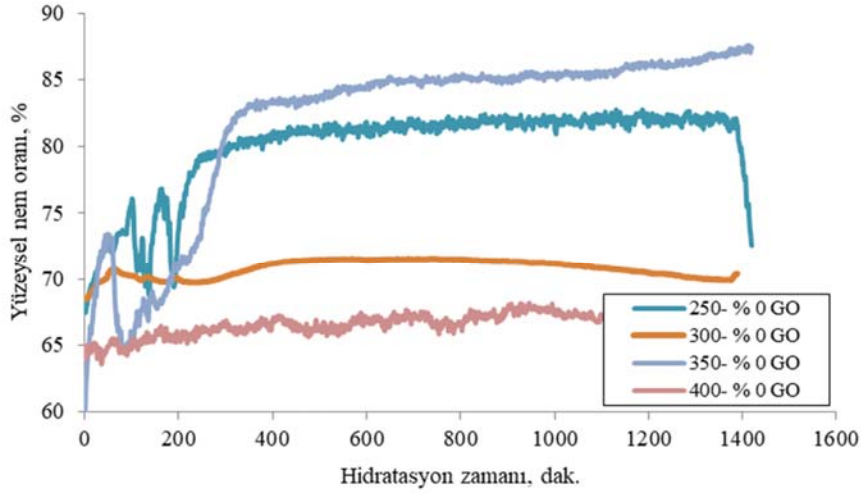
süresinin tahmin edilebileceği sonucuna ulaşmıştır. Bu çalışmada, farklı dozajlı çimento esaslı harçlardaki priz bitiş süresinin hem iç sıcaklık ölçümü ile hem de harçlarda yüzeysel nem oranlarının ölçülmesiyle belirlenip belirlenemeyeceği araştırılmıştır. Bu doğrultuda sırasıyla 250, 300, 350 ve 400 dozajlı ve %0,025 oranlarında GO içeren harçların hidrasyon zamanına bağlı olarak iç sıcaklık-yüzeysel nem oranları karşılaştırmaları yapılmıştır (Şekil 10). Tüm dozajlarda yüzeysel nem oranının en düşük değerler aldığı dakikalarda iç sıcaklık değerlerinde küçükte olsa pik yaptığı gözlenmiştir. Bu dakikaların hemen hemen priz bitiş süresi olduğu düşünülmektedir.

### 3.4. Harçların Poroziteleri (Porosity of Mortars)

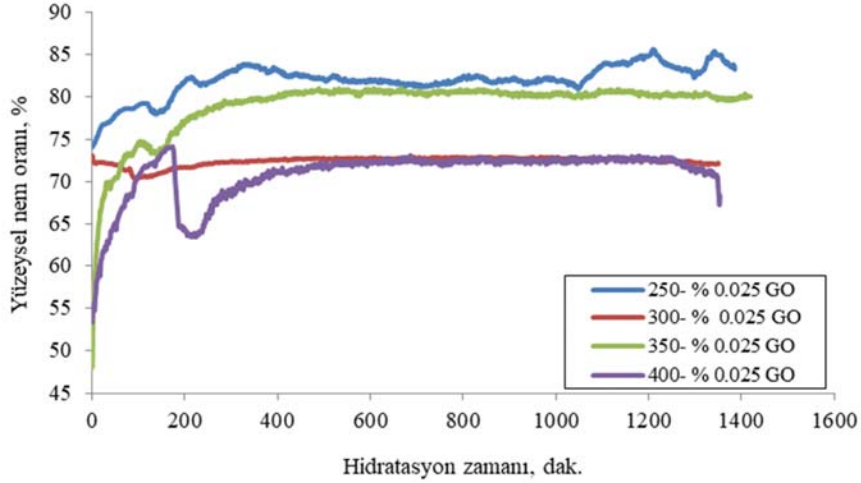
Gerilim uygulanmayan harçların 28 günlük poroziteleri incelendiğinde, çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulan harçların porozitesi kontrol harca göre %16,41 oranında daha düşük değerler aldığı gözlenmiştir (Şekil 11). Çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulan harçlara sırasıyla 15V, 20V, 25V ve 30V DC gerilim şiddeti uygulandığında, kontrol (GO içermeyen ve akım uygulanmayan) harca göre poroziteleri sırasıyla yaklaşık olarak %3,81, %1,84, %14,21 ve %13,69 oranlarında azalmıştır. Çimento yerine %0,025 oranında GO konulan harçlar üzerine DC gerilim uygulandığında genel olarak porozitenin arttığı görülmüştür. GO'li harçlar üzerine 25V gerilim uygulandığında porozitesi %2,56 oranında artsa da harç iç sıcaklığı yaklaşık %21,65 oranında yükselmiştir. Jing vd. [12] araştırmalarında, çimento esaslı harçlarda çimento yerine ağırlıkça %0,03 oranında GO konulması ile kontrol numunesine göre porozitesinde önemli düşüşler gözlemlenmişler, harç iç sıcaklığının ise yaklaşık olarak %28 oranında artabileceği sonucuna ulaşmışlardır. Literatürdeki araştırmalar ve bu çalışma neticesinde elde edilen bilgilerle 4cm x 4cm x 16cm boyutundaki GO katkılı harçlar için uygulanması gereken optimum gerilim şiddetinin 25V olacağı sonucuna ulaşılmıştır.

Harçlarda uygulanması gereken optimum gerilim şiddetinin 25V olduğu belirlendikten sonra, dozajın ve akımın poroziteye etkisini araştırmak için Şekil 12 hazırlanmıştır. 250 ve 300 dozajlı harçlarda çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması ile 28 günlük porozitelerinin referans numunelerine (GO içermeyen ve akım uygulanmayan) göre %3,57 ve %16,64 oranında azaldığı belirlenmiştir. 350 dozajlı harçlarda GO'nün porozite üzerinde çok büyük etkisi gözlenmemiştir. 400 dozajlı harçlarda ise çimento yerine ikame edilen GO ile porozitenin arttığı görülmüştür. 400 dozajlı





(a)



(b)

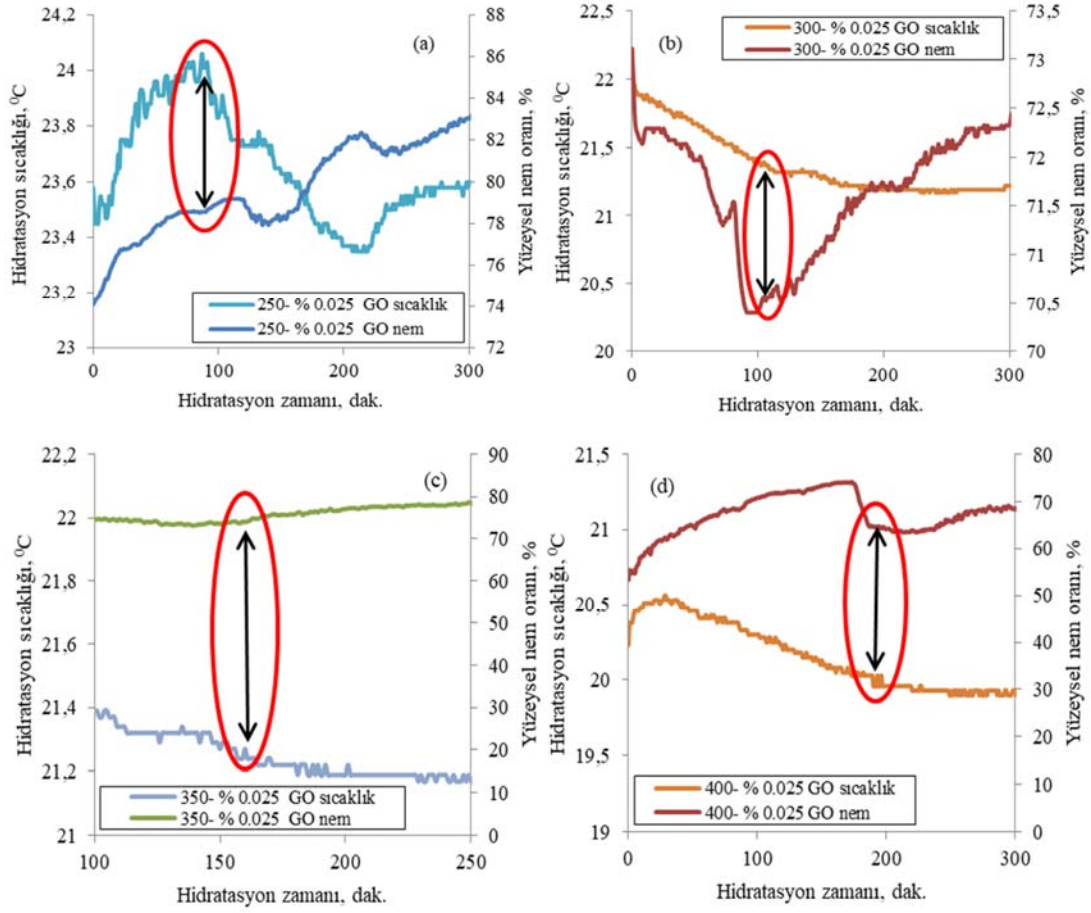
**Şekil 9.** Harçların hidrasyon zamanlarına göre nem oranları a- %0 GO, b- %0,025 GO (Moisture rates of mortars according to their hydration time a- 0%GO, b- 0,025 GO %)

harçların boşluk oranlarındaki artış GO'nün hidrasyon suyunun bir kısmını emmesi ile açıklanabilir. Akımın poroziteye en çok 350 dozajlı harçlarda etkili olduğu görülmüştür. 350 dozajlı harçlarda çimento yerine hem ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması hem de 25V DC gerilim şiddeti uygulanması ile kontrol numuneye göre porozitesinin %10,19 oranında azaldığı görülmüştür.

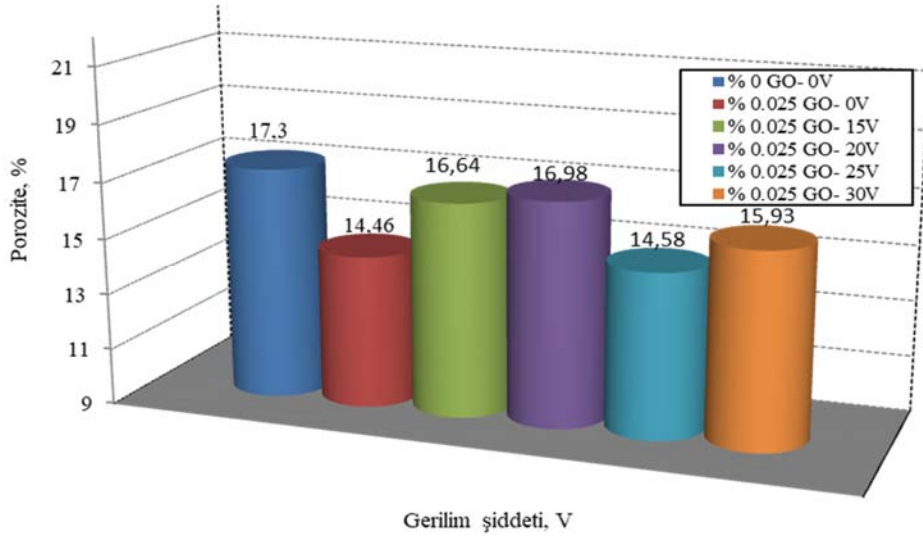
### 3.5. Eğilme ve Basınç Dayanımı Sonuçları (Results of Flexural and Compressive Strength)

Harçların 28 günlük eğilme dayanım değerlerini karşılaştırmak için Şekil 13 hazırlanmıştır. İki yüz elli, 300 ve 350 dozajlı harçlarda çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması ile kontrol numunesine göre eğilme dayanımları yaklaşık olarak sırasıyla %30,23, %21,17 ve %53,49 oranlarında arttığı görülmüştür. Qian vd. [35] su/çimento oranı 0,43 olarak tasarlanan harçlarda çimento yerine ağırlıkça %0, %0,01, %0,03 ve %0,05 oranında GO koymuşlardır. Farklı oranlarda GO içeren harçlar üzerinde 4 noktalı eğilme testi uygulamışlardır. Çimento yerine ağırlıkça %0,03 oranında GO ikame edilen harçta yaklaşık %13,70 oranında eğilme dayanımının arttığı belirlenmiştir. Bu çalışma Qian vd [35] tarafından yapılan çalışma ile hemen hemen örtüşmektedir. 350 dozajlı harçlarda GO konulması ile

eğilme dayanımı artış oranı diğer dozajlı harçlara göre yüksek görülse de 300 dozajlı harçlarda eğilme dayanımı en yüksek değerlerin aldığı görülmüştür. Bu durum 300 dozajlı harçların düşük porozite değerleri alması ve hidrasyon sırasında diğer dozajlı harçlardan daha yüksek iç sıcaklık değerleri alması ile açıklanabilir. 400 dozajlı harçlarda çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması ile eğilme dayanımının kontrol harca göre yaklaşık olarak %28,75 oranında azaldığı gözlenmiştir. Bu durum; dozajın artması ile daha çok GO ikame edilmesi sonucu GO'nün daha çok hidrasyon suyunu emmesi ile açıklanabilmektedir [35]. Genel olarak harçlara çimento yerine ağırlıkça hem %0,025 GO konulması, hem de 25 V gerilim şiddeti uygulanması ile kontrol numunelerine göre eğilme dayanımının artabileceği belirlenmiştir (Şekil 13). Üç yüz, 350 ve 400 dozajlı harçlarda hem GO konulması hem de DC gerilim uygulanması ile harçların 28 günlük eğilme dayanımları kontrol numunelerine göre yaklaşık olarak %10,49, %78,60 ve %45,49 oranlarında daha yüksek değerler almıştır. Harçların 28 günlük basınç dayanım değerlerini karşılaştırmak için Şekil 14 hazırlanmıştır. Harçların 28 günlük basınç dayanımı açısından en yüksek değerler 300 dozajlı harçlarda elde edilmiştir. Bu durumun 300 dozajlı harçların en yüksek iç sıcaklık değerlerinin alması ile hidrasyon reaksiyonlarının daha iyi oluşmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. İki yüz elli



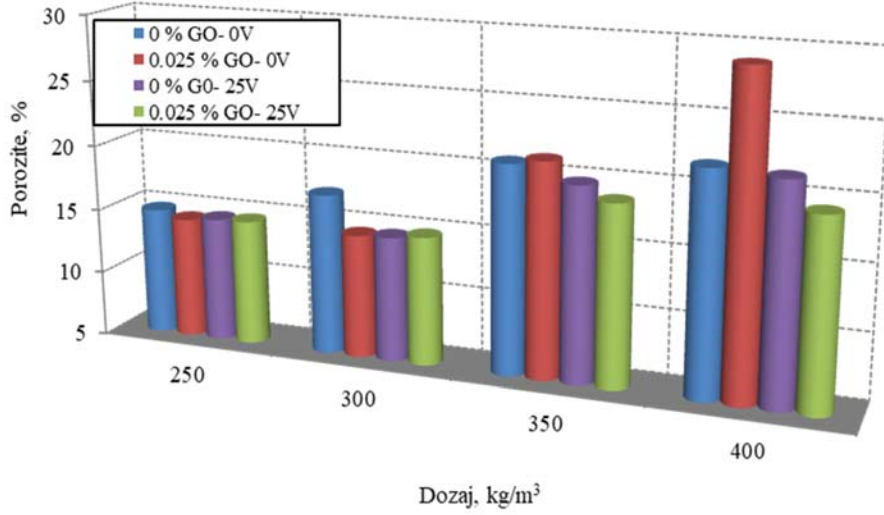
**Şekil 10.** Çimento yerine %0,025 GO konulan farklı dozajlı (a- 250, b- 300, c- 350, d- 400) harçlarda yüzeyel nem ölçümü ve iç sıcaklık ölçümü ile priz bitiş süresi tahmini  
(Estimation of final setting time by measuring surface moisture and internal temperature measurement in mortars with different dosages (a-250, b-300, c- 350, d-400) where 0,025% GO is substituted for cement)



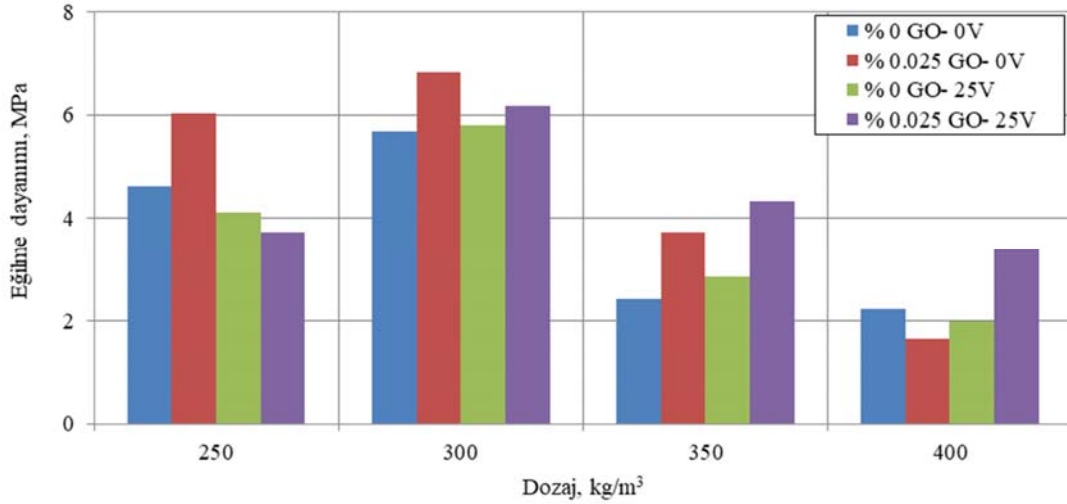
**Şekil 11.** Harçların 28 günlük poroziteleri (28-day porosity of mortars)

dozajlı harçlarda çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması ile basınç dayanımı yaklaşık olarak %13,83 oranında

artmıştır. Chintalapudi ve Rao Pannem [36] çimento yerine %0,02 oranında GO konulması ile basınç dayanımının artırılacağı



Şekil 12. Harçların 28 günlük poroziteleri (28-day porosity of mortars)



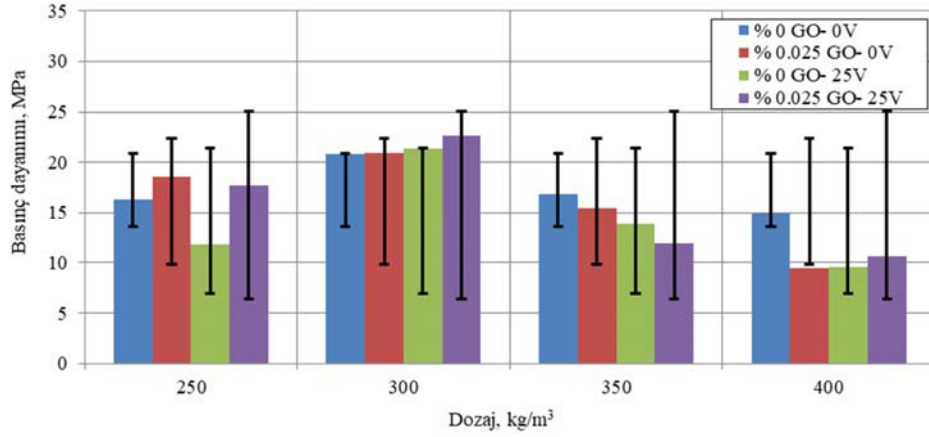
Şekil 13. Harçların 28 günlük eğilme dayanımları (28-day flexural strength of mortars)

sonucuna ulaşmışlardır. Bu çalışma Chintalapudi ve Rao Pannem'in yaptığı araştırma sonuçları ile hemen hemen örtüşmektedir. Üç yüz dozajlı harçlarda çimento yerine hem %0,025 oranında GO konulması hem de 25V DC gerilim uygulanması ile 28 günlük basınç dayanımında yaklaşık olarak %9,30 oranında artış gözlenmiştir. Üç yüz elli ve 400 dozajlı harçlarda 28 günlük basınç dayanımlarında düşüşler görülmüştür. Bu durum bu dozajlı (400) harçların yüksek porozite değerleri almasıyla açıklanabilir. İki yüz elli ve 300 dozajlı harçlarda çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması ile eğilme dayanımındaki artışın, basınç dayanımındaki artıştan daha yüksek olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Bu çalışmada elde edilen bu sonuç Akarsh ve Bhat [15] tarafından yapılan çalışmada elde edilen sonuç ile benzerdir. Farklı dozajlı harçların basınç dayanımlarını karşılaştırmak için Tablo 3 hazırlanmıştır. Bu araştırma sonucu, harçların basınç dayanımlarının standart sapmalarının İstanbul Teknik Üniversitesi malzeme laboratuvarında yapılan deneyler sonucunda elde edilen standart sapma sınır değerleri arasında kaldığı gözlenmiştir [37].

### 3.6. Harçlarda Mikro İnceleme (Micro Examination in Mortars)

Çimento esaslı malzemelerde hidrasyon reaksiyonları sonucu oluşan C-S-H jelleri bağlayıcı son ürün olduğu için, dayanıma büyük

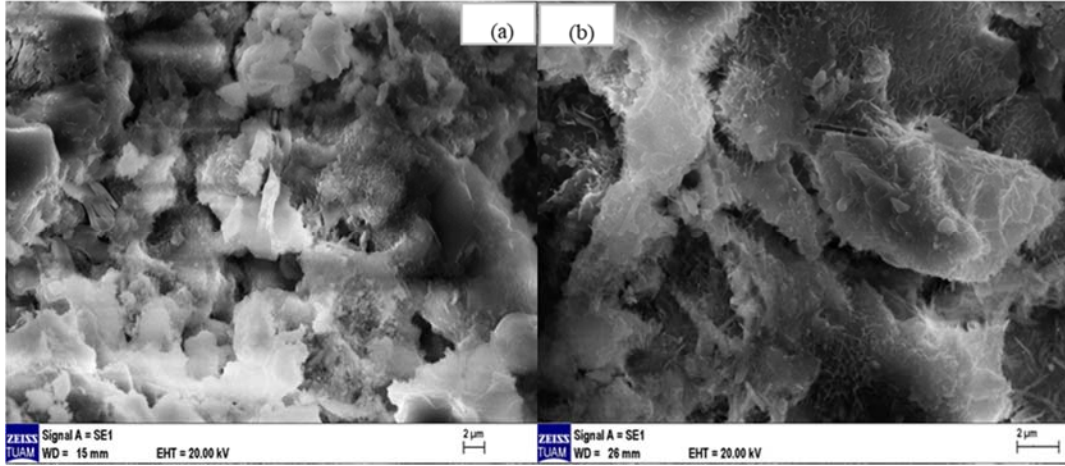
ölçüde katkı sağlamaktadır [38]. Kalsiyum hidroksit (C-H) kristalleri ise agrega ile çimento ara yüzeylerinde bağlayıcılığı geliştirme özelliklerine sahiptir [39]. C-S-H jellerinin fiziksel ve mekanik parametreleri çimento esaslı kompozit malzemenin dayanım ve dayanıklılığı hakkında fikir sahibi olmamıza imkân sağlamaktadır [40]. Daha önceki çalışmalarda çimento esaslı malzemelerde çimento yerine ağırlıkça düşük miktarda GO konulduğunda, malzemenin mikro yapısında iyileşmelerin gözlenebileceği sonucuna ulaşılmıştır [41]. Chintalapudi ve Pannem [36] çimento yerine az miktarda GO konulması ile C-S-H ve C-H jellerinin daha çok oluşabileceği sonucuna ulaşmışlardır. Muthu vd. [15] çimento hamurlarında çimento yerine ağırlıkça %0,09 oranında GO koymuşlar, GO içeren ve içermeyen çimento hamurlarının mikro yapılarını karşılaştırmışlardır. GO içeren çimento hamurlarının mikro yapıyı oluşturan C-S-H jellerinin daha sıkı oluştuğu sonucuna ulaşmışlardır. Bu çalışmada çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulan 300 (optimum olarak elde edilen) dozajlı harçlarda 25V (optimum DC gerilimin şiddetinin) harç mikro yapı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Şekil 15a 300 dozajlı su/çimento oranı 0,85 olan ve GO içermeyen harçın SEM görüntüsünü temsil etmektedir. Şekil 15b ise çimento yerine ağırlıkça %0,025 oranında GO konulan harçın 25 V DC gerilim şiddeti uygulanması sonucu elde edilen SEM görüntüsüdür. Şekil 15 incelendiğinde iğnemi yapılar gözlenmiştir. Harçlarda iğnemi



Şekil 14. Harçların 28 günlük basınç dayanımları (28-day compressive strength of mortars)

Tablo 3. Harçların basınç dayanımları (Compressive strength of mortars)

Basınç Dayanımı, MPa	250, kg/m³			300, kg/m³		
	Ort.	Standart Sapma	Varyasyon Katsayısı	Ort.	Standart Sapma	Varyasyon Katsayısı
%0 GO- 0V	16,33	1,03	6,30	20,74	1,53	7,36
%0,025 GO- 0V	18,59	1,1	5,91	20,94	0,94	4,48
%0 GO- 25V	11,82	1,31	11,08	21,32	1,06	4,9
%0,025 GO- 25V	17,70	1,31	7,40	22,67	2,71	11,94
Basınç Dayanımı, MPa	350, kg/m³			400, kg/m³		
	Ort.	Standart Sapma	Varyasyon Katsayısı	Ort.	Standart Sapma	Varyasyon Katsayısı
%0 GO- 0V	16,91	2,38	14,07	14,98	0,95	6,34
%0,025 GO- 0V	15,42	1,85	11,99	9,42	1,11	11,78
%0 GO- 25V	13,87	0,8	5,76	9,54	2,5	26,20
%0,025 GO- 25V	11,94	0,91	7,62	10,68	1,81	16,94



Şekil 15. Harçların mikro yapısı a- %0 GO-0V b- %0,025 GO-25V (Microstructure of mortars a- 0%GO- 0V b- 0,025%GO-25V)

yapıların gözlenmesi C-S-H jellerinin oluştuğunun göstergesidir. C-S-H jelleri ilk oluştuklarında iğne benzeri bir yapıya sahipken, hidrasyonun sonraki aşamalarında dağınık taneli ağ formuna gelirler [42]. Şekil 15'de GO'lu ve akım uygulanan harçta iğnemi yapıların kontrol numuneye göre daha fazla oluştuğu gözlenmiştir. Böylece çimento yerine hem ağırlıkça %0,025 oranında GO konulması hem de 25V DC gerilim uygulanması ile harca dayanım ve dayanıklılık özelliği kazandıran C-S-H jellerinin daha sıkı ve daha çok oluştuğu sonucuna ulaşılmıştır. Bu durum harçların 28 günlük basınç dayanım testlerinde elde edilen sonuçla da örtüşmektedir.

#### 4. Sonuçlar (Conclusions)

Teknolojik gelişmelerin sağladığı olumlu neticeler ile çimento esaslı malzemelerde GO gibi nano-metre ölçeğinde parçacıkların kullanılması, çimento esaslı kompozitlere yeni bir vizyon katmaktadır. Bu araştırmadan elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir:

- Genel olarak tüm dozajlı harçlar için çimento yerine GO konulması ile harçların iç sıcaklıklarının arttığı gözlenmiştir. Buradan çimento

esası malzemelerde çimento yerine ağırlıkça az miktarda GO konulması ile kendi kendini ısıtılacağı sonucuna ulaşılmıştır. Bu araştırmanın geliştirilmesi ve yerinde uygulamanın gerçekleştirilmesi ile özellikle hidratasyon ısısının artırılması istenilen durumlarda (soğuk hava koşullarında, hızlı tamirat gerektiren çimento esaslı kompozit malzeme üretimlerinde vb.) büyük yenilik getireceği düşünülmektedir.

- Referans (GO katkısız) harçlarda dozaj arttıkça harçların iç sıcaklıklarının genel olarak arttığı gözlenmiştir.
- GO katkılı harçlarda harç iç sıcaklığını yükseltmesinde en etkili DC gerilim şiddetinin 25V olduğu sonucuna ulaşılmıştır.
- İki yüz elli, 300, 350 ve 400 dozajlı harçlara çimento yerine hem GO konulması hem de 25 V DC gerilim şiddeti uygulanması ile GO içeren ve gerilim uygulanmayan harçlara göre priz bitiş sürelerinde genel olarak çok büyük farklar gözlenirse de, gerilim uygulanan harçların iç sıcaklıkları yaklaşık olarak sırasıyla 4,91°C, 7,99°C, 5,30°C ve 3,37°C arttığı belirlenmiştir.
- GO katkısız harçlarda dozaj arttıkça genel olarak priz bitiş süresinin azaldığı görülmüştür.
- Tüm dozajlar için çimento yerine GO konulmasıyla priz sona erme süresi kısaltılabileceği sonucuna ulaşılmıştır. Priz bitiş süresini en fazla kısaltan dozajların ise 250 ve 300 olduğu belirlenmiştir.
- Tüm dozajlarda nem oranının en düşük değerler aldığı dakikalarda iç sıcaklık değerlerinde küçüğe olsa pik oluştuğu gözlenmiştir. Bu bilgi ışığında çimento esaslı malzemelerde yüzeysel nem oranı ölçülmesiyle priz bitiş süresi belirlenebilir.
- GO içeren harçlarda dozaj arttıkça GO'nun basınç dayanımını olumsuz etkilediği gözlenmiştir.
- Harçların mikro yapısı incelendiğinde harçlara çimento yerine GO konulması hem de DC uygulanması sonucu çimento esaslı malzemelerin dayanımında ve dayanıklılığında en etkili olan C-S-H jellerinin daha sık ve daha çok oluştuğu gözlenmiştir.

Literatürde GO'nun çimento esaslı malzemelerin özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Bu çalışma; GO katkılı harçlarda DC'nin ve şiddetinin etkilerinin de araştırılması ile literatüre yenilik getirmektedir. Ayrıca; yüzeysel nem ölçümü ile priz bitiş süresinin tahmin edilebileceği sonucuna ulaşılmıştır. Bu çalışmada yüksek su/çimento oranlarına sahip harçlar üzerinde deneyler yapılmıştır. Harç üretiminde yüksek su/çimento oranı seçilmesinin iki nedeni bulunmaktadır. Birinci nedeni GO'nun yüksek su emme potansiyeliyle sahip olmasıdır. İkinci nedeni ise harçlar taze durumdayken doğru akım uygulanması sonucu harç iç sıcaklığının artması ile hidratasyon suyunun bir miktarının buharlaşması düşüncesidir. Daha düşük su/çimento oranlarında deneylerin yapılmasıyla ve farklı oranlarda GO etkilerinin de incelenmesiyle daha düşük porozite değerlerine, daha yüksek mekanik değerlerine ulaşılabileceği düşünülmektedir. Su/çimento oranının, dozajın, akım şiddetinin, GO oranının harç elektriksel iletkenliğine etkilerinin araştırılması önerilmektedir. Bu çalışmanın; farklı DC ve AC gerilim şiddetleri uygulamalarının etkilerinin de araştırılması ile geliştirilebileceği düşünülmektedir. Çimento esaslı kompozit malzemelerde yüzeysel nem ölçümü ile priz başlama süresinin de belirlenip belirlenemeyeceğinin araştırılması önerilmektedir.

#### Kaynaklar (References)

1. Pacheco-Torgal F., Jalali S., Nanotechnology: advantages and drawbacks in the field of construction and building materials, *Constr. Build. Mater.*, 25, 582–590, 2011.
2. Nano-parçacıklar. [https:// nanografi.com/popular-products/](https://nanografi.com/popular-products/). 29 Aralık 2021.
3. Chuah S., Pan Z., Sanjayan J.G., Wang C.M., Duan W.H., Nano reinforced cement and concrete composites and new perspective from graphene oxide, *Constr. Build. Mater.*, 73, 113–124, 2014.
4. Raki L., Beaudoin J., Alizadeh R., Makar J., Sato T., Cement and concrete nanoscience and nanotechnology, *Materials (Basel)*, 3, 918–942, 2010.
5. Chintalapudi K., Mohan R., Pannem R., An intense review on the performance of graphene oxide and reduced graphene oxide in an admixed cement system, *Construction and Building Materials*, 259, 598–618, 2020.
6. Lu L., Zhao P., Lu Z., A short discussion on how to effectively use graphene oxide to reinforce cementitious composites, *Constr. Build. Mater.*, 189, 33–41, 2018.
7. Yazıcı M., Tiyek İ., Ersoy M.S., Alma M.H., Dönmez U., Yıldırım B., Salan T., Karataş Ş., Uruş S., Karteri İ., Yıldız K., modifiye hummers yöntemiyle Grafen Oksit (GO) sentezi ve karakterizasyonu, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji* 4 (2), 41–48, 2016.
8. Chen S.J., Collins F.G., Macleod A., Pan Z., Duan W.H., Wang C.M., Carbon nanotube-cement composites: a retrospect, *IES J. Part A: Civil Struct. Eng.*, 4 (4), 254–265, 2011.
9. Phrompet C., Sriwong C., Ruttanapun C., Mechanical, dielectric, thermal and antibacterial properties of reduced graphene oxide (rGO)-nanosized C3AH6 cement nanocomposites for smart cement-based materials, *Composites Part B: Engineering*, 175, 128–145, 2019.
10. Sharma S., Kothiyal N.C., Comparative effects of pristine and ball-milled graphene oxide on physico-chemical characteristics of cement mortar nanocomposites, *Construction and Building Materials*, 115, 256–268, 2016.
11. Korucu H., Şimşek B., Uygunoğlu T., Güvenç A.B., Yartaşı A., Statistical approach to carbon based materials reinforced cementitious composites: Mechanical, thermal, electrical and sulfuric acid resistance properties, *Composites Part B: Engineering*, 171, 347–360, 2019.
12. Jing G.J., Ye Z.M., Li C., Cui J., Wang S.X., Cheng X., A ball milling strategy to disperse graphene oxide in cement composites, *Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Materials*, 34 (6), 569–577, 2019.
13. Indukuri C.S.R., Nerella R., Madduru S.R.C., Effect of graphene oxide on microstructure and strengthened properties of fly ash and silica fume based cement composites, *Construction and Building Materials*, 229 (11), 63–68, 2019.
14. Fidan T., Alyamaç Seydibeyoğlu E., Experimental investigation of thermophysical and rheological properties of water-based nanofluids containing graphene nanoplatelets with different specific surface areas, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 37 (1), 389–398, 2021.
15. Muthu M., Yang E.H., Unluer C., Resistance of graphene oxide-modified cement pastes to hydrochloric acid attack, *Construction and Building Materials*, 273, 99–121, 2021.
16. Akarsh P.K., Bhat A.K., Graphene oxide incorporated concrete for rigid pavement application. In *Lecture Notes in Civil Engineering*, Springer, Singapore, 99, 2021.
17. British Standards Institution BSI., BS EN 197-1, 2013.
18. Hocaoğlu I., Investigation of the impacts of reinforcement steel's diameters on accelerated corrosion beginning for the concretes to which direct current applied, *Journal of Polytechnic* 25 (1), 381–388, 2022.
19. Marceno D.C., Kosynkin D.V., Berlin J.M., Sinitiskii A., Sun Z., Slesarev A., Alemany L.B., Lu W., Tour J.M., Improved synthesis of graphene oxide, *ACS Nano*, 4 (8), 4806–4814, 2010.
20. Alma H., Yazıcı M., Yıldırım B., Salan B., Tiyek İ., Coating and characterization of nano-sized graphene on spunbond nonwoven textile surface by electro drawing method, *Textile and Engineer*, 24 (108), 243–253, 2017.
21. Lu L., Ouyang D., Properties of cement mortar and ultra-high strength concrete incorporating graphene oxide nanosheets, *Nanomaterials*, 7, 187–201, 2017.
22. TS EN 197-1, Çimento- Bölüm 1: Genel çimentolar bileşim, özellikler ve uygunluk kriterleri, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara, Türkiye, 2012.
23. ASTM C305-20, Standard practice for mechanical mixing of hydraulic cement pastes and mortars of plastic consistency, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2020.
24. TS EN 12390-7, Beton- Sertleşmiş beton deneyleri- Bölüm 7: Sertleşmiş beton yoğunluğunun tayini, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara, Türkiye, 2010.
25. TS EN 196-1, Çimento deney metodları- Bölüm 1: Dayanım tayini, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara, Türkiye, 2016.
26. Ceylan S., Yazıcıoğlu S., Turanlı L., Usage of micronized zeolite in high performance concrete, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 36 (1), 163–176, 2020.
27. Kosmatka S., H., Voigt G., Taylor P., Integrated materials and construction practices for concrete pavement: a state-of-the-practice manual, Center for Transportation Research and Education, Iowa State University, America, 69–104, 2006.



28. Moradi F., Hajiloo H., Ghods P., Alizadeh A., Early age electrical resistivity behavior of various concrete mixtures subject to low temperature cycling, *Cement and Concrete Composites*, 83, 323-334, 2017.
29. ASTM International, ASTM C1074-14: Estimating concrete strength by the maturity method, West Conshohocken, PA, 2011.
30. Luo Y., Gan Y., Xu J., Yan Y., Shi Y., Effect of electric field intensity and frequency of AC electric field on the small-scale ethanol diffusion flame behaviors, *Applied Thermal Engineering*, 115, 1330-1336, 2017.
31. Kjaernsmo H., Kakay S., Fossa K.T., Gronli J., The effect of graphene oxide on cement mortar, *International Conference on Smart Engineering Materials*, Romania, 362, 120-132, 2018.
32. Uygunoğlu T., Topçu İ.B., Internet of things (IoT) based smart self-curing concrete production, *El-Cezeri Journal of Science and Engineering*, 8 (1), 245-253, 2021.
33. İnsapedia, <https://insapedia.com/hidratasyon-nedir-hidratasyona-etki-eden-faktorler>, 2021.
34. Hocaoğlu I., Investigation of the effect of current in zeolite-graphene oxide additives of mortar and development of a novel method for determining the setting time, *Journal of Building Engineering*, 46, 103803, 2022.
35. Qian Y., Abdallah M.Y., Kawashima S., Nanotechnology in construction. *Nanotechnology in Construction*, 259-264, 2015.
36. Chintalapudi K., Rao Pannem R.M., Strength properties of graphene oxide cement composites, *Materials Today: Proceedings*, 45 (4), 3971-3975 2021.
37. Kocataşkın F., Beton üretiminde istatistik kalite kontrolü, İMO İstanbul Şubesi, Beton Teknolojisi ve Sorular Semineri, İstanbul, 10, 1976.
38. Hu C.L., Han Y.G., Gao Y.Y., Zhang Y.M., Li Z.J., Property investigation of calcium silicate- hydrate (C-S-H) gel in cementitious composites, *Mater. Charact.*, 95 (9), 29-39, 2014.
39. Arslan M., Kırgız M.S., Mermer ve tuğla endüstrisi atıklarının çimentoda mineralojik katkı olarak kullanılması, TÜBİTAK Projesi, Proje No MAG-HD15 (105M086), Ankara, 2006.
40. Shenghua L., Yujuan Ma., Chaochao Q., Ting S., Jingjing L., Qingfang Z., Effect of graphene oxide nanosheets of microstructure and mechanical properties of cement composites, *Construction and Building Materials*, 49, 121-127, 2013.
41. Chuanlin H., Microstructure and mechanical properties of fly ash blended cement pastes, *Construction and Building Materials*, 73, 618-625, 2014.
42. Kırgız M.S., The literature researches relating to substituted and blended cement pastes' hydration compounds' determination as using scanning electron microscope, *Journal of Engineering and Architecture Faculty of Eskişehir Osmangazi University*, 24 (1), 73-90, 2011.