

Farklı Sıcaklıklarda Kalsine Edilen Killerin Mekanik Özellikleri ve Ultrases Hızlarının Erken Yaşlarda İncelenmesi

Sedat KURUGÖL

Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi, MYO, Mimari Restorasyon Programı, Şişli, İstanbul.

e-posta: sedat.kurugol@msgsu.edu.tr

Geliş Tarihi:20.01.2015; Kabul Tarihi:22.05.2015

Özet

Bu çalışmada, 550, 650, 750 ve 850 C° sıcaklıklarında pişirilmiş kil malzeme ile üretilmiş kireç bağlayıcı harçların pozolanik özellikleriyle ultrases hızları arasındaki ilişkiler incelenmektedir. Bu amaçla, yukarıda belirtilen sıcaklıklar arasında kalsine edilen killer pişirme işlemi sonrası uygun granülometrik boyutlara getirilerek XRD analizleri yapılmış daha sonra bu malzemelerle ASTM C 593-95 standardına göre kireç bağlayıcı harçlar hazırlanmıştır. Yapılan mekanik ve ultrases hızı ölçüm testleri sonucunda, çeşitli sıcaklıklarda kalsine edilmiş killerle üretilmiş harçların ultrases hızları ile pozolanik ve mekanik özellikleri arasında anlamlı ilişkilerin bulunduğu tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar pozolanik aktivitenin değerlendirilmesinde söz konusu tahribatsız yönteminin yardımcı bir metot olarak uygulanabileceğini göstermektedir.

Anahtar kelimeler

Kil; Kalsinasyon; Kireç harcı; Ultrases hızı; Pozolanik aktivite.

Investigation of the Mechanical Properties and Ultrasound Pulse Velocity of the Early Ages Mortars Clays Calcined at Different Temperatures

Abstract

In this study, the relationship between the pozzolanic properties of mortars produced with lime binder which were prepared by clay and calcined in 550, 650, 750 and 850 °C temperature range, and their ultrasound pulse velocity were examined. For this purpose, the clays which calcined between the above-mentioned temperatures are reduced to appropriate granulometric size after the process and XRD analysis was performed. After that based on the standard ASTM C 593-95 mortar with lime binders are prepared. As a result of mechanical and ultrasonic pulse velocity measurement tests, a linear relationship between the pozzolanic properties of mortars with lime binder that prepared by clay and calcined in different temperature ranges, and their ultrasound pulse velocity is found. The results obtained show that for evaluating pozzolanic activity, mentioned non-destructive methods can be applied as an assist method.

Keywords

Clay; Calcination; Lime mortars; Ultrasound pulse velocity; Pozzolanic activity.

1. Giriş

Tahribatsız deney yöntemleriyle malzeme özelliklerinin araştırılması ve özellikler arasında ilişkilerin kurulması çok güncel bir konu olup bu amaçla geliştirilmiş birçok teknik bulunmaktadır. Bunlardan birini de malzemenin iç yapı özellikleri hakkında önemli bilgiler veren ultrases hızından yararlanarak yapılan ölçüm teknikleri oluşturmaktadır. Bu yöntemle birçok malzemenin iç

© Afyon Kocatepe Üniversitesi yapı, mekanik özellik ve elastik modülleri arasında ilişkiler kurulabilmektedir. Ultrases hızı (USH) yöntemi, çeşitli malzemelerin mekanik özelliklerini tahribatsız olarak değerlendirmek amacıyla yaygın bir şekilde kullanılmıştır (Popovics *et al.* 1990). Literatürde de, doğal (Vasconcelos *et al.* 2008) ve özellikle çimento bağlayıcı beton ve harç gibi yapay taşlar (Yaman *et al.* 2002; Philippidis and Aggelis, 2005; Aggelis *et al.* 2005; Demirboğa *et al.* 2004; Mishra *et al.* 2003; Raman *et al.* 2007)

yanında ahşap gibi malzemelerin (Lourenço *et al.* 2007; Feio *et al.* 2007) mukavemet ve elastik özellikleri ile USH arasındaki ilişkiler üzerinde birçok çalışmaların yapıldığı izlenebilmektedir.

Bu yöntem, birçok çağdaş ve tarihi yapı malzemelerinin, laboratuvar şartları dışında da ölçümüne olanak sağlamak ve malzemenin yapıdaki durumu hakkında önemli bilgiler sunabilmektedir. Ultrases hızı ölçüm tekniği ile ayrıca mikrostrüktür, mikroçatlakların dağılımı, malzemeyi oluşturan farklı bileşenlerin arayüzeyleri arasındaki bağların niteliği, bileşenlerin reolojik ve mekanik özellikleri gibi birçok yapısal nitelikler de değerlendirilebilmektedir. Ultrases hızı ölçüm yönteminden uçucu kül katkılı çimento bağlayıcılı kompozitlerin hidrasyon aktivitesini tahmin etmek için de yararlanılmıştır (Mishra *et al.* 2003).

Ayrıca ultrases dalga hızının, betonun ve harcın yerleşme ve katılma davranışlarını etkileyen katkı maddelerine karşı duyarlı olduğu (De Belie *et al.* 2008), diğer malzemelerde olduğu gibi çimento ve epoksilerin mekanik özelliklerini karakterize etmek amacıyla ultrases dalgalarının kullanılabileceği (Labouret *et al.* 1998; Faiz *et al.* 1999), maddenin viskoelastik özelliklerine karşı hassas olmasından dolayı çimento kompozitlerinin kür proseslerini takip etmede de bu yöntemden yararlanılabileceği literatürde ifade edilmiştir (Mishra *et al.* 2003). Diğer yandan silis dumanı gibi bazı mineral katkıların betonun ultrases hızı değerlerini arttırdığı yönünde çalışmalar da bulunmaktadır (Yazıcıoğlu and Demirel, 2006).

Bu yöntem, puzolan katkılı çimento ve kireç bağlayıcılı kompozitlerde, puzolan ile $\text{Ca}(\text{HO})_2$ arasındaki puzolanik reaksiyonun gelişimini izlemek amacıyla da kullanılabilir. Bununla beraber puzolan katkılı harçlarda, puzolanik aktivite ve aktivite gelişiminin USH ile takip edilmesi ve aralarındaki ilişkilerin değerlendirilmesi konusundaki çalışmaların yetersiz olduğu literatürde de dikkati çekmektedir.

Bu kapsamda puzolanik aktivitenin ve silikatlaşma mekanizmasının gelişimini izlemek açısından farklı sıcaklıklarda pişirilmiş killer tipik bir örnek teşkil etmektedir. Çünkü, killer kalsinasyon sıcaklıklarına göre değişik puzolanik özelliklere sahip olabilmektedir. En iyi puzolanik aktivitenin kaolenli killerin yaklaşık 500 ve 800 C°'ler arasındaki sıcaklıklarda pişirilmeleri ile elde edilebileceği literatürde de belirtilmektedir (Shvarzman *et al.* 2003; Samet *et al.* 2007; Sabir *et al.* 2001; He *et al.* 1994). Dolayısıyla puzolanik aktiviteyi USH ile tespit etmek açısından farklı sıcaklıklarda pişirilmiş killer iyi bir örnek oluşturmaktadır.

Bu çalışmada çeşitli derecelerde kalsine edilmiş killerle üretilen kireç bağlayıcılı harçların erken yaştaki USH ile mekanik deneylerden elde edilen verilerle puzolanlık özelliğinin bir değerlendirmesi yapılmıştır.

Bu amaçla bir kil örneği belirtilen sıcaklıklar arasında pişirilerek bu malzemelerle kireç bağlayıcılı harçlar üretilmiş ve standart şartlarda kür edildikten sonra USH değerleri ölçülmüş, mekanik deneyler sonrası elde edilen verileriyle ultrases hızı değişimleri arasındaki ilişkiler değerlendirilmiştir.

2. Deneysel çalışmalar

2.1. Malzemeler, özellikler ve yöntem

Deneysel çalışmada kullanılmak üzere Beykoz (İstanbul) bölgesindeki kil yataklarından kırmızımsı renge sahip bir kil türü (K) temin edilmiştir. Kilin kimyasal kompozisyonu ve element içerikleri ICP-ES (Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy, ACME Analytical Labs.) analizleriyle tespit edilmiştir (Tablo 1, Tablo 2).

ASTM C 618-03 Standardına göre kalsine edilmiş killer "N" sınıfı puzolanlar gurubunu oluşturmakta ve puzolanik aktivite testinde kullanılacak maddenin içeriğindeki SiO_2 , Al_2O_3 ve Fe_2O_3 oranı toplamalarının da minimum % 70 olması öngörülmektedir. Kimyasal analiz sonuçlarından da

görüldüğü gibi çalışmada kullanılan kil örneği bu koşulu sağlamaktadır.

Tablo 1. Kilin kimyasal kompozisyonu ve fiziksel özelliği

Oksitler	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	LOI	TOP	TOP/C	TOP/S	δ
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	(g/cm ³)
K	59,85	14,56	7,57	2,96	5,66	1,45	2,62	0,94	0,2	0,12	3,8	99,9	0,7	0,03	2,43

LOI: Kızdırma kaybı, TOP: Oksitlerin toplamı, TOP/C, TOP/S= Oksit toplamı içerisindeki Karbon ve Sülfür oranları, δ=yoğunluk

Tablo 2. Örneğin iz element içerikleri

elementler	Cu	Ba	Zn	Ni	Co	Sr	Zr	Ce	Y	Nb	Sc	Ta
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
K	378	436	158	124	<20	211	184	65	27	19	17	<20

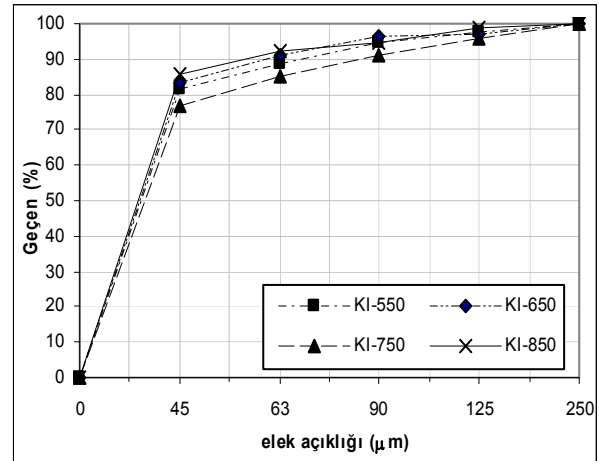
Çalışma kapsamınca bağlayıcı olarak kullanılan sanayi kirecinin fiziksel ve kimyasal özellikleri Tablo 3'de gösterilmektedir. Bağlayıcıdaki toplam CaO+MgO oranı %90 olup, bu miktar standardın öngördüğü koşulu yerine getirmektedir. Harç karışımlarında TS EN 196-1 Standardında, nitelikleri belirtilen standart kum kullanılmıştır.

Tablo 3. Kirecin fiziksel ve kimyasal özellikleri

Analizler	Değer	birim
CaO+MgO	90	%
Ca(OH) ₂	85	%
CO ₂	7	%
SO ₃	2	%
Asitte kayıp+SiO ₂	1,5	%
Yoğunluk	2,2	g/cm ³
Birim ağırlık	0,60	g/cm ³
Elek analizi, kalan		
200 µm	2	%
90 µm	7	%

Elde edilmiş kil örneği (K) dört guruba ayrılarak 550, 650, 750 ve 850 C^olerde elektrikle ısıtılmalı fırında [ÖZMAK max 1200 C^o (±5)] pişirilmiş ve her sıcaklık derecesinde fırında 30 dk. bekletilmişlerdir. Fırından alınan numuneler soğuduktan sonra öğütülerek 250, 125, 90, 63 ve 45 µm göz açıklığındaki standart eleklerden geçirilerek granülometri analizleri yapılmış ve örneklerin granülometrik dağılım oranları Şekil 1'de gösterilmiştir. ASTM C 618 03 standardında 45 µm elek üzerinde max % 34, ASTM C 593-95'de ise 600 µm göz açıklığında max % 2 ve 75 µm da da % 30 kalıntı kalması öngörülmektedir. Granülometri

analizi sonucuna göre tüm örnekler bu koşulu sağlamakta olup tane dağılım oranları genellikle birbirine yakın değerlere sahiptirler.



Şekil 1. Kalsine edilmiş her bir kil örneğinin granülometrik yapısı

2.2. Mineralojik (XRD) analizler

Kalsinasyon sonrası her kil gurubunun mineralojik (XRD) analizleri yapılarak pişirme işlemi sırasında örneklerin mineralojik yapısında meydana gelen değişimler değerlendirilmiştir. XRD analizleri; Bruker marka D8 Discover model X-Işını Kırınım Difraktometre cihazı ile yapılmış olup örneklerin mineralojik kompozisyonunu veren difraktogramlar, 40 kV ve 40 mA'de Ni filtre ile Vantec 500 dedektörü kullanılarak elde edilmiştir. Bu analizler MSGSÜ Kültür Varlıkları ve Sanat Eserleri Malzeme Uygulama ve Araştırma Merkezi laboratuvarında yapılmıştır.

2.3. Üretilen numuneler ve kür koşulları

Karışıma giren malzeme miktarları TS 25 standardına göre tespit edilmiş (Tablo 4) ve harçlar 40x40x160 mm. boyutlarındaki standart kalıplarda üretilmiştir. Harçların kür koşulları ise ASTM C 593-95'e göre yapılmıştır. Her bir kalsinasyon aralığında (K1-550, K2-650, K3-750 ve K4-850) üç adet olmak üzere toplam 12 adet harç örneği ile ayrıca kontrol amaçlı 3 adet de katkısız kireç harcı (KH) örneği hazırlanmıştır. Deney sonuçları 7 günlük verilerdir.

Tablo 4. Karışıma giren malzeme miktarlarını tespit yöntemi

Malzemeler	Miktar (gr)
Standart kum	1350
Hidrate kireç Ca(OH) ₂ (I)	150
Puzolan (p)	2x150x ($\delta p/\delta l$)*
Su	0,50 (150+p)

* δp = puzolanın yoğunluğu, δl = kirecin yoğunluğu

2.4. Ultrases hızı ölçümleri (USH) ve mekanik testler

Harçların ultrases hızı (v) tespitlerinde TS EN 14579 Standardı esas alınmış ve ses geçiş süresi (t) ölçümleri PUNDİT markalı ölçüm cihazında uzunlamasına olarak yapılmıştır (frekans 54 kHz).

Tablo 5. Kil karışımı örneklerin fiziksel ve mekanik özellikleri (7 günlük)

Örnek	Kalsinasyon (C°)	Birim ağırlık (g/cm ³)	Açık porozite (%)	USH (km/s)	E-Mod E _d (GPa)	Basınç dayanımı R _b (MPa)	Eğilmede çekme dayanımı R _e (MPa)	Yarmada çekme dayanımı R _y (MPa)
K	550	1,98	29,6	1,97	7,99	2,76	1,21	1,54
	650	1,98	29,5	2,10	8,92	3,17	1,31	1,58
	750	2,03	26,5	2,94	17,86	6,89	2,96	3,37
	850	2,06	26,8	2,92	17,85	6,27	2,73	3,06
KH		1,74	31,2	1,11	2,17	1,10	0,48	0,75

Mekanik deneyler ise 60-600 N kapasiteli Amsler (Type 6DB7F120) ile 375 kN kapasiteli (Losenhausenwerk model) üniversal hidrolik preslerde 2,5 N/s. yükleme hızında gerçekleştirilmiştir. Prizma örneklerde eğilme,

3. Sonuçlar ve tartışma

3.1 Kalsinasyonun killerin mineralojik yapıları üzerine etkisi

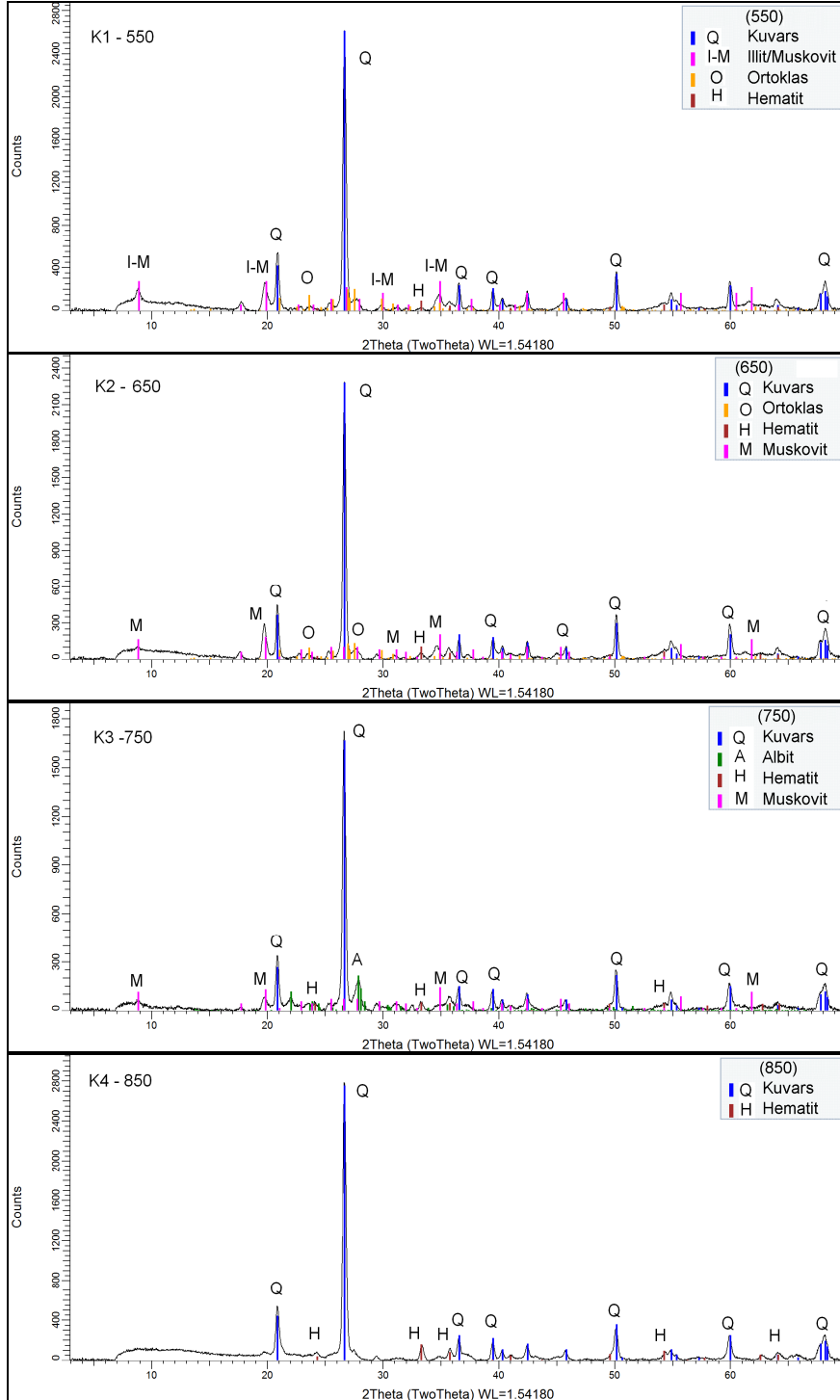
Her kil gurubunun mineralojik analizlerden elde edilen XRD difraktogramları Şekil 2 (a,b,c,d)'de gösterilmiştir. 550 C°'de kalsine edilmiş kil örneği baskın olarak kuvars mineralinden oluşmakta, az miktarda illit/muskovit ve ortoklas mineralleri de içermektedir. Eser miktarda hematitin varlığı da tanımlanmıştır.

650 C°'de pişirilmiş örnekte de benzer şekilde kuvars minerali ile az miktarda muskovit ve ortoklas mineralleri yanında eser miktarda hematit mineralinin de pik verdiği belirlenmiştir. Bu her iki sıcaklık aralığında illit dışında, kil örneğinin mineralojik yapısında önemli bir değişim görülmemektedir.

eğilmeden kalan parçalar üzerinde de basınç ve yarmada çekme testleri uygulanmış olup, eğilme ve basınç testlerinde TS EN 1015-11, yarmada çekme testinde de TS EN 12390-6 standardından hareket edilmiştir. İlgili testlerden elde edilen tüm veriler topluca Tablo 5'de gösterilmiştir.

750 C^ode pişmiş örnekte de baskın halde kuvars minerali, az miktarlarda muskovit, albit ile hematit mineralleri, 850 C^ode kalsine edilmiş örnek ise baskın olarak kuvars ve az miktarda hematit minerali tanımlanmıştır.

Difraktogramlardan da görülebileceği üzere, killerde sıcaklık artışına bağlı olarak illit/muskovit piklerinin kaybolduğu ve hematit piklerinin ise belirginleşme eğilimi içinde olduğu gözlenmektedir.



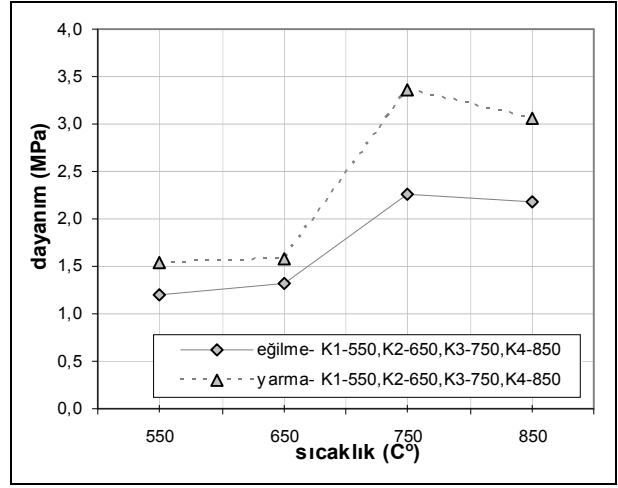
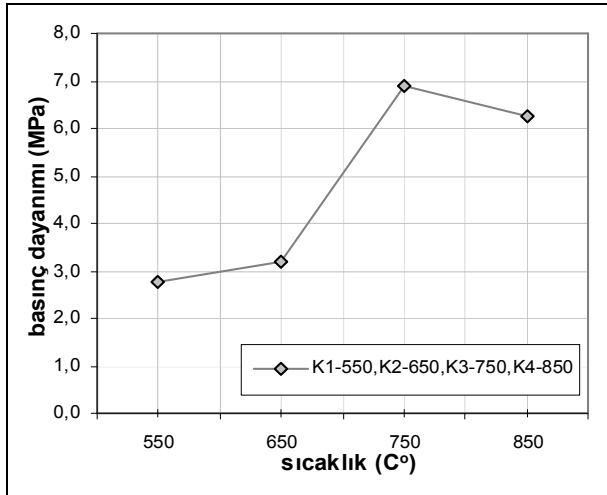
Şekil 2. (a,b,c,d) Dört sıcaklık aralığında kalsine edilmiş killerin mineralojik yapıları

illit minerali 550 C^oden sonra kimyasal yapısındaki su moleküllerini kaybederek muskovit yapısına

dönüşmüştür. Patern analizlerinde 550 C°'de kalsine edilmiş kil örneğinde tanımlanan illit pikleri aynı zamanda bu örneklerin zayıf puzolanik özelliğe sahip olmalarına işaret etmektedir. İllit minerallerinin puzolanik özellik üzerinde genellikle olumsuz bir etki oluşturduğu literatürde de belirtilmektedir (He *et al.* 1995; Chakchouk *et al.* 2006; Cara *et al.* 2006; He *et al.* 1995). Mekanik testlerden elde edilen sonuçlar da bu tespitleri destekler niteliktedir. Killere de rengini veren Hematit ise, kil örneğinin ICP-ES analizinde tespit edilen fazla miktardaki Fe₂O₃ bileşiği ile ilişkili olup, bu bileşiğin sıcaklık artışına bağlı olarak değişime uğramasıyla iç yapıda meydana gelen bir mineraldir.

3.2. Kalsinasyonun puzolanik aktivite ve mekanik davranış üzerine etkisi

Puzolanik aktivite için TS 25'de min. 4,0 MPa basınç dayanımı (R_b) değeri öngörülmüş olup bu değer ASTM-C 593-95'de 4,1 MPa'dır. 550 C°'de pişirilmiş kil karışımı örneklerin basınç dayanımı bu referans değerden daha düşüktür. 550 C°'den sonraki sıcaklıklarda pişirilmiş killi karışımların basınç dayanımları da artmaktadır.



Şekil 3. (a) Örneklerin pişme sıcaklığına bağlı olarak basınç ile (b) eğilme ve yarmada çekme dayanımlarındaki değişimler

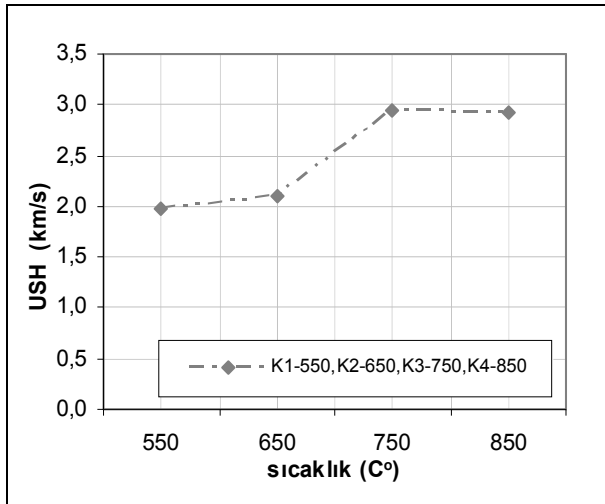
En yüksek basınç dayanımı ise 750 C°'de pişirilmiş kil karışımı örneklerde elde edilmiştir. 850 C°'de kalsine edilmiş kil kullanılarak üretilen örneklerin basınç dayanımında ve puzolanik aktivitesinde ise bir azalma eğilimi ortaya çıkmaktadır (Tablo 5) (Şekil 3a). Aynı ilişkiler örneklerin eğilme (R_e) ve yarmada çekme (R_y) dayanımları için de söz konusudur (Şekil 3b). KH (saf kireç harcı) karışımı dışındaki tüm örnekler 1,0 MPa eğilme dayanımı üzerinde değerler almışlardır. Maksimum eğilme ve yarmada çekme dayanımı değeri 750 ile 850 C°'lerde kalsine edilmiş kil karışımı örneklerde elde edilmiştir. Burada her iki mekanik özellik değerleri (R_e, R_y), basınç dayanımı verileri (R_b) ile karşılaştırıldığında birbirlerine çok benzer bir davranış sergiledikleri görülmektedir. Benzer durum düşük sıcaklıklarda pişirilmiş örneklerin her üç mekanik özelliği (R_b, R_e, R_y) arasında da söz konusudur.

Killerin puzolanik aktiviteleri üzerinde yapılmış çeşitli çalışmalarda da 850-900 C°'den sonra puzolanik özelliğin azaldığı (Baronio and Binda, 1997; He *et al.* 1994) ve bu azalmaya, sıcaklığın artmasına bağlı olarak amorf silisin kristalleşmesinin neden olduğu (Malhotra and Dave, 1999) belirtilmektedir. <800 C°'nin altında kalsine edilmiş killer genellikle iyi bir puzolanik özellik göstermektedirler (Chakchouk *et al.* 2006;

Cara *et al.* 2006). Dolayısıyla bu sonuçlar literatüre de uygundur. Maksimum puzolanik aktivite ve mekanik özellikler 750 C°de pişirilmiş killi karışımlarda (K3-750) elde edilmiştir. Hiçbir katkı içermeyen kireç harcının (KH) mekanik özellikleri ise beklendiği gibi çok düşüktür.

3.3. Kalsinasyonun USH ve Dinamik Elastik Modülü (E_d) üzerindeki etkisi

Killerin kalsinasyonuna bağlı olarak, bu killere üretilmiş harçların USH değerleri de artmaktadır. Tüm örneklerin ultrases hızları 1,97-2,94 km/s, E_d değerleri ise 7,99-17,86 GPa arasında değişmektedir (Tablo 4). 550 C°de kalsine edilmiş killerle üretilen harçların mekanik özellikleri gibi USH ve E_d değerleri de düşük elde edilmiştir. Dolayısıyla bu karışımların iç yapısında silikatlaşma ve rijit bir yapı oluşumunun henüz yavaş geliştiği söylenebilir. En yüksek USH ve E_d değerleri 750 C°de pişirilmiş killi karışımlarda elde edilmiştir. 850 C°de kalsine edilmiş killi karışımların (K4-850) USH değerlerinde ise önemli değişim olmamakla beraber bir azalma eğiliminin varlığı da izlenmektedir (Şekil 4).



Şekil 4. Killerin pişme sıcaklığı ile ultrases hızı arasındaki ilişkiler

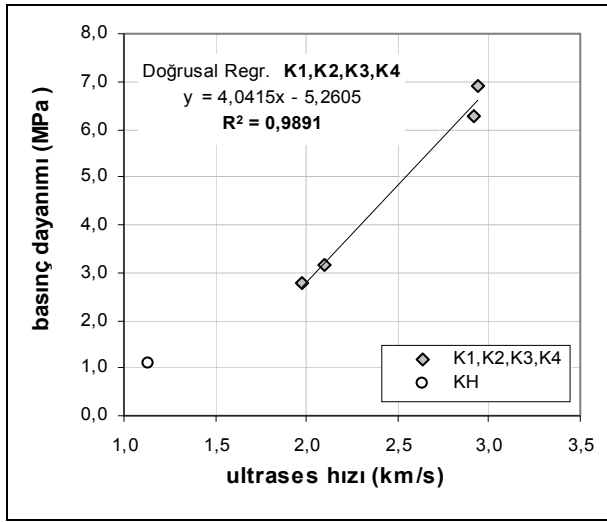
Bu davranış, 850 C°de sıcaklıkta pişirilmiş kildeki aktif minerallerin yeniden faz değiştirmeye başladıklarını ve bununla ilgili olarak puzolanik özelliklerinde de bir azalmanın söz konusu

olduğunu ifade etmektedir. Dolayısıyla puzolan ile $Ca(OH)_2$ arasındaki kimyasal reaksiyon da zayıflamaktadır. Bağlayıcı ve puzolan arasındaki puzolanik reaksiyonun azalmasıyla matris bileşenlerin (agrega/bağlayıcı) ara yüzeylerinde yeterince kurulamayan kimyasal bağlar, harçların ses geçiş sürelerini etkileyerek, ultrases hızları ve E_d değerlerinin de düşük değerler almasına yol açmaktadır.

Kil içermeyen kireç harcı örneğinde ise herhangi bir puzolanik reaksiyon söz konusu olmadığından USH değerleri de düşük elde edilmiştir. Bu harçlarda USH değerlerindeki artış, kirecin karbonatlaşmasına bağlı olarak zamanla değişebilir. Karbonizasyon ortamdaki CO_2 oranına göre çok yavaş gelişen bir reaksiyon olduğundan, kirecin karbonizasyona bağlı olarak ultrases geçiş süreleri uzun vadeli olarak takip edildikten sonra aradaki ilişkiler ayrıca değerlendirilebilir. Kireç bağlayıcılı harçlarda puzolan kullanılması durumunda zamana bağlı dayanım artışına hem karbonatlaşma hem de puzolanik reaksiyonlar katkı sağlamaktadır. Bu iki farklı mekanizmanın dayanıma katkılarını birbirinden ayırt etmek oldukça güç olup kontrollü deney düzenekleri gerektirir.

3.4. Harçların USH ile basınç dayanımları arasındaki korelasyon

Çalışmada, USH aracılığıyla mekanik özellikler arasındaki ilişkilerin araştırılmasında, basınç, eğilme ve yarma dayanımları (R_b , R_e , R_y) ile ilgili değerler dikkate alınmıştır. Burada bahsedilen mekanik özelliklerle ultrases hızı (v) arasındaki ilişkilerin anlamlı olduğunu belirtmek hatalı olmayacaktır. Üretilen tüm karışımlara ait basınç dayanımı (R_b) ve USH (v) değerleri, ilgili Şekil 5'de yer almaktadır.

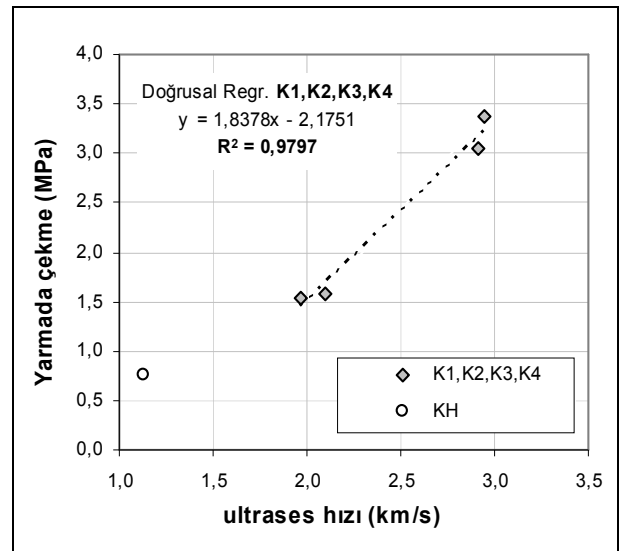
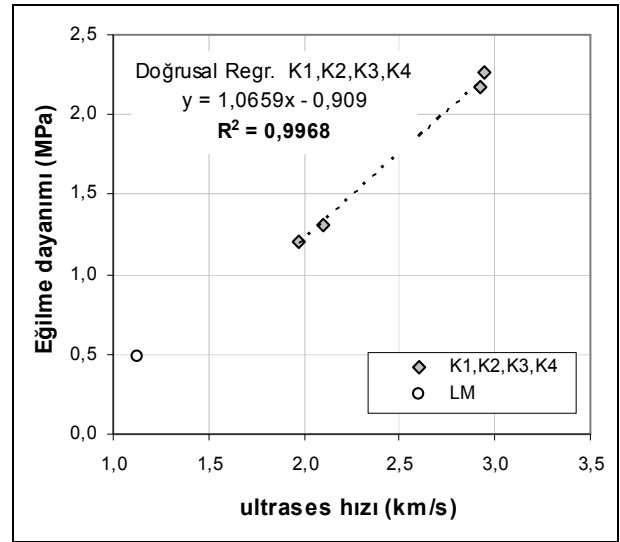


Şekil 5. Tüm karışımların doğrusal regresyonla basınç dayanımı ile ultrases hızı değerleri arasındaki korelasyon.

USH ile puzolanik aktivite ilişkisi için üretilen tüm harçların, deneysel verilerden hareket edilip, $R_b = f(v)$ şeklindeki bir ifadeyle USH ile R_b (basınç dayanımı) arasındaki ilişkiler doğrusal regresyonla araştırılmıştır. 550, 650, 750 ve 850 C°'de kalsine edilmiş killerle üretilmiş tüm karışımların USH ile basınç dayanımları (R_b) (puzolanik aktiviteleri) arasındaki lineer regresyon katsayısı (R_b) $R^2 = 0,989$ şeklinde belirlenmiştir (Şekil 5). Bu durum puzolanik aktivite ile USH arasında genelde iyi bir korelasyon bulunduğunu göstermektedir.

3.5. Harçların USH ile eğilme ve yarmada çekme dayanımları arasındaki korelasyon

Aynı şekilde deneysel veriler kullanılarak doğrusal regresyonla $R_e = f(v)$ şeklindeki ifadeyle, eğilme (R_e) ve yarmada çekme dayanımları (R_y) arasındaki ilişkiler araştırılmış ve bu değerlendirmeler de basınç dayanımı ile ilgili koşullara benzer şekilde yapılmıştır. Burada da USH ile harçların eğilme (R_e) dayanımları arasında benzer ilişkiler kurulabilmektedir.



Şekil 6. (a) Killerin pişme sıcaklığına bağlı olarak bu killerle üretilmiş harçların ultrases hızları ile eğilme ve **(b)** yarma dayanımları arasındaki ilişkilerin doğrusal regresyonla irdelenmesi.

Basınç dayanımlarında olduğu gibi kil karışımı her harç gurubunun USH ile eğilme dayanımları (R_e), arasındaki korelasyon $R^2 = 0,996$ gibi yüksek bir değere sahip olup söz konusu iki özellik arasında da lineer sayılabilecek bir ilişkinin varlığı görülmektedir (Şekil 6a).

USH ile harçların yarmada çekme (R_y) dayanımları arasında da benzer ilişkiler kurulabilmektedir. Burada da kil karışımı her harç gurubunun USH ile yarmada çekme dayanımları arasındaki korelasyon katsayısı $R^2 = 0,979$ şeklinde belirlenmiş olup, bu iki özellik arasında da anlamlı bir ilişkinin bulunduğu

görülmektedir (Şekil 6b).

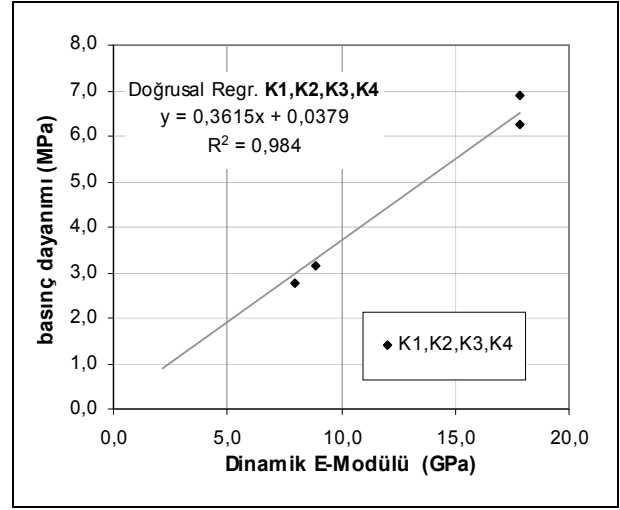
Şekil 6(a) ve Şekil 6(b)'nin birlikte değerlendirilmesiyle, bu üç mukavemet özelliğinden elde edilebilecek sonuç, R_b , R_e , ve R_y özellikleri arasındaki genel uyumdur. Her üç özellik için yapılan korelasyon araştırmasında bu özellikleri ifade eden tüm örneklere ait her bir regresyon doğrularının, anlamlı sayılabilecek bir korelasyon katsayısına sahip olmalarıdır. Buradan, puzolanik maddeler içeren harç özelliklerinin, ölçülecek ultrases geçiş süresi ve buradan bulunacak ultrases hızı aracılığı ile, belirli bir güvenlikte kestirilebileceği sonucu da çıkmaktadır.

3.6. Harçların puzolanik özellikleriyle E-Modülü arasındaki korelasyon

Benzer şekilde deneysel veriler kullanılarak doğrusal regresyonla, tüm örneklerin basınç dayanımları (R_b) (puzolanik aktiviteleri) ile ve dinamik E-Modülü değerleri arasındaki ilişkiler araştırılmış ve değerlendirmeler sonucu bu özellikler arasında da genelde doğrusal bir korelasyonun bulunduğu belirlenmiştir ($R^2 = 0,984$) (Şekil 7).

Bu veriler doğrultusunda, çeşitli sıcaklıklarda kalsine edilmiş killerle üretilmiş harçların tahribatsız ultrases hızı (USH) ölçümlerinden hareketle, o killerin sahip oldukları puzolanik aktivitesi ile bu killerle üretilmiş harçların mekanik özellikleri arasında güvenilebilir ilişkilerin bulunduğu anlaşılmaktadır.

Puzolanik reaksiyonla oluşan rijit iç yapı ses dalgalarının geçiş sürelerini hızlandırmakta ve harcın USH değerlerini arttırmaktadır. Böylece daha iyi bir kohezyon özelliği kazanan harcın mekanik özellikleri de iyileşmektedir.



Şekil 7. Örneklerin basınç dayanımı (puzolanik özellikleri) ile dinamik elastik modülü arasındaki doğrusal regresyon ilişkisi

Aktif bileşikleri az olan puzolan malzemeler, bağlayıcıdaki $Ca(OH)_2$ ile yeterli oranda reaksiyona giremediklerinden silikatlaşma tam olarak gerçekleşmemekte, dolayısıyla nispeten gevşek (kohezyonsuz) bir iç yapı oluşmakta ve bu durum harçların USH ile mekanik özelliklerinin düşük değerler almasına yol açmaktadır. Nitekim K1-550 ve K2-650 karışımları böyle bir davranış sergilemektedirler. Bu veriler doğrultusunda erken yaşta puzolanik aktivitenin tahribatsız ultrases hızı ölçüm yöntemiyle de tahmin edilebileceği rahatlıkla ileri sürülebilir. Ayrıca bütünlük açısından bunun diğer mekanik deneylerle de desteklenmesi yararlı olur.

4. Genel Değerlendirmeler ve Sonuç

Bu deneysel çalışma kapsamınca ilgili özellikler açısından araştırılan davranışların, benzer karışım oranları, kür koşulları ve test süresi dikkate alınacak olursa, ultrases hızı aracılığı ile malzemenin çeşitli mekanik özelliklerinin takibinin olanaklı ve anlamlı olabileceği sonucuna varılmaktadır. Deneysel çalışmada izlenen bu ilk 7 günlük özelliklerle ilgili ilişkiler, muhtemelen ileriki yaşlar için de geçerli olabilecektir. Fakat bunun kesinlik kazanması için benzer yaklaşımla, puzolan katkılı kireç bağlayıcı harçların mekanik özellikleriyle ultrases hızı arasındaki tespitlerin daha uzun süreli olarak

yapılması da önem taşımaktadır. Çeşitli sıcaklıklarda pişmiş killerin katılmasıyla hazırlanmış dört ayrı kireç harcı serisinin temel mekanik özelliklerinin ultrases hızı aracılığı ile takibi ve değerlendirmesine yönelik olarak yapılan bu deneysel çalışmadan elde edilen sonuçlar ise şöyle özetlenebilir:

1- Uygun kimyasal ve mineralojik kompozisyona sahip killer, kalsinasyona bağlı olarak değişik puzolanik aktiviteye sahip olmaktadır.

2- Bütün örneklerin ultrases hızı değerleri ile mekanik özellikleri arasında genelde anlamlı ilişkiler mevcuttur. Puzolan bir malzeme ile üretilmiş kireç harçlarının ultrases hız ölçümüyle harcın puzolanik özelliği hakkında da güvenilir bilgiler elde edilebilir, fakat puzolanlık derecesi için mekanik testlerle bu durumun desteklenmesi gerekir.

3. Pişmiş killerin, farklı derecelerdeki kalsinasyon aralıklarına göre kazandıkları puzolanik özellikler, bu malzemelerle üretilmiş kireç harçlarının ultrases hızı değerleri arasında tatmin edici sayılabilecek bir korelasyon mevcuttur. Aynı ilişki bu harçların diğer mekanik özelliklerinde de söz konusudur.

4- Bir maddenin puzolanik aktivitesi az olsa bile bu özellik, bu madde ile üretilmiş harçların ultrases hızı değerlerini etkilemektedir. Dolayısıyla kullanılan mineral bir katkının puzolanik özelliğinin olup olmadığı, varsa bu özelliğin seviyesi, ultrases hızı aracılığı ile belirli bir güvenlikle belirlenerek takip edilebilir.

Sonuç olarak, pişmiş killerin puzolanik aktiviteleri, bu malzemelerle üretilmiş harçların ultrases hızı ölçüm yöntemiyle de tahmin edilebilir. Aynı yöntemin çeşitli doğal ve yapay puzolanlarla üretilmiş kompozitlerde de uygulanması ve bunun daha uzun süreli olarak takibi, konunun bütünlüğü açısından ayrıca önerilebilir.

Kaynaklar

Aggelis, D.G., Polyzos, D. and Philippidis, T.P., 2005.

Wave dispersion and attenuation in fresh mortar: theoretical predictions vs. experimental results. *J. Mech. Phys. Solids*, **53**, 857–883.

ASTM C 593-95, Reapproved 2000. Standard Specification for Fly Ash and Other Pozzolans for Use With Lime.

ASTM C 618-03 Standart Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete.

Baronio, G. and Binda, L., 1997. Study of the Pozzolanacitiy of some Bricks and Clays. *Construction and Building Materials*, Vol. II, No.1, 70-78.

Cara, S., Carcangiu, C., Massidda, L., Meloni, P., Sana, U. and Tamanin, M., 2006. Assessment of pozzolan potential in lime–water systems of raw and calcined kaolinic clays from the Donnigazza Mine (Italy). *Applied Clay Science*, **33**, 66–72.

Chakchouk, A., Samet, B. and Mnif, T., 2006. Study on the potential use of Tunisian clays as pozzolan materials. *Applied Clay Science*, **33**, 69-88.

De Belie, N., Grosse, C. and Gert, B., 2008. Ultrasonic Transmission to Monitor Setting and Hardening of Fly Ash Concrete, *ACI Material Journal*, **105** (3), 221-226.

Demirboğa, R., Türkmen, İ., Karakoç, M.B., 2004. Relationship between ultrasonic velocity and compressive strength for high-volume mineral-admixtural concrete, *Cement and Concr. Res.*, **34**, 2329-2336.

EN 14579, 2004. Natural Stone Test Methods - Determination of sound speed propagation.

Feio, A., Lourenço, P.B. and Machado, J.S., 2007. New and old chestnut wood paralel to the grain: mechanical behaviour and non-destructive evaluation, *International Journal of Architectural Heritage*, **3** (1), 272-292.

Faiz, B., Maze, G., Decultot, D., Moudden, A., Assif, E.H. and Ezzaidi, M., 1999. Ultrasonic characterization

- of the quality of an epoxy resin polymerization. *IEEE Trans Ultrason Ferroelectr Freq Control*, **46**, 188-196.
- He, C., Makovicky, E. and Osaek, B., 1994. Thermal Stability and Pozzolanic Activity of Calcined Kaolin, *Applied clay Science*, **9**, 165-187.
- He, C., Makovicky, E. and Osbaeck, B., 1995. Thermal stability and pozzolanic activity of calcined illite, *Applied Clay Science*, **9**, 337-354.
- He, C., Osbaeck, B. and Makovicky, E., 1995. Pozzolanic reactions of six principal clay minerals: activation, reactivity assessments and technological effects. *Cem. Concr. Res.* **25**, 1691–1702.
- Labouret, S., Looten-baquest, I., Bruneel, C., Forhly, J., 1998. Ultrasound method for monitoring rheology properties evolution of cement, *Ultrasonic*, **36**, 205-208.
- Lourenço, P.B., Feio, A. and Machado, J.S., 2007. Chestnut wood in compression perpendicular to the grain: non-destructive correlation for new and old wood. *Construction and Building Materials*, **21**, (8), 1617-1627.
- Malhotra, S.K. and Dave, N.G., 1999. Investigation into the effect of addition of fly ash and burn clay pozzolana on certain engineering properties of cement composites. *Cem. Concrete Composites*, **21**, 285-291.
- Mishra, S.R., Kumar, A., Park, A., Rho, J., Losby, J. and Hoffmeister, B.K., 2003. Ultrasonic characterization of the curing process of PCC fly ash-cement composites, *Materials Characterization*, **50**, 317-323.
- Philippidis, T.P. and Aggelis, D.G., 2005. Experimental study of wave dispersion and attenuation in concrete, *Ultrasonics*, **43**, 584–595.
- Popovics, S., Rose, J.L. and Popovics, J.S., 1990. The behavior of ultrasonic pulse in concrete. *Cem. Concr. Res.*, **20**, 259–270.
- Raman, S.N., Safiuddin, M.D. and Zain, M.F.M., 2007. Non-destructive evaluation of flowing concretes in incorporating quarry waste, *Asian journal of civil engineering (Building and Housing)*, **8**, no. 6, 597-614.
- Sabir, B., Wild, S. and Bai, J. 2001. Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete, *Cement and Concrete Composites*, **23**, No.6, 441-454.
- Samet, B., Chakchouk, A., Mnif, T. and Tagnit-Hamou A., 2007. Influence of mineralogy of Tunisian clays on pozzolanic activity-assessment by different methods. *Advances in Cement Research*, **19** (2), 57-65
- Shvarzman, K., Kovler, K., Schamban, I., Grader, G.S., Shter, G.E., 2003. The effect of dehydroxylation/amorphization degree on pozzolanic activity of kaolinite, *Cem. and Concr. Res.*, **33**, 405-416.
- TS EN 196-1. 1997. Methods of testing cement- Determination of strength. Ankara.
- TS EN 1015-11, 2000. Methods of Test Mortar for Masonry – Part 11 Determination of compressive and flexure strength of hardened mortars, Ankara.
- TS EN 12390-6, 2002. Testing hardened concrete - Part 6: Tensile splitting strength fo test specimens, Ankara.
- TS 25 Doğal Puzolan (Tras) - Çimento ve Betonda Kullanılan - Tarifler, Gereklere ve Uygunluk Kriterleri. 2008. Ankara.
- Vasconcelos, G., Lourenço, P.B. and Alves, C.A.S., 2008. Pamplona, J., Ultrasonic evaluation of the physical properties of granites. *Ultrasonic*, **48**, 453-466.
- Yaman, I.O., Aktan, H. and Hearn, N., 2002. Active and nonactive porosity in concrete – part II: evaluation of existing models, *Mater. Struct.*, **35**, 110–116.
- Yazıcıoğlu, S. and Demirel, B., 2006. The effect of the of Elaziğ Region used as a Pozzolanic Additive on the Compressive strength of Concrete increasing cure ages. *Science and Eng. J. of Firat Univ.*, **18**, (3), 367-374.