

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ÇİMENTO HARÇLARININ MİKROYAPI-BASINÇ
DAYANIMI İLİŞKİSİNİN İNCELENMESİ

Ali Uğur ÖZTÜRK

Nisan, 2009

İZMİR

ÇİMENTO HARÇLARININ MİKROYAPI-BASINÇ DAYANIMI İLİŞKİSİNİN İNCELENMESİ

Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Doktora Tezi

İnşaat Mühendisliği Bölümü, Yapı Malzemesi Anabilim Dalı

Ali Uğur ÖZTÜRK

Nisan, 2009

İZMİR

DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

ALİ UĞUR ÖZTÜRK, tarafından **PROF. DR. BÜLENT BARADAN** yönetiminde hazırlanan “**ÇİMENTO HARÇLARININ MİKROYAPI-BASINÇ DAYANIMI İLİŞKİSİNİN İNCELENMESİ**” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

.....
Prof. Dr. Bülent BARADAN

Danışman

.....
Prof. Dr. Kambiz RAMYAR

Tez İzleme Komitesi Üyesi

.....

Jüri Üyesi

.....
Prof. Dr. İ. Akın ALTUN

Tez İzleme Komitesi Üyesi

.....

Jüri Üyesi

Prof. Dr. Cahit HELVACI

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜR

Akademik çalışmalarım sırasında bana ışık tutan, değerli yorum ve katkıları ile yol gösteren ve eğitim hayatım boyunca yetişmemde ve bakış açımın gelişmesinde yardımcı olan Sn. Prof. Dr. Bülent BARADAN'a teşekkür ederim.

Doktora tez çalışmalarım sırasında yol gösteren, yapıcı eleştirileri ve yorumları ile çalışmanın daha da ilerlemesine destek veren tez izleme komitesi üyeleri Sn. Prof. Dr. Kambiz RAMYAR ve Sn. Prof. Dr. İ. Akın ALTUN'a teşekkür ederim.

Ecole Polytechnique Üniversitesi'nde görüntü analizleri ve mikroyapı çalışmaları konusunda araştırma yapabilme olanağı verdiği için Prof. Dr. Karen SCRIVENER'a ve "Laboratory of Construction Materials - LMC" çalışanlarından Dr. Emmanulle GALLUCCI, Dr. Julien KIGHELMAN ve Dr. Mohsen Ben HAHA'ya yakın ilgilerinden dolayı teşekkür ederim.

Dokuz Eylül Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği bölümü çalışanlarından Araş. Gör. Esra DOKUMACI, Araş. Gör. Işıl BİRLİK, Araş. Gör. Onur ERTUĞRUL ve tekniker Dalyan ÖZKAN'a örnek hazırlama ve görüntü alma çalışmaları sırasında gösterdikleri yardımlardan dolayı teşekkür ederim.

Değerli yorumları ve önerileri ile istatistiksel analizlerin gelişmesinde katkıları bulunan Sn. Prof. Dr. Ertuğrul BENZEDEN ve Sn. Araş. Gör. Okan ÖNAL'a, Yapı ve Yapı Malzemesi Anabilim dallarındaki değerli hocalarım ve araştırma görevlisi arkadaşlarıma göstermiş oldukları yakın ilgi ve yardımlar için teşekkür ederim.

Hayatım boyunca gösterdikleri maddi ve manevi sonsuz destek için, sahip olduklarımı borçlu olduğum babam İlker ÖZTÜRK'e ve annem Hikmet ÖZTÜRK'e, ve her an yanımda olduğunu hissettiğim kardeşim Yasemin ÖZTÜRK ÇINARLI'ya teşekkür ederim.

Doktora çalışmalarım sırasında göstermiş oldukları anlayış ve destek için ERYİĞİT ailesine ve motive edici sözleri ile Ersoy ÇINARLI'ya teşekkür ederim.

Son olarak, sevgili eşim Filiz'e teşekkür ederim. Çalışmalarım sırasında göstermiş olduğu karşılığı olmayan sonsuz sabır, anlayış ve destek için teşekkür ederim. Sevgili oğlum, şans kaynağım Efe ÖZTÜRK'e hayatımıza geldiği için teşekkür ederim.

Ali Uğur ÖZTÜRK

ÇİMENTO HARÇLARININ MİKROYAPI-BASINÇ DAYANIMI İLİŞKİSİNİN İNCELENMESİ

ÖZ

Bu çalışmada, çimento harçları üzerinde gerçekleştirilen mikroyapı incelemeleri sonucu elde edilen mikroyapısal değerler ile makro özelliklerin en önemlisi olan basınç dayanımı arasındaki ilişki kurulmuştur. Mikroyapısal incelemeler sonucu; boşluk alan oranı, toplam boşluk uzunluk(TL), toplam dentrik uzunluk (TDL), ortalama yuvarlaklık (AR) gibi boşluk fazına ait özellikler incelenmiştir. Buna ek olarak, diğer fazların miktarlarını simgeleyen; hidrate kısım alan oranı, $Ca(OH_2)$ faz alan oranı ve anhidrate kısım alan oranı değerleri de elde edilmiştir. Çalışmada kullanılan priz geciktirici kimyasal katkıların kullanım dozajına ve zamana bağlı olarak bu fazların değişimi incelenmiştir. Kullanım dozajı arttıkça hidratasyon ürünlerinin gelişiminde bir azalma görülmüştür.

Diğer yandan, farklı tip kimyasal katkıların farklı kullanım dozajlarında kullanılması ile hazırlanan çimento harçlarına ait dayanım değerleri elde edilmiştir. Kimyasal katkı kullanılan örneklerde erken yaşlarda dayanım değerlerinin artışında bir gecikme görülmektedir. Naftalin sülfonat bazlı kimyasal katkının kullanımı ile hazırlanan çimento harcı örnekleri en yüksek dayanım değerlerini vermiştir. Aşırı doz kullanılarak hazırlanan örneklerin dayanım değerleri kontrol örneklerine kıyasla çok daha düşük bulunmuştur.

Mikro yapı- makro özellik ilişkisinin incelenmesi sırasında 6 büyüklük (toplam dentrik uzunluk, toplam boşluk uzunluk, ortalama yuvarlaklık, boşluk alan oranı, hidrate olmuş kısım alan oranı ve anhidrate kısım) basınç dayanımı ile ilişkilendirilmiştir.

Bu ilişki çok güçlü olmasına karşın, çoklu lineer regresyon analizi ile yapılan değerlendirilmeler sonucu; yalnızca iki mikroyapı büyüklüğünün (toplam dentrik uzunluk ve hidrate kısım alan oranı) ölçümünün yeterince güvenilir mikroyapı-basınç

dayanımı iliřkisini verdiđi belirlenmiřtir. Bu analiz dayanım üzerinde etkili olan boşluk fazının miktarından çok, bu boşlukların birbirleri ile bağlantılı kanallı bir sisteme sahip olup olmamalarının dayanım üzerinde daha etkili olduğunu göstermiştir.

Anahtar Sözcükler: Çimento harçı, görüntü analizi, mikroyapı, basınç dayanımı, priz geciktirici kimyasal katkıları, mikroyapı-makro özellik iliřkisi

INVESTIGATION of MICROSTRUCTURE-COMPRESSIVE STRENGTH RELATIONSHIP of CEMENT MORTARS

ABSTRACT

A relationship between the microstructure formation and compressive strength of cement mortars has been established in the scope of this thesis. Microstructure properties such as; pore area ratio, total pore length (TL), total dendrite length (TDL) and average roundness (AR) of pore phases were determined by microstructural investigations. Also, hydrated part area, Ca(OH)_2 phase area and unhydrated part area ratios were calculated based on image analysis methods. The influence of incorporation of chemical admixtures (retarders) at different dosages on the development of these phases has also been investigated. A decrease in the development of hydration products has been observed with the increasing dosages.

A delay on the development rate of compressive strength by incorporation of chemical admixtures at early ages has been determined. The highest strength values were obtained for the cement mortars prepared by naphthalene sulphonate based chemical admixtures. The strength values of specimens prepared with overdosage were lower than those of control specimens. Six parameters (pore area ratio, total pore length, total dendrite length, average roundness, hydrated part area ratio and unhydrated part area ratio) were correlated to compressive strength values of different mixtures.

Although this relationship is strong, multiple linear regression investigations indicate that determination of only two parameters (total dendrite length and hydrated part area ratio) is sufficient enough to represent the relationship of microstructural formation-compressive strength confidently. This analysis indicates that the connected channel system of pore phase is more effective on strength than the amount of pore phase.

Keywords: Cement mortar, image analysis, microstructure, compressive strength, retarders, microstructure-macro properties relationship

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
ÖZ.....	v
ABSTRACT.....	vii
BÖLÜM BİR-GİRİŞ.....	1
1.1. Amaç ve Kapsam.....	3
1.2. Çalışma Planı.....	6
BÖLÜM İKİ-KİMYASAL KATKILAR.....	9
2.1. Kimyasal Katkıların Tanımı.....	10
2.1.1. Kimyasal Katkıların Olumlu ve Olumsuz Yönleri.....	11
2.1.2. Kimyasal Katkı Tipleri.....	13
2.2. Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Katkılar.....	21
2.2.1. Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Sınıflandırılması.....	23
2.2.2. Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Kompozisyonları.....	24
2.2.3 Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Uygulamaları.....	25
2.2.4. Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Kullanım Dozajları.....	25
2.2.5. Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Taze Betona Etkileri.....	26
2.2.5.1. Su Azaltma.....	26

2.2.5.2. Hava Sürüklenme.....	27
2.2.5.3. İşlenebilirlik.....	27
2.2.5.4. İşlenebilirlik Kaybı Oranı.....	28
2.2.5.5. Sonlama (Yüzey İşlemleri).....	28
2.2.5.6. Priz Süresi.....	28
2.2.5.7. Hidratasyon Isısı.....	29
2.2.6. Sertleşmiş Betona Etkileri.....	29
2.2.6.1. Dayanım.....	29
2.2.6.2. Rötne ve Sünme.....	30
2.2.6.3. Donma ve Çözülme Direnci.....	30
2.2.7. Değerlendirmeler.....	30

BÖLÜM ÜÇ- ÇİMENTO ESASLI MALZEMELERDE MİKROYAPI ve GÖRÜNTÜ ANALİZİ ÇALIŞMALARI.....32

3.1. Taramalı Elektron Mikroskop ile Çimento Esaslı Yapı Malzemelerinin Mikroyapısal Analizi.....	36
3.1.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	36
3.2. SEM Altında Çimento Esaslı Malzemeler.....	39
3.2.1. Mikroyapının Tanımı.....	39
3.2.2. Çimento Esaslı Malzemelerin Karmaşık Mikroyapısı.....	39
3.2.3. Agregata Fazının mikroyapısı.....	42
3.2.4. Hidrate Olmuş Çimento Hamurunun Mikroyapısı.....	43
3.2.4.1. Kalsiyum Silikat Hidrat (CSH).....	46
3.2.4.2 Kalsiyum Hidroksit (CH).....	47
3.2.4.3. Kalsiyum Sülfat Hidrat.....	49
3.2.4.4. Hidrate Olmamış Çimento Tanecikleri.....	50
3.2.4.5. Çimento Hamurundaki Boşluklar.....	51
3.2.4.6. CSH'daki Ara Katman Boşluğu.....	53
3.2.4.7. Kapiller Boşluklar.....	53
3.3. Mikroyapıların Bilgisayar Ortamında Simülasyonu.....	54

BÖLÜM DÖRT-ÇİMENTO HARCİ DENEYLERİ.....56

4.1 Malzeme Temini ve Özellikleri.....	56
4.2 Çimento Harcı Deney Sonuçları.....	59
4.2.1. Akış ve Akış Alan Oranı Değerlerinin İncelenmesi.....	60
4.2.2. Priz Süresi Değerlerinin İncelenmesi.....	64
4.2.3. Basınç, Eğilme ve Eğilme Sonrası Basınç Dayanımı Deney Verilerinin Değerlendirilmesi.....	66

BÖLÜM BEŞ-GÖRÜNTÜ ALMA ve GÖRÜNTÜ ANALİZİ

ÇALIŞMALAR.....99

5.1. Örnek Hazırlama.....	99
5.2.SEM Uygulamaları İle Görüntü Alma.....	104
5.3.Görüntü Analizlerinin Yapılması.....	106

BÖLÜM ALTI-GÖRÜNTÜ ANALİZLERİ SONUÇLARI.....111

6.1. Görüntü Analizi Sonuçları.....	112
6.2. Değerlendirmeler.....	153

BÖLÜM YEDİ-MİKROYAPI-BASINÇ DAYANIMI İLİŞKİSİ.....155

7.1. Mikroyapısal Fazlar ile Basınç Dayanımı İlişkisi.....	156
7.2. Mikroyapı-Dayanım İlişkisinin Çoklu Lineer Regresyon Analizi.....	160
7.2.1. Verilerin Çoklu Lineer Regresyon Analizi.....	160
7.2.1.1. F-testi.....	168
7.2.1.2. T-testi.....	168
7.2.1.3. Kısmi F-testi.....	169
7.2.1.4. Geri Eliminasyon.....	170
7.3. Değerlendirmeler.....	175

BÖLÜM SEKİZ-SONUÇLAR ve ÖNERİLER.....	178
8.1. Görüntü Analizi Çalışmaları Sonuçları.....	178
8.2. Öneriler.....	181
KAYNAKLAR.....	183
EKLER.....	193
EK A- ÇİMENTO HARÇ ÖRNEKLERİNE AİT DAYANIM DEĞERLERİ	
EK B- ÇİMENTO HARÇ ÖRNEKLERİNE AİT MİKROGRAFIKLER	
EK C- MİKROYAPISAL ÖZELLİKLERİN ZAMANA VE DOZAJA BAĞLI DEĞİŞİMLERİ	

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

Çimento esaslı malzemelerin, günümüz inşaat sektöründe yapısal elemanların üretimindeki payı ülkemiz gibi hızlı ve gelişmekte olan yapılanma potansiyeline sahip ülkelerde büyüktür. Özellikle çimento esaslı malzemelerden beton; gerek üretim teknolojilerinin geliştirilmesi gerekse kalite kontrol açısından günümüz şartlarında avantaj sağlayan hazır beton üretiminin yeterli ölçüde ilerlemesi ve yaygınlaşması dolayısı ile yapısal elemanların üretiminde en çok kullanılan yapı malzemesidir.

Nitekim, çimento esaslı malzemelerin yapısal özelliklerinden olan dayanım ve fiziksel, kimyasal, biyolojik agresif ortamlara karşı dayanıklılığını simgeleyen durabilite gibi makro özellikleri; gerek çevresel faktörler ile ilgili üretim koşulları gerekse kimyasal ve mineral katkıların kullanımı gibi üretim teknolojilerinden fazla derecede etkilenir.

Dayanım ve durabilite gibi çimento esaslı yapısal elemanların makro özellik olarak sınıflandırılacak ve yapısal elemanların servis ömrünü ve nihai kullanım ortamlarındaki performanslarını işaret edecek bu özellikler, üretilen çimento esaslı malzemelerin hidrasyon sürecinde zamana ve üretim teknolojisine göre değişen mikroyapı özelliklerinden oldukça etkilenirler. Çimento esaslı malzemelerin mikroyapıları oldukça heterojen ve karmaşık olmasına karşın, makro özellikler üzerinde içyapı fazlarının ve bu fazlara ait özelliklerin bilinmesi üretim teknolojilerinin ve üretim koşullarında alınacak önlemlerin belirlenmesi, sonuç olarak istenilen ve ihtiyaç duyulan nihai makro özelliklere ulaşılması açısından büyük önem taşır.

Günümüzde kullanılan bilgisayar destekli görüntü alma ve alınan görüntüler üzerinde gerçekleştirilen görüntü analizi tekniklerinin gelişmesi ön görülen mikroyapı-makro özellik ilişkisinin saptanması açısından büyük avantajlar

sağlamaktadır. Gelişen görüntü alma teknolojileri sayesinde artık rahatlıkla çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal özellikleri ve bu özellikler üzerinde üretim koşullarının ve üretim teknolojilerinin etkileri saptanabilmektedir.

Artık, mikroyapı – makro özellik ilişkisi gelişen bilgisayar tabanlı görüntü alma ve görüntü tabanlı analiz teknolojilerine bağlı olarak modern malzeme biliminin en güncel uygulama alanlarından biri olmuştur. Bu sayede dayanım ve durabilite gibi makro özellikler üzerinde çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal incelemeleri gün geçtikçe önem kazanmıştır.

Çimento esaslı malzemeler oldukça heterojen ve karmaşık bir mikroyapıya sahiptir. Bu nedenle; malzeme davranışının gerçek olarak simule edilebileceği mikroyapısının gerçekçi bir modelini oluşturmak oldukça zordur. Ancak, çimento esaslı malzemelerin temel bileşenlerinin mikroyapısı ve özelliklerinin, hatta bu özelliklerin birbirleri arasındaki ilişkilerinin bilgisi; üretilen yapısal elemanların dayanım ve durabilite gibi makro özelliklerinin belirlenmesi ve iyileştirilmesi açısından büyük önem taşır.

Çimento esaslı malzemelerin üretim teknolojileri, mikroyapıları ve makro özellikleri arasında sıkı bir ilişki olduğu açıktır. Üretimi sırasında üretim teknolojisine bağlı olarak yapısal elemanların mikroyapısında oluşan değişikliklerin gerek durabilite gerekse dayanım gibi makro özellikler üzerinde etkileri bulunmaktadır. Mikroyapı üzerinde etkileri bulunan çimento esaslı malzemelerin üretim teknolojilerindeki gelişmeler sonucu; fiziksel, biyolojik ve kimyasal etkilere karşı daha dayanıklı, kaliteli ve yüksek performanslı yapısal eleman üretim ihtiyacı; çimento esaslı malzemelerin üretimi sırasında gerek kimyasal gerekse mineral katkıların gereksinimini doğurmuştur. Çimento esaslı yapısal elemanların üretiminde kimyasal katkı kullanımı giderek yaygınlaşan bir üretim teknolojisi olarak karşımıza çıkmaktadır.

Ancak, çimento esaslı malzemelerin nihai özelliklerini iyileştiren ve etkileyen kimyasal katkı kullanımının mikroyapı üzerindeki etkilerinin bilinmesi ve bu bilgiler

ışığında üretim aşamasında kimyasal katkı kullanım limitlerinin belirlenmesi önem taşır. Çünkü özellikle kimyasal katkı kullanımının da; kalite kontrol açısından avantaj sağlayan hazır beton üretimi dışındaki saha şartlarında üretilen beton elemanlarda; kimyasal katkıların üretici tarafından önerilen kullanım limitlerine gerekli dikkat gösterilmemektedir. Aynı zamanda üretici firmanın öngördüğü dozajların mikroyapısal ve makro özellikler üzerine etkinliğinin bilinmesi üretim süreci açısından önemlidir.

Yukarıda bahsedilen etkiler göz önüne alındığında öncelikli olarak, çimento esaslı malzemeler ile üretilen yapısal elemanların hidrasyon süreçleri boyunca içyapı fazlarının ve bu fazlara ait özelliklerin gelişiminin belirlenmesi; kimyasal katkı kullanım limitlerinin belirlenmesi, aşırı dozaj uygulamalarında oluşacak mikroyapısal ve makro özellik değişimlerinin ön görülmesi, ihtiyaç duyulan dayanım ve durabilite gibi nihai makro özelliklerin elde edilebilmesi açısından önem taşır.

Buna ek olarak, oldukça önem taşıyan çimento esaslı malzemelerin mikroyapı-makro özellik ilişkisinin saptanması ve bu ilişkilerin bir matematiksel model ile ifade edilebilmesi, beton üretim teknolojileri sırasında mikroyapısal özellikler üzerinde yapılabilecek iyileştirmeler ile hedeflenen nihai makro özelliklere ulaşılması için bir köprü oluşturacaktır.

1.1 Amaç ve Kapsam

Yukarıda bahsedildiği gibi çimento esaslı malzemelerin hidrasyon süreci yapısal elemanların durabilite ve dayanım gibi makro özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Hidrasyon sürecinde gerek çevresel faktörler gerekse üretim teknolojileri, çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal fazları ve bu fazların özellikleri üzerinde başkalaşım olarak sonuçlanır. Bilgisayar tabanlı görüntü analizleri mikroyapısal özelliklerin incelenmesi ve iyileştirilmesi açısından büyük önem taşımaktadır.

Çimento esaslı malzemelerin makro özelliklerinin geliştirilmesi ve iyileştirilmesi açısından kimyasal katkı kullanımını üretim teknolojisinde büyük role sahibidir.

Kimyasal katkılar çimento esaslı yapısal elemanların özelliklerini geliştirebilir. Yüksek dayanımlı, süperakışkan ve hatta kendiliğinden yerleşen yüksek performanslı yapısal elemanlar temel olarak kimyasal katkıların sayesinde gerçekleştirilmiştir.

Ayrıca, taze betonun reolojik özellikleri güçlü bir şekilde; çimento ve katkı birleşimi, katkı ekleme metodu ya da su/çimento oranından etkilenir. Dayanım kazanma ve büyük çökme kayıpları gibi özellikler genellikle çimento ve katkının belli karışımları sonucu meydana gelir. Bu olaylar genellikle çimento ve kimyasal katkı arasındaki etkileşimler olarak adlandırılır.

Ancak kimyasal katkıların her şeye kadir değildir. Betondaki dayanım oluşumu, başlangıç çökmelerinin değişimi, bazı sabit ağırlıkta eklenen katkı miktarları ile hazırlanan betonlardaki büyük çökme kayıplarını içeren problemler vardır. Bunlara benzer olarak, aynı çimentolu farklı tip katkıların ile hazırlanmış betonların akışkanlıklarında da büyük değişimlerin olması diğer bir problemdir. Bu tip problemlerde çimento katkı arasındaki etkileşim problemleri olarak adlandırılır (Hanehara ve Yamada, 1999).

Etkileşim problemleri aşağıdaki gibi iki gruba ayrılabilir.

1. Çimentonun hidrasyon kinetiği üzerinde katkının eklenmesi ile oluşan problemler,
2. Çimento partiküllerine katkının adsorpsiyonu ile oluşan problemler(Hanehara ve Yamada, 1999).

Çimento esaslı yapısal elemanların üretimi sırasında kullanılan kimyasal katkı maddelerinden olan ve özellikle çimentonun hidrasyon sürecini gerek yapım şartları gerekse çevresel faktörler doğrultusunda geciktiren priz geciktiriciler geliştirmekte olan beton üretim teknolojisinin önemli bir kısmını oluşturmaktadır.

Geciktirici olan bu tip kimyasal katkıların kullanımları sırasında; çimento esaslı malzemeler üzerindeki etkilerinin belirlenmesi, kullanım limitlerinin saptanması,

etkilerinin sınırlandırılması ve etki mekanizmalarının iyileştirilmesi hususunda çalışılmasıdır.

Kimyasal katkıların kullanımını beraberinde cevaplanması gereken bazı soruları getirmektedir.

1. Kimyasal katkıların kullanım metodu ve dozajlarının dayanım üzerine etkileri var mıdır? Eğer cevap evet ise, bu etkiler modellenenbilir mi?
2. Kimyasal katkıların hidratasyon süreci ya da mikroyapı üzerine etki eder mi?
3. Kimyasal katkılı çimento hamurunun farklı yaşlardaki dayanımını kullanım dozajına bağlı olarak modellenenbilir mi?

Bu soruların cevaplandırılması; kimyasal katkıların makro özellikleri üzerinde etkilerinin belirlenmesi ve kullanım limitlerinin saptanması açısından önem taşımaktadır. Bu özelliklerin saptanması, ilerlemekte olan görüntü alma deney yöntemlerinin kullanılması ve analiz sonuçlarının doğru yorumlarının elde edilmesiyle olur.

Kimyasal katkıların çimento esaslı yapısal elemanların üretiminde kullanılması mikroyapısal özellikler üzerinde zamana ve dozaja bağlı olarak değişimlerde bulunabilir. Bu mikroyapısal özelliklerin bilgisinin üretilen yapısal elemanların makro özellikleri ile ilişkilendirilmesi mikroyapı-makro özellik ilişkisinin kurulması açısından önem taşımaktadır. Kurulabilecek mikroyapı-makro özellik ilişkisi bilgisine ihtiyaç duyulan çimento esaslı malzemelerin üretimi sırasında kullanılan kimyasal katkıların kullanım limitlerinin saptanması ve mikroyapısal fazların dayanım gibi makro özellikler arasında bir ilişkinin belirlenmesi ile sonuçlanır.

Doktora çalışması kapsamında yukarıda bahsedilen mikroyapı-makro özellik ilişkisi kurulması temel olarak amaçlanmıştır. Çalışma kapsamında kimyasal katkıların kullanım limitlerinin saptanması, çimento hidratasyonunun gelişimi

üzerinde etkilerinin incelenmesi, kullanım dozajlarının mikroyapısal fazlar üzerindeki etkilerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Buna ek olarak çimento esaslı malzemelerin hidratasyonları sürecinde zamana bağlı olarak mikroyapısal fazların gelişimlerini saptamak ve mikroyapı- makro özellik ilişkisi çerçevesinde dayanım üzerinde etkili olan fazlar ve bu fazlara ait özelliklerin görüntü analizleri teknikleri kullanılarak belirlenmesi amaçlanmıştır.

Nitekim farklı katkıların değişik oranlarda iki tip çimento üzerindeki etkilerinin belirlenmesi çalışmanın temel amaçlarından değildir. Çalışmanın esas amacı, farklı dozajlarda kullanılan bu kimyasallar ile değişik mikroyapısal özelliklere sahip çimento harçları elde etmektir. Elde edilen bu farklı mikroyapısal özellikler ile kurulması amaçlanan mikroyapı-makro özellik ilişkisi kurulabilecektir.

1.2 Çalışma Planı

Çalışma, ilk bölüm olan “Giriş” ile birlikte toplam sekiz bölümden oluşmuştur.

İkinci bölümde; literatür tabanlı olarak kimyasal katkıların tipleri ve kimyasal katkıların çimento esaslı malzemeler üzerindeki etkileri tanımlanmış ve beton üretim teknolojisinde kullanılan kimyasal katkı hakkında genel bilgiler verilmeye çalışılmıştır. Katkı tiplerinin çimento esaslı malzemeler ile üretilen yapı elemanlarının makro özellikleri üzerindeki etkileri hakkında bilgi verilmiştir.

Bunun yanı sıra, kimyasal katkı kullanımının çimento esaslı malzemelerin mikroyapı özellikleri etkileri çerçevesinde yapılan çalışmalar incelenmiştir. Bu bölüm kapsamında kimyasal katkı tipi ve kimyasal katkı kullanımı ile ilgili literatürde yapılmış olan çalışmalar irdelenmiştir.

Üçüncü bölümde; doktora tezin amaç ve kapsamı çerçevesinde kurulması hedeflenen çimento esaslı malzemelerin mikroyapı-makro özellik ilişkisini belirlemek amacıyla, literatürde yapılan çalışmalar ve çimento esaslı malzemelerin mikroyapıları hakkında bilgi verilmiş ve günümüz teknolojileri kullanılarak çimento

esaslı malzemeler ile görüntü alma ve görüntü analizleri ile yapılan çalışmalar hakkında bilgi sunulmuştur.

Dördüncü bölümde; Doktora tez çalışması kapsamında yukarıda belirlenen hedeflerin gerçekleştirilmesi amacıyla farklı bazlı kimyasal katkıları farklı dozajlarda kullanılarak harç numunelerin hazırlanması ile ilgili yapılan deneysel çalışmalar hakkında bilgi verilmiştir. Harç numuneler üzerinde çalışılmasındaki amaç; mikroyapı görüntülemeleri sırasında agrega fazının görüntü içerisindeki etkisini azaltmaktır. Daha küçük boyutlarda agrega kullanılarak hazırlanan çimento harcı numunelerinin kullanımı ile hedeflenen mikroyapısal özelliklerin ve mikroyapı fazlarının daha geniş alanlarda incelenmesi amacıyla daha büyük oranlarda çimento matrisine sahip olmaktadır.

Farklı bazlı kimyasal katkıları farklı dozajlarda kullanılarak hazırlanan çimento harcı numunelerinin dayanımlarının belirli yaşlarda saptanması planlanmıştır. Dayanım değerlerini elde etmek amacıyla çimento harcı numuneleri üzerinde basınç dayanımı, eğilme dayanımı ve eğilme sonrası basınç dayanımı deneyleri yapılmıştır. Elde edilen bu dayanım değerleri mikroyapısal özellikler ile ilişkilendirilmiştir.

Farklı dozajlarda katkı kullanılması farklı özelliklere sahip mikroyapısal kesitlerin elde edilmesine olanak sağlamıştır. Böylelikle SEM kullanılarak hazırlanan çimento harcı numunelerinin elde edilen mikrografiklerin analizleri ile zamana ve kullanım dozajına bağlı olarak mikroyapısal fazların ve bu fazlara ait özelliklerin değişimi saptanmıştır.

Beşinci bölümde; dördüncü bölümde bilgisi verilen deneysel çalışmalar ile hazırlanan harç numunelerinin mikroyapısal özellikleri günümüz görüntü alma ve analiz yöntemleri ile incelenmesi açıklanmıştır. Mikroyapısal özelliklerinin saptanması amacıyla her bir çimento harcı numunesinden alınan örnekler, numune hazırlama tekniklerine uygun olarak SEM analizlerine hazır hale getirilmiştir. SEM kullanılarak belirli büyütmeler altında mikrografikleri alınmıştır.

Altıncı bölümde; belirlenen hedeflenen mikroyapı-makro özellik ilişkisi kurulması amacıyla mikroyapısal kriterler kapsamında aranan mikroyapısal özellik incelemeleri sunulmuştur. Mikroyapısal analizlere ek olarak numunelerden SEM kullanılarak alınan mikrografiklerin görüntü analizleri sonucu elde edilen mikroyapısal özellikleri mikroyapı-makro özellik ilişkisinin kurulması amacıyla kullanılmıştır.

Yedinci bölümde; dördüncü bölümde sunulan deneysel çalışmaların makro özellikleri simgeleyen sonuçları ile altıncı bölümde elde edilen görüntü analizi sonuçları ile mikroyapı-makro özellik ilişkisi kurulmuştur.

Sekizinci ve son bölümde; doktora tez kapsamında yapılan çalışmaların kısa bir özeti yapılmış, elde edilen sonuçlar değerlendirilmiş ve daha sonra doktora tez konusu ve çalışmasına ilişkin ileride yapılabilecek çalışmalar hakkında öneriler sunulmuştur.

BÖLÜM İKİ

KİMYASAL KATKILAR

Gerek ülkemiz gerekse dünya üzerinde gün geçtikçe artan nüfusun bir sonucu olarak, sürekli gelişen yapılaşmanın ve ilerleyen inşaat teknolojisine bağlı olarak daha yüksek performansa sahip yapısal elemanların gereksinimi artmaktadır. Çevresel faktörlere karşı daha dayanıklı ve mühendislik uygulamalarına bağlı olarak da dayanımı yüksek olan yüksek performanslı yapısal elemanlar için malzeme üretme isteği, katkı malzemelerini öne çıkarmıştır.

Yapısal elemanların gerek dayanıklılık gerekse dayanım açısından performanslarını arttıran bu katkı malzemelerinin büyük bir kısmını kimyasal katkılar oluşturur. Çimento esaslı malzemelerin üretiminde kullanılan kimyasal katkılar üretilen yapısal elemanın ihtiyaçları doğrultusunda erken yaştaki veya nihai bazı özelliklerini geliştirmeyi hedefler.

Çimento esaslı malzemelerin, özellikle betonun üretim teknolojisinde kimyasal katkıların kullanımındaki geniş büyümenin sebebi, kimyasal katkıların beton üretiminde gerek fiziksel ve gerekse ekonomik faydalarıdır.

Kimyasal katkıların çimento esaslı malzemelerin istenilen işlenebilirlik, priz kontrolü, dayanım ve dayanıklılık gibi erken yaştaki ve nihai özellikleri üzerinde etkileri vardır (Mindess ve diğer.,2002). Ancak, bilinçli ve özelliklerine uygun olarak kullanılan kimyasal katkıların, çimento esaslı malzemelerin erken yaştaki veya nihai özelliklerinin geliştirilmesine faydalı olmasına rağmen; kalitesiz karışım malzemeleri ve/veya yanlış karışım oranları ile ya da taşıma, yerleştirme ve sıkıştırma sırasında kötü işçilik ile hazırlanmış çimento esaslı yapı malzemelerinde kimyasal katkıların olumlu hiçbir etkisi yoktur.

Bunlarında ötesinde, kimyasal katkıların çimento ile nasıl bir etkileşim içerisinde olduğunun bilgisinin yetersizliği ve üretici firma tarafından önerilen kullanım

dozajlarına uyulmaması gibi, bilinçsiz kimyasal katkı kullanımının üretim aşamasında veya nihai özellikler üzerinde beklenmedik ve öngörülmeven problemler doğmasına sebebiyet vereceği açıktır.

Saha şartlarında çalışan mühendislerin ve uygulayıcıların bu tip problemleri öngörmeleri ve bu sorunlara karşı gerekli önlemleri almaları gerekmektedir. Bu amaçla öncelikli olarak üretici firma tarafından belirtilen kimyasal katkı etkinliğinin bilgisinin elde edilmesi, üretilecek olan yapısal elemanların istenilen özellikleri doğrultusunda bu etkinliğin incelenmesi ve bu şartlara uygun kimyasal katkıların seçilmesi gereklidir.

Bunun yanı sıra kullanılan kimyasal katkıların etkinliği üretici firma tarafından önerilen kullanım dozajlarının yanı sıra, betonda kullanılacak yerel malzemeler (çimento, agrega) ile hazırlanan beton karışımların üzerinde gerçekleştirilecek ön deneylerle sınanmalıdır.

2.1 Kimyasal Katkıların Tanımı

Beton, çimento, agrega, su ve katkıların bir araya gelerek oluşturdukları kompozit bir malzemedir. Agregalar beton hacminin önemli bir bölümünü (%70–75) oluşturmalarına rağmen, sistemdeki aktif bileşenin, esas olarak çimento hamuru olduğu söylenebilir. Çünkü betonun özellikleri ve performansı büyük oranda çimento hamuru tarafından kontrol edilir. Betonda kullanılan kimyasal katkı malzemelerinin, prizi kontrol etme, hava sürüklenme, su azaltma, işlenebilmeyi artırma vb. gibi yararlı etkileri de, bu malzemelerin asıl olarak çimento hamuru üzerindeki etkileri sonucunda ortaya çıkar (Ramachandran, 1995).

Kimyasal katkıları ACI 116R ve ASTM C 125’de “su, agrega, hidrolik çimento ve lifin dışında, beton ve harçta bileşen olarak kullanılan ve hamura karışımdan hemen önce ya da karışım boyunca katılan bir madde” olarak tanımlanır. Beton teknolojisinde kullanılan katkıları içerisinde, suda çözünebilir kimyasal katkıları çok

önemli yer tutar. Günümüzde en sık kullanılan kimyasal katkılar ise süperakışkanlaştırıcılardır (Ramachandran, 1995).

Kimyasal katkılar genel olarak karakteristiklerine göre sınıflandırılırlar. Her bir sınıfın özellikleri genel kullanım amaçlarının çerçevesinde sunulur ve kullanılan her bir grup malzemenin etkileri tahmin edilmektedir.

Kimyasal katkılar beton ve harcın, taze ve sertleşmiş haldeki özelliklerini geliştirmek amacıyla kullanılır. Kimyasal katkılar çimento esaslı yapısal elemanların inşaat sektöründe kullanım etkinliğini artırır ve beton karışımının ekonomisini geliştirir. Katkıların ya da katkı kombinasyonlarının kullanımı arzu edilen sonuçların yakalanması amacıyla önemli bir araç olabilir.

2.1.1 Kimyasal Katkıların Olumlu ve Olumsuz Yönleri

Taze beton ve harcın özel uygulamaları ya da ekonomik kriterler karşısında özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla kimyasal katkılar üretim sırasında kullanılır. Kimyasal katkıların iyileştirebileceği ve geliştirebileceği çimento esaslı malzemelerin özelliklerine örnek olarak; karışım içindeki su miktarı arttırılmadan işlenebilirliğin arttırılması, ya da işlenebilirlik değiştirilmeden karışım suyu miktarının azaltılması, işlenebilirlik kayıp oranının ayarlanması, priz başlangıcının geciktirilmesi veya hızlandırılması, segregasyonun azaltılması, terlemenin azaltılması, pompalanabilirliğin arttırılması, dayanım artış oranını yükseltilmesi verilebilir.

Sertleşmiş beton ve harcın özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla da kimyasal katkılar kullanılmaktadır. Bunlara örnek olarak;

- Erken çimento hidratasyonu sırasında ısı açığa çıkış oranının azaltılması;
- Erken yaşlarda dayanım gelişiminin hızlandırılması;
- Dayanım artışı (basınç, eğilme, ya da çekme);
- Donma-çözünme direncinin arttırılması;

- Buz çözücü tuzların oluşturduğu çatlakların azaltılması;
- Permeabilitenin azaltılması;
- Alkali-agrega reaksiyonunun sebep olduğu genleşmelerin azaltılması;
- Çelik donatı ile hali hazırda bulunan ve yeni betonun arasındaki bağın arttırılması;
- Darbe dayanımı ve aşınma direncinin arttırılması;
- Gömülü donatının korozyonunun önlenmesi;
- Renkli beton ve harç oluşturulması;
- Kuruma büzülmesinin azaltılması verilebilir.

Bu olumlu özelliklerin yanı sıra kimyasal katkılar, karışım içerisinde serbest halde, katı veya çözelti olarak kalabilir veya çimento hamuru ya da çimento bileşenleri ile birleşebilir. Etkileşimin tipi ve boyutu, su ihtiyacı, hidrasyon ısısı, oluşan hidrasyon ürünlerinin kompozisyonu, priz süresi, mikroyapı, dayanım ve dayanıklılık gibi betonun fizikokimyasal ve mekanik özelliklerini etkileyebilir (Ramachandran, 1995).

Etkileşimin sebebinin anlaşılması; taze ve sertleşmiş beton özellikleri açısından katkı seçiminde yeni yöntemlerin geliştirilmesi, betonda kullanılacak iki veya daha fazla katkı arasındaki uyumun anlaşılması, beton özelliklerinin tahmin edilmesi, problemlerin giderilmesi, daha kaliteli beton üretimi, yeni tip katkıların geliştirilmesi ve atık malzemelerin daha iyi değerlendirilmesi gibi önemli ilerlemelerin ortaya çıkmasını sağlayabilir (Ramachandran, 1995).

Bu olumsuz özelliklere örnek olarak; hava sürükleyici katkılar diğer katkılar ile kullanıldığı zaman, katkılar arasında oluşan etkileşim verilebilir. Örnek olarak kalsiyum klorür hava sürükleyici katkılar ile karıştırılmamalıdır. Ancak betona ayrı ayrı katılabilir. Eğer bu katkılar karışıma birlikte katılırsa, katkı etkinliğini azaltan bir çökme meydana gelebilir (CAC, 1978).

Diğer yandan sodyum oleik asit bazlı hava sürükleyici katkıların; hidratasyon sürecinde oluşturduğu kalsiyum oleik asit-alüminat hidrat tuzlarının geçirimsiz tabakalarının varlığı sebebiyle etrenjit oluşumunu ve monosülfoalüminat oluşumunu geciktirdiği belirtilmiştir (Kreijger,1967).

2.1.2 Kimyasal Katkı Tipleri

ACI 212 kimyasal katkıları ile ilgilidir. Kimyasal katkıları 5 kategoriye ayırır; hava sürükleyici katkıları, hızlandırıcı katkıları, su azaltıcı ve priz kontrol katkıları, akışkanlaştırıcı katkıları ve diğer katkıları.

Hava sürükleyici katkıları (AE) işlenebilirliği ve donma direncini arttıran katkılarıdır. AE katkıları sodyum ve kalsiyum klorit gibi buzlanma önleyici tuzlara maruz kalmış betonlarda da kontrollü olarak kullanılır. AE katkıları, ahşap reçine tuzlarını, sentetik deterjanları, sülfonat lignin tuzlarını, petrol asit tuzlarını ve sülfonat hidrokarbonların organik tuzlarını içerir.

ACI 116R tarafından karışım boyunca beton, harç ve hamurda mikroskopik kabarcıklar sistemi oluşturan katkıları olarak tanımlanan hava sürükleyici katkıları sürüklenmiş hava boşluk sistemi, betonun yerleştirilmesi ve sıkıştırılması sırasında fiziksel olarak hapsolan hava boşluklarından farklıdır. Hava sürüklemesine, çimento esaslı malzemelerin sürekli donma ve çözülme devirlerine maruz kaldığı, özellikle buz önleyici kimyasalların olduğu ortamlarda daima ihtiyaç duyulmaktadır.

Betonun bu tip ortamlara karşı direnci yerleştirme, sonlama ve kür koşullarından etkilenmektedir. Bu tip ortamlarda üretim koşulları ACI 201.2R, ACI 304R, ACI 308R ve TS 1248 gibi standartlarda belirtilmiştir.

Laboratuvar çalışmaları ve saha uygulamaları çimento esaslı malzemelerin bu tip kimyasal katkıları kullanılarak belli bir boşluk sistemine gereksinim duyduğunu göstermektedir (Cordon, 1946; Blanks ve Cordon, 1949; Mather, 1990). Oluşan hava boşluk sisteminin amacı donma çözülme devirleri ile oluşacak hasarları önleme

mekanizmaları ile ilgili birçok çalışma vardır (Powers 1968; Mindess ve diğer.,2002; Mehta ve Monterio 1993) .

Diğer yandan soğuk havada beton dökümü boyunca, etkili dayanımı kısa sürede elde etmek amacıyla, priz hızlandırıcıların kullanılması gereklidir. Genel olarak priz kontrol katkıları küçük miktarlarda çimento hamuruna katılır ve eklenmelerinin hidrasyonun nihai ürünleri üzerinde etkisi yoktur (Ramachandran, 1995).

Priz hızlandırıcılar priz süresini kısaltmak ve erken dayanımı arttırmak amacıyla kullanılır. Birçok inorganik bileşen bu etkiye sahiptir. Kloritler, flüoritler, karbonatlar, silikatlar, alüminatlar, boratlar, nitratlar bunlardandır. Triethanolamin, diethanolamin, glioksal ve formik asit tuzları gibi organik bileşenler de hızlandırıcı etkiye sahiptirler. En iyi bilinen hızlandırıcı kalsiyum klorittir. Ancak, prefabrike beton ya da nemli ortama maruz kalan betonlar için kullanımı önerilmez (Ramachandran, 1995).

ACI 116R'ye göre priz hızlandırıcı katkıları çimentoların hidrasyon reaksiyonunu hızlandıran ve priz süresini kısaltan, dayanım gelişimini hızlandıran katkıları olarak tanımlanır. Priz hızlandırıcı katkıları ASTM C 494'e göre Tip C ya da E'nin öngördüğü koşulları karşılamalıdır. Priz hızlandırıcı katkıları özellikle soğuk havalarda beton gibi çimento esaslı malzemelerin özelliklerini modifiye etmek açısından faydalıdır. Kür için gerekli süreyi kısaltır, kalıpların daha erken sürede alınmasını sağlar.

Diğer yandan, süperakışkanlaştırıcılar çimento esaslı malzemelerin üretimleri sırasında geniş olarak kullanılmaktadır. Süper akışkanlaştırıcılar gelişen üretim teknolojisi içerisinde çimento esaslı yapısal malzemelerin karışımlarının en önemli bileşenlerinden olmuştur. Bununda ötesinde, çimento esaslı malzemelerin özellikleri süperakışkanlaştırıcı kullanımından önemli ölçüde etkilenir (Lian-zhen ve diğer., 2007).

Genel olarak süperakışkanlaştırıcılar; karışım suyunu azaltmak, buna bağlı olarak su/çimento oranını azaltmak ve beton gibi çimento esaslı malzemelerin işlenebilirliğini arttırmak amacıyla kullanılır (Collepardi, 1998).

En çok kullanılan süper akışkanlaştırıcılar, sülfonat melamin formaldehit ve sülfonat naftalin formaldehit türevleridir. Bunlara ek olarak; modifiye lignosülfonatlar, sülfonik asit esterleri ve karbonhidrat esterleri günümüzde kullanılmaktadır. Süperakışkanlaştırıcıların çimento ile etkileşimi çok sayıda araştırmacı tarafından incelenmiştir (Aitcin ve diğer., 1994; Hanehara ve Yamada, 1999).

Beton için belli bir işlenebilirlik amacıyla süperakışkanlaştırıcı dozajı üzerinde çimentonun inceliğinin etkisi açıkça sunulmuştur. Çimento ne kadar ince olursa istenilen işlenebilirliği elde etmek için gerekli süperakışkanlaştırıcı dozajı yüksek olacaktır (Hana ve diğer., 1989).

Betonun işlenebilirlik değeri, karakteristikleri ve çimento hamurunun mikroyapısı olarak isimlendirilen, betonun özellikleri üzerine süperakışkanlaştırıcı etkisi incelenmiştir (Hanehara ve Yamada, 1999; Uchikawa ve diğer., 1992). Ancak silika dumanı gibi farklı bağlayıcı malzemeler ve süperakışkanlaştırıcılar ile hazırlanmış betonların özellikleri üzerine yetersiz bilgi vardır (Al-Amoudi ve diğer.,2004; Abiola, 2002).

Başka bir çalışmada; çimento ile lignin sülfonat, naftalin sülfonat, melamin sülfonat, amino sülfonat ve polikarboksilatın etkileşimi çimento hidratasyonu açısından incelenmiştir. Polikarboksilik tip akışkanlaştırıcıların çimento ile daha iyi bir uyum göstereceği düşünülse de, uyumun çimentodaki alkali ve sülfatların miktarı ile etkilendiği görülmüştür (Hanehara ve Yamada, 1999).

Diğer bir çalışmada dört tip süperakışkanlaştırıcı fonksiyonel gruplarına bağlı kalarak kullanılmıştır. Naftalin bazlı, polimer katkılı, melamin bazlı ve lignosülfonat bazlı süperakışkanlaştırıcı kullanılmıştır. Katkı seçiminin bilinçli yapılması gerektiği

ve üreticiden alınan oranların her malzeme için her zaman doğru ve yeterli sonuçlar vermediği saptanmıştır (Agarwal ve diğer., 2000).

Genel olarak, yüksek dayanımlı, daha yüksek akışkanlık ve hatta kendinden yerleşebilir yüksek performanslı betonlar, kimyasal katkıları sayesinde geliştirilmiştir. Bu tip nihai performans özelliklerine bağlı olarak geliştirilen özel betonlar dışında da agresif çevresel faktörler karşısında beton özelliklerinin iyileştirilmesi gerekmektedir.

Örnek olarak; bu agresif çevresel faktörlerden olan ve çimento esaslı malzemelerin boşluk yapısını, mikroyapısal faz gelişimini ve hatta nihai dayanımları gibi makro özelliklerini olumsuz yönde etkileyen, sıcak hava koşullarında beton dökümüdür. Hidratasyon sürecindeki reaksiyonları hızlandırarak yapısal elemanların üretim aşamasında betonun kalıplara düzgün yerleştirilmesi amacıyla gerekli olan süreyi, priz evresini kısaltır.

Özellikle yaz aylarında, sıcak havanın etkisini engellemek ve daha uzun yerleştirme süreçlerinin ihtiyaç olduğu üretim teknolojileri için priz geciktirici özelliğe sahip kimyasal katkıların kullanılması ihtiyacı doğar.

Geciktiriciler olarak tanımlanan bu kimyasal katkıları çimento esaslı malzemelerin hidratasyon sürecinin uyuma periyodunu genişletir ve priz süresini uzatıp işlenebilirliği artırır. Bu ileriki yaşlarda daha düzenli ve daha az boşluklu bir mikroyapının oluşmasını sağlar. Buna bağlı olarak, mikroyapı-özellik ilişkisi göz önüne alındığında bu iyileşme permeabilite ve dayanım gibi durabilite ve mekanik özellikler üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Mindess ve diğer.,2002).

Birçok malzeme geciktirici özelliğe sahiptir; lignosülfonat asit ve bunların tuzları, hidrokarboksilik asit ve tuzları, hidrokarboksilat asitlerin modifikasyonları ve türevleri ve bunların tuzları, melamin kondansasyon ürünlerinin tuzları, sülfonat naftalin sülfonik asit tuzları ve bu sıralanan malzemelerin karışımlarıdır. Birçok diğer malzeme de geciktirici olarak kullanılır, bunların bazıları; çinko tuzları, borat, fosfat,

karbonhidratlar, polisakkaridler ya da şeker asitleridir. Diğer yandan bazı selülozik eter, melamin türevleri, naftalin türevleri, silikon ve sülfonat hidrokarbonlar gibi polimer bileşimlerde kullanılır (Ramachandran, 1995).

Geciktiricilerin çimento esaslı malzemelerin özellikleri üzerine etkilerini incelemek için birçok çalışma yapılmıştır. Şeker ve kalsiyum sakkaratların betonun priz süresi ve ısı çıkışı üzerine etkileri incelenmiştir. Şurubun priz süresini geciktirmek için güvenli bir katkı olduğu bulunmuştur. Hatta şurup katkısının beton teknolojisini ve kütle betonların dökümünü kolaylaştıran betonun ısı çıkışını azaltan bir etkisi olduğu görülmüştür. Ölü bölgenin uzadığı ve kristalleşme başlamadan önce kalsiyum hidroksitin miktarının arttığı ve ısı çıkışının daha yüksek bir oranı olduğu, organik geciktiricinin varlığında saptanmıştır (Osipov, 1978).

Diğer bir çalışmada, taze çimento hamurunun akışkanlık ve priz süresi gibi özellikleri ölçülmüştür ve hidrasyon ile ısı değişim oranı; polikarboksilik asit, amino sülfonik asit, naftalin sülfonik asit ve lignin asit gibi farklı organik katkıları ile çimento hamurunun kullanılması ile tahmin edilmiştir. Katkının sonradan eklenmesi ile hazırlanan çimento hamurlarının başlangıç priz ve son priz sürelerinin gecikmesi ve aralarındaki fark eş zamanlı eklenenlerininkilere göre daha fazladır (Uchikawa, 1995).

Diğer bir çalışmada, malik asitte Portland çimentosuna katılmıştır. Sonuçlar malik asitinin çimento hidrasyonu için güçlü bir geciktirici olduğunu göstermiştir. Spektroskopik çalışmalar malik asit ve Portland çimentosundaki bazı mineral fazların (silika fazı) arasında yeni bileşimlerin oluşmasına sebep veren bazı reaksiyonlar olduğunu göstermiştir. Oluşan yeni bileşimin çimento hidrasyonunun gecikmesinden sorumlu olduğu öne sürülmüştür (Rai ve diğer., 2004).

Hidroksilit selüloz (HEC), oksalit asit ve bunların karışımlarının Portland çimentosunun özellikleri üzerine etkisi çalışılmıştır. HEC'nin geciktirici ve oksalit asitin hızlandırıcı olarak davrandığı bulunmuştur (Sing ve diğer., 2003). Ayrıca sodyum trifosfat (STP), borik asit ve boraks Magnesyafosfat çimentosu harçlarına

priz geciktirici olarak katılmıştır. Her bir geciktiricinin katılması başlangıç sertleşme periyodunda bir artış olarak sonuçlanmıştır ve elastisite modülü ile eğilme dayanımının nihai değerlerinde bir artışa sebebiyet vermiştir (Hall ve diğer., 2004).

Priz geciktirici katkılara ek olarak su azaltıcı ve priz kontrol katkıları hava sürüklenmiş veya sürüklenmemiş betonlarda verilen işlenebilirlik veya priz süresinde iyileştirme için ya da her ikisi birlikte iyileştirmek amacıyla kullanılır. Su ihtiyacını azaltarak verilen işlenebilirlikte betonun dayanımını arttırmaları. Yüksek oranda su azaltıcı katkıları (süperakışkanlaştırıcılar) konvansiyonel su azaltıcı katkıları ile aynıdır.

Su azaltıcılar Ca, Na ve lignosulfonik asit tuzları, hidrokarboksilik asit tuzları ve karbonhidratlardan oluşur. Lignosulfonatlar diğerlerine kıyasla daha fazla kullanılan gruplardır. Sitrik asit, tartarik asit, heptonik asit ve glukonik asit bazlı katkılarda kullanılmaktadır. Karbonhidratlar; glikoz, sakaroz ya da sakkaratların kısmi hidrolizi ile elde edilen hidroksilat polimerleri içerir. Su azaltıcıların (normal, hızlandırıcı ve geciktirici) çimento hidratasyonu üzerindeki etkileri açısından rolü hızlandırıcılar ve geciktiricilerin eğilimi ile aynıdır (Ramachandran, 1995).

Normal su azaltıcılar betonun su ihtiyacını % 10 ila 15 oranında azaltırlar. Süperakışkanlaştırıcılar su ihtiyacını % 30 oranında azaltabilme kapasitesine sahiptir. Birçok süperakışkanlaştırıcı sülfonat melamin formaldehit (SMF), sülfonat naftalin formaldehit (SNF) ve modifiye lignosülfonat bazlıdır. Süperakışkanlaştırıcıların etkisi çimento-su sisteminde çimento partiküllerinin adsorpsiyonu ve dağılımı olarak görülür (Ramachandran, 1995).

Çalışma kapsamında araştırılan su azaltıcı ve priz geciktirici katkıları dışında, farklı amaca yönelik kimyasal katkılarda çimento esaslı malzemeler ile üretilen yapısal elemanların üretim aşamalarında kullanılmaktadır.

Yukarıda bahsedilen ana grupların dışında bazı değişik tip katkıları bulunmaktadır. Örnek olarak, sertleşmeden önce ve dökümü sırasında gaz kabarcıkları oluşturan katkıları oturmaya ve terlemeye önlemek için kullanılır ve betonun ilk döküldüğü

andaki hacmi ile aynı miktarda hacimde kalmasını sağlar. Eklenen bazı malzemeler hidrojen peroksit ve oksijen üretir. Metalik alüminyum hidrojen oluşturur ve aktive edilmiş karbon adsorbe edilmiş havayı serbest bırakır (ACI 212).

Genleştiren katkılar kuruma büzülmesinin etkilerini azaltmak amacıyla kullanılır. Bu amaçla kullanılan en yaygın katkı ince granüle edilmiş demirdir ve demirin oksidasyonunu arttırmak amacıyla kimyasallar kullanılır.

Aderans arttırıcı katkılar betonun aderans özelliklerini arttırmak amacıyla kullanılır. Lateksler en yaygın kullanılan katılardır. Latekslerin geniş çeşitleri bu amaçla kullanılmaktadır.

Bazı katkılar betonun pompalanabilirliğini geliştirmek amacıyla kullanılır. Bu katkılar suda çözülen sentetikler ve organik polimerler, değişik organik malzemelerin emülsiyonları, yüksek yüzey alanlı inorganik malzemeleri ve ince olarak öğütülmüş organik malzemeleri içerir.

Su geçirimsizlik katkıları kuru betona suyun penetre etmesini önlemek amacıyla kullanılır. Sabunlar, bütül stearat ve petrol ürünleri bu kategoriye ait bazı ürünlerdir.

Diğer yandan dayanıklılık özelliklerini iyileştirmek amacıyla katkılar kullanılmaktadır. Örnek olarak lityum tuzları, baryum ve bazı hava sürükleyici katkılar alkali-agrega reaksiyonuna bağlı olarak oluşan genleşmeleri önlemek amacıyla kullanılmaktadır.

Doktora tez çalışması kapsamında su azaltıcı ve geciktirici tip kimyasal katkıların çimento harçlarının hidratasyon süreci, priz süresi, dayanım değerleri, akış miktarları; katkı baz ve dozajına bağlı olarak çimento hidratasyonu sırasında oluşan etkileşimler sonucu ortaya çıkan fazların miktar ve gelişimleri üzerine etkilerinin belirlenmesi ve bu fazların makro özellikler üzerine etkilerinin saptanması, katkıların etki mekanizmalarının belirlenmesi; katkıların mekanik özellikler üzerindeki etkilerin belirlenmesini kapsamaktadır.

Yapılan literatür araştırması göstermiştir ki; kullanılan her türlü ticari veya ticari olmayan kimyasal katkıların kullanım oranları ve kullanılabilirlikleri uygun olmayabilir. Çalışma kapsamında kullanılan farklı bazlı katkıların farklı kullanım dozajları ile çimento harç üretimi sırasında kullanılması bu sebeplerden dolayı önem kazanır. Bu amaçla değişik kullanım dozajlarında kullanılan kimyasal katkıların zamana ve dozaja bağlı olarak etkilerini incelemek amacıyla hazırlanan, harç örnekler üzerinde gerek mikroyapısal analizler, gerekse makro özellikleri belirlemek amacıyla da mekanik deneyler yapılmıştır.

Kimyasal katkılar beton üzerinde su ihtiyacındaki azalma, artan işlenebilirlik, kontrol edilen priz, iyileştirilen dayanım, daha iyi dayanıklılık, arzu edilen renklendirme ve hacim değişiklikleri gibi faydalı etkileri sunar. Kimyasal katkıların kullanımını genellikle etki mekanizmalarının anlaşılmasında dolayısıyla bazı hatalar içerir.

Kimyasal katkı oranlarının belirlenebilmesi ve kimyasal katkı-çimento etkileşiminin ve bu etkileşimin hidrasyon sonucu oluşan fazların üzerindeki etkilerin saptanması; çimento esaslı malzemelerin özellikle beton üretim teknolojisinde kullanılan kimyasal katkıların geliştirilmesi ve kullanım sınırlarının çizilebilmesi açısından faydalı olabilecektir.

Çalışma kapsamında naftalin sülfonat bazlı ASTM C- 494 Tip G uygun yüksek oranda su azaltıcı ve geciktirici; lignin esaslı modifiye polimer bazlı ASTM C- 494 Tip A,D ve G uygun su azaltıcı ve geciktirici, yüksek oranda su azaltıcı ve geciktirici; modifiye fosfat bazlı ASTM C- 494 Tip B uygun geciktirici özellikli katkılar kullanılmıştır.

Su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıların başka bir özelliği de beton ve harcın hidrasyonunun işlenebilirliği arttırmak amacıyla geciktirmesidir. Bazı durumlarda, katkı kullanımı belli limitlerin altında tutulmalıdır. Aksi durumlarda yüksek dozlarda katkı kullanımı hidrasyonda aşırı oranlarda gecikmeye sebep olur.

Genel olarak ekstra su azaltması ve tipik olarak priz süresinde gecikmeyi ve düşük erken dayanım artışına bağlı olarak düşük erken dayanım gösteren harçlar sonuç olarak daha yüksek geç dayanımlar sergilemiştir. Yukarıda verilen bilgilere ek olarak çalışma kapsamında kullanılan su azaltıcı ve priz geciktirici tip katkıları hakkında detaylı bilgi aşağıda sunulmuştur.

2.2 Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Katkılar

Su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıları arzu edilen işlenebilirlikte beton karışımının su ihtiyacını azaltır ve priz süresini ayarlar. Bu özellik çimento esaslı malzemelerin üretim teknolojileri ve özellikleri açısından bir kaç şekilde avantaj sağlayabilir.

Bu özelliklerden biri istenilen çökme değerini daha düşük su/çimento oranına sahip olarak elde etmesidir. Bu, nihai dayanımlarda ve dayanıklılık özelliklerinde genel bir iyileşme olarak sonuçlanır. Alternatif olarak, istenilen işlenebilirlik değerinin çimento oranını azaltılması ile su/çimento oranı değiştirilmeden elde edilmesini sağlar. Bu, en pahalı karışım malzemesi olan çimentonun miktarının azaltılması ile ekonomik ve hidrasyon ısısının azaltılması gibi bazı teknik nedenlerle yapılır (Mindess ve diğer., 2002).

Su azaltıcı özelliğe sahip bu tip katkıları ilk olarak katı-su ara yüzeyinde adsorblanan negatif yüklü organik moleküllerdir. Katı parçacıklar kendi yüzeylerinde pozitif, negatif ya da her ikisi birlikte olan yükleri taşır. Çimento hamurunda, çimentonun yakın parçacıklarının zıt kutupları önemli ölçüde elektrostatik bir hareket gösterirler. Bu, parçacıkların topaklanmasına ve çökmesine sebep olur. Çimento hamuru içerisindeki suyun önemli kısmı bu topaklanma içindedir ve katı yüzeyler tarafından adsorblanmıştır (ACI212, 2004).

Su azaltıcı katkıların molekülleri bu yüzey yüklerini nötrleştirmek amacıyla etki eder ve her yüzeyin aynı işaretli üniform bir yük taşımasını sağlar. Böylelikle parçacıkların birbirini iterek karışım içerisinde dağılmasını sağlar. Böylelikle suyun önemli bir kısmı karışımın viskozitesini azaltmak için kullanılır (ACI212, 2004).

Su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıların diğer bir özelliği, beton ve harcın işlenebilirliğini arttırmak amacıyla hidrasyonunun geciktirilmesidir. Bu tip kimyasal katkı gerek C_3S gerekse C_3A 'nın erken hidrasyon sürecini engelliyerek hidrasyon sürecinde uyuma periyodunu uzatır.

Bazı durumlarda, katkı kullanımı belli limitlerin altında tutulmalıdır. Aksi durumlarda yüksek dozlarda katkı kullanımı aşırı oranlarda hidrasyon sürecinde gecikmeye sebep olur.

Genellikle hidrasyonu geciktirmeyen su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıları hızlandırıcıların su azaltıcıları ile kombine edilmesiyle üretilir. Priz süresindeki (gecikmiş, normal ve hızlandırılmış priz süresi) değişim, formülasyonda kullanılan her bir bileşimin bağıl miktarlarına bağlıdır.

Bu yaklaşım ile üretilen katkıları orta derece (midrange) su azaltıcı olarak pazarlanabilirler. Orta derecede su azaltıcıları için böyle sınıflandırmalar olmamasına rağmen, bu katkıları ASTM C 494 Tip A su azaltıcı katkıları gereksinimlerini karşılar. Bu tip formülasyonlar betonun priz süresinde önemli bir gecikme olmadan daha yüksek oranlarda kullanılabilir. Ticari su azaltıcı ve geciktirici katkıları bunu başaramazlar, çünkü yüksek dozlarda çok fazla gecikmeye neden olurlar.

Yüksek oranda su azaltıcı katkıları (HRWRA), ticari olarak süperakışkanlaştırıcı olarak isimlendirilirler ve yüksek oranlarda kullanımlarına kadar belirli olarak hidrasyonu geciktirmeyen su azaltıcılardan farklı olarak kullanılırlar (çimento ağırlığının %0.75'ine kadar) (ACI212, 2004). Bununla birlikte, büyük oranlarda hava sürüklemeyen ve priz geciktirmeden yüksek miktarlarda su azalmasını sağlarlar. Düşük konsantrasyonlarda, diğer su azaltıcılarla aynı oranlarda su azaltır ve dayanım iyileştirmesine neden olurlar.

2.2.1 Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Sınıflandırılması

Su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıları, yedi tip katkı tanımlayan ASTM C 494'ün kabul edilir gerekliliklerini karşılamalıdır.

1. Tip A – Su azaltıcı katkıları
2. Tip B – Geciktirici katkıları
3. Tip C – Hızlandırıcı katkıları
4. Tip D – Su azaltıcı ve geciktirici katkıları
5. Tip E – Su azaltıcı ve hızlandırıcı katkıları
6. Tip F – Yüksek oranda su azaltıcı katkıları
7. Tip G – Yüksek oranda su azaltıcı ve geciktirici katkıları

ASTM C 494 su ihtiyacı, priz süresi, eğilme ve basınç dayanımı, kuruma büzülmesi ve donma-çözünme direncine bağlı olarak detaylı gereksinimleri verir. Su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıların özellikleri çimento tipi, agrega tipi, su/bağlayıcı oranındaki değişim, karıştırma sıcaklığı, çevre sıcaklığı ve diğer saha şartları ile değişir. Ticari amaç ile üretilen her bir su azaltıcı katkı ASTM C 494'ün minimum gerekliliklerinden daha iyi bir performans göstermelidir.

ASTM C 494'de Tip A, D, E, F ve G hepsi su azaltıcı katkılarıdır. Tip A su azaltıcıdır ve Tip F % 12 su azaltırken %5 oranında su azaltmalıdır. Diğer yandan Tip F ile hazırlanan örnekler kontrol örneklerinin 1 günlük dayanımlarının %140'ını sağlamalıdır. Tip F için 3 günlük dayanım %125, 7 günlük dayanım %115, 28 günlük dayanım %110 ve 6 ay ve 1 yıllık dayanımlar kontrol dayanımlarının %100'ü civarında olmalıdır. Tip A için sırası ile bu değerler %110, %110, %110, %100 ve %100'dür.

Tip D ve Tip G'nin temel farklılıkları su azaltmalarının sırası ile %5 ve %12 olmasıdır. Tip G'nin dayanım oranları 1, 3, 7 ve 28 günler için sırası ile %125, %125, %115 ve %110'dur. Bu değerler Tip D için 3, 7 ve 28. günlerde sırası ile %110, %110 ve %110'dur. Geciktirici olan Tip B başlangıç priz zamanında en az 1

saatlik gecikme göstermelidir. Dayanım deęerleri ilk gnler iin % 10 lara kadar azalmalar gsterebilir. Hızlandırıcı olan Tip C priz bařlangı zamanını en az 1 saat ne eker. Kontrol rneklerinin 3 gnlk dayanım deęerlerini en az % 25 oranında gemesi gerekmektedir. 28 gnlk dayanım deęerleri kontrol dayanım deęerlerine eřit olmalıdır. 6 ay ve 1 yıllık dayanım deęerleri referans rneklerinin dayanım deęerlerinden en fazla %10 daha az olmalıdır. Tip E katkıları su ihtiyacını en az %5 oranında azaltmalıdır ve priz zellikleri Tip C katkılarınkileri ile aynıdır. Ancak 3, 7 ve 28 gnlerde dayanım deęerleri kontrol numunesinin sırası ile %125, %110 ve %110'u oranlarında olmalıdır.

2.2.2 Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Kompozisyonları

Su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkı olarak kullanılan malzemeler 8 genel kategoriye ayrılırlar.

1. Lignosulfonik asitler, bunların tuzları, bunların trevleri ve modifikasyonları;
2. Hidroksilat karboksilik asitler ve bunların tuzları ve bunların trevleri ve modifikasyonları;
3. Őekerler gibi karbonhidrat bazlı bileřimler, Őeker asitleri ve polisakkaritler;
4. Sulfonat melamin polikondansasyon rnleri;
5. Naftalin slfonik asitin kondansasyon rnlerinin tuzları;
6. Karboksilik akrilik ester polimerleri;
7. inko tuzları, boratlar ve fosfatlar gibi inorganik bileřimler ve
8. Amonyak ve bunların trevleri; organik fosfonatlar ve selloz eterleri, silikonlar ve slfonat hidrokarbon akrilik trevleri ieren polimerik bileřimlerdir.

2.2.3 Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Uygulamaları

Su azaltıcı katkıları su/baęlayıcı oranını dřrr, yksek dayanımı ve dayanıklılıęı saęlamak amacıyla kullanılır. Daha dřk imento ierięinde dayanım elde etmek amacıyla ya da su miktarını ve bunun etkilerini arttırmadan iřlenebilirlik artışı

sağlamak amacıyla da kullanılırlar. Ayrıca, kötü bir gradasyona sahip agregalar içeren beton özelliklerinin iyileştirilmesinde ya da betonun zor şartlarda yerleştirilmesini kolaylaştırmak amacıyla kullanılabilirler. Bu tip katkılar pompa betonu ve tremi uygulamalarında kullanışlıdır.

Priz ayarlayıcı katkılar öncelikli olarak yüksek çevre sıcaklığının hızlandırıcı etkisinin karşılanması için ve betonun bütün yerleştirme sürecinde işlenebilir kalması amacıyla kullanılır (Schutz, 1959). Bu yöntem beton kirişlerde, köprü ayaklarında ya da kompozit yapılarda oluşan çatlakları önlemek amacıyla önemlidir.

Priz geciktiriciler gerekli sürede betonun işlenebilirliğini korumak, soğuk derzlerin oluşumunu engellemek amacıyla kullanılır.

HRWRA tip katkılar betonda %30'a varan miktarlarda yüksek oranlarda su azalmalarını sağlayabilirler. Düşük su/bağlayıcı oranı (0.22 gibi) ile yüksek dayanımlı betonlar 75 mm'yi aşan çökmeler ile üretilebilirler. HRWRA tip katkılar ayrıca çimento içeriğini azaltmak amacıyla kullanılmaktadır. Çünkü su/bağlayıcı oranı dayanımı etkiler, çimento içeriği ekonomik kazanımlarla artan çimento etkinliğine bağlı olarak eş ya da yüksek dayanımlı betonlar için su içeriğinin azalımı ile orantılı olarak azaltılabilir. Kütle betonlarında, düşük çimento içeriği özellikle arzu edilir, çünkü bu betondaki sıcaklık artışını düşürür.

2.2.4 Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Kullanım Dozajları

Katkı sınıfının ya da katkının tipinin tahmin edilen performansı aşağıdaki bilgilerin bir ya da daha fazlası ele alınarak tahmin edilebilir;

- Katkının kullanılmış olduğu yerlerdeki performansının bilgisi,
- Katkıların değerlendirilmesi için yapılan laboratuvar testlerinin; ve üretici tarafından hazırlanan teknik literatür ve bilgi.

Katkının dozajı bu ön bilgilerin kullanılması ile saptanmalıdır. Dozaj, çimento tipi, agrega, diğer malzemeler ve hava koşullarındaki değişiklikler ile sonuçlarda farklılıklar beklenebilir. Düşük C_3A ve alkali içerikli Portland çimentosu ile kullanıldığı zaman, su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıları genellikle su azaltmada ve dayanım artışında daha etkilidirler. Priz sürelerinde de farklılıklar beklenebilir.

Yüksek dayanımlı betonların üretiminde, katkı dozajlarının artırılması faydalı olur. Bu genel olarak ekstra su azaltması ve tipik olarak priz süresinde gecikmeyi ve düşük erken dayanım artışına sebep olur. Düşük erken dayanım artışı gösteren betonlar genel olarak daha yüksek geç dayanımlar sergilerler (ACI212, 2004).

2.2.5 Su Azaltıcı ve Priz Ayarlayıcı Kimyasal Katkıların Taze Betona Etkileri

2.2.5.1 Su Azaltma

Tip A Su azaltıcı katkıları en azından %5 oranında aynı işlenebilirlik için gerekli suyu azaltırlar ve bazı durumlarda bu değer %12 ye çıkar. Lignosulfonat ve Hidroksilat karboksilik asit bazlı kimyasal katkı içeren betonlar verilen çökme ve çimento içeriği için su miktarını %10 ila % 5 arasında azaltabilirler. HRWRA tip katkıları ise ihtiyaç olan su miktarını en azından % 12 azaltmalıdır.

Ancak, su azaltma için kesin bir limit yoktur. % 30 kadar azalmalar literatürde bulunmaktadır. HRWRA su miktarını arttırmadan çökme değerini önemli ölçüde arttırmak amacıyla kullanılabilir.

Beton karışımının çimento miktarı artarken, HRWRA'nın çimentonun ağırlığına oran olan gerekli miktarı azalır(Collepari, 1984). Bu katkıların etkileri, çimentonun C_3A , C_3S ve alkali içeriğine bağlıdır. ASTM Tip II ve Tip V çimentoları ile yapılan betonlar için gerekli katkı miktarı Tip I ve Tip III çimentoları içeren betonların katkı ihtiyaçlarından daha düşüktür.

2.2.5.2 Hava Sürükleme

Lignosulfonatlar daha yüksek oranları rapor edilmesine rağmen (Tuthill ve diğer.,1960), %2 ila %6 oranları arasında değişen derecelerde hava sürüklerler. Karışım oranları değiştirilerek hava sürükleme özellikleri kontrol edilebilir. Sulfonat melamin polikondansasyon ürünleri ve naftalin sülfonik asitin kondansasyon ürünlerinin tuzları gibi malzemeler genellikle hava sürüklemeyizler, ancak bütün kategorilerdeki malzemeler hava sürükleyici çimento ve hava sürükleyici katkıların her ikisinin hava sürükleme kapasitesini etkiler. Sürüklenmiş hava donma ve çözünme direncini arttıran geniş, stabil olmayan kabarcıkları içerir.

2.2.5.3 İşlenebilirlik

Aynı çökme ve çimento içeriği için su azaltıcı katkı bulunmayan betonlar kıyaslandığında, standart bir test metodu olmadığı için işlenebilirlikteki farklılıkları saptamak güçtür. Howard, Griffiths ve Moulton (Howard, 1960) Kelly topu kullanımının (ASTM C 360) çökme testi ile kayıp olan işlenebilirlikte artışları saptamıştır. Su azaltıcı katkı içeren beton, daha az ayrışır ve bazen daha iyi bir akışkanlık gösterir.

Su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıları değişen derecelerde taze betonun terleme kapasitesini etkiler. Örnek olarak, modifiye olmamış hidroksilat karboksilik asitler, bunların tuzları ve bunların türevleri ve modifikasyonları; modifikasyonları ve türevleri arttırmazken, terlemeyi artırma eğilimindedir. Lignosulfonik asitler, bunların tuzları ve bunların türevleri ve modifikasyonları kısmen hava sürüklemeye bağlı olarak taze betondaki terleme ve segragasyonu azaltır. Sulfonat melamin polikondansasyon ürünleri ve naftalin sülfonik asitin kondansasyon ürünlerinin tuzları ile oluşturulan HRWRA tip katkıları çok yüksek işlenebilirlikler dışında terlemeyi azaltır.

2.2.5.4 İşlenebilirlik Kaybı Oranı

İşlenebilirlik kaybı oranı özellikle HRWRA ile yapılan betonlarda su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıların eklenmesi ile azalabilir. İşlenebilirlik kaybını azaltmak amacıyla HRWRA tip katkıların sahada eklenebilir. Çalışma süresi ASTM C 494 Tip B geciktirici ya da Tip D su azaltıcı ve geciktirici ya da Tip G geciktirici HRWRA kullanımı ile uzatılabilir.

Çalışma süresi; HRWRA dozajı, diğer kimyasal katkıların kullanımı, sıcaklık, nem, rüzgar ve güneş gibi ortam koşulları, çimento karakteristikleri, su/bağlayıcı oranı, beton sıcaklığı, çökme ve HRWRA'nın kullanıldığı süreyi içeren birçok faktöre bağlıdır.

2.2.5.5 Sonlama (Yüzey İşlemleri)

Bazı su azaltıcı ya da orta derece su azaltıcı katkıların su azaltıcı ya da katkısız diğer tipleri içeren betonlar ile kıyaslanan sonlama karakteristiklerini iyileştirir. Bu özellik kötü agrega özellikleri ve gradasyona sahip betonlarda çok faydalıdır. Yüksek su içeriği azaltmalarında HRWRA'lar başarılıdır, terlemedeki azalmaya bağlı olarak sonlama zorlaşabilir ve yüzeyler çatlamaya ve plastik rötre çatlamasına eğilim gösterir. Yüzeyin buharlaşma geciktiren katkıların kullanılarak ya da diğer prosedürler ile kurumayı engellenebilir (ACI 308R, 2001).

2.2.5.6 Priz Süresi

Bazı su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıların, dozaj ve düşük sıcaklıklarla arttırdığı priz süresinde gecikmelere neden olurlar. Su azaltıcı katkıların genel olarak normal doz oranlarındaki referans karışımın 1-1/2 saati içinde priz süresi oluşturmak üzere bir hızlandırıcı bileşen ile birlikte kullanılır. Bu katkıların normal doz oranlarının ötesinde ya da sıcaklık düşüşü olduğu zamanlarda daha uzun bir priz zamanı oluşturur.

HRWRA'lar priz sürelerinde önemli artışlar olmadan yüksek dozlarda kullanılabilir; ancak, normal oranların üzerinde artan dozajlar priz süresinde gecikmelere sebebiyet verir. Hızlandırıcılar priz süresini düşürebilir ya da gecikmeyi elemine edebilir. Lignin esaslı katkılar yalancı prizi erteler, şeker esaslı katkılar ise çimento düşük sülfat/alüminat oranına sahipse ani prize sebep olur.

2.2.5.7 Hidratasyon Isısı

Normal su/bağlayıcı oranlarında, hidratasyon ısısı ve adiyabiyatik ısı artışı priz ayarlayıcı katkıların kullanımı ile eş çimento içeriklerinde azaltılmaz. Çalışma şartları altında ısı artışının erken oranını değiştiren hızlandırma ve geciktirme ısı çıkışı oranını aliterasyona uğratabilir. Eğer katkı kullanımı çimento içeriğinde bir azalmaya izin verirse, açığa çıkan ısı doğru orantılı olarak azalır(ACI212, 2004).

2.2.6 Sertleşmiş Betona Etkileri

2.2.6.1 Dayanım

Su/bağlayıcı oranının azalmasına bağlı olarak oluşan dayanım artışına ek olarak dayanım, su azaltan katkıların ile hamur mikroyapısının modifikasyonuna bağlı olarak da artar. Yüksek dozlarda kullanılmazsa, normal priz ve hızlandırıcı tipleri çok erken yaşlardaki dayanımı arttırırken geciktirici katkıların 24 saatlik dayanımı düşürebilir. Ancak priz ayarlayıcı katkıların ile daha geç yaşlardaki dayanım aynı çimento içeriğinde %20 ya da daha fazla artabilir.

Çimento içerikleri 28 günlük dayanımları düşürmeden azaltılabilir. Su/bağlayıcı oranını düşürmek için HRWRA'lar kullanıldığı zaman, 28 günlük basınç dayanımı %25 ya da daha yüksek oranlarda artabilir. Su azaltıcı katkı içeren betonun eğilme dayanımındaki artışlar basınç dayanımındaki artışların büyüklüğü ile doğru orantılı değildir(Colleparadi, 1984).

2.2.6.2 Rötire ve Sünme

Uzun dönemdeki büzülme su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkı içermeyen betonunkinden daha düşüktür. Sünme betonun dayanımındaki artışla orantılı olarak azalır. Katkının verilen dozajda rötire ve sünmeye ne kadar etki ettiği çimento kompozisyonuna bağlıdır (ACI 209R, 1997).

2.2.6.3 Donma ve Çözülme Direnci

Su azaltıcı katkıları donma ve çözülme direncine karşı çok az bir etkiye sahiptirler. Çünkü donma çözülme karşı direnç neredeyse tümüyle sertleşmiş betonun hava-boşluk sisteminin bir fonksiyonudur. Beton su içinde kritik olarak doygun olandan daha düşüğe kalmasına izin veren iyileştirme artan dayanım ve yoğunluk veya azalan permeabilite sebebiyle su/bağlayıcı oranını azaltılması ile olabilir.

2.2.7 Değerlendirmeler

Eğer gerekli bilgi yoksa maruz kalınan çevresel şartlar ve imalat prosedürleri altında kullanılacak malzemeler ile üretilecek betonun özellikleri üzerine katkının etkisinin incelenmesi amacıyla ön deneyler yapılmalıdır. Su azaltıcı ve priz ayarlayıcı katkıların testleri betonun aşağıda verilen özellikleri üzerine etkilerini işaret etmelidir, böylelikle imalat için uygun olabilirler;

- Su ihtiyacı / İşlenebilirlik
- Hava içeriği
- Terleme
- Priz süreleri
- 28 günlük ya da özel bir yaştaki betonun basınç ve eğilme dayanımı
- Basınç dayanımının gelişimi
- Donma ve çözülme direnci ve
- Kuruma rötresi

Kullanılmadan önce laboratuvarlarda katkıların kullanılmasının incelendiği süreç, karışımların her serisi için gerekli bilgiyi sağlamak amacı ile planlanmalıdır. Karışımlar kullanılan değişik tip çimentolar ile ayrı ayrı yapılmalıdır ve diğer kullanılan malzemeler sahada kullanılan malzemeler ile aynı olmalıdır. Sıcaklık ve nem koşulları erken yaştaki dayanım ve priz süresi için önemlidir.

Sahadaki betonun performansı aynı malzemeler ile laboratuvar koşullarında hazırlanmış betonunkinden farklı olabilir. Su azaltıcı katkı ve HRWRA'ların etkisi laboratuvar mikserinde ve uygulamada kullanılan mikserden farklılık gösterebilir. Katkı dozu aynı özellikleri sağlamak amacıyla ayarlanmalıdır. Birçok durumda, HRWRA transmikserde daha iyi çalışır ve dozaj düşebilir. İmalatın başında üretimde çalışan personel bu olasılık hakkında uyarılmalıdır ve proje sahasında hedeflenen beton özelliklerini yakalamak amacıyla malzeme miktarları (özellikle hava sürükleyici katkılar) ayarlanmak için hazırlıklı olunmalıdır.

Çimento ve katkıların bilim ve teknolojilerindeki gelişmeler farklı tekniklerin kullanılması ve bu teknikler ile elde edilen sonuçların doğru olarak ilişkilendirilmesi ile ilgilidir. Çimento araştırmalarında kullanılan belli teknikler X-ray difraktometresi, izotermal kalorimetri, nükleer manyetik rezonans ve optik ve elektron mikroskop teknikleri olarak söylenebilir (Ramachandran, 1995).

BÖLÜM ÜÇ

ÇİMENTO ESASLI MALZEMELERDE MİKROYAPI VE GÖRÜNTÜ ANALİZİ ÇALIŞMALARI

Çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal özelliklerinin incelenmesi günümüz ilerleyen bilgisayar teknolojisine paralel olarak, görüntü alma ve görüntü analizi tekniklerinin gelişimi ile daha da güncel bir hal almıştır. Görüntü analizi teknikleri çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal özelliklerinin belirlenmesi açısından büyük kolaylık sağlamaktadır.

Günümüzde, mikroyapısal analizler çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal fazları ve bu fazlara ait özelliklerin saptanması ve iyileştirilmesine olanak sağlamaktadır. Bunlara ek olarak, çimento esaslı malzemelerin mikroyapıları ile makro özellikleri arasında ilişki kurulabilmektedir. Artık standart test metotlarına göre saptanan birçok makro özellik mikroyapısal özellikler ile saptanabilmekte veya tahmin edilebilmektedir.

Üretilen yapısal elemanların özellikleri üretim prosesine bağlı olarak oluşan mikroyapılarından etkilenir. Mikroyapı faz ve morfolojisi, üretim prosesi ve makro özellikler arasında kuvvetli bir ilişki vardır. Görüntü analizi yöntemleri mikroyapı fazları, morfolojisi, boyutları, şekilleri ve üretim prosesi ile oluşan mikroyapısal değişimleri belirlemek için uygun bir araç olarak görülmektedir(Coster ve Chermant, 1989). Günümüzde görüntü analizi çalışmaları; sinyal işleme, matematiksel morfoloji(Serra, 1982) ve stereoloji gibi birkaç tip yöntem içermektedir.

Görüntü analizinin birçok temel amacı vardır. Mikroyapısal incelemeler sonucu bir ölçüm veya bir sınıflandırma elde etmek ve 2 boyutlu elde edilen sonuçlar ile stereoloji ilişkileri kullanılarak 3 boyutlu parametreler elde etmek bu amaçlardandır(Chermant, 2001). Weibel (1979) tarafından tanımlanan stereoloji, mikroyapısal fazların 2 boyutlu elde edilen özellikleri saptanarak ve 3 boyutlu parametreleri ilişkilendirerek matematiksel modeller ile bir model oluşturmak olarak

açıklanabilir. Görüntü analizleri çözümleri için gerekli ihtiyaçları karşılamak amacıyla günümüz bilgisayar teknolojilerini kullanmaktadır.

Makro özellikler ve mikroyapı arasındaki ilişkiyi anlamak amacıyla, fazların morfolojisindeki çeşitlilik ve özellikleri, mikroyapıdaki heterojenlik, olasılık modelleri incelenerek mikroyapının modellenmesi ile kimyasal ve fiziksel olarak ara yüzey özelliklerinin anlaşılması gerekmektedir. Görüntü analizi ilk üç amacı incelemek amacıyla iyi bir araçtır. Ancak arayüzey özelliklerinin belirlenmesi için sadece taramalı elektron mikroskobu yeterlidir.

Mikroyapısal incelemeler amaçlı birçok çalışma yapılmıştır (Hsu ve diğer., 1963; Stroeven, 1973). Kişisel bilgisayarların gelişimi ve görüntü alma, saklama ve görüntü inceleme programlarının gelişimi, inşaat mühendisliği alanında otomatik görüntü analizlerinin kullanımını yaygınlaştırmıştır (Chermant, 2001). Buna ek olarak görüntü analizleri, homojenliğin veya dağılımın belirlenmesi ve üç boyutlu ortam için mikroyapısal özelliklerin simülasyonu açısından kullanılabilir tek yoldur (Jeulin, 1997).

Görüntü işleme ve analizi malzemelerin davranışlarını anlamak için önemli bir araçtır. Yapı malzemelerinin özelliklerinin belirlenmesinde bu tip karakterizasyon çalışmaları kullanılmaya başlanmıştır.

Malzemelere daha da spesifik olarak inşaat mühendisliği malzemelerine uygulanan görüntü analizleri 3 temel adıma ayrılabilir;

1. Görüntü alma evresi
2. Uygun özelliklerini ortaya çıkarma ve görüntü segmentasyonu
3. Bazı fonksiyon veya modellerle bu parametreleri ilişkilendirme (Coster ve Chermant, 2001).

Bu analizler boyunca bazı istatistiksel ve stereolojik sorunlar çözülür. İstatistiksel problemler görüntünün yapıya olan konumu, boyutu ve sayısı ile ilgilidir (Ringot ve

diğer, 2001). İnceleme büyütmesine bağı olarak, alınan görüntü rastgele bir özellik taşıır, bu durum göz önüne alınarak makro özelliklerle ilişkilendirilmesinde dikkat edilmesi gereklidir. Kullanılacak doğru büyütme oranları bir araştırma sonucu elde edilmelidir.

Steorolojik problemler sahadaki 3 boyutlu analizler ile ilişkilendirilerek çözümlenir. Genel olarak, bir malzemenin iki boyutlu mikroyapısal çalışmaları tek başına bir anlam ifade etmez. Üç boyutlu analiz sonuçları ile anlamlandırılması gerekir. Böylece steorolojik parametreler ve ilişkiler; iki boyutlu analizlerden üç boyutlu karakteristiklerine ulaşmak amacı ile kullanılabilir (DeHoff RT ve Rhines, 1968; Underwood, 1970; Coster ve Chermant, 1989).

Uzun zamandır malzeme bilimciler ve araştırmacılar tarafından çimento, harç ve betonun mikroyapısal özelliklerinin; mekanik dayanımlar, donma-çözülme direnci gibi özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu düşünölmüştür (Moranville-Regourd, 1992; Lewis ve Kriven, 1993; Brandt, 1995; Jaiswall ve diğer., 1997). Daha önce yapılan çalışmalar görüntü analizlerine bağı metotların incelendiğini göstermektedir (Stroeven, 1986; Ringot, 1988; Stang ve diğer., 1990). Ancak daha sıklıkla manuel ve yarı otomatik yöntemler mikroyapısal özelliklerin incelenmesinde kullanılmaktaydı. Daha güvenilir istatistiksel bir çalışma yapmak amacıyla otomatik görüntü işleme ve analiz yöntemleri daha iyi sonuçlar vermektedir (Redon ve diğer., 1999).

Birçok yöntem çimento esaslı malzemelerin hidratasyon sürecini ve bu sürecin mikroyapıya olan etkilerini incelemek amacıyla kullanılabilir (Powers ve Brownyard, 1948; Copeland ve diğer., 1960). Bununla beraber, her bir teknik belli bir aşamada ve özellik için oluşabilecek hataları engellemek amacıyla kullanılmalıdır. Örnek olarak, erken yaşlarda hidratasyonun hızını ve gelişimini incelemek amacıyla hidratasyon ısısı ölçülebilir. Ancak aynı yaşlarda kimyasal bağı suyun ölçülmesi bazı hatalara sebebiyet verebilir. Çünkü su çevre ısısı farklılıklarına göre bünyeden kolaylıkla atılabilir. Hidratasyon ısısı, kimyasal olarak bağı su miktarı ve X-ray difraktometre

gibi farklı metotların karşılaştırılmasıyla, görüntü analizleri hidratasyon sürecinin incelenmesi açısından şüphesiz olarak en iyi metottur (Mouret, 2001).

Bu bağlamda kullanılan taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağıtıcı x-ray analizi (EDXA) olarak isimlendirilen SEM'in tamamlayıcı mikro analitik birimi standart bir prosedüre uymaz (Ramachandran ve Beaudoin, 2001). SEM uygulamaları malzeme bilimciler tarafından evrensel olarak kabul görmüş bir inceleme cihazı olarak yeni bir teknolojidir.

Ancak görüntü alma ve görüntü analizlerinin mikroyapısal incelemeler üzerindeki bu üstün kapasitesi, yalın halde malzeme bilimciler ve araştırmacılar için yeterli değildir. Gerek SEM, gerekse optik mikroskop gibi farklı görüntü alma araçları kullanılarak, elde edilen mikrografikler tek başına bir anlam ifade etmez. Araştırmacılar için önemli olan elde edilen mikrografikler üzerinde yapılan görüntü analizleri sonucu, elde edilen mikroyapısal özelliklerin anlamlandırılması ve nihai olarak dayanım, dayanıklılık gibi makro özellikler ile ilişkilendirilmesidir.

Çimento hidratasyonu çalışmalarında ilk SEM uygulamalarından biri 1970'in başlarında yapılmıştır (Gupta ve diğer., 1970). EDXA'nın geliştirilmesini takiben, Diamond (Diamond, 1976) dikkatleri SEM çalışmalarının çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal analizlerindeki kapasitelerine çekmiştir. Bu çalışmalardan günümüze, birçok araştırmacı SEM uygulamalarını kullanmış ve bu tekniğin çimento esaslı malzemelerde mikroyapısal analizlerini geliştirmiştir (Diamond, 1976; Diamond, 1986; Scrivener, 1989).

Başlangıçta geçirimli elektron mikroskobu (TEM) uygulamaları, SEM uygulamaların avantajları fark edilmeden önce daha fazla kullanılmaktaydı. TEM uygulamalarında yüksek çözünürlük kapasitesine rağmen, uygulamasındaki kusurlar sebebiyle, örneklerin doğal halleri ile incelenmesine olanak vermemektedir. Gerçekte, mikroyapısal analizi yapılacak olan örnek çok ince bir film haline indirilmektedir. Böylelikle elektronlar örnek içinden geçerek TEM uygulamaları yapılır. Çimento hamuru-agrega arayüzeyi, parçacıklar arası bağ gibi bazı önemli

özelliklere zarar veren bu inceltme prosesi iyon inceltmesi ya da öğütme işlemleri ile yapılır.

SEM analizlerinin fonksiyonel yararlarının değerini anlayabilmek için, bu görsel mikro analitik tekniğin önemli prensiplerini anlamak gerekmektedir.

3.1 Taramalı Elektron Mikroskop ile Çimento Esaslı Yapı Malzemelerinin Mikroyapısal Analizi

Mikroskop malzemelerin çıplak gözle görünen durumlarından daha ince detaylarla görülmesini sağlayan bir araçtır. 16. yüzyılın sonlarında keşfedilmesinden itibaren optik mikroskobun geliştirilmesi bilimsel ekipmanların kullanımında yeni bir çağ açmıştır.

Bir mikroskobun performansı ve daha da ötesinde incelemenin kalitesi mikroskobun çözünürlüğüne ve incelenen fazı arka plandan ayıran kontrasta sahip bir görüntüyü sağlayabilme kapasitesine bağlıdır.

1920'lerdeki partikül akım dalga doğası ve elektronların manyetik alanlarda incelenebileceği buluşları elektron mikroskoplarının gelişmesine olanak sağlamıştır(Marton, 1968). Elektron mikroskobu yüklü elektron ışını sayesinde optik mikroskoba kıyasla daha yüksek çözünürlüklü görüntülerin oluşturulması kapasitesine sahiptir.

3.1.1 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Katı malzeme hamuruna elektron çarptığı zaman değişik sinyaller üreterek ya yansır ya da absorblanır. Üretilen bu sinyallerin en çok kullanılanları ikincil (secondary-SE) ve geri sıçramalı (backscattered-BSE) elektronları içerenlerdir.

Yansıyan elektronların şiddeti nesne içerisindeki fazların atomik numaraları ve malzemenin yoğunluğu ile orantılıdır. Yansıyan birincil elektronların (PE) enerjisi 50

eV civarındır. BS elektronların ayırıcı özelliği enerjilerinin oldukça yüksek olmasıdır. Ancak önemli olan bütün yansıyan elektronların belirlenen hedeften yüzeysel bir alandan üretildiği bilgisinin göz ardı edilmemesidir.

Farklı tip tepkilerin arasında, ikincil elektronlar (SE) ve x-ray tepkileri bir görüntü oluşturmak amacıyla ve kimyasal kompozisyon verileri toplamak amacıyla bir foto çoğaltıcı ile toplanır. Foto çoğaltıcının fonksiyonu ışını elektriksel bir akıma dönüştürmek ve sonuç olarak ekranda bir görüntü olarak yansıtmaktır.

Mikroskopta incelenmek istenen her bir nesnenin elektriksel olarak iletken olması gerekmektedir. Toplanan sinyaller arasındaki kontrast farkı yüzey topografisindeki ve malzemenin kompozisyonundaki farklılıklardan kaynaklanır. Hem SE hem de BSE modu görüntü alma konusunda başarılıdır. Ancak, SE modu topografik kontrastlar ile domine edilir. BSE modu ise, incelenen nesneyi oluşturan parçacıkların atomik numaraları ve yoğunlukları ile ilişkili atomik yoğunluğu belirlemek amacı ile kullanılır.

İstenilen ihtiyaçlar doğrultusunda seçilen görüntü alma modunun yanı sıra incelenen numunenin kompozisyonuna bağlı olarak uygun bir hızlandırıcı voltaj (Acceleration Voltage) seçilmelidir. Birçok modern SEM (Şekil 3.1) cihazlarında voltajı 0.2 kV ile 30 kV arasında değiştirmek mümkündür. Yüksek voltaj kullanımı kontrast farklarını daha belirgin hale getirir de, bu yükseltilmiş yüzey yüklemesine sebebiyet verir, sonuçta görüntü kalitesinde bozukluklara sebebiyet olur.



Şekil 3.1 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Tipik olarak, 15 ila 20 kV beton örneklerin çalışılması için uygundur. Ancak, yüksek oranda silika dumanı içeren örnekler için 15 kV uygun bulunmuştur. Daha kolay zarar görebilen örnek olarak, polimerler gibi malzemeler elektron ışını altında 5 kV civarı düşük voltajlarda incelenmelidir.

İncelenecek olan bir numunenin atomik yoğunluğu yüksek ise, numuneden birincil elektronların yansıması daha yüksek olur. Bu yüksek atomik numaraya sahip bir malzemenin daha etkili bir yansımaya sebep olacağını ifade eder. Çimento bu açıdan bakıldığında iyi bir örnektir. Alümina ferrit fazı (C_4AF) trikalsiyum alüminat (C_3A) fazından daha parlak görünür. Bu alümina ferrit fazının atomik numarası ($Z=26$) kalsiyum (Collepardi, 1990) ve alüminadan (Zhang ve Gjorv, 1990)) fazla olan demir içermesindedir. Buna ek olarak, BSE modta C-S-H fazı anhidrate çimento tanelerinden daha koyu görünür (Ramachandran ve Beaudoin, 2001).

SE modun aksine, BSE modta incelenen numuneler pürüzlü yüzeyler tarafından oluşacak görüntüdeki gürültüyü azaltmak amacıyla düz olmalıdırlar. SE moduna kıyasla, BSE daha yüksek enerjiye sahiptir, nitekim toplayıcının görüşünün doğrudan hattında olan bu özellikler belirlenir ve sonuç mikrografı daha derin katmanları detaylı olarak simgelemez. Buna örnek olarak boşluk fazı verilebilir.

3.2 SEM Altında Çimento Esaslı Malzemeler

3.2.1 Mikroyapının Tanımı

Mikroyapı terimi bir makroyapının mikroskopik olarak ölçümlendirilmiş bölgeleri için kullanılır. Bir katıda bulunan fazların tipi, miktarı, boyutu, şekli ve dağılımı mikroyapıyı tanımlar. Malzemelerin büyük faz elemanları (makroyapı) kesit alanından gözlenebilirken, genellikle küçük elemanlar bir mikroskop yardımı ile görülebilir. Makroyapı terimi genellikle insan gözüyle çıplak olarak görünebilen büyük mikroyapılar için kullanılır, insan gözünün çözünürlük limiti yaklaşık 200 μm dir(Monteiro, 2004).

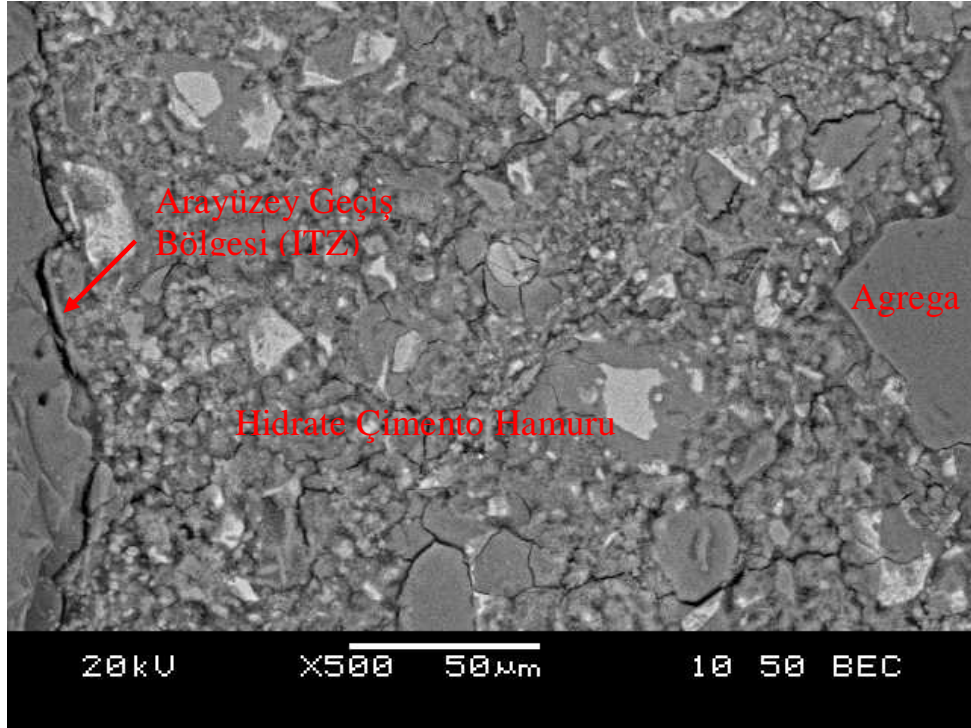
Malzeme alanındaki çalışmalar; iç mikroyapıdan özelliklerin doğduğu, bir başka deyişle; özelliklerin bir malzemenin mikroyapısında uygun değişimler yapılarak modifiye edilebileceği prensibinin fark edilmesiyle gelişmektedir.

Çimento esaslı malzemeler özellikle beton, oldukça yaygın kullanılan bir yapısal malzeme olmasına rağmen, mikroyapısı heterojen ve oldukça karmaşıktır. Bu nedenle mikroyapı-özellik ilişkileri henüz tam olarak geliştirilmemiştir. Mikroyapının ana bileşenlerinin belirlenmesi; dayanım, elastisite, sünme, rötne, kırılma ve dayanıklılık gibi betonun önemli mühendislik özelliklerini etkileyen faktörleri anlamak açısından yararlıdır.

3.2.2 Çimento Esaslı Malzemelerin Karmaşık Mikroyapısı

Çimento esaslı malzemelerin mikroyapısı, su ile çimentonun birleşimi sonucu hidratasyon sürecinde meydana gelen mikro boyuttaki faz gelişmelerini ve oluşan fazları simgeler. Çimento esaslı malzemelerin özellikle betonun sertleşmiş haldeki makro özellikleri mikroyapısından oldukça etkilenir. SEM'in sağlamış olduğu yüksek çözünürlük kapasitesi, optik bir mikroskop kullanılarak yapılabilecek petrografik analizlerin tersine, çimento esaslı malzemelerin üretim teknolojileri alanında büyük olanaklar sağlamaktadır.

Beton kesiti (Şekil 3.2) gözleendiğinde kolayca ayrılabilen iki faz; deęişken boyut ve şekilli agrega taneleri ile hidrate olmuş çimento hamurunun kütesinden oluşmuş bağlayıcı bölgedir. Mikroskobik ölçekte buna ek olarak, beton; çimento hamuru matrisine gömülmüş agrega taneleri içeren, iki fazlı malzeme olarak düşünülebilir.(Monteiro, 2004)



Şekil 3.2 Parlatılmış örnekten alınmış mikroskopik örneęi

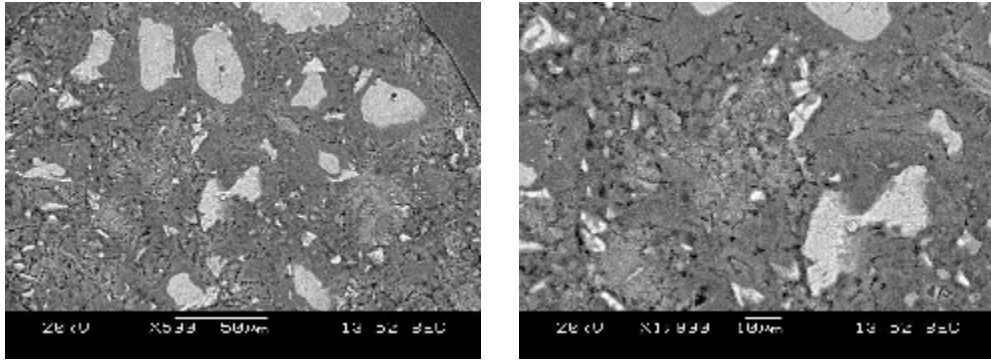
Çimento esaslı yapı malzemelerinden betonun bütünleşmiş mikroyapısı hidrate olmuş çimento hamuru, kaba ve ince agrega ve arayüzey geçiş bölgesi(ITZ) olarak adlandırılan agrega ve çimento hamuru arasındaki ara yüzeyden oluşur.

Kaba agrega tanelerine bitişik küçük bir bölgeyi simgeleyen arayüzey geçiş bölgesi vardır. Tipik olarak geniş agrega etrafında 10 ila 50 μm kalınlığında ince bir kabuk olarak bulunan ITZ genel olarak betonun iki ana bileşeni olarak adlandırılan, agrega ve çimento hamurundan daha zayıftır, ancak betonun mekanik davranışı üzerinde oldukça etkilidir.

Her üç fazda kendi başına çoklu faz karakterlidir. Örnek olarak, her bir agrega tanesi mikro çatlaklar ve boşluklara ek olarak birkaç mineral içerebilir. Benzer olarak, hem hidrate çimento hamuru hem de ITZ farklı tiplerin heterojen olarak dağılımını ve katı fazların boşlukların miktarlarını ve mikro çatlakları içerir.

Diğer mühendislik malzemelerinden farklı olarak, betonun mikroyapısı malzemenin sabit bir karakteristiği değildir, çünkü mikroyapının iki bileşeni olarak adlandırılan, hidrate çimento hamuru ve ITZ zamanla değişen çevresel neme ve sıcaklığa maruz kalır.

Betonun mikroyapısının oldukça yüksek heterojen ve dinamik doğası; mühendislik malzemelerinin davranışını tahmin etmek için, genel olarak oldukça yararlı olan teorik mikroyapı-özellik ilişki modellerinin, beton için neden çok fazla pratik bir kullanımı olmadığını diğer sebepleridir. Betonun üç fazından her birinin mikroyapısının önemli unsurlarının detaylı bilgisi; kompozit malzemelerin anlaşılması ve davranışlarının kontrolü için esastır.



(a)

(b)

Şekil 3.3 Hidrate çimento hamurunun mikroyapısı (a) 500 büyütme, (b) 1000 büyütme

Mikroskobik ölçekte, beton mikroyapısının karmaşıklığı açıktır(Şekil 3.3). Mikroyapı fazlarının ne kendi arasında homojen dağıldığı ne de kendilerinin homojen olmadığı açıktır. Örnek olarak, hidrate çimento hamuru kütlesi bazı bölgelerde oldukça boşluklu görünürken diğer bölgelerde daha yoğundur.

Hatta aynı çimento miktarına sahip, fakat farklı su miktarları ile üretilen örnekler değişken zaman aralıklarında incelenirse, genel olarak, hidrate çimento hamurundaki kapiler boşlukların hacminin, S/Ç oranı azalırken ya da hidratasyon yaşı artarken, azaldığı görülecektir.

Diğer yandan agreganın varlığında, büyük agrega tanelerinin çevresinde hidrate olmuş çimento hamurunun mikroyapısı, sistemdeki hamurun mikroyapısından genel olarak farklıdır.

3.2.3 Agreganın Fazının Mikroyapısı

Agrega fazının öncelikli etkisi betonun birim ağırlık, elastisite modülü ve boyutsal stabilitesi üzerindedir. Betonun bu özellikleri; agreganın kimyasal karakteristiklerinden çok fiziksel özellikleri ile saptanan dayanımı ve hacimsel yoğunluğu ile ilişkilidir. Diğer bir deyişle; agregadaki katı fazların kimyasal ya da mineralojik kompozisyonu; boşlukların dağılımı, hacmi ve boyutu gibi fiziksel karakteristiklerden genellikle daha az önemlidir.

Poroziteye ek olarak, iri agreganın şekli ve yüzey dokusu da beton özelliklerine etki eder. Genellikle, doğal taşlar yuvarlak ve pürüzsüz yüzeye sahiptir. Kırma taşlar kaya ve seçilen kırıcı tipine bağlı olarak pürüzlü bir yüzeye sahiptir, beton özelliklerine olumsuz etki yapan yassı ve uzun parçacıkların önemli bir miktarını içerirler.

Çok fazla boşluklu sünger taşından oluşan hafif agrega taneleri köşeli ve pürüzlü bir yüzeye sahiptirler, fakat genişmiş kil ve katmanlarından olanları genellikle yuvarlak ve pürüzsüzdür.

Agrega fazı betonun diğer iki fazından daha güçlü olduğundan, genellikle sünger gibi bazı fazla boşluklu ve zayıf agregalar durumu dışında beton dayanımı üzerinde çok fazla bir etkiye sahip değildir. Kaba agreganın boyutu ve şekli, dolaylı yoldan beton dayanımını daha çok etkiler(Monteiro, 2004).

3.2.4 Hidrate Olmuş Çimento Hamurunun Mikroyapısı

Su/çimento oranının 0,50 ve 0,55 arasında değiştiği normal bir çimento hamurunda çimento hidratasyonu sonucu gelişen ürünleri; hidrate olmuş çimento hamurunun % 50-60'lık bir miktarını oluşturan kalsiyum silikat hidrat fazı, %20-25'lik bir kısmını oluşturan kalsiyum hidroksit fazı ve kalan kısmı oluşturan etrenjit, hidrate olmamış çimento partikülleri ve boşluk fazları gibi fazlar oluşturur(Ramachandran ve Beaudoin, 2001). Hidrate olmamış kısım çimento inceliğine, su/çimento oranına ve çimento hidratasyonunun derecesine bağlıdır. Hidrate çimento hamuru terimi Portland çimentosundan ve sudan oluşan hamuru simgeler. Portland çimentosu tipik olarak 1 ila 50 µm boyutlarında değişen köşeli partiküllerden oluşmuş gri bir pudra halindedir(Monteiro, 2004).

Portland çimentosu Kalsiyum oksit, silika, alümina ve demir oksit arasındaki yüksek sıcaklık reaksiyonları ile üretilmiş birkaç bileşimin heterojen bir karışımı olan klinkerin küçük miktarda alçı taşı ile toz haline getirilip karıştırılması ile üretilir. Klinker bileşimlerinin ana karma oksit kompozisyonu, C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF ile tanımlanır. Sırayla Portland çimentosunda bu bileşenlerin bağıl miktarları genellikle 45–60, 15–30, 6–12, 6–8 arasında değişir(Neville, 1997).

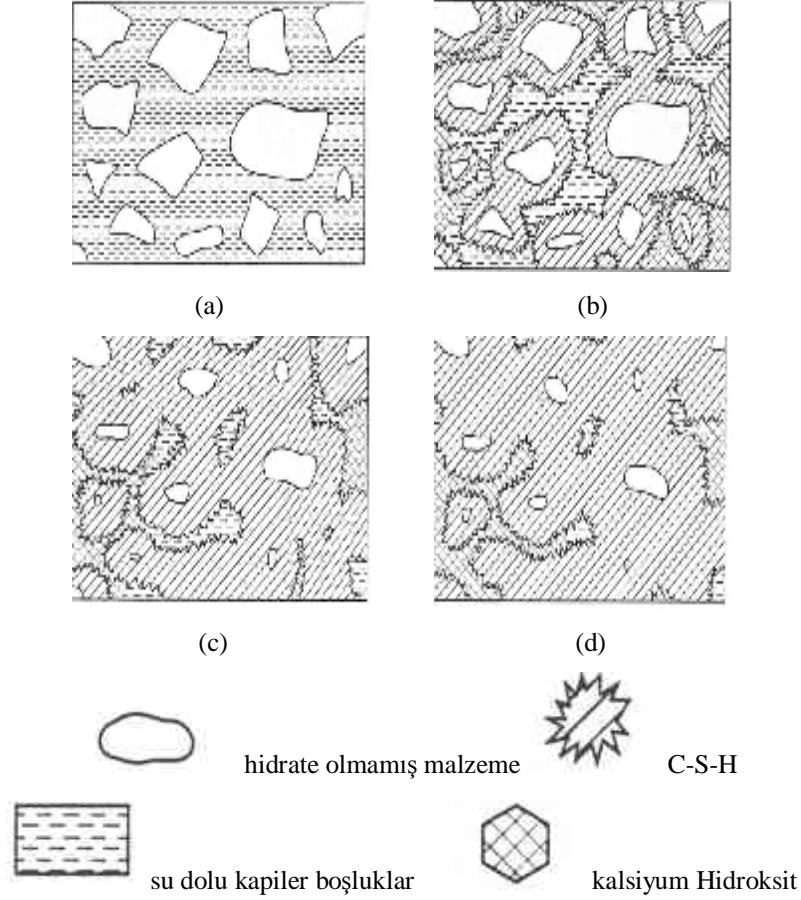
Portland çimentosu su ile temas ettiğinde, kalsiyum sülfat ve kalsiyumun yüksek sıcaklık bileşenleri çözünür ve sıvı faz hızla çeşitli iyonik türleri ile doymuş hale gelir. Çimento hidratasyonun birkaç dakikası içinde kalsiyum, sülfat, alüminat ve hidroksil iyonları arasındaki ilişki sonucu, etrenjit olarak adlandırılan kalsiyum trisülfo alüminat hidratenin iğne şekilli kristalleri ilk olarak görünür. Birkaç saat sonra kalsiyum hidroksitin geniş kristalleri ve kalsiyum silikat hidratların çok küçük lifli kristalleri eskiden su ve erimiş çimento partikülleri ile dolu boş alanları doldurmaya başlar.

Günler sonra Portland çimentosundaki alümina/sülfat oranına bağlı olarak etrenjit karasız olabilir ve hegzagonal-düzlem morfolojisine sahip monosülfoalüminat hidrate oluşturarak ayrışabilir. Hekzagonal düzlem morfolojisi, hem sülfat altında

hem de yüksek C₃A Portland çimentolarının hidrate olmuş hamurlarında form bulan kalsiyum alümine hidratların da karakteristiğidir.

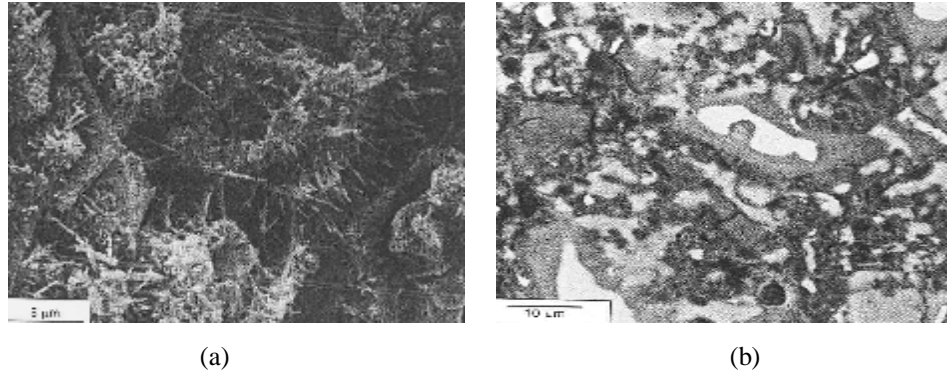
Nitekim kimyasal değişimlerin bir sonucu olarak mikroyapının evrimine ek olarak, sertleşmiş hamurun mikroyapısını etkileyen taze çimento hamurunun reolojik özelliklerine dikkat edilmelidir. Örnek olarak, çimentonun su içermeyen partikülleri geniş miktarda karışım suyu tutan topaklanmalar oluşturma ve birbirini etkileme eğilimine sahiptirler. Açıkça S/C oranındaki lokal değişimler heterojen mikroyapının oluşumunun kaynağı olabilir. Oldukça yüksek çökelmiş çimento hamuru sistemi ile iyi ayrılmış sistem karşılığında, sadece boşlukların boyut ve şekilleri değil, hidrasyonun kristal ürünleri de farklı olacaktır.

Aşağıda şematik olarak verilen mikroyapısal gelişimin açıklanması SEM gözlemlerine dayanır. Şekil 3.4'te(Mindess ve diğer.,2002) hidrasyon sürerken mikroyapı oluşumlarını şematik olarak gösterir. Bu; sıvı haldeki hamurda (Şekil 3.4.a) çimento tanelerini, sürekli bir matris oluşturan ve (Şekil 3.4.b-d) de gösterildiği gibi geri kalan çimento taneciklerini bağlayan katı hidrasyon ürünleri ile ayıran, suyun yer değişimini içerir. Harç bileşenleri ile karşılaştırıldığında (≈ 2.0 dan 3.2 ye) daha düşük özgül ağırlığa sahip olarak, hidrasyon ürünlerinin orijinal çimento bileşimlerinden daha büyük bir hacim işgal ettiğinden bu yapısal oluşum meydana gelir(Mindess ve diğer.,2002).



Şekil 3.4 Portland çimento hamurundaki mikroyapısal gelişimin şematik gösterimidir; (a)başlangıç karışımı; (b)7 günlük;(c) 28 günlük; (d)90 günlük

Katılardaki, mikroyapısal homojensizlikler dayanım ve diğer ilişkili mekanik özellikler üzerinde ciddi etkilere sahiptir, ancak bu özellikler ortalama mikroyapı tarafından değil, mikroyapısal aşırılıklar tarafından kontrol edilir. Şekil 3.5’de, erken ve geç yaşlardaki hidrate olmuş çimento hamurunun mikroyapıları gösterilmektedir. Şekil 3.5.a bütün bileşimlerin morfolojisi ve düzenlenmesini açıkça gösteren kırık yüzey görüntüsüdür. Şekil 3.5.b hamur boyunca gelişmiş ve parlatılmış bölümdür ve daha yüksek bir karmaşık yapıyı gösteren bütün mikroyapının daha temsili bir görüntüsüdür.



Şekil 3.5 Hidrate Çimento Hamurun SEM mikrografikleri ; (a)su dolu boşluklarda gelişen etrenjiti, CH'ın tabakalı kristallerini, ve CSH göstererek üç günden daha genç hamurun kırık yüzeyi ; (b) daha koyu CSH ile çevrilmiş geniş tanelerin açık hidrate olmamış çekirdekleri göstererek 28 günlük hamurun kesilmiş ve parlatılmış kesit alanı(Mindess ve diğer.,2002).

3.2.4.1 Kalsiyum Silikat Hidrat (CSH)

CSH fazı çimentonun hidratasyonu ile oluşmuş en önemli fazdır. Zira CSH fazı üretilen yapısal eleman için gerekli olan bağlayıcı özellikleri Van der Waals kuvvetleri ile sağlar ve betona dayanım kazandırır(Ramachandran ve Beaudoin, 2001). SEM CSH fazının morfolojisi ve kimyasal kompozisyonu ile ilgili çalışmalarda büyük kolaylıklar sağlamaktadır. CSH fazı normal sıcaklıklarda jel yapı olarak simgelenebilir, nitekim farklı sıcaklık koşullarında zayıf kristalden kristal hale kadar form farklılıkları gösterebilir. CSH fazının mikroyapısal analizleri mineral katkıların varlığında, ya da su/çimento oranına bağlı olarak Ca/Si oranının değişebileceğini göstermektedir.

CSH olarak simgelenen kalsiyum silikat hidrate faz, tamamı ile hidrate olmuş Portland çimento hamurundaki katı hacminin % 50 – 60'ını kaplar ve buna ek olarak hamurun özelliklerini belirleyen en önemli fazdır. CSH'nin bileşimlerinin tam tanımlanmadığı da bir gerçektir; C/S oranı 1,5 ila 2,0 arasında değişir.

Erken yaşlardaki hidratasyon boyunca, CSH fazları partikül yüzeyinden; ince tabakaların düşük yoğunluklu halini alarak etrafını saran su dolu boşluklara doğru gelişir. Dıştaki CSH ürünü erken ürün formu olarak adlandırılır, daha yüksek bir

mikroporoziteye sahiptir ve kuruma sırasında morfolojik deęişikliğe ve daha kaba bir poroziteyi hazırlar.

CSH'ın kesin yapısı bilinmemesine rağmen, malzemenin özelliklerinin açıklanması amacıyla birkaç model sunulmuştur. Powers (1958) – Brunauer(1962) modeline göre malzeme yüksek yüzey alanlı bir tabakaya sahiptir. Ölçüm tekniklerine dayanarak, 100 ila 700 m²/g ölçekli yüzey alanları CSH fazı için öngörüldü ve malzeme dayanımı temel olarak Van der waals kuvvetlerine dayandırılmıştır.

Jel boşluklarının boyutu veya katıdan katıya mesafe yaklaşık olarak 18 Å olarak rapor edilmiştir (Monteiro, 2004). Feldman – Sereda(1970) modeli CSH yapısını; farklı şekiller ve boyutların (5 ila 25 Å) ara katman boşluklarını yaratmak için düzenlenmiş tabakaların düzensiz ya da halat gibi dolaşmış düzenini içeriyor gibi gösterir.

Hidratasyon difüzyon kontrollü hale geldiğinde, CSH hidrate olan çimento partiküllerinin çevresinde daha yoğun bir örtü halini alarak şekillenir ve genç yaşta “iç ürün” olarak adlandırılır. Bu örtüler daha sonraki hidratasyon boyunca difüzyon bariyerleri oluşturur ve dışarı doğru olduğu kadar içeri doğrudan büyüyerek zamanla kalınlaşır(Monteiro, 2004).

Daha geç oluşan bu CSH ürünü daha yoęundur, daha saftır ve kuruma sırasındaki fiziksel deęişimlere daha dayanıklıdır. CSH'ın geç yaştaki ürününün oranı hidratasyon ilerlerken ya da S/Ç oranı azalırken artar.

3.2.4.2 Kalsiyum Hidroksit (CH)

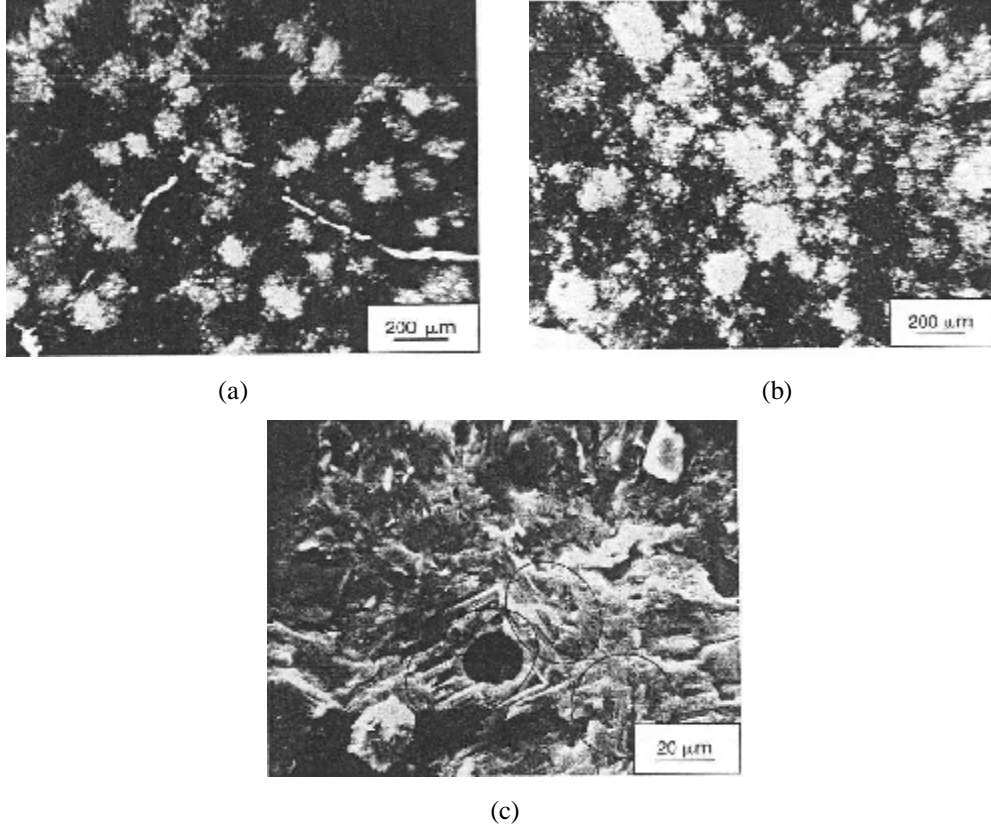
Kalsiyum hidroksit kristalleri farklı boyut ve şekillerde çimento hamurunun mikroyapısında yer alır. Genellikle hekzagonal prizma morfolojisine sahip masif yassı, geniş ince kristaller ve yayılmış masif kristal şekillere sahiptir. Kalsiyum

hidroksit kristalleri agrega-hamur ara yüzeyinde ara yüzeye paralel kristal yayılımlara sahip bir genişleme eğilimi gösterir(Ramachandran ve Beaudoin, 2001).

C_3S 'in hidratasyonu boyunca kapiler boşluklarda oluşan kristallerin boyutları ve oluşumu; optik mikroskop yardımı ile kolayca incelenir (Şekil 3.5.a. ve b). CSH'a nazaran kalsiyum hidroksit (CH) tanımlı stokiometrilik bir bileşimdir. $Ca(OH)_2$ ayırık hekzagonal-prizma morfolojisi ile geniş kristaller oluşturma eğilimindedir. Morfolojik değişiklik gösterir ve bulunan boşluklar, hidratasyon ısı ve sistemde bulunan safsızlıklardan etkilenir.

CSH ile karşılaştırıldığında, kalsiyum hidroksit tarafından yönlendirilen dayanım oldukça düşük yüzey alanının bir sonucu olarak sınırlandırılmıştır. CH kristalinin karakteristik dar çizgili görünüşü hamur içinde kristal kırılmalarının bir sonucudur. Başka bir CH kristali tarafından engelleninceye kadar büyüme devam eder ve karşılaşma sonucu başka bir doğrultuda büyümeyi sürdürür.

Şekil 3.5.c.' den görülebileceği gibi, hidrate olmamış çimento partikülleri ile karşılaştığı zaman, hidrate olmamış çimento partikülleri etrafını sarar. Genellikle bir kalsiyum hidroksit kristali; hamurda kristalin kapladığı efektif alanı arttıran çimento partikülünü tam olarak içine alır. Daha da önemlisi, gelişen kalsiyum hidroksit saf kristallerden oldukça farklı olarak davranabilir.



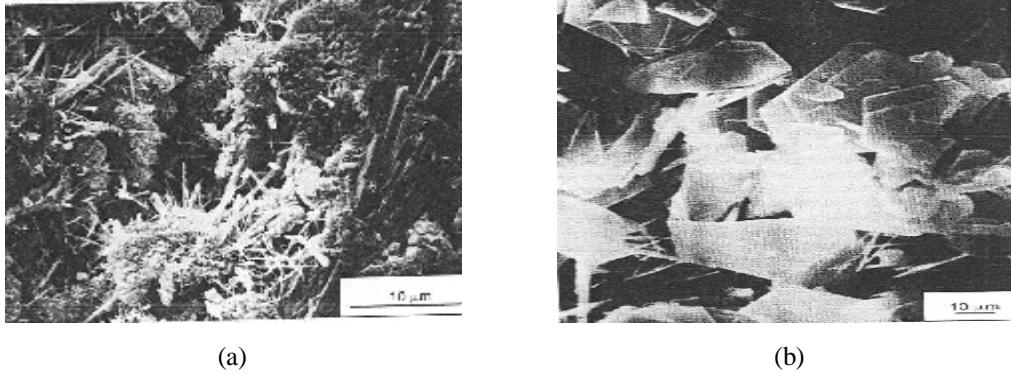
Şekil 3.5. Hidrate çimento hamurundaki kalsiyum hidroksit; (a) optik mikroskop, 7 günlük; (b) optik mikroskop, 15 günlük; (c) SEM görüntüsü, 64 günlük; ek daireler geniş CH kristalleridir (Mindess ve diğer.,2002).

3.2.4.3 Kalsiyum Sülföaluminat Hidrat

Taramalı elektron mikroskobu kalsiyum sülföaluminat hidratları biri etrenjit fazı (AFt) diğeri monosülfat (AFm) olan iki ayrı faz olarak tanımlar. Genellikle etrenjit açık boşluklarda erken hidrasyon boyunca iğne şekilli kristaller olarak form bulur. Bu oluşan kristaller ileriki yaşlarda hapsolmuş boşluk suyunda form bulan kristallerin başkalaşimleri genişlemelere ve bozulmalara sebep olur. Monosülfatlar ise hegzagonal yassı kristaller olarak bulunur. Monosülfatların erken oluşumları topklanarak kristalleşme ve düzensiz tabakalaşma eğilimindedirler, oysa daha sonra oluşanlar ise çok ince ve hegzagonal tabakalar halindedirler(Ramachandran ve Beaudoin, 2001).

Kalsiyum sülfoalüminat hidratlar hidrate hamurda katı hacminin % 15 ila 20'sini kaplar ve daha da ötesinde, mikroyapı-özellik ilişkisinde küçük bir role sahiptir. Hidratasyonun ilk bölümleri boyunca, çözelti fazının sülfat/alümina iyonik oranının iğnemsiz şekilli prizmatik kristaller oluşturan ve etrenjit olarak da anılan trisülfat ($C_6AS_3H_{32}$), oluşmasına yardımcı olur.

Portland çimentosu hamurunda, etrenjit sonuç olarak hegzagonal tabaka kristaller oluşturan monosülfat hidratlara dönüşür. Portland çimentosu betonunda monosülfat hidratın varlığı betonu sülfat saldırısına karşı zayıf kılar. Etrenjit oldukça erken yaştaki hamurların SEM analizlerinde çimento partikülleri arasında (Şekil 3.6 a) kapiler boşluklara doğru iğneler şeklinde taze beton halinde zararsız, sertleşmiş betonda zararlı olarak büyüyen şekiller halinde saptanır. Hem etrenjit hem de monosülfatın, kristal yapıdaki alüminyum iyonları ile yer değiştirebilecek az miktarda demir içerir(Mindess ve diğer.,2002).



Şekil 3.6 Hidrate çimento hamurunda kalsiyum sülfoalüminat hidratelerin SEM mikrografikleri (a) Portland çimentosunda ilk oluşan etrenjit (sağ tarafta ince CH kristalleri) ; ve (b) monosülfoalüminatlar.

3.2.4.4 Hidrate Olmamış Çimento Taneleri

Hidrate olamamış çimento tanelerinin oluşturduğu mikroyapısal faz BSE görüntülerindeki karakteristik parlaklığı ile çok kolay bir şekilde tanımlanabilir. Morfolojileri ise SE moda SEM çalışmaları ile belirlenebilir. Bu faz birbiri arasında etkileşim ve karışım suyunun büyük bir miktarını hapseden topaklanmalar oluşturma eğilimindedir. Nitekim su/çimento oranındaki istenmeyen bu değişim heterojen bir

boşluk yapısının oluşmasına sebebiyet verir. Bu alanda da SEM çalışmaları hidrate olmuş çimento hamurunda nihai boşluk fazının incelenmesi ve özelliklerinin belirlenmesinde fayda sağlamaktadır.

Su içermeyen çimentonun tane boyut dağılımına ve hidrasyon derecesine bağlı olarak, hidrasyondan uzun bir süre sonra bile, bazı hidrate olmamış klinker taneleri hidrate çimento hamurunun mikroyapısının içinde bulunabilir. Daha önce belirtildiği gibi, modern Portland çimentosunda klinker partikülleri genellikle 1 ila 50 µm boyut dağılımına uyar.

Hidrasyon sürecinin ilerlemesi ile daha küçük parçacıklar ilk olarak çözülür ve sistemden kaybolur, daha sonra daha büyük parçacıklar daha küçülür. Taneler arası sınırlı var olan boşluklar yüzünden, hidrasyon ürünleri etraflarında kabuk oluşumu görüntüsü veren, hidrate klinker tanelerine sıkı yakınlıkta kristalize olma eğilimindedirler.

Daha sonraki yaşlarda, uygun boşlukların azlığı sebebiyle, klinker tanelerinin yerinde hidrasyonu, morfolojisi orijinal klinker tanesini simgeleyebilen çok yoğun hidrasyon ürününün oluşumu ile sonuçlanır.

3.2.4.5 Hidrate Çimento Hamurundaki Boşluklar

Hidrate çimento hamurunda genel olarak iki tip boşluk bulunmaktadır. İlki başlangıçta anhidrate çimento partikülleri arasında hapsolan suyun oluşturduğu ve hidrate olmuş çimento hamurunun SEM incelemeleri sırasında hidrate olmuş CSH jeli arasındaki açık boşluklar olarak görünen kapiler boşluklardır. Hidrate olmuş çimento hamurundaki kapiler boşluklar, SEM uygulamalarında hem SE hem de BSE modlarında açıkça görünür. Daha küçük olan jel boşlukları ise, CSH jelinin içinde bulunurlar.

Porozite mikroyapının bir diğer büyük bileşenidir. SEM görüntülerinden görüldüğü gibi, hidrasyon gelişimi sürecinde kapiler porozitede azalma vardır,

fakat boşluk boyutu dağılımı da önemlidir. Ancak, boşluk boyutlarının ölçümü ve sınıflandırılması deneysel zorluklar nedeniyle karışıktır.

Boşluk boyutlarının ölçümü ve sınıflandırılmasında iki temel problem vardır. Bunlardan ilki ölçümleri yapmak amacıyla çimento hamuru kurutulmalıdır, ancak kuruma çimento hamurunun boşluk yapısını değiştirir. İkinci sorun boşluğun geometrisidir. SEM analizi sırasında düzensiz şekillenmiş ağ formunda olduğu görülen boşluğun geometrisini belirlemek oldukça zordur.

Tablo 3.1.'de çimento hamurundaki porozitenin sınıflandırılması verilmiştir. Boşluk boyutlarının 10 µm dan 0.005 µm (0.5 nm) den daha küçük çapa kadar çok büyük bir aralıkta olduğu görülebilir. Kapiler boşluklar kısmi hidrate olmuş çimento partikülleri arasında bulunan su dolu boşluklardan geriye kalanlardır; jel boşlukları ise CSH'nin asli bir parçası gibi sayılır. SEM analizlerinde görülen porozite kapiler porozitedir. Jel porozitesi ise SEM analizi ile saptanamaz ve CSH tarafından kaplanan hacim içinde yer alır(Mindess ve diğer.,2002).

Tablo 3.1 Hidrate Olmuş Çimento Hamurlarının Sınıflandırılması

İsim	Çap	Tanımlama
Kapiler Boşluklar	10000-50 nm (10-0.05 µm)	Geniş kapiler (Makro boşluklar)
	50-10 nm	Orta kapiler (Geniş mezoboşluklar)
Jel boşlukları	10-2.5 nm	Küçük izole olmuş kapiler (Küçük mezoboşluklar)
	2.5-0.5 nm	Mikro boşluklar
	≤ 0.5 nm	Ara katman boşlukları

Geç yaşlardaki hamurlarda, porozitenin hacminin en büyük miktarı CSH içinde yer alır. Jel boşluklarında küçük kapiler boşluklar içerdiği bilinmelidir.

İçinde hacim suyu akışı ve iyon difüzyonunun oldukça kolayca olacağı boşlukların bağlantısız bir ağı olduğu kapiler boşluk sistemidir. Tablo 3.2'den

görülebileceği gibi boşlukların her bir boyut oranı hamur özellikleri üzerinde farklı etkiye sahiptir(Mindess ve diğer.,2002).

Tablo 3.2 Hidrate Hamurun Özellikleri Üzerinde Boşluk Boyutlarının Etkisi

Kategori	Suyun Rolü	Etkilenen Özellikler
Makro boşluklar	Hacim suyu gibi davranır	Permeabilite ; yayılma
Geniş mezobozluklar	Küçük yüzey çekme kuvvetleri doğurur.	Makroboşlukların bulunuşunda permeabilite; %80'nin üstünde büzülme
Küçük mezobozluklar	Büyük yüzey çekme kuvvetleri doğurur.	%80 ila %50 arasında büzülme
Mikroboşluklar	Kuvvetli olarak su emer.	Büzülme

3.2.4.6 C-S-H'daki ara katman boşluğu

Powers(1958) C-S-H yapısı içindeki ara katman boşluk genişliğini 18 \AA olarak kabul etmiştir. C-S-H'nin katısı içinde % 28'lik porozite oluşturduğunu saptamıştır; fakat Feldman ve Sereda(1970) bu boşluğun 5 ila 25 \AA arasında değiştiğini öne sürmüşlerdir. Bu boşluk boyutu hidrate çimento hamurunun permeabilitesi ve dayanımı üzerinde ters bir etkiye sahip olamayacak kadar küçüktür.

Ancak, aşağıda açıklandığı gibi bu küçük boşluklardaki su hidrojen bağı ile tutulur ve belli koşullar altındaki taşınımı kuruma rötresi ve sünmeye yol açabilir.

3.2.4.7 Kapiler Boşluklar

Kapiler boşluklar hidrate çimento hamurunun katı bileşenleri ile dolmamış boşlukları simgeler. Çimento-su karışımının toplam hacmi temel olarak hidratasyon süreci boyunca değişmeden kalır. Hidratasyon ürünlerinin ortalama hacim yoğunluğu, su içermeyen Portland çimentosunun yoğunluğundan oldukça düşük olduğu tahmin edilir; tam hidratasyonda 1 cm^3 çimentonun hidratasyon ürünlerini karşılamak için yaklaşık 2 cm^3 boşluğa ihtiyacı olduğu tahmin edilir.

Nitekim çimento hidratasyonu, orijinal olarak çimento ve su tarafından kaplanan boşluğun daha da fazlasının hidratasyon ürünleri tarafından doldurulan boşlukla yer değiştirdiği bir süreç olarak görülür. Çimento ya da hidratasyon ürünleri tarafından doldurulamayan boşluklar; kapiler boşlukları, taze çimento hamuru içindeki su içermeyen çimento partikülleri arasındaki orijinal mesafe ve çimento hidratasyonunun derecesi tarafından saptanan kapiler boşlukların boyut ve hacimlerini içerir.

3.3 Mikroyapıların Bilgisayar Ortamında Simülasyonu

Mikroskobik gözlemler mikroyapının üstün kaliteli incelenmesine olanak vermektedir. Modern görüntü analizleri kullanılarak, her bir büyük bileşimin oranını kaliteli olarak saptamak olasıdır. Yıllar boyunca, çoğu ampirik matematik modeller, malzeme özellikleri üzerinde hidratasyonun ve mikroyapının etkilerini belirlemek amacı ile geliştirilmiştir. Bu çalışmalar bilgisayar kullanımı ile günümüzde daha da gerçekçi ve doğru hale getirilmiştir.

Günümüzde, bilgisayarlar özelliklere bağlı olarak bütün mikroyapının nicel tarifini sağlamak amacıyla, mikroyapının gelişimini simule etmek için kullanılmaktadır. Bu çalışmaların en başarılısı, hidratasyon süreçlerini simgelemek amacıyla kullanılan dijital görüntü tabanlı çalışmalardır.

Örnek olarak bu görüntü analizi çalışmaları; epoksi veya polyester ile kaplanmış bir numunenin, gerekli numune hazırlama evreleri geçirdikten sonra SEM uygulamaları için hazır hale getirilen parlak kesitin mikroskobik görüntülerin incelemek için kullanılır. Bu çalışmalar hamurdaki fazların dağılımı, geometrisi ve dizilişini modellemek ve fazların hidratasyon sürecine bağlı olarak gelişimini saptamak amacıyla kullanılabilir.

Her faz eşzamanlı olarak, bir dizi hidratasyon devrinden, her bir bileşen kendi hidratasyon sürecine uyarak geçer. Her bir hidratasyon devrinde; çimentonun hidratasyon bileşenlerinin mikrografikleri, uygun analizlere bağlı olarak hidratasyon

ürünlerinin özelliklerini ve gelişmiş güzel değişmelerini saptamada kullanılabilir. Hidratasyon her istenen devirden sonra farklı kimyasallar kullanılarak durdurulabilir.

Mikroyapı üç boyutlu gelişir ve matematiksel olarak; fazların ya da kapiler boşlukların miktarları ve birbirleri arasında ilişkileri hakkında bilgi vermek amacı ile tarif edilir. Ardından diğer işlemler, özelliklere ait bilgileri sağlamak için mikroyapısının her bir bileşeni üzerinde uygulanır. Bu tip simülasyon geniş bir hafızaya ihtiyaç duyar ve hesaplamalar için gelişmiş bilgisayarların kullanılma zorunluluğunu gerektirmektedir.

Simüle edilmiş mikroyapının, mikroskobik görüntü analizleri amacıyla alınmış grafik gösterimleri SEM altında görünen kesitlerle oldukça iyi örtüşür. Böylelikle örnek olarak; S/Ç oranının ve hidratasyonun değişiminin mikroyapı üzerine etkilerinin niceliksel olarak sunulması için görüntü analizi metotları kullanılabilir. Mikroyapısal simülasyonlar sadece harcın değil, diğer yandan hamurda agreganın modellenmesini kapsamak amacıyla da genişletilebilir.

BÖLÜM DÖRT

ÇİMENTO HARCİ DENEYLERİ

Çalışma kapsamında hedeflenen çimento esaslı malzemelerin mikroyapıları ile makro özellikleri arasında ilişkinin kurulabilmesi için mekanik dayanım, priz süresi, akış miktarı gibi özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda farklı bazlı ve dozajda kimyasal katkıları iki farklı tip çimento kullanılarak farklı mikroyapılar elde etmek amacıyla çimento harcı örnekleri hazırlanmıştır. Hazırlanan çimento harçları örnekleri üzerinde seçilen günlerde yukarıda belirtilen özelliklerin saptanması amacıyla mekanik deneyler gerçekleştirilmiştir.

Çimento harçları ile çalışılmasının nedeni;

1. Çimento harçlarında kullanılan agrega boyutunun ince oluşu sebebiyle yüksek büyütme oranlarında daha fazla miktarda çimento hamurunun SEM altında alınan mikrografiklerde ortaya çıkması,
2. Hamur üzerinde görüntü analizleri yapılarak daha geniş ve anlamlı bir mikroyapısal sonuçlar elde edilebileceği ve
3. Çimento harçları hazırlanırken kullanılan kimyasal katkıların etkilerinin çimento hamuru üzerinde olması şeklinde özetlenebilir.

4.1 Malzeme Temini ve Özellikleri

Çimento harçlarının mekanik özelliklerinin belirlenmesinde çeşitli ülke standartlarında farklı yöntemler bulunmaktadır. Ülkemizde ise çimento harçlarının mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla Türk Standartları Enstitüsü tarafından hazırlanan TS EN 196-1’de “Çimento Deney Metotları-Bölüm1: Dayanım Tayini” ve TS EN 196-3’de “Çimento Deney Metotları-Bölüm1: Priz Süresi” standartları kullanılmıştır.

Bu çalışmada çimento harcının basınç dayanımı 50 mm ayrıtlı küpler ile belirlenmiştir. Diğer yandan TS EN 196-1'e göre hazırlanan 40x40x160 mm ayrıtlı prizma örnekler önce orta noktadan tekil yüklü olarak eğilme deneyine tabi tutulmuştur. Daha sonra, eğilme deneyi sonrası iki parçaya ayrılan yarım prizmalar üzerinde de eğilme sonrası basınç dayanımı deneyi yapılmıştır.

Eğilme sonrası basınç dayanımı deneyini gerçekleştirebilmek amacıyla sert metalden bir aparat içine yerleştirilen yarım prizma örnekler tek eksenli basınç dayanımı deneyine tabi tutulmuştur. Her iki yöntemle bulunan basınç dayanımları arasında ilişki kurulmuştur.

Yapılan deneylerde esas alınan standartlarda; kullanılacak kumların CEN (European Committee for Standardization) Avrupa Standart Komitesi standart kumu olması gerekliliğine işaret edilmiştir. Bu amaçla Set Betoya firmasının Kırıkkale Fabrikasında üretilmekte olan standart kumlar temin edilmiştir. Hazırlanan harç numunelerde mikroyapısal değişimleri sağlamak, kimyasal katkı tipi ve dozaj etkinliğini belirlemek amacıyla katkı tip ve dozajları değişken olarak alınmıştır. Kullanılan kimyasal katkıları Sika ve Basf firmalarından yetkili kişiler ile yapılan görüşmeler sonucu seçilmiştir.

Diğer yandan harçların hazırlanması sırasında Çimentaş firması tarafından üretilen CEMI 42,5 R ve CEMII A-M 42,5 R tip çimentolar kullanılmıştır. Çimentolara ait fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikler Tablo 4.1 ve Tablo 4.2'de, ve kimyasal katkılara ait üretici firmalar tarafından verilen özellikler aşağıda Tablo 4.3'de görülmektedir.

Tablo 4.1 CEM I 42,5 R Tip Çimento Analizi

Çimento Tipi	CEM I 42,5 R				
Özellik	Birim	Deney Metodu	Uygunluk Kriteri (TS EN 197-1)		Değer
Çözünmeyen Kalıntı	%	TS EN 196-2	≤ %5,0		0,10
Klorür muhtevası (Cl ⁻)	%	TS EN 196-2	≤ %0,1		0,01
Sülfat Miktarı (SO ₃)	%	TS EN 196-2	≤ %4,0		2,82
Kızdırma kaybı	%	TS EN 196-2	≤ %5,0		3,63
Priz Başlama Süresi	dk	TS EN 196-3	≥ 60		155
Priz Bitiş Süresi	dk	TS EN 196-3	-		230
Özgül Yüzey (Blaine)	cm ² /gr	TS EN 196-6	-		3640
Hacim Genleşmesi	mm	TS EN 196-3	≥ 10		0,5
Erken Dayanım (2 g.)	N/mm ²	TS EN 196-1	≥ 20,0	-	27,60
Standart Dayanım (28 g.)	N/mm ²	TS EN 196-1	≥ 42,5	≤ %62,5	50,40
Kimyasal Kompozisyon	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	
Miktarı (%)	69,58	9,20	6,74	10,74	

Tablo 4.2 CEM II A-M 42,5 R Tip Çimento Analizi

Çimento Tipi	CEM II A-M 42,5 R				
Özellik	Birim	Deney Metodu	Uygunluk Kriteri (TS EN 197-1)		Değer
Çözünmeyen Kalıntı	%	TS EN 196-2	≤ %5,0		-
Klorür muhtevası (Cl ⁻)	%	TS EN 196-2	≤ %0,1		0,008
Sülfat Miktarı (SO ₃)	%	TS EN 196-2	≤ %4,0		2,99
Kızdırma kaybı	%	TS EN 196-2	≤ %5,0		1,75
Priz Başlama Süresi	dk	TS EN 196-3	≥ 60		145
Priz Bitiş Süresi	dk	TS EN 196-3	-		225
Özgül Yüzey (Blaine)	cm ² /gr	TS EN 196-6	-		3780
Hacim Genleşmesi	mm	TS EN 196-3	≥ 10		1,5
Erken Dayanım (2 g.)	N/mm ²	TS EN 196-1	≥ 20,0	-	26,60
Standart Dayanım (28 g.)	N/mm ²	TS EN 196-1	≥ 42,5	≤ %62,5	50,90

Tablo 4.3 Kimyasal katkı özellikleri

Katkı Adı	Rheobuild 561 (NSB)	Sikament MR50 (LMP1)	Sikament MR70 (LMP2)	Sika Retarder (MP)
Standart	ASTM-C 494 TYPE G	ASTM-C 494 TYPE A,D,G	ASTM-C 494 TYPE A,D,G	ASTM-C 494 TYPE B
Uygunluğu	TS EN 934-2 ÇİZ.11.1-11.2	TS EN 934-2 ÇİZ.10	TS EN 934-2 ÇİZ. 10	TS EN 934-2 ÇİZ. 8
Katkı Esası	Naftalin Sülfonat	Lignin Esaslı Modifiye Polimer	Lignin Esaslı Modifiye Polimer	Modifiye Fosfat
Yoğunluk	1,16-1,19 kg/lt	1,14 ± 0,02 kg/lt	1,15 ± 0.02 kg/lt	1,205 ± 0,015 kg/lt
Dozaj (%çim.ağr.)	% 1,0-1,5	0,4-1,0	0,4-1,0	0,2-1,5
Katı madde Miktarı	%35	% 31,05	%32,75	%27
Katılma Önerileri	İlk karışım suyu toplam miktarın % 50–70 ilave edildikten sonra, kalan miktar ile birlikte	Karışım suyuna katılarak	Karışım suyuna katılarak	Karışım suyuna katılarak
Karıştırma Önerileri	Hızlı devirde minimum 60sn ek süre	Hızlı devirde 3 dakika ek süre	Hızlı devirde 3 dakika ek süre	Hızlı devirde 3 dakika ek süre

4.2 Çimento Harcı Deney Sonuçları

Farklı bazlı kimyasal katkıları farklı dozajlarında kullanılarak hazırlanan çimento harcı örnekleri üzerinde; akış miktarı, priz süresi ve dayanım özelliklerinin saptanması amacıyla mekanik deneyler gerçekleştirilmiştir.

Hazırlanan örneklerde katkı dozajına ve tipine bağlı olarak yukarıda sözü edilen makro özelliklerin değişimi incelenmiştir. Her bir katkı tipinde çimento ağırlığınca %1,5 kullanım dozajı sabit alınarak, katkı esasının etkinliğinin makro özellikler üzerine etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır. Diğer yandan Tablo 4.3'te üretici firmalar tarafından verilen katkı kullanım dozajlarına ek olarak, aşırı doz (over dosage) etkisini incelemek amacıyla, önerilen maksimum kullanım dozajından fazla olan bir dozaj daha kullanılmıştır.

Bir sonraki bölümde anlatılacak olan görüntü analizi yöntemleri kullanılarak saptanan mikroyapısal özellikler ile aşağıda verilen makro özellikler arasında ilişki kurulmuştur.

Kimyasal katkıları kullanılarak 5x5x5 cm ve 4x4x16 cm boyutlu harç örnekleri hazırlanmıştır. Bu katkıları ile hazırlanan çimento harcı setleri NSB1-1,5 ve LMP2-2-0,4 gibi kısaltmalar ile ifade edilmiştir. Bu isimlendirmede ilk bölüm katkı esasının kısaltmasını, ikinci kısım ise kullanılan çimento tipini ve son olarak da üçüncü kısım kullanılan katkı dozajını ifade etmektedir. Örnek olarak NSB1-1,5; çimento ağırlığının % 1,5 oranında dozaja sahip naftalin sülfonat bazlı katkı ve CEMI 42,5 R çimentosu ile hazırlanan harç örnekleri simgeler. Diğer yandan MP2-0,2 modifiye fosfat bazlı kimyasal katkının %0,2 oranında kullanılarak hazırlandığı çimento harcı örneklerini işaret eder. Her bir çimento tipi ile hazırlanan harç örneklerinin karışım miktarları Tablo 4.4'te sunulmuştur.

Tablo 4.4 Karışım oranları

Seri adı	Agrega (g)	Çimento (g)	Su (g)	Katkı (g)
Kontrol	1350	450	225	-
NSB-1,0	1350	450	222,08	4,5
NSB-1,5	1350	450	220,60	6,75
NSB-2,0	1350	450	219,50	9,00
LMP1-0,4	1350	450	223,76	1,80
LMP1-1,0	1350	450	221,90	4,50
LMP1-1,5	1350	450	220,35	6,75
LMP2-0,4	1350	450	223,79	1,80
LMP2-1,0	1350	450	221,97	4,50
LMP2-1,5	1350	450	220,46	6,75
MP-0,2	1350	450	224,34	0,90
MP-1,5	1350	450	220,07	6,75
MP-2,0	1350	450	218,43	9,00

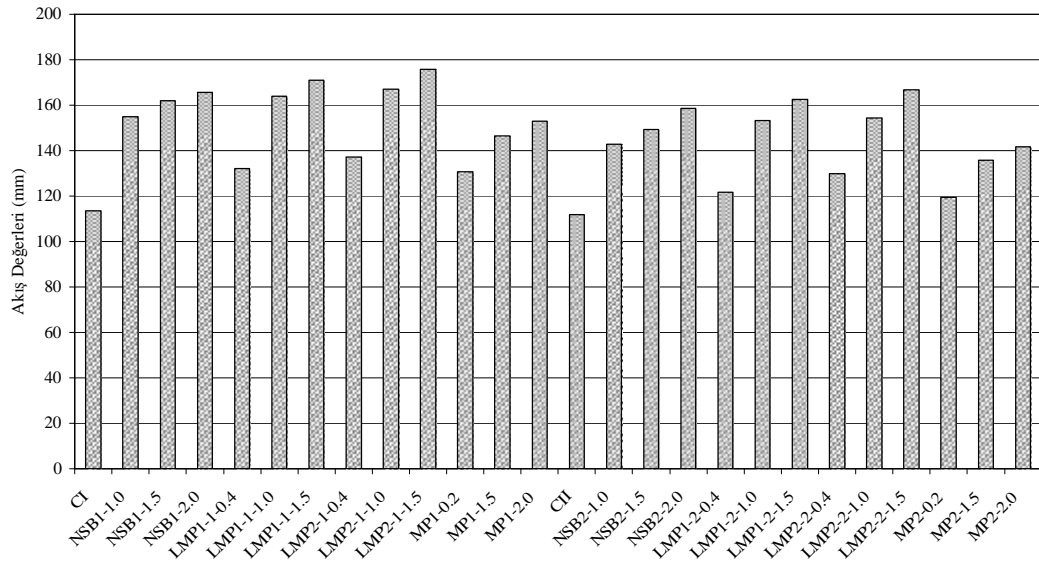
4.2.1 Akış ve Akış Alan Oranı Değerlerinin İncelenmesi

Çimento esaslı malzemelerin işlenebilirliğine; karışımın su içeriği, karışım oranları, agrega özellikleri, zaman, sıcaklık, çimento karakteristikleri ve katkıları gibi

birçok faktör etki eder. Çimento karakteristikleri işlenebilirlik üzerine agrega kadar etkili değildir. Ancak çimentonun artan inceliği, aynı su/bağlayıcı oranında daha yüksek özgül yüzey alanına sahip oldukları ve daha hızlı hidrate oldukları için işlenebilirliği azaltır (Mindess ve diğer., 2002).

Hava sürükleyici katkılar, su azaltıcı katkılar ve priz geciktirici katkılar işlenebilirliği iyileştirirler. Nitekim kimyasal katkıların farklı tip çimentolar ile farklı reaksiyona girdiğini ve bazı durumlarda işlenebilirlik kaybını ağırlaştırıcı ettikleri unutulmamalıdır (Mindess ve diğer., 2002).

Çimento harcı örnekleri hazırlanırken yayılma tablasında hazırlanan örneklerin katkı tipi ve dozajına bağlı olarak akış değerleri belirlenmiştir. Elde edilen akış değerleri aşağıda Şekil 4.1’de verilmiştir.



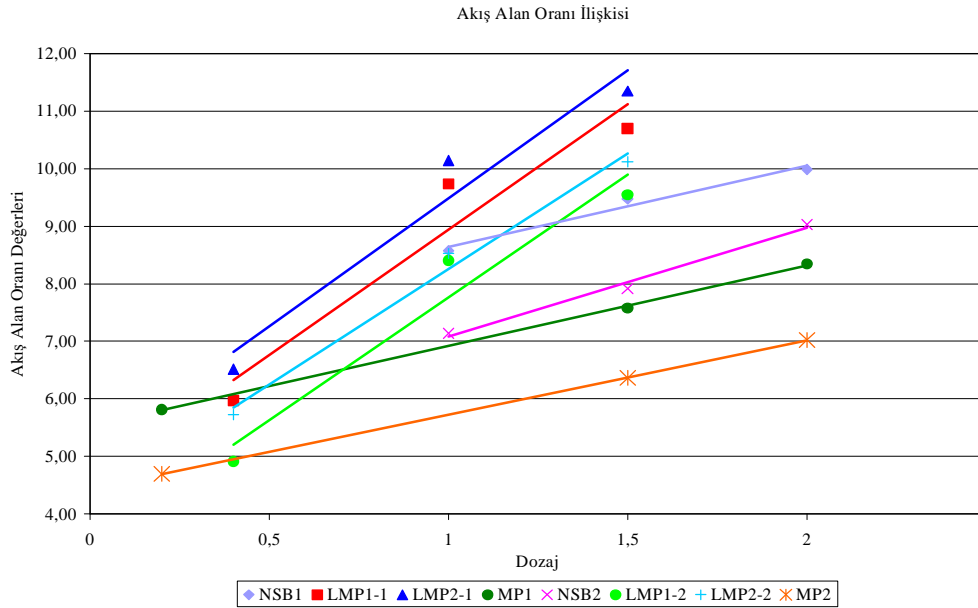
Şekil 4.1 Tüm serilere ait akış değerleri

Saptanan akış değerlerine bağlı olarak; kullanılan kimyasal katkının akış değerleri üzerine etkisinin lineer olup olmadığını saptamaya yardımcı olan akış alan oranı değerleri de hesaplanmış ve grafik halinde verilmiştir (Şekil 4.2).

Akış alan oranı aşağıdaki formüle bağlı olarak; akış değeri ve 50mm çaplı orijinal akış konisi alanı arasındaki alan farkının orijinal koni alanına bölünmesi ile elde edilir.

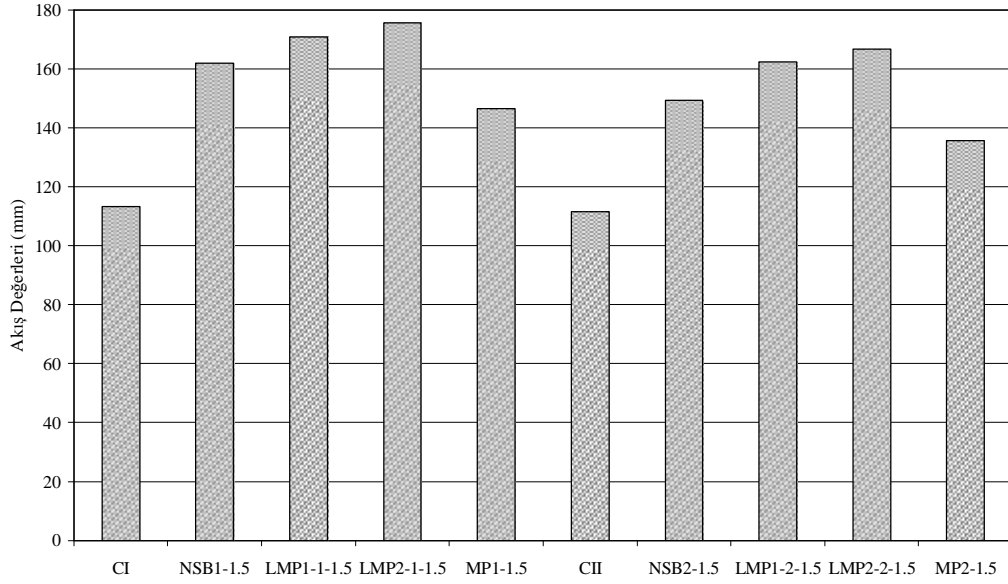
$$\text{Akış alan oranı} = (F^2 - 50^2) / 50^2 \quad (1)$$

Nitekim çimento hamurunun akması üzerine katkının etkisi eklenen katkıların tipi ve miktarına göre değişir. Buna ek olarak yukarıda ifade edilen eğilim bazen çimento tipi ile değişmektedir (Mindess ve diğer., 2002).



Şekil 4.2 Tüm serilere ait akış alan oranı değerleri

Diğer yandan katkı tip etkinliğinin belirlenebilmesi amacıyla her bir katkı ile aynı kullanım dozajında hazırlanan çimento harcı örneklerine ait akış değerleri Şekil 4.3'te sunulmuştur.



Şekil 4.3 Aynı katkı dozajındaki örneklere ait akış değerleri

Yapılan deneysel çalışmalar sonucu elde edilen akış değerlerinin kimyasal katkı tip ve dozajına bağlı olarak değişimleri incelenmiştir. Yukarıdaki grafiklerden görülebileceği gibi, su azaltıcı ve priz geciktirici özelliklere sahip kimyasal katkı kullanımına bağlı olarak akış değerlerinde artış gözlenmektedir. Kimyasal katkı kullanım dozajlarının artışı çimento harcı örneklerinin akış değerlerinde artış olarak sonuçlanmıştır.

Buna ek olarak, lignin esaslı modifiye polimer bazlı LMP2 katkısı çimento harcı akış özellikleri üzerinde en büyük etkiye sahiptir. En düşük akış alan oranı değerleri ise, kontrol serilerinin yanı sıra, yalın geciktirici özelliğe sahip modifiye fosfat bazlı kimyasal katkı ve CEMII tip çimento kullanılarak hazırlanan ve MP2 olarak nitelendirilen harç örneklerde görülmüştür.

Diğer yandan, kimyasal katkıların her iki tip çimento ile hazırlanan harç örnekleri akışı üzerinde aynı eğilime sahip oldukları görülmektedir. Ancak aynı tip ve aynı dozajda katkı kullanılarak hazırlanan, farklı çimento tipine sahip örneklerin akış değerleri arasında miktar olarak farklılıklar görülmektedir. CEMII ile hazırlanan örneklerin akış değerleri CEMI ile hazırlanan örneklerin akış değerlerinden daha düşüktür. Bu eğilim CEMII tip çimentonun daha fazla inceliğe sahip olması ve daha

erken priz alıp yüksek yüzey alanı sebebiyle daha fazla su ihtiyacına sahip olmasındandır.

Naftalin sulfonat, lignin esaslı modifiye polimer ve modifiye fosfat bazlı katkıların, farklı oranlarda iki farklı tip çimento ile kullanılarak hazırlanan harç örneklerinin akış değerlerinin kullanılması ile elde edilen akış alan oranları değerleri de Şekil 4.2’de grafik olarak sunulmuştu.

Bu grafik ile iki farklı tip çimento, üç farklı katkı dozajı ve 4 farklı bazda katkı kullanılarak hazırlanan harç örneklerin akış değerlerinin birimsizleştirilmesi ile katkı etkisinin çok daha iyi görülmesi amaçlanmaktadır. Şekil 4.2’den açıkça görülmektedir ki, kullanılan katkı dozajı arttıkça, çimento harcının akış alan oranı değeri artmaktadır. Akış alan oranı değerinin lineere yakın bir eğilim göstermesi katkı dozajının akış değeri üzerinde doğrusal bir etkiye sahip olduğunu ve hazırlanan karışımların aynı koşullar altında hazırlandığını göstermektedir (Matsuhisa ve diğer., 1998; Okamura ve diğer.,1993).

4.2.2 Priz Süresi Değerlerinin İncelenmesi

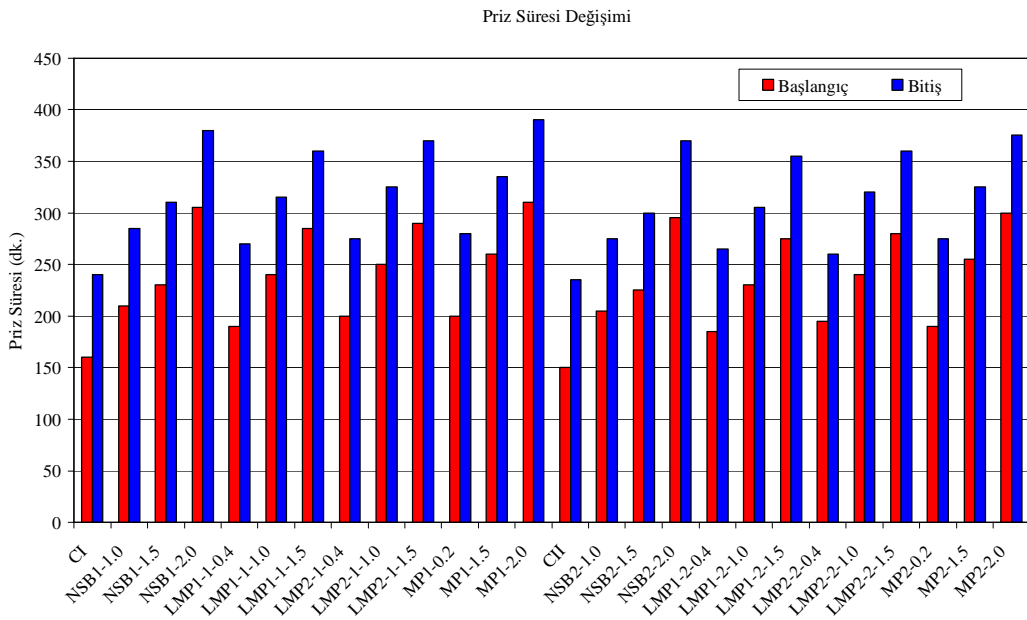
Kimyasal katkılar çimento esaslı malzemelerin performanslarının artırılması ve mikroyapı özelliklerinin iyileştirilmesi sonucu makro özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla kullanılmaktadır.

Çimento esaslı yapısal elemanların üretiminde kullanılan kimyasal katkılardan olan, “su azaltıcı ve priz ayarlayıcı” katkıların başka bir özelliği de beton ve harcın işlenebilirliği arttırmak amacıyla hidrasyonunu geciktirmesidir. Ancak bazı durumlarda, katkı kullanımını belli limitlerin altında tutulmalıdır. Aksi durumlarda yüksek dozlarda katkı kullanımını aşırı oranlarda hidrasyonlarda gecikmeye sebep olabilir.

Çalışma kapsamında naftalin sulfonat bazlı ASTM C- 494 Tip G uygun yüksek oranda su azaltıcı ve geciktirici; lignin esaslı modifiye polimer bazlı ASTM C- 494

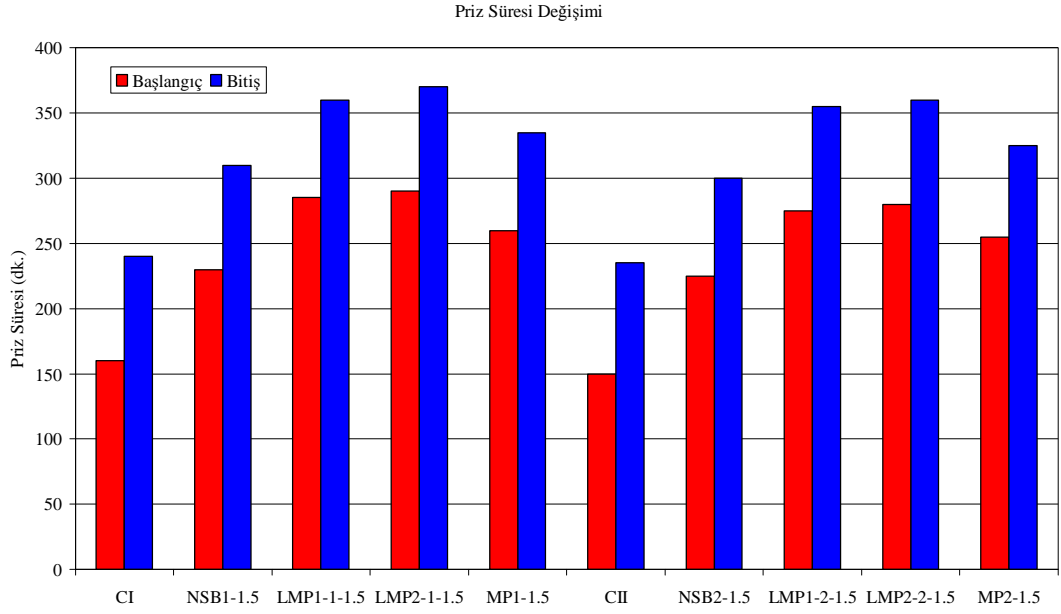
Tip A,D ve G uygun su azaltıcı, su azaltıcı ve geciktirici, yüksek oranda su azaltıcı ve geciktirici; modifiye fosfat bazlı ASTM C- 494 Tip B uygun geciktirici özellikli katkıları ile iki farklı tip çimento ile hazırlanan harç örneklerinin priz süreleri başlangıç ve bitiş süreleri de hidrasyon üzerinde bu tip katkıların etkileri göz önüne alındığında benzer etki göstermektedir.

Farklı dozajlarda farklı tip katkıları ve iki farklı tip çimento kullanılarak hazırlanan harçların priz süreleri Şekil 4.4'te gösterilmiştir.



Şekil 4.4 Tüm seriler için priz süresi değerleri

Su azaltıcı ve priz dengeleyici kategorisine giren ve farklı oranlarda kullanılan tüm katkıların priz süresini farklı oranlarda geciktirdiği gözlemlenmiştir. Modifiye fosfat bazlı ASTM-C 494 Tip B uygun geciktirici tip katkının %2,0 dozaj ve CEMI 42,5 R çimentosu ile hazırlanan örneklerin priz süresinde en yüksek artışa neden olduğu saptanmıştır.

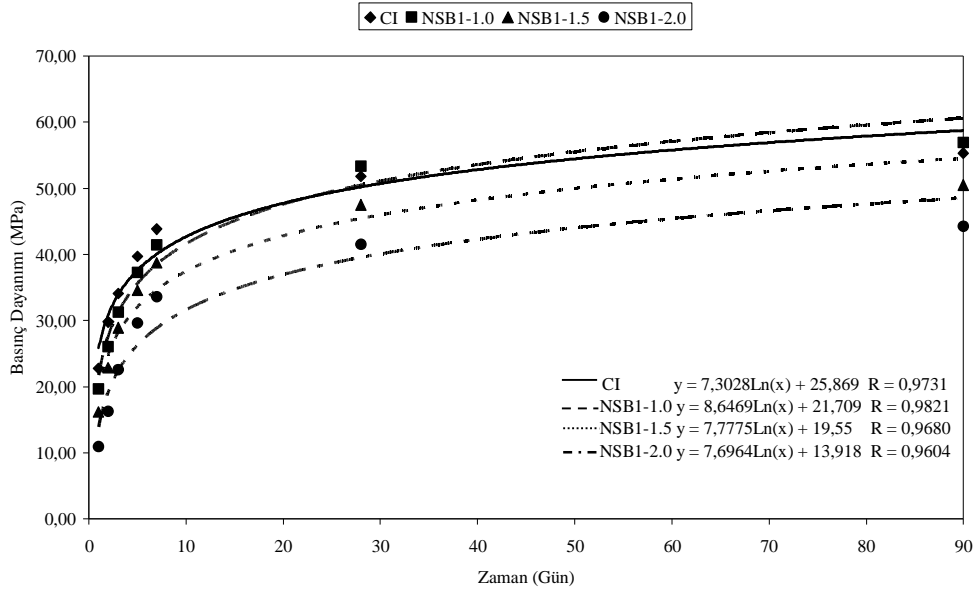


Şekil 4.5 Aynı katkı dozajındaki örneklere priz süresi değerleri

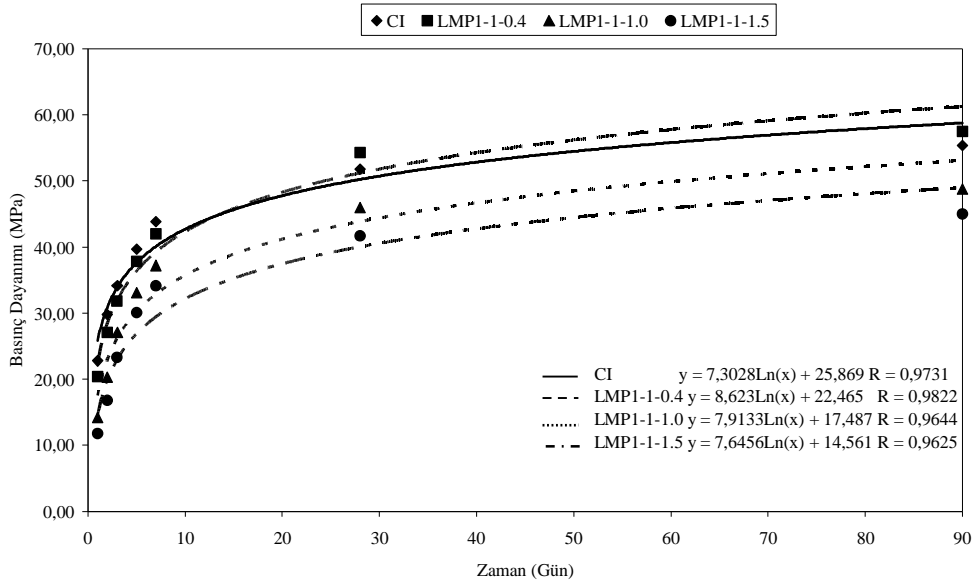
Diğer yandan, kimyasal katkıların her iki tip çimento ile hazırlanan harç örnekleri üzerinde aynı eğilime sahip oldukları görülmektedir. Ancak aynı tip ve aynı dozajda katkı kullanılarak hazırlanan farklı çimento tipine sahip örnekler arasında miktar olarak farklılıklar görülmektedir. CEMII ile hazırlanan örneklerin priz süreleri CEMI ile hazırlanan örneklerin priz sürelerinden daha kısadır. Bu eğilim CEMII tip çimentonun daha fazla inceliğe sahip olup, daha kısa sürede priz almasındandır.

4.2.3 Basınç, Eğilme ve Eğilme Sonrası Basınç Dayanımı Deney Verilerinin Değerlendirilmesi

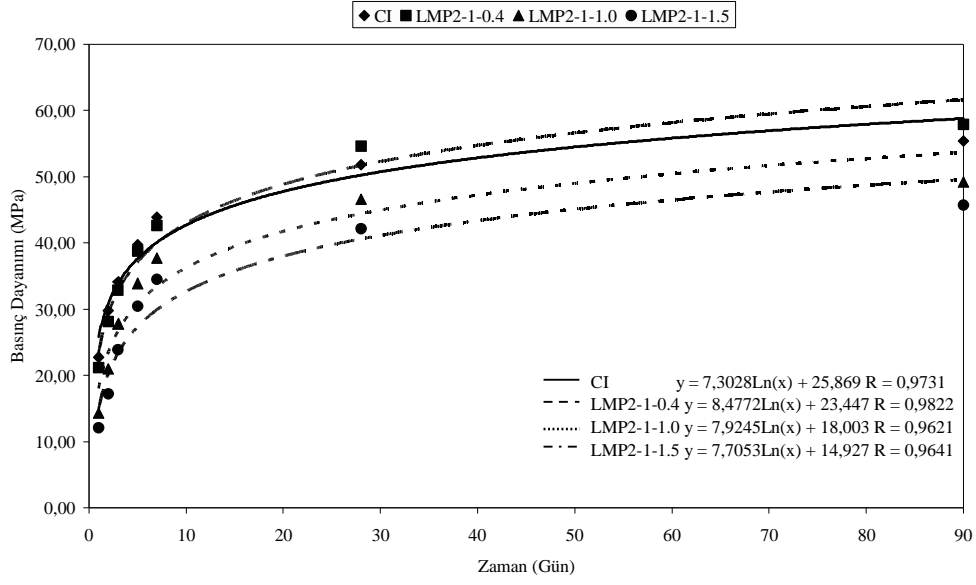
Kimyasal katkıları kullanılarak hazırlanan 5 cm ayrıtlı küp ve 4x4x16 cm ayrıtlı prizma harç örneklerin 1, 2, 3, 5, 7, 28 ve 90 günlük basınç, eğilme ve eğilme sonrası basınç dayanımı değerleri saptanmıştır. Elde edilen dayanım değerleri ve dayanım değerlerinin zamana ve dozaja bağlı değişimleri aşağıda grafikler halinde verilmiştir (Şekil 4.6-16).



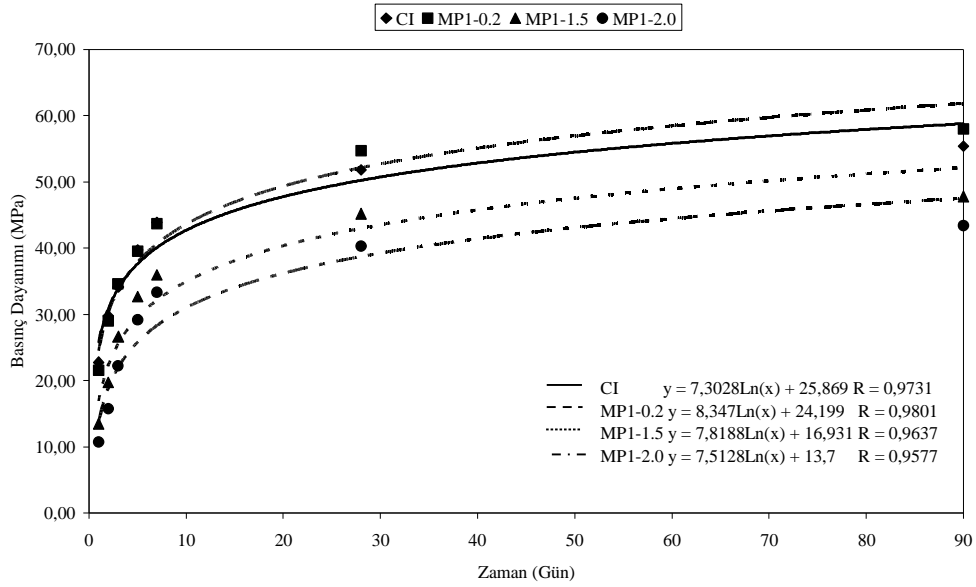
Şekil 4.6 CEMI tip çimento ile hazırlanmış NSB1 serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



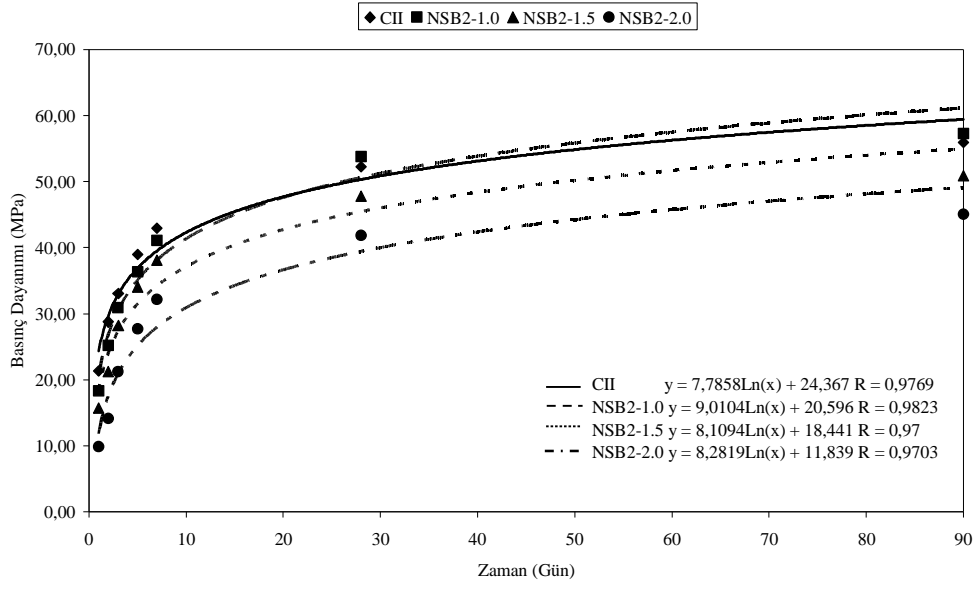
Şekil 4.7 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP1-1 serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



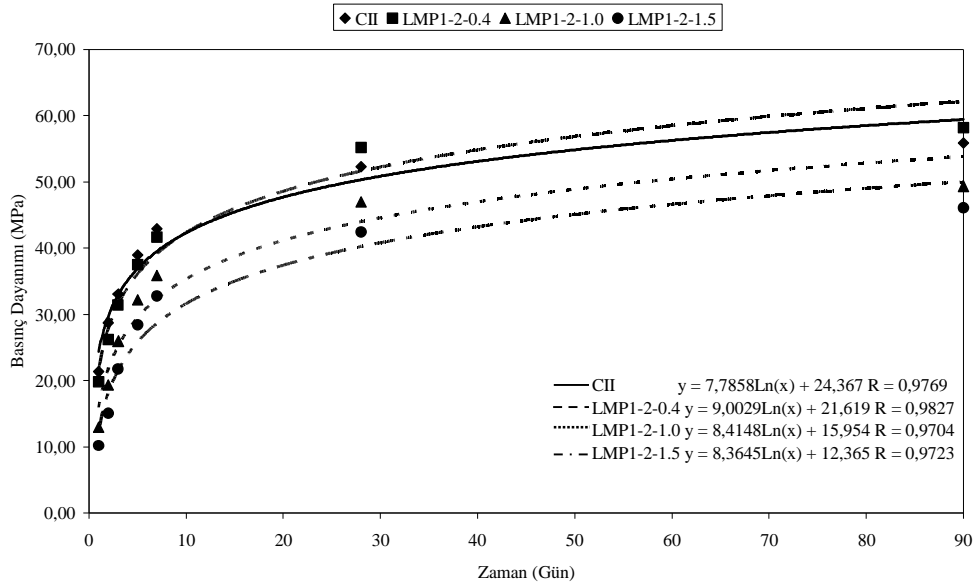
Şekil 4.8 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP2-1 serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



Şekil 4.9 CEMI tip çimento ile hazırlanmış MP1 serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



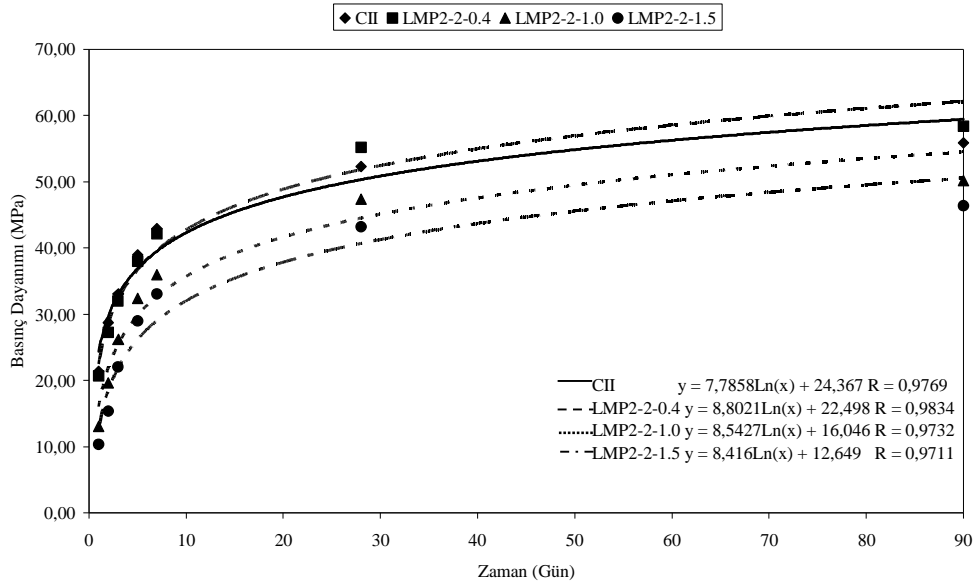
Şekil 4.10 CEMII tip çimento ile hazırlanmış NSB2 serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



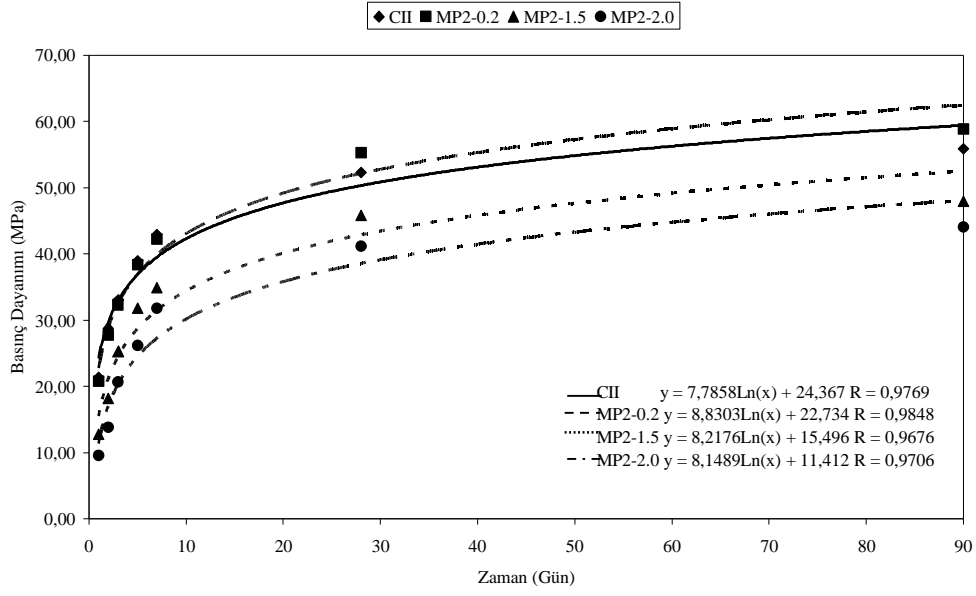
Şekil 4.11 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP1-2 serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi

Farklı tip kimyasal katkıların farklı dozajlarda iki farklı çimento ile kullanılmasıyla hazırlanan 5'cm ayrıtlı küp örnekler üzerinde basınç dayanımı testi yapılmıştır. Çalışma kapsamında kullanılan kimyasal katkıların priz geciktirici

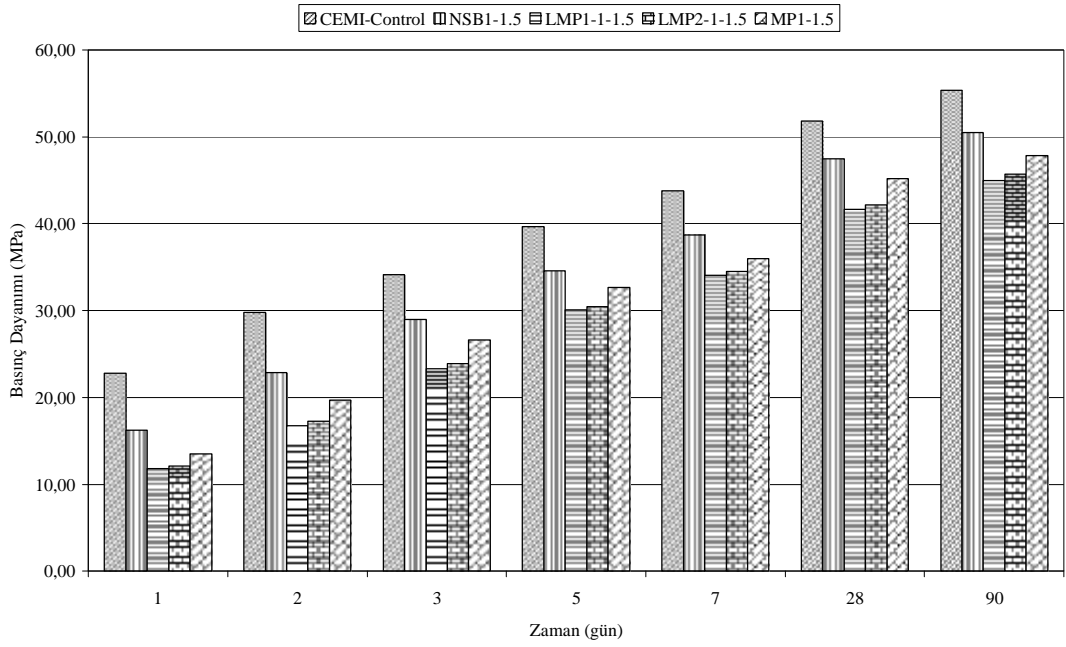
özelliklerine bağlı olarak basınç dayanımı değerleri üzerindeki etkileri; erken yaşlardaki kimyasal katkılı örneklerin kontrol örneklerine kıyasla daha düşük dayanım değerlerine sahip olması olarak görülmektedir. Nitekim su azaltıcı ve geciktirici katkıların, erken yaşlarda hidrasyonu geciktirmelerine karşın ileriki yaşlarda daha düzenli bir mikroyapı oluşturarak daha yüksek nihai dayanımlar verdikleri görülmektedir (Bkz. Bölüm 6).



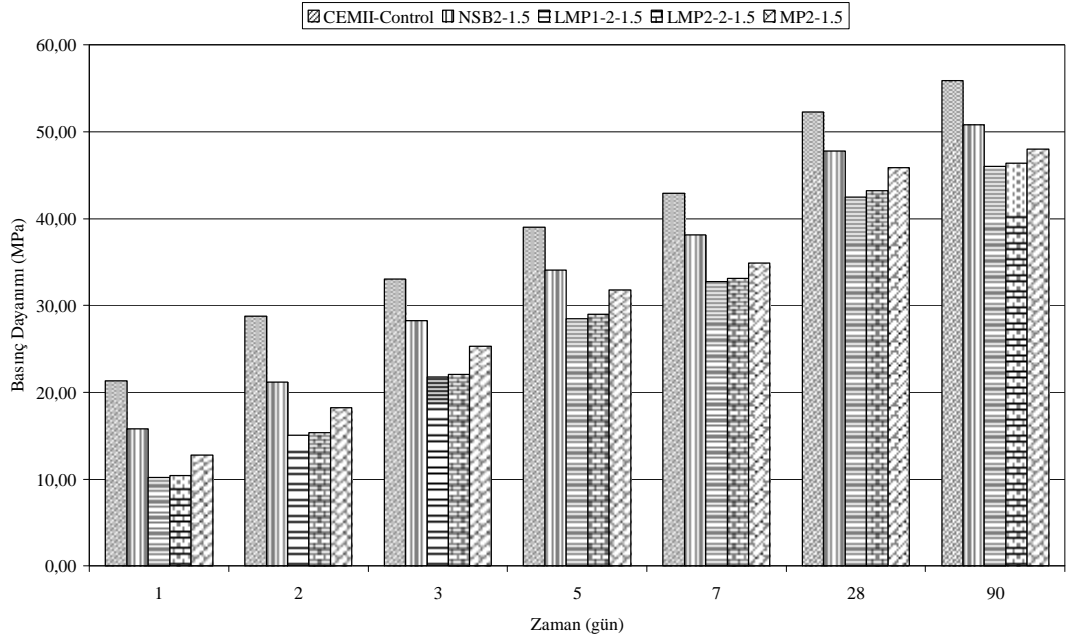
Şekil 4.12 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP2-2 serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



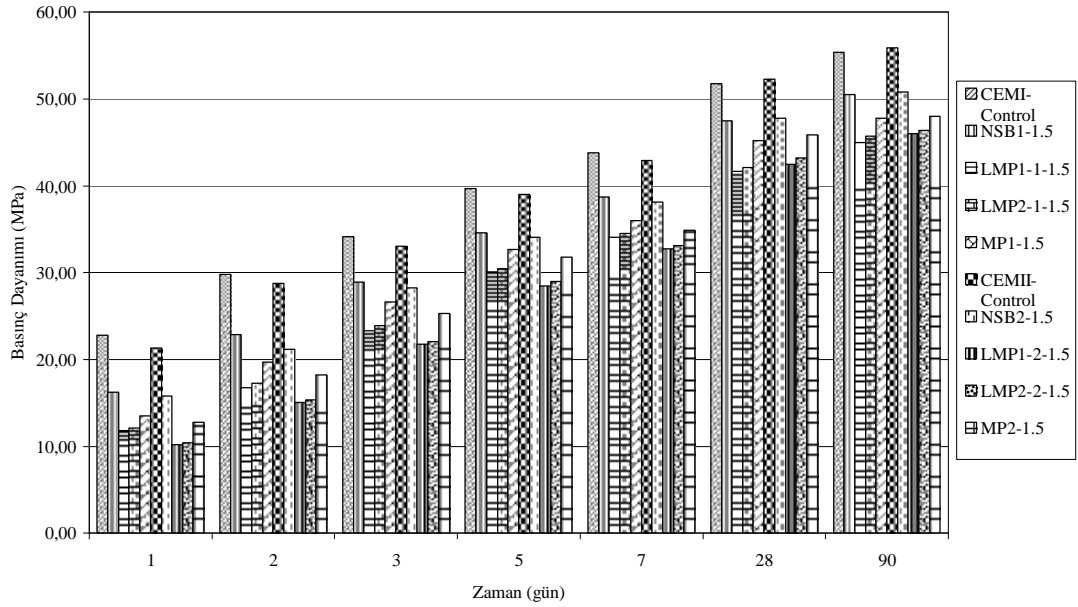
Şekil 4.13 CEMII tip çimento ile hazırlanmış MP2 serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



Şekil 4.14 CEMI tip çimento ile hazırlanmış tüm serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



Şekil 4.15 CEMII tip çimento ile hazırlanmış tüm serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi



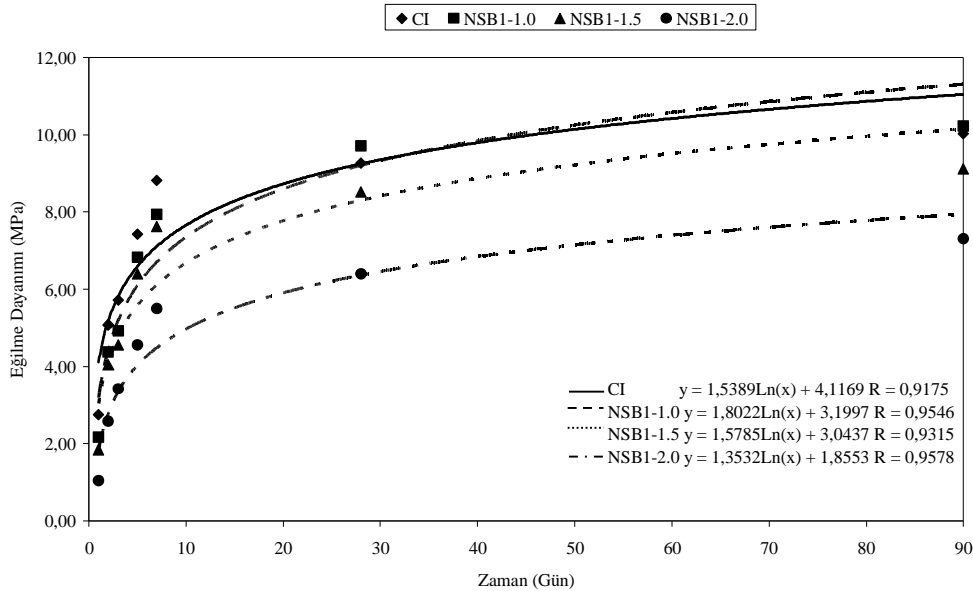
Şekil 4.16 Tüm serilerinin zamana bağlı basınç dayanımı gelişimi

Diğer yandan, aynı dozajda (% 1,5) ve her iki tip çimento ile hazırlanan lignin esaslı modifiye polimer bazlı kimyasal katkılı harçlar (LMP1 ve LMP2) ve modifiye

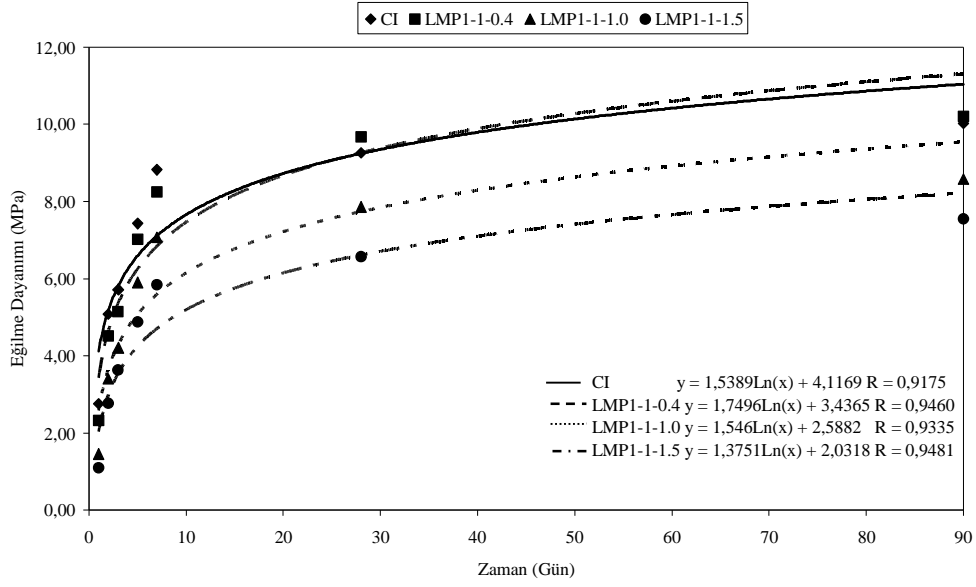
fosfat kullanılarak hazırlanan harç örnekler (MP) naftalin sulfonat bazlı kimyasal katkıli harçlara (NSB) göre daha düşük basınç dayanımı değerleri vermiştir.

Priz geciktirici katkı kullanılarak hazırlanan örneklerin basınç dayanımı gelişimindeki gecikme açık olarak görülmektedir. Bununla beraber her bir kimyasal katkı tipi için, aşırı dozda kimyasal katkı kullanılarak hazırlanan örneklerinin basınç dayanım değerleri, diğer örneklere oranla çok daha düşük olarak elde edilmiştir. Bu eğilim, bölüm altıda görüntü analizleri ile elde edilen mikroyapısal özellikleri ile gösterilecek boşluklu yapılarından kaynaklanmaktadır.

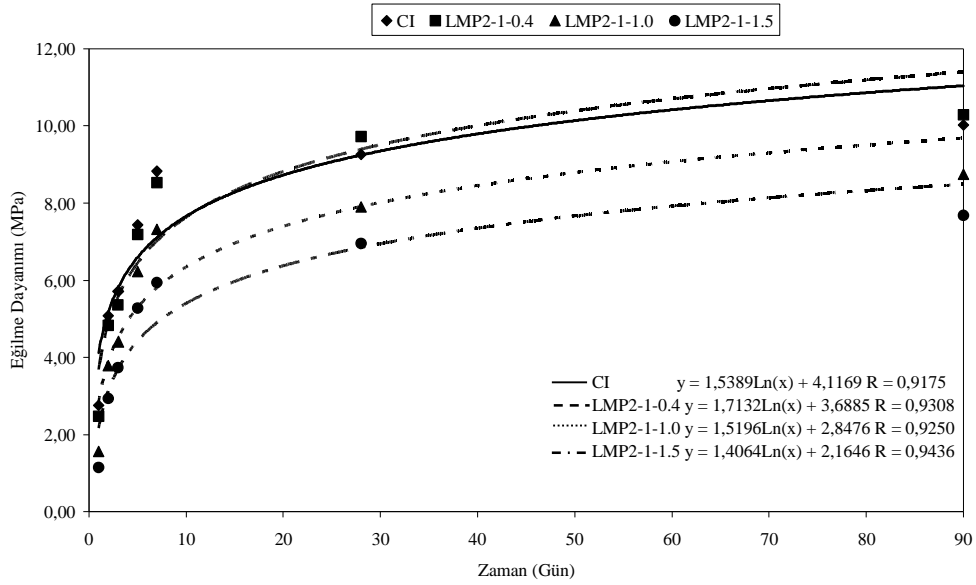
28 ve 90 günlük dayanımlarda NSB1-1,0, LPM1-1-0,4, LMP2-1-0,4, MPI-0,2 ve NSB2-1,0, LPM1-1-0,4, LMP2-1-0,4, MPI-0,2 serilerinin basınç dayanımı değerleri kontrol örneklerinin değerlerini farklı oranlarda aşmaktadır. Buna ek olarak, CEM I tip çimento ile hazırlanan serilerin CEM II ile hazırlananlarından erken yaşlarda daha yüksek dayanım gösterdikleri, ancak CEM II ile hazırlanan serilerin basınç dayanımı değerlerinin 28 ve 90 gün gibi ileriki yaşlarda daha yüksek değerlere sahip olduğu görülmektedir. Bu CEM II tip ile hazırlanan örneklerde, CEM II tip katkıli çimentonun içeriğindeki mineral katkıların puzolanik etkisi olarak açıklanabilir.



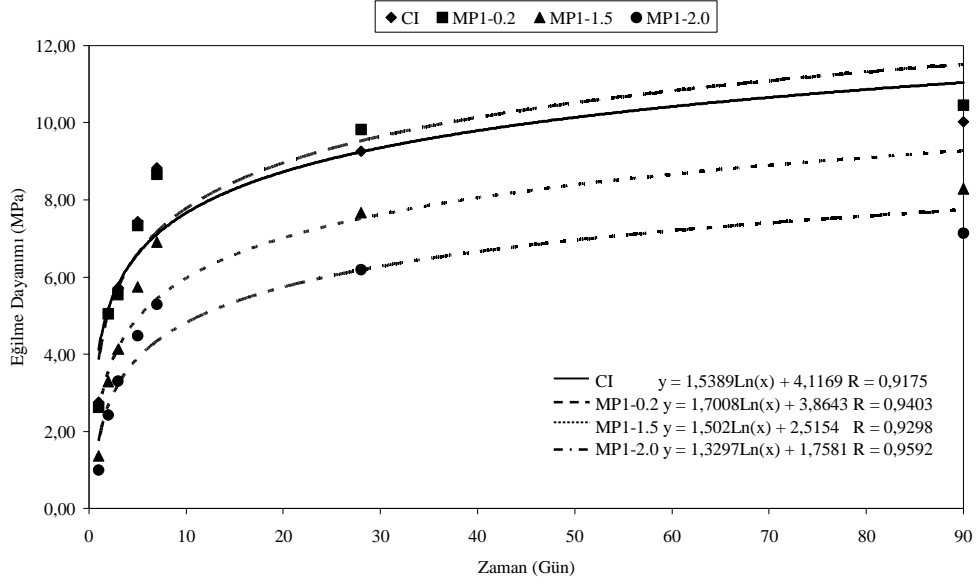
Şekil 4.17 CEM I tip çimento ile hazırlanmış NSB1 serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



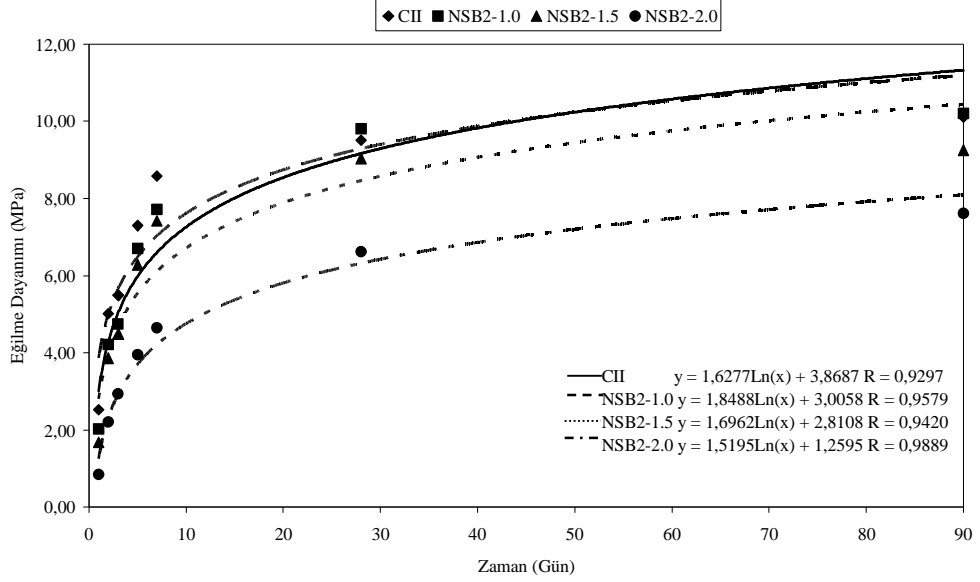
Şekil 4.18 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP1-1 serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



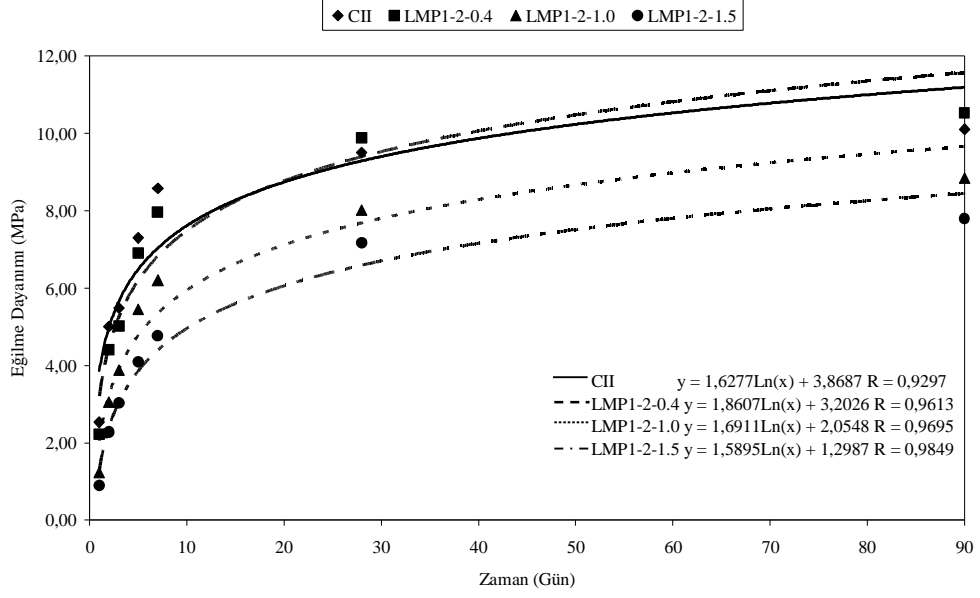
Şekil 4.19 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP2-1 serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



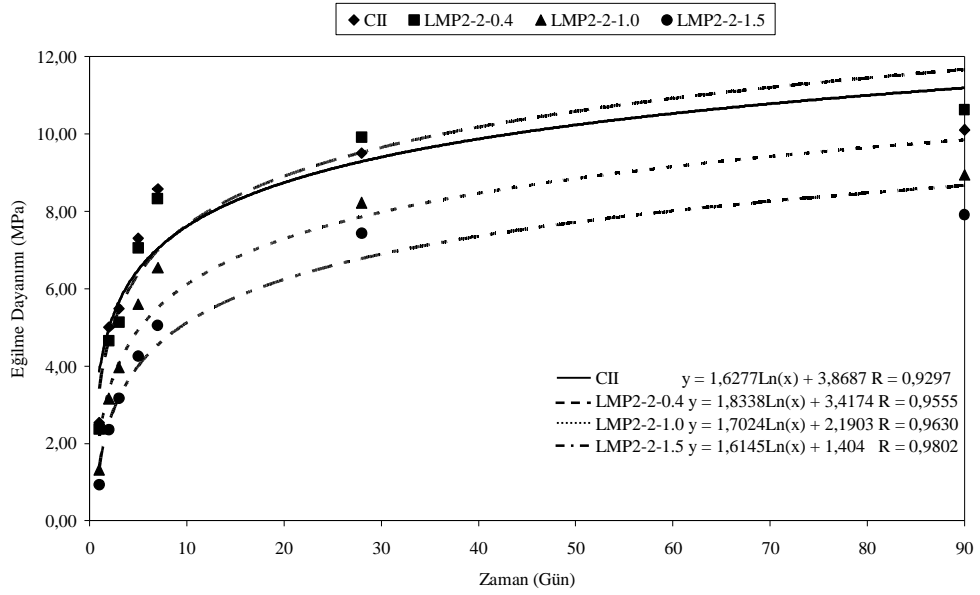
Şekil 4.20 CEMI tip çimento ile hazırlanmış MP1 serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



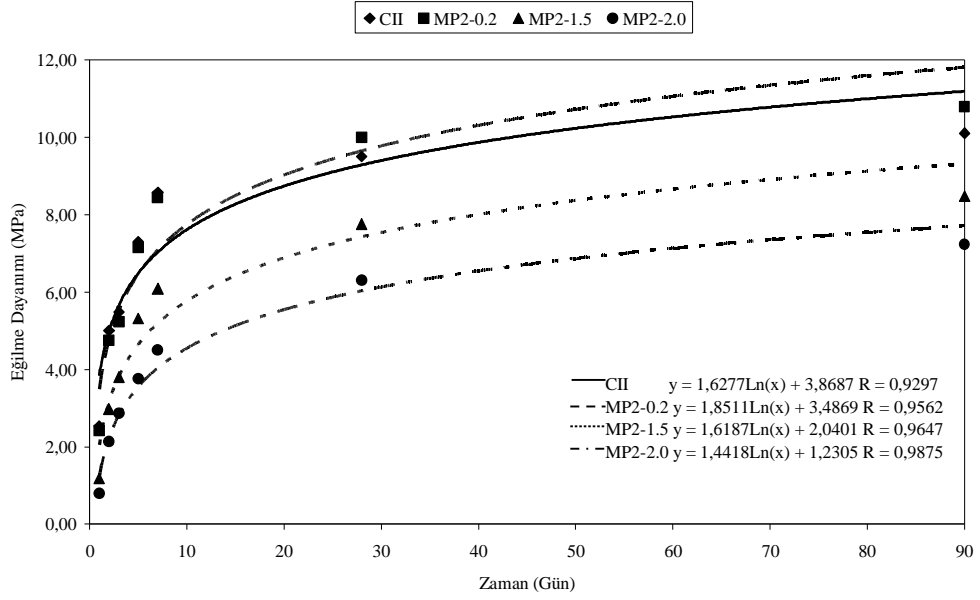
Şekil 4.21 CEMII tip çimento ile hazırlanmış NSB2 serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



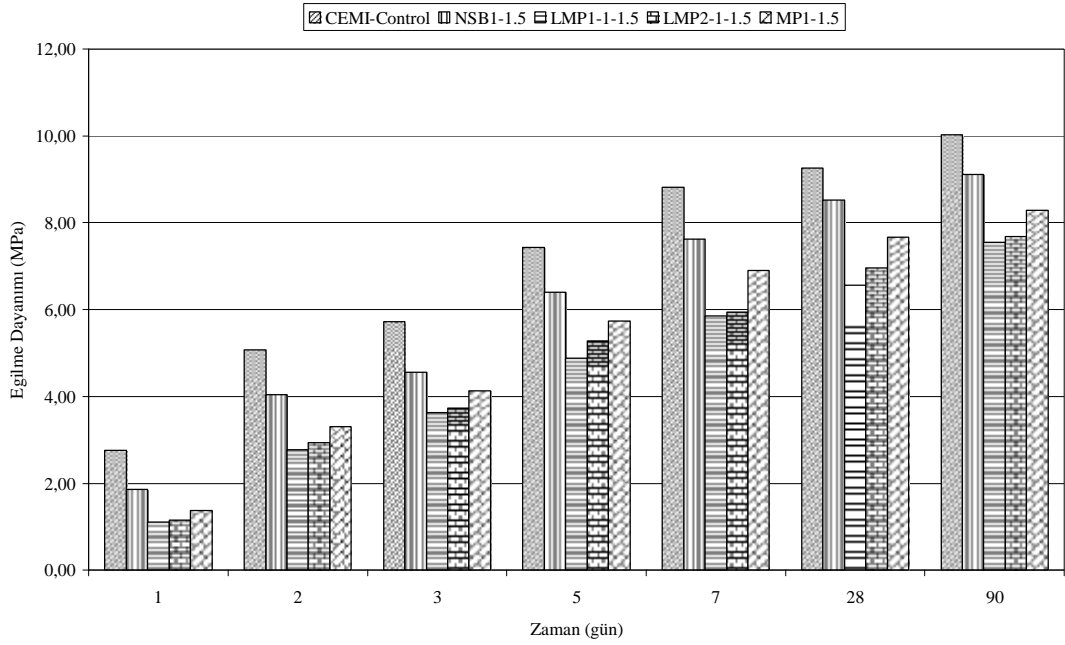
Şekil 4.22 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP1-2 serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



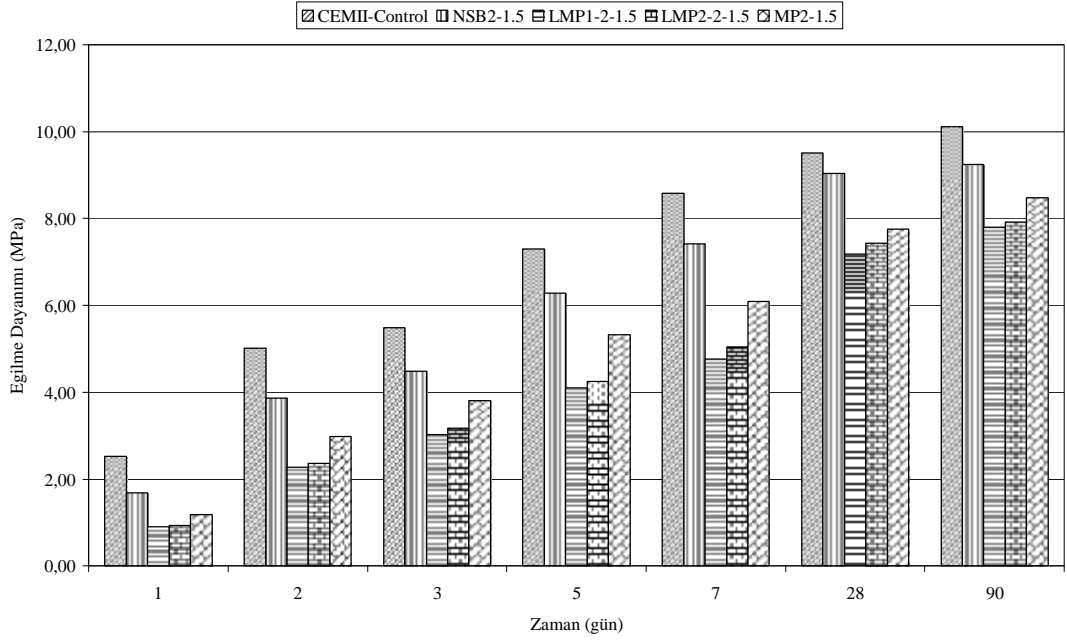
Şekil 4.23 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP2-2 serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



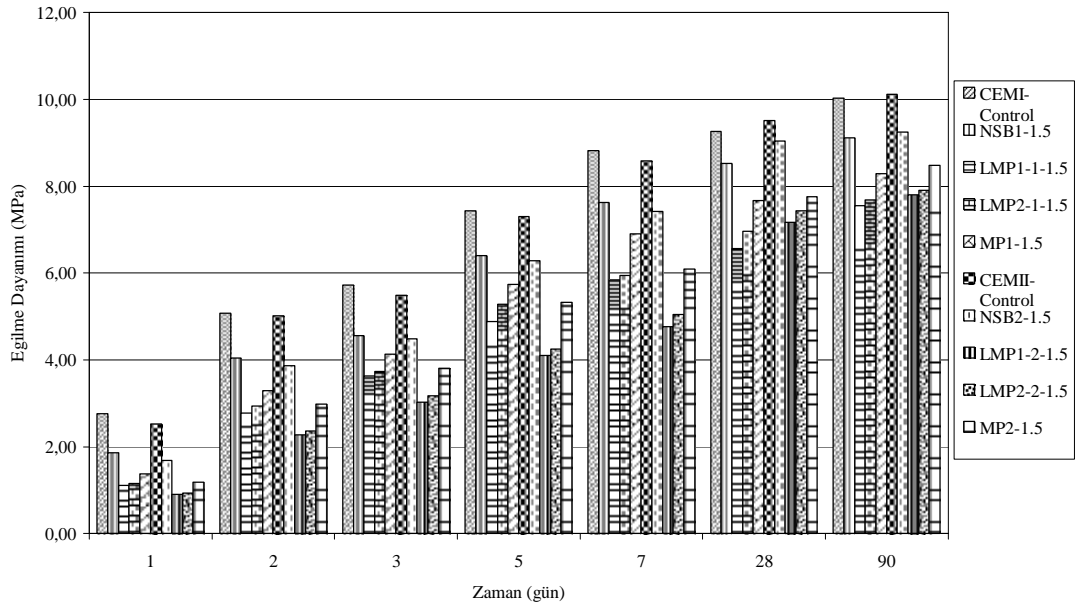
Şekil 4.24 CEMII tip çimento ile hazırlanmış MP2 serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



Şekil 4.25 CEMI tip çimento ile hazırlanmış tüm serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



Şekil 4.26 CEMII tip çimento ile hazırlanmış tüm serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi



Şekil 4.27 Tüm serilerinin zamana bağlı eğilme dayanımı gelişimi

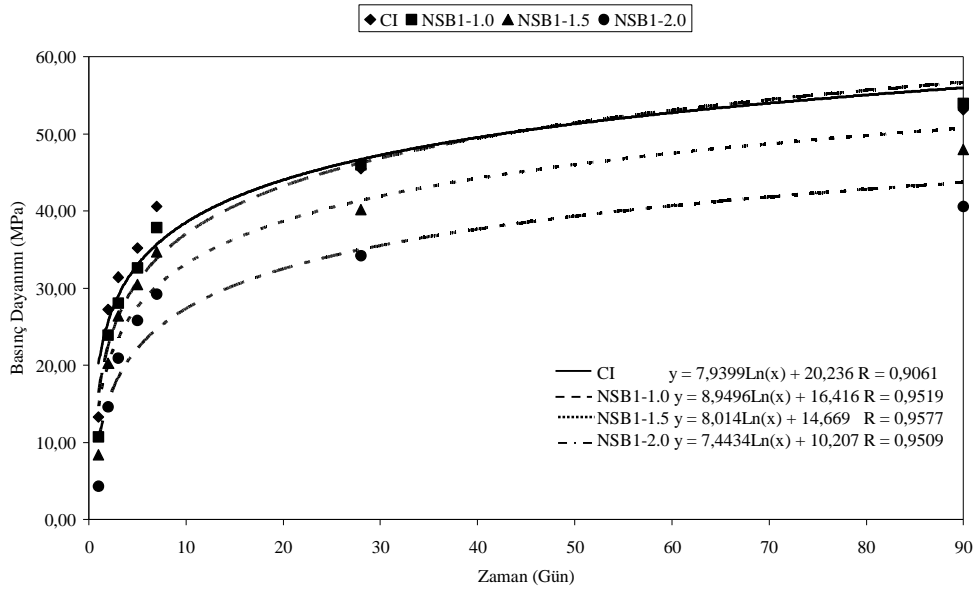
Diğer yandan aynı dozajda (% 1,5) ve her iki tip çimento ile hazırlanan lignin esaslı modifiye polimer bazlı kimyasal katkılı harçlar (LMP1 ve LMP2) ve modifiye fosfat kullanılarak hazırlanan harç örnekler (MP) naftalin sulfonat bazlı kimyasal katkılı harçlara (NSB) göre daha düşük eğilme dayanımı değerleri vermiştir.

Farklı dozajlarda farklı kimyasal katkı kullanılarak hazırlanan örnekler ve kontrol örneklerinin de elde edilen basınç dayanımı değerlerine benzer bir eğilimle katkı kullanılarak hazırlanan örneklerin eğilme dayanımı gelişimindeki gecikme görülmektedir.

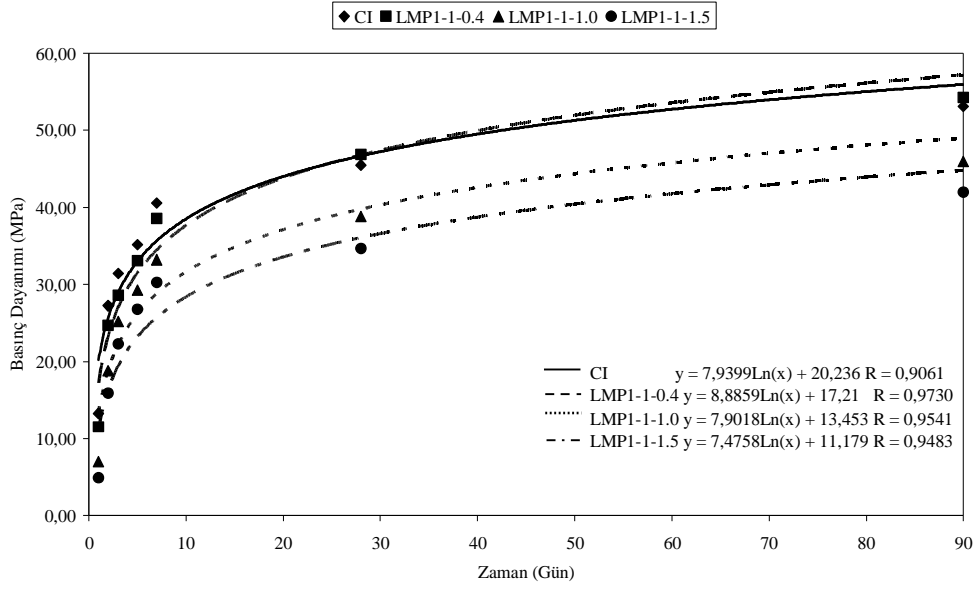
Aşırı doz kullanılarak hazırlanan örneklerde basınç dayanım değerlerine benzer bir şekilde, eğilme dayanımı değerleri diğer örneklere oranla çok daha düşük olarak elde edilmiştir.

28 ve 90 günlük dayanımlarda NSBI-1,0, LPM1-1-0,4, LMP2-1-0,4, MPI-0,2 ve NSB2-1,0, LPM1-1-0,4, LMP2-1-0,4, MPI-0,2 serilerinin eğilme dayanımı değerleri kontrol örneklerinin değerlerini farklı oranlarda aşmaktadır.

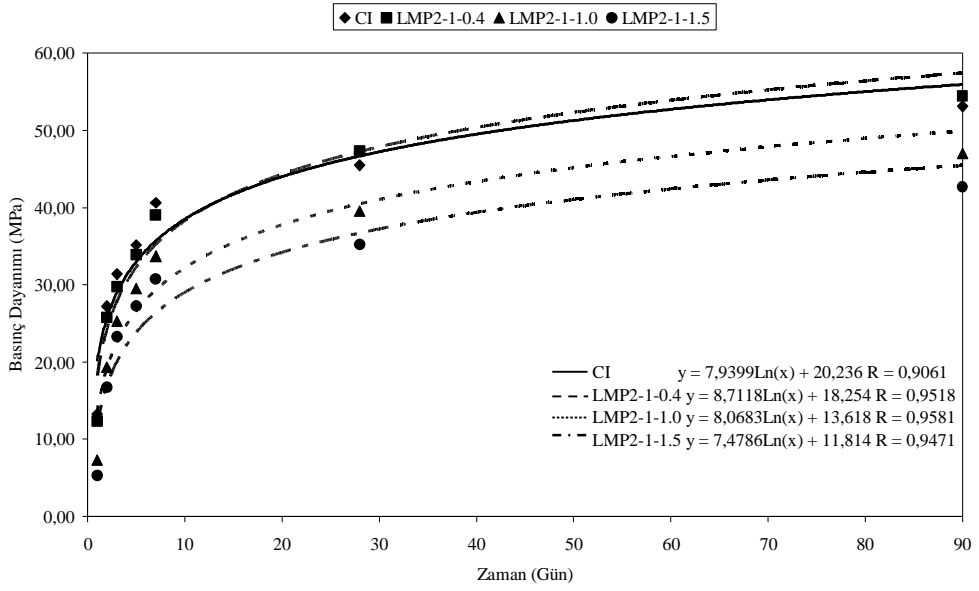
Buna ek olarak CEMII tip çimentodaki mineral katkıların etkisi, eğilme dayanımı gelişimi üzerinde aynen basınç dayanımında olduğu gibidir. CEMII ile hazırlanan serilerin eğilme dayanımı değerlerinin 28 ve 90 gün gibi ileriki yaşlarda daha yüksek değerlere sahip olduğu görülmektedir.



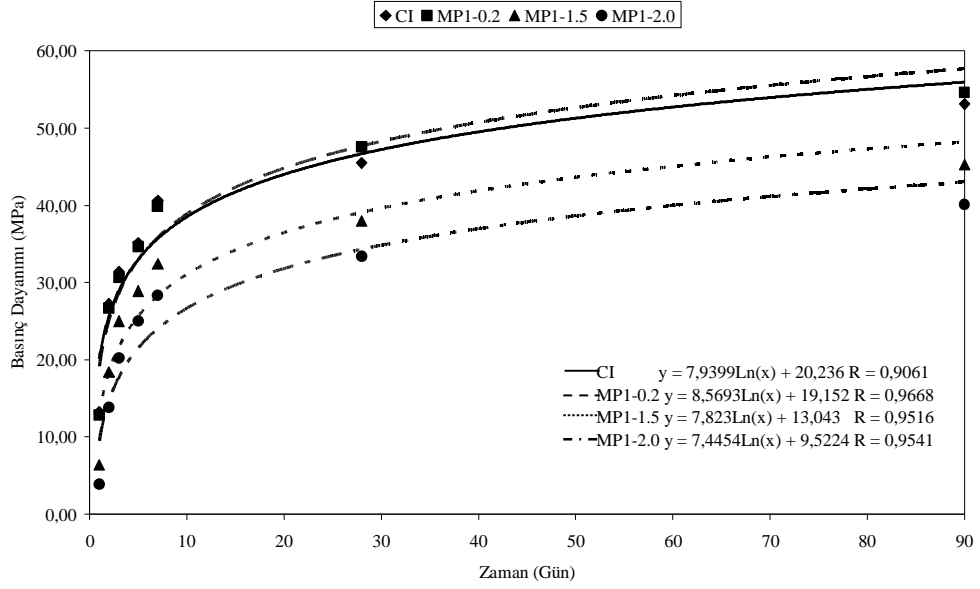
Şekil 4.28 CEMII tip çimento ile hazırlanmış NSB1 serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



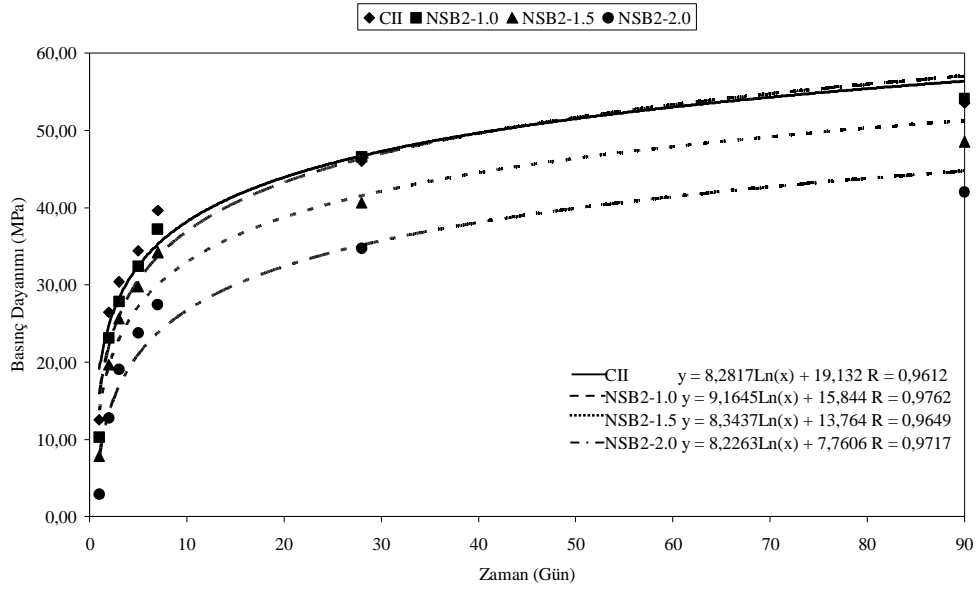
Şekil 4.29 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP1-1 serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



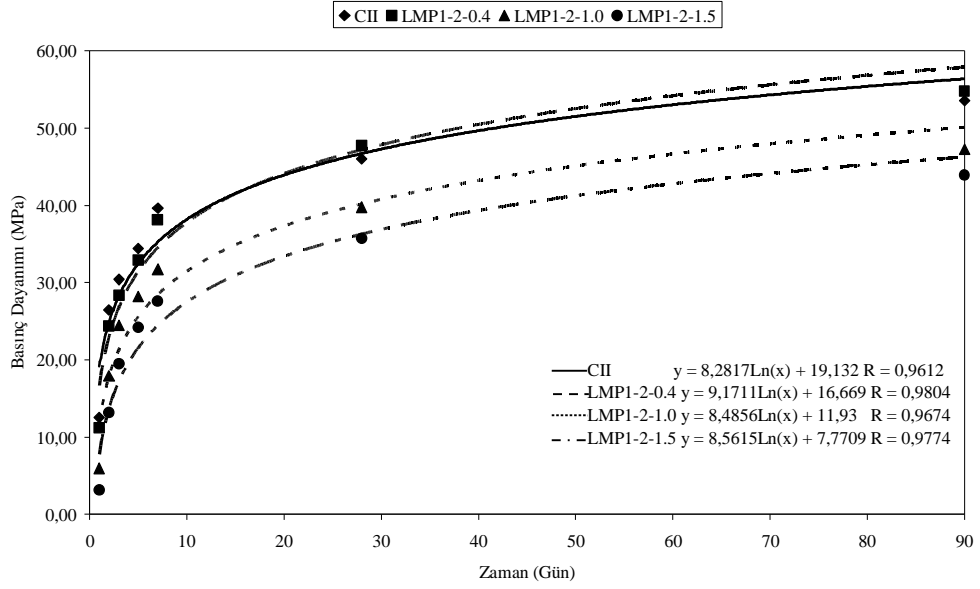
Şekil 4.30 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP2-1 serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



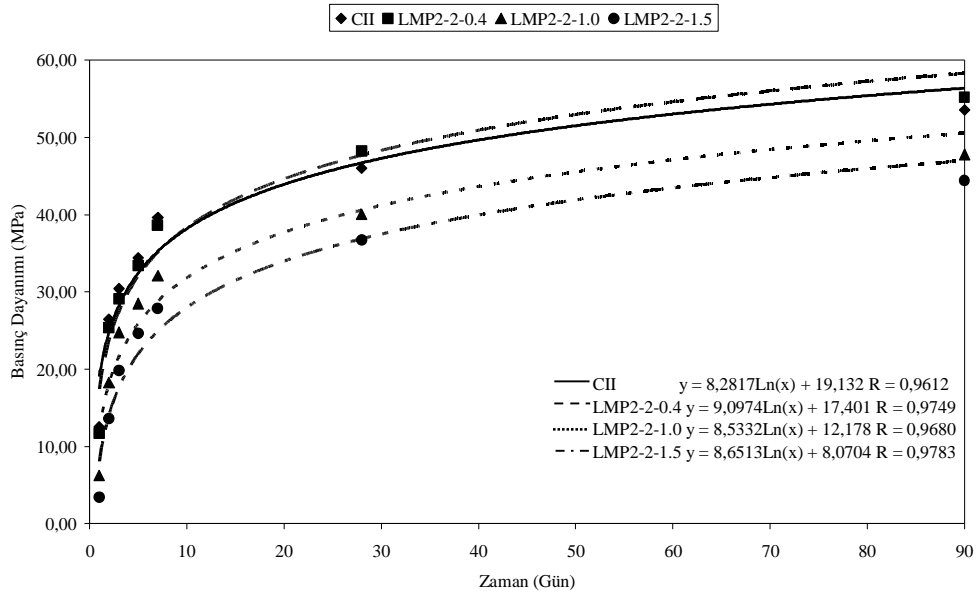
Şekil 4.31 CEM I tip çimento ile hazırlanmış MP1 serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



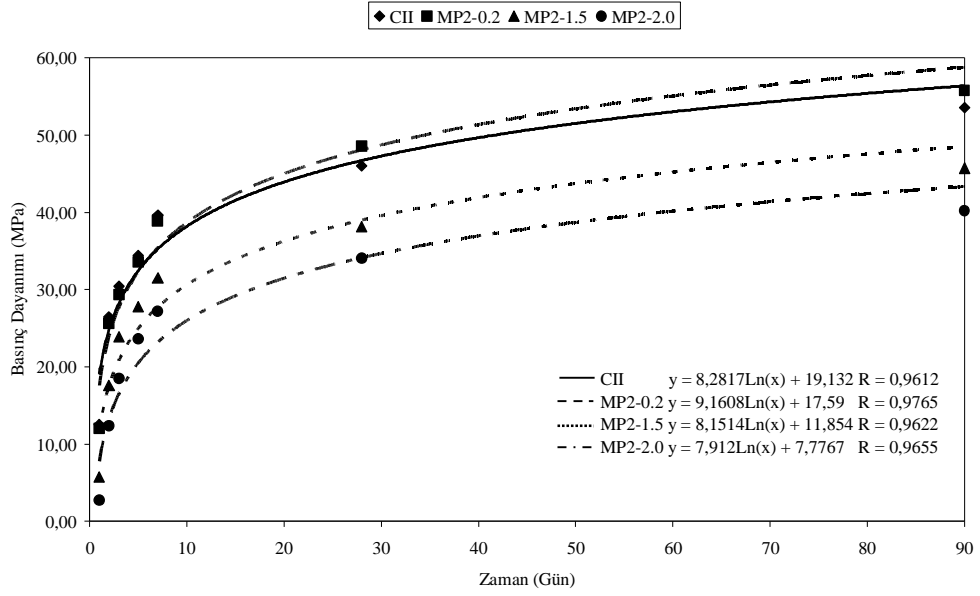
Şekil 4.32 CEM II tip çimento ile hazırlanmış NSB2 serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



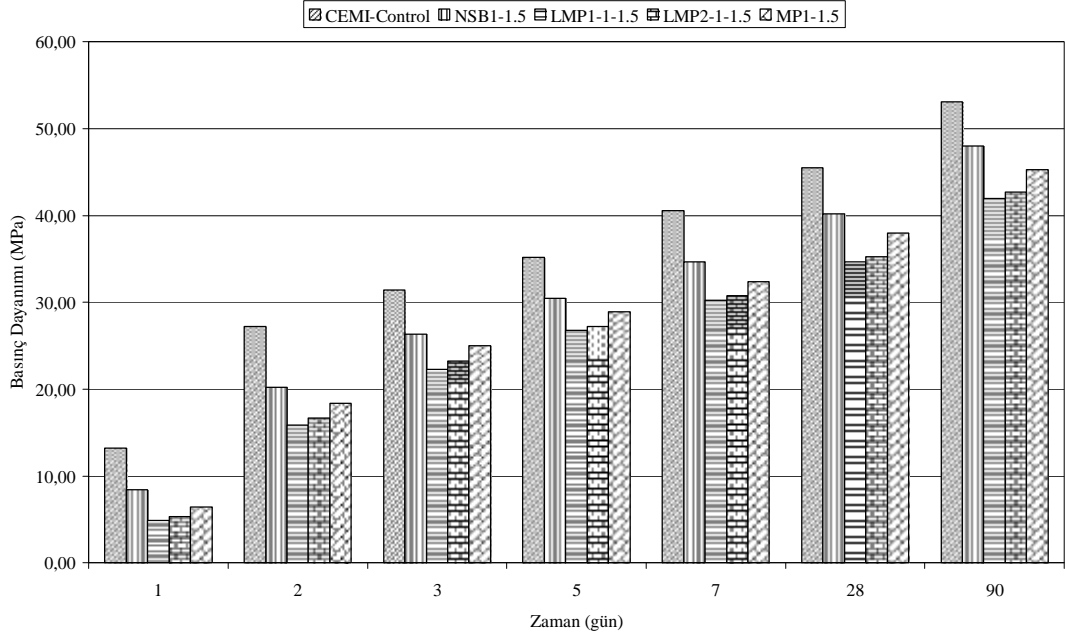
Şekil 4.33 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP1-2 serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



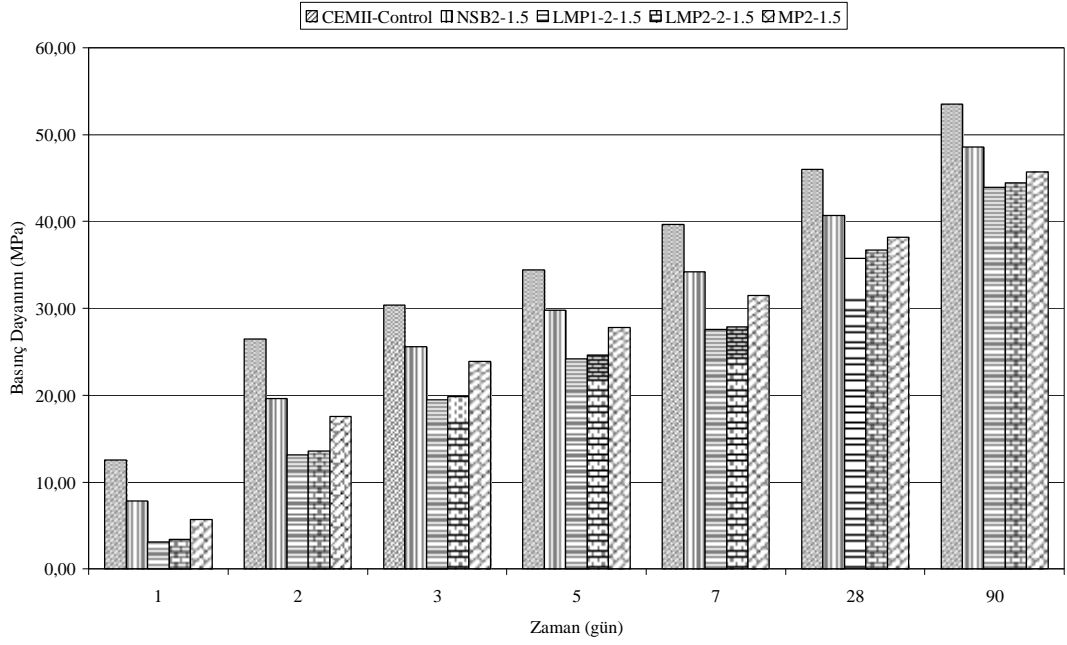
Şekil 4.34 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP2-2 serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



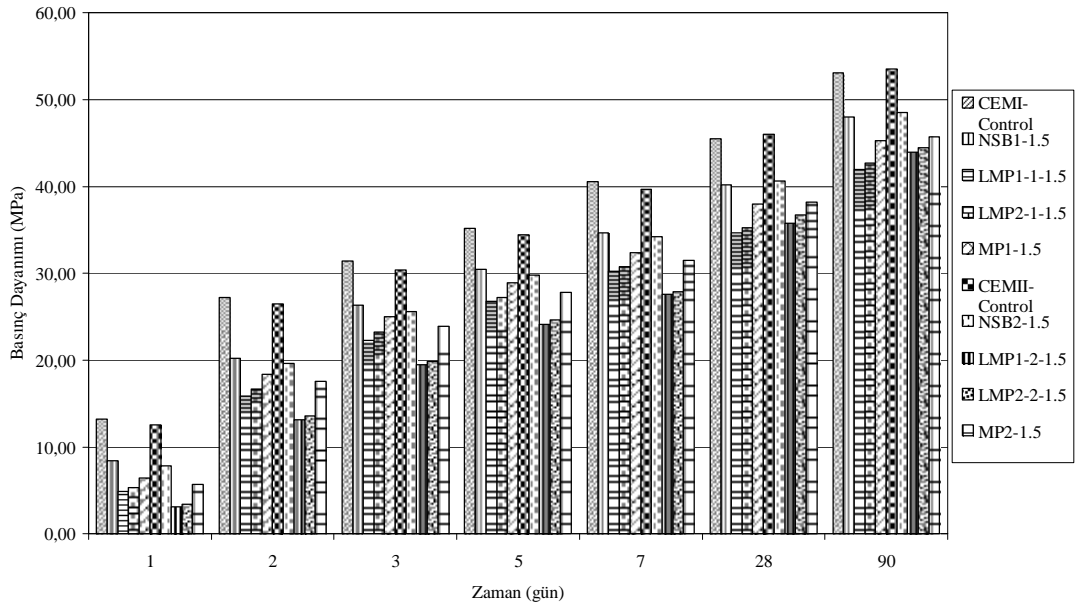
Şekil 4.35 CEMII tip çimento ile hazırlanmış MP2 serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



Şekil 4.36 CEMI tip çimento ile hazırlanmış tüm serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



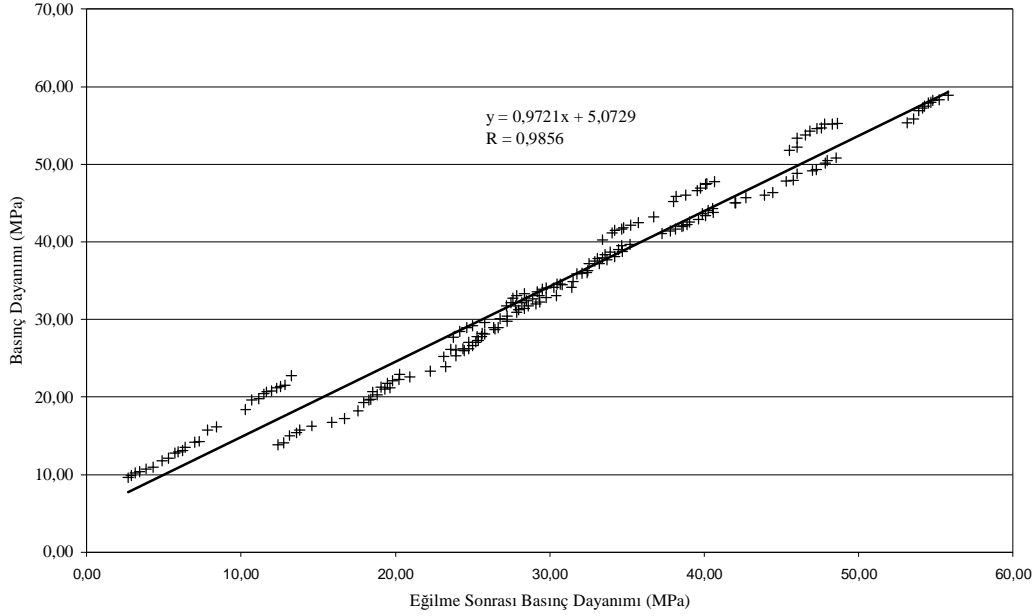
Şekil 4.37 CEMII tip çimento ile hazırlanmış tüm serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



Şekil 4.38 Tüm serilerinin zamana bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi

Eğilme dayanımı deneyinde ikiye ayrılan örnekler üzerinde eğilme sonrası basınç dayanımı testi gerçekleştirilmiştir. Eğilme sonrası basınç dayanım değerleri 5 cm'lik ayrıtlı küp örnekler ile elde edilen basınç dayanımı değerlerinden daha düşüktür. Bu

eğilme dayanımı testi sırasında ikiye ayrılan örneklerin hasarlı olmaları ile açıklanabilir.



Şekil 4.39 Basınç dayanımı ve eğilme sonrası basınç dayanımı ilişkisi

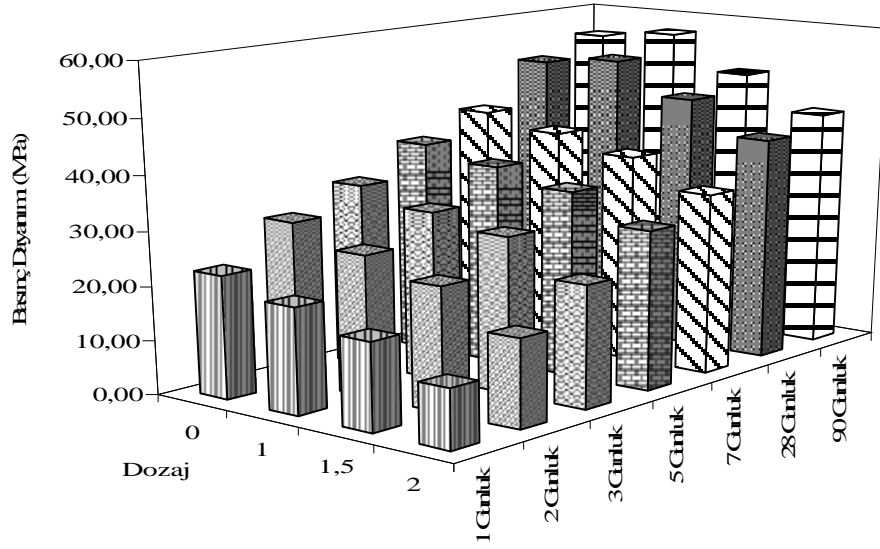
Aynı dozajda (% 1,5) ve her iki tip çimento ile hazırlanan lignin esaslı modifiye polimer bazlı kimyasal katkılı harçlar (LMP1 ve LMP2) ve modifiye fosfat kullanılarak hazırlanan harç örnekler (MP) naftalin sulfonat bazlı kimyasal katkılı harçlara (NSB) göre daha düşük eğilme sonrası basınç dayanımı değerleri vermiştir.

Farklı dozajlarda farklı kimyasal katkı kullanılarak hazırlanan örnekler ve kontrol örneklerinde elde edilen basınç dayanımı değerlerine benzer bir eğilimle katkı kullanılarak hazırlanan örneklerin eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimindeki gecikme görülmektedir.

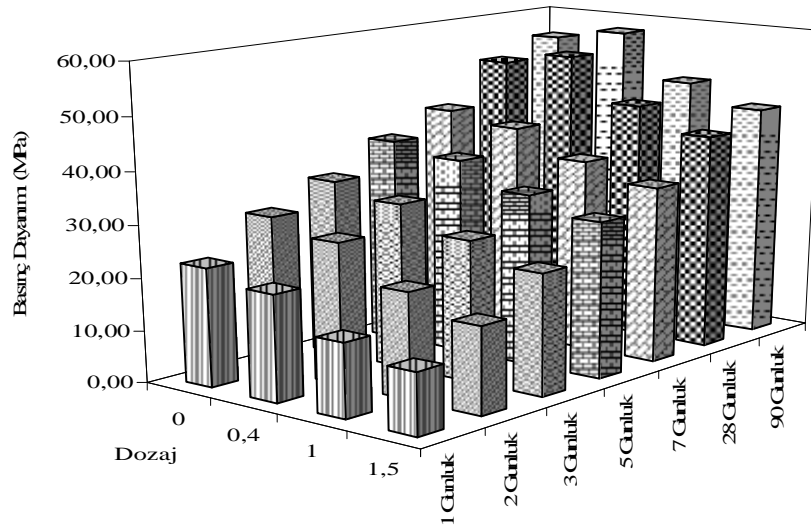
Aşırı doz kullanılarak hazırlanan örneklerde basınç dayanım değerlerine benzer bir şekilde eğilme dayanımı değerleri diğer örneklere oranla çok daha düşük olarak elde edilmiştir.

28 ve 90 günlük dayanımlarda NSBI-1,0, LPM1-1-0,4, LMP2-1-0,4, MPI-0,2 ve NSB2-1,0, LPM1-1-0,4, LMP2-1-0,4, MPI-0,2 serilerinin eğilme sonrası basınç dayanımı değerleri kontrol örneklerinin değerlerini farklı oranlarda aşmaktadır.

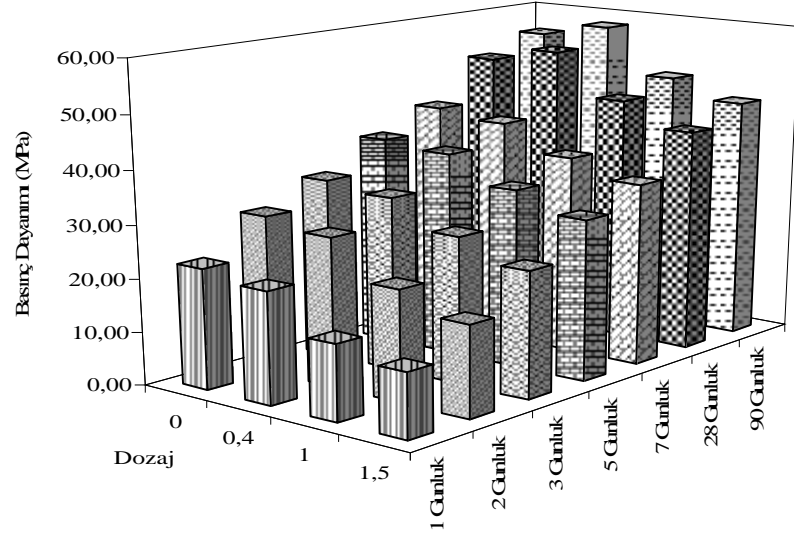
Buna ek olarak CEMII tip çimentosundaki mineral katkıların, eğilme dayanımı gelişimi üzerinde etkisi aynen basınç dayanımında olduğu gibidir. CEMII ile hazırlanan serilerin eğilme dayanımı değerlerinin 28 ve 90 gün gibi ileriki yaşlarda daha yüksek değerlere sahip olduğu görülmektedir.



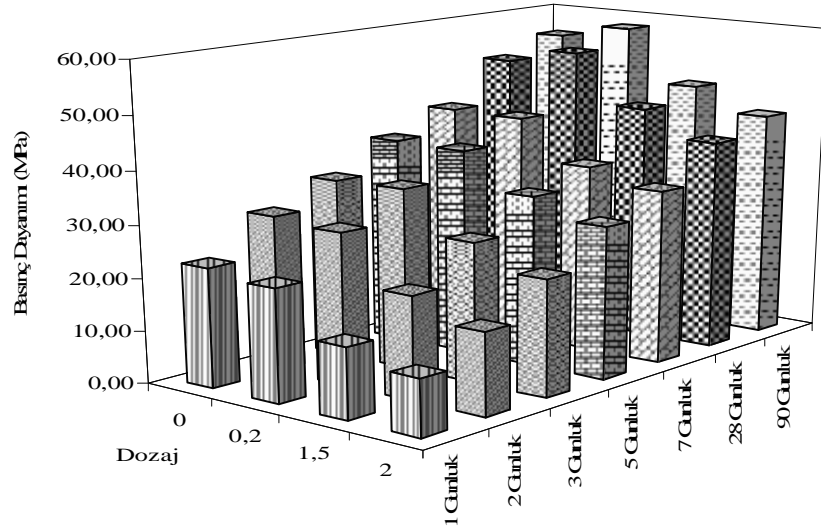
Şekil 4.40 CEM I tip çimento ile hazırlanmış NSB1 serilerinin dozaja bağlı basınç dayanımı gelişimi



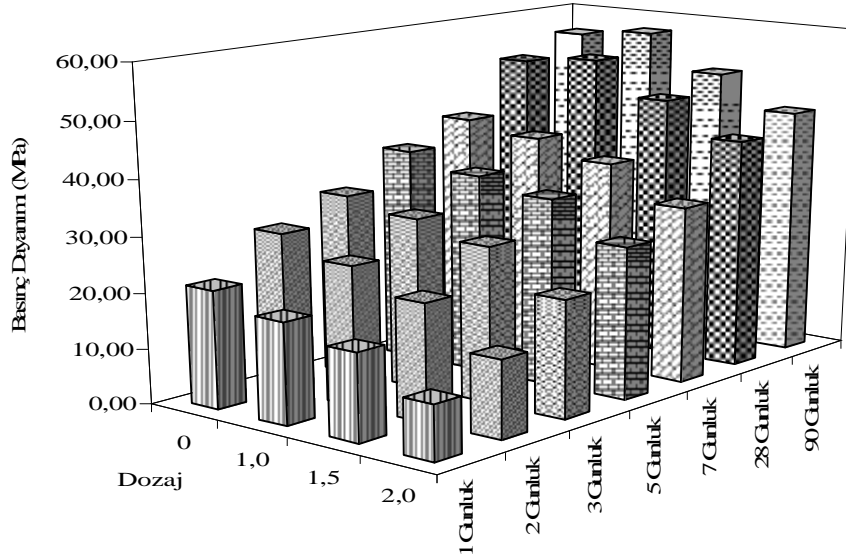
Şekil 4.41 CEM I tip çimento ile hazırlanmış LMP1-1 serilerinin dozaja bağlı basınç dayanımı gelişimi



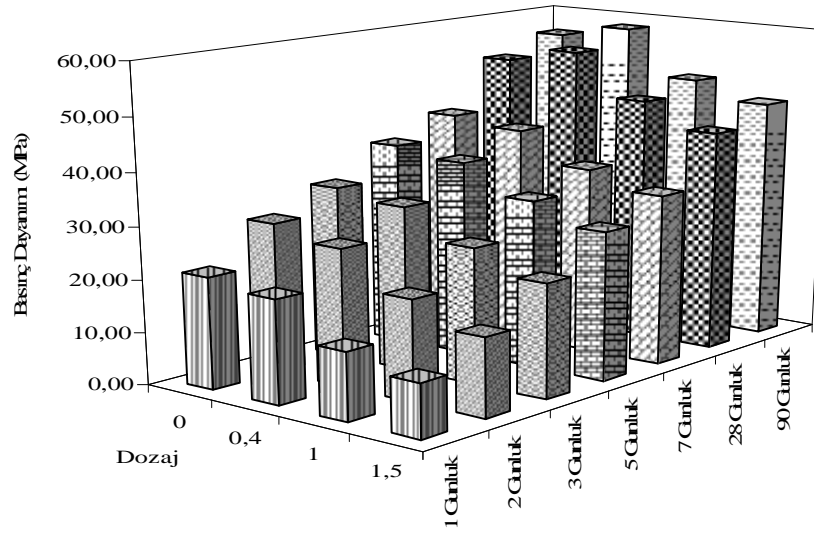
Şekil 4.42 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP2-1 serilerinin dozaja bağlı basınç dayanımı gelişimi



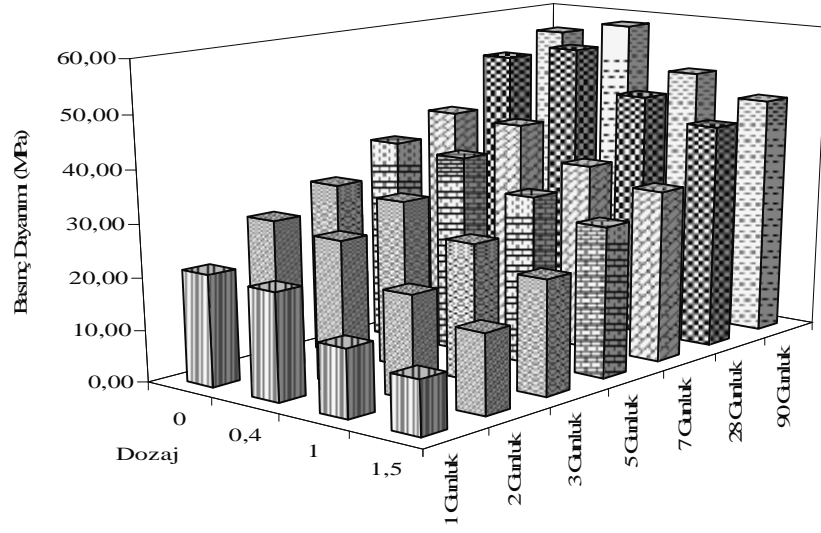
Şekil 4.43 CEMI tip çimento ile hazırlanmış MP1 serilerinin dozaja bağlı basınç dayanımı gelişimi



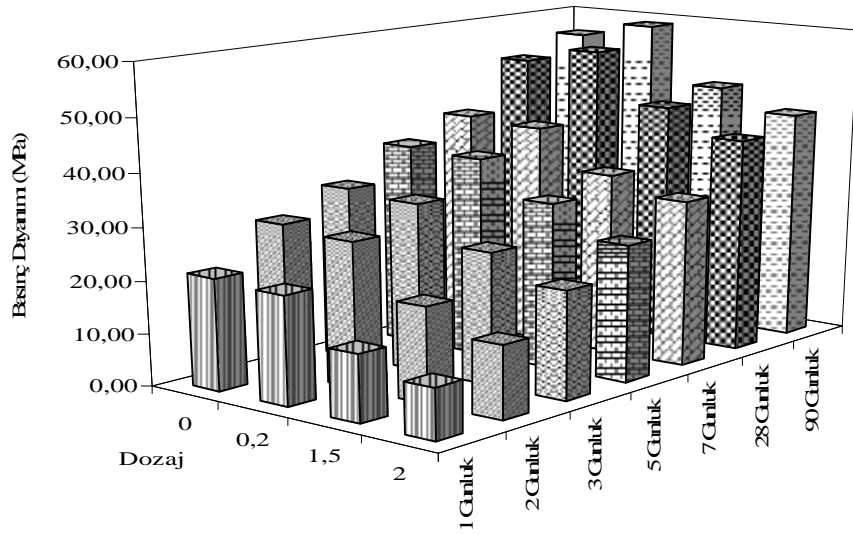
Şekil 4.44 CEMII tip çimento ile hazırlanmış NSB2 serilerinin dozaja bağlı basınç dayanımı gelişimi



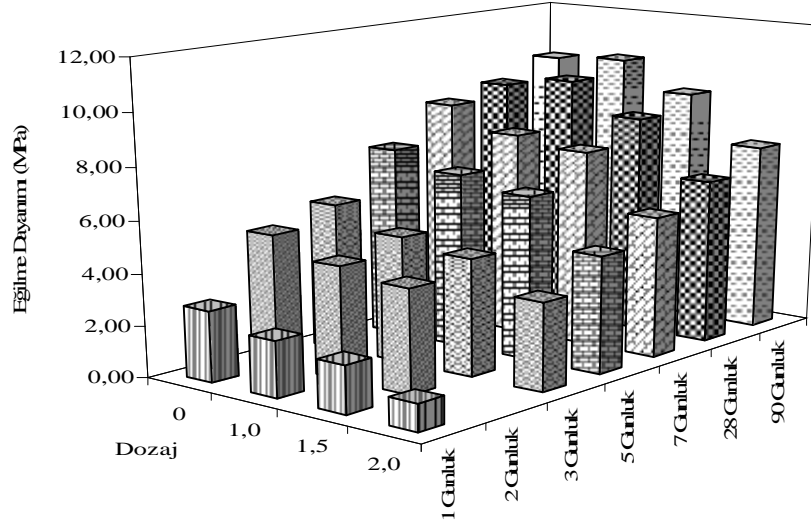
Şekil 4.45 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP1-2 serilerinin dozaja bağlı basınç dayanımı gelişimi



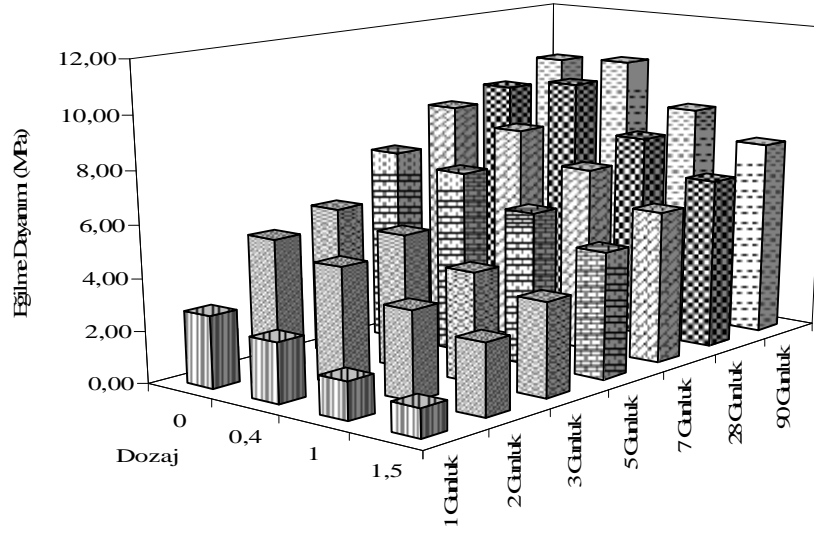
Şekil 4.46 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP2-2 serilerinin dozaja bağlı basınç dayanımı gelişimi



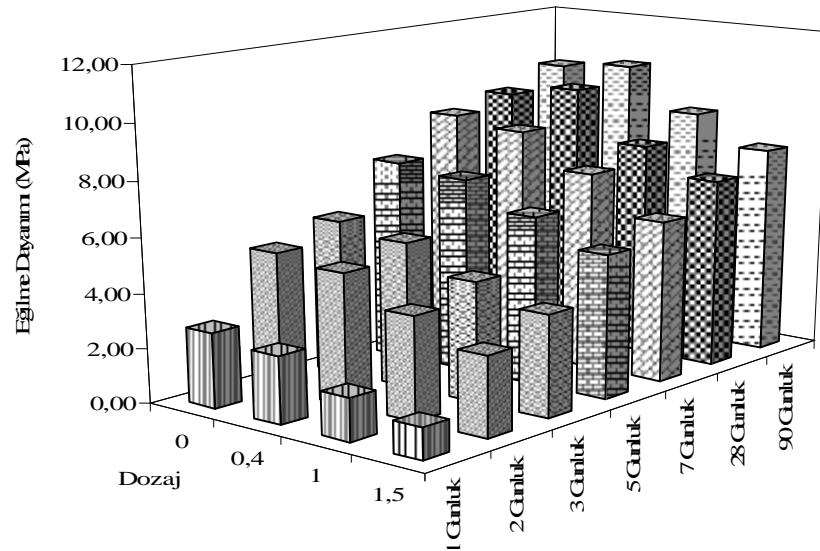
Şekil 4.47 CEMII tip çimento ile hazırlanmış MP2 serilerinin dozaja bağlı basınç dayanımı gelişimi



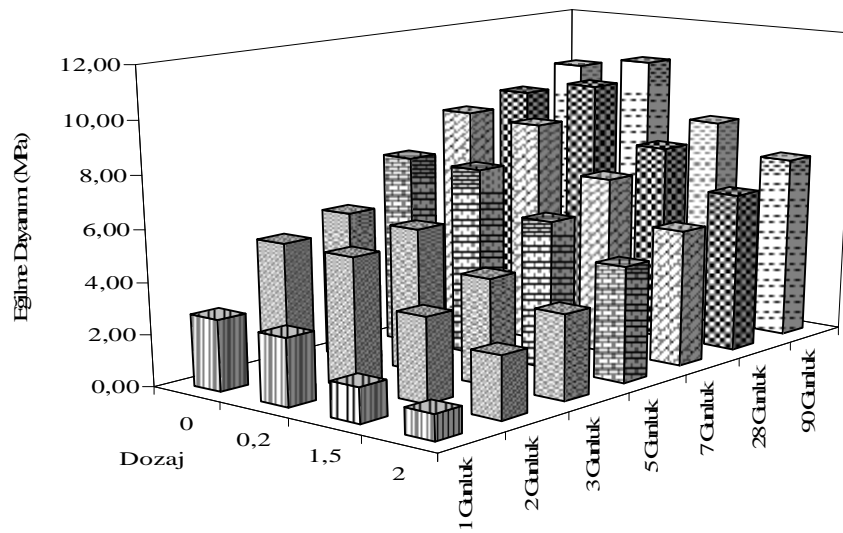
Şekil 4.48 CEMI tip çimento ile hazırlanmış NSB1 serilerinin dozaja bağlı eğilme dayanımı gelişimi



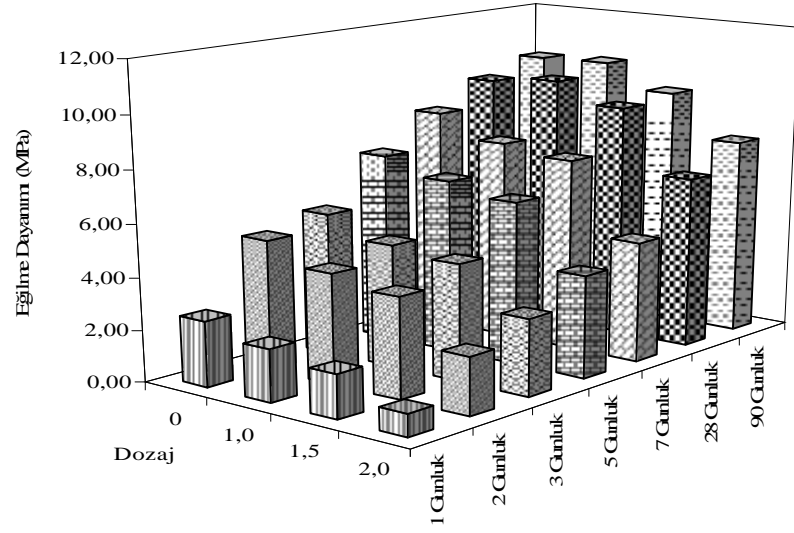
Şekil 4.49 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP1-1 serilerinin dozaja bağlı eğilme dayanımı gelişimi



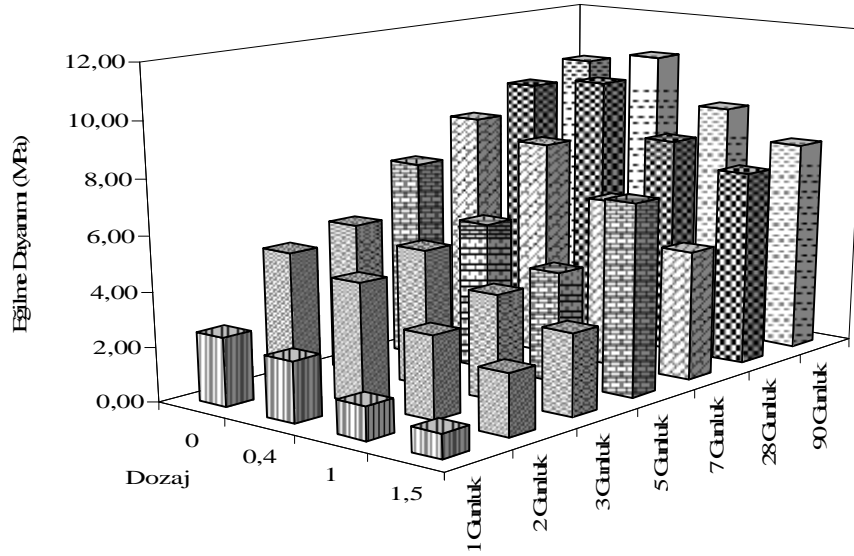
Şekil 4.50 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP2-1 serilerinin dozaja bağlı eğilme dayanımı gelişimi



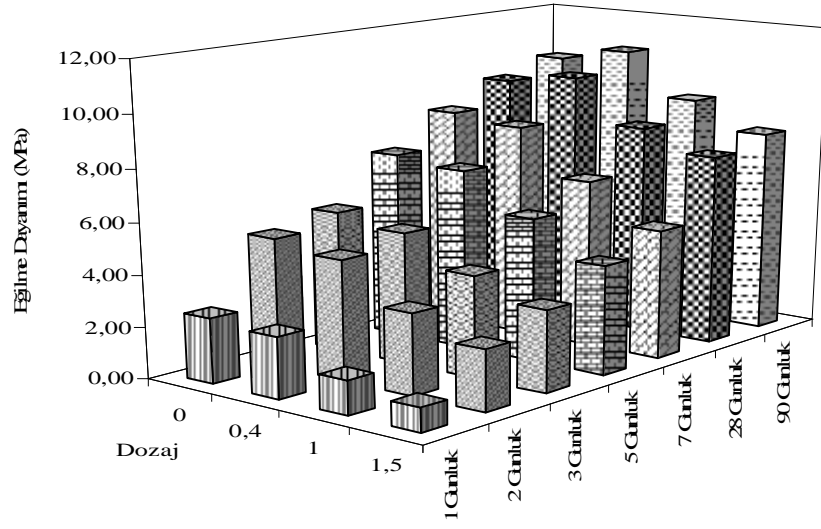
Şekil 4.51 CEMI tip çimento ile hazırlanmış MP1 serilerinin dozaja bağlı eğilme dayanımı gelişimi



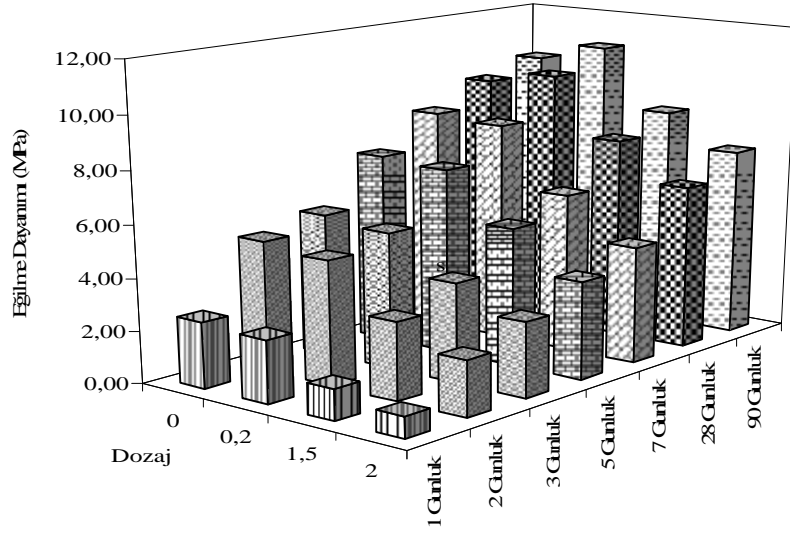
Şekil 4.52 CEMII tip çimento ile hazırlanmış NSB2 serilerinin dozaja bağlı eğilme dayanımı gelişimi



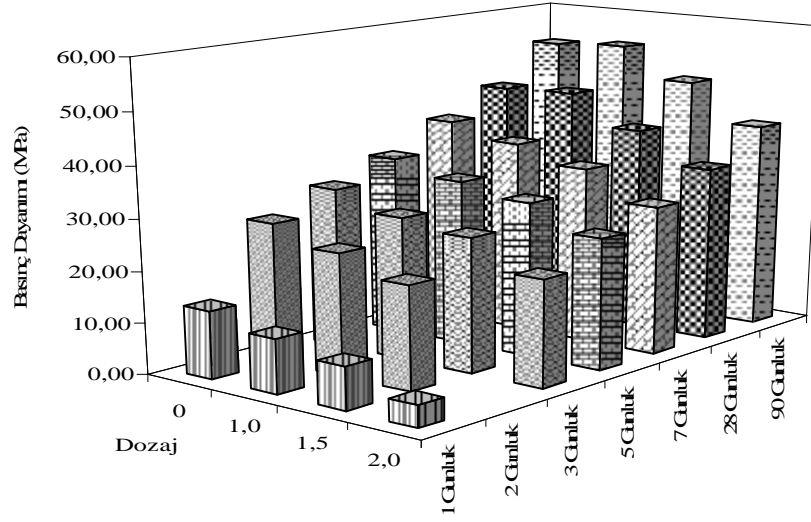
Şekil 4.53 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP1-2 serilerinin dozaja bağlı eğilme dayanımı gelişimi



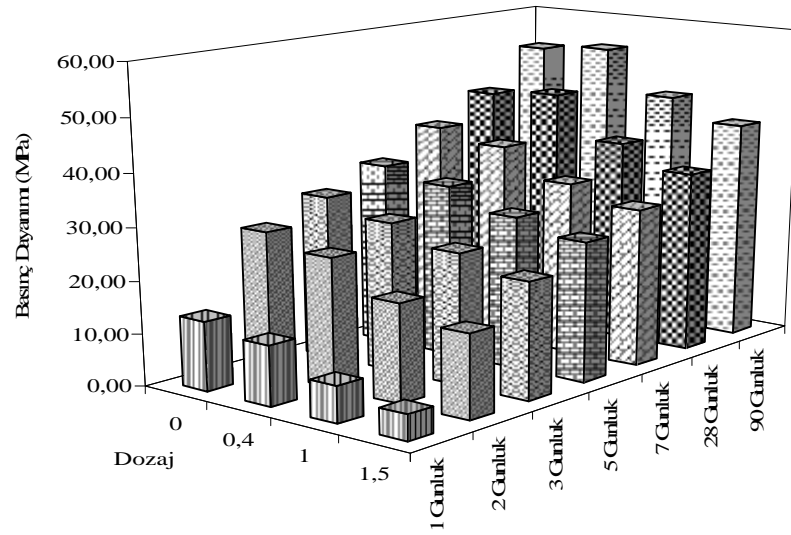
Şekil 4.54 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP2-2 serilerinin dozaja bağlı eğilme dayanımı gelişimi



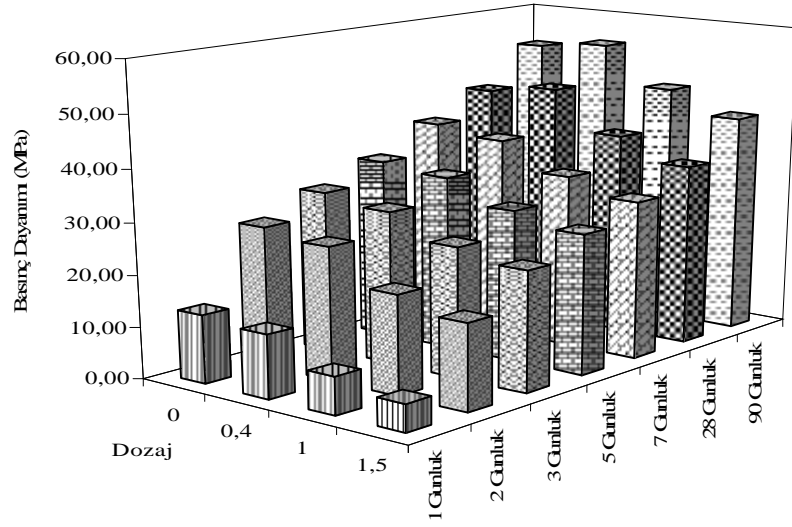
Şekil 4.55 CEMII tip çimento ile hazırlanmış MP2 serilerinin dozaja bağlı eğilme dayanımı gelişimi



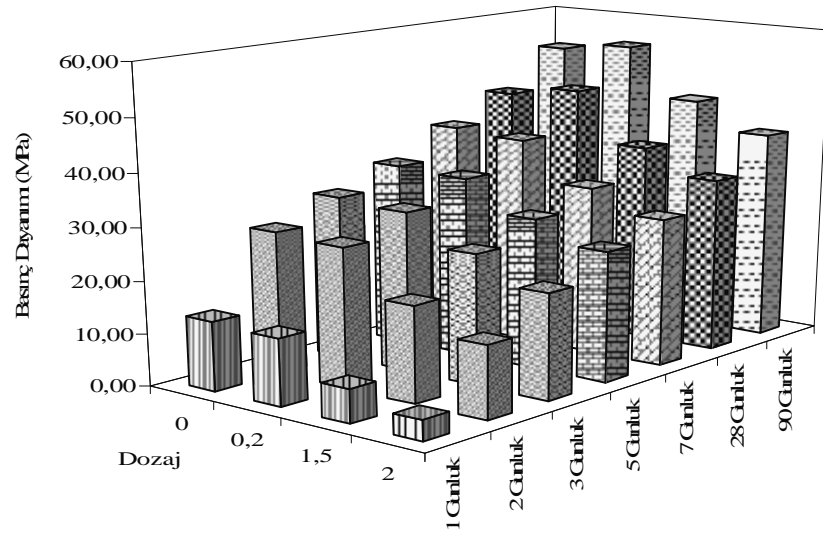
Şekil 4.56 CEMI tip çimento ile hazırlanmış NSB1 serilerinin dozaja bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



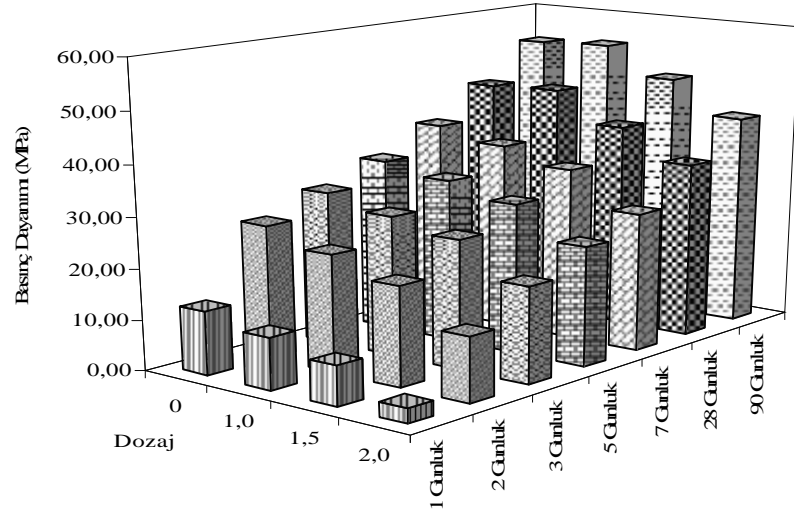
Şekil 4.57 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP1-1 serilerinin dozaja bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



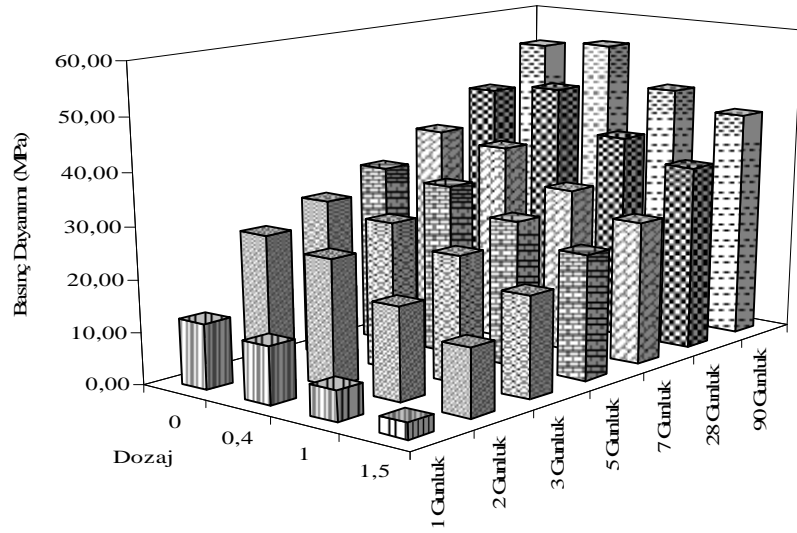
Şekil 4.58 CEMI tip çimento ile hazırlanmış LMP2-1 serilerinin dozaja bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



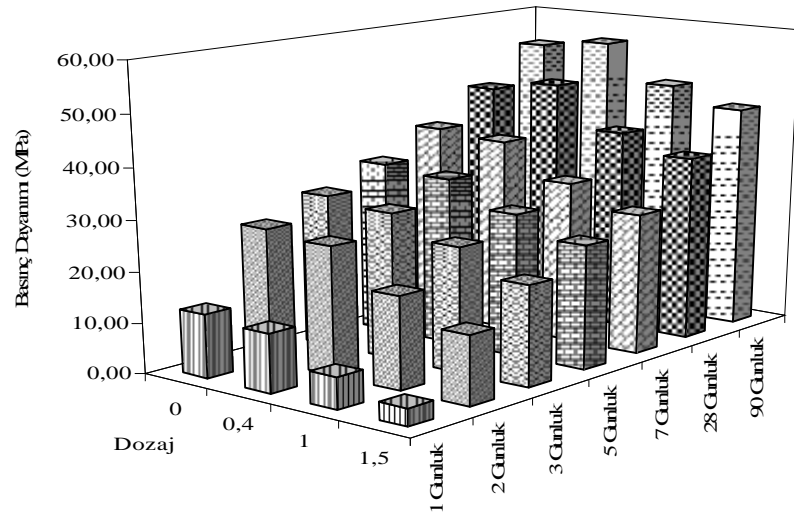
Şekil 4.59 CEMI tip çimento ile hazırlanmış MP1 serilerinin dozaja bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



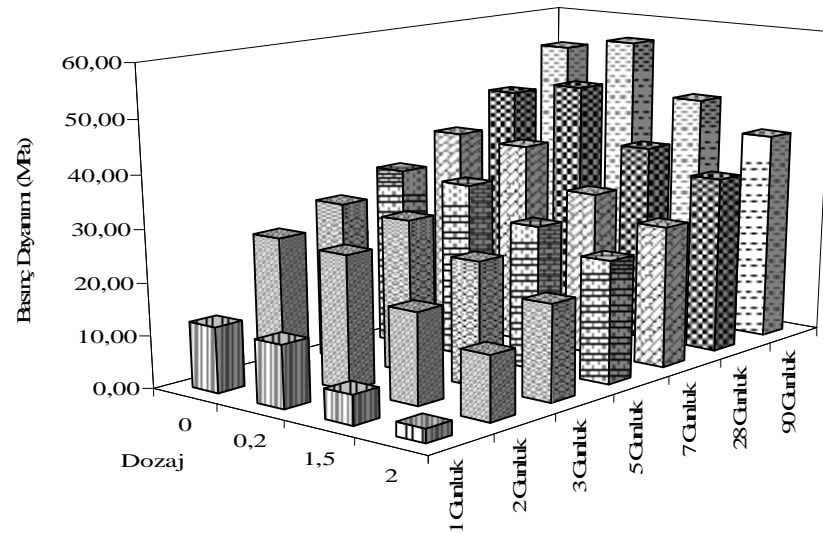
Şekil 4.60 CEMII tip çimento ile hazırlanmış NSB2 serilerinin dozaja bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



Şekil 4.61 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP1-2 serilerinin dozaja bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



Şekil 4.62 CEMII tip çimento ile hazırlanmış LMP2-2 serilerinin dozaja bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi



Şekil 4.63 CEMII tip çimento ile hazırlanmış MP2 serilerinin dozaja bağlı eğilme sonrası basınç dayanımı gelişimi

Düşük erken dayanım gösteren harçlar, daha yüksek geç dayanımlar sergilemiştir. Su/bağlayıcı oranının azalmasına bağlı dayanım artışına ek olarak, dayanım su azaltma katkıları ile hamur mikroyapısının gelişimine bağlı olarak da artar. Ancak yüksek dozlarda kullanılmazsa, normal priz ve hızlandırıcı tipleri çok erken yaşlardaki dayanımı arttırırken, geciktirici katkıları 24 saatlik dayanımı düşürebilir.

Priz ayarlayıcı katkı ile daha geç yaşlardaki dayanım aynı çimento içeriğinde %20 ya da daha fazla artabilir (ACI, 2002). Dayanım değerleri incelendiğinde basınç dayanımlarında 28 ve 90 günlük yaşlarda % 2 ila % 6 arasında, eğilme sonrası basınç dayanımlarında %1 ila %6 oranında artışlar görülmüştür. Su azaltıcı katkı içeren betonun eğilme dayanımındaki artışlar basınç dayanımındaki artışların büyüklüğü ile doğru orantılı değildir(Collepari, 1984). 28 ve 90 günlük eğilme dayanımları değerlerindeki artışlar % 7'e yakın değerlere ulaşmıştır.

Bununla birlikte, %2,0 naftalin sulfonat bazlı katkı, % 1,5 lignin esaslı modifiye polimer bazlı katkı ve % 2,0 modifiye fosfat eklenerek hazırlanan karışımlarda aşırı doz etkisi görülmüştür. Bu karışımlarla hazırlanan örneklerin basınç, eğilme ve eğilme sonrası basınç değerleri, diğer karışımlarla hazırlanan numunelerin dayanım değerlerinden oldukça düşüktür. Bu örnekler aşırı doz etkisine bağlı olarak oluşan ve bölüm altıda verilen görüntü analizi sonuçları ile görülebilen daha boşluklu yapılarından dolayı daha düşük dayanımlara sahiptir. Nitekim % 1,0 naftalin sulfonat, % 0,4 lignin esaslı modifiye polimer bazlı ve %0,2 modifiye fosfat bazlı katkıli karışımlar, kontrol numunelerinin dayanım değerlerini 28 ve 90 günlük dayanım değerlerinde aşmıştır.

BÖLÜM BEŞ

GÖRÜNTÜ ALMA VE GÖRÜNTÜ ANALİZİ ÇALIŞMALARI

Günümüzde ilerleyen bilgisayar teknolojisi doğrultusunda gelişen laboratuvar donanımları, bilgisayar kapasiteleri ve yazılımları araştırmacılara malzemelerin mikroyapısal karakterizasyonu açısından büyük kolaylıklar sağlamaktadır. Mikroyapısal karakterizasyon; incelenen malzemenin detaylı içyapı analizlerini kapsar ve yapılabilecek mikroyapısal iyileştirmeler ve modifikasyonlar ile makro özelliklerin geliştirilmesine olanak verir.

Modern teknolojileri kullanılarak gerçekleştirilen ve mikroyapısal incelemelere büyük fayda sağlayan görüntü alma ve görüntü analizi teknikleri gün geçtikçe önem kazanmaktadır. Günümüzde malzeme alanında çalışan araştırmacılar mikroyapısal özellikleri belirlemede ve bu özellikleri sayısallaştırmada büyük yol kat etmişlerdir.

Mikroyapısal bir özelliğin sayısal olarak anlamlandırılabilmesi büyük önem taşır. Zira incelenen mikroyapısal bir özellik hakkında sadece mikrografiklere dayalı yorum yapmak güvenilir değildir. Önemli olan görüntü alma teknikleri kullanılarak elde edilen mikrografiklerdeki özellikleri birbirleri ile kıyaslamak amacıyla sayısallaştırmaktır. Böylelikle araştırmacılar bir özellik hakkında gerekli yorumları kıyaslamalı ve sayısal olarak yapabilirler.

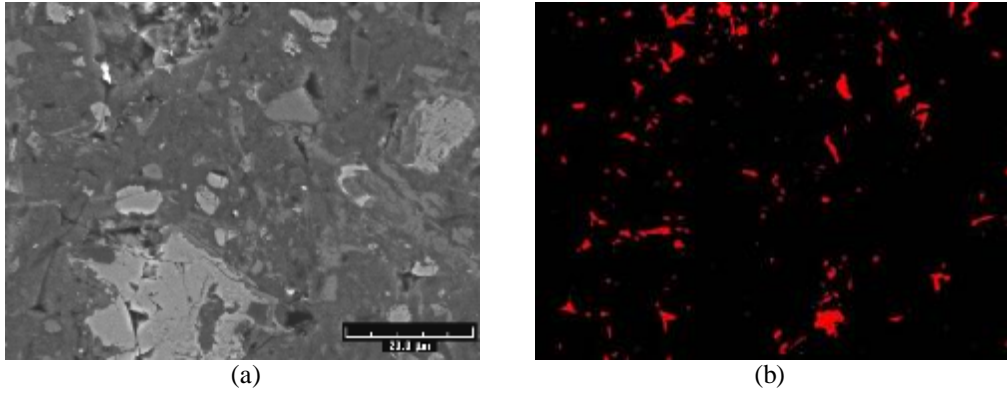
Genel olarak mikroyapısal çalışmalar; örnek hazırlama, görüntü alma, görüntü analizi ve mikroyapı-makro özellik ilişkilerinin oluşturulması olarak özetlenebilir.

5.1 Örnek Hazırlama

Görüntü analizleri ile yapılan mikroyapısal çalışmaların en temel aşaması örneklerin hazırlanmasıdır. Örnek hazırlama aşaması zahmetli ve önemli derecede dikkat gerektiren uzun bir aşamadır. Örnek hazırlama sırasında yapılabilecek ufak hatalar, görüntü alma sonrası elde edilen mikrografiklerin kalitesiz olmasına yol açar.

Böylece gerçekleştirilecek görüntü analizleri sonucu elde edilen sonuçlar hatalı çıkabilir.

Gelişen görüntü alma teknolojilerine bağlı olarak önceki bölümlerde anlatıldığı gibi, SEM uygulamaları daha güncel bir hal almıştır. Günümüzde çimento esaslı malzemelerin görüntü alma işlemlerinde SEM uygulamaları sıklıkla kullanılmaktadır.



Şekil 5.1 Parlak kesiti hazırlanmış örneğin 7 günlük çimento hamurunun SEM kullanılarak 4000X büyütmede (a) mikrografığı ve (b) boşluk segmentasyonu(Öztürk, 2006).

Son yirmi yıldır, çimento ve beton mikroyapılarının araştırılması için örneklerin parlak kesitlerinin SEM kullanılarak incelenmesi önem kazanmıştır (Scrivener, 2004). Bu tekniğin birçok avantajı vardır. Çimento hamurunun oldukça heterojen bir yapısı olmasına rağmen, mikroyapı ve özellik arasındaki ilişkiyi niceleyici ölçüler ile saptama kabiliyeti çok önemlidir.

SEM uygulamaları çimento harcı ve beton mikroyapılarını karakterize etme olanaklarını geliştirmektedir ve katkı malzemelerinin etkilerinin incelenmesinde, beton durabilite problemlerinin saptanmasında ve servis ömrünün belirlenmesinde yardımcı olmaktadır (Skalny ve diğer., 2001). SEM uygulamalarının avantajları;

- Kırık yüzey yöntemine kıyasla örneği daha iyi temsil eden parlak kesitlerin incelenebilmesi,

- Geniş bir oranda büyütme yapılabilmesi ve fazların segmentasyonunun kolaylık ile gerçekleştirilebilmesi,
- Tekrarlanabilen kontrast değişimi ile farklı mikroyapı bileşenlerinin görüntü analizi ile ölçülmesi,
- SEM görüntüleri ile lokal kimyasal mikro analizlerin bilgilerinin birleştirilebilmesi şeklinde özetlenebilir.

Daha önceleri SEM analizleri ikincil elektron modunda (secondary electron mode-SE) kullanılıyor iken, bugün SEM çalışmaları sıklıkla saçılmalı elektron modunda (backscattered electron mode-BSE) kullanılmaktadır. SE görüntüleri temel olarak bir örneğin yüzeyinin morfolojik yapısını gösterir. Bu çalışmalarda genellikle kırık yüzey örnekler kullanılmaktaydı.

SEM uygulamaları için farklı metotlarla örnek hazırlanmaktadır. “Kırık yüzey” ve “parlak kesit” örnek hazırlama yöntemlerindedir. Ancak kırık yüzey kullanılarak SEM uygulamaları için örnek hazırlamak kolay ve zahmetsiz olmasına karşın, elde edilen görüntülerin sayısal olarak anlamlandırılmaması ve mikroyapısal özellikler arasında kıyaslama yapılamaması kırık yüzey çalışmalarının dezavantajlarındandır.

Kırılmış ve kesilmiş yüzeylerin ikincil elektron modu görüntülemeleri büyük bir dikkat ile ele alınmalıdır. Çünkü örnek hazırlanması ve sonrasında; oluşan çatlak malzemenin en zayıf bölgesi boyunca yayılır ve bir kırık yüzey malzemenin tümünü temsil edemez (Detwiller ve diğer., 2001).

Kırılmış ya da kesilmiş yüzeyin kabalığı görüntü analizini ve X-ray analizlerini olumsuz etkiler (Detwiller ve diğer., 2001; Stutzman ve Clifton,1999). Bunun yanı sıra parlak örneklerin hazırlanması oldukça yorucu ve sıkıcıdır, özel ekipmanlara ve yeteneğe ihtiyaç duyar. Örneklerin bilinçli hazırlanması çok önemlidir. Yapılacak hatalar istenmeyen sonuçlar doğurur (Crumbie, 2001)

Diğer yandan SEM uygulamaları için parlak kesit (Şekil 5.2) hazırlamak malzeme yüzeyinde düz bir zemin elde edilerek görüntüdeki derinlik farklılığının ortadan kalkmasını sağlamakta ve böylelikle mikroyapısal özelliklerin sayısallaştırılmasına olanak vermektedir.



Şekil 5.2 Çimento harcı için hazırlanmış parlak kesit

Ayrıca görüntü analizi için çimento esaslı malzemelerden alınan örneklerin en az hasar verilerek malzemedен çıkarılması ve en iyi şekilde malzemeyi temsil etmesi gerekir. Bu amaçla malzemenin hazırlanması sırasında karışım içerisinden malzemeyi en iyi temsil edecek şekilde ve SEM uygulamalarına boyutsal olarak uygun olan yeterli miktarda örnek alınmalıdır.

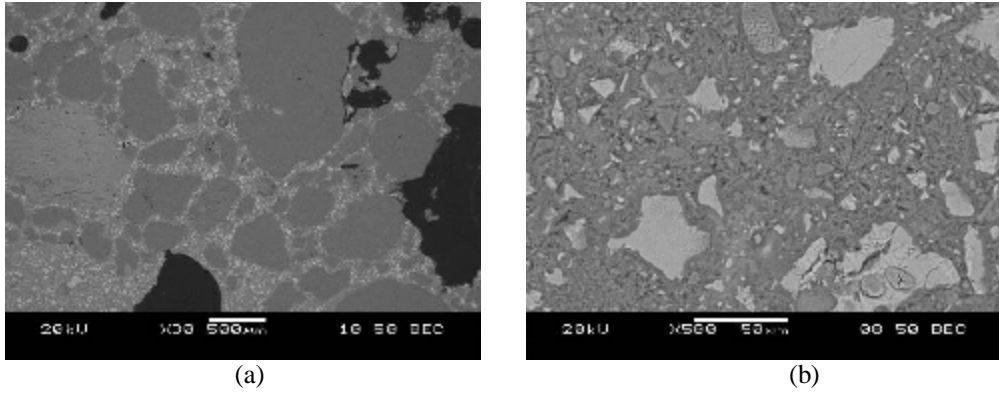


Şekil 5.3 SEM için örnek alma ve saklama

Yukarıda bahsedilen konular dikkate alınarak hazırlanan çimento harçlarından SEM uygulamaları ile görüntü analizlerinin yapılabilmesi için Şekil 5.3'den görüldüğü gibi yaklaşık 25 g ağırlığında örnekler önce polipropilen tüplere 1, 2, 7, 28

ve 90 günlük yaşlarda kullanmak üzere alınmıştır. Görüntü analizi için alınan bu örnekler her bir inceleme yaşında isopropyl alkolde bekletilerek hidrasyon gelişimi durdurulmuştur.

Kimyasal katkıların çimento esaslı malzemelerin mikroyapıları üzerine etkilerinin incelenmesinde, en uygun yöntem parlak kesitleri alınmış örneklerin, BSE modunda taramalı elektron mikroskopunda mikrografiklerinin alınması (Şekil 5.4) ve istenilen etkinin belirlenebilmesi doğrultusunda görüntü analizlerinin yapılmasıdır.

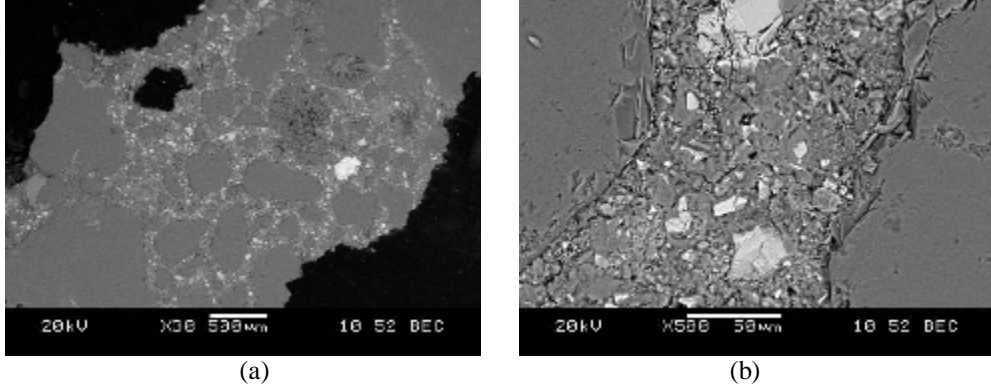


Şekil 5.4 Kontrol (CI) örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

SEM'in (BSE modu ve görüntü analizi) analitik üstünlükleri elde edebilmek için, düz örneğe (flat specimen) ihtiyaç vardır. Böylelikle çok iyi görüntüler elde edilmesine rağmen, esas olarak iki farklı örnek için bile çok farklılıklar gösterebilen, kırık yüzey örneklerin eksikliği ortadan kalkacak ve SE moduna nazaran kimyasal kompozisyonların çok daha iyi belirlenmesini sağlayan BSE modu kullanılmıştır.

Çimento harçlarından alınan örneklerin parlak kesitleri hazırlanmıştır. Numuneler polyester kaplanarak kurumaya bırakılmıştır. Gerekli sertleşme sağlandıktan sonra numuneler 600 ve 1200 No'lu zımpara kağıtları ile zımparalanmıştır. Ancak bazı örnekler daha ince düzeltmeler amacıyla 240, 800 No'lu zımpara kağıtları kullanılarak zımparalanmıştır. Her bir zımparalama işlemi sonrası, mikroskop aracılığı ile örneklerin yüzey durumları incelenmiş ve oluşabilecek kot farklılıkları engellenmeye çalışılmıştır.

Numuneler son aşamada alümina kullanılarak son parlatma işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra SEM uygulamaları için iletken bir yüzey oluşturmak amacıyla altın kaplanarak, her bir numunenin 30X ve 500X büyütmede SEM kullanılarak mikrogafiklerinin alınmasına hazır hale getirilmiştir (Şekil 5.5).



Şekil 5.5 LMP2-1-1,5 örneğinin 90 günlük mikrogafikleri (a)30X, (b) 500X

5.2 SEM Uygulamaları İle Görüntü Alma

SEM örnek boyunca elektronların üzerine odaklanır ve örnek ile elektron köprüsü etkileşimi sonucu ortaya çıkan sinyalleri ölçer. Parlak yüzeyler faz dağılımını ve kimyasal kompozisyonu belirlemek amacıyla kullanılırken; kırık yüzeyler partikül boyutu, şekli ve yüzey pürüzlülüğü çalışmak için topografik görüntüler almak amacıyla kullanılır (Skalny ve diğer., 2001).

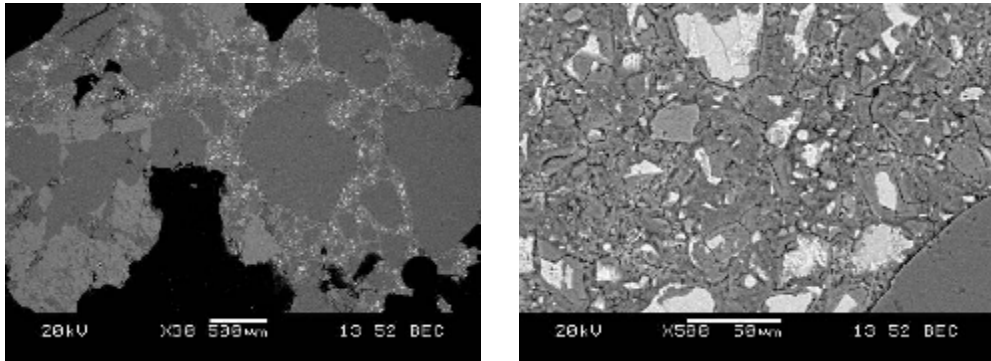
Saçılmalı elektron (BE) ve X-ray görüntülemesi niceleyici görüntüler için SEM altında en kullanışlı moddur. Bilgisayar tabanlı görüntü prosesi (IP) ve görüntü analizi (IA) niceleyici görüntülemeyi olası kılar.

İkincil elektronlar (SE) , örnek atom elektronu ile birincil kiriş elektronun elastik olmayan çarpması sonucu düşük enerjili elektronlardır. Düşük enerjileri sebebiyle, oldukça çok absorblanırlar ve sadece yüzey yakınında oluşurlar; yüzey topografisinin bir görüntüsü olarak yansır. Görüntüdeki görünür gölgelenme numune tarafından ikincil elektronların absorblanmasının sonucudur (Ramachandran ve Beaudoin, 2001).

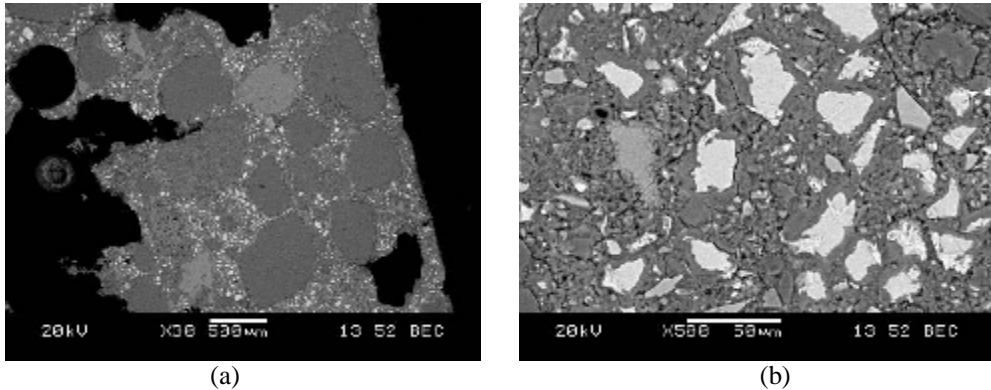
Ancak SE sertleşmiş çimento hamurunun morfolojik ve kompozisyon bilgisi tanımlanması için uygun değildir. SE görüntülenmesi yüzey yapısı ve kristal morfolojisi için yeterli iken, pürüzlü yüzeyler; faz ölçümleri ve dağılımını güvensiz kılmaktadır.

Saçılmalı elektronlar (BE) örnek tarafından saçılan yüksek enerjili elektronlardır. BE mod görüntülerindeki kontrastlar, atom numaralına bağlı olarak farklı faz kompozisyonlarından kaynaklanmaktadır (Skalny ve diğer., 2001) ve görüntüdeki diferansiyel parlaklıklarından belirlenirler. Anhidrate çimento; kalsiyum hidroksit ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), kalsiyum silikat hidrat (CSH) ve agrega sırası ile en parlaktan en koyuya doğru sıralanır. Boşluklar en koyu olanlardır (Ramachandran ve Beaudoin, 2001).

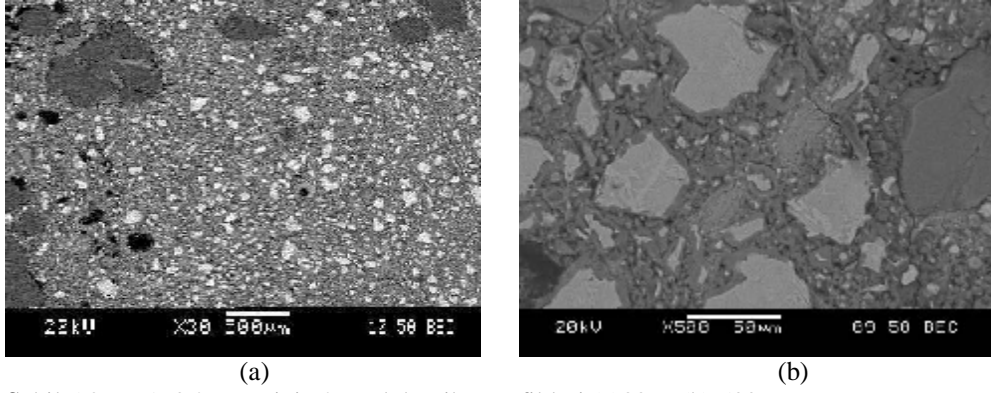
Her bir örneğin 30X ve 500X büyütmelerde yeter sayıda farklı bölgesinden görüntüleri alınmıştır (Şekil 5.6-9). İki farklı büyütmede görüntüleri alınan parlak kesit örneklerin mikrofotografikleri Ek 2’de sunulmuştur.



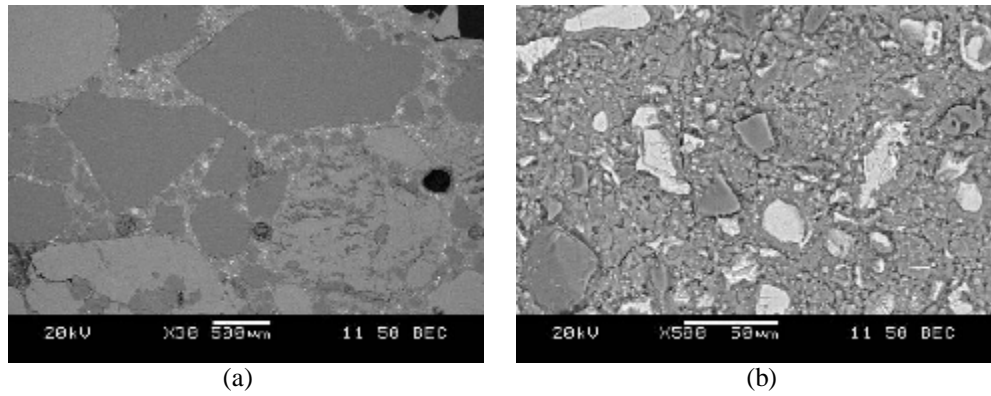
Şekil 5.6 LMP2-1-0,4 örneğinin 90 günlük mikrofotografikleri (a)30X, (b) 500X



Şekil 5.7 LMP2-1-1,0 örneğinin 90 günlük mikrofotografikleri (a)30X, (b) 500X



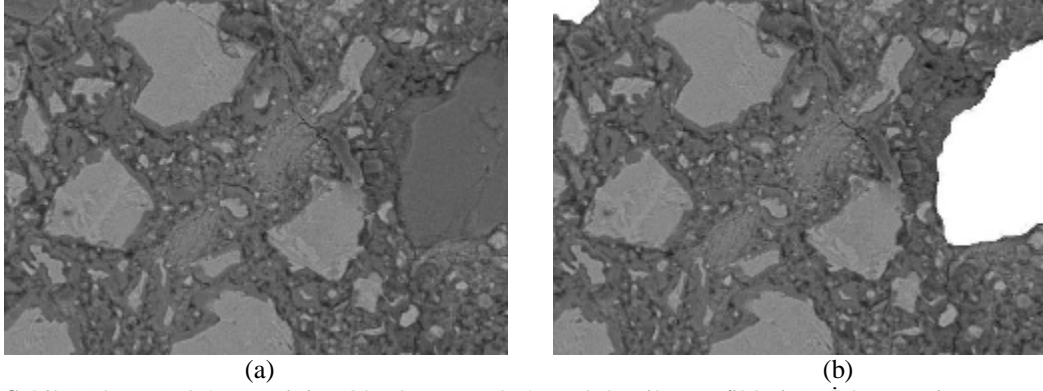
Şekil 5.8 MP1-0.2 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X



Şekil 5.9 NSB2-2,0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

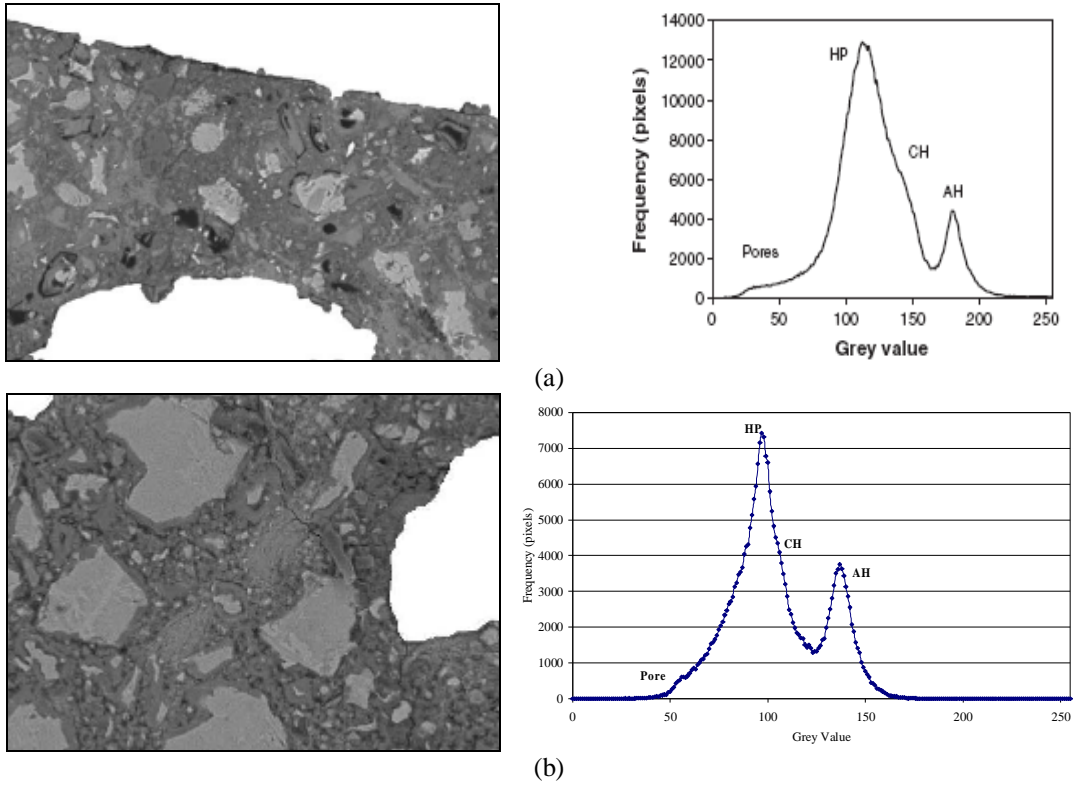
5.3 Görüntü Analizlerinin Yapılması

Numunelerin hazırlanışı sırasında yapılacak ufak hatalar analiz sonuçlarının yanlış değerlendirilmesine sebebiyet verir. Daha önce sözü edilen numune hazırlama yöntemleri kullanılarak ve her bir aşamasında numunede oluşabilecek kot farklılıklarını engellemek amacıyla, mikroskop kontrolü ile hazırlanan numuneler, aynı parlaklık ve kontrast ayarları altında görüntüleri alınarak analize hazır hale getirilmiştir. Analiz öncesinde her bir fotoğrafın SEM görüntülemesi sırasında oluşan etiketlemesi çıkarılmış, her bir mikrografikten agrega taneleri alınmış (Wong ve diğer., 2006), analizler çimento matrisi üzerinde yapılmış ve her bir numuneye filtreleme işlemi uygulanmıştır.



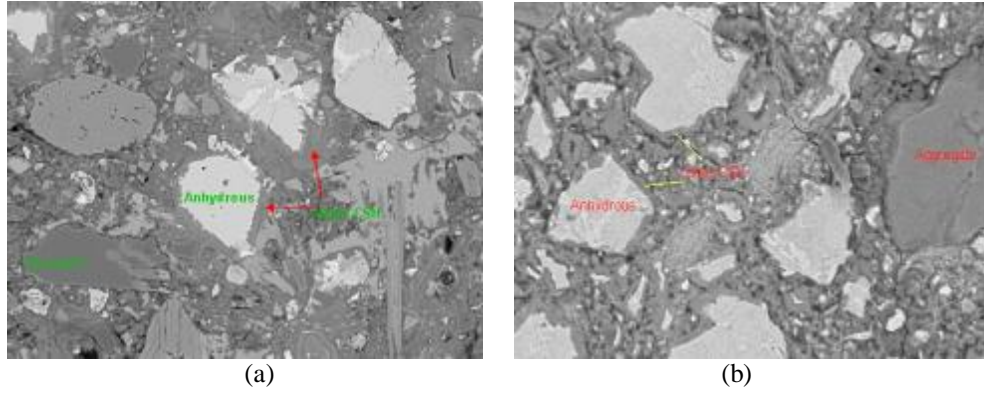
Şekil 5.10 MP1-0.2 örneğinin 500X büyütmede 2 günlük mikrografikleri (a) İşlenmemiş mikrografik (b) İşlenmiş mikrografik

Agrega tanelerinin çıkarılmasındaki amaçlardan birisi de, matris içindeki fazların alan oranlarının kendi içlerinde toplam 100 % oranına hiçbir matematiksel işlem yapılmadan ulaşılmasıdır. Nitekim gerek agrega tanesi içermeyen, gerekse agrega taneleri sonradan çıkarılmış harç numune mikrografikleri, daha önce yapılmış literatürdeki çalışmalarda (Wong ve diğer., 2006; Scrivener ve diğer., 1987) işaret edilen benzer histogram eğilimleri ve faz görüntüleri göstermiştir.



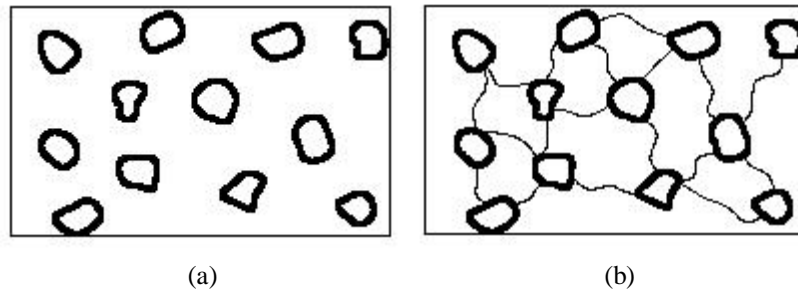
Şekil 5.11 (a) 500 büyütmedeki harç numune mikrografik histogramı (Wong ve diğer., 2006), (b) MP1-0.2 örneğinin 500X büyütmede 2 günlük işlenmiş mikrografik histogramı

Analiz yöntemlerinin seçiminde hedeflenen boşluk ve faz gelişimi göz önüne alınarak iki farklı analiz grubu ele alınmıştır. Öncelikli olarak hidrasyon sürecinde fazların gelişimi, alan oranların fazlar arasında dağılımı ve saptanması amacıyla kullanılan histogram tabanlı görüntü analizleri ile her bir örneğe ait hidrasyon ürünü, hidrate olmamış kısım, kalsiyum hidroksit ve boşluk fazları incelenmiştir (Şekil 5.12).



Şekil 5.12 (a) 20° derecede kür edilmiş 28 günlük çimento harcı mikrografı (Zhang, 2006)
(b) 2 günlük MP1-0.2 serisi çimento harcı mikrografı



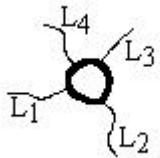
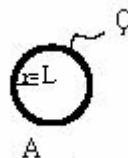
Diğer yandan çimento esaslı malzemelerde malzeme kesiti içerisinde yer alan boşluk fazının miktarı, birbirleri arasında kanallarla bağlantılı olup olmaması ve yuvarlaklık gibi özelliklerinin bilinmesi, gerek dayanıklılık gerekse dayanım açısından önem taşımaktadır (Şekil 5.13). Bu amaçla farklı tip ve dozajda kullanılan kimyasal katkıları ile hazırlanan çimento harçlarının boşluk miktarlarını ve yuvarlaklık gibi özelliklerinin belirlenmesi amacıyla literatürdeki farklı modeller kullanılmıştır (Wong ve diğer., 2006; Scrivener ve diğer., 1987).



Şekil 5.13 Farklı tipteki boşluk dağılımları; (a) Bağlantısız boşluk sistemi
(b) Bağlantılı boşluk sistemi

Her bir numunenin boşluk miktarı zamana ve dozaja bağlı olarak belirlenmiştir. Buna ek olarak toplam uzunluk, toplam dentrik uzunluk ve ortalama yuvarlaklık değerleri gibi boşluk sistemi hakkında bilgi verecek analiz sonuçları görüntü analizi programı kullanılarak saptanmıştır. İncelenen bu değerler ile ilgili açıklamalar Tablo 5.1’de verilmiştir;

Tablo 5.1 Boşluk özellikleri

Özellik Adı	Açıklama	Görünüm
Boşluk Alan Oranı	Bir boşluğun kaplamış olduğu alanın sayısal ifadesi	
Toplam Uzunluk	Bütün boşlukların boylarının toplamı	
Toplam Dentrik Uzunluk	Bütün boşlukların dentrik boylarının toplamı	
Ortalama Yuvarlaklık	Boşluğun çevre ve alan değerlerine bağlı olan yuvarlaklık değeri	

Toplam uzunluk, toplam dentrik uzunluk ve yuvarlaklık değerlerinin saptanmasındaki amaç, boşluklar arasındaki kanallaşma olasılıklarının simgelenmesidir. Toplam uzunluk ve toplam dentrik uzunluk değerlerinin saptanması boşlukların birbirlerine temas etme olasılıkları hakkında fikir vermektedir.

Diğer yandan boşluk şekli ile alakalı olan ve boşlukların dallanıp budaklanmaları arttıkça artan yuvarlaklık değeri oluşabilecek kanallaşma hakkında yorum getirilmesi açısından kullanılabilir.

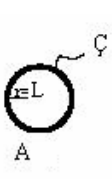
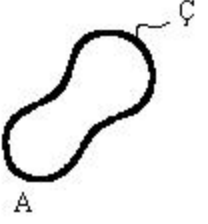



Yukarıda açıklanan boşluk alan oranı değeri bir mikrografikteki, görüntü analizleri ile elde edilen boşluk değerlerinin toplamının tüm kesite olan oranını ifade

eder. Toplam uzunluk değeri bu boşluklara ait toplam boyların ifadesidir. Diğer yandan her bir boşluğun çimento hamuru içerisine yayılmış olan dentrik kollarına ait uzunluklar toplamı ise toplam dentrik uzunluk ifadesi ile verilir. Ortalama yuvarlaklık ise aşağıda verilen denklem ile saptanan ve boşluk şekline ait bir ifadedir.

$$\text{Yuvarlaklık} = \frac{\text{Çevre}^2}{4\pi\text{Alan}} \quad (5.1)$$

Yuvarlaklık değerinin artışı incelenen boşluğun kollarının olma olasılığının fazlalığını gösterir (Tablo 5.2).

Tablo 5.2 Farklı boşluk tiplerinin yuvarlaklık (R) değeri

				
R=1	R=1,4253	R=1,6539	R=3,1975	R=3,7419

Mikroyapısal incelemelerin üçüncü aşamasını oluşturan görüntü analizleri ile elde edilen sonuçlar ve bunlara ait yorumlar bir sonraki bölümde verilmiştir. Yedinci bölüm kapsamında ise mikroyapısal incelemelerin son aşaması olan mikroyapı-makro özellik ilişkisi kurulması ile elde edilen sonuçlar verilmiştir.

BÖLÜM ALTI

GÖRÜNTÜ ANALİZLERİ SONUÇLARI

Çimento harçlarının görüntü analizleri ile ilgili çalışmalar beşinci bölümde açıklanan, örnek hazırlama ve görüntü alma prosedürlerine bağlı kalınarak gerçekleştirilmiştir.

Daha öncede belirtildiği gibi, örnek hazırlama koşullarının ve prosedürünün alınan mikroyapı görüntüleri üzerine olan etkileri göz ardı edilmemelidir. İyi bir mikroyapı analizi ancak doğru ve dikkatli bir numune hazırlama sürecine bağlı olarak hazırlanan örneklerin mikrografikleri üzerinden yapılabilir. Numunelerin hazırlanışı sırasında yapılacak ufak hatalar analiz sonuçlarının yanlış değerlendirilmesine sebebiyet verir.

Diğer yandan gerekli prosedürlere bağlı kalınarak, uygun şekilde hazırlanan örneklerden elde edilen mikroyapı görüntüleri yalın halde teknik ve bilimsel açıdan yeterli değildir. Örnek olarak çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal incelemeleri sonucu belirlenen bir faz için, mikroyapı incelemeleri olmaksızın yorum yapmak ve sadece fazın görsel özellikleri hakkında bir yargıya varmak yeterli ölçüde bilimsel bir analiz sayılamaz.

Önemli olan incelenen malzemeler hakkında mikroyapısal incelemeler ve sonuçlar ile anlamlandırılmış, sayısallaştırılmış ve kıyaslamalı yorumlar yapabilmektedir.

Bu bölümün kapsamında yukarıda belirtilen hususlar dikkate alınmış ve farklı tip kimyasalların farklı dozajları ile iki farklı tip çimento kullanılarak hazırlanan harç örneklerin mikroyapı grafikleri üzerinde görüntü analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen görüntü analizleri sonuçları ile mikroyapısal özellikleri hakkında sayısallaştırılmış ve kıyaslamalı yorumlar verilmiştir.

Analiz yöntemlerinin seçiminde; belirlenmeye çalışılan boşluk faz özellikleri ve mikroyapısal fazların gelişimi bilgisi göz önüne alınarak iki farklı analiz grubu belirlenmiştir. Öncelikli olarak; fazların gelişimi, bu fazlara ait alan oranlarının fazlar arasında dağılımı ve hidrasyon sürecinde zamana bağlı olarak değişiminin saptanmasıdır. Bu doğrultuda kullanılan görüntü analizi programı ile histogram tabanlı olarak hidrasyon ürünü, hidrate olmamış kısım, kalsiyum hidroksit ve boşluk fazları hesaplanmıştır. Faz alan oran değerleri her bir seri için elde edilmiştir. Böylelikle kimyasal katkı tipine, kullanım dozajına ve zamana bağlı olarak bu değerler incelenebilecektir.

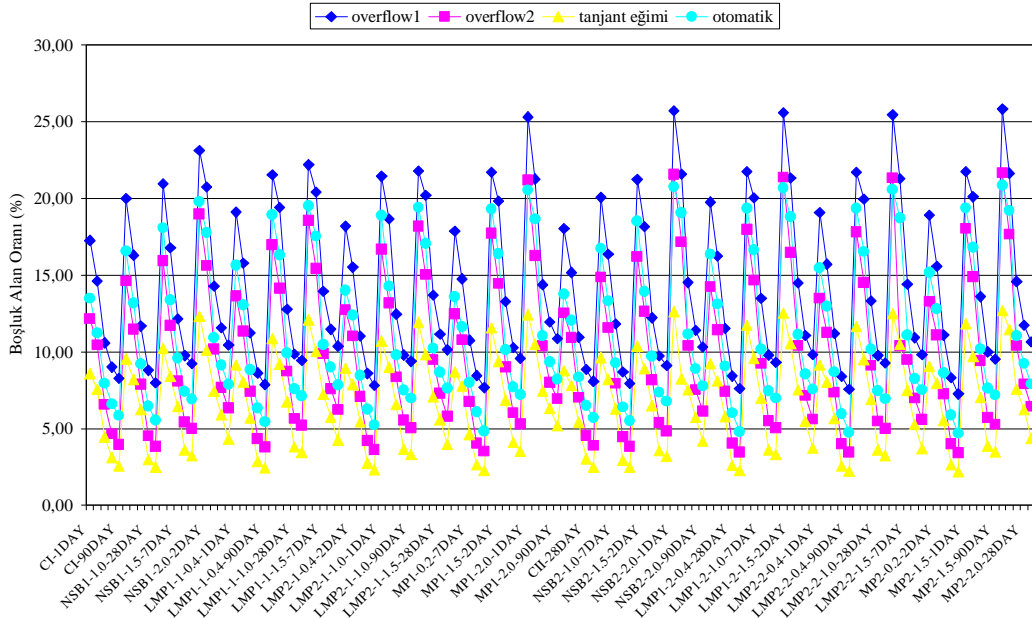
Diğer yandan boşluk fazının karakteristik özellikleri ve bu faza ait özelliklerin saptaması amacıyla görüntü analizleri yapılmıştır. Bu iki kısımdan oluşan görüntü analizleri sonucu elde edilen değerler ile çalışma kapsamında kurulması hedeflenen mikroyapı-makro özellik ilişkileri de kurulmaya çalışılmıştır.

6.1 Görüntü Analizi Sonuçları

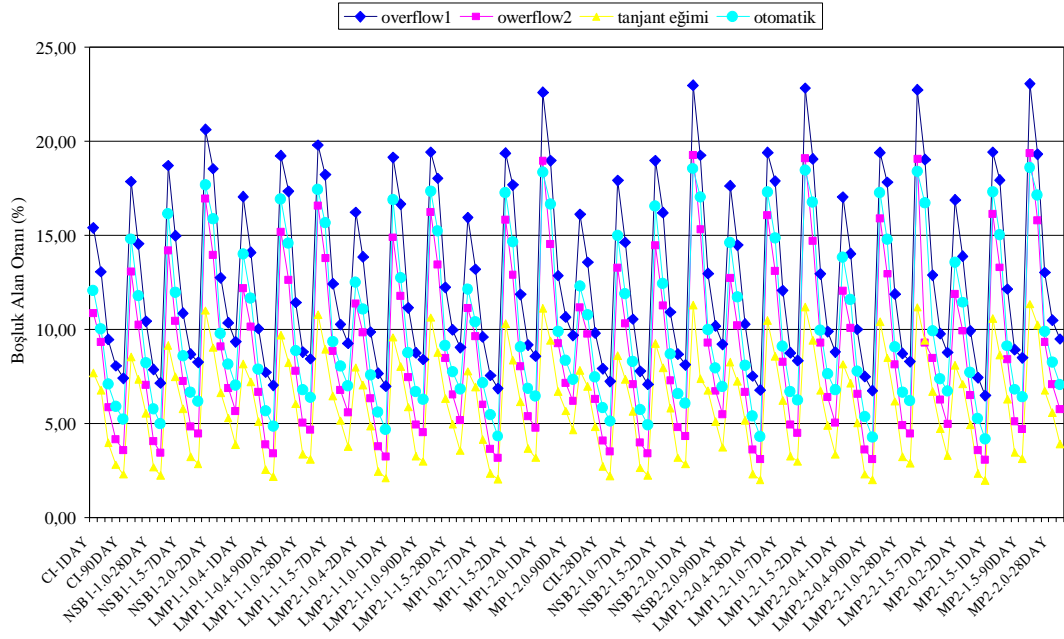
Beşinci bölümde verilen her bir seriye ait mikrografiklerin görüntü analizleri sonucu elde edilen değerler; 30X büyütmede boşluk fazlarının alan oranları ve boşluk faz özellikleri olarak sunulmuştur. Bu değerler katkı tipine, dozaja ve zamana bağlı değişimlerini simgeleyen grafikler halinde verilmiştir. Buna ek olarak, 500X büyütme için mikroyapısal fazların katkı tipine, dozaja ve zamana bağlı değişimleri de sunulmuştur.

Çimento harcı numuneleri için kullanılan görüntü analizi programı (Image Pro Plus) ile elde edilen sonuçların sınanması amacıyla farklı metotlar (Wong ve diğer.,2006; Scrivener ve diğer.,1987) kullanılarak boşluk faz alan oranları belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar ile çalışma kapsamında kullanılan analizin literatür ile uyumu sınanmıştır. Histogram tabanlı olan bu metotlar her biri kendi içinde uyum içindedir. Overflow1 yöntemi ile hesaplanan boşluk alan oranları görüntü analizi programı kullanılarak otomatik olarak elde edilen boşluk alan oranı değerlerinden büyüktür. Ancak gene histogram tabanlı olan ve overflow1

yönteminden hesap edilen eşik değerinin belli bir oran azaltılması ile boşluk alan oranları saptanan Overflow2 yönteminde elde edilen değerler en küçük boşluk alan oranı değerlerini veren tanjant eğimi metodundan daha yüksek değerler vermesine karşın otomatik olarak saptanan değerlerden küçüktür. Diğer yandan tanjant eğimi boşluk alan oranları değerleri literatüre benzer bir eğilimle (Wong ve diğer.,2006) Overflow1 yöntemi ile hesaplanan boşluk alan oran değerlerinden daha düşük değerler vermiştir (Şekil 6.1-2).



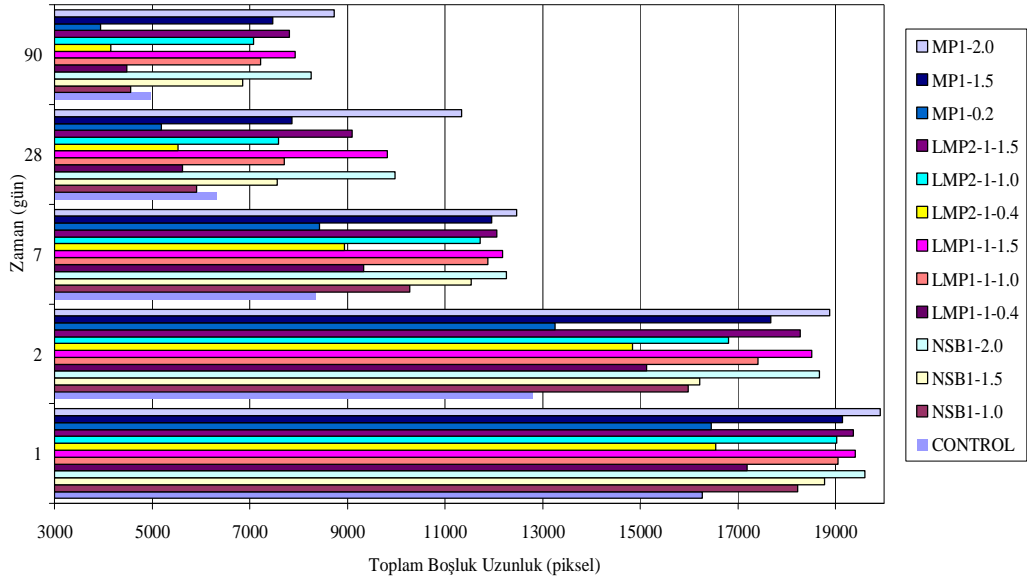
Şekil 6.1 Tümü serileri için farklı yöntemlerle saptanmış boşluk alan oranı değerleri (30X)



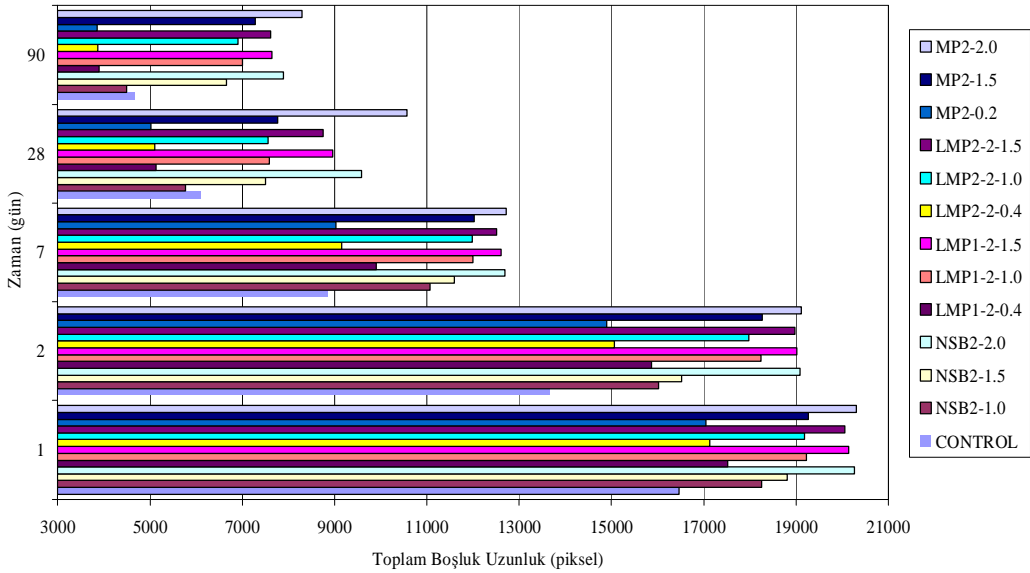
Şekil 6.2 Tüm serileri için farklı yöntemlerle saptanmış boşluk alan oranı değerleri (500X)

Her iki tip çimento kullanılarak farklı dozajlarla kimyasal katkıları ile hazırlanan numunelerin 30X büyütmede alınan mikrografiklerinin görüntü analizleri yapılarak her bir mikrografik için boşluk faz gelişimi ve bu faza ait karakteristik özelliklerin dozaja ve zaman bağlı olarak gelişimleri incelenmiştir.

CEMI ve CEMII tip çimentolar ile hazırlanan numunelerin görüntü analizi sonucu elde edilen boşluk fazına ait toplam boşluk boy (TL) değerleri Şekil 6.3 ve Şekil 6.4'de sunulmuştur. CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin TL değerleri 1, 2 ve 7 yaş gibi erken yaşlarda CEMI tip çimento ile hazırlanan numunelerin TL değerlerinden daha büyüktür. Diğer yandan CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin 28. ve 90. günlerde mikrografiklerinden elde edilen TL değerleri CEMI tip numunelere göre daha düşüktür.



Şekil 6.3 CEMI ile hazırlanan serilerin TL değişimi (30X)

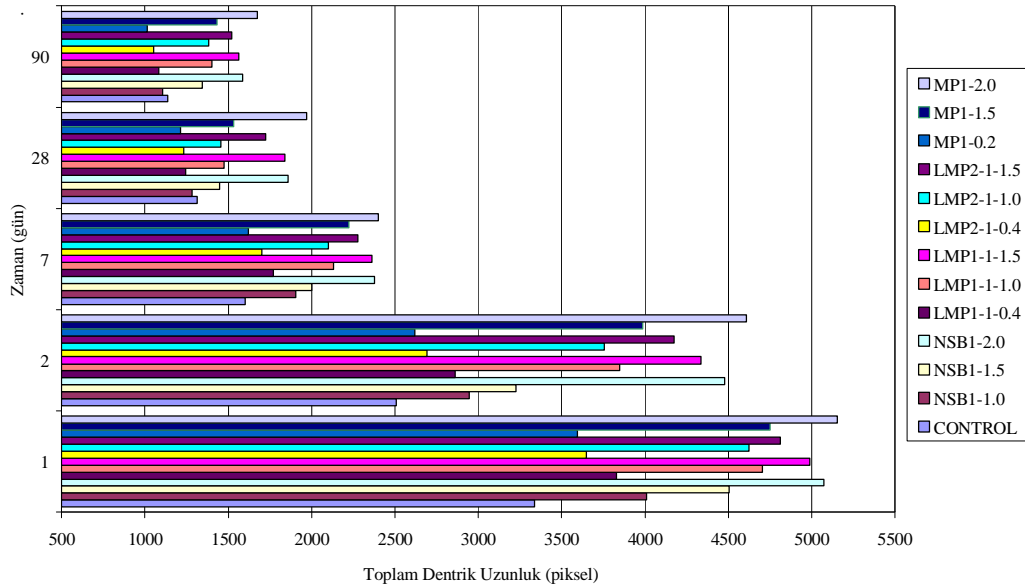


Şekil 6.4 CEMII ile hazırlanan serilerin TL değişimi (30X)

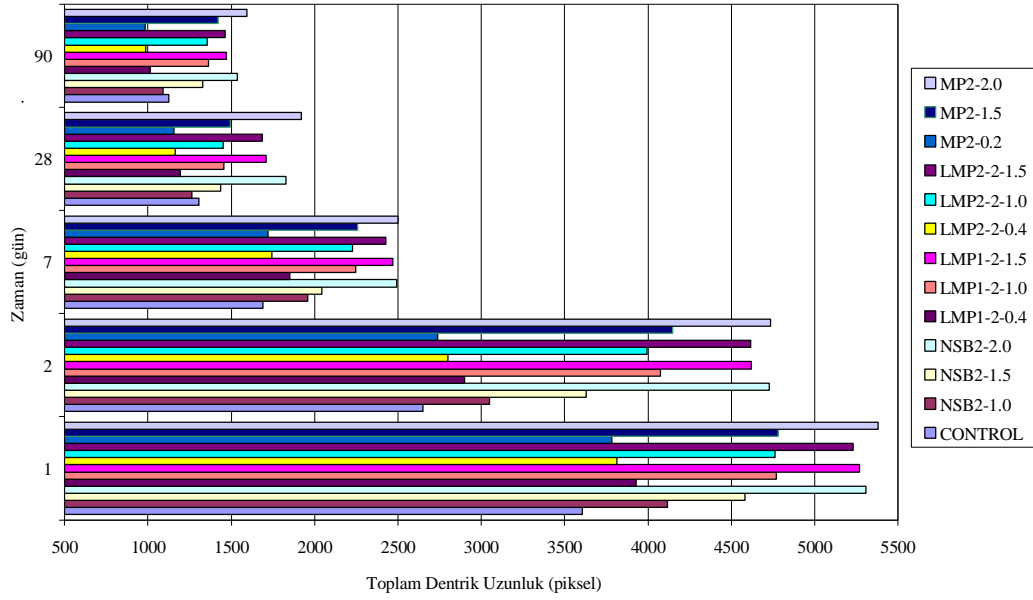
Diğer bir boşluk faz özelliği ve boşlukların dallanmaları ve budaklanmalarının saptanması, böylelikle boşluklar arasında bağlantılı yapı olup olmadığını saptamak amacı ile boşluk dentrik kollarının bir ifadesi olan toplam dentrik boy (TDL) değerleri Şekil 6.5 ve Şekil 6.6'da her iki tip çimento ile hazırlanan karışımlar için

sunulmuştur. TDL değerleri TL değerleri ile aynı eğilime sahiptir. CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin TDL değerleri 1, 2 ve 7 yaş gibi erken yaşlarda CEMI tip çimento ile hazırlanan numunelerin TDL değerlerinden daha büyüktür. Diğer yandan CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin 28. ve 90. günlerde mikrografiklerinden elde edilen TDL değerleri CEMI tip numunelere göre daha düşüktür.

Toplam boşluk uzunluk (TL) ve toplam dentrik uzunluk (TDL) değerlerinin benzer eğilimleri CEM II tip katkı çimento bünyesindeki puzolanik katkıların zaman ile nihai hidrasyon gelişimi üzerindeki iyileştirici etkisi ile açıklanabilir. Böylelikle artan hidrasyon ürünlerinin boşlukları doldurması ile beşinci bölümde açıklanan ve boşluk faz özelliklerinden olan TL ve TDL değerleri daha düşük olarak saptanmıştır.

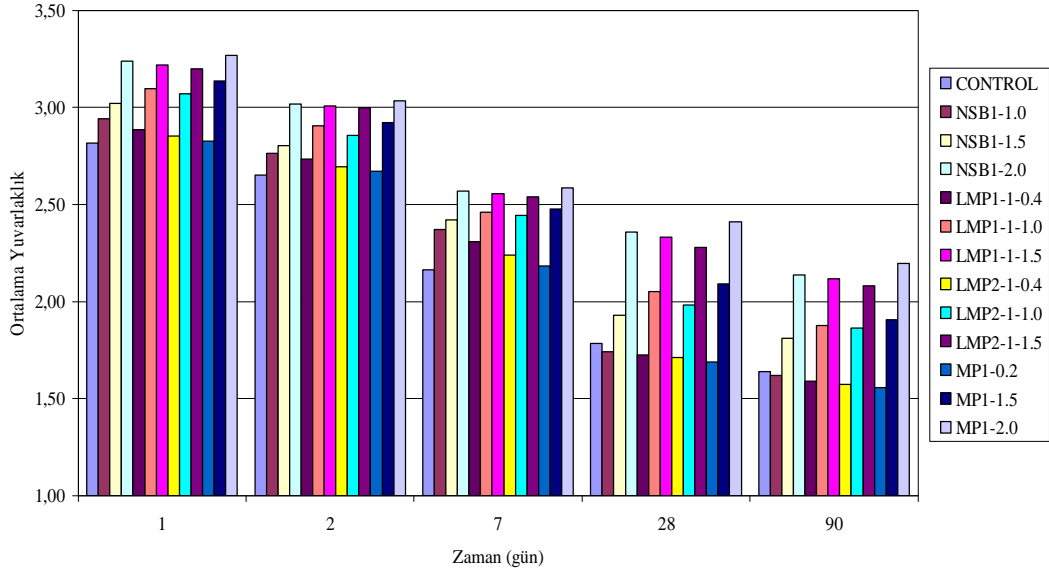


Şekil 6.5 CEMI ile hazırlanan serilerin TDL değişimi (30X)

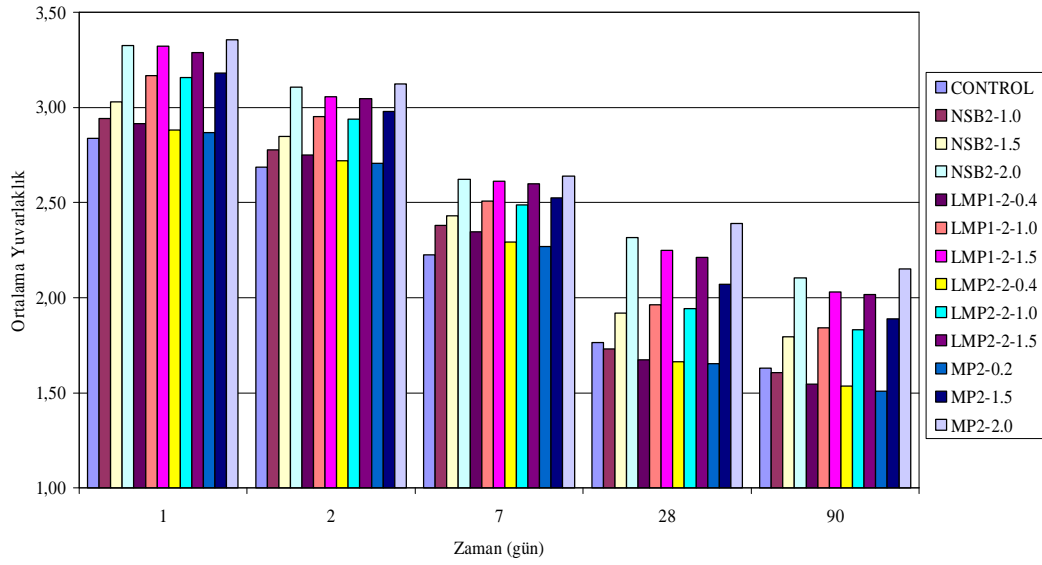


Şekil 6.6 CEMII ile hazırlanan serilerin TDL değişimi (30X)

Diğer bir boşluk faz özelliği olan ve boşlukların şekil özelliklerinin belirlenmesi amacı ile incelenen ortalama yuvarlaklık (AR) değerleri Şekil 6.7 ve Şekil 6.8’de her iki tip çimento ile hazırlanan karışımlar için sunulmuştur. AR değerleri, TDL ve TL değerleri ile aynı eğilime sahiptir. Ortalama yuvarlaklık değerleri zamana bağlı olarak azalmaktadır. CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin AR değerleri 1, 2 ve 7 gün gibi erken yaşlarda CEMI tip çimento ile hazırlanan numunelerin AR değerlerinden daha büyüktür. Diğer yandan CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin 28. ve 90. günlerde mikrografiklerinden elde edilen AR değerleri CEMI tip numunelere göre daha düşüktür. Bu eğilim toplam dentrik uzunluk değerlerinin eğilimi ile aynıdır. Dentrik kolların uzunluklarının değişiminin yuvarlaklık değerleri üzerine etkilerinin olacağı açıktır. Nitekim TDL değerleri azalan bir kesitte AR değerleri de düşüş göstermektedir. AR değerlerindeki bu eğilim zaman ile hidrasyon ürünlerindeki artışa bağlı olarak hidrate kısım miktarındaki artış ile boşluklara ait dentrik kollar kapanması ile gerçekleşmektedir.

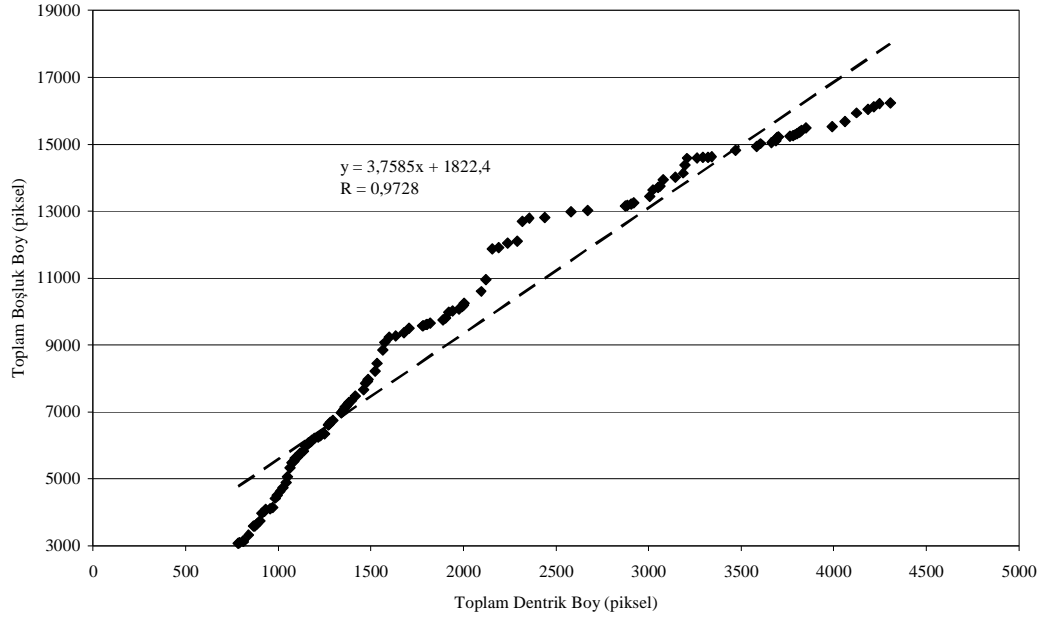


Şekil 6.7 CEMI ile hazırlanan serilerin AR değışimi (30X)



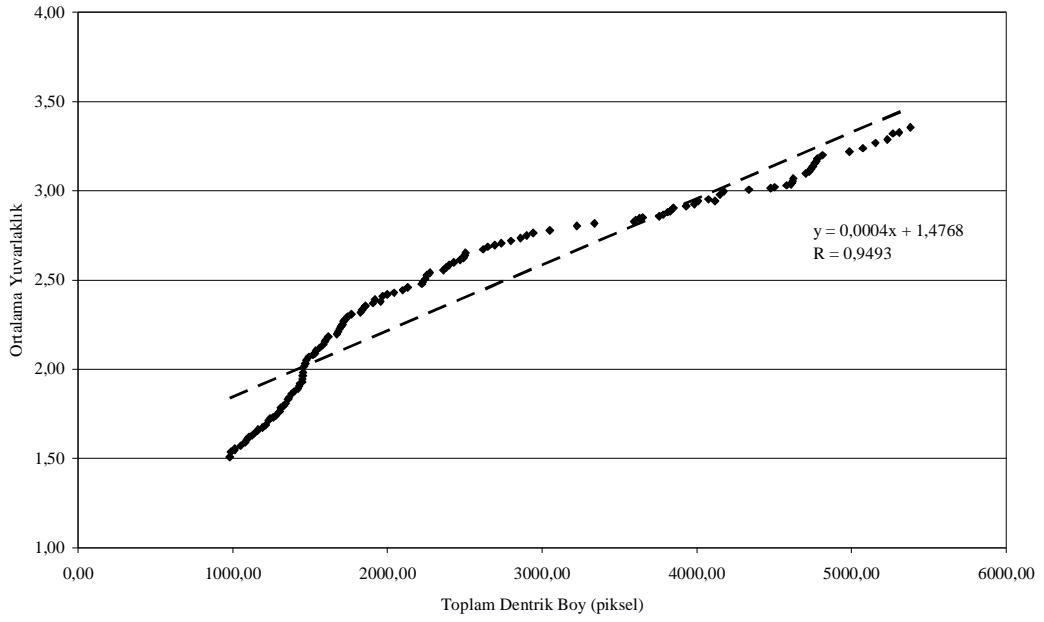
Şekil 6.8 CEMII ile hazırlanan serilerin AR değışimi (30X)

Yukarıda verilen boşluk faz karakteristiklerinin birbirleri arasındaki ilişkileri Şekil 6.9’da TL-TDL ilişkisi ve Şekil 6.10’da AR-TDL ilişkisi olarak sunulmuştur.



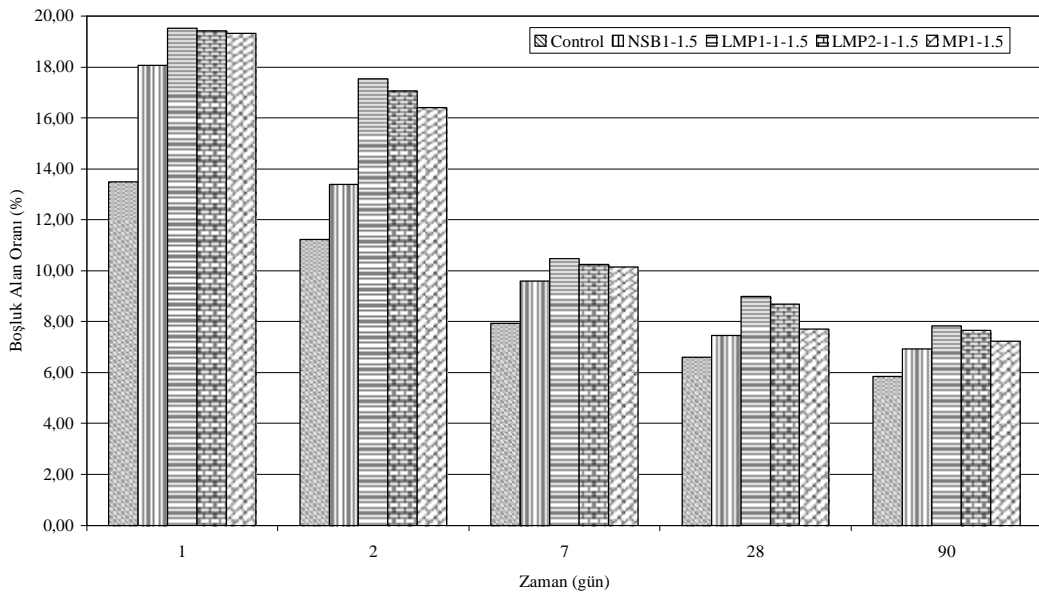
Şekil 6.9 Tüm serileri için TL-TDL ilişkisi (30X)

Şekil 6.9'dan görülebileceği gibi TL-TDL ilişkisinin eğiminin artması aynı boşluk uzunluklarına karşılık gelen dentrik kollardaki azalmayı işaret eder. Bu yukarıda bahsedilen açıklamalara benzer şekilde hidrasyon ürünlerinin artışı ile hamur hacminin artması ve öncelikle dentrik kolları doldurması ile açıklanabilir. Bu eğilim aynı zamanda yuvarlaklık değerlerinin azalmasına ve boşlukların şekillerinin daha düzgün bir hal alması ile sonuçlanır. Boşluklara ait ortalama yuvarlaklık değerlerinin Şekil 6.10'daki TDL ile olan ilişkisine ait eğimdeki artış aynı ortalama yuvarlaklık değerlerinde daha düşük dentrik kolların olmasını işaret eder. Bu eğilim ancak yalnız boşluk fazı alanlarındaki bir artış ile gerçekleşebilir. Bu ancak daha küçük dentrik kollara sahip ama alanca çok daha büyük boşlukların olduğu kesitlerde görülebilir.

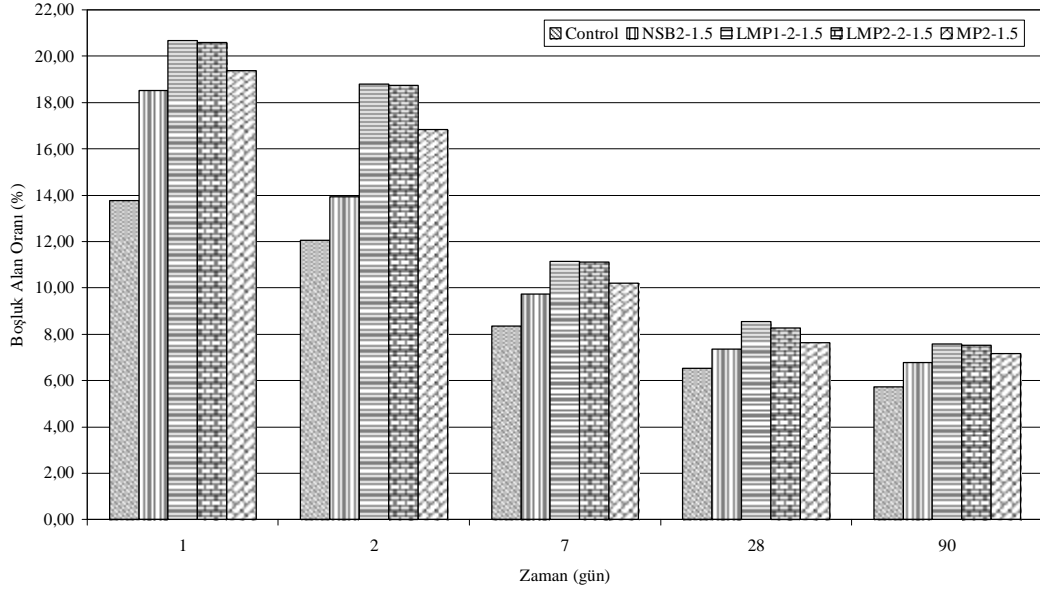


Şekil 6.10 Tüm serileri için AR-TDL ilişkisi (30X)

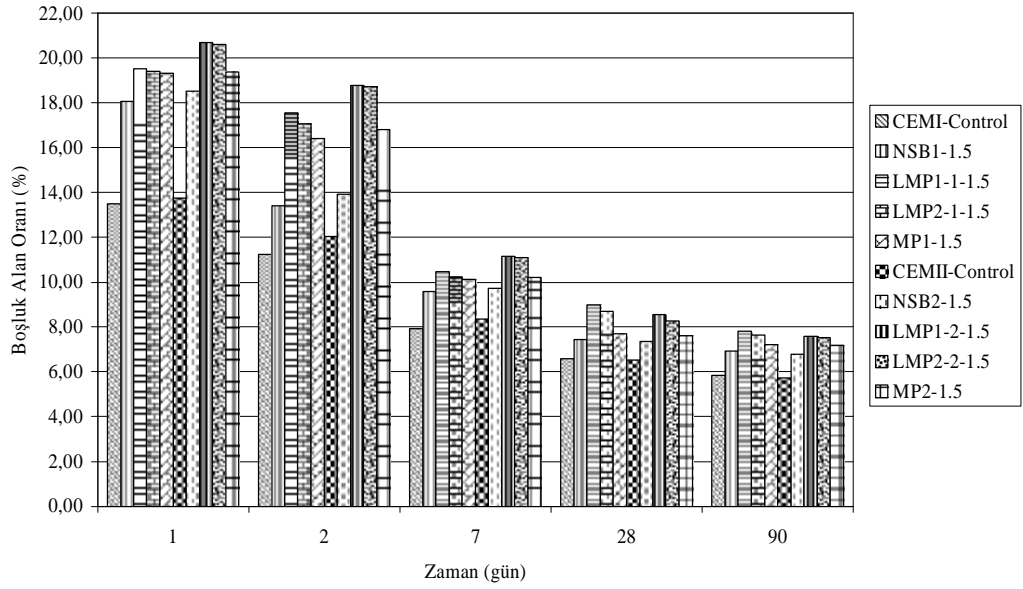
Diğer yandan katkı bazı etkinliğinin kıyaslanması amacıyla her bir katkı tipinde eşit olarak kullanılan %1,5 dozaj miktarında, boşluk alan oranlarının zamana bağlı olarak değişimleri Şekil 6.11, 6.12 ve 6.13’de sunulmuştur.



Şekil 6.11 CEMI ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için boşluk alan oranı değişimi (30X)

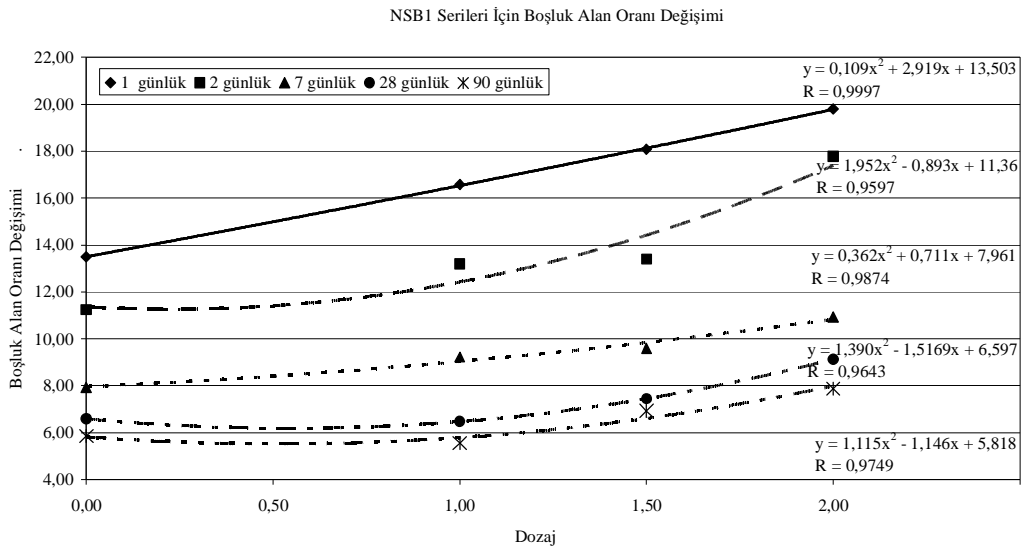


Şekil 6.12 CEMII ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için boşluk alan oranı değişimi (30X)

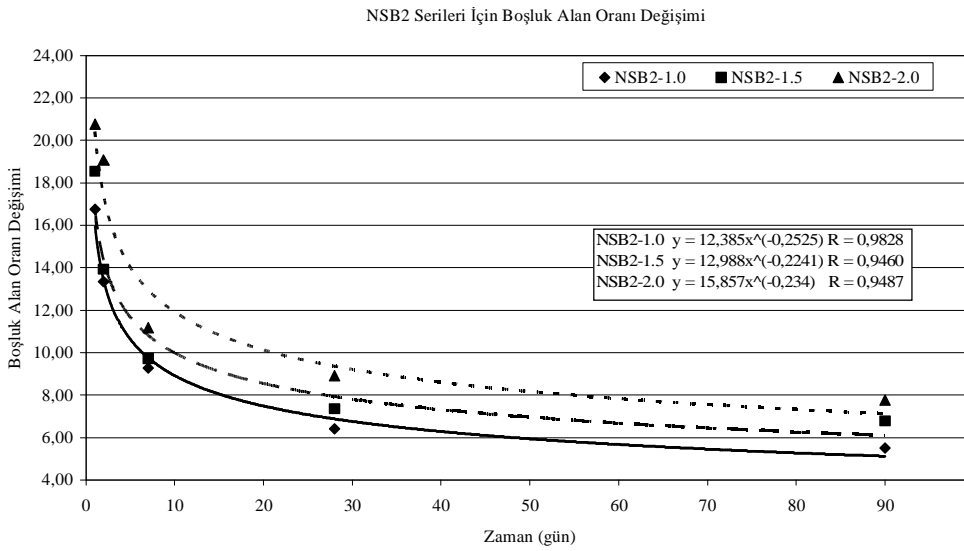


Şekil 6.13 CEMI ve CEMII ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için boşluk alan oranı değişimi (30X)

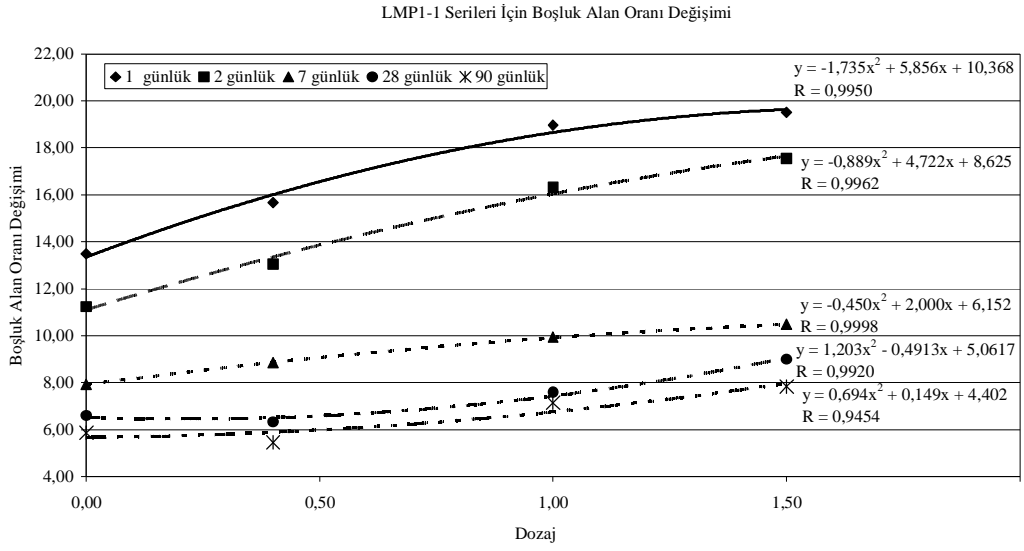
Her bir katkı tipinin kullanılan tüm dozajlar için boşluk alan oran değişimleri zamana ve doza bağlı olarak saptanmıştır. Örnek olarak alınan bazı örneklerdeki değişimler aşağıda verilmiştir. tüm kesitlere ait değişimler tablolar halinde EK3'te verilmiştir.



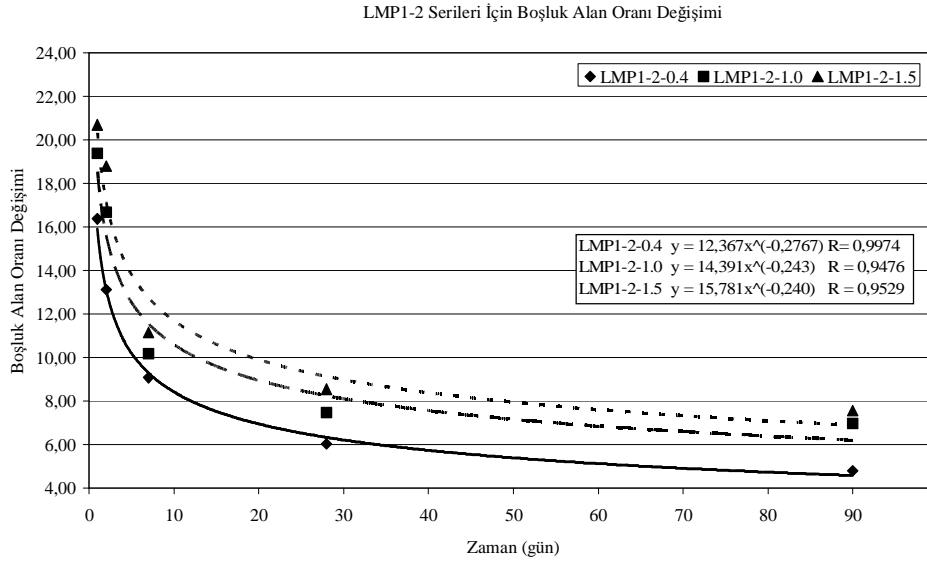
Şekil 6.14 NSB1 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (30X)



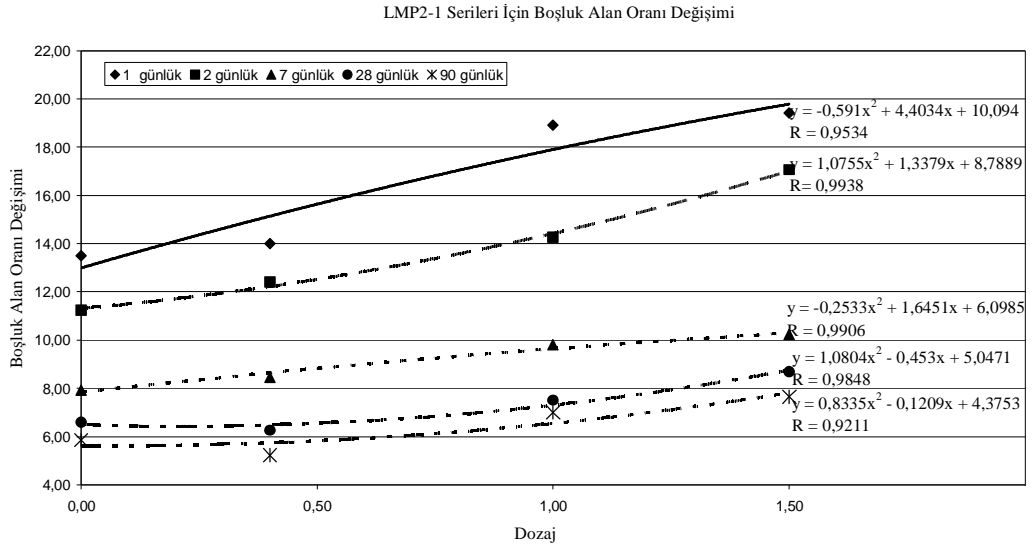
Şekil 6.15 NSB2 serileri için zamana bağlı boşluk alan oranı değişimi (30X)



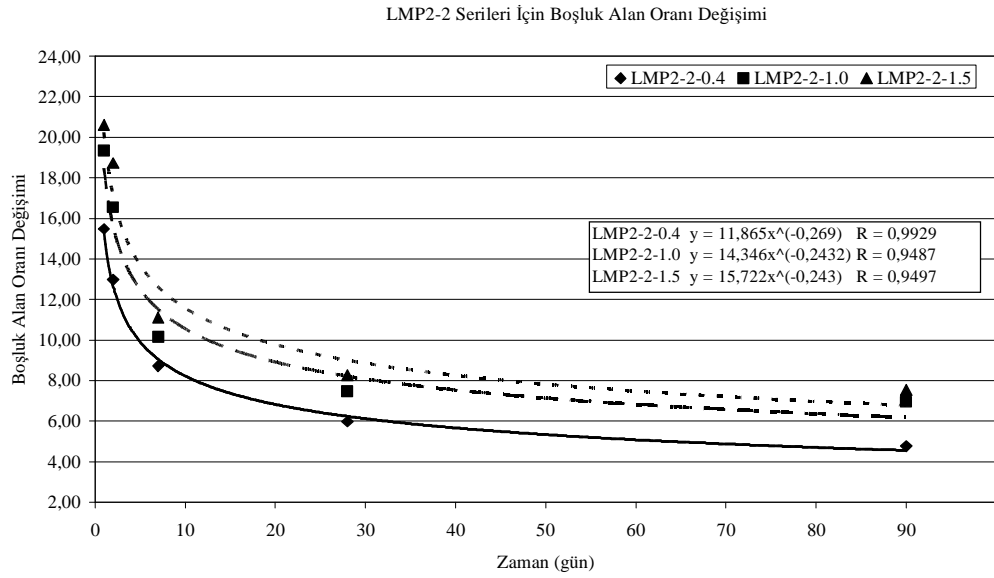
Şekil 6.16 LMP1-1 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (30X)



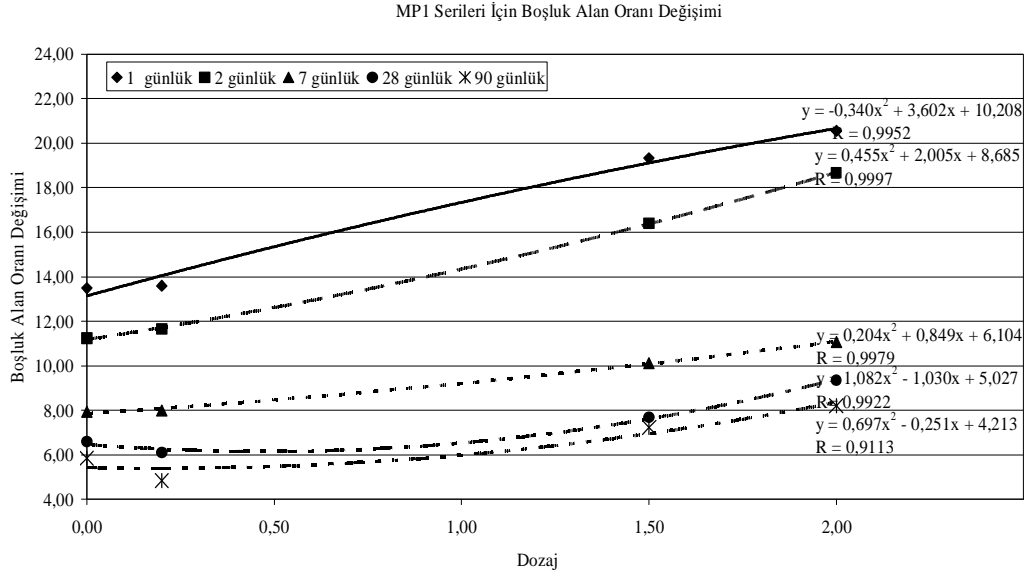
Şekil 6.17 30X LMP1-2 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (30X)



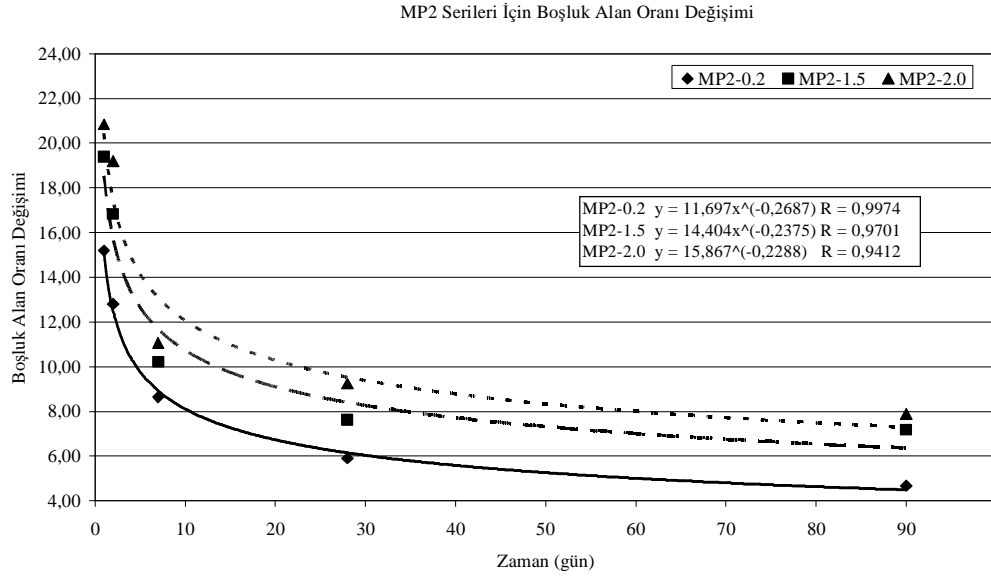
Şekil 6.18 LMP2-1 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (30X)



Şekil 6.19 LMP2-2 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (30X)

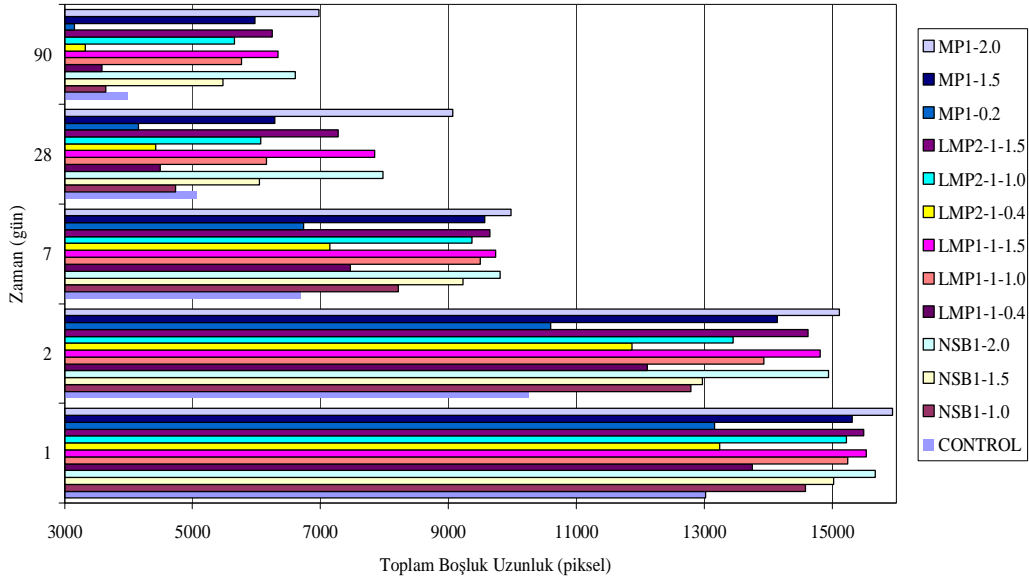


Şekil 6.20 MP1 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (30X)



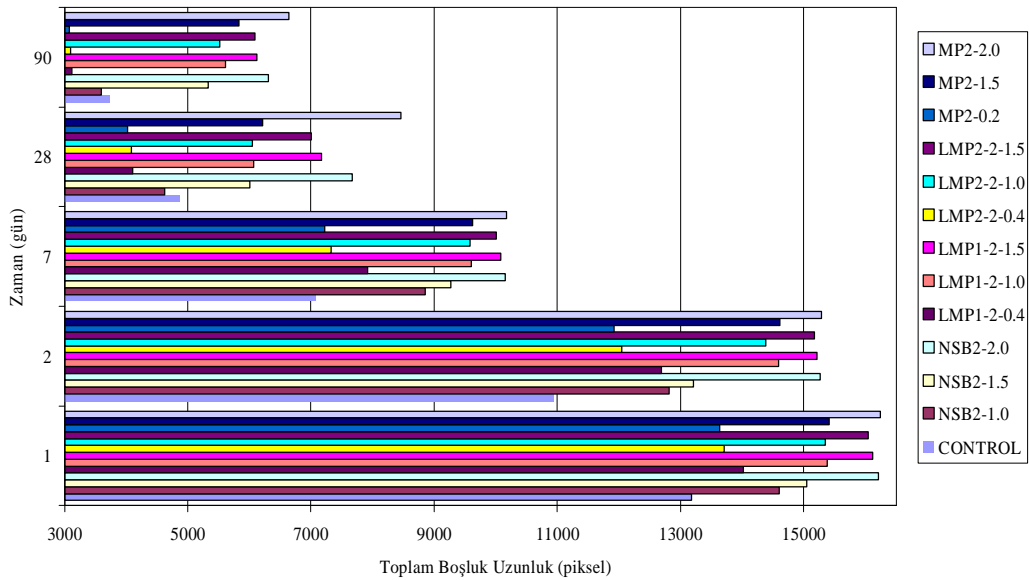
Şekil 6.21 MP2 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (30X)

500X büyütmedeki mikrografikler üzerinde görüntü analizleri boşluk, hidrate olmuş kısım, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ve anhidrate kısım olmak üzere tüm fazların zamana, dozaja ve katkı tipine bağlı olmak üzere değişimini saptamak amacıyla gerçekleştirilmiştir.

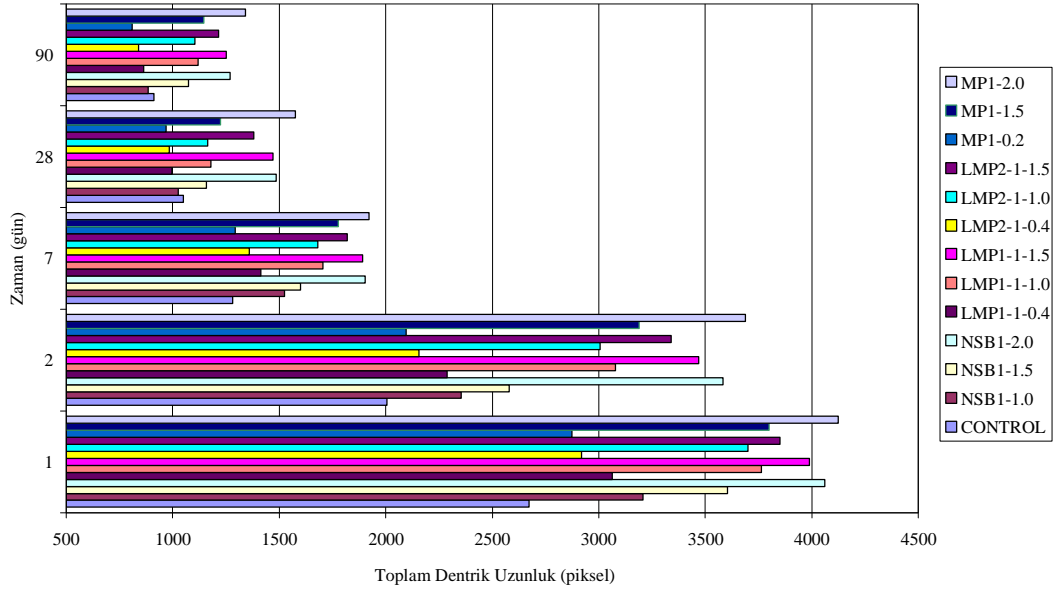


Şekil 6.22 CEMI ile hazırlanan serilerin TL değişimi (500X)

CEMI ve CEMII tip çimentolar ile hazırlanan numunelerin görüntü analizi sonucu elde edilen boşluk fazına ait toplam boşluk boy (TL) değerleri Şekil 6.22 ve Şekil 6.23'de sunulmuştur. CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin TL değerleri 1, 2 ve 7 yaş gibi erken yaşlarda CEMI tip çimento ile hazırlanan numunelerin TL değerlerinden daha büyüktür. Diğer yandan CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin 28. ve 90. günlerde mikrografiklerinden elde edilen TL değerleri CEMI tip numunelere göre daha düşüktür.

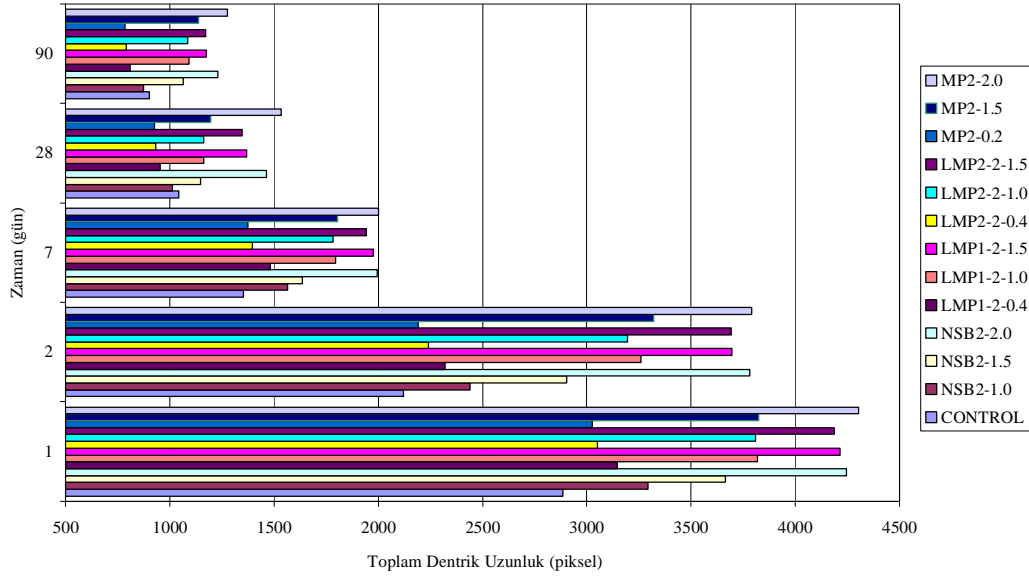


Şekil 6.23 CEMII ile hazırlanan serilerin TL değişimi (500X)

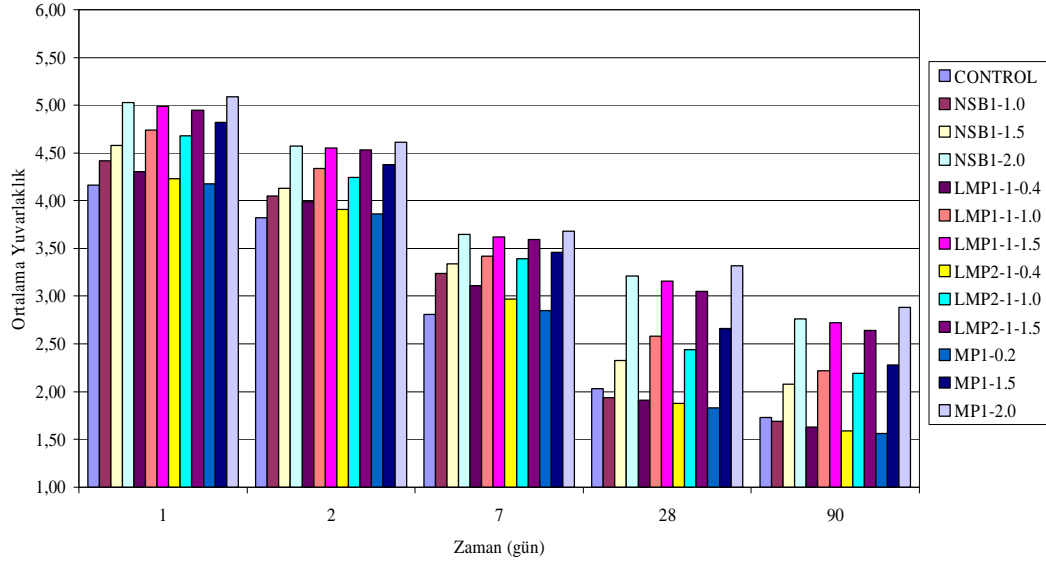


Şekil 6.24 CEMI ile hazırlanan serilerin TDL değişimi (500X)

Diğer bir boşluk faz özelliği ve boşlukların dallanmaları ve budaklanmalarının saptanması, böylelikle boşluklar arasında kanal bir yapı olup olmamasını saptamak amacı ile boşluk dentrik kollarının bir ifadesi olan toplam dentrik boy (TDL) değerleri Şekil 6.24 ve Şekil 6.25’de her iki tip çimento ile hazırlanan karışımlar için sunulmuştur. TDL değerleri TL değerleri ile aynı eğilime sahiptir. CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin TDL değerleri 1, 2 ve 7 yaş gibi erken yaşlarda CEMI tip çimento ile hazırlanan numunelerin TDL değerlerinden daha büyüktür. Diğer yandan CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin 28. ve 90. günlerde mikrografiklerinden elde edilen TDL değerleri CEMI tip numunelere göre daha düşüktür.



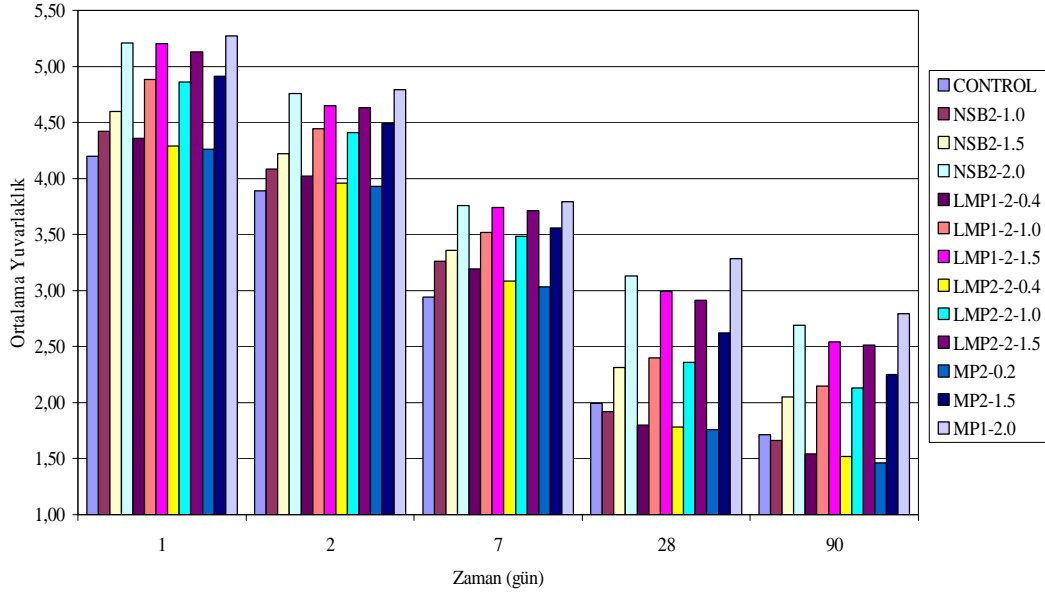
Şekil 6.25 CEMII ile hazırlanan serilerin TDL değişimi (500X)



Şekil 6.26 CEMI ile hazırlanan serilerin AR değişimi (500X)

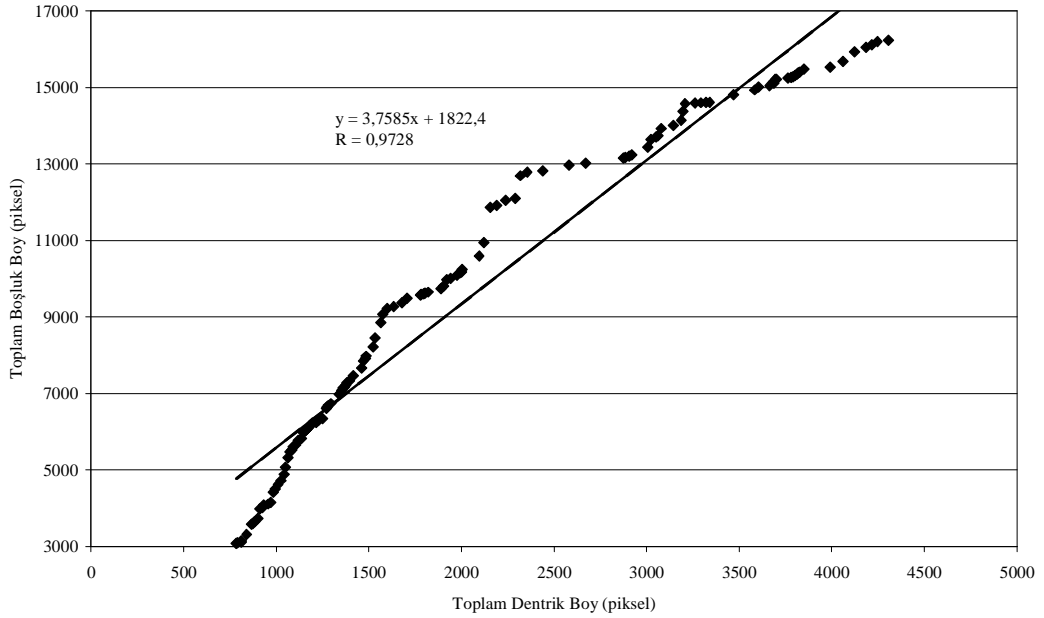
Diğer bir boşluk faz özelliği olan ve boşlukların şekil özelliklerinin belirlenmesi amacı ile incelenen ortalama yuvarlaklık (AR) değerleri Şekil 6.26 ve Şekil 6.27’de her iki tip çimento ile hazırlanan karışımlar için sunulmuştur. AR değerleri, TDL ve TL değerleri ile aynı eğilime sahiptir. Ortalama yuvarlaklık değerleri zaman bağlı olarak azalmaktadır. CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin AR değerleri 1, 2 ve 7 yaş gibi, erken yaşlarda CEMI tip çimento ile hazırlanan numunelerin AR

değerlerinden daha büyüktür. Diğer yandan CEMII tip çimento ile hazırlanan numunelerin 28. ve 90. günlerde mikrografiklerinden elde edilen AR değerleri CEMI tip numunelere göre daha düşüktür.

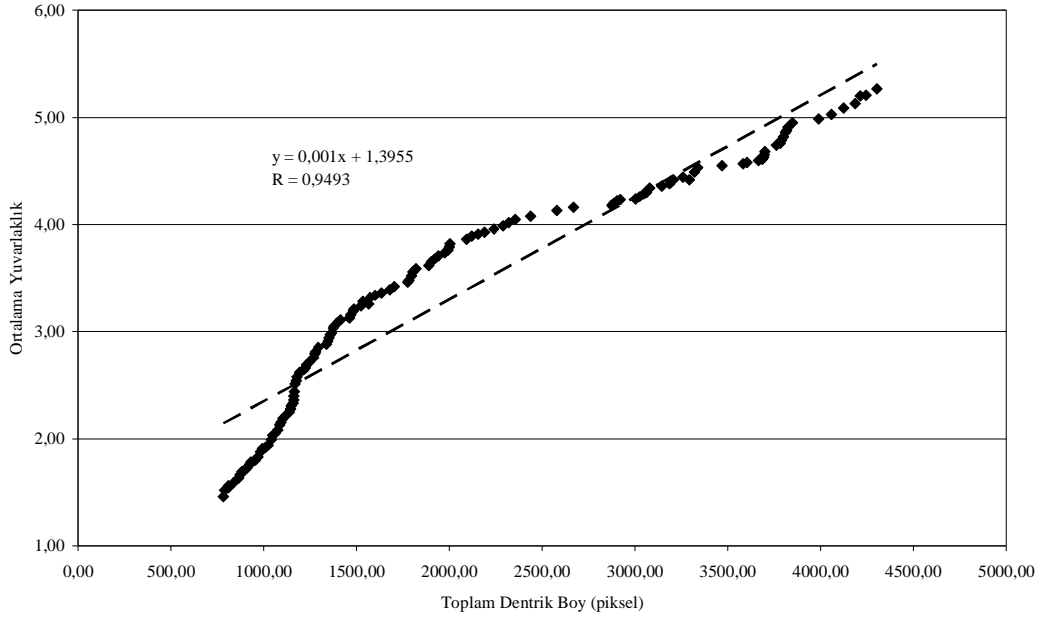


Şekil 6.27 CEMII ile hazırlanan serilerin AR değişimi (500X)

Yukarıda verilen boşluk faz karakteristiklerinin birbirleri arasındaki ilişkileri Şekil 6.28’de TL-TDL ilişkisi ve Şekil 6.29’de AR-TDL ilişkisi olarak sunulmuştur.



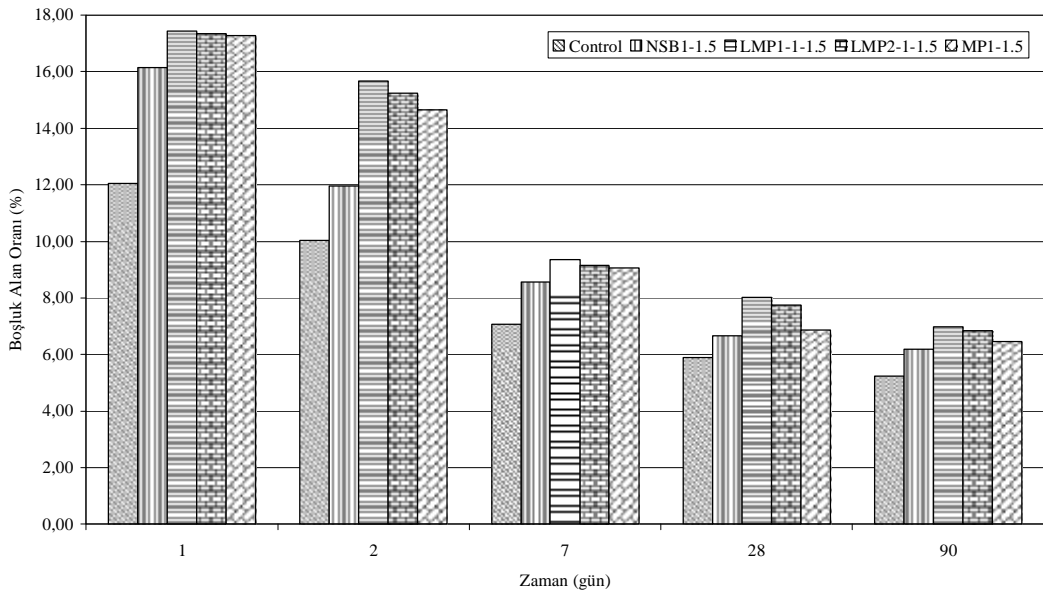
Şekil 6.28 Tüm serileri için TL-TDL ilişkisi (500X)



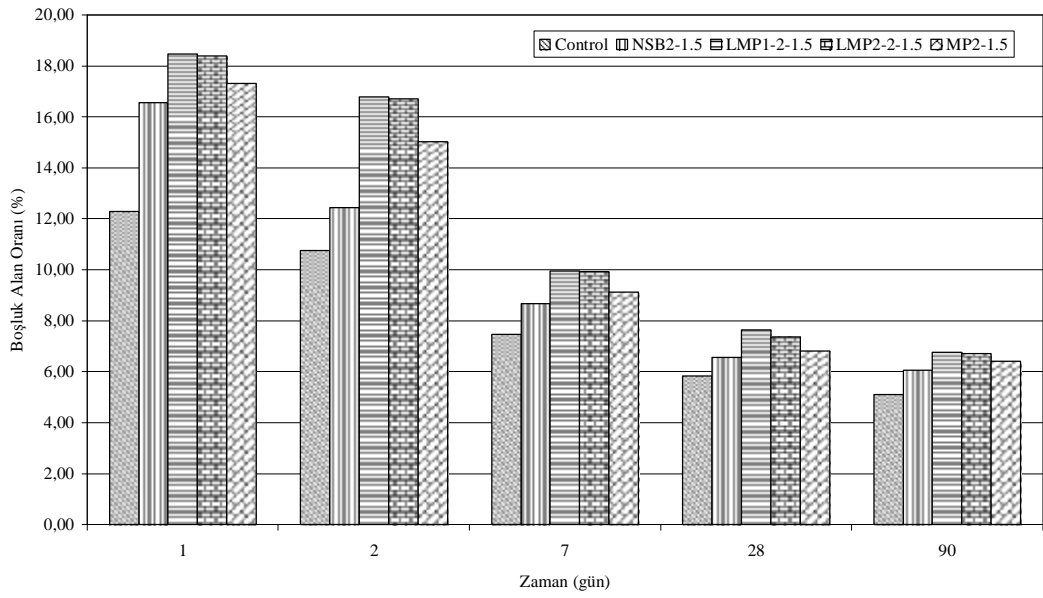
Şekil 6.29 Tüm serileri için AR-TDL ilişkisi (500X)

Şekil 6.28 ve 6.29'den görülebileceği gibi 30X büyütmeden saptanan ilişki ile benzer bir TL-TDL ve AR-TDL ilişkisi 500X büyütmeden saptanan değerler ile elde edilmiştir. Benzer yorumlar bu grafikler için de yapılabilir.

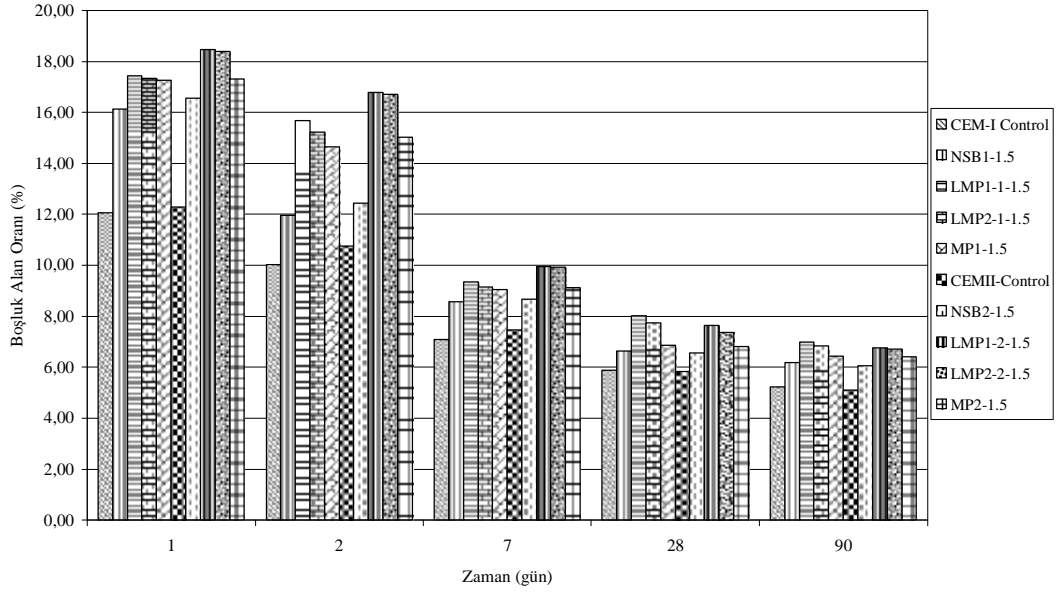
Diğer yandan katkı bazı etkinliğinin kıyaslanması amacıyla her bir katkı tipinde eşit olarak kullanılan %1,5 dozaj miktarında boşluk alan oranlarının zamana bağlı olarak değişimleri Şekil 6.30, 6.31 ve 6.32'de sunulmuştur.



Şekil 6.30 CEMI I ile hazırlanmış % 1,5 katkı dozajlı tüm serileri için boşluk alan oranı değişimi (500X)

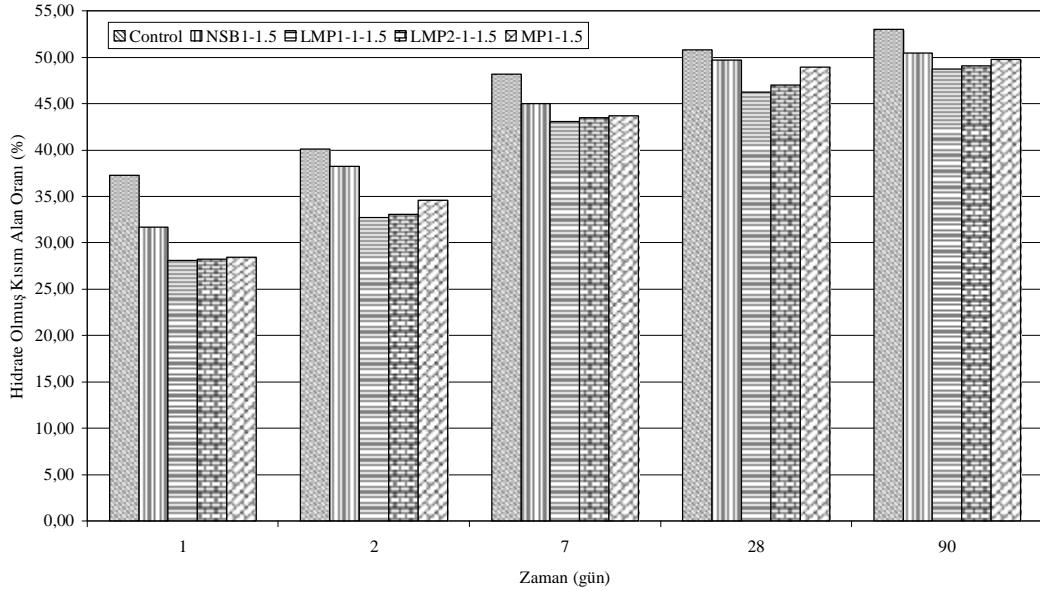


Şekil 6.31 CEMII ile hazırlanmış % 1,5 katkı dozajlı tüm serileri için boşluk alan oranı değişimi (500X)

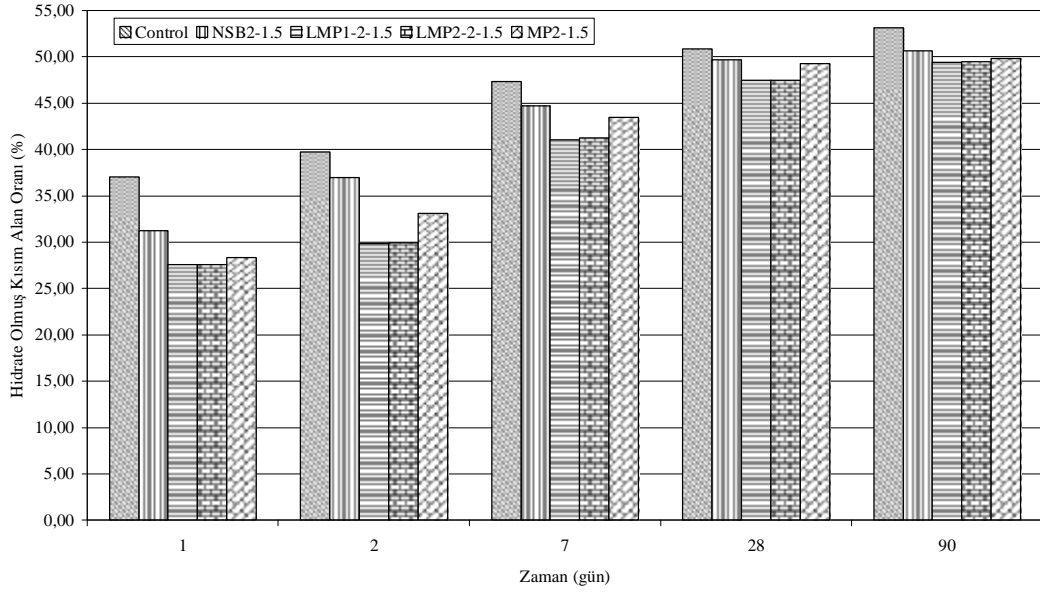


Şekil 6.32 CEMI ve CEMII ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için boşluk alan oranı değişimi (500X)

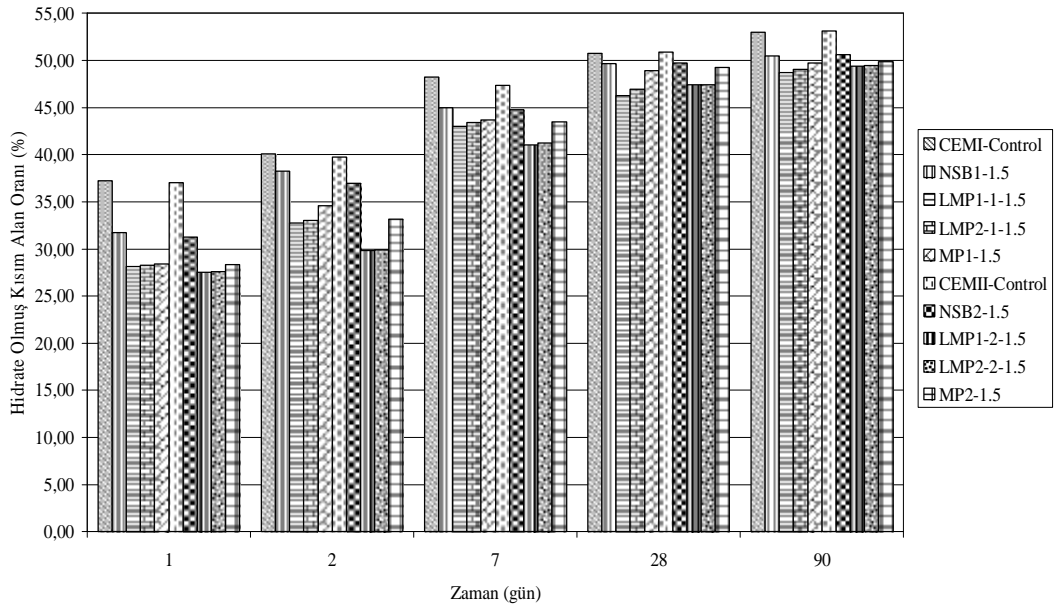
Diğer yandan katkı bazı etkinliğinin kıyaslanması amacıyla her bir katkı tipinde eşit olarak kullanılan %1,5 dozaj miktarında hidrate olmuş kısım alan oranlarının zamana bağlı olarak değişimleri Şekil 6.33, 6.34 ve 6.35’de sunulmuştur.



Şekil 6.33 CEMI ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)

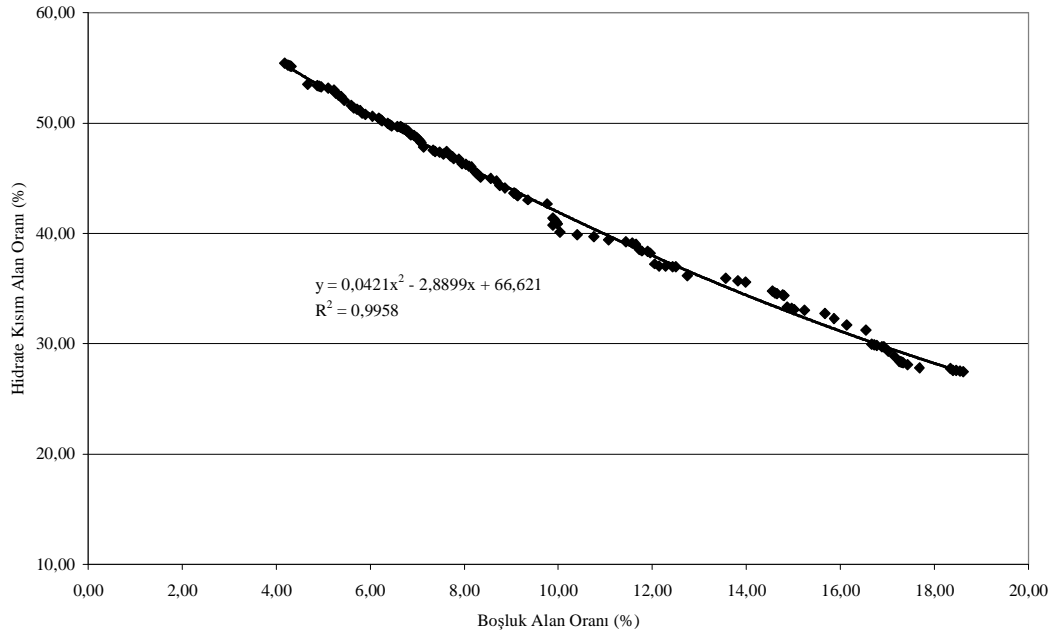


Şekil 6.34 CEMII ile hazırlanmış % 1,5 katkı dozajlı tüm serileri için hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)



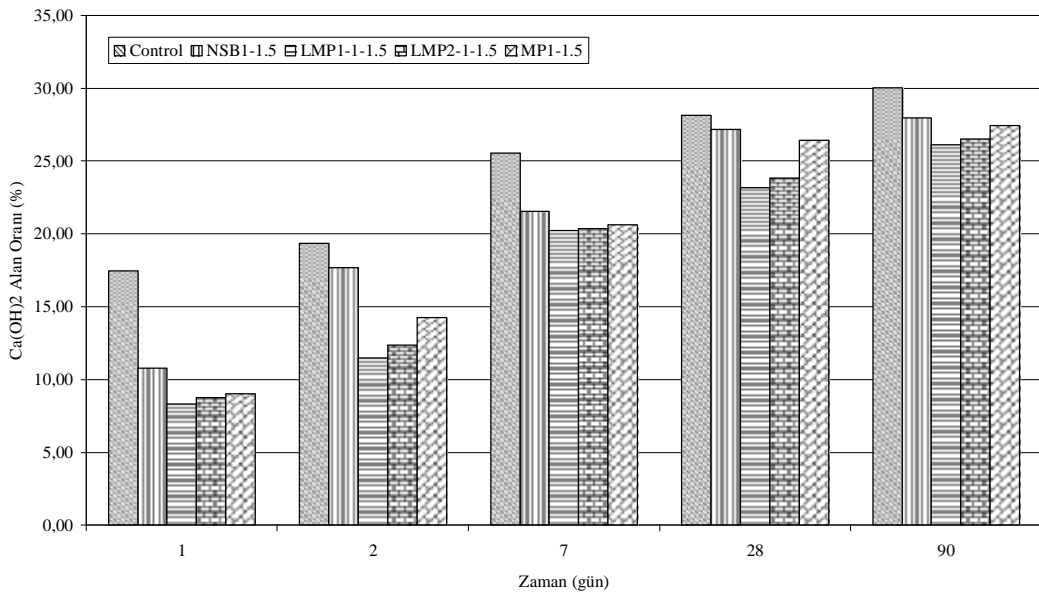
Şekil 6.35 CEMI ve CEMII ile hazırlanmış % 1,5 katkı dozajlı tüm serileri için hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)

Boşluk alan oranı değişiminin hidrate olmuş kısım alan oranı ile olan ilişkisi Şekil 6.36'de verilmiştir.



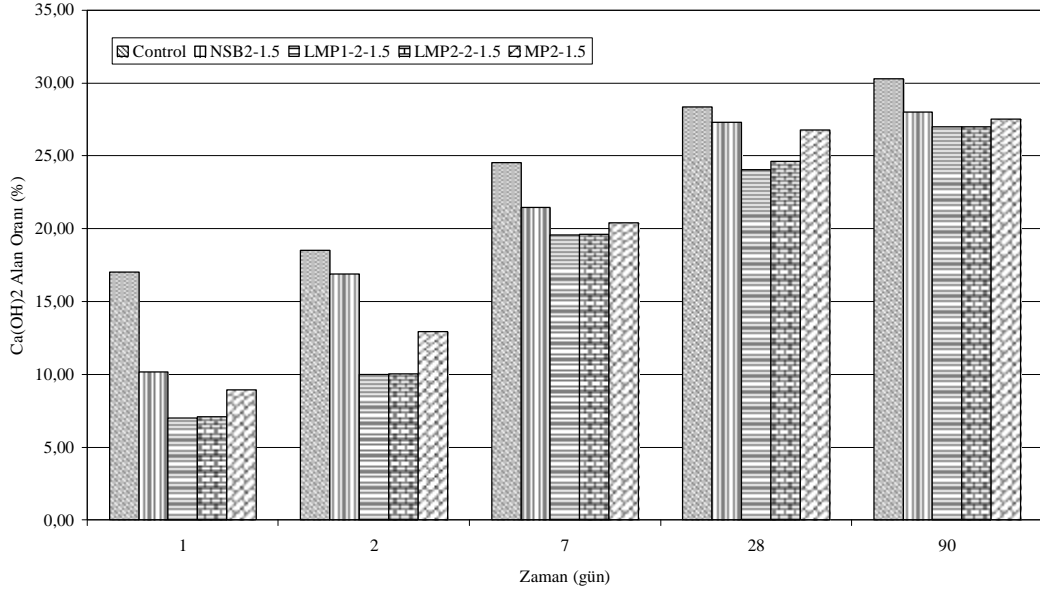
Şekil 6.36 Tüm serileri için “Hidrate olmuş kısım- Boşluk alan oranı” ilişkisi (500X)

Şekil 6.36’da saptanan ilişki hidrate kısım alan oranlarının artışı ile boşluk alan oranlarındaki bir azalmayı işaret eder. Bu hidrasyon ürünlerinin zamana bağlı olarak artışı ve boşlukları doldurması ile açıklanabilir.

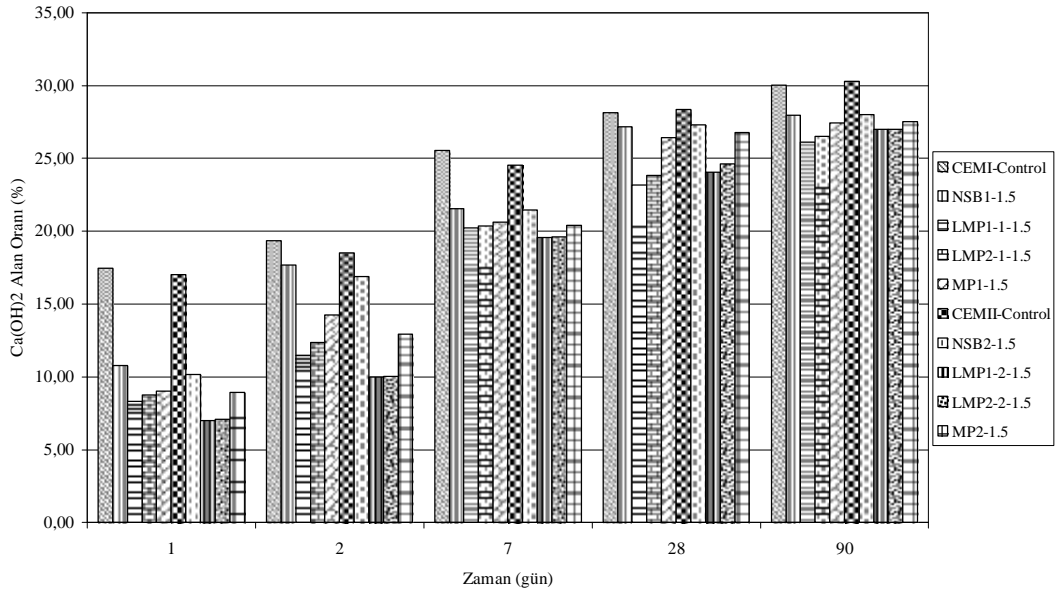


Şekil 6.37 CEMI ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için $\text{Ca}(\text{OH})_2$ alan oranı değişimi (500X)

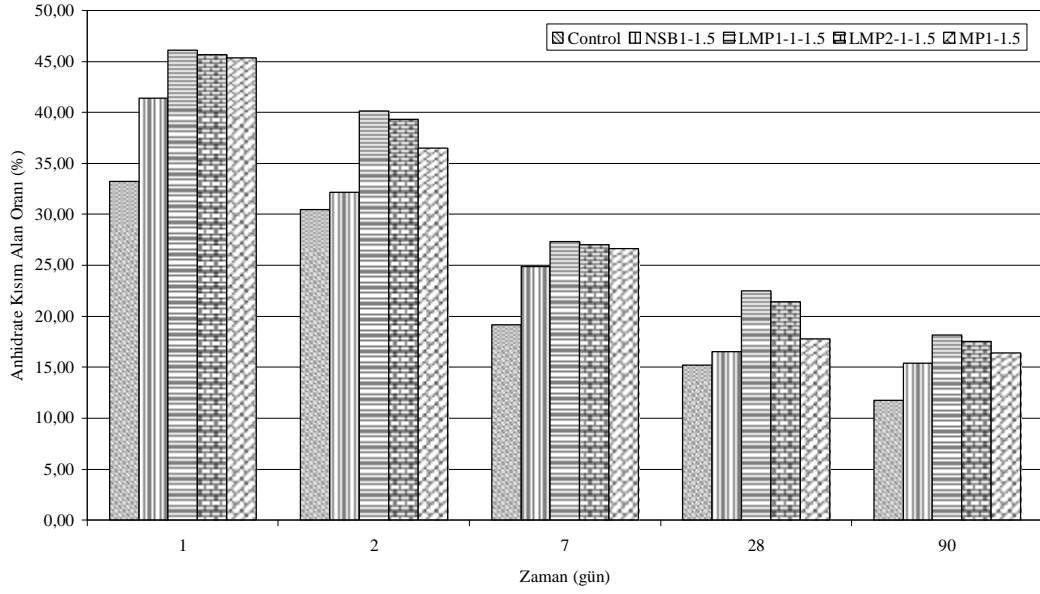
Diğer yandan katkı bazı etkinliğinin kıyaslanması amacıyla her bir katkı tipinde eşit olarak kullanılan %1,5 dozaj miktarında Ca(OH)_2 alan oranlarının zamana bağlı olarak değişimleri Şekil 6.37, 6.38 ve 6.39'da sunulmuştur.



Şekil 6.38 CEMII ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için Ca(OH)_2 alan oranı değişimi (500X)

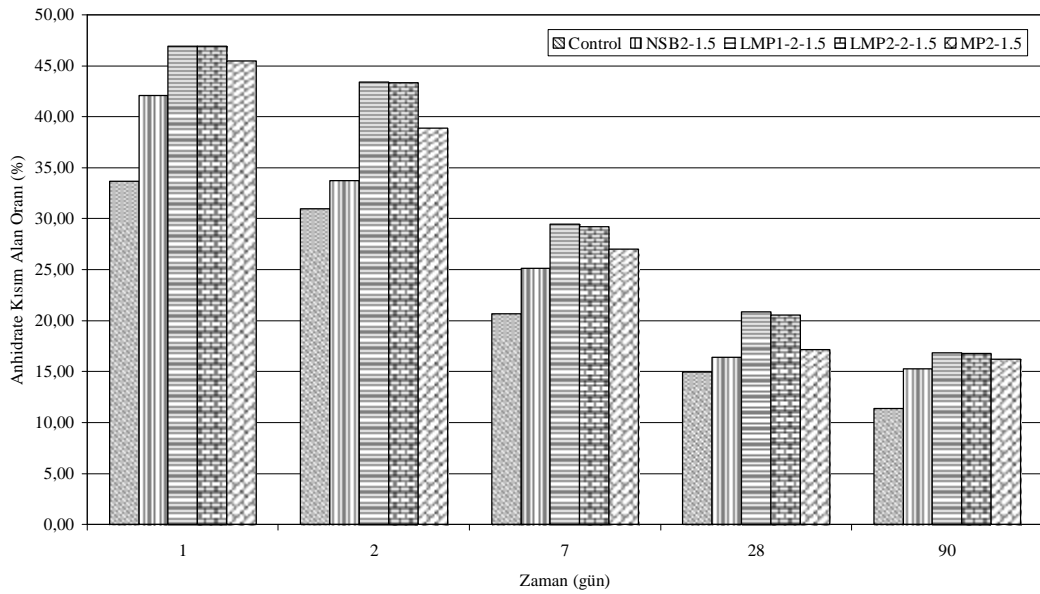


Şekil 6.39 CEMI ve CEMII ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için Ca(OH)_2 alan oranı değişimi (500X)

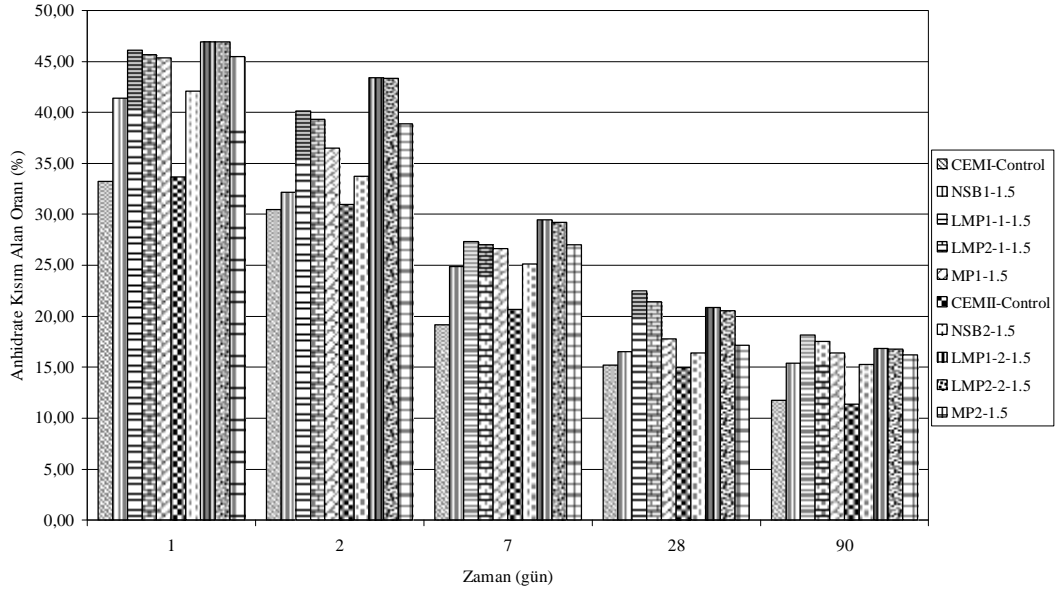


Şekil 6.40 CEMI ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)

Diğer yandan katkı bazı etkinliğinin kıyaslanması amacıyla, her bir katkı tipinde eşit olarak kullanılan, %1,5 dozaj miktarında anhidrate kısım alan oranlarının zamana bağlı olarak değişimleri Şekil 6.40, 6.41 ve 6.42’de sunulmuştur.

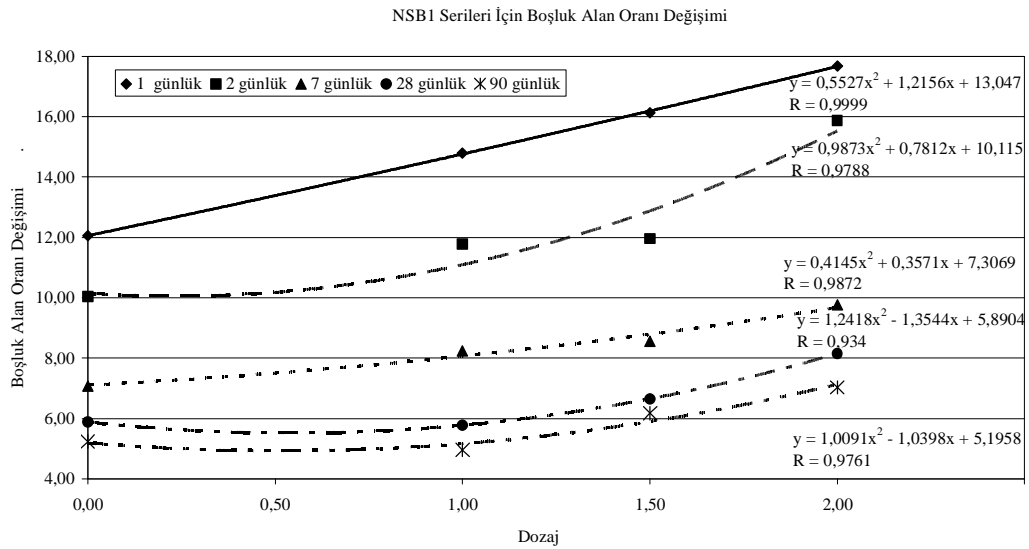


Şekil 6.41 CEMII ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)

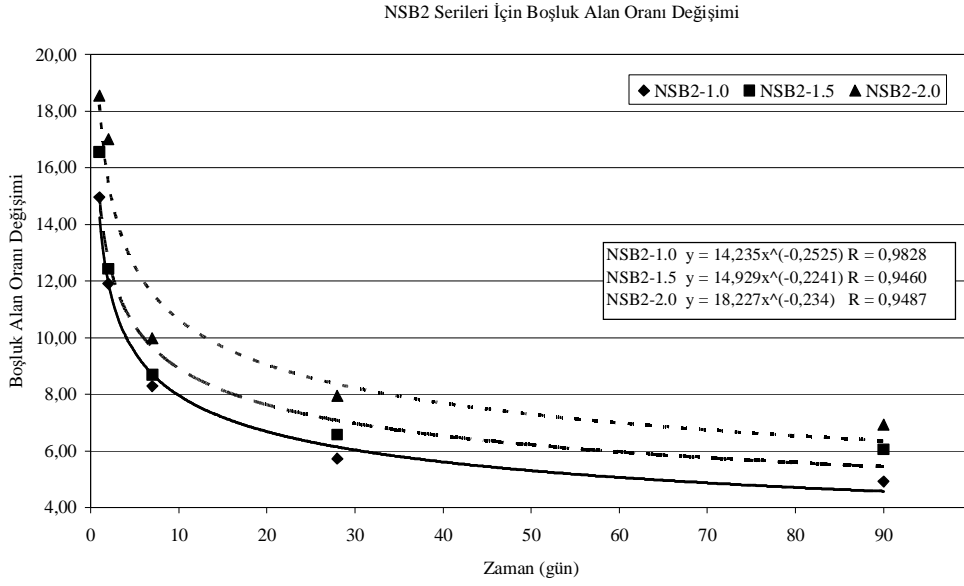


Şekil 6.42 500X büyütmede CEMI ve CEMII ile hazırlanmış %1,5 katkı dozajlı tüm serileri için anhidrate kısım alan oranı değişimi

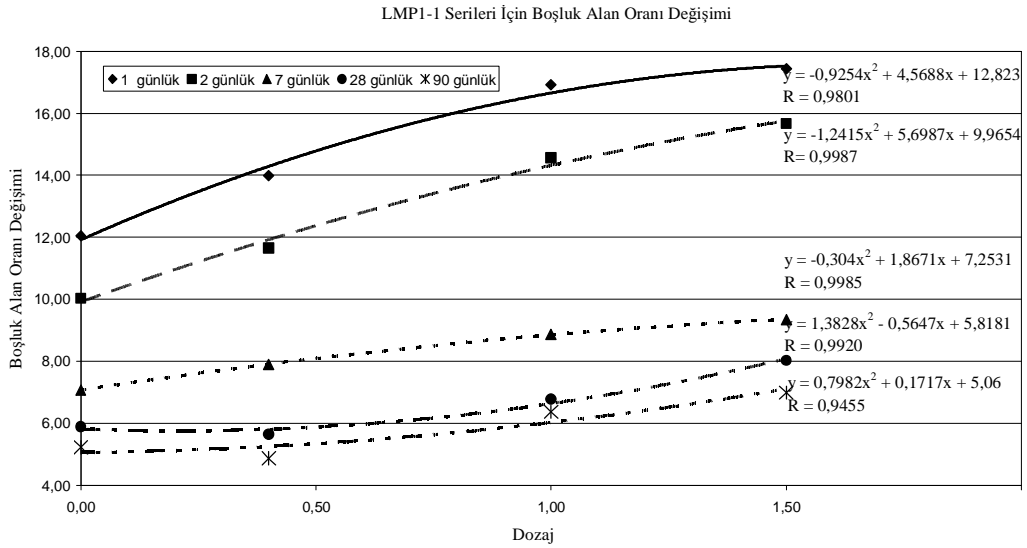
Her bir katkı tipinin kullanılan tüm dozajlar için tüm fazların alan oran değişimleri zamana ve dozaja bağlı olarak saptanmıştır. Örnek olarak alınan bazı örneklerdeki değişimler aşağıda verilmiştir. Tüm kesitlere ait değişimler tablolar halinde EK3'te verilmiştir.



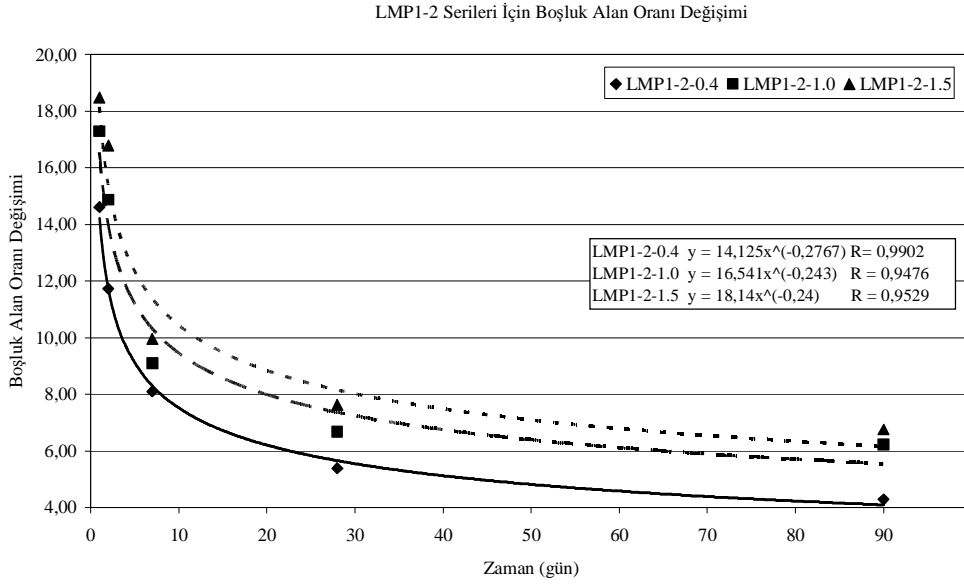
Şekil 6.43 NSB1 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (500X)



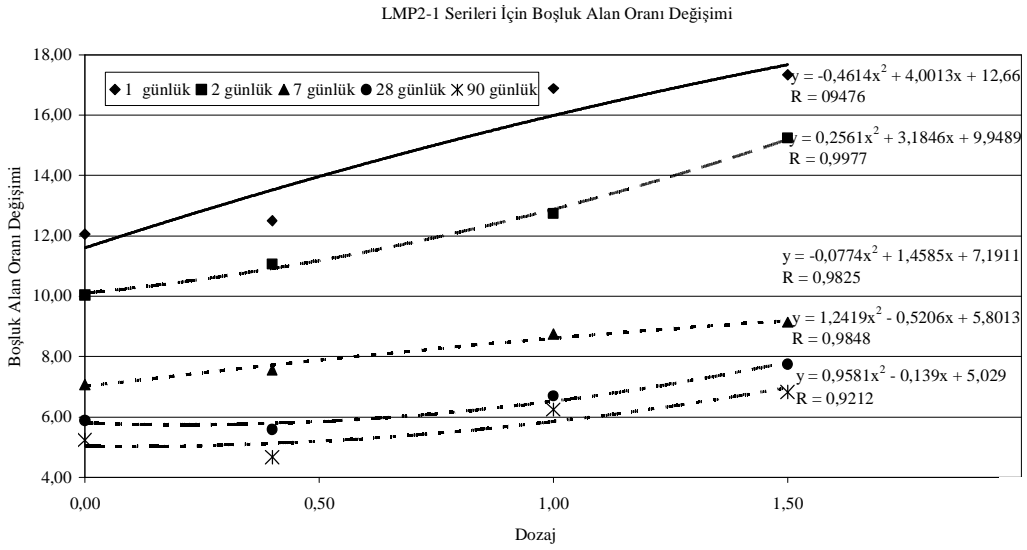
Şekil 6.44 NSB2 serileri için zamana bağlı boşluk alan oranı değişimi (500X)



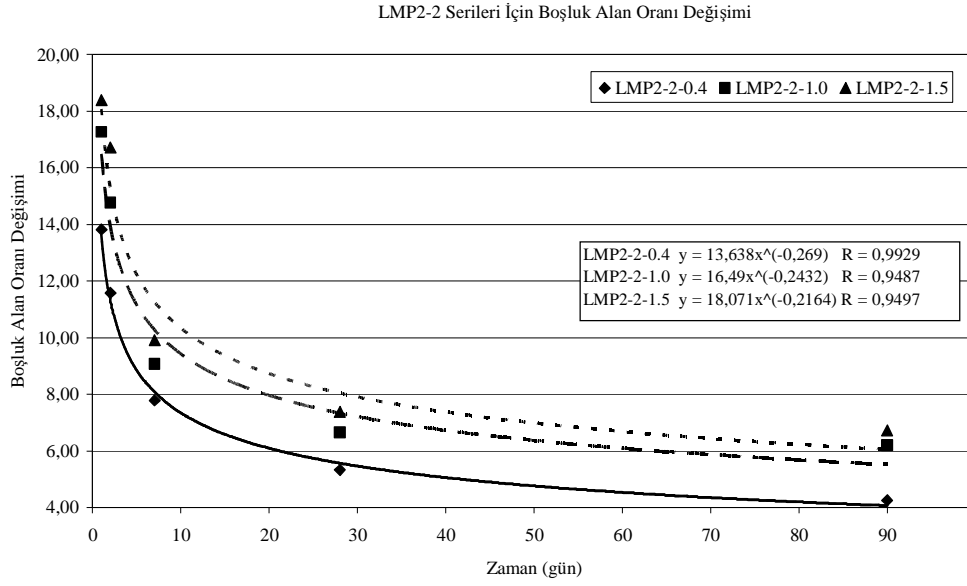
Şekil 6.45 LMP1-1 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (500X)



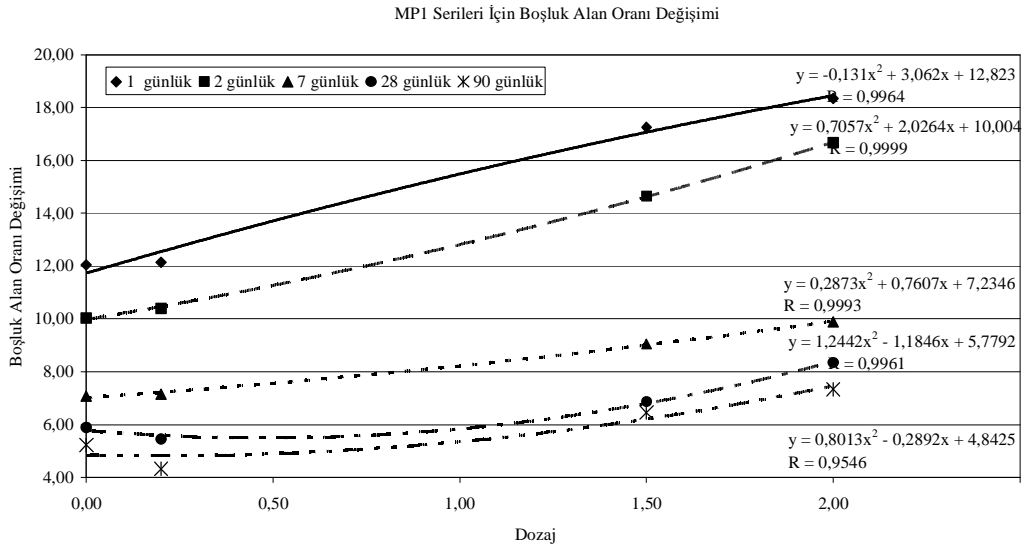
Şekil 6.46 LMP1-2 serileri için zamana bağlı boşluk alan oranı değişimi (500X)



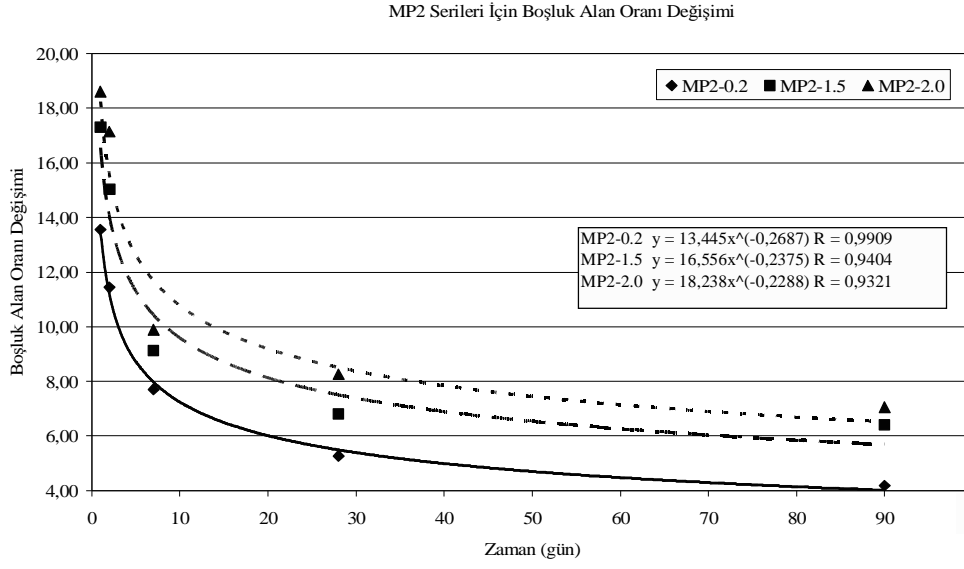
Şekil 6.47 LMP2-1 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (500X)



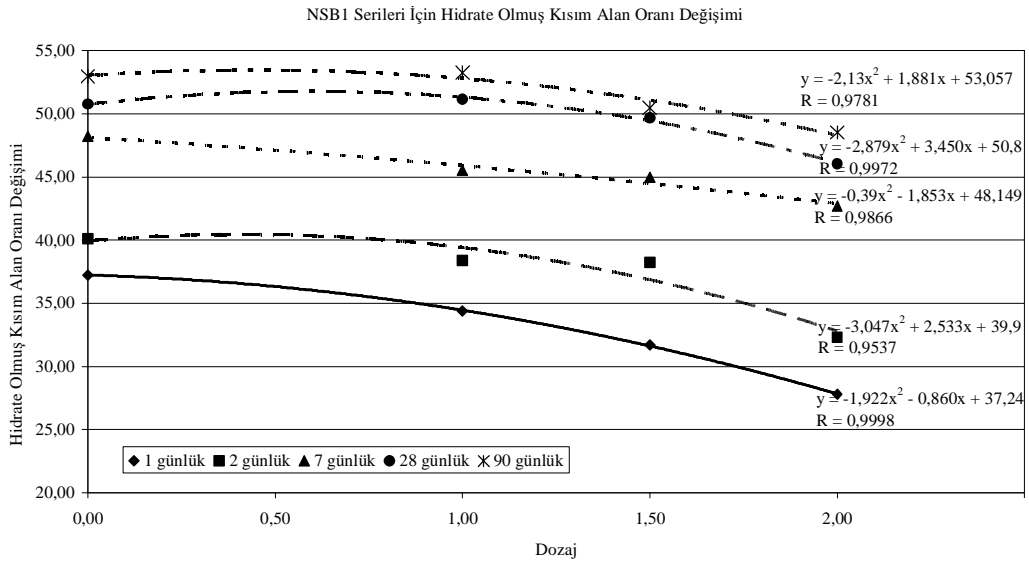
Şekil 6.48 LMP2-2 serileri için zamana bağlı boşluk alan oranı değişimi (500X)



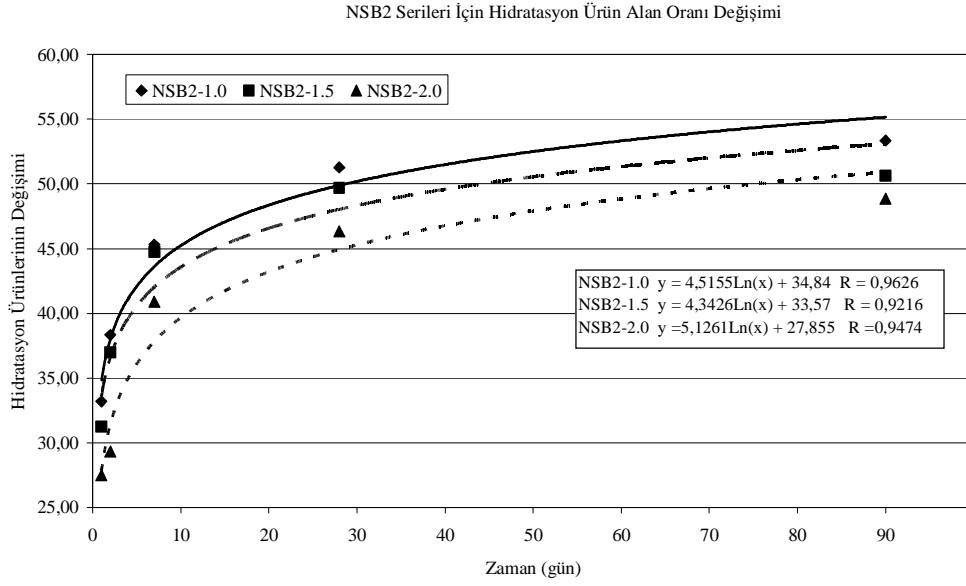
Şekil 6.49 MP1 serileri için dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimi (500X)



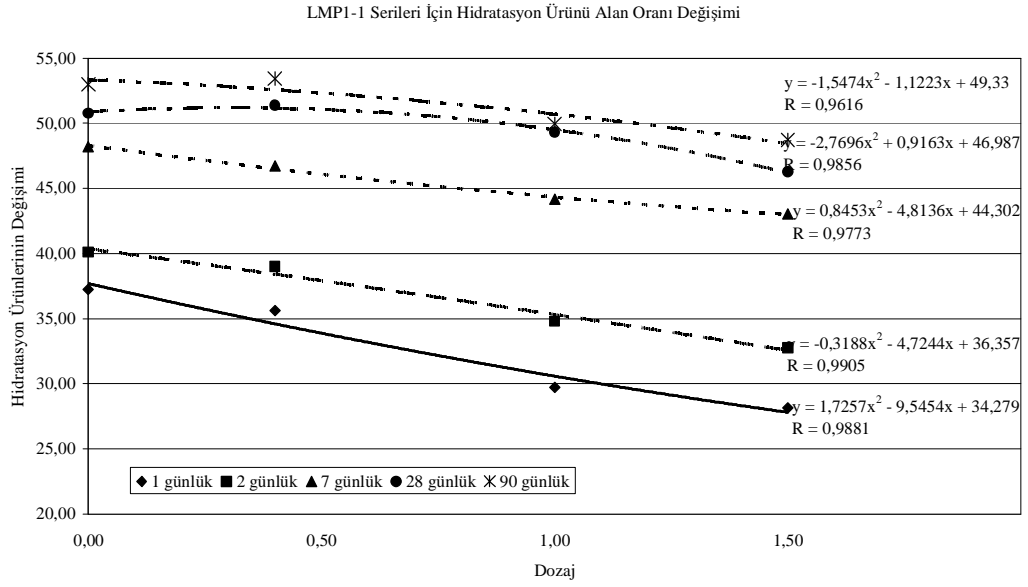
Şekil 6.50 MP2 serileri için zamana bağlı boşluk alan oranı değişimi (500X)



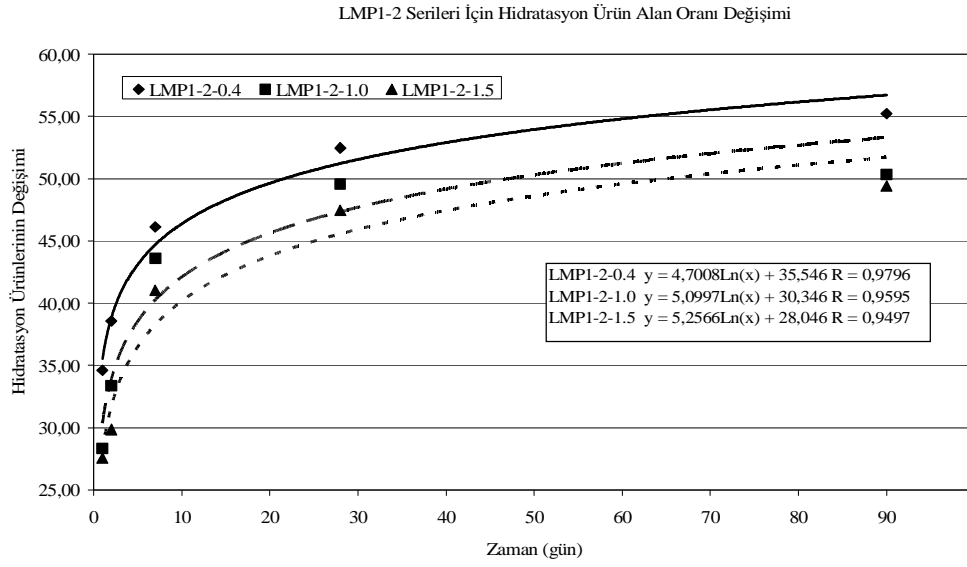
Şekil 6.51 NSB1 serileri için dozaja bağlı hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)



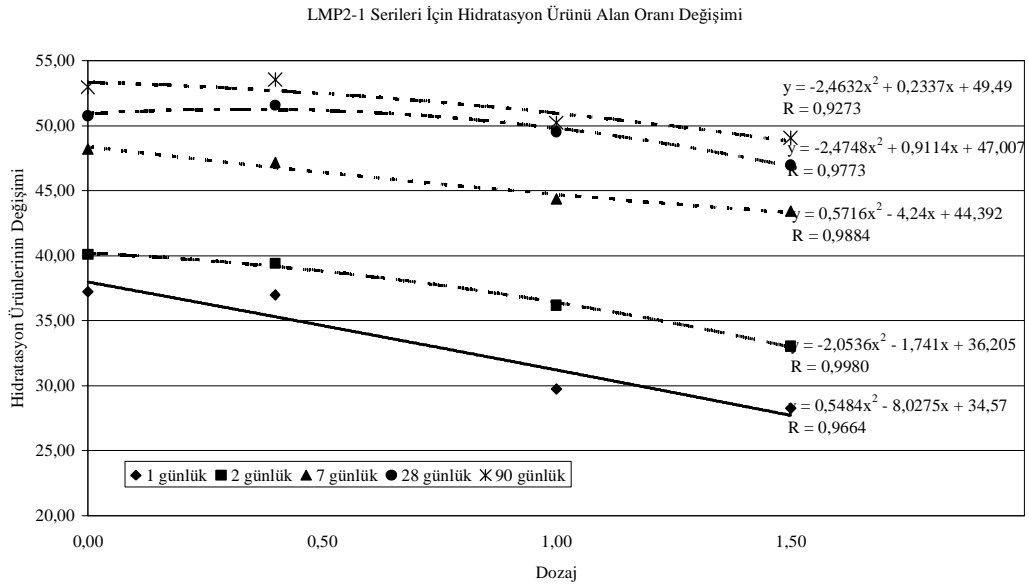
Şekil 6.52 NSB2 serileri için zamana bağlı hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)



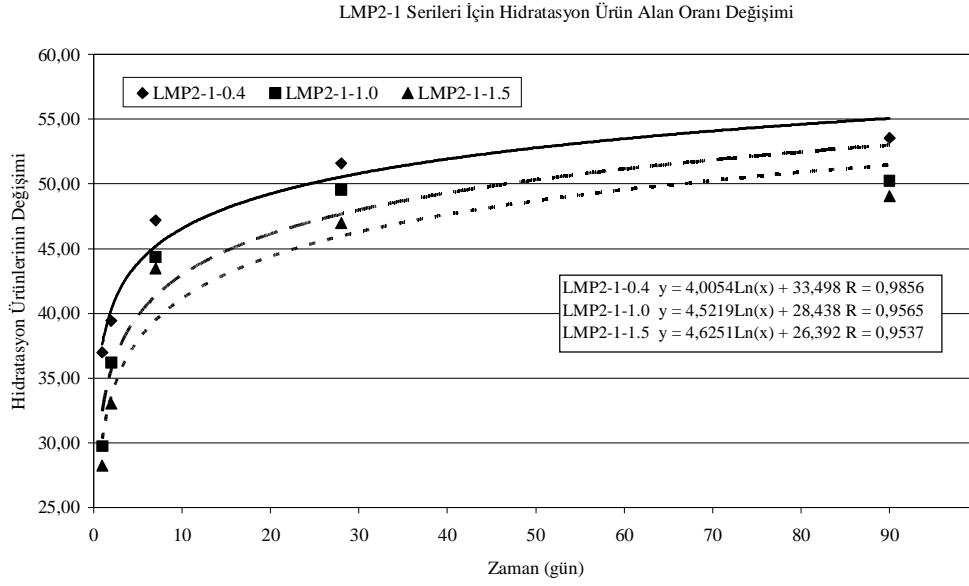
Şekil 6.53 LMP1-1 serileri için dozaja bağlı hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)



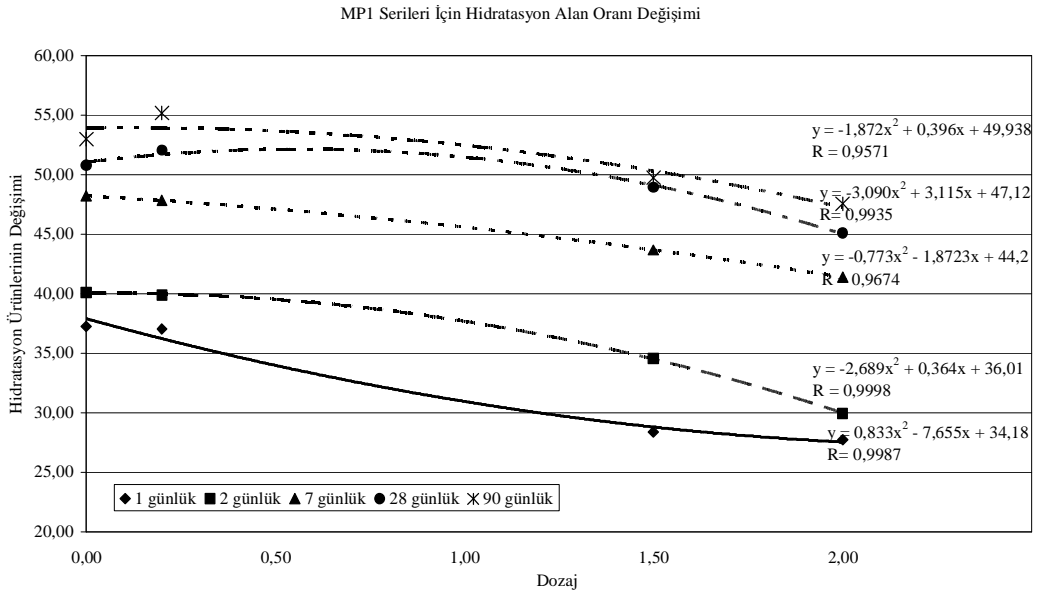
Şekil 6.54 LMP1-2 serileri için zamana bağlı hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)



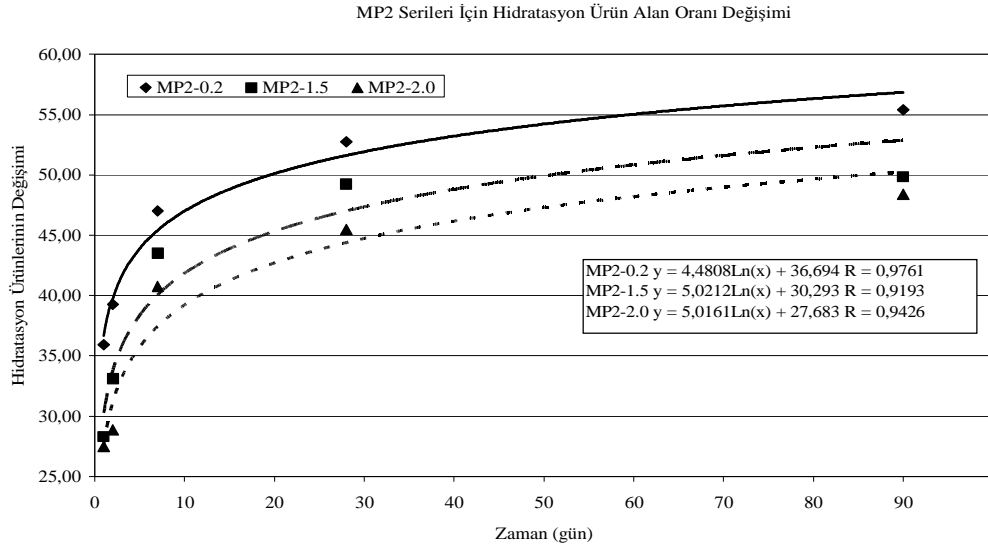
Şekil 6.55 LMP2-1 serileri için dozaja bağlı hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)



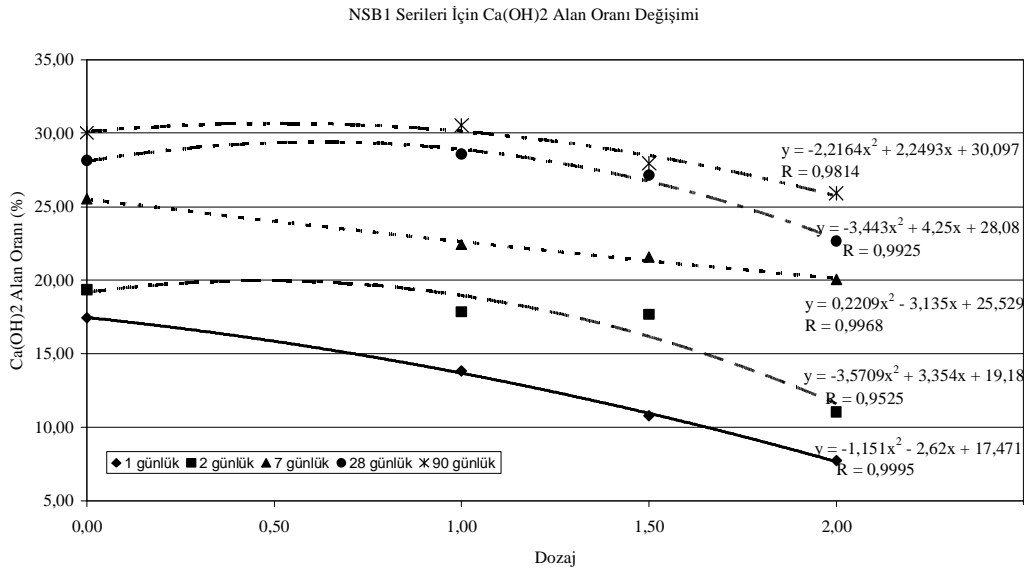
Şekil 6.56 LMP2-1 serileri için zamana bağlı hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)



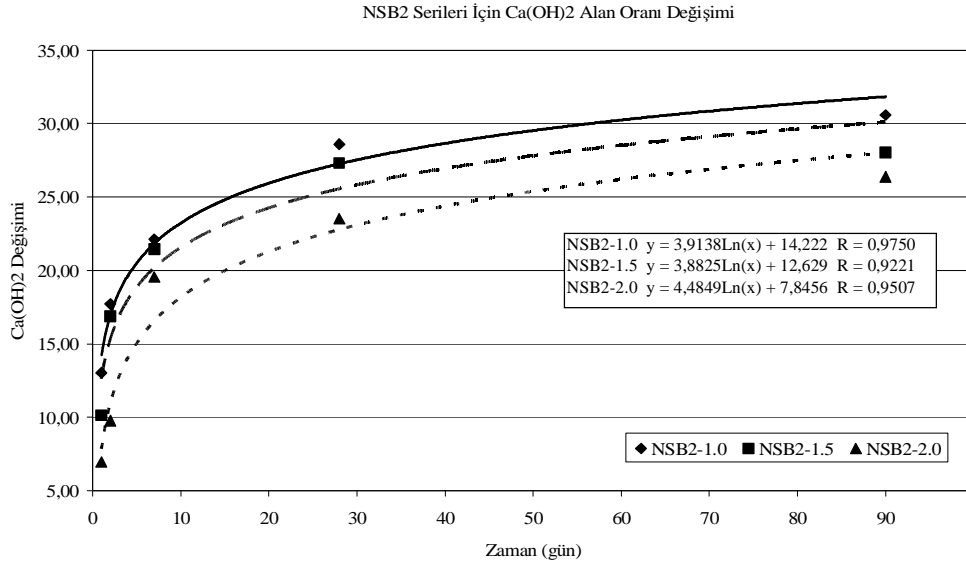
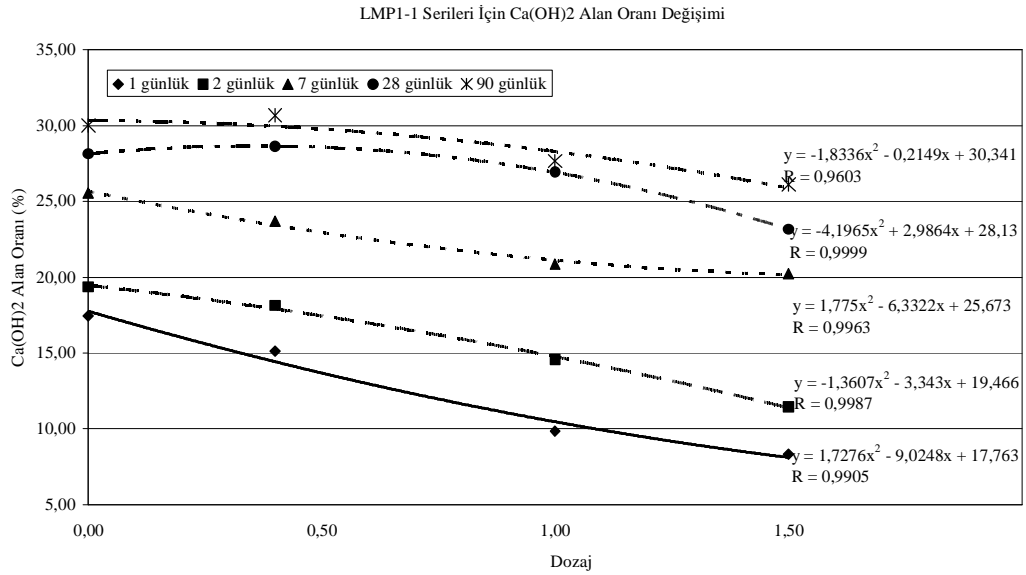
Şekil 6.57 MP1 serileri için dozaja bağlı hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)

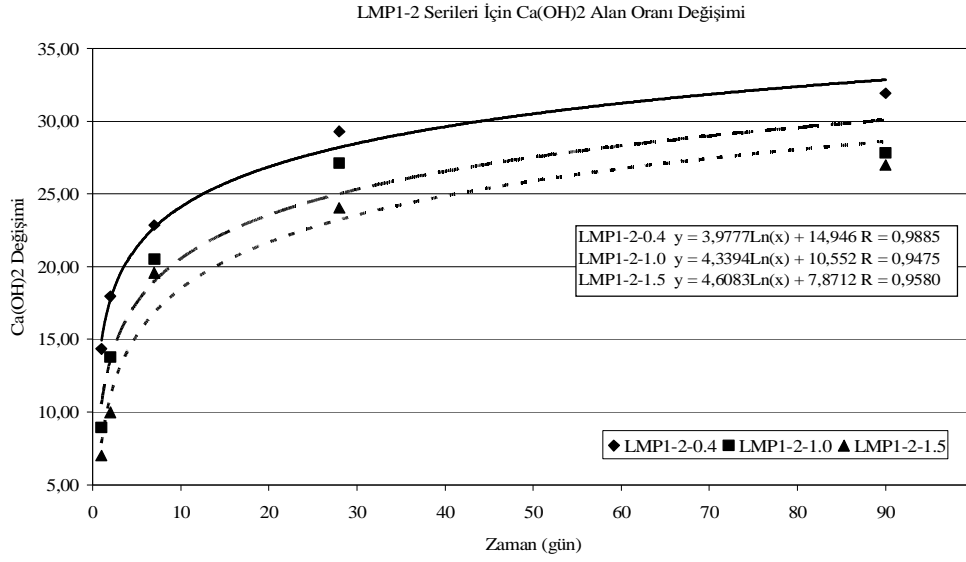


Şekil 6.58 MP2 serileri için zamana bağlı hidrate olmuş kısım alan oranı değişimi (500X)

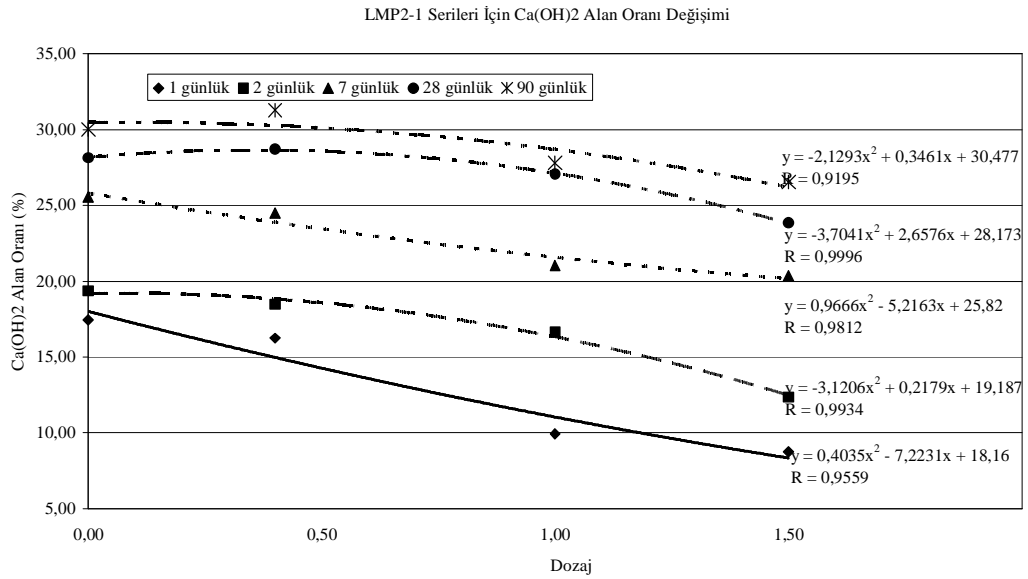


Şekil 6.59 NSB1 serileri için dozaja bağlı $\text{Ca}(\text{OH})_2$ alan oranı değişimi (500X)

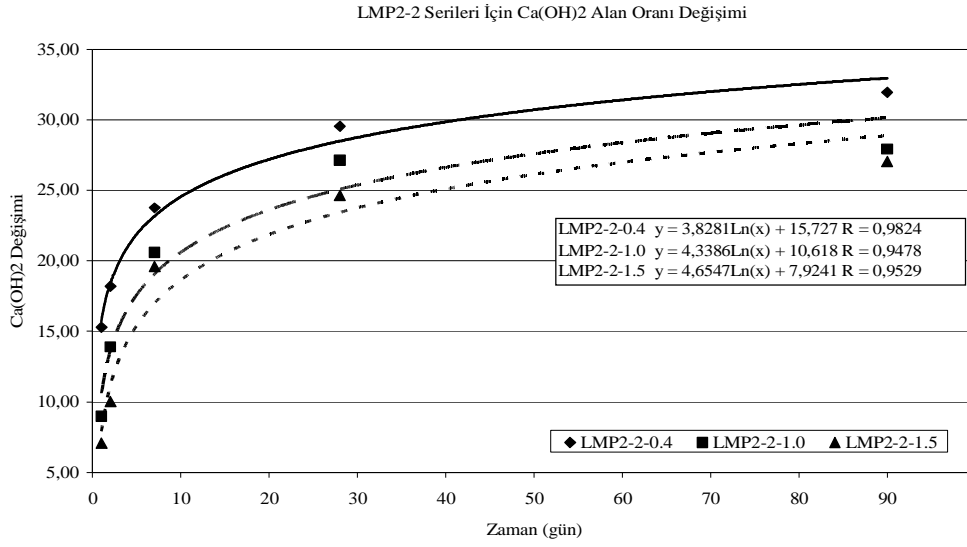
Şekil 6.60 NSB2 serileri için dozaja bağlı Ca(OH)₂ alan oranı değişimi (500X)Şekil 6.61 LMP1-1 serileri için dozaja bağlı Ca(OH)₂ alan oranı değişimi (500X)



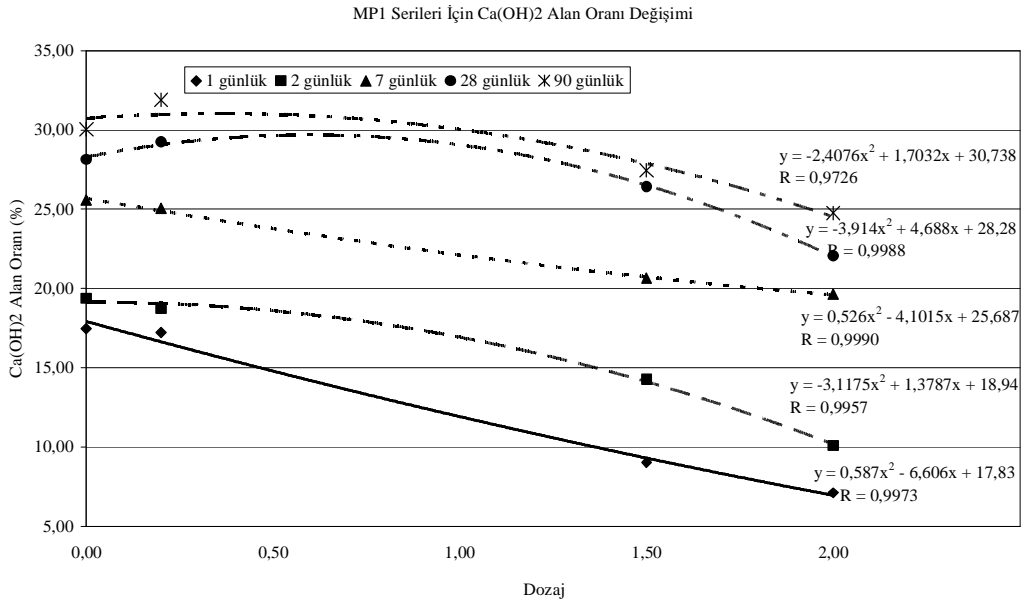
Şekil 6.62 LMP1-2 serileri için zamana bağlı Ca(OH)₂ alan oranı değişimi (500X)



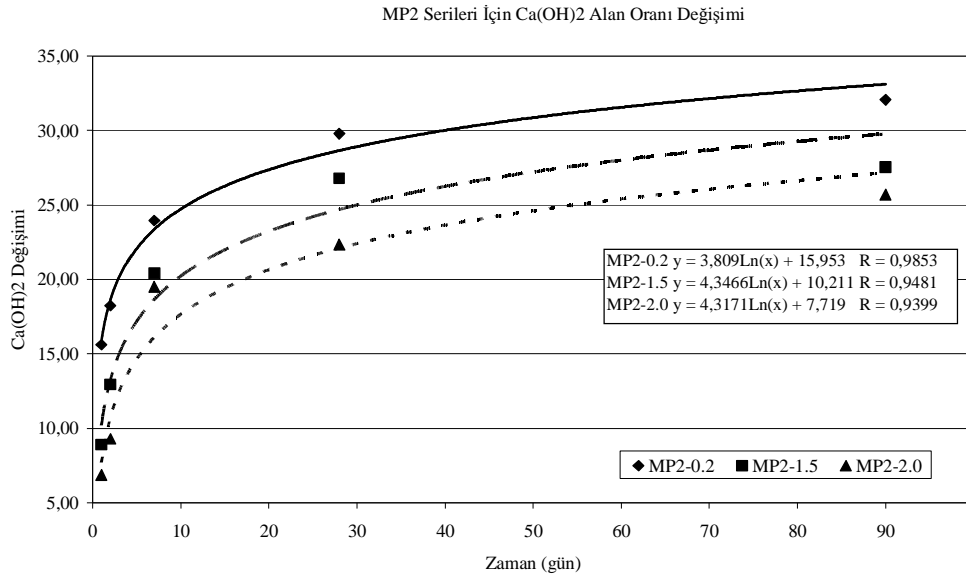
Şekil 6.63 LMP2-1 serileri için dozaja bağlı Ca(OH)₂ alan oranı değişimi (500X)



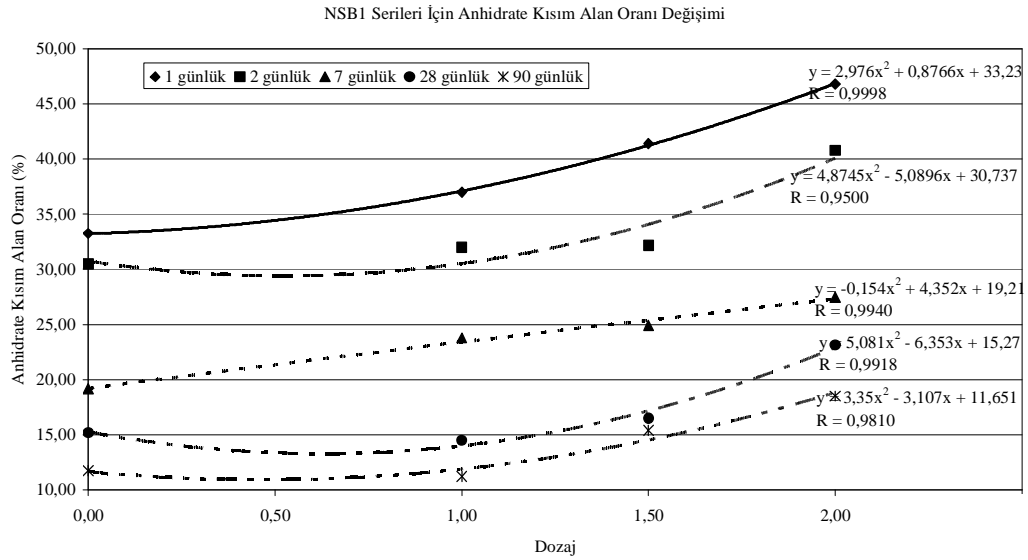
Şekil 6.64 LMP2-2 serileri için zamana bağlı Ca(OH)₂ alan oranı değişimi (500X)



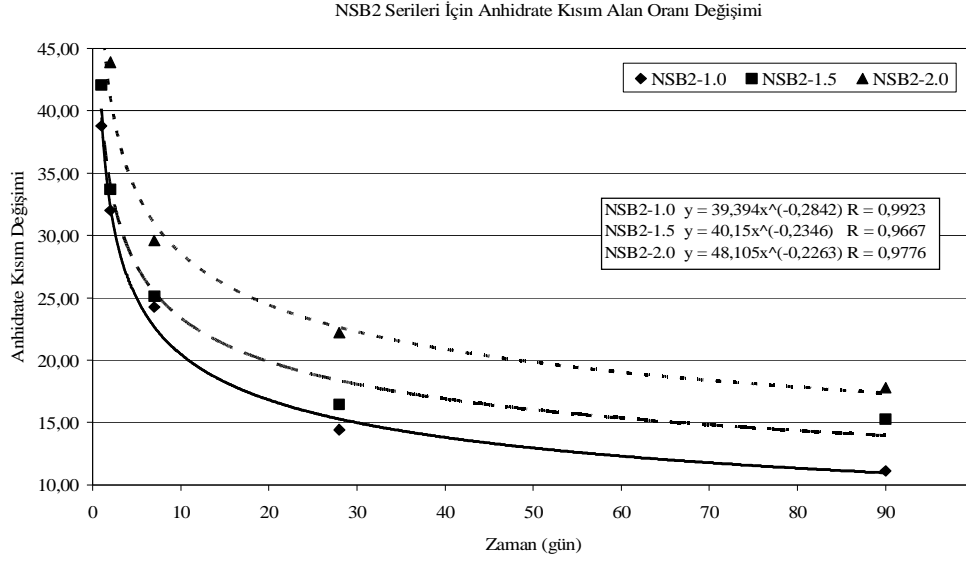
Şekil 6.65 MP1 serileri için dozaja bağlı Ca(OH)₂ alan oranı değişimi (500X)



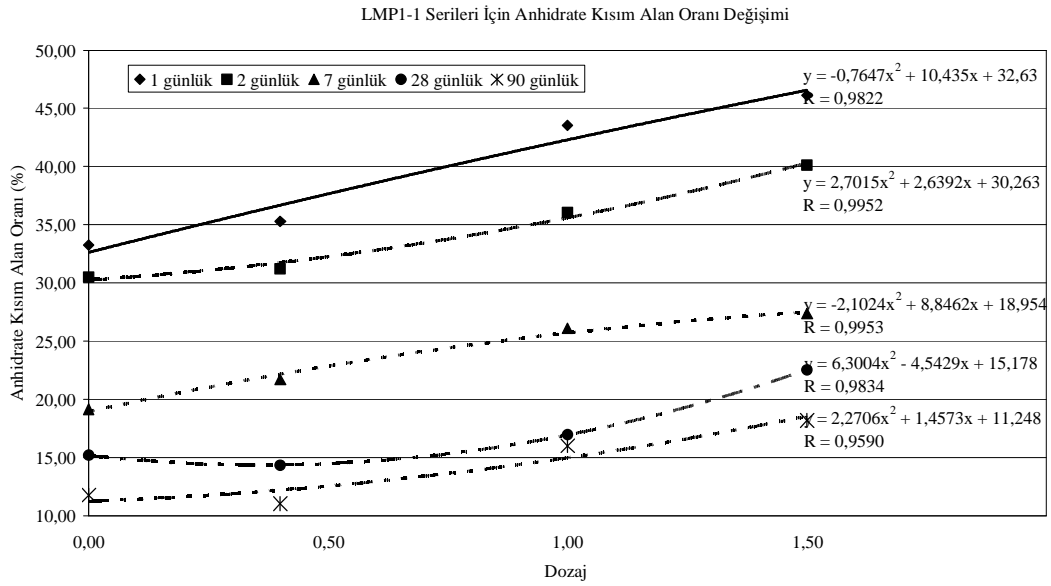
Şekil 6.66 MP2 serileri için zamana bağlı Ca(OH)₂ alan oranı değişimi (500X)



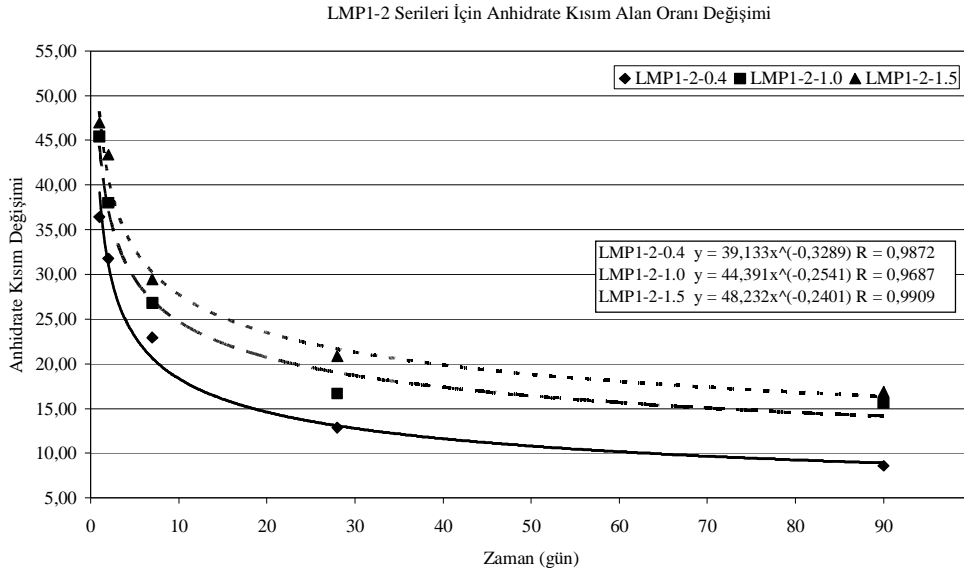
Şekil 6.67 NSB1 serileri için dozaja bağlı anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)



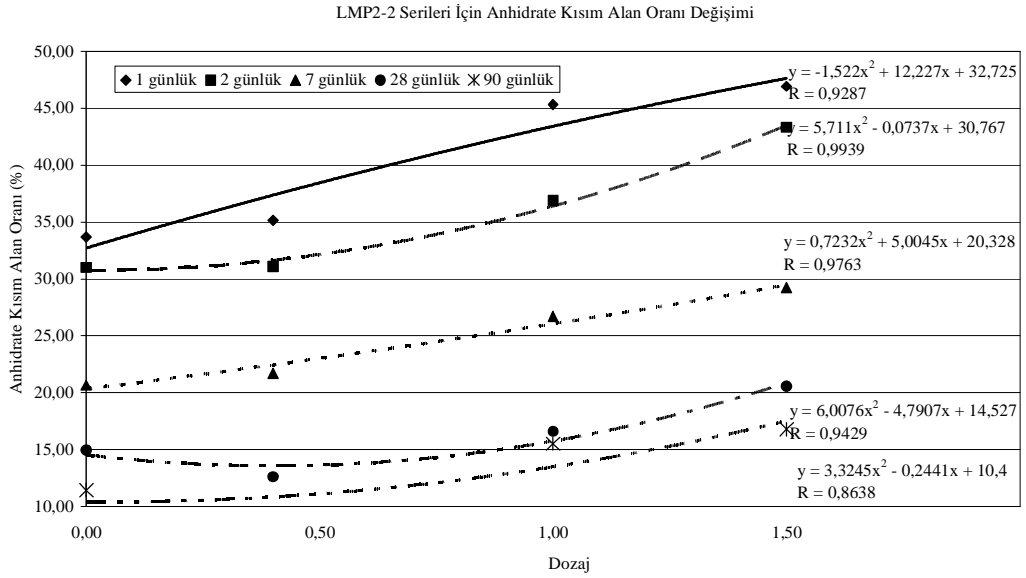
Şekil 6.68 NSB1 serileri için zamana bağlı anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)



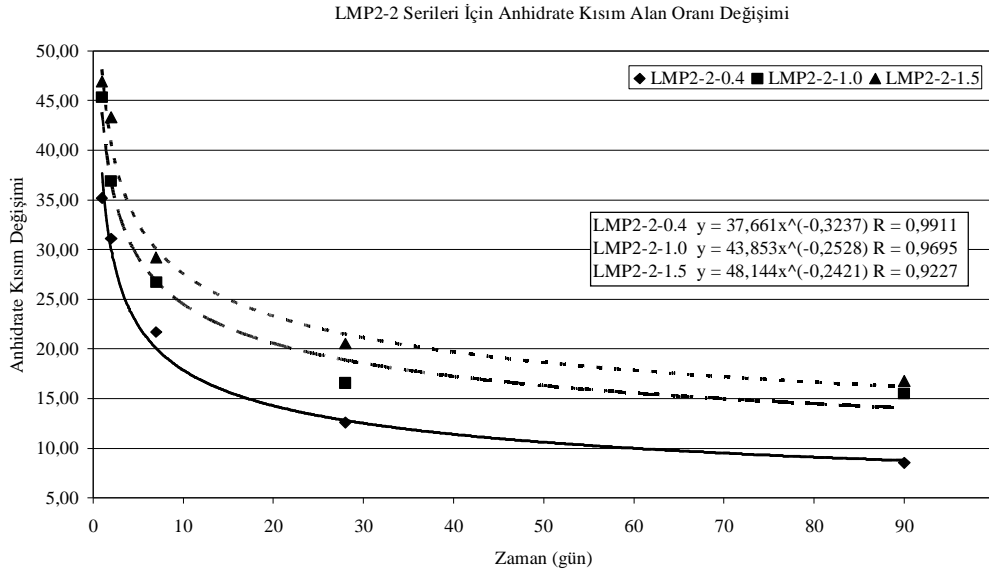
Şekil 6.69 LMP1-1 serileri için dozaja bağlı anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)



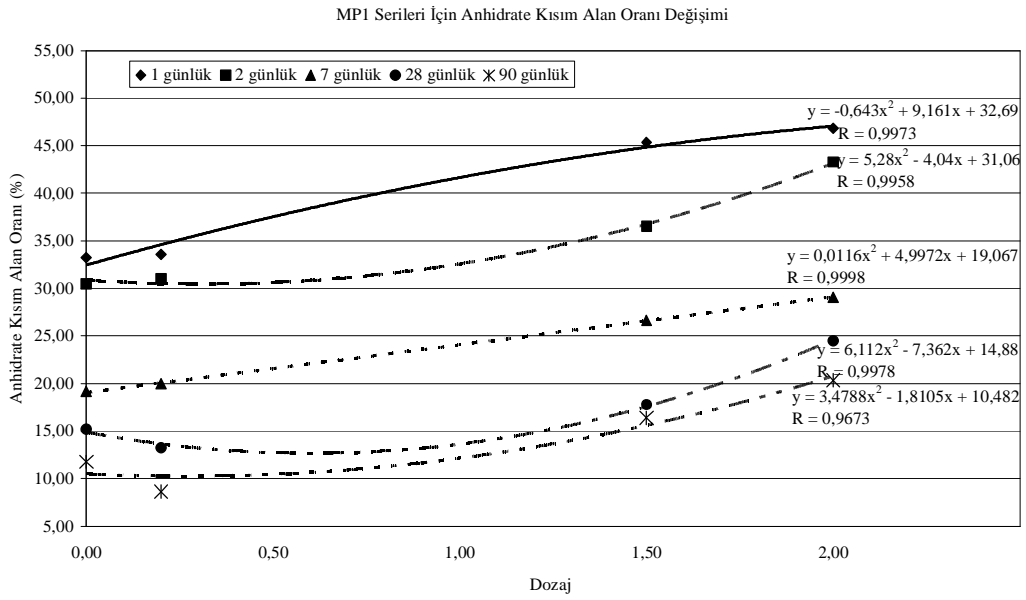
Şekil 6.70 LMP1-2 serileri için zamana bağlı anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)



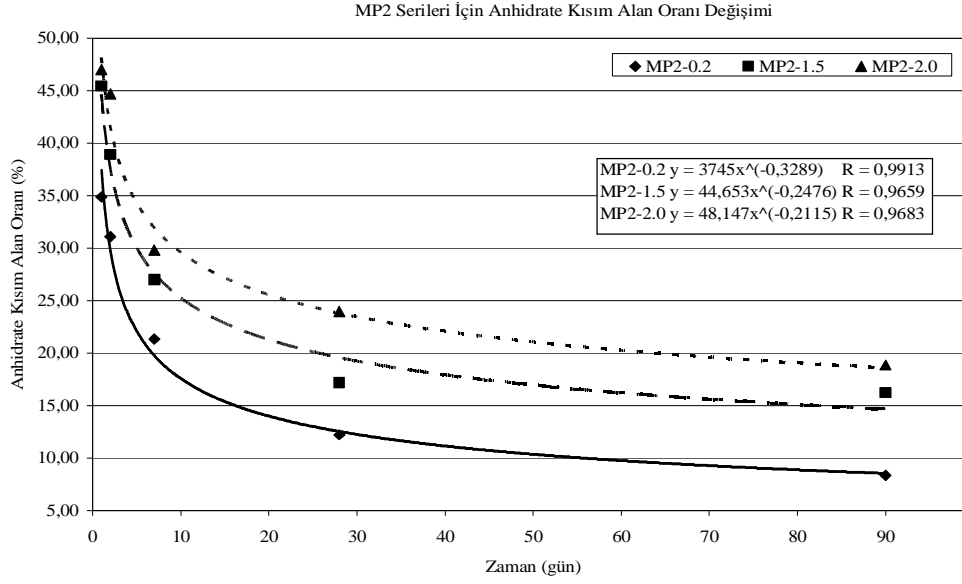
Şekil 6.71 LMP2-2 serileri için dozaja bağlı anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)



Şekil 6.72 LMP2-2 serileri için zamana bağlı anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)



Şekil 6.73 MP1 serileri için dozaja bağlı anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)



Şekil 6.74 MP2 serileri için doza bağlı anhidrate kısım alan oranı değişimi (500X)

6.2 Değerlendirmeler

Yapılan görüntü analizleri sonucu her iki büyütme için elde edilen boşluk boyut değerleri birbirinden farklı çıkmıştır. Otuz büyütmede elde edilen boşluk alan oran değerleri 500X büyütmede elde edilen boşluk alan değerlerinden daha büyüktür. Bu fark iki sonucu işaret eder. İlk olarak bu farklılık 30X büyütmede alınan mikrografiklerde makro boşlukları yakalama olasılığının daha büyük olduğunu, ikinci olarak da hazırlanan harç numunelerden alınan kesitlerde, büyük oranlı büyütmelemlerde kapsanan küçük alanlarla daha küçük büyütmelemlerde kapsanan daha büyük alanlarda boşluk dağılımının aynı olmadığıdır.

Buna ek olarak, hem 30X hem de 500X'de TL, TDL ve AR gibi boşluk faz karakteristikleri iki farklı çimento ile hazırlanan numuneler için farklılıklar göstermektedir. Nitekim her iki büyütme faktöründe genel eğilim aynı olmakla beraber sayısal değerler birbirlerinden farklıdır. Genel eğilim olarak 1, 2 ve 7. yaş gibi erken yaşlarda CEMI ile hazırlanan harç numunelerin bu özellikleri CEMII ile hazırlananların aksine daha düşüktür. Nitekim CEMII ile hazırlanan numuneler tıpkı daha önce bilgisi sunulan dayanım değerlerine benzer olarak 28. ve 90. yaşlarda

iyileşme göstermişler ve CEMI ile hazırlanan numunelere kıyasla daha düşük değerler olarak saptanmışlardır.

Boşluk fazlarının dışında 500X büyütmede elde edilen görüntü analizleri sonucu diğer fazların gelişimi de bir önceki bölümde verilmiştir. Genel eğilim olarak CEMII ile hazırlanan harç numunelerin mikrografiklerinden elde edilen ve hidrasyon sürecinin ürünlerini simgeleyen hidrate olmuş kısım ve Ca(OH)_2 kısmın alan oranı değerleri erken yaşlar olan 1, 2 ve 7. günde CEMI tip çimento ile hazırlanan numunelerin değerlerinden daha düşüktür. Bunun tam aksine beklenen bir eğilimle anhidrate kısım alan oranı değerleri bu yaşlarda CEMII ile hazırlanan harç numunelerin mikrografiklerinden daha yüksek olarak saptanmıştır. Bu durum beklendiği şekilde erken yaşlarda CEMII tip çimento ile hazırlanan harç numunelerin hidrasyon sürecinin yavaş geliştiğini işaret eder.

Daha önce bilgisi sunulan dayanım değerleri de yukarıda sözü edildiği gibi bu yaşlarda CEMII tip ile hazırlanan numuneler için daha düşüktür. Daha sonraki yaşlarda bu değerler CEMII tip çimento ile hazırlanmış harç numuneler için iyileşme göstermiştir. Dayanım değerleri ve daha önce sözü edilen TL, TDL ve AR değerlerindeki iyileşmede bu eğilimin bir sonucudur. Hidrasyon ürünlerindeki daha yüksek bir artış boşlukların kapanmasına gerek TL gerekse TDL değerlerinin azalmasına neden olmaktadır. Bunlara bağlı olarak da şekil özelliğini ifade eden AR değerinde bir düşüş açıktır.

BÖLÜM YEDİ

MİKROYAPI – BASINÇ DAYANIMI İLİŞKİSİ

Yapısal elemanların gerek erken, gerekse nihai özelliklerinin belirlenmesi ve bu özellikler üzerinde etkili olan mikroyapısal bileşenlerin saptanması, kullanım amaçlarına yönelik özelliklerinin geliştirilmesi açısından büyük önem taşır. Bu amaç doğrultusunda, üretilen yapısal elemanların mikroyapısal özelliklerinin saptanması ve bu özelliklerin dayanıklılık ve dayanım gibi makro özellikleri üzerindeki etkilerinin incelenmesi ve değerlendirilmesi gereklidir.

Çimento harçları üzerinde yapılan görüntü analizi çalışmaları ile elde edilen mikroyapısal özelliklere ait sonuçlar bu bölüm kapsamında en önemli makro özellik olarak bilinen dayanım değerleri ile ilişkilendirilmiştir. Farklı bazda farklı dozajda kimyasal katkıları iki farklı tip çimento ile kullanılarak çimento harçlarının hazırlanması ve farklı yaşlarda görüntü analizleri çalışmaları biri birlerinden farklı faz miktarlarına ve özelliklerine sahip mikroyapıların incelenmesini sağlamaktadır. Nitekim elde edilen mikroyapısal özellikler üzerinde gerek katkı bazı, dozajı, çimento tipi ve gerekse inceleme yaşı gibi etkenler bulunmaktadır. Ancak temel amaç olarak mikroyapısal faz ve özellikleri ile dayanım arasında bir ilişki kurmak olduğundan sadece incelenen mikroyapısal faz ve özellikler bu bölüm kapsamında dayanım ile ilişkilendirilmiştir.

Mikroyapı-Makro özellik ilişkisi çalışmaları iki bölümden oluşmaktadır. İlk bölümde, görüntü analizi sonuçları ile elde edilen fazlar ile dayanım arasında ilişki kurulmaya çalışılmıştır. Özellikle dayanım üzerinde büyük etkiye sahip, boşluk fazının alan oran değerleri ile dayanım arasında kurulan ilişki literatürde bulunan ve boşluk-dayanım ilişkisini simgeleyen matematiksel modeller ile kıyaslanmıştır.

Diğer yandan boşluk fazının alan oran değerlerinin yalın halde dayanım üzerine etkilerinin bilinmesi, kurulması düşünülen boşluk-dayanım ilişkisinin gerçekçi olarak ifade edilmesi açısından yeterli olmayabilir. Nitekim boşluk miktarları farklı olan iki

çimento harcı kesiti ele alındığında, daha büyük boşluk alanına sahip kesit daha düşük toplam boşluk dentrik uzunluk değerine sahip olabilir. Böylelikle boşluklar arasında kanallaşma olma olasılığı daha az olabilir. Diğer kesite göre boşluk miktarı fazla olmasına karşın dayanım değerleri daha yüksek elde edilebilir.

Yukarıda sözü edilen yanlış ilişkilendirme olasılıklarını ortadan kaldırmak amacıyla, mikroyapı-makro özellik çalışmalarının ikinci bölümü kapsamında, dayanım üzerinde etkili olduğu düşünülen fazların birlikte ele alındığı çoklu lineer regresyon ilişkisi de kurulmuştur. Böylelikle tüm faz ve bu fazların özelliklerinin, birlikte kurulması istenilen mikroyapı-makro özellik ilişkisi üzerindeki etkileri görülebilir.

Bu düşünceler doğrultusunda, çimento harçlarının belirlenen mikroyapı grafikleri analiz edilmiştir. Elde edilen görüntü analizi sonuçları grafikler halinde sunulmuştur. Görüntü analizleri sonucu elde edilen mikroyapı özellikleri, basınç dayanımı ile ilişkilendirilmiştir. Böylelikle mikroyapısal özellikler hakkında elde edilen bilgiler ışığında, yapısal elamanların dayanım değerleri hakkında tahmin değerleri elde etmek olası olacaktır.

7.1 Mikroyapısal Fazlar ile Basınç Dayanımı İlişkisi

Belirtildiği gibi, farklı tip katkıları ile farklı dozajlarda, iki değişik tip çimento ile görüntü analizleri kullanılarak, hidrasyon sürecinde gelişen fazların zamana ve dozaja bağlı gelişimlerini incelemek amacıyla çimento harçları hazırlanmıştır. Hazırlanan çimento harçları gerek fazların gelişimi ve özelliklerinin belirlenmesinde, gerekse makro özellikler ile mikroyapı özelliklerinin ilişkilendirilmesi amacıyla basınç dayanımı deneylerine tabi tutulmuştur. İncelenen mikroyapısal fazların miktarları ve gelişimleri ile hazırlanan çimento harçlarına ait basınç dayanımı değerleri arasında istatistiksel açıdan anlamlı ilişkiler kurulmuştur.

Beton ve çimento harcının dayanımı, bünyesindeki boşluk miktarları ve şekli ile yakından ilişkilidir. Dayanım ve toplam boşluk miktarı arasındaki ilişki betonun yalın özelliği değildir. Ancak bağlayıcı dayanımının doğrudan boşluk yapısının bir fonksiyonu olduğu ve hidrasyon sürecinde tüketilen sudan geriye kalan boşlukların dayanımını etkilediği gevrek malzemelerde bu ilişki ön plana çıkmaktadır (Schiller, 1958). Kesinlikle söylenebilir ki; beton veya harç dayanımı; yapısındaki hapsolmuş hava, sürüklenmiş hava, kapiler boşluklar, jel boşluklarını içeren bütün boşluk miktarlarından etkilenir (Neville, 1997).

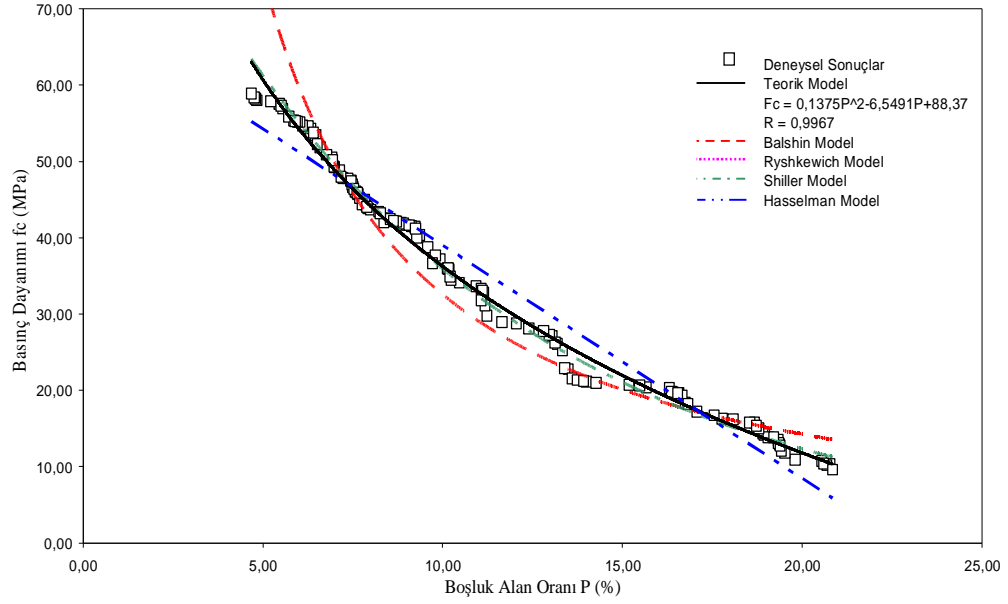
Çimento esaslı malzemelerin mikroyapılarında bulunan boşluk fazının dayanım üzerinde büyük bir etkisi vardır. Günümüz bilgisayar tabanlı teknolojilerinin gelişmesi boşluk-dayanım ilişkisinin belirlenmesinde büyük olanak sağlamaktadır.

Çimento esaslı malzemelerin boşluk- dayanım ilişkisinin incelenmesi amacıyla, literatürde önerilen istatistiksel modeller ile hazırlanan çimento harçlarının parlak kesitlerinden alınan mikrografiklerin görüntü analizleri sonucu elde edilen boşluk alan oranı değerleri ve basınç dayanımı ilişkisi incelenmiştir. Literatürde önerilen istatistiksel modeller ve görüntü analizi sonucu elde edilen boşluk alan oranı değerleri kullanılarak, her bir boşluk alan oranına karşılık gelen teorik basınç dayanım değerleri elde edilmiştir (Şekil 7.1).

Tablo 7.1 Porozite ve Basınç Dayanımı İlişkisi İçin Önerilen İstatistiksel Modeller

Model	Ampirik Denklem
Balshin (1949)	$F_c = F_{co}(1-n)^m$ (7.1)
Ryshkewitch (1953)	$F_c = F_{co} \exp(-m.n)$ (7.2)
Schiller (1960)	$F_c = F_{co} \ln(n/n_o)$ (7.3)
Hasselman (1963)	$F_c = F_{co} - m.n$ (7.4)

Bu denklemlerde, “n” porozite, “ F_c ” boşluklu bir malzemenin dayanımı; “ F_{co} ” sıfır porozitedeki bir malzemenin teorik dayanımı ve “ n_o ” sıfır dayanımdaki kritik porozitedir. “m” ise sabittir.



Şekil 7.1 Basınç dayanımı-Boşluk alan oranı ilişkisi

İstatistiksel modeller kullanılarak çizilen boşluk-basınç dayanımı grafikleri; görüntü analizi ile elde edilen boşluk alan oranı ve deneysel olarak elde edilen basınç dayanımı değerleri kullanılarak çizilen grafik ile kıyaslanmıştır. Görüntü tabanlı model (i.b.m) ile elde edilen sonuçların hem kendi içinde, hem de diğer modeller ile iyi bir ilişki içinde olduğu görülmüştür. Görüntü analizi çalışması sonucu elde edilen model diğer istatistiksel modellerin ötesinde mikrografiklerin analizleri sonucu boşluk yapısının iyi bir simülasyonu sonucu elde edilmiştir.

Önerilen istatistiksel modellerden hangisinin boşluk alan oranı dayanım ilişkisini en iyi şekilde temsil ettiğini, her bir istatistiksel modele ait eğilimin “gerçek hata kareleri toplamı- $SSE_{gerçek}$ ” incelenerek saptanabilir (Raymond, 1972). Bu değer her bir eğilimdeki ölçülen dayanım ($F_{cölçülen}$) değerlerinden, tahmin dayanım ($F_{ctahmin}$) değerlerinin farklarının kareleri toplamı olarak hesaplanır.

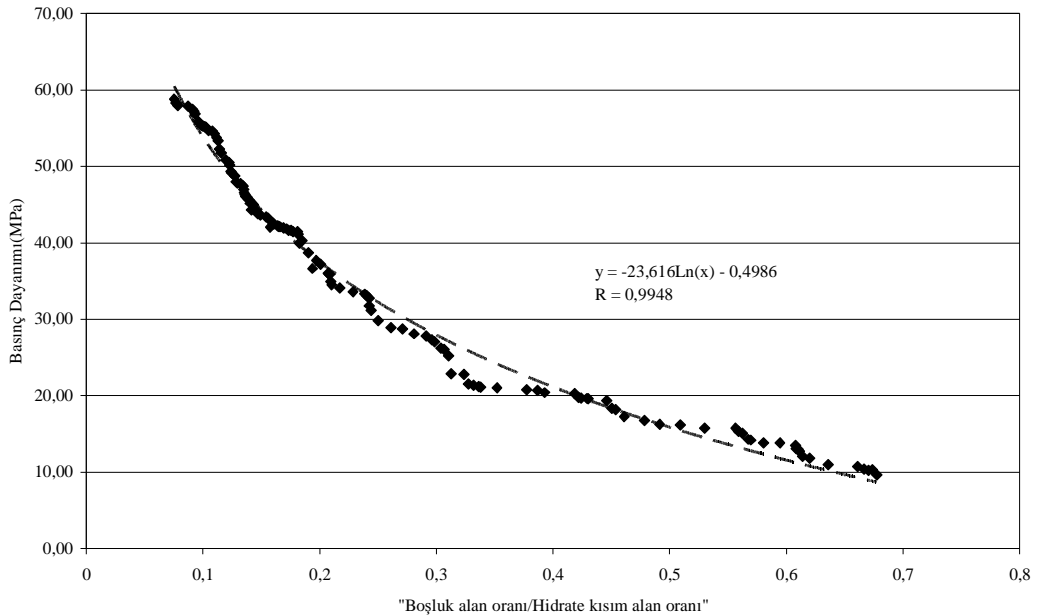
$$SSE_{gerçek} = \sum_{i=1}^{130} (F_{cölçülen} - F_{ctahmin})^2 \quad (7.5)$$

Tablo 7.2 Önerilen istatistiksel modellere ait gerçek hata kareleri toplamı

Model	Gerçek hata kareleri toplamı(SSE)	R ²
Balshin	2990,7510	0,9476
Ryshkewitch	239,2536	0,9899
Schiller	233,2067	0,9917
Hasselman	1034,6777	0,9641
I.B.M.	185,2814	0,9936

Tablo 7.2’den görülebileceği gibi en düşük gerçek hata kareleri toplamı değerini çalışmada önerilen görüntü tabanlı metoda ait model vermiştir. Bu değer bu modele ait tahmin değerlerinin ölçülen değerler ile en yakın değerler olduğunu ve bu modelin diğer modeller arasında elde edilen deneysel ve görüntü analizleri ilişkisini en iyi şekilde tanımladığı gösterir.

Diğer yandan dayanım üzerinde etkili olan iki faktörden birincisi hidrasyon gelişimi ki bu hidrasyon ürün miktarı ile simgelenebilir, ikincisi boşluk miktarıdır. Her iki etkili faktörün birlikte etkisini incelemek amacıyla her bir numuneden “Boşluk alan oranı/Hidrate kısım alan oranı” değeri ile basınç dayanımı ilişkisi incelenmiştir. Şekil 7.2 bu oranın azalması ile ki bu hidrasyon gelişimi sonucu hidrasyon ürünlerinin artarak boşlukları doldurması sonucu gerçekleşir, dayanım değerindeki artışı göstermektedir.



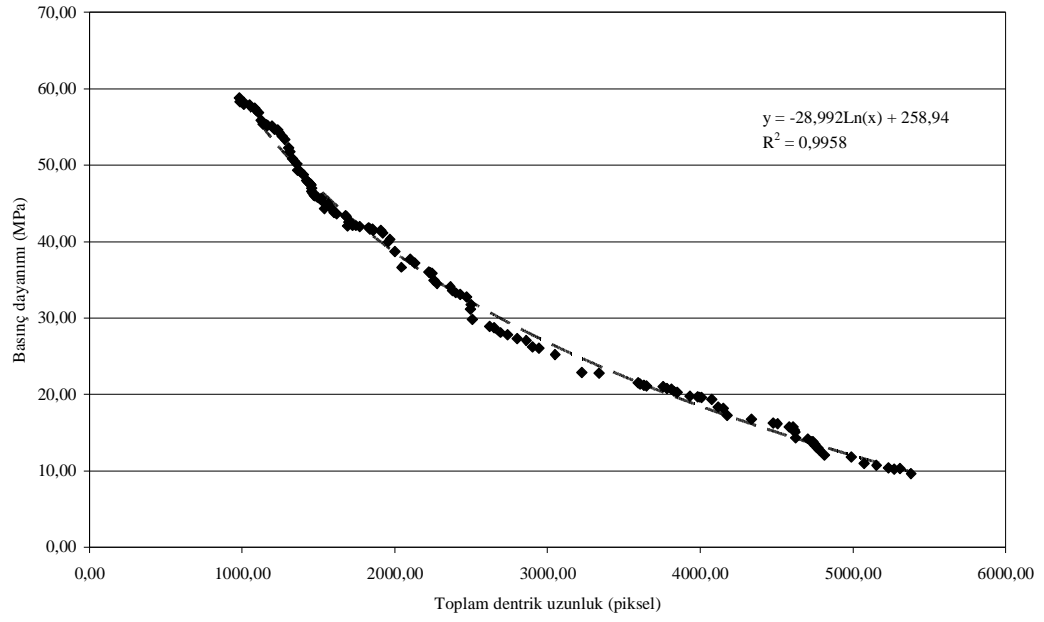
Şekil 7.2 “ Dayanım-Boşluk Alan Oranı/Hidrate Kısım Alan Oranı” değişimi

7.2 Mikroyapı-Dayanım İlişkisinin Çoklu Lineer Regresyon Analizi

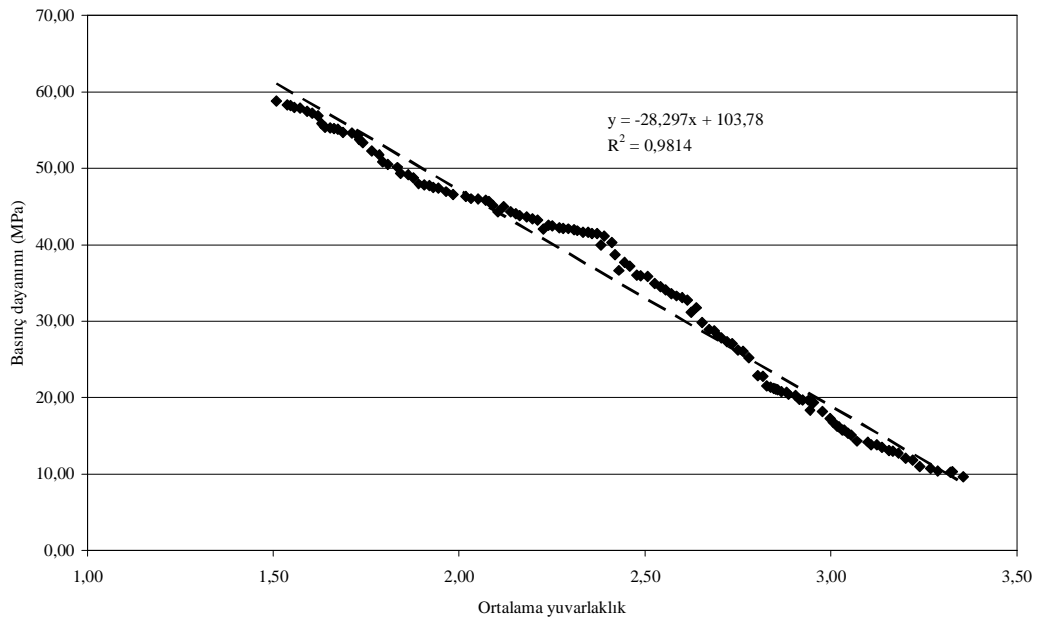
Çoklu lineer regresyon (MLR) analizi birkaç bağımsız değişken ile bir bağımlı değişken arasındaki ilişkiyi lineer bir denklem uydurarak saptamayı amaçlayan istatistiksel bir tekniktir (Raymond, 1972). Bu çalışmada esas alınan bağımlı değişken çimento harçlarının makro özelliklerinin en önemlisi olan basınç dayanımıdır. Diğer yandan, görüntü analizleri sonucu elde edilen boşluk alan oranı, toplam boşluk uzunluk, toplam dentrik boy uzunluk, ortalama yuvarlaklık, hidrate olmuş kısım alan oranı ve anhidrate kısım alan oranı gibi mikroyapısal özellikleri simgeleyen değerler bağımsız değişkenler olarak alınmıştır. Çalışmadaki MLR analizinin amacı mikroyapı-dayanım ilişkisini belirlemektir. MLR analizi bağımsız değişkenlerin belli bir R^2 değerinde bağımlı değişken içerisindeki dağılım oranını ortaya koyar (Raymond, 1972).

7.2.1 Verilerin Çoklu Lineer Regresyon Analizi

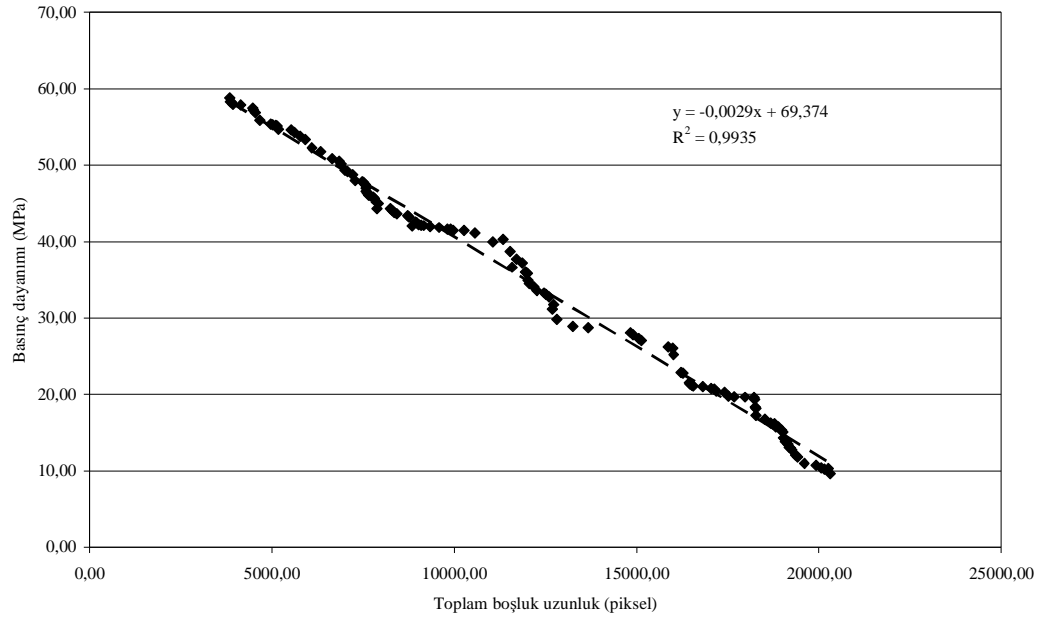
Deneysel yollarla ve görüntü analizleri ile elde edilen verilerin MLR analizi ticari bir yazılım olan EXCEL (Microsoft, 2003) yardımı ile gerçekleştirilmiştir. Görüntü analizleri sonucu elde edilen boşluk alan oranı, toplam boşluk uzunluk, toplam dentrik boy uzunluk, ortalama yuvarlaklık, hidrate olmuş kısım alan oranı ve anhidrate kısım alan oranı gibi mikroyapısal özellikler, çimento harçlarının basınç dayanım değerlerinin tahmin edilmesi amacıyla kullanılmıştır. Yüz otuz çimento harcı örneğine ait değerler analizlerde kullanılmıştır. Bağımsız değişkenlerin her birinin bağımlı değişken olarak ele alınan basınç dayanımı ile olan ilişkisi sunulmuştur (Şekil 7.3-7.8).



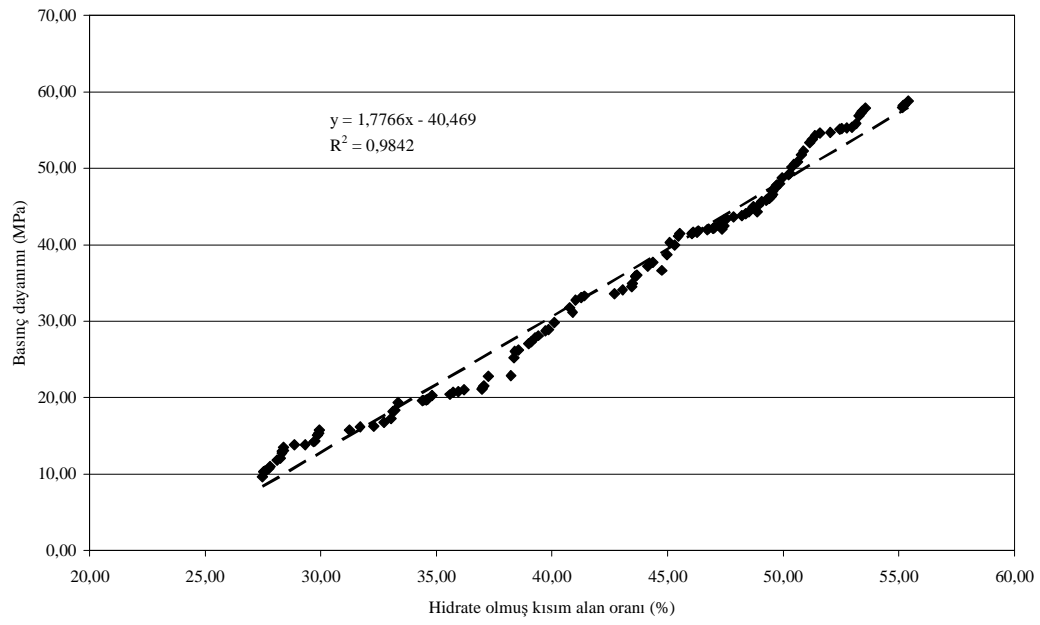
Şekil 7.3 Toplam dentrik uzunluk – dayanım ilişkisi



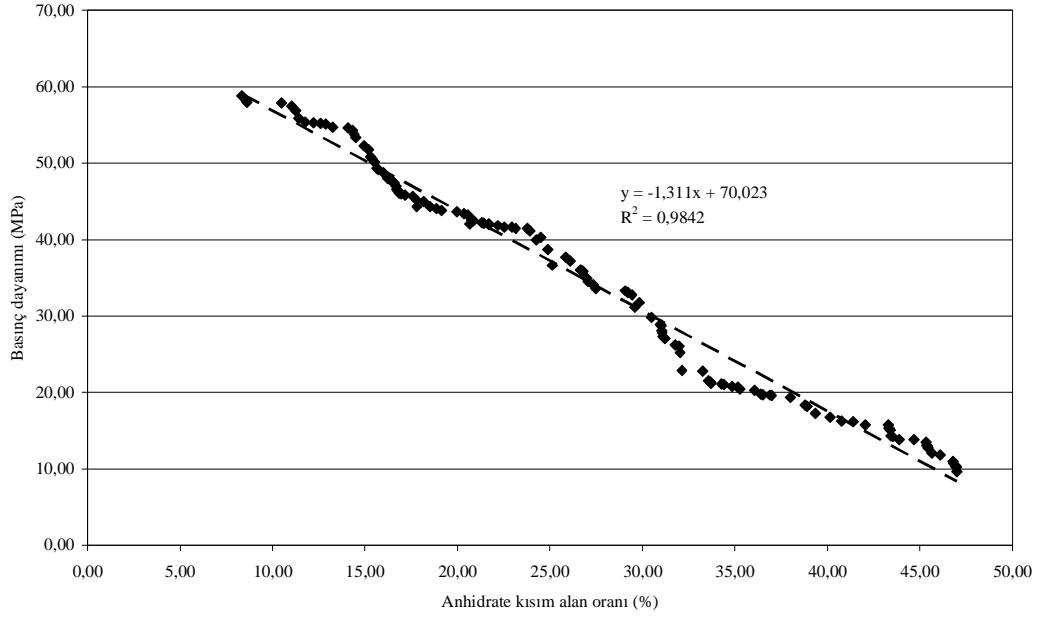
Şekil 7.4 Ortalama yuvarlaklık – dayanım ilişkisi



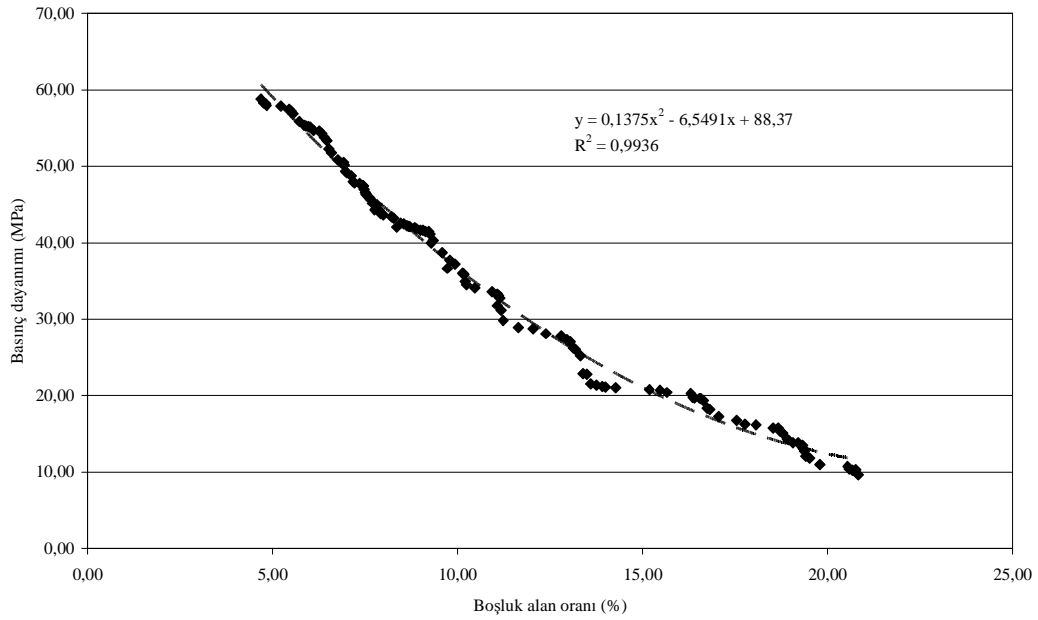
Şekil 7.5 Toplam boşluk uzunluk-dayanım ilişkisi



Şekil 7.6 Hidrate olmuş kısım alan oranı-dayanım ilişkisi



Şekil 7.7 Anhidrate kısım alan oranı-dayanım ilişkisi

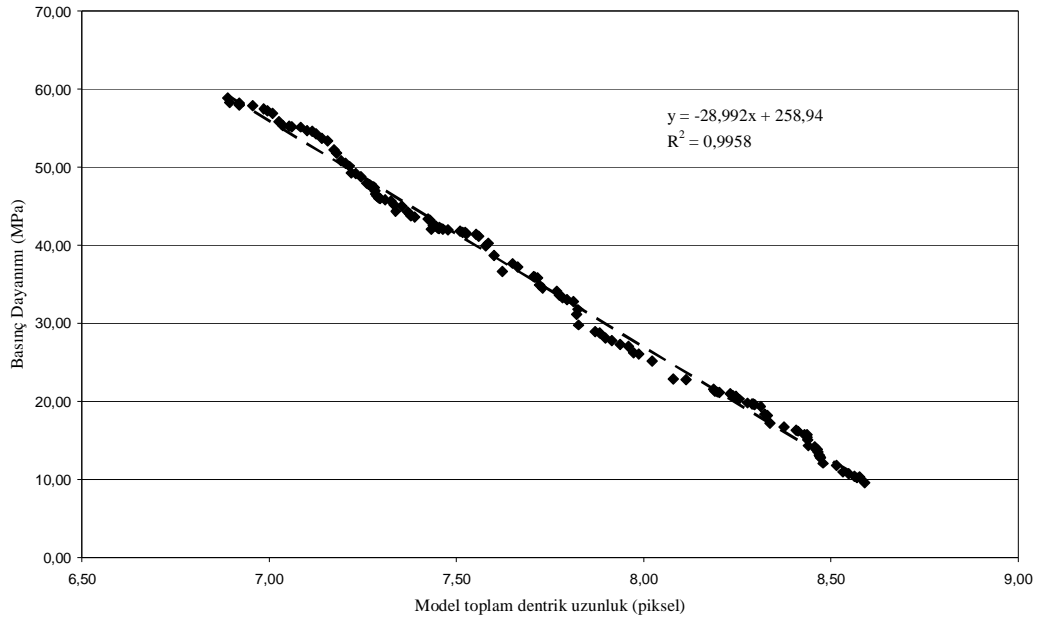


Şekil 7.8 Boşluk alan oranı-dayanım ilişkisi

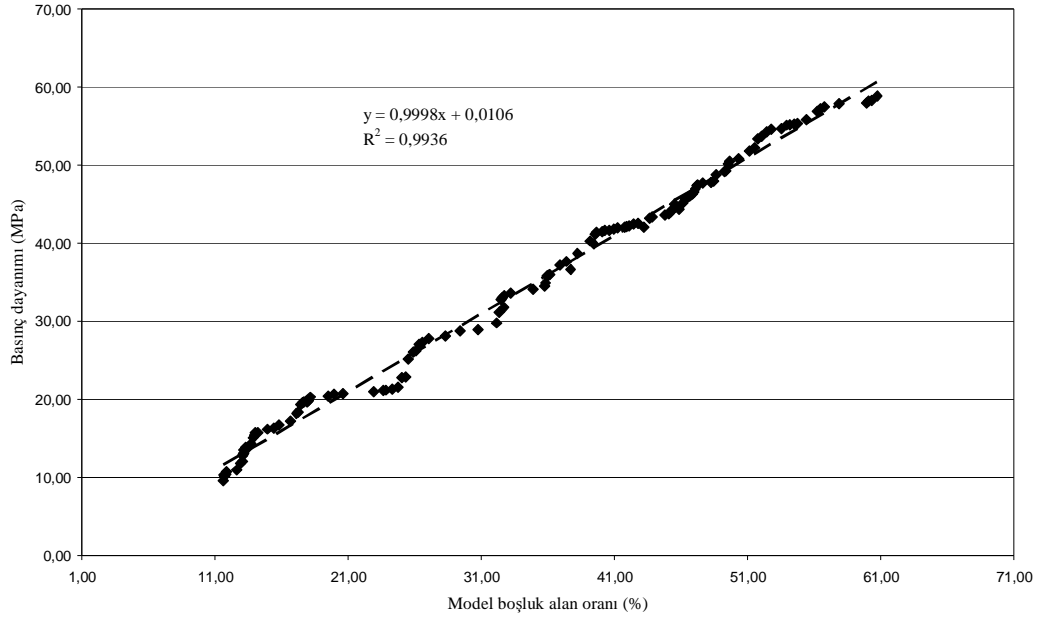
MLR teorisi herhangi bir bağımsız seri ile bağımlı seri arasındaki ilişkinin lineer olduğu kabulüne dayanır. Ancak toplam dentrik uzunluk ve boşluk alan oranı değerlerinin basınç dayanımı ile arasında en iyi ilişki lineer olarak görülmemektedir. Dönüştürme prosesi hem MLR teorisine uymak hem de regresyon analizi için lineer

bir model oluşturmak amacı ile toplam dentrik uzunluk ve boşluk alan oranı serileri üzerine uygulanmıştır.

Dönüştürme prosesinde transformasyon fonksiyonu olarak, TDL fonksiyonunda $\ln(X)$ terimi model X terimleri için, boşluk alan oranı fonksiyonunda ise bağımlı değişken ile ilgili olarak her bir bağımsız değişkenin regresyon fonksiyonu kullanılmıştır. Bu bağlamda yeni bir veri seti regresyon fonksiyonu ile oluşturulmuştur.



Şekil 7.9 Model toplam dentrik uzunluk-dayanım ilişkisi



Şekil 7.10 Model boşluk alan oranı-dayanım ilişkisi

MLR analizi model değerler ve basınç dayanımı değerleri arasında gerçekleştirilmiştir. MLR analizine ait sonuçlar Tablo 7.3’de verilmiştir.

Çoklu lineer regresyon analizi fonksiyonu aşağıdaki gibi elde edilmiştir.

$$Y = -13,7434X_1 - 13,8919X_2 - 0,0004X_3 + 1,5776X_4 + 1,0938X_5 - 0,1530X_6 + 89,006 \quad (7.5)$$

Burada;

Y basınç dayanımı,

X_1 model toplam dentrik uzunluk,

X_2 ortalama yuvarlaklık,

X_3 toplam boşluk uzunluk,

X_4 hidrate kısım alan oranı,

X_5 anhidrate kısım alan oranı ve

X_6 model boşluk alan oranıdır.

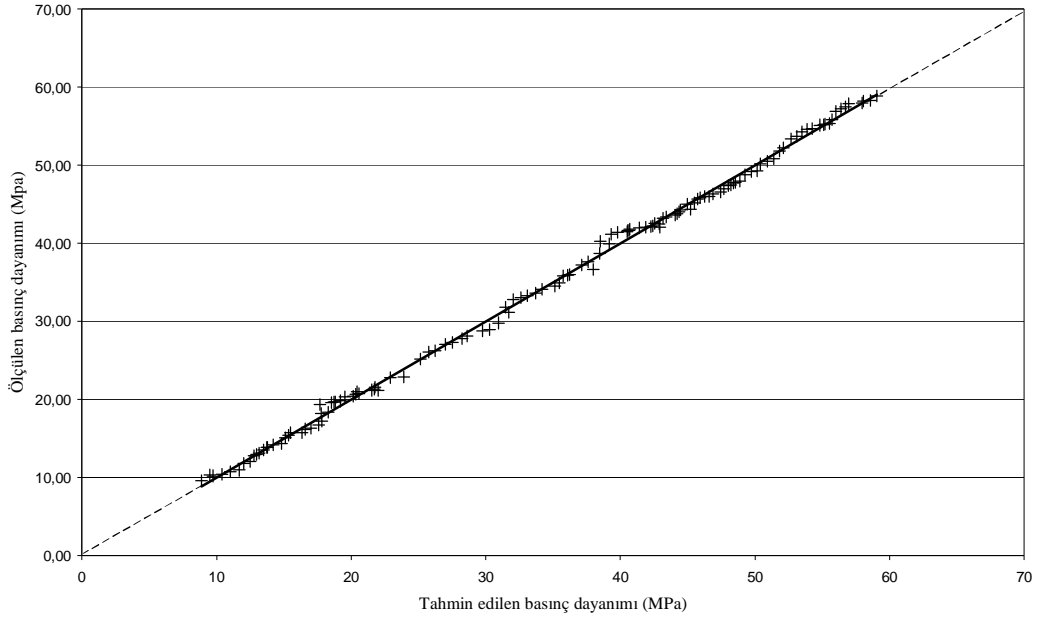
Tablo 7.3 Çoklu lineer regresyon analizine ait sonuçlar
ÖZET ÇIKIŞI

<i>Regresyon İstatistikleri</i>	
Çoklu R	0,9991
R Kare	0,9982
Ayarlı R Kare	0,9981
Standart Hata	0,6479
Gözlem	130

ANOVA					
	<i>Df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Anlamlılık F</i>
Regresyon	6	28772,57	4795,43	11424,56	2,3117E-166
Fark	123	51,63	0,42		
Toplam	129	28824,19			

	<i>Katsayılar</i>	<i>Standart</i>		<i>P-değeri</i>	<i>Düşük %95</i>	<i>Yüksek %95</i>
		<i>Hata</i>	<i>t Stat</i>			
Kesişim	89,0060	21,6929	4,1030	0,0001	46,0661	131,9458
X Değişkeni 1	-13,7434	2,3649	-5,8113	0,0000	-18,4246	-9,0621
X Değişkeni 2	-13,8919	1,1990	-11,5864	0,0000	-16,2652	-11,5186
X Değişkeni 3	-0,0004	0,0002	-2,1706	0,0319	-0,0008	0,0000
X Değişkeni 4	1,5776	0,1777	8,8771	0,0000	1,2258	1,9294
X Değişkeni 5	1,0938	0,1304	8,3900	0,0000	0,8357	1,3519
X Değişkeni 6	-0,1530	0,0748	-2,0444	0,0431	-0,3011	-0,0049

Her bir örnek için denklem 7.5 kullanılarak hesaplanan basınç dayanımı değerleri deneylerle hesaplanmış olan dayanım değerleri ile ilişkilendirilerek Şekil 7.11'de verilmiştir.



Şekil 7.11 Ölçülen ve tahmin edilen basınç dayanımı değerleri ilişkisi

Korelasyon katsayısının karesi (R^2) 0,9982 bulunmuştur. Bu değer basınç dayanımı değerlerinin bağımsız değişkenler kullanılarak %99'unun bulunabileceğini ve diğer kalan %1'i, tanımlanmamış bazı parametreler ve test hataları gibi bazı etkenlere dayandığını gösterir. R^2 değeri analizdeki regresyonların kareleri toplamının bütün değerlerin (regresyon ve kalan) toplamına oranıdır. Bu değer açıklanabilen Y değişimlerinin toplam Y değişimlerine oranını ifade eder. Gerçekleştirilen MLR analizinin geçerliliği F-testi ve T-testi gibi standart istatistiksel testler ile sınırlanır.

$$\text{Regresyon karelerinin toplamı} = \sum_{k=1}^6 \beta_k^2 \sum_{i=1}^n (X_{k,i} - \bar{X})^2 \quad (7.6)$$

$$\text{(Regresyon ve Kalan) karelerinin toplamı} = \sum_{i=1}^n Y_i^2 - n\bar{Y}^2 \quad (7.7)$$

7.2.1.1 F-testi

Tablo 7.3'deki Anova (Analysis of variance) tablosundaki F-testi istatistiksel bir testtir. Bu test bağımlı değişken ile bütün bağımsız değişkenlerin ilişkisinin istatistiksel olarak önemini test etmek amacı ile kullanılır. F oranı, regresyonların karelerinin ortalamasının kalanların karelerinin ortalamasına oranıdır.

F-Test Snedecor (1956) tarafından verilen F tablosu açısından belli bir α anlamlılık düzeyi ve serbestlik dereceleri için alınan kritik değerini kıyaslanması yapılarak gerçekleştirilir. $\alpha=0,05$ anlamlılık, altı serbestlik dereceli pay ve 123 serbestlik dereceli payda için kritik F değeri 2,19 dur.

Bilgisayar ile hesaplanan F değeri kritik F değerinden ($11424,56 > 2,19$) büyüktür. $H_0: \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_6 = 0$ olduğunu belirten null hipotezi reddedilir. En az bir bağımsız değişken basınç dayanımı değerlerindeki değişiklikleri etkiler. Varsayılan model oldukça anlamlıdır.

7.2.1.2 T-testi

Analizler sonucu elde edilen F-testinin sonuçları anlamlı olduğu ve değişkenlerin en az bir tanesinin bağımlı değişken ile ilişkili olduğu için, bağımsız değişkenler ile bağımlı değişkeni tahmin edecek bir ilişki kurmak olasıdır.

Model içindeki her bir regresyon katsayısı istatistiksel T-testi ile sınanabilir. T testi Gosset (1908) tarafından sunulan student t-dağılımı ile ilişkilidir. Buradaki serbestlik derecesi $n-k-1$ ile belirlenir. Burada n örnek boyutunu ve k ise model içindeki bağımsız değişken sayısını ifade eder. T-testi için null hipotezinde bağımsız değişken katsayısı sıfırdır ($\beta = 0$). Null hipotezini reddetmek için, bağımsız değişkenlere ait değerlerin, student t dağılımı tablosundan istenilen güvenlik durumu için elde edilen kritik t değerinden daha büyük olması gerekir. Eğer null hipotezi ret edilebilirse, belli bağımsız değişkenlerin (X_i) bağımlı değişken (Y) üzerinde MLR

modeli içinde diğer değişkenlerin etkileri ayarlanarak belirli bir etkiye sahip olduğunun güçlü bir kanıtı elde edilebilir.

Tablo 7.3’de her bir değişkene ait t değerleri katsayıları standart hatalara bölünerek elde edilmiştir. 120 den daha büyük serbestlik derecesi ve %95 güvenlik durumu için kritik t değeri Student t dağılımı tablosundan 1,97 olarak görülür. Böylelikle Tablo 7.3’deki bazı bağımsız değişkenler null hipotezine uymaktadır. Ancak istatistiksel analiz içerisinde kullanılan 130 değer için daha yüksek bir güvenilirlik limitleri içinde çalışmak çok daha uygun olmaktadır. Güvenirlik durumu %99 olduğu durum için t değeri 2,58 olarak belirlenir. Bununla birlikte hangi bağımsız değişkenlerin, oluşturulan model için anlamlı olduğunun belirlenmesi için değişkenlerin seçilmesi gereklidir. Geri eliminasyon (backward elimination-step down) metodu en uygun değişken seçme prosedürüdür. MLR modeli bütün bağımsız değişkenler kullanılarak kurulmuştur. Geri eliminasyon metodu t-testi ile elenen değişkenler çıkarıldıktan sonra modelin tekrar kurulması ile en anlamlı parametrelerin elde edilmesini sağlar.

7.2.1.3 Kısmi F-testi

Kısmi F-test çoklu lineer regresyon analizinde bağımsız değişkenlerden birinin çıkarılması ile elde edilen fonksiyonun anlamlı olup olmayacağını belirler. Bu amaçla yukarıda t- testinden geçen veya anlamlılık değerine göre sınırda kalan değişkenler aşağıda verilen denklem yardımı ile kısmi F-testine tabi tutulur.

$$f_{x_1} = \frac{(SSR_I - SSR_{II})/\gamma_1}{SSE_I/\gamma_2} \quad (7.8)$$

Burada SSR her bir adıma ait regresyon kareler toplamını, SSE hata kareler toplamını ve γ serbestlik derecelerini gösterir. Eğer $f_{x_1} < F_{\alpha}(\gamma_1, \gamma_2)$ ise X_1 değişkeni regresyondan çıkarılabilir.

7.2.1.4 Geri Eliminasyon

Daha önce kullanılan F ve T testleri analizin anlamlılığının belirlenmesi amacıyla kullanılmıştır. Toplam boşluk uzunluk ve model boşluk alan oranı değerlerini simgeleyen X_3 ve X_6 değişkenleri sıra ile modelden çıkarılmıştır. Tablo 7.4'de toplam boşluk uzunluk değerleri (X_3) dışında kalan değişkenler kullanılarak yapılmış lineer regresyon analizi bulunmaktadır.

Tablo 7.4 Geri eliminasyon analizinde ilk adım
ÖZET ÇIKIŞI

<i>Regresyon İstatistikleri</i>	
Çoklu R	0,9981
R Kare	0,9961
Ayarlı R Kare	0,9959
Standart Hata	0,9521
Gözlem	130

ANOVA					
	<i>Df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Anlamlılık F</i>
Regresyon	5	28711,78	5742,36	6334,17	1,665E-147
Fark	124	112,41	0,91		
Toplam	129	28824,19			

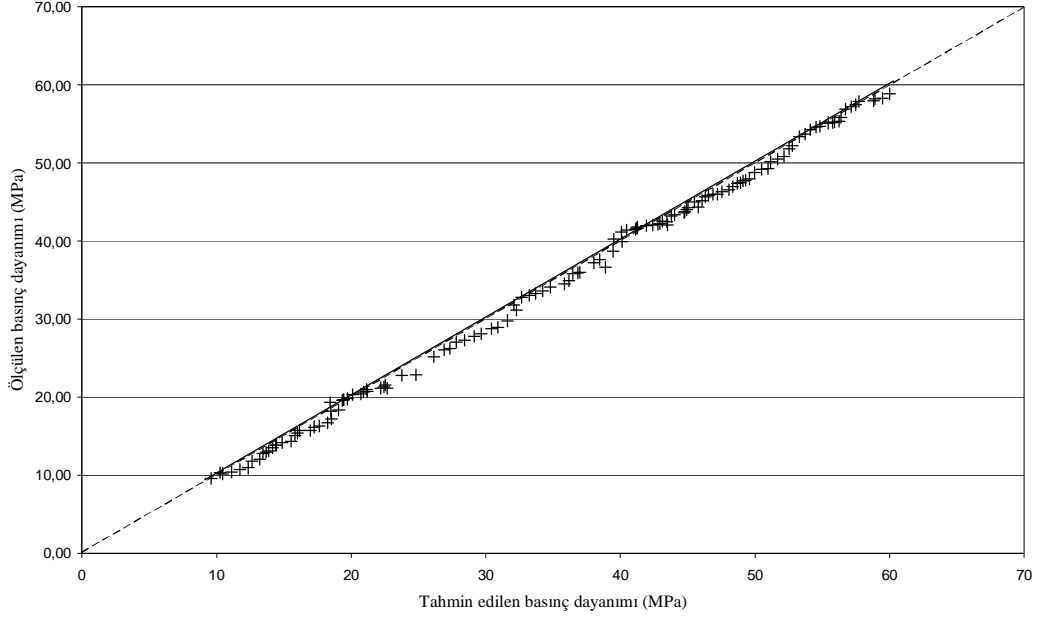
	<i>Katsayılar</i>	<i>Standart</i>		<i>P-değeri</i>	<i>Düşük %95</i>	<i>Yüksek %95</i>
		<i>Hata</i>	<i>t Stat</i>			
Kesişim	102,6003	21,0777	4,8677	0,0000	60,8816	144,3189
X Değişkeni 1	-16,3963	2,0547	-7,9798	0,0000	-20,4631	-12,3294
X Değişkeni 2	-14,3199	1,2002	-11,9311	0,0000	-16,6955	-11,9443
X Değişkeni 4	1,5659	0,1803	8,6864	0,0000	1,2091	1,9227
X Değişkeni 5	1,1298	0,1312	8,6094	0,0000	0,8701	1,3896
X Değişkeni 6	-0,0815	0,0682	-1,1949	0,2344	-0,2164	0,0535

Çoklu lineer regresyon analizi fonksiyonu aşağıdaki gibi elde edilmiştir.

$$Y = -16,3963X_1 - 14,3199X_2 + 1,5659X_4 + 1,1298X_5 - 0,0815X_6 + 102,6003 \quad (7.9)$$

İlk eliminasyon adımından sonra kısmi f-testi yapılmıştır. f_{x_3} değeri denklem 7.8 kullanılarak 144,82 bulunmuştur. $f_{x_3} < F\alpha$ olduğundan çoklu regresyon fonksiyonundan çıkarılabilir.

Her bir örnek için denklem 7.9 kullanılarak hesaplanan basınç dayanımı değerleri deneylerle hesaplanmış olan dayanım değerleri ile ilişkilendirilerek Şekil 7.12’de verilmiştir.



Şekil 7.12 Ölçülen ve tahmin edilen basınç dayanımı değerleri ilişkisi

İkinci adımda boşluk alan oranını simgeleyen X_6 değerinin analizden geri çekilmesi ile gerçekleştirilen MLR analizi sonuçları Tablo 7.5’te verilmiştir.

İkinci eliminasyon adımından sonra kısmi f-testi yapılmıştır. f_{x6} değeri denklem 7.8 kullanılarak 254,36 bulunmuştur. $f_{x6} < F_{\alpha}$ olduğundan çoklu regresyon fonksiyonundan çıkarılabilir.

Her bir örnek için denklem 7.10 kullanılarak hesaplanan basınç dayanımı değerleri deneylerle hesaplanmış olan dayanım değerleri ile ilişkilendirilerek Şekil 7.13’de verilmiştir.

Tablo 7.5 Geri eliminasyon analizinde ikinci adım
ÖZET ÇIKIŞI

<i>Regresyon İstatistikleri</i>	
Çoklu R	0,9940
R Kare	0,9881
Ayarlı R Kare	0,9877
Standart Hata	1,6565
Gözlem	130

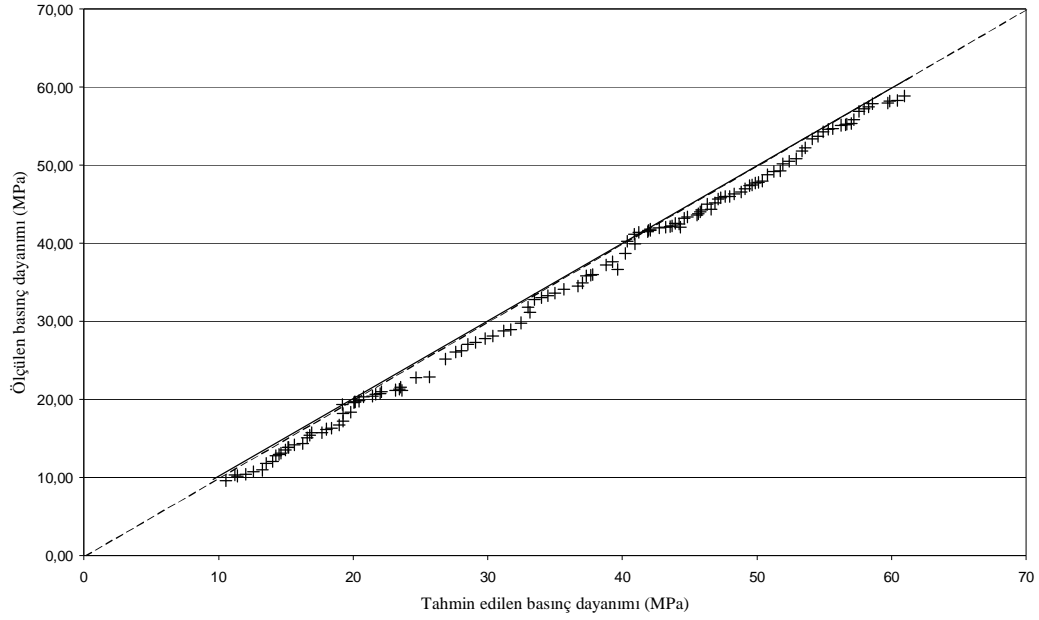
ANOVA					
	<i>Df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Anlamlılık F</i>
Regresyon	4	28481,19	7120,30	2594,80	3,306E-119
Fark	125	343,01	2,74		
Toplam	129	28824,19			

	<i>Katsayılar</i>	<i>Standart</i>		<i>P-değeri</i>	<i>Düşük %95</i>	<i>Yüksek %95</i>
		<i>Hata</i>	<i>t Stat</i>			
Kesişim	89,3249	17,9423	4,9785	0,0000	53,8149	124,8348
X Değişkeni 1	-14,7366	1,5167	-9,7163	0,0000	-17,7383	-11,7348
X Değişkeni 2	-13,8332	1,1309	-12,2319	0,0000	-16,0714	-11,5950
X Değişkeni 4	1,5043	0,1730	8,6934	0,0000	1,1619	1,8468
X Değişkeni 5	1,0938	0,1279	8,5493	0,0000	0,8406	1,3470

Çoklu lineer regresyon analizi fonksiyonu aşağıdaki gibi elde edilmiştir.

$$Y = -14,7366X_1 - 13,8332X_2 + 1,5043X_4 + 1,0983X_5 + 89,3249 \quad (7.10)$$

Her bir örnek için denklem 7.10 kullanılarak hesaplanan basınç dayanımı değerleri deneylerle hesaplanmış olan dayanım değerleri ile ilişkilendirilerek Şekil 7.14'de verilmiştir.



Şekil 7.14 Ölçülen ve tahmin edilen basınç dayanımı değerleri ilişkisi

Bu aşamada elde edilen ve dört bağımsız değişkene sahip MLR fonksiyonu, bağımsız değişkenlerden ikisinin çıkarılması ile iki bağımsız değişkenli ve bir bağımlı değişkene sahip bir fonksiyona dönüştürülebilir. Böylelikle elde edilen fonksiyon kullanılarak boşluk faz özelliklerinden biri ve hidrate kısım alan oranı değeri kullanılarak dayanım değerleri elde edilebilir. Bu eliminasyon adımı sonucunda fonksiyonun anlamlılığının sınanması amacıyla kısmi f testi uygulanmıştır. $f_{x(2,5)}$ değeri denklem 7.8 kullanılarak 6,25 bulunmuştur. $f_{x(2,5)} < F \alpha$ olduğundan çoklu regresyon fonksiyonundan çıkarılabilir.

İki bağımsız değişkenli MLR fonksiyonu denklem 7.11'de verilmiştir. Bu tür bir fonksiyonun avantajı, görüntü analizleri ile elde edilen değişkenlerin dayanım değerlerinin tahmin edilmesine hızlı bir şekilde olanak sağlamasıdır.

$$Y = -28,4377 X_1 + 0,0344 X_4 + 253,1893 \quad (7.11)$$

Tablo 7.6 X_2 ve X_5 deęişkenlerinin eliminasyonu ile MLR analizi

ÖZET ÇIKIŞI

<i>Regresyon İstatistikleri</i>	
Çoklu R	0,9878
R Kare	0,9758
Ayarlı R Kare	0,9754
Standart Hata	2,3436
Gözlem	130

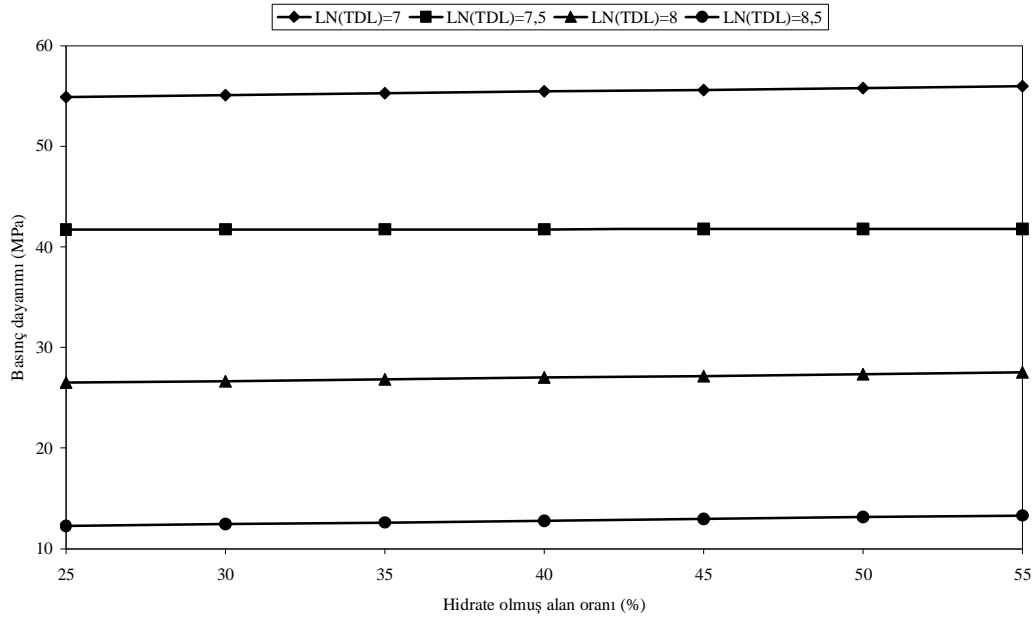
ANOVA

	<i>Df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Anlamlılık F</i>
Regresyon	2	28126,65	14063,32	2560,47	2,357E-103
Fark	127	697,55	5,49		
Toplam	129	28824,19			

	<i>Katsayılar</i>	<i>Standart Hata</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-deęeri</i>	<i>Düşük %95</i>	<i>Yüksek %95</i>
Kesişim	253,1893	15,6357	16,1930	0,0000	222,2490	284,1295
X Deęişkeni 1	-28,4377	1,5135	-18,7888	0,0000	-31,4327	-25,4427
X Deęişkeni 4	0,0344	0,0933	0,3688	0,7129	-0,1502	0,2190

Nitekim bu grafikteki baęımız deęişken deęerleri arasında toplam dentrik uzunluk deęerini simgeleyen X_1 terimi dönüştürülmüş deęişkendir. Bu aşama X_1 deęerinin esas deęeri son MLR fonksiyonunda yerine konularak iki baęımsız deęişkenli MLR fonksiyonu elde edilir.

$$Y_T = -28,4377 \text{ LN}(X_{\text{TDL}}) + 0,0344 X_{\text{Hid}} + 253,1893 \quad (7.12)$$



Şekil 7.15 Tahmin basınç dayanımı değerlerinin iki bağımsız değişkenli değişimi

Geri eliminasyon prosesleri sonucu elde edilen ve dört bağımsız değişkene sahip MLR analiz fonksiyonu aşağıda görülmektedir. Diğer yandan analiz sonucu tek bir bağımsız değişkene bağlı bir bağımlı değişkene sahip bir fonksiyon elde etmek olasıdır. Ancak bu çoklu regresyon analizinin anlamlı olması ve her bir bağımsız değişkenin fonksiyon içerisindeki etkisinin görülememesi açısından sakıncalıdır.

$$Y = -14,7366LN(X_1) - 13,8332X_2 + 1,5043X_4 + 1,0983X_5 + 89,3249 \quad (7.13)$$

7.3 Değerlendirmeler

Yedinci bölüm kapsamında daha önceki bölümlerde anlatılan çimento harcı deneyleri sonucu elde edilen ve makro özelliklerin en önemlisi basınç dayanımı ile görüntü analizleri sonucu elde edilen mikroyapısal faz özellikleri arasında istatistiksel yöntemler kullanılarak ilişki kurulmuştur.

İlk kısımda, literatürde daha önceki araştırmacılar tarafından sunulan istatistiksel modeller, dayanım ve boşluk alan oranı değerleri arasındaki ilişkiyi simgelemek amacıyla kullanılmıştır. Buna ek olarak çalışma kapsamında elde edilen sonuçlar farklı bir regresyon modeli sunularak diğer modeller ile kıyaslanmıştır. Kullanılan

modeller ve önerilen görüntü tabanlı modelin (i.b.m) aralarında hangisinin daha iyi bir ilişkiyi simgelediği $SSE_{gerçek}$ değerleri hesaplanarak saptanmıştır. Önerilen model diğer istatistiksel modellere kıyasla çok daha iyi bir ilişki göstermiştir.

İkinci kısımda, çalışma kapsamında incelenen mikroyapısal özellikler arasında dayanım ile ilişkili olduğu ön görülen terimler çoklu lineer regresyon modeli kurularak incelenmiştir. MLR analizi sonucunda kurulan modelin anlamlılık düzeyi ve bağımsız değişkenlerin model ile ilişkilerinin saptaması amacıyla bazı istatistiksel testler uygulanmıştır.

Kurulan çoklu regresyon modeli, anlamlılık açısından F testini geçmiştir. Ama bazı bağımsız değişkenler (toplam boşluk uzunluk ve boşluk alan oranı) %99'luk güvenilirlik düzeyinde student t testini geçememiştir. Elde edilen sonuç, bu iki bağımsız değişkenin kurulan modelin anlamlılık düzeyi açısından bir sorun teşkil etmediği, ancak diğer değişkenlere kıyasla model üzerinde daha az etkiye sahip olduklarını işaret eder. Bu dayanım üzerinde, ortalama yuvarlaklık ve toplam dentrik uzunluk gibi boşluklar arasındaki kanallaşmayı ifade eden terimlerin, boşluk fazının alan oranının değerinden çok daha etkin olduğunu gösterir. Bu boşluk şekillerinin ve kanal sistemin dayanım üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu işaret eder.

Geri eliminasyon metodu ile modelden bu iki bağımsız değişkenin çıkarılması, kurulması düşünülen modelin anlamlılık değerini düşürmesine karşın yeni kurulan dört bağımsız değişkenli model hala yüksek bir anlamlılık düzeyine sahiptir. Nitekim SSE değerinde her iki eliminasyon adımında bir artış gözlenmektedir. Bu her adımda tekrar kurulan modelin hata değerlerinin artışı ve kurulan ilişkinin azda olsa azaldığını gösterir. Ancak, her iki eliminasyon adımı sonunda bile kabul edilebilir bir regresyon ilişkisi ve anlamlılık düzeyi mevcuttur.

Diğer yandan, böyle bir modelin olabildiğince sadeleştirilebilmesi ve bağımsız değişkenlerin modelden çıkarılabilmesi, görüntü analizi işlemleri için gerekli sürelerin azaltılması ve harcanan performansın düşürülmesi açısından önemlidir.

Böylelikle mikroyapısal modifikasyonlar yapılarak dayanım üzerinde etkili fazların geliştirilmesi ve daha yüksek dayanım değerleri elde edilmesi olanaklı olacaktır.

Yedinci bölümün son kısmında ise elde edilen çoklu regresyon fonksiyonu iki bağımsız değişkene indirilmiş ve bu değişkenlere bağlı olarak dayanım değerlerinin gelişimi incelenmiştir. Toplam dentrik uzunluk ve hidrate kısım alan oranı değerlerini içeren regresyon fonksiyonu kullanılarak dayanım değerleri değişimi grafik olarak sunulmuştur. Elde edilen eğilimler, kanallaşmayı simgeleyen toplam dentrik uzunluk değerleri azalırken ve hidrate kısım alan oranı değerleri artışı ile dayanım değerlerinin arttığını işaret eder.

BÖLÜM SEKİZ

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez kapsamında gerçekleştirilen görüntü analizi çalışmaları ve yapılan deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir:

8.1 Görüntü Analizi Çalışmaları Sonuçları

— Çalışma kapsamında gerçekleştirilen görüntü analizi çalışmaları; boşluk fazlarının özellikleri ve mikroyapısal fazların gelişimi olarak iki farklı gruba ayrılmıştır. Elde edilen görüntü analizleri sonuçları ve dayanım değerleri ile mikroyapı-makro özellik ilişkisi kurulmuştur. Mikroyapısal fazların zamana bağlı gelişimi incelendiğinde, hidrate olmuş kısım alan oranı ve Ca(OH)_2 faz alan oranı değerleri beklendiği gibi, tüm harç örneklerde zamana bağlı olarak artış göstermektedir. Anhidrate kısım alan oranı ve boşluk alan oranı değerleri ise zamana bağlı olarak azalmaktadır.

Tüm farklı priz geciktirici özellikli kimyasal katkı tipleri için kullanım dozajı arttıkça, hidrasyon ürünlerinin faz alan oranı gelişim değerlerinde, kontrol örneklerine kıyasla bir gecikme görülmektedir. Diğer yandan CEMII A-M 42,5 R ile hazırlanan örneklerin hidrasyon ürün değerleri erken yaşlarda beklendiği gibi, CEMI 42,5 R ile hazırlanan ürünlerin değerlerinden düşük olmasına rağmen, ileriki yaşlarda bir artış gözlemlenmektedir. Mekanik özelliklerle, mikroyapı analizleri bu konuda büyük uyum içindedir.

— Çimento harçlarının, boşluk fazlarına ait toplam dentrik uzunluk (TDL), toplam boşluk uzunluk (TL) ve ortalama yuvarlaklık (AR) gibi değerlerinde hidrasyonun zamana bağlı gelişimi ile birlikte bir düşüş görülmektedir. Diğer yandan, kimyasal katkı kullanımı ile hazırlanan harç örneklerin hidrasyon süreçlerindeki gecikmeye bağlı olarak; TL, TDL ve AR değerleri kontrol örneklerinin değerlerine kıyasla daha yüksek değerlere sahiptir. Kimyasal katkı dozajının artışına paralel olarak bu mikroyapısal özelliklerin değerleri artmaktadır.

Boşluk faz özellik değerlerinin en düşük değerlerini modifiye fosfat bazlı katkının, % 0,2 dozaj ile kullanımı ile hazırlanan 90 günlük örneklerde görülmektedir. CEMII A-M 42,5 R tip çimento ile hazırlanan örneklerin TL, TDL ve AR değerleri, ileri yaşlarda CEMI 42,5 R tip çimento ile hazırlanan örneklerin değerlerinden daha düşüktür. Bu davranış CEMII tip katkı çimento bünyesindeki puzolanik katkıların zaman ile nihai hidrasyon gelişimi üzerindeki iyileştirici etkisi ile açıklanabilir. Zamanla artan hidrasyon ürünlerinin boşlukları doldurması ve çimento hamur hacmindeki artış ile boşluk faz özelliklerinin değerleri daha düşük olarak saptanmıştır. Nitekim TDL değerleri azalmaya bağlı olarak, AR değerlerindeki azalma zaman ile hidrasyon ürünlerindeki artışa bağlı olarak, hidrate kısım miktarındaki artış ile boşluklara ait dentrik kollarm kapanması ile gerçekleşmektedir.

TL-TDL ilişkisinin eğiminin artması, aynı boşluk uzunluklarına karşılık gelen dentrik kollardaki azalmayı işaret eder. Bu durum zaman ile genişleyen hamur hacminin öncelikle dentrik kolları doldurması ile açıklanabilir ve AR değerlerinin azalması ile boşlukların şekillerinin daha düzgün bir hal alması ile sonuçlanır. AR-TDL ilişkisinin eğimindeki artış, aynı AR değerlerinde daha düşük oranda dentrik kollarm varlığını işaret eder. Bu durum ancak daha küçük dentrik kollara sahip, ancak alanca çok daha büyük boşlukların olduğu kesitlerde görülebilir.

— İstatistiksel modeller kullanılarak çizilen boşluk-basınç dayanımı grafikleri; görüntü analizi ve deneysel olarak elde edilen değerler kullanılarak çizilen grafik ile kıyaslanmıştır. Görüntü analizi çalışması sonucu elde edilen model, diğer istatistiksel modellerin ötesinde mikrografiklerin analizleri sonucu, boşluk yapısının ayrıntılı analizi sonucu elde edilmiştir. Buna ek olarak mikroyapısal özellikler ile basınç dayanımı arasında bir ilişki kurmak amacıyla çoklu lineer regresyon analizi uygulanmıştır. Yapılan analiz sonucunda; basınç dayanımı değerleri ile TDL, AR, hidrate olmuş kısım alan oranı ve anhidrate kısım alan oranı değerleri ilişkilendirilmiş ve iyi bir anlamlılık düzeyinde model kurulmuştur. Çok sayıda veriye dayanan bu istatistiksel inceleme, bilindiği gibi dayanım üzerinde önemli etkiye sahip olan boşluk ve hidrate kısım fazlarını ön plana çıkarmıştır. Ancak analiz

sonuçları incelendiğinde dayanım üzerinde boşluk alan oranı değerlerinden çok, boşluk şekil özelliklerinin ve kanallaşmanın daha etkin olduğunu göstermektedir. Nitekim düzgün şekillere sahip boşlukları olan ve boşlukları arasında bir kanal sistemin bulunmadığı kesitlerin, boşluk şekilleri düzensiz ve kanallı bir boşluk sistemine sahip bir kesitten, daha yüksek dayanım değerlerine sahip olacağı sonucuna varılmıştır.

Mikro yapı- makro özellik ilişkisinin incelenmesi sırasında 6 büyüklük (toplam dentrik uzunluk, toplam boşluk uzunluk, ortalama yuvarlaklık, boşluk alan oranı, hidrate olmuş kısım alan oranı ve anhidrate kısım) ölçülüp, basınç dayanımı ile ilişkilendirilmiştir. Bu ilişki çok güçlü olmasına karşın, yapılan istatistiksel değerlendirilmeler sonucu; yalnızca iki mikroyapı büyüklüğünün (toplam dentrik uzunluk ve hidrate kısım alan oranı) ölçümünün yeterince güvenilir mikroyapı-basınç dayanımı ilişkisini verdiği belirlenmiştir.

— Modifiye fosfat bazlı katkının %2,0 dozaj ve CEM I 42,5 R çimentosu ile hazırlanan örneklerin başlangıç ve bitiş priz sürelerinde en yüksek artışa neden olduğu saptanmıştır. CEM II A-M 42,5 R ile hazırlanan örneklerin priz süreleri CEM I 42,5 R ile hazırlanan örneklerin priz sürelerinden daha düşüktür. Bu eğilim CEM II A-M 42,5 R tip çimentonun daha fazla inceliğe sahip olup, daha kısa sürede priz almasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

— Kimyasal katkı kullanım dozajlarının artışı çimento harcı örneklerinin işlenebilirlik (akış) değerlerinde artış olarak sonuçlanmıştır. CEM II A-M 42,5 R ile hazırlanan örneklerin akış değerleri CEM I 42,5 R ile hazırlanan örneklerin akış değerlerinden daha düşüktür. Bu davranış CEM II A-M 42,5 R tip çimentonun, daha fazla inceliğe sahip olması ve daha erken priz alıp, yüksek özgül yüzey alanı sebebiyle daha fazla su ihtiyacına sahip olmasından kaynaklanmaktadır.

— Kimyasal katkıların, erken yaşlarda hidratasyonu geciktirmelerine karşın, ileriki yaşlarda daha düzenli bir mikroyapı oluşturarak daha yüksek nihai dayanımlar verdikleri görülmektedir. Aynı dozajda (% 1,5) ve her iki tip çimento ile hazırlanan

harç örnekleri arasında, naftalin sulfonat bazlı kimyasal katkılı harçlar (NSB) daha yüksek dayanım değerleri vermiştir. Aşırı doz kullanılarak hazırlanan örneklerinin tüm dayanım değerleri, diğer örneklere oranla çok daha düşük olarak elde edilmiştir. Bu eğilim, bölüm altıda görüntü analizleri ile gösterilen boşluklu yapılarından kaynaklanmaktadır. CEMI 42,5 R tip çimento ile hazırlanan serilerin CEMII A-M 42,5 R ile hazırlananlarından erken yaşlarda daha yüksek dayanım gösterdikleri, ancak CEMII A-M 42,5 R ile hazırlanan serilerin dayanım değerlerinin ileriki yaşlarda daha yüksek olduğu görülmektedir.

— Diğer yandan kimyasal katkıların, çimento esaslı malzemelerin nihai performansı üzerine etkilerinin bilinmesi ve mikroyapısal modifikasyonlar ile bu özelliklerinin iyileştirilmesi gereklidir. Buna ek olarak kullanılan kimyasal katkıların ve içeriğinin, çimento ile etkileşimi ve çimento esaslı malzemelerin mikroyapısal özellikleri üzerindeki etkilerinin belirlenmesi, farklı özelliklere sahip ve daha etkin kimyasal katkıların üretilmesi çalışmaları açısından önemlidir.

Çalışma kapsamında gerçekleştirilen görüntü analizi çalışmaları, yukarıda sözü edilen etkileşimlerin ve etkilerin belirlenmesi, mikroyapı-makro özellik ilişkisinin kurulması ve nihai özelliklerin iyileştirilmesi açısından önem taşımaktadır. Kimyasal katkıların bu amaçlar doğrultusunda geliştirilmesi ve içeriklerinin değiştirilmesi, görüntü analizi çalışmaları ile olasıdır.

8.2 Öneriler

İleride yapılabilecek araştırmalar tek bir mikroyapısal faz üzerine yoğunlaştırılabilir. Örnek olarak; hidrate ürünlerini simgeleyen fazların gelişiminin ilk saatlerde incelenmesi hidratasyon sürecinin anlaşılması için faydalı olabilir. Diğer yandan izotermal kalorimetre çalışmaları gibi, farklı deneyler ile desteklenen bir mikroyapısal analiz daha tanımlayıcı olabilir.

Buna ek olarak, kimyasal katkı kullanımı ile oluşabilecek mikroyapısal değişiklikler daha detaylı incelenebilir. Örnek olarak geciktirici kullanımı ile ölü bölgedeki süreç

üzerinde yoğunlaşan çalışmalar, kullanılan kimyasal katkıının etki mekanizmasını belirlemek açısından faydalı olabilir.

Diğer yandan, farklı amaçlar doğrultusunda boşluklu bir yapısal eleman oluşturulması söz konusu olduğunda, geliştirilecek malzemenin mikroyapısal özellikleri incelenebilir ve mikroyapısal modifikasyonların, boşlukların tipi (kanallı, kapalı sistem) ve dayanım gibi parametreler üzerindeki etkileri saptanabilir.

Ayrıca farklı tip kimyasal katkıların gerek çimento ile etkileşimleri gerekse kullanım amaçları doğrultusunda mikroyapısal özellikler üzerindeki etkilerin araştırılması gereklidir. Örnek olarak hava sürükleyici katkıların oluşturacağı boşluklu sistemin yapısının ve miktarının belirlenmesi dayanım hakkında bu mikroyapısal özelliğe bağlı olarak fikir edinilebilmesine olanak sağlayacaktır.

KAYNAKLAR

- Abiola, T., (2002). *Plastic shrinkage cracking of blended cements under hot weather conditions*. MS Dissertation, King Fahd University of Petroleum and Minerals, Dhahran, Saudi Arabia.
- ACI 116.R. (2005). *Cement and concrete terminology (SP-19)*, American Concrete Institute, ACI.
- ACI 212.R-04. (2004). *Chemical Admixtures for Concrete*, American Concrete Institute, ACI.
- ACI 201.2R-01. (2000). *Guide to durable concrete*. American Concrete Institute, ACI.
- ACI 209R. (1997). *Prediction of Creep, Shrinkage, and Temperature Effects in Concrete Structures*. American Concrete Institute, ACI.
- ACI 304R. (2000). *Guide for Measuring, Mixing, Transporting, and Placing Concrete*. American Concrete Institute, ACI.
- ACI 308R. (2001). *Guide to Curing Concrete*. American Concrete Institute, ACI.
- Agarwal, S.K., Masood, I., ve Malhotra, S.K. (2000). Compatibility of superplasticizers with different cements. *Construction & Building Materials*, 14, 235-259.
- Aitcin, PC., Jolicoeur, C., ve Macgregor, J.G. (1994). Superplasticizers: how they work and why they occasionally dont. *Concrete International*. 16 (5), 45–52.
- Al-Amoudi, O.S.B., Maslehuddin, M., ve Abiola, T.O. (2004). Effect of type and dosage of silica fume on the plastic shrinkage strains of concretes under hot weather conditions. *Construction Building Materials*, 18, 737–43.

- ASTM C 125. (2007). *Standart terminology relating to concrete and concrete aggregates*. Annual Book of ASTM Standarts.
- ASTM C 360.(1999). *Test Method for Ball Penetration in Freshly Mixed Hydraulic Cement Concrete*, Annual Book of ASTM Standarts.
- ASTM C 494 (2002). *Standart specification for chemical admixtures for concrete*, Annual Book of ASTM Standarts.
- Balshin, M.Y. (1949). Dokl. Akad. Nauk. SSSR 67, pp.831
- Blanks, R. F., ve Cordon W. A., (1949). Practices, experiences, and tests with air-entraining agents in making durable concrete, *ACI Journal*, 45 (6), 469-488
- Brandt, A.M. (1995). *Cement-based composites, materials, mechanical properties and performances*. London: E&FN Spon & Chapman and Hall.
- Brunauer, S. (1962). *American Scientist*, 50 (1), pp. 210-29.
- Canadian Portland Cement Association. (1978). *Design and control of concrete mixtures (31-50)*. Ottawa : CAC.
- Chermant, J.L. (2001). Why automatic image analysis? An introduction to this issue. *Cement&Concrete Composites*, 23, 127-131.
- Colleparidi M., (1984). Water Reducers/Retarders. In *Concrete Admixtures Handbook: Properties, Science and Technology (176-210)*, V.S. Ramachandran, ed., N.J.: Noyes Publications
- Colleparidi, M., (1998). Admixtures used to enhance placing characteristics of concrete. *Cement and Concrete Composites*. 20,103–12.

- Colleparidi, M. (1990). Degradation and restoration of masonry walls of historical buildings. *Materials and Structures*, 23, pp. 81-102.
- Copeland, L.E., Kantro, D.L., ve Verbeck, G. (1960). Chemistry of hydration of Portland cement. In: *Proceedings of the Fourth International Symposium on the Chemistry of Cement*, Washington, DC.
- Cordon, W. A. (1946). Entrained air—a factor in the design of concrete mixes, *ACI Journal*, 42 (6), 605-620.
- Coster, M., ve Chermant J.L. (1989). *Precis d'analyse d'images*. Paris: Les Edirions du CNRS, 2nd ed., Les Presses du CNRS.
- Coster, M., ve Chermant, J.L. (2001). Image analysis and mathematical morphology for civil engineering materials. *Cement & Concrete Composites*, 23, 133-151.
- Crumbie, A.K. (2001). SEM microstructural studies of cementitious materials: Sample preparation of polished sections and microstructural observations with backscattered images-artifacts and practical considerations, *Proceedings of the 23rd International Conference on Cement Microscopy*, Albuquerque. DeHoff, R.T., Rhines, F.N. (1968). *Quantitative microscopy*. New York: McGraw-Hill.
- Detwiller, R.J., Powers, L.J., Jakobsen, U.H., Ahmed W.U., Scrivener K.L., ve Kjellsen, K.O., (2001). Preparing Specimens for Microscopy. *Concrete International*, pp.51-58.
- Diamond, S. (1976). Cement paste microstructure – an overview at several levels. *Proc. Conf. On Hydraulic Cement Pastes: Their structure and properties*, Sheffield: Cement and Concrete Association, pp. 2-30.
- Diamond, S. (1986). The microstructure of cement paste in concrete. *Proceedings of 8th. International Congress of Chemistry of Cement*. Rio de Janerio, pp. 122-147.

Feldman, R.F., ve Sereda, P.J. , (1970). *Engineering Journal*, 53 (8/9), p.53-59.

Gosset, W.S. (1908). The probable error of a mean. *Biometrika*, 6 (1), 1-25.

Gupta, P., Chatterji, S., ve Jeffrey, J.W. (1970). Studies on the effect of various additives on the hydration reaction of tricalcium aluminate, part 1, *Cement Technology*, 1, pp. 3-10.

Hall, D.A., Stevens, R., ve El-Jazairi, B. (2001). The effects of retarders on microstructure and mechanical properties of magnesia-phosphate cement mortar. *Cement&Concrete Research*, 31, 455-465.

Hana, E., Luke, K., Perraton, D., ve Aitcin, P.C. (1989). Rheological behavior of portland cement in the presence of a superplasticizer. *In: Proceedings of the Third International Conference on Superplasticizers and other Chemical Admixtures in Concrete*, Detroit: ACI SP-119, pp. 171–88.

Hanehara, S., ve Yamada, K. (1999). Interaction between cement and chemical admixture from the point of cement hydration, absorption behavior of admixture, and paste rheology. *Cement and Concrete Research*, 29, 1159-1165.

Hasselman, D.P.H., (1963). *Journal of American Ceramic Society*, 46, pp.564.

Howard, E.L, Griffiths, K.K, ve Moulton, W.E. (1960). Field experience using waterreducers in ready-mixed concrete. *Symposium on Effect of Water-Reducing Admixtures and Set- Retarding Admixtures on Properties of Concrete*, STP 266, ASTM International, West Conshohocken, Pa., pp. 140-147.

Hsu, T.T.C., Slate, F.O.,Sturman, G.M., ve Winter, G. (1963) Microcracking of plain concrete and the shape of the stres-strain curve. *ACI Journal*, 60 (2), 209-24

- Jaiswall, S.S., Igusa, T., Styer, T., Karr, A., ve Shah, S.P. (1997). Influence of microstructure and fracture on the transport properties in cement-based materials. *In Proceedings of the International Symposium on Brittle Matrix Composites, BMC5* (Brandt AM, Li VC, Marshall ICH, eds). Warsaw: BIGRAF and Woodhead Publishers.
- Jeulin, D. (1997). *Advances in theory and applications of random sets*. Singapore: World Scientific.
- Lewis, J.A., ve Kriven, W.M. (1993). Microstructure-property relationships in macro-defect-free cement. *Materials Research Society Bulletin*, 18, 72-77.
- Lian-zhen, X., Zong-jin, Li., ve Xiao-sheng W., (2007). Selection of superplasticizer in concrete mix design by measuring the early electrical resistivities of pastes. *Cement and Concrete Composites*, 29, 350–356.
- Marton, L., (1968). *Early history of the electron microscope*. San Francisco: San Francisco Pres, Inc.
- Mather, B., (1990). *How to Make Concrete that Will Be Immune to the Effects of Freezing and Thawing*, Paul Klieger Symposium on Performance of Concrete, SP-122, David Whiting, ed., American Concrete Institute, Farmington Hills, Mich., pp. 1-18.
- Matsuhisa, M., Yamada, K., Ishimoro, M., ve Kaneda, Y. (1998). Effect of cement character on the fluidity of cement paste with beta-naphthalene sulphonate type or polycarboxylate type superplasticizers. *Proceedings of the Japan Concrete Institute*, 20, 2, pp.67-72.
- Mehta, P. K., ve Monteiro, P. J. M., (1993). *Concrete: microstructure, properties and materials*, (2nd Edition). New York: Prentice Hall.

- Microsoft Office. (2003). Microsoft Office Professional Edition. Microsoft Cooperation
- Mindess, S., Young J.F., ve Darwin, D. (2002). *Concrete (second edition)*. New York: Prentice Hall.
- Monteiro P., (2004). Microstructure of Concrete. *Basılmamış Ders Notları*, Berkeley: University of California.
- Moranville-Regourd, M.(1992). Microstructure of high performance concrete. In *High performance concrete from material to structure* (Mailer Y, ed.). London: E&FN Spon, p. 3-33.
- Mouret, M., Ringot, E., ve Bascoul, A. (2001). Image analysis: a tool for the characterization of hydration of cement in concrete-metrological aspects of magnification on measurement. *Cement&Concrete Composites*, 23, 201-206.
- Neville, A.M. (1997). *Properties of Concret,(Third Edition.)*, England: Longman ltd.
- Okamura, H., Maekawa, K., ve Osawa, K. (1993). *High Performance Concrete*. Tokyo: Gihoudo.
- Osipov, A.D., (1978). Concrete setting retarders. *Power Technology and Engineering*, 12 (7), 670-678.
- Öztürk A.U., (2006). The effects of using different types of retarders on the early microstructure characteristics of cement mortar. Lausanne, Switzerland: Ecole Polytechnique University.
- Powers, T.C., ve Brownyard, T.L.(1948). Studies of the physical properties of hardened portland cement pastes. *ACI Journal*, 3, 1-9.
- Powers, T.C. (1958). *Journal of American Ceramic Society*, 61 (1), 1-5.

- Powers, T. C., (1968). *Properties of fresh concrete*. New York: John Wiley & Sons, New York.
- Rai, S., Chaturvedi, S., ve Singh, N.B. (2004). Examination of portland cement paste hydrated in the presence of malic acid. *Cement&Concrete Research*, 34, 455-462.
- Ramachandran V.S., ve Beaudoin, J.J. (2001). *Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science and Technology Principles, Techniques and Applications*. New Jersey: Noyes Publications.
- Ramachandran, V.S. (1995). *Concrete admixtures handbook*. New Jersey: Noyes Publications,
- Redon, C., Chermant, L., Chermant, J.L., ve Coster, M. (1999). Automatic image analysis and morphology of fiber reinforced concrete. *Cement&Concrete Composites*, 21, 403-412.
- Ringot, E. (1988). Automatic quantification of microcrack network by stereological method of total projection in mortars and concretes. *Cement&Concrete Research*, 18, 35-43.
- Ronald, E.W., ve Raymond, H.M., (1972). *Probability and statistics for engineering and scientists*. New York: Macmillan Company.
- Ryshkewitch, E. (1953). *Journal of American Ceramic Society*, 36, pp.65.
- Schiller, K.K., (1958) Porosity and Strength of Brittle Solids, Mechanical Properties of Non-metallic Brittle Materials, Butterworth, London, p.p. 35-45.
- Schiller, K.K. (1960). *British Journal Applied. Physics*. 11, pp.338-342.

- Schutz R.J. (1959). Setting Time of Concrete Controlled by the Use of Admixtures. *ACI Journal*, 55 (7), pp. 769-781.
- Scrivener, K.L, Patel, H.H., Pratt, P.L., ve Parrott L.J. (1987). Analysis of phases in cement paste using backscattered electron images, methanol adsorption and thermogravimetric analysis. In: *Microstructural Development During the Hydration of Cement. Proceedings of Materials Research Society Symposium*, vol. 85. pp. 67–76.
- Scrivener, K. (1989). *The microstructure of concrete. Materials science of concrete*, (J. Skalny, ed.), Westerville : *American Ceramic Society*, 1: 127-162.
- Scrivener, K.L., (2004) Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: understanding and quantification. *Cement&Concrete Composites*; 26 (8), pp.935-944.
- Serra, J.(1982). *Image analysis and mathematical morphology*. New York, London: Academic Pres; 1982.
- Sing, N.K., Mishra, P.C., Singh, V.K., ve Narang, K.K. (2003). Effects of hydroxyethyl cellulose and oxalic acid on the properties of cement. *Cement&Concrete Research*, 33, 1319-1329.
- Skalny, J., Gebauer, J., ve Odler, I., (2001) Scanning electron microscopy in concrete petrography. *Materials science of concrete special volume : Calcium hydroxide in concrete*, *American Ceramic Society*. Anna Maria Island, Florida, pp 59-72.
- Snedecor, G.W. (1956). *Statistical Methods*. Iowa: Iowa State University Pres.
- Stang, H., Mobasher, B., ve Shah, S.P. (1990). Quantitative damage characterization in polypropylene fibre reinforced concrete. *Cement&Concrete Research*, 20, 540-558.

- Stroeven, P. (1973). *Some aspects of the micromechanics of concrete*. PhD Dissertation, TU Delft University of Technology, Netherland.
- Stroeven P.(1986). Stereological approaches to cementitious composites. *Proceedings of the First International Symposium for Science on Form*. In: Kato, Y., Takaki, R., Toriwaki, eds., Tokyo; KTK Scientific Publishers.
- Stutzman, P.E., ve Clifton, J.R. (1999). Specimen Preparation for Scanning Electron Microscopy. *Proceedings of the 21st International Conference on Cement Microscopy*, Las Vegas, pp 10-22.
- TS EN 196-1. (2002). *Çimento Deney Metotları-Bölüm1: Dayanım Tayini*. Türk standartları enstitüsü, TSE.
- TS EN 196-2. (2002). *Çimento Deney Metotları- Bölüm 2: Çimentonun Kimyasal Analizi*. Türk standartları enstitüsü, TSE.
- TS EN 196-3. (2002). *Çimento Deney Metotları- Bölüm 3: Priz Süresi ve Hacim Genleşme Tayini*. Türk standartları enstitüsü, TSE.
- TS EN 196-6. (2000). *Çimento Deney Metotları-Bölüm 6 :İncelik Tayini*, Türk standartları enstitüsü, TSE.
- TS EN 197-1. (2008). *Çimento- Bölüm 1: Genel Çimentolar- Bileşim, Özellikler ve Uygunluk Kriterleri*, Türk standartları enstitüsü, TSE.
- TS EN 934-2. (2002). *Kimyasal Katkılar- Beton, Harç ve Şerbet İçin- Bölüm 2: Beton Katkıları- Tarifler ve Özellikler, Uygunluk, İşaretleme ve Etiketleme*, Türk standartları enstitüsü, TSE.
- TS 1248. (1989). *Beton Yapım, Döküm ve Bakım Kuralları-Anormal Hava Şartlarında*, Türk standartları Enstitüsü, TSE.

- Tuthill, L.H., Adams, R.F., ve Hemme, J.R. (1960). Observations in Testing and Use of Water- Reducing Admixtures. *Symposium on Effect of Water-Reducing Admixtures and Set- Retarding Admixtures on Properties of Concrete*, STP 266, ASTM International, West Conshohocken, Pa., pp. 97-123.
- Uchikawa, H., Hanehara, S., Shirasaka, T., ve Sawaki, D. (1992). Effect of admixture on hydration of cement, adsorptive behavior of admixture, and fluidity and setting of fresh cement paste. *Cement&Concrete Research*, 22 (6), pp.1115–29.
- Uchikawa, H., Sawaki, D., ve Hanehara, S. (1995). Influence of kind and added timing of organic admixture on the composition, structure and property of fresh cement paste. *Cement&Concrete Research*, 25 (2), 353-364.
- Underwood, E.E. (1970). *Quantitative stereology*. Reading: MA: Addison-Wesley.
- Weibel, ER. (1979). *Stereological method, vol. 1: Pratical methods for biological morphometry*. New York: Academic Pres.
- Wong, H.S., Head, M.K., ve Buenfeld, N.R. (2006). Pore segmentation of cement based materials from backscattered electron images. *Cement & Concrete Research*, 6, 1083-1090.
- Zhang, M. H., ve Gjorv, O.E. (1990). Microstructure of interfacial zone between lightweight aggregate and cement paste. *Cement&Concrete Research*, 20, pp.610-18.
- Zhang X., (2007). *Quantitative microstructural characterisation of concrete cured under realistic temperature conditions*. Ph.d Dissertation, Lausanne, Switzerland: Ecole Polytechnique University.

EKLER**EK A- ÇİMENTO HARÇ ÖRNEKLERİNE AİT DAYANIM DEĞERLERİ****EK B- ÇİMENTO HARÇ ÖRNEKLERİNE AİT MİKROGRAFIKLER****EK C- MİKROYAPISAL ÖZELLİKLERİN ZAMANA VE DOZAJA BAĞLI DEĞİŞİMLERİ**

EK A- ÇİMENTO HARÇ ÖRNEKLERİNE AİT DAYANIM DEĞERLERİ

Basıncı Dayanımı Değerleri

Gün	CI	NSB1-1.0	NSB1-1.5	NSB1-2.0	LMP1-1-0.4	LMP1-1-1.0	LMP1-1-1.5
1	22,77	19,63	16,20	10,94	20,41	14,20	11,80
2	29,80	26,09	22,90	16,28	27,10	20,30	16,74
3	34,13	31,23	28,94	22,61	31,76	27,10	23,33
5	39,70	37,23	34,57	29,64	37,86	33,10	30,07
7	43,83	41,44	38,74	33,60	41,97	37,20	34,10
28	51,80	53,40	47,50	41,50	54,30	46,00	41,65
90	55,35	56,90	50,50	44,29	57,50	48,80	45,00

Gün	CI	LMP2-1-0.4	LMP2-1-1.0	LMP2-1-1.5	MP1-0.2	MP1-1.5	MP1-2.0
1	22,77	21,15	14,30	12,10	21,56	13,50	10,75
2	29,80	28,10	21,00	17,24	28,94	19,72	15,75
3	34,13	32,82	27,80	23,90	34,56	26,65	22,24
5	39,70	38,72	33,88	30,45	39,50	32,69	29,17
7	43,83	42,56	37,68	34,50	43,65	36,00	33,30
28	51,80	54,60	46,60	42,15	54,70	45,20	40,30
90	55,35	57,90	49,20	45,70	58,00	47,80	43,40

Gün	CII	NSB2-1.0	NSB2-1.5	NSB2-2.0	LMP1-2-0.4	LMP1-2-1.0	LMP1-2-1.5
1	21,35	18,36	15,76	9,88	19,80	12,96	10,21
2	28,75	25,20	21,20	14,12	26,25	19,33	15,05
3	33,05	30,96	28,24	21,27	31,45	25,96	21,78
5	38,98	36,33	34,08	27,70	37,49	32,19	28,46
7	42,93	41,07	38,12	32,15	41,64	35,85	32,78
28	52,25	53,75	47,76	41,85	55,15	46,96	42,46
90	55,87	57,25	50,85	45,05	58,20	49,33	46,05

Gün	CII	LMP2-2-0.4	LMP2-2-1.0	LMP2-2-1.5	MP2-0.2	MP2-1.5	MP2-2.0
1	21,35	20,66	13,10	10,40	20,75	12,76	9,61
2	28,75	27,28	19,66	15,38	27,78	18,20	13,86
3	33,05	31,96	26,22	22,08	32,24	25,30	20,67
5	38,98	37,96	32,42	28,97	38,39	31,79	26,15
7	42,93	42,10	35,96	33,08	42,20	34,90	31,79
28	52,25	55,20	47,40	43,20	55,30	45,85	41,15
90	55,87	58,33	50,15	46,35	58,85	47,97	44,05

Eğilme Dayanımı Değerleri

Gün	CI	NSB1-1.0	NSB1-1.5	NSB1-2.0	LMP1-1-0.4	LMP1-1-1.0	LMP1-1-1.5
1	2,76	2,17	1,85	1,05	2,32	1,46	1,11
2	5,08	4,37	4,04	2,58	4,51	3,41	2,77
3	5,72	4,92	4,56	3,42	5,15	4,21	3,63
5	7,43	6,83	6,40	4,56	7,02	5,90	4,88
7	8,82	7,94	7,63	5,50	8,24	7,07	5,85
28	9,26	9,71	8,52	6,40	9,67	7,86	6,56
90	10,03	10,22	9,11	7,31	10,20	8,58	7,55

Gün	CI	LMP2-1-0.4	LMP2-1-1.0	LMP2-1-1.5	MP1-0.2	MP1-1.5	MP1-2.0
1	2,76	2,47	1,57	1,15	2,63	1,37	1,00
2	5,08	4,83	3,79	2,94	5,04	3,30	2,43
3	5,72	5,36	4,41	3,74	5,54	4,13	3,31
5	7,43	7,18	6,22	5,28	7,34	5,74	4,48
7	8,82	8,53	7,32	5,94	8,65	6,90	5,29
28	9,26	9,73	7,90	6,96	9,82	7,67	6,19
90	10,03	10,30	8,75	7,68	10,45	8,29	7,14

Gün	CII	NSB2-1.0	NSB2-1.5	NSB2-2.0	LMP1-2-0.4	LMP1-2-1.0	LMP1-2-1.5
1	2,53	2,02	1,68	0,85	2,22	1,23	0,90
2	5,01	4,22	3,87	2,21	4,40	3,05	2,28
3	5,49	4,75	4,49	2,94	5,01	3,88	3,03
5	7,30	6,70	6,28	3,96	6,91	5,45	4,10
7	8,58	7,72	7,42	4,65	7,97	6,21	4,77
28	9,51	9,80	9,04	6,62	9,89	8,02	7,18
90	10,11	10,20	9,25	7,61	10,54	8,85	7,80

Gün	CII	LMP2-2-0.4	LMP2-2-1.0	LMP2-2-1.5	MP2-0.2	MP2-1.5	MP2-2.0
1	2,53	2,37	1,32	0,94	2,41	1,18	0,80
2	5,01	4,66	3,16	2,36	4,75	2,98	2,13
3	5,49	5,13	3,97	3,17	5,24	3,80	2,87
5	7,30	7,05	5,60	4,25	7,16	5,32	3,77
7	8,58	8,33	6,55	5,05	8,44	6,09	4,50
28	9,51	9,92	8,22	7,43	10,00	7,76	6,31
90	10,11	10,64	8,95	7,91	10,80	8,48	7,24

Eğilme Sonrası Basınç Dayanımı Değerleri

Gün	CI	NSB1-1.0	NSB1-1.5	NSB1-2.0	LMP1-1-0.4	LMP1-1-1.0	LMP1-1-1.5
1	13,25	10,70	8,40	4,30	11,50	7,01	4,89
2	27,24	23,90	20,26	14,58	24,73	18,80	15,90
3	31,40	28,00	26,38	20,93	28,60	25,20	22,28
5	35,18	32,56	30,45	25,77	33,10	29,30	26,78
7	40,60	37,80	34,68	29,19	38,56	33,20	30,26
28	45,50	46,00	40,15	34,22	46,84	38,80	34,67
90	53,12	53,90	47,98	40,56	54,25	46,00	42,00

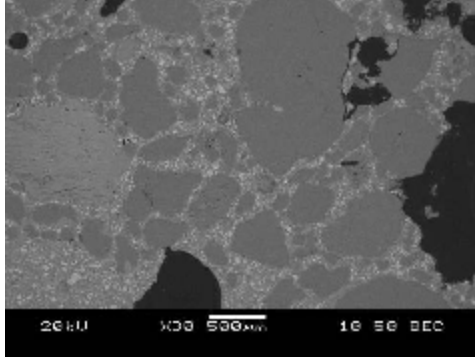
Gün	CI	LMP2-1-0.4	LMP2-1-1.0	LMP2-1-1.5	MP1-0.2	MP1-1.5	MP1-2.0
1	13,25	12,30	7,31	5,32	12,86	6,40	3,87
2	27,24	25,79	19,30	16,69	26,68	18,40	13,82
3	31,40	29,75	25,29	23,27	30,68	25,00	20,23
5	35,18	33,92	29,52	27,24	34,64	28,90	25,00
7	40,60	39,03	33,70	30,80	39,86	32,40	28,36
28	45,50	47,30	39,54	35,24	47,60	38,00	33,40
90	53,12	54,50	47,00	42,70	54,68	45,30	40,10

Gün	CII	NSB2-1.0	NSB2-1.5	NSB2-2.0	LMP1-2-0.4	LMP1-2-1.0	LMP1-2-1.5
1	12,56	10,30	7,83	2,88	11,17	5,95	3,14
2	26,46	23,15	19,64	12,76	24,36	17,95	13,16
3	30,41	27,86	25,62	19,05	28,36	24,46	19,50
5	34,45	32,45	29,79	23,77	32,89	28,20	24,17
7	39,64	37,25	34,21	27,47	38,15	31,74	27,60
28	46,00	46,56	40,66	34,76	47,80	39,77	35,74
90	53,55	54,12	48,56	42,05	54,82	47,27	43,92

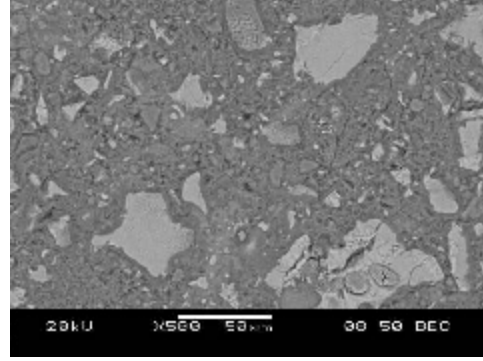
Gün	CII	LMP2-2-0.4	LMP2-2-1.0	LMP2-2-1.5	MP2-0.2	MP2-1.5	MP2-2.0
1	12,56	11,67	6,21	3,44	12,00	5,72	2,71
2	26,46	25,37	18,28	13,59	25,59	17,59	12,40
3	30,41	29,12	24,76	19,83	29,36	23,90	18,51
5	34,45	33,39	28,50	24,63	33,59	27,77	23,60
7	39,64	38,64	32,07	27,87	38,88	31,50	27,21
28	46,00	48,28	40,07	36,72	48,62	38,18	34,05
90	53,55	55,23	47,82	44,43	55,82	45,75	40,23

EK B- ÇİMENTO HARÇ ÖRNEKLERİNE AİT MİKROGRAFLER

Her bir örneğin 30X ve 500X büyütmelerde yeter sayıda farklı bölgesinden görüntüleri alınmıştır. İki farklı büyütmede görüntüleri alınan parlak kesit örneklerin mikrografikleri aşağıda sunulmuştur.

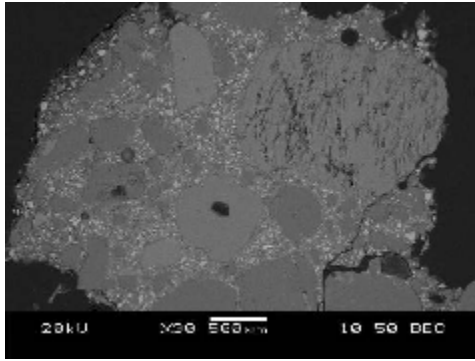


(a)

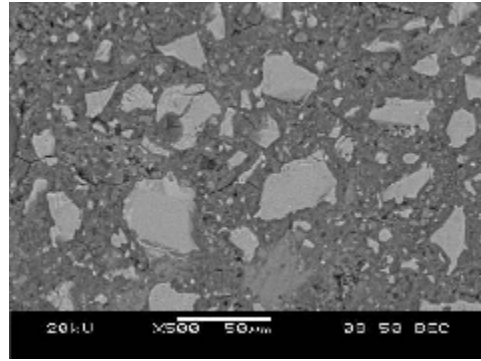


(b)

Ek B-1 Kontrol (CI) örneğinin 1 günlük mikrofrikleri (a)30X, (b) 500X

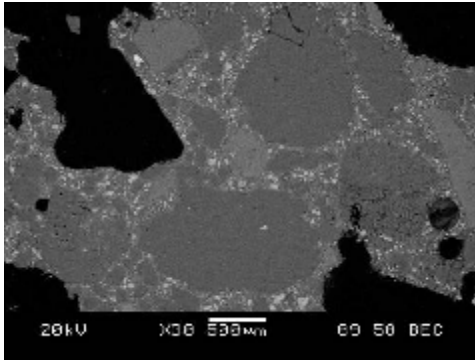


(a)

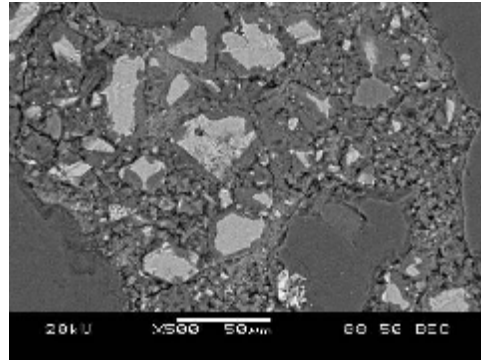


(b)

Ek B-2 Kontrol (CI) örneğinin 2 günlük mikrofrikleri (a)30X, (b) 500X

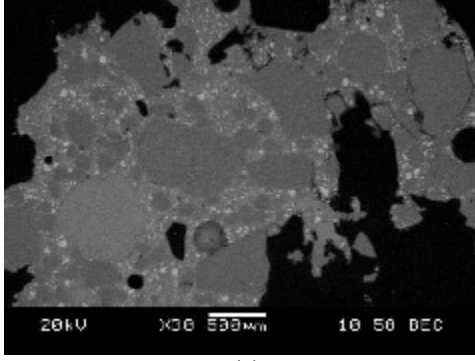


(a)

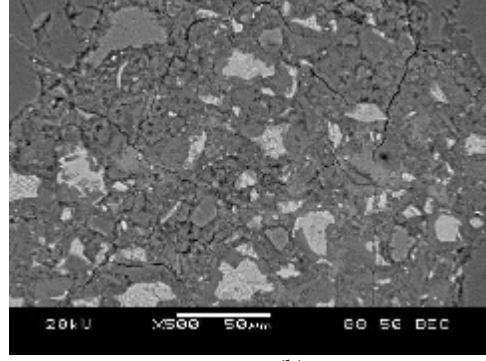


(b)

Ek B-3 Kontrol (CI) örneğinin 7 günlük mikrofrikleri (a)30X, (b) 500X

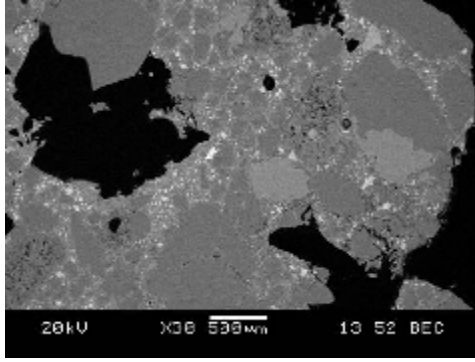


(a)

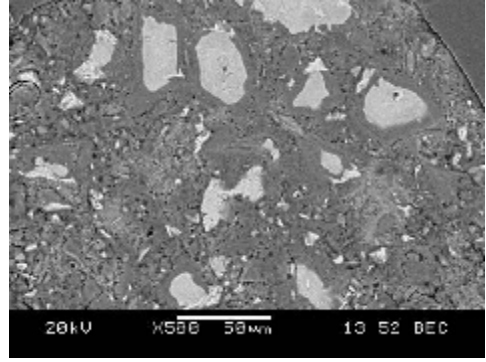


(b)

Ek B-4 Kontrol (CI)örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

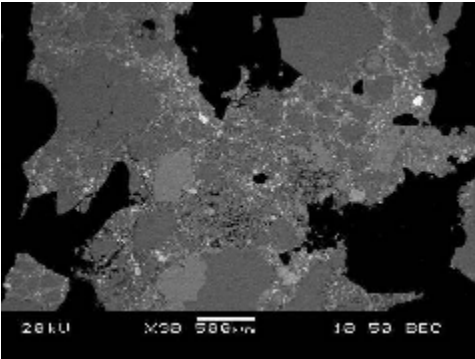


(a)

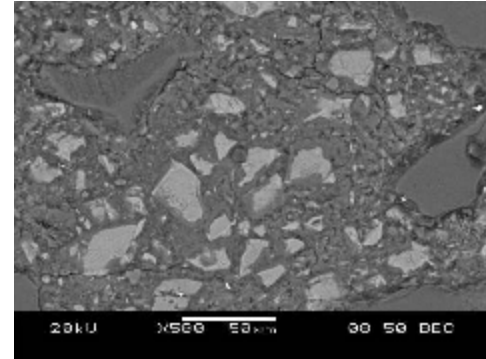


(b)

Ek B-5 Kontrol (CI)örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

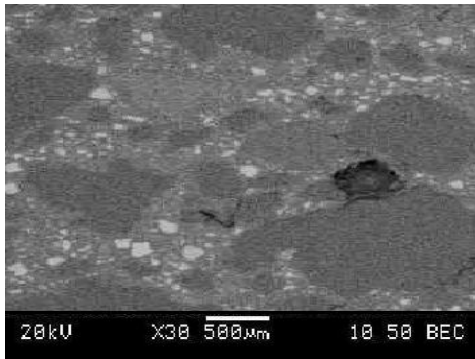


(a)

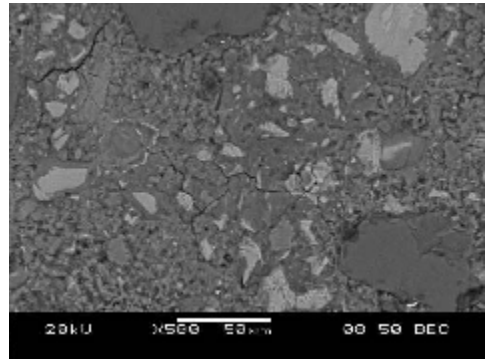


(b)

Ek B-6 NSB1-1.0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

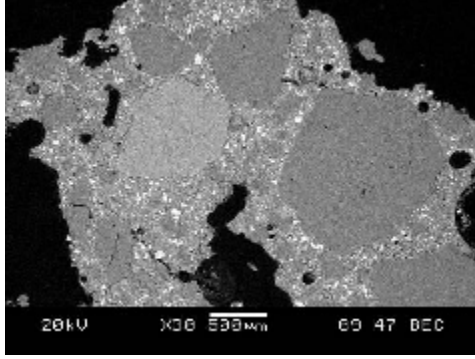


(a)

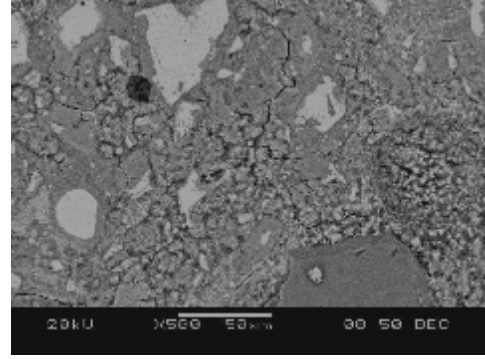


(b)

Ek B-7 NSB1-1.0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

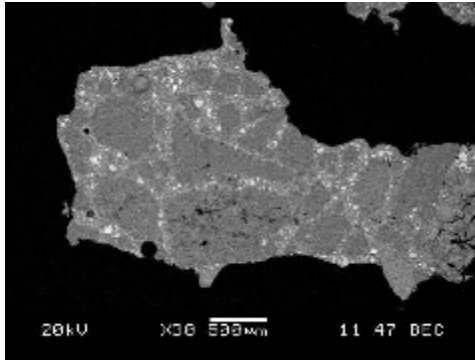


(a)

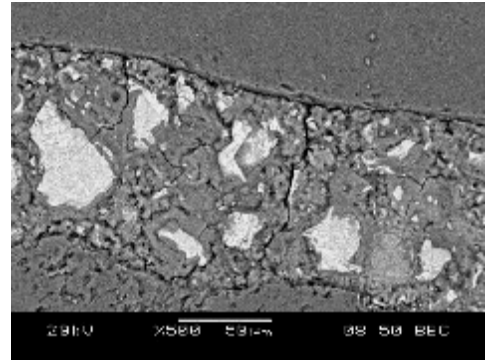


(b)

Ek B-8 NSB1-1.0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

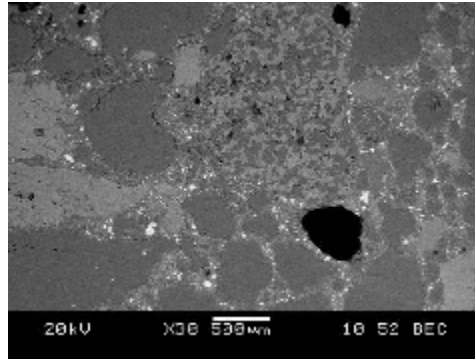


(a)

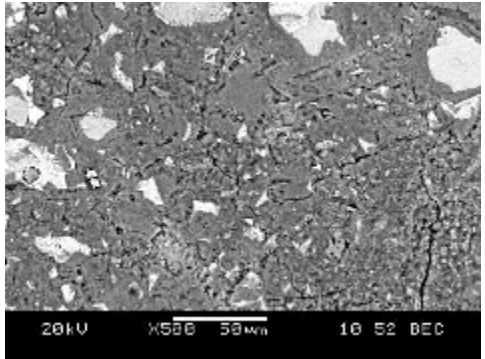


(b)

Ek B-9 NSB1-1.0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

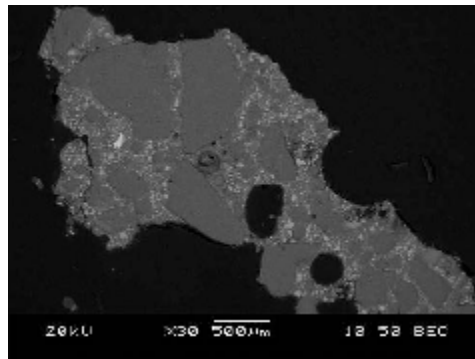


(a)

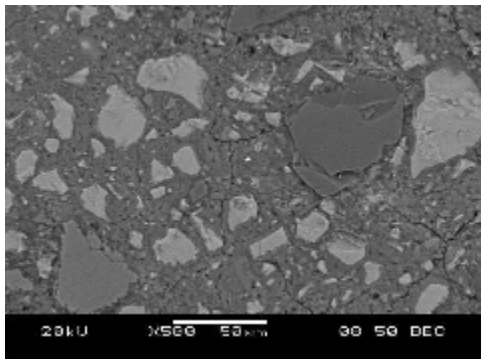


(b)

Ek B-10 NSB1-1.0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

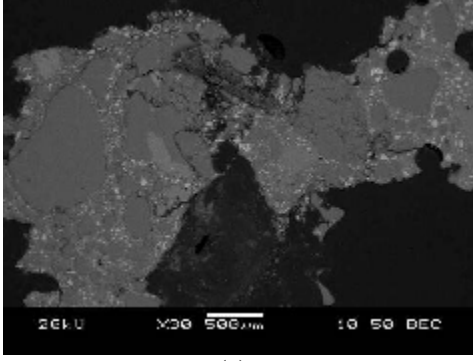


(a)

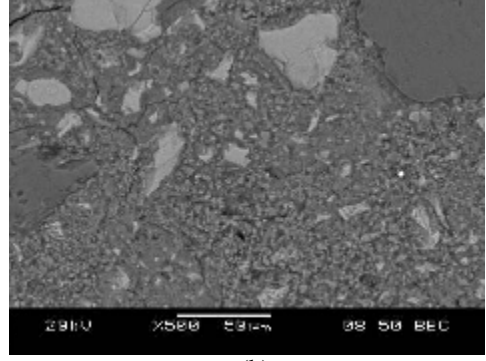


(b)

Ek B-11 NSB1-1.5 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

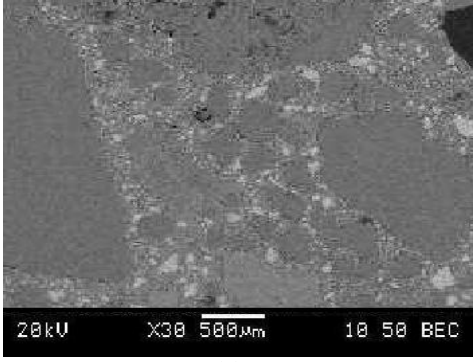


(a)

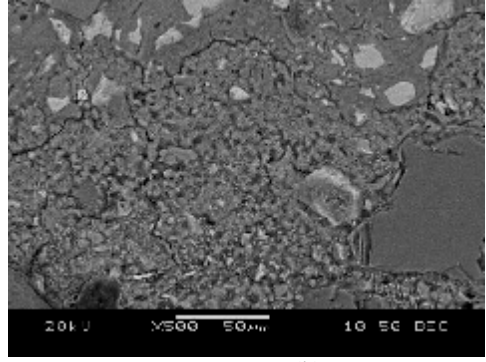


(b)

Ek B-12 NSB1-1.5 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

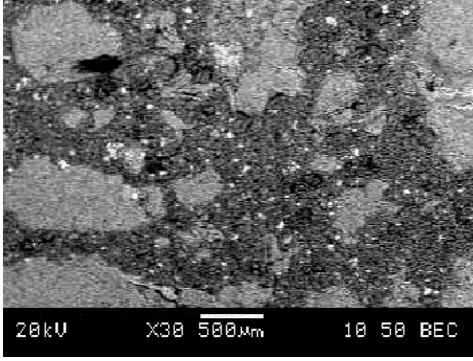


(a)

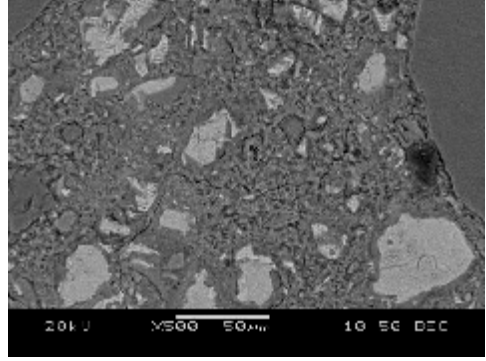


(b)

Ek B-13 NSB1-1.5 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

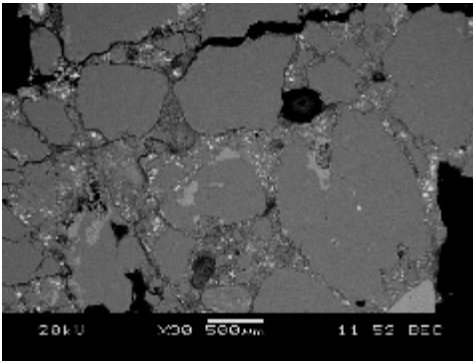


(a)

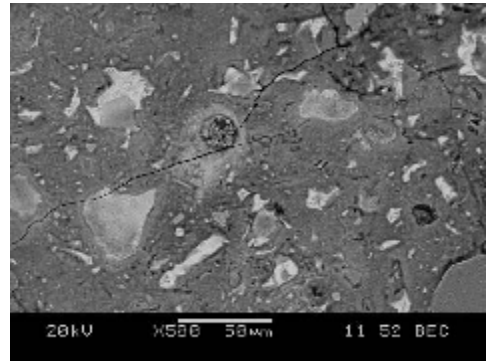


(b)

Ek B-14 NSB1-1.5 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

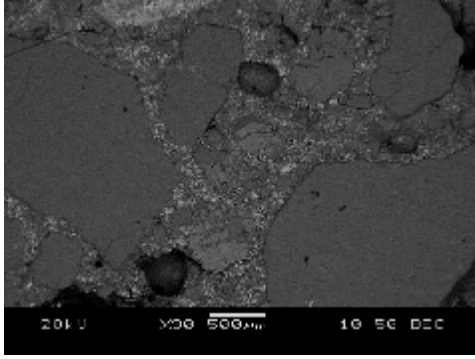


(a)

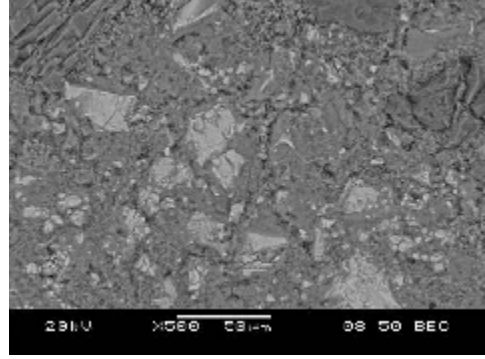


(b)

Ek B-15 NSB1-1.5 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

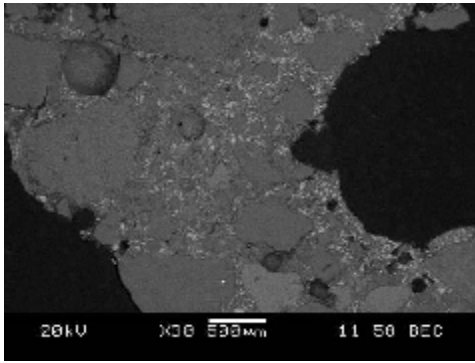


(a)

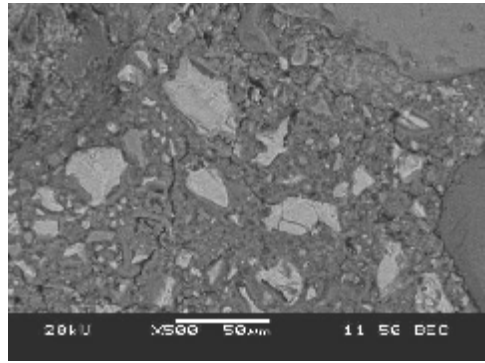


(b)

Ek B-16 NSB1-2.0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

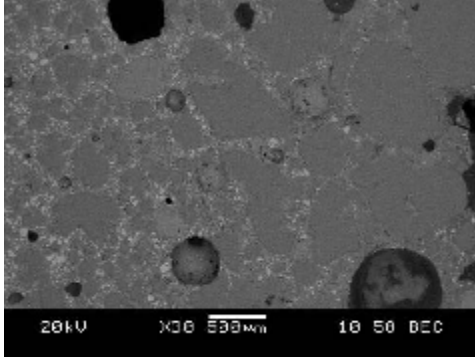


(a)

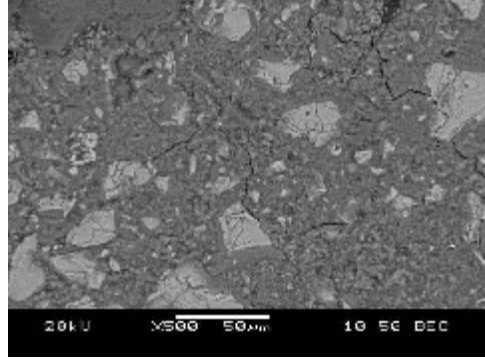


(b)

Ek B-17 NSB1-2.0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

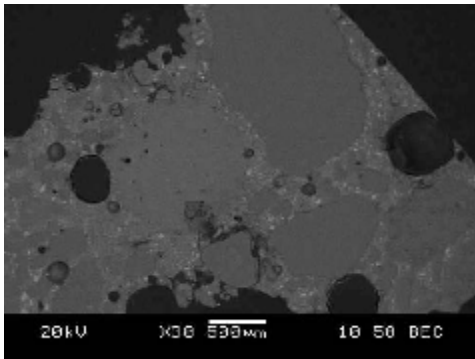


(a)

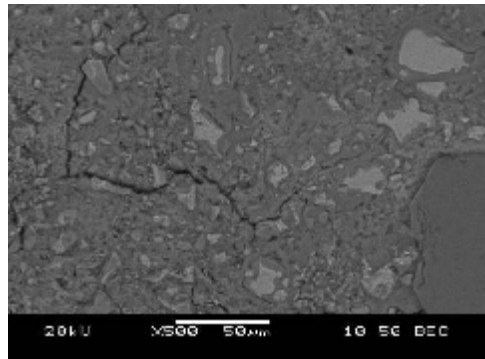


(b)

Ek B-18 NSB1-2.0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

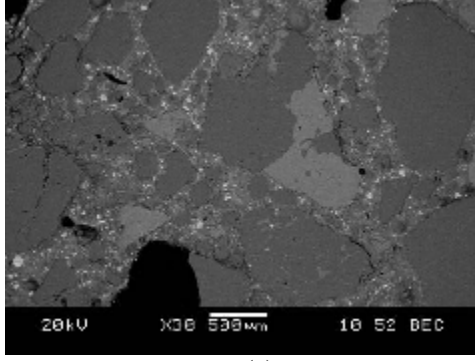


(a)

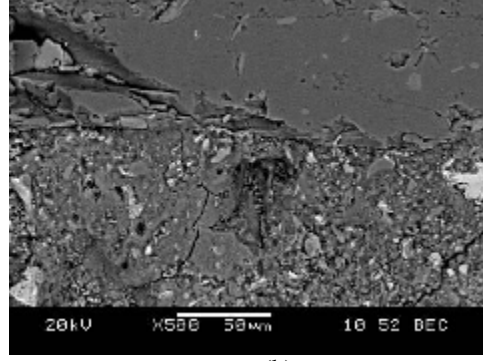


(b)

Ek B-19 NSB1-2.0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

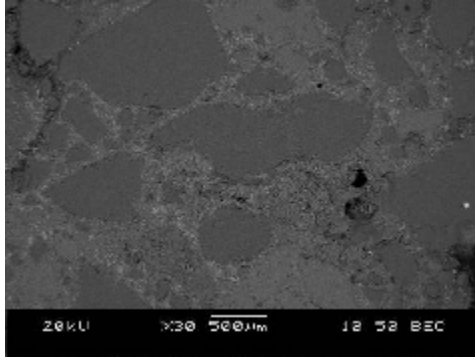


(a)

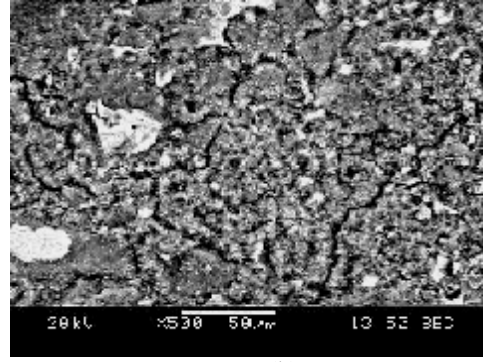


(b)

Ek B-20 NSB1-2.0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

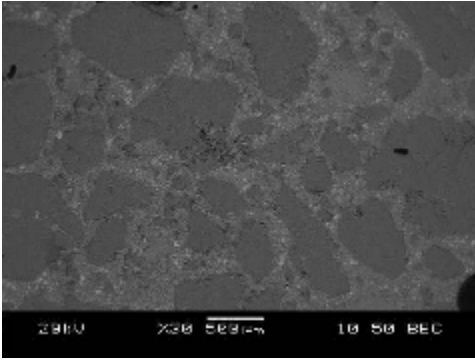


(a)

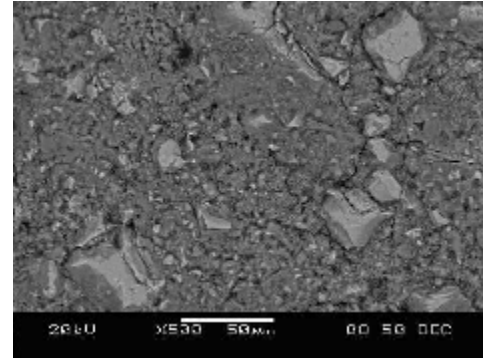


(b)

Ek B-21 LMP1-1-0.4 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

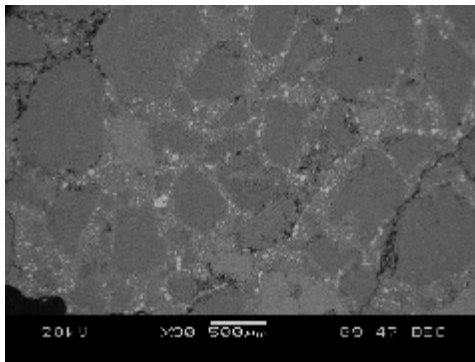


(a)

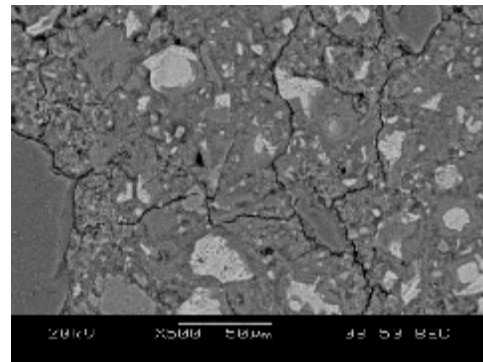


(b)

Ek B-22 LMP1-1-0.4 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

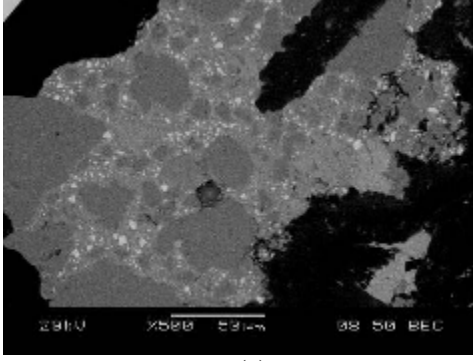


(a)

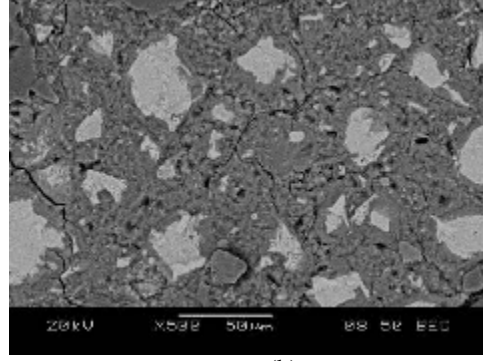


(b)

Ek B-23 LMP1-1-0.4 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

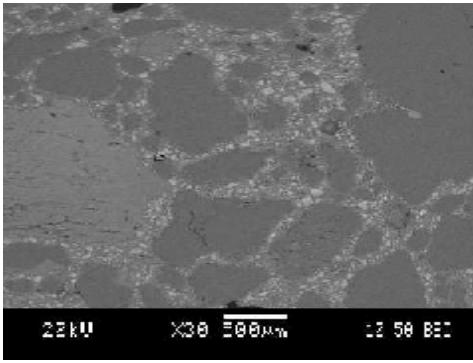


(a)

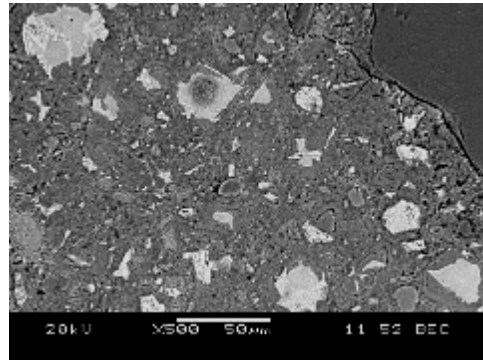


(b)

Ek B-24 LMP1-1-0.4 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

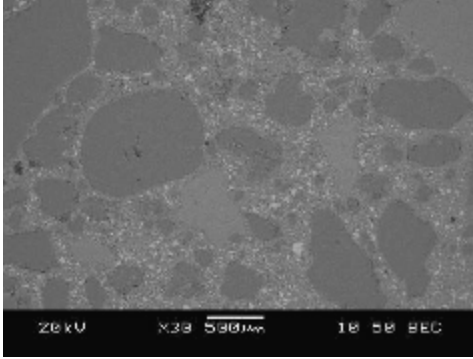


(a)

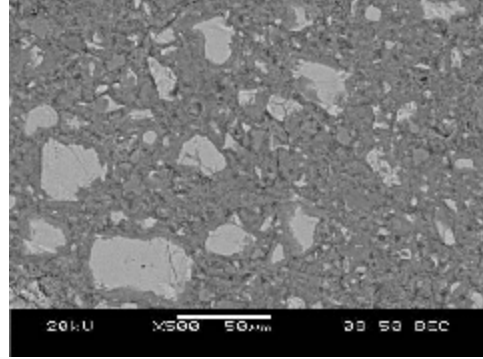


(b)

Ek B-25 LMP1-1-0.4 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

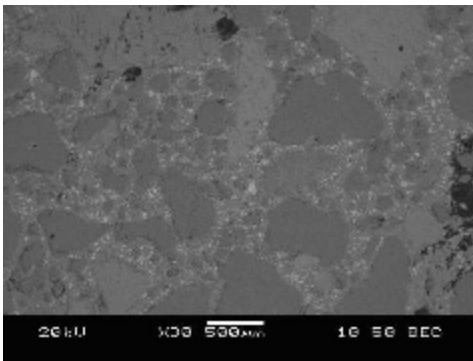


(a)

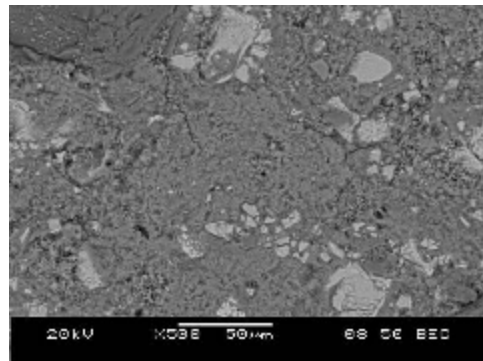


(b)

Ek B-26 LMP1-1-1.0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

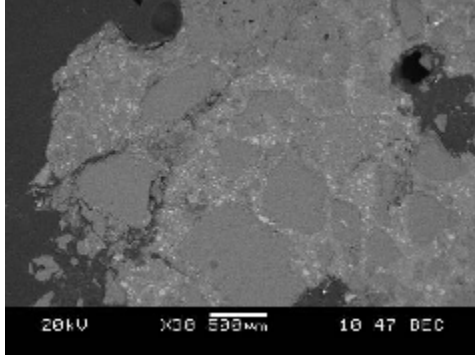


(a)

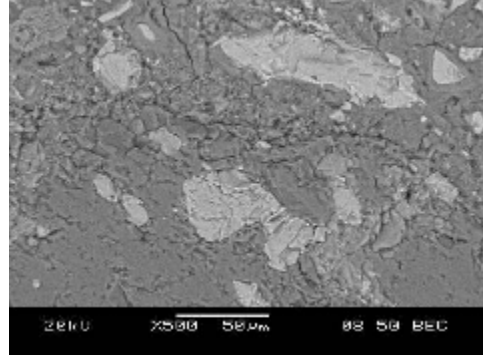


(b)

Ek B-27 LMP1-1-1.0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

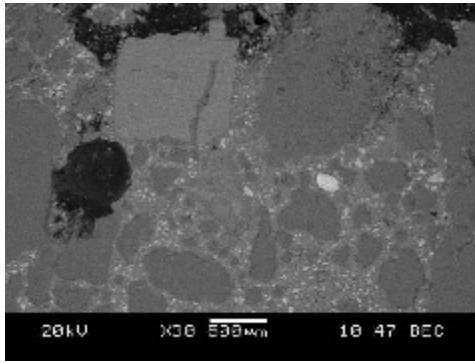


(a)

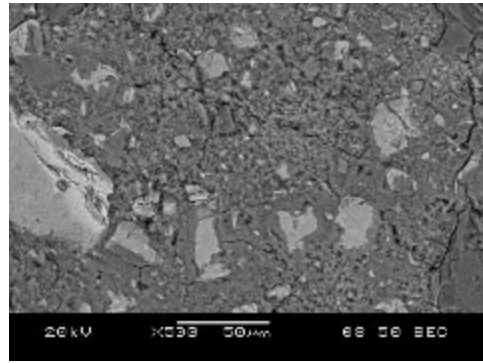


(b)

Ek B-28 LMP1-1-1.0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

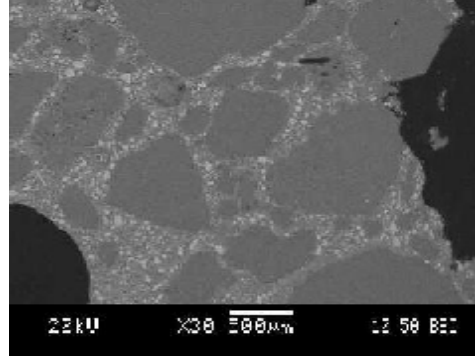


(a)

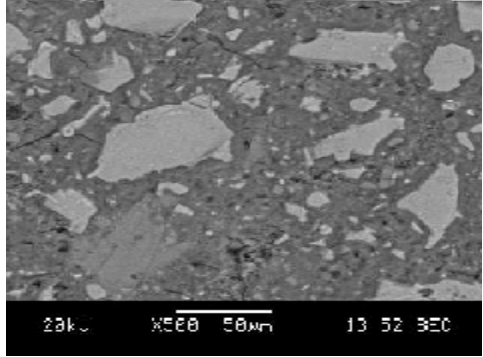


(b)

Ek B-29 LMP1-1-1.0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

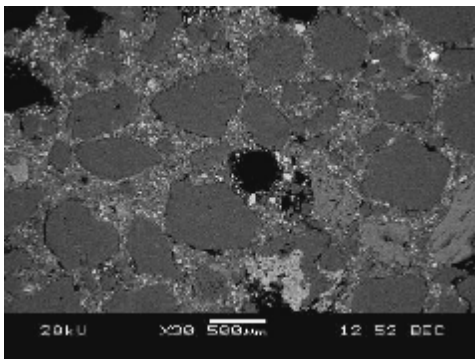


(a)

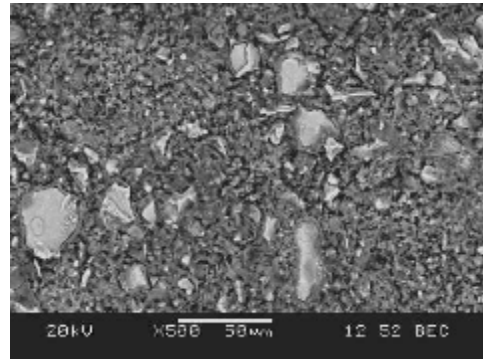


(b)

Ek B-30 LMP1-1-1.0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

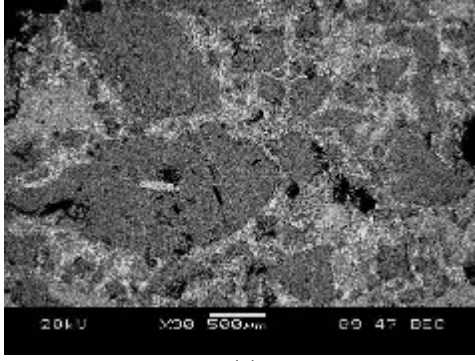


(a)

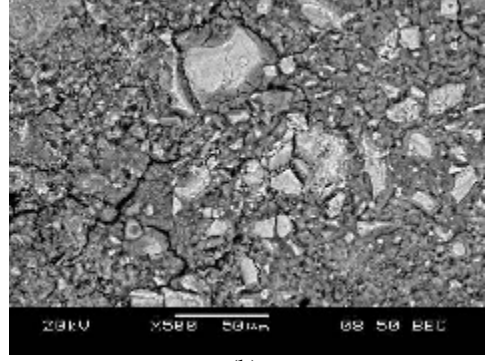


(b)

Ek B-31 LMP1-1-1.5 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

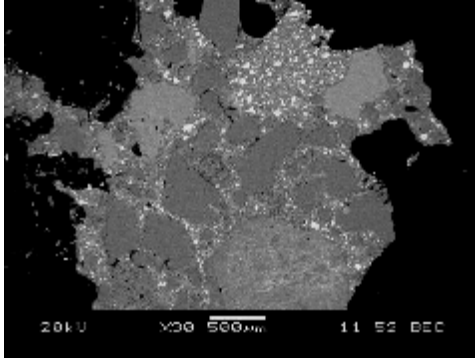


(a)

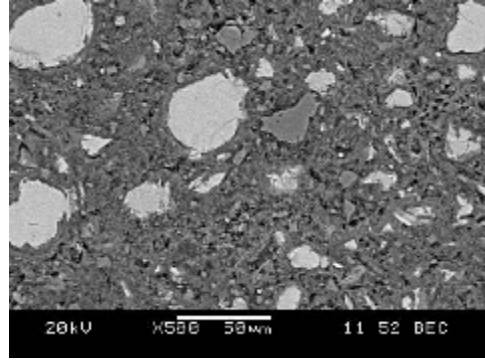


(b)

Ek B-32 LMP1-1-1.5 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

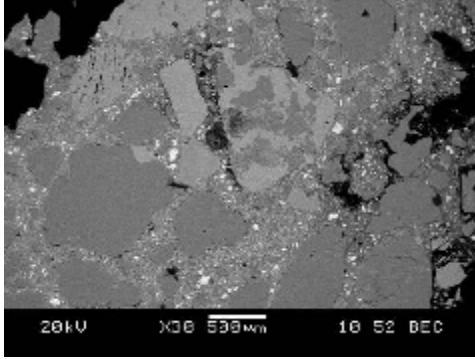


(a)

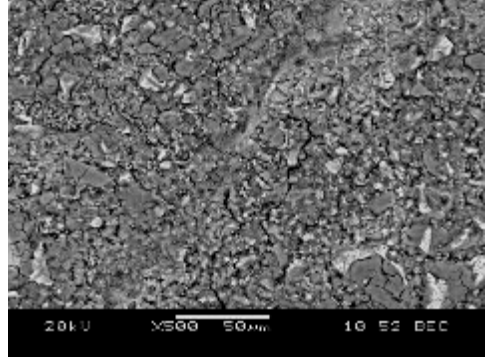


(b)

Ek B-33 LMP1-1-1.5 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

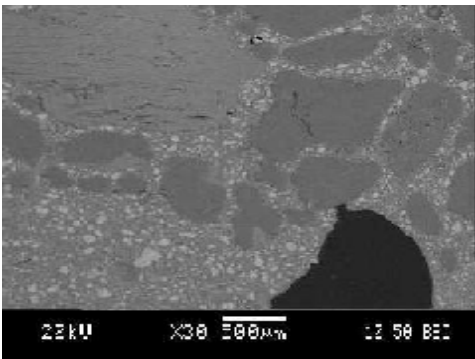


(a)

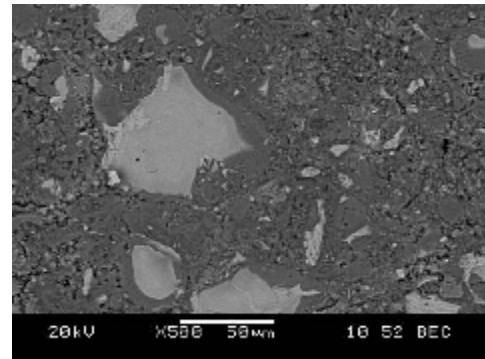


(b)

Ek B-34 LMP1-1-1.5 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

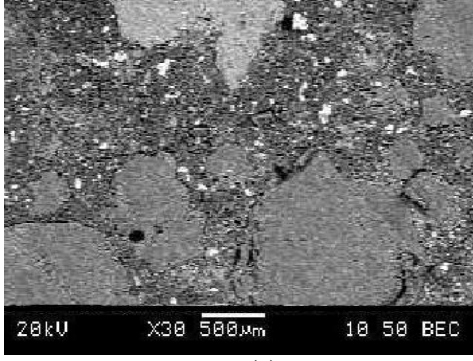


(a)

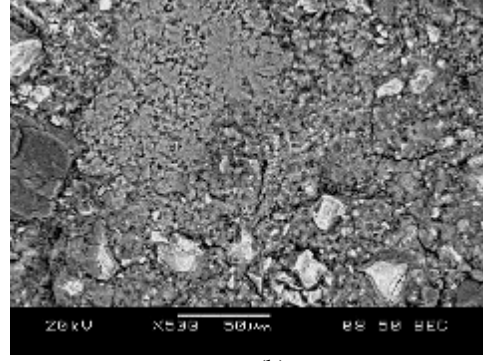


(b)

Ek B-35 LMP1-1-1.5 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

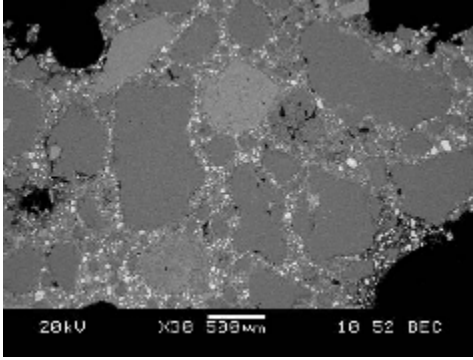


(a)

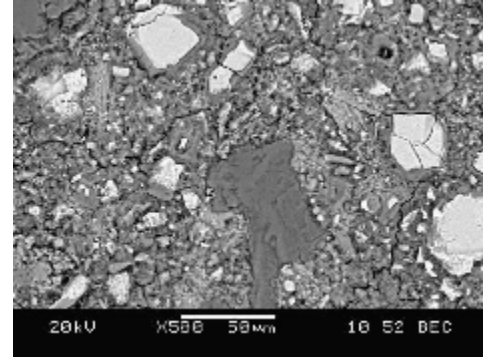


(b)

Ek B-36 LMP2-1-0,4 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

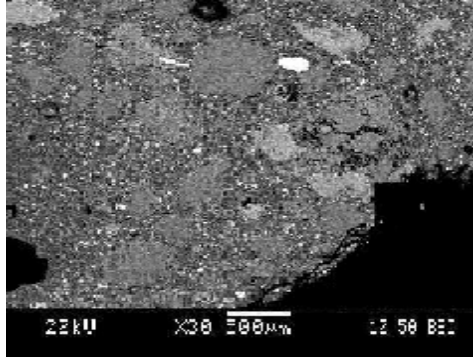


(a)

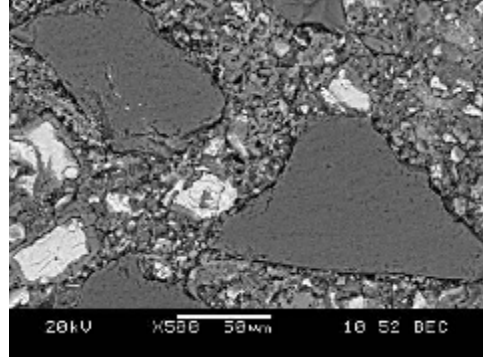


(b)

Ek B-37 LMP2-1-0,4 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

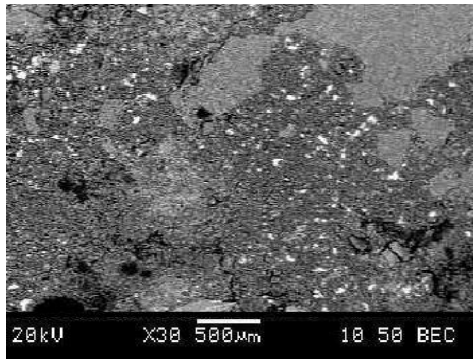


(a)

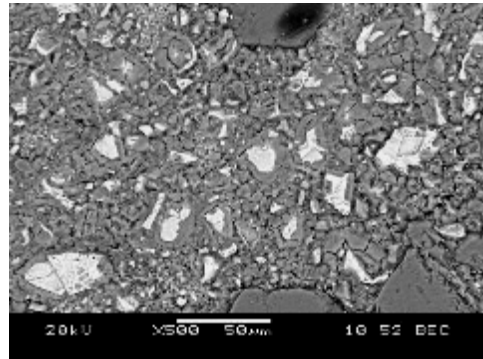


(b)

Ek B-38 LMP2-1-0,4 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

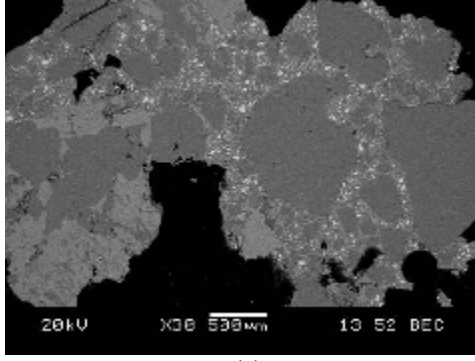


(a)

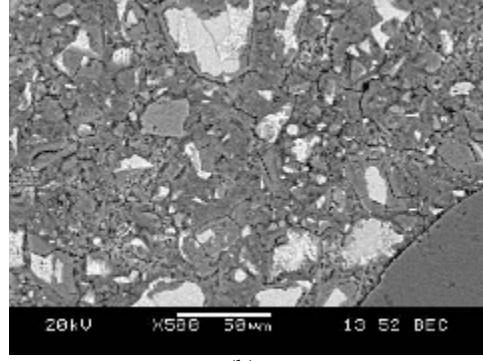


(b)

Ek B-39 LMP2-1-0,4 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

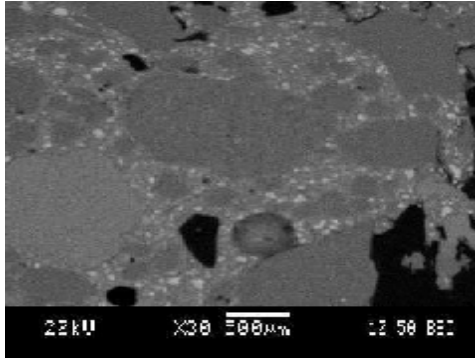


(a)

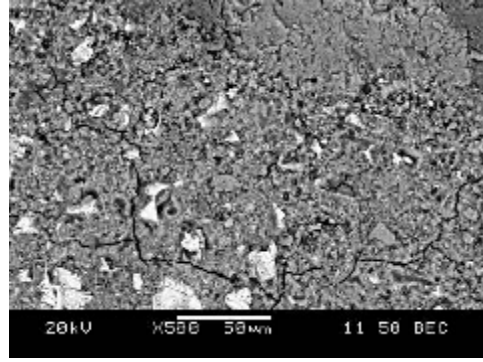


(b)

Ek B-40 LMP2-1-0,4 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

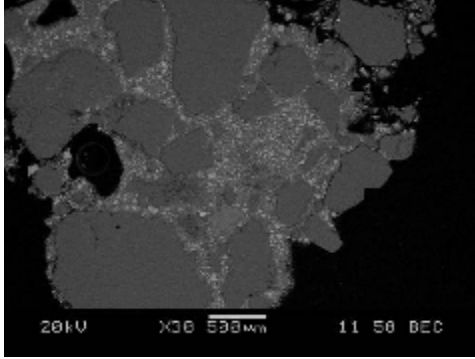


(a)

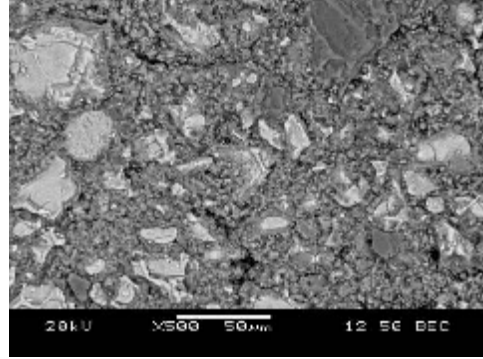


(b)

Ek B-41 LMP2-1-1,0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

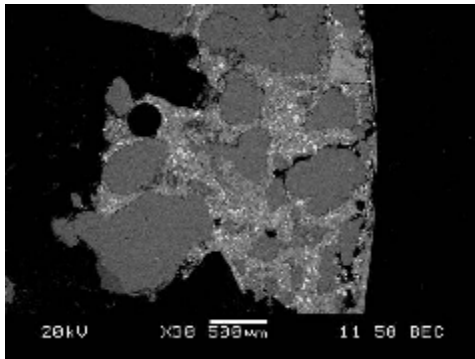


(a)

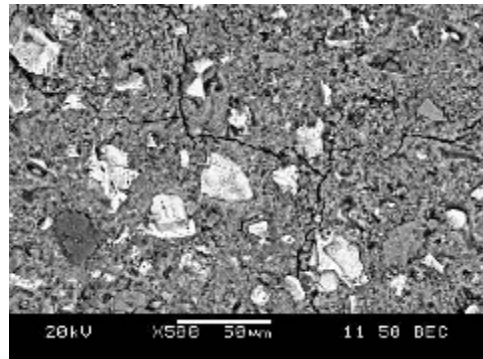


(b)

Ek B-42 LMP2-1-1,0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

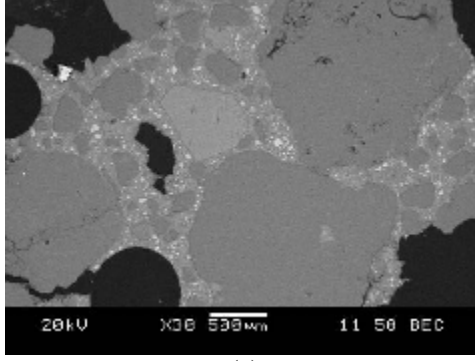


(a)

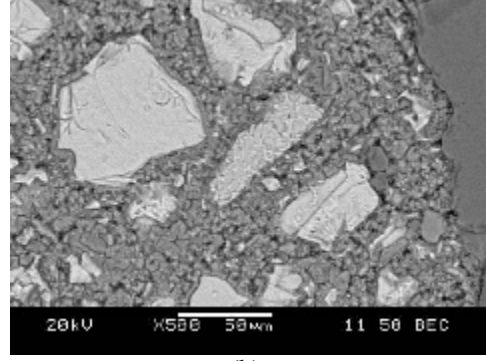


(b)

Ek B-43 LMP2-1-1,0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

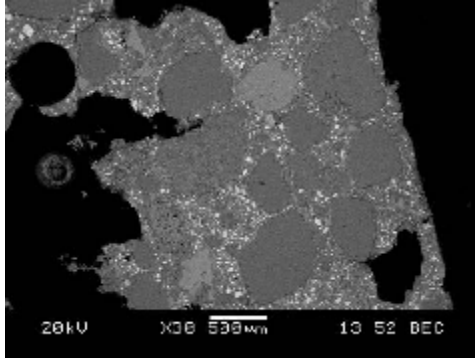


(a)

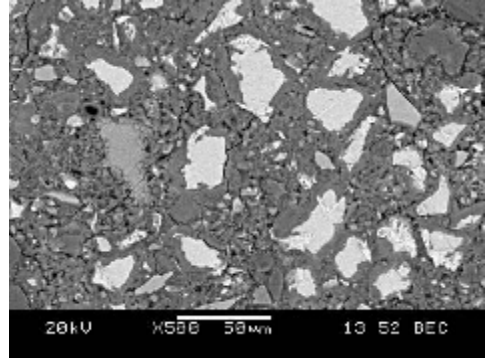


(b)

Ek B-44 LMP2-1-1,0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

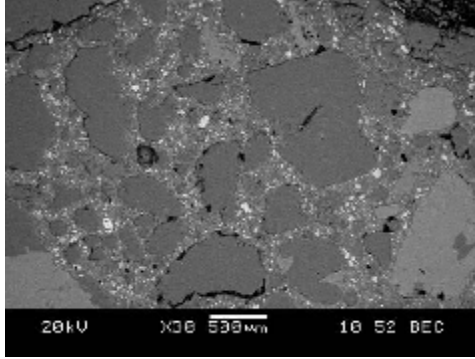


(a)

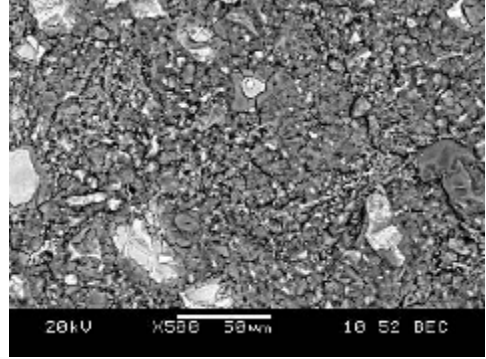


(b)

Ek B-45 LMP2-1-1,0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

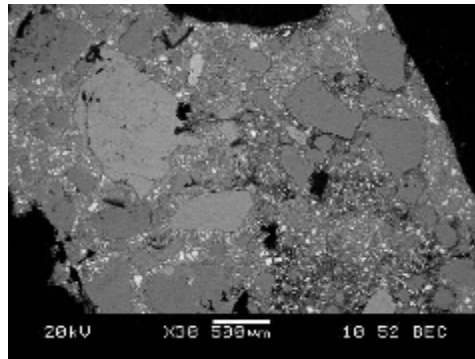


(a)

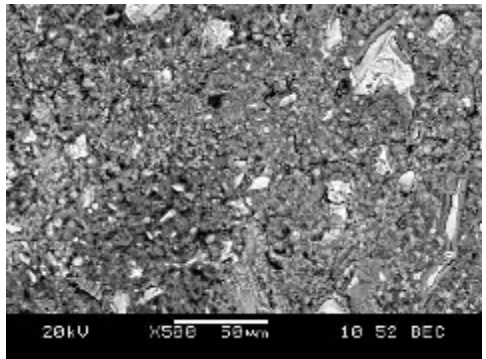


(b)

Ek B-46 LMP2-1-1,5 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

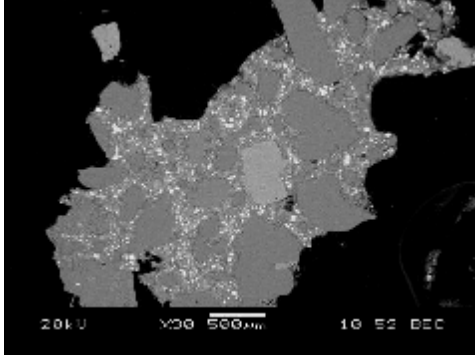


(a)

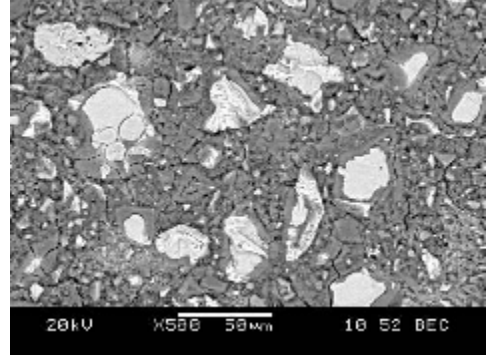


(b)

Ek B-47 LMP2-1-1,5 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

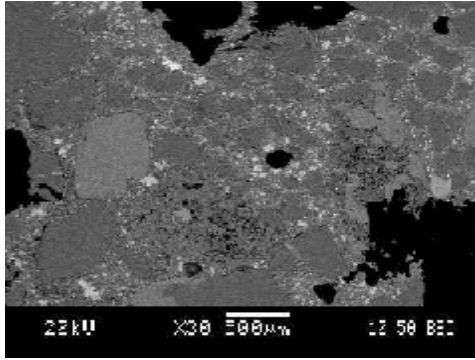


(a)

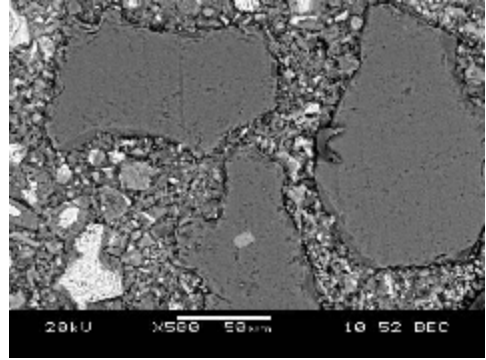


(b)

Ek B-48 LMP2-1-1,5 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

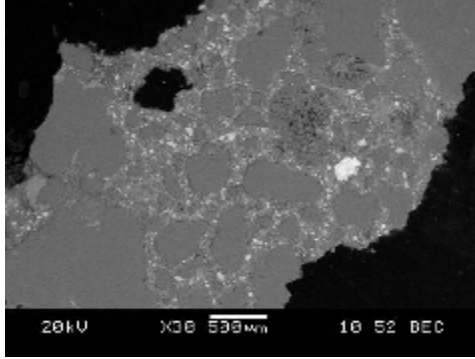


(a)

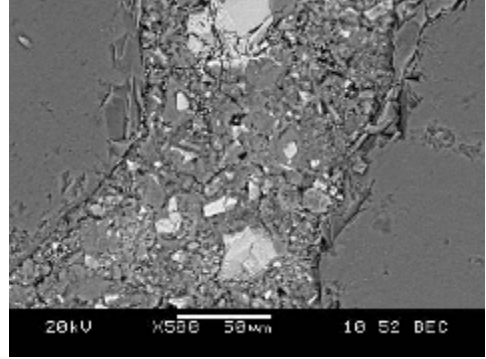


(b)

Ek B-49 LMP2-1-1,5 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

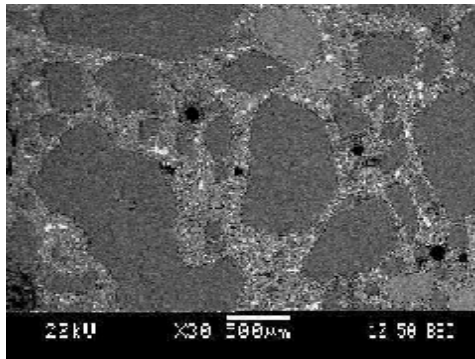


(a)

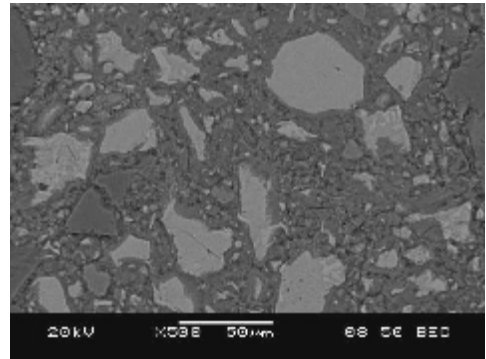


(b)

Ek B-50 LMP2-1-1,5 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

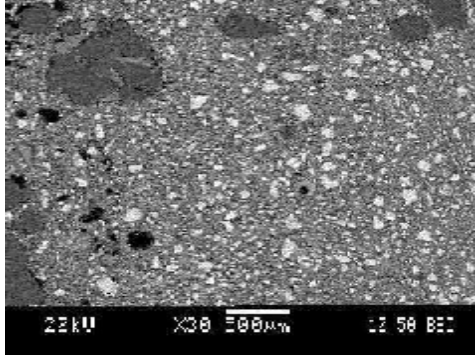


(a)

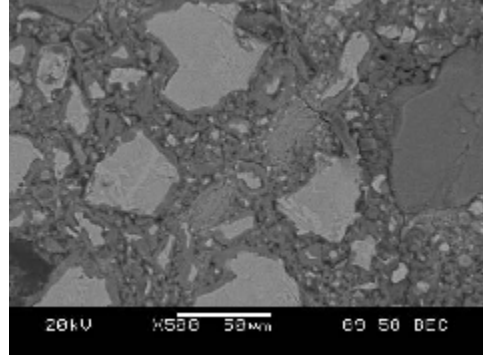


(b)

Ek B-51 MP1-0.2 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

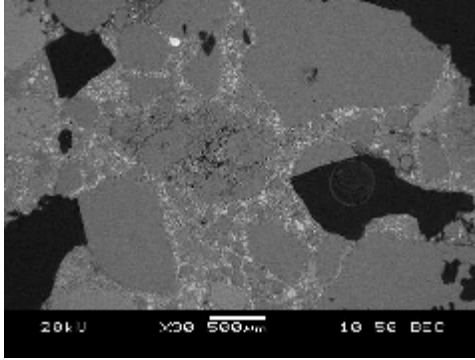


(a)

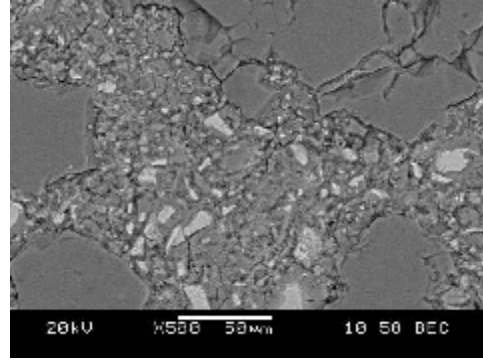


(b)

Ek B-52 MP1-0.2 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

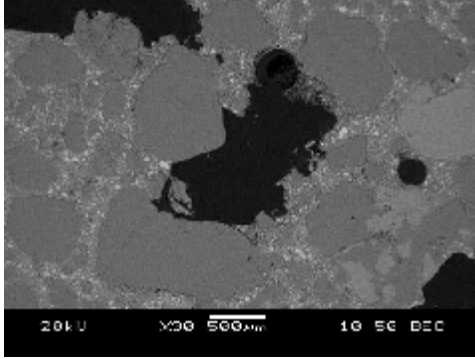


(a)

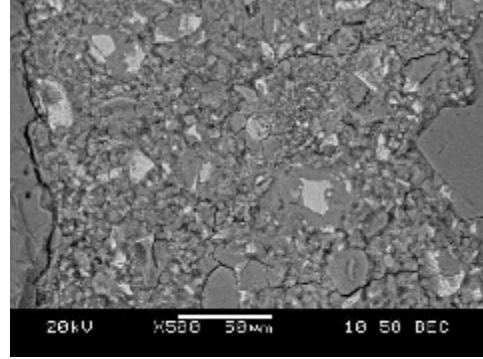


(b)

Ek B-53 MP1-0.2 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

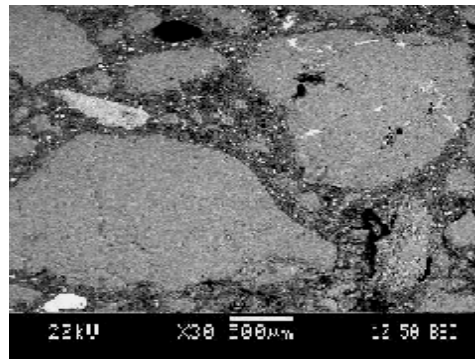


(a)

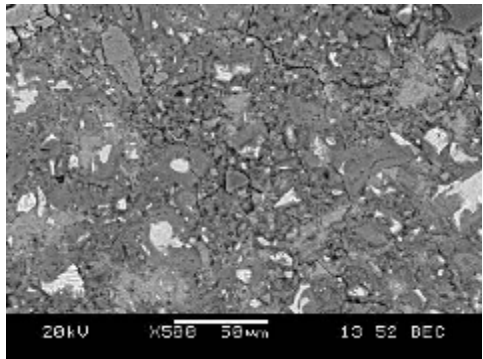


(b)

Ek B-54 MP1-0.2 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

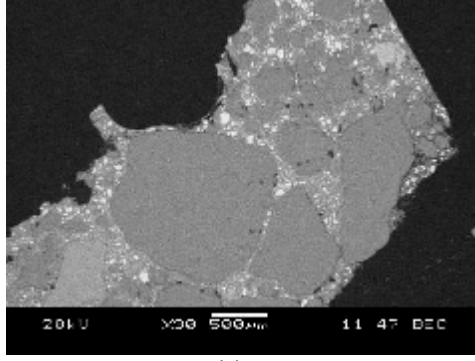


(a)

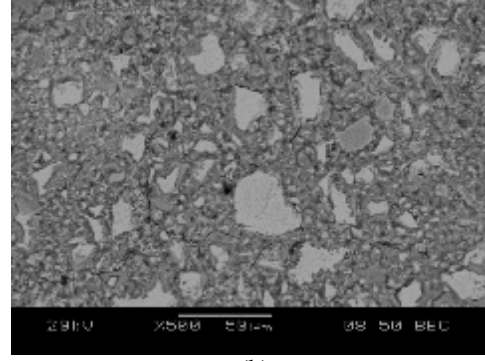


(b)

Ek B-55 MP1-0.2 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

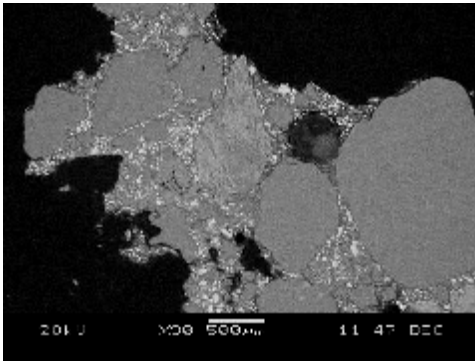


(a)

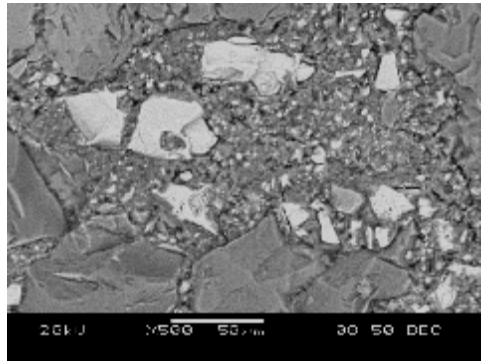


(b)

Ek B-56 MP1-1.5 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

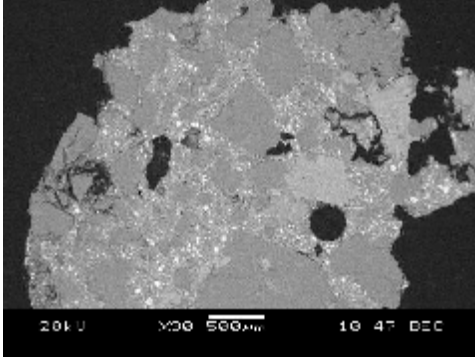


(a)

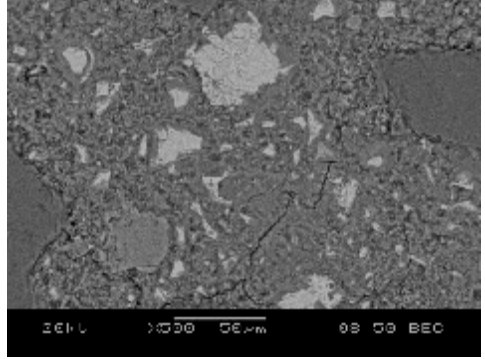


(b)

Ek B-57 MP1-1.5 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

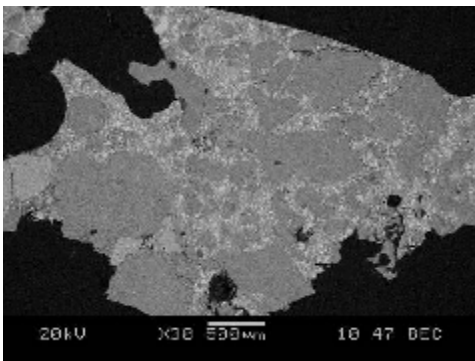


(a)

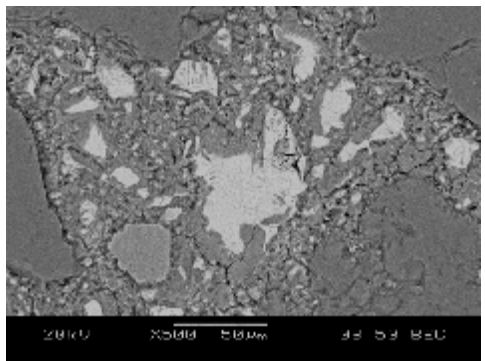


(b)

Ek B-58 MP1-1.5 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

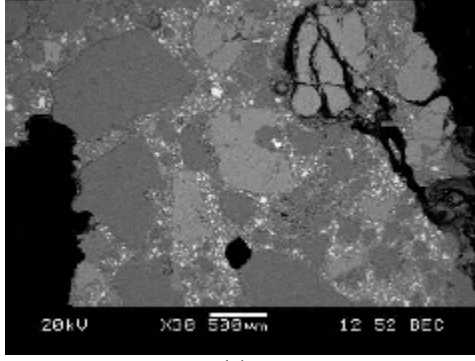


(a)

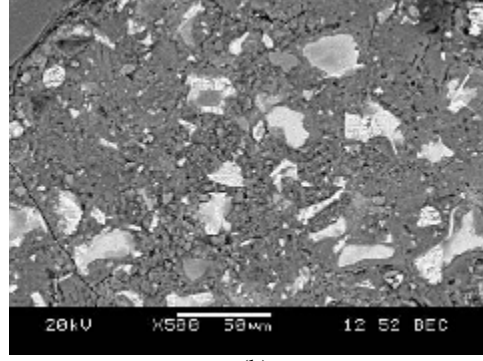


(b)

Ek B-59 MP1-1.5 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

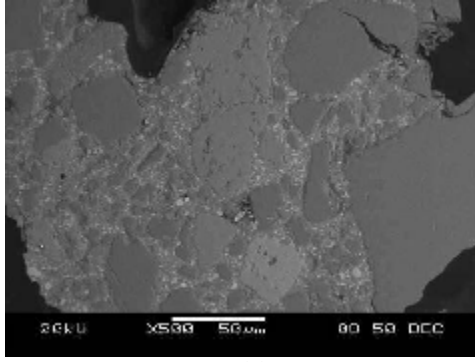


(a)

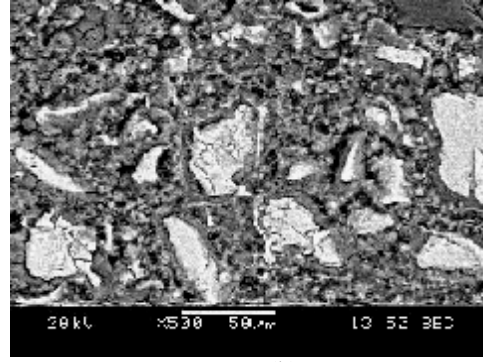


(b)

Ek B-60 MP1-1.5 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

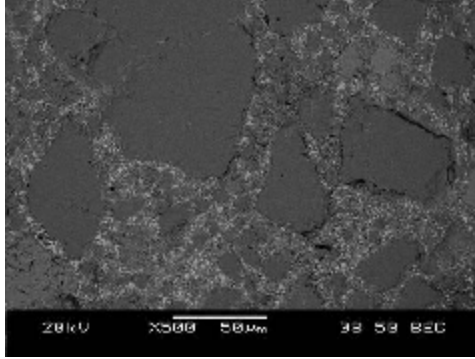


(a)

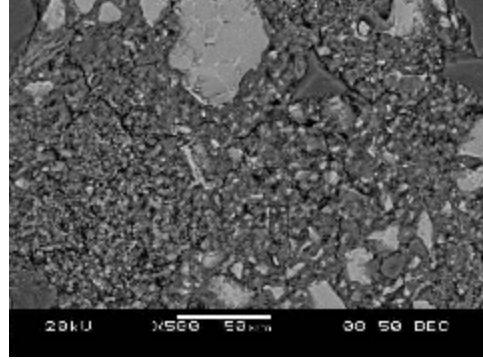


(b)

Ek B-61 MP1-2.0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

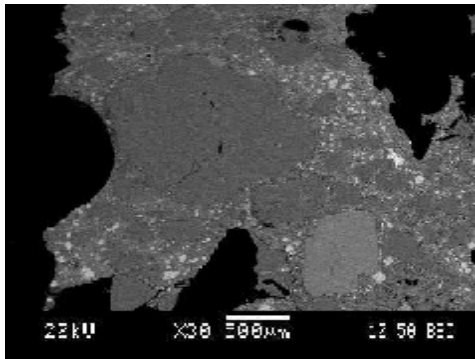


(a)

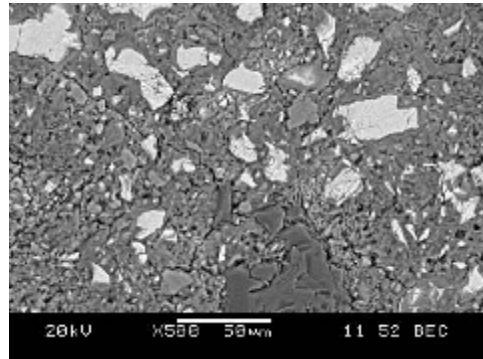


(b)

Ek B-62 MP1-2.0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

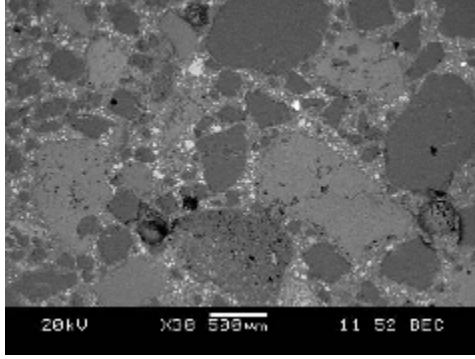


(a)

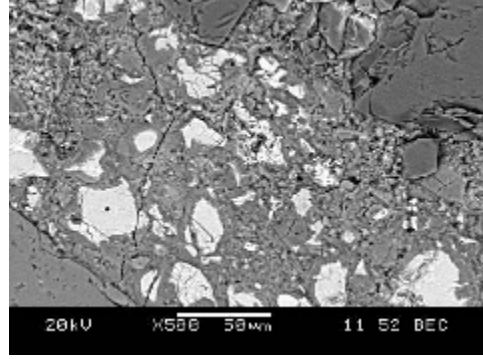


(b)

Ek B-63 MP1-2.0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

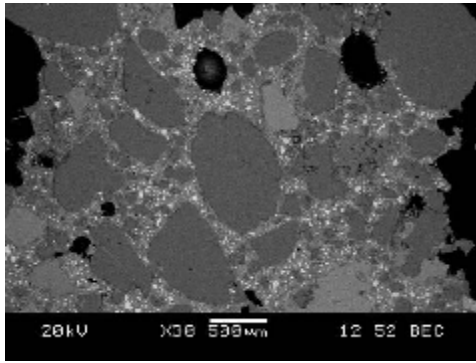


(a)

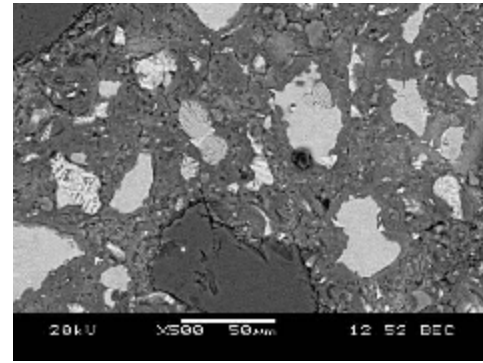


(b)

Ek B-64 MP1-2.0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

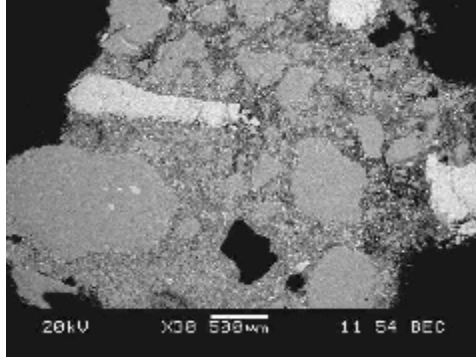


(a)

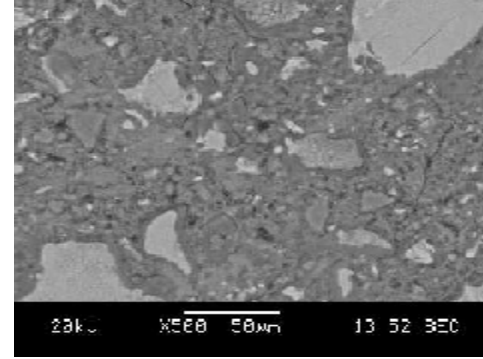


(b)

Ek B-65 MP1-2.0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

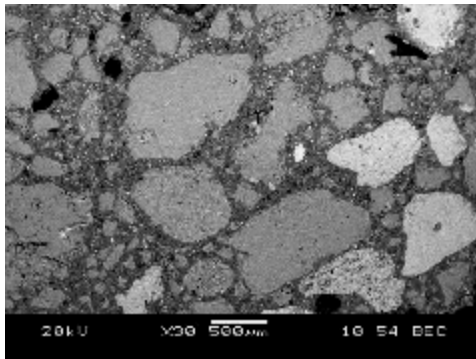


(a)

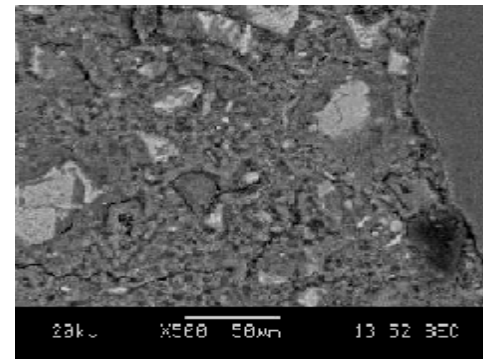


(b)

Ek B-66 Kontrol (CII) örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

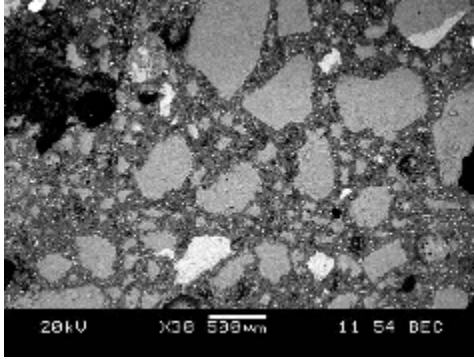


(a)

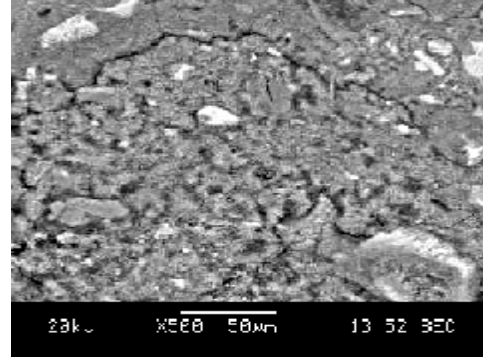


(b)

Ek B-67 Kontrol (CII) örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

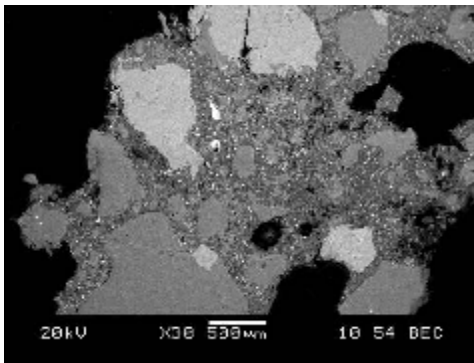


(a)

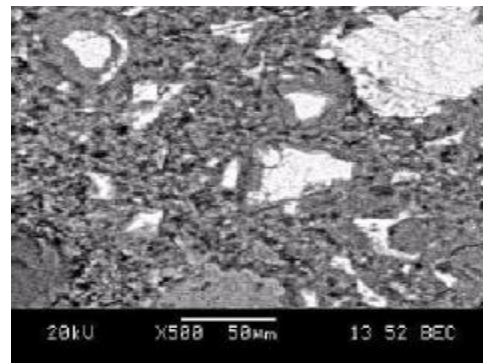


(b)

Ek B-68 Kontrol (CII) örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

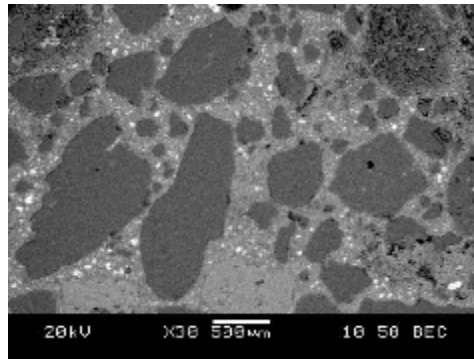


(a)

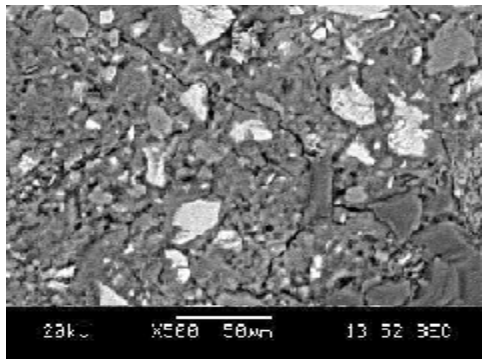


(b)

Ek B-69 Kontrol (CII) örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

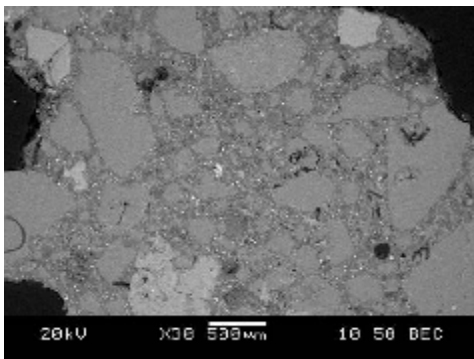


(a)

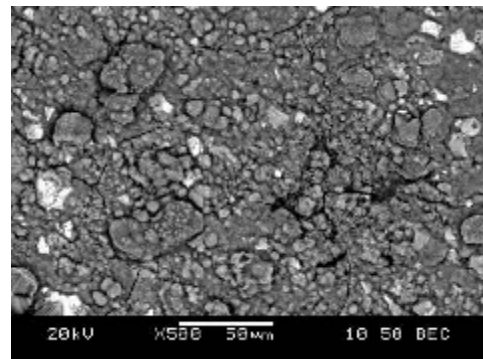


(b)

Ek B-70 Kontrol (CII) örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

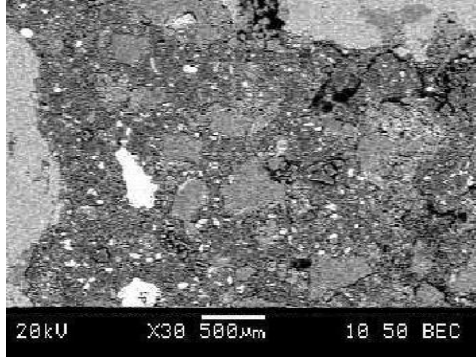


(a)

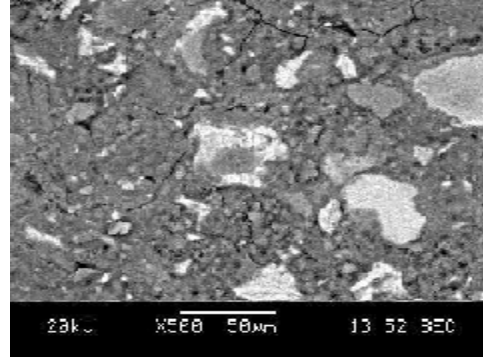


(b)

Ek B-71 NSB2-1.0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

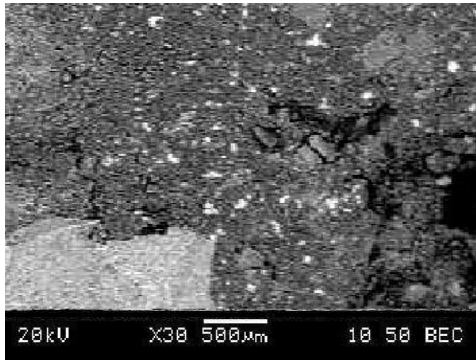


(a)

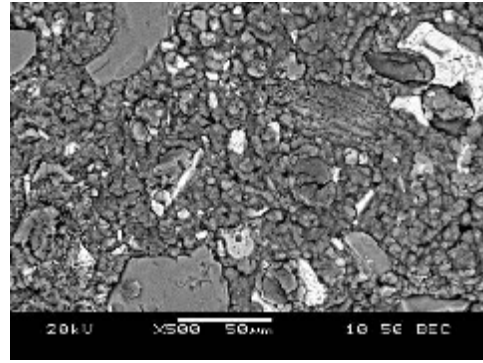


(b)

Ek B-72 NSB2-1.0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

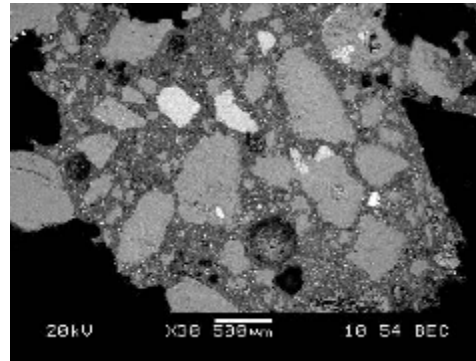


(a)

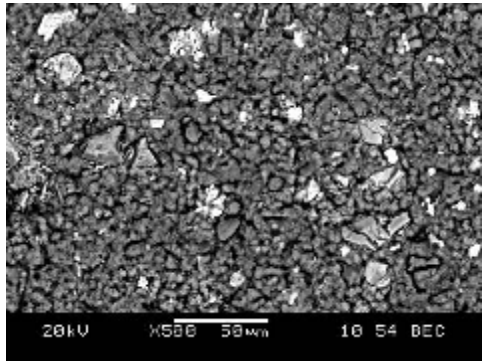


(b)

Ek B-73 NSB2-1.0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

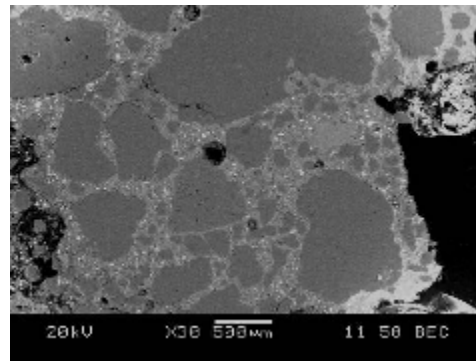


(a)

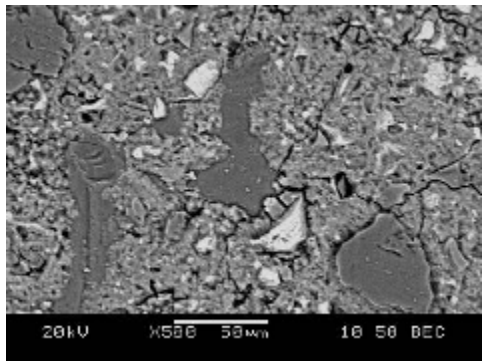


(b)

Ek B-74 NSB2-1.0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

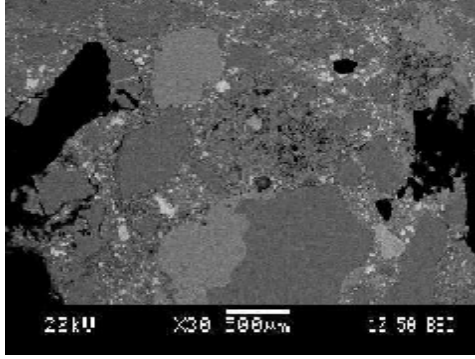


(a)

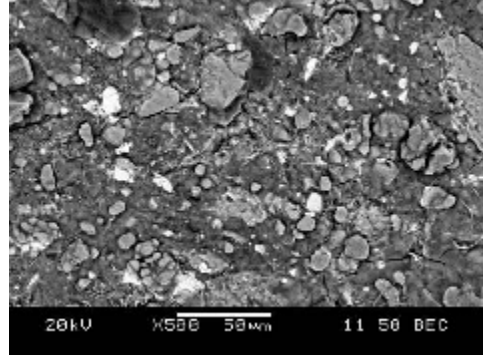


(b)

Ek B-75 NSB2-1.0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

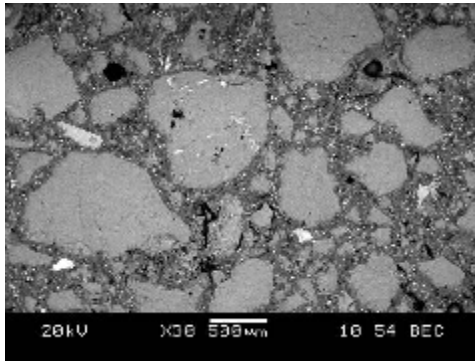


(a)

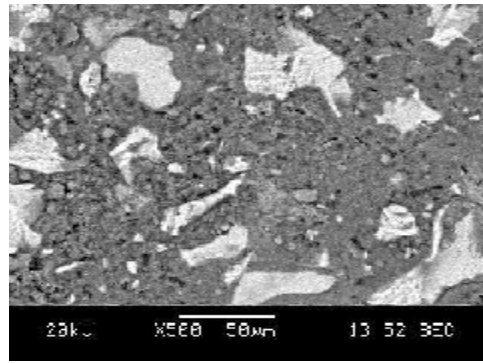


(b)

Ek B-76 NSB2-1.5 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

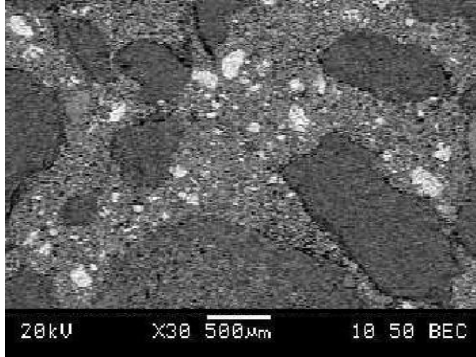


(a)

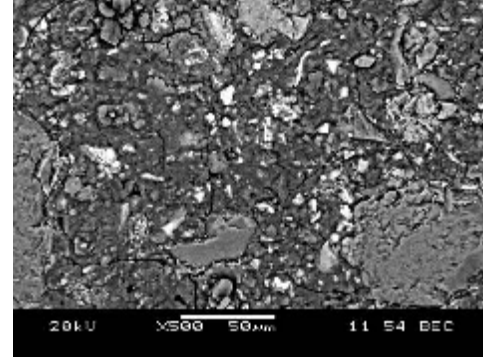


(b)

Ek B-77 NSB2-1.5 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

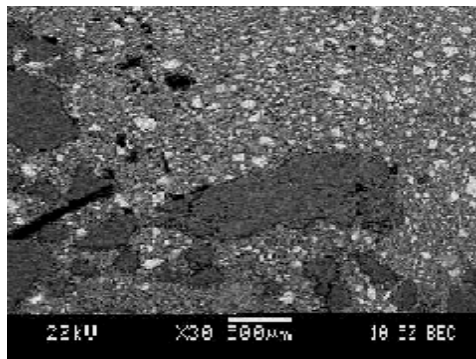


(a)

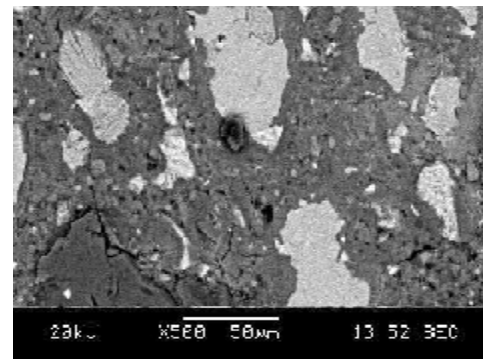


(b)

Ek B-78 NSB2-1.5 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

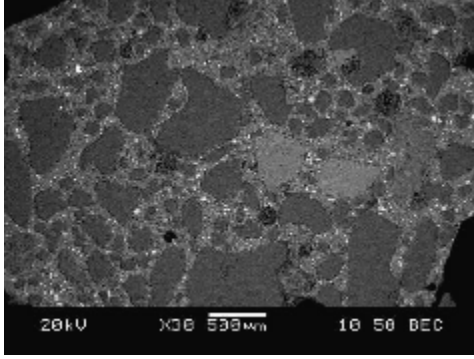


(a)

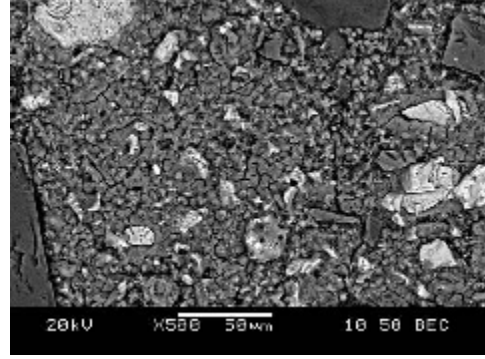


(b)

Ek B-79 NSB2-1.5 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

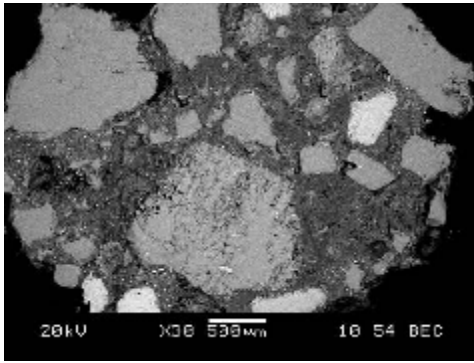


(a)

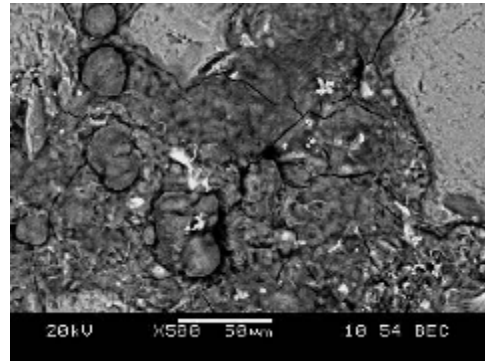


(b)

Ek B-80 NSB2-1,5 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

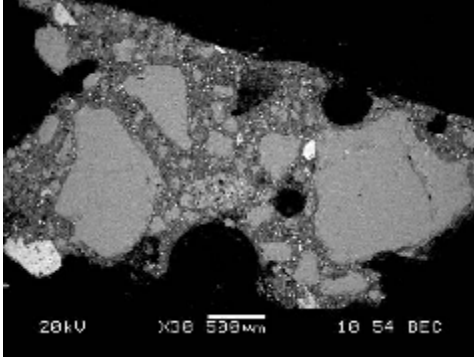


(a)

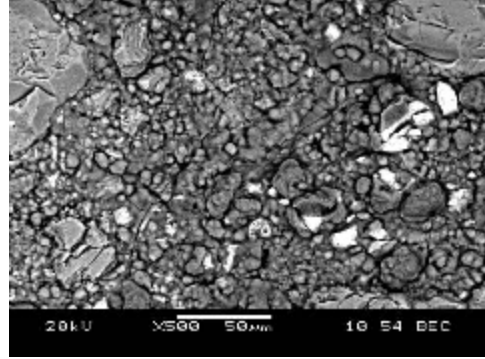


(b)

Ek B-81 NSB2-2,0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

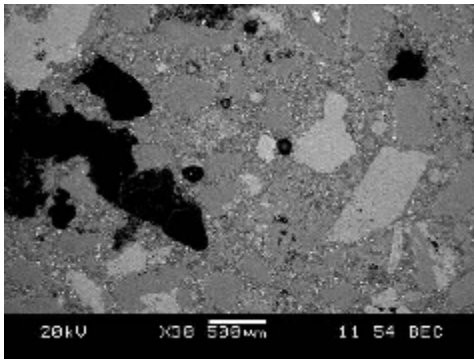


(a)

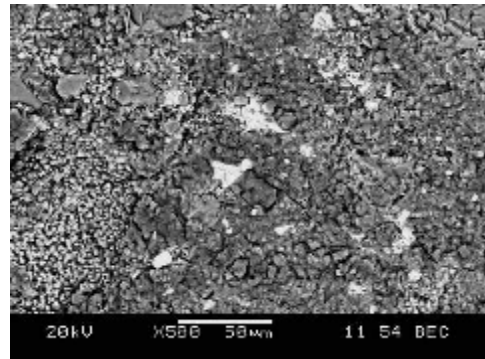


(b)

Ek B-82 NSB2-2,0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

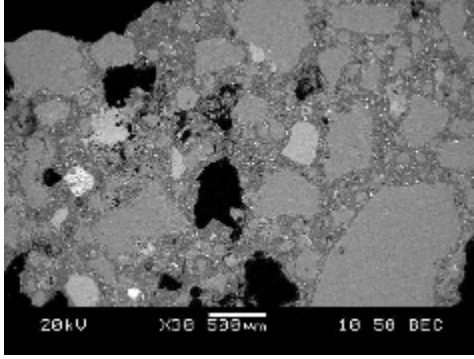


(a)

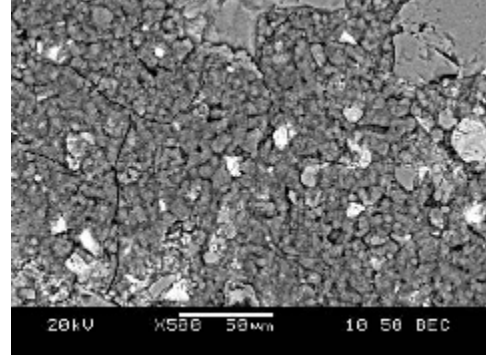


(b)

Ek B-83 NSB2-2,0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

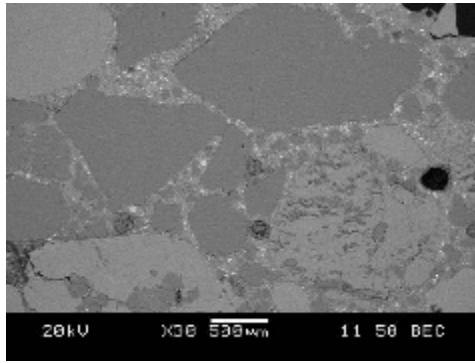


(a)

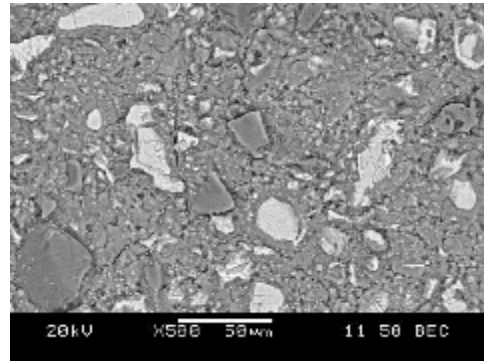


(b)

Ek B-84 NSB2-2,0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

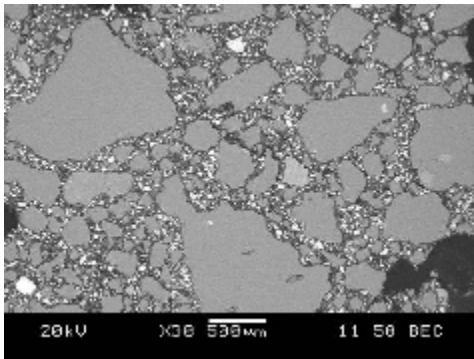


(a)

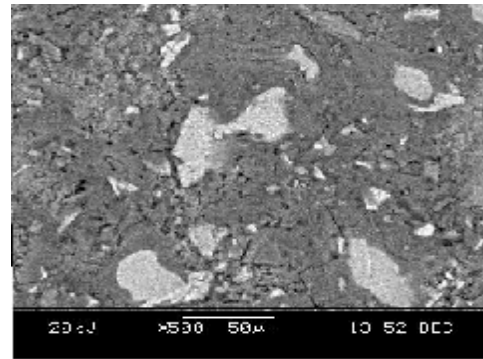


(b)

Ek B-85 NSB2-2,0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

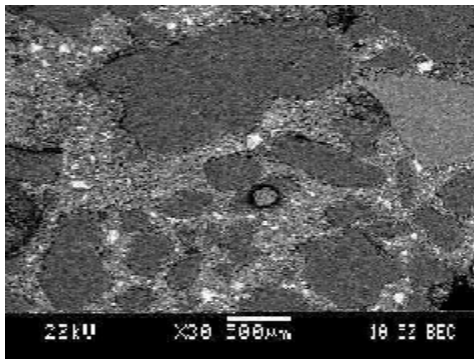


(a)

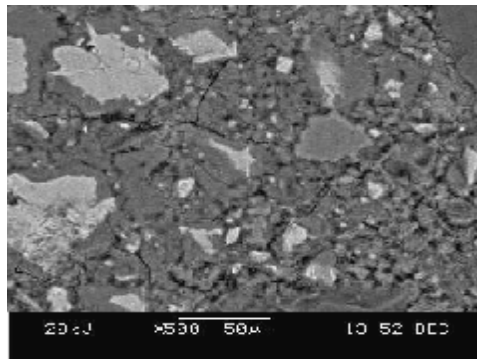


(b)

Ek B-86 LMP1-2-0,4 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

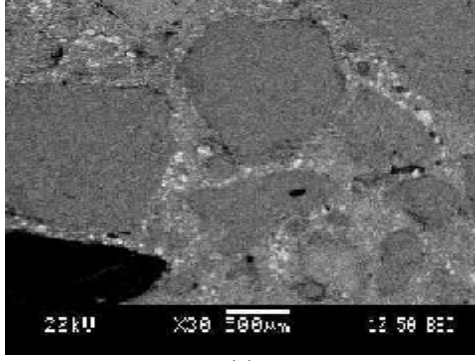


(a)

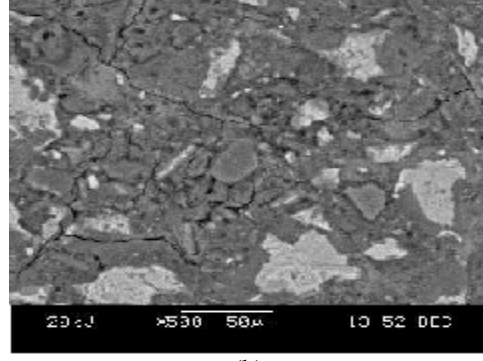


(b)

Ek B-87 LMP1-2-0,4 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

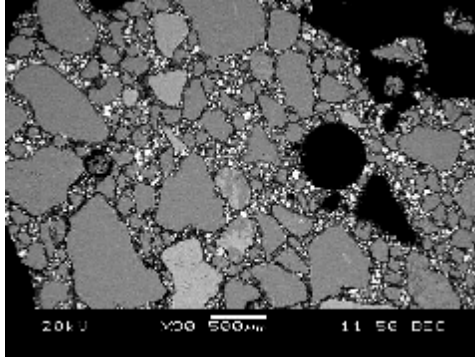


(a)

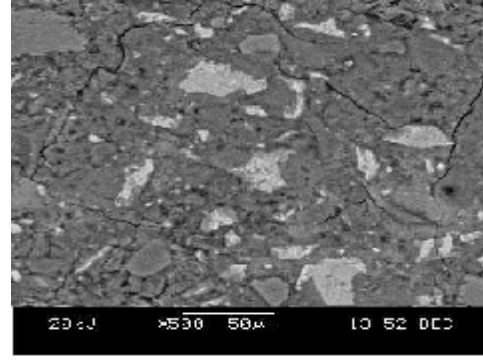


(b)

Ek B-88 LMP1-2-0,4 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

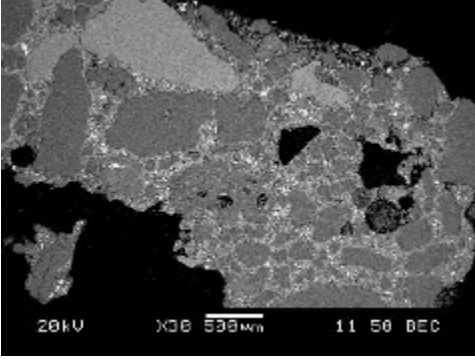


(a)

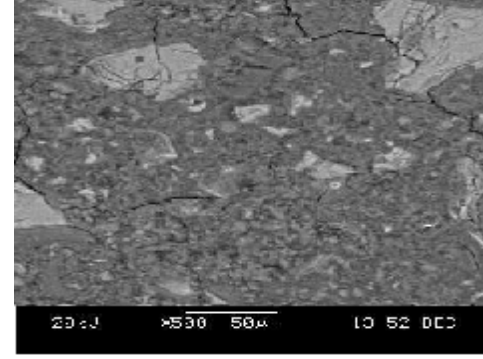


(b)

Ek B-89 LMP1-2-0,4 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

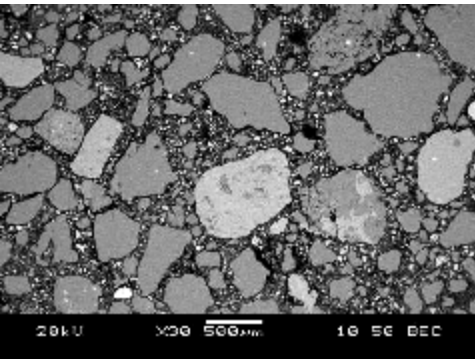


(a)

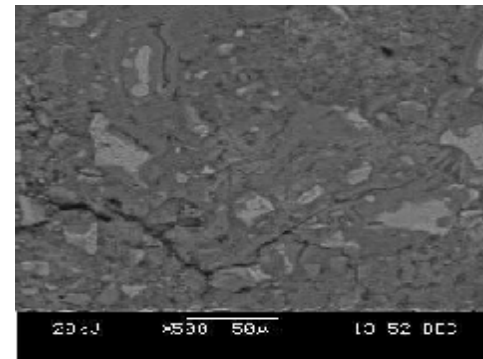


(b)

Ek B-90 LMP1-2-0,4 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

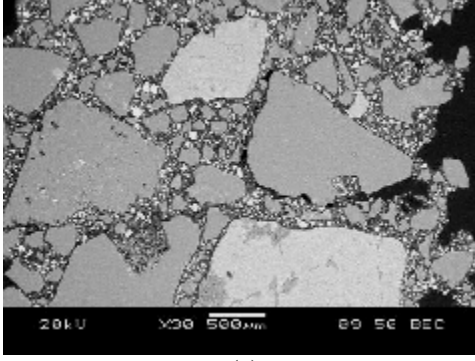


(a)

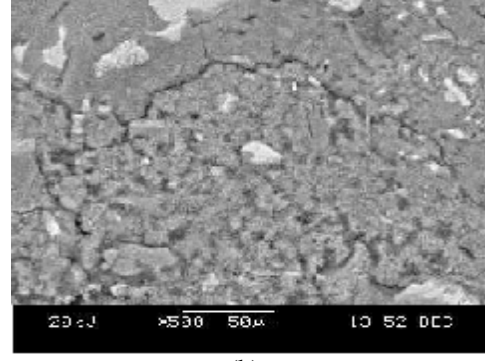


(b)

Ek B-91 LMP1-2-1,0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

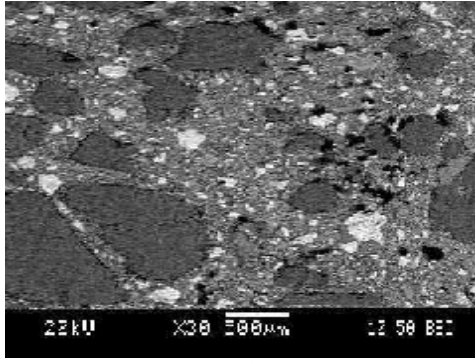


(a)

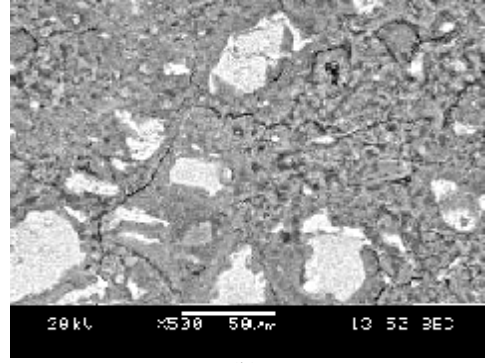


(b)

Ek B-92 LMP1-2-1,0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

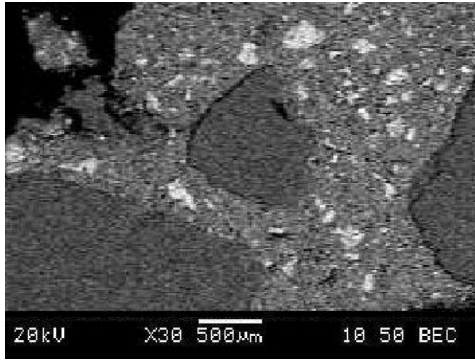


(a)

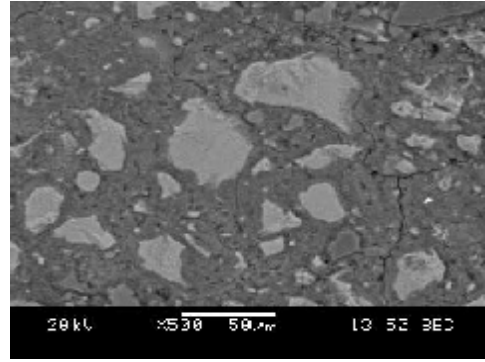


(b)

Ek B-93 LMP1-2-1,0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

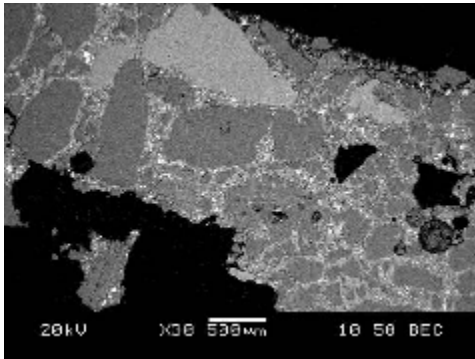


(a)

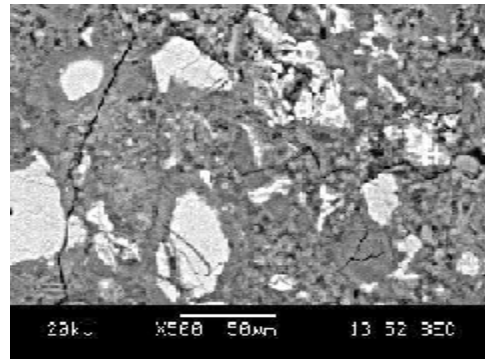


(b)

Ek B-94 LMP1-2-1,0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

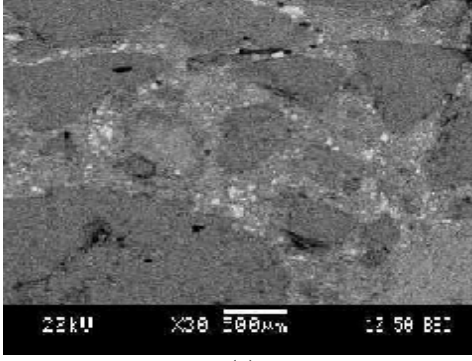


(a)

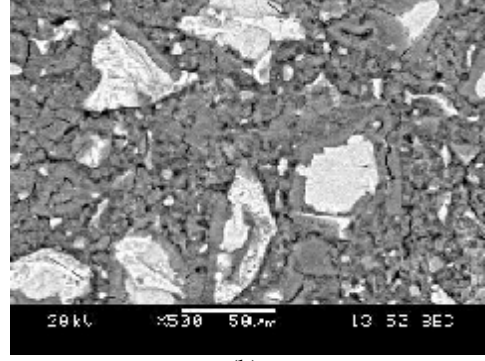


(b)

Ek B-95 LMP1-2-1,0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

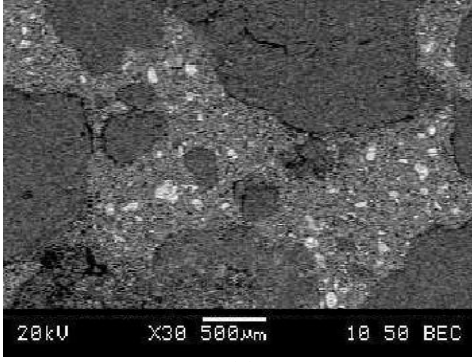


(a)

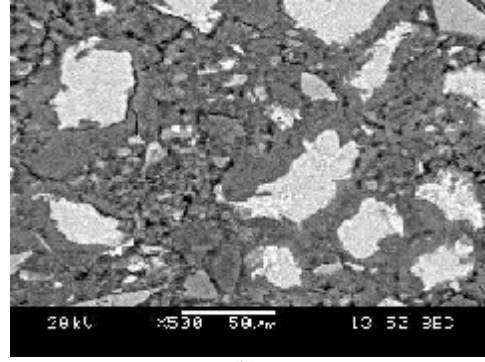


(b)

Ek B-96 LMP1-2-1,5 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

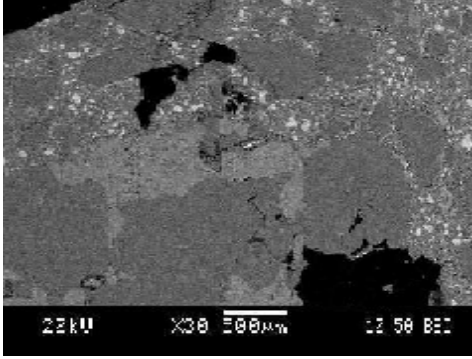


(a)

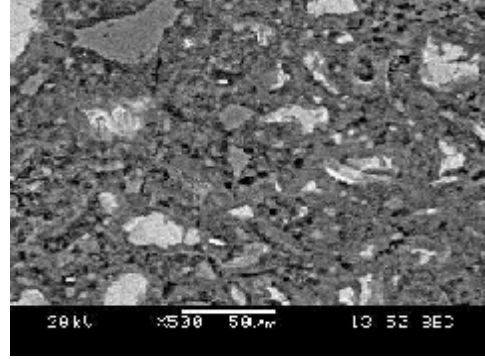


(b)

Ek B-97 LMP1-2-1,5 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

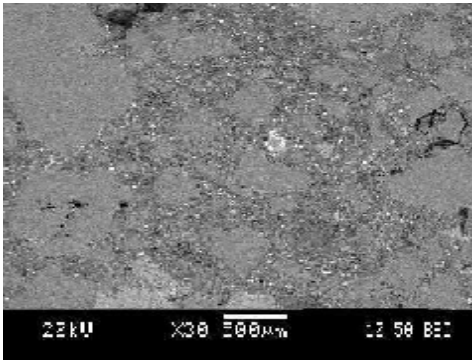


(a)

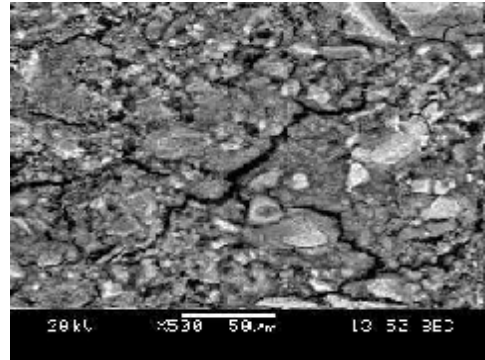


(b)

Ek B-98 LMP1-2-1,5 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

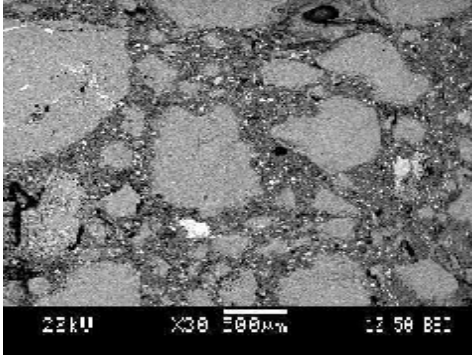


(a)

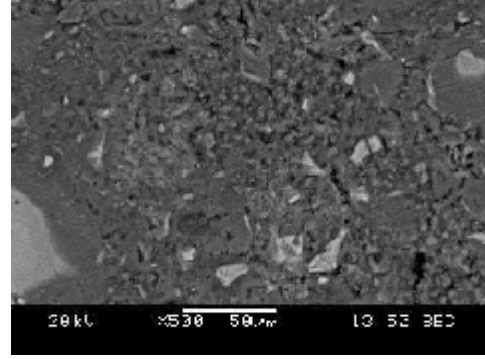


(b)

Ek B-99 LMP1-2-1,5 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

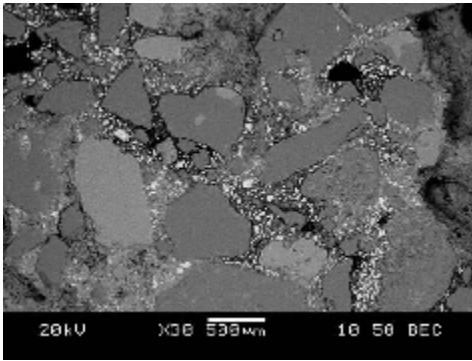


(a)

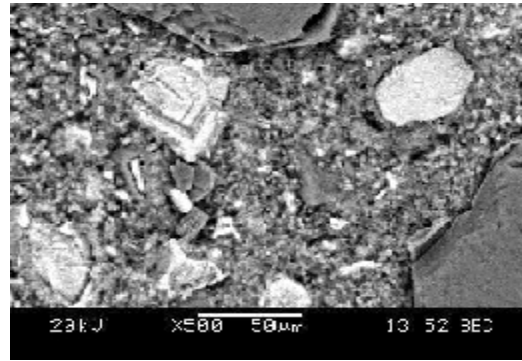


(b)

Ek B-100 LMP1-2-1,5 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

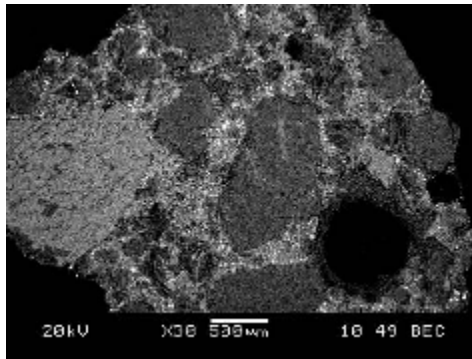


(a)

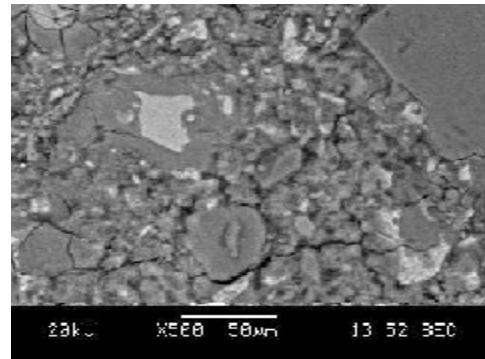


(b)

Ek B-101 LMP2-2-0,4 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

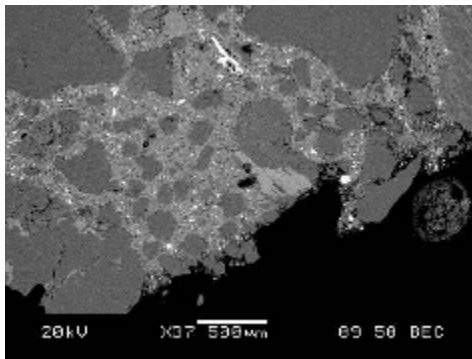


(a)

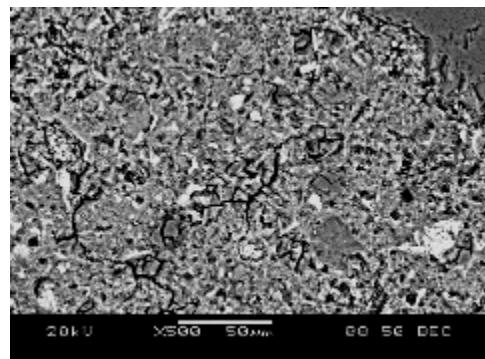


(b)

Ek B-102 LMP2-2-0,4 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

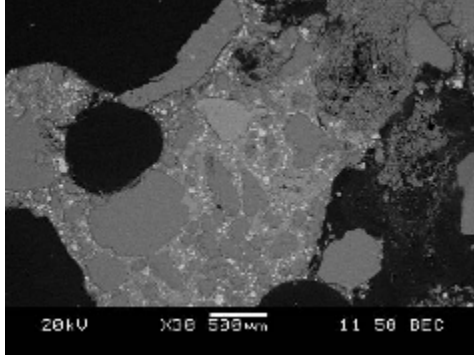


(a)

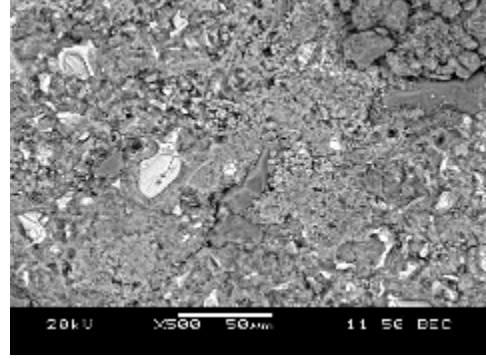


(b)

Ek B-103 LMP2-2-0,4 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

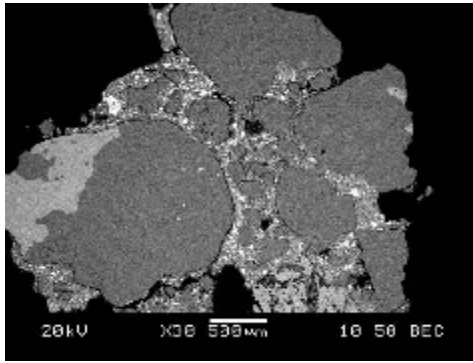


(a)

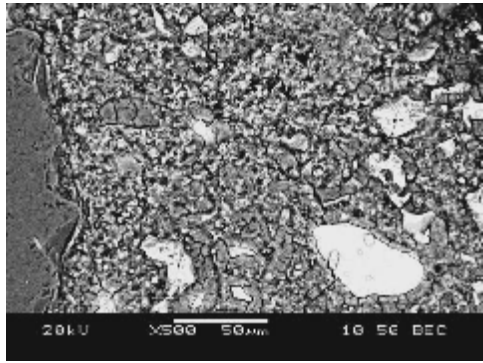


(b)

Ek B-104 LMP2-2-0,4 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

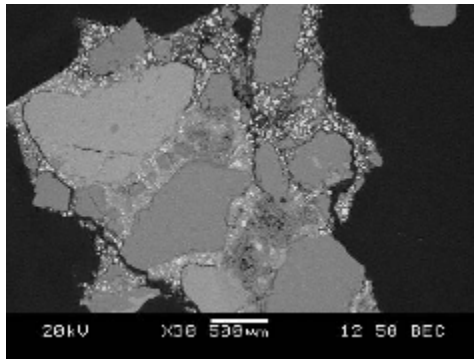


(a)

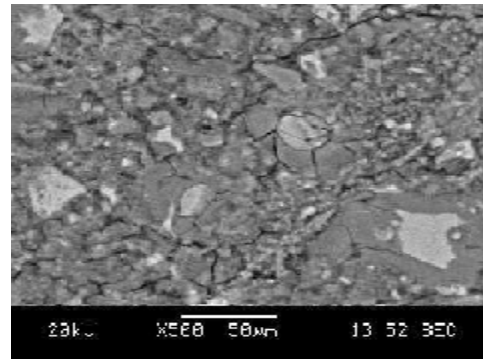


(b)

Ek B-105 LMP2-2-0,4 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

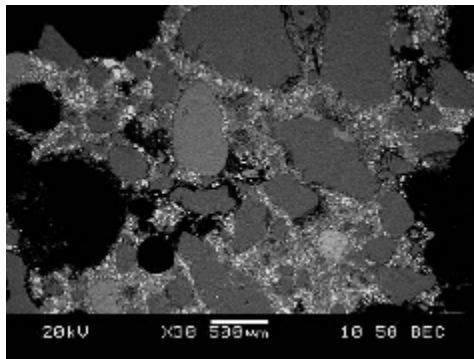


(a)

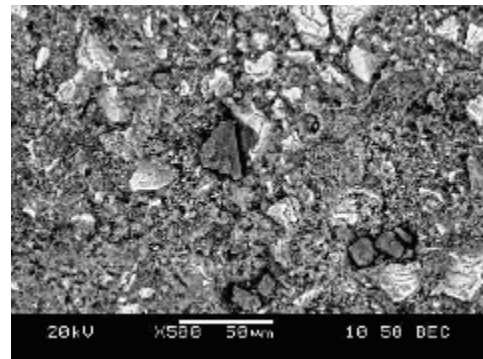


(b)

Ek B-106 LMP2-2-1,0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

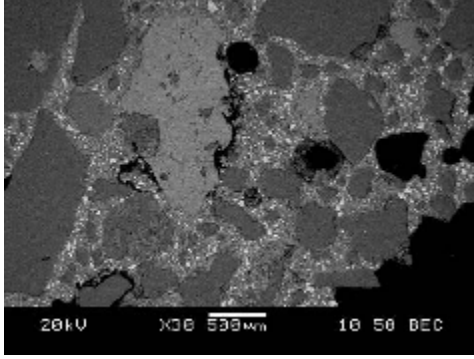


(a)

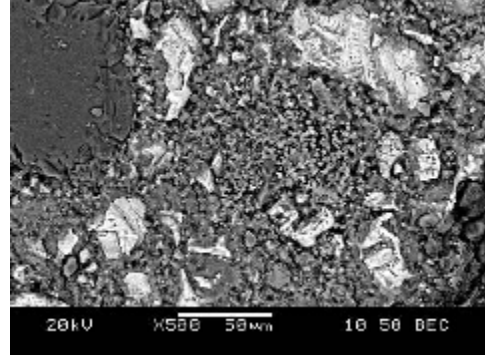


(b)

Ek B-107 LMP2-2-1,0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

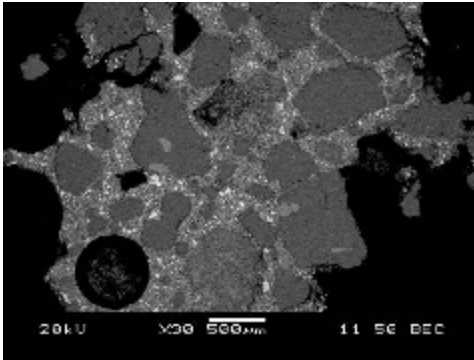


(a)

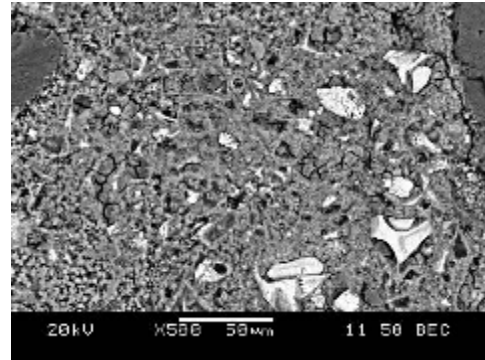


(b)

Ek B-108 LMP2-2-1,0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

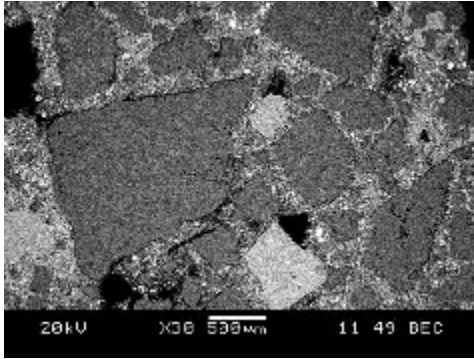


(a)

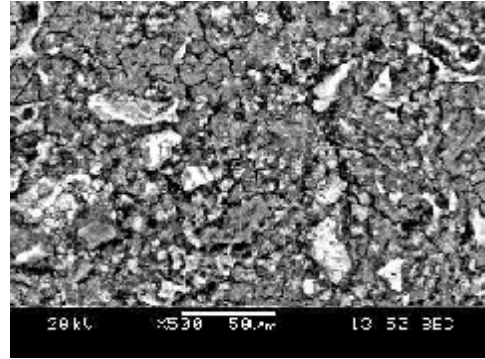


(b)

Ek B-109 LMP2-2-1,0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

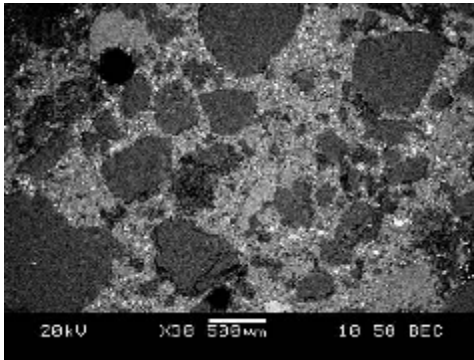


(a)

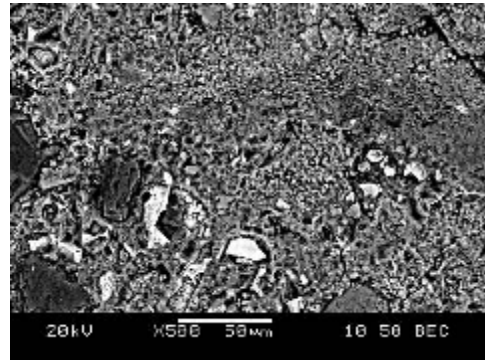


(b)

Ek B-110 LMP2-2-1,0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

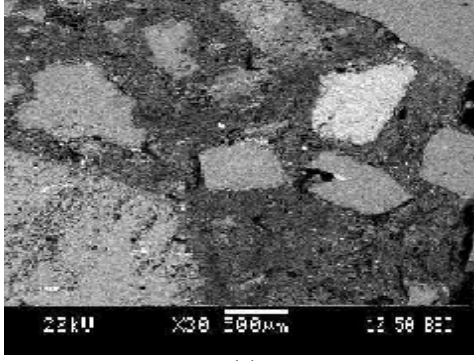


(a)

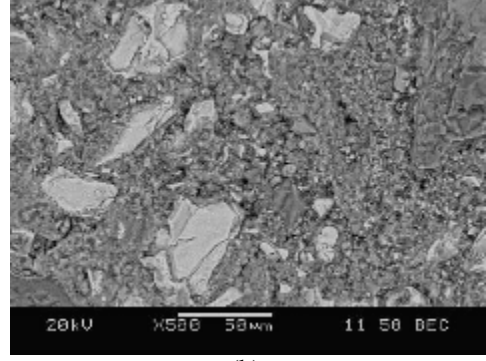


(b)

Ek B-111 LMP2-2-1,5 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

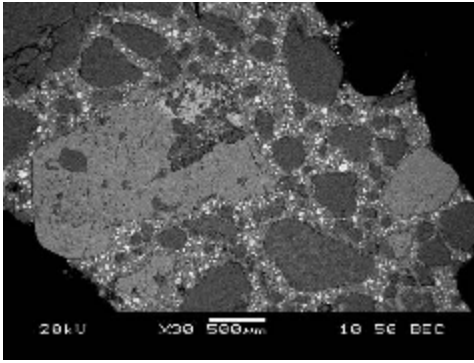


(a)

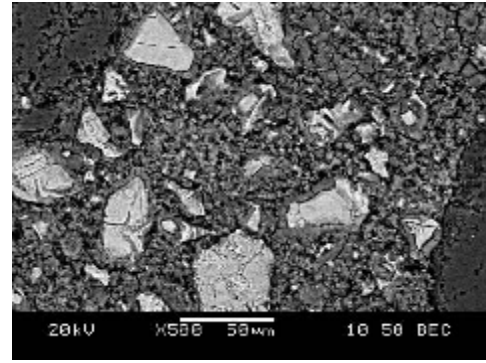


(b)

Ek B-112 LMP2-2-1,5 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

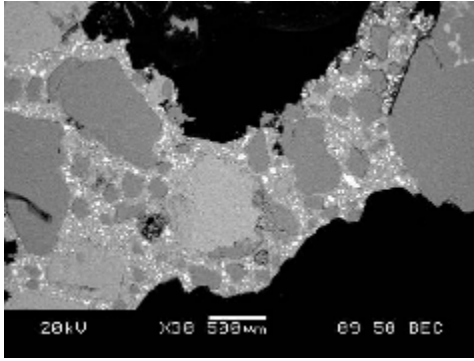


(a)

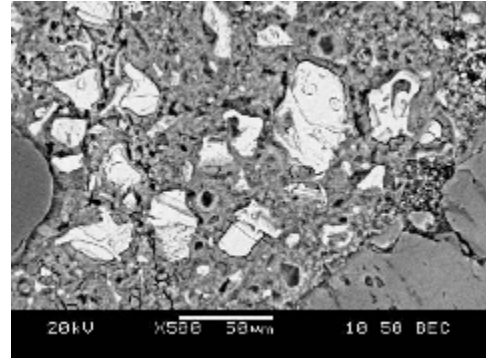


(b)

Ek B-113 LMP2-2-1,5 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

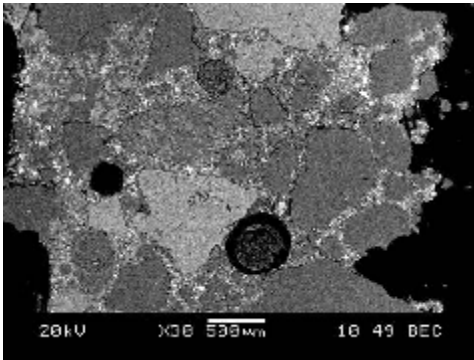


(a)

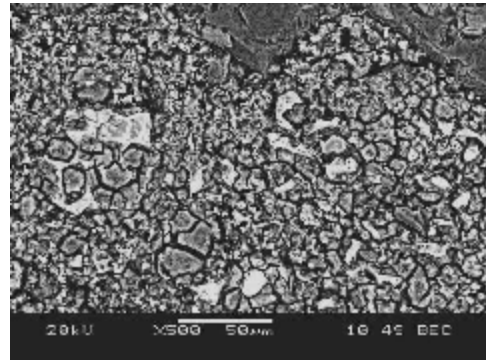


(b)

Ek B-114 LMP2-2-1,5 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

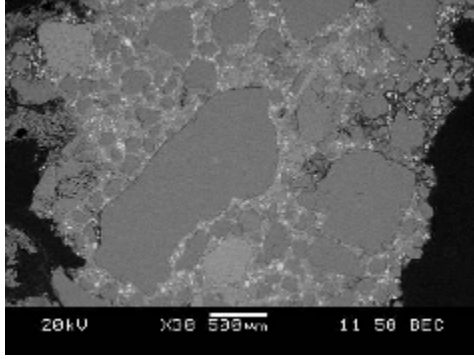


(a)

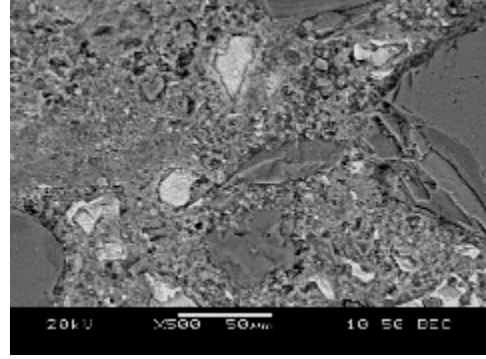


(b)

Ek B-115 LMP2-2-1,5 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

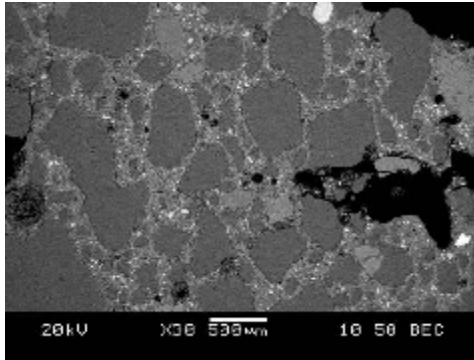


(a)

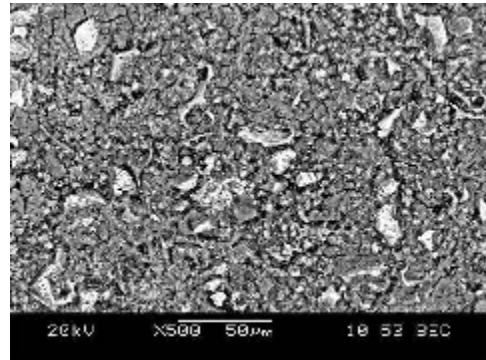


(b)

Ek B-116 MP2-0,2 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

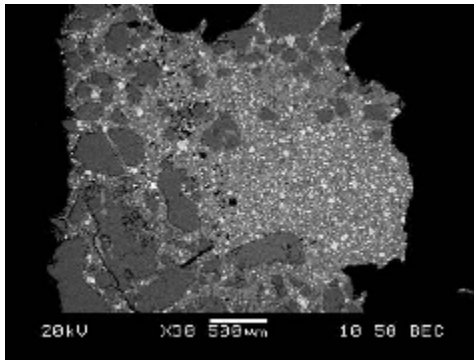


(a)

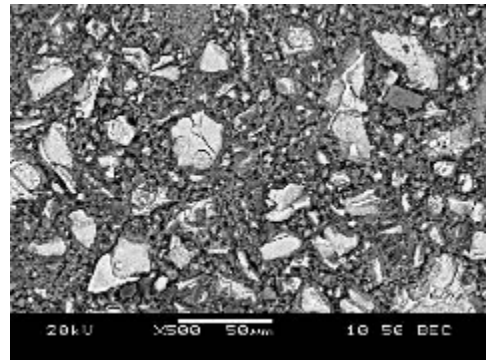


(b)

Ek B-117 MP2-0,2 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

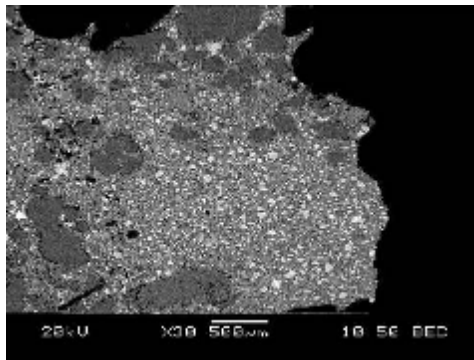


(a)

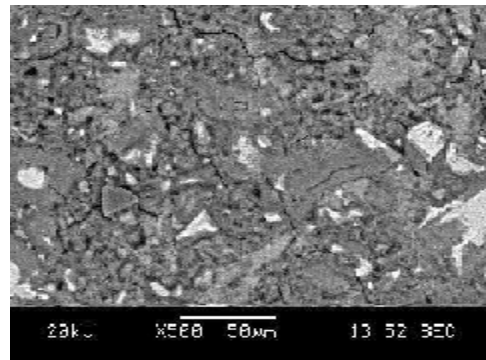


(b)

Ek B-118 MP2-0,2 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

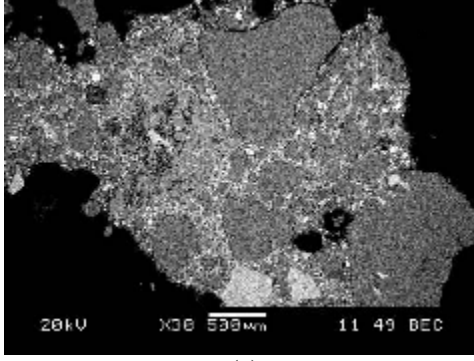


(a)

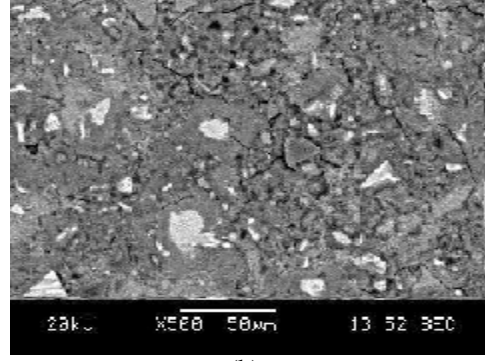


(b)

Ek B-119 MP2-0,2 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

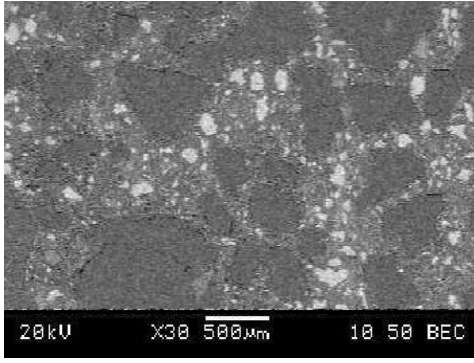


(a)

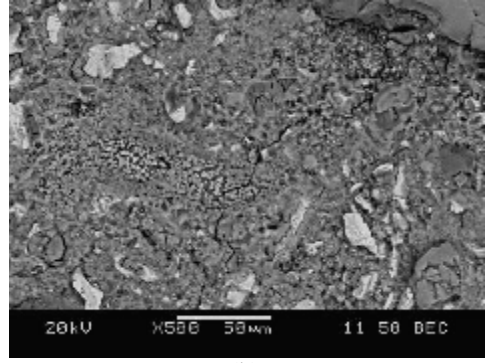


(b)

Ek B-120 MP2-0,2 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

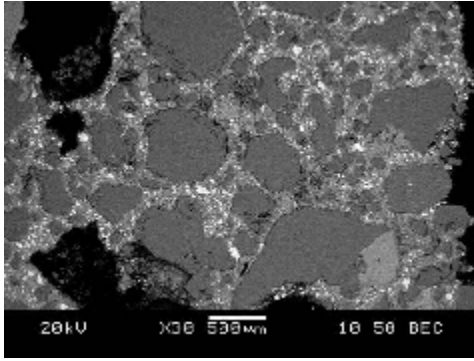


(a)

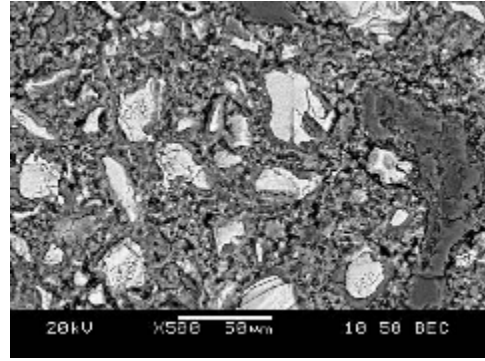


(b)

Ek B-121 MP2-1,5 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

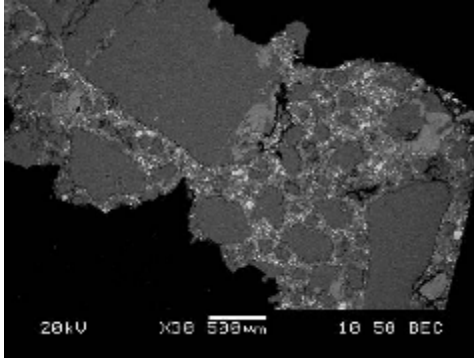


(a)

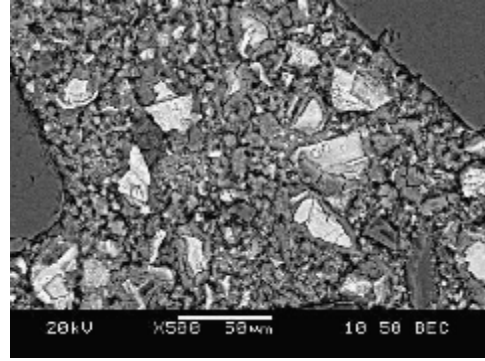


(b)

Ek B-122 MP2-1,5 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

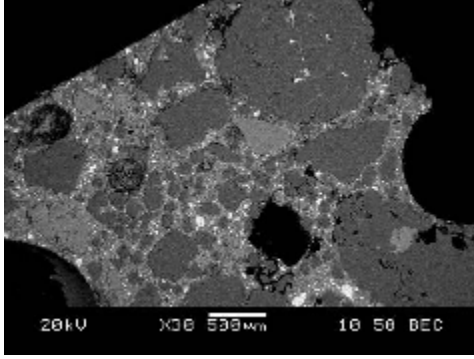


(a)

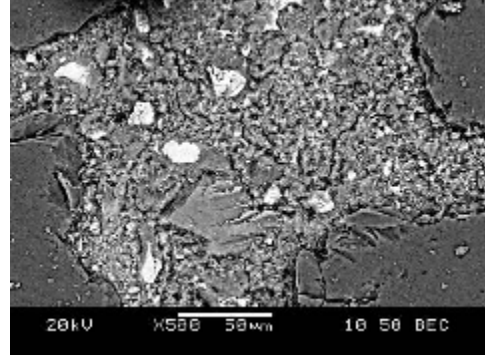


(b)

Ek B-123 MP2-1,5 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

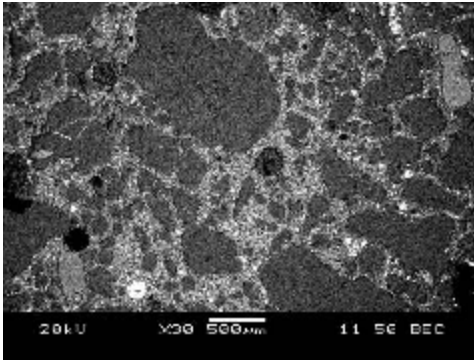


(a)

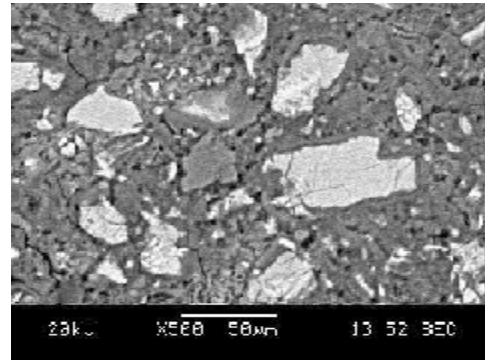


(b)

Ek B-124 MP2-1,5 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

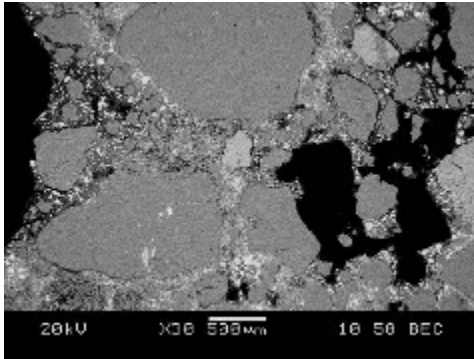


(a)

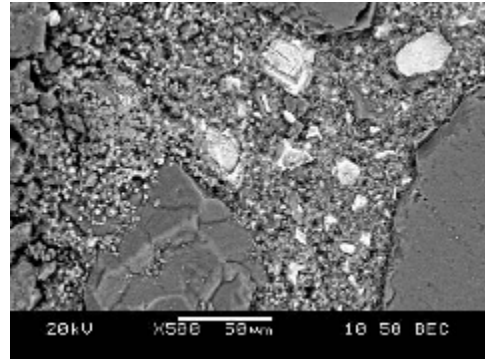


(b)

Ek B-125 MP2-1,5 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

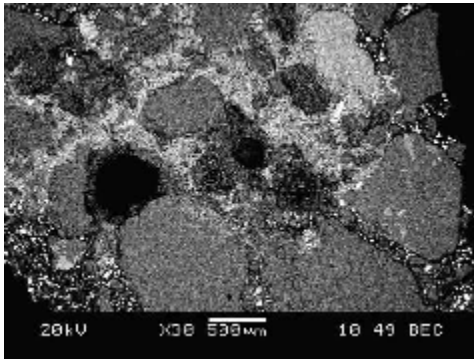


(a)

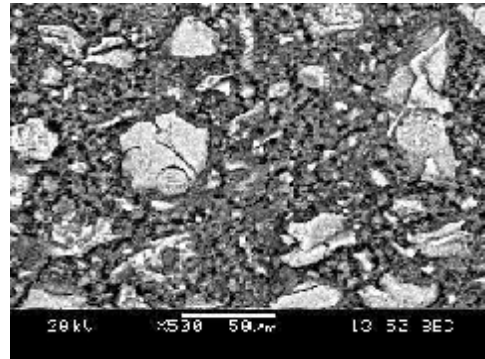


(b)

Ek B-126 MP2-2,0 örneğinin 1 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

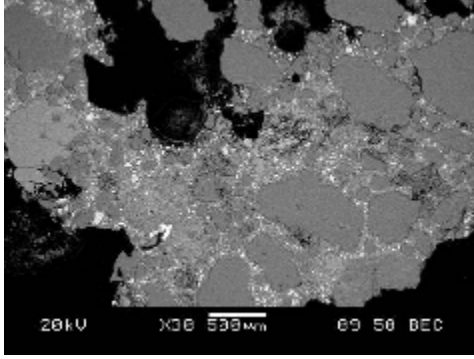


(a)

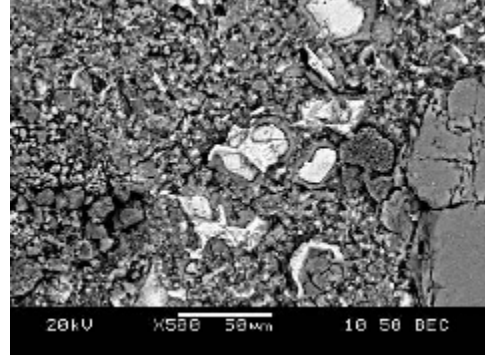


(b)

Ek B-127 MP2-2,0 örneğinin 2 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

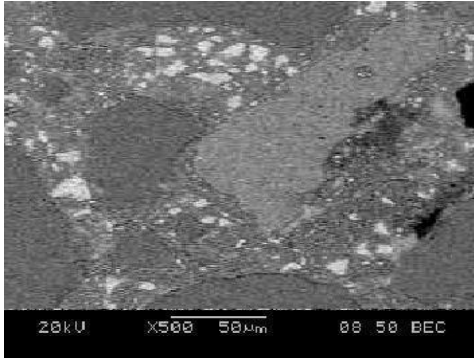


(a)

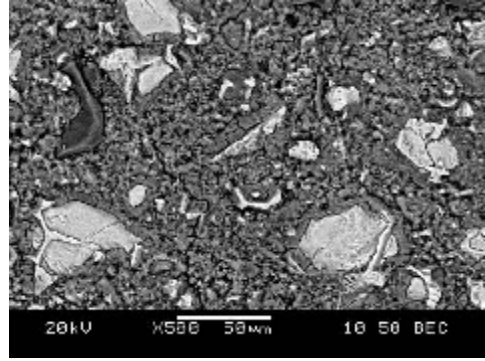


(b)

Ek B-128 MP2-2,0 örneğinin 7 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

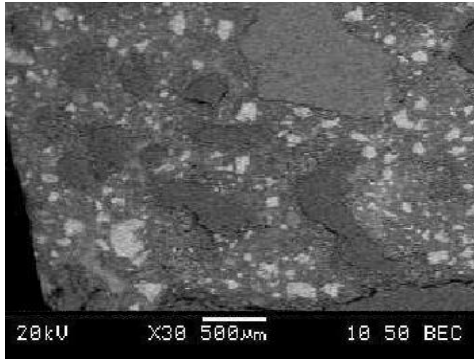


(a)

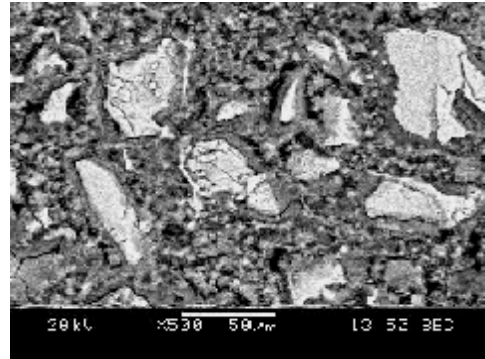


(b)

Ek B-129 MP2-2,0 örneğinin 28 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X



(a)



(b)

Ek B-130 MP2-2,0 örneğinin 90 günlük mikrografikleri (a)30X, (b) 500X

EK C- MİKROYAPISAL ÖZELLİKLERİN ZAMANA VE DOZAJA BAĞLI DEĞİŞİMLERİ

30X büyütmeye dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = Ax^2 + mBx + mC$				
Seri Adı	A	B	C	R ²
NSB1-1.gün	0,109	2,919	13,503	0,9997
NSB1-2.gün	1,952	-0,893	11,36	0,9597
NSB1-7.gün	0,362	0,711	7,961	0,9874
NSB1-28.gün	1,390	-1,5169	6,597	0,9643
NSB1-90.gün	1,115	-1,146	5,818	0,9749
NSB2-1.gün	0,419	1,873	10,689	0,9998
NSB2-2.gün	2,216	-1,903	9,458	0,9398
NSB2-7.gün	0,488	0,072	6,520	0,9788
NSB2-28.gün	1,005	-1,080	5,061	0,9999
NSB2-90.gün	0,830	-0,818	4,420	0,9639
LMP1-1-1.gün	-1,735	5,856	10,368	0,9950
LMP1-1-2.gün	-0,899	4,722	8,625	0,9962
LMP1-1-7.gün	-0,450	2,000	6,152	0,9998
LMP1-1-28.gün	1,203	-0,4913	5,0617	0,9920
LMP1-1-90.gün	0,694	0,149	4,402	0,9454
LMP1-2-1.gün	-1,459	5,7996	10,665	0,9998
LMP1-2-2.gün	0,4129	3,0278	9,2262	0,9889
LMP1-2-7.gün	0,0596	1,3494	6,4985	0,9846
LMP1-2-28.gün	1,0946	-0,4605	4,9492	0,9379
LMP1-2-90.gün	0,9817	-0,2435	4,2095	0,8870
LMP2-1-1.gün	-0,591	4,4034	10,094	0,9534
LMP2-1-2.gün	-1,0755	1,3379	8,7889	0,9938
LMP2-1-7.gün	-0,2533	1,6451	6,0985	0,9906
LMP2-1-28.gün	1,0804	-0,453	5,0471	0,9848
LMP2-1-90.gün	0,8335	-0,1209	4,3753	0,9211
LMP2-2-1.gün	-0,882	5,075	10,518	0,9843
LMP2-2-2.gün	0,573	2,766	9,213	0,9866
LMP2-2-7.gün	0,307	1,026	6,441	0,9878
LMP2-2-28.gün	0,928	-0,333	4,928	0,8957
LMP2-2-90.gün	1,008	-0,301	4,204	0,8811
MP1-1.gün	-0,340	3,602	10,208	0,9952
MP1-2.gün	0,455	2,005	8,685	0,9997
MP1-7.gün	0,204	0,849	6,104	0,9979
MP1-28.gün	1,082	-1,030	5,027	0,9922
MP1-90.gün	0,697	-0,251	4,213	0,9113
MP2-1.gün	-0,477	3,586	10,866	0,9949
MP2-2.gün	0,531	1,647	9,466	0,9983
MP2-7.gün	0,168	0,696	6,526	0,9992
MP2-28.gün	1,088	-1,022	4,924	0,9845
MP2-90.gün	0,486	0,120	4,072	0,9403

30X büyütmeye zamana bağlı boşluk alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = Ax^B$			
Seri Adı	A	B	R ²
NSB1-1,0	12,231	-0,2474	0,9914
NSB1-1,5	12,533	-0,2113	0,9673
NSB1-2,0	14,922	-0,2146	0,9744
NSB2-1,0	12,385	-0,2525	0,9828
NSB2-1,5	12,988	-0,2241	0,9460
NSB2-2,0	15,857	-0,234	0,9487
LMP1-1-0,4	11,743	-0,2425	0,9908
LMP1-1-1,0	13,979	-0,232	0,9683
LMP1-1-1,5	14,605	-0,213	0,9661
LMP1-2-0,4	12,367	-0,2767	0,9974
LMP1-2-1,0	14,391	-0,243	0,9476
LMP1-2-1,5	15,781	-0,240	0,9529
LMP2-1-0,4	10,816	-0,2279	0,9941
LMP2-1-1,0	13,211	-0,2222	0,9687
LMP2-1-1,5	14,377	-0,2164	0,9651
LMP2-2-0,4	11,865	-0,269	0,9929
LMP2-2-1,0	14,346	-0,2432	0,9487
LMP2-2-1,5	15,722	-0,243	0,9497
MP1-0,2	10,381	-0,2324	0,9962
MP1-1,5	14,196	-0,2325	0,9697
MP1-2,0	15,462	-0,2156	0,9665
MP2-0,2	11,697	-0,2687	0,9974
MP2-1,5	14,404	-0,2375	0,9701
MP2-2,0	15,867	-0,2288	0,9412

500X büyütmeye dozaja bağlı boşluk alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = Ax^2 + mBx + mC$				
Seri Adı	A	B	C	R ²
NSB1-1.gün	-0,5527	1,2156	13,047	0,9999
NSB1-2.gün	0,9873	0,7812	10,115	0,9788
NSB1-7.gün	0,4145	0,3571	7,3069	0,9872
NSB1-28.gün	1,2418	-1,3544	5,8904	0,9340
NSB1-90.gün	1,0091	-1,0398	5,1958	0,9761
NSB2-1.gün	0,481	2,153	12,286	0,9998
NSB2-2.gün	2,547	-2,187	10,871	0,9398
NSB2-7.gün	0,560	0,082	7,495	0,9788
NSB2-28.gün	1,155	-1,242	5,818	0,9999
NSB2-90.gün	0,954	-0,940	5,080	0,9639
LMP1-1-1.gün	-0,9245	4,5688	12,823	0,9801
LMP1-1-2.gün	-1,2415	5,6987	9,9654	0,9987
LMP1-1-7.gün	-0,304	1,8671	7,2531	0,9985
LMP1-1-28.gün	1,3828	-0,5647	5,8181	0,9920
LMP1-1-90.gün	0,7982	0,1717	5,06	0,9455
LMP1-2-1.gün	-1,677	6,6662	12,259	0,9998
LMP1-2-2.gün	0,4746	3,4082	10,605	0,9889
LMP1-2-7.gün	0,0685	1,5511	7,4696	0,9834
LMP1-2-28.gün	1,2581	-0,5294	5,6887	0,9379
LMP1-2-90.gün	1,1283	-0,2799	4,8385	0,8870
LMP2-1-1.gün	-0,4614	4,0013	12,66	0,9476
LMP2-1-2.gün	0,2561	3,1846	9,9489	0,9977
LMP2-1-7.gün	-0,0774	1,4585	7,1911	0,9825
LMP2-1-28.gün	1,2419	-0,5206	5,8013	0,9848
LMP2-1-90.gün	0,9581	-0,139	5,029	0,9212
LMP2-2-1.gün	-1,014	5,8135	12,09	0,9843
LMP2-2-2.gün	0,6597	3,1799	10,59	0,9866
LMP2-2-7.gün	0,3538	1,1795	7,4033	0,9878
LMP2-2-28.gün	1,0676	-0,3827	5,6649	0,8957
LMP2-2-90.gün	1,1591	-0,3463	4,8329	0,8811
MP1-1.gün	-0,131	3,062	12,823	0,9964
MP1-2.gün	0,7057	2,0264	10,004	0,9999
MP1-7.gün	0,2873	0,7607	7,2346	0,9993
MP1-28.gün	1,2442	-1,1846	5,7792	0,9961
MP1-90.gün	0,8013	-0,2892	4,8425	0,9546
MP2-1.gün	-0,548	4,122	12,489	0,9949
MP2-2.gün	0,610	1,893	10,881	0,9983
MP2-7.gün	0,194	0,800	7,501	0,9992
MP2-28.gün	1,251	-1,175	5,660	0,9845
MP2-90.gün	0,559	0,1382	4,680	0,8841

500X büyütmeye zamana bağlı boşluk alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = Ax^B$			
Seri Adı	A	B	R ²
NSB1-1,0	14,347	-0,2524	0,9911
NSB1-1,5	14,845	-0,2187	0,9709
NSB1-2,0	17,144	-0,2141	0,9739
NSB2-1,0	14,235	-0,2525	0,9828
NSB2-1,5	14,929	-0,2241	0,9460
NSB2-2,0	18,277	-0,234	0,9487
LMP1-1-0,4	13,612	-0,2445	0,9902
LMP1-1-1,0	16,068	-0,232	0,9683
LMP1-1-1,5	16,788	-0,213	0,9661
LMP1-2-0,4	14,125	-0,2767	0,9902
LMP1-2-1,0	16,541	-0,243	0,9476
LMP1-2-1,5	18,14	-0,24	0,9529
LMP2-1-0,4	12,84	-0,2374	0,9929
LMP2-1-1,0	15,631	-0,2295	0,9700
LMP2-1-1,5	16,525	-0,2164	0,9661
LMP2-2-0,4	13,638	-0,269	0,9929
LMP2-2-1,0	16,49	-0,2432	0,9487
LMP2-2-1,5	18,071	-0,2164	0,9497
MP1-0,2	12,511	-0,2448	0,9909
MP1-1,5	16,318	-0,2325	0,9404
MP1-2,0	17,86	-0,2169	0,9321
MP2-0,2	13,445	-0,2687	0,9909
MP2-1,5	16,566	-0,2375	0,9404
MP2-2,0	18,238	-0,2288	0,9321

500X büyütmeye dozaja bağlı hidrate alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = Ax^2 + mBx + mC$				
Seri Adı	A	B	C	R ²
NSB1-1.gün	-2,13	1,881	53,057	0,9781
NSB1-2.gün	-2,879	3,450	50,80	0,9972
NSB1-7.gün	-0,39	-1,853	48,149	0,9866
NSB1-28.gün	-3,047	2,533	39,90	0,9537
NSB1-90.gün	-1,922	-0,860	37,24	0,9998
NSB2-1.gün	-1,941	1,588	53,238	0,952
NSB2-2.gün	-2,736	3,237	50,863	0,9978
NSB2-7.gün	-1,689	0,343	47,252	0,9519
NSB2-28.gün	-4,624	4,363	39,57	0,9567
NSB2-90.gün	-1,165	-2,324	36,973	0,9948
LMP1-1-1.gün	-1,5474	-1,1223	49,33	0,9616
LMP1-1-2.gün	-2,7696	0,9163	46,987	0,9856
LMP1-1-7.gün	0,8453	-4,8136	44,302	0,9773
LMP1-1-28.gün	-0,3188	-4,7244	36,357	0,9905
LMP1-1-90.gün	1,7257	-9,5454	34,279	0,9881
LMP1-2-1.gün	-2,3601	0,2128	53,873	0,8626
LMP1-2-2.gün	-3,426	2,4445	51,228	0,9507
LMP1-2-7.gün	-0,9702	-2,7697	47,36	0,9435
LMP1-2-28.gün	-1,5745	4,541	40,004	0,9874
LMP1-2-90.gün	2,7142	-10,925	37,489	0,9639
LMP2-1-1.gün	-2,4632	0,2337	49,49	0,9273
LMP2-1-2.gün	-2,4748	0,9114	47,007	0,9773
LMP2-1-7.gün	0,5716	-4,24	44,392	0,9884
LMP2-1-28.gün	-2,0536	-1,741	36,205	0,9980
LMP2-1-90.gün	0,5484	-8,0275	34,57	0,9664
LMP2-2-1.gün	-2,4274	0,3633	53,876	0,8591
LMP2-2-2.gün	-3,5737	2,664	51,23	0,9511
LMP2-2-7.gün	-1,3807	-2,1796	47,51	0,9888
LMP2-2-28.gün	-3,3285	-1,7689	39,923	0,9937
LMP2-2-90.gün	1,7125	-9,6535	37,719	0,9268
MP1-1.gün	-1,872	0,396	49,938	0,9571
MP1-2.gün	-3,090	3,115	47,12	0,9935
MP1-7.gün	-0,773	-1,8723	44,2	0,9674
MP1-28.gün	-2,689	0,364	36,01	0,9998
MP1-90.gün	0,833	-7,655	34,18	0,9987
MP2-1.gün	-1,232	-0,631	54,277	0,9394
MP2-2.gün	-1,379	-0,484	47,272	0,9994
MP2-7.gün	-3,672	4,299	51,383	0,9725
MP2-28.gün	-2,024	-1,356	39,678	0,9999
MP2-90.gün	1,85	-8,640	37,276	0,9972

500X büyütmeye zamana bağlı hidrate kısım alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = A \ln(x) + B$			
Seri Adı	A	B	R ²
NSB1-1,0	4,3004	35,546	0,9841
NSB1-1,5	4,112	34,401	0,9537
NSB1-2,0	4,671	29,694	0,9557
NSB2-1,0	4,5155	34,84	0,9626
NSB2-1,5	4,3426	33,57	0,9216
NSB2-2,0	5,1261	27,855	0,9474
LMP1-1-0,4	4,0916	32,657	0,9796
LMP1-1-1,0	4,6015	27,829	0,9595
LMP1-1-1,5	4,5747	26,142	0,9566
LMP1-2-0,4	4,7008	35,546	0,9796
LMP1-2-1,0	5,0977	30,346	0,9595
LMP1-2-1,5	5,2566	28,046	0,9497
LMP2-1-0,4	4,0054	33,498	0,9856
LMP2-1-1,0	4,5219	28,438	0,9565
LMP2-1-1,5	4,6251	26,392	0,9537
LMP2-2-0,4	4,0152	33,567	0,9745
LMP2-2-1,0	4,3239	28,658	0,9662
LMP2-2-1,5	4,7244	26,784	0,9677
MP1-0,2	4,1358	33,735	0,9854
MP1-1,5	4,7816	26,984	0,9619
MP1-2,0	4,8987	23,803	0,9619
MP2-0,2	4,4808	36,694	0,9761
MP2-1,5	5,0212	30,293	0,9193
MP2-2,0	5,0161	27,683	0,9426

500X büyütmeye dozaja bağlı kalsiyum hidroksit alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = Ax^2 + mBx + mC$				
Seri Adı	A	B	C	R ²
NSB1-1.gün	-2,2164	2,2493	30,097	0,9814
NSB1-2.gün	-3,443	4,25	28,08	0,9925
NSB1-7.gün	0,2209	-3,135	25,529	0,9925
NSB1-28.gün	-3,5709	3,354	19,18	0,9525
NSB1-90.gün	-1,151	-2,62	17,471	0,9995
NSB2-1.gün	-1,878	1,637	30,394	0,9493
NSB2-2.gün	-2,873	3,415	28,308	0,9884
NSB2-7.gün	-0,300	-1,796	24,477	0,9838
NSB2-28.gün	-4,389	4,741	18,388	0,9404
NSB2-90.gün	-1,020	-3,000	17,019	0,9998
LMP1-1-1.gün	-1,8336	-0,2149	30,341	0,9603
LMP1-1-2.gün	-4,1965	2,9864	28,13	0,9999
LMP1-1-7.gün	1,775	-6,3322	25,673	0,9963
LMP1-1-28.gün	-1,3607	-3,343	19,466	0,9987
LMP1-1-90.gün	1,7276	-9,0248	17,763	0,9905
LMP1-2-1.gün	-1,9749	0,0716	30,897	0,8770
LMP1-2-2.gün	-3,8497	2,7429	28,493	0,986
LMP1-2-7.gün	1,1672	-5,1099	24,577	0,9977
LMP1-2-28.gün	-2,7313	-1,8001	18,689	0,9920
LMP1-2-90.gün	1,6578	-9,447	17,271	0,9887
LMP2-1-1.gün	-2,1293	0,3461	30,477	0,9195
LMP2-1-2.gün	-3,7041	2,6576	28,173	0,9996
LMP2-1-7.gün	0,9666	-5,2163	25,82	0,9812
LMP2-1-28.gün	-3,1206	0,2179	19,187	0,9934
LMP2-1-90.gün	0,4035	-7,2231	18,16	0,9559
LMP2-2-1.gün	-2,0563	0,2271	30,891	0,8776
LMP2-2-2.gün	-3,5014	2,5095	28,578	0,9579
LMP2-2-7.gün	0,3036	-4,0043	24,759	0,9642
LMP2-2-28.gün	-3,0422	-1,3373	18,721	0,9892
LMP2-2-90.gün	0,8235	-8,3872	17,466	0,9678
MP1-1.gün	-2,4076	1,7032	30,738	0,9726
MP1-2.gün	-3,194	4,688	28,28	0,9988
MP1-7.gün	0,526	-4,1015	25,687	0,9990
MP1-28.gün	-3,1175	1,3787	18,94	0,9957
MP1-90.gün	0,587	-6,606	17,83	0,9973
MP2-1.gün	-1,515	0,209	31,086	0,9236
MP2-2.gün	-4,106	5,048	28,606	0,9934
MP2-7.gün	0,453	-3,439	24,568	0,9996
MP2-28.gün	-1,785	-1,023	18,507	0,9734
MP2-90.gün	0,722	-6,462	16,955	0,9999

500X büyütmede zamana bağlı kalsiyum hidroksit alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = A \ln(x) + B$			
Seri Adı	A	B	R ²
NSB1-1,0	3,7643	14,757	0,9893
NSB1-1,5	3,6763	13,327	0,9568
NSB1-2,0	4,0826	8,9243	0,9706
NSB2-1,0	3,9138	14,222	0,9750
NSB2-1,5	3,8825	12,629	0,9221
NSB2-2,0	4,4849	7,8456	0,9507
LMP1-1-0,4	3,5502	15,815	0,9897
LMP1-1-1,0	4,0756	11,447	0,9724
LMP1-1-1,5	4,0161	9,4555	0,9722
LMP1-2-0,4	3,9777	14,946	0,9885
LMP1-2-1,0	4,3394	10,552	0,9475
LMP1-2-1,5	4,6083	7,8712	0,9580
LMP2-1-0,4	3,3582	16,927	0,9824
LMP2-1-1,0	3,8824	12,365	0,9238
LMP2-1-1,5	3,9945	10,05	0,9529
LMP2-2-0,4	3,8281	15,727	0,9824
LMP2-2-1,0	4,3386	10,618	0,9478
LMP2-2-1,5	4,6547	7,9241	0,9529
MP1-0,2	3,4737	17,079	0,9899
MP1-1,5	4,1495	10,864	0,9716
MP1-2,0	4,1139	7,9086	0,9591
MP2-0,2	3,809	15,953	0,9853
MP2-1,5	4,3466	10,211	0,9481
MP2-2,0	4,3171	7,719	0,9399

500X büyütmeye dozaja anhidrate kısım alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = Ax^2 + mBx + mC$				
Seri Adı	A	B	C	R ²
NSB1-1.gün	2,976	8,0766	33,23	0,9998
NSB1-2.gün	4,8745	-5,0896	30,737	0,9500
NSB1-7.gün	-0,154	4,352	19,21	0,9940
NSB1-28.gün	5,081	-6,353	15,27	0,9918
NSB1-90.gün	3,35	-3,107	11,651	0,9810
NSB2-1.gün	1,704	3,172	33,722	0,9988
NSB2-2.gün	6,466	-6,918	31,22	0,9538
NSB2-7.gün	1,429	1,370	20,776	0,9634
NSB2-28.gün	4,454	-5,410	15,011	0,9893
NSB2-90.gün	2,856	-2,285	11,287	0,9466
LMP1-1-1.gün	-0,7647	10,435	32,63	0,9822
LMP1-1-2.gün	2,7015	2,6392	30,263	0,9952
LMP1-1-7.gün	-2,1024	8,8462	18,954	0,9953
LMP1-1-28.gün	6,3004	-4,5429	15,178	0,9834
LMP1-1-90.gün	2,2706	1,4573	11,248	0,9590
LMP1-2-1.gün	-2,6949	13,706	32,981	0,9582
LMP1-2-2.gün	3,8312	2,861	30,702	0,9922
LMP1-2-7.gün	-0,2655	6,3286	20,593	0,9991
LMP1-2-28.gün	6,0176	-4,6581	14,59	0,9628
LMP1-2-90.gün	3,2066	-0,0045	10,392	0,8776
LMP2-1-1.gün	0,4217	8,7849	32,257	0,9773
LMP2-1-2.gün	3,9379	-0,0147	30,505	0,9822
LMP2-1-7.gün	-1,2471	7,5653	18,778	0,9831
LMP2-1-28.gün	5,674	-4,2455	15,098	0,9985
LMP2-1-90.gün	2,4866	0,8499	11,146	0,9367
LMP2-2-1.gün	-1,522	12,227	32,725	0,9287
LMP2-2-2.gün	5,711	-0,0737	30,767	0,9939
LMP2-2-7.gün	0,7232	5,0045	20,328	0,9763
LMP2-2-28.gün	6,0076	-4,7907	14,527	0,9429
LMP2-2-90.gün	3,3245	-0,2441	10,40	0,8638
MP1-1.gün	-0,643	9,161	32,69	0,9973
MP1-2.gün	5,28	-4,04	31,06	0,9958
MP1-7.gün	0,0116	4,9972	19,067	0,9998
MP1-28.gün	6,112	-7,362	14,88	0,9978
MP1-90.gün	3,4788	-1,8105	10,482	0,9673
MP2-1.gün	-2,023	10,981	33,28	0,9964
MP2-2.gün	3,199	0,486	30,933	0,9999
MP2-7.gün	0,731	3,123	20,658	0,9842
MP2-28.gün	6,52	-8,171	14,35	0,9850
MP2-90.gün	2,18	0,283	10,006	0,9076

500X büyütmeye zamana anhidrate kısım alan oranı değişimleri

Genel denklem = $y = Ax^B$			
Seri Adı	A	B	R ²
NSB1-1,0	38,167	-0,2742	0,9924
NSB1-1,5	38,909	-0,2254	0,9667
NSB1-2,0	45,564	-0,207	0,9776
NSB2-1,0	39,394	-0,2842	0,9923
NSB2-1,5	40,15	-0,2346	0,9667
NSB2-2,0	48,105	-0,2263	0,9776
LMP1-1-0,4	36,24	-0,2679	0,9982
LMP1-1-1,0	42,09	-0,2364	0,9836
LMP1-1-1,5	44,97	-0,2085	0,9909
LMP1-2-0,4	39,133	-0,3289	0,9872
LMP1-2-1,0	44,391	-0,2541	0,9687
LMP1-2-1,5	48,232	-0,2401	0,9909
LMP2-1-0,4	35,232	-0,27	0,9966
LMP2-1-1,0	41,264	-0,2357	0,9832
LMP2-1-1,5	44,497	-0,2153	0,9227
LMP2-2-0,4	37,661	-0,3237	0,9911
LMP2-2-1,0	43,853	-0,2528	0,9695
LMP2-2-1,5	48,144	-0,2421	0,9227
MP1-0,2	36,203	-0,3108	0,9913
MP1-1,5	45,26	-0,2356	0,9723
MP1-2,0	47,753	-0,1987	0,9683
MP2-0,2	37,45	-0,3289	0,9913
MP2-1,5	44,653	-0,2476	0,9659
MP2-2,0	48,147	-0,2115	0,9683