METAKAOLİN İÇEREN FARKLI C3A İÇERİĞİNE SAHİP ÇİMENTOLU SİSTEMLERİN TİKSOTROPİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Öznur BİRİCİK



T.C. BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METAKAOLİN İÇEREN FARKLI C3A İÇERİĞİNE SAHİP ÇİMENTOLU SİSTEMLERİN TİKSOTROPİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Öznur BİRİCİK 0000-0003-4884-7350

Doç. Dr. Ali MARDANI-AGHABAGLOU (Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ İNŞAAT MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

> BURSA – 2022 Her Hakkı Saklıdır

TEZ ONAYI

Öznur BİRİCİK tarafından hazırlanan "METAKAOLİN İÇEREN FARKLI C3A İÇERİĞİNE SAHİP ÇİMENTOLU SİSTEMLERİN TİKSOTROPİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman

: Doç. Dr. Ali MARDANÎ-AGHABAGLOU

Başkan : Doç. Dr. Ali MARDANI-AGHABAGLOU 0000-0003-0326-5015 Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı

- Úye : Doç. Dr. Tahir Kemal ERDEM 0000-0002-8527-5518 Marmara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı
- Üye : Dr. Öğretim Üyesi Zeynep BAŞARAN BUNDUR İmza 0000-0003-1398-4021 Özyeğin Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı

Jordan

İmza

0

İmza

KIZZ

Yukarıdaki sonucu onaylarım Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN Eustitü Yüdürü I. A. J. J.

B.U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

27/12/2021 Öznur BİRİCİK

TEZ YAYINLANMA FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI BEYANI

Enstitü tarafından onaylanan lisansüstü tezin/raporun tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı (kâğıt) ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda verilen koşullarla kullanıma açma izni Bursa Uludağ Üniversitesi'ne aittir. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet hakları ile tezin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanım hakları tarafımıza ait olacaktır. Tezde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alınarak kullandığını ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederiz.

Yükseköğretim Kurulu tarafından yayınlanar. "Lisansüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge" kapsamında, yönerge tarafından belirtilen kısıt amalar olmadığı takdirde tezin YÖK Ulusal Tez Merkezi / B.U.Ü. Kütüphanesi Açık Erişim Sistemi ve üye olunan diğer veri tabanlarının (Proquest veri tabanı gibi) erişimine açılması uygundur.

Doç. Dr. Ali MARDANI-AGHABAGLOU Tarih Okudum, an ladım. 1801.2022

Bu bölüme kişinin kendi el yazısı ile okudum anladım yazmalı ve imzalanmalıdır. Öznur BİRİCİK Tarih

Okudum, on ladim. 18.01.2022 alter

İmza Bu bölüme kişinin kendi el yazısı ile okudum anladım yazmalı ve imzalanmalıdır.

TEZ YAYINLANMA

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

METAKAOLİN İÇEREN FARKLI C3A İÇERİĞİNE SAHİP ÇİMENTOLU SİSTEMLERİN TİKSOTROPİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Öznur BİRİCİK

Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Ali MARDANİ-AGHABALOU

ÖZET

Bu tez çalışmasında, çimento C₃A içeriği ve metakaolin (MK) kullanım oranının çimentolu sistemlerin taze ve sertleşmiş hal özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Hamur karışımlarının priz süresi ve akış özelliği; harç karışımlarında ise hedef yayılmayı sağlamak için yüksek oranda su azaltıcı katkı gereksinimi, kıvam koruma performansı ve basınç dayanımı belirlenmiştir. Ayrıca çimento hamuru karışımlarının zamana bağlı reolojik parametrelerinin değişimini (tiksotropi) incelemek amacı ile karışım hazırlandıktan hemen sonra ve 20 dakika bekletildikten sonra reolojik ölçümleri döngü yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Bu doğrultuda, ön karıştırma prosedürünün, karıştırma süresinin, uygulanan maksimum deformasyon hızının ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışının karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Çimento incelik değerinin ve MK kullanım oranının artışı ile hamur karışımlarının Marsh hunisi akış süresi değerleri artmıştır. Su azaltıcı katkı kullanım oranının düşük olduğu durumda, MK kullanım oranının artışı ile karışımların mini-çökme yayılması değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Tüm karışımların yapısal toparlanma alanı değerlerinin yapısal bozulma alanı değerinden yüksek olduğu belirlenmiştir. C3A oranı, MK kullanım oranı ve çimento inceliğinin artışı ile dinamik eşik kayma gerilmesi, nihai viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı, bu artışın zamanla daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Çimento C₃A içeriği ve MK kullanım oranından bağımsız olarak zamanla meydana gelen yapı oluşumunun çoğunlukla geri döndürülebilir olduğu anlaşılmıştır. Ön karıştırma hızının artışı, karıştırma süresinin artışı, deformasyon hızının azalması ile C₃A oranının dinamik eşik kayma gerilmesi ve viskozite değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Çimento C₃A içeriği ve MK ikame oranının artışıyla harç karışımlarının yayılma değerleri azalmıştır. MK ikame oranının artışı ile 28 ve 90 günlük basınç dayanımı değerleri artış göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Tiksotropi, reolojik özelikler, metakaolin, incelik, C_3A içeriği 2022, xx + 309 sayfa.

ABSTRACT

MSc Thesis

INVESTIGATION OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF CEMENTITIOUS SYSTEMS CONTAINING DIFFERENT C₃A CONTENT CONTAINING METAKAOLIN

Öznur BİRİCİK

Bursa Uludağ University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Civil Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Ali MARDANI-AGHABAGLOU

In this thesis, the effect of cement C₃A content and metakaolin (MK) utilization rate on the fresh and hardened state properties of cementitious systems were investigated. Setting time and flow properties of paste mixtures and high range water reducing admixture demand to provide the target flow value, consistency retention performance and compressive strength of mortar mixtures were determined. In addition, rheological measurements of cement paste mixtures were carried out with the loop method, immediately after the mixture was prepared and after waiting for 20 minutes in order to examine the change of rheological parameters depending on time (thixotropy). In this regard, the effects of pre-shearing procedure, mixing time, applied maximum deformation rate and deformation rate increase in 1 second on the thixotropic behavior of the mixtures were investigated. Marsh-funnel flow time values of paste mixtures increased with the increase of cement fineness and MK utilization ratio. In cases where the water reducing admixture utilization rate is low, a decrease in the mini-slump values of the mixtures was observed with the increase in the MK usage rate. It was determined that the structural recovery area values of all mixtures were higher than that of the structural deterioration area values. It was understood that the dynamic yield stress, final viscosity and structural recovery area values increased with the increase in C₃A ratio, MK usage rate and cement fineness. This behavior was more pronounced by elapsed time. Irrespective of the cement C₃A content and the MK utilization rate, the structure formation that occurred by elapsed time was mostly reversible. It was understood that the effect of C₃A ratio on dynamic yield stress and viscosity values was more pronounced with the increase of pre-shearing rate, a increase of mixing time, a decrease of deformation rate. The flow values of the mortar mixtures decreased with the increase of cement C₃A content and MK replacement ratio. With the increase of MK replacement ratio, the 28 and 90-day compressive strength values increased.

Key words: Thixotropy, rheological properties, metakaolin, fineness, C₃A content **2022, xx+ 309 pages.**

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tezimin her aşamasında bilgi ve tecrübelerini aktararak her zaman desteğini aldığım danışman hocam, sayın Doç. Dr. Ali MARDANI-AGHABAGLOU'ya rehberliği, ilgisi ve sabrı için saygılarımı sunar, teşekkür ederim.

Tez çalışması boyunca sağladığı kıymetli desteklerinden dolayı İnş. Müh. Hatice Gizem ŞAHİN'e,

Bu tez çalışmasını 219M425 No'lu "Polikarboksilat Esaslı Yüksek Oranda Su Azaltıcı Katkı Özelliklerinin Çimento-Katkı Uyumuna Etkisi" başlıklı araştırma projesi kapsamında destekleyen Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TUBITAK)'a,

Çalışma kapsamında kullanılan çimentoların temini ve analizlerinde sağladıkları kolaylıklardan dolayı Oyak Fabrikası-Bolu Şubesi Kalite Kontrol Laboratuvarı'na

Çalışma kapsamında kullanılan metakaolin temini ve analizlerinde sağladıkları kolaylıklardan dolayı KAOLIN Endustriyel Mineraller San. ve Tic. A.Ş.'ye

Çalışma kapsamında kullanılan kimyasal katkının temini ve analizlerinde sağladıkları kolaylıklardan dolayı Polisan A.Ş.'ye

Çalışma kapsamında kullanılan agreganın temininde sağladıkları kolaylıklardan dolayı Bursa Beton A.Ş.'ye

Çalışma kapsamında kullanılan reometre cihazı kullanımında sağladıkları kolaylıklardan dolayı Anton Paar Kıdemli Uygulama Uzmanı Gizem AKAY'a

Manevi destekleriyle bana güç veren değerli dostlarıma,

Maddi, manevi desteklerini benden esirgemeyen, hayatım boyunca aldığım tüm kararlarda yanımda olan, varlıklarıyla kendimi şanslı hissettiğim aileme teşekkürlerimi sunarım.

Öznur BİRİCİK 27/12/2021

Sayfa

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....vi

| ABSTRACT | vi |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|
| TEŞEKKÜR | vii |
| SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ | X |
| ŞEKİLLER DİZİNİ | X |
| ÇİZELGELER DİZİNİ | xviii |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 2. KURÁMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI | 5 |
| 2.1. Reoloji | 5 |
| 2.2. Tiksotropi | 9 |
| 2.2.1. Tiksotropik Davranışın Oluşumu | 15 |
| 2.2.2. Tiksotropinin Önemi | 29 |
| 2.2.3. Tiksotropi Davranışının Değerlendirme Yöntemleri | |
| 2.2.4. Tiksotropi Davranışını Ölçme Yöntemleri | 40 |
| 2.2.4.1. Reometre Deneyleri | 40 |
| 2.2.4.2. Analiz Yöntemleri | 48 |
| 2.2.5. Çimentolu Sistemlerin Tiksotropik Davranışını Etkileyen Parametreler | 50 |
| 3. MATERYAL ve YÖNTEM. | 133 |
| 3.1. Malzeme | 134 |
| 3.1.1 Çimento | 134 |
| 3.1.2. Metakaolin | 135 |
| 3.1.3. Kum | 136 |
| 3.1.4. Su Azaltıcı Katkı | 137 |
| 3.2. Karışımların Hazırlanması | 138 |
| 3.2.1. Çimento Hamuru Karışımlarının Hazırlanması | 138 |
| 3.2.2. Harç Karışımlarının Hazırlanması | 143 |
| 3.3. Yöntem | 144 |
| 3.3.1. Hamur Karışımları Üzerinde Uygulanan Deneyler | 144 |
| 3.3.2. Harç Karışımları Üzerinde Uygulanan Deneyler | 160 |
| 4. BULGULAR ve TARTIŞMA | 161 |
| 4.1. Adsorpsiyon | 161 |
| 4.2. Priz Süresi Tayini Deneyi | 162 |
| 4.3. Marsh Hunisi Ve Mini Yayılma Deneyi | 165 |
| 4.4. Hamur Karışımlarının Reolojik Özelliklerinin Belirlenmesi | |
| 4.4.1. Çimento C ₃ A İçeriği Ve Metakaolin İkame Oranının Etkisi | 182 |
| 4.4.2. Ön Karıştırma Prosedürünün Karışımların Tiksotropik Davranışına Etki | si 203 |
| 4.4.3. Ön Karıştırma Hızının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi | 226 |
| 4.4.4. Uygulanacak Maksimum Deformasyon Hızı Sabit Tutularak Karıştırma 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışı Değişimi | Süresi Ve 239 |
| 4.4.5. Karıştırma süresi sabit, uygulanan maksimum deformasyon hızı ve 1 s deformasyon hız artısı değisimi | saniyedeki 253 |
| 4.4.6. 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışı Sabit, Uvgulanan Maksimum Det | formasvon |
| Hızı Ve Karıştırma Süresi Değişimi | |
| 4.5. Harç Karışımlarının Zamana Bağlı Yayılma Davranışının İncelenmesi | |
| 4.6. Harç Karışımlarının Basınç Dayanımı Değerlerinin İncelenmesi | |
| 5. SONUC | |
| KAYNAKLAR | |
| ÖZGEÇMİŞ | |
| | |

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

SimgelerAçıklama τ_o Eşik kayma gerilmesi (Pa) $\dot{\gamma}$ Deformasyon hızı τ Kayma gerilmesi μ Plastik viskozitebHerschel-Bulkley kıvam katsayısıpHerschel-Bulkley indeksi

Kısaltmalar Açıklama

| С | CaO |
|-------------------|--------------------------------------------|
| C_2S | 2CaO.SiO2 |
| C_3A | 3CaO.Al2O3 |
| C_3S | 3CaO.SiO2 |
| C ₄ AF | 4CaO.Al2O3.Fe2O3 |
| C-S-H | Kalsiyum-silikat-hidrat |
| ASTM | American Society for Testing and Materials |
| EKG | Eşik kayma gerilmesi (Pa) |
| S/Ç | Su/çimento oranı |
| TS | Türk Standartları |

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

| Şekil 2.1. Farklı akış davranışları a) Newton akış davranışı, b) Bingham akış davranışı, |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| c) Doğrusal olmayan Herschel-Buckley akış davranışı (Griesser 2002, |
| Mardani-Aghabaglou 2016)7 |
| Şekil 2.2. a) Sabit düşük kayma deformasyon hızı altında kayma gerilmesi değişimi, b) |
| Beton eleman üretimi esnasında kayma gerilmesi ve mikro mukavemet |
| gelişimi |
| Şekil 2.3. Moleküller arasındaki bağ |
| Sekil 2.4. Cimentolu sistemlerin tiksotropik davranısının fiziksel acıklaması (Saak |
| 2000) |
| Şekil 2.5. London Kuvvetlerinin Açıklaması (Quanji 2010) |
| Şekil 2.6. Partikülün çift yüklü katman modeli (Russell 1987) |
| Sekil 2.7. Akıskanlastırıcı katkının sterik engelleme mekanizmasının sematik gösterimi |
| (Quanii, 2010) |
| Sekil 2.8. Cimento hamurunda mevcut olduğu varsayılan farklı bağlantı türlerinin bir |
| özeti |
| Sekil 2.9. Kayma deformasyon uvgulanması esnasında partikül dayranısı (Tattersall ve |
| Banfill 1983) 27 |
| Sekil 2 10 PFI teorisinin en önemli vönlerinin görsel özeti 29 |
| Sekil 2.11. Tiksotroni indeksinin hesanlanması için uygulanan reolojik ölçüm modeli 37 |
| Sekil 2.12. Adım değişimi yöntemi ile görünür vişkozite değeri değişimi ölcümü |
| Sekil 2.13. Sabit kayma deformasyon hızı uygulaması ile görünür yiskozite değeri |
| değişimi ölçümü |
| Sakil 2.14 Vanual bozulma alanı ölçümü |
| Sekil 2.15. Tiksotroni Arastırmeleri için Döngü Testi |
| Sekil 2.16 Historogiz alanı türləri a) Tənərlərmə (anti tikaətrəni) h) |
| Sekii 2.10. Histeresiz alalii turren, a) ropartalilita (alut-tiksotropi), b) |
| Soleil 2.17 Tileotroni İncolonosi isin Adam Dožistimus Testi |
| $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}$ |
| Sekil 2.18. Kiriş uzunluğu olçumunun şematik gösterimi (Qian ve ark. 2018) |
| Şekil 2.19. a) Çalışmada kullanlıan reometre b) Zamana dağlı dinamik ve statik kayma |
| gerilmesi degerieri (Lowke ve ark. 2010) |
| Şekil 2.20. a)Reolojik olçum yontemi b) Çimento turune bağlı olarak tiksotropik |
| davraniş degişimi (Quanji 2010) |
| Şekil 2.21. a) Eski b) Yeni |
| Şekil 2.22. Reolojik ölçüm yöntemi (Yuan ve ark. 2019, Yuan ve ark. 2018) |
| Şekil 2.23. KSAÇ çimentosu ikamesi ile tiksotropi davranışının artması (Huang ve ark. |
| 2019) |
| Şekil 2.24. a) Yüksek zeta potansiyeline sahip silis dumanı b) Düşük zeta potansiyele |
| sahip F sınıfı uçucu kül (Navarrete ve ark. 2020)57 |
| Şekil 2.25. a) Reolojik ölçüm yöntemi b) Silis dumanı oranı-yapısal toparlanma (Ferron |
| 2007) |
| Şekil 2.26. a) Reolojik ölçüm yöntemi, Mineral katkı kullanım oranına göre histeresiz |
| alan değerleri b) Uçucu kül c) Cüruf d) Silis dumanı (Jiang 2020)62 |
| Şekil 2.27. Görünür viskozite değerleri değişimi (F:uçucu kül G: granüle yüksek fırın |
| cürufu A: Aktivatör) (Panda 2019)63 |
| Şekil 2.28. Grafen oksit ve uçucu kül oranına bağlı olarak histeresiz alanları değişimi |
| (Wang 2017)65 |

| Şekil 2.29. | Uçucu kül ve GO'in flokülasyon oluşumuna etkisi (a) Çimento hamuru, (b) GO-çimento hamuru, ve (c) Uçucu kül-GO-çimento hamuru (Wang 2017) |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| G 1 1 0 00 | |
| Şekil 2.30. | ICAR reometresi (Rahman ve ark. 2014) |
| Şekil 2.31. | Uçucu kül eklenmesinin başlangiç ve denge kayma gerilmesi değerlerine etkisi (Assaad ve ark. 2003) |
| Şekil 2.32. | a) Actigel, b) YRMK ve c) ZKT ikamesinin tiksotropiye etkisi (Quanji 2010) |
| Şekil 2.33. | Çalışmada kullanılan a) Reometre, b) Reolojik ölçüm yöntemi (Claramunt ve ark 2018) |
| Şekil 2.34. | . MK kullanım oranı, s/ç oranı ve katk kullanım oranına bağlı olarak histeresiz alan değişimi (Claramunt ve ark 2018) |
| Şekil 2.35. | a) Reolojik ölçüm yöntemi, b) Histeresiz alanların oluşturulması, Nano kil ilayesi ile histeresiz alan değisimi c) 0 dk d)75 dk (Quanii ye ark 2014) 73 |
| Şekil 2.36. | a) Görünür viskozite değimi belirlenmesi yöntemi b) Ölçüm sonuçları (Chen 2020) |
| Şekil 2.37. | a) Reolojik ölçüm yöntemi (statik) b) %0 MK içeren karışım c) %3 MK içeren karışım (Chen 2020) |
| Şekil 2.38. | a) Reolojik ölçüm modeli (dinamik) b) Histeresiz alanlarının elde edilmesi c) Dinamik ölçüm sonuçları d) Tiksotropik alan değerleri (Chen 2020) 76 |
| Şekil 2.39. | a) İki oyuk kanatlı karıştırıcı, model ST59-2V-44.3/120 kanat b) 1 dakika sonra tiksotropik geri kazanım oranının (%) grafiği (PC = Portland |
| | cimentosu MK = metakaolin LF = kirectası) (Santos ve ark 2017) 77 |
| Sekil 240 | a) PC've portlandit eklenmesi ile b) Alcı iceren karısıma portlandit |
| Şekii 2.10 | eklenmesi ile c) Alçı türüne göre d) toplam sülfat içeriğine göre zamana bağlı kayma gerilmesi değişimi |
| Sekil 2.41 | a) Reolojik ölcüm modeli h) Kayma gerilmesi kontrollü reolojik ölcüm |
| şenin 2.11. | modeli, Atapulgit kil kullanım oranın geri kazanım süresine etkisi c) 120 sn dinlenmeden sonra d) 1800 sn dinlenmeden sonra (Kawashima ve ark. |
| | 2013) |
| Şekil 2.42. | a) 20 mm ve yüksekliği 60 mm boba sahip koaksiyel silindir bob-cup geometrili Anton-Paar MCR 102 reometresi b. Reolojik ölçüm yöntemi |
| Sal:1 2 12 | (Qian ve ark. 2018) |
| Şekii 2.43. | tork değerleri değişimi, c) Düşük katkı ilavesi ile karakteristik süre değişimi, d) PCE ve nanaokil kullanım oranına bağlı olarak karakteristik |
| | süre değişimi e) tiksotropi indeksi değişimi, f) Partikül boyut dağılımı (Qian ve ark. 2018) |
| Şekil 2.44. | a) Reolojik ölçüm yöntemi, Nanokil kullanımı ile b) Histeresiz alan değişimi |
| | c) Özgül toparlanma enerjisi değişimi d) Partikül boyut dağılımı değişimi |
| 0.1.1.0.45 | (Kawasnima 2012) |
| Şekil 2.45. | Nanokilin (polygarskite) a) Flokulasyon oluşmuş hali b) Dağılmış hali (Kawashima ve ark 2012) |
| Sekil 2 16 | (Rawashinia ve alk. 2012) |
| ŞUNII 2.40. | değerleri değisimi 87 |
| Şekil 2.47. | a) Çalışmada kullanılan reometre başlığı ve kabı, b) %0.1 bentonit iceren |
| , ,, | karışıma ait histeresiz alanı (Kaci ve ark. 2011) |
| | |

| Şekil 2.48. a) Çalışmada kullanılan reometre kap ve başlık b) Reolojik ölçüm methodu |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| |
| Sekil 2.49. a) Fall cone test b) Kireçtaşı tozu kullanım oranına bağlı olarak tiksotropik davranış değişimi (Baz 2021) |
| Sekil 2 50 Statik kayma gerilmesi değişimi a) 0-120 dk b) 0-60 dk c) %0 nanaoşilis |
| iceren karısım d) %1 nanosilis iceren karısım (Kruger ve ark 2019) 94 |
| Sekil 2.51. a) Kontrol b) Ucucu kül c) Mikro silis SEM görüntüleri d) Calısmada |
| uygulanan reolojik yöntem e) Karısımların 3B insa edilebilirlikleri (Panda |
| ve Tan 2019) |
| Şekil 2.52. PCE ve NS katkısının geri kazanım oranı |
| Şekil 2.53. a) PCE b) NSF katkı kullanım oranına bağlı olarak dinamik kayma gerilmesi |
| değişimi, c) PCE d) NSF katkı kullanım oranına bağlı olarak tiksotropi |
| indeksi değişimi, e) PCE f) NSF katkı kullanım oranına bağlı olarak |
| karakteristik süre değişimi |
| Şekil 2.54. Farklı tür katkıların kullanım dozajına bağlı olarak a) Kayma gerilmesi, b) |
| Plastik viskozite, c) Tiksotropi değerleri değişimi |
| Şekil 2.55. Farklı çimento turu içeren hamur karışımlarının 30 ve 60. dakıkadakı |
| nisterezis dongusunun alani (a) 15° C, (b) 20° C ve (c) 25° C de (Kaleta ve |
| Sekil 2.56 Katkı kullanım oranına hağlı olarak a) Vüzev gerilimi b) Dinamik kayma |
| gerilmesi c) Tiksotroni indeksi d) Parcacık hovut dağılımı değisimi 104 |
| Sekil 2.57. Yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanım oranına bağlı olarak yapısal |
| toparlanma alanı değisimi (Baz 2021) |
| Sekil 2.58. Karısımların bekletilme süresine bağlı olarak a) Statik kayma gerilmesi |
| değişimi, b) Tiksotropi indeksi değişimi c) Flokülasyon oluşum oranı |
| değişimi, d) Flokülasyon oluşum süresi değişimi e) Kayma |
| kalınlaşması/incelmesi davranışı değişimi, f) Reopektik davranış örneği |
| (Kolawole 2019)106 |
| Şekil 2.59. Karışımların zamana bağlı tiksotropi indeksi değerleri (Khayat 2002) 107 |
| Şekil 2.60. VMA kullanım oranın yapısal toparlanma alanına etkisi (Baz 2021) 108 |
| Şekil 2.61. a) Priz düzenleyici katkı türünün tiksotropiye etkisi, b) VDK'nin tilestrenim ethici (Assessed and 2002) |
| Sakil 2.62 a) Calumada kullanılar raamatra haslık va kahı h) Calumada yugularan |
| reolojik ölçüm modeli c) VMA kullanım oranına bağlı olarak kayma |
| gerilmesi değerleri değisimi (Bouras 2008) |
| Sekil 2.63. Zamana bağlı statik kayma gerilmesi sonucları (Yuan 2020) |
| Şekil 2.64. Kararlılık artışı yöntemi (Guo 2020) |
| Şekil 2.65 a) Tiksotropik ajanlar arasında meydana gelen etkileşim, b) Tiksotropik ajan |
| ve çimento partikülleri arasında meydana gelen etkileşim |
| Şekil 2.66. a) Reolojik ölçüm yöntemi, b) Kum/çimento oranına bağlı histeresiz alanları |
| değişimi, Zaman bağlı c) Viskozite d) Kayma gerilmesi e) Tiksotropi |
| değişimi (Zhang ve ark. 2019)116 |
| Şekil 2.67. KYB karışımlarının reolojik ölçümlerinde kullanılan reometre |
| Şekil 2.68. Yapısal bozulma alanı methodu (Ahari ve ark. 2015) |
| Sekil 2.69. Dinlenmedeki verim degeri methodu (Tuyan ve ark. 2018) |
| Şekii 2.70. a) 700, b) 70100 geri donuşturulmuş agrega içeren karişim, c) Histeresiz alan |
| Sekil 2 71 a) %0 b) %100 geri dönüstürülmüs agraga jaaran karışım |
| \sim NEWLY 21 ALTON DI 70100 VET COMUNITITI AVEVA ICEREN KARISIM 170 |

| Şekil 2.72. Hamur karışımlarının s/ç oranına bağlı olarak yanal basınç değişimi |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (Mostafa ve ark. 2016)120 |
| Şekil 2.73. a) Yüksek basınçlı bir hücrenin şematik diyagramı, b) Reometredeki yüksek |
| basınç hücresi (Kim ve ark. 2017)121 |
| Şekil 2.74. a) Reolojik ölçümünün tiksotropik alan değerleri b) Atmosfer basıncında c) |
| 30 MPa basınç değerinde (Kim ve ark. 2017)122 |
| Şekil 2.75. S/ç oranına bağlı olarak histeresiz alan değişimleri a) s/ç=0.40, b) s/ç=0.45, |
| c) $s/c=0.50$ (Petkova ve Samichkov 2007) |
| Şekil 2.76. Karışımların su/bağlayıcı oranı artışına bağlı olarak yanal basınç değişimi (Tuyan, 2018) |
| Şekil 2.77. Su/bağlayıcı oranına bağlı olarak yapısal bozulma alanı değerleri değişimi |
| (Ahari ve ark. 2015) |
| Şekil 2.78. S/ç oranı artışı ile yapısal toparlanma değerleri değişimi (Baz 2021)125 |
| Şekil 2.79. Karışımların reolojik parametrelerinin incelenemsi için uygulanan |
| deformasyon hızı geçmişi128 |
| Şekil 2.80. Karışımların reolojik parametrelerinin incelenemsi için uygulanan |
| deformasyon hızı geçmişi129 |
| Şekil 2.81. a) Çalışmada kullanılan reoloji ölçüm modeli b) Karıştırma hızına bağlı |
| olarak histeresiz alanları değişimi (Jiao ve ark. 2018)129 |
| Şekil 2.82. Çalışmada kullanılan reoloji ölçüm modeli (Jiao ve ark. 2019)130 |
| Şekil 2.83. Karıştırma proesesi, uçucu kül ve silis dumanının çimento ile ikamesinin |
| karışımlarının tiksotropik davranışa etkisi (Jiao ve ark. 2019) a) 5 dk b) 60 |
| dk c) 110 dk131 |
| Şekil 2.84. Yüksek ve düşük gerilim seviyelerine sahip geri kazanım aşamaları (RP'ler) |
| ile karakterize edilen yükleme aşamalarından (LP'ler) oluşan reometre |
| ölçüm dizisi (Link ve ark. 2020)132 |
| Şekil 3.1. Çalışmada kullanılan agreganın gradasyon eğrisi137 |
| Şekil 3.2. Manuel vikat cihazı |
| Şekil 3.3. Otomatik Vikat Cihazı |
| |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akış süresi deney aparatı146 |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akış süresi deney aparatı146Şekil 3.5. Mini çökme deneyinin yapılışı147 |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akış süresi deney aparatı146Şekil 3.5. Mini çökme deneyinin yapılışı147Şekil 3.6. Karışımların sıcaklığının ölçülmesi147 |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akış süresi deney aparatı146Şekil 3.5. Mini çökme deneyinin yapılışı147Şekil 3.6. Karışımların sıcaklığının ölçülmesi147Şekil 3.7. Çalışmada kullanılan reometre ve ölçüm kabı149 |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akış süresi deney aparatı146Şekil 3.5. Mini çökme deneyinin yapılışı147Şekil 3.6. Karışımların sıcaklığının ölçülmesi147Şekil 3.7. Çalışmada kullanılan reometre ve ölçüm kabı149Şekil 3.8. Hamur karışımlarının akma eğrisi makroları a) Ön Karıştırma Prosedürünün |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparatı |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparati |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparati |
| Şekil 3.4. Marsh hunisi akiş süresi deney aparati |

| Şekil 4.2. Metakaolin içermeyen karışımların bağıl başlangıç ve bitiş priz süresi |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Şekil 4.3. Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak |
| Marsh-hunisi akış süresi |
| Şekil 4.4. C2.13 serisi hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi |
| akış süresi171 |
| Şekil 4.5. C3.60 serisi hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi |
| 1/2 |
| sekil 4.6. C6.82 serisi hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi akıs süresi |
| Şekil 4.7. C9.05 serisi hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi |
| akış süresi174 |
| Şekil 4.8. Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak mini- cökme yayılması değerleri |
| Şekil 4.9. C2.13 çimentosu hamurlarının katkı dozajına bağlı olarak mini-çökme |
| yayılması değerleri178 |
| Şekil 4.10. C3.60 çimentosu hamurlarının katkı dozajına bağlı olarak mini-çökme |
| yayılmasi degerleri |
| Şekil 4.11. C6.82 çimentosu hamurlarının katkı dozajına bağlı olarak mini-çökme vavılması değerleri |
| Şekil 4.12. C9.05 çimentosu hamurlarının katkı dozajına bağlı olarak mini-çökme |
| yayılması değerleri181 |
| Şekil 4.13. Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının C ₃ A oranı artışı ile185 |
| 4. periyot başlangıç bağıl viskozite değeri artışı |
| Şekil 4.14. Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının C3A oranı artışı ile bağıl |
| viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alanı değişimi |
| Şekil 4.15. Farklı C ₃ A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla |
| metakaolinli karışımların başlangıç bağıl reolojik parametrelerinin değişimi |
| |
| Şekil 4.16. Farklı C3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların başlangıç |
| ölçümlere kıyasla 20. dakika bağıl eşik kayma gerilmesi değerleri 192 |
| Şekil 4.17. C2.13 C ₃ A içeriğine sahip ve farklı oranlarda metakaolin içeren karışımların |
| başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl dinamik eşik kayma |
| gerilmesi değerleri193 |
| Şekil 4.18. Farklı C3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların başlangıç |
| ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl viskozite değerleri; a) 3. periyottaki |
| minimum deformasyon hızında ölçülen, b) 4. periyottaki maksimum |
| deformasyon hızında ölçülen |
| Sekil 4.19. Çimento C ₃ A oranı artışı ile karışımlarının dökümeden sonra ve dökümden |
| 20 dakika sonra ölcülen 4. periyot bağıl nihai viskozite değerleri |
| Sekil 4.20. Farklı C ₃ A iceriğine sahip metakaolin icermeyen karısımlara kıvasla |
| metakaolinli karısımların 20. dakika bağıl reolojik parametrelerinin değisimi |
| , |
| Sekil 4.21. Farklı C ₃ A iceriğine sahip metakaolinli karısımların geri döndürülebilir vanı |
| oranı değerleri |
| Sekil 4.22. 1. vönteme kıvasla 2. vöntem bağıl dinamik esik kavma gerilmesi değerleri |
| |
| |

| Şekil 4.37. Farklı C ₃ A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile elde edilen bağıl yapısal toparlanma değerleri a)kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Sekil 4 38 2 3 ve 4 vöntemlere ait geri döndürülebilir vanı oranı değerleri 239 |
| Sekil 4.39. Farklı $C_{2}A$ iceriğine sahin metakaolin icermeyen karışımların $C_{2}A$ oranı |
| artışı ile hağıl reolojik narametrelerinin değişimi 246 |
| Sekil 4.40 Farklı C ₂ A iceriğine sahin metakaolin icermeyen karısımların karıstırma |
| süresi artısı ile reolojik parametrelerinin değisimi |
| Sekil 4.41. Farklı C ₃ A iceriğine sahip karısımların başlangıc ölcümlerine kıyasla 20. |
| dakika bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon |
| hızı grafiğinden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde |
| edilen |
| Şekil 4.42. 5, 6, 7 ve 8. Yöntemlere ait geri döndürülebilir yapı oranı değerleri253 |
| Şekil 4.43. Farklı C3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C3A oranı |
| artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi |
| Şekil 4.44. Farklı C3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma |
| süresi artışı ile elde edilen bağıl reolojik parametrelerinin değişimi263 |
| Şekil 4.45. Farklı C3A içeriğine sahip karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. |
| dakika bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon |
| hızı grafiğinden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde |
| edilen |
| Şekil 4.46. 7, 9 ve 11. Yöntemlere ait geri döndürülebilir yapı oranı değerleri |
| Şekil 4.47. Farklı C ₃ A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C ₃ A oranı |
| artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi |
| Şekil 4.48. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C_3A oranı |
| artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi |
| Şekil 4.49. Farklı C_3A içeriğine sahip karışımların başlangıç ölçümlerine kiyasla 20. |
| Dakıka bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon |
| hizi grafiginden elde edilen b) viskozite-deformasyon hizi grafiginden elde |
| edilen |
| Şekil 4.50. 6, 9 ve 10. Reolojik olçum yontemlerine ait geri dondurulebilir yapı orani |
| degerieri |
| Şekli 4.51. Farklı C ₃ A içerigine sanıp metakaolin içermeyen karışımların zamana bağlı |
| Sakil 4.52. Earleli C. A jagričina va matekaolin oronina sahin konsimlerni zamana božli |
| Sekii 4.52. Faikii C_3A içengine ve metakaonii oranna sanıp karışınnarnı zamana dağı vayılma dağaylari (mm) a) C2 12 b) C2 60 a) C6 82 d) C0 05 |
| Sakil 4.52 Farkli C.A. jaaričina va matakaolin oranina sahin karisimlarin 28 günlük |
| başınc dayanımı değerleri |
| Sekil 4.54 Farklı C ₂ A iceriğine ve metakaolin oranına sahin karışımların 90 günlük |
| başınc dayanımı değerleri |
| |

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

| Cizalga 2.1 İkincil bağ türleri ve enerjileri (Quanii 2010) 21 |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Cizalge 2.1 Cimento bulamaclarun tiksotronik özelliklerinin sunflandırılması 112 |
| Cizelge 2.1. Cimento bulanaçianın üksöttöpik özelikleri |
| Circles 2.2 Matalaalinin fizikaal va kiinyasal özelikleri |
| Circle 2.2. Wetakaolinin liziksel ve kimyasal özenkleri |
| Cizelge 3.3. Kullanilan agreganin bazi fiziksel özellikleri |
| Çizelge 3.4. Polikarboksılat eter esasli yüksek oranda su azaltıcı katkı özelikleri 138 |
| Çizelge 3.5. Priz süresinin tayınınde üretilen hamur karışımlarının içerdiği malzeme |
| miktarı |
| Çizelge 3.6. Reolojik ölçümler için hazırlanan karışımların malzeme miktarları 143 |
| Çizelge 3.7. Harç karışımları malzeme miktarları 144 |
| Çizelge 4.1. Karışımların priz süresi değerleri (dakika)164 |
| Çizelge 4.2. Karışımların marsh hunisi akış süresi değerleri (sn) |
| Cizelge 4.3. Karışımların mini çökme yayılması değerleri (mm) |
| Cizelge 4.4. Karışımların sıcaklık değerleri (°C) |
| Cizelge 4.5. 30 sanive $5s^{-1}$. 30 sanive $0s^{-1}$ ön karıstırma islemine tabi tutulmus hamur |
| karısımların başlangıc reolojik parametreleri |
| Cizelge 4.6. 30 sanive $5s^{-1}$ 30 sanive $0s^{-1}$ ön karıstırma islemine tabi tutulmus hamur |
| karısımların 20 dakika reolojik parametreleri |
| Cizelge 4.7 30 saniye $0 e^{-1}$ 30 saniye $5e^{-1}$ ön karıstırma islemine tabi tutulmus hamur |
| karışımların haslangıç reolojik parametreleri |
| |
| Circles 4.9 20 conive $0 e^{-1}$ 20 conive $5e^{-1}$ in frametimes isloming the typelinus herein |
| Cizeige 4.6. 50 sailiye 0.8, 50 sailiye 58 oli kaliştirina işlenine tabi tutulmuş halitur |
| karişinnarın 20. dakika reolojik parametreleri |
| |
| Cizelge 4.9. 30 saniye 0 s ⁻ , 30 saniye 25s ⁻ on kariştirma işlemine tabi tutulmuş hamur |
| karışımların 0. dakıka reolojik parametreleri |
| Çizelge 4.10. 30 saniye 0 s ⁻¹ , 30 saniye 50 s ⁻¹ ön karıştırma ışlemine tabi tutulmuş hamur |
| karışımların başlangıç reolojik parametreleri |
| Çizelge 4.11. 30 saniye boyunca 5s ⁻¹ 'lik ön karıştırmaya, 40 saniyede 0 s ⁻¹ 'den 40 s ⁻¹ 'e |
| çıkış ve 40 saniyede 40 s ⁻¹ 'den 0 s ⁻¹ 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur |
| karışımların başlangıç reolojik parametreler |
| Çizelge 4.12. 30 saniye boyunca 5s ⁻¹ 'lik ön karıştırmaya, 80 saniyede 0 s ⁻¹ 'den 40 s ⁻¹ 'e |
| çıkış ve 80 saniyede 40 s ⁻¹ 'den 0 s ⁻¹ 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur |
| karışımların başlangıç reolojik parametreleri |
| Cizelge 4.13. 30 saniye boyunca $5s^{-1}$ lik ön karıstırmaya, 120 saniyede 0 s ⁻¹ den 40 s ⁻¹ e |
| cıkıs ve 120 sanivede 40 s ⁻¹ 'den 0 s ⁻¹ 'e inis islemine tabi tutulmus hamur |
| karısımların başlangıc reolojik parametreleri |
| Cizeloe 4.14. 30 sanive $5s^{-1}$ on karistirmava 160 sanivede 0 s^{-1} 'den 40 s^{-1} 'e cikis ve 160 |
| saniyede 40 s^{-1} den 0 s^{-1} ; inis islemine tabi tutulmus hamur karışımların |
| baslangic reolojik parametreleri |
| Cizolgo 4.15 30 sonive bowines $5e^{-1}$ lik on konstrumeve 120 sonived 0 e^{-1} den 60 e^{-1} |
| $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to $\frac{1}{20}$ subject to |
| çıkış ve 120 sanıyede ob si den 0 si e iniş işiemine tadı tutulmuş hamur |
| karışımların başlangiç reolojik parametreleri (9.yontem) |

| Çizelge 4.16. 30 saniye boyunca 5s ⁻¹ 'lik ön karıştırmaya, 120 saniyede 0 s ⁻¹ 'den 80 s ⁻¹ 'e |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| çıkış ve 120 saniyede 80 s ⁻¹ 'den 0 s ⁻¹ 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur |
| karışımların başlangıç reolojik parametreleri (11.yöntem) |
| Çizelge 4.17. 30 saniye boyunca 5s ⁻¹ 'lik ön karıştırmaya, 160 saniyede 0 s ⁻¹ 'den 80 s ⁻¹ 'e |
| çıkış ve 160 saniyede 80 s ⁻¹ 'den 0 s ⁻¹ 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur |
| karışımların başlangıç reolojik parametreleri (10.yöntem) |
| Çizelge 4.18. Karışımların katkı miktarı ve zamana bağlı yayılma değerleri |
| Çizelge 4.19. Farklı oranda metakaolin içeren C2.13 çimentolu karışımların zamana |
| bağlı yayılma değerleri (mm)279 |
| Çizelge 4.20. Farklı oranda metakaolin içeren C3.60 çimentolu karışımların zamana |
| bağlı yayılma değerleri (mm)280 |
| Çizelge 4.21. Farklı oranda metakaolin içeren C6.82 çimentolu karışımların zamana |
| bağlı yayılma değerleri (mm) |
| Çizelge 4.22. Farklı oranda metakaolin içeren C9.05 çimentolu karışımların zamana |
| bağlı yayılma değerleri (mm) |

1. GİRİŞ

Bilindiği gibi, kendiliğinden yerleşen beton (KYB) karışımları gibi akışkanlığı fazla olan çimentolu sistemlerde hidrostatik kalıp basıncı yüksek olmaktadır. Bu olumsuz özelliğin kontrol edilmemesi durumunda beton dökümü esnasında kalıpların deforme olması veya açılması/patlaması gibi sorunların oluşmasına sebep olabilmektedir. Bu sebeple, bu tür karışımlarda tiksotropik davranışın incelenmesi önem arz etmektedir. Newtonyen olmayan bir sisteme kayma deformasyon hızı uygulanması sonucunda sistemin özelliklerine bağlı olarak farklı yapı değişimleri meydana gelebilmektedir. Bu yapı değişimi, sistemdeki zayıf bağların kırılması, düzensiz parçacıkların hizalanması ve parçacıklar arasında topaklaşma meydana gelmesinden kaynaklanmaktadır (Tadros 2011). Uygulanan deformasyon hızı sonucu meydana gelen yapı değişimi, sistemin viskozitesi zamanla azalırsa tiksotropi, artarsa negatif tiksotropi veya antitiksotropi olarak adlandırılmaktadır. Tiksotropik özelliğe sahip bir sisteme belirli bir süre deformasyon hızı uygulandığında viskozite azalmakta, ancak sistem hareketsiz bırakıldığında viskozitesini geri kazanmaktadır (Roussel 2005). Tiksotropik davranış sonucu meydana gelen bu yapısal değişiklikler çimentolu sistemlerde oldukça önem arz etmektedir.

Tiksotropi, betonun şantiyede kalıba yerleştirilme kolaylığını ve buna bağlı olarak, pompalanabilirlik, sıkıştırabilirlik derecesi, hidrostatik kalıp basıncını ve perdahlama kolaylığı gibi özelliklerini büyük ölçüde etkilemektedir (Wallevik 2009, Roussel 2006; Hou ve ark. 2021). Tiksotropik özelliğe sahip çimentolu karışımlar kalıba yerleştirme esnasında bir akışkan gibi davranmaktadır. Ancak, karışım kalıba yeterince yavaş yerleştirilirse veya hareketsiz kalırsa, yapısal bir toparlanma meydana gelmektedir. Çimentolu sistemlerin tiksotropik davranış sergilemesi karışımların pompalama sürecinde sorun oluşturabilmektedir (Hou ve ark. 2021).

Akışkanlığı yüksek olan KYB gibi karışımlarda tiksotropi kavramı daha da önemli olmaktadır (Lowke ve ark. 2010). Karışım akışkanlığının yüksek olduğu durumda yüksek hidrostatik kalıp basıncı meydana gelmektedir. Kalıpların oluşan bu yüksek basınç dikkate alınarak tasarlanması üretim maliyetini oldukça arttırmaktadır. Ayrıca, KYB'nin bir avantajı olan izin verilen maksimum yerleştirme yüksekliğini sınırlamaktadır (Ovarlez ve ark. 2006). Tiksotropik özelliği daha belirgin olan karışımlarda kalıpta oluşan yanal basıncın daha düşük olduğu ve bu basıncın zamanla daha hızlı düşüş gösterdiği vurgulanmıştır (Khayat ve ark. 2005).

Bir diğer taraftan, tiksotropi derecesi yüksek olan karışımın kalıba yerleştirme esnasında döküme ara verildiği durumda, eski dökülen tabaka ile yeni tabaka arasında soğuk derz oluşumu da kaçınılmaz hale gelmektedir (Roussel ve ark. 2004, 2008). Bu durum beton karışımlarının mekanik özelliklerini de olumsuz etkileyebilmektedir. Ancak, karışımların uygun tiksotropik özelliğe sahip olması durumunda, karışım tarafından kalıba uygulanan yanal hidrostatik basınc artmadan alt beton tabakası üzerine dökülen yeni beton tabakasının yüküne dayanma kabiliyeti kazanmaktadır. Ayrıca, yüksek akışkanlığa sahip karışımlarda çimento hamurunun tiksotropik özelliğinin artışıyla karışımın stabilitesinin geliştirilebileceği beyan edilmiştir (Andriamanantsilavo ve ark. 2004, Assaad ve ark. 2004).

Bunun yanında, belirli bir beton karışımı için optimum bir tiksotropik davranışının mevcut olduğu Roussel ve ark. (2008) tarafından vurgulanmıştır. Sonuç olarak, yüksek akışkanlığa sahip kararlı bir karışım elde etmek için karışımın olabildiğince akışkan olması ancak, düşük kalıp basıncı uygulayacak şekilde tasarlanması gerekmektedir (Koehler 2014).

Literatüre bakıldığında, çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışının araştırılması için bir birinden oldukça farklı yöntemlerin uygulandığı anlaşılmıştır. Çimentolu sistemlerin tiksotropik özelliklerinin, kullanılan ölçüm yöntemlerinden, uygulanan deformasyon hızı ve prosesin değişinmden etkilendiği bildirilmiştir (Rahman ve ark. 2014). Ayrıca, karışımların reometre kabına yerleştirmeden önceki karıştırma ve yerleştirme geçmişi ve süresi gibi parametrelerin ölçüm sonuçlarını etkileyeceği beyan edilmiştir.

Bilindiği gibi, çimentonun C_3S , C_2S , C_3A ve C_4AF oranları ve morfolojisi çimentolu sistemlerin taze ve sertleşmiş hal özelliklerini ciddi mertebede etkileyebeilmektedir. Diğer anabileşenlere kıyasla çimento C_3A oranının, çimentolu sistemlerin zamana bağlı taze hal ve reolojik özelliklerini en çok etkileyen ana bileşen olduğu MardaniAghabaglou ve arkadaşları (2017) tarafından beyan edilmiştir. C₃A'nın az olması çimento hamuru reolojisi açısından istenen bir durumdur (Aïtcin, 2004). Prince ve ark. (2002), C₃A-sülfat iyonu reaksiyonu sonucu oluşan etrenjitin, ortamda var olan suyu tükettiğini ve çimento hamurunun işlenebilirliğini azalttığını öne sürmüştür. C₃A kübik veya ortorombik yapıda olabilmektedir. Kübik yapıda olan C₃A ortorombik yapıya göre daha reaktiftir (Aïtcin, 2004). Kübik yapıya sahip C₃A oranı arttıkça, etrenjit oluşumu hızlandığından reolojik özelikler daha kolay kontrol edilebilmektedir (Vernet ve ark. 1992). Çimento C₃A oranının çimentolu sistemlerin reolojik özelliklerine etkisi ile ilgili çeşitli çalışmaların yapılmasına rağmen etken parametre sayısının fazlalığı sebebi ile kesin bir kanıya varılmamıştır. Ayrıca, çimento ana bileşen miktarının çimentolu sistemlerin tiksotropik özelliklerine etkisi ile ilgili sınırlı sayıda bilginin literatürde mevcut olduğu anlaşılmıştır. Bu bağlamda, çimento C₃A içeriğinin çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışına etkisinin incelenmesi önem arz etmektedir.

Bir diğer taraftan, yapılan literatür çalışmasına dayanarak yüksek dayanımlı beton karışımlarının üretiminde de kullanılan metakaolinin (MK) çimentolu sistemlerin tiksotropik özelliklerine etkisi ile ilgili bilgi eksiliğinin olduğu tespit edilmiştir. MK partikül boyutunun çimentoya kısala küçük ancak, silis dumanına kıyasla daha büyük olduğu bilinmektedir. MK parçacıklarının çimento taneleri üzerinde bir kaplama oluşturduğundan, çimentolu sistemlerin ilk ve son priz süresini uzattığı (Thankam ve ark. 2020), işlenebilirliğini olumsuz yönde etkilediği (Bai ve ark. 1999) bildirilmiştir. Yüksek oranda MK içeren karışımlarda, istenilen kıvamı sağlamak için su gereksinimini artacağından akışkanlaştırıcı katkı kullanımı zorunlu hale gelmektedir (Tosun ve ark. 2007). Öte yandan, yapılan çalışmalar sonucunda çimento hamurunda MK kullanımının toplam gözenek hacmini azalttığı (Khatib ve ark. 1996), çimento hamuru-agrega arayüzey bölgesini iyileştirdiği, kusmayı azalttığı ve daha yoğun bir içyapıya sahip karışımın oluşmasını sağladığı (Gruber ve ark. 2001) beyan edilmiştir. İnceliğinin fazla ve yapısının amorf olması nedeniyle MK'nin yüksek puzolanik reaktivite gösterdiği (Thankam ve ark. 2020), portland çimentosu yerine ağırlıkça %20'ye kadar MK ikamesi ile betonların basınç dayanımının olumlu yönde etkilediği bildirilmiştir (Wild ve ark. 1996). Ayrıca çimentolu sistemlere MK eklenmesi ile büzülme (Caldarone ve ark. 1996; Kinuthia ve ark. 2000), alkali silika genleşmesi (Thankam ve ark. 2020) ve yüksek C₃A içerikli çimentoya dahil edildiğinde sülfat kaynaklı genleşmenin azaldığı vurgulanmıştır (Khatib ve ark. 1998). Yüksek sıcaklıklara maruz kalan MK içeren beton karışımlarında kontrol karışımlarına kıyasla daha az CH bulunması sonucunda 200 °C'ye kadar numunelerde iç çatlak ve parçalanmanın daha az olduğu bildirilmiştir (Lin ve ark. 2004). Buna ek olarak, bir ton çimento üretimi esnasında gerekli 1.2 ton hammadde ve 130 kWh enerjiye ilaveten ortaya çıkan yaklaşık 1 ton CO₂ dikkate alındığında, çimento tüketiminin azaltılması çevre duyarlılığı bakımından ne kadar önemli olduğunu ortaya koymaktadır (Mardani-Aghabaglou ve ark. 2015). Bu bağlamda, çimentolu sistemlere MK eklenmesinin çok sayıda özelliği olumlu etkilediği anlaşılmaktadır. Ancak, yüksek akışkanlığa sahip karışımlarda MK kullanımının reolojik özelliklere ve daha önce de önemi belirtilen tiksotropik davranışa etkisi hakkında yeterli bilgilere rastlanmamıştır.

Literatüre bakıldığında, konu ile ilgili son zamanlarda birçok çalışma yapılmasına rağmen etken parametre sayısının fazla olması sebebi ile henüz kesin bir kanıya varılmamıştır. Bu çalışmada, aynı hammaddeden üretilmiş sadece C₃A oranı geniş bir yelpazede değişen farklı çimentolar kullanacağından etken parametreler olabildiğince sınırlandırılarak inceleme yapılmıştır. Calışma kapsamında çimento C₃A oranı ve MK kullanım oranının çimentolu sistemlerin taze hal ve tiksotropik özelliklerine etksi araştırılmıştır. Bu amaçla, aynı hammaddeden üretilen C3A oranları %2,13, %3,60, %6,82 ve %9,05 olan olan çimentolar kullanılmıştır. Toplam bağlayıcı hacminin %0, %3, %6, %9 ve %12'si oranlarında MK ikamesiyle yüksek akış özelliğine sahip kendi kendine yayılan 20'şer farklı çimento hamuru ve harç karışımları hazırlanmıştır. Üretilen hamur karışımlarının priz süresi, Marsh hunisi akış süresi ve mini-çökme değeri belirlenmiştir. Harç karışımlarında ise yayılma miktarı ve basınç dayanımı ölçülmüştür. Ayrıca, çimento hamuru karışımlarının reolojik davranışı zamana bağlı olarak incelenerek tiksotropik davranış değerlendirilmiştir. Araştırmacılar tarafından en cok tercih edilen döngü yöntemi, ön karıştırma prosedürünün, karıştırma süresinin, uygulanan maksimum deformasyon hızının ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışının karışımların tiksotropik davranışına etkisinin incelenmesi olmak üzere 4 farklı boyutta araştırılmıştır.

2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI

Bu bölümde reoloji ve tiksotropi hakkında teorik bilgiler anlatılmıştır. Ardından, tiksotropinin oluşumu, önemi, değerlendirme ve ölçüm yöntemleri hakkında bilgiler verilmiştir. Son olarak çimentolu sistemlerin tiksotropik özelliğini etkileyen parametreler; çimento kaynaklı parametreler (çimento inceliği C₃A oranı ve türü), mineral katkı kaynaklı parametreler (mineral katkı türü ve kullanım oranı), kimyasal katkı kaynaklı parametreler (katkı türü ve kullanım oranı), agrega kaynaklı parametreler ve karışım özelliklerinden kaynaklanan parametreler (su/çimento oranı, su/bağlayıcı oranı ve karıştırma prosesi) başlıkları altında incelenmiştir.

2.1. Reoloji

Reoloji, maddenin deformasyon bilimi ve akışı olarak tanımlanmaktadır (Hackley ve Ferraris 2001). Katıların deformasyon, sıvıların akış özelliklerini tanımlayan reoloji, rheos (akış) ve logos (bilim) kelimelerinden oluşmaktadır. Katı malzemelerin uzun gözlem sürelerinde aktığına dair bulgular mevcuttur. Bu durum malzemelerin kendi ağırlığının da gerilme oluşturan bir unsur olmasından kaynaklanmaktadır. Bu nedenle her malzeme dış yükleme olmasa da deformasyona uğrar. Fakat katı cisimler için kendi ağırlığından kaynaklanan deformasyon miktarı ihmal edilebilecek kadar küçüktür. Sıvılar kendi akış eğrileri ile karakterize edilmektedir. Bu eğriler, basit sürekli kayma etkisi altında, kayma gerilmesi (τ) ve deformasyon hızı ($\dot{\gamma}$) arasındaki ilişkiden elde edilmektedir. En basit davranış, kayma gerilmesi ve deformasyon hızı arasında doğrusal bir ilişki bulunan Newton sıvısı davranışıdır. Bu sıvının kayma gerilmesi Denklem 2.1'de gösterildiği gibidir:

$$\tau = \eta \gamma \tag{2.1}$$

Bu denklemde, τ kayma gerilmesi, η viskozite katsayısı denilen orantılık sabiti ve ($\dot{\gamma}$) deformasyon hızıdır. Şekil 2.1'de görüldüğü üzere bu davranışı belirlemek için ($\tau - \dot{\gamma}$) doğrusunda yalnızca tek bir nokta gereklidir. Ancak, çoğu sıvı Newtonyen davranış göstermemektedir. Yani akış davranışını belirlemek için birden fazla noktaya ihtiyaç

duyulmaktadır (Şekil 2.1). Çimentolu sistemler viskoelastik süspansiyonlar olarak tanımlanabilmektedir. Bu malzemeler, kritik gerilme değerinin altında (eşik kayma gerilmesi) katı madde gibi davranmakta, fakat bu gerilme değeri aşıldığında viskoz bir sıvı gibi akmaktadır (Hackley ve Ferraris 2001). Bu davranışın en basit örneği Denklem 2.2 ve Şekil 2.1'de gösterilen Bingham akış davranışıdır (Koehler ve Fowler 2004, Schatzmann 2005, Baradan 2006).

$$\tau = \tau_{o} + \mu \dot{\gamma} \tag{2.2}$$

Burada, τ_0 eşik kayma gerilmesi, μ plastik viskozite, $\dot{\gamma}$ ise deformasyon hızıdır (Aitcin ve ark. 1994). Plastik viskozite, Bingham sıvısındaki ($\tau - \dot{\gamma}$) doğrusunun eğimidir. Birçok durumda, çimento hamuru, harç ve betonun akış davranışı bu formül ile ifade edilebilir. Ancak, Bingham denklemine göre analiz edilen bir malzemenin eşik kayma gerilmesinin negatif olduğu durumda söz konusu denklemin malzeme davranışı için uygun olmadığı anlaşılmaktadır. Eşik kayma gerilmesi, karışımı harekete geçirmek için gerekli olan minimum kuvvetin ölçüsüdür. Plastik viskozite ise karışımın akmaya karşı gösterdiği dirençtir (Punkki ve ark. 1996) ve kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinin eğimi olarak ifade edilebilir (Koehler 2014, Koehler ve ark. 2010). Bununla birlikte, sıvılar her zaman doğrusal bir akış davranışı göstermezler. Bu gibi durumlarda, Denklem 2.3 ve Şekil 2.1'de gösterilen doğrusal olmayan akışı simgeleyen "Herschel-Bulkley" modeli uygulanmaktadır (Hackley ve Ferraris 2001, de Larrard ve ark. 1998).

$$\tau = \tau_{o} + b.\gamma^{p} \tag{2.3}$$

Bu denklemede b "Herschel-Bulkley kıvam katsayısı", p ise "Herschel-Bulkley indeksi" olarak tanımlanmaktadır. Bu denklemde p<1 ise kayma incelmesi olarak adlandırılan "Psödoplastik" davranış, p>1 ise kayma kalınlaşması olarak adlandırılan "Dilatant" davranış oluşmaktadır. p=1 olduğu zaman ise denklem Bingham modeline dönüşmektedir (Huang ve ark. 1998, Hackley ve Ferraris 2001).



Şekil 2.1. Farklı akış davranışları a) Newton akış davranışı, b) Bingham akış davranışı, c) Doğrusal olmayan Herschel-Buckley akış davranışı (Griesser 2002, Mardani-Aghabaglou 2016)

Newtonyen olmayan bir akışkan, akış eğrisi doğrusal olmayan veya orijinden geçmeyen, başka bir deyişle, görünür viskozitenin sabit olmadığı ve akış koşullarına bağlı olduğu bir akışkandır. Newtonyen olmayan akışkanlar uygulama süresinden bağımsız ve uygulama süresine bağlı olmak üzere iki farklı gruba ayrılır. Zamandan bağımsız Newtonyen olmayan akışkanların viskozitesi kayma deformasyon hızına bağlıdır, zamana bağlı akışkanların viskozitesi ise kayma deformasyon hızının, süresinin ve akışkanın karıştırılma geçmişinin bir fonksiyonudur. Zamandan bağımsız Newtonyen olmayan sıvılarının davranışı psödoplastik, dilatant ve plastik sıvı davranışı olmak üzere üç farklı şekilde olabilir.

Psödoplastik sıvı (yalancı plastik) davranışı: Akışkana uygulanan kayma gerilmesi arttıkça sıvının viskozite değeri düşmektedir. Bir başka deyişle, düşük gerilme kuvvetleri etkidiğinde plastik, yüksek gerilme kuvvetleri etkidiğinde ise viskoz davranış göstermektedir (Schatzmann 2005, Baradan 2006).

Dilatant sıvı davranışı: Bu tür sıvılarda psödoplastik davranışın tersine kayma gerilmesinin artışıyla viskozite değerinde de artış oluşmaktadır. Bu davranış psödoplastik davranışa göre daha seyrek görülmektedir. Su-kum karışımları, kil, şeker, nişasta çözeltileri gibi süspansiyonlarda ve bataklıklar dilatant davranış göstermektedir.

Plastik sıvı davranışı: Bu davranışı gösteren akışkanlar statik gerilme altında katı madde davranışı gösterirler. Ancak, belli bir düzeye ulaşan kayma gerilmesi etkidiğinde deformasyon göstermeye başlarlar ve akışkan davranış gösterirler. Akışkanın deformasyona uğramaya başladığı minimum kayma gerilmesine eşik kayma gerilmesi adı verilir. Plastikdavranış gösteren akışkanlara eşik kayma gerilmesi değerinin üzerinde bir gerilme uygulandığında newtonyen, psödoplastik veya dilatant davranış gösterebilirler (Schatzmann 2005, Baradan 2006).

Bunların yanında Newtonyen olmayan bir sisteme deformasyon hızı uygulandığında, ortaya çıkan şekil değişimi bu uygulama ile aynı anda elde edilemeyebilir. Çünkü, (i) moleküller veya parçacıklar, akış yönünü takip etmek için geometrik olarak bir yeniden düzenlemeye maruz kalacaktır, (ii) uygulanan bu deformasyon hızı ile sistemin yapısı değişecektir. Bu yapı değişimi, zayıf bağların kırılması, düzensiz şekilli parçacıkların hizalanması ve parçacıkların çarpışması ile oluşabilmektedir (Tadros 2011). Birçok malzeme gerilme altında hem elastik hem de viskoz davranış göstermektedir. Bu malzemelere viskoelastik malzemeler, davranışa da viskoelastik davranış denilmektedir. Viskoelastik davranış, kümeleşme, hizalanma ve yapı değişiminin neden olduğu gecikmeli davranışından dolayı uygulama süresine bağlı olmaktadır (Ferguson ve Kemblowski 1991, Cogswell 1981, Chhabara ve Richardson 1999).

Uygulama süresine bağlı akışkanlar kayda değer ölçüde elastik bir davranış göstermemektedirler (Steffe 1996). Bu nedenle, deformasyon hızı uygulanması, bu akışkanların yapısının değişmesini ve uygulama süresine bağlılık göstermesini sağlamaktadır. Bu akışkanlarda, gerilmeye karşı verilen tepki anlık iken, viskoelastik akışkanlarda bu tepki anlık olmamaktadır. Ayrıca söz konusu tepki akışkandaki yapısal değişiklikle ilgili olmamaktadır (Steffe 1996). Newtonyen akış göstermeyen bazı sıvılarda, sabit bir kayma deformasyon hızında zamana bağlı olarak viskozite değişiklik gösterebilmektedir (Tanner 2000, Barnes 1997, Macosko 1994, Laso ve ark. 1997). Zamana bağlı Newtonyen olmayan sıvıların davranışı tiksotropik, anti-tiksotropik ve reopektik davranış olmak üzere üç farklı şekilde sınıflandırılabilir.

2.2. Tiksotropi

Tiksotropi, Yunanca'da thixis (karıştırma) ve trepo (değiştirme) anlamına gelmektedir. Tiksotropik davranış, uygulanan deformasyon hızı ile sistemde kayma incelmesi davranışının gözlemlendiği, viskozite değişikliklerinin tersine çevrilebilir olduğu ve uygulama süresine bağlı olan bir davranış türüdür (de Souza Mendes 2011, Larson ve Wei 2019). Tiksotropik davranışta, sisteme bir süre sabit kayma deformasyon hızı uygulandığında viskozite zamanla sürekli azalmakta, ancak sistem dinlenmeye bırakıldığında sistem viskozitesini geri kazanmaktadır (Tadros 2011, Hackley ve Ferraris 2001, IUPAC 1997, Barnes 1997).

Bir tiksotropik sıvı genellikle aynı zamanda psödoplastiktir ancak bunun tersi çok yaygın değildir. Tiksotropik sıvıda, viskozitedeki değişiklik aniden değil, belirli bir sürede meydana gelmektedir (Koehler 2014). Tiksotropik davranış gösteren sistemlere ketçap, bazı el kremleri ve losyonlar örnek olarak verilebilmektedir (Tadros 2011). Tiksotropik davranış gösteren akışkanlar, kayma gerilmesi-deformasyon hızı (KG-DH) diyagramında bir histerezis mekanizması sergilemektedirler. Çeşitli araştırmacılar tarafından histerezis döngüsünün boyutu, tiksotropinin bir ölçüsü olarak kullanılmaktadır (Tanner 2000, Papo ve Piani 2004, Wallevik 2005, Wallevik, 2006, Westerholm ve ark. 2007, Hanehara ve Yamada, 2008, Felekoğlu 2009, Vyšvařil ve ark. 2021).

Björn ve ark. (2012) tarafından, tiksotropik sıvıları, durgun haldeyken sıvının viskozitesini artıran moleküller arası bir kuvvetler sistemi oluşturan ve flokülasyon olarak da bilinen dispersiyonlar olarak tanımlanmaktadır. Malzemenin akabilmesi için viskozitesini düşüren bu bağlayıcı kuvvetleri kırmak için güçlü bir dış enerji gerekmektedir. Bu durum, deflokülasyon aşaması olarak bilinmektedir. Başka bir deyişle, bir malzemeye statik eşik kayma gerilmesine eşit veya daha büyük bir gerilme uygulanması deflokülasyona sebep olmaktadır. Bu aşamada, yapıdaki bağlar kırılırken, malzeme sürekli olarak çalkalanırsa, sabit bir kayma deformasyon hızı sağlamak için mümkün olan en düşük viskozite elde edilir. Bu, bir malzemenin dinamik kayma gerilmesi ile ilişkilidir. Tiksotropik malzemelerin en ilginç yönü, dış enerji ortadan

kalkar kalkmaz yeniden topaklanmalarıdır. Bu nedenle, yüksek düzeyde tiksotropik bir malzeme, karıştırma durdurulduktan sonra viskozitedeki artışa bağlı olarak sertliğini hızlı bir şekilde yeniden kazanır. Diğer bir deyişle, dinamik kayma gerilmesinden statik kayma gerilmesine hızlı değişim gözlemlenmektedir.

Negatif tiksotropi veya anti-tiksotropi özelliğe sahip sisteme bir süre sabit kayma kuvveti uygulandığında viskozite artmakta, ancak sistem dinlenmeye bırakıldığında sistem viskozitesini geri kazanmaktadır (Tadros 2011, Hackley ve Ferraris 2001, IUPAC 1997). Bir diğer yorumda, sisteme deformasyon hızı uygulanması ile kayma kalınlaşması davranışı gözlemleniyorsa ve ek olarak viskozite değişiklikleri tersine çevrilebilir ise zamana bağlı sıvının antitiksotropik olduğu söylenmektedir (de Souza Mendes 2011). Bu özelliği gösteren sisteme, süt-mısır nişastası karışımı ve mayonez örnek olarak verilebilmektedir (Tadros 2011). Anti-tiksotropik sıvılar için de histerezis döngüsü elde edilmektedir, ancak tiksotropik sıvıların tersi anlamında kullanılmaktadır (Tanner 2000). Anti-tiksotropik davranış, dilatant sıvılara benzer şekilde açıklanmakta, ancak yapısal değişiklikler için daha fazla zaman periyodu bulunmaktadır.

Reopektik davranışın, uygulama süresine bağlı kayma kalınlaşması olduğu literatürde vurgulanmıştır (Chhabra 2010, Kolawole ve ark. 2019). Bu nedenle, karışımların kayma kalınlaşması sergileme potansiyelini incelemek gerekmektedir. Bu durumda, histerezis döngüsü tiksotropiye kıyasla tersine çevrilir. Tiksotropik sıvıların aksine, deformasyon hızına maruz kalan karışımların sabit bir değere kadar viskozite artışı sonucu yapı oluşumu gözlemlenmektedir. Aynı sıvının, uygun konsantrasyon ve deformasyon hızı kombinasyonları altında hem tiksotropi hem de reopektik davranış gösterebileceği bildirilmiştir (Chhabra ve ark. 2010). Reopektik terimi aynı zamanda anti-tiksotropi için de kullanılmakta, ancak bugün araştırmacılar arasında bir fikir birliği vardır ve İngiliz Standart reolojik terimler sözlüğüne göre, tercihen sadece yumuşak hareketle tiksotropi için uygulama süresine bağlı kayma kalınlaşmasını tarif etmek için kullanılan anti-tiksotropi ile karıştırılmaması gerektiği vurgulanmıştır. Reopektik davranışın, sisteme hafif bir salınım uygulandığında tiksotropi geri kazanım oranındaki artış olduğu bildirilmiştir (Tadros 2011). Reopektik davranış bazen niteliksel olarak "dokunarak viskozitede artış"

sağlanması olarak tanımlanmaktadır (Chhabra ve ark. 2010). Bazı tiksotropik dispersiyonlarda (vanadyum oksit süspansiyonları gibi), hafif bir kayma gerilmesi uygulandığında partiküllerin yönlendirilmesiyle katılaştırılabilir. Kayma deformasyon hızı kaldırıldığında hemen sıvılaşma meydana gelmemektedir. Bu nedenle reopektik bir dispersiyon, belirli bir kaymaya tabi tutulduğunda katılaşacak ve kaymanın kaldırılmasından hemen sonra daha akışkan yapısını geri kazanmayacak tiksotropik veya plastik malzeme olarak tanımlanabilir. Reopektik davranışın, büyük olasılıkla simetrik olmayan parçacıklardan (yukarıda bahsedildiği gibi vanadyum oksit gibi) oluşan süspansiyonlarda meydana geldiği belirtilmiştir. Bu anizometrinin, partiküllerin başlangıç durumuna ulaşmadan önce belirli bir süre boyunca katılaşmasına neden olabileceği vurgulanmıştır (Tadros 2011).

Uygulama süresine bağlı davranışlar (tiksotropi veya anti-tiksotropi), akış davranışının tahmini için akış geçmişinin önemini vurgulamaktadır. Bu nedenle, uygulama süresine bağlı akışkanların uzun bir borudan aşağı akışı, viskozitenin borudan aşağı olan mesafeye göre değişmesi nedeniyle çok karmaşıktır. Bu durum tiksotropik sıvının zamanla kümelenmesinin artışı ile akış hızının azalmasından kaynaklanmaktadır (Tanner 2000). Bu nedenle, uygulama süresine bağlı akışkanların reolojik davranışını ölçmek için kılcal reometre yerine rotasyonel reometre kullanımı daha uygun olacaktır. Viskozimetreler ve reometrelerdeki otuz yıllık ilerleme, Barnes (Barnes 1999) ve bazı araştırmacılar tarafından kapsamlı bir şekilde incelenmiştir (Barnes 1999a, 1999b, Collyer ve Clegg 1988, Collyer 1993, Etemad ve Gholam 2002).

Çimentolu sistemlerin kayma gerilmesi zamanla değişmektedir. Bu durum, çimentolu sistemlerin tiksotropik özelliğinden kaynaklanmaktadır. Genel olarak, çimentolu sistemlerin tiksotropisi, önceden örselenmemiş bir karışımın sabit kayma gerilmesi veya deformasyon uygulanması sırasında kayma direncini azaltma (Şekil 2.2.a) ve uygulama kaldırıldıktan sonra sınırlı bir zaman aralığında orijinal durumuna geri dönme kabiliyeti olarak tanımlanmıştır (Şekil 2.2.b) (Roussel 2005, Roussel 2006).



Şekil 2.2. a) Sabit düşük kayma deformasyon hızı altında kayma gerilmesi değişimi, b) Beton eleman üretimi esnasında kayma gerilmesi ve mikro mukavemet gelişimi

Kayma gerilmesi, mekanik işi deformasyon enerjisi olarak depolayabilen sıvının mikro yapısından kaynaklanmaktadır. Son arastırmalar (Roussel 2010, Oesterheld ve ark. 2009) tarafından yapılan bir çalışmada, zamanla oluşan topaklaşmanın toz parçacıkları arasındaki hidratasyon ürünlerinin kümelenmesinden kaynaklandığı vurgulanmıştır Bu yapılar, sıvının düşük deformasyon hızlarında davranışını belirleyen rijit katı cisimler olarak kabul edilebilmektedir. Bu nedenle, böyle Newtonian olmayan bir sıvıya düşük bir deformasyon hızı uygulanması, hemen viskoz akışa değil, viskoelastik davranışa neden olmaktadır. Deformasyonla birlikte gerilme giderek artmaktadır. Sabit bir kayma gerilmesinde yapının ve viskoz akışının bozulması, uzun süreli deformasyon hızı uygulamasından sonra meydana gelmektedir (Roussel 2005, Roussel 2006). Tiksotropik bir malzeme hareketsizken kolloidal kuvvetler ve hidratasyon gibi faktörler nedeniyle zamanla üç boyutlu bir ağ yapısı gelişmektedir. Kayma deformasyon hızı uygulaması, ağ yapısının bozulmasına ve parçacıkların yeniden yönlenmesine veya bu deformasyonuna neden olarak, viskozitede bir azalmaya neden olmaktadır. Yeterli bir süre için kayma deformasyon uygulandıktan sonra, malzeme, verilen deformasyon hızı veya kayma gerilmesi için viskozitenin minimumda olduğu bir denge durumuna ulaşmaktadır. Dinlenme durumunda ise, üç boyutlu ağ yapısı yeniden şekillenmekte ve orijinal viskozite sonunda geri kazanılmaktadır (Barnes 1997). Tiksotropinin oluşumu 2.2.1. Tiksotropinin oluşumu başlığı altında ayrıntılı olarak incelenmiştir.

Çimentolu sistemlerin tiksotropisi nedeniyle, statik ve dinamik kayma gerilmesi arasında ayrım yapmak gerekmektedir (Roussel 2006, Billberg 2005, Orvalez ve

Roussel 2007). Çimentolu sistemlerin kayma gerilmesi değeri, sabit ve düşük bir deformasyon hızı uygulanması sonucunda önce bir tepe değerine yükselmekte ve sonra denge değerine ulaşana kadar azalmaktadır. Bu durum, çimento su ile teması ve kayma deformasyon hızı uygulanması sırasında deformasyona direnebilen çimento hamurunun çok sayıda flokülasyon yapısı üretmesinden kaynaklanmaktadır. Flokülasyon yapısı kırılmadan önce zamanla kayma gerilmesi artmakta ve çimento hamuru elastik katı davranışı göstermektedir. Bu sırada deformasyon orijinal durumuna geri dönebilir. Ancak, flokülasyon yapısı kırıldığında hamur akmaya başlar ve viskoz sıvı davranışı gösterir. Kayma gerilmesi lineer viskoelastik bölgede kritik bir değeri astığında çimento hamuru akmaya başlar ve bu kritik kayma gerilmesi, statik kayma gerilmesi olarak adlandırılabilir. Bu durumda, çimento hamuru katı benzeri bir durumdan sıvı benzeri bir duruma geçmektedir (Chen ve ark. 2020). Statik kayma gerilmesinin pratikte betonun işlenebilirliğini temsil ettiği bildirilmiştir (Roussel 2012, Tatersall ve Banfill 1983). Statik kayma gerilmesi (τ_{0S}), örselenmemiş mikro yapıyı harekete geçirmek ve hareketi başlatmak için üstesinden gelinmesi gereken gerilmeyi karakterize etmektedir. Dinamik kayma gerilmesi (τ_{0D}), halihazırda hareket halinde olan bir akışkanın akışını sürdürmek için gereken minimum kayma gerilmesini veya bir akışkanı kısa bir dinlenme süresinden sonra harekete geçirmek için gerekli olan kayma gerilmesini karakterize edtmektedir (Koehler 2014). Çoğunlukla, statik kayma gerilmesi dinamik kayma gerilmesinden daha büyük bir değere sahip olmaktadır. Bu durum çimentolu sistemlerin örselenmemiş yapısının aşılması için gereken enerjinin akmaya devam etmesi için gereken enerjiden daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Dinamik kayma gerilmesi durumunda, örselenmemiş yapının bir kısmı halihazırda tahrip olmuştur. Statik kayma gerilmesinin büyüklüğü, kesmenin kaldırılmasından bu yana geçen süreye bağlı olmaktadır. Yapı, maksimum kayma gerilmesine ulaşana kadar aşamalı olarak yeniden biçimlenmektedir (Roussel 2006). Yapı tahrip edildikten hemen sonra, statik kayma gerilmesi dinamik kayma gerilmesine eşdeğerdir. Statik kayma gerilmesini zamanın bir fonksiyonu olarak değerlendirerek tiksotropi hakkında sonuç çıkarmak mümkündür (Roussel 2006).

Tiksotropik davranışın değerlendirilmesinde görünür viskozite değerleri kullanılmaktadır (Koehler 2014). Taze çimento hamurları, Newtonyen olmayan viskoz

sıvı davranışı sergilemektedir. Kararlı akış (steady-state flow) sırasında, görünür viskoziteleri uygulanan deformasyon hızına bağlıdır (Roussel 2005). Sürekli deformasyon hızı uygulanması sonucunda viskozitede meydana gelen azalma miktarı, değişen deformasyon hızları sonucunda beton karışımlarında oluşan tiksotropik yapı bozulmasının şiddetini göstermektedir (Kolawole ve ark. 2019). Karışımlara uygulanan deformasyon hızı arttıkça görünür viskozitedeki değişikliklerin ve karışımlar arasındaki farkın önemli ölçüde azaldığı belirtilmiştir. Geçici akış (transient flow) sırasında, görünen viskozite, zamanın bir fonksiyonudur (Roussel 2005). Betonun daha fazla dinlenmesine izin verilmesi, deformasyon hızı uygulanması sırasında daha fazla viskozite kaybına neden olmaktadır. Araştırmacılar tarafından bu durumun, dinlenme süresi arttıkça artan katılaşmadan kaynaklanıyor olabileceğini bildirmiştir (Kolawole ve ark. 2019, Roussel 2005). Betonun rijitliğinin artması, deformasyon hızı uygulanması sonucu tiksotropisini kaybetme duyarlılığının artmasına neden olmaktadır (Kolawole ve ark. 2019).

Kayma incelmesi-kalınlaşması davranışı tiksotropik davranış ile karıştırılmaması gerektiği ve tiksotropik davranış zamana bağlı değişirken, kayma kalınlaşmasıincelmesi davranışının zamana bağlı olmadığına dikkat edilmesi gerektiği bildirilmiştir (Koehler 2014).

Betonun kayma incelmesi davranışı gösterdiği iyi bilinmekle birlikte (Roussel 2012), kayma kalınlaşma davranışı konusunda literatürde bilgilerin az olduğu anlaşılmaktadır. Çimentolu malzemelerin kayma kalınlaşması davranışı göstermesi ile ilgili literatürler çoğunlukla çimento hamuru veya harçlar (Maybury ve Ho 2017, Bouras ve ark. 2008, 2012, Cyr ve ark. 2000, Yahia 2011, Saric-Coric ve ark. 2003) ve ayrıca çok azı kendiliğinden yerleşen beton üzerinedir (Liv ve ark. 2017, Feys ve ark. 2008). Bir süspansiyonun kayma kalınlaşması meydana gelmesi için, yüksek bir katı hacimine sahip olması ve askıda kalan partiküller arasında bir tür itme meydana gelmesi gerektiği bildirilmiştir. Süper akışkanlaştırıcı katkıların herhangi bir harici mekanik etki olmaksızın eşik kayma gerilmesi değerinde önemli bir düşüşe neden olduğu beyan edilmiştir (Mardani-Aghabaglou, 2016). Etki esas olarak fizikokimyasaldır ve topaklaşma durumunu dağınık bir duruma değiştirme eğiliminde olan parçacıklar arası itici kuvvetlerden oluşurmaktadır. Diğer taraftan, söz konusu katkıların kayma kalınlaşması göstermesi nedeniyle, işlenebilirlik üzerinde pompalama mesafesini olumsuz bir şekilde azalttığı, daha az homojen karıştırmaya ve sahada taşımanın zorlaşması gibi olumsuz sonuçlara neden olabildiği bildirilmiştir (Cyr ve ark. 2000). Maybury ve Ho (2017) tarafından Modifiye Rotovisco RV2 (Haake) cihazı kullanılarak yapılan bir çalışmada akışkanlaştırıcı katkı içermeyen karışımlarda mineral katkı ikamesi ile kayma incelmesi davranışı gözlemlendiği bildirilmiştir. Ancak, elektrostatik ve streik etkiye sahip farklı katkıların çimentolu sistemlere eklenmesi ile kayma kalınlaşması davranışı sergilediği beyan edilmiştir. Bu durumun, serbest polimer zincirlerinin kümelenmesinden meydana geldiği araştırmacılar tarafından bildirilmiştir (Maybury ve Ho 2017). Ayrıca, çimento yerine ikame edilen uçucu kül ve kuvars kullanım oranı arttıkça katkı içeren karışımların kayma kalınlaşması davranışı derecelerinin değişmediği, metakaolin ikamesi için bu artışın daha bariz olduğu, silis dumanı ikamesi ile ise azaldığı bildirilmiştir (Cyr ve ark. 2000).

2.2.1. Tiksotropik Davranışın Oluşumu

Çimentolu sistemlerin birçoğunda, hidratasyon reaksiyonunun durgunluk periyodu sırasında malzemenin reolojik davranışının tersine çevrilebilir olduğu ve malzeme hareketsizken, görünen kayma gerilmesi değeri (veya statik kayma gerilmesi) sürekli olarak arttığı belirtilmiştir (Tatersall ve Banfill 1983, Roussel 2007, Barnes 1997, Lapasin ve ark. 1979, Otsubo ve ark. 1980, Banfill ve Saunders 1981, Papo 1988, Roussel 2005, Roussel 2006). Bu durum, hamurun güçlü bir şekilde karıştırılmasıyla silinebildiğinden ve malzeme bir referans durumuna geri getirilebildiğinden, genellikle tiksotropi olarak tanımlanmaktadır. Kayma deformasyon hızı uygulanması ile yüksek dağılıma tabi tutulan çimento hamuru, karıştırmadan sonra hızlı geri kazanım sergileyebilir ve geri kazanım işlemi karıştırıma işlemi sırasında gerçekleşirse, antitiksotropik davranış sergileyebileceği bildirilmiştir (Khayat ve ark. 2002). Tiksotropinin kökeni çok belirsiz olması nedeniyle "yapılandırma (structuration)" kelimesi, belirli bir fiziksel fenomenle ilişkili değildir. Bu nedenle yapılandırma kelimesinin tiksotropik davranışını sonuçlarını tanımlamak için sıklıkla kullanıldığı beyan edilmiştir (Roussel 2005, Roussel 2006). Bu yapısal değişim makroskopik olarak

15

tersine çevrilebilir olduğundan, literatürde mevcut olan açıklamaların çoğu, tersine çevrilebilir koloidal flokülasyon ve deflokülasyon gibi mikroskobik tersine çevrilebilir fiziksel olaylara odaklanmaktadır. Bununla birlikte, doğadaki veya endüstrideki diğer materyaller için tiksotropinin kökeninde çok çeşitli fenomenler olabilir. Tersinir kolloidal flokülasyon birçok süspansiyonda tiksotropiyi açıklayabilse de, polimer zincirlerinin tersinir dolanması veya Brownian ince parçacıkların tersinir oryantasyonu da makroskopik tiksotropik davranış için potansiyel bir açıklamadır (Barnes 1997).

Tiksotropi, genellikle flokülasyon (yapısal toparlanma) ve deflokülasyon (yapısal bozulma) gibi tersine çevrilebilir fiziksel fenomenlerle ilişkilendirilmesine rağmen, karmaşık kökenli uygulama süresine bağlı bir kavramdır. Çimento partiküllerinin topaklaşması, dispersiyonu ve yeniden topaklaşmasının, partiküller arasında kimyasal olarak oluşturulmuş belirli bağlantıların kırılmasıyla birlikte, çimento hamurunun toplam zamana bağlı davranışını oluşturmada önemli bir rol oynadığı varsayılmaktadır. Topaklaşma terimi iki veya daha fazla çimento parçacığının belirli bir süre birbiriyle temas etmesi durumunda meydana gelen durumu tanımlamaktadır. Bir akışkanın yapısını yeniden oluşturma ve akışa karşı direncini arttırma potansiyeli, tiksotropi derecesinin bir ölçüsüdür. Belirli bir dinlenme periyodundan sonra çeşitli moleküller arasındaki fiziksel etkileşimlerin yüksek olabileceği bazı katı-dispersiyon sistemlerinde tiksotropik davranışla karşılaşılır, bu da yüksek su içeriğine rağmen oldukça yapışkan bir jel yapısının oluşumuna yol açar (Khayat ve ark. 2002). Yapışkanlıkta bir artışa yol açan moleküller arasındaki bağ, Şekil 2.3'te gösterildiği gibi hidrojen veya iyonik bağa karşılık gelebilir. Bu tür bir bağ, özellikle düşük bir karıştırma hızında oluşur ve karışımın yüksek bir hızda karıştırılmasıyla yok edilebilir. Bitişik moleküller arasındaki çeşitli bağların yeniden kümelenmesi ve yeniden kurulması, bir dinlenme periyodunun ardından tekrarlanabilmektedir (Khayat ve ark. 2002).



Şekil 2.3. Moleküller arasındaki bağ

Çimento süspansiyonu gibi heterojen malzemelerdeki tiksotropik davranış, malzemenin zamanla partikül etkileşimlerinden kaynaklanmaktadır. Çimento su ile karıştırıldıktan sonra, partikül teması nedeniyle hızla topaklaşmalar oluşmaktadır. Bu durum, üç boyutlu ve ağsı bir iç yapının oluşmasına neden olmaktadır (Jarvis ve ark. 2005). Karıştırmaya maruz kaldığında, partiküller arası bağlantıların kopması nedeniyle topaklaşmalar ortadan kalkmakta ve çimento hamurunun viskozitesi azalmaktadır.

Tiksotropi, bir histerezis döngüsü ile ölçülebilir ve histerezis döngüsü içindeki alan, malzemelerin yapısını bozmak için gereken enerji olarak tanımlanabilir. Karıştırmadan sonra belirli bir süre ile tiksotropi değişiminin ölçülmesi, yapısal toparlanma hakkında faydalı bilgiler sağlama yeteneğine sahiptir. Yapısal toparlanma çimento parçacıklarının agregasyonu, deflokülasyonu, katı parçacıkların dağılımı, çimento parçacıklarının yeniden düzenlenmesi ve yeniden flokülasyonu ile yakın bir ilişkiye sahiptir. Böylece, flokülasyon mekanizması ve yapısal yeniden oluşturma kombinasyonu, çimento esaslı malzemelerin akış davranışı hakkındaki anlayışı geliştirecektir (Quanji 2010). Yapısal toparlanma davranışı çok sayıda parametreye bağlı olarak değişkenlik gösterir. Flokülasyon, ince parçacıkların bir araya gelerek topak oluşturabileceği süreçten kaynaklanır. Dağınık süspansiyonlarda, flokülasyon, harici kesme olmadığında meydana gelir ve dağınık parçacıklar, karşıt yüklü parçacıklardan kaynaklanan çekim nedeniyle kendiliğinden topaklar oluşturur (Quanji, Z. (2010). Çimento hamurunun
zamanla karıştırılması sırasında viskozitesinin azalması, mikro yapının değişmesine katkıda bulunur. Deformasyon hızı uygulandığında, çimento hamurunun viskozitesi belirli bir sabit değere kadar azalacaktır. Karıştırma sırasında, parçacıklar karıştırma yönüne paralel çizgiler oluşturacaktır. Viskozitenin azalmasıyla birlikte çimento hamuru parçacıklarının deflokülasyonu ve dağılımı gerçekleşecektir. Karışım dinlenmeye geçtiğinde, partiküllerin yeniden bağlanması ve yeniden kümelenmesi ile viskozite tekrar artar. Çimento hamurunun karıştırma sonrası dinlenme süresi arttıkça kayma gerilmesinin artacağı ve bekleme süresi ne kadar uzun olursa gerilme değerinin de o kadar yüksek olacağı belirtilmektedir (Schwartzentruber 2006). Bu nedenle, dinlenme süresi ile kayma gerilmesi değişim oranı, çimento hamurunun tiksotropisini karakterize etmek için kullanılabileceği vurgulanmıştır (Schwartzentruber 2006). Çimento hamuru için tiksotropi, flokülasyonun veya bağlı parçacıkların kırılması sonucu meydana gelir (Saak 2000). Flokülasyon, numunenin yeterince güçlü bir şekilde karıştırılmasıyla tersine çevrilebilir. Ayrıca karışımlara titreşim uygulanması ile topaklaşmanın önleneceği, farklı dinlenme sürelerine maruz kalan karışımlarda meydana gelen flokülasyonu kırmak için gereken yükün titreşen numuneler için titreme uygulanmayanlara kıyasla daha düşük olduğu ve bu farkın dinlenme süresi ile arttığı beyan edilmiştir (Kalousek 1973). Tiksotropik davranışın fiziksel açıklamalarından biri Şekil 2.4'te gösterilmiştir. Şekilde gösterilen ΔE , parçacığın enerji değişim miktarını ifade etmektedir. Şekil 2.4.a'da gösterildiği gibi, en küçük potansiyel enerji, her bir çimento parçacığı için bir denge konumuna yol açar. Malzemelere küçük bir dış enerji uygulandığında, ΔE 2.4.b'de gösterildiği gibi parçacığı bu konumdan hareket ettirmek için yeterli olmayacak, parçacık ilk konumuna geri dönecektir. Ancak, dış enerji belirli bir değerden büyükse, parçacıklar 2.4.c'de gösterildiği gibi enerji kuyusunun dışına hareket edecek ve akış başlayacaktır. Çimento esaslı malzemelerin tiksotropik davranışı için, çimento hamurunun enerji kuyusunu terk etmesi için gereken enerji, parçacıkların etkileşimi ve çimento hidratasyonu nedeniyle artar. Şekil 2.4.d'de gösterildiği gibi, parçacıklar enerji kuyusunu terk ettikten sonra enerji kuyusu ilk derinliğine geri dönecektir.



Şekil 2.4. Çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışının fiziksel açıklaması (Saak 2000)

Flokülasyon mekanizmasının açıklamaları iki yönü içerir: birincisi çekici kuvvetler, ikincisi ise itici kuvvetlerdir. Bu bölümde, söz konusu kuvvetler, çimentolu sistemlerdeki etkileri açısından incelenecektir.

Çekici Kuvvetler

Çimento hamuru tam olarak kolloid olarak tanımlanmasa da kolloid parçacıklardan oluştuğu kabul edilmektedir (Russell 1989). Çimento parçacıkları yüklü yüzeye sahiptir. Bu yükler parçacıkların çözünmesi, adsorpsiyonu ve iyonlaşması sırasındaki etkileşimlerden meydana gelmektedir (Russell 1989, Hunter 1987). Dış yörünge elektronları diğer atomlar tarafından değiştirildiğinde veya paylaşıldığında, güçlü birincil bağlar olarak kabul edilen iyonik ve metalik bağ oluşacaktır. Ayrıca Van der Waals kuvveti ikincil bir bağ olarak moleküller arasında bulunur ve birincil bağlardan çok daha zayıftır. Moleküller birbirine yakın temas halinde ise ikincil kuvvetler çok etkili olacaktır. İkincil bağlar fiziksel bağlar olarak da tanımlanabilir. Birincil bağlara kıyasla daha zayıf olan ikincil bağların çimento hamurunun tiksotropik özelliklerine en çok katkıda bulunan faktör olduğu bildirilmiştir (Hunter 1987). İkincil bağlar, çimento hamurunun flokülasyon ve deflokülasyon özelliklerine sahip olmasının ana nedenleridir. London dağılım kuvvetleri, dipol-dipol ve hidrojen bağı olmak üzere üç tür ikincil kuvvet bulunmaktadır.

London Dağılım Kuvvetleri

Atomların dipolündeki ani değişikliklerden kaynaklanan London Dağılım Kuvvetleri, kolloidal bir malzeme olan çimento hamurunda oldukça önemli bir role sahiptir. London dağılım kuvvetleri, en zayıf ikincil kuvvettir. Bu sebeple çok hızlı ve kolay bir şekilde kırılmaktadır. Şekil 2.5'te gösterildiği gibi, elektronların sürekli hareketinden dolayı elektron dağılımı simetrik olmadığında, bir atom veya molekül tarafından geçici bir dipol geliştirilebilmektedir. İkinci bir atom veya molekül, elektronlar, itici kuvvetler nedeniyle birinci atom veya molekülden oluşan dipol tarafından bozulacaktır. Bu durum bu iki atom veya molekül arasında elektrostatik çekime yol açma eğilimindedir. Çok yakın temas halinde olduklarında herhangi iki molekül arasında London dağılım kuvvetleri vardır. Moleküllerin daha büyük ve ağır olması durumunda, London dağılım kuvvetleri daha güçlü olmaktadır. Ayrıca, daha büyük bir atom veya moleküldeki elektronlar, çekirdekten daha küçük bir atom veya moleküle göre daha uzaktadır. Böylece, gevşek bir şekilde tutulurlar ve daha kolay geçici dipoller oluştururlar.



Şekil 2.5. London Kuvvetlerinin Açıklaması (Quanji 2010)

Dipol-Dipol Etkileşimleri

Dipol-Dipol etkileşimleri, moleküllerin kalıcı dipollerinden kaynaklanmaktadır. Elektronegatif farklılıklar nedeniyle bir atom diğeriyle birleştiğinde, elektronegatif atom bağdaki elektronları kendine yakın bir şekilde çeker ve biraz negatif olur. Aynı zamanda, diğer atom biraz pozitif hale gelir. Zıt yükler elektrostatik kuvvetler üretir ve moleküller çekiciliği artırmak için kendilerini hizalama eğilimindedir ve potansiyel enerji azalır. Ancak atomların kalıcı bir dipole sahip olmamaları nedeniyle, iki atom arasındaki dipol-dipol etkileşimi neredeyse sıfırdır.

Hidrojen Bağları

Hidrojen bağları, yüksek elektronegatif atomlardan kaynaklanır ve bunlar, dipol-dipol etkileşiminin daha güçlü şeklidir. Moleküller arası en güçlü kuvvettirler ve yalnızca hidrojen ve oksijen, flor veya nitrojen arasında bulunurlar. Hidrojen ile yüksek polar bağlar, F, O ve N'nin yüksek elektronegatiflikleri ile oluşturulabilir ve aralarında güçlü bir bağ beklenebilir.

Çizelge 2.1'den de görüleceği gibi, çimento hamurunun flokülasyonunu belirleyen en önemli faktör London dağılım kuvvetidir. Çimento hamuru heterojen malzemelerden oluşur ve hidratasyon nedeniyle farklı fazlara sahiptir. Bu nedenle partiküller arasında daha fazla elektrostatik çekim de oluşacaktır (Struble 1991). Plassard, Van der Waals kuvvetleri dışındaki diğer bazı kuvvetlerin çimento hamurunun flokülasyonundan sorumlu olup olmadığını incelemek için atomik kuvvet mikroskobu uyguladı (Plassard 2005). Kalsiyum hidroksit konsantrasyonunun da çekici kuvvetleri etkilediğine dikkat çekti. Kalsiyum hidroksit konsantrasyonu ne kadar yüksekse, daha güçlü çekici kuvvetlerin oluşabileceği vurgulanmıştır. İyon-iyon kuvvetleri ve etkileşiminden kaynaklanan çekimin ve diğer bazı kuvvet türlerinin de çimento hamurunun flokülasyonu üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu varsayılmıştır.

| Bağ türü | Bağ Enerjisi (kcal) |
|--------------------------------------|---------------------|
| Hidrojen bağı | 12-16 |
| Dipol-dipol | 0.5-2 |
| London Kuvvetleri (Van der Waals) | <1 |

Çizelge 2.1. İkincil bağ türleri ve enerjileri (Quanji 2010)

İtici Kuvvetler

İtici kuvvet mekanizması elektrostatik itki ve sterik engelleme olmak üzere iki çeşittir.

Elektrostatik İtki

Yüklü parçacıklardan kaynaklanan elektrostatik alan, Şekil 2.6'da gösterilen çift katmanlı model ile tanımlanmaktadır (Russell 1987).



Şekil 2.6. Partikülün çift yüklü katman modeli (Russell 1987)

Çimento parçacıklarının pozitif yüklü ve negatif yüklü iyonları yüzeylerine çekme eğiliminde olduğu bilinmektedir. Pozitif yüklü parçacık yüzeyinin hemen dışındaki katman, stern (iç) katmanı olarak tanımlanmaktadır. Diffüz (dağılma) katmanının stern tabakanın dışında yer aldığı ve negatif iyonlardan oluştuğu vurgulanmıştır. Bu negatif iyonların konsantrasyonu, çözelti içine kıyasla stern tabakasının yüzeyine yakın bölgelerde daha yüksek olduğu vurgulanmaktadır. Bununla birlikte, negatif iyonların konsantrasyonu, dağılma ve iç katmanı arasındaki mesafenin artmasıyla azalmaktadır (Özen, 2019). Yüklü yüzeyler birbirlerine yaklaştığında, elektriksel katmanlar üst üste binmekte ve her iki yüzey arasında orta mesafede aşırı iyon konsantrasyonu meydana gelmektedir. İyonların seyreltilmesi amacıyla parçacıklar arasına ortamdan çekilen fazla suyun meydana getirdiği osmatik basınçla, yüzeyler birbirinden ayrılmaktadır. Böylece, elektrostatik itme kuvveti meydana gelmektedir. Bu nedenle, çimentolu sistemlerde, kuvvetleri baskın olmaktadır (Yang ve ark. 1997). Çimento hamurunun partikül yüzeyinin hidratasyon nedeniyle stabil olmadığı bildirilmiştir (Quanji, 2010).

Çimentolu sistemlerde akışkanlığı arttırmak için kullanılan su azaltıcı katkılar elektrostatik itki sayesinde çimento tanelerinin topaklaşmasını önlemektedir. Örneğin, negatif yüklü naftalin formaldehit sülfonik asit (SNF)ve melamin formaldehit sülfonik asit (SMF) gibi polimerlerin çimento tanesi üzerinde tutunması sonucu, çimento yüzeyi nötr veya negatif yüklü hale gelmekte ve böylece dağıtma etkisi meydana gelmektedir (Mardani-Agahabaglou 2016, Mindess ve ark. 2003, Collepardi 2005). Böylece, askıdaki çimento taneleri benzer elektriksel yük taşımakta ve bunların arasında bir itme kuvveti oluşmaktadır. Bu elektriksel yükler yeterince fazla ise taneler birbirinden ayrı kalır ve topaklaşma oluşmamaktadır (Mardani-Agahabaglou 2016).

Sterik Engelleme

Bir molekülün her atomunda bir miktar boşluk bulunduğu bilinmektedir. İki atom birbirine çok yakınsa, adsorplanan tabakaların üst üste gelmesinden dolayı serbest enerjide meydana gelen artış sonucunda moleküllerin şeklinin ve reaktivitesinin de etkileneceği bildirilmiştir (Morrison ve Ross 2002). Yüzey aktif maddelerin suda çözünerek çimento partiküllerin ara yüzeylerine yapışması ile partikül özelliklerinin ve şekillerinin değişmesi sonucu flokülasyonun engellenebileceği beyan edilmiştir. Ancak, arayüzlere bağlı parçacıkların ana uzunluğu parçacıklar arasındaki mesafeden daha küçükse bu engellemenin gerçekleşmeyeceği vurgulanmıştır (Quanji 2010). Bu mekanizmaya dayalı olarak, örneğin kendi kendine yerleşen betonda kullanılan yüksek su azaltma ve dağılma kabiliyetine sahip süper akışkanlaştırıcılar gibi yeni kimyasallar geliştirilmiştir. Süperakışkanlaştırıcı katkı polimerlerinin negatif yüklü olduğu ve çimento parçacıklarına tutunma kabiliyetine sahip olduğu bilinmektedir. Bu bağlamda, çimento hamuru üzerindeki polimerlerin, çimento parçacıklarının topaklanmasını önleme eğiliminde olduğu beyan edilmiştir (Şekil 2.7). Bu itici kuvvete, sterik engelleme denilmektedir (Mardani-Aghabaglou 2016).



Şekil 2.7. Akışkanlaştırıcı katkının sterik engelleme mekanizmasının şematik gösterimi (Quanji, 2010)

Çimento hamurunun topaklaşmasını etkileyen başlıca faktörler, partikül boyutunun dağılımı, partiküllerin hacim oranı, partiküller arası kuvvetler ve çimento hidratasyonunu içermektedir. Ancak literatürde, çimento hamurunun hidratasyonunun flokülasyon mekanizmasına olan etkisi hakkında yeterli bilgi bulunmamaktadır. Powers tarafından (1968), çimento hamurunun reolojik özelliklerini etkileyen parametrelerin Van der Waals kuvveti, elektrostatik kuvvet ve hidratasyon olduğu belirtilmiştir. Bazı araştırmalar da çimento partiküllerinin aglomerasyonunun ve flokülasyonunun bu kuvvetlerden kaynaklandığını doğrulamıştır (McGuiggan ve Israelachvili 1991, Haidara 2000). Hidratasyon nedeniyle viskozitede medana gelen artış tiksotropi davranışı ile karıştırılabilmektedir. Ancak, tiksotropi kaynaklı yapılanma tersinir iken hidratasyon sonucu oluşan yapı tersinir değildir (Koehler 2014). Hidratasyon, susuz bir bileşiğin (yani çimento partiküllerinin) suyla reaksiyonu sonucu yeni bir bileşik (C-S-H) oluşumu olarak bilinmektedir. C-S-H jeli, yüzey pürüzlülüğünü ve faz hacmini artırmak için çimento partikül yüzeyini hızla kaplar (yani hidrat membran oluşur), zamanla görünen viskozitede belirli bir artış sağlar.

Bu görüş doğrultusunda temelde iki tür topaklaşma olduğu bildirilmiştir (Wallevik 2005, Wallevik, 2003). Birinci tip, iki topaklaşmış çimento partikülünün her karışım için farklı olmak üzere belirli karıştırma hızıyla yeniden dağıtılabildiği tersine çevrilebilir topaklaşmadır. İkinci tip topaklaşma, iki çimento partikülünün verilen enerji ile ayrılamadığı kalıcı topaklaşmadır. Çimento hamurunda hem kalıcı hem de tersine çevrilebilir şekilde topaklaşmış çimento partiküllerinin eşzamanlı olarak bulunabileceği bildirilmiştir (Wallevik 2005).

Çimentonun farklı boyutlardaki partiküllerden meydana geldiği ve bu partiküllerin vaklasık % 7-9'unun (ağırlıkça) tipik olarak çapı 2 µm'den daha ince, % 0-4'ünün 90 µm'den daha büyük olduğu bildirilmiştir (Taylor 1997). Geleneksel olarak, toplam potansiyel enerji etkilerinden etkilenen parçacıklar kolloid parçacıklar olarak kabul edilmektedir. Böyle bir parçacığın, en az bir boyutun 1 nm ila 1 µm boyut aralığında olduğu (Shaw 1992) ve bundan biraz daha büyük boyutlara sahip parçacıkların davranışı arasında net bir ayrım olmadığı beyan edilmiştir (Hunter 2001). Particle Flow Interaction Theory (PFI-theory) denklemlerinde ise, çimento hamurundaki parçacıklar arasında farklı tipte bağlantıların olduğu varsayılmaktadır (Wallevik 2009)). Bunlar, çimento hidratasyon ürünlerinin oluşumunun bir sonucu olarak ve ayrıca çimento parçacıkları arasındaki potansiyel enerjinin etkisi nedeniyle oluşan bir membran yoluyla parçacıkların bağlantılarıdır. Bu bağlantılar, doğrudan mikro yapısal parametreler olarak adlandırılmaktadır. Yazar, modelinde çimento parçacıklarını, boyutlarına göre dikkate almıştır. 40 µm çapından daha küçük parçacıklar, potansiyel enerji kuvvetleri nedeniyle önemli ölçüde kümelenmeye uğrarken, daha büyük parçacıklar yalnızca çimento hidratasyon ürünlerinin oluşumu ile bağlanacağı beyan edilmiştir. "40 µm partikül boyutundan" daha büyük bir cift cimento partikülünün kinetik enerjisi (veya ataleti), topaklaşma ve dispersiyona karşı enerji bariyerini aşmak için yeterince büyük olduğu, topaklaşma meydana gelmediği ve çimento parçacıklarının birbirleriyle daha çok saf sert küre çarpışma faktörüyle etkileşime girdiği bildirilmiştir. Bu tür çimento partikülleri toplam potansiyel enerji etkilerinden etkilenmediği veya çok az etkilendiği bildiriliştir (Wallevik 2009) (Şekil 2.8).



Şekil 2.8. Çimento hamurunda mevcut olduğu varsayılan farklı bağlantı türlerinin bir özeti

Potansiyel Enerjinin Etkisi Nedeniyle Oluşan Bağlantılar (Junction)

Wallevik (2009) tarafından toplam potansiyel enerji etkileşimi ile oluşan çimento parçacıkları arasındaki bağlantılar kavşaklar (junctions) olarak adlandırılmıştır. Parçacıklar, aralarında var olan toplam potansiyel enerji etkileşiminin (Van der Waals çekim, elektrostatik itki ve sterik engellemenin birleşik kuvvetleri) bir sonucu olarak birbirine yapıştığı beyan edlmiştir (G.H. Tattersall ve ark. 1983, Hunter 2001). Polimerlerin işlevlerinin, söz konusu toplam potansiyel enerjiyi, topaklaşmanın daha zor bir şekilde elde edileceği ve dispersiyonun daha kolay sağlanacağı şekilde değiştirmek olduğu bildirilmiştir (Wallevik 2009).

Çimento Hidratasyon Ürünlerinin Oluşumu İle Oluşan Bağlantılar (Linkages)

Cimento ile su arasındaki ilk temastan sonraki birkaç saniye içinde, çimento partiküllerinin yüzeyleri jelatinimsi kalsiyum silikat / sülfoalüminat hidrat membranı ile kaplandığı bilinmektedir (Tattersall 1983). Banfill (1991) tarafından, bir çift veya daha fazla cimento parçacığı suyla temas ettiğinde, bu hidrat zarın her ikisinin etrafında oluştuğu öne sürülmüştür. Çimento hamuru karıştırılır karıştırılmaz, çimento parçacıkları arasındaki bağlantılarının kopabildiği, köprü membranın kırıldığı ve çimento parçacıklarının dağıldığı beyan edilmiştir. Bu tür durumlar için yapının geri kazanımı ölçülmediğinden (yani geri döndürülemez bir süreç olduğu için), "yapısal bozulma" terimi "tiksotropik davranışa" tercih edilmiştir. İki (veya daha fazla) çimento parçacığı arasındaki bağlantının gücü, etraflarındaki membranın kalınlığına ve temas geometrisine bağlıdır. Bu nedenle, farklı çimento parçacıkları arasındaki farklı koşullarda, çimento hamurunda hem kalıcı hem de kırılabilir bağlı çimento parçacıklarının aynı anda varlığının mümkün olduğu vurgulanmıştır (Tattersall 1983). Tattersall ve Banfill (1983), erken yaş çimento hamurunun mikro yapısını bir membran köprü modeli ile açıklamıştır (Şekil 2.9). Bu modele göre partiküller arası kuvvetler nedeniyle, kuru çimento partikülleri flokülasyon oluşturma eğilimindedir. Su ile temas halinde tüm küme üzerinde tek bir zar tabakası oluşur (Şekil 2.9a). Kayma deformasyon hızı uygulaması membranı yırtar ve yeni açığa çıkan yüzeylerin çevresinde anında bir hidrat tabakası oluşur (Şekil 2.9b). Kayma deformayon hızı uygulamasından sonra çimento parçacıkları topaklaşabilir; bununla birlikte, hamurun viskozitesi karıştırılma öncesine göre daha düşük kalır (Şekil 2.9c) (Saak 2000).



Şekil 2.9. Kayma deformasyon uygulanması esnasında partikül davranışı (Tattersall ve Banfill 1983)

Orijinal Hattori – Izumi teorisinde (Hattori ve Izumi 1991), toplam bağlantı sayısının yalnızca doğal olarak oluşan perikinetik (karıştırmadan, $\gamma=0$ olduğu durum) topaklaşma süreci ile arttığı varsayılmıştır. Başka bir deyişle, topaklaşma hızının yalnızca çimento parçacıklarının Brownian hareketi nedeniyle var olduğu varsayılmıştır. Ancak, Wallevik (2009) tarafından topaklaşma hızı, süspansiyonun karıştırılmasından büyük ölçüde etkilendiği bildirilmiştir. Karıştırmanın, partiküllerin normal difüzyon hızından daha büyük bir hızda birlikte dağılmasına neden olduğu ve dolayısıyla ortokinetik (karıştırılarak) süreçlerin topaklaşmayı arttırdığı beyan edilmiştir. Partikül boyutunun artmasıyla ortokinetik sürecin giderek daha önemli hale geldiği bildirilmiştir. Emülsiyonlarda olduğu gibi daha büyük partiküllerde (damlacık çapı $\propto 10^{-7}$ m), ortokinetik pıhtılaşma perikinetik hızın 104 katına kadar meydana gelebilir, 10⁻⁹m çapa sahip parçacıklar için ise karıştırmanın topaklaşma hızları üzerinde nispeten az etkisi olduğu vurgulanmıştır (Shaw 1992). Hidratlanmamış çimento partiküllerinin çapı 90x10⁻⁶ m'ye kadar ve daha büyük olabileceğinden, ortokinetik topaklaşma süreci doğru flokülasyon hızı ve durumunun belirlenmesinde önemli bir rol oynadığı beyan edilmiştir (Taylor 1997).

Karıştırma, çimento partiküllerinin normal difüzyon hızından daha büyük bir hızda dağılmasına neden olur. Bununla birlikte, sürekli artan deformasyon hızıyla, çarpışmak üzere olan iki çimento partikülünün karşılıklı kinetik enerjisinin de süreçte artacağı söylenebilir. Bu kinetik enerjinin, onları topaklaşmış bir durumda bir arada tutabilecek potansiyel enerji bariyerini aşmak için yeterli olduğu bir durum (γ_{cr}) gelecektir. Çimento parçacıkları arasındaki çarpışma oranı, artan deformasyon hızı γ ile her zaman artacaktır. Bununla birlikte, γ_{cr} noktasının ötesinde, bu çarpışmalardan daha az ve daha azı, gerçek topaklaşma ile sonuçlanacaktır. Bu, topaklaşma hızının kayma hızındaki daha fazla artışla düşmeye başlayacağı anlamına gelir.

çimento hamurunun reolojik davranışını simüle etmek için sunulan Şekil 2.10, kapsamlı karmaşık bir teori olan (PFI) teorinin ana özelliklerinin kısa ve öz bir görsel özetidir. Şekil, bir süre dinlendikten sonraki (örneğin 10 dakika kadar) çimento hamurunu temsil etmektedir. Çimento parçacıkları arasındaki bağlantılar hem tersinir hem de kalıcı niteliktedir. Ayrıca, bazı çimento parçacıkları hala serbesttir. Karıştırma ile tersinir bağlantılı çimento parçacıkları serbest hale gelirken, kalıcı bağlantılara sahip cimento parçacıkları birbirine bağlı kalır. Bu durum, Şekil 2.10b'de gösterilmektedir. Malzemenin nispeten kısa bir süre daha dinlenmesine izin vermek, Şekil 2.10a'da gösterilen duruma (aşağı yukarı) geri dönmesine izin verecektir. Bununla birlikte, daha uzun dinlenme süresiyle, gittikçe daha fazla çimento parçacığı kalıcı olarak birbirine bağlanacaktır. PFI teorisinde, bu son bahsedilen davranış çalışabilirlik kaybına katkıda bulunur. Şekil 2.10c'de, çimento partiküllerinin çoğu kalıcı olarak bağlanmıştır ve bu nedenle çimento hamuru, yeniden çalkalama işlemine rağmen akamaz. Bu durumda, malzemenin (biraz ıslanmış) kil ile benzer kıvama sahip olduğu söylenebilir. Şekil 2.10a ve 2.10c'de gösterilen çimento hamurları benzer bir kıvama sahiptir. Aralarındaki fark, birincisinin onu akıcı hale getirmek için yeniden karıştırılabilmesi, ikincisinin ise akmamasıdır. Şekil 2.10e'de, sertlesme sonunda mukavemetin gelişmesiyle gerçekleşmiştir. Bu son bahsedilen durum, PFI teorisinin kapsamı dışındadır.



Şekil 2.10. PFI teorisinin en önemli yönlerinin görsel özeti

2.2.2. Tiksotropinin Önemi

Tiksotropi kavramı, tüm beton karışımları ve özellikle kendiliğinden yerleşen betonlar için oldukça önem arz etmektedir. Kendiliğinden yerleşen beton karışımları düşük bir eşik kayma gerilmesi değerine sahiptir. Bu durum, herhangi bir yerleştirme işlemine ihtiyaç kalmadan, karışımında hapsolan havanın dışarı çıkmasını ve betonun kendi kendine yerleşmesini sağlamaktadır. Bu gereksinimler, kayma gerilmesine bir üst sınır getirmektedir. Ancak bunun yanında, karışımların eşik kayma gerilmesinin segregasyona sebep olmayacak kadar da yüksek olması gerekmektedir. Bu gereksinim de kayma gerilmesi üzerinde alt bir sınır oluşturmaktadır (Roussel 2006). Akabilirlik ve ayrılma direnci için gereken kritik eşik kayma gerilmelesi değerlerinin çok yakın olması durumunda tiksotropi özellikle önemli hale gelmektedir (Roussel 2006).

Tiksotropi, betonun şantiyede kalıba yerleştirilme kolaylığını ve dolayısıyla nakliyeyi, pompalanabilirliği, vibrasyon ihtiyacını, kalıp basıncını, bitirme kolaylığını veayrışmasını büyük ölçüde etkilemektedir (Wallevik 2009, Roussel 2006, Hou ve ark. 2021). Beton, transmikserden kalıplara pompalanarak kademeli olarak yerleştirilir. Tiksotropi özellikle beton veya harç karışımlarının pompalama ve yerleştirme süreçleri arasında sürekli olarak karıştırılamadığı durumda kritik hale gelmektedir (Hou ve ark. 2021).

KYB karışımlarının tiksotropik özelliğinin artışıyla viskozite ve stabilite özelliklerinin arttığı beyan edilmiştir. Bu durum, tiksotropi derecesi, iki döküm arasında, katmanların ayrışmasını veya en azından mekanik özelliklerinin olumsuz etkilenmesini önleyebilecek kaba bir arayüz oluşturabileceği anlamına gelir. Ayrıca, bu malzemelerin yüksek plastik viskozitesi, iki katman arasında iki katmanın biribirine geçmesini iyilestiren güçlü bir bağ oluşturur. Tiksotropi derecesi yüksek ve kendiliğinden yerlesen bir karışım, kalıba yerleştirilirken döküme ara verilirse, eski dökülen tabaka ile kaynaşmasında sorunlar yaşanabilir. Bu durum mikro beton gibi tane boyutu küçük karışımlarda olduğu gibi, tiksotropi derecesi yüksek kendiliğinden yerleşen betonlarda da ortaya çıkabilir (Roussel ve ark. 2004, Roussel ve Cussigh 2008). Tane boyutu küçültülmüş ve kendiliğinden yerleşen kıvamlı karışımlarda lif ilavesi ve uygun akıskanlaştırıcı katkı dozajı kullanımı ile tiksotropi kaynaklı kaynaşma probleminin önüne geçmenin mümkün olduğu vurgulanmıştır (Felekoğlu 2009). Diğer taraftan, tiksotropi derecesi düsük KYB, düsük plastik viskozite ve düsük stabilite gösterebilir. Bu, iki katman arasındaki ara yüzün pürüzsüz olduğu ve dolayısıyla mukavemet kaybı riskini arttırdığı anlamına gelir. Bununla birlikte, birinci tabakanın kayma gerilmesi, tiksotropisi düşük malzemenin yapısal oluşum hızı düşük olduğundan çok hızlı artmaz (Roussel ve Cussigh 2008).

Beton pompalanabilirliğinin plastik viskozitenin ve eşik kayma gerilmesinin bir fonksiyonu olduğu bilinmektedir (Koehler ve ark. 2009, Feys ve ark. 2009). Azalan plastik viskozite, belirli bir akış hızına ulaşmak için pompa basıncını düşürür veya belirli bir pompa basıncında akış hızını artırır. Ancak, plastik viskozitesi betonun artık stabil olmaması için çok düşükse, pompada bir tıkanma meydana gelebilir. Ek olarak, yüksek viskoziteli karışımlar genellikle niteliksel olarak yapışkan olarak tanımlanmaktadır (Koehler ve ark. 2009).

Tiksotropi derecesi yüksek karışımların statik eşik kayma gerilmesinde hızlı artış meydana gelmektedir (Koehler 2014). Yüksek tiksotropi derecesine sahip karışımlar ile

yapılan dökümlerde kalıpta oluşan yanal basıncın daha düşük olduğu ve bu basıncın zamanla daha hızlı düşüş gösterdiği beyan edilmiştir. Tiksotropik özelliğe sahip karışımlar yerleştirme sırasında, gerçek bir akışkan gibi davranır. Ancak, karışım yeterince yavaş dökülürse, bir içyapı oluşturur ve kalıba karşı yanal gerilimi arttırmadan üzerine dökülen betonun yüküne dayanma kabiliyetine sahiptir. Bu sonuçlar, dökümden hemen sonra yapılan çeşitli gözlemler neticesinde beyan edilmiştir. Hidratasyon işlemi henüz başlamamış olsa da, kalıp duvarındaki yanal basıncın giderek azaldığı gözlemlenmiştir (Andriamanantsilavo ve Amziane 2004, Assaad ve Khayat 2004). Bu zamanda, malzemenin ayrışmadığı varsayılarak taze betonda meydana gelebilecek tek oluşumun flokülasyon olduğu bildirilmiştir (Assaad ve ark. 2003, Khayat ve ark. 2005). Bu flokülasyon, incelenen betonların güçlü tiksotropik davranışıyla bağlantılıdır. Genel olarak, KYB'de yanal basıncın geleneksel vibrasyonlu betondan daha büyük olduğu bilinmektedir. KYB, kendi ağırlığı altında kolaylıkla akmakta ve herhangi bir mekanik titreşim olmaksızın iyi bir yerleşim sağlamaktadır. Döküm sırasında, bu tip betonun yüksek akışkanlığı sebebiyle, kalıpta hidrostatik bir basınç meydana gelmektedir. Kalıplar bu yüksek basınç dikkate alınarak uygun bir şekilde tasarlanmaktadır. Bununla birlikte, böyle bir yaklaşım, kalıbın maliyetini arttırmaktadır. Ayrıca, KYB'nin bir avantajı olarak da bilinen izin verilen maksimum yerleştirme yüksekliğini de sınırlamaktadır (Ovarlez ve Roussel 2006). Yeterli tahmin yöntemleri olmadan, mühendise bırakılan tek seçenek, tam hidrostatik basınç için tasarım yapmak veya yerleştirme sırasında basıncı izlemek ve yerleştirme oranını ayarlamaktır. Kalıp basıncı, can güvenliği ile ilgili bir konu olduğundan ve bunun sonucunda önemli inşaat kazaları meydana geldiğinden, geriye kalan tek geçerli seçeneğin, tahmin modelleri geliştirilip doğrulanıncaya kadar yerleştirme sırasında kalıp basıncının izlenmesi olduğu bildirilmiştir (Khayat ve ark. 2010). KYB'nin statik eşik kayma gerilmesi ile kalıp basıncı arasındaki ilişki hakkında kapsamlı bir çalışma, örneğin Billberg (2006) tarafından gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonuçları, kalıp basıncını önemli bir dereceye kadar azaltmak için yapısal toparlanmanın 150-200 Pa/dak aralığında olması gerektiğini göstermiştir.

Ayrıca, KYB karışımlarının stabilitesinin geliştirilmesi amacıyla, yüksek tiksotropi derecesine bağlı çimeno hamurunun kullanılabileceği bildirilmiştir (Koehler 2010). Eşik

kayma gerilmesinde meydana gelen hızlı bir artış ile yüksek bir segregasyon direncielde edilmektedir. Segregasyon direnci, dinamik ve statik olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Betonun akış halindeki direncine dinamik segregasyon direnci denilirken, hareketsiz haldeki direncine statik segregasyon direnci denilmektedir. Dinamik segregasyon direnci, eşik kayma gerilmesive plastik viskozitenin artışıyla artmaktadır. Ancak, maksimum agrega boyutunun ve hamur ile agrega arasındaki yoğunluk farkının artması ile azaldığı bildirilmiştir (Koehler 2010). Statik segregasyon direnci, tek bir agrega partikülü üzerine etkiyen yerçekimi kuvveti, yukarı doğru bir kaldırma kuvveti ve hamur reolojisi ile dengelendiğinde elde edilir (Shen ve ark. 2009, Koehler ve ark. 2009). Ek olarak, kafes etkisi – yani komşu agrega parçacıklarının etkisi – segregasyon potansiyelini azaltabilir. Beton yerleştirildiğinde ve nihai konumunda durduğunda, tiksotropi nedeniyle statik eşik kayma gerilmesi artar, bu da zamanla artan ayrışma direncine neden olur (Koehler ve ark. 2010). Düşük dinamik eşik kayma gerilmesi, KYB'de kendi kendine akışı sağlamak için önemli olduğundan, statik segregasyonu önlemek için düşük dinamik eşik kayma gerilmesini korurken tiksotropiyi arttırmak gerekir. Ayrıca, KYB'nin ayrışma direncinin, yüksek oranda su azaltıcı katkı da dahil olmak üzere karışım oranlarına bağlı olduğu vurgulanmıştır (Koehler ve ark. 2010).

Beton yapının kalitesinin, karışımda kullanılan her bir bileşenin kalitesine bağlı olduğu belirtilmiştir. Ancak, beton yapının kalitesinin aynı zamanda kalıba yerleştirme sırasındaki taze betonun reolojik davranışına da bağlı olduğu bildirilmiştir (Tattersall ve Banfill 1983). Yukarıda bahsedilen pompalanabilirilik, işlenebilirlik, kalıp basıncı ve segregasyon gibi taze beton özellikleri betonun reolojik özellikleri ve bu reolojik özellikleri ve bu reolojik özelliklerde zaman içinde meydana gelen değişikliklere bağlı olduğu bildirilmiştir (Koehler ve ark. 2010).

Sonuç olarak, kararlı bir kendiliğinden yerleşen malzeme elde etmek için KYB'nin olabildiğince akışkan olması ve düşük kalıp basıncı uygulayacak şekilde tasarlanması gerektiği vurgulanmıştır (Koehler ve ark. 2014, Koehler ve ark. 2007). Bunun yanında, belirli bir beton karışımı, döküm işlemi ve dökülecek eleman için de optimum bir tiksotropik davranış mevcuttur (Roussel ve Cussigh 2008). Söz konusu özellikleri anlamak için partiküller arası etkileşimlerin dikkate alınmasının önemli olduğu

bildirilmiştir (Lowke ve ark. 2010). Uygun çimento ve katkı kombinasyonlarının seçimiyle, partiküller arası etkileşimlerin araştırılması eşik kayma gerilmesi, tiksotropi, sağlamlık ve dolayısıyla nihai karışımın gerekli davranışını kontrol etmeye yardımcı olabileceği vurgulanmıştır (Lowke ve ark. 2010). Tiksotropinin durağan haldeyken toparlanma ve akış altında yıkım olmak üzere iki yönü arasında, birincisinin anlaşılması ve ölçülmesinin, potansiyel uygulamalar için çok daha önemli olduğu aktarılmıştır. Asıl önemli olan, stabilite durumunda betonun görünen kayma gerilmesinin artması olduğu vurgulanmıştır.

KYB karışımlarının yanısıra tiksotropi 3 boyutlu (3B) beton için de oldukça önemlidir. 3B baskı teknolojisinin inşaat alanına girmesiyle birlikte, çimento bazlı malzemelerin odak noktası yakın zamanda tiksotropi ve reolojik parametreler dahil olmak üzere reolojilerinin kontrolüne kaymıştır (Lu ve ark. 2019, Panda ve ark. 2019). Son çalışmalarda (Lu ve ark. 2019, Rahul ve ark. 2019), 3B baskılı çimento hamur karışımlarının statik ve dinamik kayma gerilmesi değerlerinin ekstrüzyon özelliklerini ve yapısal performansını etklediği bildirilmiştir. Ekstrüzyon öncesi ve sonrası kayma gerilmesi gereksinimleri önemli ölçüde farklılık gösterdiğinden, 3B betonlarında uygun yapısal performanslar elde etmek için reolojik parametreler ve tiksotropi kavramlarının çok önemli olduğu bildirilmiştir. 3B baskılı çimento hamuru için, ekstrüzyon başlığına girmeden önce pompalama ve vidalı karıştırma işlemleri gereklidir. Bu zamanda, çimento hamuru ekstrüzyondan önce iyi bir akışkanlık (düşük dinamik kayma gerilmesi) sergilemeli, ekstrüzyondan sonra ise inşa edilmiş yapıda mükemmel istifleme özellikleri (yüksek statik kayma gerilmesi) sergilemelidir (Chen ve ark. 2020). Tiksotropinin durağan haldeyken toparlanma ve akış altında yıkım olmak üzere iki yönü arasında, birincisinin anlaşılması ve ölçülmesinin, potansiyel uygulamalar için çok daha önemli olduğu aktarılmıştır. Asıl önemli olan, stabilite durumunda betonun görünen kayma gerilmesinin artması olduğu vurgulanmıştır.

2.2.3. Tiksotropi Davranışının Değerlendirme Yöntemleri

Çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışının değerlendirildiği tiksotropi oluşma oranı (A_{thix}), tiksotropi indeksi (I_{thix}) ve görünen viskozite değişimi değeri sırasıyla aşağıda açıklanmıştır.

Tiksotropi Oluşma Oranı

Çimentolu sistemlerin flokülasyon özellikleri reoloji testi sonuçları kullanılarak değerlendirilebilmektedir. Karışımın flokülasyon parametreleri olan tiksotropi oluşma oranı (A_{thix}), flokülasyon (topaklanma) durumu (λ) ve flokülasyon karakteristik süresi (T) tiksotropik davranışı yorumlamak için değerlendirilmektedir. Roussel (2011) tarafından Bingham modelinin değiştirilmesi ile bu parametreler hesaplanmıştır. Ancak, tiksotropi özelliğini dahil etmek için topaklanma durumu (λ) adı verilen bir parametre denkleme ilave edilmiştir. Aşağıda verilen bu denklemler kullanılarak yapılan çalışmalar literatürde mevcuttur (Kolawole ve ark. 2019).

$$\tau = \tau_{o} + \mu \dot{\gamma}$$
 (2.2)

$$\tau = (1 + \lambda)\tau_{o} + \mu\dot{\gamma}$$
(2.3)

$$\frac{\partial \lambda}{\partial t} = \frac{1}{T} - \alpha \lambda \dot{\gamma}$$
(2.4)

$$\frac{\partial \lambda}{\partial t} = -\alpha \hat{\lambda} \hat{\gamma}$$
(2.5)

$$\lambda = \lambda_0 e^{-\alpha \lambda \dot{\gamma}} \tag{2.6}$$

Kayma gerilmesinin zamanla evrimi, aşağıdaki denklem ile ifade edilmiştir.

$$\tau(t) = (1 + \lambda_0 e^{-\alpha \lambda \dot{\gamma}})\tau_0 + \mu \dot{\gamma}$$
(2.7)

Durgun beton için, kayma deformasyon hızı (γ) sıfırdır, bu nedenle, görünen kayma gerilmesi Denklem (2.8) 'de gösterildiği gibi gelişir.

$$\tau_0(t) = (1 + \lambda)\tau_0 = \tau_0 + \tau_0 \frac{t}{T} = \tau_0 + A_{\text{thix}}t$$
(2.8)

$$A_{\text{thix}} = \frac{\tau_0}{T} \tag{2.9}$$

Bu denklemlerde τ , kayma gerilmesini, τ_o , eşik kayma gerilmesini, μ , viskoziteyi, γ , deformasyon hızını, λ , malzemenin flokülasyon durumunu, T, flokülasyonun karakteristik zamanını, t, zamanı, A_{thix}, tiksotropi oluşma oranını ve α , tiksotropik bir parametreyi ifade etmektedir.

Hızlı yeniden flokülasyon hızı (R_{thix}) ise, uygulanan enerjinin çıkarılmasından sonraki ilk birkaç yüz saniyede büyük ölçüde meydana gelen fiziksel bir reaksiyon olan tersinir parçacık flokülasyon sürecini karakterize eder. Reolojik terimlerle, çalkalama sona erdikten sonra kayma gerilmesinin yeniden oluşturulmasını, yani dinamik kayma gerilmesinden statik kayma gerilmesine artışı tasvir ettiği bildirilmiştir. Bununla birlikte, yeniden flokülasyon oranı (Rthix), Roussel (2006) tarafından bir tiksotropi modeli olarak önerilen yapılanma hızından (Athix) ayırt edilmesi gerektiği vurgulanmıştır. Her ikisi de zaman içinde bir tiksotropik malzemenin statik kayma gerilmesindeki artışa odaklansa da, zaman ölçeği ve dolayısıyla her birinin reolojik olarak karakterize etmeye çalıştığı mekanizmanın farklı olduğu beyan edilmiştir. Yapılandırma oranı, daha uzun bir zaman periyodunda, tipik olarak binlerce saniye içinde belirlendiği bildirilmiştir. Özünde, Athix değerinin, taze betonun plastisitesini azaltan hidratasyon ürünlerinin (etrenjit iğneleri) erken oluşumu gibi kimyasal reaksiyonlara bağlı olarak artan statik kayma gerilmesini karakterize ettiğine dikkat çekilmiştir. Daha büyük zaman ölçeği nedeniyle, hidrasyon süreci, hızlandırıcılar, çevresel koşullar ve benzeri gibi daha fazla faktör yapılandırma hızını potansiyel olarak etkileyebileceği vurgulanmıştır. Yeniden flokülasyon hızı, aksine, büyük ölçüde ani etkilere, özellikle mikro yapıyı yeniden oluşturan fiziksel atomlar arası ve moleküller arası kuvvetlere bağlı olduğu ve bu nedenle teorik olarak tiksotropik davranışın daha iyi bir göstergesi olduğu bildirilmiştir. Reometrenin kayma deformasyon hızı uygulama süresi, betonun hazneden yazıcı nozülüne pompalanması için geçen süre ile ilişkilidir.

Tiksotropi İndeksi

Tiksotropi indeksi (Ithix) statik ve dinamik eşik kayma gerilmesi arasındaki farka bağlı olarak hesaplanmaktadır (Yuan 2017, Koehler 2013, Kolawole 2019). Bu değerler, Şekil 2.11'de gösterildiği gibi saha uygulamasında karışımın karıştırma ve yerleştirme aşamasında maruz kaldığı karıştırmanın sabit deformasyon hızı uygulaması ile simüle edilmesi ile elde edilmektedir. Bu değerler, denklem 2.10 aracılığı ile tiksotropi indeksine dönüştürülmektedir. Bu fikir, dinamik eşik kayma gerilmesinin tiksotropi önkarıştırma tarafından parçalandıktan sonra gereken kayma gerilmesini temsil ederken, statik eşik kayma gerilmesinin önemli tiksotropi gelişimi olan hareketsiz bir malzemeyi hareket ettirmek için gereken kayma gerilmesini temsil ettiği gerçeğinden kaynaklanmaktadır. Bu bağlamda tiksotropi indeksi, çimentolu sistemin yapısının tiksotropik olarak belirtilen süre içinde yapısal toparlanma ve yapısal bozulma miktarını gösterdiği bildirilmiştir (Kolawole ve ark. 2019). Tiksotropi indeksi bazı araştırmacılar tarafından "kırılma yüzdesi-yaş" (break-down percent-age) olarak adlandırılmıştır (Tuyan ve ark. 2018, Lin 1975). Tiksotropi indeksi ne kadar yüksek ise karışımın tiksotropi derecesi, yapısal toparlanma ve bozulma derecesinin o kadar yüksek olduğu bildirilmiştir (Muzenda ve ark. 2020). Çimento hamurlarının tiksotropisini açıklamak için tiksotropi indeksi (Ithix) önerilmiş ve tiksotropinin esas olarak tepe ve denge kayma gerilmesi ile ilişkili olduğunu öne sürülmüştür. Pik kayma gerilmesine, flokülasyon yapısı bozulduğunda kayma gerilimini denge değerine düşüren bir flokülasyon yapısının neden olabileceği vurgulanmıştır. Daha büyük bir Ithix değerine sahip bir hamurun daha iyi tiksotropi sergilediği bildirilmiştir (Qian ve ark. 2018, Ouyang ve ark. 2016). Ayrıca, tiksotropi indeksi, adım değiştirme yöntemi ve sabit deformasyon hızı uygulaması ile yapılan ölçüm sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılmaktadır.



Şekil 2.11. Tiksotropi indeksinin hesaplanması için uygulanan reolojik ölçüm modeli (Kolawole ve ark. 2019)

$$I_{\text{thix}} = \frac{\tau_{0S} - \tau_{0D}}{\tau_{0D}} \times 100\%$$
 (2.10)

Bu denklemde I_{thix}, tiksotropi indeksini, τ_{os} , statik eşik kayma gerilmesini, τ_{0D} , dinamik eşik kayma gerilmesini ifade etmektedir.

Görünen Viskozite Değeri Değişimi

Çimento hamurunun kayma incelmesi davranışı göstermesi nedeniyle, hamurun statik durumdan dinamik duruma geçişi sırasında flokülasyon yapısı ve Van der Waals etkileşim kuvveti kırılmakta ve bu durum görünür viskozite değerinde bir azalmaya neden olmaktadır. Yüksek deformasyon hızı kaldırıldıktan sonra, flokülasyon yapısı ve moleküller arası kuvvetler yeniden oluşmaktadır. Bu durum, görünür viskozite değerinde bir atışa neden olacaktır (Chen 2020).

Viskozite geri kazanımı, KYB karışımlarının stabilite özelliklerini arttırarak iki döküm arasında, katmanlar arasındaki aderansı güçlendirdiği bildirilmiştir (Assaad ve Khayat 2004). Ayrıca yapılan dökümlerde kalıpta oluşan yanal basıncın zamanla azalmasını sağladığı beyan edilmiştir (Andriamanantsilavo ve Amziane 2004). Viskozite geri kazanımı 3B betonun ekstrüzyon işleminden sonra taze malzeme davranışını gösteren önemli bir özelliğidir. İlk çökeltilen katmanın orijinal viskozitesi, ikinci katmanın çökeltilmesinden önce geri kazanılmazsa, yapının deformasyonu ile sonuçlanabilir (Panda ve ark. 2019). Görünen viskozite değeri değişiminin farklı yönemler ile

belirlenmesi aracılığı ile tiksotropik davranış değerlendirilmektedir. Bu yöntemlerden biri artan ve azalan deformasyon hızları uygulanması ile meydana gelen görünür viskozite değerlerinin farkının hesaplanmasıdır (Chen 2020). Bu yöntem kullanılarak tiksotropik davranışın değerlendirildiği bir çalışmaya ait ölçüm yöntemi ve denklemi sırasıyla Şekil 2.12 ve Denklem 2.11'de gösterilmiştir.



Şekil 2.12. Adım değişimi yöntemi ile görünür viskozite değeri değişimi ölçümü (Chen 2020)

$$A = \int_{\gamma \min}^{\gamma \max} \eta_0 \dot{\gamma} \, d\gamma - \int_{\gamma \min}^{\gamma \max} \eta_1 \dot{\gamma} d\gamma$$
(2.11)

Bu denklemde A histeresiz alan, $\dot{\gamma}$ kayma deformasyon hızı, η_0 ve η_1 görünen viskozite değerlerini ifade etmektedir.

Bir diğer yöntem ise sabit kayma deformasyon hızı uygulanarak elde edilen tepe ve denge tork değerleri aracılığı ile görünen viskozite değişim değerinin elde edilmesidir. Bu yöntemde elde edilen tork değerleri Şekil 2.13'te, görünen viskozite değeri değişimi denklemi Denklem 2.12'de gösterilmiştir.



Şekil 2.13. Sabit kayma deformasyon hızı uygulaması ile görünür viskozite değeri değişimi ölçümü

$$\Delta \mu_{g\ddot{o}r} = \frac{T_{\rm T} - T_{\rm D}}{kariştırma hızı}$$
(2.12)

Bu denklemde $\Delta \mu_{g\"{o}r}$, görünür viskozite değişimini, T_T , tepe tork değerini ve T_D , denge tork değerini $\dot{\gamma}$ kayma deformasyon hızı, η_0 ve η_1 görünen viskozite değerlerini ifade etmektedir.

Yapısal Bozulma Alanı (Breakdown Area)

Yapısal bozulma alanı, sabit deformasyon hızı uygulaması ile yapılan ölçüm sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılmaktadır. KG-DH grafiğinden farklı hızlarda sabit deformasyon hızı uygulanması ile elde edilen başlangıç ve denge kayma gerilmesi değerleri farkının karıştırma hızına bölünmesi ile edilmektedir. Bu yöntem birçok araştırmacı tarafından kullanılmıştır (González-Taboada 2018, Tuyan ve ark. 2018, Khayat ve Assaad 2006). Başlangıçtaki kayma gerilmesi ile dengedeki kayma gerilmesi arasındaki daha büyük bir fark, daha yüksek derecede tiksotropi anlamına gelir. Daha büyük bir "bozulma alanı (A_b)", başlangıç bağlantılarını ve başlangıç durumundan bir denge durumuna geçmek ve iç sürtünmeyi kırmak için gerekli olan daha yüksek bir enerji anlamına gelmektedir. Bu yöntem kullanılarak tiksotropik davranışın değerlendirildiği bir çalışmaya ait grafik Şekil 2.14'te gösterilmiştir. Bu çalışmada yapısal bozulma alanı Denklem 2.13 aracılığı ile hesaplanmıştır.



Şekil 2.14. Yapısal bozulma alanı ölçümü

$$A_{b} = \int_{0.3}^{0.9} (\tau_{b}(N) - \tau_{d}(N)) dN$$
 (2.13)

Bu denklemde $\Delta \mu_{gor}$, görünür viskozite değişimini, τ_b , başlangıç kayma gerilmesi değerini ve τ_d , denge kayma gerilmesi değerini ve N ölçüm sayısını ifade etmektedir.

2.2.4. Tiksotropi Davranışını Ölçme Yöntemleri

2.2.4.1. Reometre Deneyleri

Çimentolu sistemlerin tiksotropik özelliğini etkileyen birçok parametre mevcuttur. Karışımların tiksotropik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla yapılan ölçümler, karışımların reometreye doldurulmadan önceki karıştırılması, reometreye yerleştirme prosesi ve geçen süre tiksotropik özelliği etkilemektedir (Rahman ve ark. 2014). Tiksotropik özellik yorumlanırken faydanılan statik eşik kayma gerilmesi değeri tüm bu parametrelere bağlı olarak değişkenlik gösterebilmektedir. Bu nedenle karışımların farklı zamanlarda ve farklı karıştırma hızlarında yapılacak tiksotropik ölçümlerinin yeni bir karışım hazırlanmadan aynı karışım kullanılarak yapılması tavsiye edilmiştir (Yuan 2017). Her 10 dakikada bir ölçüm yapılan bir çalışmada, her ölçüm için 0. dk dan beri dinlendirilen karışım ile 10 dakikada bir karışmaya maruz kalan karışımın benzer histeresiz alanları sergilediği, böylece karışımın 10 dakikada karışımdan kaynaklı değişikliği sıfırladığı bildirilmiştir (Ferron 2007). Ayrıca, test numunelerindetutarlı bir başlangıç koşulu oluşturmak için literatürdeki çalışmalarda farklı yöntemler kullanılmıştır. Reolojik ölçümlerde, 2 farklı yöntemin daha sık uygulandığı anlaşılmıştır. Bunlardan biri, karışım reometre kabına yerleştirildikten sonra her hangi bir ön karıştırma uygulamadan bekletilerek ölçüme tabi tutulmasıdır. Diğer ise seçilen bir hız ve zamanda ön kesme gerilmesi uygulanması ardından ölçüme tabi tutulmasıdır. Diğer etkiler arasında reometre cihazının mekanik ataleti, reometrenin kanadının uçları etrafındaki yerel hasar ve duvar kayması bulunmaktadır (Rahman ve ark. 2014). Bu nedenle, kullanılan reometrenin özelliklerine ve ölçüm yöntemine bağlı olarak yapılacak ölçümler değişkenlik göstermektedir. Tiksotropik davranışın yorumlanması için reolojik parametrelerin elde edildiği literatürde en çok kullanılan döngü yöntemi, sabit deformasyon hızı uygulanması ve adım değiştirme yöntemleri sırasıyla açıklanmıştır.

Döngü Testi (Loop Test)

Ölçüm yöntemlerinden biri, T torkunun, açısal hızın (ω_0) doğrusal bir artış ve azalması yoluyla veya kayma gerilmesinin, deformasyon hızının doğrusal bir artış ve azalması yoluyla ölçülmesidir (Wallevik 2009). Bu yöntem, literatürde akış eğrisi ölçümü (flow curve measurement) olarak da adlandırılmaktadır (Deng ve ark. 2018). Döngü testinde numune başlangıçta hareketsiz halde muhafaza edilmektedir. Ardından deformasyon hızı sürekli ve doğrusal olarak sıfırdan maksimum değere yükseltilir ve tiksotropik yapının tam olarak parçalanması sağlanır. Ardından, deformasyon hızı maksimum değerden aynı şekilde sıfıra indirilmektedir (Tadros 2011, Koehler 2014) Bu yöntem Şekil 2.15'te gösterilmiştir. Tiksotropi, malzemenin yapısını parçalamak için gereken enerji olarak tanımlanabilir. Test numunesi tiksotropik ise, üretilen iki tork eğrisi çakışmaz ve bunun yerine bir histeresiz döngüsüne neden olur. Bu durum, zamanla karıştırılma sırasında azalan viskoziteden kaynaklanmaktadır. Histeresiz alanının, malzemelerin deformasyon hızı değişimi karşısında yapısal olarak bozulma (structural breakdown) veya toparlanma (structural recovery) özelliklerinin belirlenmesinde kullanılabileceği bildirilmiştir (Koehler ve Fowler, 2004). Böylelikle oluşan histeresiz alanın hesaplanması ile tiksotropik davranış değerlendirilmektedir. Hesaplanan bu alan

bazı yazarlar tarafından yapısal bozulma/toparlanma alanı (Ahari ve ark. 2015), bazı yazarlar tarafından ise özgül toparlanma enerjisi (specific rebulding energy) (Ferron 2007) olarak adlandırılmıştır.

Literatürde, histeresiz alanları kullanılarak malzemelerin tiksotropik davranışının da incelenebileceğini iddia eden çalışmalar mevcuttur (Papo ve Piani 2004, Wallevik 2005, Wallevik 2006, Westerholm ve ark. 2007, Hanehara ve Yamada 2008). Ancak histeresiz alanı, deformasyon hızı değişimine bağlı olarak değişkenlik göstermekte ve aynı karışım için kullanılan yönteme göre farklı deformasyon hızı aralıklarında farklı alanlar elde edilebildiğine dikkat çekilmiştir (Baudez 2006). Tiksotropinin ise durağan halden harekete geçme anında, reolojik parametrelerin zamana bağlı değişimi ile ifade edileceğinden aslında farklı bir kavram olduğu vurgulanmıştır (Overlaz ve Roussel 2006, Wallevik 2003, Roussel 2007, Baudez 2006). Histeresiz alanları yardımıyla tiksotropi hakkında bir fikir edinilse de sayısal verilerle yorum yapmanın histeresiz alanlarının aldığı şekiller nedeniyle her zaman mümkün olmadığı bildirilmiştir (Tattersall ve Banfill 1983, Barnes, 1997). Ayrıca, tiksotropik ilmek, yapısal bozulma sürecini temsil edebilirken, karmaşık faktörlerin etkisinden dolayı yüksek deformasyon hızı altında geri kazanım derecesi küçük olarak meydana gelmektedir (Chen 2020). Ancak, farklı karışımların oluşturduğu histeresiz alanları karşılaştırılarak tiksotropik davranış değerlendirilebileceği beyan edilmiştir (Chen 2020). Histerezis döngüsü alanı ne kadar büyük olursa, malzeme yapısının bozulma derecesi o kadar yüksek olacağı vurgulanmıştır.



Şekil 2.15. Tiksotropi Araştırmaları için Döngü Testi

Yapılan bir çalışmada histerisiz alanlar aşağıdaki formül ile hesaplanmıştır (Felekoğlu 2009).

$$A_{\text{histeresiz}} = \left[\sum_{i=1}^{n-1} A_{i,\text{clkis}}\right] - \left[\sum_{i=1}^{n-1} A_{i,\text{inis}}\right]$$
(2.14)

$$A_{i} = \frac{1}{2} \left[\left(\stackrel{\bullet}{\gamma_{i+1}} - \stackrel{\bullet}{\gamma_{i}} \right) \cdot \left(\tau_{i} + \tau_{i+1} \right) \right]$$
(2.15)

burada; n: veri sayısı, A_{histeresiz}: Histeresiz alanı (Pa/s), A_{i,çıkış}: Çıkış akma eğrisi altında kalan alan (Pa/s), A_{i,iniş}: İniş akma eğrisi altında kalan alan (Pa/s), τ : Kayma gerilmesi (Pa), γ : Deformasyon hızı (s⁻¹) olarak adlandırılmaktadır.

Deformasyon hızı artışının gerçekleştiği çıkış eğrisi, deformasyon hızı azalışının gerçekleştiği iniş eğrisinin altında kalıyorsa, çıkış eğrisi ile iniş eğrisi altında kalan alanlar arasındaki fark negatiftir ve bu davranışa yapısal toparlanma (structural recovery) adı verilmektedir. Bazı araştırmacılar tarafından bu durum anti-tiksotropi (Felekoğlu 2009) olarak adlandırılırken bazıları tarafından reopektrik davranış (Kolawole ve ark. 2019) olarak adlandırmıştır. Özellikle eşik kayma gerilmesi yüksek karışımlarda, yapısal toparlanma davranışı gözlemlendiği bildirilmiştir (Felekoğlu 2009). Koehler ve Fowler (2004)'e göre bu davranış tiksotropi tersi davranış (antithixotropy) olarak adlandırılmaktadır. Yapısal bozulma (structural breakdown) davranışında ise çıkış eğrisi üstte ve iniş eğrisi altta olup, alanlar arası fark pozitiftir. Bu davranış tiksotropik malzemelerde oldukça belirgindir. Karma davranışta ise, eğrilerin birbiri içine geçmesi nedeniyle eğrilerin altında kalan alanlar arası fark pozitif veya negatif olabilir. Karma davranışta birkaç kez iç içe geçme, önce çok yüksek kayma gerilmesi değerinden başlama gibi alternatif durumlara da rastlanabilmektedir. Histeresiz alanlarında gözlenen diğer bir durum da, çıkış eğrisinin başlangıç noktası ile iniş eğrisinin bitiş noktasının aynı yerde olmamasıdır. Wallevik (2005), bu duruma pek çok karışımda rastlamış olup, farklılığın kaynağının karıştırma nedeniyle içyapıda meydana gelen geri dönüşümsüz ayrışmalar veya sonrasında düşük deformasyon hızlarında meydana gelen yeniden kümelenmeler olduğu bildirilmiştir.

BML tipi viskozimetre (ConTec, BML vis-cometer 3) kullanılarak KYB karışımları ile yapılan bir çalışmada, kendiliğinden yerleşen bir betonun kararlı durum akışını (steadystate) elde etmek için gereken gevşeme süresinin (relaxation time), tahmin edilen reolojik özellikleri etkileyebileceğini ve ölçüm prosedürlerinin seçiminde dikkate alınması gerektiği vurgulanmıştır. Bu çalışmada, 0.6 devir/saniyeden 0 devir/saniyeye azalan bir ölçüm yöntemi kullanılmıştır. Çalışmadaki ölçümler, en hızlı düşüş 5 sn'de bir dönüş hızının değiştirilmesi ve en yavaş değişim 25 sn'de bir değiştirilmesi ile tamamlanmıştır. Test edilen betonda kullanılan aparat ve incelenen deformasyon oranları için, gevşeme süresinin yaklaşık 10 saniye olduğu belirlenmiştirr. Ayrıca, uzun ölçüm sürelerinin karışımda segregasyona neden olabileceği bildirilmiştir. Ters segregasyon - üst yüzeyden agregaların kaybolması şeklinde - her dönüş hızındaki sürenin 10 saniye ile sınırlandırılması gerektiği bildirilmiştir. Bu nedenle, her dönüş hızındaki

Akış eğrileri genellikle kısa süreler için sabit deformasyon hızlarının arttırılmasıyla elde edilmektedir. Araştırmacılar (Shauhgnessy ve Clark 1988, Atzeni ve ark. 1985), histerezis döngüsünün şeklinin doğrudan ölçüm döngüsünün deneysel süresiyle ilişkili olduğuna dikkat çekmiştir. Aslında, deformasyon hızı gevşeme süresinden daha kısa bir süre uygulanırsa, kararlı duruma ulaşılmaz. Numunedeki flokülasyon, flokülasyonun denge durumundan daha yüksekse, ölçülen kayma gerilmesi denge kayma gerilmesinden daha yüksek olmaktadır. Ölçülen akış eğrisi, denge akış eğrisinin üzerindedir. Deflokülasyon işleminin yapıyı denge durumuna getirmek için yeterli zamanı yoktur. Öte yandan, numunedeki flokülasyon, flokülasyonun denge durumundan daha düşükse, yapıyı yeniden inşa etme işleminin yapıyı denge durumuna getirmek için yeterli zamanı yoktur ve ölçülen akış eğrisi, gösterildiği gibi denge akış eğrisinin altındadır (Şekil 2.16a). Bu durumun, çok uzun ölçüm döngüleri için, hidratasyon süreci ve viskozitedeki uzun vadeli artıştan kaynaklandığı vurgulanmıştır. Banfill tarafından yapılan bir çalışmada, 2 dakika veya daha kısa döngü sürelerinde Tip 2 (Şekil 2.16b), 36 dakika veya daha uzun sürelerde Tip 1 (Şekil 2.16a) elde edilmiştir. Kısa hidratasyon ve döngü sürelerinde yapı oluşumu, bozulma hızına kıyasla yavaştır, dolayısıyla aşağı eğri yukarı eğrinin altına düşmektedir. Uzun hidratasyon ve döngü sürelerinde yapı oluşumu hızlıdır ve aşağı eğri yukarı eğrinin üzerine gelmektedir. Tip 3'ün (Şekil 2.16c) ise açıklanması daha zor olmakla birlikte iki eğri arasında kalan alan değerlerinin karşılaştırılması ile yorum yapılabileceği belirtilmiştir (Banfill ve Saunders 1981, Banfill 1990).



Şekil 2.16. Histeresiz alanı türleri; a) Toparlanma (anti-tiksotropi), b) Bozulma(tiksotropi), c) Karma davranış (Felekoğlu 2009)

Sabit Kayma Deformasyon Hızı Uygulanması

Tiksotropik davranışı incelemede mümkün olan başka bir yaklaşım, ölçülen torkun bir başlangıç değerinden T_o denge değerine, t süresi ile sabit bir açısal hızda ω_o veya ölçülen kayma gerilmesinin başlangıç değerinden denge kayma gerilmesi değerine, t süresi ile sabit deformasyon hızında bir denge değerine olan bozulmasının izlenmesidir (Wallevik 2009). Bu yöntem literatürde kararlı durum kayma deformasyon testi (steadystate shear test) olarak adlandırılmaktadır (Deng ve ark. 2018). Bu yöntemde karışım önce hareketsiz halde bekletilmektedir. Ardından sabit deformasyon hızı uygulanmakta ve zamanla kayma gerilmesindeki değişim gözlemlenmektedir. Bu adımda kayma değerinin en yüksek değere veya kararlı hale gelmesi için ölçümlerin uzun bir sürede yapılması tavsiye edilmiştir (Yuan 2017). Bu ölçüm yönteminde tiksotropi indeksi, görünen viskozite değişimi veyapısal bozulma alanı yöntemleri ile değerlendirme yapılmaktadır.

Adım Değiştirme Testi

Tiksotropik davranışın incelenmesinde kullanılan başka bir yaklaşım, karışımın aniden yüksek deformasyon hızına tabi tutulup ardından bu hızın düşürülmesi ile gerçekleştirilmektedir (Şekil 2.17). Bu yaklaşım, literatürde üç adımlı test (threeinterval of time test) olarak da bilinmektedir. Deformasyon hızı anında daha düşük bir değere düşürülürse, ölçülen kayma gerilmesi anında düşmekte, ancak daha sonra yavaşça yeni bir dengeye doğru artmaktadır (Barnes 1997). Bu metodta uygulanan sabit yüksek deformasyon hızında kayma gerilmesi belirli bir denge değerine kadar zamanla azalmaktadır. Bu karışımın yapısal bozulma (structural breakdown) gösterdiği adım olarak adlandırılmaktadır. Ardından, deformasyon hızının aniden azalması ile karışımın kayma gerilmesinde ani azalma ve sabit düşük deformasyon hızında, kayma gerilmesinin zamanla vine denge seviyesine kadar artması gözlemlenmektedir. Bu adım karışımın kendini yeniden toparladığı (rebuilding) adım olarak adlandırılır. Kayma gerilmesindeki veya görünen viskozitedeki değişim denge durumundaki değerler ile başlangıçta ölçülen maksimum değerlerin karşılaştırılması ile incelenmektedir (Koehler 2014). Bu ölçüm yönteminde tiksotropi indeksi, görünen viskozite değişimi ve yapısal bozulma alanı yöntemleri ile değerlendirilmektedir.



Şekil 2.17. Tiksotropi İncelemesi için Adım Değiştirme Testi

Bu yöntemlere ek olarak çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışının incelenmesi amacıyla bazı araştırmacılar tarafından yayılma deneyi gerçekleştirilmiştir. G. Barleunga ve ark. (2019) tarafından yapılan bir çalışmada metakaolin ve nanosilikanın kireçtaşı tozu yerine %2.5 ve %5 oranında ikame edilmesi ile çok sayıda KYB harç karışımı hazırlanmıştır. Karışımlar hazırlanmalarından itibaren 120 dk'ya kadar her 30 dakikada bir yayılma deneyine tabi tutularak yayılma konisi kaldırıldıktan sonra yayılma çapları ölçülmüştür. Zamanla referans karışım numuneleri ve nanosilika içeren karışımların yayılma çaplarının azaldığı bildirilmiştir. Nanosilika oranının artışı ve s/ç oranının azalması ile zamanla meydana gelen yapısal oluşumun hızlandığı ve tiksotropik davraışın arttığı vurgulanmıştır. Ancak metakaolin içeren karışımların su azaltıcı katkı miktarı yüksek olduğundan zamanla yayılma çaplarının ihmal edilebilir bir azalma gösterdiği ve yapısal oluşumun gözlemlenemediği beyan edilmiştir. Literatürde, yayılma çapının eşik kayma gerilmesi (τ_0) ile ilişkilendirilebileceği bildirilmiştir (Roussel N ve ark. 2005, Tregger N ve ark. 2008). Böylece %5 nanosilika içeren ve daha düşük su azaltıcı katkı miktarına sahip numunelerin eşik kayma gerilmesi değerlerinin zamanla hızlı bir artış gösterdiği araştırmacılar tarafından beyan edilmiştir.

2.2.4.2. Analiz Yöntemleri

Çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışının incelendiği çok sayıda çalışma mevcuttur. Bu çalışmalarda tiksotropik davranış reolojik ölçümlerin yanı sıra Odaklanmış Işın Yansıma Ölçümü (FBRM) ölçümlerinden faydalanılarak açıklanmıştır.

Odaklanmış Işın Yansıma Ölçümü (Focused Beam Reflectance Measurement) (FBRM)

Çimento partiküllerinin/aglomeralarının yerinde kiriş uzunluk dağılımını ölçmek için Odaklanmış Işın Yansıma Ölçümü (FBRM) sistemi kullanılmaktadır. Bu sistemde, sondanın safir penceresinden yüksek oranda odaklanmış bir lazer ışını yansımaktadır. Bir parçacık pencere yüzeyinden geçerken, odaklanmış ışın parçacığın kenarında kesişir. Parçacık, odaklanmış ışın parçacığın karşı kenarına ulaşana kadar lazer ışığını geri saçmaya başlar (Pons 2006). Bir kenardan diğerine olan mesafe, tarama hızı ile carpılan süre olan kiris uzunluğu olarak adlandırılır (A. Blanco, 2002). Sekil 2.18'de şematik bir çizim gösterilmektedir. Bu yöntemde, odaklanmış ışının yüksek hızda taradığı, dolayısıyla partikül hareketinin test sonuçlarını etkilemediği varsayılmaktadır. Çoğu çimento partikülü, 1 ila 200 µm aralığındadır. FBRM saniyede on binlerce akor ölçebilir, bu da akor uzunluğunun doğru bir dağılımını sağlar (akor sayısı ve akor uzunluğu). Her 10 saniyede bir, kiriş uzunlukları ve sayıları ile bir test sonucu kaydedilir. FBRM yönteminin önemli avantajı, çimento hamuru gibi opak malzemelerde kullanılabilmesidir (Yim ve ark. 2013, Kim ve ark. 2016). Bu nedenle süspansiyonun seyreltilmesine veya numune alınmasına gerek olmadığı bildirilmiştir (Heath ve ark. 2002). Ayrıca, kesme veya hareketsiz durumda partikül boyutu yerinde ölçümünü yapmak için reometrelerle birleştirilebileceği gelişiminin bildirilmiştir (Kim ve ark. 2016). Böylece hem kolloidal karışımların kiriş uzunluğu dağılımı hem de reolojik özellikler aynı anda ölçülebilir. Binlerce kiriş uzunluğunda parçacık elde edilir ve kaydedilir. Rastgele tarama yönü ile kiriş uzunluğu gerçek parçacık boyutu olmamakla birlikte, ölçülen kiriş uzunluklarının otomatik olarak partikül boyutlarına dönüştürülebildiği beyan edilmiştir (Heath ve ark. 2002). Kordon uzunluğu ölçümü ve parçacık boyutu, yeniden oluşturma süreci hakkında daha fazla bilgi literatürde mevcuttur (Heinrich ve Ulrich 2012, Heinrich 2008).



Şekil 2.18. Kiriş uzunluğu ölçümünün şematik gösterimi (Qian ve ark. 2018)

Zeta Potansiyel

Çimento hamuru, partiküllerin farklı şekilde yüklendiği karmaşık bir süspansiyondur. Yapısal toparlanma davranışına etki eden çimento partiküllerinin yük dağılımı zeta potansiyel ölçümü ile belirlenmektedir. Zeta potansiyel değerinin azalması ile statik ve dinamik eşik kayma gerilmelerinin arttığı vurgulanmıştır (Navarrete 2020). Bu durumun kümelenmenin artmasından kaynaklandığı beyan edilmiştir (Au ve ark. 2016). CSH fazlarının başlangıçtaki zeta potansiyeli negatiftir, ancak çimento gözenek çözeltisindeki Ca²⁺ konsantrasyonu arttıkça ve Ca²⁺ CSH fazlarının yüzeyine adsorbe edildiğinde pozitif hale geldiği bildirilmiştir (Viallis-Terrissevd 2001, Plank ve Hirsch 2007). Etrenjit ve monosülfat pozitif zeta potansiyeli; singenit, portlandit ve jipsinsıfır veya negatif zeta potansiyeli gösterdiği bilinmektedir (Sanish ve ark. 2013). Bu bağlamda, çimento süspansiyonunun ölçülen zeta potansiyeli, süspansiyonda sunulan tüm parçacıkların ortalama bir değeridir. Çimento hamurunun iletkenliği iyonik konsantrasyona ve iyonik iletkenliğe bağlı olduğu bildirilmiştir (Sanish ve ark. 2013). Çimento hidratasyonunun etkisiyle çimento hamurunun iletkenliği ve zeta potansiyeli zamanla arttığı vurgulanmıştır (Yuan 2018).

2.2.5. Çimentolu Sistemlerin Tiksotropik Davranışını Etkileyen Parametreler

Çimento Esaslı Parametreler

Çimento İnceliği

Deng ve ark. 2018 tarafından yapılan bir çalışmada, karışımın katı içeriğinin ((cevher atığı+çimento)/cevher atığı+çimento+su) ve partikül boyutunun çimento hamurunun tiksotropisine etkisi incelenmiştir. Bu amaçla eşmerkezli silindir geometrisine sahip gerinim kontrollü viskozimetre Thermo Haake VT 550 kullanılmıştır. Silindir geometrisinde, 21 mm yarıçaplı dış silindir (sabit) ve 20.04 mm yarıçaplı iç silindir (dönebilir) arasında, iç silindirin çapına kıyasla yeterince küçük bir boşluk bulunduğu bildirilmiştir. Böylece test edilen malzemenin yaklaşık olarak eşit bir deformasyon hızına maruz kalabileceği vurgulanmıştır. Ayrıca, ölçümlerin uygun şekilde yapılmasını sağlamak için söz konusu boşluğun, test edilen malzeme parçacıklarının en büyük boyutundan daha büyük olması gerektiği bildirilmiştir. Duvar kaymasının büyüklüğünü azaltmak için dış silindirin iç yüzeyi ve iç silindirin dış yüzeyi nervürlenmiştir. Karışımlar ölçüm kabına yerleştirilerek 5 dakika dinlendirildikten sonra ölçümlere başlanmıştır. Bu çalışmada, reolojik ölçümler, akış eğrisi ölçümü (flow curve measurement) ve kararlı durum deformasyon testi olmak üzere iki farklı şekilde gerçekleştirilmiştir. Akış eğrisi ölçümleri için, deformasyon hızı 144 s'lik bir süre boyunca 0'dan 300 s⁻¹'e yükseltilip 144 s'de 300 s⁻¹'den 0 s⁻¹'e düşürülerek histeresiz alanları oluşturulmuştur. Kararlı durum kayma deformasyon testleri için, 3600 saniye boyunca 300 s⁻¹ sabit deformasyon hızı uygulanmıştır. Düşük katı içerik seviyesinde (d/dm<0:95), daha büyük partikül boyutuna sahip karışımların reolojik özelliklerinin zamana bağlılığının daha fazla olduğu bildirilmiştir. Karışımlar daha büyük partiküllere sahip olduğunda, partikül çökelme hızı ve hidratasyon ürünlerinin sayısının daha fazla olduğu, bu durumun da daha yüksek görünür viskozitelere neden olduğu bildirilmiştir.

Lapasin 1979 tarafından yapılan bir çalışmada, 2 farklı özgül yüzey alanına sahip çimento kullanımının (PTL525=3100 kg/m³, PTL425=3060 kg/m³) karışımların tiksotropik davranışa etkisi incelenmiştir. Çalışmada, reolojik özelliklerin tayini

amacıyla Rotovisko Haake 1 ve Rotovisko Haake 11 eş eksenli silindir viskozimetreleri kullanılmıştır. Testler 25° ve sabit dönüş hızlarında (ω) (0.314, 0.628, 0.942, 1.88, 2.83, 5.65, 8.48, 16.96, 25.45, 50.89 rad/s) karışımlar denge kayma gerilmesi değerine ulaşana kadar devam ettirilmiştir. Tiksotropik davranış, kayma gerilmesi-dönüş hızı diyagramında maksimum kayma gerilmesi (τ_{max}) ile denge kayma gerilmesi (τ_e) arasındaki fark ile ($\Delta \tau$) karakterize edilmiştir. Çimentonun özgül yüzey alan değeri arttıkça plastik viskozite ve kayma gerilmesi değerlerinin arttığı bildirilmiştir. Yazarlar, tiksotropik davranış ile çimentonun özgül yüzey alanı arasında bir bağlantı olduğunu göstermişlerdir. Ayrıca dönme hızının artışı ile $\Delta \tau$ değerinin arttığı beyan edilmiştir. Ayrıca $\Delta \tau$ - ω grafiği çizilerek eğri altında kalan alan J.m⁻³.s⁻¹ cinsinden ifade edilmiş, durgun halde yapıda başlangıçta mevcut olan parçacıklar arası bağlantıların bir kısmını kırmak ve bir denge yapısına geçmek için harcanan gücün yoğunluğunun bir ölçüsü olarak yorumlanmıştır. Bu alan değerleri de farklı çimentolar için karşılaştırılarak tiksotropik davranış yorumlanmıştır.

Çimento C₃A Oranı

Etrenjit oluşumu ile partiküller arası etkileşimin arttığı ve çimento hamurunun flokülasyonunun hızlandığı belirtilmiştir (Uchikawa ve ark. 1985, Banfill 1991). Rößler ve ark. (2008) hidratasyon ürünlerinin oluşumunun çimento hamuru akışkanlığını nasıl etkilediğine dair temel anlayışı geliştirmeye çalışmış ve hidratasyon ürünlerinin hamurlarının (senjenit ve AFm) çimento akışkanlığı üzerindeki etkisini değerlendirmişlerdir. Çimento hamurunun akışkanlığını açıklamak için kullanılan bir model, kayma deformasyon hızı uygulaması altında çimento hamurunun flokülasyon özelliklerinin anlaşılmasıyla geliştirilmiştir. Akışkanlık ve reolojik özelliklerin, deformasyon hızı uygulanması ile iyileştiği bilinmektedir. Ayrıca, çimento hidratasyonu sırasında, singenit veya alçıtaşı gibi uzun prizmatik kristallerin oluşumu, deformasyon hızı uygulamasıyla tercih edilen bir kristal oryantasyonu yaparak çimento hamurunun akışkanlığını arttırdığı bildirilmiştir. İlk olarak, AFm'nin ağ yapısı aracılığı ile oluşan çimento hamuru parçacıkları arasındaki bağlantının karıştırma ile kırıldığı beyan edilmiştir. Anhidrit elementleri nedeniyle AFm'den dönüştürülen etrenjitin yavaş yavaş çözülerek kalsiyum ve sülfat gibi etrenjit oluşumu için mevcut olan bileşim miktarını

azalttığı bildirilmiştir. Ayrılan etrenjit, çimento partiküllerini AFm ile aynı oranda bağlayamadığından, oluşan daha iyi bir dispersiyon ve daha zayıf flokülasyonun çimento akışkanlığının iyileşmesine yol açtığı vurgulanmıştır. Ek olarak, yetersiz C₃A oluşumunu temsil eden daha uzun prizmatik kristallerin artan topaklanma ile ilişkili olduğu kanıtlanmıştır (Quanji 2010).

Çimento C₃A oranı ve d₅₀ değerinin çimento harç karışımlarının tiksotropik davranışına etkisinin incelenmesi amacıyla yapılan çalışmada top yarıçapı 10 mm olan hareketli top ölçüm sistemi (rotating ball measurement) kullanılmıştır (Şekil 2.19a). Karışım 30 saniye yüksek hızda karıştırıldıktan sonra 35, 60, 120, 150 dakika olmak üzere farklı dinlendirme süreleri uygulanmıştır. Her ölçüm 5.10⁻⁴ m/s (0.05 s⁻¹) düşük rotasyonal hızda gerçekleştirilmiştir. Farklı harçlar için dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin benzer olduğu gözlemlenmiştir. Statik eşik kayma gerilmesinin dinlenme süresi ile arttığı ve çimento türüne bağlı olarak 150 sn dinlendirme süresinden sonra ölçülen statik eşik kayma gerilmesi değerlerinin C₃A oranı %8 ve d₅₀ değeri 13.3 µm olan çimentolu karışım (CEM A) için 55 Pa olurken, C3A oranı %5.3 ve d50 değeri 18.9 µm olan çimentolu karışım (CEM C) için 121 Pa değerine kadar değişiklik gösterdiği belirlenmiştir (Şekil 2.19b). C₃A oranı düşük çimento ile yapılan harçlarda zamana bağlı eşik kayma gerilmesi değerinde daha büyük bir artış, yani daha belirgin bir tiksotropik davranış gözlemlenmiştir. Ayrıca statik eşik kayma gerilmesi ve tiksotropi değerlerinin azalması ile ayrışma direncinin azaldığı vurgulanmıştır (Lowke ve ark. 2010).



Şekil 2.19. a) Çalışmada kullanılan reometre b) Zamana bağlı dinamik ve statik kayma gerilmesi değerleri (Lowke ve ark. 2010)

Yapılan bir diğer çalışmada (Quanji 2010) çimento türünün (Ashgrove Tip I, Lafarge Tip I/II, Yüksek Alkali ve Tip IV çimento), hamur karışımlarının (s/ ς =0.4) tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla 121-4040 Pa tork aralığına sahip Brookfield R/S SST2000 reometeresi, vane tipi başlık (çap: 0.0015 m, yükseklik 0.0030) ile kullanılmıştır. 75. dakikaya kadar her 15 dk'da tekrarlanan reolojik ölçüm yöntemi Şekil 2.20a'da gösterilmiştir. Çimentonun alkali ve C₃A oranının artmasıyla partiküllerin bağlanma mukavemetinin ve tiksotropik değişim oranının arttığı beyan edilmiştir. Ek olarak, alkali sülfat içeriğinin artması ile prizmatik kristal oluşum miktarının arttığı bildirilmiştir. Söz konusu kristallerin, çimento hamurunun mikro yapısını etkili bir şekilde köprüleyip ağsı bir yapı oluşturarak yapısal yeniden oluşumu hızlandırdığı beyan edilmiştir. Zamana bağlı tiksotropi değerleri 0. dk'dan 75. dk'ya, C₃A oranı %11 olan yüksek alkali çimento için 2530.94 Pa/s'den 6565.03 Pa/s'e artarken, C₃A oranı %1 olan Tip IV için 1068.40 Pa/s'den 3961.46 Pa/s'e arttığı bildirilmiştir (Şekil 2.20b).


Şekil 2.20. a)Reolojik ölçüm yöntemi b) Çimento türüne bağlı olarak tiksotropik davranış değişimi (Quanji 2010)

Çimento Türü

Assaad ve ark. 2004 tarafından yapılan bir çalışmada, sırasıyla Type I ve Type III çimentosuna benzer özellikte olan T10 ve T30 çimentosunun tiksotropik davranışı karşılaştırılmıştır. Bu amaçla MKII reometresi (ölçüm kabı çap: 360 mm, yükseklik: 280 mm), H şeklindeki çarkı 8 mm çaplı bir şaft etrafında eşit açılarda düzenlenmiş dört adet 1.5 mm kalınlığındaki bıçakla değiştirilerek kullanılmıştır (Şekil 2.21a ve b). H-şekilli çarka kıyasla, kanat geometrisi, kesmenin kanat tarafından sınırlanan silindirik bir yüzey boyunca gerçekleşmesini sağlayarak daha büyük bir yüzey alanı sağladığı için reolojik ölçümlerde önemli bir avantaj sunduğu bildirilmiştir. Tiksotropik davranış yapısal bozulma alanı yöntemi ile değerlendirilmiştir. Yapısal bozulma eğrilerinin belirlenmesi için beton her bir adımdan önce 12 dakika dinlendirilerek 0.3, 0.5, 0.7 veya 0.9 rps'lik sabit dönme hızlarına tabi tutulmuştur. T30 (600 kg/m²) çimentolu karışımın tiksotropiklik derecesinin daha yüksek olduğu ve bu durumun çimentonun inceliğinin T10 çimentosuna kıyasla (325 kg/m²) daha yüksek olmasından kaynaklandığı bildirilmiştir.



Şekil 2.21. a) Eski b) Yeni

Kalsiyum sülfoalüminat çimentosunun (KSAÇ) portland çimentosu yerine ikame edilmesinin çimento hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla Huang ve ark. (2019) tarafından reolojik ölçümlerde Anton paar Rheolab QC reometresi CC39 tip başlık (çap:40 mm) ve silindir kap (iç çap: 41.94 mm) ile kullanılmıştır. Kaymayı en aza indirmek için konteyner ve karıştırıcının çimento hamuru ile temas eden yüzeyleri kumlanmıştır. Reolojik ölçümler 0.005 kayma deformasyon hızının 60 saniye boyunca sabit olarak uygulanması ile gerçekleştirilmiştir. Benzer bir çalışma, Yuan ve ark. (2019) tarafından dört kanatlı (tip: CC39, çap:22 mm yükseklik: 40 mm) koaksiyel silindir döner reometre (Anton paar Rheolab QC reometresi) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Dış borunun yüzeyi, kayma riskini azaltmak için kumlanmıştır. Dinamik kayma gerilmesi testi, çimento ve su temasından 7 dakika 30 s sonra başlatılmıştır. Hamur karışımları 60 saniye boyunca 100s⁻¹ ön kesmeye maruz bırakıldıktan sonra 5 dakika boyunca dinlendirilmiştir. Ardından Şekil 2.22'de gösterilen reolojik ölçüm modeli kullanılmıştır. KSAÇ eklenmesi ile meydana gelen kimyasal etki, harcın hidratasyonunu ve yapısal birikme oranını önemli ölçüde arttırdığı ve 3B beton karışımlarının inşa edilebilirliğini olumlu etkilediği bildirilmiştir.



Şekil 2.22. Reolojik ölçüm yöntemi (Yuan ve ark. 2019, Yuan ve ark. 2018)

Karışımlarda KSAÇ oranının artışı ile tiksotropik davranış arttığı bildirilmiştir (Şekil 2.23). Bu durum KSAÇ çimentosunun hidratların oluşumunu hızlandırarak boşlukların dolmasını sağlamasından kaynaklandığı bildirilmiştir.



Şekil 2.23. KSAÇ çimentosu ikamesi ile tiksotropi davranışının artması (Huang ve ark. 2019)

Mineral Katkılar

Mineral katkıların fizikokimyasal özelliklerinin çimento hamurlarının yapısal oluşumu üzerindeki etkisi, erken yaştaki kimyasal reaktivite yerine zeta potansiyeli tarafından yönetilir. Çimento hamurunun yapısal oluşumu, çoğunlukla su/çimento oranından etkilenmektedir. Buna karşılık, yapısal oluşumu etkileyen parametreler arasında mineral katkının ikame oranı en az etkiye sahip parametre olmaktadır Mineral katkı özellikleri arasında partikül yoğunluğu, zeta potansiyelinden daha büyük bir etkiye sahiptir. Ek olarak, çimentonun reaktivitesi, mineral katkının partikül yoğunluğu ile benzer bir etkiye sahiptir. Daha reaktif çimento içeren karışımların yapısal oluşumu, mineral katkının özelliklerinden daha az etkilenmektedir. Ayrıca, daha yüksek su/çimento oranına sahip karışımların yapısal oluşumu, mineral katkının parçacık yoğunluğundan ve mineral katkının ikame oranından daha az etkilenir (Navarrete 2020). Mineral katkının parçacık yoğunluğundaki ve karışımın su/çimento oranındaki değişiklikler, çimento parçacıklarının çekirdeklenme ve büyüme oranlarında küçük değişikliklere neden olmaktadır. Bu durum, söz konusu parametrelerin çimento hamurunun yapısal oluşumu üzerindeki etkilerinin, çimento hidratasyonundan ziyade parçacıklar arasındaki mesafenin azaltılmasıyla üretildiği anlamına geldiği bildirilmiştir. Spesifik olarak, daha yüksek zeta potansiyeline sahip mineral katkılar (silis dumanı), Şekil 2.24'te gösterildiği gibi, daha düşük zeta potansiyeline sahip mineral katkılardan (F sınıf uçucu kül) daha az çimento parçacıkları flokülasyonu üretir. Böylece, silis dumanı ile üretilen karışımlardaki çimento parçacıkları, suya maruz kalan daha yüksek miktarlarda yüzey sunar, bu da hidratasyon ürünleriyle kaplanma oranını artırır. Daha yüksek yüzey potansiyeline sahip mineral katkıların, C-S-H köprülerinin büyümesinde artış sağladığı ve bu durumun çimento hamurlarının tiksotropisinin artmasına neden olduğu beyan edilmiştir (Navarrete 2020).



Şekil 2.24. a) Yüksek zeta potansiyeline sahip silis dumanı b) Düşük zeta potansiyele sahip F sınıfı uçucu kül (Navarrete ve ark. 2020)

Mineral katkılar karışıma, Brownian ve kolloidal etkilere maruz kalan çok küçük partiküller (birkaç nanometre) katar ve bu nedenle güçlü tiksotropik davranış oluşturabilir. Silis partikülleri, hareketsiz haldeyken gevşek üç boyutlu yapılar oluşturma yetenekleri nedeniyle en yaygın olanıdır (Roussel ve Cussigh 2008).

Yapılan bir çalışmada (Ferron 2007), uçucu kül ve silis dumanı kullanımının çimento hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla eşmerkezli silindir geometri reometre (Dış silindirin yarıçapı, iç silindirin yarıçapı ve iç silindirin uzunluğu sırasıyla 10.85 mm, 10.00 mm ve 30.00 mm) kullanılmıştır. Karışım 8 dakika boyunca 600 s⁻¹ ön karıştırmaya maruz bırakıldıktan sonra 10 dakika dinlendirilmiştir. Ardından Şekil 2.25a'da gösterilen reolojik ölçüm 90. dakikaya kadar her 10 dakikada bir tekrarlanmıştır. Silis dumanı olmadan yapılan karışımlarla karşılaştırıldığında, silis dumanı içeren karışımlar için başlangıç histeresiz alanlarının daha düşük olduğu bildirilmiştir. Bu durum, silis dumanı eklendiğinde ilk yapısal toparlanmanın daha yavaş olduğunu gösterir. Silis dumanı ilavesi, yüksek oranda su azaltıcı katkı maddesi talebini arttırır ve silis dumanı karışımlarındaki daha yavaş yapısal toparlanmanın, parcacıkların flokülasyonunu engelleyen yüksek oranda azaltıcı su katkı moleküllerinden kaynaklanabileceği bildirilmiştir. İlk 40 dakika boyunca silis dumanı ile yapılan karışımların yapısal toparlanma hızı, silis dumanı içermeyen karışımlara göre daha azdır. Ancak, 40 dakika sonra, silis dumanı karışımları için yapısal toparlanma hızı temel olarak silis dumanı olmadan yapılan karışımınkine eşittir (Şekil 2.25b).



Şekil 2.25. a) Reolojik ölçüm yöntemi b) Silis dumanı oranı-yapısal toparlanma (Ferron 2007)

Yapılan bir çalışmada (Yuan 2018), silis dumanı (SD), öğütülmüş cüruf (ÖC), uçucu kül (UK), atapulgit kili (AK), nanokalsiyum karbonat (NKK) ve nanosilisin (NS) kısmen çimento yerine kullanımının çimento hamur karışımlarının tiksotropisine etkisi incelenmiştir. Reolojik test için dört kanatlı (tip: CC39, çap: 22 mm, yükseklik: 40 mm) koaksiyel silindir döner reometre (Anton paar Rheolab QC reometresi) kullanılmıştır. Dış borunun yüzeyi, kayma riskini azaltmak için kumlanmıştır. Dinamik eşik kayma gerilmesi testi, çimento ve su temasından 7 dakika 30 s sonra başlatılmıştır. Hamur karışımları 60 saniye boyunca 100s⁻¹ ön karıştırmaya maruz bırakıldıktan sonra 5 dakika boyunca dinlendirilmiştir. Ardından Şekil 2.22'de gösterilen reolojik ölçüm modeli kullanılmıştır. Zamana bağlı değerlerin belirlenmesi için karıştırma işlemi 120. dakikada tekrar edilmiştir. Statik eşik kayma gerilmesi testi ise 120. dakikaya kadar her 15 dakikada bir olmak üzere karışımın 30 saniye boyunca 0.02 s⁻¹'de karıştırılması ile gerçekleştirilmiştir. Kontrole kıyasla, uçucu kül ve öğütülmüş cüruf zamana bağlı statik eşik kayma gerilmesi değeri artış oranının azalmasına neden olurken silis dumanı, nano kalsiyum karbonat ve NS'nin artmaya neden olduğu bildirilmiştir. NS'nin büyüme oranını arttırmak için en etkili mineral katkı maddesi olduğu ve bunu AK, SD ve NKK izlediği bildirilmiştir. Düşük s/ç oranı, mineral katkının yapı oluşumu üzerine daha fazla olumlu etkisinin olmasını sağlamıştır. NS'li çimentonun yapısal oluşma oranı 0,45 s/ç'de referans numuneye göre 1.47 kat iken 0.35 s/ç oranında 2.71 kata ulaşmıştır. 0.45 s/ç oranına sahip kontrol karışımının 120. dakika histeresiz alan değeri 108.4 Pa/s olarak belirlenmiştir. UK, ÖC, SD, NKK, AK ve NS içeren çimento hamuru karışımlarının kontrole kıyasla sırasıyla 1.73, 1.56, 12.28, 13.18, 4.30 ve 28.36 kat daha yüksek tiksotropik alan değerlerine (120. dk ve 0.45 s/ç oranı) sahip olduğu bildirilmiştir. Hidratasyonun, çimento hamurunun tiksotropisini etkileyen en önemli faktör olduğu vurgulanmıştır. NS'nin, hidratasyon sürecini önemli ölçüde hızlandırdığı, aynı zamanda hamurun hidratasyonunu yoğunlaştırdığı ve daha yüksek ilave seviyesinin daha önemli etkilere yol açtığı bildirilmiştir. AK, nanokalsiyum karbonat ve silis dumanı, çimentonun hidratasyonu üzerinde hafif bir pozitif etkiye sahip olduğu vurgulanmıştır. Atapulgitin çimentonun hidratasyonunu hızlandırmadığı, ancak yapısal toparlanma hızını arttırdığı kanıtlanmıştır (Yuan 2019). Öğütülmüş cüruf kullanımı ile hidratasyon süreci yavaşladı ve hidrasyon yoğunluğu da zayıfladı. Nano partiküllerin çimentonun

hidratasyonu üzerinde olumlu etkisinin nanoparçacıklar tarafından sağlanan CSH için çekirdeklenme tohumlamasından kaynaklanabileceği belirtilmiştir. Erken yaşta ısı çıkışı esas olarak çimentonun yapısal oluşumunda önemli bir rol oynayan CSH oluşumuna bağlıdır. Bununla birlikte, C₃A'nın reaksiyonu, ısının serbest bırakılmasının bir kısmına da katkıda bulunur ancak çimentonun yapısal oluşumu üzerinde çok az etkisi vardır. Çimento hamurunun yapısal oluşumundan CSH jel'in sorumlu olduğu bildirilmiştir. CSH'nin yapısal birikmeye katkısının, çimento partikülleri arasındaki temas noktalarında CSH jelinin tercihli çökeltilmesinden kaynaklanan fiziksel bir etki olduğunu belirtilmiştir. CSH jel miktarının artması ile karışımda süzülen bir ağ oluşacak ve temas noktalarının artmasıyla ağın "gücü" kademeli olarak gelişecektir. Bununla birlikte, Van der Waals veya elektrostatik kuvvet nedeniyle partiküller arasındaki fiziksel etkileşimin katkısı da çimentonun yapısal oluşumuna katkıda bulunacağı bildirilmiştir. SF, NC, NS, AG'nin hamur karışımlarının CSH oluşumunu arttırdığı, ancak UK'nın genellikle azalttığı belirtilmiştir.

Yapılan bir çalışmada (Jiang 2020), uçucu kül (UK), granüle yüksek firm cürufu (GYFC) ve silis dumanı (SD) kullanımının, çimento hamur dolgusu (cemented paste backfill (CPB)) karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla dört kanatlı (çap: 20 mm ve yükseklik: 40 mm) başlık ve ölçüm kabına (çap: 104 mm, yükseklik: 140 mm) sahip rotasyonel reometre (BrookfieldRSR-SST Rheometer) kullanılmıştır. Ölçümlerden önce karışım 2 dakika 150 s⁻¹'de karıştırıcı, 2 dakika spatula ile, 2 dakika 150 s⁻¹'de karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Ardından karışım, 0, 0.25, 0.5, 1 ve 2 saat %95 bağıl neme sahip ortamda bekletilerek zamana bağlı davranış incelenmiştir. Her ölçümden önce karışım, bir spatula yardımıyla 1 dakika boyunca elle karıştırılarak reolojik ölçüm adımına geçilmiştir. Ölçümler, deformasyon hızının önce 0,001 s⁻¹'den den 150 s⁻¹'e yükseltilmesi, ardından hemen 150 s⁻¹'den 0,001 s⁻¹'e düşürüldüğü 2.5 s⁻²'lik bir rampa oranı izlenerek tamamlanmıştır (Şekil 2.26a). Çimentolu sistemlerin tiksotropisinin bekleme zamanından bağımsız olarak uçucu kül ilavesi ile azaldığı bildirilmiştir. Uçucu kül içeren karışımlar için tiksotropi ile karşılık gelen plastik viskozite arasında net bir doğrusal ilişki mevcuttur (Jiang 2020).

Uçucu kül ikamesi ile tiksotropik davranışın azalmasının uçucu külün hidratasyonu yavaşlatmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır. Ayrıca, iki çimento partikülü arasında güçlü partiküller arası kuvvetlerin bulunması, bununla kıyaslandığında, iki uçucu kül partikülü ile bir çimento partikülü arasındaki kuvvetlerin ihmal edilebilir olmasından kaynaklanabileceği bildirilmiştir (Jiang ve ark. 2020, Deng ve ark. 2018). Başka bir deyişle, tiksotropi esas olarak çimento partiküllerinin kolloidal flokülasyonuna atfedilir (Roussel ve ark. 2012). Bu nedenle, daha yüksek oranda UK ikamesi, floküle edilmiş yapıların miktarında ve mukavemetinde bir azalmaya (seyreltme etkisi) ve ardından karışımların tiksotropi özelliğinde bir azalmaya neden olduğu bildirilmiştir (Jiang ve ark. 2020). Çimentonun uçucu kül ile kısmen değiştirilmesi, hem kayma gerilmesinde hem de plastik viskozitede bir azalmaya ve ardından numunelerin akışkanlığında önemli bir gelişmeye yol açar.

Erken yaşta (1 saate kadar), cüruf içeren karışımların (1 saatte %60 cüruf içeren numune hariç), kontrol karışımına kıyasla daha düşük tiksotropi gösterdiği beyan edilmiştir. Bununla birlikte, 1 saat kürlemeden sonra, cüruf içeren numunelerin tiksotropisinin, cüruf içermeyen numunelerden daha yüksek bir oranda arttığı bulunmuştur ve tiksotropideki bu kazanç oranının, cüruf dozajı ile arttığı bildirilmiştir. Çimentonun daha kaba cüruf partikülleri ile değiştirilmesi, partikül aralığı ve partikül dağılımındaki artışa bağlı olarak, karışımların kayma gerilmesi ve plastik viskozitesini düşürdüğü bildirilmiştir. Cüruf içeren karışımlar için tiksotropi ve plastik viskozite arasında zayıf ilişkiler olduğu bildirilmiştir (Jiang 2020).

Erken kürlemelerde (1 saate kadar), çimentoya silis dumanı ikamesinin, ikame oranından bağımsız olarak tiksotropiyi biraz düşürür. Çeşitli miktarlarda silis dumanı içeren tüm karışımlar için histeresiz döngü alanları hemen hemen aynıdır ve kürleme süresi 0.5 saate kadar arttıkça çok az değişiklik gösterdiği bildirilmiştir. Ancak, 0.5 saatlik kürlemeden sonra silis dumanı içeren CPB tiksotropisinin kontrole göre daha yüksek oranda arttığı bildirilmiştir. Sonuç olarak, %10 ve %15 silis dumanı içeren karışımlar nihayet 4 saatte kontrolü aşar. Silis dumanının tiksotropi üzerindeki etkisinin, cürufunkine benzer olduğu vurgulanmıştır. Daha yüksek silis dumanı içeriğindeki taneciklerden kayma gerilmesi iyileştirmesi, artan ve yüzey alanından

kaynaklanmaktadır. Daha ince ve daha hafif SD partikülleri eklendiğinde, numunelerin SF içeriğine bağlı olarak daha düşük viskozite gösterdiği tespit edilmiştir. Tiksotropiye karşı viskozite grafiğinin çizilmesi, SF içeren CPB için zayıf bir doğrusal ilişki oluşturmaktadır (Jiang 2020).



Şekil 2.26. a) Reolojik ölçüm yöntemi, Mineral katkı kullanım oranına göre histeresiz alan değerleri b) Uçucu kül c) Cüruf d) Silis dumanı (Jiang 2020)

Yapılan bir çalışmada (Panda 2019), granüle yüksek fırın cürufunun (GYFC) uçucu kül yerine ağırlıkça %15, 30, 40 oranlarında ikame edilmesinin geopolimer 3B beton karışımlarının tiksotropik davranışına olan etkisi incelenmiştir. Hazırlanan harçların reoloji ölçümleri, Anton Par MCR 102 reometre dört kanatlı (çap: 30 mm, yükseklik: 40 mm) başlık kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Karışımların tiksotropik davranışı 0.02 s⁻¹

sabit deformasyon hızı uygulanarak elde edilen statik ve dinamik eşik kayma gerilmeleri ile hesaplanan tiksotropi indeksi aracılığı ile hesaplanmıştır. Ayrıca üç farklı zaman aralığında (i) 60 s için 0.01 s⁻¹, (ii) 30 s için 300 s⁻¹ ve (iii) 60 s için 0.01 s⁻¹ farklı kayma deformasyon hızları uygulanarak 3B baskı işlemi taklit edilmiştir. Bu adımlar (i) başlangıçta hareketsiz durumda, (ii) kayma/ekstrüzyonda ve (iii) tekrar hareketsiz durumdayken malzeme durumunu temsil etmektedir. Farklı geopolimer karışımlarının yapısal toparlanma davranışını anlamak için bu üç aralık sırasında görünür viskozite değerleri ölçülmüştür (Şekil 2.27). GYFC'da bulunan açısal morfoloji ve amorf fazlar nedeniyle artan GYFC içeriği ile kayma gerilmesi, tiksotropi ve mekanik mukavemet artmıştır. Hazırlanan karışımlar, 60 saniyelik ekstrüzyon içinde orijinal viskozitelerinin %70-80'ini geri kazanma yeteneği ile tiksotropik davranış sergilediği beyan edilmiştir. Bu durumda, yazdırılan katmanların alt katmanları deforme etmeden 60 saniyelik zaman aralıklarında basılabileceği bildirilmiştir. Ayrıca, cürufun yüzey temasının artmasından kaynaklanan histeresiz döngüsünün alanını arttıracağı bildirilmiştir (Petkova ve Samichkov 2007).



Şekil 2.27. Görünür viskozite değerleri değişimi (F:uçucu kül G: granüle yüksek fırın cürufu A: Aktivatör) (Panda 2019)

Yapılan bir çalışmada (Wang 2017), grafen oksit (GO) içeren çimento hamurlarında uçucu kül (UK) kullanımının tiksotropiye etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, çimento hamurunun reolojik parametreleri, CC3-40 tip karıştırıcı ve FTK-RST tip numune kabına sahip BROOKFIELD RST-CC reometresi ile karakterize edilmiştir. Reolojik test sırasında, deformasyon hızı 5 s⁻¹'den 325 s⁻¹'e ve ardından 16 adımda tekrar 5 s⁻¹'e

indirilmiştir. Çalışma sonucunda uçucu külün, GO nedeniyle meydana gelen akışkanlık azalmasını dengeleyebileceği gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %0.01 GO ve ağırlıkça %20 uçucu kül içeriğine sahip karışımın eşik kayma gerilmesi kontrol numunesine (UK veya GO içermeyen) kıyasla %85.81 ve plastik viskozite değerinin %29.53 azaldığı bildirilmiştir. Ağırlıkça %0.03 GO ve ağırlıkça %20 UK'de ise, eşik kayma gerilmesi değerinin %50.33 ve plastik viskozite değerinin %5.58 oranında azaldığı beyan edilmiştir. UK oranının artmasıyla çimento hamurunun kayma gerilmesi ve plastik viskozitesi değerinin azaldığı bildirilmiştir. UK'nın artmasıyla birlikte grafen oksit içeren çimento hamurlarının histerezis alanı da azalmıştır (Şekil 2.28). Bu durumun UK ilavesi ile, çimento hamurundaki flokülasyon yapılarının azalmasından kaynaklandığı bildirilmiştir (Şekil 2.29). UK'nın, GO çimento hamurunun flokülasyon yapısını yok ederek akışkanlığın artmasına, viskozitenin ve eşik kayma gerilmesinin ise azalmasına neden olduğu bildirilmiştir. Bu duruma üç faktör katkıda bulunabilir. İlk olarak, UK parçacıkları çimento parçacıklarından daha incedir; dolayısıyla, çimento parçacıklarının boşluğunu doldururlar ve kompozit parçacıkların boyut gradasyonunun iyileştirilmesinde rol oynarlar ve topaklaşmış çimento parçacıkları arasındaki adsorpsiyon kuvvetini azaltırlar. Bu, flokülasyon yapısı daha gevşektir ve daha kolay bozulabilmektedir. İkinci olarak, uçucu kül, pürüzsüz küresel parçacıklar olarak, çimento parçacıkları arasında bir "top" etkisi yaratır ve FA-GO-çimento hamur sisteminin viskozitesini önemli ölçüde azaltır. Üçüncüsü, daha az su talebi ve UK pürüzsüz küresel yüzeyi nedeniyle, uçucu külün yüzeyi etrafında daha az GO emilir ve yüksek spesifik yüzey alanı ve oksijen içeren fonksiyonel GO grupları, oluşumunda rol oynayamaz. Ayrıca FA-GO-çimento kompozit hamurunda, histeresiz alan ve plastik viskozitenin iyi bir korelasyona sahip olduğu bildirilmiştir. UK'ün "top" etkisi, tane boyutu gradasyonu ve daha az su talebi, GO-çimento sistemlerinin akışkanlığının iyileştirilmesinde önemli bir rol oynayabileceği aktarılmıştır.



Şekil 2.28. Grafen oksit ve uçucu kül oranına bağlı olarak histeresiz alanları değişimi (Wang 2017)



Şekil 2.29. Uçucu kül ve GO'in flokülasyon oluşumuna etkisi (a) Çimento hamuru, (b) GO-çimento hamuru, ve (c) Uçucu kül-GO-çimento hamuru (Wang 2017)

Yapılan bir çalışmada (Rahman ve ark. 2014) kireçtaşı tozu (KTT), silis dumanı (SD) ve uçucu kül (UK) kullanımı ve kullanım oranının KYB karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Reolojik parametreleri belirlemek ve betonun kaymasını önlemek için çevresinde bir dizi dikey çubuk ile taze betonu tutan bir kap, bir elektrik motoru ve tork ölçer içeren bir sürücü kafası ve dört kanatlı (çap ve yükseklik: 127 mm) bir ICAR reometresi kullanılmıştır (Şekil 2.30). Seçilen beton karışımları için reometre kanadının 3.76 rad/s sabit hızda döndürülmesi ile gerilme büyüme testi yapılarak tiksotropi parametreleri belirlenmiştir. 1, 5 ve 15 dakika sonra karıştırma işlemi tekrarlanarak zamana bağlı davranış incelenmiştir. Statik eşik kayma gerilmesi ve kararlı duruma ulaşmak için gereken sürenin, dinlenme süresinin artmasıyla arttığı bildirilmiştir. UK ve KTT'nin dinamik eşik kayma gerilmesi değerini düşürdüğü ancak

SD'nın arttırdığı bildirilmiştir. Karışımdaki toplam ince malzeme miktarı ve bu malzemelerde bulunan partiküllerin KYB'deki tiksotropinin kaynağı olduğu vurgulanmıştır. İnce malzeme içeriği arttığında, yani karışımdaki taneli iskelet (kum ve cakıl) miktarı azaldığında yapılaşma oranının arttığı bildirilmiştir. Su, çimento, toz miktarı ve su/partikül oranı, partiküller arasındaki ortalama mesafeyi ve dolayısıyla karşılıklı etkileşimlerini etkilediğinden su/partikül azaldıkça yapılandırma oranının arttığı vurgulanmıştır. Tane boyutu küçüldükçe, Brownian ve kolloidal etkiler azaldığından, yapılaşma oranının tozların spesifik yüzeyinin artışı ile arttığı beyan edilmiştir. %10 uçucu kül katkılı betonun tiksotropik alanının referans betonun 3.5 katı olduğu belirlenmiştir. Bu durumun, artan kümelenme hızına yol açan tozların inceliğindeki artışa bağlanabileceği beyan edilmiştir. Ayrıca, tüm betonlar için oluşan eşit çökme (yaklaşık 700 mm) koşuluna bağlı olarak, uçucu kül katkılı betonlar için kullanılan süperakışkanlaştırıcı miktarının, referans karışımda kullanılandan daha düşük olduğu vurgulanmıştır. Bu durumda indirgenmiş süper akışkanlaştırıcının da yapılaşma hızının artmasına yardımcı olabileceği bildirilmiştir. Yazarlar tarafından, KTT katkılı betonun tiksotropik alanının referans betonun 1.5 katı olduğu belirlenmiştir. Bu eğilimin ayrıca, artan spesifik yüzey ile yapılanma hızının arttığını doğruladığı bildirilmiştir. Kireçtaşının yapılanma oranı üzerindeki etkisi, daha ince UK katkısınınki kadar belirgin olmadığına dikkat çekilmiştir. %2,5 SD katkılı betonun, %7,5 UK içeren beton kadar yüksek bir A_{thix}'e sahip olduğu (referansın yaklaşık 1,55 katı) ve süper akışkanlaştırıcıya ihtiyaç duyduğu bildirilmiştir. Bununla birlikte, %5 ve %7,5 SD katkılı beton için, akışkanlaştırıcı talebinin, referans karışımınkinden daha fazla olduğu ve Athix değerinde referans karışımın seviyelerine bir düşüşe neden olduğu vurgulanmıştır (referans Athix'in 1.15 katı). Burada, daha yüksek süper akışkanlaştırıcı talebinin, spesifik yüzeydeki artışı dengelediği ve referans karışımınkine yakın bir Atthix değeri meydana getirdiği bildirilmiştir.



Sekil 2.30. ICAR reometresi (Rahman ve ark. 2014)

Yapılan bir çalışmada (Assaad ve ark. 2003), silis dumanı (SD) ve uçucu kül (UK) kullanım oranının beton karışımlarının tiksotropisine etkisi incelenmiştir. Bu amaçla Şekil 2.21'deki reometre kullanılmıştır. Yapısal parçalanma eğrilerinin belirlenmesi için beton her bir adımdan önce 12 dakika dinlendirilerek 0.3, 0.5, 0.7 veya 0.9 rps'lik sabit dönme hızlarına tabi tutulmuştur. Yapıyı parçalamak için gerekli olan maksimum tork değeri T_i olarak kabul edilmiştir. Her bir dönüş hızında 25 s'lik süre boyunca yapılan en küçük beş ölçümün ortalaması, denge tork değeri Te olarak kabul edilmiştir. Bununla birlikte, karışım her testten önce karıştırılarak yeniden homojenleştirilmiştir. %4 SD içeren KYB karışımları ile karşılaştırıldığında, sonuçlar, %6 SD ve %22 UK içeren üçlü çimento ile yapılan betonun, τ_i 'deki artış, τ_e 'deki azalma ve daha yüksek tiksotropik indekslerle sonuçlandığını göstermektedir. Bu durumun, çimentoyu (325 m²/kg) daha yüksek yüzey alanına sahip %22 UK (410 m²/kg) ile değiştirirken, parçacıklar arası bağlantı sayısının ve parçacıklar içindeki çekici kuvvetlerin artması ve yapıyı parçalamak için daha yüksek ilk gerilme değerine yol açmasından kaynaklandığı bildirilmiştir. Üçlü çimento ile yapılan karışımlara daha yüksek dozlarda iri agrega eklenmesinin de τ_i değerlerindeki artışa katkıda bulunabileceği belirtilmiştir. Öte yandan, çimento ikamesinin kütlece yapılması nedeniyle, çimento (3150 kg/m³) ve UK'nın (2160 kg/m³) farklı birim hacim ağırlığı, bağlayıcı hacminde bir artışa neden olur. Bu durum, daha sonra, boşlukları doldurarak ve agrega parçacıklarının etrafına ilave lubrikasyon etkisi sağlayarak, dolgu yoğunluğunu arttırabileceği ve sabit durumunu korumak için gerekli eşik kayma gerilmesi değerini azaltabileceği vurgulanmıştır.



Şekil 2.31. Uçucu kül eklenmesinin başlangıç ve denge kayma gerilmesi değerlerine etkisi (Assaad ve ark. 2003)

Yapılan bir çalışmada (Quanji 2010) üç farklı kil türünün (Actigel (A), Yüksek Reaktiviteli Metakoalin (YRMK) ve Zemin Kil Tuğla (ZKT)) çimento hamur karışımların tiksotropik davranışı etkisi iki farklı ölçüm yöntemi kullanılarak incelenmiştir. Bu amaçla 121-4040 Pa tork aralığına sahip Brookfield R/S SST2000 reometeresi, vane tipi başlık (çap: 15 mm, yükseklik: 30 mm) ve silindir konteynır kullanılmıştır. 75. dk'ya kadar her 15 dk'da bir tekrarlanan reolojik ölçüm yöntemi Şekil 2.20'de verilmiştir. Actigel'in %0.5 - %1 kullanım oranlarında çimento hamurunun tiksotropik değişim oranını arttırdığı beyan edilmiştir. Bu durumun, Actigel kilinin yüksek su adsorpsiyonundan ve partiküllerin boyut ve morfolojisi nedeniyle birbirine kenetlenerek ağ oluşturan bir mikro yapı oluşturma eğiliminde olmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır. Bununla birlikte, Actigel'in %1'den fazla kullanıldığı durumlarda tiksotropik değişim hızını yavaşlatma eğiliminde olduğu bildirilmiştir (Şekil 2.32a). Bu durumun, mikro yapı oluşturmak ve parçacıkların yönünü yeniden düzenlemeleri için yeterli alan olmamasından kaynaklanabileceği vurgulanmıştır. Yüksek reaktiviteye sahip MK'in ikame edilmesi ile çimento hamurunun tiksotropik değişim oranının önemli ölçüde (%10 MK için 3733.21'den 9890.53 Pa/s'e) (Şekil2.32b), zemin kil tuğlası ikamesinin ise, tiksotropik değişim oranını biraz arttırdığı beyan edilmiştir (Şekil2.32c). Bu durumun düşük özgül ağırlık ve yüksek su emme kapasitesinden kaynaklanabileceği vurgulanmıştır. Zamana bağlı tiksotropi değerleri başlangıçtan 75. dk'ya, %25 zemin kil tuğlası ikamesi ile 703.73 Pa/s'den

3613.31 Pa/s'e artarken, %1 Actigel için 1755.43 Pa/s'den 4976.49' e artış göstermiştir. %25 zemin kil tuğlalı karışıma kıyasla, %10 MK veya %1 Actigel ikameli karışımın, tiksotropik özelliğinin ve buna bağlı olarak şekil koruma kabiliyetinin daha yüksek olduğu bildirilmiştir.



Şekil 2.32. a) Actigel, b) YRMK ve c) ZKT ikamesinin tiksotropiye etkisi (Quanji 2010)

Yapılan bir çalışmada (Claramunt ve ark. 2018) farklı oranlarda (%0, 10, 20, 30, 40, 50) MK'in kalsiyum alüminat çimentosu yerine ikame edilmesinin, süperakışkanlaştırıcı katkı varlığının (0.33) ve su/çimento oranının (0.35, 0.40, 0.45) karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla karışımlar farklı hız (10 sn 100 rpm, 50 sn 200 rpm, 30 sn 300 rpm) ve farklı yönlerde karıştırılarak homojen olarak karışması sağlanmıştır. Bu çalışmada, Thermo Scientific Haake ViscoTester VT 550 rotasyonel viskozimetre Haake DC30 sıcaklık kontrol aparatı ve Şekil 2.33a'da gösterilen Haake MV2P eş eksenli silindir sistemi kullanılmıştır. Reolojik ölçüm yöntemi şekil 2.33b'de gösterilmiştir. Akışkanlaştırıcı katkı mevcut olmadığında, MK içermeyen ve 0.35, 0.40,

0.45 s/ç oranlarına sahip karışımların reopektik davranış (deformasyon hızı düştüğünde viskozite artmıştır) gösterdiği beyan edilmiştir (Şekil 2.34a). Daha düşük s/ç oranına sahip karışımların, deformasyon hızı azalma eğrisinde kayma geriliminde daha belirgin bir artıs gözlemlenmiştir. Bununla birlikte, MK içeriği arttığında (%40) hamurlar reopektik davranış göstermekle birlikte artan s/ç içeriğinden daha az etkilenmiş ve viskozitelerinin hem artan hem de azalan deformasyon hızı için benzer olduğu gözlemlenmiştir. %40 oranında MK içeren karışımlarda s/ç oranı azaldıkça histerisiz alanları artmıştır (Şekil 2.34b-d). Histerezis döngüsünün alanı (parçalanma enerjisi), partiküllerin daha yüksek dağılımı nedeniyle artan su içeriği ile azalmıştır. Reopektik davranışın, akışı engelleyen çimento partiküllerinin yüzeyinde çökelmiş bileşiklerin aşamalı oluşumu nedeniyle meydana geldiği belirtilmiştir. Bununla birlikte, parçacıklar daha yüksek miktarda sıvı ile çevrelendiğinde bu etkinin azaldığı belirtilmiştir. Reopektik davranışın esas olarak kalsiyum alümina çimentosu partiküllerinin hidratasyon jellerinin oluşumundan etkilendiği vrgulanmıştır. Bu nedenle, MK partikülleri hidratlı bileşikler üretmediğinden, MK ilavesinin reopektik davranışı azalttığı beyan edilmiştir. Akışkanlaştırıcı katkı içeren karışımlarda MK içeriği arttıkça tiksotropik davranış daha belirgin bir şekilde gözlemlenmiştir (Şekil 34c-d)...



Şekil 2.33. Çalışmada kullanılan a) Reometre, b) Reolojik ölçüm yöntemi (Claramunt ve ark. 2018)



Şekil 2.34. MK kullanım oranı, s/ç oranı ve katk kullanım oranına bağlı olarak histeresiz alan değişimi (Claramunt ve ark. 2018)

Yapılan bir çalışmada (Quanji ve ark. 2014), nano boyutlu yüksek oranda saflaştırılmış magnezyum alümino silikat kilinin (çap: 3 nm) çimento hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, tek silindirli numune kabı (çap: 50 mm ve yükseklik:100 mm) ve döner kanatlı (çap: 15 mm ve yükseklik: 30 mm) bir Brookfield R/S SST2000 reometresi kullanılmıştır. Reometre testleri, tek seferde hazırlanan karışım kullanılarak 15, 30, 45, 60, 75 dakika sonra tekrarlanmıştır. Şekil 2.35a'da gösterilen reolojik ölçüm yöntemi uygulanmıştır. Tiksotropi (yapısal toparlanma oranı), 20-80 s⁻¹ deformasyon hızlarında oluşan histeresiz alanın

hesaplanması ve bu değerin zamana karşı grafiğinin eğimi ile değerlendirilmiştir (Şekil 2.35b). Ayrıca, yayılma tablası testi sonuçları, karıştırmadan sonra 0 ila 75 dakika arasında her 15 dakikada bir, kalorimetre testi ölçüm okumaları ise 30 saniyede bir kaydedilmiştir. İncelenen tüm çimento hamurlarının tiksotropisinin zamanla arttığı ve nanokil ilavesinin hamurların tiksotropi artış oranı üzerinde önemli bir etkisi olduğu bildirilmiştir. Az miktarda (%0.5–1) nanokil ilavesi, çimento hamurlarının tiksotropi artış oranını arttırdığı, aşırı dozda (%1.3'ten yüksek) nanokil ilavesinin ise bu oranı azalttığı belirtilmiştir (Şekil 2.35c-d). Hamur karışımlarının kayma gerilmesi değerleri için de benzer davranışlar gözlenmiştir. Akış yüzdesi (yayılma tablası deneyi) ve diğer reolojik özellikler arasında güçlü bir ilişki olduğu bildirilmiştir. Hamurun viskozitesi arttıkça akış yüzdesinin azaldığı bildirilmiştir. Nano kil ilavesinin, çimento hamurunun hidratasyon oranını arttırdığı, farklı nanokil ilaveli hamurlar için ısı üretimi oranı ile yapısal toparlanma arasında güçlü bir korelasyon olduğu bildirilmiştir. Nanokil malzemelerin partikül boyutunun, suyu emme yeteneğinin ve yüzey yükünün, çimento hamurlarının tiksotropisine önemli ölçüde katkıda bulunabildiği vurgulanmıştır.



Şekil 2.35. a) Reolojik ölçüm yöntemi, b) Histeresiz alanların oluşturulması, Nano kil ilavesi ile histeresiz alan değişimi c) 0. dk d)75. dk (Quanji ve ark. 2014)

Yapılan bir çalışmada (Chen 2020) MK kullanım oranının 3 boyutlu kalsiyum sülfoalüminat çimento (KSAÇ) kompozitlerinin tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu çalışmada, reoloji ölçümü için çift sütunlu ve kanat rotorlu rotasyonel reometre (Kinexus lab+, Malvern, UK) kullanılmıştır. Statik eşik kayma gerilmesi, dinamik eşik kayma gerilmesi ve tiksotropik ölçüm olmak üzere 3 adımda gerçekleştirilen deney prosedürlerinin tümünde çimento hamuru ön karıştırma olarak 60 saniye boyunca 100 s⁻¹'de karıştırılmış ve daha sonra 4 dakika dinlendirilmiştir.

Çalışmada üç aşamalı bir ölçüm ile görünür viskozite geri kazanımının gözlemlenmesi (Şekil 2.36a) ve statik eşik kayma gerilmesi-zaman eğrilerinden tepe değerinden (τ_{max}) elde edilmesi (Şekil 2.37a) ile tiksotropik davranış değerlendirilmiştir. Ayrıca, dinamik eşik kayma gerilmesi testi Şekil 2.38a'ta gösterildiği gibi uygulanarak Şekil 2.38b'de gösterilen histeresiz alanları oluşturulmuştur. Dinamik eşik kayma gerilmesi Herschel Buckley ve Bingham; plastik viskozite, Bingham modeli ile elde edilmiştir. MK kullanım oranının 0'dan %3'e artması ile dinamik eşik kayma gerilmesi değeri Bingham ve Herschel Buckley Modeline göre sırasıyla 530'dan 672 Pa'a ve 303'ten 386 Pa'a, plastik viskozite değeri 2.41'den 2.56 Pa.s'e artmıştır. Statik eşik kayma gerilmesi değerinin dinamik eşik kayma gerilmesi değerinden yüksek olduğu bilinmektedir (Lu 2019). Çalışma kapsamında Bingham modeli ile elde edilen dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin statik eşik kayma gerilmesi değerlerinden yüksek çıkabildiği bildirilmiş ve dinamik ölçümler için Herschel Buckley modelinin daha uygun olduğu daha önceki literatüre uygun olarak vurgulanmıştır (Qian ve Kawashima 2018). Histeresiz alan değerleri ve geri kazanım derecesinin, artan MK içeriği ile kademeli olarak arttığı bildirilmiştir. 3B baskılı KSAÇ çimento hamuruna MK eklenmesinin tiksotropinin iyileştirilmesinde faydalı olduğu bildirilmiştir. Histerezis döngü alanının ve geri kazanım derecesinin artmasıyla 3B yapı deformasyonunun önemli ölçüde azaldığı vurgulanmıştır.



Şekil 2.36. a) Görünür viskozite değimi belirlenmesi yöntemi b) Ölçüm sonuçları (Chen 2020)



Şekil 2.37. a) Reolojik ölçüm yöntemi (statik) b) %0 MK içeren karışım c) %3 MK içeren karışım (Chen 2020)



Şekil 2.38. a) Reolojik ölçüm modeli (dinamik) b) Histeresiz alanlarının elde edilmesi c) Dinamik ölçüm sonuçları d) Tiksotropik alan değerleri (Chen 2020)

Yapılan bir çalışmada (Santos ve ark. 2017) MK ve kireçtaşı tozu (KT) kullanımının çimento hamur karışımlarının reolojik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, MK ve kireçtaşı tozu çimentoya %0-20 arasında ikame edilmiştir. Ayrıca, tüm karışımlarda su/bağlayıcı (s/b) oranı 0.3 olarak sabit tutulmuştur. Bu çalışmada, gerilme kontrollü Physica MCR-301, Anton Paar reometresi Şekil 2.39a'da gösterilen kanat sistemi (çap: 59 mm, yükseklik: 44.3 mm) ve reometre kabı (çap: 70 mm, tırtıklı sepet içi kafes) ile kullanılmıştır. Reolojik ölçümler 0.01 s⁻¹'den 100 s⁻¹'e 205 saniyede artan, 100 s⁻¹ sabit kayma deformasyon hızında 50 saniye karıştırma ve ardından 100 s⁻¹'den 0.01 s⁻¹ e 205 sn'de azalan kayma deformasyon hızı uygulanması ile gerçekleştirilmiştir. Tiksotropik ölçümler 0.1 s⁻¹ olarak 60 saniye, 100 s⁻¹ olarak 50 s ve son olarak 0,1 s⁻¹ olarak 250 s uygulanması ile gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışma sonunda, MK oranının artışıyla viskozitenin arttığı bildirilmiştir. Ayrıca, MK

oranının artışıyla viskozitenin geri kazanılma süresinin azaldığı (viskozite %63.2 geri kazanıldığı süre) ve viskozite geri kazanımı oranının arttığı (1 dakikalık sürede kazanım oranı) bildirilmiştir (Şekil 2.39b). İdeal MK içeriğinin, çimento hamurunun istenen viskozitesine, tiksotropisine ve işlenebilirliğine bağlı olduğu beyan edilmiştir. Örneğin, %62,3'lük viskozite geri kazanımının, %90 çimento ile %10 MK içeren karışım için yalnızca 14 saniye sürdüğü ve ayrışmanın azaldığı vurgulanmıştır. Ancak, bu hızlı kıvam değişimi nedeniyle Marsh Hunisinden akışın sağlanamadığı bildirilmiştir. Ayrıca, %60 viskozite geri kazanım süresinin, %5 Metakaolin ve %5 kireçtaşı tozu ile harmanlanmış %90 Portland çimentosu içeren karışım için 1 dakika olduğu bildirilmiştir. Aynı miktarda kireçtaşı kullanımı ile viskozitenin ve geri kazanım oranının kontrole kıyasla değişmediği bildirilmiştir. Bu durumun kireçtaşının PCE içeren karışımların viskozitesini veya plastisitesini belirgin şekilde değiştirmemesinden kaynaklandığı bildirilmiştir. Bu bağlamda MK'in çimentolu sistemlerin viskozitesini değiştiren tiksotropik bir katkı olarak davrandığı ancak kireçtaşı için bu durumun geçerli olmadığı bildirilmiştir.



Şekil 2.39. a) İki oyuk kanatlı karıştırıcı, model ST59-2V-44.3/120 kanat b) 1 dakika sonra tiksotropik geri kazanım oranının (%) grafiği (PC = Portland çimentosu, MK = metakaolin, LF = kireçtaşı) (Santos ve ark. 2017)

Yapılan bir çalışmada (Moulin ve ark. 2001) MK katkılı portland çimentolu (PÇ) hamurlarının zamana bağlı davranışı, toplam sülfat içeriği (toplam SO₃ içeriği %3, 3,5 ve 4), sülfatların kaynağı (alçı (A), hemihidrat (H), alçı+hemihidrat (A/H)) ve çimentonun serbest kireç içeriği (portlandit eklenerek) değiştirilerek incelenmiştir. SO₃

(3, 3,5, 4) oranının zamana bağlı davranışına etkisi incelenmiştir. Bu çalışmada, Ha-ake Rotovisco RV 100 reometre M150 tork algılama başlığı ve dört kanatlı paslanmaz çelik bir kanat ile kullanılmıştır. Tiksotropik davranış reometrenin 0, 5, 15, 30, 60 ve 90. dakikalarda 0,5 rpm hizinda 15 saniye boyunca karistirilarak meydana gelen maksimum torktan kayma gerilmesi değerlerinin elde edilmesi ile değerlendirilmiştir. MK ikamesinin ölçüm zamanından bağımsız olarak kayma gerilmesi değerini arttırdığı bildirilmiştir. Portlandit ilavesinin karışımların zamanla kayma gerilmesi değerlerini azaltma davranışının, normal çimentoya kıyasla MK ikameli çimentolarda daha belirgin olduğu bildirilmiştir (Şekil 2.40a-b). Ayrıca, portlandit eklenmesi ile MK'li karışımların priz süresinin arttığı, böylece portlanditin etrenjit oluşumunu engellediği bildirilmiştir. %100 alçı, %50 alçı+%50 hemihidrat içeren karışımlara kıyasla %100 hemihidrat içeren karışımların zamanla kayma gerilmesi davranışlarının daha fazla artış gösterdiği ve 90. Dakika değerlerinin en yüksek olduğu bildirilmiştir (Şekil 2.40c). Ancak, karışımlara portlandit eklenmesi ile bu durum tam tersine çevrilmiştir. Bu bağlamda, portlandit ilavesi %100 hemihidrat içeren sistemde sertleşme etkisi oluştururken, diğerlerinde sıvılaşma etkisi oluşturur. Toplam sülfat içeriğinin %3'ten %4'e değişmesi ile 5. dakikadaki kayma gerilmesi değerleri hafif bir artışla sonuçlanırken, bu tür sistemlerde portlandit ilavesinin çok az veya hiç etkisi olmadığı bildirilmiştir (Şekil 2.40d). Toplam sülfat içeriğinin artışıyla, 90. dakika kayma gerilmesi değerinin azaldığı, akışa karşı en yüksek direncin, en düşük sülfat içeriğinde olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte, portlandit ilavesi ile sülfat içeriğinin oluşturduğu kayma gerilmesi değeri farklılıkları azalmış değerler birbirine daha yakın hale gelmiştir.



Şekil 2.40. a) PÇ'ye portlandit eklenmesi ile b) Alçı içeren karışıma portlandit eklenmesi ile c) Alçı türüne göre d) toplam sülfat içeriğine göre zamana bağlı kayma gerilmesi değişimi

Çimento partikülleri, hidratasyonunun hamur reolojisini etkilediği bilinmektedir. Hidratlanmış parçacıkların, sürekli oluşumları nedeniyle zamanla artan parçacıklar arası bağlar ürettiği bildirilmiştir (Claramunt ve ark. 2018). Çimento hidratasyonu ve mikro yapının yapısal toparlanmasından kaynaklanan statik eşik kayma gerilmesinin dinlenme süresi ile önemli ölçüde arttığı beyan edilmiştir. Bu zamanda, çimento hidratasyon ürünlerinin bağlanma kuvvetinin kademeli olarak arttığı, bu durumun da yüksek bir kayma gerilimesi ile sonuçlandığı vurgulanmıştır (Chen 2020). MK içeriğinin artması ile statik eşik kayma gerilmesinin ve tiksotropik davranışın arttığı yukarıdaki çalışmalardan anlaşılmıştır. Bu durumun, alüminatlarınsu ile hızla reaksiyona girerek Ca²⁺ ve Al(OH)⁴⁻ün artan doymuş çözeltilerini oluşturmasından kaynaklandığı bildirilmiştir. Çözelti aşırı doygun hale geldiğinde, iyonlar bir çökelme reaksiyonunda yeni katı fazlarda birleşmeye başladığı vurgulanmıştır. Aşırı doygunluğun azalmasıyla, daha fazla iyonun çözünebildiği ve döngüsel bir hidratasyon sürecinin oluştuğu belirtilmiştir. Parçacıklara uygulanan gerilme ve yer değiştirme, hidratasyon için yeni fırsatlar yaratabileceği bildirilmiştir (Roussel ve ark. 2012). Ayrıca, bu durumun MK'in yüksek spesifik yüzey alanına sahip daha ince parçacık boyutu ve dikenli iğne benzeri mikro yapısından kaynaklandığı vurgulanmıştır (Quanji 2010). MK'in çimento ağırlığınca ilave edilmesi sonucunda, katı hacmin önemli ölçüde arttığı ve bu durumun parçacıklar arasında daha yakın mesafelere ve sürtünmeye yol açtığı bildirilmiştir. Daha fazla kimyasal temas noktası ve daha güçlü çekici kuvvetlerin, parçacıklar arası bağı ve yapı derecesini hızla artırma eğiliminde olduğu bildirilmiştir (Quanji 2010). MK içindeki katmanlı bileşiğin yüksek su emilimi sağlaması ve MK ilavesinin, çimento hamurunda flokülasyon oluşumunu indüklediği bildirilmiştir (Chen 2020). MK'in dinlenme aşamasında çimento hamurundan büyük miktarda su emdiği ve bu durumun karışımların eşik kayma gerilmesi değerinin artmasına neden olduğu bildirilmiştir. Ancak, zamanla MK'in bünyesine aldığı suyu karışıma yavaş yavaş bıraktığı ve bu durumun hamurun iç sürtünmesinin azaltarak eşik kayma gerilmesinin düşmesine neden olduğu bildirilmiştir (Chen 2020).

Yapılan bir çalışmada (Kawashima ve ark. 2013), yüksek oranda saflaştırılmış, nano boyutlu atapulgit killerin, cimento hamurlarının yapısal toparlanma hızı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Reolojik testler, üst plakanın çapı 50 mm ve alt plaka sıcaklık kontrollü (20 °C) paralel plaka geometrisine sahip bir Paar Physica MCR reometre ile gerçekleştirilmiştir. Plakaların yüzeyleri kaymayı önlemek için 150-gritli yapışkanlı zımpara kağıdı ile kaplanmıştır. Karışımlar 50s⁻¹ ve 300 s⁻¹ olmak üzere iki farklı kayma deformasyon hızında 60 saniye boyunca ön karıştırmaya tabi tutulmuştur. Daha sonra kayma gerilimi kontrollü ölçüme geçilmiş, kayma deformasyon hızı sıfıra ulaşana kadar kayma gerilmesi uygulanmıştır (Şekil 2.41a). Kayma deformasyon hızı hızı 0,01 s⁻¹'den (esas olarak sıfır) az olduğunda, bir sonraki adıma veya testin sonuna atlanmıştır (Şekil 2.41b). Hamurların karıştırılma esnasında parçalandıktan sonra yapısal toparlanma hızını ölçen bir reolojik ölçüm protokolü uygulanmıştır. Bu ölçüm yöntemi ile betonun başlangıçta hareket halinde olduğu, ardından yerine döküldüğü gerçek bir döküm durumu simüle edilmiş ve yerleştirmeden hemen sonra mukavemet kazanım hızının ölçüldüğü bildirilmiştir. 120 ve 1800 sn olmak üzere farklı dinlenme süreleri ve ön karıştırma koşulları için geri kazanım oranı dikkate alınmıştır. Saflaştırılmış atapulgit killerinin, özellikle erken yaşlarda hamurların yapısal toparlanma hızını önemli ölçüde

hızlandırdığı beyan edilmiştir (Şekil 2.41c). Bununla birlikte, bu hızlandırıcı etkinin, daha uzun dinlenme sürelerinde, hidratasyon mekanizmalarının hakim olmaya başlamasıyla azaldığı vurgulanmıştır (Şekil 2.41d).



Şekil 2.41. a) Reolojik ölçüm modeli b) Kayma gerilmesi kontrollü reolojik ölçüm modeli, Atapulgit kil kullanım oranın geri kazanım süresine etkisi c) 120 sn dinlenmeden sonra (Kawashima ve ark. 2013)

Yapılan bir çalışmada (Qian ve ark. 2018) nano atapulgit kili (%0, 0.25, 0.50) ve Polikarboksilat Eter (PCE) (%0, 0.05, 0.1, 0.2) kullanımının çimento hamurlarınn tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, yarıçapı 20 mm ve yüksekliği 60 mm boba sahip koaksiyel silindir bob-cup geometrisi laboratuvarda manuel olarak geliştirilen Anton-Paar MCR 102 reometresi kullanılmıştır (Şekil 2.42).Çimento hamuru 10 dakika dinlendirildikten sonra ölçüm kabına dökülerek küçük bir çırpma teli ile 1 dakika elle karıştırılmıştır. Ardından Şekil 2.42b'de gösterilen reolojik ölçüm yöntemi uygulanmıştır. Ayrıca, 2. bir yöntem olarak, kayma gerilimi 10 dakika içinde dengeye ulaştığı sürece 600 rpm'de sabit açısal hız uygulanmıştır. Tüm PCE ilave oranlarında PCE ilavesinin dinamik eşik kayma gerilmesini azalttığı, nanokil ilavesinin ise bu değeri arttırdığı bildirilmiştir (Şekil 2.43a-b). Artan nanokil ilavesinin hem başlangıç hem de denge kayma gerilmelerinin ve aralarındaki farkı arttırdığı gözlemlenmiştir. Böylece nanokil ilavesinin tiksotropiyi arttırdığı beyan edilmiştir. Düşük PCE ilavesinde (%0 ve %0.05), nanokil ilavesinin kayma gerilmesinin dengeye gelme süresini azalttığı, bu durum da daha hızlı bir yıkım süreci gösterdiği bildiirlmiştir. Bunun nedeni, muhtemelen taze çimento hamurundaki nano kilin sertleşme mekanizmasının mikroyapı bağını daha güçlü hale getirmesi olduğu bildirilmiştir (Şekil 2.43c). Yüksek miktarda PCE içeren sistemlerde (%0,1 ve %0,2), karakteristik süre nanokil ilavesinin %0'dan %0.25'ine artması ile artmakta ancak %0,25'ten %0,5'ine artmasında azalmaktadır (Şekil 2.43b). Yüksek miktarda PCE içeren sistemlerde çimento hamuru partikülleri arasındaki kolloidal bağlanma minimum düzeyde olmaktadır. Yüksek oranda tiksotropik davranış gösteren nanokil ağının sağladığı bağlanma, çimentolu sistemleri yüksek oranda tiksotropik hale getirmektedir. Tiksotropik indeksin, PCE ilavesinden bağımsız olarak %0,5 nanokil ilavesi ile yüksek değerlerde kaldığı vurgulanmıştır (Şekil 2.43e). FBRM sonuçları, nanokil ilavesinin yüksek oranda PCE ilavesinde mikroyapıyı topaklaştırdığını göstermektedir (Şekil 2.43f). %0,2 PCE ve %0,5 nanokil kombinasyonu, kontrol çimento hamuru ile benzer dinamik eşik kayma gerilmesine, ancak daha yüksek tiksotropi ve statik eşik kayma gerilmesine sahiptir (Şekil 2.43a-b). Nanokil ve PCE kombinasyonu karışımın yüksek akışkanlığa (düşük dinamik eşik kayma gerilmesi), daha düşük kalıp basıncına ve daha yüksek kohezyona (yüksek statik eşik kayma gerilmesi ve yüksek tiksotropi) sahip olduğunu gösterir.



Şekil 2.42. a) 20 mm ve yüksekliği 60 mm boba sahip koaksiyel silindir bob-cup geometrili Anton-Paar MCR 102 reometresi b. Reolojik ölçüm yöntemi (Qian ve ark. 2018)



Şekil 2.43. a) Nanokil ilavesi ile tork değerleri değişimi, b) Katkı ve nanokil ilavesi ile tork değerleri değişimi, c) Düşük katkı ilavesi ile karakteristik süre değişimi, d) PCE ve nanaokil kullanım oranına bağlı olarak karakteristik süre değişimi e) tiksotropi indeksi değişimi, f) Partikül boyut dağılımı (Qian ve ark. 2018)

Yapılan bir çalışmada (Kawashima 2012), çimento ağırlığınca %1 oranında atapulgit nanokil (NK) (çap: 3 nm, uzunluk: 1.75 µm) kullanımının hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla koaksiyel silindir geometrisine sahip reometre kullanılmıştır. Şekil 2.44a'da gösterilen reolojik ölçüm modeli uygulanarak histeresiz alanların oluşumu sağlanmıştır. Karışımların özgül toparlanma enerjisi değerleri 100 ila 200 s⁻¹ deformasyon hızı aralığında oluşan histeresiz alan değerleri aracılığı ile hesaplanarak tiksotropik davranış değerlendirilmiştir (Şekil 2.44b). Kontrol karışıma kıyasla, nano kil içeren karışımların eşik kayma gerilmesi ve viskozite değerlerinin daha yüksek olduğu ancak histeresiz alanlarının belirgin bir değişikliğe sahip olmadığı bildirilmiştir (Şekil 2.44c). Ayrıca FBRM sonuçları, nanokil ilavesinin mikroyapıyı topaklaştırdığını göstermektedir (Şekil 2.44d).



Şekil 2.44. a) Reolojik ölçüm yöntemi, Nanokil kullanımı ile b) Histeresiz alan değişimi c) Özgül toparlanma enerjisi değişimi d) Partikül boyut dağılımı değişimi (Kawashima 2012)

Kil içeren çimento hamurlarının, içermeyen çimento hamurlarından daha küçük τ (relaxiation time) sergilemesi killerin daha sıkı bir durumda olduğunu ve dolayısıyla kesmeden hemen sonra daha yüksek yapısal toparlanma hızına sahip olabileceğini göstermektedir. Bu durumun nedeni tam olarak bilinmemekle birlikte killerin flokülasyon davranışıyla ilgili olabileceği belirtilmiştir (Şekil 2.45). Çimento suya temas ettikten hemen sonra, trikalsiyum silikat (C₃S) fazı hızla kalsiyum ve hidroksit

iyonlarını serbest bırakır. Sonuç olarak, gözenek çözeltisinin iyonik gücü ve pH'ı artacaktır. Bu, yüksek yüklü parçacıklar oldukları için killerin flokülasyon davranışını büyük ölçüde etkilemektedir. Negatif yüklü yüzlere ve pozitif yüklü kenarlara sahiptirler. Chang ve ark. düşük ve yüksek pH'da yüksek iyonik konsantrasyonun atapulgit içeren karışımlarda, yüksek viskoziteye yol açtığını bildirmişlerdir (Chang ve ark. 1993). Bu durumun, kil partikül yüzeyleri etrafındaki elektriksel çift tabakanın büzülmesinden ve elektriksel çift katmanlı itmenin azalarak van der Waals çekimleri nedeniyle artan flokülasyondan kaynaklandığı bildirilmiştir (Luckham ve Rossi 1999). Killerin flokülasyon oluşumunu arttırdığı farklı araştırmacılar tarafından da vurgulanmıştır (Ferron ve ark. 2013, Tregger ve ark. 2010). Ancak, yüksek oranda saflaştırılmış atapulgit kilinin yüksek kolloidal stabilite sergilemesi ve jel oluşturmasının, sistemin yapısal toparlanma hızını etkili bir şekilde arttırdığı bildirilmiştir.



Şekil 2.45. Nanokilin (polygarskite) a) Flokülasyon oluşmuş hali b) Dağılmış hali (Kawashima ve ark. 2012)

Yapılan bir çalışmada (Chen 2020), %0-3 oranında bentonit kullanımının 3B baskılı kalsiyum sülfoalümina çimento (KSAÇ) kompozitlerinin reolojik özelliklerine ve tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu çalışmada, reoloji ölçümü için çift sütunlu ve kanat rotorlu rotasyonel reometre (Kinexus lab+, Malvern, UK) kullanılmıştır. Öncelikle tüm karışımlar 2 dakika boyunca 100 s⁻¹ kayma deformasyon hızında karıştırılarak pik ve denge kayma gerilmeleri aracılığı ile tiksotropik indeksi hesaplanmıştır. Ardından 5 dakika dinlendirilmiştir. Şekil 2.37a'da gösterilen reolojik

ölçüm modeli uygulanması ile viskozite-deformasyon hızı histeresiz alanları hesaplanarak tiksotropik davranış incelenmiştir. Bentonit içeriği %0'dan %3'e yükseldiğinde tiksotropi indeksinin ve histerezis alanının kademeli olarak yükseldiği bildirilmiştir (Şekil 2.46). Yüksek bir bentonit içeriğinde, artan eşik kayma gerilmesi ve viskozitenin, 3B baskılı KSAÇ kompozitlerinde partiküller arasındaki iç sürtünmenin ve flokülasyon oluşma oranının arttığını gösterdiği bildirilmiştir. Bu durumun, bentonitin büyük miktarda serbest su adsorbe edebilen ve dolayısıyla eşik kayma gerilmesini ve viskoziteyi arttırabilen katmanlı yapısından kaynaklandığı vurgulanmıştır. Deformasyon hızı kaldırıldığında, bentonit parçacıklarının iç kısımları hidrojen bağları üreterek bir flokülasyon yapısı oluşturduğu beyan edilmiştir. Ancak, tekrar kayma gerilmesi uygulandığında flokülasyon yapısının kırılacağı ve hamurun akmaya başlayacağı vurgulanmıştır.



Şekil 2.46. Bentonit kili oranı artışı ile a) Tiksotropi indeksi değerleri b) Histeresiz alan değerleri değişimi

Yapılan bir çalışmada (Kaci ve ark. 2011) farklı oranlarda (%0-1) bentonit kili ilavesinin harç karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, 4 bıçaklı vane tipi gerilme kontrollü reometre AR-G2 kullanılmıştır (Şekil 2.47a). Karışımlara 0'dan 600 s⁻¹'e önce artan sonra azalan deformasyon hızı uygulanmıştır. Bentonit ilavesinin, kayma kalınlaşma etkisini (yani reopeksi) arttırdığı beyan edilmiştir. Bir yandan, bu fenomen, dikey duvarlarda harçların makine uygulaması sırasında akma sorunu açısından avantajlı olabileceği, öte yandan, pompalanabilir bir harcın kritik akma gerilimini aşabilen kayma gerilimi artışının akışın durmasına neden olabileceği bildirilmiştir.



Şekil 2.47. a) Çalışmada kullanılan reometre başlığı ve kabı, b) %0.1 bentonit içeren karışıma ait histeresiz alanı (Kaci ve ark. 2011)

Muzenda ve ark. (2020) tarafından yapılan bir çalışmada kireçtaşı ve kalsine kilin, kireçtaşlı kalsine kil çimentosunun (LC3) reolojik özellikleri üzerindeki birleşik ve bağımsız etkilerini anlamak için, farklı miktarlarda kalsine kil ve kireçtaşı ile harmanlanmış Portland çimentosundan yapılan hamurların reolojik özellikleri araştırılmıştır. Bu çalışmada, Kinexus Lab rotasyonel reometre (Malvern Panalytical Ltd) kanat (çap: 25 mm) ve paralel plaka başlıkları ile kullanılmıştır (Şekil 2.48a). Statik ölçümlerde karışımlar 2, 30 ve 60 dk dinlendirildikten sonra deformasyon hızı değeri 0.1 s⁻¹ olana kadar karıştırılmıştır. Dinamik eşik kayma gerilmesi ve plastik viskozite ölçümü üç adımlı test uygulanarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.48b). Reolojik ölçümler, numuneye artan bir logaritmik gerinim rampasının uygulandığı büyük genlikli salınım gerilimi (LAOS) protokolü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Söz konusu ölçüm

yönteminin pratik uygulamalarda büyük deformasyon ve hızlı akışın çok yaygın olması nedeniyle ortaya çıkan doğrusal olmayan yanıtı nicelleştirme ihtiyacından dolayı kullanıldığı beyan edilmiştir.

Kireçtaşının statik eşik kayma gerilmesini önemli ölçüde azalttığı, kalsine kilin ise tam tersi bir etkiye sahip olduğu bildirilmiştir. Bu durumun kalsine kilin, yüksek su talebine katkıda bulunan katmanlı bir yapıya sahipken, kireçtaşının, hamurda 'taşıma etkisi' (bearing effect) sağlayan ve dolayısıyla akışkanlığı artıran küresel bir şekle sahip olmasından kaynaklandığı bildirilmiştir. Ancak, zamanla kireçtaşının statik eşik kayma gerilmesi değerini arttırdığı, bu durumun da hidratasyona katkısının yanı sıra, taneler bağlantıların oluşumuna yol açan çözünme-çökelme arasında süreçlerinden kaynaklandığı bildirilmiştir. Dinamik eşik kayma gerilmesi ve plastik viskozitenin hem mineral katkı içeriğindeki artış hem de dinlenme süresi ile arttığı beyan edilmiştir. Bu durum, killerin flokülasyon mukavemetini artırmak için viskozite ayarlayıcı katkı olarak hareket etmesi ve kireçtaşının viskoziteyi arttırmak için bir dolgu görevi görmesinden kaynaklandığı bildirilmiştir. Kalsine kilin reolojik özelliklere olan etkisinin kireçtaşına göre daha baskın olduğu bildirilmiştir. Çok erken yaşlarda (2 dakika), tiksotropi indeksinin, kalsine kil ve kireçtaşı içermeyen referans ile karşılaştırıldığında LC3 karışımları için daha yüksek olduğu ve mineral katkı kullanımı ve kullanım oranının artışı ile arttığı belirtilmiştir. Bu durumun, killerin kayma incelmesi davranışı sergilemesi, yüksek su talebi ve flokasyonu arttırmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır. Kalsine kilin tiksotropi üzerindeki etkisinin en erken aşamalarda (2 dakika) belirgin olduğu, ancak hidrasyon mekanizmaları baskın hale geldikçe kontrol ile karşılaştırıldığında 30 ve 60 dakikada azaldığı vurgulanmıştır. 2. dakika ve 60. dakika ölçümler kıyaslandığında, referans ve %10 kalsine kil %5 kireçtaşı içeren karışım için statik eşik kayma gerilmesi değeri sırasıyla, 27 Pa'dan 559 Pa'a ve 102.1 Pa'dan 443 Pa'a artmıştır. Dinamik eşik kayma gerilmesi değeri ise referans ve %10 kalsine kil %5 kireçtaşı içeren karışım için sırasıyla 21.6 Pa'dan 35.1 Pa'aa ve 53.2 Pa'dan 75.8 Pa'a artmıştır. Bu durumun, referansın yüksek klinker içeriği nedeniyle daha hızlı hidratasyon mekanizması ile ilişkili olduğu vurgulanmıştır. Böylece, yeterli enerji verilirse erken hidratların kırılabileceği bildirilmiştir. Plastik viskozite referans ve %10 kalsine kil %5 kireçtaşı içeren karışım için sırasıyla %183 ve %136, tiksotropi
indeksinin %25'ten %1494'e ve %92'den %485'e arttığı bildirilmiştir. Erken yaşlardaki hidratason hızının ref için LC3'e kıyasla daha yüksek olduğu, kalsine kilin erken yaşlardaki hidratasyonda reaktif olduğu bildirilmiştir. Bu durumun, kalsine kilin statik ve dinamik eşik kayma gerilimi ve ayrıca plastik viskozite üzerindeki artan etkisinin, yüksek su adsorpsiyonuna veya killer ile etrenjit gibi hidratasyon ürünleri arasındaki olası etkileşime bağlı olduğu beyan edilmiştir (Kawashima ve ark. 2013, McFarlane ve ark. 2005, Mansour ve ark. 2013). Kireçtaşının viskoz sıvı davranışına büyük ölçüde katkıda bulunduğu, kalsine kilin ise elastik katı davranışından sorumlu olduğu bildirilmiştir.



Şekil 2.48. a) Çalışmada kullanılan reometre kap ve başlık b) Reolojik ölçüm methodu

Pengkun Hou ve ark. tarafından yapılan çalışmada kireçtaşı kalsine kil çimentosu (LC3) hamurunda tiksotropiye hakim olan mekanizmalar, reolojik özellikleri, kalsine kil ve kireçtaşının rolü incelenmiştir (Hou ve ark. 2021). FBRM sonuçları, LC3 numunelerinin kalsine kil ve kireçtaşı içermeyen referans numuneden daha fazla topaklaştığını göstermiştir. Zeta potansiyeli sonuçlarına göre, bu durumun kalsine kilin negatif yüzey özelliklerinden kaynaklandığı vurgulanmıştır (Au ve ark. 2016). Kalsine kil içeriğinin artışıyla zeta potansiyel değerleri azalmıştır. Bu durumun, statik ve dinamik eşik kayma gerilmelerinin artmasına yol açtığı vurgulanmıştır (Muzenda ve ark. 2020, Au ve ark. 2016). Kolloidal süspansiyonlar için, daha düşük yüzey potansiyeline sahip parçacıkların daha az iyon çektiği ve elektrostatik itme enerjisini azalttığı bildirilmiştir. Bu durumun, çimentolu sistemlerin flokülasyonunu ve statik eşik kayma gerilmesini

arttırdığı belirtilmiştir (Lorentz ve ark. 2019). Zamana bağlı olarak değişen gözenek boyutu, C-S-H kimyasal bileşimini ve C-S-H yoğunluğunun incelendiği 1H NMR testleri sonuçlarının, hesaplanan tiksotropik indeksi parametreleri olan statik ve dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri ile tutarlı olduğu bildirilmiştir. Dinamik ölçümler için 1 saatlik dinlenme / hidratasyon süresi boyunca su dağılımının büyük ölçüde değişmeden kaldığı ve statik ölçümler için önemli ölçüde değiştiği gösterilmiştir. Değişiklik, hidrasyonun tiksotropisi üzerindeki etkisini gösteren kontrol karışımı için daha belirgindir. Bu nedenle, LC3 hamurunun tiksotropik oluşumunun kaynağı esas olarak hidratasyon değil, kalsine kilin negatif yüzey yükünün, trombosit yapısı ve özgül yüzey alanının etkisiyle olan topaklaşma olduğu beyan edilmiştir. Kalsine kil minerallerinin yüzey özelliklerinin, kolloidal etkileşimler yoluyla kalsine kil kireçtaşı çimento hamuru reolojisini kontrol ettiği Lorentz ve ark. (2019), tarafından da bildirilmiştir.

Avrupa standardı NF EN ISO 17892-6 (CEN, 2017) uyarınca düşme konisi (fall cone) testi ile yapılan bir çalışmada kireçtaşı tozu kullanım oranının artışı ile tiksotropik davranışın azaldığı bildirilmiştir (Şekil 2.49a-b) (Baz 2021). Bu azalmanın, kireçtaşı tozunun CSH üretmemesi, ancak yalnızca bir çekirdeklenme bölgesi rolünü oynaması nedeniyle oluştuğu beyan edilmiştir. Böylece, taneler arasında etkili kolloidal kuvvetler ve CSH köprülerin oluşumunu sağlayan azaltılmış çimento parçacıkları miktarı nedeniyle, toplam CSH üretiminin oranı ve yapısal toparlanma oranının azalacağı vurgulanmıştır. Düşme konisi testi, uygulanan yük altında koninin penetrasyon derinliğinin ölçülmesinden oluşmaktadır. Elde edilen penetrasyon derinlikleri Denklem BB yardımıyla eşik kayma gerilmesi değerine dönüştürülerek karışımın tiksotropik davranışı değerlendirilmiştir. Bu işlem 22.5 dakikaya kadar her 2.5 dakikada bir tekrarlanmıştır.

$$\tau = \frac{F\cos\theta^2}{\Pi h^2 \tan\theta}$$
(3.1)

Bu denklemde τ (Pa), kayma gerilmesini, F, koni (180 g) tarafından uygulanan kuvvet, θ , koninin açısı (30°) ve h (mm), koninin penetrasyon derinliğini ifade etmektedir.



Şekil 2.49. a) Fall cone test b) Kireçtaşı tozu kullanım oranına bağlı olarak tiksotropik davranış değişimi (Baz 2021)

Yapılan bir çalışmada (Salem 2002), silis dumanı (SD) (özgül yüzey alanı: 20x104 cm²/g) kullanım oranının (toplam bağlayıcı ağırlığının %10, 20, 30, 50), saf Ca(OH)₂ eklenme oranının (Ca(OH)₂/Silis dumanı: 0.80, 1.00, 1.30, 1.70) ve su/katı madde oranının (0.60, 0.80, 0.90, 1.10) çimento (PÇ) hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, dönen eş merkezli silindirik viskozimetre reotest modeli 2.1 MLW kullanılmıştır. Reolojik ölçümler, bağlayıcının su ile karıştırıldığı andan 5 dakika sonra başlatılmıştır. Karıştırma hızının 1.70 rps hızından 243 rps hızına toplam 5 dakika sürede artması ve azalması ile histeresiz döngüleri oluşturularak tiksotropik davranış değerlendirilmiştir. Sonuçta, SD içeriğinin artmasıyla histerezis alanının arttığını, bu durumun dikkate değer bir yapısal bozulmaya neden olduğu bildirilmiştir. Bu sonucun, etrenjit-monosülfat dönüşümünün hızlanmasına yol açan SD ile etkileşim sonucu serbest Ca(OH)₂ tüketimi ile ilgili olduğu beyan edilmiştir. Tüm PÇ-SD numuneleri için histerezis alanlarının, reolojik çalışmalardan elde edildiği gibi su/katı madde oranı arttıkça azaldığı bildirilmiştir. Gecikmeli etrenjit-monosülfat dönüşümüne bağlı olarak daha yüksek su/katı madde oranına (0.80) sahip çeşitli SD içerikleri ile yapılan tüm karışımların hem yapısal toparlanma hem de yapısal bozulma davranış gösterdiği bildirilmiştir. Ca(OH)₂ ve SD'den yapılan hamurlar için, hamurun su/katı madde oranının arttırılması ile histerezis döngülerinde gözle görülür bir daralma meydana geldiği bildirilmiştir. Bu durumun, Ca(OH)₂ ve SD'nin hem ilk hidrolizindeki hem de iyonların hareketliliğindeki artıştan kaynaklandığı beyan edilmiştir. Karışımlardaki molar Ca(OH)₂/SF oranındaki artışa hemen hemen antitiksotropik karakterde bir artışa işaret eden akış eğrilerinin histerezis döngülerinde belirgin bir daralma eşlik ettiği bildirilmiştir. Bu durum, Ca(OH)₂ bakımından zengin karışımların, oluşan hidratların stabilitesini artıran, esas olarak Ca(OH)₂-zengin kalsiyum silikatlar gibi fazla serbest Ca(OH)₂'ye sahip olmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır.

Yapılan bir çalışmada (Kruger ve ark. 2019), nanosilis (NS) (ortalama partikül boyutu 15-20 nm, özgül yüzey alanı 640 m²/g) kullanım oranının (çimento ağırlığınca %1, 2, 3) 3B beton karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi, R_{thix} yeniden flokülasyonlaşma oranı ve Atiks yapısal toparlanma oranı olmak üzere iki farklı açıdan değerlendirilmiştir. 3 boyutlu beton yazıcının baskı hızı 60 mm/s'e uygun olacak şekilde ve hortum uzunluğuna bağlı olarak, pompa kaynaklı kesmeyi yaklaşık olarak tekrarlamak için beton numuneye 60 saniye boyunca 1 s⁻¹'lik sabit bir kayma deformasyon hızı uygulanmıştır. Çalışmada Şekil 33'te gösterilen ICAR reometresi kullanılmıştır. Karışım hazırlandıktan sonra 1 dakika dinlendirilerek 1 dakika boyunca 1s⁻¹ kayma deformasyon hızı uygulanmıştır. Aynı işlem 120. saniyeye kadar 10 saniyede bir tekrarlanarak R_{thix} oranı hesaplanmıştır (Şekil 2.50a). Ardından, 20, 40 ve 60. dakikakalarda aynı işlem tekrarlanarak Athix değeri hesaplanmıştır (Şekil 2.50b). Bu çalışmadaki 3B beton karışımının tiksotropik davranışını iyileştirmek için optimum NS dozajının %1 olduğu bildirilmiştir. Ayrıca Rthix, 3B beton için uygun tiksotropik davranışın Atthix'ten daha iyi bir göstergesi olduğu vurgulanmıştır. Örneğin, %1 NS (optimum) karışımı, standart karışımdan daha düşük bir Athix değerine sahiptir, bunun da %1 NS karışımının daha az tiksotropik olduğu anlamına geldiği beyan edilmiştir. Bununla birlikte, %1 NS karışımı, standart karışımdan daha büyük bir R_{thix} değerine sahiptir. % 1 NS karışımı, 3B testinde standart karışımdan 5 katman daha fazla elde ederek, özellikle artan yeniden flokülasyon oranının katkısı nedeniyle daha iyi performans gösterdiği bildirilmiştir (Şekil 2.50c-d).



Şekil 2.50. Statik kayma gerilmesi değişimi a) 0-120.sn b) 0-60.dk c) %0 nanaosilis içeren karışım d) %1 nanosilis içeren karışım (Kruger ve ark. 2019)

Yapılan bir çalışmada (Panda ve Tan 2019), mikrosilisin ($d_{50} \le 1 \mu m$, özgül yüzey alanı 15-30 m²/g) toplam bağlayıcı ağırlığının %2,5 ve 5 oranlarında ikame edilmesinin uçucu kül (UK) içeren 3B beton karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla hazırlanan harçların reoloji ölçümleri, Anton Par, dört kanat (çap: 30 mm, yükseklik: 40 mm) geometrili bir MCR 102 reometre kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Çalışmada, üç farklı zaman aralığında (i) 60 s için 0.01 s⁻¹, (ii) 30 s için 300 s⁻¹ ve (iii) 60 s için 0.01 s⁻¹ farklı deformasyon hızları uygulanarak 3B baskı işlemi taklit edilmiştir. Mikro silisin sahip olduğu yüksek yüzey alanı sayesinde taneler arası etkileşimler artarak viskozite ve eşik kayma gerilmesi değeri yükseldiği beyan edilmiştir (Şekil 51a-c). Kontrole kıyasla (%50 UK+%50 çimento) %2.5 orannda mikro silika içeren karışımının (%77.5 UK + %20 çimento + %2.5 mikrosilika) viskozite kazanım oranının daha yüksek olduğu bildirilmiştir (Şekil 2.51d). 10 katlı 3B baskı göz önüne alındığında, söz konusu karışımının kontrole kıyasla katmanlarının stabilitesiinn daha yüksek olduğu vurgulanmıştır (Şekil 2.51e).



Şekil 2.51. a) Kontrol b) Uçucu kül c) Mikro silis SEM görüntüleri d) Çalışmada uygulanan reolojik yöntem e) Karışımların 3B inşa edilebilirlikleri (Panda ve Tan 2019)

Katkı kaynaklı parametreler

Yüksek Oranda Su Azaltıcı Katkılar-Viskozite Arttrıcı Katkılar- Tiksotropik Katkılar

Kimyasal katkıların çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışına etkisinin incelendiği çok sayıda çalışma mevcuttur. Bu çalışmalarda tiksotropik davranış, reolojik ölçümlerin yanı sıra Toplam Organik Karbon Adsorpsiyon (TOC) ve Kritik Misel Konsantrasyonu (CMC) analizlerinden faydalanılarak açıklanmıştır.

Toplam Organik Karbon Adsorpsiyon (TOC)

Çimento partikülleri üzerinde süper akışkanlaştırıcıların adsorpsiyonu, gözenek çözeltisindeki toplam organik karbon içeriği ölçülerek ölçülmektedir. Sıvı fazı katı fazdan ayırmak için çimento hamurları 3500 rpm'de 10 dakika santrifüj edilmektedir. Ardından, sıvı, bir şırınga ile dikkatlice özütlenmekte ve 0,45 µm polietersülfon membrandan süzülmektedir. İnorganik karbonu çıkarmak için çözeltiye %2 nitrik asit (%69 p.a.) eklenmektedir. Daha sonra, çözelti TOC analizörü ile analiz edilmektedir. Yalnızca PCE yüzey aktif madde ve kontrol çimento hamurunun karbon içeriğinin ölçülebildiği bildirilmiştir (Qian ve ark. 2018).

Kritik Misel Konsantrasyonu (Critical Micelle Concentration) (CMC)

CMC, deiyonize su ve çimento gözeneği solüsyonunda PCE yüzey aktif maddelerinin yüzey geriliminin ölçülmesiyle elde edilmektedir. Çözeltideki serbest yüzey aktif maddeler su-hava arayüzünde adsorbe olduğu ve su-hava yüzey gerilimini azalttığı bildirilmiştir (L. Du, 2005). Çözeltideki yüzey aktif maddelerin konsantrasyonu arttıkça, su-hava arayüzü yüzey aktif maddelerle doyurulurken, çözeltideki ekstra yüzey aktif maddelerin misel oluşturduğu bildirilmiştir. Bilindiği gibi, misel veya miçel koloidal solüsyonda/çözeltide dağılmış yüzey-aktif/surfaktan moleküllerin kümelenmesidir. Böylece, yüzey geriliminin fazla azalmadığı beyan edilmiştir (Feneuil 2017). Yüzey aktif maddelerin miseller oluşturduğu konsantrasyon, Kritik Misel Konsantrasyonu (CMC) olarak adlandırılmaktadır. Çimentolu sistemde, PCE'nın fazla miktarda bulunması ile çimento hamuru partiküllerinin/aglomeralarının yüzeyine adsorbe olan PCE yüzey aktif maddesinin arttığı böylece, çimento gözeneği solüsyonunda söz konusu maddenin daha üzün süre kaldığı vurgulanmıştır.

Konu ile ilgili yapılan bir çalışmada (Ferron 2007), farklı türde yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanımının çimento hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, polikarboksilat ve naftalin esaslı yüksek oranda su azaltıcı katkılar kullanılmıştır. Reoloji ölçümlerinde eşmerkezli silindir geometrili (dış silindir yarıçap: 10.85 mm, iç silindir yarıçap: 10 mm, iç silindir uzunluğu: 30 mm) reometre

kullanılmıştır. Karışım 8 dakika boyunca 600 s⁻¹ ön karıştırmaya maruz bırakıldıktan sonra 10 dakika bekletilmiştir. Ardından, 90. dakikaya kadar her 10 dakikada bir Şekil 2.25'te gösterilen reolojik ölçümü tekrarlanmıştır. S/ç oranının 0.45'ten 0.35'e azaltılarak hedef yayılmanın sabit kalması için polikarboksilat esaslı katkı kullanımı ile karışımların tiksotropiklik derecesinin arttığı bildirilmiştir. Hedef yayılma miktarı aynı olan karışımların zamana bağlı ölçümleri incelendiğinde, polikarboksilat esaslı katkı içeren karışımların naftalin esaslı katkı içeren karşımlara kıyasla daha fazla geri kazanım (structural rebulding) oranına sahip olduğu bildirilmiştir (Şekil 2.52). Bu durumun, aynı miktarda yayılma için gerekli olan naftalin esaslı katkı miktarının daha yüksek olmasından kaynaklandığı beyan edilmiştir. Böylece, karışımlarda daha fazla aktif molekül bulunduğu ve kümelenmenin engellenmiş olduğu vurgulanmıştır. Eşit miktarda katkı kullanıldığı durumda, ise polikarboksilat esaslı katkı içeren karışımlarda, katkının sterik etkisi sebebi ile kümelenmenin ve yeniden yapılanmanın daha fazla engellenebileceği bildirilmiştir.



Şekil 2.52. PCE ve NS katkısının geri kazanım oranı

Yapılan bir diğer çalışmada (Qian ve De Schutter 2018), Naftalin Sülfonat Formaldehit (NSF) ve PCE esaslı su azaltıcı katkı kullanımının hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla Şekil 2.42'de gösterilen reometre kullanılmıştır. Bob, pürüzlülüğü 150 µm olan zımpara kağıdı ile kaplanmıştır. Çimento hamuru 10 dakika bekletildikten sonra ölçüm kabına dökülerek küçük bir çırpma teli ile 1 dakika boyunca elle karıştırılmıştır. Ardından, Şekil 2.42b'de gösterilen reolojik

ölçüm yöntemi uygulanmıştır. Ayrıca, ikinci bir yöntem olarak, kayma gerilmesi dengeye ulaşıncaya kadar 300 rpm'de sabit açısal hız uygulanmıştır. Ayrıca, FBRM probu ile taze çimento hamurunun reolojisi ve mikro yapısı aynı anda ölçülmüştür. Su azaltıcı katkı miktarının artmasıyla dinamik kayma gerilmesi, karakteristik süre ve tiksotropik indeksin azaldığı bildirilmiştir (Şekil 2.53a-f). Bununla birlikte, NSF içeren karışımların dinamik kayma gerilmesinin PCE içeren karışımlara kıyasla daha yüksek olduğu anlaşılmıştır (Şekil 2.53a-b). PCE içeren karışımlarda karakteristik süre ve tiksotropik indeksi değerleri açısından maksimum azalmanın %0.1 katkının kullanıldığı durumda olduğu tespit edilmiştir. Benzer davranışın NSF içeren karışımlarda katkı kullanım oranının %0.6 olduğunda gözlemlendiği vurgulanmıştır. NSF ilavesiyle, çimento partikülleri bir NSF tabakası ile doyurulduğunda hem dinamik kayma gerilmesinin hem de tiksotropik indeksin düştüğü bildirilmiştir. Bununla birlikte, PCE ilavesiyle, bir adsorpsiyon katmanında tiksotropik indeks düşük hale gelirken dinamik kayma gerilmesi ise daha fazla PCE adsorpsiyon katmanı oluşuna kadar sıfır olmadığı beyan edilmiştir. Katkı miktarı yüksek olduğunda, partiküllerin iyi dağıldığı ve aralarındaki kolloidal bağın zayıfladığı bilinmektedir (Koehler ve ark. 2010). Bu nedenle, sabit kayma deformasyon hızı altında deflokülasyon miktarının çok az miktarda veya hiç olmadığı, tiksotropik indeksin en düşük değerlere düştüğü bildirilmiştir. Aynı zamanda kolloidal flokülasyonlar hızla parçalandığı ve aynı sabit kayma deformasyon hızı altında karakteristik zamanın azaldığı yazarlar tarafından beyan edilmiştir. Negatif yüklü NSF yüzey aktifler birbirini ittiğinden, çimento partikülleri üzerinde yalnızca tek bir NSF yüzey aktif madde tabakası adsorbe edilebildiği, PCE'nin ise çok katmanlı bir adsorpsiyon oluşturduğu beyan edilmiştir. PCE yüzey aktif katkılarının PEO (polietilen oksit) ile Ca2+ arasındaki güçlü kompleks bağlanma oluşturması, PCE adsorpsiyonunun diğer katmanlarının bağlanmasını kolaylaştırabildiği bildirilmiştir. Elektrostatik ve sterik itme etkisinin partikülleri dağıttığı ve flokülasyon bağını zayıflattığı, bu nedenle düşük tiksotropi ve FBRM'de düşük deflokülasyon gözlemlendiği bildirilmiştir. Bununla birlikte, yapıları bağlamak için kolloidal bağlanmanın hala mevcut olduğu, bu nedenle dinamik kayma gerilmesinin henüz sıfır olmadığı vurgulanmıştır. Daha yüksek miktarda PCE ilavesiyle, partiküllerin yüzeyinde daha fazla PCE tabakası adsorbe edildiği, sterik itmenin daha güçlü ve kolloidal bağın daha zayıf olduğu ifade edilmiştir.



Şekil 2.53. a) PCE b) NSF katkı kullanım oranına bağlı olarak dinamik kayma gerilmesi değişimi, c) PCE d) NSF katkı kullanım oranına bağlı olarak tiksotropi indeksi değişimi, e) PCE f) NSF katkı kullanım oranına bağlı olarak karakteristik süre değişimi

Yapılan bir diğer çalışmada ise (Koehler ve ark. 2010) farklı tür yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanım dozajının farklı su/çimento (0.5 ve 0.4) oranlarına sahip mikro harç karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, dört kanatlı (çap: 25 mm, yükseklik: 37.5 mm) vane tipi reometre kullanılmıştır. Karışımların

sıcaklığı tüöm deney boyunca 23°C olarak sabit tutulmuştur. Kayma geçmişinin silinmesi amacıyla, 30 s boyunca 50 s⁻¹ kayma deformasyonu ön karıştırma olarak uygulanmıştır. Ardından tiksotropik yapının oluşması amacı ile karışımlar 300 s bekletilmiştir. Histeresiz alanların oluşması için deformasyon hızı 5 s⁻¹'den 30 s⁻¹'e yükseltilip ardından 5 s⁻¹'e azaltılmıştır. Bununla birlikte, tiksotropi yapısının tamamen bozulmasını sağlamak için 30 s⁻¹'lik maksimum deformasyon hızı 62 s boyunca korunmuştur. Dinamik eşik kayma gerilmesi ve plastik viskozite, kayma hızının azaltılarak oluşturulan kayma gerilmesi- deformasyon hızı eğrisinden Bingham modeli kullanılarak hesaplanmıştır. Histersiz alanlar KG-DH grafiğinin 6 ve 24 s⁻¹'lik deformasyon hızları arasındaki alan dikkate alınarak hesaplanmıştır. Su azaltıcı katkı kullanımı ve s/ç oranının artması ile kayma gerilmesi, viskozite ve tiksotropinin azaldığı vurgulanmıştır (Şekil 2.54). Söz konusu azalmaların, çimento partikülleri arasındaki artan parçacıklar arası itme kuvvetlerinden kaynaklandığı bildirilmiştir. Böylece, tiksotropi ve plastik viskozitenin ilişkili olduğu vurgulanmıştır.



Şekil 2.54. Farklı tür katkıların kullanım dozajına bağlı olarak a) Kayma gerilmesi, b) Plastik viskozite, c) Tiksotropi değerleri değişimi

Yapılan bir çalışmada (Kaleta ve Grzeszczyk 2015), çimento türü (CEM I 42.5 R, CEM II/B-S 42.5 R, CEM III/A 32.5 N LH/HSR/NA), polikarboksilat esaslı su azaltıcı katkı kullanımı (çimento ağırlığınca %1) ve ortam sıcaklığının (15, 20, 25 °C) çimento hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Çimento hamurlarının reolojik parametrelerinin ölçümü, Haake Mars III tipi koaksiyel silindirli rotasyonel bir viskozimetre kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Karışımlara uygulanan deformasyon hızının 0 s⁻¹'den 150 s⁻¹'e 180 saniyede arttırılıp 150 s⁻¹'den 0 s⁻¹'e 180 saniyede azaltılması ile histeresiz alanları oluşturulmuştur. Ölçümler 10, 30 ve 60. dakikalarda tekrarlanmıştır. Çimento türünden bağımsız olarak çimento hamurlarına katkı ilavesi ile histeresiz alan değerlerinin arttığı bildirilmiştir (Şekil 2.55a-b). Katkı ilavesinden dolayı histerezis alanındaki en büyük artışın (neredeyse beş kat), CEM I çimentosu içeren hamur karışımında olduğu gözlenmiştir (Şekil 2.55d). Ayrıca, CEM I çimento hamurlarının CEM II ve CEM III'e kıyasla daha yüksek histerezis alan değerlerine sahip olduğu beyan edilmiştir (Şekil 2.55). Böylece, polikarboksilat esaslı katkı ilavesi ile tiksotropik davranışın arttığı vurgulanmıştır. Buna ilaveten, sıcaklığın 25°C'ye yükselmesiyle histerezis döngü alan değerinin ve dolayısıyla, tiksotropik davranışın azaldığı bildirilmiştir (Şekil 2.55).



Şekil 2.55. Farklı çimento türü içeren hamur karışımlarının 30 ve 60. dakikadaki histerezis döngüsünün alanı (a) 15°C, (b) 20°C ve (c) 25°C'de (Kaleta ve Grzeszczyk 2015)

Yapılan bir diğer çalışmada (Qian ve ark. 2018), PCE kullanımının çimento hamurlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Ayrıca, çimento gözenek

çözeltisindeki PCE yüzey aktif maddelerin CMC'sini elde etmek için, Wilhelmy plaka yöntemi kullanılarak gözenek çözeltisinin yüzey gerilimi ölçülmüştür. PCE ilavesi olmayan deiyonize suyun yüzey gerilimi 72 mN/m ve çimento çözeltisinin yüzey gerilimi 69 mN/m olduğu gözlemlenmiştir. Çözeltideki tuz kimyasallarının genellikle yüzey gerilimini düşürdüğü, artan PCE konsantrasyonu ile yüzey geriliminin azaldığı bildirilmiştir. Belirli bir konsantrasyon aralığında, yüzey geriliminin hızla azaldığı ve ardından düşük değerde sabit kaldığı beyan edilmiştir. CMC'nin deiyonize su için yaklaşık 3 g/L, çimento çözeltisi için 0,6 g/L, çimento çözeltisine %0,1 PCE ilavesi ile 0,58 g/L olduğu bildirilmiştir. Bu değerin çimento çözeltisindeki CMC'ye çok yakın olduğu ve çimento hamur karışımına %0.1 PCE ilavesi ile PCE yüzey aktif madde konsantrasyonunun CMC'ye ulaştığının varsayıldığı vurgulanmıştır (Şekil 2.56a). Düşük PCE ilavesinde ve CMC'nin altında, dinamik kayma gerilmesinin çok az miktarda azaldığı, CMC'de önemli ölçüde azaldığı, CMC'nin ötesinde ise azalmaya devam ettiği bildirilmiştir (Şekil 2.56b). CMC'nin altında, tiksotropik indeksin yüksek olduğu ve düşmeye devam ederken, CMC'nin üstündeki durumda ise düşük değerlerde sabit kaldığı bildirilmiştir. %0,1'in altında PCE ilavesi ile tiksotropik indeksi değerinin yüksek olduğu, ancak katkı ilave oranının artışı ile azalmaya başladığı beyan edilmiştir (Şekil 2.56c). Bu nedenle, çimentoya kütlece %0.1 PCE ilavesi, yazarlar tarafından bir dönüm noktası olduğu kabul edilmiştir. CMC'nin altında, FBRM sonuçları daha fazla kümelenmiş mikro yapı gösterirken, CMC'nin ötesinde, mikro yapıda küçük boyutlu çimento kümelenmeleri sayısı daha fazla ve büyük boyutlu kümelenmelerin ise daha az olduğu beyan edilmiştir (Şekil 2.56d). Yüksek tiksotropi sağlamak için CMC'nin altında, düşük kayma gerilmesi ve yüksek akışkanlık sağlamak için ise CMC'den daha yüksek PCE ilavesi önerilmiştir. CMC'nin, PCE'nin dinamik kayma gerilme, tiksotropi ve flokülasyon durumu açısından etkinliği için kritik öneme sahip olduğu bildirilmiştir.



Şekil 2.56. Katkı kullanım oranına bağlı olarak a) Yüzey gerilimi, b) Dinamik kayma gerilmesi c) Tiksotropi indeksi d) Parçacık boyut dağılımı değişimi

Yapılan bir çalışmada su azaltıcı katkı kullanım oranının artışı (0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8) ile tiksotropik davranışın azaldığı bildirilmiştir (Şekil 2.57). Bu durumun, daha ince bir polimer tabakasına ve dolayısıyla parçacıklar arasındaki maksimum çekimde bir artışa yol açmasından kaynaklandığı bildirilmiştir. Ayrıca, artan katkı oranı ile CSH köprülerinin oluşumunun zorlandığı, parçacıkları dağıtmak için daha az kuvvet gerektiği, statik kayma gerilmesi ve tiksotropi değerlerinin daha düşük olduğu beyan edilmiştir (Baz, 2021). Bununla birlikte, Roussel (2010), zaman içinde bir ağ oluşmasının esas olarak toz parçacıkları arasındaki hidratasyon ürünlerinin çekirdeklenmesinden kaynaklandığını göstermiştir. Benzer sonuçlar Oesterheld ve arkadaşları (2009) tarafından da ifade edilmiştir. Düşük katkı adsorpsiyonunda tiksotropinin artmasının, mevcut çekirdeklenme bölgelerinin artması ve köprüleme mesafesinin azalmasından kaynaklandığı beyan edilmiştir (Lowke ve ark. 2010).



Şekil 2.57. Yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanım oranına bağlı olarak yapısal toparlanma alanı değişimi (Baz 2021)

Yapılan bir diğer çalışmada (Kolawole 2019), s/c oranı, viskozite düzenleyici (VDK) ve su azaltıcı katkı (S) kullanım oranının geleneksel betonun tiksotropisine etkisi incelenmiştir. Çalışmada Şekil 33'te gösterilen ICAR reometresi kullanılmıştır. Karışıma 60 saniye boyunca 0.5 devir/saniyeli ön karıştırma uygulanarak 5, 15 ve 30. dakikalarda aynı karışım üzerinden ölçüm alınmıştır. Tiksotropik davranışın değerlendirilmesi amacıyla karışımlara 0.05'ten 0.5'e artan hızda, 60 saniye boyunca 0.5 dev/saniye hızında ve son olarak 0.5'ten 0.05'e azalan hızda karıştırma işlemi uygulanarak histeresiz alanlar oluşturulmuştur. Su azaltıcı içeren karışımlara kıyasla viskozite ayarlayıcı ajan içeren karışımlar için zamanla ölçülen statik eşik kayma gerilmesi, tiksotropi indeksi ve flokülasyon oluşma oranı (Atiks) değerlerinin daha yüksek, flokülasyon karakteristik zamanının (T) daha düşük olduğu belirtilmistir (Şekil 2.58a-d). Su azaltcı ve viskozite ayarlayıcı ajanların çimentolu sistemlerin kayma kalınlaşması davranışı, daha fazla oranda su ise kayma incelmesi davranışı göstermesine sebep olduğu bildirilmiştir (Şekil 2.58e). Bu durumun, katkı varlığında katı hacim fraksiyonun büyük, su varlığında ise düşük olmasından kaynaklanabileceği bildirilmiştir. Bununla birlikte, su azaltıcı katkı içeren karışımlarda, daha uzun bekletilme süreleri için reopeksi davranışının korunduğu vurgulanmıştır (Şekil 2.58f).



Şekil 2.58. Karışımların bekletilme süresine bağlı olarak a) Statik kayma gerilmesi değişimi, b) Tiksotropi indeksi değişimi c) Flokülasyon oluşum oranı değişimi, d) Flokülasyon oluşum süresi değişimi e) Kayma kalınlaşması/incelmesi davranışı değişimi, f) Reopektik davranış örneği (Kolawole 2019)

Yapılan bir çalışmada (Khayat 2002), polipropilen karbonat (PPC) tiksotropik kimyasal katkının, WG esaslı (welan gum) ve HPMC esaslı viskozite arttırıcı (VEA), naftalin esaslı (PNS) ve melamin esaslı (PMS) yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanımının çimentolu sistemlerin reolojik özelliklerine, stabilitesine, priz süresine, çimento hidratasyon kinetiğine ve mukavemet gelişimine etkisi araştırılmıştır. Kıvam ve akışkanlık kaybının değerlendirilmesi amacı ile 30 ve 60 dakikalık bekletme süresinden sonra Marsh Hunisi testi gerçekleştirilmiştir. Reolojik özellikler, 38 mm yüksekliğinde bir gövdeye ve gövde ile rotor arasında 1.17 mm'lik bir boşluğa sahip bir koaksiyel silindir viskozimetresi kullanılarak belirlenmiştir. Belirli bir dönme hızına maruz kalan

karışımların zaman içinde kayma gerilmelerindeki değişikliklerin belirlenmesi amacıyla 5.1. 51 ve 510 s⁻¹'lik deformasyon hızlarına karşılık gelen 3, 30 ve 300 rpm'de 5 ila 9 dakikalık ölçüm uygulanmıştır. Bu süreler boyunca belirlenen maksimum kayma gerilmesi ile denge kayma gerilmesi arasındaki fark ölçülerek tiksotropik davranış değerlendirilmiştir. Reolojik ölçümler 5, 30 ve 60 dakika bekleme sürelerinden sonra aynı numune üzerinde gerçekleştirilmiştir. WG ve PNS içeren karışımlarda, çeşitli kimyasal ve fiziksel bağları parçalamak için düşük enerjiye gerek duyulduğu anlaşılmıştır. Bu değerlerin 5, 30 ve 60 dakikalarda gerçekleştirilen testler için 500 ile 700 Pa/s arasında değiştiği ölçülmüştür. Öte yandan, HPMC ve PMS içeren karışımda yapıyı parçalamak için yüksek bir başlangıç enerjisine gerek duyulduğu (5 dakikada yaklaşık 6000 Pa/s), bu enerjinin 30 ve 60. dakikalarda test yapıldığında 4000 Pa/s'ye düştüğü bildirilmiştir (Şekil 2.59). Bu durumun, ilk ve sonraki test süreleri arasında karışımın yeniden yapılandırılması için gereken bekletilme süresinin olmamasından kaynaklanabileceği bildirilmiştir. PPC ve PMS içeren karışımlarda, 5 dakikadaki başlangıç enerjisinin 4000 Pa/s olduğu 30 ve 60. Dakikalarda sırasıyla,9000 ve 8000 Pa/s'ye yükseldiği vurgulanmıştır. Bu verilerin, çimento harcının tiksotropik özelliklerini artırmak için PPC'nin yüksek kapasitesini açıkça yansıttığı vurgulanmıştır. PPC'nin kullanımı, statik kanama ve yüzey oturması dahil olmak üzere zamana bağlı stabilite özelliklerinde önemli bir iyileşmeye yol açmıştır. Öte yandan, tiksotropideki artış, karıştırmadan kısa bir süre sonra ve tiksotropinin gelişmesinden önce belirlenen stabilite özelliklerini iyileştirmede etkili olmadığı bildirilmiştir.



Şekil 2.59. Karışımların zamana bağlı tiksotropi indeksi değerleri (Khayat 2002)

Yapılan bir diğer çalışmada, viskozite düzenleyici katkı kullanım oranı artışının (0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6) karışımın tiksotropik davranışa etkisi incelenmiştir. Viskozite düzenleyici katkı kullanımının %0.3'e kadar artması ile tiksotropik davranışın arttığı ancak bu değerden sonra harcın yapısal toparlanma oranında önemli bir artışa neden olmadığı bildirilmiştir (Şekil 2.60) (Baz, 2021). Rahul ve ark. (2019) da çimentolu sistemlere viskozite düzenleyici katkı eklenmesinin karışımın tiksotropik davranışının artmasına neden olduğu beyan etmiştir.



Şekil 2.60. VMA kullanım oranın yapısal toparlanma alanına etkisi (Baz 2021)

Bir diğer çalışmada, priz düzenleyici katkı kullanımının beton karışımın tiksotropik davranışına etksi araştırılmıştır. Bu amaçla, karışımların reolojik parametreleri kullanılarak "yapısal parçalanma alanı" yöntemine uygun Şekil 20.b'de gösterilen reometre kullanılarak hesaplanmıştır. Karışıma priz geciktirici katkının (PGK) dahil edilmesi zamanla katılaşma oranını ve dolayısıyla tiksotropiyi azalttığını, bir priz hızlandırıcı katkının (PHK) kullanımı sertleşme oranını ve tiksotropi derecesini arttırdığını beyan edilmiştir (Şekil 2.61a). Ayrıca 200 mm çökme değerine sahip akışkan bir beton karışımına viskozite düzenleyici katkı eklenmesi ile karışımın tiksotropi derecesini önemli mertebede değişmediği bildirilmiştir (Şekil 2.61b) (Assaad ve ark. 2003).



Şekil 2.61. a) Priz düzenleyici katkı türünün tiksotropiye etkisi, b) VDK'nın tiksotropiye etkisi (Assaad vd, 2003)

Yapılan bir çalışmada (Bouras 2008) viskozite arttırıcı katkı kullanım oranının (çimento ağırlığınca %0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4) çimento hamurlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla kanat geometrisi ile donatılmış bir gerilim kontrollü kesme reometresi olan TA Instruments'tan AR2000 kullanılmıştır. Kanat ve dış silindir arasındaki mesafenin 5.5 mm olduğu bu mesafenin, çimento veya dolgu parçacıklarının maksimum boyutundan (yaklaşık 0.1 mm) daha büyük olduğu vurgulanmıştır (Şekil 62.a). Çalışmada kullanılan reolojik ölçüm modeli Şekil 62.b'de gösterilmiştir. Viskozite arttırıcı katkıların çimentolu sistemlerin kayma gerilmesi değerlerini arttırdığı bildirilmiştir (Şekil 62.c). Ayrıca, 60 saniye 200 s⁻¹ deformasyon hızı uygulaması esnasında, viskozte arttırıcı katkı kullanım oranın artışı ile çimentolu sistemlerin kayma gerilmesi değerindeki düşüşoranının azaldığı bildirilmiştir. Bu durumun, viskozite düzenleyici polimerinin bir yandan akış altında hizalanmaya ve çözülmeye, diğer yandan Brownian hareketinden dolayı maksimum entropiye doğru gevşemeye tabi olsa da polimerin çok yüksek moleküler ağırlığından kaynaklandığı bildirilmiştir. Yapılan başka bir çalışmada organik vizkosite düzenleyici katkıların genellikle bekletilme sırasında dolaşan ve kesme altında gerilen polimer veya organik moleküller içerdiği bildirilmiştir (Roussel ve Cussigh 2008).



Şekil 2.62. a) Çalışmada kullanılan reometre başlık ve kabı, b) Çalışmada uygulanan reolojik ölçüm modeli, c) VMA kullanım oranına bağlı olarak kayma gerilmesi değerleri değişimi (Bouras 2008)

Yapılan bir çalışmada (Yuan 2020), priz hızlandırıcı katkı türünün (CaCl₂, Na₂SO₄, Ca(NO₃)₂, Mg(NO₃)₂ ve triethanolamine (TEA)) ve kullanım oranının (%0.04, %1, %2) çimento hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, Anton paar Rheolab QC koaksiyel silindirli döner reometre kullanılmıştır. Reolojik ölçümler 30 s boyunca 0.02 s⁻¹ sabit deformasyon hızı uygulamasının 120. dakikaya kadar her 15 dakikada bir tekrarlanması ile gerçekleştirilmiştir. Zamana bağlı statik kayma gerilmesi sonuçları Şekil 2.63'te verilmiştir. Hızlandırıcı katkı tipinden bağımsız olarak, katkının bir dereceye kadar artması, çimento hamurunun yapısal oluşumu üzerinde olumlu etkiye sahip olduğu vurgulanmıştır. Mg(NO₃)₂, Na₂SO₄ ve TEA katkıların izledi beyan edilmiştir. İlk yarım saatte Na₂SO₄ ve TEA'nın yapısal birikim üzerinde olumlu bir etkisi olmadığı ve birkaç saat sonra olumlu etki gözlendiği belirtilmiştir. Bu durumun farklı mekanizmalarla açıklanabileceği bildirilmiştir. Na₂SO₄ ve TEA'nın, esas olarak, yüksek ısı salınımına neden olan C₃A'nın e rken yaştaki

reaksiyonunu hızlandırdığını, ancak yapısal birikmeyi geliştirmediği belirtilmiştir. C₃S'nin reaksiyonu, yapısal birikme oranını artıran CaCl₂, Ca(NO₃)₂'nin eklenmesiyle desteklendiği vurgulanmıştır. Mg(NO₃)₂ durumunda, sadece NO_3^{2-} C₃S'nin hidrasyonunu teşvik etmekle kalmadığı, aynı zamanda Mg²⁺ yapısal birikime katkıda bulunan polinükleer kompleksler [Mg_x(OH)_y(H₂O)^z]^{2x-y} oluşturabildiği bildirilmiştir.



Şekil 2.63. Zamana bağlı statik kayma gerilmesi sonuçları (Yuan 2020)

Yapılan bir çalışmada (Guo 2020), yüksek sıcaklıkta doğal gaz kuyusu sementasyonunda kullanılan bir tiksotropik ajan olarak ksantan zamkının uygunluğu araştırılmıştır. Bu amaçla ksantan sakızı ve konjak sakızı ilk olarak suda belirlenen oranda çözülmüştür. Blender, 5 dakika boyunca 1000 rpm'lik bir dönüş hızında başlatıldığında, tiksotropik ajanda tabaka yapısının oluşumunu indüklemek için blendere NaOH eklenirek karışım 3 saat hareketsiz bırakılmıştır. Daha sonra, tiksotropik maddenin yüksek sıcaklık direnci özelliğini geliştirmek için çözeltiye KCl veya CHKO₂ eklenmiştir. Tiksotropik özelliği değerlendirmek için geleneksel histerezis halkası yönteminin 100°C'den yüksek sıcaklıklarda uygulanmaya uygun olmaması nedeniyle, bu makalede referans olarak önerilen yeni bir yaklasım (Bu 2020) kullanılmıştır. Bu çalışmada tutarlılık artışı yöntemi uygulanmıştır (Şekil 2.64). Kararlılık testini gerçekleştirmek için HTHP tutarlılık test aracı kullanılmıştır. Test süreci şu şekildedir: ilk olarak çimento bulamaç numuneleri hazırlanır ve HTHP kıvam test cihazının bulamaç kabına dökülür. Daha sonra numuneler önceden belirlenmiş sıcaklığa ısıtılır ve 30 dakika boyunca karıştırılır. Bu sırada, bulamacın kıvamı ilk kıvam olarak kaydedilir. Kararlılık, API RP 10B-2-2013 (Institute, A.P 2013)

Standardına uygun olarak değerlendirilir. Bundan sonra, bulamaç bir zaman aralığı (10 dakika, 20 dakika veya 30 dakika) için hareketsiz tutulur ve deney yeniden başlatılır. Bu andaki tutarlılık, yeniden başlatma tutarlılığı olarak kaydedilir. Tiksotropik özelliği değerlendirmek için başlangıç tutarlılığı ve yeniden başlatma tutarlılığı arasındaki fark hesaplanır. Çimento bulamacının tiksotropik özelliği, Çizelge 2.2'de gösterildiği gibi kıvam artışına göre sınırlı, orta ve iyi olarak sınıflandırılır. Artış ne kadar büyük olursa, çimento bulamacının tiksotropi özelliğinin o kadar iyi olduğu beyan edilmiştir. Kararlılık artışı 70 Bc'den daha yüksek olduğunda, karışımın artık pompalama için uygun olmadığı vurgulanmıştır (Du ve diğerleri, 2016).



Şekil 2.64. Kararlılık artışı yöntemi (Guo 2020)

Çizelge 2.2. Çimento bulamaçların tiksotropik özelliklerinin sınıflandırılması

| Kıvam/Bc | <20 | 20-35 | 35-50 | 50-70 | >70 |
|------------------------|---------|-------|-------|-------|---------|
| Tiksotropik özellik | Limitli | Orta | İyi | Orta | Limitli |

Ksantan sakızı ve konjak sakızının moleküler yapısı, piruvat grupları ve asetil grupları içerdiğinden tiksotropik ajanın çimento bulamacında bir ağ yapısı oluşturmasını mümkün kıldığı bildirilmiştir. Ksantan sakızı molekülünün yan zincirinin ucundaki piruvat grubu, ksantan sakızı molekülünün bitişik ana zincirindeki asetil grubu ile bir hidrojen bağı oluşturduğu beyan edilmiştir. Tiksotropik ajanlar arasındaki etkileşimin şeması Şekil 2.65'te gösterilmektedir. Tiksotropik ajan ve çimento partikülleri arasındaki etkileşimin şeması Şekil 2.66b'de gösterilmektedir. Çimento hidratasyonunun

ilk aşamasında, Ca²⁺, Mg²⁺ ve Al³⁺ üretileceği bilinmektedir. Bu katyonlar, tuz köprüsü etkisi yoluyla ksantan sakızına bağlandığı ve çimento parçacıklarının yüzeyine adsorblandığı bildirilmiştir. Bu nedenle, ksantan sakızı ve çimento parçacıkları elektriksel etki ile birbirine bağlanacağı ve dış kuvvetlere maruz kaldığında kolayca kopanbir ağ yapısı oluşacağı vurgulanmıştır. Tiksotropik ajan, hidratasyon ürünlerini etkilemez ancak çimentonun hidratasyon sürecini yavaşlatır. Tiksotropik ajan çimentonun mikro yapısını etkilemiş olsa da, basınç dayanımı hala doğal gaz kuyularının sızdırmazlık talebini karşılamaktadır.



Şekil 2.65 a) Tiksotropik ajanlar arasında meydana gelen etkileşim, b) Tiksotropik ajan ve çimento partikülleri arasında meydana gelen etkileşim

Agrega Kaynaklı Parametreler

Beton karışımının hacimce %70-80 oranında agregadan oluştuğu bilinmektedir (Mindess ve Young 1981). Bu nedenle, agrega morfolojisi, fiziksel özellikleri, paketleme yoğunluğu ve konsantrasyonu gibi parametreler beton karışımının taze hal ve reolojik özelliklerini büyük ölçüde etkileyebilmektedir. Beton karışımını oluşturan diğer bileşenlere kıyasla, daha düşük bir yüzey alanına sahip olan agregaların küreselliğinin artmasının reolojik açısından istenen bir durum olduğu vurgulanmıştır (Mindess ve Young 1981). Bu durumun daha yuvarlak taneli agregalarda taneler arası sürtünmenin daha az olmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır. Ayrıca, köşeli agregalara kıyasla yuvarlak tanelerin birbirine geçmesi için daha az kuvvet gerektiği beyan edilmiştir. Bu etki "bilye etkisi" olarak adlandırmıştır (Tattersall, 1991). Buna ilaveten, geniş yüzey alanlarına sahip agregaların küresel tanelere göre daha fazla su emdiği ifade edilmiştir (Mindess ve Young 1981). Partikül boyutu dağılımının da çimentolu sistemlerin reolojisinde kritik bir rol oynadığı vurgulanmıştır. Beton karışımlarının genel olarak ağırlıkça %25-40 oranlarında ince ve %75-60 oranlarında iri agregalardan oluştuğu bilinmektedir. İdeal bir gradasyon eğrisi durumunda, en büyük boyut aralığındaki boşluklar, bir sonraki boyut aralığındaki parçacıklar tarafından doldurulduğu ve bu durumun böyle devam ettiği bildirilmiştir (Tattersall 1991). Daha iyi bir gradasyon eğrisinde agrega kullanımı ile beton karışımlarında boşluk hacminin azalması buna bağlı olarak daha düşük çimento hamuru gereksiniminin sonuçlandığı vurgulanmıştır (Roy ve diğerleri, 1993). Struble ve Cocokers (1998), agregaların paketleme yoğunluğu maksimize edildiğinde betonun plastik viskozitesinin en aza indirildiğini göstermiştir. Ayrıca, Kurokawa ve ark. (1996) agregaların dolgu fraksiyonu arttıkça beton çökmesinin arttığını ispatlamıştır. Ancak, kolloidal olmayan partiküllerin çimento hamurlarının tiksotropik davranışına etkisinin incelendiği bir çalışmada çimento hamurların tiksotropik yapılanma oranlarının (zaman içindeki statik akma gerilmesi artış hızı) partiküllerin varlığı ile değişmediği bildirilmiştir (Mahaut ve ark. 2008). Bu çalışmada, çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışının agregaların sahip olduğu kil v.b. malzemelerden etkilenmemesi amacıyla monodispers cam boncuklar çimento hamurunun partikül boyutundan ayrılabilmesi için 2 mm çapında kullanılmıştır. Ölçümlerde kanat geometrisine (6 kanatlı) sahip (iç yarıçap: 22.5 mm, dış silindir

yarıçapı:45 mm, yükseklik: 45 mm) Bohlin C-VOR 200 isimli olan ticari bir reometre kullanılmıştır. Karışımlar hazırlandıktan sonra mikser ile 2 dakika boyunca 285 rpm'de karışırılarak ön karıştırma uygulanmıştır. Ardından karışım rastgele yönlerde elle kuvvetlice karıştırılarak, partiküllerin dağıtılması sağlanmıştır. Belirli bir dinlenme süresinden sonra 0,01 s⁻¹ deformasyon hızına karşılık gelen bir dönme hızı uygulanır. Karıştırma işlemi 2 dakika dinlenme süreleri ile tekrarlanarak ölçülen kayma gerilmesi değerleri üzerinden tiksotropik davranış değerlendirilmiştir.

Yapılan bir diğer çalışmada (Zhang ve ark. 2019), kum/çimento oranının (0.6, 0.8, 1.0, 1.2, 1.5) 3 boyutlu beton karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Çalışmada, incelik oranı 2.84 ve maksimum partikül boyutu 1 mm olan kum kullanılmıştır. Karışımlara uygulanan kayma deformasyon hızı 0 s⁻¹'den 100 s⁻¹'e arttırılmış ardından azaltılmıştır. 20 s⁻¹ ila 80 s⁻¹ deformasyon hızı aralığında oluşan histeresiz alanları ölçülerek tiksotropik davranış değerlendirilmiştir (Şekil 2.66a). Başlangıç viskozite ve kayma gerilmesi kum/çimento oranının artışı ile arttığı ancak, tiksotropik alan değerlerinin azaldığı bildirilmiştir (Şekil 2.66b). Ayrıca, kum/çimento oranının artışı ile zamana bağlı viskozite, kayma gerilmesi ve tiksotropik alan değerlerindeki artışın daha da belirgin olduğu vurgulanmıştır (Şekil 2.66c-e).



Şekil 2.66. a) Reolojik ölçüm yöntemi, b) Kum/çimento oranına bağlı histeresiz alanları değişimi, Zaman bağlı c) Viskozite d) Kayma gerilmesi e) Tiksotropi değişimi (Zhang ve ark. 2019)

Yapılan bir diğer çalışmada (Tuyan ve ark. 2018), iri /toplam agrega oranı değişiminin (0.45, 0.50, 0.53) KYB'nin tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla Tiksotropi testleri, modifiye Tattersall tipi çark ile donatılmış ConTec 4SCC reometre kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.67). Tiksotropik ölçümleri, KYB'nin hazırlanmasından hemen, karıştırmadan 90 ve 150 dakika sonra olmak üzere 3 farklı zaman aralığında gerçekleştirilmiştir. KYB karışımlarının tiksotropisi, "yapısal parçalanma alanı" (structural break-down area) (Lapasin ve ark. 1983) (Şekil 2.68), "kırılma yüzdesi-yaş" (break-down percent-age) (Lin 1975), "görünür viskozitede düşüş" (drop in apparent viscosity) (Assaad 2005) ve "dinlenmedeki verim değeri" (yield value at rest) (Dzuy ve Boger 1985) (Şekil 2.69) yöntemleri olmak üzere dört farklı yaklaşım ile belirlenmiştir. "Yapısal parçalanma alanı" yöntemine göre, taze KYB reometre kabına yerleştirilmiş, 5 dakika dinlenmeye bırakılmış ve 0.2, 0.4, 0.6 ve 0.8 rps sabit dönüş hızında karıştırmaya maruz bırakılmıştır. Karışımlar yaklaşık 6 saniye içinde denge durumuna ulaşsa da sonuçların güvenilirliği için uygulama süresi her hız değeri için 10 s'ye uzatılmıştır. Bu ölçümler ile oluşturulan tork-karıştırma hızı grafiğindeki başlangıç ve denge tork değerleri arasındaki alan aracılığı ile yapısal parçalanma alanları hesaplanmıştır. Tiksotropi indeksi değeri ise 0.4 rps hızda 10 saniye karıştırılan karışımların başlangıç ve denge tork değerleri farkının denge tork değerine bölünmesi ile hesaplanmıştır. Görünür viskozitedeki düşüş ise karışımın 0.3 rps sabit dönüş hızında 10 saniye karıştırılması sonucu oluşan başlangıç tork değeri ve denge tork değerleri farkının dönüş hızına bölünmesi ile elde edilmiştir. Dinlenmedeki verim değeri, 0.3 rps hızda 10 saniye karıştırılan karışımların maksimum tork değerleri ile elde edilmiştir. İri/toplam agrega oranının artışı ile tiksotropik davranışın arttığı bildirilmiştir. Bu durumun yüksek miktarda iri agreganın beton karışımındaki iç sürtünmeyi arttırmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır.



Şekil 2.67. KYB karışımlarının reolojik ölçümlerinde kullanılan reometre



Şekil 2.68. Yapısal bozulma alanı methodu (Ahari ve ark. 2015)



Şekil 2.69. Dinlenmedeki verim değeri methodu (Tuyan ve ark. 2018)

İri agregaların tiksotropiye etkileri, hacim konsantrasyonları, yani karışımdaki taneli iskelet (kum ve çakıl) miktarı ile ilgili olduğu bildirilmiştir. Aslında, hem kum-toplam agrega oranı hem de hamur-kaba agreganın hacimsel oranının, daha büyük iri agrega içeriğinden kaynaklanan iç sürtünme derecesinin artmasından dolayı tiksotropiyi etkilediği beyan edilmiştir (Omran ve ark. 2012). Karışım içinde daha yüksek miktarda iç sürtünmeye neden olan agrega-agrega teması, malzemeyi parçalamak için gerekli olan kesme gerilmelerini arttıracağı vurgulanmıştır. Hamur hacminin azalması veya kaba agrega hacminin artması, daha yüksek tiksotropiye ve daha düşük yanal basınca yol açtığı bildirilmiştir (González-Taboada ve ark. 2018, Omran ve ark. 2012).

Yapılan bir diğer çalışmada (González-Taboada ve ark. 2018), geri dönüştürülmüş agreganın (GDA) farklı oranlarda (%0, 20%, 50%, ve 100%) doğal agrega ile ikame edilmesinin KYB'nin tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, dört kanatlı bir karıştırma apartının değişken bir hızda döndüğü rotasyonel bir reometre kullanılmıştır. KYB'nin tiksotropisi, "yapısal parçalanma alanı", "döngü yöntemi" ve "dinlenmedeki verim değeri" yöntemleri olmak üzere üç farklı yaklaşımla belirlenmiştir. "Yapısal parçalanma alanı" yöntemine göre, taze KYB reometre kabına yerleştirilmiş, 5 dakika dinlenmeye bırakılmış ve 0.3, 0.5, 0.7 ve 0.9 rps sabit dönüş hızında karıştırmaya maruz bırakılmıştır. Döngü yönteminde ise, karıştırma hızı 0 rps'den 5 rps'ye 60 saniyede çıkarılmış ardından 5 rps'den 0 rps'ye 60 saniyede indirilerek histeresiz alanların oluşumu sağlanmıştır. Dinlenmedeki verim değeri yönteminde ise karıştırma fo0 saniye 0.03 rps karıştırma hızında karıştırılmıştır. Ölçümler 5, 15 ve 30.

dakikalarda tekrarlanmıştır. Geri dönüştürülmüş agrega kullanım oranının artışı ile tiksotropik davranışın arttığı bildirilmiştir (Şekil 2.70, Şekil 2.71). Bu durumun geri dönüştürülmüş agreganın su emme kapasitesinin yüksek olması, hidratasyona katılabilecek çimento esaslı ince malzeme içermesinden kaynaklandığı bildirilmiştir. Yüksek düzeyde tiksotropik bir KYB katmanlar arasındaki gecikme süresine bağlı olarak düşük bir katmanlar arası bağ gücü gösterdiği vurgulanmıştır.



Şekil 2.70. a) %0, b) %100 geri dönüştürülmüş agrega içeren karışım, c) Histeresiz alan değerleri değişimi



Şekil 2.71. a) %0, b) %100 geri dönüştürülmüş agrega içeren karışım

Su/Çimento Oranı

Yapılan bir çalışmada (Mostafa ve ark. 2016), su/ çimento oranı değişiminin (0.35, 0.40, 0.45) çimento hamurunun tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla ölçüm kabı ve bobi çapları sırasıyla, 28.911 ve 26.660 mm olan tırtıklı yüzeye sahip eş eksenli silindir reometresi kullanılmiştir. Karışım reometreye yerleştirdikten sonra, düzgün bir şekilde dağılmasını sağlamak için 20 s⁻¹ deformsyon hızına 30 s boyunca tabi tutulmuştur. Ardından 100 s⁻¹'den 0.1 s⁻¹'e 150 saniyede azalan deformasyon hızı uygulanmıştır. Çalışma sonucunda artan s/ç oranı ile tiksotropik davranışın azaldığı ancak yanal basıncın arttığı bildirilmiştir (Şekil 2.72).



Şekil 2.72. Hamur karışımlarının s/ç oranına bağlı olarak yanal basınç değişimi (Mostafa ve ark. 2016)

Yapılan bir diğer çalışmada (Kim ve ark. 2017), 0.35 ve 0.6 su/çimento oranına sahip çimento esaslı malzemelerin tiksotropik davranışının pompalama işlemleri sırasında maruz kaldığı farklı basınç değerlerine bağlı değisimi incelenmiştir. Bu amaçla, yüksek basınç hücreli, iç silindir yarıçapı 17.5 mm dış silindir çapı 19.5 mm olan geleneksel eş merekezli silindir tipi ölçüm kabına sahip rotasyonel reometre kullanılmıştır (Şekil 2.73). Karışımlar, saha testlerine dayalı gerçek bir pompalama işleminin koşullarını simüle eden bir protokole göre test edilmiştir. Bu doğrultuda, reolojik parametreler Sekil 2.74 te de gösterilen 3 farklı basınç değerinde ölçülmüstür. Referans değeri olan ilk reolojik ölçümü atmosfer basıncında gerçekleştirilmiştir. Pompalama esnasında oluşan 0 ila 30 MPa arasındaki basınç seviyeleri deneysel olarak simüle edilmiştir. İkinci reolojik ölçümü, 30 MPa basınç altında yapılmıştır. Üçüncü ölçüm ise, 4 dakika yüksek deformasyon hızının (1200 s⁻¹) uygulanmasının ardından 30 MPa altında gerçekleştirilmiştir. Su-çimento oranının 0.35 olduğu durumlarda, uygulanan yüksek basınçların reolojik parametrelerinin değişimine yol açtığı ancak, s/ç oranının bu değerinüzerinde olduğunda değişikliklerin ihmal edilebilir olduğu sonuçlardan anlaşılmıştır. Ayrıca, düşük su-çimento oranlarında, çimento hamurunun tiksotropi davranışı, basınç uygulandıktan sonra reopeksiye dönüştüğü bildirilmiştir.



Şekil 2.73. a) Yüksek basınçlı bir hücrenin şematik diyagramı, b) Reometredeki yüksek basınç hücresi (Kim ve ark. 2017)



Şekil 2.74. a) Reolojik ölçümünün tiksotropik alan değerleri b) Atmosfer basıncında c) 30 MPa basınç değerinde (Kim ve ark. 2017)

Yapılan bir başka çalışmada (Petkova ve Samichkov 2007), farklı s/ç oranı değişiminin çimentolu sistemlerin tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, 0.40, 0.45 ve 0.50 olmak üzere 3 farklı s/ç oranına sahip harç karışımı hazırlanmıştır. Reolojik ölçümlerde, dış silindirin yarıçapı 1.085 cm ve iç silindirin yarıçapı 0.85 cm olan deformasyon hızı kontrolllü rotasyonel koaksiyel bir silindir viskozimetre ('Rheotron–Brabender) kullanılmıştır. Karışımların s/ç oranı artışı ile histeresiz alan değerlerinin azaldığı Şekil 2.75'ten anlaşılmıştır.



Şekil 2.75. S/ç oranına bağlı olarak histeresiz alan değişimleri a) s/ç=0.40, b) s/ç=0.45, c) s/ç=0.50 (Petkova ve Samichkov 2007)

Su/ bağlayıcı (0.35, 0.42, 0.50) oranı değişiminin KYB'nin tiksotropik davranışına ve yanal basınca etkisi Tuyan ve ark. (2018) tarafından incelemiştir. Bu amaçla Şekil 90'da gösterilen reometre kullanılmıştır. Tiksotropi testleri, KYB karışımlarının hazırlanmasından hemen sonra, karıştırmadan 90 ve 150 dakika sonra olmak üzere 3 farklı zaman peryodinde gerçekleştirilmiştir. KYB karışımlarının tiksotropisi, "yapısal parçalanma alanı" (structural breakdown area) (Lapasin vd, 1983), "kırılma yüzdesiyaş" (break-down percent-age) (Lin 1975), "görünür viskozitede düşüş" (drop in apparent viscosity) (Assaad 2005) ve "dinlenmedeki verim değeri" (yield value at rest)(Dzuy ve ark. 1985) yöntemleri olmak üzere dört farklı yaklaşım ile belirlenmiştir. Karışımların tiksotropi değerlerinin s/ç oranı arttıkça azaldığı, yanal basıncın ise arttığı bildirilmiştir (Şekil 2.76). Bu durumun, süperakışkanlaştırıcı tarafından çimento parçacıklarının dağılmasından kaynaklanabileceği bildirilmiştir. "Görünür viskozitede düşüş" ve "dinlenmedeki verim değeri" yöntemlerinin benzer sonuçlar verdiği anlaşılmıştır. Ancak, "kırılma yüzdesi-yaş" yöntemi ile elde edilen sonuçların diğer yöntemlerden çok farklı olduğuve bu yöntemin KYB karışımlarının tiksotropisini belirlemek için güvenilir bir yaklaşım olmadığı vurgulanmıştır.

Aynı reometre kullanılarak "yapısal parçalanma alanı", "kırılma yüzdesi-yaş"ve "görünür viskozitede düşüş" yöntemlerinin uygulandığı bir diğer çalışmada da (Ahari ve ark. 2015), su/bağlayıcı oranı değişiminin (0.44, 0.50, 0.56) KYB'lerin tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Karışımlarda su içeriğinin artışı ile yapısal bozulma alanlarının azaldığı bildirilmiştir (Şekil 2.77).



Şekil 2.76. Karışımların su/bağlayıcı oranı artışına bağlı olarak yanal basınç değişimi (Tuyan, 2018)



Şekil 2.77. Su/bağlayıcı oranına bağlı olarak yapısal bozulma alanı değerleri değişimi (Ahari ve ark. 2015)

Khayat ve ark. (2006) tarafından gerçekleşen benzer bir diğer çalışmada su/bağlayıcı oranı değişiminin (0.36, 0.40, 0.46) KYB'nin tiksotropik davranışına ve yanal basınca etkisi incelenmiştir. Yapısal parçalanma eğrilerinin (breakdown area) belirlenmesi için karışım, 0.3, 0.5, 0.7 veya 0.9 rps'lik sabit dönme hızlarına tabi tutulmuştur. Su/bağlayıcı oranı 0.46 olan karışımın yapısal parçalanma alanı değeri $155 \pm 20 \text{ J/m}^3 \cdot \text{s}$ olarak ölçülmüştür. Ancak, bu değerin 0.36 ve 0.40 su/bağlayıcı oranına sahip karışımlarda $320 \pm 20 \text{ J/m}^3 \cdot \text{s}$ olarak daha yüksek ölçüldüğü vurgulanmıştır.

Fall cone test ile yapılan bir diğer çalışmada ise (Baz 2021), su/çimento oranı değişiminin (0.41, 0.43, 0.45, 0.47) çimento hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Su içeriğinin artışı ile karışımların zamana bağlı toparlanma davranışının yani tiksotropik davranışının azaldığı bildirilmiştir (Şekil 2.78).



Şekil 2.78. S/ç oranı artışı ile yapısal toparlanma değerleri değişimi (Baz 2021)

Sonuç olarak, KYB'nin hem yanal basıncı hem de tiksotropi değerlerinin su/bağlayıcı oranından önemli ölçüde etkilendiği, su/bağlayıcı oranının artışı ile tiksotropik davranışın azaldığı ve yanal basıncın arttığı bildirilmiştir. Bu durum, artan su ve hamur hacmi ile iri agrega hacminin azalması sonucunda iç sürtünme derecesini azalmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır (Khayat 2006). Ayrıca, bu davranışın çimentolu sistemlerin su içeriğinin artması ile paketleme yoğunluğunun azalması ve daha zayıf bir iç sürtünme oluşmasına bağlı olarakortaya çıktığı vurgulanmıştır. Ayrıca, çimentolu sistemlerin yapısal düzenindeki farklı azalma derecesini belirleyen yapı bağlarının farklı başlangıç durumlarından ve doğasından kaynaklandığı vurgulanmıştır (Petkova ve Samichkov 2007). Sonuç olarak, sistemde su miktarının fazla olması çimento tanelerini birbirinden ayırarak CSH bağlarının oluşmasını zorlaştırmaktadır. Böylece, karışımların akma gerilmesinin ve tiksotropik davranışının azalmasına sebep olduğu bildirilmiştir (Baz 2021).

Karıştırma Prosesi

Kolawole (2019) tarafından gerçekleşen bir çalışmada, karıştırma prosesinin karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, 2 farklı karıştırma prosesi uygulanmıştır. İlk grupta, karışımlar hazırlandıktan hemen sonra ve tekrar hazırlanarak herhangi bir ön karıştırma uygulamadan 30 dakika sonra deneye tabi tutulmuştur. İkinci grupta ise karışıma 60 saniye boyunca 0.5 devir/saniyeli ön karıştırma uygulanarak 5, 15 ve 30. dakikalarda aynı karışım üzerinden ölçüm
alınmıştır. Çalışmada Şekil 2.30'da gösterilen ICAR reometresi kullanılmıştır. Tiksotropik davranışın değerlendirilmesi amacıyla karışımlara 0.05 dev/s'den 0.5 dev/s'e artan hızda, 60 saniye bıyunca 0.5 dev/s sabit hız ve son olarak 0.5 dev/s'den 0.05 dev/s'e azalan hızda karıştırma işlemi uygulanarak histeresiz alanlar oluşturulmuştur. Farklı ön karıştırma sürecinin karışımların flokasyon durumunu, oranını ve süresini etkilediği beyan edilmiştir. Farklı karışımlar hazırlanarak 10 ve 30. dakikada yapılan ölçümlerde flokasyon oranının zamanla arttığı, flokasyon karakteristik süresinin zamanla azaldığı bildirilmiştir. Ancak, aynı karışım kullanılarak yapılan ölçümlerde flokasyon oranının zamanla arttığı, flokasyon karakteristik süresinin zamanla arttığı vurgulanmıştır. Farklı dinlenme sürelerinden ve kayma geçmişlerinden sonra histerisiz alanlarının özelliklerinin (tiksotropik-reopektik) değişim gösterdiği bildirilmiştir. Dinlenmeden (bekletilmeden) önce, ön karıştırma uygulaması ile karışımın reopektik hale gelebileceği, ancak dinlenme süresinin artışı ile reopeksisi tiksotropiye dönüşebileceği beyan edilmiştir. Bu davranışların, karışımların dinlenme ve ön karıştırma periyoduna bağlı olarak değişebileceği vurgulanmıştır.

Yapılan bir çalışmada (Williams ve ark. 1999), karıştırma hızının çimento hamurunun reolojik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla karışım 15 saniye el ile, hobart mikseri ile 30 saniye 140 rpm, 1 dakika dinlenme, 5 dakika 285 rpm, yüksek hızlı karıştırıcı (ROSS) ile 500, 1500, 2000 rpm hızlarında 5 dakika karıştırılmıştır. Karışımların reolojik ölçümleri A Rotovisco CV20-N rheometer (Haake, Inc., Karlsruhe, Germany) ile gerçekleştirilmiştir. Tiksotropik davranışın değerlendirilmesi amacıyla karışımlar öncelikle, 30 saniye bekletilmiş, sonrasında ön karıştırma uygulanmıştır. Ön karıştırma 100, 150, 200, 250, 300 s⁻¹ olmak üzere farklı hızlarda gerçekleştirilmiştir. Ön karıştırmanın ardından 1 dakika dinlendirilen karışımlar 60 saniyede 0 s⁻¹'den 300 s⁻¹'e artan ve vine aynı sürede azalan kayma deformasyon hızına maruz bırakılarak histeresiz alanların oluşumu sağlanmıştır. El, hobart ve 500, 1500, 2500 rpm yüksek hızlı karıştırıcı ile karıştırılan, ön karıştırma uygulanmayan karışımların histeresiz alan değerleri sırasıyla, 13.300, 8.800, 13.500, 6.500 ve 4000 J/m³s (Pa.s⁻¹) olarak ölçülmüştür. Yüksek karıştırma hızına (Ross 1500 ve 2500 rpm) maruz kalan karışımların histeresiz alan değerlerinin daha küçük olduğu belirlenmiştir. Bu durum, yapının karıştırma sırasında nispeten daha fazla parçalandığını gösterdiği

vurgulanmıştır. Karıştırma hızlarından bağımsız olarak, uygulanan ön deformasyon hızı artışı ile histeresiz döngüsünün çevrelediği alanın azaldığı vurgulanmıştır. Bu nedenle, ön karıştırma prosedürünün, deformasyon hızı uygulanması ile aglomeraları parçalayarak hamuru daha akıcı hale gelmesini sağlayarak oldukça kontrollü bir karıştırıcı görevi gördüğü bildirilmiştir. Başlangıçta iyi karıştırılmış hamurların ön deformasyon hızına daha az duyarlı olduğu belirlenmiştir. Bu karışımlarda, floküle yapı zaten büyük ölçüde bozulduğu bildirilmiştir. Daha düşük hızla karıştırılan hamur karışımlarında, karıştırmadan sonra oluşan topaklaşmayı parçalamak için daha yüksek bir deformasyon hızı gerektirdiği beyan edilmiştir. Örneğin, yüksek hızlı karıştırıcıda karıştırılmış karışımlarda, 100 s⁻¹ ön karıştırına işleminin ardından histeresiz alanlarının neredeyse sıfıra yaklaştığı ancak, elle karıştırılan hamur karışımı için histerezis döngü alanı, ön deformasyon hızının 200 s⁻¹'i geçtiği durumda bile sıfıra yaklaşmadığı vurgulanmıştır.

Yapılan bir diğer çalışmada, PNS ve 3 farklı PCE katkı kullanılarak hazırlanan karışımlara tırtıklı eş merkezli silindir (CC) geometrisi kullanan Anton Paar MCR 302 reometresi ile iki farklı ölçüm yöntemi uygulanmıştır. İlk olarak suyun çimento ile temasından 15 dakika sonra 120 saniye boyunca 100 s⁻¹'de ön karıştırma uygulanarak karışım bir referans duruma getirilmiştir. Ön karıştırmadan hemen sonra, 25 saniyelik bir süre boyunca 100 s⁻¹'den 10 s⁻¹'e doğrusal olarak azalan bir rampa uygulanmıştır. Akış eğrisinin son bölümünde, 5 saniye boyunca 10 s^{-1} ila 0.1 s^{-1} arasında bir logaritmik rampa gerçekleştirilmiştir. Birinci yöntemde 20. dakikada başlayarak, 20, 35, 60 ve 100 s⁻¹ olmak üzere farklı maksimum kesme hızlarına sahip dört adım bulunmaktadır. Akış eğrilerini elde etmek için, 120 s'lik her sabit deformasyon hızı adımını 15 saniye boyunca doğrusal bir şekilde 10 s⁻¹'e düşürülen bir kayma deformasyon hızı rampası izlemistir. 100 s⁻¹'deki son adım için, 10 s⁻¹'den 0.1 s⁻¹'e logaritmik rampa eklenmistir. Bu ölçüm yönteminde karışım 10, 30 ve 50 dakika dinlendirilmeye bırakıldıktan sonra ölçüm tekrarlanmıştır. İkinci yöntemde ise (P3) yalnızca bir kesme periyodu kullanılmış ve numunede 100 s⁻¹'de dengeye ulaşmak için gereken süreyi dikkate alınmıştır (Şekil 2.79). Dengeye gelme süresi farklı katkı içeren her karışım için farklılık göstermektedir. Bu ölçüm yönteminde de karışım 10, 30 ve 50 dakika dinlendirilmeye bırakıldıktan sonra ölçüm 60, 80 ve 140 dakika boyunca sürdürülmüştür. 100 s⁻¹'de alınan ölçümler

karşılaştırılarak tiksotropik özellik yorumlanmıştır. Viskozitenin ölçümler arasındaki dinlenme süresinden etkilendiği, ancak kullanılan katkılarının işlenebilirlik koruma mekanizmalarına büyük ölçüde bağlı olduğu belirtilmiştir (Ley-Hernández ve Feys 2021).



Şekil 2.79. Karışımların reolojik parametrelerinin incelenemsi için uygulanan deformasyon hızı geçmişi

Yapılan bir çalışmada (Felekoğlu 2009), uygulanan deformasyon hızının karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, Şekil 2.80'de gösterildiği gibi, sabit deformasyon hızı kademeli olarak uygulanmıştır. Reoloji ölçümlerde bilye tipi reometre kullanılmıştır. İlk olarak bilye, karışım içinde 1s⁻¹ sabit deformasyon hızında 2 dakika boyunca dödükten hemen sonra aniden deformasyon hızı 5s⁻¹'e çıkarılıp 2 dakika daha bilyenin dönmesi devam etmiştir. Benzer şekilde, deformasyon hızı 10s⁻¹, 20s⁻¹ ve 35s⁻¹'e çıkartılarak, her bir sabit deformasyon hızında 2'şer dakika boyunca 20'şer ölçüm alınmıştır. Deney, toplam 10 dakikalık sürede tamamlanmıştır. Çimento hamuru karışımları farklı sabit deformasyon hızı uygulama aralıklarında, zamana bağlı olarak tiksotropik veya reopektik davranış gösterebildiği beyan edilmiştir. Düşük sabit deformasyon hızı uygulama aralıklarında viskozitenin zamana bağlı olarak sabit kaldığı (Newtonyen) veya arttığı (reopektik) bildirilmiştir. Bu sonuç, deformasyon hızı şiddetinin çimento hamurunun reolojik davranışını değiştirdiğini ispatladığı beyan edilmiştir.



Şekil 2.80. Karışımların reolojik parametrelerinin incelenemsi için uygulanan deformasyon hızı geçmişi

Yapılan bir çalışmada (Jiao ve ark. 2018), uygulanan deformasyon hızının (1s⁻¹, 15s⁻¹, 30s⁻¹) çimento hamur kaışımlarının tiksotropisine etksi incelenmiştir. Karışımların reolojik özellikleri, mil çapı 40 mm, Kap çapı 41.94 mm ve hacmi 163 ml olan bir koaksiyel silindir dönüşlü reometre kullanılarak ölçülmüştür. Karışım önce 0.1 s⁻¹'de 15 s karıştırılıp daha sonra 15 s boyunca bekletilmiştir. Referans karışımda döngü testi ard arda uygulanmıştır. Karıştırma hızının etkisi Şekil 2.81a'da gösterildiği gibi incelenmiştir. Tiksotropik alan, 0 s⁻¹ ila 100 s⁻¹ arasındaki artan ve azalan eğriler arasında kalan alan aracılığı ile hesaplanmıştır. Karıştırma hızının artışı ile tiksotropik alan değerlerinin azaldığı bildirilmiştir (Şekil 2.81b).



Şekil 2.81. a) Çalışmada kullanılan reoloji ölçüm modeli b) Karıştırma hızına bağlı olarak histeresiz alanları değişimi (Jiao ve ark. 2018)

Yapılan bir çalışmada (Jiao ve ark. 2019) karıştırma prosesi, uçucu kül ve silis dumanı ikamesinin çimento hamuru karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi

karşılaştırılmıştır. Reolojik ölçümler, silindir ile kap arasındaki mesafesi 0.97 mm ve kap ile silindirin yüzeyleri pürüzlendirilmiş olan bir koaksiyel rotasyonel reometre kullanılarak (RheolabQC, Anton Paar) gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla, Şekil 2.82'de gösterilen yöntem uygulanmıştır. Uçucu kül ikamesi ile tiksotropik davranışın azaldığı silis dumanı ikamesi ile arttığı bildirilmiştir. Betonun sürekli kesen transmikser ile taşınması düşük kesme hızında, reolojik parametreleri evrimini erteleyemediği vurgulanmıştır. Hidratasyon oranını önemli ölçüde azaltan uçucu külün yüksek oranda çimento ile ikame edilmesi reolojik parametrelerinin gelişimini ertelemede etkili bir yöntem olduğu bildirilmiştir (Şekil 2.83).



Şekil 2.82. Çalışmada kullanılan reoloji ölçüm modeli (Jiao ve ark. 2019)



Şekil 2.83. Karıştırma proesesi, uçucu kül ve silis dumanının çimento ile ikamesinin karışımlarının tiksotropik davranışa etkisi (Jiao ve ark. 2019) a) 5 dk b) 60 dk c) 110 dk

Sıcaklık

Yapılan bir çalışmada (Huang ve ark. 2019), ortam sıcaklığı değişimi (10 °C, 20 °C ve 40 °C), uçucu kül, cüruf, silis dumanı, nanaokarbonat ve nanosilis kullanımının çimento hamur karışımlarının tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Reolojik ölçümlerde, silindirin iç çapı 4.194 cm olan koaksiyel silindirli döner reometre kullanılmıştır. Reolojik testler yapılmadan önce, tüm hamur karışımları aynı başlangıç durumlarına ulaşmaları için 60 sn boyunca 100 s⁻¹ deformsyon hızına tabi tutulmuştur. Makismum değerin kaydedildiği statik kayma gerilmesi testleri 30 s boyunca 0.02 s⁻¹'lik sabit bir kayma defromasyon hızının uygulanması ile gerçekleştirilmiştir. Ölçüm, 10 °C veya 20 °C durumunda 120 dakikaya kadar her 15 dakikada bir, 40 °C durumunda 5 dakikada bir tekrarlanmıştır. Mineral katkıların, çimento hamurunun yapısal oluşumunun sıcaklığa bağlı değişimini etkilediği bildirilmiştir. Bu durumun, mineral katkıların farklı

sıcaklıklarda hidratasyon kinetiği üzerindeki fark etkilerinden kaynaklandığı vurgulanmıştır. Düşük sıcaklıklarda, uçucu kül ve cürufun çimento hamurunun yapısal oluşumunda bir dezavantaja neden olduğu bildirilmiştir. Ancak, yüksek sıcaklığın, cürufun yapısal toparlanma üzerinde olumlu bir etkiye sahip olmasını sağladığı vurgulanmıştır. Nano silis ve nanokarbonatın ise CSH oluşumu üzerinde olumlu bir etkiye sahip olduğu ve bu nedenle bu her üç sıcaklıkta da çimento hamurunun daha hızlı toparlanmasına neden olduğu bildirilmiştir. Silis dumanı ilavesi ise 20 ve 40 °C'de yapısal toparlanma oranını arttırırken, 10 °C'de azalttığı beyan edilmiştir.

Yapılan bir diğer çalışmada (Link ve ark. 2020), sıcaklık değişiminin (10, 20, 30°C) karışımların tiksotropik davranışa etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, reolojik ölçümler, bir ThermoFisher Haake MARS 60 reometresi (ThermoFisher Scientific, Karlsruhe, Almanya) ile kayma gerilmesi kontrollü olarak gerçekleştirilmiştir. Ölçüm sırasında numune sıcaklığının sabit durmasını sağlayan bir temperleme ünitesi ile donatılmıştır. Bu çalışmada, rotasyonel ve salınımlı ölçümlerin bir kombinasyonundan oluşan reolojik ölçüm modeli kullanılmıştır (Şekil 2.84). Reolojik ölçümler çimento-su teması anından 15, 30, 60, 120 ve 180 dakika sonra tekrarlanmıştır. Sıcaklık artışı ile tiksotropik davranışın arttığı bildirilmiştir.



Şekil 2.84. Yüksek ve düşük gerilim seviyelerine sahip geri kazanım aşamaları (RP'ler) ile karakterize edilen yükleme aşamalarından (LP'ler) oluşan reometre ölçüm dizisi (Link ve ark. 2020)

Ortam sıcaklığının kolloidal etkileşimler ve hidratasyon kinetiği ve dolayısıyla çimento esaslı malzemelerin tiksotropik yapısal oluşumu üzerinde önemli bir etkisi olduğu bildirilmiştir. Artan sıcaklık, susuz klinker fazlarının çözünme hızını arttırdığı beyan edilmiştir (Lothenbach ve ark. 2007, Zhang ve ark. 2020). Fiziksel etki açısından, bir yandan iyonik konsantrasyonun artması ve çok sayıda ince parçacığın üretilmesi, katı parçacıklar arasındaki çekici etkileşimleri geliştirdiği ve öte yandan, Brown hareketinin artan sıcaklıkla arttığı bildirilmiştir. Kimyasal açısından ise çimento esaslı malzemelerin hidratasyon hızı, artan sıcaklıkla artarakdaha fazla hidratasyon ürünü oluşumuna sebep olmaktadır. Çimento parçacıkları arasındaki erken hidratasyon ürünlerinin köprülerinin sayısının ve boyutunun artması, tiksotropik yapı oluşumunun iyileştirilmesi üzerinde olumlu bir etki yaratmaktadır. S (mevcut durumda $SO_4^{2^-}$ olarak meydana gelir) iyonu konsantrasyonları, kükürtün açık sıcaklık bağımlılığı göstermesiyle birlikte sürekli olarak azalır. Kükürt konsantrasyonundaki düşüş, etrenjit oluşumunu gösterdiği bilinmektedir. Böylece, artan sıcaklıkla etrenjit içeriğinin arttığı bildirilmiştir. Ayrıca sıcaklık artışı ile C-S-H jeli oluşumunun arttığı vurgulanmıştır. Artan sıcaklıkla, karışımların kayma gerilmesi ve yapısal geri kazanım oranı değerlerinin arttığı bildirilmiştir. Bu da hamur yapısında oluşan kümelenmelerin dağıtılması için artan sıcaklıkla daha yüksek gerilmelerin gerekli olduğunu gösterir. Bu artış, flokülasyon yapısının mukavemetinin, çimento partiküllerinin hidratasyonundan güçlü bir şekilde etkilendiği sonucunun çıkarılmasını sağlar. Sonuç olarak, çimentolu sistemlerin flokülasyon hızının sıcaklıkla arttığı vurgulanmıştır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Bu çalışmada, metakaolin (MK) kullanımının farklı C₃A içeriğine sahip çimentolar ile üretilen yüksek akışkanlık özelliğine sahip hamur ve harç karışımlarının bazı taze hal ve reolojik özelliklerine etkisi incelenmiştir. Çalışmada kullanılan malzemelerin özellikleri ve uygulanan deneylerin prosesi bu bölümde anlatılmıştır.

3.1. Malzeme

Bu bölümde, deneysel çalışmada kullanılan malzemelerin kimyasal bileşimi ve fiziksel özelikleri ile çimento hamuru ve harç karışımlarında kullanılan malzeme miktarları verilmiştir.

3.1.1 Çimento

Daha önce de vurgulandığı gibi, çalışma kapsamında aynı hammaddeden üretilmiş ancak, farklı C₃A oranına sahip TS EN 197-1 "Çimento- Bölüm 1: Genel Çimentolar-Bileşim, Özellikler ve Uygunluk Kriterleri" Standardına uygun, 4 CEM I çimentosu kullanılmıştır. Bu amaçla, C₃A oranları %2.13, %3.60, %6.82 ve %9.05 olan çimentolar Oyak Çimento Fabrikasından temin edilmiştir. Çimentoların, Oyak Fabrikası-Bolu Şubesi Kalite Kontrol Laboratuvarı tarafından gerçekleştirilen kimyasal ve fiziksel özellikleri sırasıyla, Çizelge 3.1'de verilmiştir.

| Oksit (%) | %2.13 C ₃ A | %3.60 C ₃ A | %6.82 C ₃ A | %9.05 C ₃ A |
|--------------------------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| SiO ₂ | 18.94 | 19.58 | 19.73 | 20.15 |
| Al ₂ O ₃ | 4.33 | 4.72 | 5.19 | 5.53 |
| Fe ₂ O ₃ | 5.53 | 5.27 | 4.10 | 3.31 |
| CaO | 61.67 | 60.62 | 62.62 | 62.68 |
| MgO | 1.55 | 1.77 | 1.75 | 1.69 |
| SO ₃ | 2.82 | 2.66 | 2.36 | 3.10 |
| Na ₂ O | 0.31 | 0.32 | 0.36 | 0.26 |
| K ₂ O | 0.57 | 0.54 | 0.57 | 0.58 |
| Cľ | 0.0375 | 0.0417 | 0.0436 | 0.0495 |
| Serbest CaO | 0.75 | 0.86 | 1.11 | 0.70 |
| C ₃ A | 2.13 | 3.60 | 6.82 | 9.05 |
| C ₃ S | 58.98 | 47.60 | 52.96 | 48.42 |
| C ₂ S | 9.80 | 20.22 | 16.61 | 21.25 |
| C ₄ AF | 16.83 | 16.04 | 12.48 | 10.07 |
| | | Fiziksel özelikl | er | |
| Özgül ağırlık | 3.21 | 3.20 | 3.17 | 3.1 |
| Özgül yüzey (Blain, cm ² /g) | 3786 | 3754 | 3659 | 4259 |
| 0.045 mm elekte kalıntı (%) | 4.3 | 4.4 | 3.0 | 2.9 |

Çizelge 3.1. Çimentoların fiziksel ve kimyasal özelikleri

3.1.2. Metakaolin

Çalışma da kullanılan metakaolin Kaolin Endüstriyel Mineraller San. ve Tic. A.S. tarafından temin edilmiştir. Kullanılan metakaolinin üretici firma tarafından temin edilen kimyasal ve fiziksel özellikleri Çizelge 3.2'de gösterilmiştir. ASTM C311 (2013) "Standard Test Methods for Sampling and Testing Fly Ash or Natural Pozzolans for Use in Portland-Cement Concrete" Standardına uygun olarak belirlenen metakaolinin puzolanik aktivite indeksi değeri Çizelge 3.2'de verilmiştir.

| | Oksit (%) | | | | | | | | | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|----------|--------------------------------|------------------|------------------------------|----------|-----------------|------------------|-----------|-------------------|
| SiO ₂ | A | l_2O_3 | Fe ₂ O ₃ | TiO ₂ | CaO | MgC |) K | K ₂ O | Ν | Na ₂ O |
| 56.10 |) 4 | 0.23 | 0.85 | 0.55 | 0.19 | 0.16 | i 0 | .51 | | 0.24 |
| | | | | Kızdı | rma K | aybı (1 | 1000 | °C) | | |
| | | | | | 1 | .10 | | | | |
| | | | | Mine | ral Ko | mpozi | syor | <u>1 %</u> | | |
| quartz~ | ~8 m | ika~4 | kao | linit | Amo | orf faz- | ~87 | | diğe | er~1 |
| | | | Isl | ak 0.04 | 15 mm | elekte | kal | ıntı (%) | | |
| | | | | | 0 | .70 | | | | |
| Parçacık Tane Dağılımı 5120, % | | | | | | | | | | |
| < 45 | < 32 | < 2 | 20 < | 10 | < 7 | < 5 | < 2 | < 1 | < 0.5 | 150 |
| μm | μm | μr | n µ | m j | um | μm | μm | μm | μm | a50, μm |
| 99.3 | 99.0 | 96 | .9 89 | 9.1 8 | 31.1 <i>′</i> | 71.9 | 45.8 | 3 32.2 | 18.4 | 2.395 |
| Puzolanik indeksi /Chapelle test/, mgCa(OH) ₂ /g Özgül yüzey alanı BET, m ² /g | | anı | Özgül ağırlık | | Yağ absorpsiyonu, g/100 g | | | | | |
| | 1359 |) | | 14 | 4.6 | | 2.52 43 | | 43 | |
| | | | | Ŋ | lğın Y | oğunl | uğu | | | |
| | Sıkıştı | rılmış | yığın yo | ğunluğ | ģu | | | Gevşek | yığın yoğ | ğunluğu |
| | | (|).74 | | | | 0.47 | | | |
| | | | | | Renk | Bilgile | eri | | | |
| ISC |) Parl | aklığı ' | % | | Sarılı | k % | Parlaklık, Ry % | | | |
| | 61. | 72 | | | 23. | 57 | | | 7 | 3.63 |
| | | | | Puzol | anik A | ktivite | e İnd | leksi | | |
| | 7 günl | ük % | | , | 28 gün | lük % | | 90 günlük % | | |
| <u> </u> | | 5.0 | | | 127 | 7.2 | | 131.3 | | |

Çizelge 3.2. Metakaolinin fiziksel ve kimyasal özelikleri

3.1.3. Kum

Harç karışımlarının üretiminde en büyük tane boyutu 2 mm olan kireçtaşı agregası kullanılmıştır. Kullanılan agreganın görünür tane yoğunluğu (ρ_a), etüvde kurutulmuş tane yoğunluğu (ρ_{rd}), doygun-yüzeyi kurutulmuş tane yoğunluğu (ρ_{ssd})ve 24 saatlik su emme (**WA**₂₄) değerleri TS EN 1097-6 "Agregaların Mekanik ve Fiziksel Özellikleri için Deneyler Bölüm 6: Tane Yoğunluğu ve Su Emme Oranının Tayini" Standardına uygun olarak piknometre deneyi ile ölçülmüştür. Söz konusu özellikler, sırasıyla, Denklem 3.1, 3.2, 3.3 ve 3.4 kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen değerler Çizelge 3.3'te verilmiştir. Ayrıca, kullanılan agreganın gradasyon eğrisi Şekil 3.1'de gösterilmiştir.

$$\rho_{a} = M4/(M4 - (M2 - M3)) \tag{3.1}$$

$$\rho_{\rm rd} = M4/(M1 - (M2 - M3)) \tag{3.2}$$

$$\rho_{ssd} = M1/(M1 - (M2 - M3))$$
(3.3)

$$WA_{24} = (100X(M1 - M4))/M4$$
 (3.4)

Burada,

M1: yüzeyi kuru suya doygun agrega ağırlığını,

M2: piknometre+su+kum+kapak ağırlığını,

M3: piknometre+su+kapak ağırlığını,

M4: yüzeyi ve boşlukları kuru agrega ağırlığını göstermektedir.

| Cizelge 3.3. | Kullanı | lan agreganın | bazı | fiziksel | özell | likl | eri |
|--------------|---------|---------------|------|----------|-------|------|-----|
| 3 . 8 | | 00 | | | | | |

| Görünür özgül | Etüv kurusu özgül | Doygun kuru yüzey | Su emme |
|---------------|-------------------|-------------------|----------------|
| ağırlığı | ağırlığı | özgül ağırlığı | kapasitesi (%) |
| 2.744 | 2.716 | 2.726 | 0.37 |



Şekil 3.1. Çalışmada kullanılan agreganın gradasyon eğrisi

3.1.4. Su Azaltıcı Katkı

Çalışma kapsamında istenilen akışkanlığı sağlamak için TS EN 934-2+A2 "Kimyasal Katkılar - Beton, Harç ve Şerbet için - Bölüm 2: Beton Kimyasal Katkıları - Tarifler,

Gerekler, Uygunluk, İşaretleme ve Etiketleme" Standardına uyguntek tip polikarboksilateter esaslı yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanılmıştır. Kullanılan katkının görünümü Şekil 3.4'te ve üretici firma tarafından verilen bazı özelikleri Çizelge 3.4'te verilmiştir.

Çizelge 3.4. Polikarboksilat eter esaslı yüksek oranda su azaltıcı katkı özelikleri

| Yoğunluk | Katı Madde | рН | Klorür | Alkali |
|----------------------|----------------|--------|----------------|--------------------------------|
| (g/cm ³) | İçeriği (%) | Değeri | İçeriği (%) | Oran, (%) Na ₂ O |
| 1.060 | 32 | 2-5 | < 0.1 | <10 |

3.2. Karışımların Hazırlanması

Tüm hamur, harç ve beton karışımlarının hazırlaması ve deneyleri, sıcaklığı 20±2°C'de sabit tutulan odada gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, ortam sıcaklığı etkisini en aza indirmek amacı ile karışımların hazırlanmasından 24 saat önce karışımda kullanılan tüm malzemeler karışımın hazırlanacağı sıcaklık kontrollü odada bekletilmiştir.

3.2.1. Çimento Hamuru Karışımlarının Hazırlanması

Tüm çimento hamuru karışımlarında toplam bağlayıcı hacmi sabit tutulmuştur. Her bir çimento tipi için toplam bağlayıcı hacminin %0, %3, %6, %9 ve %12'si oranlarında MK, çimento ile ikame edilerek 5 seri çimento hamur karışımı hazırlanmıştır. Böylece, toplam 20 adet farklı hamur karışımı üretilmiştir.

Çimento C_3A oranı ve metakaolin miktarının karışımların priz süresine etkisini belirlemek için karışım oranları Çizelge 3.5'te gösterilen hamur karışımları üretilmiştir. Tüm karışımlarda, Şekil 3.2'de gösterilen manuel vikat kullanılarak sondanın taban plakası ile mesafi 5-7 mm arasında olacak şekilde su/bağlayıcı oranları belirlenmiştir. Karışımların isimlendirmesi çimento C_3A oranı ve metakaolin içeriğine göre yapılmıştır. Örneğin metakaolin içeremeyen C_3A oranı %2.13 olan çimento ile üretilen hamur karışımı $C_{2.13}M_0$ olarak isimlendirilmiştir. Toplam hacmin %12'si kadar metakaolin içeren ve C_3A oranı %3.60 olan çimento ile üretilen hamur karışımı $C_{3.60}M_{12}$ ile gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Manuel vikat cihazı

| Karışım | Çimento | Metakaolin | Su | Su/Bağlayıcı | Sondanın Taban |
|------------------------------------|-------------|------------|------------|--------------|--------------------|
| | (g) | (g) | (g) | | Plakası ile Mesafi |
| | | | | | (mm) |
| C _{2.13} _M ₀ | 500,1 | 0,0 | 157,0 | 0,31 | 6,0 |
| C _{2.13} _M ₃ | 485,0 | 11,8 | 159,0 | 0,32 | 5,0 |
| C _{2.13} _M ₆ | 470,1 | 23,6 | 159,0 | 0,32 | 7,0 |
| C _{2.13} _M ₉ | 455,1 | 35,3 | 161,7 | 0,33 | 7,0 |
| C _{2.13} _M ₁₂ | 440,1 | 47,1 | 163,3 | 0,34 | 5,5 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 498,6 | 0,0 | 151,4 | 0,30 | 6,0 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 483,6 | 11,8 | 152,0 | 0,31 | 5,0 |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 468,6 | 23,6 | 153,0 | 0,31 | 5,0 |
| C _{3.60} _M ₉ | 453,7 | 35,3 | 154,2 | 0,32 | 7,0 |
| C _{3.60} _M ₁₂ | 438,7 | 47,1 | 158,3 | 0,33 | 5,0 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 493,9 | 0,0 | 147,0 | 0,30 | 5,0 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 479,1 | 11,8 | 147,0 | 0,30 | 7,0 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 464,3 | 23,6 | 148,3 | 0,30 | 7,0 |
| C _{6.82} _M ₉ | 449,4 | 35,3 | 150,5 | 0,31 | 7,0 |
| $C_{6.82}M_{12}$ | 434,6 | 47,1 | 158,0 | 0,33 | 5,0 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 483,0 | 0,0 | 156,0 | 0,32 | 5,0 |
| $C_{9.05}M_{3}$ | 468,5 | 11,8 | 156,6 | 0,33 | 5,0 |
| $C_{9.05}M_6$ | 454,0 | 23,6 | 157,1 | 0,33 | 7,0 |
| C _{9.05} _M ₉ | 439,5 | 35,3 | 162,5 | 0,34 | 6,5 |
| C _{9.05} _M ₁₂ | 425,0 | 47,1 | 170,2 | 0,36 | 5,5 |

Çizelge 3.5. Priz süresinin tayininde üretilen hamur karışımlarının içerdiği malzeme miktarı

Karışımlarının Marsh-hunisi akış süresi ve mini-çökme değerlerinin belirlenmesi için s/ç oranı 0.35 olan hamur karışımları hazırlanmıştır. Bu oranın seçiminde, Aïtcin (2004) tarafından Marsh-hunisi akış süresinin belirlenemsi için önerilen 0.35-0.40 s/ç oranı dikkate alınmıştır. Her karışım için bağlayıcı ağırlığının %0.5'i ile %2.0'ı arasında değişen 7 farklı oranda yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanılmıştır. Tüm karışımların eşit şartlarda hazırlanması için aşağıda özetlenen prosesler uygulanmıştır:

- 1. Kimyasal katkı su ile 30 saniye boyunca 62 devir/dakika (yavaş) hızla karıştırılmıştır.
- Mikser durdurulup, çimento eklenip 30 saniye boyunca 62 devir/dakika (yavaş) hızla karıştırılmıştır.
- 3. Mikser durdurulup, mikser kabının kenarına yapışan ve karışmayan çimento taneleri kaşık ile temizlenmiştir.

4. Daha sonra 2 dakika boyunca 125 devir/dakika (hızlı) hızla karıştırılmıştır.

Hamur karısımlarının reolojik özellikleri tek bir su/bağlayıcı (s/b) oranına sahip karışımlarda ölçülmesi planlanmıştır. Bu amaçla, reolojik ölçümleri için s/b oranının seçiminde, priz süresinin tatiyininde eşit batma derinliğine sahip en düşük (0.3) ve en yüksek (0.4) s/b oranlarının arasında olmasına dikkate edilmiştir. Bu doğrultuda, 0.32 s/b oranına sahip ve bağlayıcı hacminin %0.38'i (1 gram) oranında yüksek oranda su azaltıcı katkı içeren hamur karışımları hazırlanmıştır. Ancak, C3A oranı %9.05 ve metakaolin içeriği hacimce %12 olan C_{9.05}M₁₂ karışımı aşırı kohezif olduğundan reolojik ölçümü alınamamıştır. Bo doğrultuda, karışımların akışkanlığını arttırma amacı ile s/b oranı ve su azaltcı katkı miktarının artması kararı alınmıştır. Ancak, 0.33 s/b oranı ve bağlayıcı hacminin %0.6'sı (1.5 gram) kadar yüksek oranda su azaltıcı katkı $C_{9.05}M_{12}$ karışımında benzer sebepten dolayı reolojik ölçüm alınamamamıştır. Bu nedenle, s/b oranı 0.35 olarak seçilmiştir. Ancak, 0.35 s/b ve %0.6 (1.5 gram) katkı kullanılarak hazırlanan $C_{3.60}M_0$ ve $C_{9.05}M_{12}$ karışımları reopektik davranış göstermiştir. Karışımların akışkanlığının arttırılması amacıyla 0.36 s/b ve %0.6 (1.5 gram) katkı kullanılarak hazırlanan C_{3.60}M₀ karışımında ise histeresiz alan gözlemlenmemiştir. Histeresiz alanların oluşturulması amacıyla, karışımlar 0.36 s/b ve %0.4 su azalıtıcı katkı miktarı ile hazırlanmıştır. Karışımların üretiminde kullanılan malzeme miktarları Çizelge 3.6'da gösterilmiştir. Tüm karışımların eşit şartlarda hazırlanması için aşağıda özetlenen prosesler uygulanmıştır:

- 1. Karışımda kullanılacak suyun üzerine çimento eklendiği an kronometre yardımı ile başlangıç (0. saniye) olarak kabul edilmiştir.
- 2. Çimento, su ile 30 saniye boyunca 62 devir/dakika (yavaş) hızla karıştırılmıştır.
- 30. saniyede mikser durdurulup, tabana yapışan ve karışmayan hamur varsa kaşık ile sıyrılmıştır. Çimento ağırlığının %0.4'ü (1 gram) yüksek oranda su azaltıcı katkı ilave edilmiştir. Bu işlem tüm karışımlarda 150 saniyede gerçekleştirilmiştir.
- 180. saniyede karışım, iki dakika boyunca 125 devir/dakika (hızlı) hızla karıştırılmıştır. Böylece tüm karışımların hazırlanma süresi 5 dakika olarak sabit tutulmuştur.

- 5. Hazırlanan karışımlar reoloji ölçüm kabına aktarılıp reometre cihazına yerleştirilerek başlangıç reolojik ölçümü gerçekleştirilmiştir.
- 6. Karışımların ilk ölçümünden 20 dakika sonra gerçekleştirilen reolojik ölçümleri söz konusu karışımın 20. dakika reolojik parametreleri olarak belirlenmiştir. Bu amaçla, kronometre 25. dakikaya geldiğinde reolojik ölçümler tekrarlanmıştır.

| Karışım | Çimento (g) | Metakaolin (g) | Su (g) | Su/Bağlayıcı | Katkı Miktarı |
|------------------------------------|----------------|-------------------|-----------|--------------|------------------|
| | | | | | (g) |
| $C_{2.13}M_{0}$ | 800 | 0 | 288 | | |
| $C_{2.13}M_{3}$ | 776,0 | 18,8 | 286,1 | | |
| $C_{2.13}M_{6}$ | 752,0 | 37,7 | 284,3 | | |
| C _{2.13} _M ₉ | 728,0 | 56,5 | 282,4 | | |
| $C_{2.13}M_{12}$ | 704,0 | 75,4 | 280,6 | | |
| C _{3.60} _M ₀ | 797,5 | 0,0 | 287,1 | | 1 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 773,6 | 18,8 | 285,3 | | |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 749,7 | 37,7 | 283,4 | | |
| C _{3.60} _M ₉ | 725,7 | 56,5 | 281,6 | | |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 701,8 | 75,4 | 279,8 | 0.26 | |
| C _{6.82} _M ₀ | 790,0 | 0,0 | 284,4 | 0,50 | 1 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 766,3 | 18,8 | 282,7 | | |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 742,6 | 37,7 | 280,9 | | |
| C _{6.82} _M ₉ | 718,9 | 56,5 | 279,2 | | |
| $C_{6.82}M_{12}$ | 695,2 | 75,4 | 277,4 | | |
| C _{9.05} _M ₀ | 772,6 | 0,0 | 278,1 | | |
| C _{9.05} _M ₃ | 749,4 | 18,8 | 276,6 | | |
| $C_{9.05}M_{6}$ | 726,2 | 37,7 | 275,0 | | |
| C _{9.05} _M ₉ | 703,1 | 56,5 | 273,4 | | |
| C _{9.05} _M ₁₂ | 679,9 | 75,4 | 271,9 | | |

Çizelge 3.6. Reolojik ölçümler için hazırlanan karışımların malzeme miktarları

3.2.2. Harç Karışımlarının Hazırlanması

Harç karışımlarının tasarımı 1dm³ hacim heasbına göre gerçekleştirilmiştir. Tüm karışımlatrda toplam bağlayıcı hacmi sabit tutulmuştur. Her bir çimento için toplam bağlayıcı hacminin %0, %3, %6, %9 ve %12'si oranlarında MK çimento ile ikame edilerek 5 seri harç karışımı hazırlanmıştır. Böylece, farklı C₃A oranı ve metakaolin içeriğine sahip toplamda 20 adet harç karışımı üretilmiştir. Tüm karışımlarda ağırlıkça s/b oranı ve yayılma değeri sırasıyla, 0.485 ve 290±10 mm olarak sabit tutulmuştur. İstenilen yayılma değerini sağlamak için tek tip polikarboksilat-eter esaslı su azaltcı katkı kullanılmıştır. Harç karışımları homojen olarak Hobart mikserinde hazırlanmıştır. Harç karışımlarında kullanılan malzeme miktarları Çizelge 3.7'de verilmiştir.

| Komsim | Çimento | Metakaolin | Su | Kum (SDYK) | Katkı |
|------------------------------------|-------------|------------|------------|------------|-------------|
| Karişim | (g) | (g) | (g) | (g) | (g) |
| C _{2.13} _M ₀ | 500,0 | 0,0 | 242,5 | 1554,9 | 12,31 |
| C _{2.13} _M ₃ | 485,0 | 11,8 | 240,9 | 1559,0 | 12,41 |
| C _{2.13} _M ₆ | 470,0 | 23,6 | 239,4 | 1563,1 | 12,71 |
| C _{2.13} _M ₉ | 455,0 | 35,3 | 237,8 | 1567,3 | 13,28 |
| $C_{2.13}M_{12}$ | 440,0 | 47,1 | 236,2 | 1571,4 | 14,11 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 498,4 | 0,0 | 241,7 | 1556,9 | 12,31 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 483,5 | 11,8 | 240,2 | 1560,9 | 12,49 |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 468,5 | 23,6 | 238,7 | 1565,0 | 13,53 |
| C _{3.60} _M ₉ | 453,6 | 35,3 | 237,1 | 1569,1 | 14,24 |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 438,6 | 47,1 | 235,6 | 1573,2 | 14,8 |
| C _{6.82} _M ₀ | 493,8 | 0,0 | 239,5 | 1562,9 | 12,44 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 479,0 | 11,8 | 238,0 | 1566,8 | 12,61 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 464,1 | 23,6 | 236,5 | 1570,7 | 14,59 |
| C _{6.82} _M ₉ | 449,3 | 35,3 | 235,1 | 1574,6 | 15,85 |
| $C_{6.82}M_{12}$ | 434,5 | 47,1 | 233,6 | 1578,5 | 16,5 |
| C _{9.05} _M ₀ | 482,9 | 0,0 | 234,2 | 1576,9 | 12,56 |
| C _{9.05} _M ₃ | 468,4 | 11,8 | 232,9 | 1580,4 | 12,85 |
| C _{9.05} _M ₆ | 453,9 | 23,6 | 231,6 | 1583,8 | 15,43 |
| C _{9.05} _M ₉ | 439,4 | 35,3 | 230,2 | 1587,3 | 16,64 |
| C _{9.05} _M ₁₂ | 424,9 | 47,1 | 228,9 | 1590,8 | 18.8 |

Çizelge 3.7. Harç karışımları malzeme miktarları

3.3. Yöntem

Tez çalışması kapsamında hamur ve harç karışımları üzerinde uygulanan deneyler ve ilgili standartları bu bölümde kısaca açıklanmıştır.

3.3.1. Hamur Karışımları Üzerinde Uygulanan Deneyler

Hamur karışımlarının priz süresi, Marsh-hunisi akış süresi, mini yayılma değerleri, nihai viskozite ve dinamik EKG gibi reolojik parametreleri belirlenmiştir. Çimento C₃A içeriğinin ve metakaolinin akışkanlaştırıcı katkının adsorpsiyon özelliklerine etkisini belirlemek için toplam organik karbon (TOC) deneyi yapılmıştır. Ayrıca karışımlarının başlangıç ve 25. dakika için kayma gerilmesi/ viskozite - deformasyon hızı grafiklerinden elde edilen histeresiz alanlarının hesaplanması ile tiksotropik davranışı değerlendirilmiştir. Bu bağlamda, araştırmacılar tarafından en çok tercih edilen döngü

yöntemi uygulanmıştır. Ön karıştırma prosedürünün, karıştırma süresinin, uygulanan maksimum deformasyon hızının ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışının karışımların tiksotropik davranışına etkisi araştırılmıştır.

Priz Süresi Tayini Deneyi

Karışımların başlangıç ve bitiş priz süreleri TS EN 196-3 "Çimento deney yöntemleri -Bölüm 3: Priz süreleri ve genleşme tayini" Standardına (2007) uygun olarak belirlenmiştir. Karışımların başlangıç ve bitiş priz süresi Şekil 3.3'te gösterilen otomatik vikat cihazı kullanılarak ölçülmüştür.



Şekil 3.3. Otomatik Vikat Cihazı

Marsh Hunisi Akış Süresi

Hamur karışımlarında uygulanan Marsh-hunisi akış süresi deneyi Aïtcin (2004)'nin önerdiği yöntem dikkate alınarak yapılmıştır. Bu deneyde kullanılan aparat Şekil 3.4'te gösterilmiştir. Marsh-hunisi alt ucu parmakla kapatılarak 945 gram olarak hazırlanan homojen çimento hamuru karışımı ile doldurulmuştur. Karışım ile dolu olan huni, darası alınarak tartının üzerine yerleştirilen kabın üzerine getirilmiştir. Ucu kapatan parmak huniden çekilerek 700 gram karışım boşalana kadar geçen süre ölçülmüştür. Ölçülen süre o karışımın akış süresi olarak belirlenmiştir. Karışımlarda ayrışma oluşana kadar aynı karışıma her seferinde 1.75 gram yüksek oranda su azaltıcı katkı eklenerek (bağlayıcı ağırlığının %0.25'i), deney tekrarlanmıştır. Marsh hunisinden geçiş süresinin belirlenmesi ilkesine dayanan bu deney yönteminde, akış süresinin katkı dozajıyla değişimi incelenerek "doygunluk noktası" belirlenmiştir (Aïtcin, 2004). Çimento hamurunda yüksek oranda su azaltıcı katkı dozajı arttıkça akış süresi azaldığı bilinmektedir. Ancak, belli bir sınırdan sonra katkı dozajının artmasıyla akış süresinde kayda değer bir değişimin olmadığı görülmektedir. Bu dozaj, hazırlanan karışımda kullanılan yüksek oranda su azaltıcı katkının doygunluk noktası olarak tanımlanmaktadır. Ekonomik dezavantajının yanında, bu dozajın üzerinde katkı kullanımı karışımın ayrışmaya karşı direncini azaltabilmektedir. (Mardani-Aghabaglou, 2016).



Şekil 3.4. Marsh hunisi akış süresi deney aparatı

Karışımların mini-çökme değerleri Kantro (1980) tarafından önerilen yönteme uygun olarak belirlenmiştir. Marsh-hunisi deneyi için hazırlanan hamur karışımı mini-çökme deneyinde de kullanılmıştır. Hazırlanan hamur karışımı düzgün bir yüzeyin merkezine konulan, alt iç çapı 38.1 mm, üst iç çapı 19 mm ve yüksekliği 57.2 mm olan kesik konik biçimli bir aparatın içine doldurulmaktadır (Kantro, 1980). Konik biçimli aparat düşey olarak yavaşça kaldırılarak yayılmanın tamamlanması için bir süre (10-20 sn) beklenmektedir. Daha sonra cetvel yardımıyla birbirine dik iki doğrultuda yayılma çapı

ölçülerek ortalaması alınıp kaydedilmektedir. Mini-çökme deneyinde kullanılan aparat Şekil 3.5'te gösterilmiştir. Ayrıca karışımların sıcaklık değeri Şekil 3.6'da gösterilen aparat yardımı ile ölçülmüştür.



Şekil 3.5. Mini çökme deneyinin yapılışı



Şekil 3.6. Karışımların sıcaklığının ölçülmesi

Toplam Organik Karbon (TOC) Ölçümleri

Akışkanlaştırıcı katkının çimento ve metakaoline adsorpsiyon miktarı, TOC analizörü kullanılarak Li ve ark. (2005) tarafından tarif edildiği şekilde belirlenmiştir.

Karışımların TOC analizi ile adsorpsiyon ölçümleri, 16 g çimento veya metakaolin örneği üzerine 32 g ilave edildikten sonra ekstraksiyon işlemi yapılması ile gerçekleştirilmiştir.

Reolojik Ölçümleri

Karışımların reoloji ölçümleri Şekil 3.7'de gösterilen ve bilyeli ölçüm sistemine sahip (Ball measuring system-BMS) reometre kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Schatzmann ve ark. 2004, Schatzmann ve ark. 2003; Felekoğlu 2014, Mardani-Aghabaglou 2016, Mardani-Aghabaglou ve ark. 2021, Mardani-Aghabaglou ve ark. 2017, Altun ve ark. 2021, Özen ve ark. 2021). Ölçümlerde, 8 mm çapa sahip bilye kullanılmıştır. Reolojik ölçümlerinin statik ve dinamik olarak 2 farklı yaklaşım ile ölçüldüğü bilinmektedir (Mardani-Aghabaglou, 2016). Bu çalışmada, reolojik parametreleri dinamik yaklaşım ile ölçülmüştür. Histeresiz eğrilerinin oluşturulması için belirli sabit bir akma belki makrosunun mevcut olmadığı çok çeşitli akma makrolarından faydalandığıliteratürden anlaşılmıştır (Wallevik 2006, Westerholm ve ark. 2007, Hanehara ve Yamada 2008, Felekoğlu 2009, Vyšvařil ve ark. 2021). Bu çalışmada uygulanan deformasyon hızı ölçüm modeli, Mardani-Aghabaglou ve arkadaşları (2021 a, 2021 b) tarafından kullanılan ölçüm modelininin modifiye edilmesi ile elde edilmiştir. Daha önce de beyan edildiği gibi, karışımların tiksotropik davranışlarının incelenmesinde döngü yönteminden faydalanmıştır. Ayrıca, ön karıştırma prosedürü, karıştırma süresi, uygulanan maksimum deformasyon hızı ve 1 saniyedeki deformasyon hızı artışı parametrelerinin karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir. Çalışma kapsamında uygulanacak tüm döngü yöntemleri Şekil 3.8'de özetlenmiştir. Burada, incelenen her parametre ile kısaca bilgi verilmiştir;



Şekil 3.7. Çalışmada kullanılan reometre ve ölçüm kabı

Ön Karıştırma Prosedürünün Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi

Bu amaçla, ölçüm yapılan deformasyon hızı ve uygulama süresi sabit kalacak şekilde 4 farklı koşulda ön karıştırma uygulanarak karışımların tiksotropik özellikleri belirlenmiştir. Bu bağlamda, her biri 4 farklı periyottan oluşan yöntem 1-4 uygulanmıştır.

Yöntem 1:

1. Periyot (1.p): Bu periyot, mikserde karıştırma esnasında geçmiş kayma gerilmesini (shear history) ortadan kaldırmak için uygulanmıştır. 5 s⁻¹ sabit bir deformasyon hızı ile bilye karışım içinde 30 saniye boyunca döndürülmüştür.

2. Periyot (2.p): Karışım 30 saniye boyunca bekletilmiştir.

3. Periyot (3.p): Bu periyot akma eğrisinin çıkış kısmının oluşturulması için gerçekleştirilmiştir. Deformasyon hızı 0'dan 35s⁻¹'e 145 saniyede arttırılmıştır.

4. Periyot (4.p): Bu periyot akma eğrisinin iniş kısmının oluşturulması için uygulanmıştır. Deformasyon hızı 35s⁻¹'den 0'a 145 saniyede azaltılmıştır. Periyodun sonunda karışımın dinamik (akış halinde) eşik kayma gerilmesi (DEKG) ölçülmüştür.

Yöntem 2:

Yöntem 1'deki 1. periyot ve 2. periyodun yeri değiştirilerek ön karıştırmadan sonra karışımın bekletilmeden ölçüme tabi tutulmasının tiksotropik davranışına etkisi belirlenmiştir.

Yöntem 3 ve 4:

Yöntem 2'deki 2. Periyotta ön karıştırma esnasında uygulanna 5 s⁻¹ deformasyon hızı 25 ve 50 s⁻¹'e arttırılmıştır. Böylece, ön karıştırma esnasında uygulanan defrormasyon hızı miktarının karışımların tiksotropik davranışına etkisi kıyaslanmıştır.

Karıştırma Süresi ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hızı Artışının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi

Bu amaçla, karışımlara uygulanan karıştırma süresi ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışı miktarının değiştirilerek söz konusu parametrelerin karışımların tiksotropik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Bu bağlamda, her biri 3 periyottan oluşan Yöntem 5-8 uygulanmıştır.

Yöntem 5:

1. Periyot (1.p): Bu periyot, mikserde karıştırma esnasında geçmiş kayma gerilmesini (shear history) ortadan kaldırmak için uygulanmıştır. 5 s⁻¹ sabit bir deformasyon hızı ile bilye karışım içinde 30 saniye boyunca döndürülmüştür.

2. Periyot (2.p): Bu periyot akma eğrisinin çıkış kısmının oluşturulması için gerçekleştirilmiştir. Deformasyon hızı 0'dan 40s⁻¹'e 40 saniyede arttırılmıştır.

3. Periyot (3.p): Bu periyot akma eğrisinin iniş kısmının oluşturulması için uygulanmıştır. Deformasyon hızı 40s⁻¹'den 0'a 40 saniyede azaltılmıştır. Bu periyodun sonunda malzemenin dinamik (akış halinde) eşik kayma gerilmesi ölçülmüştür.

Yöntem 6-8'de Yöntem 5'teki 3 ve 4. periyotlarda uygulanan 40 saniye karıştırma süresi sırasıyla, 80, 120 ve 160 saniyeye çıkarılmıştır. Böylece yöntem 5-8 kapsamında elde edilen veriler kıyaslanarak karıştırma süresi ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışının karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir.

Uygulanan Maksimum Deforasyon Hızı ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi

Bu amaçla, deformasyon hızı ve süresi değiştirilerek söz konusu parametrelerin karışımların tiksotropik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Bu bağlamda, her biri 3 periyottan oluşan Yöntem 9 ve 11 uygulanmıştır.

Yöntem 9 ve 11: Bu yöntemlerde süre değişmeden yöntem 7'deki 3 ve 4. periyotlarda uygulanan 40 s⁻¹ deformasun hızı sırasıyla, 60 ve 80 s⁻¹'e çıkarılmıştır. Böylece, yöntem 7, 9 ve 11 kapsamında elde dilen veriler kıyaslanarak deformasyın hızı ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışının karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir.

Uygulanan Maksimum Deformasyon Hızı ve Karıştırma Süresinin Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi

Bu amaçla, deformasyon hızı miktarı ve uygulanan süresi değiştirilerek söz konusu parametrelerin karışımların tiksotropik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Bu bağlamda, her biri 3 priyottan oluşan yöntem 9 ve 10 uygulanmıştır.

Yöntem 9: Yöntem 6'da uygulan 80 saniye karıştırma süresi 120 saniyeye, 40 s⁻¹ deformason hızı 60 s⁻¹'e çıkarılmıştır.

Yöntem 10: Yöntem 6'da uygulan 80 saniye karıştırma süresi 160 saniyeye, 40 s⁻¹ deformasyon hızı 80 s⁻¹'e çıkarılmıştır. Böylece, Yöntem 6, 9 ve 10 kapsamında elde edilen veriler kıyaslanarak deformasyon hızı ve karıştırma süresinin karışımların tiksotropik davranışına etkisi incelenmiştir.







| 1 | L) | |
|---|-------|--|
| L | D) | |
| ` | · · / | |

Şekil 3.8. Hamur karışımlarının akma eğrisi makroları a) Ön Karıştırma Prosedürünün Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi b) Ön Karıştırma Hızının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi c) Karıştırma Süresi ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hızı Artışının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi d) Uygulanan Maksimum Deforasyon Hızı ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi e) Uygulanan Maksimum Deformasyon Hızı ve Xarıştırma Süresinin Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi e) Uygulanan Maksimum Deformasyon Hızı ve Karıştırma Süresinin Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi e) Uygulanan Maksimum Deformasyon Hızı ve Karıştırma Süresinin Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi







(d)



(e)

Şekil 3.8. Hamur karışımlarının akma eğrisi makroları a) Ön Karıştırma Prosedürünün Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi b) Ön Karıştırma Hızının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi c) Karıştırma Süresi ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hızı Artışının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi d) Uygulanan Maksimum Deforasyon Hızı ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi d) Uygulanan Maksimum Deforasyon Hızı ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hızı Ve Sarıştırma Süresinin Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi e) Uygulanan Maksimum Deformasyon Hızı ve Karıştırma Süresinin Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi (devamı)

İlk 4 yöntemde, hamur karışımlarının 4 periyotluk ölçüm sonucunda kayma gerilmesi/ viskozite -deformasyon hızı eğrileri oluşturulmuştur. Yöntem 5-11 de ise 3 periyotluk ölçüm modeli uygulanarak karışımların reolojik parametreleri belirlenmiştir. Tüm karışımlarda, Denklem 3.5'da gösterilen Herschel-Buckley modelinden yararlanmıştır.

$$\tau = \tau_{o} + b. \dot{\gamma}^{p} \tag{3.5}$$

Bu denklemde b "Herschel-Bulkley kıvam katsayısı", p ise "Herschel-Bulkley indeksi" olarak tanımlanmaktadır. Bu denklemde p<1 ise kayma incelmesi olarak adlandırılan "Psödoplastik" davranış, p>1 ise kayma kalınlaşması olarak adlandırılan "Dilatant" davranış oluşmaktadır. p=1 olduğu zaman ise denklem Bingham modeline dönüşmektedir (Huang ve ark. 1998, Hackley ve Ferraris 2001).

Karışımların zamana bağlı reolojik parametrelerinin değişimini incelemek amacı ile karışım hazırlandıktan hemen sonra ve 20 dakika bekletildiken sonra reolojik ölçümleri alınmıştır. Dökümden hemen sonra alınan ölçümler "Başlangıç" ve 20 dakika bekletildikten sonra alınan ölçümler ise "20. Dakika" ölçümleri olarak adlandırılmıştır. Hamur karışımlarının reolojik özelliklerini belirlemek için her bir çimento-katkı ikilisi için kayma gerilmesi/viskozite-deformasyon hızı grafikleri çizilmiştir. Kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozite-deformasyon hızı grafiklerinin çıkış eğrisi kayma deformasyon hızının arttırılması ile iniş eğrisi ise kayma deformasyon hızının azaltılması ile elde edilmiştir. Akış eğrisinin çıkış ve iniş kısımları arasında kalan alan hesaplanarak karışımların tiksotropik (yapısal bozulma) veya anti-tiksotropik (yapısal toparlanma) davranışı belirlenmiştir. Kayma deformasyon hızının arttırıldığı çıkış eğrisi, kayma deformasyon hızının azaltıldığı iniş eğrisinin üzerinde kalıyorsa karışım tiksotropik, altında kalıyorsa karışım anti-tiksotropik davranış olarak değerlendirilmektedir (Koehler ve Fowler, 2004). Karışımların, dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozitesi ve Herschel Buckley Indeksi (H.B.I) değerleri Herschel-Bulkley yöntemine göre söz konusu grafiklerden elde edilmiştir.

Söz konusu ölçüm modelinden elde edilen kayma gerilmesi ve kayma deformasyon hızı parametreleri kullanılarak Denklem 3.5 ve 3.6 yardımı ile histeresiz alanlar

hesaplanmıştır. Ayrıca viskozite-deformasyon hızı parametreleri kullanılarak Denklem 3.7 ve 3.8 yardımı ile histeresiz alanlar hesaplanmıştır.

$$A_{kayma_histeresiz} = \left[\sum_{i=1}^{n-1} A_{i,kayma_cikiş}\right] - \left[\sum_{i=1}^{n-1} A_{i,kayma_iniş}\right]$$
(3.5)

$$A_{i} = \frac{1}{2} \left[\left(\dot{\gamma}_{i} - \dot{\gamma}_{i+1} \right) + \left(\tau_{i} + \tau_{i+1} \right) \right]$$
(3.6)

$$A_{viskozite_histeresiz} = \left[\sum_{i=1}^{n-1} A_{i,viskozite_\varsigmaikiş}\right] - \left[\sum_{i=1}^{n-1} A_{i,viskozite_iniş}\right]$$
(3.7)

$$A_{i} = \frac{1}{2} \left[\left(\dot{\gamma}_{i} - \dot{\gamma}_{i+1} \right) + (\mu_{i} + \mu_{i+1}) \right]$$
(3.8)

burada; n: veri sayısını, $A_{kayma_histeresiz}$: kayma gerilmesi- deformasyon hızı grafiğinde oluşan histeresiz alanı (Pa/s), $A_{i,kayma_cikiş}$: çıkış akma eğrisi altında kalan alanı (Pa/s), $A_{i,kayma_iniş}$: iniş akma eğrisi altında kalan alanı (Pa/s), τ : kayma gerilmesini (Pa), $\hat{\gamma}$: deformasyon hızını (s⁻¹), $A_{viskozite_histeresiz}$: viskozite- deformasyon hızı grafiğinde oluşan histeresiz alanı (Pa), $A_{i,viskozite_cikiş}$: çıkış akma eğrisi altında kalan alanı (Pa), $A_{i,viskozite_cikiş}$: iniş akma eğrisi altında kalan alanı (Pa) ve μ : viskoziteyi (Pa.s) göstermektedir.

Karışımların reolojik parametreleri artan ve azalan deformasyon hızları için ayrı ayrı belirlenmiştir. Reolojik davranışının değerlendirilmesi için son aşama olan azalan deformasyon hızı periyotta ölçülen değerler dikkate alınmıştır. Bu seçime sebep olarak, bu durumda, karışımların daha uzun süre karıştırmaya tabi tutulduğundan daha homojen karışmasının düşünülmesidir. Ayrıca, karışımların dinamik davranışları incelendiği için hareket halinde ölçülen verilerin dikkate alınmasının daha doğru olduğu düşünülmüştür. Benzer proses çeşitli araştırmacılar tarafından da uygulanmıştır (Mardani-Aghabaglou ve ark. 2021, Altun ve ark. 2021, Özen ve ark. 2021, Özen ve ark. 2020). Ancak, karışımların zamana bağlı reolojik davranışının incelenmesi amacı ile 3. ve 4. periyotta ölçülen dinamik eşik kayma gerilşmesi ve viskozite değerleri dikkate alınmıştır.

Burada, örnek olarak metakaolin içermeyen ve %2.13 C₃A içeriğine sahip çimento ile hazırlanan C2.13_M0 hamur karışımının başlangıç ve 20. Dakika kayma gerilmesideformasyon hızı grafiği Şekil 3.9'da gösterilmiştir. Burada, örnek olarak, C2.13_M0 karışımına ait KG-DH grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma (YTA) ve yapısal bozulma alanları (YBA) gösterilmiştir. Ayrıca, söz konusu karışımın aynı sürelerde elde edilen viskozite-deformasyon hızı grafiği de Şekil 3.10'da verilmiştir. Viskozitedeformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma ve yapısal bozulma alanı değerleri de aynı şekilde belirlenmektedir. Parametrelerin, dikkate alınan ham verilerden Herschel-Buckley modeli kullanılarak nasıl elde edildiği yukarıda açıklanmıştır. Diğer karışımlara ait kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozitedeformasyon hızı grafikleri de aynı metotla elde edilmiştir. Ancak, şekil sayısı fazla olduğundan tez çalışmasında gösterilmemiştir.

Karışımların artan deformasyon hızı periyodunda minimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değeri, Şekil 3.10'da "a" noktası olarak gösterilmiştir. Şekil 3.10'da "b" noktası olarak gösterilen değer azalan deformasyon hızı periyodunda maksimum deformasyon hızındaki viskozite değerini temsil etmektedir. Bu nedenle, söz konusu ölçüm (b) zamanla oluşan kalıcı ve geri döndürülebilir yapı oluşumunu hesaplamak amacıyla teorik referans ölçümü olarak kabul edilmiştir. Şekil 3.10'da "c" noktası olarak gösterilen değer, 20. Dakikadaki ölçümde artan deformasyon hızı periyodunda minimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değeri, karışımın dinlenme süresinden sonraki halini ifade etmektedir. Şekil 3.10'de "d" noktası olarak gösterilen değer azalan deformasyon hızı periyodunda maksimum deformasyon hızında ölçülen viskozite ise karışımın dinlenmeden sonraki dinamik halini temsil etmektedir. Ayrıca, söz konusu viskozite değerlerinin elde edildiği deformasyon hızları örnek olarak 1. yöntem için Şekil 3.11'de gösterilmiştir. Bu bağlamda, Denklem 3.9, 3.10 ve 3.11 aracılığı ile sırasıyla, zamanla meydana gelen geri döndürülebilir + kalıcı yapı oluşumu, kalıcı yapı oluşumu ve geri döndürülebilir yapı oluşumu hesaplanmıştır. Geri döndürülebilir yapı oluşumunun, geri döndürülebilir ve kalıcı yapı oluşumu toplamına yüzdece oranı tiksotropiklik derecesi olarak adlandırılmıştır. Çalışma kapsamında incelenen karışımların tiksotropi değerlendirmelerinin kayma gerilmesi/viskozite-deformasyon hızı grafiklerinden elde edilen histeresiz alanlara kıyasla söz konusu değer ile yapılmasının daha uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

$$\eta_{c} - \eta_{b} = \text{Kalici} + \text{geri döndürülebilir yapı oluşumu}$$
 (3.9)
 $\eta_{d} - \eta_{b} = \text{Kalici yapı oluşumu}$ (3.10)

$$\eta_c - \eta_d$$
 = Geri döndürülebilir yapı oluşumu (3.11)

Bu denklemlerde, η viskoziteyi ifade etmektedir.

Çalışma kapsamında elde edilen sonuçlar çimento C₃A oranı ve metakaolin ikame oranının etkisi, ön karıştırma prosedürünün, karıştırma süresinin, uygulanan maksimum deformasyon hızının ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışının karışımların tiksotropik davranışına etkisi başlıkları altında yorumlanmıştır. Karışımlar için elde edilen dinamik eşik kayma gerilmesi/viskozite-deformasyon hızı grafikleri incelendiğinde, karışımların genel olarak Herschel-Bulkley modeline uygun olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 3.9. C2.13 M0 hamur karışımının kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiği



Şekil 3.10. C2.13_M0 hamur karışımının viskozite-deformasyon hızı ilişkisi



Şekil 3.11.Reolojik özelliklerin ölçüm prosesi

3.3.2. Harç Karışımları Üzerinde Uygulanan Deneyler

Harç karışımlarının zamana bağlı yayılma değeri ile 28 ve 90 günllük basınç dayanımlar belirlenmiştir.

Yayılma Deneyi

Harç karışımlarının yayılma değeri ASTM C1437 "Flow of hydraulic cement mortar." Standardına uygun olacak şekilde belirlenmiştir. Ayrıca, harç karışımlarının zamana bağlı yayılma değeri değişimini tespit etmek amacı 60 dakikaya kadar her 15 dakikada bir yayılma deneyi tekrarlanmıştır. Ölçümden 1 dakika önce, bekletilen karışımlar mikserde 30 saniye boyunca karıştırılmıştır. Karışım, ince bir katman kalıp yağı sürülmüş yayılma tablasının merkezine yerleştirilen çökme aparatına 2 aşamada doldurulmuştur. Her aşamada karışım bir tokmak yardımıyla 20 defa vurularak sıkıştırılmıştır. Ardından çökme aparatı düşeyde yavaşça kaldırılarak yayılma tablasına 60 saniyede 25 defa çevrim uygulanmıştır. Daha sonra cetvel yardımıyla birbirine dik iki doğrultuda yayılma çapı ölçülerek ortalaması alınmıştır.

Basınç Deneyi

Harç karışımlarının 28 ve 90 günlük basınç dayanımları 50 mm'lik küp numuneler üzerinde ASTM C109 "Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars" Standardına uygun olarak belirlenmiştir. Her bir seri karışım için 3 adet küp numune üretilmiştir. Üretilen numuneler, üretimden itibaren 24 saat sonra kalıplardan çıkartılmış ve deney gününe kadar 23±2°C sıcaklığa sahip kirece doygun su kürü havuzunda bekletilmiştir. Basınç deneyinin yapılışı Şekil 3.12'de gösterilmiştir.



Şekil 3.12. Basınç deneyinin yapılışı

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. Adsorpsiyon

Yüksek oranda su azaltıcı katkıların çimentolu sistemlerde dağılma yeteneği katkıların kimyasal yapısına bağlı olarak değişmektedir. Kimyasal katkıların çimentolu sistemlerinin dağılma (dispersion) etkinliğini daha iyi gösterebilmesi için çimento tanecikleri üzerine adsorbe olması önemlidir (Zhang ve ark. 2017). Katkının çimento tanecik yüzeyi üzerine adsorpsiyonu, katkıdaki karboksilat gruplarının çimento yüzeyindeki Ca²⁺ iyonları ile güçlü etkileşimi sonucu meydana gelmektedir (Wang ve ark 2018; Plank ve ark 2008). Katkının adsorpsiyon özellikleri ise çimentolu sistemlerin işlenebilirliğini, hidratasyon sürecini ve dayanımını etkilemektedir (Siler ve ark 2012).

Çalışma kapsamında kullanılan akışkanlaştırıcı katkılnın TOC analizi sonucu belirlenen adsorpsiyon miktarları Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Şekil 4.1'den görüldüğü üzere bu çalışmada kullanılan akışkanlaştırıcı katkının çimentoya kıyasla metakaoline olan adsorpsiyonu daha yüksektir. Bu durumun, kullanılan metakaolinin çimentolara kıyasla yaklaşık 35 kat daha yüksek özgül yüzey alanı değerine sahip olmasına bağlı olarak karışımdaki toplam yüzey alanının artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Mardani-Aghabaglou ve ark. 2014). Ayrıca çimento inceliğinin artışı ile adsorpsiyon miktarı artış göstermiştir.


Şekil 4.1. Akışkanlaştırıcı katkının metakaolin ve farklı oranlarda C₃A içeriğine sahip çimentolara adsorpsiyon miktarı

Çalışma kapsamında elde edilen deney sonuçları çimento C_3A ve metakaolin kullanım oranları etkisi olmak üzere iki farklı açıdan değerlendirilmiştir.

4.2. Priz Süresi Tayini Deneyi

Çalışma kapsamında hazırlanan tüm çimento hamur karışımlarının priz süresi değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Çimento C₃A içeriği ve metakaolin ikame oranı parametrelerinin karışımların priz davranışına etkisinin daha net bir şekilde kıyaslanması amacıyla deney sonuçları metakaolin içeren ve içermeyen karışımlarda ayrı ayrı incelenmiştir. Çimento C₃A içeriği parametresinin priz davranışına etkisini irdelemek için metakaolin içermeyen karışımların sonuçları dikkate alınmıştır. Bu bağlamda, metakaolin içermeyen, farklı C₃A oranlarına sahip çimentolar kullanılarak hazırlanan hamur karışımlarının bağıl priz süresi değerleri Şekil 4.2'de gösterilmiştir. Çimento C₃A oranının artışı ile karışımların başlangıç priz süresi değerinin azaldığı Şekil 4.2'den de anlaşılmıştır. C2.13_M0 karışımına kıyasla C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının priz başlangıç süresi değerlerinin sırasıyla, %14, %18 ve %34 oranlarında azaldığı ölçülmüştür. Bu bağlamda, metakaolin içermeyen karışımlar arasında priz başlangıç süresi en kısa ve en uzun olan karışımların sırasıyla, C9.05_M0 ve C2.13_M0 karışımlar olduğu anlaşılmıştır. Bu durum C₃A oranı artışına bağlı olarak hidratasyon hızı artışından ve daha fazla miktarda ettrenjit oluşumundan kaynaklanmıştır. C₃A-sülfat iyonu reaksiyonu sonucu oluşan 32 mol su içeren iğne formdaki etrenjitin, ortamda var olan suyu tüketerek çimento hamurunun priz süresinin kısalmasına sebep olduğu Mardani-Aghabaglou (2016) tarafından beyan edilmiştir.

Priz bitiş süresi değerleri dikkate alındığında, benzer davranışın genel olarak gözlemlendiği anlaşılmıştır. C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının priz bitiş süresi değerlerinin C2.13_M0 karışımına sırasıyla, %18 ve %30 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Ancak, C3.60_M0 karışımının priz bitiş süresi değeri C2.13_M0 karışımına göre %15 oranında arttığı anlaşılmıştır. C3.60 çimentosnun C₃A içeriğinin C2.13 çimentosnuna kıyasla 1.7 daha fazla olduğu Çizelge 3.1'de gösterilmiştir. Ancak, C2.13 çimentosuna kıyasla, söz konusu çimentonun %20 oranında daha düşük C₃S içerdiği ve C₂S içeriğinin 2 kat daha fazla olduğu aynı çizelgeden anlaşılmıştır. C3.60_M0 karışımının C2.13_M0 karışımına kıyasla priz bitiş süresi değerinin daha fazla olması, C3.60 çimentosunun C₃S içeriğinin daha düşük ve C₂S içeriğinin daha fazla olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. C₃A içeriği daha yüksek olan karışımlarda C3A parametresinin priz süresi üzerindeki etkisinin C₃S ve C₂S parametrelerine kıyasla daha baskın olduğu anlaşılmıştır. Priz bitiş süresi en kısa ve en uzun olan karışımların sırasıyla, C9.05 M0 ve C3.60 M0 olduğu anlaşılmıştır.

| Karısım | Priz Süresi | (Dakika) |
|-----------------------------------|-------------|----------|
| | Başlangıç | Bitiş |
| C _{2.13} _M ₀ | 211 | 271 |
| $C_{2.13}M_{3}$ | 216 | 296 |
| $C_{2.13}M_{6}$ | 196 | 256 |
| C _{2.13} _M ₉ | 187 | 227 |
| $C_{2.13}M_{12}$ | 196 | 256 |
| C3.60_M0 | 181 | 311 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 172 | 312 |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 158 | 248 |
| $C_{3.60}M_{9}$ | 155 | 195 |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 151 | 181 |
| C _{6.82} _M ₀ | 172 | 222 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 141 | 181 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 140 | 180 |
| $C_{6.82}M_9$ | 137 | 167 |
| $C_{6.82}M_{12}$ | 135 | 165 |
| C9.05_M0 | 140 | 190 |
| $C_{9.05}M_{3}$ | 142 | 192 |
| $C_{9.05}M_{6}$ | 159 | 199 |
| C _{9.05} _M ₉ | 147 | 237 |
| $C_{9.05}M_{12}$ | 173 | 243 |

Çizelge 4.1. Karışımların priz süresi değerleri (dakika)



Şekil 4.2. Metakaolin içermeyen karışımların bağıl başlangıç ve bitiş priz süresi değerleri

Karışımlara metakaolin eklenmesi ile başlangıç ve bitiş priz süresi değerlerinin azaldığı belirlenmiştir. Metakaolin içermeyen C2.13 karışımına %12 oranında metakaolin eklenmesi ile başlangıç ve bitiş priz süresi değerinin sırasıyla, %7 ve %6 oranında azaldığı anlaşılmıştır. Söz konusu azalmanın, C3.60 ve C6.82 çimentoların başlangıç priz süresi için sırasıyla, %17 ve %21, bitiş priz süresi için ise %41 ve %25 olduğu belirlenmiştir. Ancak, C9.05 çimentolu karışımlara metakaolin eklenmesi ile başlangıç ve bitiş priz süresi değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir. Metakaolin içermeyen C9.05 çimentolu karışıma %12 oranında metakaolin eklenmesi ile başlangıç ve bitiş priz süresi değerinin sırasıyla, %24 ve %28 oranında arttığı tespit edilmiştir. Çimentolu sistemlere metakaolin eklenmesi ile iki farklı etki mekanizması meydana gelebilmektedir. Birincisi; çimentoya kıyasla aşırı ince olan metakaolin, çimentonun kalsiyum alüminat fazının hidratasyon hızını arttırdığı bildirilmiştir (Justice ve Kurtis, 2007). İkincisi ise metakaolinin sahip olduğu yüksek özgül yüzey alanı sonucu çimento taneleri üzerinde bir kaplama oluşturarak su ile temasını kestiği, böylece, çimentolu sistemlerin başlangıç ve bitiş priz süresi değerinin artışına sebep olabildiği beyan edilmiştir (Thankam ve ark. 2020). C2.13, C3.60 ve C6.82 çimentolu karışımlarda birinci durumun, C9.05 çimentolu karışımlar için ise ikinci durumun daha baskın olduğu düşünülmektedir.

4.3. Marsh Hunisi Ve Mini Yayılma Deneyi

Marsh Hunisi Akış Süresi

Çalışma kapsamında hazırlanan çimento hamuru karışımlarının Marsh hunisi akış süresi değerleri Çizelge 4.2'de verilmiştir. C2.13_M12, C9.05_M9 ve C9.05_M12 karışımlarına bağlayıcı ağırlığının %0.5'i oranında yüksek oranda su azaltıcı katkı eklendiği durumda Marsh hunisinden akış gerçekleşmediğinden ölçüm alınamamıştır. Çizelge 4.2'den de görüldüğü gibi, çimento C₃A oranı ve metakaolin ikame oranından bağımsız olarak, yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanım oranının artmasıyla hamur karışımlarının akış süreleri beklendiği gibi azalmıştır. Bu doğrultuda, C3.60_M9 ve C9.05_M3 karışımlarının Marsh-hunisi akış davranışı açısından sırasıyla, en üstün ve en düşük performansı sergileyen karışımlar olduğu anlaşılmıştır. Bu durumun bir ölçüde, C9.05 çimentosunun C₃A içeriğinin C3.60 çimentosuna kıyasla yaklaşık 3 kat daha fazla olmasından ve bir ölçüde de bu çimentonun en yüksek incelik değerine sahip

olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Daha önce de vurgulandığı gibi, çimento C_3A oranının artışına bağlı olarak daha fazla etrenjit oluşumu sonucu karışımların akış performansı olumsuz etkilenmektedir. Çimento incelik değerinin artışına bağlı toplam yüzey alanının artışı sonucu benzer kıvamın sağlanması için su ihtiyacının arttığı Mardani-Aghabaglou ve ark. (2017) tarafından bildirilmiştir.

Yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %1'e kadar artması ile hamur karışımlarının Marsh-hunisi akış süresi değerlerinde ciddi mertebede azalmalar gözlemlense de bu oranın üstünde katkı ilavesi ile akış performansında kayda değer bir değişiklik olmadığı anlaşılmıştır. Söz konusu dozaj, kullanılan akışkanlaştırıcı katkının kullanılan bağlayıcı karışımı için doygunluk noktası olarak tanımlanmaktadır (Mardani-Aghabaglou 2016). Doygunluk noktasındaki akış değerleri kıyaslandığında, C6.82_M0 ve C9.05_M9 karışımlarının sırasıyla, en üstün ve en düşük akış performans sergilediği anlaşılmıştır. Genel olarak, karışımlara metakaolin eklenmesi ile karışımların akış performansının olumsuz yönde etkilendiği tespit edilmiştir. Bu bağlamda, C6.82_M0 karışımının doygunluk noktasındaki akış süresinin 37 saniye olarak en hızlı akan karışım olmasının metakaolin içermemesinden ve C6.82 çimentosunun diğerlerine kıyasla en düşük incelik değerine sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %1.75'ten fazla olduğu durumlarda karışımların Marsh-hunisi akış süreleri değerlerinde artışlar tespit edilmiştir. Bu durum, yüksek oranda su azaltıcı içeren bu karışımların ayrışmasından kaynaklanmıştır. C2.13_M0, C3.60_M9 ve metakaolin içeren tüm C9.05 çimentosu karışımları için ayrışma %2 yüksek oranda su azaltıcı katkı oranında gözlemlenirken diğer tüm karışımlarda %1.75 oranında meydana gelmiştir.

| Karısım | Katkı dozajı (çimento ağırlığının yüzdesi olarak) | | | | | | | | | | |
|------------------------------------|---------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--|--|--|--|
| ixai işini | 0.5 | 0.75 | 1 | 1.25 | 1.5 | 1.75 | 2 | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 96,00 | 69,00 | 51,00 | 45,00 | 44,00 | 41,00 | 42,00 | | | | |
| C _{2.13} _M ₃ | 99,00 | 70,00 | 58,00 | 48,00 | 43,00 | 44,00 | * | | | | |
| C _{2.13} _M ₆ | 119,00 | 73,00 | 54,00 | 49,00 | 46 | 47,00 | * | | | | |
| C _{2.13} _M ₉ | 187,00 | 73,00 | 58,00 | 53 | 52,00 | 53,00 | * | | | | |
| C _{2.13} _M ₁₂ | ** | 70,00 | 57,00 | 51 | 48,0 | 48,50 | 48,00 | | | | |
| C _{3.60} _M ₀ | 84,00 | 53,00 | 45,00 | 42,5 | 40 | 40,80 | 42,00 | | | | |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 128,00 | 56,00 | 48,81 | 47 | 45,5 | 46,60 | * | | | | |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 126,00 | 55,00 | 47,69 | 46,69 | 45,69 | 46,78 | * | | | | |
| C _{3.60} _M ₉ | 194,97 | 54,56 | 47,1 | 44,50 | 42,34 | 41,00 | 42,35 | | | | |
| C _{3.60} _M ₁₂ | 162,19 | 55,3 | 46,04 | 41,93 | 41,19 | 44,4 | * | | | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 87,62 | 46,44 | 37,88 | 36,56 | 36,32 | 37,5 | * | | | | |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 100,84 | 49,69 | 42,9 | 40,19 | 39,78 | 39,8 | 40 | | | | |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 106 | 49,53 | 43,62 | 41,16 | 39,72 | 40 | * | | | | |
| C _{6.82} _M ₉ | 133,97 | 55,29 | 45,22 | 43,25 | 42,75 | 42,9 | * | | | | |
| C _{6.82} _M ₁₂ | 197 | 62 | 51 | 48 | 47 | 48 | * | | | | |
| C _{9.05} _M ₀ | 86 | 49 | 45 | 43 | 42,47 | 43 | * | | | | |
| C _{9.05} _M ₃ | 114 | 90 | 50 | 48 | 47,43 | 46,82 | * | | | | |
| C _{9.05} _M ₆ | 185 | 61 | 53 | 50,62 | 48,6 | 47,62 | 49,31 | | | | |
| C _{9.05} _M ₉ | ** | 83 | 65 | 58,96 | 55,19 | 52,16 | 52,44 | | | | |
| C _{9.05} _M ₁₂ | ** | 65 | 53,35 | 49 | 46,53 | 45,78 | 46,32 | | | | |

Çizelge 4.2. Karışımların marsh hunisi akış süresi değerleri (sn)

*Ayrışmadan dolayı ölçüm alınamamıştır,

* *Huniden akış gerçekleş mediğinden ölçüm alınamamıştır.

C₃A içeriği ve metakaolin ikame oranı artışına bağlı olarak karışımların Marsh hunisi akış sürelerinin daha net bir şekilde kıyaslanması amacıyla karışımlar metakaolin içeren ve içermeyen olarak ayrı ayrı incelenmiştir. Metakaolin içermeyen farklı oranlarda C₃A içeren çimento kullanılarak üretilen hamur karışımlarının Marsh hunisi akış süresi değerleri Şekil 4.3'te gösterilmiştir.

C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarında yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %0.75'e artışı ile Marsh hunisi akış süresi değerlerinde sırasıyla, %28, %37, %47 ve %43 oranında azalmalar gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, metakaolin içermeyen karışımlar arasında en iyi ve en kötü performansı sırasıyla, C6.82_M0 ve C2.13_M0 karışımları sergilemiştir.

Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının doygunluk noktasındaki Marsh hunisi akış süresi değerleri karşılaştırıldığında, en düşük C_3A içeriğine sahip C2.13_M0 karışımının beklentinin tersine akış davranışı açısından en düşük performansı sergilediği tespit edilmiştir. Çimentonun C_3A oranının artışı ile akış performansının azaldığı literatürde vurgulanmıştır (Zingg ve ark. 2009). Bu durumun, C2.13 çimentosunun diğer çimentolara kıyasla en yüksek C_3S ve en düşük C_2S içeriğine sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Çizelge 3.1).

C6.82_M0 karışımının akış davranışı açısından en üstün performans sergilediği Şekil 4.3'ten de anlaşılmıştır. Bu durum, C6.82 çimentosunun en düşük Blaine incelik değerine sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Çizelge 3.1). Benzer ifadeler Mardani-Aghabaglou (2016) tarafından da bildirilmiştir.

Beklenenin aksine, C9.05_M0 karışımının en yüksek Blaine inceliği ve C₃A içeriğine sahip olmasına rağmen akış davranışı açısından en düşük performansı sergilemediği deney sonuçlarından da görülmüştür. C9.05_M0 karışımının akış performansı açısından C6.82_M0 karışımına benzer davranış sergilediği anlaşılmıştır. C9.05 çimentosunun C6.82 çimentosunun kıyasla C₃A oranı ve Blaine incelik açısından sırasıyla, %30 ve %16 daha yüksek değerlere sahip olduğu daha önce de vurgulanmıştır (Çizelge 3.1). Burada 2 farklı mekanizmanın etkili olduğu düşünülmektedir. Birinci mekanizma, C₃A içeriğinin daha yüksek olmasına bağlı olarak daha fazla etrenjit oluşumu sonucu karışımın akışkanlığının olumsuz etkilenmesidir. İkincisi ise, sistemde yeterli miktarda su azaltcı katkı bulunduğu durumlarda, katkının daha ince tanelere daha güçlü adsorbe olması sonucu akışkanlığını olumlu etkilenmesidir (Mardani-Aghabaglou ve ark 2017). Literatürde çimento yüzeyinin su azaltıcı katkı ile kaplanmasının, su temasını engelleyerek hidratasyonun gecikmesine neden olacağı bildirilmiştir (Liu ve ark., 2012; Karakuzu ve ark. 2021). Bu bağlamda, burada ikinci mekanizmanın birinci mekanizmanın birinci



Şekil 4.3. Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi akış süresi

Her bir çimento için metakaolin ikame oranının değisimine bağlı olarak karısımların Marsh hunisi akış süreleri Şekil 4.4-4.7'de gösterilmiştir. Yüksek oranda su azaltıcı katkı içeriğinin düşük olduğu (%0.5) durumda, sisteme metakaolin ilavesi ile Marshhunisi akış süresi değerlerinde ciddi mertebede artışlar gözlemlenmiştir. Bu artışın metakaolin ikame oranının artması ile daha da bariz hale geldiği anlaşılmıştır. Ancak, sistemde yeterli miktarda su azaltıcı katkı bulunduğu durumda, metakaolin ilavesi ile karışımların akış performansının genel olarak iyileştiği anlaşılmıştır. Çimentonun metakaolin ile ikamesi sonucu sistemdeki ince malzeme oranı artmaktadır. Bu durum, toplam yüzey alanın artmasına sebep olarak sabit kıvamı sağlamak için karışımın su ihtiyacını arttırmaktadır. Düşük yüksek oranda su azaltıcı katkı içeriğinde, metakaolin kullanım oranının artması ile toplam yüzey alanın artışı sonucu karışımın Marsh-hunisi akış performansı olumsuz etkilenmiştir. Sistemde yeterli miktarda yüksek oranda su azaltıcı katkı bulunduğu takdirde, 2 farklı etkinin söz konusu olduğu düşünülmektedir. Bir taraftan katkının daha ince tanelere daha güçlü adsorbe olması sonucu sistemde metakaolin miktarının artması ile akış performansının artacağı beklenmektedir. Diğer yandan metakaolin ilavesi ile toplam yüzey alanının artması ile akış performansının olumsuz etkileneceği ön görülmektedir. Bu bağlamda, yüksek oranda su azaltıcı katkının yüksek oranda bulunduğu durumlarda, metakaolinli karışımların metakaolin

içermeyenlere benzer akış performansı sergilemesi 1. parametrenin daha baskın olduğunu göstermiştir. Benzer ifadeler Mardani-Aghabaglou ve arkadaşları (2017) tarafından da bildirilmiştir.

Şekil 4.4'te gösterilen C2.13 çimentolu karışımların Marsh hunisi akış süreleri karşılaştırıldığında, , C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M6 ve C2.13_M9 karışımlarında yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %0.75'e artışı ile Marsh hunisi akış süresi değerlerinde sırasıyla, %28, %29, %39 ve %61 oranında azalmalar belirlenmiştir. C2.13_M12 karışımı için %0.50 yüksek oranda su azaltıcı katkı/babekletmeğlayıcı oranında ölçüm alınamadığından bu değer hesaplanamamıştır. Katkı kullanım oranı artışıyla meydana gelen akışkanlık artışının metakaolin kullanım oranı artışıyla daha da bariz olarak gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, C2.13 çimentolu karışımlarda akış özelliği açısından en iyi ve en kötü performansı sırasıyla, C2.13_M9 ve C2.13_M0 karışımları göstermiştir. Ancak, karışımların doygunluk noktasındaki akış performansları kıyaslandığında karışıma metakaolin eklenmesi ile akış süresinin ortalama %11 oranında arttığı tespit edilmiştir. Bu bağlamda, C2.13_M0 ve C2.13_M9 karışımları sırasıyla, en üstün ve en düşük performansı sergilemiştir. Bu durumun, yükarıda anlatılan mekanizmadan kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer davranışların diğer karışımlarda da gerçekleştiği anlaşılmıştır.



Şekil 4.4. C2.13 serisi hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi akış süresi

Şekil 4.5'te gösterilen C3.60 çimentolu karışımların Marsh hunisi akış süreleri karşılaştırıldığında, C3.60_M0, C3.60_M3, C3.60_M6, C3.60_M9 ve C3.60_M12 karışımlarında yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %0.75'e artışı ile Marsh hunisi akış süresi değerlerinde sırasıyla, %37, %56, %56, %72 ve %66 oranında azalmalar gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, düşük yüksek oranda su azaltıcı katkı içeriği durumunda, akış özelliği açısından en iyi ve en kötü performansı sırasıyla, C3.60_M9 ve C3.60_M0 karışımları göstermiştir. Ancak, karışımlarının doygunluk noktasındaki Marsh hunisi akış süresi değerleri karşılaştırıldığında, karışıma metakaolin eklenmesi ile akış süresinin ortalama %5 oranında arttığı gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, C3.60_M0 ve C3.60_M3 karışımları sırasıyla, en üstün ve en düşük performansı sergilemiştir.



Şekil 4.5. C3.60 serisi hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi akış süresi

Şekil 4.6'da gösterilen C6.82 çimentolu karışımların Marsh hunisi akış süreleri karşılaştırıldığında, C6.82_M0, C6.82_M3, C6.82_M6, C6.82_M9 ve C6.82_M12 karışımlarında yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %0.75'e artışı ile Marsh hunisi akış süresi değerlerinde sırasıyla, %47, %51, %53, %59 ve %66 oranında azalmalar hesaplanmıştır. Sonuçlardan da görüldüğü gibi katkı kullanım oranının artışıyla karışımların akışkanlık artışı metakaolin kullanım oranının artmasıyla daha bariz olarak gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, C6.82 çimentolu karışımlar arasında akışkanlık özelliği açısından en iyi ve en kötü performansı sırasıyla, C6.82_M12 ve C6.82_M0 karışımları göstermiştir. Ancak, karışımlarının doygunluk noktasındaki Marsh hunisi akış süresi değerleri karşılaştırıldığında, karışıma metakaolin eklenmesi ile akış süresinin ortalama %21 oranında arttığı gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, C6.82_M0 ve C6.82_M12 karışımları sırasıyla, en üstün ve en düşük performansı gösteren karışımlar olmuştur.



Şekil 4.6. C6.82 serisi hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi akış süresi

Şekil 4.7'de gösterilen C9.05 çimentolu karışımların Marsh hunisi akış süreleri karşılaştırıldığında, C9.05_M0, C9.05_M3 ve C9.05_M6, karışımlarında yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %0.75'e artışı ile Marsh hunisi akış süresi değerlerinde sırasıyla, %43, %21 ve %67 oranında azaldığı gözlemlenmiştir. C9.05_M9 ve C9.05_M12 karışımları için %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranında ölçüm alınamadığından bu değer hesaplanamamıştır. C9.05 çimentolu karışımlar arasında akış özelliği açısından en iyi ve en kötü performansı sırasıyla, C9.05_M3 ve C9.05_M6 karışımları göstermiştir. Ancak, karışımlarının doygunluk noktasındaki Marsh hunisi akış süresi değerleri karşılaştırıldığında, karışıma metakaolin eklenmesi ile akış süresinin ortalama %23 oranında arttığı gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, C9.05_M0 ve C9.05_M9 karışımları sırasıyla en üstün ve en düşük akış performansı sergileyen karışımlar olarak seçilmiştir. C9.05_M9 karışımının C9.05_M12 karışımları şirasıyla anlatılan mekanizma ile açıklanabilmektedir.



Şekil 4.7. C9.05 serisi hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak Marsh-hunisi akış süresi

Mini Çökme Yayılması

Hamur karışımlarının mini-çökme yayılması ve sıcaklık değerleri sırasıyla, Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'te verilmiştir.

Çizelge 4.3'ten de anlaşılacağı gibi, çimento C₃A oranı ve metakaolin ikame oranından bağımsız olarak, yüksek oranda su azaltıcı katkı kullanım oranının artmasıyla hamur karışımlarının mini-çökme yayılması değerleri beklenildiği gibi artmıştır. Yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranının %1.75'i aştığı durumlarda karışımlarda ayrışma gözlemlenmiştir. Bu sebeple, katkı/bağlayıcı oranının %1.5'i aştığı durumlarda ölçülen sonuçlar karışımların mini-çökme yayılması değerlerinin değerlendirilmesinde dikkate alınmamıştır.

| Karışım- katkı/çimento (%) | 0.5 | 0.75 | 1 | 1.25 | 1.5 | 1.75 | 2 |
|-----------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| C _{2.13} _M ₀ | 188,5 | 209,5 | 207 | 203,5 | 200 | 202,5 | 207 |
| C _{2.13} _M ₃ | 177,5 | 189 | 190,5 | 197,5 | 201,5 | 200 | * |
| $C_{2.13}M_{6}$ | 168 | 167,5 | 185 | 177 | 207,5 | 177,5 | * |
| C _{2.13} _M ₉ | 132,5 | 180 | 190 | 192,5 | 182,5 | 195 | * |
| $C_{2.13}M_{12}$ | ** | 172,5 | 172,5 | 175 | 180 | 187,5 | 190 |
| C _{3.60} _M ₀ | 170 | 184 | 190 | 191 | 192,5 | 187,5 | 190 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 160 | 174 | 183,5 | 187,5 | 195 | 191,5 | * |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 147,5 | 184 | 200 | 197,5 | 196 | 192,5 | * |
| $C_{3.60}M_9$ | 147,5 | 182,5 | 185 | 180 | 195 | 195 | 197,5 |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 132,5 | 185 | 200 | 182,5 | 187,5 | 187,5 | * |
| $C_{6.82}M_0$ | 175 | 182,5 | 202,5 | 200 | 202,5 | 215 | * |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 162,5 | 182,5 | 190 | 195 | 195 | 215 | 205 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 157,5 | 180 | 192,5 | 205 | 197,5 | * | * |
| C _{6.82} _M ₉ | 137,5 | 180 | 197,5 | 190 | 195 | 205 | * |
| $C_{6.82}M_{12}$ | 110 | 177,5 | 180 | 182,5 | 185 | 190 | * |
| C _{9.05} _M ₀ | 172,5 | 185 | 187,5 | 190 | 187,5 | 205 | * |
| $C_{9.05}M_{3}$ | 150 | 180 | 185 | 185 | 187,5 | 190 | * |
| $C_{9.05}M_6$ | 110 | 170 | 180 | 180 | 182,5 | 180 | 182,5 |
| C9.05_M9 | 90 | 170 | 180 | 180 | 182,5 | 185 | 180 |
| $C_{9.05}M_{12}$ | ** | 167,5 | 175 | 185 | 187,5 | 185 | 190 |

Çizelge 4.3. Karışımların mini çökme yayılması değerleri (mm)

*Ayrışmadan dolayı ölçüm alınamamıştır.

**Aşırı katılıktan dolayı ölçüm alınamamıştır.

Çizelge 4.4'te gösterildiği gibi en yüksek ve en düşük sıcaklık değerleri sırasıyla, C9.05_M0 ve C3.60_M0 karışımı için ölçülmüştür. Bu durum, C9.05 çimentosunun C₃A oranının en yüksek olması ve en yüksek Blaine incelik değerine değerine sahip olmasından kaynaklanmıştır. C₃A içeriğinin artışı ile hidratasyon hızının artmasına bağlı hidratasyon ısısı artmaktadır (Neville ve Brooks 2010). Ayrıca, çimento inceliğinin artması ile tanelerin su ile temas edecek yüzey alanı artacağından hidratasyon hızı ve ona bağlı hidratasyon ısısı artmaktadır (Mardani-Aghabaglou 2016). C3.60 çimentosunun C₃A içeriğinin C2.13 çimentosuna kıyasla daha fazla olmasına rağmen sıcaklık değerinin daha düşük olduğu belirlenmiştir. Bu durum, C3.60

| Karışım- katkı/çimento (%) | 0.5 | 0.75 | 1 | 1.25 | 1.5 | 1.75 | 2 |
|-----------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| C _{2.13} _M ₀ | 23,70 | 24,10 | 23,60 | 23,20 | 22,80 | 22,30 | 22,00 |
| C _{2.13} _M ₃ | 23,80 | 23,80 | 23,60 | 23,30 | 22,90 | 22,20 | * |
| $C_{2.13}M_{6}$ | 23,80 | 24,00 | 23,00 | 22,70 | 22,20 | 22,00 | * |
| C _{2.13} _M ₉ | 24,40 | 23,40 | 23,20 | 22,90 | 22,80 | 22,80 | * |
| $C_{2.13}M_{12}$ | 24,00 | 24,60 | 20,30 | 21,90 | 21,70 | 21,50 | 20,90 |
| C _{3.60} _M ₀ | 24,30 | 21,80 | 22,50 | 22,90 | 22,50 | 22,10 | 21,40 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 23,00 | 22,60 | 23,40 | 23,30 | 23,00 | 22,90 | * |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 24,60 | 24,00 | 23,00 | 23,10 | 23,10 | 23,20 | * |
| $C_{3.60}M_9$ | 24,80 | 23,70 | 23,90 | 23,90 | 22,70 | 21,20 | 22,70 |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 24,80 | 24,60 | 23,40 | 22,30 | 23,30 | 23,00 | * |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 24,60 | 23,80 | 23,40 | 23,20 | 23,20 | 22,50 | * |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 25,10 | 24,80 | 24,40 | 23,60 | 23,00 | 22,70 | 22,70 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 25,10 | 25,20 | 22,00 | 23,20 | 23,00 | 23,00 | * |
| $C_{6.82}M_9$ | 21,50 | 23,90 | 23,50 | 23,70 | 23,10 | 22,90 | * |
| $C_{6.82}M_{12}$ | 24,40 | 24,30 | 23,80 | 23,50 | 23,10 | 23,20 | * |
| $C_{9.05}M_0$ | 25,20 | 25,20 | 23,80 | 23,70 | 23,20 | 23,10 | * |
| $C_{9.05}M_{3}$ | 24,00 | 23,20 | 23,30 | 23,90 | 23,40 | 23,20 | * |
| $C_{9.05}M_{6}$ | 25,20 | 23,40 | 24,30 | 24,50 | 24,20 | 24,00 | 24,00 |
| C9.05_M9 | 24,90 | 24,20 | 23,80 | 23,80 | 23,50 | 23,50 | 23,10 |
| $C_{9.05}M_{12}$ | 26,50 | 26,20 | 25,50 | 25,80 | 24,60 | 24,00 | 23,80 |

Çizelge 4.4. Karışımların sıcaklık değerleri (°C)

*Ayrışmadan dolayı ölçüm alınamamıştır.

C₃A içeriği ve metakaolin ikame oranı artışına bağlı olarak, karışımların mini-çökme yayılması değerlerinin daha net bir şekilde kıyaslanması amacıyla karışımlar metakaolin içeren ve içermeyen olarak ayrı ayrı incelenmiştir. Metakaolin içermeyen ve farklı C₃A oranlarına sahip çimentolar kullanılarak hazırlanan hamur karışımlarının mini-çökme yayılması değerleri Şekil 4.8'de gösterilmiştir. Her bir çimento için metakaolin ikame oranının değişimine bağlı olarak karışımların mini-çökme yayılma değerleri Şekil 4.9-4.12'de verilmiştir.

Şekil 4.8'de gösterildiği gibi, metakaolin içermeyen karışımlar karşılaştırıldığında, C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarında yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %1.5'e artışı ile karışımların mini-çökme yayılması değerleri sırasıyla, %6, %13, %16 ve %9 oranında artmıştır. Bu bağlamda, metakaolin içermeyen karışımlar arasında, mini-çökme özelliği açısından en iyi ve en kötü performansı sırasıyla, C6.82 M0 ve C2.13 M0 karışımları sergilemiştir.



Şekil 4.8. Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının katkı dozajına bağlı olarak miniçökme yayılması değerleri

Şekil 4.9'da gösterilen C2.13 çimentolu hamur karışımlarının %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranındaki mini çökme yayılması değerleri karşılaştırıldığında, karışıma metakaolin eklenmesi ile mini-çökme yayılması değerlerinin ortalama %15 oranında azaldığı gözlemlenmiştir. C2.13_M0 kontrol karışımına kıyasla, C2.13_M3, C2.13_M6 ve C2.13_M9 karışımlarının %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranındaki mini-çökme yayılması değerleri sırasıyla, %6, %11 ve %30 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Bu bağlamda, C2.13_M0 ve C2.13_M9 karışımları sırasıyla, en üstün ve en düşük yayılma performansını göstermiştir. Ancak, C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M6 ve C2.13_M9 karışımlarında, yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %1.5'e artışı ile karışımların mini-çökme yayılması değerleri sırasıyla, %6, %14, %24 ve %38 oranında arttığı belirlenmiştir. C2.13_M12 karışıml için %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranında ölçüm alınamadığından bu değer hesaplanamamıştır. Bu bağlamda, C2.13_M9 ve C2.13_M9 ve C2.13_M9 karışımları arasında en iyi ve en kötü yayılma performansını sırasıyla, C2.13_M9 ve C2.13_M9 karışımları arasında en iyi te en kötü yayılma performansını sırasıyla, C2.13_M9 ve C2.13_M0 karışımları arasında en iyi ve en kötü yayılma performansını sırasıyla, C2.13_M9 ve C2.13_M0 karışımları göstermiştir.



Şekil 4.9. C2.13 çimentosu hamurlarının katkı dozajına bağlı olarak mini-çökme yayılması değerleri

Şekil 4.10'da gösterilen C3.60 çimentolu hamur karışımlarının %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranındaki mini-çökme yayılması değerleri karşılaştırıldığında, karışıma metakaolin eklenmesi ile mini-çökme yayılması değerlerinin ortalama %14 oranında azaldığı gözlemlenmiştir. C3.60_M0 kontrol karışımına kıyasla, C3.60_M3, C3.60_M6, C3.60_M9 ve C3.60_M12 karışımlarının %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranındaki mini-çökme yayılması değerleri sırasıyla, %6, %13, %13 ve %22 oranında azaldığı belirlenmiştir. Bu bağlamda C3.60_M0 ve C3.60_M12 karışımları sırasıyla, en üstün ve en düşük yayılma performansını göstermiştir. Ancak, C3.60_M0, C3.60_M3, C3.60_M6, C3.60_M9 ve C3.60_M12 karışımlarında, yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %1.5'e artışı ile karışımların mini-çökme yayılması değerleri sırasıyla en iyi ve en kötü yayılma performansını sırasıyla, C3.60 çimentolu karışımları arasında en iyi ve en kötü yayılma performansını sırasıyla, C3.60_M12 ve C3.60_M0 karışımları göstermiştir.



Şekil 4.10. C3.60 çimentosu hamurlarının katkı dozajına bağlı olarak mini-çökme yayılması değerleri

Şekil 4.11'de gösterilen C6.82 çimentolu hamur karışımlarının %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranındaki mini-çökme yayılması değerleri karşılaştırıldığında karışıma metakaolin eklenmesi ile mini-çökme yayılması değerlerinin ortalama %19 oranında azaldığı gözlemlenmiştir. C6.82_M0 kontrol karışımına kıyasla, C6.82_M3, C6.82_M6, C6.82_M9 ve C6.82_M12 karışımlarının %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranındaki mini-çökme yayılması değerlerinin sırasıyla, %7, %10, %21 ve %37 oranında azaldığı belirlenmiştir. Bu bağlamda, C6.82_M0 ve C6.82_M12 karışımları sırasıyla en üstün ve en düşük yayılma performansını gösteren karışımlar olmuştur. Ancak, C6.82_M0, C6.82_M3, C6.82_M6, C6.82_M9 ve C6.82_M12 karışımlarında, yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %1.5'e artışı ile karışımların mini-çökme yayılması değerleri sırasıyla, %16, %20, %25, %42 ve %68 oranında arttığı belirlenmiştir. Bu bağlamda C6.82_M12 ve C6.82_M0 karışımları arasında en iyi ve en kötü yayılma performansını sırasıyla, C6.82_M12 ve C6.82_M0 karışımları göstermiştir.



Şekil 4.11. C6.82 çimentosu hamurlarının katkı dozajına bağlı olarak mini-çökme yayılması değerleri

Şekil 4.12'de gösterilen C9.05 çimentolu hamur karışımlarının %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranındaki mini-çökme yayılması değerleri karşılaştırıldığında karışıma metakaolin eklenmesi ile mini-çökme yayılması değerlerinin ortalama %32 oranında azaldığı gözlemlenmiştir. C9.05_M0 kontrol karışımına kıyasla, C9.05_M3, C9.05_M6 ve C9.05_M9 karışımlarının %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranındaki mini-çökme yayılması değerleri sırasıyla, %13, %36 ve %48 oranında azaldığı belirlenmiştir. Bu bağlamda, C9.05_M0 ve C9.05_M9 karışımları yayılma özelliği açısından sırasıyla, en üstün ve en düşük performansı göstermiştir. Ancak, C9.05_M0, C9.05_M3, C9.05_M6 ve C9.05_M9 karışımlarında, yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50'ten %1.5'e artışı ile karışımların mini-çökme yayılması değerleri sırasıyla, %9, %25, %66, %103 oranında arttığı belirlenmiştir. C9.05_M12 karışımı için %0.5 yüksek oranda su azaltıcı katkı/bağlayıcı oranında ölçüm alınamadığından bu değer hesaplanamamıştır. Bu bağlamda, C9.05_M9 ve C9.05_M9 ve C9.05_M9 ve C9.05_M9 karışımları arasında en iyi ve en kötü yayılma performansını sırasıyla, C9.05_M9 ve C9.05_M0 karışımları göstermiştir.



Şekil 4.12. C9.05 çimentosu hamurlarının katkı dozajına bağlı olarak mini-çökme yayılması değerleri

Yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %0.50 olduğu durum incelendiğinde, çimento türünden bağımsız olarak metakaolin kullanım oranının artışı ile karışımların mini-çökme yayılması değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. Ancak, daha yüksek su azaltıcı katkı kullanım oranlarında kontrol ve metakaolin içeren karışımların miniçökme yayılması değerleri arasındaki farkın daha az olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, karışımlara metakaolin eklenmesi ile katkı kullanım oranının %0.5'ten %1.5'a artışı sonucu mini-çökme yayılması değerlerinin daha bariz şekilde arttığı gözlemlenmiştir. Mardani-Aghabaglou ve ark. (2017) tarafından yapılan bir çalışmada, bu durumun yüksek oranda su azaltıcı katkıların, incelik değeri daha yüksek olan çimento esaslı malzemelere daha güçlü adsorbe olmasından kaynaklandığı vurgulanmıştır. Ancak, yüksek inceliğe sahip çimentoların kullanıldığı kohezif sistemlerde düşük katkı kullanımının gerekli dispersiyonu yaratmak için yetersiz olduğu vurgulanmıştır. Böylece, katkı dozajının düşük olduğu karışımlarda, yüksek inceliğe sahip metakaolinin suyu emerek yayılma değerini azaltma davranışının daha baskın olduğu anlaşılmıştır.

4.4. Hamur Karışımlarının Reolojik Özelliklerinin Belirlenmesi

4.4.1. Çimento C₃A İçeriği Ve Metakaolin İkame Oranının Etkisi

Çimento C_3A içeriği ve metakaolin ikame oranı artışına bağlı olarak karışımların reolojik özelliklerinin değişimi 1. yöntem kullanılarak değerlendirilmiştir. Bu yöntem 4 periyottan oluştuğundan artan deformasyon hızı eğrisi 3. periyot, azalan deformasyon hızı eğrisi 4. periyot olarak adlandırılmıştır. Daha önce de vurgulandığı gibi, karışımların zamana bağlı reolojik parametrelerinin değişimini incelemek amacı ile karışım hazırlandıktan hemen sonra ve 20 dakika bekletildikten sonra reolojik ölçümleri alınmıştır.

Başlangıç Ölçümleri

Çalışma kapsamında elde edilen deney sonuçları çimento C_3A içeriği ve metakaolin kullanım oranları etkisi olmak üzere iki farklı açıdan değerlendirilmiştir. Daha önce de vurgulandığı gibi, karışımların reolojik parametreleri 4. periyottan elde edilen veriler üzerinden incelenmiştir. Ancak, zamana bağlı reolojik davranışın incelenmesi için hem 3. hem de 4. periyotta ölçülen dinamik eşik kayma gerilşmesi ve viskozite değerleri dikkate alınmıştır. Ayrıca, her iki periyottan elde edilen viskozite değerleri deformasyon hızının maksimim ve minmum olduğu durumlarda birbiri ile kıyaslanmıştır.

Çizelge 4.5'te verilen metakaolin içermeyen karışımların 3. ve 4. periyotta ölçülen dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri karşılaştırıldığında 4. periyot değerlerinin genellikle daha düşük olduğu belirlenmiştir. Bu durum, 4. periyotta karışımların daha uzun süre karıştırmaya tabi tutulması sonucu daha homojen karışmasından ve bu periyotta en yüksek deformasyon hızında ölçümlerin gerçekleşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Daha önce de vurgulandığı gibi, 4. periyot dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin karşılaştırılmasının daha uygun olduğuna karar verildiğinden tezin bundan sonraki bölümlerinde 4. periyot dinamik eşik kayma gerilmesi yerine sadece dinamik eşik kayma gerilmesi yazılmıştır.

Tüm karışımlarda minimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerine kıyasla maksimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerinin daha düşük olduğu belirlenmiştir. Böylece, tüm karışımların kayma incelmesi davranışı gösterdiği anlaşılmıştır. Tüm karışımların kayma gerilmesi/viskozite-deformasyon hızı grafiklerinde, çıkış eğrisi iniş eğrisinin altında kalmıştır. Yalnızca bazı karışımlar için minimum ve maksimum deformasyon hızlarında bu durumun tersi gözlemlenmiştir. Böylece, tüm karışımlarda hem 0 hem de 20. dakika ölçümleri için yapısal toparlanma alanı değerlerinin yapısal bozulma alanı değerinden yüksek olduğu tespit edilmiştir.

| | Reolojik Özellikler | | | | | | | | | | | |
|------------------------------------|---------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|---------------|---------------|-------------|-------------|
| | | 3.per | iyot | | | 4.periyot | | | | Gerilmesi | Visk | kozite |
| Mix | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (35 s ⁻¹) | H.B.I | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (35 s ⁻¹) | H.B.I | YBA (Pa/s) | YTA (Pa/s) | YBA (Pa) | YTA (Pa) |
| C _{2.13} _M ₀ | 18,91 | 19,36 | 2,23 | 0,82 | 7,63 | 17,89 | 2,19 | 0,49 | 8,41 | 87,84 | 0,61 | 7,83 |
| $C_{2.13}M_{3}$ | 8,31 | 18,49 | 2,16 | 0,48 | 10,87 | 24,49 | 2,29 | 0,40 | 0 | 188,06 | 0 | 20,86 |
| C _{2.13} _M ₆ | 37,49 | 34,19 | 3,00 | 0,98 | 14,57 | 33,56 | 2,96 | 0,38 | 12,84 | 231,82 | 0,03 | 21,68 |
| C _{2.13} _M ₉ | 14,56 | 38,28 | 3,45 | 0,37 | 25,06 | 57,10 | 3,84 | 0,28 | 0 | 527,01 | 0 | 59,98 |
| C _{2.13} _M ₁₂ | 120,84 | 104,22 | 5,97 | 1,40 | 47,71 | 84,91 | 5,61 | 0,31 | 107,94 | 193,70 | 16,67 | 14,33 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 7,52 | 16,92 | 2,130 | 0,50 | 10,72 | 23,86 | 2,27 | 0,41 | 0 | 218,67 | 0 | 24,22 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 33,41 | 29,73 | 2,912 | 1,17 | 13,73 | 30,16 | 2,80 | 0,40 | 14,65 | 275,62 | 0,15 | 27,05 |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 49,37 | 43,17 | 3,632 | 1,28 | 18,82 | 41,07 | 3,47 | 0,37 | 24,67 | 323,79 | 0,30 | 29,15 |
| C _{3.60} _M ₉ | 79,97 | 69,27 | 4,902 | 1,38 | 32,21 | 65,33 | 4,82 | 0,33 | 27,69 | 499,20 | 0,84 | 42,18 |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 34,95 | 81,2 | 5,365 | 0,28 | 53,62 | 97,02 | 5,95 | 0,28 | 0 | 592,19 | 0 | 57,30 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 25,49 | 23,78 | 2,449 | 0,97 | 11,36 | 28,01 | 2,41 | 0,36 | 5,37 | 266,16 | 0,02 | 29,85 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 42,94 | 38,10 | 3,438 | 1,16 | 17,80 | 42,05 | 3,39 | 0,35 | 10,99 | 423,30 | 0,20 | 43,50 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 58,73 | 51,37 | 4,121 | 1,25 | 23,80 | 55,11 | 4,02 | 0,31 | 17,72 | 493,24 | 0,07 | 50,27 |
| C _{6.82} _M ₉ | 83,74 | 72,39 | 5,124 | 1,44 | 33,49 | 69,40 | 5,02 | 0,32 | 28,95 | 559,39 | 0,06 | 47,76 |
| C _{6.82} _M ₁₂ | 30,77 | 76,29 | 5,287 | 0,29 | 46,54 | 94,34 | 5,69 | 0,29 | 0 | 510,67 | 0 | 56,18 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 71,06 | 61,77 | 5,536 | 1,41 | 33,04 | 76,09 | 5,32 | 0,30 | 17,37 | 876,125 | 0,19 | 96,59 |
| C _{9.05} _M ₃ | 105,38 | 91,07 | 6,780 | 1,48 | 52,25 | 114,04 | 6,57 | 0,23 | 17,97 | 1128,03 | 0,13 | 128,34 |
| $C_{9.05}M_6$ | 42,01 | 98,33 | 6,97 | 0,30 | 74,30 | 152,13 | 7,62 | 0,18 | 0 | 1176,70 | 0 | 147,38 |
| C _{9.05} _M ₉ | 112,98 | 96,89 | 7,94 | 2,35 | 49,32 | 77,52 | 6,95 | 0,46 | 126,88 | 722,06 | 14,41 | 53,00 |
| $C_{9.05}M_{12}$ | 85,39 | 109,06 | 7,33 | 0,41 | 80,51 | 122,67 | 10,36 | 0,44 | 0 | 2083,24 | 0 | 143,49 |

Çizelge 4.5. 30 saniye 5s⁻¹, 30 saniye 0 s⁻¹ ön karıştırma işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri

Metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranının artışı ile dinamik eşik kayma gerilmesi, nihai viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı, Herschel Buckley İndeksi değerlerinin ise azaldığı tespit edilmiştir. C2.13_M0 karışımına kıyasla, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin sırasıyla, %40, %49 ve 3.3 kat arttığı hesaplanmıştır. Bu artışın 4. periyot nihai viskozite değerleri için sırasıyla, %4, %10 ve 1.4 mertebesinde ölçüldüğü anlaşılmıştır. Karışımların C₃A oranı artışı ile minimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerleri değişimi Şekil 4.13'te gösterilmiştir.



Şekil 4.13. Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının C₃A oranı artışı ile 4. periyot başlangıç bağıl viskozite değeri artışı

C2.13_M0 karışımına kıyasla C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının Herschel Buckley İndeksi değerinin sırasıyla, % 16, % 26 ve %39 oranında azaldığı belirlenmiştir. Böylece, C₃A oranı artışı ile kayma incelmesi davranışının arttığı anlaşılmıştır. Yapısal toparlanma alanları karşılaştırıldığında, C2.13_M0 karışımına kıyasla, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının kayma gerilmesideformasyon hızı grafiği alan değerlerinin sırasıyla, yaklaşık olarak 1.5, 2 ve 9 kat arttığı ölçülmüştür. Karışımların C₃A oranı artışı ile viskozite-deformasyon hızı grafiği bağıl alan değerlerinin değişimi Şekil 4.14'te gösterilmiştir. Şekil 4.14'ten de anlaşılacağı üzere, C2.13_M0 karışımına kıyasla C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının viskozite-deformasyon hızı grafiği alan değerlerinin sırasıyla, 2, 2.8 ve 11.3 kat arttığı belirlenmiştir. Bu durum, daha önce de açıklandığı gibi, C₃A'nın artışı ile etrenjitin daha hızlı ve daha yüksek konsantrasyonda oluşmasından kaynaklanmaktadır (Mardani-Aghabaglou ve ark. 2017). C9.05_M0 karışımının en fazla yapısal toparlanma alanı artış göstermesinin sebebi, bu çimentonun en yüksek oranda C₃A içermesine ilaveten en yüksek incelik değerine sahip olduğu düşünülmektedir. C2.13, C3.60 ve C6.82 çimentolarının (3659, 3754 ve 3786 cm²/g) oldukça birbirine yakın incelik değerine sahip olduğu ve C9.05 çimentosunun %13 daha ince (4259 cm²/g) olduğu daha önce de vurgulanmıştır. Böylelikle, yapısal toparlanma alanı için çimento inceliği değerinin etkin bir parametre olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.14. Metakaolin içermeyen hamur karışımlarının C₃A oranı artışı ile bağıl viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alanı değişimi

Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlar esas alınarak metakaolinli karışımların başlangıç bağıl reolojik parametreleri değişimi Şekil 4.15a-e'de gösterilmiştir. Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak karışımlara metakaolin eklenmesi ile dinamik esik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Bu durumun, kullanılan metakaolinin çimentolara kıyasla yaklaşık 35 kat daha yüksek özgül yüzey alanı değerine sahip olmasına bağlı olarak karışımdaki toplam yüzey alanı artması sonucu su ihtiyacının artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Mardani-Aghabaglou ve ark. 2014). Böylece, karışımda topaklaşma oluşum riski ve hızının artacağı düşünülmektedir. Ayrıca, metakaolin ikamesi ile karışımlarda hidratasyona girecek olan çimento miktarı azalsa da metakaolinin çimentonun alüminat fazlarının hidratasyonunu hızlandırarak kalıcı yapıların oluşumuna katkı sağladığı düşünülmektedir (Justice ve Kurtis 2007). Şekil 15b ve c'de gösterilen 4. periyottaki maksimum ve minimum deformasyon hızlarında ölçülen viskozite değerleri kıyaslandığında, metakaolin kullanım oranının artışı ile viskozite değerindeki artışın daha düşük deformasyon hızında ölçülen durumda daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Daha yüksek deformasyon hızlarında karışımın daha hızlı karıştırılması sonucu partiküllerin yönlenmesi olayına bağlı olarak metakaolin miktarının artışı ile oluşacak topakların bir ksımının dağıldığı düşünülmektedir.

Metakaolin kullanım oranının artışı ile Herschel Buckley İndeksi değerlerinin azaldığı, böylece kayma incelmesi davranışının arttığı anlaşılmıştır. C2.13 ve C3.60 çimentolu karışımlara %9 oranına kadar metakaolin eklenmesi ile yapısal toparlanma alanları artış oranının arttığı, %12 oranında ise bu oranın azaldığı belirlenmiştir. Bu durumun, %12 oranında metakaolin içeren karışımın uygun şekilde karışmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bununla birlikte, C9.05 çimentolu karışımlarında %9 ve %12 metakaolin ikame oranında ölçüm alınamamıştır.







(b)

Şekil 4.15. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların başlangıç bağıl reolojik parametrelerinin değişimi







(d)

Şekil 4.15. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların başlangıç bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



(e)

Şekil 4.15. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların başlangıç bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)

20.Dakika Ölçümleri

20 dakika bekletilen hamur karışımlarının reolojik ölçümleri sonucu Çizelge 4.6'da özetlenmektedir. Başlangıç ölçüm sonuçlarına benzer olarak, 20.dakika ölçüm sonuçlarında da metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranının artışı ile dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı, Herschel Buckley İndeksi değerlerinin ise azaldığı gözlemlenmiştir. Çizelge 4.6'da de görüldüğü gibi, C2.13_M0 karışımına kıyasla, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin sırasıyla, 0.46, 0.55 ve 3.07 kat arttığı anlaşılmıştır. Bu artışın 4. periyotta maksimum deformasyon hızında ölçülen viskozite (nihai viskozite) değerlerinde sırasıyla, 0.30, 0.48 ve 1.49 kat olduğu ölçülmüştür.

| | Reolojik Özellikler | | | | | | | | | | | |
|------------------------------------|---------------------|----------------------|---------------|-------|-------------|----------------------|-----------------------|-------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| | | 3.per | riyot | | | 4.periyot | | | | Gerilmesi | Visł | kozite |
| Mix | FKC | \mathbf{V} | \mathbf{V} | | FKC | V | \mathbf{V} | | VRA | VTA | VPA | VTA |
| | | (Pa.s) | (Pa.s) | H.B.I | ENG (Da) | (Pa.s) | (Pa.s) | H.B.I | $\mathbf{I} \mathbf{D} \mathbf{A}$ | $\mathbf{I} \mathbf{I} \mathbf{A}$ | $\mathbf{I} \mathbf{D} \mathbf{A}$ | $\mathbf{I} \mathbf{I} \mathbf{A}$ |
| | (Pa) | (0 s^{-1}) | $(35 s^{-1})$ | | (Pa) | (0 s^{-1}) | (35 s^{-1}) | | (Pa / s) | (Pa / s) | (Pa) | (ra) |
| C _{2.13} _M ₀ | 28,42 | 28,24 | 3,25 | 0,86 | 13,22 | 30,63 | 3,14 | 0,43 | 13,69 | 207,33 | 0,22 | 23,77 |
| C _{2.13} _M ₃ | 53,69 | 46,22 | 3,40 | 1,67 | 18,50 | 38,67 | 3,50 | 0,40 | 26,80 | 455,44 | 3,94 | 32,06 |
| C _{2.13} _M ₆ | 70,46 | 61,90 | 4,42 | 1,14 | 27,02 | 58,48 | 4,48 | 0,34 | 23,71 | 441,06 | 0,69 | 36,10 |
| C _{2.13} _M ₉ | 26,78 | 83,17 | 5,33 | 0,24 | 45,70 | 88,70 | 5,92 | 0,30 | 0,00 | 434,53 | 0,00 | 32,15 |
| C _{2.13} _M ₁₂ | 37,00 | 101,28 | 6,46 | 0,25 | 60,59 | 114,83 | 7,21 | 0,28 | 0,00 | 654,51 | 0,00 | 57,04 |
| C _{3.60} _M ₀ | 52,75 | 45,35 | 3,98 | 1,86 | 19,24 | 42,68 | 4,08 | 0,41 | 18,32 | 724,07 | 0,00 | 55,50 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 61,86 | 54,53 | 3,80 | 1,09 | 25,15 | 59,53 | 4,50 | 0,32 | 15,44 | 882,69 | 0,00 | 72,42 |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 84,29 | 73,32 | 4,77 | 1,24 | 34,88 | 78,47 | 5,16 | 0,28 | 21,71 | 836,10 | 0,00 | 73,93 |
| C _{3.60} _M ₉ | 119,39 | 104,57 | 6,83 | 1,13 | 55,03 | 106,49 | 6,83 | 0,29 | 31,06 | 677,99 | 0,00 | 64,55 |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 31,82 | 72,99 | 5,08 | 0,30 | 46,61 | 72,24 | 6,15 | 0,44 | 0,22 | 584,83 | 0,28 | 29,83 |
| C _{6.82} _M ₀ | 63,25 | 54,89 | 4,17 | 1,37 | 20,51 | 59,55 | 4,65 | 0,31 | 18,65 | 920,44 | 0,00 | 78,34 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 87,62 | 77,77 | 5,00 | 0,98 | 24,99 | 84,43 | 5,25 | 0,23 | 27,43 | 684,30 | 0,00 | 66,22 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 145,47 | 125,42 | 6,94 | 1,39 | 46,41 | 110,53 | 6,58 | 0,24 | 96,26 | 339,36 | 9,47 | 27,72 |
| C _{6.82} _M ₉ | 98,72 | 84,73 | 5,49 | 1,93 | 28,01 | 56,56 | 5,09 | 0,40 | 134,84 | 255,40 | 28,85 | 16,01 |
| $C_{6.82}M_{12}$ | 131,00 | 112,31 | 6,68 | 2,41 | 34,67 | 64,18 | 6,58 | 0,47 | 215,09 | 417,61 | 57,57 | 21,64 |
| C _{9.05} _M ₀ | 33,43 | 117,29 | 7,04 | 0,21 | 53,76 | 116,00 | 7,83 | 0,29 | 0,54 | 470,21 | 0,56 | 24,78 |
| C _{9.05} _M ₃ | 88,41 | 76,14 | 6,60 | 1,72 | 34,26 | 61,10 | 6,35 | 0,48 | 54,13 | 662,73 | 8,62 | 48,35 |
| C _{9.05} _M ₆ | 119,45 | 102,69 | 7,09 | 1,74 | 50,21 | 83,85 | 7,72 | 0,45 | 59,29 | 1109,35 | 10,80 | 71,03 |
| C _{9.05} _M ₉ | 24,30 | 48,00 | 5,42 | 0,49 | 69,26 | 111,26 | 7,87 | 0,36 | 0,00 | 2543,32 | 0,00 | 245,89 |
| $C_{9.05}M_{12}$ | 44,85 | 62,74 | 6,33 | 0,54 | 92,19 | 129,86 | 8,01 | 0,34 | 0,00 | 2176,05 | 0,00 | 231,84 |

Çizelge 4.6. 30 saniye 5s⁻¹, 30 saniye 0 s⁻¹ ön karıştırma işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların 20. dakika reolojik parametreleri

Çimento C₃A oranının hamur karışımlarının zaman bağlı reolojik davranışına etkisini incelemek için karışımlarının dökümeden sonra ve dökümden 20 dakika sonra ölçülen reolojik parametreleri kıyaslanmıştır.

Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların başlangıç ölçümlere kıyasla 20. dakika bağıl eşik kayma gerilmesi değerleri Şekil 4.16'da gösterilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi, metakaolin içermeyen C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika dinamik eşik kayma değerleri sırasıyla, %73, %79, %81 ve %63 oranında artış göstermiştir. Bu artışın bir taraftan karışımın tiksotropik karakterine sahip olmasından bir taraftan da zamanla hidratasyonun gelişmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Roussel 2010, Oesterheld ve ark. 2009).



Şekil 4.16. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların başlangıç ölçümlere kıyasla 20. dakika bağıl eşik kayma gerilmesi değerleri

Metakaolin kullanım oranının karışımların zamana bağlı dinamik eşik kayma gerilmesi değerine etskisini irdelemek amacı ile burada örnek olarak C2.13 C₃A içeriğine sahip ve

farklı oranlarda metakaolin içeren karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri Şekil 4.17'de gösterilmiştir. Beklenildiği gibi, metakaolinli karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri zamanla artış göstermiştir.



Şekil 4.17. C2.13 C₃A içeriğine sahip ve farklı oranlarda metakaolin içeren karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri

Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların başlangıç ölçümlere kıyasla 20. dakika bağıl viskozite değerleri Şekil 4.18'de gösterilmiştir. Şekil 4.18'den de görüldüğü üzere, başlangıç ölçümlerine kıyasla, C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının 3. periyottaki minimum deformasyon hızında ölçülen 20. dakika viskozite değerleri sırasıyla, 0.46, 1.68, 1.31 ve 0.90 kat artış göstermiştir. Bu artış 4. periyottaki maksimum deformasyon hızında ölçülen 20. dakika viskozite (nihai viskozite) değerlerinde sırasıyla, 0.43, 0.80, 0.93 ve 0.47 kat olarak belirlenmiştir. Çimento C_3A oranı artışı ile viskozite değerlerindeki artışın 3. periyotta ölçülen durumda daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Bu durum, 4. periyotta daha yüksek deformasyon hızına maruz kalan karışımlarda çimento tanelerinin yönlenmesi sonucu karışım akışkanlığının artmasından kaynaklanmaktadır (Barnes 1997).

Sonuçlardan da anlaşıldığı gibi, çimento C₃A oranı artışına bağlı olarak zaman parametresinin karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri üzerindeki etskisi viskozite değerlerine kıyasla daha baskın olmuştur.



(a)

Şekil 4.18. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl viskozite değerleri; a) 3. periyottaki minimum deformasyon hızında ölçülen, b) 4. periyottaki maksimum deformasyon hızında ölçülen



(b)

Şekil 4.18. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl viskozite değerleri; a) 3. periyottaki minimum deformasyon hızında ölçülen, b) 4. periyottaki maksimum deformasyon hızında ölçülen (devamı)

C₃A oranı artışının farklı zaman dilimlerinde çimento hamur karışımlarının viskozitesine etkisini iredelemek amacı ile hem başlangıç hem de 20. dakika ölçümleri için C2.13_M0 karışımı esas alınarak diğer karışımların bağıl viskozite değeri hesaplanmıştır. Bu amaçla, C2.13_M0 karışımına kıyasla diğer karışımların bağıl nihai viskozite (4. periyottaki en yüksek deformasyon hızında ölçülen viskozite) değerleri Şekil 4.18'de gösterilmiştir. Şekil 4.19'da görüldüğü gibi, çimento C₃A oranı artışı ile viskozite değerlerindeki artışın 20. dakika ölçümleri için daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Bu durum, C₃A ve alçıtaşı reaksiyonu sonucu oluşan etrenjit miktarının zamanla artmasından kaynaklanmaktadır (Mardani-Aghabaglou ve ark. 2017).



Şekil 4.19. Çimento C_3A oranı artışı ile karışımlarının dökümden sonra ve dökümden 20 dakika sonra ölçülen 4. periyot bağıl nihai viskozite değerleri

C2.13_M0, C3.60_M0 ve C6.82_M0 karışımları için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı %96, C9.05_M0 için %98 olarak hesaplanmıştır. Böylece C2.13_M0, C6.82_M0, C3.60_M0 ve C9.05_M0 karışımları için yapı oluşumunun çoğunlukla geri döndürülebilir olduğu anlaşılmıştır. Böylece, metakaolin içermeyen karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışım C9.05_M0 olarak belirlenmiştir. Kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C2.13_M0, C3.60_M0 ve C6.82_M0 karışımları için sırasıyla 1.36, 2.31 ve 2.46 kat artış gösterirken C9.05_M0 karışımı için 0.46 kat azalma göstermiştir. Viskozitedeformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C2.13_M0, C3.60_M0 ve C6.82_M0 karışımları için sırasıyla, 0.20, 1.29 ve 1.62 kat artış gösterirken C9.05_M0 karışımları için sırasıyla, 0.20, 1.29 ve 1.62 kat artış gösterirken C9.05_M0 karışımı için 0.74 kat azalma göstermiştir.

Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlar esas alınarak metakaolinli karışımların 20. dakika bağıl reolojik parametreleri Şekil 4.20a-e'de gösterilmiştir. Karışımlara metakaolin eklenmesi ile çimento türünden bağımsız olarak 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. %9 ve %12 metakaolin içeren karışımlarda benzer davranışın devam etmediği anlaşılmıştır. Karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri bu duruma örnek olarak Şekil 4.20a'da gösterilmiştir.



| | ` |
|-------|-----|
| 16 | • • |
| 16 | 1, |
| · · · | -, |



Şekil 4.20. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 20. dakika bağıl reolojik parametrelerinin değişimi






(d)

Şekil 4.20. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 20. dakika bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



(e)

Şekil 4.20. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 20. dakika bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)

C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M6 ve C2.13_M9 ve karışımları için başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika 4. periyot nihai viskozite değerleri sırasıyla %43, %53, %52, %54 ve %29 oranında artış göstermiştir. Böylece, karışımların viskozite değerlerinin de zamanla arttığı gözlemlenmiştir. Zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M6 ve C2.13_M9 karışımları için sırasıyla %96.36, %97.24, %97.41, %97.37 olarak hesaplanmıştır (Şekil 4.21). Böylece, C2.13_vimentolu karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışımın C2.13_M6 olduğu anlaşılmıştır. C2.13_M12 karışımı için bu oran 3. Periyot minimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerinin zamanla azalmasından dolayı dikkate alınmamıştır. Bu durumun, %12 oranında metakaolinin karışım içerisinde homojen dağılamamasından ve bir kısmının reometre ölçüm kabının dibine çökmesinden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Bu davranışa ters olarak, söz konusu karışımın 4. Periyot maksimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değeri viskozite değeri ise artış göstermiştir. Bu davranış, dibe çöken metakaolinin yüksek deformasyon hızında karıştırılması

sonucu meydana gelen santfirüj etkisi ile tekrar yukarı doğru hareket ettiğini göstermektedir. Ayrıca, metakaolinin başlangıç karıştırma aşamasında emdiği suyu, dinlenme aşamasında yavaş yavaş kaybetmesi sonucunda düşük bir viskozite değerine sahip olduğu düşünülmektedir. 4. periyotta ise, metakaolinin karışımdan tekrar büyük miktarda serbest su emmesi sonucu viskozite değerinin arttığı düşünülmektedir.

C2.13 çimentolu karışımlar arasında %12 oranında metakaolin içeren karışımın en yüksek başlangıç ve 20. dakika viskozite değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Böylece diğer karışımlara kıyasla C2.13_M12 karışımında homojen dağılmış metakaolinin daha fazla miktarda mevcut olduğu anlaşılmaktadır. Kayma gerilmesideformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M6 ve C2.13_M12 karışımları için sırasıyla, 1.36, 1.42, 0.90 ve 2.38 kat artış gösterirken C2.13_M9 karışımı için 0.17 kat azalma göstermiştir. Viskozitedeformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M6 ve C2.13_M12 karışımları için sırasıyla, 2.04, 0.54, 0.66 ve 2.98 kat artış gösterirken C2.13_M9 karışımı için 0.46 kat azalma gösterdiği anlaşılmıştır. Bu bağlamda, C2.13_M9 karışımlarında dinlenmede kayma gerilmesi ve viskozite artışını meydana getiren kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmaktadır.

C3.60 çimentolu karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. Dakika 4. Periyot dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinde, C3.60_M0, C3.60_M3, C3.60_M6 ve C3.60_M9 karışımları için sırasıyla %79, %83, %85 ve %71 oranında artış, C3.60_M12 karışımı için ise %13 oranında azalma gözlemlenmiştir. 4. Periyot nihai viskozite değerleri ise sırasıyla %80, %61, %49, %42 ve %3 oranında artış göstermiştir. Böylece, karışımların viskozite değerlerinin genel olarak zamanla artığı gözlemlenmiştir. C3.60_M0, C3.60_M3, C3.60_M6 ve C3.60_M9 karışımları için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı %95.79, %96.71, %97.57 ve %97.98 olarak hesaplanmıştır (Şekil 4.20). Böylece C3.60_M9 olduğu belirlenmiştir. C3.60_M12 karışımı için bu oran 3. periyot minimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerinin zamanla azalmasından dolayı dikkate alınmamıştır. C3.60_M12 karışımını 20. dakikada ölçülen

viskozite değerlerinin C3.60_M9 karışımına kıyasla daha düşük olduğu görülmektedir. Böylece, C3.60_M12 karışımında bulunan metakaolinin homojen dağılmadığı anlaşılmaktadır. Kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C3.60_M0, C3.60_M3, C3.60_M6 ve C3.60_M9 karışımları için sırasıyla, 2.31, 2.20, 1.58 ve 0.35 kat artış gösterirken C3.60_M12 karışımı için 0.01 oranında azalma göstermiştir. Viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C3.60_M0, C3.60_M3, C3.60_M6 ve C3.60_M9 karışımları için sırasıyla 1.29, 1.67, 1.53 ve 0.53 kat daha fazla ölçülürken C3.60_M12 karışımı için 0.48 kat daha az ölçülmüştür. Bu bağlamda, C3.60_M12 karışımında dinlenmede kayma gerilmesi ve viskozite artışını meydana getiren kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmaktadır.

C6.82 çimentolu karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. Dakika 4. Periyot dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinde, C6.82 M0, C6.82 M3 ve C6.82 M6 karışımları için sırasıyla %81, %40, %95 oranında artış, C6.82 M9 ve C6.82 M12 karışımı için ise %16 ve %26 oranında azalma gözlemlenmiştir. 4. Periyot nihai viskozite değerleri ise sırasıyla %93, %55, %64, %1 ve %16 oranında artış göstermiştir. Böylece karısımların viskozite değerlerinin genel olarak zamanla arttığı gözlemlenmiştir. C6.82 M0, C6.82 M3, C6.82 M6, C6.82 M9 ve C6.82 M12 karışımları için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı %95.74, %97.50, %97.89, %99.91 ve %99.16 olarak hesaplanmıştır (Şekil 4.21). Böylece C6.82 çimentolu karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışım C6.82 M9 olarak belirlenmiştir. C6.82 M12 karışımının diğer karışımlara kıyasla en yüksek viskozite değerlerine sahip olduğu ve zamanla tüm viskozite değerlerinin arttığı görülmektedir. Böylece, C6.82 M12 karışımının geri kazanılabilir yapı oranının diğerlerine kıyasla daha düşük olması, %12 metakaolin oranının optimum kullanım oranını aştığını göstermektedir. Kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen 20. Dakika yapısal toparlanma alanı değerleri 0.dakika ölçümlerine kıyasla, C6.82 M0 ve C6.82_M3 karışımları için sırasıyla 2.45 ve 0.62 kat daha fazla ölçülürken C6.82_M6, C6.82 M9 ve C6.82 M12 karışımları için sırasıyla 0.31, 0.54 ve 0.38 kat daha az ölçülmüştür. V-DH grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C6.82 M0 ve C6.82 M3 karışımları için sırasıyla 1.62 ve 0.52 kat daha fazla

201

ölçülürken, C6.82_M6, C6.82_M9 ve C6.82_M12 karışımları için sırasıyla 0.44, 0.66 ve 0.61 kat daha az ölçülmüştür. Bu bağlamda, C6.82_M9 karışımında dinlenmede kayma gerilmesi ve viskozite artışını meydana getiren kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmaktadır.

C9.05 çimentolu karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika 4. deriyot dinamik eşik kayma gerilemsi değerlerinde, C9.05_M0, C9.05_M9 ve C9.05_M12 karışımları için sırasıyla, %63, %40, %15 oranında artış, C9.05_M3, C9.05_M6, karışımları için ise sırasıyla, %34 ve %32 oranında azalma gözlemlenmiştir. C9.05_M0, C9.05_M6 ve C9.05_M9 karışımları için 4. periyot nihai viskozite değerleri sırasıyla, %47, %1 ve %13 oranında artış, C9.05_M3 ve C9.05_M12 karışımları ise %3 ve %23 oranında azalma göstermiştir. Böylece, karışımların viskozite değerlerinin zamanla davranışı hakkında genel bir yorum yapılamamaktadır. Ayrıca C9.05_M3 ve C9.05_M12 karışımlarının zamanla viskozite değerlerinin azalmasından dolayı geri döndürülebilir yapı oranı yüksek bir değer olarak hesaplansa da yanıltıcı olduğu anlaşılmıştır.

C9.05_M0 ve C9.05_M6 karışımları için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı %98 ve %99.9 olarak hesaplanmıştır (Şekil 4.21). Böylece C9.05 çimentolu karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışım C9.05_M6 olarak belirlenmiştir. Kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen 20. dakika yapısal toparlanma alanı değerleri başlangıç ölçümlerine kıyasla, C9.05_M9 ve C9.05_M12 karışımları için sırasıyla, 2.52 ve 4.46, kat daha fazla ölçülürken C9.05_M0, C9.05_M3 ve C9.05_M6 karışımları için sırasıyla, 0.46, 0.41 ve 0.57 kat daha az ölçülmüştür. Viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri c9.05_M3 ve C9.05_M9 ve C9.05_M12 karışımları için sırasıyla, 3.64 ve 0.62 kat daha fazla ölçülürken C9.05_M0, C9.05_M3 ve C9.05_M6 karışımları için sırasıyla, 3.64 ve 0.62 kat daha fazla ölçülürken C9.05_M0, C9.05_M3 ve C9.05_M6 karışımları. Bu bağlamda, C9.05_M0 karışımları için sırasıyla, 0.74, 0.62 ve 0.52 kat daha az ölçülmüştür. Bu bağlamda, C9.05_M0 karışımında dinlenmede kayma gerilmesi ve viskozite artışını meydana getiren kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmaktadır. C9.05 çimentolu karışımlara uygun sonuç alınamamasının sebebi bu çimentonun en yüksek incelik

değerine ve C₃A oranına sahip olması sonucu etrenjit oluşumunun daha hızlı ve daha yüksek miktarda olduğundan kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.21. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolinli karışımların geri döndürülebilir yapı oranı değerleri

4.4.2. Ön Karıştırma Prosedürünün Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi

Ön karıştırma prosödürüne bağlı olarak karışımların reolojik özelliklerinin değişimi 1. ve 2. yöntemlerde elde edilen reolojik parametrelerin kıyaslanması ile değerlendirilmiştir. Daha önce de bidirildiği gibi, 1. yöntemde karışım 30 saniye boyıunca 5 s⁻¹ deformasyon hızına tabi tutulduktan sonra 30 saniye bekletilip ardından reolojik ölçümleri gerçekleşmiştir. 2. yöntemde ise 1. yöntemde uygulanan ön karıştırma ve bekletme işlemlerin yeri değiştirilerek yeni ölçüm prosesi oluşturulmuştur. Bu amaçla, 30 saniye bekletilen karışımlar 30 saniye boyunca 5 s⁻¹ deformasyon hızına tabi tutulduktan sonra 5 s⁻¹ deformasyon hızına tabi tutulduktan yeni ölçüm prosesi oluşturulmuştur.

periyottan oluştuğundan artan deformasyon hızı eğrisi 3. periyot, azalan deformasyon hızı eğrisi 4. periyot olarak adlandırılmıştır.

Farklı C₃A ve metakaolin oranına sahip karışımların 2. yöntem ile belirlenen başlangıç ve 20. dakika reolojik parametreleri sırasıyla, Çizelge 4.7 ve Çizelge 4.8'de verilmiştir. Genel olarak, 30 saniye bekletmenin ardından (1. yöntem) ölçüm yapılan duruma kıyasla, ön karıştırma uygulandıktan hemen sonra bekletilmeden ölçülen (2. yöntem) başlangıç dinamik eşik kayma gerilmesi ve viskozite değerlerinin daha düşük, yapısal toparlanma alanı değerlerinin ise daha yüksek olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca, ön karıştırma prosesinden bağımsız olarak çimento C₃A oranının artışı ile başlangıç ve 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin

| | | | | | | Reoloji | k Özellil | kler | | | | |
|------------------------------------|-------|------------------------|---------------------------------|--------|-------|------------------------|------------------------------|-------|--------|-----------|-------|--------|
| | | 3.per | riyot | | | 4.pe | riyot | | Kayma | Gerilmesi | Vis | kozite |
| Mix | EKG | V | V (D) | II D I | EKG | V | V (D) | IIDI | YBA | УТА | YBA | УТА |
| | (Pa) | (Pa.s) $(0 s^{-1})$ | (Pa.s) (35 s^{-1}) | H.B.I | (Pa) | (Pa.s) $(0 s^{-1})$ | (Pa.s) (35 s^{-1}) | H.B.I | (Pa/s) | (Pa/s) | (Pa) | (Pa) |
| C _{2.13} _M ₀ | 4,62 | 11,71 | 1,75 | 0,54 | 5,55 | 14,18 | 1,83 | 0,49 | 0,00 | 100,83 | 0,00 | 10,12 |
| C _{2.13} _M ₃ | 9,33 | 20,25 | 2,39 | 0,49 | 7,82 | 24,80 | 2,56 | 0,40 | 0,00 | 202,04 | 0,00 | 20,13 |
| C _{2.13} _M ₆ | 13,67 | 29,66 | 3,07 | 0,44 | 15,98 | 34,13 | 3,36 | 0,43 | 0,00 | 258,22 | 0,00 | 22,07 |
| C _{2.13} _M ₉ | 22,46 | 49,55 | 4,03 | 0,36 | 29,23 | 58,35 | 4,49 | 0,35 | 0,00 | 423,06 | 0,00 | 37,93 |
| C _{2.13} _M ₁₂ | 34,13 | 78,85 | 5,34 | 0,29 | 50,18 | 93,81 | 5,82 | 0,28 | 0,00 | 511,44 | 0,00 | 51,49 |
| C _{3.60} _M ₀ | 7,70 | 15,44 | 1,87 | 0,51 | 10,03 | 21,72 | 2,00 | 0,40 | 0,00 | 201,37 | 0,00 | 22,26 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 10,77 | 21,85 | 2,47 | 0,48 | 13,78 | 30,40 | 2,65 | 0,38 | 0,00 | 276,80 | 0,00 | 30,31 |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 17,09 | 34,86 | 3,31 | 0,42 | 22,59 | 45,52 | 3,68 | 0,37 | 0,00 | 410,82 | 0,00 | 40,80 |
| C _{3.60} _M ₉ | 26,45 | 56,50 | 4,36 | 0,34 | 38,29 | 73,93 | 4,93 | 0,30 | 0,00 | 623,25 | 0,00 | 62,73 |
| C _{3.60} _M ₁₂ | 40,84 | 86,44 | 5,57 | 0,28 | 60,81 | 112,27 | 6,25 | 0,24 | 0,00 | 798,50 | 0,00 | 84,62 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 6,22 | 13,34 | 1,91 | 0,55 | 8,70 | 20,12 | 2,03 | 0,42 | 0,00 | 212,79 | 0,00 | 24,03 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 11,51 | 23,03 | 2,76 | 0,50 | 15,44 | 35,32 | 3,04 | 0,37 | 0,00 | 408,54 | 0,00 | 44,31 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 16,16 | 33,49 | 3,42 | 0,44 | 22,37 | 50,63 | 3,78 | 0,32 | 0,00 | 521,85 | 0,00 | 58,01 |
| C _{6.82} _M ₉ | 23,83 | 51,87 | 4,31 | 0,37 | 35,15 | 75,84 | 4,90 | 0,28 | 0,00 | 748,04 | 0,00 | 80,60 |
| C _{6.82} _M ₁₂ | 41,92 | 91,62 | 6,04 | 0,28 | 61,88 | 125,14 | 6,49 | 0,20 | 0,00 | 760,05 | 0,00 | 93,46 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 16,75 | 33,11 | 4,09 | 0,52 | 24,45 | 60,46 | 4,61 | 0,32 | 0,00 | 831,01 | 0,00 | 93,77 |
| $C_{9.05}M_{3}$ | 26,69 | 58,06 | 5,41 | 0,41 | 44,05 | 91,83 | 6,04 | 0,29 | 0,00 | 942,23 | 0,00 | 107,36 |
| $C_{9.05}M_{6}$ | 47,47 | 83,85 | 6,78 | 0,39 | 64,88 | 148,21 | 7,53 | 0,18 | 0,00 | 1454,28 | 0,00 | 183,09 |
| C _{9.05} _M ₉ | 62,53 | 122,33 | 8,18 | 0,30 | 76,75 | 199,65 | 9,19 | 0,13 | 0,00 | 1722,42 | 0,00 | 214,87 |
| $C_{9.05}M_{12}$ | 85,50 | 103,30 | 6,00 | 0,37 | 58,87 | 88,77 | 7,31 | 0,44 | 52,75 | 645,97 | 15,06 | 29,47 |

Çizelge 4.7. 30 saniye 0 s⁻¹, 30 saniye 5s⁻¹ ön karıştırma işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri

| | | | | | | Reoloji | k Özellik | ler | | | | |
|------------------------------------|---------------|----------------------|---------------|-------|----------------|----------------------|-----------------------|-------|--------------------------------------|-------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|
| | | 3.per | riyot | | 4.periyot | | | | Kayma | Gerilmesi | Viskozite | |
| Mix | FKC | \mathbf{V} | \mathbf{V} | | FKC | \mathbf{V} | \mathbf{V} | | VRA | VTA | VRA | VTA |
| | LNG (Da) | (Pa.s) | (Pa.s) | H.B.I | ENG (Da) | (Pa.s) | (Pa.s) | H.B.I | $\mathbf{I} \mathbf{D} \mathbf{A}$ | $\mathbf{I} \mathbf{I} \mathbf{A}$ (D a/a) | $\mathbf{I} \mathbf{D} \mathbf{A}$ (D a) | $\mathbf{I} \mathbf{I} \mathbf{A}$ (D a) |
| | (I a) | (0 s^{-1}) | $(35 s^{-1})$ | | (I a) | (0 s^{-1}) | (35 s^{-1}) | | $(\mathbf{I} \mathbf{a}/\mathbf{S})$ | (1a/5) | (I a) | (I a) |
| C _{2.13} _M ₀ | 8,41 | 21,86 | 3,05 | 0,52 | 12,11 | 28,29 | 3,05 | 0,44 | 0,00 | 124,86 | 0,00 | 18,05 |
| C _{2.13} _M ₃ | 13,03 | 38,70 | 3,14 | 0,32 | 20,83 | 45,27 | 3,98 | 0,39 | 0,00 | 606,93 | 0,00 | 44,66 |
| C _{2.13} _M ₆ | 18,48 | 52,49 | 3,92 | 0,30 | 23,97 | 60,67 | 4,04 | 0,27 | 0,00 | 201,58 | 0,00 | 23,94 |
| C _{2.13} _M ₉ | 31,26 | 76,22 | 5,44 | 0,30 | 44,51 | 83,47 | 5,68 | 0,32 | 0,00 | 243,16 | 0,00 | 23,90 |
| C _{2.13} _M ₁₂ | 34,08 | 48,29 | 5,23 | 0,56 | 31,08 | 54,41 | 5,84 | 0,49 | 0,00 | 522,93 | 0,00 | 42,15 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 9,80 | 25,39 | 2,95 | 0,46 | 15,75 | 36,35 | 3,48 | 0,41 | 0,00 | 516,96 | 0,00 | 47,45 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 14,83 | 41,24 | 3,29 | 0,32 | 24,69 | 57,10 | 4,36 | 0,33 | 0,00 | 911,23 | 0,00 | 77,41 |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 22,11 | 61,09 | 4,48 | 0,30 | 34,32 | 81,16 | 5,17 | 0,26 | 0,00 | 734,22 | 0,00 | 73,09 |
| C _{3.60} _M ₉ | 37,65 | 98,29 | 6,08 | 0,24 | 57,82 | 112,04 | 6,77 | 0,26 | 0,00 | 628,13 | 0,00 | 56,24 |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 39,72 | 58,71 | 5,17 | 0,47 | 35,41 | 61,28 | 6,01 | 0,46 | 0,00 | 566,42 | 0,00 | 37,72 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 10,32 | 29,36 | 3,56 | 0,46 | 16,26 | 43,95 | 4,03 | 0,37 | 0,00 | 549,51 | 0,00 | 55,68 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 17,30 | 55,99 | 4,12 | 0,29 | 30,00 | 74,09 | 5,02 | 0,28 | 0,00 | 836,56 | 0,00 | 76,12 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 26,44 | 73,15 | 5,23 | 0,29 | 35,96 | 96,89 | 5,69 | 0,22 | 0,00 | 639,69 | 0,00 | 73,00 |
| C _{6.82} _M ₉ | 25,57 | 87,08 | 5,15 | 0,21 | 37,52 | 89,10 | 5,38 | 0,24 | 0,00 | 168,85 | 0,00 | 12,15 |
| C _{6.82} _M ₁₂ | 45,99 | 76,16 | 5,87 | 0,39 | 46,48 | 80,32 | 7,21 | 0,43 | 0,00 | 871,47 | 0,00 | 56,76 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 23,32 | 90,75 | 6,04 | 0,24 | 36,88 | 106,39 | 6,63 | 0,24 | 0,00 | 597,36 | 0,00 | 57,89 |
| C _{9.05} _M ₃ | 28,71 | 75,55 | 5,10 | 0,27 | 37,19 | 76,93 | 5,57 | 0,32 | 0,00 | 303,97 | 0,00 | 18,99 |
| $C_{9.05}M_{6}$ | 41,60 | 72,16 | 6,05 | 0,41 | 45,90 | 77,64 | 7,49 | 0,46 | 0,00 | 933,90 | 0,00 | 61,38 |
| C _{9.05} _M ₉ | 58,29 | 90,82 | 6,97 | 0,40 | 58,72 | 101,35 | 8,24 | 0,40 | 0,00 | 961,24 | 0,00 | 73,15 |
| C _{9.05} _M ₁₂ | 33,24 | 59,82 | 5,95 | 0,46 | 91,93 | 156,31 | 8,53 | 0,24 | 0,00 | 3134,16 | 0,00 | 330,59 |

Çizelge 4.8. 30 saniye 0 s⁻¹, 30 saniye 5s⁻¹ ön karıştırma işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların 20. dakika reolojik parametreleri

Metakaolin içermeyen farklı C₃A içeriğine sahip hamur karışımlarının 1. yönteme kıyasla 2. yöntem başlangıç ve 20. dakika bağıl dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri Şekil 4.22'de verilmiştir. Çimento türünden bağımsız olarak 1. yönteme kıyasla 2. yöntem ile ölçülen dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin azaldığı anlaşılmıştır. Böylece, ön karıştırmanın bekletilmeden sonra yapılması ile metakaolin içermeyen karışımlar için söz konusu değerlerin genel olarak azaldığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4.22. 1. yönteme kıyasla 2. yöntem bağıl dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri

Her bir ölçüm için C2.13_M0 karışımın dinamik eşik kayma gerilmesi değeri esas alınarak farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 1. ve 2. yöntemlere göre ölçülen bağıl dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri Şekil 4.23'te gösterilmiştir. Çimento C₃A oranının artışı ile karışımlarının hem başlangıç hemde 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir. Başlangıç ölçümleri için bu artışın 2. yöntem ile ölçümü yapılan durumda daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Bu durumun, 2. yöntemde, reolojik ölçümü alınmadan hemen önce 30 saniye deformasyon hızı uygulanması ile karışımlarda olası kümelenlemelerin dağılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. 20. dakika ölçümlerinde ise bu durumun tam tersi gözlemlenmiştir.



Şekil 4.23. C2.13_M0 karışımın dinamik eşik kayma gerilmesi değeri esas alınarak farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 1. yöntem ve 2. yöntem bağıl dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri

Metakaolin içermeyen karışımların 1. yönteme kıyasla 2. yöntem ile ölçülen minimum ve nihai viskozite değerlerinin bağıl değişimi Şekil 4.24'te verilmiştir. Çimento türünden bağımsız olarak 1. yönteme kıyasla 2. yöntem ile ölçülen viskozite değerlerinin azaldığı anlaşılmıştır.



(a)



(b)

Şekil 4.24. Metakaolin içermeyen farklı C_3A içeriğine sahip 1. yönteme kıyasla 2. yöntem bağıl 4. periyot viskozite değerleri, a: minimum deformasyon hızında b: maksmimum deformasyon hızında

Her bir ölçüm için C2.13_M0 karışımın sonuçları esas alınarak farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 1. ve 2. yöntemlere göre minimum ve maksimum deformasyon hızında ölçülen 4. periyot bağıl viskozite değerleri Şekil 4.25'te gösterilmiştir. Çimento C₃A oranının artışı ile karışımlarının 4. periyot minimum/maksimum deformasyon hızında ölçülen hem başlangıç hemde 20. dakika viskozite değerlerinin arttığı anlaşılmıştır.



(a)

Şekil 4.25. 1. ve 2. yöntem kapsamında eldedilen metakaoline içermeyen C2.13_M0 karışımın 4. periyot viskozite değeri esas alınarak diğer karışımların bağıl viskozite değerleri, a: minimum deformasyon hızında ölçülen, b: maksimum deformasyon hızında ölçülen



| 1 | | |
|---|------------------|--|
| | h) | |
| L | \mathbf{v}_{I} | |
| ` | | |

Şekil 4.25. 1. ve 2. yöntem kapsamında eldedilen metakaoline içermeyen C2.13_M0 karışımın 4. periyod viskozite değeri esas alınarak diğer karışımların bağıl viskozite değerleri, a: minimum deformasyon hızında ölçülen, b: maksimum deformasyon hızında ölçülen (devamı)

Metakaolin içermeyen karışımların 1. yöntem kapsamında elde edilen sonuçlara kıyasla, kayma gerilmesi/ viskozite-deformasyon hızı grafiklerinden elde edilen 2. yöntem bağıl yapısal toparlanma alanı değişimi Şekil 4.26'da verilmiştir. Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak 2. yöntem kapsamında hesaplanan söz konusu değerlerinin genellikle daha düşük değerler olduğu anlaşılmıştır. Ancak, C2.18_M0 karışımı başlangıç ve C9.05_M0 karışımı 20. dakika yapısal toparlanma alan değerleri için bu durumun tersi gözlemlenmiştir.



(a)

Şekil 4.26. Metakaolin içermeyen karışımların 1. yöntem kapsamında elde edilen sonuçlara kıyasla, 2. yöntem bağıl yapısal toparlanma alanı değişimi, a: kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen, b: viskozite-kayma grafiğinden elde edilen



(b)

Şekil 4.26. Metakaolin içermeyen karışımların 1. yöntem kapsamında elde edilen sonuçlara kıyasla, 2. yöntem bağıl yapısal toparlanma alanı değişimi, a: kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen, b: viskozite-kayma grafiğinden elde edilen (devamı)

Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 1. yöntem ve 2. yöntem başlangıç değerlerine kıyasla bağıl 20. dakika yapısal toparlanma alan değerleri Şekil 4.27'de gösterilmiştir. 1. yönteme kıyasla, C2.13_M0, C3.60_M0 ve C6.82_M0 karışımları için kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerlerinde sırasıyla, 0.24, 1.57 ve 1.58 kat artış hesaplanırken C9.05_M0 karışıml için 0.28 kat azalma tespit edilmiştir. 1. yönteme kıyasla, söz konusu karışımlar için viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerlerindesırasıyla, 0.78, 1.13 ve 1.31 kat artış ve 0.38 kat azalma ölçülmüştür. Çimento C₃A oranı artışı ile viskozite değerlerindeki artışın 2. yönteme kıyasla 1. yöntem ölçümlerinde yapısal toparlanma alanı değerlerinde sırasıyla toparlanma alanı değerlerindesırasıyla, 0.78, 1.13 ve 1.31 kat artış ve 0.38 kat azalma ölçülmüştür. Çimento C₃A oranı artışı ile viskozite değerlerindeki artışın 2. yönteme kıyasla 1. yönteme ölçümlerinde yapısal toparlanma alanı değerleri için daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Bu durumun, 2. yönteme kıyasla, 1. yöntemde 30 saniye



bekletilmiş daha kohezif bir karışım üzerinde ölçüm alınmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

(a)

Şekil 4.27. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 1. yöntem ve 2. yöntem başlangıç değerlerine kıyasla bağıl 20. dakika yapısal toparlanma alan değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen b) viskozitedeformasyon hızı grafiğnden elde edilen



(b)

Şekil 4.27. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 1. yöntem ve 2. yöntem başlangıç değerlerine kıyasla bağıl 20. dakika yapısal toparlanma alan değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen b) viskozitedeformasyon hızı grafiğnden elde edilen (devamı)

Metakaolin içermeyen C2.13_M0 karışımının 1. ve 2. yönteme göre kayma gerilmesi/viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde dilen başlangıç ve 20. dakika yapısal toparlanma alan değerleri esas alınarak diğer metakaolin içermeyen karışımların bağıl yapısal toparlanma alan değerleri Şekil 4.28'de gösterilmiştir. 2. yöntem ile ölçülen yapısal toparlanma alanları karşılaştırıldığında, C2.13_M0 karışımına kıyasla C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiği alan değerlerinin sırasıyla yaklaşık olarak 1, 1.1 ve 7 kat, viskozite-deformasyon hızı grafiği alan değerlerinin sırasıyla yaklaşık olarak 1, 2, 1.4 ve 8.3 kat arttığı belirlenmiştir. Çimento C₃A oranı artışı ile yapısal toparlanma alan değerlerinin artışı ile yapısal toparlanma alan değerlerinin sırasıyla yaklaşık olarak 1.2, 1.4 ve 8.3 kat arttığı tespit edilmiştir. Bu artışın 1. yöntem ile hesaplanan değerlerde daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Daha önce de vurgulandığı gibi, durumun, 2. yönteme kıyasla, 1. yöntemde 30 saniye bekletilmiş daha kohezif bir karışım üzerinde ölçüm alınmasından

kaynaklandığı düşünülmektedir. C_3A oranı değişimi ile karışımların başlangıç yapısal toparlanma alan değerinin 1. yöntem ile yapılan ölçümlerde daha net bir şekilde değiştiği anlaşılmıştır. 20. dakika ölçümlerinde ise 1. yönteme kıyasla 2. yöntem ile belirlenen değerlerin C_3A oranı artışına bağlı olarak daha belirgin arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4.28. Metakaolin içermeyen karışımların C2.13_M0 karışımına kıyasla 1. ve 2. yönteme göre hesaplanan başlangıç ve 20. dakika bğıl yapısal toparlanma alan değerleri, a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen b)



Şekil 4.28. Metakaolin içermeyen karışımların C2.13_M0 karışımına kıyasla 1. ve 2. yönteme göre hesaplanan başlangıç ve 20. dakika bağıl yapısal toparlanma alan değerleri, a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen (devamı)

Çizelge 4.7 ve 4.8 incelendiğinde 1. Yönteme de olduğu gibi, 2. yöntemde de metakaolin kullanım oranının artışı ile dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı, Herschel Buckley İndeksi değerlerinin ise azaldığı belirlenmiştir. 1. yönteme kıyasla 2. yöntem minimum deformasyon hızı viskozite değerlerinin metakaolin içeren karışımlar için genellikle daha düşük olduğu anlaşılmıştır. 1. yönteme kıyasla, metakaolin içeren C2.13 ve C3.60 karışımları için ölçülen dinamik eşik kayma gerilmesi ve 4. periyot nihai viskozite değerinin 2. yöntem ölçümlerinde genel olarak arttığı belirlenmiştir. C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımları için ise bu durumun tersi gözlemlenmiştir. Yapısal toparlanma alanı değerleri ise genellikle 1. yönteme kıyasla 2. yöntem ölçümlerinde artış göstermiştir.

Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların sonuçları esas alınarak metakaolinli karışımların 2. yönteme göre ölçülen başlangıç bağıl reolojik parametreleri değişimi Şekil 4.29'da gösterilmiştir. Çimento C₃A oranından bağımsız olarak metakaolin oranı artışı ile karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, minimum/maksimum deformasyon hızlarında ölçülen viskozite, kayma gerilmesi/viskozite-deformasyon hızı grafiklerinden elde edilen yapısal toparlanma alan değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir. Ancak, %12 metakaolin içeren C9.05 M12 karışımında benzer davranışın olmadığı tespit edilmiştir. Bu durumun söz konusu karışımda, metakaolin miktarının fazla olmasına bağlı olarak karışımın homojen karışamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 4.15 ve 4.29 karşılaştırıldığında 1. yönteme kıyasla 2. Yöntem ölçümlerinde reolojik parametrelerin metakaolin oranı artışı ile daha belirgin şekilde arttığı anlaşılmıştır. Bu durum, metakaolin inceliğinin çimento inceliğine kıyasla 35 kat daha fazla olmasından kaynaklanmaktadır (Çizelge 3.2).



(a)



(b)

Şekil 4.29. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 2. Yöntem başlangıç bağıl reolojik parametrelerinin değişimi



(c)

Şekil 4.29. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 2. Yöntem başlangıç bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



⁽**d**)

Şekil 4.29. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 2. Yöntem başlangıç bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



Şekil 4.29. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 2. Yöntem başlangıç bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)

Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 2. yönteme göre ölçülen 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi sonuçlarına kıyasla diğer karışımların bağıl değerleri Şekil 4.30'da gösterilmiştir. Karışımların 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin 1. yöntemde de olduğu gibi 2. yöntemde de metakaolin kullanım oranının artışı ile genellikle arttığı belirlenmiştir. Çizelge 4.7 ve 4.8 incelendiğinde metakaolin kullanım oranının artışı ile viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı, Herschel Buckley İndeksi değerlerinin ise azaldığı anlaşılmıştır. Metakaolin içeren karışımlar için 1. yönteme kıyasla 2. yöntem minimum deformasyon hızı viskozite değerlerinin genellikle daha düşük olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.30. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 2. Yöntem 20. dakika bağıl dakika dinamik eşik kayma gerilmesi değişimi

Farklı C₃A ve metakaolin içeriğine sahip karışımların 2. yönteme göre ölçülen geri döndürülebilir yapı oranı değerleri Şekil 4.31'de gösterilmiştir. C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımları için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı sırasıyla, %94, %94, %93 ve %98 olarak hesaplanmıştır. Böylece, C2.13_M0, C6.82_M0, C3.60_M0 ve C9.05_M0 karışımları için yapı oluşumunun çoğunlukla geri döndürülebilir olduğu anlaşılmıştır. Metakaolin içermeyen karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışımın 1. yöntem'de olduğu gibi C9.05_M0 karışımı olduğu belirlenmiştir.

C2.13_serili karışımlar incelendiğinde, %3, %6 ve %9 oranında metakaolin içeren karışımların zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranları sırasıyla, %96, %99 ve %98 olarak hesaplanmıştır. Böylece, C2.13 serili çimentolu karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışım 1. yöntemde seçilen karışımdan (C2.13_M9) farklı olarak %6 metakaoiln içerikli C2.13_M6 karışımı olarak belirlenmiştir. C2.13_M12 karışımı için bu oran 3. periyot minimum deformasyon hızında ölçülen

222

viskozite değerinin zamanla azalmasından dolayı dikkate alınmamıştır. Kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M12 karışımları için başlangıç ölçümlerine kıyasla artış gösterirken C2.13_M6 ve C2.13_M9 karışımı için sırasıyla %22 ve %43 oranında azalma göstermiştir. Viskozite deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M6 karışımları için artış gösterirken C2.13_M9 ve C2.13_M0, C2.13_M3, C2.13_M6 karışımları için artış gösterirken C2.13_M9 ve C2.13_M12 karışımları için başlangıç ölçümlerine kıyasla sırasıyla %36 ve %18 oranında azalma göstermiştir. Bu bağlamda, C2.13_M9 karışımındaki kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmaktadır.

C3.60 serili karışımlar dikkaet alındığında, C3.60 M0, C3.60 M3, C3.60 M6 ve C3.60 M9 karışımları için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranının %94, %96, %97 ve %98 olarak hesaplandığı anlaşılmıştır. Böylece, C3.60 serili çimentolu karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışım 1. yöntemden elde edilen sonuca benzer şekilde C3.60 M9 karışımı olarak belirlenmiştir. C3.60 M12 karışımı için bu oran 3. periyot viskozite değerinin zamanla azalmasından dolayı uygun olarak hesaplanamamıştır. C3.60 M0, C3.60 M3 ve C3.60 M6 karışımların kayma gerilmesideformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerlerinin sırasıyla, 1.57, 2.29, ve 0.79 kat artış gösterdiği ancak C3.60 M12 karışımı için 0.29 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Bu değerin C3.60 M9 karışımı için ciddi mertebede değişmedi anlaşılmıştır. Viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C3.60 M0, C3.60 M3 ve C3.60 M6 karışımları için sırasıyla, 1.13, 1.55, 0.79 kat daha fazla öçülürken, C3.60 M9 ve C3.60 M12 karışımı için sırasıyla, 0.10 ve 0.55 kat daha az ölçülmüştür. Bu bağlamda, C3.60 M12 karışımında kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmaktadır.

C₃A içeriği %6.82 olan karışımlar incelendiğinde, C6.82_M0, C6.82_M3, C6.82_M6, C6.82_M9 ve C6.82_M12 karışımları için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranın %93, %96, %97, %99.91 ve %98.96 olarak hesaplandığı Şekil 31'den de anlaşılmaktadır. Böylece, C6.82 serili çimentolu karışımlar arasında tiksotropiklik

223

derecesi en yüksek karışım 1. yöntemdekine benzer şekilde C6.82_M9 olarak belirlenmiştir. C6.82_M0, C6.82_M3, C6.82_M6 ve C6.82_M12 karışımlarının kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen 20. dakika yapısal toparlanma alanı değerlerinin başlangıç ölçümlerine kıyasla, sırasıyla, 1.58, 1.05, 0.23 ve 0.15 kat daha fazla olduğu ancak, C6.82_M9 karışımı için 0.77 kat daha az olduğu anlaşılmıştır. Viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C6.82_M0, C6.82_M3 ve C6.82_M6 karışımları için sırasıyla 1.32 ve 0.72, 0.26 kat daha fazla ölçülürken C6.82_M9 ve C6.82_M12 karışımları için sırasıyla, 0.85 ve 0.39 kat daha az ölçülmüştür. Bu bağlamda, C6.82_M9 karışımında bekletilme esnasında kayma gerilmesi ve viskozite artışını meydana getiren kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmıştır.

Daha önce de vurgulandığı gibi, C9.05_M0 karışımı için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı %98 olarak hesaplanmıştır. Diğer metakaolin oranlarında uygun sonuç alınamamıştır. Kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen 20. dakika yapısal toparlanma alanı değerleri başlangıç ölçümlerine kıyasla, C9.05_M12 karışımı için 3.85 kat daha fazla ölçülürken C9.05_M0, C9.05_M3, C9.05_M6 ve C9.05_M9 karışımları için sırasıyla 0.28, 0.68, 0.36 ve 0.44 kat daha az ölçülmüştür. Viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen yapısal toparlanma alanı değerleri C9.05_M12 karışımı için 10 kat daha fazla ölçülürken, C9.05_M0, C9.05_M0, C9.05_M0, C9.05_M3, C9.05_M3, C9.05_M12 karışımı için 10 kat daha fazla ölçülürken, C9.05_M0, C9.05_M3, C9.05_M3, C9.05_M6 ve C9.05_M9 karışımları için sırasıyla 0.38, 0.82, 0.66 ve 0.67 kat daha az ölçülmüştür. Bu bağlamda, C9.05_M3 karışımında meydana gelen kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmaktadır.



Şekil 4.31. Farklı C₃A ve metakaolin içeriğine sahip karışımların geri döndürülebilir yapı oranı değerleri

Metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 1. ve 2. yöntem için bağıl geri döndürülebilir yapı oranı değerleri Şekil 4.32'de gösterilmiştir. 1. yönteme kıyasla 2. yöntem ölçümlerinde geri döndürülebilir yapı oranı değerlerinin metakaolin oranı artışı ile benzer ancak daha belirgin şekilde değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bu durumun, daha önce de vurgulandığı gibi, 2. yönteme kıyasla, 1. yöntemde 30 saniye bekletilmiş daha kohezif olan bir karışım üzerinde ölçüm alınmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.32. Metakaolin içermeyen karışımlara kıyasla metakaolinli karışımların 1. ve 2. yöntem bağıl geri döndürülebilir yapı oranı değerleri

4.4.3. Ön Karıştırma Hızının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi

Ön karıştırma hızına (5, 25, 50 s⁻¹) bağlı olarak karışımların reolojik özelliklerinin değişimi 2., 3. ve 4. yöntemlerde elde edilen reolojik parametrelerin kıyaslanması ile değerlendirilmiştir. Daha önce de bildirildiği gibi, her 3 yöntemde de karışımlar 30 saniye bekletilen sonra 30 saniye boyunca sırasıyla 5, 25 ve 50 s⁻¹ deformasyon hızına tabi tutulmuştur. Ardından ölçümler gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.8b). Bu yöntemler 4 periyottan oluştuğundan artan deformasyon hızı eğrisi 3. periyot, azalan deformasyon hızı eğrisi ise 4. periyot olarak adlandırılmıştır. 25 ve 50 s⁻¹ deformasyon hızına tabi tutulmuş karışımların reolojik ölçüm sonuçları Çizelge 4.9-4.10'da gösterilmiştir.

| | | | | | Reol | lojik Öze | llikler (F | Başlangı | ç) | | | |
|-----------------------------------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|----------|-----------------|---------------|-------------|-------------|
| | 3.periyot | | | | 4.periyot | | | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | |
| Mix | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (35 s ⁻¹) | H.B.I | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (35 s ⁻¹) | H.B.I | YBA (Pa/s) | YTA (Pa/s) | YBA (Pa) | YTA (Pa) |
| C _{2.13} _M ₀ | 1,66 | 11,00 | 1,79 | 0,50 | 12,39 | 16,33 | 1,91 | 0,62 | 0,00 | 117,35 | 0,00 | 12,79 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 6,23 | 16,88 | 2,00 | 0,46 | 11,52 | 25,94 | 2,16 | 0,36 | 0,00 | 253,70 | 0,00 | 29,17 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 5,58 | 17,76 | 2,24 | 0,46 | 11,40 | 29,20 | 2,41 | 0,34 | 0,00 | 303,54 | 0,00 | 36,00 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 16,44 | 34,72 | 4,11 | 0,49 | 25,70 | 62,73 | 4,48 | 0,30 | 0,00 | 737,17 | 0,00 | 88,56 |
| Reolojik Özellikler (20. dakika) | | | | | | | | | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 5,26 | 21,18 | 2,72 | 0,45 | 11,06 | 26,35 | 2,95 | 0,45 | 0,00 | 216,57 | 0,00 | 20,04 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 11,89 | 33,06 | 3,23 | 0,39 | 19,54 | 46,25 | 3,67 | 0,34 | 0,00 | 483,90 | 0,00 | 48,69 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 13,36 | 40,94 | 4,19 | 0,40 | 22,57 | 55,12 | 4,75 | 0,36 | 0,00 | 572,08 | 0,00 | 55,22 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 26,74 | 98,96 | 6,89 | 0,26 | 46,45 | 107,99 | 7,93 | 0,31 | 0,00 | 767,04 | 0,00 | 57,03 |

Çizelge 4.9. 30 saniye 0 s⁻¹, 30 saniye **2**5s⁻¹ ön karıştırma işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların 0. dakika reolojik parametreleri

| | | | | | Reo | lojik Öze | llikler (H | Başlangı | ç) | | | |
|-----------------------------------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|----------|-----------------|---------------|-------------|-------------|
| | 3.periyot | | | | 4.periyot | | | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | |
| Mix | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (35 s ⁻¹) | H.B.I | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (35 s ⁻¹) | H.B.I | YBA (Pa/s) | YTA (Pa/s) | YBA (Pa) | YTA (Pa) |
| C _{2.13} _M ₀ | 0,12 | 7,41 | 1,33 | 0,50 | 3,77 | 11,27 | 1,39 | 0,46 | 0,00 | 101,52 | 0,00 | 11,85 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 1,19 | 14,05 | 1,87 | 0,42 | 9,71 | 21,89 | 2,03 | 0,40 | 0,00 | 215,48 | 0,00 | 24,08 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 0,71 | 12,77 | 1,86 | 0,44 | 10,01 | 23,58 | 2,03 | 0,37 | 0,00 | 280,39 | 0,00 | 32,81 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 10,82 | 38,85 | 4,27 | 0,41 | 26,19 | 65,75 | 4,73 | 0,30 | 0,00 | 719,69 | 0,00 | 83,63 |
| | | | | R | eolojik Ö | zellikler | (20. dak | (ika) | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 1,00 | 16,17 | 2,19 | 0,42 | 7,87 | 20,83 | 2,37 | 0,45 | 0,00 | 172,00 | 0,00 | 16,34 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 5,51 | 34,91 | 3,13 | 0,32 | 16,95 | 37,50 | 3,48 | 0,40 | 0,00 | 226,30 | 0,00 | 15,27 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 9,59 | 43,83 | 3,96 | 0,33 | 18,37 | 46,83 | 4,01 | 0,36 | | 64,31 | | 7,14 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 27,57 | 119,15 | 7,42 | 0,22 | 48,31 | 110,70 | 7,86 | 0,30 | 43,47 | 169,87 | 13,83 | 6,44 |

Çizelge 4.10. 30 saniye 0 s⁻¹, 30 saniye **50**s⁻¹ ön karıştırma işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri

Metakaolin içermeyen ve C_3A içeriği 2.13 olan karışımın reolojik ölçüm sonuçlarına kıyasla metakaolin içermeyen diğer karışımların başlangıç ve 20 dakika bağıl reolojik parametreleri Şekil 4.33'te gösterilmiştir. 1 ve 2. yönteme benzer şekilde 3. ve 4. yöntemde de C_3A oranının artışı ile başlangıç ve 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı, Herschel Buckley İndeksi değerlerinin ise azaldığı tespit edilmiştir. Ön karıştırma hızının artışı ile C_3A oranının dinamik eşik kayma gerilmesi ve viskozite değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Yapısal toparlanma alanı değerleri için ise bu durumun tersi gözlemlenmiştir.



| | ` |
|-------|----|
| 16 | ۱. |
| 16 | 1/ |
| · · - | ~, |

Şekil 4.33. Metakaolin içermeyen ve C_3A içeriği 2.13 olan karışımın reolojik ölçüm sonuçlarına kıyasla metakaolin içermeyen diğer karışımların başlangıç ve 20 dakika bağıl reolojik parametreleri a) dinamik eşik kayma gerilmesi b) minimum viskozite c) nihai viskozite d) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen yapısal toparlanma alanı e) viskozite-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen yapısal toparlanma alanı



| 11 | L \ _ |
|-----|-------|
| | nı |
| U | U) |
| · · | |

Şekil 4.33. Metakaolin içermeyen ve C_3A içeriği 2.13 olan karışımın reolojik ölçüm sonuçlarına kıyasla metakaolin içermeyen diğer karışımların başlangıç ve 20 dakika bağıl reolojik parametreleri a) dinamik eşik kayma gerilmesi b) minimum viskozite c) nihai viskozite d) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen yapısal toparlanma alanı e) viskozite-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen yapısal toparlanma alanı (devamı)



(c)

Şekil 4.33. Metakaolin içermeyen ve C_3A içeriği 2.13 olan karışımın reolojik ölçüm sonuçlarına kıyasla metakaolin içermeyen diğer karışımların başlangıç ve 20 dakika bağıl reolojik parametreleri a) dinamik eşik kayma gerilmesi b) minimum viskozite c) nihai viskozite d) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen yapısal toparlanma alanı (devamı)



(d)

Şekil 4.33. Metakaolin içermeyen ve C_3A içeriği 2.13 olan karışımın reolojik ölçüm sonuçlarına kıyasla metakaolin içermeyen diğer karışımların başlangıç ve 20 dakika bağıl reolojik parametreleri a) dinamik eşik kayma gerilmesi b) minimum viskozite c) nihai viskozite d) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen yapısal toparlanma alanı e) viskozite-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen yapısal toparlanma alanı (devamı)





Şekil 4.33. Metakaolin içermeyen ve C_3A içeriği 2.13 olan karışımın reolojik ölçüm sonuçlarına kıyasla metakaolin içermeyen diğer karışımların başlangıç ve 20 dakika bağıl reolojik parametreleri a) dinamik eşik kayma gerilmesi b) minimum viskozite c) nihai viskozite d) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğnden elde edilen yapısal toparlanma alanı (devamı)

Şekil 4.34'te farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 5 s⁻¹ ön karıştırma hızında ölçülen değerlere kıyasla bağıl dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri verilmiştir. Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak ön karıştırma hızının 5 s⁻¹ den 25 s⁻¹ e yükselmesi ile karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, minimum viskozite, 4. Periyot nihai viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin daha yüksek olduğu anlaşılmıştır. Ön karıştırma hızının 25 s⁻¹ den 50 s⁻¹ yükselmesi ile ise karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin daha düşük olduğu anlaşılmıştır. Ancak, benzer durumun C9.05 karışımında olmadığı anlaşılmıştır Ön
karıştırma hızının 5 s⁻¹ den 50 s⁻¹ e arttığı durumda karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerininin C2.13 ve C3.60 karışımları için daha düşük, C6.82 ve C9.05 karışımları için ise daha yüksek olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.34. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların 5 s⁻¹ ön karıştırma hızında ölçülen değerlere kıyasla bağıl dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri

Şekil 4.35'te görüldüğü gibi, 4. periyot minimum deformsyon hızında ölçülen viskozite değerleri ön karıştırma hızının 5 s⁻¹'den 25 s⁻¹'e artışı ile artmıştır. Söz konusu değer ön karıştırma hızının 25's⁻¹'den 50s⁻¹'e arttırılması ile azalmıştır. Ancak, C9.05 karışımı için bu durumun tersi gözlemlenmiştir. Ön karıştırma hızının 5s⁻¹'den 50 s⁻¹'e artması ile 0 s⁻¹'de ölçülen viskozite değeri artmıştır. Ancak C2.13 karışımı için bu durumun tersi gözlemlenmiştir.



Şekil 4.35. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile bağıl 4. periyot minimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerleri

Şekil 4.36'da görüldüğü gibi, 4. periyot nihai viskozite değerleri ön karıştırma hızının 5 s⁻¹'den 25 s⁻¹'e artışı ile artmıştır. Ancak, C9.05 karışımı için başlangıç, C2.13 karışımı için ise 20. dakika ölçümlerinde bu durumun tersi gözlemlenmiştir. Söz konusu değer ön karıştırma hızının 25's⁻¹'den 50s⁻¹'e arttırılması ile azalmıştır. Ancak, C9.05 karışımı başlangıç ölçümleri için bu durumun tersi gözlemlenmiştir. Ön karıştırma hızının 5s⁻¹'den 50 s⁻¹'e artması ile nihai viskozite değeri C2.13 karışımı için azalmış, C3.60 ve C6.82 karışımı için değişmeden kalmış ve C9.05 karışımı için artmıştır.



Şekil 4.36. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile bağıl 4. periyot maksimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerleri

Şekil 4.37'de görüldüğü gibi, başlangıç kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozitedeformasyon hızı Yapısal toparlanma alan değerleri ön karıştırma hızının 5 s⁻¹'den 25 s⁻ ¹'e artışı ile artmıştır. C9.05 karışımı için bu durumu tersi gözlemlenmiştir. Çimento türünden bağımsız olarak, kayma gerilmesi-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerleri ön karıştırma hızının 25's⁻¹'den 50s⁻¹'e artması ile azalmıştır. Ön karıştırma hızının 5s⁻¹'den 50 s⁻¹'e artması ile başlangıç kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değeri artmıştır. Ancak, C9.05 karışımı için bu durumun tersi gözlemlenmiştir. Ön karıştırma hızının 5s⁻¹'den 50 s⁻¹'e artması ile 20.dakika kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değeri azalmıştır. Ancak, C2.18 karışımı kayma gerilmesideformasyon hızı yapısal toparlanma değeri için bu durumun tersi gözlemlenmiştir.



⁽a)

Şekil 4.37. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile elde edilen bağıl yapısal toparlanma değerleri a)kayma gerilmesideformasyon hızı grafiğinden b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden



⁽b)

Şekil 4.37. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile elde edilen bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesideformasyon hızı grafiğinden b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden (devamı)

C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımları için zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı Şekil 4.38'de gösterilmiştir. Metakaolin içermeyen karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışım 1 ve 2. yöntemde olduğu gibi 3 ve 4. yöntemde de C9.05_M0 karışımı olarak belirlenmiştir. Ayrıca, ön karıştırma hızı ile söz konusu değerin önemli miktarda değişmediği anlaşılmıştır.



Şekil 4.38. 2, 3 ve 4. yöntemlere ait geri döndürülebilir yapı oranı değerleri

4.4.4. Uygulanacak Maksimum Deformasyon Hızı Sabit Tutularak Karıştırma Süresi Ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışı Değişimi

Uygulanacak maksimum deformasyon hızı sabit tutularak (40 s⁻¹) karıştırma süresi ve 1 saniyedeki deformasyon hızı değişiminin karışımların reolojik özelliklerine etkisi 5., 6., 7. ve 8. yöntemlerde elde edilen reolojik parametrelerin kıyaslanması ile değerlendirilmiştir. Daha önce de bildirildiği gibi, her 4 yöntemde de karışım 30 saniye boyıunca 5 s⁻¹ deformasyon hızında bir ön karıştırmaya tabi tutulduktan sonra reolojik ölçümleri gerçekleşmiştir. Tüm yöntemlerde uygulanacak maksimum deformasyon hızı 40 s⁻¹ olarak sabit tutulmuştur. 0 s⁻¹'den maksimum deformasyon hızına (40 s⁻¹) kadar olan süreye (40, 80, 120, 160 saniye) ve buna bağlı 1 saniyedeki deformasyon hız artışı (1:1, 1:2, 1:3, 1:4) değiştirilerek sırasıyla 5., 6., 7. ve 8. yöntemler oluşturulmuştur (Şekil 3.8c). Bu yöntemler 3 periyottan oluştuğundan artan deformasyon hızı eğrisi 2. periyot, azalan deformasyon hızı eğrisi 3. periyot olarak adlandırılmıştır. Söz konusu yöntemlere ait başlangıç ve 20. dakika reolojik ölçüm değerleri Çizelge 4.11-4.14'te verilmiştir.

| | | Reolojik Özellikler (Başlangıç) | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-----------------|---------------|-------------|-------------|--|--|
| | | 2.per | riyot | | | 3.pe | riyot | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | | | |
| Mix | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (40 s ⁻¹) | H.B.I | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (40 s ⁻¹) | H.B.I | YBA (Pa/s) | YTA (Pa/s) | YBA (Pa) | YTA (Pa) | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 2,65 | 7,53 | 1,21 | 0,55 | 2,94 | 7,31 | 1,16 | 0,56 | 41,28 | 0,05 | 2,42 | 0,00 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 7,90 | 16,49 | 1,74 | 0,45 | 9,16 | 18,44 | 1,81 | 0,44 | 0,00 | 72,42 | 0,00 | 6,96 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 9,39 | 19,30 | 2,06 | 0,46 | 10,34 | 22,35 | 2,21 | 0,43 | 0,00 | 134,62 | 0,00 | 12,44 | | |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 14,16 | 35,75 | 3,42 | 0,40 | 19,75 | 43,27 | 3,76 | 0,38 | 0,00 | 300,96 | 0,00 | 28,04 | | |
| | | | | R | eolojik Ö | Özellikler | (20.dak | ika) | | | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 5,51 | 15,32 | 2,03 | 0,49 | 5,49 | 15,81 | 2,05 | 0,48 | 0,00 | 26,05 | 0,00 | 2,25 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 11,39 | 30,82 | 2,76 | 0,37 | 16,10 | 37,10 | 3,22 | 0,37 | 0,00 | 358,37 | 0,00 | 29,49 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 13,87 | 42,02 | 3,50 | 0,33 | 21,18 | 56,37 | 4,55 | 0,33 | 0,00 | 838,42 | 0,00 | 68,73 | | |
| C _{9.05} _M ₀ | 30,23 | 76,18 | 5,24 | 0,28 | 21,38 | 109,99 | 5,80 | 0,16 | 0,00 | 749,14 | 0,00 | 89,95 | | |

Çizelge 4.11. 30 saniye boyunca $5s^{-1}$ 'lik ön karıştırmaya, 40 saniyede 0 s^{-1} 'den 40 s^{-1} 'e çıkış ve 40 saniyede 40 s^{-1} 'den 0 s^{-1} 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreler

| | | Reolojik Özellikler (Başlangıç) | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-----------------|---------------|-------------|-------------|--|--|
| | | 2.per | riyot | | | 3.pe | riyot | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | | | |
| Mix | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (40 s ⁻¹) | H.B.I | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (40 s ⁻¹) | H.B.I | YBA (Pa/s) | YTA (Pa/s) | YBA (Pa) | YTA (Pa) | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 5,00 | 11,64 | 1,55 | 0,51 | 6,13 | 13,10 | 1,61 | 0,50 | 0,00 | 56,37 | 0,00 | 5,37 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 7,04 | 15,55 | 2,10 | 0,53 | 9,07 | 19,33 | 2,29 | 0,49 | 0,00 | 172,42 | 0,00 | 15,39 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 7,56 | 17,66 | 2,09 | 0,48 | 10,31 | 22,86 | 2,27 | 0,42 | 0,00 | 189,41 | 0,00 | 18,24 | | |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 15,09 | 32,44 | 3,40 | 0,45 | 22,51 | 45,26 | 3,93 | 0,39 | 0,00 | 519,90 | 0,00 | 47,48 | | |
| | | | | R | eolojik Ö | Dzellikler | (20.dak | ika) | | | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 8,47 | 21,69 | 2,63 | 0,47 | 12,50 | 27,65 | 2,82 | 0,43 | 0,00 | 195,15 | 0,00 | 19,91 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 12,33 | 31,30 | 3,65 | 0,46 | 21,05 | 46,00 | 4,35 | 0,41 | 0,00 | 641,14 | 0,00 | 57,66 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 9,54 | 50,19 | 3,32 | 0,23 | 24,74 | 61,56 | 4,88 | 0,33 | 0,00 | 1119,77 | 0,00 | 79,47 | | |
| C _{9.05} _M ₀ | 30,87 | 90,48 | 5,97 | 0,26 | 48,00 | 110,68 | 6,49 | 0,23 | 0,00 | 548,64 | 0,00 | 58,91 | | |

Çizelge 4.12. 30 saniye boyunca $5s^{-1}$ 'lik ön karıştırmaya, 80 saniyede 0 s⁻¹'den 40 s⁻¹'e çıkış ve 80 saniyede 40 s⁻¹'den 0 s⁻¹'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri

| | | Reolojik Özellikler | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|-------|------------------------|------------------------------|--------|-----------|------------------------|------------------------------|-------|-----------------|---------|-----------|-------|--|
| | | 2.per | riyot | | | 3.pe | riyot | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | | |
| Mix | EKG | V | V | II D I | EKG | V | V | | YBA | УТА | YBA | УТА | |
| | (Pa) | (Pa.s) $(0 s^{-1})$ | (Pa.s) (40 s^{-1}) | H.B.I | (Pa) | (Pa.s) $(0 s^{-1})$ | (Pa.s) (40 s^{-1}) | H.B.I | (Pa/s) | (Pa/s) | (Pa) | (Pa) | |
| C _{2.13} _M ₀ | 4,17 | 10,31 | 1,53 | 0,54 | 10,81 | 13,94 | 1,65 | 0,63 | 0,00 | 95,65 | 0,00 | 9,12 | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 7,62 | 16,23 | 1,91 | 0,49 | 10,45 | 20,78 | 2,07 | 0,44 | 0,00 | 168,36 | 0,00 | 16,05 | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 8,42 | 18,56 | 2,29 | 0,50 | 12,49 | 26,70 | 2,57 | 0,42 | 0,00 | 299,84 | 0,00 | 28,82 | |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 20,54 | 41,98 | 4,04 | 0,43 | 34,73 | 65,68 | 4,80 | 0,34 | 0,00 | 800,93 | 0,00 | 79,02 | |
| | | | | R | eolojik Ö | Özellikler | [.] (20.dak | ika) | | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 8,18 | 21,22 | 2,68 | 0,48 | 12,15 | 25,78 | 2,71 | 0,45 | 0,00 | 96,82 | 0,00 | 11,51 | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 11,46 | 31,93 | 2,80 | 0,36 | 21,51 | 41,31 | 3,85 | 0,43 | 0,00 | 735,40 | 0,00 | 55,10 | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 14,74 | 48,01 | 3,69 | 0,30 | 33,54 | 59,64 | 5,63 | 0,44 | 0,00 | 1343,93 | 0,00 | 88,98 | |
| C _{9.05} _M ₀ | 28,59 | 105,62 | 6,38 | 0,21 | 65,06 | 112,63 | 7,51 | 0,32 | 0,00 | 684,92 | 0,00 | 51,12 | |

Çizelge 4.13. 30 saniye boyunca $5s^{-1}$ 'lik ön karıştırmaya, 120 saniyede 0 s⁻¹'den 40 s⁻¹'e çıkış ve 120 saniyede 40 s⁻¹'den 0 s⁻¹'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri

| | | Reolojik Özellikler | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-----------------|---------------|-------------|-------------|--|--|
| | | 2.per | riyot | | | 3.pe | riyot | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | | | |
| Mix | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (40 s ⁻¹) | H.B.I | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (40 s ⁻¹) | H.B.I | YBA (Pa/s) | YTA (Pa/s) | YBA (Pa) | YTA (Pa) | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 10,99 | 12,28 | 1,64 | 0,77 | 6,75 | 14,14 | 1,68 | 0,49 | 1,40 | 126,94 | 0,00 | 12,33 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 8,18 | 16,61 | 1,98 | 0,49 | 12,93 | 23,98 | 2,20 | 0,43 | 0,00 | 251,84 | 0,00 | 24,71 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 10,66 | 19,79 | 2,57 | 0,55 | 17,14 | 31,95 | 2,90 | 0,42 | 0,00 | 400,38 | 0,00 | 40,47 | | |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 29,58 | 54,54 | 4,76 | 0,41 | 56,84 | 95,53 | 5,72 | 0,28 | 0,00 | 1172,54 | 0,00 | 122,18 | | |
| | | | | R | eolojik Ö | Özellikler | [•] (20.dak | ika) | | | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 7,70 | 19,82 | 2,69 | 0,51 | 13,57 | 26,99 | 2,72 | 0,45 | 0,00 | 132,33 | 0,00 | 17,57 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 12,93 | 34,06 | 3,01 | 0,36 | 27,65 | 45,48 | 4,15 | 0,45 | 0,00 | 824,37 | 0,00 | 61,61 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 17,26 | 48,96 | 3,91 | 0,32 | 41,77 | 70,84 | 5,65 | 0,39 | 0,00 | 1388,55 | 0,00 | 105,39 | | |
| C _{9.05} _M ₀ | 32,08 | 101,40 | 6,10 | 0,22 | 61,69 | 105,90 | 6,77 | 0,31 | 0,00 | 445,01 | 0,00 | 30,00 | | |

Çizelge 4.14. 30 saniye $5s^{-1}$ ön karıştırmaya, 160 saniyede 0 s^{-1} 'den 40 s^{-1} 'e çıkış ve 160 saniyede 40 s^{-1} 'den 0 s^{-1} 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri

Karıştırma süreleri farklı ve C₃A içeriği %2.13 olan karışımlara ait reolojik parametreler esas alınarak diğer C₃A oranlarına sahip karışımlar için ölçülen değerler bağıl olarak hesaplanmıştır. Söz konusu değerler Şekil 4.39a-e'de gösterilmiştir. Şekilden anlaşılacağı gibi, deformasyon hızı uygulama süresi ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışından bağımsız olarak çimento C₃A oranının artışı ile karışımların, başlangıç ve 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri artmıştır. Karıştırma süresinin artışı ve buna bağlı olarak 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının azalması ile C₃A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve 20. dakika yapısal toparlanma alanı değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır.



(a)

Şekil 4.39. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi



| 1 | | > | |
|----|----|---|--|
| 1 | h | • | |
| L | ., | | |
| ۰. | ~ | , | |



(c)

Şekil 4.39. Farklı C_3A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C_3A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)







(e)

Şekil 4.39. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi

Metakaolin içermeyen her bir karışım için karıştırma süresi 40 saniye olan durumdaki reolojik parametreler esas alınarak diğer karıştırma sürelerinde ölçülen değerler bağıl olarak hesaplanmıştır. Söz konusu değerler Şekil 4.39-43'te gösterilmiştir. Şekil 4.40'ta görüldüğü gibi çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak karıştırma süresinin artışı ve buna bağlı 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının azalması ile dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite, yapısal toparlanma alanı değerlerinin daha yüksek olduğu anlaşılmıştır. Ancak, C9.05_M0 karışımı viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alanı değeri için bu durumun tersi gözlemlenmiştir.



(a)

Şekil 4.40. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile reolojik parametrelerinin değişimi







Şekil 4.40. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



(**d**)

Şekil 4.40. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



(e)

Şekil 4.40. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)

Karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerlerinin değişimi Şekil 4.41'de gösterilmiştir. Çimento C₃A oranından bağımsız olarak karıştırma süresinin artışı ve 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının azalması ile alan değerlerinin zamana bağlı artışının daha düşük olduğu anlaşılmıştır. Başlangıç ölçümlerine kıyasla, C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının 5. yönteme göre hesaplanan 20. dakika kayma gerilmesi-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerleri sırasıyla, 3.24, 3.94, 5.22 ve 1.48 kat artış göstermiştir. Bu değerlerde, 8. yönteme göre ölçülen C2.13_M0, C3.60_M0 ve C6.82_M0 karışımlarında benzer şekilde sırasıyla, 1.52, 2.27 ve 2.46 kat artış ölçülürken, C9.05_M0 karışımlarında benzer alanı değerlerinde de gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, C2.13_M9 karışımlarında bekletme zamanında kayma gerilmesi ve viskozite artışını meydana getiren



kümelenmenin karıştırma ile diğer karışımlara kıyasla daha fazla dağıtılabildiği anlaşılmaktadır.

Şekil 4.41. Farklı C_3A içeriğine sahip karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen



(b)

Şekil 4.41. Farklı C_3A içeriğine sahip karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen (devamı)

C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı değerleri Şekil 4.42'de gösterilmiştir. Önceki yöntemlerde de olduğu gibi, 5., 6., 7. ve 8. yöntemlerde de metakaolin içermeyen karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışım C9.05_M0 karışımı olarak belirlenmiştir. Ayrıca, karıştırma süresinin artışı ve buna bağlı olarak 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının azalması ile geri döndürülebilir yapı oranının genellikle arttığı anlaşılmıştır.



Şekil 4.42. 5, 6, 7 ve 8. Yöntemlere ait geri döndürülebilir yapı oranı değerleri

4.4.5. Karıştırma süresi sabit, uygulanan maksimum deformasyon hızı ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışı değişimi

Karıştırma süresi sabit tutularak uygulanacak maksimum deformasyon hızı ve buna bağlı olarak 1 saniyedeki deformasyon hızı değişiminin karışımların reolojik özelliklerine etkisi 7., 9. ve 11. yöntemlerle elde edilen reolojik parametrelerin kıyaslanamsı ile değerlendirilmiştir. Daha önce de bidirildiği gibi, her 3 yöntemde de karışım 30 saniye boyunca 5 s⁻¹ deformasyon hızında bir ön karıştırmaya tabi tutulduktan sonra reolojik ölçümleri gerçekleşmiştir. Tüm yöntemlerde karıştırma süresi her bir çıkış ve iniş eğrileri için 120 s olarak sabit tutulmuştur. Karışıma uygulanacak maksimum deformasyon hızı (40, 60 ve 80 s^{-1}) ve buna bağlı 1 saniyedeki deformasyon hız artışı (1:3, 1:2 ve 1:1.5) değiştirilerek sırasıyla 7., 9. ve 11. yöntemler oluşturulmuştur (Şekil 3.8d). Bu yöntemler 3 periyottan oluştuğundan artan deformasyon hızı eğrisi 2. periyot, azalan deformasyon hızı eğrisi 3. periyot olarak adlandırılmıştır. Söz konusu yöntemlere ait başlangıç ve 20. dakika reolojik ölçüm değerleri Cizelge 4.15-4.16'da verilmiştir.

| | | Reolojik Özellikler (Başlangıç) | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|-------|---------------------------------|---------------------------------|-------|-----------|------------------------|---------------------------------|-------|-----------------|---------|-----------|-------|--|--|
| | | 2.per | riyot | | | 3.pe | riyot | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | | | |
| Mix | EKG | V | V | прт | EKG | V | V (D | IIDI | YBA | УТА | YBA | YTA | | |
| | (Pa) | (Pa.s) $(0 s^{-1})$ | (Pa.s) (60 s ⁻¹) | H.B.I | (Pa) | (Pa.s) $(0 s^{-1})$ | (Pa.s) (60 s ⁻¹) | п.р.1 | (Pa/s) | (Pa/s) | (Pa) | (Pa) | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 15,15 | 16,73 | 1,93 | 0,73 | 8,11 | 16,88 | 2,07 | 0,50 | 25,67 | 135,17 | 0,37 | 8,48 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 7,31 | 15,95 | 1,93 | 0,49 | 18,94 | 22,06 | 2,26 | 0,64 | 0,00 | 203,54 | 0,00 | 13,43 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 8,60 | 19,40 | 2,19 | 0,47 | 13,39 | 27,17 | 2,66 | 0,43 | 0,00 | 356,82 | 0,00 | 23,88 | | |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 28,55 | 65,91 | 4,91 | 0,32 | 53,35 | 95,63 | 6,33 | 0,31 | 0,00 | 1104,93 | 0,00 | 80,76 | | |
| | | | | R | eolojik Ö | Dzellikler | (20. dak | ika) | | | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 10,41 | 25,76 | 3,14 | 0,48 | 17,38 | 39,47 | 3,31 | 0,36 | 114,01 | 182,74 | 2,27 | 22,76 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 12,05 | 31,40 | 3,47 | 0,44 | 21,38 | 47,96 | 3,70 | 0,34 | 53,02 | 246,89 | 1,00 | 27,64 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 12,83 | 45,75 | 3,59 | 0,30 | 24,83 | 58,19 | 4,29 | 0,31 | 330,77 | 262,45 | 6,88 | 36,31 | | |
| C _{9.05} _M ₀ | 33,89 | 72,96 | 4,98 | 0,30 | 37,32 | 58,20 | 6,08 | 0,51 | 2,92 | 289,67 | 0,00 | 11,67 | | |

Çizelge 4.15. 30 saniye boyunca $5s^{-1}$ 'lik ön karıştırmaya, 120 saniyede 0 s^{-1} 'den 60 s^{-1} 'e çıkış ve 120 saniyede 60 s^{-1} 'den 0 s^{-1} 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri (9.yöntem)

| | | Reolojik Özellikler (Başlangıç) | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|-------|---------------------------------|-----------------------|--------|-----------|----------------------|-----------------------|-------|-----------------|---------|---------------|-------|--|--|
| | | 2.per | iyot | | | 3.pe | riyot | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | | | |
| Mix | EKG | V (Pa.s) | V (Pa.s) | H.B.I | EKG | V (Pa.s) | V (Pa.s) | H.B.I | YBA | YTA | YBA | YTA | | |
| | (Pa) | (0 s^{-1}) | (80 s^{-1}) | 11,2,1 | (Pa) | (0 s^{-1}) | (80 s^{-1}) | | (Pa/s) | (Pa/s) | (Pa) | (Pa) | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 5,41 | 12,70 | 1,72 | 0,52 | 7,35 | 16,11 | 1,99 | 0,50 | 1,17 | 173,32 | 0,02 | 10,70 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 4,76 | 15,41 | 1,92 | 0,46 | 9,41 | 19,99 | 2,21 | 0,47 | 0,00 | 246,82 | 0,00 | 12,04 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 9,14 | 18,67 | 2,16 | 0,49 | 12,08 | 26,48 | 2,69 | 0,43 | 0,00 | 367,86 | 0,00 | 17,14 | | |
| $C_{9.05}M_0$ | 23,90 | 57,84 | 4,44 | 0,33 | 47,04 | 86,35 | 6,00 | 0,33 | 0,00 | 1119,61 | 0,00 | 64,24 | | |
| | | | | R | eolojik Ö | zellikler | (20. dak | ika) | | | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 7,05 | 19,13 | 2,65 | 0,51 | 11,29 | 25,28 | 2,63 | 0,44 | 264,98 | 41,94 | 4,63 | 5,57 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 10,70 | 25,67 | 3,21 | 0,49 | 16,78 | 38,01 | 3,08 | 0,35 | 604,64 | 84,09 | 10,72 | 11,69 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 14,11 | 34,85 | 3,87 | 0,45 | 19,78 | 43,38 | 4,06 | 0,41 | 523,72 | 184,48 | 8,66 | 22,32 | | |
| C _{9.05} _M ₀ | 33,15 | 131,69 | 7,31 | 0,18 | 40,93 | 66,21 | 7,07 | 0,51 | 536,94 | 249,36 | 48,45 | 3,65 | | |

Çizelge 4.16. 30 saniye boyunca $5s^{-1}$ 'lik ön karıştırmaya, 120 saniyede 0 s^{-1} 'den 80 s^{-1} 'e çıkış ve 120 saniyede 80 s^{-1} 'den 0 s^{-1} 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri (11.yöntem)

Farklı deformasyon hızlarına tabi tutulan metakaolin içermeyen C_3A içeriği %2.13 olan karışımlara ait reolojik parametreler esas alınarak diğer karışımların bağıl reolojik ölçüm değerleri Şekil 4.43'te gösterilmiştir. Şekilden anlaşılacağı gibi, deformasyon hızı ve 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarından bağımsız olarak çimento C_3A oranının artışı ile karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri artmıştır. Deformasyon hızının azalması ve buna bağlı olarak 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının azalması ile C_3A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, vişkozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri artışı miktarının azalması ile C_3A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, vişkozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri artış miktarının azalması ile C₃A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, vişkozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri ölümesi, vişkozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri artışının azalması ile C₃A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, vişkozite ve yapışal toparlanma alanı değerleri üzerindeki etkişinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır.



⁽a)

Şekil 4.43. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi







(c)

Şekil 4.43. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



(**d**)

Şekil 4.43. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



(e)

Şekil 4.43. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)

Metakaolin içermeyen her bir karışım için maksimum deformasyon hızı ve 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarı sırasıyla, 40 s⁻¹ ve 40/120 olan durumlarda ölçüm alınan reolojik parametreler esas alınarak diğer deformasyon hızlarında ölçülen değerler bağıl olarak hesaplanmıştır. Söz konusu değerler Şekil 4.44'te gösterilmiştir. Şekillerden görüldüğü gibi, çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak deformasyon hızının artışı ve buna bağlı 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının artması ile başlangıç dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri artarken 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri artarken 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri artarken 20. dakika dinamik eşik aşıma gerilmesi değerleri artarken 20. dakika dinamik eşik aşıma gerilmesi değerleri artarken 20. dakika dinamik eşik aşıma gerilmesi değerleri azalmıştır. Maksimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerlerinin arttığı 80 s⁻¹ maksimum deformasyon hızında ise söz konusu değerleri azaldığı anlaşılmıştır. Uygulanan maksimum deformasyon hızının artması ile başlangıç 3. periyot maksimum deformasyon hızının artması ile başlangıç 3. periyot maksimum deformasyon hızının artması ile başlangıç 3. periyot maksimum deformasyon hızının artığı 20. dakika viskozite değerlerinin ise azaldığı belirlenmiştir. Ancak, C2.13_M0 karışımı için 20. dakika viskozite değeri uygulanan maksimum deformasyon hızının 40 s⁻¹, den 60 s⁻¹, e artması ile artış

gözlemlenmiştir. Uygulanan maksimum deformasyon hızının artması ile başlangıç kayma gerilmesi-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerlerinin arttığı 20. dakika değerlerinin ise azaldığı anlaşılmıştır. Viskozite-deormasyon hızı alan değerlerinde ise uygulanan maksimum deformasyon hızının artması ile genellikle azalmalar gözlemlenmiştir. Ancak, C2.13_M0 karışımında uygulanan maksimum deformasyon hızının 80 s⁻¹ olduğu başlangıç ölçümlerinde ve değerinde ve maksimum deformasyon hızının 60 s⁻¹ olduğu 20. dakika ölçümlerinde artışlar meydana geldiği belirlenmiştir.



⁽a)

Şekil 4.44. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile elde edilen bağıl reolojik parametrelerinin değişimi







(c)

Şekil 4.44. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile elde edilen bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



(**d**)

Şekil 4.44. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile elde edilen bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



Şekil 4.44. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların karıştırma süresi artışı ile elde edilen bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)

Karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerlerinin değişimi Şekil 45'te gösterilmiştir. Çimento C₃A oranından bağımsız olarak deformasyon hızı artışı ve buna bağlı 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının artışı ile alan değerlerinin zamana bağlı değişimin daha düşük olduğu anlaşılmıştır.

Deformasyon hızının 40 s⁻¹ olduğu durumda, başlangıç ölçümlerine kıyasla, C2.13_M0, C3.60_M0 ve C6.82_M0 karışımlarının 20. dakika kayma gerilmesideformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerleri sırasıyla, 1.15, 3.36, 3.48 kat artış göstermiştir. C9.05_M0 karışımı için ise 0.14 kat azalma gözlemlenmiştir. Deformasyon hızının 60 s⁻¹ olduğu durumda, C2.13_M0 ve C3.60_M0 karışımları için hesaplanan söz konusu bu alan değerinin sırasıyla, 0.35 ve 0.21 kat artış gösterdiği anlaşılmıştır. Ancak, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımı için sırasıyla, 0.26 ve 0.74 kat azalma tespit edilmiştir. Uygulanan maksimum deformasyon hızının 80 s⁻¹ olduğu durumda ise C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımları için kayma gerilmesi-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerlerinde sırasıyla, 0.75, 0.65, 0.49 ve 0.78 kat azalma hesaplanmıştır.

Uygulanan maksimum deformasyon hızının 40 s⁻¹ olduğu durumda, başlangıç ölçümlerine kıyasla, C2.13_M0, C3.60_M0 ve C6.82_M0 karışımlarının20. dakika viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerinin sırasıyla, 0.93, 2.43, 2.08 kat artış gösterdiği anlaşılmıştır. C9.05_M0 karışımı için ise 0.35 kat azalma gözlemlenmiştir. Uygulanan maksimum deformasyon hızının 60 s⁻¹ olduğu durumda, C2.13_M0, C3.60_M0 ve C6.82_M0 karışımları için bu artışın sırasıyla, 1.68, 1.06 ve 0.52 kat olduğu anlaşılmıştır. C9.05_M0 karışımı için ise 0.85 kat azalma tespit edilmiştir. Uygulanan maksimum deformasyon hızının 80 s⁻¹ olduğu durumda ise C2.13_M0, C3.60_M0 ve C9.05_M0 karışımları için viskozite -deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerinde sırasıyla, 0.48, 0.03, 0.94 kat azalma ancak, C6.82_M0 karışımında 0.30 kat artış ölçülmüştür.



(a)

Şekil 4.45. Farklı C_3A içeriğine sahip karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen



(b)

Şekil 4.45. Farklı C_3A içeriğine sahip karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. dakika bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen (devamı)

C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranları değerleri Şekil 4.46'da gösterilmiştir. Önceki yöntemlerde de olduğu gibi, bu yöntemlerde de metakaolin içermeyen karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek olan karışım C9.05_M0 karışımı olarak belirlenmiştir. Ayrıca, deformasyon hızı artışı ve buna bağlı 1 saniyedeki deformasyon hız artış miktarının artması ile geri döndürülebilir yapı oranının genellikle arttığı anlaşılmıştır. Ancak, deformasyon hızının 60 s⁻¹ olduğu 6. yöntemde C9.05_M0 karışıma ait maksimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerinin zamanla azalmasından dolayı geri döndürülebilir yapı oranı %100.4 olarak hesaplanmıştır. Bu değer, yüksek ancak yanıltıcı bir değer olmaktadır.



Şekil 4.46. 7, 9 ve 11. Yöntemlere ait geri döndürülebilir yapı oranı değerleri

4.4.6. 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışı Sabit, Uygulanan Maksimum Deformasyon Hızı Ve Karıştırma Süresi Değişimi

1 saniyedeki deformasyon hızı artışı sabit tutularak uygulanan maksimum deformasyon hızı ve karıştırma süresi değişiminin karışımların reolojik özelliklerine etkişi 6., 9. ve 10. yöntemlerle elde edilen reolojik parametrelerin kıyaslanamsı ile değerlendirilmiştir. Daha önce de bidirildiği gibi, her 3 yöntemde de karışım 30 saniye boyunca 5 s⁻¹ deformasyon hızında bir ön karıştırmaya tabi tutulduktan sonra reolojik ölçümleri gerçekleşmiştir. Tüm yöntemlerde 1 saniyedeki deformasyon hızı artışı (1:2) olarak sabit tutulmuştur. Karışıma uygulanacak maksimum deformasyon hızı (40, 60 ve 80 s⁻¹) ve 0 s⁻¹'den maksimum hıza kadar olan karıştırma süresine (80, 120 ve 160 saniye) değiştirilerek sırasıyla 6., 9. ve 10. yöntemler oluşturulmuştur (Şekil 3.8e). Bu yöntemler 3 periyottan oluştuğundan artan deformasyon hızı eğrisi 2. periyot, azalan deformasyon hızı eğrisi 3. periyot olarak adlandırılmıştır 10. yönteme ait başlangıç ve 20.dakika ölçüm değerleri Çizelge 4.17'de verilmistir.

| | | Reolojik Özellikler | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------|-----------------|---------------|-------------|-------------|--|--|
| | | 3.per | riyot | | | 4.pe | riyot | | Kayma Gerilmesi | | Viskozite | | | |
| Mix | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (80 s ⁻¹) | H.B.I | EKG (Pa) | V (Pa.s) (0 s ⁻¹) | V (Pa.s) (80 s ⁻¹) | H.B.I | YBA (Pa/s) | YTA (Pa/s) | YBA (Pa) | YTA (Pa) | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 6,63 | 14,18 | 1,71 | 0,49 | 9,35 | 18,98 | 1,99 | 0,46 | 0,41 | 168,23 | 0,01 | 9,80 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 6,56 | 15,15 | 1,88 | 0,49 | 17,58 | 21,11 | 2,26 | 0,64 | 0,03 | 157,83 | 0,00 | 9,98 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 6,89 | 16,75 | 1,92 | 0,46 | 21,31 | 25,00 | 2,38 | 0,61 | 0,00 | 379,98 | 0,00 | 21,00 | | |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 28,59 | 67,05 | 4,86 | 0,31 | 50,40 | 92,91 | 6,41 | 0,32 | 0,00 | 1197,61 | 0,00 | 66,54 | | |
| | | | | R | eolojik Ö | Dzellikler | (20. dak | ika) | | | | | | |
| C _{2.13} _M ₀ | 9,97 | 26,21 | 2,87 | 0,44 | 15,73 | 35,82 | 2,82 | 0,34 | 264,98 | 41,94 | 4,63 | 5,57 | | |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 11,86 | 30,76 | 3,30 | 0,43 | 18,21 | 44,86 | 3,22 | 0,30 | 564,39 | 71,90 | 10,11 | 10,22 | | |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 12,48 | 37,65 | 3,60 | 0,38 | 19,82 | 51,09 | 4,08 | 0,33 | 217,75 | 98,48 | 3,54 | 11,27 | | |
| C _{9.05} _M ₀ | 34,00 | 133,69 | 7,32 | 0,18 | 43,84 | 72,72 | 7,45 | 0,49 | 931,99 | 35,00 | 66,44 | 0,46 | | |

Çizelge 4.17. 30 saniye boyunca $5s^{-1}$ 'lik ön karıştırmaya, 160 saniyede 0 s^{-1} 'den 80 s^{-1} 'e çıkış ve 160 saniyede 80 s^{-1} 'den 0 s^{-1} 'e iniş işlemine tabi tutulmuş hamur karışımların başlangıç reolojik parametreleri (10.yöntem)

Farklı maksimum deformasyon hızı ve karıştırma süresine tabi tutulan metakalolin içermeyen C_3A içeriği %2.13 olan karışımlara ait reolojik parametreler esas alınarak diğer karışımlarin bağıl reolojik sonuçları Şekil 4.47'de gösterilmiştir. Şekillerden anlaşılcağı gibi, deformasyon hızı ve karıştırma süresinden bağımsız olarak C_3A oranının artışı ile karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri artmıştır. 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının sabit tutularak uygulanan maksimum deformasyon hızının ve karıştırma süresinin azalması ile C_3A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır.



⁽a)

Şekil 4.47. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi



(b)



(c)

Şekil 4.47. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)


Şekil 4.47. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



Şekil 4.47. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)

Metakaolin içermeyen her bir karışımda, uygulanan maksimum deformasyon hızı ve karıştırma süresi sırasıyla, 40 s⁻¹ ve 80 saniye olan durumlarda ölçüm alınan reolojik parametreler esas alınarak diğer karıştırma sürelerinde ölçülen değerler bağıl olarak hesaplanmıştır. Söz konusu değerler Şekil 4.48'de gösterilmiştir. Şekil 4.48'te görüldüğü gibi, çimento türünden bağımsız olarak maksmimum deformasyon hızının 40 s⁻¹'den 60 s⁻¹'e artması ile karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi ve viskozite değerlerinin arttığı, 60 s⁻¹'den 80 s⁻¹'e artması ile ise söz konusu değerlerin genellikle azaldığı anlaşılmıştır. Maksmimum deformasyon hızının artması ile başlangıç kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerlerinin arttığı 20. dakika değerlerinin ise azaldığı anlaşılmıştır.







(b)

Şekil 4.48. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi







(d)

Şekil 4.48. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)



⁽e)

Şekil 4.48. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranı artışı ile bağıl reolojik parametrelerinin değişimi (devamı)

Karışımların başlangıç ölçüm değerlerine kıyasla 20. dakika kayma gerilmesi/viskozitedeformasyon hızı grafiklerinden elde edilen yapısal toparlanma alan değerlerinin değişimi Şekil 4.49'da gösterilmiştir. Çimento C₃A oranından bağımsız olarak maksmimum deformasyon hızı ve karıştırma süresinin artışı ile alan değerlerinin zamana bağlı değişiminin daha düşük olduğu anlaşılmıştır.



(a)

Şekil 4.49. Farklı C_3A içeriğine sahip karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. Dakika bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen



Şekil 4.49. Farklı C_3A içeriğine sahip karışımların başlangıç ölçümlerine kıyasla 20. Dakika bağıl yapısal toparlanma değerleri a) kayma gerilmesi-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen b) viskozite-deformasyon hızı grafiğinden elde edilen (devamı)

C2.13_M0, C3.60_M0, C6.82_M0 ve C9.05_M0 karışımlarının zamanla oluşan geri döndürülebilir yapı oranı değerleri Şekil 4.50'de gösterilmiştir. Önceki yöntemlerde de olduğu gibi bu yöntemlerde de metakaolin içermeyen karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek olan karışım C9.05_M0 karışımı olarak belirlenmiştir. Ayrıca, maksimum deformasyon hızı ve karıştırma süresinin artışı ile geri döndürülebilir yapı oranının genellikle arttığı anlaşılmıştır. Ancak, daha önce de belirtildiği gibi maksmimum deformasyon hızının 60 s⁻¹ olduğu 6. yöntemde C9.05_M0 karışıma ait maksimum deformasyonda ölçülen viskozite değerinin zamanla azalmasından dolayı geri döndürülebilir yapı oranı %100.4 olarak yüksek ancak yanıltıcı bir değer hesaplanmıştır.



Şekil 4.50. 6, 9 ve 10. Reolojik ölçüm yöntemlerine ait geri döndürülebilir yapı oranı değerleri

4.5. Harç Karışımlarının Zamana Bağlı Yayılma Davranışının İncelenmesi

Farklı C₃A içeriğine sahip çimentolar ile üretilen harç karışımlarına bağlayıcı hacminin %3, 6, 9 ve 12'si oranında metakaolin ikame edilmesinin karışımların zaman bağlı yayılma performansına etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla, her karışım için 290 ± 10 mm hedef yayılma değerinin sağlandığı Çizelge 4.18'de de verilen yüksek oranda su azaltıcı katkı gereksinimi elde edilmiştir. Hedef yayılma değerine sahip karışımların 60 dakika boyunca her 15 dakika da bir ölçülen yayılma değerleri ve karışımların görünümü Çizelge 4.19-4.22'de gösterilmiştir. Sonuçlardan da anlaşıldığı gibi, çimento C₃A oranının artışı ile hedef yayılmayı sağlamak için yüksek oranda su azaltıcı katkı gereksinimi artışmıştır. Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak benzer durumun metakaolin ikame oranının artışı ile de gözlemlendiği anlaşılmıştır. Çimento C₃A içeriği ve metakaolin ikame oranından bağımsız olarak kıvam koruma özelliği açısından en iyi ve en zayıf performansı sergileyen karışımların sırasıyla, C3.60_M6 ve C9.05_M3 karışımları olduğu anlaşılmıştır.

| Karışım- | Katkı miktarı | Zaman (dk) | | | | |
|-----------------------------------|---------------|------------|-------|-------|-------|-------|
| zaman(dk) | (g) | 0 | 15 | 30 | 45 | 60 |
| C _{2.13} _M ₀ | 12,31 | 300 | 270 | 262,5 | 253 | 234,5 |
| C _{2.13} _M ₃ | 12,41 | 280 | 266,5 | 254 | 237,5 | 210 |
| $C_{2.13}M_{6}$ | 12,71 | 280 | 260 | 245 | 228 | 205 |
| C _{2.13} _M ₉ | 13,28 | 280 | 272,5 | 257,5 | 232,5 | 197,5 |
| $C_{2.13}M_{12}$ | 14,11 | 280 | 270 | 242 | 225 | 200 |
| $C_{3.60}M_{0}$ | 12,31 | 290 | 275 | 260 | 245 | 211,5 |
| $C_{3.60}M_{3}$ | 12,49 | 280 | 275 | 265 | 240 | 214 |
| $C_{3.60}M_{6}$ | 13,53 | 280 | 275 | 273 | 259,5 | 243,5 |
| $C_{3.60}M_{9}$ | 14,24 | 280 | 247,5 | 230 | 207,5 | 192,5 |
| $C_{3.60}M_{12}$ | 14,80 | 280 | 252,5 | 237,5 | 212,5 | 207,5 |
| $C_{6.82}M_{0}$ | 12,44 | 290 | 275 | 271,5 | 260 | 247,5 |
| $C_{6.82}M_{3}$ | 12,61 | 290 | 280 | 265 | 242 | 210 |
| $C_{6.82}M_{6}$ | 14,59 | 295 | 295 | 285 | 265 | 256,5 |
| C _{6.82} _M ₉ | 15,85 | 280 | 260 | 247,5 | 227,5 | 207,5 |
| $C_{6.82}M_{12}$ | 16,50 | 280 | 262,5 | 250 | 232,5 | 217,5 |
| $C_{9.05}M_{0}$ | 12,56 | 282,5 | 265 | 220 | 192 | 155 |
| $C_{9.05}M_{3}$ | 12,85 | 294 | 245 | 205 | 175 | 145 |
| $C_{9.05}M_{6}$ | 15,43 | 290,8 | 285 | 280 | 255 | 237 |
| $C_{9.05}M_{9}$ | 16,64 | 280 | 282,5 | 237,5 | 230 | 207,5 |
| $C_{9.05}M_{12}$ | 18,80 | 280 | 270 | 265 | 245 | 241 |

Çizelge 4.18. Karışımların katkı miktarı ve zamana bağlı yayılma değerleri

Çizelge 4.19. Farklı oranda metakaolin içeren C2.13 çimentolu karışımların zamana bağlı yayılma değerleri (mm)

| B | Zaman (dk) | | | | | |
|-----------------------------------|------------|----|----|----|----|--|
| Karışı | 0 | 15 | 30 | 45 | 60 | |
| $C_{2.13}M_0$ | | | | | | |
| $C_{2.13}M_{3}$ | | | | | | |
| $C_{2.13}M_6$ | | | | | | |
| C _{2.13} _M ₉ | | | | | | |
| $C_{2.13}M_{12}$ | | | | | | |

Çizelge 4.20. Farklı oranda metakaolin içeren C3.60 çimentolu karışımların zamana bağlı yayılma değerleri (mm)

| В | Zaman (dk) | | | | | |
|------------------------------------|------------|----|----|----|----|--|
| Karışıı | 0 | 15 | 30 | 45 | 60 | |
| $C_{3.60}M_0$ | | | | | | |
| $C_{3.60}M_{3}$ | | | | | | |
| $\mathrm{C}_{3.60}\mathrm{-M}_{6}$ | | | | | | |
| $C_{3.60}M_{9}$ | | | | | | |
| $C_{3.60}M_{12}$ | | | | | | |

| | | | Zaman (dk) | | |
|-----------------------------------|---|----|------------|---------------|------------|
| Karışım | 0 | 15 | 30 | 45 | 60 |
| $\mathrm{C}_{6.82}\mathrm{M}_{0}$ | | | | | |
| C _{6.82} M ₃ | | | \bigcirc | \mathcal{D} | |
| $C_{6.82}M_6$ | | | | \mathbb{O} | \bigcirc |
| C _{6.82} M9 | | | | | |
| $C_{6.82}M_{12}$ | | | | | |

Çizelge 4.21. Farklı oranda metakaolin içeren C6.82 çimentolu karışımların zamana bağlı yayılma değerleri (mm)



Çizelge 4.22. Farklı oranda metakaolin içeren C9.05 çimentolu karışımların zamana bağlı yayılma değerleri (mm)

Karışımların zaman bağlı yayılma performansının daha net bir şekilde anlaşılması için metakaolin içermeyen ve metakalinli karışımlar ayrı ayrı incelenmiştir. Metakaolin içeremeyen karışımların zamana bağlı yayılma performansları Şekil 4.51'de gösterilmiştir. Çimento C₃A içeriğinin artışıyla karışımların yayılma değerlerinin azaldığı anlaşılmıştır. Bu olay, C₃A oranının artışına bağlı olarak karışımda daha fazla miktarda etrenjitin oluşumundan kaynaklanmıştır. Mardani ve arkadaşlarına (Mardani-Aghabaglou ve ark. 2017) göre, oluşan etrenjit karışım suyunu kimyasal olarak bağlayarak veya fiziksel olarak hapsederek tükettiğinden işlenebilirliği olumsuz etkilemektedir. Ayrıca, boşluk çözeltisindeki yüksek oranda su azaltıcı katkının da su ile beraber haps olabildiği yazarlar tarafından vurgulanmıştır. 60 dakika sonunda, en yüksek (%45) ve en düşük (%15) yayılma kayıpları sırasıyla, C9.05_M0 ve C6.82_M0 karışımlarında gözlemlenmiştir. Bu durumun, C9.05 çimentosunun inceliğinin en

yüksek iken C6.82 çimentosunun inceliğinin en düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Çizelge 3.1). Ayrıca, daha önce de vurgulandığı gibi C9.05 çimentosu en yüksek C₃A oranına sahip çimento olmaktadır.



Şekil 4.51. Farklı C₃A içeriğine sahip metakaolin içermeyen karışımların zamana bağlı yayılma değerleri (mm)

Metakaolin içeren karışımların zamana bağlı yayılma değerleri Şekil 4.52'de gösterilmiştir. Sonuçlardan da anlaşıldığı gibi, metakaolin ikame oranının artışıyla harç karışımlarının yayılma değerlerinin genellikle azalmıştır. Ancak, C₃A oranından bağımsız olarak, %9 oranında metakaolin içeren karışımların zamana bağlı yayılma kaybının, %12 oranında metakaolin içeren karışımlara kıyasla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Metakaolin içermeyen C2.13 çimentolu karışımın 60 dakika sonunda yayılma kaybı değeri, %21.8 iken söz konusu karışıma %9 oranında metakaolin eklenmesi ile zamana bağlı yayılma kaybının %29.5 olduğu gözlemlenmiştir. C9.05 çimentolu karışımlarda ise karışımlara metakaolin eklenmesi ile zamana bağlı yayılma kaybı değerleri azalmıştır. Metakaolin içermeyen C9.05 çimentolu karışımın 60 dakika sonunda yayılma kaybı değerleri %45.1 iken söz konusu karışıma %9 oranında metakaolin eklenmesi ile zamana bağlı yayılma kaybın %25.9 olduğu belirlenmiştir.







Şekil 4.52. Farklı C₃A içeriğine ve metakaolin oranına sahip karışımların zamana bağlı yayılma değerleri (mm) a) C2.13 b) C3.60 c) C6.82 d) C9.05







Şekil 4.52. Farklı C₃A içeriğine ve metakaolin oranına sahip karışımların zamana bağlı yayılma değerleri (mm) a) C2.13 b) C3.60 c) C6.82 d) C9.05 (devamı)

4.6. Harç Karışımlarının Basınç Dayanımı Değerlerinin İncelenmesi

Çalışma kapsamında hazırlanan harç karışımlarının 28 ve 90 günlük basınç dayanımı sonuçları sırasıyla, Şekil 4.53 ve 4.54'te verilmiştir. Şekil 4.53'ten de görüldüğü gibi çimento C₃A oranı ve metakaolin ikame oranından bağımsız olarak 28 günlük en yüksek ve en düşük dayanım sırasıyla, C6.82_M12 (68.15 MPa) ve C9.05_M0 (52.58 MPa) karışımlarında ölçülmüştür. Şekil 4.54'ten de görüldüğü gibi C₃A oranı ve

metakaolin kullanım oranından bağımsız olarak 90 günlük en yüksek ve en düşük dayanım sırasıyla C6.82 M12 (77.96 MPa) ve C3.60 M0 (53.49 MPa) karışımlarında ölçülmüştür. Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak metakaolin ikame oranının artışı ile 28 ve 90 günlük basınç dayanımı değerleri artış göstermiştir. C2.13 M0, C3.60 M0, C6.82 M0 ve C9.05 M0 karışımlarına %12 oranında metakaolin eklenmesi ile 28 günlük basınç dayanımı değerlerinde sırasıyla, %9, %16, %10 ve %26 oranında artış gözlemlenmiştir. Bu durumun, metakaolinin çimentoya kıyasla 35 kat daha ince olması sonucu fiziksel olarak boşlukları doldurarak gözenek hacmini azaltmasından ve daha yoğun bir yapı oluşturmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Mardani-Aghabaglou ve ark. 2014, Khatib ve ark. 1996, Gruber ve ark. 2001). Ayrıca, metakaolinin çok ince olması sebebi ile puzolanik özeliğine bağlı olarak da bir miktar olumlu etki oluşturdu düşünülmektedir. C2.13 M0, C3.60 M0, C6.82 M0, C9.05 M0 karışımlarına %12 oranında metakaolin eklenmesi ile 90 günlük basınç dayanımı değerleri ise sırasıyla, %13, %37, %9, %26 oranında artış göstermiştir. Bu durumun metakaolinin hem fiziksel olarak boşlukları doldurmasından hem de inceliğinin yüksek ve yapısının amorf olması nedeniyle puzolanik reaksiyon sonucu karışımdaki kalsiyum silika hidrat miktarını arttırmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Thankam ve ark. 2020).



Şekil 4.53. Farklı C₃A içeriğine ve metakaolin oranına sahip karışımların 28 günlük basınç dayanımı değerleri



Şekil 4.54. Farklı C₃A içeriğine ve metakaolin oranına sahip karışımların 90 günlük basınç dayanımı değerleri

5. SONUÇ

Bu çalışma kapsamında çimento C₃A içeriği ve metakaolin kullanım oranının çimentolu sistemlerin taze ve sertleşmiş hal özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Hamur karışımlarının priz süresi, Marsh-hunisi akış süresi ve mini-çökme değerleri; harç karışımlarında ise hedef yayılmayı sağlamak için yüksek oranda su azaltıcı katkı gereksinimi, kıvam koruma performansı ve basınç dayanımı belirlenmiştir. Ayrıca, çimento hamuru karışımlarının reolojik davranışının zamana bağlı incelenmesi ile karışımların tiksotropik davranışı değerlendirilmiştir. Karışımların zamana bağlı reolojik parametrelerinin değişimini incelemek amacı ile karışım hazırlandıktan hemen ve 20 dakika bekletildikten sonra reolojik ölçümleri döngü yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Bu doğrultuda, ön karıştırma prosedürünün, karıştırma süresinin, uygulanan maksimum deformasyon hızının ve 1 saniyedeki deformasyon hız artışının karışımların tiksotropik davranışına etkisi araştırılmıştır. Çalışma kapsamında kullanılan malzemeler ve uygulanan deneyler doğrultusunda aşağıda özetlenen sonuçlar elde edilmiştir:

Çimento C₃A İçeriğinin ve Metakaolin Kullanım Oranının Karışımların Priz Süresine Etkisi

- C₃A oranının artışı ile priz başlangıç süresinin kısaldığı anlaşılmıştır. Bu durumun C₃A oranının artışı ile hidratasyon hızı artışından ve daha fazla miktarda etrenjit oluşumundan kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Priz bitiş süreleri incelendiğinde, C₃A parametresinin yanı sıra C₃S ve C₂S bileşenlerinin de etkin olduğu anlaşılmıştır. C₃A içeriği 2.18 olan C2.18 çimentosuna kıyasla C₃A oranı daha yüksek olan C3.60 çimentosunun priz bitiş süresinin daha fazla olduğu belirlenmiştir. Bu durumun, C3.60 çimentosunun C₃S içeriğinin daha düşük ve C₂S içeriğinin daha fazla olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Karışımlara metakaolin eklenmesi ile başlangıç ve bitiş priz süresi değerlerinin azaldığı belirlenmiştir. Ancak, C9.05 çimentolu karışımlar için bu durmun tersi gözlemlenmiştir. Çimentoya kıyasla aşırı ince olan metakaolin, çimentonun kalsiyum alüminat fazının hidratasyon hızını arttırmaktadır. Metakaolinin sahip olduğu yüksek özgül yüzey alanı sonucu çimento taneleri üzerinde bir kaplama oluşturarak su ile temasını engelleyerek çimentolu sistemlerin başlangıç ve bitiş priz süresi değerinin artışına sebep olmaktadır. C2.13, C3.60 ve C6.82 çimentolu karışımlarda birinci durumun, C9.05 çimentolu karışımlar için ise ikinci durumun daha baskın olduğu anlaşılmıştır.

Çimento C₃A İçeriğinin ve Metakaolin Kullanım Oranının Karışımların Marsh Hunisi Akış Süresine Etkisi

Çimento C₃A içeriği ve metakaolin kullanım oranından bağımsız olarak tüm karışımlar için doygunluk noktası yüksek oranda su azaltıcı katkı/çimento oranının %1 olduğu durumda belirlenmiştir. Doygunluk noktasındaki akış değerleri kıyaslandığında, C6.82_M0 karışımının en üstün akış performans sergilediği anlaşılmıştır. Bu durumun C6.82 çimentosunun diğerlerine kıyasla en düşük incelik değerine sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. C9.05_M9 karışımının ise en düşük akış performansı sergilediği belirlenmiştir. Bu durumun, karışımlara metakaolin eklenmesi ile karışımların akış performansının olumsuz yönde etkilendiği tespit edilmiştir.

Çimento C₃A İçeriğinin ve Metakaolin Kullanım Oranının Karışımların Mini-Çökme Özelliğine Etkisi

 Karışımlara metakaolin eklenmesi ile su azaltıcı katkı kullanım oranının %0.5'ten %1.5'a artışı sonucu mini-çökme yayılması değerlerinin daha bariz şekilde arttığı gözlemlenmiştir. Bu durumun yüksek oranda su azaltıcı katkıların, incelik değeri daha yüksek olan çimento esaslı malzemelere daha güçlü adsorbe olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Çimento C₃A İçeriğinin ve Metakaolin Kullanım Oranının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi:

- C₃A içeriği ve metakaolin kullanımından bağımsız olarak, çimento hamuru karışımlarının akma eğrilerinin Herschel-Bulkley modeline uygun olduğu tespit edilmiştir. Tüm karışımlarda deformasyon hızının artışı ile viskozite değerinin azaldığı belirlenmiştir. Böylece, tüm karışımların kayma incelmesi davranışı gösterdiği anlaşılmıştır.
- Tüm karışımların kayma gerilmesi/viskozite-deformasyon hızı grafiklerinde, çıkış eğrisi iniş eğrisinin altında kalmıştır. Yalnızca bazı karışımlar için minimum ve maksimum deformasyon hızlarında bu durumun tersi gözlemlenmiştir. Böylece, tüm karışımlarda hem 0 hem de 20. dakika ölçümleri için yapısal toparlanma alanı değerlerinin yapısal bozulma alanı değerinden yüksek olduğu tespit edilmiştir.
- Metakaolin içermeyen karışımların C₃A oranının artışı ile dinamik eşik kayma gerilmesi, nihai viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin arttığı, Herschel Buckley İndeksi değerlerinin ise azaldığı tespit edilmiştir. Yapısal toparlanma alanı en yüksek karışım C9.05_M0 olarak belirlenmiştir. Bu durumun, C₃A'nın artışı ile etrenjitin daha hızlı ve daha yüksek konsantrasyonda oluşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca C9.05 çimentosu en yüksek özgül yüzey alanı değerine sahip olması yapısal toparlanma alanı değerini arttırmıştır.
- Çimento inceliğinin artışı ile yapısal toparlanma alanı değerinin arttığı, söz konusu değerin yapısal toparlanma alanı için etkin bir parametre olduğu anlaşılmıştır.
- Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak karışımlara metakaolin eklenmesi ile dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı

değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Bu durumun, metakaolinin yüksek özgül yüzey alanına sahip olması sonucu karışımdaki su ihtiyacının artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Böylece, karışımda topaklaşma oluşum riski ve hızı artmaktadır. Ayrıca, metakaolin ikamesi ile karışımlarda hidratasyona girecek olan çimento miktarı azalsa da metakaolinin çimentonun alüminat fazlarının hidratasyonunu hızlandırarak kalıcı yapıların oluşumuna katkı sağladığı düşünülmektedir.

- Çimento C₃A içeriği ve metakaolin kullanım oranından bağımsız olarak dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin zamanla artış gösterdiği belirlenmiştir. Bu artışın bir taraftan karışımın tiksotropik karakterine sahip olmasından bir diğer taraftan da zamanla hidratasyonun gelişmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Çimento C₃A oranı artışı ile viskozite değerlerindeki artışın 20. dakika ölçümleri için daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Bu durum, C₃A ve alçıtaşı reaksiyonu sonucu oluşan etrenjit miktarının zamanla artmasından kaynaklanmaktadır.
- Çimento C₃A içeriği ve metakaolin kullanım oranından bağımsız olarak 20 dakika sonunda meydana gelen yapı oluşumunun çoğunlukla geri döndürülebilir olduğu anlaşılmıştır. C₃A oranının artışı ile geri döndürülebilir yapı oluşumu oranının arttığı belirlenmiştir. Böylece, metakaolin içermeyen karışımlar arasında tiksotropiklik derecesi en yüksek karışım C9.05_M0 olarak tespit edilmiştir. Çalışma kapsamında ölçüm yöntemine bağlı olarak bu sonucun değişmediği belirlenmiştir. Böylece geri döndürülebilir yapı oluşum oranının yönteme bağlı değişmeden doğru yorum yapılmasına fayda sağladığı anlaşılmıştır. Metakaolin kullanım oranının artışı ile geri döndürülebilir yapı oluşumu oranının artığı gözlenmiştir.

Ön Karıştırma Prosedürünün Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi:

- Reolojik ölçümlerin ön karıştırma uygulandıktan hemen sonra bekletilmeden gerçekleşen yönteme (2. yöntem) kıyasla 30 saniye bekletmenin ardından yapılan (1. yöntem) ölçümlerde C₃A oranının yapısal toparlanma değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. 1. yönteme kıyasla 2. yöntem ölçümlerinde geri döndürülebilir yapı oranı değerlerinin metakaolin oranı artışı ile benzer ancak daha belirgin şekilde değişim gösterdiği belirlenmiştir. Bu durumun, 30 saniye bekletilmiş daha kohezif bir karışım üzerinde ölçüm alınmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Genel olarak, 30 saniye bekletmenin ardından (1. yöntem) ölçüm yapılan duruma kıyasla, ön karıştırma uygulandıktan hemen sonra bekletilmeden ölçülen (2. yöntem) başlangıç dinamik eşik kayma gerilmesi ve viskozite değerlerinin daha düşük, yapısal toparlanma alanı değerlerinin ise metakaolin içermeyenler için daha düşük ancak metakaolinli karışımlar için daha yüksek olduğu anlaşılmıştır.
- Çimento C₃A oranının artışı ile karışımlarının başlangıç dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri artışının ön karıştırma uygulandıktan hemen sonra bekletilmeden ölçümü yapılan durumda daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Bu durumun, reolojik ölçümü alınmadan hemen önce 30 saniye deformasyon hızı uygulanması ile karışımlarda olası kümelenlemelerin dağılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. 20. dakika ölçümlerinde ise bu durumun tam tersi gözlemlenmiştir.

Ön Karıştırma Hızının Karışımların Tiksotropik Davranışına Etkisi:

 Ön karıştırma hızının artışı ile C₃A oranının dinamik eşik kayma gerilmesi ve viskozite değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır. Yapısal toparlanma alanı değerleri için ise bu durumun tersi gözlemlenmiştir. Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak ön karıştırma hızının 5 s⁻¹ den 25 s⁻¹ e yükselmesi ile karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, minimum viskozite, nihai viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerlerinin daha yüksek olduğu anlaşılmıştır. Ön karıştırma hızının 25 s⁻¹ den 50 s⁻¹ yükselmesi ile ise karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi değerlerinin daha düşük olduğu tespit edilmiştir.

Uygulanacak Maksimum Deformasyon Hızı Sabit Tutularak Karıştırma Süresi Ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışı Değişimi

- Karıştırma süresinin artışı ve buna bağlı olarak 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının azalması ile
 - C₃A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve
 20. dakika yapısal toparlanma alanı değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır.
 - C₃A içeriğinden bağımsız olarak dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite, yapısal toparlanma alanı değerlerinin daha yüksek olduğu anlaşılmıştır. Ancak, C9.05_M0 karışımı viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değeri için bu durumun tersi gözlemlenmiştir.
 - Geri döndürülebilir yapı oranının genellikle arttığı anlaşılmıştır.

Karıştırma Süresi Sabit, Uygulanan Maksimum Deformasyon Hızı Ve 1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışı Değişimi

- Deformasyon hızının azalması ve buna bağlı olarak 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının azalması ile
 - C₃A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır.
 - Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak başlangıç dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri azalırken 20. dakika dinamik eşik kayma gerilmesi değerleri artmıştır.

- Başlangıç maksimum deformasyon hızında ölçülen viskozite değerlerinin azaldığı, 20. dakika değerlerinin ise arttığı belirlenmiştir.
- Başlangıç kayma gerilmesi-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerlerinin azaldığı 20. dakika değerlerinin ise arttığı anlaşılmıştır. Viskozite-deformasyon hızı alan değerlerinde ise genellikle artışlar gözlemlenmiştir.
- Çimento C₃A oranından bağımsız olarak alan değerlerinin zamana bağlı değişimin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır.
- Geri döndürülebilir yapı oranının genellikle azaldığı anlaşılmıştır.

1 Saniyedeki Deformasyon Hız Artışı Sabit, Uygulanan Maksimum Deformasyon Hızı Ve Karıştırma Süresi Değişimi

- 1 saniyedeki deformasyon hızı artış miktarının sabit tutularak uygulanan maksimum deformasyon hızının ve karıştırma süresinin azalması ile
 - C₃A oranının karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi, viskozite ve yapısal toparlanma alanı değerleri üzerindeki etkisinin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır.
 - Başlangıç kayma gerilmesi-deformasyon hızı ve viskozite-deformasyon hızı yapısal toparlanma alan değerlerinin azaldığı 20. dakika değerlerinin ise arttığı anlaşılmıştır.
 - Çimento C₃A oranından bağımsız olarak alan değerlerinin zamana bağlı değişiminin daha belirgin olduğu anlaşılmıştır.
 - Geri döndürülebilir yapı oranının genellikle azaldığı anlaşılmıştır.
- Çimento türünden bağımsız olarak maksimum deformasyon hızının 40 s⁻¹'den 60 s⁻¹'e artması ile karışımların dinamik eşik kayma gerilmesi ve viskozite değerlerinin arttığı, 60 s⁻¹'den 80 s⁻¹'e artması ile ise söz konusu değerlerin genellikle azaldığı anlaşılmıştır.

Çimento C₃A İçeriğinin ve Metakaolin Kullanım Oranının Harç Karışımlarının Zamana Bağlı Yayılma Davranışı ve Basınç Dayanımına Etkisi

- Çimento C₃A içeriğinin artışı ile hedef yayılmayı sağlamak için yüksek oranda su azaltıcı katkı gereksinimi artmıştır.
- Çimento C₃A içeriği ve metakaolin ikame oranından bağımsız olarak kıvam koruma özelliği açısından en iyi ve en zayıf performansı sergileyen karışımların sırasıyla, %6 oranında metakaolin içeren %3.60 C₃A içeriğine sahip ve metakaolin kullanım oranı %3, C₃A içeriği %9.05 olan karışımlar olduğu anlaşılmıştır.
- Çimento C₃A içeriğinin artışıyla karışımların yayılma değerlerinin azaldığı anlaşılmıştır. Bu olay, C₃A oranının artışına bağlı olarak karışımda daha fazla miktarda etrenjitin oluşumundan kaynaklanmıştır.
- 60 dakika sonunda, en yüksek (%45) ve en düşük (%15) yayılma kayıplarının sırasıyla, metakaolin içermeyen, C₃A içerikleri %9.05 ve %6.82 olan karışımlarda olduğu gözlemlenmiştir. Bu durumun, bir taraftan C9.05 çimentosunun inceliğinin en yüksek iken C6.82 çimentosunun inceliğinin en düşük olmasından bir diğer taraftan ise C9.05 çimentosunun en yüksek C₃A oranına sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
- Metakaolin ikame oranının artışıyla harç karışımlarının yayılma değerleri genellikle azalmıştır. Ancak, C₃A oranından bağımsız olarak, %9 oranında metakaolin içeren karışımların zamana bağlı yayılma kaybının, %12 oranında metakaolin içeren karışımlara kıyasla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.
- Çimento C₃A oranı ve metakaolin ikame oranından bağımsız olarak 28 ve 90 günlük en yüksek basınç dayanımı %12 ve 6.82 oranlarında sırasıyla metkaolin ve C₃A içeren karışımda ölçülmüştür. Çimento C₃A içeriğinden bağımsız olarak metakaolin ikame oranının artışı ile 28 ve 90 günlük basınç dayanımı değerleri artış göstermiştir. Bu durumun metakaolinin hem fiziksel olarak boşlukları doldurmasından hem de inceliğinin yüksek ve yapısının amorf olması nedeniyle puzolanik reaksiyon sonucu karışımdaki kalsiyum silika hidrat miktarını arttırmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

Ahari, R. S., Erdem, T. K., & Ramyar, K. (2015). Thixotropy and structural breakdown properties of self consolidating concrete containing various supplementary cementitious materials. *Cement and Concrete Composites*, 59, 26-37.

Altun, M. G., Özen, S., & Mardani-Aghabaglou, A. (2021). Effect of Side Chain Length Change of Polycarboxylate-Ether–Based High-Range Water–Reducing Admixture on Properties of Cementitious Systems Containing Fly Ash. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 33(4), 04021015.

Andriamanantsilavo, N. R., & Amziane, S. (2004). Maturation of fresh cement paste within 1-to 10-m-large formworks. *Cement and Concrete Research*, 34(11), 2141-2152.

Assaad, J., & Khayat, K. H. (2004). Assessment of thixotropy of self-consolidating concrete and concrete-equivalent-mortar—effect of binder composition and content. *Materials Journal*, 101(5), 400-408.

Assaad, J., & Khayat, K. H. (2004). Variations of lateral and pore water pressure of selfconsolidating concrete at early age. ACI Materials Journal, 101(4), 310-317.

Assaad, J., Khayat, K. H., & Mesbah, H. (2003). Assessment of thixotropy of flowable and self-consolidating concrete. *Materials Journal*, 100(2), 99-107.

Atzeni, C., Massidda, L., & Sanna, U. (1985). Comparison between rheological models for portland cement pastes. Cement and Concrete Research, 15(3), 511-519.

Au, P. I., & Leong, Y. K. (2016). Surface chemistry and rheology of slurries of kaolinite and montmorillonite from different sources. *KONA Powder and Particle Journal*, 2016007.

Banfill, P. F. G. (1990). Rheology of Fresh Cement and Concrete: Proceedings of an International Conference, Liverpool, 1990. CRC Press.

Banfill, P. F. G. (1992). Simultaneous measurements of hydration rate and rheology on cement pastes. In *INTERNATIONAL WORKSHOP ON HYDRATION AND SETTING OF CEMENTS* (pp. 267-275). E & FN Spon.P.F.G. Banfill, The rheology of fresh mortar, Mag. Concr. Res. 43 (154) (1991) 13–21.

Banfill, P. F. G., & Saunders, D. C. (1981). On the viscometric examination of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, *11*(3), 363-370.

Barluenga, G., Palomar, I., Guardia, C., Varela, H., & Hernandez-Olivares, F. (2019). Rheology and Build-Up of Fresh SCC Pastes Evaluated with the Mini-slump Cone Test. In Rheology and Processing of Construction Materials (pp. 160-167). Springer, Cham.

Barnes, H. A. (1997). Thixotropy—a review. Journal of Non-Newtonian fluid mechanics, 70(1-2), 1-33.

Barnes, H. A. (1999). On-line or process viscometry–a review. Applied rheology, 9(3), 102-107.

Barnes, H. A., Schimanski, H., & Bell, D. (1999). 30 years of progress in viscometers and rheometers. Applied Rheology, 9(2), 69-76.

Baz, B., Remond, S., & Aouad, G. (2021). Influence of the mix composition on the thixotropy of 3D printable mortars. *Magazine of Concrete Research*, 1-13.

Billberg, P. (2006). Form pressure generated by self-compacting concrete: influence of thixotropy and structural behaviour at rest (Doctoral dissertation, Byggvetenskap).

Björn, A., de La Monja, P. S., Karlsson, A., Ejlertsson, J., & Svensson, B. H. (2012). Rheological characterization. Biogas, 1, 63-76. Blanco, A., Fuente, E., Negro, C., & Tijero, J. (2002). Flocculation monitoring: focused beam reflectance measurement as a measurement tool. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 80(4), 1-7.

Bouras, R., Chaouche, M., & Kaci, S. (2008). Influence of viscosity-modifying admixtures on the thixotropic behaviour of cement pastes. *Applied Rheology*, 18(4), 45604-1.

Bouras, R., Kaci, A., & Chaouche, M. (2012). Influence of viscosity modifying admixtures on the rheological behavior of cement and mortar pastes. *Korea-Australia Rheology Journal*, 24(1), 35-44.

Bu, Y., Qiang, W., Cai, Zhuang, Shen, Shengda., Zhao, Qi., Guo, Shenglai. (2020). A new evaluation method for thixotropic performance of cement slurry based on pressurized consistometer. *Res. Explor. Lab.* 39, 34–38.

Chang, S. H., Ryan, M. H., & Gupta, R. K. (1993). The effect of pH, ionic strength, and temperature on the rheology and stability of aqueous clay suspensions. *Rheologica acta*, *32*(3), 263-269.

Chen, M., Liu, B., Li, L., Cao, L., Huang, Y., Wang, S., ... & Cheng, X. (2020). Rheological parameters, thixotropy and creep of 3D-printed calcium sulfoaluminate cement composites modified by bentonite. *Composites Part B: Engineering*, 186, 107821.

Chen, M., Yang, L., Zheng, Y., Huang, Y., Li, L., Zhao, P., ... & Cheng, X. (2020). Yield stress and thixotropy control of 3D-printed calcium sulfoaluminate cement composites with metakaolin related to structural build-up. *Construction and Building Materials*, 252, 119090.

Chhabra, R. P. (2010). Non-Newtonian fluids: an introduction. In Rheology of complex fluids (pp. 3-34). Springer, New York, NY.

Chhabra, R. P., & Richardson, J. F. (1999). Non-Newtonian flow in the process industries: fundamentals and engineering applications. Butterworth-Heinemann.

Claramunt, J., Ventura, H., & Ardanuy, M. (2018). Rheology of CAC-based cement pastes and the relationship to penetrability through nonwoven fabric reinforcements. *Cement and Concrete Composites*, 94, 85-93.

Cogswell F.N., Polymer Melt Rheology, John Wiley (1981).

Collyer, A. A. (Ed.). (1993). *Techniques in rheological measurement*. London: Chapman & Hall.

Collyer, A. A., & Clegg, D. W. (1988). Rheological Measurement Elsevier Science Co. *New York*.

Cyr, M., Legrand, C., & Mouret, M. (2000). Study of the shear thickening effect of superplasticizers on the rheological behaviour of cement pastes containing or not mineral additives. *Cement and concrete research*, *30*(9), 1477-1483.

D.J. Shaw. (1992). Introduction to Colloid & Surface Chemistry, 4th edition, Reed Educational and Professional Publishing Limited, Great Britain.

de Souza Mendes, P. R. (2011). Thixotropic elasto-viscoplastic mo

Deng, X. J., Klein, B., Hallbom, D. J., de Wit, B., & Zhang, J. X. (2018). Influence of particle size on the basic and time-dependent rheological behaviors of cemented paste backfill. *Journal of Materials Engineering and Performance*, *27*(7), 3478-3487.

Du, L., & Folliard, K. J. (2005). Mechanisms of air entrainment in concrete. *Cement and concrete research*, 35(8), 1463-1471.

Dzuy, N. Q., & Boger, D. V. (1985). Direct yield stress measurement with the vane method. *Journal of rheology*, 29(3), 335-347.

Etemad, S. G., & Gholam, H. F. (2002). Evaluation of time dependency of poly (ethylene glycol) solutions.

Feneuil, B., Pitois, O., & Roussel, N. (2017). Effect of surfactants on the yield stress of cement paste. Cement and Concrete Research, 100, 32-39.

Ferguson, J., & Kemblowski, Z. (1991). Applied fluid rheology. Springer.

Ferron, R. D., Shah, S., Fuente, E., & Negro, C. (2013). Aggregation and breakage kinetics of fresh cement paste. *Cement and Concrete Research*, *50*, 1-10.

Ferron, R. P., Gregori, A., Sun, Z., & Shah, S. P. (2007). Rheological method to evaluate structural buildup in self-consolidating concrete cement pastes. *ACI materials journal*, 104(3), 242.

Feys, D., De Schutter, G. and Verhoeven, R. (2009). Rheology and Pumping of Self-Compacting Concrete, *Proceedings of Tenth ACI International Conference on Recent Advances in Concrete Technology and Sustainability Issues*, Seville, Spain.

Feys, D., Verhoeven, R., & De Schutter, G. (2008). Fresh self compacting concrete, a shear thickening material. *Cement and Concrete Research*, *38*(7), 920-929.

G.H. Tattersall, P.F.G. Banfill. (1983). The Rheology of Fresh Concrete, Pitman Books Limited, Great Britain.

Geiker, M. R., Brandl, M., Thrane, L. N., Bager, D. H., & Wallevik, O. (2002). The effect of measuring procedure on the apparent rheological properties of self-compacting concrete. *Cement and Concrete Research*, 32(11), 1791-1795.

González-Taboada, I., González-Fonteboa, B., Martínez-Abella, F., & Seara-Paz, S. (2018). Thixotropy and interlayer bond strength of self-compacting recycled concrete. *Construction and Building Materials*, 161, 479-488.

Guo, S., Bu, Y., Zhou, A., Du, J., & Cai, Z. (2020). A three components thixotropic agent to enhance the thixotropic property of natural gas well cement at high temperatures. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 84, 103699.

Hackley, V. A. (2001). *The use of nomenclature in dispersion science and technology* (Vol. 960, No. 3). US Department of Commerce, Technology Administration, National Institute of Standards and Technology.

Haidara, H. (2000). Fundamental mechanisms of adhesion: relevance to particle interactions, sticking and aggregation in a fluid medium. In *Hydration and Setting—Why Does Cement Set? An Interdisciplinary Approach, Proceedings of the Second International RILEM Workshop, Dijon, 1997* (pp. 3-22). RILEM Publications SARL Cachan Cedex.

Hattori, K. (1990). Rheology of fresh cement and concrete. A New Viscocity Equation for non-Newtonian Suspensions and its Application, 83-92.

Heath, A. R., Fawell, P. D., Bahri, P. A., & Swift, J. D. (2002). Estimating average particle size by focused beam reflectance measurement (FBRM). Particle & Particle Systems Characterization: Measurement and Description of Particle Properties and Behavior in Powders and Other Disperse Systems, 19(2), 84-95.

Heinrich, J. (2008). Determination of crystallization kinetics using in-situ measurement techniques and model-based experimental design & analysis.

Heinrich, J., & Ulrich, J. (2012). Application of Laser-Backscattering Instruments for In Situ Monitoring of Crystallization Processes–A Review. *Chemical engineering & technology*, *35*(6), 967-979.

Hou, P., Muzenda, T. R., Li, Q., Chen, H., Kawashima, S., Sui, T., ... & Cheng, X. (2021). Mechanisms dominating thixotropy in limestone calcined clay cement (LC3). *Cement and Concrete Research*, *140*, 106316.

Huang, H., Huang, T., Yuan, Q., Zhou, D., Deng, D., & Zhang, L. (2019). Temperature dependence of structural build-up and its relation with hydration kinetics of cement paste. *Construction and Building Materials*, 201, 553-562.

Huang, T., Li, B., Yuan, Q., Shi, Z., Xie, Y., & Shi, C. (2019). Rheological behavior of Portland clinker-calcium sulphoaluminate clinker-anhydrite ternary blend. *Cement and Concrete Composites*, *104*, 103403.

Hunter, R. J. (2001). Foundations of colloid science. Oxford university press.

Jarvis, P., Jefferson, B., Gregory, J. O. H. N., & Parsons, S. A. (2005). A review of floc strength and breakage. *Water research*, *39*(14), 3121-3137.

Jiang, H., Fall, M., Yilmaz, E., Li, Y., & Yang, L. (2020). Effect of mineral admixtures on flow properties of fresh cemented paste backfill: Assessment of time dependency and thixotropy. *Powder Technology*, *372*, 258-266.

Jiao, D., Shi, C., & Yuan, Q. (2018). Influences of shear-mixing rate and fly ash on rheological behavior of cement pastes under continuous mixing. *Construction and Building Materials*, *188*, 170-177.

Jiao, D., Shi, C., & Yuan, Q. (2019). Time-dependent rheological behavior of cementitious paste under continuous shear mixing. *Construction and Building Materials*, 226, 591-600.

Justice, J. M., & Kurtis, K. E. (2007). Influence of metakaolin surface area on properties of cement-based materials. *Journal of materials in civil engineering*, *19*(9), 762-771.

Kaci, A., Chaouche, M., & Andréani, P. A. (2011). Influence of bentonite clay on the rheological behaviour of fresh mortars. *Cement and Concrete Research*, *41*(4), 373-379. Kaleta, A., & Grzeszczyk, S. (2015). The influence of chosen factors on the rheological

properties of cement paste. *Procedia engineering*, *108*, 568-574. Kalousek, G. L. (1973). A new instrument for measuring thixotropy. *Cement and Concrete Research*, *3*(3), 315-323.

Karakuzu, K., Kobya, V., Mardani-Aghabaglou, A., Felekoğlu, B., & Ramyar, K. (2021). Adsorption properties of polycarboxylate ether-based high range water reducing admixture on cementitious systems: A review. *Construction and Building Materials*, 312, 125366.

Kawashima, S., Chaouche, M., Corr, D. J., & Shah, S. P. (2013). Rate of thixotropic rebuilding of cement pastes modified with highly purified attapulgite clays. *Cement and Concrete Research*, *53*, 112-118.

Kawashima, S., Kim, J. H., Corr, D. J., & Shah, S. P. (2012). Study of the mechanisms underlying the fresh-state response of cementitious materials modified with nanoclays. *Construction and Building Materials*, *36*, 749-757.

Khayat, K. H., & Assaad, J. J. (2006). Effect of w/cm and high-range water-reducing admixture on formwork pressure and thixotropy of self-consolidating concrete. *ACI materials journal*, 103(3), 186.

Khayat, K. H., Omran, A. F., & D'Ambrosia, M. (2010). Prediction of SCC Formwork Pressure in Full-Scale Elements. In *Design, Production and Placement of Self-Consolidating Concrete* (pp. 231-242). Springer, Dordrecht.

Khayat, K. H., Saric-Coric, M., & Liotta, F. (2002). Influence of thixotropy on stability characteristics of cement grout and concrete. *Materials Journal*, 99(3), 234-241.

Khayat, K., Assaad, J., Mesbah, H., & Lessard, M. (2005). Effect of section width and casting rate on variations of formwork pressure of self-consolidating concrete. *Materials and structures*, *38*(1), 73-78.

Kim, J. H., Kwon, S. H., Kawashima, S., & Yim, H. J. (2017). Rheology of cement paste under high pressure. Cement and Concrete Composites, 77, 60-67.

Kim, J. H., Yim, H. J., & Ferron, R. D. (2016). In situ measurement of the rheological properties and agglomeration on cementitious pastes. *Journal of Rheology*, *60*(4), 695-704.

Koehler, E. P. (2013). Thixotropy of SCC and its effects on formwork pressure. *Web* Session: International Concrete Abstracts Portal. April.

Koehler, E. P. (2014). Thixotropy of SCC and its effects on formwork pressure. *American Concrete Institute*, Cambridge

Koehler, E. P., & Fowler, D. W. (2004). Development of a portable rheometer for fresh portland cement concrete.

Koehler, E., Jeknavorian, A., & Klaus, S. (2010). Selecting Admixtures to Achieve Application-Required Rheology. In *Design, Production and Placement of Self-Consolidating Concrete* (pp. 79-88). Springer, Dordrecht.

Koehler, E.P., Brooks, W., Mogan, E. and Neuwald, A. (2009). Application of Rheology Measurements to Enable and Ensure Concrete Performance, Proceedings of the NRMCA Concrete Technology Forum, Cincinnati, OH.

Koehler, E.P., Keller, L. and Gardner, N.J. (2007). Field Measurements of SCC Rheology and Formwork Pressures, Proceedings of the SCC 2007 Conference, Ghent, Belgium.

Kolawole, J. T., Combrinck, R., & Boshoff, W. P. (2019). Measuring the thixotropy of conventional concrete: The influence of viscosity modifying agent, superplasticiser and water. *Construction and Building Materials*, 225, 853-867.

Kruger, J., Zeranka, S., & van Zijl, G. (2019). An ab initio approach for thixotropy characterisation of (nanoparticle-infused) 3D printable concrete. *Construction and Building Materials*, 224, 372-386.

L. J. Struble. (1991). The Rheology of Fresh Cement Paste, in Advances in Cemenitious Materials, v. 16 ed., S. Mindess, Ed., pp. 7-29.

Lapasin, R., Longo, V., & Rajgelj, S. (1979). Thixotropic behaviour of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 9(3), 309-318.

Lapasin, R., Papo, A., & Rajgelj, S. (1983). Flow behavior of fresh cement pastes. A comparison of different rheological instruments and techniques. *Cement and Concrete Research*, *13*(3), 349-356.

Larson, R. G., & Wei, Y. (2019). A review of thixotropy and its rheological modeling. *Journal of Rheology*, 63(3), 477-501.

Laso M., Picasso M., and Ottinger H.C. (1997). Two-dimensional, time-dependent viscoelastic flow, AIChE, 43, 877-892.

Ley-Hernández, A. M., & Feys, D. (2021). Resting time effect on the rheological behavior of cement paste in presence of superplasticizer. Cement and Concrete Research, 142, 106347.

Li, H., Huang, F., Xie, Y., Yi, Z., & Wang, Z. (2017). Effect of water–powder ratio on shear thickening response of SCC. *Construction and Building Materials*, *131*, 585-591. Lin, O. C. (1975). Rheology and Surface Coatings. CHEMISCHE TECHNIK.

Link, J., Sowoidnich, T., Pfitzner, C., Gil-Diaz, T., Heberling, F., Lützenkirchen, J., ... & Haist, M. (2020). The influences of cement hydration and temperature on the thixotropy of cement paste. *Materials*, *13*(8), 1853.

Liu, J., Ran, Q., Miao, C., & Qiao, M. (2012). Effects of grafting densities of comb-like copolymer on the dispersion properties of concentrated cement suspensions. *Materials transactions*, *53*(3), 553-558.

Lorentz, B., Zhu, H., Mapa, D., Riding, K. A., & Zayed, A. (2020). Effect of clay mineralogy, particle size, and chemical admixtures on the rheological properties of CCIL and CCI/II Systems. In Calcined Clays for Sustainable Concrete (pp. 211-218). Springer, Singapore.

Lothenbach, B., Winnefeld, F., Alder, C., Wieland, E., & Lunk, P. (2007). Effect of temperature on the pore solution, microstructure and hydration products of Portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, *37*(4), 483-491.

Lowke, D., Kränkel, T., Gehlen, C., & Schießl, P. (2010). Effect of cement on superplasticizer adsorption, yield stress, thixotropy and segregation resistance. In Design, production and placement of self-consolidating concrete (pp. 91-101). Springer, Dordrecht.

Lu, B., Qian, Y., Li, M., Weng, Y., Leong, K. F., Tan, M. J., & Qian, S. (2019). Designing spray-based 3D printable cementitious materials with fly ash cenosphere and air entraining agent. *Construction and Building Materials*, *211*, 1073-1084.

Lu, B., Weng, Y., Li, M., Qian, Y., Leong, K. F., Tan, M. J., & Qian, S. (2019). A systematical review of 3D printable cementitious materials. *Construction and Building Materials*, 207, 477-490.

Lu, Z., Hanif, A., Sun, G., Liang, R., Parthasarathy, P., & Li, Z. (2018). Highly dispersed graphene oxide electrodeposited carbon fiber reinforced cement-based materials with enhanced mechanical properties. *Cement and Concrete Composites*, 87, 220-228.

Lu, Z., Hou, D., Xu, B., & Li, Z. (2015). Preparation and characterization of an expanded perlite/paraffin/graphene oxide composite with enhanced thermal conductivity and leakage-bearing properties. *RSC advances*, *5*(130), 107514-107521.

Luckham, P. F., & Rossi, S. (1999). The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in colloid and interface science*, 82(1-3), 43-92.

Macosko, C. W. (1994). Rheology Principles. Measurements and Applications.

Mahaut, F., Mokeddem, S., Chateau, X., Roussel, N., & Ovarlez, G. (2008). Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials. *Cement and concrete research*, *38*(11), 1276-1285.

Mansour, M. S., Chaid, R., Afalfiz, A., & Bekkour, K. (2013). Rheology of highperformance cement pastes: effect of calcined kaolin. *Chem. Mater. Res.*, 4.

Mardani-Aghabaglou, A., Felekoğlu, B., & Ramyar, K. (2021). Effect of false set related anomalies on rheological properties of cement paste mixtures in the presence of high range water reducing admixture. *Structural Concrete*, 22, E619-E633.

Mardani-Aghabaglou, A., Sezer, G. İ., & Ramyar, K. (2014). Comparison of fly ash, silica fume and metakaolin from mechanical properties and durability performance of mortar mixtures view point. *Construction and Building Materials*, 70, 17-25.

Mardani-Aghabaglou, A., Son, A. E., Felekoglu, B., & Ramyar, K. (2017). Effect of cement fineness on properties of cementitious materials containing high range water reducing admixture. *Journal of Green Building*, 12(1), 142-167.

Maybury, J., & Ho, J. C. M. (2017). Shear thickening of cement powder paste–why and how to mitigate?. *HKIE Transactions*, 24(4), 193-203.

McFarlane, A. J., Addai-Mensah, J., & Bremmell, K. (2005). Rheology of flocculated kaolinite dispersions. *Korea-Australia Rheology Journal*, 17(4), 181-190.

McGuiggan, P. M., & Israelachvili, J. N. (1992). Short-range and adhesion forces between surfaces in aqueous electrolyte solutions: interplay of DLVO and hydration forces. In *RILEM PROCEEDINGS* (pp. 205-205). CHAPMAN & HALL.

Morrison, I. D., & Ross, S. (2002). *Colloidal dispersions: suspensions, emulsions, and foams* (pp. 317-318). New York: Wiley-Interscience.

Mostafa, A. M., & Yahia, A. (2016). New approach to assess build-up of cement-based suspensions. *Cement and Concrete Research*, 85, 174-182.

Moulin, E., Blanc, P., & Sorrentino, D. (2001). Influence of key cement chemical parameters on the properties of metakaolin blended cements. *Cement and Concrete Composites*, 23(6), 463-469.

Muzenda, T. R., Hou, P., Kawashima, S., Sui, T., & Cheng, X. (2020). The role of limestone and calcined clay on the rheological properties of LC3. *Cement and Concrete Composites*, 107, 103516.

Muzenda, T. R., Hou, P., Kawashima, S., Sui, T., & Cheng, X. (2020). The role of limestone and calcined clay on the rheological properties of LC3. *Cement and Concrete Composites*, *107*, 103516.

Navarrete, I., Kurama, Y., Escalona, N., & Lopez, M. (2020). Impact of physical and physicochemical properties of supplementary cementitious materials on structural buildup of cement-based pastes. *Cement and Concrete Research*, 130, 105994.

Oesterheld, S., Wallevik, J.E. and Wallevik, O.H. (2009). In: Rheology of Cement Suspensions such as Fresh Concrete, Rilem Pro 68, Rilem Publications, Bagneux, pp. 163-170.

Omran, A. F., Khayat, K. H., & Elaguab, Y. M. (2012). Effect of SCC mixture composition on thixotropy and formwork pressure. *Journal of materials in civil engineering*, 24(7), 876-888.

Orvalez, G. and Roussel, N. (2007). In: SCC 2007, Proc. of the 5th Int. Rilem Symposium on SCC, Rilem Publications, Bagneux, pp. 285-290.

Otsubo, Y., Miyai, S., & Umeya, K. (1980). Time-dependent flow of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 10(5), 631-638.

Ouyang, J., Tan, Y., Corr, D. J., & Shah, S. P. (2016). The thixotropic behavior of fresh cement asphalt emulsion paste. *Construction and Building Materials*, *114*, 906-912.

Ovarlez, G., & Roussel, N. (2006). A physical model for the prediction of lateral stress exerted by self-compacting concrete on formwork. *Materials and Structures*, *39*(2), 269-279.

Overbeek, J. T. G. (1977). Recent developments in the understanding of colloid stability. *Journal of Colloid and Interface Science*, 58(2), 408-422.

Özen, S., Altun, M. G., Mardani-Aghabaglou, A., & Ramyar, K. (2021). Effect of main and side chain length change of polycarboxylate-ether-based water-reducing admixtures on the fresh state and mechanical properties of cementitious systems. Structural Concrete, 22, E607-E618.

Panda, B., & Tan, M. J. (2019). Rheological behavior of high volume fly ash mixtures containing micro silica for digital construction application. *Materials Letters*, 237, 348-351.

Panda, B., Singh, G. B., Unluer, C., & Tan, M. J. (2019). Synthesis and characterization of one-part geopolymers for extrusion based 3D concrete printing. *Journal of cleaner production*, 220, 610-619.

Papo, A. (1988). The thixotropic behavior of white Portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 18(4), 595-603.

Petkova, V., & Samichkov, V. (2007). Some influences on the thixotropy of composite slag Portland cement suspensions with secondary industrial waste. *Construction and Building Materials*, 21(7), 1520-1527.

Plank, J., & Hirsch, C. (2007). Impact of zeta potential of early cement hydration phases on superplasticizer adsorption. *Cement and concrete research*, 37(4), 537-542.

Plassard, C., Lesniewska, E., Pochard, I., & Nonat, A. (2005). Nanoscale experimental investigation of particle interactions at the origin of the cohesion of cement. *Langmuir*, 21(16), 7263-7270.

Pons, M. N., Milferstedt, K., & Morgenroth, E. (2006). Modeling of chord length distributions. *Chemical Engineering Science*, *61*(12), 3962-3973.

Powers, T. C. (1968). Properties of Fresh Concrete, John Wiley and Sons. Inc., New York, 301.

Qian, Y., & De Schutter, G. (2018). Different effects of NSF and PCE superplasticizer on adsorption, dynamic yield stress and thixotropy of cement pastes. *Materials*, 11(5), 695.

Qian, Y., & De Schutter, G. (2018). Enhancing thixotropy of fresh cement pastes with nanoclay in presence of polycarboxylate ether superplasticizer (PCE). *Cement and Concrete Research*, *111*, 15-22.

Qian, Y., & Kawashima, S. (2018). Distinguishing dynamic and static yield stress of fresh cement mortars through thixotropy. *Cement and Concrete Composites*, 86, 288-296.

Qian, Y., Lesage, K., El Cheikh, K., & De Schutter, G. (2018). Effect of polycarboxylate ether superplasticizer (PCE) on dynamic yield stress, thixotropy and flocculation state of fresh cement pastes in consideration of the Critical Micelle Concentration (CMC). *Cement and Concrete Research*, *107*, 75-84.

Quanji, Z. (2010). Thixotropic behavior of cement-based materials: effect of clay and cement types. Iowa State University.

Quanji, Z., Lomboy, G. R., & Wang, K. (2014). Influence of nano-sized highly purified magnesium alumino silicate clay on thixotropic behavior of fresh cement pastes. *Construction and Building Materials*, 69, 295-300.

Rahman, M. K., Baluch, M. H., & Malik, M. A. (2014). Thixotropic behavior of self compacting concrete with different mineral admixtures. *Construction and building materials*, 50, 710-717.

Rahul, A. V., Santhanam, M., Meena, H., & Ghani, Z. (2019). 3D printable concrete: Mixture design and test methods. *Cement and Concrete Composites*, 97, 13-23.

Roncero, J., Valls, S., & Gettu, R. (2002). Study of the influence of superplasticizers on the hydration of cement paste using nuclear magnetic resonance and X-ray diffraction techniques. *Cement and Concrete Research*, *32*(1), 103-108.

Rößler, C., Eberhardt, A., Kučerová, H., & Möser, B. (2008). Influence of hydration on the fluidity of normal Portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, *38*(7), 897-906.

Roussel N, Stefani C, Leroy R (2005). From mini-cone test to Abrams cone test: measurement of cement-based materials yield stress using slump tests. *Cem Concr Res* 35:817–822

Roussel, N. (2005). Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes. *Cement and concrete research*, *35*(9), 1656-1664.

Roussel, N. (2006). A theoretical frame to study stability of fresh concrete. *Materials* and structures, 39(1), 81-91.

Roussel, N. (2006). A thixotropy model for fresh fluid concretes: theory, validation and applications. *Cement and concrete research*, *36*(10), 1797-1806.

Roussel, N. (2007). Rheology of fresh concrete: from measurements to predictions of casting processes. *Materials and Structures*, 40(10), 1001-1012.

Roussel, N. (2010). Lecture at DTU-RILEM Doctoral Course "Flow of fresh Cement-Based Materials", Lyngby, April 12-16, 2010.

Roussel, N. (Ed.). (2011). Understanding the rheology of concrete. Elsevier.

Roussel, N., & Cussigh, F. (2008). Distinct-layer casting of SCC: The mechanical consequences of thixotropy. *Cement and Concrete Research*, 38(5), 624-632.

Roussel, N., Le Roy, R., & Coussot, P. (2004). Thixotropy modelling at local and macroscopic scales. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, *117*(2-3), 85-95.

Roussel, N., Ovarlez, G., Garrault, S., & Brumaud, C. (2012). The origins of thixotropy of fresh cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 42(1), 148-157.

Rp, A. P. I. (2013). Recommended practice for testing well cements. *API RECOMMENDED PRACTICE 10B-2*.

Russel, W. B., Russel, W. B., Saville, D. A., & Schowalter, W. R. (1991). *Colloidal dispersions*. Cambridge university press.

Saak, A. W. (2000). *Characterization and modeling of the rheology of cement paste: With applications toward self-flowing materials*. Northwestern University.

Salem, T. M. (2002). Electrical conductivity and rheological properties of ordinary Portland cement–silica fume and calcium hydroxide–silica fume pastes. *Cement and concrete research*, *32*(9), 1473-1481.

Sanish, K. B., Neithalath, N., & Santhanam, M. (2013). Monitoring the evolution of material structure in cement pastes and concretes using electrical property measurements. *Construction and Building Materials*, 49, 288-297.

Santos, F. N., de Sousa, S. R. G., Bombard, A. J. F., & Vieira, S. L. (2017). Rheological study of cement paste with metakaolin and/or limestone filler using Mixture Design of Experiments. *Construction and building materials*, 143, 92-103.

Saric-Coric, M., Khayat, K. H., & Tagnit-Hamou, A. (2003). Performance characteristics of cement grouts made with various combinations of high-range water reducer and cellulose-based viscosity modifier. *Cement and Concrete Research*, *33*(12), 1999-2008.

Schwartzentruber, L. A., Le Roy, R., & Cordin, J. (2006). Rheological behaviour of fresh cement pastes formulated from a Self Compacting Concrete (SCC). *Cement and Concrete Research*, *36*(7), 1203-1213.

Shaughnessy III, R., & Clark, P. E. (1988). The rheological behavior of fresh cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 18(3), 327-341.

Shen, L., Struble, L., & Lange, D. (2009). Modeling static segregation of self-consolidating concrete. *ACI Materials Journal*, *106*(4), 367.

Tadros, T. F. (2011). Rheology of dispersions: principles and applications. John Wiley & Sons.;

Tanner, R. I. (2000). Engineering rheology (Vol. 52). OUP Oxford.

Taylor, H. F. (1997). Cement chemistry (Vol. 2, p. 459). London: Thomas Telford.

Tregger N, Ferrara L, Shah SP (2008). Identifying viscosity of cement paste from minislump test. *ACI Mater J*, 105(6):558–566

Tregger, N. A., Pakula, M. E., & Shah, S. P. (2010). Influence of clays on the rheology of cement pastes. *Cement and concrete research*, 40(3), 384-391.

Tuyan, M., Ahari, R. S., Erdem, T. K., Çakır, Ö. A., & Ramyar, K. (2018). Influence of thixotropy determined by different test methods on formwork pressure of self-consolidating concrete. *Construction and Building Materials*, *173*, 189-200.

Uchikawa, H., Ogawa, K., & Uchida, S. (1985). Influence of character of clinker on the early hydration process and rheological property of cement paste. *Cement and Concrete Research*, *15*(4), 561-572.

Viallis-Terrisse, H., Nonat, A., & Petit, J. C. (2001). Zeta-potential study of calcium silicate hydrates interacting with alkaline cations. *Journal of colloid and interface science*, 244(1), 58-65.

Wallevik, J. E. (2003). Rheology of particle suspensions, Dissertation. Trondheim: The Norwegian University of Science and Technology.

Wallevik, J. E. (2003). *Rheology of particle suspensions: fresh concrete, mortar and cement paste with various types of lignosulfonates*. Fakultet for ingeniørvitenskap og teknologi.

Wallevik, J. E. (2005). Thixotropic investigation on cement paste: Experimental and numerical approach. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, *132*(1-3), 86-99.

Wallevik, J. E. (2009). Rheological properties of cement paste: thixotropic behavior and structural breakdown. *Cement and Concrete Research*, *39*(1), 14-29.

Wallevik, J. E. (2009). Rheological properties of cement paste: thixotropic behavior and structural breakdown. *Cement and Concrete Research*, *39*(1), 14-29.

Wang, Q., Cui, X., Wang, J., Li, S., Lv, C., & Dong, Y. (2017). Effect of fly ash on rheological properties of graphene oxide cement paste. *Construction and Building Materials*, 138, 35-44.

Williams, D. A., Saak, A. W., & Jennings, H. M. (1999). The influence of mixing on the rheology of fresh cement paste. *Cement and concrete research*, 29(9), 1491-1496.

Yahia, A. (2011). Shear-thickening behavior of high-performance cement grouts— Influencing mix-design parameters. *Cement and concrete research*, 41(3), 230-235.

Yang, M., Neubauer, C. M., & Jennings, H. M. (1997). Interparticle potential and sedimentation behavior of cement suspensions: Review and results from paste. *Advanced Cement Based Materials*, 5(1), 1-7.

Yim, H. J., Kim, J. H., & Shah, S. P. (2013). Cement particle flocculation and breakage monitoring under Couette flow. *Cement and concrete research*, *53*, 36-43.

Yu, Y., Liu, J., Ran, Q., Qiao, M., & Zhou, D. (2013). Current understanding of comblike copolymer dispersants impact on the hydration characteristics of c 3 a–gypsum suspension. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, *111*(1), 437-444.

Yuan, Q., Li, Z., Zhou, D., Huang, T., Huang, H., Jiao, D., & Shi, C. (2019). A feasible method for measuring the buildability of fresh 3D printing mortar. *Construction and Building Materials*, 227, 116600.

Yuan, Q., Zhou, D., Huang, H., Peng, J., & Yao, H. (2020). Structural build-up, hydration and strength development of cement-based materials with accelerators. *Construction and Building Materials*, 259, 119775.

Yuan, Q., Zhou, D., Khayat, K. H., Feys, D., & Shi, C. (2017). On the measurement of evolution of structural build-up of cement paste with time by static yield stress test vs. small amplitude oscillatory shear test. *Cement and Concrete Research*, 99, 183-189.

Yuan, Q., Zhou, D., Li, B., Huang, H., & Shi, C. (2018). Effect of mineral admixtures on the structural build-up of cement paste. *Construction and Building Materials*, 160, 117-126.
Zhang, Y., Zhang, Y., She, W., Yang, L., Liu, G., & Yang, Y. (2019). Rheological and harden properties of the high-thixotropy 3D printing concrete. *Construction and Building Materials*, 201, 278-285.

Zhang, Z., Ding, H., Palin, R. M., Dong, X., Tian, Z., & Chen, Y. (2020). The lower crust of the Gangdese magmatic arc, southern Tibet, implication for the growth of continental crust. *Gondwana Research*, 77, 136-146.

Zingg, A., Winnefeld, F., Holzer, L., Pakusch, J., Becker, S., Figi, R., & Gauckler, L. (2009). Interaction of polycarboxylate-based superplasticizers with cements containing different C3A amounts. Cement and Concrete Composites, 31(3), 153-162.

ÖZGEÇMİŞ

| Adı Soyadı | : Öznur Biricik |
|-------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| Doğum Yeri ve Tarihi | : Biga-14.08.1996 |
| Yabancı Dil | : |
| Eğitim Durumu | |
| Lise | : Çanakkale Fen Lisesi |
| Lisans | : Yıldız Teknik Üniversitesi |
| Yüksek Lisans | : Bursa Uludağ Üniversitesi |
| Çalıştığı Kurum/Kurumlar Mühendisliği Bölümü | : Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendilsik Fakültesi, İnşaat |
| İletişim (e-posta) | : oznurbiricik@uludag.edu.tr/oznur.biricik96@gmail.com |

Yayınları

1) 2021, Latifi, M. R., **Biricik**, Ö., & Mardani Aghabaglou, A. (2021). Effect of the addition of polypropylene fiber on concrete properties. Journal of Adhesion Science and Technology, 1-25.

:

- 2) Biricik Ö., Kaya Y., Bayqra, S, H., Mardani Aghabaglou, A., Effect of Fiber Type And Utilization Rate on Permeability Properties And Freeze-Thaw Resistance of Mortar Mixtures. EJONS 12th International Conference on Mathematics, Engineering, Natural & Medical Sciences July 9-11, 2021 / Paris, France, Online, Proceeding Book, p. 144. ISBN: 978-1-955094-12-2
- **3) Biricik**, **Ö.**, Şahin, H. G., Mardanı Aghabaglou, A., (2021). Thixotropic properties of Cementitious Systems: Importance and Measurement Methods. 3rd International April 23 Scientific Studies Congress, Ankara, Turkey
- 4) Mardanı Aghabaglou, A., Aytekin, B., **Biricik, Ö.**, Şahin, H. G. , (2021). Bacteria-Based Self-Healing in Cementitious Systems; Literature Review. 5th International Congress of Academic Research (ICAR 2021), Elazığ, Turkey
- 5) Şahin, H. G., **Biricik**, Ö., & Mardanı Aghabaglou, A., (2021). A Research on the Parameters Affecting the Action Performance of Air-entraining Admixtures; Literature Review. International Congress on Sciences and Engineering for Sustainability (INARS 2021), İstanbul, Turkey
- 6) Şahin, H. G., **Biricik**, Ö., & Mardanı Aghabaglou, A., (2021). Study on the Acceptance Criteria and the Effect of Materials Used in the Composition of 3D Concrete Mixtures. 5th International Conference on Materials Engineering and Nano Sciences (ICMENS 2021) (pp.1). Osaka, Japan
- 7) Kaya, Y., Bayqara, S. H., Biricik, Ö., Mardanı Aghabaglou, A., (2021). Effect Of Fiber Type And Content On Some Hardened State Properties Of Cementitious Systems Exposed To High Temperature. Middle East International Conference On Contemporary Scientific Studies-V (pp.230). Ankara, Turkey

- 8) Biricik, Ö., Bayqara, S. H., Kaya, Y., Mardani Aghabaglou, A., (2021). Effect of Fiber Type and Content on Fresh and Some Hardened State Properties of Cementitious Systems. 34th World Conference on Applied Science, Engineering & Technology (WCASET 2021), Dubai, United Arab Emirates
- 9) Şahin, H. G., Biricik, Ö., & Mardanı Aghabaglou, A., (2020). The Enhancement Methods of Polycarboxylate-Based Water Reducing Admixture Performance in Systems Containing High Amount of Clay Literature Review. 6th International Conference on Engineering and Natural Science (ICENS) (pp.14). Belgrade, Serbia

Dergi incelemesinde olan yayınlar:

- 1) Biricik, Ö., Kaya, Y., Bayqra, S, H., Mardani Aghabaglou, A. Assessment of Mechanical Properties of Fiber Reinforced Cementitious System Exposed to High Temperature.
- 2) Mardani Aghabaglou, A., Şahin, H.G., **Biricik**, Ö., Tuyan M. Effect of Aggregate Type and Fly Ash Content on Some Properties of Concrete Mixture.
- Kaya, Y., Biricik, Ö., Bayqra, S, H., Mardani Aghabaglou, A. Investigation of Rheological Properties and Thixotropic Behavior of Cementitious Systems Containing Different Types of Fibers.
- 4) Şahin, H.G., **Biricik**, Ö., Mardani Aghabaglou, A. Polycarboxylate-Based Water Reducing Admixture Clay Compatibility; Literature Review.
- 5) Latifi, M. R., **Biricik**, Ö., Mardani Aghabaglou, A. Mechanical and Durability Performance of Macro Polypropylene Fibrous Concrete.
- 6) Bayqra, S, H., Kaya, Y., **Biricik, Ö.**, Mardani Aghabaglou, A. Assessment of Durability Performance of Cementitious System Containing Different Types of Fibers.