

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MADEN MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**MACUN DOLGUDA MİKROYAPININ DAYANIM VE  
DURAYLILIK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Maden Mühendisi Yunus AKYOL**

**MAYIS 2016  
TRABZON**



**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MADEN MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**MACUN DOLGUDA MİKROYAPININ DAYANIM VE**  
**DURAYLILIK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

**Maden Mühendisi Yunus AKYOL**

**Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde**  
**“MADEN YÜKSEK MÜHENDİSİ”**  
**Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 18.04.2016**  
**Tezin Savunma Tarihi : 12.05.2016**

**Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Ferdi CİHANGİR**

**Trabzon 2016**


**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**


**Maden Mühendisliği Anabilim Dalında  
Yunus AKYOL Tarafından Hazırlanan**


**MACUN DOLGUDA MİKROYAPININ DAYANIM VE  
DURAYLILIK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

**başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 26/04/2016 gün ve 1650 sayılı  
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
olarak kabul edilmiştir.**

**Jüri Üyeleri**

**Başkan :** Prof. Dr. Ayhan KESİMAL   
.....

**Üye :** Yrd. Doç. Dr. Gülşen TOZSİN   
.....

**Üye :** Yrd. Doç. Dr. Ferdi CİHANGİR   
.....

**Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ  
Enstitü Müdürü**

## ÖNSÖZ

“Macun dolguda mikroyapının dayanım ve duraylılık özelliklerine etkisinin araştırılması” başlıklı bu çalışma, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Maden Mühendisliği Anabilim Dalı’nda yüksek lisans tezi olarak hazırlanmıştır. Deneysel çalışmalar, KTÜ Maden Mühendisliği Bölümü, Türkiye Çimento Müstahsilleri Birliği (TÇMB) Ar-Ge Laboratuvarları ve ACME Laboratuvarları’nda (KANADA) gerçekleştirilmiştir. Tez konusunun belirlenmesi, çalışmaların yürütülmesi ve sonuçlandırılmasına kadar her aşamada bilgi, destek ve değerli görüşlerinden yararlandığım danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Ferdi CİHANGİR’e teşekkürlerimi sunarım. Öneri ve desteklerinden yararlandığım Prof. Dr. Ayhan KESİMAL’a ve Doç. Dr. Bayram ERÇIKDI’ya ayrıca teşekkür ederim. Deneysel çalışmalardaki büyük özverileri nedeniyle Maden Yüksek Mühendisi Sinan OCAK’a ve Maden Mühendisi Meryem KURTULUŞ’a teşekkür ederim. Bu çalışmayı yapmam için malzeme desteği sağlayan Çayeli Bakır İşletmeleri A.Ş.’ye, ETİ Bakır A.Ş.’ye(Kastamonu-Küre), Karçimsa’ya ve Trabzon Çimento A.Ş.’ye teşekkür ederim.

Bu çalışma, 112M378 no’lu Tubitak Projesi kapsamında yapılmıştır. Tez çalışmamı; çalışmalarım boyunca yeterince vakit ayıramadığım, varlıkları ve sevgileri ile bana güç veren aileme ithaf ediyorum.

Yunus AKYOL  
Trabzon, 2016

## **TEZ ETİK BEYANNAMESİ**

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Macun dolguda mikroyapının dayanım ve duraylılık özelliklerine etkisinin araştırılması” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Yrd. Doç. Dr. Ferdi CİHANGİR’in sorumluluğunda tamamladığımı, verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuvarlarda yaptığımı/yaptırdığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 12/05/2016

Yunus AKYOL

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	III
TEZ ETİK BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET .....	VII
SUMMARY .....	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	IX
TABLolar DİZİNİ.....	XI
SEMBOLLER DİZİNİ .....	XII
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş .....	1
1.2. Tezin Gerekçe ve Amacı .....	4
1.3. Macun Dolgunun Dayanım ve Duraylılığını Etkileyen Faktörler .....	5
1.3.1. Atık Özellikleri .....	5
1.3.2. Bağlayıcı Tipi ve Oranı .....	7
1.3.3. Asit ve Sülfat Etkisi .....	7
1.4. Alkali Aktive Bağlayıcılar .....	9
1.4.1. Alkali Aktivatörler .....	9
1.4.1.1. Sodyum Hidroksit.....	10
1.4.1.2. Sodyum Silikat .....	10
1.5. Yüksek Fırın Cürufu .....	10
2. DENEYSEL ÇALIŞMAŞLAR .....	12
2.1. Atık Malzeme .....	12
2.2. Bağlayıcı Malzeme .....	15
2.3. Macun Dolgu Numunelerinin Hazırlanması.....	16
2.4. Dayanım ve Deformasyon Testleri.....	17
2.5. pH ve SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> Analizleri.....	18
2.6. Mikroyapı Analizleri (SEM, MIP ve XRD) .....	20
3. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	23
3.1. Dayanım ve Deformasyon Özelliklerinin İrdelenmesi .....	23
3.2. Asit ve Sülfat Etkilerinin Macun Dolgu Dayanımına Etkilerinin İrdelenmesi .....	27

3.3.	Macun Dolguda Gözenekli Yapının İncelenmesi.....	30
3.4.	Bağlayıcı Mikroyapısının Dolgu Özelliklerine Etkisinin Araştırılması .....	34
3.5.	Dolgunun Ekonomik Analizi.....	46
4.	SONUÇLAR.....	47
5.	KAYNAKLAR.....	49
ÖZGEÇMİŞ		



## Yüksek Lisans Tezi

### ÖZET

#### MACUN DOLGUDA MİKROYAPININ DAYANIM VE DURAYLILIK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Yunus AKYOL

Karadeniz Teknik Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Maden Mühendisliği Anabilim Dalı  
Danışman: Yrd. Doç. Dr. Ferdi CİHANGİR  
2016, 55 Sayfa

Bu tez çalışmasında normal Portland çimentosu (CEM I 42.5R:NPÇ) yerine bağlayıcı olarak sıvı sodyum silikat (LSS) ve sodyum hidroksit (NaOH:SH) ile aktifleştirilmiş yüksek fırın cürufu kullanımının macun dolgu performansına etkisi incelenmiştir. DA ile hazırlanan numuneler aynı bağlayıcı oranında NA'ya kıyasla daha yüksek dayanım ve duraylılık sağlamıştır. Sülfürce zengin atık kullanılması durumunda %6'dan düşük bağlayıcı kullanımı, macun dolguda kısa ve uzun dönemdeki dayanım ve duraylılık kriterleri için yetersizdir. LSS-C kullanılması ile NPÇ'ye oranla NA için 3-4 kat, DA için ise yaklaşık 2 kat; SH-C kullanılması durumunda da NPÇ'ye oranla NA için yaklaşık 2-3 kat, DA için ise yaklaşık 1,5-2 kat daha yüksek dayanım sonuçları elde edilmiştir. Bağlayıcı oranının artmasıyla dayanım kazanımı ve duraylılık özellikleri artarken, dolgu numunelerinin asit ve sülfat etkilerine karşı dayanıklılıkları da artmıştır. NPÇ numunelerinde genel olarak 56 günlük kür süresinden sonra dayanım kayıpları görülmüştür. Macun dolguda bağlayıcı olarak aktifleştirilmiş yüksek fırın cürufu kullanımının asit ve sülfat ( $SO_4^{-2}$ ) oluşumunu azalttığı görülmüştür. Yapılan MIP (civalı porozimetre) analizleri bağlayıcı miktarındaki artışın ve şlamı uzaklaştırılmış atık malzeme (DA) kullanımının dolgunun mikroyapısını iyileştirdiğini göstermiştir. SEM (taramalı elektron mikroskobu) analizleri NPÇ ile hazırlanan numunelerde uzun dönemde görülen dayanım kayıplarının C-S-H jellerinin zayıflamasından ve genleşme özelliğine sahip ikincil alçıtaşı oluşumundan kaynaklandığını göstermiştir. SH-C numunelerindeki dayanım kayıplarının sebebi ise C-S-H jellerindeki zayıflama ve kuruma çalaklarıdır. AAC ve özellikle LSS-C kullanımı C-S-H jellerinden  $Ca^{+2}$  liçini azaltmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Macun Dolgu, Sülfürlü Atık, Alkali Aktive Bağlayıcı, Mikroyapı, Asit-Sülfat Etkisi, Dayanım, Duraylılık, Ca/Si oranı.



Master Thesis

SUMMARY

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF MICROSTRUCTURE ON THE STRENGTH  
AND DURABILITY PROPERTIES OF PASTE BACKFILL

Yunus AKYOL

Karadeniz Technical University  
The Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Mining Engineering Graduate Program  
Supervisor: Yrd. Doç. Dr. Ferdi CİHANGİR  
2016, 55 Pages

The purpose of this thesis study was to investigate the effect of liquid sodium silicate (LSS) and sodium hydroxide (NaOH:SH) activated slag binder use instead of ordinary Portland cement (OPC) on paste backfill (CPB) performance. Samples prepared from the DA produced higher strength and durability than the NA under the same binder content.

In case of binder content less than 6.0wt.% is insufficient in terms of strength and durability properties of CPB when sulphide rich tailings is used. Approximately 3.0–4.0 and 1.5–2.0 fold strengths were obtained when LSS–S and SH–C samples were used instead of OPC. Increasing binder dosages led to increase in strength development and durability besides resistance to acid and sulphate effects. OPC samples suffered from strength losses after 56 days. The use of alkali-activated slag (AAS) binder reduced the acid and formation of sulphate on CPB. MIP analysis showed that the increase of binder content and use of the DA improved the microstructure and reduced the total volume of porosity. The strength losses at long term were due to the weakening of C–S–H and formation of ettringite and gypsum for the samples prepared from the lower binder ratios for OPC. The reason for strength loss fo SH–C is the weakening of C–S–H and the drying shrinkage. AAC especially LSS–C samples were also seen to decrease the decalcification of C–S–H.

**Key Words:** Paste Backfill, Sulphide Tailings, Alkali Activated Binders, Microstructure, Acid and Sulphate Effect, Strength, Durability, Ca/Si ratio

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa No

Şekil 1.	Atık malzemelerin tane boyut dağılımları.....	13
Şekil 2.	Macun dolgu numunelerinin kür dolabında kür işlemine tabi tutulması .....	17
Şekil 3.	Macun dolgu numunelerinin tek eksenli basınç dayanımı testi .....	18
Şekil 4.	Asit ve sülfat analizleri için numunelerin rendelenmesi (a), nem içeriklerinin tayini (b), katı sıvı oranının %50'ye ayarlanması (c), mikserle karıştırılması (d). .....	19
Şekil 5.	Numunelerin mikserle karıştırıldıktan sonra bekletilmesi (a), süzülmesi (b), pH (c) ve sülfat içeriği tayinlerinin yapılması (d). .....	19
Şekil 6.	Macun dolgu numunelerinde SEM cihazı ile görüntü inceleme .....	20
Şekil 7.	Macun dolgu malzemelerinin ilgili kür süresinde civalı porozimetre cihazı kullanılarak gözeneklilik analizlerinin yapılması .....	21
Şekil 8.	LSS-C ve NPC dayanım ve deformasyon grafikleri .....	23
Şekil 9.	SH-C ve NPC dayanım ve deformasyon grafikleri .....	26
Şekil 10.	Sodyum silikat içeren (LSS) numunelerin asit ve sülfat test sonuçları.....	28
Şekil 11.	Sodyum hidroksit içeren (NaOH) numunelerin bağlayıcı oranına bağlı asit ve sülfat testleri.....	29
Şekil 12.	Bağlayıcı tipinin numunelerin porozite yapısına etkisi (%5 bağlayıcı oranı-360 gün) .....	33
Şekil 13.	Bağlayıcı tipinin numunelerin porozite yapısına etkisi (%7 bağlayıcı oranı-360 gün) .....	33
Şekil 14.	%5 NPC bağlayıcı oranında NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri .....	37
Şekil 15.	%7 NPC bağlayıcı oranında NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri .....	38
Şekil 16.	%5 LSS-C (Ms=1) %8 Na <sub>2</sub> O aktivatör dozajı için NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri.....	39
Şekil 17.	%7 LSS-C (Ms=1) %8 Na <sub>2</sub> O aktivatör dozajı için NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri.....	40
Şekil 18.	%5 SH-C %8 Na <sub>2</sub> O aktivatör dozajı için NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri.....	41

Şekil 19.	%7 SH-C %8 Na <sub>2</sub> O aktivatör dozajı için NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri.....	42
Şekil 20.	%5 ve %7 bağlayıcı oranları için 28-112-360 günlük kür sürelerinde asit ve sülfat etkilerine bağlı olarak C-S-H bünyesindeki Ca/Si oranı değişimi .....	43
Şekil 21.	NA (a) ve DA (b) örneklerine yönelik temsili XRD analiz grafikleri .....	45



## TABLolar DİZİNİ

	<b><u>Sayfa No</u></b>
Tablo 1. Macun dolgu karışımının boyuta göre sınıflandırılması .....	6
Tablo 2. Atık malzemelerin kimyasal ve mineralojik özellikleri .....	14
Tablo 3. Atık malzemelerin bazı fiziksel özellikleri .....	14
Tablo 4. Bağlayıcı maddelerin kimyasal ve mineralojik özellikleri.....	15
Tablo 5. Bağlayıcı maddelerin fiziksel özellikleri.....	16
Tablo 6. 1 m <sup>3</sup> dolgu hazırlanması için gerekli bağlayıcı dozajları (kg/m <sup>3</sup> ).....	24
Tablo 7. Şlam uzaklaştırma işleminin farklı bağlayıcılar (LSS-C, NPÇ ve SH-C) kullanılarak hazırlanan numunelerin porozitesine etkisi.....	32
Tablo 8. Bağlayıcı tipine göre 1 m <sup>3</sup> dolguda kullanılacak bağlayıcı maliyetleri .....	46

## SEMBOLLER DİZİNİ

AAC	: Alkali–aktive cüruf
CEM I 42,5R	: Erken yüksek dayanımlı normal Portland çimentosu (NPC)
LSS	: Sıvı (likit) sodyum silikat
Ms	: Modül oranını (ağırlıkça $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ oranı; $M_s=\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ )
$\text{Na}_2\text{O}$	: Sodyum oksit
NA	: Normal atık
DA	: Şlamı uzaklaştırılmış atık
MIP	: Civalı porozimetre
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
$\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$	: Sodyum silikat (2 modül)
$\text{Na}_2\text{SiO}_3$	: Sodyum silikat
NaOH	: Sodyum hidroksit
$\text{SiO}_2$	: Silisyum dioksit
$\text{SO}_4^{-2}$	: Sülfat iyonu
TÇMB	: Türkiye Çimento Müstahsilleri Birliği
XRD	: Mineralojik analiz (X ray diffractometer)
$C_u$	: Üniformluk katsayısı
$C_c$	: Eğrilik katsayısı
$D_{10}$	: Efektif tane çapı
$D_{60}$	: Malzemenin %60'ının elek altına geçtiği tane çapı

## 1. GENEL BİLGİLER

### 1.1. Giriş

Macun dolgu; cevher zenginleştirme işlemleri sonrası ortaya çıkan maden tesis atıkları, amaca bağlı olarak % 3–9 oranında bağlayıcı madde ve sukarişimından oluşan, %70–85 oranında nihai katı oranında ve uygun kıvamda (7.0–8,5 slamp) bir malzemedir. Dolgu bileşenlerinden her biri, macun dolgunun kısa ve uzun dönemdeki dayanımını, durabilitesini, nakliyesini ve boşluklara yerleştirilmesi gibi işlenebilirlik özelliklerini önemli derecede etkilemektedir. Macun dolguda karışım suyu olarak tesis suyu, şebeke suyu, akarsu yada göl suyu kullanılmaktadır. Bağlayıcı olarak yaygın şekilde normal Portland çimentosu (NPÇ) yada kompoze çimentolar kullanılmaktadır. Dolguda kullanılan atık ise genel itibari ile –100 µmboyutundadır. Macun dolguda atık malzemenin süfurlü mineraller içermesi durumunda, boşluklu yapısından dolayı oksijen ve su varlığında asit ( $H^+$ ;  $H_2SO_4$ ) ve sülfat ( $SO_4^{-2}$ ) oluşmakta dolgu ortamı agresifleşmektedir. Macun dolguda NPÇ kullanıldığı durumda ise CaO ve  $C_3A$  içeriğinden dolayı asit ve sülfat etkileri ile kısa ve uzun dönemde dayanım ve durabilite problemleri meydana gelmektedir.

Günümüzde gerek asit ve sülfat etkileri nedeni ile görülen dayanım ve durabilite kayıplarını engellemeye yönelik mineral katkı maddelerinin macun dolguda çimentoya katkı olarak kullanılabilirliğine yönelik çalışmalar önemli derecede artmıştır (Benzaazoua vd., 1999; Belem vd., 2000; Erçikdi vd., 2009a.b; Erçikdi vd., 2010a).

Son yıllarda, puzolanik mineral katkı maddelerinin alkali aktivasyon teknikleri ile aktifleştirilerek çimento yerine kullanımı giderek yaygınlaşmaktadır. Macun dolguda NPÇ (CEM I 42.5R) alternatif olarak aktifleştirilmiş yüksek fırın cürufunun (alkali aktive bağlayıcılar–AAC) kullanılması durumunda, asit, sülfat, vb. etkiler ile kimyasal korozyonlara karşı daha dayanıklı ve daha yüksek dayanıma sahip dolgu üretilebilmektedir (Cihangir, 2011).

AAC kullanımı eski Mısırlılar'dan günümüze kadar ulaşmasına rağmen hala yeni bir teknoloji olarak düşünülmektedir. Özellikleri az bilindiğinden ve yaygın olarak kullanılmadığından ticari olarak sınırlı kullanıma sahiptir. Davidovits (1979), eski Romalıların ve Mısırlıların günümüze dek ulaşan yapıtlarını doğal taşlardan değil, alkali aktive bağlayıcılar kullanarak inşa ettiklerini belirtmiştir. Mısır piramitlerinin; kireçtaşı

kumu, NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ve su kullanılarak yerinde inşa edildiklerini yaptığı mineralojik, kimyasal, yapısal ve dokusal arařtırmalarına baėlı olarak kanıtlamıř ve rapor etmiřtir (Torgal vd., 2008).

Alkali aktive baėlayıcılar (AAC); yüksek fırın cürufu ve uçucu kül gibi alimünyum ve silikatça zengin puzolanik malzemelerin alkali kimyasallarla muamele edilmesiyle elde edilirler. AAC atık veya yan sanayi ürünlerinden üretildiklerinden ve baėlayıcı olarak ekstra bir kullanıma sahip olduğundan oldukça avantajlıdırlar. Çimento ile kıyaslandığında sıfır sera gazı emisyonu, ekstra piřirme enerjisi ve doėal mineral kaynaklarının kullanımını gerektirmediklerinden oldukça çevrecidirler (Ehrenberg, 2005). AAC; madencilikte, inřaat sektöründe, atık yönetimi ve özel beton uygulamalarında kullanılabilir. Jeopolimer çimentoların, madencilikte yeraltı dolgu uygulamalarında aşırı tuzlu su ortamlarında dahi çimentolu ürünlerle kıyaslandığında daha düşük maliyetlerde 5 kata kadar daha yüksek dayanım sonuçları ürettiėi belirtilmektedir (Cihangir, 2011). Macun dolguya yönelik yüksek sülfat içeren maden tesis atıklarının kullanıldığı agresif ortamlarda dahi (DIN 4030), AAC içeren dolgu örneklerine kıyasla daha duraylı ve 5 kata kadar yüksek dayanım sonuçlarının elde edildiėi görülmüřtür (Cihangir vd., 2012).

Macun dolgunun kalitesi genellikle tek eksenli basınç dayanımı ve duraylılıėı ile ölçülmektedir. Bir çok maden iřletmecisi 28 günlük kür süresinde dolgu dayanımının 1.0 MPa olmasını ve bu dayanımı >90 günde muhafaza etmesini yeterli görmekte dirler (Stone, 1993). Duraylılık yeraltında dolgu etrafındaki üretimi planlanmış diėer blokların güvenli bir şekilde üretilebilmesi için kritik öneme sahiptir. Ancak duraylılık jeoteknik, jeokimya ve mikroyapısal anlamda daha tam olarak anlaşılabilmiş bir olgu deėildir (Benzaazoua vd., 1999; Cihangir vd., 2012; Erçıkıvd., 2010a, 2010b, 2009a, 2009b; Fall ve Pokharel, 2010; Nehdi ve Tariq, 2007; Ouellet vd., 2006; Pokharel ve Fall, 2011, 2013).

Atık tane boyut dağılımı dolgu performansını önemli derecede etkilemektedir. Dolguda kullanılacak bir atık malzemede 20 µm altı malzeme miktarının en az %15 olması gerekmektedir (Brackebusch, 1994). Atık malzemelerde ince malzeme miktarının fazla olması durumunda yüksek yüzey alanından dolayı su tutma kapasitesi yükselmektedir. Bu yüzden ince atıkların kullanılması hem poroziteyi artırmakta (Erçıkıvd., 2013; Fall vd., 2005; Yılmaz, 2003) hem de uzun süreler boyunca dolgu bünyesinde hava ve sıvı transferine neden olmaktadır (Aachib vd., 2004; Fall vd., 2009). Böylece sülfürlü atıklar durumunda asit ve sülfat etkileri nedeni ile C-S-H ürünleri bir yandan dekalsifiye olurken, diėer taraftan ikincil mineral çökelimleri de (Pokharel ve Fall, 2013) dolgu bünyesinde

heterojen yapıya sebebiyet vermektedir. Bu reaksiyonlar dolgunun dayanım kazanımı ve duraylılık özelliklerini olumsuz etkilemektedir (Benzaazoua vd., 1999; Erçikdıld., 2009a, 2009b).

Diğer taraftan atık malzemelerden ince malzemelerin uzaklaştırılması (deslime edilmesi) ile şlamı uzaklaştırılmış atıklar/deslimed atıklar (DA) elde edilmektedir. DA kullanılması ile dolgu bünyesindeki fazla suyun uzaklaştırılmasına imkan sağlamakta, poroziteyi düşürmekte ve böylece kısa ve uzun dönemde dayanım kazanımını ve duraylılık özelliklerini artırmaktadır (Benzaazoua vd., 2004; B. Erçikdıld., 2013; Fall vd., 2005; Kesimal vd., 2010, 2003). DA kullanılması dayanım kazanımını artırmakta, normal atık (NA) yada ince boyutlu atık kullanılması ise yüksek su tutma özelliği nedeni ile dayanım kazanım hızını düşürmektedir (Belem vd., 2001). Erken kür sürlerinde dayanım kazanım hızının yüksek olması barikatlar üzerine gelen gerilmeleri düşürürken (Sivakugan vd., 2006) aynı zamanda cevher üretimine yönelik patlatmalardan kaynaklanabilecek sıvılaşma riskini de düşürmektedir (Belem vd., 2001).

Macun dolguda dayanım ve duraylılık özelliklerinin yanında deformasyon özellikleri de büyük önem taşımaktadır. Çünkü yeraltında herhangi bir boşluğa doldurulan dolgu servis süreleri boyunca basınca maruz kalmaktadır. Macun dolguda deformasyon özellikleri üzerinde etkili olan başlıca dolgu bileşenlerinin atık malzeme, su ve çimento olduğu belirtilmektedir (Fall vd. 2007).

Macun dolguda mekanik özelliklerle birlikte önemli diğer bir husus ise dolgu malzemesinin pompa–boru sistemi ile yeraltına taşınması ve yeraltındaki cevheri alınmış boşluklara yerleştirilmesidir. Dolgu malzemesi 6 ila 15 dakika arasında, macun dolgu tesisine olan uzaklığa bağlı olarak yeraltında doldurulacağı nihai boşluğa ulaşmaktadır. Taşınma esnasında macun dolgu malzemesinin kıvamında herhangi bir değişiklik olmaması ve başlangıç kıvamını koruması; pompa basıncı ve enerji maliyetlerinin yanında, borularda tıkanma ve aşırı sürtünmeden dolayı aşınma problemlerinin engellenmesi ve tamir–bakım maliyetleri açısından büyük önem arz etmektedir (Hewitt vd., 2009).

Ayrıca, madencilikte dolgu dayanımını artırmak ve durabiliteyi sağlamak için çimento miktarını artırmak, işletme maliyetlerini önemli derecede artırmaktadır. Çimento kullanılan dolgu yöntemlerinin uygulandığı maden işletmelerinde, dolgu maliyetleri toplam işletme maliyetlerinin %10–20'lik kısmını oluşturmaktadır. Bu maliyetin ise yaklaşık %50–75'lik kısmını çimento maliyetleri oluşturmaktadır (Grice, 1998; Fall ve Benzaazoua, 2003). Çimentonun pahalı olması, işletmecileri, daha ekonomik koşullara



sahip dolgu uygulamaları için uygun maliyetli bağlayıcı madde sistemleri üzerinde arařtırmalara yönlendirmektedir.

Bu tez çalışmasında sülfürce zengin normal ve şlamı uzaklařtırılmıř maden tesis atıklarından aktifleřtirilmiř yüksek fırın cürufu esaslı AAC ve portland çimentoları kullanılarak hazırlanan macun dolgu malzemelerinin dayanım, durabilite ve deformasyon özellikleri ile kür süresine baėlı bağlayıcı fazların taramalı elektron testleri, porozite miktarları civalı porozitemetre testleri arařtırılmıřtır. Ayrıca, duraylı dolgu kořulları için bağlayıcı tipine baėlı olarak ekonomik analiz yapılmıřtır.

## 1.2. Tezin Gerekçe ve Amacı

Bu tezin amacı; sülfürce zengin çevresel açıdan tehlikeli maden tesis atıkları ve aktifleřtirilmiř bağlayıcılardan hazırlanan macun dolgunun kısa ve uzun dönemdeki performans özelliklerinin detaylı olarak ele alınması, dolgu duraylılıėının analitik süreçlerle izlenmesi ve yüksek performanslı dolgu üretilebilirliėinin arařtırılmasıdır.

Tez çalışması sonucunda temel olarak;

- ⇒ Yüksek fırın cürufunun sıvı sodyum silikat ve sodyum hidroksit gibi alkali kimyasallar ile aktifleřtirilmesi (AAC) ve çimento yerine kullanılarak normal atıklardan (2 farklı atık) hazırlanan macun dolgu numunelerinin kısa ve uzun dönemdeki dayanım, ve durabilite özelliklerinin irdelenmesi,
- ⇒ Alkali aktive bağlayıcılar ve normal çimento ile şlamı uzaklařtırılmıř atıklardan (2 farklı atık) daha az gözenekli yapıya sahip macun dolgu numunelerinin hazırlanması, kısa ve uzun dönemdeki dayanım ve durabilite özelliklerinin irdelenmesi,
- ⇒ Sülfürlü maden tesis atıkları ile hazırlanacak numunelerde piritin bozunmasına baėlı olarak oluřacak asit ve sülfat etkilerinin kür süresine baėlı olarak izlenmesi;
- ⇒ Mineralojik (XRD), elektron mikroskop taraması (SEM+EDS) ve porozite testleri (MIP) ile mikroyapı analizleri gerçekleřtirilerek, macun dolgu dayanım ve duraylılıėının azalmasında etkili olan ikincil mineral oluřumları (etrenjit ve alçıtaşı vb.) ile boşluk oranı ve daėılımlarının incelenmesi, mikro yapının dolgu dayanımve durabilite özellikleri belirlenmesi.

### 1.3. Macun Dolgunun Dayanım ve Duraylılığını Etkileyen Faktörler

Macun dolgunun zamana bağlı dayanım özellikleri tesis atıklarının fiziksel, kimyasal ve mineralojik özelliklerine, kullanılan bağlayıcının tipi ve oranına bağlıdır(Erçıkı vd., 2009a; Cihangir vd., 2012). Ayrıca geçirgenlik, tane boyu dağılımı, tane şekli, su/çimentooranı, karışım suyunun kimyasal özellikleri ve kür ortamı dolgu dayanımını önemli derecede etkilemektedir(Erçıkı vd., 2009a; Fall vd., 2009; Erçıkı vd., 2013, 2014a).

#### 1.3.1. Atık Özellikleri

Macun dolgu kalitesi atık özellikleri ile doğrudan ilgilidir. Atık malzemenin fiziksel, kimyasal ve mineralojik özellikleri macun dolgu dayanım ve duraylılığını önemli derecede etkilemektedir (Benzaazoua vd., 1999; Benzaazouavd, 2002; Hassani vd., 2001).

Erçıkı vd. (2013) yüksek sülfür içeriğine sahip minerallerin macun dolguda uzun dönemde nem ve hava varlığında asit ve sülfat oluşumuna sebep olduğunu ve bu yüzden dolayı duraylılık problemlerinin meydana geldiğini belirtmiştir. Literatürde yapılan çalışmalardan elde edilen bulgularda NPC içeren macun dolguda dayanım kayıplarının asit ve sülfat etkilerinden kaynaklandığını ortaya konulmuştur (Benzaazoua vd., 2004; Benzaazoua vd., 2002, 1999; Cihangir vd., 2012; Erçıkı vd., 2013; Erçıkı vd., 2010a, 2010b, 2009a, 2009b; Nehdi ve Tariq, 2007).

Atık malzemelerinin mineralojik analizinde temel bileşenlerin kuvars, albit, barit, kalsit, ankerit, Filipit, klorit ve kalkopirit olduğu görülmüştür (Kesimal vd., 2015).

Macun dolgu malzemelerinin yer altında yerleştirilecekleri boşluklara ulaşmaya kadar geçen süre içinde arzu edilen kıvamlarını korumaları gerekmektedir. Dolayısıyla atık malzemeler kolloidal suyu bünyelerinde tutabilmeleri için en az %15 oranında 20 mikrondan küçük boyutlu malzeme içermeleri gerekmektedir (Brackebusch, 1994).

Macun dolgu hazırlanmasında kullanılan atık malzemenin tane boyut dağılımı, dolgu performansını etkileyen en önemli parametrelerden birisidir. Macun dolgu yapımında kullanılacak maden atıkları iri, orta ve ince olarak sınıflandırılabilir (Landriault, 1995) (Tablo 1).

Tablo 1. Macun dolgu karışımının boyuta göre sınıflandırılması (Landriault, 1995).

Atık Grubu	20 µm altı miktar (ağırlıkça %)	7 inç çökmedeki katı oranı (ağırlıkça %)	Açıklama
İri atıklar	15–35	78–85	Yüksek dayanımlı dolgu
Orta boyutlu atıklar	35–60	70–78	Nispeden dayanımlı dolgu
İnce atıklar	60–90	55–70	Düşük dayanımlı dolgu

Normal atık (NA) içerdiği ince malzemenin fazlalığından dolayı ( $-20\ \mu\text{m}$ ) daha yüksek yüzey alanına (SSA) sahiptir. İstenilen katı oranını yakalamak için daha fazla su gereksinimi duymaktadır. Şılamı uzaklaştırılmış atık (DA) ise bünyesinde  $-20\ \mu\text{m}$  boyuntundaki mazemeler az olduğundan dolayı daha az yüzey alanına dolayısıyla daha az miktarda su istenilen katı oranını sağlamak için yeterli olacaktır. İnce atıklar için yüksek su tutma kapasitesi macun dolgu için daha yüksek porozite ve daha yüksek boşluk oranı anlamına gelmektedir (Fall vd., 2005). DA kullanılması durumunda, silikat mineral miktarındaki azalmaya bağlı olarak ( $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ ), doygunluk oranlarını oldukça aşağıya çekmiştir. Sonuç olarak NA yerine DA kullanılması durumunda, NPC, LSS-C ve SH-S için kür süresine bağlı olarak su içeriğinin %5-%6 oranında azaltılabileceği görülmüştür (Cihangir, 2011).

NA yerine DA kullanılması poroziteyi NPC, LSS-C ve SH-S örnekleri için kür süresine bağlı olarak %2 oranlarında azaltmıştır. Bu durum DA tanelerinin kendiliğinden çökme özellikleri nedeniyle yüksek su drenaj kapasitesinden kaynaklanmasına bağlanabilir (Erçikdi vd., 2013; Yılmaz vd., 2014). DA kullanılması sonucu azalan su içeriği ve boşluk oranı ile Sr'deki yüksek orandaki azalma, poroziteli yapının daha sıkı hale gelerek azalmasına katkı sağlamaktadır (Ghirian ve Fall, 2014). Diğer bir ifade ile boşluk oranı doğrudan porozite ile ilişkili olduğundan ve Sr de su hacmi ile boşluk hacminin bir fonksiyonu olduğundan, DA yüksek ve yoğun bağlayıcı jel oluşumu ile daha yoğun dolgu matriksi oluşumunu sağladığından pirit minerallerinin oksidasyonunu sınırlandırmakta ve dolgu dayanım ve duraylılık özelliklerini artırmaktadır (Benzaazoua vd., 2004; Erçikdi vd., 2013; Fall ve Pokharel, 2010; Fall vd., 2005; Tariq ve Yanful, 2013; Yılmaz vd., 2011).

### 1.3.2. Bağlayıcı Tipi ve Oranı

Macun dolguda genellikle normal Portland çimentosu ve mineral katkı Portland kompoze çimentolar kullanılmaktadır. Son yıllarda, puzolanik mineral katkı maddelerinin alkali aktivasyon teknikleri ile aktifleştirilerek çimento yerine kullanımı giderek yaygınlaşmaktadır. Macun dolguda NPC (CEM I 42,5R) alternatif olarak alkali aktive yüksek fırın cürufalarının (AAC) kullanılması durumunda, asit, sülfat, vb. etkiler ile kimyasal korozyonlara karşı daha dayanıklı ve daha yüksek dayanıma sahip dolgu üretilmektedir (Cihangir, 2011).

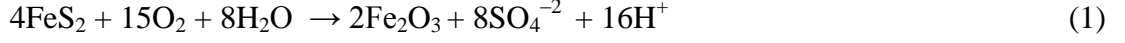
Tez çalışması esnasında kullanılan sülfürlü zenginleştirme atıkları uzun dönemde dayanım ve duraylılık kayıplarına neden olacağı bilinmektedir (Hassani vd., 2001; Erçıkı vd., 2009). Macun dolgu içerdiği pirit yani sülfür den dolayı gerek yer altında gerekse de laboratuvar çalışmalarında ortamda bulunan su ve oksijenle reaksiyona girerek pirit oksidasyona uğrar. Oluşan bu reaksiyon sonucu açığa çıkan sülfat ( $SO_4^{-2}$ ) daha sonra kalsiyum hidroksit (CH:  $Ca(OH)_2$ ) ve kalsiyum alüminat ( $C_3A$ ) gibi bağlayıcı fazları ve hidratasyon ürünleri ile tepkimeye girerek genleşme özelliğine sahip etrenjit ve alçıtaşı oluşumuna neden olur. Bu mineraller dolgunun dayanım ve duraylılığını olumsuz yönde etkilemektedir.

$C_3A$  içeriği yüksek bağlayıcılar olan Portland çimentosu özellikle asit ve sülfat etkisine karşı dayanımı düşüktür. Doğal (volkanik tüfler, diatomlu topraklar, traslar) veya yapay (uçucu kül, silis dumanı, yüksek fırın cürufu) puzolan özelliğine sahip katkı maddeleri içeren Portland kompoze çimentosu sülfürce zengin atıklardan hazırlanan macun dolguda kullanılabilir (Benzaazoua vd., 2002; Erçıkı vd., 2009).

### 1.3.3. Asit ve Sülfat Etkisi

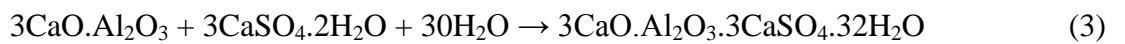
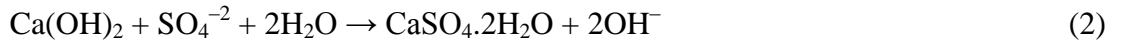
Macun dolguda atık malzemelerin sülfürlü mineral (pirit vb.) içermesi durumunda macun dolgunun dayanım ve duraylılığı uzun dönemde etkilenmektedir. Pirit su ve porozite varlığında oksidasyona uğrayarak asit ve sülfat oluşumuna neden olmaktadır (Eşitlik1). Porozite miktarı, ve yüksek nem içeriği oksidasyon oranını arttırmaktadır (Hassani ve Archibald, 1998). Asit, hidratasyon ürünlerinde (C-S-H, tobermorit jeli vb.) dekalsifikasyona neden olarak bağlayıcılık özelliklerini kaybetmelerine ( $pH \leq 9$ ) yol açarak dolgu dayanım ve durabilitesini azaltmaktadır (Benzaazoua vd., 1999, Hassani vd., 2001;

Tariq ve Nehdi, 2007; Erçıkdi vd., 2009b,c; Cihangir vd., 2011, 2012). Dięer taraftan pH'nın 12'nin altına düşmesiyle portlandit tamamen çözüner (Shi ve Stegemann, 2000) ve geride gözenekli bir yapı bırakır (Gaitero vd., 2008).



Bununla birlikte macun dolgu bünyesinde bulunansülfat ürünlerinin temel kaynakları; cevher zenginleştirme işlemleri sırasında kullanılan kimyasallar, zenginleştirme sürecinde süflürlü minerallerde meydana gelen oksidasyon, çimento içinde piriz geciktirmek amacıyla klinkerin öğitülmesi sırasında karıştırılan alçıtışı ve piritin macun dolgu üretiminden sonra dolgu bünyesindeki nem ve porozite nedeniyle oksidasyona uğraması şeklinde sıralanabilir (Orejarena ve Fall, 2010; Kesimal vd., 2005; Erçıkdi vd. 2013; Cihangir vd. 2012–2015). Cihangir vd. (2012–2015) sülfat etkilerinin macun dolgunun üretimi sırasında su, atık malzeme ve çimentonun karışımından itibaren oluşmaya başladığı ortaya konulmuştur.

Bu bulgu sülfat atak mekanizmasının karıştırma aşamasından itibaren gerçekleştiğini göstermektedir. Fall ve Pokharel (2010) yeterli miktarda sülfat içeren ikincil genleşme özelliğine sahip minerallerin (alçıtışı ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) (Eşitlik 2) ve etrenjit ( $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ ) (Eşitlik 3) gibi) macun dolguda boşluklu yapıyı iyileştirdiğini ve dayanım kazanımına olumlu yönde katkı yaptığını belirtmektedir. Ancak bu minerallerin genleşme özelliklerinden dolayı aşırı miktarda oluşmasının macun dolgu yapısının homojen yapısını bozduğu, düşük kalitede C–S–H oluşumuna neden olduğu ve içsel gerilmelere sebep olarak dolgu bütünlüğünü bozduğu, böylece dolgu duraylılığını olumsuz yönde etkilediği belirtilmektedir (Hassani vd., 2001; Benzaazoua vd., 2002; Kesimal vd., 2004; Cihangir vd., 2012; Erçıkdi vd., 2010a, 2010b, 2009a, 2009b; Fall ve Benzaazoua, 2005; Fall ve Pokharel, 2010; Nehdi ve Tariq, 2007; Erçıkdi vd., 2013).



Portlanditin oluşumu ya da tüketilmesi tamamlandığında, pH'nın düşmesi ile birlikte C–S–H ürünlerinde dekalsifikasyon başlar (Chen vd., 2006). Uzun dönemde dolguda

dayanım kaybı portlanditin tüketilmesine, genişleme ürünü oluşumuna ve C–S–H bünyesinin ve bağ kuvvetlerinin kalsiyum dekalsifikasyonu sonucu zayıflamasına bağlanabilir (Komljenović vd., 2012). Bağlayıcı oranının artırılmasının macun dolguda hidrasyon ürünü miktarını artırdığı, dolayısıyla sülfürlü atık tanalarının yüzeylerinin daha fazla bağlayıcı ürün ile kaplanmasından dolayı asit ve sülfat oluşumunun önemli oranlarda azaltılabileceği belirtilmektedir (Cihangir vd. 2012–2015).

#### **1.4. Alkali Aktive Bağlayıcılar**

Yapı ve madencilik sektörlerinde genel olarak Portland çimento tercih edilmektedir. Ancak portland çimentosu kimyasal içeriğinden dolayı (Yüksek CaO, C<sub>3</sub>A vb.) asit ve sülfat etkilerine karşı dayanıksız bir çimento türüdür (Cao vd., 1997; Irassar vd., 2000; Hossain ve Lachemi, 2006; Erçikdi vd. 2009; Cihangir vd. 2012–2015). Uçucu kül ve yüksek fırın cürufu gibi amorf karakterli malzemeler bir aktivatör vasıtasıyla aktive edilerek bir bağlayıcıya dönüştürülebilmektedir. Alkali aktivasyon ile üretilen bağlayıcıların kullanımı, yüksek mekanik performans, düşük enerji giderleri, düşük kirletici gaz emisyonları (CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> vb.) ve çevrenin daha az tahribi (doğal kaynaklar yerine atıkların kullanımı ile) gibi avantajlar sunmaktadır. Ayrıca, atık malzemelerin kullanımıyla, atıkların çevreye verdiği zararlar ve depolama problemleri de azalmaktadır. Bu bağlayıcılar, normal Portland çimentoları ve betonlarına göre erken ve daha yüksek dayanım, daha düşük hidrasyon ısı ve agresif kimyasallara karşı daha iyi dayanıklılık gibi birçok önemli teknik avantaja sahiptir (Cihangir, 2011).

##### **1.4.1. Alkali Aktivatörler**

Bağlayıcı özelliğe sahip puzolanik mineral maddeler güçlü bazik kimyasallar ile aktifleştirilebilir ve çimento yerine bağlayıcı olarak kullanılabilir. Yaygın olarak kullanılan aktivatörler sodyum silikat, sodyum hidroksit, sodyum karbonat, sodyum sülfat, potasyum hidroksit vb. olarak sıralanabilir. Bu kimyasallardan en çok kullanılanları ucuz olmasından dolayı sodyum silikat ve sodyum hidroksittir (Cihangir, 2011).

#### 1.4.1.1. Sodyum Hidroksit

Sodyum hidroksit, en yaygın kimyasallardan olup (Shi vd., 2006), sulu (çözelti) ve katı yapıda bulunabilir. Kimyasal formülü NaOH olup, yaygın olarak kostik soda olarak bilinir. Katı yapıdaki sodyum hidroksit sulu ve susuz (anhidrit) kimyasal formlarda olup, beyaz renkte peletyada ince taneler halindedir. 20<sup>0</sup>C'deki çözünürlük derecesi kimyasal yapısına bağlı olarak %50-100 oranındadır (Cihangir, 2011). Çok kuvvetli bir baz olduğundan kullanımı esnasında gerekli güvenlik önlemleri alınmalıdır.

#### 1.4.1.2. Sodyum Silikat

Sodyum silikat su camı ve ya cam suyu (çözünür cam) olarak da bilinir. Moleküler formülasyonu Na<sub>2</sub>nSiO<sub>3</sub>'tür. Sodyum silikatın en genel kullanımı beton üretiminde priz hızlandırıcı olarak kullanılmasıdır. Özellikle püskürtme betonlarda priz hızlandırıcı olarak kullanımı yaygındır. Ayrıca çimento esaslı malzemelerde etkin bir alkalin aktivatör olduğu bilinir.

Silikatlar günümüz şartlarında ucuz ve bulunması kolay alkali aktivatörlerdir ancak kimyasal yapısından dolayı saklanma koşulları önem arz etmektedir. Çözünebilir alkali silikatlar en etkili alkali aktivatörlerdir (Shi vd., 2006).

### 1.5. Yüksek Fırın Cürufu

Yüksek fırın cürufu (YFC), demir-çelik fabrikalarındaki yüksek sıcaklığa sahip fırınlarda demir üretimi sırasında açığa çıkan bir yan üründür. Demir üretiminde hammadde olarak demir cevheri, kireçtaşı ve kok kömürü kullanılmaktadır. Demir cevheri demir oksit ile birlikte silis, kükürt ve alüminyum gibi maddelerde bünyesinde bulunur. Isıl işlemlerin sonucunda bu maddeler ayrışır. Yüksek sıcaklık sonucu (1600°C) ergiyen malzemeler üstte cüruf ve altta pik demir olacak şekilde fırının alt kısmında toplanır. Ergimiş cüruf ve demir ayrı ayrı tahliye edilir (Erdoğan, 2004).

Puzolanik ve potansiyel hidrolik bağlayıcı özeliğine sahip mineral malzemeler (yüksek fırın cürufu, uçucu kül, metakaolin vb.) uygun bir alkali kimyasal aktivatör ile aktive edilebilir ve alkali aktive çimentolar elde edilebilir. Alkali aktive çimentoların

retmek iin kullanılan malzemeler genel olarak demir crufu (yksek fırın crufu), elik crufu, fosfor crufu, zeolit, uucu kl, volkanik tf, metakaolin, silis dumanı ve volkanik tf şeklinde sıralanabilir. Bu malzemeler arasında en yaygın kullanılanlar ise uucu kl ve yksek fırın crufudur. Yksek fırın crufunun hidrolik aktivitesi diđer cruflardan (rneđin, fosfor crufu) daha yksek olduđu iin, alkali aktivasyon derecesi de yksektir (Shi ve Li, 1989; Adam, 2009).

Yapay ve dođal puzolanların karıřımlarda kullanılmasının bařlıca nedenleri;

- İřlenebilirliđi iyileřtirmek
- Poroziteyi, bořluk oranını ve geirgenliđi azaltmak
- imento maliyetini/tketimini azaltmak
- Kısa ve uzun dnemde daha dayanıklı rn elde etmek
- Slfat etkisine karřı diren artırmak (Erdođan, 2003).



## 2. DENEYSEL ÇALIŞMAŞLAR

Bu çalışmada; bir maden işletmesine ait sülfür içeriği yüksek normal atıklar ve bu atıklardan hidrosiklon ile ince malzemelerin bir kısmının uzaklaştırılmasıyla elde edilen atıklar olmak üzere dört farklı atık kullanılmıştır. Bu atıklardan aktifleştirilmiş yüksek fırın cürufu (YFC) içeren jeoplimer çimentolar (AAC), normal Portland çimentosu (NPÇ) ve portland kompoze çimento kullanılarak hazırlanan macun dolgu numunelerinde, atık ve bağlayıcı özelliklerinin dolgu malzemesinin dayanım, duraylılık ve mikroyapı özelliklerine etkileri incelenmiştir.

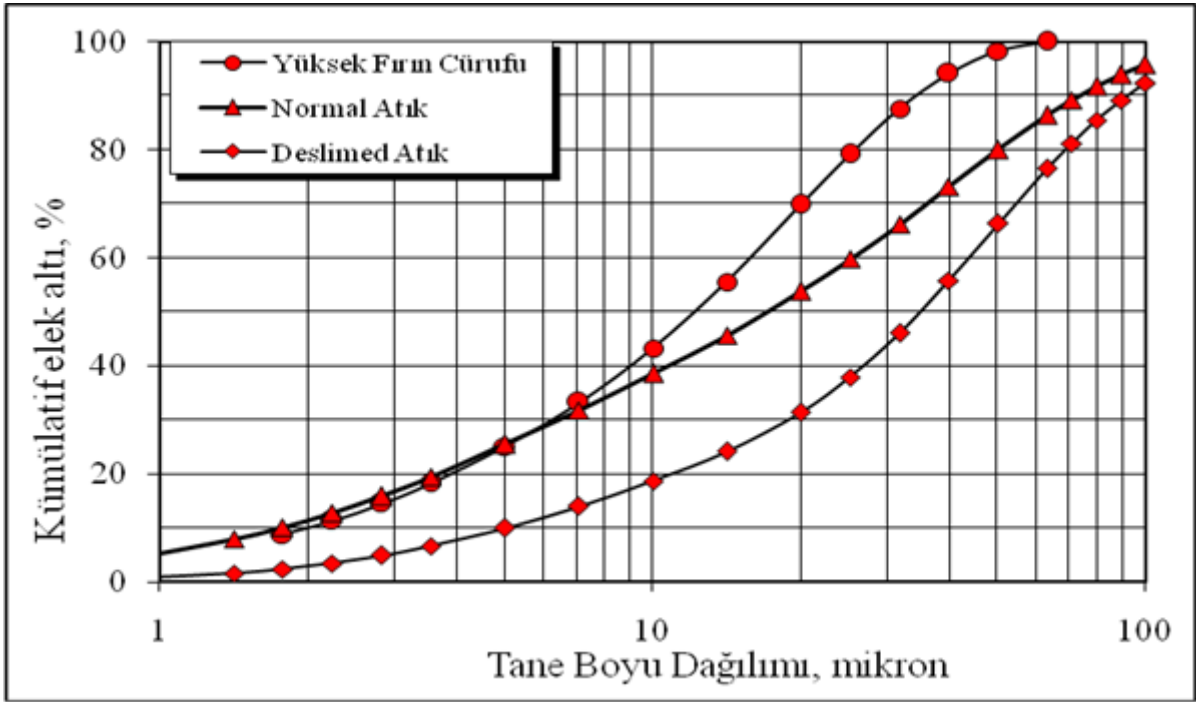
Deneysel çalışmalarda kullanılan normal atık malzeme Rize'nin Çayeli ilçesinde Madenköy'de bulunan Çayeli Bakır İşletmeleri'nden, kaba atık (deslimed) ise Eti Bakır A.Ş.'den (Küre/Kastamonu) temin edilmiştir. Bağlayıcı olarak bir çimento fabrikasından NPÇ (CEM I 42.5R) temin edilmiştir. Ayrıca alkali aktive bağlayıcılar için bir demir çelik fabrikasından yüksek fırın cürufu temin edilmiştir. Yüksek fırın cürufunun aktifleştirilmesinde kullanılmak üzere sıvı sodyum silikat ( $LSS-Na_2O \cdot 2SiO_2$ ) ve granüle sodyum hidroksit ( $NaOH-SH$ ) olmak üzere iki farklı aktivatör temin edilmiştir.

### 2.1. Atık Malzeme

Tez kapsamında deneylerde kullanılan atık malzemeler normal atık (NA) için flotasyon işlemine tutulmuş bakır cevherinin zenginleştirildiği cevher zenginleştirme tesisinde tikiner çıkışından yaklaşık %60 katı oranında alınmıştır. Deslimed atık (DA) ise disk filtre çıkışından alınmıştır. Her iki atık türünde laboratuvarında homojenleştirme işlemine tabi tutulmuştur. Atık malzemelerin tane boyu dağılımı analizleri, Malvern Mastersizer Hydro 2000 MU marka tane boyu dağılımı ölçüm cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

Şekil 1'de normal atık ve deslimed atık ile yüksek fırın cürufunun tane boyu dağılımları analiz sonuçları grafik şeklinde verilmiştir. Atık malzemeler için 20 µm altı malzeme miktarlarının ağırlıkça normal ve deslimed atıklar için %53,70 ve %31,33 olduğu görülmektedir. Buna göre normal atıklar orta boyutlu atık sınıfına girerken, şlamı uzaklaştırılmış atıklar iri boyutlu atık sınıfına girmiştir (Landriault, 1995). Dolgu malzemesinin yeraltı üretim boşluklarına nakliyesi esnasında kıvamını koruması ve

istenenedilen akışkanlığa sahip olabilmesi için belli oranda suyu bünyesinde tutması gerekmektedir. Macun dolguda su tutmayı sağlayacak kolloidal yapı için atık malzemedeki 20 µm altı malzeme miktarının ağırlıkça en az %15 olması gerekmektedir. Bu durum göz önüne alındığında iki atığın da macun dolguda kullanılabilecekleri görülmektedir.



Şekil 1. Atık malzemelerin tane boyut dağılımları

Atık malzemelerin üniformluk katsayıları ( $C_u$ ) ve eğrilik katsayıları ( $C_c$ ) göz önüne alındığında atık malzemelerin iyi bir tane boyut dağılımına sahip oldukları söylenebilir. Bununla birlikte, şlam uzaklaştırma işlemi sonucunda elde edilen atıkların daha iyi bir granülometriye sahip olduğu söylenebilir (Landriault, 2001). Atık malzemelerin özgül ağırlıkları ( $G_s$ ) 100 ml'lik piknometreler kullanılarak ASTM C 128-97 (2002) standartlarına göre elde edilmiştir.

Atık malzemelerin kimyasal analizleri Kanada'da ACME kimyasal analiz laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Kimyasal analizlere göre atık malzemelerin  $S^{-2}$  (Sülfid Kükürdü) içeriklerinin oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Ayrıca  $SiO_2 + Al_2O_3$  içerikleri bakımından şlamı uzaklaştırılan atıkların normal atıklara kıyasla daha az kil mineralleri içerdiği görülmüştür. Atık malzemelerin bazı kimyasal ve fiziksel özellikleri aşağıda Tablo 2 ve Tablo 3'te verilmiştir. Atık malzemelerin özgül yüzey alanları

değerlendirildiğinde şlam uzaklaştırma işlemi sonucunda -20 µm altı malzeme miktarına bağlı olarak yüzey alanları azalmıştır (Tablo 3).

Tablo 2. Atık malzemelerin kimyasal ve mineralojik özellikleri

Kimyasal bileşim	Çayeli Bakır (NA)	Eti Bakır Küre (DA)
SiO <sub>2</sub>	12,78	7,02
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,33	1,75
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	46,32	57,03
CaO	2,55	1,24
MgO	2,37	0,63
TiO <sub>2</sub>	0,09	0,13
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,016	0,005
Na <sub>2</sub> O	0,17	0,14
K <sub>2</sub> O	0,25	0,12
MnO	0,11	0,03
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,09	<0,01
Kızdırma Kaybı	26,2	30,7
S <sup>-2</sup> (Sülfid Kükürdü)	30,09	41,22
Toplam Kükürt	34,22	45,18
Başlangıç pH değeri	9,17	7,43
Başlangıç SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> değeri (ppm)	2500	12964
Mineralojik Bileşim	Kalsit, kuvars, barit, pirit, ankerit, Filipisit, kalkopirit	Kalsit, kuvars, albit, pirit, ankerit, klorit, kalkopirit

Tablo 3. Atık malzemelerin bazı fiziksel özellikleri

Fiziksel özellikler	Çayeli Bakır (NA)	Eti Bakır Küre (DA)
Özgül ağırlık	3,93	4,42
Özgül yüzey (cm <sup>2</sup> /g)	3000	1550
D <sub>10</sub>	1,757	5,038
D <sub>30</sub>	6,464	18,929
D <sub>50</sub>	17,157	34,95
D <sub>60</sub>	25,478	43,892
D <sub>90</sub>	73,836	91,839
C <sub>u</sub>	14,5	8,71
C <sub>c</sub>	2,88	41,13

## 2.2. Bağlayıcı Malzeme

Bu tez çalışmasında, kontrol amaçlı olarak macun dolgu malzemelerinin hazırlanmasında normal Portland çimentosu kullanılmıştır. Normal çimentoya alternatif bağlayıcı olarak kullanılan yüksek fırın cürufu Kardemir demir çelik fabrikasından temin edilmiştir. Bağlayıcı maddelerin kimyasal ve mineralojik analizleri Tablo 4’de ve fiziksel özellikleri Tablo 5’de verilmiştir. Tablo 4’den normal Portland çimentosunun CaO yüzdesinin çok yüksek olduğu (%62,72) ve dolayısıyla sülfür içeriği yüksek atıklardan hazırlanacak macun dolguda asit ve sülfat etkilerine karşı dayanıksız olabileceği söylenebilir. Yüksek fırın cürufunun ise kimyasal özellikleri esas alındığında asidik karakterli olduğu görülmüştür. Bağlayıcı malzemelerin özgül ağırlıkları ( $G_s$ ) 100 ml’lik piknometreler kullanılarak ASTM C 128–97 (2002) standartlarına göre elde edilmiştir. Malzemelerin özgül yüzey alanları ise blain (incelik) testleri ile belirlenmiştir. Bağlayıcı malzemelerin kimyasal analizleri de Kanada’da bulunan ACME laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

Tablo 4. Bağlayıcı maddelerin kimyasal ve mineralojik özellikleri

Kimyasal Bileşim	CEM I 42,5R	Yüksek Fırın Cürufu
SiO <sub>2</sub>	19,93	39,62
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,12	11,38
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,13	0,68
CaO	62,72	36,15
MgO	2,59	5,87
TiO <sub>2</sub>	0,26	0,98
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04	0,01
Na <sub>2</sub> O	0,28	0,29
K <sub>2</sub> O	0,69	1,19
MnO	0,07	2,00
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,11	<0,01
Reaktif SiO <sub>2</sub>	–	39,17
Serbest Kireç	2,30	–
Kızdırma Kaybı	2,96	–1,38
SO <sub>3</sub>	2,952	2,247
Baziklik İndeksi	–	0,979
Mineralojik bileşim		
C <sub>3</sub> S		47,15
C <sub>2</sub> S		21,63
C <sub>3</sub> A		8,27
C <sub>4</sub> AF		9,53

Tablo 5. Bağlayıcı maddelerin fiziksel özellikleri

Fiziksel Özellikler	CEM I 42,5R	Yüksek Fırın Cürufu (%)
Özgül ağırlık	3,16	2,92
Özgül yüzey (cm <sup>2</sup> /g)	4170	4270
90 µm elek bakiyesi (%)	–	–
45 µm elek bakiyesi (%)	2,33	3,78
32 µm elek bakiyesi (%)	7,65	9,17

Yüksek fırın cürufalarının aktifleştirilmesinde modül oranı 2,0 (ağırlıkça SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O oranı; M<sub>s</sub>:SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O) olan sıvı sodyum silikat (LSS–Na<sub>2</sub>O.2SiO<sub>2</sub>) ve %99,5 saflıkta granüle sodyum hidroksit kullanılmıştır. LSS, Ege Kimyasalları Ltd. Şti.’den ve NaOH, Merck Kimyasalları’ndan temin edilmiştir. Aktifleştirme çalışmalarında modül oranı NaOH kullanılarak yapılmıştır. Deneysel çalışmalarda NaOH granülleri önce suda çözülmüş, daha sonra atık malzeme, yüksek fırın cürufu ve sudan oluşan karışım ortamına ilave edilmiştir.

### 2.3. Macun Dolgu Numunelerinin Hazırlanması

Macun dolgu malzemeleri hazırlanırken tesis atıkları, karışım suyu, aktivatörler ve bağlayıcı malzemelerin, 20,8 litre kapasiteli bir mikserde (Univex SRMF20 Stand Model) karıştırılarak homojenleştirilmesiyle hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi 105 devir/dk’lık dönme hızında 7 dakika süreyle yapılmıştır. Macun dolgu malzemelerinin başlangıç slampları yaklaşık 7,5 inç (190 mm) slamp olarak hazırlanmıştır.

Macun dolgu numuneleri %5–6–7 bağlayıcı oranlarında ve %6–8–10 Na<sub>2</sub>O aktivatör dozajlarından hazırlanmıştır. Bağlayıcı oranı, dolgu dizaynında toplam katı miktarının (bağlayıcı+atık) ağırlıkça yüzdesine karşılık gelmektedir. Alkali aktive bağlayıcılarda bağlayıcı faz (her bir farklı dizayn için kullanılan malzemeleri kapsayacak şekilde); cüruf, sodyum silikatın bileşenleri olan sodyum oksit (Na<sub>2</sub>O) ve silisyum dioksit (SiO<sub>2</sub>) ile sodyum hidroksit kombinasyonlarından oluşmaktadır. Normal Portland çimento ve Portland kompoze çimento için bağlayıcı faz ise, belirli bir dizayn için dolgu bünyesindeki toplam katının ağırlıkça %’sidir. Dolgu dizaynlarında Alkali aktive bağlayıcı, Normal Portland çimento ve Portland kompoze çimento için bağlayıcı fazları ağırlıkça eşittir (Cihangir vd., 2012). İki farklı atıktan 6 farklı kür süresi için (14–28–56–112–224–360

gün) ve her bir kür süresinde 3 adet olmak üzere tek eksenli dayanım ve deformasyon testleri için(6x3=18 adet)yine her bir kür süresin için 2'şer adet civalı porozimetre–taramalı elektron mikroskop testleri (6x2=12 adet) olarak 100x200 mm boyutlarında nümune hazırlanmıştır. Normal atık ve deslimered (ince malzemesinin bir kısmı uzaklaştırılmış atık) atık kullanılarak sıvı sodyum silikat ile 148, SH–C ile 148 ve kontrol amaçlı olarak kullanılan NPC ile de 148 olmak üzere toplamda 444 adet macun dolgu numunesi hazırlanmıştır. Numuneler sıcaklık ve nem kontrollü kür dolabında  $20^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  kürlenme işlemine tabi tutulmuştur (Şekil 2). Dayanım kriteri olarak 28 gün sonunda 1 MPa eşik değeri olarak alınmıştır.



Şekil 2. Macun dolgu numunelerinin kür dolabında kür işlemine tabi tutulması

#### 2.4. Dayanım ve Deformasyon Testleri

Tez kapsamında dökümü yapılan macun dolgu örneklerinin tek eksenli basınç dayanımı testleri, 50 kN yükleme kapasitesine sahip dijital basınç ve deformasyon ölçer ünitesinde, 0,5 mm/dk sabit yükleme hızında ASTM C 39 standardında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3). Numunelerin sağlıklı sonuç vermesi için alt ve üst yüzeyleri testler öncesinde düzeltilmiş ve boy çap oranı minimum 2 alınmıştır. Her bir kür süresinde (14–28–56–112–224–360) üçer örnek test edilmiş, elde edilen test sonuçlarının ortalaması alınarak tek eksenli basınç dayanımları hesaplanmıştır



Şekil 3. Macun dolgu numunelerinin tek eksenli basınç dayanımı testi

Tez çalışmasında örneklerin dayanım ve durabilitelerinin değerlendirilmesinde; kısa (28 günlük kür süresi) ve uzun dönem (360 günlük kür süresi) için eşik dayanım değerleri 1,0 MPa olarak esas alınmıştır. Yaygın üretim bölgelerinde uygulamada 28 günlük kür süresinde 1,0 MPa'lık dolgu dayanımı yeterli olmaktadır. Dolgunun uzun dönemde duraylı kalması için ise en az 1,0 MPa dayanıma sahip olması gerekmektedir.

## 2.5. pH ve $SO_4^{-2}$ Analizleri

Piritin oksidasyonu sonucu oluşan asit ve sülfatın macun dolgu dayanım ve durabilitesine etkisini araştırmak için tek eksenli basınç testlerine tabi tutulan numunelerin pH ve sülfat analizleri gerçekleştirilmiştir. Dolgu bünye suyunun (gözenek suyu) asit ve serbest sülfat içeriğinin belirlenmesi için ASTM C 265-08 (2008), ASTM C 1580-09 (2009), ASTM D 4972-01 (2007) ve ASTM D 4980-89 (2003) standartları esas alınarak geliştirilen ve macun dolguya uyarlanan analiz metodu izlenmiştir (Şekil 4).

Her bir kür süresinde dayanım testlerinden sonra ilgili numunelerden alınan temsili örnekler, paslanmaz çelikten imal mutfak rendesi ile rendelenmiş (Şekil 4a) ve 2,36 mm'lik elekten geçirilerek poşetlere konulmuştur. Bu numunelerden bir miktar temsili örnek ayrılarak, nem tayin cihazında (Sartorius MA35) nem içerikleri belirlenmiştir (Şekil 4b). Nem içeriğine bağlı olarak örneklerin katı ve sıvı miktarları (orijinal dolgu bünye suyu) belirlenmiş, katı/sıvı oranı ağırlıkça 1/1 olacak (500 gr katı) şekilde 800 ml'lik beherlere konularak üzerine saf su eklenmiş (Şekil 4c) ve bir el mikseri ile 5 dk karıştırılmıştır (Şekil 4d).



Şekil 4. Asit ve sülfat analizleri için numunelerin rendelenmesi (a), nem içeriklerinin tayini (b), katı sıvı oranının %50'ye ayarlanması (c), mikserle karıştırılması (d)



Şekil 5. Numunelerin mikserle karıştırıldıktan sonra bekletilmesi (a), süzülmesi (b), pH (c) ve sülfat içeriği tayinlerinin yapılması (d)

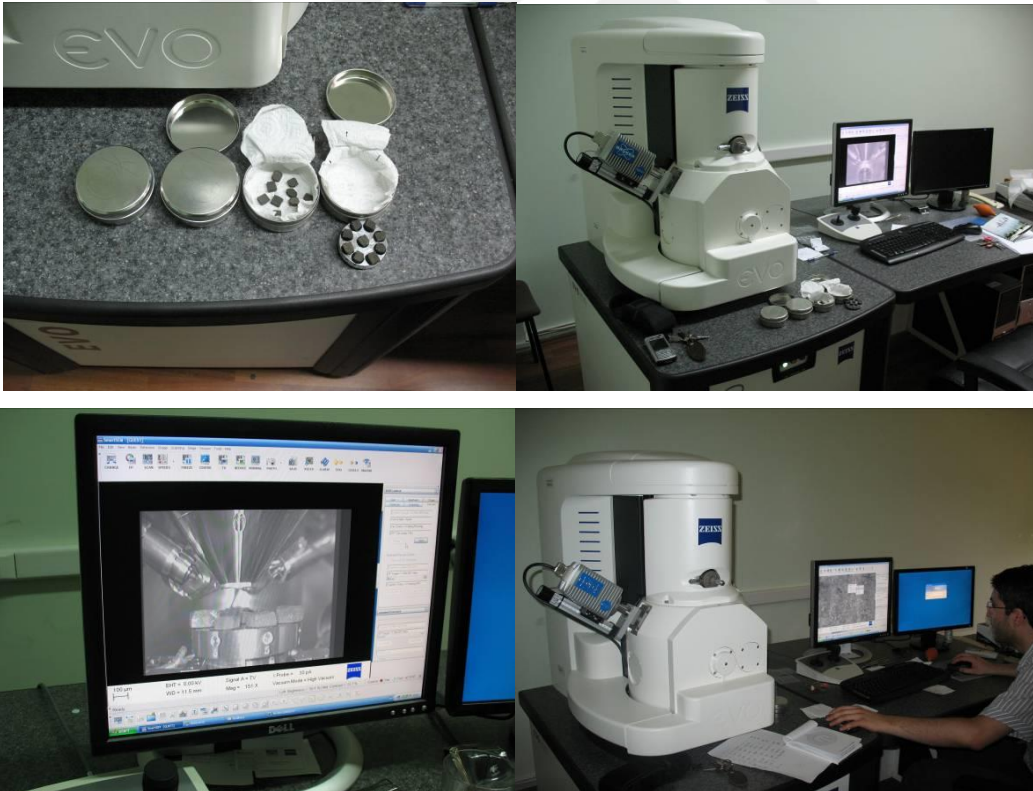
Karıştırma işleminden sonra beherin üzeri kapatılarak hava ile teması kesilmiştir (Şekil 5a). Bir saatlik bekleme süresi sonunda, karışımın üst kısmında biriken sıvı huni ve filtre yardımı ile (Whatman No 1) süzülerek ayrılmış (Şekil 5b) ve pH'sı (Oakton pH/Con 510 pH metre, WD-35805-04: cam gövde, tekrar doldurulabilir pH probu) belirlenmiştir (Şekil 5c). Eş zamanlı olarak, sülfat içeriklerinin belirlenmesi için süzülen sıvıdan yeterli miktarda örnekler alınarak uygun oranlarda saf su ile seyreltilmiş ve 10 ml'lik tüplere (iki



adet) konulmuştur. Daha sonra  $BaCl_2$  tabletleri eklenerek karıştırma çubukları ile 2 dk karıştırılmış ve 5 dk bekletildikten sonra tüpler tekrar karıştırılmış ve fotometre (Palintest photometer 5000) ile sülfat iyonu konsantrasyonu (ppm–mg/l) belirlenmiştir (Şekil 5d).

## 2.6. Mikroyapı Analizleri (SEM, MIP ve XRD)

Macun dolgu mikroyapısı ile dayanım kazanımı/kaybı arasındaki ilişkileri değerlendirmek amacıyla, tek eksenli basınç dayanımına tabi tutulan macun dolgu numunelerinden alınan örnekler üzerinde mikroyapı incelemeleri (SEM+EDS ve MIP) gerçekleştirilmiştir. SEM ve EDS analizleri, KTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü laboratuvarlarında bulunan ZEISS–EVO MA model taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı (Şekil 6) ile gerçekleştirilmiştir. SEM analizlerinde, 28 ve 112 günlük kür süresindeki numunelerden alınan temsili numuneler kullanılmıştır.



Şekil 6. Macun dolgu numunelerinde SEM cihazı ile görüntü inceleme

SEM analizlerinde, 0,7 cm x 0,7 cm x 4 mm'lik boyutlarında hazırlanan numuneler 50°C de 36 saat kurutulmuş ve desikatörde 2 saat bekletilmiştir. Numune yüzeyleri daha sonra altın kaplama cihazında vakum altında, altın difüzyonuna tabi tutulmuştur. Analizler için hazır hale getirilen numuneler, tekrar alüminyum kutulara, gözlem yapılacak yüzeylere herhangi bir müdahale veya temas olmayacak şekilde yerleştirilmiştir. Numuneler daha sonra SEM analizleri için karbon bantların üzerine yapışık halde cihazın haznesine konulmuş ve vakumlama yapılmıştır. Bu işlemin ardından numuneler üzerinde SEM ve EDS analizleri yapılmıştır.

Gözeneklilik analizleri civalı porozimetre (Micromeritics Autopore IV 9410) kullanılarak ASTM D 4404–10 (2010) standardına göre gerçekleştirilmiştir (Şekil 7). Numuneler 50°C'de 24 saat kurutulmuş ve nemden etkilenmemesi için desikatöre konulmuştur. Daha sonra numuneler 0,003 µm'lik gözeneklere Hg intrüzyonunu sağlayacak şekilde 0–414 MPa (60,000 psi) aralığında hidrostatik basınç altında deneye tabi tutulmuştur. Deneysel çalışmalarda Hg yüzey çekimi 0.485 N/m ve Hg ile numune yüzeyleri arasındaki kontak açısı 130° alınmıştır. Gözenek karakterizasyonu, Uluslararası Kuramsal ve Uygulamalı Kimya Sınıflaması Birliği'nin (IUPAC, 1972) çimentolu malzemeler için karakterize ettiği gözenek boyutu sınıflamasına göre yapılmıştır. Bu sınıflamada 0,002 µm'den küçük çapa sahip gözenekler mini gözenek, 0,002–0,05 µm arası çapa sahip gözenekler orta boyutlu gözenek, 0,05 µm'den büyük çapa sahip gözenekler ise büyük boyutlu gözenek olarak adlandırılmıştır. MIP testleri ile orta boyutlu ve büyük boyutlu gözenekler ölçülebilmektedir.



Şekil 7. Macun dolgu malzemelerinin ilgili kür süresinde civalı porozimetre cihazı ile gözeneklilik analizlerinin yapılması

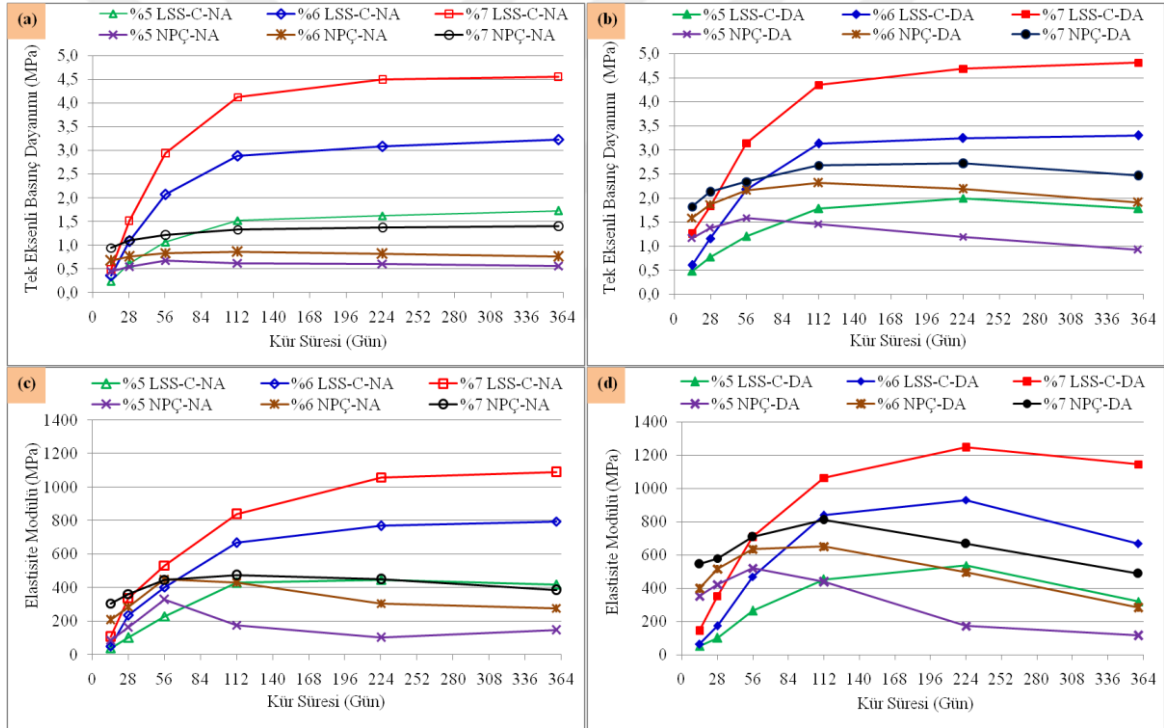
360 gnlk macun dolgu numuneleri zerinde Trkiye imento Mstahsilleri Birlięi (TMB) laboratuvalarında XRD ekim ve mineralojik analizler yapılış ve dolgu duraylılıęına etkisi deęerlendirilmiřtir.



### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 3.1. Dayanım ve Deformasyon Özelliklerinin İrdelenmesi

Şekil 8a.b LSS-C ve NPÇ kullanılması durumundaki macun dolgu dayanımlarını göstermektedir. Bağlayıcı oranının artması ile birlikte bağlayıcı türünden bağımsız olarak numune dayanımları artmıştır. Erken kür sürelerinde (14–28 gün) genel olarak NPÇ örnekleri aynı bağlayıcı oranlarında LSS-C numunelerinden (%7 bağlayıcı oranı hariç) daha yüksek dayanım üretmiştir.



Şekil 8. LSS-C ve NPÇ dayanım ve deformasyon grafikleri

NPÇ numunelerinde %5 ve %6 bağlayıcı oranlarında 28 günlük kür süresinde hedeflenen 1,0 MPa'lık dayanım elde edilemezken, DA numunelerinde bütün bağlayıcı oranları ilgili dayanım hedefini sağlamıştır. NA örneklerinde bağlayıcı oranının %5'ten %6 ya çıkarılması durumunda dayanım ortalama 1,4 kat, %5'ten %7'ye çıkarılması durumunda ise 2,1 kat daha yüksektir. Bağlayıcı oranının %6'dan %7 ye çıkarılmasıyla ortalama

1,5kat daha yüksek dayanım elde edilmiştir. DA örneklerinde de bağlayıcı oranlarının artırılması durumunda NA örneklerinde elde edilen yaklaşık dayanım artış oranları görülmüştür. NPC–DA örneklerinde NA örneklerinden ilgili bağlayıcı oranlarında dayanım ortalama 2,2 kat daha yüksektir.

NA numuneleri %5 ve %6 bağlayıcı oranları için sırasıyla 56 ve 112 günlük kür süresinden sonra %18 ve %13 oranında; DA numuneleri ise %5, %6 ve %7 bağlayıcı oranlarında sırasıyla 56, 112 ve 224 günlük kür sürelerinden sonra %42, %18 ve %10 oranında dayanım kaybına uğramıştır. Dolayısıyla, bağlayıcı oranının artması dayanım kaybını azaltmaktadır. DA numunelerinde daha fazla dayanım kaybının olması bu atıkların daha fazla oranda pirit içermesine bağlanabilir.

Tablo 6, NA ve DA kullanılarak farklı bağlayıcı oranlarında NPC ile 1 m<sup>3</sup> dolgu hazırlanması için gerekli bağlayıcı miktarlarını göstermektedir. 1 m<sup>3</sup> dolgu karışımının hazırlanmasında %5 DA ve %6 NA'nın aynı bağlayıcı dozajında (106,5 kg/m<sup>3</sup>) olduğu görülmektedir. %5 DA ve %6 NA bağlayıcı oranlarında hazırlanan numunelerin dayanımı incelendiğinde %5 DA ile hazırlanan numuneler %6 NA'ya kıyasla %22–90 daha yüksek dayanım ürettiği görülmektedir (Şekil 8a.b). Dolayısıyla şlam uzaklaştırma işleminin mikroyapıyı iyileştirerek dayanım kazanımına önemli oranda katkı yaptığı görülmektedir. Elde edilen sonuçlardan en uygun bağlayıcı oranının (28 ve 360 günlük kür sürelerinde  $\geq 1,0$  MPa dayanım kazanımı) NA kullanılarak hazırlanan numuneler için %7; DA kullanılarak hazırlanan numuneler için ise %6 ve %7 olduğu belirlenmiştir.

Tablo 6. 1 m<sup>3</sup> dolgu hazırlanması için gerekli bağlayıcı dozajları (kg/m<sup>3</sup>)

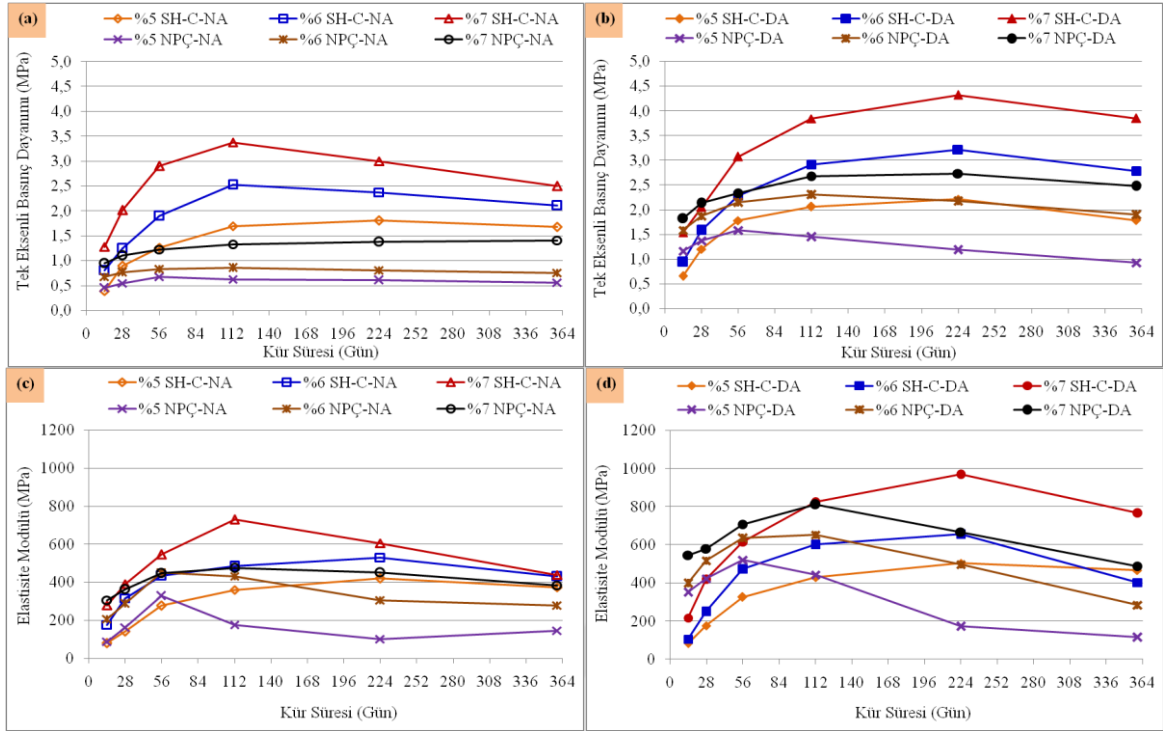
Bağlayıcı Oranı(%)	Normal atık (NA)(kg)	Şlamı uzaklaştırılmış atık (DA)(kg)
5	89,80	106,45
6	106,75	132,86
7	125,26	153,87

LSS–C kullanılması durumunda (Şekil 8a.b) kısa ve uzun dönem performansları bakımından %5 bağlayıcı oranının NA ve DA için yetersiz olduğu görülmektedir. Uzun dönemde (>90 gün) ise bütün bağlayıcılar gerekli eşik değeri sağlamıştır. NA örneklerinde %5, %6 ve %7 bağlayıcı oranlarında 360 gün sonunda LSS–C, NPC'ye göre 3,09, 4,31 ve 3,23 oranlarında yüksek dayanım sonuçları vermiştir. DA örneklerinde ise bu oranlar sırasıyla 1,93, 1,74 ve 1,95 olarak gerçekleşmiştir. DA örnekleri NA örneklerinden

ortalama 1,2 kat yüksek dayanım sonuçları vermiştir. %5 bağlayıcı oranında LSS–C–DA numunelerinde 224 günlük kür süresinden sonra %5’lik dayanım kaybı görülmüştür. Dolayısıyla atık türü için m<sup>3</sup> başına toplam tüketilecek bağlayıcı miktarları göz önünde bulundurulursa, LSS–C için herhangi bir atık türünün gözle görülür bir avantaja sahip olmadığı görülmektedir. NA örneklerinde dayanım oranlarının yüksek olması, buna karşın DA durumunda bu farkların düşük olması NPC’nin DA ile daha iyi etkileşim göstermesine bağlanabilir. Dolayısıyla bu çalışmadan elde edilen en çarpıcı sonuç, NPC’nin DA ile daha iyi etkileşim göstermesidir.

SH–C ile hazırlanan dolgu numunelerinde (Şekil 9a.b) sadece %5 bağlayıcı oranında NA örnekleri 1,0 MPa’lı dayanımı üretememiştir. SH–C–NA numunelerinde genel olarak 112 gün, SH–C–DA numunelerinde ise 224 günlük kür süresinden sonra dayanım kayıpları meydana gelmiştir. Bu oranlar %5, %6 ve %7 bağlayıcı oranlarında uzun dönemde NA için sırasıyla %7, %16 ve %26; DA için ise %19, %13 ve %11’dir. DA numuneleri NA numunelerinden %5–7 bağlayıcı oranlarında ortalama 1,25 kat daha yüksek dayanım sonuçları vermiştir. SH–C–NA numuneleri %5, %6 ve %7 bağlayıcı oranlarında 360 günlük kür süresinde NPC numunelerinden sırasıyla 2,98, 2,8 ve 1,8; DA numuneleri ise sırasıyla 1,95, 1,46 ve 1,56 oranlarında yüksek dayanım sonuçları vermiştir. Buradan görüldüğü üzere SH–C numuneleri için de LSS–C numunelerinde olduğu gibi DA kullanımının dayanım bakımından bariz bir avantajının olmadığı görülmektedir.

LSS–C örneklerinde erken kür süresinde dayanım değerlerinin düşük olmasının, bu bağlayıcılarda erken kür süresinde hidrasyon indüklemeye periyodundan kaynaklanmaktadır (Shi vd., 2006). Çimento hidrasyonundan farklı olarak AAC içeren bağlayıcılarda öncelikle cüruf tanelerinin yüzeylerindeki Si–O, Al–O ve Ca–O bağları OH<sup>-</sup> iyonlarının polarizasyon etkisi ile kırılır. Daha sonra ise bu iyonlar çözülmüş SiO<sub>3,4</sub><sup>-1,-2</sup> iyonları ile birleşerek hidrasyon jellerini oluşturur. Bu aşamadan sonra ise sertleşme prosesi başlar (Cihangir, 2011; Shi vd., 2006). Cihangir vd. (2012) yüksek sülfür içeriğine sahip atıklardan SH–C ile üretilen dolgu numunelerinde dayanım kaybının meydana gelmediğini ortaya koymuştur. Bu çalışmada ayrıca aktivatör tipinin de macun dolgu performansını önemli derecede etkilediği belirtilmiştir. Bu proje çalışmasında ise SH–C örneklerinde dayanım kayıplarının görülmesi, atık ve bağlayıcı etkileşiminin önemli olduğunu ortaya koymuştur. (Benzaazoua vd., 2004)’da bu çalışmada elde edilen bulguyla aynı şekilde farklı bağlayıcıların belirli bir atık türü için farklı dayanımlar ürettiğini rapor etmiştir.



Şekil 9. SH-C ve NPCÇ dayanım ve deformasyon grafikleri

Erçıkıdı vd. (2009a) yüksek sülfür içerikli atık kullanılması durumunda nem ve oksijen varlığında macun dolguda uzun dönemde dayanım ve duraylılık problemlerinin meydana gelebileceğini rapor etmiştir. Daha önce yapılan çalışmalardan (Benzaazoua vd., 2004; Mostafa Benzaazoua vd., 2002, 1999; Cihangir vd., 2012; Erçıkıdı vd., 2013; Erçıkıdı vd., 2010a, 2010b, 2009a, 2009b; Nehdi ve Tariq, 2007; Yılmaz vd., 2014) elde edilen bulgular, uzun dönemdeki dayanım ve duraylılık kayıplarının özellikle NPCÇ içeren numunelerinde asit ve sülfat etkilerinden kaynaklandığını ortaya koymuştur.

Normal ve şlamı uzaklaştırılmış atıklar kullanılarak hazırlanan macun dolgu numunelerinin elastisite modül davranışları incelendiğinde; CEM-I 42,5 bağlayıcı tipi içeren numuneler bütün kür sürelerinde elasto-plastik davranış sergilemiştir. Çimentolu numuneler pik dayanım elde edildikten sonra lineer olmayan ve uzama eksenine yaklaşık paralel bir sünme davranışı göstermiştir. Benzer bulgular çimento içeren numunelerde daha önce yapılan çalışmalarda da elde edilmiştir (Fall vd. 2007). SH-C içeren numuneler ise 14-28-56 günlük kür süreleri içinde elastik davranış, 56-360 günlük kür sürelerinde elasto-plastik davranış göstermiştir (Şekil 9c,d). LSS içeren numuneler ise 14-28-56 günlük kür süreleri içinde elasto-plastik davranış sergilerken, 56 günlük kür süresinden sonra elastik davranış göstermiştir. En yüksek elastisite modülü %7 LSS-C bağlayıcı

oranında 112–360 günlük kür süresinde  $>1,0$  GPa olarak elde edilmiştir (Şekil 8c,d). Gerek LSS–C gerekse SH–C numuneleri, 56 günlük kür süresini izleyen kür sürelerinde maksimum dayanım elde edildikten sonra sünme eğilimi göstermemiştir.

Elastisite modüllerinin bağlayıcı tipi ve atık özelliklerinden oldukça etkilendiği görülmektedir (Şekil 8c.d–Şekil 9c.d). Bağlayıcı oranının artması elastisite modüllerini de artırmıştır. DA ile hazırlanan macun dolgu numunelerinde elastisite modül oranları, NA ile hazırlanan numunelerden ilgili bağlayıcı tipleri için daha yüksektir. Bu durumun DA numunelerinde daha az oranda ince tane içeriğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Fall vd. (2007), yumuşak dayanımlı kayalara ait atık türünden elde edilen elastisite modüllerinin sert tip kayalara ait atık içeren numunelere ait elastisite modüllerinden küçük olduğunu belirtmiştir. Ayrıca macun dolgu dayanımı ile deformasyon davranış özelliklerinin birbirlerine paralellik arz ettikleri gözlenmiştir. Macun dolguda dayanım kayıpları ile birlikte dolgu yapısındaki muhtemel zayıflama nedeniyle elastisite modülünün de düştüğü gözlenmiştir. AAC özellikle de LSS–C numuneleri ile artan bağlayıcı oranlarında macun dolgu numuneleri yük altında daha elastik ve rijit bir davranış göstermiştir.

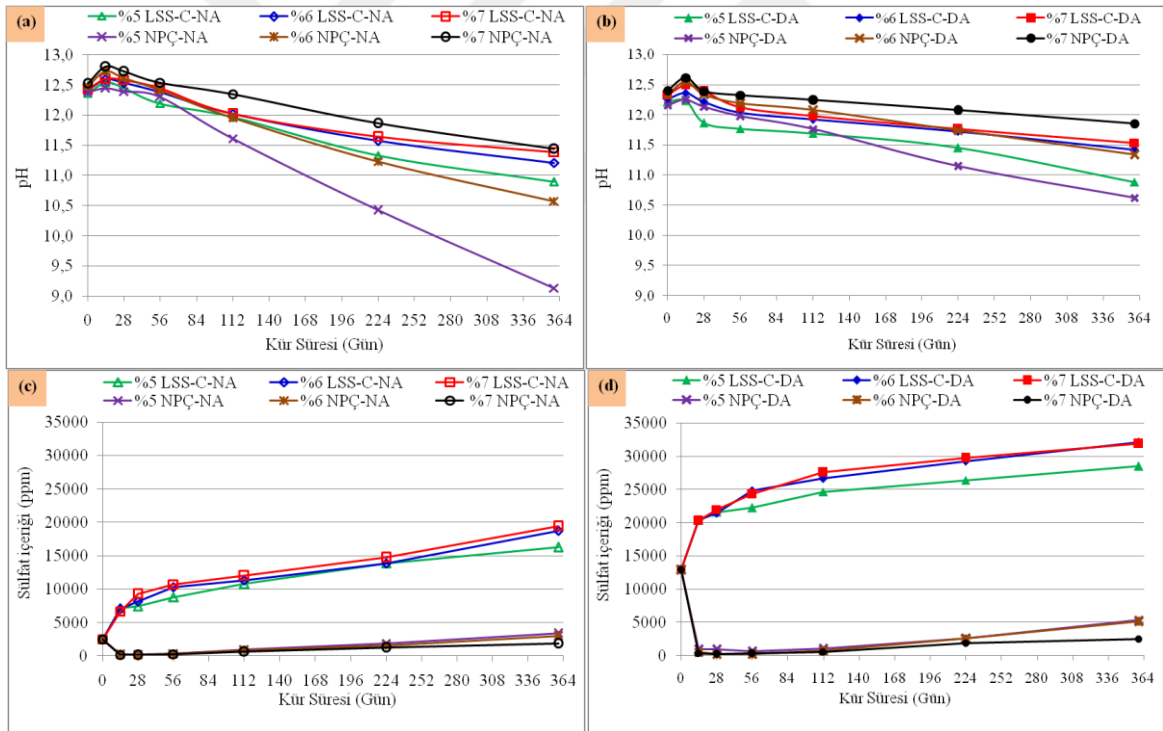
### 3.2. Asit ve Sülfat Etkilerinin Macun Dolgu Dayanımına Etkilerinin İrdelenmesi

Asit ve sülfat analizlerinde; pH değerlerine bakıldığında bağlayıcı oranının artması ile pH değerlerinin yükseldiği görülmektedir (Şekil 10a,b). Genel olarak normal atıklar kullanılarak hazırlanan numunelerde kısa dönemde (14–56 günlük kür süreleri aralığında) pH değerinin 12’ den yüksek, uzun dönemde (224–360 günlük kür sürelerinde) 12’ den düşük olduğu görülmektedir. Özellikle %5 bağlayıcı oranında NPC kullanılarak hazırlanan macun dolgu numunelerinin pH değeri 360 günde 9,1’e düşmüştür (Şekil 10a). Şlamı uzaklaştırılmış (DA) atıklarla hazırlanan numunelerde ise 360 günde pH değerlerinin  $10,5 < \text{pH} < 12$  aralığında olduğu ve şlam uzaklaştırma işleminin, sülfürlü minerallerin oksidasyonunu azalttığı anlaşılmaktadır (Şekil 10b). Bunun nedeni numunelerin kompakt yapıda (porozitesi düşük) olması nedeniyle oksidasyon oranının düşük olması ile ilişkilidir. En yüksek pH değerleri her iki atık (NA ve DA) için %7 bağlayıcı oranında NPC bağlayıcı tipi ile hazırlanan numunelere aittir. Numunelerin uzun dönem stabiliteleri (dayanım kaybı oluşması) sahip oldukları pH’larla uyumludur. Diğer bir ifade ile uzun dönemde özellikle düşük pH değerlerine ( $\text{pH} < 10$ ) sahip numunelerde dayanım düşmesinin görüldüğü, buna



karşın pH değeri yüksek ( $\text{pH} > 10,9$ ) numunelerde dayanım kaybının olmadığı ya da çok düşük seviyelerde olduğu anlaşılmıştır.

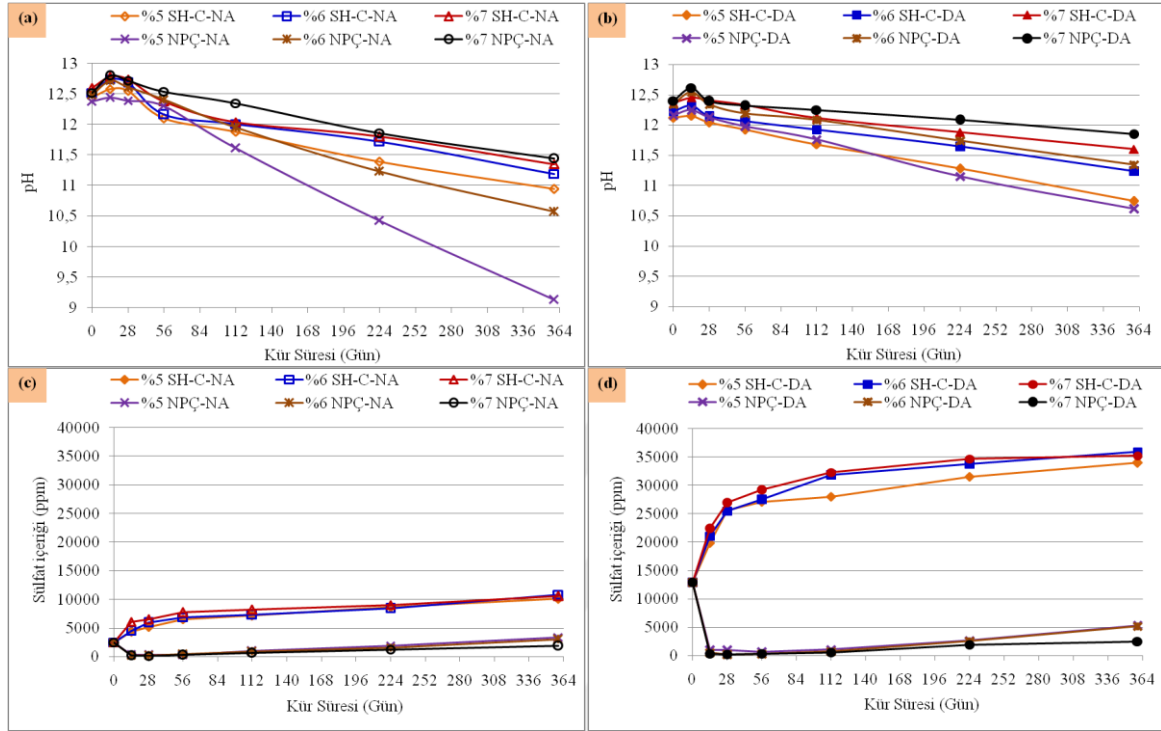
NPÇ kullanılarak %5-6-7 bağlayıcı oranlarında hazırlanan numunelerde her iki atık için (normal ve şlamı uzaklaştırılmış) sülfat konsantrasyonlarının 14–28 günlük kür sürelerinde tüketildiği ve 56 günden sonra artmaya başladığı görülmüştür (Şekil 10c). Buna karşın LSS içeren numunelerin sülfat içeriği bütün kür sürelerinde artış göstermiştir (Şekil 10d). Sülfürlü mineral içeren maden atıklarında sülfat iyonlarının ana kaynakları; zenginleştirme işlemlerinde kullanılan kimyasallar, sülfürlü minerallerin zamanla oksidasyona uğraması ve dolgu malzemesi hazırlanması esnasında kullanılan suyun bünyesinde bulunan iyonlardır. İlâveten, dolgu içindeki nem ve hava varlığı sülfürlü minerallerin sürekli olarak oksidasyona uğramasına neden olarak dolgu ortamını agresifleştirmektedir (Cihangir vd., 2012-2015).



Şekil 10. Sodyum silikat içeren (LSS) numunelerin asit ve sülfat test sonuçları

SH-C ve normal atıklar (NA) ile hazırlanan numunelerin pH değerleri bütün kür sürelerinde genel olarak bütün kür sürelerinde 11'in üzerinde kalmıştır. DA ile hazırlanan numuneler için de benzer durum geçerlidir (Şekil 11a,b). SH-C ile hazırlanan numunelerde

LSS içeren numunelere kıyasla normal atıklarda düşük, şlamı uzaklaştırılmış atıklarda ise yüksek oranlarda serbest sülfat salınımı olduğu görülmektedir (Şekil 11c,d).



Şekil 11. Sodyum hidroksit içeren (SH-C) numunelerin bağlayıcı oranına bağlı asit ve sülfat testleri

Erçıkı vd. (2013), DA kullanımının macun dolguda poroziteyi düşürerek sülfürlü minerallerin oksidasyona uğramasını azalttığını, böylece de asit ve sülfat ürünlerinin oluşumunu da sınırladığını ifade etmiştir. DA numunelerinde yüksek pH'ın hidrasyon olayını artırdığının da bir göstergesi olarak öne çıkmaktadır. Dayanım değerleri de dikkate alındığında, pH değeri ne kadar yüksek olursa, hidrasyon olayının da o derece yüksek oranda gerçekleştiği söylenebilir (Fernández-Jiménez ve Puertas, 2003; Rashad vd., 2013; Song vd., 2000). Cihangir vd. (2012) AAC kullanılması durumunda oluşan C-S-H jellerinin düşük Ca/Si oranına sahip olduğu ve oluşan jellerin pirit yüzeylerini kapladığını belirtmiştir. Kür süresinin artması ile birlikte Si iyonlarında zengin koruyucu tabaka pirit minerallerinin reaktivitesini engellemektedir. Bu yüzden AAC örneklerinin pH seviyeleri uzun dönemde NPC değerlerinin üzerinde seyretmiştir. Uzun dönemdeki dayanım değerlerine bakıldığında pH değerlerindeki bu eğilim aynı zamanda, C-S-H ürünlerinin dekalsifikasyonunun da sınırlandırıldığı bir göstergesi olarak ortaya çıkmaktadır.

Çimentonun hidratasyonu ile birlikte portlandit oluşmaktadır. Bu ürün C–S–H bağları arasında zayıf halkalar oluşturmaktadır. pH'ın 12'nin altına düşmesiyle portlandit tamamen çözünür (Shi ve Stegemann, 2000) ve geride gözenekli bir yapı bırakır (Gaitero vd., 2008). İlk 56 günlük kür süresinde sülfat iyonlarının tamamının portlandit tarafından tüketildiği görülmektedir. Bu bulgu sülfat atak mekanizmasının karıştırma aşamasından itibaren gerçekleştiğini göstermektedir. Fall ve Pokharel (2010), yeterli miktarda sülfat içeren ikincil genleşme özelliğine sahip minerallerin (alçıtaşı ve etrenjit gibi) macun dolguda boşluklu yapıyı iyileştirdiğini ve dayanım kazanımına olumlu yönde katkı yaptığını belirtmektedir. Ancak bu minerallerin genleşme özelliklerinden dolayı aşırı miktarda oluşmasının macun dolgu yapısının homojen yapısını bozduğu, düşük kalitede C–S–H oluşumuna neden olduğu ve içsel gerilmelere sebep olarak dolgu bütünlüğünü bozduğu, böylece dolgu duraylılığını olumsuz yönde etkilediği belirtilmektedir (Cihangir vd., 2012; Erçikdi vd., 2010a, 2010b, 2009a, 2009b; Fall ve Benzaazoua, 2005; Fall ve Pokharel, 2010; Nehdi ve Tariq, 2007).

Portlanditin oluşumu ya da tüketilmesi tamamlandığında, pH'ın düşmesi ile birlikte C–S–H ürünlerinde dekalsifikasyon başlar (Chen vd., 2006). Uzun dönemde dolguda dayanım kaybı portlanditin tüketilmesine, genleşme ürünü oluşumuna ve C–S–H bünyesinin ve bağ kuvvetlerinin kalsiyum dekalsifikasyonu sonucu zayıflamasına bağlanabilir (Komljenović vd., 2012).

Kür süresinin artması ile birlikte AAC örneklerinin pH ve sülfat seviyelerinin NPC örneklerinden farklı bir eğilim sergilediği ve DA örneklerinin NA örneklerine göre düşük bir seyir gösterdiği izlenmiştir. AAC hidratasyonu sonucu portlandit oluşmaması nedeniyle, kür süresinin artması ile birlikte C–S–H bünyesinden ortamı nötralize etmek için kalsiyum dekalsifikasyonu oluşmaktadır. Ancak, AAC ürünlerindeki silikaca zengin bağlayıcı jel yapıları zamanla koruyucu bir tabaka haline gelmekte ve daha fazla kalsiyum çözülmesini engelleyerek dayanım ve duraylılığın uzun kür sürelerinden devamını sağlamaktadır (Cihangir vd., 2012; Komljenović vd., 2012; Shi ve Stegemann, 2000).

### 3.3. Macun Dolguda Gözenekli Yapının İncelenmesi

Şlam uzaklaştırma işleminin normal Portland çimentosu (NPC) ve alkalilerle (LSS, SH–C) aktive edilmiş yüksek fırın cürufu ile hazırlanan macun dolgu numunelerinin farklı kür süreleri ve bağlayıcı oranlarına göre mikroyapı özelliklerindeki (toplam porozite)

değişim Tablo 7’te verilmiştir. Genel olarak normal atık (NA) yerine şlamı uzaklaştırılmış atık kullanımı ile birlikte porozitelerin azaldığı görülmektedir. Şlam uzaklaştırma işlemiyle birlikte çimento ile kaplanması gereken atık özgül yüzey alanları azalmakta ve daha kompakt dolgu oluşmaktadır. Şlamı uzaklaştırılmış atık (DA) malzeme kullanımının macun dolgu porozitesine etkisi bağlayıcı tipine bağlı olarak farklılık göstermektedir. Örneğin; NA ve DA kullanılarak hazırlanan numunelerde bağlayıcı olarak SH–C ve NPCR tipi bağlayıcı kullanıldığında toplam porozitedeki azalma daha belirgindir. Buna karşın yüksek fırın cürufunun LSS ile aktifleştirilmesi durumunda şlam uzaklaştırma işleminin toplam poroziteye etkisinin daha düşük olduğu görülmektedir (Tablo 7). Numunelerin tamamında bağlayıcı oranının artmasıyla birlikte porozitenin azalması, bağlayıcı artışıyla birlikte bağlayıcı jellerinde artış olması ile ilişkilendirilebilir. Ayrıca bazı numunelerde kür süresinin artması ile birlikte az da olsa porozitede azalma gözlenmiştir. Benzer şekilde numunelerin çoğunda kür süresi artışı ile birlikte büyük boyutlu porozite miktarında azalma meydana gelirken orta boyutlu porozite miktarında artış gerçekleşmiştir (Tablo 7).

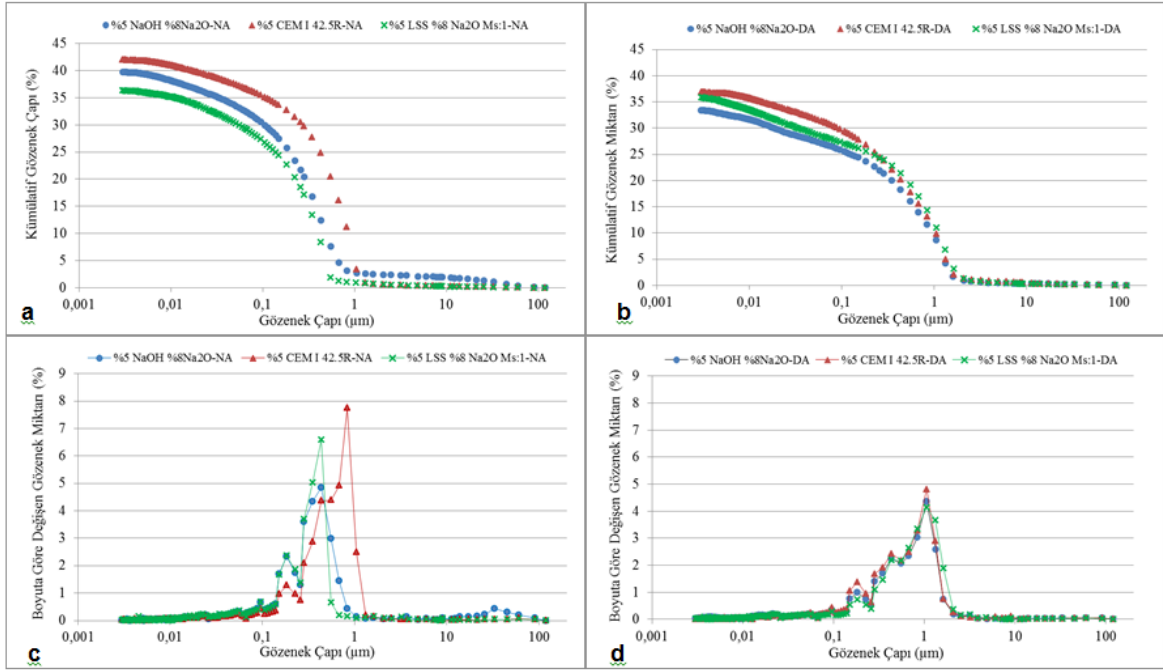
Şekil 12 - 13 normal atık (NA) ve şlamı uzaklaştırılmış atık (DA) kullanılarak %5–7 bağlayıcı oranında ve farklı bağlayıcı tiplerinde hazırlanan numunelerin 360 günlük kür süresi sonundaki toplam porozitelerini ve gözenek çapı dağılımlarını göstermektedir. NA kullanılarak %5 ve %7 bağlayıcı oranında hazırlanan numunelerin toplam poroziteleri incelendiğinde en fazla poroziteye NPC ile hazırlanan numunelerin sahip olduğu, en düşük porozitenin ise LSS kullanılarak hazırlanan numunelerde olduğu görülmektedir (Şekil 12a, 13a). Buna karşın %5 bağlayıcı oranında SH-C ile hazırlanan numuneler genel olarak LSS-C’ye kıyasla bütün kür sürelerinde daha yüksek dayanım üretmiştir (Şekil 8a,b). Şlamı uzaklaştırılmış atık (DA) malzeme kullanılması durumunda ise numunelerin toplam poroziteleri özellikle yüksek bağlayıcı oranında birbirine yakındır (Şekil 12b-13b).

Gözenek çap dağılımları incelendiğinde ise atık tipinden bağımsız olarak büyük boyutlu porozite ( $n_{makro}$ ) en fazla NPC ile hazırlanan numunelerdedir (Şekil 12c,d-13c,d).

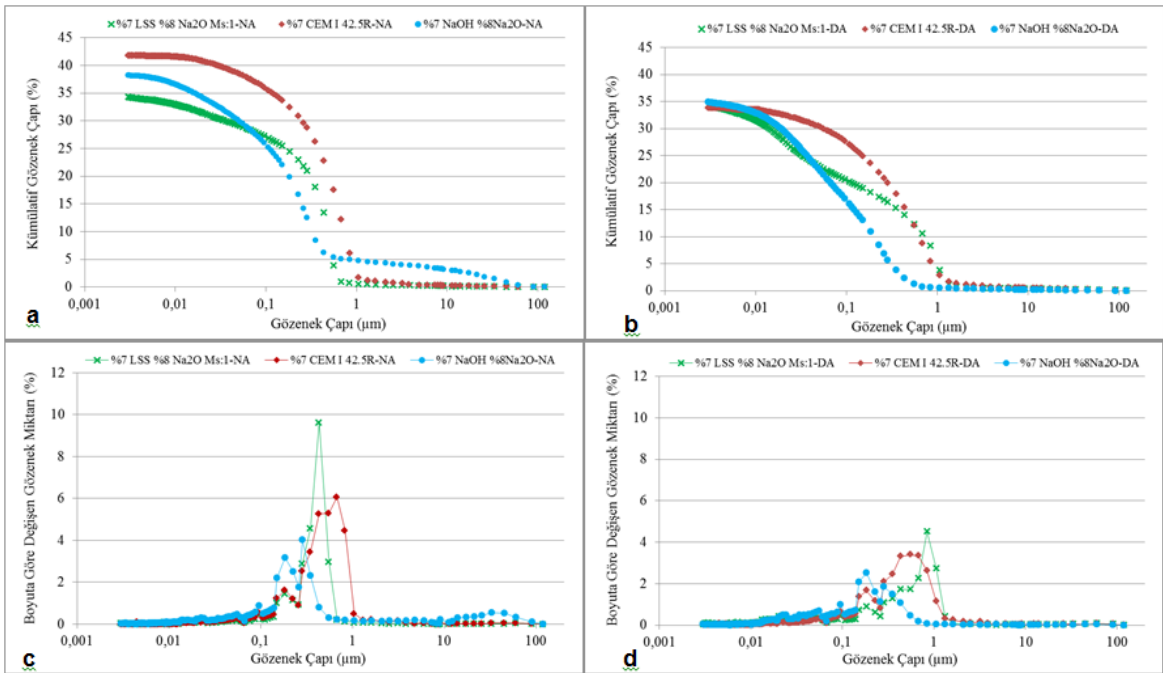
Tablo 7. Şlam uzaklaştırma işleminin farklı bağlayıcılar (LSS-C, NPÇ ve SH-C) kullanılarak hazırlanan numunelerin porozitesine etkisi

Atık tipi	Bağlayıcı Tipi	Kür Süresi	Bağlayıcı Oranı (%)	Aktivatör Dozajı (%)	Kritik porozite çapı $d_k$ ( $\mu\text{m}$ )	Eşik porozite çapı $d_e$ ( $\mu\text{m}$ )	Orta boyutlu porozite $n_{\text{mezo}}$ (%)	Büyük boyutlu porozite $n_{\text{makro}}$ (%)	Toplam porozite $n_{\text{top}}$ (%)
NA	LSS-C	14	5	8	0,68	2,08	3,08	33,49	36,57
NA	LSS-C	56	5	8	0,55	1,63	6,44	29,88	36,32
NA	LSS-C	360	5	8	0,35	1,62	5,89	30,45	36,34
DA	LSS-C	14	5	8	2,08	9,05	2,46	33,55	36,01
DA	LSS-C	56	5	8	1,32	8,63	6,11	27,79	33,90
DA	LSS-C	360	5	8	1,05	4,76	6,92	28,96	35,88
NA	LSS-C	14	7	8	0,55	2,09	6,53	31,37	37,90
NA	LSS-C	56	7	8	0,35	1,32	8,93	27,22	36,15
NA	LSS-C	360	7	8	0,43	1,63	5,15	29,16	34,31
DA	LSS-C	14	7	8	1,61	6,03	3,76	31,65	35,41
DA	LSS-C	56	7	8	0,84	2,08	9,91	24,51	34,42
DA	LSS-C	360	7	8	0,84	1,62	11,30	22,95	34,25
NA	SH-S	14	5	8	1,33	4,81	2,29	38,85	41,14
NA	SH-C	56	5	8	0,44	60,40	5,19	34,17	39,36
NA	SH-C	360	5	8	0,43	45,29	6,15	33,55	39,70
DA	SH-C	14	5	8	2,08	7,24	1,72	32,53	34,25
DA	SH-C	56	5	8	0,83	3,82	6,05	28,53	34,58
DA	SH-C	360	5	8	1,06	2,52	5,84	27,54	33,38
NA	SH-C	14	7	8	0,43	60,36	5,04	34,08	39,12
NA	SH-C	56	7	8	0,35	45,30	6,80	31,75	38,55
NA	SH-C	360	7	8	0,28	60,38	8,14	30,05	38,19
DA	SH-C	14	7	8	0,43	45,26	5,29	27,20	32,49
DA	SH-C	56	7	8	0,18	32,93	8,84	23,53	32,27
DA	SH-C	360	7	8	0,18	1,33	12,54	22,38	34,92
NA	NPÇ	14	5	-	0,84	2,53	3,63	40,31	43,94
NA	NPÇ	56	5	-	0,83	2,09	4,21	38,75	42,96
NA	NPÇ	360	5	-	0,84	1,61	4,50	37,55	42,05
DA	NPÇ	14	5	-	1,06	4,74	4,57	32,40	36,97
DA	NPÇ	56	5	-	1,32	3,86	3,85	31,35	35,20
DA	NPÇ	360	5	-	1,06	9,05	5,00	31,90	36,90
NA	NPÇ	14	7	-	0,68	2,09	4,05	37,77	41,82
NA	NPÇ	56	7	-	0,68	2,08	4,90	35,19	40,09
NA	NPÇ	360	7	-	0,68	2,52	3,30	38,50	41,80
DA	NPÇ	14	7	-	0,68	1,63	3,59	29,65	33,24
DA	NPÇ	56	7	-	0,55	2,51	3,05	29,10	32,15
DA	NPÇ	360	7	-	0,55	3,85	3,52	30,27	33,79

Not: LSS-C için modül oranı (Ms) 1 dir.



Şekil 12. Bağlayıcı tipinin numunelerin porozite yapısına etkisi (%5 bağlayıcı oranı–360 gün)



Şekil 13. Bağlayıcı tipinin numunelerin porozite yapısına etkisi (%7 bağlayıcı oranı–360 gün)

Civalı porozimetre ile elde edilen gözenekli yapı test sonuçları değerlendirildiğinde, LSS-C ve/veya DA kullanılması durumunda daha yoğun ve sıkı macun dolgu numunelerinin üretilebileceği görülmektedir. DA örneklerinde NA örneklerine kıyasla daha yüksek dayanım ve duraylılık i) düşük su çimento oranı ile atık tanelerinin birbirine kenetlenmesini sağlayan yüksek kendilinden çökme kapasitesi. ii) DA örnekleri için daha yüksek oranda bağlayıcı gel oluşumu neticesinde daha düşük miktarda ince yapılı gözenek miktarı ile ilişkilendirilebilir (Fall vd., 2010, 2005; Ghirian ve Fall, 2014).

Malzeme dayanımı bağlayıcı bileşimi ve yapısı ile porozitesine ve gözenekli yapısına bağlıdır. Powers, (1958) farklı çimentoların farklı özelliklere sahip olması nedeniyle bağ kuvvetleri ve içsel özelliklerinden dolayı farklı dayanım seviyesine sahip olacağını belirtmiştir. Dolayısıyla gözenek miktarı ne kadar düşük olursa, belirli bir bağlayıcı oranı için dayanım da o oranda yüksek olacaktır.

(Shi ve Fernández-Jiménez (2006) AAC içeren bağlayıcıların sadece agresif ortamlarda daha dayanıklı özellikler sergilemediklerini, aynı zamanda bu bağlayıcıların tehlikeli atıklardan ağır metaller gibi tehlikeli bileşenlerin liçini de engellediklerini belirtmişlerdir. Dolayısıyla, bu çalışma yüksek sülfür içeriğine sahip atıklardan DA ve AAC kullanılması ile daha sıkı gözenekli yapıda ve daha düşük geçirgenlik özelliklerine sahip macun dolgu numunelerinin üretilebileceğini ortaya koymaktadır.

### **3.4. Bağlayıcı Mikroyapısının Dolgu Özelliklerine Etkisinin Araştırılması**

Şekil 14–19’da %5 ve %7 bağlayıcı oranlarında sırasıyla NPC normal Portland çimentosu ile %8 Na<sub>2</sub>O dozajında LSS-C (Ms=1) ve NaOH-S içeren NA ve DA numunelerinin 28–112 ve 360 günlük kür sürelerindeki SEM görüntüleri verilmiştir. 112 günlük kür süresine kadar, devam eden hidrasyon reaksiyonları ve oluşan ürünler dolayısıyla dolgu bünyelerinin daha kompakt hale geldiği görülmüştür. 360 günlük kür süresinde özellikle çimento örneklerinde boşlukların arttığı ve bağlayıcı yapının zayıfladığı görülmüştür. LSS-C ve NaOH-S örneklerinde de 360 günlük kür süresinde bağlayıcı yapının 112 günlük kür süresine kıyasla zayıfladığı görülmüştür. Bağlayıcı oranının artmasına bağlı olarak yine dolgu örneklerinin daha sıkı bir duruma geldiği gözlenmiştir. Bağlayıcı oranının artırılması, doğrudan daha fazla atık yüzeyinin daha yüksek orandaki bağlayıcı jel ile bağlanmasına ve atık taneleri arasındaki boşluklarının doldurulmasına bağlanabilir (Fall vd. 2005).

Şekillerden görüldüğü üzere, DA kullanılması macun dolguda mikro yapıda önemli oranda iyileşmeye yol açmıştır. Atıklardan şlam uzaklaştırma işlemi ile ince tane miktarı azaldığından, bağlayıcı jel ile kaplanacak yüzey de azalmaktadır. Böylece, aynı bağlayıcı oranı için gerek atık tanelerinin yüzeyinin daha yoğun jel ile kaplanması, gerekse boşluklarının daha yoğun olarak doldurulması mümkün kılınmaktadır. Dolayısıyla bağlayıcı oranının artırılması ve DA kullanımının dolgu bünyesinde gözenekli yapıdaki sağladığı iyileşmeye (sıkı yapı) paralel olarak asit ve sülfat etkileri gibi zararlı reaksiyonları artan buffer kapasitesinden dolayı minimize ettiği ve dayanım ve duraylılık özelliklerini önemli oranda artırdığı görülmüştür (Yılmaz vd. 2011; Erçıkı vd. 2013).

NA ile hazırlanan NPC normal Portland çimentosu örneklerinde 112 günlük kür süresinden itibaren yaygın şekilde ikincil alçıtaşı oluşumları gözlenirken, DA örneklerinde atık numunenin başlangıçta özellikle yüksek sülfat içeriğinin de etkisi ile yaygın şekilde etrenjit minerallerinin oluştuğu görülmüştür. Özellikle 360 gün sonra C–S–H bağlayıcı jellerinin asit ve sülfat etkileri nedeni ile zayıfladığı izlenmiştir. NPC normal Portland çimentosu bağlayıcı oranındaki numunelerinde dayanım kayıpları, genleşerek yapının bozulmasına neden olan alçıtaşı ve etrenjit minerallerinden (Şekil 14f ve Şekil 15f) kaynaklanmaktadır. DA örneklerinde etrenjit oluşumları daha yaygın olarak göze çarpmıştır.

LSS–C kullanılması durumunda macun dolgu bünyesindeki C–S–H jel miktarının oldukça yoğun olduğu ve arttığı görülmüştür. Çimento örneklerine kıyasla daha az oranda alçıtaşı oluşumu görülürken, etrenjit minerallerine rastlanmamıştır. Belirli bir miktara kadar ikincil genleşme mineral oluşumu numune dayanımını ve mikroyapı gelişimini pozitif yönde etkilemektedir (Erçıkı vd., 2013; Fall ve Benzaazoua, 2005; Fall ve Pokharel, 2010). C–S–H yapıları çimento örneklerine kıyasla daha kristalize bir yapıya sahiptir. LSS–C örneklerinde boşluk miktarının oldukça azaldığı ve dolgu örneklerinin sıkı bir yapıda olduğu görülmektedir. Diğer taraftan DA örnekleri 360 günlük kür süresinde atık ve cüruf taneleri arasındaki boşlukları kaplayarak foil like (yaprağımsı) bir yapı teşkil etmiştir. Bu morfolojide, zamana bağlı asit etkilerinden dolayı C–S–H ürünleri meydana gelen  $Ca^{2+}$  liçinden ötürü Si iyonlarınca zengin bağlayıcı tabakaları halini almıştır (Cihangir vd., 2012; Shi vd., 2006).

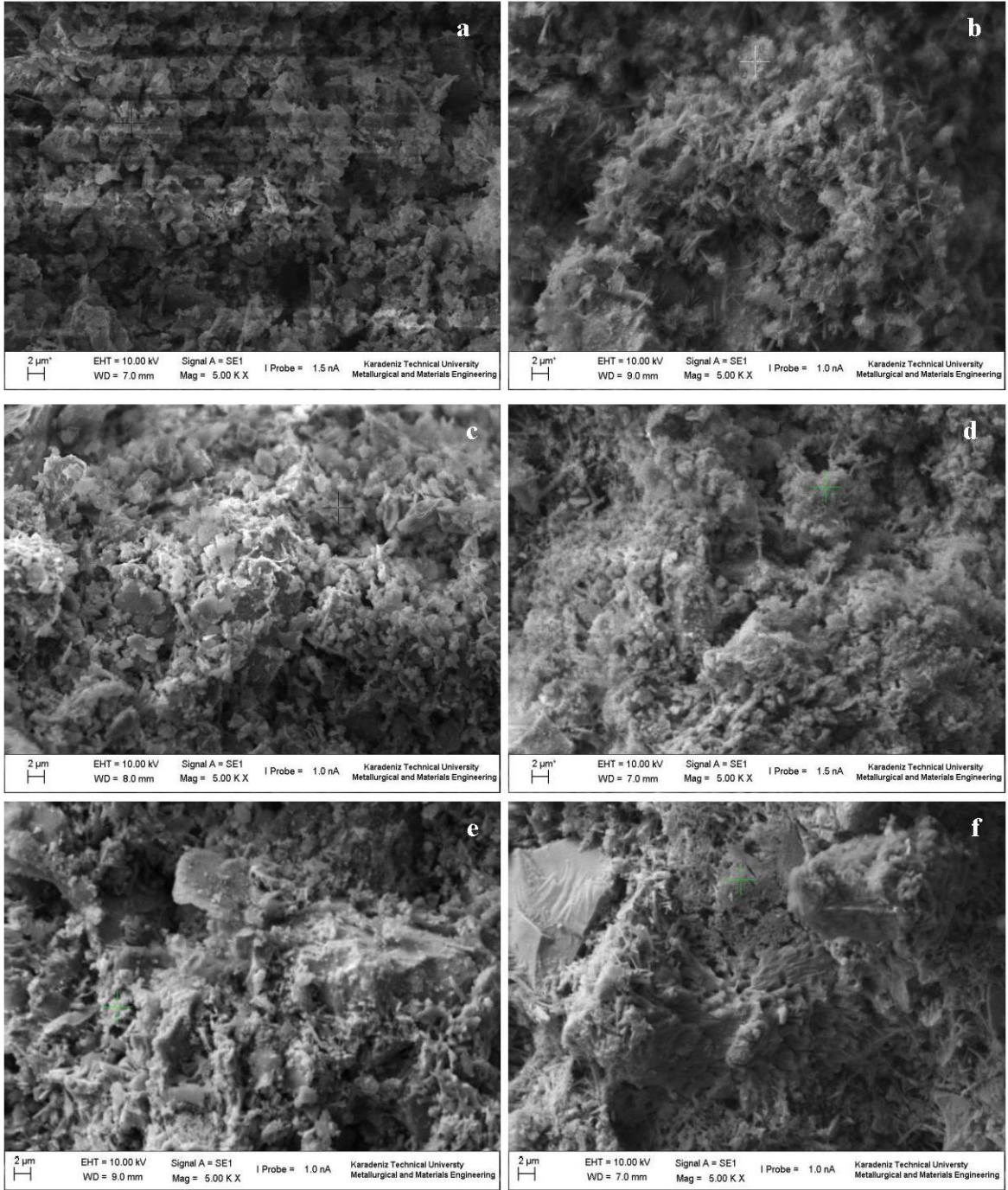
28 ve 112 günlük kür sürelerinde SH–C numunelerinde LSS–C numunelerine benzer şekilde oldukça yoğun bağlayıcı jel oluşumu gözlenmiştir. En yoğun jel oluşumu 28 günlük kür süresinde SH–C numunelerinde gözlenmiştir. Erken kür süresinde SH–



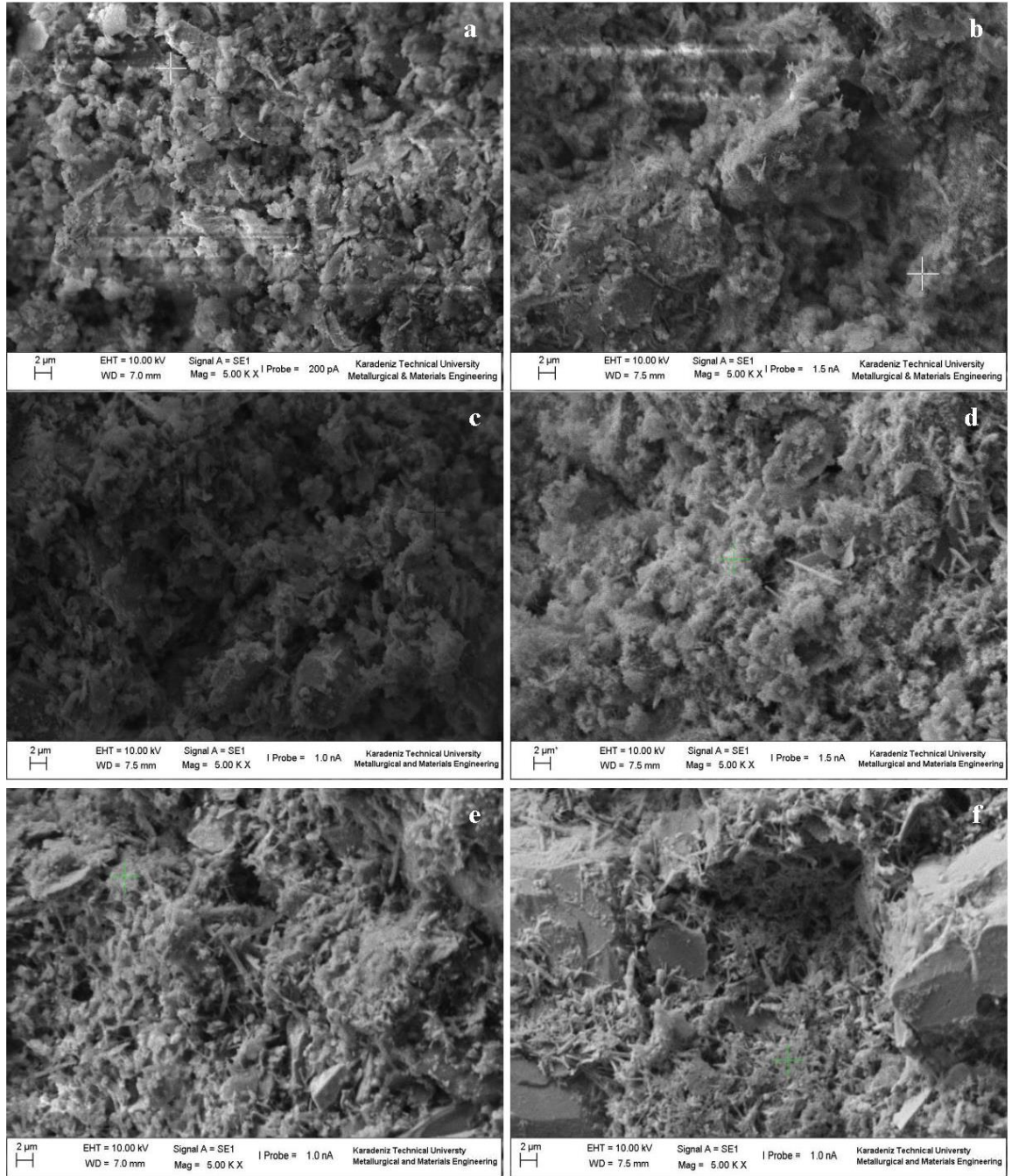
Cörneklerinin yüksek dayanım değerleri üretmesi, bu aktivatörün cüruf tanelerini yüksek başlangıç pH değerine sahip olmasından dolayı daha kısa sürede ve daha fazla oranda çözmesine ve bağlayıcı jel oluşturmaya bağlanabilir (Fernández–Jiménez ve Puertas, 2003; Shi vd., 2006; Song vd., 2000).

Ayrıca, macun dolgu numunelerinin, aktifleştirilmiş yüksek fırın cürufu kullanılması durumunda daha yoğun olması, azalan su/çimento oranından ve dolayısıyla azalan toplam gözenek miktarından kaynaklanmaktadır. LSS–C örneklerinde 360 günlük kür süresi sonunda silikat polimerizasyonu sonucunda 360 günlük kür süresinde silikatça zengin jel yapılarının hakim olduğu ve C–S–H yapılarının kendini nispeten koruduğu görülmektedir (Şekil 16f). Buna karşın, en zayıf C–S–H yapısı uzun dönemde, normal çimento ile hazırlanan macun dolgu numuneleri ile şlam malzemesi uzaklaştırılmış atıklardan SH–C ile hazırlanan macun dolgu numunelerinde gelişmiştir. SH–C numunelerinde ayrıca 360 günlük kür sürelerinde büyük boyutlu gözenekler nedeni ile ve hidrasyon özelliklerindeki farklılıklardan ötürü kuruma büzülmesi çatlaklarının (drying shrinkage cracks) olduğu gözlenmiştir. Bahsedilen nedenlerin, doğrudan macun dolgu dayanım ve duraylılığını etkilediği görülmüştür. Chang vd. (2005) kuruma çatlaklarının orta ve iri boyutlu gözeneklerden dolayı su buharlaşmasına bağlı su kaybından kaynaklandığını ifade etmiştir.

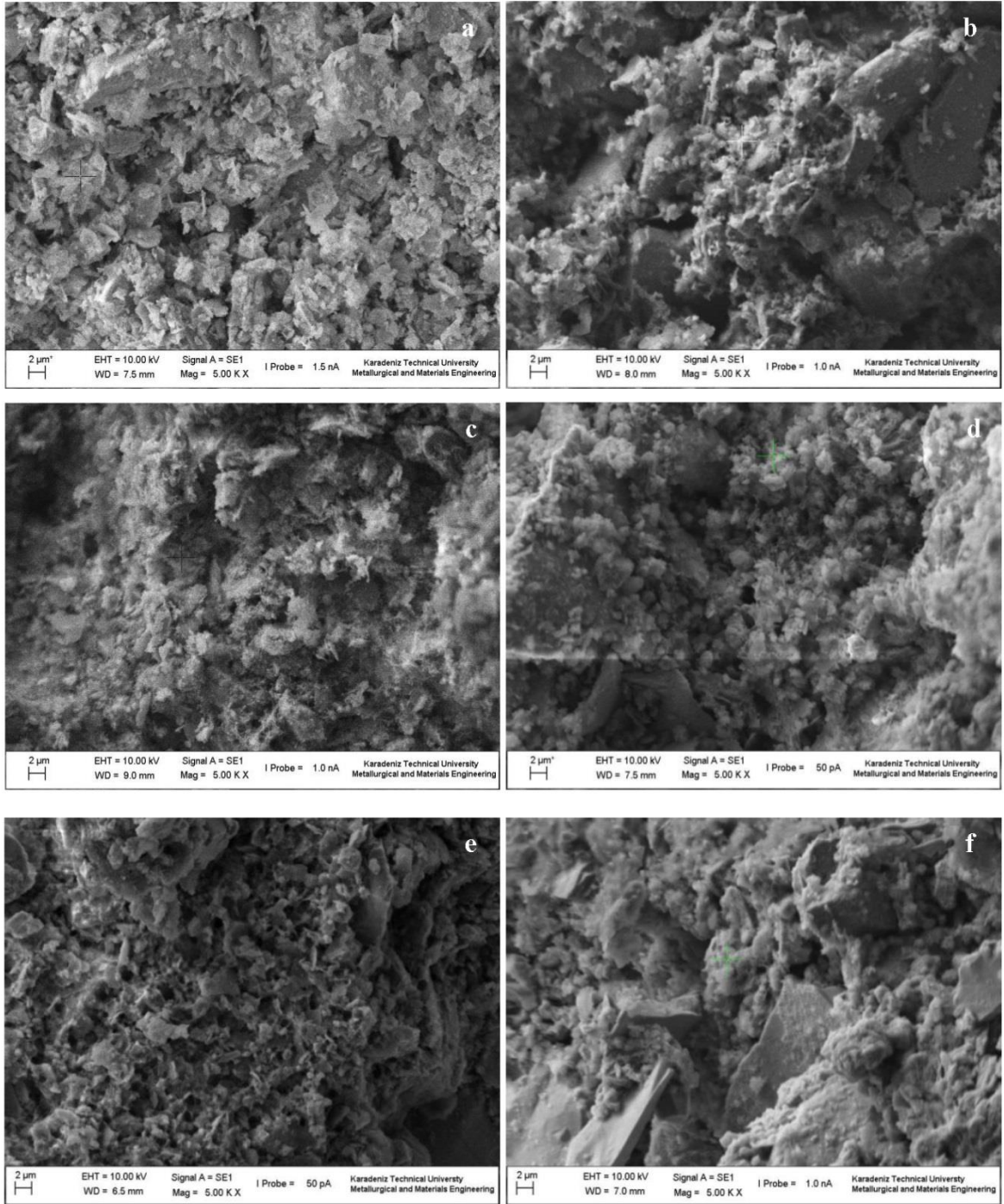
DA numunelerindeki yüksek dayanım sonuçları yoğun C–S–H oluşumundan sıkı mikroyapıdan kaynaklanabilir. Bununla birlikte kompakt mikroyapı dolayısıyla bir yandan asit ve sülfat etkileri engellenirken veya azaltılırken diğer yandan boşluklar bağlayıcı ürünlerle doldurulmakta, boşluk oranı ve su içeriği azaltılmaktadır (Erçikdi vd., 2013; Yılmaz vd., 2014). Böylece bu çalışmadan elde edilen düşük porozite ve daha kuvvetli bağlayıcı bağları, daha az oranda ikincil mineral ve asit ürünü oluşumu DA ile özellikle LSS–C kullanılması durumunda daha duraylı dolgu üretiminin mümkün olacağı görülmektedir.



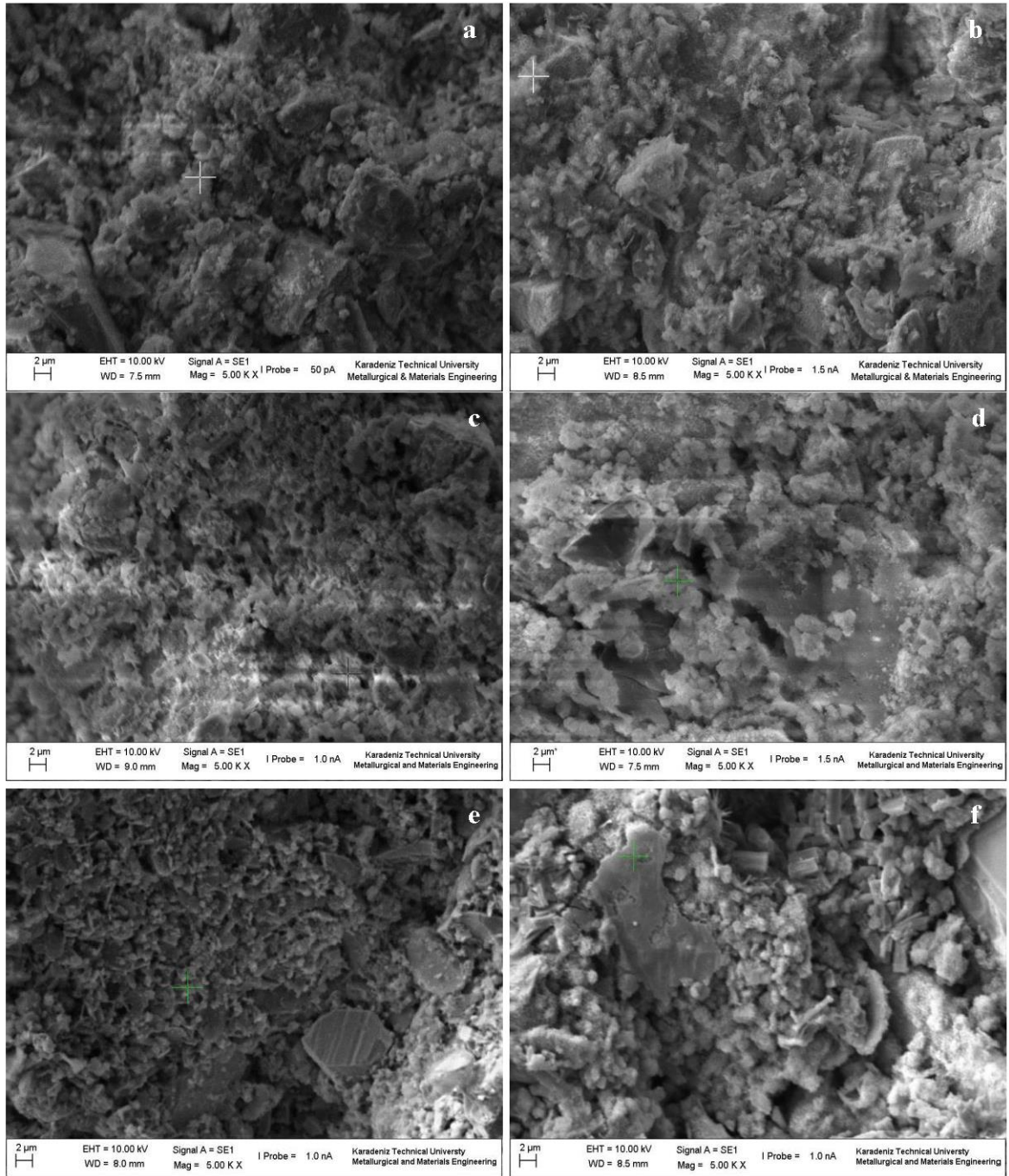
Şekil 14. %5 NPC bağlayıcı oranında NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri



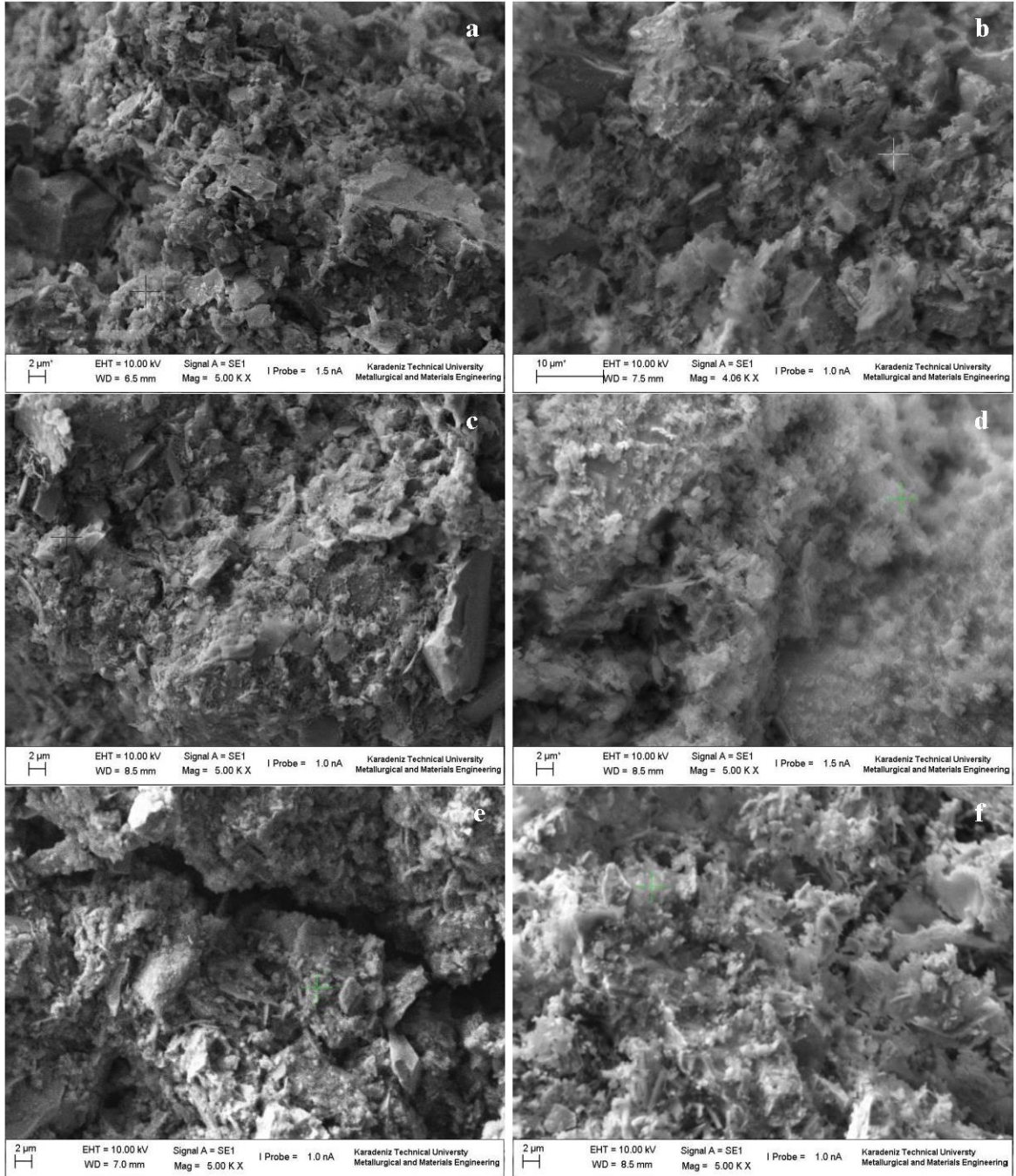
Şekil 15. %7 NPÇ bağlayıcı oranında NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri



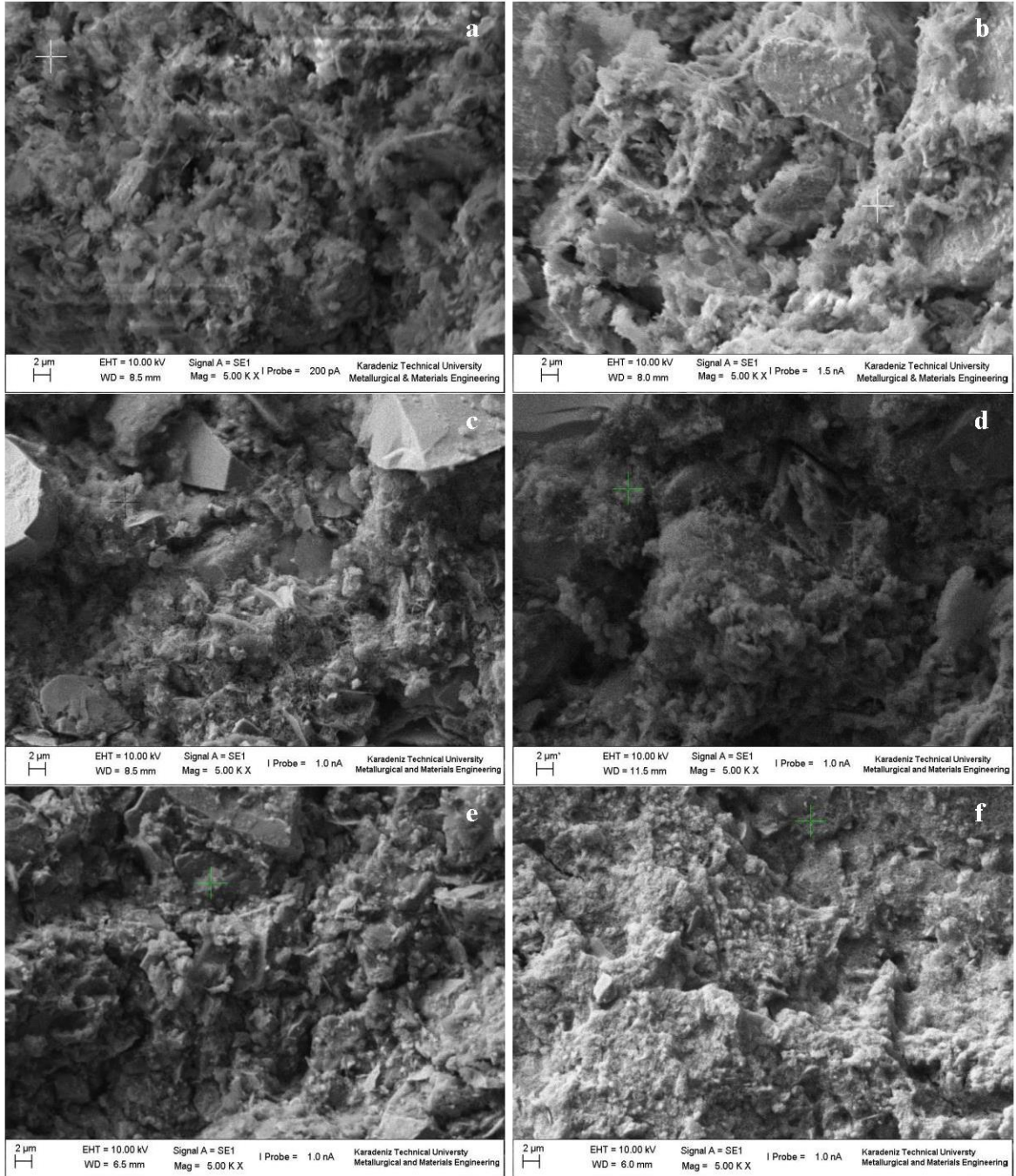
Şekil 16. %5 LSS-C (Ms=1) %8 Na<sub>2</sub>O aktivatör dozajı için NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri



Şekil 17. %7 LSS-C (Ms=1) %8 Na<sub>2</sub>O aktivatör dozajı için NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri



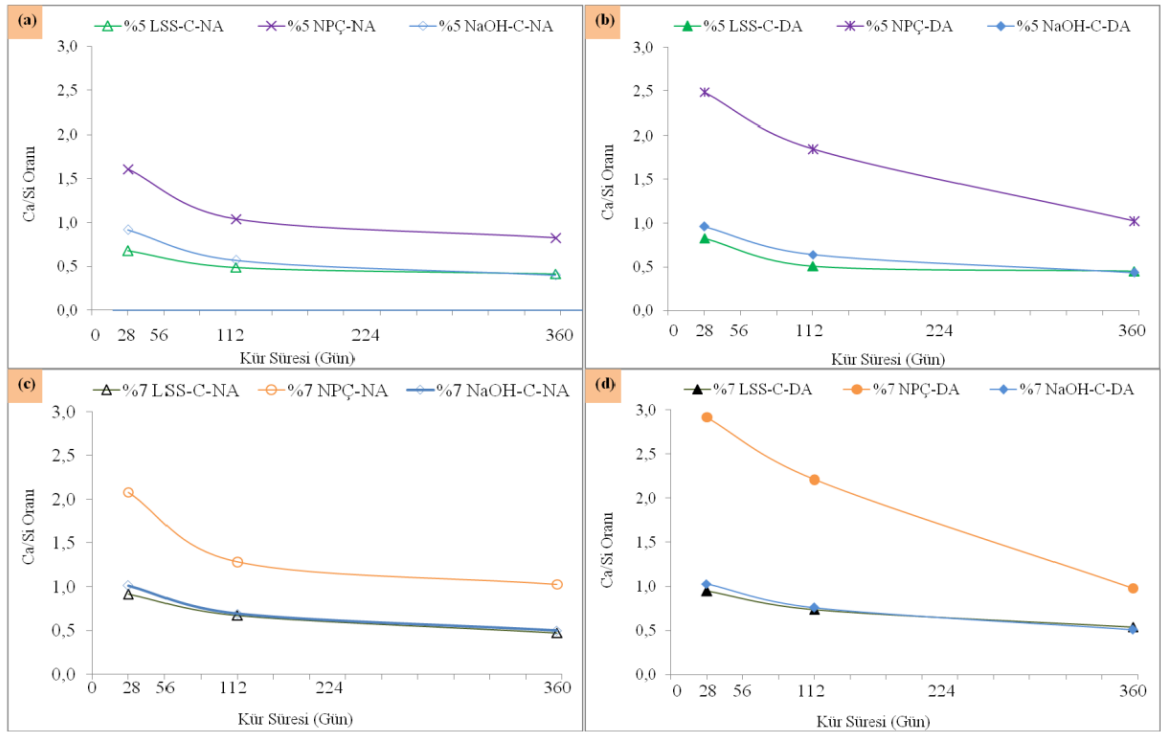
Şekil 18. %5 SH-C %8 Na<sub>2</sub>O aktivatör dozajı için NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri



Şekil 19. %7 SH-C %8 Na<sub>2</sub>O aktivatör dozajı için NA numunelerinin (28 gün (a); 112 gün (c); 360 gün (e)) ve DA numunelerinin (28 gün (b); 112 gün (d); 360 gün (f)) mikroyapı (SEM) görüntüleri

%5 ve %7 bağlayıcı oranlarında macun dolgu numunelerinin C-S-H yapılarındaki Ca/Si oranı değişimi Şekil 20’de verilmiştir. Bağlayıcı oranının artması durumunda bütün numunelerde daha yoğun bağlayıcı jel oluşumu nedeniyle ilgili kür süreleri için EDS analizlerinde ölçülen Ca/Si oranları artmıştır. Yüksek sülfürlü mineral içeriği nedeni ile

macun dolgu bünyesinde yüksek boşluklu yapı (%32–%44) ve nem içeriğine (%15–25) bağlı olarak sürekli asit ve sülfat ürünleri oluşmaktadır (Erçikdi vd. 2009a; Cihangir vd. 2012). Dolayısıyla çimento hidrasyonu nedeniyle oluşan portlanditin dolgu ortamdan devam eden hidrasyon ve reaksiyonlar nedeniyle ilk 56 günlük kür süresine kadar sürekli olarak tüketildiği görülmüştür. 56 günlük kür süresinde itibaren de asit ve sülfat ürünlerinin oluşmaya devam etmiştir. Dolayısıyla, ortam giderek agresif (korozif) hale gelmektedir. Ortamda portlanditin tamamen tüketilmesi sonucunda asit ürünlerini nötralize etmek amacıyla C–S–H yapısında dekalsinasyon (yapıdan Ca iyonunun çözünerek ortama geçmesi–liç edilmesi) işlemi meydana gelmektedir.



Şekil 20. %5 ve %7 bağlayıcı oranları için 28–112–360 günlük kür sürelerinde asit ve sülfat etkilerine bağlı olarak C–S–H bünyesindeki Ca/Si oranı değişimi

Ca/Si oranları LSS–C ve SH–C numunelerine kıyasla normal çimento numunelerinde çok daha yüksek oranda düşme eğilimi göstermiştir. Şekil 20’de NA örneklerinde Ca/Si oranının yaklaşık rezidüel bir eğilim göstermesi, bu numunelerin minimum mekanik özelliğe sahip olma seviyesine ulaştığını (Komljenoviç vd. 2012) göstermektedir. DA örneklerinde Ca/Si oranı özellikle normal Portland çimentosu örneklerinde daha yüksek seviyeden başlamasına rağmen daha yüksek düşme eğilimi sergilemiştir. Bu durumun, atık



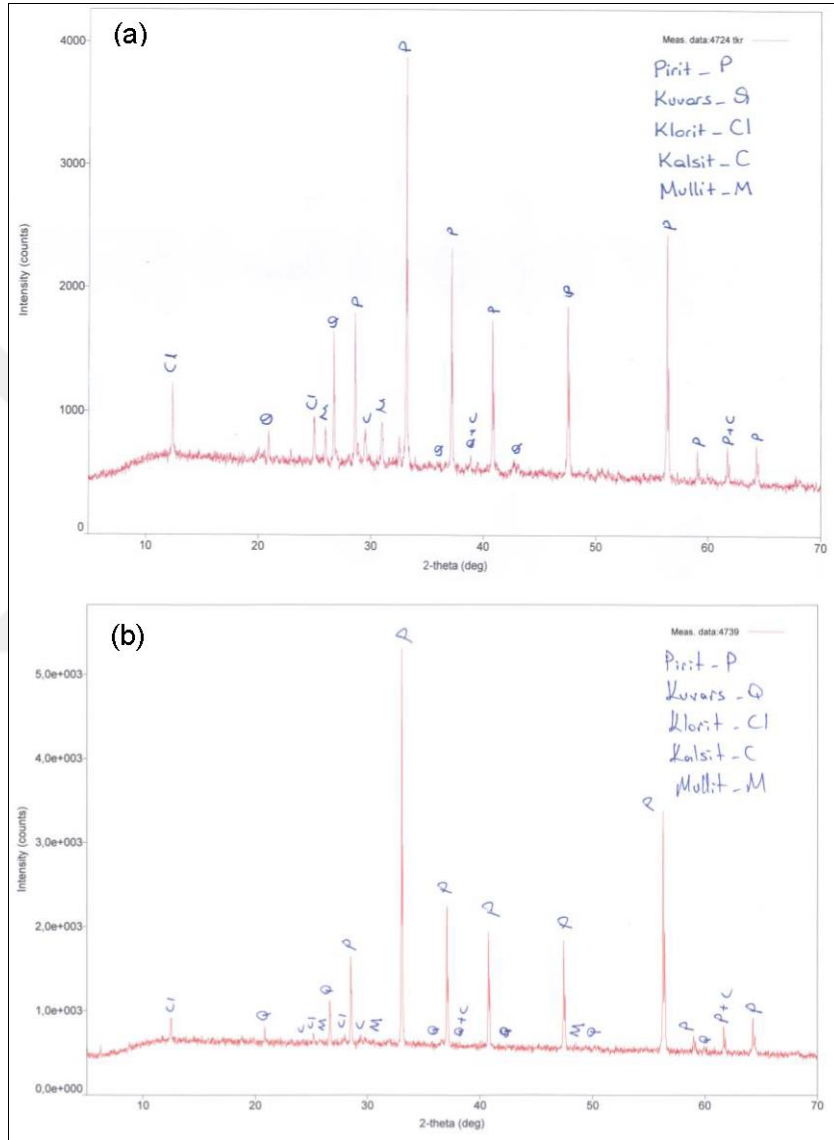
bünyesindeki sülfürlü minerallerin yüksek reaktivite özelliğine sahip olmasından ve düşük başlangıç pH seviyesi ve yüksek sülfat içeriğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. LSS-C ve SH-C numunelerinde ise NA numunelerine kıyasla düşük porozite ve yoğun dolgu yapısı sayesinde ilgili kür sürelerinde Ca/Si oranları daha yüksek değerlerde elde edilmiştir.

Macun dolguda yüksek porozite (%32-43) ve nem varlığında (%15-23) sülfürlü mineraller oksidasyona uğramaktadır ve sonuçta asit ve sülfat ürünleri oluşmaktadır (Cihangir vd. 2012; Erçıkı vd. 2010a, 2009a; Tariq ve Nehdi, 2007). İlk 56 günlük kür süresinde sülfat ürünleri hidrasyon ürünleri ile reaksiyona girmektedir ve bu durum daha zayıf C-S-H jel yapısına neden olmaktadır (Fall ve Pokharel, 2010). Diğer taraftan sülfat ürünlerinin CH tarafından tamamen tüketildiği ve ortamda CH tükendikten sonra da sülfat iyonlarının arttığı görülmüştür (Cihangir vd. 2015; Cihangir vd. 2012). pH ise 14 günlük kür süresinden sonra ortamda oluşan asit ürünlerini nötralize etmek için ve tüketilen CH ürünlerinden dolayı düşme eğilimi göstermiştir. Komljenović vd. (2012), NPÇ içeren numunelerde CH iyonlarının tüketilmesinden dolayı C-S-H ürünlerinde kür süresinin artması ile birlikte bu çalışmada elde edilen sonuçlarda da olduğu gibi (Şekil 20) Ca liçi meydana geldiğini belirtmiştir. Ca iyonlarının liçi, ortamın asitliğinin nötralizasyonunun giderilmesi işlemi olarak tanımlanmaktadır. Dolayısıyla bu çalışmada dekalsifikasyon olayı, asit ve sülfat ürünlerinin ikili etkileşimine bağlanabilir.

AAC örneklerindeki Ca/Si oranlarındaki azalmanın NPÇ ile kıyaslandığında daha düşük olduğu görülmektedir. Bu durum AAC içeren bağlayıcılarda özellikle de LSS-C için polimerizasyon ve depolimerizasyon süreçleri ile gerek C-S-H jellerinin gerekse sülfürlü minerallerin yüzeylerinin Si iyonları zengin/geçirimsiz bir polimerize tabaka ile kaplanmasına bağlanabilir (Cihangir vd. 2012; Komljenović vd. 2012; Shi vd. 2006). Ancak Ca/Si oranlarının özellikle de AAC ürünlerinde düşük elde edilmesi EDS analizlerinin C-S-H jellerinin Si iyonlarında zengin dış kısmında yapılmasına bağlanabilir. Dolayısıyla, LSS-C numunelerinde ve SH-C numunelerinde uzun dönemdeki yüksek dayanım sonuçları ve duraylılık, C-S-H jellerinin iç kısımlarındaki kaliteli yapının Si iyonları zengin dış tabakaca korunması ile açıklanabilir. Bu bulgular, Ca/Si oranı düşük olan AAC türü bağlayıcıların asit ve sülfat içeren agresif ortamlara karşı daha dayanıklı olduklarını ortaya koymaktadır.

360 günlük macun dolgu numunelerinden hazırlanan örneklerden DA'nın kil mineral miktarlarını azalttığı görülmüştür (Şekil 21). Bağlayıcı miktarlarının düşük olması ve

ikincil mineral oluşumlarının da çok düşük seviyelerde olmasından dolayı XRD analizleri ile bu tür genleşme mineralleri tespit edilememiştir. XRD çekim ve mineralojik analizlerde baskın mineral fazının pirit olduğu görülmüştür. Genel olarak bütün serilerde pirit, kuvars ve kalsit ile klorit ve mullit kil mineralleri tespit edilmiştir.



Şekil 21. NA (a) ve DA (b) örneklerine yönelik temsili XRD analiz grafikleri

### 3.5. Dolgunun Ekonomik Analizi

Macun dolguda kullanılan bağlayıcı maliyeti genel olarak işletme maliyetlerinin yaklaşık %50–75’ini oluşturmaktadır (Fall ve Benzaazoua, 2003). Bu bakımdan macun dolguda istenen dayanım ve duraylılığı sağlayacak en ekonomik bağlayıcı tipi ve dozajının belirlenmesi önemlidir. Bu proje çalışmasında en düşük bağlayıcı oranında istenen dayanım ve duraylılığı (28 ve 360 günde  $\geq 1,0$  MPa dayanım kazanımı) sağlayan bağlayıcılara yönelik ekonomik değerlendirme yapılmıştır (Tablo 8). Kullanılan bağlayıcıların ekonomik değeri ülkemizdeki yerel firmalardan temin edilmiştir.

Tablo 8 incelendiğinde, bağlayıcı maliyetleri açısından en uygun bağlayıcı tipinin normal atıklar (NA) için NPC, şlamı uzaklaştırılmış atıklar (DA) için ise SH–C olduğu anlaşılmıştır. Bağlayıcı olarak NPC kullanıldığında şlam uzaklaştırma işleminin dayanımı önemli oranda arttırmasına rağmen maliyetlerin yaklaşık olarak eşit olduğu ortaya çıkmıştır. LSS tipi bağlayıcı kullanıldığında, özellikle uzun dönemde çok yüksek dayanım elde edilmiş olup kısa dönemde dayanım kazanımını arttırmak için bir miktar normal Portland çimentosu ilave edilmesi ve LSS bağlayıcı oranının düşürülmesi ekonomik açıdan fayda sağlayabilir. Her ne kadar LSS–C ve SH–C kullanımının ekonomik açıdan önemli avantaj sağlamadığı gözükse de, özellikle uzun dönemde sağladığı yüksek dayanım kazanımı, asit ve sülfat atağa karşı dirençli olmaları ve dolgu porozitesini azaltmaları bakımından önemli avantaj sağlayacaktır. En önemli avantajları ise çimento üretimi esnasında atmosfere salınan CO<sub>2</sub>emisyonunu ortadan kaldırarak çevresel açıdan fayda sağlayacak olmalarıdır.

Tablo 8. Bağlayıcı tipine göre 1 m<sup>3</sup> dolguda kullanılacak bağlayıcı maliyetleri

Bağlayıcı tipi	Atık tipi	Bağ. Oranı (%)	Dayanım (MPa)		NPC miktarı kg/m <sup>3</sup>	Cüruf miktarı kg/m <sup>3</sup>	LSS–C miktarı kg/m <sup>3</sup>	SH–C miktarı kg/m <sup>3</sup>	Maliyet* TL/m <sup>3</sup>
			28 gün	360 gün					
NPC	NA	7	1,10	1,41	125,26	–	–	–	20,39
	DA	6	1,87	1,90	132,86	–	–	–	21,16
LSS–C	NA	6	1,08	3,23	–	100,55	30,40	5,20	27,55
	DA	6	1,15	3,30	–	113	40,91	5,85	30,69
SH–C	NA	6	1,24	2,10	–	99,60	–	10,28	21,33
	DA	5	1,20	1,78	–	96,60	–	9,97	20,69

\*Maliyetlerin hesaplanmasında NPC 160TL/ton, Cüruf (4000 cm<sup>2</sup>/g) 80 TL/ton, LSS 350 TL/ton, NaOH (SH) 1300 TL/ton olarak baz alınmıştır.

#### 4. SONUÇLAR

Macun dolguda bağlayıcı olarak normal Portland çimentosu (CEM I 42,5R:NPÇ) yerine alkali (sıvı sodyum silikat, LSS; sodyum hidroksit, NaOH: SH) ile aktifleştirilmiş yüksek fırın cürufu kullanımının ve atık inceliğindeki değişimin (normal atık, NA; şlamı uzaklaştırılmış atık, DA) dolgunun dayanım, deformasyon, duraylılık, asit ve sülfat oluşumu ve mikroyapı özelliklerine etkisine yönelik yapılan tez çalışmasından elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir;

- Bağlayıcı oranının artması ile birlikte bağlayıcı türünden bağımsız olarak numune dayanımları artmıştır. NPÇ numunelerinde %5 ve %6 bağlayıcı oranlarında 28 günlük kür süresinde hedeflenen 1,0 MPa'lık dayanım elde edilemezken, DA numunelerinde bütün bağlayıcı oranları ilgili dayanım hedefini sağlamıştır.
- NA örneklerinde bağlayıcı oranının %5'ten %6 ya çıkarılması durumunda dayanım ortalama 1,4 kat, %5'ten %7'ye çıkarılması durumunda ise 2,1 kat yüksektir. Bağlayıcı oranının %6'dan %7'ye çıkarılmasıyla ortalama 1,5 kat daha yüksek dayanım elde edilmiştir. DA örneklerinde NA örneklerinde elde edilen yaklaşık dayanım artışları görülmüştür. NPÇ-DA örneklerinde NA örneklerinden ilgili bağlayıcı oranlarında dayanım ortalama 2,2 kat daha yüksektir.
- NA numuneleri %5 ve %6 bağlayıcı oranları için sırasıyla 56 ve 112 günlük kür süresinden sonra %18 ve %13; DA numuneleri ise %5, %6 ve %7 bağlayıcı oranlarında sırasıyla 56, 112 ve 224 günlük kür sürelerinden sonra %42, %18 ve %10 oranında dayanım kaybına uğramıştır. Bağlayıcı oranının artması dayanım kaybını azaltmıştır.
- İstenen dayanım (28 gündeve 90 günden sonra  $\geq 1.0$  MPa) ve duraylılık kriterinin sağlanması için NA kullanılarak hazırlanan 1 m<sup>3</sup> dolgu için en az 133 kg, şlamı uzaklaştırılmış atıklar (DA) kullanılarak hazırlanan numuneler için ise 125 kg bağlayıcı gerektiği belirlenmiştir. 1 m<sup>3</sup> dolgunun bütün bağlayıcı türleri için ortalama maliyeti 20–30 TL arasında değişmiştir.
- %5 LSS-C kullanılması NA ve DA için yetersizdir. NA örneklerinde %5, %6 ve %7 bağlayıcı oranlarında 360 gün sonunda LSS-C, NPÇ'ye göre 3,09, 4,31 ve 3,23 oranlarında yüksek dayanım sonuçları vermiştir. DA örneklerinde ise bu oranlar sırasıyla 1,93, 1,74 ve 1,95 olarak gerçekleşmiştir.

- SH-C ile hazırlanan dolgu numunelerinde sadece %5 bağlayıcı oranında NA örnekleri 1,0 MPa'lık dayanımı üretememiştir. SH-C-NA numunelerinde genel olarak uzun dönemde dayanım kayıpları meydana gelmiştir.
- SH-C-NA numuneleri %5, %6 ve %7 bağlayıcı oranlarında 360 günlük kür süresinde NPC numunelerinden sırasıyla 2,98, 2,8 ve 1,8; DA numuneleri ise sırasıyla 1,95, 1,46 ve 1,56 oranlarında yüksek dayanım sonuçları vermiştir.
- NPC kullanımının DA ile daha iyi etkileşim göstermiştir. DA kullanımı kısa ve uzun dönem performansları bakımından NA'dan daha avantajlıdır.
- Düşük bağlayıcı oranlarında (%5) (özellikle NPC bağlayıcı içeren) daha fazla asit ve sülfat oluşmuş, bağlayıcı oranının artmasıyla asit ve sülfat oluşumu azalmıştır. NPC içeren numunelerde başlangıçtaki sülfat ( $\text{SO}_4^{-2}$ ) ortamdaki  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  tarafından erken kür sürelerinde tüketilmiş olup, 56 günden sonra artış göstermeye başlamıştır. AAC örneklerinde sülfat sürekli artış eğilimi göstermiştir. Ayrıca şlam uzaklaştırma işleminin asit ve sülfat oluşumunu azalttığı gözlenmiştir.
- Macun dolguda DA kullanımı ve bağlayıcı oranındaki artış, macun dolgu mikroyapısında iyileşme (toplam porozitede azalma vb.) sağlamıştır. Genel olarak kür süresinin artmasıyla birlikte az da olsa toplam porozite değerlerinde azalma görülmüştür. Elde edilen sonuçlardan, dayanım artışının toplam porozitedeki azalma ile birlikte, bağlayıcıların hidrasyon özellikleri veya oluşturdukları jellerin kalitesi veya miktarı ile ilişkili olabileceği değerlendirilmiştir.
- SEM analizlerinde, DA kullanılmasıyla mikroyapının iyileştiği, asit ve sülfat etkilerinin azaldığı görülmüştür. Dizayna bağlı olarak asit ve sülfat etkileri nedeniyle görülen dayanım kayıpları; i) C-S-H jellerindeki zayıflama, ii) ikincil genleşme ürünlerinin (jips, etrenjit vb.) oluşumu ve iii) SH-C numunelerinde uzun dönemde kuruma büzülme çatlaklarının oluşmasından kaynaklanmıştır.
- Asit ve sülfat etkileri nedeniyle C-S-H jel yapısında dekalsifikasyon nedeniyle Ca/Si oranları bütün numunelerde kür süresi ile birlikte düşmüştür. NPC numunelerinde Ca/Si oranı 28 günde yaklaşık 3,0 seviyelerinde iken 360 günde yaklaşık 1,0 seviyelerine inmiştir. Ca/Si oranları bağlayıcı oranının artması ile yükselmiştir. LSS ve SH-C içeren örneklerde Ca/Si oranı 28 günlük kür süresinde ortalama 1,0 iken 360 gün sonunda 0,40-0,67 aralığında ölçülmüştür. Dolayısıyla, LSS ve SH-C içeren örneklerin asit ve sülfat etkilerine karşı NPC ile kıyaslandığında daha dayanıklı olduğu görülmüştür.

## 5. KAYNAKLAR

- Aachib, M., Mbonimpa, M. ve Aubertin, M., 2004. Measurement and Prediction of the Oxygen Diffusion Coefficient in Unsaturated Media, with Applications to Soil Covers, Water, Air, and Soil Pollution, 156, 1–4, 163–193.
- Adam, A. A., 2009. Strength and Durability Properties of Alkali Activated Slag and Fly Ash–Based Geopolymer Concrete, Phd. Thesis, School of Civil, Environmental and Chemical Engineering, RMIT University, Melbourne, Australia, 142 s.
- Akcil, A. 2003. “Destruction of Cyanide in Gold Mill Effluents: Biological Versus Chemical Treatments”, Biotechnology Advances, 21, 501–511.
- ASTM C 1580–09, 2009. Standard Test Method for Water–Soluble Sulfate in Soil, Annual Book of American Standard of Testing Materials Standards.
- ASTM C 265–08, 2008. Standard Test Method for Water–Extractable Sulfate in Hydrated Hydraulic Cement Mortar, Annual Book of American Standard of Testing Materials Standards.
- ASTM C 39, 2002. Standard Test Method for Compressive Strength of Cylindrical Concrete Specimens, Annual Book of American Standard of Testing Materials Standards, 04.02.
- ASTM D 4972–01, 2007. Standard Test Method for pH of Soils, Annual Book of American Standard of Testing Materials Standards.
- ASTM D 4980–89, 2003. Standard Test Methods for Screening of pH in Waste, Annual Book of American Stand. of Testing Materials Standards.
- ASTM C 128–97. 2002. Standard test method for density, relative density (specific gravity), and absorption of fine aggregate, Annual Book of ASTM Standards, American Society of Testing Material.
- ASTM D 4404–10. 2010. Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry
- Belem, T., Benzaazoua, M. ve Bussiere, B., 2000. Mechanical Behaviour of Cemented Paste Backfill, 53<sup>rd</sup> Annual Conference of the Canadian Geotechnical Society, Cilt 1, ISBN 0–920505–15–5, Montreal, Canada, 373–380.
- Belem, T., Bussière, B. ve Benzaazoua, M., 2001. The effect of microstructural evolution on the physical properties of paste backfill, in: Proceedings of Tailings and Mine Waste. Balkema, Rotterdam, 5809–5818.

- Benzaazoua, M., Ouellet, J., Servant, S., Newman P. ve Verburg, R., 1999. Cementitious Backfill with High Sulfur Content: Physical, Chemical, and Mineralogical Characterization, Cement and Concrete Research, 29, 5, 719–725.
- Benzaazoua, M., Belem, T. ve Bussiere, B., 2002. Chemical Factors That Influence the Performance of Mine Sulphidic Paste Backfill, Cement and Concrete Research, 32, 7, 1133–1144.
- Benzaazoua, M., Fall, M. ve Belem, T., 2004. A Contributing to Understanding the Hardening Process of Cemented Pastefill, Minerals Engineering, 17, 2, 141–152.
- Brackebusch, F. W., 1994. Basics of Paste Backfill Systems, Mining Engineering, 46, 1, 1175–1178.
- Chang, J.J., Yeh, W. ve Hung, C.C., 2005. Effects of gypsum and phosphoric acid on the properties of sodium silicate-based alkali-activated slag pastes, Cement and Concrete Composites. 27, 85–91. doi:10.1016/j.cemconcomp.2003.12.001.
- Cao, H. T., Bucea, L., Ray, A. ve Yozghatlian, S., 1997. The Effect of Cement Composition and pH of Environment on Sulfate Resistance of Portland Cements and Blended Cements, Cement and Concrete Composites, 19, 2, 161–171.
- Chen, J.J., Thomas, J.J. ve Jennings, H.M., 2006. Decalcification shrinkage of cement paste. Cement Concrete Research. 36, 801–809.
- Cihangir, F. 2011. “Aktifleştirilmiş Yüksek Fırın Cürufunun Macun Dolguda Bağlayıcı Olarak Kullanılabilirliğinin Araştırılması”, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 207.
- Cihangir, F., Erçikdi, B., Turan, A., Kesimal, A., Devenci, H., Yazıcı, M. ve Karaoğlu, K., 2011a. Utilisation of Sodium Silicate Activated Blast Furnace Slag as an Alternative Binder in Paste Backfill of High–Sulphide Mill Tailings, Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Seminar on Paste and Thickened Tailings, Paste 2011, Perth, Avustralya, 465–475.
- Cihangir, F., Erçikdi, B., Kesimal, A., Devenci, H. ve Turan, A., 2011b. NaOH ile Aktifleştirilmiş Yüksek Fırın Cürufu Çimentosunun Sülfürce Zengin Atıklardan Hazırlanan Macun Dolguda Kullanılması ve Durabilite Değerlendirmeleri, Türkiye 22. Uluslararası Madencilik Kongresi ve Sergisi, Mayıs, Ankara, Bildiriler Kitabı: 329–339.
- Cihangir, F., Erçikdi, B., Kesimal, A., Devenci, H. ve Turan, A., 2011c. Çimentoya Alternatif Çevreci Bağlayıcılarla Duraylı Macun Dolgu Üretimi, 4. Madencilik ve Çevre Sempozyumu, Haziran, İzmir, Bildiriler Kitabı: 281–291.
- Cihangir, F., Erçikdi, B., Kesimal, A., Turan, A. ve Devenci, H. 2012. “Utilisation of Alkali-Activated Blast Furnace Slag in Paste Backfill of High–Sulphide Mill Tailings: Effect of Binder Type and Dosage”, Minerals Engineering, 30, 33–43.

- Davidovits, J., 1979. Synthesis of New High Temperature Geo-Polymers for Reinforced Plastics/Composites, SPE PACTEC 79 Society of Plastic Engineers, Brookfield Center, 151–154.
- DIN 4030–1, 2008. Assessment of Water, Soil and Gases, for Their Aggressiveness to Concrete–Part 1: Principles and Limiting Values, German Standards.
- Ehrenberg, A., 2005. Environmental Aspects of Slag Use, Granulated Blast Furnace Slag: Its Advantages with Respect to CO<sub>2</sub> Emissions and Energy Consumption, *Cement and Concrete World*, ISSN 1301–0859, 10–56, 36–51.
- Erçıkdi, B., 2009. Mineral ve Kimyasal Katkı Maddelerinin Macun Dolgu Performansına Etkisi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 129 s.
- Erçıkdi, B., Kesimal, A., Cihangir, F., Deveci, H. ve Alp, İ., 2009a. Cemented Paste Backfill of Sulphide–Rich Tailings: Importance of Binder Type and Dosage, *Cement and Concrete Composites*, 31, 4, 268–274.
- Erçıkdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H. ve Alp, İ., 2009b. Utilization of Industrial Waste Products as Pozzolanic Material in Cemented Paste Backfill of High Sulphide Mill Tailings, *Journal of Hazardous Materials*, 168, 2–3, 848–856.
- Ercıkdi, B., Kesimal, A., Cihangir, F., Deveci, H. ve Alp, İ., 2009c. “Cemented Paste Backfill of Sulphide–Rich Tailings: Importance of Binder Type and Dosage”, *Cement and Concrete Composites*, 31, 4, 268–274.
- Erçıkdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H. ve Alp, İ., 2010a. Effect of Natural Pozzolans as Mineral Admixture on the Performance of Cemented Paste Backfill of Sulphide–Rich Tailings, *Waste Management and Research*, 28, 5, 430–435.
- Erçıkdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Deveci, H. ve Alp, İ., 2010b. Utilization of Water–Reducing Admixtures in Cemented Paste Backfill of Sulphide–Rich Mill Tailings, *Journal of Hazardous Materials*, 179, 1–3, 940–946.
- Ercıkdi, B., Baki, H. ve İzki, M., 2013. “Effect of Desliming of Sulphide–Rich Mill Tailings on the Long–Term Strength of Cemented Paste Backfill”, *Journal of Environmental Management*, 115, 5–13.
- Erdoğan, T. Y., 2003. Beton, ODTÜ Geliştirme Vakfı Yayıncılık ve İletişim A.Ş. Yayını, 741 s.
- Erdoğan, T. Y., 2004. "Sorular ve Yanıtlarıyla Beton Malzemeleri", THBB Yayınları.
- Fall, M., Belem, T., Samb, S. ve Benzaazoua, M., 2007. Experimental characterization of the stress–strain behaviour of cemented paste backfill in compression, *Journal of Material Science*. 42, 3914–3922.



- Fall, M. ve Benzaazoua, M., 2003. Modeling and Simulation of Paste Backfill Performance Properties, In: CGS (Ed.), Proceedings of 56<sup>th</sup> Canadian Geotechnical Conference, Winnipeg, Manitoba, Canada, 161–168.
- Fall, M. ve Benzaazoua, M., 2005. Modelling the Effect of Sulphate on Strength Development of Paste Backfill and Binder Mixture Optimization, Cement and Concrete Research, 35, 2, 301–314.
- Fall, M., Benzaazoua, M. ve Ouellet, S., 2005. Experimental Characterization of the Influence of Tailings Fineness and Density on the Quality of Cemented Paste Backfill, Minerals Engineering, 18, 1, 41–44.
- Fall, M. ve Samb, S.S. 2009. “Effect of High Temperature on Strength and Microstructural Properties of Cemented Paste Backfill”, Fire Safety Journal, 44, 642–651.
- Fall, M. ve Pokharel, M., 2010. Coupled Effects of Sulphate and Temperature on the Strength Development of Cemented Tailings Backfills: Portland Cement–Paste Backfill, Cement and Concrete Composites, 32, 10, 819–828.
- Fernández–Jiménez, A. ve Puertas, F., 2003. Effect of activator mix on the hydration and strength behaviour of alkali–activated slag cements. Advances in Cement Research, 15, 129–136.
- Gaitero, J.J., Campillo, I. ve Guerrero, A., 2008. Reduction of the calcium leaching rate of cement paste by addition of silica nanoparticles. Cement and Concrete Research, 38, 1112–1118.
- Ghirian, A. ve Fall, M., 2014. Coupled thermo–hydro–mechanical–chemical behaviour of cemented paste backfill in column experiments. Part II: Mechanical, chemical and microstructural processes and characteristics. Engineering Geology, 170, 11–23.
- Hassani, F. ve Archibald, J. 1998. „Mine Backfill”, Canadian Institute of Mine, Metallurgy and Petroleum, Published on CD–ROM Proceedings, Canada, 263.
- Hassani, F. P., Ouellet, J. ve Hossein, M., 2001. Strength Development in Underground High Sulphate Paste Backfill Operation, CIM Bulletin, 94, 1050, 57–62.
- Hewitt, D., Allard, S. ve Radziszewski, P., 2009. Pipe lining abrasion testing for paste backfill operations. Minerals Engineering, 22, 1088–1090.
- Hossain, K. M. A. ve Lachemi, A., 2006. Performance of Volcanic Ash and Pumice Based Blended Cement Concrete in Mixed Sulfate Environment, Cement and Concrete Research, 36, 6, 1123–1133.
- Irassar, E. F, Gonzales, M. ve Rahhal, V., 2000. Sulphate Resistance of Type V Cements with Limestone Filler and Natural Pozzolana, Cement and Concrete Research, 22, 5, 361–368.

- IUPAC., 1972. Manual of symbols and terminology. Appendix 2–Part 1: Colloid and surface chemistry. International Journal of Pure and Applied Chemistry.31, 578–593.
- Komljenović, M.M., Baščarević, Z., Marjanović, N. ve Nikolić, V., 2012. Decalcification resistance of alkali-activated slag, Journal of Hazardous Materials. 233-234, 112–121. doi:10.1016/j.jhazmat.2012.06.063.
- Kesimal, A., Yılmaz, E., Erçikdi, B., Alp, İ., Yumlu, M. ve Özdemir, B. 2002. “Çimentolu Macun Dolgunun Laboratuvar Testi”, Madencilik, TMMOB Maden Mühendisleri Odası Dergisi, 41 (4), 11–20.
- Kesimal, A., Erçikdi, B. ve Yılmaz, E., 2003. The Effect of Desliming by Sedimentation on Paste Backfill Performance, Minerals Engineering, 16, 10, 1009–1011.
- Kesimal, A., Yılmaz, E. ve Erçikdi, B., 2004. Evaluation of Paste Backfill Test Results Obtained from Different Size Slumps with Varying Cement Contents for Sulphure Rich Mill Tailings, Cement and Concrete Research, 34, 10, 1817–1822.
- Kesimal, A., Yılmaz, E., Erçikdi, B., Alp, İ. ve Deveci, H., 2005. Effect of Properties of Tailings and Binder on the Short– and Long–Term Strength and Stability of Cemented Paste Backfill, Material Letters, 59, 28, 3703–3709.
- Kesimal, A., Deveci, H., Alp, İ., Erçikdi, B. ve Cihangir, F., 2010, Optimization of Paste Backfill Performance for Different Ore Types in Cayeli Copper Mine, Karadeniz Technical University, Mining Engineering Department, Revolving Fund Project, Trabzon, Turkey, 36 s.
- Kesimal, A., Deveci, H., Erçikdi, B., Cihangir, F., Akyol, Y. ve Ocak, S., 2015. Aktifleştirilmiş Yüksek Fırın Cürufunun Farklı İnceliğe Sahip Sülfürlü Maden Atıklardan Hazırlanan Macun Dolguda Çimentoya Alternatif Bağlayıcı Olarak Kullanılması ve Performans Özelliklerinin Araştırılması, 112M378 nolu TÜBİTAK-1001 projesi,
- Landriault, D. A., 1995. Paste Backfill Mix Design for Canadian Underground Hard Rock Mining, Proceedings of the 97<sup>th</sup> Annual General Meeting of the CIM Rock Mechanic and Strata Control Session, Nova Scotia–Canada, 652–663.
- Landriault, D., 2001. Backfilling in Underground Mining, in: W.A. Hustrulid (Eds.), Underground Mining Methods Engineering Fundamentals and International Case Studies, SME, 15 s.
- Nehdi, M., Tariq, A., 2007. Developing durable paste backfill from sulphidic tailings. Proc ICE –Waste Resources Management, 160, 155–166.
- Orejarena, L. ve Fall, M. 2010. “The Use of Artificial Neural Networks to Predict the Effect of Sulphate Attack on the Strength of Cemented Paste Backfill”, Bulletin of Engineering Geology and Environment 69, 659–670.

- Ouellet, J., Benzaazoua, M. ve Servant, S. 1998. “Mechanical, Mineralogical and Chemical Characterization of a Paste Backfill”, Proceedings of the 4th International Conference on Tailings and Mine Waste, Colorado, USA, 139–146.
- Ouellet, S., Bussiere, B., Mbonimpa, M., Benzaazoua, M. ve Aubertin, M., 2006. Reactivity and Mineralogical Evolution of An Underground Mine Sulphidic Cemented Paste Backfill, Minerals Engineering, 19, 5, 407–419.
- Pokharel, M. ve Fall, M., 2011. Coupled Thermochemical Effects on the Strength Development of Slag–Paste Backfill Materials. Journal of Materials in Civil Engineering, 3, 511–525.
- Pokharel, M. ve Fall, M., 2013. Combined influence of sulphate and temperature on the saturated hydraulic conductivity of hardened cemented paste backfill. Cement and Concrete Composites, 38, 21–28.
- Powers, T.C., 1958. Structure and Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste, Journal of the American Ceramic Society. 41, 1–6. doi:10.1111/j.1151-2916.1958.tb13494.x.
- Rashad, A.M., Bai, Y., Basheer, P.A.M., Milestone, N.B. ve Collier, N.C., 2013. Hydration and properties of sodium sulfate activated slag. Cement and Concrete Composites. 37, 20–29.
- Shi, C., Li, Y. ve Tang, X., 1989. A Preliminary Investigation on the Activation Mechanism of Granulated Phosphorus Slag, Journal of Southeast University (In Chinese), Nanjing, P. R. China, 19, 1, 141–145.
- Shi, C. ve Stegemann, J.A., 2000. Acid corrosion resistance of different cementing materials. Cement and Concrete Research 30, 803–808.
- Shi, C. ve Fernández–Jiménez, A., 2006. Stabilization/solidification of hazardous and radioactive wastes with alkali–activated cements. Journal of Hazardous Materials. 137, 1656–1663.
- Shi, C., Krivenko, P. V. ve Roy, D., 2006. Alkali–Activated Cements and Concretes. 1<sup>st</sup> ed. USA: Taylor and Francis, ISBN 10:0–415–70004–3.
- Sivakugan, N., Rankine, R.M., Rankine, K.J. ve Rankine, K.S., 2006. Geotechnical considerations in mine backfilling in Australia. Journal of Cleaner Production. 14, 1168–1175.
- Song, S., Sohn, D., Jennings, H.M. ve Mason, T.O., 2000. Hydration of alkali–activated ground granulated blast furnace slag. Journal of Materials Science. 35, 249–257.
- Stone, D. M. R., 1993. The Optimization of Mix Designs for Cemented Rockfill, In Proceedings 5<sup>th</sup> International Symposium on Mining with Backfill, Minefill’93, Johannesburg, SAIMM, 249–253.

- Tariq, A. ve Nehdi, M., 2007. Developing Durable Paste Backfill from Sulphidic Tailings, Waste and Resource Management, 160, 4, 155–166.
- Tariq, A. ve Yanful, E.K., 2013. A review of binders used in cemented paste tailings for underground and surface disposal practices. Journal of Environmental Management. 131, 138–149.
- Torgal, F. P., Castro–Gomes, J. ve Jalali, S., 2008. Alkali–Activated Binders: A Review Part 1. Historical Background, Terminology, Reaction Mechanisms and Hydration Products, Construction and Building Materials, 22,7,1305–1314.
- Yılmaz, E., 2003. Sülfit İçeren Maden Atıklarından Hazırlanan Çimentolu Macun Dolgu Örneklerinin Dayanım Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 92 s.
- Yılmaz, E., Belem, T., Bussière, B. ve Benzaazoua, M., 2011. Relationships Between Microstructural Properties and Compressive Strength of Consolidated and Unconsolidated Cemented Paste Backfills, Cement and Concrete Composites, 33, 6, 702–715.
- Yılmaz, T., Erçikdi, B., Karaman, K. ve Kulekci, G., 2014. Assessment of strength properties of cemented paste backfill by ultrasonic pulse velocity test. Ultrasonics 54, 1386–1394.

## ÖZGEÇMİŞ

Yunus Akyol 29.05.1989 yılında Trabzon'un Dernekpazarı ilçesinde doğdu. İlkokulu Trabzon Cudibey ilköğretim okulunda ve liseyi Trabzon Fatih Lisesi'nde tamamladı. 2007 yılında kazandığı Karadeniz Teknik Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümü'nde 2011 yılında lisans öğrenimini tamamladı.

Yunus Akyol, 2012 yılından bu yana yüksek lisans çalışmalarını sürdürmektedir.

