



GEOPOLİMER MALZEME ÜRETİMİNDE MİKRONİZE VERMİKÜLİT ATIĞININ KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖZGE ÖZDİL

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

**MERSİN
NİSAN - 2025**

GEOPOLİMER MALZEME ÜRETİMİNDE MİKRONİZE VERMİKÜLİT ATIĞININ KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖZGE ÖZDİL
ORCID ID: 0009-0006-7962-8061

MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

DANIŞMAN VE JÜRİ ÜYELERİ

DANIŞMAN	: Dr. Öğretim Üyesi Umut ÖNEN (ORCID: 0000-0003-2506-6092)
JÜRİ ÜYESİ	: Prof. Dr. Tahsin BOYRAZ
JÜRİ ÜYESİ	: Prof. Dr. Mustafa TAŞKIN

MERSİN
NİSAN - 2025

ÖZET

GEPOLİMER MALZEME ÜRETİMİNDE MİKRONİZE VERMİKÜLİT ATIĞININ KULLANIMININ ARAŞTIRILMASI

Geopolimer malzemeler, sürdürülebilir inşaat ve malzeme teknolojilerinde önemli bir rol oynamaktadır. Geleneksel çimento ve betonun çevresel etkilerini azaltmak için geliştirilmiş bu malzemeler, genellikle sanayi yan ürünleri veya doğal aluminosilikat kaynaklarının alkali aktivasyonu ile üretilir. Geopolimerler, yüksek mekanik dayanımları, kimyasal dirençleri ve düşük karbon ayak izleri ile dikkat çeker. İnşaat, altyapı ve çevresel iyileştirme projelerinde kullanılabilen bu malzemeler, özellikle enerji tasarrufu, atık geri dönüşümü ve iklim değişikliğiyle mücadele açısından büyük bir potansiyele sahiptir. Bu nedenle, geopolimerler, hem ekonomik hem de ekolojik faydalar sağlayan yenilikçi bir alternatif olarak ön plana çıkmaktadır.

Madencilik sektörü ülkemizin dinamik sektörlerinden birisi olup çeşitli mineraller maden yataklarından işletmeler vasıtasıyla çıkarılarak endüstrinin ihtiyaçlarına karşılık vermektedir. Vermikülit minerali de seracılıktan inşaat sektörüne varan geniş bir kullanım alanına sahiptir. Vermikülit mineralinin zenginleştirilmesi ve sınıflandırılması esnasında ortaya bir miktar atık malzeme çıkmaktadır. Bu atık esasında mineral tabanlı oksit bileşiklere sahip doğal bir hammadde potansiyeli olan bir malzemedir.

Bu çalışmada vermikülit atığının farklı aktivatörler kullanılarak geopolimerleşme özellikleri incelenmektedir. Vermikülit atığına farklı oranlarda NaOH, KOH, Ca(OH)_2 ve $\text{NaOH}+\text{Na}_2\text{SiO}_3$ aktivatörleri ilave edilerek mekanik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Homojen karışım 32 mm çap ve 32 mm yüksekliğindeki kalıplara dökülerek silindirik numuneler elde edilmiştir. Şekillendirilen numuneler ilk olarak etüv içerisinde 24 saat süreyle 75 sıcaklıkta kürlenmiştir. Kürlenen numuneler geopolimerleşme sürecinin devam etmesi için oda sıcaklığı koşullarında 7, 14, 28 ve 45 gün sürelerle bekletilmiştir. Numunelerin yoğunluk testleri, basma mukavemeti testleri, faz analizi XRD testleri, FT-IR testleri ve mikroyapı SEM testleri yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Geopolimer, Vermikülit, Atık, Aktivatör, Basınç mukavemeti.

Danışman: Dr. Öğretim Üyesi Umut ÖNEN, Mersin Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Mersin.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE USE OF MICRONIZED VERMICULITE WASTE IN GEOPOLYMER MATERIAL PRODUCTION

Geopolymer materials play a significant role in sustainable construction and material technologies. Developed to reduce the environmental impact of traditional cement and concrete, these materials are generally produced through the alkali activation of industrial by-products or natural aluminosilicate sources. Geopolymers are notable for their high mechanical strength, chemical resistance, and low carbon footprint. These materials can be utilized in construction, infrastructure, and environmental remediation projects, offering significant potential in terms of energy efficiency, waste recycling, and combating climate change. Thus, geopolymers stand out as an innovative alternative providing both economic and ecological benefits.

The mining sector is one of the dynamic industries in our country, extracting various minerals from deposits to meet the needs of industry. Vermiculite, a mineral with a wide range of applications from horticulture to the construction sector, is one of these valuable resources. During the enrichment and classification processes of vermiculite, a certain amount of waste material is generated. This waste is essentially a mineral-based raw material with potential due to its oxide compound content.

This study investigates the geopolymerization properties of vermiculite waste using different activators. Vermiculite waste was mixed with NaOH, KOH, Ca(OH)_2 , and $\text{NaOH+Na}_2\text{SiO}_3$ activators in varying proportions using a mechanical mixer. The homogeneous mixtures were cast into cylindrical molds with a diameter of 32 mm and a height of 32 mm to produce test specimens. The shaped specimens were first cured in an oven at 75°C for 24 hours. After curing, the samples were kept at room temperature for 7, 14, 28, and 45 days to allow the geopolymerization process to continue. Density tests, compressive strength tests, phase analysis (XRD), FT-IR tests, and microstructure analysis (SEM) were conducted on the specimens.

Keywords: Geopolymer, Vermiculite, Waste, Activator, Compressive strength.

Advisor: Assistant Professor Umut ÖNEN, Department of Metallurgy and Material Engineering Mersin University, Mersin.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım kapsamında her konuda beni destekleyen, beni devamlı motive eden, kendi deneyim ve tecrübelerini benimle paylaşarak yoluma ışık tutan ve yolumu açan, tezimde büyük emeği olan saygı değer ve kıymetli tez danışmanım Dr. Öğretim Üyesi Umut ÖNEN'e çalışma boyunca katkılarından dolayı yürekten şükran ve teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar test çalışmalarım bana her zaman yardımcı olan Arş. Gör. Mehmet ALTIN hocama da ayrıca teşekkür ederim.

Hayatım boyunca sevgilerini hep hissettiğim, benim bugün burada olmamı manevi ve maddi her anlamda destekleyen ve yüreklendiren bu yolda ilerlememin miheng taşı olan canım anne ve babama her koşulda yanımda oldukları için şükran, sevgi ve minnetlerimi sunarım ayrıca küçük kalbindeki kocaman sevgisiyle beni her zaman neşelendiren en kıymetlim, varlığına şükrettiğim kızım Aybüke Azra'ya sonsuz sevgimi sunarım. Yapmış olduğum tez çalışmasını kendime, kızıma ve kıymetli aileme ithaf ediyorum.

Bu tez çalışması, Mersin Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri birimi tarafından 2024 TP2-5156 numaralı proje ile desteklenmiştir.



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇ KAPAK	i
ONAY	ii
ETİK BEYAN	iii
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
TABLolar DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR	xi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI	3
2.1. Geopolimer	3
2.1.1. Geopolimerizasyon	5
2.1.2. Geopolimerlerin Kullanım Alanları	6
2.2. Vermikülit	7
2.2.1. Kil Vermikülitleri	9
2.2.2. Otojenik Vermikülit	10
2.2.3. Metamorfik Vermikülit	10
2.2.4. Makroskobik Vermikülit	10
2.2.5. Vermikülit Madeninin Kullanım Alanları	10
2.3. Aktivatörler	11
2.3.1. Sodyum Hidroksit (NaOH)	11
2.3.2. Alkali Silikatlar (Siloksonat-Cam Suyu)	11
2.3.3. Potasyum Hidroksit (KOH)	12
2.3.4. Kalsiyum Hidroksit (Ca(OH) ₂)	13
2.4. Literatür Özeti	13
3. MATERYAL VE YÖNTEM	19
3.1. Hammadde	19
3.1.1. Vermikülit Atığı	19
3.1.2. Su	19
3.1.3. Aktivatörler	19
3.2. Numunelerin Hazırlanması	20
3.3. DeneySEL Çalışmalar	22
3.3.1. Basınç Dayanımı Testi	22
3.3.2. Vermikülit Atığının Elementel (XRF) Analiz Sonucu	23
3.3.3. Yoğunluk Testi	24
3.3.4. X-Işını Difraksiyon Analizi (XRD)	25
3.3.5. Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) Analizi	26
3.3.6. SEM Mikroyapı Analizi	26
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	29
4.1. Yoğunluk Testi Sonuçları	29
4.2. Basma Mukavemeti Testi Sonuçları	29
4.3. Geopolimer Numunelerin XRD Sonuçları	32
4.3.1. NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	33
4.3.2. Ca(OH) ₂ Kullanılarak Üretilen Numuneler	34
4.3.3. KOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	34
4.3.4. Na ₂ SiO ₃ + NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	35
4.4. Geopolimer Numunelerin FT-IR Sonuçları	39
4.4.1. NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	39
4.4.2. Ca(OH) ₂ Kullanılarak Üretilen Numuneler	41
4.4.3. KOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	43

	Sayfa
4.4.4. Na ₂ SiO ₃ + NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	45
4.5. Geopolimer Numunelerin SEM Analizleri	47
4.5.1. Vermikülit Atığının SEM Görüntüleri	47
4.5.2. NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	48
4.5.3. Ca(OH) ₂ Kullanılarak Üretilen Numuneler	51
4.5.4. KOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	54
4.5.5. Na ₂ SiO ₃ + NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler	57
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	63
5.1. Sonuçlar	63
5.2. Öneriler	64
KAYNAKLAR	65
ÖZGEÇMİŞ	75



TABLÖLAR DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 2.1. Vermikülitin bileşen elementleri	9
Tablo 3.1. Numune kodları ve bileşimleri	21
Tablo 3.2. Vermikülit atığına ait XRF analizi sonuçları	24
Tablo 4.1. Numunelerin yoğunluk testi sonuçları	29
Tablo 4.2. Numunelerin basma dayanımları sonuçları	30
Tablo 4.3. Hafif geopolimerler	31

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Geopolimerin Tipik Yapısı	3
Şekil 2.2 Farklı Si/Al oranlarına sahip geopolimerin yapısal birim modeli	4
Şekil 2.3. (a) Geopolimerleşmenin kavramsal bir modeli	6
(b) Davidovits'e göre geopolimerleşme mekanizmaları	
Şekil 2.4. Geopolimer kullanım alanları	7
Şekil 2.5. Vermikülit ve mikanın moleküler yapısı	8
Şekil 2.6. Vermikülitin kimyasal bileşimi	8
Şekil 3.1. Vermikülit atığı	19
Şekil 3.2. Numunelerin etüvden önce (a), numunelerin etüvden sonraki görüntüleri (b)	20
Şekil 3.3. Akım şeması	22
Şekil 3.4. Basınç dayanımı cihazı	23
Şekil 3.5. XRF cihazı	23
Şekil 3.6. Kumpas ve Hassas terazi	24
Şekil 3.7. XRD Cihazı	25
Şekil 3.8. Vermikülit atığına ait XRD patern çekimi	25
Şekil 3.9. FT-IR Cihazı	26
Şekil 3.10. SEM Cihazı	27
Şekil 4.1. Vermikülit atığının XRD görünümü	32
Şekil 4.2. NaOH aktivatörlü numunelerin XRD görüntüleri	33
Şekil 4.3. Ca(OH) ₂ aktivatörlü numunelerin XRD görüntüleri	34
Şekil 4.4. KOH aktivatörlü numunelerin XRD görüntüleri	34
Şekil 4.5. Na ₂ SiO ₃ + NaOH aktivatörlü numunelerin XRD görüntüleri	35
Şekil 4.6. N10, N12ve N14 numunelerine ait 7 ve 28 günlük XRD görüntüleri	36
Şekil 4.7. CS15, CS19 ve CS23 numunelerine ait 7 ve 28 günlük XRD görüntüleri	37
Şekil 4.8. 1NN, 2NN ve 3NN numunelerine ait 7 ve 28 günlük XRD görüntüleri	38
Şekil 4.9. NaOH aktivatörlü numunelerin FT-IR grafiği	40
Şekil 4.10. Ca(OH) ₂ aktivatörlü numunelerin FT-IR grafiği	42
Şekil 4.11. KOH aktivatörlü numunelerin FT-IR grafiği	44
Şekil 4.12. Na ₂ SiO ₃ + NaOH aktivatörlü numunelerin FT-IR grafiği	46
Şekil 4.13. Vermikülit atığının SEM görüntüsü	47
Şekil 4.14. N-10 kodlu numunenin SEM görüntüleri	48
Şekil 4.15. N-14 kodlu numunenin SEM görüntüleri	50
Şekil 4.16. CS-15 kodlu numunenin SEM görüntüleri	52
Şekil 4.17. CS-23 kodlu numunenin SEM görüntüleri	53
Şekil 4.18. K-10 kodlu numunenin SEM görüntüleri	55
Şekil 4.19. K-14 kodlu numunenin SEM görüntüleri	56
Şekil 4.20. 1NN kodlu numunenin SEM görüntüleri	59
Şekil 4.21. 3NN kodlu numunenin SEM görüntüleri	60

SİMGELER VE KISALTMALAR

Kısaltma/Simgesi	Tanım
XRD	X- ışınları Kırınımı
XRF	X-ışını Floresans Spektrometresi
FT-IR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
NaOH	Sodyum Hidroksit
KOH	Potasyum Hidroksit
Na ₂ SiO ₃	Sodyum Silikat
MPa	Mega Paskal
SiO ₄	Silisyum Tetraoksit
AlO ₄	Alüminyum Tetraoksit
Ca(OH) ₂	Kalsiyum Hidroksit
g/cm ³	Yoğunluk
M	Molarite
nm	Nanometre
µm	Mikron

1. GİRİŞ

Son yıllarda, sürdürülebilir malzemeler ve çevre dostu teknolojilere olan ihtiyaç, inşaat sektörü ve malzeme bilimi alanında yenilikçi çözümlerin geliştirilmesine öncülük etmiştir. Bu bağlamda, geopolimerler, yüksek performanslı, düşük karbon ayak izine sahip ve geri dönüştürülebilir malzemeler olarak dikkat çekmektedir (Davidovits, 1991). Geopolimerler, geleneksel Portland çimentosuna alternatif olarak kullanılabilirken, endüstriyel atıkların ve yan ürünlerin değerlendirilmesi için de ideal bir platform sunmaktadır (Provis & Bernal, 2014).

Geopolimerler, alüminosilikat malzemelerin alkali aktivatörler ile kimyasal reaksiyonu sonucu oluşan amorf, üç boyutlu ağ yapısına sahip inorganik polimerlerdir (Rangan, 2008). Bu malzemeler, geleneksel çimento esaslı malzemelere göre daha düşük karbon salımı ile üretilir ve yüksek mekanik dayanım, kimyasal direnç ve termal kararlılık gibi üstün özellikler sunar (Xu & Van Deventer, 2000). Geopolimerlerin üretiminde kullanılan ham maddeler genellikle endüstriyel atıklar ve yan ürünlerdir. Bu durum, çevresel sürdürülebilirlik açısından önemli bir avantaj sağlar (Duxson et al., 2007).

Atık malzemelerin değerlendirilmesi, geopolimer üretimi için büyük bir fırsat sunar. Endüstriyel atıkların geri dönüşümü, hem çevresel kirliliği azaltmakta hem de ekonomik katkı sağlamaktadır (Van Deventer et al., 2012). Özellikle uçucu kül, yüksek fırın cürufu, kırmızı çamur ve volkanik tüf gibi malzemeler geopolimer üretiminde sıklıkla kullanılan hammaddelerdir (Provis et al., 2015). Bu çalışmada incelenen vermikülit atığı, içeriğindeki kalsiyum oksit (CaO), silisyum oksit (SiO_2), alüminyum oksit (Al_2O_3), demir oksit (Fe_2O_3) ve magnezyum oksit (MgO) gibi oksitler nedeniyle geopolimer üretimi için uygun bir adaydır (Komnitsas & Zaharakı, 2007).

Vermikülit, genellikle inşaat, tarım ve yalıtım sektörlerinde kullanılan, genişleyen bir kil minerali türüdür (Moore & Reynolds, 1989). Endüstriyel süreçlerden kaynaklanan vermikülit atıkları, içerdiği mineral bileşim nedeniyle atık yönetimi için sorun oluşturabilir. Bununla birlikte, bu tür atıklar, geopolimer üretiminde bir hammadde kaynağı olarak kullanılabilir ve böylece atık yönetimine yenilikçi bir çözüm sunar (Zhang et al., 2014). Özellikle NaOH , KOH , Ca(OH)_2 ve Na_2SiO_3 gibi alkali aktivatörlerin kullanımı, vermikülit bazlı geopolimerlerin sentezi için uygun bir yöntem sunmaktadır (Xu et al., 2001).

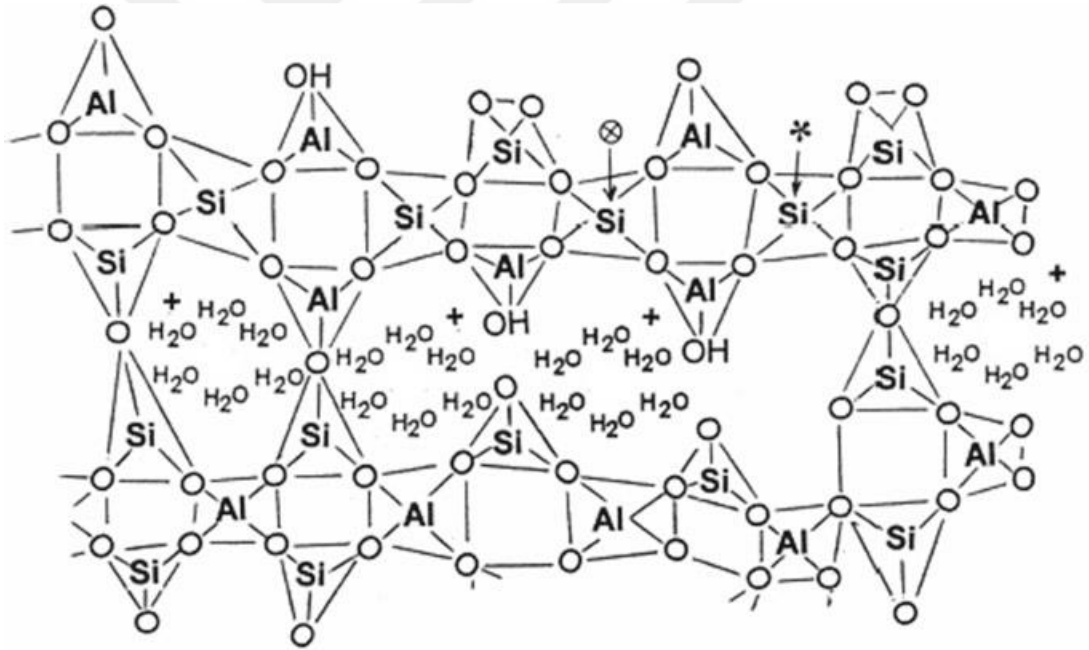
Bu çalışmada, vermikülit atıklarının geopolimer üretiminde kullanımı incelenecek ve bu malzemelerin alkali aktivatörler ile aktivasyonu sonucu elde edilen geopolimerlerin mekanik ve kimyasal özellikleri değerlendirilecektir. Araştırmanın temel amacı, vermikülit atıklarının yüksek katma değerli bir ürün olarak değerlendirilmesi ve geopolimer üretimi yoluyla çevresel etkilerin azaltılmasıdır. Bu bağlamda, bu çalışma, hem atık yönetimi hem de sürdürülebilir inşaat malzemeleri üretimi için önemli bir katkı sağlayacaktır.



2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI

2.1. Geopolimer

Geopolimer terimi 1970'lerde Fransız bilim adamı ve mühendis Prof. Joseph Davidovits tarafından ortaya atılmış ve bir alüminosilikat tozunun alkali bir çözelti ile reaksiyona girmesiyle sentezlenen bir katı malzeme sınıfına verilmiştir (Davidovits, 1982; Davidovits, 1991, 2008a). Bu malzemeler ilk olarak Avrupa'daki bir dizi yangının ardından organik termoset polimerlere yangına dayanıklı bir alternatif olarak geliştirilmiştir ve bu ilk çalışmaya dayanan ürünler o zamandan beri yolcu gemileri için yangından korunma kaplamaları (Talling, 2002), yüksek sıcaklıkta karbon fiber kompozitlerde reçine olarak (Lyon et al., 1997), ahşap yapıların termal korumasında (Giancaspro et al., 2006), ısıya dayanıklı yapıştırıcı olarak (Bell et al., 2005; Krivenko & Kovalchuk, 2007), monolitik refrakter olarak (Comrie & Kriven, 2003; Kriven et al., 2004) ve diğer çeşitli uygulamalarda kullanılmıştır.



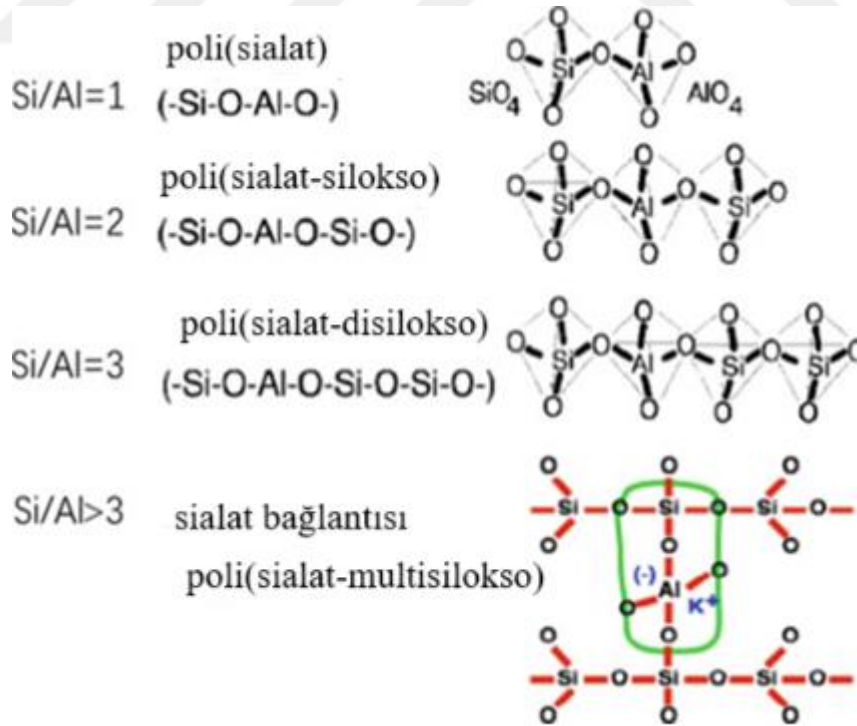
Şekil 2.1. Geopolimerin tipik yapısı (Davidovits, 2008a)

Geopolimerler, üç boyutlu ağa sahip inorganik polimer malzemelerdir katyonlar çapraz bağlı $[AlO_4]$ ve $[SiO_4]$ tetrahedral birimlerden ve alkali metalden oluşur. 40 yıldan fazla süren gelişimin ardından, özellikle son 20 yılda olağanüstü performans özelliklerine sahip yeni metalik olmayan inorganik malzeme türü olarak geopolimer malzemeler bilim insanları ve mühendisler tarafından her geçen gün daha fazla ilgi uyandırmaktadır. Bir tür alkali ile aktive olan çimento esaslı malzeme olan geopolimer, belirtilen koşullar altında kürlenir. Tipik olarak amorf veya kısmen kristalize olan

geopolimerlerin mukavemeti, organik polimere (yani organik polimer malzemeler) çok benzeyen -Si-O- ve -Al-O- birimlerinin polimerizasyonundan elde edilir. Geopolimerde, $[AlO_4]$ ve $[SiO_4]$ tetrahedral birimleri oksijen atomlarını paylaşarak birbirleriyle çapraz bağlanır ve Li^+ , Na^+ , K^+ ve/veya Cs^+ gibi kasyonlar negatif yüklü $[AlO_4]$ birimlerini dengeleyerek geopolimer ağının oluşturduğu boşluklarda hareket edebilir (Davidovits, 1991; Davidovits & Davidovics, 1991; Jia et al., 2020) ve geopolimerin tipik yapısı Şekil 2.1'de gösterilmiştir

Aktivatöre göre geopolimer, alkali ile aktive edilen geopolimer sistemi ve fosfat ile aktive edilen geopolimer sistemi olarak ikiye ayrılabilir. Açık literatürlere göre, alkali ile aktive edilen geopolimer sistemi en yaygın olarak çalışılan sistemdir. Ayrıca, alkali ile aktive edilen geopolimer sistemleri aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir:

Hammaddelerin türüne göre metakaolin, illit, kuvars, uçucu kül ve cüruf gibi çeşitli mineraller ve endüstriyel yan ürünler geopolimer hazırlamak için kullanılabilir. Elde edilen geopolimerler buna göre metakaolin bazlı geopolimer, kuvars bazlı geopolimer, uçucu kül bazlı geopolimer ve cüruf bazlı geopolimer olarak adlandırılabilir. Metakaolin tozları, endüstriyel yan ürünlerde yaygın olarak bir arada bulunan kirlilikten arındırılmış nispeten saf bileşimi nedeniyle geopolimerin geopolimerizasyon mekanizmalarının incelenmesi için yaygın olarak seçilmektedir. Metakaolin esaslı geopolimer de diğer malzemelere kıyasla daha ince mikroyapı, daha yüksek mekanik ve termal özellikler göstermiştir.



Şekil 2.2. Farklı Si/Al oranlarına sahip geopolimerin yapısal birim modeli (Davidovits, 1989)

Geopolimer içindeki AlO_4 ve SiO_4 miktarına (Si/Al oranı) göre Davidovits bu geopolimerleri dört kategoriye ayırır: poli(sialat) Si/Al = 1 (PS) olduğunda, poli(sialat-silokso) Si/Al = 2 (PSS) olduğunda, poli(sialatisilokso) Si/Al = 3 olduğunda (PSDS) ve poli(sialat-multisilokso) > 3 (PSMS) Si/Al > 3 olduğunda. Bu yapılar Şekil 2.2'de gösterilmiştir. Genellikle, Si/Al'deki artış ile geopolimerlerin mekanik özellikleri artmış, ancak hem kimyasal stabilite hem de ısıya direnç azalmıştır.

Aktivasyon iyonlarına göre, geopolimer Li^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} veya karışık alkali iyonlarına ayrılabilir. Elde edilen geopolimer Na bazlı geopolimer, K bazlı geopolimer, Cs bazlı geopolimer vb. olarak adlandırmaktadır ve alkali iyonlarının yarıçapındaki artışla birlikte ortaya çıkan geopolimer gelişmiş mekanik ve termal özellikler göstermektedir. Örneğin, K bazlı geopolimer, Na bazlı geopolimerden çok daha yüksek geopolimerizasyon oranı gösterir ve lösit (K bazlı geopolimerden türetilen) için erime noktaları, nefelin (Na bazlı geopolimerden türetilen) erime noktalarından çok daha yüksektir ve pollusit (Cs bazlı geopolimerden türetilen), tüm geopolimer arasında en yüksek erime noktalarına sahiptir (Jia et al., 2020).

2.1.1. Geopolimerizasyon

Metakaolin, geopolimer sentezi için en yaygın kullanılan hammadde olmakla birlikte, uçucu kül (Abdollahnejad et al., 2015; Sakulich, 2011), cüruf, potasyum feldispat (Jia et al., 2020), perlit (Erdogan, 2015; Vaou & Panias, 2010) ve laterit (Hairi et al., 2015; Kaya & Soyer-Uzun, 2016) gibi diğer alümino silikat mineraller de geopolimerizasyon için silikat ve alüminyum kaynağı olarak işlev görebilir.

Diğer alüminosilikat malzemelerin kimyasal bileşimleri kısmen karmaşık olduğundan, mevcut çalışmalarda geopolimerizasyon mekanizmalarını incelemek için çoğunlukla metakaolin ile hazırlanan geopolimerler kullanılmaktadır. Joseph Davidovits ve arkadaşları, bu konudaki öncü çalışmalarında geopolimerizasyonu dört aşamaya ayırmışlardır: çözünme, difüzyon, polimerizasyon ve katılaşmadır (Davidovits, 1989; De Silva et al., 2007; Khale & Chaudhary, 2007; Kumar & Kumar, 2013; Mo et al., 2014; Muñiz-Villarreal et al., 2011; Nath et al., 2014; Yao et al., 2009).

İlk adımda, silisyum ve alüminyum içeren alüminosilikat tozunun ayrışması alkali çözelti yardımıyla gerçekleşir. Bunu, ayrışmış katı partiküllerin sıvı faza homojen bir şekilde difüzyonu takip eder. Daha sonra, Si-O ve Al-O tetrahedronları arasında polimerizasyon reaksiyonu meydana gelir, bu da kılcal damarlarda daha fazla yayılabilen, çözünebilen ve kalan reaktanlarla difüze olabilen ve kalan suyu uzaklaştırabilen jel fazının oluşumuna yol açar. Son olarak, elde edilen ürün uygun bir ortamda kürlenerek geopolimer elde edilebilir. Ayrıca, Autef ve arkadaşları kürlenme sıcaklığının geopolimerizasyon kinetiğinde kritik bir rol oynadığı; SiO_2 'nin aktivasyonun geopolimer ağının oluşumunu etkilediği ve geopolimerdeki yapısal su içeriğinin artan sıcaklıkla azaldığını tesbit etmişlerdir (Autef et al., 2012, 2013). Weng ve diğerleri alüminyum kaynağının etkisini araştırmış ve alüminosilikat grubunun kısmi yüklerini hesaplayarak geopolimerizasyon süreci üzerinde çalışmış ve alüminyum kaynağının geopolimerizasyon sürecini desteklemede önemli bir rol oynadığını bulmuştur

(Jia et al., 2020). Daha küçük metakaolin partikülleri ve daha fazla çözünebilen alüminyum bileşeni ile hazırlanan geopolimerler daha kısa kürlenme süresi gerektirir ve daha homojen bir mikro yapı ve daha yüksek mekanik dayanım gösterir. Nie ve arkadaşları geopolimer sentezlemek için hammadde olarak uçucu kül ve kaolinit kullanmış ve erken dehidrasyon ve amorf faz oluşumunun altında yatan mekanizmaları incelemişlerdir. Oligomerlerin (örneğin, Si-O-Na ve Al(OH)₄⁻) oluşumunda kısmi Si-O ve Al-O bağlarının kırıldığı ve çözeltideki K⁺ ve OH⁻ iyonlarından etkilendiği bulunmuştur. Ortaya çıkan oligomerler daha sonra jel benzeri maddeye dönüşür ve son olarak amorf zeolit benzeri öncü maddeler oluşturmuştur (Nie et al., 2006).

Şekil 2.3'de geopolimerizasyonun oldukça basit bir reaksiyon mekanizması gösterilmektedir. Aşağıda gösterilen reaksiyon mekanizması, katı haldeki bir alümina silikat kaynağının sentetik alkali alümina silikatlara dönüşüm sürecinde meydana gelen olayların bir özetidir. Hammaddenin ince öğütülmesi, ısıtılma vb. gibi bir olası bir gerekliliktir. Lineer bir sırayla gösterilmesine rağmen, bu süreçler büyük ölçüde birbirleriyle uyumludur ve eş zamanlı olarak gerçekleşir (Duxson et al., 2007).



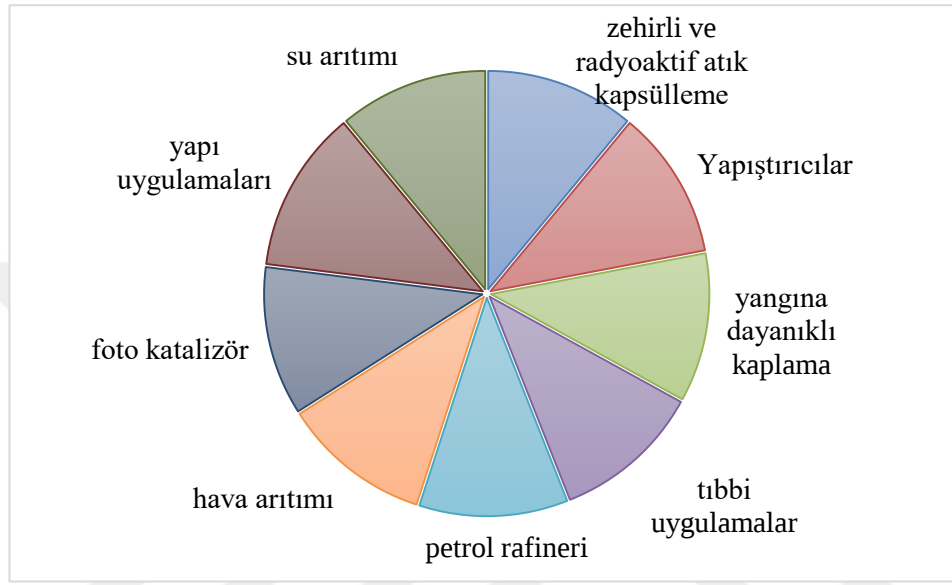
Şekil 2.3. (a) Geopolimerleşmenin kavramsal bir modeli (Duxson et al., 2007),

(b) Davidovits'e göre geopolimerleşme mekanizmaları (Davidovits, 1991).

2.1.2. Geopolimerlerin Kullanım Alanları

Geopolimerler, benzersiz bileşimleri, yapıları ve çok yönlü uygulamaları sayesinde son yıllarda birçok sektörde ilgi odağı haline gelmiştir. Geopolimerler ağır metal ve radyoaktif atık iyileştirme (Lee

et al., 2019; Muhammad et al., 2018), adsorbanlar (Kara et al., 2017; Minelli et al., 2016), inorganik membranlar, heterojen katalizörler (Bai & Colombo, 2018), beton alternatifleri (Rasaki et al., 2019; Wasim et al., 2021; Yang et al., 2020), ısıya dayanıklı malzemeler (Hajimohammadi et al., 2017; Vieira et al., 2019), kaplamalar (Zhang & Wang, 2015), 3D baskı için malzemeler (Zhong & Zhang, 2022), atık immobilizasyonu ve daha fazlası dahil olmak üzere çeşitli alanlarda uygulanabilir. Şekil 2.4' te farklı uygulamalardaki geopolimer katkılarının grafik gösterimi verilmektedir.

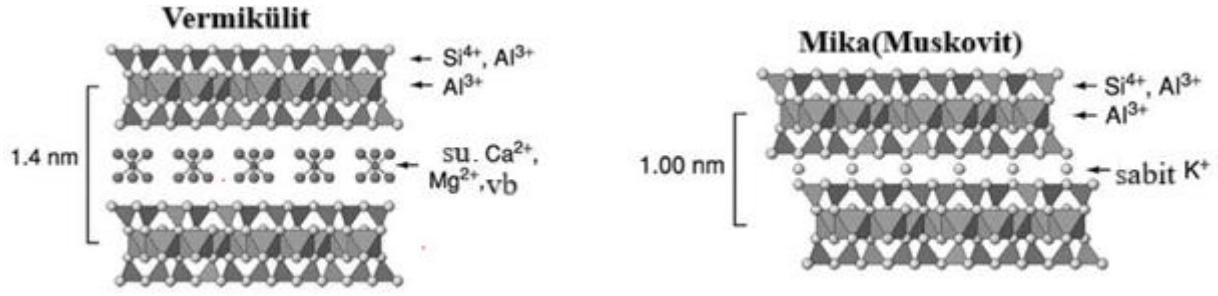


Şekil 2.4. Geopolimer kullanım alanları (Jabar et al., 2025)

2.2. Vermikülit

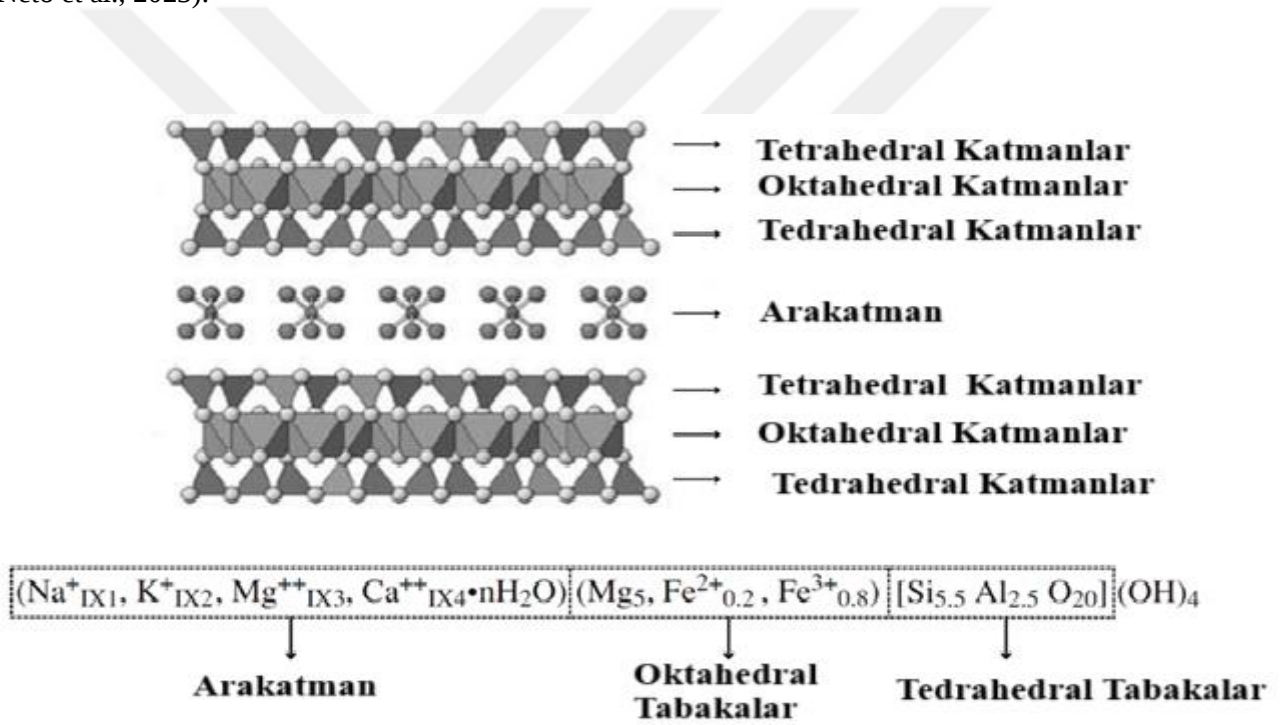
Vermikülit, görünüş olarak mikaya benzeyen alüminyum-demir-magnezyum silikatlar olan bir grup hidratlı laminar minerale verilen jeolojik isimdir (França et al., 2016). Britannica Ansiklopedisi (2018) vermiculiti, su varlığında şişme eğilimi gösteren ve yüksek iyon değiştirme kapasitesi ile montmorillonite $((Na,Ca)_{0.3}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2.nH_2O)$ benzer bir yapıya sahip bir kil minerali olarak tanımlamaktadır (Britannica, 2021). Vermikülit, çeşitli kaya türlerindeki diğer mafik mikaların (volkanik kökenli) yanı sıra flogopit, biyotit ve kloritin değiştirilmesi veya ikame edilmesinden üretilen süpergen (kimyasal ayrışma) ve/veya hidrotermal (su ve sıcaklık etkisi birlikte) kökenlidir (LEME, 2017).

Schulze (2005) vermiculiti 2 µm'den küçük parçacıklara ve 2:1 tipi katmanlardan oluşan kristal bir yapıya sahip bir kil silikat olarak işaret etmektedir ve Şekil 2.5'de vermicülit ve mikanın moleküler yapıları gösterilmektedir (Assis Neto et al., 2023). Mika ve biyotit gibi ara katman minerallerinin yapısında potasyum atomları bulunur, ancak vermicülitte ara katman su moleküllerine ve magnezyuma sahiptir (Bush, 2001).



Şekil 2.5. Vermikülit ve mikanın moleküler yapısı (Assis Neto et al., 2023)

Vermikülit, orijinal mika oluşumunda içerdiği elementlerin ayrışma ve iyon alış verişi sırasında kimyasal değişikliklerin meydana gelmesiyle çok sayıda kimyasal bileşimler sunar. Hindman 60'tan fazla vermiculitinin analizine dayanarak vermiculitler için ortak bir kimyasal formül önermiştir (Assis Neto et al., 2023).



Şekil 2.6. Vermikülitin kimyasal bileşimi (Assis Neto et al., 2023)

Vermikülitin sahip olduğu özellikler oksit içeriğinin bir parçası olarak ortaya çıkmaktadır. Nascimento (2008) vermiculiti oluşturan oksitlerde değişikliklerin olabileceğini ortaya koymuştur ve bunlar Tablo 2.1'de gösterilmiştir. Diğer minerallerin varlığı veya bazı oksitlerin daha yüksek konsantrasyonları vermiculitin kimyasal bileşiminde değişikliklere neden olabilir ve ana faktörlerden biride oksit içeriklerindeki farklılıkların mineralojik kökenli olmasıdır (Assis Neto et al., 2023). Ugarte ve arkadaşları (2005) vermiculitin ortaya çıkış şekillerinden birinin, yüksek demir oksit konsantrasyonuna sahip biyotitteki bir değişim sonucu olduğunu belirtmektedir. Yüksek demir oksit

içeriği nedeniyle, vermikülitte geleneksel açık veya koyu kahverengi rengin aksine altın-kırmızı bir renk oluşumu veya gümüş renklenme gözlemlenebilir (Barros, 2018).

Tablo 2.1. Vermikülitin bileşen elementleri (Assis Neto et al., 2023)

Elementler	% Ağırlıkça
SiO ₂	38.00-46.00
Al ₂ O ₃	10.00-16.00
MgO	16.00-35.00
CaO	1.00-5.00
K ₂ O	1.00-6.00
Fe ₂ O ₃	6.00-13.00
TiO ₂	1.00-3.00
H ₂ O	8.00-16.00
Diğer	0.20-1.20

Vermikülitin özelliklerinde etkili olan bir diğer kimyasal element potasyumdur; içeriği %1'den fazla ise malzeme genleşme oranı artacaktır (Marcos & Rodríguez, 2010). Öyle ki, potasyum içeriği %1'den az olan numunelerde vermikülit minerali daha fazla bulunur ve genleşme oranı daha düşüktür; yaklaşık %5'lik değerler için ise vermikülit minerali miktarında azalma ve genleşme oranında artış söz konusudur (Hillier et al., 2013). Yaklaşık %5 potasyum içeren numunelerde taneyi oluşturan birden fazla faz/mineral vardır; mika yaygın olarak vermikülit ile birlikte bulunur ve genellikle daha yüksek bir genleşme oranına sahip olan hidrobiyotit adı verilen bir ara faz oluşturur.

Ham vermikülitin kullanım alanları sınırlı olduğu için endüstride daha çok genleştirilmiş haliyle kullanımı tercih edilir. Vermikülit yüksek sıcaklıklarda yaklaşık 1000 °C'ye ısıtıldığında katmanları arasında bulunan kristal su kısa bir süre içerisinde buharlaşır. Oluşan buhar basıncı sebebiyle, C ekseninde genişleyen mineral yapraksı bir yapı kazanır. Genleşme sürecinin bir sonucu olarak, malzemenin bulk yoğunluğu yaklaşık on kat azalarak 0,8 g/cm³'ten 0,08 g/cm³'e düşer. Bulk yoğunluğundaki bu azalma, kullanılan vermikülitin kalitesinden ve genleşme için kullanılan fırının verimliliğinden etkilenmektedir. Isıl işlemlerin ardından, yaklaşık 30 katlık bir genleşme oranı kaydedilmiştir (Loughborough, 1991; Marcos & Rodríguez, 2011; Strand & Stewart, 1983).

Vermikülitler 4 ayrı grupta sınıflandırılır. Bunlar kil vermikülitleri, otijenik vermikülit, metamorfik vermikülit ve makroskobik vermikülitlerdir.

2.2.1. Kil Vermikülitleri

Toprak içerisinde ilk kez MacEvan (1948), Jackson ve diğ. (1952), Brown (1953), Hattaway (1955) tarafından belirlenmiştir. Kil tipi vermikülitlere genelde toprak içerisinde rastlandığından dolayı toprak vermikülitleri olarakta adlandırılmaktadır (Toksoy, 1997) .

2.2.2. Otojenik Vermikülit

Vermikülit ilk olarak deniz ortamında illit, klorit, palygorskit ve sepiyolit gibi çeşitli sedimanter minerallerle birarada yer almaktadır (Singer ve Stoffer, 1981). Bu oluşumlar son zamanlarda yoğun volkanik aktivitelerin ve metalojenik su akıntılarının olduğu yerlerde bulunmuştur. Diğer vermikülit türleri ile karşılaştırıldığında su içeriği daha düşük olan hidrotermal vermikülitir (Toksoy, 1997).

2.2.3. Metamorfik Vermikülit

Zengin demir ihtiva eden kloritin dönüşümüyle olan ve metasedimanlarda lavsonit içeriği bulunan vermikülitler metamorfik vermikülitler olarak nitelendirilmiştir. Yapısal olarak biyotitle benzerlik gösterirken kimyası kloritinkiyle benzerdir. Kloritten daha zengin silis oranına sahipken, alüminyum oranında biyotitten fazladır (Toksoy, 1997).

2.2.4. Makroskobik Vermikülit

Bu vermikülit türü mikanın hidrasyonu ile oluşur. Bronz, altın sarısı, yeşilimsi-sarı, bal sarısı, kahverengi, yeşilimsi-siyah renklerde elastik olmayan, ince bükülebilir levhamsı kristaller halinde gözlenirler. Mikalara oranla daha yumuşak yapıdadırlar ve erime sıcaklıkları 1320-1350°C arasındadır (Toksoy, 1997).

2.2.5. Vermikülit Madenin Kullanım Alanları

Ham vermikülitin kullanım alanının kısıtlı olması nedeni ile endüstride daha çok genişmiş haliyle yer bulmaktadır. Vermikülit, 1950'li yıllara gelinceye kadar dar bir alan olan inşaat sektöründe, ısı yalıtımı özelliğinden dolayı dolgu malzemesi, blok, sıva ve alçı çerisinde hafif agrega olarak kullanılmaktaydı. 1950'li yıllarda vermikülit mineralinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin araştırılması, bu mineralin çeşitli alanlarda uygulanabileceğini ortaya koymuştur (Toksoy, 1997).

Bu malzemeler hafif olmaları sebebiyle tavan ve duvar dekorasyonlarında, yüzme havuzu zeminlerinde, aynı zamanda yalıtım özellikleri, erimeye karşı dayanıklılıkları, uygulama kolaylıkları ve düşük maliyetleriyle dökümhanelerde ve çelik fabrikalarında ateşe dayanıklı bariyerler olarak kullanılmaktadır. Akustik ve ısı yalıtımının önem arz ettiği durumlarda genişleştirilmiş vermikülit portlant çimentosu ile beraber hafif yapı malzemelerinin yapımında kullanıldığında daha iyi sonuç verdiği görüşmüştür (Potter, 1991). İnşaat malzemelerinde yalıtım amacıyla kullanıldığı gibi buzdolapları, arabalar ve uçaklarda da yalıtım amacıyla kullanılmaktadır. Vermikülit aynı zamanda yangın söndürücülerde, filtrelerde, soğutma tanklarında, zemin brandalarında, dielektrik izolatörlerde, motor yağlayıcılarında, plastik eşyalarda, duvar kağıtlarında, dış cephe boyalarında ve yanmaz filmlerde

kullanılır (Toksoy, 1997). Tarımda büyük önem taşıyan vermikülit, bahçelerde, spor sahalarında, golf sahalarında, parklarda ve diğer çeşitli yerlerde toprak düzenleyici ve aynı zamanda gübre olarak kullanılabilir. Daha geniş tarım arazilerinde de kullanılabilir. Bu bölgelerde gübre uygulaması daha uygun maliyetlidir. Kurak iklim bölgelerinde tarımda önemli bir yere sahiptir (Santos, 1979).

2.3. Aktivatörler

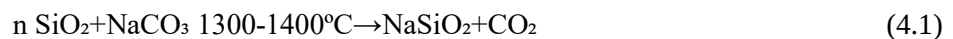
2.3.1. Sodyum Hidroksit (NaOH)

İnorganik bir bileşik olan sodyum hidroksit (NaOH) cam suyu ya da kostik soda olarak bilinir. Beyaz renkli alkali bir tuzdur. Nemi emebilme özelliği nedeniyle suda kolayca çözünür ve kaygan, yumuşak ve sabunumsu bir çözelti oluşturur. Bununla birlikte, insan dokusu üzerinde kaşıntıverici bir his yaratır. Aynı zamanda bir baz olan NaOH'ın su ile etkileşimde bulunması ekzotermik bir reaksiyon olup, yüksek oranlarda ısının üretimine sebep olmaktadır. Sonuçta hem renksiz hem de kokusuz bir çözelti ortaya çıkar. Laboratuvar ortamında CO₂ gibi asidik gazları toplamak için kullanılır. Endüstride çeşitli kimyasal maddelerin üretiminde, sentetik ipek, sabun, kâğıt, boya, deterjan üretiminde ve petrol rafinerilerinde kullanılır. Özellikle organik madde belirlemek için inşaat laboratuvarlarında kullanılır (Şimşek, 2021).

Tercih edilen alkali çözeltiler arasında, Al³⁺ ve Si⁴⁺ iyonlarının çözünmesi diğer aktifleştiricilere oranla sodyum hidroksit çözeltisinde daha iyi olduğu gözlemlenmiştir (Rattanasak & Chindaprasirt, 2009). Bundan dolayı sodyum hidroksitin geopolimerlerin yapısına ve basınç dayanımlarını artırmaya yönelik katkısı fazladır. Bununla birlikte geopolimerizasyon sırasında katı parçacıkları bağlayabildiği gibi çözünmeyide pozitif yönde etkiler (Panias et al., 2007).

2.3.2. Alkali Silikatlar (Siloksonat-Cam Suyu)

Geopolimer pastanın işlenebilirliğini etkileyen ve kimyasal reaksiyonları kolaylaştıran kilit unsur, alkali silikat veya siloksonat olarak bilinen, kum içindeki kuvars mineralini oluşturan silikat moleküllerinin alkali tuzların etkisiyle eritilmesi ve ardından suda çözülmesiyle üretilen cam suyudur. Yalın bir şekilde elde edilmesini ifade eden kimyasal denklem aşağıdaki gibidir (Davidovits, 2008b)



Korozyon önleyici, diş macunu bileşeni, deterjan, yapıştırıcı üretiminde kullanılan alkali silikatlar aynı zamanda zeolit sentezi, silikon (silika jel) ve geopolimerlerin üretilmesinde de değerli bir hammaddedir. Na₂O/SiO₂ molar oranı ürünlerin katagorize edilmesinde belirleyicidir. Molar oranlarına

göre 0,5 molar olduğunda sodyum ortosilikat Na_4SiO_4 formülü ile gösterilirken, molar oranın 2 olduğunda ise sodyumdisilikat ($\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) olarak isimlendirilir ve genellikle yoğun üretilen ticari bileşiktir. Geopolimerlerle ilgili yapılan çalışmalarda kullanılan sodyum metasilikat (Na_2SiO_3) molar oranı 1'dir. Cam suyu adıyla da bilinene alkali silikatlar geopolimer reaksiyonu için büyük önem taşıyan jeolojik ham maddeler içindeki silisyumlu ve alüminyumlu oksit bileşiklerin molar oranını düzenlemekte ve kül parçacıklarını bir arada tutan bağı jel yapısını oluşturur (Davidovits, 2008a).

Hidrotermal üretim metodu ile silis dumanının NaOH veya KOH ile 600-800 °C'de reaksiyonu sonucu açığa çıkan ürün oldukça yüksek miktarda yabancı kalıntı içermesine rağmen, silis dumanının hammadde olarak kullanılması ile üretimde ısı enerjisinin daha az tüketildiği bir cam suyu üretim tekniğidir. Her ne kadar hidrotermal yöntem çok fazla tercih edilmese de geopolimer üretim laboratuvarlarında geopolimer pasta aktivasyonunda kullanılan sodyum metasilikatın daha kolay ve ucuz elde edilmesi amacıyla kullanılabilir. Alkali silikatların suda çözünürlüğünü Na veya K bulunmasına göre farklı etkilemektedir. Suda çözünüyor olması geopolimerlerin oluşumu büyük önem taşımaktadır. Nükleer manyetik rezonans (NMR) kullanılarak gerçekleştirilen deneylerde, $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ molar oranı 3 olan sodyum içerikli camın 60°C sıcaklıkta %50'sinin suda çözündüğü görülürken, molar oranı 2,5 olan potasyum bazlı camın 48 saat içinde suda %100 çözündüğü görülmüştür. Bunun nedeni potasyum esaslı sistemde kuvarzın tamamının alkalisilikata dönüşmüş olmasıdır. Bundan dolayı potasyum esaslı alkali silikatların kullanımının geopolimer geliştireceği belirtilmektedir (Davidovits, 2008a). Wang ve ark. sodyum silikat ile aktive edilen cürufaların, çok hızlı bir şekilde aktivasyonlarının gerçekleştiği ve yüksek dayanıma sahip olduklarını belirtmişlerdir (Wang et al., 1995). Alkali aktivatör, sodyum silikat ya da potasyum silikat gibi çözünebilir silikat ihtiva ettiğinde, reaksiyonlar yüksek oranda gerçekleşir. Sodyum Silikat (Na_2SiO_3) aktivatörü büyük bir hızla çözülür ve UK partiküllerini bağlamaya başlar. Sıvı faz kül partikülleri açık gözeneklere ulaşır ulaşmaz kısa sürede jel ile dolar (Al Bakri et al., 2011).

2.3.3.Potasyum Hidroksit (KOH)

Al^{3+} ve Si^{4+} iyonlarının potasyum hidroksit çözeltisinde çözünürlüğü sodyum hidroksit çözeltisine göre düşüktür (Al Bakri et al., 2011; Xu & Van Deventer, 2000). K^+ iyonu, $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ ün bağlanmayı seçtiği daha büyük silikat oligomerlerin oluşumunu destekler. Bundan dolayı, potasyum hidroksit (KOH) çözeltilerinde, sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisinden daha iyi polikondenzasyon sağlar. Genellikle, çözünürlüğü fazla olan minerallerin geopolimerizasyondan sonra mekanik mukavemetlerinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir (Xu & Van Deventer, 2000). Ayrıca, potasyum hidroksitin (KOH) kullanımıyla ısı olarak daha kararlı malzemelerin oluşmasına katkısı vardır (Lemougna et al., 2013).

2.3.4.Kalsiyum Hidroksit ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)

Günümüzde geopolimer üretiminde yaygın olarak tercih edilen sodyum, potasyum hidroksit (NaOH , KOH) ve sodyum ve potasyum silikat (Na_2SiO_3 , K_2SiO_3) kullanılması daha fazla artan maliyet, çabuk kürlenmeye, önemli ölçüde kuruma küçülmesine ve fazla miktarda mikro kırıklara neden olabilir. Na_2CO_3 , Na_2SO_4 , CaO , $\text{Ca}(\text{OH})_2$ kullanımı ve reaktif MgO daha az maliyet, daha uzun kürleme süresi ve kademeli mukavemet artışı sayesinde daha doğa dostu alkali aktive edici malzemeler üretmek için uygun maliyetli bir alternatif sunmaktadır. Bununla birlikte bu tür bir aktivatörün uygulanması, düşük pH'ın neden olduğu erken yaşlardaki yavaş mukavemet gelişimi nedeniyle kısıtlanmaktadır. Umut verici aktivatörlerden biri $\text{CaO}/\text{Ca}(\text{OH})_2$ ve Na_2CO_3 kombinasyonudur. CaCO_3 'ün dolgu ve çekirdeklenme etkileri C-(A)-S-H jellerinin oluşumunda ve porozitenin azaltılmasında olumlu etkilere sahip olabilirken, $\text{CaO}/\text{Ca}(\text{OH})_2$ 'nin Na_2CO_3 ile reaksiyonu sonucu oluşan NaOH da ortamın pH'ını yükseltebilir ve erken zamanlarda cürufun çözünme hızını artırarak gözenekli bir çözeltiye neden olabilir. NaOH olduğu için, CaO ve Na_2CO_3 'ün bir arada kullanılması gözenek çözeltisinin pH'ını yükselterek erken dönemlerde olumlu bir basınç dayanımına katkı sağlamış olur (Bian et al., 2021).

2.4. Literatür Özeti

Kioupis ve arkadaşlarının yaptığı araştırmada hafif geopolimerler oluşturmak için genleştirilmiş polistiren ve genleştirilmiş perlitin hafif agregalar olarak kullanılması incelenmiştir. Geopolimerlerin performansını ölçmek için fiziksel, mekanik ve termal testler kullanılmıştır. Güçlendirme olarak polipropilen lifler kullanıldığında uzun vadeli dayanıklılığı değerlendirmek için tekrarlanan ıslak-kuru ve donma-çözülme döngülerinin yanı sıra emicilik testleri kullanılmıştır. Bulgular, geopolimer harçlarına hafif agregaların ilavesinin numunelerin eğilme ve basınç dayanımlarını sırasıyla %35 ve %77 oranında azalttığını göstermiştir. Bununla birlikte, düşük yoğunluklu agregaların eklenmesi yoğunluğu ve termal iletkenliği önemli ölçüde artırmıştır. Lif takviyesi sonucunda hafif numunelerin eğilme dayanımı %65 oranında artarken, yoğunluk ve basınç dayanımları etkilenmemiştir. Hem agregaların hem de liflerin ilavesi ile birlikte donma-çözülme ve emicilik testlerinin sonuçlarını da iyileştirmiştir. Yoğunluğu 1,0 ile 1,6 g/cm^3 arasında, basınç dayanımı 10 ile 33 MPa arasında, eğilme dayanımı 1,8 ile 6,3 MPa arasında, ısı iletkenliği 0,29 ile 0,42 W/mK arasında ve emiciliği 0,031 ile 0,056 $\text{mm}/\text{sorptivite}$ arasında olan hafif geopolimer kompozitler hazırlanmıştır (Kioupis et al., 2022).

Karakaya'nın çalışmasında, günümüzde çevresel etkileri azaltmaya yönelik olarak atık malzemelerin geri dönüştürülmesi ve yapı malzemelerinde kullanımına ilişkin geliştirilen yeni yöntemler çerçevesinde, önemli bir çevre sorunu teşkil eden ve hâlihazırda kullanım alanı sınırlı olan atık vermikülit madeninin beton üretiminde ince agrega yerine değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda, atık vermikülit içeren beton örneklerinin kimyasal ve mineralojik bileşimleri SEM-EDS, FTIR ve XRD analiz yöntemleriyle detaylı biçimde incelenmiş; elde edilen veriler, betonun basınç

dayanımı ile ilişkilendirilmiştir. Çalışmada elde edilen bulgulara göre, yüksek oranlarda atık vermikülit kullanımının betonun basınç dayanımını azalttığı, ayrıca betonun kimyasal yapısında bağlı fonksiyonel O-H gruplarının varlığının tespit edilmesi, karışımın daha fazla suya ihtiyaç duyduğunu göstermektedir. Bununla birlikte, basınç dayanımının kritik olmadığı yapısal bölgelerde, az miktarda atık vermikülit içeren betonların kullanılabilir olduğu sonucuna varılmıştır (KARAKAYA HARMANCI & KALEM, 2022).

Ekinci'nin yaptığı bir çalışmada alkali aktivatörün ve hammadde özelliklerinin geopolimer hamurların basınç dayanımı özelliklerine etkisi incelenmiştir. Geopolimer hamur numuneleri yüksek fırın cürufu (BFS) ve F sınıfı uçucu kül (FA) ham maddesi kullanılarak yapılmıştır. Aktivasyon, hammaddelerin çeşitli oranlarda (100U, 80U-20Y, 60U-40Y, 40U-60Y, 20U-80Y ve 100Y) ikame edilmesiyle, Na_2SiO_3 ve NaOH (8, 10, 12 ve 14 M) kullanılarak sağlanmıştır. Test gününe kadar her numune bir laboratuvar ortamında kürlenmiştir. Yedinci ve yirmi sekizinci günlerde yapılan 180 geopolimer pasta numunesi basınç dayanımı açısından test edilmiştir. Bulgular, kullanılan hammadde ve alkali aktivatör özelliklerindeki değişikliklerin basınç dayanımı değerlerinde önemli bir değişikliğe yol açtığını göstermiştir. YFC ikame oranı arttıkça basınç dayanımı değerlerinde önemli artışlar kaydedildi. Ayrıca, F sınıfı FA ile yapılan geopolimer örneklerinin laboratuvar ortamında yüksek mukavemet özelliklerine sahip olabilmesi için termal olarak kürlenmesinin gerekli olduğu belirtilmiştir. Na_2SiO_3 ile aktive edilen tüm numuneler, kullanılan hammadde türüne bakılmaksızın, ilk yedi günde 28 günlük nihai mukavemetlerinin %85'inden fazlasını kazanmıştır. Bununla birlikte bağlayıcı içeriğinin, maksimum basınç dayanımına ulaşmak için kullanılacak ideal NaOH konsantrasyonunu etkilediği bulunmuştur (Ekinci & Türkmen, 2021).

Pimraksa ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada iki farklı yüksek gözenekli silis içeren diatomlu toprak ve pirinç kabuğu külü kullanılarak hafif geopolimerik malzemelerin sentezi incelenmiştir. Diatomlu toprağın inceliği ve kalsinasyon sıcaklığının, NaOH ve KOH konsantrasyonlarının, DE/RHA oranının; kürlenme sıcaklığının ve süresinin geopolimer macunların mekanik özellikleri ve mikro yapıları üzerindeki etkileri incelenmiştir. DE'nin inceliğinin ve başlangıç $\text{Na}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$ oranının artması, geopolimer macununun basınç dayanımında artışa neden olmuştur. Aktivatör olarak kullanılan 10 M NaOH ile aktive edilen geopolimer macunlar, 10 M KOH kullananlara göre daha yüksek basınç dayanımı vermiştir. Kürlenme sıcaklığının ve süresinin de geopolimerlerin özelliklerini etkilediği sonucuna varılmıştır (Pimraksa et al., 2011).

Puertas ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, yüksek fırın cürufu/uçucu macunları kül farklı oranlarda (100/0, 70/30, 50/50, 30/70 ve 0/100) ve farklı kürlenme sıcaklıklarında (25°C ve 65°C) 10 M'lık NaOH çözeltileriyle aktivasyonu incelenmiştir. Reaksiyonun 28. gününde, 10 M NaOH ile aktive edilen ve 25°C'de kürlenene %50 uçucu kül/%50 cüruf karışımı, yaklaşık 50 MPa'lık basınç dayanım değeri ölçülmüştür (Puertas et al., 2000).

Cao ve arkadaşları, ortam koşullarında kürlenene ve uçucu kül ihtiva eden geopolimer betona ilave bir Ca ve Al kaynağı olan kalsiyum alüminat çimentosunun eklenmesiyle oluşan betonun mekanik

performansını araştırmayı amaçlamışlardır. Optimum karışım oranları elde edebilmek için 3 değişik oranda kalsiyum alüminat çimentosu (%5,10,20), konsantrasyonları 10,12 ve 14 M olacak şekilde hazırlanan NaOH ve alkali aktivatör/bağlayıcı oranı (%35, 40 ve 45) olarak belirlenen karışımlar hazırlanmıştır. Sonuçlar, kalsiyum alüminat çimentosunun değişim oranının mukavemet gelişiminde önemli bir rol oynadığını, alkali aktivatör/bağlayıcı oranının ise harçların işlenebilirliği üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu göstermektedir. En iyi basınç dayanımının %10 kalsiyum alüminat çimentosunun eklenmesi, aktivatör/bağlayıcı oranının %35 olarak seçilmesi ve 14 M'lık NaOH çözeltisi ile hazırlanan karışımla elde edildiği sonucuna varmışlardır. En iyi basınç değeri 28 günün sonunda 56,8 MPa olarak belirlenmiştir (Cao et al., 2018).

Toniolo ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada alümina kaynağı olarak kırmızı çamur, silika kaynağı olarak atık cam seçilmiş ve sodyum silikat ile aktive edilmiştir. Çalışmanın sonucunda 4 M'lık NaOH ile üretilen geopolimerlerin basınç dayanımı 15 MPa iken 6 M'lık çözeltilerde bu değerin 30-45 MPa aralığında basınç değerleri kaydedilmiştir (Toniolo et al., 2018).

Haq ve arkadaşları, termal yalıtım tuğlası üretmek amacıyla çalışmada kömür yakıtlı elektrik santrallerinden çıkan dip külü hammadde olarak kullanılmıştır. Farklı oranlarda kullanılan dip külü 14 M sodyum hidroksit çözeltisi ile aktifleştirildikten sonra ağırlıkça %25-55 oranında sodyum silikat köpük oluşturuşu ajan olarak kullanılmıştır. Üretilen numunelerin termal iletkenlikleri 0.075-0,091 W/mK arasında değişkenlik gösterirken, basınç dayanımları 3-6,23 MPa aralığında ölçülmüştür. Bu şekilde elde edilen ve köpük benzeri bir yapıya sahip gözenekli köpükler filtre, ısı yalıtkanı, hafif yapısal laminat, difüz havalandırıcı, toz toplayıcı, akustik emici vb. olarak kullanılabilir şekilde tespit edilmiştir (Haq et al., 2015).

Leong ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada, Sarawak, Borneo'dan temin edilen uçucu kül, bu araştırmada alkali hidroksitler (yani NaOH, KOH veya $\text{Ca}(\text{OH})_2$) ve sodyum silikat (yani endüstriyel veya ticari sınıf Na_2SiO_3) kombinasyonu ile alkali olarak aktive edilmiştir. Farklı alkali aktivatör/uçucu kül ve ($\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$, $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{KOH}$ veya $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{Ca}(\text{OH})_2$) nedeniyle geopolimerin basınç dayanımına kapsamlı bir genel bakış incelenmiştir. Sonuçlar, Sarawak uçucu külü kullanılarak yapılan geopolimerin, işlenebilirlik ve basınç dayanımı gereksinimlerine bağlı olarak potansiyel bir inşaat malzemesi olabileceğini göstermektedir. Bu araştırmanın temel çalışması, oksit molar oranlarına bağlı olarak basınç dayanımındaki değişimlerin incelenmesidir. Sonuçlar, daha yüksek oksit molar oranlarının mutlaka daha yüksek basınç dayanımlarına yol açmadığını ortaya koymuştur. $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}$, $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ ve $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{O}$ ağırlık oranlarının NaOH ve KOH bazlı geopolimerin basınç dayanımı üzerinde farklı etkileri olmuştur. Ticari sınıf Na_2SiO_3 kullanılarak NaOH ve KOH bazlı geopolimerde $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ ve $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}$ 'nun azaltılması mukavemet kapasitesini yoğun bir şekilde artırmıştır. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ bazlı geopolimerdeki $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ ve $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}$ oranları en yüksek olmasına rağmen, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ bazlı geopolimerin basınç dayanımı ve işlenebilirliği NaOH ve KOH bazlı geopolimerlere kıyasla en zayıf olanlardır. Na_2O , hem NaOH hem de KOH bazlı geopolimerde K_2O 'dan ziyade mukavemet gelişimi için gerekli olan ana alkali oksit olarak öngörülmüştür. Bununla birlikte KOH bazlı

geopolimerdeki K_2O karışımındaki Na_2O düşük olduğunda mukavemet gelişimi gösterebileceği öngörülmüştür (Leong et al., 2016).

Tippayasam ve arkadaşları çalışmalarında Al ve Si kaynağı olarak kalsine edilmiş metakaoleni ve aktivatör olarakta belirli konsantrasyonlarda ve oranlarda hazırlanmış KOH ve K_2SiO_3 çözeltileri kullanmışlardır. Hazırlanan numuneler 40 °C 24 saat boyunca kürlendikten sonra 28 gün boyunca ortam sıcaklığında bekletilmiş ve bu süre sonunda basınç dayanımı 30.3 MPa olarak ölçülmüştür. Bununla birlikte numuneler 50 °C ile 1000 °C arasında değişik yüksek sıcaklık değerlerine maruz bırakılmış ve 550 °C 'de basınç dayanımı 34,75 MPa kadar ulaştığı görülmüştür. Mikroyapısal çalışmalar, yüksek ısıya maruz bırakılan örneklerin, yüksek ısıya maruz bırakılmayan örneklerle göre daha dayanıklı geopolimer matris yapıları olduğu gözlemlenmiştir (Tippayasam et al., 2016).

Pehlivan (2023) tarafından gerçekleştirilen çalışmada, çeşitli kürlenme koşulları altında nano silika (NS) ilavesiyle güçlendirilmiş, alkali ile aktive edilmiş trakitik tuf (TT) esaslı geopolimer harçların dayanıklılık özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmada, harçları aktive etmek amacıyla kalsiyum hidroksit ($Ca(OH)_2$) ve sodyum karbonat (Na_2CO_3) içeren, literatürde nadiren karşılaşılan bir alkali aktivatör sistemi kullanılmıştır. Kullanılan trakitik tuf, alüminosilikat açısından zengin bir volkanik malzeme olmasına rağmen, endüstriyel atıklara kıyasla daha düşük bir alkali aktivasyon potansiyeline sahiptir. Geopolimer harçlar, 80°C'de 96 saat boyunca kontrollü bir ortamda kürlenmiştir. Çalışmada, sülfat ve asit kaynaklı kimyasal saldırıların yapı malzemelerinin uzun ömürlülüğü üzerindeki etkileri göz önünde bulundurularak, geopolimer harçların mekanik dayanım özellikleri 360 günlük bir süre boyunca %5 sodyum sülfat (Na_2SO_4), magnezyum sülfat ($MgSO_4$) ve hidroklorik asit (HCl) çözeltilerinde test edilmiştir. Elde edilen bulgulara göre, %1.0 oranında nano silika içeren numuneler en yüksek performansı göstermiştir. Bu örneklerde pH seviyeleri Na_2SO_4 , $MgSO_4$ ve HCl ortamlarında sırasıyla 13.2–11.8, 11.6–8.5 ve 3.5–2.6 arasında değişirken; eğilme dayanımı 12.25 MPa, 11.50 MPa ve 7.41 MPa; basınç dayanımı ise 66.12 MPa, 50.63 MPa ve 40.82 MPa olarak ölçülmüştür.(Pehlivan, 2023).

Jun ve Oh (2014) tarafından gerçekleştirilen çalışmada, farklı kaynaklardan elde edilen altı farklı uçucu kül örneği, 5 M derişimindeki sodyum hidroksit çözeltisi ile alkali aktivasyona tabi tutulmuş ve 60°C'de 24 saat süreyle kürlenme işlemi uygulanmıştır. Hazırlanan numunelerin 7 ve 28 gün süreyle kürlenmelerinin ardından basınç dayanımları ölçülmüştür. Özellikle 28 gün kürlenmiş örnekler üzerinde X-ışını difraksiyonu (XRD) ile taramalı elektron mikroskobu/enerji dağılımlı spektroskopi (SEM/EDS) analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen verilere göre, 28 gün sonunda ölçülen maksimum basınç dayanımı 9.93 MPa olarak kaydedilmiştir. XRD analiz sonuçları, amorf yapının yanı sıra kuvars, müllit ve hematit gibi kristalin fazların da oluştuğunu ortaya koymuştur. SEM analizlerinde ise morfolojik yapının heterojen olduğu, bazı uçucu kül partiküllerinin tepkimeye girmediği ve gözenekli bir dokuya sahip olduğu belirlenmiştir(Jun & Oh, 2014).

Sonuç olarak, geopolimer malzemeler üzerine yapılan çalışmalar, bu malzemelerin çevre dostu özellikleri ve üstün mekanik performansları nedeniyle inşaat sektöründe geleneksel malzemelere alternatif olarak değerlendirilebileceğini göstermektedir. Ancak, farklı hammadde ve üretim yöntemlerinin geopolimerlerin özellikleri üzerindeki etkilerinin daha kapsamlı araştırılması gerekmektedir.





3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Hammadde

3.1.1. Vermikülit Atığı

Geopolimer üretiminde kullanılan harç karışımlarının alkali aktivasyonu amacıyla, Sivas Organik Madencilik firmasından temin edilen mikronize vermikülit atığı kullanılmıştır. Deneysel çalışmalarda kullanılan vermikülit atığı, tane boyutu açısından 250 µm elek altı ile 100 µm elek üstü fraksiyonları arasında sınıflandırılmıştır. Bu partikül boyutu aralığı, hem reaktif yüzey alanını artırmak hem de karışımın homojenliğini sağlamak amacıyla tercih edilmiştir.



Şekil 3.1. Vermikülit atığı

3.1.2. Su

Çalışmada, karışım suyu olarak Mersin Üniversitesi'nden temin edilen şebeke suyu kullanılmıştır. Kullanılan su, karışımların hazırlanmasında ve numunelerin kütleme süreci boyunca gerekli şartların sağlanmasında tercih edilmiştir.

3.1.3. Aktivatörler

Yapılan çalışmada alkali aktivasyonun sağlanabilmesi amacıyla sodyum hidroksit (NaOH), potasyum hidroksit (KOH), kalsiyum hidroksit $[Ca(OH)_2]$ ve sodyum silikat (Na_2SiO_3) kimyasalları kullanılmıştır. Bu bileşenler, geopolimer harçların alkali aktivasyon sürecini başlatmak, reaktif ortamı stabilize etmek ve bağlayıcı faz oluşumunu teşvik etmek amacıyla seçilmiştir. Ayrıca, her bir aktivatörün geopolimer harçların kimyasal ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisini incelemek amacıyla ayrı karışımlar hazırlanmış ve karşılaştırmalı değerlendirmeler yapılmıştır.

3.2. Numunelerin Hazırlanması

Yürütülen deneysel çalışmalarda, mikronize vermikülit atığı dört farklı alkali aktivatör ile aktive edilerek, 75°C’de 24 saat süresince ısıl kür işlemine tabi tutulmuş ve bu sayede geopolimer harçların üretimi gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan harç karışımları, 32×32 mm boyutlarında silindirik kalıplara dökülmüştür. NaOH ve KOH içeren aktivatör çözeltileri için su/bağlayıcı oranı 0,33 olarak belirlenmiş ve bu çözeltiler sırasıyla 10 M, 12 M ve 14 M derişimlerinde hazırlanmıştır. Söz konusu aktivatörlerin su ile tepkimeye girerek ekzotermik reaksiyon oluşturmaları nedeniyle, çözeltiler önceden hazırlanmış ve oda sıcaklığına gelmeleri beklenmiştir. Harç karışımı hazırlanırken, mikronize vermikülit atığının üzerine her bir aktivatör çözeltisi yavaş yavaş ve ayrı ayrı eklenmiştir. Homojen bir karışım elde edebilmek amacıyla, karışımlar mekanik karıştırıcıda sırasıyla 120 saniye düşük devirde, ardından 60 saniye orta ve yüksek devirde karıştırılmıştır. Elde edilen taze harçlar, su kaybını önlemek amacıyla streç film ile sarılmış ve ardından etüvde 75°C sıcaklıkta 24 saat boyunca kürlenmiştir. Isıl kür işlemi sonrasında numuneler oda sıcaklığında 7, 15, 28 ve 45 gün süreyle bekletilerek yaşlandırılmış ve ileri testler için hazırlanmıştır.

Aktivatör olarak kalsiyum hidroksit $[Ca(OH)_2]$ kullanılan numunelerde, $Ca(OH)_2$ miktarı bağlayıcı miktarının %10’u oranında belirlenmiş ve doğrudan bağlayıcıya ilave edilerek karıştırma işlemine başlanmıştır. Bu kapsamda, öncelikle mikronize vermikülit atığı ile $Ca(OH)_2$ kuru halde birleştirilmiş ve 5 dakika süreyle kuru karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Harç karışımı hazırlanırken, mikronize vermikülit atığının üzerine her bir aktivatör çözeltisi yavaş yavaş ve ayrı ayrı eklenmiştir.

Hazırlanan karışımlar, homojen bir yapının elde edilmesi amacıyla mekanik karıştırıcıda 120 saniye boyunca düşük devirde, ardından 60 saniye boyunca orta ve yüksek devirde karıştırılmıştır. Elde edilen taze harçlar, su kaybını önlemek amacıyla streç filmle sarılmış ve 75°C sıcaklıktaki etüvde 24 saat süreyle ısıl kür işlemine tabi tutulmuştur. Kürleme işleminin tamamlanmasının ardından, numuneler oda sıcaklığında 7, 15, 28 ve 45 gün süreyle bekletilmiş ve sonraki analizler için uygun koşullarda saklanmıştır.



Şekil 3.2. Numunelerin etüvden önce (a), Numunelerin etüvden sonraki görüntüleri (b)

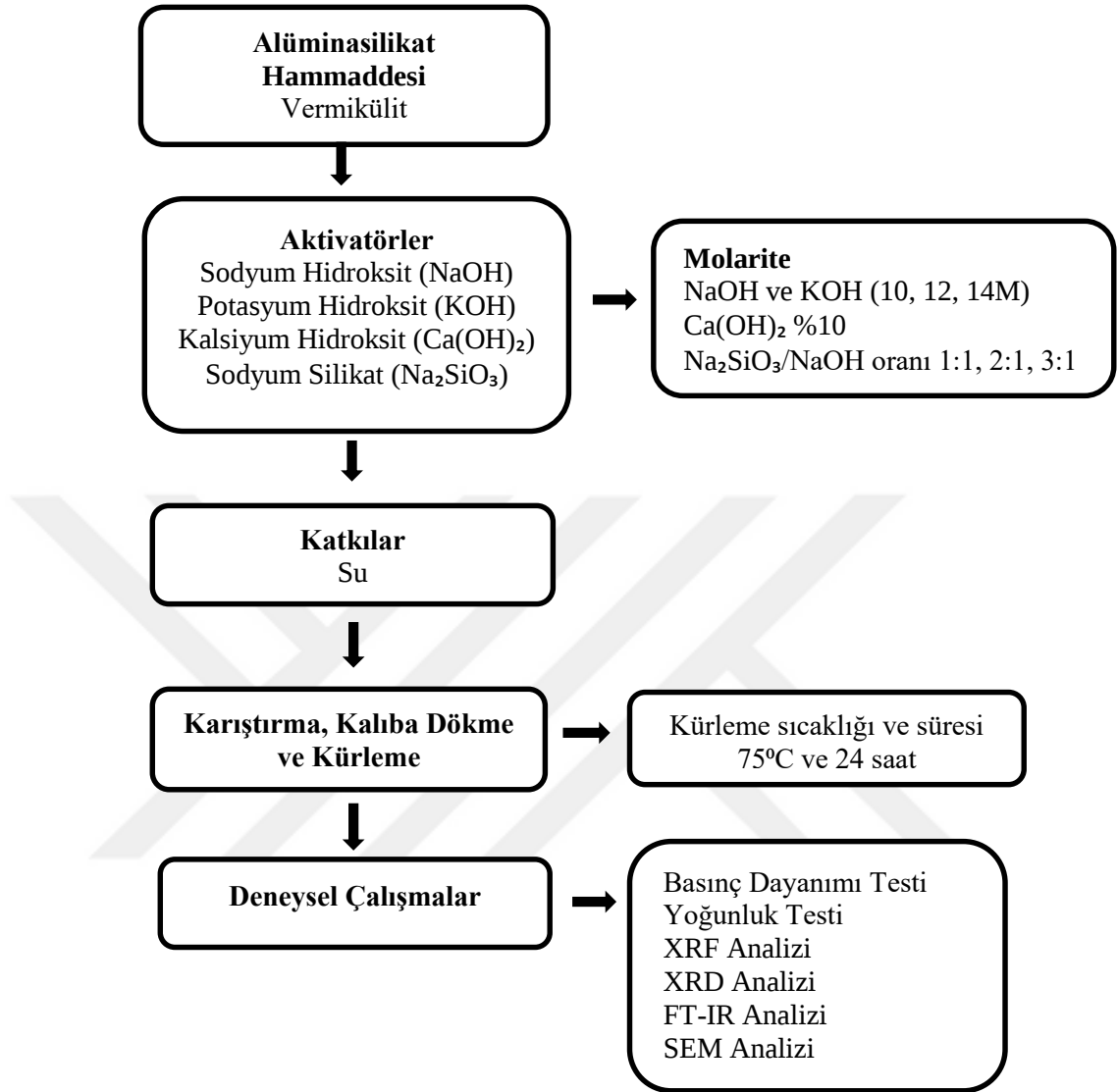
Aktivatör olarak sodyum hidroksit (NaOH) ve sodyum silikat (Na_2SiO_3) bileşiminin birlikte kullanıldığı karışımlarda, aktivatör oranları $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$ olacak şekilde 1:1, 2:1 ve 3:1 oranlarında belirlenmiştir. Bu karışımların hazırlanmasında da daha önce açıklanan karıştırma, kalıplama, kütleme ve yaşlandırma prosedürü aynen uygulanmıştır.

Çalışmada üretilen numuneler, içerdikleri aktivatör türüne ve karışım parametrelerine göre sistematik şekilde kodlanmıştır. NaOH ve KOH içeren numuneler, molarite değerlerine göre; $\text{Ca}(\text{OH})_2$ içeren numuneler, farklı su oranlarına göre; $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$ içeren numuneler ise sodyum silikat oranlarındaki değişim esas alınarak adlandırılmıştır. Bu kapsamda kullanılan numune kodları ve ilgili karışım reçeteleri Tablo 3.1’de sunulmaktadır.

Tablo 3.1. Numune kodları ve bileşimleri

Numune kodu	Vermikülit Atığı	Su	NaOH	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	Na_2SO_3	KOH
N-10	600	200	80	-	-	-
N-12	600	200	96	-	-	-
N-14	600	200	112	-	-	-
CS-23	600	237,5	-	60	-	-
CS-19	600	198	-	60	-	-
CS-15	600	158,5	-	60	-	-
1NN	600	208	100	-	100	-
2NN	600	135	65	-	130	-
3NN	600	105	50	-	150	-
K-10	600	200	-	-	-	112,22
K-12	600	200	-	-	-	134,7
K-14	600	200	-	-	-	157,11

3.3. Deneyel Çalışmalar



Şekil 3.3. Akım şeması

3.3.1. Basınç Dayanımı Testi

Geopolimer numunelerin mekanik performanslarının değerlendirilmesi amacıyla basınç dayanımı testleri uygulanmıştır. Bu testler, TS EN 1015-11 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiş olup, hazırlanan silindirik numunelerin basma dayanımları Şekil 3.4.'te gösterilen UTEST marka basma dayanım cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Yükleme işlemi, standartta belirtildiği şekilde 500 N/sn hızında uygulanmış ve elde edilen veriler dijital ortamda kaydedilmiştir.



Şekil 3.4. Basınç dayanımı cihazı

3.3.2.Vermikülit Atığının Elementel (XRF) Analiz Sonucu

Üretilen geopolimerlerin son ürün özelliklerinin belirlenmesinde, kullanılan hammadde ve kimyasalların mineralojik ve kimyasal özellikleri büyük önem taşımaktadır. Reaksiyonun başlangıcında sisteme giren bu bileşenlerin özelliklerinin detaylı biçimde bilinmesi, istenen performansa sahip geopolimer malzemelerin üretilmesini mümkün kılmaktadır. Bu amaç doğrultusunda gerçekleştirilen X-ışını floresans spektroskopisi (XRF) analizi, kullanılan hammaddelerin elementel ve kimyasal bileşimlerinin belirlenmesinde etkin bir yöntem olarak tercih edilmiştir.

Bu kapsamda, çalışmada kullanılan mikronize vermikülit atığının elementel analizleri, Şekil 3.5.'te gösterilen Mersin Üniversitesi İleri Teknoloji Eğitim, Araştırma ve Uygulama Merkezi laboratuvarlarında bulunan Rigaku ZSX Primus II model XRF cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen analiz sonuçları, geopolimer karışımlarının tasarımı açısından yol gösterici nitelikte olup Tablo 3.2'de ayrıntılı şekilde sunulmuştur.



Şekil 3.5. XRF cihazı

Tablo 3.2. Vermikülit atığına ait XRF analizi sonuçları

(%Ağırlıkça)	Vermikülit Atığı (-250+100 μ m)
SiO ₂	29,929
CaO	25,425
Fe ₂ O ₃	11,635
Al ₂ O ₃	9,846
MgO	4,553
K ₂ O	2,812
TiO ₂	2,025
P ₂ O ₅	1,275
Na ₂ O	0,5
Diğer	0,97
A.Z.	11,03

3.3.3.Yoğunluk Testi

Üretilen geopolimer numunelerin yoğunluk tayini, Mersin Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Proses Laboratuvarı'nda gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda, numunelerin hacimleri 0,01 mm hassasiyetine sahip elektronik kumpas ile kütleleri ise 0,0001 g hassasiyetli analitik terazi kullanılarak ölçülmüştür. Elde edilen değerler yardımıyla numunelerin yoğunlukları hesaplanmıştır.



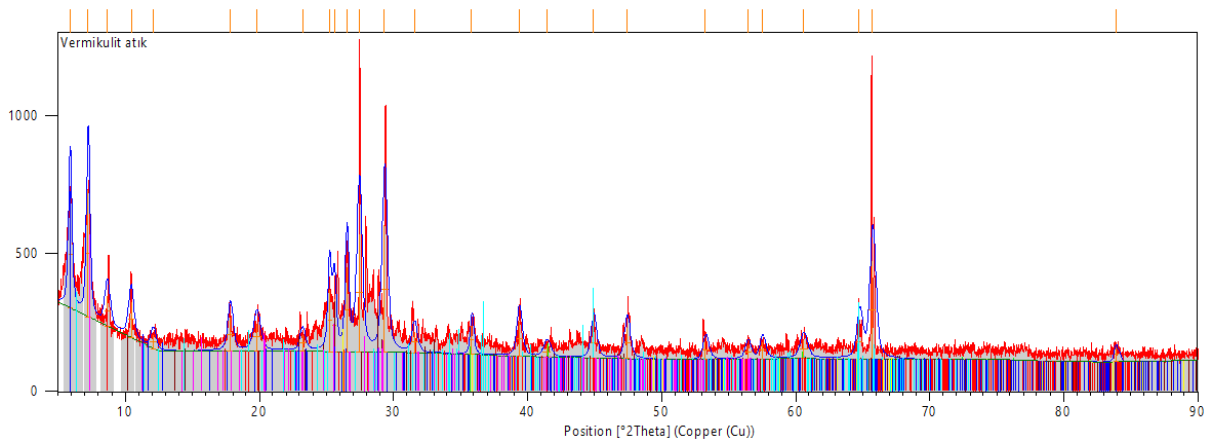
Şekil 3.6. Kumpas ve Hassas terazi

3.3.4. X-Işını Difraksiyon Analizi (XRD)

Üretilen geopolimer numunelerin yapı içerisinde mineralojik oluşumlarını belirlemek, kristal ve amorf fazları tespit edebilmek için X-ışını difraksiyon analizi ile faz analizleri yapılmıştır. Mersin Üniversitesi İleri Teknoloji Eğitim Araştırma ve Uygulama Merkezinde bulunan Rigaku marka SmartLab model XRD cihazında tarama açısı $2\theta = 5^\circ - 90^\circ$ aralığında ve $2^\circ/\text{dk}$ çekim hızında olacak şekilde faz analizleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.7. XRD Cihazı



Şekil 3.8. Vermikülit atığına ait XRD patern çekimi

3.3.5. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) Analizi

Mikronize vermikülit atığı esaslı geopolimer numunelerin kimyasal bağ yapılarının belirlenmesi amacıyla Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) kullanılmıştır. Kızılötesi (IR) spektroskopisi, analiz edilen malzemenin üzerine yönlendirilen kızılötesi ışınların madde tarafından absorbe edilmesine dayanır. Bu teknik, moleküllerdeki bağların titreşim ve dönme hareketlerini uyarak absorpsiyon oluşturur ve böylece her malzeme için karakteristik bir moleküler parmak izi ortaya çıkarır. Elde edilen spektrumlar, numunelerin yapısal bileşenlerinin tespitinde ve geopolimerizasyon süreci boyunca oluşan fonksiyonel grupların tanımlanmasında kullanılmıştır. Ayrıca, FTIR analizi aracılığıyla kovalent bağlara ilişkin veriler de yorumlanabilmektedir.

Bu kapsamda, üretilen geopolimer numunelerin FTIR analizleri, Mersin Üniversitesi İleri Teknoloji Eğitim, Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde bulunan PerkinElmer/MID marka Spectrum Two/UATR model cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçümler, $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ spektral aralığında, elmas ATR (Attenuated Total Reflectance) kristali ve absorpsiyon spektroskopisi yöntemi ile uygulanmıştır.



Şekil 3.9. FT-IR Cihazı

3.3.6. SEM Mikroyapı Analizi

SEM, malzemelerin yüzey özelliklerini incelemek amacıyla yaygın olarak uygulanan son derece gelişmiş ve çok amaçlı bir teknolojidir. SEM'de bir numuneye yüksek enerjili elektron gönderilir ve saçılan elektronlar/X-ışınları incelenir. Bu dağılmış elektronlar/X-ışınları bir malzemenin topografyası, morfolojisi, bileşimi, tane yönelimi, kristalografik detayları vb. hakkında veri sağlar (Akhtar et al., 2018) (Goldstein, 2012). SEM uygulanırken, yüzeyin aşırı şarj olmasını engellemek için numuneler elektriksel olarak iletken hale olmalıdır. Bu fazla yüklenme, fazla parlak çıktılara ve daha düşük kaliteli görüntülere yol açabilir. Bu durum karşısında, polimerler gibi yalıtkan malzemeler sıklıkla püskürtme yoluyla

metalle kaplanır, örneğin ince bir karbon tabakası (Alyamani & Lemine, 2012) veya altın ve platin (Akhtar et al., 2018; McMahon, 2008), elektronları etkili bir şekilde yansıtır ve elektronlar için iletken bir yüzey oluşturur.

Üretilen geopolimer numuneler, iletkenlik özelliği göstermediğinden dolayı mikroyapı analizlerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilebilmesi amacıyla, analiz öncesinde numuneler iki kez platin-paladyum (Pt-Pd) alaşımı ile kaplanmıştır. Bu kaplama işlemi, yüzeyin iletkenliğini artırarak elektron demeti altında daha net ve detaylı görüntülerin elde edilmesini sağlamıştır.

Mikroyapı görüntülemeleri, Mersin Üniversitesi İleri Teknoloji Eğitim, Araştırma ve Uygulama Merkezi bünyesinde bulunan Zeiss marka Supra 55 model taramalı elektron mikroskobu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. SEM analizleri ile numunelerin morfolojik yapısı, gözeneklilik durumu, reaksiyona girmemiş partiküllerin varlığı ve matriksin homojenliği gibi mikroyapısal özellikler detaylı biçimde değerlendirilmiştir.



Şekil 3.10. SEM Cihazı



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Yoğunluk Testi Sonuçları

Numunelere ait yoğunluk test sonuçları Tablo 4.1’de sunulmaktadır. Yapılan testler doğrultusunda, sodyum hidroksit (NaOH) aktivatörü kullanılarak üretilen geopolimer numunelerin yoğunluk değerleri yaklaşık 1,50 g/cm³ olarak ölçülmüştür. Kalsiyum hidroksit [Ca(OH)₂] aktivatörü ile üretilen numunelerde ise yoğunluk değerlerinin 1,42–1,52 g/cm³ aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Sodyum hidroksit ve sodyum silikat (Na₂SiO₃) aktivatörlerinin birlikte kullanıldığı karışımlardan elde edilen numunelerde ise daha yüksek yoğunluk değerleri gözlemlenmiş; bu numunelerin yoğunluğu 1,67–1,81 g/cm³ aralığında ölçülmüştür. Bu farklılıklar, kullanılan aktivatör bileşiminin geopolimer matrisin içyapısı ve gözenekliliği üzerindeki etkisine işaret etmektedir.

Tablo 4.1. Numunelerin yoğunluk testi sonuçları

Numunelerin Adları	Çap (cm)	Boy (cm)	Ağırlık (g)	Yoğunluk (g/cm ³)
N-10	3,4823	3,1260	45,4919	1,5288
N-12	3,4975	3,2420	44,3944	1,4260
N-14	3,5045	3,1150	45,8007	1,5251
CS-15	3,2990	3,3750	43,5960	1,5120
CS-19	3,3538	3,2900	42,7131	1,4704
CS-23	3,3133	3,2240	40,7852	1,4680
1NN	3,5233	3,0500	49,7988	1,6756
2NN	3,4128	3,1450	50,6164	1,7603
3NN	3,3518	3,1400	50,3666	1,8189
K-10	-	-	-	-
K-12	-	-	-	-
K-14	-	-	-	-

4.2. Basma Mukavemeti Testi Sonuçları

Tablo 4.2’de geopolimerlerin 7, 14, 28 ve 45 günlük basma mukavemeti sonuçları gösterilmiştir. Sodyum hidroksit aktivatörü ile üretilen numunelerin basma mukavemet değerleri 7 günlük de 1 MPa civarındayken, 28 günlük değerlerde 2 katına ulaşmıştır. Kalsiyum hidroksit aktivatörü ile üretilen numunelerde 7 günlük basma mukavemet değerleri 2,5 ile 1,5 MPa aralığında değişmekte iken 14 günlük değerleri benzer şekilde ölçülmüştür. Sodyum silikat ve sodyum hidroksit aktivatörü kullanılarak üretilen numunelerin basma mukavemet değerleri 7 günlük de 3,2 ile 4,6 MPa aralığında iken 14 günlük değerleri 4,2 ile 5,8 MPa aralığında ölçülmüştür.

Sadece NaOH ile aktive edilen sistemler (N-serisi; N-10, N-12, N-14) incelendiğinde, basma mukavemetinin zamanla kademeli olarak arttığı ve 45. gün itibarıyla maksimum ~2,6 MPa düzeyine ulaştığı görülmektedir. Bu seride, NaOH içeriği azaldıkça (N-14 → N-12 → N-10), daha güçlü bir alkali ortam oluşmakta olduğu ve bu ortam aluminosilikat fazların çözünmesini kolaylaştırarak geopolimerleşmeyi hızlandırdığı düşünülmektedir.

Tablo 4.2. Numunelerin basma dayanımı sonuçları

Numune Kodları	7 Günlük (MPa)	14 Günlük (MPa)	28 Günlük (MPa)	45 Günlük (MPa)
N-10	1,22	1,81	2,09	2,60
N-12	0,85	0,93	1,42	1,33
N-14	0,61	0,67	1,22	1,31
CS-15	2,47	2,31	1,90	2,21
CS-19	1,56	1,61	1,50	1,40
CS-23	1,63	1,51	1,20	1,30
1NN	3,27	4,19	4,30	4,94
2NN	4,25	4,43	4,40	5,10
3NN	4,67	5,85	7,70	7,10
K-10	-	-	-	-
K-12	-	-	-	-
K-14	-	-	-	-

Sadece kalsiyum hidroksit ile aktive edilen sistemler (CS-serisi; CS-15, CS-19, CS-23), erken dönemde daha yüksek basma mukavemeti sergilemiş (örneğin CS-15 numunesi 7. günde 2,47 MPa'ya ulaşmıştır); ancak ilerleyen günlerde dayanımda plato eğilimi ya da azalma gözlemlenmiştir. Bu durum, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ile aktive edilen sistemlerde esas olarak C–S–H veya C–A–S–H jel oluşumunun gerçekleştiğini göstermektedir. Bu jel türleri, erken sertleşmeyi desteklese de, uzun vadeli mukavemet artışı sınırlı kalmaktadır. Ayrıca bu sistemlerde karbonatlaşma, mikro çatlak oluşumu gibi bozunma süreçleri daha erken devreye girmekte, bu da dayanım değerlerini olumsuz etkilemektedir.

NaOH ve sodyum silikat kombinasyonu ile aktive edilen sistemler (NN-serisi; 1NN, 2NN, 3NN) ise tüm gruplar arasında en yüksek ve en istikrarlı basma mukavemetini sergilemiştir. 3NN numunesi, 28. gün sonunda 7,7 MPa ile maksimum değere ulaşmıştır. Bu başarı, NaOH'in Al–Si çözünmesini hızlandırması ve sodyum silikatın çözünebilir silika sağlayarak polikondenzasyonu teşvik etmesi ile açıklanabilir. 3NN numunesinde NaOH miktarının azaltılıp Na_2SiO_3 oranının artırılması, Si/Al oranını dengeleyerek daha düzenli ve yoğun N–A–S–H jel ağlarının oluşmasına imkân tanımıştır. Bu durum, mikroyapıda daha yoğun matris yapısı, düşük porozite ve dolayısıyla yüksek mekanik performansla sonuçlanmıştır.

Genel olarak değerlendirildiğinde, yalnızca NaOH ile aktive edilen sistemler, geopolimerleşmenin başlaması için yeterli reaktivite sağlasa da, mekanik dayanım açısından sınırlı kalmıştır. Sadece $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ile aktive edilen sistemler, erken dönemde avantaj sağlarken, uzun vadede mikroyapı kararlılığının zayıflaması nedeniyle dayanım artışı sürdürülememiştir. NaOH ve sodyum

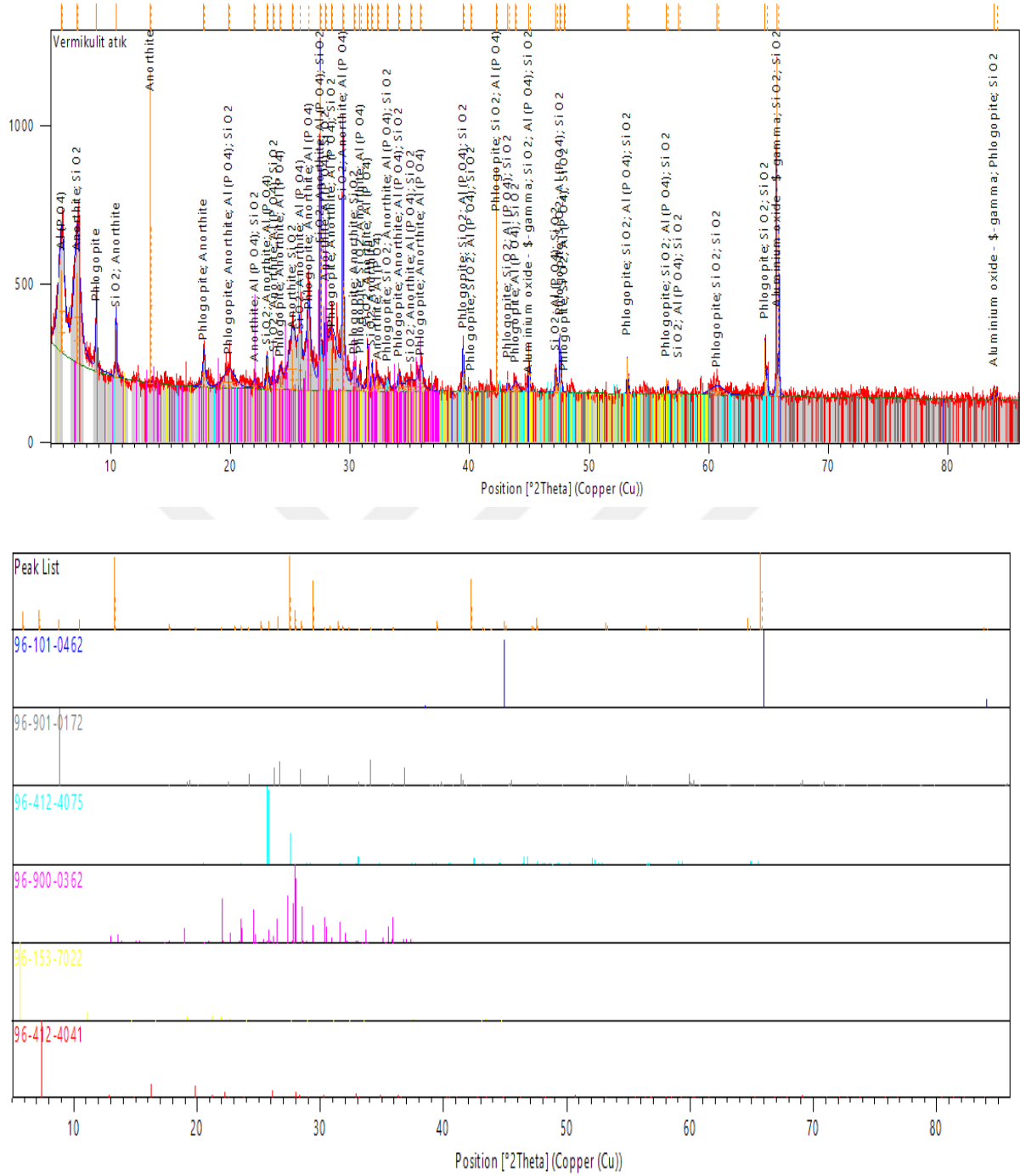
silikat kombinasyonu ise en başarılı aktivasyon sonucu olarak öne çıkmaktadır. Bu sistem, geopolimer ağ yapısının yoğun şekilde gelişmesini sağlamış, amorf jellerle birlikte muhtemel kristalin faz oluşumunu destekleyerek hem mikroyapısal bütünlük hem de mekanik mukavemet açısından daha iyi performans sergilemiştir.

Tablo 4.3. Hafif geopolimerler

Hammadde	Aktivatör	Mukavemet (MPa)	Üretilen Malzeme/Kullanım Alanları	Referanslar
Uçucu Kül Metakaolen	NaOH Sodyum Silikat Su	0.68-2.23	Köpük yalıtım	geopolimer/Termal Wu vd. 2018
Kil	NaOH Sodyum Silikat	1.57-2.97	Köpük yalıtımı	geopolimer/Isı Zaidi vd. 2017
Dip Külü	NaOH Sodyum Silikat	3.55	Isı yalıtım yalıtım tuğlası	malzemesi/Isı Haq vd.2015
Atık Metakaolen Cam ve Çelik Atıkları	NaOH Sodyum Silikat	1.1-2.0	Boşluklu uygulamaları	geopolimer/Bina Dembovska vd. 2017
Senagal Bafoundou tüfü	NaOH	4-20	Düşük sıcaklıklı uygulamaları	tuğla/Bina Diop vd. 2008

Tablo 4.3'te farklı hammaddeler ve aktivatör kombinasyonlarıyla üretilen hafif geopolimer malzemelerin mekanik dayanım aralıkları, potansiyel kullanım alanları ve ilgili literatür kaynakları özetlenmiştir. Mukavemet değerlerinin geniş bir aralıkta değiştiği ve hammaddenin türü ile aktivatör sisteminin nihai ürün performansı üzerinde belirleyici olduğu görülmektedir. Özellikle düşük yoğunluklu yapı elemanları ve yalıtım amaçlı ürünlerde geopolimer teknolojisinin çevre dostu ve alternatif çözümler sunduğu anlaşılmaktadır. Tez çalışmasında elde ettiğimiz sonuçlar geopolimer nuunelerin köpük geopolimer olarak kullanılabilirliği hakkında olumludur.

4.3. Geopolimer Numunelerin XRD Sonuçları



Şekil 4.1. Vermikülit atığının XRD görünümü

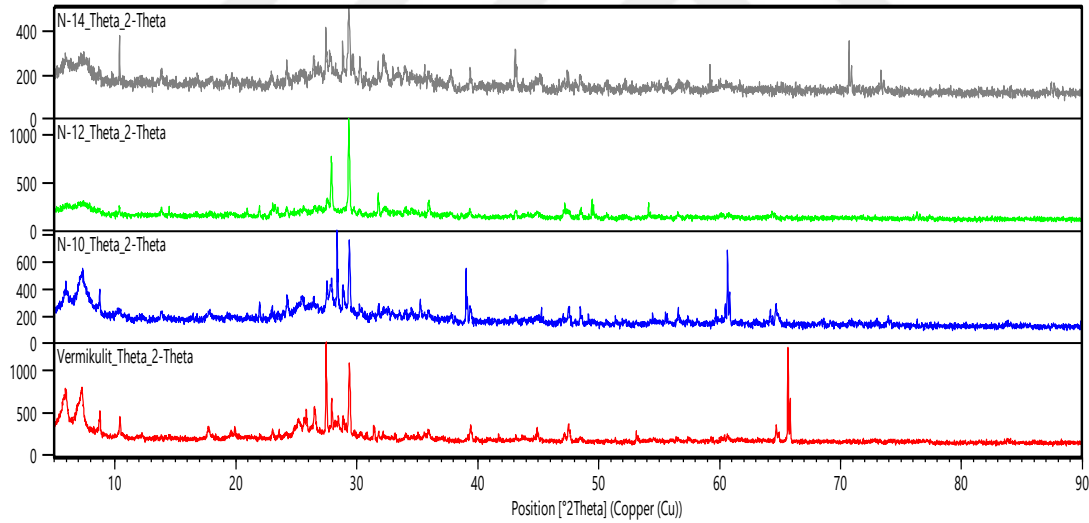
Vermikülit atığına ait X-ışını difraksiyon (XRD) analizi, X'Pert High Score Plus yazılımı kullanılarak ve Crystallography Open Database (COD) üzerinden temin edilen pdf kartları yardımıyla faz tayini amacıyla değerlendirilmiştir. Elde edilen XRD paterni Şekil 4.1'de sunulmaktadır.

Analiz sonuçlarına göre, vermikülit atığı içerisinde farklı kristal fazların bulunduğu tespit edilmiştir. Özellikle, 96-900-0172 referans koduna sahip flogopit (Phlogopite) mineralinin, vermikülit madeniyle birlikte doğal oluşumdan geldiği ve kırma–eleme işlemleri sırasında parçalanarak atık formuna geçtiği düşünülmektedir. Ayrıca, XRF analizleriyle uyumlu olarak, vermikülit atığı içerisinde potasyum oksit (K_2O), sodyum oksit (Na_2O), magnezyum oksit (MgO), demir oksit (Fe_2O_3) ve titanyum oksit (TiO_2) gibi oksitlerin varlığı, söz konusu mineral fazlardan kaynaklanmaktadır.

XRD analizinde $2\theta \approx 65^\circ$ civarında belirgin bir pik gösteren ve 90-101-0462 referans numarasıyla tanımlanan gama fazlı alümina ($Al_2O_3 - \gamma-Al_2O_3$), atık içerisinde düşük miktarda bulunan ancak oldukça reaktif bir faz olarak tespit edilmiştir. Silisyum dioksit (SiO_2) ise atık içinde hem monoklinik (96-412-4075) hem de hekzagonal (96-412-4041) kristal formlarda yer almaktadır.

Ayrıca, XRF sonuçlarında saptanan fosfor içeriği, 96-153-7022 referans kodlu alüminyum fosfat ($AlPO_4$) minerali ile uyum göstermektedir. Atığın kalsiyum kaynağı olarak ise 96-900-0362 referans numarasına sahip anortit (Anorthite) fazı belirlenmiştir.

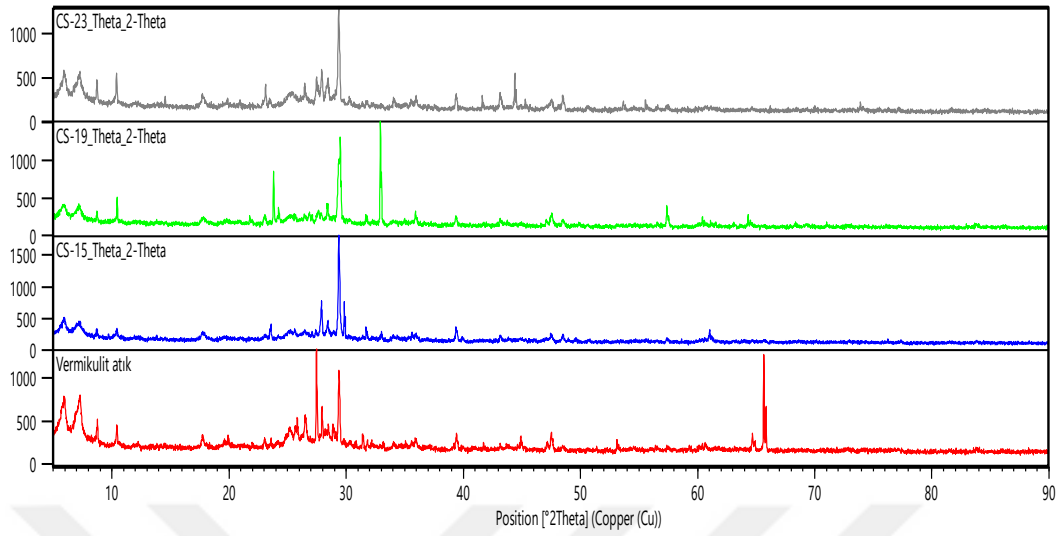
4.3.1. NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler



Şekil 4.2. NaOH aktivatörlü numunelerin XRD görünümüleri

Şekil 4.2.’de NaOH aktivatörü kullanılarak üretilen geopolimer numunelere ait XRD paternleri gösterilmektedir. Aşağıdan yukarıya sırasıyla vermikülit atığı, N10, N12 ve N14 kodlu numunelerin paternleri üst üste kıyaslamalı olarak verilmiştir. Paternlerden görüldüğü üzere vermikülit atığında bulunan gama alümina ve silisyum dioksit piklerinin kaybolduğu görülmektedir. Bu durum aktif gama alümina ve silisyum dioksit ile NaOH aktivatörünün reaksiyona girdiğini ve üç farklı molaritedeki karışımlarda geopolimerleşmenin gerçekleştiğini göstermektedir.

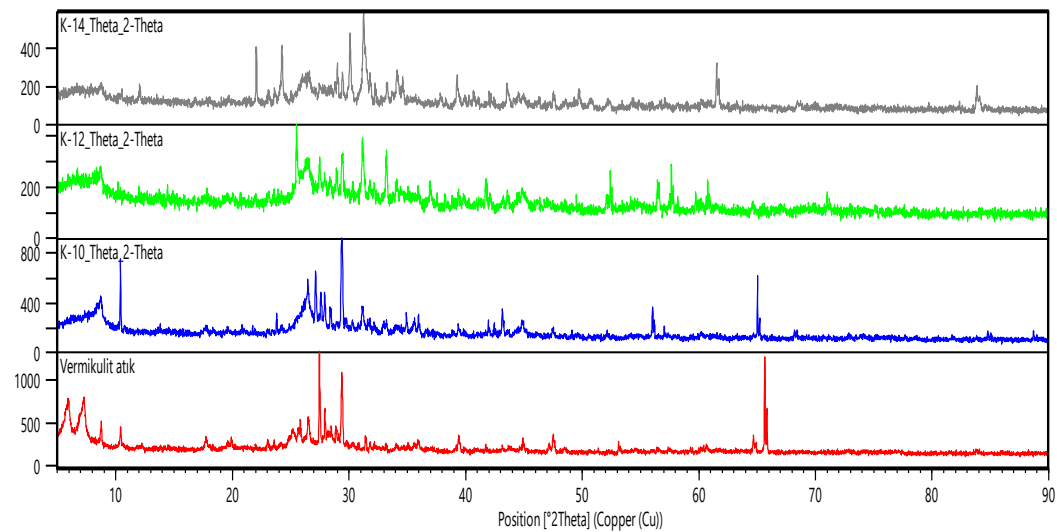
4.3.2. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ Kullanılarak Üretilen Numuneler



Şekil 4.3. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ aktivatorlü numunelerin XRD görünimleri

Şekil 4.3.'de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ aktivatorü kullanılarak üretilen geopolimer numunelere ait XRD paternleri gösterilmektedir. Aşağıdan yukarıya sırasıyla vermikülit atığı, CS15, CS19 ve CS23 kodlu numunelerin paternleri üst üste kıyaslamalı olarak verilmiştir. Paternlerden görüldüğü üzere vermikülit atığında bulunan gama alümina ve silisyum dioksit piklerinin kaybolduğu görülmektedir. Bu durum aktif gama alümina ve silisyum dioksit ile $\text{Ca}(\text{OH})_2$ aktivatorünün reaksiyona girdiğini ve üç farklı molaritedeki kıyımlarda geopolimerleşmenin gerçekleştiğini göstermektedir.

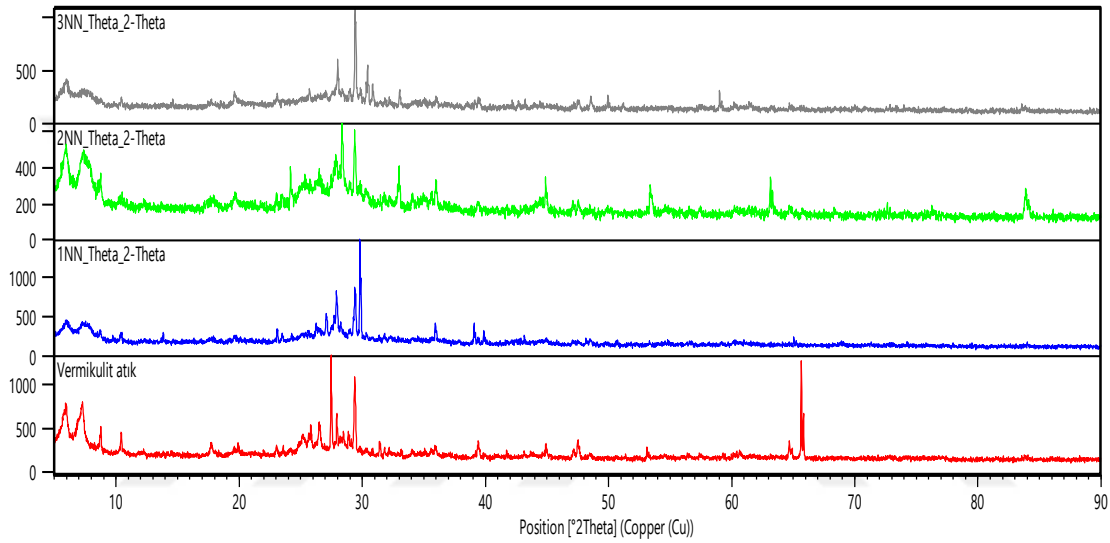
4.3.3. KOH Kullanılarak Üretilen Numuneler



Şekil 4.4. KOH aktivatorlü numunelerin XRD görünimleri

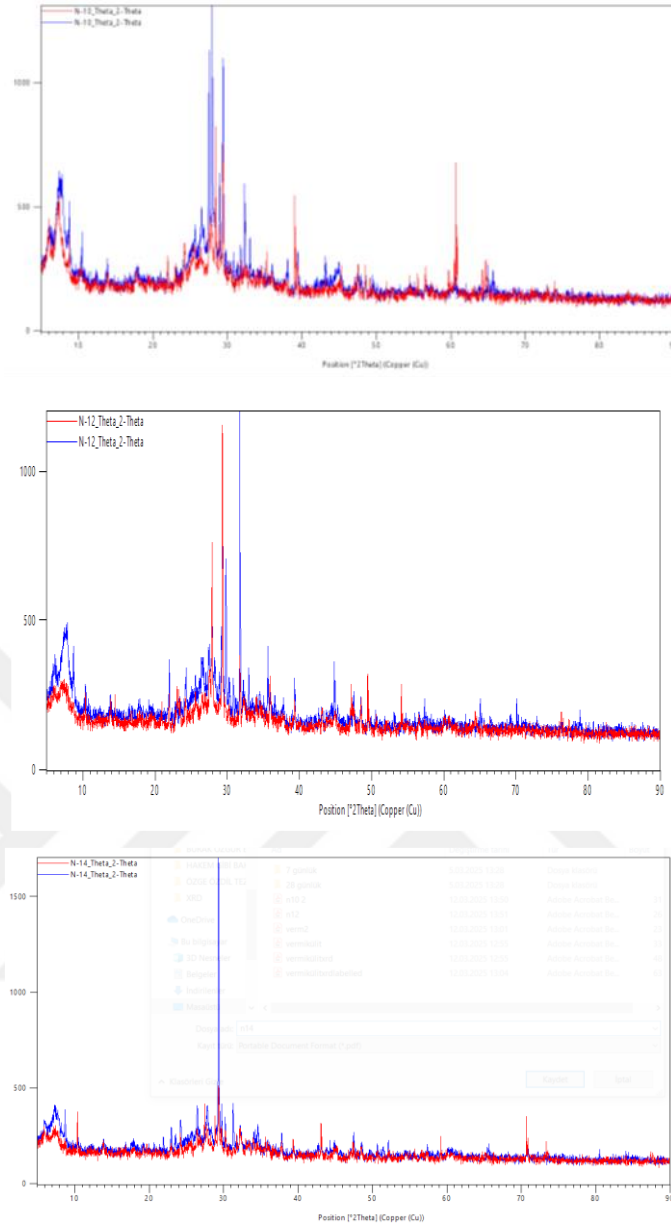
Şekil 4.4.'te KOH aktivatörü kullanılarak üretilen geopolimer numunelere ait XRD paternleri gösterilmektedir. Aşağıdan yukarıya sırasıyla vermikülit atığı, K10, K12 ve K14 kodlu numunelerin paternleri üst üste kıyaslamalı olarak verilmiştir. Paternlerden görüldüğü üzere vermikülit atığında bulunan gama alümina ve silisyum dioksit piklerinin kaybolduğu görülmektedir. Bu durum aktif gama alümina ve silisyum dioksit ile KOH aktivatörünün reaksiyona girdiğini ve üç farklı molaritedeki karışımlarda geopolimerleşmenin gerçekleştiğini göstermektedir. 10 molarlık KOH çözeltisi ile gerçekleşen reaksiyonun gama alümina üzerindeki etkisi daha düşük kalmıştır.

4.3.4. $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{NaOH}$ Kullanılarak Üretilen Numuneler



Şekil 4.5. $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{NaOH}$ aktivatörlü numunelerin XRD görünüşleri

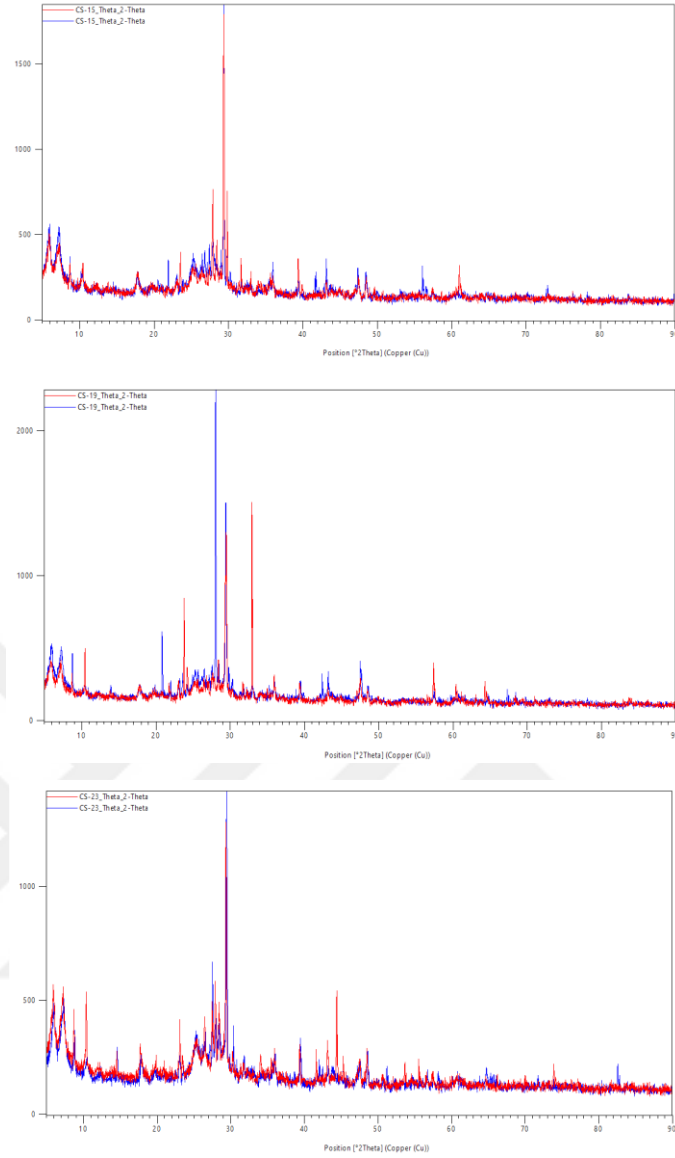
Şekil 4.5.'te $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{NaOH}$ aktivatörü kullanılarak üretilen geopolimer numunelere ait XRD paternleri gösterilmektedir. Aşağıdan yukarıya sırasıyla vermikülit atığı, 1NN, 2NN ve 3NN kodlu numunelerin paternleri üst üste kıyaslamalı olarak verilmiştir. Paternlerden görüldüğü üzere vermikülit atığında bulunan gama alümina ve silisyum dioksit piklerinin kaybolduğu görülmektedir. Bu durum aktif gama alümina ve silisyum dioksit ile $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{NaOH}$ aktivatörünün reaksiyona girdiğini ve üç farklı molaritedeki karışımlarda geopolimerleşmenin gerçekleştiğini göstermektedir.



Şekil 4.6. N10, N12 ve N14 numunelerine ait 7 ve 28 günlük XRD görünümüleri

Şekil 4.6’da sırasıyla N10, N12 ve N14 kodlu geopolimer numunelere ait, 7 ve 28 günlük bekleme süreleri sonrasında elde edilen X-ışını difraksiyon (XRD) paternleri karşılaştırmalı olarak sunulmuştur. Şekilde, kırmızı renkli paternler 7 günlük, mavi renkli paternler ise 28 günlük bekleme sürelerine ait ölçüm sonuçlarını temsil etmektedir.

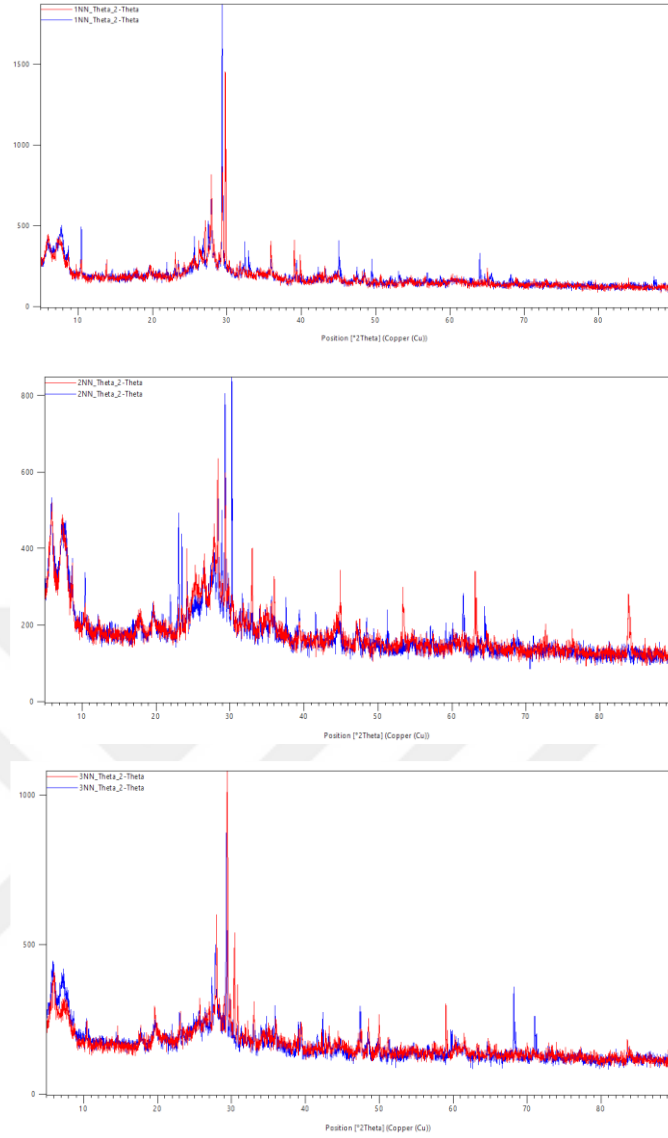
Elde edilen desenler incelendiğinde, 28 gün sonunda gözlemlenen paternlerin 7 günlük paternlere kıyasla farklılıklar gösterdiği ve bazı yeni fazların geliştiği veya pik yoğunluklarında artışlar meydana geldiği görülmektedir. Bu durum, geopolimerleşme sürecinin 7 günden sonra da devam ettiğini ve zamanla yapının daha kararlı bir hal aldığını ortaya koymaktadır. Özellikle amorf yapıya ait difraksiyon tepenin belirginleşmesi, geopolimer matrisin gelişimini destekleyen bir bulgu olarak değerlendirilmektedir.



Şekil 4.7. CS15, CS19 ve CS23 numunelerine ait 7 ve 28 günlük XRD görünümleri

Şekil 4.7’de sırasıyla CS15, CS19 ve CS23 kodlu geopolimer numunelere ait, 7 ve 28 günlük bekleme süreleri sonunda elde edilen X-ışını difraksiyon (XRD) paternleri karşılaştırmalı olarak sunulmuştur. Şekilde, kırmızı renkli paternler 7 günlük, mavi renkli paternler ise 28 günlük bekleme sürelerine ait ölçüm sonuçlarını temsil etmektedir.

XRD desenleri incelendiğinde, 28 günlük bekleme süresi sonrasında bazı piklerde yoğunluk artışları ve yeni faz oluşumlarına işaret eden değişimler gözlemlenmiştir. Bu durum, ilgili numunelerde geopolimerleşme sürecinin zamanla ilerlemeye devam ettiğini ve yapının daha kararlı bir hale dönüştüğünü göstermektedir. Özellikle amorf faz karakterine sahip geniş difraksiyon tepesinin belirginleşmesi, reaksiyonun ilerlediğini ve bağlayıcı faz oluşumunun sürdüğünü ortaya koymaktadır.



Şekil 4.8. 1NN, 2NN ve 3NN numunelerine ait 7 ve 28 günlük XRD görünüşleri

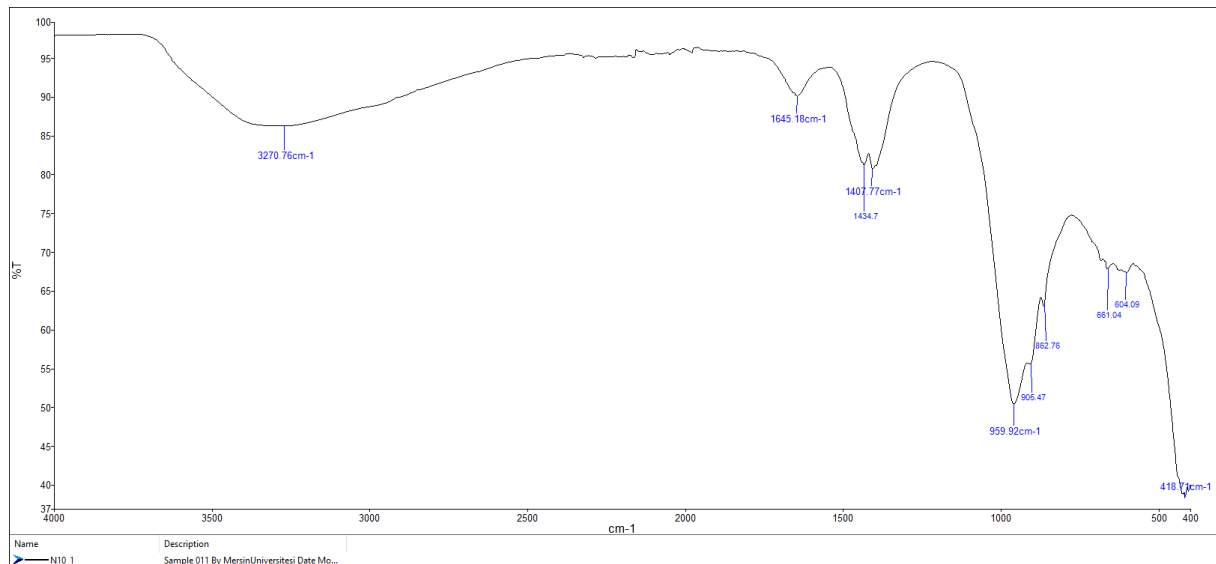
Şekil 4.8’de sırasıyla 1NN, 2NN ve 3NN kodlu geopolimer numunelere ait, 7 ve 28 günlük bekleme süreleri sonrasında elde edilen X-ışını difraksiyon (XRD) paternleri karşılaştırmalı olarak sunulmuştur. Şekildeki kırmızı renkli paternler 7 günlük, mavi renkli paternler ise 28 günlük bekleme süresine ait analiz sonuçlarını temsil etmektedir.

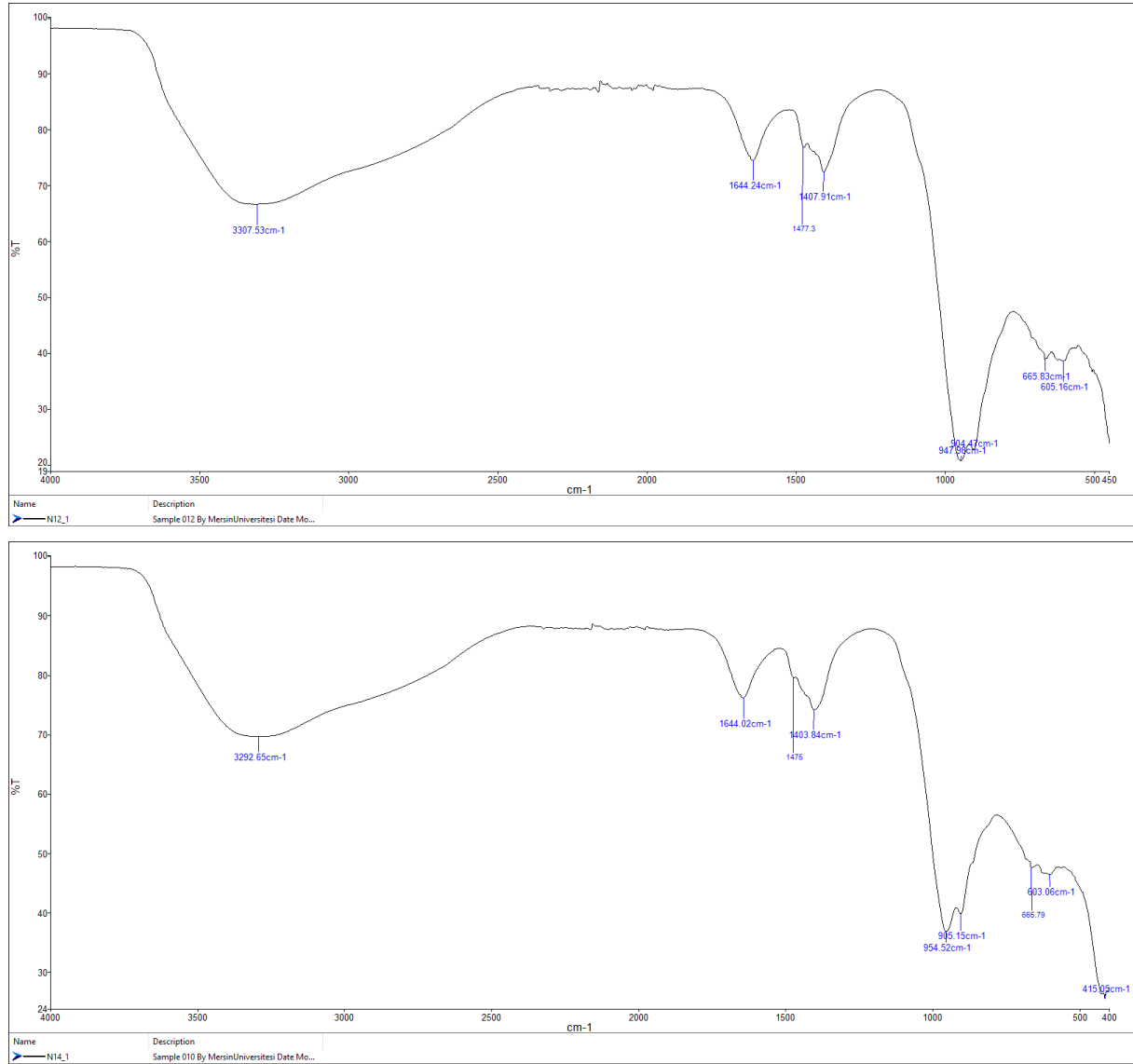
Paternler incelendiğinde, 28 gün sonunda bazı kristal fazlara ait piklerin daha belirgin hâle geldiği ve amorf faz karakterinin arttığı gözlemlenmiştir. Bu durum, geopolimerleşme reaksiyonlarının zamanla ilerlemeye devam ettiğini ve yapısal olarak daha stabil bir matris oluşumunun gerçekleştiğini göstermektedir. Özellikle amorf yapıya işaret eden geniş difraksiyon bandının gelişimi, bağlayıcı fazların oluşum sürecinin sürdüğünü desteklemektedir.

4.4. Geopolimer Numunelerin FT-IR Sonuçları

4.4.1. NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler

Şekil 4.9.'da gösterilen FT-IR spektrumlarında, karakteristik bantlar ve bu bantların konumları, geopolimer matrisinin içsel yapısına dair bazı veriler içermektedir. Spektrumun yüksek dalga sayısı bölgesinde, $3200\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$ aralığında geniş bir absorpsiyon bandı tespit edilmiştir. Bu bölge, hidroksil (--OH) gruplarının gerilme titreşimleriyle ilişkilendirilmekte olup hem yapısal su hem de adsorbe nemin varlığını göstermektedir. Özellikle gözenekli matrislerde sıklıkla gözlenen bu bant, aynı zamanda Al--OH gruplarına da işaret edebilir (Anggarini et al., 2019; Provis & Van Deventer, 2009). Bu bantla birlikte gözlenen $\sim 1645\text{ cm}^{-1}$ civarındaki sinyal ise, H--O--H ve Al--OH eğilme titreşimlerine karşılık gelmekte olup, matris içerisinde fiziksel olarak tutulan suya veya alüminyum koordinasyonlu yapı gruplarına bağlanmaktadır (Gunasekara, 2016). Geopolimer jellerin yapısal "parmak izi" bölgesi olarak tanımlanan $1100\text{--}950\text{ cm}^{-1}$ aralığında, Si--O--T ($\text{T} = \text{Si}$ veya Al) bağlarının asimetrik gerilme titreşimlerine karşılık gelen baskın bantlar tespit edilmiştir. Bu bantların $\sim 960\text{ cm}^{-1}$ seviyelerine doğru kayması, silikat ağına Al entegrasyonunu ve Si--O--Al bağlarının oluşumunu ifade edmektedir. Bu kayma, geopolimerleşmenin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini ve polikondenzasyonun arttığını açıkça göstermektedir (Provis & Van Deventer, 2009; Prud'Homme et al., 2011; Rees et al., 2007). $870\text{--}890\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen bant, tam polikondenzasyona ulaşmamış sistemlerdeki köprü kurmayan terminal --Si--OH veya --Al--OH gruplarına işaret etmektedir. Bu bant, sistemde kısmen reaksiyona girmemiş veya serbest monomerik türlerin varlığını yansıtabilir (Rees et al., 2007).





Şekil 4.9. NaOH aktivatörlü numunelerin FT-IR grafiği

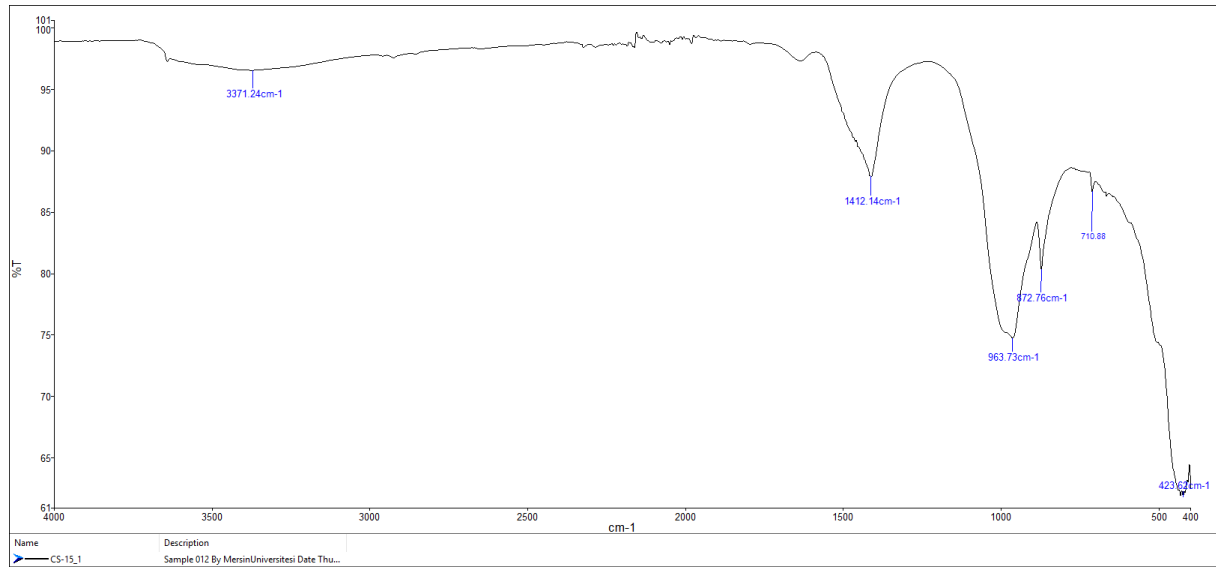
Daha düşük frekanslı bölgelerde yer alan 600–500 cm^{-1} aralığı, Al–O ve Si–O eğilme modlarını temsil etmekte olup N–A–S–H jellerin tetrahedral koordinasyonuna karşılık gelmektedir. Bu titreşimler, geopolimer ağındaki polimerleşme düzeyine bağlı olarak artış gösterebilir. Özellikle $\sim 460 \text{ cm}^{-1}$ bandı, O–Si–O ve O–Al–O eğilme modlarına karşılık gelir ve tetrahedral aluminosilikat iskeletinin doğrudan göstergesi olarak kabul edilmektedir (Provis & Van Deventer, 2009). FT-IR spektrumlarındaki Si–O–T bandının $\sim 1055 \text{ cm}^{-1}$ 'den $\sim 960 \text{ cm}^{-1}$ 'ye kayması, N14'ten N10'a doğru artan NaOH içeriğiyle birlikte geopolimerleşmenin ilerlediğini ve Al katılımının arttığını ortaya koymaktadır (Gunasekara, 2016; Rees et al., 2007). Ayrıca –OH ve Si–O–T bantlarındaki yoğunluk farkları, NaOH miktarına bağlı olarak reaksiyon derecesi ve geopolimer ağındaki fonksiyonel grup miktarını yansıtmaktadır (Anggarini et al., 2019).

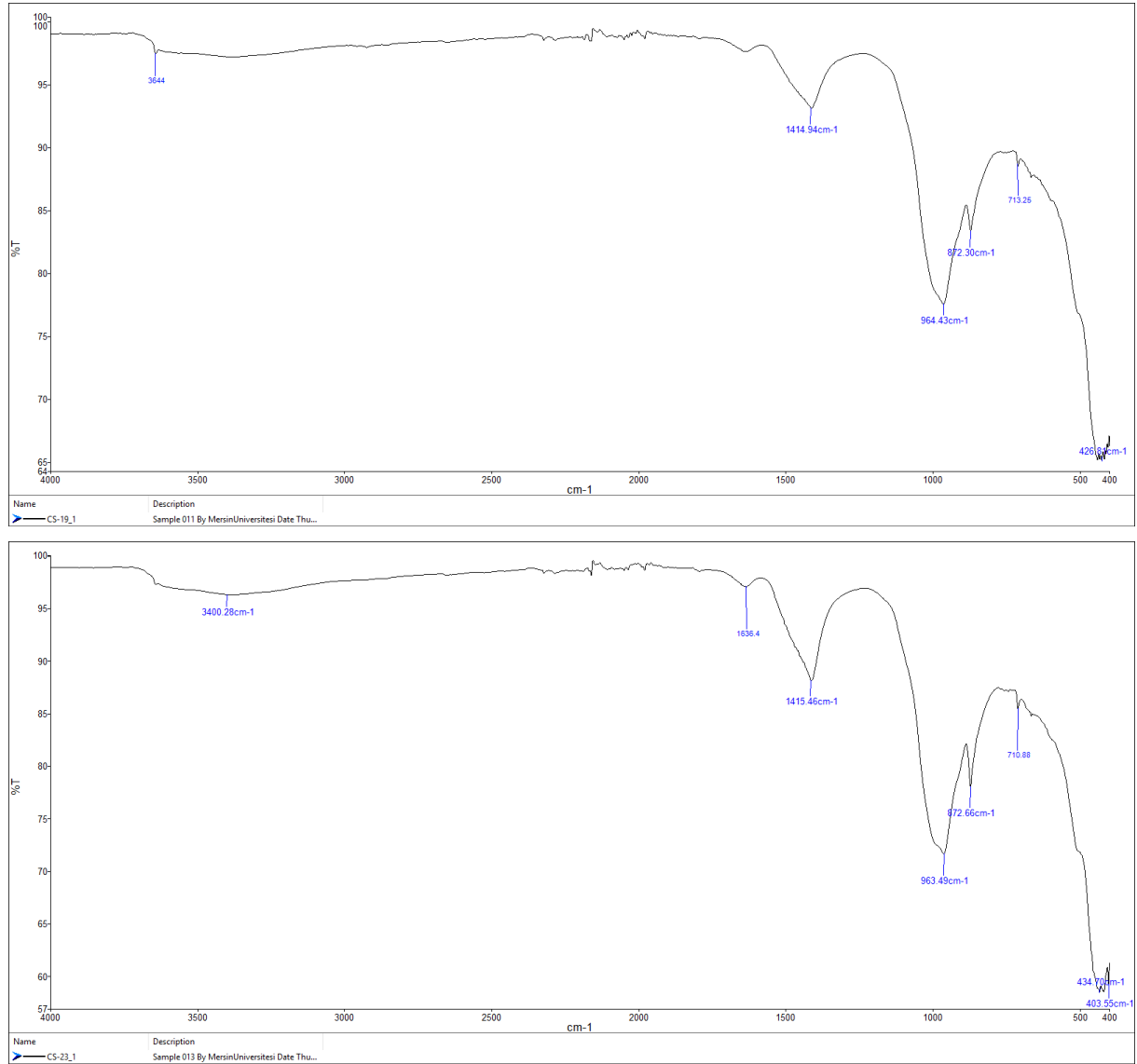
Geopolimer sentezinde mikronize vermikülit atığı ve farklı aktivatör çeşitlerinin kullanılması ile oluşan bağ yapılarına ait titreşim frekansları ölçülerek fonksiyonel gruplar hakkında bilgi alabilmek

amacıyla FTIR analizi yapılmıştır. Belirlenen pik değerlerin şiddeti, üretilen geopolimerde bulunan fonksiyonel grupların oranına göre farklılık gösterir. Bununla birlikte, piklerin farklı dalga değerine kayması, jel matrisine farklı bir atomun dâhil edilmesinden kaynaklanmaktadır (Gunasekara, 2016).

4.4.2. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ Kullanılarak Üretilen Numuneler

Şekil 4.10.'da verilen FT-IR spektrumlarındaki yüksek frekans bölgesinde, $\sim 3371\text{--}3403\text{ cm}^{-1}$ aralığında yer alan geniş bant, hem adsorbe suyun varlığını hem de yapısal hidroksil (O–H) gruplarının titreşimlerine karşılık gelmektedir. Bu bant, aynı zamanda jel fazı içerisinde Al–OH gruplarının varlığını da yansıtmakta olup, kısmi Al katılımını göstermektedir (Anggarini et al., 2019; Provis & Van Deventer, 2009). $\sim 1412\text{--}1415\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde gözlenen belirgin bant ise karbonatlaşma ile ilişkilidir. Bu bant, ortam havasındaki CO_2 'nin sistemdeki $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ile reaksiyona girerek CaCO_3 oluşturduğunu göstermektedir. Aynı bölgeye yapısal suyun eğilme titreşimleri de katkı verebilir (Catauro et al., 2015). Bu durum, sistemin çevresel etkilere açık olduğunu ve karbonatlaşma eğiliminin yüksek olduğunu ortaya koymaktadır. Geopolimer oluşumunun temel spektral göstergelerinden biri olan Si–O–T asimetrik gerilme bandı $\sim 964\text{--}970\text{ cm}^{-1}$ civarında tespit edilmiştir. Bu bandın konumu, Al'un silikat ağına sınırlı entegrasyonunu ve bu bağlamda C–A–S–H jel yapısının ön planda olduğunu göstermektedir (Provis & Van Deventer, 2009). Kaymanın sınırlı olması, tam bir geopolimer ağ oluşumunun gerçekleşmediğini işaret etmektedir. $\sim 670\text{--}710\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlemlenen bantlar, Al–O–Si eğilme titreşimleri ile AlO_2^- gruplarına karşılık gelmekte olup, aluminosilikat iskeletin sınırlı düzeyde oluştuğunu göstermektedir. Bu bantlar, kısmen tepkimeye girmiş türlerin ve C–A–S–H matrisinin karakteristik bir göstergesi olarak değerlendirilmektedir (Van Jaarsveld et al., 1999).





Şekil 4.10. Ca(OH)₂ aktivatorlü numunelerin FT-IR grafiği

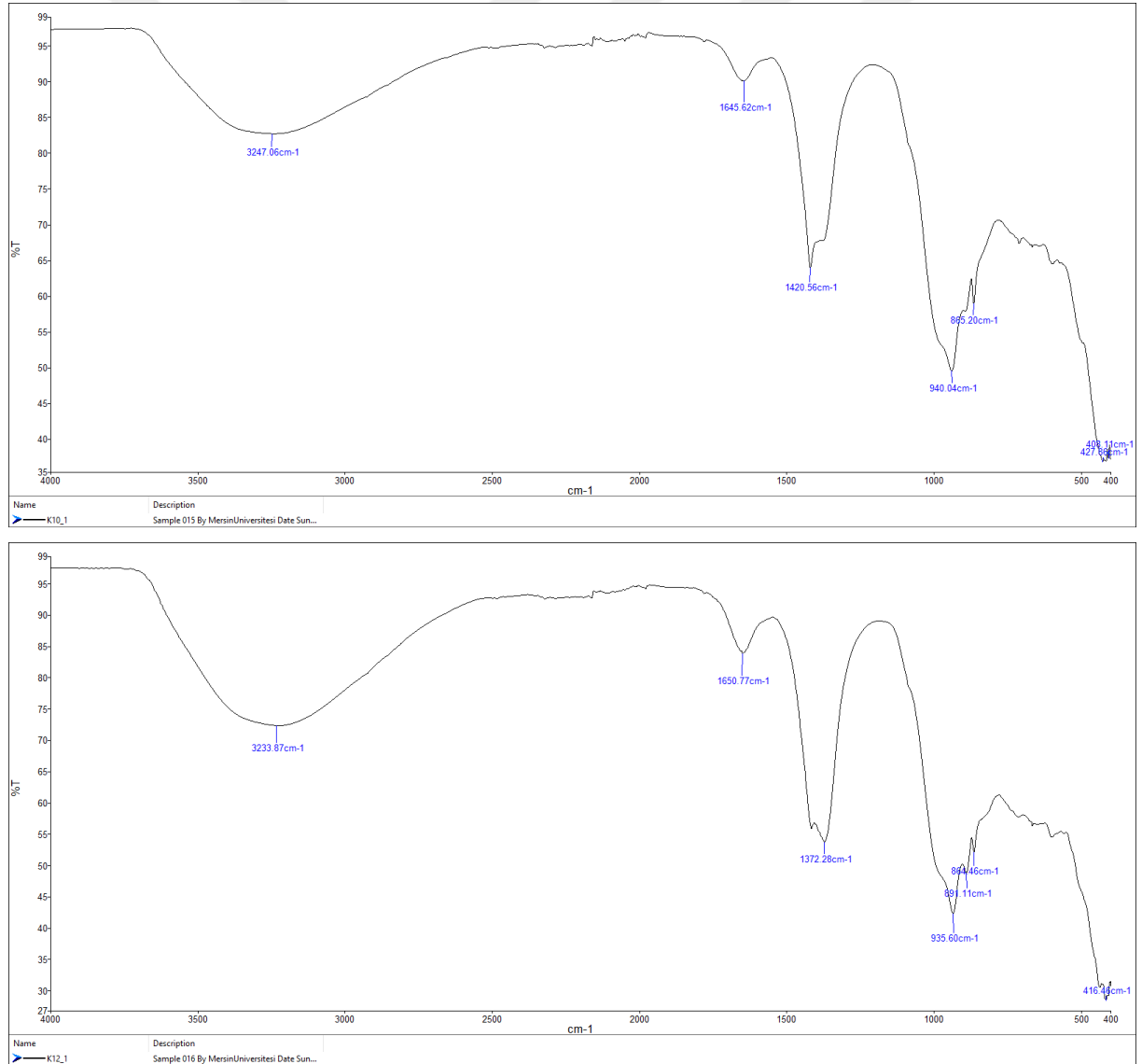
Daha düşük frekans bölgesinde yer alan $\sim 430\text{--}470\text{ cm}^{-1}$ bantları ise, Si–O ve Al–O eğilme titreşimlerine karşılık gelmekte olup, jel yapısının son kondenzasyon ürünlerinin varlığına işaret etmektedir. Bu bantların gözlemlenmesi, Ca(OH)₂ ile aktive edilmiş sistemlerde sınırlı düzeyde de olsa geopolimer benzeri ağ yapıların geliştiğini göstermektedir (Gadsden, 1975; Van Jaarsveld et al., 1999). NaOH ile aktive edilen sistemlerle karşılaştırıldığında, Ca(OH)₂ sistemlerinde Si–O–T bandı daha yüksek dalga sayısında ve düşük yoğunlukta gözlenmiştir. Bu durum, Al’un silikat ağına entegrasyonunun sınırlı olduğunu ve dolayısıyla polikondenzasyonun yeterince ilerlemediğini göstermektedir. Aynı şekilde, karbonat bantlarının daha belirgin olması, Ca(OH)₂’nin atmosferik CO₂ ile kolayca karbonatlaşabildiğini ve bu tür sistemlerin çevresel etkilere daha duyarlı olduğunu ortaya koymaktadır. NaOH sistemlerinde ise bu bantlar daha zayıf kalmaktadır. Ca(OH)₂ sistemleri esas olarak C–S–H veya C–A–S–H jel fazlarının oluşumunu teşvik ederken, NaOH sistemlerinde gözlemlenen N–A–S–H jellerin oluşumu bu sistemlerde görülmemiştir. Ayrıca, polimerleşme düzeyi açısından

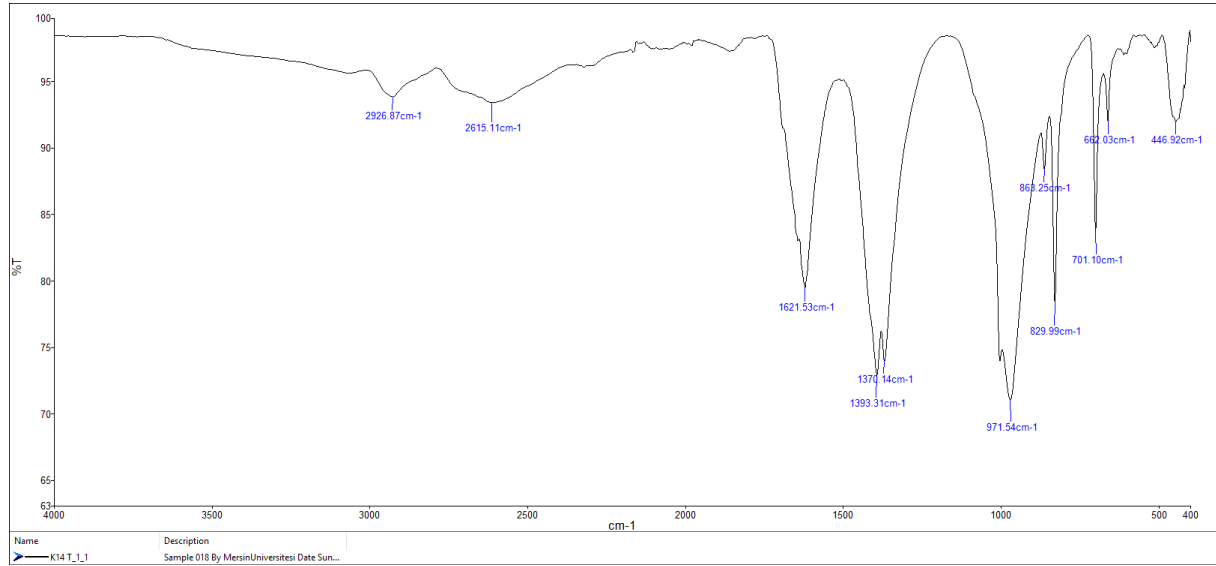
değerlendirildiğinde, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sistemlerinde oluşan yapıların parçalı ve daha düzensiz olduğu, NaOH sistemlerinin ise daha amorf ve yoğun ağ yapılar geliştirdiği tespit edilmiştir.

$\text{Ca}(\text{OH})_2$ ile aktive edilen geopolimer benzeri sistemlerin FT-IR analizi, kısmi geopolimerleşme ve ağırlıklı olarak C–S–H ile C–A–S–H jel oluşumunu doğrulamaktadır. Elde edilen spektrumlar:

Si–O–T ve Al–O–Si bantlarının varlığıyla, sınırlı düzeyde aluminosilikat ağ oluşumunu göstermekte, karbonat ve O–H bantlarının yoğunluğuyla, sistemin hâlâ dış ortam etkilerine açık ve olgunlaşma düzeyinin sınırlı olduğunu ortaya koymaktadır. NaOH ile aktive edilen sistemlere kıyasla, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ile aktive edilen numuneler daha düşük kimyasal çözünürlük, daha az polimerleşme ve daha az geopolimer karakteri sergilemektedir. Bu durum, mekanik dayanım ve uzun vadeli dayanıklılık açısından da $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sistemlerinin sınırlı performans gösterebileceğini desteklemektedir.

4.4.3. KOH Kullanılarak Üretilen Numuneler





Şekil 4.11. KOH aktivatorlu numunelerin FT-IR grafiği

Şekil 4.11.'de verilen FT-IR spektrumlarında yüksek dalga sayısı bölgesinde gözlemlenen $3270\text{--}3220\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki geniş ve yoğun bant, fiziksel ya da kimyasal olarak bağlı suyun yanı sıra, yapısal Al–OH gruplarının varlığına işaret etmektedir (Anggarini et al., 2019). Bu bant, sistemin gözenekli yapısını ve suya doygun karakterini ortaya koyarken aynı zamanda jel matrisinde alüminyumun koordinasyonuna da dolaylı olarak işaret etmektedir. $\sim 1640\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$ aralığında yer alan eğilme titreşimleri, H–O–H ve Al–OH gruplarının eğilme modlarına karşılık gelmekte olup, özellikle geopolimer gözeneklerinde tutulan suyun varlığını doğrulamaktadır (Gunasekara, 2016). Bu bant, matris içerisindeki bağlanmamış moleküler suyun belirleyici bir göstergesidir. Geopolimer ağının "parmak izi" olarak değerlendirilen $950\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde yer alan Si–O–T asimetrik gerilme bandı, tüm numunelerde belirgin olarak gözlemlenmiştir (Provis & Van Deventer, 2009). $690\text{--}450\text{ cm}^{-1}$ aralığında yer alan Si–O ve Al–O eğilme titreşimleri, alüminosilikat yapıların oluşumuna ve olası yarı kristalin fazların (örneğin zeolit) varlığına işaret etmektedir.

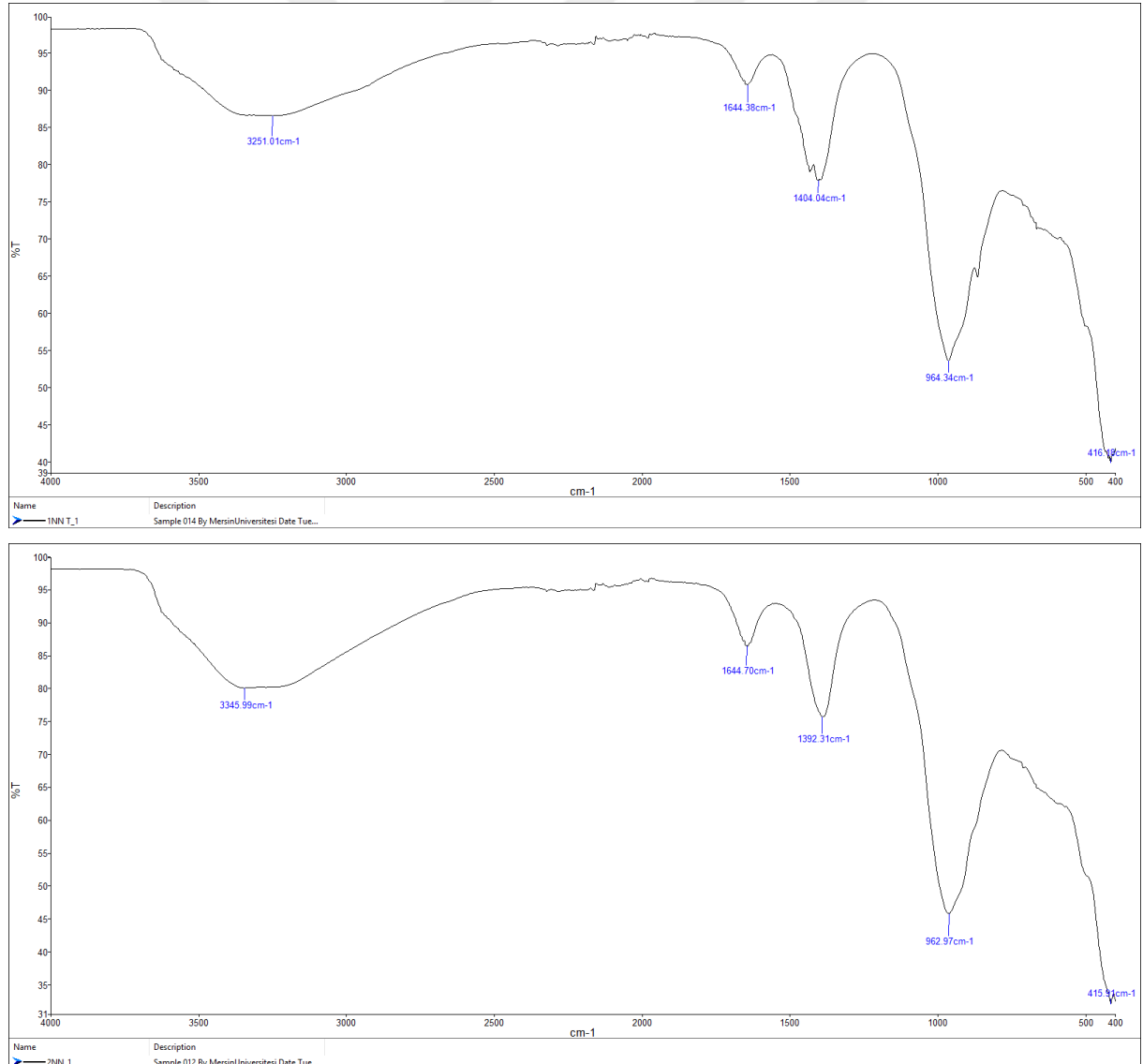
Özellikle K14 numunesinde bu bantların daha keskin ve belirgin hale gelmesi, KOH ile aktive edilen sistemlerde daha yavaş ancak daha düzenli bir polimerizasyon süreci gerçekleştiğini göstermektedir (Duxson et al., 2007). KOH ile aktive edilen sistemler, genel olarak NaOH ile aktive edilen geopolimerlere kıyasla farklı yapısal özellikler sergilemiştir. Her iki sistemde de suya bağlı –OH ve H–O–H titreşimleri yaygın şekilde gözlemlenmiş olsa da, Si–O–T bandında KOH sistemlerinde daha dar bir dağılım ve daha belirgin bir konum gözlemlenmiştir. Bu durum, polimerizasyon sürecinin daha düzenli ve kontrollü ilerlediğini göstermektedir.

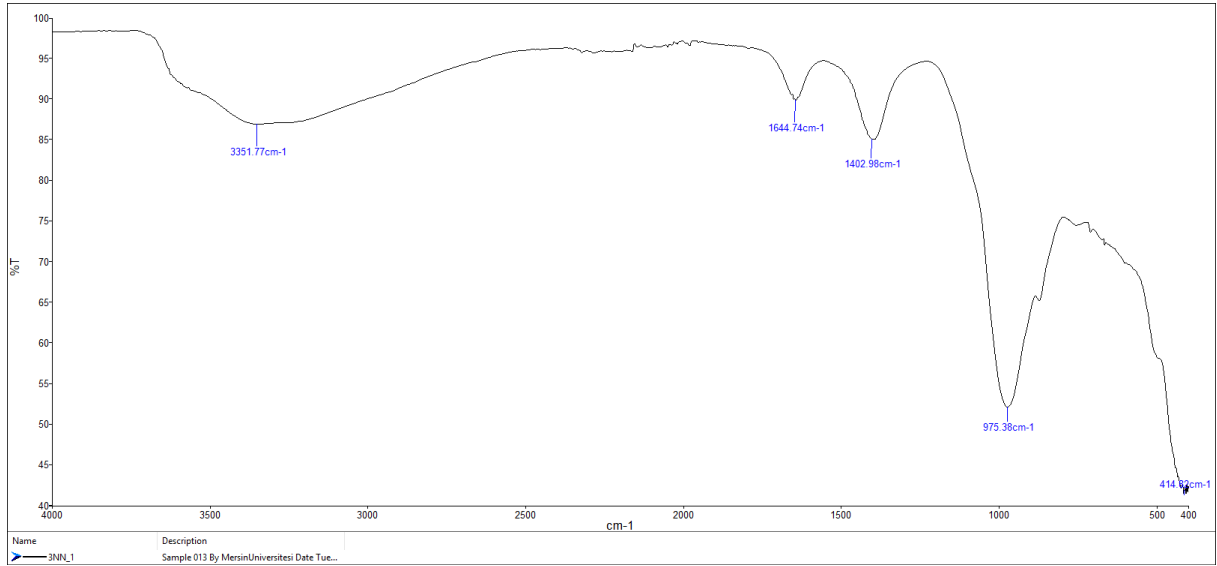
KOH ile aktive edilen geopolimer numunelerin FT-IR analizi, sistemde K–A–S–H jeline özgü titreşim bantlarının net şekilde gözlemlendiğini ortaya koymuştur. Özellikle $\sim 960\text{ cm}^{-1}$ civarındaki Si–O–T bandının yüksekliği ve konumu, Al^{3+} katılımının arttığını ve geopolimer ağ yapısının başarıyla oluştuğunu göstermektedir. Düşük karbonat bant yoğunluğu, Na-tabanlı sistemlere kıyasla daha az

karbonatlaşma eğilimine ve daha stabil bir kimyasal yapıya işaret etmektedir. Düşük frekanslı Si–O ve Al–O eğilme bantlarının keskinliği ise, KOH sistemlerinin zaman içinde daha düzenli bir yapı geliştirdiğini ve kristalinleşmeye eğilimli olduğunu desteklemektedir. Bu sonuçlar, KOH bazlı sistemlerin daha yavaş ancak organize bir polimerizasyon süreci ile daha kararlı ve düzenli mikroyapılar oluşturduğunu göstermektedir.

4.4.4. Na₂SiO₃ + NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler

Şekil 4.12.'de verilen FT-IR spektrumlarında, tüm numunelerde geniş bir 3350–3250 cm⁻¹ bandı gözlemlenmiştir. Bu bant, N–A–S–H jellerinde hem fiziksel hem de kimyasal olarak bağlı suyun varlığını temsil etmekte; hidrojen bağları ve Al–OH gruplarına işaret etmektedir. Bu bantla birlikte, 1644–1652 cm⁻¹ aralığında yer alan H–O–H eğilme titreşimi de, jel matrisinde tutulan moleküler suyun varlığını ve olası zayıf bağlı hidroksil gruplarını göstermektedir.





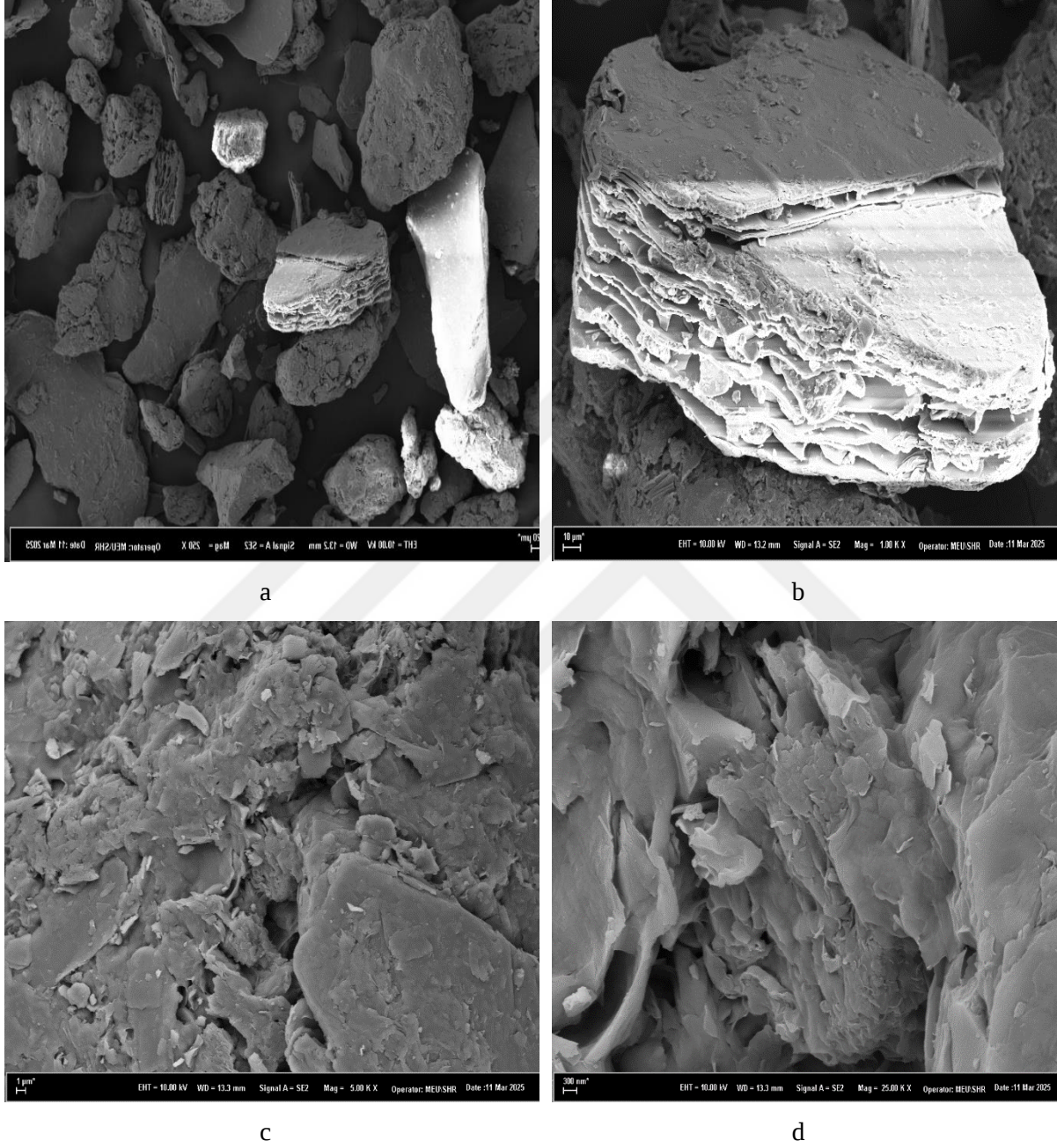
Şekil 4.12. Na₂SiO₃ + NaOH aktivatörlü numunelerin FT-IR grafiği

Geopolimer ağının en karakteristik spektral özelliği olan Si–O–T asimetrik gerilme bandı, 1NN, 2NN ve 3NN numunelerinde sırasıyla 964 cm⁻¹, 962 cm⁻¹ ve 973 cm⁻¹ olarak gözlemlenmiştir. Provis & van Deventer (2009)’a göre, ham aluminosilikat malzemede ~1050 cm⁻¹ civarında yer alan bu bandın daha düşük frekanslara kayması (~950–980 cm⁻¹), Al³⁺ iyonlarının Si⁴⁺ yerine ağ yapısına katıldığını ve N–A–S–H jel oluşumunun gerçekleştiğini göstermektedir. 2NN numunesinde görülen ~962 cm⁻¹’lik kayma, Al katkısının arttığını ve daha yüksek çapraz bağlanma derecesine sahip bir ağ yapısının geliştiğini göstermektedir. Öte yandan, 3NN numunesinde bandın 973 cm⁻¹’ye yükselmesi, daha silika-zengin ve Al katkısı daha az olan bir matris yapısına işaret etmektedir. ~1420–1430 cm⁻¹ bandı ise, karbonat gruplarına karşılık gelmekte olup kalan alkali bileşenlerin (özellikle NaOH ve/veya Na₂SiO₃) atmosferik CO₂ ile tepkimesi sonucu oluşan Na₂CO₃ yapılarının spektral izidir. Bu karbonat bantları, özellikle 2NN numunesinde daha belirgin olup, çevresel etkilere açık kalan fazların karbonatlaşma eğilimini göstermektedir.

FT-IR analiz sonuçları, Provis & van Deventer (2009)’un yapısal tanımlamaları doğrultusunda değerlendirildiğinde, NaOH + sodyum silikat ile aktive edilen 1NN–3NN numunelerinde başarılı geopolimerleşme süreçlerinin gerçekleştiği açıkça görülmektedir. Özellikle Si–O–T bandındaki kaymalar, Al katkısı ve polikondenzasyon derecesine bağlı olarak ağ yapısının gelişimini göstermektedir. O–H ve H–O–H bantları, sistemde hidratasyonun sürdüğünü ve yapı içerisinde fiziksel/kimyasal suyun varlığını işaret ederken, karbonat bantları, atmosferik CO₂ ile kalan alkali fazların etkileşimi sonucunda oluşan karbonatlaşma ürünlerine işaret etmektedir. Genel olarak bu sistemler, amorf N–A–S–H jel matrisinin oluştuğunu, hidratasyon koşullarının sürdüğünü ve yüksek alkali ortam sayesinde yoğun ağ yapılarının geliştiğini göstermektedir (Provis & Van Deventer, 2009)

4.5. Geopolimer Numunelerin SEM Analizleri

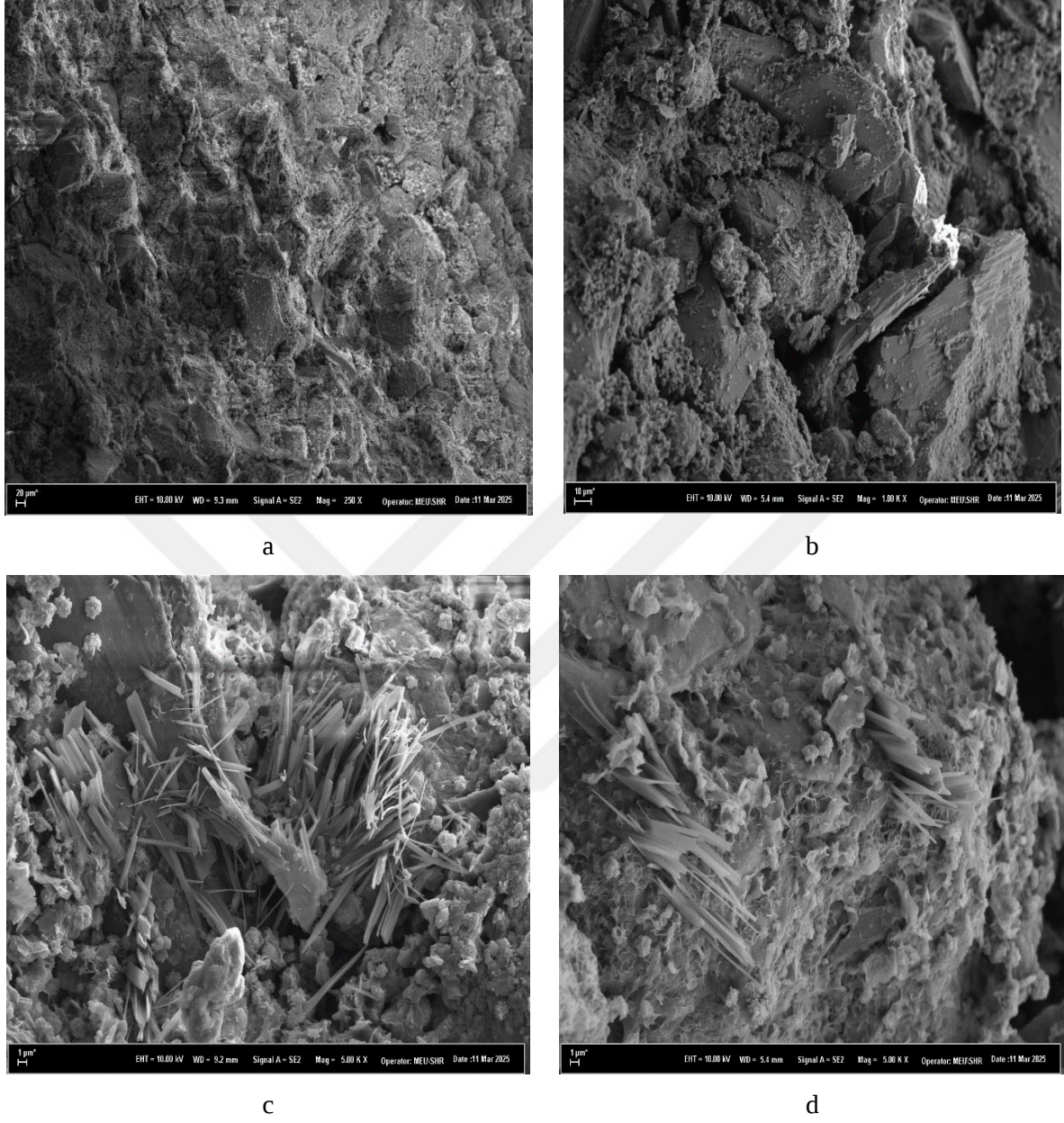
4.5.1. Vermikülit Atığının SEM Görüntüleri



Şekil 4.13. Vermikülit atığının SEM görüntüsü

Şekil 4.13.'te hammadde olarak kullanılan vermikülit atığına ait SEM görüntüleri görülmektedir. Kullanılan atık 250 mikron elek altı ve 100 mikron elek üstü malzemedir. Görüntülerde XRD sonuçlarında da tespit edilen vermikülit tanelerinin olduğu da görülmektedir.

4.5.2. NaOH Kullanılarak Üretilen Numuneler



Şekil 4.14. N-10 kodlu numunenin SEM görüntüleri

Şekil 4.14.a’da düşük büyütme (ölçek çubuğu: 25 μm) SEM görüntüsünde, N-10 numunesinin mikroyapısının oldukça gözenekli, kaba ve düzensiz partiküllerle karakterize olduğu gözlenmektedir. Matrisin genelinde tam kapsamlı jel oluşumuna dair net izler sınırlı düzeyde görülmekte; bu da geopolimerleşmenin tam anlamıyla gerçekleşmediğini göstermektedir.

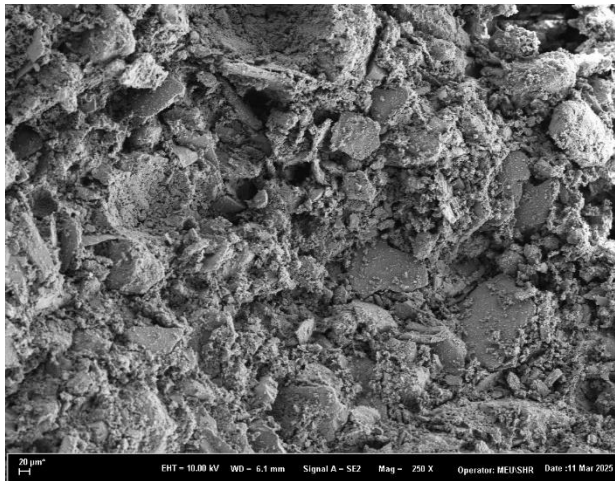
Şekil 4.14.b’de orta büyütme (ölçek çubuğu: 10 μm) görüntüde, belirgin lameller ve köşeli, tepkimeye girmemiş parçacıklar, amorf reaksiyon ürünleriyle çevrili hâlde gözlemlenmektedir. Vermikülitin katmanlı yapısının korunmuş olması, sistemdeki filosilikat yapının tam olarak çözünmediğini, dolayısıyla Na/Al oranının düşük ve çözünürlüğün sınırlı olduğunu göstermektedir. Bu

yapı, Provis & van Deventer (2009)'da kısmen çözünmüş filosilikat minerallerine özgü tipik bir morfoloji olarak tanımlanmıştır.

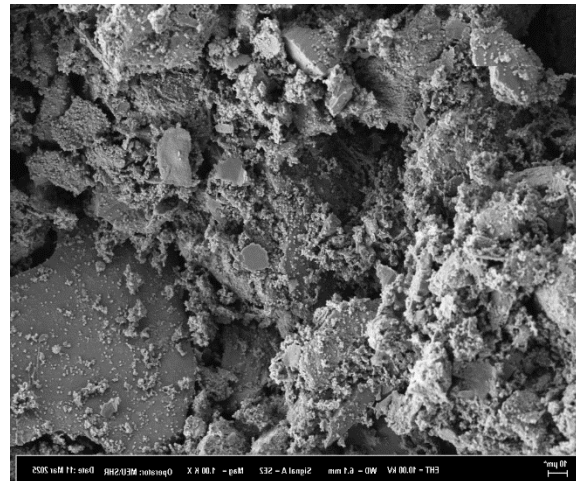
Şekil 4.14.c ve Şekil 4.14.d'de yüksek büyütme (ölçek çubuğu: 1 μm) SEM görüntülerinde, amorf jel benzeri bir matris içerisinde dağılmış iğnemi (acicular) kristalin oluşumlar dikkat çekmektedir. Bu tür kristallerin oluşumu, sistemde tam polikondenzasyonun sağlanamadığını, dolayısıyla ikincil faz kristalleşmesi gerçekleştiğini göstermektedir. Bunların, FTIR analizinde $\sim 1430\text{ cm}^{-1}$ civarında tespit edilen karbonat bantlarıyla uyumlu olarak Na içeren zeolitik fazlar ya da karbonatlaşma ürünleri olabileceği düşünülmektedir. Provis & van Deventer (2009) bu oluşumları, yetersiz aktivasyon koşulları altında ortaya çıkan ikincil fazlar veya post-kür karbonatlaşması olarak tanımlamaktadır.

Bu morfolojik gözlemler, N-10 numunesine ait diğer karakterizasyon verileriyle uyum içerisinde. FTIR analizinde $\sim 964\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlemlenen Si-O-T bandı, kısmi N-A-S-H jel oluşumuna işaret ederken; $\sim 1430\text{ cm}^{-1}$ 'deki karbonat bandı, atmosferik etkiyle oluşan Na_2CO_3 fazlarının varlığına işaret etmektedir. Ayrıca bu numunenin 28 günlük basınç dayanımı değerinin yalnızca 2,09 MPa olması, yapıda zayıf bir jel oluşumuna ve yüksek gözenekliliğe bağlı düşük mekanik performansa karşılık gelmektedir. Provis & van Deventer (2009) belirttiği üzere, düşük mekanik dayanım genellikle süreksiz N-A-S-H ağları, tepkimeye girmemiş partiküller ve yüksek porozite ile doğrudan ilişkilidir.

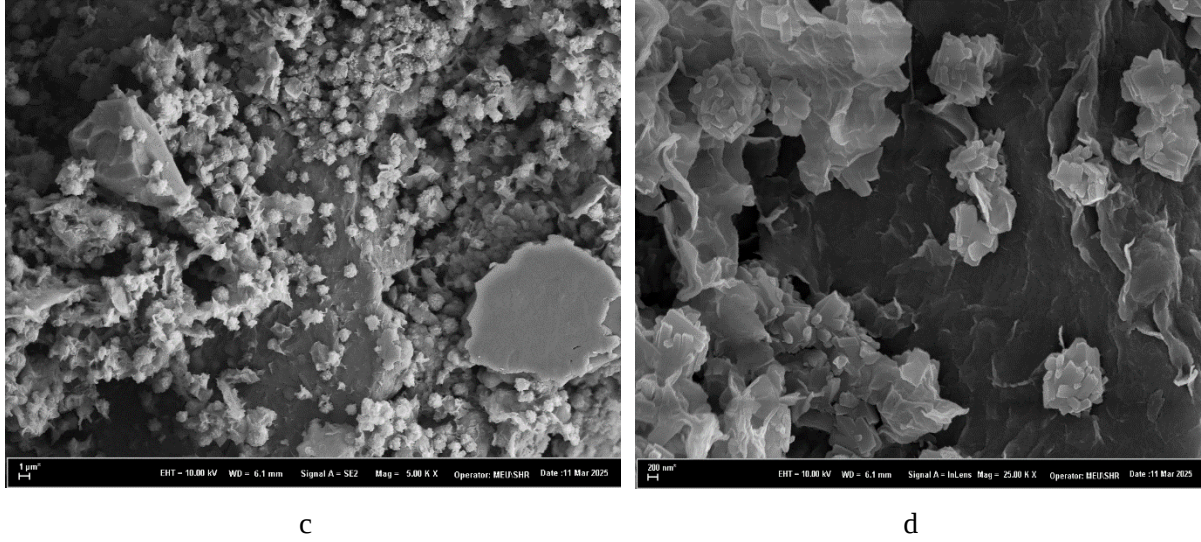
N-10 numunesine ait SEM görüntüleri, Provis & van Deventer (2009)'da tarif edilen düşük reaktiviteye sahip geopolimer sistemlerin tipik morfolojik özelliklerini taşımaktadır. Tepkimeye girmemiş vermikülit kalıntıları, zayıf jelleşme düzeyi, iğnemi ikincil kristaller ve yüksek porozite; bu sistemin sınırlı aktivasyon koşullarına maruz kaldığını ve homojen bir geopolimer ağ yapısının oluşmadığını göstermektedir.



a



b



Şekil 4.15. N-14 kodlu numunenin SEM görüntüleri

Şekil 4.15.a’da düşük büyütme SEM görüntüsü (ölçek çubuğu: ~25 µm), N-14 numunesinin mikroyapısında belirgin bir heterojenlik ortaya koymaktadır. Düzensiz şekilli parçacıklar arası boşluklar oldukça fazladır ve bu parçacıklar arasında zayıf arayüz bağları gözlemlenmektedir. Bu yapı, geopolimerleşmenin tam olarak gerçekleşmediğini; özellikle lamelli yapısını koruyan, tepkimeye girmemiş vermikülit parçacıklarının sistemde aktif şekilde yer aldığını göstermektedir. Jel kapsama alanı oldukça sınırlıdır. Provis & van Deventer (2009)’a göre, aktivatör konsantrasyonunun aşırı yüksek olduğu durumlarda, çözünmeden önce gerçekleşen hızlı çökme, homojen jel oluşumunu engellemekte ve bu tür parçacık-jel ayrışmasına neden olmaktadır.

Şekil 4.15.b’de orta büyütmede (ölçek çubuğu: ~10 µm) görüntülenen yapı, köşeli ve levhamsı partiküllerin ince taneli bir jel fazı ile çevrelendiğini ortaya koymaktadır. Ancak bağlayıcı jel faz ile katı partiküller arasında açık bir arayüz kopukluğu gözlemlenmektedir.

Şekil 4.15.c’de yüksek büyütme görüntü (ölçek çubuğu: ~1 µm), küresel ve nodüler yapılar hâlinde kümelenmiş tanecikleri ortaya koymaktadır. Bu tanelerin, zayıf polimerleşmiş N–A–S–H jelleri ya da karbonatlaşma sonucu oluşan sodyum karbonat türevleri olabileceği düşünülmektedir. Bu tür morfolojiler, tekdüze bir geopolimer jel ağı oluşmadığını; aksine lokal çökelmelerin baskın olduğunu göstermektedir. Provis & van Deventer (2009), yüksek NaOH içeriğine sahip sistemlerde çözünmüş aluminosilikat türlerinin hızla aşırı doygunluğa ulaşarak lokal jel oluşumuna neden olduğunu ve bunun da yapısal sürekliliği bozduğunu belirtmektedir.

Şekil 4.15.d’de çok yüksek büyütme (ölçek çubuğu: ~250 nm) görüntüde, lamelli veya rozet benzeri kristalin yapılar dikkat çekmektedir. Bu oluşumların, klasik amorf N–A–S–H jellerden farklıdır ve muhtemelen ikincil kristal fazlar olan karbonat tuzları ya da zeolitik türevleri olduğu düşünülmektedir. Provis & van Deventer (2009) bu tür morfolojileri, yüksek alkalinite koşullarında reaksiyonun ilerlemesinin kesintiye uğraması sonucu ortaya çıkan ikincil çökelmeler olarak tanımlamaktadır.

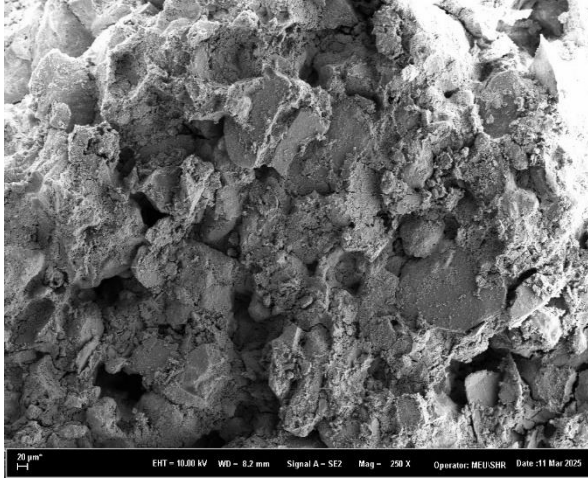
Tüm bu morfolojik bulgular, numunenin diğer karakterizasyon sonuçlarıyla tutarlıdır. FTIR analizinde, $\sim 964\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısında düşük yoğunluklu Si–O–T bandı ve belirgin karbonat bantları gözlenmiştir. Ayrıca, 28 günlük basınç dayanımı yalnızca 1,22 MPa düzeyinde ölçülmüştür. N-14 numunesine ait SEM analizleri, Provis & van Deventer (2009)’da tanımlanan “aşırı aktivatör içeren, düşük reaktif hammaddeli” geopolimer sistemlere özgü tipik mikroyapısal özellikleri yansıtmaktadır. Tepkimeye girmemiş lamelli vermikülit parçacıkları, zayıf jel sürekliliği ve açık arayüz kopuklukları, bu yapının düşük reaktiviteye sahip olduğunu göstermektedir.

4.5.3. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ Kullanılarak Üretilen Numuneler

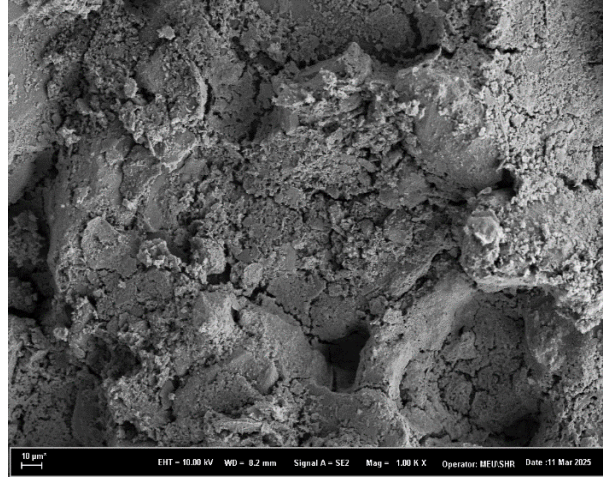
Şekil 4.16.a’da düşük büyütmeli SEM görüntüsünde ($\sim 25\text{ }\mu\text{m}$ ölçek), CS-15 numunesine ait yüzey yapısının görece yoğun ve granüler bir karakter sergilediği gözlemlenmektedir. Parçacıklar arası hafif gözeneklilik bulunsada, matris genel olarak bütünleşmiş bir yapı sunmaktadır. Bu yapı, NaOH ile aktive edilen N-10 veya N-14 gibi sistemlerde yaygın olan parçalanmış ve çatlaklı yapılarla karşılaştırıldığında daha kararlı bir matris gelişimi olduğunu göstermektedir. Provis & van Deventer (2009)’a göre, kalsiyum açısından zengin sistemlerde partikül kapsamı daha yaygın olup, bu durum C–S–H veya C–A–S–H tipi jellerin hâkimiyetinde daha kompakt yapılar oluşmasına neden olmaktadır.

Şekil 4.16.b’de orta büyütmeli görüntüde ($\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ ölçek), partiküllerin ince bir jel fazıyla kısmen kaplandığı ancak parçacık–matris arayüzlerinin düzensiz olduğu dikkat çekmektedir. Bu gözlem, vermikülitin düşük çözünürlüğüne bağlı olarak Ca açısından zengin jel tabakalarının yer yer çökmesiyle açıklanabilir. Provis & van Deventer (2009), özellikle alümina içeriği düşük sistemlerde C–A–S–H fazlarının N–A–S–H’ye göre daha baskın olduğunu belirtmektedir.

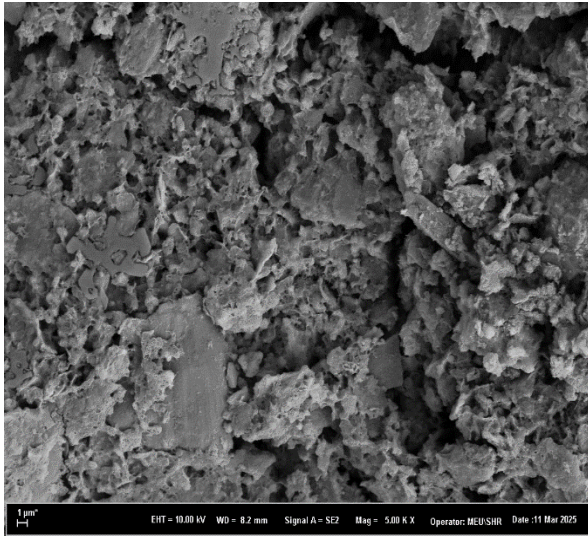
Şekil 4.16.c ve Şekil 4.16.d’de yüksek büyütmeli ($\sim 1\text{ }\mu\text{m}$ ölçek) görüntülerde, matrisin köşeli ve granüler yapılı jel benzeri taneciklerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu mikroyapının, kısmen hidratlanmış $\text{Ca}(\text{OH})_2$ kalıntılarına ve lokal C–S–H oluşumuna karşılık geldiği düşünülmektedir. Bu tür mikroyapısal özellikler, özellikle silika içeriği sınırlı ve Ca zengin ortamlarda sıkça görülmekte olup, Provis & van Deventer (2009) tarafından Ca-bazlı aktivasyon sistemlerinin ayırt edici özellikleri arasında gösterilmektedir.



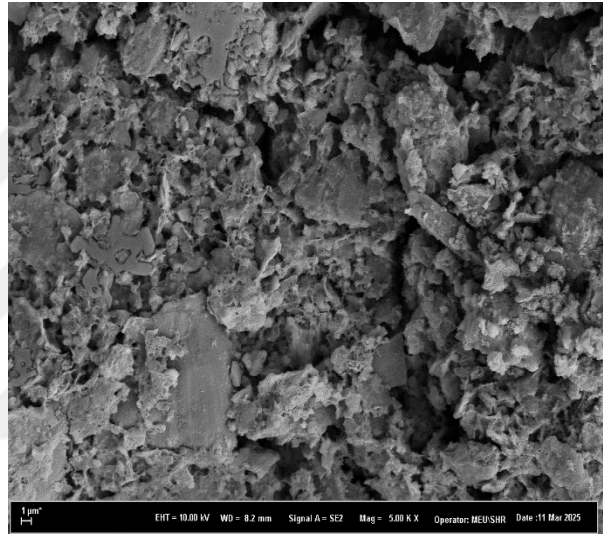
a



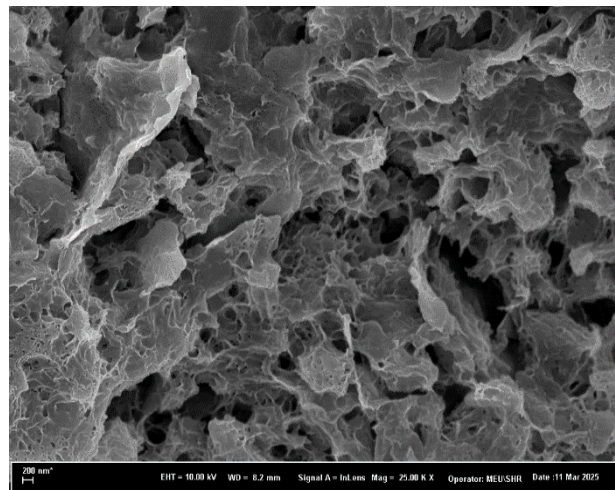
b



c



d



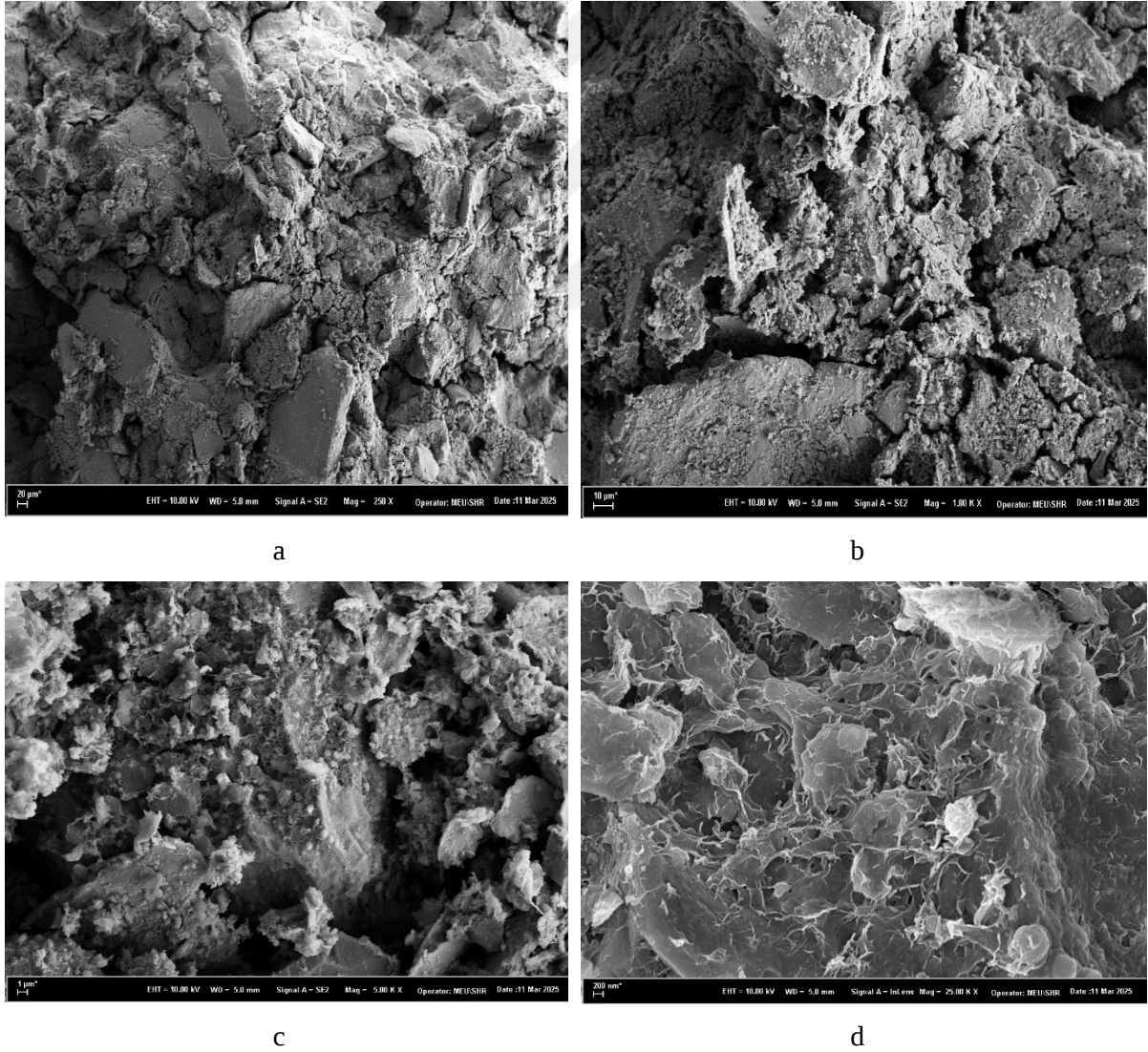
e

Şekil 4.16. CS-15 kodlu numunenin SEM görüntüsü

Şekil 4.16.e’de çok yüksek büyütmede (~250 nm ölçek) incelenen yapı, gözenekli ve fibriller bir morfolojiye sahiptir. Bu ağısı yapı, tipik olarak C–S–H ve C–A–S–H jellerde gözlemlenen retiküler fazların varlığına işaret etmektedir.

Bu SEM gözlemleri, CS-15 numunesinin diğer karakterizasyon verileriyle de tutarlıdır. 28 günlük basınç dayanımı yaklaşık 1,9 MPa olarak ölçülmüştür ve bu değer, N-14 gibi düşük dayanımlı (1,2 MPa) NaOH sistemlerine göre daha dengeli bir performansa işaret etmektedir. Jel yapısının tam anlamıyla geopolimer karakteri taşımadığı; ancak daha kararlı ve bütüncül bir bağlayıcı yapıya dönüştüğü söylenebilir.

CS-15 numunesine ait SEM görüntüleri, Provis & van Deventer (2009)’da tanımlanan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ile aktive edilmiş sistemlerin karakteristik mikroyapı özellikleriyle büyük ölçüde örtüşmektedir. Yapı, N–A–S–H ağı yerine C–S–H ve C–A–S–H jellerin gelişimiyle şekillenmiş; görece daha kompakt, granüler ve bağlayıcı faz ile zemin arasındaki arayüz sürekliliği kısmen korunmuştur.



Şekil 4.17. CS-23 kodlu numunelerin SEM görüntüleri

Şekil 4.17.a’da düşük büyütme (~25 µm ölçek) görüntüde, mikroyapının oldukça parçalanmış, düzensiz ve belirgin şekilde açık poroziteli olduğu gözlemlenmiştir. Çok sayıda köşeli partikül ve aralarındaki bağlantının zayıf olması, matrisin bütüncül bir jel yapısından yoksun olduğunu göstermektedir. Sürekli bir bağlayıcı fazın olmaması, Ca-silikat jellerin (C–S–H) oluşumunun yetersiz kaldığını ortaya koymaktadır. Provis & van Deventer (2009), özellikle düşük aluminosilikat çözünürlüğü ve aşırı su varlığının, bağlayıcı yapıların sürekliliğini bozarak zayıf mikroyapılar oluşturduğunu vurgulamaktadır.

Şekil 4.17.b’de orta büyütme (~10 µm ölçek) görüntüde, granüler bir yapı ve çözünmemiş, levhamsı vermikülit kalıntıları göze çarpmaktadır. Partiküller arasında bağlayıcı bir faz oluşmamış, dolayısıyla sistemde etkili bir jel gelişimi gerçekleşmemiştir. Bu yapıda, Ca(OH)₂’nin vermikülitin Si ve Al içeriğini çözmede yetersiz kaldığı düşünülmektedir.

Şekil 4.17.c’de yüksek büyütme (~1 µm ölçek) görüntüde, büyük partiküller arasında çatlamış jel benzeri yüzey yapıları gözlemlenmiştir.

Şekil 4.17.d’de çok yüksek büyütme (~250 nm ölçek) görüntüde, fibriller bir ağ yapısı dikkat çekmektedir. Bu mikroyapı, C–S–H ve C–A–S–H jellerin nanoyapılarına özgü olup amorf N–A–S–H jellerin varlığına dair herhangi bir işaret bulunmamaktadır.

Bu mikroyapısal bulgular, CS-23 numunesinin diğer karakterizasyon sonuçlarıyla da örtüşmektedir. 28 günlük basınç dayanımının yalnızca 1,2 MPa seviyesinde kalması, zayıf faz sürekliliği, yüksek gözeneklilik ve sınırlı jel oluşumu ile doğrudan ilişkilidir.

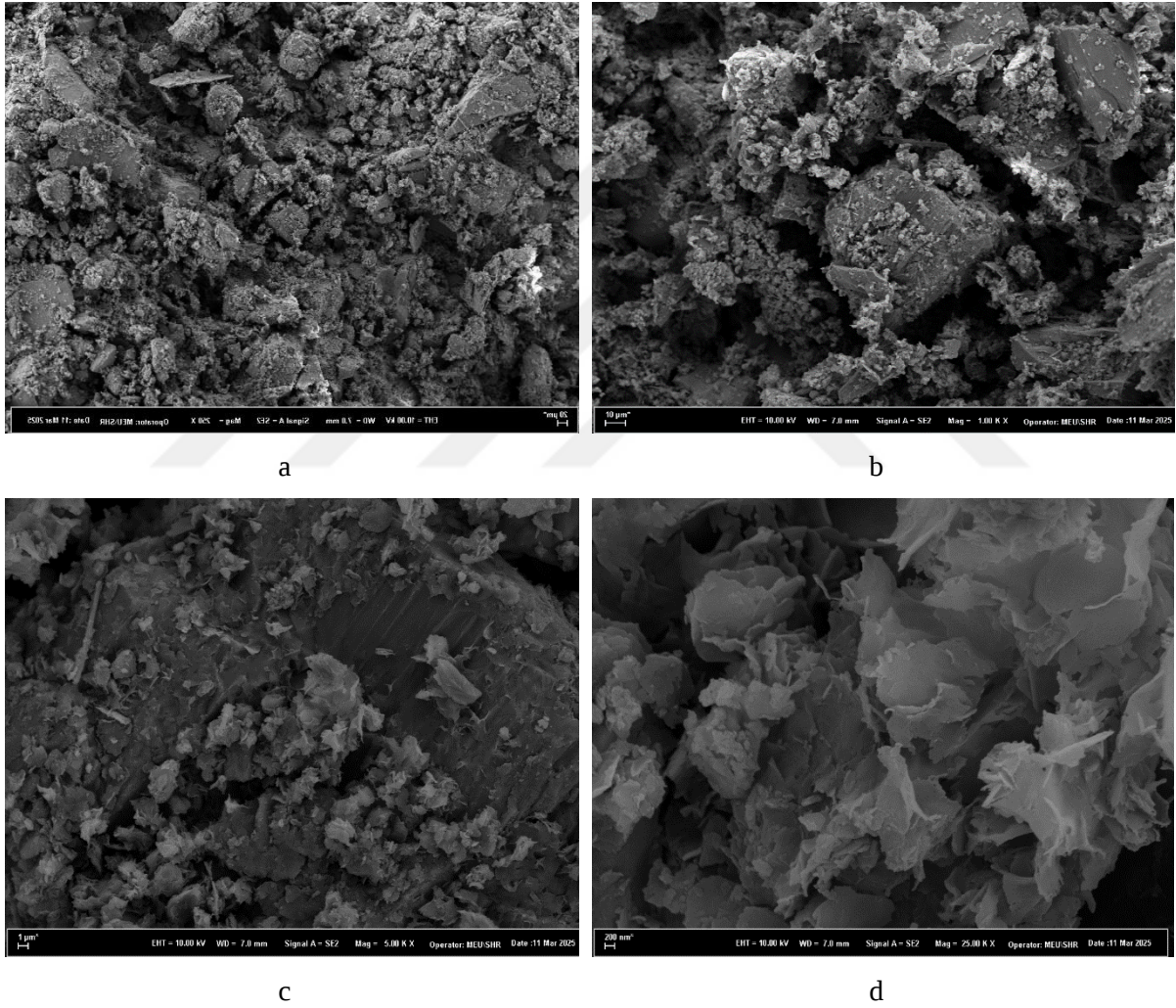
CS-23 numunesine ait SEM görüntüleri, Provis & van Deventer (2009)’da açıklanan düşük aktivasyonlu Ca(OH)₂ bazlı bağlayıcı sistemlerin tipik mikroyapısal özelliklerini yansıtmaktadır. Vermikülit kaynaklı Si ve Al iyonlarının çözünürlüğü sınırlı kalmış, bu nedenle yaygın ve homojen bir jel matrisi gelişmemiştir. Oluşan bağlayıcı faz, C–S–H veya C–A–S–H jellerle sınırlı kalmış, ancak bu fazlar da süresiz, çatlaklı ve düşük bağlayıcılık kapasitesine sahip bir yapı oluşturmuştur. FTIR ve basınç dayanımı verileriyle uyumlu olan bu gözlemler, CS-23 numunesinin düşük maliyetli ancak sınırlı performansa sahip kalsiyum-tabanlı alternatif bir bağlayıcı sistem olduğunu göstermektedir (Provis & Van Deventer, 2009).

4.5.4. KOH Kullanılarak Üretilen Numuneler

Şekil 4.18.a’da düşük büyütme (~25 µm ölçek) SEM görüntüsünde, K-10 numunesinin mikroyapısının belirgin şekilde heterojen ve granüler karakterde olduğu gözlemlenmektedir. Yapı içerisinde çok sayıda lamelli, çözünmemiş parçacık yer almakta; bunların muhtemelen vermikülit kalıntıları olduğu düşünülmektedir. Matrisin geneline hâkim olan düzensiz yapı ve zayıf bağlanma, KOH aktivasyonu ile yeterli çözünmenin sağlanamadığını göstermektedir. Provis & van Deventer (2009), KOH’un NaOH’a kıyasla aluminosilikat iskeleti çözmede daha az etkili olduğunu ve bu nedenle KOH ile aktive edilen sistemlerde bu tür düzensiz morfolojilerin yaygın olduğunu belirtmektedir.

Şekil 4.18.b’de orta büyütmeli ($\sim 10\ \mu\text{m}$ ölçek) görüntüde, kaba ve köşeli partiküllerin kesintili granüler jel benzeri fazlarla çevrelendiği görülmektedir. Ancak bu bağlayıcı faz, süreklilik göstermemektedir. Sürekli bir jel matrisi oluşmamış olup, bu durum tepkimenin yalnızca kısmen gerçekleştiğini ve geopolimerleşmenin düşük düzeyde kaldığını göstermektedir.

Şekil 4.18.c’de yüksek büyütmeli ($\sim 1\ \mu\text{m}$ ölçek) görüntüde, büyük bir lamelli partikülün, düzensiz ve ince bir jel tabakasıyla kısmen kaplandığı izlenmektedir. Ancak belirgin bir sürekli matris fazı gözlenmemektedir. Jel oluşumu oldukça sınırlı olup, yerel çökeltme ile kısıtlı kalmıştır. Provis & van Deventer (2009), özellikle düşük silika içeriğine sahip sistemlerde KOH aktivasyonunun bu tür lokal çökelmelere yol açtığını ve tam çözünme ile bağlanmanın gerçekleşmediğini ifade etmektedir.

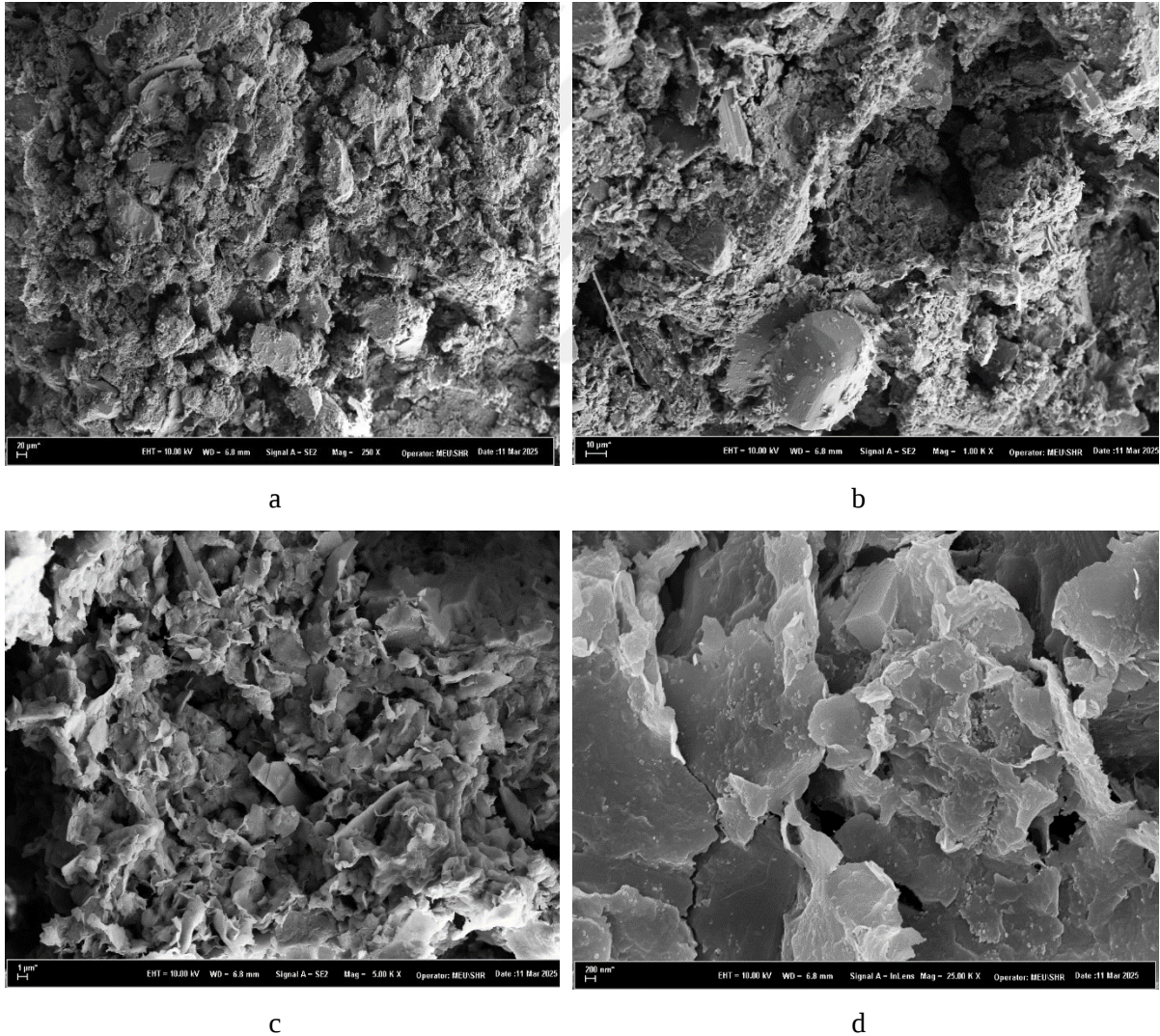


Şekil 4.18. K-10 kodlu numunelerin SEM görüntüleri

Şekil 4.18.d’de çok yüksek büyütmeli ($\sim 250\ \text{nm}$ ölçek) görüntüde, kısmen ayrılmış lamelli vermikülit yapılarının, zayıf bir jel ağı içinde gömülü olduğu görülmektedir. Bu durum, KOH ile aktivasyon sonucu oluşan jel ürünlerinin zayıf, az yoğunlaşmış ve süreksiz olduğunu göstermektedir.

Mekanik test sonuçları da bu morfolojik gözlemleri desteklemektedir. K-10 numunesinin 28 günlük basınç dayanımı ölçülemeyecek kadar düşük kalmış, dayanım gelişimi gözlenmemiştir. Bu durum, mikroyapıda belirgin olan; çözünmemiş partiküllerin baskınlığı, eksik jel matris oluşumu ve kimyasal olarak zayıf bağlanmış fazların hâkimiyeti ile doğrudan ilişkilidir.

K-10 numunesine ait SEM görüntüleri, Provis & van Deventer (2009)'un KOH ile aktive edilmiş geopolimer sistemler için tanımladığı düşük reaktivite, zayıf bağlayıcı yapı ve parçalanmış morfoloji özellikleriyle tam uyum göstermektedir. Küresel jel fazlarının ve kristalin çökeltilerin olmaması, KOH sisteminin düşük yapısal bütünlüğe sahip olduğunu göstermektedir. Bu bulgular, basınç dayanım testleriyle birlikte değerlendirildiğinde, K-10 numunesinin neden dayanım geliştiremediğini açıklamakta ve düşük çözünürlükte öncüllerle KOH aktivasyonunun sınırlı etkinliğini ortaya koymaktadır.



Şekil 4.19. K-14 kodlu numunenin SEM görüntüleri

Şekil 4.19.a’da düşük büyütme ($\sim 25 \mu\text{m}$ ölçek) görüntüde, K-14 numunesinin mikroyapısının oldukça parçalanmış ve çatlaklarla dolu olduğu, aynı zamanda büyük çaplı gözenekler içerdiği tespit edilmiştir. Bu gözenekli yapı içerisinde çok sayıda çözünmemiş lamelli vermikülit kalıntısı yer almakta, bunların etkin bir jel fazı ile kapsanmadığı gözlenmektedir. Bu morfoloji, yüksek molariteli KOH çözeltilerinde pH’ın ani yükselmesiyle kararsız ara türlerin erken çökmesine ve dolayısıyla çözünmenin sınırlı kalmasına bağlanmaktadır.

Şekil 4.19.b’de orta büyütme ($\sim 10 \mu\text{m}$ ölçek) görüntüde, granüler ve gözenekli bir matris içinde iri parçacıklar arası bağlayıcılığın oldukça zayıf olduğu görülmektedir. Parçacık yüzeylerinde kısmi jel çökeltileri mevcut olmakla birlikte, bunlar homojen bir kapsama sağlayamamaktadır.

Şekil 4.19.c’de yüksek büyütme ($\sim 1 \mu\text{m}$ ölçek) görüntüde, lifsi (fibrous) ve gevşek jel benzeri oluşumların varlığı dikkat çekmektedir. Bu bağlayıcı fazların düzensiz dağıldığı ve amorf jelin süreklilik göstermediği görülmektedir. Bu durum, düzensiz ve düşük yoğunluklu geopolimerleşmenin göstergesi olarak yorumlanabilir. Provis & van Deventer (2009), KOH ile oluşan K–A–S–H jellerin genellikle zayıf bağlanan ve düşük mekanik bütünlük sergileyen yapılara sahip olduğunu vurgulamaktadır.

Şekil 4.19.d’de çok yüksek büyütme ($\sim 250 \text{ nm}$ ölçek) görüntüde ise, pulumsu yapılar gözlemlenmiştir. Amorf bir fazın sürekliliği gözlenmemektedir. Bu da tepkime kinetiklerinin zayıf kaldığını ve bağlayıcı faz gelişiminin yetersiz olduğunu ortaya koymaktadır. Provis & van Deventer (2009), bu tür morfolojilerin özellikle düşük çözünürlükteki öncül maddelerin KOH ile aktive edilmesi durumlarında sıklıkla görüldüğünü belirtmiştir.

Mikroyapıdaki bu düzensizlikler, mekanik dayanım testleriyle de desteklenmiştir. K-14 numunesi, 28 günlük basınç dayanımı ölçülemeyecek kadar düşük seviyede kalmış, yani bağlayıcı faz mekanik bütünlük sağlayamamıştır. Bu doğrudan; tepkimeye girmemiş partiküllerin fazlalığı, eksik jel oluşumu ve yüksek iç gözenek oranı ile ilişkilidir.

K-14 numunesine ait SEM mikroyapısı, Provis & van Deventer (2009)’da detaylandırılan düşük reaktiviteye sahip KOH ile aktive edilmiş geopolimer sistemlerin karakteristik özelliklerini taşımaktadır. Vermikülitin yeterli düzeyde çözünmemesi, K–A–S–H jel oluşumunun sınırlı ve dağınık kalmasına neden olmuş, bu durum da mikroyapının parçalanmış ve bağlayıcılık açısından yetersiz bir yapıya dönüşmesine yol açmıştır. Sürekli amorf bir matrisin yokluğu ve düşük mekanik dayanım verileriyle birlikte değerlendirildiğinde, bu sistemin geopolimerleşme açısından başarısız olduğu ve KOH’un bu koşullarda etkin bir aktivatör olmadığı net şekilde ortaya çıkmaktadır (Provis & Van Deventer, 2009)

4.5.5. $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{NaOH}$ Kullanılarak Üretilen Numuneler

Şekil 4.20.a’da düşük büyütme ($\sim 25 \mu\text{m}$ ölçek) düzeyinde alınan SEM görüntüsünde, 1NN numunesinin kompakt ve gözenekliliği oldukça düşük bir matris yapısına sahip olduğu görülmektedir. Bu tür yoğun mikroyapılar, Provis & van Deventer (2009)’a göre, NaOH ile birlikte sodyum silikat (Na_2SiO_3) kullanılan sistemlerde oluşan gelişmiş N–A–S–H jel fazlarının tipik bir göstergesidir. Yoğun

jelleşme ve başarılı polikondenzasyon süreci sonucunda, bağlayıcı fazın sistem genelinde homojen şekilde dağıldığı anlaşılmaktadır.

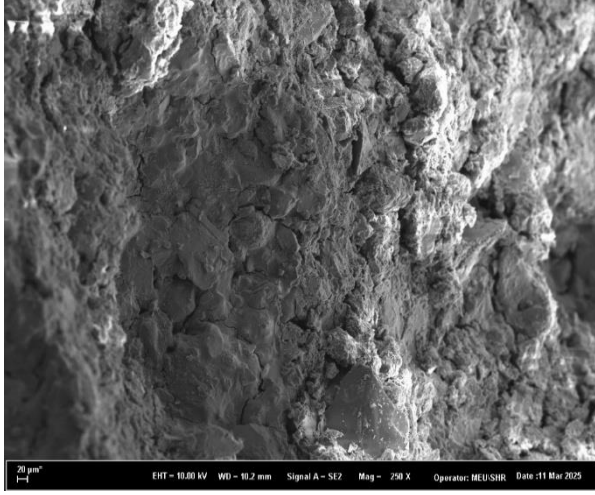
Şekil 4.20.b’de orta büyütmeye ($\sim 10 \mu\text{m}$ ölçek) seviyesinde gözlenen mikroyapıda, yoğun şekilde istiflenmiş partiküllerin amorf bir jel fazı içerisinde tamamen kapsandığı dikkat çekmektedir. Gözle görülür çatlakların veya boşlukların olmaması, matrisin sürekliliğini ve mekanik bütünlüğünü işaret etmektedir. Provis & van Deventer (2009), NaOH'nin çözündürme, Na_2SiO_3 'un ise jel oluşumunu hızlandırıcı etkilerini vurgulayarak bu tür mikroyapıların yüksek yapısal bütünlüğe sahip geopolimer sistemlerde yaygın olduğunu belirtmiştir.

Şekil 4.20.c’de yüksek büyütme ($\sim 1 \mu\text{m}$ ölçek) görüntüde, jel fazının homojen, süreklilik gösteren ve yüzeyi tamamen kaplayan bir yapıda olduğu gözlenmektedir. Vermikülite ait lamelli kalıntılar belirgin biçimde yoktur; bu da hammaddenin büyük oranda çözündüğünü göstermektedir. Bu görüntü, Provis & van Deventer (2009)’un tam polikondenzasyona ulaşmış N–A–S–H jel ağlarının mikroyapısal görünümüne dair açıklamalarıyla uyum içindedir. Bu yapı, sistemin 45 günlük periyotta elde ettiği yüksek basınç dayanımı ($\sim 4,94 \text{ MPa}$) ile de doğrudan ilişkilendirilebilir.

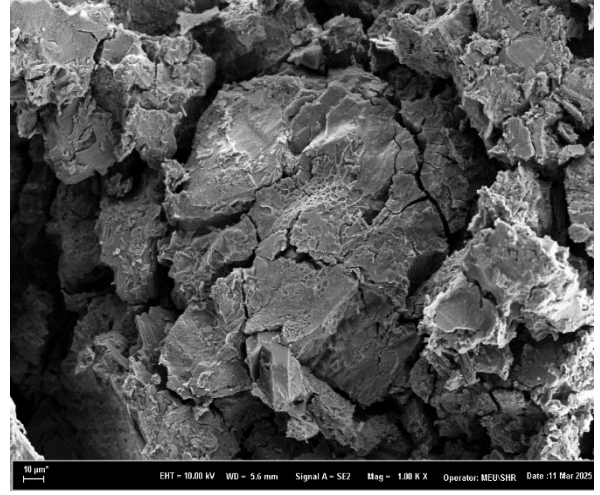
Şekil 4.20.d’de çok yüksek büyütme ($\sim 250 \text{ nm}$ ölçek) seviyesinde matris içerisinde dağılmış şekilde iğnemi kristalin yapılar gözlemlenmektedir. Bu yapılar, genellikle geopolimer jellerin olgunlaşma süreci sonucunda ortaya çıkan zeolitik veya silikat bazlı ikincil ürünlerle ilişkilidir. Provis & van Deventer (2009), yüksek Si/Na oranına sahip sistemlerde bu tür ikincil fazların gelişiminin, matrisin yapısal olarak daha dayanıklı bir bağlayıcı oluşturduğunu belirtmektedir.

Şekil 4.20.e’de yine çok yüksek büyütmede gözlenen yüzeyde, net biçimde şekillenmiş uzamış zeolit benzeri kristal fazların varlığı dikkat çekmektedir. Bu kristaller, amorf jelin zamanla kristalin fazlara dönüşerek yeniden organize olduğunu göstermektedir. Provis & van Deventer (2009) bu tür dönüşümlerin, sistemin olgunlaşma sürecine işaret ettiğini ve uzun vadeli mekanik dayanım ve kimyasal kararlılık açısından olumlu etkiler oluşturduğunu vurgulamaktadır.

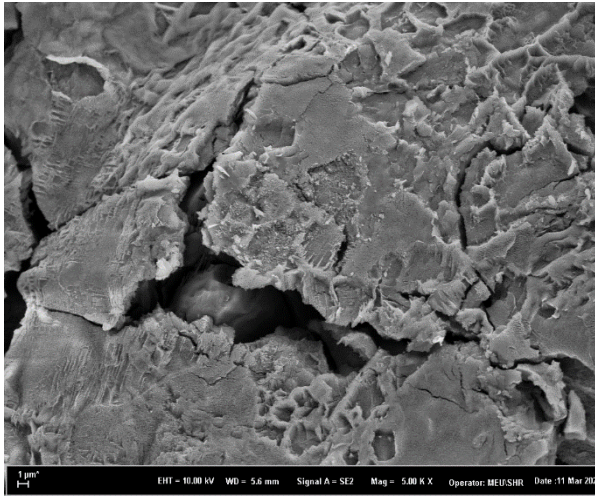
INN numunesine ait SEM görüntüleri, Provis & van Deventer (2009)’da tanımlanan yüksek performanslı, sodyum silikat katkılı geopolimer sistemlerin morfolojik özelliklerini doğrudan yansıtmaktadır. Gözlemler; tam geopolimerleşmenin gerçekleştiğini, yoğun ve homojen bir N–A–S–H jel ağının sistemin tamamında baskın faz hâline geldiğini ve olgunlaşma sürecinde zeolitik ikincil fazların geliştiğini ortaya koymaktadır. Matrisin kompakt yapısı, gözenekliliğin düşüklüğü ve sürekli bağlayıcı fazın varlığı, elde edilen yüksek basınç dayanımıyla (45 günde $\sim 4,94 \text{ MPa}$) da örtüşmektedir. Bu bağlamda INN sistemi, geopolimerleşme verimliliği açısından şimdiye kadar incelenen numuneler arasında en başarılı sonuçları ortaya koymuş ve Provis & van Deventer (2009)’da teorik olarak açıklanan "yüksek verimli sodyum aktivasyon sistemlerine" örnek teşkil etmiştir.



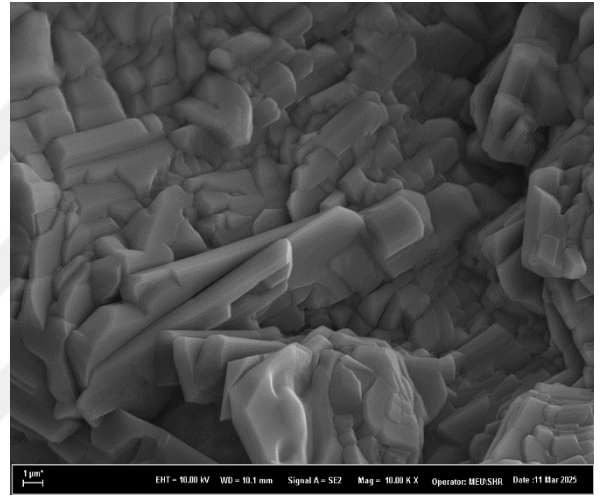
a



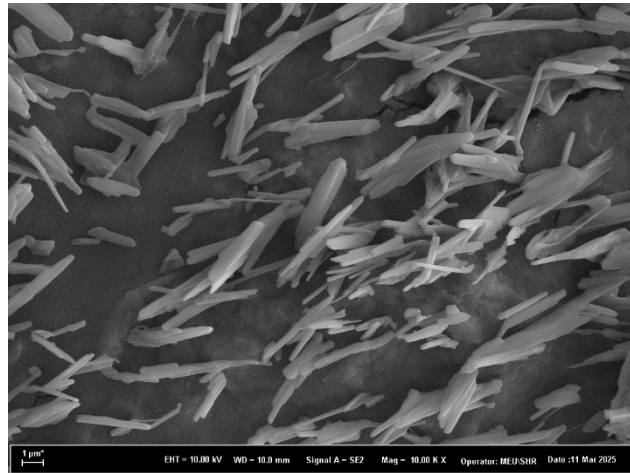
b



c

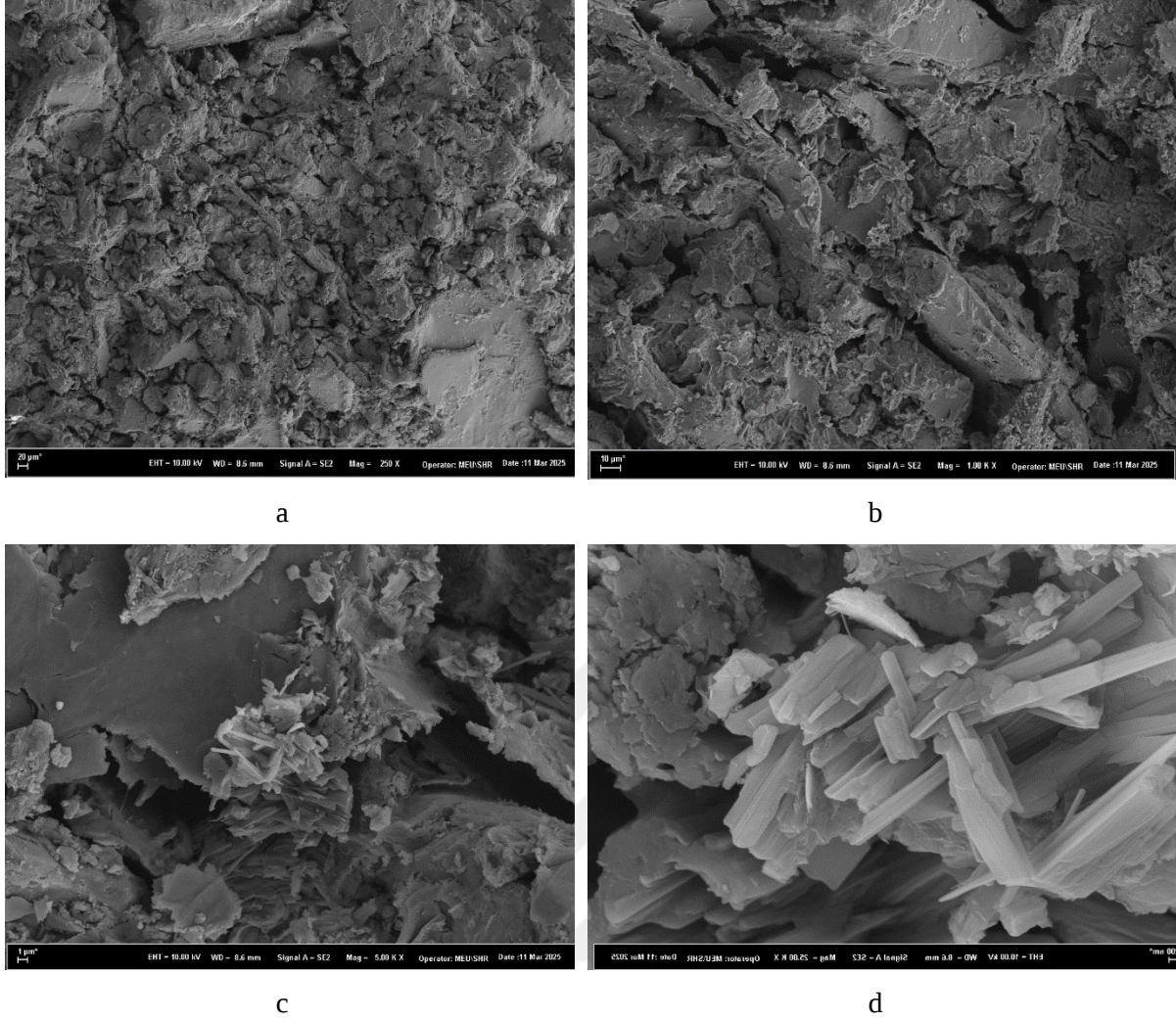


d



e

Şekil 4.20. 1NN kodlu numunenin SEM görüntüleri



Şekil 4.21. 3NN kodlu numunelerin SEM görüntüleri

Şekil 4.21.a'da düşük büyütmede ($\sim 25 \mu\text{m}$ ölçek) elde edilen görüntüde, 3NN numunesinin mikroyapısının oldukça kompakt olduğu ve açık porozitenin ihmal edilebilir düzeyde kaldığı tespit edilmiştir. Dolgu partiküllerinin tamamen bağlayıcı faz içerisinde gömülü olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum, etkin ve kapsamlı bir geopolimerleşme süreciyle elde edilen yüksek yoğunluklu N-A-S-H jel matrisine işaret etmektedir. Provis & van Deventer (2009), bu tip morfolojilerin, özellikle sodyum silikat katkılı sistemlerde yüksek basınç dayanımıyla doğrudan ilişkili olduğunu vurgulamıştır.

Şekil 4.21.b'de orta büyütmede ($\sim 10 \mu\text{m}$ ölçek) elde edilen görüntüde, amorf bağlayıcı fazın kırılmış ve köşeli tane yapılarının yüzeyini tamamen sardığı görülmektedir. Bu bağlayıcılığın homojenliği, önceki sistemlere kıyasla (örneğin N-10 veya CS-15) tepkimeye girmemiş partikül miktarının oldukça azaldığını göstermektedir.

Şekil 4.21.c'de yüksek büyütmeli ($\sim 1 \mu\text{m}$ ölçek) görüntüde, jel fazı içerisinde dağılmış tabaka benzeri ve iğnemsî mikrokristallerin varlığı dikkat çekmektedir. Bu oluşumların, olgunlaşan geopolimer matrislerinde gözlenen ve amorf jel fazının zamanla düzenli kristal yapılara evrilmesiyle ortaya çıkan

ikincil fazlar olduğu düşünülmektedir. Provis & van Deventer (2009) bu kristalleri, yüksek derecede polimerize olmuş sistemlerin karakteristik özelliği olarak tanımlamaktadır.

Şekil 4.21.d’de çok yüksek büyütmede (~250 nm ölçek) gözlemlenen yapı, keskin hatlı ve belirgin biçimde uzamış kristal fazların varlığıyla dikkat çekmektedir. Özellikle sodyum silikatça zengin sistemlerde bu tür fazların oluşumu, Provis & van Deventer (2009)’a göre, jelin termodinamik dengeye ulaşma sürecinde ortaya çıkmakta ve sistemin uzun vadeli stabilitesini güçlendirmektedir (Provis & Van Deventer, 2009).

3NN numunesine ait SEM görüntüleri, Provis & van Deventer (2009)’da tanımlanan yüksek performanslı geopolimer sistemlerin karakteristik mikroyapısal özelliklerini taşımaktadır. Numunede gözlemlenen homojen ve yoğun N–A–S–H jel ağı, tepkimeye girmemiş partikül bulunmaması, ikincil zeolitik kristalleşme ve minimum porozite, 45. günde elde edilen 7,1 MPa’lık basınç dayanımını doğrudan desteklemektedir. Bu bağlamda, 3NN numunesi, yüksek silikat katkılı ve sodyum bazlı aktivasyon sistemlerinin hem yapısal bütünlük hem de mekanik performans açısından neden üstün olduğunu açık bir şekilde ortaya koymaktadır.



5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Bu çalışmada, vermikülit atığı farklı alkali aktivatörlerle (NaOH , Ca(OH)_2 , KOH ve $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{SiO}_3$ kombinasyonu) aktive edilerek geopolimer bağlayıcıların sentezinde öncül malzeme olarak başarıyla kullanılmıştır.

Yapılan SEM analizleri, kullanılan aktivatör tipinin geopolimer matrisinin mikroyapısal gelişimi, jel oluşumu ve kristallenme derecesi üzerinde belirleyici bir rol oynadığını ortaya koymuştur.

Yoğunluk değerlerine bakıldığında ortalama $1,5 \text{ g/cm}^3$ yoğunlukta numuneler üretilmiştir. $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{SiO}_3$ aktivatörlü numuneler $1,8 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğundadır.

NaOH ile aktive edilen örneklerde kısmi jel oluşumu ve lokalize iğnemsî kristaller gözlemlenmiş; buna karşın Ca(OH)_2 ve KOH ile aktive edilen sistemlerde yetersiz geopolimerleşme, gevşek, pullu veya gözenekli mikroyapılar ve zayıf reaksiyon ürünü entegrasyonu tespit edilmiştir. Buna karşılık, NaOH ve Na_2SiO_3 'ün birlikte kullanımı, yoğun, homojen bir mikroyapı, iyi gelişmiş amorf jel ve zeolit benzeri ikincil kristalin fazlar (iğnemsî ve levhamsı morfolojilerle) elde edilmesini sağlamıştır.

FT-IR spektroskopisi bulguları bu gözlemleri desteklemiş; özellikle Si-O-T ($\text{T} = \text{Si, Al}$) titreşim bantlarındaki kaymalar ve hidroksil gruplarına ait bantlar, geopolimer ağ yapısının oluşumunu doğrulamıştır. En belirgin geopolimerik yapı, $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{SiO}_3$ ile aktive edilen sistemlerde tespit edilmiştir.

Basınç dayanımı sonuçları da mikroyapısal bulgularla örtüşmektedir. Yalnızca NaOH ile aktive edilen örneklerde orta düzeyde dayanım (2.6 MPa 'ya kadar), Ca(OH)_2 veya KOH ile aktive edilenlerde ise sınırlı mekanik performans gözlenmiştir. En yüksek dayanım değeri (7.1 MPa , 3NN), $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{SiO}_3$ aktivasyonu ile elde edilmiş; bu durum, yapısal bütünlüğün artması ve reaksiyon verimliliğinin yükselmesiyle ilişkilendirilmiştir.

Sonuç olarak, elde edilen bulgular, sodyum hidroksit ile sodyum silikatın birlikte kullanımı etkisinin, vermikülit atığının etkin geopolimerleşmesi açısından olmazsa olmaz bir unsur olduğunu göstermektedir.

Bu çalışma, endüstriyel atıkların sürdürülebilir ve yüksek performanslı geopolimer malzemelere dönüştürülmesinde aktivasyon sisteminin optimize edilmesinin kritik önemini bir kez daha ortaya koymaktadır. Aynı zamanda elde edilen sonuçlara göre NN kodlu numuneler geopolimer olarak kullanılabilecek potansiyele sahiptir.

5.2. Öneriler

Bu çalışmada elde edilen bulgular doğrultusunda, vermikülit atığından sentezlenen geopolimer malzemelerin daha kapsamlı anlaşılması ve uygulama potansiyelinin genişletilmesi amacıyla çeşitli araştırma önerileri sunulmaktadır:

Geopolimer jel oluşumunun iyileştirilmesi ve mekanik performansın artırılması için öncül karışım oranlarının optimize edilmesi önerilmektedir. Bu kapsamda, metakaolin veya uçucu kül gibi ek aluminosilikat kaynaklarının ilavesi, hem reaksiyon derecesini artırabilir hem de ağ yapısının daha homojen gelişmesine katkı sağlayabilir.

Özellikle $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ve KOH ile aktive edilen sistemlerde yeterli reaksiyon ürünlerinin oluşmaması göz önünde bulundurularak, yükseltilmiş sıcaklık ve nem kontrollü kür rejimlerinin etkisi detaylı olarak araştırılmalıdır. Bu tür koşulların, düşük reaktif ortamlarda geopolimerleşme kinetiğini artırdığı öngörülmektedir.

Nihai kompozitlerin mekanik dayanımı ve dayanıklılığının artırılması amacıyla nano-silika, karbon nanotüpleri gibi nano katkıları ile organik/inorganik fiberlerin (örneğin polipropilen, bazalt veya cam elyafı) entegrasyonu önerilmektedir.

KAYNAKLAR

- Abdollahnejad, Z., Pacheco-Torgal, F., Félix, T., Tahri, W., & Aguiar, J. B. (2015). Mix design, properties and cost analysis of fly ash-based geopolymer foam. *Construction and Building Materials*, 80, 18-30.
- Akhtar, K., Khan, S. A., Khan, S. B., & Asiri, A. M. (2018). *Scanning electron microscopy: Principle and applications in nanomaterials characterization*. Springer.
- Al Bakri, A. M., Kamarudin, H., Bnhussain, M., Nizar, I. K., & Mastura, W. (2011). Mechanism and chemical reaction of fly ash geopolymer cement-a review. *Journal of Asian Scientific Research*, 1(5), 247-253.
- Alyamani, A., & Lemine, O. (2012). FE-SEM characterization of some nanomaterial. In *Scanning electron microscopy*. IntechOpen.
- Anggarini, U., Pratapa, S., Purnomo, V., & Sukmana, N. C. (2019). A comparative study of the utilization of synthetic foaming agent and aluminum powder as pore-forming agents in lightweight geopolymer synthesis. *Open Chemistry*, 17(1), 629-638.
- Assis Neto, P. C. d., Sales, L. P. B., Oliveira, P. K. S., Silva, I. C. d., Barros, I. M. d. S., Nóbrega, A. F. d., & Carneiro, A. M. P. (2023). Expanded vermiculite: a short review about its production, characteristics, and effects on the properties of lightweight mortars. *Buildings*, 13(3), 823.
- Autef, A., Joussein, E., Gasgnier, G., & Rossignol, S. (2012). Role of the silica source on the geopolymerization rate. *Journal of Non-crystalline solids*, 358(21), 2886-2893.
- Autef, A., Joussein, E., Gasgnier, G., & Rossignol, S. (2013). Role of the silica source on the geopolymerization rate: A thermal analysis study. *Journal of Non-crystalline solids*, 366, 13-21.
- Bai, C., & Colombo, P. (2018). Processing, properties and applications of highly porous geopolymers: A review. *Ceramics International*, 44(14), 16103-16118.

- Barros, I. (2018). *Thermal and Mechanical Analysis of Coating Mortars with Addition of Expanded Vermiculite as a Substitute for Aggregate* Universidade Federal do Rio Grande do Norte Natal, RN, Brazil].
- Bell, J., Gordon, M., & Kriven, W. (2005). Use of geopolymeric cements as a refractory adhesive for metal and ceramic joins. *Advances in Ceramic Coatings and Ceramic-Metal Systems: Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 26, 407-413.
- Bian, Z., Jin, G., & Ji, T. (2021). Effect of combined activator of Ca (OH) 2 and Na2CO3 on workability and compressive strength of alkali-activated ferronickel slag system. *Cement and concrete composites*, 123, 104179.
- Britannica, T. (2021). Editors of Encyclopaedia. Encyclopedia Britannica. In.
- Bush, A. (2001). Construction materials: lightweight aggregates. *Encyclopedia of materials: science and technology*, 1550-1558.
- Cao, Y.-F., Tao, Z., Pan, Z., & Wuhrer, R. (2018). Effect of calcium aluminate cement on geopolymer concrete cured at ambient temperature. *Construction and Building Materials*, 191, 242-252.
- Catauro, M., Papale, F., Lamanna, G., & Bollino, F. (2015). Geopolymer/PEG hybrid materials synthesis and investigation of the polymer influence on microstructure and mechanical behavior. *Materials Research*, 18, 698-705.
- Comrie, D. C., & Kriven, W. M. (2003). Composite cold ceramic geopolymer in a refractory application. *Ceramic Transactions*, 153, 211-225.
- Davidovits, J. (1982). The need to create a new technical language for the transfer of basic scientific information.
- Davidovits, J. (1989). Geopolymers and geopolymeric materials. *Journal of thermal analysis*, 35, 429-441.
- Davidovits, J. (1991). Geopolymers: inorganic polymeric new materials. *Journal of Thermal Analysis and calorimetry*, 37(8), 1633-1656.
- Davidovits, J. (2008a). *Geopolymer chemistry and applications*. Geopolymer Institute.

Davidovits, J. (2008b). *They built the Pyramids*. Geopolymer Institute.

Davidovits, J., & Davidovics, M. (1991). Geopolymer: ultra-high temperature tooling material for the manufacture of advanced composites. *How Concept Becomes Reality.*, 36, 1939-1949.

De Silva, P., Sagoe-Crenstil, K., & Sirivivatnanon, V. (2007). Kinetics of geopolymerization: Role of Al_2O_3 and SiO_2 . *Cement and Concrete Research*, 37(4), 512-518.

Duxson, P., Fernández-Jiménez, A., Provis, J. L., Lukey, G. C., Palomo, A., & van Deventer, J. S. (2007). Geopolymer technology: the current state of the art. *Journal of materials science*, 42, 2917-2933.

Ekinci, E., & Türkmen, İ. (2021). Farklı Aktivatör Ve Ham Madde Değişkenlerinin Geopolimer Hamurun Basınç Dayanımına Etkisinin İncelenmesi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*(24), 169-175.

Erdogan, S. (2015). Properties of ground perlite geopolymer mortars. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 27(7), 04014210.

França, S. C., Braga, P. F., Couto, H. J., & Gonçalves, C. C. (2016). Vermiculita, mais que um mineral termo acústico. *Proceedings of the IV Simpósio de Minerais Industriais do Nordeste, João Pessoa, PB, Brazil*, 30.

Gadsden, J. A. (1975). Infrared spectra of minerals and related inorganic compounds. (No Title).

Giancaspro, J., Balaguru, P., & Lyon, R. E. (2006). Use of inorganic polymer to improve the fire response of balsa sandwich structures. *Journal of materials in civil engineering*, 18(3), 390-397.

Goldstein, J. (2012). *Practical scanning electron microscopy: electron and ion microprobe analysis*. Springer Science & Business Media.

Gunasekara, C. (2016). *Influence of properties of fly ash from different sources on the mix design and performance of geopolymer concrete* [RMIT University].

Hairi, S. N. M., Jameson, G. N., Rogers, J. J., & MacKenzie, K. J. (2015). Synthesis and properties of inorganic polymers (geopolymers) derived from Bayer process residue (red mud) and bauxite. *Journal of materials science*, 50, 7713-7724.

- Hajimohammadi, A., Ngo, T., Mendis, P., Nguyen, T., Kashani, A., & van Deventer, J. S. (2017). Pore characteristics in one-part mix geopolymers foamed by H₂O₂: The impact of mix design. *Materials & Design*, 130, 381-391.
- Haq, E. U., Padmanabhan, S. K., & Licciulli, A. (2015). Microwave synthesis of thermal insulating foams from coal derived bottom ash. *Fuel Processing Technology*, 130, 263-267.
- Hillier, S., Marwa, E., & Rice, C. (2013). On the mechanism of exfoliation of ‘Vermiculite’. *Clay Minerals*, 48(4), 563-582.
- Jabar, T. A., Abed, M. S., & Alzuhairi, M. A. (2025). A comprehensive review on geopolymer materials: Preparation, properties, applications, and challenges. *AIP Conference Proceedings*,
- Jia, D., He, P., Wang, M., Yan, S., Jia, D., He, P., Wang, M., & Yan, S. (2020). Geopolymers and their matrix composites: a state-of-the-art review. *Geopolymer and Geopolymer Matrix Composites*, 7-34.
- Jun, Y., & Oh, J. E. (2014). Mechanical and microstructural dissimilarities in alkali-activation for six Class F Korean fly ashes. *Construction and Building Materials*, 52, 396-403.
- Kara, İ., Yilmazer, D., & Akar, S. T. (2017). Metakaolin based geopolymer as an effective adsorbent for adsorption of zinc (II) and nickel (II) ions from aqueous solutions. *Applied Clay Science*, 139, 54-63.
- KARAKAYA HARMANCI, F. N., & KALEM, M. S. (2022). Betonda atık vermikülit kullanımının betonun mineralojik ve kimyasal yapısına olan etkisinin incelenmesi. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 12(3).
- Kaya, K., & Soyer-Uzun, S. (2016). Evolution of structural characteristics and compressive strength in red mud–metakaolin based geopolymer systems. *Ceramics International*, 42(6), 7406-7413.
- Khale, D., & Chaudhary, R. (2007). Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review. *Journal of materials science*, 42(3), 729-746.
- Kioupis, D., Skaropoulou, A., Tsivilis, S., & Kakali, G. (2022). Properties and durability performance of lightweight fly ash based geopolymer composites incorporating expanded polystyrene and expanded perlite. *Ceramics*, 5(4), 821-836.

- Komnitsas, K., & Zaharaki, D. (2007). Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry. *Minerals Engineering*, 20(14), 1261-1277.
- Kriven, W. M., Bell, J., & Gordon, M. (2004). Geopolymer refractories for the glass manufacturing industry. 64th Conference on Glass Problems: Ceramic Engineering and Science Proceedings,
- Krivenko, P., & Kovalchuk, G. Y. (2007). Directed synthesis of alkaline aluminosilicate minerals in a geocement matrix. *Journal of Materials Science*, 42, 2944-2952.
- Kumar, A., & Kumar, S. (2013). Development of paving blocks from synergistic use of red mud and fly ash using geopolymerization. *Construction and Building Materials*, 38, 865-871.
- Lee, W.-H., Cheng, T.-W., Ding, Y.-C., Lin, K.-L., Tsao, S.-W., & Huang, C.-P. (2019). Geopolymer technology for the solidification of simulated ion exchange resins with radionuclides. *Journal of environmental management*, 235, 19-27.
- LEME, T. G. (2017). Livro de referência de Minerais Comuns e Economicamente Relevantes: ÓXIDOS. Museu de Minerais, Minérios e Rochas “Prof. Dr. Heinz Ebert”. *Rem*, 4, 11.
- Lemougna, P. N., Melo, U. C., Delplancke, M.-P., & Rahier, H. (2013). Influence of the activating solution composition on the stability and thermo-mechanical properties of inorganic polymers (geopolymers) from volcanic ash. *Construction and Building Materials*, 48, 278-286.
- Leong, H. Y., Ong, D. E. L., Sanjayan, J. G., & Nazari, A. (2016). The effect of different Na₂O and K₂O ratios of alkali activator on compressive strength of fly ash based-geopolymer. *Construction and Building Materials*, 106, 500-511.
- Loughborough, R. (1991). Minerals in lightweight insulation; Filling the market. *Industrial Minerals (London);(United Kingdom)*, 289.
- Lyon, R. E., Balaguru, P., Foden, A., Sorathia, U., Davidovits, J., & Davidovics, M. (1997). Fire-resistant aluminosilicate composites. *Fire and materials*, 21(2), 67-73.
- Marcos, C., & Rodríguez, I. (2010). Expansion behaviour of commercial vermiculites at 1000 C. *Applied Clay Science*, 48(3), 492-498.

- Marcos, C., & Rodríguez, I. (2011). Expansibility of vermiculites irradiated with microwaves. *Applied Clay Science*, 51(1-2), 33-37.
- McMahon, G. (2008). *Analytical instrumentation: a guide to laboratory, portable and miniaturized instruments*. John Wiley & Sons.
- Minelli, M., Medri, V., Papa, E., Miccio, F., Landi, E., & Doghieri, F. (2016). Geopolymers as solid adsorbent for CO₂ capture. *Chemical Engineering Science*, 148, 267-274.
- Mo, B.-h., Zhu, H., Cui, X.-m., He, Y., & Gong, S.-y. (2014). Effect of curing temperature on geopolymerization of metakaolin-based geopolymers. *Applied Clay Science*, 99, 144-148.
- Moore, D. M., & Reynolds, R., Jr. (1989). *X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals*.
- Muhammad, F., Huang, X., Li, S., Xia, M., Zhang, M., Liu, Q., Hassan, M. A. S., Jiao, B., Yu, L., & Li, D. (2018). Strength evaluation by using polycarboxylate superplasticizer and solidification efficiency of Cr⁶⁺, Pb²⁺ and Cd²⁺ in composite based geopolymer. *Journal of Cleaner Production*, 188, 807-815.
- Muñiz-Villarreal, M., Manzano-Ramírez, A., Sampieri-Bulbarela, S., Gasca-Tirado, J. R., Reyes-Araiza, J. L., Rubio-Ávalos, J. C., Pérez-Bueno, J., Apatiga, L., Zaldivar-Cadena, A., & Amigó-Borrás, V. (2011). The effect of temperature on the geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer. *Materials Letters*, 65(6), 995-998.
- Nath, S., Mukherjee, S., Maitra, S., & Kumar, S. (2014). Ambient and elevated temperature geopolymerization behaviour of class F fly ash. *Transactions of the Indian Ceramic Society*, 73(2), 126-132.
- Nie, Y., Ma, H., Yang, J., Shu, Y., Li, R., & Gao, F. (2006). Study on the mechanism of geopolymerization in the curing process of geopolymer. *Geoscience*, 2, 340-346.
- Panias, D., Giannopoulou, I. P., & Perraki, T. (2007). Effect of synthesis parameters on the mechanical properties of fly ash-based geopolymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 301(1-3), 246-254.

- Pehlivan, H. (2023). Nano silis katkılı trakitik tuf esaslı geopolimer harçların farklı kür ortamlarında özelliklerinin incelenmesi. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 13(3), 580-594.
- Pimraksa, K., Chindapasirt, P., Rungchet, A., Sagoe-Crentsil, K., & Sato, T. (2011). Lightweight geopolymer made of highly porous siliceous materials with various Na₂O/Al₂O₃ and SiO₂/Al₂O₃ ratios. *Materials Science and Engineering: A*, 528(21), 6616-6623.
- Potter, M. (1991). Vermiculite. *American Ceramic Society bulletin*, 70(5), 887-888.
- Provis, J. L., & Bernal, S. A. (2014). Geopolymers and related alkali-activated materials. *Annual Review of Materials Research*, 44(1), 299-327.
- Provis, J. L., Palomo, A., & Shi, C. (2015). Advances in understanding alkali-activated materials. *Cement and Concrete Research*, 78, 110-125.
- Provis, J. L., & Van Deventer, J. S. J. (2009). *Geopolymers: structures, processing, properties and industrial applications*. Elsevier.
- Prud'Homme, E., Michaud, P., Joussein, E., Clacens, J.-M., & Rossignol, S. (2011). Role of alkaline cations and water content on geomaterial foams: Monitoring during formation. *Journal of Non-crystalline solids*, 357(4), 1270-1278.
- Puertas, F., Martínez-Ramírez, S., Alonso, S., & Vázquez, T. (2000). Alkali-activated fly ash/slag cements: Strength behaviour and hydration products. *Cement and Concrete Research*, 30(10), 1625-1632.
- Rangan, B. V. (2008). Fly ash-based geopolymer concrete. *Curtin University of Technology*, 7.
- Rasaki, S. A., Bingxue, Z., Guarecuco, R., Thomas, T., & Minghui, Y. (2019). Geopolymer for use in heavy metals adsorption, and advanced oxidative processes: A critical review. *Journal of Cleaner Production*, 213, 42-58.
- Rattanasak, U., & Chindapasirt, P. (2009). Influence of NaOH solution on the synthesis of fly ash geopolymer. *Minerals Engineering*, 22(12), 1073-1078.
- Rees, C. A., Provis, J. L., Lukey, G. C., & Van Deventer, J. S. (2007). In situ ATR-FTIR study of the early stages of fly ash geopolymer gel formation. *Langmuir*, 23(17), 9076-9082.

- Sakulich, A. R. (2011). Reinforced geopolymer composites for enhanced material greenness and durability. *Sustainable Cities and Society*, 1(4), 195-210.
- Santos, P. D. S. (1979). Recent developments in applied clay mineralogy. *Developments in Sedimentology*, 27, 427-436.
- Strand, P., & Stewart, O. (1983). Vermiculite: Industrial Rocks and Minerals. *Society of Mining Engineers, New York*.
- Şimşek, O. (2021). Beton ve beton teknolojisi.
- Talling, B. (2002). Geopolymers give fire safety to cruise ships. *Geopolymers*.
- Tippayasam, C., Balyore, P., Thavorniti, P., Kamseu, E., Leonelli, C., Chindaprasirt, P., & Chaysuwan, D. (2016). Potassium alkali concentration and heat treatment affected metakaolin-based geopolymer. *Construction and Building Materials*, 104, 293-297.
- Toksoy, F. (1997). Vermikülit: Mineraloji, jeolojik oluşum, endüstriyel kullanım ve Türkiye'deki durumu. 2. *Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, 16-17.
- Toniolo, N., Rincón, A., Avadhut, Y., Hartmann, M., Bernardo, E., & Boccaccini, A. R. (2018). Novel geopolymers incorporating red mud and waste glass cullet. *Materials Letters*, 219, 152-154.
- Van Deventer, J. S., Provis, J. L., & Duxson, P. (2012). Technical and commercial progress in the adoption of geopolymer cement. *Minerals Engineering*, 29, 89-104.
- Van Jaarsveld, J., Van Deventer, J., & Schwartzman, A. (1999). The potential use of geopolymeric materials to immobilise toxic metals: Part II. Material and leaching characteristics. *Minerals Engineering*, 12(1), 75-91.
- Vaou, V., & Parias, D. (2010). Thermal insulating foamy geopolymers from perlite. *Minerals Engineering*, 23(14), 1146-1151.
- Vieira, L., Maschio, L. J., Araújo, E. P. d., Silva, A. M. d., & Vieira, R. (2019). Development of geopolymers for catalyst support applications. *Materials Research*, 22, e20180770.

- Wang, S.-D., Pu, X.-C., Scrivener, K., & Pratt, P. (1995). Alkali-activated slag cement and concrete: a review of properties and problems. *Advances in cement research*, 7(27), 93-102.
- Wasim, M., Ngo, T. D., & Law, D. (2021). A state-of-the-art review on the durability of geopolymer concrete for sustainable structures and infrastructure. *Construction and Building Materials*, 291, 123381.
- Xu, H., & Van Deventer, J. (2000). The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. *International journal of mineral processing*, 59(3), 247-266.
- Xu, H., Van Deventer, J., & Lukey, G. (2001). Effect of alkali metals on the preferential geopolymerization of stilbite/kaolinite mixtures. *Industrial & engineering chemistry research*, 40(17), 3749-3756.
- Yang, M., Paudel, S. R., & Asa, E. (2020). Comparison of pore structure in alkali activated fly ash geopolymer and ordinary concrete due to alkali-silica reaction using micro-computed tomography. *Construction and Building Materials*, 236, 117524.
- Yao, X., Zhang, Z., Zhu, H., & Chen, Y. (2009). Geopolymerization process of alkali–metakaolinite characterized by isothermal calorimetry. *Thermochimica Acta*, 493(1-2), 49-54.
- Zhang, Z., Provis, J. L., Reid, A., & Wang, H. (2014). Geopolymer foam concrete: An emerging material for sustainable construction. *Construction and Building Materials*, 56, 113-127.
- Zhang, Z., & Wang, H. (2015). Alkali-activated cements for protective coating of OPC concrete. In *Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes* (pp. 605-626). Elsevier.
- Zhong, H., & Zhang, M. (2022). 3D printing geopolymers: A review. *Cement and Concrete Composites*, 128, 104455.



