

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

NANOFİBER SELÜLOZ KATKILI KİREÇ ESASLI
ENJEKSİYON MALZEMELERİNİN TAZE VE
SERTLEŞMİŞ HALDEKİ ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ

Ali SAYAR

YÜKSEK LİSANS TEZİ
İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı
Yapı Malzemeleri Programı

Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Didem OKTAY

Ocak, 2024

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NANOFİBER SELÜLOZ KATKILI KİREÇ ESASLI
ENJEKSİYON MALZEMELERİNİN TAZE VE SERTLEŞMİŞ
HALDEKİ ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Ali SAYAR tarafından hazırlanan tez çalışması 14.02.2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı, Yapı Malzemeleri Programı **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Dr. Öğr. Üyesi Didem OKTAY
Yıldız Teknik Üniversitesi
Danışman

Jüri Üyeleri

Dr. Öğr. Üyesi Didem OKTAY, Danışman
Yıldız Teknik Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Serhan ULUKAYA, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Büşra AKTÜRK, Üye
İstanbul Bilgi Üniversitesi

Danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Didem OKTAY sorumluluğunda tarafımca hazırlanan “Nanofiber Selüloz Katkılı Kireç Esaslı Enjeksiyon Malzemelerinin Taze ve Sertleşmiş Haldeki Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı çalışmada veri toplama ve veri kullanımında gerekli yasal izinleri aldığımı, diğer kaynaklardan aldığım bilgileri ana metin ve referanslarda eksiksiz gösterdiğimi, araştırma verilerine ve sonuçlarına ilişkin çarpıtma ve/veya sahtecilik yapmadığımı, çalışmam süresince bilimsel araştırma ve etik ilkelerine uygun davrandığımı beyan ederim. Beyanımın aksinin ispatı halinde her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Ali SAYAR



Bu çalışma, Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'nün FYL-2023-5642 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

TEŞEKKÜR

Tezimin tüm aşamalarında yanımda olan, bilgi ve tecrübelerini paylaşarak yol gösteren ve beni her konuda destekleyen danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi Didem OKTAY'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tezimi, FYL-2023-5642 numaralı araştırma projesi ile destekleyen Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne,

Lisansüstü eğitim sürecim boyunca engin bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım değerli hocalarım Prof. Dr. Nabi YÜZER, Prof. Dr. Mücteba UYSAL, Prof. Dr. Özgür ÇAKIR ve Dr. Öğr. Üyesi Serhan ULUKAYA'ya,

Deneysel çalışmalarına yardımcı olan değerli hocam Dr. Öğr. Üyesi Büşra AKTÜRK'e, sevgili arkadaşlarım Arş. Gör. Ömer Can ÖZEN, Arş. Gör. Emine ÖZDOĞRU ve laboratuvar teknisyenimiz Halil YAVAŞCI'ya,

Çalışmalarında kullandığım doğal hidrolik kireci temin eden TİCEM İleri Yapı Teknolojileri'ne ve sağladıkları kimyasal katkı maddeleri için CHRYSO'ya,

Sayısız fedakarlıkla beni yetiştiren, tüm hayatım boyunca olduğu gibi bu süreçte de yanımda olan ve desteklerini esirgemeyen sevgili annem Selma SAYAR'a, sevgili babam Suphi SAYAR'a ve sevgili kardeşlerim Sara SAYAR ile Mustafa SAYAR'a,

Mesleğime adım attığım ilk günden itibaren desteğini gördüğüm ve gelişimime büyük katkı sağlayan değerli meslek büyüğüm İsmail AÇIKGÖZ'e,

Tüm zor zamanlarımda olduğu gibi tez sürecimde de yanımda olan manevi kardeşim, can yoldaşım Aytaç GÖZEL'e ve sevgili dostum Cem ÖĞÜTMEN'e tüm kalbimle teşekkür ederim.

Bu çalışma, 06.02.2023 tarihinde meydana gelen depremde kaybettiğim Burcu ERASLAN YILMAZ, Nedim ÖLMEZ ve Enes ÇULHACIOĞLU başta olmak üzere yitirilen tüm canlara ve yıkılan memleketim kadim Antakya'ya ithaf edilmiştir.

Ali SAYAR

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR	iv
SİMGE LİSTESİ	vii
KISALTMA LİSTESİ	viii
ŞEKİL LİSTESİ	ix
TABLO LİSTESİ	xi
ÖZET	xii
ABSTRACT	xiv
1 GİRİŞ	1
1.1 Literatür Özeti	1
1.2 Tezin Amacı	2
1.3 Hipotez	3
2 TARİHİ ÖZGÜN HARÇLARDA KULLANILAN KATKI MADDELERİ VE TARİHİ YAPILARIN ONARIMINDA KULLANILAN ENJEKSİYON MALZEMELERİ	4
2.1 Tarihi Harçlarda Kullanılan Katkı Maddeleri	4
2.2 Onarım Harçlarında Kullanılan Lif Katkıları	5
2.3 Tarihi Yapılarda Oluşan Hasarlar ve Onarım Teknikleri	7
2.4 Enjeksiyon Yöntemi (Grouting) ve Enjeksiyon Malzemeleri	11
2.4.1 Enjeksiyon Yöntemi (Grouting)	11
2.4.2 Enjeksiyon Öncesinde ve Sonrasında Yapılması Gereken Uygulamalar	13
2.4.3 Enjeksiyon Malzemeleri	13
2.4.4 Enjeksiyon Malzemesi Üretiminde Kullanılan Bağlayıcılar	14
2.5 Nanoselülozlar ve Nanoselülozların Genel Özellikleri	16
2.5.1 Selüloz ve Nanoselüloz	16
2.5.2 Nanofiber Selüloz	19
2.5.3 Nanofiber Selülozun Elde Edilmesi	19
2.5.4 Nanofiber Selülozun Genel Özellikleri ve Sunduğu Avantajlar	21
2.5.5 Harçlarda ve Enjeksiyon Malzemelerinde Nanofiber Selüloz (NFS) Kullanımı	21
3 DENEYSEL ÇALIŞMALAR	24
3.1 Kullanılan Malzemeler	24
3.1.1 Doğal Hidrolik Kireç (NHL 5)	24
3.1.2 Nanofiber Selüloz	25

3.1.3 Kimyasal Katkı Maddeleri.....	26
3.2 Enjeksiyon Malzemesinin Üretimi.....	27
3.3 Enjeksiyon Malzemelerinin Taze Haldeki Özelliklerinin İncelenmesi	30
3.3.1 Akışkanlık Özelliğinin Belirlenmesi	30
3.3.2 Penetrasyon Özelliğinin Belirlenmesi	31
3.3.3 Hacim Sabitliği Özelliğinin Belirlenmesi	33
3.3.4 Reolojik Özelliklerin Belirlenmesi.....	33
3.4 Enjeksiyon Malzemelerinin Sertleşmiş Haldeki Özelliklerinin İncelenmesi	35
3.4.1 Kür Koşulları	35
3.4.2 Fiziksel Özelliklerin Belirlenmesi	35
3.4.3 Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi	40
3.4.4 Kuruma Rötresinin Ölçülmesi	42
3.4.5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDS) ile İçyapının İncelenmesi.....	43
4 DENEY SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ VE İRDELENMESİ	45
4.1 Taze Haldeki Enjeksiyon Malzemesi Deney Sonuçları.....	45
4.1.1 Akışkanlık Özelliği Deney Sonuçları	45
4.1.2 Penetrasyon Özelliği Deney Sonuçları	46
4.1.3 Hacim Sabitliği Özelliği Deney Sonuçları	47
4.2 Reolojik Özelliklerin İncelenmesi	48
4.3 Sertleşmiş Hal Özelliklerinin İncelenmesi.....	50
4.3.1 Kılcallıkla Su Emiliminin Belirlenmesi	50
4.3.2 Temel Fiziksel Özelliklerin Belirlenmesi.....	51
4.3.3 Eğilme Dayanımı Deney Sonuçları	52
4.3.4 Basınç Dayanımı Deney Sonuçları.....	54
4.3.5 Kuruma Rötresi Ölçüm Sonuçları	55
4.3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDS) ile İçyapının İncelenmesi.....	56
5 SONUÇ VE ÖNERİLER	59
KAYNAKÇA	62
TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR	72

SİMGE LİSTESİ

A	Alan
a_s	Ağırlıkça su emme oranı
b, d	Numunelerin enkesit kenar uzunlukları
β	Görünür yoğunluk
f_b	Basınç dayanımı
f_e	Eğilme dayanımı
h_s	Hacimce su emme oranı
h_w	Terleme suyunun yüksekliği
h_0	İlk yükseklik
k	Kompasite
K	Kılcal su emme katsayısı
L	Mesnetler arası uzunluk
m_0	Numunenin etüv kurusu ağırlığı
m_i	Numunenin (t_i) anındaki ağırlığı
n	Akış indeksi
p	Porozite
P	Kırılma yükü
Q_i	Numunenin (t_i) anında birim alandan emdiği su miktarı
t	Süre
t_0	İlk temas anı
t_i	Ölçüm anı
T_{36}	Enjeksiyon malzemesinin kum kolonunun üst ucuna ulaştığı an
V	Hacim
V_{net}	Net hacim
W_{SH}	Suya doymun numunenin havadaki ağırlığı
W_{SS}	Suya doymun numunenin su içerisindeki ağırlığı
ρ	Yoğunluk
τ	Kayma gerilmesi
τ_0	Eşik kayma gerilmesi
γ	Özgöl ağırlık
γ	Kayma hızı

KISALTMA LİSTESİ

ASTM	American Society for Testing and Materials
BC	Bacterial Cellulose
CF	Cellulose Filament
CNC	Cellulose Nanocrystal
CNF	Cellulose Nanofiber
EDS	Enerji Dağılımlı Spektroskopi/Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy
EN	European Standard
ICCROM	International Centre for the Study of the Preservation and Restoration of Cultural Property
ICOMOS	International Council on Monuments and Sites
MFC	Microfibrillated Cellulose
NFS	Nanofiber Selüloz
NHL	Natural Hydraulic Lime
PINO	Ftalimit N-oksil
REF	Referans numune
RILEM	Reunion Internationale des Laboratoires et Experts des Materiaux
TEM/SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu/Scanning Electron Microscopy
TEMPO	2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oksil
TS	Türk Standartları

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1 Harçlarda kullanılan katkı maddelerinin tarihsel sıralaması [17]	5
Şekil 2.2 Tarihi yapılarda hasara neden olan etkenler [37]	8
Şekil 2.3 Yığma duvarlarda meydana gelen kesme ve eğilme çatlakları [41]	9
Şekil 2.4 Tarihi yapılarda onarım teknikleri [40]	10
Şekil 2.5 Binda vd.'e göre enjeksiyon yönteminin uygulama adımları [60]	12
Şekil 2.6 Enjeksiyon yöntemi [43]	12
Şekil 2.7 Yapı Kireci Sınıfları [77-78]	15
Şekil 2.8 Selülozun kimyasal yapısı [100]	17
Şekil 2.9 Nanoselüloz sınıfları	18
Şekil 2.10 Kaynaktan nanofibere selüloz hiyerarşisi [113]	20
Şekil 2.11 Nanofiber selülozun elde edilmesi [114]	20
Şekil 2.12 NFS katkısının çimento harçlarında terlemeye etkisi [120]	23
Şekil 3.1 Nanofiber selüloz	26
Şekil 3.2 NFS liflerinin TEM görüntüsü	26
Şekil 3.3 NFS'nin ultrasonik banyoda su içerisinde dağıtılması	28
Şekil 3.4 Spiral uçlu mekanik mikser	29
Şekil 3.5 NFS katkılı kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin üretimi	29
Şekil 3.6 Akış konisi ve Marsh hunisi	31
Şekil 3.7 Kum kolonu deney düzeneği [37]	32
Şekil 3.8 EN 1771'e [136] göre enjekte edilebilirlik sınıfları	32
Şekil 3.9 Terleme deneyi [37]	33
Şekil 3.10 Anton Paar Reolab QC reometre ve tek eksenli silindirik ölçüm ucu [48]	34
Şekil 3.11 Enjeksiyon malzemelerinin küre tabi tutulması	35
Şekil 3.12 Kılcal su emme deneyi	36
Şekil 3.13 Numunelerin suya doygun hale getirilmesi	37
Şekil 3.14 Suya doygun haldeki numunelerin suda tartılmaları (W_{ss} ölçümü)	38
Şekil 3.15 Le Chatelier balonu ve toz numune ($<63\mu m$)	39
Şekil 3.16 Eğilme deneyi	40
Şekil 3.17 Basınç dayanım deneyi	41
Şekil 3.18 Rötire ölçümü	42
Şekil 3.19 Numunelere şeffaf epoksi reçine tabanlılık yapılması	43
Şekil 3.20 SEM öncesi numunelere altın kaplama yapılması	43

Şekil 3.21 Taramalı elektron mikroskobu	44
Şekil 4.1 Serilere ait akış süresi değerleri.....	46
Şekil 4.2 Serilerin terleme oranı	47
Şekil 4.3 Enjeksiyon malzemelerine ait akış eğrileri	49
Şekil 4.4 Enjeksiyon malzemelerine ait viskozite eğrileri	49
Şekil 4.5 Enjeksiyon malzemelerinin kılcal su emme katsayıları	50
Şekil 4.6 Enjeksiyon malzemelerinin toplam boşluk oranları	52
Şekil 4.7 Enjeksiyon malzemelerinin eğilme dayanımları	53
Şekil 4.8 Enjeksiyon malzemelerinin basınç dayanımları.....	54
Şekil 4.9 Enjeksiyon malzemelerinin rötre ölçümleri	55
Şekil 4.10 Enjeksiyon malzemelerinin kesit görüntüleri.....	56
Şekil 4.11 REF serisinin SEM-EDS analizi	57
Şekil 4.12 NFS 1 serisinin SEM-EDS analizi	57
Şekil 4.13 NFS 2 serisinin SEM-EDS analizi	57
Şekil 4.14 NFS 3 serisinin SEM analizi	58

TABLO LİSTESİ

Tablo 2.1 Oluşan çatlakların meydana getirdiği etki [42].....	9
Tablo 3.1 NHL 5'in fiziksel özellikleri.....	25
Tablo 3.2 NHL 5'in kimyasal bileşenleri.....	25
Tablo 3.3 Kimyasal katkı maddelerinin özellikleri.....	27
Tablo 3.4 Enjeksiyon malzemelerinin üretiminde kullanılan malzemelerin ağırlıkça oranları	28
Tablo 3.5 Akış Konisi ve Marsh Hunisi deneylerine ait bilgiler ve sınır değerler	30
Tablo 4.1 Enjeksiyon malzemelerinin akışkanlık deney sonuçları.....	45
Tablo 4.2 Enjeksiyon malzemelerinin penetrasyon deney sonuçları	46
Tablo 4.3 Enjeksiyon malzemelerinin hacim sabitliği deney sonuçları.....	47
Tablo 4.4 Enjeksiyon malzemelerinin taze hal özelliklerine uygunluk kontrolü..	48
Tablo 4.5 Herschel-Buckly modeline göre hesaplanan reolojik parametreler	49
Tablo 4.6 Serilerin kılcal su emme katsayıları.....	50
Tablo 4.7 Serilerin fiziksel özellikleri.....	51
Tablo 4.8 Eğilme dayanımı deney sonuçları.....	52
Tablo 4.9 Basınç dayanımı deney sonuçları	54

Nanofiber Selüloz Katkılı Kireç Esaslı Enjeksiyon Malzemelerinin Taze ve Sertleşmiş Haldeki Özelliklerinin İncelenmesi

Ali SAYAR

İnşaat Mühendisliği Anabilim Dalı

Yapı Malzemeleri Programı

Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Didem OKTAY

Tarihi yapılar, geçmişî günümüze bağlayan kültürel değerlerdir. Tarihi yapılardaki özgün harçlar incelendiğinde saman, kıtık, yonga, bambu gibi ilave malzemelerin kullanıldığı görülmüştür. Harçlara lif olarak ilave edilen bu malzemelerin, harçların fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirdiği bilinmektedir. Günümüzde yapılan onarım ve güçlendirme çalışmalarında kullanılan harçlarda ise genellikle sentetik lifler kullanılmaktadır. Nano teknolojinin gelişmesi ve sunduğu avantajlar pek çok alanda olduğu gibi inşaat sektöründe de nano malzemelerin önemini artırmış ve kullanılmaya başlamasını sağlamıştır. Bununla birlikte, yapı malzemelerinde yenilenebilir ve sürdürülebilir nano malzemelere duyulan ihtiyaç araştırmacıları nanoselülozlara (kristalin ve/veya fiber) yönlendirmiştir.

Bu çalışmada özgün malzemeler ile uyumlu, kireç esaslı ve nanofiber selüloz (NFS) katkılı enjeksiyon malzemeleri üretilmiş ve bu malzemelerin taze ve sertleşmiş hal özellikleri incelenmiştir. Çalışmanın amacı; sentetik liflere kıyasla özgün malzeme ile çok daha uyumlu, biyo-esaslı, sürdürülebilir, tarihi yapıların onarımında ve

güçlendirilmesinde kullanılabilecek yeni bir kireç esaslı enjeksiyon malzemesi geliştirmektir. Bu kapsamda; %0,1, %0,2 ve %0,3 NFS ilaveli enjeksiyon malzemeleri üretilerek akışkanlık, penetrasyon ve hacim sabitliği deney sonuçlarına göre karışım oranlarına karar verilmiştir. Sonrasında dört farklı karışımın reolojik özellikleri belirlenmiştir. Enjeksiyon malzemelerinin sertleşmiş haldeki özelliklerini belirlemek için fiziksel ve mekanik testlerle birlikte rötre özellikleri de incelenmiştir.

Deney sonuçlarına göre NFS ilavesi taze hal özelliklerini olumsuz etkilese de tüm serilerin enjekte edilebilirlik özellikleri sağlanmıştır. Buna ek olarak; NFS'nin doğal viskozite düzenleyici gibi çalıştığı ve sentetik katkı maddeleri yerine tercih edilebileceği görülmüştür. Sertleşmiş hal özellikleri dikkate alındığında, NFS'nin fiziksel özellikler üzerinde ciddi bir etkisinin olmadığı ancak mekanik özelliklerini ve rötre direncini ciddi oranda artırdığı gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Tarihi yapılar, kireç esaslı enjeksiyon malzemesi, nano fiber selüloz, lif katkısı, mekanik özellikler.

Investigation Fresh and Hardened State Properties of Lime Based Grouts Incorporated with Cellulose Nanofiber

Ali SAYAR

Department of Civil Engineering

Master of Science Thesis

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Didem OKTAY

Historical buildings are cultural values that connect the past to the present. When the original mortars in historical buildings were examined, it was seen that additional materials such as straw, tow, chip and bamboo were used. It is known that these materials added to mortars as fibers to improve the physical and mechanical properties of mortars. Synthetic fibers are generally used in the mortars used in today's repair and strengthening works. The development of nanotechnology and the advantages it offers have increased the importance of nano materials in the construction sector, leading to their use. However, the need for renewable and sustainable nanomaterials in building materials has led researchers to nanocelluloses (crystalline and/or fiber).

In this study, lime-based grouts enriched with nanofiber cellulose (NFS), compatible with the original materials, were produced and the fresh and hardened state properties of these materials were examined. The aim of the study is to develop a new lime-based injection material that is much more compatible with the original material compared to synthetic fibers, bio-based, sustainable, and can be used in the repair and strengthening of historical structures. In this context; grouts with 0.1%, 0.2% and 0.3% NFS additions were produced, and the mixing ratios were

determined based on the results of fluidity, penetration, and volume stability experiments. Subsequently, the rheological properties of four different mixtures were determined. To determine the properties of the injection materials in the hardened state, physical and mechanical tests, along with shrinkage properties, were examined.

According to the experimental results, although NFS addition negatively affects the fresh properties, the injectability properties of all series have been ensured. In addition, it has been observed that NFS functions as a natural viscosity modifier and can be preferred over synthetic additives. Considering the hardened state properties, it has been observed that NFS has a significant impact on mechanical properties and shrinkage resistance, although it does not have a serious effect on physical properties.

Keywords: Historical structures, lime-based grout, nanofiber cellulose, fiber additive, mechanical properties.

1.1 Literatür Özeti

İnsanlar, temel fizyolojik ihtiyaçlardan biri olan barınma ihtiyacını karşılamak için çeşitli yapılar inşa etmiş ve bu yapıları geliştirmeye çalışmışlardır. İlk çağlarda doğada bulunan malzemeleri olduğu gibi kullanarak inşa edilen yapılar, taşın yontulması, ateşin keşfedilmesi, el aletlerinin geliştirilmesi, madenlerin bulunması vb. gelişmelerle ilerlemeye başlamıştır. Bağlayıcılık özelliği gösteren kil, zambak, alçı, kireç gibi malzemelerin keşfedilmesi ve yapı malzemesi olarak kullanılması inşaat mühendisliğinin ve malzeme biliminin temellerini atmıştır. Meydana gelen doğal afetler, savaşlar ve artan insan ihtiyaçları karşısında malzeme bilimi ve inşaat mühendisliği sürekli gelişim göstermiş, günümüzün modern mühendislik anlayışına evrilmiştir. Bu gelişim sırasında harçlarda kullanılan agregalar pek değişim göstermemiş genellikle bağlayıcı malzemenin özellikleri geliştirilmeye çalışılmıştır. Deneme-yanılma ve gözlemle başlayan çalışmalar, katkı maddeleri kullanılarak harçların istenen özelliklerinin geliştirilebileceğini göstermiş ve kompozit harçların önünü açmıştır. Harçlara çeşitli katkı maddeleri ilave ederek zayıf olan mekanik özellikler güçlendirilmiştir. Harçlarda kullanılan katkı maddeleri incelendiğinde bünyesinde lif barındıran katkı maddelerinin ilk çağlardan başlayarak günümüze kadar pek çok toplum tarafından sıklıkla kullanıldığı bilinmektedir [1]. Literatürde, harçlarda saman, kütük, hayvan kılları, gübre, bitki özleri, yonga ve talaş parçaları, kan, süt, yumurta vb. pek çok organik veya inorganik katkı maddesi kullanıldığını kanıtlayan çalışmalar mevcuttur [1-2]. Lifli katkı maddelerine ilişkin bu bilgiler tarihi kalıntıların yanı sıra tarihi yapılardan alınan harç numunelerinin incelenmesi ile elde edilmiştir. Tarihi yapılar, geçmişten günümüze kadar uzanan, inşa edildiği dönemin tarihi, kültürü, sosyolojisi, mimarisi, malzeme bilgisi, mühendislik anlayışı gibi pek çok alanda bilgi edinmemizi sağlayan kültürel değerlerdir. Her yapı gibi tarihi yapılar da çevre koşulları, doğal afetler, savaşlar, yapının kullanımına bağlı etkenler, tasarım ve yapım hataları, malzeme bozulması gibi çeşitli nedenlerle hasar görebilir [3].

Sahip oldukları kültürel önem düşünüldüğünde tarihi yapıların onarımı ve güçlendirilmesi hassas bir konudur ve disiplinler arası ciddi bir çalıştırma gerektirir. Tarihi yapıların onarımı ve güçlendirilmesi için farklı teknikler vardır, bu tekniklerden biri de enjeksiyon yöntemi (grouting)'dir. Enjeksiyon yönteminin temel prensibi, tarihi yapıda kullanılmış olan özgün harç özelliklerine uygun olarak üretilen enjeksiyon malzemesinin yapıda açılan minimal çatlaklardan basınç ile enjekte edilmesidir. Telafisi mümkün olmayan bir yöntem olmasına rağmen [4] tasarımı ve uygulaması doğru yapıldığında duvardaki hasarları gidermenin yanında yapının mekanik özelliklerini de geliştirdiği için kabul görmektedir [5]. Enjeksiyon yönteminde dikkat edilmesi gereken en önemli husus yapıya enjekte edilecek malzemenin özgün harçla fiziksel, kimyasal ve minerolojik açıdan uyumlu olmasıdır. Tarihi harçlarda bağlayıcı malzeme olarak kireç, katkı malzemesi olarak da doğal lif kaynaklarının kullanıldığı düşünüldüğünde enjeksiyon malzemelerinin de kireç esaslı ve doğal lif katkılı olarak üretilmesinin bu uyumu artıracığı düşünülmektedir.

1.2 Tezin Amacı

Tarihi yapılarda kullanılan malzemelerin farklılık göstermesi, yapıların hasar düzeylerinin aynı olmaması, yapı statığının ve güçlendirme ihtiyacının farklı olması, yöresel koşullar gibi çeşitli nedenlerden dolayı aynı enjeksiyon malzemesinin tüm yapılarda kullanılması mümkün değildir. Onarılacak ve/veya güçlendirilecek her yapı kendi özelinde incelenerek yapıya uygun yeni enjeksiyon malzemesi geliştirilmelidir. Enjeksiyon malzemesinin tasarımı sırasında dikkat edilmesi gereken ve sınır koşulları ilgili standartlarca belirtilen akışkanlık, penetrasyon, hacim sabitliği ve dayanıklılık özellikleri deneysel çalışmalarla araştırılarak yapı için en uygun üretim oranları belirlenmelidir. Yapı malzemelerinde yenilenebilir ve sürdürülebilir malzemelere duyulan ihtiyaç araştırmacıları nanoselülozlara (kristalin ve/veya fiber) yönlendirmiştir. Nanofiber selülozun çimento esaslı sistemlerde kullanılması ile ilgili birçok çalışma bulunmasına rağmen kireç esaslı malzemelerde kullanılmasına dair çalışma bulunmamaktadır. Tüm bu özellikler göz önünde bulundurularak hazırlanan bu tez çalışmasında nanofiber selüloz katkılı kireç esaslı enjeksiyon malzemeleri

üretilmiş, bu malzemelerin taze ve sertleşmiş hal özellikleri incelenmiştir. Tezin amaçları şu şekilde sıralanabilir.

- Tarihi yapıların onarımında kullanılabilcek yeni bir enjeksiyon malzemesi geliştirmek.
- Doğal polimer kaynaklı selüloz liflerin kullanılması ile sürdürülebilir bir yapı malzemesi üretmek.
- Sentetik liflere kıyasla özgün malzeme ile çok daha uyumlu olabilecek yeni bir onarım malzemesi geliştirmek.
- Nanofiber selüloz ilavesinin enjeksiyon malzemelerinin enjekte edilebilirlik ve reolojik özelliklerine etkilerini araştırmak.
- Nanofiber selüloz ilavesinin enjeksiyon malzemelerinin mekanik özelliklerine ve rötre dayanımına etkilerini araştırmak.
- Tez kapsamında yapılan deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen veriler kullanılarak yapılacak yayınlar ile literatüre katkıda bulunmak.

1.3 Hipotez

Tarihi yapıların onarımında kullanılacak kireç esaslı enjeksiyon malzemelerine uygun dozda nanofiber selüloz ilavesinin malzemenin mekanik özelliklerini geliştirmesi beklenmektedir. Yapılacak deneysel çalışmalar ile enjeksiyon malzemesinin akışkanlık, enjekte edilebilirlik, hacim sabitliği ve reolojik parametreleri belirlenerek optimum nanofiber selüloz oranı yorumlanacaktır. Elde edilecek veriler ışığında nanofiber selüloz katkısının kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinde kullanımı ile ilgili öncü bir çalışma ortaya konulacağı ve geliştirilen enjeksiyon malzemesi ile literatüre katkı sağlanacağı öngörülmektedir.

2

TARİHİ ÖZGÜN HARÇLARDA KULLANILAN KATKI MADDELERİ VE TARİHİ YAPILARIN ONARIMINDA KULLANILAN ENJEKSİYON MALZEMELERİ

2.1 Tarihi Harçlarda Kullanılan Katkı Maddeleri

Antik çağlarda üretilen harçların istenen özellikleri karşılamada yetersiz kalması dönemin duvar ustalarını yeni arayışlara itmiştir. Harçların özelliklerinin geliştirilmesi amacı ile harca çeşitli katkı maddeleri ilave edilerek yeni kompozit malzemeler geliştirilmiştir [6]. Tarihi harçlarda lif kullanımını kanıtlayan çok sayıda çalışma mevcuttur [7-17]. Harçlarda lif kullanımının kilin saman ve kamışla karıştırıldığı Neolitik Mezopotamya'ya kadar uzandığı bilinmektedir [1]. Puzolanik malzemelerin harçlar üzerindeki olumlu etkileri bilinmesine rağmen bu malzemelerin dönem şartları içerisinde bulunmasının zor ve pahalı olması her yörede farklı katkı maddeleri içeren alternatiflerin ortaya çıkmasını sağlamıştır [10-11]. Örneğin horasan harcı olarak bilinen, içerisinde tuğla ve kiremit parçaları bulunan kompozit harcın ülkemizdeki tarihi yapılarda sıklıkla kullanıldığı yapılan çalışmalarla ispatlanmıştır [10-13]. 15-16. yy Osmanlı dönemi yapılarında katkı malzemesi olarak kırıntı kullanıldığı [14-15], kırsal bölgelerde de saman ve kil katkılı kerpiç sıvaların kullanıldığı bilinmektedir [16]. Literatürdeki çalışmalarda tarihi harçların özelliklerini geliştirmek amacı ile saman, kırıntı, yumurta akı, gübre, kan, zambak, hayvan kılları, çeşitli bitkiler, süt, arpa suyu, idrar, talaş, kabuk, odun kömürü, keratin, kazein, jüt, tuğla ve kiremit parçaları gibi çok sayıda organik ve inorganik katkı maddesinin harçlara eklendiği belirtilmiştir [7-17]. Örneğin; kireç harçlarının priz süresini kısaltmak için yumurta akı, kan, kesik süt, domuz yağı, çavdar hamuru kullanıldığı, basınç mukavemetini artırmak amacı ile de bitki lifleri ve hayvan kılları kullanıldığı bilinmektedir [10,14]. Hayvansal ve bitkisel kökenli liflerin basınç mukavemetinin yanı sıra eğilme ve çekme mukavemetlerini artırmak amacı ile de kullanıldığı belirtilmiştir [17]. Tekin ve Kurugöl yaptıkları çalışmada [17] katkı kullanımlarının tarihsel sıralamalarını değerlendirmişlerdir (Şekil 2.1).

Tarihsel sıralama	Protein	Yağ	Sakkarit	Reçine	Diğer
MÖ 2500-2100 (Orta Doğu)					Bitüm
MÖ 150 (Mısır)	Yumurta, Yumurta Beyazı, Albumin, Hayvansal yapıştırıcı, Kazein, Keratin		İncir suyu, Arap zımkı		Kan
MÖ 46 (Roma İmparatorluğu)	Yumurta beyazı, süt, Kesilmiş süt, Çavdar hamuru	Domuz yağı	İncir suyu		Kan
MS 23 (Roma İmparatorluğu)	Süt, Kıl	Domuz yağı, Sıvıyağ, İcyağ	İncir suyu		Bitüm, Kan, Şarap, Lif, Arpa, Karaağaç kabuğu, Tutkal, Safran
MS 800 (İngiltere)					Kan
13.yy (İngiltere)	Yumurta, Yumurta beyazı, Malt, Glüten	Balmumu	Şeker, Meyve suyu		İdrar, Bira, Pirinç, Tutkal
15.yy	Sıvıyağ				
16.yy	Yumurta, Yumurta beyazı, Malt, Glüten	Balmumu	Şeker, Meyve suyu, Arap zımkı		Kan, İdrar, Bira, Pirinç, Tutkal
17.yy			Arap zımkı		Kan
18.yy (İngiltere)	Yumurta, Yumurta beyazı, Hayvansal yapıştırıcı, Peynir, Süt	Domuz yağı, Balmumu		Bitkisel reçine	Kan
18.yy ortaları	Yumurta, Peynir, Süt, Kesilmiş süt, Yayık ayrıntı, Glüten, Çavdar hamuru	Balmumu	Meyve suyu, İncir suyu		Kan, Gübre, Bira, Arpa, Sebze suyu
19.yy (İngiltere)	Yumurta beyazı, Peynir, Süt, Kesilmiş süt	Sıvıyağ, Tereyağ	Şeker, Pekmez		
19.yy (İngiltere)	Yumurta, Yumurta beyazı, Hayvansal yapıştırıcı, Peynir, Süt	Domuz yağı, Sıvıyağ, Balmumu	Arap zımkı, Pamuk	Hayvansal reçine	Kan

Şekil 2.1 Harçlarda kullanılan katkı maddelerinin tarihsel sıralaması [17]

2.2 Onarım Harçlarında Kullanılan Lif Katkıları

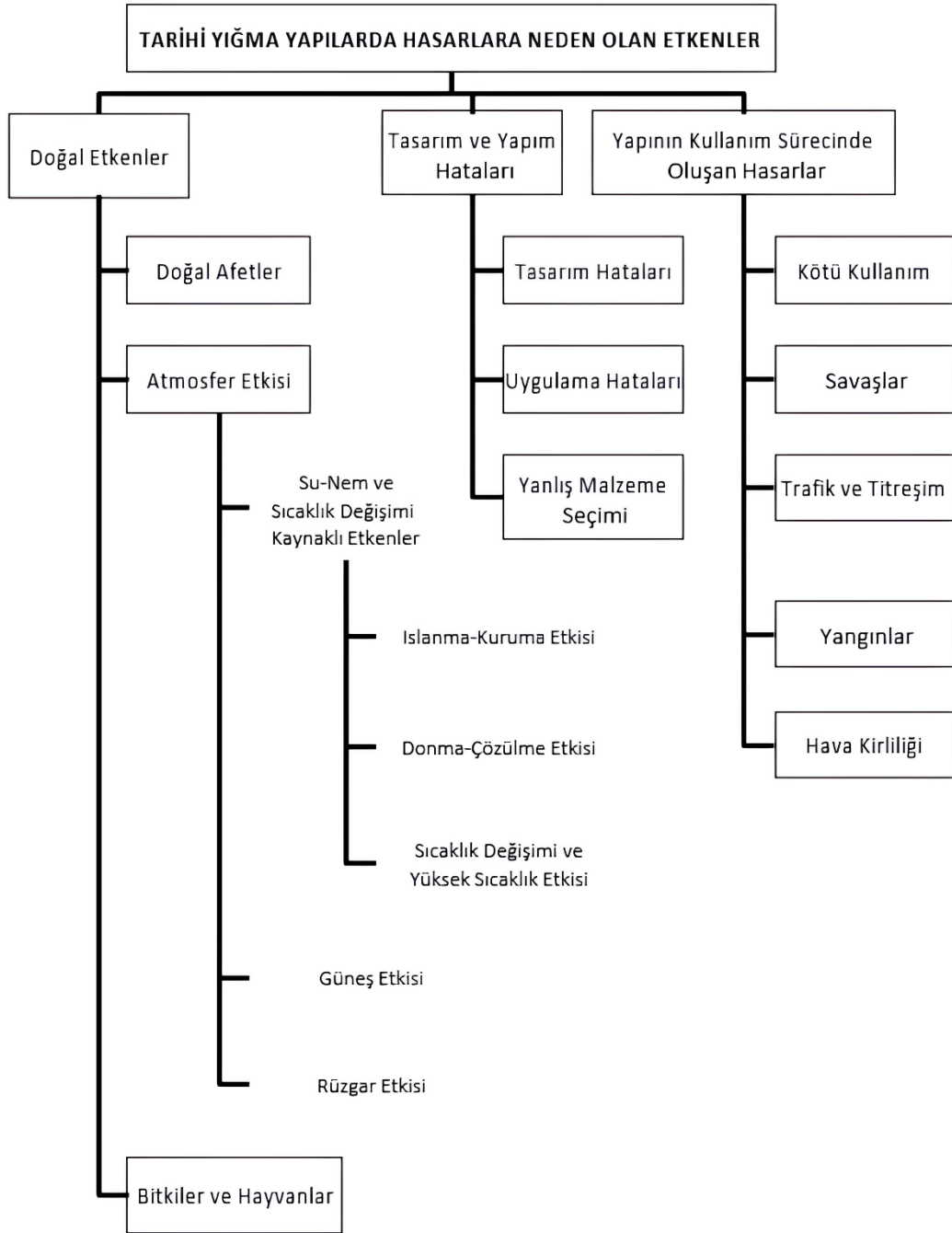
Liflerin onarım harçlarında ve enjeksiyon malzemelerinde katkı maddesi olarak kullanımı 1990'lı yıllardan itibaren çalışılmış ancak çimento esaslı malzemelere yoğunlaşmıştır [18-22]. Çimento esaslı harçların tarihi yapılara verdiği zararın anlaşılması üzerine tarihi yapılardaki özgün malzemelerle fiziksel, kimyasal ve minerolojik açıdan daha uyumlu olan kireç esaslı harçlara ve enjeksiyon malzemelerine dönülmüş olsa da kireç esaslı bağlayıcılarda lif katkılarının kullanımına yönelik araştırmalar sınırlı düzeydedir [23-29]. Lif katkılarının harçlara ve enjeksiyon malzemelerine etkileri genel olarak olumlu olsa da kullanılan lifin menşei, mekanik özellikleri, boyutları gibi fiziksel ve kimyasal özellikleri farklı olduğundan malzemede yaratacakları etki de farklı olacaktır [30]. Bu nedenle enjeksiyon malzemelerinde kullanılacak her lifin enjeksiyon

malzemesinin özelliklerine etkileri araştırılarak yapıya en uygun life ve oranına karar verilmelidir. Şimdiye kadar yapılan çalışmalarda hidrolik kireç esaslı harç ve enjeksiyon malzemelerine bitkisel ve hayvansal kökenli doğal liflerle birlikte cam, bazalt, polipropilen gibi sentetik lifler de kullanılarak etkileri araştırılmıştır. Pachta [23], kireç harçlarına cam elyafın etkilerini araştırmış, cam elyaf katkılı harçların taze hal özelliklerini koruduğunu, uzun vadede ise mekanik özellikleri geliştirdiğini belirtmiştir. Pachta ve Goulas [24], bir başka çalışmada cam ve polipropilen liflerin kireç esaslı enjeksiyon malzemelerine etkilerini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada cam ve polipropilen liflerin basınç dayanımını ve derz dolguların yapışma kabiliyetini önemli ölçüde artırdığı, gözenekliliği olumlu etkilediği ve su emme katsayısını azalttığı belirtilmiştir. Santarelli vd. [25], kireç esaslı harçlara bazalt lifin etkilerini araştırmışlardır. Harcın fiziko-mekanik özellikleri ve mikro yapısı incelenmiş, bazalt liflerinin basınç dayanımında ve pik sonrası gerilme taşıma kapasitesinde artış sağladığı vurgulanmıştır. Iucolano vd. [9], %2 cam elyaf içeren kireç esaslı harçları katkı içermeyen harçlarla kıyaslamış, cam elyafın eğilme dayanımını ve sünekliği artırdığına dikkat çekmişlerdir. Barrera ve Medina [27], polipropilen liflerin grafit-doğal hidrolik kireç harçlarına etkilerini araştırarak polipropilen liflerin eğilme mukavemetini 5,8 kat artırdığını, ısı iletkenliği açısından da polipropilen lif katkılı harçların referans numunelere oranla iki kat iyi performans gösterdiğini belirtmişlerdir. Çalışmada liflerin gözeneklilik ve su emme katsayısı ile beraber tokluk ve süneklik değerlerini de artırdığı vurgulanmış bu durum liflerin topaklanması ile açıklanmıştır. Badagliacco vd. [31], doğal hidrolik kireç esaslı harçların eğilme mukavemetini artırmak amacı ile katkı maddesi olarak dev kamış liflerini kullanmıştır. Dev kamış liflerinin eğilme dayanımını önemli ölçüde artırdığı ve sentetik lifler yerine alternatif olarak tercih edilebileceği belirtilmiştir. Yapılan çalışmalar lifli katkı maddelerinin özellikle eğilme ve basınç dayanımı, akma ve çatlama gerilmesi gibi mekanik özellikleri geliştirme bağlamında başarılı olduğunu, çok az miktarda dahi lif katkısının enjeksiyon malzemelerinin taze ve sertleşmiş haldeki özelliklerini olumlu etkileyebileceğini göstermektedir [32]. Tarihi yapıların onarımı ve güçlendirilmesi kapsamında, özgün malzeme ile olan uyumları, çok az miktarda dahi mekanik performansı büyük ölçüde geliştirmeleri, kolay bulunmaları, hafif ve sürdürülebilir yapıları itibarı ile lifli katkıların kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinde kullanımı daha çok araştırılması ve geliştirilmesi gereken önemli bir husustur [33-34].

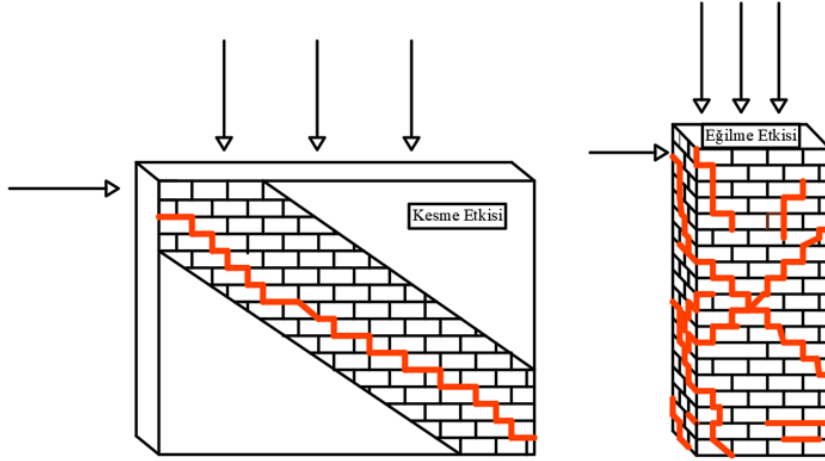
2.3 Tarihi Yapılarda Oluşan Hasarlar ve Onarım Teknikleri

Tarihi yapılar, asırlar boyu ayakta kalarak günümüze ulaşan ve geçmişle aramızda köprü oluşturan kültürel değerlerdir. İnşa edildikleri tarihte barınma ihtiyacını karşılamamanın yanı sıra ihtişamlarıyla ülkelerin güç ve itibar göstergesi olan tarihi yapılar günümüzde de ülkelerin prestij kaynağıdır [35]. Yüzyıllarca çevre ile etkileşim halinde bulunan tarihi yapılar, bulundukları bölgenin çevresel etkileri, yapının kullanımına bağlı etkenler, tasarım ve yapım hataları, doğal afetler, malzeme bozulması, hatalı onarım gibi çeşitli nedenlerle hasar görebilirler [36-37] (Şekil 2.2). Basınç ve eğilme mukavemetini azaltarak yapıya ciddi hasar veren kesme ve eğilme çatlaklarının (Şekil 2.3) taşıyıcı sisteme ve yapının kullanım durumuna etkisi Tablo 2.1’de verilmiştir. Sahip oldukları kültürel önem düşünüldüğünde tarihi yapıların korunması, onarılması ve gelecek nesillere aktarılması kişilerin inisiyatifine bırakılamayacak kadar değerlidir. Bu kapsamda, tarihi yapıların korunması ve onarımı ile ilgili ilkeleri belirlemek amacı ile hazırlanan Carte Del Restauro Tüzüğü (1932) [38] ve Venedik Tüzüğü (1964) [5] ile konu uluslararası boyuta taşınmış, koruma ve onarımın genel hatları belirlenmiştir. Tarihi yapılar için estetik kaygıların ön planda olması nedeni ile koruma komiteleri yapısal olarak verimli ancak yapıya daha az müdahale gerektiren yöntemler talep eder [39]. Yapının tarihine ve kültürel kimliğine zarar vermeden, mimari dokusuna uygun ve statik açıdan güvenilir bir onarım yapılabilmesi için mimarlık, inşaat mühendisliği, tarih, restorasyon, kimya gibi pek çok bilim dalından onarım üzerine uzmanlaşmış bir heyetin birlikte çalışması gerekmektedir. Onarıma başlamadan önce atılacak tüm adımlar belirlenmeli, genel plan oluşturulmalıdır. Bu bağlamda ilk olarak onarımı yapılacak tarihi yapı hakkında bilgi toplanarak kimlik tespiti yapılmalıdır. Binanın yapım yılı, şimdiki durumu, varsa daha önce gördüğü onarım ve restorasyon çalışmaları belirlenmelidir. Yapıya ait plan, proje, rölöve gibi yapı hakkında bilgi verecek dokümanlar toplanmalıdır. Daha sonra yapıda tespit yapılarak hasar durumuna ve onarım tekniğine yapının özgünlüğü de gözetilerek karar verilmelidir. Laboratuvar çalışmaları ile yapıda kullanılan özgün malzemeler belirlenmeli, onarımda kullanılacak malzemelerin özgün malzeme ile uyumu araştırılmalıdır. Onarım yapılmadan önce ve onarım tamamlandıktan sonra deneysel çalışmalarla onarımın başarısı irdelenmelidir. Tarihi yapılarda

uygulanacak onarım teknikleri ICOMOS Türkiye Mimari Mirası Koruma Bildirgesi'nde tanımlanmıştır [40] (Şekil 2.4).



Şekil 2.2 Tarihi yapılarda hasara neden olan etkenler [37]



Şekil 2.3 Yığma duvarlarda meydana gelen kesme ve eğilme çatlakları [41]

Tablo 2.1 Oluşan çatlakların meydana getirdiği etki [42]

Çatlak Sınıfı (mm)	Konut	İşyeri	Fabrika	Taşıyıcı Sisteme ve Yapının Kullanımına Etkisi
<0,1	Önemsiz			Yok
0,1-0,3	Çok Az	Çok Az	Önemsiz	Yok
0,3-1,0	Az	Az	Çok Az	Estetik yönden; dış cephe elemanlarının yıpranmasını hızlandırmaktadır.
1,0-2,0	Az / orta	Az / orta	Çok Az	Yapının kullanılabilirliği tehlikeye düşmekte ve yapı güvenliği riske girmektedir.
2,0-5,0	Orta	Orta	Az	
5,0-15,0	Orta / ağır	Orta / ağır	Az	
15,0-25,0	Ağır / çok ağır	Orta / ağır	Orta	
>25,0	Çok ağır / tehlikeli	Ağır / Tehlikeli	Ağır / Tehlikeli	Yapının risk durumu artmaktadır.

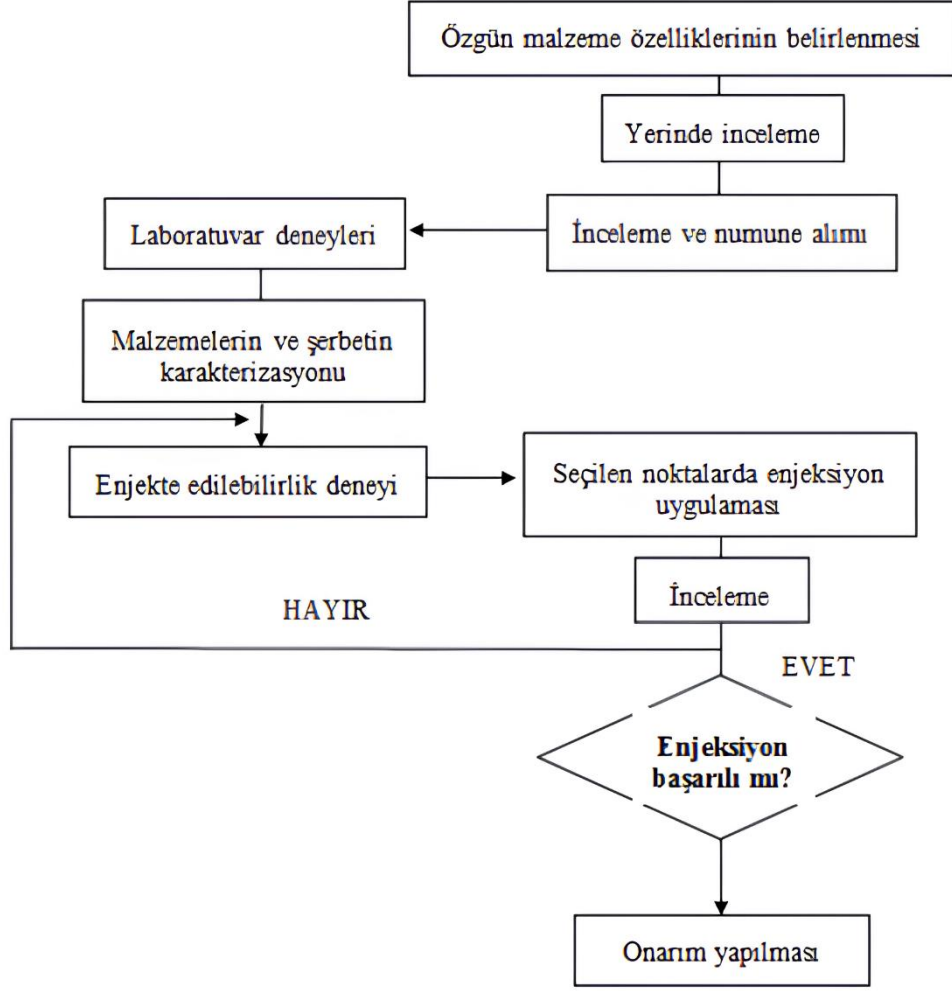


Şekil 2.4 Tarihi yapılarda onarım teknikleri [40]

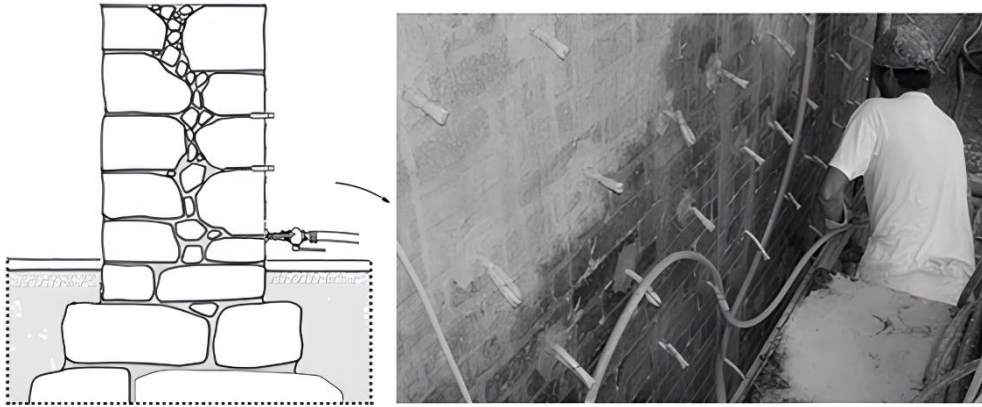
2.4 Enjeksiyon Yöntemi (Grouting) ve Enjeksiyon Malzemeleri

2.4.1 Enjeksiyon Yöntemi (Grouting)

Enjeksiyon yöntemi (grouting), bağlayıcı malzemenin su ve çeşitli katkılarla karıştırılması sonucu elde edilen akıcı kıvamdaki enjeksiyon malzemesinin (grout), basınçla yığma duvardaki çatlakları ve boşlukları doldurması prensibine dayanan bir güçlendirme yöntemidir [43-46]. Enjeksiyon yönteminin genel amacı; yapıdaki özgün malzemeye uygun olarak üretilen enjeksiyon malzemesinin duvara açılan uygun deliklerden enjekte edilerek yapıdaki süreksizliklerin giderilmesi, çatlakların doldurulması ve mekanik dayanım özelliklerinin iyileştirilmesidir [47-49]. Telafisi mümkün olmayan bir yöntem olmasına rağmen [4,49] tasarımı ve uygulaması doğru yapıldığında yapıdaki hasarları gidermekle birlikte mukavemeti yüksek monolitik yapılar elde edilmesi [45-46], diğer tekniklere kıyasla yapının özgün değerine ve estetiğine daha az müdahale etmesi [39], yığma duvarların yük dayanımını artırmanın yanı sıra kırılganlığı azaltması [4], duvar elemanları arasındaki yapışma kuvvetlerini artırması [50] gibi pek çok olumlu özelliği sebebi ile tarihi yığma yapıların onarımında ve güçlendirilmesinde sıklıkla başvurulmuş bir tekniktir [43-56]. Enjeksiyon yöntemine dair ilk çalışmalar 1986 yılında ICCROM tarafından İtalya'nın Pompei şehrinde bulunan House of Menander'in onarımında [57-58] ve yine aynı yıl ICCROM, English-Heritage ve Bournemouth Üniversitesi işbirliğinde geliştirilen Smeaton projesi kapsamında daha önce yapılan hatalı onarımın düzeltilmesi amacı ile İngiltere'de bulunan Hadrian Duvarı'nda gerçekleştirilmiştir [57,59]. Yapılan çalışmalar sonucunda enjeksiyon yönteminin uygulanabilir olduğu kabul edilmiş, 1990 yılında Politecnico di Milano ve Università di Padova'nın ortak projesinde Binda vd. [49] tarafından enjeksiyon yönteminin temel esasları belirlenmiş ve yeni standartlar oluşturulmuştur. Binda vd.'e göre enjeksiyon yöntemi uygulanırken aşağıdaki adımlar izlenmelidir (Şekil 2.5) [60]. Enjeksiyon yönteminin uygulaması Şekil 2.6'da verilmiştir.



Şekil 2.5 Binda vd.'e göre enjeksiyon yönteminin uygulama adımları [60]



Şekil 2.6 Enjeksiyon yöntemi [43]

2.4.2 Enjeksiyon Öncesinde ve Sonrasında Yapılması Gereken Uygulamalar

Enjeksiyon uygulaması öncesinde;

- Tarihi yapıya ait bilgiler toplanarak çalışma planı oluşturulmalıdır.
- Yapının özgün malzeme özellikleri deneysel çalışmalarla belirlenmelidir.
- Yapıdaki çatlaklar ve boşluklar ölçülerek üretilecek enjeksiyon malzemesinde kullanılacak malzemelerin inceliği tayin edilmelidir.
- Fiziksel, kimyasal ve minerolojik açıdan özgün malzeme ile uyumlu enjeksiyon malzemeleri üretilmelidir.
- Üretilen enjeksiyon malzemelerinin taze halde sağlaması gereken akışkanlık, penetrasyon ve hacim sabitliği özellikleri deneysel çalışmalarla araştırılmalıdır.
- Taze hal özelliklerini sağlayan enjeksiyon malzemelerinin sertleşmiş hal özellikleri araştırılarak özgün malzeme ile uygunluk kontrolü yapılmalıdır.
- Tarihi yapıya uygun model duvarlar hazırlanarak çatlaklar ve boşluklar simüle edilmeli, enjeksiyon malzemesi tarihi yapıdan önce model duvarlarda test edilmelidir.
- Enjeksiyon malzemesi yapıya uygulanmadan önce duvar yüzeyi hazırlanmalı, sızıntıya izin vermeyecek şekilde izole edilmelidir.
- Enjeksiyon uygulaması sabit basınç altında ($0,075 \pm 0,0025$ MPa) ve aşağıdan yukarıya doğru yapılmalıdır.

Enjeksiyon uygulaması sonrasında;

- Uygulama tamamlandıktan sonra performans değerlendirmesi amacı ile yapıdaki boşluk durumu tekrar incelenmelidir.
- Enjeksiyon uygulamasının yapıda herhangi bir olumsuzluğa neden olup olmadığını araştırmak amacı ile yapı belirli aralıklarla incelenmelidir.

2.4.3 Enjeksiyon Malzemeleri

Enjeksiyon malzemeleri, tarihi yapıların onarımında ve güçlendirilmesinde kullanılmak üzere tasarlanan, bünyesinde bağlayıcı malzeme, su ve çeşitli katkı maddeleri bulunduran, enjekte edildikleri ortamda zamanla sertleşen çözeltilerdir. Enjeksiyon malzemelerinin klasik harçlara kıyasla en temel farklılığı agrega içermemesidir. Her yapının farklı bir kimliği, dokusu ve kendine özgü özellikleri

olduğu düşünülürse aynı enjeksiyon malzemesini tüm yapılara uygulamak telafisi mümkün olmayan ciddi konsolidasyon hatalarına neden olabilir [63-64]. Bu durum, 12-14 Mayıs 1999'da Paisley Üniversitesi'nde düzenlenen "Historic Mortars: Characteristics and Tests" uluslararası çalıştayında kabul edilen ve RILEM TC 167'de formüle edilen [63] "Duvarcılık pratiği, önceden var olan duvarcılık için harç seçiminde birçok hata yapıldığını gösteriyor. Harç ve tuğlanın uyumluluğu, duvarın uzun vadeli dayanıklılığı ve kalitesi gibi hususlarda rol oynayan olguların açıklanmasına dair önerilere şiddetle ihtiyaç vardır. Restorasyon ve onarım için harç seçme, hazırlama ve uygulama metodolojisi ile ilgili yönergeler, gelecekteki uygulamalar için harç seçiminde hataları önlemeyi amaçlamaktadır." şeklinde ifade edilmiştir [64]. Konsolidasyon hatalarına sebep olmamak amacı ile onarılacak her yapı için, bulunduğu yörenin koşulları, yapıldığı dönemin şartları, yapının kendine özgü özellikleri, hasar durumu gibi kriterler de göz önünde bulundurularak yeni enjeksiyon malzemesi üretilmelidir.

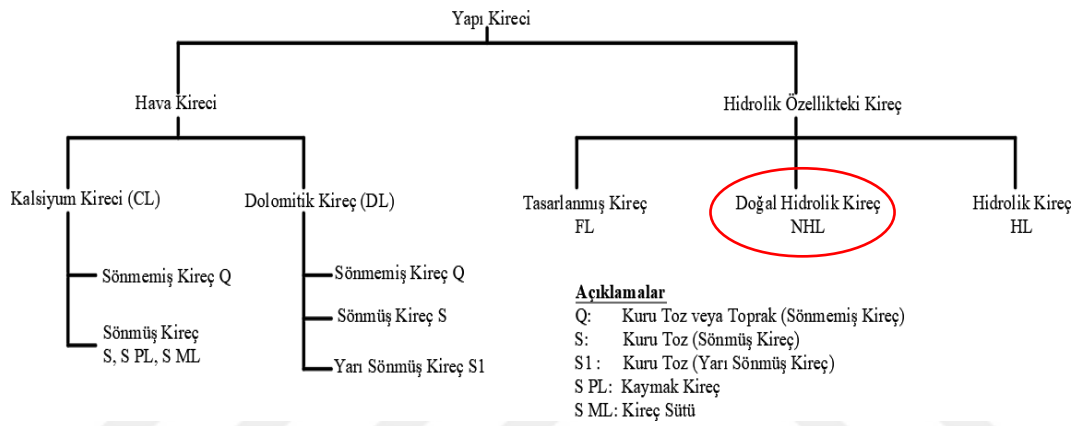
2.4.4 Enjeksiyon Malzemesi Üretiminde Kullanılan Bağlayıcılar

Bağlayıcı malzemeler, harçlarda ve enjeksiyon malzemelerinde diğer yapı malzemelerini bir arada tutarak kompozit bir yapı elde etmek amacı ile kullanılan organik veya inorganik kökenli yapı malzemeleridir. Tarihi yapıların onarımında genellikle inorganik kökenli bağlayıcılar ile üretilen enjeksiyon malzemeleri kullanılmaktadır. İnorganik kökenli bağlayıcılara kireç, çimento ve bu bağlayıcıların puzolanlarla desteklendiği karışımlar örnek olarak gösterilebilir. Çimento esaslı enjeksiyon malzemeleri günümüzde güçlendirme çalışmalarında sıklıkla kullanılmasına rağmen, tarihi yapılar gibi eskimiş ve gözenekli malzemelerle fiziksel, kimyasal ve minerolojik açıdan uyumlu değildir [65]. Çimento esaslı enjeksiyon malzemelerinin tarihi yığma yapıların onarımında yetersiz olduğu [66-67], çimento esaslı enjeksiyon malzemeleri ile güçlendirilen antik yapılarda büyük hasarlar meydana geldiği bilinmektedir [68-69]. Bu nedenle çimento esaslı enjeksiyon malzemeleri tarihi yapıların onarımında kullanılmamalı veya çimento, hava kireci ve/veya puzolanla karıştırılarak yeni bir enjeksiyon malzemesi geliştirilmelidir [4,70,71]. Tarihi yapıların onarımında çimento esaslı enjeksiyon malzemelerinin tercih edilmemesinden dolayı tezin bu bölümünde kireç esaslı enjeksiyon malzemeleri üzerine yoğunlaşmıştır. Yapı kireci, binlerce yıldır kullanılan ve dayanıklılığı kanıtlanmış geleneksel bir yapı malzemesidir [72-73].

Bünyesinde yüksek oranlarda CaCO_3 bulunduran kalkerli taşların 1 atm basınç altında $900\text{ }^\circ\text{C}$ 'de yakılması ile ortaya çıkan sönmemiş kirecin (CaO), su ile söndürülmesi sonucu elde edilir (2.1). Sönmüş kireç havadaki CO_2 ile reaksiyona girerek katılaşır (2.2) [74-75].



Yapı kireci, priz kazanma özelliğine göre hava kireci ve hidrolik kireç olmak üzere iki temel gruba ayrılır [14,76]. Yapı kireci sınıfları Şekil 2.7'de verilmiştir.



Şekil 2.7 Yapı Kireci Sınıfları [77-78]

Hidrolik özellik gösteren kireç dayanım kazanmak için suya ihtiyaç duyarken hava kireci dayanım kazanmak için CO_2 'ye ihtiyaç duyar. Enjeksiyon uygulaması sonrası harç içerisinde boşluksuz veya çok az miktarda boşluk içeren bir yapı elde edileceğinden CO_2 duvarın iç kısımlarındaki enjeksiyon malzemesine nüfuz edemez. Bu durum dayanım kaybına neden olacağından yığma yapıların onarımında kullanılacak enjeksiyon malzemelerinde bağlayıcı malzeme olarak hava kireci tercih edilmemelidir [79]. Tarihi yapılardaki özgün harçlarla uyumu araştırıldığında doğal hidrolik kirecin diğer bağlayıcılara kıyasla üstün özellikler gösterdiği bilinmektedir [61-62, 80-82]. Doğal hidrolik kireç, yapışkan ve esnek yapısı, kolay bulunması, özgün malzemelerle uyumu, yeterli mekanik dayanım özellikleri gibi avantajlar sağlaması nedeni ile tarihi yapıların onarımında kullanılacak enjeksiyon malzemeleri açısından uygun bir bağlayıcıdır [83]. Ayrıca portland çimentosuna göre daha düşük sıcaklıklarda elde edilmesi ve buna bağlı olarak CO_2 üretiminin daha az olması, geri dönüştürülebilmesi ve biyo-esaslı yapısı

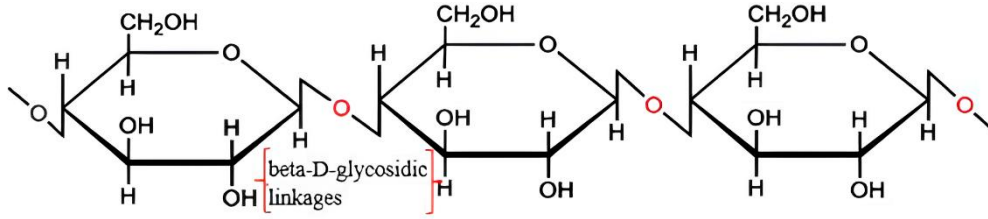
ile daha çevrecidir [84-85]. Sürdürülebilir yapı malzemelerine ve yeşil malzemelere olan ilginin gittikçe arttığı günümüzde doğal hidrolik kireç harçları çimento harçlarına alternatif olarak değerlendirilmektedir [86]. Olumlu özelliklerine karşın kireç esaslı harçlar, mekanik özelliklerinin çimento esaslı harçlara göre daha zayıf olması, hızlı su buharlaşmasına bağlı oluşan rötre çatlakları, moleküler arası zayıf kohezyon, kırılgen yapı, uzun priz süresi gibi bazı olumsuz özellikler de göstermektedir. Kireç harçlarının ve kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin zayıf özellikleri bünyesinde lif içeren katkı maddeleri kullanılarak güçlendirilebilir [87-88]. Lifler, özellikle malzemenin maksimum direncine ulaşıldığı yumuşama aşamasında dikiş etkisi yoluyla gerilme kuvvetlerini aktararak çatlakların başlamasını ve ilerlemesini önler [39,89,90]. Bu durum yapının yük altındaki basınç mukavemetini ve deprem, rüzgar gibi yanıl etkiler altındaki eğilme mukavemetini artırarak yapının mekanik özelliklerinin güçlenmesini sağlar. Lif katkılı kireç esaslı enjeksiyon malzemeleri tarihi yapıların onarımında kullanıldığında hem yapıdaki boşluklar ve çatlaklar doldurularak monolitik bir yapı elde edilmekte hem de liflerin varlığı sayesinde yapının mekanik özellikleri güçlendirilmektedir. Lif takviyeli bir malzemenin performansı, kullanılan lifin elastik özellikleri, lifin geometrisi ve dağılımı, matris yapışması gibi pek çok faktöre bağlı olmakla birlikte literatürde liflerin yapıya olumlu özelliklerini gösteren çok sayıda çalışma mevcuttur [23-29].

2.5 Nanoselülozlar ve Nanoselülozların Genel Özellikleri

2.5.1 Selüloz ve Nanoselüloz

Hızla artan dünya nüfusu ve kaynakların sınırlı olması araştırmacıları sürdürülebilir malzemelere yöneltmiştir. Sürdürülebilir malzemeler, çevre dostu özelliklerinin yanı sıra biyo-esaslı yapıları, doğal ve yenilenebilir olmaları gibi avantajları ile günümüzde teknolojik araştırma konularından biridir [91-92]. Sürdürülebilir malzemelerden bir tanesi de bitki hücrelerinin temel taşı olan selülozdur. Selüloz terimi ilk olarak 1838’de Fransız kimyager Anselme Payen’in bitki dokuları üzerine yaptığı çalışmaların raporunda kullanılmıştır [93]. Selüloz, işlenebilir yapısı, geliştirilebilir ve yenilenebilir olması, fazla miktarda ve doğal olarak bulunması gibi özellikleri sayesinde dikkat çekerek araştırmalara konu olan, gelecek vadeden önemli bir ham madde kaynağıdır [94-95]. Ağaçlar, bitkiler, su yosunları, bakteriler vb. çeşitli biyo-kütlelerden elde edilen [96], ve glikozun yoğunlaşma polimerizasyonu

yoluyla [97] yılda yaklaşık 10 milyar ton üretilen selüloz [98], kağıt endüstrisi, medikal uygulamalar, gıda, tekstil, kozmetik, yapı malzemeleri gibi pek çok sektör tarafından sıklıkla kullanılmaktadır [99]. Selülozun kimyasal yapısı Şekil 2.8’de verilmiştir.



Şekil 2.8 Selülozun kimyasal yapısı [100]

Nanoteknolojinin icadı, boyut ve arayüz etkisi sayesinde yapı malzemelerinin performansını artıracığı düşünülen pek çok nanomalzemenin de geliştirilmesini sağlamıştır [101]. Bu nanomalzemelerden biri de çeşitli selüloz kaynaklarından elde edilen biyo-esaslı selüloz nanoparçacıkları (nanoselülozlar)’dır. Nanoselülozlar, yenilenebilir ve sürdürülebilir olmalarının yanında kolay ve bol bulunmaları, ekonomik olmaları, güçlü yapıları ve sağladıkları diğer çeşitli avantajlar nedeni ile yapı malzemelerinde katkı maddesi olarak tercih edilmektedir. Nanoselülozlar elde edildikleri kaynaklar ve üretim yöntemlerine göre temel olarak dört grupta sınıflandırılmıştır [102] (Şekil 2.9).

Nanokristal Selüloz (CNC): Bitki kökenli selülozun H_2SO_4 , HCl , H_3PO_4 gibi farklı asitlerle hidroliz edilmesi sonucu üretilir. Asit hidroliz esnasında amorf selülozu ortadan kaldırdığı için yüksek saflık derecesine sahip selüloz kristalleri elde edilir. Boyutsal olarak 3-20 nm genişliğinde ve 50-2000 nm uzunluğundadır. CNC, yüksek kristallik derecesi, nispeten yüksek en/boy oranı (10-100), yüksek termal stabilite (300 °C), düşük yoğunluk ($\sim 1,6 \text{ g/cm}^3$), düşük termal genleşme katsayısı ($\sim 1 \text{ ppm/K}$), geniş yüzey alanı, yüksek çekme mukavemeti ($\sim 7,5 \text{ GPa}$) ve yüksek çekme modülü ($\sim 170 \text{ GPa}$) gibi üstün özelliklere sahiptir [102-103].

Nanofiber Selüloz (NFS): NFS, CNC'den şekil, boyut ve kompozisyon bakımından farklıdır. Yapısal olarak ağ düzenindedir ve oldukça karmaşıktır. 50 nm genişliğinde olmasına karşın 0,2 mm'den kısa boyuttadır. Yüksek en/boy oranı sayesinde işlevsellik sağlar. Spesifik yüzey alanı fazladır, yoğunluğu düşüktür. CNC'ye kıyasla daha amorf yapıda olduğundan daha az kristalize özellik gösterir. TEMPO aracılı oksidasyon, çok geçişli yüksek basınçlı homojenizasyon, enzimatik hidroliz veya doğrudan mekanik fibrilasyon yolu ile üretilebilir [104-106].

Selüloz Filament (CF): CNC ve NFC'nin aksine herhangi bir kimyasal veya enzimatik işlem görmeden mekanik kesilme yolu ile üretilir. Mekanik kesilme sırasında uzunluk sabit tutulurken çapları 1000 kata kadar azaltılır. Böylece çok yüksek en/boy oranına (100-1000) sahiptir. Yapısal olarak NFS'ye benzese de üretim yöntemi ve en/boy oranı ile NFS'den ayrılır [107].

Bakteriyel Selüloz (BC): Diğer nanoselülozlarla arasındaki en büyük fark bitkilerden değil bakterilerden elde edilmesidir. Üretim, fermentasyon ve saflaştırma olmak üzere iki adımdan oluşur. Fermentasyon işlemi sırasında mikroorganizmalar ortamda serbestçe hareket edebilir veya selüloz liflerine bağlanabilir. Saflaştırma işlemi ise mikroorganizmaların ölmesi ve hücre atıkları ile kültür ortamının selülozdan uzaklaştırılmasını kapsar. BC, kimyasal yapı olarak bitki esaslı selülozlarla benzer yapıda olsa da polimerizasyon derecesi, kristalize özelliği, çekme mukavemeti, su emme katsayısı ve saflık gibi özellikleri daha yüksektir [108].

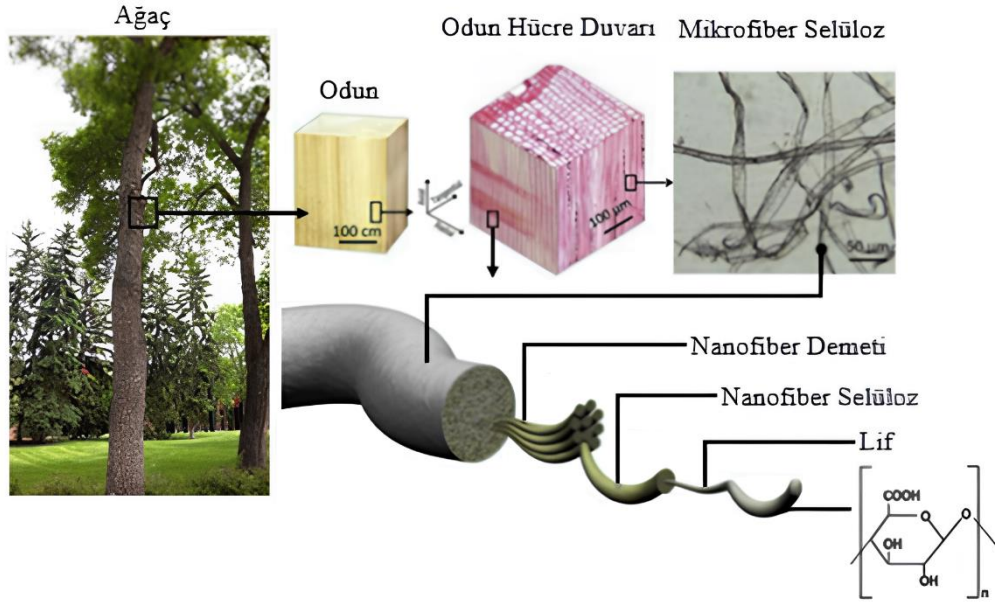
Şekil 2.9 Nanoselüloz sınıfları

2.5.2 Nanofiber Selüloz

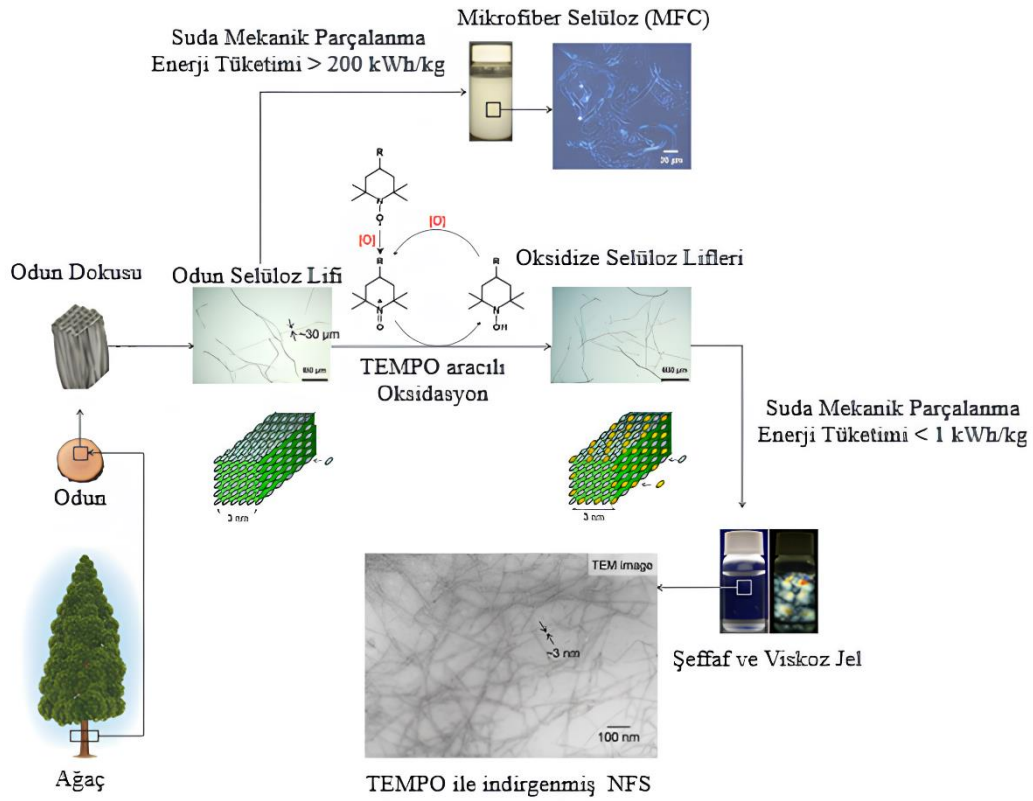
Nanofiber selüloz, çeşitli bitki hücrelerinin çeperlerinden elde edilen selülozun, mekanik ve/veya kimyasal yollarla nano boyuta getirilmesi ile elde edilen, fizik, kimya, biyoloji, malzeme bilimi, elektronik, endüstri vb. pek çok alanda kullanılan bir nanoselüloz türüdür. Nanofiber selülozun üretimine dair ilk çalışmalar 1983 yılında ABD’de Turbak ve Snyder tarafından yapılmıştır [109]. Turbak ve Snyder [109], yaptıkları çalışmada odundan elde ettikleri selüloz liflerini yüksek basınçlı homojenizatörden geçirerek jel kıvamında bir malzeme elde etmişlerdir. Bu malzemeye mikro fibrillenmiş selüloz (MFC) adı verilmiştir. Yapılan çalışmaların ilerlemesi ile mekanik yolların dışında kimyasal ve enzimatik yollarla da üretim sağlanmış ve mikro fibrillenmiş selüloz, nanofiber selüloz ve selüloz filament olarak ikiye ayrılmıştır.

2.5.3 Nanofiber Selülozun Elde Edilmesi

Bitki hücrelerinin iskeleti selüloz nanoliflerinden oluşur. Selüloz nanoliflerinin çevresi hemiselüloz (polyoz), lignin ve pektinden oluşan iri molekül, analizi zor, kompleks yapıya bileşiklerle sarılıdır [110]. Karmaşık yapıdaki bu bileşikler boyutlarından ve çözölmelerinin zor olmasından dolayı nanofiber selüloz üretiminde istenmez. Selülozun kaynağından nanofibere kadarki dönüşümü Şekil 2.10’da verilmiştir. Selüloz nanolifleri istenmeyen bileşiklerden ayırarak saflaştırmak için enzimatik reaksiyonla yükseltgenmesi sağlanır. Enzimatik reaksiyon, selüloz nanoliflerin ticari adı TEMPO olan 2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oksil ile oksidasyona tabi tutulması ile gerçekleştirilir [111]. Oksidasyon işlemi ticari adı PINO olan Ftalimit N-oksil radikali ile de yapılabilmektedir ancak literatürdeki çalışmalar incelendiğinde genellikle TEMPO aracılı oksidasyon tercih edildiği görölmüştür. Oksidasyon işleminden sonra elde kalan biyokütle alkali çözeltiden ve ağartma işleminden geçirilir. Ağartma işleminden sonra biyokütleyle asit hidrolizi, yıkama ve nötralizasyon işlemleri uygulanır. Daha sonra ultra-supermasscolloider adı verilen mekanik öğütücüden geçirilerek öğütölür ve nanofiber selüloz elde edilir (Şekil 2.11). Elde edilen nanofiber selüloz tekrar yıkanıp kurutularak karakterizasyonu yapılır [112]. Yapılan çalışmalar sonucunda farklı bitki kaynaklarından elde edilen tüm nanofiber selülozların benzer özellikler gösterdiği yalnızca çap oranlarında bazı değişiklikler olabileceği vurgulanmıştır [110,112].



Şekil 2.10 Kaynaktan nanofibere selüloz hiyerarşisi [113]



Şekil 2.11 Nanofiber selülozun elde edilmesi [114]

2.5.4 Nanofiber Selülozun Genel Özellikleri ve Sunduğu Avantajlar

Nanofiber selüloz, üretim yöntemine veya elde edildiği kaynağa göre farklı boyutlarda olabilir. 0,2 mm'den kısa boyu ve 50 nm'ye yakın genişliği ile yüksek en/boy oranına sahiptir. Yoğunluğunun düşük olması nedeni ile hafiftir. Özgül yüzey alanı geniştir bu sayede işlevsel bir yapıdadır [104-106]. Nanolifler çok sayıda bağla birbirlerine bağlıdır bu nedenle ağ düzenine benzer kompleks bir yapı sergiler. Sağladığı avantajlar nedeni ile fizik, kimya, biyoloji, malzeme bilimi, tıp, elektronik, endüstri, gıda, kozmetik gibi pek çok bilim alanında yaygın olarak kullanılır.

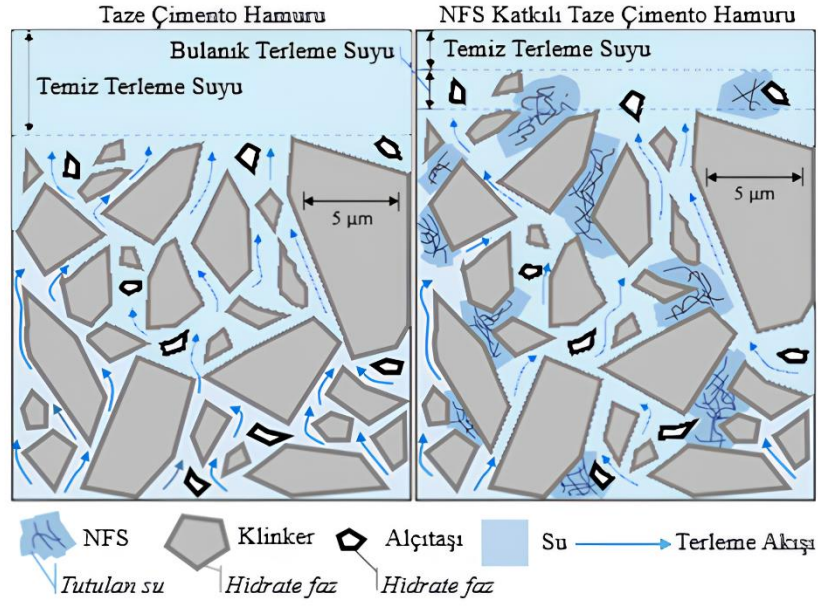
Nanofiber Selülozun Avantajları

- Bitki kaynaklarından elde edildiği için doğal bir malzemedir.
- Biyo-esaslı bir malzemedir, yenilenebilir ve sürdürülebilir.
- Doğada bol miktarda bulunur, ekonomiktir.
- İçerdiği lifler arasındaki bağlar ile oldukça güçlüdür.
- İşlenebilir yapıdadır, şekil verilmesi kolaydır.
- Hafiftir, kullanıldığı kompozit malzemede ciddi bir ağırlık artışına neden olmaz.
- Üretimi için yüksek enerji gerekmez, karbon ayak izi düşüktür.
- Çevre dostudur, yeşil malzemeler kapsamında umut verici bir alternatiftir.
- Tarihi yapılar ile fiziksel, kimyasal ve minerolojik açıdan uyumludur.

2.5.5 Harçlarda ve Enjeksiyon Malzemelerinde Nanofiber Selüloz (NFS) Kullanımı

NFS üstün özellikleri nedeni ile pek çok araştırmacının dikkatini çekerek çalışmalarda kullanılmıştır. Araştırmacılar NFS'yi genellikle malzemenin çeşitli özelliklerini geliştirmek amacı ile katkı maddesi olarak tercih etmişlerdir. Literatürde NFS'nin tek başına veya farklı katkı maddeleri ile bir arada kullanımına dair çalışmalar mevcuttur. Örneğin; Ardanuy vd. [115] yaptıkları çalışmada çimento esaslı harçları güçlendirmek ve yüksek performanslı beton elde edebilmek amacı ile ürettikleri harçlarda NFS katkısı kullanmışlardır. Çalışmada, NFS'nin özgül yüzey alanı sayesinde fiber-matris etkileşiminin artmasını sağladığı, NFS bünyesindeki güçlü liflerin de gerilme kuvvetlerini köprüleme yolu ile aktararak beton harcının eğilme mukavemetini artırdığı belirtilmiştir. Aynı çalışmada sisal

lifleri ile güçlendirilmiş beton harcı da üretilerek NFS katkılı harçla kıyaslanmıştır. NFS katkılı harcın eğilme mukavemetinde sisal lif katkılı harca göre iki kata yakın daha iyi performans gösterdiği gözlenmiştir. NFS'nin eğilme mukavemeti üzerine yapılan bir başka çalışmada Sun vd. [116] petrol kuyusu çimentosuna NFS katkısı ekleyerek harcın mekanik, reolojik ve kütleme özelliklerini araştırmışlardır. Çalışma sonucunda NFS katkısının harcın akma gerilimini ve hidrasyon derecesini artırmanın yanı sıra eğilme mukavemetini de %20,7 artırdığı, uygun dozajda NFS kullanımının çimento esaslı harçların mekanik özelliklerini iyileştirebileceği belirtilmiştir. Onuaguluchi vd. [117] NFS katkısını kireçtaşı çimentosu üzerinde deneyerek harcın mekanik ve iletkenlik özelliklerini araştırmışlardır. %0,1 NFS ilavesinin kireçtaşı çimentosunun eğilme mukavemetini %106, enerji emilimini ise %184 artırdığını belirten çalışmada NFS ilavesinin iletkenliği düşürdüğüne değinilmiştir. Bilodeau ve Bousfield [118] yaptıkları çalışmada yonga levhalarına %20 NFS ilavesinin basınç dayanımını iki kat artırdığını ortaya koymuşlardır. Goncalves vd. [113,119] yaptıkları çalışmalarda NFS katkısının çimento esaslı harçların geçirgenlik özelliklerine etkilerini araştırmışlardır. İlk çalışmada [113] sülfat hücumuna tabi tutulan NFS takviyeli betonun dayanım özellikleri incelenmiştir. Hacimce %0,4 NFS ilavesinin 12 hafta sonunda sülfat hücumuna karşı %50 dayanım artışı sağladığı, sülfat hücumunun neden olduğu genişlemenin de %50 azaldığı gözlemlenmiştir. İkinci çalışmada ise [119] hacimce %0,5 NFS içeren beton harcı klor iyonlarının saldırısına tabi tutulmuştur. Çalışma sonunda NFS katkısının gözenekliliği düşürerek klorür iyonlarının penetrasyonuna engel olduğu ve klorür iyonlarının NFS takviyesiz betona göre %50 azaldığı raporlanmıştır. Goncalves vd. [120] NFS'nin çimento harçlarının taze haldeki özelliklerine etkilerini de araştırmışlardır. NFS'nin hidrofilik yapısı sebebi ile yüksek miktarda suyu bünyesine hapsederek akışkanlık özelliğini ciddi oranda düşürdüğünün vurgulandığı çalışmada %1,2 NFS ilavesinin terleme miktarını da %75 düşürdüğü belirlenmiştir. Bu durum NFS'nin suyu bünyesinde tutarak çimento partiküllerinin çökmesini engellemesi ve serbest haldeki suyun yüzeye çıkamaması şeklinde açıklanmıştır (Şekil 2.12).



Şekil 2.12 NFS katkısının çimento harçlarında terlemeye etkisi [120]

Kolour vd. [121] yaptıkları çalışmada NFS katkısının plastik rötre üzerine etkilerini incelemişlerdir. Az miktarda NFS kullanımının plastik rötreyi azalttığını yüksek dozda NFS kullanımının ise plastik rötreyi artıracak olduğunu belirtmişlerdir. Bu durum diğer özellikler için de geçerli olup NFS miktarı uygun dozajın üstünde kullanıldığında olumsuz etki yaratmaktadır [115-121]. Buna liflerin topaklanması sonucu uniform olmayan dağılım gerekçe gösterilmektedir. Jiao vd. [122] NFS'nin çimento harçlarında hidrasyonun başlamasını geciktirdiğini ve NFS'nin doğal priz geciktirici olarak kullanılabileceğini öne sürmüştür. Aynı çalışmada NFS katkısının betonun basınç mukavemetini 28. günde %20 artıracakı bildirilmiştir. Mejdoub vd. [123] betonda ısı iletkenliği ve ısı genleşmesi üzerine yaptığı çalışmada %0,3 NFS ilavesinin ısı iletkenliğini ve genleşmeyi artırdığını belirterek bu durumu gözenekliliğin azalmasına ve artan kütle yoğunluğuna bağlamıştır.

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde NFS'nin harçlarda ve enjeksiyon malzemelerinde kullanımına dair pek çok çalışma olmasına rağmen kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinde NFS kullanımına dair herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. NFS katkısının kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinde de mekanik özelliklerin gelişmesine katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Tezin bir sonraki bölümünde NFS katkılı kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin üretimi ve yapılan deneysel çalışmalar detaylı olarak açıklanacaktır.

Bu çalışma kapsamında, nanofiber selüloz (NFS) katkısının kireç esaslı enjeksiyon malzemelerine etkilerini araştırmak amacı ile dört farklı enjeksiyon malzemesi üretilmiştir. Üretilen enjeksiyon malzemelerinde NFS haricindeki değişkenler sabit tutularak NFS ilavesinin numunelerin taze ve sertleşmiş haldeki özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Kıyaslama yapabilmek amacı ile NFS katkısı olmadan üretilen ilk numune referans kabul edilmiştir. Diğer numunelerde NFS ilavesi sırası ile %0,1, %0,2 ve %0,3'tür. Serilerin tamamı, taze halde sağlanması gereken akışkanlık, penetrasyon ve hacim sabitliği özelliklerini sağlayana dek tekrar üretilmiştir. Serilerin tamamında taze hal özelliklerinin asgari koşullarını karşılayan oranlar elde edilerek aynı oranlarla tekrar üretim gerçekleştirilmiş, kalıba alınan numuneler deney gününe kadar uygun kür koşullarında muhafaza edilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan malzemeler, enjeksiyon malzemesinin üretim yöntemi, taze ve sertleşmiş halde yapılan deneyler ve incelenen özelliklere dair detaylı bilgiler aşağıda verilmiştir.

3.1 Kullanılan Malzemeler

Üretilen enjeksiyon malzemelerinde NHL 5 sınıfı doğal hidrolik kireç, Nanografi firmasından temin edilen Cellulose Nanofiber, polikarboksilik eter esaslı süper akışkanlaştırıcı ve viskozite düzenleyici kimyasal katkı maddeleri kullanılmıştır.

3.1.1 Doğal Hidrolik Kireç (NHL 5)

Doğal hidrolik kireç, tarihi yapılarda bulunan özgün malzemelerle olan fiziksel ve kimyasal uyumu, yeterli mekanik dayanımı, biyo-esaslı yapısı, geri dönüştürülebilir olması ve portland çimentosuna göre daha çevreci olması nedenleri ile bağlayıcı malzeme olarak seçilmiştir. Doğal hidrolik kirece ait fiziksel ve kimyasal özellikler sırasıyla Tablo 3.1 ve Tablo 3.2'de verilmiştir.

Tablo 3.1 NHL 5'in fiziksel özellikleri

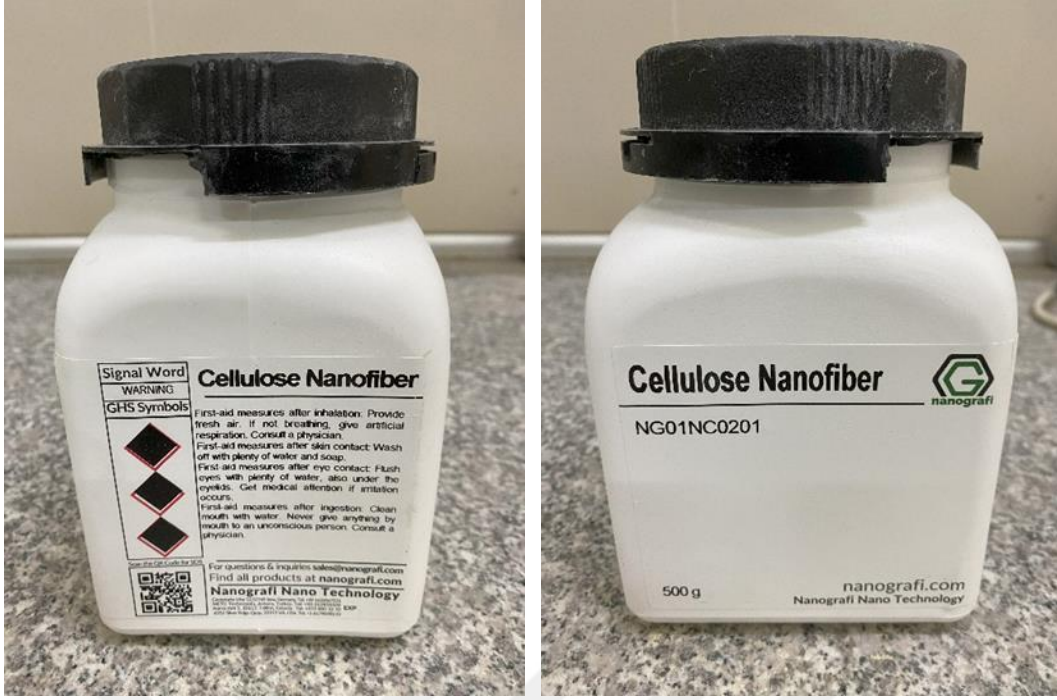
Malzeme	Yoğunluk (g/cm ³)	Özgöl Yüzey Alanı (m ² /g) (Blaine)	Tane Boyut Dağılımı (μm)	
			d ₅₀	d ₉₀
NHL 5	2,74	0,66	48,14	119,27

Tablo 3.2 NHL 5'in kimyasal bileşenleri

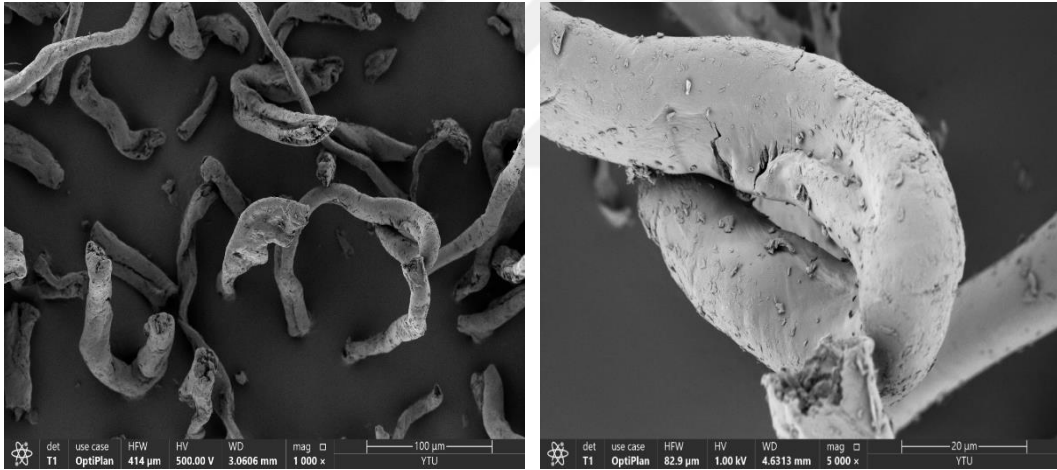
Bileşenler (%)	NHL 5
CaO	54,9
SiO ₂	9,3
Al ₂ O ₃	2,6
MgO	2,4
Fe ₂ O ₃	1,6
K ₂ O	0,8
TiO ₂	0,2
Na ₂ O	0,1
P ₂ O ₅	<0,1
MnO	<0,1
Cl	-
Kızdırma Kaybı	1,5

3.1.2 Nanofiber Selüloz

Bu çalışmada Nanografi firmasından temin edilen, 10-20 nm çapında ve 2-3 μm uzunluğunda NFS (Şekil 3.1), lif katkısı olarak kullanılmıştır. Liflerin TEM görüntüsündeki yapısı ve dağılımı Şekil 3.2'de verilmiştir. Karışımlara kireç miktarının %0,1, %0,2 ve %0,3'ü oranında NFS ilave edilmiştir.



Şekil 3.1 Nanofiber selüloz



Şekil 3.2 NFS liflerinin TEM görüntüsü

3.1.3 Kimyasal Katkı Maddeleri

Üretilen enjeksiyon malzemelerinin taze hal özelliklerinin sağlanması amacı ile karışımlarda kimyasal katkı maddeleri kullanılmıştır. Enjeksiyon malzemelerinin akışkanlık ve penetrasyon özelliklerini sağlamak amacı ile süper akışkanlaştırıcı, yüksek oranda suyun neden olduğu terleme oranının dengelenebilmesi amacı ile de viskozite düzenleyici katkı maddesi kullanılmıştır. Kimyasal katkı maddelerinin özellikleri Tablo 3.3'te verilmiştir.

Tablo 3.3 Kimyasal katkı maddelerinin özellikleri

Özellik*	Kımyasal Katkı Maddesi	
	Süper akışkanlaştırıcı	Viskozite Düzenleyici
Malzeme Yapısı	Polikarboksilik eter esaslı	Sentetik kopolimer çözeltisi
Yoğunluk (g/cm ³)	1,082 - 1,142	1,0 - 1,02
Sülfat içeriği (%)	2,14	0,14
Klor içeriği (%)	<0,1	<0,1

*Bilgiler üreticiden temin edilmiştir.

3.2 Enjeksiyon Malzemesinin Üretimi

Çalışma kapsamında NFS ilavesinin kireç esaslı enjeksiyon malzemelerine etkilerini araştırmak amacı ile dört farklı numune üretilmiştir. Üretilen ilk numunede NFS ilavesi yapılmamış ve referans olarak kabul edilmiştir. Diğer numunelerde NFS oranı sırasıyla %0,1, %0,2 ve %0,3'tür. Üretilen numunelerin karışım oranları Tablo 3.4'te verilmiştir. Kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin üretim ve karıştırma yöntemleri için herhangi bir standart olmaması sebebiyle literatürde bulunan daha önceki çalışmalar dikkate alınarak üretim ve karışım yöntemi belirlenmiştir [124-131]. Üretim ve karışım aşamaları aşağıda sıralanmıştır.

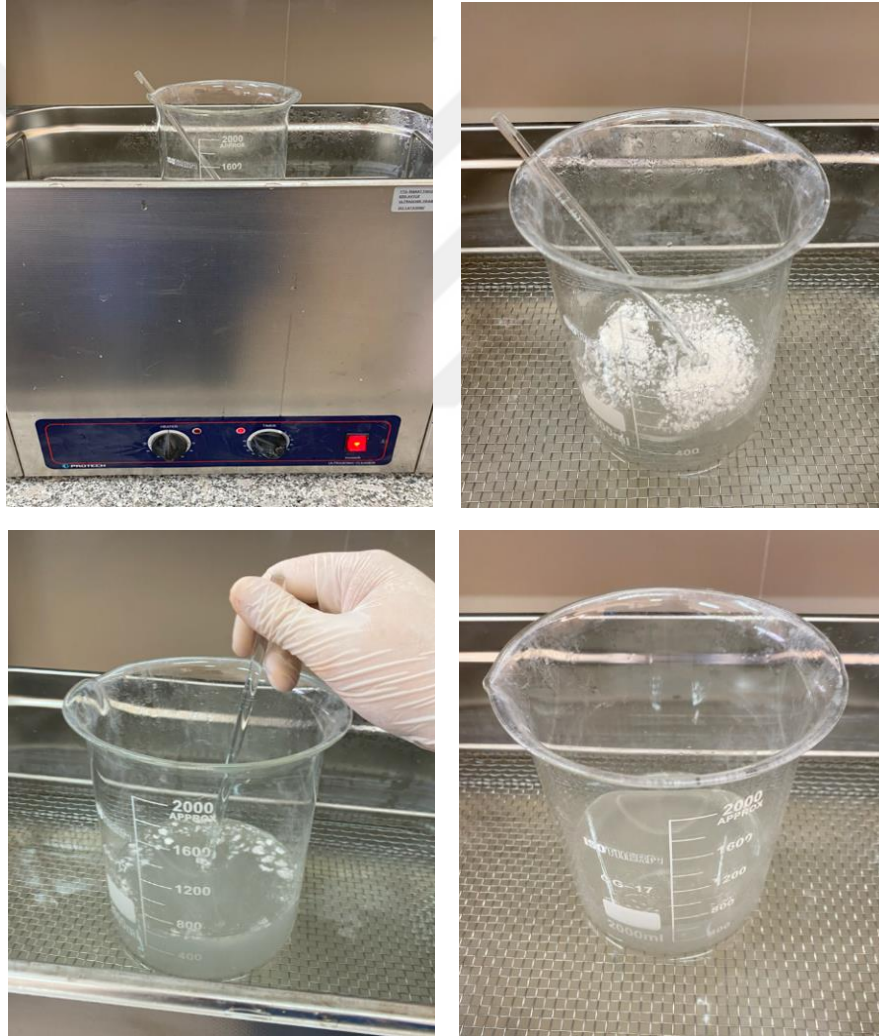
- Enjeksiyon malzemesinin üretiminde kullanılacak tüm malzemeler Tablo 3.4'te belirtilen oranlarda tartılarak hazırlanmıştır.
- Karışım suyunun %10'u kimyasal katkıların seyreltilmesi için ayrılmıştır.
- NFS ilavesi karışım suyuna dökülerek 1 saat boyunca ultrasonik banyoda karıştırılmış ve jel formuna getirilmiştir (Şekil 3.3).
- Karıştırma işlemi için spiral uçlu mekanik mikser kullanılmıştır (Şekil 3.4).
- Spiral uçlu mekanik mikserin hızı karıştırma süreci boyunca sabit ve 800 rpm'dir.
- Topaklanmayı engellemek amacı ile 1 dakika kuru karıştırma yapılmıştır.
- Jel formdaki NFS karışım suyu içerisinde karışıma ilave edilmiştir (Şekil 3.5).
- Karıştırma süresi toplam 13 dakika 30 saniyedir.
- Kimyasal katkıları 3. dakikadan itibaren 30 saniye içerisinde ilave edilerek 10 dakika daha karıştırılmış ve enjeksiyon malzemeleri elde edilmiştir.

Tablo 3.4 Enjeksiyon malzemelerinin üretiminde kullanılan malzemelerin ağırlıkça oranları

SERİ	Kireç (gr)	Su/Kireç	NFS (gr)	SA* (gr)	VD** (gr)
REF	1000	0,8	-	-	10
NFS 1	1000	0,8	1	18	-
NFS 2	1000	0,8	2	18	-
NFS 3	1000	0,8	3	18	-

SA* : Süperakışkanlaştırıcı katkı maddesi

VD** : Viskozite düzenleyici katkı maddesi



Şekil 3.3 NFS'nin ultrasonik banyoda su içerisinde dağıtılması



Şekil 3.4 Spiral uçlu mekanik mikser



Şekil 3.5 NFS katkılı kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin üretimi

3.3 Enjeksiyon Malzemelerinin Taze Haldeki Özelliklerinin İncelenmesi

Enjeksiyon uygulamaları öncesi özgün malzeme ile fiziksel, kimyasal ve minerolojik uyumun yanı sıra enjeksiyon malzemesinin taze ve sertleşmiş halde sağlaması gereken özellikler olduğu ve bu özelliklerin uygulama öncesi deneylerle ölçülmesi gerektiği bilinmektedir. Enjeksiyon yönteminin telafisi mümkün olmadığından, konsolidasyon hatalarına sebep olarak yapıya zarar vermemek için tasarım aşamasında enjeksiyon malzemesinin taze halde akışkanlık, penetrasyon, hacim sabitliği gibi performans yeterliliklerini sağlaması gerekmektedir. Enjeksiyon malzemesinin taze halde sağlaması gereken özellikler ve sınır değerler aşağıda açıklanmıştır.

3.3.1 Akışkanlık Özelliğinin Belirlenmesi

Enjeksiyon malzemesinin taze halde sağlaması gereken en önemli özelliklerden biri akışkanlık özelliğidir. Enjeksiyon malzemesinin kıvamı hakkında bilgi veren akışkanlık özelliği ASTM D6910'da [132] belirtilen “Marsh Hunisi” ve TS EN445'te [133] belirtilen “Akış Konisi” deneyleri ile ölçülmüştür. İki deneyin de çalışma prensibi üst kısımdan eklenen enjeksiyon malzemesinin akış hızının ölçülmesidir. Deneylere ait bilgiler ve sınır şartları Tablo 3.5'te verilmiştir.

Tablo 3.5 Akış Konisi ve Marsh Hunisi deneylerine ait bilgiler ve sınır değerler

Deney Parametresi	Akış Konisi	Marsh Hunisi
Koni/Huni boşluk çapı (mm)	10	4,7
Malzeme miktarı (ml)	1000	500
<i>Limit değer</i>	$\leq 25 \text{ sn}$ [134]	$\leq 45 \text{ sn}$ [4,135]

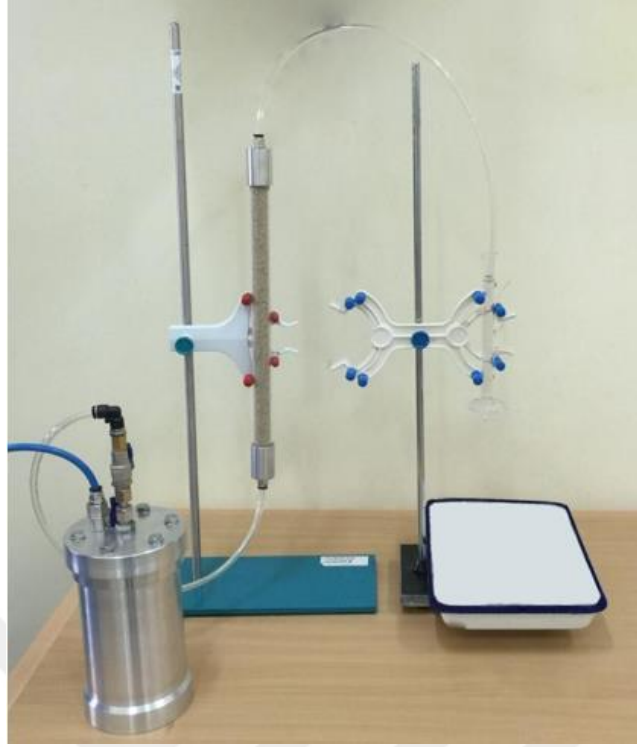
TS EN 447'de [134] verilen sınır değere göre 1000 ml enjeksiyon malzemesinin 25 saniyeden az bir sürede akış konisinden akması beklenmektedir. Marsh hunisi için herhangi bir limit değer bulunmaması nedeni ile literatürde yer alan diğer çalışmalar göz önünde bulundurularak süre tayini yapılmıştır [4,135]. Deney düzenekleri Şekil 3.6'da verilmiştir.



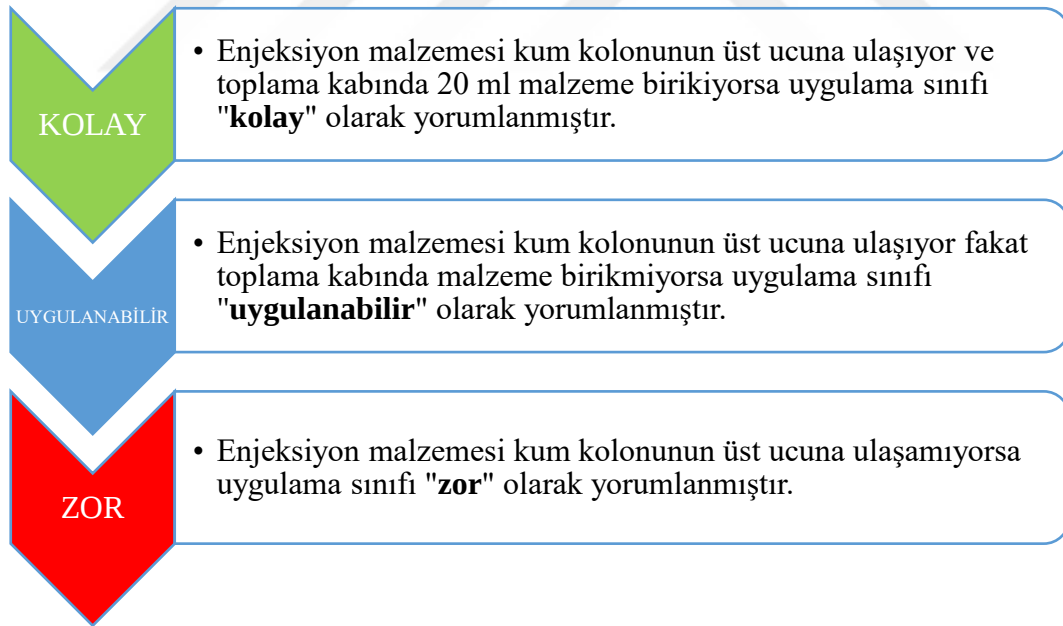
Şekil 3.6 Akış konisi ve Marsh hunisi

3.3.2 Penetrasyon Özelliğinin Belirlenmesi

Enjeksiyon malzemesinin enjekte edileceği yapıya nüfuz edebilme kabiliyeti olarak tanımlanan penetrasyon özelliği, malzemenin enjekte edilebilirliği hakkında bilgi edinmemizi sağlar. EN 1771’de [136] belirtilen “Kum Kolonu” deneyi ile ölçülür. Standartta belirtilen koşullara göre hazırlanan deney düzeneği 36 cm boyutunda ve $22,2 \pm 0,3$ mm genişliğinde şeffaf tüp, basıncın kontrol edilebildiği enjeksiyon malzemesi haznesi ve malzemenin toplandığı dereceli şeffaf cam tüpten oluşur (Şekil 3.7). Kum kolonunda yapıdaki boşlukları simüle etmek amacı ile 2-4 mm boyutlarında, silis esaslı doğal dere kumu kullanılarak enjeksiyon malzemesinin $0,075 \pm 0,0025$ MPa basınç altında boşlukları doldurma süresi ölçülür. Enjeksiyon malzemesinin kum kolonunun üst ucuna ulaştığı andaki süresi (T_{36}) ve dereceli tüpte biriken malzeme miktarı kaydedilir. T_{36} süresinin 50 saniyeden az olması gerekmektedir [4,135]. EN 1771 [136] penetrasyon özelliğini üç farklı şekilde değerlendirmiştir (Şekil 3.8). Enjeksiyon malzemesinin uygulanabilmesi için kolay veya uygulanabilir kategoride bulunması gerekmektedir.



Şekil 3.7 Kum kolonu deney düzeneği [37]

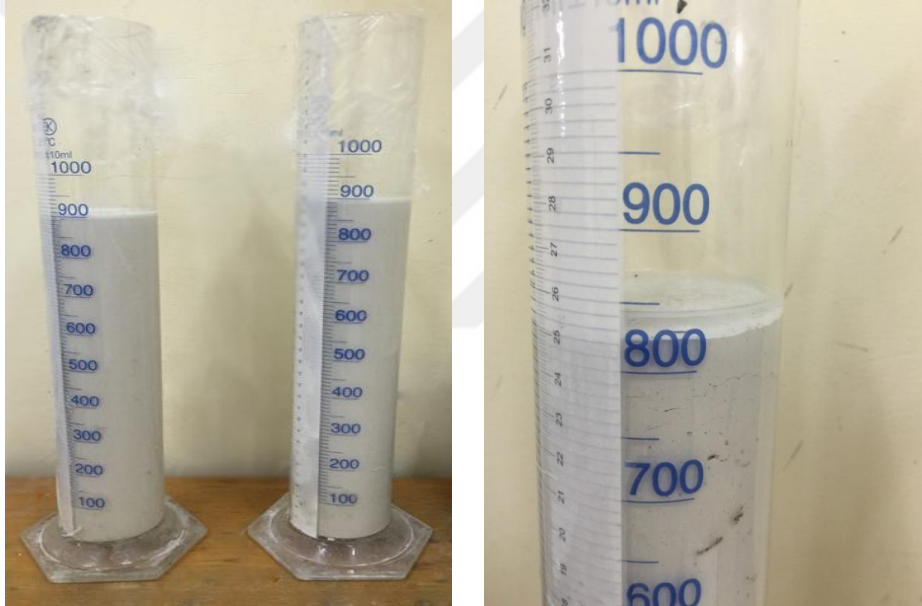


Şekil 3.8 EN 1771'e [136] göre enjekte edilebilirlik sınıfları

3.3.3 Hacim Sabitliđi Özelliđinin Belirlenmesi

Taze haldeki enjeksiyon malzemesinin ierisinde bulunan suyun yzeye ıkma eđilimine terleme denir. Malzemenin kıvamını ve hacmini deđiřtirerek akıřkanlık ve penetrasyon kabiliyetlerini dřren terleme özelliđi TS EN 445 [133] veya ASTM C940 [137] referans alınarak llr. Enjeksiyon malzemesinin retiminden hemen sonra 1000 ml’lik dereceli kap ierisine 800 ml malzeme doldurularak ilk yksekliđi (h_0) llr ve kap ađzı stre filmle kapatılarak dıř ortamdan izole edilir (řekil 3.9). 24 saat sonra terleme miktarı llrerek (h_w) terleme oranı hesaplanır (3.1). Terleme miktarı enjeksiyon malzemesinin ilk hacminin %5’ini gememelidir [138-139].

$$\text{Terleme (\%)} = h_w \div (h_0 \times 100) \quad (3.1)$$



řekil 3.9 Terleme deneyi [37]

3.3.4 Reolojik Özelliklerin Belirlenmesi

Enjeksiyon malzemelerinin taze halde incelenmesi gereken bir diđer husus reolojik özelliklerdir. Doğru bir enjeksiyon uygulaması iin malzemenin reolojik özelliklerinin de incelenmesi gerektiđi bilinmektedir. Reolojik özellikler rotasyonel bir reometre (Anton Paar Reolab QC) ve tek eksenli silindirik u (řekil 3.10) kullanılarak incelenmiřtir. Cihaza ait Rheoplus yazılımı kullanılarak serilere ait reolojik davranıřlar elde edilmiřtir. Deney sresi boyunca sıcaklık 20°C’de sabit tutulmuřtur. İki kademedede geekleřtirilen deneyde ilk olarak enjeksiyon malzemesi

10 saniye boyunca 400 s^{-1} kayma oranında karıştırılarak enjeksiyon malzemesi içerisinde oluşan hava kabarcıklarından arındırılmıştır. İkinci aşamada 400 s^{-1} kayma oranı 200 saniyede 0.1 s^{-1} 'e düşürülerek ölçüm tamamlanmıştır. Enjeksiyon malzemesine ait eşik kayma gerilmeleri ve plastik viskozite değerleri Herschel-Bulkley modeli kullanılarak hesaplanmıştır (3.2) [138].

$$\tau = \tau_0 + K * \dot{\gamma}^n \quad (3.2)$$

Denklem (3.2)'de verilen;

τ : Kayma gerilmesini (Pa),

τ_0 : Eşik kayma gerilmesini (Pa),

K: Kararlılık indeksini,

$\dot{\gamma}$: Kayma hızını,

n: Akış indeksini ifade etmektedir.



Şekil 3.10 Anton Paar Reolab QC reometre ve tek eksenli silindirik ölçüm ucu [48]

3.4 Enjeksiyon Malzemelerinin Sertleşmiş Haldeki Özelliklerinin İncelenmesi

3.4.1 Kür Koşulları

Enjeksiyon malzemelerinin kür koşulları ile ilgili herhangi bir standart bulunmadığından TS EN 1015-11 [140] referans alınarak kür yapılmıştır. Üretilen numuneler 7 gün boyunca 95 ± 5 bağıl nemde ve kalıp içerisinde kür edilmiştir (Şekil 3.11). Numuneler 7. günde kalıptan çıkarılarak deney gününe kadar 65 ± 5 bağıl nemde küre devam edilmiştir. Kür sırasında sıcaklık (20 ± 2) °C sabit tutularak enjeksiyon malzemelerinin sertleşmiş hal özellikleri incelenmiştir.



Şekil 3.11 Enjeksiyon malzemelerinin küre tabi tutulması

3.4.2 Fiziksel Özelliklerin Belirlenmesi

Taze hal özellikleri incelenen ve performans yeterliliğini sağlayan numunelerin ilk olarak fiziksel özellikleri incelenmiştir. Üretilen serilerin kılcal su emme katsayısı, ağırlıkça ve hacimce su emme oranları, özgül ağırlık, birim hacim ağırlık, porozite, kompasite gibi fiziksel özellikleri deneysel çalışmalarla belirlenmiştir. Deneyler numuneler üretildikten sonraki 28. günde yapılmıştır.

3.4.2.1 Kılcallıkla Su Emmenin Belirlenmesi

Kılcallıkla su emme deneyi TS EN 15801 [141] dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Tüm karışımlarda 4x4x16 cm boyutlarında üretilen 3'er adet numune etüvde (60 ± 2) °C'de 24 saat bekletilerek kurutulmuş, etüv kurusu hale

gelen numuneler desikatörde oda sıcaklığına gelene kadar bekletilmiştir. Numunelerin etüv kurusu ağırlıkları ölçülerek (m_0) kaydedilmiştir. Minimum 5 mm kalınlıktaki pamuk tabakalar suya doygun hale getirilerek tüm serilerin sıgacağı bir tepsiye yerleştirilmiştir (Şekil 3.12). Numunelerin kare kesitli yüzeyinin suya doygun pamuk tabaka ile temas ettiği ilk an (t_0) kaydedilmiş ve $Q_i - \sqrt{t_i}$ grafikleri oluşturulacak şekilde belirli aralıklarla numunelerin ağırlıkları ölçülerek, ölçüm anında (t_i) birim alandan emdiği su miktarı (Q_i) hesaplanmıştır (3.3). İlk bir saat içerisinde kılcal su emilimi yüksek oranlarda olduğu için ölçüm sayısı fazla tutulmuştur. $Q_i - \sqrt{t_i}$ grafiklerine göre kılcal su emme eğrileri çizilerek NFS katkısının kılcallıkla su emilimine etkisi belirlenmiştir.

$$Q_i = (m_i - m_0) \div A \text{ (kg/m}^2\text{)} \quad (3.3)$$

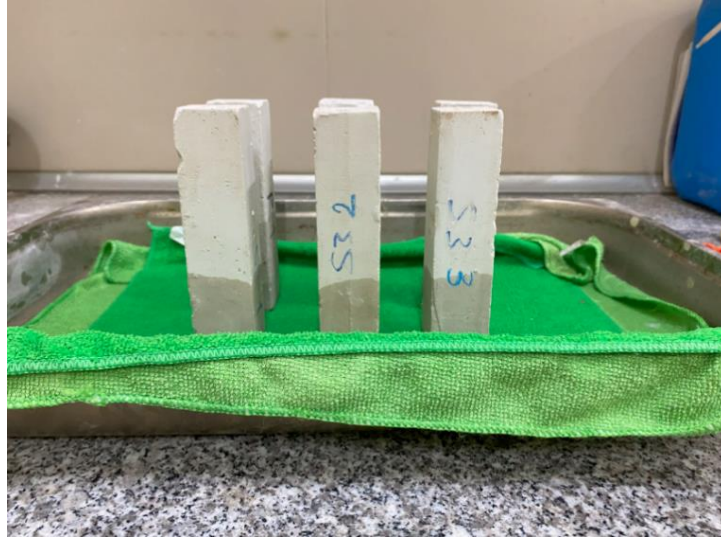
Denklem (3.3)'de verilen;

Q_i : t_i anında birim alandan emilen su miktarını (kg),

m_i : t_i anında numunenin ağırlığını (kg),

m_0 : Etüv kurusu numune ağırlığını (kg),

A: Numunenin kılcal yolla su emdiği yüzey alanını (m^2) belirtmektedir.



Şekil 3.12 Kılcal su emme deneyi

3.4.2.2 Birim Hacim Ağırlık

Birim hacim ağırlık veya görünür yoğunluk, malzemenin boşluklu hacminin ağırlığı olarak tanımlanan temel fiziksel özelliklerden biridir. Suyu doymuş haldeki numunenin (Şekil 3.13) havadaki ağırlığından (W_{SH}) suya doymuş haldeki numunenin su içerisindeki ağırlığının (W_{SS}) (Şekil 3.14) çıkarılarak suyun özgül ağırlığına bölünmesi ile net hacim (V_{net}) elde edilir [142] (3.4). Numunenin etüv kurusu ağırlığının (W_0), numunenin net hacmine (V_{net}) bölünmesi ile birim hacim ağırlık (β) bulunur (3.5).

$$V_{net} = (W_{SH} - W_{SS}) \div \rho_{su} \quad (3.4)$$

$$\beta = W_0 \div V_{net} \quad (3.5)$$

(3.4) ve (3.5) denklemlerinde verilen;

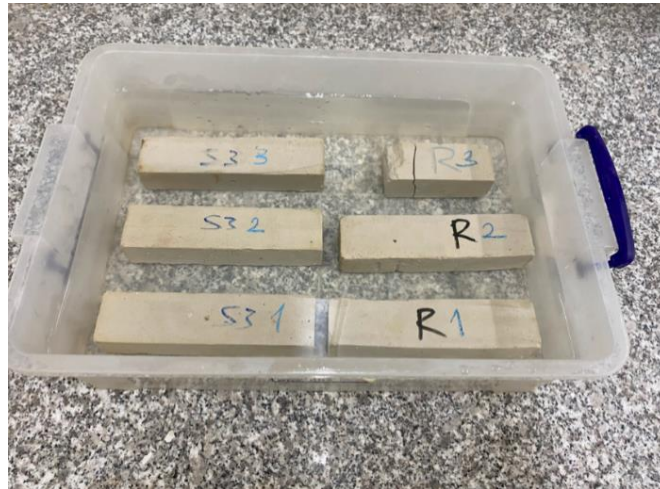
V_{net} : Numunenin net hacmini,

W_{SH} : Suyu doymuş numunenin havadaki ağırlığını (g),

W_{SS} : Suyu doymuş numunenin sudaki ağırlığını (g),

ρ_{su} : Suyun yoğunluğunu (1 g/cm^3),

β : Birim hacim ağırlığı (g/cm^3) ifade etmektedir.



Şekil 3.13 Numunelerin suya doymuş hale getirilmesi



Şekil 3.14 Suya doymun haldeki numunelerin suda tartılmaları (W_{ss} ölçümü)

3.4.2.3 Özgöl Ağırlık

Özgöl ağırlık veya gerçek yoğunluk (γ), malzemelerin boşluksuz ağırlığının hacmine oranı olarak tanımlanır. Le Chatelier balonuna konulan 10 ml suya eklenen 10 gr toz haldeki numunenin ($<63\mu m$) suyun seviyesini yükseltme miktarı ile ölçülür (Şekil 3.15) [142]. Yapılan ölçümlerde Le Chatelier balonu ile alınan sonuçların tutarlı olmamasından dolayı özgöl ağırlık ölçümleri helyum ultrapiknometresi ile belirlenmiştir.



Şekil 3.15 Le Chatelier balonu ve toz numune (<63µm)

3.4.2.4 Kompasite ve Porozite

Kompasite (k), enjeksiyon malzemesinin içerisindeki dolu hacmin toplamını tanımlar. Malzemenin birim hacim ağırlığının (β), malzemenin özgül ağırlığına (γ) bölünmesi ile hesaplanmıştır [142] (3.6).

$$k (\%) = (\beta \div \gamma) \times 100 \quad (3.6)$$

Porozite (p), enjeksiyon malzemesinin içerisindeki boşluk miktarının toplamıdır. Malzemenin tamamından kompasite miktarının çıkarılması ile hesaplanmıştır [22] (3.7).

$$p (\%) = 1 - (\beta \div \gamma) \times 100 \quad (3.7)$$

3.4.2.5 Ağırlıkça Su Emme – Hacimce Su Emme

Numunelerin ağırlıkça su emme oranı (a_s) ve hacimce su emme oranı (h_s) sırasıyla (3.8) ve (3.9) denklemleri ile hesaplanır [142].

$$a_s(\%) = ((W_{SH} - W_{SS}) \div W_0) \times 100 \quad (3.8)$$

$$h_s(\%) = ((W_{SH} - W_0) \div (W_{SH} - W_{SS})) \times 100 \quad (3.9)$$

3.4.3 Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi

3.4.3.1 Eğilme Dayanımının Belirlenmesi

Tarihi yapıların inşa edilme prensibi incelendiğinde basınç, eğilme, çekme, burulma gibi tüm mekanik dayanımları taşıyıcı yığma duvarların karşıladığı görülmüştür. Tarihi yığma yapılarda yanal yükleri karşılayan eğilme dayanımı en önemli mekanik özelliklerden biridir. Eğilme dayanımı, TS EN 1015-11'e [140] göre yapılan eğilme deneyi ile belirlenir (Şekil 3.16). Deney için üretilen numunelerin boyutları 40×40×160 mm'dir. Deneyler, numuneler üretildikten sonraki 28. ve 56. günde yapılmış, numuneler deney gününe kadar kür koşullarına tabi tutulmuştur. Deneyler, deformasyon kontrollü 60 ton kapasiteli yükleme cihazında gerçekleştirilmiştir. Yükleme hızı tüm testlerde 1,0 mm/dk olarak sabit tutulmuştur. Numunelerin eğilme dayanımları standarttaki denklem (3.10) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$f_e = (1,5 \times P \times L) \div (b \times d^2) \text{ MPa} \quad (3.10)$$

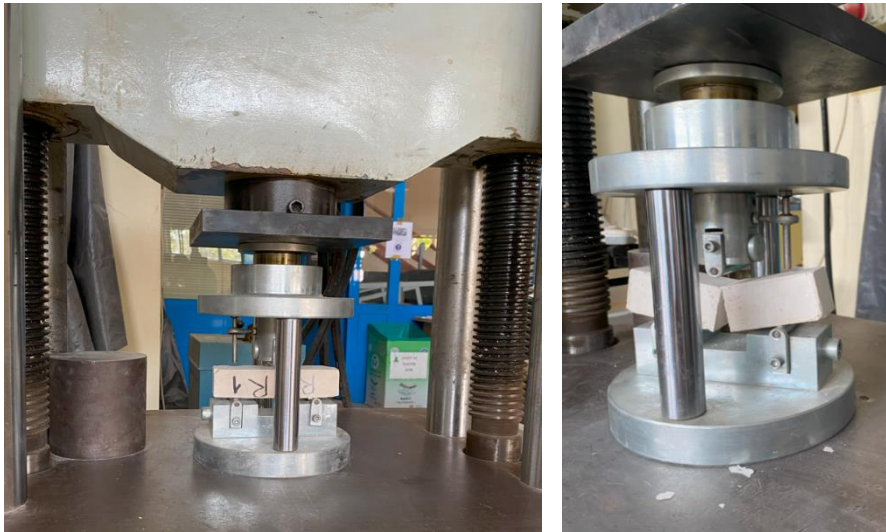
Denklem (3.10)'da verilen:

f_e : Eğilme dayanımını (N/mm²),

P: Kırılma yükünü (N),

L: Mesnetler arası mesafeyi (mm),

b ve d: Serilerin enkesit kenar uzunluklarını (mm) belirtmektedir.



Şekil 3.16 Eğilme deneyi

3.4.3.2 Basınç Dayanımının Belirlenmesi

Eğilme deneyi sonucunda ortadan ikiye bölünen numuneler, 40 mm×40 mm ölçülerindeki çelik plakaların arasına yerleştirilerek TS EN 1015-11'e [140] göre basınç deneyine tabi tutulmuştur (Şekil 3.17). Deneyler, numuneler üretildikten sonraki 28. ve 56. günde yapılmış, numuneler deney gününe kadar kür koşullarına tabi tutulmuştur. Basınç deneyi deformasyon kontrollü 60 ton kapasiteli yükleme cihazında gerçekleştirilmiştir. Yükleme hızı tüm testlerde 1,0 mm/dk olarak sabit tutulmuştur. Numunelerin basınç dayanımları standarttaki denklem (3.11) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$f_b: P \div A \text{ (MPa)} \quad (3.11)$$

Denklem (3.11)'de yer alan;

f_b : Basınç dayanımını (N/mm²),

P: Kırılma yükünü (N),

A: Yük uygulanan alanı (mm) ifade etmektedir.



Şekil 3.17 Basınç dayanım deneyi

3.4.4 Kuruma Rötresinin Ölçülmesi

Kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin en büyük dezavantajlarından biri hızlı su buharlaşmasından kaynaklı oluşan kuruma rötresidir. Malzemenin büzülerek hacminin küçülmesi olarak tanımlanan rötre, yüksek oranlarda oluştuğunda enjeksiyon malzemesinin fiziksel yapısının bozulmasına neden olarak enjeksiyon uygulamasının kalitesini düşürebilir. Literatürde kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin rötre ölçümleri için özel bir standart bulunmadığından numunelerin boy değişim ölçümleri ASTM C-940'a [137] göre yapılmıştır. Numuneler 4×4×16 cm boyutlarında pimli kalıplarda üretilerek kalıptan çıkarıldıkları ilk gün 0. gün kabul edilmiş, standartta belirtilen günlerde boy değişimleri ölçülerek kaydedilmiştir (Şekil 3.18).



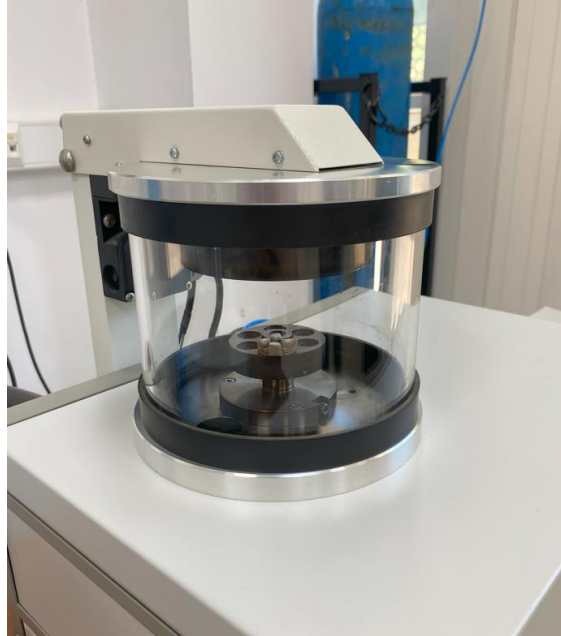
Şekil 3.18 Rötre ölçümü

3.4.5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDS) ile İyapının İncelenmesi

Üretilen enjeksiyon malzemelerinin içyapısını görüntülemek amacı ile uygun ebatlarda numuneler çıkarılarak şeffaf epoksi reçineden tabanlık yapılmış (Şekil 3.19) daha sonra altın kaplama yapılarak (Şekil 3.20) Zeiss marka EVO LS10 model taramalı elektron mikroskobu kullanılarak kesitler incelenmiştir (Şekil 3.21). Serilerin kimyasal yapılarını incelemek amacı ile uygun noktalardan enerji dağılımlı spektroskopi (EDS) yapılmıştır.



Şekil 3.19 Numunelere şeffaf epoksi reçine tabanlık yapılması



Şekil 3.20 SEM öncesi numunelere altın kaplama yapılması



Şekil 3.21 Taramalı elektron mikroskobu

DENEY SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ VE İRDELENMESİ

4.1 Taze Haldeki Enjeksiyon Malzemesi Deney Sonuçları

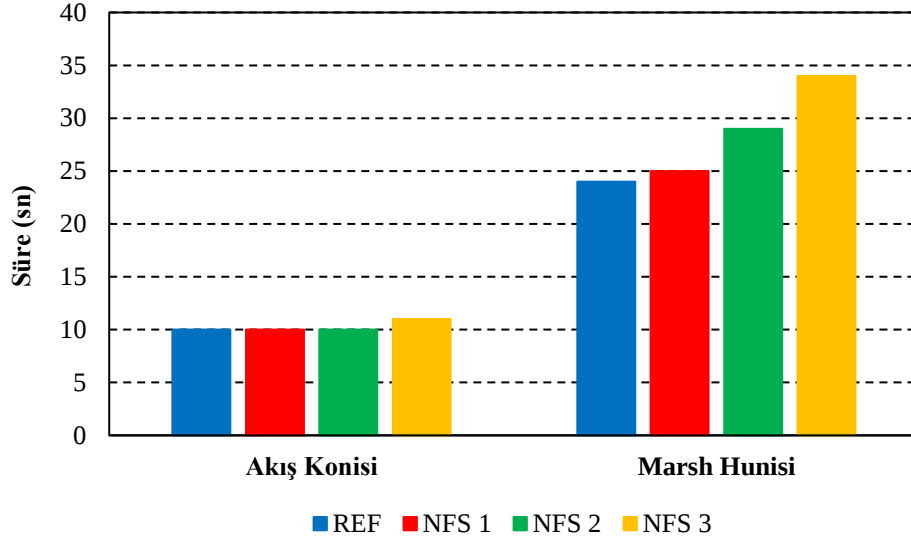
Üretilen enjeksiyon malzemelerinin taze haldeki özelliklerini belirlemek amacı ile akışkanlık, penetrasyon ve hacim sabitliği deneyleri yapılmıştır. Deneylere ait sonuçlar ve değerlendirmeler aşağıda verilmiştir. Serilerin taze hal özelliklerine uygunluğu Tablo 4.4'te değerlendirilmiştir.

4.1.1 Akışkanlık Özelliği Deney Sonuçları

Serilerin akışkanlık özelliği ASTM D6910'da [132] belirtilen “Marsh Hunisi” ve TS EN445'te [133] belirtilen “Akış Konisi” deneyleri ile ölçülmüştür. Üretilen tüm seriler her iki deney için de limit değerleri sağlamaktadır. Akış konisinde numunelerin akış süresi 10 - 11 sn, Marsh hunisinde ise 24 - 34 sn aralığında ölçülmüştür. Her iki deney sonucunda da nanofiber selüloz (NFS) katkısının akış süresini artırdığı gözlemlenmiştir. Akışkanlık özelliğine dair sonuçlar Tablo 4.1'de ve Şekil 4.1'de verilmiştir. Sonuçlar üretilen tüm serilerin aritmetik ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

Tablo 4.1 Enjeksiyon malzemelerinin akışkanlık deney sonuçları

SERİ	Akışkanlık Özelliği Deney Sonuçları	
	Akış Konisi (sn)	Marsh Hunisi (sn)
REF	10	24
NFS 1	10	25
NFS 2	10	29
NFS 3	11	34
<i>Limit değer</i>	$\leq 25 \text{ sn [134]}$	$\leq 45 \text{ sn [4,135]}$



Şekil 4.1 Serilere ait akış süresi değerleri

4.1.2 Penetrasyon Özelliği Deney Sonuçları

Serilerin enjekte edilebilirliği EN 1771 [136]'de belirtilen “Kum Kolonu” deneyi ile ölçülmüştür. Üretilen tüm seriler penetrasyon özelliği için gereken performans yeterliklerini sağlamıştır. EN 1771 [136]'e göre REF, NFS 1 ve NFS 2 numuneleri için enjekte edilebilirlik sınıfı “kolay”, NFS 3 için “uygulanabilir”dir. NFS katkısının enjekte edilebilirliği düşürdüğü gözlemlenmiştir. Deney sonuçları Tablo 4.2’de verilmiştir. Sonuçlar üretilen tüm serilerin aritmetik ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

Tablo 4.2 Enjeksiyon malzemelerinin penetrasyon deney sonuçları

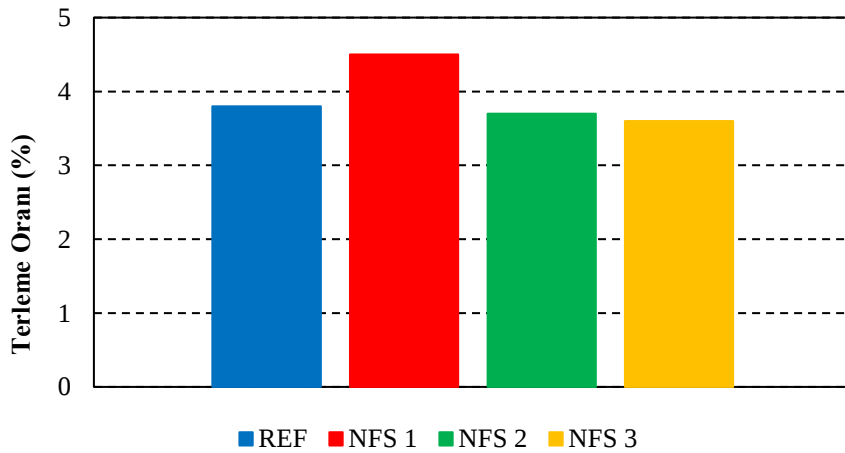
SERİ	Penetrasyon Özelliği Deney Sonuçları		
	T ₃₆ süresi (sn)	20 ml toplanma süresi (sn)	Enjekte Edilebilirlik
REF	4	12	Kolay
NFS 1	5	14	Kolay
NFS 2	6	28	Kolay
NFS 3	7	-	Uygulanabilir
Limit değer	$\leq 50 \text{ sn [4,135]}$		

4.1.3 Hacim Sabitliđi Özelliđi Deney Sonuçları

Serilerin hacim sabitliđi TS EN 445 [133] ve ASTM C940 [137] referans alınarak ölçölmüştür. Yapılan ön üretim çalışmaları referans numunenin terleme oranı ortalama %12,5 ölçölmüştür. Limit değeri sağlamak amacı ile referans numunede % 1 oranında viskozite düzenleyici katkı maddesi kullanılmıştır. NFS katkı numunelerin ön üretiminde limit değeri aşılmadıđı için viskozite düzenleyici katkı maddesi kullanılmamıştır. NFS'nin %0,1 ilave edilmesi ile terleme değeri referans seriye kıyasla yaklaşık %20 artmış, ancak üretilen tüm serilerde terleme oranı limit değeri olan %5'in altındadır. NFS'nin %0,2 ve %0,3 oranında ilavesi ile de enjeksiyon malzemelerinin terleme değeri referans seriye benzer sonuçlar vermiştir. Elde edilen bu sonuçlara göre, NFS'nin doğal viskozite düzenleyici olarak çalıştığı söylenebilir [120]. Ortalama deney sonuçları Tablo 4.3 ve Şekil 4.2'de verilmiştir.

Tablo 4.3 Enjeksiyon malzemelerinin hacim sabitliđi deney sonuçları

SERİ	Terleme Oranı (%)
REF	3,8
NFS 1	4,5
NFS 2	3,7
NFS 3	3,6
<i>Limit Deđer</i>	<i>5 [4,138,139]</i>



Şekil 4.2 Serilerin terleme oranı

Tablo 4.4 Enjeksiyon malzemelerinin taze hal özelliklerine uygunluk kontrolü

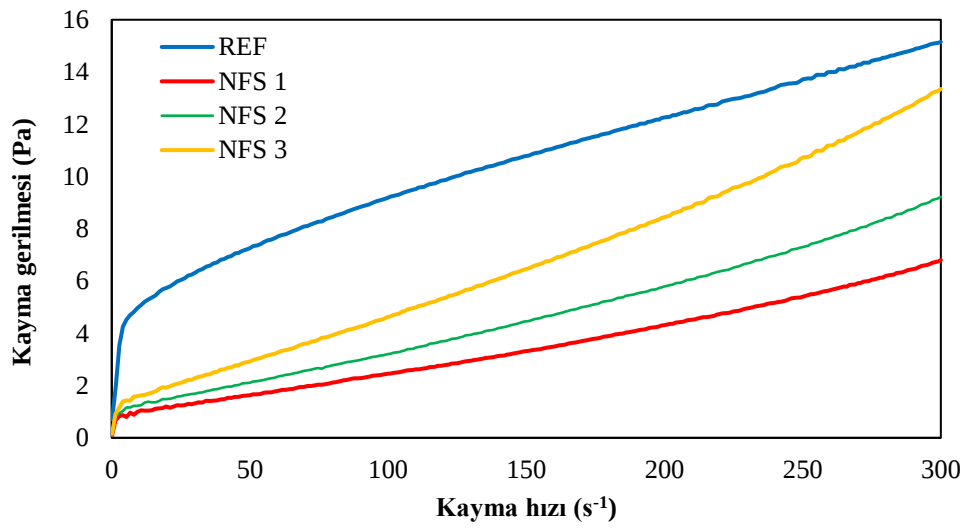
SERİ	Akış Konisi (sn)	Marsh Hunisi (sn)	Terleme Oranı (%)	Kum Kolonu T ₃₆ (sn)	Enjekte Edilebilirlik	Uygunluk Kontrolü
REF	10	24	3,8	4	Kolay	Uygun
NFS 1	10	25	4,5	5	Kolay	Uygun
NFS 2	10	29	3,7	6	Kolay	Uygun
NFS 3	11	34	3,6	7	Uygulanabilir	Uygun
Limit	≤ 25	≤ 45	<5	<50		

4.2 Reolojik Özelliklerin İncelenmesi

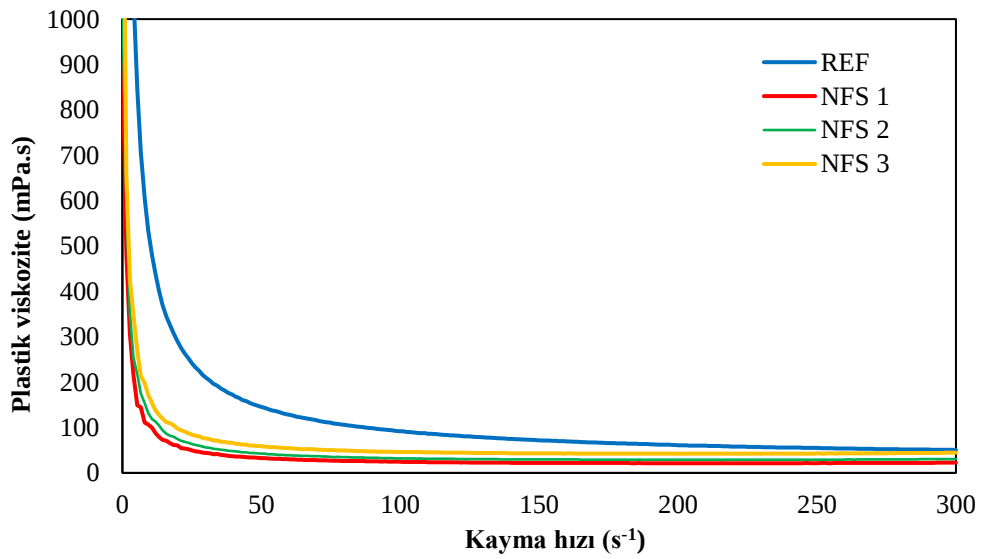
Malzemelerin reolojik davranışı dikkate alınarak seçilen Herschel-Buckley modeline göre hesaplanan reolojik parametreler Tablo 4.5'te verilmiştir. Enjeksiyon malzemelerinin reolojik ölçümlerinden elde edilen akış ve viskozite eğrileri Şekil 4.3'te ve Şekil 4.4'te verilmiştir. Tüm serilerde R değeri 0,98'in üzerinde sağlanmıştır. Deney sonuçları incelendiğinde, tüm parametrelerin aynı olduğu NFS katkılı serilerde NFS ilavesinin artması ile birlikte enjeksiyon malzemelerinin eşik kayma gerilmelerinin de arttığı görülmüştür. REF serisinin eşik kayma gerilmesinin NFS katkılı serilerden daha yüksek olmasına enjeksiyon malzemelerinin tasarımı sırasında hacim sabitliği özelliğinin limit değerini sağlamak amacı ile REF serisinde kullanılan yüksek miktarda viskozite düzenleyici katkı maddesinin neden olduğu düşünülmektedir. Reolojik parametrelerin kullanılan katkı maddeleri, sıcaklık, bekleme süresi gibi pek çok değişkenden etkilendiği bilinmektedir [11,41]. Çimento esaslı harçlar üzerinde yapılan çalışmalarda da NFS ilavesi ile doğru orantılı şekilde akma gerilmesinin ve plastik viskozitenin arttığı ve malzemelerin kayma incelmeleri davranışı gösterdiği belirtilmiştir [116,121]. Bu çalışma kapsamında üretilen NFS katkılı kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin de kayma incelmeleri davranışı gösterdiği Şekil 4.4'te görülmektedir. Bu duruma lifler arası oluşan bağların akış hareketini yavaşlatmasının neden olduğu düşünülmektedir.

Tablo 4.5 Herschel-Buckly modeline göre hesaplanan reolojik parametreler

SERİ	Eşik Kayma Gerilmesi (τ_0) (Pa)	Kararlılık İndeksi (K)	Akış İndeksi (n)
REF	2,99	0,430	0,58
NFS 1	0,96	0,005	1,24
NFS 2	1,21	0,006	1,25
NFS 3	1,49	0,012	1,21



Şekil 4.3 Enjeksiyon malzemelerine ait akış eğrileri



Şekil 4.4 Enjeksiyon malzemelerine ait viskozite eğrileri

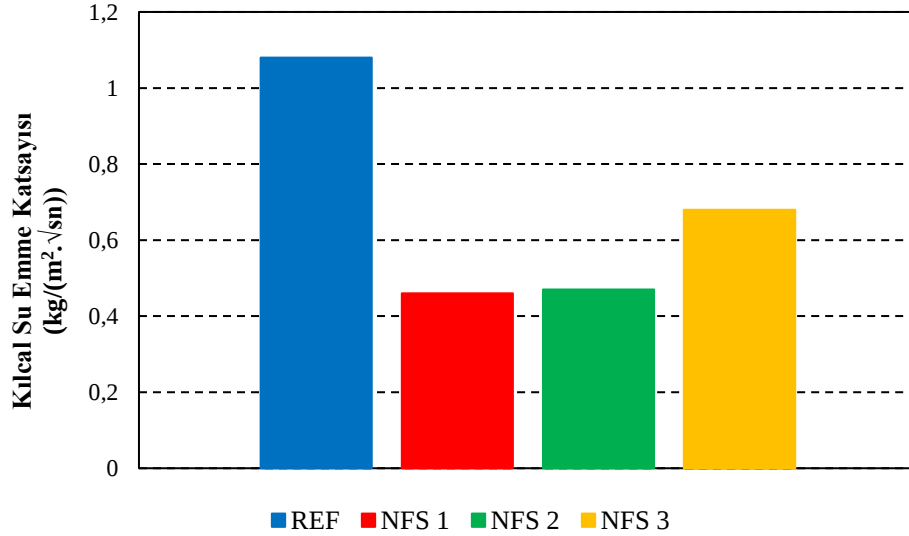
4.3 Sertleşmiş Hal Özelliklerinin İncelenmesi

4.3.1 Kılcallıkla Su Emiliminin Belirlenmesi

Serilerin kılcal su emme katsayıları TS EN 15801 [141] uyarınca 28. günde gerçekleştirilen kılcal su emme deneyi ile belirlenmiş, sonuçlar Tablo 4.6 ve Şekil 4.5'te verilmiştir.

Tablo 4.6 Serilerin kılcal su emme katsayıları

SERİ	Kılcal Su Emme Katsayısı ($\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \sqrt{\text{sn}})$)
REF	$1,08 \pm 0,19$
NFS 1	$0,46 \pm 0,02$
NFS 2	$0,47 \pm 0,03$
NFS 3	$0,68 \pm 0,03$



Şekil 4.5 Enjeksiyon malzemelerinin kılcal su emme katsayıları

Deney sonuçları incelendiğinde NFS katkısının kılcallıkla su emilimini NFS 1 ve NFS 2 serilerinde %56 - %57, NFS 3 serisinde ise %37 düşürdüğü görülmektedir. Bu duruma NFS'nin hidrofilik yapısının neden olduğu söylenebilir [83]. NFS 3 serisinde kılcal su emme miktarının diğer NFS katkılı serilere oranla yüksek olma nedeninin uniform olmayan dağılım olduğu düşünülmektedir [25,27].

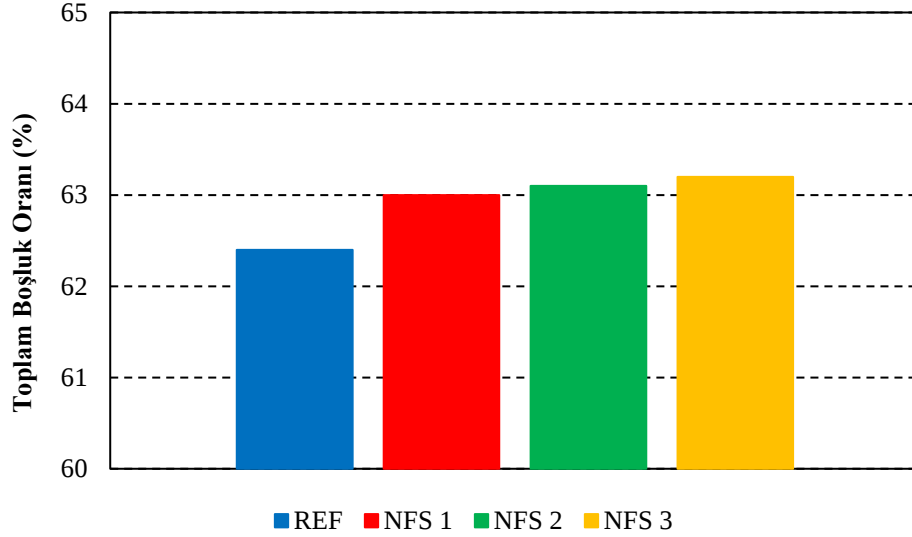
4.3.2 Temel Fiziksel Özelliklerin Belirlenmesi

Enjeksiyon malzemelerinin temel fiziksel özellikleri Bölüm 3.4.2’de belirtilen deneysel çalışmalara ait bağıntılar kullanılarak hesaplanmıştır. Deneyler üretimden sonraki 28. günde yapılmıştır. Deney sonuçları sırasıyla Tablo 4.7’de ve Şekil 4.6’da verilmiştir.

Tablo 4.7 Serilerin fiziksel özellikleri

SERİ	Birim Hacim Ağırlık (g/cm ³)	Özgül Ağırlık (g/cm ³)	Ağırlıkça Su Emme (%)	Hacimce Su Emme (%)	Porozite (%)
REF	0,96 ± 0,0	2,55	63,5 ± 0,7	60,9 ± 0,5	62,4 ± 0,1
NFS 1	0,97 ± 0,0	2,64	61,6 ± 0,4	60,0 ± 0,4	63,0 ± 0,0
NFS 2	0,96 ± 0,0	2,60	61,9 ± 0,4	59,5 ± 0,4	63,1 ± 0,0
NFS 3	0,95 ± 0,0	2,59	60,8 ± 0,1	58,0 ± 0,4	63,2 ± 0,2

Enjeksiyon malzemelerinin temel fiziksel özellikleri incelendiğinde tüm serilerde toplam boşluk oranının oldukça fazla olduğu, boşlukların tamamına yakınının dışa açık olduğu ve NFS katkısının toplam boşluk oranını az miktarda da olsa artırdığı söylenebilir. Toplam boşluk oranının malzemenin su muhtevası ile doğru orantılı olduğu düşünüldüğünde enjeksiyon malzemelerinin bünyesindeki yüksek su oranı ve NFS’nin yüksek su talebi bu durumu açıklamaktadır. Toplam boşluk oranı daha fazla olmasına rağmen NFS katkılı enjeksiyon malzemelerinin %1,5 - %4 arasında daha yoğun olduğu, en yoğun malzemenin ise %0,1 NFS katkısı içeren seri olduğu görülmektedir. Ağırlıkça ve hacimce su emme oranları incelendiğinde NFS katkısının su emme miktarını %1 - %3 azalttığı gözlemlenmiştir. NFS liflerinin karışım suyunun bir kısmını hapsederek bünyesinde tutması enjeksiyon malzemesinin kılcallıkla emdiği su miktarının azalmasına yol açmıştır. Serilerin kılcal su emme katsayıları da bu durumla örtüşmektedir. Tüm fiziksel deney sonuçları genel olarak değerlendirildiğinde, NFS ilavesinin enjeksiyon malzemelerinin fiziksel özelliklerine önemli bir etkisinin olmadığı söylenebilir.



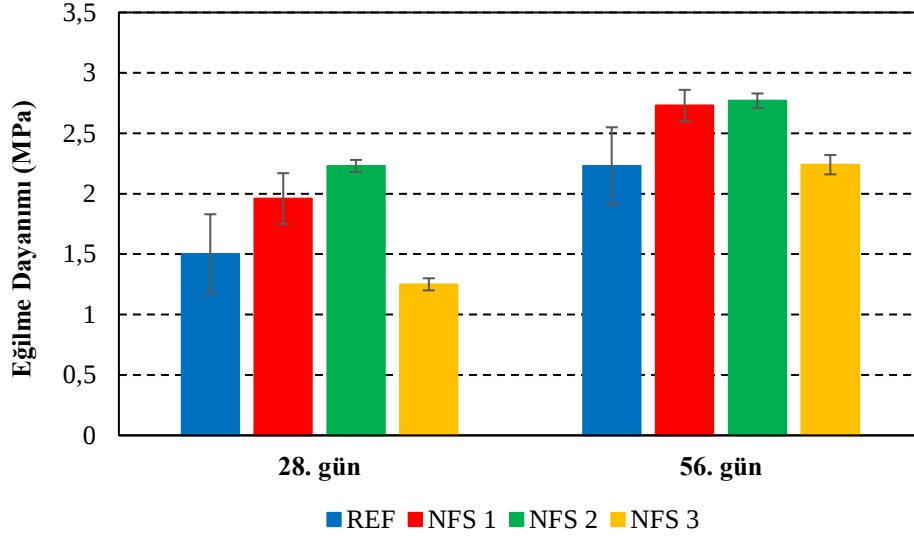
Şekil 4.6 Enjeksiyon malzemelerinin toplam boşluk oranları

4.3.3 Eğilme Dayanımı Deney Sonuçları

Enjeksiyon malzemelerinin eğilme dayanımı TS EN 1015-11 [140]’e göre yapılan eğilme deneyi ile ölçülmüştür. 40×40×160 mm boyutlarında üretilen numuneler, 28. ve 56. günde deformasyon kontrollü 60 ton kapasiteli yükleme cihazında eğilmeye tabi tutularak kırılmıştır. Eğilme dayanımı deney sonuçları Tablo 4.8 ve Şekil 4.7’de verilmiştir. Sonuçlar üretilen tüm serilerin aritmetik ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

Tablo 4.8 Eğilme dayanımı deney sonuçları

SERİ	f_e (28.gün) (MPa)	f_e (56.gün) (MPa)
REF	1,50 ± 0,33	2,23 ± 0,32
NFS 1	1,96 ± 0,21	2,73 ± 0,13
NFS 2	2,23 ± 0,05	2,77 ± 0,06
NFS 3	1,25 ± 0,05	2,24 ± 0,08



Şekil 4.7 Enjeksiyon malzemelerinin eğilme dayanımları

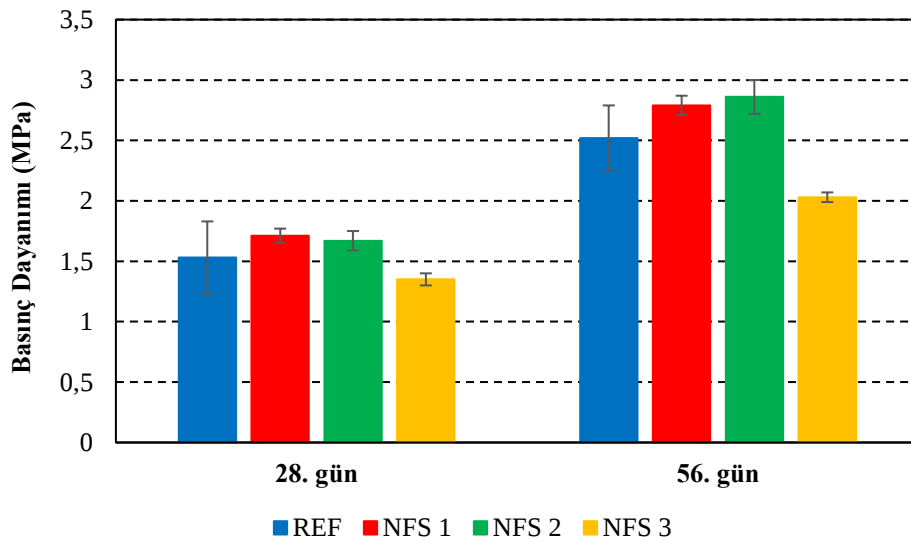
Deney sonuçları incelendiğinde, NFS katkısının hem 28. günde hem de 56. günde eğilme dayanımında artış sağladığı görülmektedir. Her iki deney gününde de en yüksek eğilme dayanımı NFS 2 serisinde elde edilmiştir. NFS 2 serisi referans numuneye kıyasla 28. günde %49, 56. günde ise %24 daha fazla mukavemet göstermiştir. NFS 1 ve NFS 2 serilerinde kademeli bir artış söz konusuysa NFS 3 serisinde 28. günde %17 düşüş gözlemlenmiş, 56. günde ise referans numuneye yakın sonuçlar elde edilmiştir. Bu duruma liflerin topaklanması sonucu homojen olmayan dağılımın neden olduğu düşünülmektedir [25,27]. NFS ilavesi optimum miktarda kullanıldığında enjeksiyon malzemelerinin eğilme dayanımına olumlu yönde etki etmiştir. Elde edilen sonuçlar, kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinde NFS kullanımına dair herhangi bir çalışma bulunmaması nedeniyle çimento esaslı harçlarda yapılan çalışmalarla kıyaslanmıştır. Bölüm 2.5.3'te detaylı olarak söz edilen çalışmalarda da optimum miktarda NFS ilavesinin çimento esaslı harçların eğilme dayanımını artırdığı söylenmiştir [116-117]. Eğilme dayanımı açısından değerlendirildiğinde, bu çalışma kapsamında üretilen kireç esaslı enjeksiyon malzemeleri için optimum NFS miktarı %0,2 olarak kabul edilmiştir.

4.3.4 Basınç Dayanımı Deney Sonuçları

Serilerin basınç dayanımı TS EN 1015-11 [140] referans alınarak yapılan basınç dayanım deneyi ile ölçülmüştür. Eğilme deneyi sonucunda ortadan ikiye bölünen numuneler, 40×40 mm ölçülerindeki çelik plakaların arasına yerleştirilerek deformasyon kontrollü 60 ton kapasiteli yükleme cihazında basınca tabi tutularak kırılmıştır. Ortalama basınç dayanımı sonuçları Tablo 4.9 ve Şekil 4.8’de verilmiştir.

Tablo 4.9 Basınç dayanımı deney sonuçları

SERİ	f_b (28.gün) (MPa)	f_b (56.gün) (MPa)
REF	1,53 ± 0,30	2,52 ± 0,27
NFS 1	1,71 ± 0,06	2,79 ± 0,08
NFS 2	1,67 ± 0,08	2,86 ± 0,14
NFS 3	1,35 ± 0,05	2,03 ± 0,04



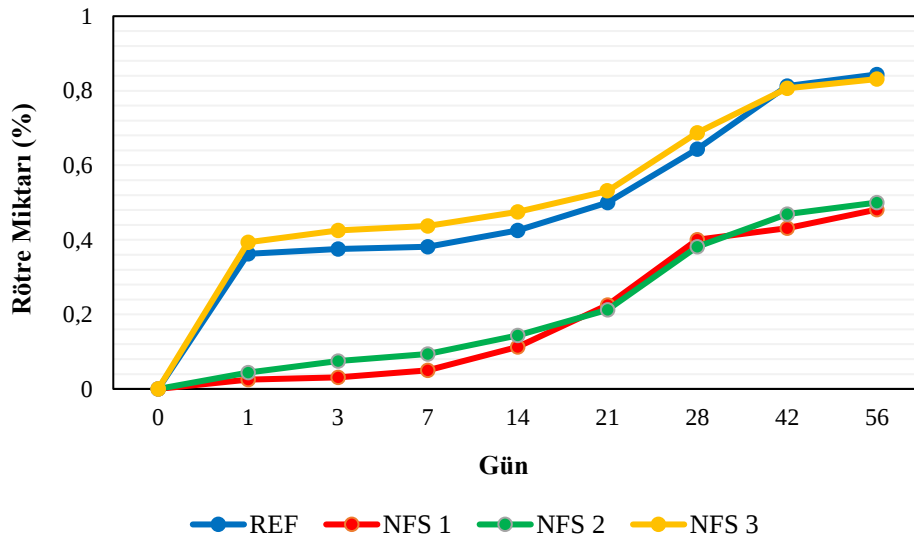
Şekil 4.8 Enjeksiyon malzemelerinin basınç dayanımları

Deney sonuçları incelendiğinde, NFS ilavesinin 28. gün basınç dayanımında %9 - %12, 56. gün dayanımında ise %11 - %14 arasında dayanım artışı sağladığı görülmüştür. NFS 1 ve NFS 2 serilerinin dayanımları birbirine çok yakın olmakla birlikte en yüksek dayanım 28. günde NFS 1 serisinde, 56. Günde ise NFS 2

serisinde elde edilmiştir. NFS 3 serisinde hem 28. hem de 56. gün dayanımında liflerin topaklanması sonucu homojen olmayan dağılımdan kaynaklanan dayanım kaybı gözlemlenmiştir [25,27]. Elde edilen sonuçlar, kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinde NFS kullanımına dair herhangi bir çalışma bulunmaması nedeniyle literatürdeki diğer çalışmalarla kıyaslanmıştır. Çimento esaslı harçlarda ve yonga levhalarında yapılan çalışmalarda da optimum miktardaki NFS ilavesinin basınç dayanımını olumlu yönde etkilediği söylenebilir [118,122]. Basınç dayanımı açısından değerlendirildiğinde, bu çalışma kapsamında üretilen kireç esaslı enjeksiyon malzemeleri için optimum NFS miktarı %0,2 olarak kabul edilmiştir.

4.3.5 Kuruma Rötresi Ölçüm Sonuçları

Serilerin rötres ölçümleri, literatürde kireç esaslı enjeksiyon malzemeleri için herhangi bir standart bulunmadığından ASTM C-940'a [137] göre ölçülmüştür. Serilerin kalıptan çıkarıldıkları ilk gün 0. gün kabul edilerek ilk kez ölçüm yapılmış daha sonra 1. 3. 7. 14. 21. 28. 42. ve 56. günlerde de ölçüm yapılarak boy farkları hesaplanmıştır. Sonuçlar Şekil 4.9'da verilmiştir. Sonuçlar tüm serilerin boy değişimlerinin aritmetik ortalaması alınarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.9 Enjeksiyon malzemelerinin rötres ölçümleri

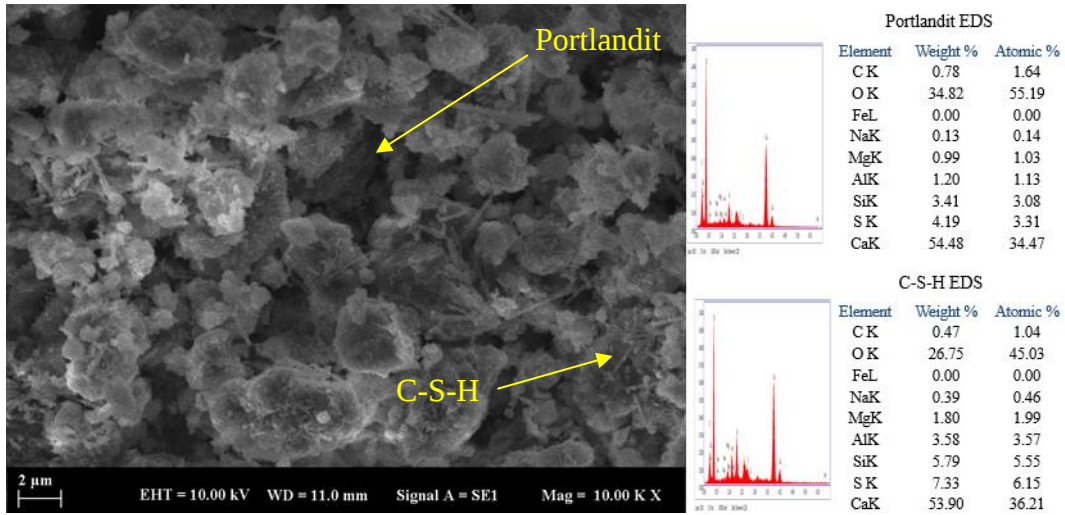
Serilerin r tre  l  mleri incelendi inde NFS 1 ve NFS 2 serilerinde r tre oranının sırasıyla %43 ve %41 azaldı ı g r lmektedir. Buna kar şın liflerin topaklanmasına ba lı homojen da ılımın elde edilemedi i NFS 3 serisi REF serisi ile benzer r tre miktarlarında seyretmi tir. REF ve NFS 3 serilerinde 28. g ndeki r tre miktarına NFS 1 ve NFS 2 serilerinde 56. g n sonunda bile bu orana ula ılmamı tır. Sonu  olarak, NFS katkısı kire  esaslı enjeksiyon malzemelerinde r treyi azaltıcı bir etkiye sahiptir. R tre miktarının fazla oldu u enjeksiyon malzemelerinde katkı maddesi olarak tercih edilebilir [121].

4.3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDS) ile İ yapının İncelenmesi

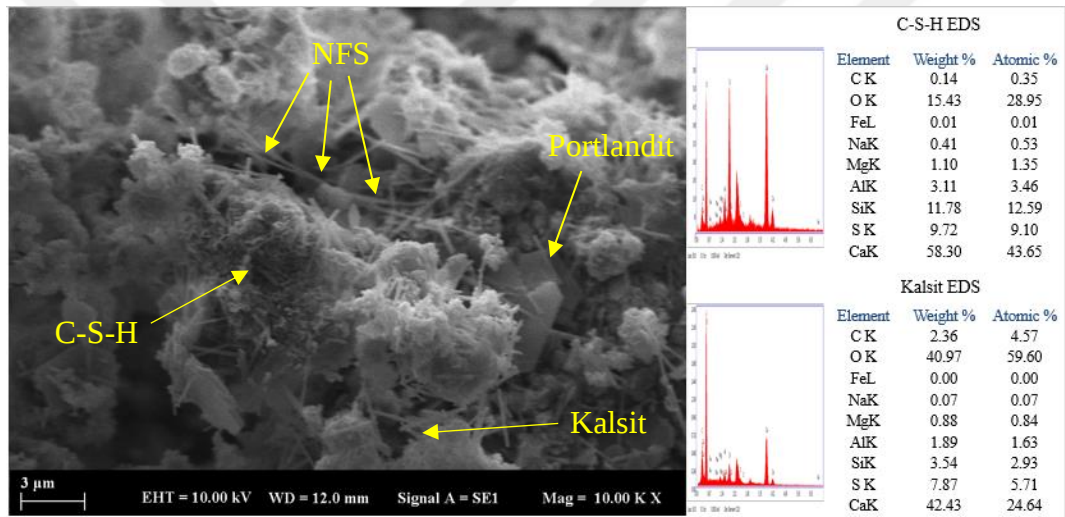
Enjeksiyon malzemelerinin 28. g nde yapılan e ilme testi sonrasında numunelerin kırılma y zeylerine ait foto raflar  ekil 4.10'da verilmi tir. Enjeksiyon malzemelerinin kesit g r nt lerinde NFS liflerinin topaklanması net bir  ekilde g r lmektedir. REF numune p r zs z bir yapıya sahipken NFS katkısı ile do ru orantılı olarak topaklanmaya ba lı p r zl l k artmaktadır. Taramalı elektron mikroskobu ile 28 g nl k numunelerde yapılan SEM-EDS analizine ait g r nt lerden referans numunenin i  yapı  zellikleri  ekil 4.11'de, NFS 1'in i  yapı  zellikleri  ekil 4.12'de, NFS 2'nin i  yapı  zellikleri  ekil 4.13'te, NFS 3' n i  yapı  zellikleri  ekil 4.14'te verilmi tir.



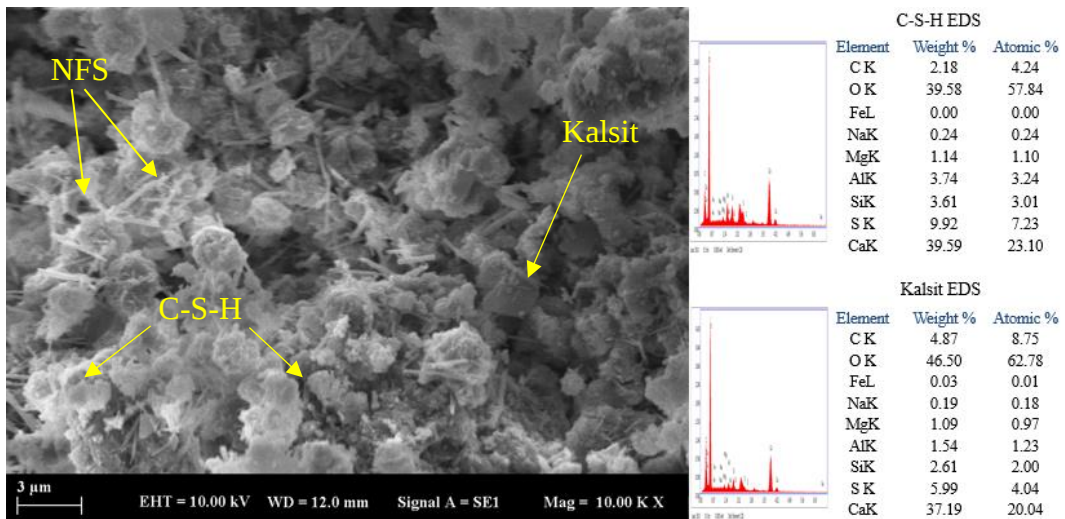
 ekil 4.10 Enjeksiyon malzemelerinin kesit g r nt leri



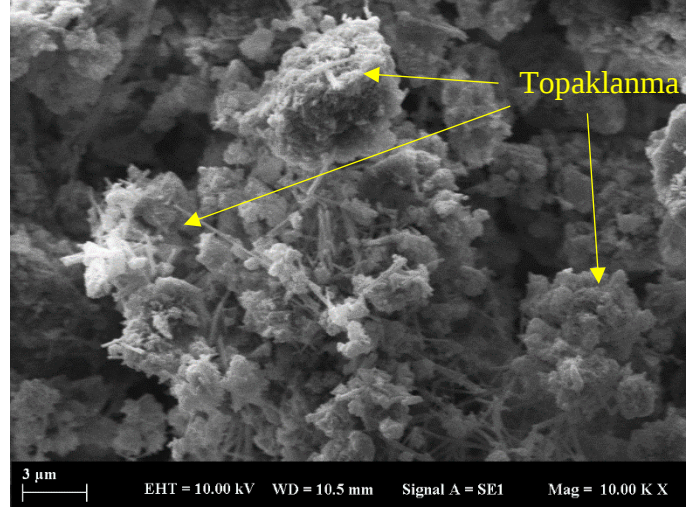
Şekil 4.11 REF serisinin SEM-EDS analizi



Şekil 4.12 NFS 1 serisinin SEM-EDS analizi



Şekil 4.13 NFS 2 serisinin SEM-EDS analizi



Şekil 4.14 NFS 3 serisinin SEM analizi

Serilerin SEM-EDS sonuçları incelendiğinde, hidrasyon tepkimeleri sonucu oluşması beklenen portlandit (Ca(OH)_2), kalsit (CaCO_3) ve C-S-H jellerinin olduğu gözlemlenmiştir. NFS 1 serisinde liflerin homojen şekilde dağıldığı ve dikiş etkisi yoluyla yükü aktaracak köprüler kurduğu, NFS 2 serisinde liflerin oldukça yoğunlaştığı ancak homojen dağılımın devam ettiği görülmektedir. NFS 3 serisinde ise liflerin topaklanarak kümeler oluşturduğu ve homojen dağılmadığı görülmektedir. Bu durum liflerin istenildiği gibi çalışmamasına ve mekanik özelliklere etki etmemesine veya negatif etki etmesine yol açmaktadır [25,27].

Bir sonraki bölümde elde edilen deney sonuçlarından yola çıkılarak genel değerlendirme yapılmış, NFS ilavesinin serilerin taze ve sertleşmiş haldeki özelliklerine etkileri özetlenmiş ve daha sonra yapılacak çalışmalar için tavsiye ve önerilerde bulunulmuştur.

5

SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışma kapsamında, tarihi yapıların onarımında ve güçlendirilmesinde kullanılan kireç esaslı enjeksiyon malzemelerine nanofiber selüloz katkısının etkilerini araştırmak amacı ile dört farklı enjeksiyon malzemesi geliştirilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalarla, üretilen enjeksiyon malzemelerinin fiziksel, reolojik, mekanik özellikleri ve rötre davranışı incelenerek NFS katkısının kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin taze ve sertleşmiş haldeki özelliklerine etkileri belirlenmiştir. Çalışma sonunda elde edilen tüm bilgiler ışığında ulaşılan sonuçlar ve sunulan öneriler aşağıda sıralanmıştır.

- Enjeksiyon malzemelerinin taze halde sağlaması gereken üç temel özellik olan akışkanlık, penetrasyon ve hacim sabitliği özellikleri ilgili standartlarca belirtilen limit değerleri mutlaka sağlamalıdır. Yapılan çalışmada, üretilen tüm seriler limit değerleri sağlamıştır.
- NFS katkısı akışkanlık ve penetrasyon özelliklerini ciddi oranda düşürmektedir. Enjeksiyon malzemesinin tasarımı sırasında, istenen diğer özellikler de göz önünde bulundurularak su veya akışkanlaştırıcı katkı maddeleri ile akışkanlık ve penetrasyon özellikleri dengelenmelidir.
- NFS katkısı kullanılan hiçbir seride viskozite düzenleyici katkı maddesine ihtiyaç duyulmamıştır. Bu bakımdan NFS, hacim sabitliği özelliğini dengelemede viskozite düzenleyici kimyasal katkı maddeleri yerine tercih edilebilecek doğal bir alternatiftir.
- Reolojik özellikler incelendiğinde, NFS ilavesi plastik viskozite ve eşik kayma gerilmesi değerlerini düşürmektedir.
- NFS katkısının temel fiziksel özelliklere etkileri incelendiğinde kılcallıkla su emilimini düşürdüğü görülmüştür. Diğer fiziksel özelliklere belirgin bir etkisi görülmemiştir. Seriler arasındaki birim hacim ağırlık, özgül ağırlık, ağırlıkça ve hacimce su emme oranlarındaki değişiklik ortalama %2 - %3 civarındadır.
- Serilerin toplam boşluk oranı ve su emme miktarları oldukça fazladır. Boşlukların büyük çoğunluğu dışa açıktır. NFS katkısının toplam boşluk miktarına belirgin bir etkisi görülmemiştir.

- Tarihi yığma yapılarda deprem etkisi altında oluşan eğilme ve çekme kuvvetlerini taşıyıcı duvarların karşıladığı göz önünde bulundurulduğunda enjekte edilecek malzemeden beklenen en önemli özelliklerden biri yüksek eğilme dayanımıdır. Serilerin 28. ve 56. günlerinde yapılan eğilme dayanım deneyleri sonucunda NFS ilavesinin kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinin eğilme dayanımını artırdığı görülmüştür.
28. gün deney sonuçlarında REF'e kıyasla NFS 1 serisinde % 31, NFS 2 serisinde %49 daha yüksek dayanım elde edilmiştir. 56. gün deney sonuçlarında NFS 1 serisi REF'e kıyasla %22, NFS 2 serisi ise %24 daha yüksek dayanım göstermiştir.
- Serilerin incelenen bir diğer mekanik özelliği basınç dayanımıdır. 28. ve 56. günlerde yapılan basınç dayanım deneylerinde de NFS katkılı seriler REF'e oranla daha fazla dayanım göstermiştir.
NFS 1 serisi REF'e oranla 28. günde %12, 56. günde %10 daha yüksek dayanım gösterirken bu oranlar NFS 2 serisi için 28. günde %9, 56. günde ise %14'tür.
- Mekanik deney sonuçlarında dikkat edilmesi gereken bir diğer husus optimum karışım oranlarının belirlenmesidir. %0,3 oranında NFS katkısı içeren seri hem eğilme dayanımında hem de basınç dayanımında tüm serilerden daha düşük bir performans göstermiştir. Bu durum liflerin topaklanması sonucu dağılımın uniform olmamasından kaynaklanmaktadır. Bu nedenle enjeksiyon malzemesi tasarlanırken bu durum göz önünde bulundurularak optimum katkı oranına karar verilmelidir. Bu çalışma için optimum NFS katkısı %0,2 olarak belirlenmiştir.
- Kireç esaslı enjeksiyon malzemelerinde karşılaşılan en büyük sorunlardan biri rötre miktarının yüksek olmasıdır. Kuruma rötresi ölçümleri sonucunda NFS katkılı enjeksiyon malzemelerinin katkısız olana göre %43 daha az rötre yaptığı ortaya çıkmıştır. Topaklanma gözlenen NFS 3 serisinde ise referans seriye benzer şekilde yüksek rötre değerleri ölçülmüştür. Rötre davranışı açısından da optimum katkı oranı önem taşımaktadır.

Bütün deneysel alıřmalar sonucunda, optimum miktarda kullanılan NFS katkısının kire esaslı enjeksiyon malzemelerinin mekanik performansını artırması, rötre büzülmelerinden kaynaklanan atlaklara karşı dayanım saėlaması ve hacim sabitliėi özelliėini dengelemesi gibi olumlu katkılar sunduėu görülmüřtür.

Küresel ısınma, iklim deėiřikliėi ve evre kirliliėinin büyük sorunlar oluřturduėu günümüzde biyo-esaslı, yenilenebilir ve sürdürülebilir yapı malzemeleri büyük önem taşımaktadır. Bu nedenle NFS ve diėer lifli katkı maddelerinin araştırılması, geliřtirilmesi ve yapı malzemelerinde kullanımı inřaat sektörü için umut verici bir alternatif olarak deėerlendirilmektedir.



- [1] Davey, N., (1961). A History of Building Materials, Phoenix House, London.
- [2] Sickels, L.B., (1981). “Organic Additives in Mortars” Edinburgh Architecture Research, Vol. 8: 7-20.
- [3] Ahunbay, Z., (1999). Tarihi Çevre Koruma ve Restorasyon, YEM Yayın, İstanbul
- [4] Kalagri, A., Miltiadou-Fezans, A., ve Vintzileou, E., (2010). “Design and Evaluation of Hydraulic Lime Grouts for the Strengthening of Stone Masonry Historic Structures”, Materials and Structures Vol 43: 1135-1146.
- [5] ICOMOS, (1964). Venedik Tüzüğü, www.icomos.org/venicecharter2004/turkish.pdf, 27 Ocak 2016.
- [6] Rovnaníková, P. (2002). Omítky, Praha: STOP, 80- 86657-00-0.
- [7] Stefanidou, M., Papayianni, I. ve Pacht, V. (2012). “Evaluation of Inclusions in Mortars of Different Historic Periods from Greek Monuments” Archaeometry, Vol. 54(4): 737-751.
- [8] Kesikidou F. ve Stefanidou, M. (2019). “Natural Fiber-Reinforced Mortars”, Journal of Building Engineering, Vol. 25: 100786.
- [9] Iucolano, F., Liguori, B. ve Colella, C. (2013). “Fibre-Reinforced Lime-Based Mortars: A Possible Resource for Ancient Masonry Restoration”, Construction and Building Materials, Vol. 38: 785-789.
- [10] Böke, H., Akkurt, S. ve İpekoğlu, B., (2004). “Tarihi Yapılarda Kullanılan Horasan Harcı ve Sıvalarının Özellikleri”, Yapı Dergisi, Sayı 269: 90-94.
- [11] Dinç-Sengönül, B., Oktay, D. ve Yüzer, N., (2020). “Effect of Temperature, Resting Time and Brick Dust (Horasan) on the Rheological Properties of Hydraulic Lime-Based Grouts”, Construction and Building Materials, Vol. 265: 120644.
- [12] Şimşek, N., (2021). Kenevir Lifi, Keçi Kılı ve Polipropilen Elyaf Katkılı Horasan Harcının Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Kırklareli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırklareli.
- [13] Dinç, B., (2019). Kireç Esaslı Enjeksiyon Malzemelerinin Reolojik Özelliklerine Sıcaklık ve Bekleme Süresinin Etkisi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [14] Güleç, A., (1992). Bazı Tarihi Anıt Harç ve Sıvalarının İncelenmesi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi, İstanbul.
- [15] Özgen, S., Aysal, N., Kongaz, T., Şahin, O., Baykır, M. ve Eruş, M. (2013). “Damatris Sarayı’nın Yapı Taşları, Sıva ve Harçlarının Petrografisi”, Restorasyon ve Konservasyon Çalışmaları Dergisi, İstanbul Büyükşehir Belediyesi, Sayı 11: 57-68.
- [16] Polat Pekmezci, I., (2014). “Kireç Esaslı Malzemelerde Görülen Bozulma Sebepleri ve Onarım Yöntemleri”, Kargir Yapılarda Koruma ve Onarım Semineri VI, 126-144.

- [17] Tekin, Ç. ve Kurugöl, S., (2012,). “Çeşitli Organik Katkıların Kirecin Karbonizasyonu Üzerindeki Etkisi”, Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, Cilt 27/4: 717-728.
- [18] Allan, M.L. ve Kukacka, L.E. (1994). “Permeability and Microstructure of Plain and Polypropylene Fibre Reinforced Grouts”, Cement and Concrete Research, Vol. 24(4): 671-681.
- [19] Allan, M.L. ve Kukacka, L.E. (1995). “Strength and Durability of Polypropylene Fibre Reinforced Grouts”, Cement and Concrete Research, Vol. 25(3): 511-521.
- [20] Kim, D.J., Park, G.J., Viet Le, H. ve Moon, D. (2016). “Fresh and Hardened Properties of Steel Fiber-Reinforced Grouts Containing Ground Granulated Blast-Furnace Slag”, Construction and Building Materials, Vol. 122: 332-342.
- [21] Berndt, M.L. (2010). “Strength and Permeability of Steel Fibre Reinforced Grouts. Construction and Building Materials” Vol. 24: 1768-1772.
- [22] Huang, W.H. (2001). “Improving the Properties of Cement–Fly ash Grout using Fiber and Superplasticizer”, Cement and Concrete Research, Vol. 31: 1033-1041.
- [23] Pachta, V., (2021). “The Role of Glass Additives in the Properties of Lime-Based Grouts”, Heritage Vol. 4, 906–916.
- [24] Pachta, V., Goulas, D., (2020). “Fresh and Hardened State Properties of Fiber Reinforced Lime-Based Grouts”, Construction and Building Materials, Vol: 261: 119818.
- [25] Santarelli, M. L., Sbardella, F., Zueni, M., Tirillo, J. ve Sarasini, F., (2014). “Basalt Fiber Reinforced Natural Hydraulic Lime Mortars: A Potential Bio-Based Material for Restoration”, Materials&Design Vol: 63: 398-406
- [26] Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A., ve Cidade, M.T., (2020). “Effects of Polypropylene Fibers and Measurement Methods on the Yield Stress of Grouts for the Consolidation of Heritage Masonry Walls”, Fluids, Vol. 5: 53.
- [27] Barbero-Barrera, M.M. ve Medina, N.F., (2018). “The effect of Polypropylene Fibers on Graphite-Natural Hydraulic Lime Pastes”, Construction and Building Materials, Vol.184: 591-601.
- [28] Baltazar, L.G. ve Cardoso, J. (2021), “Preliminary Investigation of the Mechanical and Physical Properties of Natural Hydraulic Lime Grouts with Nano-Silica”, CivilEng Vol.2: 421-441.
- [29] Yüzer, N., Oktay, D., Ulukaya, S., ve Gökyiğit-Arpacı, E.Y., (2015). “Mechanical Behavior of Two-Wythe Brick Masonry Walls Injected With Hydraulic Lime Grout”, Conference Paper, Porto-Portugal.
- [30] Monfore, G.E., (1968). “A Review of Fiber Reinforced Portland Cement Paste, Mortar, and Concrete”, Journal Pca Res & Dev Laboratories, Vol.10: 36-42.
- [31] Badagliacco, D., Megna, B. ve Valenza, A., (2020). “Induced Modification of Flexural Toughness of Natural Hydraulic Lime Based Mortars by Addition of Giant Reed Fibers” Case Studies in Construction Materials, Vol.13: e00425.

- [32] Cengiz, A., (2015). The Preparation Of Natural-Fiber Reinforced Composite Materials For Construction Industry, A Thesis for the Degree of Master of Science (in Chemistry), Hacettepe University, Ankara.
- [33] Uğurlu, E. ve Böke, H., (2009). “Tarihi Yapıların Özgün Değerleri İle Korunması”, Restorasyon ve Konservasyon Çalışmaları Dergisi, Cilt 1, Sayı 2: 17-19.
- [34] RILEM Technical Committee 19-FRC (1977). Fibre Concrete Materials. Materials and Structures, Test Res. Vol. 10(56):103-120.
- [35] Tankut, G., (2005). “Doğal ve Tarihi Çevrenin Korunması: Sorunlar ve Olası Çözümler”, Planlama, TMMOB Şehir Plancıları Odası Yayını, Sayı 31: 9-12.
- [36] Ekşi-Akbulut, D., (2006). Tarihi Yapıların Onarımında Kullanılacak Harçların Seçimine Yönelik Bir Öneri, Doktora Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [37] Gökyiğit-Arpacı, E.Y., (2016). Tarihi Yığma Yapıların Onarımında Kullanılan Enjeksiyon Malzemesinin (Grout) Performans Değerlendirmesi ve 19. Yüzyıl Tuğla Yığma Yapılarda Örneklenmesi, Yüksek Lisans Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [38] Carta del Restauro Tüzüğü, (1932). www.icomos.org.tr/Dosyalar/ICOMOSTR_0691053001353672473.doc, 27 Ocak 2016.
- [39] Angiolilli, M., Gregori, A. ve Vailati M., (2020). “Lime-Based Mortar Reinforced by Randomly Oriented Short Fibers for the Retrofitting of the Historical Masonry Structure” Materials, Vol.13: 3462.
- [40] ICOMOS Türkiye, (2013). ICOMOS Türkiye Mimari Mirası Koruma Bildirgesi, http://www.icomos.org.tr/Dosyalar/ICOMOSTR_0623153001387886624.pdf, 28 Ocak 2016.
- [41] Bayram, M., (2021). Kapadokya Bölgesi Atık Volkanik Tüfünden Üretilmiş Enjeksiyon Malzemesinin Reolojik Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [42] Bayülke, N., (1984). Depremde Hasar Gören Yapıların Onarım ve Güçlendirilmesi, TMMOB İnşaat Mühendisleri Odası, Ankara.
- [43] Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A. ve Cidade, M.T., (2019). “Rheology of Natural Hydraulic Lime Grouts for Conservation of Stone Masonry-Influence of Compositional and Processing Parameters” Fluids, Vol.4: 13.
- [44] Miranda, L., Milosevic, J. ve Bento, R., (2017). “Cyclic Behaviour of Stone Masonry Walls Strengthened by Grout Injection” Materials and Structures, Vol.50: 1-17.
- [45] Ferretti, F., Incerti, A., Tilocca, A.R. ve Mazzotti, C., (2019). “In-Plane Shear Behavior of Stone Masonry Panels Strengthened Through Grout Injection and Fibre-Reinforced Cementitious Matrices” International Journal of Architectural Heritage, Vol.15, Issue.10: 1-20.
- [46] Penelis, G., Karaveziroglou, M. ve Papayanni, J., (1989). “Grouts for Repairing and Strengthening Old Masonry Structural”, In Structural Repair and

- Maintenance of Historical Buildings; Brebbia, C.A., Ed.; Computational Mechanics Publications: Basel, Switzerland, pp. 79-188.
- [47] Binda, L., Saisi, A. ve Tedeschi, C., (2006). "Compatibility of Materials Used for Repair of Masonry Buildings: Research and Applications", Fracture and Failure of Natural Building Stones - Applications in the Restoration of Ancient Monuments, Springer, ISBN: 1-4020-5076-3, Netherlands.
- [48] Oktay, D., (2017). Tarihi Kireç Harçlarına Uygun Enjeksiyon Malzemelerinin Üretilmesi ve Model Duvarlarda Uygulanmasının Değerlendirilmesi, Doktora Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [49] Binda, L., Modena, C., Baronio, G. ve Gelmi A., (1994). Experimental Qualification of Injection Admixtures used for Repair and Strengthening of Stone Masonry Walls. In: Proc. of the 10th International Brick and Block Masonry Conference, Calgary, 539-548.
- [50] Vintzileou, E., Mouzakis, C., Adami, C.E. ve Karapitta, L., (2015). "Seismic Behavior of Three-Leaf Stone Masonry Buildings Before and After Interventions: Shaking Table Tests on a Two-Storey Masonry Model", Bulletin of Earthquake Engineering, Vol.13: 3107-3133.
- [51] Ashurst, J., (1990). Methods of Repairing and Consolidating Stone Buildings, Chapter I. In Conservation of Building and Decorative Stone, Butterworth-Heinemann: Oxford, UK, Vol. 2, ISBN 0750612770.
- [52] Carocci, C.F., (2001). Guidelines for the Safety and Preservation of Historical Centres in Seismic Areas. In Proceedings of the 3rd International Seminar on Structural Analysis of Historical Constructions, Guimarães, Portugal, Lourenço, P.B., Roca, P., Eds.; pp. 145-166.
- [53] Bicer-Simsir, B., Griffin, I., Palazzo-Bertholon, B. ve Rainer, L., (2010). "Lime-Based Injection Grouts for the Conservation of Architectural Surfaces", Studies in Conservation, Vol.55(1): 3-17.
- [54] Pachta, V. ve Papayianni, I., (2017). Influence of Resins on the Properties of Lime-Pozzolan Grouts for Surface Consolidation, In: Papayianni I, Stefanidou M, Pachta V (Eds.) Proc. of the 4th Historic Mortars Conference, HMC2016, Santorini, Greece, ISBN 978-960- 99922-3-7, pp. 588-597.
- [55] Padovnik, A. ve Bokan-Bosiljkov, V., (2020). "Effect of Ultralight Filler on the Properties of Hydrated Lime Injection Grout for the Consolidation of Detached Historic Decorative Plasters", Materials, Vol.13: 3360.
- [56] Pachta, V., Papayianni, I. ve Spyriiotis, T. (2020). "Assessment of Laboratory and Field Testing Methods in Lime-based Grouts for the Consolidation of Architectural Surfaces", International Journal of Architectural Heritage, Vol.14: 1098-1105.
- [57] Ekşi-Akbulut, D., Gökyiğit-Arpacı, E.Y., Oktay, D. ve Yüzer, N., (2018). "Tarihi Yığma Yapıların Onarımında Kullanılan Enjeksiyon Yönteminin (Grouting) ve Kireç Esaslı Enjeksiyon Malzemesinin Zaman İçerisinde Gelişimi" Megaron, Vol.13(1): 156-168.
- [58] Mora, L., Mora, P., Torracca, G. ve Bonito, V.A., (1986). "A Coordinated Methodology for the Treatment and Study of the Peristyle Garden Wall of the

- House of Menander, Pompeii: An Interim Report'', Case Studies in the Conservation of Stone and Wall Paintings, IIC Conference, Bologna, s.39.
- [59] Teutonico, J.M., McCaig, I., Burns, C. ve Ashurst, J., (1994). "The Smeaton Project: Factors Affecting the Properties of Lime Based Mortars'', APT Bulletin, Vol.3-4: 34-49.
- [60] Binda, L., Modena, C., Baronio, G. ve Abbaneo, S., (1997). "Repair and Investigation Techniques for Stone Masonry Walls", Construction and Building Materials, 11(3): 133-142.
- [61] Binda, L., Baronio, G., Tiraboschi, C. ve Tedeschi, C., (2003). "Experimental Research for the Choice of Adequate Materials for the Reconstruction of the Cathedral of Noto'', Construction and Building Materials, Vol.7: 629-639.
- [62] Collepardi, M., (1990). "Degradation and Restoration of Masonry Walls of Historical Buildings'' Materials and Structures, Vol.23: 81-102.
- [63] RILEM TC 167-COM COM C1, (2001). RILEM Technical Committee, Assessment of Mix Proportions in Historical Mortars using Quantitative Optical Microscopy, Materials and Structures, Vol.34: 387-388.
- [64] Bartos, P.J.M., Groot, C.J.W.P ve Hughes, J.J. (Editors), (1999). "Historic Mortars: Characteristics and tests'', Proceedings of the International RILEM workshop, Advanced Concrete and Masonry Centre, University of Paisley, Scotland.
- [65] Kang, S.H., Lee, S.O., Hong, S.G. ve Kwon, Y.H., (2019). "Historical and Scientific Investigations into the use of Hydraulic Lime in Korea and Preventive Conservation of Historic Masonry Structures'', Sustainability, Vol.11: 5169.
- [66] Council, N.R., (2013). R1: Istruzioni per la Progettazione, l'Esecuzione ed il Controllo di Interventi di Consolidamento Statico Mediante L'utilizzo di Compositi Fibrorinforzati; CNR-DT 200; CNR: Rome, Italy.
- [67] Ministero per i Beni e le Attività Culturali, (2011). Linee Guida per la Valutazione e Riduzione del Rischio Sismico del Patrimonio Culturale Allineate Alle Nuove Norme Tecniche per le Costruzioni, Gangemi Editore spa: Rome, Italy.
- [68] Degryse, P., Elsen, J. ve Waelkens, M., (2002). "Study of Ancient Mortars from Sagalassos (Turkey) in view of their Conservation'', Cement and Concrete Research, Vol.32: 1457-1463.
- [69] Lanas, J. ve Alvarez-Galindo, J.I., (2003) "Masonry Repair Lime-Based Mortars: Factors Affecting the Mechanical Behavior'', Cement and Concrete Research, Vol.33: 1867-1876.
- [70] Toubakari, E., (2002). Lime-Pozzolan-Cement Grouts and Their Structural Effects on Composite Masonry Walls, Ph.D. Thesis, Catholic University of Leuven, Leuven.
- [71] Vintzileou, E. ve Miliadou-Fezans, A., (2008). "Mechanical Properties of Three-leaf Stone Masonry Grouted with Ternary or Hydraulic Lime-based Grouts'', Engineering Structures., Vol.30(8): 2265-2276.

- [72] Moropoulou, A., Bakolas, A. ve Bisbikou, K., (2000). "Investigation of the Technology of Historic Mortars", International Journal of Architectural Heritage, Vol.1: 45-58.
- [73] Rassineux, F., Petit, J.C. ve Meunier, A., (1989). "Ancient Analogues of Modern Cement: Calcium Hydrosilicates in Mortars and Concretes from Gallo-Roman Thermal Baths of Western France", Journal of the American Ceramic Society, Vol.72: 1026-1032.
- [74] Ashurst, J. ve Ashurst, N., (1990). "Mortars, Plaster and Renders, Practical Building Conservation", English Heritage Technical Handbook, Gowwer Technical Press, Vol. 3: 1-15, 27-28.
- [75] Swallow, P. ve Carrington, D., (1995). "Limes and Lime Mortars-part one", Journal of Architectural Conservation, Vol.1(3): 7-25.
- [76] Kozlu, H. H., (2010). Kayseri Yöresindeki Tarihi Harçların Karakterizasyonu ve Onarım Harçlarının Özellikleri, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi, İstanbul.
- [77] TS EN 459-1, (2012). Yapı Kireci - Bölüm 1: Tarifler Özellikler ve Uygunluk Kriterleri, TSE, Ankara.
- [78] Yüzer, N. ve Oktay, D., (2020). Tarihi Yapılarda Enjeksiyon, Yıldız Teknik Üniversitesi İnşaat Mühendisliği Bölümü, İstanbul.
- [79] Bras, A., (2011). Grout Optimization for Masonry Consolidation, Ph.D. Thesis, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa.
- [80] Toubakari, E.E. ve Van Gemert, D., (1998). Injection Grouts for Ancient Masonry: Strength Properties and Microstructural Evidence. In Compatible Materials for the Protection of European Cultural Heritage; Biscontin, G., Moropoulou, A.I., Erdik, M., Rodrigues, J.D., Eds.; Technical Chamber of Commerce: Athens, Greece, 191-200.
- [81] Alecci, V., De Stefano, M., Focacci, F., Luciano, R., Rovero, L. ve Stipo, G., (2017). "Strengthening Masonry Arches with Lime-Based Mortar Composite", Buildings, Vol.7: 49.
- [82] Angiolilli, M., Gregori, A. ve Martini, D., (2019). Mechanical Characterization of the Cyclic Behavior of Historic Masonry Panels Reinforced by FRCM System Subject to Diagonal Compression Tests (in italian). In Proceedings of the 18th Italian National Association of Earthquake Engineering-ANIDIS; Pisa University Press: Ascoli Piceno, Italy, 116-126.
- [83] Ramamurthi, D.S. ve Sophia, M., (2016). "A Review on Modified Lime based Mortars- an Alternative to Cement Mortar" International Journal for Innovative Research in Science & Technology, Vol.2, Issue 12, ISSN (online): 2349-6010.
- [84] Boghossian, E. ve Wegner, L.D., (2008). "Use of Flax Fibres to Reduce Plastic Shrinkage Cracking in Concrete", Cement and Concrete Composites, Vol. 30: 929-937.
- [85] Hannant D.J., (1995). "Fibre Reinforcement in the Cement and Concrete Industry", Materials Science and Technology, Vol. 11: 853-862.
- [86] The European Cement Association, (2011). The Role of Cement in the 2050 Low Carbon Economy, Cembureau.

- [87] Lange, D.A, Ouyang, C. ve Shah, S.P., (1996). "Behavior of Cement Based Matrices Reinforced by Randomly Dispersed Microfibers", *Advanced Cement Based Materials*, Vol.3, Issue 1: 20-30.
- [88] Cao, J. ve Chung, D.D.L., (2001). "Carbon Fiber Reinforced Cement Mortar Improved by using Acrylic Dispersion as an Admixture" *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, Issue 11: 1633-1637.
- [89] Yao, W., Li, J. ve Wu, K., (2003). "Mechanical Properties of Hybrid Fiber-Reinforced Concrete at Low Fiber Volume Fraction" *Cement and Concrete Research* Vol. 33, Issue 1: 27-30.
- [90] Pascal, S., Alliche, A. ve Pilvin, P., (2004). "Mechanical Behaviour of Polymer Modified Mortars" *Materials Science and Engineering*, Vol. 380, Issues 1-2: 1-8.
- [91] Chen, W., Yu, H., Liu, Y., Chen, P., Zhang, M. ve Hai, Y., (2011). "Individualization of Cellulose Nanofibers from Wood using High-Intensity Ultrasonication Combined with Chemical Pretreatments" *Carbohydrate Polymers*, Vol.83, Issue 4: 1804-1811.
- [92] Cui, S., Zhang, S., Ge, S., Xiong, L. ve Sun, Q., (2016). "Green Preparation and Characterization of Size-Controlled Nanocrystalline Cellulose via Ultrasonic-assisted Enzymatic Hydrolysis" *Industrial Crops and Products*, Vol.83: 346-352.
- [93] Payen, A., (1838). "Mémoire sur la Composition du Tissu Propre des Plantes et du Ligneux", *Comptes Rendus Hebdomadaires des Seances de l Academie des Sciences*, Vol.7: 1052-1056.
- [94] Tayeb, A.H., Amini, E., Ghasemi, S. ve Tajvidi, M., (2018). "Cellulose Nanomaterials-Binding Properties and Applications: A review", *Molecules*, Vol.23(10): 2684.
- [95] Çiçek Özkan, B. ve Güner, M., (2021). "Production of Nanocrystalline Cellulose by Ultrasonically Assisted Acid Hydrolysis", *International Journal of Innovative Engineering Applications*, Vol. 5, Issue 2: 101-106.
- [96] Thomas, B., Raj, M.C., Joy, J., Moores, A., Drisko, G.L. ve Sanchez, C., (2018). "Nanocellulose, a Versatile Green Platform: From Biosources to Materials and their Applications", *Chemical Reviews*, Vol.118(24): 11575-11625.
- [97] Habibi, Y., Lucia, L.A. ve Rojas, O.J., (2010). "Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, and Applications", *Chemical Reviews*, Vol.110: 3479-3500.
- [98] Zhao, H., Kwak, J.H., Zhang, Z.C., Brown, H.M., Arey, B.W. ve Holladay, J.E., (2007). "Studying Cellulose Fiber Structure by SEM, XRD, NMR and Acid Hydrolysis", *Carbohydrate Polymers*, Vol.68, Issue 2: 235-241.
- [99] Labet, M., Hossain, K.M.Z., Ahmed, I., ve Thielemans, W., (2012). *Materials for a Sustainable Future*, ed. Letcher, T.M. ve Scott, J.L., Royal Society of Chemistry, Cambridge.
- [100] Gurunathan, T., Mohanty, S. ve Nayak, S.K., (2015). "A Review of the Recent Developments in Biocomposites Based on Natural Fibres and their

- Application Perspectives”, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol.77: 1-25.
- [101] Antonovic, V., Pundiene, I., Stonys, R., Cesniene, J. ve Keriené, J., (2010). “A Review of the Possible Applications of Nanotechnology in Refractory Concrete”, Journal of Civil Engineering and Management Vol.16: 595-602.
- [102] Guo, A., Sun, Z., Sathitsuksanoh, N. ve Feng, H., (2020). “A Review on the Application of Nanocellulose in Cementitious Materials”, Nanomaterials, Vol.10: 2476.
- [103] Jordan, J.H., Easson, M.W. ve Condon, B.D., (2019). “Alkali Hydrolysis of Sulfated Cellulose Nanocrystals: Optimization of Reaction Conditions and Tailored Surface Charge”, Nanomaterials, Vol.9: 1232.
- [104] Xu, X., Liu, F., Jiang, L., Zhu, J., Haagenson, D. ve Wiesenborn, D.P., (2013). “Cellulose Nanocrystals vs. Cellulose Nanofibrils: A Comparative Study on Their Microstructures and Effects as Polymer Reinforcing Agents” ACS Applied Materials & Interfaces, Vol.5: 2999-3009.
- [105] Wang, Q.Q., Zhu, J.Y., Gleisner, R., Kuster, T.A., Baxa, U. ve McNeil, S.E., (2012). “Morphological Development of Cellulose Fibrils of a Bleached Eucalyptus Pulp by Mechanical Fibrillation”, Cellulose, Vol.19, Issue 5: 1631-1643.
- [106] Iwamoto, S., Nakagaito, A.N. ve Yano, H., (2007). “Nano-Fibrillation of Pulp Fibers for the Processing of Transparent Nanocomposites”, Applied Physics A, Vol.89, Issue 2: 461-466.
- [107] Kruger Biomaterials Inc., (2020). The FiloCell Advantage, Available online: <https://biomaterials.kruger.com/products/the-filocell-advantage/>.
- [108] deAmorim, J.D.P., de Souza, K.C., Duarte, C.R., Duarte, I., Ribeiro, F. A.S., Silva, G.S., de Farias, P.M.A., Stingl, A., Costa, A.F.S. ve Vinhas, G.M., (2020). “Plant and Bacterial Nanocellulose: Production, Properties and Applications in Medicine, Food, Cosmetics, Electronics and Engineering a Review”, Environmental Chemistry Letters, Vol.18, Issue 2: 851-869.
- [109] Turbak, A.F., Snyder, F.W., Sandberg, K.R., (1983). Microfibrillated Cellulose, a New Cellulose Product: Properties, Uses and Commercial Potential, Journal of Applied Polymer Science, Vol.37, Con.9, USA.
- [110] Tozluoğlu, A., Çöpür, Y., Özyürek, Ö. ve Çıtlak, S., (2015). “Nanoselüloz Üretim Teknolojisi”, Turkish Journal of Forestry, Vol.16(2): 203-219.
- [111] Saito, T., Nishiyama, Y., Putaux, J.L., Vignon, M. ve Isogai, A., (2006). “Homogeneous Suspensions of Individualized Microfibrils from TEMPO-catalyzed Oxidation of Native Cellulose”, Biomacromolecules, Vol.7(6): 1687-1691.
- [112] Poyraz, B., (2018). “Nanoselüloz Üretimi ve TEMPO, PINO, Periyodat ile Modifikasyonu” AKÜ FEMÜBİD, Sayı 18: 357-365.
- [113] Goncalves, J., El-Bakkari, M., Boluk, Y. ve Bindiganavile, V., (2019). “Cellulose Nanofibres (CNF) for Sulphate Resistance in Cement Based Systems”, Cement and Concrete Composites, Vol.99: 100-111.

- [114] Isogai, A. ve Bergström, L., (2018). "Preparation of Cellulose Nanofibers using Green and Sustainable Chemistry", *Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry*, Vol.12: 15-21.
- [115] Ardanuy, M., Claramunt, J., Arévalo, R., Parés, F., Aracri, E. ve Vidal, T., (2012). "Nanofibrillated Cellulose (NFS) as a Potential Reinforcement for High Performance Cement Mortar Composites", *BioResources*, Vol.7: 3883–3894.
- [116] Sun, X., Wu, Q., Lee, S., Qing, Y. ve Wu, Y., (2016). "Cellulose Nanofibers as a Modifier for Rheology, Curing and Mechanical Performance of Oil Well Cement" *Scientific Reports*, Vol.6: 31654.
- [117] Onuaguluchi, O., Panesar, D.K. ve Sain, M., (2014). "Properties of Nanofibre Reinforced Cement Composites", *Construction and Building Materials*, Vol.63: 119-124.
- [118] Bilodeau, M.A. ve Bousfield, D.W. Inventors, (2015). "University of Maine System Board of Trustees, Assignee. Composite Building Products Bound with Cellulose Nanofibers", *United States Patent Application US 0,033,983*.
- [119] Goncalves, J., Boluk, Y. ve Bindiganavile, V., (2020). "Cellulose Nanofibres Mitigate Chloride ion Ingress in Cement-Based Systems", *Cement and Concrete Composites*, Vol.114: 103780.
- [120] Goncalves, J., Boluk, Y. ve Bindiganavile, V., (2021). "Turbidity-Based Measurement of Bleeding in Fresh Cement Paste as Affected by Cellulose Nanofibres", *Cement and Concrete Composites*, Vol.123: 104197.
- [121] Kolour, H.H., Ahmed, M., Alyaseen, E. ve Landis, E.N., (2018). "An Investigation on the Effects of Cellulose Nanofibrils on the Performance of Cement Paste and Concrete", *Advances in Civil Engineering Materials*, Vol.7: 463-478.
- [122] Jiao, L., Su, M., Chen, L., Wang, Y., Zhu, H. ve Dai, H., (2016). "Natural Cellulose Nanofibers As Sustainable Enhancers in Construction Cement", *Plos One*, Vol.11: e0168422.
- [123] Mejdoub, R., Hammi, H., Suñol, J.J., Khitouni, M., M'nif, A. ve Boufi, S., (2016). "Nanofibrillated Cellulose as Nanoreinforcement in Portland Cement: Thermal, Mechanical and Microstructural Properties", *Journal of Composite Materials*, Vol.51: 2491-2503.
- [124] Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A., Jorne, F. ve Cidade, M.T., (2013). "The use of Rheology in the Study of the Composition Effects on the Fresh Behaviour of Hydraulic Lime Grouts for Injection of Masonry Walls," *Rheologica Acta*, Vol. 52(2): 127-138.
- [125] Baltazar, L.G. ve Henriques, F.M.A., (2015). "Rheology of Grouts for Mansory Injection", *Key Engineering Materials*, Vol. 624: 283-290.
- [126] Jorne, F., Henriques, F.M.A. ve Baltazar, L.G., (2015). "Evaluation of Consolidation of Different Porous Media with Hydraulic Lime Grout Injection", *Journal of Cultural Heritage*, Vol. 16, Issue 4: 438-451.
- [127] Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A. ve Cidade, M.T., "Experimental Study and Modeling of Rheological and Mechanical Properties of NHL Grouts", *Journal of Materials in Civil Engineering*, Vol.27, Issue 12: 1-11.

- [128] Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A. ve Jorne, F., (2012). "Optimisation of Flow Behaviour and Stability of Superplasticized Fresh Hydraulic Lime Grouts Through Design of Experiments," *Construction and Building Materials*, Vol. 35: 838-845.
- [129] Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A. ve Cidade, M.T., (2015). "Contribution to the Design of Hydraulic Lime-Based Grouts for Masonry Consolidation," *Journal of Civil Engineering and Management*, Vol.21, Issue 6: 698-709.
- [130] Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A., Jorne, F. ve Cidade, M.T., (2014). "Combined Effect of Superplasticizer, Silica Fume and Temperature in the Performance of Natural Hydraulic Lime Grouts," *Construction and Building Materials*, Vol. 50: 584-597.
- [131] Jorne, F., Henriques, F.M.A. and Baltazar, L.G., (2014). "Evaluation of Consolidation of Grout Injection with Ultrasonic Tomography," *Construction and Building Materials*, Vol.66: 494-506.
- [132] ASTM D 6910, (2009). Standard Test Method for Marsh Funnel Viscosity of Clay Construction Slurries, ASTM, Pennsylvania.
- [133] TS EN 445, (2012). Şerbet-Öngerilmeli Tendonlar İçin Deney Yöntemleri, TSE, Ankara.
- [134] TS EN 447, (2012). Şerbet-Öngerilmeli Tendonlar İçin Temel Gereklere, TSE, Ankara.
- [135] Miltiadou-Fezans, A., (2012). "Fluidity of Hydraulic Grouts for Masonry Strengthening", *Materials and Structures*, 45: 1817-1828.
- [136] BS EN 1771, (2004). Products and Systems for the Protection and Repair of Concrete Structures - Test Methods - Determination of Injectability and Splitting Tests, British Standards, United Kingdom.
- [137] ASTM C 940, (2010). Standard Test Method for Expansion and Bleeding of Freshly Mixed Grouts for Preplaced-Aggregate Concrete in the Laboratory, ASTM, Pennsylvania.
- [138] Bras, A. ve Henriques, F.M.A., (2012). "Natural Hydraulic Lime Based Grouts-The Selection of Grout Injection Parameters for Masonry Consolidation", *Construction and Building Materials*, Vol.26(1): 135-144.
- [139] Miltiadou-Fezans, A. ve Tassios, T.P., (2013). "Stability of Hydraulic Grouts for Masonry Strengthening", *Materials and Structures*, 46(10): 1633-1652.
- [140] TS EN 1015-11, (2000). Kâgir harcı-Deney Metotları-Bölüm 11: Sertleşmiş Harcın Basınç ve Eğilme Dayanımının Tayini, TSE, Ankara.
- [141] TS EN 15801, (2010). Kültürel Varlıkların Korunması - Deney Metotları - Suyun Kılcal Emiliminin Tayini, TSE, Ankara.
- [142] BS EN 1936, (2006). Natural Stone Test Method. Determination of Real Density and Apparent Density and of Total and Open Porosity, British Standards, United Kingdom.

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR

Konferans Bildirileri

1. SAYAR, A., OKTAY, D. (2023). “Selüloz Nano Fiber İlavesinin Kireç Esaslı Enjeksiyon Malzemelerinin Enjekte Edilebilirlik ve Mekanik Özelliklerine Etkisi”, 11. Uluslararası Mühendislik Mimarlık ve Tasarım Kongresi, İstanbul, Türkiye.

Projeler

1. SAYAR, A., OKTAY, D. (2023). “Nanofiber Selüloz Katkılı Kireç Esaslı Enjeksiyon Malzemelerinin Taze ve Sertleşmiş Haldeki Özelliklerinin İncelenmesi”, FYL-2023-5642 Yüksek Lisans Tez Projesi, Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü, İstanbul, Türkiye.