



Mikrodalga ısıtma işlemi uygulanan kaolinin puzolanik aktivitesinin incelenmesi

Investigation of the pozzolanic activity of microwave heat-treated kaolin

Adil Gültekin^{1,*} , Kambiz Ramyar² 

¹ Düzce Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 81620, Düzce, Türkiye

² Ege Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 35040, İzmir, Türkiye

Öz

Kiln puzolanik aktivitesinin artırılması amacıyla farklı yöntemler kullanılmaktadır. Kül fırını ve döner fırınlarda yapılan kalsinasyon hem kayda değer miktarda enerji harcamakta hem de uzun süre almaktadır. Mikrodalga teknolojisi, killerin kalsinasyonu için alternatif olma potansiyeli taşımaktadır. Bu çalışmada kısa süreli mikrodalga ısıtma işlemi, kaolinin puzolanik aktivitesi üzerindeki etkisi incelenmiştir. Bu kapsamda ev tipi mikrodalga fırın kullanılarak 10 dakika boyunca 300, 450, 600 ve 800 watt güç seviyesinde ısıtma işlemine maruz bırakılan kaolinlerin dayanım aktivite indeksi belirlenmiştir. Sonuçlar yüksek sıcaklık fırınında 600, 700 ve 800°C'de 1, 3 ve 5 saat kalsine edilen kaolinler ile kıyaslanmıştır. Sonuçta, yüksek sıcaklık fırınında kalsine edilen kaolinin 28 günlük dayanım aktivite indeksinin %82.5-107.9 aralığında olduğu, mikrodalga ısıtma işlemi uygulanan kaolinde ise bu değerlerin %74.3-80.5 arasında değiştiği tespit edilmiştir. Mikrodalga ısıtma işlemine tabi tutulmuş kaolinlerin dayanım aktivite indekslerinin, ham kaoline oranla %4.6-13.3 oranında daha yüksek olması, mikrodalga ısıtma işlemi kalsinasyon için potansiyel taşıdığını göstermiştir.

Anahtar kelimeler: Kaolin, Metakaolin, Kalsinasyon, Mikrodalga, Basınç dayanımı

1 Giriş

Çimento dünyada en yaygın kullanılan yapı malzemelerinden biridir [1]. Ancak çimento üretilirken aşırı miktarda enerji tüketilmekte, yüksek miktarda sera gazı salımı yapılmakta ve doğal yaşam alanları tahrip edilmektedir [2]. Puzolanların klinker ikamesi olarak kullanılması ile çimento üretiminin neden olduğu bu sorunların azaltılması mümkündür [3]. Volkanik kül, uçucu kül ve metakaolin gibi malzemeler, yaygın olarak bulunması, silis içermesi ve puzolanik aktivite göstermesi gibi sebeplerle çimento üretiminde mineral katkı olarak kullanılmaktadır [4]. Bu puzolanik malzemelerden birisi olan metakaolin, kaolinin kalsine edilmesi ile üretilmekte olup dünyadaki farklı bölgelerde bol miktarda bulunması ile dikkat çekmektedir [3].

Puzolan olarak kullanılma potansiyeli bulunan malzemelerin puzolanik aktivitelerini arttırmak amacıyla asit veya alkalin bileşenlerin kullanıldığı kimyasal yöntemler, öğütme ile parçacık boyutunun minimize edilmesini içeren

Abstract

Different methods are used to increase the pozzolanic activity of clay. Muffle or rotary furnaces consume significant amount of energy and require long time for calcination. Microwave technology has potential to be an alternative for the calcination of clays. In this study, the effect of short-term microwave heat treatment on the pozzolanic activity of kaolin was investigated. For this purpose, the strength activity index of the kaolins, which were heat treated at 300, 450, 600 and 800 watts for 10 minutes in a household type microwave oven, were determined. The results were compared with kaolins calcined in the muffle furnace at 600, 700 and 800°C for 1, 3 and 5 hours. The 28-day strength activity index of the kaolins calcined in the muffle furnace varied between 82.5-107.9%, and this value was in between 74.3-80.5% for the microwave heat-treated kaolins. The strength activity index of microwave heat-treated kaolins, being 4.6-13.3% higher than that of the raw kaolin, showed the potential of the microwave heat treatment for calcination.

Keywords: Kaolin, Metakaolin, Calcination, Microwave, Compressive strength

mekanik yöntemler veya malzemenin yüksek sıcaklıkta ısıtma işlemine tabi tutulması gibi termal yöntemler kullanılmaktadır [5].

Kaolinitik killerin uygun sıcaklık aralığında (yaklaşık olarak 600-800°C) kalsine edilmesi ile metakaolin elde edilmektedir. Ancak 900°C ve daha yüksek sıcaklıklarda metakaolinin yapısı, devam eden reaksiyonlar nedeniyle değişmekte, serbest silis ve mullit gibi yeni kristal ürünler ortaya çıkmaktadır [6]. Uygun sıcaklık aralığındaki ısıtma işlemi ile üretilen metakaolin, çimentolu sistemlerde dayanıma iki açıdan fayda sağlamaktadır. Bunlardan birincisi filler olarak görev yapması iken diğeri puzolanik reaksiyon ile sistemdeki kalsiyum hidroksitlerle reaksiyona girmesidir. Buradaki puzolanik reaksiyon; çimento tipi, kür süresi, çimento matrisindeki kalsiyum hidroksit miktarı, S/Ç oranı gibi matris kaynaklı değişkenlerin yanı sıra metakaolinin inceliği, kimyasal ve minerolojik kompozisyonu, amorflik derecesi, reaktif silis ve alümina içeriği [7] ve kalsinasyon koşulları [8] gibi faktörlerden etkilenmektedir.

* Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: adigultekin05@gmail.com (A. Gültekin)
Geliş / Received: 15.05.2022 Kabul / Accepted: 28.06.2022 Yayınlanma / Published: 18.07.2022
doi: 10.28948/ngumuh.1144737

Kil parçacıkları çok sayıda tetrahedral ve oktahedral tabakadan meydana gelmektedir. Tetrahedral tabakalar 4 oksijen iyonu tarafından çevrelenen Si^{4+} , oktahedral tabakalar ise koordinasyon sayısı VI olan Al^{3+} , oksijen ve hidroksil gruplarından oluşmaktadır. Bu tabakaların sıralanması ve sayısı kilin mineral grubunu belirlemektedir. Kaolinit ve halloysit gibi mineraller bir tetrahedral tabaka ile bir oktahedral tabakanın bir araya gelmesinden oluşmaktayken, vermikülit ve illit gibi gruplar bir oktahedral tabakanın iki tetrahedral tabaka ile sarılmasıyla oluşmaktadır. Ham killerin katmanlı yapısı ve kararlı kristal yapıları dolayısıyla puzolanik özellikleri düşüktür. Killerin puzolanik aktivitesinin yükselmesi için düzenli kristal yapılarının bozulması gerekmektedir. Killer, ısıtılma tabi tutulduğunda $300^{\circ}C$ 'nin altındaki sıcaklıklarda dehidrasyon nedeniyle adsorbe su, $500-800^{\circ}C$ arasında ise oktahedral tabakada yapısal su olarak yer alan hidroksil grupları uzaklaşmaktadır. Tetrahedral ve oktahedral tabaka arasındaki bağı sağlayan hidroksil gruplarının uzaklaşması, yapının değişmesi ve kristal yapının bozulmasına neden olur. Kilin yeni yapısı kısmi dehidroksilasyonda yarı kristal iken yapının tamamen bozulması amorf bir malzeme elde edilmesini sağlamaktadır [9].

Killerin kalsine edilmesinde, kül fırını gibi statik sistemler veya döner fırınlar gibi hareketli sistemlerin kullanılması mümkündür. Statik sistemlerin laboratuvar çalışmaları için gereken az miktardaki kilin kalsinasyonu için uygun olduğu belirtilmiştir. Büyük ölçekli kalsinasyon işlemlerinde, kilin farklı bölgelerinde ciddi sıcaklık farklarının oluşması homojen kalsine kilin elde edilmesini zorlaştırmaktadır. Döner fırınlarda daha iyi sonuçlar elde edilmesine rağmen yüksek sıcaklıklarda killerin topaklaşması, özgül yüzey alanının küçülmesi, kil taneciklerinin fırın içerisinde ayrışması gibi sorunların ortaya çıkması olasıdır [10].

Kalsinasyonun geleneksel yöntemlerle yapılmasının düşük ısıtılma hızı, yüksek enerji tüketimi ve malzemenin iç ve dış kısımları arasında eşit olmayan ısıtılma etkisi yaratma gibi dezavantajları bulunmaktadır. Bu sebeple araştırmacılar alternatif kalsinasyon yöntemlerinin arayışına başlamıştır [11]. Geleneksel ısıtılma yöntemlerinde ısı iletim, ışıma ve taşınım ile malzemenin yüzeyinden iç kısımlarına transfer olur. Bu durum, sıcaklık gradyanlarının oluşması ve malzemenin farklı bölgelerinde farklı sıcaklıkların ortaya çıkması sorunlarına yol açar. Mikrodalga ısıtılmasında malzeme, elektromanyetik enerjiyi hacimsel olarak absorbe etmekte ve ısı enerjisine dönüştürmektedir. Böylece enerji malzemeye doğrudan iletilmekte ve malzemede homojen bir sıcaklık dağılımı elde edilmektedir [12].

Mikrodalga teknolojisi, geopolimer/alkali aktive malzeme üretimi [13-15], zeolit sentezi [16], analitik kimya uygulamaları [17] gibi farklı alanlarda uzun süredir kullanılmaktadır. Ancak yapı malzemesi sektöründe, puzolanik aktivitenin artırılması için geleneksel kalsinasyon uygulamalarına alternatif olarak mikrodalgaların kullanılması ile ilgili çalışma sayısı sınırlıdır.

Rossignolo vd. [18] şeker kamışı küspesi külünün mikrodalga fırında ısıtılma tabi tutulmasının puzolanik aktivite üzerindeki etkisini incelemiştir. Araştırmacılar

mikrodalga fırında, nispeten kısa sürelerde ve düşük sıcaklıklarda ısıtılma tabi tutulan küllerin, elektrikli yüksek sıcaklık fırınlarında kalsine edilenlerden daha yüksek puzolanik aktiviteye sahip olduğunu ifade etmiştir. Kılıç [19] ise mikrodalgada yapılan ön ısıtılma işleminin, kireçtaşı kalsinasyonuna etkisini incelemiştir. Araştırmacı, yüksek sıcaklık fırınında yapılacak kalsinasyondan önce kireçtaşı numunelerinin mikrodalga fırında ön ısıtılma tabi tutulmasının, fırında kalma süresi ve yakıt tüketimini azaltacağını belirtmiştir. Ancak bu çalışmalarda mikrodalga ısıtılmasının kalsinasyon üzerindeki etkileri özgül yüzey alanı, TGA-DTA incelemeleri, ultrases geçiş hızı ölçümleri, XRF, kızdırma kaybı, amorf silis içeriği incelemeleri gibi yöntemlerle belirlenmiştir. Mikrodalga ısıtılma işlemi görmüş killerin, çimento harcı kullanılarak dayanım aktivite indekslerinin incelendiği çalışma konusunda literatürde eksik olduğu tespit edilmiştir.

Bu çalışmada kısa süreli mikrodalga ısıtılma tabi tutulan kaolinin dayanım aktivite indeksi, harç numuneleri kullanılarak incelenmiştir. Bu kapsamda ev tipi mikrodalga fırında 300, 450, 600 ve 800 watt güç seviyelerinde 10 dakika ısıtılma tabi tutulan kaolinin dayanım aktivite indeksi ASTM C311 [20]'e uygun olarak belirlenmiş ve sonuçlar 1, 3 ve 5 saat boyunca yüksek sıcaklık fırınında 600 , 700 ve $800^{\circ}C$ 'de kalsinasyonla üretilen metakaolin ile kıyaslanmıştır. Ayrıca seçilen killerin kristal yapıları XRD analizi ile incelenmiştir.

2 Materyal ve metod

2.1 Malzeme

2.1.1 Çimento

Çalışmada CEM I 42.5 R tipi portland çimentosu kullanılmıştır. Çimentoya ait kimyasal bileşim ve bazı fiziksel özellikler Tablo 1'de sunulmuştur.

Tablo 1. Çimentoya ait kimyasal bileşim ve bazı fiziksel özellikler.

Bileşen	%	Özellik	
CaO	63.17	Özgül yüzey alanı	3220 cm ² /g
SiO ₂	18.18	İncelik	90 µm elek bakiyesi %0.5
Al ₂ O ₃	4.70		32 µm elek bakiyesi %19.7
Fe ₂ O ₃	3.41	Priz	Başlangıç 230 dakika
MgO	1.22	süresi	Bitiş 320 dakika
Na ₂ O	0.58	Özgül ağırlık	3.14
K ₂ O	0.74	Standart kıvam	%28.2
SO ₃	3.57		
Cl ⁻	0.006		
Serbest CaO	0.94		
Kızdırma kaybı	3.28		
Çözünmeyen kalıntı	0.03		

2.1.2 Kaolin

Çalışmada Bilecik'te faaliyet gösteren bir firmadan temin edilen kaolin kullanılmıştır. Kullanılan kaoline ait kimyasal bileşim ve bazı fiziksel özellikler Tablo 2'de sunulmuştur.

Tablo 2. Ham kaoline ait kimyasal bileşim ve bazı fiziksel özellikler

Bileşim	(%)	Özellik	Değer
CaO	0.38	Özgül ağırlık	2.60
SiO ₂	73.15	32 µm elek bakiyesi	%4.30
Al ₂ O ₃	16.55	45 µm elek bakiyesi	%0.25
Fe ₂ O ₃	0.69	90 µm elek bakiyesi	%0.15
MgO	0.31	Blaine özgül yüzey alanı	8800 cm ² /g
Na ₂ O	0.10		
K ₂ O	0.24		
SO ₃	0.82		
TiO ₂	0.32		
Kızdırma kaybı	6.90		

2.1.3 Kum

Harç karışımlarının hazırlanmasında standart CEN kumu kullanılmıştır.

2.1.4 Su

Çalışma kapsamında İzmir ili, Bornova ilçesi şehir şebekesi suyu kullanılmıştır.

2.2 Metot

Çalışmada farklı ısı işlem uygulamalarıyla elde edilen kaolinlerin ASTM C311 [20]'e uygun olarak dayanım aktivite indeksleri belirlenmiş ve kristal yapıları XRD analizi ile incelenmiştir. Kaolin, yüksek sıcaklık fırınında 3 farklı sıcaklıkta (600, 700, 800°C), 3 farklı sürede (1, 3, 5 saat); mikrodalga fırında ise 4 farklı güç seviyesinde (300, 450, 600, 800 watt), tek sürede (10 dakika) ısı işlemine tabi tutulmuştur.

2.2.1 Yüksek sıcaklık fırınında kalsinasyon işlemi

Yüksek sıcaklık fırınında yapılan kalsinasyon için 1175°C sıcaklık kapasitesine sahip yüksek sıcaklık fırını kullanılmıştır. Kalsine edilecek kaolin (yaklaşık 300 g) metal bir tabağa koyulduktan sonra 600, 700 ve 800°C sıcaklıklarda 1, 3 ve 5 saat boyunca yakılmıştır. Fırının sıcaklık artış hızı 20°C/dk. olarak ayarlanmıştır. Süre sonunda numuneler fırından çıkarılmış ve havada hızlı bir şekilde soğumaları için geniş metal tablolara yayılmıştır. Kaolinin kalsine edilmesine dair bir görsel Şekil 1(a)'da sunulmuştur. Oda sıcaklığına soğuyan metakaolinler Şekil 2'de gösterildiği gibi poşetlenerek depolanmıştır.

2.2.2 Mikrodalga fırında uygulanan ısı işlemi

Mikrodalga ısı işlemi 2450 MHz çalışma frekansına sahip, maksimum çıkış gücü 800 watt olan ev tipi mikrodalga fırın kullanılmıştır. Her seferinde 300 g kaolin, Şekil 1(b)'de gösterildiği gibi fırının döner tablasına yayılmış ve fırın 10 dakika boyunca 300, 450, 600 ve 800 watt güç seviyelerinde çalıştırılmıştır. Süre sonunda döner tabla fırından çıkartılmış ve kaolinin soğutulması işlemine geçilmiştir. Kaolinlerin soğutulmasında, hava soğutması ve su soğutması olmak üzere iki farklı yöntem kullanılmış, soğutma hızının etkisi incelenmiştir. Hava soğutmasında kaolinler yüksek sıcaklık fırınındakine benzer şekilde geniş bir tablaya yayılmış ve hava etkisi ile soğumaları beklenmiştir. Su soğutmasında ise kaolinler fırından çıkarıldıktan hemen sonra içi su dolu bir kaba boşaltılmış ve topaklaşmaların engellenmesi adına karıştırma işlemi yapılmıştır (Şekil 1(c)). Devamında bu karışım laboratuvar

tipi etüvde 48 saat 105°C'de kurutulmuştur. Kaolinler kurutulduktan sonra Şekil 1(d)'de gösterilen forma geldiği için kaolin taneciklerinin birbirinden ayrılması gerekmiştir. Bu ayırma işlemi için gezegen hareketli bilyalı öğütücü kullanılmıştır (Şekil 1(e)). Ancak parçacık boyut dağılımının değişmemesi adına öğütücü sadece 10 saniye çalıştırılmıştır. Havada soğuyan numuneler ile öğütücüden alınan numuneler Şekil 2'de gösterildiği gibi poşetlenerek depolanmıştır.



Şekil 1. Kaolin üzerinde uygulanan işlemler



Şekil 2. Dayanım aktivite indeksi ve XRD incelemelerinde kullanılan kaolin numuneleri

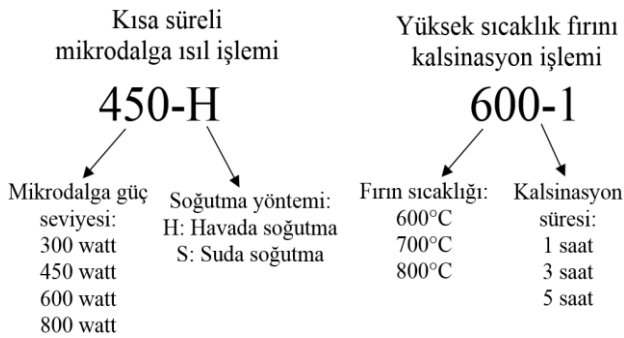
2.2.3 Dayanım aktivite indekslerinin tespit edilmesi

Dayanım aktivite indeksleri, ASTM C 311 [20] standardına uygun olarak tespit edilmiştir. Bu amaçla üretilen harçların karışım oranları Tablo 3'te gösterilmiştir. Üretilen harçlar 50 mm ayrıtlı küp kalıplara yerleştirilmiş, dökümden 24 saat sonra kalıplarından çıkarılan numuneler kirece doymun suda kürlenmiş ve 7-28 günlük basınç dayanımı değerleri belirlenmiştir. Elde edilen basınç dayanımları kullanılarak dayanım aktivite indeksleri tespit edilmiştir. Çalışmada puzolan ikamesi içermeyen harç

karışımı “Ref”, ısıtılma işlemine maruz bırakılmayan ham kaolin ikamesi ile üretilen harç “Kil” ifadesiyle, farklı ısıtılma işlemler sonucu elde edilen kaolin/metakaolinler ise Şekil 3’te gösterildiği gibi kodlanmıştır. Bu kaolinlerin ikamesi ile üretilen harçlarda da aynı isimlendirme uygulanmıştır.

Tablo 3. Harç karışımlarına ait malzeme miktarları

Karışım	Malzeme miktarı (g)			
	Çim.	Kil	Kum	Su
Ref	500	-	1375	242
Kil				246
300-H				247
450-H				247
600-H				248
800-H				249
300-S				247
450-S				247
600-S				248
800-S				248
600-1	400	100	1375	248
600-3				248
600-5				249
700-1				250
700-3				251
700-5				251
800-1				250
800-3				252
800-5				253



Şekil 3. Çalışmada kullanılan kodlama.

2.2.4 XRD incelemeleri

Çalışma kapsamında ham kaolin ile mikrodalga ve yüksek sıcaklık fırınında ısıtılma işlemine maruz bırakılan birer kaolin/metakaolin numunesi üzerinde XRD incelemesi gerçekleştirilmiştir. İncelemeler İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarları Uygulama ve Araştırma Merkezi’nde “Panalytical Empyrean” marka ve model cihaz kullanılarak 5-80 °2θ arasında, 0.0130° adım aralığında Cu anot ile yapılmıştır.

3 Bulgular ve tartışma

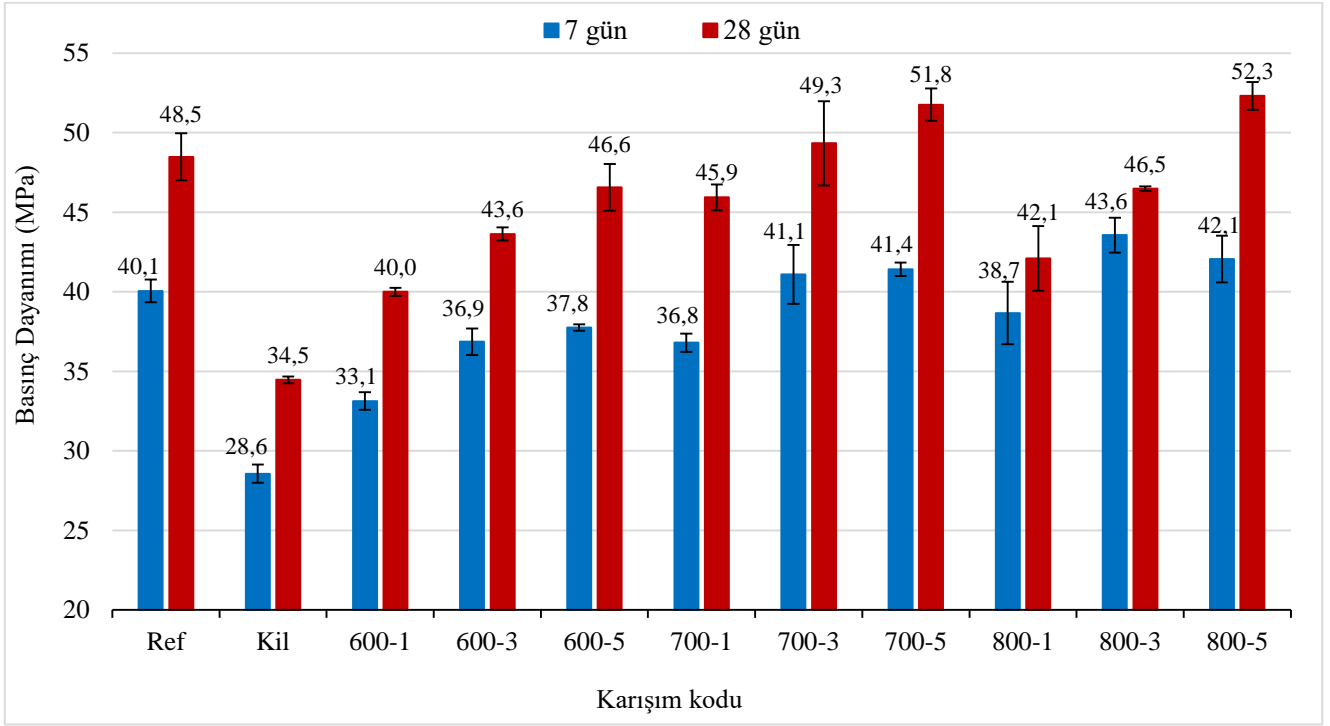
3.1 Basınç dayanımı

Çalışma kapsamında üretilen ve puzolan ikamesi içermeyen referans harç, kalsine edilmemiş ham kaolin içeren puzolanlı harç ve farklı ısıtılma işlemlerine maruz bırakılan kaolin/metakaolinin puzolan olarak kullanıldığı harçlara ait 7 ve 28 günlük basınç dayanımları Şekil 4 - Şekil 5’te sunulmuştur. Şekil 4 incelendiğinde referans harcın 28 günlük basınç dayanımının 48.5 MPa olduğu, puzolan içeren karışımlarda en düşük basınç dayanımının ham kaolin ikamesiyle üretilen harçta elde edildiği görülmektedir. Yüksek sıcaklık fırınında uygulanan kalsinasyonun basınç dayanımına etkisi incelendiğinde, aynı sıcaklıkta pişirme süresindeki artışla basınç dayanımlarında artış görüldüğü tespit edilmiştir. 600, 700 ve 800°C’de 5 saat kalsinasyon ile elde edilen metakaolinleri içeren harçların basınç dayanımlarının sırasıyla 46.6, 51.8 ve 52.3 MPa olduğu belirlenmiştir. Puzolanik reaksiyonun yavaş seyrinden dolayı mineral katkılı bağlayıcıların çimentolu sistemlerin erken dayanımını azalttığı bilinmektedir. Buna rağmen, 700 ile 800°C’de, 3 ve 5 saat pişirme ile üretilen metakaolin ikameli bağlayıcıların, kontrol karışımından daha yüksek bir 7 günlük dayanıma sahip olduğu görülmüştür. Bunda puzolanik reaksiyonun yanı sıra metakaolinlerin filler etkisi göstermesinin de payı olduğu düşünülmektedir.

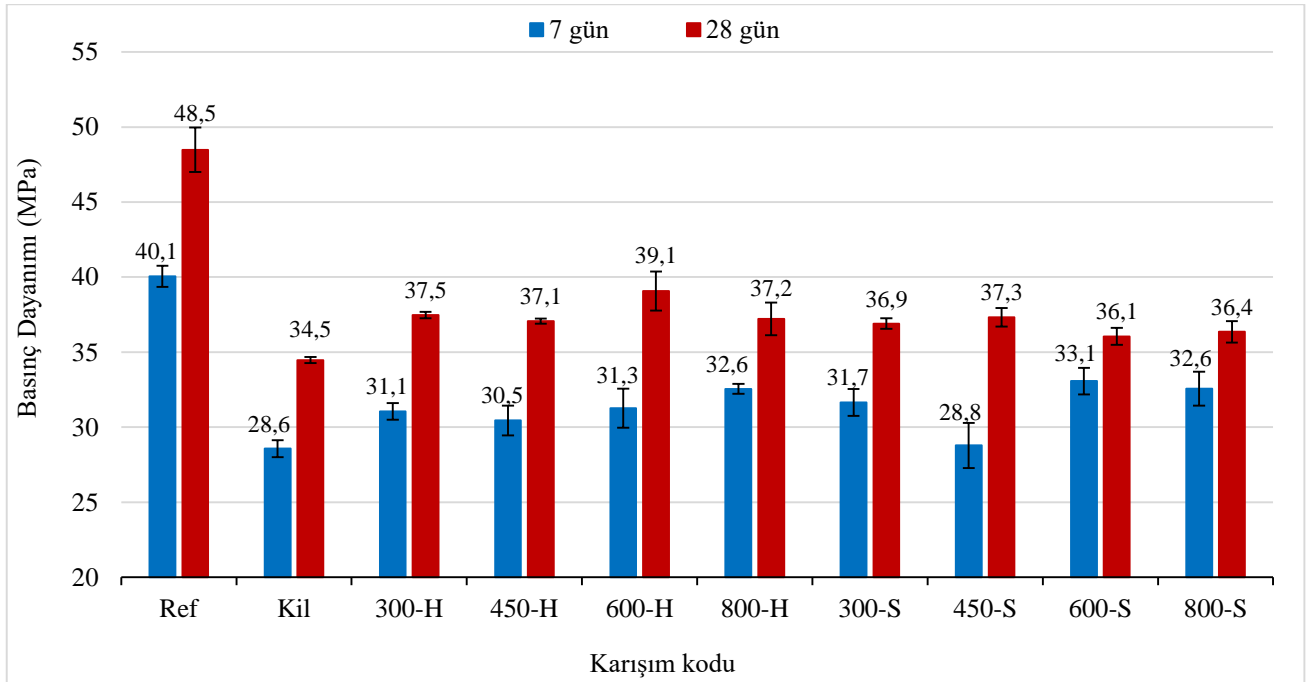
Mikrodalgada kısa süreli ısıtılma işlemi uygulanarak elde edilen kaolinleri içeren harçların basınç dayanımları incelendiğinde bu yöntemin yüksek sıcaklık fırınındaki kalsinasyon kadar etkili olmadığı anlaşılmıştır. Buna rağmen mikrodalga ısıtılma işlemi ile elde edilen kaolinlerin, ham kaolin içeren karışıma kıyasla 28 günlük basınç dayanımlarında %4.6-13.3 oranlarında artışa neden olduğu belirlenmiştir. Kaolinin soğutulma yönteminin basınç dayanımına etkisi incelendiğinde ise havada ve suda soğutmanın ciddi bir basınç dayanımı değişikliğine yol açmadığı görülmüştür. Mikrodalga ısıtılma işlemi uygulanmış kaolinlerden, 600 watt güç seviyesine maruz bırakılan ve havada soğutulanın en yüksek 28 günlük basınç dayanımına sahip olduğu belirlenmiştir.

3.2 Dayanım aktivite indeksi

Çalışma kapsamında farklı ısıtılma işlemleri kullanılarak elde edilen kaolin/metakaolinlerin 7 ve 28 günlük dayanım aktivite indeksleri Şekil 6 ve Şekil 7’de sunulmuştur. Mikrodalga fırınında ısıtılma işlemi uygulanan kaolinlerin dayanım aktivite indekslerinin 28 günde ham kaolinden %4.6-13.3 oranında daha yüksek olduğu belirlenmişken bu değer yüksek sıcaklık fırınındaki kalsinasyon ile üretilen metakaolinlerde %16.0-51.8 olduğu görülmüştür. 600 watt güç seviyesinde ısıtılma işlemine maruz bırakılan ve havada soğutulan kaolin ile yüksek sıcaklık fırınında 700°C’de 5 saat kalsinasyon ile üretilen metakaolin XRD incelemesi için seçilmiştir. Yüksek sıcaklık fırınında en uygun kalsinasyon koşulu 800°C-5 saat olmasına rağmen seçilen kalsinasyon şartı ile çok yakın dayanım aktivite indeksine sahip olması, enerji sarfiyatları da düşünülerek optimum olarak değerlendirilmiştir.



Şekil 4. Yüksek sıcaklık fırınında kalsine edilen killere üretilen harçların basınç dayanımları

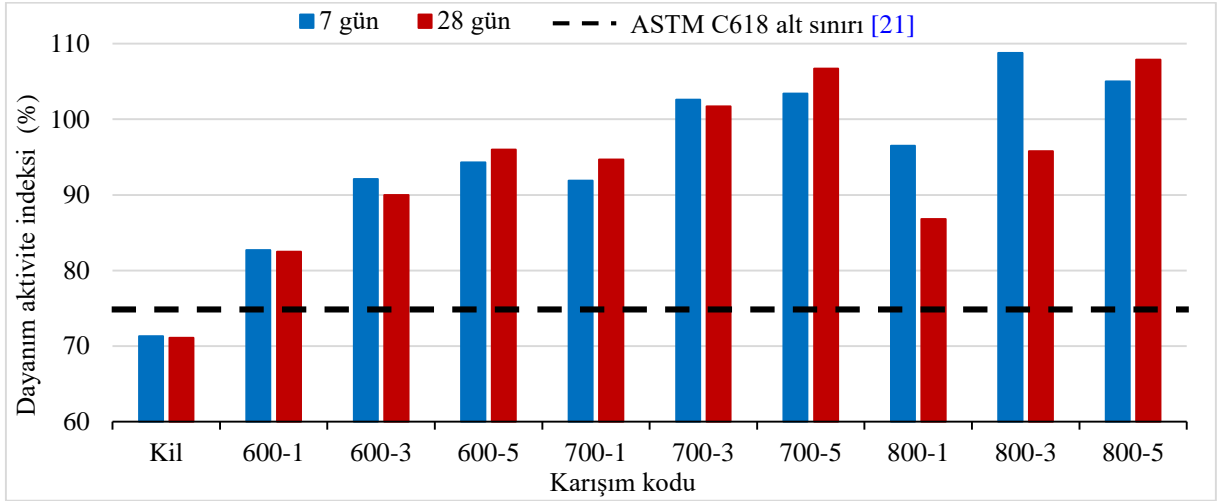


Şekil 5. Mikrodalga fırında ısı işlem uygulanan killere üretilen harçların basınç dayanımları

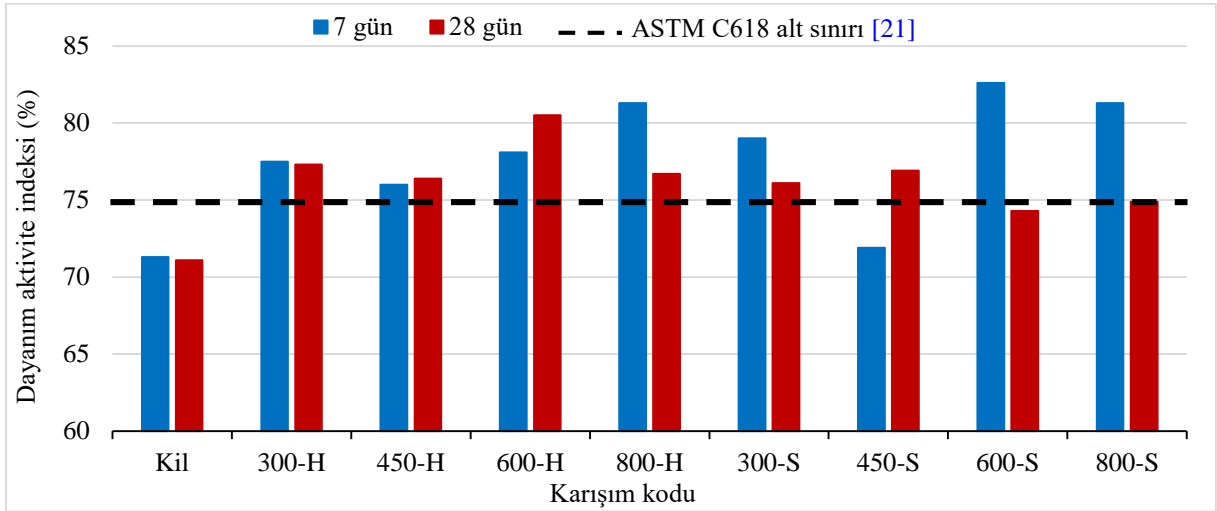
3.3 XRD incelemeleri

Ham kaolin ile 600-H ve 700-5 kodlu kaolin/metakaoline ait XRD spektrumları Şekil 8'de sunulmuştur. Ham kaolinde kaolinit, dicit ve kuvars piklerinin bulunduğu tespit edilmiştir. Mikrodalga fırında uygulanan ısı işleminin pik şiddetlerinde bir miktar azalmaya neden olmasına rağmen

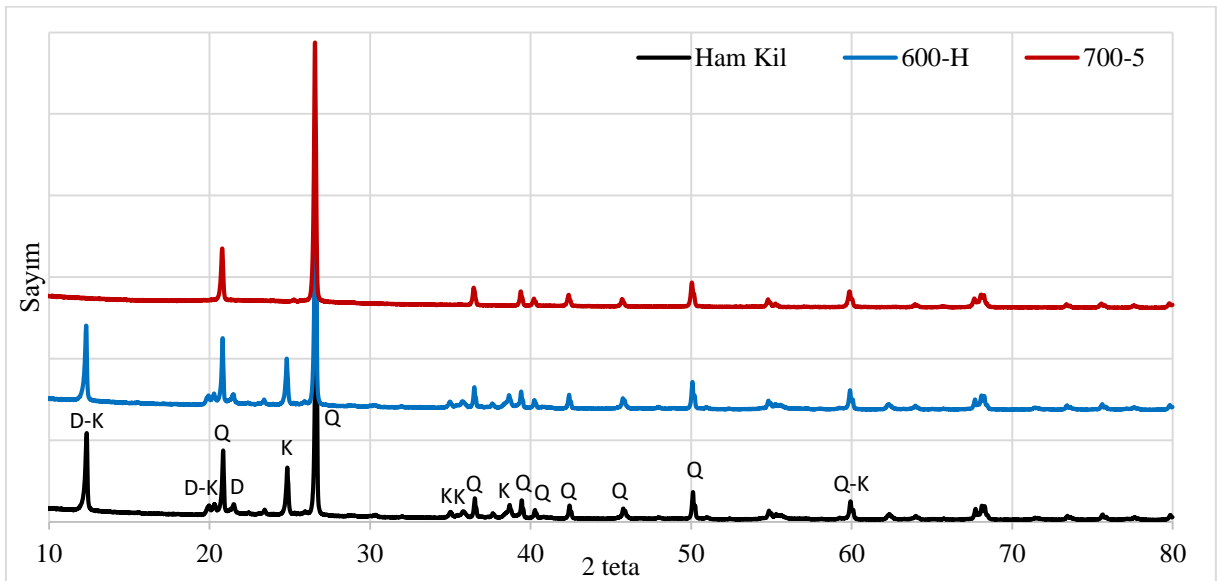
krystal yapıda ciddi bir değişiklik meydana getirmediği görülmüştür. Ancak yüksek sıcaklık fırınında yapılan kalsinasyon ile XRD spektrumunda önemli değişikliklerin ortaya çıktığı, dicit ve kaolinit piklerinin kaybolduğu, kuvars pik şiddetlerinde de azalışların yaşandığı gözlemlenmiştir. Bu durum, yüksek sıcaklık etkisi ile kaolinin krystal yapısında bozulmaların meydana geldiği ve bu sebeple de kaolinin aktivitesinin arttığı şeklinde yorumlanmıştır.



Şekil 6. Yüksek sıcaklık fırınında kalsine edilen killerin dayanım aktivite indeksleri



Şekil 7. Mikrodalga fırında ısıl işlem uygulanan killerin dayanım aktivite indeksleri



Şekil 8. Ham ve ısıl işlem uygulanan kaolinlere ait XRD spektrumu (D: dikit, K: kaolinit, Q: kuvars)

3.4 Enerji sarfiyatları

600 watt enerji seviyesinde mikrodalga ısıtma işlemi ile elde edilen kaolin ve yüksek sıcaklık fırınında 700°C'de 5 saat kalsinasyon ile üretilen metakaolin için enerji sarfiyatı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Ölçümler portatif bir dijital elektrik sayacı ile gerçekleştirilmiş olup toplam enerji sarfiyatı, ham kile kıyasla ısıtma işlemlerinin sağladığı 28 günlük basınç dayanımı artışı ve bu dayanım artışları için birim dayanım artışına denk gelen enerji sarfiyatları Tablo 4'te sunulmuştur. Ham kil ile kıyaslandığında mikrodalga ısıtma işleminin, kaolinin basınç dayanımını 4.6 MPa arttırdığı, bu değerin 700°C'de 5 saat pişirme ile elde edilen metakaolinde 17.3 MPa olduğu görülmektedir. Mikrodalga ısıtma işlemi sırasında harcanan toplam enerji ile birim dayanım artışı başına düşen enerjinin, yüksek sıcaklık fırınında yapılan kalsinasyona göre sırasıyla %97.3 ve %89.8 oranlarında daha düşük olduğu görülmüştür. Ancak mikrodalga ısıtma işleminin kaolinin dayanım aktivite indeksi üzerindeki etkisinin yüksek sıcaklık fırınına oranla çok daha düşük olduğu dikkate alınmalıdır.

Tablo 4. Isıtma işlemlerindeki enerji sarfiyatları

	Cihaz	
	Mikrodalga fırın	Yüksek sıcaklık fırını
Güç seviyesi-sıcaklık	600 W	700°C
Süre	10 dakika	5 saat
Toplam enerji sarfiyatı	0.19 kWsaat	6.95 kWsaat
Sağlanan dayanım artışı	4.6 MPa	17.3 MPa
Birim dayanım artışı için enerji sarfiyatı	0.041 kWsaat	0.402 kWsaat

4 Sonuçlar

Bu çalışmada kullanılan malzeme ve uygulanan deney yöntemleri göz önüne alındığında;

- Kaolinin, mikrodalga ısıtma işlemine tabi tutulması ve yüksek sıcaklık fırınında kalsine edilmesi ile dayanım aktivite indeksinin arttığı,
- Yüksek sıcaklık fırınında kalsine edilerek üretilen metakaolinin 28 günlük dayanım aktivite indeksinin %82.5-107.9 aralığında değiştiği, aynı sıcaklıkta kalsinasyon süresinin artmasıyla dayanım aktivite indeksinin de yükseldiği,
- Kısa süreli mikrodalga ısıtma işleminin kaolinin dayanım aktivite indeksini arttırdığı, ancak artışların yüksek sıcaklık fırınında kalsine edilen metakaolinler kadar yüksek olmadığı; 28 günlük dayanım aktivite indekslerinin ham kaoline oranla %4.6-13.3 aralığında artış göstererek %74.3-80.5 aralığına yükseldiği,
- En yüksek dayanım aktivite indekslerinin yüksek sıcaklık fırınında 800°C'de 5 saat kalsinasyon ile üretilen metakaolinde, mikrodalga fırında ise 600 watt güç seviyesinde uygulanan ve havada soğutulan kaolinde görüldüğü sonuçlarına varılmıştır.

Bu konuda yapılacak daha ileri seviye çalışmalarda uzun süreli mikrodalga ısıtma işlemi uygulanmasının ve bu uygulamanın gelişmiş sanayi tipi mikrodalga fırınlar ile

yapılmasının konu hakkında daha detaylı bilgilerin alınmasını sağlayacağı düşünülmektedir.

Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Benzerlik oranı (iThenticate): %10

Kaynaklar

- [1] Z. Safari, R. Kurda, B. Al-Hadad, F. Mahmood and M. Tapan, Mechanical characteristics of pumice-based geopolymer paste. Resources, Conservation and Recycling, 162, 105055, 1-12, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2020.105055>.
- [2] C. Patil, M. Manjunath, S. Hosamane, S. Bandekar and R. Athani, Pozzolonic activity and strength activity index of bagasse ash and fly ash blended cement mortar. Materials Today: Proceedings, 42, 1456-1461, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.01.251>.
- [3] A. Tironi, M. A. Trezza, A. N. Scian and E. F. Irassar, Kaolinitic calcined clays: factors affecting its performance as pozzolans. Construction and Building Materials, 28, 276-281, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.08.064>.
- [4] A. H. Ismail, A. Kusbiantoro, S. C. Chin, K. Muthusamy, M. Islam and K. F. Tee, Pozzolonic reactivity and strength activity index of mortar containing palm oil clinker pretreated with hydrochloric acid. Journal of Cleaner Production, 242, 118565, 1-10, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118565>.
- [5] C. Vizcayno, R. M. de Gutierrez, R. Castello, E. Rodriguez and C. E. Guerrero, Pozzolan obtained by mechanochemical and thermal treatments of kaolin. Applied Clay Science, 49, 405-413, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2009.09.008>.
- [6] H. El-Diadamony, A. A. Amer, T. M. Sokkary and S. El-Hoseny, Hydration and characteristics of metakaolin pozzolonic cement pastes. HBRC Journal, 14, 150-158, 2018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.hbrcj.2015.05.005>.
- [7] B. Mehsas, M. Siline and L. Zeghichi, Development of supplementary cementitious materials from Algerian kaolin: elaboration of metakaolin and assessment of pozzolonicity. Innovative Infrastructure Solutions, 6 (50), 1-12 2021. <https://doi.org/10.1007/s41062-020-00444-2>.
- [8] S. Roy, A. Chatterjee and H. Aiyer, Effect of mineralogy and temperature treatment on the pozzolonic activity of Indian clays. Materials Research Innovations, 24 (1), 18-27, 2020. <https://doi.org/10.1080/14328917.2018.1546794>.
- [9] S. Hollanders, Mineralogical study of the pozzolonic properties of calcined clays. Ph.D. Thesis, Arenberg Doctoral School Faculty Of Science, KU Leuven, Netherlands, 2017.
- [10] T. Hanein, K-C. Thienel, F. Zunino, A. T. M. Marsh, M. Maier, B. Wang, M. Canut, M. C. G. Juenger, M. B. Haha, F. Avet, A. Parashar, L. A. Al-Jaberi, R. S. Almenares-Reyes, A. Alujas-Diaz, K. L. Scrivener, S.

- A. Bernal, J. L. Provis, T. Sui, S. Bishnoi and F. Martirena-Hernandez, Clay calcination technology: state-of-the-art review by the RILEM TC 282-CCL. *Materials and Structures*, 55 (3), 1-29, 2022. <https://doi.org/10.1617/s11527-021-01807-6>
- [11] L.-j. Zhang, Y. He, P. Lü, J.-h. Peng, S.-w. Li, K.-h. Chen, S.-h. Yin and L.-b. Zhang, Comparison of microwave and conventional heating routes for kaolin thermal activation. *Journal of Central South University*, 27, 2494-2506, 2020. <https://doi.org/10.1007/s11771-020-4475-y>.
- [12] J. J. Reinoso, B. Garcia-Banos, J. M. Catala-Civera and J. F. Fernandez, Step ahead on efficient microwave heating for kaolinite. *Applied Clay Science*, 168, 237-243, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.11.001>.
- [13] J. Somaratna, D. Ravikumar and N. Neithalath, Response of alkali activated fly ash mortars to microwave curing. *Cement and Concrete Research*, 40, 1688-1696, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.08.010>.
- [14] J. Tan, J. Cai, L. Huang, Q. Yang, M. Mao and J. Li, Feasibility of using microwave curing to enhance the compressive strength of mixed recycled aggregate powder based geopolymers. *Construction and Building Materials*, 262, 120897, 1-10, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120897>.
- [15] A. Graytee, J. G. Sanjayan and A. Nazari, Development of a high strength fly ash-based geopolymer in short time by using microwave curing. *Ceramics International*, 44, 8216-8222, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.02.001>.
- [16] H. Youssef, D. Ibrahim and S. Komarneni, Microwave-assisted versus conventional synthesis of zeolite A from metakaolinite. *Microporous and Mesoporous Materials*, 115, 527-534, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2008.02.030>.
- [17] S. Kuşlu ve F. Çavuş, Mikrodalga enerjisinin analitik kimya sahasında ve katalizör hazırlamada kullanımı. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 14 (3), 267-277, 2008.
- [18] J. A. Rossignolo, M. V. Borrachero, L. Soriano and J. Paya, Influence of microwave oven calcination on the pozzolanicity of sugar cane bagasse ashes (SCBA) from the cogeneration industry. *Construction and Building Materials*, 187, 892-902, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.08.016>.
- [19] Ö. Kılıç, Mikrodalga ile ön işlem uygulamanın kireçtaşı kalsinasyonuna etkisi. *Madencilik*, 48, 45-53, 2009.
- [20] ASTM C311/C311M-22, Standard Test Methods for Sampling and Testing Fly Ash or Natural Pozzolans for Use in Portland-Cement Concrete. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2022. https://doi.org/10.1520/C0311_C0311M-22.
- [21] ASTM C618-19, Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019. <https://doi.org/10.1520/C0618-19>.

