

Yüksek Fırın Cürufu ve Perlit İkamesinin Çimentolu Macun Dolgunun Mekanik ve Mikroyapı Özelliklerine Etkisi

Tekin YILMAZ^{*1}, Bayram ERÇIKDI¹ ve Ferdi CİHANGİR¹

¹Karadeniz Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Trabzon

Geliş tarihi: 15.03.2017

Kabul tarihi: 31.05.2017

Öz

Son yıllarda Portland çimentosu (PÇ) yerine belirli oranlarda doğal ve yapay puzolanların kullanılması, çimentolu macun dolgunun (CPB) dayanım ve duraylılığının iyileştirilmesi, asit ve sülfat etkisine karşı direncinin artırılması ve bağlayıcı maliyetlerinin azaltılması için oldukça yaygın hale gelmiştir. Bu çalışmada yüksek fırın cürufu (YFC) ve perlit (P) ikamesinin CPB'nin mekanik ve mikroyapı özelliklerine etkisi araştırılmıştır. PÇ yerine ağırlıkça %20 YFC ve P ikame edilerek hazırlanan 84 adet CPB numunesi 7, 14, 28 ve 56 günlük kür süreleri sonunda tek eksenli basınç dayanımı ve gözeneklilik (porozite) testlerine tabi tutulmuştur. YFC'li numuneler 7-14 günde PÇ numunelerine göre daha düşük dayanım üretirken 28-56 günde bu numunelerin basınç dayanımını geçmiştir. Gözeneklilik sonuçları incelendiğinde, YFC'li numunelerin gözenekliliği kür süresinin artmasıyla daha fazla iyileşme göstermiştir. Perlit katkılı numuneler ise basınç dayanımı ve gözeneklilik gelişimi açısından zayıf kalmıştır. Elde edilen bulgular YFC'nin CPB içerisinde belirli oranlarda kullanımının mekanik ve mikroyapı özellikleri açısından faydalı olduğunu göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Basınç dayanımı, Gözeneklilik, Çimentolu macun dolgu, Yüksek fırın cürufu, Perlit

Effect of the Partial Replacement of Blast Furnace Slag and Perlite on the Mechanical and Microstructural Properties of Cemented Paste Backfill

Abstract

Recently, the utilization of natural and artificial pozzolans for the partial replacement of Ordinary Portland cement (OPC) has become widespread to be increased the strength and durability, be improved the resistance to acid and sulphate effect and be reduced binder costs of cemented paste backfill (CPB). In this study, the effect of partial replacement of blast furnace slag (BFS) and perlite (P) was investigated on the mechanical and microstructural properties of CPB. A total of 84 CPB samples prepared with the replacement of 20 wt.% of BFS and P were subjected to the uniaxial compressive strength (UCS) and porosity tests at 7, 14, 28 and 56 days of curing periods. The CPB samples with replacement of BFS produced lower UCS than OPC samples at 7-14 days, while, they exceeded the UCS of OPC samples at 28-56 days of curing time. When the porosity results were examined, the porosity of BFS samples demonstrated more improvement with increasing the curing times. CPB samples with replacement of

*Sorumlu yazar (Corresponding author): Tekin YILMAZ, yilmaz.tekin@ktu.edu.tr

perlite were weak in terms of improvement of UCS and porosity. The findings indicated that the utilization of partial replacement of BFS in CPB is beneficial on the mechanical and microstructural properties of CPB.

Keywords: Compressive strength, Porosity, Cemented paste backfill, Blast furnace slag, Perlite

1. GİRİŞ

Ülkemiz madencilik endüstrisinde cevher zenginleştirme faaliyetleri sonucunda yaklaşık olarak 30 milyon ton katı atık açığa çıkmaktadır. Bu atıkların büyük bir kısmı sülfürlü mineral açısından zengin olduğu için tehlikeli atık sınıfına girmektedir ve çevresel sorunlar/şikayetler açısından büyük bir potansiyele sahiptir. Daha önceden atmosferik etkilere açık olarak yerüstü atık sahalarına, atık barajlarına ve derin denizlere depolanan bu atıkların, son yıllarda çimentolu macun dolgu (CPB) yöntemi ile yeraltı üretim boşluklarına depolanması teknik, ekonomik ve çevresel açıdan birçok fayda sağlamıştır. Bu nedenle çimentolu macun dolgu yöntemi birçok yeraltı madeni için madencilik faaliyetlerinin önemli bir parçasını oluşturmaktadır [1-3].

Çimentolu macun dolgu (CPB), ince boyutlu (<20 µm malzeme miktarı en az %15) cevher zenginleştirme atıkları (ağırlıkça katı oranı %75-85), bağlayıcı (katı miktarına göre ağırlıkça %2-9) ve istenen akışkanlığı ve katı oranını (%70-85) sağlamak için ilave edilen suyun başarılı bir karışımı olarak ifade edilmektedir [4]. Yeraltı maden işletmelerinde kullanılan çimentolu macun dolgu uygulamasının mekanik davranışında (dayanım, duraylılık vb.) bağlayıcı tipi ve oranı önemli bir rol oynamaktadır. Tipik bir macun dolgu tesisinde, bağlayıcı (çimento) masrafları (her %1'lik çimento artışı için ton başına 1\$ maliyet artışı) işletme maliyetlerinin %50-70'ini oluşturmaktadır [3]. Bu sebepten dolayı macun dolgunun dayanım ve duraylılığını olumsuz yönde etkileyecek faktörlere karşı dirençli olacak şekilde daha düşük maliyetli macun dolgu üretimi için farklı çimento tiplerinin veya Portland çimentosu içerisine farklı puzolanların ilave edilmesi gibi alternatif çözümlerin geliştirilmesi büyük önem arz etmektedir.

Günümüzde puzolanlar, düşük hidrasyon ısı, yüksek nihai dayanım, düşük geçirirlik (permeabilite), yüksek sülfat dayanımı ve düşük alkali-silika tepkimesi gibi yararları nedeniyle inşaat ve madencilik endüstrisinde yaygın bir şekilde kullanılan temel yapı malzemeleridir [5]. Doğal (tras, zeolit, pomza, volkanik tüfler gibi) ve yapay (uçucu kül, yüksek fırın cürufu, taban külü, silis dumanı gibi) puzolanik malzemeler, çimento, beton ve dolgu teknolojisinde hem düşük maliyet hem de çevre dengesi için vazgeçilmez bir unsur olarak yerini almaktadır [6]. Puzolanlar, bünyelerinde özellikle aktif silis gibi kolloidal bileşikleri fazla miktarda bulunduran malzemeler [7] oldukları için hidrasyon sonucu ortaya çıkan kalsiyum hidroksiti ($Ca(OH)_2$) bağlayarak çimento içerikli malzemelerin dayanımına katkıda bulunur [8].

Yüksek fırın cürufu (YFC); demir üretimi esnasında yan ürün olarak üretilen bir yan sanayi ürünüdür. Demir üretimi için yüksek fırında ortalama 1500°C sıcaklıklara kadar ısıtılan demir cevheri, kok kömürü ve kireçtaşı karışımı eriyik hale geldikten sonra özgül ağırlıklarından dolayı eriyik demir fırının alt kısmından alınırken daha hafif olan cüruf ise üst kısımdan alınır. Alınan eriyik cüruf su ile ani soğutulduğunda çok hızlı bir şekilde parçalanır ve bu işlemde dolayı puzolanik özellik (bağlayıcılık) kazanır [9]. YFC'nin kimyasal özellikleri incelendiğinde temel olarak $CaO-SiO_2-MgO-Al_2O_3$ sistemlerinden meydana geldiği bilinmektedir. YFC genel itibari ile camı fazdan oluşmasına rağmen yüksek fırın operasyonuna ve soğutulma şekline bağlı olarak, gehlenite ($2CaO.Al_2O_3.SiO_2$), mervinit ($3CaO.MgO.2SiO_2$) ve akermanite ($2CaO.MgO.2SiO_2$) gibi bazı kristal fazlar da içerebilmektedir [10]. YFC'nin hidrolik bağlayıcı özellik kazanabilmesi; cürufun kimyasal kompozisyonuna, inceliğine ve içerisindeki camı yapı miktarına bağlıdır [11].

Perlit, mineralojik karakter bakımından %3-10 oranında kristalleşmiş minerallere sahip olan ve obsidyen parçacıkları içeren asidik karakterli volkanik bir camdır. Amorf yapısı ve yüksek SiO₂, Al₂O₃ ve Fe₂O₃ içeriği sebebiyle doğal puzolan sınıfında yer almaktadır [5, 12]. Isıyla genleşme özelliği olan malzeme genişletildiğinde çok hafif ve gözenekli hale geçer. Ancak perlitin aktif CaO eksikliğinden dolayı puzolanik karakteristiği olmasına rağmen çimentolaşma yeteneği çok az veya hiç yoktur. Bu yüzden perlit uygun su içeriğinde ve normal ortam sıcaklığında kireç ve çimento gibi yüksek CaO içeren materyallerle karıştırıldığında bu eksikliği giderilebilmektedir [13].

Beton ve macun dolgu alanlarında bağlayıcı yerine belirli oranlarda yüksek fırın cürufu ve perlitin ikame olarak kullanımına yönelik çeşitli çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Emiroğlu ve arkadaşları [6] Portland çimentosu (CEM I 42,5 R) yerine belirli oranlarda (%10, %20 ve %30) YFC ikame edilmesiyle hazırladıkları beton numunelerini basınç dayanımı deneyine tabi tutmuşlar ve ikame oranının artmasıyla basınç dayanımlarının sırasıyla %20, %40 ve %48 oranında düştüğünü belirlemişlerdir. Bunun sebebini, kullanılan YFC'nin incelik ve yüzey alanı değerlerinin Portland çimentosuna göre daha az olmasıyla ilişkilendirmişlerdir. Macun dolgu alanında yapılan çalışmalarda; Benzaazoua ve arkadaşları [14] Portland çimentosu (PÇ) yerine %80 oranında yüksek fırın cürufu (YFC) ikamesinin %5-16 sülfür içeriğine sahip atıklar için uygun olduğunu belirtmiştir. Diğer bir çalışmada sülfürce zengin (%26 S) atıklar kullanılarak %50 YFC ikameli macun dolgu numuneleri hazırlanmış ve numunelerin 28 günlük kür süresi sonunda 2,2 kat daha yüksek dayanım ürettiği gözlemlenmiştir [15]. Diğer araştırmacılar bağlayıcı olarak %20 PÇ + %80 YFC kullanılarak hazırlanan macun dolgu numunelerinin en yüksek dayanımı sağladığını ve mikroyapı açısından numunelerin gözeneklerinde boyut küçülmesi olduğunu [16] ve YFC ile portlandit [Ca(OH)₂] arasındaki puzolanik reaksiyon sonucu oluşan ikincil hidratasyon ürünü (C-S-H vb.) nedeniyle YFC içeren macun dolgu

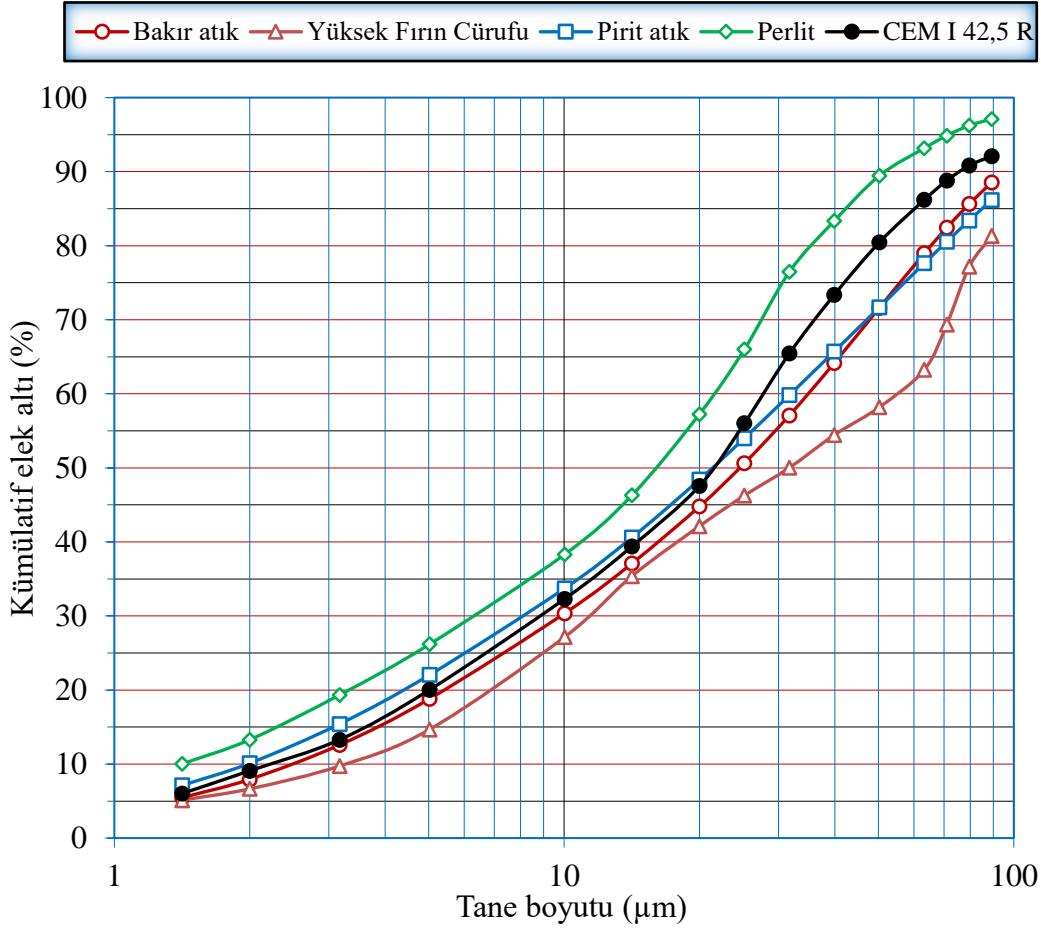
numunelerinin en düşük gözenekliliğe ve ince gözenek yapısına sahip olduğunu [17] belirtmişlerdir. Yu ve arkadaşları [18] öğütülmüş perlitin puzolanik aktivitesinin betonun basınç dayanımına etkisini inceledikleri çalışmalarında bağlayıcı yerine farklı oranlarda (%10, %15, %20, %25, %30 ve %40) öğütülmüş perlit ikamesi kullanarak beton numuneleri hazırlamışlar ve 3, 28 ve 91 günlük kür süreleri sonunda basınç dayanımına tabi tutmuşlardır. Sonuçlar incelendiğinde erken kür süresinde (3 gün) kontrol beton numuneleri perlit ikameli betonlara göre daha yüksek basınç dayanımı üretirken özellikle 91 gün sonunda tüm ikame oranlarında perlitli betonların dayanımı kontrol numunesini geçmiştir. Bulut ve Tanaçan [5] perlitin puzolanik aktivitesini ve hazırlanan harçların dayanıma etkisini araştırdıkları çalışmalarında perlitin ağırlıkça ikame oranı artırıldığında basınç dayanımlarının azaldığını bildirmişlerdir.

Bu çalışmada, Portland çimentosu yerine ağırlıkça %20 oranında öğütülmüş yüksek fırın cürufu (YFC) ve perlit (P) ikame edilerek hazırlanan macun dolgu numunelerinin 7, 14, 28 ve 56 günlük kür süreleri sonunda tek eksenli basınç dayanımı ve gözeneklilik (porozite) deneyleri yapılarak YFC ve P ikamesinin dolgu numunelerinin mekanik ve mikroyapı özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Atık Malzeme

Çimentolu macun dolgu, kısaca atık, bağlayıcı ve karışım suyundan meydana gelmektedir. Deneysel çalışmalarda kullanılan atık malzemeler (pirit atık ve bakır atık) Etibakır Kastamonu-Küre İşletmesi cevher hazırlama tesisi çıkışından alınmış ve 500 kg kapasiteli varillere doldurularak Macun Dolgu Laboratuvarına getirilmiştir. Malvern Mastersizer ile atıklar üzerinde yapılan tane boyut dağılımı analizi sonuçlarına göre 20 µm altı malzeme miktarları pirit atık ve bakır atık için sırasıyla ağırlıkça %48,41 ve %44,79 olarak belirlenmiştir (Şekil 1).



Şekil 1. Atık malzemelerin, bağlayıcı ve puzolanların tane boyut dağılımı

20 µm altı malzeme miktarlarına göre pirit ve bakır atık orta boyutlu (-20µm: %35-60) macun dolgu malzemesi sınıfına girmektedir. Atık malzemelerin kimyasal bileşimini belirlemek için spektrofotometre ve atomik adsorbsiyon spektrometre (AAS) yöntemleri kullanılmış ve sonuçlar Çizelge 1'de verilmiştir. Atık malzemelerin kimyasal bileşimlerine bakıldığında her iki atık tipinde de baskın olarak demir (III) oksit (Fe_2O_3), silisyum dioksit (SiO_2) minerali bulunduğu, X-ışınları difraktometre (XRD) cihazı kullanılarak elde edilen mineralojik bileşimlerine bakıldığında ise genel olarak atıklar içerisinde kuvars, muskovit, albit, klorit gibi silikat grubu minerallerinin ve baskın olarak pirit (FeS_2) mineralinin bulunduğu belirlenmiştir.

2.2. Bağlayıcı Malzeme ve Puzolanlar

Deneysel çalışmalarda bağlayıcı malzeme olarak; Akçansa çimento fabrikasından temin edilen Portland çimentosu (CEM I 42,5R) kullanılmıştır. Bağlayıcı yerine belirli oranlarda (ağırlıkça %20) ikame olarak kullanılan puzolanlardan yüksek fırın cürufu, Kardemir demir-çelik fabrikasından, perlit ise Erper Erzincan Maden İşletmesi'nden temin edilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan bağlayıcı malzeme ve puzolanların tane boyut dağılımları Şekil 1'de, fiziksel ve kimyasal özellikleri ise Çizelge 1'de verilmiştir. Bağlayıcı malzeme (Portland çimentosu: CEM I 42,5R) ve puzolanlar (yüksek fırın cürufu ve perlit) fiziksel açıdan yeterli inceliğe ($\geq 3000 \text{ cm}^2/\text{g}$) sahiptir.

Çizelge 1. Atık, bağlayıcı ve puzolanların fiziksel ve kimyasal özellikleri

Özellikler	Bakır atık (%)	Pirit atık (%)	CEM I 42,5R (%)	Yüksek Fırın Cürufu (%)	Perlit (%)
Kimyasal bileşim					
SiO ₂	19,83	31,68	20,57	40,44	73,32
Al ₂ O ₃	5,59	9,13	4,81	11,67	13,27
Fe ₂ O ₃	45,43	33,06	3,67	0,66	1,22
MgO	2,30	3,99	1,35	6,00	0,06
CaO	2,20	3,50	65,27	36,42	0,84
Na ₂ O	0,36	0,79	0,41	0,28	4,09
SO ₃	-	-	2,97	1,62	-
K ₂ O	0,29	0,38	0,85	1,25	4,40
TiO ₂	0,39	0,67	0,45	1,01	0,02
P ₂ O ₅	0,03	<0,01	0,13	<0,01	0,01
MnO	0,07	0,08	0,11	2,01	0,06
Cr ₂ O ₃	0,023	0,035	0,075	0,007	0,003
Serbest CaO	-	-	1,19	-	-
Reaktif SiO ₂	-	-	-	39,25	-
Kızdırma kaybı	22,7	16,0	2,1	0,20	0,70
Toplam	99,21	99,33	99,90	99,87	100,03
Sülfür içeriği (S ⁻²) (%)	29,12	16,88	-	-	-
Pirit içeriği (FeS ₂) (%)	54,60	31,65	-	-	-
Fiziksel özellikler					
Özgül ağırlık (g/cm ³)	3,87	3,37	3,14	2,89	2,34
Özgül yüzey alanı (cm ² /g)	3110	4440	4335	4550	4260

2.3. Numunelerin Hazırlanması

Atık malzemeler, bağlayıcı (Portland çimentosu) malzeme, puzolan malzemeleri (ikame olarak) ve karışım suyu kullanılarak ağırlıkça %7 bağlayıcı oranı ve 19,05 cm çökme (akışkanlık) değerinde macun dolgu numuneleri hazırlanmıştır. Macun

dolgu karışımında kullanılan puzolanlar karışım içerisine Portland çimentosu yerine ağırlıkça %20 olarak ilave edilmiştir. Karışımların çökme (akışkanlık) değerine (19,05 cm) göre pirit atık ve bakır atık ile hazırlanan dolgu karışımlarının katı oranları sırasıyla ağırlıkça %74,71 ve %77,25 olarak belirlenmiştir (Çizelge 2).

Çizelge 2. Numunelerin hazırlanmasında kullanılan deneysel çalışma koşulları

Atık tipi	Numune adı	Katı oranı (Ağr. %)	Bağlayıcı oranı (Ağr. %)	İkame oranı (Ağr. %)			Çökme (cm)	Numune sayısı (84)
				PÇ	YFC	P		
Pirit atık	KONTROL	74,71	7,0	100	-	-	19,05	14
	%20 YFC			80	20	-		14
	%20 P			80	-	20		14
Bakır atık	KONTROL	77,25		100	-	-		14
	%20 YFC			80	20	-		14
	%20 P			80	-	20		14

Karışımın (atık malzeme, bağlayıcı ve su) homojen bir şekilde hazırlanması için karıştırma işlemi 105 devir/dk'lık dönme hızında 7 dakika süreyle yapılmıştır. Hazırlanan dolgu karışımları 5x10 cm boyutlu drenajlı silindirik macun dolgu kalıplarına

yerleştirilmiş ve %80 nem oranına ve 20°C sıcaklığa sahip macun dolgu kür odasında 7, 14, 28 ve 56 günlük kür sürelerinde bekletilmiştir. Tek eksenli basınç dayanımı deneyinde her bir kür süresi için 3 adet olmak üzere iki farklı atık tipinde

toplam 72 adet, gözeneklilik (porozite) deneyi için 7 ve 56 günlük kür sürelerinde 1'er adet olmak üzere toplam 12 adet numune hazırlanmıştır (Şekil 2).



Şekil 2. Macun dolgu numunelerinin görünümü

2.4. Tek Eksenli Basınç Dayanımı Deneyi

Macun dolgu numunelerinin tek eksenli basınç dayanımı deneyi, ASTM C 39 [19] tarafından önerilmiş yöntemle Şekil 3'de görüldüğü gibi önceden belirlenen kür süreleri sonunda yük kapasitesi 50kN ve 0,5 mm/dk'lık bir yükleme hızına sahip ELE marka bilgisayar kontrollü basınç ve deformasyon ünitesinde gerçekleştirilmiştir.



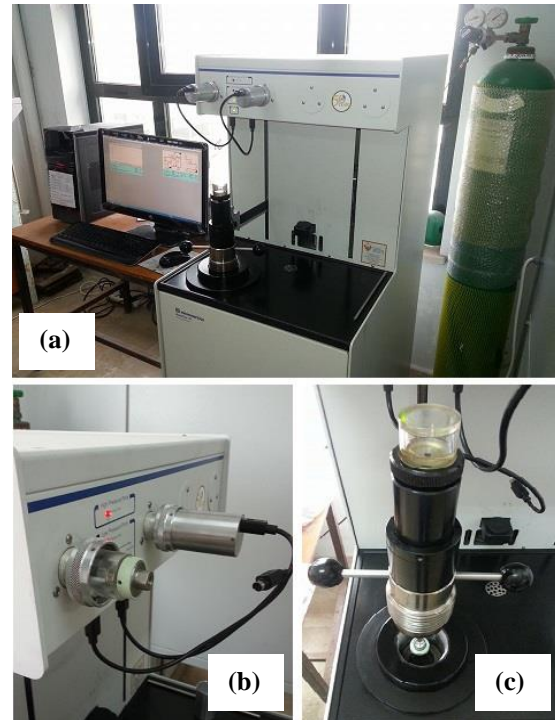
Şekil 3. Tek eksenli basınç dayanımı deneyi

Örneklerin alt ve üst yüzeyleri deneyler öncesinde düzeltilmiştir. Her bir kür süresi için 3 adet numune deneye tabi tutulmuş ve sonuçlar bu numunelerden elde edilen değerlerin ortalaması olarak alınmıştır. Çalışmalarda numunelerin

dayanım değerlendirilmesinde; kısa (28 günlük kür süresi) dönem kritik dayanım değerleri 1,0 MPa olarak esas alınmaktadır [20].

2.5. Gözeneklilik (Porozite) Analizleri

Bu çalışmada dolgu numunelerinin 7 ve 56 günlük kür süresi sonundaki gözeneklilik (porozite) değişimlerinin incelenmesi amacıyla gözeneklilik deneyleri gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla hazırlanmış dolgu numuneleri kür süresi sonunda ağırlıklarının sabitlenmesi amacıyla 50°C'de 36 saat süreyle etüvde kurutulmuş ve sonrasında nemden etkilenmemesi için desikatöre konularak soğutulmuştur. Gözeneklilik deneyi için hazır hale gelen numunelerin analizleri, mikro gözeneklere (<0,003 µm) civa (Hg) intrüzyonunu sağlayacak şekilde 0-414 MPa (60,000 psi) aralığında hidrostatik basınç özelliğine sahip Micromeritics Autopore IV 9410 model civalı Porozimetre (MIP) cihazı kullanılarak ASTM D 4404-10 [21] standardına göre gerçekleştirilmiştir (Şekil 4a).



Şekil 4. Bilgisayar kontrollü MIP cihazı (a), alçak (b) ve yüksek basınç ünitesi (c)

Civalı Porozimetre (MIP) cihazında gözeneklilik deneyi iki aşamalı olarak gerçekleştirilmektedir. İlk aşamada içerisinde numune bulunan penetrometre alçak basınç ünitesine yerleştirilir (Şekil 4b), numune içinde bulunan gazlar buharlaştırılır, penetrometre civa ile doldurulur ve 7-345 kPa arası basınca kadar gözenek ölçümü yapılır. Daha sonra civa dolu penetrometre yüksek basınç ünitesine yerleştirilir (Şekil 4c) ve 414 MPa (60.000 psi)'a kadar basınç uygulanarak numune içerisindeki gözeneklilik miktarı belirlenir. Deneysel çalışmalarda civa (Hg) yüzey çekimi 0,485 N/m ve civa ile numune yüzeyleri arasındaki kontak açısı 130° olarak alınmıştır [16, 22, 23]. Analizde kullanılacak numune boyutu, penetrometre hacmine bağlı olarak belirlenmiştir. MIP analizleri üretici firmalar tarafından önerilen penetrometre sapı hacmi (%25<stem volume<90) aralığına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

Analizler sonucunda gözenek karakterizasyonu değerlendirmeleri, Uluslararası Kuramsal ve Uygulamalı Kimya Sınıflaması Birliği'nin [24] çimentolu malzemeler için önerdiği gözenek boyutu sınıflamasına göre yapılmıştır. Bu sınıflamada 0,002 µm'den küçük çapa sahip gözenekler minik gözenek, 0,002-0,05 µm arası çapa sahip gözenekler orta boyutlu gözenek, 0,05 µm'den büyük çapa sahip gözenekler ise büyük boyutlu gözenek olarak adlandırılmıştır. MIP deneyleri ile orta ve büyük boyutlu gözenekler ölçülebilmektedir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

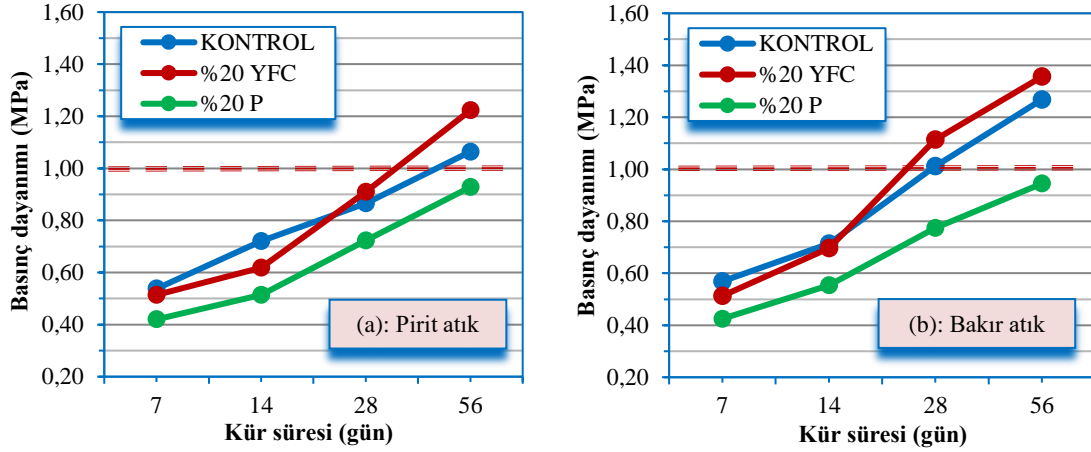
3.1. Mekanik Özelliklere Etkisi

Şekil 5'te pirit atık (a) ve bakır atık (b) kullanılarak %7 bağlayıcı oranında, sadece Portland çimentosu (kontrol) ve Portland çimentosuna ağırlıkça %20 oranında YFC ve perlit ikame edilerek hazırlanan çimentolu macun dolgu numunelerinin 7, 14, 28 ve 56 günlük kür süresi sonunda gerçekleştirilen tek eksenli basınç dayanımı (TEBD) sonuçları verilmiştir. Hazırlanan bütün macun dolgu numunelerinin basınç dayanımları karışım özellikleri ve atık tipinden bağımsız olarak kür süresinin artmasıyla birlikte artmıştır. Her iki atık tipinde erken kür sürelerinde (7-14 gün) Portland çimentosu (kontrol) ile

hazırlanan numunelerin YFC ve P ikameli dolgu numunelerine göre daha yüksek basınç dayanımı ürettiği belirlenmiştir (Şekil 5a,b). Bu durum puzolanların (yüksek fırın cürufu, perlit vb.) hidrasyon ısılarının daha düşük olmasından dolayı erken kür sürelerinde dayanım kazanımlarının oldukça yavaş olabileceği ile açıklanabilir [25]. İlerleyen kür sürelerinde (28-56 gün) ise YFC ikameli numunelerin kontrol numunelerini yakalayarak geçtiği açıkça görülmektedir ve bu YFC'nin puzolanik aktivitesi ile ilişkilendirilebilir [26]. Ayrıca YFC ile portlandit [Ca(OH)₂] arasındaki puzolanik reaksiyon sonucu oluşan ikincil hidrasyon ürünü (C-S-H vb.) nedeniyle YFC içeren macun dolgu numunelerinin en düşük gözenekliliğe ve ince gözenek yapısına sahip olduğu belirtilmiştir [17]. Bu çalışma ile benzer sonuçların elde edildiği başka bir çalışmada ise Türkmen ve arkadaşları [27] Portland çimentosu yerine belirli oranlarda (%10-30) YFC kullanarak beton numuneleri hazırlamışlar ve 7 gün sonunda Portland çimentolu (kontrol) betonların daha yüksek dayanım ürettiğini fakat 28 ve 90 günde YFC'li betonların basınç dayanımlarının kontrol numunelerini geçtiğini belirtmişlerdir. Perlit (P) ikameli dolgu numuneleri ise her iki atık tipinde kontrol ve YFC'li numunelere göre bütün kür sürelerinde daha düşük basınç dayanımı üretmiştir (Şekil 5a,b). Çalık [13] perlitin düşük dayanım üretmesini, perlitin puzolanik özelliğinin olmasına rağmen aktif CaO içeriğinin Portland çimentosu ve YFC'ye göre oldukça düşük olması ve bu nedenle bağlayıcılık özelliğinin yetersiz kalması ile ilişkilendirmiştir (Çizelge 1). Ayrıca perlitin özgül yüzey alanı (4260 cm²/g<4335-4550 cm²/g) Portland çimentosu ve YFC'ye göre daha düşüktür. Şekil 5 incelendiğinde genel olarak bakır atık ile hazırlanan dolgu numunelerinin pirit atık ile hazırlanan numunelere göre daha yüksek basınç dayanımı ürettiği görülmektedir. Bu, atık malzemelerin fiziksel ve kimyasal analiz sonuçlarına göre bakır atığın daha düşük silikat içeriğine (SiO₂ + Al₂O₃ = %25,4<%40,8) sahip olmasından dolayı daha düşük su tutma kapasitesi ve daha düşük ince boyutlu tane içeriğine (-20 µm = %44,79<%48,41) sahip olması gibi nedenlere dayandırılabilir [28] (Şekil 1 ve Çizelge 1). 28 günlük kritik dayanım değerleri incelendiğinde

bakır atık ile hazırlanan kontrol (1,01 MPa) ve YFC (1,11 MPa) ikameli numunelerin kritik dayanım değerini geçtiği görülmekte iken pirit atık

ile hazırlanan numunelerin yeterli dayanım kazanımını ($TEBD \geq 1,0$ MPa) sağlayamadığı belirlenmiştir [20] (Şekil 5).

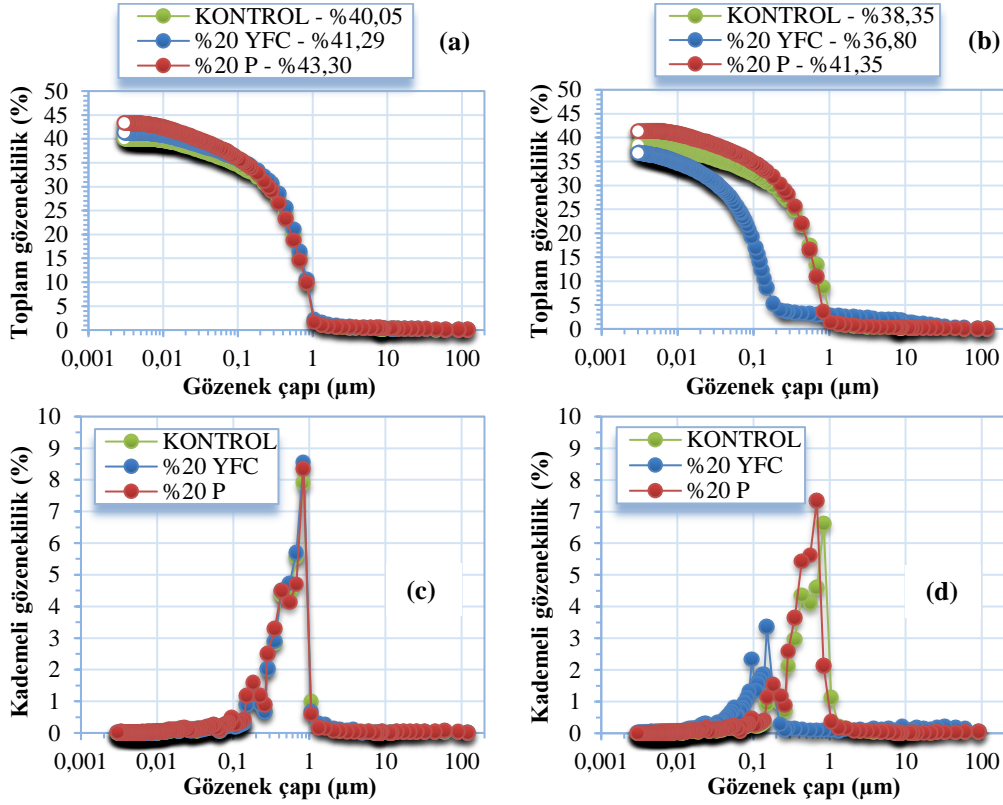


Şekil 5. Yüksek fırın cürufu (YFC) ve perlit (P) ikamesinin tek eksenli basınç dayanımına etkisi

3.2. Mikroyapı Özelliklerine Etkisi

Pirit atık (PA) ve Bakır atık (BA) kullanılarak Portland çimentosu (Kontrol) ve Portland çimentosuna %20 YFC ve P ikame edilerek hazırlanan macun dolgu numunelerinin toplam (kümülatif) ve kademeli (artımlı) gözenekliliklerinin (porozitelerinin) değişimi Şekil 6 ve 7'de, gözenek gelişimleri ile ilgili teknik parametreler ise Çizelge 3'de gösterilmiştir. Kür süresinin 7'den 56 güne artmasıyla birlikte tüm karışım özelliklerinde atık tipinden bağımsız olarak dolgu numunelerinin toplam gözeneklilik değerlerinin düştüğü açıkça görülmektedir (Şekil 6a,b ve 7a,b). Kür süresinin artmasıyla birlikte dolgu bünyesinde daha fazla bağlayıcı hidratasyon ürününün üretildiği ve bu hidratasyon ürünlerinin gözenekliliği düşürdüğü, gözeneklerin azalmasına/küçülmesine yardımcı olarak dayanım kazanımına katkı sağladığı belirtilmiştir [17]. Macun dolgu numunelerinin gözeneklilik değişimleri incelendiğinde 7 günde kontrol numunelerinin toplam gözeneklilik değerinin YFC ve P ikameli numunelere kıyasla daha düşük çıktığı görülmüştür. Fakat 56 gün sonundaki gözeneklilik değişimleri karşılaştırıldığında geçen süre içerisinde atık tipinden bağımsız olarak YFC'li numunelerin büyük boyutlu gözenek

miktarlarının kontrol ve P ikameli numunelere göre daha fazla azaldığı ve bu sayede toplam gözenekliliğinin düştüğü belirlenmiştir (Şekil 6a,b ve 7a,b) (Çizelge 3). Gözeneklilik değişimi farklılığının sebebi, Portland çimentosunun kimyasal bileşiminden dolayı erken kür sürelerinde daha hızlı bir hidratasyon süreci geçirmesi ve daha fazla hidratasyon ürününün meydana gelmesi olabilirken [3] ilerleyen kür sürelerinde YFC'li numunelerdeki gözeneklilik düşüşünün daha fazla olması YFC'nin puzolanik özelliğinden dolayı dolgu numunesi içerisindeki boşlukları doldurması olabilir. Dolgu numunelerinin (Kontrol, %20 YFC ve %20 P) 7-56 gün arasındaki gözeneklilik değişimleri analiz edildiğinde PA'da sırasıyla %4,24, %10,87 ve %4,50 oranında, BA'da ise %5,80, %14,85 ve %6,41 oranında azalma meydana gelmiştir. Perlit (P) ikameli dolgu numunelerinin toplam gözeneklilik değerleri ise 7 ve 56 gün sonunda diğer numunelere göre daha yüksek çıkmıştır. Bu durum, perlitin puzolanik özellik göstermesine karşın YFC'ye kıyasla çok daha düşük CaO içeriğine (Çizelge 1) sahip olması ve yüksek hidratasyon ısısına ihtiyaç duymasından dolayı ilave hidratasyon ürünleri (C-S-H) üretmemesi sonucu ilerleyen kür sürelerinde büyük boyutlu gözeneklerin (Çizelge 3) azalmamasıyla ilişkilendirilebilir [13].



Şekil 6. PA kullanılan CPB'nin 7 (a,c) ve 56 (b,d) gündeki toplam (a,b) ve kademeli (c,d) gözeneklilik değişimleri

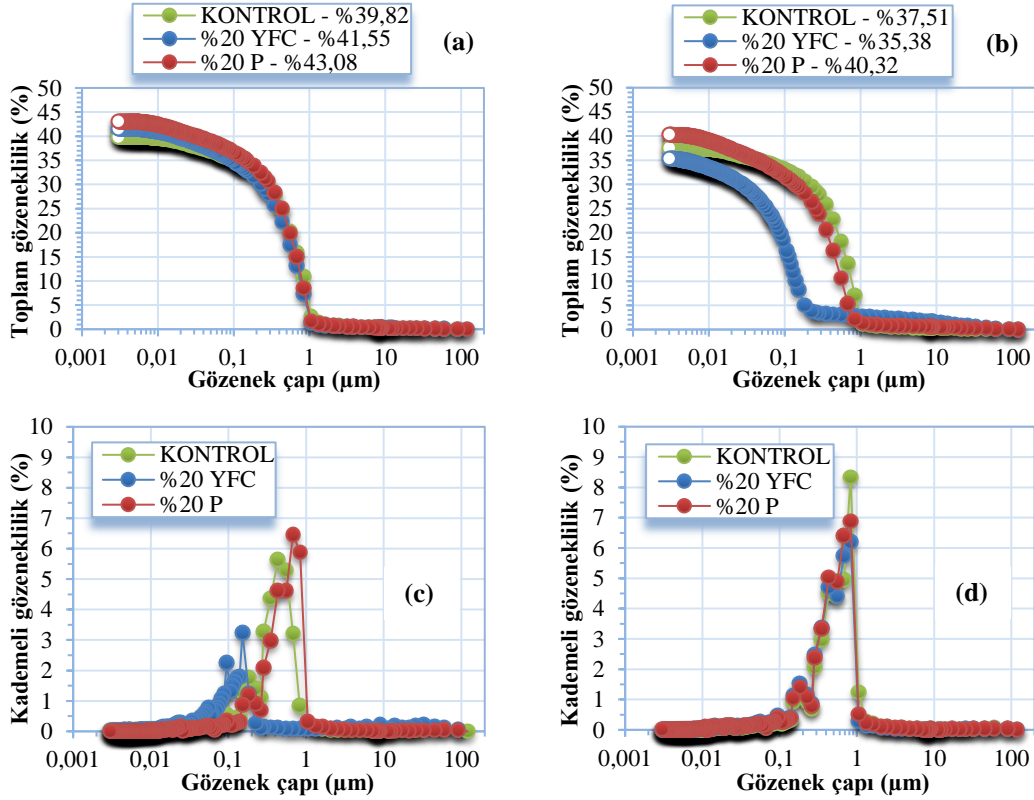
Ghirian ve Fall [29] bağlayıcı hidrasyonu prosesinde kaynaklanan gözenek yapısı gelişiminin MIP sonuçlarının incelenmesiyle anlaşılabilirliğini bildirmişlerdir. Bu bağlamda 7 ve 150 günlük numunelerin sonuçlarını analiz ettiklerinde 7 günde 1-3 µm arasındaki gözenek dağılımının %71 iken 150 günde gözenek dağılımının daha ince boyuta doğru yön değiştirmiş ve 0,5-1 µm arası dağılımın %59 olduğunu ve 150 günde dolgu numunelerinde küçük gözenek gelişiminin (<0,5 µm) arttığını belirlemişlerdir. Bu çalışmada PA'da orta boyutlu (0,02-0,05 µm) ve büyük boyutlu (>0,05 µm) gözeneklerin gelişimi incelendiğinde 7 günde kontrol ve YFC'li numunelerin büyük boyutlu gözenek dağılımı %91 iken 56 günde büyük boyutlu gözenek dağılımları azalarak %89 ve %73 olarak gerçekleşmiştir. Buna karşın 56 günde orta boyutlu gözenek dağılımları

karşılaştırıldığında kontrol numunelerin dağılım değeri %5 iken YFC'li numunelerin dağılım değeri %15 olarak belirlenmiştir. BA ile hazırlanan numunelerde de benzer sonuçlar elde edilmiştir. Bu gelişim, gözenek yapısını küçülten ve yoğunlaştıran bağlayıcı hidrasyon ürünlerinden kaynaklı küçük gözeneklerin doldurulması ile ilişkilendirilebilir [29].

Atık malzemenin 20 µm altı malzeme miktarı macun dolgunun mikroyapısı (toplam gözeneklilik, boşluk oranı vb.) için kritik öneme sahiptir. Toplam (kümülatif) gözenekliliğin atığın ince boyutlu tane içeriğinin artmasıyla artma eğiliminde olduğu bildirilmiştir [30, 31]. Şekil 6a,b ve 7a,b incelendiğinde PA'nın ince boyutlu tane (%48,4 > %44,8) içeriğinin BA'ya göre daha yüksek olmasından dolayı PA ile hazırlanan dolgu numunelerinin tüm kısım özelliklerinde (PA'da

%20 YFC'li 7 günlük numune hariç) 7 ve 56 gün sonunda toplam gözeneklilik değerlerinin BA'lı

numunelere kıyasla daha yüksek olduğu görülmektedir (Çizelge 3).



Şekil 7. BA kullanılan CPB'nin 7 (a,c) ve 56 (b,d) gündeki toplam (a,b) ve kademeli (c,d) gözeneklilik değişimleri

Çizelge 3. Dolgu numunelerinin gözenek gelişimleri ile ilgili teknik parametreler

Atık tipi	Numune adı	Kür süresi (gün)	Toplam gözeneklilik (%)	Toplam gözeneklilik (%)	
				^(a) Orta boyutlu gözenek (%)	^(b) Büyük boyutlu gözenek (%)
PA	KONTROL	7	40,05	2,22	36,45
	%20 YFC		41,29	2,04	37,59
	%20 P		43,30	2,50	38,38
PA	KONTROL	56	38,35	2,15	34,42
	%20 YFC		36,80	5,51	27,11
	%20 P		41,35	2,39	37,11
BA	KONTROL	7	39,82	1,99	36,84
	%20 YFC		41,55	2,55	37,20
	%20 P		43,08	2,24	38,82
BA	KONTROL	56	37,51	1,84	34,72
	%20 YFC		35,38	5,43	26,06
	%20 P		40,32	2,89	34,46

^(a)Orta boyutlu gözenek: 0,02-0,05 µm arasındaki gözeneklerin gözeneklilik değeri

^(b)Büyük boyutlu gözenek: 0,05 µm'den büyük gözeneklere ait gözeneklilik değeri

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada Kastamonu-Küre Etibakır İşletmeleri cevher zenginleştirme tesisi çıkışından alınan Pirit atık ve Bakır atık kullanılarak sadece Portland çimentosu (kontrol) ile ve Portland çimentosuna sırasıyla %20 yüksek fırın cürufu (YFC) ve Perlit (P) ikame edilerek 5x10 cm boyutlu silindirik macun dolgu numuneleri hazırlanmıştır. 7, 14, 28 ve 56 günlük kür süreleri sonunda tek eksenli basınç dayanımı deneyleri ile 7 ve 56 günlük kür süreleri sonunda gözeneklilik (porozite) deneyleri gerçekleştirilerek puzolanların (YFC ve Perlit) macun dolgunun mekanik ve mikroyapı özelliklerine etkisi incelenmiştir. Genel olarak kür süresinin artmasıyla tüm karışım özelliklerinde ve atık tipinden bağımsız olarak dolgu numunelerinin basınç dayanımı artmıştır. Karışım özelliklerinin etkisi karşılaştırıldığında erken kür sürelerinde (7-14 gün) kontrol dolgu numuneleri YFC ve P'li numunelere kıyasla daha yüksek basınç dayanımı üretirken ilerleyen kür sürelerinde (28-56 gün) YFC'li numuneler kontrol numunelerini yakalayarak geçmiştir. Perlit (P) ikameli numunelerin basınç dayanımı ise tüm kür sürelerinde daha düşük seyretmiştir. Mikroyapı özelliklerinin değerlendirilmesi için yapılan gözeneklilik (porozite) deneylerine göre; basınç dayanımı sonuçlarıyla benzer olarak YFC ikameli dolgu numunelerinin gözenekliliği 7 günde kontrol numunelerine göre daha yüksek, 56 günde ise büyük boyutlu gözeneklerin orta boyutlu gözeneklere dönüşmesiyle birlikte daha düşük çıkmıştır. P ikameli dolgu numunelerinin gözeneklilik değerlerinde ise kür süresiyle birlikte daha az düşüş meydana gelmiştir.

Sonuç olarak yüksek fırın cürufunun macun dolguda belirli oranlarda bağlayıcı yerine kullanılmasıyla dolgunun mekanik ve mikroyapı özelliklerinde iyileşme meydana geldiği açıkça görülmüştür. Bu sayede macun dolgu işletme maliyetlerinde büyük bir payı olan bağlayıcı (çimento) giderlerinde bir miktar tasarruf yapılabileceği düşünülmektedir.

5. KAYNAKLAR

1. Yumlu, M., 2010. Pastefill - Becoming a Feasible and Popular Option for Ensuring Recovery of High Grade Deposits, Cobar Mining Seminar 2010, The Australasian Institute of Mining & Metallurgy, p. 26, New South Wales, Australia.
2. Erçikdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Devenci, H., 2012. Tesis Atıklarının Yönetiminde Macun Dolgu Teknolojisi, Madencilik Türkiye, 24, s. 54-59.
3. Yılmaz, T., 2013. Numune Boyutunun Macun Dolgu Dayanımına ve Ultrasonik P- Dalga Hızına Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, s. 91, Trabzon.
4. Yılmaz, T., Erçikdi, B., 2016. Predicting the Uniaxial Compressive Strength of Cemented Paste Backfill from Ultrasonic Pulse Velocity Test, Nondestructive Testing and Evaluation, 31,3, p. 247-266.
5. Bulut, Ü., Tanaçan, L., 2009. Perlitin Puzolanik Aktivitesi, İTÜ Dergisi/a Mimarlık, Planlama, Tasarım, 8,1, s. 81-89.
6. Emiroğlu, M., Koçak, Y., Subaşı, S., 2011. Yüksek Fırın Cürufunun Betonun Fiziksel ve Mekanik Özelliklerine Etkisi, 6th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11), 16-18 May 2011, Elazığ, Turkey, p. 113-117.
7. Topçu, İ.B., 2006. Beton. TMMOB İnşaat Mühendisleri Odası Eskişehir Şubesi Yayını, No. 2, Eskişehir.
8. Poon, C.S., Lam, L., Kou, S.C., Lin, Z.S., 1999. A Study on The Hydration Rate of Natural Zeolite Blended Cement Pastes, Cement and Concrete Research, 13,8, p. 427-432.
9. Cihangir, F., 2016. Yüksek Fırın Cürufu, Üretimi, Özellikleri, Kullanım Alanları ve Sağladığı Avantajlar, International Black Sea Mining & Tunneling Symposium, 2-4 November 2016, Trabzon-Turkey, p. 361-368.
10. Li, C., Sun, H., Li, L., 2010. A Review: The Comparison Between Alkali-Activated Slag (Si+Ca) and Metakaolin (Si+Al) Cements, Cement and Concrete Research, 40,9, p. 1341-1349.

11. Tokyay, M., 2003. Cüruflar ve Cürüflü Çimentolar, Araştırmaların Gözden Geçirilmesi ve Durum Değerlendirmesi Raporu, TÇMB, Ankara, s. 47.
12. Erdem, T.K., Meral, Ç., Tokyay, M., Erdoğan, T.Y., 2007. Use of Perlite as a Pozzolan Addition in Producing Blended Cements, Cement and Concrete Composites, 29, s.13–21.
13. Çalık, Ü., 2012. Perlitin Puzolanik Katkı Olarak Kireç ile Birlikte Zemin Stabilizasyonunda Kullanımı, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, s.159, Trabzon.
14. Benzaazoua, M., Belem, T., Bussiere, B., 2002. Chemical Factors that Influence the Performance of Mine Sulphidic Paste Backfill, Cement and Concrete Research, 32,7, p.1133-1144.
15. Fall, M., Belem, T., Samb, S., Benzaazoua, M., 2007. Experimental Characterization of The Stress-Strain Behaviour of Cemented Paste Backfill in Compression, Journal of Materials Science, 42, p. 3914-3922.
16. Ouellet, S., Bussiere, B., Aubertin, M., Benzaazoua, M., 2007. Microstructural Evolution of Cemented Paste Backfill: Mercury Intrusion Porosimetry Test Results, Cement and Concrete Research, 37,12, p. 1654-1665.
17. Fall, M., Celestin, J. C., Pokharel, M., Toure, M., 2010. A Contribution to Understanding the Effects of Curing Temperature on the Mechanical Properties of Mine Cemented Tailings Backfill, Engineering Geology, 114, 3-4, p. 397–413.
18. Yu, L. H., Ou, H., Lee, L. L., 2003. Investigation on Pozzolan Effect of Perlite Powder in Concrete, Cement and Concrete Research, 33, p. 73–76.
19. ASTM C 39, 2012. Standard Test Method for Compressive Strength of Cylindrical Concrete Specimens, Annual Book of ASTM Standards, American Society of Testing Material.
20. M. Yumlu., 2001. Backfill Practices at Cayeli Mine. In Proc. of the International Mining Conference, Ankara, Turkey, p. 333–339.
21. ASTM D4404-10, 2010. Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry, Annual Book of ASTM Standards, American Society of Testing Material.
22. Cihangir, F., Akyol, Y., 2016. Mechanical, Hydrological and Microstructural Assessment of the Durability of Cemented Paste Backfill Containing Alkali-Activated Slag, International Journal of Mining, Reclamation and Environment, doi.org/10.1080/17480930.2016.1242183.
23. Zheng, J., Zhu, Y., Zhao, Z., 2016. Utilization of Limestone Powder and Water-Reducing Admixture in Cemented Paste Backfill of Coarse Copper Mine Tailings, Construction and Building Materials, 124, p. 31–36.
24. IUPAC, 1972. Manual of Symbols and Terminology. Appendix 2-Part 1: Colloid and Surface Chemistry, Journal of Pure and Applied Chemistry. 31, p. 578–593
25. Demirboğa, R., Türkmen, İ., Karakoç, M. B., 2004. Relationship between Ultrasonic Velocity and Compressive Strength for High-Volume Mineral-Admixed Concrete, Cement Concrete Res. 34, p. 2329–2336.
26. Ercikdi, B., Cihangir, F., Kesimal, A., Devenci, H., Alp, İ., 2009. Utilization of Industrial Waste Products as Pozzolan Material in Cemented Paste Backfill of High Sulphide Mill Tailings, Journal of Hazardous Materials 168, p. 848–856.
27. Türkmen, İ., Öz, A., Aydın, A. C., 2010. Characteristics of Workability, Strength and Ultrasonic Pulse Velocity of SCC Containing Zeolite and Slag, Scientific Research and Essays, 5,15, p. 2055-2064.
28. Ercikdi, B., Yılmaz, T., Külekçi, K., 2014. Strength and Ultrasonic Properties of Cemented Paste Backfill, Ultrasonics 54,1, p. 1386–1394.
29. Ghirian, A., Fall, M., 2014. Coupled Thermo-Hydro-Mechanical–Chemical Behaviour of Cemented Paste Backfill in Column Experiments: Part II: Mechanical, Chemical and Microstructural Processes and Characteristics, Engineering Geology, 170, p. 11–23.
30. Fall, M., Benzaazoua, M., Ouellet, S., 2005. Experimental Characterization of the Influence of Tailings Fineness and Density on the

- Quality of Cemented Paste Backfill, Minerals Engineering. 18,1, p. 41–44.
- 31.** Ercikdi, B., Baki, H., İzki, M., 2013. Effect of Desliming of Sulphide-Rich Mill Tailings on the Long-Term Strength of Cemented Paste Backfill, Journal of Environmental Management, 115, p. 5–13.