

Lif donatılı çimento esaslı kompozitlerde, lif dağılımının elektriksel bir yöntem ile tahribatsız ölçümü

Nilüfer ÖZYURT*, Mehmet A. TAŞDEMİR, Surendra P. SHAH**

İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Yapı Mühendisliği Programı, 34469, Ayazağa, İstanbul

Özet

Bu makalede lif donatılı çimento esaslı kompozitlerde lif dağılımı, reoloji ve mekanik özelliklerin ilişkilendirilmesi konulu tez çalışmasının bir bölümü anlatılmıştır. Lif donatılı çimento esaslı kompozitlerde (LDÇEK) lif dağılımının tahribatsız olarak ölçülebilmesi için elektriksel bir yöntem - Alternatif Akım – Empedans Spektroskopi (AA-ES) - kullanıldı. AA-ES kompozit malzemelerin çeşitli özelliklerinin araştırılması için yaygın bir şekilde kullanılan elektriksel bir yöntemdir. Son yıllarda bu yöntemden çimento esaslı malzemelerin çeşitli özelliklerinin araştırılması için faydalanılmaktadır. Bu çalışmada AA-ES'in taze ve sertleşmiş halde lif dağılımı karakteristiklerinin ölçülmesi için kullanılabilirliği araştırılmıştır. Son yıllarda yapılan araştırmalar sonucunda orta derecede iletken bir matris içerisinde yüksek iletkenlikli lifler kullanılması durumunda elde edilen empedans eğrilerinde çift-ark davranışı görüldüğü birçok araştırmacı tarafından belirtilmiştir. Bu çalışmada çift-ark özeliğinden faydalanılarak lif dağılımı karakteristiklerinin belirlenmesine çalışılmıştır. Lif yönlenmesi, lif segregasyonu ve lif topaklanması gibi farklı lif dağılımı sorunlarının tahribatsız olarak belirlenmesi için AA-ES ile ölçüm yapılmış ve elde edilen sonuçların değerlendirilmesi için bünyesel iletkenlik yaklaşımı kullanılmıştır. Üç farklı lif içeriği ve 2 farklı su/çimento oranı ile üretilen kübik numuneler üzerinde taze ve sertleşmiş halde AA-ES ölçümleri yapılmıştır. Taze haldeki ölçümler numunelerin üretilmesinden 25 dakika sonra başlatılmıştır. Sertleşmiş haldeki ölçümler ise 7. günde gerçekleştirilmiştir. Lif içeriği ve su/çimento oranının lif dağılımı karakteristikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar AA-ES'in farklı lif dağılımı sorunlarının tahribatsız ve hızlı bir şekilde tesbit edilmesi ve ölçülmesi için kullanılabileceğini göstermiştir.

Anahtar kelimeler: *Lif dağılımı, tahribatsız deneyler, lifli kompozit malzemeler, lif yönlenmesi, lif segregasyonu, lif topaklanması.*

*Yazışmaların yapılacağı yazar: Nilüfer ÖZYURT. ozyurtnil@itu.edu.tr; Tel: (212) 285 67 92.

**Surendra P. SHAH: Northwestern Üniversitesi, İleri Çimento Esaslı Malzemeler Araştırma Merkezi, 60208, Evanston, IL. Bu makale, birinci yazar tarafından İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Yapı Mühendisliği Programı'nda tamamlanmış olan "Lif donatılı çimento esaslı malzemelerde, lif dağılımı, reoloji ve mekanik başarımlılığın korelasyonu" adlı doktora tezinden hazırlanmıştır. Makale metni 21.02.2006 tarihinde dergiye ulaşılmış, 27.03.2006 tarihinde basım kararı alınmıştır. Makale ile ilgili tartışmalar 31.03.2007 tarihine kadar dergiye gönderilmelidir.

Non-destructive measurement of fiber dispersion in FRCs using an electrical method

Extended abstract

A thesis study is conducted to correlate, fiber dispersion, rheology, and mechanical performance of fiber-reinforced composite (FRC) materials. In this paper, a part of this study on the use of Alternating Current – Impedance Spectroscopy (AC-IS) to monitor various fiber dispersion issues in FRC materials is given. The AC-IS is an electrical characterization method that can be used for studying various properties of composite materials. It is commonly used for characterizing micro-structural properties of cement-based materials. In this study research is conducted to develop AC-IS to monitor fiber dispersion in conductive fiber-reinforced cement-based materials. The use of AC-IS to detect various fiber dispersion phenomena, such as fiber orientation, fiber segregation and fiber clumping is investigated. Experiments are also performed on the fresh FRC specimens to understand the ability of AC-IS to be used in the fresh state.

The use of AC-IS to characterize fiber dispersion is possible owing to a unique “dual-arc” behavior which occurs in the plots of impedance when highly conductive fibers are used in moderately conductive matrix materials. Conductive fibers act as insulating under low frequencies of alternating current, because of either an oxide film (e.g., on steel fibers) or a polarization layer (double layer/charge transfer resistance) forming at the fiber-electrolyte interface, while they are conducting under high frequencies of AC. This feature of conductive fibers makes it possible to obtain the conductivities of both the matrix material (σ_m) and composite system (fiber-matrix) (σ) by making only 1 AC-IS measurement. Conductivity of the composite system (σ) is dependent on the characteristics of fiber dispersion. By making use of this property, fiber dispersion characteristics of the FRCs are evaluated.

An intrinsic conductivity approach is used for obtaining fiber dispersion characteristics from experimental data. Matrix-normalized conductivity (σ/σ_m) of a specimen with randomly dispersed fibers can be calculated using intrinsic conductivity of fibers ($[\sigma]_{\Delta}$ - Intrinsic conductivity of a fiber can be calculated knowing only aspect ratio) and fiber volume content (φ) as given below:

$$\sigma / \sigma_m = 1 + [\sigma]_{\Delta} \varphi$$

In this paper, firstly, the fundamentals of AC-IS, the dual-arc behavior and intrinsic conductivity approach are given. Then fiber dispersion issues are classified into 3 categories: fiber orientation, fiber segregation and fiber clumping. Cubic specimens are cast with three different fiber volume contents (% 1, 2, 4) and 2 different water-to-cement ratios (0.30 and 0.35). Then, experiments are conducted to study various dispersion issues.

For fiber orientation AC-IS measurements from 3 reference directions of lab-size cubic specimens are obtained and the variations from random dispersion are calculated by comparing the results from the three directions. A tendency of fibers to be oriented in the plane (xy) vertical to the casting direction (z) is found for all the specimens. The severity of orientation is found to increase with increasing fiber content.

For fiber segregation a new local-probe technique is used. A cubic specimen is cast with all the fibers in the bottom 1/3 of the specimen and AC-IS measurements are obtained from different locations. Finally, measured σ/σ_m profile of the specimen is plotted and used to evaluate fiber segregation. Measured σ/σ_m values of the specimen are found to increase in the fiber-rich end of the specimen.

For fiber clumping, a dispersion factor (DF) is defined. The DF is based on comparing the normalized conductivity of and actual FRC (measured) to that of perfectly dispersed FRC (calculated – theoretical). The DF values are calculated for all specimens.

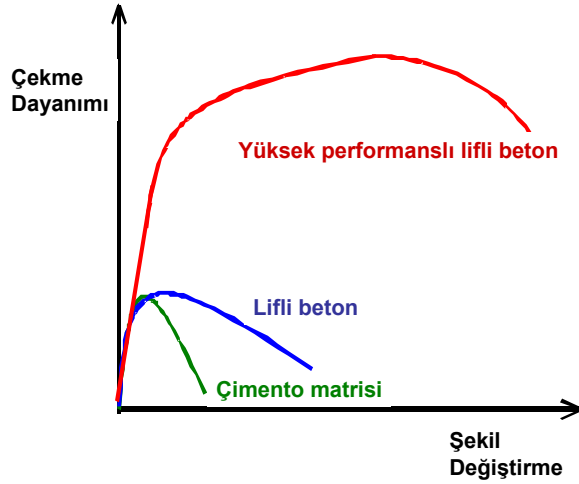
AC-IS is also used in order to monitor fiber dispersion in the fresh state. Measurements obtained in the fresh and hardened states are compared. Results are found to be similar confirming the ability of AC-IS to be used in the fresh state.

These results suggest that AC-IS can be a good candidate to be used in the field as a non-destructive and fast testing method.

Keywords: Fiber dispersion, non-destructive testing, fiber-reinforced composite materials, fiber orientation, fiber segregation, fiber clumping.

Giriş

Liflerin çimento esaslı malzemelerde kullanılmaya başlanmasıyla son 40 yılda inşaat endüstrisinde çok önemli gelişmeler olmuştur. Bu alanda çok yönlü araştırmalar yapılmış ve liflerin malzeme performansını artırmada birçok açıdan etkili olduğu belirtilmiştir (Shah vd., 2004). Liflerin kullanımı ile gevrek çimento esaslı malzemelerin sünek hale getirilmesi mümkün olmuştur (Tasdemir ve Bayramov, 2002). Şekil 1 çimento matrisi, lifli beton ve yüksek performanslı lifli betonların çekme gerilmesi altında davranışını göstermektedir. Görüldüğü gibi liflerin olmadığı durumda çimento matrisinin çekme dayanımı çok düşüktür ve gevrek davranış göstermektedir. Liflerin betona katılması ile süneklikte iyileşme elde edilir. Yüksek performanslı lifli betonlarda ise hem süneklik hem de çekme dayanımında çok üst düzeyde iyileşme elde edilebilir.



Şekil 1. Çimento esaslı malzemelerde çekme dayanımı – şekil değiştirme ilişkisi

Liflerin betona katılması ile eğilme dayanımında ve kırılma enerjisinde (Balaguru ve Shah, 1992) önemli iyileşmeler elde edilmesinin yanında, kayma dayanımında artma (Nawy, 2001), rötre çatlaklarında azalma (Shah vd., 1994, Sun vd., 2001), yorulma ve çarpma dayanımlarında (Banthia vd., 2003) iyileşme elde edilebilmektedir. Bu alanda kaydedilen gelişmelerle lif donatılı çimento esaslı malzemeler artık sadece taşıyıcılık gerektirmeyen uygulamalarda değil,

yarı taşıyıcı uygulamalarda da kullanılmaya başlanmıştır. Bu uygulamalara örnek olarak, yol betonları, endüstriyel zeminler, duvar panelleri ve çeşitli tip ve boyutlarda prekast elemanlar gösterilebilir (Ferrara vd., 2004, Li, 2000). Bunların yanında lifler, bakım ve onarım, çatlak kontrolü gibi amaçlarla, yapı elemanlarında kayma donatısının bir bölümünün yerine veya Reaktif Pudra Betonu (RPB) gibi yüksek dayanımlı betonlarda kullanılabilir.

Şekil 2’de lif donatılı özel bir beton olan DUCTAL ile gerçekleştirilmiş iki farklı uygulama görülmektedir.



(a)



(b)

Şekil 2. RPB uygulamaları a) Barış Köprüsü (Kore), b) Shawnessy İstasyonu (Kanada)

Son yıllarda lifli betonların taşıyıcı yapı elemanlarında kullanımı bile gündeme gelmiştir. Bunun mümkün olabilmesi için liflerin yaygın kullanımını engelleyen sorunların aşılması gerekmektedir. Bu sorunlardan biri de liflerin beton içinde rastgele dağılmasıdır. Birçok araştırmacı liflerle elde edilen performansın doğrudan lif dağılımına bağlı olduğunu belirtmişlerdir

(Banthia vd., 1994, Bentur, 1989, Mobasher vd., 1990). Üretilen eleman içinde liflerin iyi bir şekilde dağılması sağlanamazsa hem taze beton özellikleri hem de sertleşmiş beton özellikleri istenmeyen yönde etkilenir. Bu nedenle lif dağılımının kontrol edilebilmesi çok büyük önem taşımaktadır.

Lif dağılımının ölçülmesi için çeşitli metodlar kullanılmaktadır. Chermant ve diğerleri (2001) matris içinde liflerin yerlerinin belirlenebilmesi için X-ışınlarından faydalanmışlar ve liflerin dağılımını karakterize etmek için en yakın komşu liflerin kovaryans fonksiyonunu kullanmışlardır. Yang (2002) ve Rapoport (2002) lifleri çimento matrisinden yıkamak suretiyle lif dağılımına bakmışlardır. Akkaya (2000) ve Lawler (2001) liflerin yerlerini Taramalı Elektron Mikroskop (TEM)/Optik mikroskop kullanarak tesbit etmişler ve sonuçların değerlendirilmesi için imaj analizi metodları kullanmışlardır.

Yukarıda bahsedilen yöntemlerin hepsi geçerli ve uygulanabilir yöntemlerdir, ancak genel olarak tahribatlı ve/veya uzun zaman gerektirirler ve taze halde uygulanamazlar. Örneğin, imaj analizi bilinen ve güvenilir bir yöntem olmasına rağmen, numunenin kesilmesi ve en az birkaç kesitte analizlerin yapılması gereklidir ve bu işlem uzun zaman gerektirir. Son yıllarda X-ışını tomografisi ile tahribatsız olarak kesit resimleri alınabilmektedir (Benson ve Karihaloo, 2003). Fakat bu aletler kullanıldığında, çözünürlük ile ilgili sorunlar nedeni ile ancak çok küçük kesitlerin incelenmesi mümkün olmaktadır ve elde edilen verilerden lif dağılımı karakteristiklerinin hesaplanması için kullanılan programlar henüz yeterince gelişmemiştir.

Son yıllarda lif donatılı kompozitlerin elektriksel özelliklerinin araştırılması önem kazanmıştır. Birçok araştırmacı çimento esaslı malzemelerin çeşitli özelliklerinin belirlenebilmesi için doğru akım (DA) veya alternatif akım – empedans spektroskopisi (AA-ES) ölçümlerinin kullanılabilirliğini göstermiştir (Peled vd., 2001; Reza vd., 2003). Birkaç yıl önce Torrents ve diğerleri (2000, 2001) çimento matrisine iletken liflerin

katılması durumunda empedans eğrilerinde başka malzemelerde gözlemlenmeyen çift-ark davranışı oluştuğunu göstermişlerdir. Bu çalışmada çift-ark davranışından faydalanılarak lif dağılımının karakterize edilmesine çalışılacaktır.

Empedans, AA-ES ve çift-ark özeliği

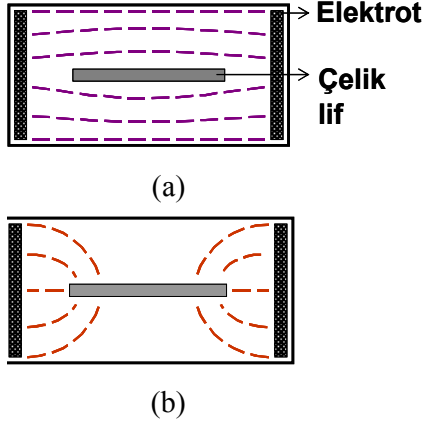
Empedans doğru akımdaki direncin alternatif akımdaki karşılığıdır. Zaman ve frekansa bağlı olarak değişen kompleks bir değerdir. Gerçek kısmı direnç ve sanal kısmı reaktanstır.

$$Z = R + Xj \quad (1)$$

AA-ES farklı amaçlar için kullanılacak elektriksel bir ölçüm yöntemidir. Çimento esaslı malzemelerde hidrasyon, boşluk yapısı (Christensen vd., 1994), çatlak davranışı (hasar oluşumu ve gelişimi) (Peled vd., 2001) ve klor iyonu difüzyonu (Loche vd., 2004) gibi özelliklerin ölçüm ve analizi amacıyla kullanılabilir.

AA-ES'in iletken lif donatılı betonlarda lif dağılımı özelliklerinin tanımlanması için kullanılması çift-ark özeliğinden faydalanılması ile mümkün olmaktadır. Çift-ark özeliği ve Şekil 4 temel alınarak açıklanabilir. Şekil 3'te iletken bir ortamda çelik bir tel asılı durumdadır ve bu ortamda voltaj ile uyarılma uygulanmaktadır.

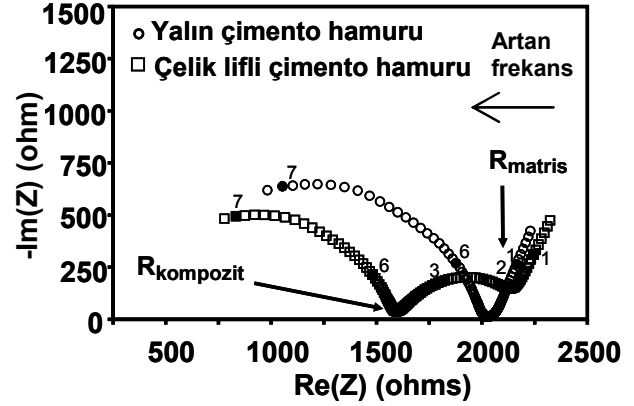
Şekil 3(a)'da doğru akım veya alternatif akımın düşük frekansları uygulandığında oluşan akım eğrileri görülmektedir. Şekil 3(b)'de ise alternatif akımın yüksek frekansları uygulandığında oluşan akım eğrileri görülmektedir. Şekil 3(a)'da görüldüğü gibi aslında iletken olan çelik lif yalıtkan özellik göstermekte ve akımın geçişine herhangi bir katkısı bulunmamaktadır. Bunun yanında Şekil 3(b)'de çelik lif iletken davranmaktadır. Aslında iletken olan liflerin doğru akım veya alternatif akımın düşük frekansları uygulandığında yalıtkan gibi davranmasının nedeni lif yüzeyinde yer alan bir oksit film (örnek: çelik lifler) veya lif-elektrolit arayüzeyinde oluşan bir polarizasyon (elektron transfer direnci) tabakasıdır. Çift-ark özeliği ile ilgili ayrıntılı açıklama literatürde bulunabilir (Torrents vd., 2000; Torrents vd., 2001).



Şekil 3. Akım eğrileri a) doğru akım veya alternatif akımın düşük frekansları b) alternatif akımın yüksek frekansları

Şekil 4'te çimento hamuru ve çelik lifli çimento hamurunda yapılan AA-ES deney ölçümlerinin sonuçları tipik bir Nyquist eğrisi üzerinde görülmektedir. Bu eğrinin x ekseninde empedansın gerçel kısmı, y ekseninde ise sanal kısmı verilmiştir. Şekil 4'te görüldüğü gibi lifsiz numunedeki AA-ES ölçümleri yapıldığında elde edilen sonuç eğrisinde sola doğru tek bir ark görülmektedir. Eğrinin x eksenine ile kesiştiği nokta empedansın sanal kısmının (0) olduğu noktadır ve matris direncini gösterir (R_{matris}). Bunun yanında, lifli numunedeki AA-ES uygulanması durumunda çift-ark elde edilmektedir. Bunun nedeni, yukarıda açıklandığı gibi liflerin frekansın belirli bir değerinden sonra iletken davranmaya başlamasıdır. Ayrıca x eksenine ile 2 kesişim görülmektedir. Bu noktalardan sağdaki matris direncini göstermektedir. Lifli numune ve lifsiz numunedeki elde edilen matris direnci değerleri arasında şekilden de görüldüğü gibi ufak bir fark vardır. Bu fark, iki numunenin farklı olması nedeniyle olabileceği gibi, deneysel hatalar nedeniyle de oluşmuş olabilir. Bu değerlerin kontrol edilebilmesi için DA ölçümleri yapılabilir. İkinci kesişim ise kompozit direncini verir. Frekansın belirli bir değerinden sonra liflerin akımı iletmeye başlaması ile direnç düşmektedir. Deneyden elde edilen bu R_{kompozit} değeri "matris + lif" kompozit sisteminin direncini göstermektedir. Şekil 4'te görüldüğü gibi deney düşük frekanslarda başlatılmakta ve frekans dereceli olarak arttırılmaktadır. Her iki eğri üzerinde 1'den

7'ye kadar artan noktalar frekansın o noktadaki değerlerini $\log_{10}f$ cinsinden göstermektedir.



Şekil 4. Lifli ve lifsiz çimento hamuru için Nyquist eğrileri, $Re(Z) = \text{Reel}(Z)$, $Im(Z) = \text{Sanal}(Z)$

Bünyesel iletkenlik yaklaşımı

Deneysel verilerden lif dağılımı karakteristiklerinin elde edilebilmesi için bünyesel iletkenlik yaklaşımı kullanılabilir. Bu yaklaşıma göre her bir parçanın bünyesel iletkenliği parça şekli ile doğrudan bağlantılıdır. Douglas ve Garboczi (1995) matrise göre normalize edilmiş iletkenlik değeri ve bünyesel iletkenlik arasındaki ilişki için aşağıdaki bağıntıyı önermişlerdir.

$$\sigma / \sigma_m = R_m / R = 1 + [\sigma]_d \Delta, \quad \Delta = \frac{\sigma_p}{\sigma_m} \quad (2)$$

Denklem (2)'de, σ kompozit iletkenliği, σ_m matris iletkenliği, R , kompozit direnci, R_m , matris direnci, $[\sigma]_d$, bünyesel iletkenlik, σ_p , parça iletkenliğidir.

Bünyesel iletkenlikte Δ değeri yukarıdaki denklemden de anlaşılacağı gibi parça iletkenliğinin, matris iletkenliğine oranıdır. Bu değer yüksek iletkenlikteki lifler söz konusu olduğunda sonsuza giderken, liflerin yalıtkan olması durumunda sifıra yaklaşır. Yüksek iletkenlikli ince silindirik şeklindeki lifler için Δ değeri sonsuza yaklaşıyorsa ve liflerin rastgele dağılımı söz konusu ise aşağıdaki denklemden sadece liflerin boyluluk oranının (uzunluk/çap = l/d) bi-

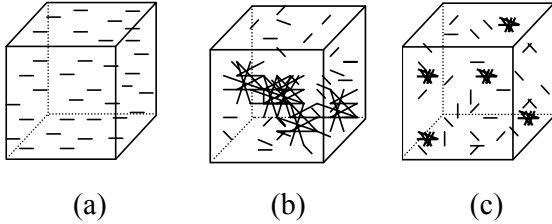
linmesi ile bünyesel iletkenlik değeri aşağıdaki gibi hesaplanabilir (Hixson vd., 2001).

$$[\sigma]_{\infty} = \frac{1}{3} \left[\frac{2(l/d)^2}{(3 \ln\{4(l/d)\} - 7)} + 4 \right] \quad (3)$$

Bünyesel iletkenlik değeri boyluluk oranının artması ile hızlı bir artış gösterir (ör: $l/d = 10$ için $[\sigma]_{\infty} \cong 18$, $l/d = 100$ için $[\sigma]_{\infty} \cong 609$). Sonuç olarak sabit bir lif hacmi için, lif boyluluk oranı arttıkça kompozit iletkenliği de artar. Yalıtkan lifler söz konusu olduğunda bünyesel iletkenlik sıfıra yaklaşacağı için, bu liflerin kompozit iletkenliğine etkisi ihmal edilebilir düzeyde olacaktır. Bu da demektir ki AA-ES yalıtkan özellik gösteren liflerde lif dağılımının ölçümü için kullanılamaz.

Lif dağılımının AA-ES ile ölçülmesi

Şekil 5'te lif yönlenmesi, lif segregasyonu ve lif topaklanması sırasıyla şematik olarak verilmiştir.



Şekil 5. Lif dağılımı problemleri a) lif yönlenmesi, b) lif segregasyonu, c) lif topaklanması

Yukarıda belirtilen lif dağılımı problemlerinin AA-ES ile belirlenmesi için *taze ve sertleşmiş* halde kapsamlı çalışmalar yapılmış ve sonuçlar aşağıda verilmiştir. Önce taze ve sertleşmiş halde kullanılan deney düzenekleri ve ardından deneylerden elde edilen sonuçlar verilmiştir.

Malzemeler

Üç farklı lif hacmi (% 1, % 2, % 4) ve 2 farklı su/çimento oranı (0.30 ve 0.35) kullanılarak bir kenarı 89 mm uzunluğunda küp numuneler üretilmiştir. Kullanılan çimento LaFarge, çelik lifler ise Bekaert tarafından sağlanmıştır. Kullanılan liflerin uzunluğu 6 mm ve çapı 0.16 mm'dir. Üretim için önce çimento ve lifler düşük hızda 1

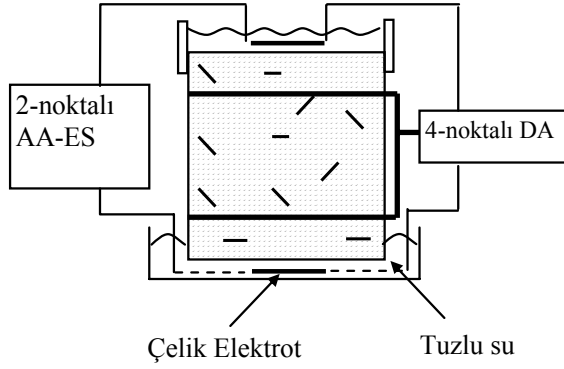
dakika kuru karıştırıldı. Ardından su eklendi ve lifli çimento hamuru 2 dakika yüksek hızda karıştırıldı. Daha sonra hamur plastik kalıplara yerleştirildi ve deney gününe kadar % 100 bağıl nem altında kür uygulandı. Sadece taze halde yapılan ölçümler numunelerin üretilmesinden 25 dakika sonra başlatıldı. Lif segregasyonunun ölçülmesi için farklı bir numune üretilmiştir. Bu numunenin üretimi ile ilgili detaylar liflerin segregasyonu ile ilgili bölüm altında verilecektir.

Deney düzeneği

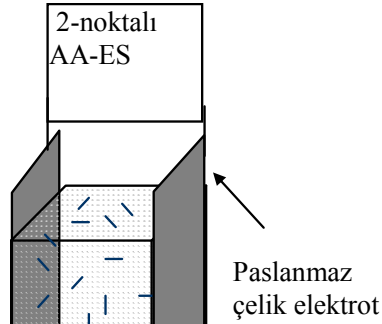
Şekil 6'da sırasıyla sertleşmiş ve taze halde kullanılan deney düzenekleri görülmektedir. Şekil 6(a)'da sertleşmiş halde AA-ES ve DA ölçümleri için kullanılan deney düzeneği görülmektedir. Küp numunenin üstünde ve altında rezervuarlar oluşturularak bu rezervuarlar 1 M NaCl çözeltisi ile doldurulmuş ve rezervuarların içine paslanmaz çelik elektrotlar yerleştirilmiştir. Bu elektrotlar vasıtası ile hem voltaj uyarılması hem de akım ölçümleri yapılmıştır. Voltaj uyarılması ve akım sonuçlarının alınması 2 elektrot ile yapıldığı için AA-ES ölçümlerinden 2 noktalı AA-ES şeklinde bahsedilecektir.

Daha önce belirtildiği gibi AA-ES deneylerinden elde edilen R_{matris} değerlerinin kontrolü için numuneler üzerinde doğru akım (DA) ölçümleri yapılmıştır. Bu deneyde voltaj uyarılması üst ve alttaki elektrotlardan uygulanmış, akımın ölçümü için ise numunenin etrafına sıkıca sarılmış 2 çelik tel kullanılmıştır. Dört noktadan ölçüm alındığı için DA deneylerinden 4 noktalı DA deneyleri olarak bahsedilecektir.

Şekil 6(b) taze halde ölçüm için kullanılan deney düzenekini göstermektedir. Bu durumda çelik elektrotlar deneyden önce kalıplara yerleştirilmiş ve daha sonra çimento hamuru dökülmüştür. İki noktalı AA-ES ölçümleri bu elektrotlar kullanılarak yapılmıştır. Taze halde deneysel kısıtlar nedeniyle doğru akım deneylerinin yapılması mümkün olmamış, sadece tek yönde AA-ES ölçümleri yapılmıştır. Sertleşmiş halde bütün numuneler üzerinde 3 yönde 2-noktalı AA-ES deneyleri ile 4-noktalı DA ölçümleri yapılmıştır.



(a)



(b)

Şekil 6. AA-ES deney düzeneği a) sertleşmiş durumda, b) taze durum

Lif yönlenmesi

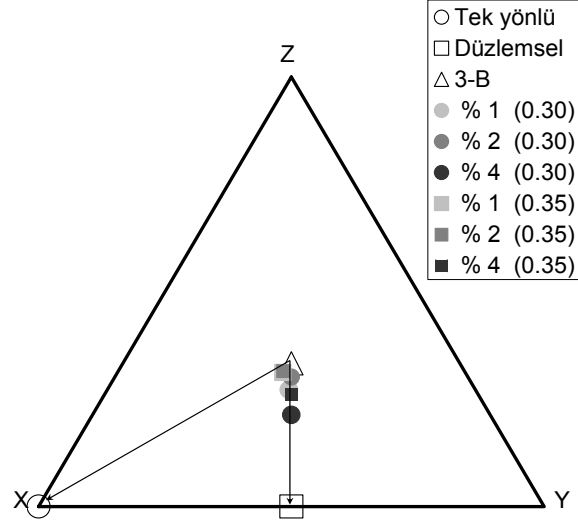
Liflerin eleman içinde belirli doğrultularda yönlenmesi, sertleşmiş halde mekanik özelliklerin homojen olmaması sonucunu doğurur. Lif yönlenmesinin kontrolü mekanik performans açısından çok önemli bir faktördür. Lif yönlenmesinin belirlenmesi için 3-yönde AA-ES ölçümleri yapılarak “etkin” bünyesel iletkenlik değerleri aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$[\sigma]_{\Delta i} = \frac{\frac{R_m}{R} - 1}{\phi} \quad i = x, y, z \quad (4)$$

Hesaplanan etkin iletkenlik değerleri bünyesel iletkenlik değerlerinin toplamı ile aşağıdaki denklemde görüldüğü gibi normalize edilerek her yönde “fraksiyonel” etkin iletkenlik değerleri hesaplanır.

$$f_i = \frac{[\sigma]_{\Delta i}}{\sum_i [\sigma]_{\Delta i}} \quad (5)$$

Üretilen numuneler üzerinde 7. günde 3 yönde ölçümler yapılarak fraksiyonel iletkenlik değerleri yukarıda anlatıldığı gibi hesaplanmıştır. Bu değerler Şekil 7’de üçgensel bir diyagram üzerinde verilmiştir.



Şekil 7. İletkenliğe bağlı x, y, ve z katkıları

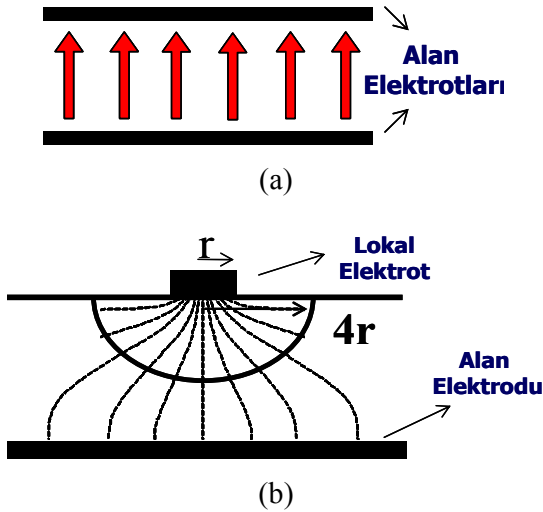
Liflerin tamamen rastgele dağılmış olması durumunda, teorik olarak her 3 yönden iletkenliğe yapılan katkı eşittir ve dolayısıyla hesaplanan değer üçgenin merkezinde olur (Δ). Liflerin teorik olarak düzlemsel (xy), ve tek yönde (x) yönlenmesi durumunda ise bu değer sırasıyla üçgenin tabanında (□) ve köşesinde (o) yer almalıdır. Şekil 7’de içi dolu görülen veri noktaları deneylerden elde edilen sonuçları göstermektedir. Beklenildiği gibi lifler xy düzleminde yönlenme eğilimindedirler ve bu yönlenme artan lif miktarı ile daha belirgin hale gelmektedir. En fazla yönlenme % 4 lif içeren, 0.30 su/çimento oranı ile üretilmiş numunede görülmüştür.

Lif segregasyonu

Lifli betonların kullanılmasında karşılaşılan diğer bir lif dağılım problemi liflerin segregasyonudur. Liflerin segregasyonu önemli bir sorundur ve çeşitli nedenlerden dolayı oluşabilir.

Segregasyonun önlenmesi için taze beton özelliklerinin kontrol altında tutulması çok önemlidir. Taze beton kaba agrega ve liflerin aşağıya çökmesini önleyecek kadar viskoz olmalıdır, yerleştirme yöntemleri özenle seçilmeli ve vibrasyon uygulamasında aşırıya kaçılmamalıdır. Aksi takdirde eleman içinde farklı noktalarda malzeme özellikleri farklı olur.

Bu çalışmada segregasyonun ölçülmesi için farklı elektrotlar kullanıldı. Şekil 8(a)'da iki alan elektrodu, (b)'de ise bir lokal elektrot ile bir alan elektrodu kullanılması durumunda akım eğrilerinin izlediği yol görülmektedir. Segregasyon tesbiti için iki alan elektrodu yerine, bir alan elektrodu ile bir lokal elektrot kullanılması sebebi aşağıda açıklanacaktır.



Şekil 8. Akım eğrilerinin izlediği yol a) iki alan elektrodu, b) bir lokal elektrot ile bir alan elektrodu kullanılması durumu

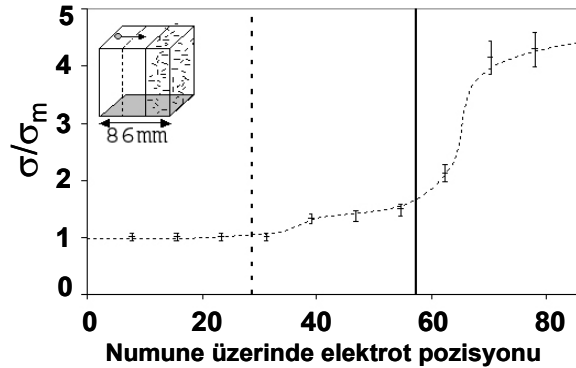
Bir alan elektrodunun karşısında dairesel bir elektrot kullanılması durumunda, Şekil 8 (b)'de görüldüğü gibi, akım eğrilerinin küçük boyutlu dairesel elektroda doğru yoğun bir şekilde yönelmesi sonucu "yayıma direnci" denilen, ölçülen malzemenin direncinden çok daha büyük bir direnç oluşur. Bu temas direnci (R_{temas}) literatürde (Newman, 1966) aşağıdaki denklem ile verilmiştir.

$$R_{contact} = \frac{l}{4\sigma r} \quad (6)$$

Bu denklemde, σ elektrodlar arasındaki malzemenin iletkenliği, r ise Şekil 8(b)'de görüldüğü gibi lokal elektrodun yarıçapıdır. Fleig ve Maier (1996) ölçülen direncin %75'inin Şekil 8(b)'de gösterildiği gibi lokal elektrotun yarıçapının 4 katı büyüklüğünde bir yarım küreden geldiğini belirtmişlerdir. Bu da demektir ki bir alan elektrodunu dairesel bir lokal/nokta elektrot ile kullanılması durumunda belirli bir bölgenin direncinin ölçümü mümkün olabilir.

Lif segregasyonunun AA-ES kullanılarak tesbiti ve ölçülmesi için liflerin tamamı bir küp numunenin alt 1/3'üne koyularak segregasyona uğramış bir numune simüle edilmiştir. Numunenin üretilmesi için önce liflerin tamamı ile "malzemeler" bölümünde anlatıldığı gibi üretilen lifli çimento hamuru kalıbın alt 1/3'üne koyulmuştur ve kalıbın boş kalan 2/3'lük bölümü lifsiz çimento hamuru ile doldurulmuştur.

Şekil 9'da görüldüğü gibi üstte ufak bir elektrot (6 mm çapında) altta ise bir alan elektrodu kullanılarak 12 farklı noktadan AA-ES ölçümleri yapılmıştır. Ölçümlerde kolaylık sağlanması amacıyla numune yan yatırılarak denenmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi liflerin bulunduğu bölgeye yaklaşıldıkça ölçülen "matrise göre normalize edilmiş iletkenlik" değerleri artmaktadır. Numunenin liflerin olmadığı orta bölümünde σ/σ_m değerinde artma görülmesinin nedeni yukarıda açıklandığı gibi ölçülen direnç değerinin lokal elektrodun yarıçapının 4 katı olan 12 mm yarıçapındaki bir yarımküreden elde ediliyor olmasıdır.



Şekil 9. Matrise göre normalize edilmiş iletkenlik değerleri profili

Deneylelerden elde edilen sonuç AA-ES'in liflerin segregasyonunun ölçülmesi için kullanılabilirliğini göstermektedir.

Lif topaklanması

Eleman içinde bir kısım liflerin düzgün bir şekilde dağılmaması sonucu, numune içinde liflerle güçlendirilmemiş bölgeler, topaklanmanın olduğu bölgelerde ise çimento matrisinin liflerin arasına girememesi nedeniyle zayıf bölgeler oluşur. Lif topaklanmasının ne düzeyde olduğunun bilinmesi bu nedenle önemlidir. Lif topaklanmasının AA-ES kullanılarak elde edilmesi için dağılım faktörü analizi kullanılabilir. Liflerin topaklanması durumunda σ/σ_m ile $[\sigma]_{\Delta}$ arasında verilen denklem (2) teorik olarak aşağıdaki hali alır.

$$\sigma / \sigma_m = R_m / R = 1 + [\sigma]_{\Delta} \phi' + \sum [\sigma]_{\Delta i} \phi_i \quad (6)$$

Yukarıdaki denklemde $\sum [\sigma]_{\Delta i} \phi_i$ terimi topaklanmış liflerin iletkenliğe katkılarının toplamını vermektedir. $[\sigma]_{\Delta} \phi'$ terimi ise rastgele dağılmış liflerin iletkenliğe katkılarını gösterir. Liflerin iyi dağılmış olması durumunda üretilen elemanın her bölgesinde lif miktarı özdeşe yakın olacaktır için iletkenliğin daha yüksek olacağı açıktır. Liflerin topaklanmış olması durumunda, numune içinde hiç lif bulunmayan kısımlar olacaktır ve bu bölgelerde iletkenlik düşecektir. Liflerin tamamen rastgele dağılmış olması durumunda matrise göre normalize edilmiş iletkenlik değeri (2) numaralı denklem ile verilmişti. Denklem (2)'den teorik olarak hesaplanan σ/σ_m değerinin, deneylelerden elde edilen σ/σ_m değeri ile karşılaştırılması ile bir dağılım faktörü (DF) elde edilir ve lif topaklanmasının değerlendirilmesi için bu faktör kullanılır. DF rastgele dağılmış liflerin oranı değildir. DF, denklem (6)'daki son terimin sıfır olmaması nedeniyle rastgele dağılmış liflerin miktarı için bir üst limittir.

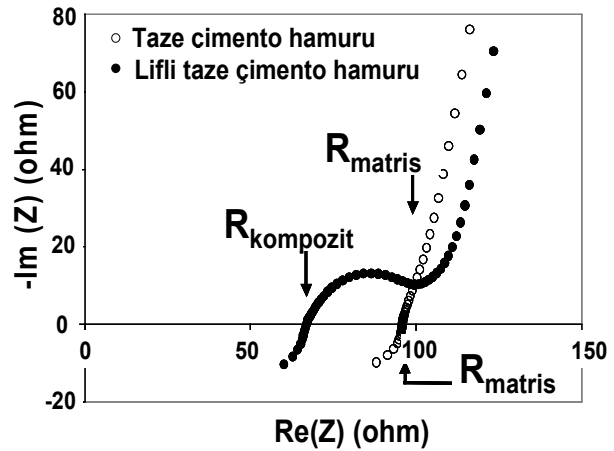
$$DF = \frac{\left[\begin{array}{c} \left(\frac{\sigma}{\sigma_m} \right)_{observed} - 1 \\ \left(\frac{\sigma}{\sigma_m} \right)_{theory} - 1 \end{array} \right]}{\phi} = \frac{\phi' + \sum [\sigma]_{\Delta i} \phi_i}{[\sigma]_{\Delta} \phi} \quad (8)$$

Üretilen numuneler üzerinde taze ve sertleşmiş halde deneyler yapılmış ve DF değerleri hesaplanmıştır.

Taze ve sertleşmiş halde lif topaklanmasının ölçümü

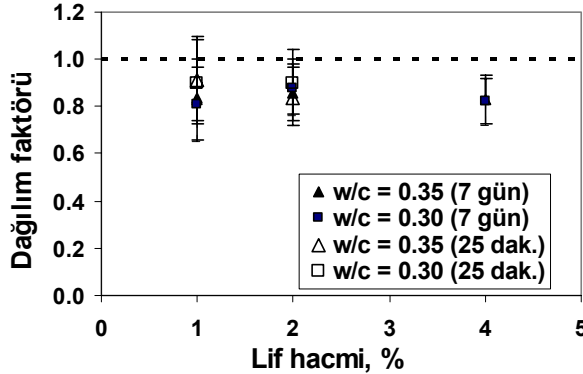
Lif dağılımı malzemenin mekanik performansını etkileyen çok önemli bir parametredir. Bu nedenle lif dağılımı ile ilgili oluşabilecek sorunların erken tesbit edilebilmesi çok önemlidir. Şekil 10'da lifli ve lifsiz taze çimento hamurunun priz öncesi Nyquist eğrileri görülmektedir. Priz öncesinde taze çimento hamurunun empedans eğrisinde sadece elektrot arki görülür. Bunun nedeni çimento hamurunun priz öncesi özgül direncinin çok düşük olmasıdır. İletken liflerin çimento hamuruna katılmasıyla birlikte sertleşmiş halde lifli çimento Nyquist eğrisinde elde edilen 2 arktan biri elde edilir. Bu eğriden sırasıyla AA-ES'in düşük ve yüksek frekanslarında elde edilen R_{matris} ve $R_{kompozit}$ değerleri kullanılarak σ/σ_m değerlerinin hesaplanması mümkün olur.

AA-ES'in taze halde kullanılabilirliğinin araştırılması için bir seri deney yapıldı. Numuneler "malzemeler" bölümünde anlatıldığı gibi üretildi. Deneyler karışıma su eklenmesinden yaklaşık 25 dakika sonra başlatıldı ve 15 saat devam etti. On beş dakikalık aralıklarla toplamda 40 ölçüm alınarak empedans eğrisinin değişimi izlendi.



Şekil 10. Taze halde lifli ve lifsiz çimento hamurunun impedans eğrileri

Taze halde ölçümler tamamlandıktan sonra numunelere 7. güne kadar % 100 bağıl nem altında kür uygulandı ve 7. günde 3 yönde AA-ES ölçümleri yapıldı. Daha sonra taze hal ve sertleşmiş hal ölçümlerinden DF değerleri hesaplanarak karşılaştırıldı. Sonuçlar Şekil 11’de görülmektedir.



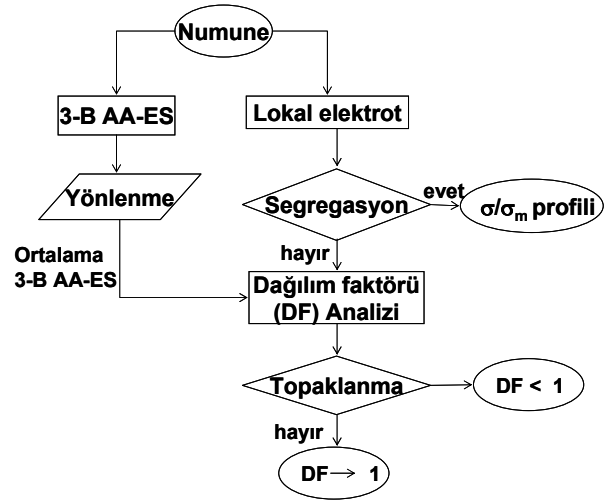
Şekil 11. Taze ve sertleşmiş halde dağılım faktörü – lif hacmi ilişkisi

Şekil 11’den görüldüğü gibi DF değerleri 0.80 civarındadır ve artan lif miktarı ile fazla değişmemektedir. Genelde artan lif miktarı ile lif toplanmasında bir artış olması beklenir. Bu çalışmada tersi bir sonuç elde edilmesinin iki nedeni olabilir. 1) AA-ES lif toplanmasının ölçümü için yeterince hassas bir metod olmayabilir, 2) bu çalışmada kullanılan lifler söz konusu olduğunda artan lif miktarı ile toplanma artmıyor olabilir. Bu sorunun cevabının bulunabilmesi için numuneler üzerinde imaj analizleri yapılmış ve AA-ES ölçümlerinin doğrulayan benzer sonuçlar elde edilmiştir. İmaj analizi deneylerinin ayrıntıları başka bir çalışmada verilmiştir (Ozyurt vd., 2005). Taze halde ve sertleşmiş halde alınan ölçümlerden elde edilen sonuçlar birbirine çok yakındır. Bu da AA-ES’in taze halde lif dağılımı karakteristiklerinin ölçümü için kullanılabilirliğini göstermektedir.

AA-ES akış diyagramı

Aşağıdaki akış diyagramında AA-ES deney yöntemi özetlenmiştir. Bir numunenin lif dağılımı karakteristiklerinin belirlenmesi için önce lokal elektrot kullanılarak segregasyon kontrolü yapılır. Liflerin ciddi segregasyonu söz konusu

ise matrise göre normalize edilmiş iletkenlik değerlerinin profili çizilir. Eğer segregasyon yok ise veya düşük miktarda ise 3 yönde (3-B) AA-ES ölçümleri yapılır ve yönlendirme olup olmadığına bakılır. Eğer yönlendirme yok ise veya az ise bulunan değerlerin ortalaması alınarak DF değeri hesaplanır. Eğer yönlendirme tesbit edilirse fraksiyonel etkin iletkenlik değerleri ile yönlendirmenin derecesi gösterilir. Bire yaklaşan DF değerleri liflerin rastgele dağıldığını gösterir, birden azalan DF değerleri ise toplanmanın arttığı anlamına gelir.



Şekil 12: AA-ES deney yöntemi akış diyagramı (Woo vd., 2005)

Sonuçlar

Lif donatılı çimento esaslı kompozit malzemelerde lif dağılımının tahribatsız ölçümü için elektriksel bir yöntem kullanıldı ve yöntemin farklı lif dağılımı durumlarının ölçümünde kullanılabilirliği araştırıldı. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki şekilde özetlenebilir:

- Üç yönde AA-ES ölçümleri yapılarak fraksiyonel “matrise göre normalize edilmiş iletkenlik (σ/σ_m)” değerleri hesaplanabilir. Elde edilen değerler üçgensel bir diyagram üzerinde gösterilerek rastgele dağılımdan sapmalar görülebilir.
- Liflerin segregasyonu lokal elektrot kullanılarak numune üzerinde çeşitli noktalardan ölçüm almak suretiyle değerlendirilebilir. σ/σ_m değerlerinin profili çıkartılarak hangi

bölgelerde segregasyon olduğu değerlendirilebilir.

- Lif topaklanmasının değerlendirilmesi için Dağılım Faktörü (DF) kullanılabilir. DF'in hesaplanması için 3 yönde AA-ES ölçümleri yapılması, ölçülen σ/σ_m değerlerinin ortalamasının alınması ve elde edilen değerlerin rastgele dağılmış bir sistem için teorik olarak hesaplanan değer ile karşılaştırılması yapılır. DF değerinin 1'e yakın olması lif dağılımının rastgele dağılıma yakın olduğu anlamına gelirken azalan DF değerleri artan lif topaklanmasını gösterir.
- Taze halde gerçekleştirilen ön deneyler, AA-ES'in sertleşmiş halde olduğu gibi taze halde de lif dağılımı sorunlarının tesbiti ve değerlendirilmesi için kullanılabileceğini göstermiştir.
- AA-ES gelecek yıllarda geliştirilerek kalite güvence ve kalite kontrol amaçlı kullanılabilir.

Teşekkürler

Yazarlar bu çalışmaya katkılarından dolayı Prof. Dr. Thomas Mason ve Dr. Leta Woo'ya teşekkür ederler. İlk yazar ayrıca başta TÜBİTAK olmak üzere, İstanbul Teknik Üniversitesi, Northwestern Üniversitesi ve Tinçel Kültür Vakfına katkılarından dolayı teşekkür eder.

Kaynaklar

- Akkaya, Y., (2000). Micro structural characterization of high performance fiber-reinforced cement composites, *PhD thesis, PhD Thesis*, Northwestern University, Evanston.
- Balaguru, P. N. ve Shah, S. P., (1992). *Fiber-Reinforced Cement Composites*, McGraw-Hill, New York.
- Banthia, N., Bindiganavile, V. ve Mindess, S., (2003). Impact resistance of fiber-reinforced concrete: A progress report, *Proceedings*, RILEM 4th International Workshop on High Performance Fiber-Reinforced Cement Composites (HPFRCC4), 117-131, Ann Arbor, USA.
- Banthia, N., Moncef, A., Chokri, K. ve Sheng, J., (1994). Micro fiber-reinforced cement composites, I. Uniaxial Tensile Response, *Canadian Journal of Civil Engineering*, **21**, 999-1011.

- Benson, S. D. P. ve Karihaloo, B. L., (2003). CARDIFRC-Manufacture and constitutive behavior, *Proceedings*, High Performance Fiber Reinforced Cement Composites (HPFRCC4), 65-79, Ann Arbor, USA.
- Bentur, A., (1989). Fiber-reinforced cementitious materials, *Material Science of Concrete*, J. P. Skalny, ed., The American Ceramic Society, 223-285.
- Chermant, J. L., Chermant, L., Coster, M., Dequiedt, A. S. ve Redon, C., (2001). Some Fields of Applications of Automatic Image Analysis in Civil Engineering, *Cement and Concrete Composites*, **23**, 157-169.
- Christensen, B. J., Coverdale, R. T., Olson, R. A., Ford, S. J., Garboczi, E. J., Jennings, H. M. ve Mason, T. O., (1994). Impedance spectroscopy of hydrating cement-based materials: Measurement, interpretation, and application, *Journal of American Ceramic Society*, **77**, 11, 2789-804.
- Douglas, J. F. ve Garboczi, E. J., (1995). *Intrinsic viscosity and the polarizability of particles having a wide range of shapes*, John Wiley & Sons., New York.
- Ferrara, L., Meda, A., Lamperti, T. ve Pasini, F., (2004). Connecting Fiber distribution, workability and mechanical properties of SFRC: An industrial application to precast elements, *Proceedings*, 6th RILEM Symposium on Fibre-Reinforced Concretes - BEFIB, 493-504, Varenna, Italy.
- Fleig, J. ve Maier, J., (1996). Surface conductivity measurements on AgCl single crystals using microelectrodes, *Berichte der Bunsen-Gesellschaft-Physical Chemistry Chemical Physics*, **100**, 607-615.
- Hixson, A. D., Woo, L. Y., Campo, M. A., Mason, T. O. ve Garboczi, E. J., (2001). Intrinsic conductivity of short conductive fibers in composites by impedance spectroscopy, *Journal of Electroceramics*, **7**, 189-195.
- Lawler, J. S., (2001). Hybrid fiber-reinforcement in mortar and concrete, *PhD thesis*, Northwestern University, Evanston.
- Li, V. C., (2000). Large volume, high-performance applications of fibers in civil engineering, *Journal of Applied Polymer Science*, **83**, 660-686.
- Loche, J. M., Ammar, A. ve Dumargue, P., (2004). Influence of the migration of chloride ions on the electrochemical impedance spectroscopy of mortar phase, *Cement and Concrete Composites*.
- Mobasher, B., Stang, H. ve Shah, S. P., (1990). Microcracking in Fiber-Reinforced Concrete, *Cement and Concrete Research*, **20**, 665-676.

- Nawy, E. G., (2001). *Fundamentals of high-performance concrete*, John Wiley & Sons, New York.
- Newman, J., (1966). Resistance for Flow of Current to a Disk, *Journal of the Electrochemical Society*, **113**, 501-502.
- Ozyurt, N., Woo, L. Y., Mason, T. O. ve Shah, S. P., (Accepted, 2005). Monitoring fiber dispersion in FRCs: Comparison of AC-Impedance spectroscopy and image analysis, *ACI Materials Journal*.
- Peled, A., Torrents, J. M., Mason, T. O., Shah, S. P. and Garboczi, E. J., (2001). Electrical impedance spectra to monitor damage during tensile loading of cement composites, *ACI Materials Journal*, **98**, 313-322.
- Rapoport, R. J., (2002). Cellulose fiber-reinforced cement paste, mortar, and concrete, *PhD thesis*, Northwestern University, Evanston.
- Reza, F., Batson, G. B., Yamamuro, J. A. ve Lee, J. S., (2003). Resistance changes during compression of carbon fiber cement composites, *Journal of Materials in Civil Engineering, ASCE*, **15**, 414-421.
- Shah, S., Kuder, K. ve Mu, B., (2004). Fiber-reinforced cement-based composites: A Forty year odyssey, *Proceedings*, 6th RILEM Symposium on Fibre-Reinforced Concretes - BEFIB, 3-30, Varenna, Italy.
- Shah, S. P., Sarigaphuti, M. ve Karaguler, M. E., (1994). Comparison of shrinkage cracking performance of different types of fibers and wiremesh, *Fiber Reinforced Concrete; Developments and Innovations*, J. I. Daniel, Shah, S.P., ed., American Concrete Institute, Michigan, 1-18.
- Sun, W., Chen, H., Luo, X. ve Qian, H., (2001). The effect of hybrid fibers and expansive agent on the shrinkage permeability of high-performance concrete, *Cement and Concrete Research*, **31**, 595-601.
- Taşdemir, M. A. ve Bayramov, F., (2002). Yüksek performanslı çimento esaslı kompozitlerin mekanik davranışı, *İTÜ Dergisi/d Mühendislik*, **1**, 2, 125-144.
- Torrents, J. M., Mason, T. O. ve Garboczi, E. J., (2000). Impedance spectra of fiber-reinforced cement-based composites, *Cement and Concrete Research*, **30**, 585-592.
- Torrents, J. M., Mason, T. O., Peled, A., Shah, S. P. ve Garboczi, E. J., (2001). Analysis of the impedance spectra of short conductive fiber-reinforced composites, *Journal of Materials Science*, **36**, 4003-4012.
- Woo, L. Y., Wansom, S., Ozyurt, N., Mu, B., Shah, S. P. ve Mason, T. O., (2005). Characterizing fiber dispersion in cement composites using AC-Impedance spectroscopy, *Cement and Concrete Composites*, **27**, No. 6, 627-636.
- Yang, Y., (2002). Methods Study on dispersion of fibers in CFRC, *Cement and Concrete Research*, **32**, 747-750.