

ÖZET

KENDİLİĞİNDEN YAYILAN TESVİYE ŞAPI UYGULAMALARINDA KULLANILABİLEN NİŞASTA ESASLI AKIŞKANLAŞTIRICI POLİMER SENTEZİ

Buluş, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılabilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer sentezi ile ilgilidir. Buluşa konu nişasta üzerine aşılana maleik anhidrit (MAN) ve 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerleri ile sentezlenen polimer kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında akışkanlaştırıcı olarak kullanılmaktadır. Polimerik yapıda nişasta üzerine MAN/AMPS monomerlerinin kopolimerizasyon reaksiyonu ile aşılana ve oluşan tarak yapısı ile hem elektrostatik hem de sterik etkinin bir arada gözlenmesi sayesinde akışkanlaştırıcı polimerin özellikleri güçlendirilmekte ve kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarına olumlu sonuçlar kazandırmaktadır.

İSTEMLER

1. Kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılabilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer sentezi yöntemi olup özelliği;

- i. nişastanın su dolu reaktörde ve azot atmosferi içinde karıştırılması,
- ii. reaktöre maleik anhidrit (MAN) ve 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerlerinin eklenmesi,
- iii. Amonyum Persülfat (APS) başlatıcı ilave edilerek reaksiyon başlatılması,
- iv. elde edilen nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün saflandırılması,
- v. nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün etüvde kurutulması,
- vi. kurutulan sentez ürününün havanda dövülerek toz haline getirilmesi,

işlem adımlarını içermesidir.

2. İstem 1'e göre bir yöntem olup özelliği;

- i. 1-10 g nişastanın 200 ml su dolu reaktörde ve azot atmosferi içinde 15 dakika karıştırılması,
- ii. 35-95°C reaktöre 0.01M-0.3M maleik anhidrit (MAN) ve 0.1M-0.9M 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerlerinin eklenmesi,
- iii. 0.001-0.01 M Amonyum Persülfat (APS) başlatıcı ilave edilerek 1-6 saat boyunca reaksiyon gerçekleşmesi,
- iv. elde edilen nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün saflandırılması,
- v. nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün 30-100°C etüvde kurutulması,
- vi. kurutulan nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün havanda dövülerek toz haline getirilmesi,

işlem adımlarını içermesidir.

3. İstem 1' e göre bir yöntem olup özelliği;

- i. 4gr nişastanın 200 ml su dolu reaktörde ve azot atmosferi içinde karıştırılması,
- ii. 35-95°C sıcaklığındaki reaktöre 1.96 g, 0.1M maleik anhidrit (MAN) ve 12.435 g, 0.3M 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerlerinin eklenmesi,
- iii. 0,685 g, 0.015M Amonyum Persülfat (APS) başlatıcı ilave edilerek reaksiyon başlatılması,
- iv. elde edilen nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün saflandırılması,
- v. nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün etüvde kurutulması, kurutulan sentez ürününün havanda dövülerek toz haline getirilmesi,

işlem adımlarını içermesidir.

4. İstem 1-3'ten herhangi birine göre üretilen akışkanlaştırıcı nişasta-g-AMPS/MAN polimeri.

5. İstem 4' e göre bir polimer olup özelliği; %20.97 nişasta, % 65.17 AMPS, % 10.27 MAN, 3.59 APS içermesidir.

6. İstem 4'e göre bir polimer olup özelliği; 40°C' de suda çözünebilmesidir.

7. İstem 4'e göre bir akışkanlaştırıcı nişasta-g-AMPS/MAN polimerini içeren kendiliğinden yayılan tesviye şapı.

8. İstem 7' ye göre bir kendiliğinden yayılan tesviye şapı olup özelliği; %%0.05-0.2 akışkanlaştırıcı nişasta-g-AMPS/MAN polimeri içermesidir.

9. İstem 7'ye göre bir kendiliğinden yayılan tesviye şapı olup özelliği; % 0.1 akışkanlaştırıcı nişasta-g-AMPS/MAN polimeri içermesidir.

TARİFNAME

KENDİLİĞİNDEN YAYILAN TESVİYE ŞAPI UYGULAMALARINDA KULLANILABİLEN NİŞASTA ESASLI AKIŞKANLAŞTIRICI POLİMER SENTEZİ

5

Teknik Alan

Buluş, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılabilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer sentezi ile ilgilidir. Buluşa konu nişasta üzerine aşıl原因an maleik anhidrit (MAN) ve 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerleri ile sentezlenen polimer kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında akışkanlaştırıcı olarak kullanılmaktadır.

10

Tekniğin Bilinen Durumu

15

Modern binalar için ileri teknoloji ürünü yapı kimyasalları kullanımının önemi gittikçe artmaktadır. Bu projelerin en önemli uygulama adımlarından biri olan zemin uygulamaları da işin en temel noktasını oluşturan uygulamalardan biri olduğu için gittikçe önem kazanmaktadır. Zemin sistemi kapsamında yer alan ürünlerden biri olan kendiliğinden yayılan şaplar uygulayıcılara sağladığı avantajlar nedeniyle aranılan bir ürün gurubu haline gelmektedir. Kendiliğinden yayılan şaplar, kimyasal katkı kullanılarak yüksek akıcı kıvamda üretilmektedir. Yüksek mekanik dayanıma sahip beton üretimi için su/çimento oranının düşürülmesi önemli bir kriterdir ancak bu durum süper akışkanlaştırıcı içeren (SA) beton katkılarının tercih edilmesini de beraberinde getirmektedir [1]. Çimento esaslı yapı malzemelerini yüksek oranda akışkanlaştıran (süper akışkanlaştırıcı) ve yapısı itibarıyla polikarboksilat kimyasına dayanan yeni nesil katkılar ilk olarak 1980'li yılların ortalarında Japonya'da üretilmeye başlanmıştır [2]. Geleneksel çimento süper akışkanlaştırıcılarına kıyasla polikarboksilat bazlı katkılar, polimer molekül yapıları ve polimer molekül ağırlıkları kolay değiştirilebilmektedir [3]. Çimento esaslı tesviye şapı kullanıldığında çimentonun hızlı priz alması sebebiyle, uygulayıcının, uygulama ve düzeltme zamanına ihtiyaç duyması bu şaplarda yeterli işlenebilirlik süresinin olması talebini ön plana çıkarmaktadır.

20

25

30

Ayrıca uygulama esnasında kot farkının oluşmaması ve standartlara uygun, düz, sert ve dayanımlı bir zemin elde edilmek istenmesi, bu şap sınıfının kalite standartlarını yükseltmekte ve bu harçların yapımını da daha teknik hale getirmektedir. Bu sebeple, tesviye şaplarına kendiliğinden yayılma kabiliyeti veren akışkanlaştırıcı polimerlerin kullanımı, çeşitliliği ve üretim proseslerinin geliştirilmesi de hızla önem kazanmakta, bu konular üzerinde yapılan araştırmalar her geçen gün artmaktadır. Kullanılan bu yeni nesil polimerler ile akış kabiliyeti kazanan harçlarda, uygulama kolaylığı ve çalışma süresi sağlanırken, bir yandan da daha dayanımlı, standartlara uygun zeminler elde edilebilmektedir. Aynı zamanda görsel olarak da daha düz, pürüzsüz, sağlam ve kot farkı olmayan zeminlerin eldesine olanak sağlanmaktadır. Bu tesviye şaplarının üretim proseslerinde büyük teknik yatırımlar gerekmektedir. #

#

Mevcut teknikte, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında akışkanlaştırıcı olarak Polikarboksilat (PCE) tip akışkanlaştırıcılar kullanılmaktadır. Beton katkılarında PCE akışkanlaştırıcılar farklı kimyasal yapıları sayesinde düşük su-çimento oranı, kolay işlenebilirlik, kıvam koruma, yüksek dayanım, yüksek akışkanlığa sahip beton üretilebilmesi, kalıp alma süresini kısaltarak inşaat hızının artması sebepleriyle tercih edilmektedir. Fakat PCE tip akışkanlaştırıcı polimerlerin üretiminde özellikle sprey drying prosesinden kaynaklı çok yüksek maliyet oluşmaktadır. Ayrıca PCE tip akışkanlaştırıcıların harçlarda kullanılmasında dolgu fazının tabana çökmesi sorunu meydana gelmektedir. Dolayısıyla kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılan akışkanlaştırıcıların üretim prosesindeki yüksek maliyet problemi ve uygulama esnasında çökme oluşması sorunu önlenememektedir.

Tekniğin bilinen bir diğer durumunda, (Lui, 2014), solvent kullanmadan kütle polimerizasyon yöntemi ile PCE sentezlemekte ve elde edilen polimeri toz haline getirmektedir. PCE'nin toz formda eldesinin zorluklarından, kurutma prosesinin maliyetli olduğundan, kurutma prosesi ile beraberinde gelebilecek olan fiziksel ve kimyasal bozunma reaksiyonlarının gerçekleşme olasılığından bahsedilmektedir. Bu durumda kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında sıklıkla kullanılan PCE akışkanlaştırıcılarının kurutma prosesi ile beraberinde gelebilecek olan fiziksel ve kimyasal bozunma reaksiyonlarının gerçekleşme riski engellenememektedir [4].

Tekniğin bilinen başka bir durumunda, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılan PCE tip akışkanlaştırıcılar sıvı formda elde edilebilmektedir. Fakat bu uygulama yapı sektöründe toz formda akışkanlaştırıcı kullanan yerler için dezavantaj oluşturmaktadır. Bu durumu giderebilmek için, ya solvent bazlı sistemlerde pahalı çözücüler kullanıldığı ya da pulverize toz haline getiren kurutma sisteminin kullanılmaktadır. Bu sebeple solvent bazlı sistemlerde kullanılan pahalı çözücüler ya da pulverize toz haline getiren kurutma sistemlerinden kaynaklanan yüksek maliyetlerin önüne geçilememektedir.

Mevcut teknikteki çözümlerin kısıtlılıkları ve yetersizlikleri, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılan akışkanlaştırıcıların üretim prosesindeki yüksek maliyet problemi, akışkanlaştırıcı içeren harcın dolgu fazının tabana çökmesi sorunu, kurutma prosesi ile beraberinde gelebilecek olan fiziksel ve kimyasal bozunma reaksiyonlarının gerçekleşme riski ve akışkanlaştırıcıların üretiminde kullanılan pahalı çözücüler ya da pulverize toz haline getiren kurutma sistemlerinden kaynaklanan yüksek maliyetler gibi sebeplerle bu alanda bir geliştirme yapılması gerekli kılınmıştır.

Buluşun Kısa Açıklaması ve Amaçları

Buluş, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılabilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer sentezi ile ilgilidir. Buluşa konu nişasta üzerine aşılana maleik anhidrit (MAN) ve 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerleri ile sentezlenen akışkanlaştırıcı polimer kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılmaktadır.

Buluşun bir amacı, yapı sektöründe kendiliğinden yayılan tesviye şaplarında kullanılmak üzere çevre dostu ve kolay ulaşılabilir hammaddeye sahip özel bir akışkanlaştırıcı geliştirmektir. Buluşa konu akışkanlaştırıcının üretiminde hammadde olarak doğada bol bulunan ve ekonomik bir ürün olan nişasta kullanılmakta ve böylece ürünün sentezine dair avantajlar olarak ön plana çıkmaktadır.

Buluşun bir başka amacı, tesviye şaplarında uygulama esnasında kot farkının oluşmaması ve standartlara uygun, düz, sert ve dayanımlı bir zemin elde edilmesidir. Buluşa konu nişasta üzerine aşıl原因 maleik anhidrit (MAN) ve 2-akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerleri ile tesviye şapının kalite standartları yükseltilmekte ve uygulama sonuçları iyileşmektedir.

Buluşun diğer amacı, kendiliğinden yayılan tesviye şaplarında kullanılan akışkanlaştırıcı üretimindeki maliyeti en aza indirmektir. Buluşa konu akışkanlaştırıcı nişasta kullanılarak elde edilen akışkanlaştırıcı polimer, saflandırma sonrası, etüvde kurutularak katı hale getirilebilmektedir. Sonrasında havanda öğütölüp, kolayca toz haline gelebilmektedir. Hem hammaddenin uygun fiyatlı olması hem de ek pölvarize sistem kurutma prosesi yatırımı gerekmediğinden nişasta esaslı akışkanlaştırıcıların kullanılması da üretimdeki maliyeti en aza indirmektedir.

Buluşun başka bir amacı, yapı malzemelerinde kullanılan akışkanlaştırıcı polimerlerin teknik özelliklerini güçlendirmektir. Buluşa konu gerçekleştirilen sentez tekniğı ile nişasta üzerine hem farklı anyonik grupları bir arada içeren hem de bu grupların uzun yan zincirler şeklinde olmasını sağlayan taraklı polimerik bir yapı elde edilmektedir. Bu polimerik yapıda nişasta üzerine MAN/AMPS monomerlerinin kopolimerizasyon reaksiyonu ile aşıl原因ması ve oluşan tarak yapısı ile hem elektrostatik hem de sterik etkinin bir arada gözlenmesi sayesinde akışkanlaştırıcı polimerin özellikleri güçlendirilmektedir.

Buluşun bir başka amacı kendiliğinden yayılan tesviye şapının zemine uygulamasında yüzeyde göçme ve çökme sorunu yaşanmasını önleyen akışkanlaştırıcı bir polimer geliştirmektir. Buluşa konu formölde kullanılan akışkanlaştırıcı harcın reolojisi üzerinde etkili olmakta, harçta fazla suyun yüzeye göçmesi, dolayısıyla harcın dolgu fazının tabana çökmesi gibi sorunlarla karşılaşıl原因mamaktadır.

Buluşun bir diğer amacı, tesviye şapı uygulama kolaylığını arttıracak bir polimer sentezlemektir. Buluşa konu tarak yapılı polimer yapıda sağlanan elektrostatik ve sterik etki ile harcın ıslak kalma kabiliyetinin oluşmakta, bir süre ıslak kalan harcın düzeltilebilme süresinin uzun olması ile uygulayıcı için özellikle hızlı su kaybının

yaşandığı zeminlerde ya da sıcak havalarda yapılan uygulamalarda kolaylık arttırılmaktadır.

5 Bu akışkanlaştırıcı polimerin, mevcut teknikteki akışkanlaştırıcıların aksine, sentez yönteminde maliyetli kurutma prosesine gerek kalmadan, etüvde kurutma yöntemiyle katı halde elde edilebilmesi ve doğada çokça bulunan ve kolay ulaşılabilen bir hammadde olan nişasta içermesi, ana zincir yapısındaki nişasta üzerine MAN/AMPS monomerleri kopolimerizasyon reaksiyonu ile aşılması ve oluşan tarak yapısı ile hem elektrostatik hem de sterik etkinin bir arada gözlenmesi sayesinde uygun maliyetli, 10 yüksek kalite standartlarına sahip, bir süre ıslak kalabilen ve tesviye şapına kolay uygulanabilme özelliği sağlayan, kurutma prosesi ile beraberinde gelebilecek olan fiziksel ve kimyasal bozunma reaksiyonlarının gerçekleşmesi riskini içermeyen, sentez aşamasının kolaylığı sebebiyle üretimsel kolaylığı beraberinde getirme potansiyeline sahip bir akışkanlaştırıcı olarak kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında 15 kullanılması hedeflenmektedir.

Buluşun Ayrıntılı Açıklaması

Buluş, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılabilen nişasta esaslı 20 akışkanlaştırıcı polimer sentezi ile ilgilidir. Buluşa konu nişasta üzerine aşılana maleik anhidrit (MAN) ve 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerleri ile sentezlenen polimer kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında akışkanlaştırıcı olarak kullanılmaktadır. Doğada bolca bulunan nişasta esas alınarak, nişasta aşı polimerleri sentezlenmekte ve tesviye şaplarına kendiliğinden yayılma 25 kabiliyeti veren akışkanlaştırıcı olarak kullanılmaktadır. Nişasta kullanılarak elde edilen akışkanlaştırıcı polimerin sentez yönteminde, saflandırma sonrası etüvde kurutularak kolaylıkla toz forma getirilebiliyor olması hem ekonomik fayda hem de üretim kolaylığı sağlamaktadır. Buluşa konu polimer yapıda sağlanan sterik etki ile harcın ıslak kalma kabiliyeti oluşmakta, bir süre ıslak kalan harcın düzeltilebilme süresinin uzun olması ile 30 uygulayıcı için özellikle hızlı su kaybının yaşandığı zeminlerde ya da sıcak havalarda yapılan uygulamalarda kolaylık arttırılmaktadır. Buluşa konu formülde kullanılan akışkanlaştırıcı harcın reolojisi üzerinde etkili olmasıyla harçta fazla suyun yüzeye göçmesi problemi önlenmektedir. Buluşa konu polimeri sentezinin, nişasta üzerine

MAN/AMPS monomerlerinin kopolimerizasyon reaksiyonu ile aşılması ve oluşan tarak yapısı ile hem elektrostatik hem de sterik etkinin bir arada gözlenmesi sayesinde akışkanlaştırıcı özellikleri güçlendirilmektedir. Söz konusu polimer sentezi hem hammaddenin uygun fiyatlı olması hem de kurutma prosesi yatırımı gerekmediğinden üretimdeki maliyeti de en aza indirmektedir. Buluşa konu polimerin sentez yönteminde başlatıcı olarak Amonyum Persülfat (APS) kullanılmaktadır.

Buluşa konu kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılabilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer sentezi yöntemi;

- i. nişastanın su dolu reaktörde ve azot atmosferi içinde karıştırılması,
- ii. Reaktöre maleik anhidrit (MAN) ve 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerlerinin eklenmesi,
- iii. Amonyum Persülfat (APS) başlatıcı ilave edilerek reaksiyon başlatılması,
- iv. elde edilen nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün saflandırılması,
- v. nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün etüvde kurutulması,
- vi. kurutulan sentez ürününün havanda dövülerek toz haline getirilmesi,

işlem adımlarını içermektedir.

Buluşun bir uygulamasında, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılabilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer sentezi yöntemi;

- i. 1-10 g nişastanın 200 ml su dolu reaktörde ve azot atmosferi içinde 15 dakika karıştırılması,
- ii. 35-95⁰C sıcaklığındaki reaktöre 0.01M-0.3M maleik anhidrit (MAN) ve 0.1M-0.9M 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerlerinin eklenmesi,
- iii. 0.001-0.02 M Amonyum Persülfat (APS) başlatıcı ilave edilerek 1-6 saat boyunca reaksiyon gerçekleşmesi,
- iv. elde edilen nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün saflandırılması,
- v. nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün 30-100⁰C etüvde kurutulması,
- vi. kurutulan nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün havanda dövülerek toz haline getirilmesi,

işlem adımlarını içermektedir.

Buluşun bir diğer uygulamasında, kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında kullanılabilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer sentezi yöntemi;

- i. 4gr nişastanın 200 ml su dolu reaktörde ve azot atmosferi içinde karıştırılması,
- ii. 35-95°C sıcaklığındaki reaktöre 1.96 g, 0.1M maleik anhidrit (MAN) ve 12.435 g, 0.3M 2- akrilamido-2-propan sülfonik asit (AMPS) monomerlerinin eklenmesi,
- iii. 0,685 g, 0.015M Amonyum Persülfat (APS) başlatıcı ilave edilerek reaksiyon başlatılması,
- iv. elde edilen nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün saflandırılması,
- v. nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün etüvde kurutulması,
- vi. kurutulan sentez ürününün havanda dövülerek toz haline getirilmesi,

işlem adımlarını içermektedir.

Bu şekilde üretilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer nişasta, MAN, AMPS, APS içermektedir.

Buluşun bir uygulamasında nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer % 20.97 nişasta, % 10.27 MAN, % 65.17 AMPS, %3.59 APS içermektedir.

AMPS/MAN monomerlerinin, nişastaya oranı 3.60, AMPS/Nişasta oranı = 3.11, MAN/Nişasta oranı =0.49 olmaktadır.

Bu şekilde üretilen toz formundaki nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında harç formülü içinde kullanılmaktadır.

Buluşun bir uygulamasında nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında %0.05-0.2 oranında kullanılmaktadır.

5 Buluşun bir uygulamasında nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer kendiliğinden yayılan tesviye şapı uygulamalarında %0.1 oranında kullanılmaktadır.

10 Söz konusu nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer kremi toz formunda bir ürün olarak elde edilmiştir. Toz yoğunluğu içerisinde bulunan nem miktarına göre değişkenlik gösterebilmektedir. Kurutma işlemi liyofilizatörde yapılmış olup, havada öğütülerek kullanılmaktadır. Buluşa konu nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer 40°C sıcaklığındaki su ile çözünmektedir.

15 Buluşa konu nişasta esaslı akışkanlaştırıcı polimer sentez ürününe ait analizler yapılmıştır.

20 Tablo 1' de nişasta esaslı akışkanlaştırıcıya ait toplam asidik grup miktarı (TAM), graft ağırlığı (GA), % graft miktarı (GM) ve % graft etkinliği (GE) miktarları açıklanmaktadır. Akışkanlaştırıcıya ait bu değerler nişasta üzerine AMPS ve MAN monomerlerinin ne kadar etkin bir şekilde graft/aşı olduğunu göstermektedir. Üründeki toplam asidik grup miktarı (mmol/g), asit-baz titrasyonu ile belirlenmiştir. %S tayini sonucunda SO₃H grupları bulunduktan sonra COOH grupları belirlenmiştir. Sentezde kullanılan monomerin ekivalent ağırlığı ile çarpılarak üründeki polimerlerin ağırlıkça miktarları (GA) belirlenmiştir. GA değeri hesaplanan ürünlerin ise, aşağıda belirtildiği şekilde %
25 Graft miktarı (%GM) hesaplanmıştır.

$$\% \text{ GM} = \{[GA/(T-GA)] * 100\}/A ,$$

$$\% \text{ GE} = [(NM*GA) / (T-GA)] * 100 ,$$

30 NM: Reaksiyonda kullanılan nişasta miktarı (g) ,

A: Reaksiyonda kullanılan asidik monomer miktarı (g)

Tablo 1. Nişasta esaslı akışkanlaştırıcıya ait TAM, GA, %GM ve %GE miktarları

Ürün	TAM (mmol/g)	GA	%GM	%GE
Nişasta-g-AMPS/MAN	1,74	0,22	28,06	7,80

TAM: Toplam Asidik Grup Miktarı, g: graft/aşı, GA: Graft Ağırlığı, GM: Graft Miktarı, GE: Graft Etkinliği.

5

Tablo 2'de verilen çözünür nişasta ile yapılan akışkanlaştırıcıya ait fonksiyonel grubu miktarına göre nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürünü %2,53 S, 0,79 mmol/g SO₃H grubu, 0,95 mmol/g COOH grubu içermektedir.

10

Tablo 2. Nişasta ile yapılan akışkanlaştırıcıya ait fonksiyonel grubu miktarı

15

Ürün	%S sonuçları	SO ₃ H grubu miktarı (mmol/g)	COOH grubu miktarı (mmol/g)
Nişasta-g-AMPS/MAN	2,53	0,79	0,95

Tablo 3'te yayılma halkasıyla elde edilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcının harç yayılma değerleri analiz sonuçları yer almaktadır. Büyük silindirik yayılma halkası çapı 4.2cm yüksekliği 5cm; küçük silindirik yayılma halkası çapı 3cm, yüksekliği 5cm değerindedir.

20

Büyük yayılma halkası ile akışkanlaştırıcı katılmadan 90 mm yayılma gözlenen harç, buluşa konu sentez ürünü olan nişasta-g-AMPS/MAN akışkanlaştırıcısı eklendiğinde 180 mm yayılma göstermiştir. Küçük yayılma halkası ile akışkanlaştırıcı katılmadan 63 mm yayılma gözlenen harç, buluşa konu sentez ürünü olan nişasta-g-AMPS/MAN akışkanlaştırıcısı eklendiğinde harç 135 mm yayılma göstermiştir.

Tablo 3. Yayılma halkasıyla elde edilen nişasta esaslı akışkanlaştırıcının harç yayılma değerleri

Harç içeriği	Büyük silindirik yayılma halkası ile yayılma (mm)	Küçük silindirik yayılma halkası ile yayılma (mm)
Akışkanlaştırıcı katılmadan	90	63
%0.1 Nişasta-g-AMPS/MAN akışkanlaştırıcı içeren	180	135

Nişasta esaslı akışkanlaştırıcının harç içinde dağılımı, birleşme süresi, çalışma süresi, vikat süresi ve betopan üzerinde kuruma süresi analiz sonuçları Tablo 4'te açıklanmaktadır. Bu test sonuçlarında yer alan kesik atma süresi, harcın cam levha üzerinde yayıldıktan sonra, belirli dakikalar içerisinde bir spatula yardımıyla ortadan ikiye kesikler atıldığında, harcın tekrar birleşebilme süresini ifade etmektedir. Birleşemediği, harcın ayrıştığı noktada kesik atma süresi belirlenmektedir. Çalışma süresi harcın kap içerisinde çökmeden kalabildiği süreyi ifade etmektedir. Bu süre aynı zamanda uygulama süresini de göstermektedir. İlk vikat süresi, harcın kıvam olarak yoğunlaşmaya başladığı, priz aldığı ilk süreyi ifade etmektedir. Betopan üzerinde kuruma süresi ise, harcın yüzey özelliklerini kontrol edebilmek hem de betopan bir yüzeyde ilk yüzey kurummasını tespit edebilmek için kullanılan laboratuvar içi bir

tekniktir. Bu sürenin tespit edilmesiyle zemine dökülen bir harcın, yüzeydeki ıslaklığını kaybederek yüzey kurumasının ilk başladığı anın kaydedilmesine dayanmaktadır.

Vikat süresi tayininde TS EN 480-2 ve TS EN 13294 standardı birlikte baz alınarak gerçekleştirilmiştir. Vikat cihazında yer alan silindirik kaba hazırlanan harç doldurulmuştur. Doldurulmuş vikat kalıbı cam plaka ile birlikte $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta ve $(\%50\pm 5)$ bağıl nemdeki ortamda bulunan vikat cihazında bulunan iğnenin altına yerleştirilmiştir. İğne, harcın üst yüzeyine kadar yavaşça indirilir, iğnenin düşey olarak harcın içine girmesi sağlanmıştır. İğnenin harca batması tamamlandıktan sonra veya iğnenin serbest bırakılmasından 30 saniye sonra (hangisi daha önce olmuşsa) taksimatlı göstergeden okuma yapılmıştır. Her batırma işleminden sonra vikat iğnesi hemen temizlenmiştir. İğnenin ucu ile cam plaka arasındaki mesafeyi veren bu değer, sıfır anından itibaren geçen süreyle birlikte kaydedilmiştir. Sıfır olarak kabul edilen başlangıç zamanından itibaren iğnenin alt ucu ile cam plaka arasındaki mesafe (4 ± 1) mm oluncaya kadar geçen süre (priz başlangıç) başlangıç süresi olarak kaydedilmiştir. Priz tayininde hem ilk priz hem de harcın katılma noktası belirlenebilmiştir. İğnenin bir kez girmiş olduğu yere bir daha girmemesi için vikat halkasının yeri her batırılıştan sonra değiştirilmiştir. Priz başlangıcı süresi tayinindeki işlemler aynen uygulanmıştır. İğnenin en çok 2,5 mm kadar battığı ilk an ile 0 olarak kabul edilen zaman arasındaki fark priz-katılma süresi sonu olarak kaydedilmiştir.

25

30

Tablo 4. %0.1 oranındaki Nişasta esaslı akışkanlaştırıcının harç içinde dağılımı, birleşme süresi, çalışma süresi, vikat süresi ve betopan üzerinde kuruma süresi tayini:

Ürün	%0.1 Nişasta-g-AMPS/MAN
Yayılma (mm)	180
Dispersiyon	Kolay dağılma, taneciksiz
Çökme	Çökme yok
Kesik atma/tekrar birleşme süresi (dk.)	23
Çalışma süresi (dk.)	26
İlk vikat süresi (dk.)	22
Betopan üzerinde kuruma süresi (dk)	26

5

Tablo 5' de 28 günlük kürlenme sonrasında elde edilen nişasta esaslı polimerin TSE Standartlarına (TSE EN 13892-2; 13813) göre mekanik performans test sonuçları açıklanmaktadır. Nişasta-aşı polimerinin kullanıldığı harç örneklerinde basınç değeri 31,8 N/mm², eğilme sonucu 7,86 N/mm² elde edilmiş olup, TSE 13813 standardında belirtilen harç sınıflandırılmalarında seçilen C25, F7 beyanını karşılamaktadır. Sektörde satışı yapılan tesviye şaplarının C20 basınç sınıfıyla başlayıp C35 basınç sınıfına kadar çıktığı, en ideal ve en çok tercih edilen grubun C25 olduğu bilinmektedir. Bu sebeple C25 basınç sınıfını sağlaması açısından da yeterli bir sonuç elde edildiği, hatta C30 sınıfı basınç değerini de karşıladığı görülmektedir. Ayrıca 13813 numaralı TSE standardında alt tabakaya yapışma testini zorunlu tutmamakla beraber, bu testin yapıldığı durumlarda da en az 0,8N/mm² çekme değerinin sağlanması gerekmektedir. Elde edilen çekme testi sonucunun, bu değeri yaklaşık 2 katından fazla bir değer ile karşıladığı, ekstra olarak alt tabakaya yani zemine yapışma değerleri bakımından kıyaslandığında çok daha başarılı bir sonuç elde edildiği görülmektedir.

20

Tablo 5. 28 günlük kürlenme sonrasında elde edilen nişasta esaslı polimerin TSE Standartlarına (TSE EN 13892-2; 13813) göre mekanik performans test sonuçları

TSE standardı ile kıyaslama	Eğilme (N/mm²) TS EN 196-1	Basınç (N/mm²) TS EN 196-1	Alt tabakaya yapışma $\geq 0,8$ N/mm² TS EN 1504-2	Aşınma ≤ 1000 (mm³) TS EN 13892-5 ve TS EN 12808-2	Yayılma (mm)	Vikat (dk) TS EN 480-2 ve TS EN 13294
C25- F7 beyanı için gereklilikler	7,00	25,00	0,8	≤ 1000	-	-
Nişasta-g-AMPS/MAN	7,86	31,8	2,05	206	180	22

5

Buluşa konu Nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün 6 aylık izleme sonunda nişasta esaslı elde edilen akışkanlaştırıcı polimerin konkavlık testi sonuçları Tablo 6'da açıklanmaktadır. 6 ay sonunda Nişasta-g-AMPS/MAN sentez ürününün kullanım miktarı %0.15, sol taraf büzülme değeri 2.83 mm ve sağ taraf büzülme değeri 4.13 mm olarak hesaplanmıştır. Tablo 6'da yer alan büzülme ölçümleri yapılırken formülasyon içerisinde %0.15 oranında nişasta aşısı kopolimeri kullanılmış olup, bu değerlere ait büzülme değerleri verilmiştir. Büzülme değerleri konkavlık ölçümlerinde kullanılan bir iç teknik olup, deneyin yapılması için 1cm derinliğinde ve 1m uzunluğundaki silikon kalıplar kullanılmıştır. İçerisine sığacak şekilde 1m uzunluğunda 2mm kalınlığında demir destekler yerleştirilmiş ve sonrasında hazırlanan akışkan harç, silikon kalıplara dökülmüştür. Harçlar bir gün sonra kürlenmesini tamamladığında, silikon kalıplardan sökülmüş ve sonrasında sabit bir düzleme yaslanarak, meydana gelen konkavlaşma miktarı, haftalık olarak elde edilen kalıpların hem sağ hem de sol tarafından ölçüm alınarak takiplenmiştir. 6 aylık izleme sonucunda Tablo 6'daki veriler elde edilmiştir.

25

Tablo 6. 6 aylık izleme sonunda nişasta esaslı elde edilen akışkanlaştırıcı polimerin konkavlık testi sonuçları.

% Kullanım miktarı	Büzülme sol taraf (mm)	Büzülme sağ taraf (mm)
0,15	2,83	4,13

5

10

15

20

25

30

REFERANSLAR

5 [1] Büyükyacı, A., Tuzcu, G., Aras, L., “Synthesis of Copolymers of Methoxy Polyethylene Glycol Acrylate and 2-acrylamido-2-methyl-1-propanesulfonic Acid: Its Characterization and Application as Superplasticizer in Concrete”, Cement and Concrete Research, No. 39, pp. 629-635, 2009.

10 [2] Plank, J., Pollmann, K., Zouaoui, N., Andres, P.R., Schaefer, C., “Synthesis and Performance of Methacrylic Ester Based Polycarboxylate Superplasticizers Possessing Hydroxyl Terminated Polyethylene glycol Side Chains”, Cement and Concrete Research, No. 38, pp. 1210-1216, 2008.

15 [3] Cho, H.Y., Suh, J.-M., “Effects of the Synthetic Conditions of Polycarboxylate-g-ethylene glycol-ethyl ether on the Dispersibility in Cement Paste”, Cement and Concrete Research, No. 35, pp. 891-899, 2005.

20 [4] Liu, X., Wang, X., Zheng, Y., Cui, S., Lan, M., Li, H., Zhu, J., Liang, X., 2014, Preparation, Characterization and Performances of Powdered Polycarboxylate Superplasticizer with Bulk Polymerization, *Materials*, 7, 6169-6183.

25

30