

Effects of pre-curing process on improvement of the compressive strength of IGCC-slag-based-geopolymer

Soo-bin Park, Kang-duk Kim and Seung-gu Kang[†]

Department of Advanced Material Engineering, Kyonggi University, Suwon 16227, Korea

(Received September 25, 2017)

(Revised October 13, 2017)

(Accepted October 24, 2017)

Abstract In this study, the effect of pre-curing process on the enhancement of mechanical properties of IGCC-slag-based-geopolymer was studied. Pre-curing is a process in which the green geopolymer is left at room temperature for a certain period of time prior to the high-temperature curing, and it is known as increasing the strength of a specimen. Therefore, in this experiment, the compressive strength of the geopolymers was measured according to various pre-curing conditions, and microstructure and crystal phase changes were observed by SEM and XRD, respectively. The W/S ratio was determined to be 0.26, which can offer the maximum geopolymer strength with easy molding ability, and the concentration of the alkali solution was 15 M. Pre-curing was performed at room temperature for 0 to 27 days. Compressive strength of the geopolymer made with pre-curing process increased by 36~87% compared with the specimens made with no pre-curing process. Those improved compressive strength for the pre-cured geopolymer was confirmed owing to promotion effect of pre-curing process on generation of C-S-H gel and zeolite phases, which were analyzed using by XRD and SEM measurement.

Key words IGCC slag, Geopolymer, Pre-curing, Compressive strength, Aging time

IGCC 용융 슬래그로 제조된 지오폐리머의 강도증진에 Pre-curing이 미치는 영향

박수빈, 김강덕, 강승구[†]

경기대학교 신소재공학과, 수원, 16227

(2017년 9월 25일 접수)

(2017년 10월 13일 심사완료)

(2017년 10월 24일 게재확정)

요약 본 연구에서는 IGCC(Integrated Gasification Combined Cycle; 석탄 가스화 복합 발전)에서 배출된 용융 슬래그(이하 용융 슬래그)를 이용한 지오폐리머의 제조 시 pre-curing 공정이 지오폐리머의 물성에 미치는 영향에 대해 연구하였다. Pre-curing이란 고온양생으로 지오폐리머를 제조하기 전에, 성형체를 상온에서 일정 시간 방치하는 공정으로서, 시편의 강도를 높이는 효과가 있다고 알려져 있다. 따라서 본 실험에서는 pre-curing 조건에 따른 지오폐리머의 압축강도 특성을 측정하였으며, SEM과 XRD로 미세구조 및 결정상 변화를 관찰하였다. W/S 비율(water/solid ratio)은 사전 실험을 통해, 성형이 가능하면서 최대 지오폐리머 강도를 확보할 수 있는 0.26으로 결정하였으며, 자극제인 알칼리 용액의 농도는 15 M로 고정하였다. 상온에서 pre-curing을 0~27일 범위 내에서 실시한 결과, pre-curing 공정을 적용한 지오폐리머의 경우, 그렇지 않은 시편에 비해 압축강도가 36~87% 증가하는 것을 확인하였다. Pre-curing 시킨 시편에서 XRD 측정 결과, C-S-H 겔(calcium silicate hydroxide gel) 상 발현이 촉진되었고 SEM을 이용한 미세구조 관찰 결과, 부정형의 zeolite 상이 더 많이 성장된 것이 관찰되었으며 이러한 상들의 생성이 강도 증진에 영향을 미친 것으로 분석되었다.

1. 서론

최근 국내·외 건축 및 토목 분야는 초장대교 및 초고층 건물과 같이 규모가 거대화되는 방향으로 진행되고

있으며, 그로 인해 건축물의 주재료인 포틀랜드 시멘트 소비량도 증가하고 있다. 지구 온난화 및 기상이변 등 자연재앙의 한 원인으로 인식되고 있는 CO₂ 가스는 시멘트 생산과정에서 연간 약 135만 톤 발생되고 있으며 따라서 시멘트 관련 산업에 대해 이산화탄소 감축 필요성이 크게 대두되고 있다[1]. 이에 따라 시멘트를 대체할 수 있는 저탄소형 무기계 바인더 재료에 대한 관심이

[†]Corresponding author

E-mail: sgkang@kgu.ac.kr

높아지면서 호주, 미국, 유럽 등을 중심으로 석탄재, 고로슬래그 등을 이용한 알칼리 활성화 콘크리트에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다[2]. 1978년 프랑스의 Davidovits는 알루미늄 규산염계 원료를 알칼리 용액으로 활성화시켜 제올라이트와 유사한 구조를 가진 재료를 개발하였는데 이는 중합반응(polymerization)을 하여 고분자와 유사한 3차원 구조를 갖기 때문에 지오폐리머(geopolymer)로 명명하였다[3, 4]. 지오폐리머의 장점은 포틀랜드 시멘트와 비교하였을 때 생산 시 이산화탄소 배출량이 적은 것은 물론이고 높은 내열화성 및 내화화성, 높은 초기 강도 및 동결 용해 저항성, 그리고 균열, 부식 및 풍화 저항성을 갖는 것으로 보고되고 있다[5, 6]. 또한 알루미늄 규산염계 지오폐리머는 앞서 언급한 석탄재나 고로슬래그와 같은 산업부산물을 원료로 제조 가능하기 때문에 폐자원의 재활용 측면에서도 매우 중요한 연구로 인식되고 있다[7].

지오폐리머 반응은 다음과 같은 단계를 거쳐서 일어난다. 먼저, 알루미늄 규산염계 원료에 알칼리 활성화제가 접촉하면 Si, Al 이온이 용출되고 이로부터 Si-O-Al 형태의 결합으로 구성되는 단량체(oligomer)가 형성된다. 이 단량체들은 고온의 환경에서 축·중합 반응을 거치며 3차원적인 구조를 형성하는데 이것들이 서로 결합하며 경화되어 시멘트 같은 강도가 발현된다[8, 9]. J. van Jaarsveld 등은 지오폐리머 반응과정에서 알칼리 활성화제의 배합비와 농도가 강도에 많은 영향을 미친다고 보고하였다[10, 11]. 또한 양생 기간이 압축 강도에 미치는 영향에 대한 연구도 많이 진행되었다[12-14]. T. Bakharev는 지오폐리머 제조 시 고온 양생 전에 상온에서 시편을 방치하는, 소위 pre-curing 공정을 적용하면 시편의 강도 증진에 매우 효과적이라고 보고하였다[15]. 이러한 연구 결과에 따르면 활성화제의 농도, 배합비, 양생 조건 및 방법 등에 의해서 지오폐리머의 강도가 다양하게 변화하는 것을 확인할 수 있다.

본 연구에서는 최근 들어 큰 관심을 끌고 있는 석탄 발전의 한 형태인 IGCC(Integrated Gasification Combined Cycle; 석탄 가스화 복합 발전)으로부터 배출되는 용융 슬래그를 기반으로 하여 지오폐리머를 제조하였다. 통상 지오폐리머는 천연 원료인 메타카올린으로 제조되며, 이때 압축강도는 70 MPa 이상으로 보고되고 있으며[16], 일반 석탄화로부터 제조된 경우에도 일반 시멘트 경화체 이상의 강도 값이 보고된 바 있다[17]. 그러나, 본 연구에서 사용된 IGCC 용융 슬래그의 경우, 사전 연구에서 20 MPa 이하의 압축 강도 값이 발현됨으로서 상용화를 위해서는 더욱 높은 압축 강도 발현이 요구되었다. 물론 W/S 비(물/고체 원료 비율)를 0.2 정도로 낮추면, 압축 강도가 높아질 수는 있으나, 실제 제조 공정에서 제품 성형의 용이성을 높이기 위해서는 W/S 비를 높여야 함

으로, 본 연구에서는 W/S를 0.26으로 비교적 높게 고정하고 실험을 진행하였다. 이러한 조건 하에서, 지오폐리머의 강도를 향상시키기 위하여, 지오폐리머 제조에 있어 필수불가결한 고온 양생 단계 전에 pre-curing 공정을 실시하였다. Pre-curing 이후 고온 양생은 모든 시편에 대해 70°C/1 day로 고정하였다. 고온 양생 이후 aging(재령) 조건은 pre-curing 조건과 연계하여 변화를 주었다. Pre-curing 공정 조건에 따라 제조된 지오폐리머의 압축강도가 어떻게 변화하는지에 대해 알아보았다. 또한 향상된 시편의 압축 강도가 발현된 결정상 및 미세구조와 어떤 관계가 있는지 중점적으로 연구하고 분석하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 지오폐리머 원료는 국내 'T' 발전소에서 운용중인 IGCC 시스템에서 발생하는 용융 슬래그(이하 용융 슬래그)를 사용하였다. 또한 지오폐리머 반응을 위한 알칼리 활성화제는 NaOH(DAEJUNG CHEMICALS, 97%, Korea)와 증류수를 혼합한 수용액을 사용하였다.

지오폐리머 시편 제조를 위해 용융 슬래그는 Planetary Ball Mill을 이용하여 분쇄 후 체가름하여 평균 입경 128 μm 이하의 것만을 원료를 사용하였다. 본 실험에서는 실제 공정에 적용할 것을 고려하여 플로우(flow) 값이 100% 이상인 W/S 비를 찾기 위하여 사전 실험을 통해 Fig. 1과 같은 결과를 얻었다. 플로우 값은, paste를 슬럼프 콘에 넣고 콘을 제거하였을 때 콘의 밀지름이 얼마나 증가되었나를 % 수치로 나타낸 값이다. 이로부터 원료 반죽물의 플로우가 100% 이상인 W/S 비는 0.26임을 알 수 있었다. 일반적인 유동화 콘크리트의 경우 슬럼프(slump) 값을 플로우 값으로 환산했을 때, 약 200% 이하를 사용한다고 알려져 있다[18]. 그러나 너무 플로

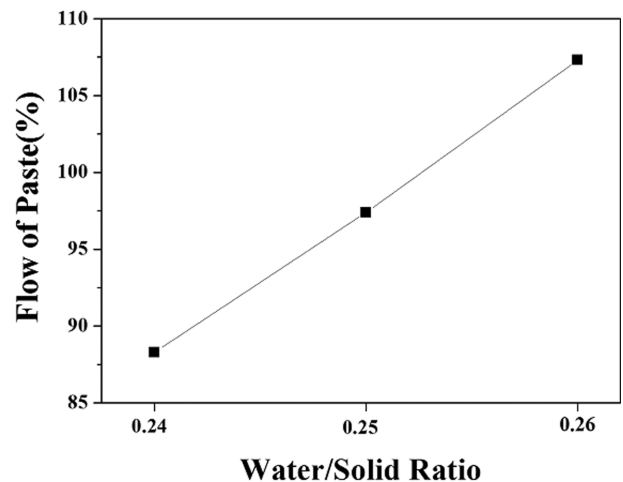


Fig. 1. Flow (%) of geopolymer paste by various W/S ratio.

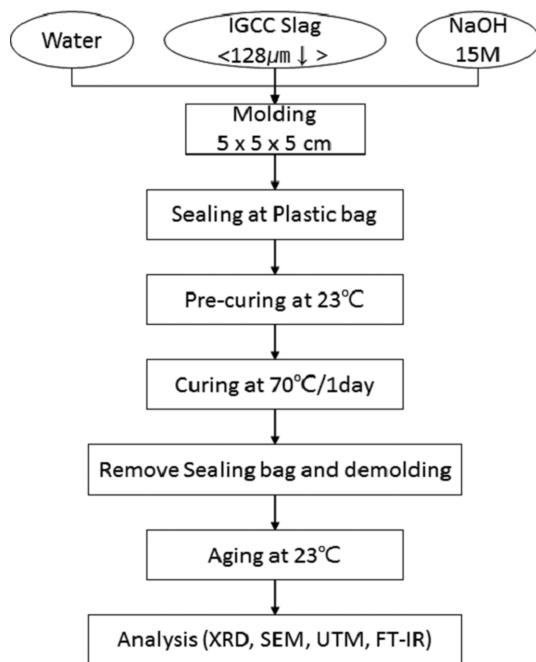


Fig. 2. Flow chart for geopolymer fabrication.

우가 높으면, 최종 시편의 강도가 낮아짐을 고려하여 더 높은 플로우를 갖는 W/S 비를 선택하지 않았다. 기본적인 지오폐리머 제조 공정은 다음과 같다. 분쇄된 용융 슬래그와 알칼리 활성화제를 W/S 비에 맞춰서 배합한 뒤, 금형 몰드(50 × 50 × 50 mm³)에서 성형하였다. 제조된 성형체는 플라스틱 백으로 밀봉한 뒤, 23°C 건조기에서 pre-curing을 실시한다. 이후 70°C 건조기에서 24시간 동안 양생한 뒤, 탈형하여 23°C에서 재령(aging)시킨다. Pre-curing은 기본적인 지오폐리머 고온 양생(70°C)

공정에 앞서, 23°C에서 1~27일 범위 내에서 수행하였다. 본 연구에서 수행된 지오폐리머 제조 공정에 대한 흐름도를 Fig. 2에 나타내었다. 또한 제조된 여러 종류의 시편에 대한 시편명 및 이에 대한 자세한 실험조건을 Table 1에 나타내었다.

용융 슬래그의 화학 성분 분석을 위하여 XRF(XRF, ZSX Primus, RIGAKU, Japan)와 ICP-AES(OPTIMA 8300, Perkin-Elmer, USA)를 측정하였으며, 용융 슬래그의 결정상 분석을 위해 XRD(Rigaku MiniFlex2, Japan)를 측정하였다. 양생 전 용융슬래그 지오폐리머 페이스트의 유동성 측정은 ‘ASTM C 1437-07의 플로우 실험’을 기준으로 실시하였다. 본 연구 결과에 나타낸 그래프들은 3~5개의 시편들의 평균값으로 구하였으며, 압축 강도는 UTM(UTM-900NH Series DAEKYUNG, Korea)을 이용하여 측정하였다. 용융 슬래그 지오폐리머의 결정상 분석을 위해 XRD를 측정하였고 결합특성 분석을 위해 FT-IR(IFS66v-S, BRUKER, USA) 분석을 실시하였으며, 미세 구조 분석을 위해 SEM(Scanning Electron Microscope, S-4800, HITACHI, Japan)을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

IGCC 용융 슬래그의 화학조성 분석 결과를 Table 2에 나타내었다. 지오폐리머는 Si, Al 이온의 용출을 바탕으로 제조되기 때문에 알루미늄 규산염계 원료를 사용해야 한다. 또한 기존의 여러 연구에서 Si/Al 비가 1~4 범위일 때, 지오폐리머의 제조가 가능하다고 보고되어 있다 [15,19-21]. XRF 분석 결과 IGCC 슬래그의 주성분은

Table 1
Experimental parameters for making geopolymers with IGCC slag

| Specimen I. D. | Total processing time (day) | Pre-curing time at 23°C (day) | Curing time at 70°C (day) | Aging time at 23°C (day) |
|----------------|-----------------------------|-------------------------------|---------------------------|--------------------------|
| P0-A2 | | 0 | | 2 |
| P1-A1 | 3 | 1 | 1 | 1 |
| P2-A0 | | 2 | | 0 |
| P0-A6 | | 0 | | 6 |
| P1-A5 | | 1 | | 5 |
| P2-A4 | | 2 | | 4 |
| P3-A3 | 7 | 3 | 1 | 3 |
| P4-A2 | | 4 | | 2 |
| P5-A1 | | 5 | | 1 |
| P6-A0 | | 6 | | 0 |
| P0-A27 | | 0 | | 27 |
| P7-A20 | | 7 | | 20 |
| P14-A13 | 28 | 14 | 1 | 13 |
| P21-A6 | | 21 | | 6 |
| P27-A0 | | 27 | | 0 |

*W/S ratio is 0.26 and NaOH concentration is 15 M for making batch of all specimens.

Table 2
Chemical composition of IGCC slag (wt%)

| | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | CaO | MgO | Na ₂ O | K ₂ O | TiO ₂ | Total |
|-----------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|-----|-------------------|------------------|------------------|-------|
| IGCC slag | 49.2 | 20.2 | 5.6 | 21.7 | 1.3 | 0.5 | 0.5 | 1.1 | 100 |

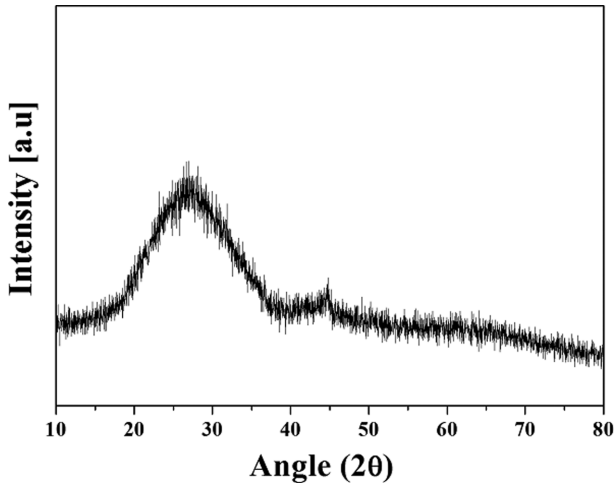


Fig. 3. XRD pattern of IGCC slag.

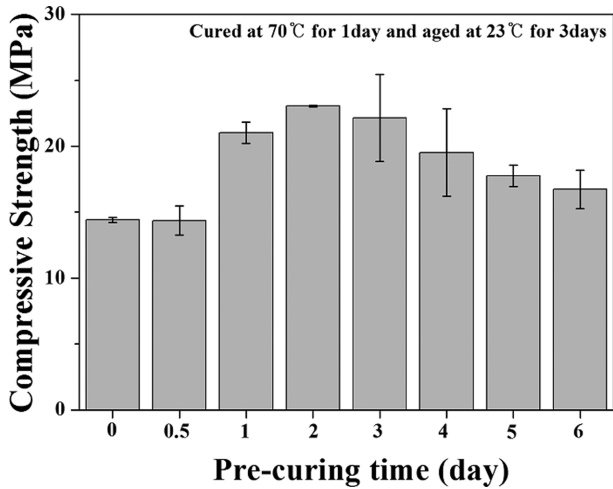


Fig. 4. Compressive strength of IGCC-slag-based-geopolymer as a function of different pre-curing time.

SiO₂, Al₂O₃, CaO로 확인되었으며, Si/Al 비가 2.07로 지오폐리머의 재료로서 사용하기에 적당하고 판단되었다.

IGCC 슬래그의 상 분석 결과를 Fig. 3에 나타내었으며, 이를 통해 IGCC 슬래그는 비정질 상으로 이루어진 것을 확인할 수 있었다. 슬래그의 경우 고온의 환경에서 급랭되기 때문에 비정질로 이루어지는 경우가 많은데, 이와 같은 비정질 원료의 경우 구조의 특성 상 Si, Al 이온의 용출이 결정질에 비해 더 용이하므로 지오폐리머의 재료로 사용하기에 적합하다[15,19,22].

Fig. 4는 pre-curing의 기간을 0~6일 범위 내에서 변화시킨 후 1일간 고온 양생 및 3일간 재령(aging)을 거쳐

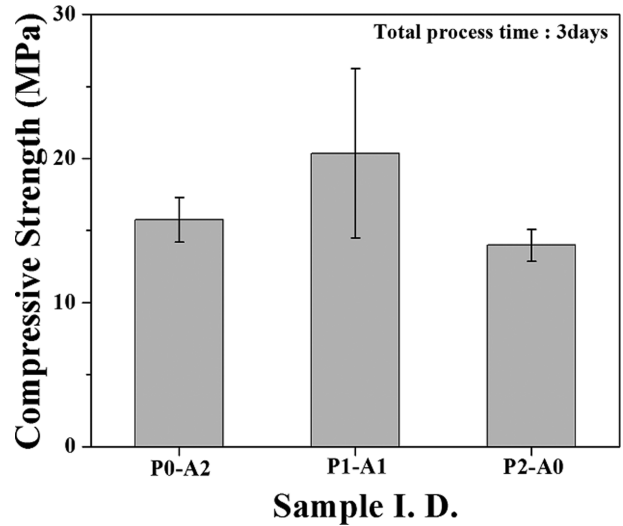


Fig. 5. Compressive strength of IGCC-slag-based-geopolymer by different pre-curing and aging time. The total time for all process was 3 days.

제조된 시편들의 압축강도 측정 결과이다. Pre-curing 시간이 1 day인 시편의 경우, pre-curing 없이 제조된 시편에 비해 강도가 향상되었으며, pre-curing이 2 days인 경우, 23.0 MPa의 최대 압축강도를 나타내었으며, 이는 pre-curing하지 않은 시편의 압축 강도(14.4 MPa)보다 60 % 향상된 값이었다. 그러나 precuring이 3일 이상이 되면 시편의 압축강도는 서서히 감소하였다.

Pre-curing이 지오폐리머의 압축강도 증진에 미치는 효과를 더욱 자세히 분석하기 위해 pre-curing 시간, 고온 양생 시간, 그리고 재령(aging)시간을 합산한 총 반응시간을 3, 7, 28일의 3종류로 나누어 시편을 제조하고 강도값을 측정하였다. 단 고온 양생은 1 day로 고정하고, pre-curing 및 재령 시간을 변화시켰다. Fig. 5는 pre-curing, 고온 양생 그리고 재령시간을 합산한 총 반응시간이 3 days인 시편들의 압축강도의 결과이다. Pre-curing 없이 재령만 2일을 실시한 시편(P0-A2)이나 pre-curing을 2일 실시하고, 재령을 진행하지 않은 시편(P2-A0) 모두 약 15 MPa 정도의 낮은 압축 강도를 나타내었으나, pre-curing과 재령 시간을 각각 1일씩 실시한 시편(P1-A1)은 21 MPa로 다른 시편들보다 32 % 높은 값을 나타내었다.

Fig. 6는 pre-curing, 고온 양생 그리고 재령시간을 합산한 총 반응시간이 7 days인 시편들의 압축강도의 결과이다. 시편의 압축강도는 pre-curing 시간이 증가할수록 서서히 증가하다, pre-curing 시간 4일 이후부터 감소

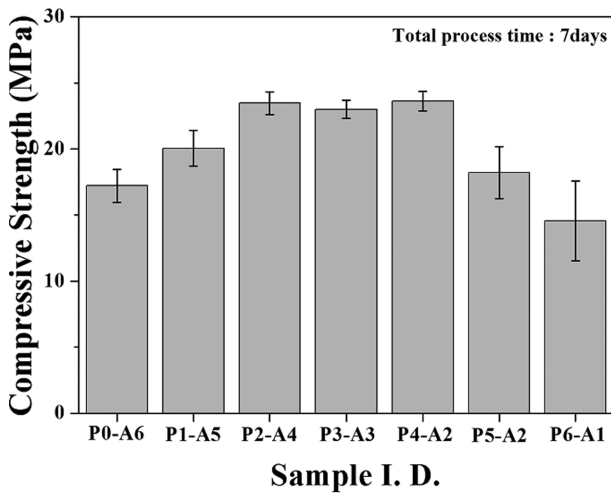


Fig. 6. Compressive strength of IGCC-slag-based-geopolymer by different pre-curing and aging time. The total time for all process was 7 days.

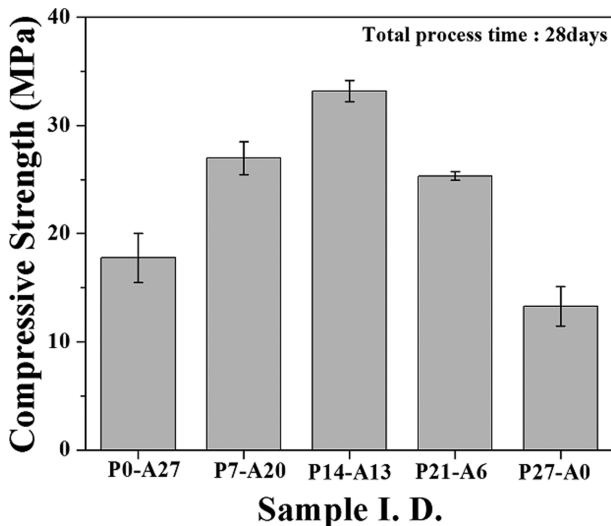


Fig. 7. Compressive strength of IGCC-slag-based-geopolymer by different pre-curing and aging time. The total time for all process was 28 days.

하기 시작하였다. Pre-curing을 실시하지 않은 P0-A6 시편의 압축강도, 17.2 MPa에 비해 pre-curing을 2일 진행한 P2-A4 시편의 경우 압축강도가 23.5 MPa로 약 36% 증가함을 확인할 수 있었다. 이로부터 pre-curing이 지오폐리머 강도 증진에 효과가 있음을 알 수 있으나, 과도한 pre-curing 시간과 낮은 재령시간으로 제조된 시편은 오히려 강도 저하를 나타내는 것을 확인하였다.

Fig. 7은 pre-curing, 고온 양생 그리고 재령시간을 합산한 총 반응시간이 28 days인 시편들의 압축강도의 결과이다. Pre-curing을 실시하지 않은 P0-A27 시편의 압축강도는 17.8 MPa이었지만, 14일간 pre-curing을 실시한 P14-A13 시편의 압축강도는 33.2 MPa로 약 87% 증가하였다. 그러나 pre-curing이 21일 이상이 되고, 재

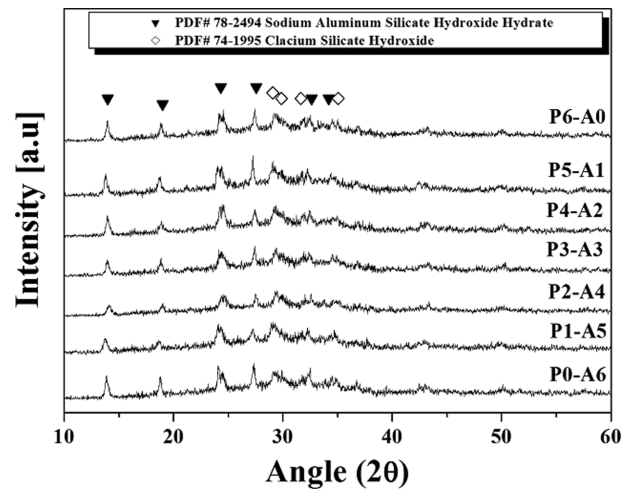


Fig. 8. XRD patterns of IGCC-slag-based-geopolymer. The total process time for making each geopolymer was 7 days.

령 시간이 6일 이하로 낮아지면 다시 지오폐리머의 압축 강도가 낮아졌다. 이와 같이 총 반응시간을 3, 7, 28일로 고정하고, pre-curing 시간 및 재령 시간을 변화시킨 결과, 상온에서 수행되는 pre-curing은 지오폐리머의 강도를 높이는 효과가 있으나 너무 오랜 시간 pre-curing을 진행할 경우, 오히려 지오폐리머의 압축강도를 저하시키는 것으로 나타났다. 일반적인 지오폐리머 반응은 알칼리 활성화제에 의해 용출된 Si, Al 이온들이 단량체를 형성하고, 고온의 환경에서 단량체들이 축·중합 반응을 진행하며 결합함으로써 강도가 증진되는데, pre-curing 공정을 실시하게 되면 고온 양생 전 Si, Al 이온 용출량이 많아지게 되고 결국 축중합 반응이 가능한 단량체의 증가로 인한 강도 증진에 효과가 있는 것으로 판단된다[2,15]. Pre-curing 기간이 증가하여도 강도가 지속적으로 증가하지 않는 이유는 시간이 지날수록 성형체 내부의 수분이 손실되어 단량체의 생성이 저하되기 때문이라고 판단되며 이에 대한 정확한 분석은 향후 추가적인 연구가 필요할 것으로 판단된다.

Fig. 8은 pre-curing, 고온 양생 그리고 재령 시간을 합산한 총 반응시간이 7 days인 지오폐리머의 결정상 분석 결과이다. 즉, Fig. 6에 나타난 시편들에 대한 상분석 결과이다. 모든 시편에 제올라이트(zeolite)의 일종인 sodium aluminum silicate hydroxide hydrate[$\text{Na}_8(\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24})(\text{OH})_{2.04}(\text{H}_2\text{O})_{2.66}$]상과 calcium silicate hydrate(C-S-H) 겔상이 관찰되었다. 이 상들은 지오폐리머 반응의 결과물로 알려져 있으며[19,23-25], 따라서 본 시편들에서 지오폐리머 반응이 일어났음을 알 수 있다. P6-A0 시편 그래프의 31.6° 부근을 보면 P0-A6 시편에 비해 C-S-H 겔상 피크가 미세하게 성장한 것을 확인할 수 있는데 이를 통해 pre-curing 시간의 증가는 C-S-H 겔상의 생성을 촉진하는 것으로 판단된다. 하지만 그 상의 해당 피크 크

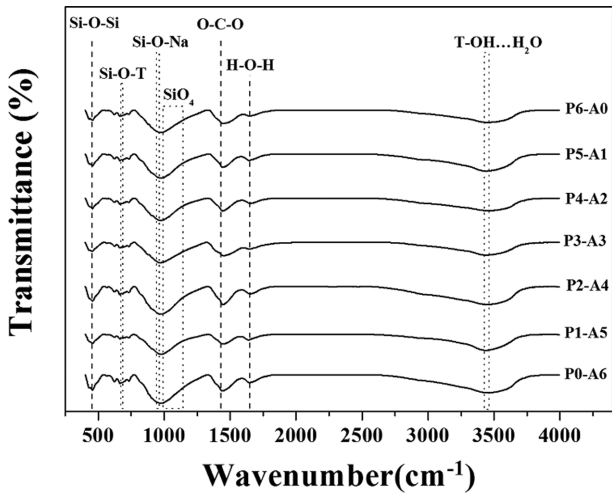


Fig. 9. FT-IR spectrum of IGCC-slag-based-geopolymer. ‘T’ means Si and Al. The total process time for making each geopolymer was 7 days.

기가 크지 않고, 그 외의 피크나 zeolite 상 피크들이 모든 시편들에서 크게 다르지 않아 이에 대한 추가적인 분석 연구가 필요하다고 생각된다.

Fig. 9는 pre-curing, 고온 양생 그리고 재령 시간을 합산한 총 반응시간이 7 days인 지오폐리머 즉, Fig. 6

에 나타난 시편들에 대한 FT-IR 결과이다. 453 cm⁻¹에서의 흡수 피크는 Si-O-Si 결합에 의한 것이며, 675~685 cm⁻¹에서의 흡수 피크는 Si-O-T(T=Si, Al) 결합, 946~961 cm⁻¹에서는 Si-O-Na 결합, 995~1150 cm⁻¹에서는 SiO₄의 결합에 의한 것이다. 또한 1430 cm⁻¹의 흡수 피크는 O-C-O 결합, 1650 cm⁻¹은 H-O-H 결합, 3427~3464 cm⁻¹은 T-OH···H₂O(T=Si, Al) 결합에 의한 것이다. Si-O-T 및 T-OH···H₂O 결합 피크들로부터 지오폐리머 합성이 이루어졌음을 확인할 수 있었으나, pre-curing에 의한 각 피크 변화는 거의 확인하기 어려웠다.

본 연구에서 제조된 P0-A6, P2-A4 지오폐리머 시편에 대한 미세구조를 SEM으로 관찰한 결과를 Fig. 10에 나타내었다. 어느 시편이든지, C-S-H 겔로 이루어진 표면에 사각 결정모양의 zeolite상이 관찰되었다[23]. 또한 Pre-curing을 실시한 (b) 시편의 경우 평균 1 μm 크기의 제올라이트 상이 생성된 반면, pre-curing을 하지 않은 (a) 시편의 경우, 생성된 zeolite의 평균 크기가 약 0.5 μm로 작은 것을 알 수 있었다. Pre-curing을 실시한 시편은 더 많은 Si, Al 이온이 용출되었고 이는 고온양생을 거치며 중축합 반응을 통해 더 많은 제올라이트 상을 생성시키고 결과적으로 지오폐리머의 압축강도 증진에 기여한 것으로 판단된다[24].

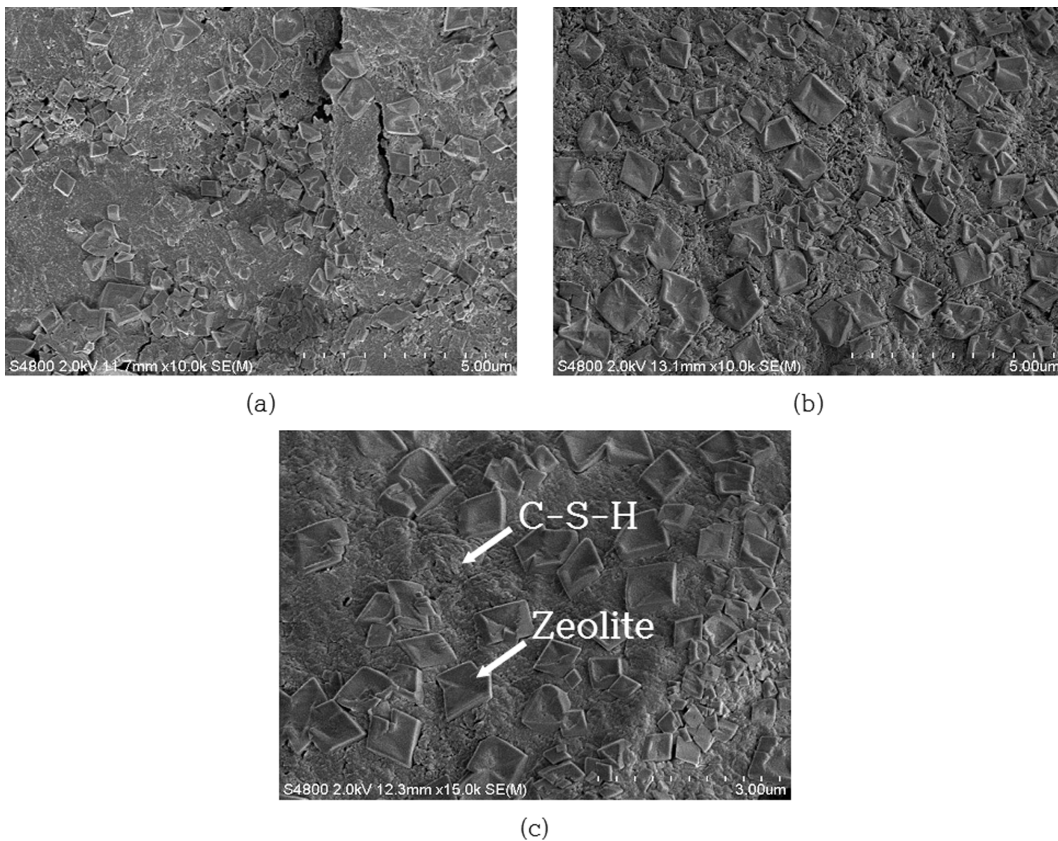


Fig. 10. SEM images of IGCC-slag-based-geopolymer; (a) P0-A6, (b) P2-A4, and © highly magnified (×15000) image of specimen (b).

4. 결 론

Pre-curing 공정은 비정질계 원료가 알칼리 활성화제 용액과 접촉할 때 더 많은 Si, Al 이온을 용출시키고, 따라서 단량체 형성이 용이하도록 충분한 시간을 제공하는 과정이다. 그러므로 pre-curing을 거친 시편은 Si-O-Al 단량체가 증가하게 되고 이에 따라 고온양생 과정에서 중축합 반응이 더욱 활발히 발생하여 결국 기계적 강도를 증진시킬 수 있는 방법이다. 본 연구에서는 IGCC 용융 슬래그 지오폐리머를 제조할 때, pre-curing 단계를 도입함으로써 최대 87%까지 강도가 증진되는 것을 확인하였다. pre-curing, 고온 양생 그리고 재령 시간을 합산한 총 반응시간이 3일, 7일 그리고 28일의 3가지 경우로 나누어 진행된 실험에서, pre-curing을 하지 않은 시편에 비해 pre-curing을 실시한 지오폐리머가 3일의 경우 32%, 7일의 경우 35% 그리고 28일의 경우 86%로 나타나, pre-curing과 재령 시간이 충분할수록 강도 증진 효과가 높은 것으로 나타났다. 그러나 과도한 pre-curing 시간과 짧은 재령 시간의 조합으로 제조된 시편은 오히려 강도 증진 효과가 나타나지 않았다. FT-IR 분석 결과를 통해 pre-curing 시간의 변화가 유의미한 피크 변화를 나타내진 않았으나 Si-O-T 및 T-OH·H₂O (T=Si, Al) 결합이 확연히 나타나 지오폐리머가 합성되었음을 확인할 수 있었다. XRD 상분석 결과, pre-curing을 실시한 시편에서 C-S-H 겔 상 피크가 미세하게나마 증가하였고, 미세구조 관찰 결과, pre-curing 공정이 적용된 지오폐리머에서 더 많은 부정형의 zeolite 상이 관찰되어, pre-curing이 그러한 상 생성을 촉진시켰고 그 결과 시편의 강도 증진에 영향을 미친 것으로 분석되었다.

References

- [1] E.-M. An, S.-B. Cho, S. Lee, H. Miyauchi and G.-Y. Kim, "Compressive strength properties of geopolymer using power plant bottom ash and NaOH activator", *Kor. J. Mater. Res.* 22 (2012) 71.
- [2] Y.-K. Cho, G.-D. Moon, J.-M. La and S.-H. Jung, "Effect of Curing Conditions on the Strength of Fly-Ash based geopolymer", *J. Kor. Conc. Instit.* 26 (2014) 449.
- [3] J. Davidovits, "Geopolymers: inorganic polymeric new materials", *J. Therm. Analysis* 37 (1991) 1633.
- [4] P. Duxon and J.L. Provis, "Designing precursors for geopolymer cements", *J. Amer. Cer. Soc.* 91 (2008) 3864.
- [5] M. Lizcano, A. Gonzalez, S. Basu, K. Lozano and M. Radovic, "Effects of water content and chemical composition on structural properties of alkaline activated metakaolin-based geopolymers", *J. Amer. Cer. Soc.* 95 (2012) 2169.
- [6] S. Suber, "Influence of Aggregate on the Microstructure of Geopolymer" (Curtin Univ. of Tech., Perth, 2004) 1.
- [7] Q. Zhao, B. Nair, T. Rahimian and P. Balaguru, "Novel geopolymer based composites with enhanced ductility", *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 3131.
- [8] A.D. Hounsi, G.L. Nana, G. Djeteli, P. Blanchart, D. Alowanou, P. Kpelou, K. Napo, G. Tchangbedji and M. Praisler, "How does Na, K alkali metal concentration change the early age structural characteristic of kaolin-based geopolymers", *Cer. Int.* 40 (2014) 8953.
- [9] P. Duxon, A. Fernandez-Jimenez, J.L. Provis, G.C. Lukey, A. Palomo and J.S.J. van Deventer, "Geopolymer technology: The current state of the art", *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 2917.
- [10] J.G.S. van Jaarsveld and J.S.J. van Deventer, "Effect of the alkali metal activator on the properties of fly ash-based geopolymers", *Ind. Eng. Chem. Res.* 38 (1999) 3932.
- [11] M. Sarkar, K. Dana and S. Das, "Microstructural and phase evolution in metakaolin geopolymers with different activators and added aluminosilicate fillers", *J. Molec. Struc.* 1098 (2015) 110.
- [12] K. Neupane, R. Sriravindrarajah, D. Baweja and D. Chalmers, "Effect of curing on the compressive strength development in structural grades of geocement concrete", *Const. Build. Mater.* 94 (2015) 241.
- [13] A. Hajimohammadi, T. Ngo and P. Mendis, "How does aluminium foaming agent impact the geopolymer formation mechanism?", *Cem. Conc. Comp.* 80 (2017) 227.
- [14] M.Y.J. Liu, U.J. Alengaram, M. Santhanam, M.Z. Jumaat and K.-H. Mo, "Microstructural investigations of palm oil fuel ash and fly ash based binders in lightweight aggregate foamed geopolymer concrete", *Const. Build. Mater.* 120 (2016) 112.
- [15] T. Bakharev, "Geopolymeric materials prepared using Class F fly ash and elevated temperature curing", *Cem. Conc. Res.* 35 (2005) 1224.
- [16] P. Duan, C. Yan and W. Zhou, "Influence of partial replacement of fly ash by metakaolin on mechanical properties and microstructure of fly ash geopolymer paste exposed to sulfate attack", *Cer. Int.* 42 (2016) 3504.
- [17] L.N. Assi, E. Deaver, M.K. ElBatanouny and P. Ziehl, "Investigation of early compressive strength of fly ash-based geopolymer concrete", *Const. Build. Mater.* 112 (2016) 807.
- [18] Concrete Standard Specification of Korea, Ministry of Land, Infrastructure and Transport (2016).
- [19] Q. Wan, F. Rao, S. Song, R.E. Garcia, R.M. Estrella, C.L. Patino and Y. Zhang, "Geopolymerization reaction, microstructure and simulation of metakaolin-based geopolymers at extended Si/Al ratios", *Cem. Conc. Comp.* 79 (2017) 45.
- [20] S. Lee, E.-M. An and Y.-H. Cho, "Effect of foaming agent content on the apparent density and compressive strength of lightweight geopolymers", *J. Rec. Const. Resources* 4 (2016) 363.
- [21] L. Zhang, F. Zhang, M. Liu and X. Hu, "Novel sustainable geopolymer based syntactic foams: An eco-friendly alternative to polymer based syntactic foams", *Chem.*

- Eng. J. 313 (2017) 74.
- [22] S. Delair, E. Prud'homme, C. Peyratout, A. Smith, P. Michaud, L. Eloy, E. Joussein and S. Rossignol, "Durability of inorganic foam in solution: The role of alkali elements in the geopolymer network", *Corr. Sci.* 59 (2012) 213.
- [23] J.T. Kim, D.S. Seo, G.J. Kim and J.K. Lee, "Influence of alkaline-activator content on the compressive strength of aluminosilicate-based geopolymer", *J. Kor. Cer. Soc.* 47 (2010) 216.
- [24] N.-K. Lee, H.R. Khalid and H.K. Lee, "Synthesis of mesoporous geopolymers containing zeolite phases by a hydrothermal treatment", *Mic. Meso. Mater.* 229 (2016) 22.
- [25] H.M. Khater, "Effect of silica fume on the characterization of the geopolymer materials", *Int. J. Adv. Struct. Eng.* 12 (2013) 5.