

Mechanism of change in compressive strength of geopolymers by immersion method

Hakmin Kim and Yootaek Kim[†]

Department of Materials Engineering, Kyonggi University, Suwon 16227, Korea

(Received March 18, 2022)

(Revised April 18, 2022)

(Accepted April 18, 2022)

Abstract This study was performed to investigate the mechanism of the change in compressive strength of autoclave cured geopolymers. Specimens were immersed in distilled water, 2M, 8M, and 14M alkaline solutions for 3, 7, and 21 days. The change in the specimens immersed in a short period of time was not significant, but the compressive strength of the specimens immersed in the distilled water and 8M alkali solution) for 21 days increased more than twice as much as before immersion because of additional geopolymerization. However, compressive strength decreased due to the alkaline aggregate reaction when alkaline solution was supplied more than a certain level of concentration. Therefore, immersing the specimens for more than 21 days in the distilled water or 8M alkaline solution would be desirable for the improvement of compressive strength of autoclave cured specimens.

Key words Geopolymer, Immersion, Alkali solution, Mechanism, Autoclave, Curing, Aging, IGCC slag, Si sludge

침지방법에 따른 지오폐리머의 압축강도 변화 메커니즘

김학민, 김유탉[†]

경기대학교 신소재공학과, 수원, 16227

(2020년 3월 18일 접수)

(2022년 4월 18일 심사완료)

(2022년 4월 18일 게재확정)

요약 본 연구는 오토클레이브에서 양생된 시편들을 침지했을 때 시편의 압축강도 변화 메커니즘(mechanism) 규명을 위해 수행되었다. 침지는 3일, 7일, 21일간 진행되었으며, 침지 용액은 증류수, 2M, 8M, 14M 알칼리용액에서 진행되었다. 단기간동안 침지한 시편들의 압축강도 변화는 크지 않았으나, 21일 동안 증류수 및 8M 알칼리 용액에 침지한 시편들의 압축강도는 추가적인 지오폐리머 반응에 의해 침지전 시편에 비해 2배 이상 증가하였다. 하지만, 일정농도 이상으로 알칼리를 공급해주면 알칼리 골재 반응에 의해 압축강도가 감소하였다. 따라서 오토클레이브에서 양생된 시편들의 압축강도 증진을 위해서는 증류수 및 8M 알칼리용액에서 21일 이상 장기간 침지하는 것이 바람직한 것으로 판단되었다.

1. 서론

최근 지구온난화에 매우 많은 영향을 미치는 이산화탄소 감축을 위해 전 세계적으로 우리나라를 포함하여 많은 나라들이 탄소중립을 선언했으며 이를 실현하기 위해 탄소세 및 탄소배출권을 도입하고 있다. 우리나라의 경우, 국내 시멘트 생산량이 연간 6,000만 톤임을 감안하면 건설 산업에서의 이산화탄소 저감을 위해서는 시멘트

사용량을 줄여야 하는 것이 효율적인 방법임에 틀림없다.

현재 건설 산업에서 사용되는 시멘트의 대부분이 포틀랜드 시멘트를 사용하고 있다. 포틀랜드 시멘트를 생산하기 위해서는 많은 이산화탄소가 필연적으로 공기 중으로 배출되기 때문에 시멘트의 지속적인 사용은 지구온난화를 가속시킬 수밖에 없는 실정이다. 따라서 이산화탄소를 대량으로 방출하는 포틀랜드 시멘트 대체품을 찾아야 하는 문제에 직면하게 되었고, 문제를 해결하기 위해서는 석회석이 아닌 다른 물질들을 이용하여 대체 결합재(binder)를 찾아내는 것이 해결 방법들 중 하나로 여겨지고 있다[1].

[†]Corresponding author
E-mail: ytkim@kgu.ac.kr

친환경을 지향하고 있는 미래 산업 환경을 고려한다면 이산화탄소의 배출이 거의 없는 새로운 시멘트 혹은 대체재에 대한 수많은 대안 중 알칼리 활성 시멘트, 즉 지오폴리머 시멘트를 이용하는 방안이 대두되고 있다. 지오폴리머 시멘트는 비정질 알루미늄 규산염의 시멘트계 재료로써 Si와 Al이 풍부한 무기물로 구성되어 있으며 이들이 알칼리성 액체에 의해 활성화되어 결합재로서 작용하게 된다. 이렇게 개발된 지오폴리머는 기존 시멘트에 비해 낮은 탄소량 배출, 높은 내구성, 우수한 동결융해저항성 및 단기간 높은 압축강도 도달 등 일반 포트랜드 시멘트에 비해 좋은 특성을 가지고 있어 대체재로서 충분히 사용 가능한 것으로 여겨지고 있다[2,3].

기존 지오폴리머 연구에서는 원료로 플라이애쉬(fly ash), 고로슬래그(blast furnace slag), 매타카올린(maetakoalin) 등을 이용하여 지오폴리머를 제조하였다. 한편, 본 연구에서 사용할 원료는 IGCC slag(integrated gasification combined cycle slag)로, 석탄가스화 복합발전에서 나오는 부산물인 순환자원을 이용하여 지오폴리머를 제조하였다. 석탄가스화 복합발전이란 석탄을 고온·고압에서 산소, 수증기와 반응시켜 합성가스를 생산하고, 이를 원료로 가스터빈과 증기터빈을 구동하는 복합발전 시스템으로 친환경적인 기술이다. 이 과정을 통해 나오는 부산물, 즉 슬래그는 연간 10만 톤 이상으로 매립하는데 상당한 비용을 지출하고 있다. 따라서 이번 연구에서 IGCC slag를 사용하여 지오폴리머를 제조하게 되면 슬래그를 매립하는데 사용되는 비용을 줄일 수 있을 뿐만 아니라 탄소 배출권을 확보하는데 있어서도 많은 효과를 기대할 수 있다[4].

또한 본 연구에서 목표로 하는 지오폴리머는 탄소 저감 뿐만 아니라 초경량을 지향하기 때문에 부 원료로는 Si 슬러지(sludge)를 사용하여 시편을 제조하였다. Si 슬러지는 반도체 공정 중 발생하는 순환자원으로서, 이를 재활용함으로써 매립비용을 절감할 수 있다. 또한 지오폴리머를 제작할 시 발포제(bloating material)의 역할을 함으로서 기공의 분포 및 크기를 적절히 조절할 수 있다.

본 연구는 지난번 보고와 같이 오토클레이브(autoclave)에서 양생(curing)한 시편이 건조기(oven dry), 오토클레이브에서 양생 및 침지(immersion) 후 추가적인 건조를 진행한 시편들보다 장기공용성, 압축강도 및 밀도 등의 물성에서 가장 뛰어난 특성이 발현된다는 것을 확인할 수 있다는 사실에 근거하여 연구를 진행하였다. 따라서 이번 연구에서는 오토클레이브를 이용하여 양생을 진행한 뒤, 증류수 및 알칼리 용액(alkaline solution)에서 침지를 진행시켜 지오폴리머의 압축강도에 미치는 영향들을 분석 및 관찰하여 지오폴리머 침지 메커니즘(immersion mechanism)을 규명하고자 하였다[7,8].

2. 실험 방법

2.1. 원료

본 연구에서는 IGCC slag를 주원료로 사용하였으며, 부 원료로는 발포제 역할을 하는 Si 슬러지를 사용하여 경량의 지오폴리머를 제조하였다. 원료를 가공하기에 앞서 IGCC slag에 포함된 미연탄소를 최대한 제거하기 위해 체선별기(sieve shaker, No. CG-211-8, 청계상공사)를 사용하여 50 mesh체를 통과하지 못한 조립 슬래그를 제거하였다. 미연탄소가 존재하는 조립의 IGCC slag를 사용할 경우, 지오폴리머 반응이 일어날 때 필요한 수분을 미연탄소가 흡수하여 압축강도 저하시키는 원인이 될 수 있기 때문에 원료 분쇄 전에 제거해주는 것이 좋다. 미연탄소 제거 뒤, 알루미늄아 볼(ball)과 자(jar)를 이용하여 IGCC slag를 볼밀(ball mill)에서 약 8시간 동안 117 rpm의 속도로 분쇄를 진행하였다. 이후 분쇄되지 않은 입자들을 선별하기 위해 다시 체선별기를 사용하여 106 μm 이하의 입자들만 선별하여 연구를 진행하였다.

Si 슬러지 또한 가공과정을 거쳐 연구에 사용하였다. 먼저 bulk상태인 Si 슬러지를 알루미늄아 유발을 이용해 분쇄를 진행한 뒤, 분쇄되지 않은 입자들을 선별하기 위해 sieve 체(No. 27-0021-47, 청계시브)를 사용하여 106 mm 이하의 입자들만 선별하여 사용하였다. 두 원료 모두 앞서 발표한 보고에 따르면 IGCC slag는 비정질, Si 슬러지는 결정질로 밝혀졌다. 이미 많은 논문에서 발표가 진행되었기 때문에 관련된 자료는 생략하였다[7,8].

알칼리 활성화제는 선행 실험들에서 15M에서 진행하는 것이 가장 좋은 결과물을 얻었기 때문에 본 실험에서도 동일한 조건으로 진행하였다[7,8]. 수산화나트륨(sodium hydroxide, pellet; NaOH: 97 wt%, 대정화금) 고체 펠렛과 1/3차 초 순수 제조장치(polyethylene reservoir, No. Direct-Qr 5 UV, Merck)를 통해 얻은 증류수를 1회 실험 기준양인 600 g에 맞춰 계산하여 58.5 g:70 g로 칭량한 뒤 교반기(No. GLHPS-C12, Global LAB)를 사용하여 알칼리 활성화제를 제작하였다. 알칼리 활성화제는 실험을 진행하기 1~2시간 전부터 미리 만들어두고 사용하였다[5]. 완성된 알칼리 활성화제와 규산나트륨(sodium silicate; $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot \text{Na}_2\text{O} = 9\sim 10 \text{ wt}\%$, silica: $\text{SiO}_2 = 28\sim 30 \text{ wt}\%$, 대정화금)을 1:1 비율로 원료에 혼합하여 지오폴리머를 제작하였다.

2.2. 실험 조건 및 절차

본 연구에서는 Si 슬러지 0.5 wt%, W/S(water/solid) 비율 0.2, 알칼리 활성화제(15M), 오토클레이브(No. Maxterile™, DAIHAN Scientific)를 사용한 양생방법 및 양생 온도

(103°C)로 연구를 진행하였다. 이번 실험에서 양생방법을 오토클레이브로만 제한을 둔 이유는 앞서 언급했듯이 다른 양생방법보다 물성발현이 뛰어났기 때문에 오토클레이브만 사용하였다. 실험 절차는 1. 원료 및 알칼리 활성화제 준비, 2. 혼합, 3. 양생, 4. 침지, 5. 물성분석으로 나눌 수 있다.

모든 원료준비 공정이 완료된 IGCC slag와 Si sludge를 조건에 맞게 칭량한 뒤, 플라스틱 통에 넣고 불밀에 10~20분 동안 골고루 섞일 수 있게 진행한다. 불밀을 마친 원료에 준비해둔 알칼리 활성화제와 규산나트륨을 1:1 비율로 넣어 혼합을 진행한다. 혼합은 두 가지 방법으로 나뉘는데, 1분 혼합과 최적 혼합(optimum mixing)이 존재한다. 발포를 일정 이상 제어하기 위해서는 기계적 혼합이 불가능할 때까지 진행해야하기 때문에 이번 연구에서는 최적 혼합으로 실험을 진행하였다[6]. 선행 연구와 마찬가지로 혼합 시간은 5~7분 사이로 진행하였다[7,8].

혼합을 끝낸 시편은 황동 몰드(5 × 5 × 5 cm³)에 넣고 성형을 진행하였고, 성형이 완료된 시편들을 오토클레이브에 넣고 온도는 103°C, 시간은 24시간을 기준으로 양생을 진행하였다. 양생이 끝난 시편들은 톱 혹은 실톱을 사용하여 몰드 크기에 맞춰 cutting을 진행하게 된다. cutting을 끝낸 시편들은 준비해둔 침지 용액(distilled water, alkaline solutions)에 침지하였다. 이 때, 침지 용액들은 기준(800 g)에 맞춰 준비해둔 비커에 담아 침지를 진행하였고, 불필요한 미세먼지들이 들어와 실험결과에 영향을 끼칠 수 있으므로 파라필름(parafilm, No. PM-996, BEMIS)을 이용하여 이물질을 차단하였다. 침지를 마친 시편들은 침지 용액에서 건진 후, 액체를 완전히 제거한 뒤 전자저울을 이용하여 무게를 측정하고 값을 통해 밀도를 얻고 브리넬 경도기(No. JI-303, 제일정밀산업기기)를 이용하여 압축강도 값을 얻을 수 있었다. 시편 분석에는 SEM(scanning electron microscope) 및 광학 현미경(CamscopeTM, (주)미키인터내셔널)을 이용하여 시편 내/외부의 기공크기 및 분포를 관찰하였으며, XRD와 FT-IR(적외선 분광법)을 사용하여 결정상 및 지오폴리머 반응을 통해 생성된 물질들의 결합상태를 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 압축강도

본 연구는 선행연구를 통해 침지조건에서 가장 안정된 물성을 보이는 것으로 확인되었던 오토클레이브를 사용해 시편 양생을 진행한 뒤, 여러 몰농도를 가진 알칼리 용액에 시편을 21일까지 침지시킨 후 침지 전 시편 및

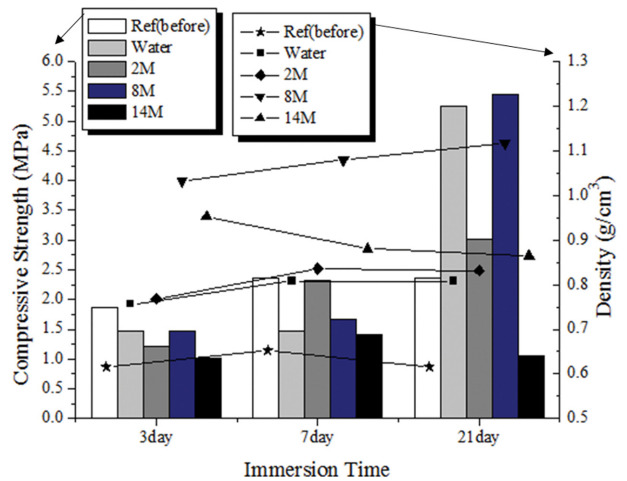


Fig. 1. Compressive strength and density of geopolymers according to the immersion time before and after immersion.

증류수 침지 시편들과 압축강도 차이를 침지 기간에 따라 비교해 보았다[7,8].

Figure 1은 침지 일수 및 침지 용액농도에 따른 시편의 압축강도 및 밀도의 변화를 침수시간에 따라 보여주고 있다. 먼저 3일 침지한 시편들을 보게 되면, 침지 용액의 농도에 따른 압축강도에서는 큰 차이를 보이지 않는 것을 확인할 수 있었으나 모두 침지 전보다 압축강도가 낮아지는 경향을 보이고 있었다. 밀도는 침지하지 않은 시편이 가장 낮았으며, 침지 후 시편들의 밀도가 모두 침지용액의 농도가 증가할수록 증가하는 경향을 보였다. 압축강도에 비해 상대적으로 변화의 폭도 크게 나타났다. 이는 선행 연구에서도 언급했듯이 침지한 시편들이 침지 전 시편에 비해 침지 용액의 농도가 증가할수록 추가적인 지오폴리머 반응 및 알칼리 골재 반응에 의해 결정성이 증가하거나, 새로운 결정상들이 형성되면서 침지 후 시편의 밀도가 침지 전 시편의 밀도보다 높게 형성되는 것을 확인할 수 있었다[8]. 또한, 용액의 농도가 증가할수록 비교적 큰 폭의 밀도 변화가 관찰되는 것으로 판단되었다. 첨가한 Si 슬러지가 양생 중 발포제 역할을 함으로써 기공을 생성하였고, 형성된 기공들이 지오폴리머 매트릭스(matrix) 내에 다공성 구조를 형성시키기 때문에 시편 대부분은 침수 후에도 이를 유지하여 밀도가 1.0 이하 값을 보였으나 8M의 용액에 침지한 시편의 경우에는 밀도 값이 1.0이 넘는 최대치를 나타냈다. 이 점에 대해서는 추후 3.2 및 3.3절에서 다시 언급할 것이다.

7일간 침지한 시편들의 압축강도 변화는 3일 침지한 시편들의 압축강도와 크게 다른 결과를 나타내지 않았다. 침지 전 시편의 압축강도와 비교해 볼 때 7일간 침지한 시편들의 압축강도는 모든 용액의 농도에서 7일간 침지 후 비슷하거나 감소되는 경향을 나타내었다. 7일간 침지

후 시편들의 밀도 변화 역시 3일 침지 후 시편들의 밀도 변화와 매우 유사하였다. 여기서도 8M 용액에 7일간 침지한 시편의 밀도만이 1.0 이상으로 최대치를 나타내는 것을 알 수 있었다.

3일 및 7일 침지한 시편들의 압축강도가 감소하는 이유는 선행 실험에서도 언급했듯이, 오토클레이브에서 양생을 진행하여 이미 시편에 충분한 수분이 공급되었음에도 추가적으로 수분을 공급하여 습윤-팽윤현상에 의해 압축강도는 감소되고 밀도는 증가하는 경향성을 보였다. 알칼리에 침지할 경우, 알칼리 성분들이 시편 내부의 미반응 잔존물들과 추가적으로 반응하여 알칼리 겔을 생성하고 이것이 침지 중 수분을 흡수하여 팽창함으로써 형성된 지오폐리머 매트릭스 구조를 약화시켜 압축강도는 감소하지만, 겔이 내부에 형성되어 밀도는 오히려 증가하는 경향성을 띄게 되는 것을 알 수 있었다[7-10].

7일 침지 후 시편과는 달리 21일 침지 후 시편의 압축강도에서는 큰 변화를 볼 수 있었다. 14M 용액을 제외한 나머지 용액, 즉, 증류수, 2M, 8M의 용액에서 21일간 침지한 시편의 압축강도는 침지 전 시편과 비교해 볼 때 향상된 것을 알 수 있었고, 특히 증류수 및 8M의 용액에서 21일간 침지한 시편의 압축강도는 침지 전 시편의 압축강도보다 2배 이상의 압축강도 향상을 보였다. 증류수 21일간 침지한 시편의 경우에는 오토클레이브 양생을 통해 완전하게 경화된 지오폐리머 매트릭스는 21일간의 장기침지 기간 동안에도 구조를 와해시키지 않으며 유지할 수 있었고, 장기간의 침지를 통해 미반응 잔존물들의 추가적인 지오폐리머 반응이 일어나 지오폐리머 매트릭스에 존재하던 미세균열들을 복원/치유(healing)함으로써 증류수 장기침지의 경우에도 현격한 압축강도의 증가가 발현된 것으로 사료된다는 선행연구[7]의 결과와도 일치하는 것을 알 수 있었다. 8M의 수용액에서 21일간 침지한 시편의 경우에는 적절한 농도의 알칼리 활성화제가 추가적으로 장기간 공급됨으로서 추가적인 알칼리 골재 반응에 의해 기공 및 균열이 메워지게 되어 압축강도 및 밀도가 동시에 증가된 것으로 사료되어진다 [8,10]. 하지만, 너무 낮은 농도의 용액에서 침지되는 경우에는 충분한 알칼리 골재 반응이 일어나지 않고, 너무 높은 농도의 용액에서 침지되는 경우에는 과도한 알칼리 골재 반응에 의해 팽윤현상이 일어나 공극 및 균열을 채우는 것을 벗어나 오히려 새로운 균열을 생성시켜 압축강도를 급격히 감소시키는 경향을 보이는 것으로 사료되었다.

밀도 측면에서 보면, 침지 전 시편에 비해 21일 침지 후 시편들의 밀도가 증가하는 경향을 보였으며, 7일 침지시편과 마찬가지로 8M에서 가장 높은 밀도 값(1.116 g/cm^3)을 나타냈다. 한편 14M 용액에서 21일간 침지 후 시편의 밀도는 8M 용액에서 21일간 침지한 시편에 비

해 급격히 낮아지는 것을 알 수 있었는데, 이것은 조금 전 설명한 과도한 알칼리 골재 반응에 의해 발생된 팽윤현상에 의해 시편의 부피는 커지고 지오폐리머 매트릭스에는 새로운 균열이 발생되어 밀도가 급격히 낮아지는 (0.870 g/cm^3) 것으로 사료되었다.

결론적으로 증류수에 21일 이상 장기 침지하는 경우 침지 전 시편과 비교할 때 시편의 압축강도는 2배 이상 증가하고 밀도 역시 약 30% 정도 증가하였으며, 적절한 용액의 알칼리 농도인 8M의 용액에 21일 이상 장기 침지하는 경우에도 증류수 침지의 경우보다 조금 더 높은 최고의 압축강도를 얻을 수 있었으나 밀도는 침지 전 시편과 비교할 때 약 90% 정도 증가하였다. 따라서 두 경우 모두 침지전과 비교할 때 현격한 압축강도의 향상을 얻을 수 있었으나, 침지 용액의 농도에 따라 서로 다른 밀도 값을 얻을 수 있다는 결론을 얻을 수 있었다.

3.2. XRD

Figure 2는 오토클레이브에서 양생한 뒤 침지 전/후 시편들의 XRD 패턴으로 침지용액의 종류에 따른 그리고 침지 전/후에 따른 차이를 보여주고 있다. Figure 2(a)-(e)는 차례대로 (a) 침지를 진행하지 않은 시편, (b) 증류수에 침지한 시편, (c) 2M 알칼리 용액, (d) 8M 알칼리 용액, (e) 14M 알칼리 용액에 21일간 침지 후 시편들로부터 얻어진 XRD 패턴을 보여주고 있다. XRD 패턴들을 보게 되면 침지하기 전 시편(Fig. 2a)과 증류수에 침지한 시편(Fig. 2b), 그리고 2M 알칼리 용액에 침지한 시편(Fig. 2c)의 XRD를 비교하게 되면 큰 차이점을 보이지 않고 있다. 하지만, 침지 전/후의 XRD 패턴을 비교해보면, 공통적으로 침지 후 시편의 $2\theta = 28^\circ$ 부근에 미세하지만 결정질 피크가 관찰되어진다. XRD 패턴만 가지고는 이것이 추가적인 지오폐리머 반응에 의한 것인지는 확인하기 어려웠다.

증류수 및 2M 용액에 침지한 후 시편의 XRD 패턴과는 달리, 8M(Fig. 2d), 14M 용액(Fig. 2e)에 침지한 후 시편들의 XRD 패턴은 침지 전 시편과 피크의 위치 및 강도에서 차이를 발견할 수 있었다. 특히 침지 용액의 농도가 높아질수록 피크의 크기가 커지면서 결정화도가 높아지는 것으로 해석할 수 있다. 참고로 Fig. 2d와 2e에 지오폐리머 반응 후 결정질 피크 및 알칼리 골재 반응 후 반응물들의 피크 위치를 표시하여 비교/검토하도록 하였다. 이를 보면 앞 절에서 설명 하였듯이 용액의 농도가 너무 높을 경우 과도한 알칼리 골재 반응이 진행되어 알칼리 용액이 시편 내로 침투하여 용매 분자들이 지오폐리머의 매트릭스에 확산되어 Si-O-Si, Al-O-Al 및 Si-O-Al 결합 사슬의 이완을 유도하여 팽윤현상 발생 및 균열 발생에 의해 압축강도가 저하되는 것으로 판단된다.

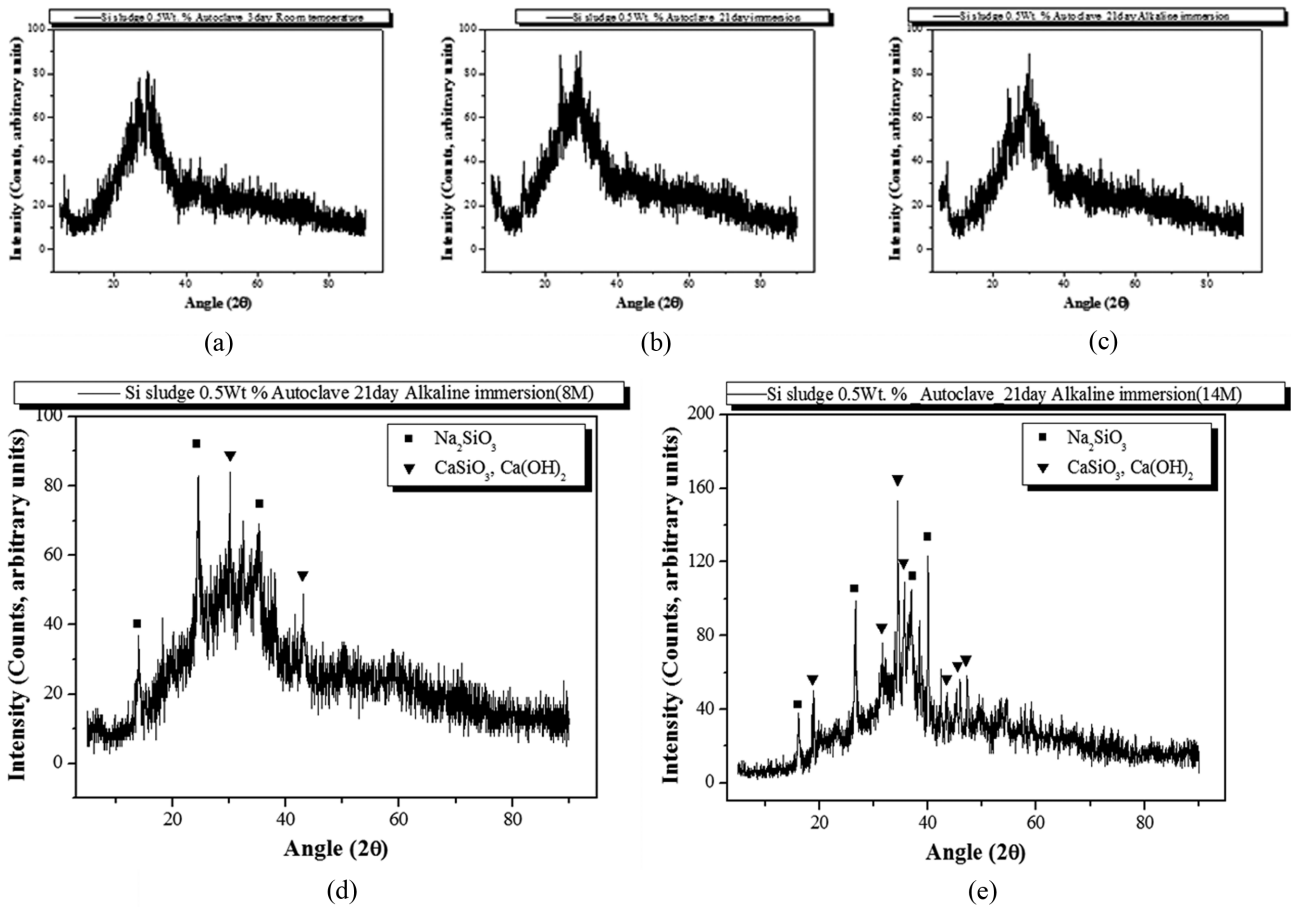


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of geopolymers. (a) Before immersion, (b) After distilled water immersion for 21 days, (c) After 2M alkaline solution immersion for 21 days, (d) After 8M alkaline solution immersion for 21 days, (e) After 14M alkaline solution immersion for 21 days.

Figure 2e를 보면 CaSiO_3 , Ca(OH)_2 , 등의 패턴들과 많이 겹쳐진 것을 알 수 있다. 또한, 이를 통해 Fig. 2d와 e에서 압축강도 차이의 원인을 확인할 수 있었다. 먼저 Fig. 2d를 보게 되면 알칼리 골재 반응과 추가적인 지오폐리머 반응이 비슷하게 형성된 것을 확인할 수 있었으나, Fig. 2e에서는 알칼리 골재 반응이 추가적인 지오폐리머 반응에 비해 많은 피크를 형성하는 것을 확인할 수 있었다. 이를 통해 적절한 농도의 알칼리 용액을 침지과정을 통해 추가적으로 공급해 주면 압축강도 향상에 도움이 되지만, 한계치 이상 높은 농도의 알칼리용액으로의 침지는 오히려 팽윤현상 및 균열 발생에 원인이 된다고 판단되었다. 따라서 결론적으로 XRD 패턴에 대한 해석이 알칼리 골재 반응에 의한 물성저하 추론의 신빙성 있는 증거로 사료되었다[9].

3.3. FT-IR

Figure 3에서는 오토클레이브에서 양생 뒤 각 침지일 수 및 침지용액 농도에 따른 시편들의 FT-IR 피크들을

보여주고 있다. Figure 3(a)~(g)는 차례대로 (a) 침지하지 않는 21일 시편, (b) 증류수에 침지한 21일 시편, (c) 2M 알칼리 용액에 침지한 21일 시편, (d) 14M 알칼리 용액에 침지한 21일 시편, (e) 8M 알칼리 용액에 침지한 3일 시편, (f) 7일 시편, (g) 21일 시편을 나타낸 것이다. 데이터 비교분석을 위해 8M에 침지한 시편들을 선택하여 나타내었다.

증류수에서 침지한 시편들의 피크를 보게 되면 Al-O-Si, Al-O-Al, Si-O-Si 등이 포함된 범위의 950~1200 cm^{-1} 파장을 비교하면 상대적으로 21일간 침지한 시편의 피크가 높다는 것을 확인할 수 있다. 이는 지오폐리머 반응이 얼마나 일어났는지 알 수 있는 지표이며, 이를 통해 21일 시편이 지오폐리머 반응이 상대적으로 가장 많이 일어난 것을 관찰할 수 있다. 또한 1300~1600 cm^{-1} 파장에 존재하는 C-H결합과 600~750 cm^{-1} 파장에 존재하는 C-O, C-C 결합들은 지오폐리머 반응 후 참여하지 못한 탄소 및 산소, 그리고 지오폐리머 반응 중 Si 슬러지에 의해 발생하게 되는 수소들이 결합하여 나타난 피크이다. 이들을 통해서도 지오폐리머 반응이 얼마나 많

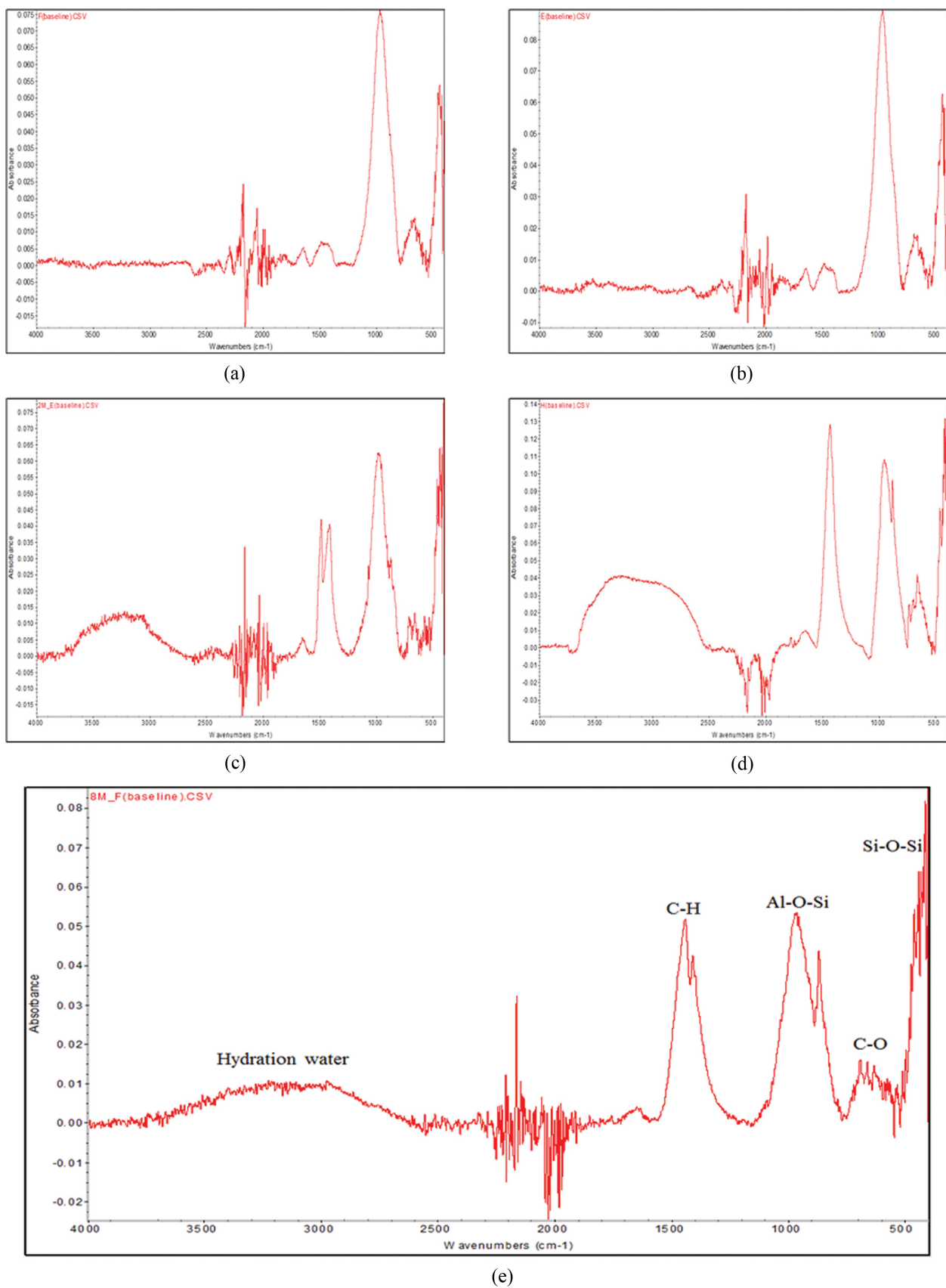
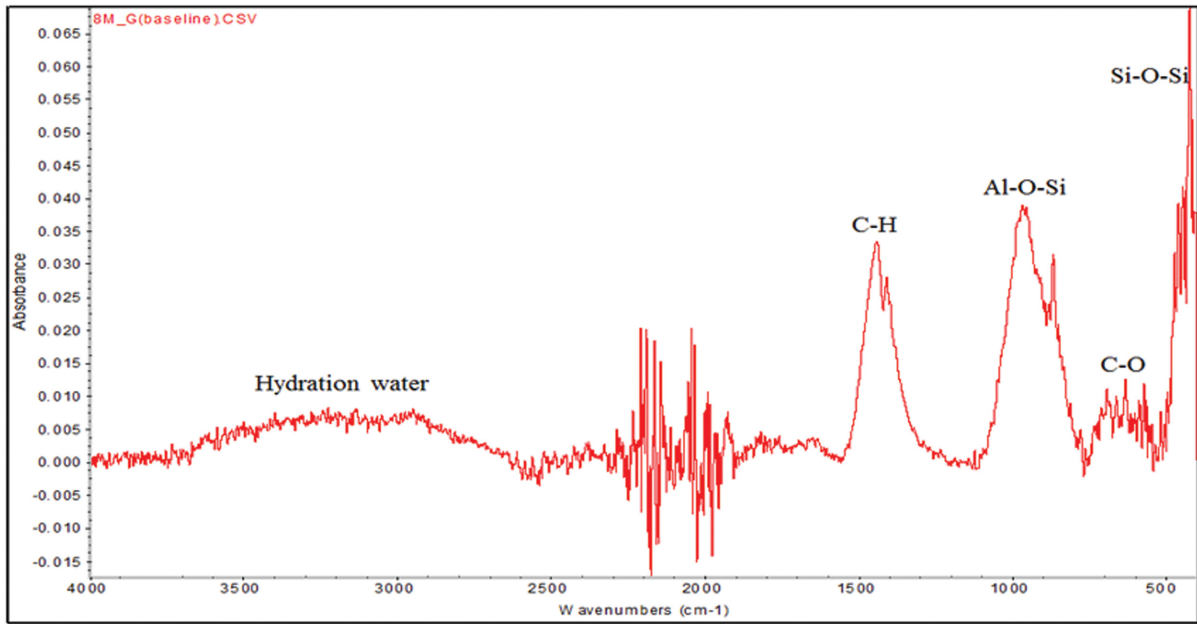
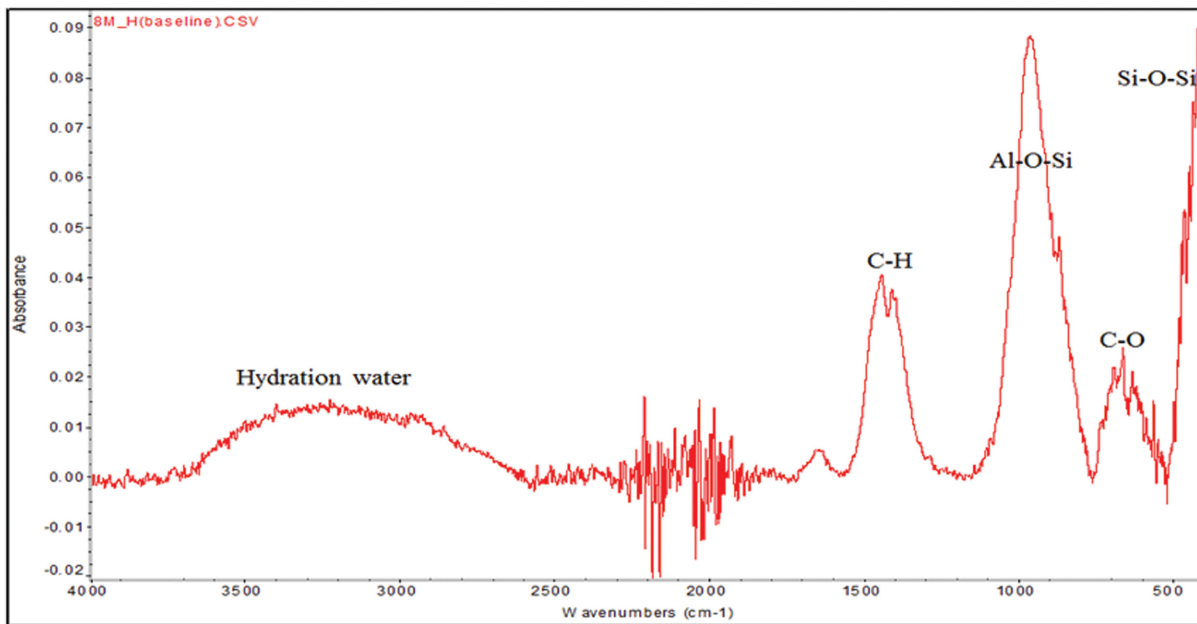


Fig. 3. The FT-IR spectra of geopolymers after room temperature aging in air for (a) 21 days, and after immersion in distilled water for (b) 21 days, and after immersion in 2M NaOH solution for (c) 21 days, and after immersion in 14M NaOH solution for (d) 21 days, and after immersion in 8M NaOH solution for (e) 3 days, (f) 7 days, (g) 21 days.



(f)



(g)

Fig. 3. Continued.

이 일어났는지 알 수 있는 또 다른 지표로 사용할 수 있다.

이 결합들의 피크를 통해 압축강도와 관련지어 말할 수 있다. 8M, 14M에 침지한 시편들의 FT-IR을 보게 되면 C-H 및 C-C, C-O 결합의 피크들이 압축강도가 감소할수록 증가하는 경향을 띠게 되는 것을 관찰할 수 있었다. 또한 Al-O-Si 결합과 연관 지어 말하면 앞에서 설명했듯이 위 결합은 지오폐리머 반응이 얼마나 일어났는지 확인할 수 있는 지표로 Fig. 3(j), (k)를 보게 되면

Al-O-Si 피크는 상대적으로 낮은 반면, C-H 및 C-O 피크의 강도는 상대적으로 높으며 이들 시편의 압축강도는 상대적으로 낮았다. 반면에 Fig. 3(l)을 보면 Al-O-Si 피크가 C-H나 C-O 피크의 강도에 비해 상대적으로 높을 뿐 아니라 압축강도도 높게 측정되었다. 그러나 14M에서는 8M과 비슷한 경향으로 피크들이 나타났으나, 압축강도는 매우 낮게 나왔다. 그 이유는 앞에 3.2절에서 설명했듯이 추가적인 지오폐리머 반응보다는 알칼리 골재 반응이 더 많이 일어나 팽윤현상으로 인해 압축강도 저

하가 나타난 것으로 보인다.

3.4. 미세구조

Figure 4는 오토클레이브에서 양생한 뒤 침지 조건 및 침지 일수에 따른 시편들의 미세구조를 광학현미경을 통해 관찰한 것이다. Figure 4(a)는 시편 내부의 기공사진을 나타낸 것이며, Fig. 4(b)는 외부 기공을 관찰한 것이

다. 특히 증류수와 8M 알칼리 용액에서 21일 동안 장기간 침지한 시편들의 기공을 살펴보게 되면 내부 및 외부의 기공들의 크기가 작으며 고르게 분포되어 있는 것을 관찰할 수 있다. 결과적으로 오토클레이브에서 양생한 뒤, 장기간동안 증류수 또는 적절한 농도의 알칼리 용액에 침지하게 되면 시편들의 기공 및 다공성, 분포들이 향상되는 것을 알 수 있었다. 이와 같은 결과는 앞에서 설명한 침지에 의한 추가 지오폴리머 반응 및 알칼리 골

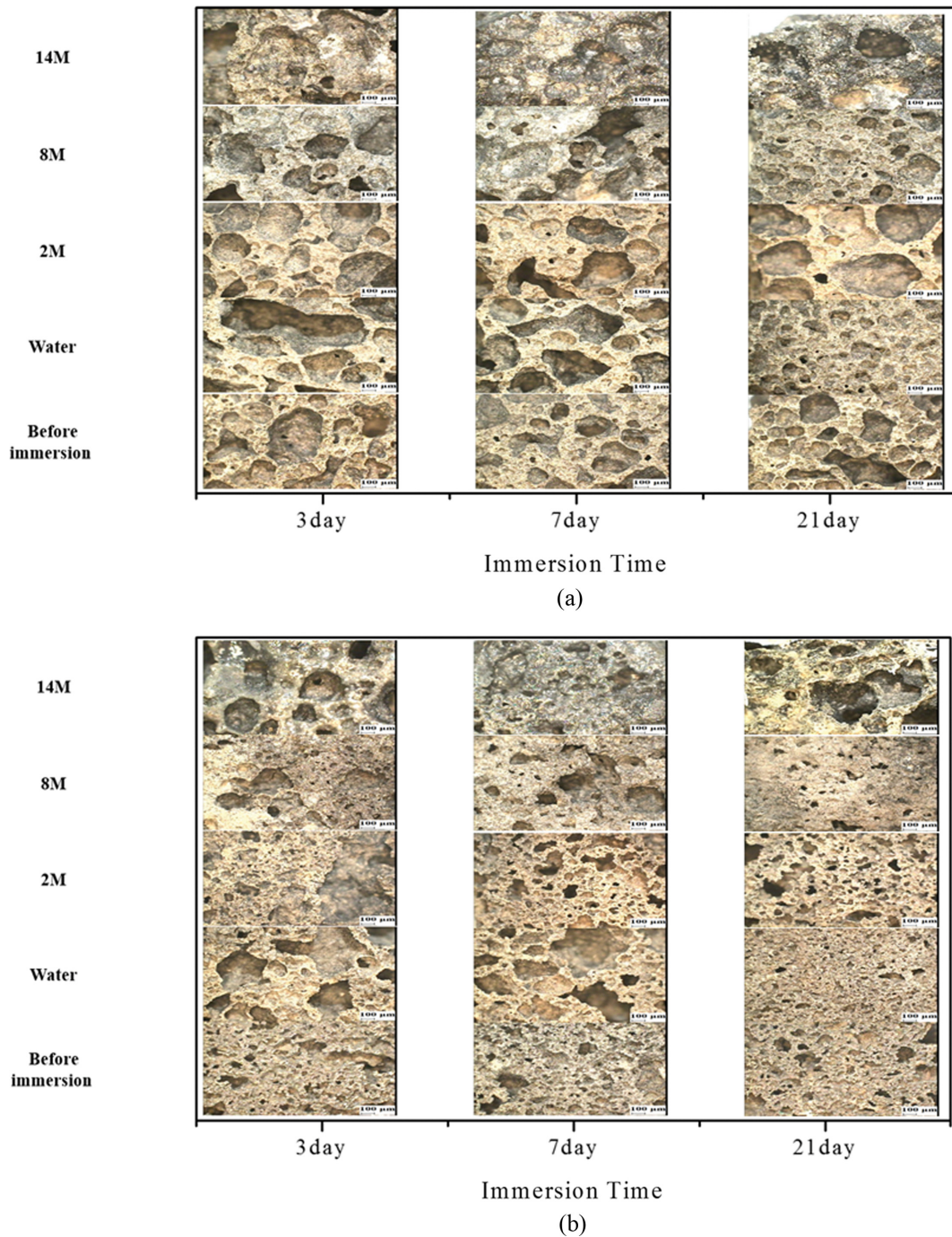


Fig. 4. Microscopic views of geopolymers after immersion in various concentration of solutions. (a) Cross sectional view (inner part) of specimens, and (b) Surface view (outer part) of specimens.

재 반응에 의한 반응 생성물들이 기공을 채우고 균열들을 치유(healing) 시켰다는 가정에 대한 또 다른 증거라고 판단되어졌다.

4. 결 론

본 연구는 선행연구를 통해 오토클레이브에서 가장 뛰어난 물성이 발현된다는 사실을 바탕으로, 이를 알칼리 용액에 침지하여 침지 전/후의 압축강도 변화 현상을 원인을 규명하기 위해 수행되었다.

증류수 및 적절한 농도의 알칼리 활성화제가 침지에 의해 장기간 공급되면 추가적인 지오폴리머 반응 및 알칼리 골재 반응에 의해 균열들이 치유 및 복원을 함으로써 현격한 압축강도의 증가가 발현되는 것을 알 수 있었다. 하지만 한계치 이상의 농도를 가진 알칼리 활성화제를 사용하여 침지할 경우에는 오히려 과도한 알칼리 골재 반응으로 인해 지오폴리머 매트릭스에 이미 형성된 Si-O-Si, Al-O-Al 및 Si-O-Al 결합 사슬의 이완을 촉진시켜, 결국 팽윤현상이 발생되고 이는 미세구조 내 균열을 발생시켜 압축강도가 저하되는 것으로 판단되었다. 이러한 지오폴리머의 침지시 압축강도의 변화 메커니즘은 XRD, FT-IR 및 미세구조 분석을 통해 확인할 수 있었다.

결론적으로 오토클레이브에서 양생하는 것이 지오폴리머의 특성발현에 있어 가장 바람직하며, 압축강도를 향상시키기 위해서는 장기간동안 적절한 알칼리 혹은 증류수에서 침지하는 것이 바람직하다고 판단되었다.

감사의 글

이 논문은 2021년도 정부(산업통상지원부)의 재원으로 한국산업기술진흥원의 지원을 받아 수행된 연구임(P0017012, 산업혁신인재성장지원).

References

- [1] S. Lee, K.H. Kim and E.C. Jeon, "Development of CO₂ emission factors for alternative fuels with assessment of emission reduction in cement industry", J. Korean Soc. Atmos. Environ. 24 (2008) 185.
- [2] H.J. Lee, "An experimental study on the alkali-activated slag cement using recycling water of ready mixed concrete", Vol. 6 (Hanyang, Seoul, 2011), p. 56.
- [3] J. Davidovits, "Global warming impact on the cement and aggregates industries", Vol. 6 (World Resource Review, San Francisco, 1994), p. 263.
- [4] M. Aineto, A. Acosta, J. Ma Rincon and M. Romero, "Thermal expansion of slag and fly ash from coal gasification in IGCC power plant", Fuel 85 (2006) 2352.
- [5] W. Ren, J. Xu, J. Liu and H. Su, "Dynamic mechanical properties of geopolymer concrete after water immersion", C. Inter 41 (2015) 9.
- [6] M.N.S. Hadi, H. Zhagn and S. Parkinson, "Optimum mix design of geopolymer pastes and concretes cured in ambient condition based on compressive strength, setting time and workability", J. B. Engineer 23 (2019) 301.
- [7] H. Kim and Y. Kim, "Property change of geopolymers after immersion", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 31 (2021) 247.
- [8] H. Kim and Y. Kim, "Change in compressive strength of lightweight geopolymers after immersion", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 31 (2021) 174.
- [9] M.S. Park, "Evaluation of field applicability of concrete using water granulated ferro-nickel slag for fine aggregate", K. Conc. Inst. 6 (2010) 217.
- [10] J.E. Kim, S.S. Jun, K.Y. Seo and C.S. Jin, "The effect of fly ash replacement on alkali-silica reaction", K. Conc. Inst. (2004) 185.