

Spoivo geopolimerowe z prażonej gliny o umiarkowanej zawartości kaolinu

Alkali activated clay of moderate kaolin content

1. Wprowadzenie

W Egipcie występuje duże zapotrzebowanie na wprowadzanie nowych technologii w budownictwie, szczególnie w przypadku tanich domów jednorodzinnych. Zastosowanie spoiw geopolimerowych w mniejszym stopniu wpływa na środowisko naturalne i ma większą trwałość w porównaniu do budowli z cementu portlandzkiego, a więc jest bardziej opłacalne. Projekt dotyczący konstrukcji geopolimerowych był finansowo wspierany przez Fundusz Rozwoju Nauki i Technologii Egipskiego Ministerstwa Badań Naukowych [Grant 5848].

Jako surowiec zastosowano prażoną glinę kaolinową, a w zaczynach geopolimerowych stosowano aktywatory w postaci mieszanek roztworów krzemianu sodu i wodorotlenku sodu. Otrzymane próbki zaczynów dojrzewały w warunkach otoczenia, w temperaturze 25°C. Aby ocenić długoterminowe właściwości spoiw właściwości próbek zbadano po roku dojrzewania. W oparciu o uzyskane wyniki, z betonu geopolimerowego zbudowano fundamenty pod prototypowy budynek z prefabrykowanych paneli izolacyjnych, montowanych na budowie (technologia CIP-SIP). Beton geopolimerowy wykorzystano również jako element konstrukcyjny zamiast zwykłego betonu z cementu portlandzkiego (CP).

2. Wyniki badań

Glinę kaolinową z kamieniołomu Kalabsha z Asuanu w Egipcie dostarczyła firma Nourmetec, producent materiałów budowlanych i ogniotrwałych, z siedzibą Kairze. Skład fazowy zbadano dyfraktometrem X'Pert Pro PANalytical, a skład chemiczny spektrometrem sekwencyjnym Axios X-Fluorescence (WD-XRF) PANalytical. Analizę termiczną przeprowadzono za pomocą analizatora DTA-50, TGA-50, Schimadzu Co.

Glinę rozdrobniono do wielkości ziaren mniejszej niż 20 mm, prażono przez godzinę w piecu obrotowym, w 750°C, a następnie zmielono do wielkości ziaren przechodzących przez sito o wymiarze oczka 100 µm. Skład chemiczny i fazowy wyprażonej

1. Introduction

There is an urgent need for the implementation of new construction system in Egypt, especially for low cost building. Geopolymer constructions reduce the environmental impact, increase the long-term durability and sustainability compared to Portland cement systems and is cost effective. A project on geopolymer construction was financially supported by the Science & Technology Development Fund (STDF), The Egyptian Ministry of Scientific Research [Grant number: 5848].

In this project, locally available kaolin clay was calcined and geopolymer pastes were prepared by alkaline activation, using blends of sodium silicate solution and sodium hydroxide. The samples were cured at ambient temperature of 25°C to simulate the field application. The properties of the gel was examined after one year to assess the long term properties of the binder. Based on the results obtained, geopolymer concrete was applied in the foundation of a prototype building using the cast-in-place structural insulated panel (CIP-SIP) system. Geopolymer concrete was also applied as structural component instead of ordinary Portland cement (OPC) concrete.

2. Experimental

A kaolin clay from Kalabsha quarry in Aswan, Egypt was provided from Nourmetec Company for Building Materials and Refractories, located in Helwan district, Cairo, Egypt. Its mineralogical composition was identified by X'Pert Pro PANalytical Powder, the chemical composition was determined by Axios X-ray fluorescence (WD-XRF) sequential spectrometer PANalytical, the thermal behavior was analyzed using DTA-50, TGA-50 thermal analyzer, Schimadzu Co.

The clay was crushed to particle size lower than 20 mm, calcined 1 hour in a rotary kiln at 750°C then ground and sieved to particle

Corresponding author, e-mail: hanaa.ghorab@gmail.com

gliny wyznaczono metodą fluorescencji i dyfrakcji rentgenowskiej, a morfologię określono za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego Quanta 250 Field Emission Gun (FEG-SEM) z przystawką do wykonywania mikroanaliz rentgenowskich. Analizę termiczną wykonano w tych samych warunkach jak w przypadku gliny nieprażonej. Wykonano również badania strukturalne metodą FTIR za pomocą spektrometru Perkin Elmer BX FTIR w zakresie 4000-400 cm. Zawartość reaktywnej krzemionki w prażonej próbce zbadano zgodnie z normą EN 196-5 (1).

Wyprażoną glinę aktywowano mieszkankami złożonymi z ciekłego krzemianu sodu [stosunek molowy $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 3$, dostarczonego przez Macris Silicate Factory i wodorotlenku sodu, o czystości 99%. Stężenie roztworu krzemianu sodu wynosiło 40% masowych, a gęstość 1,46 g/cm³. Przygotowano pięć roztworów aktywatora dodając 4,0; 4,8; 6,0; 8,0 i 12 g wodorotlenku sodu do 36,6 g roztworu krzemianu sodu. Mieszanki pozostawiono do ostygnięcia w temperaturze pokojowej na 24 godziny przed użyciem.

Do 100 g prażonej gliny dodawano roztwór aktywatora i mieszano przez około 2-3 minuty. Następnie dodawano wodę wodociągową tak, aby stosunek woda/składniki suche wynosił 0,37. Próbkę mieszano powoli przez 2-3 minuty, a następnie przez kolejne 2 minuty przy większej prędkości. Z zaczynów niezwłocznie formowano kostki, w foremkach stalowych, o wymiarach 1,0 cala, po czym wibrowano przez 30 sekund. Próbkę rozformowano po 24 godzinach i pozostawiono do stwardnienia w powietrzu, w temperaturze około 25°C.

Czas wiązania zaczynów badano zgodnie z normą ASTM C 191. Wytrzymałość kostek na ściskanie badano po 3, 7 i 28 dniach oraz po roku.

Skład fazowy jednorocznych próbek geopolimerowych badano za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej i analizy termicznej DTA/TGA, a mikrostrukturę stwardniałych zaczynów obserwowano pod skaningowym mikroskopem elektronowym z przystawką do wykonywania mikroanaliz, a właściwości strukturalne badano spektroskopią w podczerwieni.

Badano również beton geopolimerowy. Prototypową konstrukcję zbudowano na otwartym powietrzu, na terenie Institute of Graduate Studies and Research na Uniwersytecie w Aleksandrii, przy użyciu szalunków do odlewania i czyszczenia na miejscu. Proces budowy prototypu podzielono na dwie fazy: 1) wykonanie fundamentów metodą odlewania ciągłego; 2) etap budowy w technologii CIP-SIP. Do wykonania fundamentów zastosowano tradycyjną technologię odlewania betonu geopolimerowego w szalunkach drewnianych. W dalszej części tekstu opisano szczegółowo proces przygotowywania betonu.

3. Wyniki i dyskusja

3.1. Gлина użyta do badań

Na rysunku 1 pokazano wyniki badania składu fazowego stosowanej gliny, a głównymi składnikami były kwarc i kaolinit. Średniej

size under 100 μm , to increase its surface area. The chemical and mineralogical compositions of the calcined clay were determined by X-ray fluorescence and diffraction methods of analyses, and its morphology was examined with scanning electron microscope Quanta 250 Field Emission Gun (FEG-SEM) with EDAX attachment on the environmental mode. Thermal behavior was estimated as with the as-received clay and its functional groups was determined with the help of Perkin Elmer BX FTIR spectrometer in the region of 4000-400 cm. The amount of reactive silica in the calcined sample was measured according to EN 196-5 (1).

The calcined clay was chemically activated with blends composed of liquid sodium silicate [molar ratio of the $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 3$] provided from Macris Silicate Factory and sodium hydroxide flakes 99% purity. The concentration of the silicate solution was 40% by mass and had a density of 1.46 g/cm³. Five alkali activator solutions were prepared by adding 4.0, 4.8, 6.0, 8.0 and 12 g of sodium hydroxide to 36.6 g of the silicate solution. The mixes were left 24 hours at room temperature to cool before use.

The activator solutions were added to 100 g of the calcined clay and mixed mechanically for 2-3 minutes. Tap water corresponding to a water/solid ratio of 0.37 was added; the mixing continued slowly for 2-3 minutes followed by another 2.0 minutes at higher speed. The pastes were immediately cast into cubic steel molds 1.0 x 1.0 x 1.0 inch, vibrated for 30 seconds, demolded after 24 hours, and left to harden in air at room temperature of 25°C.

The setting times of the pastes was measured according to ASTM C 191 and the compressive strength of the cubes was monitored at 3, 7, and 28 days and after 1 year.

The phases composition of the one-year geopolimer sample were measured using X-ray diffraction, its thermal behavior was monitored by DTA/TGA techniques, the morphology of the hardened paste was examined under the scanning electron microscope with EDAX attachment, and the functional groups of the gel were determined with FTIR.

Concrete geopolimer were prepared and tested. A prototype was constructed outdoor at the Institute of Graduate Studies and Research (IGSR), Alexandria University, using the cast-in-place structural insulated panel (CIP-SIP) construction system to assess constructability considerations. The construction process of the prototype was divided into two phases: 1) the execution of strip foundation; and 2) CIP-SIP construction phase. Traditional method using poured metakaolin geopolimer concrete in temporary wooden forms was applied in the foundation. Further considerations for the achievement of concrete are described below.

3. Results and discussion

3.1. The as-received clay

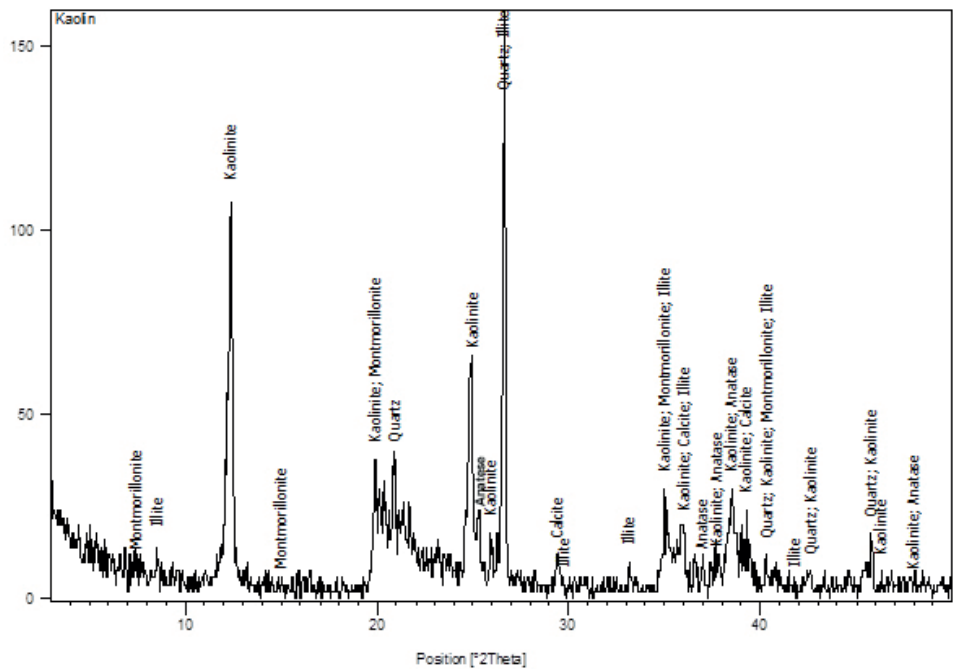
The X-ray pattern on Fig. 1 illustrates the as-received clay. The data indicate the presence of quartz as main constituent, the kaolinite phase appears as the second main constituent. A moderate peak

wielkości pik od płaszczyzn o odległości międzypłaszczyznowej 356 pm pochodzi od anatazu. Niewielkie piki przy 1246, 1030 i 303 pm odległości międzypłaszczyznowych świadczą o występowaniu rozłożonych, kolejno: montmorillonitu, illitu i kalcytu.

Na krzywej DTA gliny był słaby efekt endotermiczny przy ~ 43°C, związany z uwalnianiem zaadsorbowanej wody. Główny efekt występował przy ~ 555°C, a nieco słabszy przy 693°C, oba przypisywane dehydroksylacji kaolinitu i innych minerałów występujących w glinach [rysunek 2]. Krzywa TGA świadczy o znacznej utracie masy w tym przedziale temperatur.

Powszechnie wiadomy jest rozkład kaolinitu zachodzący w przedziale temperatur od 500°C do 600°C. Powstaje wtedy metakaolin zachowujący strukturę kaolinitu, jednak pozbawiony większości grup hydroksylowych (2). Illit rozkłada się w temperaturze od 350°C do 600°C, a swoją pierwotną strukturę zachowuje do ~ 700°C. Reliktowa struktura illitu rozpada się całkowicie pomiędzy 700°C a 850°C i zaczyna powstawać faza ciekła. Ostatnia zachodzi dehydroksylacja montmorillonitu, w temperaturze nieco poniżej 600°C, i podobnie jak w przypadku illitu, powstaje trwała faza zdehydroksylowana, która zachowuje reliktową strukturę krystaliczną macierzystego minerału, a rozpada się całkowicie w temperaturze wyższej od 800°C.

Próbka zawierała 51,6% krzemionki występującej w postaci kwarcu, kaolinitu i pozostałych dwóch faz glinowych - montmorillonitu



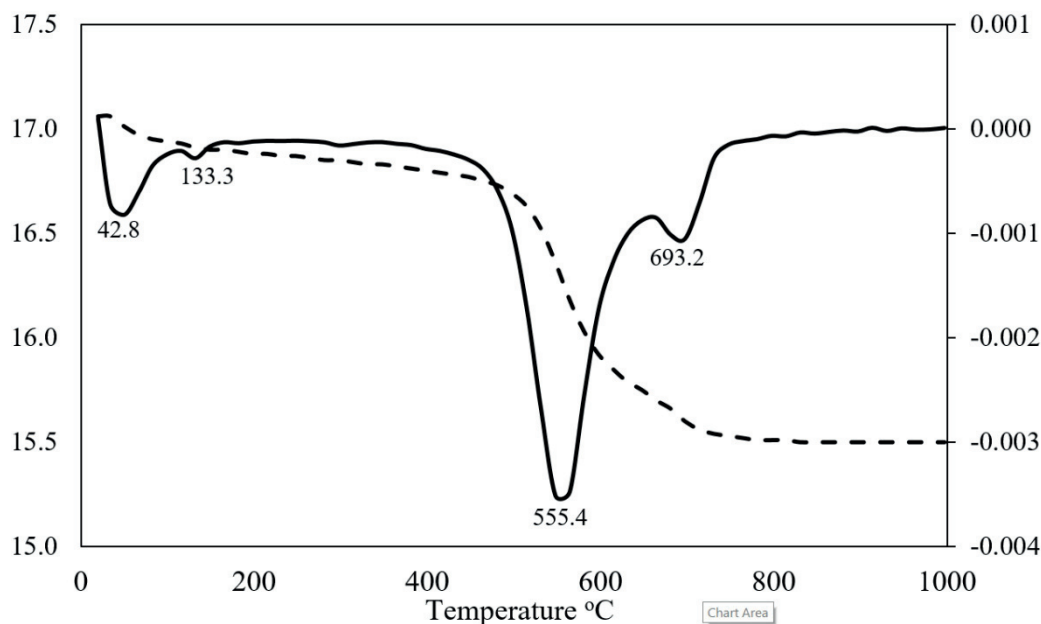
Rys. 1. Dyfraktogram rentgenowski gliny kaolinowej

Fig. 1. The X-ray diffraction patterns of the as-received kaolin clay

of anatase is observed at 356 pm. Weak patterns of dehydrated montmorillonite, of illite and calcite are identified at 1246, 1030 and 303 pm respectively.

The differential thermal analysis of the clay shows a weak endothermic peak at ~43°C, due to the release of adsorbed water. A main peak is observed at ~555°C beside a smaller one at 693°C attributed to the dehydroxylation of kaolin and of the other clays [Fig. 2]; the TGA curve indicates a main loss of mass in this region.

The kaolinite phase is known to dehydroxylate at 500-600°C, the metakaolin obtained consists of kaolinite lattice after the removal of most of the hydroxyl group (2). Illite dehydroxylate between



Rys. 2. Krzywe DTA/TGA gliny kaolinowej

Fig. 2. The DTA/TGA diagram of the as-received kaolin sample

i illitu [tablica 1]. Zawartość tlenku glinu wynosiła 30,4%, a tlenku wapnia 1,63% co wskazuje na występowanie 2,9% kalcytu. Straty prażenia wynoszą 9,21%, głównie na skutek dehydroksylacji minerałów ilastych i dekarbonatyzacji kalcytu.

3.2. Gлина prażona

Na rysunku 3 pokazano rentgenogram prażonej gliny, na którym występuje główny pik kwarcu obok słabego pików anatazu, przy 354 pm odległości międzypłaszczyznowej. Przy 540 i 411 pm występują niezidentyfikowane piki, prawdopodobnie pochodzące od reliktowych faz występujących w glinie. W zakresie od 17° do 27° kąta 2θ jest podniesienie tła, związane z bezpostaciowym kaolinitem po porażeniu i innymi minerałami ilastymi. We wcześniejszych pracach dotyczących metakaolinitu (3, 4) również stwierdzono podniesienie tła w zakresie od 18° do 25° 2θ, co dobrze koreluje z uzyskanymi wynikami.

Na rysunku 4 przedstawiono krzywe DTA/TGA gliny kalcynowanej. Na krzywej DTA widoczne są dwa piki endotermiczne w temperaturach rozkładu glin, wskazując jednocześnie na niewielką ilość gliny, która nie uległa rozkładowi.

Skład chemiczny prażonej gliny wykazuje wzrost zawartości krzemionki do 59% [tablica 2] w porównaniu ze składem surowej gliny. Zawartość tlenku glinu, wynosząca 30,8%, związana jest głównie z zdehydroksylowanymi oraz częściowo nierozłożonymi składnikami glin. Zawartość ta jest zgodna z podawanymi w literaturze, która wynosi od 22,9% w słabej jakości glinach kaolinowych (5) do 44% w glinach bogatych w kaolin (6). Stwierdzono, że zawartość reaktywnej krzemionki, określona zgodnie z normą EN 196-5, wynosiła 30%. Krzywą DTA prażonej gliny przedstawiono na rysunku 4. Pokazuje ona dwa słabe efekty endotermiczne

Tablica 1 / Table 1

SKŁAD CHEMICZNY GLINY KAOLINOWEJ, % MASY

THE CHEMICAL COMPOSITION OF THE KAOLIN CLAY, MASS %

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O
51.6	30.4	1.83	1.63	1.12	2.67	0.22	0.13
P ₂ O ₅	Cl	SO ₃	P ₂ O ₅	SrO	Cr ₂ O ₃	LOI	
0.12	0.13	0.63	0.12	0.02	0.09	9.21	

350°C and 600°C, the original structure is maintained until ~700°C. The relict illite structure breaks down between 700°C and 850°C and liquid phases begin to form. Finally, the montmorillonite dehydroxylates below 600°C and as in the illite, it forms a stable dehydroxylated phase that retains some of the crystal structure of the original mineral. The characteristic crystal structure is generally lost above 800°C.

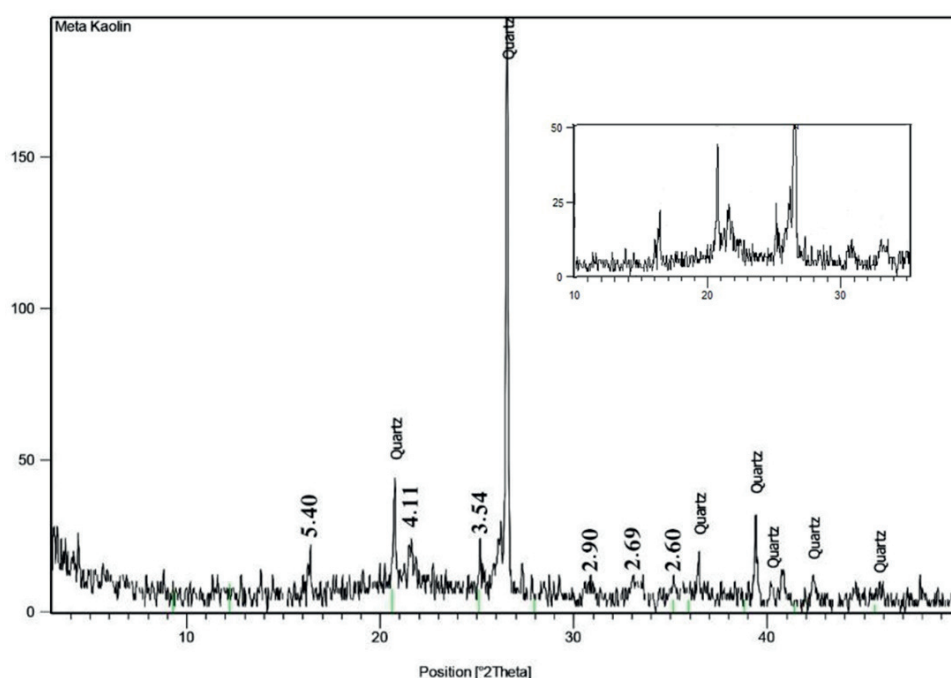
The chemical composition of the sample show a silica content of 51.6% attributed to quartz, kaolinite and the other two clay phases; montmorillonite and illite [Table 1]. The percentage of alumina in the clay is 30.4%. The calcium oxide is as low as 1.63 and indicates the presence of 2.9% calcite. The loss on ignition amounts to 9.21% due to the dehydroxylation of the clay minerals, and the decarbonization of calcite.

3.2. The calcined clay

The X-ray pattern of the calcined clay presented in Fig. 3 shows main d-value lines of quartz beside weak patterns of anatase at 354 pm and unidentified peaks probably of clay relicts at 540 and 411 pm and others. A weak hump is observed in the 2θ range ~ 17° to 27°. It reflects weak amorphous structure formed from the dehydroxylated kaolinite phase, and the other clay minerals. A dispersion peak of the X-ray amorphous metakaolin was previously reported in a 2θ range 18° and 25° (3, 4); and agrees well with the present result.

The DTA curve of the calcined sample is depicted in Fig. 4. It shows two weak endotherms at the dehydroxylation temperatures of the clays indicating the presence of small portion which was not decomposed.

The chemical composition of the calcined clay shows an increase in the silica content to 59% [Table 2] compared to the composition of the raw material. An alumina content of 30.8% is attributed to the dehydroxylated clays including the small undecomposed portions. This value is moderate compared to alumina concentrations of metakaolin samples reported in the literature between 22.9% in low quality kaolin clay (5) to 44% in



Rys. 3. Dyfraktogram rentgenowski gliny kalcynowanej

Fig. 3. The X-ray diffraction pattern of the calcined clay

w temperaturach rozkładu glin, co wskazuje na występowanie niewielkiej ilości gliny, która nie uległa rozkładowi.

Występowanie kwarcu w próbce potwierdzono dodatkowo pod skaningowym mikroskopem elektronowym - rysunek 5. Mikroanalizę rentgenowską w punktach a i b zinterpretowano odpowiednio jako rozłożoną glinę i kwarc.

W widmach FTIR kalcynowanej gliny, pokazanych na rysunku 6, widoczne są szerokie pasma przy 3494cm^{-1} i 1650cm^{-1} , pochodzące od drgań rozciągających i zginających grup hydroksylowych. Symetryczne drgania rozciągające tetraedrów

Si-O-Si i O-Si-O w kwarcu widoczne są przy 472cm^{-1} i 797cm^{-1} . Pasma przy 886cm^{-1} pochodzi od pozostałych rozłożonych składników gliny (7). Szerokie pasmo przy 1090cm^{-1} pochodzi od symetrycznych drgań Si-O metakaolinu. Drgania te występują zwykle przy 1086cm^{-1} (8, 9), ale w analizowanym widmie występują razem z głównym pasmem kwarcu i pasmami pozostałych minerałów ilastych. Nie stwierdzono pasm charakterystycznych dla glinu w pozycji oktaedrycznej w kaolinicie, które występują przy 806cm^{-1} .

3.3. Problemy przy produkcji zaczynów geopolimerowych

Określenie zawartości reaktywnych składników prażonej gliny jest skomplikowane ze względu na stosunkowo dużą ilość kwarcu w próbce oraz występowanie montmorillonitu, a także illitu.

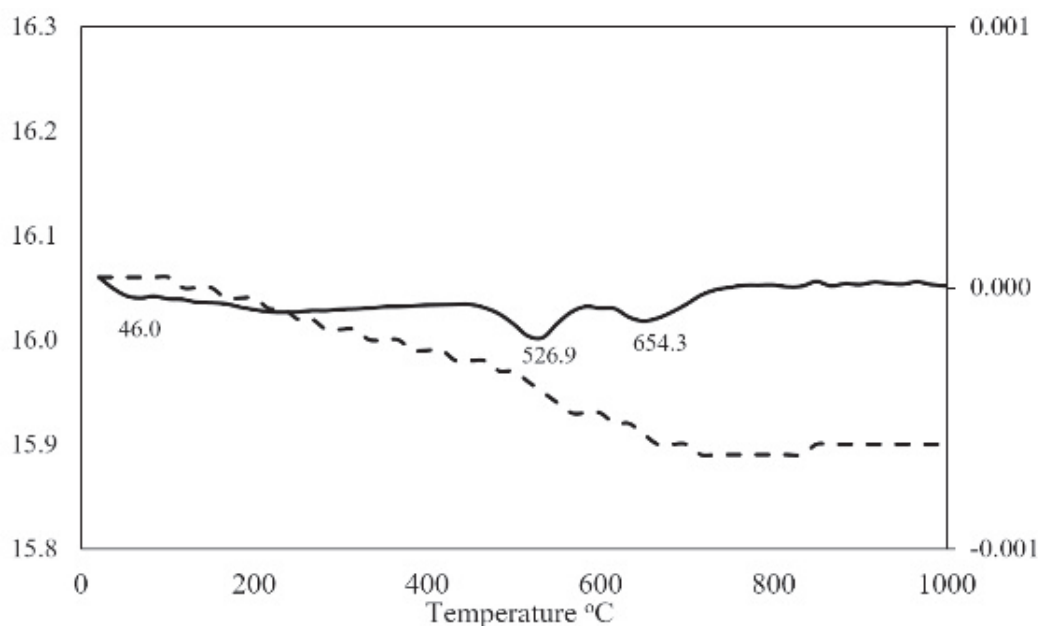
Udział reaktywnej krzemionki, określony zgodnie z normą EN 196-5, wynosi 30% masy [$0,5\text{ mola SiO}_2$] co uznano za wynik prawidłowy. Ilość krzemionki pochodzącej z krzemianu sodu ($36,6\text{ g}$

Tablica 3 / Table 3

SKŁADY AKTYWOWANYCH MIESZANEK

THE COMPOSITION OF THE ALKALI ACTIVATION MIXES

Mix Mieszanka	Sodium hydroxide Wodorotlenek sodu			Sodium silicate Krzemian sodu		Reactive silica Reaktywna krzemionka	Total całkowite Na ₂ O	Total całkowite SiO ₂	Total całkowite H ₂ O
	NaOH		Na ₂ O	Na ₂ O	SiO ₂	SiO ₂	Mole	Mole	Mole
	g	Mole	Mole	Mole	Mole	Mole			
1	4.0	0.10	0.20	0.12	0.12	0.5	0.32	0.62	3.27
2	4.8	0.12	0.24				0.36		
3	6.0	0.15	0.30				0.42		
4	8.0	0.20	0.40				0.52		
5	12.0	0.30	0.60				0.72		



Rys. 4. Krzywe DTA/TGA prażonej gliny

Fig. 4. The DTA/TGA diagram of the calcined clay

Tablica 2 / Table 2

SKŁAD CHEMICZNY PRAŻONEJ GLINY, % MASOWY

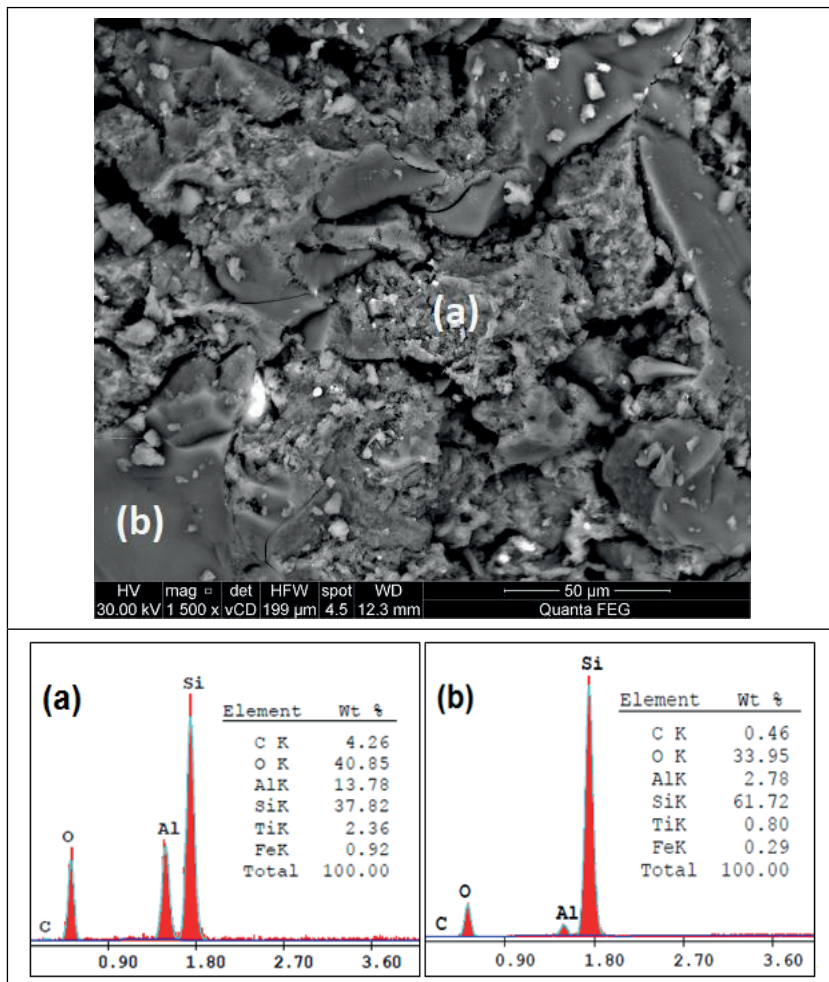
THE CHEMICAL COMPOSITION OF CALCINED CLAY, % BY MASS

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O
59.00	30.80	1.94	1.52	0.84	2.76	0.14	0.20
P ₂ O ₅	Cl	SO ₃	P ₂ O ₅	MnO	Cr ₂ O ₃	LOI	
0.09	0.12	1.22	0.05	0.05	0.15	1.01	

kaolin-rich clay (6). The percentage of reactive silica as determined according to EN 196-5 was found to be 30%.

The presence of quartz in the calcined sample was further confirmed in the scanning electron micrograph – Fig. 5. The EDAX analysis of points a and b are assigned to the dehydroxylated clay and quartz respectively.

In the infrared spectra of the calcined clay depicted in Fig. 6 weak broad bands are formed at 3494cm^{-1} and 1650cm^{-1} belonging to the stretching and bending vibrations of hydroxyl group respecti-



Rys. 5. Mikrostruktura prażonej gliny pod skaningowym mikroskopem elektronowym. Mikroanaliza rentgenowska wykazała występowanie rozłożonej gliny (punkt a) i kwarcu (punkt b)

Fig. 5. Microstructure of the calcined clay under scanning electron microscope. The EDAX analysis show the presence of decomposed clay (point a) and quartz (point b)

roztworu o stężeniu 40%) wynosiła 0,12 mola. Całkowita reaktywna krzemionka była zatem równa 0,62 mola [tablica 3]. W innych pracach dotyczących geopolimerów opartych na metakaolinie

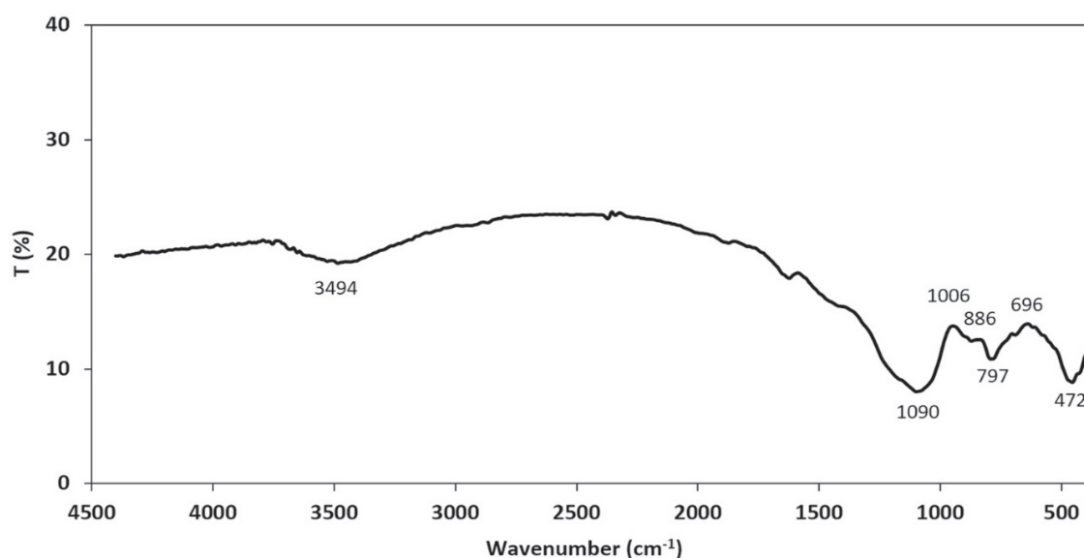
kaolin (12). Alternatively, the concentration of kaolin in the calcined clay was determined by calculations based on the total alumina content, the amount of quartz was the remaining SiO₂ content

vely. Symmetric stretching vibrations of Si-O-Si and O-Si-O tetrahedral of the quartz phase are identified at 472 cm⁻¹ and 797 cm⁻¹. The band at 886 cm⁻¹ is assigned to the dehydroxylated minor clay constituents (7). The broad band at 1090 cm⁻¹ is belonging to the symmetrical Si-O vibration of metakaolin; it appears usually at 1086 cm⁻¹ (8, 9), but overlaps in the present spectrum with the main quartz band and with the bands of the minor clay minerals. The bands characteristic for the octahedral Al of kaolinite found at 806 cm⁻¹ is hardly detected.

3.3. Considerations of the production problems of geopolymer paste

The determination of the content ratios of the reactive ingredients in the calcined clay is complicated because of the relatively high amount of quartz in the sample, and the presence of montmorillonite and illite.

The reactive silica determined according to EN 196-5 is equal to 30% by mass [0.5 mole SiO₂] was considered as correct. The silica originating from sodium silicate (36.6g of the solution of 40% concentration), was equivalent to 0.12 mole. The total reactive silica was therefore equal to 0.62 mole [Table 3]. Other analyses of metakaolin-based geopolymer considered the total silica measured in the calcined samples as reactive without omitting that of the unreactive quartz (2,10,11). The corresponding SiO₂/Al₂O₃ ratios given in this work refer therefore to both reactive and unreactive silica. Some authors, however, estimated the amount of quartz by subtracting the bands of pure quartz from the infrared spectra of the calcined



Rys. 6. Widmo FTIR prażonej gliny

Fig. 6. The infrared spectrum of the calcined clay

całą krzemionkę zawartą w próbkach kalcynowanych uznano za reaktywną, nie pomijając niereaktywnego kwarcu (2, 10, 11). Wzajemne stosunki $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ podane w tej pracy odnoszą się zatem zarówno do reaktywnej, jak i niereaktywnej krzemionki. Niektórzy autorzy szacowali ilość kwarcu na podstawie widm w podczerwieni porównując widma kwarcu i kalcynowanego kaolinu (12). Alternatywnie, ilość kaolinu w wyprażonej glinie określano na podstawie obliczonej całkowitej zawartości tlenu glinu, a zawartość kwarcu stanowiła pozostałą ilość SiO_2 (4). Jeszcze inni autorzy zaniedbali małą zawartość kwarcu w stosowanym metakaolinie (13).

Całkowity tlenek glinu [30,8%] w badanych próbkach uznano za reaktywny, a niewielkie ilości nierozłożonej gliny, zidentyfikowane na krzywych DTA (rysunek 5) pominięto. Ponadto zawartość tlenu sodu w mieszaninach aktywatorów jest liczona jako suma Na_2O zawartego w wodorotlenku sodu i w krzemianie sodu. Woda w mieszaninie aktywatora jest sumą wody zawartej w krzemianie sodu [60%] oraz wody zarobowej [w / s = 0,37].

W oparciu o powyższe rozważania, wyliczono wzajemne stosunki $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ i $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ w badanych zaczynach i podano w tablicy 4. Z tablicy jasno wynika, że stosunek $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ w badanych próbkach przyjmuje mniejsze wartości niż zalecane w literaturze, do uzyskania dobrych właściwości geopolimerów [3,0–4,5]. Stosunki $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ są bliskie wartościom zalecanym w literaturze [0,8–1,6]. Mieszkankę o stosunku 2,4 odrzucono ze względu na zbyt dużą lepkość aktywatora. Stosunki $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ przewyższają nieznacznie wartości podawane w literaturze [0,20–0,48]. Stosunki $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ są zgodne z wcześniejszymi pracami (2, 14-16).

Aby polepszyć rozwój późnej wytrzymałości na ściskanie, która stanowi priorytet w tej pracy, proces aktywacji prowadzono w temperaturze pokojowej. W tych warunkach postęp reakcji jest zadowalający i uzyskuje się bardziej zwartą mikrostrukturę. Wcześniejsze badania nad wpływem temperatury dojrzewania geopolimerów opartych na metakaolinie na rozwój wytrzymałości wykazały, że im wyższa temperatura dojrzewania tym mniej zwarta mikrostruktura, co ma negatywny wpływ na właściwości próbek po długim okresie (4, 17). W tej pracy przeprowadzono zatem badania mikrostruktury rocznych próbek.

3.4. Aktywacja prażonej gliny

Korzystny skład mieszanki aktywowanej alkalicznie prażonej gliny miał zatem stosunek $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ równy 2,06. Zwiększono stężenia roztworów wodorotlenku sodu $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z 1,06 do 1,73 a $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ z 10,2 do 6,28.

Na dyfraktogramie rocznej próbki geopolimerowej widoczne jest lekkie podniesienie tła w zakresie od 17° do 32° kąta 2θ [rysunek 7]. Położenie podniesienia tła jest nieco przesunięte w kierunku większych wartości kąta 2θ , w porównaniu do prażonej gliny – rysunek 3. Podobne przesunięcie występowało w geopolimerach opartych na metakaolinie (13, 18-20) i przypisano je powstawaniu uwodnionego żeluz krzemianowo – sodowego, w wyniku alkalicznej aktywacji prekursorów glinowych i przeobrażenia struktur rozło-

(4), other researchers neglected the low quartz content in the metakaolin used (13).

The total alumina determined in the activated sample [30.8%] is considered reactive and the small portions of the unreactive clay, identified in the DTA diagram of Fig. 5 were neglected. Furthermore the sodium oxide content of the activator blends are taken as a summation of Na_2O of the sodium hydroxide added and that of the sodium silicate solution. The water used in the activator mix is that from sodium silicate [60%] plus the mixing water [w/s = 0.37].

Based on the above considerations, the calculated ratios of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ and $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ of the present paste system are given in Table 4. It is clear from the table that the $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio used is lower than the values recommended in the literature to obtain good geopolymer properties [3.0-4.5]; the $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratios are in close agreement with those suggested in the literature [0.8-1.6]. The mix with a ratio of 2.4 could not be rejected because of the high viscosity of the activator solution; the $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ ratios exceeds slightly the values of the literature [0.20-0.48] and the $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ agree with previous works (2, 14-16).

To realize a better development of the late compressive strength which represents a priority in the present work, the early strength being not a main target, the activation process was conducted at room temperature. Under this condition, the progress of the reaction is promoted and denser microstructure is obtained. Previous studies carried out on the effect of temperature on the strength development of geopolymer based on metakaolin, (4, 17), found a decrease in the late strength due to a less densified and less compact structure with temperature rise which was detrimental to the mechanical properties at later ages. In the present work, the microstructural tests were performed therefore on the one-year activated sample.

3.4 The alkali activation of the calcined clay

The workable system of the alkali activated calcined clay had therefore a $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ of 2.06, increasing concentrations of sodium hydroxide solutions of $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.06$ to 1.73, and $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} = 10.2$ to 6.28.

The X-ray pattern of the one-year geopolymer sample shows a weak hump in the 2θ range of $\sim 17^\circ$ - 32° [Fig. 7]. The location of

Tablica 4 / Table 4

WZAJEMNE STOSUNKI TLENKÓW W MIESZANKACH AKTYWATORÓW ALKALICZNYCH

THE RATIOS USED IN THE ALKALI ACTIVATOR MIX

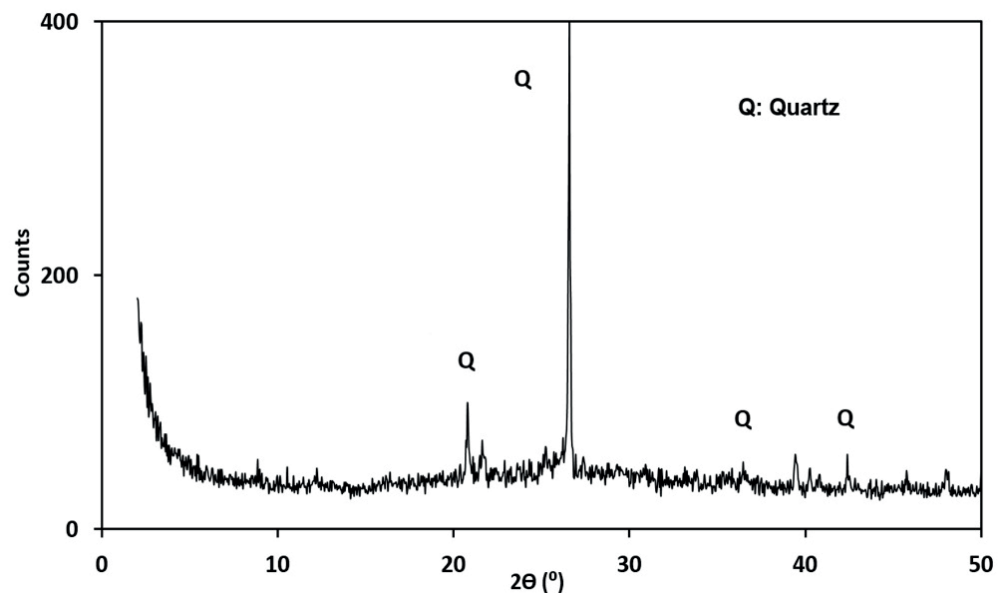
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$
2.06	1.06	0.52	1.93	10.21
	1.20	0.58	1.72	9.08
	1.40	0.67	1.47	7.78
	1.73	0.83	1.19	6.28
	2.4	1.16	0.86	4.5

zonych glin (13, 18-20). W niniejszej pracy podniesienie tła występowało w zakresie od 17° a nie 20° kąta 2θ, co oznacza, że w prażonych glinach przemiany nie zaszły do końca.

Na krzywej DTA próbki geopolimerowej występuje silny pik endotermiczny w temperaturze niższej od 200°C, co wskazuje na dehydratację uwodnionej fazy glinianowo-krzemianowej [rysunek 8]. Szeroki efekt pomiędzy 350°C a 650°C, związany jest z nierozłożoną częścią gliny, która pozostała w próbce.

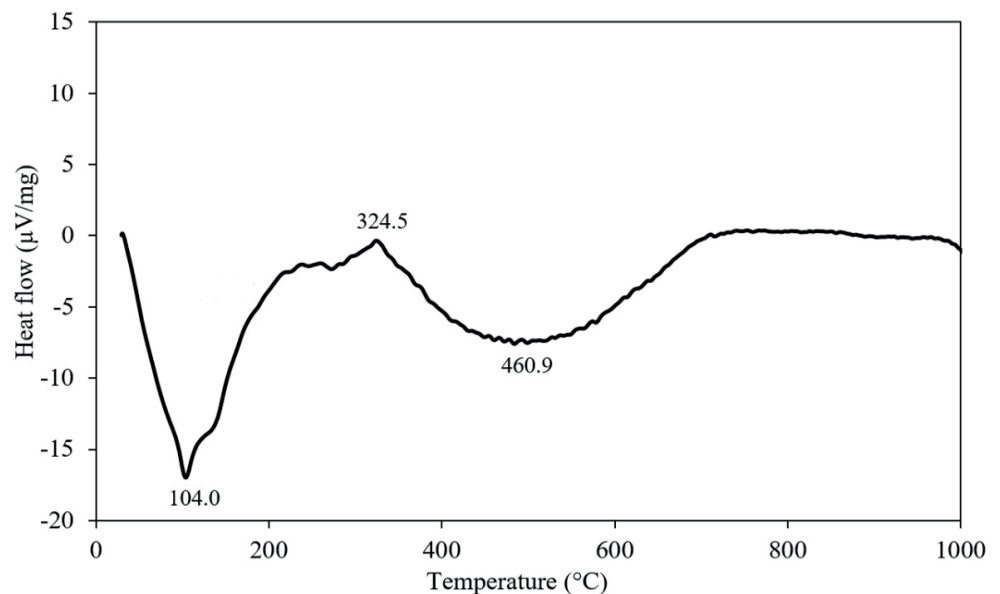
Widma w podczerwieni próbki zaczynu po rocznym twardnieniu pokazano na rysunku 9. Pasma przy 3494 cm⁻¹ i 1675 cm⁻¹ pochodzą od drgań rozciągających i zginających grup hydroksylowych. Główne pasmo na widmach IR prażonej gliny, przy 1090 cm⁻¹ [rysunek 6], jest przesunięte w kierunku mniejszej liczby falowej 1006 cm⁻¹ i świadczy o występowaniu asymetrycznych drgań rozciągających Si-O. To przesunięcie wiąże się ze zmianą, która nastąpiła w mikrostrukturze gliny metakaolinowej, jak również o powstawaniu żelu geopolimerowego, w którym [SiO₄]⁴⁻ jest częściowo zastępowane przez [AlO₄]⁵⁻, co powoduje zmiany drgań wiązania Si-O (21). Pasma to nie ma ostrego maksimum i obrazuje ogólne zaburzenie sieci Si(Al)-O. Podstawienie tetraedrów SiO₄ przez AlO₄ w żelu geopolimerowym powoduje zmniejszenie częstotliwości drgań, ponieważ wiązanie Al-O jest słabsze niż wiązanie Si-O. Nowe pasmo przy ~700 cm⁻¹, wiąże się z występowaniem glinu w koordynacji tetraedrycznej, Al(IV)-O-Si i wskazuje na powstawanie sieci glinokrzemianowych. (22, 23).

Rysunek 10 to mikrografia próbki geopolimerowej. Mikrostruktura zaczynu wskazuje na występowanie dobrze uformowanego żelu glinokrzemianu sodu o stosunku Si/Al wynoszącym 2,21; równoważnik dla tlenków SiO₂/Al₂O₃ wynosi 4,33 natomiast Na₂O/Al₂O₃ jest równy 0,66. Współczynniki te są zbliżone do teoretycznego składu geopolimeru Rn(-Si-O-Al-O-Si-O)_n-, poli(silokso-silanu). Jest to geopolimer typu PSS, w którym stosunek SiO₂/Al₂O₃ = 4,0 i Na₂O/Al₂O₃ = 1,0. Korzystne warunki jego postawienia określono na SiO₂/Al₂O₃ = 4,5 i Na₂O/Al₂O₃ = 0,8 (21).



Rys. 7. Dyfraktogram próbki geopolimeru po rocznym twardnieniu

Fig. 7. The X-ray diffraction pattern of the geopolimer paste hydrated for one year



Rys. 8. Krzywa DTA próbki geopolimeru po rocznym twardnieniu

Fig. 8. The DTA curve of the geopolimer paste hydrated for one year

the hump is shifted to higher angles compared to those detected in the calcined clay in Fig. 3. Similar shift was observed in the geopolimer based on metakaolin (13, 18-20) and was attributed to the formation of alkali-silica-alumina-water gel as a result of alkali activation of the aluminate precursor and the transformation of the dehydroxylated clays from one structure to another microstructure (13, 18-20). In the present work, the hump begins at 2θ of 17° and not 20° which means that the dehydroxylated clays were not fully reacted.

The DTA diagram of the geopolimer sample shows a strong endothermic peak for the dehydration of the sodium aluminosilicate hydrate phases in the temperature range < 200°C [Fig. 8]. A broad

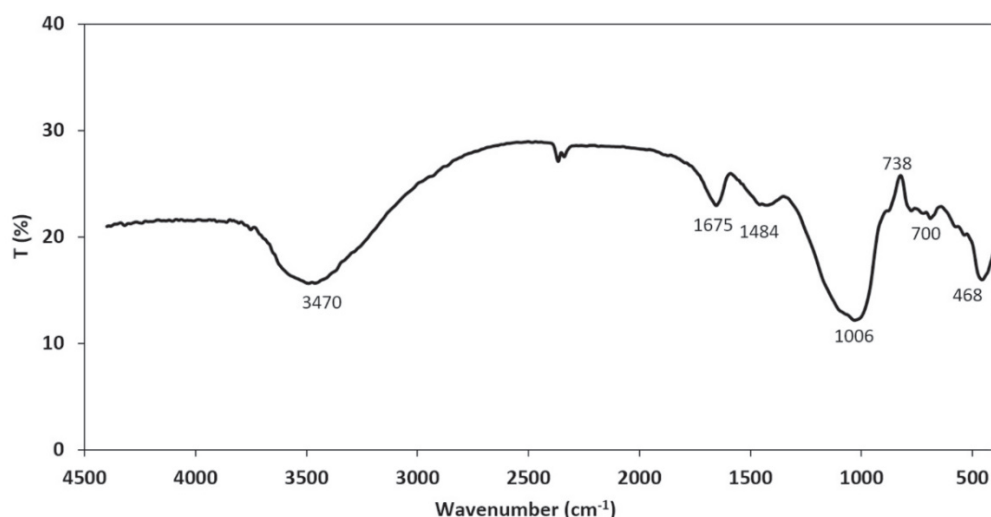
Początek wiązania zaczynów geopolimerowych, po zmianie stosunku $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z 1,20 na 1,73 uległ skróceniu z 7,5 i 7,23 do 6 godzin. Koniec wiązania uległ skróceniu z 10,5 do 8,8 i 8,3 godzin. Uzyskane czasy wiązania uznano za odpowiednie do prowadzenia dalszych badań gdyż był to wystarczający przedział czasu potrzebnego na wymieszanie i odlewanie betonu.

Wytrzymałość na ściskanie próbek z większą ilością sodu przedstawiono na rysunku 11. Wyniki pokazują, że po 3 dniach dojrzewania zaczyny osiągają wytrzymałość ~35 MPa przy $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,2$. Wytrzymałość wzrasta do około ~50 MPa i ~71 MPa odpowiednio, po 28 i 360 dniach. Przy większym stosunku $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,4$ wytrzymałość po trzech dniach wynosi ~39 MPa, a średni przyrost wytrzymałości późniejszych próbek wynosi ~14%, co dało ~65MPa i ~80 MPa po 28 dniach i po roku. Przy wzroście stosunku $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ do 1,73 wytrzymałość po 7 dniach maleje, natomiast wytrzymałość próbek po 28 i po 360 dniach wynosiła ~56MPa i ~74MPa.

W tej pracy, wczesna wytrzymałość badana po 3 i 7 dniach mieści się w zakresie od 35 MPa do 56 MPa, pomimo małego stosunku $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ w porównaniu do zalecanego w literaturze (24). Stężenie aktywatora było zgodne z zaleceniami literaturowymi. Poprzedni autorzy (8) stwierdzili niższą wytrzymałość (od 11 MPa do 20MPa) po 28 dniach dojrzewania, przy stosunku $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ wynoszącym od 5,5 do 6,5; stosunku $\text{R}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ od 0,8 do 1,2 i gdy stosunek $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ wynosił od 10 do 6. Autorzy uznali, że całkowita zawartość SiO_2 w metakaolinie jest reaktywna, bez uwzględniania kwarcu. Jednak wytrzymałość na ściskanie po 28 dniach, wynosząca 30-40 MPa, podobna do uzyskanych wyników, jest zmierzona w mieszankach geopolimerowych aktywowanych różnymi stosunkami $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ i $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ w temperaturze otoczenia (6, 11). Niewiele prac podaje wytrzymałość geopolimerów po dłuższym okresie, ale uzyskane wyniki wskazują na zadowalający przyrost wytrzymałości próbek dojrzewających w temperaturze otoczenia.

3.5. Produkcja betonu geopolimerowego

Betonowe fundamenty, ściany i dach zbudowano z geopolimeru opartego na metakaolinie. Skład betonowego fundamentu dobrano tak, aby miał wystarczającą ilość wody do zapewnienia urabialności, a stosunki aktywatora były mniejsze niż stosowane w badaniach zaczynów, co hamowało wzrost lepkości. Beton wykonano przy stosunkach $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,3$; $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 0,18$. W składzie betonu przyjęto stosunki składników: spoiwo/piasek/kruszywo grube odpowiednio: 1,0/0,92/1,4. Stosunek woda/spoiwo wynosił 0,2, a całkowita ilość H_2O , w tym z krzemianu sodu,



Rys. 9. Widmo FTIR zaczynu geopolimerowego po roku twardnienia

Fig. 9. The infrared spectrum of the geopolymer paste after one year of hydration

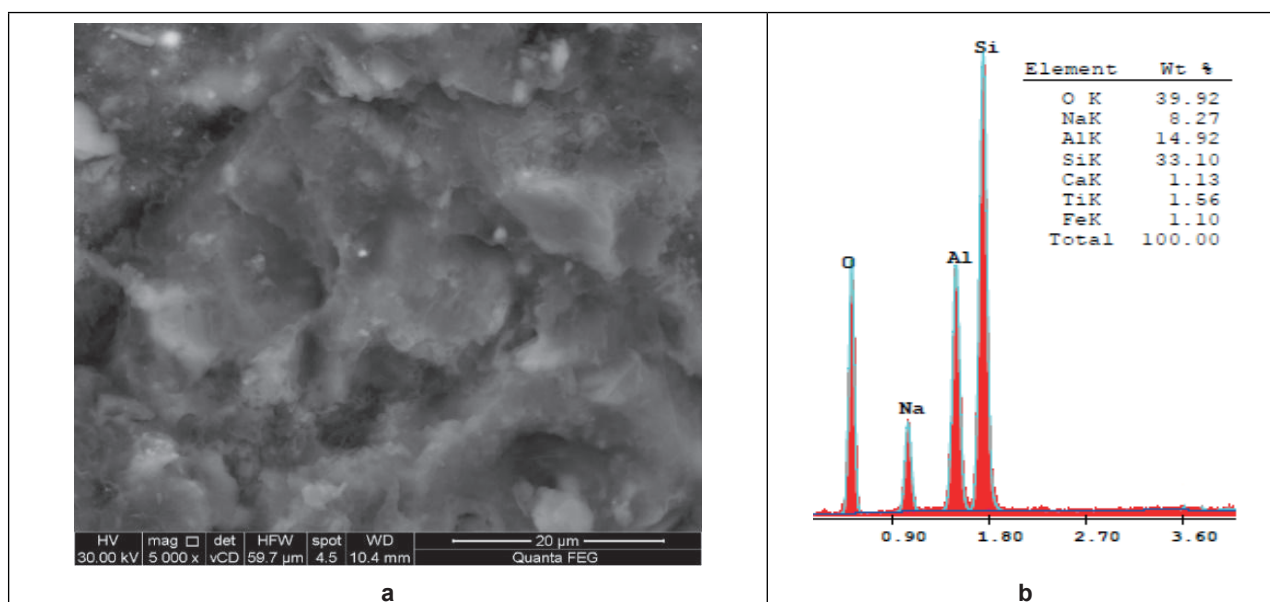
peak is observed at 350°-650°C due to the undecomposed clays which remained unreacted in the geopolymer sample.

The infrared spectra of the one year hydrating geopolymer paste is shown in Fig. 9. The stretching and bending vibrations of the hydroxyl group are detected at 3494 cm^{-1} and 1675 cm^{-1} . The main band which appeared in the IR spectra of the calcined clay at 1090 cm^{-1} [Fig. 6] is shifted to lower wavenumber of 1006 cm^{-1} and is assigned to the asymmetrical Si-O vibration. This shift reflects a change that occurred in the microstructure of the metakaolin clay and the formation of geopolymer gel as a result of a partial replacement of SiO_4 by AlO_4 leading to consecutive variation in the local environment of Si-O bond (21). The band lacks a sharp feature and means a general disorder of the Si (Al)-O-network. The substitution of the SiO_4 by AlO_4 tetrahedrons in the geopolymeric gel leads to a shift to lower frequency vibration values as the strength of Al-O bond is weaker than that of Si-O bond; the new band observed at ~700 cm^{-1} is assigned to the tetra-coordinated Al (IV)-O-Si and signifies the formation of aluminosilicate networks. (22, 23).

The scanning electron micrograph of the geopolymer sample is shown in Fig. 10. The morphology of the paste reflects the presence of a well formed alkali alumino-silicate gel with a Si/Al ratio of 2.21 equivalent to a $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4.33$ and $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 0.66$. These ratios approach the theoretical values of the polysialate siloxo, $\text{Rn}-(\text{Si-O-Al-O-Si-O})_n-$, PSS geopolymer with $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4.0$ and $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.0$ which were optimally synthesized with $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4.5$ and $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 0.8$ (21).

The initial setting time of the geopolymer pastes formed by increasing the $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio from 1.20 to 1.73 decreased from 7.5 to 7.23, and 6 hours. The final setting shortened from 10.5 to 8.8, and 8.3 hours. The obtained setting period is suitable for further applications and allow enough time for mixing and casting.

The compressive strength the samples activated with an increasing content of alkali in the activator blend is presented in Fig. 11. The results show that the pastes reach a 3-day strength of



Rys. 10. Mikrostruktura zaczynu geopolimerowego po roku twardnienia

Fig. 10. The scanning electron micrograph of the geopolymer paste hydrated for one year

wynosiła 14 moli. Zastosowano szalunek izolowany pozwalający budować metodą odlewania „na miejscu” (CIP-SIP). Na rysunku 12 pokazano fundamenty z prototypowego betonu geopolimerowego. Stwardniały beton uzyskiwał wytrzymałość na ściskanie rzędu 11 MPa, 25,5 MPa i 34,5 MPa kolejno po 3, 7, 28 dniach. Te wartości są niższe niż otrzymane dla wcześniej opisywanych zaczynów.

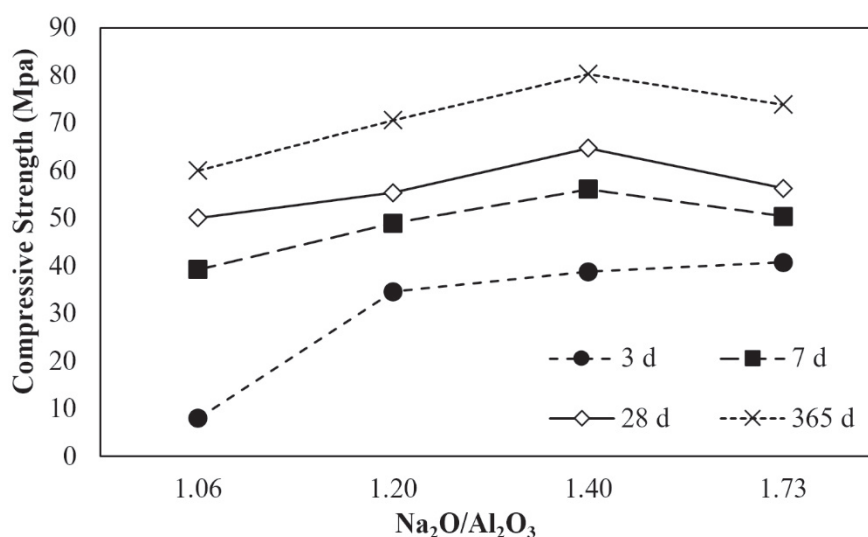
Budowa CIP-SIP odbywała się w następującej kolejności: najpierw piankowe panele izolacyjne spryskiwano środkiem poprawiającym przyczepność zaprawy geopolimerowej. Następnie na obie powierzchnie ścian natryskiwano pierwszą warstwę zaprawy geopolimerowej o grubości 5,0 - 10 mm, aby zwiększyć szorstkość powierzchni. W kolejnych krokach odlano dach o grubości 50 mm i proces zatrzymano na 7 dni, aby zapewnić odpowiedni czas i warunki dojrzewania betonu. Następnie usunięto rusztowanie, aby umożliwić natrysk drugiej warstwy zaprawy geopolimerowej na panele ścienne. Podobnie jak zwykle postępuje się z konwencjonalnymi tynkami, na panele ścienne natryśnięto warstwę zaprawy geopolimerowej o grubości od 20 mm do 25 mm, mierzoną od pierwszej warstwy, a na koniec nałożono trzecią warstwę betonu, aby ostateczna grubość warstw wynosiła 40 mm. Na rysunku 13 pokazano efekt końcowy.

4. Wnioski

- Alkaliczna aktywacja zaczynów metakaolinowych o małym stosunku $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2,06$; umiarkowanej zawartości kaolinu i reaktywnej krzemionki na poziomie 30% wykazała zadowalający stopień geopolime-

~35 MPa at $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.2$, the value increases to about 50 MPa and ~71 MPa after 7, 28 and 360 days respectively. At higher $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ of 1.4; the 3-day strength is equal to ~39 MPa and an average increase of ~14% occurs at later ages with values of ~65 MPa and 80 MPa after 28 days and one year. By increasing the $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio to 1.73, the strength of the pastes decrease after the period longer than 7 days and values of 56 and ~74 MPa are obtained after 28 days, and 360 days respectively.

In the present work, the early strength monitored after 3 and 7 days are in the range of ~35 to 56 MPa in spite of the low $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio of the system compared to that recommended in the literature (24) – the activator solutions being within the values of the literature. Previous researchers (8) found lower 28-day strength of 11-20 MPa using $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ of 5.5-6.5, $\text{R}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ of 0.8 to 1.2, and $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} \sim 10-6$; the authors considered the total



Rys. 11. Wytrzymałość próbek geopolimerowych na ściskanie

Fig. 11. The compressive strength of the geopolymer pastes for hydration time up to one year



Rys. 12. Fundament z betonu geopolimerowego

Fig. 12. Foundation executed with geopolymer concrete

ryzacji w temperaturze otoczenia 25°C. Stosunek zalecany w literaturze wynosi 3,3 – 4,5.

- Po 3 i 28 dniach oraz po roku dojrzewania, zaczyni o stosunku aktywatorów $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,4$ i $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} = 8$, uzyskały względnie dużą wytrzymałość na poziomie 39 MPa, 65 MPa i 80 MPa. Podane stosunki aktywatorów są zgodne z literaturą.
- W prototypowym budynku z powodzeniem zastosowano beton geopolimerowy wykonany w oparciu o aktywowany metakaolin, przy stosunkach $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,3$; $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 0,18$ z 14 molowym nadmiarem wody.
- Niniejsze badania i rozwiązania prototypowe przyczynią się polepszenia przyszłych zastosowań geopolimerów w konstrukcjach budowlanych.

Literatura / References

1. EN 196-5: Methods of testing cement: part 5: Pozzolanicity test for pozzolanic cement.
2. C. J. McConville, W. E. Lee, Microstructural on Firing illite and smectite clays compared with that of kaolinite. *Journal American Ceramic Society*, **88**, 8, 2005. Doi.org/10.1111/j.1551-2916.2005.00390.
3. Liang Chen, Zaiqin Wang, Yuanyi Wang, Jing Feng, Preparation and properties of alkali activated metakaolin-based geopolymer. *Materials*, **9**, 9, 767; doi: 10.3390/ma9090767.
4. Y. Zang, W. Zhang, W. Z. Sun, Li, Z. Liu, Preparation of metakaolin based geopolymer and its three dimensional pore structure characterization. *J. Wuhan Univ. Technol. Mater. Sci. Ed.*, **30**, 550-555 (2015).
5. R. Arellano-Aguilar, O. Burciaga-Diaz, A. Gorokhovskiy, J. I. Escalante-Garcia, Geopolymer mortars based on a low grade metakaolin: Effects of the chemical composition, temperature and aggregate: Binder ratio. *Constr. Build. Mat.*, **50**, 642-648, (2014). DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2013.10.023
6. M. A. Villaquiran-Cacedo, R. Meja-de Gutierrez: Synthesis of ternary greopolymers based on metakaolin, boiler slag and rice husk ash. *DYNA*, **82**, 194, 104-110 (2015).
7. M. L. Granizo, M. T. Blanco-Varela, A. Palomo, Influence of the starting kaolin on alkali-activated material based on metakaolin. Study of the reaction parameters by isothermal conduction calorimetry, *J. of Materials Science*, **35**, 6309-6315 (2000).
8. F. F. B. Valeria, J. D. M. Kemeneth, T. Clelio, Synthesis and characterization of materials based on inorganic polymers of alumina and silica,



Rys. 13. Ukończony prototypowy beton geopolimerowy

Fig. 13. Finished prototype with geopolymer concrete

SiO_2 measured in the metakaolin as reactive without subtracting the amount of quartz. However, 28-days compressive strength of 30-40 MPa, similar to the present results, are reported for geopolymer systems activated with different $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ and $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratios at room temperature (6, 11). Few works studied the long term strength in geopolymer systems but the present result indicates a reasonable increase in strength with time as a result of curing at ambient temperature.

3.5. The production of geopolymer concrete

Concrete foundations, walls and roofs were produced of geopolymer based on metakaolin. The composition of the concrete foundation was chosen to have enough water to facilitate the workability and the activator ratios were lower than those used in the preparation of the pastes, to avoid an increase in the viscosity: ratios of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.3$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 0.18$ were applied in concrete. The concrete design the ratios 1.0: 0.92: 1.4 binder: sand: coarse aggregate respectively were used. The water/binder ratio was 0.2 and the total H_2O including that of sodium silicate was 14 moles. The cast-in-place structural insulated panel (CIP-SIP) construction system was used to assess constructability considerations. In Fig. 12 the foundation of the prototype geopolymer concrete is shown. The concrete obtained yielded compressive strength of 11, 25.5 and 34.5 MPa after 3, 7 and 28 days. These values are lower than those obtained for the pastes, for the previously described considerations.

The CIP-SIP construction took place in the following sequence: the foam panels were first wetted to improve the adhesion with geopolymer, both faces of the walls were then roughened by applying a first layer of 5.0 - 10 mm thickness from the geopolymer mortar, using a spraying tool. The following application steps were achieved manually: geopolymer concrete was applied in casting the roof with a thickness of 50 mm, the process stopped for 7 days to insure maturity of concrete. Scaffolding was then removed to enable the application of second layer of geopolymer on wall panels. As usually carried out with conventional plaster, a second

Sodium polysialate polymers (J). *International Journal of Inorganic Materials*, **2**, 4, 309-317 (2000).

9. D. Akolekar, A. Chaffee, F. H. Russel, The transformation of kaolin to low-silica X zeolite. *Zeolites*, **19**, 5, 356-365 (1997).

10. Y. S. Zang, W. Sun, Z. J. Li, Preparation and microstructure characterization of poly-sialate-disiloxo type of geopolymeric cement, *J. Cent. South Univ. Technol.*, **16**, 0906-0913 (2009).

11. M. A. Soleimani, R. Naghizadeh, A. R. Mirhabibi, F. Golestanifard: Effect of calcination temperature of the kaolin and molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ activator ratio on physical and microstructural properties of metakaolin based geopolymers. *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, **9**, 4 (2012).

12. H. K. Tchakoute, K. C. H. Ruescher, S. Kong, E. Kamseu, C. Leonelli, Comparison of metakaolin-based geopolymer cements from commercial sodium waterglass and sodium waterglass from rice husk ash. *J. of Sol-Gel Science and Technology*, **78**, 3, 492-506 2016.

13. O. Burciaga-Diaz, J. I. Escalante- Garcia, R. X. Magallanes-Rivera, Compressive strength and microstructural evolution of metakaolin geopolymers exposed to high temperature. *ALCOPAT Journal*, **5**, 1, 52-66 (2015).

14. J. G. S Van Jaarsveld, J. S. J. Van Deventer, L. Lorenzen., *Miner Eng.*, **10**, 659 (1997).

15. A. Palomo, F. P. Glasser, Chemically-bonded cementitious materials based on metakaolin. *Br. Ceram. Trans. J.*, **91**, 107-112 (1992).

16. J. Davitovits, M. Davitovits, N. Davitovits, US Patent, No 5, 342, 595, 1994.

17. P. Rovanič, Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer. *Constr. Build. Mat.*, **24**, 1176-1183 (2010). DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2009.12.023.

18. H. Rahier, B. B. Mele, M. Biesemans, J. Wastiels, X. Wu, Low temperature synthesized aluminosilicate glasses, *J. Mater. Sci.*, **31**, 71-79 (1996).

19. J. Provis, J. Van Deventer, *Geopolymers: structure, processing properties and industrial applications*. Sawston, Cambridge UK: Woodhead Publishing Ltd., p. 441, 2009.

20. O. Burciaga-Diaz, J. I. Escalante-Garcia, A. Gorokhovskiy, Geopolymers based on a coarse low-purity kaolin mineral: mechanical strength as a function of the chemical composition and temperature, *Cement and Concrete Composites*, **34**, 18-24 (2012 A).

21. Y. S. Zang, W. Sun, Z. J. Li: Infrared spectroscopy study of structural nature of geopolymeric products, *J. of Wuhan University of Technology-Material Science*, 2008. DOI 10.1007/s11595-007-45522-7.

22. P. Duxson, G. C. Lukey, J. S. J. van Deventer, Evolution of gel structure during thermal processing of Na-geopolymer gels. *Langmuir*, **22**, 8750-8757 (2006).

23. Z. Y. S. Wei, L. Zongjin, Preparation and microstructure of Na-PSDS Geopolymeric matrix. *Ceramic-Silikaty*, **5**, 2, 88-97 (2009).

24. J. Davidovits, U.S. Patent 45009985 (1985).

layer of geopolymer was applied on wall panels with thickness of 20 mm to 25 mm measured from first layer, finally a third layer of concrete was applied to get a final thickness of 40 mm. Fig. 13 shows the final prototyped status.

4. Conclusions

- The geopolymerization process with low $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2.06$ was well achieved by alkali activated metakaolin paste of moderate kaolin concentration containing 30% reactive silica at ambient temperature of 25 °C; the ratio suggested in the literature is 3.3-4.5.
- Relatively high strength values of 39, 65 and 80 MPa, are obtained after 3 days, 28 days and one year for pastes with activators ratios of $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.4$ and $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} = \sim 8$. The ratios are in close agreement with the literature.
- Geopolymer concrete were successfully applied in prototype building using metakaolin activated with a $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ of 1.3, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 0.18$ and excess water of 14 moles.
- Based on the present academic study and the prototype concrete trial, future geopolymer applications with improved properties shall be erected.