

Prof. Dr Eng. Zdzisława Owsiak¹⁾

ORCID: 0000-0002-9278-912X

M.Sc. Katarzyna Szczykutowicz^{1*)}

ORCID: 0009-0000-7324-0935

Properties of metahalloysite-based geopolymer composites reinforced with steel fibres

Właściwości kompozytów geopolimerowych z metahaloizytu wzmocnionych włóknami stalowymi

DOI: 10.15199/33.2025.07.13

Abstract. This article presents the results of tests on water absorption, compressive strength, and flexural tensile strength of metahalloysite-based geopolymer composites with an activator composed of sodium silicate and 8M NaOH, used in varying weight ratios ranging from 1 to 3. Steel fibres up to 0.75 per cent by volume were added to the geopolymers. The geopolymers were cured for 28 days in water or in air at temperature of $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. The paper also includes microstructure images of the geopolymer mortar reinforced with steel fibres. The results showed that the mortars cured in water exhibited lower 28-day flexural tensile strength and compressive strength compared to the samples stored in air. The addition of steel fibres in amounts up to 0.75% by volume led to an increase in flexural tensile strength of up to approximately two times relative to the fibre-free reference.

Keywords: metahalloysite; geopolymer composite; steel fibres; sodium activator.

Streszczenie. W artykule przedstawiono wyniki badania nasiąkliwości wagowej, wytrzymałości na ściskanie oraz rozciąganie przy zginaniu kompozytów geopolimerowych z metahaloizytu z aktywatorem o zmiennym stosunku wagowym sodowego szkła wodnego do 8M NaOH wynoszącym od 1 do 3. Do geopolimerów dodano włókna stalowe w ilości do 0,75% obj. Geopolimery dojrzewały przez 28 dni w wodzie lub powietrzu w temperaturze $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. W artykule zamieszczono także obrazy mikrostruktury zaprawy geopolimerowej z włóknem stalowym. Wyniki wykazały, że zaprawa dojrzewająca w wodzie charakteryzuje się mniejszą 28-dniową wytrzymałością na rozciąganie przy zginaniu oraz wytrzymałością na ściskanie w porównaniu z próbkami przechowywanymi w powietrzu. Dodatek włókien stalowych w ilości do 0,75% objętościowo powoduje ok. dwukrotne zwiększenie wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu w odniesieniu do wytrzymałości bez dodatku włókien.

Słowa kluczowe: metahaloizyt; kompozyt geopolimerowy; włókna stalowe; aktywator sodowy.

Recently, there has been an increased interest in geopolymer materials due to the reduction of CO_2 emissions in their manufacture. Geopolymers, which are mostly alkali-activated materials, are produced from waste materials e.g. fly ash, blast furnace slag or using a precursor in the form of natural aluminosilicates such as kaolinite. Natural clays such as kaolinite or halloysite require calcination at a temperature of about 700°C , which is much lower than the cement clinker firing temperature of 1450°C , which translates into energy savings for the production of the geopolymer material.

However, geopolymers show quasi-brittle behavior and rapid failure, so different types of fibre are used to reinforce them. The most commonly used in geopolymer composite, as in concrete, is steel fibre, due to its availability, wide range of shapes and price [1, 2]. Geopolymer materials are characterised by a lack of corrosive effects on steel reinforcement and a high degree of adhesion with steel [3]. The adhesion of reinforcement to geopolymer binder is equal to or better than that of cement grout reinforcement [4].

W ostatnim czasie nastąpił wzrost zainteresowania materiałami geopolimerowymi ze względu na ograniczenie emisji CO_2 przy ich wytwarzaniu.

Geopolimery, czyli materiały aktywowane najczęściej alkalicznie, są wytwarzane z materiałów odpadowych, np. popiołu lotnego, żużla wielkopieczowego lub z wykorzystaniem prekursora w postaci naturalnych glinokrzemianów, takich jak kaolinit. Naturalne gliny, np. kaolinit czy haloizyt, wymagają kalcynacji w temperaturze ok. 700°C , która jest znacznie niższa niż temperatura wypalania klinkieru cementowego wynosząca 1450°C , co przekłada się na oszczędność energii potrzebnej do wytworzenia materiału geopolimerowego.

Geopolimery charakteryzują się kruchym pękaniem oraz gwałtownym zniszczeniem, dlatego do ich wzmocnienia wykorzystuje się różne rodzaje włókien. W kompozycie geopolimerowym, podobnie jak w betonie, najczęściej stosowane jest włókno stalowe, ze względu na jego dostępność, duży wybór kształtu oraz cenę [1, 2]. Materiały geopolimerowe charakteryzują się brakiem oddziaływania korozyjnego na zbrojenie stalowe oraz wysokim stopniem adhezji ze stalą [3]. Przyczepność zbrojenia do spoiwa geopolimerowego jest jednakowa lub lepsza niż zbrojenia z zaczynem cementowym [4].

¹⁾ Kielce University of Technology

*) Correspondence address: k.szczykutowicz@tu.kielce.pl

The use of fibres reduces shrinkage in fly ash geopolymer. Even a low fibre content in the material (0.5 vol%) significantly reduces shrinkage. The use of up to 2 vol% of steel fibres resulted in a reduction in shrinkage, while no shrinkage was noticeable with further increases in fibre content [5].

In the synthesis of a composite containing alkali-activated slag, the use of steel fibres at 1.5 vol% was found to improve its 7- and 14-day flexural strength by 38% [6]. Li et al. observed that as the steel fibre content of the geopolymer increases, the deflection of the geopolymer increases under a given load and the failure mode of the specimen changes from brittle to plastic similar to that of cement concrete [7].

Halloysite is a natural clay material belonging to the kaolinite group. Poland is home to one of the world's largest deposits of this raw material, the "Dunino" open-pit deposit. Its resources are estimated at over 10 million tonnes [8], and the entire deposit is characterised by homogeneity of composition and high purity.

Due to the lack of results on the effect of steel fibres on the physical-mechanical properties of the geopolymer binder composite of metahalloysite, tests were carried out on the saturation, mechanical strength and microstructure of this material. An activator with a variable ratio of soda glass to 8M NaOH solution, the addition of steel fibres up to 0.75 per cent by volume and the maturation of the composite under air-dry conditions and in water were used.

Materials

Halloysite with a grain size of 0-100 μm came from the 'Dunino' mine near Legnica. Metahalloysite obtained by roasting halloysite for 2 hours at 750°C in a muffle furnace was used to create the geopolymer. The specific surface area of metahalloysite determined by the BET method was 44.64 m^2/g at a relative pressure p/p_0 in the range 0.05 – 0.3 as determined from the nitrogen adsorption isotherm at 77K.

Mortars were made from EN 196-1 standard sand [9] with a granulation of < 4 mm and a metahalloysite geopolymer binder by adding a room-temperature activator that is a mixture of sodium water glass with a molar modulus of $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ in the range $2.4 \div 2.6$ with 8M sodium hydroxide solution at a mass ratio of 1 to 3. The weight ratio of sand to metahalloysite was 3 and of activator to metahalloysite was 0.93. The dry mortar ingredients were mixed for 10 seconds, then the activator solution was added and the whole mixed for 3 minutes until a homogeneous consistency was obtained. Steel fibres of 12.5 mm in length and 0.2 mm in diameter were then added at 0.25%, 0.5%, 0.75% by volume. The mortar was covered with plastic sheeting after compaction in 40 x 40 x 160 mm moulds. Moulds were unmoulded after 24 hours and then half of the samples were placed in sealed containers (GP1, GP2, GP3 series composite) and the other half in containers with water (GW1, GW2, GW3 composite). All samples were stored for 28 days at $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

Zastosowanie włókien powoduje ograniczenie skurczu w geopolimerze z popiołu lotnego. Nawet niewielka zawartość włókien w materiale (0,5% obj.) w znacznym stopniu ogranicza skurcz. Zastosowanie do 2% obj. włókien stalowych powodowało zmniejszenie skurczu, natomiast przy dalszym zwiększeniu zawartości włókien nie był on zauważalny [5].

Stwierdzono, że w syntezie kompozytu aktywowanego alkalicznie zawierającego żużel, zastosowanie włókien stalowych w ilości 1,5% obj. poprawia jego siedmio- i czternastodniową wytrzymałość na zginanie o 38% [6]. Li i in. zaobserwowali, że wraz ze zwiększeniem zawartości włókien stalowych w geopolimerze zwiększa się jego ugięcie przy zadanym obciążeniu, a sposób zniszczenia próbki zmienia się z kruchego na plastyczny, podobnie jak w przypadku betonu cementowego [7].

Haloizyt jest naturalnym materiałem ilastym należącym do grupy kaolinitu. W Polsce znajduje się złożę odkrywkowe „Dunino”, jedno z największych na świecie złóż tego surowca. Jego zasoby szacowane są na ponad 10 mln ton [8], a złożę odznacza się jednorodnością składu i bardzo dużą czystością.

Ze względu na brak wyników badań wpływu włókien stalowych na właściwości fizykomechaniczne kompozytu ze spoiwem geopolimerowym z metahaloizytu wykonano badania nasiąkliwości, wytrzymałości mechanicznej oraz mikrostruktury tego materiału. Zastosowano aktywator o zmiennej proporcji sodowego szkła wodnego do roztworu 8M NaOH, dodatek włókien stalowych do 0,75% obj. oraz dojrzewanie kompozytu w warunkach powietrzno-suchych i w wodzie.

Materiały

Haloizyt o uziarnieniu 0 – 100 μm pochodził z kopalni „Dunino” k. Legnicy. Do wytworzenia geopolimeru zastosowano metahaloizyt otrzymany przez prażenie haloizytu w piecu mufowym przez 2 h w temperaturze 750°C. Powierzchnia właściwa metahaloizytu, wyznaczona metodą BET (z izotermi adsorpcji azotu w temperaturze 77K), wynosiła 44,64 m^2/g przy ciśnieniu względnym p/p_0 w zakresie 0,05 – 0,3.

Zaprawy wykonano z piasku normowego PN-EN 196-1 [9] o granulacji < 4 mm oraz spoiwa geopolimerowego z metahaloizytu, dodając aktywator o temperaturze pokojowej będący mieszaniną szkła wodnego sodowego, o module molowym $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ wynoszącym $2,4 \div 2,6$ z 8M roztworem wodorotlenku sodu przy stosunku masowym od 1 do 3. Stosunek wagowy piasku do metahaloizytu wynosił 3, a aktywatora do metahaloizytu 0,93. Suche składniki zaprawy mieszało przez 10 s, a następnie dodawano roztwór aktywatora i mieszało całość 3 min do uzyskania jednorodnej konsystencji. Następnie dodawano włókna stalowe o długości 12,5 mm i średnicy 0,2 mm w ilości 0,25%, 0,5%, 0,75% objętościowo. Zaprawę po zagęszczeniu w formach 40 x 40 x 160 mm przykryto folią. Beleczyki po 24 h rozformowano, a następnie połowę próbek umieszczono w szczelnie zamkniętych pojemnikach (kompozyt serii GP1, GP2, GP3), a drugą połowę w pojemnikach z wodą (kompozyt GW1, GW2, GW3). Wszystkie próbki przechowywano przez 28 dni w temperaturze $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

Methods and test results

The specific surface area of the metahalloysite was determined using Quantachrome's Autosorb iQ analyser. The consistency test of the fresh geopolymer mortar was carried out according to EN 1015-3 [10] using a spreading table. The weight absorbency was determined for each composition on three 40 x 40 x 160 mm beams according to PN-85 B-04500 [11]. Flexural tensile strength tests were carried out on three beams using a Controls testing machine after 28 days of maturation. Compressive strength tests were carried out on six half mortar beams 40 x 40 x 160 mm (compressed area 40 x 40 mm). The rate of force build-up was 50 N/s for the flexural specimens, and 2400 N/s in compression.

Microstructure observations were carried out under a Quanta FEG 250 scanning electron microscope from FEI (Hillsboro, OR, USA) equipped with a secondary electron (SE) detector and an energy dispersive X-ray microanalyser (EDS). Tests were carried out in low vacuum (30 Pa), using a 20 kV electron beam and an increased beam voltage of 30 kV when performing elemental analysis. Table 1 shows the compositions and results slump test result of fresh steel-fibre geopolymer mortars.

Increasing the ratio of soda glass to 8M NaOH solution from 1 to 3 and the addition of steel fibres from 0.25% to 0.75% deteriorates the consistency of the fresh geopolymer mortar. Also from the literature data, the addition of fibres causes a deterioration in the workability of the geopolymer mixture [12 – 16]. Increasing the content of sodium water glass in the activator also reduces the flowability of fresh geopolymer mortar [17]. Fresh mortars in which the ratio of sodium water glass to sodium hydroxide solution in the activator was 3 (GP3/GW3) were characterised by a decrease in spreading with increasing steel fibre content up to 0.75 per cent by volume, while no such trend was observed for geopolymer GP1/GW1 and GP2/GW2.

Figure 1 shows the weight absorption of the geopolymer composites as a function of the steel fibre content and the ratio of aqueous glass to 8M NaOH solution of 1 to 3.

Metody i wyniki badań

Powierzchnię właściwą metahaloizytu wyznaczono za pomocą analizatora. Badanie konsystencji świeżej zaprawy geopolimerowej wykonano wg normy PN-EN 1015-3 [10] za pomocą stolika rozplywu. Nasiąkliwość wagową wyznaczono na trzech beleczkach o wymiarach 40 x 40 x 160 mm, w przypadku każdego składu, wg PN-85 B-04500 [11]. Badania wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu wykonano na trzech beleczkach przy użyciu maszyny wytrzymałościowej, po 28 dniach dojrzewania, a badania wytrzymałości na ściskanie na sześciu połówkach beleczek 40 x 40 x 160 mm (powierzchnia ściskana 40 x 40 mm). Szybkość narastania siły wynosiła 50 N/s w przypadku próbek zginanych, natomiast 2400 N/s przy ściskaniu.

Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono pod skaningowym mikroskopem elektronowym, wyposażonym w detektor elektronów wtórnych (SE) oraz mikroanalizator rentgenowski z dyspersją energii (EDS). Testy przeprowadzono w niskiej próżni (30 Pa), stosując wiązkę elektronów o napięciu 20 kV oraz zwiększone napięcie wiązki 30 kV przy wykonywaniu analizy pierwiastkowej. W tabeli 1 przedstawiono składy oraz wyniki badań rozplywu świeżych zapraw geopolimerowych z włóknem stalowym.

Zwiększenie stosunku wodnego szkła sodowego do roztworu 8M NaOH od 1 do 3 oraz dodatek włókien stalowych od 0,25% do 0,75% powoduje pogorszenie konsystencji świeżej zaprawy geopolimerowej. Z danych literaturowych również wynika, że dodatek włókien powoduje pogorszenie urabialności mieszanki geopolimerowej [12 – 16]. Zwiększenie zawartości sodowego szkła wodnego w aktywatorze powoduje także zmniejszenie rozplywu świeżej zaprawy geopolimerowej [17]. Świeże zaprawy, w których w aktywatorze proporcja sodowego szkła wodnego do roztworu wodorotlenku sodu wynosiła 3 (GP3/GW3) charakteryzowały się zmniejszaniem rozplywu wraz ze zwiększaniem zawartości włókien stalowych do 0,75% objętościowo, natomiast nie zaobserwowano takiej tendencji w przypadku geopolimerów GP1/GW1 oraz GP2/GW2.

Na rysunku 1 przedstawiono nasiąkliwość wagową kompozytów geopolimerowych w zależności od zawartości włókien stalowych oraz stosunku szkła wodnego do roztworu 8M NaOH wynoszącym od 1 do 3.

Nasiąkliwość wagowa zmniejsza się o kilkanaście procent wraz z dodaniem 0,25% obj. włókien, a przy dalszym zwiększaniu ich zawartości zmniejsza się nieznacznie. Nasiąkliwość zmniejsza się także wraz ze zwiększeniem zawartości

Table 1. Composition and flow diameter of geopolymer mortars
Tabela 1. Skład i wielkość rozplywu zapraw geopolimerowych

Designation/ Oznaczenie	Metahalloysite/sand/ Metahaloizyt/piasek	Soda water glass/ 8M NaOH solution/ Szkło wodne sodowe/ roztwór 8M NaOH	Activator/ metahalloysite /Aktywator/ metahaloizyt	Steel fibre content [%] vol./Zawartość włókien stalowych [%] obj.	Flow diameter/ Rozplyw [mm]
GP1/GW1	1:3	1	0,93	0,00 0,25 0,50 0,75	174 132 137 120
GP2/GW2	1:3	2	0,93	0,00 0,25 0,50 0,75	165 118 118 121
GP3/GW3	1:3	3	0,93	0,00 0,25 0,50 0,75	155 125 117 113

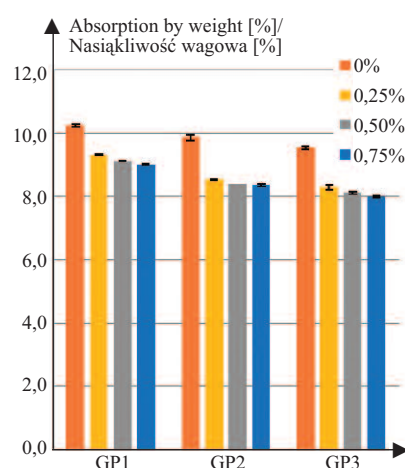


Fig. 1. Absorption by weight of the composite as a function of the steel fibers content and the ratio of sodium silicate solution to 8M NaOH in the activator

Rys. 1. Nasiąkliwość wagowa kompozytu w zależności od zawartości włókien stalowych oraz stosunku sodowego szkła wodnego do 8M NaOH w aktywatorze

The weight absorbability decreases by several per cent with the addition of 0.25 per cent by volume of fibre, and decreases slightly with further increases in fibre content. Also with an increase in the content of sodium water glass in the activator solution, the absorbability decreases. The water absorption by weight of 7.99% was observed for the GP3 geopolymer mortar with 0.75 vol% of steel fibres added using a soda glass to 8M sodium hydroxide solution ratio of 3. Also in the work of Kay [14], a reduction in water absorption by weight of geopolymer mortars with fly ash and 0.5 vol%, 1 vol%, 1.5 vol% of steel fibres added was observed by 37.27%, 42.75% and 50.60%, respectively. Abdullah observed [13] a 30% reduction in water absorption for geopolymer with 7% steel fibre content compared to geopolymer without fibres. On the other hand, Shah et al [16] showed that the addition of steel fibres resulted in a slight increase in soakability with increasing fibre content from 0.5% to 2% by weight of the binder, while a reduction in water absorption occurred with the addition of 0.25% fibre.

Figures 2 and 3 show the 28-day flexural tensile strength of the mortars as a function of the steel fibre content and the ratio of soda glass to 8M NaOH in the activator, depending on the cured conditions.

Geopolymer mortars with steel fibres cured in air had higher flexural tensile strengths than samples cured in water. As the steel fibre content increased to 0.75 per cent by volume, there was an increase in flexural tensile strength for each type of activator (Figure 2). The differences in flexural tensile strength of mortars with 0.25 vol% or 0.50 vol% steel fibres cured in water or air were not significant. Only for mortar GP2 at a ratio of water glass to 8M sodium hydroxide solution of 2 was there an increase in strength with increasing steel fibre content. The largest more than twofold increase in flexural tensile strength was recorded for GP2 geopolymer at an aqueous glass to 8M NaOH solution ratio of 2 and a steel fibre content of 0.75 vol.

The mortar containing 0.75 vol% steel fibres cured in air showed significant scatter of results from the average flexural tensile strength. The scatter of results from the mean for the composite with 0.75 vol% steel fibre cured in water was much smaller. Work [13] also observed an increase in the scatter of the 14-day compressive strength results

sodowego szkła wodnego w roztworze aktywatora. Najmniejszą nasiąkliwością wagową równą 7,99% charakteryzowała się zaprawa geopolimerowa GP3 z dodatkiem 0,75% obj. włókien stalowych przy stosunku sodowego szkła wodnego do roztworu 8M wodorotlenku sodu wynoszącym 3. W pracy Kaya [14] zaobserwowano także zmniejszenie nasiąkliwości zapraw geopolimerowych z dodatkiem popiołu lotnego oraz dodatkiem włókien stalowych w ilości 0,5, 1, 1,5% obj. odpowiednio o 37,27, 42,75 i 50,60%. Abdullah stwierdził [13] zmniejszenie o 30% nasiąkliwości geopolimeru z zawartością włókien stalowych 7% w stosunku do geopolimeru bez włókien, natomiast Shah i in. [16] wykazali, że dodatek włókien stalowych powoduje nieznaczne zwiększenie nasiąkliwości wraz ze zwiększaniem zawartości włókien od 0,5% do 2% wagowo w stosunku do masy spoiwa, natomiast przy dodatku 0,25% włókien wystąpiło zmniejszenie absorpcji wody.

Na rysunkach 2 i 3 przedstawiono 28-dniową wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu zapraw w zależności od zawartości włókien stalowych oraz stosunku szkła wodnego sodowego do 8M NaOH w aktywatorze w zależności od warunków dojrzewania.

Zaprawy geopolimerowe z włóknami stalowymi dojrzewające w powietrzu charakteryzowały się większą wytrzymałością na rozciąganie przy zginaniu, niż próbki dojrzewające w wodzie. Wraz ze zwiększeniem zawartości włókien stalowych do 0,75% obj. następowało zwiększenie wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu w przypadku każdego rodzaju aktywatora (rysunek 2). Różnice wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu zapraw z dodatkiem 0,25% lub 0,50% obj. włókien stalowych dojrzewających w wodzie lub powietrzu nie były znaczne. Wzrost wytrzymałości, wraz ze zwiększaniem zawartości włókien stalowych, następował jedynie w przypadku zaprawy GP2 przy stosunku szkła wodnego do 8M roztworu wodorotlenku sodu wynoszącym 2. Największy, ponaddwukrotny, przyrost wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu zanotowano w przypadku geopolimeru GP2 przy stosunku szkła wodnego do roztworu 8M NaOH wynoszącym 2 oraz zawartości włókien stalowych 0,75% obj.

Zaprawa zawierająca 0,75% obj. włókien stalowych, dojrzewająca w powietrzu, charakteryzowała się dużym rozrzutem wyników w porównaniu ze średnią wytrzymałością na rozciąganie przy zginaniu. Rozrzut wyników od średniej w przypadku kompozytu zawierającego 0,75% obj. włókna stalowego, dojrzewającego w wodzie, był znacznie mniejszy. W pracy [13] także zaobserwowano zwiększenie rozrzutu wyników 14-dniowej wytrzymałości na ściskanie kompozytów wraz ze zwiększaniem zawartości włókien stalowych do 7% w stosunku

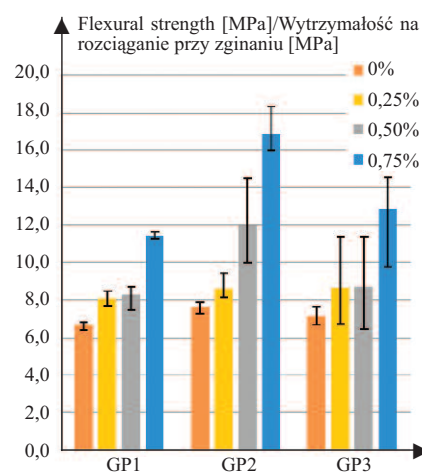


Fig. 2. Flexural strength of mortars with geopolymer binder after 28 days air curing
Rys. 2. Wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu zapraw ze spoiwem geopolimerowym po 28 dniach dojrzewania w powietrzu

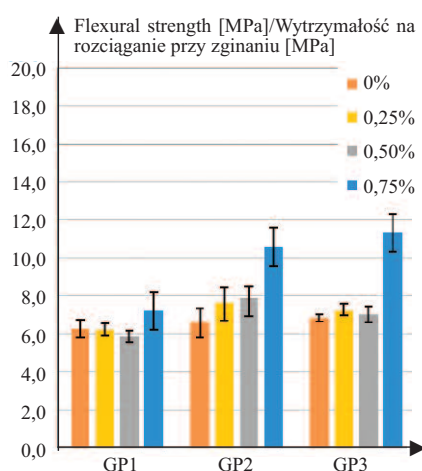


Fig. 3. Flexural strength of mortars with geopolymer binder after 28 days of curing in water

Rys. 3. Wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu zapraw ze spoiwem geopolimerowym po 28 dniach dojrzewania w wodzie

for composites as the steel fibre content increased to 7 per cent by weight of the composite. In contrast, no such phenomenon was observed for the 7-day compressive strength.

The flexural tensile strengths of mortars with geopolymer binder and steel fibre after 28 days of curing in water (Figure 3) were between 5% and 37% lower than for samples of the same composition cured in air. The flexural tensile strengths of composites with up to 0.5 vol% steel fibre content differed slightly regardless of the composition of the activator in the binder. The flexural tensile strengths of geopolymer composites with steel fibres up to 0.75 per cent by volume increased with increasing the proportion of sodium glass to sodium hydroxide solution.

Figures 4 and 5 show the 28-day compressive strength of the composite as a function of the steel fibre content, the ratio of sodium water glass to 8M NaOH in the activator and the maturation conditions.

The compressive strength of the mortar after 28 days of maturation in air (Figure 4), like the flexural tensile strength, was highest for the GP2 composite, in which the ratio of sodium water glass to 8M NaOH solution was 2 at a steel fibre content of 0.75% (vol). The use of up to 0.75% steel fibre addition increased the compressive strength of the air-matured mortars for GP1 by about 50%, GP2 by 55% and GP3 by about 34%, respectively.

The compressive strength of the geopolymer composite GW1 and GW2 cured in water (Figure 5) increased with increasing fibre content, while for the composite in which the ratio of sodium water glass to 8M NaOH solution was 3 the effect of steel fibres is not noticeable. For the GW1 composite, a 50% increase in compressive strength was obtained with increasing fibre content up to 0.75% by volume, and a 40% increase for GW2.

Other studies have also found increases in compressive strength and flexural tensile strength when steel fibres were added to geopolymer composites. In the work of Kay [14], an increase of 2 per cent and 16 per cent in compressive strength and flexural strength, respectively, was observed after the addition of 1 per cent and 1.5 per cent by volume of 6-mm-long steel fibres, and flexural strength increased more than compressive strength after the addition of fibres.

do masy kompozytu. W przypadku 7-dniowej wytrzymałości na ściskanie nie zaobserwowano takiego zjawiska.

Wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu zapraw ze spoiwem geopolimerowym oraz włóknem stalowym była po 28 dniach dojrzewania w wodzie (rysunek 3) mniejsza od 5% do 37%, niż zapraw o takim samym składzie, dojrzewających w powietrzu. Wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu kompozytów z zawartością włókien stalowych do 0,5% obj. nieznacznie się różniła bez względu na skład aktywatora w spoiwie, a kompozytów geopolimerowych z włóknami stalowymi w ilości 0,75% obj. zwiększała się wraz ze zwiększeniem proporcji sodowego szkła wodnego w stosunku do roztworu wodorotlenku sodu.

Na rysunkach 4 i 5 przedstawiono 28-dniową wytrzymałość na ściskanie kompozytu w zależności od zawartości włókien stalowych, stosunku sodowego szkła wodnego do 8M NaOH w aktywatorze oraz warunków dojrzewania.

Wytrzymałość na ściskanie zaprawy po 28 dniach dojrzewania w powietrzu (rysunek 4), podobnie jak wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu, była największa w przypadku kompozytu GP2, w którym stosunek sodowego szkła wodnego do roztworu 8M NaOH wynosił 2 przy zawartości włókien stalowych 0,75% obj. Zastosowanie dodatku włókien stalowych w ilości do 0,75% powodowało zwiększenie wytrzymałości na ściskanie zapraw dojrzewających w powietrzu w przypadku: GP1 o ok. 50%; GP2 o 55%, a GP3 o ok. 34%.

Wytrzymałość na ściskanie kompozytu geopolimerowego GW1 oraz GW2 dojrzewającego w wodzie (rysunek 5) zwiększała się wraz ze zwiększaniem zawartości włókien, natomiast kompozytu, w którym stosunek sodowego szkła wodnego do roztworu 8M NaOH wynosił 3, nie jest zauważalny wpływ włókien stalowych. W przypadku kompozytu GW1, wraz ze zwiększaniem ilości włókien do 0,75% obj., uzyskano zwiększenie wytrzymałości na ściskanie o 50%, a w przypadku GW2 o 40%. W innych badaniach stwierdzono również zwiększenie wytrzymałości na ściskanie oraz rozciąganie przy zginaniu po dodaniu włókien stalowych do kompozytów geopolimerowych. W pracy Kaya [14] po dodaniu 1% oraz 1,5% obj. włókien stalowych długości 6 mm zaobserwowano zwiększenie wytrzymałości na ściskanie odpowiednio o 2% i 16%, a wytrzymałość na zginanie po dodaniu włókien zwiększyła się bardziej niż wytrzymałość na ściskanie.

Gao i in. [12] stwierdzili, że dodatek już 0,25% objętościowo włókien stalowych długości 13 mm powoduje zmianę pęknięcia geopolimeru z kruchej na plastyczne oraz prowadzi do zwiększenia wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu w większym

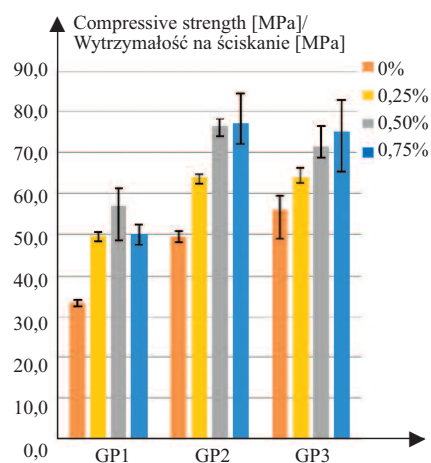


Fig. 4. Compressive strength of mortars with geopolymer binder after 28 days of curing in air

Rys. 4. Wytrzymałość na ściskanie zapraw ze spoiwem geopolimerowym po 28 dniach dojrzewania w powietrzu

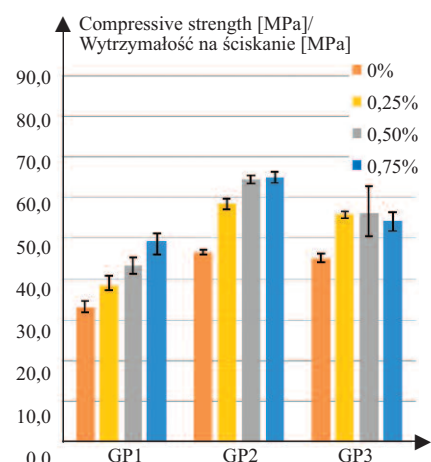


Fig. 5. Compressive strength of mortars with geopolymer binder after 28 days of curing in water

Rys. 5. Wytrzymałość na ściskanie zapraw ze spoiwem geopolimerowym po 28 dniach dojrzewania w wodzie

Gao et al [12] found that the addition of as little as 0.25 per cent by volume of 13-mm-long steel fibres changed the fracture of the geopolymer from brittle to ductile and led to an increase in flexural tensile strength to a greater extent than with short 6-mm-long steel fibres. Steel fibres of 13 mm length inhibit microcracking resulting in increased material strength. The addition of short steel fibres of 6 mm length increases the flexural strength to a relatively small extent without changing the fracture mode. Shah et al. [16] found that the compressive and flexural strengths decrease when the optimum amount of 7 mm long steel fibres of 1.5 per cent (by weight of binder) is exceeded in sodium silicate-activated blast furnace slag-based mortars.

Table 2 shows the values of the k_1 coefficient expressing the ratio of the flexural tensile strength (R_{zg}) of the samples in the water-saturated state to this strength in the air-dry state and the k_2 coefficient being the ratio of the compressive strength (R_c) of the samples in the water-saturated state to the compressive strength in the air-dry state for the geopolymer composites.

With increasing the steel fibre content to 0.75%, the k_1 factor decreased from 0.93 to 0.63 for composite G1, for composite G2 from 0.88 to 0.63, while for G3 there is no clear dependence for the k_1 factor, which is the ratio of the flexural tensile strength (R_{zg}) of the samples in the water-saturated state to this strength in the air-dry state, on the fibre content. No clear effect was observed for the steel fibre content added up to 0.75 per cent by volume and the increase in the ratio of soda glass to 8M NaOH on the k_2 coefficient, which is the ratio of the compressive strength (R_c) of the samples in the water-saturated state to the compressive strength in the air-dry state for the geopolymer composites. Figure 6 shows images of the GP1 geopolymer microstructure observed under a scanning microscope.

Figure 6 shows the contact zone of the geopolymer mortar with the steel fibre. The aggregate, the steel fibre and the geopolymer binder can be distinguished. A micro-crack can be seen along the joint, which may be caused by shrinkage during curing [18]. Microanalysis in point 1 on the steel fibre, shows iron, chromium, manganese and nickel. In point 2, there is an increased amount of titanium at the steel fibre-geopolymer interface. In point 3, silicon and oxygen are present in the aggregate area, while points 4 and 5 show silicon, aluminium, sodium, oxygen, iron and varying amounts of titanium in the geopolymer paste.

A lower concentration of silicon ions was observed at the steel fibre-geopolymer contact zone similar to the work of [3] and an increased amount of titanium and iron ions. The elucidation of the structure of the steel fibre-geopolymer contact zone requires further research.

stopniu niż z zastosowaniem włókien stalowych o długości 6 mm. Włókna stalowe długości 13 mm hamują mikro-pęknięcia, powodując zwiększenie wytrzymałości materiału. Dodatek krótkich włókien stalowych (długości 6 mm) zwiększa wytrzymałość na zginanie w niewielkim stopniu, bez zmiany trybu pęknięcia. Shah i in. [16] stwierdzili, że wytrzymałość na ściskanie oraz zginanie zmniejsza się po przekroczeniu optymalnej ilości włókien stalowych o długości 7 mm wynoszącej 1,5% w stosunku do masy spoiwa w zaprawach na bazie żużla wielkopieczowego aktywowanego krzemianem sodu.

W tabeli 2 przedstawiono wartości współczynnika k_1 wyrażającego stosunek wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu (R_{zg}) próbek kompozytów geopolimerowych w stanie nasyconym wodą do wytrzymałości w stanie powietrzno-suchym oraz współczynnik k_2 będący stosunkiem wytrzymałości na ściskanie (R_c) próbek w stanie nasyconym wodą do wytrzymałości na ściskanie w stanie powietrzno-suchym.

Wraz ze zwiększeniem zawartości włókien stalowych do 0,75% współczynnik k_1 zmniejszał się od 0,93 do 0,63 w przypadku kompozytu G1, od 0,88 do 0,63 kompozytu G2, natomiast w przypadku G3 nie występuje wyraźna zależność współczynnika k_1 , będącego stosunkiem wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu (R_{zg}) próbek w stanie nasyconym wodą do tej wytrzymałości w stanie powietrzno-suchym, od zawartości włókien. Nie zaobserwowano jednoznacznego wpływu zawartości włókien stalowych dodanych w ilości do 0,75% obj. oraz zwiększenia proporcji sodowego szkła wodnego do 8M NaOH na współczynnik k_2 będący stosunkiem wytrzymałości na ściskanie (R_c) kompozytów geopolimerowych w stanie nasyconym wodą do wytrzymałości na ściskanie w stanie powietrzno-suchym. Na rysunku 6 zamieszczono obrazy mikrostruktury geopolimeru GP1 obserwowane pod mikroskopem skaningowym.

Na rysunku 6 widoczna jest strefa kontaktowa zaprawy geopolimerowej z włóknem stalowym. Można wyróżnić kruszywo, włókno stalowe oraz spoiwo geopolimerowe. Wzdłuż granicy połączenia widoczne jest mikro-pęknięcie, które może być spowodowane skurczem podczas dojrzewania [18]. Mikroanaliza w punkcie 1 na włóknie stalowym wykazuje zawartość żelaza, chromu, manganu oraz niklu. W punkcie 2, na granicy włókno stalowe-zaczyn geopolimerowy, występuje zwiększona ilość tytanu. W punkcie 3, w obszarze kruszywa, występuje krzem oraz tlen, natomiast w punktach 4 i 5 w zaczynie geopolimerowym znajduje się krzem, glin, sól, tlen, żelazo oraz zmienna ilość tytanu.

Zaobserwowano małą koncentrację jonów krzemu w strefie kontaktowej włókno stalowe-geopolimer podobnie jak w pracy [3] oraz zwiększoną ilość jonów tytanu i żelaza w porównaniu z obszarem poza tą strefą. Wyjaśnienie budowy strefy kontaktowej włókno stalowe-spoivo geopolimerowe wymaga dalszych badań.

Table 2. Values of k_1 and k_2 coefficients for geopolymer composites

Tabela 2. Wartości współczynników k_1 i k_2 kompozytów geopolimerowych

Fibre content [vol %]/ Zawartość włókien [% obj.]	$k_1 = R_{zg} \text{ in water} / R_{zg} \text{ in air} / k_1 = R_{zg} \text{ w wodzie} / R_{zg} \text{ w powietrzu}$			$k_2 = R_c \text{ in water} / R_c \text{ in air} / k_2 = R_c \text{ w wodzie} / R_c \text{ w powietrzu}$		
	G1	G2	G3	G1	G2	G3
0,00	0,93	0,86	0,95	0,99	0,94	0,81
0,25	0,76	0,88	0,83	0,74	0,92	0,87
0,50	0,71	0,66	0,80	0,76	0,84	0,78
0,75	0,63	0,63	0,88	0,98	0,84	0,72

Conclusions

The results of the study showed that:

- the addition of steel fibres to metahalloysite geopolymer mortar affects the consistency of fresh geopolymer mortar depending on the composition of the activator. A decrease in flow diameter of the fresh geopolymer mortar with an increase in the steel fibre content to 0.75 % by volume occurred only for the geopolymer with an activator with a soda glass to 8M NaOH ratio of 3;

- the water absorption by weight of the geopolymer mortar decreases from a few to several per cent with increasing the steel fibre content to 0.75 per cent by volume and with increasing the ratio of sodium water glass to 8M sodium hydroxide solution from 1 to 3 in the activator;

- the addition of steel fibres up to 0.75 per cent by volume increases by 55 per cent the compressive strength and twofold the flexural tensile strength of a geopolymer composite with a sodium glass to 8M NaOH solution ratio of 2 and cured in air at $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ for 28 days;

- an ambiguous effect of the steel fibre content up to 0.75% by volume and the binder composition on the k_2 coefficient, which is the ratio of the compressive strength (R_c) of the samples in the water-saturated state to the compressive strength in the air-dry state, was observed for the geopolymer composites, and a decrease in the k_1 coefficient expressing the ratio of the flexural tensile strength (R_{zg}) of the samples in the water-saturated state to this strength in the air-dry state for the G1 composite, depending on the increase in fibre content;

- a lower concentration of silicon ions was observed in the steel fibre-geopolymer contact zone. An increased amount of titanium ions and iron ions were also observed in this zone, compared to the area outside it. An explanation of the structure of the steel fibre-geopolymer binder contact zone requires further investigation.

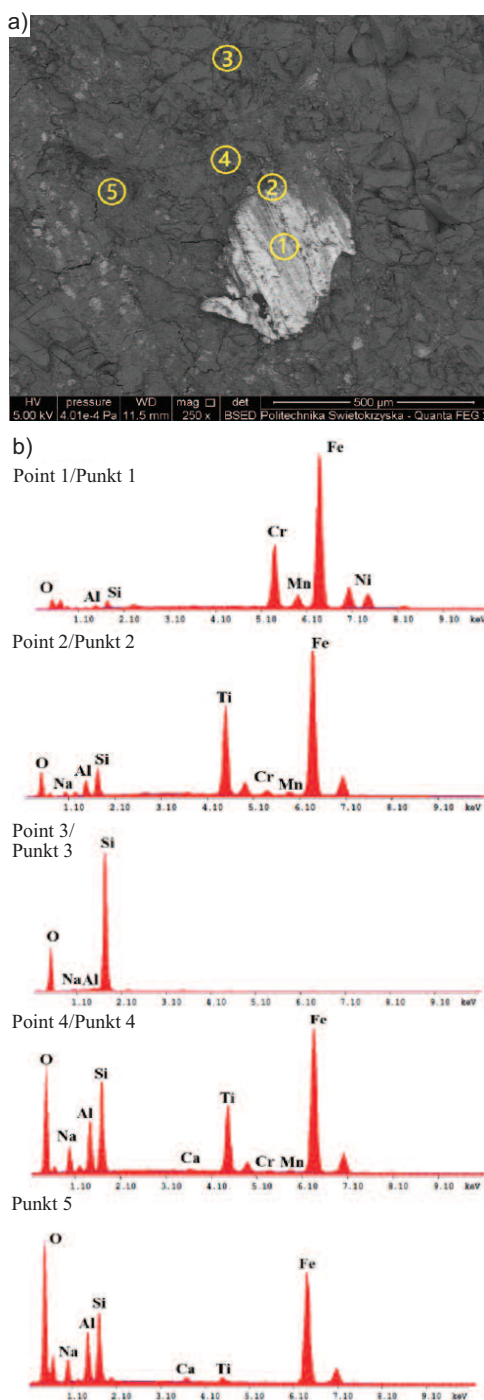


Fig. 6. Microstructure of geopolymer mortar GP1 with steel (fibers 0,25% vol.) (a); EDS microprobe analysis (b)

Rys. 6. Mikrostruktura zaprawy geopolimerowej GP1 z włóknami stalowymi w ilości 0,25% obj.; punktowa mikroanaliza pierwiastkowa EDS (b)

Wnioski

Wyniki przeprowadzonych badań wykazały, że:

- dodatek włókien stalowych do zaprawy geopolimerowej z metahaloizytu wpływa na konsystencję świeżej zaprawy geopolimerowej w zależności od składu aktywatora. Zmniejszenie rozprywu świeżej zaprawy geopolimerowej wraz ze zwiększeniem zawartości włókna stalowego do 0,75% objętościowo występowało tylko w przypadku geopolimeru z aktywatorem o proporcji szkła wodnego sodowego do 8M NaOH wynoszącej 3;

- nasiąkliwość wagowa zaprawy geopolimerowej zmniejsza się od kilku do kilkunastu procent wraz ze zwiększeniem zawartości włókien stalowych do 0,75% obj. oraz ze zwiększeniem stosunku sodowego szkła wodnego do roztworu 8M wodorotlenku sodu od 1 do 3 w aktywatorze;

- dodatek włókien stalowych do 0,75% obj. zwiększa o 55% wytrzymałość na ściskanie oraz dwukrotnie wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu kompozytu geopolimerowego o stosunku sodowego szkła wodnego do roztworu 8M NaOH wynoszącym 2 oraz dojrzewającego w powietrzu w temperaturze $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ przez 28 dni;

- zaobserwowano niejednoznaczny wpływ zawartości włókien stalowych do 0,75% obj. oraz składu spoiwa na współczynnik k_2 będący stosunkiem wytrzymałości na ściskanie (R_c) próbek w stanie nasyconym wodą do wytrzymałości na ściskanie w stanie powietrzno-suchym w przypadku kompozytów geopolimerowych oraz zmniejszenie współczynnika k_1 wyrażającego stosunek wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu (R_{zg}) próbek w stanie nasyconym wodą do tej wytrzymałości w stanie powietrzno-suchym kompozytu G1 w zależności od zwiększenia zawartości włókien;

- zaobserwowano mniejszą koncentrację jonów krzemu w strefie kontaktowej włókno stalowe-spoivo geopolimerowe

oraz zwiększoną ilość jonów tytanu i żelaza w porównaniu z obszarem poza nią. Wyjaśnienie budowy strefy kontaktowej włókno stalowe-spoivo geopolimerowe wymaga dalszych badań.

Received: 20.01.2025
Revised: 10.03.2025
Published: 23.07.2025

Artykuł wpłynął do redakcji: 20.01.2025 r.
Otrzymano poprawiony po recenzjach: 10.03.2025 r.
Opublikowano: 23.07.2025 r.

Literature

- [1] Ranjbar N, Zhang M. Fiber-reinforced geopolymer composites: A review, *Cement and Concrete Composites*. 2020; <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.103498>.
- [2] Shaikh FUA. Pullout Behavior of Hook End Steel Fibers in Geopolymers. *J. Mater. Civ. Eng.* 2019; [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0002722](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002722).
- [3] Mikuła J, Łach M, Geopolimery zbrojone rozproszonymi włóknami stalowymi w: Mikuła, J. (red), *Rozwiązania proekologiczne w zakresie produkcji*. Wydawnictwo Politechnika Krakowska. Kraków; 2014.
- [4] Albitar M, et al. Bond Slip Models for Uncorroded and Corroded Steel Reinforcement in Class-F Fly Ash Geopolymer Concrete. *American Society of Civil Engineers*; 2016.
- [5] Ranjbar N, Talebian S, Mehrli M, Kuenzel C, Metselaar HSC, Jumaat MZ. Mechanisms of interfacial bond in steel and polypropylene fiber reinforced geopolymer composites. *Composites Science and Technology*. 2016; <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2015.11.009>.
- [6] Bernal S, De Gutierrez R, Delvasto S, Rodriguez E. Performance of an alkali-activated slag concrete reinforced with steel fibers. *Constr Build Mater*. 2010; 24: 208–214.
- [7] Li X, Rao F, Song S, Corona-Arroyod MA, Ortiz-Larab N, Aguilar-Reyes EA. Effects of aggregates on the mechanical properties and microstructure of geothermal metakaolin-based geopolymers. *Results in Physics*. 2018; <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.09.018>.
- [8] Sakiewicz P, Nowosielski R, Pilarczyk W, Gołombek K, Lutyński M. Selected properties of the halloysite as a component of Geosynthetic Clay Liners (GCL). *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. 2011; 48 (2): 177 – 191.
- [9] PN-EN 196-1:2016-07 Metody badania cementu – Część 1: Oznaczanie wytrzymałości
- [10] PN-EN 1015-3. Metody badań zapraw do muru. Określenie konsystencji świeżej zaprawy (za pomocą stolika rozpląwu). 2000.
- [11] PN-85 B-04500. Zaprawy budowlane. Badanie cech fizycznych i wytrzymałościowych. 1985.
- [12] Gao X, Yu QL, Yu R, Brouwers H J. H. Evaluation of hybrid steel fiber reinforcement in high performance geopolymer composites. *Materials and Structures*. 2017; <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1030-x>.
- [13] Abdullah MMAB, Tahir MFM, Tajudin MAFMA, Ekaputri JJ, Bayuaji R, Khatim NAM. Study on The Geopolymer Concrete Properties Reinforced with Hooked Steel Fiber. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. 2017; <https://doi.org/10.1088/1757-899X/267/1/012014>.
- [14] Kaya M. Effect of Steel Fiber Additive on High Temperature Resistance in Geopolymer Mortars. *Iranian Journal of Science and Technology. Transactions of Civil Engineering*. 2022; <https://doi.org/10.1007/s40996-021-00798-2>.
- [15] Bhutta A, Farooq M, Bantia N, Performance characteristics of micro fiber-reinforced geopolymer mortars for repair. *Construction and Building Materials*. 2019; <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.04.210>.
- [16] Shah S, Chen B, Oderji S, Haque M, Ahmad M. Comparative study on the effect of fiber type and content on the performance of one-part alkali-activated mortar. *Constr. Build. Mater*. 2020; 243, 118221.
- [17] Owsiak Z, Szczykutowicz K. Physical and mechanical properties of meta-halloysite-based geopolymer mortars. *Cement Wapno Beton*. 2023; <https://doi.org/10.32047/CWB.2023.28.5.5>.
- [18] Petri M. Alkalicznie aktywowane kompozytowe spoiwa mineralne. Granica kontaktowa pomiędzy stałą a stwardniałym zaczynem. *Kompozyty*. 2010; 10(3): 276 – 281.