



Al- Imam Muhammad ibn Saud Islamic University

College of Science

Department of Chemistry

# Effect elevated temperature on cements containing nano-particles

A Graduation Research Project

Provided for Chemistry Department's decisions complete the Bachelor degree in chemistry

By

Abdulrahman saud Alenzi

Under supervision of

Prof. Dr. Mohamed Heikal

First Semester, September 2015

---

# بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

من اجتهد وأصاب فله أجران...ومن اجتهد ولم يصب فله أجر واحد ..

---

## Contents

Subject	Page
<b>Chapter 1</b>	
<b>INTRODUCTION</b>	
1. Introduction	1
<b>Chapter II</b>	
<b>LITERATURE REVIEW</b>	
2. Literature review	4
<b>Chapter III</b>	
<b>MATERIALS AND EXPERIMENTAL TECHNIQUE</b>	
3. Materials and experimental technique	7
3.1. Materials	7
3.2. Preparation of cement pastes	8
3.3. Methods of investigation	11
3.3.1. Determination of compressive strength	11
3.4. Phase composition	11
<b>Chapter IV</b>	
<b>RESULTS AND DISCUSSION</b>	
4. Results and discussion	12
4. 1. Ignition loss	12
4. 2. Compressive strength	13
4. 2..1 Compressive strength before thermally treated temperature	13
4. 2..2 Compressive strength after thermally treated temperature	14
4.3. Visual inspection	16
4.6. Conclusions	17
<b>References</b>	18

---

### List of Figures

No.	Figure	Page
Figure 1:	TEM of NF fired at 300 °C	8
Figure 2:	XRD of NF fired at 300 and 500 °C for one hour	8
Figure 3:	The cylindrical specimens prepared cement pastes	9
Figure 4:	Specimens after drying at 105 °C for 24 hours in drying oven	10
Figure 5:	Heating process subjected to the cement paste with time	10
Figure 6:	The compression machine	11
Figure 7:	Ignition loss of hardened mixes I0, I1 and I2 cement pastes as a function of treatment temperature up to 1000 °C	12
Figure 8:	Ignition loss of hardened mixes I0, II1 and II2 cement pastes as a function of treatment temperature up to 1000 °C	13
Figure 9:	Compressive strength of hardened cement pastes cured up to 7 days (before thermally treatment temperature)	14
Figure 10:	Compressive strength of cement pastes containing 0, 1, 2% NF prepared at 300 °C thermally treated up to 1000oC for 2 h	15
Figure 11:	Compressive strength of cement pastes containing 0, 1, 2% NF prepared at 500 °C thermally treated up to 1000 oC for 2 h	15
Figure 12:	Visual observation of cement containing NF thermally treated at 200, 600 and 800°C	16

### List of Tables

Page	Table	No.
Table 1:	Chemical composition and phase composition OPC	7
Table 2:	Mix composition, mass%	9

---

### LIST OF ABBREVIATIONS

Symbol	Description
OPC	Ordinary Portland Cement
CH	Calcium hydroxide
C-S-H (CSH)	Calcium silicate hydrate
NA	Nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$
NF	Nano- $\text{Fe}_2\text{O}_3$
NC	Nano-Clay
XRD	X-ray diffraction
SEM	Scanning electron microscopy
DTA	Differential thermal analysis
TEM	Transmission electron microscopy
TGA	Thermogravimetric analysis
CS	Mono calcium silicate
$\text{C}_3\text{S}$	Tri calcium silicate
$\text{C}_2\text{S}$	Di calcium silicate
$\text{C}\bar{\text{C}}$	Calcium Carbonate
KN	kilo newton

---

## شكر و تقدير

الحمد لله الذي بفضلته تتم الصالحات ..

فمع إتمام هذا العمل الذي أرجو من الله أن أكون قد وفقت في كتابته لا يفوتني أن أتقدم بالشكر والعرفان لكل من قدم لي جميل نصحه وتوجيهه وحسن تعاونه وتنبيهه ولعل على رأسهم البروفسور محمد هيكل الذي لم يتوانى لحظة في تقديم المساعدة والوقوف معي أولاً بأول ليظهر هذا البحث بما يتوازي مع هذا الكيان الكبير "جامعة الإمام محمد بن سعود الإسلامية".

ولا أنسى أن أتقدم بوافر الشكر والتقدير للدكتور سامي الحسين.

كما أقدم تحية شكر واعتزاز للمهندس لطفي صالح شواشي لما قدمه لنا من تسهيلات لإكمال هذا العمل وذلك باستخدام بعض الأجهزة في معمل الهندسة المدنية..

---

## إهداء

أهدي بحثي هذا إلى من يستحقون الإهداء؛  
والذي "رحمه الله" ، والدتي - أطال الله عمرها -  
أساتذتي الذين لم يقصروا في تقديم كل ما فيه مصلحتنا،  
زملائي الذين تكاتفت يدي بأيديهم لخدمة أنفسنا ومجتمعاتنا،

---

## Abstract

This project aims to study the effect elevated temperature on cements containing nano-iron oxide  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (NF). NF nano-particles prepared from iron oxalate dihydrate [ $\text{C}_2\text{FeO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ] at  $300^\circ\text{C}$  or/and at heating rate  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  for two hours soaking time. TEM shows the crystal size of NF prepared at  $300^\circ\text{C}$  was 30-40nm, with high surface area of  $50.51\text{m}^2/\text{g}$ . XRD of prepared NF at 300 and  $500^\circ\text{C}$ , shows the formation of hematite and magnetite as the main phases. The cement pastes were prepared with 0, 1, 2 mass% with water/cement ratio of 0.3, then molded in 2 cm cylinder moulds. Selected samples were dried at  $105^\circ\text{C}$  for 24 hours, then thermally treated at 200, 300, 400, 500, 600, 800 and  $1000^\circ\text{C}$ , for 3 hours, then cooled to room temperature in the furnace switch. The fire resistance was studied by determination of ignition loss, compressive strength and visual inspection.

Mixes containing NF prepared at  $300^\circ\text{C}$  shows an increase of the ignition loss from 250-800  $^\circ\text{C}$ . The weight loss of OPC is higher than all cement pastes at 800-1000  $^\circ\text{C}$ . The compressive strength of cement pastes containing NF show higher values compare to neat cement pastes without NF nano-particles, is due to the high surface area of NF ( $50.51\text{m}^2/\text{g}$ ), which acts not only as a filler that fills the voids of the C-S-H gel structure and as nucleation site for the precipitation of C-S-H gel. The compressive strength of thermally treated cement pastes increases up to  $400^\circ\text{C}$ , then decreases up to 600-1000  $^\circ\text{C}$ , due to the decomposition of CSH and  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  leading to the formation of CaO with the formation of microcracks. It can be concluded that 1-2% NF enhances the fire resistance of OPC cement pastes.



## المخلص العربي

ويهدف هذا المشروع إلى دراسة تأثير درجات الحرارة العالية على الأسمنتات المحتوية على جزيئات أكسيد الحديد النانوية (NF). تم تحضير نانو NF من المعالجة الحرارية لأكسالات الحديد ثنائي الهيدرات  $[C_2FeO_4 \cdot 2H_2O]$  عند درجات حرارة 300 و500 °م. أظهر نتائج TEM أن حجم جزيئات NF المحضرة عند 300 °م هي 30-40 نانومتر ومساحتها السطحية هي 50.51 متر<sup>2</sup>/جرام. تم تحضير عجائن الأسمنت مع 0، 1، 2% نانو NF وكانت نسبة الماء/الأسمنت 0.3، وشكلت في قوالب اسطوانة 2سم. وتم تجفيف العينات عند 105 °م لمدة 24 ساعة، وعولجت العينات حراريا عند 200، 300، 400، 500، 600، 800 و 1000 °م لمدة 3 ساعات، وبعدها تم تبريدها الى درجة حرارة الغرفة في فرن الحريق المغلق. وتم دراسة مقاومة عجائن الأسمنت للحريق بتعيين الفقد في الوزن وتعيين قوى التحمل للضغط. وجد أن الفقد في الوزن لعجائن الاسمنت المحتوية على NF والمحضرة عند 300 °م تكون اعلى حتى 250-800 °م درجة مئوية. الفقد في الوزن لعجائن الاسمنت البورتلاندى أعلى من جميع العاجين الإسمنتية حتى 800-1000 °م. ووجد أن قوى التحمل للضغط للأسمنتات المحتوية على NF لها قيم أعلى من عجائن الإسمنت الغير محتوى جزيئات NF النانوية، ويرجع ذلك إلى ومساحتها السطحية العالية، وأنها لا تعمل فقط كمادة مالئة للفراغات البينية فقط بل وكموقع انوية لترسب جل الكالسيوم سليكات الهيدراتية المسئولة عن قوى التحمل. وتعمل على زيادة قوى التحمل للضغط 400 °م، ثم تقل عند 600-1000 °م، وهذا النقص الحاد بسبب تكسيير CSH وهيدروسييد الكالسيوم والذي يؤدي إلى ظهور الشقوق الصغيره. ومن النتائج سالفة الذكر يمكن أن نوجد أن استخدم جزيئات NF النانوية تعزز مقاومة الاسمنت للحريق.