A.Ch. Shandiz, A. Honarbakhsh, R. Zhiani, F. Amarloo, Cement Wapno Beton, 28(4) (2023), 255-267
doi: https://doi.org/10.32047/CWB.2023.28.4.4

Wpływ nanocząstek $FeNi_3/SiO_2/GO$ na właściwości mechaniczne i trwałość betonu

Effects of $FeNi_3/SiO_2/GO$ nanoparticles on the mechanical and durability properties of concrete

Afshin Charani Shandiz[1], Amin Honarbakhsh[1,2]*, Rahele Zhiani[3,4], Fatemeh Amarloo[5]

[1]Department of Civil Engineering, Neyshabur Branch, Islamic Azad University, Neyshabur, Iran.

[2]New Materials Technology and Processing Research Center, Department of Civil Engineering, Neyshabur Branch, Islamic Azad University, Neyshabur, Iran.

[3]Advanced Research Center for Chemistry, Biochemistry & Nanomaterial; Neyshabur Branch, Islamic Azad University, Neyshabur, Iran.

[4]New Materials Technology and Processing Research Center, Department of Chemistry, Neyshabur Branch, Islamic Azad University, Neyshabur, Iran.

[5]Department of Chemistry, Neyshabur Branch, Islamic Azad University, Neyshabur, Iran.

*Corresponding author: Amin Honarbakhsh, e-mail: amin_honarbakhsh@yahoo.com

Streszczenie

Najnowsze badania wskazują na to, że nanomateriały mogą częściowo zastąpić cement w kompozytach cementowych. Ostatnio zaproponowanym zamienniem cementu w betonie są nanokompozyty tlenku grafenu. W związku z tym, w tym badaniu laboratoryjnym, zsyntetyzowano nanocząstki $FeNi_3/SiO_2/GO$ [NFSG] oraz nanocząstki SiO_2 [NS] i potwierdzono za pomocą analiz FTIR, SEM i TEM ich właściwości. Następnie zastąpiono nimi częściowo cement w ilości 1, 2 i 3% jego masy i określono ich wpływ na właściwości mechaniczne i trwałość próbek w wieku 7, 28 i 90 dni. Wyniki sugerują, że składy o najlepszych właściwościach mechanicznych przyniosły najlepsze rezultaty. W betonach tych wprowadzono 2% NFSG i 2% NS jako zamienniki cementu. Po 28 dniach beton zawierający NFSG zwiększył wytrzymałość na ściskanie o 15% i wytrzymałość na rozciąganie przy rozłupywaniu o 13%. Widma FTIR wykazały, że próbka zawierająca 2% NFSG wytworzyła więcej żelu C-S-H, poprawiając mikrostrukturę betonu, a tym samym jego właściwości.

Słowa kluczowe: beton, wytrzymałość na ściskanie, wytrzymałość na rozciąganie, nanocząstki $FeNi_3/SiO_2/GO$, nanocząstki SiO_2

Summary

Recent research in the construction industry supports the idea that nanomaterials can partially replace cement. A recently suggested material as a suitable substitute for cement in concrete is graphene oxide nanocomposite. As a result, in this laboratory study, $FeNi_3/SiO_2/GO$ nanoparticles [NFSG] and SiO_2 nanoparticles [NS] partially replace cement by 1, 2, and 3% by mass after their synthesis and confirmation by FT-IR, SEM and TEM analyses and their impact on the mechanical and durability characteristics of the specimens at ages 7, 28, and 90 days were examined. The findings imply that the designs with the highest mechanical properties tests produced the best results. These designs used 2% of NFSG and 2% of NS substituting cement. After 28 days, NFSG--containing concrete increased compressive strength by 15% and splitting tensile strength by 13%. FTIR spectra demonstrated that specimen containing 2% of NFSG produced more C-S-H [calcium silicate hydrate] gel, improving the microstructure of concrete and subsequently its properties.

Keywords: concrete, compressive strength, tensile strength, $FeNi_3/SiO_2/GO$ nanoparticles, SiO_2 nanoparticles

1. Wprowadzenie

Jednym ze składników emisji dwutlenku węgla do atmosfery jest produkcja cementu. Ze względu na kryzys klimatyczny, emisja związana z produkcją cementu powinna osiągnąć poziom zerowy

1. Introduction

One of the factors that contribute to the emission of carbon dioxide into the atmosphere is the increase in cement production. Due to the climate crisis, the emissions connected with cement production

(1). Użycie nanocząstek może zmniejszyć ilość cementu używanego w betonie. Obecnie nanocząstki odgrywają ważną rolę w naszym życiu. Ze względu na zmiany w stosunku powierzchni do objętości w nanomateriałach, powstają materiały o lepszych lub nowych właściwościach. Nanomateriały były używane w betonie w kilku badaniach (2-5). Nanocząstki wprowadzone do betonu zmniejszają jego gęstość oraz rozmiar porów. Właściwości można w dużym stopniu poprawić przez reakcję między nanocząstkami a produktami hydratacji, zgodnie z (6-9).

Dodanie niewielkiej ilości nanocząstek do betonu znacznie zwiększa jego wytrzymałość i trwałość. Mimo wszystko, jest to modyfikacja kosztowna. Nanocząstki mogą być używane tylko dla specjalnych konstrukcji o dużym znaczeniu (10).

Badanie betonu zawierającego nanocząstki SiO_2 wykazało, że dzięki ich pozytywnemu wpływowi na wypełnianie porów, nanocząstki mogą poprawiać trwałość na oddziaływanie środowiska bogatego w siarczany. Ponadto mogą zwiększyć odporność betonu na mróz, jednocześnie poprawiając jego właściwości mechaniczne. Nie tylko ważne jest zbadanie funkcji nanocząstek, ale także zbadanie ich właściwości mechanicznych (11), ponieważ właściwości mechaniczne są ważnym kryterium oceny betonu zawierającego nanocząstki.

Wpływ nanocząstek SiO_2 na właściwości mechaniczne i trwałość betonu wynika z oddziaływaniami z cząstkami żelu C-S-H, ograniczania ilości wodorotlenku wapnia w próbkach betonu, oraz zwiększenia udziału produktów hydratacji i powoduje poprawę właściwości mechanicznych materiału (12).

W wyniku chemicznego złuszczania grafenu powstaje tlenek grafenu [GO] (13-15). Ze względu na wysoki współczynnik strat, grafen jest mniej elastyczny niż guma lub nanorurki węglowe [CNT], ale jego wysoki moduł zachowawczy jest zapewniony przez sztywność matrycy cementowej (16).

Tlenek grafenu [GO], wykazuje na monowarstwach sp^2-hybrydyzowanych atomów węgla pochodne grupy karboksylowe, hydroksylowe i epoksydowe (17–19). Ostatnio odkryto, że GO ma wpływ na właściwości materiałów cementowych, co potwierdza wielu naukowców. Z najmniejszymi ilościami tlenku grafenu [GO], wytrzymałość zaprawy cementowej i zaprawy murarskiej wzrasta (20). Dodanie GO do zaprawy cementowej i zaprawy murarskiej poprawia właściwości mechaniczne, w tym wytrzymałość na zginanie, rozciąganie i ściskanie (21).

Lv i in. (22) zbadali wytrzymałość i twardość stwardniałej zaprawy cementowej po dodaniu GO, używając modułu zachowawczego, modułu stratności i współczynnika stratności. Wyniki pokazują, że zaprawa cementowa wzmocniona nanopłatkami tlenku grafenu jest bardziej odporna na pękanie, łamanie i ścieranie. Według Wang i in. (23), dodanie GO przyspiesza nukleację, wzrost i separację faz produktów hydratacji cementu. W wyniku włączenia GO do matrycy cementowej, Mokhtar i in. (24) stwierdzili, że kompozyt wykazał poprawę mikrostruktury i właściwości mechanicznych.

should reach zero (1). The use of nanoparticles can reduce the amount of cement used in concrete. Today, nanoparticles play an important role in our lives. Because of changes in the surface-to-volume ratio, nanomaterials with better performance or new properties are created in them. Nanomaterials have been used in concrete in several studies (2-5). Nanoparticles reduce the density and pore size of concrete when incorporated into the material. A great deal of performance can be improved by the reaction between nanoparticles and hydrate products, according to (6-9).

Adding the smallest amount of nanoparticles to concrete significantly increases its strength and durability. But it costs a lot. That nanoparticles can be used only for special structures that are very important (10).

Testing the concrete containing SiO_2 nanoparticles showed that owing to their positive effect in filling the gaps, nano particles can prevent sulfate attack. Additionally, they can boost the resistance to freezing and thawing while improving its mechanical properties. It is important not only to investigate the function of nanoparticles, but also to explore their mechanical properties (11), as mechanical properties are an important criterion for evaluating nanoparticle-containing concrete.

The impact of nano-SiO_2 on the mechanical properties and durability of concrete is due to strong interactions with C-S-H gel particles, decrease in calcium hydroxide content in concrete samples, increase in the amount of hydration products, and it leads to improvement of the mechanical properties (12).

As a result of chemically exfoliating graphite, graphene oxide [GO] is formed (13-15). Due to its high loss factor, graphene is less flexible than rubber or carbon nanotubes [CNTs], but its high storage modulus is ensured by the stiffness of the cement matrix (16).

Graphene oxide [GO] has carboxyl, hydroxyl, and epoxy functional groups derivatized onto monolayers of sp^2-hybridized carbon atoms (17–19). Recently, GO has been found to have an effect on cementitious material characteristics by numerous scientists. With the lowest amounts of graphene oxide [GO], the strength of cement paste and mortar increases (20). Adding GO to cement paste and mortar the mechanical properties improves, including bending, tensile and compressive strength (21).

Lv et al. (22) investigated the hardened cement paste's strength and toughness following GO incorporation using storage modulus, loss modulus, and loss factor. The results show that cement paste enhanced with GO nanosheets is more resistant to cracking, breaking, and abrasion. According to Wang et al. (23), the addition of GO accelerates cement hydration product nucleation, growth, and phase separation. As a result of the incorporation of GO into a cement matrix, Mokhtar et al. (24) found that the composite exhibited improved microstructure and mechanical properties.

According to Jose et al. (25), the strength and durability of cement mortar increased by adding 1% of Fe_2O_3 nanoparticles [NF]. By forming C-S-H gel, NF nanoparticles have strengthened the microstructure of cement mortar and increased its strength.

Według Jose i in. (25), wytrzymałość i trwałość zaprawy cementowej zwiększyła się po dodaniu 1% nanocząstek Fe_2O_3 [NF]. Tworząc żel C-S-H, nanocząstki NF wzmocniły mikrostrukturę zaprawy cementowej i zwiększyły jej wytrzymałość.

Badanie wpływu mikro-Al_2O_3 [MA] i nano-Al_2O_3 [NA] na właściwości mechaniczne i trwałość zaprawy z popiołem lotnym [FA] przeprowadzili Seifan i in. (26). Część cementu w zaprawie została zastąpiona przez MA lub NA w ilości 0%, 5%, 10% i 15%. Stwierdzono, że maksymalna wytrzymałość na rozciąganie przy rozłupywaniu występuje przy 10% NA, a zwiększenie udziału cząstek powoduje jej spadek. W fazie optymalizacji badaliśmy, jak zastąpienie spoiwa popiołem w ilości 10, 20 i 30% wpłynie na właściwości, ostatecznie decydując się na 10% zastąpienie spoiwa NA. Między 14 a 28 dniem nie zaobserwowano znaczącej poprawy wytrzymałości na ściskanie. Z czasem wytrzymałość na rozciąganie przy rozłupywaniu zmniejszała się, gdy wprowadzano FA.

Jednym z ważnych czynników w przemyśle budowlanym jest zarządzanie ryzykiem w użyciu nanocząstek. Nanocząstki mogą dostać się do organizmu przez inhalację lub ekspozycję na skórę i zakłócać funkcjonowanie organów. Ocena i kontrola zarządzania ryzykiem na wszystkich etapach od budowy do zniszczenia konstrukcji jest bardzo ważna (27, 28).

2. Badania doświadczalne

Użyto transmisyjnego mikroskopu elektronowego [TEM] o napięciu przyspieszającym 100 kV, model CM120. Do wykonania zdjęć za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej z emisją polową [FE-SEM] użyto mikroskopu TESCAN MIRA III. Wszystkie proszki były testowane za pomocą spektroskopii transmisyjnej w podczerwieni z transformacją Fouriera [FTIR]. Próbki przygotowywano w formie pastylek z KBr o jakości spektroskopowej. Widma zbierano przy użyciu spektrometru Bruker VERTEX 70. Dane dyfrakcji rentgenowskiej uzyskano przy użyciu urządzenia Bruker D8 Advance z użyciem promieniowania $Cu_{K\alpha}$.

2.1. Ogólne podejście do przygotowania tlenku grafenu

Nasze wcześniejsze badania oraz badania innych doprowadziły do modyfikacji metody Hummera wytwarzania GO (29). Po otrzymaniu 1,0 g cząstek grafitu dodano 180 ml H_2SO_4 do kolby trójszyjnej o pojemności 500 ml. Po dodaniu 6,0 gramów nadmanganianu potasu mieszanina była mieszana przez dwie godziny. Następnie zawiesina była mieszana w temperaturze 90 stopni Celsjusza przez 12 godzin. Dodano 30% H_2O_2 i delikatnie rozcieńczano aż do zniknięcia bąbelków w końcowej fazie. Po reakcji mieszaninę filtrowano i myto w ultraczystej wodzie i 0,2 mol/l HCl aż do osiągnięcia pH 7,0. Następnie substancję suszono.

2.2. Ogólna technika przygotowania nanocząstek $FeNi_3$ MNP

Wcześniejsze badania (30, 31) analizowały syntezę nanocząstek $FeNi_3$.

An investigation of the effect of micro-Al_2O_3 [MA] and nano-Al_2O_3 [NA] on the mechanical characteristics and durability of a fly ash mortar [FA] was conducted by Seifan et al. (26). A portion of the cement in the mortar was substituted with MA or NA at the amounts of 0%, 5%, 10%, and 15%. Splitting tensile strength was found to be maximum at 10% NA, and it decreased with increasing particle content. In the optimization stage, we examined how 10, 20, and 30% FA binder substitutions would affect the formulation, ultimately settling on a 10% NA binder substitution. Between 14 and 28 days, there was no significant improvement in compressive strength. With time, the splitting tensile strength decreased when FA was introduced.

One of the important factors in the construction industry is risk management in the use of nanoparticles. Nanoparticles may enter the body through inhalation or skin exposure and interfere with organ function. Evaluation and control of risk management in all stages of construction to destruction of that structure is very important (27, 28).

2. Experimental

A 100 kV-powered CM120 transmission electron microscope [TEM] was used. A TESCAN MIRA III was used to take Field Emission Scanning Electron Microscopy [FE-SEM] images. All powders were tested using Fourier transform infrared [FTIR] transmission spectroscopy. Samples were prepared as pellets using spectroscopic-grade KBr. Spectra were collected using Bruker VERTEX 70 spectrometer. X-ray diffraction data were obtained using a Bruker D8 Advance model with $Cu_{K\alpha}$ radiation.

2.1. General preparation approach for GO

Our earlier research and the research of others led to the modification of Hummer's method for GO manufacturing (29). After receiving 1.0 g of graphite particles, 180 ml of H_2SO_4 was added to a 500 ml three-mouth flask. After adding 6.0 grams of potassium permanganate, the mixture was mixed for two hours. Afterward, the diluted solution was stirred at 90 degrees Celsius for 12 hours. 30% H_2O_2 was added and diluted gently until no bubbles remained in the final phase. Following the reaction, the mixture was filtered and washed in ultrapure water and 0.2 mol/l HCl until the pH reached 7.0. Afterwards, the substance was dried.

2.2. General preparation technique for $FeNi_3$ MNPs

Prior research (30, 31) guided the synthesis of $FeNi_3$ nanoparticles.

(1) $NiCl_3.6H_2O$ and $FeCl_2.4H_2O$ [0.03 mol and 0.01 mol, respectively] were dissolved in 200 ml of deionized water, followed by 1 g of polyethylene glycol [PEG], MW 6000.

(2) By adding sodium hydroxide, the pH of the solution was adjusted to between 12 and 13.

(3) 80% hydrated hydrazine [$N_2H_4.H_2O$] should be added to the mixture. The reaction lasted more than 24 hours at room temperature. NaOH was used to maintain a constant pH of 12–13

(1) $NiCl_3.6H_2O$ i $FeCl_2.4H_2O$ [odpowiednio 0,03 mola i 0,01 mola] rozpuszczono w 200 ml wody dejonizowanej, a następnie dodano 1 g poli(tlenku etylenu) [PEG], MW 6000.

(2) pH roztworu zostało dostosowane do wartości między 12 a 13 za pomocą roztworu wodorotlenku sodu.

(3) Należy dodać 80% wodnego roztworu hydrazyny [$N_2H_4.H_2O$]. Reakcja trwała ponad 24 godziny w temperaturze pokojowej. NaOH użyto do utrzymania stałego pH 12–13 w tym okresie. Nanocząstki $FeNi_3$ MNP były wielokrotnie myte wodą dejonizowaną.

2.3. Ogólna technika przygotowania nanocząstek $FeNi_3/SiO_2$ MNP

Po zdyspergowaniu 0,02 mola nanocząstek $FeNi_3$ MNP w 80 ml etanolu, dodano 20 ml wody dejonizowanej i 2,0 ml 28-procentowego roztworu wodnego amoniaku [$NH_3 \cdot H_2O$]. Następnie dodano 0,02 grama tetraetylu ortokrzemianu [TEOS]. Po mieszaniu przez dwadzieścia cztery godziny, powstała zawiesina była wielokrotnie czyszczona, filtrowana i suszona na powietrzu w temperaturze sześćdziesięciu stopni Celsjusza (32).

2.4. Ogólna technika przygotowania $FeNi_3/SiO_2$ /GO (NFSG)

Po wymieszaniu $FeNi_3/SiO_2$, APTS i bezwodnego roztworu toluenu, pozwoliliśmy mieszaninie reagować w temperaturze 50 °C przez 12 godzin w atmosferze azotu. Gotowy produkt został odzyskany przez separację magnetyczną i myty wodą aż do osiągnięcia pH 7,0. Kompozyty [$FeNi_3/SiO_2/NH_2$] następnie były suszone w próżni. Do tego eksperymentu rozcieńczyliśmy 0,2 g GO w 100 ml wody. Do mieszanki dodano trzy miligramy EDC i trzydzieści osiem miligramów NH_2. Płyn był mieszany przez 30 minut po dodaniu 200 mg $FeNi_3/SiO_2$-NH_2. Następowała reakcja trwająca dwie godziny w temperaturze 80°C. Następnie gotowy produkt był myty, płukany i suszony (33).

2.5. Materiały eksploatacyjne i surowce do eksperymentów

Do tego badania wybrano cement portlandzki o umiarkowanej odporności na siarczany [Typ II] zgodnie z normą GB 175-2007, którego powierzchnia właściwa wynosiła 450 m²/kg. Tablica 1 zawiera informacje o składzie chemicznym cementu. W tym badaniu użyto dwóch rodzajów kruszywa. Nasze kruszywo gruboziarniste to wapienny żwir z kopalni Neyshabur o rozmiarze sita 19 milimetrów, natomiast nasze kruszywo drob-

throughout this time period. Deionized water was used to wash $FeNi_3$ MNPs multiple times.

2.3. General preparation technique for $FeNi_3/SiO_2$ MNPs

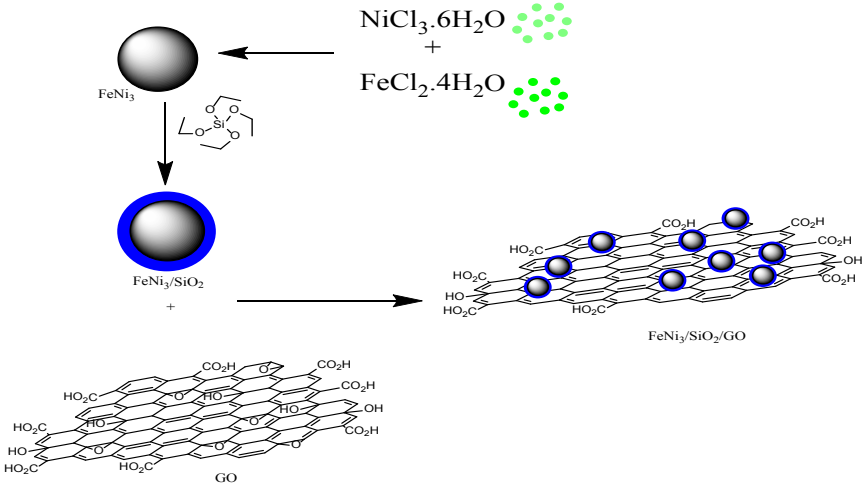
Following dispersion of 0.02 mole of $FeNi_3$ MNPs in 80 ml of ethanol, 20 ml of deionized water and 2.0 ml of 28 mass percent ammonia aqueous solution [$NH_3 \cdot H_2O$] were added. After that, 0.02 grams of tetraethyl orthosilicate [TEOS] was added. After stirring for twenty-four hours, the resulting suspension was repeatedly cleaned, filtered, and air-dried at sixty degrees Celsius (32).

2.4. General preparation technique for $FeNi_3/SiO_2$ /GO [NFSG]

After mixing $FeNi_3/SiO_2$, APTS, and anhydrous toluene solution, we allowed the mixture to react at 50 degrees Celsius for 12 hours under a nitrogen atmosphere. The finished product was recovered by magnetic separation and washed with water until a pH of 7.0 was reached. The composites $FeNi_3/SiO_2/NH_2$ were then vacuum-assisted dried. We diluted 0.2 grams of GO in 100 mL of water for this experiment. Three milligrams of EDC and 38 mg of NH_2 were added to the combination. The liquid was stirred for 30 minutes after 200 mg of $FeNi_3/SiO_2$-NH_2 were added. A two-hour reaction at 80 °C followed. We then washed, rinsed, and dried the finished product (33).

2.5. Consumables and raw supplies for experiments

Portland cement with moderate sulphate resistance [Type II] according to the GB 175-2007 standard whose surface was 450 m²/kg



Rys. 1. Schemat procesu syntezy nanokompozytów NFSG

Fig. 1. Illustration of the synthesis procedure of NFSG nanocomposites

Tablica 1 / Table 1

SKŁAD CHEMICZNY CEMENTU [%]

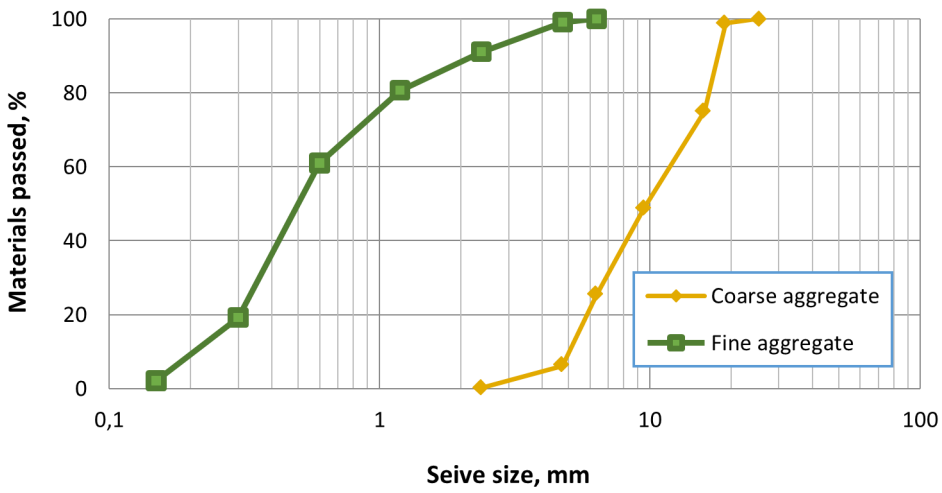
CHEMICAL COMPOSITIONS OF CEMENT [%]

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	CaO	MgO	SO_3	Na_2O	K_2O	Cl	L.O.I
20.61	4.05	3.24	0.46	61.75	1.23	3.48	0.42	0.13	0.03	4.33

noziarniste to piasek rzeczny o rozmiarze sita 4,75 milimetra. Rys. 2 pokazuje skład ziarnowy kruszywa drobnego i grubego. Produkty te spełniają lub przekraczają kryteria normy ASTM C33. W Tablicy 2 wymieniono szereg właściwości kruszyw. W badaniu użyto wody z Neyshabur o stężeniu siarczanów 17 mg/l, stężeniu chlorków 25 mg/l i pH 7. Zastosowano neutralny superplastyfikator 102N.

2.6. Projekt mieszanki

Badanie wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie przeprowadzono na trzech próbkach dla każdego składu [tablica 3]. Przygotowano kontrolną mieszankę o wskaźniku wodno/spoiwowym wy-



Rys. 2. Rozkład wielkości ziaren kruszyw

Fig. 2. The size distribution of fine and coarse particles

Tablica 2 / Table 2

WŁAŚCIWOŚCI KRUSZYW

PROPERTIES OF AGGREGATES

Typ / Type	Maksymalny rozmiar ziarna Maximum particle size, mm	Gęstość / Density, kg/m³	Nasiąkliwość Water absorption, %	Moduł uziarnienia Fineness modulus, -
Piasek rzeczny [kruszywo drobne] River sand [fine aggregate]	4.75	2500	1.11	2.7
Kruszony żwir [kruszywo grube] Crushed gravel [coarse aggregate]	10	2560	1.02	6.1

Tablica 3 / Table 3

SKŁADY MIESZANEK

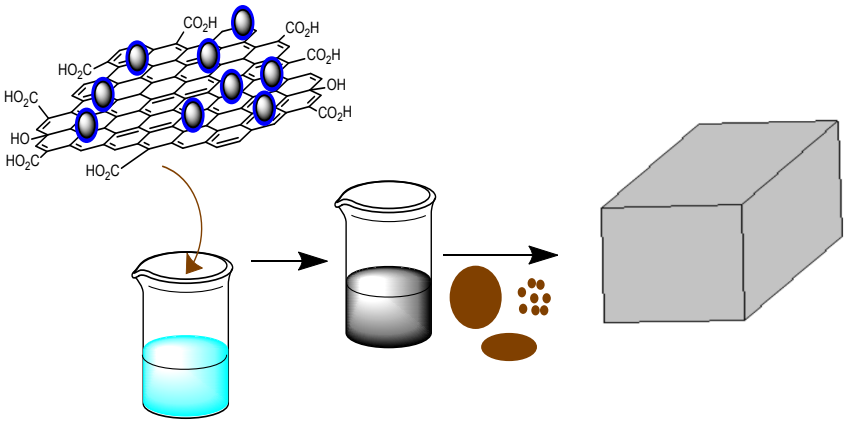
MIX PROPORTIONS

Próbka / Sample	Cement	NS	NFSG	Upłynniacz Water reducer	w/s w/b	Piasek Sand	Kruszywo grube Coarse aggregate
	kg/m³						
Próbka kontrolna Control Sample	450.0	0	0	4	0.4	673	1097
NFSG 1%	445.5	4.5	0	4	0.4	673	1097
NFSG 2%	441.0	9.0	0	4	0.4	673	1097
NFSG 3%	436.5	13.5	0	4	0.4	673	1097
NS 1%	445.5	0	4.5	4	0.4	673	1097
NS 2%	441.0	0	9.0	4	0.4	673	1097
NS 3%	436.5	0	13.5	4	0.4	673	1097

noszącym 0,4 i całkowitą zawartością spoiwa wynoszącą 450 kg/m³.

NFSG i NS zastępują cement w ilości 1, 2 i 3% masy. Przed mieszaniem betonu nanocząstki dodawano do wody i rozpraszano ultradźwiękami przez 30 minut [rysunek 3].

Z mieszanki formowano sześcienne próbki o wymiarach 10×10×10 cm do testu wytrzymałości na ściskanie oraz walce o wymiarach 15×30 cm do testu wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu.



Rys. 3. Sposób wykorzystania powszechnie stosowanego sposobu dyspersji nanocząstek do ich wprowadzania do mieszanki betonowej

Fig. 3. View of a common nanomaterial dispersion process employed to fabricate a cement-based composite

2.7. Badania wytrzymałości na rozciąganie i ściskanie

Wytrzymałość na ściskanie próbek oceniano w wieku 7, 28 i 90 dni. Do oceny wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie beleczek i walców użyto prasy hydraulicznej zgodnie z BS 1881: Część 116 i ASTM C496. Wytrzymałość każdego betonu była średnią wyników dla trzech próbek.

2.8. Badanie podciągania kapilarnego

Badanie podciągania kapilarnego przeprowadzono po 28 dniach utwardzania zgodnie z normą ASTM C1585. Równanie [1] określa całkowitą ilość wody wchłoniętej w ramach podciągania kapilarnego:

$$I = \frac{\Delta m}{A \cdot \rho} \qquad [1]$$

gdzie:

I – całkowita absorpcja wody, mm,

Δm – zmiana masy próbki w czasie t, g,

A – powierzchnia kontaktu z wodą, mm²,

ρ – gęstość wody, g/mm³.

Podciąganie kapilarne w porach betonu to jeden z mechanizmów, przez który woda może być wchłaniana. Średnica porów kapilarnych różni się w zależności od wskaźnika wodno-cementowego i stopnia hydratacji zaczynu cementowego. Jeśli chodzi o trwałość betonu w miejscach, gdzie środowisko jest wyjątkowo korozyjne, przepuszczalność cieczy jest głównym czynnikiem.

3. Wyniki

3.1. Analiza nanocząstek

Rysunek 2 (a) pokazuje widma FTIR GO, $FeNi_3/SiO_2$ i NFSG. Występują charakterystyczne pasma od drgań pierścienia benzenu między 1400 a 1600 cm^{-1}. Widma GO wykazują silne i dobrze zdefiniowane pasmo absorpcji przy 1703 cm^{-1} spowodowane wibracją rozciągającą pasma C=O. Pasmo przy 586 cm^{-1} w widmie $FeNi_3/SiO_2$ odpowiada charakterystycznemu pasmu nanocząstek $FeNi_3$, podczas gdy szczyty przy 805 cm^{-1} i 463 cm^{-1} odpowiadają

was chosen for this study. Table 1 lists the chemical and composition of cement.

Two types of aggregates were used in this study. Our coarse aggregates were crushed limestone from Neyshabur mines with a sieve size of 19 millimeters, while our fine aggregate was river sand with a sieve size of 4.75 millimeters. Fig. 2 shows the size distribution of fine and coarse aggregates. ASTM C33 criteria are met or exceeded by these products. A number of aggregative properties are listed in Table 2.

Water from Neyshabur with a sulfate concentration of 17 mg/l, a chloride concentration of 25 mg/l, and a pH value of 7 was used in this study.

A neutral superplasticizer, also known as 102N, was applied.

2.6.Mix design

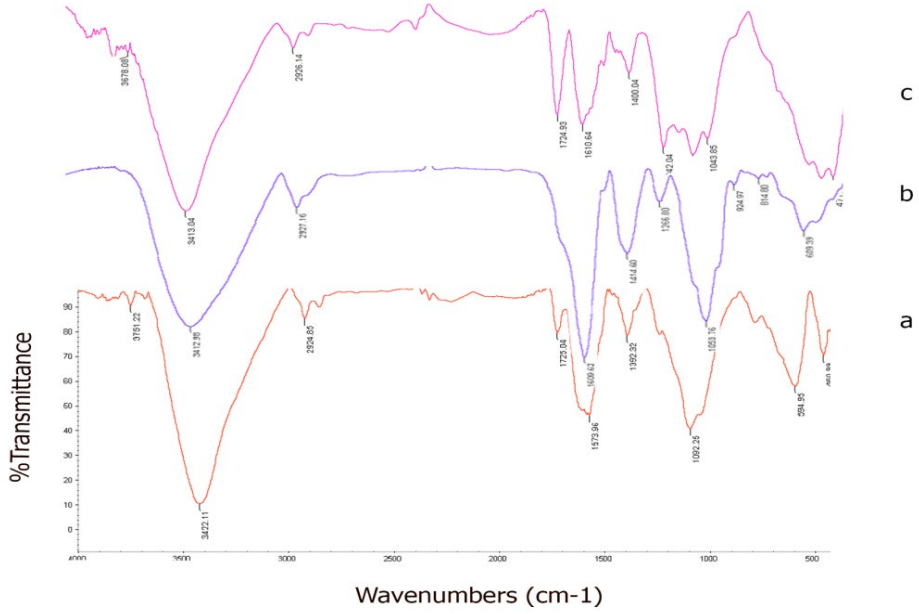
For the compressive and tensile strength test, three samples have been tested for each mix [Table 3]. The control mix with w/b = 0.4 and 450 kg/m³ total content of cementations materials has been prepared.

NFSG and NS replace cement by 1, 2 and 3% by mass. Before concrete mixing, nanoparticles were added to some water and dispersed by ultrasonic means for 30 minutes [Fig. 3].

The mixture was poured into molds in order to make 10×10×10 cm cubes for compressive strength test and 15×30 cm cylinders for splitting tensile strength test.

2.7. Tensile and compressive strength tests

Samples' compressive strength was evaluated at 7, 28, and 90 days of age. A hydraulic press was used to evaluate the compressive and tensile strengths of the cubes and cylinders in accordance with BS 1881: Part 116 and ASTM C496. Strength of each mix design was the average of the results for three samples.



Rys. 4. Widma FTIR nanocząstek: (a) NFSG MNPs, (b) $FeNi_3/SiO_2$, (c) GO

Fig. 4. FT-IR spectra of (a) NFSG MNPs, (b) $FeNi_3/SiO_2$, (c) GO

odpowiednio wibracjom rozciągającym pasm Si-O-Si i O-Si-O. Pasmo przy 1126 cm^{-1} odzwierciedla w widmie NFSG drgania rozciągające wiązań C-N. Przesunięcie pasma C=O z 1703 do 1780 cm^{-1} wskazuje na reakcję między GO a aminomodyfikowanym $FeNi_3/SiO_2$.

Mikrostruktura NFSG i NS została przeanalizowana za pomocą elektronowej mikroskopii skaningowej i transmisyjnej. NFSG ma jednolitą i ciągłą mikrostrukturę ze średnią średnicą cząstek około 40 nm, jak przedstawiono na rysunku 4.

3.2. Badania doświadczalne wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu i ściskanie

Wytrzymałość na ściskanie i rozciąganie przy rozłupywaniu badano na trzech próbkach w wieku 7, 28 i 90 dni. Wyniki pokazano na rysunkach 6 i 7.

2.8. Capillary uptake test

The capillary uptake experiment was conducted after 28 days of curing according to ASTM C1585. Equation [1] determines the total amount of water absorbed by the capillary action:

$$I = \frac{\Delta m}{A \cdot \rho} \qquad [1]$$

where:

I – total water intake, mm,

Δm – mass variation of specimen at time t, g,

A – water-contacting surface, mm^2,

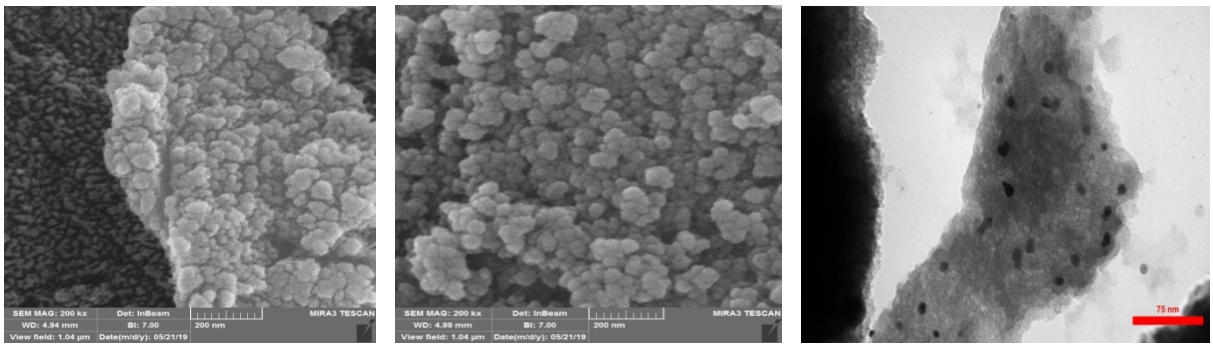
ρ – the density of water, g/mm^3.

The capillary action in concrete pores is one mechanism by which water can be absorbed. The width of the capillary pores varies depending on the water-to-cement ratio and the hydration level of the cement paste. When it comes to how durable concrete is in places where the atmosphere is extremely corrosive, liquid permeability is a major factor.

3. Results

3.1. Analysis of the nanoparticles

Fig. 2 (a) shows the FTIR spectra of GO, $FeNi_3/SiO_2$, and NFSG. There are signature benzene ring bands between 1400 and 1600 cm^{-1}. The GO spectra exhibit a strong and well-defined absorption band at 1703 cm^{-1} originating from the stretching vibration of the C=O band. A band at 586 cm^{-1} in the spectrum of $FeNi_3/SiO_2$ corresponds to the distinctive band of $FeNi_3$ nanoparticles, while peaks at 805 cm^{-1} and 463 cm^{-1} correspond to the stretching vibrations of the Si-O-Si and O-Si-O bands, respectively. A band at 1126 cm^{-1} is reflected in the NFSG spectrum by the stretching vibration of C-N. The shift in the C=O peak from 1703 to 1780 cm^{-1} indicates a reaction between GO and amine-modified $FeNi_3/SiO_2$.



(a) (b) (c)

Rys. 5. Morfologia nanocząstek: (a) obraz TEM NFSG MNPs; obrazy FE-SEM odpowiednio (b) NFSG oraz (c) NS

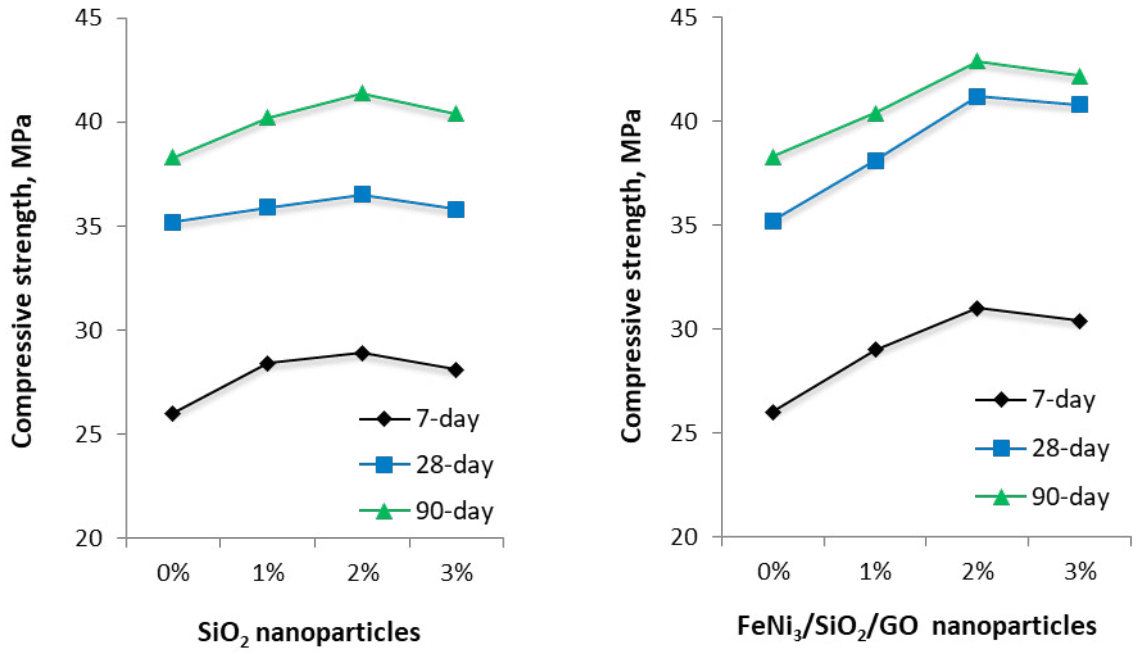
Fig. 5. TEM image of (a) NFSG MNPs; (b) FE-SEM picture of NFSG; (c) FE-SEM picture of NS

Porównując efekt dodania NFSG do betonu na wytrzymałość po różnych czasach dojrzewania zanotowano 10% wzrost wytrzymałości na ściskanie i 13% wzrost wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu. Wytrzymałość na ściskanie i rozciąganie przy rozłupywaniu próbek NFSG jest większa niż próbek NS w młodszym wieku. Jednakże po 28 dniach utwardzania, różnica w wytrzymałości się zmniejsza. Zgodnie z wynikami, optymalne jest połączenie NS i NFSG w ilości 2%. Wytrzymałość na ściskanie i rozciąganie przez rozłupywanie betonu zawierającego 2% NS i 2% NFSG poprawiła się odpowiednio o 10% i 15% po 28 dniach, w porównaniu do betonu kontrolnego.

The microstructure of NFSG and NS was analyzed using TEM and SEM. NFSG has uniform and seamless microstructures with mean particle diameter of about 40 nm as presented in Fig. 4.

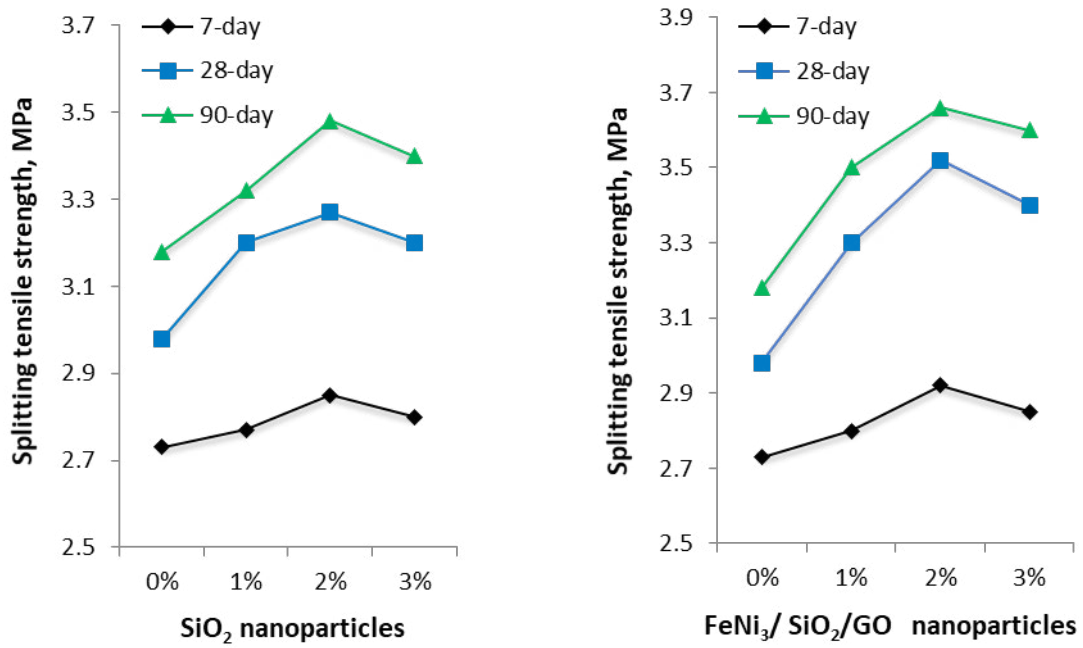
3.2. Experiments on tensile and compressive strength

Three specimens of each design were tested for compressive strength and splitting tensile strength at 7, 28, and 90 days of age. Results are shown in Figs. 6 and 7.



Rys. 6. Wytrzymałość na ściskanie betonu zawierającego nanocząstki po różnych okresach dojrzewania

Fig. 6. Compressive strength of nanoparticle-containing concrete at various ages



Rys. 7. Wytrzymałość na rozciąganie przy rozłupywaniu betonu zawierającego nanocząstki po różnych okresach dojrzewania

Fig. 7. Splitting tensile strength of nanoparticle-containing concrete at various ages

3.3. Analiza FTIR

Do badania materiału zawierającego 2% nanocząstek po określeniu jego właściwości mechanicznych użyto spektroskopii w podczerwieni, skaningowej mikroskopii elektronowej oraz spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją energii.

Porównanie właściwości transmisyjnych matrycy cementowej przy użyciu spektroskopii w podczerwieni przedstawiono na rysunku 8. Molekularna i chemicznie związana woda w próbce kontrolnej rozciąga się i wibruje między 3700 a 3200 cm^{-1} oraz około 1648 cm^{-1}. Na widmach zaczynu z cementu portlandzkiego można znaleźć trzy główne pasma: pasma węglanowe w obszarze 1425 cm^{-1}, uwodniony krzemiany wapnia [faza C-S-H] w zakresie 800-1200 cm^{-1} i drgania wiązań Al-O w 876 cm^{-1}. Nie stwierdzono znaczących różnic między widmami FTIR próbek z nanocząstkami i bez nich.

3.4. Analiza składu fazowego metodą dyfrakcji rentgenowskiej

Dla mieszanek bez nanocząstek, jak również z NFSG i NS, przeprowadzono badanie dyfrakcji rentgenowskiej na proszku uzyskanym z mielenia próbek zaczynu cementowego. Dyfraktogramy przedstawiono na rys. 9. Dla dyfraktogramów próbek zawierających nanocząstki porównano intensywności refleksów wodorotlenku wapnia z betonem kontrolnym.

Wyniki XRD i intensywność refleksu wodorotlenku wapnia na rysunku 9 wskazują, że NFSG skutecznie redukuje zawartość wodorotlenku wapnia w zaczynie cementowym. Intensywność refleksu dla próbki NFSG była niższa niż próbki kontrolnej i GO. Wskazuje to, że próbki zawierające nanocząstki mają niższą zawartość wodorotlenku wapnia niż próbka kontrolna.

When comparing the effect of the addition of NFSG to concrete at various ages, a 10% increase in compressive strength and a 13% increase in splitting tensile strength were observed. The compressive and splitting tensile strengths of NFSG specimens are greater than those of NS specimens at earlier ages. However, after 28 days of curing, the strength gap narrows. A combined NS and NFSG of 2%, according to the findings, is optimal. The compressive and splitting tensile strengths of concrete containing 2% NS and 2% of NFSG were improved by 10% and 15%, respectively, after 28 days, compared to control concrete.

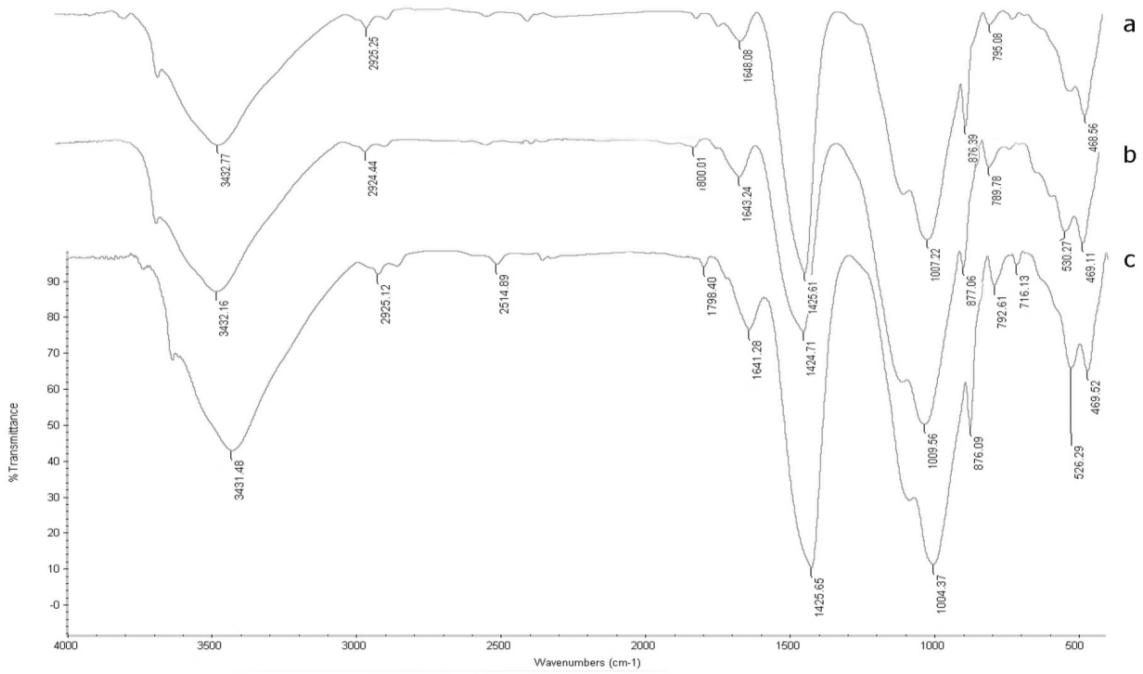
3.3. FTIR analysis

FTIR, EDX, and SEM were used to investigate the material containing 2% nanoparticles after determining its mechanical properties.

A comparison of cementitious matrix transmission properties using infrared spectroscopy is shown in Fig. 8. The molecular and chemically linked water in the control sample stretches and vibrates between 3700 and 3200 cm^{-1} and approximately 1648 cm^{-1}. There are three major band which can be found in the Portland cement spectra: carbonate bands in the area 1425 cm^{-1}, hydrated calcium silicate in region 800-1200 cm^{-1}, and Al-O at 876 cm^{-1}. No significant differences between FTIR spectra of samples with and without nanoparticles can be found.

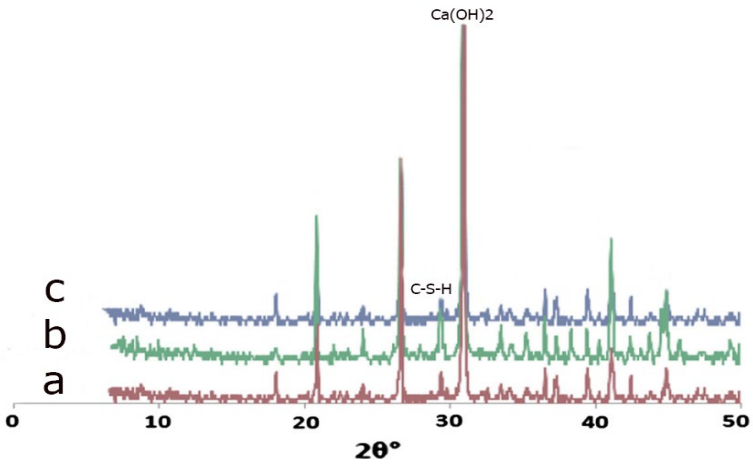
3.4. XRD analysis

For mixes without nanoparticles as well as with NFSG and NS, X-ray diffraction tests were conducted on powder obtained from grinding cement paste specimens. XRD patterns are presented in Fig. 9. For XRD patterns of samples containing nanoparticles to those of control concrete calcium hydroxide peaks intensities were compared.



Rys. 8. Widma FT-IR (a) próbki kontrolnej, (b) 2% NS, (c) 2% NFSG

Fig. 8. FTIR spectrums of (a) control sample, (b) 2% of NS, (c) 2% of NFSG



Rys. 9. Dyfraktogramy próbek: (a) kontrolnej, (b) z NS, (c) z NFSG

Fig. 9. XRD patterns of (a) control sample, (b) 2% of NS, (C) 2% of NFSG

3.5. Ekspozycja betonu na wysoką temperaturę

W tym badaniu zbadano zmiany koloru i powstawanie pęknięć w próbkach betonu narażonych na wysoką temperaturę. Przy 200°C próbki nie zmieniały koloru; jednakże wraz ze wzrostem temperatury rozwijał się żółtawy odcień. Biały był dominującym kolorem przy 600°C. Ponadto wzrost temperatury bezpośrednio powoduje rozszerzenie pęknięć. Rysunek 10 pokazuje wizualne zmiany, które zachodzą w próbkach podgrzewanych do 600°C z 2% NFSG, 2% NS lub kontrolnych, które nie zawierają żadnego z nich. Próbki zawierające NFSG wykazują mniej pęknięć i zmian koloru niż próbki zawierające NS i próbki kontrolne bez nanocząstek, jak ilustruje to rys. 10.

3.6. Wyniki badania podciągania kapilarnego

Po 28 dniach dojrzewania przeprowadzono badanie podciągania kapilarnego zalecane normą ASTMC1585. Eksperyment ten zakłada badanie podciągania kapilarnego wody przez 64 minut.

Wyniki badania podciągania kapilarnego przedstawiono na rysunku 11. Te wykresy pokazują ilość wchłoniętej wody w milimetrach w stosunku do czasu na osi poziomej. Porównując diagramy, można określić zdolność efektu kapilarnego do absorpcji wody w różnych konfiguracjach. Diagramy podciągania kapilarnego dla betonów zawierających NFSG i NS pokazują, że NFSG działa

XRD results and calcium hydroxide peak intensity in Fig. 9 indicate that NFSG reduce calcium hydroxide content in cement paste effectively. The peak intensity of the NFSG specimen was lower than that of the control and GO specimens. It indicates, that the nanoparticle-bearing samples have a lower content of calcium hydroxide than the control one.

3.5. Exposure of concrete to high temperature

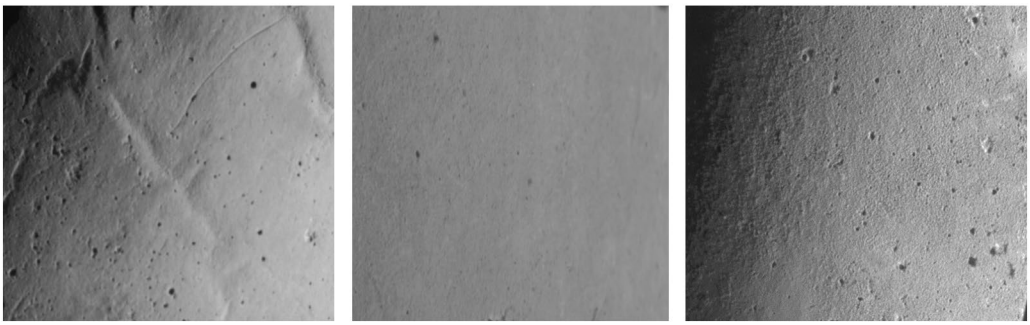
In this study, color changes and fracture formation were investigated in concrete samples exposed to high temperature. At 200°C, the samples did not change color; however, as the temperature increased, a yellowish tint developed. White was the predominant color at 600°C. Furthermore, increasing temperature directly causes the fracture to expand. Fig. 10 shows the visual changes that occur in samples heated to 600°C with 2% of NFSG, 2% of NS, or a control that does not contain either. NFSG-containing samples show less cracking and color shift than NS-containing samples and control samples without nanoparticles, as illustrated in Fig. 10.

3.6. Results of a capillary uptake experiment

The capillary uptake test recommended by ASTMC1585 was performed at 28 days of age. This experiment allows a maximum duration of 64 minutes to determine the water absorption of the sample.

The results of the capillary uptake experiment are depicted in Fig. 11. These graphs display the amount of water absorbed in millimeters vs. time on the horizontal axis. By comparing the diagrams, one can determine the capillary effect's capacity to absorb water in different configurations. The capillary adsorption diagrams for concrete containing NFSG and NS show that NFSG performs better and capillary adsorption is reduced, so that the sample containing 2% of NFSG had the lowest water absorption by capillary properties.

The water absorption rate was reduced by around 20% in the concrete containing NG nanoparticles in comparison to the control concrete. NFSG converts free calcium hydroxide crystals into hydrated calcium silicate during cement hydration. The increased contact surface and filling qualities of NFSG produce a dense, low-

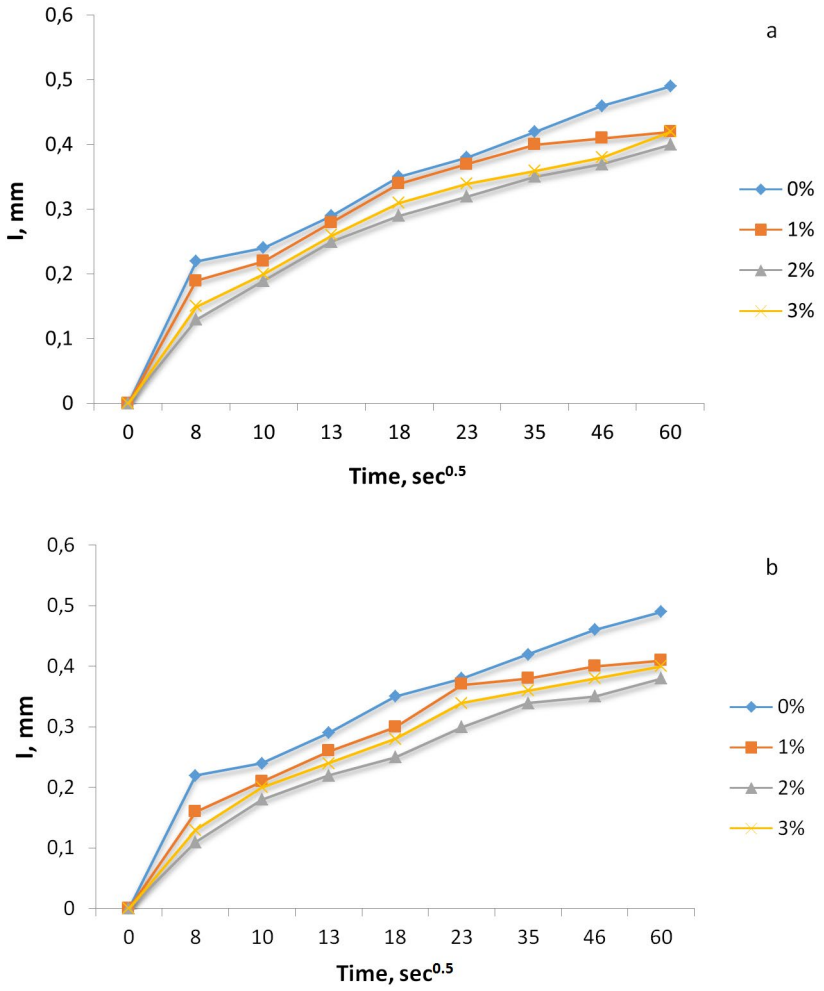


Rys. 10. Wygląd próbek betonu poddanych działaniu temperatury 600°C: (a) kontrolnej, (b) z 2% NFSG, (c) z 2% NS

Fig. 10. The appearance of concrete samples at 600°C, (a) without NFSG, (b) with 2% of NFSG, and (c) with 2% of NS

lepiej, a podciąganie kapilarne jest zmniejszone, tak że beton zawierający 2% NFSG miał najniższą absorpcję kapilarną wody.

Szybkość absorpcji wody została zmniejszona o około 20% w betonie zawierającym nanocząstki NG w porównaniu do betonu kontrolnego. NFSG w reakcji pucolanowej przekształca kryształy wodorotlenku wapnia w uwodniony krzemian wapnia. Zwiększona powierzchnia kontaktu i właściwości wypełniające NFSG tworzą gęstą matrycę o małej porowatości. W wyniku zastosowania wypełniacza NFSG, produkty hydratacji są równomiernie i jednolicie rozprowadzane w całej mieszance. Znacząca poprawa następuje, gdy włączono 2% NFSG i 2% NS. Największe zmniejszenie nachylenia krzywej adsorpcji kapilarnej zaobserwowano, gdy zastosowano 2% NFSG. Zgodnie z wykresem, beton ma mniej porów kapilarnych i mniejszą absorpcję wody.



Rys. 11. Wartości podciągania kapilarnego betonów z różnymi dodatkami: (a) nanocząstek NS oraz (b) nanocząstek NFSG

Fig. 11. The capillary absorption of water in (a) a sample containing NS and (b) a sample containing NFSG

4. Wnioski

Przeprowadzono badanie w celu określenia wpływu NS i NFSG na właściwości mechaniczne betonu oraz trwałość. W wyniku tego badania uzyskano następujące wnioski.

- Najkorzystniejszą kombinacją w tym badaniu było zastąpienie 2% cementu przez nanocząstki NFSG.
- Z 2% NFSG wytrzymałość na ściskanie i rozciąganie poprawiła się odpowiednio o 15% i 13%.
- Przy temperaturze 600°C beton zawierający 2% NFSG wykazywały mniejsze pęknięcia i odbarwienia.
- Beton zawierający 2% NFSG miał najmniejszą absorpcję kapilarną wody.
- Zawartość $Ca(OH)_2$ w próbkach zawierających NFSG zmniejsza się w wyniku reakcji z nanocząstkami, co prowadzi do powstania większej ilości fazy C-S-H, co poprawia mikrostrukturę i właściwości betonu.

-porosity matrix with fewer cavities. As a result of the NFSG filler, hydration products are distributed consistently and homogeneously throughout the mixture. There is a significant improvement takes place when 2% NFSG and NS wt.2% were incorporated. The slope of the capillary adsorption curve was decreased the most when 2% of NFSG was applied. According to the graph, concrete has fewer capillary pores and less water absorption.

4. Conclusion

A study was conducted to determine the effect of NS and NFSG on concrete's mechanical properties and durability indicators of concrete. As a result of this investigation, the following results were obtained.

- The most beneficial combination in this study was the replacement of 2% of cement by NFSG.
- With 2% of NFSG, the compressive and tensile strengths improved by 15% and 13%, respectively.
- At a temperature of 600°C, samples containing 2% of NFSG showed less cracking and discoloration.

Literatura/ References

1. R. Pierrehumbert, There is no Plan B for dealing with the climate crisis. Bull. At. Sci., **75**, 215-221 (2019). https://doi.org/10.1080/00963402.2019.1654255

2. M.J. Hanus, A.T. Harris, Nanotechnology innovations for the construction industry. Prog. Mater. Sci. **58**, 1056–1102 (2013). https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.04.001.

3. C. Wang, Z. Jia, S. He, J. Zhou, S. Zhang, M. Tian, B. Wang, G. Wu, Metal-organic framework-derived CoSn/NC nanocubes as absorbers for electromagnetic wave attenuation. J. Mater. Sci. Technol. **108**, 236-243(2022). https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.07.049.

4. M. Saliani, A. Honarbakhsh, R. Zhiani, S.M. Movahedifar, A. Motavalizadehkakhky, Effects of GO/Al_2O_3 and Al_2O_3 Nanoparticles on Concrete

Durability against High Temperature, Freeze-Thaw Cycles, and Acidic Environments. Adv. Civ. Eng. 1-12 (2021). https://doi.org/10.1155/2021/4555802

5. S.M. Ahmadi, A. Honarbakhsh, R. Zhiani, D. Tavakoli, Effect of KCC-1/Ag Nanoparticles on the Mechanical Properties of Concrete. Int. J. Eng. **35**, 1388-13987 (2022). https://doi.org/10.5829/IJE.2022.35.07A.17

6. Y.F. Fan, S.Y. Zhang, Q. Wang, et al. Effects of nano-kaolinite clay on the freeze-thaw resistance of concrete. Cem. Concr. Compos. **62**, 1–12 (2015). https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.05.001.

7. J.I. Tobón, J. Payá, O.J. Restrepo, Study of durability of Portland cement mortars blended with silica nanoparticles. Constr. Build. Mater. **80**, 92–97 (2015). https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.12.074.

8. M. Saliani, A. Honarbakhsh, R. Zhiani, S.M. Movahedifar, A. Motavalizadehkakhky, Investigating the mechanical properties and durability indices of concrete containing Fe_3O_4/SiO_2/GO and GO nanoparticles. Cem. Wapno Beton, **26**(1) 67-82 (2021). https://doi.org/10.32047/CWB.2021.26.1.7

9. S. Muthusamy, S. Wang, D.D.L. Chung, Unprecedented vibration damping with high values of loss modulus and loss tangent, exhibited by cement–matrix graphite network composite. Carbon **48**, 1457–1464(2010). https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.12.040.

10. T. M. D. R. Martins, F. M. A. S. P. Torgal, S. Miraldo, J. L. Aguiar, C. M. G. Jesus, An experimental investigation on nano-TiO_2 and fly ash based high performance concrete. Indian Concr. J. (2016). https://repositorium.sdum.uminho.pt/handle/1822/40049

11. Y. Cao, J. Zhang, J. Feng, P. Wu, Compatibilization of immiscible polymer blends using graphene oxide sheets. ACS Nano **5**, 5920–5927 (2011). https://doi.org/10.1021/nn201717a.

12. A. Kooshkaki, H. Eskandari-Naddaf, Effect of porosity on predicting compressive and flexural strength of cement mortar containing micro and nano-silica by multi-objective ANN modeling. Constr. Build. Mater. **212**, 176-191(2019). https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.243.

13. Q. Wang, J. Wang, C.X. Lu, B.W. Liu, K. Zhang, C.Z. Li, Influence of graphene oxide additions on the microstructure and mechanical strength of cement. New Res. Carbon Mater. **30**, 349–356(2015). https://doi.org/10.1016/S1872-5805(15)60194-9.

14. F. Zahiri, H. Eskandari-Naddaf, Optimizing the compressive strength of concrete containing micro-silica, nano-silica, and polypropylene fibers using extreme vertices mixture design. FSCE. **13**, 821–830 (2019). https://doi.org/10.1007/s11709-019-0518-6.

15. E. Sadrossadat, H. Basarir, An Evolutionary-Based Prediction Model of the 28-Day Compressive Strength of High-Performance Concrete Containing Cementitious Materials. Adv. Civ. Eng. Mater. **8**, 484-497(2019). https://doi.org/10.1520/ACEM20190016.

16. M.I. AbdulAleem, P.D. Arumairaj, Geopolymer concrete: A review. Eng. Techn. **1**, 118-122 (2012). https://doi.org/10.7323/ijeset/v1_i2_14.

17. R. Cheraghalizadeh, T. Akcaoglu, Properties of self-compacting concrete containing olive waste ash, Cem. Wapno Beton. **25**(3), 178-187 (2020). https://doi.org/10.32047/CWB.2020.25.3.2.

18. A. Bazrafkan, A. Habibi, A. Sayari, Experimental study on mechanical properties of concrete with marble dust. Cem. Wapno Beton **25**(4), 316-329 (2020). https://doi.org/10.32047/CWB.2020.25.4.6

19. S.A. Emamian, H. Eskandari-Naddaf, Genetic programming based formulation for compressive and flexural strength of cement mortar containing nano and micro silica after freeze and thaw cycles. Constr. Build. Mater. **241**, 118027 (2020). https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118027.

20. A.G. Alex, A. Kedir, T.G. Tewele, Review on effects of graphene oxide on mechanical and microstructure of cement-based materials. Constr. Build. Mater. **360**, 129609 (2022). https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.129609

– The sample containing 2% of NFSG had the lowest water absorption in terms of capillary uptake.
– Amount of $Ca(OH)_2$ in samples containing NFSG decreases due to the reaction with nanoparticles, resulting in the formation of more C-S-H phase, which improves concrete microstructure and properties.

21. A. Kedir, M. Gamachu, A.G. Alex, Cement-Based Graphene Oxide Composites: A Review on Their Mechanical and Microstructure Properties. J. Nanomater. **2023**,1-12 (2023). https://doi.org/10.1155/2023/6741000

22. S.H. Lv, T. Sun, J. Liu, et al. Use of graphene oxide nanosheets to regulate the microstructure of hardened cement paste to increase its strength and toughness, Cryst. Eng. Comm. J. **16**, 8508–8516 (2014). https://doi.org/10.1039/C4CE00684D.

23. S.A. Emamian, H. Eskandari-Naddaf, Effect of porosity on predicting compressive and flexural strength of cement mortar containing micro and nano-silica by ANN and GEP. Constr. Build. Mater. **218**, 8-27 (2019). https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.05.092.

24. M.M. Mokhtar, S.A. Abo-El-Enein, M.Y. Hassaan, M.S. Morsy, M.H. Khalil, Mechanical performance, pore structure and micro-structural characteristics of graphene oxide nano platelets reinforced cement. Constr. Build. Mater. **138**, 333–339 (2017). https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.021.

25. P.A. Jose, A.G. Alex, T. Sagay, S. Murugan, Influence of Fe_2O_3 nanoparticles on the characteristics of waste marble powder mixed cement mortars. Int. J. Concr. Struct. Mater. **23** (2023). https://doi.org/10.1186/s40069-023-00583-7

26. M. Seifan, S. Mendoza, A. Berenjian, A Comparative Study on the Influence of Nano and Micro Particles on the Workability and Mechanical Properties of Mortar Supplemented with Fly Ash. Buildings. **11**, 1-17 (2021). https://doi.org/10.3390/buildings11020060.

27. F. Silva, P. Arezes, P. Swuste,. Risk management: Controlling occupational exposure to nanoparticles in construction. In Nanotechnology in Eco-efficient Construction. 755-784 (2019). Woodhead Publishing. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102641-0.00029-3

28. C. Buzea, I. Pacheco,Toxicity of nanoparticles. In Nanotechnology in Eco-efficient Construction. 705-754 (2019). Woodhead Publishing. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102641-0.00028-1

29. W.S. Hummers, R.E. Offeman, Preparation of graphitic oxide. J. Am. Chem. Soc. **80**, 1339(1958). https://doi.org/10.1021/ja01539a017.

30. N. Nasseh, L. Taghavi, B. Barikbin, M.A. Nasseri, A. Allahresani, $FeNi_3$/SiO_2 magnetic nanocomposite as an efficient and recyclable heterogeneous fenton-like catalyst for the oxidation of metronidazole in neutral environments: Adsorption and degradation studies. Compos. B. **166**, 328–340 (2019). https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.11.112.

31. N. Nasseh, L. Taghavi, B. Barikbin, M.A. Nasseri, Synthesis and characterizations of a novel $FeNi_3$/SiO_2/CuS magnetic nanocomposite for photocatalytic degradation of tetracycline in simulated wastewater. J. Cleaner Prod. **179**, 42-54(2018). https://doi.org /10.1016/j.jclepro.2018.01.052.

32. M.A. Nasseri, S.M. Sadeghzadeh, A highly active $FeNi_3$–SiO_2 magnetic nanoparticles catalyst for the preparation of 4H-benzo[b]pyrans and Spirooxindoles under mild conditions. J. Iran. Chem. Soc. **10**, 1047–1056 (2013). https://doi.org/10.1007/s13738-013-0243-3.

33. X. Ding, Y. Huang, M. Zong, Synthesis and microwave absorption enhancement property of core–shell $FeNi_3$@SiO_2-decorated reduced graphene oxide nanosheets. Mater. Lett. **157**, 285–289 (2015). https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.05.130.