

Abstract

Iraqi Rice husk (IRH), an inexpensive waste material from al-Najaf province , was used to produce nanosilica by two chemical precipitation methods.

Chemical composition of rice husk determined by X-Ray fluorescence (XRF) was 94.22 % silica at 700 °C and 95.16 % at 1000 °C.

In 1st precipitation method nanosilica was obtained by using Iraqi rice husk ash (IRHA) which was burned at 700 °C for 6 h, 3 N NaOH were used to extract the result from the burning, 5 N of H₂SO₄ and 1 N of HCl was used to precipitate and reflux respectively.

In 2nd precipitation method 1N HCl, 3N NaOH and concentrated HNO₃ were used to pretreat dried IRH, extract sodium silicate solution (SSS) and precipitate nanosilica from SSS respectively.

Controlled conditions gave 99.04% and 98.06% nanosilica for 1st and 2nd precipitation methods respectively.

A broad peak of nano pure silica centered in the range at $2\Theta=22^\circ$ and 22.5° with amorphous nature for both 1st and 2nd precipitation methods respectively .

Scanning electron microscope (SEM) image shows particles of size 60 nm and 50 nm for 1st and 2nd precipitation methods respectively in spherical shape and agglomerated form.

The observation by Atomic Force Microscope (AFM) shows that the average diameters of particles are 93.40 nm and 88.87 nm for 1st and 2nd precipitation methods respectively.

The internal structure of nanosilica identified by transmission electron microscope (TEM) confirms the solid structure of nanoparticles.

Various chemical treatments and controlled combustion were carried out in order to produce highly purified nanosilica.

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) exhibits stretching and bending vibration absorption peaks Si-O-Si at (1087 cm^{-1} , 797 cm^{-1}) for 1st precipitation method and (1076 cm^{-1} , 801 cm^{-1}) for 2nd precipitation method while peaks (3387 cm^{-1} , 3500 cm^{-1}) are attributed to the presence of the silanol Si-OH stretching frequency for 1st and 2nd precipitation methods respectively.

Surface area measured by BET method of nano pure silica by 2nd precipitation method is ($286.4\text{ m}^2/\text{g}$) and pore volume is ($0.275\text{ cm}^3/\text{g}$) which are higher than the 1st precipitation ($194\text{ m}^2/\text{g}$) and ($0.233\text{ cm}^3/\text{g}$).

Nanosilica prepared in this work is amorphous pozzolanic material it is used as additive for oil field cement to improve compressive strength.

The compressive strength increase in percentage of (8% , 9% and 4%) when (1.5%, 2% , 2.5%) nanosilica percent was added respectively by weight of cement at $38\text{ }^{\circ}\text{C}$.

The same behavior was observed for compressive strength at $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ was increased in a percentage of (0.1%, 9%, 7%) at the same percentage of nanosilica additive.

الخلاصة

تم استخدام قشور الرز العراقية التي تعتبر من المخلفات الرخيصة الثمن من محافظة النجف وقد تم استخدامه بطريقتين كيميائيتين تعتمد على الترسيب لإنتاج النانو سليكا:

تم تحديد المكونات الكيميائية لقشور الرز بواسطة جهاز الأشعة السينية الفلورسينية (XRF) ووجد بأنه يحتوي على (94.22%) سليكا عند الحرق 700 درجة مئوية و (95.16%) سليكا عند درجة حرارة 1000 درجة مئوية.

تم الحصول على السليكا النانوية بطريقة الترسيب الأولى من رماد قشور الرز الذي حرق عند درجة حرارة 700 درجة مئوية لمدة ست ساعات ,أستخدم محلول هيدروكسيد الصوديوم 3 عياري لأستخلاص الناتج من القشر المحروق ,كما أستخدم حامض الكبريتيك 5 عياري, ثم محلول حامض الهيدروكلويك 1 عياري لترسيب الناتج والتنقية على التوالي.

اما طريقة الترسيب الثانية ,أستخدم في المعالجة الأولية لقشور الرز المجففة حامض الهيدروكلوريك 1 عياري ,كما أستخدم كل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 3 عياري و حامض النتريك المركز لأستخلاص محلول سليكات الصوديوم وترسيب السليكا النانوية من محلول سليكات الصوديوم على التوالي.

تم الحصول على السليكا النانوية تحت ظروف مسيطر عليها بطريقتي الترسيب الاولى والثانية ووجد بأن نسبتهما (99.04 % و 98.06 %)على التوالي.

عند فحص السليكا النانوية بالأشعة السينية (XRD) تبين ظهور موجة عريضة من السليكا النانوية النقية تمركزت عند ($2\theta = 22^\circ$ و 22.5°) لطريقتي الترسيب الاولى والثانية على التوالي مما يدل على الطبيعة العشوائية لكلا الطريقتين.

حيث شخّصت صورة المجهر الالكتروني الماسح (SEM) للسليكا النانوية الناتجة قطر الجزيئات ب 60 نانومتر و 50 نانومتر لطريقتي الترسيب الاولى والثانية على التوالي وبشكل دائري وصورة متكتله لكليهما.

يبين الفحص بجهاز المجهر ذو القوة الذرية (AFM) معدل القطر العام للجزيئات (93.4 نانومتر و 88.87 نانومتر) لطريقة الترسيب الاولى والثانية على التوالي.

تم تحديد التركيب الداخلي للسليكا النانوية بواسطة جهاز المجهر الالكتروني الاختراقي (TEM) مما يؤكد التركيب الصلب للدقائق النانوية.

العديد من المعاملات الكيميائية وظروف الاحتراق المسيطرة تم العمل بها من اجل الحصول على سليكا نانوية عالية النقاوة.

وان جهاز المطيافية للأشعة تحت الحمراء (FTIR) يوضح موجات أوامر المط والانهاء عند الطول الموجي المهتزة Si-O-Si عند الطول الموجي (1087cm^{-1} , 797cm^{-1}) لطريقة الترسيب الاولى و (1076cm^{-1} , 801cm^{-1}) لطريقة الترسيب الثانية ,بينما الموجات المهتزة عند (3500cm^{-1} , 3387cm^{-1}) فتبين وجود الاصرة Si-OH لطريقة الترسيب الاولى والثانية على التوالي.

وتم تحديد المساحة السطحية لطريقة الترسيب الثانية التي كانت ($286.4\text{ m}^2/\text{g}$) وحجم الفراغات ($0.275\text{ cm}^3/\text{g}$) وهي اعلى من طريقة الترسيب الاولى والتي هي ($194\text{ m}^2/\text{g}$) ($0.233\text{ cm}^3/\text{g}$).

تم استخدام السليكا النانوية العشوائية المحضرة في هذا البحث كمادة بوزولانية مضافة الى سمنت الابار وذلك لتحسين المواصفات ,استخدمت كمادة مضافة لسمنت الابار النفطية لإعطاء القوة الانضغاطية ووجد بأن القوة الانضغاطية زادت بنسبة (4% , 9% , 8%) عند اضافة السليكا النانوية بنسبة (1.5% , 2% , 2.5%) وبدرجة حرارة 38 درجة مئوية ,وعند استخدام درجة حرارة 60 درجة مئوية ازدادت القوة الانضغاطية للسمنت بنسبة (0.1% , 9% , 7%) على التوالي عند الاضافات المذكورة في أعلاه.