

## سنتر نانو سیلیکا به روش رسوب گذاری با کاربرد عوامل فعال کننده‌ی سطحی

مهديه محمدی\*<sup>۱</sup> و حمید خرسند<sup>۲</sup>

### چکیده

نانو ذرات به دلیل ویژگی‌های منحصر به فردی که از خود بروز می‌دهند، مورد توجه پژوهشگران قرار گرفته‌اند. سیلیکای رسوبی تاثیر قابل ملاحظه‌ای در تقویت ویژگی‌های استحکامی لاستیک دارد؛ هم‌چنین، به عنوان پرکننده در بتن بکار می‌رود. البته، موارد کاربرد سیلیکا در صنعت بسیار گسترده است. در این پژوهش، از سیلیکات سدیم، اسید سولفوریک، آب مقطر و هم‌چنین، سدیم دودسیل سولفات و پلی وینیل پیرولیدون به عنوان سرفکتانت استفاده شده است. اثر غلظت اجزای محلول و هم‌چنین، اثر افزودن سرفکتانت بر اندازه، شکل و توزیع اندازه‌ی ذرات بررسی شد و فراسنج‌های بهینه بدست آمد. طبیعت این ذرات به وسیله‌ی پراش پرتو ایکس و ریخت‌شناسی و اندازه‌ی ذرات به وسیله‌ی میکروسکوپ الکترونی روبشی و عبوری مورد مطالعه جامع قرار گرفت. نتایج نشان می‌دهند که افزایش غلظت سیلیکات سدیم با کاهش اندازه‌ی ذرات همراه است. هم‌چنین، با افزودن سدیم دودسیل سولفات و پلی وینیل پیرولیدون به عنوان سرفکتانت می‌توان به اندازه‌ی ذرات در حد ۱۵ نانو متر دست یافت.

واژه‌های کلیدی: سیلیکا، نانو ذرات، رسوب گذاری، سدیم دو دسیل سولفات، پلی وینیل پیرولیدون.

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد دانشگاه صنعتی خواجه نصیر طوسی، مهندسی مواد.

۲- استادیار دانشگاه صنعتی خواجه نصیر طوسی، دانشکده‌ی مکانیک، گروه مهندسی مواد.

\*- نویسنده‌ی مسئول مقاله: m.mohammadi58@yahoo.com

## پیشگفتار

ذرات نانومتری به دلیل ویژگی‌های منحصر به فردی که در این ابعاد از خود بروز می‌دهند، مورد توجه پژوهشگران بسیاری قرار گرفته و در سال‌های اخیر تلاش‌هایی گسترده در تولید نانو ذرات مواد گوناگون انجام شده است. از جمله نانو ذرات تولید شده، اکسید ایندیم، اکسید مس و اکسید تیتانیوم با توجه به ویژگی‌های حسگر گازی آن‌ها، اکسید بیسموت در الکترولیت پیل سوختی، نانو لوله‌های کربنی و ... می‌باشند. از این بین، نانو ذرات سیلیکا کاربردهای ویژه‌ی مکانیکی، نوری، الکترونیکی و شیمی فیزیکی دارد. این ذرات به عنوان کاتالیست، جاذب گاز، جاذب یون‌های سنگین فلزی، حمل کننده‌ی مواد معدنی و نیمه رسانا بکار می‌روند. نانو سیلیکا می‌تواند به عنوان پرکننده برای تقویت ویژگی‌های استحکامی لاستیک و پلیمرها بکار رود و همچنین، برای تقویت بتن استفاده شود. استفاده از نانو سیلیس در سیمان، نه تنها به علت خاصیت پرکنندگی منافذ باعث بهبود ساختار می‌شود، بلکه واکنش‌های پوزولانی را فعال تر می‌کند [۱].

نانو ذرات سیلیکا جزء نخستین نانو ذرات تهیه شده به وسیله‌ی بشر بوده است [۲]. در سال ۱۹۴۰ نخستین گزارش تهیه‌ی سیلیکای آمورف به روش رسوب گیری در حضور عوامل قلیایی و در پی آن خنثی‌سازی با اسید منتشر شد [۳]. روی هم رفته، سیلیکا از دو روش کلی فاز گازی و فاز مایع بدست می‌آید. سیلیکای ناشی از فاز گاز یا سیلیکای پیروژنیک<sup>۱</sup> بسیار خالص بوده و دارای خلوص بالای ۹۹ درصد می‌باشد [۴]. این گونه سیلیکا نسبت به گونه‌های دیگر آن دارای قیمت بالاتر و فناوری تولید پیچیده‌تری است [۵]. سیلیکاهای ناشی از فرآیند در محیط‌های آبی شامل سیلیکای کلونیدی، سیلیکای تهیه شده از فرآیند سل-ژل، امولسیون و سیلیکای ناشی از فرآیند رسوب گذاری است. با توجه به شرایط تولید، سیلیکای بدست آمده می‌تواند ساختار ژل گونه تا رسوبی با پراکندگی بالا داشته باشد.

طی فرآیند رسوب‌گذاری، ذرات سیلیکا از راه تجمع ذرات اولیه که در محلول فوق اشباع هسته گذاری شده‌اند، تشکیل می‌شوند [۶-۸]. بنابراین، اندازه و توزیع ذرات با تغییر غلظت مواد واکنش دهنده که بر روی هسته‌گذاری ذرات اولیه تاثیر گذاشته، تغییر می‌کند. سرفکتانت بیش‌تر برای کنترل اندازه و یکنواختی ذرات در فرآیند رسوب‌گذاری بکار می‌رود [۹-۱۱]. یکنواختی در اندازه‌ی ذرات از فعل و انفعال مولکولی با سرفکتانت ناشی می‌شود [۹،۱۰]. استفاده از عامل‌های فعال کننده‌ی سطحی، تولید ذرات نانومتری سیلیکا را با پراکندگی بالا (کاهش کلوخه ای شدن) امکان پذیر می‌سازد.

در این پژوهش از روش رسوب‌گذاری برای تولید نانو سیلیکا استفاده شد و ابتدا مطالعات لازم برای تعیین دمای مناسب، نوع مواد اولیه و روش انجام واکنش صورت گرفت. عوامل گوناگونی بر ویژگی‌های نهایی محصول تاثیر گذار هستند که در این پژوهش افزون بر بررسی غلظت مواد واکنش دهنده، افزودن دو سرفکتانت گوناگون سدیم دودسیل سولفات<sup>۲</sup> و پلی وینیل پیرولیدون<sup>۳</sup> در سنتز نانو ذرات سیلیکا و همچنین، مقایسه‌ی تاثیرگذاری دو سرفکتانت بر ویژگی محصول نهایی بررسی شد [۱۲-۱۴]، [۱۸].

## مواد شیمیایی و روش آزمایش

بمنظور تهیه‌ی سیلیکا، از سیلیکات سدیم (آب شیشه) در غلظت‌های گوناگون و اسید سولفوریک با جرم مولی  $g/mol$  ۹۸/۰۸۶ و دانسیته‌ی  $g/cm^3$  ۱/۸۴ به عنوان عامل رسوب‌گذاری استفاده گردید. همچنین، در این پژوهش سرفکتانت‌های گوناگون (جدول ۱) در آزمایش‌های جداگانه بکار گرفته شد. دستگاه‌های راکتور شیشه‌ای دو جداره (شکل ۱)، دستگاه همزن مکانیکی، سانتریفیوژ، اولتراسوند، طیف سنج اشعه‌ی ایکس مدل فیلیپس PW1800، میکروسکوپ الکترونی روبشی (FE-SEM) مدل Hitachi S4160 و میکروسکوپ الکترونی عبوری

<sup>2</sup>-Sodium lauryl sulfate

<sup>3</sup>-Polyvinylpyrrolidone

<sup>1</sup>-pyrogenic silica

(TEM) مدل Carl Ziesse EM 900 در فرآیند پژوهش بکار گرفته شد.

محلول سیلیکات سدیم در غلظت‌های گوناگون و اسید سولفوریک ۲۰ درصد با نسبت حجمی برابر برای انجام آزمایش تهیه شد. با توجه به مطالعات انجام گرفته، غلظت اسید سولفوریک تأثیری مشخص بر اندازه و شکل ذرات سیلیکای تولید شده ندارد [۱۱، ۱۲] و به همین دلیل، در این پژوهش از تغییر غلظت اسید سولفوریک صرف نظر شده و دمای محفظه‌ی واکنش در ۸۰ درجه‌ی سلسیوس تنظیم گردید.

محلول سیلیکات سدیم به وسیله‌ی یک پمپ به محیط واکنش تزریق و همزمان با آن اسید به محفظه اضافه شد. مواد داخل محفظه در مدت ۱۵ دقیقه، به وسیله‌ی همزن مکانیکی با سرعت ۱۰۵۰ rpm هموژن گردیدند. در آزمایش‌های جداگانه‌ای از سرفکتانت‌های گوناگون استفاده شد. دوغاب سفید رنگ بدست آمده از واکنش، با استفاده از سانتریفیوژ و اولتراسوند شستشو داده شد. هنگامی که دوغاب بدست آمده درون ظرف سانتریفیوژ ریخته می‌شود، سفید رنگ و کدر است و ذرات معلق در آن مشاهده می‌شود. محلول تخلیه شده از راکتور به مدت ۱۰ دقیقه و با سرعت ۲۰۰۰ دور بر دقیقه تحت عملیات سانتریفیوژ قرار می‌گیرد. به این ترتیب، رسوب در ته ظرف ته نشین می‌شود و مایع نسبتاً شفاف روی رسوب ته نشین شده باقی می‌ماند. مایع شفاف روی رسوب را خالی کرده و روی آن آب مقطر ریخته. ظرف مورد نظر در دستگاه اولتراسونیک به مدت ۱۰ دقیقه قرار گرفت تا ذرات رسوب کرده دوباره در ظرف پخش شوند. سپس ظرف حاوی محلول بار دیگر در دستگاه سانتریفیوژ قرار داده شد. این عملیات تا ۳ مرتبه با آب مقطر و ۲ مرتبه با اتانول ۹۶ درجه تکرار شد و محلول شستشو داده شده در کوره با ۱۰۵ درجه‌ی سلسیوس به مدت ۴۰ دقیقه خشک گردید. همان گونه که می‌دانیم استفاده از روش‌های مرسوم (استفاده از صافی) برای سیستم‌های نانومتری مناسب نیست زیرا صافی ذرات نانومتری را از خود عبور می‌دهد.

تأثیر غلظت سیلیکات سدیم، افزودن سرفکتانت بر نمونه‌های سیلیکای رسوبی بدست آمده، مورد مطالعه قرار گرفت و شرایط بهینه با استفاده از نتایج آزمایش‌ها تعیین گردید.

## ویژگی‌های فیزیکی شیمیایی سیلیکاهای بدست آمده

بمنظور بررسی دقیق نانو ذرات سیلیکای تولید شده آزمایش‌های فیزیکی و شیمیایی گوناگون (میکروسکوپ الکترونی روبشی و عبوری و هم‌چنین، پرتو الکترونی ایکس) در مورد آن‌ها انجام گرفت و مطالعات ریخت‌شناسی و ریز ساختار بمنظور تعیین اندازه، پراکندگی و شکل ذرات انجام گرفت. اندازه‌ی ذرات تولیدی با تقریب خوبی به وسیله‌ی میکروسکوپ الکترونی روبشی قابل اندازه‌گیری است.

برای بررسی توزیع اندازه‌ی ذرات در هر نمونه، قطر حدود ۵۰ ذره اندازه‌گیری شد. از آن‌جا که ذرات تولید شده ممکن است کاملاً کروی نباشند، برای هر نمونه دو قطر عمود بر هم اندازه‌گیری و میانگین‌گیری شد. ذرات هر نمونه در گروه‌هایی با محدوده و اندازه‌ی ۵nm طبقه بندی و درصد ذرات موجود در هر دسته محاسبه شدند. به این ترتیب نمودار ستونی توزیع اندازه‌ی ذرات قابل رسم است. برای رسم منحنی توزیع اندازه‌ی ذرات، نقطه‌ی وسط هر بازه به عنوان نماینده‌ی آن بازه در نظر گرفته و درصد ذرات موجود در آن دسته به نقطه‌ی وسط بازه نسبت داده شده است.

## نتایج و بحث

مطالعات انجام شده بر نانو سیلیکاهای بدست آمده در سیستم رسوبی برای رسیدن به شرایط بهینه با بهترین ویژگی‌های فیزیکی شیمیایی است. سیلیکا با خنثی سازی سیلیکات سدیم با اسید سولفوریک طی واکنش زیر بدست می‌آید.

آزمایش، افزایش سرعت هسته گذاری بیش تر از افزایش سرعت رشد ذرات می‌باشد و با افزایش غلظت سیلیکات سدیم، کاهش اندازه‌ی ذرات مشاهده می‌شود.

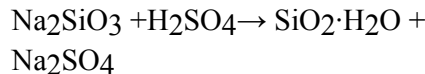
### تأثیر افزودن سرفکتانت

سرفکتانت‌ها یا عوامل فعال کننده‌ی سطحی، از مهم‌ترین پیش ماده‌های مورد استفاده در فرآیند رسوب گذاری می‌باشند. سرفکتانت‌ها با فرمول عمومی  $C_nH_{2n+1}X$ ، مولکول‌هایی هستند که توانایی انحلال در دو فاز آلی و آب را دارند، به گونه‌ای که وقتی در داخل مخلوطی از آب و فاز آلی قرار می‌گیرند، به سطح تماس دو فاز مهاجرت می‌کنند و به صورت تک لایه‌ای در سطح تماس دو فاز قرار می‌گیرند و به این ترتیب کشش سطحی بین دو فاز را کاهش می‌دهند. این مولکول‌ها دارای یک سر آب دوست (قطبی، X) و یک دنباله‌ی آب گریز (زنجیره هیدروکربنی  $C_nH_{2n+1}$ ) می‌باشند. به گونه‌ای که سرآب دوست آن‌ها در فاز آب و دنباله‌ی آب‌گریز در فاز آلی قرار می‌گیرند.

فعل و انفعال یونی بین بارهای منفی و مثبت، زنجیری از سرفکتانت پیرامون نانو سیلیکا تشکیل می‌دهد که از کلوخه شدن ذرات جلوگیری می‌کند [۱۵].

### تأثیر افزودن سدیم دو دسیل سولفات (SDS)

با توجه به مطالعات انجام شده، غلظت ۰/۲ درصد وزنی برای افزودن سرفکتانت به محلول مورد نظر در نظر گرفته شد [۱۴]، [۱۶-۱۸]. شکل ۵ تأثیر افزودن ۰/۲ Wt. درصد سدیم دو دسیل سولفات را در سیلیکات سدیم ۳۷ درصد و اسید سولفوریک ۲۰ درصد بر اندازه‌ی ذرات نشان می‌دهد. مشهود است که افزودن سدیم دو دسیل سولفات تأثیری قابل ملاحظه بر کاهش اندازه‌ی ذرات سیلیکای تولید شده و افزایش پراکندگی ذرات دارد. برای مثال، در سیلیکات سدیم ۳۷ درصد و اسید سولفوریک ۲۰ درصد، با افزایش SDS، اندازه‌ی ذرات از ۲۵ تا ۱۵ نانومتر کاهش می‌یابد.



یکی از ویژگی‌های برجسته‌ی نانو ذرات نسبت سطح به حجم بالای آن‌هاست. این موضوع باعث وجود انرژی سطحی بالا در سیستم می‌شود. طبیعتاً فرایندهای خود به خودی در راستای کاهش انرژی کل سیستم به جریان می‌افتند. این فرایندها شامل آگلومراسیون و به هم پیوستن نانو ذرات می‌باشند به گونه‌ای که در نهایت مساحت سطوح آزاد کاهش یابد. به همین دلیل سیلیکای رسوبی بدست آمده به صورت کلوخه‌ای است.

### تأثیر غلظت سیلیکات سدیم

شکل ۲ تأثیر غلظت سیلیکات سدیم بر اندازه‌ی ذرات سیلیکای رسوبی با اسید سولفوریک ۲۰ درصد را نشان می‌دهد. نتایج مبتنی بر این است که غلظت سیلیکات سدیم تأثیر زیادی بر اندازه‌ی ذرات تولید شده دارد.

نتایج بدست آمده از مقایسه‌ی توزیع میانگین اندازه‌ی ذرات در شکل ۳ آمده است. همان‌گونه که انتظار می‌رفت، با افزایش غلظت سیلیکات سدیم کاهش اندازه‌ی ذرات و هم‌چنین، باریک شدن توزیع اندازه‌ی ذرات را خواهیم داشت. نمودارهای توزیع از راست به چپ مربوط به غلظت‌های ۲۵، ۳۳ و ۳۷ درصد وزنی است. با افزایش غلظت سیلیکات سدیم از ۲۵ درصد وزنی تا ۳۷ درصد وزنی اندازه‌ی ذرات سیلیکا از ۷۰ تا ۲۵ نانومتر کاهش می‌یابد.

تغییر در اندازه‌ی ذرات به تغییر در سرعت هسته گذاری ذرات سیلیکا تولید شده، نسبت داده می‌شود [۱۴]. افزایش غلظت سیلیکات سدیم منجر به افزایش سرعت هسته گذاری ذرات سیلیکا و در نتیجه افزایش ذرات ریز می‌شود. البته، سرعت رشد ذرات سیلیکای موجود نیز به دلیل پیشرفت واکنش در جهت رفت می‌بایست افزایش یابد، ولی به دلیل سرعت هسته گذاری بالا، تعداد زیادی هسته تشکیل می‌شوند که این هسته‌ها در مقایسه با تعداد کمتر هسته تحت شرایط یکسان، شانس کم‌تری برای رشد خواهند داشت. در نتیجه، با توجه به تصاویر در غلظت‌های مورد

### تأثیر افزودن پلی وینیل پیرولیدون (PVP)

تأثیر افزودن ۰/۲ درصد وزنی پلی وینیل پیرولیدون بر اندازه‌ی ذرات سیلیکای رسوب‌گذاری شده در سیلیکات سدیم ۳۷ درصد و اسید سولفوریک ۲۰ درصد در شکل ۶ نشان داده شده است. مشهود است که افزودن ۰/۲ درصد وزنی پلی وینیل پیرولیدون تأثیری مشخص بر کاهش کلوخه‌ای شدن و کاهش اندازه‌ی ذرات سیلیکای رسوب‌گذاری شده ندارد. بنظر می‌رسد که مقدار سرفکتانت افزوده شده بیش‌تر از مقدار بهینه است.

با توجه به تصاویر ۵ و ۶ می‌توان گفت افزودن ۰/۲Wt. درصد SDS به عنوان سرفکتانت در کاهش اندازه‌ی ذرات و هم‌چنین، کاهش کلوخه‌ای شدن موثرتر از افزودن ۰/۲ Wt. درصد PVP است. گفتنی است بدون سرفکتانت، جوانه‌های سیلیکا که در محلول تشکیل می‌شوند، به یکدیگر می‌پیوندند و توده‌های مترکم بوجود می‌آورند که خود باعث رشدهای چندگانه می‌شود، ولی مولکول‌های سرفکتانت با پوشش دادن سطوح جوانه، انرژی سطحی را کاهش می‌دهند. در نتیجه، واحدهای سازنده در حضور سرفکتانت، نانو ذراتی با سطوح پایدار شده با یک پوشش آلی هستند که مانع کلوخه‌ای شدن می‌شوند.

ساز و کارهای گوناگونی هنگام افزودن سرفکتانت به مواد واکنش دهنده فعال می‌شوند که از آن جمله، ایجاد موانع نفوذی در مقابل رشد ذرات و مسدود کردن عوامل رشد سطحی می‌باشند. تفاوت انرژی پیوند سرفکتانت با ماده‌ی واکنش دهنده و ماده‌ی واکنش دهنده با ماده واکنش دهنده نیز عاملی دیگر بر تأثیر سرفکتانت بر ذره‌ی تولید شده می‌باشد. با توجه به این مطلب، عملکرد سرفکتانت‌های گوناگون با یکدیگر متفاوت است. بر اساس نتایج بدست آمده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های تهیه شده، حضور ۰/۲ Wt. درصد سرفکتانت SDS در مقایسه با ۰/۲ Wt. درصد PVP، عملکرد بهتری داشته است [۱۴]. البته، ذکر این نکته لازم است که اثر گذاری سرفکتانت بستگی به مقدار آن نیز دارد و اگر بیش‌تر از مقدار بهینه باشد، می‌تواند باعث کلوخه‌تر شدن ذرات شود و اثر منفی داشته باشد.

### ویژگی‌های سیلیکای تولید شده

سیلیکای تولید شده در شرایط بهینه (سیلیکات سدیم ۳۷ درصد و اسید سولفوریک ۲۰ درصد) مورد آزمایش‌های پرتو الکترونی ایکس و میکروسکوپ الکترونی عبوری قرار گرفت. شکل ۷ آنالیز XRD از سیلیکای تولید شده را نشان می‌دهد. همان‌گونه که انتظار می‌رفت، پیک مشخصی در نمونه مشاهده نمی‌شود [۱۴]، [۲۰، ۲۱]. به این ترتیب، می‌توان گفت که نمونه‌ی تهیه شده حاوی ذرات آمورف بوده است.

تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نمونه‌ی تهیه شده در سیلیکات سدیم ۳۷ درصد و اسید سولفوریک ۲۰ درصد بدون حضور سرفکتانت در شکل ۸ دیده می‌شود. ساختار کروی شکل ذرات و یکنواختی اندازه‌ی آن‌ها قابل مشاهده است. اندازه‌ی ذرات در حدود ۲۵ نانومتر می‌باشد.

### نتیجه‌گیری

نتایج بدست آمده از این پژوهش نشان می‌دهند که امکان تهیه‌ی نانو سیلیکای رسوبی با کنترل شرایط واکنش و با استفاده از مواد اولیه‌ی صنعتی وجود دارد. سیلیکای رسوبی تولید شده می‌تواند در کاربردهای گوناگون از قبیل کاتالیست، جاذب گاز، جاذب یون‌های سنگین فلزی، حمل‌کننده‌ی مواد معدنی، نیمه رسانا و هم‌چنین، به عنوان فیلر در تقویت لاستیک استفاده شود. نتایج بدست آمده از این پژوهش به شرح زیر می‌باشند:

- ۱- با افزایش غلظت سیلیکات سدیم از ۲۵ تا ۳۷ درصد وزنی، اندازه‌ی ذرات سیلیکای رسوبی از ۷۰ نانومتر تا ۲۵ نانومتر کاهش می‌یابد.
- ۲- اندازه‌ی ذرات ۱۵ نانومتر در سیلیکات سدیم ۳۷ درصد، اسید سولفوریک ۲۰ درصد و افزودن ۰/۲ Wt. درصد سدیم دو دسیل سولفات بدست آمد.
- ۳- سیلیکای رسوبی تولید شده‌ی آمورف، کروی شکل با توزیع اندازه‌ی ذرات باریک می‌باشد.

### تشکر و قدر دانی

از همکاری صمیمانه‌ی جناب آقایان رسولی و مهالی که در فراهم آوردن شرایط انجام این پژوهش، زحمات زیادی را متقبل شده اند، سپاسگزاری می‌شود.

### منابع

- 1- B. Wan J.O., C. H. Kim., G. H. Tae., and J.B. Park., Characteristics of cement mortar with nano-SiO<sub>2</sub> particles, , Construction and Building Materials, Vol. 21 ( 2007), 1351-1355 .
- 2- S. Zhou., L. Wu., J. Sun., and W. Shen., The change of the properties of acrylic-based polyurethane via addition of nanosilica. Prog. Org. Coat., Vol. 45(2002), 33-42.
- 3- Kirk-Othmer., Encyclopedia of Chemical Technology. 21(1978), 350-450.
- 4- A. L. Peter., Pigment handbook. Wiley-Interscience, (1988), 200-240.
- 5- T. Jesionowski., Characterization of silicas precipitated from solution of sodium metasilicate and hydrochloric acid in emulsion medium. Polym. Technol., Vol.127 (2002), 56-65.
- 6- G.H. Bogush., M.A. Tracy., and C.F. Zukoski., Preparation of monodisperse silica particles: Control of size and mass fraction, Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 104 (1988) 95–106.
- 7- G.H. Bogush., and C.F. Zukoski., Studies of the Kinetics of Precipitation of Uniform Silica Particles through the Hydrolysis and Condensation of Silicon Alkoxides J. Colloid Interface Sci., Vol.142 (1991)1–18.
- 8- G.H. Bogush., and C.F. Zukoski., Uniform Silica Particle Precipitation: An Aggregative Growth Model, J. Colloid Interface Sci., Vol.142 (1991) 19–34.
- 9- F. J. Arriagada., and K. Osseo-Asare., Synthesis of Nanometer-Sized Silica by Controlled Hydrolysis in Reverse Micellar Systems, The Colloid Chemistry of Silica, (1994) 113–128.
- 10- K.F. Osseo-Asare., Effect of electrolyte additives on sol-precipitated nano silica particles, J. Colloids and Surfaces 50 (1990) 321–339.

۴- افزودن ۲ Wt. درصد سدیم دودسیل سولفات تاثیری بیش‌تر از افزودن ۲ Wt. درصد پلی وینیل پیرولیدون در کاهش اندازه‌ی ذرات سیلیکای رسوبی تولید شده دارد.

- 11- H. Yamauchi., T. Ishikawa., and S. Kondo., Surface characterization of ultramicro spherical particles of silica prepared by w/o microemulsion method, j. Colloids and Surfaces 37 (1987) 71–80.
- 12- H. Giesche., Synthesis of Monodispersed Silica Powders II. Controlled Growth Reaction and Continuous Production Process, European Ceramic Society, Vol.14 (1994) 205-214.
- 13- X. Yan., S. Han., W. Hou., X. Yu., C. Zeng., X. Zhao., and H. Che., Synthesis of highly ordered mesoporous silica using cationic trimeric surfactant as structure-directing agent, Colloids and Surfaces A : Physicochem. Eng. Aspects, Vol. 303 (2007) 219–225.
- 14- M.M. Hessien., M.M. Rashad., R.R. Zaky., E.A. Abdel-Aal., K.A. El-Barawy., Controlling the synthesis conditions for silica nanosphere from semi-burned rice straw, Materials Science and Engineering B, Vol. 162 (2009) 14–21
- 15- X. Ma., N. H. Lee., H. J. Oh., J. W. Kim., C. Rhee., K. S. Park., and S. Kim., Surface modification and characterization of highly dispersed silica Nano particles by a cationic surfactant, Colloids and Surfaces A :Physicochem. Eng. Aspects, Vol. 358, (2010) 172–176.
- 16- T. H. Liou., Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk, Materials Science and Engineering A, Vol. 364 (2004) 313–323
- 17- W. Wang., B. Gu., and L. Liang., Effect of anionic surfactants on synthesis and self-assembly of silica colloidal nano particles, Colloid and Interface Science Vol.313 (2007),169–173.
- 18- J. Zhang., M. Liu., A. Zhang., K. Lin., C. Song., and X. Guo., Facile synthesis of mesoporous silica nanoparticles with controlled morphologie using water–acetone media, Solid State sciences, Vol.12 (2010), 267–273.

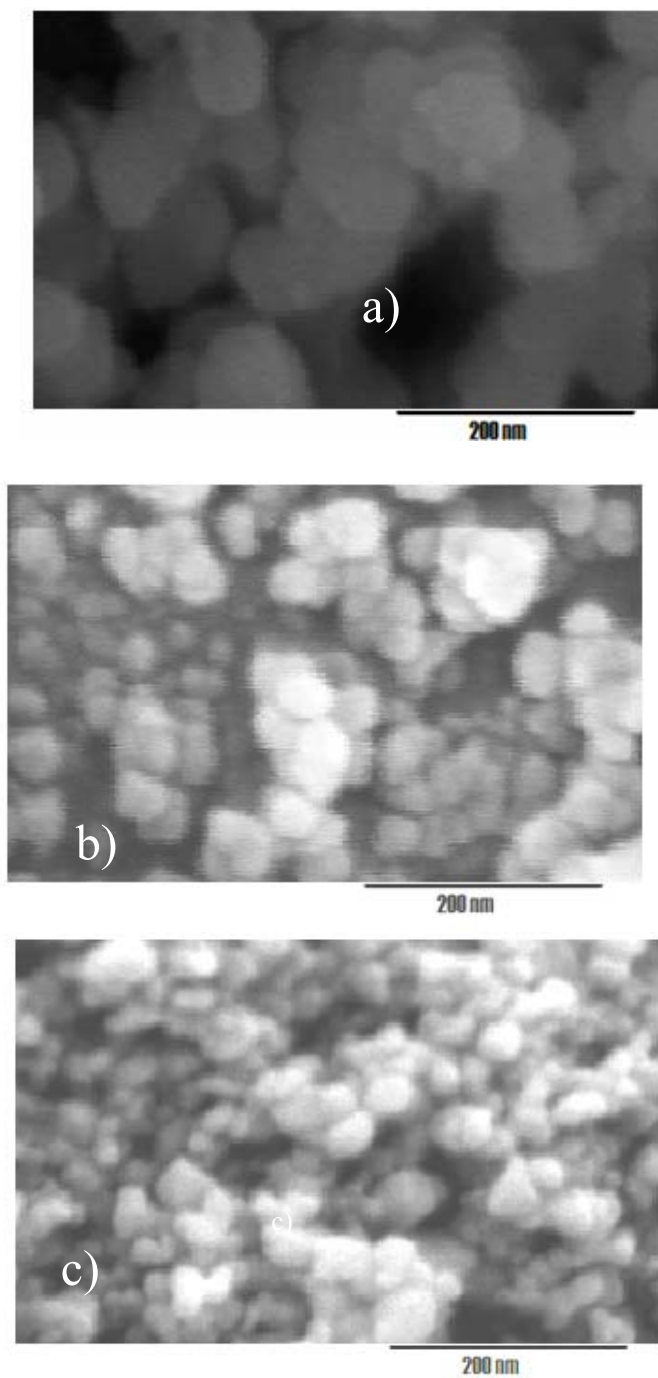
- 19- L. R. Dai., T. W. Wang., L.T. Bu., and G. Chen., Mixed surfactant templating route for mesoporous silica, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol.181 (2001), 151–157.
- 20- U. Kalapathy., A. Proctor., and J. Shultz., A simple method for production of

- pure silica from rice hull ash, *Bioresource Technology*, Vol. 73 (2000) 257-262.
- 21- V.P. Della., I. Kuhn., and D. Hotza., Rice husk ash as an alternate source for active silica production, *Materials Letters*, Vol. 57 (2002) 818–821.

### پیوست‌ها

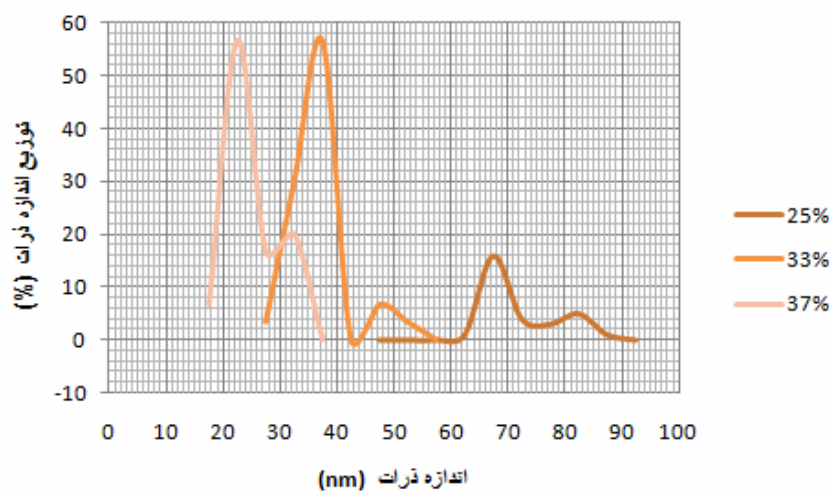


شکل ۱- راکتور دو جداره‌ی تهیه نانو سیلیکا.

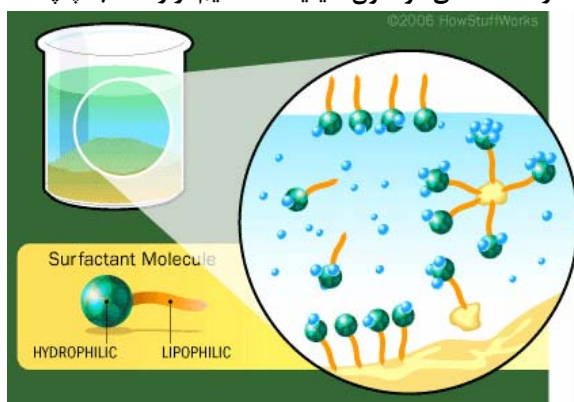


شکل ۲- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانو سیلیکای تهیه شده در اسید سولفوریک ۲۰ درصد و سیلیکات سدیم (a) ۲۵ درصد (b) ۳۳ درصد و (c) ۳۷ درصد

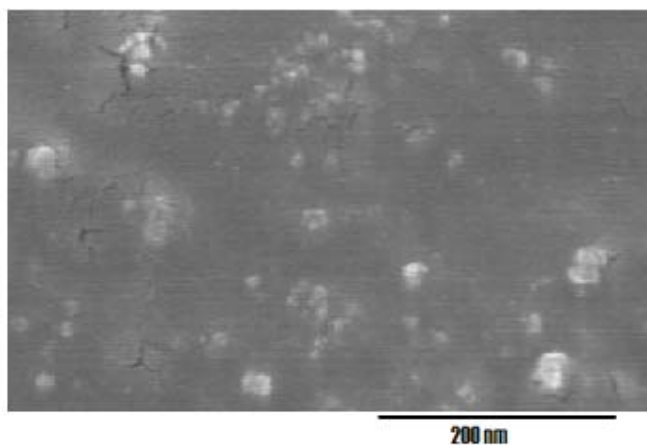




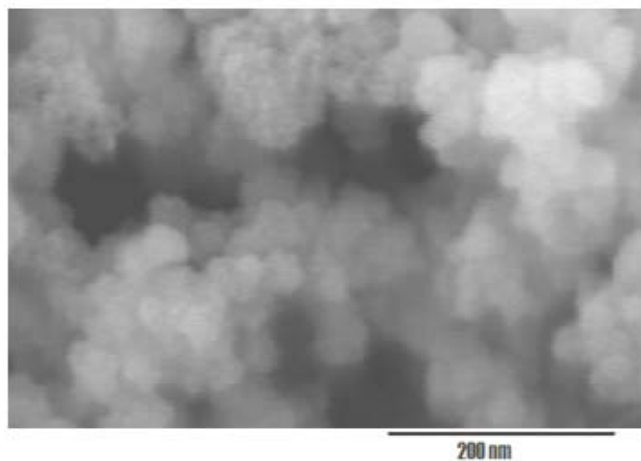
شکل ۳- نمودار توزیع ذرات در غلظت‌های گوناگون سیلیکات سدیم (از راست به چپ ۲۵،۳۳ و ۳۷ درصد وزنی)



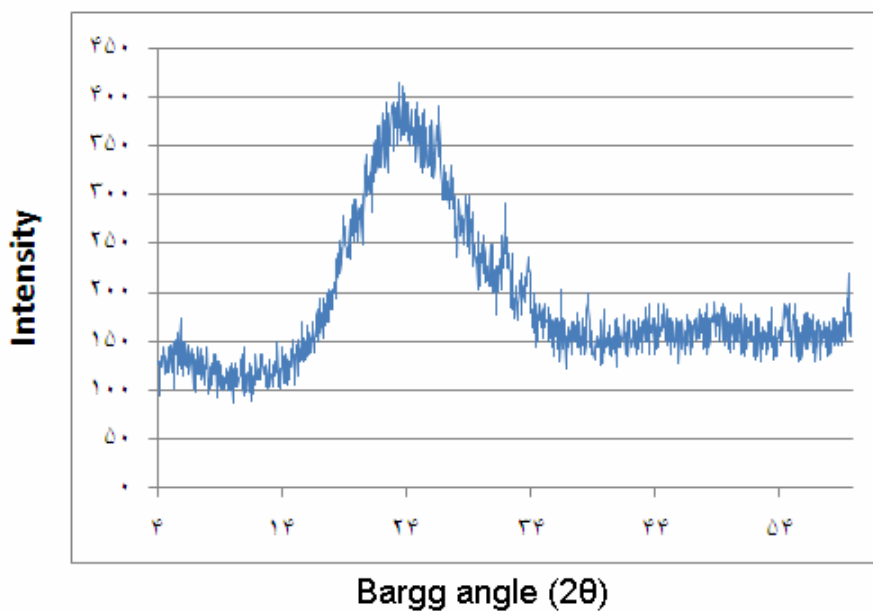
شکل ۴- آرایش مولکول‌های سرفکتانت در محلول [۱۵].



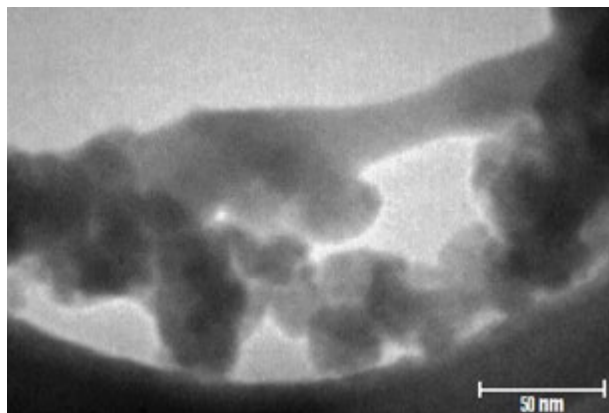
شکل ۵- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سیلیکای رسوبی با افزودن ۰/۲ سدیم دو دسیل سولفات



شکل ۶- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سیلیکای رسوبی با افزودن  $Wt. 0/2$  پلی وینیل پیرولیدون



شکل ۷- تصویر آنالیز XRD از سیلیکای رسوبی در سیلیکات سیدیم درصد ۳۷، اسید سولفوریک درصد ۲۰



شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از سیلیکای رسوبی درسیلیکات سدیم درصد ۳۷ و اسید سولفوریک درصد ۲۰

جدول ۱- سرفکتانت‌های مورد استفاده در تهیه نانو سیلیکا

خواص	فرمول کلی	ترکیب
فرمول مولکولی : $(C_6H_9NO)_n$ نقطه ذوب ( $^{\circ}C$ ) : 110 - 180 دانسیته ( $g/cm^3$ ) : 1.2 جرم مولی ( $g/mol$ ) : 2500		Polyvinylpyrrolidone (PVP)
فرمول مولکولی : $NaC_{12}H_{25}SO_4$ نقطه ذوب ( $^{\circ}C$ ) : 206 دانسیته ( $g/cm^3$ ) : 1.01 جرم مولی ( $g/mol$ ) : 288.38		Sodium dodecyl sulfate