

استخراج نانوذره‌های سیلیکای متخلخل آریخت با سطح ویژه بالا از مواد طبیعی به روش سل-ژل

عرفان آقاشاهی اردستانی^۱، سیدجمال شیخ ذکریائی^{۲*}، مستانه حاجی‌پور شیرازی فرد^{۳*} و بهنام میرشکاری^۳

۱. دانشجوی دکترای گروه مهندسی نفت، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

۲. استادیار گروه علوم زمین، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

۳. استادیار گروه مهندسی نفت، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

دریافت: آذر ۱۴۰۲ بازنگری: اسفند ۱۴۰۲ پذیرش: اسفند ۱۴۰۲

 <https://doi.org/10.30495/JACR1.1404.1044881>

چکیده

افزایش تقاضا برای مصرف برنج، منجر به تولید حجم انبوهی از پوست برنج (RHs) می‌شود که استفاده از آن در صنایع متفاوت می‌تواند مشکل دفع پوست برنج (RHs) به‌عنوان پسماند را برطرف کند. در این پژوهش، نانوذره‌های سیلیکای متخلخل آریخت با سطح ویژه بالا از RHs به روش سل-ژل با بازده بالا استخراج شد. این نانوذره‌ها سطح ویژه، واکنش‌پذیری و فعالیت بالایی نسبت به حال بلوری آن داشتند. برای شناسایی نانوذره‌ها، روش‌های پراش پرتو ایکس (XRD)، طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه (FTIR)، طیف‌سنجی فلورئورسانس پرتو ایکس (XRF)، طیف‌سنجی تفکیک انرژی (EDS)، میکروسکوپی الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)، میکروسکوپی الکترونی عبوری (TEM)، پراکندگی نور دینامیکی (DLS)، BET و BJH به‌کارگرفته شد. نتیجه‌ها نشان داد که نانوذره‌ها آریخت هستند و گروه‌های عاملی هیدروکسیل بر سطح آن‌ها قرار دارند. روش DLS نشان داد که توزیع اندازه نانوذره‌های سنتز شده از ۵ تا ۴۰ نانومتر متغیر و میانگین قطر آن‌ها به‌طور تقریبی ۱۴/۶ نانومتر بود. درصد خلوص و مساحت سطح ویژه (SSA) نانوذره‌ها به‌ترتیب ۹۸/۴۱ درصد و $۸۶۷ \text{ m}^2/\text{g}$ به‌دست آمد.

واژه‌های کلیدی: سل-ژل، نانوسیلیکا، متخلخل، آریخت، مواد طبیعی.

مقدمه

روش‌ها سل-ژل است. به‌طور کلی مزیت روش سل-ژل نسبت به سایر روش‌ها این است که نیازی به تجهیزات پیچیده و گران‌قیمت برای سنتز ندارد. افزون‌برآن، بازده بالایی دارد و به‌کارگیری آن منجر به دستیابی به نانوذراتی آریخت با سطح ویژه بالا^۱ (SSA) و ویژگی‌های یگانه خواهد شد [۱ و ۲]. گام

در استفاده از فناوری نانو در صنعت یک اصل مهم وجود دارد و آن هم بحث اقتصادی‌بودن استفاده از نانوذره‌ها در حجم بالا است. بنابراین، به روش دستیابی به نانوذره که در واقع عاملی مهم در تعیین هزینه‌ها است، باید توجه شود. روش‌های بسیاری برای سنتز نانوذره‌ها وجود دارد. یکی از این

1. Specific surface area (SSA)

کربن اشاره کرد [۶]. لازم به ذکر است که سیلیکای آریخت به دست آمده از مواد طبیعی، سطح ویژه بالا و ویژگی‌های بی‌همتایی دارد که در حالت بلوری آن وجود ندارد. همچنین، دوست‌دار محیط‌زیست است. درحالی‌که برپایه آخرین گزارش‌های آژانس بین‌المللی پژوهش‌های سرطان (IARC) و سازمان بهداشت جهانی (WHO) سیلیکا بلوری متعلق به گروه اول مواد سرطان‌زا برای انسان است که استفاده از آن در صنعت، موجب ورود آن به محیط‌زیست و به دنبال آن افزوده شدن به زنجیره غذایی انسان و ایجاد مشکل‌های اساسی برای جامعه می‌شود [۷]. در این پژوهش، با استفاده از مواد طبیعی و روش کوتاه و پر بازده سل-ژل، نانوذره‌ها با سطح ویژه بالا تولید شدند. استفاده از ماده زائد حاوی سیلیکا RHs موجب ایجاد ارزش افزوده و عدم وابستگی به تأمین مواد اولیه مورد نیاز از سایر کشورها برای تولید نانوسیلیکا در مقیاس صنعتی و به‌کارگیری آن در صنعت می‌شود. شناسایی نانوذره‌ها با روش‌های FTIR، XRD، طیف‌سنجی فلئوئورسانس پرتو ایکس (XRF)، طیف‌سنجی تفکیک انرژی (EDS)، FESEM، TEM، پراکندگی نور دینامیکی (DLS)^(۱)، BET^(۲) و BJH^(۳) انجام شد.

بخش تجربی

در این مطالعه، روش سل-ژل برای سنتز نانوذره‌ها به‌کارگرفته شد. به‌طور کلی مزیت روش سل-ژل نسبت به سایر روش‌ها این است که نیاز به تجهیزات پیچیده و گران‌قیمت ندارد. افزون‌برآن، بازده بالایی دارد و منجر به دستیابی به نانوذره‌های آریخت با سطح ویژه بالا (SSA) و ویژگی‌های بی‌همتا می‌شود [۸].

بعدی انتخاب پیش‌ساز مناسب برای سنتز نانوذره‌ها است که در این مرحله قیمت پیش‌ساز، در دسترس بودن آن و مقدار نانوذراتی که می‌توان از آن استخراج کرد از عامل‌های تعیین‌کننده در انتخاب نوع پیش‌ساز است [۳]. پس از بررسی‌های گسترده با در نظر گرفتن عامل‌های بسیاری مانند ارزان بودن پیش‌ساز، در دسترس بودن و بازدهی بالای آن در تولید نانوذره‌ها، استفاده از پوسته برنج (RHs)^(۱) به عنوان بهترین گزینه انتخاب شد [۴ و ۵]. پس از برداشت خرمن برنج^(۲) از مزارع، نیاز هست تحت عملیات خرمن‌کوبی^(۳) دانه‌های برنج که حاوی غلاف^(۴) یا همان پوسته هستند (شلتوک برنج)^(۵) از ساقه خود جدا شوند. با جدا کردن پوسته^(۶)، برنجی که به دست می‌آید به رنگ قهوه‌ای است که قهوه‌ای بودن آن به دلیل لایه سبوس^(۷) است. برنج قهوه‌ای^(۸) در آخر با عملیات آسیاب^(۹) که سازوکاری متفاوت با آسیاب‌های معمول دارند سفید و روانه بازار می‌شوند. در بسیاری از پژوهش‌ها دیده می‌شود که پوسته برنج (RHs) را همان سبوس برنج در نظر داشته‌اند. در اینجا باید به این نکته اشاره شود که سبوس برنج حاوی مواد مغزی است و به عنوان بخشی از جیره غذایی دام و طیور کاربرد دارد. در حالی‌که غلاف یا پوسته برنج بیشتر از لگنین و سلولز تشکیل شده و فاقد ارزش غذایی محسوسی است. راه‌های متفاوتی برای دفع^(۱۰) RHA با کاربرد تجاری وجود دارد. بخش زیادی (۸۳ تا ۹۰ درصد) از RHA سیلیکا آریخت است که کاربردهای گسترده‌ای دارد. برای مثال، می‌توان به تولید ژل سیلیکا، تراشه سیلیکونی، سنتز کربن فعال و سیلیکا، تولید مواد سبک در صنایع عمرانی، تهیه کاتالیست‌ها و ژئولیت‌ها، مواد برای باتری‌های لیتیومی، گرافن، ذخیره‌سازی انرژی/خازن و جذب

1. Rice husks
2. Wheat
3. Threshing process
4. Husk
5. Pady
6. Hulling process
7. Bran

8. Brown Rice
9. Milling process
10. Rice husk ash
11. Dynamic light scattering (DLS)
12. Brunauer, Emmet, and Teller (BET)
13. Barrett, Joyner, and Halenda (BJH)

استخراج نانوذره‌های سیلیکای متخلخل آریخت با سطح ویژه بالا از مواد ...

تشکیل شده در محیط واکنش به‌طور کامل خارج شود. در شکل ۱ نمایی از هیدروژل سنتز شده از WG نشان داده شده است.



شکل ۱ هیدروژل سنتز شده از WG

فرایند پیرسازی^۳

در این مرحله برای حفظ تخلخل در فرایند خشک کردن، آب موجود در حفره‌های ژل با اتانول جایگزین و برای ایجاد استحکام در ساختار ژل از سیلیکون آلکوکسید و تتراتیل اورتوسیلیکات ($TEOS^4$) استفاده شد. بنابراین، سیلیکاژل به مدت ۴۸ ساعت در بستری حاوی اتانول و TEOS قرار داده شد تا فرایند بسپارش تکمیل و سیال موجود در حفره‌ها جایگزین شود.

خشک کردن/انجمادی^۵

برای دستیابی به پودر سیلیکای آریخت با قراردادن ژل مرحله پیش به مدت ۴۸ ساعت درون دستگاه یخن و سپس، خشک کردن آن با دستگاه خشک کن انجمادی مدل-Fdcf (12006 Operon Co., Ltd, Korea) پودر نانوذره‌های سیلیکا به دست آمد (شکل ۲) [۹].

تستشو RHs

ابتدا RHs بر روی الک شماره ۳۰ (۵۹۵ میکرومتر) ریخته شد تا ساقه‌های بلند و مواد زائد همراه آن جدا شود. سپس، با آب شسته شد تا آلودگی و گرد خاک آن حذف شود. در ادامه مواد شسته شده به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۱۲۰ درجه سلسیوس درون دستگاه خشک کن^۱ قرار داده شد تا به‌طور کامل خشک و آب بین رشته‌ای آن خارج شود. برای کاهش حجم با آسیاب خرد و درون خشکانه قرار داده شد.

فرایند کلسینه کردن

کلسینه کردن RHs خرد شده با ریختن درون بوته‌های چینی و قراردادن آن در کوره الکتریکی با نرخ دمایی ۱۰ درجه در هر دقیقه به مدت ۳ ساعت در دمای ۷۰۰ درجه سلسیوس انجام شد تا مواد آلی آن حذف و سیلیکای معدنی استخراج شود.

سنتز آب شیشه^۲

در ادامه با سامانه سوکسله، پودر کلسینه شده به دست آمده در مرحله پیشین با محلول سدیم هیدروکسید ۱ نرمال واکنش داده شد تا سدیم سیلیکات (Na_2SiO_3) یا همان آب شیشه (WG) تشکیل شود. سپس، با کاغذ صافی واتمن، قیف بوخنر و پمپ خلأ، محتویات سوکسله صاف شد تا ناخالص‌های موجود حذف شود.

سنتز ژل سیلیکا

با افزودن هیدروکلریدریک اسید ۲ نرمال به محلول سدیم سیلیکات (WG) تهیه شده، فرایند بسپارش سیلیکا رخ داد که این موضوع منجر به تشکیل ژل سیلیکا شد. به دلیل وجود آب به عنوان حلال در بستر این نوع ژل‌ها به آن‌ها هیدروژل نیز گفته می‌شود و به بسترهایی که حلال آن‌ها در زمان تشکیل ژل از خانواده الک‌ها باشند، الکوژل گفته می‌شود. ژل سیلیکا تشکیل شده با آب مقطر چندین مرتبه شسته شدند تا نمک‌های

1. Oven

2. Aging process

3. Tetraethyl orthosilicate

4. Freeze drying

ISO15901-3(2007). دستگاه TriStar II Plus ساخت ایالات متحده آمریکا به کار گرفته شد. برای تعیین گروه‌های عاملی موجود در نانوذره‌های سنتز شده، طیف‌سنج فروسرخ تبدیل فوریه (FTIR) با طیف‌سنج مدل Bomem MB-Series FTIR Spectrometer به کار گرفته شد.

نتیجه‌ها و بحث

الگوی XRD نانوذره‌ای سنتز شده

الگوی پراش پرتو ایکس نانوذره‌های سنتز شده در شکل ۳ آورده شده است. قله‌های بلند که موید ایجاد ساختار بلوری باشد در این الگو قابل مشاهده نیست و فقط یک قله پهن در گستره ۱۵ تا ۳۰ درجه در این الگو مشاهده می‌شود که به تپه آریختی مشهور و نشان‌دهنده سیلیکا است [۱۲]. عدم نمایش قله‌های دیگر در گستره نشانگر فاز سیلیکا در این الگو، خلوص بالای نمونه سنتز شده را بدون ایجاد فاز ناخواسته در طول فرایند سنتز تایید می‌کند [۱۳ و ۱۴].

طیف FTIR نانوذره‌های سنتز شده

طیف FTIR نانوذره‌های سنتز شده در شکل ۴ نشان داده شده است. نوار پدیدار شده در عدد موج 3400 cm^{-1} نشان‌دهنده ارتعاش‌های کششی مربوط به گروه‌های سیلانول ($\equiv\text{Si-OH}$) و هیدروکسیل (O-H) در سیلیکا و مولکول‌های آب جذب شده در سطح آن است. غلظت این پیوندهای سیالون‌ها ($\equiv\text{Si-OH}$) میزان فعالیت سطحی نانوذره‌های سنتز شده را تعیین می‌کند. این فعالیت به توانایی ذره‌های نانوسیلیکا برای شرکت در واکنش‌های شیمیایی متفاوت با مواد دیگر و درجه ماهیت آب‌گریز سطح مربوط می‌شود [۱۵]. نوار جذب ضعیف در حدود 1600 cm^{-1} نشان‌دهنده ارتعاش‌های خمشی مربوط به پیوندهای هیدروژنی با گروه‌های هیدروکسیل (H-OH) مولکول‌های آب جذب شده است. افزون بر این، نوارهای جذب در $1105/67$ ، $803/09$ و $669/07 \text{ cm}^{-1}$ به ترتیب مربوط به ارتعاش کششی نامتقارن، ارتعاش کششی متقارن و ارتعاش



الف ب ج
شکل ۲ طرح‌واره کلی از مراحل سنتز: RHs خرد شده (الف)، کلسینه شده (ب) و نانوذره‌های SiO_2 آریخت (ج)

مشخصه‌یابی نانوذره‌های سنتز شده

پراش پرتو ایکس (XRD) برای تعیین فاز بلوری نانوذره‌های سنتز شده، برپایه استاندارد مرجع EN 13925-1 2008 و با پراش‌سنج مدل X'Pert PRO-MPDPANalytical ساخت هلند و منبعی از جنس Cu با ولتاژ 40 kV و شدت جریان 30 mA ثبت شد. میکروسکوپ FESEM مدل MIRA3-TESCAN-XMU مجهز به سامانه EDS برای بررسی ریخت و تجزیه عنصری نمونه سنتز شده به کار گرفته شد [۱۰ و ۱۱]. به دلیل نارسا بودن نانوذره‌های SiO_2 ، پودر نمونه با طلا پوشش داده شد تا رسانایی جریان الکتریکی باشد. همچنین، برای بررسی بیشتر ریخت نانوذره‌های سنتز شده، میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مدل Zeiss LEO-906 ساخت آلمان در 80 keV به کار گرفته شد. نظر به اینکه سیلیکا به‌طور ذاتی ویژگی چسبندگی دارد، برای جداسازی نانوذره‌های سنتز شده، نانوذرها با دستگاه فراصوت پراکنده شدند تا جداسازی نانوذرها از یکدیگر صورت گیرد. برای تعیین اندازه نانوذره‌های سنتز شده، دستگاه پراکندگی نور دینامیکی (DLS) مدل Qudix, Scatterscope I، ساخت کشور کره به کار گرفته شد. برای شناسایی نوع و مقدار عناصر موجود در نانوذره‌های سنتز شده با روش XRF، دستگاه مدل ARL 8410 و استاندارد مرجع ASTM E 1621-21 به کار گرفته شد. تعیین سطح ویژه (SSA)، حجم تخلخل، میانگین قطر منافذ، با روش BET و محاسبه توزیع اندازه منافذ، با روش BJH انجام شد. برای اندازه‌گیری عامل‌های ذکر شده برپایه استاندارد مرجع BS ISO 15901-2(2007)/ BS

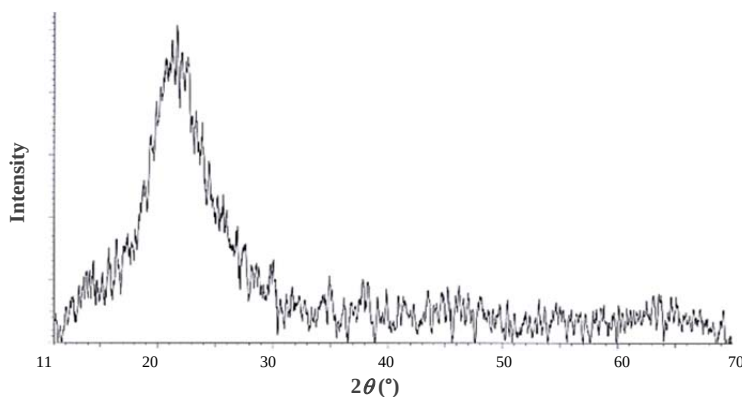
استخراج نانوذره‌های سیلیکای متخلخل آریخت با سطح ویژه بالا از مواد ...

نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود اندازه ذره‌ها در گستره نانو هستند. همچنین، شبکه معروف به گردنبند مرواریدی ذره‌های ثانویه‌ای که در مواد متوسط‌حفره وجود دارد [۱۷]، از ذره‌های اولیه سیلیکا که به‌صورت فشرده در کنار یکدیگر قرار گرفته‌اند، تشکیل شده و در تصویر TEM قابل مشاهده است.

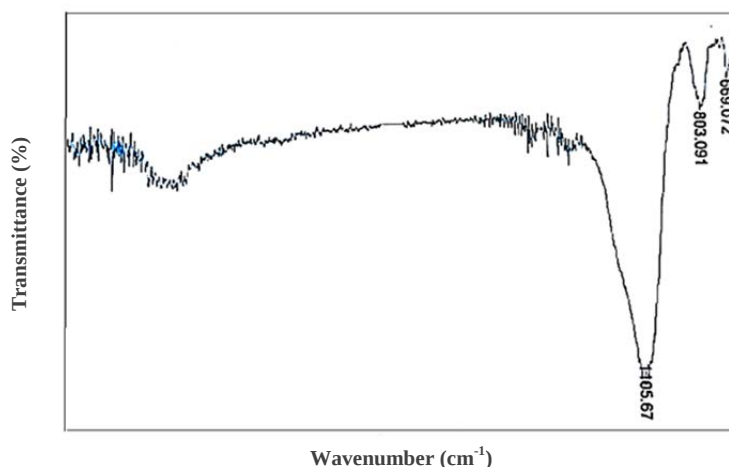
خمشی مربوط به پیوندهای سیلوکسان ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) در ساختار چهاروجهی اکسیژن-سیلیکون است [۱۶].

تصویرهای FESEM و TEM نانوذره‌های سنتز شده

تصویر FESEM به‌دست‌آمده از سطح پودر نانوذره‌های سنتز شده در شکل ۵ آورده شده است. تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نانوذره‌های سنتز شده در شکل ۶



شکل ۳ الگوی پراش پرتو ایکس نانوذره‌های سنتز شده



شکل ۴ طیف FTIR نانوذره‌های سنتز شده

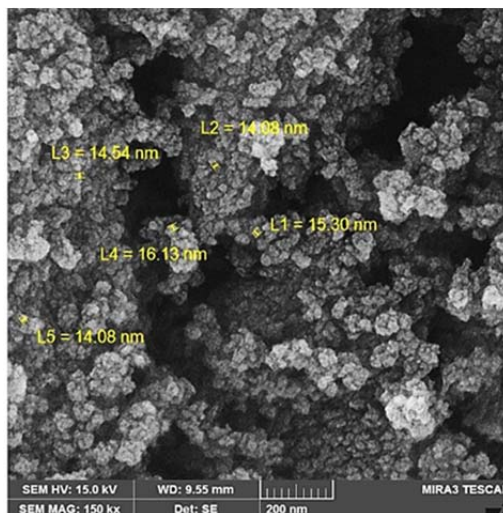
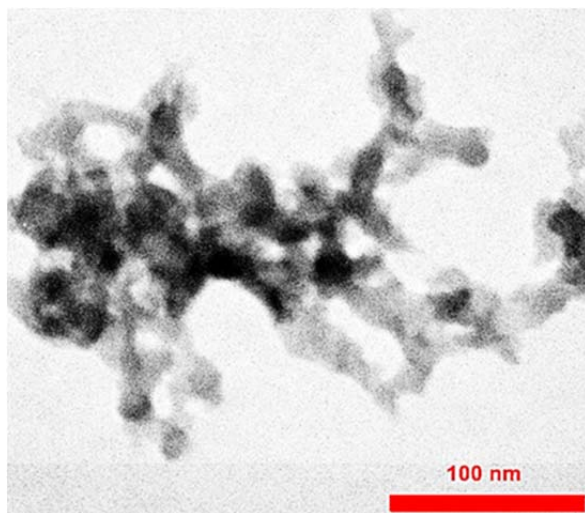
نانوذره‌های سنتز شده با روش XRF در جدول ۱ گزارش شده است. نتیجه‌ها نشان داد که نوع ترکیب شیمیایی سنتز شده

طیف EDS نمونه پودری سنتز شده در شکل ۷ نشان داده شده است. قله‌های مربوط به دو عنصر اکسیژن و سیلیکا، به‌خوبی قابل مشاهده است. همچنین، نتیجه تجزیه عنصری

سیلیکون دی اکسید (SiO_2) و درصد خلوص آن ۹۸/۴۱ درصد بود.

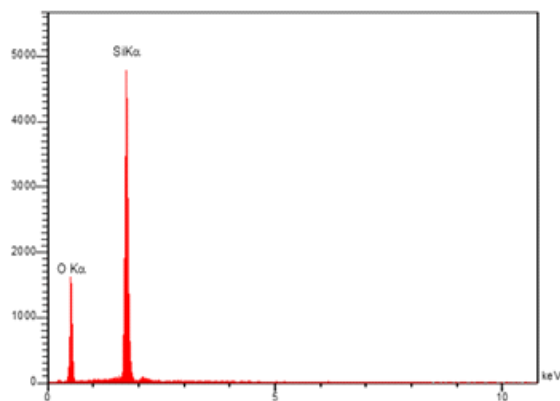
تجزیه DLS^1

نتیجه به دست آمده از تجزیه DLS بیانگر این نکته بود که اندازه نانوذره‌های سنتز شده از ۵ تا ۴۰ نانومتر متغیر و میانگین قطر آن‌ها به طور تقریبی ۱۴/۶ نانومتر بود (شکل ۸).



شکل ۶ تصویر TEM از سیال فراصوت شده حاوی نانوذره‌های متخلخل SiO_2

شکل ۵ نمایی نزدیک از نانوذره‌های SiO_2 سنتز شده

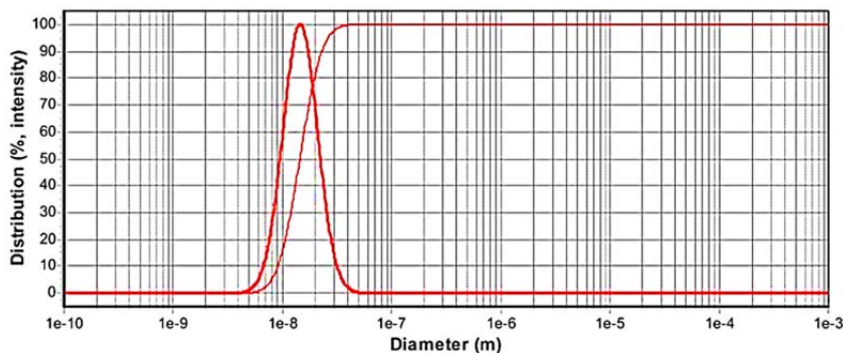


شکل ۷ طیف EDS نانوذره‌های SiO_2 سنتز شده

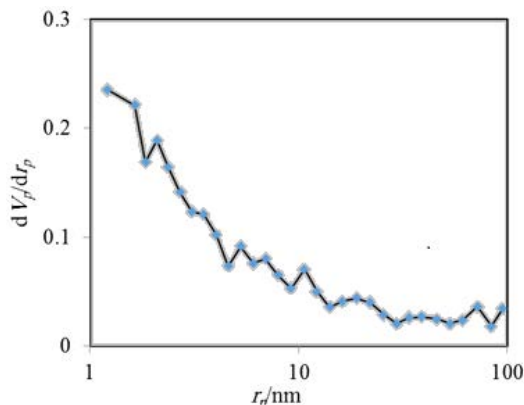
جدول ۱ درصد وزنی ترکیب‌های موجود در نانوذره‌های سنتز شده به دست آمده با روش XRF

SiO_2	P_2O_5	SO_3	Fe_2O_3	MgO	K_2O	CaO	Na_2O	Al_2O_3	ترکیب
۹۸/۴۱	۰/۲۹	۰/۶۳	۰/۰۷	۰/۰۱	۰/۱۳	۰/۰۵	۰/۳۷	۰/۰۴	درصد وزنی

استخراج نانوذره‌های سیلیکای متخلخل آریخت با سطح ویژه بالا از مواد ...



شکل ۸ نمودار DLS نانوذره‌های سنتز شده



شکل ۹ نتیجه تجزیه BJH بر نانوذره‌های سنتز شده

نتیجه‌گیری

در این پژوهش، نانوذره‌های سیلیکای متخلخل از مواد زائد کشاورزی (RHs) با روش سل-ژل سنتز شد. نانوذره‌های آریخت سنتز شده، متوسط حفره با خلوص و سطح ویژه مناسب بودند. به‌طور کلی، نتیجه‌های به‌دست‌آمده را می‌توان به‌صورت زیر خلاصه کرد:

۱. از RHs می‌توان به‌عنوان منبعی مناسب و اقتصادی برای تولید نانوذره‌های SiO_2 استفاده کرد.
۲. روش سل-ژل برای تولید نانوذره‌ها از RHs روشی کارآمد و مناسب است.

ویژگی‌های فیزیکی نانوذره‌های سنتز شده

سطح ویژه (SSA)، حجم تخلخل و میانگین قطر حفره‌ها نانوذره‌های سنتز شده در جدول ۲ ارائه شده است. این جدول، نتیجه‌های به‌دست‌آمده از تجزیه و تحلیل BET را نشان می‌دهد. وجود حفره‌های نانومتری با میانگین قطر ۱۶٫۷ نانومتر بیانگر مواد متخلخل است که نشان می‌دهد نانوذره‌های سنتز شده در گروه مواد متوسط حفره جای دارند. الگوی توزیع اندازه حفره‌ها در نمونه سنتز شده با توجه به نتیجه‌های به‌دست‌آمده از BJH در شکل ۹ ارائه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، حفره‌های در گستره کمتر از ۲ نانومتر بیشترین فراوانی را دارند و با افزایش قطر آن‌ها، فراوانی آن‌ها کاهش می‌یابد. این اندازه حفره می‌تواند متعلق به کانال‌های بین ذره‌های اولیه باشد. حفره‌های با ابعاد ۲ تا ۵۰ نانومتر فضای بین ذره‌ها هستند که در گستره متوسط حفره‌ها گروه‌بندی می‌شوند. مساحت سطح نانوذره‌های سنتز شده با توجه به تجزیه و تحلیل BET برابر با $۸۶۷ \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ به‌دست آمد (جدول ۲).

جدول ۲ نتیجه‌های آزمون BET بر نانوذره‌های سنتز شده

گستره حد BET $(p/p_0) = ۰/۲۷۶$	۹ نقطه‌ای
مساحت سطح	$۸۶۷ \text{ m}^2\text{g}^{-1}$
حجم کل حفره‌ها $(p/p_0) = ۰/۹۹۰$	$۳/۴۲۳ \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$
میانگین قطر حفره‌ها	۱۶٫۷۰ nm

نشریه پژوهش‌های کاربردی در شیمی (JARC)

سال نوزدهم، شماره ۱، پیاپی ۷۳، بهار ۱۴۰۴

۵. نتیجه به دست آمده از XRF نشان داد که نوع ترکیب شیمیایی سنتز شده سیلیکون دی اکسید و درصد خلوص آن ۹۸/۴۱ بود.
 ۶. با به کارگیری روش BET، مساحت سطح نانوذره های سنتز شده، برابر با $۸۶۷ \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ به دست آمد.

۳. طیف FTIR بیانگر قرارگیری گروه عاملی OH بر روی سطح نانوذره های سنتز شده بود.
 ۴. الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) نانوذره های سنتز شده، بیانگر آریخت بودن سیلیکا سنتز شده بود.

مراجع

- [1] Zarei V, Emamzadeh A, Nasiri A. Synthesis of amorphous silica nanoparticles from natural materials applied in drilling fluid for stabilizing shale layers. *J Pet Res*. 2018;27(96–6):18–31. doi: 10.22078/pr.2017.2683.2232
- [2] Stöber W, Fink A, Bohn E. Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range. *J Colloid Interface Sci*. 1968;26(1):62–69. doi: org/10.1016/0021-9797(68)90272-5
- [3] Dias LS, Alves AK. Silica nanoparticles: Morphology and applications. In: Alves AK, editor. *Technological Applications of Nanomaterials*. Germany: Springer; 2022. p. 89–106.
- [4] Zarei V, Nasiri A. Stabilizing Asmari Formation interlayer shales using water-based mud containing biogenic silica oxide nanoparticles synthesized. *J Nat Gas Sci Eng*. 2021;91:103928. doi:10.1016/j.jngse.2021.103928
- [5] Zarei V, Mirzaasadi M, Davarpanah A, Nasiri A, Valizadeh M, Hosseini MJS. Environmental method for synthesizing amorphous silica oxide nanoparticles from a natural material. *Processes*. 2021;9(2):334. doi: 10.3390/pr9020334
- [6] Pode R. Potential applications of rice husk ash waste from rice husk biomass power plant. *Renew Sustain Energy Rev*. 2016;53:1468–85. doi: org/10.1016/j.rser.2015.09.051
- [7] Leem JH, Lee J, Kim HC, Hwang SS, Lee BE, Park H, et al. Necessity for a national carcinogen list in Korea, based on international harmonization. *Environ Health Toxicol*. 2013;28. doi: 10.1016/j.egy.2021.08.130
- [8] Zarei V, Yavari H, Nasiri A, Mirzaasadi M, Davarpanah A. Implementation of amorphous mesoporous silica nanoparticles to formulate a novel water-based drilling fluid. *Arab J Chem*. 2023;16(8):104818. doi: org/10.1016/j.arabjc.2023.104818
- [9] Pan Y, Zhang H, Zhao Y, Wang H, Shi X, Yang Y, et al. Low thermal-conductivity and high thermal stable silica aerogel based on MTMS/Water-glass co-precursor prepared by freeze drying. *Mater Des*. 2017;113:246–53. doi: 10.1016/j.matdes.2016.09.083
- [10] Mousavipour N, Babaei S, Moghimipour E, Moosavi-Nasab M, Ceylan Z. A novel perspective with characterized nanoliposomes: Limitation of lipid oxidation in fish oil. *LWT*. 2021;152:112387. doi: org/10.1016/j.lwt.2021.112387
- [11] Feng Y, Zarei V, Mousavipour N. Provision and assessment properties of nanoliposomes containing macroalgae extracts of *Sargassum boveanum* and *Padina pavonica*. *LWT-Food Sci Technol*. 2023;175:114194. doi: org/10.1016/j.lwt.2022.114194
- [12] Liu K, Feng Q, Yang Y, Zhang G, Ou L, Lu Y. Preparation and characterization of amorphous silica nanowires from natural chrysotile. *J Non Cryst Solids*. 2007;353(16–17):1534–9. doi: org/10.1016/j.jnoncrysol.2007.01.033
- [13] Tadjarodi A, Haghverdi M, Mohammadi V. Preparation and characterization of nanoporous silica aerogel from rice husk ash by drying at atmospheric pressure. *Mater Res Bull*. 2012;47(9):2584–9. doi: org/10.1016/j.materresbull.2012.04.143
- [14] Thuadaij N, Nuntiya A. Preparation of nanosilica powder from rice husk ash by precipitation method. *Chiang Mai J Sci*. 2008;35(1):206–11.
- [15] Wang L-J, Zhao S-Y, Yang M. Structural characteristics and thermal conductivity of

ambient pressure dried silica aerogels with one-step solvent exchange/surface modification. Mater Chem Phys. 2009;113(1):485–90. **doi:**

org/10.1016/j.matchemphys.2008.07.124

- [16] Rahman IA, Vejayakumaran P, Sipaut CS, Ismail J, Bakar MA, Adnan R, et al. An optimized sol–gel synthesis of stable primary equivalent silica particles. Colloids Surfaces A

Physicochem Eng Asp. 2007;294(1–3):102–10. **doi: 10.1016/j.colsurfa.2006.08.001**

- [17] Zhang G, Dass A, Rawashdeh A-MM, Thomas J, Counsil JA, Sotiriou-Leventis C, et al. Isocyanate-crosslinked silica aerogel monoliths: preparation and characterization. J Non Cryst Solids. 2004;350:152–64. **doi: org/10.1016/j.jnoncrysol.2004.06.041**

Extraction of amorphous silica mesoporous nanoparticles with high surface area from agricultural wastes by sol-gel method

E. Aghashahi Ardestani¹, S.J. Sheikh Zakariaee^{2,*}, M. Hajipour Shirazi Fard^{3,*}, B. Mirshekari³

1. PhD Candidate in Department of Petroleum Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University (IAU), Tehran, Iran.
2. Assistant Prof. of Department of Earth Sciences, Science and Research Branch, Islamic Azad University (IAU), Tehran, Iran.
3. Assistant Prof. of Department of Petroleum Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University (IAU), Tehran, Iran.

Abstract: In recent decades, the demand for rice has increased. Therefore, a large amount of rice husks (RHs) is produced. Using RHs in industry can solve the problem of their disposal as waste and prevent environmental pollution. In this research, by using the sol-gel method, amorphous silica nanoparticles obtained from RHs with high efficiency. The synthesized nanoparticles had a higher specific surface area, reactivity, and activity than their conventional crystalline state. An array of analytical techniques was employed to assess the nanoparticles thoroughly, including X-ray diffraction (XRD), Fourier transform of infrared spectroscopy (FTIR), X-ray fluorescence (XRF), field emission scanning electron microscopy (FESEM), energy-dispersive spectroscopy (EDS), transmission electron microscopy (TEM), dynamic light scattering (DLS), BJH, and BET analyses. The results showed that nanoparticles had an amorphous phase and hydroxyl functional groups were placed on their surface. According to DLS analysis, the size distribution of synthesized nanoparticles varied from 5 to 40 nm, and their average size was approximately 14.6 nm. In addition, the results indicated that the purity and specific surface area (SSA) of the nanoparticles were 98.41% and 867 m²/g, respectively.

Keywords: Sol-gel, nanosilica, porous, amorphous, natural materials.

* Corresponding author Email:
sheikhzakariaee@srbiau.ac.ir &
m.hajipour@srbiau.ac.ir