جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة الموصل / كلية العلوم
قسم علوم الارض

تحضير الهالوسايت النانوي من معدن الكاؤولينايت العراقي واهميته في التطبيق الصناعي

عمر الياس خضر العدواني

اطروحة دكتوراه فلسفة

علوم الارض / جيوكيمياء

بإشراف

الأستاذ المساعد الدكتور
عاهد يونس الملاح

الأستاذ المساعد الدكتور
عادل قادر حسين

١٤٤٥ هـ

٢٠٢٣ م

الخلاصة

خضع معدن الكاؤولينايت لاطيان الكاؤولين من منطقة دويخلة / الصحراء الغربية العراقية الى عملية اقحام (Intercalation) مع خلات البوتاسيوم (Potassium Acetate) ومن ثم غسل لاحق ومتكرر بالماء صاحبها زيادة في المساحة السطحية والسعة التبادلية الكتايونية للمنتوج النهائي المتمثل بالهالوسايت النانوي. تم تحقيق أكثر من % ٧٠ من الاقحام تم قياسه بتقنية الاشعة السينية الحائدة (XRD) من خلال الانخفاض في شدة الانعكاس A° 7.2 وظهور الانعكاس عند A° 14 بعد يومين من عملية الاقحام.

أظهرت صور المجهر الالكتروني النافذ (TEM) لنموذج الكاؤولينايت المعالج بعد 35 دورة من عملية الاقحام والغسل المتكرر الى حصول التفاف في صفائح معدن الكاؤولينايت على طول الاتجاهات البلورية الرئيسة وتحوله الى الشكل الانبوبي النانوي لمعدن الهالوسايت .

استخدم الهالوسايت النانوي الانبوبي المحضر فضلاً عن اطيان الكاؤولين العراقية كمادة مالئة (Filler) في صناعة مطاط الستايرين – بيوتاداين(SBR) Styrene–butadiene rubber بهدف تحسين خواصه من ناحية الاستطالة (Elongation) وقوة الشد (Tensile Strength) والاستقرار الحراري (Thermal stability) وقد تراوحت نسبة الهالوسايت والكاؤولينايت المضاف الى مكونات المطاط بين (20–100 phr) جزء لكل ١٠٠ جزء من المطاط. اظهر الاختبار الفيزيو–ميكانيكي (Physio–mechanical Test) للمطاط المحضر ان الهالوسايت النانوي كان اكثر فعالية من اطيان الكاؤولين العراقية عند استخدامه كمادة مالئة، فقد احدث الهالوسايت النانوي زيادة في خواص مقاومة الشد والاستطالة بمقدار ٩١% و ٨٩% على التوالي مقارنة مع الكاؤولينايت ٨٧% و % ٨٣ على التوالي. وقد أظهرت نتائج فحص المجهر الالكتروني الماسح SEM ان الهالوسايت النانوي أظهر توزيعاً

منتظماً مع مطاط الستايرين – بيوتاداين (SBR) في حين أظهر الكاؤوليناية وجود تكتلات وانتشار غير منتظم وغير متجانس وهذا يدل على ضعف التداخل البيني ما بين الكاؤوليناية و مطاط الستايرين – بيوتاداين (SBR). كما أظهر التحليل الحراري الوزني TGA لعجينة المطاط المحشوة بالهالوسايت النانوي (40 phr) استقراراً حرارياً عاليا مقارنة مع عجينة المطاط المحشوة بالكاؤوليناية (40 phr) .

Abstract

The kaolinite mineral of Kaolin clays from Dwaikhlah area / at the Iraqi Western Desert underwent intercalation process with the potassium acetate (KAc) and subsequent washing with water several times, resulting in an increase in the surface area and the cationic exchange capacity of the final product, represented by the nano-halloysite. More than 70% of the intercalation process was accomplished and measured using X-ray diffraction (XRD) technique, as evidenced by a decrease in the peak intensity to 7.2 Aº and the diffraction appearing at a peak intensity of 14 Aº after two days the intercalation.

Transmission electron microscopy (TEM) images of the kaolinite sample treated after 35 cycles of repeated intercalation and washing demonstrated that the kaolinite sheets were wrapped along the main crystal directions and transformed into halloysite minerals nano-tubular shape. Both the prepared nanotube halloysite and the Iraqi kaolinites were used as a filling materials in the Styrene–butadiene rubber (SBR) industry to improve rubber elongation property, tensile strength and the thermal stability. The proportion of the halloysites and kaolinites added to the prepared rubber ranged from 20 to 100phr. The physio-mechanical test of the rubber showed that the nano-halloysite was a more effective filler than Iraqi kaolinite clay when used alone. It was found that the nano-halloysite caused an increase in tensile strength and elongation properties of 89% and 91% respectirely,

when compared to kaolinite, which has values of 83% and 87%. The scanning electron microscope (SEM) results of nano-halloysite showed a regular distribution with the SBR, Where as the kaolinite showed agglomerations and an irregular and non-uniform distribution. This indicates a weakness in the interfacial interaction between the kaolinites and SBR. Moreover, the thermo-gravimetric analysis (TGA) of an SBR sample filled with nano- halloysite (40 Phr) revealed greater thermal stability than SBR sample filled with kaolinite (40 Phr) .

Mosul University
College of Science

Preparation of Halloysite Nanotubes from Iraqi Kaolinite and their Significance in Industrial Application

Omar Elias Khudhur Al-Adwane

Ph.D Thesis

Geology / geochemistry

Supervised By

Assist. Prof.
Dr. Aahed Younis Al-Mallah

Assist. Prof.
Dr. Adil Kadir Hussien

1445 A.H. **202٣ A.D.**