

CARACTERIZACIÓN E INCORPORACIÓN DE NANOPARTÍCULAS INDUSTRIALES DE SiO₂ EN CEMENTO PORTLAND TIPO 1

Ana María Osorio Anaya^a, Francisco Dueñas Morales^a, Pablo Aquino Granados^a,
Sheyla Chero Osorio^a, Rosalina Condemarin Vargas^b

RESUMEN

A través del presente estudio se evaluó el tamaño de nanopartículas industriales de dióxido de silicio (NPs-SiO₂) y su influencia en propiedades mecánicas de resistencia a la compresión en muestras de cemento Portland tipo 1 tras su incorporación en un 4 % en peso para la formación de morteros, según la norma ASTM C 109. A través de la caracterización realizada por DR-X se observa que las NPs-SiO₂ presentan un tamaño aproximado de 12,1nm ± 0,3nm y son amorfas. Para las mediciones por TEM se determinó que presentan tamaños entre 10 a 20 nm, en tanto que el tamaño hidrodinámico medido por DLS fue de 11,6nm ± 0,7nm. En cuanto a la adición del 4 % w de NPs-SiO₂ en muestras de cemento Portland tipo 1, se obtuvo incrementos de resistencias a la compresión en promedio de 20,82 kgf/cm² al término de 28 días, en comparación con cementos del mismo tipo sin adición de nanopartículas de sílice.

Palabras clave: nanopartículas de dióxido de silicio, nanocemento, resistencia a la compresión, caracterización de nanopartículas de sílice.

CHARACTERIZATION AND INCORPORATION OF INDUSTRIAL SiO₂ NANOPARTICLES IN TYPE 1 PORTLAND CEMENT

ABSTRACT

In this research, it was evaluated the size of industrial silicon dioxide nanoparticles (NPs-SiO₂), and their influence on mechanical properties such as compression resistance in samples of type 1 Portland cement after their incorporation (4% by weight) in the formation of mortars, according to ASTM C 109. Through the characterization performed by DR-X technique, it was observed that NPs-SiO₂ showed an approximate size of 12,1nm ± 0,3nm besides their amorphous nature. Using TEM analysis, measured sizes were between 10 to 20 nm, whereas the hydrodynamic size measured by DLS technique was 11,6nm ± 0,7nm.

^a Facultad de Química e Ingeniería Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima - Perú Email: aosorioana@gmail.com

^b Clariant Perú S.A., Av. los Frutales Nro. 245 Asc. Montecristo. Ate – Lima, Perú

Because of the addition of 4% wt. of NPs-SiO₂ in samples of type 1 Portland cement, an increase of compressive strength of 20,82 kgf/cm² was obtained after 28 days, compared with samples of type 1 Portland cement without addition of silica nanoparticles.

Key words: Silicon dioxide nanoparticles, nanocement, compression resistance, characterization of silice nanoparticles.

INTRODUCCIÓN

Debido a las actuales exigencias del mercado, en cuanto al desempeño de los materiales de construcción, se han venido realizando numerosas investigaciones, enfocándose la mayoría de estas al cemento Portland; tanto a nivel industrial como a nivel laboratorio con el objetivo de mejorar sus propiedades, sobre todo mecánicas. Desde realizar moliendas más finas de cemento¹, enriquecer las fases alita (C₃S) y belita (C₂S) en su estructura, hasta la adición de minerales activos como escorias de alto horno, puzolanas, cenizas volantes, entre otros², todos estos materiales han sido ensayados para plantear formulaciones, principalmente para aumentar las resistencias mecánicas a la compresión del nuevo cemento; pero sin que esto afecte negativamente otras propiedades.

En Noruega, en la década de los 40, con motivo de solucionar el problema de los desechos sólidos provenientes de las captaciones atmosféricas de industrias de ferrosilicios; se caracterizaron y se determinó que estos poseen un elevado porcentaje de dióxido de sílice (SiO₂), siendo este polvo microsílíce, que es extremadamente fino, cien veces más fino que el cemento³. En el cemento, la microsílíce puede ser usada de dos formas: como parte de la mezcla para mejorar las propiedades del concreto fresco y seco o como un reemplazo parcial del cemento mejorando la durabilidad, la resistencia a la corrosión y ataque químico y reduciendo su eflorescencia y permeabilidad⁴.

Asimismo, como en el caso de la microsílíce, las nanopartículas han sido aplicadas en muchos campos para fabricar nuevos materiales con funciones novedosas en propiedades como las eléctricas y las mecánicas, llegando a elaborar materiales tan cotidianos como el hormigón, es por esto que ya existen empresas en el mundo que dentro de su catálogo de productos ofrecen cementos adicionados con nanopartículas, buscando generar hormigones de alto desempeño. Se espera que con un mejor entendimiento de las propiedades del hormigón a escala nanométrica se puedan fabricar cementos más resistentes, durables y de forma más sostenible, ambientalmente hablando⁵.

PARTE EXPERIMENTAL

Se tomó como referencia el trabajo realizado anteriormente por los mismos autores⁶ donde se determinó el 4,0 % como porcentaje en peso óptimo de adición de nanopartículas en muestras de cemento Portland tipo 1, proporcionadas por la empresa UNACEM. Las nanopartículas

fueron introducidas como solución en el 60 % del agua utilizada para formular los morteros y pastas; pero a diferencia de las pruebas preliminares citadas anteriormente, donde se utilizó un equipo sonicador para su dispersión, la homogenización de las nanopartículas para el presente estudio fue realizada bajo agitación magnética durante un tiempo de 30 minutos; obteniéndose una solución más dispersa, que no gelificaba rápidamente en contacto con el cemento y arena. Se usó un cemento Portland Tipo I con una superficie específica (Blaine) de 3 400 cm²/g y un retenido en malla Talyer #325 menor al 7,0 %. Para la caracterización de las nanopartículas de SiO₂, de procedencia de la empresa española Avanzare, antes de su incorporación al cemento, se emplearon diferentes técnicas instrumentales.

Caracterización por Difracción de Rayos-X (DRX)

La composición mineralógica de las nanopartículas de SiO₂ (NPs-SiO₂) se realizó por difracción de rayos X (DRX). La semi-cuantificación fue determinada empleando el método de Rietveld. El análisis se llevó a cabo empleando el Difractómetro de Rayos X, marca Bruker, modelo D4, el cual emplea una fuente de CuK α de $\lambda=1,54060\text{\AA}$. El rango de la medida fue realizada de 5 a 70° (2 θ), con un paso de 0,1 grados y un tiempo de 5 segundos por paso, con un tiempo total aproximado de 30 min.

Caracterización por microscopía electrónica de transmisión (TEM)

La distribución del tamaño de partícula se caracterizó por microscopía electrónica de transmisión (TEM) de la marca JEOL, modelo JEM-2100HT. Todas las mediciones TEM se realizaron con una suspensión de 100 mg/L. Para cada medición, 1 ml de la solución coloidal se colocó sobre una rejilla de cobre recubierta de carbono y se dejó secar durante 5 min.

Caracterización por dispersión dinámica de luz (DLS)

Los diámetros hidrodinámicos de las nanopartículas de SiO₂ dispersados en agua desionizada, fueron caracterizados por dispersión dinámica de luz (DLS) usando el analizador de tamaño de nanopartículas NICOMP 380 de la marca PARTICLE SIZING SYSTEMS. Este instrumento emplea un láser a 12 mW de He-Ne, que opera a 632,8nm con el ángulo de medición ajustado 90°. La muestra fue medida a temperatura de 25°C.

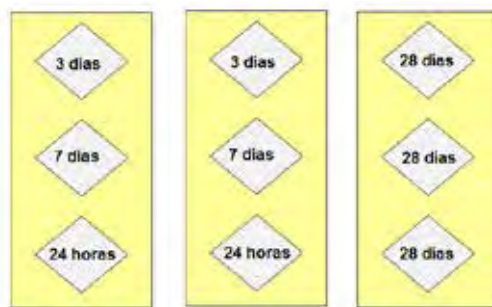
Ensayo de la resistencias a la compresión

El objetivo de este ensayo es determinar la evolución de la resistencia de morteros a la compresión con respecto al tiempo. Se prepararon tres morteros cuya mezcla se realizó según lo indicado en la normas americanas⁷, la cual indica que para su formación debemos usar una relación agua-cemento (A/C) de 0,485. Para fines de esta investigación, minimizando la formación de aglomeraciones formadas por las nanopartículas en agua, y basados en experiencias propias anteriores; se incrementó el peso del agua a 384 gramos; obteniendo una A/C de 0,520. Así, se prepararon dos morteros testigos, uno con una A/C de 0,485 (0NPs-0,485) y otro de 0,520 (0NPs-0,520) y el tercero, un mortero adicionado con el 4,0 % de nanopartículas cuya A/C fue de 0,520 (4NPs-0,520). Se siguieron las proporciones indicadas en la tabla 1.

Tabla 1. Pesos de cemento, agua y arena para la formación de morteros de cemento Portland Tipo 1

Código de Mortero	Relación A/C	Cemento (g)	Arena (g)	Agua (g)	NP-SiO ₂ (g)
0NPs-0,485	0,485	740,0	2 350,0	359,0	0,0
0NPs-0,520	0,520	740,0	2 350,0	384,0	0,0
4NPs-0,520	0,520	710,4	2 350,0	384,0	29,6

Estas cantidades se llevaron a un mezclador estándar, cuyas dimensiones están también especificadas en norma⁸. Una vez acabado el proceso de mezclado, se midió la fluidez de esta mezcla, en una mesa de caídas⁹; luego se juntó la mezcla y se volvió a introducir al recipiente del mezclador que se encenderá a velocidad media durante 30 segundos. La mezcla se depositó en moldes metálicos de 9 cubos de 5 centímetros de lado. La compactación para la formación de estos cubos se realizó en una mesa vibratoria validada según norma. Estos cubos estuvieron en una cámara húmeda durante 24 horas, después de este tiempo se desencofraron los cubos y se retiraron 2 para las pruebas de compresión, 2 se quedaron durante 3 días, 2 durante 7 días y 3 durante 28 días (ver distribución en moldes mostrada en la figura 1), dentro de una cámara con solución de cal para su curado. Al cabo del tiempo de espera, todos los cubos serán sometidos a la prueba de compresión, con una prensa hidráulica. Luego estos morteros fueron compactados haciendo uso de una prensa que somete a estos morteros a presiones hasta que se detecte en su estructura señales de fractura. Se realizaron dos ensayos, y por cada ensayo se evaluaron cada una de las tres relaciones A/C, haciendo un total de 54 mediciones.

**Figura 1.** Distribución de especímenes para su compactación

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Caracterización por Difracción de Rayos-X

La figura 2 muestra el difractograma de las nanopartículas de óxido de silicio (NPs-SiO₂) en el cual se aprecia la presencia de un pico ancho de reflexión que se debe al pequeño tamaño y la estructura interna incompleta. Este típico pico, claramente es asignado a la sílice amorfa, como se informó en otra referencia¹⁰⁻¹². Por tanto las NPs-SiO₂ al ser amorfas son ventajosas para la reacción cementosa.

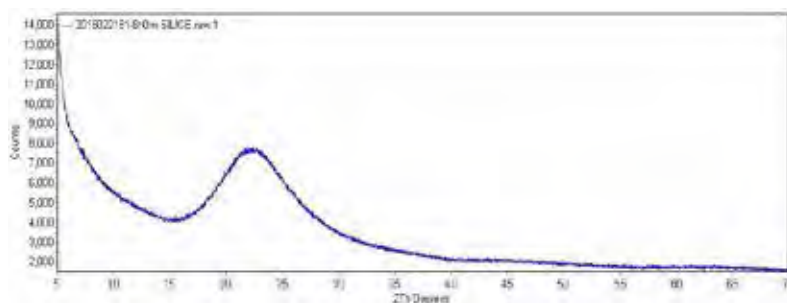


Figura 2. Difractograma de nanopartículas de SiO₂ Avanzare (España)

Respecto a la caracterización del tamaño de las Nps-SiO₂ por DR-X, se tomó como base la ecuación 1, llamada ecuación de Debye-Scherrer:

$$D = 0,8\lambda / (\beta \cos\theta) \quad (\text{Ec. 1})$$

Para medir el tamaño de las partículas se toman los siguientes datos:

λ : Longitud de onda de Rayos-X = 1,54184 Å

θ : Ángulo de difracción = 26,6°

β : Ancho de línea tomado en la mitad de la altura del pico de difracción

β : = 5 Å.

Reemplazando los datos en la ecuación 1, se obtuvo un promedio de tamaño de nanopartícula de SiO₂, de aproximadamente de 12,1nm ± 0,3nm.

Caracterización por microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Las imágenes por TEM de las nanopartículas de óxido de silicio se muestran en la figura 3, se registra una escala de magnificación de 50 nm.

A partir de imágenes de TEM se observa que las nanopartículas se encuentran aglomeradas, lo cual dificulta su medición; sin embargo, la morfología irregular corresponde a su estado amorfo, verificado a través de la medición por DR-X.

A través de TEM se midió alrededor de 80 nanopartículas empleando la escala de la microfotografía y, posterior a ello, se encontró que las nanopartículas presentan tamaños entre 10-20 nm, lo cual suele verificarse a través de tratamientos estadísticos¹³.

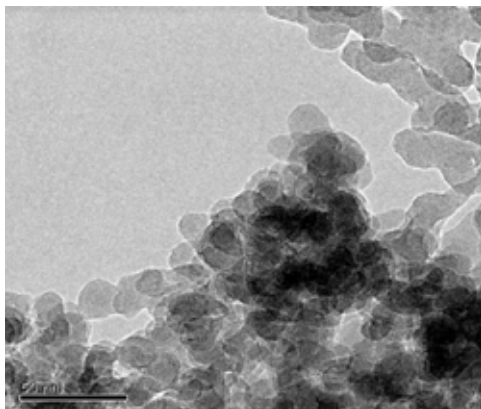


Figura 3. Imagen TEM de la nanopartículas de óxido de silicio.

Caracterización por dispersión dinámica de luz (DLS)

Las distribuciones del tamaño hidrodinámico de las nanopartículas de sílice se muestran en la figura 4 A, B y C y en la tabla 2.

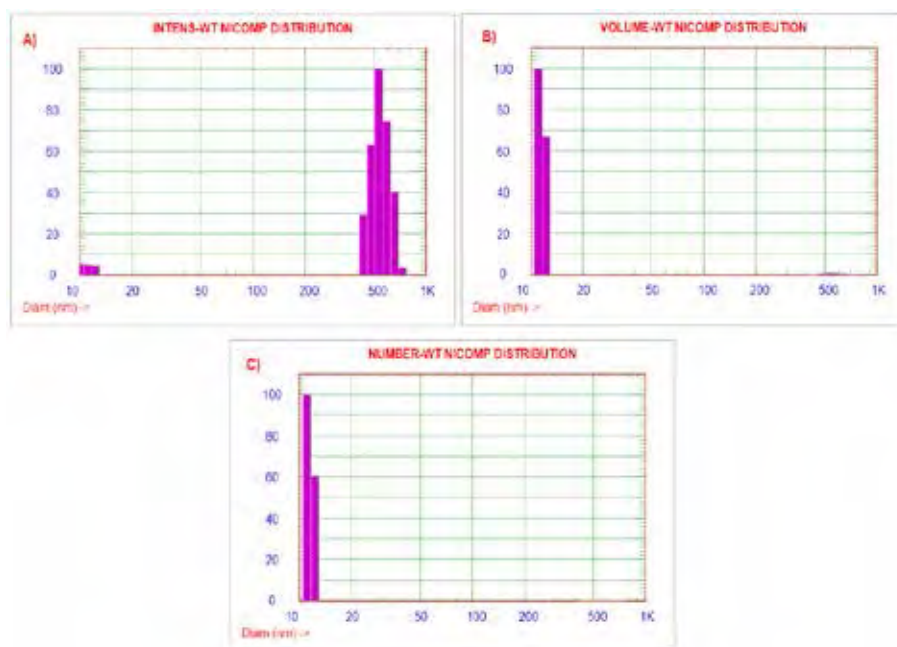


Figura 3. Distribución del tamaño de partícula de las nanopartículas de SiO_2 , A) Intensidad, B) Volumen y C) Número

Tabla 2. Tamaño hidrodinámico de la NPs-SiO₂

Pico	Diámetro	Desviación Estándar
1	11,6 nm	0,7 nm
2	551,8 nm	67,1 nm

Los datos del tamaño hidrodinámico obtenidos en las nanopartículas de sílice se indican en la tabla 3. A partir de los datos de tamaño de partícula (tabla 2), se entiende que el tamaño de partícula es de $11,6 \pm 0,7$ nm. La presencia de partículas más grandes (> 500 nm) en las muestras puede ser debido a un tratamiento de sonicado prolongado de una hora, lo que hace que se incremente la temperatura. Se informó que la temperatura alta hará que la aglomeración se produzca más fácilmente^{14,15}.

Resultados de prueba de resistencia a la compresión

Se registraron los siguientes valores de resistencia a la compresión a través de los días, para los ensayos de 24 horas, 3 y 7 días se rompieron 2 cubos, para los de 28 días se rompieron 3.

Tabla 3. Resultados de resistencia a la compresión - Ensayo 1 (MPa)

Código	1Rot 24h	2Rot 24h	1Rot 3d	2Rot 3d	1Rot 7d	2Rot 7d	1Rot 28d	2Rot 28d	3Rot 28d
0NpS-0,485	16,0	15,8	25,2	26,7	31,3	30,4	37,1	36,6	35,8
0NpS-0,520	13,9	13,6	22,8	23,4	28,2	27,8	33,1	34,2	32,6
4NpS-0,520	15,8	15,4	27,2	28,7	34,5	34,0	39,9	40,0	40,8

Tabla 4. Resultados de resistencia a la compresión - Ensayo 2 (MPa)

Código	1Rot 24h	2Rot 24h	1Rot 3d	2Rot 3d	1Rot 7d	2Rot 7d	1Rot 28d	2Rot 28d	3Rot 28d
0NpS-0,485	15,4	15,6	26,2	26,2	30,5	30,1	37,5	36,8	36,6
0NpS-0,520	13,0	13,5	22,2	23,0	28,8	27,5	33,9	34,8	32,0
4NpS-0,520	16,3	15,2	27,5	28,9	34,1	34,3	40,2	40,3	41,2

Para determinar el aumento en la evolución de resistencias, su comparación y el tratamiento estadístico se requiere trabajar con los promedios que son presentados en las tablas 5 y 6. Los datos de MPa se convirtieron a kgf/cm², empleando el factor de conversión igual a 10,197.

Tabla 5. Resultados promedios de resistencia a la compresión - Ensayo 1 (kgf/cm²)

Código	24h	%Aum.	3d	%Aum	7d	%Aum.	28d	%Aum
0%NpS-0,485	162	-13,58	265	7,55	315	10,79	372	10,22
0%NpS-0,520	140	13,57	236	20,76	286	22,03	340	20,59
4%NpS-0,520	159		285		349		410	

Tabla 6. Resultados promedios de resistencia a la compresión - Ensayo 2 (kgf/cm²)

Código	24h	%Aum.	3d	%Aum.	7d	%Aum.	28d	%Aum.
0%NpS-0,485	158	1,90	267	7,87	309	12,94	377	9,81
0%NpS-0,520	135	19,26	230	25,22	287	21,60	342	21,05
4%NpS-0,520	161		288		349		414	

Tabla 7. Resultados promedios de resistencia a la compresión de ambos ensayos (kgf/cm²)

Código	24h	%Aum.	3d	%Aum.	7d	%Aum.	28d	%Aum.
0%NpS-0,485	160	-13,75	266	12,40	312	-8,01	375	-9,06
0%NpS-0,520	138	16,36	233	23,17	287	21,60	341	20,82
4%NpS-0,520	160		287		349		412	

Adicional al ensayo de medición de resistencia mecánica a la compresión hasta los 28 días, se realizaron mediciones de las mismas por duplicado a los 60 días de preparado el mortero, dando como resultados promedios incluidos en los gráficos de la figura 5 y 6.

Como se puede observar, a través de los gráficos 5 y 6, con respecto a ambos ensayos, la tendencia del cemento con nanosilice incorporado al 4 % w, aumenta notablemente en cuanto a la resistencia a la compresión y más aún tiene tendencia a aumentar dicha propiedad mecánica conforme transcurre el tiempo, lo cual nos sugiere que las muestras de cemento Portland tipo 1 con NPs- SiO₂ son más resistentes a la compresión en comparación con muestras de cemento sin presencia de nanosilice.

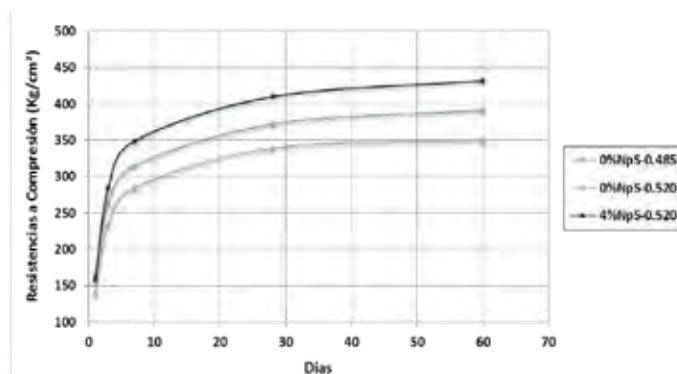


Figura 5. Evolución de resistencias promedio con respecto al tiempo del Ensayo 1

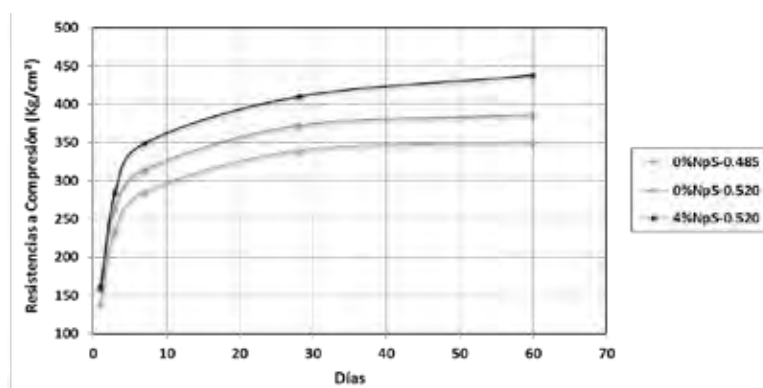


Figura 6. Evolución de resistencias promedio con respecto al tiempo del Ensayo 2

Como se aprecia en la tabla 11 de resultados promedios de ambos ensayos, al final de los 60 días las resistencias han aumentado en 23,93 %, con respecto al cemento sin adición de A/C de 0,520. La mayor concentración de fases mineralógicas C_3S y C_2S hace que el desarrollo de resistencias, tanto tempranas como tardías, se vea beneficiado.

Tratamiento estadístico

Para cubos de un mismo ensayo:

Primero realizamos el tratamiento estadístico a los cubos de morteros. Los valores límite de diferencia entre dos cubos de un mismo ensayo es de 7,6 %, según la norma ASTM C 109 (**Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens)**); de no cumplir con este valor establecido, el par de cubos deben de ser desestimados para posteriores cálculos. En este caso serán los cubos rotos a 24 horas, 3 días y 7 días, para quienes se evaluarán los porcentajes de diferencias a través de la ecuación 2 cuyos resultados se registran en las tablas 8 y 9.

$$\% \text{ Dif.} = \frac{1\text{Rot} - 2\text{Rot}}{1\text{Rot}} \times 100 \quad (\text{Ec. 2})$$

Tabla 8. Límite permisivo entre dos cubos del mismo ensayo - Ensayo 1

Código	1Rot 24h	2Rot 24h	% difer.	1Rot 3d	2Rot 3d	% difer.	1Rot 7d	2Rot 7d	% difer.
0%NpS-0,485	16	15,8	1,25	25,2	26,7	5,62	31,3	30,4	2,88
0%NpS-0,520	13,9	13,6	2,16	22,8	23,4	2,56	28,2	27,8	1,42
4%NpS-0,520	15,8	15,4	2,53	27,2	28,7	5,23	34,5	34,0	1,45

Tabla 9. Límite permisivo entre dos cubos del mismo ensayo - Ensayo 2

Código	1Rot 24h	2Rot 24h	% difer.	1Rot 3d	2Rot 3d	% difer.	1Rot 7d	2Rot 7d	% difer.
0%NpS-0,485	15,4	15,6	1,28	26,2	26,2	0,00	30,5	30,1	1,31
0%NpS-0,520	13,0	13,5	3,70	22,2	23,0	3,48	28,8	27,5	4,51
4%NpS-0,520	16,3	15,2	6,75	27,5	28,9	4,84	34,1	34,3	0,58

En el caso del tratamiento estadístico, para el juego de tres cubos a los 28 días, la norma establece que la diferencia entre los valores más alejados de los tres valores debe ser menor o igual a 8,7 %. Este análisis se realiza a través de la ecuación 3, cuyos resultados se registran en las tablas 10 y 11.

$$\% \text{ Dif.} = \frac{\text{Rot}_{\text{máx}} - \text{Rot}_{\text{mín}}}{\text{Rot}_{\text{máx}}} \times 100 \quad (\text{Ec. 3})$$

Tabla 10. Límite permisivo entre tres cubos del mismo ensayo - Ensayo 1

Código	1Rot28d	2Rot28d	3Rot28d	% diferencia
0%NpS-0,485	37,1	36,6	35,8	3,50
0%NpS-0,520	33,1	34,2	32,6	4,68
4%NpS-0,520	39,9	40,0	40,8	2,21

Tabla 11. Límite permisivo entre tres cubos del mismo ensayo - Ensayo 2

Código	1Rot28d	2Rot28d	3Rot28d	% diferencia
0NpS-0,485	37,5	36,8	36,6	2,40
0NpS-0,520	33,9	34,8	32,0	8,05
4NpS-0,520	40,2	40,3	41,2	2,43

Después del tratamiento estadístico se puede decir que ninguno de los cubos ensayados incumple los límites impuestos por la norma para la diferencia de resultados entre ellos. Este tratamiento estadístico nos ayuda a comprobar la homogeneidad en los cubos con adición de nanopartículas, infiriendo que las fases se concretaron en todo el mortero por igual.

CONCLUSIONES

Las NPs-SiO₂ presentaron una ancha banda de absorción en el difractograma a un ángulo (2 θ) entre 15-40° típico de SiO₂ amorfa y se encuentran agregadas severamente. El tamaño promedio de partícula fue de 12,1nm \pm 0,3 nm medida por DR-X, en tanto que por TEM se registra su tamaño entre 10 y 20 nm, mientras que el tamaño hidrodinámico determinado por DLS fue de 11,6 nm \pm 0,7nm.

Al incorporar nanopartículas de SiO₂ en un 4 % en peso a muestras de cemento Portland N°1, según las normas ASTM 109, resultaron con un incremento de 20,82 % para la medición realizada a los 28 días y para la medición a los 60 días se logró incrementar alrededor de 23,93 %, lo cual es alentador, porque a medida que transcurre el tiempo los cementos conteniendo nanopartículas de sílice incrementan notablemente esta importante propiedad, que los hace aptos como materiales de construcción de infraestructuras especiales.

AGRADECIMIENTO

A INNOVATE PERÚ, convenio N° 134-FINCYT-IA-2013. Al Vicerrectorado de Investigación Proyecto CON-CON N° 160701061. A la empresa cementera UNACEM, en particular al Ing. Víctor Hugo Cisneros Mori, Gerente Central de UNACEM, al Ing. Rubén Leoncio Gilvonio Alegría por su constante apoyo en la realización del presente trabajo de investigación.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Mollamahmutoghi M, Avci E. Effectiveness of Microfine Portland Cement Grouting on the Strength and Permeability of Medium to Fine Sands. *Period Polytech Civ.* 2015; 59 (3): 319–326.
2. Blanco A. *Tecnología de cementos*. Oviedo: Universidad de Oviedo; 1995.
3. Microsilice o humo de sílice. [Internet]. Arqhys; 2016 [accesado 30 oct 2016]. Disponible en: www.arqhys.com
4. Allauca L, Amen H, Lung J. *Uso de Sílice en hormigones de Alto Desempeño*. Guayaquil: Escuela Superior Politécnica del Litoral; 2010.
5. Tobón J. *Portland Cement Blended with Nanoparticles*. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia; 2006.
6. A. Osorio et al. “Caracterización por DRX y DLS de nanopartículas industriales de SiO₂ para su incorporación en cemento Portland tipo I”. artículo presentado al XXII COLAEIQ, Medellín Colombia, 2016.
7. ASTM C 109-15, Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens). West Conshohocken, PA, USA: Annual Book of ASTM Standards, ASTM; 2015.

8. ASTM C 305-14, Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency. West Conshohocken, PA, USA: Annual Book of ASTM Standards, ASTM; 2014.
9. ASTM C 230-14, Standard Specification for Flow Table for Use in Tests of Hydraulic Cement. West Conshohocken, PA, USA: Annual Book of ASTM Standards, ASTM; 2014.
10. Musić S, Filipović-Vinceković N, Sekovanić L. *Braz J Chem Eng.* 2011; 28 (01); 89 – 94.
11. Singh LP, Agarwal SK, Bhattacharyya SK, Sharma U, Ahalawat S. Preparation of Silica Nanoparticles and Its Beneficial Role in Cementitious Materials. *Nanomater Nanotechnol.* 2011; 1: 44–51.
12. Stanley R, Samson A. Effect of Surfactants on the Wet Chemical Synthesis of Silica Nanoparticles. *Int J Appl Sci Eng.* 2014; 12: 9 – 21.
13. Huseynova E, Garibova A, Mehdiyevab R. TEM and SEM study of nano SiO₂ particles exposed to influence of neutron flux. *J Mater Res Technol.* 2016; 5(3): 213-218.
14. Kolšek A, Radulović V, Trkov A, Snoj L. Using TRIGA Mark II research reactor for irradiation with thermal neutrons. *Nucl Eng Des.* 2015; 283: 155–161
15. Rahman I, Padavettan V. Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites—A Review. *J Nanomater.* 2012 Feb 27; 2012: 132424. doi: 10.1155/2012/132424.