



## اثر زمان آسیاکاری بر ساختار، اندازه‌ی ذرات و ریخت شناسی مونت‌موریلونیت

مریم ابارشی

گروه شیمی، دانشگاه پیام نور، صندوق پستی ۳۶۹۷-۱۹۳۹۵ تهران، ایران

(دریافت مقاله: ۹۵/۱/۲۹، نسخه نهایی: ۹۵/۳/۳۱)

**چکیده:** در این پژوهش، اثر آسیاکاری بر ساختار، اندازه‌ی ذرات و ریخت‌شناسی خاک‌رس مونت‌موریلونیت مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور نخست مونت‌موریلونیت خریداری شده با روش‌های پراش پرتو ایکس، طیف‌سنجی فوریه فرسرخ و میکروسکوپ الکترونی روبشی سرشت‌یابی، و سپس با استفاده از یک آسیای ماهواره‌ای پراش پرتو ایکس، در زمان‌های ۱ تا ۶۰ ساعت آسیاکاری شد. پس از آن ساختار، اندازه‌ی ذرات و ریخت‌شناسی همه‌ی نمونه‌ها به روش‌های پراش پرتو ایکس، طیف‌سنجی فوریه فرسرخ و میکروسکوپی‌های الکترونی عبوری و روبشی بررسی شد. نتایج نشان داد که آسیاکاری سبب کوچک شدن اندازه‌ی ذرات خاک‌رس، جدا شدن صفحات و ایجاد بی‌نظمی در ساختار آن و تبدیل ساختار بلورین به بی‌ریخت می‌شود. همچنین ریخت‌شناسی ذرات خاک‌رس در اثر آسیاکاری به مدت ۶۰ ساعت، از حالت لایه لایه به کروی شکل تغییر می‌یابد.

**واژه‌های کلیدی:** خاک‌رس مونت‌موریلونیت؛ آسیای ماهواره‌ای پراش پرتو ایکس؛ ریخت‌شناسی.

### مقدمه

فرایندهای صنعتی مورد توجه قرار گرفته است [۶-۸]. یکی از کاربردهای گسترده‌ی خاک‌رس، تقویت ویژگی‌های نانوکامپوزیت‌ها از طریق افزودن نانوذرات خاک‌رس به عنوان پرکننده به زمینه‌ی پلیمری است. صفحات خاک‌رس به دلیل داشتن سطح گسترده، هنگامی که در زمینه پلیمری توزیع می‌شوند، ویژگی‌های خاصی نظیر ویژگی‌های گرمایی، مکانیکی، فیزیکی، الکتریکی، و بخصوص نفوذناپذیری را از خود نشان می‌دهند. در این میان نانوکامپوزیت‌های پلیمری حاصل از افزوده شدن نانوذرات مونت‌موریلونیت، به علت دارا بودن ویژگی‌های مکانیکی فوق‌العاده، پایداری گرمایی بالا، و اشتعال-پذیری پایین بسیار مورد توجهند. از جمله کاربردهای نانوکامپوزیت‌های پلیمر-خاک‌رس می‌توان به صنایع بسته‌بندی، پوشش دهی، تولید قطعات اتومبیل، صنایع نظامی، و هوا فضا اشاره کرد [۸].

ویژگی‌هایی همچون سطح ویژه بالا، پایداری شیمیایی و مکانیکی، ساختار لایه‌ای، جذب سطحی بالا، ظرفیت تبادل کاتیونی بالا، فراوانی، و ارزان بودن، سبب شدند تا خاک‌رس‌ها به عنوان یک ماده‌ی مناسب برای فرایند جذب، حذف مواد آلاینده‌ی آلی، و فلزات سنگین استفاده شوند [۱-۳]. همچنین قدرت جذب قابل توجه این مواد باعث استفاده گسترده‌ی آنها در برنامه‌های کاربردی محیط زیست شده است [۴]. مونت-موریلونیت از جمله کانی‌های رسی فیلوسیلیکاتی است که از لایه‌های سیلیکات با ضخامت ۱ نانومتر و طول بین ۰/۲ تا ۴ میکرومتر تشکیل شده است و ساختار لایه‌ای آن شامل یک لایه‌ی هشت‌وجهی آلومیناست که بین دو لایه‌ی چهاروجهی سیلیکاتی قرار گرفته است [۵]. مونت‌موریلونیت یک خاک‌رس با سطح ویژه و ظرفیت تبادل کاتیونی بالا، به همراه تورم پذیری، جذب و پایداری گرمایی زیاد است که در بسیاری از

بررسی کردند. نتایج آنها حاکی از مقاومت بیشتر مونت-موریلونیت در برابر تخریب مکانیکی بود. همچنین در پژوهش آنها شکسته شدن لایه‌ها در مونت-موریلونیت پس از ۳ ساعت آسیاکاری مشاهده شد، در حالی که این رخداد در خاکرس اصلاح شده پس از ۲ ساعت آسیاکاری صورت گرفت. لی و همکاران [۱۶] تغییرات مونت-موریلونیت اصلاح شده را به-وسیله یون‌های آلکیل آمونیوم با آسیاکاری در آب و کروزن مورد بررسی قرار دادند. نتایج طرح پراش پرتو ایکس در بررسی آنها نشان داد که آسیاکاری یک فرایند فیزیکی موثر در کاهش اندازه‌ی ذرات خاکرس است و باعث قرار گرفتن یون‌های آمونیوم بین صفحات می‌شود. علاوه بر این بهینه‌ی زمان آسیاکاری در هر دو سیستم آب و کروزن ۶ ساعت گزارش شد. ودوویک و همکاران [۹] اثر کاهش اندازه‌ی ذرات و تغییر ساختار را با روش آسیاکاری ماهواره‌ای پراش پرتو ایکس در رس مختلف بررسی کردند. تغییرات زیادی در اندازه‌ی ذرات، ریخت‌شناسی، ساختار و در نتیجه ویژگی‌های فیزیکی شیمیایی نمونه‌ها مشاهده شد. آنها نشان دادند که کاهش اندازه ذرات در نتیجه آسیاکاری باعث افزایش مساحت سطح ویژه و ظرفیت تبادل یونی در همه نمونه‌ها می‌شود.

با وجود پژوهش‌های زیاد صورت گرفته در زمینه‌ی اثر آسیاکاری مکانیکی بر ویژگی‌های متفاوت خاکرس، گزارشات اندکی در زمینه‌ی اثر آسیاکاری پراش پرتو ایکس بر مونت-موریلونیت و بررسی تغییرات ریخت‌شناسی و ساختاری آن در متون علمی وجود دارد. هدف این پژوهش بررسی ساختار، اندازه‌ی ذرات، و ریخت‌شناسی خاکرس مونت-موریلونیت بر اثر آسیاکاری ماهواره‌ای پراش پرتو ایکس در زمان‌های متفاوت آسیاکاری است. بدین منظور نخست خاکرس خریداری شده با روش‌های مختلف مشخصه‌یابی شد. سپس خاکرس مونت-موریلونیت با استفاده از یک آسیای ماهواره‌ای پراش پرتو ایکس در زمان‌های متفاوت آسیاکاری شد. پس از آن اثر زمان آسیاکاری بر ساختار، اندازه ذرات و ریخت‌شناسی خاکرس مورد بررسی و بحث قرار گرفت.

#### مواد و روش تجربی

در این پژوهش از خاکرس مونت-موریلونیت استفاده شد. برای شناسایی خاک رس اولیه، نخست حذف کربنات‌ها، مواد آلی و

بسیاری از کاربردهای خاکرس به اندازه‌ی ذرات و ویژگی‌های سطحی آنها وابسته است. ذرات خاکرس با اندازه‌ی کوچک به علت افزایش مساحت سطح و فعالیت سطحی، به عنوان کاتالیزور مناسبند و کاربردهای زیادی دارند [۹]. نانوذرات رسی در تولید لوازم آرایشی، داروسازی، تصفیه آب، سفالگری، و پوشش‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرند [۱۰]. از طرف دیگر ساییدن خاک رس در صنعت به منظور داشتن ذراتی با اندازه کوچک و یکنواخت انجام می‌شود [۱۱]. آسیاکاری یک روش سایشی با انرژی بالاست که با مزایایی همچون مقرون به صرفه بودن اقتصادی، سازگاری زیاد زیست محیطی، سادگی روش، قابل استفاده برای مواد مختلف، و کارایی بالا به عنوان یک روش تهیه‌ی استاندارد در فلزگری پودر و نیز تهیه‌ی پودر نانوخاکرس استفاده می‌شود. آسیاکاری پراش پرتو ایکس با سرعت‌های مختلف موجب تغییرات مکانوشیمیایی زیادی در مواد می‌شود. کاهش اندازه‌ی ذرات، اصلاح ساختار و فعالیت‌های مکانوشیمیایی مانند تغییر ظرفیت تبادل کاتیونی، فعالیت کاتالیزوری و انحلال در اثر آسیاکاری برای خاکرس گزارش شده‌اند که منجر به تغییرات زیادی در ویژگی‌های کلئیدی و سطحی می‌شود [۱۲].

بررسی ریخت‌شناسی و ساختار خاکرس به علت کاربردهای گسترده‌ی آنها بسیار مورد توجه پژوهشگران قرار گرفته است که این کاربردها به اندازه ذرات، نسبت سطح ذرات، و ویژگی‌های سطحی آنها وابسته است [۱۲]. در متون علمی گزارش‌های زیادی در زمینه‌ی اثر آسیاکاری بر ساختار و ویژگی‌های شیمی فیزیکی انواع خاکرس وجود دارد. فروست و همکاران [۱۳] اثر آسیاکاری ماهواره‌ای پراش پرتو ایکس بر خاکرس کائولینیت را تا زمان ۱۰ ساعت بررسی کردند. نتایج طرح پراش پرتو ایکس نشان داد که شدت قله‌ی مربوط به دسته صفحه (۰۰۱) ابتدا کاهش یافته و سپس از بین می‌رود که نشان دهنده‌ی لایه لایه شدن ذرات کائولینیت است. مانی و همکارانش [۱۴] از دو روش آسیاکاری و امواج فراصوتی برای تهیه نانوذرات خاک رس کلوزیت 15A استفاده کردند. افزایش در مساحت سطح ویژه، بدون استفاده از امواج فراصوت مشاهده نشد که علت آن انباشته شدن ذرات در غیاب امواج گزارش شد. هراکوا و همکاران [۱۵] اثر آسیاکاری را بر مونت-موریلونیت و مونت-موریلونیت اصلاح شده به‌وسیله‌ی یک آسیای ارتعاشی

نشان می‌دهد. چنانکه در شکل دیده می‌شود در حالت بهنجار قله‌ی پر قدرت به گروه صفحه‌ی (۰۰۱) خاک رس در موقعیت  $2\theta$  حدود  $7^\circ$  است. پیدایش قله در این ناحیه نشان دهنده‌ی فاصله لایه‌ها برابر با حدود  $13$  آنگستروم است. با بررسی پراش پرتو ایکس این تیمارها، می‌توان نتیجه گرفت که خاک‌رس اولیه مونت‌موریلونیت است. شکل ۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از خاک‌رس مونت‌موریلونیت مورد استفاده در این پژوهش را در دو بزرگنمایی  $1000$  و  $5000$  برابر نشان می‌دهد. چنانکه مشاهده می‌شود ریخت شناسی خاک‌رس لایه لایه‌ای و هیچ انباشتی در ذرات مشاهده نمی‌شود و میانگین اندازه‌ی ذرات حدود  $4$  میکرومتر است.

طیف FTIR خاک‌رس مونت‌موریلونیت، پیش و پس از آسیاکاری در گستره‌ی  $4000-400$   $\text{cm}^{-1}$  در شکل ۳ نشان داده شده است. بنابر شکل ۳ الف، طیف خاک رس اولیه دارای یک قله در  $3621$   $\text{cm}^{-1}$  است که این قله به ارتعاشات کششی گروه O-H طی پیوندهای Si-OH و Al-OH در ورقه‌های هشت وجهی مونت‌موریلونیت است. قله‌ی  $1620$   $\text{cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاشات خمشی گروه OH به خاطر آب جذب شده در نمونه وابسته است. قله‌های جذبی در  $2840$ ،  $2910$ ، و  $1441$   $\text{cm}^{-1}$  به ترتیب به ارتعاشات کششی نامتقارن، ارتعاشات کششی متقارن و ارتعاشات خمشی داخل صفحه گروه  $\text{CH}_2$ - است. قله‌های  $1085$  و  $1002$   $\text{cm}^{-1}$  به ارتعاشات کششی خارج صفحه و داخل صفحه Si-O در ورقه‌های چهاروجهی مونت‌موریلونیت و قله‌های  $879$ ،  $810$  و  $761$   $\text{cm}^{-1}$  به ترتیب به ارتعاشات Si-OH، Al-Al-OH، Al-Fe-OH و Al-Si-OH و Mg-OH وابسته‌اند. قله‌های وابسته به ارتعاشات Si-Al-O و Si-O-Si نیز در  $482$  و  $427$   $\text{cm}^{-1}$  مشاهده می‌شوند [۱۱، ۱۵]، ۱۸ و ۱۹]. طیف‌های ارائه شده در شکل ۳ ب، پ، ت و ث، به ترتیب به طیف‌های FTIR نمونه خاک رس آسیاکاری شده به مدت ۱، ۲/۵، ۱۰ و ۲۰ ساعت آسیاکاری است. چنانکه در این شکل مشاهده می‌شود، در مکان قله‌های اصلی پس از آسیاکاری تغییری مشاهده نشد. بنابراین در پیوندهای شیمیایی موجود در خاک‌رس در اثر آسیاکاری تغییری ایجاد نمی‌شود.

شدت برخی از قله‌ها در اثر آسیاکاری کاهش یافته است. در اثر آسیاکاری و به ویژه پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری، قله‌های موجود در ناحیه‌های  $3621$  و  $482$   $\text{cm}^{-1}$  که به ترتیب به گروه

اکسیدهای آهن با کاربرد پیش تیمارهای مختلف انجام گرفت. سپس نمونه کاملاً شستشو داده شده و رس را جدا کردیم. در ادامه مقدار معینی از خاک‌رس در ۳ تیمار مختلف زیر قرار گرفت: اشباع با کلرید منیزیم ۱ نرمال (نمونه نرمال)، تیمار اتیلن گلیکول نمونه‌ی اشباع شده با کلرید منیزیم ۱ نرمال، و تیمار گرمایی آن در  $550^\circ\text{C}$  اشباع از پتاسیم. برای شناسایی نوع خاک‌رس از این سه نمونه طرح پراش پرتو ایکس (XRD) گرفته شد. پس از شناسایی نوع خاک رس، بررسی‌های بعدی روی نمونه‌ی خاک رس اولیه (بدون هرگونه تیمار) انجام گرفت. تهیه‌ی طرح‌های XRD این سه نمونه و نیز بررسی اثر زمان آسیاکاری بر ساختار خاک‌رس اولیه با استفاده از پراش‌سنج پرتو ایکس مدل PW1800 ساخت کارخانه PHILIPS با تابش  $\text{CuK}\alpha$  (طول موج  $0.1542$  نانومتر) در گستره  $40^\circ-4$  انجام شد. از طیف‌سنج تبدیل فوریه فروسرخ (FTIR) مدل Spectrum RX1 در گستره‌ی  $4000-400$   $\text{cm}^{-1}$  و با قدرت تفکیک  $2$   $\text{cm}^{-1}$  برای طیف سنجی FTIR استفاده شد.

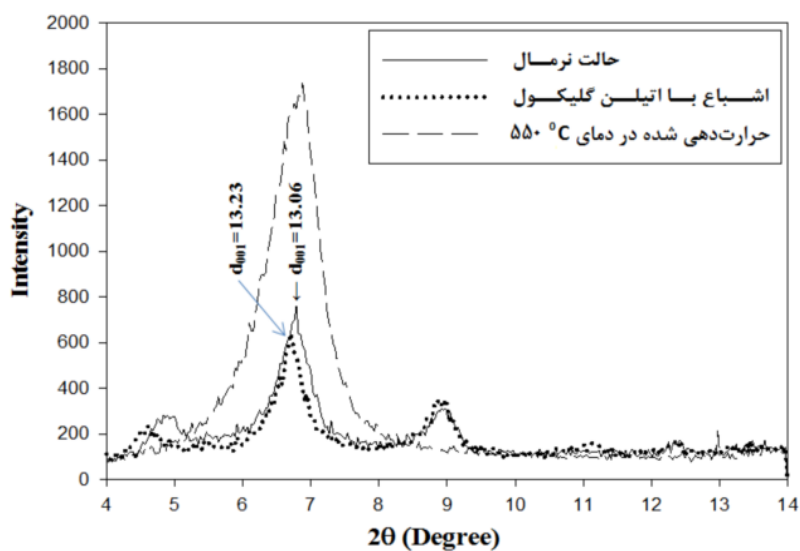
به منظور آسیاکاری خاک‌رس، از یک آسیای ماهواره‌ای پراورژی استفاده شد. در این روش گلوله‌های فولادی زنگ نزن با قطرهای متفاوت مورد استفاده قرار گرفتند و ظرف آسیا از جنس استیل زنگ نزن بود. برای تهیه‌ی تمام نمونه‌ها نسبت وزنی پودر به گلوله ۱ به ۲۰ و سرعت آسیاکاری ۳۰۰ دور بر دقیقه انتخاب شد. همه‌ی نمونه‌ها در زمان‌های متفاوت صفر تا ۶۰ ساعت آسیاکاری شدند. از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مدل LEO 912 AB برای مشاهده اندازه‌ی ذرات خاک‌رس، پیش و پس از آسیاکاری استفاده شد. ریخت‌شناسی خاک‌رس در زمان‌های مختلف آسیاکاری با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل LEO 1450 VP مورد بررسی قرار گرفت. برای تهیه‌ی تصاویر میکروسکوپی، نمونه‌ها با لایه‌ی نازکی از پالادیم/طلا با استفاده از دستگاه Polaron SC 7620 برای جلوگیری از تجمع بارها پوشش داده شدند.

### بحث و بررسی

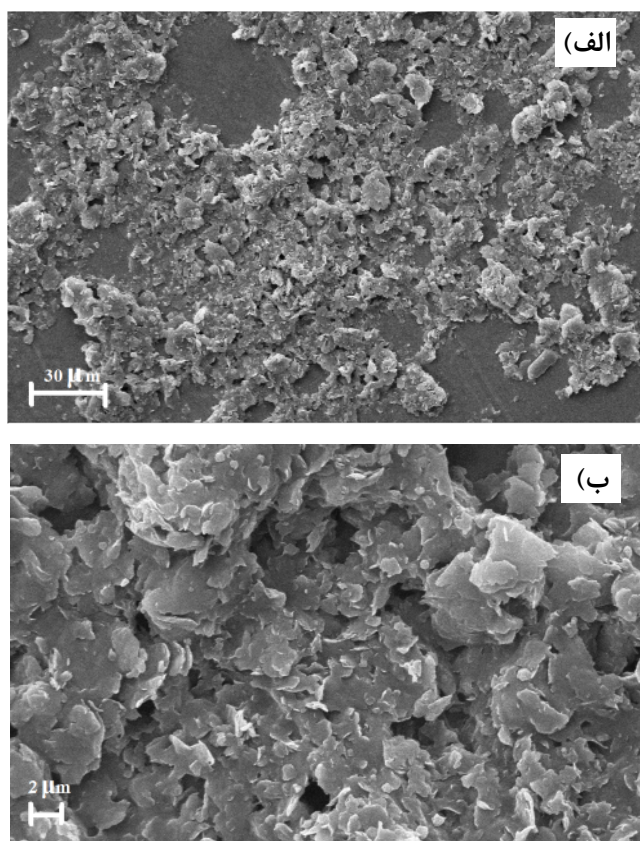
روش پراش پرتو ایکس از روش‌های بسیار متداول در تشخیص نوع کانی است [۱۷]. شکل ۱ طرح پراش پرتو ایکس خاک‌رس اولیه را در سه حالت بهنجار، اشباع با اتیلن گلیکول و گرمادهی شده در دمای  $550^\circ\text{C}$  در گستره‌ی  $2\theta$  بین ۴ تا ۱۴ درجه

(قله‌های موجود در نواحی ۷۶۱، ۸۱۰ و  $879\text{cm}^{-1}$ ) پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری، می‌تواند به ایجاد بی‌نظمی و بی‌ریختی شدن ساختار خاک‌رس در نتیجه آسیاکاری باشد

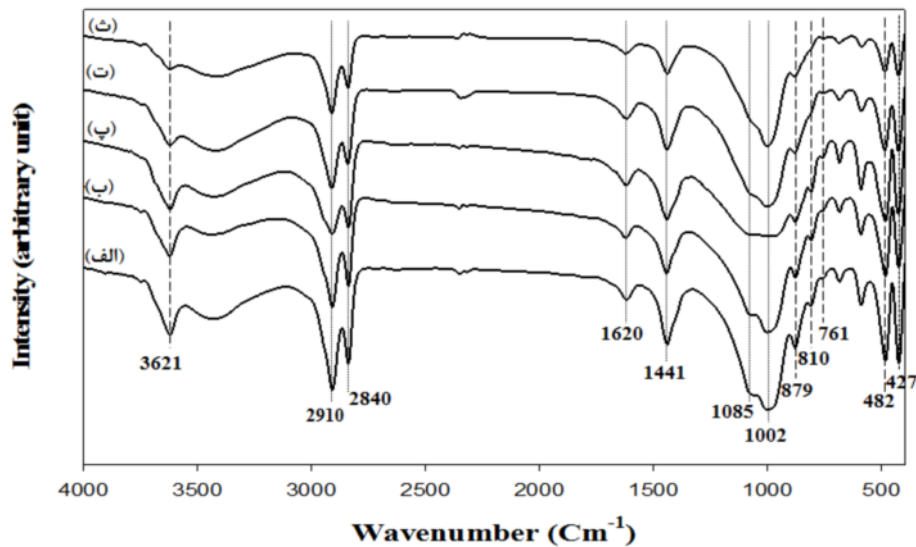
OH و Si-Al-O مربوط است، کاهش یافته است. این کاهش شدت را می‌توان به از بین رفتن نیروهای بین مولکولی ضعیف بین لایه‌ها در اثر آسیاکاری و لایه لایه شدن ورقه‌های خاک رس نسبت داد [۱۵]. همچنین کاهش شدت برخی از قله‌ها



شکل ۱ طرح پراش پرتو ایکس خاک‌رس در سه حالت بهنجار، اشباع با اتیلن گلیکول و گرمادهی شده در دمای  $550^\circ\text{C}$ .



شکل ۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی خاک رس با بزرگنمایی (الف) ۱۰۰۰ و (ب) ۵۰۰۰ برابر.



شکل ۳ طیف‌های FTIR خاک رس الف): پیش از آسیاکاری، و پس از آسیاکاری به مدت ب) ۱ ساعت، پ) ۲٫۵ ساعت، ت) ۱۰ ساعت و ث) ۲۰ ساعت.

خاک رس پس از آسیاکاری به هم چسبیده شده و به صورت توده‌ای در آمده‌اند و تشخیص لایه لایه شدن صفحات آن دشوار است. با این حال تفاوت زیادی بین تصاویر خاک رس، پیش و پس از آسیاکاری وجود دارد. طی آسیاکاری ماهواره‌ای، ذرات پودر در اثر انرژی ضربه‌ای بالا به شدت شکسته و جوش می‌خورند [۲۰]. چنانکه در این شکل مشاهده می‌شود، با آسیاکاری نمونه به مدت ۱۰ ساعت، ذرات کوچکتر شده و به هم جوش خورده‌اند. با ادامه‌ی آسیاکاری در طول زمان‌های بیشتر مشاهده می‌شود که کوچک شدن و انباشت ذرات ادامه می‌یابد، به طوری که ذرات جوش خورده کروی شکل به نظر می‌رسند. این اختلاف ریخت شناسی در مقایسه‌ی بین خاک رس آسیا نشده و خاک رس آسیا شده در زمان‌های متفاوت در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی به خوبی دیده می‌شود.

علاوه بر این شکل ۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری مونت موریلونیت را پس از ۱۰ و ۶۰ ساعت آسیاکاری نشان می‌دهد. این تصاویر نشان دهنده‌ی کاهش اندازه ذرات خاک رس در اثر آسیاکاری است که با نتایج به دست آمده از طرح‌های پراش پرتو ایکس و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی همخوانی دارد. ذرات اولیه‌ی خاک رس با ریخت شناسی پولکی و لایه لایه‌ی (شکل ۲) در اثر آسیا به ذراتی تقریباً کروی و توده‌ای در گستره‌ی نانو تبدیل می‌شوند. چنانکه در شکل مشاهده می‌شود ذرات خاک رس اولیه با اندازه‌ی ذرات حدود ۴

شکل ۴ طرح پراش پرتو ایکس مونت موریلونیت را پیش و پس از آسیاکاری در زمان‌های ۱، ۲٫۵، ۵، ۱۰، ۲۰، و ۴۰ ساعت آسیاکاری نشان می‌دهد. قله اصلی مونت موریلونیت به گروه صفحه‌ی (۰۰۱) در موقعیت ۲θ حدود ۷ درجه با فاصله‌ی لایه‌های حدود ۱۳ آنگستروم است. چنانکه در این شکل دیده می‌شود آسیاکاری سبب کاهش قابل توجهی در شدت قله‌های مونت موریلونیت و پس از ۱۰ ساعت سبب از بین رفتن این قله‌ها می‌شود. کاهش شدید شدت قله‌ها طی آسیاکاری حاکی از ایجاد بی نظمی، جدا شدن برهه‌های خاک رس از یکدیگر و در نتیجه کاهش فاز بلورین در نمونه است. بنابراین پس از ۱۰ ساعت آسیاکاری، بی نظمی افزایش یافته، ساختار بلورین خاک رس کاملاً از بین رفته و نمونه ساختار بی‌ریختی پیدا می‌کند. این نتایج با نتایج حاصل از طیف‌سنجی FTIR نیز همخوانی دارد. علاوه بر این چنانکه در شکل ۴ ب نشان داده شد، با افزایش زمان آسیاکاری، قله‌ها پهن‌تر شده‌اند که نشان دهنده‌ی کاهش اندازه‌ی ذرات طی آسیاکاری است. نتایج طرح پراش پرتو ایکس این پژوهش مشابه نتایج فروست و همکاران [۱۳] است که کاهش در شدت قله‌های خاک رس کائولینیت بدون جابه‌جا شدن مکان قله‌ها را در اثر آسیاکاری مشاهده کردند.

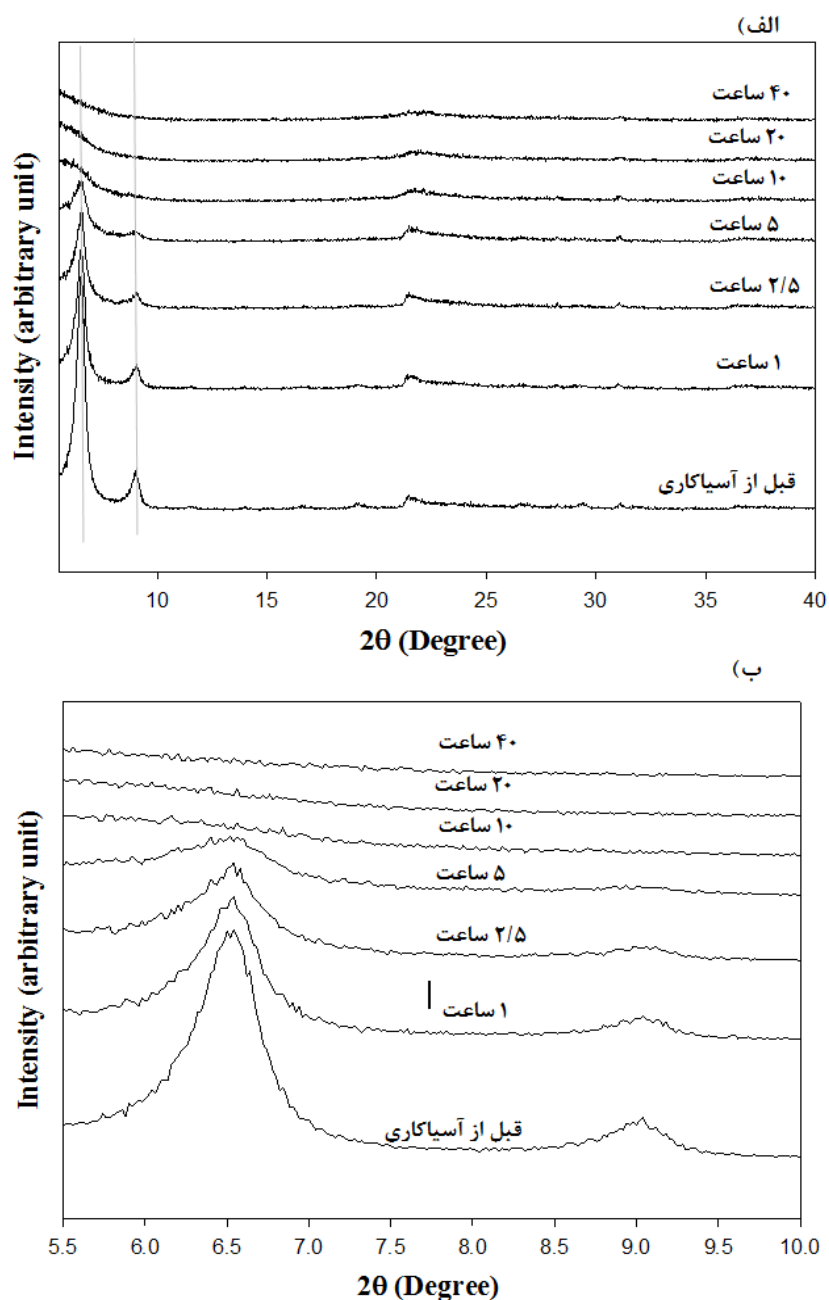
تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی خاک رس مونت موریلونیت پس از زمان‌های متفاوت آسیاکاری در شکل ۵ نشان داده شده است. چنانکه در این شکل دیده می‌شود، ذرات

بررسی ساختاری و ریخت‌شناسی نمونه‌ها به روش‌های پراش پرتو ایکس، طیف سنجی فوریه فروسرخ، میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی و عبوری انجام گرفت. مهم‌ترین نتایج حاصل از این بررسی عبارتند از: طیف‌های FTIR نمونه‌ها نشان‌دهنده جدا شدن ورقه‌های خاک‌رس از یکدیگر طی آسیاکاری و بی-شکل شدن ساختار آن است.

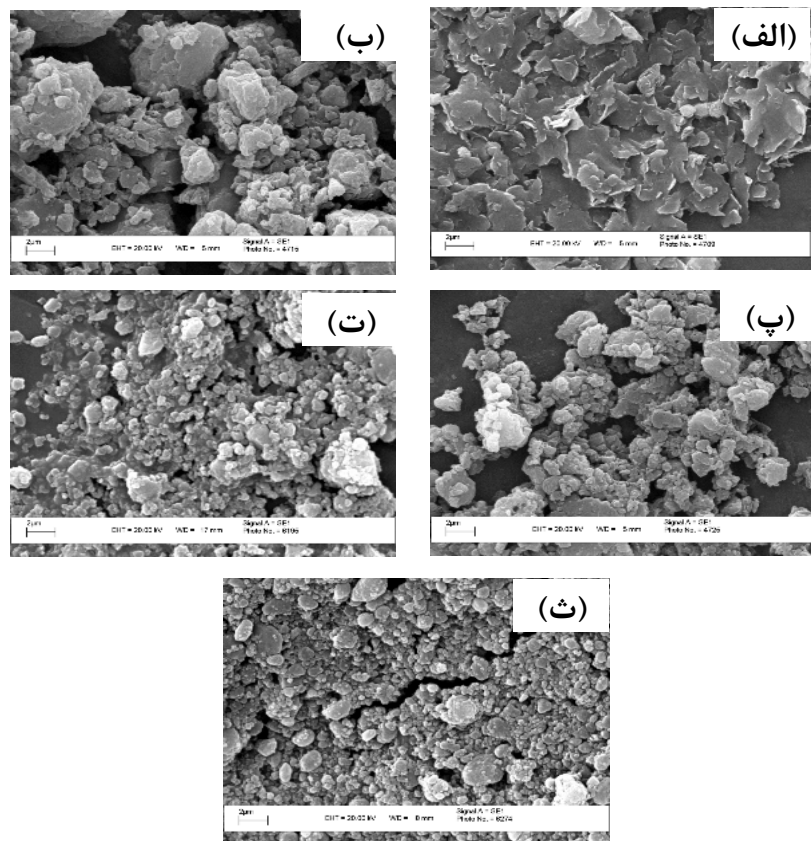
میکرومتر پس از ۶۰ ساعت آسیاکاری به ذراتی با میانگین اندازه‌ای حدود ۱۰۰ نانومتر تبدیل شده‌اند.

#### برداشت

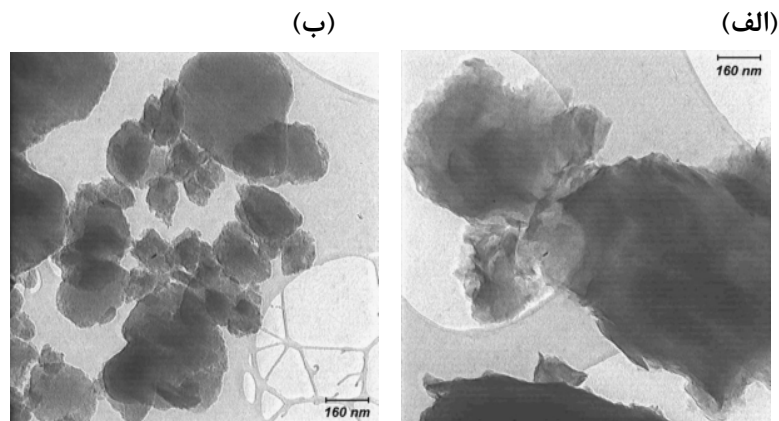
در این پژوهش تغییر ساختار، اندازه‌ی ذرات و ریخت‌شناسی خاک‌رس مونت‌موریلونیت در اثر آسیاکاری مورد بررسی قرار گرفت. برای رسیدن به این هدف خاک‌رس با یک آسیای ماهواره‌ای پرنرژی در زمان‌های متفاوت، آسیا شده و سپس



شکل ۴ طرح پراش پرتو ایکس مونت موریلونیت پیش و پس از آسیاکاری (الف) از ۲θ برابر با ۴ تا ۴۰ و (ب) از ۲θ برابر با ۵/۵ تا ۱۰°.



شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مونت موریلونیت (الف) پیش از آسیاکاری (ب) پس از ۱۰ ساعت، (پ) ۲۰ ساعت، (ت) ۴۰ ساعت و (ث) ۶۰ ساعت آسیاکاری.



شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری مونت موریلونیت، پس از (الف) ۱۰ ساعت و (ب) ۶۰ ساعت آسیاکاری.

- برپایه‌ی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی که ذرات خاک‌رس در اثر ۱۰ ساعت آسیاکاری کوچک‌تر شده و به هم جوش خورده‌اند. با ادامه‌ی آسیاکاری، کوچک شدن و انباشت ذرات ادامه یافت به طوری که ذرات کروی شکل به نظر می‌رسند.
- تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نیز نشان می‌دهد که ذرات خاک رس اولیه با اندازه‌ی ذرات حدود ۴ میکرومتر پس از ۶۰ ساعت آسیاکاری به ذراتی با میانگین اندازه‌ی حدود ۱۰۰ نانومتر تبدیل شده‌اند.

- طرح پراش پرتو ایکس نمونه‌ها کاهش شدید شدت قله‌ها طی آسیاکاری را نشان داد. این کاهش شدت، حاکی از ایجاد بی‌نظمی، جدا شدن ورقه‌های خاک‌رس از یکدیگر، لایه لایه شدن آنها و در نتیجه کاهش فاز بلورین در نمونه است. همچنین پس از ۱۰ ساعت آسیاکاری، ساختار بلورین خاک‌رس کاملاً از بین رفته و نمونه‌ی ساختاری بی‌شکل پیدا می‌کند. علاوه‌براین پهن‌تر شدن قله‌ها طی آسیاکاری، نشان دهنده‌ی کاهش اندازه‌ی ذرات است.



- ایوکسی سخت شده با سخت کننده تتا، مجله مهندسی مکانیک مدرس، شماره ۶ (۱۳۹۳) ص ۲۹-۳۴.
- [9] Vodović N., Jurina I., Škapin S.D., Sondi, I., "The surface properties of clay minerals modified by intensive dry milling — revisited", Applied Clay Science 48 (2010) 575–580.
- [۱۰] اوحدی و.ر، امیری م، "جداسازی اجزای بنتونیت به منظور دستیابی به نانومونت موریلونیت"، مجله بلورشناسی و کانی شناسی ایران، شماره ۴ (۱۳۹۱) ص ۶۷۷-۶۸۴.
- [11] Valaskova M., Barabaszova K., Hundakova M., Ritz M., Plevova E., "Effects of brief milling and acid treatment on two ordered and disordered kaolinite structures", Applied Clay Science 54 (2011) 70–76.
- [12] Zhu Y., Edwards G.A., Martin D.J., "Reduction of aspect ratio of fluoromica using high-energy milling", Applied Clay Science 114 (2015) 315–320.
- [13] Frost R.L., Mako E., Kristof J., Horvath E., Theo Klopogge J., "Mechanochemical treatment of kaolinite", Journal of Colloid Interface Science 239 (2001) 458–466.
- [14] Mani G., Fan Q., Ugbole S.C., Eiff, I.M., "Size reduction of clay particles in nanometer Dimensions", Materials Research Society Symposia Proceeding 740 (2002) 113-118.
- [15] Hrachova J., Komadel P., Fajnor V.S., "The effect of mechanical treatment on the structure of montmorillonite", Materials Letters 61 (2007) 3361–3365.
- [16] Lee Y.C., Kuo C.L., Wen S.B., Lin C.P., "Changes of organo-montmorillonite by ball-milling in water and kerosene", Applied Clay Science 36 (2007) 265–270.
- [۱۷] اوحدی و.ر، رفیعی فهیمه، "تاثیر حضور آلانیدهای فلزی سنگین سرب و روی در آب حفره‌ای، بر سرشتی‌های فیزیکی و ریز ساختاری کائولینیت"، مجله بلورشناسی و کانی شناسی ایران، شماره ۱ (۱۳۸۸) ص ۵۵-۶۴.
- [18] Zhou L., Chen H., Jiang X., Lu F., Zhou Y., Yin W., Ji X., "Modification of montmorillonite surfaces using a novel class of cationic gemini surfactants", Journal of Colloid and Interface Science 332 (2009) 16–21.
- [19] Joshi G.V., Patel H.A., Kevadiya B.D., Bajaj H.C., "Montmorillonite intercalated with vitamin B12 drug carrier", Applied Clay Science 45 (2009) 248–253.
- [20] Perrin-Sarazin F., Sepehr M., Bouaricha S., Denault J., "Potential of Ball Milling to Improve Clay Dispersion in Nanocomposites", Polymer Engineering Science 49 (2009) 651-665.

به طور کلی می‌توان گفت، آسیاکاری پر انرژی بر ساختار خاک‌رس موثر است، بدین گونه که در مراحل اولیه آسیاکاری سبب لایه لایه کردن صفحات خاک رس، شکستن صفحات، کاهش اندازه‌ی ذرات و در نتیجه افزایش مساحت سطح می‌شود. در مراحل بعدی با ادامه آسیاکاری، جوش خوردن ذرات کوچک به یکدیگر، کاهش مساحت سطح، منجر به از بین رفتن ساختار بلوری و ایجاد یک ساختار بی‌شکل می‌شود. از لایه لایه شدن صفحات خاک‌رس به روش آسیاکاری، می‌توان برای تهیه‌ی نانوکامپوزیت‌های پلیمر-خاک‌رس با ویژگی‌های بهبود یافته و کاربردهای گسترده استفاده کرد.

### مراجع

- [۱] معتمدی ف.، معاضد ه.، جعفرزاده حقیقی فرد ن.، امیری م.، "بررسی سینتیک و ایزوترم جذب کادمیم از محلولهای آبی توسط نانورس‌ها"، مجله آب و فاضلاب، شماره ۳ (۱۳۹۳) ص ۱۱۸-۱۲۶.
- [2] Wang L., Chen Z., Wang X., Yan S., Wang J., Fan Y., "Preparations of organo-vermiculite with large interlayer space by hot solution and ball milling methods: A comparative study", Applied Clay Science 51 (2011) 151–157.
- [3] Masindi V., Gitari M.W., Tutu H., DeBeer M., "Efficiency of ball milled South African bentonite clay for remediation of acid mine drainage", Journal of Water Process Engineering 8 (2015) 227–240.
- [۴] فضل‌علی ش.، ابراهیمی س.، ذاکری‌نیا م.، موحدی نائینی س.ع.، "پایش انتقال نفت سفید و آب عبوری از خاک سبک حاوی نانورس مونت‌موریلونیت"، نشریه حفاظت منابع آب و خاک، شماره ۱ (۱۳۹۴) ص ۵۵-۶۵.
- [5] Yoshimoto S., Ohashi F., Kameyama T., "X-ray diffraction studies of intercalation compounds prepared from aniline salts and montmorillonite by mechanochemical processing", Solid State Communications 136 (2005) 251–256.
- [6] Zhuang G., Zhang Z., Guo J., Liao L., Zhao J., "A new ball milling method to produce organo-montmorillonite from anionic and nonionic surfactants", Applied Clay Science 104 (2015) 18–26.
- [7] Lombardi B., Baschini M., Torres Sanchez R.M., "Characterization of montmorillonites from bentonite deposits of north Patagonia, argentina: physicochemical and structural parameter correlation", The Journal of the Argentine Chemical Society 90 (2002) 87-99.
- [۸] رحیمی ق.، زمانی ر.، پل م.ج.، "مطالعه تاثیر افزودن نانودرات رسی بر خواص کششی و خمشی سیستم رزین