

مطالعه‌ی تغییر مشخصات کائولینیت و بنتونیت در اثر اعمال حرارت از دیدگاه ریزساختاری

وحیدرضا اوحدی* (استاد)

مصطفی پورزافارانی (دانشجوی کارشناسی ارشد)

گروه مهندسی عمران، دانشگاه بوعلی سینا، همدان

مهندسی عمران شریف، زمستان ۱۳۹۳ (ص. ۶۵-۷۳)
دوری ۲ - ۳۰، شماره ۴/۲

خاک‌های رسی به دلایل مختلف در معرض حرارت قرار می‌گیرند. این موضوع سبب ایجاد تغییرات در رفتار مهندسی خاک می‌شود. استفاده از رس در ساخت مصالح ساختمانی و استفاده از بنتونیت به عنوان پوشش محافظ در دفن زباله‌های هسته‌ای از جمله مواردی است که رس تحت رژیم‌های حرارتی متوسط تا زیاد قرار می‌گیرد. در این نوشتار، با انجام آزمایش‌های درشت‌ساختاری و ریزساختاری به مطالعه‌ی تأثیر حرارت در خصوصیات کائولینیت و بنتونیت پرداخته شده است. در این پژوهش، نمونه‌های خاک در معرض سطح حرارتی بین ۲۵ تا ۱۱۰۰ درجه قرار داده شده و پس از مطالعه‌ی تغییرات ایجاد شده در مقاومت فشاری، به کمک آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) و تصاویر میکروسکوپ الکترونی (SEM)، ریزساختار خاک مطالعه شده است. نتایج نشان داده است که تفسیر تغییرات الگوی مقاومتی نمونه‌های حرارت داده شده با پیش ریزساختار خاک از جمله: دی‌هیدروکسیلاسیون، تخریب و شکل‌گیری کانی‌های جدید و همچنین آرایش ذرات خاک و بافت میکروسکوپی نمونه‌ها میسر می‌شود.

واژگان کلیدی: حرارت، کائولینیت، بنتونیت، مقاومت فشاری محدود نشده،

ریزساختار، SEM، XRD.

vahidouhadi@yahoo.ca
m.pourzafarani@gmail.com

۱. مقدمه

می‌توان به بهسازی شالوده‌ها، زیرساز جاده‌ها، تثبیت شیروانی‌ها، اصلاح خاک‌های متورم‌شونده و خاک‌های فروریزی اشاره کرد. اعمال حرارت علاوه بر اصلاح قابل توجه مشخصات مهندسی ژئوتکنیکی می‌تواند در اصلاح خاک‌های آلوده نیز مفید باشد.^[۴] بسیاری از پژوهشگران، اصلاح خاک‌های آلوده به نفت خام، فلزات سنگین و مواد رادیواکتیو را توسط حرارت مورد مطالعه قرار داده‌اند.^[۵] پژوهش‌های پیشین به طور عمده بر دفن زباله‌های هسته‌ای سطح بالا و تأثیر حرارت ناشی از زباله‌های هسته‌ای بر خاک و کارایی آن متمرکز بوده است.^[۶]

مدیریت صحیح و کنترل زباله‌های هسته‌ای در مراکز دفن زباله‌های سطح بالا (HLW) یکی از مواردی است که در آن مسئله‌ی تأثیر حرارت در رفتار مهندسی خاک موضوعیت پیدا کرده و دارای اهمیت فراوانی است. در این مراکز برای دفن ایمن و کنترل تشعشعات رادیواکتیو زباله‌های هسته‌ای از روش دفن عمیق با تمهیدات خاص استفاده می‌شود. علاوه بر آن، با استفاده از سیستم لایه‌ی محافظ مهندسی (EBS)، زباله‌های سطح بالا داخل محفظه‌های فلزی و یژه‌بی قرار گرفته‌اند و اطراف آن توسط مصالح بافر محافظت می‌شود.^[۸-۱۱] در بیشتر موارد مصالح بافر شامل بنتونیت و یا مخلوطی از بنتونیت و ماسه است. بنتونیت علاوه بر ایجاد شرایط مناسب ژئوتکنیکی در اطراف محفظه‌های فلزی، با توجه به هدایت هیدرولیکی بسیار کم، خصوصیات تورمی مناسب، نفوذپذیری کم و خاصیت خودترمیمی موجب کاهش دسترسی آب‌های زیرزمینی و محدودکردن احتمال پوسیدگی سطح محفظه‌های

استفاده از حرارت به منظور بهبود خصوصیات خاک از دیرباز مورد توجه بشر بوده است و تأثیر آن در ویژگی‌های مهندسی خاک، از جمله مقاومت، به طور تجربی شناخته شده و در راستای ساخت مسیرهای دسترسی و مصالح ساختمانی مورد استفاده قرار گرفته است.^[۱] خاک‌ها از منابع متفاوت و به دلایل مختلف در معرض حرارت قرار می‌گیرند و این حرارت چه در حالت گذرا و چه در شرایط پایدار و دائمی موجب تغییر مشخصات فیزیکی، مکانیکی و ریزساختاری خاک‌ها به ویژه خاک‌های رسی می‌شود. این تغییرات ممکن است به صورت برگشت‌پذیر و یا به صورت دائمی و غیرقابل بازگشت در رفتار مهندسی خاک ایجاد شود. میزان تغییر مشخصات خاک تحت تأثیر حرارت، متغیری از نوع خاک، کانی‌شناسی، ترکیبات شیمیایی آب حفره‌ای، چگالی و درصد رطوبت است.^[۱-۳]

تأثیر حرارت در خصوصیات مهندسی خاک‌های رسی به دلایل مختلف از جمله: تثبیت حرارتی خاک‌ها، وجود رژیم حرارتی اعمال شده به خاک در مراکز دفن زباله‌های هسته‌ای، اصلاح حرارتی خاک‌های آلوده و استفاده از حرارت در ساخت مصالح ساختمانی حائز اهمیت است.

از زمان ظهور علم ژئوتکنیک، تلاش‌های بسیاری به منظور تثبیت و بهبود خصوصیات مهندسی خاک‌ها به روش حرارتی صورت گرفته است، که از آن جمله

* نویسنده مسئول

تاریخ دریافت ۱۳۹۱/۱۰/۱۷، اصلاحیه ۱۳۹۲/۲/۱۶، پذیرش ۱۳۹۲/۴/۱.

فلزی می‌شود. [۱۲، ۱۴] با وجود این، به علت رژیم حرارتی تولیدی توسط زباله‌های هسته‌ای، تغییر در بسیاری از خصوصیات رفتاری مصالح بافر (بنتونیت) از جمله: تورم، نفوذپذیری و ظرفیت تبادل کاتیونی رخ می‌دهد. [۱۵، ۱۶]

حرارت به طرق مختلف از جمله: تغییر خصوصیات آب حفره‌ای، دگرگونی ذرات خاک و تأثیر در سیستم آب - خاک موجب تغییر قابل ملاحظه‌ی خصوصیات خاک‌ها می‌شود. خروج آب و تشکیل کانی‌های جدید دواکنش عمده‌ی است که بر اثر اعمال حرارت به وقوع می‌پیوندد. خروج آب در ۲ مرحله شامل: دی‌هیدراسیون (خروج آب حفره‌ای، جذبی و بین لایه‌یی) و دی‌هیدروکسیلاسیون (خروج یون هیدروکسیل از ساختار کریستالی کانی رسی) صورت می‌گیرد. به‌طور کلی، با توجه به نوع کانی رسی، دی‌هیدراسیون بین ۱۰۰ تا ۲۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد و دی‌هیدروکسیلاسیون بین ۵۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد رخ می‌دهد. اعمال حرارت بین ۵۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد منجر به تخریب کانی‌ها و تشکیل سیلیکات‌های کریستالی جدید می‌شود. همچنین با اعمال حرارت بیشتر، خاک ذوب می‌شود و مصالح گداخته شکل می‌گیرد. [۳]

مرور پژوهش‌های پیشین نشان‌دهنده‌ی آن است که حرارت موجب تغییر بسیاری از خصوصیات خاک از جمله: مقاومت، حدود اتر برگ، نفوذپذیری، چسبندگی، تورم، ظرفیت تبادل کاتیونی و اندازه‌ی ذرات می‌شود. [۱۷، ۱۸، ۱۹] که در مواردی مطلوب و موردنظر و در برخی موارد دیگر نامطلوب است. بر این اساس، شناخت هر چه بیشتر و درک مکانیزم حاکم بر این تغییرات حائز اهمیت است و علاوه بر مطالعه‌ی این تغییرات از لحاظ درشت‌ساختاری، مستلزم بررسی و تجزیه و تحلیل این موضوع از دیدگاه ریزساختاری و فهم ارتباط این دو مسئله است، که در پژوهش‌های پیشین عمدتاً بر رفتار مکانیکی و درشت‌ساختار خاک متمرکز و مطالعات مربوط به ریزساختار محدود بوده است.

با توجه به مطالب بیان‌شده، در این پژوهش با انجام مجموعه‌ی آزمایش‌های درشت‌ساختاری و ریزساختاری برای دو نوع رس کاتولینیت و بنتونیت در شرایط حرارتی متفاوت، به مطالعه‌ی مکانیزم تغییر مشخصات درشت‌ساختار رس در اثر اعمال حرارت از دیدگاه ریزساختاری پرداخته شده است.

۲. مواد و روش‌ها

۲.۱. خاک مورد استفاده

در این پژوهش دو نوع خاک رس کاتولینیت و بنتونیت مورد مطالعه قرار گرفته است. کاتولینیت مورد استفاده با نام NK۱ از شرکت صنایع خاک چینی ایران و بنتونیت با نام تجاری بنتونیت فلات ایران از شرکت ایران باریت تهیه شده است. مشخصات مهندسی هر دو نوع خاک رس مورد استفاده بر طبق استانداردهای ASTM به دست آمده و براساس سیستم طبقه‌بندی متحد کاتولینیت CL و بنتونیت CH نام‌گذاری شده است. برخی مشخصات فیزیکی کاتولینیت و بنتونیت نیز در جدول ۱ ارائه شده است.

۲.۲. روش ساخت نمونه و انجام آزمایش‌ها

در این پژوهش، به منظور مطالعه‌ی تأثیر حرارت در خصوصیات درشت‌ساختار و ریزساختار کاتولینیت و بنتونیت، نمونه‌های ساخته‌شده در معرض حرارت بین ۲۵ تا ۱۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد قرار داده شده و مقاومت فشاری محدودنشده و

جدول ۱. مشخصات فیزیکی کاتولینیت و بنتونیت مورد استفاده.

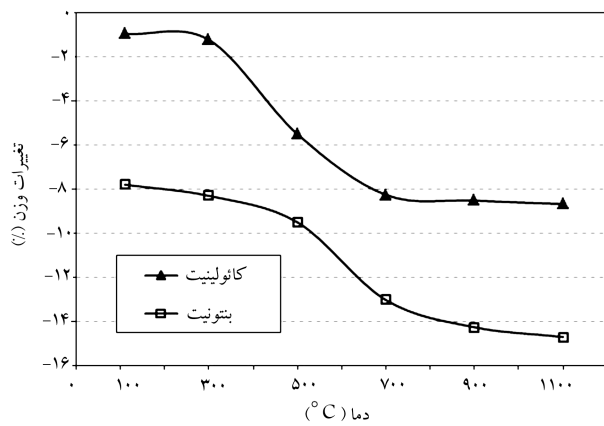
مشخصات فیزیکی	کاتولینیت NK۱	بنتونیت
آنالیز XRD	کاتولینیت، کوآرتز، کلسیت	مونت موریلونیت، کوآرتز، کلسیت
حد روانی (LL)، (%)	۴۲٫۶	۳۰۲٫۶
حد خمیری (PL)، (%)	۲۵٫۲	۳۵٫۳
شاخص خمیری (PI)، (%)	۱۷٫۴	۲۶۷٫۳
طبقه‌بندی خاک	CL	CH
توده‌ی ویژه (Gs)	۲٫۶۳	۲٫۷۹
ظرفیت کاتیون تبدیلی (CEC)، (Cmol/Kg-Soil)	۵	۶۸٫۳
سطح مخصوص (SSA)، (m ^۲ /g)	۲۴	۴۱۸
درصد کربنات	۲٫۵	۸

ریزساختار نمونه‌ها توسط آنالیز پراش پرتوایکس (XRD) و تصاویر میکروسکوپ الکترونی (SEM) مورد بررسی قرار گرفته است.

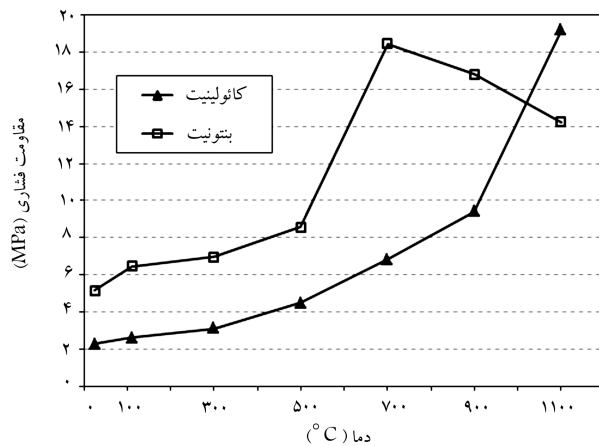
برای ساخت نمونه‌ها، ابتدا به خاک رس تا رسیدن به حد خمیری آب اضافه شد و به مدت ۷۲ ساعت برای یک‌نواختی درصد رطوبت، درون کیسه نایلونی قرار داده شدند. در مرحله‌ی بعد به منظور حصول اطمینان از ساخت نمونه‌های همگن، ابتدا خاک از الک شماره‌ی ۱۰ عبور داده شد و سپس در ۳ لایه درون قالب ریخته و کوبیده شد. ارتفاع و قطر نمونه‌های ساخته‌شده به ترتیب ۷۰ و ۳۵ میلی‌متر بوده است. نمونه‌های ساخته‌شده برای خشک‌شدن به مدت ۱۰ روز در دمای محیط نگهداری شدند. به دلیل پتانسیل زیاد، ترک‌خوردگی نمونه‌های بنتونیت در مرحله‌ی خشک‌شدن و جلوگیری از این اتفاق، نمونه‌ها داخل پاکت‌های نایلونی در باز قرار داده شدند تا روند خشک‌شدن به تدریج رخ دهد و منجر به ترک‌خوردن نمونه‌ها نشود. پس از اتمام این دوره‌ی زمانی، نمونه‌ها به مدت ۲۴ ساعت داخل گرم‌خانه (آون) در دمای ۱۱۰ درجه‌ی سانتی‌گراد قرار گرفتند. در نهایت، نمونه‌ها با استفاده از کوره‌ی ساخت شرکت کربولایت^۱ در معرض حرارت‌های ۳۰۰، ۵۰۰، ۷۰۰، ۹۰۰ و ۱۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد قرار داده شدند. با شروع به کار کوره، حرارت کوره با نرخ ۳ درجه بر دقیقه به طور اتوماتیک افزایش می‌یافت و پس از رسیدن به دمای موردنظر، به مدت ۲ ساعت در این دما باقی می‌ماند. پس از آن کوره خاموش و نمونه‌ها درون کوره‌ی در بسته به تدریج خنک می‌شدند. و نیز به منظور مقایسه، نمونه‌هایی بدون آنکه در معرض حرارت قرار داده شوند، تهیه و مورد آزمایش قرار گرفتند.

در این نوشتار، برای ارزیابی خصوصیات مقاومتی نمونه‌ها از آزمایش مقاومت فشاری محدودنشده استفاده شده است. این آزمایش براساس استاندارد ASTM C۷۷۳ و ASTM D۲۱۶۶ با استفاده از یک تک‌محوری ساخت شرکت (Wykeham Farrance) بر روی نمونه‌های با تاریخچه‌ی حرارتی ۱۱۰، ۳۰۰، ۵۰۰، ۷۰۰، ۹۰۰ و ۱۱۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد و همچنین نمونه‌هایی که در معرض حرارت قرار نگرفته‌اند، انجام شده است. تمام آزمایش‌ها به‌صورت کرنش ثابت و با نرخ میلی‌متر بر دقیقه انجام شده است.

با هدف ارزیابی ریزساختار و تغییرات کانی‌شناسی نمونه‌ها تحت تأثیر حرارت از آنالیز پراش پرتوایکس (XRD) استفاده شده است. برای تهیه‌ی نمونه‌های پراش پرتوایکس، ابتدا قطعاتی حدود ۲۰ گرم از نمونه‌ها جدا و داخل هاون کوبیده شدند، تا پودر ریزی با قابلیت عبور از الک شماره‌ی ۲۰۰ حاصل شود. سپس حدود ۱ تا ۲ گرم از پودر درون نمونه‌گیرهای مخصوص ریخته شد و به‌طور یک‌نواخت و همگن



شکل ۱. تغییرات وزنی نمونه‌های کائولینیت و بنتونیت تحت تأثیر حرارت.



شکل ۲. تأثیر حرارت در مقاومت فشاری نمونه‌های کائولینیت و بنتونیت.

اتمی حاصل شده از دی‌هیدروکسی‌سیلاسیون منجر به افزایش پیوند پولک‌های رسی و در نتیجه افزایش مقاومت نمونه‌ها شده است.^[۱] این روند تا دمای ۷۰۰ درجه ادامه پیدا کرده است. در دمای ۹۰۰ و ۱۱۰۰ درجه، نرخ افزایش مقاومت بیشتر شده است، که این امر ناشی از ذوب اولیه مصالح، کاهش تخلخل و تشکیل کانی‌های سیلیکاتی جدید با مقاومت بیشتر است؛ چنانچه مقاومت در دمای ۹۰۰ درجه، ۴ برابر و در دمای ۱۱۰۰ درجه، به بیشینه‌ی مقدار خود (۱۹/۱۹ مگاپاسکال) یعنی حدود ۸ برابر افزایش یافته است.

در نمونه‌های بنتونیت نیز همان‌گونه که مشاهده می‌شود، با اعمال حرارت تا دمای ۵۰۰ درجه، مقاومت فشاری محدود نشده‌ی نمونه‌های بنتونیت به تدریج افزایش می‌یابد. اعمال حرارت ۷۰۰ درجه، موجب افزایش ناگهانی مقاومت در حدود ۳ تا ۴ برابر (۱۸/۴۴ مگاپاسکال) شده است که با توجه به نتایج تغییرات وزنی، این دما منطبق بر دمای دی‌هیدروکسی‌سیلاسیون بنتونیت است. در مقابل، با افزایش حرارت تا دمای ۹۰۰ درجه، برخلاف آنچه در نمونه‌های کائولینیت مشاهده شده است، نمونه‌های بنتونیت با افت مقاومت شدیدی (به میزان بیشینه‌ی ۵۴٪) مواجه شده‌اند. این روند در دمای ۱۱۰۰ نیز ادامه داشته و مقاومت نمونه‌های بنتونیت به طور نسبی کاهش یافته است. دلیل این مشاهدات در بخش بعدی با توجه به نتایج آزمایش‌های ریزساختار بیان شده است.

همچنین براساس نتایج ارائه شده در شکل ۲ و مقایسه‌ی مقاومت نمونه‌های کائولینیت و بنتونیت ملاحظه می‌شود که نمونه‌های بنتونیت در تمامی سطوح حرارتی

پخش و سطحش به آرامی فشار داده شد تا جایی که پودر فشرده شود و در اثر چرخش نمونه‌گیر به بیرون نریزد. در نهایت، سطح پودر توسط لام صاف و یکنواخت شد، به طوری که هیچ‌گونه پستی و بلندی روی سطح آن مشاهده نشود. پس از آماده‌سازی نمونه‌ها، آنالیز XRD برای تهیه‌ی پراش پرتو ایکس توسط دستگاه XRD مدل Siemens-Diffractometer DAA Advance در محدوده‌ی 2θ بین ۲ تا ۶۰ درجه با گام 0.01° درجه و مدت زمان ۲ ثانیه برای هر گام انجام شد.

در راستای مطالعه‌ی ساختار میکروسکوپی خاک و مشاهده‌ی آرایش ذرات رسی و تغییرات ساختار آن پس از اعمال حرارت، از نمونه‌ها تصویری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی تهیه شد. بدین منظور از هر نمونه، قطعه‌ی کوچکی جدا و با استفاده از چسب مایع روی پایه‌های کوچک مخصوص قرار داده شد، به طوری که سطح شکست آن‌ها رو به بالا قرار گرفت. پس از پوشش سطح نمونه‌ها با استفاده از دستگاه لایه‌نشانی طلا، نمونه‌ها داخل محفظه‌ی میکروسکوپ الکترونی با نام تجاری KYKY-EM3200 قرار داده شدند و سطح آن‌ها عکس‌برداری و مورد مطالعه قرار گرفتند.

همچنین وزن نمونه‌ها در تمامی مراحل و متناظر با هر دما توزین شد و تغییرات وزنی هر نمونه تحت تأثیر حرارت محاسبه و گزارش شده است.

۳. نتایج و بحث

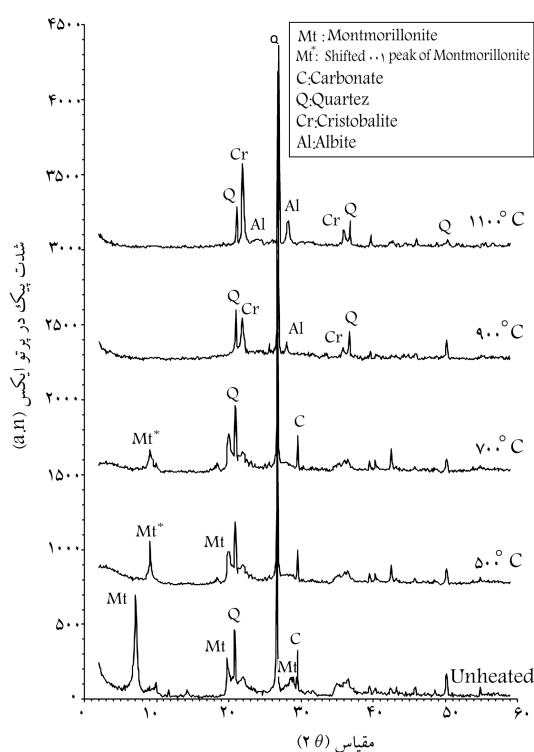
۳.۱. تغییرات وزن

کاهش ناگهانی وزن نمونه‌ی خاک، معیار مناسبی برای تشخیص دمای دی‌هیدروکسی‌سیلاسیون است،^[۱] به همین منظور تغییرات وزنی نمونه‌ها در مقابل حرارت اندازه‌گیری شد. با توجه به نتایج ارائه شده در شکل ۱ مشاهده می‌شود که افزایش حرارت به کاهش وزن نمونه‌ها می‌انجامد. برای نمونه‌های کائولینیت، کاهش وزن تا دمای ۳۰۰ درجه به کندی صورت گرفته، ولی با افزایش حرارت تا دمای ۵۰۰ درجه، وزن نمونه‌ها به صورت ناگهانی به میزان ۳ تا ۴ درصد کاهش یافته است. این دما منطبق بر دمای دی‌هیدروکسی‌سیلاسیون کائولینیت است و نشان‌دهنده‌ی شروع فرایند دی‌هیدروکسی‌سیلاسیون و تخریب ساختار کانی رسی است.^[۲۰،۱] این روند تا دمای ۷۰۰ درجه ادامه داشته و در دمای ۹۰۰ و ۱۱۰۰ درجه تغییر چندانی در وزن نمونه‌ها مشاهده نشده است.

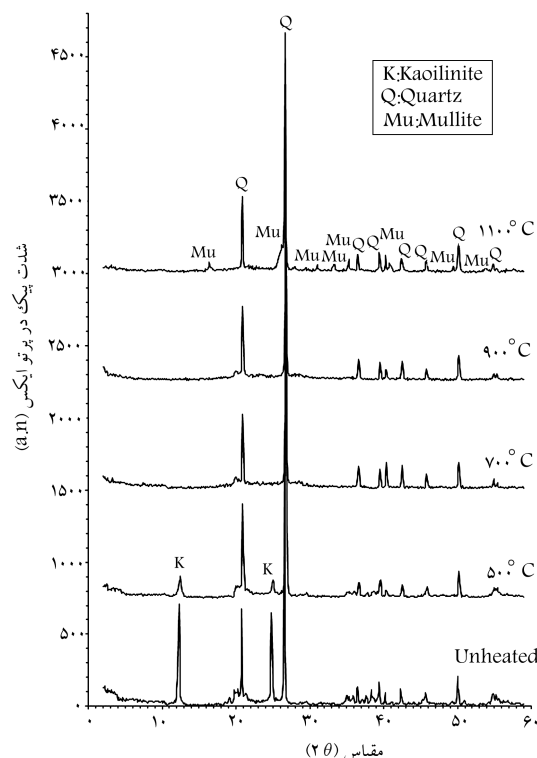
همچنین نتایج ارائه شده در شکل ۱ نشان می‌دهد که برای نمونه‌های بنتونیت، کاهش ناگهانی وزن به میزان ۸ تا ۱۴ درصد، در دمای ۷۰۰ درجه رخ داده است، براین اساس می‌توان نتیجه‌گیری کرد که شروع فرایند دی‌هیدروکسی‌سیلاسیون و تخریب ساختار کانی رسی نمونه‌های بنتونیت برابر با دمای ۷۰۰ درجه است.^[۲۰،۱]

۳.۲. مقاومت فشاری محدود نشده

نتایج مرتبط با مطالعه‌ی تأثیر حرارت در مقاومت فشاری محدود نشده‌ی نمونه‌های کائولینیت و بنتونیت در شکل ۲ ارائه شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، با افزایش حرارت، مقاومت فشاری محدود نشده‌ی نمونه‌ها افزایش یافته است. در نمونه‌های کائولینیت این افزایش مقاومت تا دمای ۳۰۰ درجه با نرخ آرامی رخ داده است، و با رسیدن به دمای ۵۰۰ درجه، افزایش قابل ملاحظه‌ی در مقاومت (حدود ۲ تا ۲/۵ برابر) مشاهده می‌شود. این افزایش مقاومت انطباق خوبی با نتایج شکل ۱ دارد. با توجه به وقوع دی‌هیدروکسی‌سیلاسیون در دمای بیش از ۵۰۰ درجه، این افزایش مقاومت را می‌توان به فرایند دی‌هیدروکسی‌سیلاسیون نسبت داد. به بیان دیگر، آرایش



شکل ۴. پراش پرتو ایکس نمونه‌ی بنتونیت تحت حرارت‌های مختلف.



شکل ۳. پراش پرتو ایکس نمونه‌ی کائولینیت تحت حرارت‌های مختلف.

مختلف در شکل ۴ ارائه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، نقطه‌ی اوج بنتونیت ($12/4^\circ$) در پراش پرتو ایکس نمونه بدون اعمال حرارت کاملاً مشخص است. با افزایش حرارت تا دمای 50° درجه، شدت نقطه‌ی اوج بنتونیت کاهش و علاوه بر آن فاصله‌ی صفحات پایه‌ی کانی^۲ از $12/4^\circ$ به $9/8^\circ$ کاهش یافته است. این موضوع به دلیل دی‌هیدراته شدن پولک‌های رسی و کاهش فاصله‌ی بین لایه‌ی رنج می‌دهد. در دمای 70° درجه، شدت نقطه‌ی اوج بنتونیت به طور قابل ملاحظه‌ی کاهش یافته است، که این امر نشان‌دهنده‌ی شروع فرایند دی‌هیدروکسیلاسیون است. همان‌طور که در شکل ۲ مشاهده می‌شود، فرایند فوق موجب افزایش ناگهانی مقاومت نمونه‌ی بنتونیت شده است. با افزایش حرارت تا دمای 90° درجه، نقطه‌ی اوج بنتونیت به دلیل تخریب ساختار آن به‌طور کامل حذف و نقطه‌ی اوج دوکانی سیلیکاتی جدید شامل کریستوبالیت (SiO_2) و آلبيت ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) تشکیل می‌شود. [۲۴-۲۲] شدت نقطه‌ی اوج این دوکانی در دمای 110° درجه، افزایش نشان می‌دهد. با توجه به نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) و همچنین نتایج شکل ۲ می‌توان نتیجه گرفت که تشکیل دوکانی کریستوبالیت و آلبيت، تأثیر مثبتی در مقاومت نمونه‌های بنتونیت نداشته است و در دمای 90° و 110° درجه، هم‌زمان با تشکیل این دوکانی، مقاومت نمونه‌های بنتونیت کاهش یافته است. به منظور درک بهتر مشاهدات انجام‌شده، تصاویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه‌ها تهیه و نتایج آن در ادامه ارائه شده است.

۴.۳. تجزیه و تحلیل عکس‌های میکروسکوپ الکترونی (SEM)

به منظور ارزیابی تغییرات ریزساختار خاک علاوه بر آنالیز XRD، آرایش ذرات خاک و بافت میکروسکوپی نمونه‌های کائولینیت و بنتونیت با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته و روند تغییرات بافت نمونه‌ها در اثر اعمال حرارت‌های مختلف مشاهده و بررسی شده است. در شکل ۵ الف، تصویر

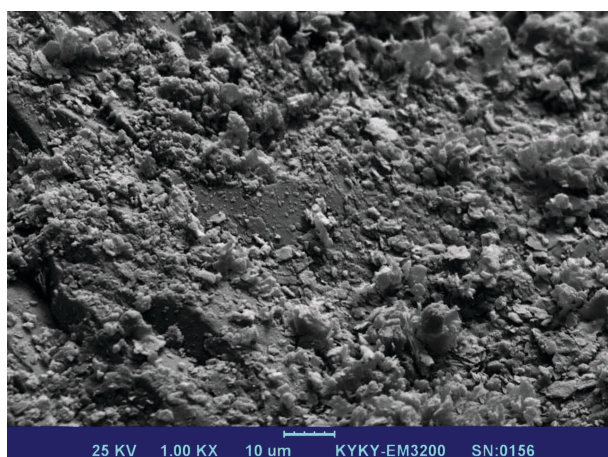
به جز دمای 110° درجه، دارای مقاومتی حدود دو برابر مقاومت نمونه‌های کائولینیت هستند. این موضوع نشان‌دهنده‌ی نقش کانی رسی و میزان تأثیر آن در خصوصیات مهندسی خاک در معرض حرارت است.

۳.۳. نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD)

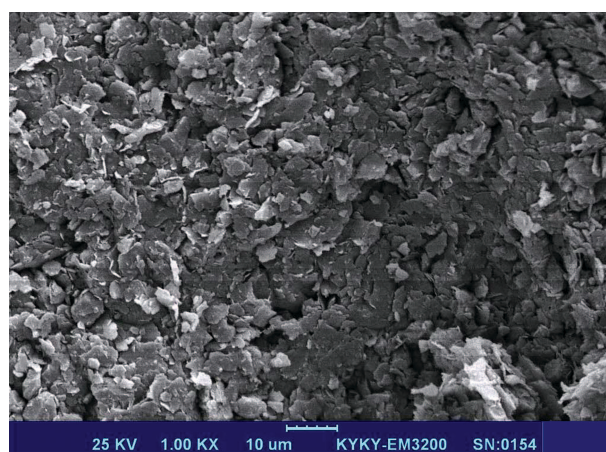
آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) نمونه‌های کائولینیت تحت حرارت‌های مختلف در شکل ۳ ارائه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، دو نقطه‌ی اوج کائولینیت ($7/14^\circ$ ، $3/56^\circ$) و کوارتز ($3/32^\circ$ ، $4/23^\circ$) در پراش پرتو ایکس نمونه‌ی بدون اعمال حرارت کاملاً مشخص است. با افزایش حرارت تا دمای 50° درجه، شدت نقطه‌ی اوج کائولینیت به طور قابل ملاحظه‌ی کاهش یافته است، که این امر نشان‌دهنده‌ی شروع فرایند دی‌هیدروکسیلاسیون و تخریب ساختار کانی رسی در این دماست، که منجر به افزایش قابل توجه مقاومت نمونه‌ی کائولینیت شده است (شکل ۲).

از سوی دیگر در دمای 70° درجه، نقطه‌ی اوج کائولینیت به طور کامل حذف می‌شود و به جز نقطه‌ی اوج کوارتز، نقطه‌ی اوج دیگری مشاهده نمی‌شود. این موضوع نشان‌دهنده‌ی تخریب کامل ساختار کائولینیت و تشکیل فاز آمورف و غیرکریستالی است. پراش پرتو ایکس در دمای 90° درجه نیز مشابه با دمای 70° درجه است و مصالح آمورف، فاز غالب نمونه را شکل داده است. با افزایش حرارت تا دمای 110° درجه، نقطه‌ی اوج جدیدی مربوط به مولیت ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$)، که یک کانی سیلیکاتی است، [۲۱] تشکیل شده و هم‌زمان با تشکیل این کانی سیلیکاتی، مقاومت نمونه‌ی کائولینیت به طور چشمگیری افزایش یافته است (شکل ۲). این امر نشان‌دهنده‌ی نقش مثبت حضور مولیت در افزایش مقاومت و خصوصیات مقاومتی زیاد این کانی است.

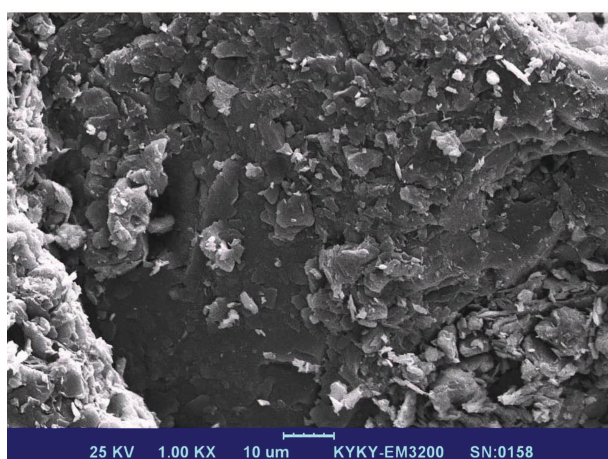
همچنین آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) نمونه‌های بنتونیت تحت حرارت‌های



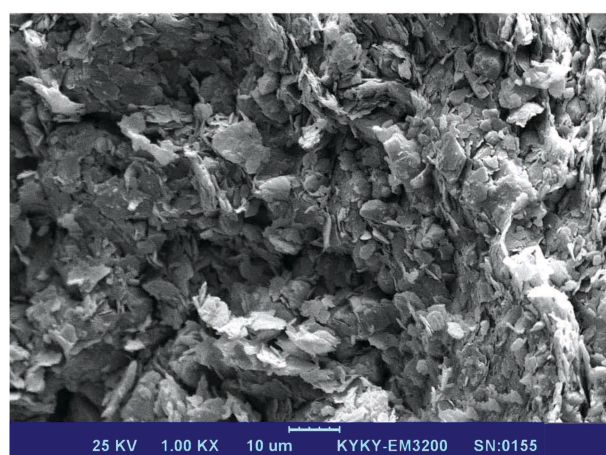
الف) پس از اعمال حرارت ۹۰۰ درجه؛



الف) بدون اعمال حرارت؛



ب) پس از اعمال حرارت ۱۱۰۰ درجه.



ب) پس از اعمال حرارت ۵۰۰ درجه.

شکل ۶. تصاویر SEM نمونه‌ی کاتولینیت.

شکل ۵. تصاویر SEM نمونه‌ی کاتولینیت.

بافت در هم پیچیده و چین خورده‌ی پولک‌های رسی بنتونیت را نشان می‌دهد. در صورتی که با توجه به شکل ۷ ب مشاهده می‌شود که ساختار پولک‌های رسی در بنتونیت به طور قابل ملاحظه‌ی تخریب شده و توده‌ی کاملاً یکپارچه، همگن و خالی از هرگونه خلل و فرج شکل گرفته است. این تغییر در ساختار نمونه، که با شروع فرایند دی‌هیدروکسیلاسیون همراه است، به افزایش ناگهانی و چشمگیر مقاومت، مطابق با آنچه در شکل ۲ مشاهده می‌شود، انجامیده است.

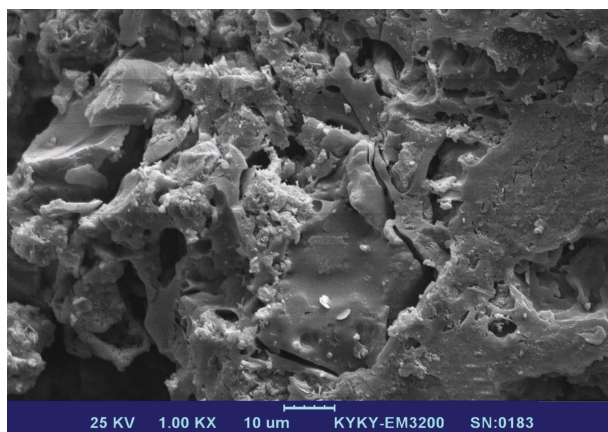
در مقابل با توجه به شکل ۸ الف، پس از اعمال حرارت ۹۰۰ درجه به نمونه‌ی بنتونیت مشاهده می‌شود که حفره‌های میکروسکوپی و خلل و فرج بسیاری در نمونه ایجاد شده است.

شکل‌گیری حفره‌های میکروسکوپی در دمای فوق و متعاقب آن افزایش تخلخل نمونه‌ی خاک، علت اصلی کاهش ناگهانی مقاومت نمونه‌ی بنتونیت در دمای ۹۰۰ درجه است، که در شکل ۲ به روند این کاهش مقاومت اشاره شده است. در شکل ۸ الف، نیز تصویر نمونه‌ی بنتونیت پس از اعمال حرارت ۱۱۰۰ درجه بیانگر آن است که با وجود آنکه توده‌ی همگنی به سبب ذوب اولیه ایجاد شده و تخلخل کاهش یافته است، ولی در عین حال اندازه‌ی حفره‌های میکروسکوپی افزایش نشان داده است، که منجر به ضعف موضعی ساختار و اسکلت باربر نمونه در برابر تنش‌های اعمالی و در نتیجه کاهش نسبی مقاومت نمونه بنتونیت شده است.

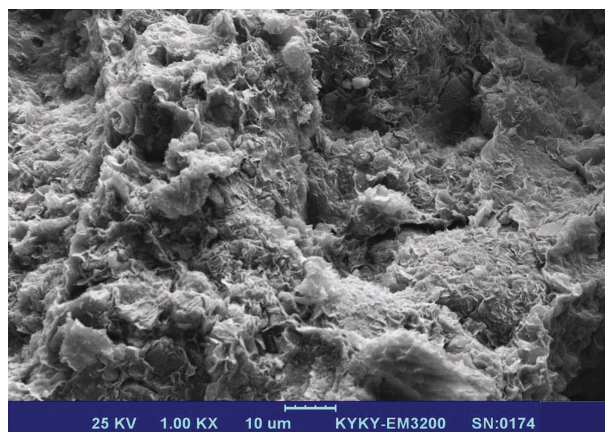
SEM نمونه‌ی کاتولینیت بدون اعمال حرارت مشاهده می‌شود، که در آن پولک‌های رسی کاتولینیت با توجه به ریخت شناسی صفحه‌ی به خوبی مشخص هستند، در صورتی که با توجه به شکل ۵ ب، پس از اعمال حرارت ۵۰۰ درجه به نمونه‌ی کاتولینیت، در بخش‌هایی از خاک پولک‌های رسی تخریب، و فاز آمورف با اندازه‌ی ذرات بزرگ‌تر تشکیل شده است. این موضوع انطباق کاملی با نتایج XRD دارد و همان‌گونه که پیش‌تر نیز اشاره شد، نشان‌دهنده‌ی شروع فرایند دی‌هیدروکسیلاسیون است و با توجه به شکل ۲، موجب افزایش قابل توجه مقاومت نمونه‌ها شده است.

شکل ۶ الف نیز تصویر نمونه‌ی کاتولینیت پس از اعمال حرارت ۹۰۰ درجه را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که در این دما فرایند ذوب اولیه آغاز شده است و مصالح آمورف موجود به یکدیگر پیوسته و توده‌ی همگن و یکپارچه‌ی را شکل داده‌اند، که افزایش پیوسته‌ی مقاومت تا این دما را در پی داشته است. همچنین تصویر نمونه‌ی کاتولینیت پس از اعمال حرارت ۱۱۰۰ درجه در شکل ۶ ب، نشان‌دهنده‌ی گسترش قابل توجه ذوب اولیه و حالت سیمانی‌شدن در ساختار خاک و تشکیل توده‌ی یکپارچه است، که موجب افزایش چشمگیر مقاومت نمونه شده است.

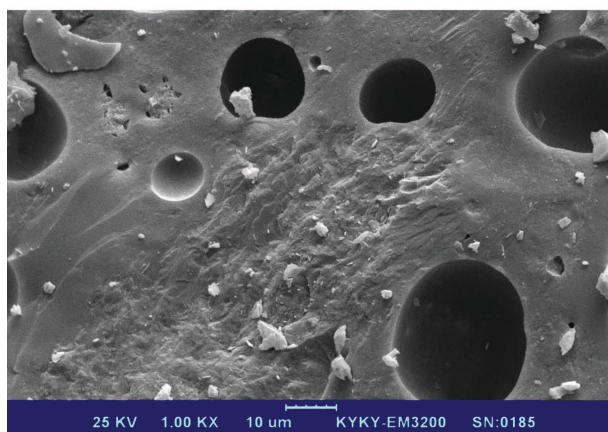
همچنین تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌های بنتونیت بدون اعمال حرارت و نمونه در معرض حرارت ۷۰۰ درجه در شکل ۷ مشاهده می‌شود. شکل ۷ الف،



الف) پس از اعمال حرارت ۹۰۰ درجه؛

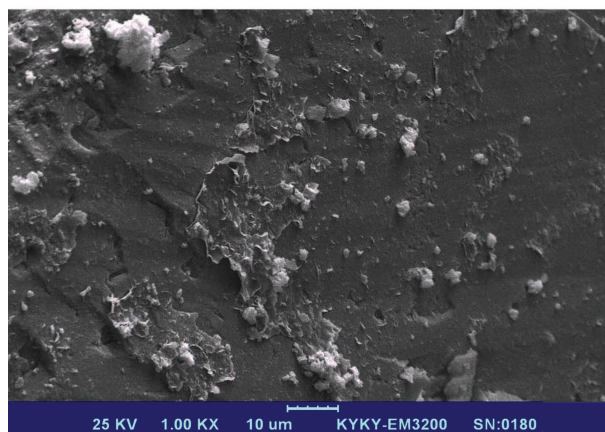


الف) بدون اعمال حرارت؛



ب) پس از اعمال حرارت ۱۱۰۰ درجه.

شکل ۸. تصاویر SEM نمونه‌ی بنتونیت.



ب) پس از اعمال حرارت ۷۰۰ درجه.

شکل ۷. تصاویر SEM نمونه‌ی بنتونیت.

به طوری که مقاومت نمونه‌های کاتولینیت به میزان ۲ تا ۲/۵ برابر و نمونه‌های بنتونیت به میزان ۳ تا ۴ برابر افزایش داشته است. با اعمال حرارت بیش از دمای دی‌هیدروکسیلاسیون روند متفاوتی در نمونه‌های کاتولینیت و بنتونیت مشاهده شد. به طوری که با افزایش حرارت، مقاومت نمونه‌های کاتولینیت به طور پیوسته افزایش داشته است و در مقابل، مقاومت نمونه‌های بنتونیت کاهش قابل ملاحظه‌ای را به همراه داشته‌اند.

- در نمونه‌های کاتولینیت با اعمال حرارت، مقاومت تا ۸ برابر افزایش می‌یابد و به بیشینه‌ی مقدار خود در دمای ۱۱۰۰ درجه می‌رسد. این موضوع براساس نتایج آنالیز پراش پرتوایکس و تصاویر میکروسکوپ الکترونی، به علت تشکیل کانی سیلیکاتی مولیت با خصوصیات مقاومتی مناسب و همچنین یکپارچگی بافت و ساختار نمونه در نتیجه‌ی ذوب اولیه‌ی اجزاء خاک در این دما رخ می‌دهد.

- در نمونه‌های بنتونیت، بیشینه‌ی مقاومت ناشی از افزایش حرارت در دمای ۷۰۰ درجه حاصل شده است. این موضوع براساس نتایج آنالیز پراش پرتوایکس و تصاویر میکروسکوپ الکترونی در نتیجه‌ی دی‌هیدروکسیلاسیون، پیوند ذرات و ایجاد ساختاری یکپارچه رخ می‌دهد. در مقابل، اعمال حرارت بیش از این دما، منجر به کاهش قابل ملاحظه‌ی مقاومت شده است، که این کاهش مقاومت به دلیل تغییر ساختار خاک و گسترش حفره‌های میکروسکوپی در فرایند خروج CO₂ ناشی از تجزیه بخش کربناتی خاک بوده است.

۴. نتیجه‌گیری

در این نوشتار، به کمک مجموعه‌ای از آزمایش‌های درشت‌ساختاری و ریزساختاری به مطالعه‌ی تأثیر حرارت در خصوصیات درشت‌ساختار و ریزساختار کاتولینیت و بنتونیت پرداخته شده و تأثیر متقابل این دو مسئله مورد ارزیابی قرار گرفته است. همچنین تأثیر تغییرات ایجادشده در ریزساختار نمونه‌های فوق بر اثر افزایش حرارت در رفتار درشت‌ساختار نمونه‌ها مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته است. نتایج اخذشده از این پژوهش را می‌توان به این شرح خلاصه کرد:

- افزایش حرارت منجر به تغییرات مهمی در ریزساختار خاک از جمله: تخریب، تغییر فاز و تشکیل کانی‌های جدید و همچنین تغییر بافت میکروسکوپی و آرایش ذرات خاک می‌شود. این تغییرات ریزساختار، نیز موجب تغییر خصوصیات مهندسی خاک از جمله مقاومت فشاری نمونه‌ها می‌شود.
- تغییرات ایجادشده در خصوصیات خاک‌ها هم از لحاظ ریزساختار و هم درشت‌ساختار تابعی از سطح حرارت اعمالی و نوع کانی رسی است.
- با افزایش حرارت تا پیش از دمای دی‌هیدروکسیلاسیون، مقاومت به تدریج افزایش یافته است، که برای بنتونیت به دلیل حساسیت بیشتر، این افزایش مقاومت بیشتر است. در دمای دی‌هیدروکسیلاسیون با تخریب ساختار کانی رسی (افت شدید نقطه‌ی اوج در آنالیز پراش پرتوایکس) و در نتیجه، تغییر آرایش اتمی و پیوند ذرات، مقاومت برای هر دو نوع کانی رسی به طور قابل ملاحظه‌ی افزایش می‌یابد.

مشخص شد که تأثیر حرارت بر خصوصیات مهندسی خاک‌های رسی و تغییرات درشت‌ساختار ناشی از آن به شدت متأثر از تغییرات ریزساختار است و این دو مقوله در ارتباطی تنگاتنگ با یکدیگر هستند.

• به کمک آزمایش‌های ریزساختاری از جمله پراش پرتو ایکس (XRD) و تصاویر میکروسکوپ الکترونی (SEM) امکان پایش و تحلیل تغییرات درشت‌ساختاری نمونه‌های قرارگرفته تحت رژیم حرارتی فراهم می‌شود. براساس نتایج این آزمایش‌ها

پانویس‌ها

1. Carbolite
2. basal spacing

منابع (References)

1. Joshi, R.C., Achari, G., Horsfield, D. and Nagaraj, T. "Effect of heat treatment on strength of clays", *Journal of Geotechnical Engineering*, **120**(6), pp. 1080-1088 (1994).
2. Jefferson, I. "Temperature effects on clay soils", PhD Theses, Civil and Building Engineering, Loughborough University (1994).
3. Wang, M.C., Benway, J.M., and Arayssi, A.M., *The Effect of Heating on Engineering Properties of Clays*, ASTM Special Technical Publication, pp. 139-158 (1990).
4. Morris, P.H. and Wong, L., *Modification of Dredged Sediments to Produce Useful Product by Heating to High Temperatures*, Sustainable Tourism CRC (2005).
5. Alcocer, C. and Chowdhury, H. "Experimental study of an environmental remediation of gulf coast crude-oil-contaminated soil using low-temperature thermal treatment", in *Proceedings of the 1993 Western Regional Meeting*, Louisiana, p. 723 (1993).
6. Varlakov, A., Sobolev, I., Barinov, A., Dmitriev, S., Karlin, S. and Flit, V. "Method of treatment of radioactive silts and soils", in *Materials Research Society*, **465**, pp. 591-594 (1997).
7. Gu, B., Wang, L., Minc, L. and Ewing, R. "Temperature effects on the radiation stability and ion exchange capacity of smectites", *Journal of Nuclear Materials*, **297**(3), pp. 345-354 (2001).
8. Ouhadi, V., Yong, R., Goodarzi, A. and Safari-Zanjani, M. "Effect of temperature on the re-structuring of the microstructure and geo-environmental behaviour of smectite", *Applied Clay Science*, **47**(1-2), pp. 2-9 (2010).
9. Akesson, M., Jacinto, A., Gatabin, C., Sanchez, M. and Ledesma, A. "Bentonite THM behaviour at high temperatures: Experimental and numerical analysis", *Geotechnique*, **59**, pp. 307-318 (2009).
10. Bennett, D.G. and Gens, R. "Overview of European concepts for high-level waste and spent fuel disposal with special reference waste container corrosion", *Journal of Nuclear Materials*, **379**(1-3), pp. 1-8 (2008).
11. Plötze, M., Kahr, G., Dohrmann, R. and Weber, H. "Hydro-mechanical, geochemical and mineralogical characteristics of the bentonite buffer in a heater experiment: The HE-B project at the Mont Terri Rock Laboratory", *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C*, **32**(8-14), pp. 730-740 (2007).
12. Dixon, D., Gray, M. and Thomas, A. "A study of the compaction properties of potential clay-sand buffer mixtures for use in nuclear fuel waste disposal", *Engineering Geology*, **21**(3-4), pp. 247-255 (1985).
13. Tien, Y., Wu, P., Chuang, W. and Wu, L. "Micromechanical model for compaction characteristics of bentonite-sand mixtures", *Applied Clay Science*, **26**(1-4), pp. 489-498 (2004).
14. Wersin, P., Johnson, L. and McKinley, I. "Performance of the bentonite barrier at temperatures beyond 100 C: A critical review", *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C*, **32**(8-14), pp. 780-788 (2007).
15. Abu-Zreig, M.M., Al-Akhras, N.M. and Attom, M.F. "Influence of heat treatment on the behavior of clayey soils", *Applied Clay Science*, **20**(3), pp. 129-135 (2001).
16. Sarikaya, Y., Önal, M., Baran, B. and Alemdaroğlu, T. "The effect of thermal treatment on some of the physico-chemical properties of a bentonite", *Clays and Clay Minerals*, **48**(5), pp. 557-562 (2000).
17. Tan, Ö., Yılmaz, L. and Zaimoğlu, A.S. "Variation of some engineering properties of clays with heat treatment", *Materials Letters*, **58**(7-8), pp. 1176-1179 (2004).
18. Towhata, I., Kuntiwattanakul, P. and Kobayashi, H. "A preliminary study on heating of clays to examine possible effects of temperature on soil-mechanical properties", *Soil and Foundation*, **33**(4), pp. 184-190 (1993).
19. Wang, M., Jao, M. and Ghazal, M. "Heating effect on swelling behaviour of expansive soils", *Geomechanics and Geoengineering: An International Journal*, **3**, pp. 121-127 (2008).

20. Habert, G., Choupay, N., Escadeillas, G., Guillaume, D. and Montel, J. "Clay content of argillites: Influence on cement based mortars", *Applied Clay Science*, **43**(3-4), pp. 322-330 (2009).
21. González-García, F., Romero-Acosta, V., García-Ramos, G. and González-Rodríguez, M. "Firing transformations of mixtures of clays containing illite, kaolinite and calcium carbonate used by ornamental tile industries", *Applied Clay Science*, **5**(4), pp. 361-375 (1990).
22. Bayram, H., Önal, M., Yilmaz, H. and Sarıkaya, Y. "Thermal analysis of a white calcium bentonite", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **101**(3), pp. 873-879 (2010).
23. Gavin, P. and Chevrier, V. "Thermal alteration of nontronite and montmorillonite: Implications for the martian surface", *International Journal of Solar Studies, Icarus*, **208**(2), pp. 721-734 (2010).
24. McConville, C.J. and Lee, W.E. "Microstructural development on firing illite and smectite clays compared with that in kaolinite", *Journal of the American Ceramic Society*, **88**(8), pp. 2267-2276 (2005).