



Research Paper

Acid Activation of Natural Bentonite for Enhanced Tribological and Thermal Performance in Non-soap Grease Formulations

Mohamadreza Salehi¹, M. Mohseni², Ramin Karimzadeh^{1,*}¹ Department of Chemical Engineering, Faculty of Chemical Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran² Department of Mining Engineering, Faculty of Engineering & Technology, Tarbiat Modares University, Tehran, Iran

ARTICLE INFO

Received 2025-08-02
Accepted 2025-11-06
Available online 2026-05-09
ISSN: 2588-5316
Online ISSN: 2588-5324

Keywords:

Non-soap grease

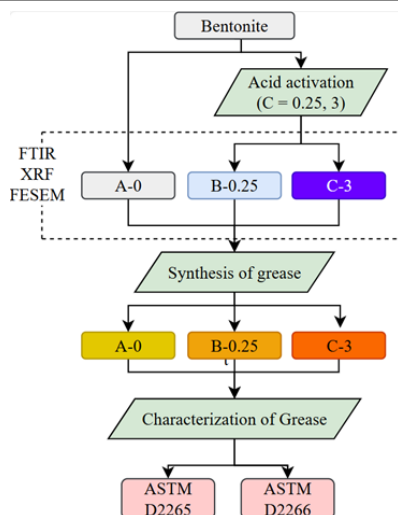
Bentonite

Acid activation

Tribological properties

Friction

GRAPHICAL ABSTRACT

**ABSTRACT**

Research subject: Non-soap-based greases formulated with bentonite are widely considered suitable lubricants for demanding industrial applications due to their high thermal stability and resistance to harsh environmental conditions. However, the inherent structure of natural bentonite can limit its lubrication performance. Acid activation is one of the effective strategies to enhance its functional properties.

Research approach: In this study, Iranian bentonite was activated using sulfuric acid at two concentrations (0.25 M and 3 M) and then incorporated as a thickening agent with SN180 base oil. The synthesized grease samples were evaluated using FTIR, XRF, FESEM, Four-Ball Wear Test (ASTM D2266), and Dropping Point Test (ASTM D2265).

Main results: The FTIR and XRF results indicated that acid activation reduced aluminum and structural water content while increasing the silica content in bentonite. FESEM images confirmed increased porosity and surface heterogeneity as a result of acid treatment. The four-ball wear test showed that the grease containing bentonite activated with 0.25 M acid exhibited superior anti-wear performance compared to other samples, whereas the 3 M acid-treated sample demonstrated weaker performance due to structural degradation. All samples showed acceptable thermal performance in the dropping point test, with values exceeding 272 °C. These findings suggest that the proper control of acid activation conditions plays a crucial role in optimizing the structural and functional properties of non-soap-based greases.

* Corresponding author: ramin@modares.ac.ir

Copyright© 2025, The Authors. This open-access article is published under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License which permits Share (copy and redistribute the material in any medium or format) and Adapt (remix, transform, and build upon the material) under the Attribution-NonCommercial terms.



مقاله تحقیقاتی

فعال سازی اسیدی بنتونیت طبیعی برای بهبود عملکرد سایشی و حرارتی در فرمول بندی گریس‌های غیرصابونی

محمد رضا صالحی^۱، مهدی محسنی^۲، رامین کریم زاده^{۱*}

^۱ گروه طراحی فرایند، دانشکده مهندسی شیمی، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران

^۲ گروه مهندسی معدن، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ایران

چکیده

موضوع تحقیق: گریس‌های غیرصابونی مبتنی بر بنتونیت به دلیل خواصی مانند پایداری حرارتی بالا و مقاومت در برابر شرایط سخت محیطی، گزینه‌ای مناسب برای روانکاری در صنایع مختلف به‌شمار می‌روند. با این حال، محدودیت‌هایی در ساختار طبیعی بنتونیت وجود دارد که عملکرد آن را در کاربردهای روانکاری کاهش می‌دهد. فعال سازی اسیدی یکی از روش‌های مؤثر برای بهبود این ویژگی‌هاست.

روش تحقیق: در این مطالعه، بنتونیت ایرانی با اسیدسولفوریک در دو غلظت (۰/۲۵ و ۳ مولار) فعال سازی و به‌عنوان تغلیظ کننده با روغن پایه SN180 ترکیب شد. نمونه‌های سنتز شده با آزمون‌های FTIR، XRF، FESEM، سایش چهار ساچمه (ASTM D2266) و نقطه قطره‌ای شدن (ASTM D2265) مورد ارزیابی قرار گرفتند. **نتایج اصلی:** نتایج FTIR و XRF نشان داد که فعال سازی اسیدی منجر به کاهش آلومینیوم، کاهش آب ساختاری و افزایش محتوای سیلیس در بنتونیت شد. تصاویر FESEM افزایش تخلخل و ناهمگنی سطحی را در نتیجه فعال سازی اسیدی تأیید کردند. آزمون چهار ساچمه نشان داد که گریس حاوی بنتونیت فعال شده با اسید ۰/۲۵ مولار، عملکرد ضدسایشی بهتری نسبت به سایر نمونه‌ها دارد، در حالی که نمونه با اسید ۳ مولار به دلیل تخریب ساختار، عملکرد ضعیف‌تری از خود نشان داد. تمامی نمونه‌ها نیز در آزمون نقطه قطره‌ای شدن، پایداری حرارتی قابل قبولی (بیش از ۲۷۲ درجه سانتی‌گراد) داشتند. این یافته‌ها نشان می‌دهند که انتخاب غلظت مناسب در فرایند فعال سازی اسیدی، نقش تعیین کننده‌ای در بهینه‌سازی خواص ساختاری و عملکردی گریس‌های غیرصابونی ایفا می‌کند.

اطلاعات مقاله

دریافت: ۱۴۰۴/۰۵/۱۱

پذیرش: ۱۴۰۴/۰۸/۱۵

دسترس آنلاین: ۱۴۰۵/۰۲/۱۹

ISSN: 2588-5316

Online ISSN: 2588-5324

کلیدواژه‌ها

گریس غیرصابونی

بنتونیت

فعال سازی اسیدی

خواص روانکاری

اصطکاک

* نویسنده مسئول: ramin@modares.ac.ir

کپی‌رایت © ۲۰۲۵، این مقاله به صورت دسترسی آزاد منتشر شده و تحت مجوز بین‌المللی Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 قرار دارد. بر اساس این مجوز، شما می‌توانید این مطلب را در هر قالب و رسانه‌ای کپی، بازنشر و بازآفرینی کنید و یا آن را ویرایش و بازسازی نمایید، به شرط آنکه نام نویسنده را ذکر کرده و از آن برای مقاصد غیرتجاری استفاده کنید.

۱ مقدمه

بنتونیت، نوع خاک رسی طبیعی با ساختار لایه‌ای سیلیکاتی و نسبت ساختاری ۲:۱ (دو لایه چهار وجهی و یک لایه هشت وجهی)، به دلیل ویژگی‌های منحصربه‌فردی مانند مساحت سطح بالا، تخلخل مناسب، ظرفیت تبادل کاتیونی زیاد و هزینه پایین، به‌عنوان جاذبی مؤثر در حذف آلاینده‌های آلی مانند رنگ‌های صنعتی، روغن پالم، حذف فلزات سنگین و بسیاری از کاربردهای صنعتی مورد استفاده قرار می‌گیرد [۲۰۱]. ساختار آن شامل ریز، میان و درشت‌حفره‌هایی است که نقش کلیدی در فرایند جذب دارند. با این حال، برای بهبود ظرفیت جذب آن، اصلاحاتی مانند فعال‌سازی اسیدی و افزودن سطح‌فعال‌ها یا پلیمرها بر روی بنتونیت انجام می‌گیرد تا سطح فعال و حجم حفره‌های میان‌لایه‌ای افزایش یابد [۳].

فعال‌سازی اسیدی یکی از راه‌های بهبود عملکرد بنتونیت است. این بهبود عملکرد می‌تواند شامل افزایش تخلخل، سطح ویژه و در نهایت افزایش میزان جذب مواد بر روی بنتونیت شود. از جمله پژوهش‌های پیشین، فعال‌سازی بنتونیت با استفاده از اسیدفسفریک برای افزایش جذب بیسفنول A از فاضلاب [۴]، استفاده از اسیدسولفوریک برای افزایش سطح ویژه بنتونیت برای کاربرد زیستی [۵]، از اسید اگزالیک برای افزایش تخلخل و جذب رنگ از روغن سویا [۶]، از اسیدسولفوریک برای افزایش جذب و افزایش سطح ویژه بنتونیت با هدف جذب یون‌های سدیم و آهن [۷ و ۸]، از اسیدسولفوریک برای افزایش تخلخل و سطح ویژه در راستای حذف مقدار قابل توجهی از اکسیدهای فلزی همراه با آب [۹] نام برد. گاهی اوقات از ترکیب چند اسید مانند اسیدسولفوریک، اسیدنیتریک و اسیدفسفریک برای افزایش سطح ویژه و تخلخل بنتونیت استفاده می‌شود [۱۰].

گریس روانکاری نیمه‌جامد است که از ترکیب روغن پایه، تغلیظ‌کننده و افزودنی‌های عملکردی تشکیل شده، نقش کلیدی در کاهش اصطکاک، سایش و انتقال بار در سامانه‌های مکانیکی ایفا می‌کند. این روانکار به دلیل ساختار دوفازی خود (مخلوطی از روغن در ماتریس تغلیظ‌کننده) قادر است در شرایط سخت مانند دمای بالا، فشار زیاد و وجود رطوبت عملکرد مطلوبی داشته باشد. از جمله کاربردهای رایج گریس می‌توان به روانکاری یاتاقان‌ها، چرخ‌دنده‌ها، اتصالات متحرک در تجهیزات صنعتی، وسایل نقلیه، توربین‌ها و سامانه‌های انتقال نیرو اشاره کرد [۱۱ و ۱۲]. بسته به نوع تغلیظ‌کننده (صابون‌های فلزی (مانند صابون لیتیوم)، غیرصابونی (مانند بنتونیت)) و نوع روغن پایه (معدنی، سنتزی یا بازیافتی)، خواص مکانیکی و حرارتی گریس، نظیر پایداری برشی، نقطه قطره‌ای، مقاومت در برابر آب و ظرفیت حمل بار تغییر می‌کند. پیشرفت‌های اخیر نشان می‌دهد که استفاده از افزودنی‌هایی مانند MoS_2 ، گروه‌های کربنی صفحه‌ای و نانوذرات با ساختار کروی می‌تواند عملکرد ضدسایش و تحمل فشار بالای گریس‌ها را به‌طور قابل توجهی بهبود بخشد [۱۳ و ۱۴].

گریس بنتونیتی نوعی گریس غیرصابونی و معدنی است که از بنتونیت خام یا بنتونیت اصلاح‌شده به‌عنوان عامل تغلیظ‌کننده در ساختار خود بهره می‌برد. برخلاف گریس‌های صابونی متداول که با صابون‌های فلزی مانند لیتیوم یا کلسیم تولید می‌شوند، گریس بنتونیتی فاقد ترکیبات صابونی بوده، از برهم‌کنش فیزیکی بین صفحات بنتونیت و روغن پایه برای ایجاد ساختار

زل‌مانند استفاده می‌کند [۱۵ و ۱۶]. این نوع گریس به دلیل ساختار صفحه‌ای و خاصیت جذب بالای بنتونیت، دارای مزایایی چون پایداری حرارتی خوب، مقاومت در برابر شستشو با آب، عملکرد پایدار در دماهای بالا و مقاومت مکانیکی قابل قبول است [۱۷].

در پژوهش صورت‌گرفته توسط Hasan و همکاران [۱۸] گریس بنتونیتی با استفاده از خاک بنتونیت عراق که با اسیدنیتریک فعال‌سازی شده، سنتز شد. برای این منظور، بنتونیت خام در محلول اسید نیتریک هم‌زده شد تا لایه‌های آلومینیوم از ساختار حذف و سطح فعال‌تری برای جذب روغن پایه ایجاد شود. سپس بنتونیت فعال‌شده با روغن پایه (BOS 60 یا BOS 150) و مقادیر مشخصی از واکس نرم یا سخت مخلوط شد تا از جدایش روغن و تغلیظ‌کننده جلوگیری شود. از متانول نیز به‌عنوان عامل پراکنش استفاده شد. Zhu و همکاران [۱۹]، فرایند سنتز گریس بنتونیتی را با استفاده از روغن پایه BS150 و بنتونیت آلی‌سازی‌شده (Organo-bentonite) انجام دادند. در ابتدا، روغن پایه در راکتور ریخته شد و تحت هم‌زدن قرار گرفت، سپس بنتونیت آلی به تدریج به آن افزوده و مخلوط به‌خوبی پراکنده شد. برای افزایش یکنواختی پراکنش، حدود ۵۰ درصد وزنی استون به مخلوط افزوده شد. Pokidko و همکاران [۲۰]، فرایند سنتز گریس بنتونیتی با استفاده از بنتونیت طبیعی را طراحی کردند. برای این منظور، بنتونیت خام ابتدا با محلول HCl فعال‌سازی شد و از روغن پایه I20A برای سنتز گریس استفاده کردند و عملکرد آن را در بهبود خواص روانکاری مورد بررسی قرار دادند.

فرایند فعال‌سازی اسیدی بنتونیت در بسیاری از صنایع دیگر نیز استفاده می‌شود که در اینجا به برخی از آن‌ها پرداخته شد. اما در میان این فرایندها بررسی غلظت‌های متفاوت از اسیدسولفوریک برای فعال‌سازی بنتونیت به‌عنوان ماده تغلیظ‌کننده گریس روانکار و بررسی این عامل بر روی عملکرد سایشی و حرارتی به‌عنوان شکافی در این تحقیقات وجود دارد. در این پژوهش سعی شده با استفاده از بنتونیت فعال‌سازی‌نشده و فعال‌سازی‌شده با غلظت‌های متفاوت از اسیدسولفوریک، گریس بنتونیتی سنتز کرده، خواص نمونه‌ها بررسی و مقایسه شوند.

۲ بخش تجربی

۲-۱ مواد

روغن Sn180 (ایران) حاصل از تصفیه نفت خام که مشخصات آن در جدول ۱ آورده شده است، به‌عنوان روغن پایه برای سنتز گریس استفاده شد. سولفوریک اسید ۹۸٪ برای فعال‌سازی سطح بنتونیت مورد استفاده قرار گرفت. بنتونیت ایرانی از معدن فردوس که آزمون XRF آن در جدول ۲ آورده شده است به‌عنوان تغلیظ‌کننده استفاده شد. متانول ۹۶٪ به‌عنوان عامل پراکنده‌کننده در گریس مورد استفاده قرار گرفت.

۲-۲ روش‌شناسی

همان‌طور که در شکل ۱ نشان داده شده است، ابتدا از یک نوع بنتونیت، ۳ نمونه برداشته شده است. ۲ عدد از آن‌ها با غلظت‌های متفاوت از اسید فعال‌سازی شدند. سپس از تمامی نمونه‌ها آزمون‌های FTIR، XRF و FESEM گرفته شد تا تأثیر فعال‌سازی بر روی بنتونیت‌ها مشخص شود. در

شد تا کاملاً یکنواخت شود. پس از آن، متانول که به‌عنوان عامل پخش‌کننده در سنتز فعالیت می‌کند به میزان ۰/۵ درصد وزنی به آن اضافه شد و به مدت ۳۰ دقیقه هم‌زده شد. هنگامی که تمام مواد داخل هم‌زن حالت یکنواخت گرفتند، دمای مخزن به ۹۰ °C افزایش پیدا کرد و به مدت ۳۰ دقیقه دیگر هم‌زده شد تا متانول از داخل ساختار گریس حذف شود. ۳ نمونه گریس سنتز شده با نمادهای A-0، B-0.25 و C-3 نام‌گذاری شده‌اند که به ترتیب معرف گریس‌های ساخته شده با بنتونیت فعال‌سازی نشده و بنتونیت‌های فعال شده با اسیدسولفوریک اسید ۰/۲۵ و ۳ مولار هستند.

۲-۵ آزمون‌های مشخصه‌یابی فرایند

قبل و بعد از فعال‌سازی با اسید، از تمامی نمونه‌های بنتونیت آزمون FTIR گرفته شد تا پیوندهای موجود در مواد بررسی شود. پس از آن آزمون XRF گرفته شد تا عناصر موجود در ساختار بررسی شود. پس از سنتز سه نمونه گریس بنتونیتی نهایی، در راستای تعیین پایداری حرارتی گریس، آزمون استاندارد نقطه قطره‌ای شدن (ASTM D2265) انجام شد. در واقع زمانی که دمای گریس افزایش پیدا می‌کند، میزان نفوذپذیری آن مرتب بالا می‌رود تا آن که گریس قوام خویش را از دست داده، به مایع تبدیل می‌شود. به حداکثر دمای مشخصی که در آن گریس به اندازه کافی به مایع تبدیل شده، چکه کرده، اما ساختار اصلی خود را از دست نمی‌دهد، نقطه قطره‌ای شدن یا همان DROPPING POINT گویند. به این نکته توجه شود که این دما بالاترین دمایی که گریس در آن نقطه قابل استفاده است، تفاوت دارد. این آزمون برای کنترل کیفیت گریس انجام شده و مشخص‌کننده میزان چسبندگی روغن و تغلیظ‌کننده است. با آزمون استاندارد چهار ساچمه (ASTM D2266)، میزان مقاومت گریس در برابر سایش و تحت فشارهای بالا سنجیده می‌شود. این آزمون تحت نیروی ۴۰۰ نیوتن، دور موتور ۱۲۰۰ rpm، دمای ۷۵ °C، جنس ساچمه فولاد کروم E52100 با شعاع نیم اینچ و در مدت زمان ۳۶۰۰ ثانیه انجام شد.

۳ بحث و نتایج

۳-۱ پیوندها

طیف‌های FTIR نمونه‌های بنتونیت خام (A-0)، و فعال شده با اسیدسولفوریک ۰/۲۵ مولار (B-0.25) و ۳ مولار (C-3) که نشان‌دهنده تغییرات ساختاری مشخص در اثر فعال‌سازی اسیدی هستند، در شکل ۲ آمده‌اند. این تغییرات را می‌توان به‌طور خاص در ناحیه‌های ارتعاشی مربوط به گروه‌های آب ساختاری و گروه‌های سیلیکاتی مشاهده کرد. قله پهن در ناحیه $3540-3420 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به گروه‌های هیدروکسیل و آب بین‌لایه‌ای است. در این مکان اقله در نمونه A-0 تا مقدار پایین‌تر از ۶۰ رسیده، اما در نمونه‌های B-0.25 و C-3 تا مقدار کمتر از ۴۰ کاهش داشته است. همچنین در قله حدود 1635 cm^{-1} که به قله خمشی مولکول آب ($\delta\text{-OH}$) نسبت داده می‌شود نیز همین روند کاملاً قابل مشاهده است. پس می‌توان نتیجه گرفت که این فعال‌سازی اسیدی باعث کاهش محتوای آب ساختاری و مولکولی بنتونیت شده است.

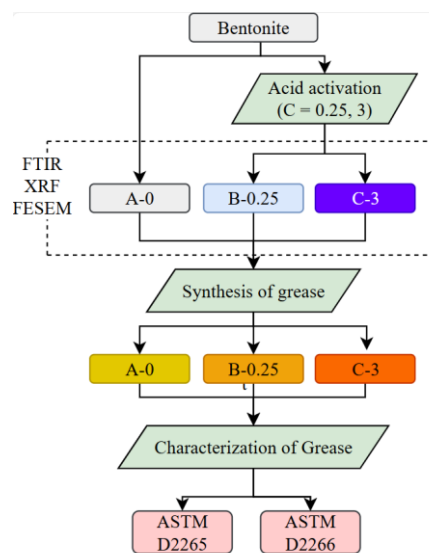
از طرف دیگر قله Si-O در حدود $1045-1035 \text{ cm}^{-1}$ و همچنین ناحیه‌ی $619-519 \text{ cm}^{-1}$ که قله‌ی مربوط به Al-O-Si و Si-O-Si است، باز هم

مرحله بعد، تمامی نمونه‌ها با روغن پایه ترکیب و گریس بنتونیتی نهایی تهیه شد. گریس‌های سنتز شده با استفاده از آزمون‌های استاندارد ارزیابی و مورد بررسی قرار گرفتند.

جدول ۱ روغن پایه Sn180

Table 1 Specifications of SN180 base oil

Base oil (Sn180)	Unit	Results
Density @ 15°C	Kg/m ³	867.9
Flash Point	°C	≥ 205
Pour Point	°C	≤ -6
Sulphur Content	ppm	≤ 300
Color	-	≤ 2
Kinematic Viscosity @ 40°C	CSt	27-37
Kinematic Viscosity @ 100°C	CSt	4.5-5.6
Viscosity Index (VI)	-	≥ 95
Noack Volatility	%wt	2-5
Total Acid Number (TAN)	MgKOH/g	0.01 – 0.05



شکل ۱ روش انجام پژوهش

Figure 1 Research procedure

۲-۳ فعال‌سازی بنتونیت

برای فعال‌سازی بنتونیت، ابتدا اسیدسولفوریک با دو غلظت متفاوت ۰/۲۵ و ۳ مولار تهیه و در دو ظرف متفاوت ریخته شد. نمونه‌ها بر روی هم‌زن‌های مغناطیسی قرار داده شد، سپس بنتونیت با وزن یکسان به هر دو غلظت اسید اضافه شد. نمونه‌ها در دمای اتاق و با سرعت یکسان در مدت ۳ ساعت هم‌زده شدند. سپس هر نمونه سه بار سانتریفیوژ شد و هر بار با آب یون‌زدوده شسته شد. در نهایت، بنتونیت فعال شده با اسید، به مدت ۱۲ ساعت در آن با دمای ۱۱۰ °C قرار داده شد تا خشک شود.

۲-۴ سنتز گریس بنتونیت

بنتونیت‌های فعال‌سازی شده از آن خارج و آسیاب شدند. سپس بنتونیت‌های فعال شده به‌علاوه بنتونیت خام اولیه هر کدام جداگانه به همراه روغن داخل هم‌زن مکانیکی ریخته شد و به مدت یک ساعت در دمای اتاق هم‌زده

رسیده است). این کاهش به دلیل از بین رفتن آب شبکه بنتونیت است. همچنین باتوجه به مقدار S در این جدول، مشاهده می‌شود که این عامل با افزایش غلظت اسید به میزان زیادی در ساختار افزایش پیدا کرده است. همه این نتایج نشان‌دهنده تغییرات در ساختار بنتونیت هستند که با نتایج FTIR مبتنی بر تغییرات در ساختار نمونه C-3 توافق دارند. با این حال، در نمونه C-3، غلظت SiO₂ افزایش و Al₂O₃ کاهش یافت که نشان‌دهنده تغییرات در ساختار شیمیایی بنتونیت در این غلظت از اسید است. کاهش به وجود آمده در سایر عناصر به دلیل جایگزینی H⁺ در ساختار به جای کاتیون‌های بنتونیت است.

در دو نمونه فعال شده اسیدی افزایش داشته‌است که می‌تواند نشان‌دهنده ساختار سیلیکاتی غنی‌تر و کاهش آلومینیوم باشد. این نتیجه با استفاده از آزمون XRF به صورت عنصری و دقیق‌تر بررسی خواهد شد.

۳-۲ عناصر تشکیل‌دهنده

تأثیر غلظت اسید در فرایند فعال‌سازی با اسید، توسط آزمون XRF سنجیده شد که نتایج آن در جدول ۳ گزارش شده‌است. مقادیر SiO₂, Al₂O₃ بیشترین درصد عناصر را نشان می‌دهند که در نمونه‌ها A-0 و B-0.25 تقریباً یکسان و نزدیک به یکدیگر هستند؛ اما در نمونه C-3 تغییرات بیشتری نشان می‌دهند. از طرف دیگر، باتوجه به مقدار Loss-on-Ignition (LOI)، کاهش بسیار زیاد این عامل در (C-3) قابل مشاهده است (از مقدار ۱۰/۰۲ به ۳/۸۶

جدول ۲ آزمون XRF بنتونیت

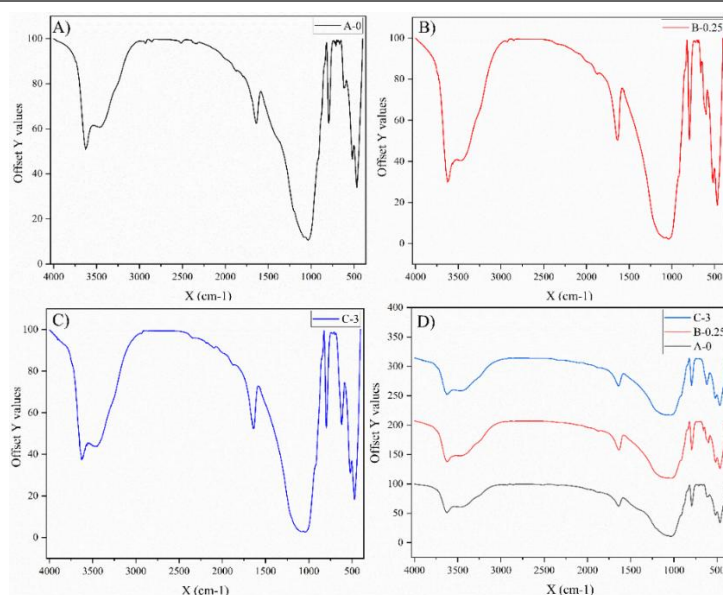
Table 2 XRF analysis of bentonite

XRF analysis of bentonite										
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	LOI
%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
62.027	11.52	3.327	3.287	2.891	4.103	1.226	0.182	0.064	0.024	10.02

جدول ۳ آزمون XRF بنتونیت پس از فعال‌سازی

Table 3 XRF analysis of bentonite after activation

Sample	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	LOI	S
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	ppm
A-0	62.027	11.52	3.327	3.287	2.891	4.103	1.226	0.182	0.064	0.024	10.02	4024
B-0.25	62.496	11.481	3.28	2.988	2.587	3.821	1.206	0.189	0.062	0.037	8.67	22543
C-3	65.642	10.006	2.402	2.009	1.994	2.659	0.832	0.134	0.036	0.015	3.86	96128

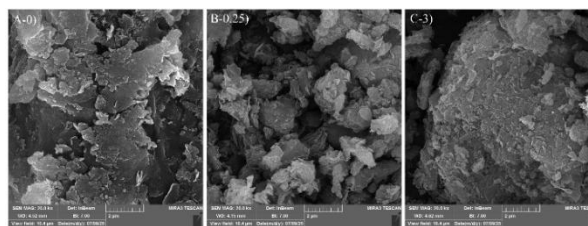


شکل ۲ آزمون FTIR نمونه بنتونیت (A) بنتونیت خام (A-0)، (B) بنتونیت فعال‌سازی شده با اسید ۰/۲۵ مولار (B-0.25)، (C) بنتونیت فعال‌سازی شده با اسید ۳ مولار (C-3) و (D) تمامی نمونه‌ها

Figure 2 FTIR analysis of bentonite samples: A) Raw bentonite (A-0), B) Acid-activated bentonite with 0.25 M acid (B-0.25), C) Acid-activated bentonite with 3 M acid (C-3), and D) All sample

۳-۳ مورفولوژی

فعال‌سازی اسیدی بنتونیت تأثیر قابل‌توجهی بر مورفولوژی این ماده دارد که در شکل ۳ قابل‌مشاهده است. تصویر مربوط به بنتونیت خام (A-0) نشان‌دهنده ساختاری متراکم، چسبیده و ورقه‌ای است که در آن ذرات به‌طور منظم در کنار یکدیگر قرار گرفته‌اند. این ساختار لایه‌ای که معرف ماهیت طبیعی بنتونیت است، نشان‌دهنده سطح ویژه پایین، تخلخل محدود و عدم دسترسی مؤثر به سطوح فعال است. نبود آثار قابل‌توجهی از شکستگی یا ناهمگونی سطحی در این نمونه بیانگر آن است که فرایند فعال‌سازی هنوز صورت نگرفته، ساختار اولیه خاک رس حفظ شده است. از این‌رو، چنین نمونه‌ای بیشتر به‌عنوان مبنای مقایسه در بررسی‌های ساختاری و عملکردی مورد استفاده قرار می‌گیرد.



شکل ۳ تصاویر FESEM نمونه بنتونیت خام (A-0) بنتونیت ۰/۲۵ (B-0.25) بنتونیت فعال‌سازی شده با اسید ۰/۲۵ مولار (C-3) بنتونیت فعال‌سازی شده با اسید ۳ مولار (Figure 3 FESEM images of bentonite samples: A-0) Raw bentonite, B-0.25) Acid-activated bentonite with 0.25 M acid, C-3) Acid-activated bentonite with 3 M acid

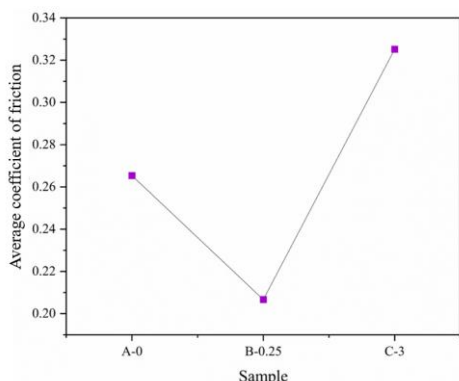
با اعمال فعال‌سازی اسیدی با غلظت ۰/۲۵ مولار (B-0.25)، تغییرات قابل‌توجهی در مورفولوژی بنتونیت مشاهده می‌شود. تصویر FESEM نمونه نشان‌دهنده شکسته شدن نسبی ساختار ورقه‌ای و ایجاد سطوح ناهموار، برجستگی‌ها و شکاف‌های ریز است که بیانگر افزایش تخلخل و سطح فعال ماده است. در این شرایط، یون‌های فلزی نظیر آلومینیوم و آهن به‌صورت جزئی از فضاهای بین‌لایه‌ای خارج شده‌اند که منجر به باز شدن نسبی ساختار و بهبود پراکندگی ذرات شده است. این نوع فعال‌سازی ملایم موجب ایجاد تعادلی میان حفظ پایداری ساختاری و افزایش سطح ویژه می‌شود، بنابراین، بنتونیت حاصل شده در این شرایط، برای کاربردهایی همچون جذب سطحی، تبادل یونی و اصلاح سطحی بسیار مناسب تلقی می‌شود.

در مقابل، فعال‌سازی با اسید ۳ مولار (C-3) منجر به خوردگی شدیدتر ساختار بنتونیت شده، تأثیرات عمیق‌تری بر آرایش ذرات و پیوستگی لایه‌ها گذاشته است. تصویر FESEM این نمونه بیانگر پراکندگی زیاد ذرات، افزایش چشمگیر تخلخل و شکسته شدن کامل ساختار ورقه‌ای به واحدهای ریزتر و نامنظم‌تر است. این تخریب ساختاری ناشی از انحلال بیشتر یون‌های بین‌لایه‌ای و آزادسازی گسترده‌تر ترکیبات فلزی است که در عین افزایش چشمگیر سطح فعال، می‌تواند موجب کاهش پایداری مکانیکی و یکنواختی ساختاری شود. از این‌رو، بنتونیت فعال‌شده با غلظت بالای اسید، اگرچه از نظر سطح ویژه و ویژگی‌های سطحی عملکرد مناسبی دارد، اما برای کاربردهایی که به ساختار پایدار و یکنواخت نیاز دارند، ممکن است محدودیت‌هایی ایجاد کند.

۴-۳ مشخصه‌یابی گریس با آزمون‌های استاندارد

آزمون استاندارد ASTM D2266 یا به عبارتی آزمون چهار ساچمه از نمونه‌ها گرفته شد. میانگین مقادیر هر سه نمونه در شکل ۴ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود میانگین سایش در نمونه اولیه A-0، ۰/۲۶۵۴ است که برای نمونه فعال‌سازی شده با غلظت ۰/۲۵ مولار به مقدار ۰/۲۰۶۷ رسیده و کاهش ۲۲ درصدی نشان می‌دهد. از طرف دیگر نمونه فعال‌سازی شده با غلظت ۳ مولار مقدار ۰/۳۲۵۲ و افزایش ۲۵ درصدی را نمایش داده است. این آزمون نشان داد که میزان غلظت اسید می‌تواند تأثیر بسیار زیادی در عملکرد گریس نهایی داشته باشد.

تمامی مقادیر آزمون استاندارد نقطه قطره‌ای شدن نمونه‌ها بالای ۲۷۲ °C انجام شده است. این مقادیر با استاندارد ASTM D2265 گرفته شده که نقطه قطره‌ای شدن در دماهای بالا را نشان می‌دهد. این دما به این دلیل انتخاب شده، چون حداکثر دمای دستگاه مورد استفاده است. نقطه قطره‌ای شدن این نمونه‌ها بیشتر از حداکثر توان دستگاه بود؛ بنابراین نمی‌توان مقایسه‌ای را با استفاده از این آزمون انجام داد. این عامل معمولاً در گریس‌های بنتونیتی با آزمون استاندارد ASTM D566 گرفته می‌شود که نقطه قطره‌شدن در دماهای پایین‌تر در دمای ۱۸۰ °C انجام می‌شود. بدین ترتیب، تمامی نمونه‌های تهیه شده در آزمون‌های استاندارد، عملکرد خوبی را از خود نشان داده‌اند.



شکل ۴ میانگین ضریب سایش نمونه‌ها

Figure 4 Average coefficient of friction of the samples

۴ نتیجه‌گیری

نتایج این پژوهش نشان داد که فعال‌سازی اسیدی بنتونیت به‌ویژه با غلظت ۰/۲۵ مولار اسیدسولفوریک می‌تواند تأثیر مثبتی بر ساختار شیمیایی و فیزیکی آن گذاشته، موجب بهبود خواص روانکاری گریس‌های بنتونیتی شود. افزایش تخلخل و بهبود ساختار سیلیکاتی در این سطح از فعال‌سازی موجب کاهش سایش و افزایش کارایی روانکاری شد. در مقابل، فعال‌سازی با اسید ۳ مولار به‌رغم افزایش سطح فعال، به تخریب شدید ساختار و افت عملکرد مکانیکی انجامید. همچنین آزمون نقطه قطره‌ای شدن نشان داد که تمامی نمونه‌ها از پایداری حرارتی مطلوبی برخوردارند؛ بنابراین، می‌توان نتیجه گرفت که انتخاب شرایط بهینه فعال‌سازی اسیدی نقش کلیدی در عملکرد نهایی گریس بنتونیتی داشته، می‌تواند به‌عنوان روشی کارآمد در توسعه گریس‌های غیرصابونی با خواص بهینه مورد استفاده قرار گیرد.

- Clean. Prod.*, 380, 135047, 2022, doi: 10.1016/j.jclepro.2022.135047.
18. M. G. Hasan, B. Y. Al-Zaidi, and Z. M. Shakor, Improving the tribological characteristics of in-house made acid-activated Iraqi bentonite lubricating greases using graphite and polytetrafluoroethylene nanoplatelets as additives, *Diyala J. Eng. Sci.*, 18, 219–236, 2025, doi: 10.24237/djes.2025.18113.
 19. S. Zhu *et al.*, “Lubrication-enhanced mechanisms of bentonite grease using 2D MoS₂ with narrow lateral size and thickness distributions,” *MDPI*, 2024, doi: <https://doi.org/10.3390/lubricants12120447>.
 20. M. N. R. and A. Y. S. B V Pokidko1, V V Alisin2, Increasing the service life of lubricants for the lubrication of agricultural machinery and road machinery, *IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science* 839, 2021, doi: 10.1088/1755-1315/839/5/052064.
 1. S. Mutahir *et al.*, Bentonite for methyl orange and rhodamine-B adsorption from wastewater: Experimental and DFT-based analysis, *MDPI*, 2022, doi: <https://doi.org/10.3390/molecules27175567>.
 2. Z. Zhou *et al.*, The effect of sodium bentonite in the thermo-catalytic reduction of viscosity of heavy oils, *MDPI*, 2023, doi: <https://doi.org/10.3390/molecules28062651>.
 3. F. Zulti, E. Prihatinngtyas, E. Susanti, and H. Syafutra, Journal of water process engineering scalable wastewater treatment: Performance of zeolite and bentonite in a fixed-bed reactor for textile effluents, *J. Water Process Eng.*, 71, 107349, 2025, doi: 10.1016/j.jwpe.2025.107349.
 4. N. Hadoudi, A. Charki, H. El, and A. Salhi, Sorption of bisphenol A from aqueous solutions by acid activated bentonite clay, *Desalin. Water Treat.*, 285, 121–128, 2023, doi: 10.5004/dwt.2023.29295.
 5. H. A. Rudayni *et al.*, Synthesis and biological activity evaluations of green ZnO-decorated acid-activated bentonite-mediated curcumin extract (ZnO@CU/BE) as antioxidant and antidiabetic agents, *MDPI*, 2023, doi: <https://doi.org/10.3390/jfb14040198>.
 6. S. A. C. Study, D. Tsakiri, and I. Douni, Structural and surface modification of oxalic-acid-activated bentonites in various acid concentrations for bleaching earth, *MDPI*, 2022, doi: <https://doi.org/10.3390/min12060764>.
 7. A. I. Vezentsev, N. A. Volovicheva, S. V. Korol’kova, and P. V. Sokolovskiy, Effect of the acidic and alkaline activation of bentonite-like clays on sorption properties in relation to Fe³⁺ ions under static conditions, *Russ. J. Phys. Chem. A*, 96, 381–386, 2022, doi: 10.1134/S0036024422010265.
 8. W. Musie and G. Gonfa, Results in engineering adsorption of sodium from saline water with natural and acid activated Ethiopian bentonite, *Results Eng.*, 14, 100440, 2022, doi: 10.1016/j.rineng.2022.100440.
 9. D. Gandhi, R. Bandyopadhyay, and B. Soni, Naturally occurring bentonite clay: Structural augmentation, characterization and application as catalyst, *Mater. Today Proc.*, , 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2022.02.346.
 10. E. Nagahashi, F. Ogata, C. Saenjum, T. Nakamura, and N. Kawasaki, Preparation and characterization of acid-activated bentonite with binary acid solution and its use in decreasing electrical conductivity of tap water, *MDPI*, 2021, doi: <https://doi.org/10.3390/min11080815>.
 11. S. Bispo, L. Carlos, S. Freitas, D. Fonseca, and G. Francisco, Synthesis and characterization of activated carbon of moringa oleifera lam pod and evaluation of its performance in the removal of oils and greases, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9, 2021, doi: 10.1016/j.jece.2021.105965.
 12. G. Diloyan and N. Industrial, High performance and cost-effective grease to meet sustainability demands, *NLGI Spokesm.*, 87, 10–20, 2023.
 13. L. Hao, K. Fan, H. Xu, and J. Dong, Dual-role MoS₂ / organic synthetic montmorillonite composite: A novel grease integrated thickener-additive with superior tribological properties, *Appl. Surf. Sci.*, 711, 164097, 2025, doi: 10.1016/j.apsusc.2025.164097.
 14. N. A. F. Bashari, M. A. Abd Aziz, M. A. Hairunnaja, and M. A. Arifin, Formulation of lubricating grease from waste oil: A review, *Pertanika J. Sci. Technol.*, 32, 2193–2211, 2024, doi: 10.47836/pjst.32.5.15.
 15. J. Enrique, M. Alfonso, M. José, M. Alfonso, C. Valencia, and T. Cuberes, Rheological and tribological approaches as a tool for the development of sustainable lubricating greases based on nano-montmorillonite and castor oil, *Friction*, 9, 415–428, 2021, doi: <https://doi.org/10.1007/s40544-020-0407-y>.
 16. Y. Liyuan Wang a, c, Bingbing Lai b, Xiaoyu Wang b, d, Bo Dai b, d, Wenjing Lou b, c* and Zhang, Optimization of tribological properties of bentonite grease based on MgAl layered double hydroxide additive, *SSRN*, 2025, doi: <https://dx.doi.org/10.2139/ssrn.5348663>.
 17. A. Saxena, D. Kumar, and N. Tandon, Development of lubricious environmentally friendly greases using synergistic natural resources: A potential alternative to mineral oil-based greases, *J.*