

Date: 25th May-2025

УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДА ПОЛУЧЕНИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ ЦЕОЛИТОВ

Арипова М.Х^{1,2}., Аминов З.А²., Кодиров О.Ш³.

¹Самаркандский государственный университет, ²Самаркандский государственный университет ветеринарной медицины, животноводства и биотехнологии, ³Национальный университет Узбекистана

Аннотация. В данной работе показана возможность синтеза синтетического цеолита на основе сырьевой базы, имеющейся в нашей республике – образцов гранита и полевого шпата, в частности, нерудных материалов, полученных из месторождений, расположенных в Лангарском и Охаликсайском регионах Самаркандской области. Определены оптимальные условия синтеза синтетических низкомолекулярных цеолитов на основе полевых шпатов и гранитов, при которых цеолит типа А синтезировался в течение 6 часов при температуре $t = 80-90^{\circ}\text{C}$. Синтез цеолита типа Х проводили при температуре $t = 95-100^{\circ}\text{C}$ в течение 12 часов.

Ключевые слова: цеолит-NaX, гидротермальный синтез, гранит, полевой шпат, оптимальные условия.

Введение. Известно, что слоистые силикаты и цеолиты обладают большим потенциалом для создания новых инновационных материалов, в частности, медицинских материалов (носителей лекарственных препаратов, энтеросорбентов, материалов аппликационного назначения) [1, 2], носителей катализаторов, сорбентов для очистки промышленных и сточных вод [3], наполнителей для полимерных нанокомпозитов [3, 4].

Использование синтетических материалов вместо натурального сырья — один из способов разработки новых инновационных материалов и технологий для решения задач импортозамещения. Направленный гидротермальный синтез позволяет получать алюмосиликаты с определенной структурой, морфологией, определенным фазовым структурной и химическим составом. Необходимы целенаправленное и систематическое изучение влияния условий синтеза на характер кристаллизации таких соединений и для разработки оптимальной технологии.

Несмотря на многочисленные исследования по гидротермальной кристаллизации цеолитов, ряд синтетические цеолиты до сих пор не нашли широкого применения [5]. Во многом это обусловлено сложностью и многостадийностью технологии их синтеза. Наиболее интересными проблемами в работе являются влияние условий гидротермального синтеза на процесс кристаллизации ряда цеолитов, и существует необходимость получения дополнительной информации для оптимизации методов их получения.

Экспериментальная часть. Усовершенствование метода синтеза цеолита. С целью оптимизации метода получения низкомолекулярных, стабильных матриц наночастиц и кластеров цеолита типа NaX была изучена кинетика образования Rho и



Date: 25th May-2025

Рау в процессе кристаллизации. Синтез цеолитов осуществлялся гидротермальным методом с использованием реакторов с контролируемым распределением тепла по объему автоклава и снабженной мешалкой в процессе синтеза.

Исходный гель с соотношением реагентов: $1,8\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:10\text{SiO}_2:100\text{H}_2\text{O}$ готовили по методике, описанной в работе [6]. Старения геля, влияние температуры, продолжительности подачи тепла и скорости перемешивания на кристаллизацию цеолитов из гелей в гидротермальных условиях в стальных автоклавах изучалось с использованием реакторной системы Premex.

Разработанная методика позволила существенно сократить время синтеза. Предложенный метод позволил сократить время синтеза цеолита Rho до 7 суток, а сам цеолит можно получить за 24 часа вместо 8 суток.

Синтез проводили в интервале температур от 80°C до 150°C и давлении от 0,8 до 2 атм, при постоянном перемешивании со скоростью от 0 об/мин до 1100 об/мин. Время синтеза составляло от 6 часов до 132 часов. Скорость нагрева составляет 2°C в минуту с точностью $\pm 0,1^\circ\text{C}$.

Экспериментальные данные первой серии экспериментов по влиянию времени и температуры на кристаллизацию цеолита Рау в реакторной системе Premex Avalon, показали, что старение геля можно предотвратить при использовании модифицированной процедуры приготовления цеолита Рау.

Полученные данные показывают, что использование химических реакторов с контролируемым распределением тепла по всему объему автоклава и возможностью перемешивания в процессе синтеза позволяет существенно сократить время синтеза с 22 суток до 10 часов. При этом повышение температуры синтеза с 80°C до 150°C и увеличение давления с 0,08 МПа до 2 МПа позволяет сократить время синтеза с 84 часов до 10 часов. Дальнейшее сокращение времени синтеза при сохранении температуры приводит к появлению в продуктах кристаллизации, помимо цеолита Рау, различных дополнительных фаз в составе цеолита Beta. Таким образом, установлено, что однофазный продукт со структурой Рау был получен в течение 12 часов при 150°C , перемешивании со скоростью 1000 об/мин. При тех же условиях синтеза, но без перемешивания, получается смесь Рау и Beta. При 180°C кристаллизуется однофазный продукт со структурой Рау.

Метод получения цеолита Рау может быть конкретной оптимизирован, подробное сравнение основных методов извлечения показано на рисунке 1. Известный метод синтеза является многоэтапным, длительным и дорогостоящим. На рисунке слева представлена схема (а) способ получения аналога паулингита, справа — (б) способ, предлагаемый нами авторами.

Такого результата удалось достичь за счет использования химических реакторов с контролируемым распределением тепла по всему автоклаву и возможностью перемешивания в процессе синтеза. В ходе процесса температура реакции контролируется в ходе процесса с помощью термопары.

Стабильность температуры реакции обеспечивалась с помощью термостата Huber CC-304B. Равномерное распределение тепла по реакционной среде



Date: 25th May-2025

обеспечивалось двумя нагревательными блоками. Это устройство представляет собой стальной автоклав, нагреваемый маслом, циркулирующим через его рубашку. Давление в автоклаве контролируется цифровыми датчиками давления Swagelok. Реакторная система оснащена мешалкой с магнитной муфтой и мешалкой ИКА, а также электронным регулятором скорости. Объем автоклава, изготовленного из никель содержащего сплава Hastelloy C276, составлял 60 мл.

Цеолит получали при температуре 135°C в течение 20 часов в отличие от известного способа приготовления, синтез геля осуществлялся с использованием соляной кислоты на стадии приготовления, а синтез цеолита осуществлялся без использования кислоты по методике, рекомендованной в работе [7], как и рекомендовано. В результате удалось оптимизировать состав исходной смеси и предложен способ, позволяющий упростить производство Бета-цеолита без снижения качества синтезируемого цеолита.

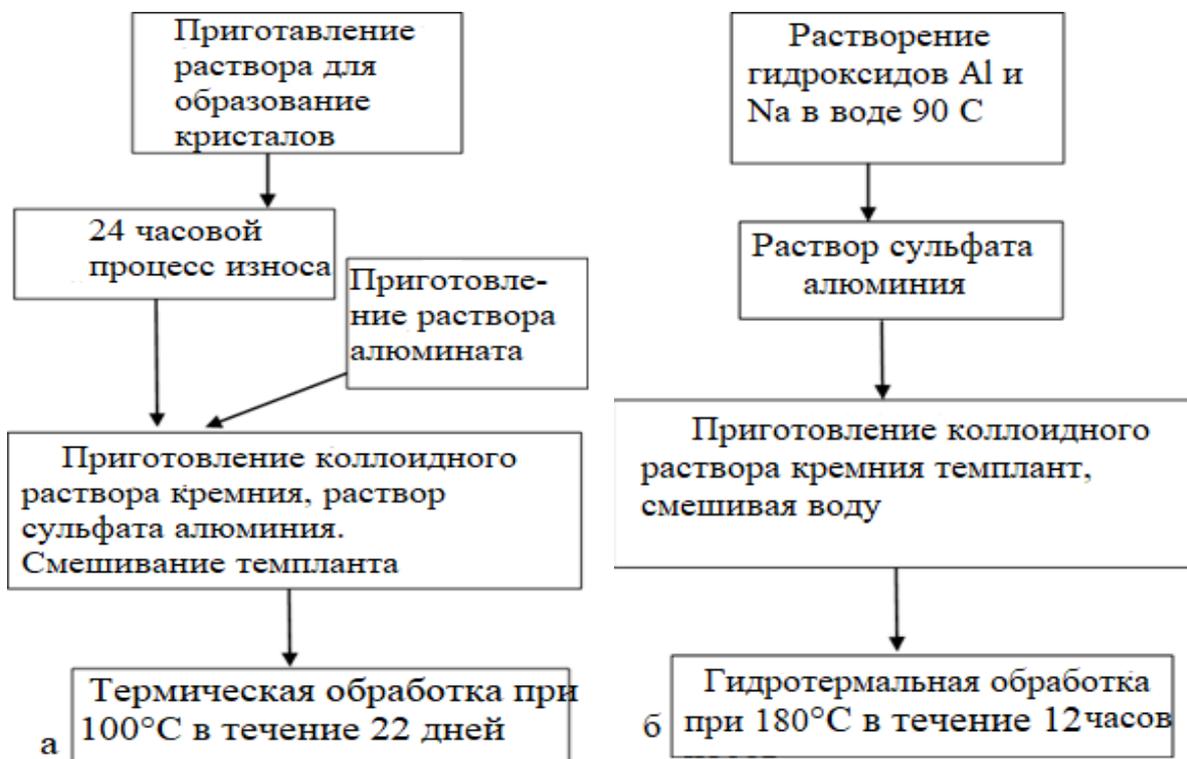


Рисунок 1. Сравнительная схема методов синтеза Fau

Выводы. Показана возможность синтеза синтетического цеолита на основе нерудных материалов, полученных из имеющихся сырьевых баз Республики Узбекистан – образцов гранита и полевых шпатов. Определены оптимальные условия синтеза синтетических низкомодульных цеолитов на основе полевых шпатов и гранитов. Синтез цеолита типа А проводился в течение 6 часов при температуре $t = 80-90^{\circ}\text{C}$, синтез цеолита типа X – в течение 12 часов при температуре $t = 95-100^{\circ}\text{C}$, сушка – в течение 16 часов при температуре $130-140^{\circ}\text{C}$. С использованием предложенного метода синтезированы образцы цеолитов и изучены их физико-химические и эксплуатационные свойства. Результаты показали что

Date: 25th May-2025

цеолит А и цеолит Х имеют сравнительное сходство, поскольку они были получены с использованием импортного и местного цеолитов.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Куликов Л.А. и др. Влияние структуры темплата на характеристики процесса кристаллизации цеолита ZSM-12 // Нефтехимия, 2019. Т. 59, № 1, с. 155–166. 1, стр. С60-65.
2. Рахимов Р.С., Бадритдинова Ф.М., Кодиров О.Ш. Рентгенофазное исследование минералогического состава полевого спата для получения цеолита на его основе // Универсум: технические науки. – 2023. – № 6-3 (111). – С. 53-56.
3. Цаплин Д.Е., Макеева Д.А., Куликов Л.А., Максимов А.Л., Караханов Е.А. Синтез цеолитов ZSM-12 с применением новых шаблонов на основе солей этаноламинов. Журнал прикладной химии, 2018. Т91, № 12, с. 1729-1734.
4. Фишер Р.Х. Микропористые и другие каркасные материалы со структурами типа цеолита // Springer: Berlin.- 2006.-V. 14Д. П.
5. Арипова М.Х. и др. Получение синтетических цеолитов на основе местного сырья // Универсум: химия и биология: электрон. научный журнал. 2023. 11(113). URL: <https://7universum.com/ru/nature/archive/item/16095>.
6. Цзюньлян Сунь и т. д. Мезопористый хиральный цеолит ITQ-37 // Nature, 30 апреля 2009 г.;458(7242):1154-7. doi: 10.1038/nature07957

