



<https://doi.org/10.70728/a.series.tab.v08.i09.104>

## ANGREN KAOLINI ASOSIDA OLINGAN LTA SEOLITINING SINTEZI VA KUKUNLI RENTGEN DIFRAKSIYASI (PXR) ORQALI TAVSIFLANISHI

**Ergashev Oybek Karimovich**

*Namangan davlat texnika universitetining ilmiy ishlar va innovatsiyalar bo‘yicha prorektori, kimyo fanlari doktori, professor, Namangan, O‘zbekiston*  
Tel.: (0895) 303-3565, E-mail: okergashev711@gmail.com

**Abdulhayev Abdurahim Botirjon o‘g‘li**

*Namangan davlat texnika universiteti doktoranti, Namangan, O‘zbekiston*  
Tel.: (0893) 403-5705, E-mail: abdulhayev\_a@mail.ru

**Toshmatova Barnoxon Abdurasulovna**

*Namangan davlat texnika universiteti tayanch doktoranti, Namangan, O‘zbekiston*  
Tel.: (0893) 938-3557, E-mail: barnoxontoshmatova497@gmail.com

**Toshmatov Lutfillo Yo‘ldashaliyevich**

*Namangan davlat texnika universiteti o‘qituvchisi, Namangan, O‘zbekiston*  
Tel.: (0833) 500-2546, E-mail: [toshmatovlutfillo31@gmail.com](mailto:toshmatovlutfillo31@gmail.com)

**Annotatsiya.** Ushbu tadqiqotda O‘zbekistonning Angren konidan olingan kaolindan Linde Type A (LTA) seolitini sintez qilish va hosil bo‘lgan kristall fazani kukunli rentgen difraktsiyasi (PXR) yordamida tavsiflash o‘rganildi. Xom kaolin dispersiyalash–dekantatsiya usuli orqali boyitilib, temir saqllovchi va yirik mineral aralashmalar miqdori kamaytirildi. Tozalangan kaolin 700 °C haroratda 12 soat davomida kalsinatsiya qilinib, reaktiv amorf metakaolinga aylantirildi. Keyinchalik metakaolin 3 mol L<sup>-1</sup> NaOH eritmasida, NaOH/metakaolin molyar nisbati 8:1 sharoitida, 100 °C da 24 soat davomida gidrotermal kristallantirildi. Olingan mahsulot PXR yordamida tavsiflandi. PXR natijalari dastlabki kaolinitning xarakterli reflekslari to‘liq yo‘qolganini va ularning o‘rnida LTA seolitiga xos aniq difraksion reflekslar hosil bo‘lganini ko‘rsatdi. LTA ning asosiy reflekslari  $2\theta = 7,15^\circ, 10,12^\circ, 12,41^\circ, 16,05^\circ, 21,60^\circ, 23,92^\circ, 27,04^\circ$  va  $29,87^\circ$  qiymatlarida kuzatildi va ular mos ravishda (200), (220), (222), (420), (600), (622), (642) va (644) kristall tekisliklariga indekslandi. Hisoblangan kubik kristall panjara parametri  $a = 24,68 \pm 0,02 \text{ \AA}$  bo‘lib, adabiyotlarda keltirilgan LTA uchun xos qiymatga yaqinligi aniqlandi. Difraktogrammada  $26,6^\circ$  da saqlanib qolgan intensiv refleks qoldiq kvars mavjudligini ko‘rsatdi. XRF orqali aniqlangan Si/Al = 1,07 va Na/Al = 0,98 nisbatlari LTA karkasining kutiladigan stexiometrik tarkibiga mos keldi. Natijalar Angren kaolinitini kristall LTA seolitini olish uchun istiqbolli mahalliy alyumosilikat xomashyo sifatida qo‘llash mumkinligini ko‘rsatadi.

**Kalit so‘zlar:** Angren kaolini, LTA seoliti, zeolit A, metakaolin, gidrotermal sintez, PXRD, kristall tuzilma, kvars.

**Abstract.** This study investigated the synthesis of Linde Type A (LTA) zeolite from kaolin obtained from the Angren deposit in Uzbekistan and the characterization of the resulting crystalline phase using powder X-ray diffraction (PXRD). The raw kaolin was beneficiated by a dispersion–decantation method to reduce the content of iron-bearing phases and coarse mineral impurities. The purified kaolin was calcined at 700 °C for 12 h and converted into reactive amorphous metakaolin. Subsequently, the metakaolin was hydrothermally crystallized in a 3 mol L<sup>-1</sup> NaOH solution at a NaOH/metakaolin molar ratio of 8:1 at 100 °C for 24 h. The resulting product was characterized by PXRD. The PXRD results demonstrated the complete disappearance of the characteristic reflections of the initial kaolinite and the formation of distinct diffraction reflections characteristic of LTA zeolite. The main LTA reflections were observed at  $2\theta = 7.15^\circ, 10.12^\circ, 12.41^\circ, 16.05^\circ, 21.60^\circ, 23.92^\circ, 27.04^\circ, \text{ and } 29.87^\circ$ , which were indexed to the (200), (220), (222), (420), (600), (622), (642), and (644) crystal planes, respectively. The calculated cubic unit-cell parameter was  $a = 24.68 \pm 0.02 \text{ \AA}$ , which was found to be close to the characteristic value reported in the literature for LTA zeolite. An intense residual reflection at  $26.6^\circ$  in the diffractogram indicated the presence of residual quartz. The Si/Al = 1.07 and Na/Al = 0.98 ratios determined by XRF were consistent with the expected stoichiometric composition of the LTA framework. The results demonstrate that Angren kaolin can be considered a promising local aluminosilicate raw material for the production of crystalline LTA zeolite.

**Keywords:** Angren kaolin, LTA zeolite, zeolite A, metakaolin, hydrothermal synthesis, PXRD, crystal structure, quartz.

**Аннотация.** В настоящем исследовании изучены синтез цеолита типа Linde Type A (LTA) на основе каолина, полученного из Ангренского месторождения в Узбекистане, и характеристика образовавшейся кристаллической фазы методом порошковой рентгеновской дифракции (PXRD). Исходный каолин был обогащён методом диспергирования–декантации с целью снижения содержания железосодержащих фаз и крупнодисперсных минеральных примесей. Очищенный каолин прокаливали при температуре 700 °C в течение 12 ч, в результате чего он превращался в реакционноспособный аморфный метаксаолин. Затем метаксаолин подвергали гидротермальной кристаллизации в растворе NaOH концентрацией 3 моль л<sup>-1</sup> при молярном соотношении NaOH/метаксаолин 8:1, температуре 100 °C и продолжительности процесса 24 ч. Полученный продукт был охарактеризован методом PXRD. Результаты PXRD показали полное исчезновение характерных рефлексов исходного каолинита и образование чётких дифракционных рефлексов, характерных для цеолита LTA. Основные рефлексы LTA наблюдались при значениях  $2\theta = 7,15^\circ, 10,12^\circ, 12,41^\circ, 16,05^\circ, 21,60^\circ, 23,92^\circ, 27,04^\circ \text{ и } 29,87^\circ$  и были проиндексированы как кристаллографические плоскости (200), (220), (222), (420), (600), (622), (642) и (644) соответственно. Рассчитанный параметр кубической элементарной ячейки составил  $a = 24,68 \pm 0,02 \text{ \AA}$ , что близко к характерному для цеолита LTA значению, приведённому в литературе. Интенсивный остаточный

рефлекс при  $26,6^\circ$  на дифрактограмме свидетельствует о наличии остаточного кварца. Определённые методом XRF отношения  $\text{Si}/\text{Al} = 1,07$  и  $\text{Na}/\text{Al} = 0,98$  соответствуют ожидаемому стехиометрическому составу каркаса LTA. Полученные результаты показывают, что ангренский каолин может рассматриваться как перспективное местное алюмосиликатное сырьё для получения кристаллического цеолита LTA.

**Ключевые слова:** ангренский каолин, цеолит LTA, цеолит A, метакаолин, гидротермальный синтез, PXRD, кристаллическая структура, кварц.

**Kirish.** Kaolin tabiatda keng tarqalgan alyumosilikatli gil minerali bo‘lib, uning asosiy mineral komponenti kaolinit hisoblanadi. Kaolinit 1:1 tipdagi tetraedrik–oktaedrik qatlamli tuzilishga ega bo‘lib, asosan  $\text{SiO}_2$  va  $\text{Al}_2\text{O}_3$  komponentlaridan tashkil topgan. Biroq xom kaolinning nisbatan past kation almashinish sig‘imi va cheklangan solishtirma sirt maydoni uning adsorbsion xususiyatlarini sezilarli darajada cheklaydi. Kaolinni yuqori funksional xususiyatlarga ega kristall seolitlarga aylantirish ushbu tabiiy xomashyodan yuqori qo‘shilgan qiymatli materiallar olishning istiqbolli yo‘nalishlaridan biridir. Seolitlar tartibli uch o‘lchamli alyumosilikat karkasiga ega bo‘lib, ularning molekulyar o‘lchamdagi g‘ovaklari adsorbsiya, ion almashinish va molekulyar elaklash xususiyatlarini ta‘minlaydi.

**Adabiyotlar sharhi.** Kaolin tabiiy alyumosilikat xomashyo sifatida linde type a (lta) kabi seolitlarni olishda keng qo‘llaniladi. Uning asosiy mineral komponenti kaolinit bo‘lib, 1:1 qatlamli alyumosilikat tuzilishga ega. Tabiiy kaolinning nisbatan past reaktivligi sababli seolit sintezidan oldin uni termik faollashtirish zarur. Kalsinatsiya natijasida kaolinit gidroksil guruhlarini yo‘qotib, yuqori reaktivlikka ega amorf metakaolinga aylanadi.

Sazali va harun [1] kaolindan lta seolitini gidrotermal usulda olishni o‘rganib, kalsinatsiya harorati, naoh konsentratsiyasi va kristallanish vaqtining lta hosil bo‘lishiga sezilarli ta‘sir ko‘rsatishini aniqlagan. Mokhtar va hammualliflar [4] esa fusion/gidrotermal usul yordamida lta sintezini box–behnken tajriba dizayni asosida optimallashtirib, optimal sharoitlarda yuqori kristallanish darajasiga erishgan. Tadqiqotlar naoh konsentratsiyasi, ishqor/xomashyo nisbati, harorat va kristallanish vaqtini to‘g‘ri tanlash lta hosil bo‘lishining asosiy omillari ekanligini ko‘rsatadi.

LTA kristallanishi sintez muhitining kimyoviy tarkibiga ham bog‘liq. Wang va hammualliflar [5] in situ sinxrotron PXRD yordamida anionlarning lta hosil bo‘lishiga ta‘sirini o‘rganib, karbonat, sulfat va fosfat ionlari kristallanish kinetikasi hamda sodalit kabi raqobatchi fazalarning shakllanishiga ta‘sir qilishi mumkinligini ko‘rsatgan. Bu holat sintez jarayonida xomashyo va ishqoriy eritmaning kimyoviy tarkibini nazorat qilish muhimligini ko‘rsatadi.

Turli konlardan olingan kaolinnlarni lta seolitiga aylantirish bo‘yicha ham tadqiqotlar olib borilgan. Ekpe va hammualliflar [7] darazo kaolini asosida gidrotermal usulda lta seolitini sintez qilib, xrd, ftir va sem tahlillari orqali uning hosil bo‘lishini tasdiqlagan. Campoverde va guaya [6] esa tog‘-kon chiqindilaridan yuqori kristallangan lta olish imkoniyatini ko‘rsatgan. Bu tadqiqotlar mahalliy alyumosilikat xomashyolaridan yuqori qo‘shilgan qiymatli seolit materiallar olish mumkinligini tasdiqlaydi.

Linde Type A (LTA) seoliti ushbu materiallar orasida muhim o‘rin egallaydi. LTA ning kubik karkasi va taxminan 4 Å o‘lchamdagi g‘ovak oynalari uni kichik molekulalarni ajratish, ion almashinish va adsorbsiya jarayonlarida qimmatli materialga aylantiradi. LTA ning ideal karkasida Si/Al nisbati taxminan 1 ga teng bo‘lib, alyuminiy atomlarining karkasga kiritilishi natijasida hosil bo‘ladigan manfiy zaryad natriy kationlari bilan kompensatsiyalanadi.

Kaolindan LTA seolitini olish odatda ikki asosiy bosqichni o‘z ichiga oladi: birinchidan, kaolinitni kalsinatsiyalash orqali reaktiv metakaolin hosil qilish; ikkinchidan, metakaolinni ishqoriy gidrotermal sharoitda kristallantirish. Kalsinatsiya harorati metakaolinning reaktivligiga, NaOH konsentratsiyasi esa kristallanuvchi seolit fazasining turiga sezilarli ta’sir ko‘rsatadi.

Angren koni O‘zbekistonda kaolin xomashyosining muhim mahalliy manbalaridan biridir. Ushbu kaolinning LTA seolitini olish uchun xomashyo sifatidagi imkoniyatlarini o‘rganish mahalliy mineral resurslardan yuqori qo‘shilgan qiymatli materiallar ishlab chiqarish nuqtayi nazaridan muhimdir.

Shu sababli, ushbu tadqiqotning asosiy maqsadi Angren kaolindan LTA seolitini sintez qilish va hosil bo‘lgan kristall fazani, ayniqsa PXRD yordamida, batafsil tavsiflashdan iborat.

### **Materiallar va usullar**

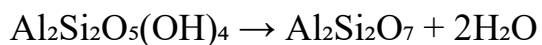
Tadqiqotda O‘zbekistonning Angren konidan olingan oq kaolin ishlatildi. Kaolin tarkibidagi yirik mineral zarrachalar va temir saqllovchi aralashmalarni kamaytirish uchun dastlab dispersiyalash–dekantatsiya usuli qo‘llanildi.

Kaolin distillangan suvda mexanik aralashtirish yordamida dispersiyalandi va ma’lum vaqt davomida cho‘ktirishga qoldirildi. Mayda disperslangan fraksiya dekantatsiya orqali ajratib olindi. Ushbu jarayon bir necha marta takrorlandi.

Tozalangan kaolin An-K deb belgilandi.

Tozalangan An-K kaolini mufel pechida 700 °C da 12 soat davomida kalsinatsiya qilindi.

Bu jarayon:



ko‘rinishidagi degidroksillanish orqali kristall kaolinitning reaktiv amorf metakaolonga aylanishini ta’minlaydi. Kalsinatsiyadan so‘ng namuna pech ichida tabiiy ravishda xona haroratigacha sovitildi. Hosil bo‘lgan metakaolin An-Mk deb belgilandi.

### **LTA seolitini gidrotermal sintez qilish**

#### **1-jadval.**

LTA seoliti An-Mk dan ishqoriy gidrotermal usul orqali sintez qilish sharoitlari:

| <b>№</b> | <b>Parametr</b>                | <b>Qiymat</b>         |
|----------|--------------------------------|-----------------------|
| 1        | Metakaolin                     | An-Mk                 |
| 2        | NaOH konsentratsiyasi          | 3 mol L <sup>-1</sup> |
| 3        | NaOH/metakaolin molyar nisbati | 8:1                   |
| 4        | Gidrotermal harorat            | 100 °C                |
| 5        | Kristallanish vaqti            | 24 soat               |

|   |                   |          |
|---|-------------------|----------|
| 6 | Muhit             | Ishqoriy |
| 7 | Quritish harorati | 110 °C   |

Metakaolin NaOH eritmasi bilan aralashtirilib, bir jinsli alyumosilikat gel hosil qilindi. Aralashma germetik yopilgan reaksiya idishida 100 °C da 24 soat davomida statik gidrotermal sharoitda kristallantirildi. Kristallanishdan keyin qattiq mahsulot filtrlash orqali ajratildi, distillangan suv bilan bir necha marta yuvildi va 110 °C da quritildi. Olingan mahsulot Zeo-An deb belgilandi.

PXRD tahlili Rigaku SmartLab difraktometrda, D/teX Ultra 250 detektor yordamida amalga oshirildi. Cu K $\alpha$  nurlanishi ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) ishlatildi. Qurilma 40 kV va 50 mA sharoitida ishlatilib, Ni K $\beta$  filtri qo‘llanildi. Difraktogrammalar  $2\theta = 5\text{--}100^\circ$  diapazonda,  $0,01^\circ$  qadam bilan va  $5^\circ \text{ min}^{-1}$  skanerlash tezligida qayd qilindi.

Kristall fazalar standart LTA, kaolinit va kvars difraksion ma’lumotlari bilan taqqoslash orqali aniqlandi. LTA ning kubik kristall panjara parametri quyidagi munosabat asosida hisoblandi:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

bu yerda:

d — kristall tekisliklararo masofa;

h, k, l — Miller indeksleri;

a — kubik kristall panjara parametri.

### **Natijalar va muhokama**

#### **Angren kaolinining PXRD xususiyatlari**

Kaolinning 700 °C da kalsinatsiyasi natijasida kaolinitning xarakterli kristall refleksi yo‘qoladi. Bu kaolinit qatlamlaridagi strukturaviy gidroksil guruhlarining chiqarilishi va amorf metakaolin hosil bo‘lishi bilan bog‘liq. Ushbu jarayon LTA sintezi uchun muhim hisoblanadi, chunki amorf metakaolin ishqoriy muhitda kristall kaolinitga qaraganda ancha yuqori reaktivlikka ega. Shunday qilib, 700 °C kalsinatsiya bosqichi LTA kristallanishi uchun zarur bo‘lgan reaktiv alyumosilikat prekursorini shakllantiradi.

Boshlang‘ich An-K namunasining PXRD difraktogrammasida kaolinitga xos intensiv refleksi ustunlik qildi.

Asosiy kaolinit refleksi:  $2\theta \approx 12,3^\circ$  qiymatida kuzatilib, u 001 kristall tekisligiga mos keladi va taxminan  $d \approx 7,2 \text{ \AA}$  qatlamlararo masofani beradi. Shuningdek,  $2\theta \approx 24,8^\circ$  da 002 refleksi va  $2\theta \approx 26,6^\circ$  da intensiv kvars refleksi kuzatildi. Bu natijalar Angren kaolinining asosiy kristall komponenti kaolinit ekanligini va xomashyo tarkibida sezilarli miqdorda kvars mavjudligini ko‘rsatadi.

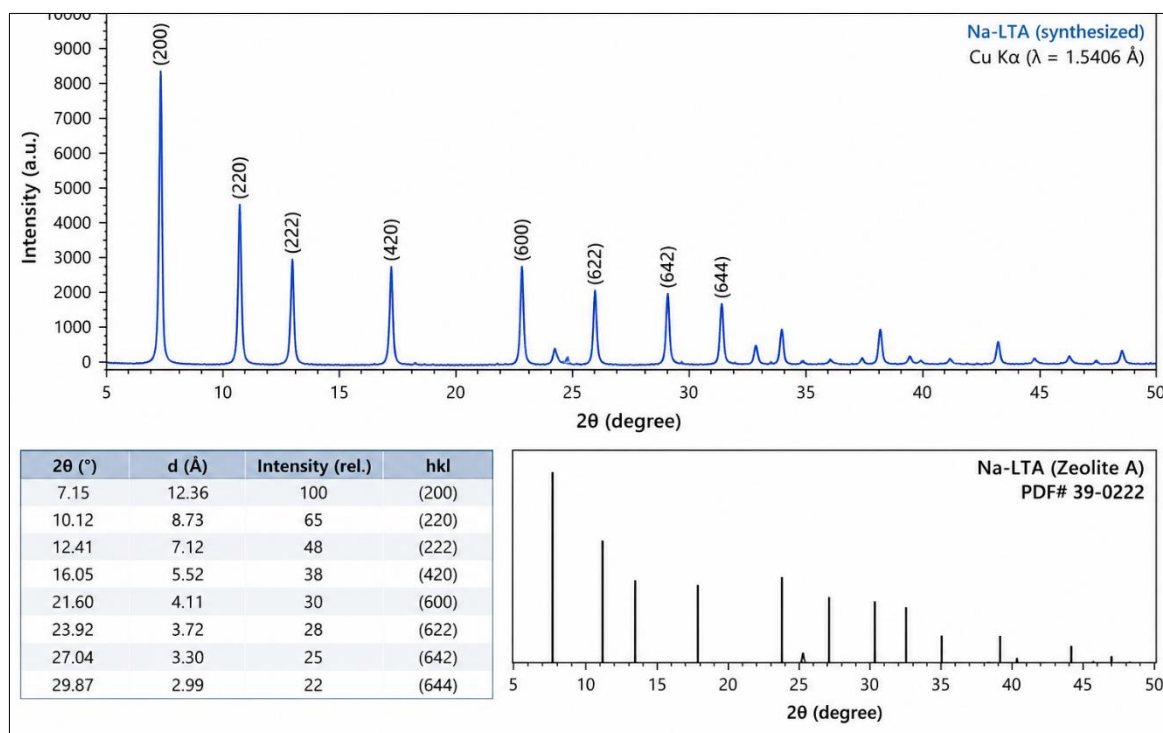
Boshlang‘ich xomashyo va olingan mahsulotning rentgen difraksion naqshlari 2-rasmda taqqoslangan. Angren kaolini (2a-rasm) difraktogrammasida kaolinitga xos refleksi ustunlik qiladi. Jumladan:

001 bazal refleksi —  $2\theta \approx 12,3^\circ$ ,  $d \approx 7,2 \text{ \AA}$ ;

002 refleksi —  $2\theta \approx 24,8^\circ$ ;

kuchli kvars refleksi —  $2\theta \approx 26,6^\circ$ .

Kalsinatsiya va keyingi gidrotermal ishlovdan so‘ng kaolinitga xos reflekslar yo‘qolib, ularning o‘rnini LTA seolitga xos difraksion naqsh egalladi (2b-rasm). LTA uchun xarakterli aniq va keskin past burchakli reflekslar:  $7,15^\circ$ ,  $10,12^\circ$ ,  $12,41^\circ$ ,  $16,05^\circ$ ,  $21,60^\circ$ ,  $23,92^\circ$ ,  $27,04^\circ$  va  $29,87^\circ$  ( $2\theta$ ) qiymatlarida kuzatildi. Kalsinatsiya va keyingi gidrotermal ishlovdan so‘ng kaolinitga xos reflekslarning yo‘qolishi va LTA seolitga xos yangi difraksion reflekslarning shakllanishi kuzatildi (2b-rasm). LTA fazasiga tegishli asosiy



reflekslar  $2\theta = 7,15\text{--}29,87^\circ$  oralig‘ida kuzatildi (Jadval 2).

**1-rasm.** Angren kaolini asosida olingan LTA seolitini PXRD difraktogrammasiga xos yangi difraksion reflekslari

**2-Jadval.**

LTA seolitining PXRD reflekslari va ularning kristall tekisliklari

| № | 2θ (°) | Kristall tekisligi (hkl) |
|---|--------|--------------------------|
| 1 | 7,15   | (200)                    |
| 2 | 10,12  | (220)                    |
| 3 | 12,41  | (222)                    |
| 4 | 16,05  | (420)                    |
| 5 | 21,60  | (600)                    |
| 6 | 23,92  | (622)                    |
| 7 | 27,04  | (642)                    |
| 8 | 29,87  | (644)                    |

Gidrotermal ishlov berishdan keyin Zeo-An namunasining PXRD difraktogrammasi boshlang‘ich kaolinning difraktogrammasidan keskin farq qildi.

Boshlang‘ich Angren kaolining PXRD difraktogrammasida kaolinit fazasiga xos bir qator reflekslar kuzatildi. Jumladan,  $2\theta \approx 6,96^\circ$ ,  $10,01^\circ$ ,  $12,28^\circ$ ,  $15,94^\circ$ ,  $20,73^\circ$ ,  $21,52^\circ$  va  $23,78^\circ$  atrofidagi reflekslar kaolinitning kristall tuzilishiga tegishli. Bundan tashqari,  $2\theta \approx 26,48^\circ$  da kuzatilgan yuqori intensivlikdagi refleksi kvarsning (101) kristall tekisligiga mos keladi.  $26,48^\circ$  dagi kuchli kvars refleksi xom Angren kaolining tarkibida erkin  $\text{SiO}_2$

mavjudligini ko‘rsatadi. Hidrotermal ishlov berishdan so‘ng kaolinitga xos reflekslarning intensivligi keskin kamayib, LTA zeolitiga xos yangi reflekslarning hosil bo‘lishi kuzatildi.

### 3-jadval.

Boshlang‘ich Angren kaolinitning asosiy PXRD reflekslari

| №  | 2θ (°), taxminan | Ehtimoliy faza                 | Kristall tekisligi |
|----|------------------|--------------------------------|--------------------|
| 1  | 6,96             | Kaolinit                       | (001)              |
| 2  | 10,01            | Kaolinit                       | (002)              |
| 3  | 12,28            | Kaolinit                       | (003)              |
| 4  | 13,76            | Kaolinit                       | —                  |
| 5  | 15,94            | Kaolinit                       | —                  |
| 6  | 20,73            | Kaolinit                       | (020)              |
| 7  | 21,52            | Kaolinit                       | —                  |
| 8  | 23,78            | Kaolinit                       | —                  |
| 9  | 26,48            | Kvars (SiO <sub>2</sub> )      | (101)              |
| 10 | 29,80            | Kaolinit / boshqa silikat faza | —                  |
| 11 | 30,67            | Silikat faza                   | —                  |
| 12 | 32,41            | Silikat faza                   | —                  |
| 13 | 34,07            | Kaolinit                       | —                  |
| 14 | 35,63            | Kaolinit                       | —                  |
| 15 | 36,42            | Kaolinit                       | —                  |

Hisoblash natijasida:

$$a = 24,68 \pm 0,02 \text{ \AA}$$

qiymati olindi. Ushbu qiymat LTA seoliti uchun adabiyotlarda qabul qilingan  $a \approx 24,6 \text{ \AA}$  qiymatiga juda yaqin. Kristall panjara parametrining ushbu qiymati LTA karkasining hosil bo‘lganligini va mahsulotning kubik LTA strukturasi mos kelishini ko‘rsatadi. Bundan tashqari, XRF orqali aniqlangan  $\text{Si/Al} = 1,07$  qiymati LTA uchun xos bo‘lgan  $\text{Si/Al} \approx 1$  tarkib bilan yaxshi moslashadi. LTA reflekslaridan tashqari, Zeo-An difraktogrammasida  $2\theta \approx 26,6^\circ$  da kuchli refleks saqlanib qoldi. Ushbu refleks kvarsqa tegishli bo‘lib, uning boshlang‘ich Angren kaolinitidan mahsulotga meros bo‘lib qolganligini ko‘rsatadi.

Qiziqarli jihati shundaki, kvarsning  $26,6^\circ$  dagi refleksi LTA reflekslariga nisbatan juda intensiv ko‘rinadi. Biroq bu kvarsning mahsulotdagi massa ulushi juda katta degani emas. Kvars rentgen nurlarini kuchli sochuvchi kristall faza bo‘lgani uchun kichik miqdordagi kvars ham PXRD difraktogrammasida juda intensiv signal berishi mumkin. XRF ma’lumotlari va ikki fazali massa balansi asosida Zeo-An tarkibidagi qoldiq kvars miqdori taxminan 3 massa % deb baholandi.

Zeo-An difraktogrammasida sodalit yoki boshqa raqobatchi seolit fazalariga tegishli xarakterli reflekslar aniqlanmadi. Bu juda muhim natija hisoblanadi, chunki NaOH konsentratsiyasi va gidrotermal sharoit LTA bilan bir qatorda sodalit hosil bo‘lishiga ham ta’sir qilishi mumkin. Mazkur tadqiqotda  $3 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaOH} + 100^\circ\text{C} + 24 \text{ soat}$  sharoitida LTA ning kristallanishi ustun bo‘lgan. Shunday qilib, tanlangan gidrotermal sharoitlar Angren kaolinitidan LTA hosil qilish uchun maqbul ekanligi ko‘rsatildi.

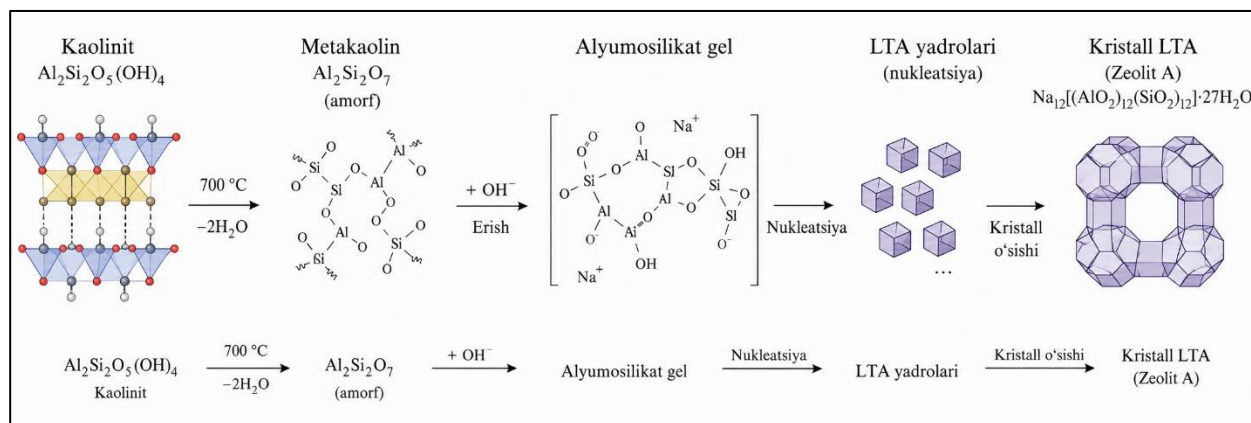
Zeo-An uchun:

Si/Al = 1,07

Na/Al = 0,98

qiymatlar aniqlandi.

LTA ning ideal karkasida Si/Al nisbati taxminan 1 ga teng bo‘lgani sababli, olingan 1,07 qiymat LTA strukturasiga juda yaqin. Na/Al = 0,98 qiymati esa karkasdagi  $\text{AlO}_4^-$  birliklarining zaryadini kompensatsiya qilish uchun deyarli 1:1 nisbatda  $\text{Na}^+$  kationlari mavjudligini ko‘rsatadi. Shu sababli, PXRD orqali aniqlangan LTA fazasi va XRF orqali aniqlangan Si/Al hamda Na/Al nisbatlari o‘zaro yaxshi mos keladi.



**2-rasm.** Angren kaolinidan LTA hosil bo‘lishini quyidagi ketma-ketlik bilan izohlash mumkin:

Keyinchalik NaOH muhitida reaktiv metakaolin qisman erib, eritmaga silikat va aluminat turlarini chiqaradi.

Ushbu komponentlar qayta kondensatsiyalanib, gidratlangan natriy alyumosilikat gelini hosil qiladi. Gel tarkibida LTA yadrolari shakllanadi va ular erigan Si va Al turlarining qayta tashkil topishi hisobiga o‘sadi. Shu bilan birga,  $\text{Na}^+$  kationlari LTA karkasidagi  $\text{AlO}_4^-$  birliklarining manfiy zaryadini kompensatsiya qiladi. Kvars esa ushbu nisbatan yumshoq ishqoriy gidrotermal sharoitlarda kam reaktiv bo‘lganligi sababli, asosan o‘zgarmagan holda mahsulot tarkibida saqlanadi.

Olingan natijalar Angren kaolinidan yaxshi kristallangan LTA seoliti olish mumkinligini ko‘rsatadi. PXRD natijalari ushbu xulosaning asosiy dalilidir. Kaolinitga xos reflekslarning yo‘qolishi va LTA ga xos sakkizta asosiy refleksning paydo bo‘lishi kristall strukturaviy transformatsiyani aniq ko‘rsatadi.  $a = 24,68 \pm 0,02 \text{ \AA}$  kristall panjara parametri esa hosil bo‘lgan fazaning kubik LTA strukturasi bilan mos keladi. Shuningdek, sodalit kabi boshqa seolit fazalarining aniqlanmaganligi sintez sharoitlari LTA kristallanishiga qulay bo‘lganligini ko‘rsatadi. Biroq mahsulotning asosiy cheklovi qoldiq kvars hisoblanadi. Kvarsning  $26,6^\circ$  dagi kuchli PXRD refleksi uning mahsulotda saqlanib qolganligini ko‘rsatadi. Shu sababli, kelgusidagi tadqiqotlarda kaolinni yanada samarali boyitish yoki faollashtirish orqali kvars miqdorini kamaytirish mahsulotning fazaviy tozaligini oshirishi mumkin. Shuningdek, LTA ning molekulyar elak sifatidagi amaliy imkoniyatlarini baholash uchun keyingi tadqiqotlarda  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2$  va  $\text{CH}_4$  adsorbsiyasi, ion-almashinish sig‘imi hamda elektron mikroskopiya kabi tahlillarni amalga oshirish maqsadga muvofiq.

**Xulosa.** Angren kaolinidan Linde Type A (LTA) seoliti metakaolin yo‘li orqali muvaffaqiyatli sintez qilindi. Jarayon kaolinni dispersiyalash–dekantatsiya usulida boyitish, 700 °C da 12 soat kalsinatsiya qilish va 3 mol L<sup>-1</sup> NaOH eritmasida 100 °C da 24 soat gidrotermal kristallantirish bosqichlarini o‘z ichiga oldi. PXRD tahlili boshlang‘ich kaolinit reflekslarining yo‘qolganligini va LTA ga xos 7,15–29,87° diapazondagi xarakterli reflekslarning shakllanganligini ko‘rsatdi. Sakkizta asosiy refleks asosida hisoblangan kristall panjara parametri:

$$a = 24,68 \pm 0,02 \text{ \AA}$$

bo‘lib, LTA uchun kutiladigan qiymat bilan yaxshi mos keladi.

XRF natijalari:

$$\text{Si/Al} = 1,07 \text{ va } \text{Na/Al} = 0,98$$

bo‘lib, LTA karkasining deyarli ideal kimyoviy tarkibini tasdiqladi. PXRD orqali 2θ ≈ 26,6° da qoldiq kvars refleksi ham aniqlandi. Massa balansida uning miqdori taxminan 3 massa % deb baholandi. Sodalit yoki boshqa raqobatchi seolit fazalarining reflekslari aniqlanmadi. Umuman olganda, tadqiqot natijalari Angren kaolini kristall LTA seolitini olish uchun istiqbolli mahalliy xomashyo ekanligini ko‘rsatadi. Mazkur ishda PXRD natijalari LTA fazasining shakllanishini tasdiqlovchi asosiy strukturaviy dalil bo‘lib xizmat qiladi.

## Reference

1. Sazali, N.; Harun, Z. One shot of the hydrothermal route for the synthesis of zeolite LTA using kaolin. *J. Inorg. Organomet. Polym. Mater.* 2022, 32, 3508–3520. <https://doi.org/10.1007/s10904-022-02369-y>
2. Akar Şen, G. Synthesis of zeolite LTA from kaolin and its model CBC and WAC performance: Optimized by central composite design. *J. Serb. Chem. Soc.* 2025, 90, 1223–1239. <https://doi.org/10.2298/JSC250310054A>
3. Abdulkhayev, A., Ergashev, O., Toshmatova, B., & Koriyev, M. (2026). Synthesis and characterisation of LTA zeolite from Angren kaolin: Evaluation of a regional feedstock for zeolite production. *Chemistry*, 8(8), 112. <https://doi.org/10.3390/chemistry8080112>
4. Mokhtar, A.; Abdelkrim, S.; Hachemaoui, M.; et al. Optimization of zeolite LTA formation from kaolin using fusion/hydrothermal method: Crystallization parameters and Box-Behnken experimental design. *Applied Clay Science* 2025. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2025.107773>
5. Wang, S.; Vaughan, J.; Xia, F.; Etschmann, B.; Brugger, J.; Brand, H.; Peng, H. Revealing the effect of anions on the formation and transformation of zeolite LTA in caustic solutions: An in situ synchrotron PXRD study. *Cryst. Growth Des.* 2023, 23, 3660–3670. <https://doi.org/10.1021/acs.cgd.3c00106>
6. Abdulhayev, A.B.; Ergashev, O.K.; Toshmatova, B.A.; Nodirov, A.A. Seolit A olish uchun kaolin tarkibidagi TiO<sub>2</sub> va temir (Fe<sup>3+</sup>/Fe<sup>2+</sup>) ionlari miqdorini optimallashtirish. *Kompozitsion materiallar: ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnal* 2026, No. 1, xx–xx.
7. Campoverde, J.; Guaya, D. From waste to added-value product: Synthesis of highly crystalline LTA zeolite from ore mining tailings. *Nanomaterials* 2023, 13, 1295. <https://doi.org/10.3390/nano13081295>

8. Ekpe, I.; Mgbemere, H.; Lawal, G.; Ovri, H.; Chaudhary, A.L. Synthesis of Linde Type A zeolite from Darazo kaolin found in Bauchi State, Nigeria. *Asia-Pacific Journal of Science and Technology* 2023, 28(4).  
<https://doi.org/10.14456/apst.2023.60>
9. Rahman, A.; Purwanto, A.; Endah, A.; Handoko, E.; Kusrini, E.; Prasetyanto, E.A. Synthesis and characterization of LTA zeolite from Kaolin Bangka.
10. Salih, A.M.; Williams, C.; Khanaqa, P.A. Synthesis of Zeolite A from Iraqi Natural Kaolin Using a Conventional Hydrothermal Synthesis Technique. 2020.
11. Characterization of phase transformation from low grade kaolin to zeolite LTA in fusion technique: Focus on quartz melting and crystallization in presence of NaAlO<sub>2</sub>. *Mater. Chem. Phys.* 2021, 258, 123892.  
<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123892>
12. Fotsop, C.G.; Lieb, A.; Scheffler, F. Tailoring the water vapor adsorption properties and thermal performance analysis of post-synthetically ion-exchanged LTA zeolite derived from Cameroonian kaolin. *J. Ind. Eng. Chem.* 2025, 155, 683–698.  
<https://doi.org/10.1016/j.jiec.2025.08.017>
13. Investigating the impact of heating rates on hydrothermal conversion of heat-treated kaolin into Linde-type LTA zeolite for water vapor sorption. 2025.
14. Cameroonian natural clay derived Linde type LTA zeolite: demystifying and understanding the impact of the synthesis process on adsorption efficiency. 2025.
15. Abdulhayev A.B., Ergashev O.K., Nodirov A.A., Sattarova D.M. CAA (M-34) rusumidagi seolitda vodorod sulfid adsorbsiyasining izotermasi, differensial issiqligi, entropiyasi va issiqlik muvozanati vaqti // *NamDU ilmiy axborotnomasi*. – 2025. – №6. – B. 97–106
16. Conversion of Natural Clay into Na-A (LTA) Zeolite Adsorbent for Efficient Heavy Metals Adsorption from Aqueous Solution: Kinetic and Isotherm Studies. *Processes* 2025, 13, 3060.