QO‘QON DAVLAT PEDAGOGIKA INSTITUTI ILMIY XABARLARI
(2026-yil 9-son)

TABIIY FANLAR

NATURAL SCIENCES

https://doi.org/10.70728/a.series.tab.v08.i09.030

UDK: 546.47

ORCID: 0009-0003-0607-0501

LTA TIPIDAGI SEOLITNING ANGREN KAOLINI ASOSIDA SINTEZI VA SPEKTROSKOPIK (FTIR) TAHLILI

Ergashev Oybek
Namangan davlat texnika universiteti rektori, kimyo fanlari doktori, professor, Namangan, Uzbekistan
e-mail: okergashev711@gmail.com
Mo`xiddinov Dostonbek
Namangan davlat texnika universiteti , Oziq-ovqat kafedrasi 3-bosqich tayanch doktoranti Namangan, Uzbekiston
E-mail: muhiddinov.94@bk.ru
Koxxarov Mirzoxid
Namangan davlat texnika universiteti, Kimyo muxandisligi kafedrasi dotsenti, k.f.d. (DSc) Namangan, Uzbekistan
E-mail: koxxarovmirzoxid@gmail.com

Annotatsiya. Mazkur maqolada Angren kaolining AKF-78 markasi asosida LTA tipidagi NaA seolitini sintez qilish va uning strukturaviy xususiyatlarini FTIR spektroskopiyasi yordamida tadqiq etish natijalari keltirilgan. Kaolinit 650 °C haroratda 5 soat davomida termik ishlov berilib, reaktiv metakaolinga aylantirildi. Metakaolin 2,5 M NaOH eritmasi bilan ishqoriy muhitda qayta ishlanib, hosil qilingan gel 90 °C haroratda 30 soat davomida gidrotermal kristallantirildi. Olingan mahsulot yuvilib, quritilgandan so‘ng FTIR usulida tahlil qilindi. Spektrda 3446 va 1653 cm^{-1} sohalaridagi signallar adsorbsiyalangan suv molekulalarining tebranishlariga, 1001 cm^{-1} dagi kuchli yutilish Si–O–Si va Si–O–Al bog‘larining asimmetrik valent tebranishlariga, 552 cm^{-1} dagi signal esa LTA strukturasiga xos D_4R birliklariga tegishli ekanligi aniqlandi. Olingan FTIR natijalari Angren kaolini asosida LTA tipidagi NaA seolitining muvaffaqiyatli sintez qilinganligini tasdiqladi.

Kalit so‘zlar: Angren kaolini, AKF-78, metakaolin, NaA seoliti, LTA strukturasi, gidrotermal sintez, FTIR spektroskopiyasi, D_4R, alumosilikat karkas.

Аннотация. В статье представлены результаты синтеза цеолита NaA типа LTA на основе ангренского каолина марки АКФ-78 и исследования его структурных характеристик методом FTIR-спектроскопии. Каолинит подвергали термической обработке при температуре 650 °C в течение 5 часов, в результате чего получали

реакционноспособный метакаолин. Метакаолин обрабатывали в щелочной среде раствором NaOH концентрацией 2,5 М, после чего полученный гель подвергали гидротермальной кристаллизации при 90 °C в течение 30 часов. После промывки и сушки полученный продукт анализировали методом FTIR. В спектре сигналы в областях 3446 и 1653 см$^{-1}$ соответствуют колебаниям адсорбированных молекул воды, интенсивная полоса при 1001 см$^{-1}$ обусловлена асимметричными валентными колебаниями связей Si–O–Si и Si–O–Al, а сигнал при 552 см$^{-1}$ связан с D_4R-единицами, характерными для структуры LTA. Полученные результаты FTIR подтверждают успешный синтез цеолита NaA типа LTA на основе ангренского каолина.

Ключевые слова: ангренский каолин, АКФ-78, метакаолин, цеолит NaA, структура LTA, гидротермальный синтез, FTIR-спектроскопия, D_4R, алюмосиликатный каркас.

Abstract. This article presents the results of the synthesis of LTA-type NaA zeolite from Angren kaolin of the AKF-78 grade and the investigation of its structural characteristics using FTIR spectroscopy. Kaolinite was thermally treated at 650 °C for 5 h to obtain reactive metakaolin. The metakaolin was subsequently treated in an alkaline medium with a 2.5 M NaOH solution, and the resulting gel was subjected to hydrothermal crystallization at 90 °C for 30 h. After washing and drying, the obtained product was analyzed by FTIR spectroscopy. The signals observed at 3446 and 1653 cm^{-1} were attributed to the vibrations of adsorbed water molecules, while the strong absorption band at 1001 cm^{-1} corresponds to the asymmetric stretching vibrations of Si–O–Si and Si–O–Al bonds. The signal at 552 cm^{-1} was assigned to D_4R units characteristic of the LTA structure. The obtained FTIR results confirm the successful synthesis of LTA-type NaA zeolite based on Angren kaolin.

Keywords: Angren kaolin, AKF-78, metakaolin, NaA zeolite, LTA structure, hydrothermal synthesis, FTIR spectroscopy, D_4R, aluminosilicate framework.

KIRISH. So‘nggi yillarda mahalliy mineral xomashyolardan funksional g‘ovak materiallar, xususan, seolitlarni olish texnologiyalarini takomillashtirishga katta e’tibor qaratilmoqda. Tabiiy alumosilikat minerallar orasida kaolin seolit sintezi uchun istiqbolli xomashyo manbalaridan biri hisoblanadi. Kaolinning tarkibida kremniy va alyuminiy oksidlarining yetarli miqdorda mavjudligi hamda uning termik ishlov natijasida yuqori reaktivlikka ega metakaolinga aylanishi seolit materiallarini olish uchun qulay sharoit yaratadi. Mahalliy kaolinlardan foydalanish qimmat va import qilinadigan kimyoviy xomashyolarga bo‘lgan ehtiyojni kamaytirish, ishlab chiqarish tannarxini pasaytirish hamda mineral resurslardan samarali foydalanish imkonini beradi [1–3].

Kaolinni seolit sintezi uchun xomashyo sifatida qo‘llashning muhim bosqichi uning termik faollashtirilishidir. Kaolinitning kristall panjarasida joylashgan strukturaviy gidroksil guruhlarining yuqori harorat ta’sirida ajralib chiqishi natijasida tartibli kristall tuzilma buziladi va amorf, kimyoviy jihatdan faol metakaolin hosil bo‘ladi. Metakaolinning yuqori reaktivligi uning ishqoriy muhitda oson parchalanishi va keyinchalik alumosilikat seolit karkasining shakllanishida ishtirok etishini ta’minlaydi. Shu sababli kalsinatsiya harorati va

davomiyligi seolit sintezining samaradorligini belgilovchi muhim omillardan biri hisoblanadi.

ADABIYOTLAR TAHLILI

LTA tipidagi seolitlar kristall karkasining o‘ziga xos tuzilishi, molekulyar elak xususiyati, ion almashinish qobiliyati va gidrofilligi bilan ajralib turadi. Ushbu seolitlarning karkasi SiO_4 va AlO_4 tetraedrlarining tartibli birikishidan tashkil topgan bo‘lib, natijada uch o‘lchamli g‘ovak tizimi shakllanadi. LTA strukturasining asosiy elementlaridan biri qo‘sh to‘rt a’zoli halqalar-D_4R birliklari bo‘lib, ular seolit karkasining shakllanishida muhim strukturaviy rol o‘ynaydi [4–6].

LTA tipidagi NaA seoliti tarkibidagi almashinuvchi Na^+ kationlari alumosilikat karkasining manfiy zaryadini kompensatsiya qiladi. Kationlarning mavjudligi seolitning ion almashinish xususiyatlari, gidrofilligi va adsorbsion xossalariga sezilarli ta’sir ko‘rsatadi. Shu bilan birga, LTA seolitining nisbatan kichik g‘ovak o‘lchami molekulyar o‘lchamga bog‘liq selektiv adsorbsiya jarayonlarini amalga oshirish imkonini beradi. Mazkur xususiyatlar NaA seolitlarini adsorbsiya, ion almashinish, suvni yumshatish va molekulyar elak sifatida qo‘llash uchun muhim materialga aylantiradi [7–9].

Kaolin asosida LTA tipidagi seolitlarni olishda gidrotermal sintez usuli keng qo‘llaniladi. Ushbu jarayonda dastlab kaolin termik ishlov orqali metakaolinga aylantiriladi, so‘ngra ishqoriy muhitda uning alumosilikat komponentlari qisman eritilib, seolit hosil bo‘lishi uchun zarur bo‘lgan silikat va alyuminat turlari shakllantiriladi. Keyingi gidrotermal bosqichda ushbu komponentlarning qayta tashkil topishi natijasida kristall LTA karkasi hosil bo‘ladi. Sintez jarayonida ishqor konsentratsiyasi, harorat, kristallanish davomiyligi, suv miqdori va boshlang‘ich komponentlarning nisbati hosil bo‘ladigan seolitning kristallik darajasi va fazaviy tarkibiga bevosita ta’sir ko‘rsatadi [10–12].

Gidrotermal kristallanish sharoitlarining to‘g‘ri tanlanishi LTA tipidagi seolitning yuqori darajada kristallangan mahsulot sifatida shakllanishida muhim ahamiyatga ega. Haroratning yetarli bo‘lmasligi yoki kristallanish vaqtining qisqa bo‘lishi natijasida amorf yoki qisman kristallangan mahsulot hosil bo‘lishi mumkin. Aksincha, optimal sharoitlarda alumosilikat komponentlarining qayta tashkil topishi tezlashib, LTA strukturasiga xos kristall fazaning shakllanishi ta’minlanadi. Shu sababli mahalliy kaolin xomashyosining tarkibi va reaktivligini hisobga olgan holda sintez parametrlarini tanlash alohida ilmiy ahamiyatga ega.

LTA tipidagi seolitlarning strukturaviy holatini aniqlashda zamonaviy fizik-kimyoviy tahlil usullari, jumladan, FTIR spektroskopiyasi keng qo‘llaniladi. FTIR usuli alumosilikat karkasidagi kimyoviy bog‘lar va strukturaviy birliklarning tebranishlarini aniqlash orqali sintez jarayonining borishi hamda hosil bo‘lgan mahsulotning strukturaviy xususiyatlari haqida muhim ma’lumot beradi. Ayniqsa, Si–O–Si va Si–O–Al bog‘larining tebranishlari LTA karkasining shakllanganligini baholashda muhim diagnostik belgilar hisoblanadi [13–15].

Mahalliy mineral xomashyolar, xususan, Angren kaolini asosida LTA tipidagi NaA seolitini olish iqtisodiy va amaliy jihatdan muhim yo‘nalishlardan biridir. Angren kaolini tarkibidagi alumosilikat komponentlardan maqsadli foydalanish orqali mahalliy xomashyo asosida yuqori qo‘shilgan qiymatga ega g‘ovak materiallar olish imkoniyati yaratiladi.

Bunday yondashuv import o‘rnini bosuvchi adsorbent va ion almashinuvchi materiallar ishlab chiqarish, tabiiy resurslardan samarali foydalanish hamda mahalliy mineral xomashyoni chuqur qayta ishlash texnologiyalarini rivojlantirishga xizmat qiladi.

Mazkur tadqiqotning asosiy maqsadi Angren kaolining AKF-78 markasini termik faollashtirish orqali metakaolin olish, undan LTA tipidagi NaA seolitini gidrotermal usulda sintez qilish hamda olingan mahsulotning strukturaviy xususiyatlarini FTIR spektroskopiyasi yordamida aniqlashdan iborat. Ushbu tadqiqot natijalari Angren kaolini asosida LTA tipidagi NaA seolitini olishning samarali sharoitlarini aniqlash, mahalliy xomashyoning seolit ishlab chiqarishdagi imkoniyatlarini baholash va olingan materialning keyingi adsorbsion hamda ion almashinish tadqiqotlari uchun istiqbollarini belgilash imkonini beradi.

NATIJA VA MUHOKAMA

LTA tipidagi NaA seolitini sintez qilish

Mazkur tadqiqotda LTA tipidagi NaA seolitini sintez qilish uchun asosiy xomashyo sifatida mahalliy Angren kaolini AKF-78 markasi tanlandi. Kaolin tarkibida SiO_2 va Al_2O_3 ning yetarli miqdorda mavjudligi uni LTA strukturali NaA seolitini olish uchun istiqbolli tabiiy alumosilikat manbasi sifatida baholash imkonini beradi. Mahalliy kaolindan foydalanish seolit sintezi uchun zarur bo‘lgan kremniy va alyuminiy komponentlarini tabiiy xomashyo hisobidan ta’minlash, texnologik jarayonning iqtisodiy samaradorligini oshirish hamda mahalliy mineral resurslardan samarali foydalanish imkonini beradi.

Mexanik faollashtirish. Dastlab Angren kaolini sharli tegirmonda intensiv mexanik maydalashdan o‘tkazildi. Mexanik maydalash natijasida kaolin zarrachalarining o‘lchami kamayib, ularning solishtirma sirt maydoni ortdi va xomashyoning keyingi kimyoviy hamda termik ishlovlarga nisbatan reaktivligi oshdi. Ushbu bosqich kaolin zarrachalarining bir jinsli holatga kelishini ta’minlab, keyingi tozalash va termik faollashtirish jarayonlarining samaradorligini oshirishga xizmat qildi.

Kimyoviy tozalash. Kaolin tarkibida mavjud bo‘lgan temir va titan oksidlari kabi aralashmalarni kamaytirish maqsadida oksalat kislotasi ($H_2C_2O_4$) bilan kimyoviy ishlov berildi. Buning uchun xomashyo 0,5 M oksalat kislotasi eritmasida 100 °C haroratda ishlovdan o‘tkazildi. Jarayon davomida oksalat ionlari temirning mineral shakllari bilan kompleks birikmalar hosil qilib, temir komponentlarining eritmaga o‘tishiga yordam berdi. Natijada kaolin tarkibidagi ayrim rang beruvchi va begona mineral komponentlar kamaytirilib, alumosilikat asosining nisbatan toza holatga kelishi ta’minlandi. Mazkur kimyoviy tozalash bosqichi keyingi termik faollashtirish va gidrotermal kristallanish jarayonlarining bir maromda borishiga sharoit yaratadi.

Termik faollashtirish va metakaolin hosil bo‘lishi. Kimyoviy tozalangan kaolin mufel pechida 650 °C haroratda 5 soat davomida termik ishlovdan o‘tkazildi. Yuqori harorat ta’sirida kaolinit kristall panjarasidagi strukturaviy gidroksil guruhlari ajralib chiqib, uning tartibli kristall tuzilmasi buzildi. Natijada yuqori kimyoviy faollikka ega amorf metakaolin hosil bo‘ldi. Metakaolinning hosil bo‘lishi uning ishqoriy muhitda osonroq parchalanishini va keyingi gidrotermal bosqichda LTA tipidagi alumosilikat karkasining shakllanishida faol ishtirok etishini ta’minladi.

Ishqoriy faollashtirish va seolit geli hosil bo‘lishi. Olingan metakaolin LTA tipidagi NaA seolitini sintez qilishda asosiy alumosilikat manbasi sifatida ishlatildi. Metakaolinga 2,5 M NaOH eritmasi qo‘shilib, magnit aralashtirgich yordamida 30 daqiqa davomida aralashtirildi. Kuchli ishqoriy muhit ta’sirida metakaolinning amorf alumosilikat tuzilmasi qisman parchalanib, eritmada silikat va alyuminat turlarining hosil bo‘lishi ta’minlandi. Hosil bo‘lgan ushbu faol komponentlar keyingi kristallanish jarayonida LTA tipidagi seolit karkasining shakllanishi uchun boshlang‘ich qurilish birliklari vazifasini bajardi.

Gidrotermal kristallanish. Tayyorlangan gel teflon qoplamali idishga ega avtoklavga joylashtirildi. Gidrotermal kristallanish jarayoni 90 °C haroratda 30 soat davomida olib borildi. Ushbu sharoitda gel tarkibidagi silikat va alyuminat komponentlari qayta tashkil topib, tartibli alumosilikat kristall karkasini hosil qildi. Kristallanish davomida LTA strukturasiga xos bo‘lgan sodalit kletkalari va ularni bog‘lovchi qo‘sh to‘rt a’zoli halqalar shakllanib, NaA seolitining xarakterli uch o‘lchamli karkasi hosil bo‘ldi.

Gidrotermal kristallanish yakunlangach, hosil bo‘lgan qattiq mahsulot avtoklavdan chiqarilib, filtrlash orqali suyuq fazadan ajratildi. Mahsulot tarkibida qolgan ishqoriy komponentlar va suvda eruvchan reaksion mahsulotlarni yo‘qotish maqsadida distillangan suv bilan bir necha marta yuvildi. Yuvish jarayoni filtratning pH qiymati neytral muhitga, ya’ni pH=7 ga yetguncha davom ettirildi. Shundan so‘ng namuna quritilib, LTA tipidagi NaA seoliti olindi (1-rasm).

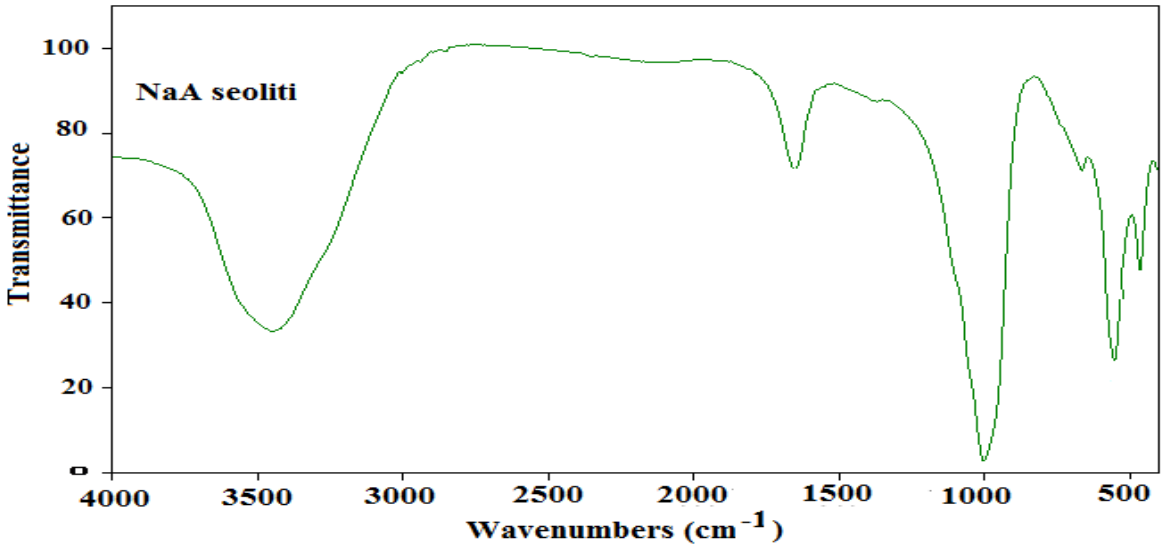


1-rasm. AKF-78 kaolini asosida sintetik NaA seoliti sintezi bosqichlari

Angren kaolin asosida olingan NaA seolitining FTIR spektrlari seolit karkasining strukturaviy holatini baholash imkonini beradi. Olingan natijalar NaA seolitining muvaffaqiyatli sintez qilinganligini ko‘rsatadi. NaA seolitining FTIR spektrida 3446 cm^{-1} sohada kuzatilgan keng yutilish seolit g‘ovaklarida adsorbsiyalangan suv molekulalarining OH tebranishlariga mos keladi. LTA tipidagi seolitlarning yuqori gidrofilligi tufayli ushbu signalning intensivligi yuqori bo‘lishi tabiiydir. NaA seolitida 1653 cm^{-1} da kuzatilgan yutilish zonasi adsorbsiyalangan suv molekulalarining H-O-H deformatsion tebranishlariga tegishlidir. LiA seolitida ushbu sohaning 1618 cm^{-1} ga siljishi g‘ovak tizimidagi suv molekulalarining holati va koordinatsion muhitining o‘zgarganligini ko‘rsatadi. Ion

almashinish natijasida g‘ovaklar ichidagi kationlarning tabiati o‘zgarganligi sababli suv molekulalarining joylashuvi va bog‘lanish energiyasi ham o‘zgaradi. Bu esa seolitlar FTIR spektrida sezilarli siljishlar paydo bo‘lishiga olib keldi (2-rasm).

NaA seolitida 1001 cm^{-1} da joylashgan kuchli yutilish alumosilikat karkasidagi Si-O-Si va Si-O-Al bog‘larining asimmetrik valent tebranishlariga mos bo‘lib, bu pik LTA tipidagi seolitlarning eng muhim strukturaviy belgilaridan biri hisoblanadi. LTA tipidagi seolitlarning eng xarakterli strukturaviy elementlaridan biri qo‘sh to‘rt a’zoli halqalar (D_4R) hisoblanadi. NaA seolitining FTIR spektrida ushbu strukturaviy birliklar 552 cm^{-1} da kuzatiladi. D_4R birliklari seolit karkasining asosiy qurilish elementlaridan bo‘lib, ularning tebranish chastotasi g‘ovaklar ichidagi kompensatsiyalovchi kationlarning tabiatiga juda sezgir hisoblanadi. Natijada D_4R birliklarining tebranish energiyasi ortadi va pik yuqori chastotali sohaga siljiydi.



2-rasm. Sintezlangan NaA kristallarining FTIR spektrlari.

Xulosa. Angren kaolini AKF-78 asosida LTA tipidagi NaA seoliti muvaffaqiyatli sintez qilindi. Xomashyoni oksalat kislotasi bilan kimyoviy tozalash va 650 °C haroratda 5 soat davomida termik faollashtirish natijasida gidrotermal kristallanish uchun reaktiv metakaolin olindi. Metakaolinning 2,5 M NaOH eritmasi bilan ishlov berilishi va 90 °C da 30 soat davomida gidrotermal sintez qilinishi natijasida LTA tipidagi kristall tuzilma shakllandi. FTIR tahlili natijasida 3446 va 1653 cm^{-1} sohalaridagi signallar adsorbsiyalangan suv molekulalariga, 1001 cm^{-1} dagi kuchli yutilish Si–O–Si va Si–O–Al bog‘larining tebranishlariga, 552 cm^{-1} dagi signal esa LTA strukturasiga xos D_4R birliklariga tegishli ekanligi aniqlandi. Olingan natijalar Angren kaolini AKF-78 dan LTA tipidagi NaA seolitini olish mumkinligini tasdiqlab, ushbu mahalliy xomashyoning seolit sintezi uchun istiqbolliligini ko‘rsatdi.

Foydalanilgan adabiyotlar

1. Hartati, D. Prasetyoko, M. Santoso, I. Qoniah, W.L. Leaw, P.B.D. Firda, H. Nur. A review on synthesis of kaolin-based zeolite and the effect of impurities, *Journal of the Chinese Chemical Society*, 2020, 67: 911–936.

2. Y. He, S. Tang, S. Yin, S. Li. Research progress on green synthesis of various high-purity zeolites from natural material-kaolin, *Journal of Cleaner Production*, 2021, 306: 127248.

3. D. Novembre, D. Gimeno, A. Del Vecchio. Synthesis and characterization of Na-P1 (GIS) zeolite using a kaolinitic rock, *Scientific Reports*, 2021, 11: 4872.

4. N. Sazali, Z. Harun, A. Tijjani, N.H. Kamarudin, N.R. Jamalludin, S.K. Hubadillah, S.S. Alias. The Route of Hydrothermal Synthesis Zeolite-A from the Low-Grade Perak kaolin, Malaysia, *Silicon*, 2022, 14: 7257–7273.

5. D.C. Son, V.T.K. Anh, N.T. Thom, H.L.T. Nguyen, L.V. Hai, C.T. Thien, N.T. Hoang, T.D. Lam, P.T. Nam, N.T.T. Trang. Preparation and modification of zeolite A from kaolin for catalytic methanation of carbon dioxide, *Vietnam Journal of Chemistry*, 2023, 61: 170–177.

6. I. Ekpe, H. Mgbemere, G. Lawal, H. Ovri, A.L. Chaudhary. Synthesis of Linde Type A zeolite from Darazo kaolin found in Bauchi State, Nigeria, *Asia-Pacific Journal of Science and Technology*, 2023, 28: APST-28-04-09.

7. W. Wang, W. Jia, Y. Deng, Q. Sun, et al. Synthesis of 2D type A molecular sieves by alkaline removal of natural kaolin, *Functional Materials Letters*, 2023.

8. S. Khemaissia, D. Nibou, A. Bentourkia, S. Amokrane, H.A. Hammoudi. Synthesis of zeolite type A from metakaolin obtained by thermal treatment of kaolin: Textural and BB41 dye adsorption experimental design studies, *Separation Science and Technology*, 2025, 60: 197–219.

9. I.M. Zdretsov, A.M. Gerasimov. Green and low-cost synthesis of zeolites from kaolin: a promising technology or a delusion?, *Reaction Chemistry & Engineering*, 2024, 9: 1994–2027.

10. G. Akar Şen. Synthesis of zeolite LTA from kaolin and its model CBC and WAC performance: Optimized by central composite design, *Journal of the Serbian Chemical Society*, 2025, 90: 1223–1239.

11. C.G. Fotsop, A. Lieb, F. Scheffler. Investigating the impact of heating rates on hydrothermal conversion of heat-treated kaolin into Linde-type LTA zeolite for water vapor sorption, *Materials Advances*, 2025, 6: 8078–8091.

12. C.G. Fotsop, A. Lieb, F. Scheffler. Cameroonian natural clay derived Linde type LTA zeolite: demystifying and understanding the impact of the synthesis process on adsorption efficiency, *Materials Advances*, 2025, 6: 9678–9695.

13. G. Akar Şen. Synthesis of zeolite LTA from kaolin and its model CBC and WAC performance: Optimized by central composite design, *Journal of the Serbian Chemical Society*, 2025, 90: 1223–1239.

14. M. Kohi Habibi, S.M. Rafiaei. Hydrothermal/Alkali Fusion Synthesis of Zeolite NaA and NaX from Pyrophyllite Mineral Clay, Transactions of the Indian Institute of Metals, 2024, 77: 1631–1638

15. Z. Chang, Y. Yan, L. Bai, N. Guo, Z. Xing, C. Lu. Synthesis and Characterization of NaA Zeolite from Coal Gangue and Its Efficacy in Cd and Pb Remediation in Water and Soil, ACS Omega, 2024, 9: 51237–51252