

ZA-2 SERIYALI HIMOYA QATLAMI ADSORBENTLARINI SINTEZ QILISH TEXNOLOGIYASINI OPTIMALLASHTIRISH

Boboqulov Soxib

TATU Nurafshon filiali tyutori

e-mail: boboqulovs@gmail.com

Annotatsiya. Maqolada texnologiyani yanada optimallashtirish uchun faol alyuminiy oksidining prekursorlari sifatida faza tarkibi, tuzilishi va quvvat xususiyatlari jihatidan eng yaqin bo'lgan ikkita ZA-1 va ZA-2 namunalari keltirib o'tilgan.

Kalit so'zlar: ZA-1, ZA-2, alyuminiy oksid, prekursorlar, faza tarkibi.

100 g SHOAA chang fraktsiyasining namunasi 200 ml distillangan suv bilan aralashtirildi, so'ngra 400 ml sulfat kislota, zichligi $1,28 \text{ g/sm}^3$ va yana 100 ml suv qo'shildi, shundan so'ng u kamida 7 soat davomida teskari muzlatgich bilan qaynatiladi. Sovutgandan so'ng, eritmagan cho'kindi ustidagi suyuqlik toza issiqlikka chidamli stakanga tushirildi va cho'kindi kolbaga 200 ml suv va 400 ml sulfat kislota qo'shildi, zichligi $1,28 \text{ g/sm}^3$ va yana uch-to'rt soat qaynatiladi. Sovutgandan so'ng, cho'kindi ustidagi suyuqlik birinchi eritma bilan stakanga tushirildi. Oltingugurt kislotasida alyuminiy tuzlarining hosil bo'lgan eritmasi bo'lgan stakan suv hammomida bug'lanib, cho'kishdan saqlandi.

100 g SHOAA chang fraktsiyasining ikkinchi namunasi 200 ml distillangan suv bilan aralashtirildi. Alohida stakanda 120 g/L na konsentratsiyali natriy gidroksid eritmasi tayyorlangan^{2o}. keyin olingan 400 ml eritma shoaa suvli suspenziyasiga qo'shildi va bir hafta davomida kuniga 5-6 soat davomida qayta sovutgich bilan qaynatiladi. Sovutgandan so'ng, eritmagan shoaa cho'kmasi ustidagi suyuqlik toza issiqlikka chidamli stakanga dekantatsiya qilindi va eritmagan shoaa cho'kmasi bo'lgan kolbaga 200 ml suv va 400 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shildi va yana 6 soat qaynatiladi. Sovutgandan so'ng, cho'kindi ustidagi suyuqlik birinchi eritma bilan stakanga tushirildi. Gidroksidda alyuminiy tuzlarining hosil bo'lgan eritmasi bo'lgan stakan suv hammomida bug'lanib, cho'kishdan saqlandi.

ZA-2 namunasi sut-oq cho'kma hosil qilish uchun natriy gidroksid eritmasida pH+9 gacha bo'lgan SHOAA eritmasining bug'langan mahsulotlariga oltingugurt kislotasida shoaa eritmasining bug'langan mahsulotlarini asta-sekin quyish orqali tayyorlandi. ZA-2 namunalarini tayyorlashda cho'kma kislotali eritmadan, ya'ni oltingugurt kislotasida bug'langan SHOAA eritadigan mahsulotlarga asta-sekin natriy gidroksid eritmasida bug'langan SHOAA eritadigan

mahsulotlar qo'shilib, cho'kma ustidagi suyuqlikning pH qiymatini $+9.0$ ga etkazdi. Pishib bo'lgandan keyin yog'ingarchilik nutch filtridagi ona suyuqligidan ajratilib, distillangan suv bilan kamida besh marta yuvilgan suvning pH darajasiga qadar 7 marta yuvilgan. Yuvilgan yog'ingarchilik $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ da quritildi va hosil bo'lgan alyuminiy gidroksidlarning fazaviy tarkibini o'rganish uchun kichik bir qismi ajratildi va asosiy qismi nitrat kislota bilan peptizatsiya qilindi va ekstruziya bilan hosil bo'ldi. Alyuminiy gidroksidni alyuminiy oksidiga aylantirish uchun ekstrudatlar kalsinlangan.

$500-550\text{ }^{\circ}\text{C}$ haroratda ZA-2 va ZA-1 seriyali granulalarni kalsinlash orqali tayyorlangan donador sorbentlarning tuzilishi va quvvat xususiyatlari to'g'risidagi ma'lumotlar keltirilgan, difraktogrammalarga ko'ra alyuminiy gidroksidlarining asosiy qismi allaqachon $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ga o'tgan. Bir xil faza tarkibiga qaramay, hosil bo'lgan adsorbentlarning quvvat xususiyatlari, shuningdek, gözenekli tuzilish keskin farq qiladi.

Albatta, hatto eng faol yuqori assimilyatsiya qiluvchi adsorbent ham, agar u etarli kuchga ega bo'lmasa, ishlatilishi mumkin emas. Katta kristalli gidroksidlarni kalsinlash natijasida olingan faol alyuminiy oksidi katta hajmdagi makroporlarga va juda past kuchga ega. Gidroksid suyultirilgan kislota yoki distillangan suv ishtirokida ishlov berilgandan so'ng, katta teshiklarning hajmi kamayadi va namunalarning kuchi oshadi. Tuzilishning siqilishi kislota kontsentratsiyasiga va gidroksidning xususiyatiga bog'liq. Uzoq vaqt davomida V. A. Jishko va uning hammualliflari [1-5] elektron mikroskopik tadqiqotlar bilan sanoat peptizatsiya jarayonini o'rganishda alyuminiy gidroksidlari o'rtasidagi farq pishirish texnologiyasiga qarab ko'rsatildi. Ushbu farqlar asosan shakllantirish shartlarini va yakuniy mahsulot – adsorbentning xususiyatlarini aniqlaydi. Xususan, bemit strukturasi kristallari uzunligi 500 dan 1000 Å gacha va qalinligi nitrat uchun 50 Å va aluminat namunalari uchun 150 толщиной gacha bo'lgan ingichka ignalar shaklida bo'ladi. Yoğurma mashinasida ishlov berilganda, nitrat beytning ingichka ignalari osongina sinadi, buning natijasida massa siqiladi. Kislota bilan ishlov berish yanada kuchli ta'sir ko'rsatadi: 1% nitrat kislota ta'sirida ignalar yupqalanadi va 5% ishlov berish bilan strukturasi massa olinadi. Aluminat bemitining kristallitlari kamroq sezgir va hatto 5% kislota ta'siri ostida ham noaniqlikka ega bo'lib, igna shaklini saqlab qoladi, shuning uchun kuchli granulalarni olish bilan ekstruziya qilish ancha qiyin. 10000-20000 Å o'lchamdagi nisbatan katta zarrachalardan tashkil topgan bayerit strukturasi alyuminiy gidroksidini shakllantirish yanada muammoli bo'lib, ular piramidalar va novdalar shaklida, muntazam olti burchakli zarralar bilan bir qatorda, 500-1000 размером. Ushbu shakllanishlar birlamchi zarralar emas, balki 50 размером o'lchamdagi zich o'ralgan birlamchi kristallardan

iborat. Bunday zarralarni hatto 5 va 10% nitrat kislota bilan davolash bayerit kristallarining hajmi va shakliga sezilarli ta'sir ko'rsatmaydi.

Alyuminiy gidroksiddan alyuminiy oksidining g'ovakli skeletini hosil qilish mexanizmini ko'rib chiqib, mualliflar [2-3] transformatsiya sxemasini quyidagicha izohlaydilar. Nam gidroksid doimiy massa bo'lib, unda kristallitlar koagulyatsiya tuzilishini hosil qiluvchi amorf fazadan ko'proq yoki kamroq qalin membranalar ichida joylashgan. Gidrogelni mexanik qayta ishlash jarayonida uning amorf qismi peptizatsiya qilinadi va koagulyatsiya tuzilishi yo'q qilinadi, natijada zarrachalarning zichroq va bir xil qadoqlanishi mumkin bo'ladi, bu esa kuchning oshishiga olib keladi. Quritish jarayonida koagelning gözenekli tuzilishi va tarkibida sezilarli o'zgarishlar yuz beradi: Jelda joylashgan suv chiqariladi, buning natijasida katta kristallitlar orasida bo'shliqlar – teshiklar hosil bo'ladi va amorf faza kristallanadi. Shu bilan birga, juda kichik gidroksidli kristallitlar bir-biri bilan birlashib, butun massani bitta mustahkam ramkaga sementlaydi. Shunday qilib, adsorbent granulalarining kuchi alyuminiy gidroksid kristallitlarining fazaviy tarkibi va peptizatsiyasi bilan uzviy bog'liqdir. Bunday holda, albatta, labil tizimlar toifasiga kiradigan turli xil alyuminiy gidroksidlarning shakllanishi va yashash sharoitlarining o'ziga xos xususiyatlarini hisobga olish kerak. Amorf alyuminiy gidroksidi va psevdobemit alyuminiyning asosiy tuzlari bilan barqarorlashadi, kristalli gidroksidlarga o'tish (bayerit, gibbsit, nordstrandit, kristallangan bemit) faqat tuzlarning to'liq gidrolizlanishi bilan mumkin. Demak, yog'ingarchilikning pishishi va ularni yuvish rejimidagi kichik og'ishlar ham kutilmagan oqibatlariga olib kelishi mumkin degan xulosaga kelish mumkin. Shuni yodda tutish kerakki, elektron mikroskopiya ma'lumotlariga ko'ra, makropor mintaqasi (o'rtacha o'lchami 200 n) katta agregatlar orasidagi bo'shliqlarga, 3 nm da maksimal taqsimotga ega bo'lgan ingichka teshiklar esa kichik zarrachalar orasidagi agregatlardagi teshiklarga to'g'ri keladi.

Tomchilatib namlikni o'z ichiga olgan gazlarni quritish uchun katta, transport teshiklarini o'z ichiga olgan navlar qo'llaniladi. Katta teshiklarni o'z ichiga olgan alyuminiy oksidlari issiqlikka chidamli. Damlama namligi bo'lmagan gazlarni quritish uchun asosan alyuminiy oksidining yupqa gözenekli navlari ishlatiladi [1]. Yakuniy mahsulot-alyuminiy oksidining strukturaviy va mexanik xususiyatlari dastlabki cho'kmaning agregatsiya darajasiga va uning morfologiyasiga sezilarli darajada bog'liq bo'lganligi sababli, sintez va qarish jarayonida hosil bo'lgan alyuminiy gidroksidning ma'lum modifikatsiyalarining katta agregatlari mavjudligi quritish paytida cho'kmaning siqilishiga to'sqinlik qiladi, umumiy g'ovaklikning o'sishiga va granulalarning mexanik kuchining pasayishiga olib keladi.

Adabiy manbalar tahlilidan kelib chiqadiki, ko'pincha prekursor asosida rivojlangan gözenekli alyuminiy oksidi tuzilishini shakllantirishga urinishlar - tavsiya etilgan morfologiya va rivojlangan o'ziga xos sirt va mikroporous tuzilishga ega alyuminiy gidroksidi fizik-mexanik xususiyatlarning yomonlashishiga va tayyor alyumooksid adsorbentining o'ziga xos yuzasi qiymatining pasayishiga olib keladi. O'z navbatida, alyuminiy gidroksidi sintezi va uning fizik-mexanik xususiyatlarini yaxshilashga qaratilgan davolash sharoitlarining o'zgarishi (koeffitsient va kuchning oshishi, massa og'irligi, o'ziga xos sirt, gözenekler hajmi.) morfologiya va g'ovakli tuzilishdagi halokatli o'zgarishlarga olib keladi, bu esa bunday adsorbentni ish paytida kamroq faol va beqaror qiladi. Adsorbentlarni turli xil prekursorlardan tayyorlash, albatta, alyuminiy gidroksidning tegishli modifikatsiyalarining o'ziga xos xususiyatlarini hisobga olgan holda texnologik uskunalarni maxsus tanlashni talab qiladi. Xususan, alyuminiy trihidroksidlarni xom ashyo sifatida ishlatganda, gaz trubkasida 5-30 daqiqa davomida tez isitish yoki suyuq metall sovutish suvi bilan 1-10 daqiqa davomida issiqlik bilan ishlov berish afzalroqdir [2] termokimyoviy faollashtirish 400-800 °C haroratda bir necha soniya davomida amalga oshiriladi, so'ngra material tez soviydi. Ras so kataliz instituti tomonidan termokimyoviy faollashuvni amalga oshirish uchun. G. K. Boreskov tomonidan baraban tipidagi markazdan qochma Flush-reaktor (seflar™) ishlab chiqilgan. Tha mahsuloti reaktivligi oshgan moddaning oksid-gidroksidli metastabil holatidir, ammo Tha mahsuloti granulalarni o'rash usuli bilan shakllantirishni talab qiladi. Tha mahsulotlarini ekstruziya qilish mumkin emas. Prokatlash usulini amalga oshirish uchun baraban, idish (piyola) va disk granulyatorlari ishlatiladi [3]. Bunday qurilmaning asosiy qismi eksa atrofida aylanadigan disk bo'lib, uning burchagi vertikalga qarab sozlanishi mumkin. Disk yon tomon bilan jihozlangan, bu qurilmaning kerakli to'ldirilishini ta'minlaydi. Birlashtiruvchi vositani shakllantirish massasiga etkazib berish uchun plastinka ustiga nozullar o'rnatiladi. Aslida, disk (tarelka) granulyatori katta (1 - 5m) diametrlil va kichik (0,02 - 0,80 m) uzunlikdagi baraban bo'lib, uning o'qi vertikalga katta (45 - 75°) burchak ostida egilgan. Bunday qurilmaning ishchi yuzasi, barabanning ishchi yuzasidan farqli o'laroq, silindrning yon yuzasi emas, balki oxirgi yuzasi, ya'ni plastinkaning pastki qismi. Alumina kukuni doimiy ravishda granulyatorga beriladi va namlanadi. U erda allaqachon hosil bo'lgan alumina donalari (retur) doimiy ravishda etkazib beriladi, ular asta-sekin namlangan kukun bilan yopishtiriladi va donalarning diametri o'sadi. Ular o'sib ulg'aygan sayin, donalar granulyatorning markazidan qirralarga o'tadi va keyin ma'lum hajmdan boshlab markazdan qochma kuch ta'sirida undan tashlanadi. Ushbu usul bilan olingan granularlar sezilarli kuchga ega, bu qarishning keyingi bosqichida hali ham ortadi. Bunday alyuminiy oksidlari mukammal adsorbentlardir. Shu bilan

birga, gidroksidi cho'kma texnologiyasidan foydalangan holda tayyorlangan va ekstruziya natijasida hosil bo'lgan alyuminiy gidroksidlardan tayyorlangan tijorat adsorbentlarining granulari, biz sintez qilgan za-2 seriyali adsorbentlar singari, mexanik kuchning pasayishi bilan ajralib turadi.

Foydalanilgan adabiyotlar ro'yxati:

1. Ивахнюк Г.К., Федоров Н.Ф. Активный оксид алюминия. //Санкт-Петербург. 2014. 77с.
2. Кефели Л.М., Дзисько В.А., Плясова Л.М., Рыжак И.А., Винникова Т.С. Псевдоморфизм при дегидратации гидроокисей алюминия// Журнал неорганической химии. -1966. -Т.11. -№5. -С.1222-1224.
3. Кулько Е.В., А.С. Иванова и др. Получение фазовооднородных оксидов алюминия и изучение их микроструктуры и текстуры// Кинетика и катализ. Т. 45. №5, 2004, с. 754-762
4. Волкова Г.И., Иванов В.Г., Кухаренко О.А. Влияние условий синтеза на структуру и свойства ультрадисперсных оксигидрооксидов алюминия. // Химия в интересах устойчивого развития. 2005. 13. с. 427-432.
5. Ермоленко Н.Ф., Эфрос М.Д. Регулирование пористой структуры окисных адсорбентов и катализаторов. – Минск: Наука и техника, 1971. – 285 с.