

THU ZEOLITE NaA DẠNG VIÊN BẰNG PHƯƠNG PHÁP KẾT TINH TRỰC TIẾP TỪ CAO LẠNH LÂM ĐỒNG.

Trần Khắc Chương - Mai Hữu Khiêm

Phan Thị Diễm Trang

Trường Đại Học Kỹ Thuật

(Bài nhận ngày/1998)

TÓM TẮT: Từ nguyên liệu Cao lạnh (Lâm Đồng) với thành phần chủ yếu gồm SiO_2 (43%), Al_2O_3 (34%) và các thành phần khác đã tiến hành tạo viên sơ bộ nhờ chất kết dính Bentonite (từ 5% đến 20%), hoạt hóa cao lạnh, gel hóa và kết tinh trong môi trường kiềm thu được Zeolite NaA dạng viên.

Kết quả cho thấy khả năng chuyển hóa meta cao lạnh trực tiếp sang dạng tinh thể trong môi trường kiềm thích hợp ngay ở dạng rắn. Sản phẩm zeolit viên có khả năng hút ẩm khoảng trên 20%, có thể dùng trong lĩnh vực hấp phụ và hút ẩm nói chung.

I. TỔNG HỢP ZEOLITE NaA DẠNG VIÊN

Mặc dù nhiều công trình nghiên cứu tổng hợp và ứng dụng Zeolite nói chung và Zeolite NaA nói riêng đã được công bố từ những năm 60 [1,2,3], song hầu hết đều theo hướng thu sản phẩm từ nguyên liệu đầu là thủy tinh lỏng và hydroxyt nhôm. Nguyễn Đức Châu và các cộng tác viên đã tổng hợp Zeolite NaA từ cao lạnh Tam Dương [4]. Song với mục đích sử dụng khác nhau các nghiên cứu đã và còn đang tìm kiếm chất kết dính và quy trình thích hợp để tạo viên.

Sau các nghiên cứu sử dụng cao lạnh cũng như boxit Lâm đồng tổng hợp Zeolite NaA, NaX, ... dùng làm chất hấp phụ, chất hút ẩm v.v... chúng tôi đã nghiên cứu tạo viên (dạng trụ và dạng viên cầu) từ cao lạnh và chuyển hoá trực tiếp sang NaA qua các giai đoạn: tạo viên, chuyển cao lạnh sang dạng meta cao lạnh, gel hoá aluminosilicate và kết tinh (dưới dạng Zeolite NaA) ngay ở dạng viên và dạng trụ trong môi trường kiềm thích hợp.

Việc tổng hợp Zeolite NaA dạng viên theo phương pháp này có ý nghĩa trong việc tạo được Zeolite A thành viên rắn chắc với chất kết dính có trong bản thân nguyên liệu. Kết quả phân tích cho thấy có khả năng tạo gel và chuyển hóa sang dạng tinh thể ngay ở dạng rắn trong môi trường kiềm.

Phương pháp tổng hợp

Quy trình kỹ thuật để tổng hợp Zeolite NaA có thể mô tả tóm tắt theo sơ đồ sau:

1. Tạo viên cao lạnh

Nguyên liệu chủ yếu được sử dụng để tổng hợp Zeolite NaA là cao lạnh Lâm đồng dạng bột mịn có kích thước nhỏ hơn 0.01mm với thành phần chủ yếu là SiO_2 (khoảng 43%), Al_2O_3 (khoảng 34%) và các thành phần khác (bảng 1).

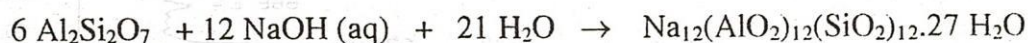
Bảng 1: Thành phần hoá học của nguyên liệu, %

Thành phần	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	FeO	CaO	MgO	SO ₃	TiO ₂	K ₂ O + Na ₂ O	CO ₂	mất khi nung
Cao lanh	43.9	34.0	4.05	-	0.56	0.26	vết	-	1.43	-	13.9
Bentonit	43.8	14.82	11.27	0.34	5.64	4.9	-	1.12	3.93	1.63	15.7

Để tạo viên, cao lanh được trộn chung với bentonite theo tỷ lệ từ 5% đến 20% khối lượng và bổ sung lượng nước cần thiết nhằm làm tăng khả năng kết dính (hàm lượng tùy theo phương pháp tạo viên). Chúng tôi đã thử nghiệm tạo hai loại: viên trụ và viên cầu. Dạng trụ được thực hiện trên máy ép đùn với đường kính lỗ có kích thước 2 đến 3 mm. Viên cầu được tạo ra trên thiết bị trống quay bằng thép không gỉ, quay với tốc độ 80 vòng/phút và khống chế sao cho sản phẩm viên có đường kính cỡ vài mm. Viên thu được được xử lý nhiệt: sấy, nung đến khoảng 700⁰C để chuyển sang dạng meta cao lanh.

2. Chuyển hoá sang dạng Zeolite NaA

Cao lanh dạng viên (trụ và cầu) sau khi hoạt hoá ở 650 - 700⁰C trong 6 giờ đã chuyển sang dạng hoạt động (meta cao lanh) tiếp tục được xử lý trong dung dịch NaOH 0.7 - 0.9 N nhằm tạo gel aluminosilicate và làm muối gel để chuyển hóa sang dạng Na₁₂(AlO₂)₁₂(SiO₂)₁₂.27H₂O theo sơ đồ tương tác sau:



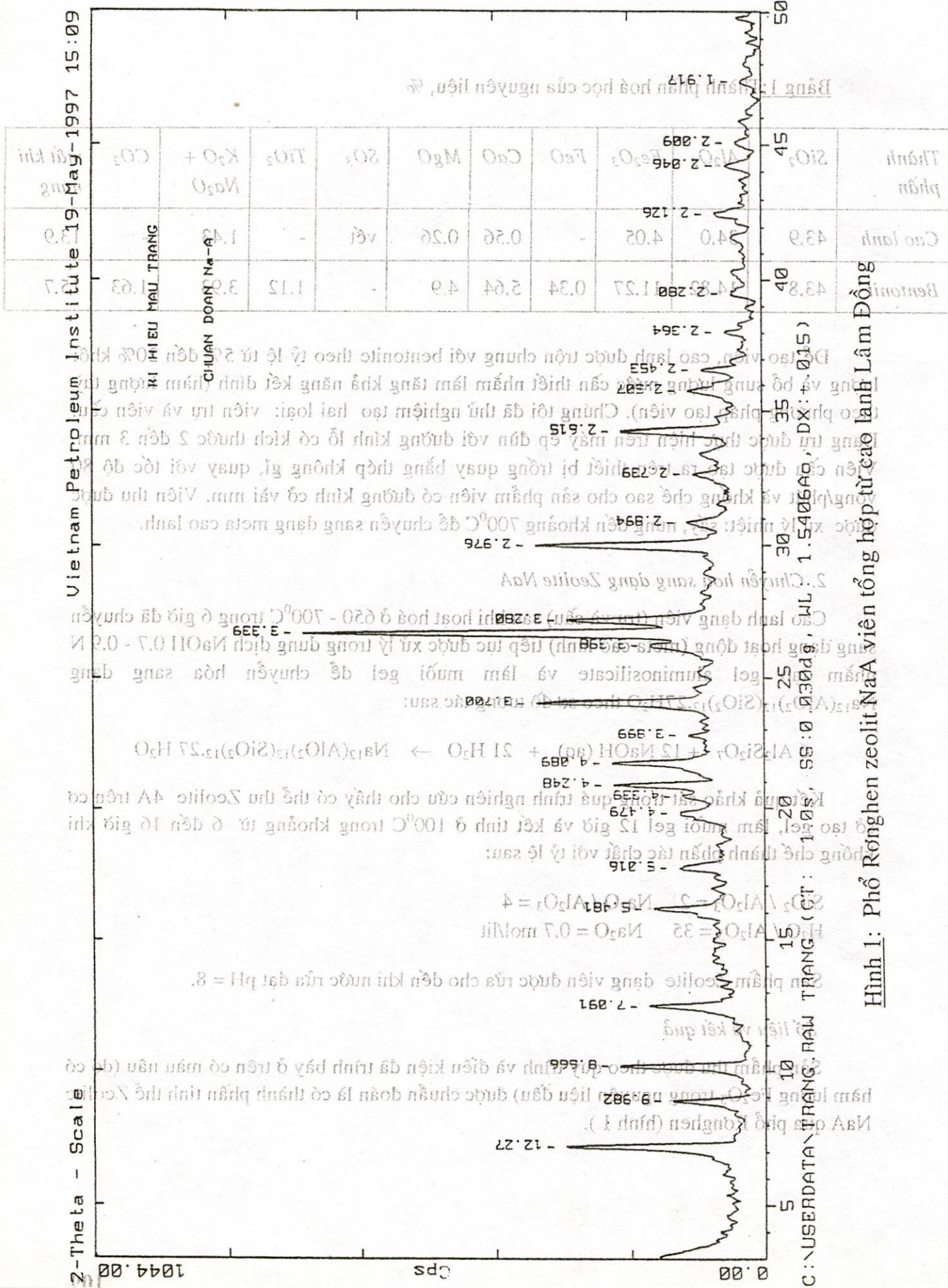
Kết quả khảo sát trong quá trình nghiên cứu cho thấy có thể thu Zeolite 4A trên cơ sở tạo gel, làm muối gel 12 giờ và kết tinh ở 100⁰C trong khoảng từ 6 đến 16 giờ khi khống chế thành phần tác chất với tỷ lệ sau:

$$\begin{aligned} \text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3 &= 2 & \text{Na}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3 &= 4 \\ \text{H}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3 &= 35 & \text{Na}_2\text{O} &= 0.7 \text{ mol/lit} \end{aligned}$$

Sản phẩm Zeolite dạng viên được rửa cho đến khi nước rửa đạt pH = 8.

Số liệu và kết quả

Sản phẩm thu được theo quy trình và điều kiện đã trình bày ở trên có màu nâu (do có hàm lượng Fe₂O₃ trong nguyên liệu đầu) được chuẩn đoán là có thành phần tinh thể Zeolite NaA qua phổ Rơnghen (hình 1).



Vietnam Petroleum Institute 19-May-1997 15:09

Hình 1: Phổ Röntgen zeolit NaA viên tổng hợp từ cao lanh Lâm Đồng

Qua phổ Rơnghen cho thấy ít nhất cũng có lượng đáng kể cao lanh được hoạt hóa đã chuyển hoá sang dạng tinh thể Zeolite NaA. Mặt khác, kết quả độ hút ẩm của sản phẩm tăng lên rõ rệt: 24.7% - với dạng trụ, 21,5% - với dạng viên cầu trong khi meta cao lanh chưa được chuyển hoá sang Zeolite chỉ có khả năng hấp phụ đến 9.5% cũng phần nào thuyết minh cho kết quả trên. Các số liệu về độ bền nén được xác định trên thiết bị đo độ chịu lực chuyên dùng LLOYD instruments, LR 30K England.

Bảng 2: Độ bền nén viên Zeolite NaA dạng viên trụ phụ thuộc vào thời gian kết tinh

	Độ bền nén dọc (N/mm ²)			Độ bền nén ngang (N)		
	5	10	20	5	10	20
Thành phần bentonite	5	10	20	5	10	20
Thời gian kết tinh 8 (giờ)	18	19	26	195	240	275
Thời gian kết tinh 12 (giờ)	26	28	32	262	327	335
Thời gian kết tinh 16 (giờ)	27	30	32	273	407	522

Số liệu về độ bền nén và độ mài mòn sản phẩm tổng hợp từ cao lanh Lâm đồng dạng viên trụ (Bảng 2) và viên cầu (chịu lực đạt đến 58 N/viên so với đối chứng viên cầu của công ty Davison là 45N/viên) cho thấy viên đạt độ rắn chắc cần thiết. Bảng 2 cho thấy trong khoảng 12 giờ kết tinh Zeolite NaA độ bền nén tăng lên rõ rệt.

Tóm lại, theo quy trình tổng hợp NaA từ cao lanh Lâm đồng chúng tôi đã thu được sản phẩm dạng trụ và viên cầu có thể dùng trong lĩnh vực hấp phụ, hút ẩm v.v...Dù còn thiếu phương tiện xác định một cách định lượng tỷ lệ tinh thể NaA trong viên được tạo ra, song phổ Rơnghen và các số liệu khác thu được đã chứng thực về khả năng kết tinh Zeolite NaA ngay trong pha rắn - lỏng theo nguyên tắc tẩm NaOH với điều kiện thích hợp.

**PRE-PARATION OF ZEOLITE NaA IN PELLETS BY DIRECTLY
 CRYSTALL METHOD FROM METAKAOLIN (LAM DONG)**

Tran Khac Chuong
 Mai Huu Khiem
 Phan Thi Diem Trang

ABSTRACT : From Kaolin (Lam Dong) with major components : SiO₂ (43%) , Al₂O₃ (34%) and the others preparation of priliminary pills is made with Bentonite (5-20% mass weight).After transfer to metakaolin, gelation anh crystallizing mixture in base medium , the pellet of Zeolite NaA is got.

From the research result we can see: Transference of solid metakaolin directly to crystall form happens in the proper base medium. Zeolite NaA with over 20% water absorption can be used in absorption and adsorption processes.

