Статья поступила в редакцию: 26.08.2026
Статья принята к публикации: 01.10.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 546.22+548.7

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23491

Структурно-фазовые характеристики гидротермально синтезированного цеолита NaP

Бахронов Хаёт Нурович
д-р хим. наук, проф.
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада аль-Хорезмий
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: baxronov@mail.ru

Мамадалиев Уткурбек Ахмадович
независимый исследователь, Наманганский государственный технический университет
Республика Узбекистан, г. Наманган
E-mail: utkurbekmamadaliev53@gmail.com

Султанов Амирхан Усубжон угли
базовый докторант
Наманганский государственный технический университет
Республика Узбекистан, г. Наманган
E-mail: amirxonsultonov34@gmail.com

Холмедов Хамид Махкамович
канд. физ.-мат. наук, доц., заведующий кафедрой физики Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада аль-Хорезмий
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: hxolmedov@mail.ru

Ганиев Аброр Саттарович
канд. физ.-мат. наук, доц.
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада аль-Хорезмий
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: ganiyev58@mail.ru

Ахмедова Нодира Аминджанова
канд. физ.-мат. наук, доц.
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада аль-Хорезмий
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: nodiraxon2402@gmail.com

Structural and phase characteristics of hydrothermally synthesized NaP zeolite

Bakhronov Khayot
doctor of Chemical Sciences, Professor
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: Структурно-фазовые характеристики гидротермально синтезированного цеолита NaP // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Бахронов Х.Н. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23491

Mamatdaliev Utkurbek
Independent researcher
Namangan State Technical University
Uzbekistan, Namangan
Sultonov Amirkhon
Basic Doctoral Candidate of the Namangan State Technical University
Uzbekistan, Namangan
Kholmedov Khamid
candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor
Head of Physics Department of Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Ganiev Abror
candidate of Physical and Mathematical Sciences Associate Professor
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Akhmedova Nodira
candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor of Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad Al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

В работе представлены результаты рентгенофазового анализа (РФА) цеолита NaP (структурный тип GIS), синтезированного гидротермальным методом из силиката натрия, алюмината натрия и гидроксида натрия. Дифрактограмма образца регистрировалась методом порошковой рентгеновской дифрактометрии в режиме непрерывного сканирования θ-2θ в диапазоне углов 2θ=5 – 70° с использованием CuKα-излучения. Три наиболее интенсивных рефлекса наблюдались при 2θ=9.14°, 13.58° и 15.52° (d=9.668, 6.515 и 5.704 Å), что наряду с другими идентифицированными межплоскостными расстояниями хорошо согласуется с эталонными данными для цеолита NaP. Интенсивные рефлексы при относительно низком уровне фона подтверждают кристаллическую, а не аморфную природу образца, тогда как соответствующие значения FWHM 1.8 – 3.3° указывают на наноразмерный характер областей когерентного рассеяния, средний размер которых, оценённый по уравнению Шеррера, составил около 4.4 нм (диапазон 2.5-6.3 нм). Слабый рефлекс при 2θ ≈ 26.6° может быть связан с незначительной примесью кварца. Отсутствие характеристических рефлексов, относящихся к фазам NaA и NaX, указывает на удовлетворительную фазовую чистоту синтезированного цеолита NaP, что подтверждает его перспективность в качестве адсорбента и ионообменного материала для очистки промышленных и коммунальных сточных вод.

Abstract

This study presents X-ray diffraction (XRD) results for NaP zeolite (GIS framework type), synthesized hydrothermally from sodium silicate, sodium aluminate, and sodium hydroxide. The diffraction pattern was recorded by powder XRD in continuous θ-2θ scanning mode over 2θ=5-70° using CuKα radiation. The three most intense reflections were observed at 2θ=9.14°, 13.58°, and 15.52° (d=9.668, 6.515, and 5.704 Å), consistent with reference data for NaP zeolite. Intense reflections against a low background confirm the crystalline, rather than amorphous, nature of the sample, while the corresponding FWHM values of 1.8-3.3° indicate nanoscale coherent scattering

domains, with an average size of about 4.4 nm (range 2.5-6.3 nm) estimated by the Scherrer equation. A weak reflection at 2θ≈26.6° may be associated with a minor quartz impurity. The absence of reflections attributable to the NaA and NaX phases indicates satisfactory phase purity of the synthesized NaP zeolite, supporting its promise as an adsorbent and ion-exchange material for treating industrial and municipal wastewater.

Ключевые слова: цеолит NaP, структура GIS, рентгенофазовый анализ, РФА, гидротермальный синтез, кристалличность, уравнение Шеррера, размер кристаллитов, межплоскостное расстояние, фазовая чистота.

Keywords: NaP zeolite, GIS structure, X-ray diffraction, XRD, hydrothermal synthesis, crystallinity, Scherrer equation, crystallite size, interplanar spacing, phase purity.

Введение

Цеолиты представляют собой кристаллические алюмосиликаты с упорядоченной микропористой структурой, образованной сочленёнными тетраэдрами [SiO_4] и [AlO_4]. Благодаря высокой селективности, термической и химической стабильности, а также способности к катионному обмену, цеолиты широко применяются в адсорбционных, ионообменных и каталитических процессах, а также в технологиях очистки газов и вод [1, с. 71; 12, с. 1948; 13, с. 2610]. Среди структурных типов цеолитов особый интерес представляет цеолит NaP, относящийся к семейству GIS (гисмондин), каркас которого образован системой узких каналов, обеспечивающих молекулярно-ситовую селективность по отношению к малым молекулам, включая воду и диоксид углерода [4, с. 5268; 9, с. 7].

Цеолит NaP, синтезированный, в частности, из летучей золы и других алюмосиликатных отходов, находит применение в процессах извлечения тяжёлых металлов (Pb, Cu, Zn) и ионов аммония из водных сред методом адсорбции и ионного обмена, что делает его перспективным недорогим адсорбентом для очистки промышленных и коммунальных сточных вод [10, с. 5; 2, с. 60; 3, с. 142; 5, с. 9; 6, с. 4; 7, с. 7].

Синтез цеолита NaP обычно осуществляется гидротермальным методом с использованием силиката натрия, алюмината натрия и гидроксида натрия. В ходе гидротермальной обработки аморфный алюмосиликатный гель постепенно кристаллизуется с образованием целевой фазы; фазовый состав и степень кристалличности продукта во многом определяются условиями синтеза, что обусловливает необходимость надёжной идентификации фазы [9, с. 5; 11, с. 19; 14, с. 6]. Значительное влияние на структурные характеристики NaP оказывает также выбор сырья – в литературе описаны альтернативные маршруты синтеза с использованием летучей золы и других техногенных отходов в качестве более доступных источников кремния и алюминия [14, с. 10].

Рентгенофазовый анализ (РФА) является основным методом идентификации кристаллической структуры, фазового состава и степени кристалличности синтетических цеолитов, а уравнение Шеррера позволяет дополнительно оценить средний размер кристаллитов по уширению дифракционных рефлексов [8, с.158; 9, с. 7]. Целью настоящей работы является анализ дифрактограммы гидротермально синтезированного цеолита NaP,

идентификация его фазового состава, оценка степени кристалличности и среднего размера кристаллитов, а также обсуждение возможного присутствия сопутствующих кристаллических фаз.

Материалы и методы

Образец цеолита NaP (структурный тип GIS) получали гидротермальным методом. Для приготовления исходного геля 12,21 г безводного силиката натрия (Na_2SiO_3), 1,64 г безводного алюмината натрия ($NaAlO_2$) и 2,40 г гидроксида натрия (NaOH) растворяли в общей сложности в 151,3 г дистиллированной воды. Растворы смешивали до образования однородного алюмосиликатного геля. Молярный состав исходной смеси в пересчёте на оксиды составлял Al_2O_3:SiO_2:Na_2O:H_2O=1:10:14:840. Гель помещали в автоклав с тефлоновым вкладышем и выдерживали при 100 °C в течение 24 ч. После охлаждения твёрдый продукт отделяли фильтрованием, многократно промывали дистиллированной водой и высушивали.

Рентгенофазовый анализ синтезированного образца проводили методом порошковой дифрактометрии на CuKα-излучении (напряжение на трубке 40 кВ, ток 30 мА). Съёмку дифрактограммы осуществляли в режиме непрерывного сканирования Theta-2Theta в диапазоне углов 2θ от 5.0° до 70.0° со скоростью сканирования 2.0 °/мин и шагом 0.05°. Обработка данных включала сглаживание профиля, вычитание фона, разделение $Kα_1$-$Kα_2$ составляющих и автоматический поиск пиков с коррекцией систематической ошибки прибора.

Средний размер кристаллитов оценивали по уширению основных рефлексов с использованием уравнения Шеррера:

$D=k\cdot\lambda/(\beta\cdot\cos\theta)$,

где D-средний размер кристаллита (нм); k=0.9; λ-длина волны CuKα-излучения (0.15406 нм); β-физическое уширение рефлекса на полувысоте (FWHM, в радианах); θ-угол дифракции (половина величины 2θ).

Результаты и обсуждение

Фазовый состав и положение дифракционных максимумов. На дифрактограмме синтезированного образца (Рисунок 1) зафиксирован набор дифракционных максимумов (Таблица 1). Три наиболее интенсивных рефлекса (Таблица 2) наблюдаются при 2θ=9.14°, 13.58° и 15.52°, что соответствует межплоскостным расстояниям d=9.668, 6.515 и 5.704 Å.

Полученный набор межплоскостных расстояний (9.668; 6.515; 5.704; 4.511; 4.306; 3.674; 3.077 Å и др.) характерен для цеолита NaP структурного типа GIS и хорошо согласуется с литературными данными для данной фазы [9, с. 7; 11, с. 18]. Рефлексы при 2θ=9.14°, 13.58° и 15.52° образуют характерную для NaP «дифракционную сигнатуру», позволяющую уверенно идентифицировать основную кристаллическую фазу образца. Узкая полуширина основных рефлексов (FWHM 1.8 – 3.3°) в сочетании с высокой интенсивностью и низким уровнем фона свидетельствует о достаточно высокой степени кристалличности материала.

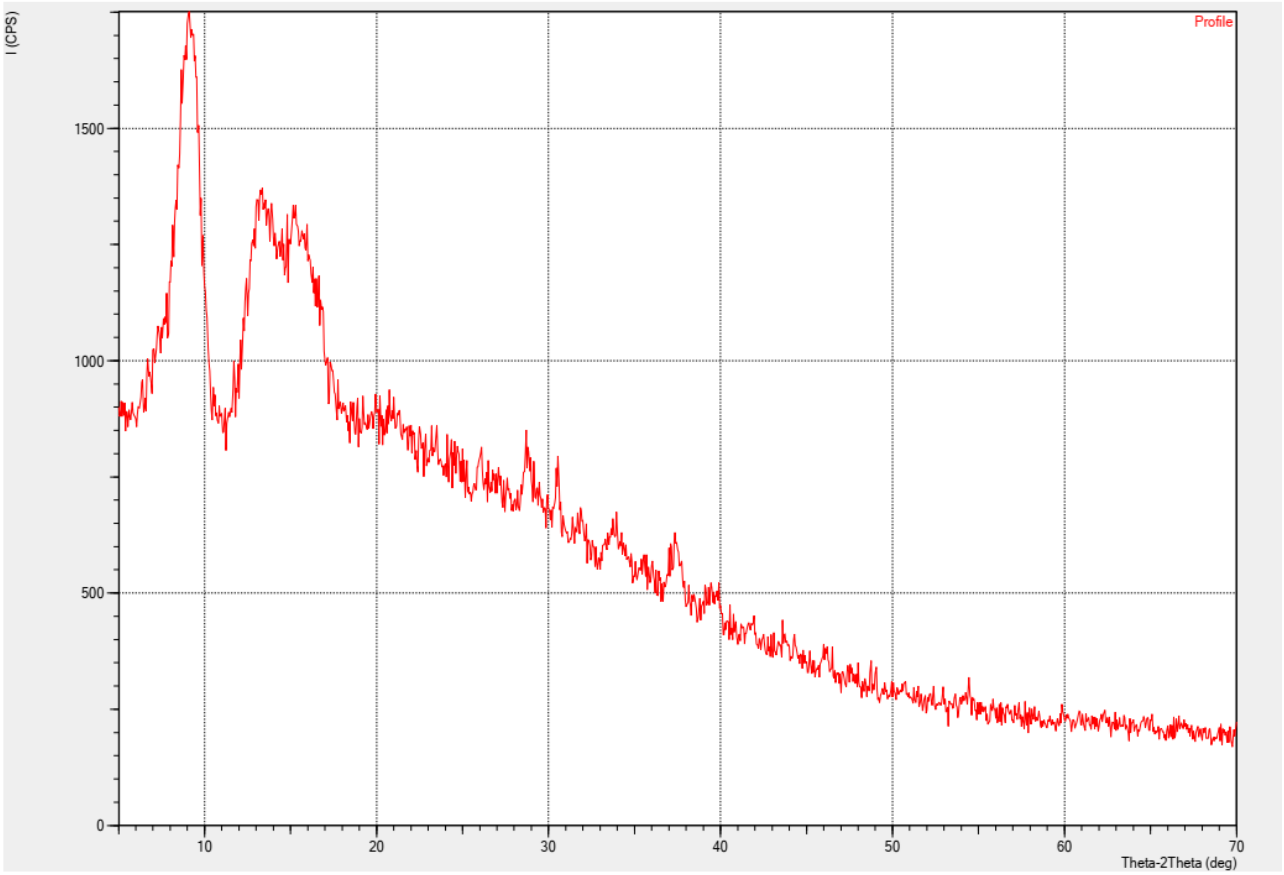


Рисунок 1. Дифрактограмма синтезированного образца цеолита NaP (Theta-2Theta, CuKα)

Таблица 1.

Полный перечень дифракционных максимумов образца цеолита NaP

№	2θ, °	d, Å	I/I_1, %	FWHM, °	I, имп/с
1	6.9367	12.73283	11	0.71660	87
2	9.1399	9.66789	100	1.80800	809
3	13.5797	6.51537	64	2.43680	518
4	15.5235	5.70364	60	3.25000	485
5	19.6638	4.51106	16	-	127
6	20.6111	4.30582	18	-	149
7	24.2026	3.67438	13	-	107
8	26.5982	3.34863	12	-	100
9	28.9947	3.07707	16	-	131
10	30.7923	2.90141	10	-	80
11	31.7912	2.81249	7	-	58
12	34.0721	2.62925	11	1.86670	85
13	37.3409	2.40625	11	1.53000	86
14	39.5217	2.27835	6	1.35000	47

Таблица 2.

Три наиболее интенсивных дифракционных максимума

№	2θ, °	d, Å	I/I_1, %
1	9.14	9.668	100
2	13.58	6.515	64
3	15.52	5.704	60

Оценка размера кристаллитов (уравнение Шеррера). Для количественной оценки среднего размера кристаллитов был применён метод Шеррера (Таблица 3). Полученные значения варьируются в пределах 2.5–6.3 нм: наибольшее (≈6.3 нм) – для рефлекса при 2θ=39.52°, наименьшее (≈2.5 нм) – для рефлекса при 2θ=15.52°. Среднее значение по всем рефлексам составляет приблизительно 4.4 нм, что типично для нанокристаллических цеолитов, полученных гидротермальным методом [8, с. 157]. Это свидетельствует о формировании мелкодисперсной кристаллической структуры с развитой поверхностью раздела фаз, потенциально благоприятной для адсорбционных и ионообменных характеристик материала.

Таблица 3.

Оценка среднего размера кристаллитов методом Шеррера

№	2θ, °	FWHM, °	D, нм
1	9.14	1.808	4.41
2	13.58	2.437	3.28
3	15.52	3.250	2.47
4	34.07	1.867	4.45
5	37.34	1.530	5.48
6	39.52	1.350	6.25

Анализ примесных и сопутствующих фаз. На дифрактограмме отмечен слабый рефлекс в области 2θ≈26.6° (I/I_1=12 %, d=3.349 Å), который может быть отнесён к рефлексу (101) кварца – распространённой примесной фазе при гидротермальном синтезе из силикатных прекурсоров. Однако структура GIS также характеризуется собственными рефлексами в этой области, поэтому однозначное отнесение требует дополнительных методов (ИК-спектроскопии или элементного анализа). Выраженных рефлексов, характерных для сопутствующих фаз цеолитов типа A (NaA) или X (NaX), на дифрактограмме не обнаружено, что указывает на удовлетворительную фазовую чистоту продукта и эффективность выбранных условий синтеза.

Сопоставление с литературными данными. Совокупность полученных структурных характеристик-положение и относительная интенсивность основных рефлексов, узкая полуширина линий, а также оценённый нанометровый размер кристаллитов - в целом согласуется с данными, представленными в работах, посвящённых синтезу и структурной характеристике цеолита NaP из различных видов сырья, включая природные алюмосиликаты

и летучую золу [14, с. 11]. Это подтверждает воспроизводимость выбранного гидротермального маршрута синтеза и его пригодность для направленного получения фазово-чистого нанокристаллического цеолита NaP.

Заключение

Методом рентгенофазового анализа установлено, что гидротермально синтезированный образец представляет собой преимущественно однофазный, хорошо закристаллизованный цеолит NaP структурного типа GIS. Основные дифракционные максимумы (2θ=9.14°, 13.58°, 15.52°) и соответствующие им межплоскостные расстояния согласуются с эталонными данными для данной фазы; узкая форма и высокая интенсивность рефлексов подтверждают высокую степень кристалличности материала. Оценка среднего размера кристаллитов методом Шеррера показала нанокристаллическую структуру со средним размером около 4.4 нм (диапазон 2.5–6.3 нм).

Обнаружен слабый рефлекс, предположительно связанный с примесью кварца, что требует уточнения дополнительными методами; выраженных рефлексов фаз A и X не обнаружено, что свидетельствует об удовлетворительной фазовой чистоте продукта. Полученные результаты подтверждают эффективность применённого гидротермального метода синтеза для получения фазово-чистого нанокристаллического цеолита NaP и создают основу для дальнейших исследований его адсорбционных и ионообменных свойств.

Список литературы

1. Иванова И., Пономарева О., Андрияко Е., Нестеренко Н. Инновации в области цеолитного катализа // Энергетическая политика. – 2021. – № 6. – С. 68–79.
2. Bux N., Tumrani S.H., Soomro R.A., Ji X. Synthesis of zeolites from coal fly ash and their environmental application // International Journal of Economic and Environment Geology. – 2022. – Т. 13, № 2. – P. 58–61.
3. Buzukashvili S., Sommerville R., Rowson N.A., Waters K.E. An overview of zeolites synthesised from coal fly ash and their potential for extracting heavy metals from industrial wastewater // Canadian Metallurgical Quarterly. – 2023. – P. 130–152. – DOI: 10.1080/00084433.2022.2160576.
4. Dusselier M., Davis M.E. Small-pore zeolites: synthesis and catalysis // Chemical Reviews. – 2018. – Т. 118, № 11. – P. 5265–5329. – DOI: 10.1021/acs.chemrev.7b00738.
5. Gao Y., Zhang J. Chitosan modified zeolite molecular sieve particles as a filter for ammonium nitrogen removal from water // International Journal of Molecular Sciences. – 2020. – Т. 21. – P. 1–15.
6. Guida S., Potter C., Jefferson B., Soares A. Preparation and evaluation of zeolites for ammonium removal from municipal wastewater through ion exchange process // Scientific Reports. – 2020. – Т. 10. – P. 1–11. – DOI: 10.1038/s41598-020-69348-6.
7. Jain P., Shrivastava P., Malviya V., Jain S., Dwivedi M.K. Adsorptive removal of Pb(II) from aqueous solution using NaP zeolite synthesized from coal fly ash // Water, Air, & Soil Pollution. – 2021. – Т. 232, № 5. – DOI: 10.1007/s11270-021-05129-9.

8. Monshi A., Foroughi M.R., Monshi M.R. Modified Scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using XRD // World Journal of Nano Science and Engineering. – 2012. – T. 2, № 3. – P. 154–160.
9. Novembre D., Gimeno D., Del Vecchio A. Synthesis and characterization of Na-P1 (GIS) zeolite using a kaolinitic rock // Scientific Reports. – 2021. – T. 11. – P. 1–11. – DOI: 10.1038/s41598-021-84383-7.
10. Sánchez-Hernández R., Padilla I., López-Andrés S., López-Delgado A. Al-waste-based zeolite adsorbent used for the removal of ammonium from aqueous solutions // International Journal of Chemical Engineering. – 2018. – P. 1–11. – DOI: 10.1155/2018/1256197.
11. Sharma P., Song J.-S., Han M.H., Cho C.-H. GIS-NaP1 zeolite microspheres as potential water adsorption material: influence of initial silica concentration on adsorptive and physical/topological properties // Scientific Reports. – 2016. – T. 6. – P. 1–26.
12. Su X., Zan W., Bai X., Wang G., Wu W. Synthesis of microscale and nanoscale ZSM-5 zeolites: effect of particle size and acidity of Zn modified ZSM-5 zeolites on aromatization performance // Catalysis Science & Technology. – 1952. – T. 7. – P. 1943–1952.
13. Zeng C., Hu Q. Zeolite catalysts in industrial processes // Chinese Journal of Chemical Engineering. – 2019. – T. 27. – P. 2606–2614.
14. Zhou Q., Jiang X., Qiu Q., Zhao Y., Long L. Synthesis of high-quality NaP1 zeolite from municipal solid waste incineration fly ash by microwave-assisted hydrothermal method and its adsorption capacity // Science of the Total Environment. – 2023. – T. 855. – P. 1–15.

References

1. Ivanova I., Ponomareva O., Andriyako E., Nesterenko N. [Innovations in Zeolite Catalysis] // Energeticheskaya politika. – 2021. – No. 6. – P. 68–79. (In Russ.)
2. Bux N., Tumrani S.H., Soomro R.A., Ji X. Synthesis of zeolites from coal fly ash and their environmental application // International Journal of Economic and Environment Geology. – 2022. – Vol. 13, No. 2. – P. 58–61.
3. Buzukashvili S., Sommerville R., Rowson N.A., Waters K.E. An overview of zeolites synthesised from coal fly ash and their potential for extracting heavy metals from industrial wastewater // Canadian Metallurgical Quarterly. – 2023. – P. 130–152. – DOI: 10.1080/00084433.2022.2160576.
4. Dusselier M., Davis M.E. Small-pore zeolites: synthesis and catalysis // Chemical Reviews. – 2018. – Vol. 118, No. 11. – P. 5265–5329. – DOI: 10.1021/acs.chemrev.7b00738.
5. Gao Y., Zhang J. Chitosan modified zeolite molecular sieve particles as a filter for ammonium nitrogen removal from water // International Journal of Molecular Sciences. – 2020. – Vol. 21.
6. Guida S., Potter C., Jefferson B., Soares A. Preparation and evaluation of zeolites for ammonium removal from municipal wastewater through ion exchange process // Scientific Reports. – 2020. – Vol. 10. – DOI: 10.1038/s41598-020-69348-6.

7. Jain P., Shrivastava P., Malviya V., Jain S., Dwivedi M.K. Adsorptive removal of Pb (II) from aqueous solution using NaP zeolite synthesized from coal fly ash // Water, Air, & Soil Pollution. – 2021. – Vol. 232, No. 5. – DOI: 10.1007/s11270-021-05129-9.
8. Monshi A., Foroughi M.R., Monshi M.R. Modified Scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using XRD // World Journal of Nano Science and Engineering. – 2012. – Vol. 2, No. 3. – P. 154–160.
9. Novembre D., Gimeno D., Del Vecchio A. Synthesis and characterization of Na-P1 (GIS) zeolite using a kaolinitic rock // Scientific Reports. – 2021. – Vol. 11. – DOI: 10.1038/s41598-021-84383-7.
10. Санчес-Эрнандес Р., Падилья И., Лопес-Андрес С., Лопес-Делгадо А. [Sánchez-Hernández R., Padilla I., López-Andrés S., López-Delgado A. Al-waste-based zeolite adsorbent used for the removal of ammonium from aqueous solutions] // International Journal of Chemical Engineering. – 2018. – DOI: 10.1155/2018/1256197. (In Russ.)
11. Sharma P., Song J.-S., Han M.H., Cho C.-H. GIS-NaP1 zeolite microspheres as potential water adsorption material: influence of initial silica concentration on adsorptive and physical/topological properties // Scientific Reports. – 2016. – Vol. 6.
12. Su X., Zan W., Bai X., Wang G., Wu W. Synthesis of microscale and nanoscale ZSM-5 zeolites: effect of particle size and acidity of Zn modified ZSM-5 zeolites on aromatization performance // Catalysis Science & Technology. – 1952. – Vol. 7. – P. 1943–1952.
13. Zeng C., Hu Q. Zeolite catalysts in industrial processes // Chinese Journal of Chemical Engineering. – 2019. – Vol. 27. – P. 2606–2614.
14. Zhou Q., Jiang X., Qiu Q., Zhao Y., Long L. Synthesis of high-quality NaP1 zeolite from municipal solid waste incineration fly ash by microwave-assisted hydrothermal method and its adsorption capacity // Science of the Total Environment. – 2023. – Vol. 855.