

ного обмена. Были синтезированы ионообменные производные целого ряда цеолитов с различной степенью обмена на цирконий.

Установлено, что модифицирование цирконием возможно для самых разных типов цеолитов, как для кислотостойких—высококремнеземных (например, Z — цеолит и эрионит), так и для малокремнеземных (например, NaA и NaU); т. е. выбор условий ионного обмена в настоящей работе позволил избежать разрушения кристаллов даже у наименее стойких в кислой среде цеолитов.

Исследование полученных циркониевых цеолитов проводили различными методами: адсорбционными, химическими, рентгеновским фазовым анализом, термографическим и ИК — спектроскопическим. На основании данных химического анализа исходных цеолитов и их ионообменных форм удалось установить, что ионы циркония вводятся в состав цеолитов взамен ионов натрия, и при модифицировании цеолитов типа NaA и NaU, у которых в качестве катионов, компенсирующих отрицательный заряд полимерного алюмокремниевого аниона присутствуют только ионы натрия, и при модифицировании Z — цеолита и эрионита, содержащих в исходной форме как ионы натрия, так и ионы калия. Причем, установлено, что ионный обмен натрия на цирконий происходит в результате замены  $4\text{Na}^+ \rightarrow \text{Zr}^{4+}$ ,

Цеолитную структуру синтезированных образцов с разной степенью обмена  $\left( \frac{[\text{Zr}]}{[\text{Zr}] + [\text{Na}]} \leq 1 \right)$  анализировали рентгенографически. Было установлено, что во всех случаях образцы сохраняют свою кристаллическую структуру.

В. В. Печковский, Г. Ф. Пинаев, В. П. Нестеренко,  
Л. С. Струкач

## ГИДРОТЕРМАЛЬНЫЙ СИНТЕЗ ВЫСОКОКРЕМНЕЗЕМНЫХ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИХ ЦЕОЛИТОВ

Изложены результаты исследования по получению прямым синтезом из щелочных алюмосиликатных систем в гидротермальных условиях высококремнеземных цеолитов, имеющих в своем составе цирконий.

Для определения возможности получения цирконийсодержащих цеолитов и выбора оптимальных условий синтеза были исследованы факторы, влияющие на процессы кристаллизации цеолитов. Было изучено влияние рН среды, состава исходного щелочного алюмосиликатного геля, условий смешения, температуры и продолжительности кристаллизации.

В результате был разработан метод получения высококремнеземных циркониевых каркаснозамещенных цеолитов состава  $x \cdot K_2O \cdot u \cdot Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot aZrO_2 \cdot nSiO_2 \cdot mH_2O$  и синтезированы образцы с разным содержанием двуоксида циркония (от 2 до 30% вес.) с соотношением  $SiO_2 : Al_2O_3 \geq 5$ .

Для идентификации полученных циркониевых цеолитов образцы подвергали исследованию с помощью методов химического анализа, рентгенографии, ИК-спектроскопии и термографии, изучали адсорбционные свойства и термоустойчивость.

Установлено, что внедрение циркония в каркас цеолита происходит как за счет кремния, так и за счет алюминия. Определение типа синтезированных цеолитов проводилось на основании данных рентгеновского фазового анализа.

Адсорбционные исследования показали, что кристаллы являются пористыми и обладают молекулярно-ситовыми свойствами. Установлено, что введение циркония в состав цеолитов позволяет изменить их емкость и избирательные свойства в широких пределах.

**В. В. Печковский, Л. Н. Щегров, А. Г. Рядченко**

## **О ТЕРМИЧЕСКОМ РАЗЛОЖЕНИИ АММОНИЙНОГО ОРТОФОСФАТА НИКЕЛЯ**

Исследование термической стойкости гидратов аммонийного фосфата никеля представляет интерес в связи с их применением в качестве антипиренов и термочувствительных красок. Показано, что разложение шестиводного аммонийного фосфата никеля начинается при  $90-95^\circ$  и заканчивается при  $680^\circ C$  образованием рентгеноаморфной фазы, кристаллизующейся при  $690^\circ C$  в виде пирофосфата никеля. Удаление воды и аммиака из объекта исследования происходит практически одновременно. Получить аммонийный фосфат никеля в виде безводного продукта при неконтролируемом составе газовой фазы над обжигаемым образцом не удалось.

В составе продуктов термического разложения аммонийного фосфата никеля обнаружены линейные полифосфаты с числом атомов фосфора в цепи, равным 6—7 (температура обжига  $550-650^\circ$ ). Дальнейшее повышение температуры приводит к упрощению анионного состава образовавшегося фосфата вследствие взаимодействия полифосфатов с закисью никеля. Инфракрасный спектр исходного шестиводного аммонийного фосфата никеля характеризуется широкой полосой поглощения в области валентных колебаний гидроксильных и аммонийных групп ( $2400-3600 \text{ см}^{-1}$ ). Две полосы по-