



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN  
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**  
**CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ**

(11)   
**2-0002021**

(51)<sup>7</sup> **C01B 39/04, B01J 29/08**

(13) **Y**

(21) 2-2018-00404

(22) 18.01.2017

(67) 1-2017-00184

(45) 27.05.2019 374

(43) 27.03.2017 348

(73) **TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA HÀ NỘI (VN)**

Số 1, Đại Cồ Việt, quận Hai Bà Trưng, thành phố Hà Nội

(72) Tạ Ngọc Đôn (VN), Lê Văn Dương (VN), Tạ Ngọc Hùng (VN), Nguyễn Khánh  
Diệu Hồng (VN), Tạ Ngọc Thiện Huy (VN), Trịnh Xuân Bái (VN)

(54) **PHƯƠNG PHÁP TỔNG HỢP VẬT LIỆU MAO QUẢN TRUNG BÌNH CÓ  
THÀNH CẤU TRÚC ZEOLIT Y TRỰC TIẾP TỪ TRO TRẤU VÀ METAKAOLIN**

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp tổng hợp vật liệu mao quản trung bình có thành cấu trúc zeolit Y (vật liệu MSU-S<sub>(Y)</sub>) trực tiếp từ nguồn cấp silic là tro trấu và nguồn cấp nhôm là metakaolin, cùng với sự có mặt của ure nhằm xây dựng cấu trúc mầm zeolit Y ở giai đoạn một, sự có mặt của xetyl trimethylamoni bromua (CTAB) nhằm định hướng tạo ra mao quản trung bình trật tự ở giai đoạn hai. Công đoạn kết tinh thủy nhiệt giai đoạn một được tiến hành ở nhiệt độ 60°C trong 6 giờ, áp suất khí quyển. Giai đoạn hai bổ sung thêm xetyl trimethylamoni bromua (CTAB) và kết tinh ở nhiệt độ 60°C trong 6 giờ trong cùng điều kiện kết tinh thủy nhiệt. Vật liệu MSU-S<sub>(Y)</sub> thu được có cấu trúc lục lăng trật tự, mao quản trung bình tập trung tại 28-36Å, thành mao quản được hình thành từ mầm zeolit Y có độ dày 17-20Å, bề mặt riêng BET là 679-725 m<sup>2</sup>/g (trong đó bề mặt ngoài là 292-468m<sup>2</sup>/g), thể tích lỗ xốp là 0,78-0,83 cm<sup>3</sup>/g và độ bền nhiệt là 690-730°C.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực tổng hợp vật liệu mao quản trung bình (MQTB) từ tro trấu và metakaolin. Cụ thể hơn, giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp tổng hợp vật liệu mao quản trung bình có thành cấu trúc zeolit Y (dưới đây, được gọi là vật liệu MSU-S<sub>(Y)</sub>) trực tiếp từ tro trấu và metakaolin bằng cách kết tinh thủy nhiệt có bổ sung ure và xetyl trimetylamoni bromua (CTAB) trong môi trường kiềm.

### **Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích**

Vật liệu mao quản trung bình (MQTB) ra đời trong những năm 1990 đã mở rộng được đường kính mao quản so với các loại zeolit đã biết. Tuy nhiên, khi kích thước mao quản được mở rộng bởi việc sử dụng chất hoạt động bề mặt (HĐBM) thì độ bền nhiệt, bền thủy nhiệt lại kém đi. Vì vậy, vật liệu MQTB được xây dựng trên cơ sở tường thành là các mầm hoặc tinh thể zeolit (dưới đây, được gọi là vật liệu MSU-S) có thể khắc phục được các nhược điểm riêng của vật liệu MQTB và zeolit. Khi ấy, vật liệu MSU-S có độ axit cao, độ chọn lọc và độ bền nhiệt, bền thủy nhiệt tốt, mao quản đồng đều với kích thước nằm trong khoảng 2-50nm sẽ mang lại nhiều ứng dụng quan trọng trong công nghiệp xúc tác, hấp phụ và đặc biệt là khi sử dụng chúng trong các quá trình có sự tham gia của các phân tử lớn.

Việc tổng hợp họ vật liệu MSU-S thường thực hiện theo phương pháp kết tinh hai bước gồm: trước hết cần tạo ra dung dịch tiền chất chứa mầm zeolit, sau đó bổ sung chất HĐBM để kết tinh các mầm zeolit lên thành vật liệu MQTB nhờ quá trình bao bọc xung quanh mixen của chất HĐBM. Tiếp đến là quá trình xử lý ở nhiệt độ cao hợp lý để chất HĐBM bị đốt cháy tạo ra các khoảng trống là MQTB.

Trong tất cả các ấn phẩm về phương pháp tổng hợp MSU-S đã biết, hóa chất sử dụng đều ở dạng tinh khiết, thường tiến hành trong thời gian từ 30 đến 66 giờ, ở nhiệt độ 100-150°C, áp suất tự sinh. Chỉ trong các ấn phẩm “Phạm Minh Hào, Tạ

Ngọc Đôn, Trịnh Xuân Bái, Nguyễn Thị Linh, Nguyễn Đình Bình, Nguyễn Thu Hà, Hoàng Trọng Yên, Tạp chí Hoá học, 49(1) (2011) 130–133”, “Nguyễn Thị Linh, Tạ Ngọc Đôn, Lê Văn Dương, Hoàng Trọng Yên, Tạp chí Hóa học 49(5AB) (2011) 708–714” và “Phạm Minh Hào, Tạ Ngọc Đôn, Nguyễn Thị Linh, Hoàng Trọng Yên, Tạp chí Hoá học 48(3) (2010) 265–270”, vật liệu MSU-S được tổng hợp từ metakaolin và cao lanh không nung, tại nhiệt độ và áp suất thường.

Các phương pháp tổng hợp MSU-S<sub>(v)</sub> điển hình được bộc lộ trong các ấn phẩm như “J. Wang, W. Hua, Y. Yue, Z. Gao, Bioresource Technology 101 (2010) 7224–7230”, “J. Yu, M. Li, Y. Tian, X. Ma, Y. Li, J. Porous Mater. 20 (2013) 1387–1393”, “Z. Sun, Y. Li, T. Zhou, Y. Liu, G. Shi, L. Jin, Talanta 74 (2008) 1692–1698”, “S. Zhai, J. Zheng, J. Li, D. Wu, Y. Sun, F. Deng, Micropor. Mesopor. Mater. 83 (2005) 10–18”, “S.R. Zhai, J.L. Zheng, D. Wu, Y.H. Sun, F. Deng, Journal of Solid State Chemistry 178 (2005) 85–92” và “S.A. Bagshaw, S. Jaenicke, C.G. Khuan, Catalysis Communications 4 (2003) 140–146”. Điểm chung đáng lưu ý là tất cả phương pháp nêu trong các ấn phẩm này đều sử dụng hóa chất tinh khiết và chất HDBM là xetyl trimetylamonium bromua (CTAB).

### **Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích**

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất phương pháp tổng hợp vật liệu MSU-S<sub>(v)</sub> trực tiếp từ tro trấu và metakaolin. Nguyên liệu thô ban đầu là vỏ trấu và cao lanh. Sau khi làm biến tính các nguyên liệu này, thành phần hoá học của tro trấu: SiO<sub>2</sub>: 88,2-90,4%; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,52-0,76%; CaO: 0,91-1,04%; K<sub>2</sub>O: 0,73-0,81%; lượng mất khi nung: 6,12-6,87%, thành phần hoá học của metakaolin: SiO<sub>2</sub>: 57,32-58,30%; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 39,2-41,28%; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,20-0,25%; CaO: 0,25-0,37%; K<sub>2</sub>O: 0,42-0,66%; lượng mất khi nung: 0,34-0,52%. Phương pháp tổng hợp vật liệu MSU-S<sub>(v)</sub> này bao gồm các bước:

a) rửa vỏ trấu thô nhiều lần bằng nước để lọc phần tạp chất không tan, sau đó sấy khô ở 80°C, xử lý vỏ trấu thu được sau khi sấy khô bằng dung dịch axit HCl 3% theo tỷ lệ trấu/axit = 2/3 (g/ml) ở nhiệt độ phòng trong 3 giờ, sau đó lọc rửa hết Cl<sup>-</sup>, sấy khô ở 100°C và nung ở 600°C trong 3 giờ, áp suất khí quyển để thu được tro chứa thành phần chủ yếu là SiO<sub>2</sub> ở dạng vô định hình;

b) lọc rửa cao lanh được khai thác từ mỏ về cho đến khi hết cát, sỏi và sấy khô, sau đó xử lý cao lanh đã sấy khô bằng dung dịch axit HCl 2N theo tỷ lệ rắn/lỏng = 1/3 (g/ml) trong 3 giờ ở nhiệt độ 90°C, tiếp theo lọc rửa đến hết ion Cl<sup>-</sup> và sấy khô ở 100°C, nung trong 3 giờ ở 600°C, áp suất khí quyển để thu được metakaolin;

c) trộn sản phẩm thu được ở các bước (a) và (b) đồng thời với ure, natri hydroxit và nước cất theo tỷ lệ mol Na<sub>2</sub>O : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : SiO<sub>2</sub> : ure : H<sub>2</sub>O là 8 : 1 : 15 : (0,3-0,5) : 200, và khuấy hỗn hợp thu được trong 3 giờ ở nhiệt độ phòng;

d) kết tinh thủy nhiệt hỗn hợp thu được ở bước (c) ở nhiệt độ 60°C trong 6 giờ, không khuấy trộn, sau đó bổ sung xetyl trimetylamonium bromua (CTAB) vào hỗn hợp thu được với tỷ lệ mol CTAB : SiO<sub>2</sub> = 1 : 10 và tiếp tục kết tinh tại 60°C trong 6 giờ trong cùng điều kiện kết tinh thủy nhiệt; và

e) rửa sạch sản phẩm thu được ở bước (d) bằng nước cất cho đến khi nước rửa có độ pH = 8, sấy khô ở nhiệt độ 100°C, nung 3 giờ trong không khí ở nhiệt độ 550°C, vật liệu MSU-S<sub>(v)</sub> thu được có cấu trúc lục lăng trật tự, MQTB tập trung tại 30Å, thành mao quản được hình thành từ mầm zeolit Y có độ dày là 20Å, bề mặt riêng (BET) là 725 m<sup>2</sup>/g (trong đó bề mặt ngoài 468 m<sup>2</sup>/g), thể tích lỗ xốp 0,83 cm<sup>3</sup>/g và độ bền nhiệt lên đến 730°C.

### **Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích**

Theo giải pháp hữu ích, nguồn nguyên liệu ban đầu được chọn là vỏ trấu và cao lanh. Sau khi làm biến tính các nguyên liệu ban đầu này, thành phần hoá học của tro trấu: SiO<sub>2</sub>: 88,2-90,4%; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,52-0,76%; CaO: 0,91-1,04%; K<sub>2</sub>O: 0,73-0,81%; lượng mất khi nung: 6,12-6,87%, và thành phần hoá học của metakaolin: SiO<sub>2</sub>: 57,32-58,30%; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 39,2-41,28%; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,20-0,25%; CaO: 0,25-0,37%; K<sub>2</sub>O: 0,42-0,66%; lượng mất khi nung: 0,34-0,52%.

Ưu điểm của giải pháp hữu ích chính là việc sử dụng tro trấu là nguồn cấp silic, còn metakaolin là nguồn cấp nhôm và tìm được điều kiện thích hợp để các hợp phần vô định hình kết tinh tạo ra cấu trúc mầm zeolit Y trong sự có mặt của ure. Việc bổ sung CTAB đúng thời điểm và với tỷ lệ thích hợp sẽ tạo ra cấu trúc lục lăng trật tự cho vật liệu MSU-S có thành mao quản được xây dựng bởi các mầm zeolit Y.

Đặc biệt, giải pháp hữu ích đã sử dụng nguyên liệu ban đầu là vỏ trấu. Đây là phụ phẩm nông nghiệp với trữ lượng trên 5 triệu tấn/năm chưa được sử dụng ở Việt Nam và cao lanh tự nhiên rất sẵn có nên có thể ứng dụng ở phạm vi lớn, giảm giá thành sản phẩm, giảm ô nhiễm môi trường, các hóa chất đơn giản, không phải sử dụng các nguồn nhôm hoặc/và silic tinh khiết.

Phương pháp tổng hợp vật liệu MSU-S<sub>(v)</sub> bao gồm các bước sau:

a) rửa vỏ trấu thô nhiều lần bằng nước để lọc phần tạp chất không tan, sau đó sấy khô ở 80°C, xử lý vỏ trấu thu được sau khi sấy khô bằng dung dịch axit HCl 3% theo tỷ lệ trấu/axit = 2/3 (g/ml) ở nhiệt độ phòng trong 3 giờ, sau đó lọc rửa hết Cl<sup>-</sup>, sấy khô ở 100°C và nung ở 600°C trong 3 giờ, áp suất khí quyển để thu được tro chứa thành phần chủ yếu là SiO<sub>2</sub> ở dạng vô định hình;

b) lọc rửa cao lanh được khai thác từ mỏ về cho đến khi hết cát, sỏi và sấy khô, sau đó xử lý cao lanh đã sấy khô bằng dung dịch axit HCl 2N theo tỷ lệ rắn/lỏng = 1/3 (g/ml) trong 3 giờ ở nhiệt độ 90°C, tiếp theo lọc rửa đến hết ion Cl<sup>-</sup> và sấy khô ở 100°C, nung trong 3 giờ ở 600°C, áp suất khí quyển để thu được metakaolin;

c) trộn sản phẩm thu được ở các bước (a) và (b) đồng thời với ure, natri hydroxit và nước cất theo tỷ lệ mol Na<sub>2</sub>O : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : SiO<sub>2</sub> : ure : H<sub>2</sub>O là 8 : 1 : 15 : (0,3-0,5) : 200, và khuấy hỗn hợp thu được trong 3 giờ ở nhiệt độ phòng;

d) kết tinh thủy nhiệt hỗn hợp thu được ở bước (c) ở nhiệt độ 60°C trong 6 giờ, không khuấy trộn, sau đó bổ sung xetyl trimetylamonium bromua (CTAB) vào hỗn hợp thu được với tỷ lệ mol CTAB : SiO<sub>2</sub> = 1 : 10 và tiếp tục kết tinh tại 60°C trong 6 giờ trong cùng điều kiện kết tinh thủy nhiệt; và

e) rửa sạch sản phẩm thu được ở bước (d) bằng nước cất cho đến khi nước rửa có độ pH = 8, sấy khô ở nhiệt độ 100°C, nung 3 giờ trong không khí ở nhiệt độ 550°C.

Để đánh giá cấu trúc của sản phẩm thu được, các mẫu vật liệu thu được được phân tích trên máy phát nhiễu xạ BRUKER D8 ADVANCE (Đức). Chế độ ghi: ống phát tia Cu với bước sóng K<sub>α</sub> = 1,54056Å, điện áp 40kV, cường độ ống phóng 30mA, nhiệt độ 25°C và góc quét 2θ = 1-5° và 2θ = 5-45°. Phân tích phổ hấp thụ hồng ngoại (FTIR) theo phương pháp ép viên với KBr, tỷ lệ 1mg mẫu/200mg KBr,

áp lực nén là  $2000\text{kg/cm}^2$  (200Mpa), trên máy IMPACT FTIR 410 (Đức) ở nhiệt độ  $25^\circ\text{C}$ , bước quét là  $4\text{cm}^{-1}$  trong vùng dao động tinh thể từ  $400$  đến  $1300\text{cm}^{-1}$ . Chụp ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) trên máy JSM 5410LV (Nhật); chụp ảnh hiển vi điện tử truyền qua trên máy JEM 1010 (Nhật); xác định bề mặt riêng (BET) và phân bố lỗ xốp trên hệ Micromeritics Gemini VII 2390 (Mỹ); ghi giản đồ TG-DSC trên máy Netzsch STA 409 PC (Đức).

Phương pháp tổng hợp vật liệu MSU-S<sub>(Y)</sub> trực tiếp từ tro trấu và metakaolin theo giải pháp hữu ích đơn giản, dễ áp dụng, chi phí thấp, sản phẩm thu được chứa MQTB với cấu trúc lục lăng trật tự, bề mặt riêng và độ bền nhiệt cao.

### Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Dưới đây là các ví dụ ưu tiên về phương pháp tổng hợp vật liệu MSU-S<sub>(Y)</sub> trực tiếp từ tro trấu và metakaolin theo giải pháp hữu ích.

#### Ví dụ 1

Rửa một lượng vỏ trấu thô ban đầu có trọng lượng xác định nhiều lần bằng nước để lọc phần tạp chất không tan, sấy khô ở  $80^\circ\text{C}$ . Vỏ trấu sau khi rửa được xử lý bằng dung dịch axit HCl 3% theo tỷ lệ trấu/axit =  $2/3$  (g/ml) ở nhiệt độ phòng trong 3 giờ, sau đó lọc rửa hết  $\text{Cl}^-$  và sấy khô ở  $100^\circ\text{C}$ . Vỏ trấu đã sấy khô tiếp tục được nung ở  $600^\circ\text{C}$  trong 3 giờ, áp suất khí quyển để thu được tro trấu.

Lọc rửa một lượng cao lanh thô ban đầu được khai thác từ mỏ về cho đến khi hết cát, sỏi và sấy khô. Tiếp tục xử lý mẫu bằng axit HCl 2N theo tỷ lệ rắn/lỏng =  $1/3$  (g/ml) trong 3 giờ tại nhiệt độ  $90^\circ\text{C}$ , sau đó lọc rửa đến hết ion  $\text{Cl}^-$  và sấy khô ở  $100^\circ\text{C}$ , nung trong 3 giờ ở  $600^\circ\text{C}$ , áp suất khí quyển để thu được metakaolin.

Phối trộn tro trấu và metakaolin thu được đồng thời với ure, natri hydroxit và nước cất theo tỷ lệ mol  $\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{ure} : \text{H}_2\text{O}$  là  $8 : 1 : 15 : 0,4 : 200$ . Hỗn hợp được khuấy trong 3 giờ ở nhiệt độ phòng, kết tinh thủy nhiệt ở nhiệt độ  $60^\circ\text{C}$  trong 6 giờ, không khuấy trộn.

Bổ sung xetyl trimetylamonium bromua (CTAB) vào hỗn hợp thu được với tỷ lệ mol CTAB :  $\text{SiO}_2 = 1 : 10$  và kết tinh tại  $60^\circ\text{C}$  trong 6 giờ trong cùng điều kiện kết tinh thủy nhiệt. Hỗn hợp cuối cùng được rửa bằng nước cất đến khi nước rửa có độ pH = 8, sấy khô ở nhiệt độ  $100^\circ\text{C}$ , nung 3 giờ trong không khí ở nhiệt độ  $550^\circ\text{C}$  để tạo ra vật liệu mao quản trung bình MSU-S<sub>(Y)</sub>.

Các kết quả đặc trưng sản phẩm:

- Kiểu cấu trúc MQTB : Lục lăng trật tự
- Phân bố MQTB tập trung : 30Å
- Thể tích lỗ xốp : 0,83 cm<sup>3</sup>/g
- Cấu trúc thành mao quản: Mầm zeolit Y
- Chiều dày thành mao quản : 20Å
- Bề mặt riêng BET : 725m<sup>2</sup>/g
- Bề mặt ngoài : 468m<sup>2</sup>/g
- Độ bền nhiệt : 730°C

Bằng phương pháp XRD góc lớn xác nhận MSU-S<sub>(Y)</sub> trong mẫu tổng hợp với cấu trúc thành mao quản vô định hình. Bằng phương pháp FTIR xác nhận MSU-S<sub>(Y)</sub> trong mẫu tổng hợp có các đỉnh hấp thụ cực đại tại các giá trị 1080, 791, 575 và 458cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho mầm zeolit Y. Bằng phương pháp SEM, TEM và XRD góc nhỏ khẳng định MSU-S<sub>(Y)</sub> trong mẫu tổng hợp có cấu trúc lục lăng trật tự. Bằng phương pháp BET xác định được bề mặt riêng, bề mặt ngoài và phân bố MQTB tập trung. Kết hợp phương pháp XRD và BET xác định được độ dày thành mao quản. Bằng phương pháp TG-DSC xác định được mẫu tổng hợp bị phân hủy cấu trúc ở nhiệt độ khoảng 750°C.

Ví dụ 2

Phương pháp tổng hợp được thực hiện tương tự như trong Ví dụ 1, nhưng thành phần mol trong hỗn hợp phản ứng ure/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0,3. Sản phẩm thu được có các đặc điểm:

- Kiểu cấu trúc MQTB : Lục lăng trật tự
- Phân bố MQTB tập trung : 28Å
- Thể tích lỗ xốp : 0,80cm<sup>3</sup>/g
- Cấu trúc thành mao quản: Mầm zeolit Y
- Chiều dày thành mao quản : 17Å
- Bề mặt riêng BET : 679m<sup>2</sup>/g
- Bề mặt ngoài : 378m<sup>2</sup>/g
- Độ bền nhiệt : 690°C

Ví dụ 3

Phương pháp tổng hợp được thực hiện tương tự như trong Ví dụ 1, nhưng thành phần mol trong hỗn hợp phản ứng ure/ $\text{Al}_2\text{O}_3 = 0,5$ . Sản phẩm thu được có các đặc điểm:

- Kiểu cấu trúc MQTB : Lục lăng trật tự
- Phân bố MQTB tập trung : 36Å
- Thể tích lỗ xốp :  $0,78\text{cm}^3/\text{g}$
- Cấu trúc thành mao quản: Mầm zeolit Y
- Chiều dày thành mao quản : 20Å
- Bề mặt riêng BET :  $712\text{m}^2/\text{g}$
- Bề mặt ngoài :  $292\text{m}^2/\text{g}$
- Độ bền nhiệt :  $695^\circ\text{C}$

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tổng hợp vật liệu mao quản trung bình có thành cấu trúc zeolit Y (vật liệu MSU-S<sub>(Y)</sub>) trực tiếp từ tro trấu có thành phần hoá học: SiO<sub>2</sub>: 88,2-90,4%; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,52-0,76%; CaO: 0,91-1,04%; K<sub>2</sub>O: 0,73-0,81%; lượng mất khi nung: 6,12-6,87%, và metakaolin có thành phần hoá học: SiO<sub>2</sub>: 57,32-58,30%; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 39,2-41,28%; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,20-0,25%; CaO: 0,25-0,37%; K<sub>2</sub>O: 0,42-0,66%; lượng mất khi nung: 0,34-0,52%, phương pháp này bao gồm các bước:

a) rửa vỏ trấu thô nhiều lần bằng nước để lọc phần tạp chất không tan, sau đó sấy khô ở 80°C, xử lý vỏ trấu thu được sau khi sấy khô bằng dung dịch axit HCl 3% theo tỷ lệ trấu/axit = 2/3 (g/ml) ở nhiệt độ phòng trong 3 giờ, sau đó lọc rửa hết Cl<sup>-</sup>, sấy khô ở 100°C và nung ở 600°C trong 3 giờ ở áp suất khí quyển để thu được tro trấu chứa thành phần chủ yếu là SiO<sub>2</sub> ở dạng vô định hình;

b) lọc rửa cao lanh được khai thác từ mỏ về cho đến khi hết cát, sỏi và sấy khô, sau đó xử lý cao lanh đã sấy khô bằng dung dịch axit HCl 2N theo tỷ lệ rắn/lỏng = 1/3 (g/ml) trong 3 giờ ở nhiệt độ 90°C, tiếp theo lọc rửa đến hết ion Cl<sup>-</sup> và sấy khô ở 100°C, nung trong 3 giờ ở 600°C, áp suất khí quyển để thu được metakaolin;

c) trộn sản phẩm thu được ở các bước (a) và (b) đồng thời với ure, natri hydroxit và nước cất theo tỷ lệ mol Na<sub>2</sub>O : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : SiO<sub>2</sub> : ure : H<sub>2</sub>O là 8 : 1 : 15 : (0,3-0,5) : 200, và khuấy hỗn hợp thu được trong 3 giờ ở nhiệt độ phòng;

d) kết tinh thủy nhiệt hỗn hợp thu được ở bước (c) ở nhiệt độ 60°C trong 6 giờ, không khuấy trộn, sau đó bổ sung xetyl trimetylamon bromua (CTAB) vào hỗn hợp thu được với tỷ lệ mol CTAB : SiO<sub>2</sub> = 1 : 10 và tiếp tục kết tinh tại 60°C trong 6 giờ trong cùng điều kiện kết tinh thủy nhiệt; và

e) rửa sạch sản phẩm thu được ở bước (d) bằng nước cất đến khi nước rửa có độ pH = 8, sấy khô ở nhiệt độ 100°C, nung trong 3 giờ trong không khí ở nhiệt độ 550°C, vật liệu MSU-S<sub>(Y)</sub> thu được có cấu trúc lục lăng trật tự, mao quản trung bình tập trung tại 30Å, thành mao quản được hình thành từ mầm zeolit Y có độ dày là 20Å, bề mặt riêng BET là 725m<sup>2</sup>/g, bề mặt ngoài là 468m<sup>2</sup>/g, thể tích lỗ xốp là 0,83cm<sup>3</sup>/g và độ bền nhiệt lên đến 730°C.