

## Сорбционные свойства слоистых двойных гидроксидов, полученных при ультразвуковом воздействии

© 2023

*Голубев Роман Александрович*\*<sup>1,2</sup>, младший научный сотрудник, аспирант

*Рубаник Василий Васильевич*<sup>1,4</sup>, доктор технических наук,

член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси,  
доцент, заведующий лабораторией физики металлов

*Рубаник Василий Васильевич мл.*<sup>1,5</sup>, доктор технических наук, доцент, директор

*Критченков Илья Сергеевич*<sup>1,3,6</sup>, кандидат химических наук, старший научный сотрудник

*Критченков Андрей Сергеевич*<sup>1,2,7</sup>, доктор химических наук, ведущий научный сотрудник

<sup>1</sup>Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси, Витебск (Республика Беларусь)

<sup>2</sup>Российский университет дружбы народов, Москва (Россия)

<sup>3</sup>Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург (Россия)

\*E-mail: ita@vitebsk.by,  
asfdss.asdasf@yandex.ru

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0350-1180>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9268-0167>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0108-0690>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6411-5988>

Поступила в редакцию 03.07.2023

Принята к публикации 12.11.2023

**Аннотация:** Слоистые двойные гидроксиды (СДГ) можно отнести к классу перспективных материалов благодаря простоте синтеза, а также обширной сфере их применения. Однако процесс синтеза СДГ в зависимости от их химического состава может занимать от десятков часов до нескольких суток. Ранее было установлено, что воздействие ультразвуком в процессе получения СДГ значительно сокращает время синтеза, а полученные таким способом СДГ интересны в отношении изучения их физико-химических свойств, а также сорбционной способности. В работе получены Mg/Fe СДГ в нитратной форме традиционным методом, а также при совместном действии ультразвука и повышенного гидростатического давления. Полученные образцы охарактеризованы с помощью комплекса физико-химических методов анализа, включающих сканирующую электронную микроскопию (СЭМ), инфракрасную спектроскопию (ИК), рентгенофазовый анализ (РФА), термогравиметрический анализ (ТГА) с дифференциальной сканирующей калориметрией (ДСК). Проведены эксперименты по исследованию сорбционной способности полученных образцов Fe/Mg СДГ по отношению к хромат-ионам в нормальных условиях, а также при действии ультразвука, в т. ч. в сочетании с повышенным гидростатическим давлением. На фотоэлектрическом фотометре были получены и проанализированы данные с количественными значениями процесса сорбции. Данные, полученные в ходе комплексного анализа готового продукта, указывают на то, что синтезированный материал является Mg/Fe слоистым двойным гидроксидом. При проведении рентгенофазового анализа выявлено, что синтез СДГ с применением ультразвука и давления повышает степень кристалличности конечного продукта. Установлено, что сорбционные свойства СДГ, полученных традиционным способом, и СДГ, полученных под действием ультразвука и давления, отличаются. У Mg/Fe СДГ, синтезированных традиционным методом, сорбция хромата протекает лучше, чем у образцов, синтезированных при помощи ультразвуковой обработки в сочетании с повышенным гидростатическим давлением. Показано, что процесс сорбции исследованных образцов СДГ описывается разными математическими моделями.

**Ключевые слова:** слоистые двойные гидроксиды; Mg/Fe; ультразвуковой синтез; сорбционные свойства; хромат-анионы.

**Благодарности:** Работа выполнена при поддержке БРФФИ (проект № X21PM-081).

Авторы выражают благодарность Отдельному проекту фундаментальных и прикладных научных исследований «Ультразвуковой синтез слоистых двойных гидроксидов медицинского назначения».

Авторы выражают признательность научному парку Санкт-Петербургского государственного университета (Междисциплинарный ресурсный центр по направлению «Нанотехнологии» и ресурсный центр «Методы анализа состава вещества») за оказанную помощь в исследовании микроструктуры (СЭМ) и измерении ИК-спектров синтезированных образцов СДГ. Посвящается 300-летию основания Санкт-Петербургского государственного университета.

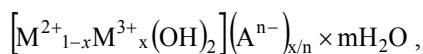
Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Голубев Р.А., Рубаник В.В., Рубаник В.В. мл., Критченков И.С., Критченков А.С. Сорбционные свойства слоистых двойных гидроксидов, полученных при ультразвуковом воздействии // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 4. С. 19–30. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-4-66-2.

## ВВЕДЕНИЕ

Слоистые двойные гидроксиды (СДГ) рассматриваются как перспективный класс соединений для создания каталитических систем [1], биомедицинских материалов [2], адсорбентов [3]. СДГ можно использовать и как обособленный сорбент [4], и как элемент составного сорбента [5]. В последнее время растет число публикаций, посвященных исследованию возможности СДГ сорбировать вещества, загрязняющие сточные воды, т. е. загрязнители. Сюда относятся вещества, в состав которых входят тяжелые металлы [6] или хроматы [7]. В экологическом контексте наиболее интересны исследования сорбционных свойств СДГ, в состав которых входят металлы, обладающие низкой токсичностью по отношению к водной среде: Mg, Al, Fe [8; 9].

СДГ возможно использовать в качестве сорбентов из-за их физико-химических свойств. СДГ представляют собой неорганические каркасы, состоящие из двух положительно заряженных слоев, образованных ионами металлов и гидроксид-ионами, между которыми располагаются подвижные анионы и молекулы воды [10]. По своей структуре и свойствам они схожи с анионными глинами, состоящими из бруситоподобных слоев [11]. Состав СДГ выражается общей формулой:



где  $M^{2+}$  и  $M^{3+}$  – катионы двухвалентных и трехвалентных металлов соответственно;

$A^{n-}$  – межслоевой анион;

$x$  – молярное отношение трехвалентного катиона к двухвалентному;

$n$  и  $m$  – количество межпластовой воды.

Благодаря слоистой структуре и электростатической природе слоистые двойные гидроксиды могут быть интеркалированы различными по размерам и природе анионами или анионными комплексами, что и определяет возможность их использования в качестве перспективных сорбционных материалов [12–14].

Синтез СДГ не требует сложного лабораторного оборудования, а сам процесс синтеза состоит из двух ключевых стадий: соосаждения и кристаллизации. Стадия кристаллизации в соответствии с классическим методом синтеза СДГ протекает при нагревании и занимает от 10 ч до нескольких суток [15; 16]. Относительно недавно в литературе появились работы по использованию ультразвука в синтезе СДГ, где утверждается, что воздействие ультразвука на реакционную смесь сокращает стадию кристаллизации до нескольких десятков минут [17–19], а сорбционные свойства СДГ, полученных таким образом, могут отличаться от сорбционных свойств СДГ, полученных классическим методом. При этом следует отметить, что синтез СДГ под действием ультразвука в сочетании с повышенным гидростатическим давлением, а следовательно, и сорбционные свойства подобных СДГ в литературе вовсе не описаны.

Цель работы – исследование возможности синтеза слоистых двойных гидроксидов под действием ультразвука и давления, а также изучение их сорбционных свойств по отношению к хромат-аниону  $\text{CrO}_4^{2-}$  в сравнении с СДГ, полученными традиционным методом.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе были использованы магний (II) азотнокислый 6-водный ЧДА, железо (III) азотнокислое 9-водное ЧДА (АО «База №1 химреактивов»), гидроксид натрия, натрий азотнокислый (АО «Вектон»), хромат калия (Sigma-Aldrich). Другие химические вещества, растворители и материалы были получены из коммерческих источников и использовались без дополнительной очистки.

Синтез  $\text{Mg(II)/Fe(III)-NO}_3^-$  СДГ осуществляли путем соосаждения. К раствору нитрата магния (II) гексагидрата и нитрата железа (III) нонагидрата (0,75 и 0,25 экв. соответственно) добавляли капельно раствор гидроксида и нитрата натрия (2 и 0,25 экв. соответственно). Дальнейшую обработку реакционной смеси проводили одним из следующих способов:

1) реакционную смесь выдерживали при 75 °С в течение 72 ч;

2) реакционную смесь обрабатывали ультразвуком частотой 22 кГц с приложенным гидростатическим давлением 2 атм в течение 1 ч.

Образовавшийся осадок промывали дистиллированной водой до pH=7, центрифугировали (5000 об/мин в течение 5 мин), после чего хранили под слоем воды или сушили до постоянной массы при 30 °С в течение суток.

Полученные образцы были исследованы на их способность к сорбции хромат-ионов.

Для выявления времени наступления равновесия сорбции в коническую плоскодонную колбу помещали 0,084 г СДГ, 45–47 г воды, 1 г 0,1000 н раствора  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ , 0,001 г гидроксида натрия, после чего массу смеси доводили до 50 г добавлением дистиллированной воды. Полученную суспензию перемешивали в течение 1–10 мин либо воздействовали на нее ультразвуком или ультразвуком в сочетании с повышенным гидростатическим давлением в 2 атм. Равновесную концентрацию хромата калия в суспензии определяли фотометрически с использованием метода градуировочного графика. Опытные растворы и контрольный раствор фотометрировали относительно дистиллированной воды при длине волны 410 нм.

Эксперименты по изучению сорбции СДГ проводили при температуре 18 °С. В коническую плоскодонную колбу помещали 0,084 г СДГ, 45–47 г воды, 0,1000 н раствор  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  (0,5, 1, 2 и 3 г), 0,001 г гидроксида натрия, после чего массу смеси доводили до 50 г добавлением дистиллированной воды. Полученную суспензию перемешивали в течение 10 мин. Концентрацию хромата калия в суспензии определяли фотометрически с использованием метода градуировочного графика. Опытные растворы и контрольный раствор фотометрировали относительно дистиллированной воды при длине волны 410 нм. При фотометрировании опытных растворов определяли равновесную оптическую плотность  $A_e$  с последующим расчетом равновесной концентрации хромата калия  $C_e$ .

Рентгеноструктурный анализ (РФА) был выполнен на дифрактометре ДРОН-7, 2 $\theta$  угловой интервал от 7 до 80° с шагом сканирования  $\Delta 2\theta=0,02^\circ$  и выдержкой 7 с на точку. Использовали Cu-K $\alpha$ -излучение (Ni-фильтр), которое в дальнейшем при обработке спектров разлагалось на компоненты  $K\alpha_1$  и  $K\alpha_2$ .

Термогравиметрический анализ (ТГА) проводили на приборе NETZSCH STA 449 F3 Jupiter с использованием скорости нагрева  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$  в диапазоне температур от  $30$  до  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Исследование микроструктуры (СЭМ) проводили в междисциплинарном ресурсном центре по направлению «Нанотехнологии» Научного парка СПбГУ на сканирующем микроскопе Carl Zeiss Merlin (Carl Zeiss AG, Оберкохен, Германия) при  $10\text{ кВ}$ , детекторе SE2, рабочее расстояние  $6,4\text{ мм}$ , давление  $9,4\cdot 10^{-7}\text{ мбар}$ . Напыление графита проводилось на приборе Gatan PECS Model 682, слой напыления  $10\text{ нм}$ . Инфракрасные (ИК) спектры были записаны на спектрометре Shimadzu IRPrestige-21 (Япония). Фотометрические исследования проводились на фотоэлектрическом фотометре КФК-3.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Условия синтеза, физическая форма и кодовые наименования полученных СДГ представлены в таблице 1.

На снимке СДГ в порошковой форме, сделанном с помощью сканирующего электронного микроскопа (рис. 1), отчетливо видны «чешуйки», которые являются следствием его слоистой структуры. Пример ИК-спектра СДГ представлен на рис. 2. ИК-спектры были зарегистрированы в диапазоне  $4000\text{--}400\text{ см}^{-1}$ . ИК-спектр содержит две интенсивные полосы поглощения (уширенную с максимумом при  $3447\text{ см}^{-1}$  и узкую с максимумом при  $1340\text{ см}^{-1}$ ), две уширенные слабоинтенсивные полосы  $1642$  и  $750\text{ см}^{-1}$ , а также полосу средней интенсивности при  $549\text{ см}^{-1}$ .

Таблица 1. Условия синтеза, физическая форма и кодовые наименования СДГ  
Table 1. Synthesis conditions, physical form, and codenames of LDHs

Код	Условия синтеза			Физическая форма
	Температура $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 72 ч на водяной бане	Ультразвуковая обработка при $22\text{ кГц}$	Ультразвуковая обработка при $22\text{ кГц}$ с давлением $2\text{ атм}$	
1i	+			Порошок
1ii	+			Суспензия
2i		+	+	Порошок
2ii		+	+	Суспензия

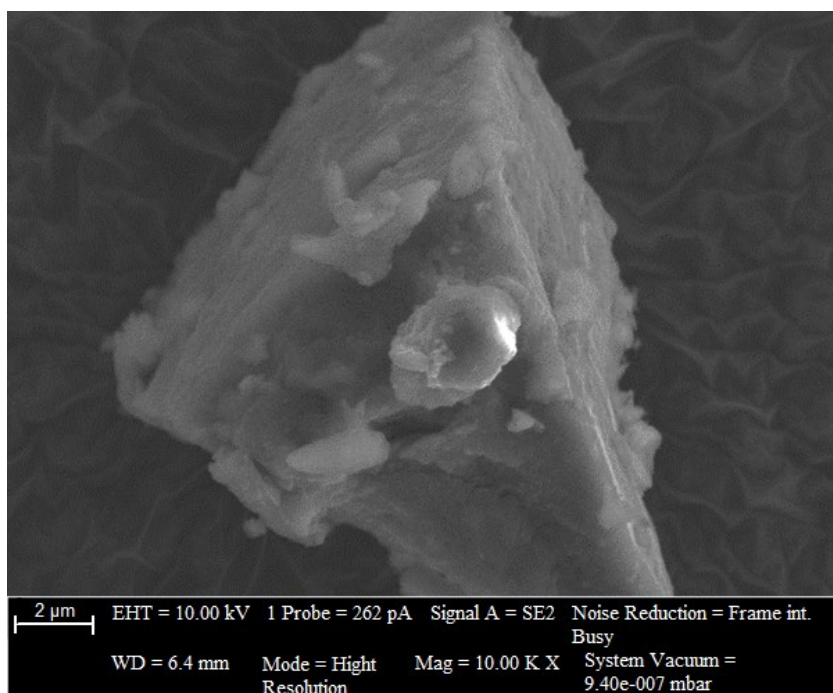
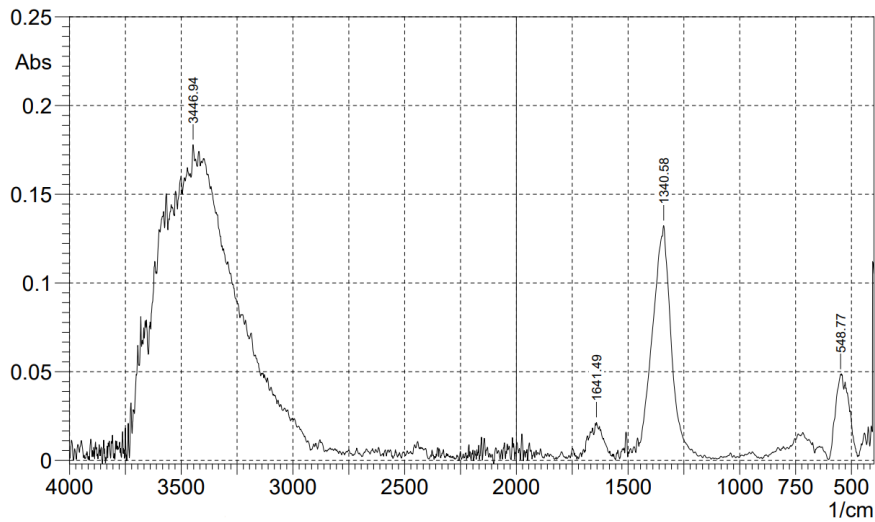


Рис. 1. Снимок  $\text{Mg(II)/Fe(III)-NO}_3^-$  слоистого двойного гидроксида, сделанный на сканирующем электронном микроскопе

Fig. 1. A scanning electron microscope image of the  $\text{Mg(II)/Fe(III)-NO}_3^-$  layered double hydroxide



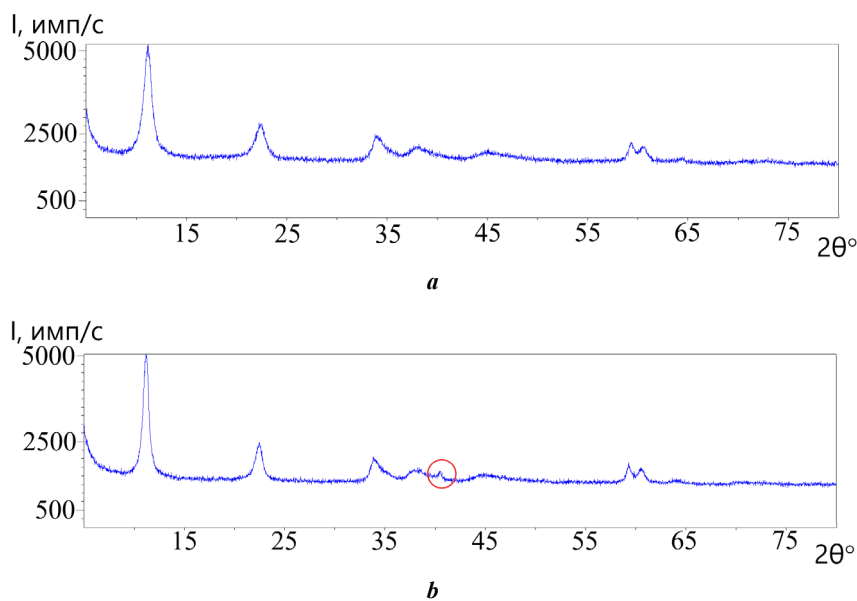
**Рис. 2.** Инфракрасные спектры  $Mg(II)/Fe(III)-NO_3^-$  слоистого двойного гидроксида  
**Fig. 2.** Infrared spectra of the  $Mg(II)/Fe(III)-NO_3^-$  layered double hydroxide

Дифрактограммы полученных СДГ демонстрируют наличие пиков, характерных для кристаллической решетки СДГ (рис. 3). На рис. 3 б также есть дополнительный пик в районе  $2\theta=40^\circ$ , говорящий о наличии в соединении дополнительной фазы.

Зависимости ТГА и ДСК для всех полученных СДГ однотипны, пример типичной термограммы приведен на рис. 4. Термограмма показывает, что термическое разложение образца проходит стадии удаления межслоевой воды, деструкции гидроксидных слоев до оксидных и удаления межслоевых анионов соответственно.

Данные, полученные в ходе эксперимента по сорбции  $Mg/Fe$  СДГ в отношении хромата, представлены в таблице 2. Экспериментальные данные, полученные при изучении влияния массы хромата на процесс сорбции, приведены в таблице 3. Изотермы адсорбции, полученные на основе этих экспериментальных данных, показаны на рис. 5.

Для выбора наиболее подходящей модели адсорбции были построены изотермы Ленгмюра (рис. 6) и Фрейндлиха (рис. 7) в обратных и логарифмических координатах соответственно.



**Рис. 3.** Дифрактограммы  $Mg(II)/Fe(III)-NO_3^-$  слоистых двойных гидроксидов, синтезированных способом 1i (а) и 2i (б). Выделенная область – дополнительный пик, говорящий о наличии в соединении дополнительной фазы  
**Fig. 3.** Diffraction patterns of the  $Mg(II)/Fe(III)-NO_3^-$  layered double hydroxides synthesized by the 1i (a) and 2i (b) method. The marked area is an additional peak indicating the presence of an extra phase in the compound

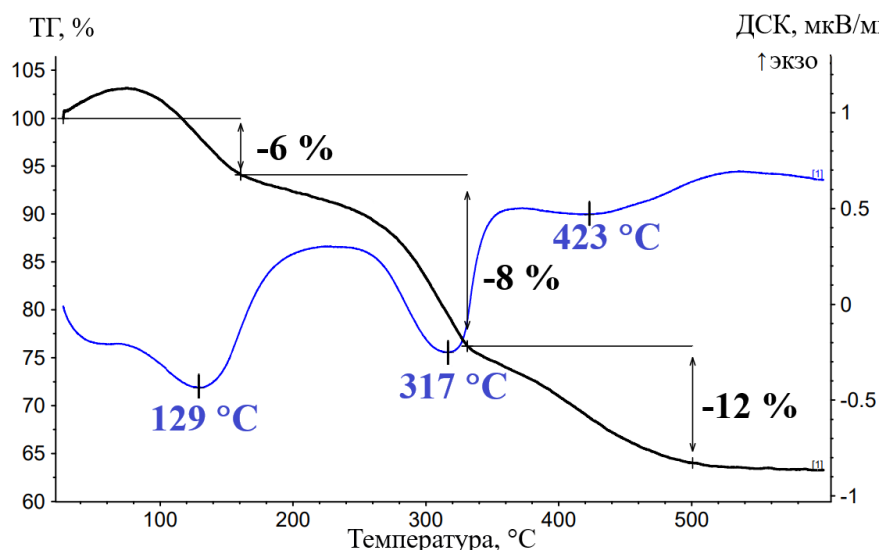


Рис. 4. Стадии термического разложения  $Mg(II)/Fe(III)-NO_3^-$  слоистого двойного гидроксида  
 Fig. 4. Stages of thermal decomposition of the  $Mg(II)/Fe(III)-NO_3^-$  layered double hydroxide

Адсорбция по Ленгмюру описывается уравнением

$$\frac{c_e}{q_e} = \frac{1}{Q_m K_L} + \frac{c_e}{Q_m},$$

где  $q_e$  – масса адсорбированного хромата калия на единицу массы адсорбента СДГ, мг/г;

$C_e$  – равновесная концентрация хромата калия, вычисленная по данным фотометрии, мг/л;

$K_L$  – константа свободной энергии адсорбции (иначе – константа сродства Ленгмюра), л/мг;

$Q_m$  – мощность адсорбции монослоя, мг/г.

В рамках теории адсорбции Ленгмюра предполагается, что все адсорбционные центры энергетически равноценны, а каждый такой центр может удержать только одну частицу адсорбента. Следовательно, центр адсорбента обладает конечной способностью адсорбировать адсорбат.

Исходя из графически представленных экспериментальных данных (рис. 6) были рассчитаны параметры  $K_L$  и  $Q_m$  (таблица 4). Подход Ленгмюра может быть использован для предсказания силы сродства между адсорбатом и адсорбентом с использованием безразмерного коэффициента разделения ( $R_L$ ) (таблица 3), который был определен по уравнению

$$R_L = \frac{1}{(1 + K_L c_0)}.$$

При значениях коэффициента разделения  $0 < R_L < 1$  преобладает адсорбция, при  $R_L > 1$  преобладает десорбция, в то время как при  $R_L = 1$  наблюдается так называемая линейная адсорбция, а при  $R_L = 0$  адсорбция необратима.

Согласно Фрейндлиху, адсорбция описывается эмпирическим уравнением

$$\lg q_e = \lg K_F + \frac{1}{n} \lg c_e,$$

где  $q_e$  – масса адсорбированного хромата калия на единицу массы адсорбента СДГ, мг/г;

$K_F$  – константа Фрейндлиха, мг/г;

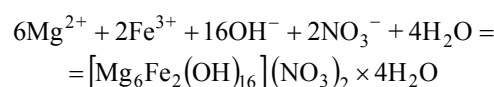
$1/n$  – интенсивность адсорбции.

Исходя из графически представленных экспериментальных данных (рис. 7) были рассчитаны параметры  $K_F$  и  $1/n$ , а также коэффициент разделения (таблица 4).

Для определения более вероятного механизма адсорбции был рассчитан коэффициент корреляции  $r^2$  (таблица 4) для экспериментальных данных по графикам адсорбции Ленгмюра (рис. 6) и Фрейндлиха (рис. 7).

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Химические процессы, протекающие при синтезе СДГ, можно выразить следующим уравнением:



Снимок СДГ, полученный при помощи СЭМ (рис. 1), отчетливо демонстрирует чешуйчатую микроструктуру синтезированных СДГ в порошковой форме, которая, в свою очередь, является следствием их слоистой организации. Данные, полученные с помощью СЭМ, согласуются с литературными данными [20–22] о других СДГ, а также их природных аналогах – катионных глинах, которые тоже имеют чешуйчатую структуру, обусловленную их слоистым строением.

На представленных ИК-спектрах (рис. 2) присутствуют полосы поглощения, которые доказывают наличие химических связей, характерных для магнийжелезных СДГ: широкая интенсивная полоса поглощения при  $3750\text{--}3200\text{ см}^{-1}$  соответствует ОН валентным колебаниям молекул воды и гидроксильных групп. Наличие уширенной полосы поглощения низкой интенсивности при  $1641\text{ см}^{-1}$  обусловлено деформационными колебаниями

Таблица 2. Сравнение эффективности сорбции в различных условиях  
Table 2. Comparison of sorption efficiency under various conditions

№	Условия сорбции		Оптическая плотность контрольного раствора $A_0$	Оптическая плотность экспериментального раствора $A_e$	Разность оптических плотностей $\Delta A$
	Обработка*	Время, мин			
1	18 °С, перемешивание (1i)	1	0,339	0,210	0,129
2	18 °С, перемешивание (2ii)	1	0,339	0,229	0,110
3	18 °С, перемешивание (1ii)	5	0,339	0,220	0,119
4	18 °С, перемешивание (1i)	5	0,337	0,236	0,101
5	18 °С, перемешивание (2ii)	5	0,339	0,241	0,098
6	18 °С, перемешивание (2i)	5	0,339	0,267	0,072
7	18 °С, перемешивание (1i)	10	0,378	0,276	0,102
8	УЗ 22 кГц (1ii)	5	0,338	0,211	0,127
9	УЗ 22 кГц (2ii)	5	0,338	0,222	0,116
10	УЗ 22 кГц, $p=2$ атм (1ii)	5	0,351	0,199	0,152
11	УЗ 22 кГц, $p=2$ атм (2ii)	5	0,351	0,223	0,128
12	УЗ 22 кГц, $p=2$ атм (1ii)	0,5	0,343	0,228	0,115
13	УЗ 22 кГц, $p=2$ атм (2ii)	0,5	0,337	0,246	0,091
14	УЗ 22 кГц, $p=2$ атм (1i)	0,5	0,337	0,233	0,104
15	УЗ 22 кГц, $p=2$ атм (2i)	0,5	0,337	0,234	0,103
16	УЗ 22 кГц (1ii)	0,5	0,348	0,200	0,148
17	УЗ 22 кГц (2ii)	0,5	0,348	0,219	0,129

Примечание. \* В скобках указан код СДГ (см. таблицу 1).

Note. \* LHD code is given in brackets (see Table 1).

Таблица 3. Адсорбция при постоянной массе СДГ и разной массе хромата  
Table 3. Adsorption at constant LDH weight and different chromate weight

$m_0$ 0,1000 н раствора $K_2CrO_4$ , г	Концентрация в изначальном растворе $C_0$ , мг/л	Оптическая плотность $A_e$	Масса сорбированного хромата $m_e$ $K_2CrO_4$ , мг	Концентрация сорбированного хромата $C_e$ , мг/л	Величина адсорбции $q_e$ , мг/г	$m$ СДГ, мг
для СДГ 1i						
0,500	64,7	0,126	2,20	44,0	12,4	0,0840
1,00	129	0,276	4,82	96,5	19,7	0,0840
2,00	258	0,581	10,2	203	33,3	0,0840
3,00	388	0,898	15,7	314	44,5	0,0840
для СДГ 2i						
0,500	64,7	0,096	1,80	36	17,22	0,0840
1,00	129	0,256	4,81	96,2	19,68	0,0840
2,00	258	0,578	10,87	217,4	24,36	0,0840
3,00	388	0,906	17,03	340,6	28,44	0,0840

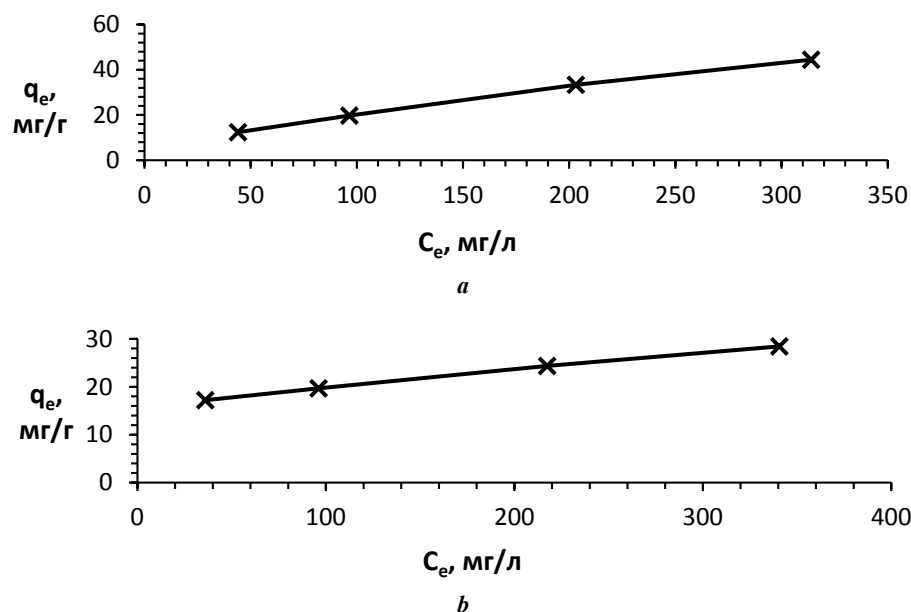


Рис. 5. Изотерма адсорбции хромата калия для 1i (a) и 2i (b)  
 Fig. 5. Adsorption isotherm of potassium chromate for 1i (a) and 2i (b)

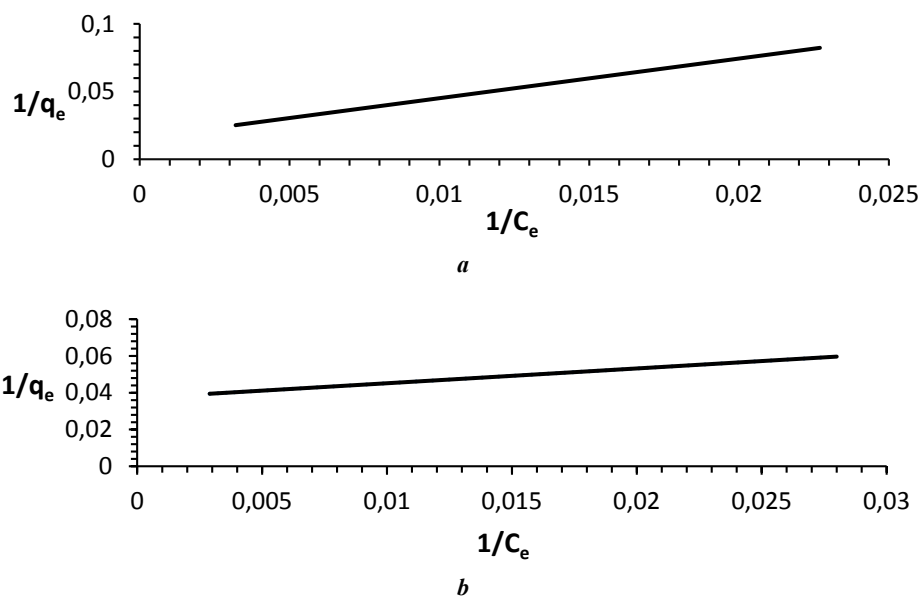


Рис. 6. Изотерма адсорбции для 1i (a) и 2i (b) по Ленгмюру  
 Fig. 6. Langmuir adsorption isotherm for 1i (a) and 2i (b)

молекул воды. Полосы поглощения при 1340 и 750  $\text{см}^{-1}$  высокой и низкой интенсивности соответственно относятся к колебаниям нитрат-аниона, в то время как присутствие полосы средней интенсивности при 549  $\text{см}^{-1}$  обусловлено ковалентными координационными связями «металл – кислород».

Дифрактограммы полученных СДГ практически идентичны (рис. 3) и содержат типичный для СДГ с гидротальцитной структурой набор базальных рефлексов. Для всех образцов характерна гексагональная сингония. Данные факты указывают на слоистую структуру полученных СДГ и позволяют отнести полученные СДГ

к гидротальцитному кристаллографическому типу. При этом расчеты с использованием полученных экспериментальных данных указывают на то, что кристалличность образцов максимальна для 2i и 2ii. Кроме того, в случае образцов 2i и 2ii на дифрактограммах проявляется дополнительная слоевая линия в области  $2\theta=40,50^\circ$  ( $d=2,225 \text{ \AA}$ ).

ТГА/ДСК-анализ образцов СДГ (рис. 4) показал, что в целом термическое разложение образцов протекает в три стадии. На первой стадии происходит потеря межслоевой воды, что сопровождается выраженным эндозэффектом (потеря массы составляет около 6 %).



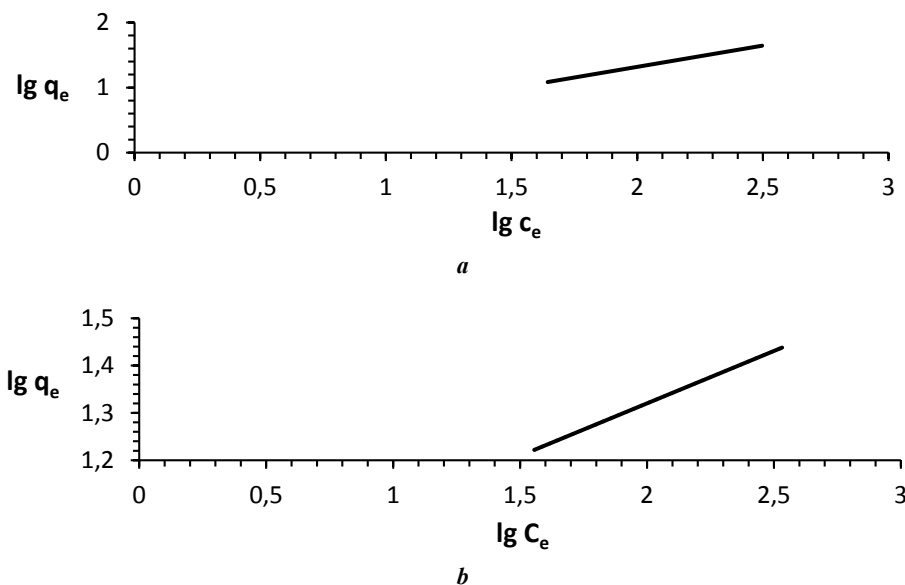


Рис. 7. Изотерма адсорбции для 1i (а) и 2i (b) по Фрейндлиху  
 Fig. 7. Freundlich adsorption isotherm for 1i (a) and 2i (b)

Таблица 4. Сравнение параметров адсорбции по Ленгмюру и Фрейндлиху  
 Table 4. Comparison of Langmuir and Freundlich adsorption parameters

По Ленгмюру				По Фрейндлиху			
$K_L$	$Q_m$	$R_L$	$r^2_L$	$K_F$	$1/n$	$R_L$	$r^2_F$
для СДГ 1i							
0,0032	62,50	0,7073	0,99275	1,01	0,656	0,0076	0,99927
для СДГ 2i							
0,028	27,03	0,2168	0,8200	–	–	–	–

На второй стадии, также сопровождаемой выраженным эндоэффектом, происходит разрушение гидротальцитоподобных гидроксидных слоев, сопровождающееся их превращением в преимущественно оксидного типа слоистые структуры. На второй стадии также происходит разложение аниона  $\text{NO}_3^-$ . Потери в массе на второй стадии составляют около 18 %. Третья стадия сопровождается слабо выраженным едва заметным эндоэффектом; происходит окончательное разложение остаточных гидроксидов и аниона  $\text{NO}_2^-$ . В итоге образуется смесь оксидов железа (III) и магния (II), а потери в массе составляют около 12 %.

Полученные данные при изучении сорбционных свойств СДГ в отношении хромат-ионов (таблица 2) указывают на то, что при обычном перемешивании сорбционное равновесие достигается уже через 5 мин после начала эксперимента (таблица 2, № 1, 4, 7). Однако максимум сорбции наблюдается через 1 мин. При этом следует заметить, что использование суспензионной формы СДГ позволяет достичь несколько лучших результатов сорбции, чем использование порошковой формы (таблица 2, № 3 и 4, 5 и 6).

Экспериментальные данные (таблица 2) указывают на то, что при использовании одних и тех же форм гидроксида в качестве сорбентов за одно и то же время сорбция улучшается при воздействии на систему ультразвуком, а еще в большей степени – при действии ультразвука в сочетании с повышенным гидростатическим давлением (таблица 2, № 3, 8, 10 или 5, 9, 11).

В случае обработки сорбционных систем ультразвуком максимум сорбции наблюдается за 0,5 мин, а к 5 мин воздействия происходит частичная десорбция хроматионов (таблица 2, № 8 и 16, 9 и 17). В случае же одновременного действия ультразвука и давления количество сорбируемого хромата возрастает при увеличении времени сорбции от 0,5 до 5 мин приблизительно на 30 % (таблица 2, № 10 и 12, 11 и 13). Для точного определения времени максимальной сорбции необходимы дополнительные эксперименты.

Важно отметить, что, как правило, СДГ 1i и 1ii, полученные традиционным методом, демонстрируют лучшие сорбционные результаты, чем СДГ 2i и 2ii, полученные под действием ультразвука и давления (таблица 2, величины  $\Delta A$  для № 3 и 5, 4 и 6, 8 и 9, 10 и 11, 12 и 13, 16 и 17).



Адсорбция хромат-ионов СДГ, полученных классическим методом (1*i*), хорошо описывается как моделью Ленгмюра, так и моделью Фрейндлиха. Коэффициенты корреляции, представленные в таблице 4, хоть и очень близки, однако чуть больший коэффициент корреляции  $r^2_F$  указывает на то, что адсорбция хромат-ионов СДГ 1*i* в несколько большей степени согласуется с уравнением Фрейндлиха. В случае же СДГ, полученного при обработке реакционной смеси ультразвуком при повышенном давлении (2*i*), адсорбция хромат-ионов хорошо описывается моделью Ленгмюра и вовсе не может быть описана уравнением Фрейндлиха, поскольку, согласно модели Фрейндлиха, прямая изотермы должна пересекать ось ординат в области отрицательных значений, что не согласуется с экспериментальными данными. Таким образом, сравнивать эффективность образцов 1*i* и 2*i* возможно только в рамках модели Ленгмюра. В рамках указанной модели мощность адсорбции СДГ, полученного классическим методом (1*i*), практически в 2 раза превышает мощность СДГ, полученного под действием ультразвука в сочетании с давлением (2*i*), о чем свидетельствуют величины  $Q_m$  (таблица 4). Кроме того, величины константы Ленгмюра  $K_L$ , приведенные в таблице 4, свидетельствуют о том, что сродство хромат-ионов к СДГ 1*i* больше, чем к 2*i*. Таким образом, модель Ленгмюра указывает на большую сорбционную эффективность СДГ 1*i*, что согласуется с данными, приведенными в таблице 2.

Структура, а следовательно, и сорбционные свойства в отношении хромат-ионов для СДГ, полученных классическим методом (1*i* и 1*ii*) и полученных под действием ультразвука и давления (2*i* и 2*ii*), различаются. Хромат-ион имеет большее сродство к СДГ типа 1*i* и 1*ii*, что может быть интересно для разработки очистительных систем. Меньшее сродство хромат-иона к СДГ типа 2*i* и 2*ii* может быть полезно для разработки систем доставки и окислительных микрооператоров, где необходима не только сорбция хромат-иона, но и его высвобождение, т. е. десорбция. Таким образом, оба типа СДГ представляют интерес с практической точки зрения.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Ультразвук в сочетании с повышенным давлением интенсифицирует взаимодействие нитратов магния (II) и железа (III) с щелочью, что может быть успешно использовано для получения слоистых двойных гидроксидов (СДГ).

2. Использование ультразвука в сочетании с повышенным давлением позволяет увеличить кристалличность образующихся СДГ.

3. Полученные СДГ являются сорбентами хромат-ионов. Сорбционные свойства у СДГ, полученных традиционным методом, более выражены, чем у СДГ, полученных под действием ультразвука и давления.

4. Для СДГ, полученных традиционным методом, сорбция лучше описывается моделью Фрейндлиха, а для СДГ, полученных под действием ультразвука и давления, – моделью Ленгмюра.

5. Результаты экспериментов указывают на то, что при использовании одних и тех же форм гидроксида в качестве сорбентов за одно и то же время сорбция улучшается

при воздействии на систему ультразвуком, а еще в большей степени – при действии ультразвука в сочетании с повышенным гидростатическим давлением.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Aflak N., El Mersly L., Ben El Ayouchia H., Rafqah S., Anane H., Julve M., Stiriba S.E. A new Cu<sub>3</sub>Al-layered double hydroxide heterogeneous catalyst for azide-alkyne [3 + 2] cycloaddition reaction in water // *Journal of Coordination Chemistry*. 2022. Vol. 75. № 17-18. P. 2346–2358. DOI: [10.1080/00958972.2022.2105701](https://doi.org/10.1080/00958972.2022.2105701).
2. Yu Seungjin, Piao Huiyan, Rejinold N. Sanoj, Lee Hanna, Choi Goeun, Choy Jin-Ho. pH-Responsive Inorganic/Organic Nanohybrids System for Controlled Nicotinic Acid Drug Release // *Molecules*. 2022. Vol. 27. № 19. Article number 6439. DOI: [10.3390/molecules27196439](https://doi.org/10.3390/molecules27196439).
3. de Souza dos Santos G.E., dos Santos Lins P.V., Oliveira L.M.T.M., Oliveira da Silva E., Anastopoulos I., Erto A., Giannakoudakis D.A., Almeida A.R.F., Duarte J.L., Meili L. Layered double hydroxides/biochar composites as adsorbents for water remediation applications: recent trends and perspectives // *Journal of Cleaner Production*. 2020. Vol. 284. Article number 124755. DOI: [10.1016/j.jclepro.2020.124755](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124755).
4. Johnston A.-L., Lester E., Williams O., Gomes R. Understanding Layered Double Hydroxide properties as sorbent materials for removing organic pollutants from environmental waters // *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 2021. Vol. 9. № 4. Article number 105197. DOI: [10.1016/j.jece.2021.105197](https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105197).
5. Matusik J., Rybka K. Removal of chromates and sulphates by Mg/Fe LDH and heterostructured LDH/halloysite materials: Efficiency, selectivity, and stability of adsorbents in single- and multi-element systems // *Materials*. 2019. Vol. 12. № 9. Article number 1373. DOI: [10.3390/ma12091373](https://doi.org/10.3390/ma12091373).
6. Shafiq M., Alazba A.A., Amin M.T. Preparation of ZnMgAl-Layered Double Hydroxide and Rice Husk Biochar Composites for Cu(II) and Pb(II) Ions Removal from Synthetic Wastewater // *Water (Switzerland)*. 2023. Vol. 15. № 12. Article number 2207. DOI: [10.3390/w15122207](https://doi.org/10.3390/w15122207).
7. Roy S.C., Rahman M.A., Celik A. et al. Efficient removal of chromium(VI) ions by hexagonal nanosheets of CoAl–MoS<sub>4</sub> layered double hydroxide // *Journal of Coordination Chemistry*. 2022. Vol. 75. № 11-14. P. 1581–1595. DOI: [10.1080/00958972.2022.2101103](https://doi.org/10.1080/00958972.2022.2101103).
8. Ma Lijiao, Islam S.M., Liu Hongyun, Zhao Jing, Sun Genban, Li Huifeng, Ma Shulan, Kanatzidis M.G. Selective and Efficient Removal of Toxic Oxoanions of As(III), As(V), and Cr(VI) by Layered Double Hydroxide Intercalated with MoS<sub>4</sub><sup>2-</sup> // *Chemistry of Materials*. 2017. Vol. 29. № 7. P. 3274–3284. DOI: [10.1021/acs.chemmater.7b00618](https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.7b00618).
9. Sankaranarayanan S., Gupta M. Emergence of God's favorite metallic element: Magnesium based materials for engineering and biomedical applications // *Materials Today: Proceedings*. 2021. Vol. 39. P. 311–316. DOI: [10.1016/j.matpr.2020.07.220](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.220).
10. Williams G.R., O'Hare D. Towards Understanding, Control and Application of Layered Double Hydroxide

- Chemistry // *Cheminform.* 2006. Vol. 37. № 45. DOI: [10.1002/chin.200645266](https://doi.org/10.1002/chin.200645266).
11. Evans D.G., Slade R.C.T. Structural Aspects of Layered Double Hydroxides // *Layered Double Hydroxides*. Berlin: Springer Berlin Heidelberg, 2006. P. 1–87. DOI: [10.1007/430\\_005](https://doi.org/10.1007/430_005).
  12. Srilakshmi Ch., Thirunavukkarasu Th. Enhanced adsorption of Congo red on microwave synthesized layered Zn–Al double hydroxides and its adsorption behaviour using mixture of dyes from aqueous solution // *Inorganic Chemistry Communications*. 2019. Vol. 100. P. 107–117. DOI: [10.1016/j.inoche.2018.12.027](https://doi.org/10.1016/j.inoche.2018.12.027).
  13. Goh Kok-Hui, Lim Teik Thye, Dong Zhili. Application of layered double hydroxides for removal of oxyanions: A review // *Water Research*. 2008. Vol. 42. № 6-7. P. 1343–1368. DOI: [10.1016/j.watres.2007.10.043](https://doi.org/10.1016/j.watres.2007.10.043).
  14. Huang Weiya, Yu Xiang, Li Dan. Adsorption removal of Congo red over flower-like porous microspheres derived from Ni/Al layered double hydroxide // *RSC Advances*. 2015. Vol. 5. № 103. P. 84937–84946. DOI: [10.1039/C5RA13922H](https://doi.org/10.1039/C5RA13922H).
  15. Ibrahimova K.A. The Synthesis Methods and Applications of Layered Double Hydroxides – a Brief Review // *NNC RK Bulletin*. 2022. № 4. P. 16–29. DOI: [10.52676/1729-7885-2022-4-17-29](https://doi.org/10.52676/1729-7885-2022-4-17-29).
  16. Olanrewaju J., Newalkar B.L., Mancino C., Komarneni S. Simplified synthesis of nitrate form of layered double hydroxide // *Materials Letters*. 2000. Vol. 45. № 6. P. 307–310. DOI: [10.1016/S0167-577X\(00\)00123-3](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(00)00123-3).
  17. Li Yanlin, Wang Jun, Li Zhanshuang, Liu Qi, Liu Jingyuan, Liu Lianhe, Zhang Xiaofei, Yu Jing. Ultrasound assisted synthesis of Ca–Al hydrotalcite for U (VI) and Cr (VI) adsorption // *Chemical Engineering Journal*. 2013. Vol. 218. P. 295–302. DOI: [10.1016/j.cej.2012.12.051](https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.12.051).
  18. Salak A.N., Vieira D.E.L., Lukienko I.M. et al. High-Power Ultrasonic Synthesis and Magnetic-Field-Assisted Arrangement of Nanosized Crystallites of Cobalt-Containing Layered Double Hydroxides // *Chem-Engineering*. 2019. Vol. 3. № 3. Article number 62. DOI: [10.3390/chemengineering3030062](https://doi.org/10.3390/chemengineering3030062).
  19. Sokol D., Vieira D.E.L., Zarkov A., Ferreira M.G.S., Beganskiene A., Rubanik V.V., Shilin A.D., Kareiva A., Salak A.N. Sonication accelerated formation of Mg–Al-phosphate layered double hydroxide via sol-gel prepared mixed metal oxides // *Scientific Reports*. 2019. Vol. 9. № 1. Article number 10419. DOI: [10.1038/s41598-019-46910-5](https://doi.org/10.1038/s41598-019-46910-5).
  20. Abdel Aziz S.A.A., Gadelhak Y., Mohamed M.B.E.D., Mahmoud R. Antimicrobial properties of promising Zn–Fe based layered double hydroxides for the disinfection of real dairy wastewater effluents // *Scientific Reports*. 2023. Vol. 13. № 1. Article number 7601. DOI: [10.1038/s41598-023-34488-y](https://doi.org/10.1038/s41598-023-34488-y).
  21. Abdel-Hady E.E., Mohamed H.F.M., Hafez S.H.M., Fahmy A.M.M., Magdy A., Mohamed A.S., Ali E.O., Abdelhamed H.R., Mahmoud O.M. Textural properties and adsorption behavior of Zn–Mg–Al layered double hydroxide upon crystal violet dye removal as a low cost, effective, and recyclable adsorbent // *Scientific Reports*. 2023. Vol. 13. № 1. Article number 6435. DOI: [10.1038/s41598-023-33142-x](https://doi.org/10.1038/s41598-023-33142-x).
  22. Ghanbari N., Ghafuri H. Preparation of novel Zn–Al layered double hydroxide composite as adsorbent for removal of organophosphorus insecticides from water // *Scientific Reports*. 2023. Vol. 13. № 1. Article number 10215. DOI: [10.1038/s41598-023-37070-8](https://doi.org/10.1038/s41598-023-37070-8).

## REFERENCES

1. Aflak N., El Mersly L., Ben El Ayouchia H., Rafqah S., Anane H., Julve M., Stiriba S.E. A new Cu<sub>3</sub>Al-layered double hydroxide heterogeneous catalyst for azide-alkyne [3 + 2] cycloaddition reaction in water. *Journal of Coordination Chemistry*, 2022, vol. 75, no. 17-18, pp. 2346–2358. DOI: [10.1080/00958972.2022.2105701](https://doi.org/10.1080/00958972.2022.2105701).
2. Seung Yu Seungjin, Piao Huiyan, Rejinold N. Sanoj, Lee Hanna, Choi Goeun, Choy Jin-Ho. pH-Responsive Inorganic/Organic Nanohybrids System for Controlled Nicotinic Acid Drug Release. *Molecules*, 2022, vol. 27, no. 19, article number 6439. DOI: [10.3390/molecules27196439](https://doi.org/10.3390/molecules27196439).
3. de Souza dos Santos G.E., dos Santos Lins P.V., Oliveira L.M.T.M., Oliveira da Silva E., Anastopoulos I., Erto A., Giannakoudakis D.A., Almeida A.R.F., Duarte J.L., Meili L. Layered double hydroxides/biochar composites as adsorbents for water remediation applications: recent trends and perspectives. *Journal of Cleaner Production*, 2020, vol. 284, article number 124755. DOI: [10.1016/j.jclepro.2020.124755](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124755).
4. Johnston A.-L., Lester E., Williams O., Gomes R. Understanding Layered Double Hydroxide properties as sorbent materials for removing organic pollutants from environmental waters. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2021, vol. 9, no. 4, article number 105197. DOI: [10.1016/j.jece.2021.105197](https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105197).
5. Matusik J., Rybka K. Removal of chromates and sulphates by Mg/Fe LDH and heterostructured LDH/halloysite materials: Efficiency, selectivity, and stability of adsorbents in single- and multi-element systems. *Materials*, 2019, vol. 12, no. 9, article number 1373. DOI: [10.3390/ma12091373](https://doi.org/10.3390/ma12091373).
6. Shafiq M., Alazba A.A., Amin M.T. Preparation of ZnMgAl-Layered Double Hydroxide and Rice Husk Biochar Composites for Cu(II) and Pb(II) Ions Removal from Synthetic Wastewater. *Water (Switzerland)*, 2023, vol. 15, no. 12, article number 2207. DOI: [10.3390/w15122207](https://doi.org/10.3390/w15122207).
7. Roy S.C., Rahman M.A., Celik A. et al. Efficient removal of chromium(VI) ions by hexagonal nanosheets of CoAl–MoS<sub>4</sub> layered double hydroxide. *Journal of Coordination Chemistry*, 2022, vol. 75, no. 11-14, pp. 1581–1595. DOI: [10.1080/00958972.2022.2101103](https://doi.org/10.1080/00958972.2022.2101103).
8. Ma Lijiao, Islam S.M., Liu Hongyun, Zhao Jing, Sun Genban, Li Huifeng, Ma Shulan, Kanatzidis M.G. Selective and Efficient Removal of Toxic Oxoanions of As(III), As(V), and Cr(VI) by Layered Double Hydroxide Intercalated with MoS<sub>4</sub><sup>2-</sup>. *Chemistry of Materials*, 2017, vol. 29, no. 7, pp. 3274–3284. DOI: [10.1021/acs.chemmater.7b00618](https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.7b00618).
9. Sankaranarayanan S., Gupta M. Emergence of God's favorite metallic element: Magnesium based materials for engineering and biomedical applications. *Materials Today: Proceedings*, 2021, vol. 39, pp. 311–316. DOI: [10.1016/j.matpr.2020.07.220](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.220).

10. Williams G.R., O'Hare D. Towards Understanding, Control and Application of Layered Double Hydroxide Chemistry. *Cheminform*, 2006, vol. 37, no. 45. DOI: [10.1002/chin.200645266](https://doi.org/10.1002/chin.200645266).
11. Evans D.G., Slade R.C.T. Structural Aspects of Layered Double Hydroxides. *Layered Double Hydroxides*. Berlin, Springer Berlin Heidelberg Publ., 2006, pp. 1–87. DOI: [10.1007/430\\_005](https://doi.org/10.1007/430_005).
12. Srilakshmi Ch., Thirunavukkarasu Th. Enhanced adsorption of Congo red on microwave synthesized layered Zn–Al double hydroxides and its adsorption behaviour using mixture of dyes from aqueous solution. *Inorganic Chemistry Communications*, 2019, vol. 100, pp. 107–117. DOI: [10.1016/j.inoche.2018.12.027](https://doi.org/10.1016/j.inoche.2018.12.027).
13. Go Goh Kok-Hui, Lim Teik Thye, Dong Zhili. Application of layered double hydroxides for removal of oxyanions: A review. *Water Research*, 2008, vol. 42, no. 6-7, pp. 1343–1368. DOI: [10.1016/j.watres.2007.10.043](https://doi.org/10.1016/j.watres.2007.10.043).
14. Huang Weiya, Yu Xiang, Li Dan. Adsorption removal of Congo red over flower-like porous microspheres derived from Ni/Al layered double hydroxide. *RSC Advances*, 2015, vol. 5, no. 103, pp. 84937–84946. DOI: [10.1039/C5RA13922H](https://doi.org/10.1039/C5RA13922H).
15. Ibrahimova K.A. The Synthesis Methods and Applications of Layered Double Hydroxides – a Brief Review. *NNC RK Bulletin*, 2022, no. 4, pp. 16–29. DOI: [10.52676/1729-7885-2022-4-17-29](https://doi.org/10.52676/1729-7885-2022-4-17-29).
16. Olanrewaju J., Newalkar B.L., Mancino C., Komarneni S. Simplified synthesis of nitrate form of layered double hydroxide. *Materials Letters*, 2000, vol. 45, no. 6, pp. 307–310. DOI: [10.1016/S0167-577X\(00\)00123-3](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(00)00123-3).
17. Li Yanlin, Wang Jun, Li Zhanshuang, Liu Qi, Liu Jingyuan, Liu Lianhe, Zhang Xiaofei, Yu Jing. Ultrasound assisted synthesis of Ca–Al hydrotalcite for U (VI) and Cr (VI) adsorption. *Chemical Engineering Journal*, 2013, vol. 218, pp. 295–302. DOI: [10.1016/j.cej.2012.12.051](https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.12.051).
18. Salak A.N., Vieira D.E.L., Lukienko I.M. et al. High-Power Ultrasonic Synthesis and Magnetic-Field-Assisted Arrangement of Nanosized Crystallites of Cobalt-Containing Layered Double Hydroxides. *Chem-Engineering*, 2019, vol. 3, no. 3, article number 62. DOI: [10.3390/chemengineering3030062](https://doi.org/10.3390/chemengineering3030062).
19. Sokol D., Vieira D.E.L., Zarkov A., Ferreira M.G.S., Beganskiene A., Rubanik V.V., Shilin A.D., Kareiva A., Salak A.N. Sonication accelerated formation of Mg–Al-phosphate layered double hydroxide via sol-gel prepared mixed metal oxides. *Scientific Reports*, 2019, vol. 9, no. 1, article number 10419. DOI: [10.1038/s41598-019-46910-5](https://doi.org/10.1038/s41598-019-46910-5).
20. Abdel Aziz S.A.A., Gadelhak Y., Mohamed M.B.E.D., Mahmoud R. Antimicrobial properties of promising Zn–Fe based layered double hydroxides for the disinfection of real dairy wastewater effluents. *Scientific Reports*, 2023, vol. 13, no. 1, article number 7601. DOI: [10.1038/s41598-023-34488-y](https://doi.org/10.1038/s41598-023-34488-y).
21. Abdel-Hady E.E., Mohamed H.F.M., Hafez S.H.M., Fahmy A.M.M., Magdy A., Mohamed A.S., Ali E.O., Abdelhamed H.R., Mahmoud O.M. Textural properties and adsorption behavior of Zn–Mg–Al layered double hydroxide upon crystal violet dye removal as a low cost, effective, and recyclable adsorbent. *Scientific Reports*, 2023, vol. 13, no. 1, article number 6435. DOI: [10.1038/s41598-023-33142-x](https://doi.org/10.1038/s41598-023-33142-x).
22. Ghanbari N., Ghafuri H. Preparation of novel Zn–Al layered double hydroxide composite as adsorbent for removal of organophosphorus insecticides from water. *Scientific Reports*, 2023, vol. 13, no. 1, article number 10215. DOI: [10.1038/s41598-023-37070-8](https://doi.org/10.1038/s41598-023-37070-8).

## Sorption properties of layered double hydroxides produced by ultrasonic exposure

© 2023

**Roman A. Golubev**<sup>\*1,2</sup>, junior researcher, postgraduate student  
**Vasily V. Rubanik**<sup>1,4</sup>, Doctor of Sciences (Engineering),  
 corresponding member of the National Academy of Sciences of Belarus,  
 Associate Professor, Head of Laboratory of Metal Physics  
**Vasily V. Rubanik Jr.**<sup>1,5</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor, Director  
**Ilya S. Kritchenkov**<sup>1,3,6</sup>, PhD (Chemistry), senior researcher  
**Andrey S. Kritchenkov**<sup>1,2,7</sup>, Doctor of Sciences (Chemistry), leading researcher

<sup>1</sup>*Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus, Vitebsk (Republic of Belarus)*<sup>2</sup>*RUDN University (Peoples' Friendship University of Russia), Moscow (Russia)*<sup>3</sup>*St. Petersburg State University, St. Petersburg (Russia)*\*E-mail: [ita@vitebsk.by](mailto:ita@vitebsk.by),  
[asfdss.asdasf@yandex.ru](mailto:asfdss.asdasf@yandex.ru)<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0350-1180><sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9268-0167><sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0108-0690><sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6411-5988>

Received 03.07.2023

Accepted 12.11.2023

**Abstract:** Layered double hydroxides (LDH) can be classified as promising materials due to the ease of synthesis, as well as their wide scope of application. However, the process of LDH synthesis, depending on the LDH chemical composition, can take from tens of hours to several days. It was previously identified that ultrasound exposure during the LDH production significantly reduces the synthesis time, and LDHs produced in this way are interesting in relation to the study

of their physicochemical properties and sorption capacity. In this work, the authors produced Mg/Fe LDHs in nitrate form by the traditional method and by the combined action of ultrasound and increased hydrostatic pressure. The resulting samples are characterized by a complex of physicochemical methods of analysis, including scanning electron microscopy (SEM), infrared spectroscopy (IR), X-ray phase analysis (XRD), and thermal gravimetric analysis (TGA) with differential scanning calorimetry (DSC). Experiments were carried out to study the sorption capacity of the obtained Fe/Mg LDH samples in relation to chromate ions under normal conditions and under the influence of ultrasound, including in combination with increased hydrostatic pressure. A photoelectric photometer was used to obtain and analyze data with quantitative values of the sorption process. Data of comprehensive analysis of the finished product indicate that the synthesized material is a Mg/Fe layered double hydroxide. X-ray phase analysis identified that the LDH synthesis using ultrasound and pressure increases the crystallinity degree of the finished product. It has been found that the sorption properties of LDHs produced by the conventional method and LDHs produced under the influence of ultrasound and pressure are different. In Mg/Fe LDHs synthesized by the conventional method, chromate sorption proceeds better than in samples synthesized using ultrasonic treatment in combination with increased hydrostatic pressure. The study shows that the sorption process of the examined LDH samples is described by different mathematical models.

**Keywords:** layered double hydroxides; Mg/Fe; ultrasonic synthesis; sorption properties; chromate ions.

**Acknowledgments:** The work was supported by the Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research (project No. H21RM-081).

The authors express gratitude to the Individual Project for Fundamental and Applied Research “Ultrasonic Synthesis of Medical-Purpose Layered Double Hydroxides”.

The authors express their gratitude to Scientific Park of St. Petersburg State University (Interdisciplinary Resource Center “Nanotechnology” and Resource Center for Chemical Analysis and Materials Research) for their assistance in studying the microstructure (SEM) and IR-spectra of synthesized LDH samples. In commemoration of the 300th anniversary of St. Petersburg State University’s founding.

The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Golubev R.A., Rubanik V.V., Rubanik V.V. Jr., Kritchenkov I.S., Kritchenkov A.S. Sorption properties of layered double hydroxides produced by ultrasonic exposure. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 4, pp. 19–30. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-4-66-2.