

ПОЛУЧЕНИЕ МОЛИБДАТ СОДЕРЖАЩЕГО NI-TI СЛОИСТОГО ДВОЙНОГО ГИДРОКСИДА ОДНОСТАДИЙНЫМ ОБРАТНЫМ СИНТЕЗОМ И ИЗУЧЕНИЕ ЕГО ХАРАКТЕРИСТИК

В. А. СОЛОВОВ^{1*}, Н. В. НИКОЛЕНКО¹, В. Л. КОВАЛЕНКО^{1,3}, В. А. КОТОК^{2,3},
А. А. БУРКОВ.⁴

¹ Кафедра аналитической химии и химической технологии пищевых добавок и косметических средств, ГВУЗ УГХТУ, г. Днепр, УКРАИНА

² Кафедра процессов и аппаратов и общей химической технологии, ГВУЗ УГХТУ, г. Днепр, УКРАИНА

³ Кафедра технологии неорганических веществ и электрохимических производств, ФГБОУ ВО ВятГУ, г. Киров, РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

⁴ Кафедра химии и технологии переработки полимеров, ФГБОУ ВО ВятГУ, г. Киров, РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ
*email: sva-92@mail.ru

АННОТАЦИЯ Образец молибдат-содержащий Ni-Ti слоистый двойной гидроксид был получен одностадийным обратным синтезом: постепенным введением раствора солей никеля и титана в раствор щелочи с добавкой гептамолибдата аммония при постоянно перемешивании и комнатной температуре. Структура образца как слоистого двойного гидроксида подтверждена результатами ИК-спектроскопии, РФА и дериватографии. По данным ИК-спектроскопии было показано наличие в межслоевом пространстве СДГ гептамолибдат-анионов. РСМА установлено следующее соотношение металлов в синтезированном СДГ Ni:Ti:Mo=1:0,19:0,22.

Ключевые слова: молибдат-содержащий Ni-Ti слоистый двойной гидроксид; гептамолибдат; одностадийный обратный синтез

SYNTHESIS OF MOLYBDATE-INTERCALATED Ni-Ti LAYERED DOUBLE HYDROXIDE BY COPRECIPITATION AT HIGH SUPERSATURATION AND CHARACTERIZATION

V. A. SOLOVOV^{1*}, N. V. NIKOLENKO¹, V. L. KOVALENKO^{1,3}, V. A. KOTOK^{2,3}, A. A. BURKOV⁴

¹ The Department of Analytical Chemistry and Food Additives and Cosmetics, SHEI USUCT, Dnipro city, UKRAINE

² The Department of Processes, Apparatus and General Chemical Technology SHEI USUCT Dnipro city, UKRAINE

³ The Department of Technologies of Inorganic Substances and Electrochemical Manufacturing, FSBEI HE Vyatka State University, Kirov city, RUSSIAN FEDERATION

⁴ The Department of chemistry and processing technology of polymers, FSBEI HE Vyatka State University, Kirov city, RUSSIAN FEDERATION

ABSTRACT The molybdate intercalated layered double hydroxides can be potentially applied as catalysts for organic synthesis and oxidation. According to literature they are most commonly prepared using multi-stage methods such as anion-exchange and rehydration of calcinated LDH precursor. Aim of the work was to study a possibility of one-stage synthesis of molybdate-intercalated Ni-Ti LDH. To achieve the set-out aim, a sample of molybdate-intercalated Ni-Ti LDH has been prepared using one-step coprecipitation at high supersaturation at room temperature synthesis method: drop-wise introduction of nickel and titanium salts solution into solution of sodium hydroxide and ammonium heptamolybdate. The prepared sample was characterized by SEM, XRD, FTIR, TG-DTA and EDX. Hydrotalcite-like structure has been confirmed by results of XRD, FTIR and TG. The results of SEM have showed that sample morphology is constituted by spherical agglomerates. According to XRD results the prepared sample has rather low crystallinity. The results of TG-DTA showed that thermal decomposition of the sample occurs into two stages: 1) 90-180°C accompanied by an endothermic event and associated with loss of adsorbed and interlayer water; 2) 280-340°C accompanied by an endothermic event and associated with dehydroxilation brucite-like layered, transformation of LDH into LDO and, possibly, transformations in Ni-Ti-Mo-O system. Results of FTIR have confirmed successive intercalation of molybdate anion into interlayer space of Ni-Ti LDH. The results of FTIR also indicate presence of polymolybdate forms. The results of EDX analysis showed molar ratio of Ni:Ti:Mo=1:0,19:0,22. The acquired results show the possibility of one-stage synthesis of molybdate intercalated Ni-Ti LDH.

Keywords: molybdate-intercalated Ni-Ti LDH; heptamolybdate; one-stage synthesis.

Введение

Слоистые двойные гидроксиды (СДГ) (англ. Layered double hydroxides –LDH) или гидротальцитоподобные соединения — это класс

синтетических и природных соединений с общей формулой $[M_{1-x}^{2+}M_x^{3+}(\text{OH})_2]^{x+}[A_{x/m}]^m \cdot n\text{H}_2\text{O}$, где: M^{2+} — двухвалентный катион ($\text{Ni}^{2+}, \text{Mg}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Fe}^{2+}$ и тд.); M^{3+} — трехвалентный катион ($\text{Al}^{3+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Cr}^{3+}$ и тд.); A — анион ($\text{CO}_3^{2-}, \text{Cl}^-, \text{OH}^-$ и тд.). Они имеют

слоистую структуру, подобную бруситу ($\text{Mg}(\text{OH})_2$), в которых часть двухвалентных катионов замещена трехвалентными, при этом сохраняется кристаллическая решетка «хозяина» - $\text{Me}(\text{OH})_2$. Такое замещение создает избыточный заряд, который компенсируется анионами, располагающимися между слоями Me-O-H вместе с водой [1]. В литературе также описываются СДГ, в которых часть двухвалентных катионов замещена на четырехвалентные: Ti^{4+} [2,3], Zr^{4+} [4], V^{4+} [5]. Благодаря изменчивости состава СДГ широко применяются в качестве катализаторов, носителей [6,7], прекурсоров оксидных катализаторов и сорбентов [8-10], и др.

Соединения, как никеля, так и титана, проявляют каталитическую активность в реакциях синтеза органических соединений. В качестве веществ, содержащих указанные металлы, как катализаторы используются и Ni-Ti СДГ, и смешанные Ni-Ti оксиды (как продукты прокаливания СДГ) [9].

Соединения молибдена так же обладают значительной каталитической активностью. Поэтому введение молибдата в межслоевое пространство СДГ является актуальной задачей. Молибдат содержащие СДГ применяются в качестве катализаторов для органического синтеза [11,12]. Для приготовления таких СДГ используются два метода: анионообмен и регидратация кальцинированного СДГ в растворе молибдата как соли [7,11]. Оба метода являются многостадийными и включают стадию синтеза СДГ-прекурсора (без молибдата) и стадии обработки прекурсора с получением молибдат-содержащего СДГ.

Метод анионообмена включает синтез СДГ-прекурсора с легко замещаемыми анионами, такими как нитрат или хлорид, с последующей выдержкой прекурсора в растворе соли молибдата в течении 48-72 часов для прохождения реакции ионного обмена – замещения нитрат-иона (или хлорид-иона) на молибдат.

Метод регидратации является трехстадийным и основывается на «эффекте памяти» — способности кальцинированных СДГ восстанавливать гидроксидную структуру при длительном выдерживании в солевых растворах. При этом методе синтезированный на первой стадии СДГ-прекурсор прокаливается при определенной температуре для перехода СДГ в слоистый двойной оксид (СДО) и разрушения или удаления аниона (вторая стадия). Полученный кальцинированием СДО выдерживается в растворе соли молибдата для восстановления гидроксидной структуры с формированием молибдат-содержащего СДГ.

Однако следует указать, что как промышленный метод получения одностадийный синтез значительно предпочтительнее многостадийного как по времени получения, так и по необходимым материалам, энергоносителям и

оборудованию. Поэтому разработка одностадийного синтеза молибдат-содержащего Ni-Ti СДГ является актуальным.

Одностадийный метод синтеза применялся для синтеза молибдат содержащего Mg-Al СДГ [12]. Анализ публикаций не выявил применение одностадийного синтеза для получения молибдат содержащего Ni-Ti СДГ.

Цель работы

Исследование возможности одностадийного синтеза молибдат содержащего Ni-Ti слоистого двойного гидроксида.

Для достижения этой цели необходимо было получить одностадийным синтезом образец молибдат содержащего Ni-Ti СДГ и изучить его характеристики.

Изложение основного материала

Методика исследований.

Метод синтеза.

Все использованные реагенты имели классификацию «ч.». Для синтеза молибдат содержащего Ni-Ti СДГ был использован метод обратного синтеза при комнатной температуре.

В раствор, содержащий 0,08 моль NaOH и 0,011 моль $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, при перемешивании по каплям добавлялся раствор, содержащий 0,037 моль $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и 1,62 мл смеси $\text{TiCl}_4\text{-HCl}$ (объемное соотношение 1:1, Ti^{4+} 0,0074 моль). В исходном растворе было следующее молярное соотношение $\text{Ti}^{4+}/(\text{Ti}^{4+}+\text{Ni}^{2+})=0,17$. Так как гептамолибдат в щелочной среде деполимеризуется до MoO_4^{2-} [13], количество гептамолибдата аммония было рассчитано исходя из начального молярного соотношения $\text{Mo}^{6+}/\text{Ti}^{4+}=1,1$.

После окончания добавления Ni-Ti содержащего раствора реакционная смесь непрерывно перемешивалась в течении 1 часа. Полученный осадок СДГ был отфильтрован, высушен при температуре 70 °С в течении 24 часов, просеян через никелевую сетку 71 мкм, отмыт от растворимых солей, снова отфильтрован и высушен при тех же условиях.

Методы изучения образца.

Полученный образец был охарактеризован методами РФА, СЭМ, ТГ/ДТА, РСМА и ИК-спектроскопии.

Рентгенофазовый анализ был проведен на диффрактометре ДРОН-3 (СССР) с использованием $\text{CuK}\alpha$ излучения. Морфология образца была изучена на сканирующем электронном микроскопе JEOLJSM-6510 (Япония). Термическое поведение было изучено в атмосфере воздуха при помощи Shimadzu DTG-60/DTG-60A (Япония) со скоростью нагрева 5°С/мин. Рентгеноспектральный микроанализ был проведен при помощи Shimadzu EDX 900-HS (Япония). ИК-

спектр был снят на ИК-спектрометре Bruker Tensor 27 FT-IR (Япония).

Обсуждение результатов

Результаты СЭМ (рис. 1) показали, что частицы синтезированного образца состоят из агломератов сферической формы субмикронного размера.

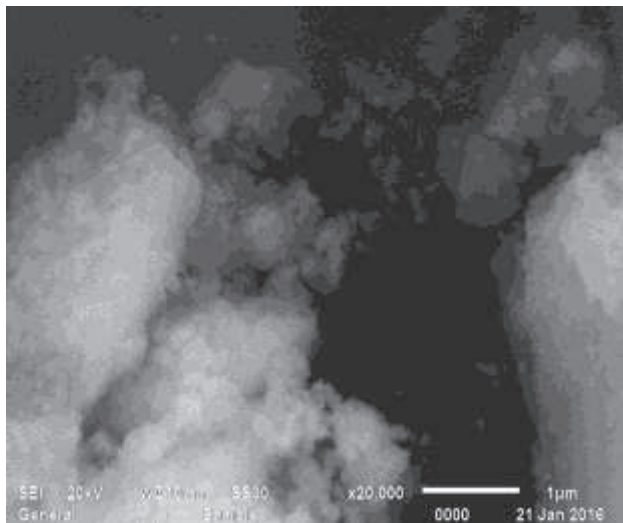


Рис. 1 – СЭМ синтезированного образца

На рис. 3 представлена ТГ/ДТА диаграмма синтезированного образца. В общем виде следует указать, что ТГ кривая характеризует синтезированный образец как α -структуру гидроксида никеля, которая характерна для Ni-Ti СДГ. На диаграмме можно выделить два скачка потери массы: 1) 90-180°C; 2) 280-340°C.

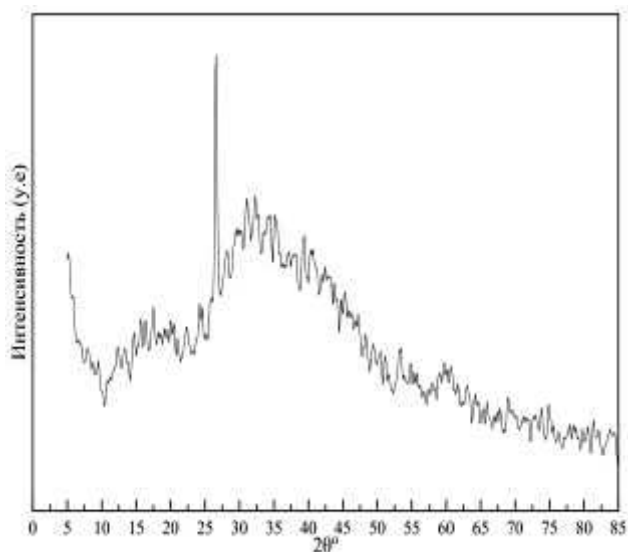


Рис.2 – Рентгенограмма полученного образца

Согласно литературным данным [1,2] первый скачек потери массы соответствует потере

межслоевой кристаллизационной воды с характерным эндотермическим пиком на ДТА кривой (133°C). Второй скачек потери массы - распад кристаллической решетки гидроксида и переход СДГ в СДО, с эндотермическим пиком при $t=312^\circ\text{C}$. Следует отметить, что для α -модификации, в т.ч. для Ni-TiСДГ с карбонат ионами, интенсивность второго эндотермического пика (распад решетки гидроксида) больше или примерно равна интенсивности первого эндотермического пика(потеря кристаллизационной воды) [2, 14].

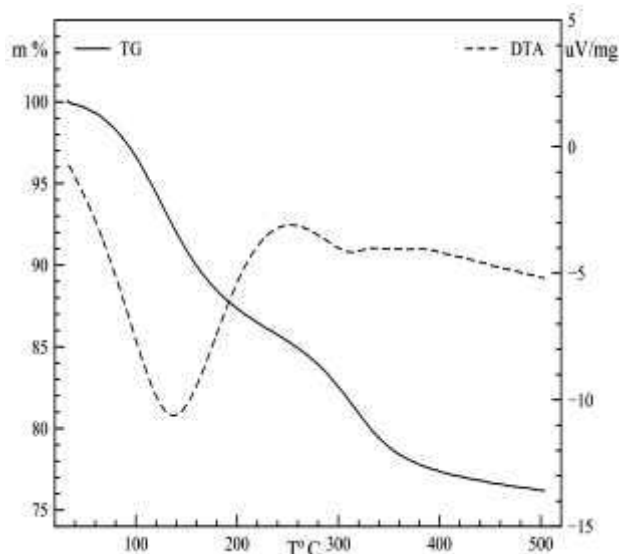


Рис. 3 – ТГ/ДТА диаграмма полученного образца

Для синтезированного образца наблюдается противоположная картина – интенсивность второго эндотермического пика значительно ниже. При этом можно говорить о том, что в интервале температур 260-500°C фактически наблюдается площадка эндотермического эффекта со слабо выраженным пиком при 312 °C. Это явление может быть связано с фазовыми переходами молибдат-иона в межслоевом пространстве, в частности полимеризации или деполимеризации молибдат-аниона.

По данным ИК-спектроскопии (рис. 4) образец имеет широкий пик при 3317 cm^{-1} , который соответствует вибрациям OH^- групп, и является характерным СДГ структуры[1]. Пик при 1630 cm^{-1} соответствует вибрациям межслоевой воды. Пики при 1462 и 1380 cm^{-1} соответствует вибрациям CO_3^{2-} . Карбонат ионы является распространенным «загрязнением» в химии СДГ, так как карбонаты в небольших количествах всегда находятся в щелочи и они из-за сильного сродства к гидротальцитным слоям способны включаться в межслоевое пространство даже при низком содержании в реакционном растворе [1]. Согласно литературным данным [16] для MoO_4^{2-} характерен пик при 827 cm^{-1} , однако на ИК-спектре синтезированного образца данный пик не обнаруживается. Из чего можно сделать вывод что, он либо скрыт, либо MoO_4^{2-}

отсутствует в межслоевом пространстве. Пики при 841 и 902 см^{-1} указывают на наличие $\text{Mo}_6\text{O}_{24}^{6-}$ и $\text{HMo}_6\text{O}_{24}^{5-}$. Следовательно, можно отметить, что ИК-спектр подтверждает, что синтезированный образец является полимолибдатным Ni-Ti СДГ.

На наличие полимолибдат анионов также указывают результаты РСМА, согласно которым молярное соотношение Ni/Ti в осадке равно 5,32, а Mo/Ti=1,18.

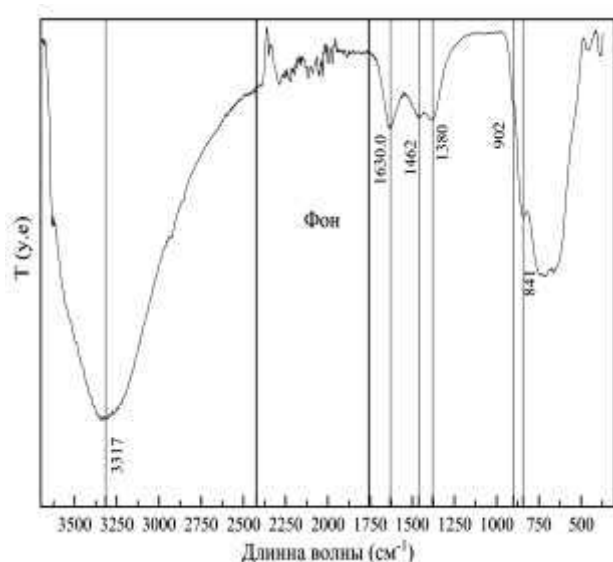


Рис. 4 – ИК-спектрограмма полученного образца

Выводы

1. Проведен одностадийный синтез образца молибдат-содержащего Ni-Ti СДГ.

2. Свойства образца были изучены методами СЭМ, РФА, ТГ/ДТА и ИК-спектроскопии.

3. СДГ структурасинтезированного образца доказана результатами РФА, ТГ/ДТА и ИК-спектроскопии.

4. ИК-спектроскопией и РСМА показано, что молибдат-анион входит в межслоевое пространство слоистого двойного гидроксида в виде гексамолибдат-иона.

5. На ДТА кривой была обнаружена аномалия, связанная с формированием площадки эндотермического эффекта, которая вероятно обусловлена деполимеризацией полимолибдат-иона и фазовыми превращениями в системе Ni-Ti-Mo-O.

Список литературы

1. Cavani, F. Hydrotalcite-type anionic clays: preparation, properties and applications. / F. Cavani, F. Trifirò, A. Vaccari // *Catalysis today*. – 1991. – Vol. 11, No. 2. – P. 173–301. – doi: 10.1016/0920-5861(91)80068-K.
2. Shu, X. Formation of Ni-Ti-layered double hydroxides using homogeneous precipitation method / X. Shu [et al.] // *Solid State Sciences*. – 2006. – Vol. 8. – P. 634–639. – doi: 10.1016/j.solidstatesciences.2006.02.029.

3. Zhang, W. H. Preparation of Ni(II)/Ti(IV) layered double hydroxide at high supersaturation / W. H. Zhang, X. D. Guo, J. He, Z. Y. Qian // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2008. – Vol. 28, No. 8. – P. 1623–1629. – doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.11.016.
4. Saber, O. Preparation and characterization of a new nano layered material, Co-ZrLDH / O. Saber // *Journal of Materials Science*. – 2007. – Vol. 42, No. 23. – P. 9905–9912. – doi: 10.1007/s10853-007-2097-5.
5. Saber, O. Preparation of new layered double hydroxide, Co-V LDH / O. Saber, H. Tagaya // *Rev. Adv. Mater. Sci*. – 2005. – Vol. 10. – P. 59–63. – doi: 10.1007/s10847-004-4819-5.
6. Fan, G. Catalytic applications of layered double hydroxides: recent advances and perspectives / G. Fan, F. Li, D. G. Evans, X. Duan // *Chem. Soc. Rev*. – 2014. – Vol. 43, No. 20. – P. 7040–7066. – doi: 10.1039/C4CS00160E.
7. Sels, B. F. Molybdate- and tungstate-exchanged layered double hydroxides as catalysts for $^1\text{O}_2$ formation: characterization of reactive oxygen species and a critical evaluation of $^1\text{O}_2$ detection methods / B. F. Sels, D. E. De Vos, P. J. Grobet [et al.] // *The Journal of Physical Chemistry B*. – 1999. – Vol. 103, No. 50. – P. 11114–11123. – doi: 10.1021/jp992236z.
8. Cheng, J. Novel Co-Mg-Al-Ti-O catalyst derived from hydrotalcite-like compound for NO storage/decomposition / J. Cheng, X. Wang, C. Ma, Z. Hao // *Journal of Environmental Sciences*. – 2012. – Vol. 24, No. 3. – P. 488–493. – doi: 10.1016/S1001-0742(11)60796-1.
9. Gao, Z. Y. Photodegradation of Pentachlorophenol using NiO-coupled NiTiO₃ Nanocomposites from Layered Precursor as Photocatalysts / Z. Y. Gao, H. Zhang // *Advanced Materials Research*. – 2011. – Vol. 396–398. – P. 411–416. – doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.396-398.411.
10. Nikolenko, N. V. Peroxide-based route for the synthesis of zinc titanate powder / N. V. Nikolenko, A. N. Kalashnykova, V. A. Solovov [et al.] // *Arabian Journal of Chemistry*. – 2016. – doi: 10.1016/j.arabj.2016.06.018.
11. Mitchell, P. C. H. Propane dehydrogenation over molybdenum hydrotalcite catalysts / P. C. H. Mitchell, S. A. Wass // *Applied Catalysis A: General*. – 2002. – Vol. 225, No. 1. – P. 153–165. – doi: 10.1016/S0926-860X(01)00862-6.
12. Klemkaitė-Ramanauskė, K. Preparation of Mg/Al layered double hydroxide (LDH) with structurally embedded molybdate ions and application as a catalyst for the synthesis of 2-adamantylidene(phenyl)amine Schiff base / K. Klemkaitė-Ramanauskė, A. Žilinskas, R. Taraškevičius [et al.] // *Polyhedron*. – 2014. – Vol. 68. – P. 340–345. – doi: 10.1016/j.poly.2013.11.009.
13. Taube, F. Characterization of aqueous peroxomolybdates with catalytic applicability: Thesis / F. Taube. – Umeå : Dept. of Chemistry, Umeå University – 2002. – 65 p.
14. Solovov Vitalii Comparison of characteristics of Ni(II)-Ti(IV) layered double hydroxides synthesized by different coprecipitation techniques / Vitalii Solovov, Nikolai Nikolenko, Vadym Kovalenko, Valerii Kotok // *IFSES 2016 Memory. – International Forum for Science and Engineering Students, Guadalajara, Mexico* – April, 2016. – doi: 10.13140/RG.2.226569.95842.
15. Gao, Z. et al. Adsorption of Pentachlorophenol from Aqueous Solution on Dodecylbenzenesulfonate Modified Nickel Titanium Layered Double Hydroxide

- Nanocomposites / **Z. Gao** et al. // *Ind. Eng. Chem. Res.* – 2011. – Vol. 50. – P. 5334–5345. – doi: 10.1021/ie101766e
16. **Davantès, A.** In situ real time infrared spectroscopy of sorption of (poly)molybdate ions into layered double hydroxides / **A. Davantès, G. Lefèvre** // *The Journal of Physical Chemistry A.* – 2013. – Vol. 117, No. 48. – P. 12922–12929. – doi: 10.1021/jp408885k.
- Bibliography (transliterated)**
1. **Cavani F., Trifirò F., Vaccari A.** Hydrotalcite-type anionic clays: preparation, properties and applications. *Catalysis today*, 1991, **2**(11), 173–301, doi: 10.1016/0920-5861(91)80068-K.
 2. **Shu X. et al.** Formation of Ni-Ti-layered double hydroxides using homogeneous precipitation method. *Solid State Sciences*, 2006, **8**, 634–639, doi: 10.1016/j.solidstatesciences.2006.02.029.
 3. **Zhang, W. H., Guo, X. D., He, J., Qian, Z. Y.** Preparation of Ni(II)/Ti(IV) layered double hydroxide at high supersaturation. *Journal of the European Ceramic Society* 2008, **8**(28), 1623–1629, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.11.016.
 4. **Saber, O.** Preparation and characterization of a new nano layered material, Co–Zr LDH. *Journal of Materials Science*, 2007, **23** (42), 9905–9912, doi: 10.1007/s10853-007-2097-5
 5. **Saber, O., Tagaya, H.** Preparation of new layered double hydroxide, Co-V LDH. *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 2005, **10**, 59–63, doi: 10.1007/s10847-004-4819-5.
 6. **Fan, G., Li, F., Evans, D. G., Duan, X.** Catalytic applications of layered double hydroxides: recent advances and perspectives. *Chem. Soc. Rev.*, 2014, **20**(43), 7040–7066, doi: 10.1039/C4CS00160E.
 7. **Sels, B. F., De Vos, D. E., Grobet, P. J.** et al. Molybdate- and tungstate-exchanged layered double hydroxides as catalysts for $^{18}\text{O}_2$ formation: characterization of reactive oxygen species and a critical evaluation of $^{18}\text{O}_2$ detection methods. *The Journal of Physical Chemistry B.*, 1999, **50**(103), 11114–11123, doi: 10.1021/jp992236z.
 8. **Che ng, J., Wang, X., Ma, C., Hao, Z.** Novel Co-Mg-Al-Ti-O catalyst derived from hydrotalcite-like compound for NO storage/decomposition. *Journal of Environmental Sciences*, 2012, **3**(24), 488–493, doi: 10.1016/S1001-0742(11)60796-1
 9. **Gao, Z. Y., Zhang, H.** Photodegradation of Pentachlorophenol using NiO-coupled NiTiO₃ Nanocomposites from Layered Precursor as Photocatalysts. *Advanced Materials Research*, 2011, **396–398**, 411–416, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.396-398.411.
 10. **Nikolenko, N. V., Kalashnykova, A. N., Solovov, V. A.** et al. Peroxide-based route for the synthesis of zinc titanate powder. *Arabian Journal of Chemistry*, 2016, doi: 10.1016/j.arabjc.2016.06.018.
 11. **Mitchell, P. C. H., Wass, S. A.** Propane dehydrogenation over molybdenum hydrotalcite catalysts. *Applied Catalysis A: General*, 2002, **1**(225), 153–165, doi: 10.1016/S0926-860X(01)00862-6.
 12. **Klemkaitė-Ramanauskė, K., Žilinskas, A., Taraškevičius, R.** et al. Preparation of Mg/Al layered double hydroxide (LDH) with structurally embedded molybdate ions and application as a catalyst for the synthesis of 2-adamantylidene(phenyl)amine Schiff base. *Polyhedron*, 2014, **68**, 340–345, doi: 10.1016/j.poly.2013.11.009.
 13. **Taube, F.** Characterization of aqueous peroxomolybdates with catalytic applicability. Thesis. *Dept. of Chemistry, Umeå University*, 2002, 65 p.
 14. **Vitalii Solovov, Nikolai Nikolenko, Vadym Kovalenko, Valerii Kotok** Comparison of characteristics of Ni(II)-Ti(IV) layered double hydroxides synthesized by different coprecipitation techniques. *IFSES 2016 Memory. International Forum for Science and Engineering Students, Guadalajara, Mexico*, April, 2016, doi: 10.13140/RG.2.226569.95842.
 15. **Gao, Z.** et al. Adsorption of Pentachlorophenol from Aqueous Solution on Dodecylbenzenesulfonate Modified Nickel Titanium Layered Double Hydroxide Nanocomposites. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 2011, **50**, 5334–5345. doi: 10.1021/ie101766e.
 16. **Davantès, A., Lefèvre, G.** In situ real time infrared spectroscopy of sorption of (poly)molybdate ions into layered double hydroxides. *The Journal of Physical Chemistry A.*, 2013, **48**(117), 12922–12929, doi: 10.1021/jp408885k.

Сведения об авторах (About authors)

Соловов Виталий Андреевич – магистр, аспирант, Государственное высшее учебное заведение «Украинский Государственный Химико-Технологический Университет», аспирант кафедры аналитической химии и химической технологии пищевых добавок и косметических средств, г. Днепр, Украина; e-mail: sva-92@mail.ru.

Vitalii Solovov – master, Ph. D. student, State higher education institution, “Ukrainian State University of Chemical Technology”, Ph.D. student of Department of Analytical Chemistry and Food Additives and Cosmetics, Dnipro city, Ukraine; e-mail: sva-92@mail.ru.

Николенко Николай Васильевич – доктор химических наук, профессор, Государственное высшее учебное заведение «Украинский Государственный Химико-Технологический Университет», заведующий кафедры аналитической химии и химической технологии пищевых добавок и косметических средств, г. Днепр, Украина; e-mail: n_nikolenko@ukr.net

Nikolai Nikolenko – Professor of Chemical Sciences (Ph. D.), professor, State higher education institution, “Ukrainian State University of Chemical Technology”, head of Department of Analytical Chemistry and Food Additives and Cosmetics, Dnipro city, Ukraine; e-mail: n_nikolenko@ukr.net

Коваленко Вадим Леонидович – кандидат технических наук, доцент, Государственное высшее учебное заведение «Украинский Государственный Химико-Технологический Университет», доцент кафедры аналитической химии и химической технологии пищевых добавок и косметических средств, г. Днепр, Украина.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Вятский Государственный Университет», кафедры технологии неорганических веществ и электрохимических производств г. Вятка, Российская федерация; e-mail: vadimchem@gmail.com

Vadym Kovalenko – Candidate of Engineering Sciences (Ph. D.), Associate Professor, State higher education institution, “Ukrainian State University of Chemical Technology”, Associate Professor of Department of Analytical Chemistry and Food Additives and Cosmetics, Dnipro city, Ukraine;

Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education «Vyatka State University», associate professor of Department of Technologies of Inorganic Substances and Electrochemical Manufacturing. Kirov city, Russian Federation; e-mail: vadimchem@gmail.com

Коток Валерий Анатольевич – кандидат технических наук, доцент, Государственное высшее учебное заведение «Украинский Государственный Химико-Технологический Университет», доцент кафедры процессов и аппаратов и общей химической технологии, г. Днепр. Украина.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Вятский Государственный Университет», кафедры технологии неорганических веществ и электрохимических производств, г. Вятка, Российская федерация; e-mail: valeriykotok@gmail.com

Valerii Kotok (V.A. Kotok) – Candidate of Engineering Sciences (Ph. D.), Associate Professor, State higher education institution, “Ukrainian State University of Chemical Technology”, associate professor of department of Processes, Apparatus and General Chemical Technology, Dnipro city, Ukraine;

Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education «Vyatka State University», associate professor of Department of Technologies of Inorganic Substances and Electrochemical Manufacturing, Kirov city, Russian Federation; e-mail: valeriykotok@gmail.com

Бурков Андрей Алексеевич – кандидат химических наук, доцент, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Вятский Государственный Университет», кафедра химии и технологии переработки полимеров, г. Вятка, Российская федерация; e-mail: andrey_burkov@mail.ru

Andrei Burkov – Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education «Vyatka State University», associate professor of Department of Chemistry and Processing Technology of Polymers, Kirov city, Russian Federation; e-mail: andrey_burkov@mail.ru

Пожалуйста ссылаетесь на эту статью следующим образом:

Соловов, В. А. Получение молибдат содержащего Ni-Ti слоистого двойного гидроксида одностадийным обратным синтезом и изучение его характеристик / **В. А. Соловов, Н. В. Николенко, В. Л. Коваленко, В. А. Коток, А. А. Бурков** // *Вестник НТУ «ХПИ», Серия: Новые решения в современных технологиях.* – Харьков: НТУ «ХПИ». – 2016. – № 42 (1214). – С. 211-216. – doi:10.20998/2413-4295.2016.42.34.

Please cite this article as:

Solovov, V., Nikolenko, N., Kovalenko, V., Kotok, V., Burkov, A. Synthesis of molybdate-intercalated Ni-Ti layered double hydroxide by coprecipitation at high supersaturation and characterization. *Bulletin of NTU "KhPI". Series: New solutions in modern technologies.* – Kharkiv: NTU "KhPI", 2016, **42** (1214), 211–216, doi:10.20998/2413-4295.2016.42.34.

Будь ласка посилайтесь на цю статтю наступним чином:

Соловов, В. А. Отримання молибдат-вмісного Ni-Ti подвійно-шарового гідроксиду одно стадійним зворотнім синтезом і вивчення його характеристик / **В. А. Соловов, М. В. Ніколенко, В. Л. Коваленко, В. А. Коток, А. О. Бурков** // *Вісник НТУ «ХПІ», Серія: Нові рішення в сучасних технологіях.* – Харків: НТУ «ХПІ». – 2016. – № 42 (1214). – С. 211-216. – doi:10.20998/2413-4295.2016.42.34.

АНОТАЦІЯ Зразок молибдат-вмісного Ni-Ti подвійно-шарового гідроксиду (ПШГ) був отриманий одно стадійним зворотнім синтезом: поступовим введенням розчину солей нікелю та титану в розчин лугу з додаванням гептамолибдату амонію при постійному перемішуванні та кімнатній температурі. Структура зразка як подвійно-шарового гідроксиду підтверджена результатами ІЧ-спектроскопії, РФА і дериватографії. За результатами ІЧ-спектроскопії було показано наявність в між шаровому просторі ПШГ гексамолібдат-аніонів. РСМА встановлено наступне співвідношення металів в синтезованому ПШГ Ni:Ti:Mo=1:0,19:0,22.

Ключові слова: молибдат-вмісний Ni-Ti подвійно-шаровий гідроксид; гептамолибдат; одно стадійний зворотній синтез.

Надійшла (received) 14.12.2016