



(51) МПК
C01B 13/36 (2006.01)
C01F 5/00 (2006.01)
C01F 7/00 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2015150770, 26.11.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 26.11.2015

Дата регистрации:
 27.02.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.11.2015

(45) Опубликовано: 27.02.2017 Бюл. № 6

Адрес для переписки:

308015, обл. Белгородская, г. Белгород, ул.
 Победы, 85, НИУ "БелГУ", ОИС, Токтаревой
 Т.М.

(72) Автор(ы):

Рыльцова Ирина Геннадьевна (RU),
 Лебедева Ольга Евгеньевна (RU),
 Бабанина Анастасия Константиновна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего
 образования "Белгородский государственный
 национальный исследовательский
 университет" (НИУ "БелГУ") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: US 20130095323 A1, 18.04.2013. RU
 2426688 C2, 20.08.2011. RU 2540402 C1,
 10.02.2015. EP 2669251 A1, 04.12.2013. JP
 20052381194 A, 08.09.2005. JP 2004189671 A,
 08.07.2004.

(54) Способ получения гидроталькитоподобных соединений

(57) Реферат:

Изобретение относится к химической промышленности. Способ включает синтез MgAl-NO₃-СДГ, его термическую деструкцию со скоростью нагрева 10°С/мин и выдержкой при температуре 500°С в течение 1 часа. Охлажденный до комнатной температуры продукт термической деструкции перемешивают с водным раствором глицина. Содержание глицина превышает в 1,5 раза количество межслоевых анионов в пересчете на исходный MgAl-NO₃-СДГ. Полученную смесь

оставляют на 48 ч при комнатной температуре для расслоения. Восстановление структуры гидроталькита осуществляют путем взаимодействия с водным раствором, содержащим необходимые анионы, количество которых превышает в 1,5 раза количество межслоевых анионов в пересчете на исходный MgAl-NO₃-СДГ с последующей выдержкой в течение 48 ч при комнатной температуре. 6 ил., 3 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C01B 13/36 (2006.01)
C01F 5/00 (2006.01)
C01F 7/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2015150770, 26.11.2015**(24) Effective date for property rights:
26.11.2015Registration date:
27.02.2017

Priority:

(22) Date of filing: **26.11.2015**(45) Date of publication: **27.02.2017** Bull. № 6

Mail address:

**308015, obl. Belgorodskaya, g. Belgorod, ul. Pobedy,
85, NIU "BelGU", OIS, Toktarevoj T.M.**

(72) Inventor(s):

**Ryltsova Irina Gennadevna (RU),
Lebedeva Olga Evgenevna (RU),
Babanina Anastasiya Konstantinovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Belgorodskij gosudarstvennyj
natsionalnyj issledovatel'skij universitet" (NIU
"BelGU") (RU)**(54) **METHOD OF PRODUCING HYDROTALCITE-LIKE COMPOUNDS**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to chemical industry. Method involves synthesis of MgAl-NO₃-SDH, thermal breakdown with a heating rate of 10 °C/min and holding at temperature 500°C for 1 hour. Product of thermal decomposition cooled to room temperature is mixed with aqueous solution of glycine. Content of glycine is 1.5 times greater than number of interlayer anions in terms of initial MgAl-NO₃-SDH.

Obtained mixture is left for 48 hours at room temperature for lamination.

EFFECT: recovery of hydrotalcite structure is realised by reacting with an aqueous solution containing required number of anions, number of which is 1,5 times greater than number of interlayer anions in terms of initial MgAl-NO₃-SDH with subsequent maintenance for 48 hours at room temperature.

1 cl, 6 dwg, 3 ex

Изобретение относится к области химии, в частности к способам получения синтетических слоистых двойных гидроксидов (далее СДГ) со структурой гидроталькита.

Из литературных данных известно о многообразии способов синтеза гидроталькитоподобных материалов различного катионного и анионного состава.

5 Состав наиболее распространенных СДГ чаще всего выражают общей формулой $[M^{z+}_{1-x}M^{3+}_x(OH)_2]^{q+}(A^{n-})_{q/n} \cdot yH_2O$, где $M^{3+} - Al^{3+}, Fe^{3+}, Cr^{3+}, Sc^{3+}, Mn^{3+}, V^{3+}, Ga^{3+}$ и т.д., при $z=2$: $M^{2+} - Ca^{2+}, Mg^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Cu^{2+}$ или Zn^{2+} , и $q=x$, а при $z=1$: $M^+ - Li^+$, и $q=2x-1$. Количество гидроксид-ионов фиксировано и определяется катионным
10 составом СДГ, в то время как анионы в межслоевом пространстве могут сравнительно легко замещаться. Количество анионов, присутствующих в межслоевом пространстве, можно легко варьировать, изменяя при синтезе соотношение M^{2+}/M^{3+} . В состав СДГ могут быть включены различные анионы, начиная от простых неорганических анионов
15 (например, CO_3^{2-} , NO_3^- и т.д.) до органических анионов (карбоновых кислот, аминокислот, ПАВ, комплексных анионов и т.д.) [Cavani F., Trifiro F., Vaccari A. Hydrotalcite-type anionic clays: preparation, properties and applications // Catalysis Today. 1991. №11. P. 173-301; He J., Wei M., Li B., Kang Y., Evans D.G., Duan X. Preparation of Layered Double Hydroxides // Struct Bond. 2006. V. 119. P. 89-119].

20 Интерес исследователей к данному классу соединений обусловлен перспективами их применения в качестве адсорбентов [Alexandrica M. C. et al. Layered double hydroxides as adsorbents for anionic dye removal from aqueous solutions // Environmental Engineering and Management Journal. 2015. V.14. 2. P. 381-388], анионообменников [Miyata S. Anion-exchange properties of hydrotalcite-like compounds // Clays and Clay Minerals. 1983. V. 31. №4. P. 305-
25 311], нанореакторов [Третьяков Ю.Д. с соавт. Синтез функциональных наноконпозитов на основе твердофазных нанореакторов // Успехи химии. 2004. Т.73. №9. С. 974-998], носителей лекарственных препаратов [Ladewig K. et al. Layered double hydroxide nanoparticles in gene and drug delivery // Expert Opin. DrugDeliv. 2009. V. 6(9). P. 907-922].

Особый интерес вызывают СДГ, содержащие катионы переходных металлов в
30 структуре металлгидроксидных слоев или в межслоевом пространстве, так как на их основе могут быть получены катализаторы или прекурсоры катализаторов [Sels B.F. et al. Hydrotalcite-like anionic clays in catalytic organic reactions // Catalysis Reviews. 2001. V. 43. №4. P. 443-488]. В результате термической обработки СДГ получается смесь оксидов металлов, дисперсность которой намного выше, чем у смесей, получаемых механическим
35 методом [Ruano-Casero R.J. et al. Preparation and Properties of Nickel and Iron Oxides obtained by Calcination of Layered Double Hydroxides // Z. Anorg. Allg. Chem. 2005. V. 631. P. 2142-2150]. При взаимодействии с водой или водными растворами оксиды, полученные термической деструкцией СДГ, способны восстанавливать слоистую структуру, обладают так называемым “эффектом памяти” [P. Kowalik et al. Memory effect of the
40 CuZnAl-LDH derived catalyst precursor-In situ XRD studies // Applied Catalysis A: General. 2013. V. 464-465. P. 339-347].

Одним из перспективных является способ получения СДГ с заданным анионным составом путем обратной реструктуризации, который заключается в расслоении СДГ с образованием коллоидного раствора и его реструктуризации, т.е. восстановлении
45 структуры гидроталькита, при взаимодействии с растворами солей.

Из литературных данных известны различные вариации данного способа, принципиальное отличие которых заключается в методике расслоения СДГ. Наиболее распространенным является расслоение СДГ, химически модифицированных крупными

органическими анионами, методом ионного обмена.

Так, в работе F. Leroux et al. [Delamination and restacking of layered double hydroxides // J. Mater. Chem. 2001. V.11. P. 105-112] описан метод получения СДГ, включающий следующие стадии: синтез Zn-Al-Cl-СДГ методом соосаждения, ионный обмен на додецилсульфат-анионы, получение коллоидного раствора кипячением навески Zn-Al- $C_{12}H_{25}SO_4$ -СДГ в бутаноле при 120°C в течение ночи и реструктуризацию Zn-Al-СДГ слоев в присутствии Cl^- и CO_3^{2-} , осуществляемую добавлением растворов натриевых солей к маточному раствору.

В работе А.В. Лукашина и соавт. [Синтез нанокompозитов PdS/СДГ с использованием метода обратной реструктуризации СДГ / Доклады академии наук, 2002, том 385. №1. С. 71-74] описан способ получения нанокompозитов методом обратной реструктуризации. Реструктуризацию СДГ осуществляли взаимодействием коллоидного раствора Mg-Al- $C_{12}H_{25}SO_4$ -СДГ, синтезированного методом ионного обмена, в хлороформе с золом PdS, в процессе чего происходила интеркаляция наночастиц PdS в межслоевое пространство.

В работах Zhaoping Liu и соавт. [Synthesis, Anion Exchange, and Delamination of Co-Al Layered Double Hydroxide: Assembly of the Exfoliated Nanosheet/Polyanion Composite Films and Magneto-Optical Studies (J. Am. Chem. Soc. 2006. V. 128. P. 4872-4880)] и Liang Li и соавт. [Positively Charged Nanosheets Derived via Total Delamination of Layered Double Hydroxides // Chem. Mater. 2005. V. 17. P. 4386-4391] описывается методика расслоения Co-Al-СДГ и Mg-Al-СДГ в нитратной форме в формамиде. Коллоидный раствор, полученный по описанной методике, был использован для получения нанокompозита путем послойной сборки (assembled layer-by-layer) с анионным полимером (со стиролсульфонатом натрия).

В статье Renzhi Ma и соавт. [Synthesis and Exfoliation of Co^{2+} - Fe^{3+} Layered Double Hydroxides: An Innovative Topochemical Approach // J. Am. Chem. Soc. 2007. V. 129. P. 5257-5263] описано расслоение Co^{2+} - Fe^{3+} СДГ, интеркалированного перхлорат-анионами способом ионного обмена, в формамиде.

В статье Toshiyuki Hibino [Delamination of Layered Double Hydroxides Containing Amino Acids // Chem. Mater. 2004. V. 16. P. 5482-5488] расслоение осуществляли смешением навески высушенного СДГ, содержащего анионы аминокислот, с формамидом.

В патенте JP 2004189671, «Delamination method of layered double hydroxide», описан метод расслоения СДГ, заключающийся в синтезе СДГ, содержащих в межслоевом пространстве анионы ароматических аминокислот (например, анион орто-, пара- или мета-аминобензойной кислоты) известными способами: соосаждением, ионным обменом и т.д., и последующим диспергированием полученного СДГ в спирте, имеющем от 1 до 8 атомов углерода или их смеси.

Недостатками способов, описанных в перечисленных ранее публикациях, являются необходимость осуществления ионного обмена и использование органических растворителей для осуществления расслоения.

Значительно реже встречаются публикации, в которых в качестве дисперсионной среды при расслоении СДГ использовались вода или водные растворы.

Так, в патенте EP 2 669 251 A1, «Water-swelling layered double hydroxide, method for producing same, gel or sol substance, double hydroxide nanosheet, and method for producing same», описан способ получения набухающих в воде СДГ. Набухающие в воде СДГ, содержащие сульфонат-анионы в межслоевом пространстве, синтезировали методом ионного обмена. При этом вязкий гель или коллоидный раствор, в зависимости от

количества добавленной воды, образовывался только в случае HO-CH₂CH₂-SO₃-СДГ.

В статье С. Jaubertie и соавт. [Structural Characterization and Delamination of Lactate-Intercalated Zn,Al-Layered Double Hydroxides // Chem. Mater. 2006. V. 18. P. 3114-3121] описан синтез Zn-Al-СДГ, интеркалированных лактат-анионами, с различным молярным отношением Zn:Al и Al:(C₂H₃(OH)COO⁻) и их расслоение в воде или бутаноле.

Известен способ получения коллоидного раствора [патент US 2008/0021115 A1, «Layered double hydroxides that delaminate in water, their manufacturing process and use»], включающий прокаливание при 700°C в течение 20 ч СО₃-СДГ с общей формулой

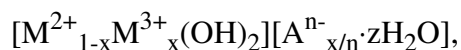


Al, x = от 0,2 до 0,33, y – действительное число, большее 0. Затем производят взаимодействие продукта прокаливания с водными растворами ацетатов магния, цинка или церия, отделение твердого продукта от раствора, его сушку и измельчение.

Полученные СДГ в воде образуют суспензию или золь расслоенных частиц. После сушки дисперсии или золь структура оригинального СДГ восстанавливается.

Изучение уровня техники позволило выявить ряд недостатков в способах получения СДГ реструктуризацией, таких как необходимость проведения ионного обмена для исходных СДГ, требующего инертной атмосферы на протяжении всех его этапов, необходимость использования органических растворителей для расслоения, которые зачастую относятся ко 2 и 3 классам опасности, и термической или ультразвуковой обработки в процессе расслоения. Перечисленные недостатки приводят к увеличению длительности, аппаратному усложнению и удорожанию процесса расслоения.

Наиболее близким по существу является патент US 2013/0095323 A1, «Method of producing inorganic layered double hydroxides, novel inorganic layered double hydroxide sanduses of the same», в котором описан способ получения высокофункциональных наноразмерных СДГ, включающий деструкцию исходного СДГ с целью дегидратации и декарбоксилирования термической обработкой при температуре от 250 до 450°C в течение от 1 до 12 ч. Продукт термической деструкции СДГ, согласно данному способу, охлаждают в вакууме, измельчают и хранят в заполненном аргоном сухом боксе. Далее продукт термической деструкции СДГ может быть диспергирован в органической дисперсионной среде любым известным способом. Обработка ультразвуком считается особенно эффективным способом диспергирования исходного материала. В предпочтительном варианте ультразвуковое диспергирование осуществляется при соотношении массы продукта термической деструкции СДГ к объему органической дисперсионной среды от 1:3 до 1:15. Примерами подходящих дисперсионных сред могут служить полиолы и их простые эфиры, предпочтительно глицерин, жидкие полиэтиленгликоли (ПЭГ) и диацетин. Дисперсия продукта термической деструкции СДГ в глицерине или ПЭГ имеет практически неограниченный срок годности без регидратации. Слоистую структуру СДГ восстанавливают путем взаимодействия полученной суспензии с водой или водным раствором, содержащим необходимые анионы в объемном соотношении от 1:10 до 1:30 в течение 20-30 мин в условиях обработки ультразвуком, а затем при перемешивании от 1 до 72 ч. Далее полученный продукт фильтруют, промывают и сушат. При этом указанный СДГ имеет общую формулу



в которой

M^{2+} выбирают из Mg^{2+} , Ca^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} ,

M^{3+} выбирают из Al^{3+} , V^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Co^{3+} , Sc^{3+} , Ga^{3+} и Y^{3+} ,

A^{n-} - обозначает как неорганические, так и крупные органические анионы,

5 x - представляет собой значение в диапазоне от 0,2 до 0,33,

n - представляет собой целое число от 1 до 4,

z - обозначает целое число от 1 до 10.

Недостатком данного способа является сложное аппаратное оформление, в частности необходимость охлаждения продукта термической деструкции СДГ в вакууме и его последующего хранения в заполненном аргоном сухом боксе.

Задача настоящего изобретения состоит в разработке простого в реализации способа получения MgAl-СДГ заданного анионного состава общей формулы

15 $Mg_{1-x}Al_x(OH)_2(A^{n-})_{x/n} \cdot zH_2O$, где A^{n-} - органический или неорганический анион, x - от 0,2 до 0,33.

Техническим результатом является стабильность коллоидного раствора MgAl-СДГ, характеризующегося наноразмерностью частиц дисперсной фазы.

Для получения слоистых двойных гидроксидов общей формулы

20 $Mg_{1-x}Al_x(OH)_2(A^{n-})_{x/n} \cdot zH_2O$, где A^{n-} - органический или неорганический анион, x - от 0,2 до 0,33, предложен способ, включающий синтез MgAl-NO₃-СДГ любым из известных

способов, термическую деструкцию полученного MgAl-NO₃-СДГ, диспергирование продукта термической деструкции с получением коллоидного раствора, смешение коллоидного раствора с водными растворами солей, фильтрацию, промывку и сушку, в который внесены следующие новые признаки:

25 - термическую деструкцию MgAl-NO₃-СДГ осуществляют со скоростью нагрева 10°С/мин и выдержкой при температуре 500°С в течение 1 ч;

30 - перемешивают охлажденный до комнатной температуры продукт термической деструкции с водным раствором глицина, содержание глицина в котором превышает как минимум в 1,5 раза количество межслоевых анионов, в пересчете на исходный MgAl-NO₃-СДГ, и оставляют на 48 ч при комнатной температуре для расслоения и получения коллоидного раствора;

35 - слоистую структуру гидроталькита восстанавливают путем взаимодействия полученного коллоидного раствора с водным раствором, содержащим необходимые анионы, количество которых превышает как минимум в 1,5 раза количество межслоевых анионов, в пересчете на исходный MgAl-NO₃-СДГ.

Предложенный способ соответствует условиям новизны и изобретательского уровня, так как из уровня техники неизвестен способ, включающий стадию получения коллоидного раствора MgAl-СДГ диспергированием в водном растворе глицина продукта термической деструкции MgAl-NO₃-СДГ, причем деструкцию осуществляют со скоростью нагрева 10°С/мин и выдержкой при температуре 500°С в течение 1 ч.

Чертежи

Фиг.1 - порошковая дифрактограмма MgAl-NO₃-СДГ.

45 Фиг.2 - порошковая дифрактограмма продукта термической обработки MgAl-NO₃-СДГ при 500°С.

Фиг.3 - распределение частиц по объему для дисперсной системы, полученной путем расслоения продукта термической деструкции MgAl-NO₃-СДГ в присутствии глицина.

Фиг. 4 - микрофотография ПЭМ системы, полученной путем расслоения продукта термической деструкции MgAl-NO₃-СДГ в присутствии глицина.

Фиг.5 - порошковая дифрактограмма реструктурированного СДГ, интеркалированного S₂O₈²⁻.

Фиг.6 - порошковая дифрактограмма реструктурированного СДГ, интеркалированного C₁₃H₁₆N₃O₄S⁻.

Дифрактограммы, представленные на фиг. 1, 2, 5 и 6, получены на дифрактометре Rigaku (CuKα – излучение), распределение частиц по объему, представленное на фиг.3, получено методом динамического светорассеяния на анализаторе Zetasizer Nano ZS, а микрофотография на фиг. 4 получена с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100 при рабочем напряжении 200 кВ.

Примеры использования предложенного способа для получения СДГ, интеркалированных анионами различной природы

Пример 1. Получение коллоидного раствора MgAl-СДГ

К раствору, содержащему нитраты магния и алюминия в мольном соотношении 6:2 и суммарной концентрацией 0,70 моль/л, при постоянном перемешивании добавляют по каплям раствор гидроксида натрия. Все растворы готовят в дистиллированной воде. Общий объем растворов солей составляет 200 мл. Общий объем раствора-осадителя (раствора гидроксида натрия) составляет 50 мл. Соотношение ионов в растворах для осаждения и в растворе-осадителе соответствует мольному отношению: Mg²⁺:Al³⁺:ОН=3:1:8. Раствор-осадитель добавляют при постоянном перемешивании со скоростью ~3 мл/мин. Осажденный образец подвергают старению под слоем маточного раствора при комнатной температуре в течение 48 ч. Затем маточный раствор декантируют, образец подвергают промывке дистиллированной водой для удаления избытка солей натрия, фильтруют для удаления жидкости и сушат при комнатной температуре.

Формирование структуры гидроталькита, однофазность структуры и высокую степень окристаллизованности полученного MgAl-NO₃-СДГ подтверждает наличие на порошковой дифрактограмме характерного для данного класса соединений набора рефлексов (Фиг.1). По данным РФА рассчитан параметр *c*, отвечающий межслоевому расстоянию, он составил 24,84 Å. Получение MgAl-NO₃-СДГ может быть осуществлено любым другим известным способом.

Полученный образец MgAl-NO₃-СДГ подвергают термической деструкции при 500°C в течение 1 ч. Скорость нагрева составляет 10°C/мин. Трансформацию MgAl-NO₃-СДГ в высокодисперсную смесь оксидов соответствующих металлов со структурой шпинели в результате термической деструкции при 500°C подтверждает порошковая дифрактограмма продукта термической деструкции СДГ, приведенная на Фиг.2.

Продукт термической деструкции MgAl-NO₃-СДГ помещают в раствор глицина в дистиллированной воде, содержание глицина в котором в 1,5 раза превышает количество межслоевых анионов в исходном MgAl-NO₃-СДГ. Раствор перемешивают и оставляют на 48 ч при комнатной температуре для расслоения. В результате получают коллоидный раствор, стабильный при длительном хранении, характеризующийся наноразмерностью частиц дисперсной фазы.

Визуальным свидетельством расслоения является образование опалесцирующего раствора и отсутствие осадка.

Образование коллоидного раствора MgAl-СДГ при взаимодействии продукта

термической деструкции MgAl-NO₃-СДГ с раствором глицина подтверждают распределение частиц по размерам (Фиг.3) и микрофотография просвечивающей электронной микроскопии (Фиг.4).

Пример 2. Восстановление слоистой структуры СДГ в присутствии неорганических анионов

Коллоидный раствор, полученный по способу, описанному в примере 1, по каплям при постоянном перемешивании добавляют к раствору, содержащему S₂O₈²⁻. Количество S₂O₈²⁻ в 1,5 раза превышает количество межслоевых анионов, в пересчете на исходный MgAl-NO₃-СДГ. При этом наблюдается разрушение дисперсной системы и оседание интеркалированного S₂O₈²⁻-СДГ. Восстановленный образец после осаждения выдерживают 48 ч под маточным раствором при комнатной температуре, затем подвергают отделению на фильтре, промывке и сушке при комнатной температуре.

На Фиг.5 видно, что полученный продукт MgAl-S₂O₈-СДГ обладает структурой гидроталькита. Рассчитанный по данным РФА параметр *c*, отвечающий межслоевому расстоянию, составил 23,18 Å. Уменьшение межслоевого расстояния по сравнению с исходным MgAl-NO₃-СДГ может быть обусловлено как более сильным электростатическим взаимодействием двухзарядных межслоевых анионов, так и ориентацией анионов в межслоевом пространстве.

Пример 3. Восстановление слоистой структуры СДГ в присутствии крупных органических анионов

Коллоидный раствор, полученный по способу, описанному в примере 1, по каплям при постоянном перемешивании добавляют к раствору, содержащему анион ((2,3-дигидро-1,5-диметил-3-оксо-2-фенил-1Н-пиразол-4-ил) метиламино) метансульфоновой кислоты C₁₃H₁₆N₃O₄S⁻ в количестве, превышающем в 1,5 раза количество межслоевых анионов, в пересчете на исходный MgAl-NO₃-СДГ. При этом наблюдается разрушение дисперсной системы и оседание интеркалированного СДГ. Модифицированный образец после осаждения выдерживают 48 ч под маточным раствором при комнатной температуре, затем подвергают отделению на фильтре, промывке и сушке при комнатной температуре.

На Фиг.6 видно, что полученный продукт MgAl-C₁₃H₁₆N₃O₄S-СДГ обладает структурой гидроталькита. Рассчитанный по данным РФА параметр *c*, отвечающий межслоевому расстоянию, составил 23,19 Å. Уменьшение межслоевого расстояния по сравнению с исходным MgAl-NO₃-СДГ может быть обусловлено ориентацией анионов в межслоевом пространстве.

Таким образом, приведенные примеры доказывают, что поставленная задача по разработке простого в реализации получения MgAl-СДГ заданного анионного состава решена.

(57) Формула изобретения

Способ получения слоистых двойных гидроксидов (СДГ) со структурой гидроталькита общей формулы Mg_{1-x}Al_x(OH)₂(Aⁿ⁻)_{x/n}·zH₂O, где Aⁿ⁻ - органический или неорганический анион, *x* = от 0,2 до 0,33, включающий синтез MgAl-NO₃-СДГ, его термическую деструкцию, диспергирование продукта термической деструкции с получением коллоидного раствора, восстановление структуры гидроталькита

взаимодействием с водным раствором соли, фильтрацию, промывку и сушку, отличающийся тем, что термическую деструкцию MgAl-NO₃-СДГ осуществляют со скоростью нагрева 10°С/мин и выдержкой при температуре 500°С в течение 1 ч, перемешивают охлажденный до комнатной температуры продукт термической деструкции с водным раствором глицина, содержание глицина в котором превышает как минимум в 1,5 раза количество межслоевых анионов в пересчете на исходный MgAl-NO₃-СДГ, и оставляют на 48 ч при комнатной температуре для расслоения, восстановление структуры гидроталькита осуществляют путем взаимодействия при комнатной температуре в течение 48 ч с водным раствором, содержащим необходимые анионы, количество которых превышает как минимум в 1,5 раза количество межслоевых анионов в пересчете на исходный MgAl-NO₃-СДГ.

15

20

25

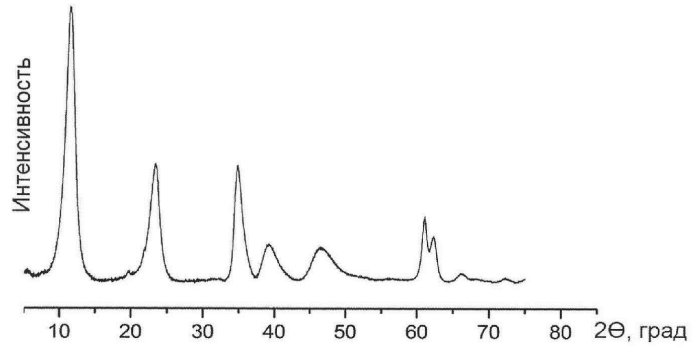
30

35

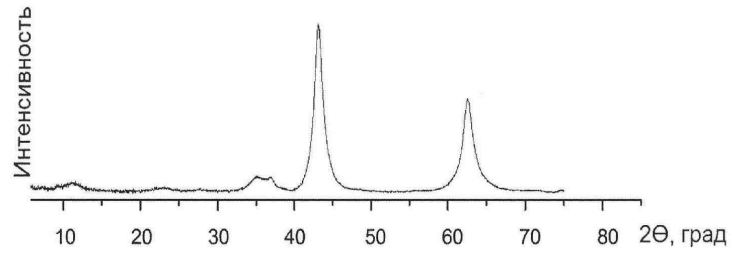
40

45

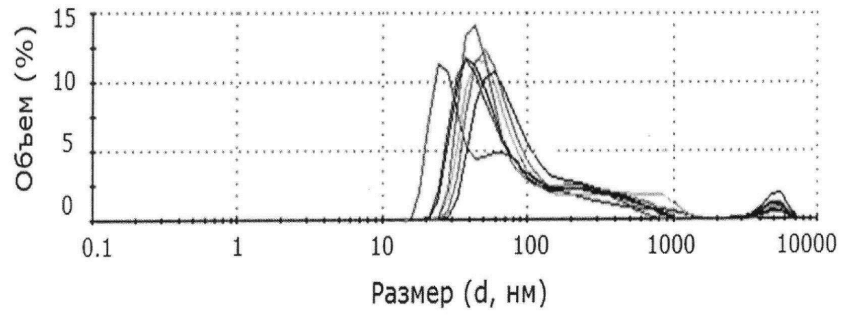
1



Фиг.1



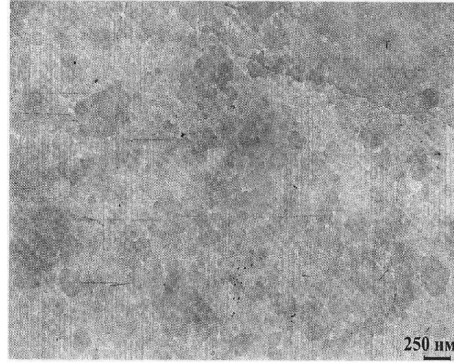
Фиг.2



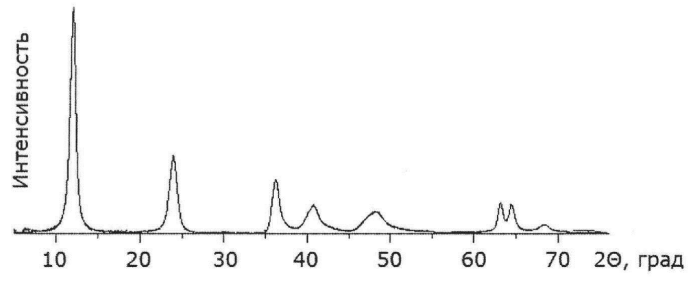
Фиг.3

1

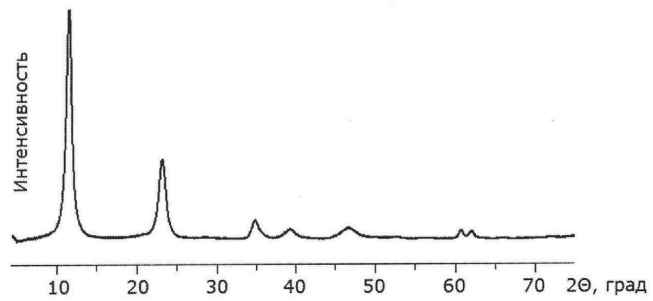
2



Фиг. 4



Фиг.5



Фиг.6