

КОМПОЗИТНЫЕ АЭРОГЕЛИ НА ОСНОВЕ ВОССТАНОВЛЕННОГО ОКСИДА ГРАФЕНА, ДЕКОРИРОВАННОГО НАНОЧАСТИЦАМИ ОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА: СИНТЕЗ, ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА

© 2023 г. Е. А. Нескоромная¹, А. В. Бабкин^{2*}, Е. А. Захарченко¹, Ю. Г. Морозов³,
Е. Н. Кабачков⁴, Ю. М. Шульга⁴

¹Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук, Москва, Россия

²Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

³Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мерджанова
Российской академии наук, Черноголовка, Россия

⁴Федеральный исследовательский центр проблем химической физики и медицинской химии Российской академии наук,
Черноголовка, Россия

*E-mail: A.V.Babkin93@yandex.ru

Поступила в редакцию 15.12.2022;

после доработки 26.12.2022;

принята в печать 20.01.2023

В настоящей работе методом сушки в сверхкритическом изопропанол-е получены аэрогели на основе оксида графена, декорированного наночастицами оксидов железа. Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии изучены морфология и структура графеновой матрицы и железосодержащих наночастиц синтезированных образцов с расчетными исходными содержаниями железа 9, 18 и 36 мас.%. Проведены сравнительные исследования содержания углерода и водорода в структуре синтезированных аэрогелей, оценены их магнитные характеристики при комнатной температуре. Проведены сорбционные эксперименты при извлечении тяжелых и редкоземельных элементов из многокомпонентных водных растворов сложного состава.

Ключевые слова: оксид графена, наночастицы оксидов железа, сверхкритическая сушка, аэрогель, намагниченность, сорбционные свойства.

DOI: 10.31857/S0207401X23070130, **EDN:** YFHLEQ

1. ВВЕДЕНИЕ

Современные экологические вызовы становятся ключевым фактором, определяющим эффективность развития практически всех отраслей промышленного производства [1]. Одной из основных проблем в области рационального природопользования является значительное загрязнение водных сред, вызванное, в первую очередь, бесконтрольным сливом образующихся отходов различных производств и нерациональным природопользованием [2]. Именно поэтому вопросы комплексной водоочистки от примесей различной природы являются основополагающими, а их актуальность в следующие десятилетия будет значительно возрастать [3].

В последние годы в вопросах сорбционной очистки значительное развитие получила область синтеза высокопористых композиционных аэрогелей методами сверхкритической или лиофильной

сушки [4–7]. Сочетание развитой удельной поверхности и пористости, высоких прочностных характеристик и термостабильности делают такие материалы потенциально интересными для применения в очистке водных сред [8].

Ранее в работе [9] нами сообщалось о возможности получения композитных аэрогелей на основе оксида графена (ОГ), декорированного наночастицами оксидов железа. Максимальной сорбционной емкостью по метиленовому синему (~1400 мг/г) обладал образец с содержанием оксида железа ~22 мас.%. Важно отметить, что полученное значение адсорбционной емкости значительно превосходит аналогичный параметр для многих типов композиционных материалов на основе ОГ и наночастиц железа, полученных в работах [10–13]. При анализе механизма адсорбционного взаимодействия мы предположили, что высокая поглотительная способность синтезированных аэрогелей может быть связана с размером

агрегатных комплексов оксидов железа, осажденных на поверхности графена. Большее массовое содержание оксида железа в аэрогеле позволяет также предполагать, что отработанный композиционный сорбент можно извлекать из воды с помощью постоянного магнитного поля. При этом магнитные свойства полученных адсорбентов до сих пор не были комплексно изучены.

Таким образом, необходимо установить, какое количество наночастиц оксидов железа в структуре аэрогеля является оптимальным не только с точки зрения сорбционных свойств получаемых материалов, но и с точки зрения значения намагниченности насыщения в приложенном магнитном поле. Именно поэтому цель настоящей работы — исследование влияния состава синтезированных композиционных аэрогелей на основе ОГ, декорированного наночастицами оксидов железа, на их сорбционные и магнитные характеристики. Полученные данные позволят сформировать обоснованную методику получения высокоэффективных магнитоактивных аэрогелей для комплексной очистки загрязненных водных сред от примесей различного происхождения.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Материалы

Для синтеза аэрогелей использовали: оксид графена в виде водной дисперсии с содержанием сухого вещества 1 мас.% (“НаноТехЦентр”, Тамбов, Россия), хлорид железа (III) 6-водный ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), ацетат натрия 3-водный ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), аскорбиновую кислоту (АК) пищевую ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), гидроксид натрия (NaOH), калий углекислый (карбонат калия, поташ) (K_2CO_3), изопропиловый спирт (изопропанол, пропанол-2) ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$).

Получение аэрогелей

Синтез графенового гидрогеля, декорированного наночастицами гидроксидов железа. Исходную водную дисперсию ОГ (500 г) обрабатывали ультразвуком в течение 60 мин для лучшего диспергирования, после чего в нее вносили предварительно подготовленный водный раствор ацетата железа, полученный смешением водных растворов — 0.0245 моль $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и 0.0735 моль NaOOCCH_3 . При смешении наблюдалось быстрое повышение вязкости смеси с последующим гелеобразованием. Полученная смесь при постоянном перемешивании (150 об/мин) нагревалась до температуры кипения и выдерживалась в течение 10 мин. Далее реакционную смесь охлаждали до комнатной температуры, затем для нейтрализации уксусной кислоты, образующейся в результате

реакции гидролиза ацетата железа, вносили 15 мл водного раствора NaOH (0.0735 моль). Для восстановления ОГ использовали аскорбиновую кислоту (0.1812 моль), которую предварительно растворяли в 100 мл деионизированной воды и смешивали с 50 мл водного раствора NaOH (0.1812 моль) для получения натриевой соли аскорбиновой кислоты. Полученный раствор по каплям вносили в структуру сформированного гидрогеля. Смесь выдерживали при температуре кипения воды в течение 2 ч в инертной среде и после охлаждения продукт промывали деионизированной водой до нейтрального pH фильтрата на воронке Бюхнера. С помощью вакуумного насоса через колбу Бунзена удаляли поверхностную воду из полученного на фильтре гидрогеля.

Для определения массового содержания железа в структуре гидрогеля синтезированные образцы высушивали до неизменной массы при температуре 80 °С, после чего отжигали в муфельной печи при температуре 800 °С в течение 2 ч.

Получение ферромагнитного графенового аэрогеля. Известно, что сверхкритические спирты обладают восстанавливающими свойствами [14], поэтому в качестве флюида использовали изопропиловый спирт, который в сверхкритических условиях позволяет восстановить гидроксиды железа до оксидов в виде ферромагнитных частиц (в частности, Fe_3O_4 и $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Полученный на предыдущем этапе гидрогель помещали в нетканый полипропиленовый материал и выдерживали в изопропиловом спирте, в который дополнительно был внесен карбонат калия в качестве осушителя, инициирующего вытеснение воды из пористой структуры гидрогеля. Процесс замещения воды в гидрогеле на спирт занимал 3–5 сут. Далее полученный алкоголь загружали в автоклав высокого давления, добавляли необходимое количество изопропилового спирта (исходя из объема реакционного пространства и плотности сверхкритического изопропанола), герметично закрывали, продували аргоном, нагревали и выдерживали в течение 6 ч. Для проведения процесса сушки в среде сверхкритического изопропилового спирта необходимо, чтобы температура в реакционном пространстве была не ниже 245–250 °С, при этом давление составляло 5–7 МПа. По истечении указанного времени давление постепенно снижали, при этом поддерживая температуру среды не ниже 240 °С. Отходящие пары сверхкритического изопропилового спирта конденсировали в теплообменном аппарате. Далее автоклав охлаждали и выгружали полученный аэрогель.

Получение образцов аэрогелей с различным содержанием оксидов железа. Синтез образцов аэрогелей с различным содержанием оксидов железа

проводили по методике, описанной выше, но пропорционально изменяли массовое соотношение хлорида железа и ацетата натрия, а также гидроксида натрия, необходимого для нейтрализации образующейся уксусной кислоты. Таким образом были получены образцы аэрогелей на основе ОГ с содержанием железа 9, 18, и 36 мас.%, которые далее будут обозначены как GO/FeNp-9, GO/FeNp-18 и GO/FeNp-36 соответственно.

Сорбционные исследования проводили с использованием следующих растворов. Многокомпонентный стандартный раствор ($pH = 3$), содержащий: Al, Ba, Be, Cd, Ce, Dy, Er, Eu, Gd, La, Mn, Nb, Sm, Sr, Th, V, Zr, Ca, K, Mg, Na, Cu, Ni, Co, U с концентрацией 0.1 мг/л каждого элемента. Для создания необходимой величины pH использовали раствор трис(гидроксиметил)аминометана (трис-буфер). Навеску сорбента 20 мг контактировали с 15 мл раствора при постоянном перемешивании в течение 60 мин. После сорбции для отделения жидкой фазы от сорбента растворы центрифугировали в течение 20 минут при скорости 8000 об/мин. Степень извлечения компонентов из растворов рассчитывали по формуле

$$R = \frac{C_{\text{нач}} - C_{\text{кон}}}{C_{\text{нач}}} \cdot 100\%,$$

где $C_{\text{нач}}$ — начальная концентрация определяемого элемента в растворе, мг/л; $C_{\text{кон}}$ — концентрация элемента в растворе после сорбции, мг/л; R — степень извлечения, %.

Анализ синтезированных образцов

Элементный анализ был проведен на CHNS анализаторе “Vario Micro cube” (Elementar, Germany). ИК-спектры получены при комнатной температуре в диапазоне частот $400\text{--}4000\text{ см}^{-1}$ на ИК-фурье-спектрометре “Spectrum Two” (Perkin-Elmer, USA) с датчиком нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО). Примерно 15–20 мг каждого из образцов помещали в нейлоновый держатель и исследовали с помощью вибрационного магнетометра компании EG&G Princeton Applied Research (USA) “M4500” при температуре 300 К. Спектры рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) получены с использованием фотоэлектронного спектрометра “PHOIBOS 150 MCD” (SPECS, Germany) и рентгеновской трубки с магнито-вым катодом ($h\nu = 1253.6\text{ эВ}$). Абсолютное давление в камере спектрометра не превышало $4 \cdot 10^{-8}$ Па. Спектры регистрировали в режиме постоянной энергии пропускания. Обработка данных проводилась с использованием программы “CasaXPS” версии 2.3.23.

Структуру и морфологию синтезированных материалов оценивали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе “Mira3 LMH” (TESCAN, Czech Republic). Для идентификации наночастиц оксидов железа применяли метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), с использованием микроскопа “JEM 2010” (JEOL, Japan). Содержание элементов в растворе до и после сорбции определяли с использованием метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС ИСП) на атомно-эмиссионном спектрометре “iCAP 6500 Duo” (Thermo Fisher Scientific, USA).

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Микрофотографии синтезированных образцов аэрогелей с различным содержанием железа представлены на рис. 1. Анализ микрофотографий позволяет сделать несколько выводов. Во-первых, в процессах сверхкритической сушки в образцах удастся сформировать развитую углеродную структуру с большим количеством пор и транспортных каналов различного размера. Это потенциально будет способствовать вовлечению большей доли материала в процессы адсорбционного взаимодействия и, как следствие, росту сорбционных характеристик. Важно также отметить, что структуры поверхности образцов GO/FeNp-9 и GO/FeNp-18 более пористые, чем у образца GO/FeNp-36. Возможно, это связано с большим содержанием железа в структуре материала. При этом очевидно, что в образцах GO/FeNp-9 и GO/FeNp-18 достаточно сложно идентифицировать наночастицы железа (особенно при указанном увеличении). Однако в образце GO/FeNp-36 на углеродной поверхности расположено достаточно большое количество светлых сферических агломератов, возможно являющихся наночастицами железа. В образцах GO/FeNp-9 и GO/FeNp-18, предположительно, наночастицы железа инкапсулированы в структуре восстановленного ОГ, сформировавшего в процессе сверхкритической сушки высокопористый устойчивый каркас.

Для идентификации наночастиц железа в синтезированных образцах аэрогелей был проведен анализ методом просвечивающей электронной микроскопии (рис. 2). В структуре исследуемых образцов удалось идентифицировать наночастицы железа в форме $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Очевидно, что размер идентифицированных наночастиц в данном случае лежит в диапазоне до 15–20 нм. При этом они достаточно хорошо распределены в углеродной матрице. Ранее авторами было показано, что в процессах сверхкритического восстановления гидроксидов железа до их оксидов в присутствии ОГ

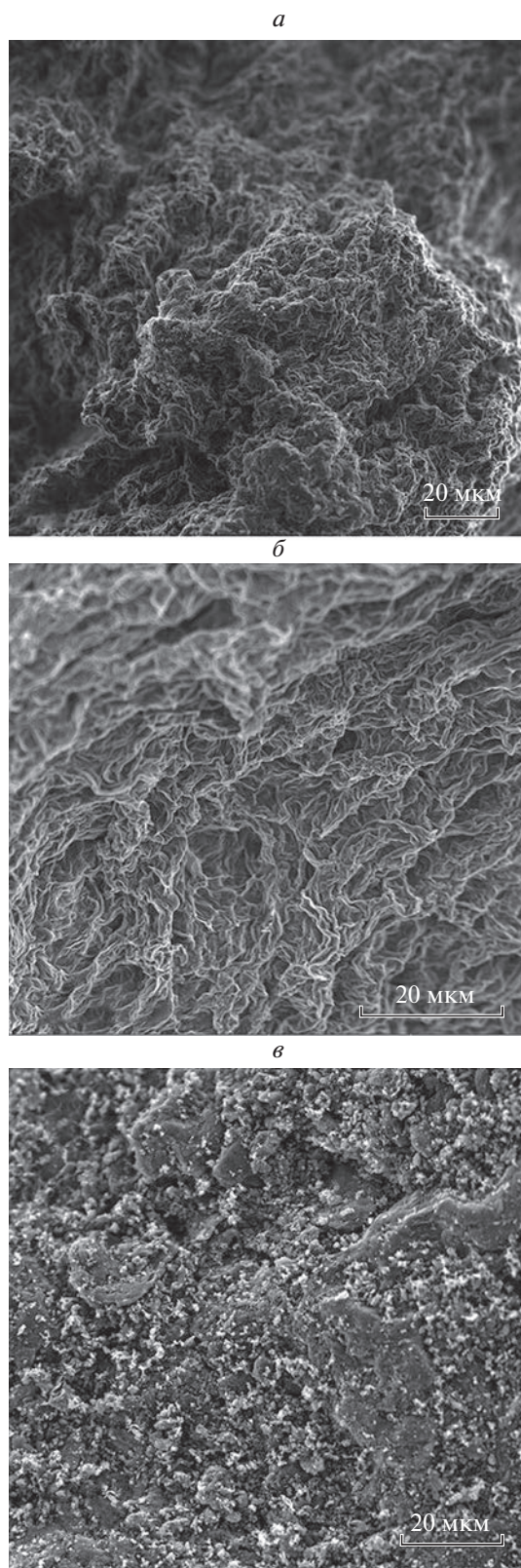


Рис. 1. Полученные методом СЭМ микрофотографии поверхности синтезированных образцов аэрогелей с различным содержанием железа: *а* – GO/FeNp-9 (9 мас.%), *б* – GO/FeNp-18 (18 мас.%), *в* – GO/FeNp-36 (36 мас.%).

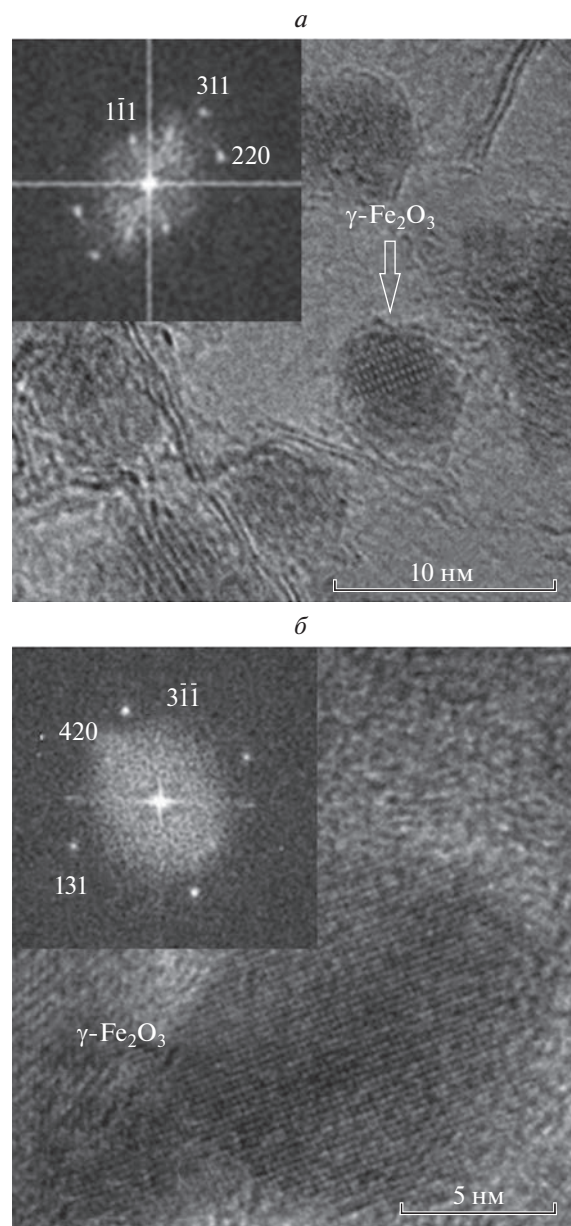


Рис. 2. Полученные методом ПЭМ микрофотографии синтезированных образцов GO/FeNp.

могут образовываться также частицы в форме Fe_3O_4 [15]. Известно, что представленные формы оксидов железа ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ и Fe_3O_4) являются магнетиками, что может позволить использовать постоянный магнит для извлечения отработанного сорбента из водной среды. Следует также отметить, что наночастицы железа были идентифицированы во всех синтезированных образцах. Однако в образцах GO/FeNp-9 и GO/FeNp-18 они распределены более равномерно, и практически не образуют крупных агломератов (рис. 1), при том что в образце GO/FeNp-36 присутствуют частицы

большого размера, и также возможно идентифицировать микрометровые агломераты, что потенциально связано с высоким содержанием железа (36 мас.%).

Для анализа содержания кислорода и углерода синтезированные образцы композиционных аэрогелей были исследованы также методом элементного анализа CHNS. Результаты представлены в табл. 1. Как и следовало ожидать, в образцах присутствуют все элементы, характерные для ОГ. Содержание кислорода антибатно по отношению к содержанию железа, которое использовали при синтезе аэрогелей (первая колонка в табл. 1). Соотношение кислорода и углерода O/C в образце GO/FeNp-36, в котором максимальное содержание оксида железа (и, следовательно, потенциально больше кислорода), соответствует восстановленному оксиду графена. Это говорит о высокой степени восстановления ОГ аскорбиновой кислотой, а также частично в процессах сверхкритической сушки. При этом количество углерода закономерно уменьшается с ростом доли железа в структуре материала. Следует также отметить, что азот в небольших концентрациях может появляться в ОГ в ходе восстановления на воздухе [16].

Синтезированные образцы композиционных аэрогелей GO/FeNp были проанализированы методом ИК-фурье-спектроскопии. Результаты представлены на рис. 3.

Все спектры соответствуют хорошо восстановленному ОГ [17–19]. На спектрах отсутствуют острые пики, соответствующие кислородсодержащим функциональным группам, что подтверждает эффективное восстановление ОГ при синтезе аэрогелей. Полоса поглощения при $\approx 1580\text{--}1550\text{ см}^{-1}$ обусловлена графеновыми доменами, что подтверждает преобладание C=C связей и формирование sp^2 -структуры частично восстановленного оксида графена [20]. Пик в области 1160 см^{-1} характерен для колебаний C–H связей в структуре графена [21]. На спектре образца GO/FeNP-36 в области $570\text{--}530\text{ см}^{-1}$ (рис. 3, красная кривая) идентифицируется пик, обусловленный валентными колебаниями связей Fe–O [22]. Следует отметить, что в образцах с меньшим содержанием железа его не удалось идентифицировать, что также подтверждает факт увеличения содержания железа в структуре материала.

Наклонный фон спектров возможно связан с высокой электронной проводимостью изучаемых образцов. Наклонный фон возникает при восстановлении ОГ или при формировании композита ОГ с высокопроводящими частицами многослойного графена [23].

Таблица 1. Результаты элементного анализа полученных образцов аэрогелей (мас.%)

Образец (Fe)	C	H	N	S	O
GO/FeNp-9	76.49	1.091	0.17	0	—
GO/FeNp-18	62.77	1.008	0.30	0	—
GO/FeNp-36	46.42	1.013	0.26	0.249	19.023

Магнитные измерения

Результаты измерения зависимости намагниченности σ исследуемых образцов от напряженности магнитного поля H представлены на рис. 4

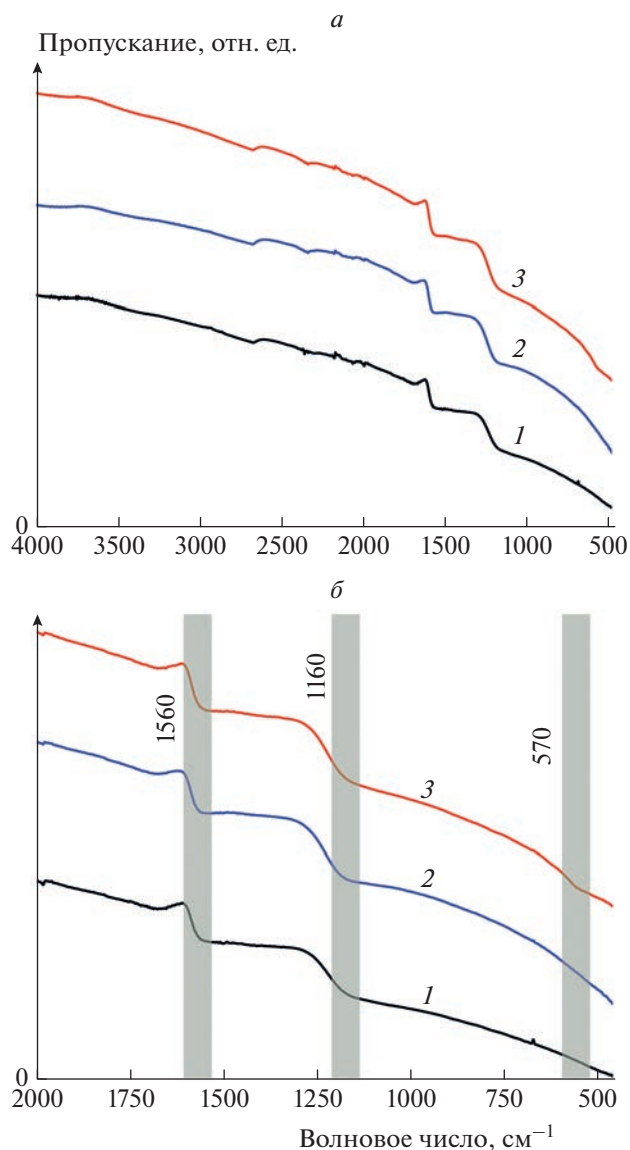


Рис. 3. Инфракрасные спектры синтезированных образцов GO/FeNp с различным содержанием железа (а): 1 – GO/FeNp-9, 2 – GO/FeNp-18, 3 – GO/FeNp-36; выделение области спектра (б).

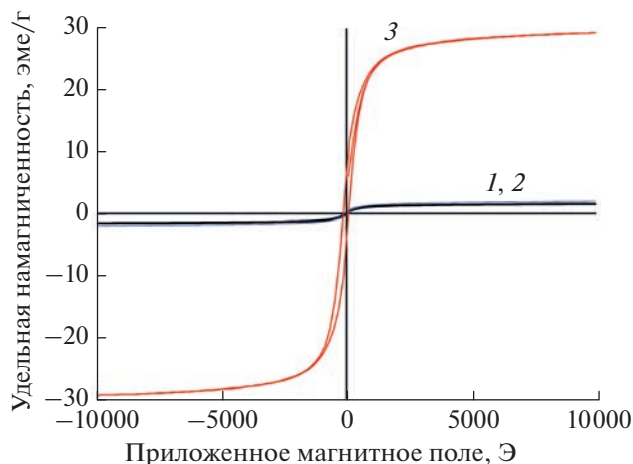


Рис. 4. Зависимость удельной намагниченности σ исследуемых образцов с различным содержанием Fe от напряженности магнитного поля H : 1 – GO/FeNp-9, 2 – GO/FeNp-18, 3 – GO/FeNp-36.

и в табл. 2. Все исследованные образцы показали характерную зависимость $\sigma(H)$ с хорошо разрешенной петлей гистерезиса. Очевидно, что такие параметры, как удельная намагниченность и коэрцитивная сила, растут с увеличением содержания железа в образце, C_{Fe} . Однако зависимости $\sigma_s(C_{Fe})$ и $H_c(C_{Fe})$ не являются линейными. Возможно, это связано с тем, что не все железо в структуре синтезированных аэрогелей присутствует в магнитоактивных формах, что было ранее показано в работе [5]. Тем не менее полученные данные указывают на то, что извлечение сорбента из воды с использованием постоянного магнитного поля наиболее эффективно будет проходить именно в случае образца с максимальным содержанием железа. При этом полученные значения удельной намагниченности для образца GO/FeNp-36 значительно выше, чем приведенные в работе [24], и они сопоставимы с данными, полученными в работе [25] для схожих по составу материалов. Значения удельной намагниченности, полученные для GO/FeNp-9 и GO/FeNp-18, говорят об их суперпарамагнитной природе. Возможно, это связано с наноразмерным состоянием

частиц оксидов железа, что подтверждают микрофотографии, полученные методом ПЭМ (рис. 2).

Аналогичные данные были получены в работе [26], где наноразмерные частицы железа характеризуются суперпарамагнитными свойствами, в то время как более крупные агломераты того же состава проявляют истинный ферромагнетизм. Полученные данные позволяют сделать вывод, что синтезированный тип магнитного аэрогеля может быть эффективно использован в процессах очистки водных сред из открытых водоемов с последующим его извлечением с помощью постоянного магнита.

Интересные данные получены с использованием РФЭС-анализа (рис. 5). Анализ формы спектра $Fe2p$ (рис. 5б) показал, что железо в структуре синтезированного аэрогеля присутствует в двух степенях окисления (Fe^{2+} и Fe^{3+}).

С учетом этих результатов можно предположить, что состав частиц оксида железа в исследуемом образце, помимо идентифицированной методом ПЭМ формы $\gamma-Fe_2O_3$, может также соответствовать двойному оксиду железа Fe_3O_4 . Анализ формы пика $C1s$ (рис. 5в) указывает на то, что число атомов углерода, имеющих связь с атомами кислорода, не превышает 15% (суммарная интенсивность пиков, характерных для различных форм соединений углерод–кислород значительно ниже, чем интенсивность пика $C-C/C=C$). Видно, что оценка на основе анализа формы линии превышает таковую, сделанную на основе измерения интегральных интенсивностей линий $O1s$ и $C1s$. Это связано с тем, что форму линии $C1s$ со стороны более высоких энергий связи, помимо атомов углерода, связанных с кислородом, определяют также потери, обусловленные возбуждением плазмонов и межзонными переходами.

Таким образом, наличие наночастиц оксидов железа в структуре материала подтверждается всеми используемыми экспериментальными методами. А удельная намагниченность нелинейно зависит от концентрации железа в структуре синтезированных аэрогелей.

Анализ сорбционных свойств

Синтезированные партии аэрогелей были исследованы на адсорбционную способность при извлечении тяжелых и редкоземельных элементов из раствора сложного состава. Результаты представлены на рис. 6.

Анализ экспериментальных данных позволяет сделать несколько выводов. Во-первых, все типы синтезированных композиционных аэрогелей могут быть успешно использованы для селективной адсорбции редкоземельных элементов из

Таблица 2. Магнитные свойства исследованных образцов

Образец	σ_s , эме/г	σ_r , эме/г	H_c , Э
GO/FeNp-9	1.51	0.16	25.6
GO/FeNp-18	1.93	0.26	54.3
GO/FeNp-36	29.3	6.5	135

Примечание: σ_s — удельная намагниченность насыщения, σ_r — остаточная намагниченность насыщения, H_c — коэрцитивная напряженность намагниченного поля.

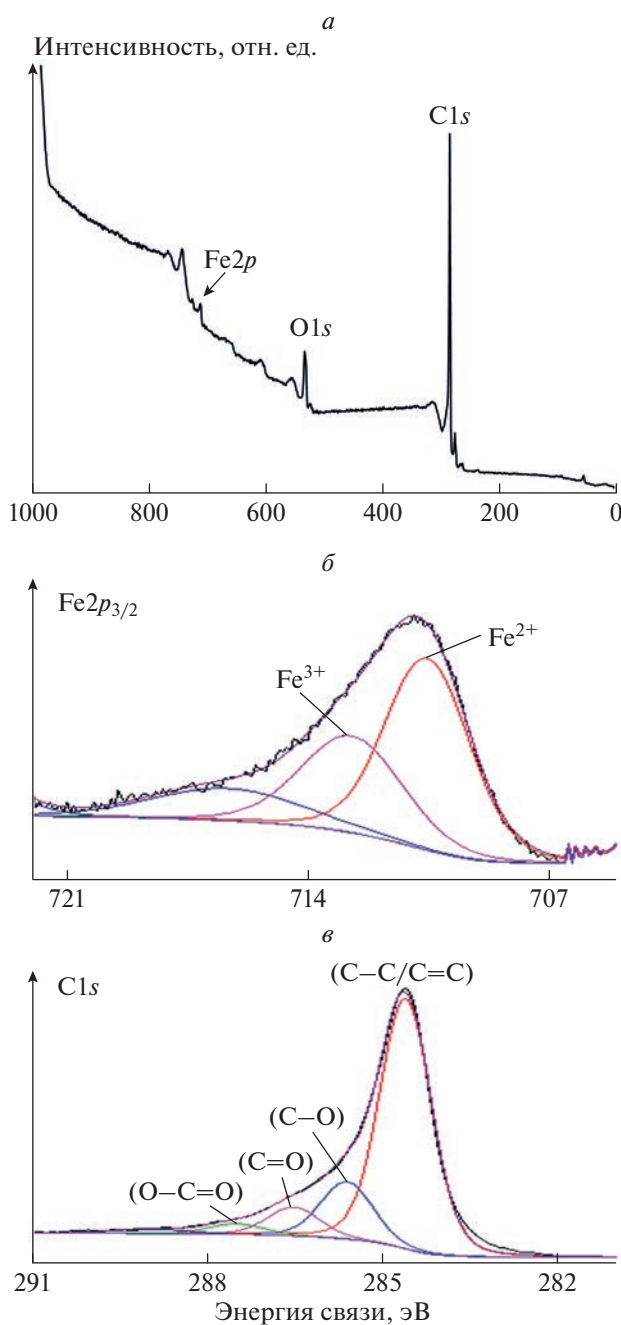


Рис. 5. Обзорный РФЭС-спектр (а) и спектры Fe2p_{3/2} (б) и C1s (в) образца GO/FeNp-36.

растворов сложного состава. При этом очевидно, что образец GO/FeNp-18 показывает наилучшие сорбционные свойства практически для всех извлекаемых компонентов. Увеличение содержания железа в структуре материала с 9 до 18 мас.% приводит к росту сорбционных характеристик. Предположительно, наночастицы железа могут препятствовать агрегации графеновых слоев, способствуя образованию дополнительной сво-

бодной поверхности и, как следствие, увеличивая степень извлечения целевых компонентов из водных растворов. Однако дальнейшее увеличение концентрации железа (GO/FeNp-36) негативно влияет на его сорбционные свойства, которые значительно (в среднем на 10–20%) снижаются по сравнению с GO/FeNp-18. Возможно, большая концентрация железа способствует агрегации наноразмерных частиц (что подтверждается полученными микрофотографиями, представленными на рис. 1), которые в избыточном количестве осаждаются на поверхности ОГ, уменьшая доступную поверхность для адсорбции целевых компонентов, что негативно сказывается на адсорбционной емкости (рис. 6). При этом образец GO/FeNp-36 показывает наибольшую удельную намагниченность, что может быть использовано для извлечения адсорбента под действием постоянного магнита (например, при очистке открытых водоемов и ликвидации локальных разливов загрязняющих веществ). При этом для всех исследуемых материалов степень извлечения щелочных и щелочноземельных элементов не превышала 10–15%.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Использование магнитных адсорбентов для очистки воды является перспективной технологией, особенно с экономической точки зрения. Действительно, насыщенные адсорбентом материалы, которые используются для очистки, например, открытых водоемов, необходимо эффективно извлекать из воды и перерабатывать с целью повторного использования или утилизации. Как правило, в лабораторных условиях процесс извлечения сорбента включает в себя такие энерго- и времязатратные процедуры, как фильтрация и/или центрифугирование. При этом многие углеродсодержащие материалы, такие как ОГ, используемые при создании новых типов композиционных сорбционных материалов для очистки воды, вследствие своей гидрофильности и наноразмерной структуры, могут образовывать устойчивые коллоидные дисперсии в водных растворах, которые достаточно сложно отфильтровать или осадить центрифугированием.

Один из способов решения этой проблемы заключается в том, чтобы жестко скрепить магнитные частицы с матрицей ОГ, что позволит полноценно извлекать адсорбент из воды путем приложения внешнего магнитного поля. Такой подход к решению этой проблемы ранее уже был продемонстрирован в ряде работ. Например, в работах [27, 28] было показано, что между диспергированными слоями ОГ и такими магнитными частицами, как оксид железа или феррит MnFe₂O₄

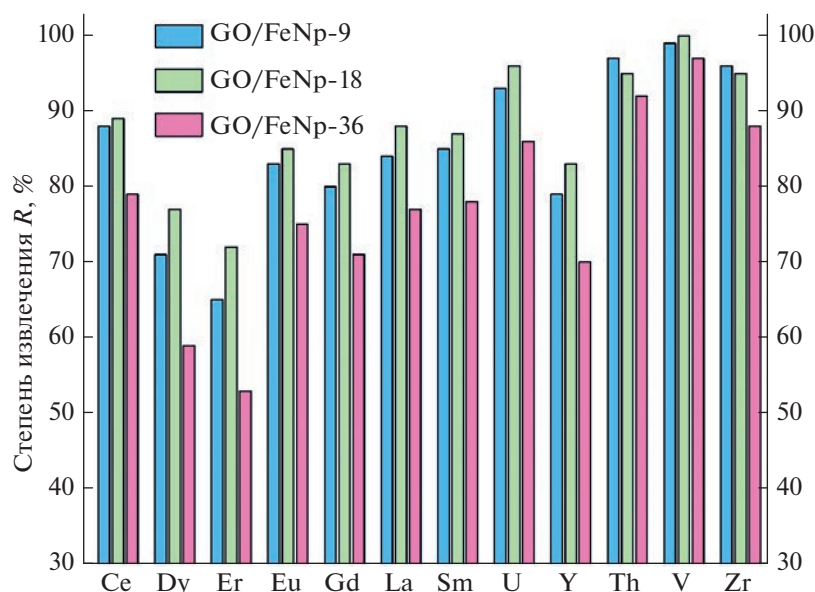


Рис. 6. Сорбционные характеристики синтезированных аэрогелей GO/FeNp с различным содержанием железа.

может существовать сильное кулоновское притяжение.

В настоящей работе изучены физико-химические и сорбционные свойства композиционных аэрогелей на основе оксида графена, который был модифицирован наночастицами оксидов железа. Процедура синтеза такого аэрогеля предполагает формирование комплексов оксида железа, которые, как показано в настоящей работе, могут быть инкапсулированы внутри углеродной матрицы. Магнитные свойства полученных аэрогелей возможно регулировать путем изменения концентрации железа в составе исходной смеси. При малых концентрациях железа (9 и 18 мас.%) образующиеся агрегаты представлены в основном суперпарамагнитными частицами, которые достаточно проблематично извлекать из воды с помощью внешнего магнитного поля (при высокой степени насыщения и/или адсорбции вязких высокомолекулярных жидкостей). Как было установлено, увеличение концентрации железа приводит к увеличению размеров агрегатов оксидов железа, что сопровождается ростом удельной намагниченности и коэрцитивной силы аэрогеля. Такие аэрогели обладают ферромагнитными свойствами и уже могут быть легко извлечены из воды с помощью внешнего магнитного поля. При этом важно отметить, что максимальной сорбционной емкостью обладают аэрогели с относительно небольшой долей магнитных наночастиц оксидов железа. Именно поэтому очевидно, что создание высокоэффективного сорбционного материала на основе ОГ, декорированного наночастицами железа — это поиск компромиссного решения, тре-

бующего оптимального сочетания сорбционных и магнитных свойств получаемых материалов.

Авторы выражают благодарность Российскому научному фонду за поддержку исследований в области синтеза материалов и исследований их структурных и сорбционных свойств (проект № 21-79-00152; <https://rscf.ru/project/21-79-00152/>). Также мы выражаем благодарность Министерству науки и высшего образования Российской Федерации за поддержку исследований, направленных на изучение магнитных свойств синтезированных материалов (тема № AAAA-A19-119032690060-9 и AAAA A19-119061890019-5).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Häder D.-P., Banaszak A.T., Villafañe V.E. et al. // *Sci. Total Environ.* 2020. V. 713. P. 136586; <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.136586>
2. Thompson L.A., Darwish W.S. // *J. Toxicol.* 2019. V. 2019. P. 2345283; <https://doi.org/10.1155/2019/2345283>
3. Boretti A., Rosa L. // *npj Clean Water.* 2019. V. 2. P. 15; <https://doi.org/10.1038/s41545-019-0039-9>
4. Конькова Т.В., Гордиенко М.Г., Меньшутина Н.В. и др. // *Сверхкритические флюиды: теория и практика.* 2017. Т. 12. № 3. С. 32.
5. Ali I., Neskornaya E.A., Melezhik A.V. et al. *J. Porous. Mater.* 2022. V. 29. P. 545; <https://doi.org/10.1007/s10934-021-01175-0>
6. Liu H., Qiu H. // *Chem. Eng. J.* 2020. V. 393. P. 124691; <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.124691>
7. Вальчук Н.А., Бровко О.С., Паламарчук И.А. и др. // *Сверхкритические флюиды: теория и практика.*

2018. Т. 13. № 3. С. 83;
<https://doi.org/10.34984/SCFTP.2018.13.3.009>
8. Zhang X., Zhou J., Zheng Y., Wei H., Su Z. // Chem. Eng. J. 2021. V. 420. Part 1. P. 129700;
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129700>
9. Neskoronnaya E.A., Burakov A.E., Melezhik A.V. et al. // Inorg. Mater. Appl. Res. 2020. V. 11. № 2. P. 467;
<https://doi.org/10.1134/S2075113320020264>
10. Guo H., Jiao T., Zhang Q. et al. // Nanoscale Res. Lett. 2015. V. 10. P. 272;
<https://doi.org/10.1186/s11671-015-0931-2>
11. Huong P., Tu N., Lan H. et al. // RSC Adv. 2018. Issue 22. P. 12376;
<https://doi.org/10.1039/C8RA00270C>
12. Wang S., Ning H., Hu N. et al. // Composites, Part B. 2019. V. 163. P. 716;
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.140>
13. Abd-Elhamid A.I., Kamoun E.A., El-Shanshory A.A. // Mol. Liq. 2019. V. 279. P. 530;
<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.01.162>
14. Губин С.П., Буслаева Е.Ю. // Сверхкритические флюиды: теория и практика. 2009. Т. 4. № 4. С. 73.
15. Neskoronnaya E.A., Khamizov R.K., Melezhik A.V. et al. // Colloids Surf., A. 2022. V. 655. P. 130224;
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.130224>
16. Shul'ga Yu.M., Kabachkov E.N. et al. // Russ. J. Phys. Chem. A. 2019. V. 93(2). P. 296;
<https://doi.org/10.1134/S0036024419010278>
17. Thakur A., Kumar S., Rangra V.S. // Proc. AIP Conf. 2015. V. 1661. P. 080032;
<https://doi.org/10.1063/1.4915423>
18. Khandare L., Late D.J. // Appl. Surf. Sci. 2017. V. 418. Part A. P. 2;
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.11.199>
19. Khamboonrueang D. et al. // Mater. Res. Bull. 2018. V. 107. P. 236.
20. Paganin V.A., Ticianelli E.A., Gonzalez E.R. // J. Appl. Electrochem. 1996. V. 26. P. 297.
21. Lv P., Tang X., Zheng R. et al. // Nanoscale Res. Lett. 2017. V. 12. P. 630;
<https://doi.org/10.1186/s11671-017-2395-z>
22. Aliahmad M., Nasiri Moghaddam N. // Mater. Sci-Pol. 2013. V. 31. № 264;
<https://doi.org/10.2478/s13536-012-0100-6>
23. Shulga Y.M., Melezhik A.V., Kabachkov E.N. et al. // Appl. Phys. A: Mater. Sci. Process. 2019. V. 125. P. 460.
24. Ravi T., Sundararaman S. // Russ. J. Phys. Chem. B. 2021. V. 15. P. 462;
<https://doi.org/10.1134/S1990793121030295>
25. Lei Y., Chen F., Luo Y. et al. // J. Mater. Sci. 2014. V. 49. P. 4236;
<https://doi.org/10.1007/s10853-014-8118-2>
26. Chen W., Li S., Chen C., Yan L. // Adv. Mater. 2011. V. 23. Issue 47. P. 5679;
<https://doi.org/10.1002/adma.201102838>
27. Wang T., Zhang L., Wang H. et al. // ACS Appl. Mater. Interfaces. 2013. V. 5. № 23. P. 12449;
<https://doi.org/10.1021/am403533v>
28. Kumar S., Nair R.R., Pillai P.B. et al. Ibid. 2014. V. 6. № 20. P. 17426;
<https://doi.org/10.1021/am504826q>