

УДК 544.421+54.021

<https://doi.org/10.37827/ntsh.chem.2025.78.206>

**Микола КОРОВ'ЯКОВ, Ярослав КОВАЛИШИН, Василь КОРДАН**

## **ГІДРОТЕРМІЧНИЙ СИНТЕЗ ВАНАДАТУ ЗАЛІЗА(III)**

*Львівський національний університет імені Івана Франка,  
вул. Кирила і Мефодія, 6, 79005 Львів, Україна  
e-mail: yaroslav.kovalyshyn@lnu.edu.ua*

*Виконано синтез ванадатів заліза з водних розчинів за різних співвідношень між реагуючими компонентами за температури 40°C. Досліджено перебіг реакції за різного співвідношення між реагентами. В початковий момент відбувається швидке утворення осаду, після цього реакція сповільнюється і спостерігається поступове зменшення концентрації йонів заліза. Збільшення мольного надлишку ванадату стосовно нітрату заліза в межах 0,5–3 сприяє збільшенню маси отриманих ванадатів заліза та частки атомів Ванадію в них. Додавання лугу до реакційної суміші має наслідком збільшення маси отриманого продукту та зменшення частки атомів Ванадію.*

*Ключові слова:* ванадат заліза, гетерогенна реакція, константа швидкості.

### **Вступ**

Ванадат заліза ( $\text{FeVO}_4$ ) є матеріалом, який завдяки своїм унікальним електрохімічним і каталітичним властивостям застосовується у багатьох сферах. Його використовують для конструювання сенсорів [1], як електроактивний матеріал у електрохімічних джерелах струму [2], суперконденсаторах, каталізатор і фотокаталізатор [3, 4], як матеріал, через утворення якого вилучають ванадій з промислових відходів [5], має перспективи застосування в магнітних матеріалах, датчиках [6, 7]. Є багато публікацій присвячених застосуванню ванадату заліза в біохімії та медицині, зокрема як протимікробний препарат [8].

Детально досліджувати ванадат заліза продовжують щоб ліпше розуміти його властивості та можливі застосування, вивчають нові методи його синтезу й обробки. Зокрема, добування наноструктурованих матеріалів, шаруватих або наношаруватих структур можуть поліпшити його електрохімічні властивості шляхом збільшення активної поверхні та поліпшення йонної дифузії [9].

Доволі простим та ефективним методом синтезу  $\text{FeVO}_4$  є гідротермічний, він дає змогу отримати  $\text{FeVO}_4$  методом осадження з водних розчинів за різних температур і тисків [10, 11]. Процес полягає у додаванні розчинів солей заліза та ванадату у водному середовищі, що супроводжується утворенням осаду ванадату заліза. Цей метод дешевий, простий у виконанні та допомагає контролювати розмір, структуру та морфологію частинок. Зазвичай синтез виконують за температур 90–180 °C [12, 13]. Гідротермічний синтез є ефективним методом для отримання

наноструктурованих ванадатів заліза. Описано гідротермічний синтез наночастинок  $\text{FeVO}_4$  із використанням прекурсорів  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  та полівінілпіролідон  $(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$  за температури  $120^\circ\text{C}$  протягом 6 годин. Отримані наночастинок мали розмір 50–100 нм. Ці наночастинок продемонстрували високу електрохімічну активність. Також гідротермічним методом отримано  $\text{FeVO}_4$  із високою питомою поверхнею та контрольованою морфологією, що сприяло підвищенню питомої ємності та стабільності суперконденсаторів при циклах заряду-розряду [14].

Хоча гідротермічний синтез є ефективним методом, в нього є ряд недоліків. За високих температур або тривалому синтезі наночастинок  $\text{FeVO}_4$  можуть агломеруватися, що знижує їхню питому поверхню. Також під час гідротермічного синтезу  $\text{FeVO}_4$  можуть утворюватися побічні фази, такі як оксиди ванадію ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ) або заліза, через неоптимальні значення pH, температури чи співвідношення прекурсорів. Тому подальші дослідження цього методу дають підстави робити відтворювані й ефективні методи синтезу для отримання ванадатів заліза з цільовими властивостями для конкретних застосувань [15].

### Матеріали та методика експерименту

Для приготування розчинів використовували нітрат заліза (III)  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (чда), ванадат натрію  $\text{NaVO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (чда), натрію гідроксид  $\text{NaOH}$  (хч) та дистильовану воду. Готували вихідні розчини таких концентрацій:  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  – 0,1 М,  $\text{NaVO}_3$  – 0,4 М,  $\text{NaOH}$  – 0,2 М.

Приготували сім розчинів, об'єми розчинів вихідних сполук наведено в табл. 1. До розчину ванадату натрію за температури  $40^\circ\text{C}$  додавали відповідні кількості лугу та води. Надалі зливали 15 мл утвореного розчину з 15 мл розчину нітрату Феруму. Після завершення синтезу осад відфільтрували, багатократно промили дистильованою водою, висушили у вакуумній пічці за температури  $140^\circ\text{C}$ . Маси синтезованих ванадатів подано у табл. 1.

Для визначення складу синтезованих зразків використовували енергодисперсійний рентгенівський мікроаналізатор Oxford Instruments Aztec ONE з детектором X-MaxN20.

Крім того, було досліджено залежність концентрації йонів заліза від часу проходження реакції. Для цього через певні проміжки часу відбирали проби реакційної суміші, відфільтровували осад і визначали у фільтраті концентрацію йонів заліза (III). Визначення проводили згідно з методикою, описаною в [16], вимірюючи оптичну густину розчинів за допомогою фотокolorиметра КФК-2МП. Використовували світлофільтр з довжиною хвилі 490 нм. Для побудови калібрувального графіка використали стандартний зразок розчину солі заліза. Лінійна залежність оптичної густини від концентрації спостерігається в діапазоні концентрацій від 0,00 до 5,00 мг/л. Під час дослідження кінетики синтезу ванадату заліза відібрані проби фільтрату розбавляли так, щоб значення оптичної густини аналізованого розчину потрапляло в середню частину лінійної ділянки калібрувальної кривої.

### Результати та обговорення

В усіх випадках після змішування реагуючих компонентів спостерігалось утворення дрібнодисперсних частинок твердої фази жовтого кольору. Під час проходження процесу розчини періодично (1 раз на добу) перемішували. Вигляд реакційної суміші через різні інтервали часу зображено на рис. 1. З часом колір

осаду в ряді трубок Уікена змінювався з жовтого на відтінки коричневого, які притаманні ванадатам заліза. Зміна забарвлення може свідчити про зміни фазового й агрегатного стану утворених у початковий момент осадів.

Таблиця 1

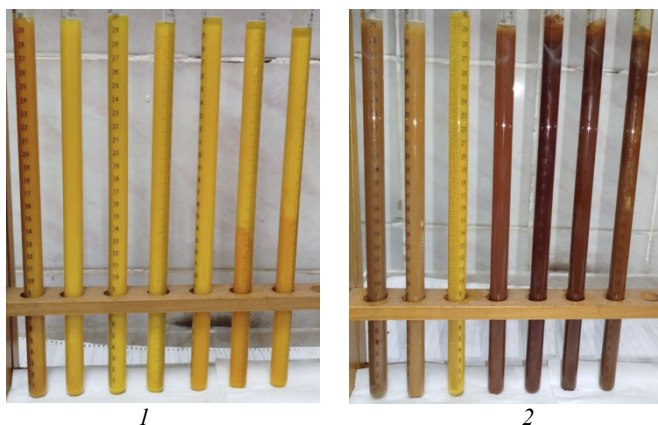
Приготування вихідних розчинів, маса та склад отриманого продукту

Table 1

Preparation of starting solutions, mass and composition of the obtained product

| Номер р-ну.                                                          | 1                                       | 2                                       | 3                                       | 4                                        | 5                                        | 6                                        | 7                                       |
|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|------------------------------------------|------------------------------------------|------------------------------------------|-----------------------------------------|
| V (Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> , мл.                           | 15                                      | 15                                      | 15                                      | 15                                       | 15                                       | 15                                       | 15                                      |
| V (NaVO <sub>3</sub> ), мл.                                          | 3,75                                    | 3,75                                    | 1,87                                    | 3,75                                     | 7,5                                      | 11,25                                    | 15                                      |
| V (NaOH), мл.                                                        | 7,5                                     | 3,75                                    | -                                       | -                                        | -                                        | -                                        | -                                       |
| V (H <sub>2</sub> O), мл.                                            | 3,75                                    | 7,5                                     | 13,12                                   | 11,25                                    | 7,5                                      | 3,75                                     | -                                       |
| Мольне відношення Fe:V                                               | 1:1                                     | 1:1                                     | 2:1                                     | 1:1                                      | 1:2                                      | 1:3                                      | 1:4                                     |
| Маса отриманого осаду, г                                             | 0,3012                                  | 0,2686                                  | 0,1102                                  | 0,2346                                   | 0,4673                                   | 0,5052                                   | 0,5925                                  |
| Вміст (ат. %):                                                       |                                         |                                         |                                         |                                          |                                          |                                          |                                         |
| Fe                                                                   | 16,07                                   | 18,21                                   | 17,37                                   | 4,72                                     | 4,74                                     | 7,06                                     | 9,97                                    |
| V                                                                    | 16,08                                   | 23,61                                   | 19,15                                   | 7,18                                     | 9,98                                     | 18,23                                    | 19,09                                   |
| O                                                                    | 67,85                                   | 58,18                                   | 63,48                                   | 88,10                                    | 85,28                                    | 74,71                                    | 70,94                                   |
| Формула                                                              | FeV <sub>1,00</sub> O <sub>(4,22)</sub> | FeV <sub>1,30</sub> O <sub>(3,19)</sub> | FeV <sub>1,10</sub> O <sub>(3,65)</sub> | FeV <sub>1,52</sub> O <sub>(18,67)</sub> | FeV <sub>2,11</sub> O <sub>(17,99)</sub> | FeV <sub>2,58</sub> O <sub>(10,58)</sub> | FeV <sub>1,91</sub> O <sub>(7,12)</sub> |
| Теоретичний вихід FeVO <sub>4</sub> , г                              | 0,2562                                  | 0,2562                                  | 0,1278                                  | 0,2562                                   | 0,2562                                   | 0,2562                                   | 0,2562                                  |
| Теоретичний вихід Fe <sub>4</sub> V <sub>6</sub> O <sub>21</sub> , г | 0,2163                                  | 0,2163                                  | 0,1079                                  | 0,2163                                   | 0,3244                                   | 0,3244                                   | 0,3244                                  |
| Теоретичний вихід Fe <sub>2</sub> V <sub>4</sub> O <sub>13</sub> , г | 0,1963                                  | 0,1963                                  | 0,0979                                  | 0,1963                                   | 0,3926                                   | 0,3926                                   | 0,3926                                  |
| Теоретичний вихід FeV <sub>3</sub> O <sub>9</sub> , г                | 0,1763                                  | 0,1763                                  | 0,0879                                  | 0,1763                                   | 0,3527                                   | 0,529                                    | 0,529                                   |

Отримані результати свідчать про те, що збільшення мольного надлишку ванадату або збільшення pH розчину сприяє збільшенню кількості продукту (табл. 1). Збільшення мольного співвідношення NaVO<sub>3</sub> : Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> в межах 0,5 – 4 (зразки 3–7), призводило до збільшення маси отриманих продуктів. Судячи з мас отриманих осадів, можна передбачити утворення за цих умов ди- та триванадатів заліза. Це підтверджується збільшенням частки атомів Ванадію у зразках 3–6, хоча у зразку 7 ця частка починає зменшуватись. Пояснити такі результати можна тим, що у розведених розчинах ванадату натрію утворюватимуться йони H<sub>2</sub>VO<sub>4</sub><sup>-</sup> та HVO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, які зі збільшенням концентрації розчину переходитимуть у VO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. За малої концентрації NaVO<sub>3</sub> та, відповідно, малого його мольного надлишку, кількості відповідних іонів недостатньо для утворення ди- та триванадатів. Збільшення концентрації призводить до загального збільшення концентрації йонів H<sub>2</sub>VO<sub>4</sub><sup>-</sup> (HVO<sub>4</sub><sup>2-</sup>), їхня кількість стає достатньою для утворення ди- та триванадатів.



**Рис. 1.** Зміна вигляду реакційних сумішей:  
1 – одразу після змішування; 2 – через 5 днів після початку синтезу.

**Fig. 1.** Change in appearance of reaction mixtures after:  
1 – immediately after mixing; 2 – 5 days after the start of synthesis.

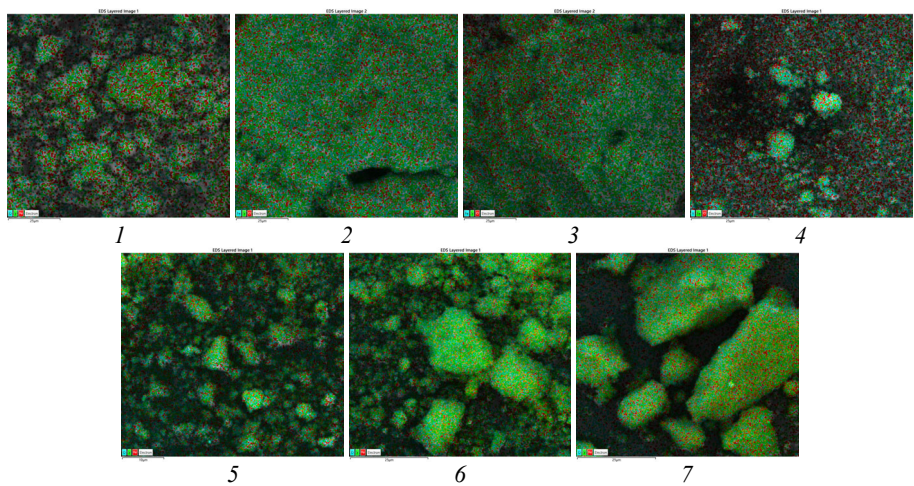
Подальше збільшення концентрації призводить до збільшення частки йонів  $\text{VO}_4^{3-}$ , що сприятиме утворенню ортованадату і зменшенню частки атомів Ванадію у продукті. Варто зазначити, що для зразків 4, 5 та, деякою мірою, 6 спостерігається великий надлишок атомів Оксигену. Причому збільшення мольного надлишку ванадату призводить зменшення частки атомів Оксигену в продукті. Це можна пояснити збільшенням ступеня гідратації відповідних аніонів зі зменшенням концентрації  $\text{NaVO}_3$ . Молекули води гідратної оболонки, очевидно, залишатимуться міцно зв'язаними з утвореним продуктом і не видалятимуться у заданому режимі висушування. Тому продукти, отримані з розбавлених розчинів ванадату натрію, будуть містити додаткову кількість атомів Оксигену. Збільшення концентрації  $\text{NaVO}_3$  призводитиме до зменшення ступеня гідратації та, відповідно, зменшення вмісту Оксигену у синтезованих зразках. Додатковим доказом цього є більші маси отриманих осадів порівняно з теоретичними (табл. 1).

Вихідні суміші 1, 2 та 4, які містять еквімолярні кількості  $\text{NaVO}_3$  та  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , відрізняються кількістю доданого гідроксиду натрію (табл. 1). Збільшення кількості доданого лугу має наслідком збільшення маси отриманого продукту та зменшення частки атомів Ванадію у ньому. Ці результати зумовлені також переходом йонів  $\text{H}_2\text{VO}_4^-$  та  $\text{HVO}_4^{2-}$  у  $\text{VO}_4^{3-}$  при додаванні  $\text{NaOH}$ .

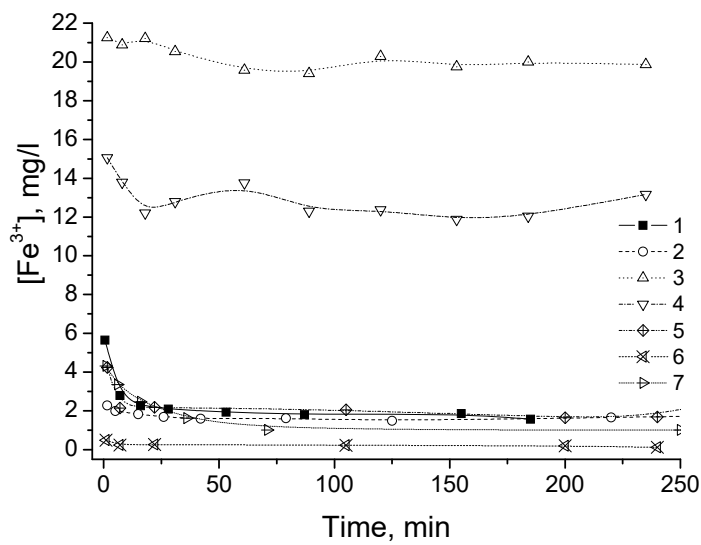
Енергодисперсійний рентгенівський аналіз (рис. 2) виявив, що всі зразки гомогенні, в них відсутні частки, які б відрізнялися фазовим складом.

Залежність концентрацій йонів заліза в розчині від часу синтезу зображено на рис. 3. У початковий момент реакції концентрація йонів заліза в розчині стрибкоподібно зменшується, далі протягом 1 год спостерігається ще поступове незначне зменшення концентрації. В подальшому концентрація суттєво не змінюється. У випадку вихідних розчинів 3 та 4, для яких отримано найменші кількості продуктів, спостерігаються найвищі значення концентрацій. У розчинах 1 та 2, які містили луг, для часів реакції більших за 1 год концентрації  $\text{Fe}^{3+}$  практично не відрізняються. Для систем 3 – 7 за часів реакції більших за 1 год спостерігається обернений

взаємозв'язок між вмістом атомів Ванадію в осаді та концентрацією йонів заліза в розчині.



**Рис. 2.** EDS зображення синтезованих зразків (номер рисунка відповідає номеру зразка).  
**Fig. 2.** EDS images of synthesized samples (the figure number corresponds to the sample number).



**Рис. 3.** Залежність концентрації йонів  $\text{Fe}^{3+}$  від часу реакції (номер лінії відповідає номеру реакційної суміші).  
**Fig. 3.** Dependence of the concentration of  $\text{Fe}^{3+}$  ions on the reaction time (line number corresponds to reaction mixture number).

Було проаналізовано залежності концентрації йонів  $\text{Fe}^{3+}$  від часу у координатах  $C-\tau$ ,  $\ln C-\tau$ ,  $1/C-\tau$  та  $1/C^2-\tau$ . На підставі аналізу було розраховано константи швидкостей  $k$  для різних порядків реакції (моль·л<sup>-1</sup>·хв<sup>-1</sup>, хв<sup>-1</sup>, моль<sup>-1</sup>·л·хв<sup>-1</sup>, моль<sup>-2</sup>·л<sup>2</sup>·хв<sup>-1</sup>, відповідно, для нульового, першого, другого та третього) і коефіцієнти кореляції ( $R$ ) при побудові відповідних лінійних залежностей. Результати розрахунків наведено в табл. 2. Чітких лінійних залежностей не було отримано, про що свідчать низькі значення коефіцієнтів кореляції в більшості випадків. Такий факт можна пояснити складністю процесу – у взаємодію можуть вступати ванадат-іони у різних формах, а також реакція супроводжуватиметься агрегацією та збільшенням розміру частинок ванадату заліза.

Таблиця 2

Результати розрахунків ефективних констант швидкостей взаємодії

Table 2

## Results of calculations of effective interaction rate constants

| Розчин 1        |         |         |                      |        |                      |         |                      |         |
|-----------------|---------|---------|----------------------|--------|----------------------|---------|----------------------|---------|
| Порядок реакції | 0       | 0       | 1                    | 1      | 2                    | 2       | 3                    | 3       |
|                 | k       | R       | k                    | R      | k                    | R       | k                    | R       |
|                 | 0,02861 | 0,63107 | 0,00914              | 0,7138 | $3,25 \cdot 10^{-3}$ | 0,80084 | $2,52 \cdot 10^{-3}$ | 0,87511 |
| Розчин 2        |         |         |                      |        |                      |         |                      |         |
| Порядок реакції | 0       | 0       | 1                    | 1      | 2                    | 2       | 3                    | 3       |
|                 | k       | R       | k                    | R      | k                    | R       | k                    | R       |
|                 | 0,00483 | 0,78    | 0,00263              | 0,81   | $1,45 \cdot 10^{-3}$ | 0,84    | $1,62 \cdot 10^{-3}$ | 0,87    |
| Розчин 3        |         |         |                      |        |                      |         |                      |         |
| Порядок реакції | 0       | 0       | 1                    | 1      | 2                    | 2       | 3                    | 3       |
|                 | k       | R       | k                    | R      | k                    | R       | k                    | R       |
|                 | 0,02251 | 0,95    | 0,0011               | 0,96   | $5,40 \cdot 10^{-5}$ | 0,96    | $5,30 \cdot 10^{-6}$ | 0,96    |
| Розчин 4        |         |         |                      |        |                      |         |                      |         |
| Порядок реакції | 0       | 0       | 1                    | 1      | 2                    | 2       | 3                    | 3       |
|                 | k       | R       | k                    | R      | k                    | R       | k                    | R       |
|                 | 0,01319 | 0,66    | $9,86 \cdot 10^{-4}$ | 0,67   | $7,40 \cdot 10^{-5}$ | 0,68    | $1,12 \cdot 10^{-5}$ | 0,68    |
| Розчин 5        |         |         |                      |        |                      |         |                      |         |
| Порядок реакції | 0       | 0       | 1                    | 1      | 2                    | 2       | 3                    | 3       |
|                 | k       | R       | k                    | R      | k                    | R       | k                    | R       |
|                 | 0,00242 | 0,96    | 0,00125              | 0,96   | $6,45 \cdot 10^{-4}$ | 0,95    | $6,72 \cdot 10^{-4}$ | 0,95    |
| Розчин 6        |         |         |                      |        |                      |         |                      |         |
| Порядок реакції | 0       | 0       | 1                    | 1      | 2                    | 2       | 3                    | 3       |
|                 | k       | R       | k                    | R      | k                    | R       | k                    | R       |
|                 | 0,0019  | 0,98    | 0,01361              | 0,98   | 0,105                | 0,97    | 1,72                 | 0,95    |
| Розчин 7        |         |         |                      |        |                      |         |                      |         |
| Порядок реакції | 0       | 0       | 1                    | 1      | 2                    | 2       | 3                    | 3       |
|                 | k       | R       | k                    | R      | k                    | R       | k                    | R       |
|                 | 0,0124  | 0,82    | 0,00779              | 0,92   | $6,49 \cdot 10^{-3}$ | 0,95    | 0,0137               | 0,92    |

Відповідно, буде зменшуватись площа поверхні поділу фаз, що вестиме до зменшення швидкості процесу. Такий висновок узгоджується з візуальними спостереженнями, коли на пізніх етапах процесу спостерігалась вища швидкість осідання осаду. В більшості випадків найбільші коефіцієнти кореляції спостерігаються для залежностей  $1/C^2$ –т, що відповідає кінетичному порядку, який дорівнює трьом. Для цього випадку можна відзначити тенденцію до збільшення константи швидкості реакції при додаванні гідроксиду натрію або зі збільшенням мольного надлишку ванадату заліза.

### Висновки

Досліджено синтез ванадатів заліза з водних розчинів за різних співвідношень між реагуючими компонентами за температури 40 °С. Встановлено, що збільшення мольного надлишку ванадату стосовно нітрату заліза в межах 0,5–3 сприяє збільшенню маси отриманих ванадатів заліза та частки атомів Ванадію в них. Збільшення кількості доданого луку має наслідком збільшення маси отриманого продукту та зменшення частки атомів Ванадію. В початковий момент реакції концентрація йонів заліза в розчині стрибкоподібно зменшується, далі протягом 1 год спостерігається ще поступове незначне зменшення концентрації. Розраховано константи швидкостей для різних порядків реакції та коефіцієнти кореляції при побудові відповідних лінійних залежностей. Чітких лінійних залежностей не було отримано, про що свідчать низькі значення коефіцієнтів кореляції в більшості випадків. Такий факт можна пояснити складністю процесу – у взаємодію можуть вступати ванадат-іони у різних формах, а також реакція супроводжуватиметься агрегацією та збільшенням розміру частинок ванадату заліза.

### Подяка

Подані у цій статті результати досліджень отримано за фінансової підтримки Міністерства освіти і науки України (номер державної реєстрації держбюджетної теми: 0123U101857 “Фізико-хімія функціональних наноматеріалів для електро-хімічних систем”).

This work was partly supported by the Simons Foundation (Award Number: PD-Ukraine-00014574).

### ЛІТЕРАТУРА

1. *Rajaji U., Kumar Y. K., Chen, S.M. et al.* Deep eutectic solvent synthesis of iron vanadate-decorated sulfur-doped carbon nanofiber nanocomposite: electrochemical sensing tool for doxorubicin. *Microchim Acta*. 2021. Vol.188. P. 303(1–13). <https://doi.org/10.1007/s00604-021-04950-7>.
2. *Munseok S. Ch., Setiawan D., Kim H. J. Hong S.-T.* Layered Iron Vanadate as a High-Capacity Cathode Material for Nonaqueous Calcium-Ion Batteries. *Batteries*. 2021. Vol. 7(3). P. 54(1–9). <https://doi.org/10.3390/batteries7030054>.
3. *Routray K., Zhou W., Kiely Ch. J., Wachs I. E.* Catalysis Science of Methanol Oxidation over Iron Vanadate Catalysts: Nature of the Catalytic Active Sites. *ACS Catal*. 2011. Vol. 1. P. 54–66. <https://doi.org/10.1021/cs1000569>.
4. *Lu Hao, Ji Li, Xinxing Wang, et al.* Electrospun FeVO<sub>4</sub> nanofibers-based gas sensor with high selectivity and fast-response towards n-butanol Sens. Actuators B Chem. 2025. Vol. 433. P. 137515. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2025.137515>.

5. *Chen L., Liu F., Li D.* Precipitation of crystallized hydrated iron(III) vanadate from industrial vanadium leaching solution. *Hydrometallurgy*. 2011. Vol. 105 (3–4). P. 229–233. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2010.10.002>.
6. *Khajonrit, J., Sichumsaeng, T., Kidkhunthod, P. et al.* Enhancing electrochemical performance and magnetic properties of  $\text{FeVO}_4$  nanoparticles by Ni-doping: The role of Ni contents. *Int J Miner Metall Mater* 2025. Vol. 32. P 944–953. <https://doi.org/10.1007/s12613-024-3019-0>.
7. *Cirong Wang, Chuanyu Jin, Ting Wang et al.* Efficient synthesis of  $\text{FeVO}_4$  cathode materials in high specific energy thermal batteries. *Mater. Lett.* 2025. Vol. 378. P.137637. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2024.137637>.
8. *Adeniyi K. O., Osmanaj B., Manavalan G., Samikannu A., Mikkola J.-P., Avni B., Boily J.-F., Tesfalidet S.* Engineering of layered iron vanadate nanostructure for electrocatalysis: Simultaneous detection of methotrexate and folic acid in blood serum. *Electrochim. Acta*. 2023. Vol. 458 (1). P. 142538. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2023.142538>.
9. *Mosleh M.* Nanocrystalline iron vanadate: facile morphology-controlled preparation, characterization and investigation of optical and photocatalytic properties. *J. Mater. Sci: Mater. Electron*. 2017. Vol. 28. P. 5866–5871. <https://doi.org/10.1007/s10854-016-6259-6>.
10. *Poizot Ph., Laruelle S., Touboul M., Tarascon J.-M.* Wet-chemical synthesis of various iron (III) vanadates (V) by co-precipitation route. *C. R. Chimie*. 2003. Vol. 6. P. 125–134. [https://doi.org/10.1016/S1631-0748\(03\)00015-8](https://doi.org/10.1016/S1631-0748(03)00015-8).
11. *Huang L., Shi L., Zhao X., Xu J., Li H., Zhang J. Zhang D.* Hydrothermal growth and characterization of length tunable porous iron vanadate one-dimensional nanostructures. *Cryst. Eng. Comm*. 2014. Vol. 16. P. 5128–5133. <https://doi.org/10.1039/C3CE42608D>.
12. *Kesavan G., Pichumani M., Chen Sh.-M.* Influence of Crystalline, Structural, and Electrochemical Properties of Iron Vanadate Nanostructures on Flutamide Detection. *ACS Appl. Nano Mater*. 2021. Vol. 4 (6). P. 5883–5894. <https://doi.org/10.1021/acsanm.1c00802>.
13. *Patoux S., Richardson T. J.* Lithium insertion chemistry of some iron vanadates. *Electrochem. Comm*. 2007. Vol. 9(3). P. 485–491. <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2006.10.006>.
14. *Ganesh Kesavan, Moorthi Pichumani, Shen-Ming Chen, Chia-Jung Wu.* Hydrothermal Synthesis of Iron Vanadate Nanoparticles for Voltammetric Detection of Antipsychotic Drug Thioridazine. *J. Alloys Compd* 2021. Vol. 885. P. 160880. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.160880>.
15. *Yan Yan, Bing Li, Wei Guo, et. al.* Vanadium based materials as electrode materials for high performance supercapacitors. *J. Power Sources*. 2016. Vol. 329. P. 148–169. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2016.08.039>.
16. KND 211.1.4.040-95 Method of photometric determination of iron (III) and iron (II, III) with sulfosalicylic acid in wastewater (in Ukrainian).

## SUMMARY

**Mykola KOROVIAKOV, Yaroslav KOVALYSHYN, Vasyli KORDAN**

### HYDROTHERMAL SYNTHESIS OF IRON(III) VANADATE

*Ivan Franko National University of Lviv,  
Kyryla i Mefodia Str., 6, 79005 Lviv, Ukraine  
e-mail: yaroslav.kovalyshyn@lnu.edu.ua*

The synthesis of iron vanadates from aqueous solutions was studied at different ratios between the reacting components at a temperature of 40 °C. In all cases, after mixing the reacting components, the formation of finely dispersed particles of a solid phase of yellow color was observed. Over time, the color of the precipitate



changed from yellow to shades of brown, which are characteristic of iron vanadates. The change in color may indicate changes in the phase and aggregate state of the precipitates formed at the initial moment.

An increase in the molar excess of vanadate or an increase in the pH of the solution contributes to an increase in the mass of the obtained iron vanadates. An increase in the molar ratio of  $\text{NaVO}_3 : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  within 0.5 – 3 leads to an increase in the mass of the obtained products. At the same time, the proportion of Vanadium atoms also increases. Such results can be explained by the fact that in diluted solutions of sodium vanadate,  $\text{H}_2\text{VO}_4^-$  and  $\text{HVO}_4^{2-}$  ions will be formed, which, with an increase in the solution concentration, will pass into  $\text{VO}_4^{3-}$ . At a low concentration of  $\text{NaVO}_3$  and, accordingly, a small molar excess of it, the number of corresponding ions is not sufficient for the formation of di- and trivanadates. An increase in the concentration leads to a general increase in the concentration of  $\text{H}_2\text{VO}_4^-$  ions ( $\text{HVO}_4^{2-}$ ), their number becomes sufficient for the formation of di- and trivanadates. A further increase in the concentration leads to an increase in the proportion of  $\text{VO}_4^{3-}$  ions, which will contribute to the formation of orthovanadate and a decrease in the proportion of Vanadium atoms in the product.

An increase in the amount of added alkali results in an increase in the mass of the obtained product and a decrease in the proportion of Vanadium atoms in it. These results are also due to the transition of  $\text{H}_2\text{VO}_4^-$  and  $\text{HVO}_4^{2-}$  ions to  $\text{VO}_4^{3-}$  upon addition of  $\text{NaOH}$ .

At the initial moment of the reaction, the concentration of iron ions in the solution decreases abruptly, then within 1 h a gradual slight decrease in concentration is observed. Subsequently, the concentration does not change significantly. In the case of the initial solutions, for which the smallest amounts of products were obtained, the highest  $\text{Fe}^{3+}$  concentration values are observed. With an increase in the molar excess of sodium vanadate in the initial mixture for reaction times greater than 1 h, an inverse relationship is observed between the content of Vanadium atoms in the product and the concentration of iron ions in the solution. The rate constants for different reaction orders and correlation coefficients were calculated when constructing the corresponding linear relationships. No clear linear relationships were obtained, as indicated by the low values of the correlation coefficients in most cases. This fact can be explained by the complexity of the process - vanadate ions in different forms can enter into the interaction, and the reaction will also be accompanied by aggregation and an increase in the size of iron vanadate particles.

*Keywords:* iron vanadate, heterogeneous reaction, rate constant.

Стаття надійшла: 03.07.2025.  
Після доопрацювання: 29.07.2025.  
Прийнята до друку: 26.09.2025.