

Изобретение относится к способам получения слоистых соединений графита, конкретно к способу получения терморасширяющегося соединения на основе графита (ТРГ), которое может быть использовано в пожаротушении как компонент огнетушащих составов для тушения горящих металлов, в особенности натрия, сплава натрия-калий, а также для получения огнезащитных полимерных композиций.

Наиболее близким по существу заявляемого решения является способ получения терморасширяющегося соединения на основе графита, заключающийся в последовательной обработке природного графита азотной и уксусной кислотами и водой с последующей сушкой, который выбран в качестве прототипа [1].

Недостатки прототипа:

1. Высокая длительность процесса окисления (16 ч), необходимая для достижения высокого качества продукта;

2. Использование больших количеств азотной кислоты (не менее 4 г на 1 г графита) для обеспечения возможности эффективного перемешивания реакционной массы;

3. Необходимость отфильтровывания промежуточного продукта после стадии окисления  $\text{HNO}_3$ .

Задачей настоящего изобретения является усовершенствование способа получения терморасширяющегося соединения на основе графита, заключающегося в последовательной обработке природного графита азотной и уксусной кислотами, водой с последующей сушкой, за счет использования парообразного окислителя вместо жидкого, чем достигается снижение длительности процесса и уменьшение расхода азотной кислоты при сохранении высокого качества конечного продукта.

Поставленная задача достигается тем, что в известном способе (прототипе), включающем последовательную обработку кислотой с концентрацией не менее 85 мас.% или смесью парами азотной кислоты с газом-носителем. В качестве газа-носителя может применяться воздух, гелий, кислород и другие газы. Обработку парами азотной кислоты или их смесью с газом-носителем производят в проточном реакторе при температуре 20-50°C в течение 1-4 ч. Расход азотной кислоты составляет 0,4-4,0 г на 1 г исходного графита.

Продукт - терморасширяющееся соединение на основе графита - черный блестящий кристаллический порошок, по внешнему виду подобен исходному графиту. Выход продукта составляет  $110 \pm 5\%$  на исходный графит. Насыпной вес -  $0,57 \pm 0,07 \text{ г/см}^3$ , температура начала вспучивания  $140 \pm 7^\circ\text{C}$ , максимальный объемный коэффициент вспучивания (представляет собой отношение насыпных весов исходного и вспученного графитов) равен 300.

Сопоставительный анализ заявляемого решения с прототипом показывает, что заявляемый способ отличается от известного тем, что вместо окисления графита жидкой азотной кислотой при перемешивании, производят окисление графита парами азотной кислоты или их смесью с газом-носителем. Это позволяет упростить технологию, исключив стадию перемешивания графита с азотной кислотой и фильтрование, сократить длительность процесса.

Использование азотной кислоты в количестве менее 0,4 г на 1 г графита дает продукт невысокого качества, а более 4,0 - экономически нецелесообразно.

Окисление в течение менее 1 ч не обеспечивает высокого коэффициента вспучивания продукта, а более 4,0 ч экономически нецелесообразно.

Окисление при температуре менее 20°C нетехнологично, требует много времени и дает продукт низкого качества, при температуре выше 50°C - дает продукт с низким коэффициентом вспучивания.

Использование менее чем 85%-ной азотной кислоты дает продукт низкого качества.

Преимуществами заявляемого способа являются его высокая технологичность и экономичность.

Изобретение иллюстрируется примерами.

Пример 1.

3 г графита марки ГТ-2 крупностью 0,5-1 мм помещают в термостатируемый при 30°C проточный трубчатый реактор и обрабатывают парами 100%-ной азотной кислоты ( $d=1,51 \text{ г/см}^3$ ) в течение 4 ч, затем промывают дважды до  $15 \text{ см}^3$  ледяной уксусной кислоты, обрабатывают  $20 \text{ см}^3$  воды, отфильтровывают, сушат 2 ч, при 100°C. Выход - 110%, насыпной вес -  $0,549 \text{ г/см}^3$ , объемный коэффициент вспучивания 230. Температура начала вспучивания -  $133^\circ\text{C}$ . Расход на тушение 30 г натрия на площади  $30 \text{ см}^2$  составом, содержащим 40% продукта (ТРГ) и 60% дициандиамида, равен 0,7 г. Продукт обладает высокой термостабильностью.

Зависимость свойства терморасширяющегося соединения на основе графита от условий проведения процесса получения отражена в таблицах 1-5.

Таблица 1

Зависимость свойств ТРГ от расхода азотной кислоты

Расход $\text{HNO}_3$ , г на 1 г графита	Насыпная плот- ность, $\text{г/см}^3$	Коэффициент вспучивания, $\text{см}^3/\text{м}^3$	Температура начала вспучива- ния, $^\circ\text{C}$	Потеря массы, %
0,3	0,709	63	173	6
0,4	0,700	100	153	9
0,5	0,640	177	147	13
1,0	0,640	256	147	16
3,5	0,596	249	145	16
4,0	0,592	252	145	16
20,0	0,612	238	144	15

Таблица 2

Зависимость свойств ТРГ от длительности окисления графита парами азотной кислоты

Длительность окисления, ч	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>	Коэффициент вспучивания, см <sup>3</sup> /см <sup>3</sup>	Температура начала вспучивания, °С	Потеря массы, %
0,5	0,738	32	174	5
1,0	0,704	106	157	12
2,0	0,661	176	150	14
3,0	0,615	217	144	14
4,0	0,640	256	147	16
5,0*	0,582	255	140	19
6,0*	0,510	245	136	19

\* Расход  $\text{HNO}_3$  – 3, в остальных опытах – 1 г на 1 г графита

Таблица 3

Зависимость свойств ТРГ от температуры при окислении графита парами азотной кислоты

Температура в реакторе, °С	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>	Коэффициент вспучивания, см <sup>3</sup> /см <sup>3</sup>	Температура начала вспучивания, °С	Потеря массы, %
1	0,676	44	–	8
7	0,692	62	–	13
15	0,672	96	148	15
20	0,610	189	150	15
23	0,600	254	159	16
30	0,583	228	–	16
50	0,595	241	157	17
70	0,683	89	166	10

Таблица 4

Зависимость свойств ТРГ от природы газа-носителя, используемого в смеси с парами азотной кислоты для окисления

Газ-носитель	Расход $\text{HNO}_3$ , г на 1 г графита	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>	Коэффициент вспучивания, см <sup>3</sup> /м <sup>3</sup>	Температура начала вспучивания, °С	Потеря массы, %
Воздух	3,0	0,549	230	133	19
Кислород	3,5	0,640	227	145	13
Гелий	1,0	0,640	256	147	16

Таблица 5

Зависимость свойств ТРГ от концентрации азотной кислоты

Концентрация $\text{HNO}_3$ , %	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>	Коэффициент вспучивания, см <sup>3</sup> /см <sup>3</sup>	Температура начала вспучивания, °С	Потеря массы, %
80	0,710	1	–	–
85	0,687	100	162	14
90	0,574	284	149	22
95	0,566	261	147	19
100	0,589	225	140	16