



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **38485** (13) **U**
(51) МПК
C01B 31/04 (2008.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ТЕРМОРОЗШИРЮВАНОГО ГРАФІТУ

1

2

(21) u200810165

(22) 07.08.2008

(24) 12.01.2009

(46) 12.01.2009, Бюл.№ 1, 2009 р.

(72) ЯРОШЕНКО ОЛЕКСАНДР ПАВЛОВИЧ, УА,
САВОСЬКІН МИХАЙЛО ВІТАЛІЙОВИЧ, УА, ПРО-
КОФ'ЄВА ЛЮДМИЛА ОЛЕКСІЇВНА, УА, ШАБЛОВ-
СЬКИЙ ВАЛЕНТИН ОЛЕКСІЙОВИЧ, УА, ХРИПУ-
НОВ СЕРГІЙ ВАСИЛЬОВИЧ, УА, ШОЛОГОН
ВІКТОР ІВАНОВИЧ, УА, ГРЕБЕНЮК СЕРГІЙ АНА-

ТОЛІЙОВИЧ, УА, ГАЛУШКО ОЛЬГА ЛЕОНІДІВНА,
УА

(73) ІНСТИТУТ ФІЗИКО-ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ І ВУГ-
ЛЕХІМІЇ ІМ. Л. М. ЛИТВИНЕНКА НАН УКРАЇНИ, УА
(57) Спосіб одержання терморозширюваного гра-
фіту, який містить послідовну обробку природного
лускатого графіту концентрованим водним розчи-
ном дихромату натрію, концентрованою сірчаною
кислотою та порошком сухого нейтралізуючого
агента, який **відрізняється** тим, що як нейтралі-
зуючий агент використовують цемент.

Корисна модель відноситься до технології одержання терморозширюваних (здатних до термічного спучення при нагріванні) сполук інтеркалювання графіту акцепторного типу. Більш конкретно корисна модель відноситься до сухого способу одержання терморозширюваної сполуки інтеркалювання графіту з сірчаною кислотою - залишкового бісульфату графіту, частинки якого вкрито оболонкою, яка складається з продуктів взаємодії відпрацьованого інтеркалюючого розчину з порошком нейтралізуючого агента - терморозширюваного графіту. Одержуваний за пропонуванням у корисній моделі спосібом продукт призначено у першу чергу для використання у якості компоненту різноманітних терморозширюваних ізолюючих та утеплюючих матеріалів, які широко використовуються у металургійному виробництві. Він також може бути використаним для одержання спученого графіту, призначеного, наприклад, для використання у якості сорбенту для збору розливів нафти та нафтопродуктів з поверхні води.

Найбільш близьким до способу одержання терморозширюваного графіту, який заявляється у корисній моделі, за технічною сутністю та результатом, що досягається, є сухий спосіб одержання терморозширюваного графіту [1], обраний нами у якості прототипу. Спосіб-прототип містить три послідовних стадії обробки порошку природного лускатого графіту. Спочатку графіт протягом 10 хвилин перемішують з концентрованим водним розчином дихромату натрію, який взято у кількості 55см^3 на 1кг вихідного графіту. Потім реакційну масу протягом 10 хвилин перемішують з концент-

рованою сірчаною кислотою, яку взято у кількості 210см^3 на 1кг вихідного графіту, і після цього протягом 15 хвилин перемішують з порошком нейтралізуючого агента, у якості якого використовують порошок магнезитовий каустичний, який взято у кількості 420г на 1кг вихідного графіту. Спосіб-прототип характеризується високою технологічністю та економічністю та дозволяє за 35 хвилин синтезувати терморозширюваний графіт у вигляді сухого рухливого порошку з коефіцієнтом спучення при 900°C в ударному режимі нагрівання (K_c^{900}) не менш ніж $60\text{см}^3/\text{г}$. Окрім того, при реалізації способу-прототипу повністю відсутні рідкі відходи й, як наслідок, проблеми, пов'язані з їх утилізацією.

Однак способу-прототипу є притаманним істотний недолік, пов'язаний з використанням у якості нейтралізуючого агента кошового та дефіцитного порошку магнезитового каустичного, який в Україні не виробляється. Спосіб-прототип орієнтовано на використання у якості нейтралізуючого агента порошку магнезитового каустичного марки ПМК-83 виробництва ВАТ "Комбінат "Магнезит" (м. Сатка, Росія), ціна якого становить не менш ніж 3200грн/т (за цінами 2008 року), що обумовлює високу собівартість кінцевого продукту та знижує його конкурентоспроможність.

В основу корисної моделі покладено задачу розробки способу, який забезпечує одержання терморозширюваного графіту з більш низькою собівартістю при одночасному збереженні високої технологічності, а також якості кінцевого продукту ($K_c^{900} \geq 60\text{см}^3/\text{г}$) на рівні, який є притаманним способу-прототипу.

(13) **U**(11) **38485**(19) **UA**

Задачу, яку поставлено у корисній моделі, вирішено за рахунок того, що на відміну від відомого способу-прототипу, який містить послідовну обробку порошку природного лускатого графіту спочатку його перемішуванням протягом 10 хвилин з концентрованим водним розчином дихромату натрію, який взято у кількості 55см^3 на 1кг вихідного графіту, потім протягом 10 хвилин з концентрованою сірчаною кислотою, яку взято у кількості 210см^3 на 1кг вихідного графіту, і протягом 15 хвилин з порошком нейтралізуючого агента, який взято у кількості 420г на 1кг вихідного графіту, в якості порошку нейтралізуючого агента замість порошку магnezитового каустичного марки ПМК-83 використовують цемент.

Істотною відмінною способом, який заявляється в корисній моделі, від способу-прототипу є те, що для обробки графіту у якості нейтралізуючого агента замість коштовного та дефіцитного порошку магnezитового каустичного марки ПМК-83 закордонного виробництва з ціною не менш 3200грн/т використовують цемент вітчизняного виробництва з ціною 600-650грн/т.

Реалізація способу, що заявляється у корисній моделі, дозволяє істотно знизити собівартість кінцевого продукту за рахунок заміни коштовного та дефіцитного імпортного порошку магnezитового каустичного марки ПМК-83 на доступний та майже у п'ять разів дешевший цемент при одночасному збереженні високої технологічності і якості кінцевого продукту ($K_c^{900} \geq 60\text{см}^3/\text{г}$) на рівні, який є притаманним способу-прототипу, що забезпечує досягнення технічного ефекту корисної моделі за вказаними параметрами.

Для реалізації способу-прототипу і способу, який заявляється у корисній моделі, використовували природний лускатий графіт марки ГТ-1 за ГОСТ 4596-75 виробництва Заваллівського графітового комбінату (Україна), концентровану сірчану кислоту кваліфікації "хч" з концентрацією 95,8% ($d=1,835\text{г}/\text{см}^3$) за ГОСТ 4204-77 та дихромат натрію (натрій двохромовокислий) кваліфікації "технічний" за ГОСТ 2651-78. Концентрований водний розчин дихромату натрію з концентрацією 67,7% ($d=1,65\text{г}/\text{см}^3$) готували шляхом розчинення наважки дихромату натрію у дистильованій воді. При реалізації способу-прототипу у якості нейтралізуючого агента використовували порошок магnezитовий каустичний марки ПМК-83 за ГОСТ 2548-77 виробництва ВАТ "Комбінат "Магnezит" (м.Сатка, Росія). При реалізації способу, що заявляється у корисній моделі, у якості нейтралізуючого агента використовували портландцемент марки ПЦ ІІ/Б-Ш-400 виробництва Амвросієвського ВАТ "Донецмент" (Донецька обл., Україна) за ДСТУ Б В.2.7-46-96 та шлакопортландцемент марки ШПЦ ІІІ/А-400 виробництва ВАТ "Краматорський цементний завод Пушка" (Донецька обл., Україна) за ДСТУ Б В.2.7-46-96.

Для синтезу терморозширюваного графіту за способом-прототипом та за способом, що заявляється у корисній моделі, використовували циліндричний водоохлоджуваний реактор місткістю 200дм^3 , виготовлений з нержавіючої сталі та обладнаний багатоплатевою мішалкою, що обертається зі швидкістю 100об/хв. Для охолодження

реактора використовували воду з мережі побутового водопостачання.

Коефіцієнт спучення (K_c^{900} , $\text{см}^3/\text{г}$) кінцевого продукту визначали у режимі теплового удару при температурі 900°C наступним чином. У розігріту до температури 900°C муфельну піч (Fisher Scientific Isotemp® Model 650 Programmable Muffle Furnace) встановлювали кювету з нержавіючої сталі місткістю 150см^3 . Наважку продукту масою $m=(0,400-0,450)\text{г}$ швидко вносили у розігріту кювету, встановлену у печі, й тримали там до повного спучення протягом 60с. У результаті нагрівання у режимі теплового удару відбувалося спучення продукту. Кювету з одержаним спученим графітом виймали з печі, обережно переносили її вміст у вимірювальний скляний циліндр й визначали об'єм (V , см^3), зайнятий спученим графітом. Значення коефіцієнту спучення K_c ($\text{см}^3/\text{г}$) визначали з співвідношення $K_c=V/m$ як середнє арифметичне з трьох паралельних вимірювань. Допустима розбіжність між паралельними визначеннями становила 5%. Корисна модель далі ілюструється прикладами.

Приклад 1 (порівняльний, за способом-прототипом)

У реактор завантажують 50кг природного лускатого графіту марки ГТ-1, вмикають перемішування і додають $2,75\text{дм}^3$ концентрованого водного розчину дихромату натрію. Через 10 хвилин у реакційну масу додають $10,5\text{дм}^3$ концентрованої сірчаної кислоти та продовжують перемішування протягом ще 10 хвилин. Після завершення обробки реакційної маси концентрованою сірчаною кислотою у реактор двома порціями додають 21кг нейтралізуючого агента, в якості якого використовують порошок магnezитовий каустичний марки ПМК-83. Спочатку додають першу порцію магnezиту у кількості 10,5кг, а через 5 хвилин його залишок у кількості 10,5кг. Сумарна тривалість стадії обробки реакційної маси нейтралізуючим агентом становить 15 хвилин. Після завершення стадії обробки реакційної маси порошком нейтралізуючого агента перемішування зупиняють та вивантажують кінцевий продукт у вигляді сухого рухливого порошку. Сумарна тривалість синтезу терморозширюваного графіту становить 35хв.

Одержуваний кінцевий продукт має значення коефіцієнту спучення при 900°C у режимі теплового удару $K_c^{900}=75\text{см}^3/\text{г}$.

Приклад 2

У реактор завантажують 50кг природного лускатого графіту марки ГТ-1, вмикають перемішування і додають $2,75\text{дм}^3$ концентрованого водного розчину дихромату натрію. Через 10 хвилин у реакційну масу додають $10,5\text{дм}^3$ концентрованої сірчаної кислоти та продовжують перемішування протягом ще 10 хвилин. Після завершення обробки реакційної маси концентрованою сірчаною кислотою у реактор двома порціями додають 21кг нейтралізуючого агента, в якості якого використовують портландцемент марки ПЦ ІІ/Б-Ш-400. Спочатку додають першу порцію портландцементу у кількості 10,5кг, а через 5 хвилин його залишок у кількості 10,5кг. Сумарна тривалість стадії обробки реакційної маси нейтралізуючим агентом становить 15 хвилин. Після завершення стадії обробки реакційної маси порошком нейтралізуючого агента

перемішування зупиняють та вивантажують кінцевий продукт у вигляді сухого рухливого порошку. Сумарна тривалість синтезу терморозширюваного графіту становить 35хв.

Одержуваний кінцевий продукт має значення коефіцієнту спучення при 900°C у режимі теплового удару $K_c^{900}=95\text{см}^3/\text{г}$.

Приклад 3

У реактор завантажують 50кг природного лускатого графіту марки ГТ-1, вмикають перемішування і додають $2,75\text{дм}^3$ концентрованого водного розчину дихромату натрію. Через 10 хвилин у реакційну масу додають $10,5\text{дм}^3$ концентрованої сірчаної кислоти та продовжують перемішування протягом ще 10 хвилин. Після завершення обробки реакційної маси концентрованою сірчаною кислотою у реактор двома порціями додають 21кг нейтралізуючого агента, в якості якого використовують шлакопортландцемент марки ШПЦ III/A-400. Спочатку додають першу порцію шлакопортландцементу у кількості 10,5кг, а через 5 хвилин його залишок у кількості 10,5кг. Сумарна тривалість стадії обробки реакційної маси нейтралізуючим агентом становить 15 хвилин. Після завершення стадії обробки реакційної маси порошком нейтралізуючого агента перемішування зупиняють та вивантажують кінцевий продукт у вигляді сухого

рухливого порошку. Сумарна тривалість синтезу терморозширюваного графіту становить 35хв.

Одержуваний кінцевий продукт має значення коефіцієнту спучення при 900°C у режимі теплового удару $K_c^{900}=98\text{см}^3/\text{г}$.

Порівняння даних, які наведено у прикладах 1-3, показує, що використання у якості нейтралізуючого агента більш дешевого цементу замість кошового порошку магнезитового каустичного дозволить одержувати терморозширюваний графіт у вигляді сухого рухливого порошку з коефіцієнтом спучення при 900°C в ударному режимі нагрівання не нижче чим $60\text{см}^3/\text{г}$ при одночасному збереженні високої технологічності способу-прототипу. Спосіб, що заявляється у корисній моделі, є простим і може бути реалізованим у промисловому обсязі для виробництва високоякісного конкурентноспроможного терморозширюваного графіту.

Джерела інформації:

1. Пат. 49454 А Україна, МПК⁷ С 01 В 31/04. Спосіб одержання графіту, що терморозширюється / О.П. Ярошенко, М.В. Савоськін, О.М. Магазинський, О.Б. Савсуненко, С.М. Жуковський (Інститут фізико-органічної хімії і вуглехімії ім. Л.М. Литвиненка НАН України); Заявл. 11.12.2001; №2001128523; Опубл. 16.09.2002, Бюл. №. 9-1 (Прототип).