



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 55478

(13) C2

(51) 7 C01B31/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ СПУЧЕНОГО ГРАФІТУ

1

2

(21) 2000031451

(22) 14 03 2000

(24) 15 04 2003

(46) 15 04 2003, Бюл. № 4, 2003 р.

(72) Ярошенко Олександр Павлович, Савоськін Михайло Віталійович, Капкан Леонід Мілентійович
(73) ІНСТИТУТ ФІЗИКО-ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ І ВУГЛЕХІМІЇ ІМ Л. М. ЛИТВИНЕНКА Національної академії наук УКРАЇНИ

(56) UA 21283, A, 27 02 98

US 4908200, 13 03 90

Журнал прикладной химии Том 67, выпуск 2, февраль 1994, стр. 204-211

Журнал прикладной химии Том 68, выпуск 1, январь 1995, стр. 67-70

(57) 1 Спосіб одержання спученого графіту, що

включає змішування графіту з неорганічною сіллю хлорної кислоти і нагрівання отриманої суміші, який **відрізняється** тим, що як неорганічну сіль хлорної кислоти використовують перхлорат амонію й у суміш додатково вводять модифікуючий реагент, за який використовують сірчану кислоту.

2 Спосіб по п. 1, який **відрізняється** тим, що змішування графіту з перхлоратом амонію і сірчаною кислотою здійснюють при ваговому співвідношенні між перхлоратом амонію і графітом у діапазоні від 0,8 до 2,0 і мольному співвідношенні між сірчаною кислотою і перхлоратом амонію в діапазоні від 0,24 до 0,40, а нагрівання отриманої суміші ведуть при температурі від 270 °С до 400 °С.

Винахід відноситься до технології одержання спученого графіту, що широко застосовується в різноманітних галузях техніки. Одержуваний по способу, що заявляється, спучений графіт являє собою низькощільний графітовий матеріал, здатний пресуватися у виробі різноманітної форми. Продукт може бути використаний також у якості сорбента для видалення нафти і нафтопродуктів з поверхні води і ґрунту, загусника мастильних матеріалів, для виробництва приробочних засобів, а також у якості добавки до різноманітних полімерних матеріалів для надання їм електропровідності.

Є відомими способи одержання спученого графіту, засновані на термічному розкладі сполук інтеркалювання графіту на основі кислот Бренстеда, переважно на основі сірчаної або азотної кислоти [1, 2]. Для цього графіт оброблюють надлишком димучої азотної або сірчаної кислоти, або надлишком розчину сильного неорганічного окислювача в концентрованій сірчаній або азотній кислоті. Отриманий у результаті такої обробки окислений графіт виділяють із реакційної маси, промивають водою, сушать і піддають отриманий продукт високотемпературній обробці. Для здійснення цих відомих способів одержання спученого графіту в якості сильного неорганічного окислювача використовують широкий ряд хімічних сполук

азотну кислоту і її солі, перекис водню, озон, хромовий ангідрид, перманганати, біхромати, і персульфати, двоокис свинцю, двоокис марганцю, тощо. Використовують ті окислювачі, що спроможні забезпечити утворення бісульфату графіту шляхом окислення матриці графіту з утворенням графітових макрокатионів й наступного інтеркалювання в міжшаровий простір матриці окисленого графіту бісульфатних аніонів, сольватованих молекулами сірчаної кислоти [3].

Описані в [1, 2] відомі традиційні способи одержання спученого графіту дозволяють одержувати спучений графіт високої якості з насипною щільністю, що сягає $0,003 \text{ г/см}^3$ і зольністю на рівні, що не перевищує зольності вихідного графіту. Це забезпечує можливість його практичного використання для одержання гнучкого графіту і для інших цілей. Проте зазначеним відомим способам притаманний ряд недоліків, серед яких найбільш істотними є такі:

- багатостадійність і тривалість, необхідність використання великих кількостей агресивних і токсичних мінеральних кислот і окислювачів,

- накопичення на різноманітних технологічних стадіях процесу великої кількості рідких відходів, що містять кислоти й окислювачі, які необхідно знешкоджувати,

(13) C2

(11) 55478

(19) UA

- необхідність здійснення операції сушіння промитого водою окисненого графіту, що потребує великих енергетичних витрат,

- необхідність здійснення спучення графіту при температурі вище 700°C , звичайно при 1000°C і вище

Є відомими також способи одержання спученого графіту в процесах прямої термоокислювальної конверсії графіту [4]. На відміну від відомих традиційних способів одержання спученого графіту [1, 2], що включають окислення графіту надлишком розчину сильноного неорганічного окислювача в мінеральній кислоті, виділення окисненого графіту з реакційної маси, промивання окисненого графіту водою, сушіння і термічне спучення шляхом нагрівання при високій температурі, процес прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений графіт потребує тільки змішування графіту з реагентом, що спучує, і нагрівання отриманої суміші з утворенням спученого графіту. Метод прямої термоокислювальної конверсії графіту істотно спрощує одержання спученого графіту, тому що виключає необхідність використання великого надлишку розчину неорганічного окислювача в концентрованій мінеральній кислоті, виділення окисненого графіту з реакційної маси, промивання окисненого графіту водою і його сушіння. Цілковито виключається накопичення потребуючих знешкодження рідких кислотних відходів. Ефекти, що досягаються при реалізації методу прямої окислювальної конверсії графіту в спучений графіт, забезпечуються за рахунок того, що при нагріванні суміші графіту з реагентом, що спучує, у результаті розкладу останнього відбувається утворення високореакційних часток окислювачів і інтеркалантів. Взаємодія цих часток із графітом призводить до утворення - інтермедиату - сполуки інтеркалювання графіту, здатної до термічного спучення. Процеси термічного розкладу реагенту, що спучує, та утворення сполуки інтеркалювання графіту протікають послідовно в інтервалі температур від початку активації реагенту, що спучує, до температурної межі усталеності сполуки інтеркалювання графіту. При подальшому підвищенні температури відбувається її термічне спучення з утворенням спученого графіту. З технологічної точки зору усі вказані процеси реалізуються в одну технологічну стадію.

У якості реагенту, що спучує, для прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений графіт можуть бути використані кристалогідрати нитратів цинку і магнію [5], а також перхлорат магнію [6].

Найбільш близьким до винаходу, що заявляється, по суті і результату, що досягається, є спосіб одержання спученого графіту [6], прийнятий нами в якості прототипу. Спосіб-прототип [6] передбачає одержання спученого графіту в процесі прямої термоокислювальної конверсії графіту. Спосіб-прототип [6] включає змішування графіту з реагентом, що спучує, і нагрівання отриманої суміші при температурі $520 - 900^{\circ}\text{C}$ протягом $2 - 4\text{хв}$. У якості реагенту, що спучує, використовують перхлорат магнію в кількості від 25 до 95% мас від його суміші з графітом. Спосіб-прототип забезпечує ефективне спучення графіту зі ступенем (кое-

фіцієнтом) спучення не менше $100\text{см}^3/\text{г}$ вихідного графіту й одержання спученого графіту з насипною щільністю $0,003 - 0,01\text{г}/\text{см}^3$. Характеристики одержуваного по способу-прототипу спученого графіту (коефіцієнт спучення і насипна щільність) забезпечують можливість його використання у виробництві гнучкого графіту.

Проте спосіб-прототип має істотний недолік, який полягає в тому, що одержувані при його реалізації частки спученого графіту забруднені оксидом магнію - твердим продуктом термічного розкладу перхлорату магнію. Наявність у спученому графіті домішок оксиду магнію істотно обмежує можливість використання такого продукту в якості вихідної сировини для виробництва гнучкого графіту.

У основу винаходу, що заявляється, покладено такі задачі: розробка способу одержання спученого графіту в процесі прямої термоокислювальної конверсії графіту з одержанням спученого графіту зі ступенем (коефіцієнтом) термічного спучення не менш ніж $100\text{см}^3/\text{г}$ вихідного графіту й зольністю не вище, чим у вихідному графіті, при одночасному зберіганні високої технологічності способу-прототипу.

Поставлена задача вирішується за рахунок того, що у відомому способі одержання спученого графіту, що включає змішування порошку графіту з неорганічною сіллю хлорної кислоти, у якості якої використовують перхлорат магнію, з одержанням однорідної суміші, що містить $10 - 75\%$ мас графіту і $25 - 90\%$ мас перхлорату магнію, і нагрівання зазначеної суміші при температурі $520 - 900^{\circ}\text{C}$ протягом $2 - 4\text{хв}$, у якості неорганічної солі хлорної кислоти замість перхлорату магнію використовують перхлорат амонію (ПХА) при ваговому співвідношенні між перхлоратом амонію і графітом $[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$ у діапазоні від $0,8$ до $2,0$ і в отриману суміш перхлорату амонію з графітом додатково вводять модифікуючий реагент - сірчану кислоту - при мольному співвідношенні між сірчаною кислотою (у розрахунку на 100% сірчану кислоту) і перхлоратом амонію $[\text{H}_2\text{SO}_4]/[\text{ПХА}]$ у діапазоні від $0,24$ до $0,40$, а нагрівання отриманої суміші здійснюють при температурі від 270 до 400°C протягом $2 - 4\text{хв}$.

Істотною відмінною способом, що заявляється, від способу-прототипу [6] є те, що для здійснення прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений графіт у якості реагенту, що спучує, замість перхлорату магнію використовують перхлорат амонію й в отриману суміш перхлорату амонію з графітом додатково вводять модифікуючий реагент, у якості якого використовують сірчану кислоту.

Другою істотною відмінною способом, що заявляється, від способу-прототипу є те, що змішування графіту з перхлоратом амонію здійснюють при ваговому співвідношенні $[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$ у діапазоні від $0,8$ до $2,0$.

Третьою істотною відмінною способом, що заявляється, від способу-прототипу є те, що для здійснення процесу прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений графіт при використанні перхлорату амонію в якості неорганічної солі хлорної кислоти до суміші додатково вводять модифі-

куючий реагент - сірчану кислоту - при мольному співвідношенні (у розрахунку на 100% сірчану кислоту) $[\text{H}_2\text{SO}_4]/[\text{ПХА}]$ в діапазоні від 0,24 до 0,40

Четвертою істотною відмінною рисою способу, що заявляється, від способу-прототипу є те, що процес прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений графіт здійснюють при температурі від 270°C до 400°C

Реалізація способу, що заявляється, дозволяє

- здійснити одержання спученого графіту в процесі прямої термоокислювальної конверсії графіту з використанням у якості реагенту, що спучує, перхлорату амонію,

- одержати спучений графіт з коефіцієнтом спучення не менш ніж $100\text{см}^3/\text{г}$ вихідного графіту, із насипною щільністю 0,003 - 0,01 г/см³ і з зольністю не вище, чим у вихідному графіті,

- зберегти високу технологічність способу-прототипу

Характеристики спученого графіту, одержаного по способу, що заявляється, забезпечують можливість його використання у виробництві гнучкого графіту без будь-яких обмежень

Технічні ефекти, які досягаються, при реалізації способу, що заявляється, цілком вирішують задачі, покладені в його основу

Експериментальним шляхом встановлено діапазони вагового співвідношення між перхлоратом амонію і графітом $[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$, мольного співвідношення між сірчаною кислотою та перхлоратом амонію $[\text{H}_2\text{SO}_4]/[\text{ПХА}]$ у розрахунку на 100% сірчану кислоту і температури здійснення прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений графіт при нагріванні сумішей графіт - перхлорат амонію - сірчана кислота

Діапазон вагового співвідношення $[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$, що заявляється, становить 0,8 - 2,0. При ваговому співвідношенні між перхлоратом амонію і графітом менше 0,8 (нижня межа, що заявляється) коефіцієнт термічного спучення графіту стає меншим за $100\text{см}^3/\text{г}$, що не забезпечує досягнення технічного ефекту винаходу, що заявляється, по цьому параметру

Збільшення вагового співвідношення між перхлоратом амонію і графітом вище 2,0 (верхня межа, що заявляється) є недоцільним, тому що не веде до збільшення значення коефіцієнта термічного спучення графіту проти досягнутого

Діапазон мольного співвідношення $[\text{H}_2\text{SO}_4]/[\text{ПХА}]$, що заявляється, (у розрахунку на 100% сірчану кислоту) становить 0,24 - 0,40. При мольному співвідношенні між сірчаною кислотою і перхлоратом амонію менше 0,24 (нижня межа, що заявляється) коефіцієнт термічного спучення графіту стає меншим за $100\text{см}^3/\text{г}$, що не забезпечує досягнення технічного ефекту винаходу, що заявляється, по цьому параметру

Збільшення мольного співвідношення між сірчаною кислотою і перхлоратом амонію вище 0,40 (верхня межа, що заявляється) є недоцільним, тому що не веде до збільшення значення коефіцієнта термічного спучення графіту проти досягнутого

Діапазон температури здійснення прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений

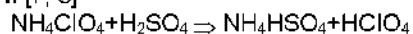
графіт при нагріванні сумішей графіт - перхлорат амонію - сірчана кислота, що заявляється, становить 270 - 400°C. При температурі здійснення процесу менше 270°C (нижня межа, що заявляється) коефіцієнт термічного спучення графіту становить менше $100\text{см}^3/\text{г}$, що не забезпечує досягнення технічного ефекту винаходу, що заявляється по цьому параметру

Збільшення температури вище 400°C (верхня межа, що заявляється) є недоцільним, тому що не веде до збільшення значення коефіцієнта термічного спучення графіту проти досягнутого

Експериментальним шляхом доведено, що технічні ефекти винаходу, що заявляється, досягаються при використанні розчинів сірчаної кислоти різної концентрації. Коефіцієнт термічного спучення графіту при постійних значеннях температури здійснення процесу термічного розширення, вагового співвідношення $[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$ і мольного співвідношення $[\text{H}_2\text{SO}_4]/[\text{ПХА}]$ (у розрахунку на 100% сірчану кислоту) не залежить від концентрації сірчаної кислоти, що додається у суміш графіту з перхлоратом амонію

Експериментальне встановлено, що зольність спученого графіту, одержаного по способу, що заявляється, не перевищує зольності вихідного графіту

Досягнуті при реалізації винаходу, що заявляється, технічні ефекти можна пояснити в таким чином. Нагрівання механічних сумішей перхлорату амонію з графітом при ваговому співвідношенні $[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$ у діапазоні від 0,05 до 20,0 у температурному діапазоні від 200 до 900°C до утворення терморозширеного графіту не веде. При цьому спостерігається повне вибухоподібне розкладання перхлорату амонію з утворенням газоподібних продуктів, які містять двоокис азоту, і часткове вигорання графіту. Очевидно/при нагріванні такої суміші не відбувається утворення часток окислювачів і інтеркалантів, спроможних забезпечити утворення проміжних сполук інтеркалювання графіту, що спучуються, й, як наслідок, спученого графіту. При введенні в суміш графіту з перхлоратом амонію сірчаної кислоти в реакційній масі відбувається утворення деякої кількості хлорної кислоти [7, 8]



Імовірно, що у присутності кислот термічний розклад перхлорату амонію проходить по іншій реакції, яка забезпечує утворення активних часток окислювачів та інтеркалантів, які далі залучаються у процес утворення спученого графіту. До того ж відомо, що сама хлорна кислота є ефективним реагентом, що спучує графіт у процесах прямої термоокислювальної конверсії [4]

Відсутність збільшення зольності спученого графіту, одержаного за способом, що заявляється, проти зольності вихідного графіту пояснюється тим, що використані реагенти (перхлорат амонію і сірчана кислота) при нагріванні в суміші з графітом цілком розкладаються з утворенням тільки газоподібних продуктів, які не впливають на зольність спученого графіту

Для реалізації винаходу, що заявляється, використовували природний лускатий графіт марки ГТ-1 Заваллівського родовища по Держстандарту

СРСР 4596-75 з зольністю $A^d=6,52\%$ мас. Використовували перхлорат амонію по ТУ 6-09-3876-75 кваліфікації «хч» виробництва Славгородського в/о «Алтайхімпром». Перхлорат амонію перед використанням розтирали у порцеляновій ступці і вилучали фракцію з розмірами часток - 0,063мм, яку використовували в експериментах. Застосовували концентровану сірчану кислоту кваліфікації «хч» по Держстандарту СРСР 4204-77 з концентрацією 95,8% мас. Менш концентровані розчини сірчаної кислоти готували розведенням концентрованої сірчаної кислоти дистильованою водою з наступним визначенням концентрації сірчаної кислоти в отриманих розчинах методом потенціометричного титрування стандартним водним розчином ідкого натру. Для одержання спученого графіту по способу-прототипу використовували перхлорат магнію (магній хлорнокислий, ангідрон) кваліфікації «ч» за ТУ 6-09-3880-75.

Коефіцієнт термічного спучення графіту (параметр K_c , $\text{см}^3/\text{г}$ вихідного графіту) визначали по наступній методиці.

У попередньо розігріту до необхідної температури муфельну піч (тип СНОП) встановлювали кювету, виготовлену з нержавіючої сталі. Після прогріву кювети до неї вносили наважки суміші масою m (г) і витримували протягом 2 - 4 хв. Одержаний спучений графіт переносили з кювети в скляний градуйований вимірювальний циліндр і заміряли об'єм спученого графіту V (см^3). Значення параметра K_c визначали як середнє арифметичне трьох рівнобіжних вимірів з використанням співвідношення $K_c=V/m^*$, де m^* - кількість графіту у вихідній суміші (г). Середня помилка вимірів $\pm 5\%$. Встановлено, що в усьому вивченому діапазоні температури здійснення способу, що заявляється, значення параметра K_c усіх досліджених сумішей, які містять графіт, перхлорат амонію і сірчану кислоту, не залежать від тривалості термообробки в діапазоні від 2 до 4 хв.

Зольність (A^d , % мас) вихідного графіту й зразків спученого графіту визначали за Держстандартом СРСР 17818 4-90 «Графіт. Метод визначення зольності». Наважки аналізованих матеріалів у порцелянових тиглях витримували в муфельній печі при температурі 950 С до постійної ваги. Зольність обчислювали з співвідношення

$$A^d, \% \text{ мас} = m_1 / m_0 \cdot 100,$$

де m_0 - маса наважки вихідного зразка (г), а m_1 - маса зольного залишку (г).

Змішування графіту з перхлоратом амонію і сірчаною кислотою або з перхлоратом магнію (по

способу-прототипу) здійснювали у вертикальному циліндричному скляному реакторі місткістю 0,4дм³. У реактор завантажували необхідні кількості графіту і перхлорату амонію і з градуйованої скляної піпетки вводили необхідний об'єм розчину сірчаної кислоти відомої концентрації. Перемішування компонентів суміші вели протягом 10хв при температурі навколишнього середовища з використанням Т-подібної мішалки, виготовленої з нержавіючої сталі і закріпленої на валу універсального лабораторного змішувача МРВ-309.

Здійснення способу одержання спученого графіту, що заявляється, ілюструється наступними прикладами.

Приклад 1 (порівняльний, по способу-прототипу [6]).

У реактор вводять 70г природного лускатого графіту марки ГТ-1 з зольністю 6,52% мас і 30г порошку перхлорату магнію, включають перемішування і через 10хв одержують суміш, що складається з 70% мас графіту і 30% мас перхлорату магнію. Отриману суміш нагрівають у муфельній печі при 600°C протягом 3хв і одержують спучений графіт із коефіцієнтом термічного спучення 130 $\text{см}^3/\text{г}$ і зольністю 13,82% мас. Зольність спученого графіту перевищує зольність вихідного графіту більш ніж у два рази.

Приклад 2

У реактор вводять 50г природного лускатого графіту марки ГТ- 1 з зольністю 6,52% мас і 50г порошку перхлорату амонію, включають перемішування і додають 17,3 см^3 сірчаної кислоти з концентрацією 69,09% мас. Через 10хв перемішування зупиняють і одержують суміш графіт - перхлорат амонію - сірчана кислота вагове співвідношення $[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$ у якій дорівнює 1,0, а мольне співвідношення $[\text{H}_2\text{SO}_4]/[\text{ПХА}]$ (у розрахунку на 100% сірчану кислоту) дорівнює 0,40. Отриману суміш нагрівають у муфельній печі при 400°C протягом 2,5хв і одержують спучений графіт з зольністю 6,50% мас і з коефіцієнтом термічного спучення, рівним 163 $\text{см}^3/\text{г}$.

Приклади 3 - 8

Спучений графіт одержують як описано у прикладі 2, але варіюють вагове співвідношення між перхлоратом амонію і графітом і кількість сірчаної кислоти, яка додається у суміш графіту з перхлоратом амонію таким чином, щоб мольне співвідношення між сірчаною кислотою і перхлоратом амонію в суміші було постійним і рівним 0,4. Значення зольності і коефіцієнта термічного спучення графіту при 400°C наведено в табл. 1.

Таблиця 1

Приклади, що обґрунтовують межі, що заявляються, вагового співвідношення між перхлоратом амонію і графітом ($[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$). Використовували сірчану кислоту з концентрацією 69,09% мас. Термічне спучення графіту здійснювали при 400°C протягом 2,5хв.

№ приклада	Вагове співвідношення $[\text{ПХА}]/[\text{графіт}]$	Мольне співвідношення $[\text{H}_2\text{SO}_4]/[\text{ПХА}]^a$	K_c , $\text{см}^3/\text{г}$	A^d , % мас
2	1,0	0,40	163	6,50
3	0,8 ^b	0,40	100	6,51
4	0,7	0,40	80	6,52
5	0,6	0,40	50	6,49

Таблиця 1 (продовження)

№ приклада	Вагове співвідношення [(ПХА)/[графіт]]	Мольне співвідношення [H ₂ SO ₄]/[ПХА] ^а	K _c , см ³ /г	A ^d , %мас
6	1,5	0,40	184	6,50
7	2,0 ^б	0,40	210	6,52
8	2,5	0,40	210	6,48

^а У розрахунку на 100% сірчану кислоту
^б Нижня межа, що заявляється
^в Верхня межа, що заявляється

Приклади 9 - 15
 Спучений графіт одержують як описано в прикладі 2, але варіюють мольне співвідношення між

сірчаною кислотою і перхлоратом амонію. Значення зольності і коефіцієнта термічного спучення графіту при 400°C наведено в табл. 2

Таблиця 2

Приклади, що обґрунтовують межі, що заявляються, мольного співвідношення між сірчаною кислотою і перхлоратом амонію ([H₂SO₄]/[ПХА]). Використовували сірчану кислоту з концентрацією 69,09%мас. Термічне спучення графіту здійснювали при 400°C протягом 2,5хв

№ приклада	Мольне співвідношення [H ₂ SO ₄]/[ПХА] ^а	Вагове співвідношення [(ПХА)/[графіт]]	K _c , см ³ /г	A ^d , %мас
2	0,40 ^б	1,0	163	6,50
9	0,45	1,0	164	6,51
10	0,52	1,0	163	6,52
11	0,39	1,0	155	6,49
12	0,34	1,0	137	6,50
13	0,27	1,0	128	6,52
14	0,24 ^в	1,0	100	6,50
15	0,20	1,0	53	6,48

^а У розрахунку на 100% сірчану кислоту
^б Верхня межа, що заявляється
^в Нижня межа, що заявляється

Отриману в прикладі 2 суміш графіт - перхлорат амонію - сірчана кислота (вагове співвідношення (ПХА)/[графіт] у суміші становить 1,0, а мольне співвідношення [H₂SO₄]/[ПХА] дорівнює

0,4) нагрівають у муфельній печі при варіюванні температури в діапазоні від 250 до 900°C. Значення зольності і коефіцієнта термічного спучення графіту від температури подано в табл. 3

Таблиця 3

Дані, що обґрунтовують діапазон температури, що заявляється, здійснення прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений графіт при нагріванні суміші графіт-перхлорат амонію - сірчана кислота, отриманої в прикладі 2

Температура, °C	K _c , см ³ /г	A ^d , %мас
250	85	6,49
270 ^а	100	6,46
300	115	6,49
350	135	6,48
400 ^б	163	6,46
500	162	6,48
500	165	6,50
700	161	6,47
800	164	6,45
900	163	6,48

^а Нижня межа, що заявляється
^б Верхня межа, що заявляється

Дані, що ілюструють незалежність коефіцієнта термічного спучення графіту від концентрації сірчаної кислоти, яка додається у суміш графіту з

перхлоратом амонію, наведено в табл. 4

Наведені в табл. 1, табл. 2, табл. 3 і табл. 4 дані показують, що для досягнення технічного ефекту винаходу, що заявляється, при здійсненні прямої термоокислювальної конверсії графіту в спучений

графіт необхідно щоб вагове співвідношення між перхлоратом амонію і графітом знаходилося в діапазоні від 0,8 до 2,0, мольне співвідношення між сірчаною кислотою і перхлоратом амонію зна-

ходилося в діапазоні від 0,24 до 0,40, а нагрівання сумішей графіт - перхлорат амонію - сірчана кислота здійснювалося в температурному діапазоні від 270°C до 400°C

Таблиця 4

Дані, що обґрунтовують незалежність коефіцієнта термічного спучення графіту від концентрації сірчаної кислоти, яка додається у суміш графіту з перхлоратом амонію. До сумішей графіту з перхлоратом амонію з ваговим співвідношенням $[ПХА]/[графіт]=1,0$ додавали такі кількості сірчаної кислоти різноманітної концентрації, щоб мольне співвідношення між сірчаною кислотою і перхлоратом амонію в одержаних сумішах було постійним і рівним 0,4. Коефіцієнт термічного спучення графіту в отриманих сумішах визначали при 400°C (нагрівання протягом 2,5хв)

Концентрація сірчаної кислоти, %мас	$K_c, \text{см}^3/\text{г}$	A, %мас
95,80	167	6,47
90,15	165	6,47
85,00	163	6,48
79,98	164	6,47
74,95	162	6,50
69,09	163	6,48
55,56	160	6,46

Наведені в табл 4 дані показують, що досягнення технічного ефекту винаходу забезпечується при використанні сірчаної кислоти з концентрацією, що варіюється в широкому діапазоні, але за умови перебування мольного співвідношення між сірчаною кислотою і перхлоратом у їх суміші з графітом у діапазоні, що заявляється.

Спосіб дозволяє одержувати спучений графіт із коефіцієнтом спучення не нижче $100\text{см}^3/\text{г}$ і зольністю не вище, чим у вихідному графіті при одночасному збереженні високої технологічності способу-прототипу.

Джерела інформації

1 Chung D D L Review exfoliation of graphite // J Mater Sci - 1987 - Vol 22, № 12 - P 4190 - 4198

2 Ярошенко А П, Попов А Ф, Шапранов В В Технологические аспекты синтеза солей графита // Ж прикл химии - 1994 - Т 67, № 2 - С 204 - 211

3 Rudorff W, Hofmann U Uber Graphitsalze // Z anorg allg Chem - 1938 - Bd 238, №1 - S 1 - 50

4 Ярошенко А П, Савоськин М В Прямая

термоокислительная конверсия графита в пенографит - путь к новым технологиям // Ж прикл химии - 1995 - Т 68, №1 - С 67 - 70

5 Пат 2057064 Россия, МПК5 С 01 В 31/04 Способ получения вспененного графита/ М В Савоськин, Т В Хабарова, А П Ярошенко, В В Шапранов, В А Кучеренко, С Б Любчик (МКП «Технология»), Заявл 07 09 92, №5066782/26, Опубл 27 03 96 БИ №9

6 Пат 21283 А Украина, МКВ С 01 В 31/04 Спосіб одержання спіненого графіту / В В Шапранов, О П Ярошенко, А Ф Попов (ІНФОВ НАН України), Заявл 30 07 93, №94041230, Опубл 27 02 98 (Прототип)

7 Шумахер И Перхлораты. Свойства, производство и применение - М. Гос научно-техн. изд химической литературы, 1963 - 275с

8 Gillespie R J Cryoscopic measurements in sulphuric acid. Part VI The solutes nitronium perchlorate and ammonium perchlorate. The basicity of the perchlorate ion and the acidity of perchloric acid. Notes on the strengths of some oxy-acids // J Chem Soc - 1950 - №9 - P 2537 - 2542