T 64 (8)

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ. Серия «ХИМИЯ И ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ»

ChemChemTech

2021

2021

V 64 (8)

DOI: 10.6060/ivkkt.20216408.6404

УДК: 66.018.4

ПОВЫШЕНИЕ ТЕРМОСТОЙКОСТИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ТЕРМОРАСШИРЕННОГО ГРАФИТА

А.Д. Ноздрюхин, И.С. Потапов, В.З. Пойлов, М.В. Черепанова

Александр Дмитриевич Ноздрюхин*

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Комсомольский пр-т., 29, Пермь, Российская Федерация, 614990

Уральский государственный научно-исследовательский институт региональных экологических проблем, Комсомольский пр-т, 61a, Пермь, Российская Федерация, 614039 E-mail: nozd@ecologyperm.ru *

Игорь Сергеевич Потапов, Владимир Зотович Пойлов, Мария Владимировна Черепанова

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Комсомольский пр-т., 29, Пермь, Российская Федерация, 614990

E-mail: asp-potapov@mail.ru, vladimirpoilov@mail.ru, syromyatnikova.maria@yandex.ru

Терморасширенный графит является современным композитным материалом, изделия из которого используются в качестве уплотнительных элементов. Однако, термическая стойкость терморасширенного графита, определяемая по величине потери массы при температуре 670 °C в среде воздуха, пока недостаточна (73%). В связи с этим, актуальной задачей является придание изделиям из терморасширенного графита более высокой термической стойкости к окислению. Для решения указанной проблемы использована технология импрегнирования изделий из терморасширенного графита, выявлены импрегнирующие реагенты и составы, повышающие термостойкость листового терморасширенного графита. Установлено, что увеличение термостойкости пропитанных образцов возрастает в ряду: хлорид кальция – метасиликат натрия – хлорид магния – кремнезоль, при этом повышение длительности пропитки с одного до двух часов не оказывает существенного влияния на термостойкость образцов. Наилучший результат (потеря массы образцов - 16,0%) получен при использовании в качестве пропитывающего реагента 10% раствора кремнезоля. При этом поверхность импрегнированных образцов терморасширенного графита после сушки отличается отсутствием трещин и вздутий. Выявлено термическое поведение импрегнирующих веществ. Показано, что при повышении температуры хлорид кальция плавится и разрушает пористую структуру терморасширенного графита; хлорид магния образует токсичный хлористый водород и оксид магния, продукты, расклинивающие слои терморасширенного графита, тем самым облегчая доступ кислорода – это негативно сказывается на термической стойкости. Метасиликат натрия и кремнезоль покрывают частицы терморасширенного графита, тем самым повышая стойкость к окислению, т.е. увеличивается термическая стойкость образцов терморасширенного графита. Термический анализ исходного терморасширенного графита и обработанного кремнезолем терморасширенного графита показал, что температура начала окисления обработанного образца возрастает на 45 °С.

Ключевые слова: терморасширенный графит, дефекты на поверхности, термостойкость, пропитывание, термообработка, метасиликат натрия, хлорид магния, кремнезоль, термический анализ, токсичные выбросы

INCREASING HEAT RESISTANCE OF PRODUCTS FROM HEAT EXTENDED GRAPHITE

A.D. Nozdryukhin, I.S. Potapov, V.Z. Poilov, M.V. Cherepanova

Alexander D. Nozdryukhin*

Perm National Research Polytechnic University, Komsomolsky ave., 29, Perm, 614990, Russia Ural State Research Institute of Regional Environmental Problems, Komsomolsky ave., 61a, Perm, 614039, Russia E-mail: nozd@ecologyperm.ru *

Igor S. Potapov, Vladimir Z. Poilov, Maria V. Cherepanova

Perm National Research Polytechnic University, Komsomolsky ave., 29, Perm, 614990, Russia E-mail: asp-potapov@mail.ru, vladimirpoilov@mail.ru, syromyatnikova.maria@yandex.ru

Thermally expanded graphite is a modern composite material, products from which are used as sealing elements. However, the thermal stability of thermally expanded graphite, determined by the amount of mass loss at a temperature of 670 °C in the air, is still insufficient (73%). In this regard, an urgent task is to give products made of thermally expanded graphite a higher thermal resistance to oxidation. To solve this problem, the technology of impregnating products from thermally expanded graphite was used, impregnating reagents and compositions that increase the heat resistance of thermally expanded graphite sheets were identified. It was found that the increase in the heat resistance of the impregnated samples increases in the series: calcium chloride-sodium metasilicate-magnesium chloride-silica, while the increase in the duration of impregnation from one to two hours does not significantly affect the heat resistance of the samples. The best result (sample mass loss-16.0 %) was obtained when using a 10% silica solution as an impregnating reagent. The surface of the impregnated thermally expanded graphite samples after drying is characterized by the absence of cracks and blisters. The thermal behavior of impregnating substances is revealed. It is shown that when the temperature increases, calcium chloride melts and destroys the porous structure of the thermally expanded graphite; magnesium chloride forms toxic hydrogen chloride and magnesium oxide, products that wedge the layers of the thermally expanded graphite, thereby facilitating the access of oxygen-this negatively affects the thermal stability. Sodium metasilicate and silica cover the thermally expanded graphite particles, thereby increasing the resistance to oxidation, i.e., the thermal resistance of thermally expanded graphite samples increases. Thermal analysis of the initial thermally expanded graphite and the silica-treated thermally expanded graphite showed that the temperature of the beginning of oxidation of the treated sample increases by 45 °C.

Key words: thermally expanded graphite, surface defects, heat resistance, impregnation, heat treatment, sodium metasilicate, magnesium chloride, silica sol, thermal analysis, toxic emissions

Для цитирования:

Ноздрюхин А.Д., Потапов И.С., Пойлов В.З., Черепанова М.В. Повышение термостойкости изделий из терморасширенного графита. Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2021. Т. 64. Вып. 8. С. 49–56

For citation:

Nozdryukhin A.D., Potapov I.S., Poilov V.Z., Cherepanova M.V. Increasing heat resistance of products from heat extended graphite. *ChemChemTech* [*Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.*]. 2021. V. 64. N 8. P. 49–56

ВВЕДЕНИЕ

Терморасширенный графит (ТРГ) является одним из перспективных композитных материалов [1]. ТРГ представляет собой материал с низкой насыпной плотностью, пригодный для целого ряда применений [2]. Благодаря своим уникальным свойствам: высокая химическая стойкость, прекрасная уплотняющая способность – ТРГ находит широкое применение в качестве уплотнительных материалов во многих областях промышленности. Наличие сырья и возможность придания готовой товарной продукции необходимой разнообразной формы обеспечивают активное использование материалов на основе ТРГ [3, 4].

В современных условиях возрастают требования к выпускаемым изделиям из ТРГ. Одной из основных характеристик листового ТРГ является его термостойкость – способность материала противостоять окислению при высоких температурах

[5]. С целью определения путей увеличения термостойкости выпускаемых изделий проведен анализ патентной и научной литературы. В результате установлено, что существует несколько способов повышения термостойкости изделий на основе ТРГ. Один из методов заключается в введении в ТРГ соединений магния, кремния, кальция путем импрегнирования с последующими операциями сушки и термической обработки [6]. Из-за слоистой структуры графита возникает возможность внедрения веществ между углеродными слоями [7]. В промышленных условиях основными компонентами для интеркалирования служат азотная [8] и серная кислоты [9]. ИГ направляют в зону терморасширения, где под воздействием повышенных температур происходит испарение интеркалята [10], в результате возникает неконтролируемое расширение чешуйчатого графита и образование графитового пуха [11]. Важной характеристикой получаемого в производстве графитового пуха является насыпная плотность, которая зависит от технологических условий процесса терморасширения и может варьироваться в широком диапазоне от 1 до 100 кг/м³. Процесс получения графитового пуха с низкой насыпной плотностью подробно рассмотрен в работе [12]. При прокатывании графитового пуха получают листовой ТРГ, который по строению является слоистым изотропным материалом. Чешуйки преимущественно ориентированы в плоскости прессования и связаны когезионными связями [13]. Изделия из терморасширенного графита применяются в агрессивных средах и при высоких температурах [14-17]. Однако, термическая стойкость ТРГ, определяемая по величине потери массы при температуре 670 °С в среде воздуха, пока недостаточна (73%). Актуальной задачей является придание изделиям из ТРГ более высокой термической стойкости к окислению.

В связи с этим, целью работы являлось исследование возможности повышения термостойкости изделий из листового ТРГ экологически безопасным способом, включающим импрегнирование изделий из ТРГ в растворах реагентов и последующую термическую обработку.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Основным видом производимой товарной продукции является листовой ТРГ, получаемый путем прокатки графитового пуха [18], который состоит из одного или нескольких слоев неармированной фольги, которую изготавливают с применением связующих ингредиентов или без них. В со-

ответствии с международными стандартами качества, изделия на основе терморасширенного графита подвергают анализу на термостойкость [19]. Методика анализа на термостойкость заключается в том, что образцы листового терморасширенного графита размером 2×2 см взвешивают на аналитических весах с точностью $\pm 0,0001$ г. и помещают в муфельную печь, где выдерживают при температуре 670 °C в течение 1 ч. После окончания заданного времени исследуемые образцы извлекают из печи и взвешивают на аналитических весах. По величине изменения массы определяют показатель термостойкости.

Для изучения поверхности листового ТРГ использовали сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения «S-3400N» (Япония). С целью выявления закономерностей термического поведения импрегнирующих добавок при термообработке проводили синхронный термический анализ на приборе «STA 449C Jupiter» NETZSCH (Германия) [20]. Условия проведения анализа: атмосфера – воздух, скорость газового потока в печи – 40 мл/мин, скорость нагрева – 10 °С/мин, материал тигля - платина. Обработку результатов синхронного термического анализа проводили с помощью программного пакета «Proteus Analysis»: по кривой ТГ определяли потери массы и температурные границы, по кривой ДСК определяли тепловые эффекты протекающих процессов.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для исследований использовали листовой ТРГ, спрессованный из графитового пуха, полученного при температуре 1250 °С. Анализ опытного образца листового ТРГ на сканирующем электронном микроскопе показал, что на поверхности присутствует большое количество неровностей и пор (рис 1). Средний размер пор составляет от 14 до 29 нм. Неровности на поверхности возникают при прессовании пухообразного графита и вызваны его неравномерным распределением по объему формы для прессования.

Исходный образец листового ТРГ направляли в печь для анализа на термостойкость. Выявлено, что после анализа на термостойкость изменение массы исходного образца ТРГ составляло $73,1\pm0,3\%$, на поверхности образовались микротрещины и большое количество вздутий, края образцов разрушились, стали хрупкими.

С учетом сведений, изложенных в источнике [6], для повышения термостойкости изделий из листового ТРГ методом импрегнирования использовали реагенты: хлориды кальция и магния,

А.Д. Ноздрюхин и др.

кремнезоль, метасиликат натрия. Пропитку образцов листового ТРГ проводили следующим образом: измеряли массу образца листового ТРГ, далее его помещали в раствор реагента, выдерживали в течение заданного времени, затем сушили до достижения постоянной массы при температуре 300 °С и проводили анализ на термостойкость при температуре 670 °С. Концентрация пропитывающего раствора выбрана 10%, исходя из условий поддержания невысокой вязкости раствора и сокращения длительности пропитывания для достижения насыщения ТРГ импрегнирующим компонентом [6]. Длительность пропитывания образцов ТРГ составляла от 15 мин до 2-х ч.

В табл. 1 приведены результаты исследований изменения массы образцов листового ТРГ, пропитанных различными веществами, после анализа на термостойкость.



Рис. 1. Микрофотография поверхности листового ТРГ при увеличении x100

Fig. 1. Micrograph of the surface of the sheet TEG at x100 magnification

Таблица 1 Изменение массы образцов листового ТРГ после анализа на термостойкость, полученных при пропитывании в различных растворах

Table 1. Change in the mass of sheet TEG samples after heat resistance analysis obtained during impregnation in various solutions

| | Изменение массы, % | | | | |
|--|--------------------|----------------|---------------|---------------|--|
| Пропитывающий раствор | Пропитывание в | Пропитывание в | Пропитывание | Пропитывание | |
| | течение 15 мин | течение 30 мин | в течение 1 ч | в течение 2 ч | |
| Исходный образец | -73,1±0,3 | | | | |
| Хлорид кальция CaCl ₂ | -82,3±0,4 | -87±0,2 | -90,0±1,0 | -99,9±0,1 | |
| Хлорид магния MgCl ₂ | -68,3±0,2 | 47,1±0,8 | -34,0±0,7 | -36,0±1,0 | |
| Кремнезоль | -50,2±0,9 | -35,7±0,4 | -16,0±0,8 | -17,0±0,4 | |
| Метасиликат натрия Na ₂ SiO ₃ ·5H ₂ O | 69,4±0,6 | 60,1±0,4 | -53,0±1,2 | -61,0±1,0 | |

Анализ полученных данных, приведенных в таблице 1, показал, что по сравнению с контрольным образцом ТРГ импрегнирование хлоридом кальция с повышением длительности пропитывания ухудшает термостойкость (наблюдается почти полное сгорание образцов). Импрегнирующие добавки MgCl₂, золь SiO₂ и Na₂SiO₃·5H₂O повышают стойкость ТРГ к окислению.

Установлено также, что увеличение термостойкости пропитанных образцов возрастает в ряду $Na_2SiO_3 - MgCl_2 -$ кремнезоль. Наилучший показатель термостойкости (16,0%) получен при использовании в качестве пропитывающего реагента коллоидного кремнезоля при времени пропитывания 1 ч. После пропитки образцов листового ТРГ раствором хлорида магния изменение массы после термического испытания составляет – 35%. После пропитки ТРГ раствором метасиликата натрия изменение массы образцов после термического испытания составляет – 53%.

Показателем эффективности пропитывания, влияющим на термостойкость, является остаточ-

ное содержание модификатора в ТРГ после пропитки и сушки. Данный показатель определяли гравиметрическим методом по разности массы образца листового ТРГ до пропитки раствором и массы высушенного образца после стадии пропитки. Результаты определения остаточного содержания модификатора в ТРГ представлены в табл. 2.

Анализ данных табл. 2 показал, что с увеличением времени пропитывания увеличивается насыщение образцов пропитывающим реагентом. При этом остаточное содержание пропитывающего реагента в ТРГ мало зависит от природы реагента и составляет при 2-х ч пропитывания 1,16-1,48%.

Для установления причин, влияющих на термостойкость пропитанного реагентами листового ТРГ, проведен термический анализ исходных веществ, использованных для пропитки: CaCl₂·3H₂O, MgCl₂·6H₂O, Na₂SiO₃·5H₂O, суспензии кремнезоля 30%, а также исходного образца листового ТРГ и образца, пропитанного раствором кремнезоля. Полученные термограммы представлены на рис. 2-5.

Таблица 2

Влияние длительности пропитывания на массу впитавшегося импрегнирующего компонента в образцах листового ТРГ

| | Прирост массы модификатора, % | | | | |
|--|-------------------------------|----------------|-----------------|---------------|--|
| Пропитывающий раствор | Пропитывание в | Пропитывание в | Пропитывание | Пропитывание | |
| | течение 15 мин | течение 30 мин | в течение 1 ч | в течение 2 ч | |
| Хлорид кальция CaCl ₂ | 0,69±0,01 | 0,91±0,01 | 1,06±0,03 | 1,20±0,02 | |
| Хлорид магния MgCl ₂ | 0,72±0,02 | 0,87±0,02 | 1,26±0,02 | 1,30±0,02 | |
| Кремнезоль | 0,98±0,04 | 1,24±0,01 | $1,46\pm0,02$ | 1,48±0,03 | |
| Метасиликат натрия Na ₂ SiO ₃ ·5H ₂ O | 0.67 ± 0.01 | 0.84±0.03 | 1.03 ± 0.01 | 1.16 ± 0.02 | |





Термический анализ CaCl₂·3H₂O позволил установить, что при нагревании до T = 100 °C удаляется физически связанная влага, нагревание CaCl₂ с температуры 120 до 205 °С сопровождается дегидратацией CaCl₂·3H₂O, при этом кристаллизационная вода удаляется полностью, и при дальнейшем нагревании до T = 700 °C безводный CaCl₂ остается стабильным, процесс не сопровождается термогидролизом. Кристаллы CaCl₂ являются очень гигроскопичными, имеют октаэдрическую структуру и плавятся при T = 772 °C. Из этого следует, что после термической обработки ТРГ, пропитанного раствором CaCl₂, между слоями графита в ТРГ остается безводный CaCl₂, который при повышенных температурах плавится и разрушает пористую структуру ТРГ.

В отличие от CaCl₂·3H₂O, при нагревании MgCl₂·6H₂O кристаллогидратная вода отщепляется ступенчато с эндоэффектами при T₁=127,9 °C, T₂ = 193,5 °C, T₃ = 233,1 °C с последующими превращениями MgCl₂ в Mg(OH)Cl при T > 300 °C, который при дальнейшем нагреве до T = 474,9 °C подвергается термогидролизу с образованием высокодисперсного оксида магния. Следовательно, схема термических превращений MgCl₂, пропитывающего ТРГ, выглядит следующим образом:



Температура, °С Рис. 3. Термограмма шестиводного хлорида магния Fig. 3. Thermogram of magnesium chloride hexahydrate

Из приведенных данных следует, что термическая обработка ТРГ, пропитанного раствором MgCl₂, должна проводиться при температуре выше 500 °C. Можно предположить, что образующийся при этом дисперсный оксид магния покрывает частицы графита, что снижает скорость окисления и повышает термостойкость ТРГ. Следует отметить, что удаление газообразных продуктов термогидролиза паров H₂O и HCl при нагревании до T = 300 °C способствует расклиниванию слоев ТРГ, что облегчает доступ кислорода внутрь при эксплуатации материала при высоких температурах.

Термограмма Na₂SiO₃·5H₂O (рис. 4) показывает, что при T = 50 °C начинается плавление с последующей ступенчатой потерей кристаллизационной воды (пики при T = 98, T = 122,5, T = 157, T = 173,9 °C). При достижении 157 °C теряется 26,3% массы, а при 180 °C теряется последняя кристаллизационная вода (потеря массы составляет около 41%) и дальнейшая незначительная потеря массы при нагревании от 180 до 700 °C связана с десорбцией химически связанной воды. Других превращений выше 180 °С с силикатом натрия не происходит, поскольку безводный силикат натрия термически устойчив до T = 1088 °С, при которой он начинает плавиться. Следовательно, термическая обработка ТРГ, пропитанного раствором Na₂SiO₃, может проводиться при T = 180 °С. При этом Na₂SiO₃ покрывает частицы ТРГ, препятствуя их контакту с кислородом, что повышает термостойкость ТРГ.



Рис. 4. Термограмма метасиликата натрия пятиводного Fig. 4. Thermogram of sodium metasilicate pentahydrate



Fig. 5. Thermogram of silica sol, 30%

Из термограммы кремнезоля SiO₂ (рис. 5), который представляет собой суспензию коллоидных частиц диоксида кремния с размером 8-15 нм, следует, что при нагреве до T = 140 °C происходит практически полное удаление воды. Получаемый при термообработке оксид кремния обладает большой удельной поверхностью и остается стабильным при дальнейшем нагревании. После сушки листового ТРГ, пропитанного кремнезолем, частицы оксида кремния осаждаются на поверхности и заполняют поры материала без образования дефектов на поверхности образца, повышая стойкость к окислению, т.е. термостойкость ТРГ. Для подтверждения факта повышения термостойкости проведен термический анализ исходного образца листового ТРГ и образца, пропитанного 10% раствором кремнезоля. Результаты представлены на рис. 6.





Fig. 6. Thermogram of the initial sample of sheet TEG (1) and a sample of sheet TEG soaked with 10% silica solution for 1 h (2)

Из анализа термограмм на рис. 6 следует, что температура начала и окончания окисления исходного образца листового ТРГ составляет 650,5 и 1094 °С соответственно. При этом у образца, пропитанного 10% раствором кремнезоля, температуры начала и окончания окисления выше, чем для исходного образца, и составляют 695,4 и 1221,5 °С соответственно. Таким образом, данные проведенного термического анализа подтверждают, что после пропитки ТРГ кремнезолем температуры начала и окончания процесса окисления возрастают, т.е. термостойкость ТРГ увеличивается. Преимуществами использования кремнезоля для повышения термостойкости ТРГ является отсутствие на поверхности изделий из листового ТРГ дефектов, исключение токсичных выбросов при термической обработке ТРГ.

выводы

Исследована эффективность повышения термостойкости листового ТРГ путем импрегнирования веществами: MgCl₂, CaCl₂, Na₂SiO₃, золь SiO₂ с последующей термической обработкой ТРГ. Установлено, что увеличение термостойкости пропитанных образцов возрастает в ряду Na₂SiO₃ – MgCl₂ – SiO₂, увеличение времени пропитки с одного до двух часов не оказывает существенного влияния на термостойкость образцов. Положительный эффект достигается внедрением в матрицу ТРГ огнеупорных материалов: силикатов, оксида магния и диоксида кремния, а пропитка раствором хлорида кальция значительно ухудшает термические свойства листового ТРГ. Перспективным представляется применение в качестве пропитывающего реагента кремнезоля. Пропитка ТРГ раствором кремнезоля в течение 1 ч позволяет снизить потерю массы образца при термических испытаниях в 4,5 раза. Результаты проведенного термического анализа подтверждают, что после пропитки ТРГ кремнезолем температуры начала и окончания процесса окисления возрастают, т.е. термостойкость ТРГ увеличивается. Преимуществами использования кремнезоля для повышения термостойкости ТРГ является отсутствие на поверхности изделий из листового ТРГ дефектов, исключение токсичных выбросов при термической обработке ТРГ.

ЛИТЕРАТУРА

- Сорокина Н.Е., Авдеев В.В., Тихомиров А.С., Лутфуллин М.А., Саидаминов М.И. Композиционные наноматериалы на основе интеркалированного графита. М.: МГУ им. М.В. Ломоносова. 2010. 50 с.
- Фролов И.Н., Яковлев А.В. Получение терморасширенного графита из азотнокислых электролитов и его микроструктурные особенности. Межвуз. Сб. науч. тр. II Всеросс. конф. с междунар. уч., посв. 110-л. Саратов. Нац. исслед. гос. ун-та им. Н.Г. Чернышевского, 90-л. Института Химии (химический факультет), 150-л. Периодического закона и Периодической таблицы химических элементов Д.И. Менделеева. Саратов: Саратов. Нац. исслед. гос. ун-т им. Н.Г. Чернышевского, 2019. С. 420-421.
- Афанасов И.М., Ван Тенделоо Г. Терморасширенный графит, модифицированный оксидом циркония. *Неорг.* материалы. 2011. № 6. С. 678-683.
- Скурихин А.А., Ершова Т.В., Юдина Т.Ф. Влияние модифицирования окисленного (ОГ) и терморасширенного (ТРГ) графитов на их коррозионную активность. Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2008. Т. 51. Вып. 7. С. 81-83.
- Cambridge Advanced Learner's Dictionary. Cambridge University Press. 2008. P. 1852.
- 6. **Ноздрюхин А.Д., Черепанова М.В., Потапов И.С.** Увеличение термостойкости листового терморасширенного графита. *Вестн. ПНИПУ: Хим. технология и биотехнол.* 2019. № 1. С. 83-92. DOI: 10.15593/2224-9400/2019.1.8.
- Мелешко А.И., Половников С.П. Углерод, углеродные волокна, углеродные композиты. М.: Изд-во Сайнс-Пресс. 2007. 194 с.
- Емельянов К.Б., Бычков А.Е., Зеленко В.Л., Хейфец Л.И. Математическое моделирование процесса анодного интеркалирования в разбавленной азотной кислоте. Вестн. Моск. Ун-та. 2010. Т. 51. Вып. 2. С. 96-101.
- Маслов В.А., Пустовалов Ю.П., Трофимова Л.А., Дан Л.А. Динамика превращения соединений интеркалирования графита при термошоковом нагреве. Вісн. Приазов. Держ. Техніч. унів. 2019. Т. 38. С. 23-30. DOI: 10.31498/2225-6733.38.2019.181273.

Исследования проведены по проекту Министерства науки и образования РФ RFMEFI62120X0038 от «27» апреля 2020 г. № 075-15-2020-532 с использованием научного оборудования «Центра наукоёмких химических технологий и физико-химических исследований» Пермского национального исследовательского политехнического университета.

The studies were carried out according to the project of the Ministry of Science and Education of the Russian Federation RFMEFI62120X0038 dated April 27, 2020 No. 075-15-2020-532 using the scientific equipment of the Center for Science-Intensive Chemical Technologies and Physical and Chemical Research of the Perm National Research Polytechnic University.

REFERENCES

- Sorokina N.E., Avdeev V.V., Tikhomirov A.S., Lutfullin M.A., Saidaminov M.I. Composite nanomaterials based on intercalated graphite. M.: MGU im. Lomonosov. 2010. 50 p. (in Russian).
- 2. Frolov I.N., Yakovlev A.V. Obtaining thermally expanded graphite from nitric acid electrolytes and its microstructural features. Interuniversity collection of scientific papers of the II All-Russian conference with international participation, dedicated to the 110th anniversary of the Saratov National Research State University named after N.G. Chernyshevsky, the 90th anniversary of the Institute of Chemistry (Faculty of Chemistry), the 150th anniversary of the Periodic Law and the Periodic Table of Chemical Elements by D.I. Mendeleev. Saratov: Saratov National Research State University named after N.G. Chernyshevsky, 2019. P. 420-421 (in Russian).
- Afanasov I. M., Van Tendeloo G. Thermally expanded graphite modified with zirconium oxide. *Neorg. Mater.* 2011. N 6. P. 678–683 (in Russian).
- 4. Skurikhin A.A., Ershova T.V., Yudina T.F. The effect of the modification of oxidized (OG) and thermally expanded (TEG) graphites on their corrosivity. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.].* 2008. V. 51. N 7. P. 81-83 (in Russian).
- 5. Cambridge Advanced Learner's Dictionary. Cambridge University Press. 2008. P. 1852.
- Nozdryukhin A.D., Cherepanova M.V., Potapov I.S. The increase in heat resistance of sheet thermally expanded graphite. *Vestn. PNIPU: Khim. Tekhnol. Biotekhnol.* 2019. N 1. P. 83-92 (in Russian). DOI: 10.15593/2224-9400/2019.1.8.
- 7. Meleshko A.I., Polovnikov S.P. Carbon, carbon fibers, carbon composites. M.: Saynes-Press. 2007. 194 p. (in Russian).
- Emelyanov K.B., Bychkov A.E., Zelenko V.L., Kheifets L.I. Mathematical modeling of the process of anodic intercalation in dilute nitric acid. *Vestn. Moskov. Un-ta.* 2010. V. 51. N 2. P. 96-101 (in Russian).
- Maslov V.A., Pustovalov Yu.P., Trofimova L.A., Dan L.A. dynamics of transformation of graphite intercalation connections during thermal shock heating. *Visn. Priazov. Derzh. Tekhnich. Univ.* 2019. V. 38. P. 23-30 (in Russian). DOI: 10.31498/2225-6733.38.2019.181273.

А.Д. Ноздрюхин и др.

- Кропачев Р.В., Новокшонов В.В., Вольфсон С.И., Михайлова С.Н. Терморасширяющиеся полимерные композиционные материалы. Вест. технолог. универ. 2015. Т. 18. № 5. С. 60-63.
- Zhang H., Wu Y., Sirisaksoontorn W., Remcho V.T., Lerner M.M. Preparation, characterization, andstructuretrendsfor graphite intercalation compounds containing pyrrolidinium cations. *Chem. Mater.* 2017. N 28. P. 969-974. DOI: 10.1186/s11671-017-1930-2.
- Ноздрюхин А.Д., Черепанова М.В., Потапов И.С. Определение условий терморасширения интеркалированного графита в печи с электрообогревом. *Южно-сиб. науч. вестн.* 2020. № 1. С. 102-106. DOI: 10.25699/SSSB.2020.29.56934.
- 13. Ханов А.М., Макарова Л.Е., Дегтярев А.И., Караваев Д.М., Москалев В.А., Нестеров А.А., Смирнов Д.В., Исаев О.Ю. Особенности строения и использования терморасширенного графита. Вестн. ПНИПУ: Машиностр., материаловед. 2012. № 1. С. 92-106.
- 14. **Иванова М.С.** Применение петраграфита и материалов на его основе. *Университет. наука*. 2017. Т. 3. № 1.С. 20-21.
- 15. Филимонов С.В., Камаев А.О., Шорникова О.Н., Малахо А.П., Авдеев В.В. Теплопроводящие свойства высокотемпературных материалов на основе пенографита. Новые огнеупоры. 2016. № 3. С. 144-148. DOI: 10.17073/1683-4518-2016-3-144-148.
- Филимонов С.В., Сорокина Н.Е., Ященко Н.В., Малахо А.П., Авдеев В.В. Теплофизические свойства высокопористых монолитов на основе пенографита. *Неорг. материалы.* 2013. Т. 49. Вып. 4. С. 352-358. DOI: 10.7868/S0002337X13040039.
- Караваев Д.М., Ханов А.М., Матыгуллина Е.В., Сиротенко Л.Д. Влияние структурно-морфологических особенностей терморасширенного графита на износостойкость композиционного материала с кремнийорганическим связующим. Изв. Самарс. науч. центра РАН. 2013. Т. 15. Вып. 6. С. 378-381.
- Мясникова А.В., Градинар Ю.С., Белова М.Ю. Исаев О.Ю., Холкин В.А. Влияние природы графита на характеристики материалов терморасширенного графита Науч. конф. Актуальные проблемы порошкового материаловедения. Пермь: Перм. нац. исслед. политех. ун-т. 2018. С. 456-464.
- ASTMF2191 / F2191M-13. Standard Specification for Packing Material. Graphiticor Carbon Braided Yarn. ASTM International. West Conshohocken, PA. 2013.
- 20. Technical specifications «STA 449CJupiter» URL: https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/.

- Kropachev R.V., Novokshonov V.V., Wolfson S.I., Mikhailova S.N. Thermally expanding polymer composite materials. *Vestn. Tekhnol. Un-ta.* 2015. V. 18. N 5. P. 60-63(in Russian).
- Zhang H., Wu Y., Sirisaksoontorn W., Remcho V.T., Lerner M.M. Preparation, characterization, andstructuretrendsfor graphite intercalation compounds containing pyrrolidinium cations. *Chem. Mater.* 2017. N 28. P. 969-974. DOI: 10.1186/s11671-017-1930-2.
- Nozdryukhin A.D., Cherepanova M.V., Potapov I.S. Determining the conditions for thermal expansion of intercalated graphite in a furnace with electric heating. *Yuzh.-Sibir. Nauch. Vestn.* 2020. N 1. P. 102-106 (in Russian). DOI: 10.25699/SSSB.2020.29.56934.
- Khanov A.M., Makarova L.E., Degtyarev A.I., Karavaev D.M., Moskalev V.A., Nesterov A.A., Smirnov D.V., Isaev O.Yu. Features of the structure and use of thermally expanded graphite. *Vestn. PNIPU: Mashinostr. Materialoved.* 2012. N 1. P. 92-106 (in Russian).
- 14. **Ivanova M.S.** The use of graphite powder and materials based on it. *Universitet. Nauka*. 2017. V. 3. N 1. P. 20-21 (in Russian).
- Filimonov S.V., Kamaev A.O., Shornikova O.N., Malakhov A.P., Avdeev V.V. Heat-conducting properties of high-temperature materials based on penografite. *Novye Ogneupory*. 2016. N. 3. P. 144-148. DOI: 10.17073/1683-4518-2016-3-144-148.
- Filimonov S.V., Sorokina N.E., Yashchenko N.V., Malakhov A.P., Avdeev V.V. Thermophysical properties of highly porous monoliths based on penografite. *Neorg. Mater.* 2013. V. 49. N 4. P. 352-358 (in Russian). DOI: 10.7868/S0002337X13040039.
- Karavaev D.M., Khanov A.M., Matygullina E.V., Sirotenko L.D. Influence of structural and morphological features of thermally expanded graphite on the wear resistance of a composite material with an organosilicon binder. *Izv. Samar. Nauch. Tsentra RAN.* 2013. V. 15. N 6. P. 378-381 (in Russian).
- Myasnikova A.V., Gradinar Yu.S., Belova M.Yu. Isaev O.Yu., Kholkin V.A. The influence of the nature of graphite on the characteristics of thermally expanded graphite materials. Actual problems of powder materials science. Perm: PNIPU. 2018. P. 456-464 (in Russian).
- ASTMF2191 / F2191M-13. Standard Specification for Packing Material. Graphiticor Carbon Braided Yarn. ASTM International. West Conshohocken, PA. 2013.
- 20. Technical specifications «STA 449CJupiter» URL: https://www.ne-tzsch-thermal-analysis.com/en/

Поступила в редакцию 19.03.2021 Принята к опубликованию 31.05.2021

Received 19.03.2021 Accepted 31.05.2021