# ВЛИЯНИЕ ПРОЦЕССОВ ТЕРМИЧЕСКОГО ОКИСЛЕНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ГРАФИТОВОЙ ФОЛЬГИ

# Д.В. Ефимов, А.В. Иванов, В.А. Муханов, М.И. Лукьянцев, Н.В. Максимова, В.В. Авдеев

Дмитрий Васильевич Ефимов (ORCID 0009-0003-8987-1880)\*, Андрей Владимирович Иванов (ORCID 0000-0002-1328-882X), Владимир Анатольевич Муханов (ORCID 0009-0006-9160-2569), Михаил Иванович Лукьянцев (ORCID 0009-0006-3296-6469), Наталья Владимировна Максимова (ORCID 0000-0002-4804-2897), Виктор Васильевич Авдеев (ORCID 0000-0001-5573-2987)

Кафедра химической технологии и новых материалов, Химический факультет, Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Ленинские горы, 1, стр. 3, Москва, Российская Федерация, 119991

E-mail: efimovdmitry1997@gmail.com\*, key700@mail.ru, v.mukhanov1@gmail.com, Lukyantsev2005@mail.ru, maksimova@mail.ru, avdeev@highp.chem.msu.ru

В настоящей работе была получена графитовая фольга из терморасширенного графита на основе интеркалированных соединений графита с азотной кислотой IV, III, II ступеней. Фольга была получена при помощи стандартных технологических операций, включающих интеркалирование азотной кислоты в порошок графита, гидролиз соединений внедрения с получением окисленного графита, вспенивание окисленного графита при помощи термоудара и прокатку терморасширенного графита в графитовую фольгу. Структура полученных интеркалированных соединений графита и образование определенной ступени подтверждалось методом рентгенофазового анализа. Морфология и элементный анализ для промежуточных продуктов (окисленного графита и терморасширенного графита) и конечной графитовой фольги исследовались методом сканирующей электронной микроскопии. Было продемонстрировано, что в продуктах после терморасширения отсутствуют следы азотной кислоты. Установлено, что при окислении графитовой фольги ее поверхность становится более дефектной, а графитовая фольга на основе интеркалированных соединений графита IV ступени проявляет большую термическую стойкость, чем интеркаляты более низких ступеней внедрения. Механические испытания показали большую прочность на разрыв графитовой фольги на основе интеркалированных соединений графита с азотной кислотой II ступени, а также снижение прочности графитовой фольги в процессе окисления. Испытания герметичности уплотнений из графитовой фольги показали снижение уровня герметичности фланцевой прокладки из графитовой фольги при ее окислении при повышенной температуре в воздушной атмосфере. Кроме того, показано, что необходимое усилие обжатия для обеспечения заданного уровня герметичности повышается с увеличением номера ступени внедрения азотной кислоты в графит.

Ключевые слова: углеродные материалы, интеркалированные соединения графита, механические свойства, прочность, герметичность

# INFLUENCE OF THERMAL OXIDATION PROCESSES ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF GRAPHITE FOIL

# D.V. Efimov, A.V. Ivanov, V.A. Mukhanov, M.I. Lukyantsev, N.V. Maksimova, V.V. Avdeev

Dmitry V. Efimov (ORCID 0009-0003-8987-1880)\*, Andrey V. Ivanov (ORCID 0000-0002-1328-882X), Vladimir A. Mukhanov (ORCID 0009-0006-9160-2569), Mikhail I. Lukyantsev (ORCID 0009-0006-3296-6469), Natalya V. Maksimova (ORCID 0000-0002-4804-2897), Viktor V. Avdeev (ORCID 0000-0001-5573-2987)

Department of Chemical Technology and New Materials, Faculty of Chemistry, Lomonosov Moscow State University, Leninskie Gory, 1, bld. 3, Moscow, 119991, Russia

E-mail: efimovdmitry1997@gmail.com\*, key700@mail.ru, v.mukhanov1@gmail.com, Lukyantsev2005@mail.ru, maksimova@mail.ru, avdeev@highp.chem.msu.ru

In this work, graphite foil was obtained from thermally expanded graphite based on intercalated compounds of graphite with nitric acid of stages IV, III, II. The foil was obtained using standard technological operations, including intercalation of nitric acid into graphite, hydrolysis of interstitial compounds, exfoliation of oxidized graphite using thermal shock and rolling of thermally expanded graphite into graphite foil. The structure of the obtained intercalated compounds of graphite and the formation of a certain stage were confirmed by X-ray phase analysis. The morphology and elemental analysis for intermediate products (oxidized graphite and thermally expanded graphite) and the final graphite foil were studied by scanning electron microscopy. It was demonstrated that there are no traces of nitric acid in the products after thermal exfoliation. It has been established that during oxidation of graphite foil, its surface becomes more defective, and graphite foil based on intercalated compounds of stage IV graphite exhibits greater thermal resistance than lower stages of intercalation. Mechanical tests have shown greater tensile strength of graphite foil based on intercalated compounds of graphite with nitric acid of stage II, as well as a decrease in the strength of graphite foil during oxidation. Tests of the tightness of seals made of graphite foil have shown a decrease in the tightness level of a flange gasket made of graphite foil during its oxidation at elevated temperatures in an air atmosphere. In addition, it has been shown that the required compression force to ensure a given tightness level increases with an increase in the number of the stage of intercalation of nitric acid into graphite.

Keywords: carbon materials, intercalated graphite compounds, mechanical properties, strength, tightness

### Для цитирования:

Ефимов Д.В., Иванов А.В., Муханов В.А., Лукьянцев М.И., Максимова Н.В., Авдеев В.В. Влияние процессов термического окисления на механические свойства графитовой фольги. *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2025. Т. 68. Вып. 9. С. 83–89. DOI: 10.6060/ivkkt.20256809.2y.

#### For citation:

Efimov D.V., Ivanov A.V., Mukhanov V.A., Lukyantsev M.I., Maksimova N.V., Avdeev V.V. Influence of thermal oxidation processes on the mechanical properties of graphite foil. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.].* 2025. V. 68. N 9. P. 83–89. DOI: 10.6060/ivkkt.20256809.2y.

#### ВВЕДЕНИЕ

Графитовая фольга (ГФ) представляет собой материал, созданный путем прессования терморасширенного графита, обладающий высокой химической стабильностью, механической прочностью и упругостью. Эти свойства позволяют изготавливать из фольги упругие уплотнения для предотвращения утечек, что обеспечивает долгосрочную надежность герметизации. Высокая механическая прочность также способствует долговечности уплотнителей, что снижает необходимость в частой замене. Эти качества позволяют эффективно применять ГФ в качестве герметизирующего материала в различных промышленных сферах, таких как машиностроение, добыча и переработка нефти и газа, а также в ядерной и тепловой энергетике [1-3].

Процесс производства ГФ состоит из нескольких этапов [3-5]. В начале происходит интеркалирование природного графита, то есть внедрение молекул или ионов в пространство между слоями графита, что приводит к образованию интеркалированного соединения графита (ИСГ) с определенным номером ступени [5-8]. Этот номер соответствует количеству графеновых слоев между двумя ближайшими слоями интеркалята. С увеличением числа внедренных веществ номер ступени уменьшается. Одним из самых распространенных интеркалятов является дымящая азотная кислота [9, 10], которая действует как самовнедряющееся вещество благодаря своей высокой окислительной способности, позволяющей ей окислить графитовую матрицу. В результате этого процесса нитрат анион и нейтральные молекулы азотной кислоты проникают в межслоевое пространство графита, образуя нитрат графита (НГ)  $[C_{24n}]^+NO_3^-$  ЗНNO<sub>3</sub>, где n – номер ступени. Окислительная способность азотной кислоты достаточно велика для получения II ступени, но для достижения наибольшей заполненности графитовой матрицы и образования первой ступени требуется дополнительный окислитель [11].

На следующем этапе происходит гидролиз интеркалированного соединения графита (ИСГ) – обработка ИСГ водой, в результате чего образуется

окисленный графит (ОГ) [4, 5, 12], нестехиометрический аддукт с кристаллической структурой графита, но содержащий большое количесво кислородных функциональных групп. Затем ОГ подвергается процессу терморасширения, в ходе которого он термически обрабатывается, что приводит к разупорядочению его кристаллической структуры и значительному увеличению объема графитовых частиц, формируя терморасширенный графит (ТРГ). Последний этап включает прессование ТРГ в графитовую фольгу [13].

Основное назначение графитовой фольги заключается в ее использовании в качестве уплотнительного материала. Однако ее эксплуатация на воздухе ограничена температурой начала окисления. Эта температура составляет примерно 450-550 °C [14], что ограничивает применение графитовой фольги в таких сферах, как нефтехимия и в других отраслях, где могут быть достигнуты более высокие температуры.

Окисление на воздухе происходит за счет реакции с кислородом на активных центрах на боковых поверхностях кристаллитов графита [15, 16], а также на дефектах структуры внутри графитовых слоев [17, 18]. Скорость окисления, а также температура начала окисления зависит от структуры поверхности графитового материала [19].

Процесс окисления ГФ неизбежно приводит к ухудшению ее механических свойств. Так, при появлении и возрастании количества дефектов в структуре графита заметно снижается герметизирующая способность таких изделий [20]. Кроме того, разрушение структуры графита в процессе окисления снижает его механическую прочность, поэтому для улучшения свойств изделий используют различные добавки, например, импрегнирование соединений магния и кремния [21]. Прочность образцов из ГФ на разрыв может снижаться в несколько раз при снижении его плотности [22, 23]. В зависимости от структуры образца, которая определяется в том числе и структурой исходного ИСГ, а именно номером ступени интеркалирования, изменяются и его механические характеристики.

Таким образом, изучив процесс интеркалирования и влияния номера ступени внедрения на структуру ТРГ, а также управляя плотностью образцов можно предсказывать, как будут меняться механические свойства графитовых фольг в процессе окисления. Целью данной работы является изучение влияния номера ступени интеркалирования, а также времени окисления графитовой фольги при высоких температурах на ее прочность и герметизирующую способность.

#### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для получения интеркалированных соединений графита (ИСГ) с азотной кислотой, нитрата графита (НГ) IV, III, II ступеней, проводилось взаимодействие природного чешуйчатого графита (чистота 99,9%) (масса 20 г) с 98% дымящей азотной кислотой в массовом соотношении m(графит):  $m(HNO_3) = 1:0,4; 1:0,8; 1:1,5,$  соответственно. Смесь перемешивалась в тефлоновом стакане в течение 1,5 ч. После этого к смеси добавлялось 300 мл воды и смесь перемешивалась в течение 1 мин. Избыток воды отфильтровывался от полученного окисленного графита на стеклянном пористом фильтре. Окисленный графит промывался на фильтре 300 мл холодной воды. Полученный ОГ высушивался на воздухе в течение 1 сут.

Процесс терморасширения ОГ проводился при 900 °С на воздухе в течение 10 с. Полученный ТРГ прессовался в графитовую фольгу с толщиной 0,5 мм и плотностью 1 г/см<sup>3</sup>.

Фазовый состав синтезированных образцов определялся методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре Rigaku Ultima IV (излучение СиКа ( $\lambda_{K\alpha 1} = 1,5405$  Å,  $\lambda_{K\alpha 2} = 1,5443$  Å)). Морфология образцов и их элементный состав определены методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX - Energy Dispersive Xray spectroscopy) на электронном микроскопе TESCAN VEGA3 LMU при ускоряющем напряжении 20 кВ. Для определения термических параметров использовали метод термогравиметрии. Исследования проводили для диска диаметром 5 мм, вырезанного из ГФ, на термоанализаторе NETZSCH STA 449C Jupiter. Для исследования процента потери массы при температуре 670 °С образец нагревался до данной температуры в токе азота (60 мл/мин) после чего подавался воздух (60 мл/мин), и образец выдерживался в течении 4 ч в токе воздуха.

Для исследованиия прочности на разрыв использовались полоски ГФ  $5 \times 15$  см, которые помещались в разрывную машину H5K-S, испытания проводились по стандарту ASTM F152.

Для исследования герметичности использовались кольца, вырезанные из ГФ, с внешним диаметром 92 мм и внутренним диаметром 49 мм. Испытания проводились на оборудовании TEMES fl.ai1 по стандарту EN 13555.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для исследования были получены образцы нитрата графита II, III и IV ступеней интеркалиро-

вания. Были подтверждены номера ступеней внедрения методом РФА, для каждой ступени был рассчитан период идентичности, соответствующий данному соединению внедрения (рис. 1). При уменьшении ступени интеркалирования происходит уменьшение периода идентичности (табл. 1), что связано с более высокой степенью внедрения азотной кислоты в межслоевое пространство графитовой матрицы. При этом для всех трех полученных ступеней толщина заполненного интеркалятом слоя примерно одинакова (табл. 1).



Рис. 1. Рентгенограммы нитрата графита (1) IV, (2) III, (3) II ступеней

Fig. 1. X-ray diffraction patterns of graphite nitrate (1) IV, (2) III, (3) II stages

Таблица 1 Параметры кристаллической структуры синтезированных ИСГ и потеря массы за 4 ч ГФ на основе полученных ИСГ

 

 Table 1. Crystal structure parameters of synthesized

 GIC and mass loss after 4 h of GF based on the obtained GIC

Исходный ИСГ	I <sub>c</sub> , Å	d <sub>c</sub> , Å	$\Delta m_{\Gamma\Phi}$ , %
НГ IV ступени	17,82	7,77	$75,4 \pm 3,4$
НГ III ступени	14,48	7,78	87,2 ± 2,4
НГ II ступени	11,13	7,78	$90,1 \pm 1,6$

Затем полученные образцы были подвержены гидролизу. В результате гидролиза ИСГ происходит деинтеркаляция кислоты, часть кислоты вымывается из графитовой матрицы. При этом вода частично восстанавливает ИСГ, и выделяющийся при этом активный кислород реагирует с углеродом с образованием кислородных функциональных групп. Частицы ОГ представляют собой чешуйки, сходные с чешуйками исходного графита. ОГ на основе нитрата графита содержит только углерод и кислород в своем составе. По своей кристаллической структуре ОГ на основе НГ IV-II ступеней представляет собой графит с межплоскостным расстоянием 3,36 Å (рис. 2).



Рис. 2. рентгенограммы ОГ на основе НГ (1) IV, (2) III, (3) II ступеней Fig. 2. X-ray images of OG based on NG (1) IV, (2) III, (3) II stages

Были получены образцы ТРГ путем термоудара при температуре 900 °С соответствующего ОГ на основе НГ IV, III и II ступени. Частица ТРГ имеет червеобразную форму и содержит преимущественно углерод и небольшое количество кислорода.

По своей кристаллической структуре ТРГ и ГФ, спрессованная из него, являются графитом с межплоскостным расстоянием 3,36 Å (рис. 3). Рентгенограммы для всех трех ступеней внедрения идентичны и отличаются лишь шириной основного пика (002) графита, что связано с более высокой упорядоченностью углерода для более высоких ступеней интеркалирования. Были проведены испытания термической стойкости графитовой фольги, а также ее механической прочности и герметичности фланцевой прокладки на основе ГФ до и после воздействия высокой температуры.



Рис. 3. Рентгенограммы ГФ на основе НГ (1) IV, (2) III, (3) II ступеней
 Fig. 3. X-ray images of GF based on NG (1) IV, (2) III, (3) II stages

ГФ на основе НГ IV ступени обладает более высокой термической стабильностью, меньшей потерей массы при 670 °С за 4 ч – 75%, чем ГФ на основе НГ II ступени (90%) (табл. 1). Это связано с менее развитой и дефектной поверхностью исходного ТРГ на основе НГ IV ступени и, как следствие, меньшим количеством активных центров окисления у ГФ. Также в процессе окисления наблюдается увеличение дефектности поверхности (рис. 4), что в дальнейшем сказывается на механических характеристиках графитовой фольги.



Рис. 4. СЭМ-изображения поверхности ГФ на основе НГ II ступени до (1) и после (2) окисления в течение 4 ч Fig. 4. SEM images of the surface of the GF based on stage II NG before (1) and after (2) oxidation for 4 h

При испытании графитовой фольги на герметичность из нее вырезается фланцевая прокладка, которая помещается во фланцевое соединение испытательного стенда. Во фланец подается рабочий газ (азот), по которому определяется уровень утечки. Задается определенный уровень утечки (количество пропускаемого газа в единицу времени), после чего на прокладку постепенно нагнетается давление до тех пор, пока уровень утечки не достигнет заданного. Чем большее давление обжатия необходимо для исследуемого образца, тем меньше его герметизирующая способность.

Для ГФ на основе НГ IV ступени наблюдается заметное снижение герметичности в процессе окисления (табл. 2). Давление обжатия, необходимое для обеспечения заданного уровня герметичности, для образца, окисленного в течение 4 ч, возрастает в 3,5 раза по сравнению с неокисленным образцом. Для НГ III и II ступеней также снижается герметичность в процессе окисления, однако не так интенсивно.

Таблица 2

Давление обжатия, необходимое для обеспечения заданного уровня герметичности, для фланцевых прокладок из ГФ на основе полученных ИСГ, окисленных в течение разного времени

*Table 2.* Compression pressure required to ensure a given level of tightness for flange gaskets made of GF based on the obtained GICs oxidized for different periods of time

Образцы	Qmin(L), Мпа (класс герметичности L = 0,1)					
	исходный	2ч	4ч			
ΗΓ-IV	8	20	28			
ΗΓ-III	6	17	17			
ΗΓ-II	7	16	17			

Для всех фольг на основе НГ IV, III и II ступеней интеркалирования наблюдается снижение прочности на разрыв в процессе окисления (табл. 3). После окисления на протяжении 4 ч прочность фольги снижается до 4 раз по сравнению с исходным образцом, причем для НГ II ступени снижение прочности наиболее интенсивное.

#### Таблица З

Прочность на разрыв графитовых фольг на основе полученных ИСГ, окисленных в течение разного времени

*Table 3.* Tensile strength of graphite foils based on the obtained GICs oxidized for different periods of time

Ofnoruu	$\sigma_{1cp}^{+}$ , M $\Pi$ a			
Образцы	исходный	2ч	4 ч	
ΗΓ-IV	3,73	2,60	1,47	
ΗΓ-III	5,15	2,97	1,25	
НГ-II	6,07	3,50	1,58	

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Были получены образцы нитрата графита IV, III и II ступени интеркалирования HNO<sub>3</sub>, структура соединений была исследована при помощи методов РФА. На основе данных соединений были

## Д.В. Ефимов и др.

получены образцы графитовой фольги одинаковой толщины и плотности. При испытании на термическую стойкость установлено, что при увеличении номера ступени интеркалирования повышается термическая стойкость фольги.

При помощи исследования на СЭМ показано, что в процессе термического окисления поверхность фольги становится более дефектной, что приводит к ухудшению ее механических свойств. Так, при окислении на воздухе при 670 °C в течение 4 ч наблюдается снижение герметичности фланцевой прокладки из фольги до 3,5 раз, а также снижение прочности фольги на разрыв до 4 раз. Для ГФ на основе НГ IV ступени наблюдается наиболее интенсивное изменение герметичности, в то время как наибольшую прочность и наибольшую потерю прочности при окислении показали образцы фольги на основе НГ II ступени.

## ЛИТЕРАТУРА

- Solfiti E., Wan D., Celotto A., Solieri N., Muñoz P.A., Ximenes R.F., Heredia J.M., Martin C.L.T., Perillo-Marcone A., Nuiry F.X., Alvaro A., Berto F., Calviani M. FIB-SEM investigation and uniaxial compression of flexible graphite. *Mater. Des.* 2023. V. 233. P. 112187. DOI: 10.1016/j.matdes.2023.112187.
- Yurkov A.L. Studying the porosity of graphite foil with different densities: pore space model and gas permeability. *J. Mater. Sci.* 2022. V. 57. P. 156-171. DOI: 10.1007/s10853-022-07677-9.
- 3. **Qiu T.** Research on the thickness effect and micro-fracture mechanism of graphite sheets with layered structures. *Diam. Relat. Mater* 2024. V. 143. DOI: 10.1016/j.diamond.2024.110908.
- Ivanov A.V., Yurkov A.L., Kalachev I.L., Maksimova N.V., Malakho A.P., Volkova S.I., Avdeev V.V. The Influence of Processing Conditions on Gas Transport and Thermal Properties of Graphite Foil Compressed from Exfoliated Graphite. *Processes*. 2023. V. 144. P. 144. DOI: 10.3390/pr11010144.
- Afanasov I.M., Shornikova O.N., Kirilenko D.A., Vlasov I.I., Zhang L., Verbeeck J., Avdeev V.V., Tendeloo G.V. Graphite structural transformations during intercalation by HNO<sub>3</sub> and exfoliation. *Carbon*. 2010. V. 48. P. 1862-1865. DOI: 10.1016/j.carbon.2010.01.055.
- Dimiev A.M., Ceriotti G., Behabtu N., Zakhidov D., Pasquali M., Saito R., Tour J.M. Direct Real-Time Monitoring of Stage Transitions in Graphite Intercalation Compounds. *Nano*. 2013. V. 7. N 3. P. 2773-2780. DOI: 10.1021/nn400207e.
- Dimiev A.M., Shukhina K., Behabtu N., Pasquali M., Tour J.M. Stage Transitions in Graphite Intercalation Compounds: Role of the Graphite Structure. J. Phys. Chem. C. 2019. V. 123. P. 246-253. DOI: 10.1021/acs.jpcc.9b06726.
- Rimkute G., Gudaitis M., Barkauskas J., Zarkov A., Niaura G., Gaidukevic J. Synthesis and Characterization of Graphite Intercalation Compounds with Sulfuric Acid. *Crystals*. 2022. V. 421. P. 421. DOI: 10.3390/cryst12030421.
- 9. **Ivanov A.V.** Effect of preparation conditions on gas permeability and sealing efficiency of graphite foil. *J. Mater. Sci.* 2019. V. 54. P. 457-469. DOI: 10.1007/s10853-018-3151-1.

## БЛАГОДАРНОСТЬ И ФИНАНСИРОВАНИЕ

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации по теме «Вещества и материалы для обеспечения безопасности, надежности и энергоэффективности» госзадания АААА А21 121011590086 0.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

The work was carried out with the support of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation on the topic "Substances and materials for ensuring safety, reliability and energy efficiency" of the state assignment AAAA A21 121011590086 0.

The authors declare the absence of a conflict of interest warranting disclosure in this article.

#### REFERENCES

- Solfiti E., Wan D., Celotto A., Solieri N., Muñoz P.A., Ximenes R.F., Heredia J.M., Martin C.L.T., Perillo-Marcone A., Nuiry F.X., Alvaro A., Berto F., Calviani M. FIB-SEM investigation and uniaxial compression of flexible graphite. *Mater. Des.* 2023. V. 233. P. 112187. DOI: 10.1016/j.matdes.2023.112187.
- Yurkov A.L. Studying the porosity of graphite foil with different densities: pore space model and gas permeability. *J. Mater. Sci.* 2022. V. 57. P. 156-171. DOI: 10.1007/s10853-022-07677-9.
- 3. **Qiu T.** Research on the thickness effect and micro-fracture mechanism of graphite sheets with layered structures. *Diam. Relat. Mater.* 2024. V. 143. DOI: 10.1016/ j.diamond.2024.110908.
- Ivanov A.V., Yurkov A.L., Kalachev I.L., Maksimova N.V., Malakho A.P., Volkova S.I., Avdeev V.V. The Influence of Processing Conditions on Gas Transport and Thermal Properties of Graphite Foil Compressed from Exfoliated Graphite. *Processes*. 2023. V. 144. P. 144. DOI: 10.3390/pr11010144.
- Afanasov I.M., Shornikova O.N., Kirilenko D.A., Vlasov I.I., Zhang L., Verbeeck J., Avdeev V.V., Tendeloo G.V. Graphite structural transformations during intercalation by HNO<sub>3</sub> and exfoliation. *Carbon.* 2010. V. 48. P. 1862-1865. DOI: 10.1016/j.carbon.2010.01.055.
- Dimiev A.M., Ceriotti G., Behabtu N., Zakhidov D., Pasquali M., Saito R., Tour J.M. Direct Real-Time Monitoring of Stage Transitions in Graphite Intercalation Compounds. *Nano*. 2013. V. 7. N 3. P. 2773-2780. DOI: 10.1021/nn400207e.
- Dimiev A.M., Shukhina K., Behabtu N., Pasquali M., Tour J.M. Stage Transitions in Graphite Intercalation Compounds: Role of the Graphite Structure. J. Phys. Chem. C. 2019. V. 123. P. 246-253. DOI: 10.1021/acs.jpcc.9b06726.
- Rimkute G., Gudaitis M., Barkauskas J., Zarkov A., Niaura G., Gaidukevic J. Synthesis and Characterization of Graphite Intercalation Compounds with Sulfuric Acid. *Crystals*. 2022. V. 421. P. 421. DOI: 10.3390/cryst12030421.
- Ivanov A.V. Effect of preparation conditions on gas permeability and sealing efficiency of graphite foil. *J. Mater. Sci.* 2019. V. 54. P. 457-469. DOI: 10.1007/s10853-018-3151-1.

- Saidaminov M.I. Thermal decomposition of graphite nitrate. *Carbon*. 2013. V. 59. P. 337-343. DOI: 10.1016/j.carbon.2013.03.028.
- Sorokina N.E., Shornikova O.N., Avdeev V.V. Stability Limits of Graphite Intercalation Compounds in the Systems Graphite–HNO<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)–H<sub>2</sub>O–KMnO<sub>4</sub>. *Inorg. Mater.* 2007. V. 43. N 8. P. 924-928. DOI: 10.1134/S0020168507080031.
- Zongrong Y. Preparation and characterization of low-temperature expandable graphite. *Mater. Res. Bull.* 2008. V. 43. P. 677-686. DOI: 10.1016/j.materresbull.2007.10.027.
- Cermak M., Perez N, Collins M., Bahrami M. Material properties and structure of natural graphite sheet. *Sci. Rep.* 2020. V. 10. P. 18672. DOI: 10.1038/s41598-020-75393-y.
- Xiaowei L., Jean-Charles R., Suyuan Y. Effect of temperature on graphite oxidation behavior. *Nucl. Eng. Des.* 2014. V. 227. P. 273-280. DOI: 10.1016/j.nucengdes.2003.11.004.
- Badenhorst H. Novel simulation technique for the prediction of complex oxidation behaviour in natural graphite flakes. *Chem. Eng. Sci.* 2013. V. 104. P. 117-124. DOI: 10.1016/j.ces.2013.09.013.
- Badenhorst H. A generalized solid state kinetic expression for reaction interface-controlled reactivity. *Thermochim. Acta*. 2013. V. 562. P. 1-10. DOI: 10.1016/j.tca.2013.03.022.
- Liu J. First principles study of oxidation behavior of irradiated graphite. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res.* 2015. V. 352. P. 160-166. DOI: 10.1016/j.nimb.2014.12.071.
- Huang J., Tang Q., Liao W., Wang G., Wei W., Li C. Green Preparation of Expandable Graphite and Its Application in Flame-Resistance Polymer Elastomer. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2017. V. 56. P. 253-261. DOI: 10.1021/acs.iecr.6b04860.
- Хасков М.А., Наумова В.А., Караева А.Р., Мордкович В.З. Использование термического анализа для исследования продуктов гетерофазного пироосаждения на модифицированный природный графит. Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2024. Т. 67. Вып. 10. С. 6-15. DOI: 10.6060/ivkkt.20246710.14y.
- Волгин В.М., Потапов А.А., Калиш П.Э., Малахо А.П. Определение физико-механических свойств графитовой фольги. Изв. ТулГУ. Техн. науки. 2023. Вып. 7. С. 343-348. DOI: 10.24412/2071-6168-2023-9-338-339.
- 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. DOI: 10.6060/ivkkt.20216408.6404.
- Калашник Н.А., Ионов С.Г. Механические и теплофизические свойства фольг на основе низкоплотных углеродных материалов. Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2017. Т. 60. Вып. 9. С. 11-16. DOI: 10.6060/tcct.2017609.4у.
- Афанасов И.М., Савченко Д.В., Ионов С.Г., Русаков Д.А., Селезнев А.Н., Авдеев В.В. Теплопроводность и механические свойства терморасширенного графита. *Неорг. Матер.* 2009. Т. 45. Вып. 5. С. 540-544. DOI: 10.1134/S0020168509050057.

- Saidaminov M.I. Thermal decomposition of graphite nitrate. *Carbon*. 2013. V. 59. P. 337-343. DOI: 10.1016/j.carbon.2013.03.028.
- Sorokina N.E., Shornikova O.N., Avdeev V.V. Stability Limits of Graphite Intercalation Compounds in the Systems Graphite–HNO<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)–H<sub>2</sub>O–KMnO<sub>4</sub>. *Inorg. Mater.* 2007. V. 43. N 8. P. 924-928. DOI: 10.1134/S0020168507080031.
- Zongrong Y. Preparation and characterization of low-temperature expandable graphite. *Mater. Res. Bull.* 2008. V. 43. P. 677-686. DOI: 10.1016/j.materresbull.2007.10.027.
- Cermak M., Perez N, Collins M., Bahrami M. Material properties and structure of natural graphite sheet. *Sci. Rep.* 2020. V. 10. P. 18672. DOI: 10.1038/s41598-020-75393-y.
- Xiaowei L., Jean-Charles R., Suyuan Y. Effect of temperature on graphite oxidation behavior. *Nucl. Eng.Des.* 2014. V. 227. P. 273-280. DOI: 10.1016/j.nucengdes.2003.11.004.
- Badenhorst H. Novel simulation technique for the prediction of complex oxidation behaviour in natural graphite flakes. *Chem. Eng. Sci.* 2013. V. 104. P. 117-124. DOI: 10.1016/j.ces.2013.09.013.
- Badenhorst H. A generalized solid state kinetic expression for reaction interface-controlled reactivity. *Thermochim. Acta*. 2013. V. 562. P. 1-10. DOI: 10.1016/j.tca.2013.03.022.
- Liu J. First principles study of oxidation behavior of irradiated graphite. *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res.* 2015. V. 352. P. 160-166. DOI: 10.1016/j.nimb.2014.12.071.
- Huang J., Tang Q., Liao W., Wang G., Wei W., Li C. Green Preparation of Expandable Graphite and Its Application in Flame-Resistance Polymer Elastomer. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2017. V. 56. P. 253-261. DOI: 10.1021/acs.iecr.6b04860.
- Khaskov M.A., Naumova V.A., Karaeva A.R., Mordkovich V.Z. The using of thermalanalysis for study of products of heterophase pyrolytic decomposition on modified natural graphite. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.].* 2024. V. 67. N 10. P. 6-15. DOI: 10.6060/ivkkt.20246710.14y.
- Volgin V.M., Potapov A.A., Kalish P.E., Malakho A.P. Determination of physical and mechanical properties of graphite foil. *Izv. TulGU. Tekhn. Nauki.* 2023. V. 7. P. 343-348. DOI: 10.24412/2071-6168-2023-9-338-339.
- 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. J.* 2021. V. 64. N 8. P. 49-56. DOI: 10.6060/ivkkt.20216408.6404.
- Kalashnik N.A., Ionov S.G. Mechanical and thermophysical properties of graphite foils based on low-density carbon materials. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.].* 2017. V. 60. N 9. P. 11-16. DOI: 10.6060/tcct.2017609.4y.
- Afanasov I.M., Savchenko D.V., Ionov S.G., Rusakov D.A., Seleznev A.N., Avdeev V.V. Thermal conductivity and mechanical properties of expanded graphite. *Inorg. Mater.* 2009. V. 45. N 5. P. 540-544. DOI: 10.1134/S0020168509050057.

Поступила в редакцию 09.01.2025 Принята к опубликованию 03.03.2025

Received 09.01.2025 Accepted 03.03.2025