



(19) **SU** ⁽¹¹⁾ **1 649 767** ⁽¹³⁾ **A1**
(51) МПК⁵ **С 01 В 31/04**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО
ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ
СССР**

(21), (22) Заявка: 4752238/26, 20.10.1989

(46) Дата публикации: 30.01.1994

(71) Заявитель:
МГУ им.М.В.Ломоносова

(72) Изобретатель: Ионов С.Г.,
Авдеев В.В., Семенов К.Н., Гулиш
О.К., Быстровский Е.И., Чевордаев
В.М., Волков В.Ж., Шевченко А.Г., Половников
С.П., Козлов А.В.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ РАСШИРЕННОГО СОЕДИНЕНИЯ ВНЕДРЕНИЯ В ГРАФИТ ХЛОРИДА МЕТАЛЛА

(57) Изобретение относится к технологии получения расширенных соединений внедрения в графит хлорида меди или редкоземельного металла (РЗМ), которые используют для электропроводных материалов для авиационной и космической техники для защиты от электромагнитных излучений. Цель - повышение степени расширения и снижение электросопротивления. Графит обрабатывают при температуре 500 - 700С парами

безводного хлорида меди или РЗМ до привеса 40 - 140 мас. % . затем соединение внедрения обрабатывают жидким бромом до привеса 80 - 90 мас. % или монохлоридом иода - до привеса 30 - 65 мас. % . после чего термообрабатывают при 500 - 800С. В результате использования предложенного способа степень расширения материала повышается в 1,5 - 2 раза и в 1,5 - 2 раза снижается его удельное электросопротивление. 1 табл.



(19) **SU** ⁽¹¹⁾ **1 649 767** ⁽¹³⁾ **A1**
(51) Int. Cl.⁵ **C 01 B 31/04**

STATE COMMITTEE
FOR INVENTIONS AND DISCOVERIES

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 4752238/26, 20.10.1989

(46) Date of publication: 30.01.1994

(71) Applicant:
MGU IM.M.V.LOMONOSOVA

(72) Inventor: IONOV S.G.,
AVDEEV V.V., SEMENENKO K.N., GULISH
O.K., BYSTREVSKIY E.I., CHEVORDAEV
V.M., VOLKOV V.ZH., SHEVCHENKO
A.G., POLOVNIKOV S.P., KOZLOV A.V.

(54) **METHOD FOR OBTAINING DILATED INTERSTITIAL COMPOUND OF METAL CHLORIDE TREATED GRAPHITE**

(57) Abstract:

FIELD: dilated compounds manufacture.
SUBSTANCE: graphite is treated at a temperature of 500-700 C with anhydrous copper chloride vapor or with rare earths metal vapor until a weight gain in the range of 40-140 mass % is attained. The interstitial compound obtained is further treated either with liquid bromine until a weight gain in the range of 80-90 mass % is

attained, or with a iodine-monochloride until a weight gain in the range of 30-65 mass. % is attained. The interstitial compound so treated is further heat treated at a temperature in the range of 500-800 C. Method allows to increase the material dilatation extent by 1.5 times and to decrease its specific resistance by 1.5-2 times. EFFECT: increased dilatation property and decreased specific resistance. 1 tbl

S U 1 6 4 9 7 6 7 A 1

S U 1 6 4 9 7 6 7 A 1

Изобретение относится к технологии углеродистых материалов, в частности к получению расширенных соединений внедрения в графит (СВГ) хлорида меди или редкоземельного металла (РЗМ), которые могут быть использованы для электропроводных материалов и изделий, например, фольги для авиационной и космической техники, в химической и металлургической промышленности, для защиты от электромагнитных излучений и т. д.

Целью изобретения является повышение степени расширения и снижение электросопротивления.

Пример 1. Пластины пиролитического графита марки УПВ-1-ТМО 5x2x0,5 мм³ массой 0,5 г промывают ацетоном, прокалывают в вакууме при 400°C в течение 15 мин, затем помещают в двухсекционную кварцевую ампулу с безводным CuCl_2 массой 3 г: в одной секции - безводный CuCl_2 , в другой - пластина пирографита. После этого ампулу отпаивают и помещают в электрическую печь. Градиент температуры между секциями с CuCl_2 и пластины из пирографита поддерживают 10°C, при этом температура секции с пирографитом 500°C, а с CuCl_2 - 490°C. Следует отметить, что температура секции с пирографитом во всех опытах выше, чем в секции с CuCl_2 . Это условие необходимо во избежание перекомденсации паров интеркалята на пирографите. Синтез СВГ ведут в течение 35 ч, после чего ампулу вскрывают и гравиметрическим методом определяют привес, который составляет 40 мас. %. Далее пластину СВГ помещают в стеклянную односекционную ампулу с жидким JCl и выдерживают в течение 24 ч при температуре 40°C до привеса 30 мас. %, после чего в течение 5 мин при температуре 500°C в муфельной печи на воздухе проводят термообработку для расширения интеркалированного соединения. Степень расширения составляет 570 раз. Расширенный материал прокатывают на вальцах до плотности 1,6 г/см³ и измеряют удельное электросопротивление - 35 МОм·см.

Примеры 2-6 иллюстрируют предложенный способ с использованием CuCl_2 в качестве внедряемого хлорида металла и JCl в качестве реагента внутри заявленных параметров и примеры 7-10 - при отклонении от них.

Примеры 11-13 выполнены аналогично примеру 1, но при различных технологических параметрах и иллюстрируют предложенный способ при использовании в качестве жидкого реагента Br_2 .

Примеры 14 и 15 выполнены в соответствии со способом по прототипу и отличаются температурой расширения.

Примеры 16 и 17 выполнены при

использовании в качестве хлорида металла D_4Cl_3 согласно предложенному способу и способу по прототипу соответственно.

Примеры 18 и 19 иллюстрируют использование в качестве хлорида металла CrdCl_3 для предложенного способа (пример 18) и для прототипа (пример 19).

Результаты экспериментов сведены в таблицу.

Как следует из приведенных в таблице данных расширенное соединение внедрения в графит хлоридов меди или РЗМ, полученное по предложенному способу (примеры 1-6, 11-12, 16, 18), одновременно обладают более высокой степенью расширения и более низким удельным электросопротивлением, чем аналогичные соединения, полученные по прототипу (примеры 14, 15, 17, 19). Так при использовании в качестве основного интеркалята CuCl_2 и в качестве дополнительного - JCl при одном и том же массовом привесе по первой стадии и одной и той же температуре термообработки 500°C степень расширения СВГ (по предлагаемому способу) 600 и удельное электросопротивление 30 МОм·см (пример 2), в то время как степень расширения СВГ по прототипу 350, удельное электросопротивление 60 МОм·см (пример 14). При использовании в качестве жидкого реагента Br_2 при температуре расширения 800°C степень расширения СВГ по предлагаемому способу 570 и удельное электросопротивление 36 МОм·см (пример 12) в отличие от прототипа, когда степень расширения СВГ 560 при удельном электросопротивлении 50 МОм·см (пример 15). При отклонении от предложенного режима обработки (примеры 7-10, 13) указанные характеристики приближаются к прототипу. Кроме того, использование предложенного способа позволяет исключить стадию отмывки СВГ после обработки окислителем и сушки в течение суток, а также позволяет снизить энергетические затраты и упростить технологию производства. (56) Авторское свидетельство СССР N 1580755, кл. C 01 B 31/04, 1988.

Формула изобретения:

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ РАСШИРЕННОГО СОЕДИНЕНИЯ ВНЕДРЕНИЯ В ГРАФИТ ХЛОРИДА МЕТАЛЛА, включающий обработку графита парами безводного хлорида меди или редкоземельного металла при 500 - 700 °C до привеса 40 - 140 мас. %, обработку соединения внедрения жидким реагентом и последующую термообработку при 500 - 800°C, отличающийся тем, что, с целью повышения степени расширения и снижения электросопротивления, в качестве реагента используют бром или монохлорид иода и обработку ведут бромом до привеса 80 - 90 мас. %, монохлоридом иода - до привеса 30 - 65 мас. % .

Пример	Режимы внедрения хлоридов металла в пирографит			Режимы внедрения жидкого реагента в СВГ
	внедряемый хлорид металла	температура внедрения, °C	привес. мас. %	жидкий реагент
1	CuCl ₂	500	40	JCl
2	—	570	140	—
3	—	650	80	—
4	—	610	120	—
5	—	—	—	—
6	—	—	—	—
7	—	700	40	—
8	—	610	120	—
9	—	—	—	—
10	—	500	40	—
11	—	520	70	Br ₂
12	—	650	80	—
13	—	510	60	—
14	— (прототип)	500–700	40–140	H ₂ SO ₄ +K ₂ Cr ₂ O ₇
15	— (прототип)	—	—	—
16	DyCl ₃	600	120	JCl
17	— (прототип)	—	—	H ₂ SO ₄ +K ₂ Cr ₂ O ₇
18	GdCl ₃	550	109	Br ₂
19	— (прототип)	—	—	H ₂ SO ₄ +K ₂ Cr ₂ O ₇

Продолжение таблицы

Пример	Режимы внедрения жидкого реагента в СВГ			Температура расширения, °С	Степень расширения	Удельное электросопротивление, МОм·см
	температура, °С		привес, мас. %			
	графит	реагент				
1	40	40	30	500	470	35
2	—"	—"	40	—"	600	30
3	—"	—"	65	—"	620	27
4	—"	—"	40	—"	565	25
5	—"	—"	—"	800	650	37
6	—"	—"	—"	700	600	33
7	40	—"	300	500	470	35
8	—"	—"	40	900	630	51
9	—"	—"	—"	250	300	29
10	—"	—"	25	500	400	39
11	40	40	80	800	565	45
12	50	50	90	830	570	36
13	40	40	70	—"	560	43
14	50	50	—"	500	350	60
15	—"	—"	—"	800	560	50
16	40	40	47	700	400	36
17	50	50	—"	—"	260	48
18	40	40	42	600	500	52
19	50	50	—"	—"	400	39