

Винахід відноситься до технології одержання сполук інтеркалювання графіту (СІГ) на основі СІГ з кислотами Бренстеда, які є здатними до термічного розширення (спучення) при нагріванні з утворенням термічно розширеного (спученого) графіту. Більш конкретно винахід відноситься до способу одержання сполук інтеркалювання графіту, що терморозширюються (спучуються), на основі бісульфату графіту. Одержані згідно винаходу продукти переважно призначені для використання в якості компоненту різноманітних матеріалів і композицій, що спучуються, які використовуються в протипожежній обороні та металургійному виробництві. Вони можуть бути також використані для одержання спученого графіту і виробів з нього, а також для одержання спучених графітових сорбентів, наприклад, для нафти і нафтопродуктів.

Є відомим спосіб одержання графіту, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту [1], який включає послідовну обробку порошку природного лускатого графіту водним розчином хромового ангідриду з концентрацією 50%мас, концентрованою сірчаною кислотою, додавання в реакційну масу води і витримання одержаної суміші в стаціонарному стані (без перемішування) протягом часу від 10г до 24год., промивання окисленого графіту водою в динамічному режимі на фільтрі в до рН промивних вод 5-6 і сушку промитого водою окисленого графіту при 100-110°C до вологості не більш ніж 1,0% мас. Відомий спосіб [1] характеризується високою економічністю і технологічністю, тому що інтеркалюючий розчин (водний розчин хромового ангідриду і концентрованої сірчаної кислоти), використовують в кількості, яка забезпечує його повне утримання на поверхні часток графіту й виключає утворення в реакційній масі вільної рідкої фази. Реалізація відомого способу [1] дозволяє одержувати високоякісний кінцевий продукт - графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту, - який має значення коефіцієнту спучення при 500°C і 900°C в ударному режимі нагрівання ($K_{с\text{ уд}}^{500}$ і $K_{с\text{ уд}}^{900}$) не менш ніж 100см³/г і 200см³/г, відповідно, і значення коефіцієнту спучення при 500°C і 900°C у лінійному режимі нагрівання ($K_{с\text{ лін}}^{500}$ і $K_{с\text{ лін}}^{900}$) не менш ніж 50см³/г і 100см³/г, відповідно.

Основним недоліком відомого способу [1] є те, що він передбачає використання в якості реагенту для окислення графіту хромового ангідриду - надзвичайно сильного і небезпечного в поводженні окислювача.

Найбільш близьким до рішення, що заявляється, по технічній сутності і результату, що досягається, є спосіб одержання графіту, що терморозширюється [2], обраний нами в якості прототипу. Спосіб-прототип [2] включає послідовну обробку порошку природного лускатого графіту концентрованим (насиченим) водним розчином біхромату натрію та концентрованою сірчаною кислотою в умовах, які виключають утворення в реакційній масі вільної рідкої фази: додавання в реакційну масу, яка складається з окисленого графіту і відпрацьованого інтеркалюючого розчину, води і витримання одержаної суміші в стаціонарних умовах без перемішування протягом 10-24г; відділення твердої фази на фільтрі; промивання виділеного твердого продукту водою на фільтрі в динамічному режимі до рН промивних вод 5-6; сушку промитого водою сирого продукту при 100-110°C до вологості не більш ніж 1,0%мас. Спосіб-прототип [2] зберігає високу економічність і технологічність відомого способу [1] та дозволяє одержувати високоякісний кінцевий продукт - графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату, - з коефіцієнтом спучення при 500°C і 900°C в ударному режимі нагрівання ($K_{с\text{ уд}}^{500}$ і $K_{с\text{ уд}}^{900}$) не менш ніж 100см³/г і 200см³/г, відповідно, і значення коефіцієнту спучення при 500°C і 900°C у лінійному режимі нагрівання ($K_{с\text{ лін}}^{500}$ і $K_{с\text{ лін}}^{900}$) не менш ніж 50см³/г і 100см³/г, відповідно. Перевагою способу-прототипу [2] у порівнянні з відомим способом [1] одержання графіту, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту є використання замість дорогого, високо токсичного і небезпечного в поводженні хромового ангідриду більш дешевого, менш токсичного і менш небезпечного в поводженні біхромату натрію при одночасному зберіганні якості кінцевого продукту на рівні, який досягається при реалізації відомого способу [1].

Проте способу-прототипу [2] є притаманним істотною недолік - недостатньо високі значення коефіцієнту спучення кінцевого продукту при 500°C і 900°C як в ударному, так і в лінійному режимах нагрівання. Підвищення значення коефіцієнту спучування продуктів такого типу є особливо важливим при їхньому використанні в складі матеріалів, що спучуються при нагріванні, які використовуються в протипожежній обороні й металургійному виробництві. Для забезпечення найбільш ефективної вогнезахисної та теплоізолюючої дії від використання таких матеріалів важливо, щоб графіти, що терморозширюються, які входять до їхнього складу, ефективно спучувалися у максимально можливій мірі вже починаючи з 500°C.

У основу винаходу, що заявляється, покладено задачу одержання сполуки, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту з значеннями коефіцієнту спучення $K_{с\text{ уд}}^{500}$, $K_{с\text{ уд}}^{900}$, $K_{с\text{ лін}}^{500}$ і $K_{с\text{ лін}}^{900}$, які не менш ніж у 1,2 рази перевищують значення цих параметрів для продукту, одержаного за способом-прототипом [2].

Поставлена задача в способі, що заявляється, вирішується за рахунок того, що на відміну від відомого способу-прототипу [2], який включає послідовну обробку порошку природного лускатого графіту концентрованим (насиченим) водним розчином біхромату натрію, концентрованою сірчаною кислотою в умовах, виключаючих утворення в реакційній масі вільної рідкої фази; додавання в реакційну масу, яка складається з окисленого графіту і відпрацьованого інтеркалюючого розчину, води і витримання одержаної суміші в стаціонарних умовах без перемішування протягом 10-24год.; відділення твердої фази на фільтрі; промивання виділеного твердого продукту водою на фільтрі в динамічному режимі до рН промивних вод 5-6; сушку промитого водою сирого продукту при 100-110°C до вологості не більш ніж 1,0%мас, після промивання виділеного твердого продукту водою на фільтрі в динамічному режимі до рН промивних вод 5-6 його додатково витримують у стаціонарних умовах (без перемішування) протягом 1-2год. у водному розчині гідроксиду амонію з концентрацією 0,1-0,2моль/дм³, після чого відфільтровують, повторно оброблюють (промивають) водою в динамічному режимі на фільтрі до рН промивних вод 6-7 і сушать при 100-110°C до вологості не більш 1,0%мас.

Істотною відмінністю способу, що заявляється, від прототипу є те, що після промивання виділеного твердого продукту водою на фільтрі в динамічному режимі до рН промивних вод 5-6 його додатково витримують у стаціонарних умовах без перемішування протягом 1-2год. у водному розчині гідроксиду амонію з концентрацією 0,1-0,2моль/дм³, після чого відфільтровують, повторно оброблюють (промивають) водою в динамічному режимі на фільтрі до рН промивних вод 6-7 і сушать при 100-110°C до вологості не більш 1,0%мас.

Реалізація способу, що заявляється, дозволяє одержувати графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту, значення коефіцієнту спучення якого при 500°C і 900°C в ударному і лінійному режимах нагрівання якого не менше ніж у 1,2 рази перевищують значення зазначених параметрів для графіту, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту, одержаного за способом-прототипом [2], що забезпечує досягнення технічного ефекту винаходу за зазначеними параметрами.

Таким чином, технічні ефекти, що досягаються при реалізації пропонованого способу, повністю вирішують задачу, яку покладено в його основу. Одержані результати можуть бути пояснені наступним чином.

При обробці промитого водою сирого продукту водним розчином гідроксиду амонію його молекули проникають у периферійну область міжшарового простору залишкового бісульфату графіту та утворюють міцні водневі зв'язки з молекулами води, сірчаної кислоти і бісульфатними аніонами, які знаходяться у матриці графіту. У результаті цього в периферійній області міжшарового простору формується фаза інтеркаланту з підвищеною стабільністю. При спученні такого графіту, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту зазначена вище фаза з підвищеною стабільністю руйнується пізніше в порівнянні з основною частиною інтеркаланту, що знаходиться в центральній частині міжшарового простору сполуки інтеркалювання графіту. Це перешкоджає вільному виходу продуктів термічного розпаду основної частини інтеркаланту крізь вустя міжшарового простору СІГ у початковий період процесу його термічного спучення, що, у свою чергу, веде до підвищення значення коефіцієнту спучення.

Експериментально встановлено, що для досягнення технічного ефекту винаходу необхідно додатково витримувати промитий водою сирий продукт у водному розчині гідроксиду амонію в стаціонарних умовах. Пряме промивання промитого водою сирого продукту водним розчином аміаку веде до кінцевого продукту, коефіцієнт спучення якого при 500°C у лінійному режимі нагрівання не відрізняється від отакого для кінцевого продукту, одержаного за способом-прототипом [2], що не забезпечує досягнення технічного ефекту винаходу за зазначеним параметром.

Встановлено, що гарантоване збільшення значення коефіцієнту спучення кінцевого продукту не менше ніж у 1,2 рази проти значення коефіцієнту спучення для кінцевого продукту, одержаного за способом-прототипом [2], забезпечується при тривалості витримування промитого водою сирого продукту у водному розчині гідроксиду амонію в стаціонарних умовах від 1 до 2 год. Експериментально показано, що при тривалості витримування промитого водою сирого продукту з водним розчином гідроксиду амонію менше 1 год (нижня межа, що заявляється), відбувається утворення кінцевого продукту, значення коефіцієнту спучення якого при 500°C у лінійному режимі нагрівання перевищує значення цього параметра для кінцевого продукту, одержаного за способом-прототипом [2], менше ніж у 1,2 рази, що не забезпечує досягнення технічного ефекту винаходу за зазначеним параметром. Збільшення тривалості витримування промитого водою сирого продукту у водному розчині гідроксиду амонію більш 2 год. (верхня межа, що заявляється) недоцільно, тому що не призводять до подальшого збільшення значень коефіцієнту спучення кінцевого продукту при 500°C і 900°C в ударному і лінійному режимах нагрівання проти досягнутих.

Встановлено, що гарантоване збільшення значення коефіцієнту спучення кінцевого продукту не менше ніж у 1,2 рази проти значення коефіцієнту спучення для кінцевого продукту, одержаного за способом-прототипом [2], забезпечується при витримуванні промитого водою сирого продукту у водному розчині гідроксиду амонію з концентрацією від 0,1 до 0,2 моль/дм³. Експериментально показано, що при концентрації водного розчину гідроксиду амонію менше 0,1 моль/дм³ (нижній межа, що заявляється), відбувається утворення кінцевого продукту, значення коефіцієнту спучення якого при 500°C у лінійному режимі нагрівання перевищує значення цього параметра для кінцевого продукту, одержаного за способом-прототипом [2], менше ніж у 1,2 рази, що не забезпечує досягнення технічного ефекту винаходу за зазначеним параметром. Використання водних розчинів гідроксиду амонію з концентрацією більш ніж 0,2 моль/дм³ (верхня межа, що заявляється) недоцільно, тому що не призводять до подальшого збільшення значень коефіцієнту спучення кінцевого продукту при 500°C і 900°C в ударному і лінійному режимах нагрівання проти досягнутих.

Експериментально встановлено, що досягнення технічного ефекту винаходу забезпечується при додатковому витримуванні промитого водою сирого продукту у водному розчині гідроксиду амонію, узятому в кількості від 100 до 4000 вагових частин на 100 вагових частин вихідного графіту. В усіх наведених в описі прикладах реалізації винаходу, що заявляється, для додаткової обробки промитого водою сирого продукту використовували 2000 вагових частин водного розчину гідроксиду амонію на 100 вагових частин вихідного графіту.

Для реалізації способу, що заявляється, і способу-прототипу використовували природний лускатий графіт марки ГТ-1 за Держстандартом СРСР 4596-75 виробництва Завал'євського графітового комбінату (Україна) з зольністю $A^d=5,42\%$ мас. і природний лускатий графіт марки МККЗ за ТУ 21-25-108-73 виробництва Завал'євського графітового комбінату (Україна) з зольністю $A^d=6,03\%$ мас. Зольність зразків вихідного графіту визначали за методикою, яка наведена у Держстандарті СРСР 17818.4-90 «Графіт. Метод визначення зольності». Дані з гранулометричного складу використаних вихідних зразків графіту були одержані за методикою, яка наведена у Держстандарті СРСР 17818.2-90 «Графіт. Метод визначення гранулометричного складу». Ці дані наведено в табл.1. Використовували концентровану сірчану кислоту кваліфікації «хч» з концентрацією 95,8% мас. ($d=1,835\text{г/см}^3$) за Держстандартом СРСР 4204-77, натрій двохромовокислий (біхромат натрію) кваліфікації «технічний» за Держстандартом СРСР 2651-78 у вигляді розчину у дистильованій воді ($d=1,722\text{г/см}^3$). Для обробки окисленого графіту водою в стаціонарному режимі використовували суміш дистильованої води й одержаного з неї льоду з температурою 2-4°C. Для обробки окисленого графіту водою в динамічному режимі використовували воду з мережі побутового водопостачання з температурою 15-17°C.

Використовували аміак водний (амонію гідроксид) кваліфікації «чда» за Держстандартом СРСР 3760-79, розведенням якого дистильованою водою готували робочі розчини гідроксиду амонію з концентрацією від 0,05 до 1,0 моль/дм³. Концентрацію гідроксиду амонію в розчинах визначали методом потенціометричного титрування стандартним водним 0,1n розчином соляної кислоти.

Синтез графіту, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту за способом, що заявляється, і за способом-прототипом [2] здійснювали у відкритому скляному циліндричному реакторі місткістю 300см³, який обладнано Т-подібною мішалкою з нержавіючої сталі, що обертається зі швидкістю 100±10об/хв. Для перемішування реакційної маси використовували універсальний лабораторний змішувач MPW 309. Завантаження вихідного графіту в реактор у всіх випадках було постійним і становило 25г. Після завантаження графіту в реактор вмикали перемішування і додавали 3,5см³ водного розчину біхромату натрію. Через 10хв. перемішування в реакційну масу додавали 11см³ сірчаної кислоти і продовжували перемішування реакційної маси ще протягом 10хв. Потім перемішування зупиняли, у реактор додавали 200см³ холодної дистильованої води (з температурою 2-4°C) і усереднювали одержану суміш перемішуванням протягом 1-2хв. Потім вміст реактору кількісно переносили до скляного хімічного стакану, що містить льод і дистильовану воду. Сумарна кількість води і льоду, використана на цій стадії обробки окисленого графіту водою, складала 500г. Одержану суміш окисленого графіту з водою залишали в стаціонарному стані (без перемішування) на 24год. Потім тверду фазу відфільтровували на паперовому фільтрі у вакуумі водоструминного насоса з використанням лійки Бюхнера та колби Бунзена та промивали на фільтрі водою, яку брали з системи побутового водопостачання, до рН промивних вод 5-6. При реалізації способу-прототипу [2] промитий водою сирий продукт сушили в лабораторній сушильній шафі при 100-110°C до вологості не більш ніж 1,0%мас. При реалізації способу, що заявляється, промитий водою сирий продукт переносили з лійки Бюхнера в хімічний скляний стакан, додавали в стакан 500см³ водного розчину гідроксиду амонію, усереднювали одержану суміш перемішуванням і залишали в стаціонарному стані без перемішування протягом визначеного періоду часу. Потім тверду фазу відфільтровували на паперовому фільтрі у вакуумі водоструминного насоса з використанням лійки Бюхнера та колби Бунзена, промивали на фільтрі водою, яку брали з системи побутового водопостачання, до рН промивних вод 6-7 і після цього сушили в лабораторній сушильній шафі при 100-110°C до вологості не більш 1,0%мас.

Коефіцієнт спучення продуктів, одержаних за способом, що заявляється, та за способом-прототипом [2], в ударном' режимі нагрівання при 500°C і 900°C (K_c^{500} і K_c^{900}) визначали наступним чином. У розігріту до температури 500°C або 900°C муфельну піч (Fisher Scientific Isotemp® Model 650 Programmable Muffle Furnace) встановлювали кювету з нержавіючої сталі місткістю 150см³. Наважку продукту масою $m=(0,2-0,3)г$ вводили в розігріту кювету, встановлену в печі, і витримували там до повного спучування протягом 2хв. при 500°C і 1хв. при 900°C. У результаті нагрівання відбувалося спучення продукту. Кювету з спученим графітом витягали з печі, обережно переносили її вміст у скляний мірний циліндр і вимірювали об'єм ($V, см^3$), зайнятий спученим графітом. Значення коефіцієнту спучування $K_c (см^3/г)$ визначали з співвідношення $K_c=V/m$ як середнє арифметичне з трьох паралельних вимірювань. Допустима розбіжність між паралельними визначеннями параметру K_c становила 5%. Визначення значень коефіцієнту спучення одержаних продуктів у лінійному режимі нагрівання при 500°C і 900°C проводили аналогічним шляхом, але наважку зразка вносили в холодну кювету та потім витримували її в муфельній печі при 500°C протягом 5хв. і при 900°C протягом 2хв.

Таблиця 1

Гранулометричний склад вихідних зразків природного лускатого графіту марок ГТ-1 і МККЗ виробництва Завал'євського графітового комбінату (Україна), які було використано для реалізації способу, що заявляється

Марка графіту	ГТ-1	МККЗ
Розмір часток, графіту, мм	Вміст фракцій у графіті, % мас.	
-0,630+0,400	2,6	0,1
-0,400+0,315	8,6	0,7
-0,315+0,200	63,0	12,5
-0,200+0,160	22,0	32,9
-0,160+0,100	2,6	26,1
-0,100+0,063	0,6	17,6
-0,063+0,050	0,4	0,9
-0,050	0,2	9,2

Реалізація способу-прототипу та способу, що заявляється, одержання сполуки, що терморозширюється, на основі бісульфат) графіту далі ілюструється прикладами.

Приклад 1 (порівняльний)

У реактор завантажують 25г природного лускатого графіту марки ГТ-1, вмикають перемішування і додають 3,5см³ концентрованого водного розчину біхромату натрію. Через 10хв. не зупиняючи перемішування в реакційну масу додають 11см³ концентрованої сірчаної кислоти і продовжують перемішування ще протягом 10 хв. Потім перемішування зупиняють, додають у реактор 200см³ холодної дистильованої води й усереднюють одержану суміш протягом 1хв. Після цього вміст реактора кількісно переносять у скляний хімічний стакан, що містить льод і дистильовану воду при сумарній кількості води та льоду 500г. Одержану суміш усереднюють перемішуванням і залишають у стаціонарному стані на 24год. Потім тверду фазу відокремлюють на фільтрі та після цього промивають її водою до рН промивних вод 5-6. Промитий водою сирий продукт сушать при 100-105°C і одержують кінцевий продукт - графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту - характеристики якого наведено в табл.2.

Приклад 2 (порівняльний)

Графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту одержують як у прикладі 1, але в якості вихідного графіту замість природного лускатого графіту марки ГТ-1 використовують природний лускатий графіт марки МККЗ. Одержують кінцевий продукт, характеристики якого наведені в табл.2.

Приклад 3

У реактор завантажують 25г природного лускатого графіту марки ГТ-1, вмикають перемішування і додають 3,5см³ концентрованого водного розчину біхромату натрію. Через 10хв. не зупиняючи перемішування в реакційну масу додають 11см³ концентрованої сірчаної кислоти та продовжують перемішування ще протягом 10хв. Потім перемішування зупиняють, додають у реактор 200см³ холодної дистильованої води й усереднюють одержану суміш протягом 1хв. Після цього вміст реактора кількісно переносять у скляний хімічний стакан, що містить льод і дистильовану воду при сумарній кількості води та льоду 500г. Одержану суміш усереднюють перемішуванням і залишають у стаціонарному стані на 24год. Потім тверду фазу відокремлюють на фільтрі і після цього промивають її водою до рН промивних вод 5-6. Промитий водою сирий продукт переносять у хімічний стакан, додають туди 500см³ водного розчину гідроксиду амонію з концентрацією 0,1моль/дм³, усереднюють одержану суміш перемішуванням і залишають у стаціонарному стані на 1год. Потім тверду фазу відфільтровують, промивають водою на фільтрі до рН промивних вод 6-7 і сушать при 100-105°С. Одержують кінцевий продукт - графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту - характеристики якого наведена в табл.2.

Приклад 4

У реактор завантажують 25г природного лускатого графіту марки МККЗ, вмикають перемішування і додають 3,5см³ концентрованого водного розчину біхромату натрію. Через 10хв. не зупиняючи перемішування в реакційну масу додають 11см³ концентрованої сірчаної кислоти і продовжують перемішування ще протягом 10хв. Потім перемішування зупиняють, додають у реактор 200см³ холодної дистильованої води й усереднюють одержану суміш протягом 1хв. Після цього вміст реактора кількісно переносять у скляний хімічний стакан, що містить льод і дистильовану воду при сумарній кількості води і льоду 500г. Одержану суміш усереднюють перемішуванням і залишають у стаціонарному стані на 24год. Потім тверду фазу відокремлюють на фільтрі і після цього промивають її водою до рН промивних вод 5-6. Промитий водою сирий продукт додатково промивають 500см³ водного розчину гідроксиду амонію з концентрацією 0,1моль/дм³ і потім водою до рН промивних вод 6-7. Після сушки при 100-105°С одержують кінцевий продукт, характеристики якого наведено в табл.2.

Приклад 5

У реактор завантажують 25г природного лускатого графіту марки МККЗ, вмикають перемішування і додають 3,5см³ концентрованого водного розчину біхромату натрію. Через 10хв. не зупиняючи перемішування в реакційну масу додають 11см³ концентрованої сірчаної кислоти і продовжують перемішування ще протягом 10хв. Потім перемішування зупиняють, додають у реактор 200см³ холодної дистильованої води й усереднюють одержану суміш протягом 1хв. Після цього вміст реактора кількісно переносять у скляний хімічний стакан, що містить лід і дистильовану воду при сумарній кількості води і льоду 500г. Одержану суміш усереднюють перемішуванням і залишають у стаціонарному стані на 24год. Потім тверду фазу відокремлюють на фільтрі і після цього промивають її водою до рН промивних вод 5-6. Промитий водою сирий продукт переносять у хімічний стакан, додають туди 500см³ водного розчину гідроксиду амонію з концентрацією 0,1моль/дм³, усереднюють одержану суміш перемішуванням і залишають у стаціонарному стані на 1год. Потім тверду фазу відфільтровують, промивають водою на фільтрі до рН промивних вод 6-7 і сушать при 100-105°С. Одержують кінцевий продукт - графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту - характеристики якого наведено в табл.2.

Приклади 6-13

Графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту одержують як у прикладі 5, але при цьому варіюють концентрацію водного розчину гідроксиду амонію і тривалість витримання промитого водою сирого продукту у відповідному водному розчині гідроксиду амонію. Одержують кінцеві продукти, характеристики яких наведено в табл.2.

Порівняння характеристик продуктів отержаних у прикладах 1 і 3, а також у прикладах 2 і 5, показує, що реалізація способу, що заявляється, дозволяє одержувати графіт, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту, значення коефіцієнту спучення якого при 500°С і 900°С в ударному і лінійному режимі нагрівання перевищують відповідні значення коефіцієнту спучування для продукту, одержаного за способом-прототипом [2] у наступну кількість разів: при 500°С в ударному режимі нагрівання - до 1,7 рази, при 900°С у ударному режимі нагрівання - до 1,55 рази, при 500°С у лінійному режимі нагрівання - до 1,42 рази, при 900°С у лінійному режимі нагрівання - до 1,7 рази.

Таблица 2

Характеристики графіту, що терморозширюється, на основі бісульфату графіту, які одержано за способом-прототипом [2] і за пропанованим способом

№ прикладу	Марка вихідного графіту	[NH ₄ OH] (моль/дм ³)	Тривалість витримання у водному розчині, NH ₄ OH (год.)	K _c ⁵⁰⁰ _{уд} (см ³ /г)	K _c ⁹⁰⁰ _{уд} (см ³ /г)	K _c ⁵⁰⁰ _{лін} (см ³ /г)	K _c ⁹⁰⁰ _{лін} (см ³ /г)
1 ^а	ГТ-1	-	-	275	374	94	164
2 ^а	МККЗ	-	-	135	226	73	108
3	ГТ-1	0,1 ^б	1,0 ^б	380	580	134	278
4 ^б	МККЗ	0,1	0,0	192	281	74	165
5	МККЗ	0,1 ^б	1,0 ^б	229	313	104	185

6	МККЗ	0,05 ^(г)	1,0	190	300	85	160
7	МККЗ	0,1 ^(б)	0,5 ^(г)	196	305	84	162
8	МККЗ	0,1 ^(б)	2,0 ^(д)	230	314	105	186
9	МККЗ	0,1 ^(б)	4,0 ^(е)	230	314	105	186
10	МККЗ	0,1 ^(б)	24,0 ^(е)	228	310	101	180
11	МККЗ	0,2 ^(д)	1,0 ^(б)	227	312	103	184
12	МККЗ	0,5 ^(е)	1,0 ^(б)	225	307	101	183
13	МККЗ	1,0 ^(е)	1,0 ^(б)	226	305	100	180

^(а) За способом-прототипом [2];

^(б) Нижні межі параметрів, що заявляються;

^(в) Пряме промивання промитого водою сирого продукту водним розчином гідроксиду амонію без витримування в стаціонарному стані;

^(г) Нижні позамежні значення параметрів, що заявляються;

^(д) Верхні межі параметрів, що заявляються;

^(е) Верхні позамежні значення параметрів, що заявляються.

Порівняння характеристик продуктів, одержаних у прикладах 4 і 5, показує необхідність здійснення стадії обробки промитого водою сирого продукту водним розчином гідроксиду амонію за способом, що заявляється (приклад 5). Пряме промивання промитого водою сирого продукту водним розчином гідроксиду амонію такої ж самої концентрації (приклад 4) не забезпечує досягнення технічного ефекту винаходу за параметром коефіцієнту спучення кінцевого продукту при 500°C у лінійному режимі нагрівання.

Порівняння характеристик продуктів, одержаних у прикладах 5 і 6, показує неприпустимість використання для обробки промитого водою сирого продукту водних розчинів гідроксиду амонію з концентрацією менше 0,1моль/дм³ (приклад 6), тому що в цьому випадку не забезпечується досягнення технічного ефекту винаходу за параметром коефіцієнту спучування кінцевого продукту при 500°C у лінійному режимі нагрівання.

Порівняння характеристик продуктів, одержаних у прикладах 5, 11 і в прикладах 12, 13, показує недоцільність використання для обробки промитого водою сирого продукту водних розчинів гідроксиду амонію з концентрацією більш 0,2моль/дм³ (приклади 12, 13), тому що при цьому не відбувається подальшого збільшення значень коефіцієнту спучування кінцевого продукту при 500°C і 900°C в ударному та лінійному режимах нагрівання проти досягнутих значень цих параметрів.

Порівняння характеристик продуктів, одержаних у прикладах 5, 8 і в прикладах 9, 10, показує недоцільність збільшення тривалості витримування промитого водою сирого продукту водним розчином гідроксиду амонію більш 2год. (приклади 9, 10), тому що при цьому не відбувається подальшого збільшення значень коефіцієнту спучення кінцевого продукту при 500°C і 900°C в ударному і лінійному режимах нагрівання проти досягнутих значень цих параметрів.

Джерела інформації

1. Пат.21167А Україна, МПК⁶ C01B31/04. Спосіб одержання графіту, що терморозширюється/О.П.Ярошенко, В.В.Шапранов, В.О.Кучеренко, О.А.Сергієнко, С.Б.Любчик, В.Д.Кассов (ІНФОВ НАН України); Заявл. 15.02.1993; №93050430; Опубл. 27.02.1998, Бюл. №1.

2. Пат.53047А Україна, МПК⁷ C01B31/04. Спосіб одержання графіту, що терморозширюється/О.П.Ярошенко, М.В.Савоськін, О.М.Магазинський, О.Б.Савсуненко, С.М.Жуковський (ІНФОВ НАН України); Заявл. 19.02.2002; №2002021371; Опубл. 15.01.2003, Бюл. №1 (прототип).