

ТРОЙНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ ВНЕДРЕНИЯ ГРАФИТ – H₂SO₄ – C₂H₅COOH

Шорникова О.Н.*, Симонова Е.Н., Авдеев В.В.

Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова, Россия

Ленинские горы, д.1, стр.3, Москва, Россия

Факс: +7 (095) 939 20 57 E-mail: shoonga@yandex.ru

Введение

Соединение внедрения в графит (СВГ) с серной кислотой, называемое бисульфатом графита (БГ), является сырьем для получения низкоплотного материала – пенографита. Изменение состава внедренного слоя и использование тройных СВГ (ТСВГ) позволяет направленно варьировать свойства пенографита. Настоящая работа посвящена синтезу и изучению свойств соединений, полученных в системе графит – H₂SO₄ – C₂H₅COOH.

Результаты и обсуждение

Синтез тройных соединений внедрения, содержащих молекулы серной и пропионовой кислот, осуществляли анодной поляризацией образцов пиролитического графита в комплексном электролите H₂SO₄ – C₂H₅COOH. Основные данные приведены в табл.1.

Таблица 1. Данные электрохимического синтеза в системе графит – H₂SO₄ – C₂H₅COOH.

N*	C _{H2} SO ₄ , %	Q, Кл/г	E _{Hg/Hg2SO4} , В	Брутто-формула
I	70	350	1.49	C ₈ (H ₂ SO ₄) _{0.77} (C ₂ H ₅ COOH) _{0.23}
		700	1.49	C _{7.6} H ₂ SO ₄
II	30 – 70	170	1.15 – 1.69	C ₁₅ (H ₂ SO ₄) _{0.67} (C ₂ H ₅ COOH) _{0.33}
		800	1.69	C ₁₄ H ₂ SO ₄
III	> 10	120	1.18	C ₂₃ (H ₂ SO ₄) _{0.60} (C ₂ H ₅ COOH) _{0.40}

N* - номер ступени

Уменьшение концентрации H₂SO₄ в электролите сопровождается повышением номера ступени образующихся ТСВГ, сглаживанием кривых заряжения и смещением их в область более высоких потенциалов. По мере разбавления серной кислоты получение одноименной ступени требует более жестких условий.

Образование ТСВГ I, II и III ступеней происходит при количестве электричества равном 350, 170 и 120 Кл/г соответственно.

Дальнейшая их поляризация сопровождается деинтеркализацией пропионовой кислоты, место которой занимают молекулы H₂SO₄, и в результате происходит образование бисульфата графита (табл.1). Для ТСВГ характерен меньший привес, содержание серы и толщина заполненного слоя (d_i = 7.94 Å), чем для БГ [1].

Синхронный термический анализ (ДСК и термогравиметрия), сопряженный с анализом исходящих газов методом ИК - спектроскопии, показал, что разложение ТСВГ – эндотермический процесс, происходит в две стадии и сопровождается потерей массы. Деинтеркализация C₂H₅COOH происходит при температуре 120°C, о чем свидетельствуют данные ИК-спектроскопии (рис.1). Полное удаление кислот из графитовой матрицы заканчивается при 350 °С и конечным продуктом является дефектный графит (d₀=3.38Å).

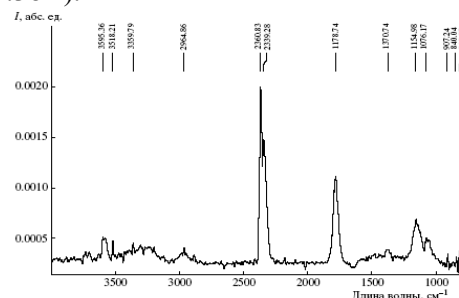


Рис.1. ИК-спектр газовой фазы при 120 °С.

Выводы

Использование тройных СВГ – H₂SO₄ – C₂H₅COOH в качестве сырья для получения пенографита позволяет понизить температуру начала вспенивания до 120 °С и получать продукт с большей степенью расширения.

Литература

1. Лешин В.С., Сорокина Н.Е., Авдеев В.В. Интеркализация графита в электролите H₂SO₄ + CH₃COOH. Неорганические материалы 2003;39(8):964-970