

# ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ СОЕДИНЕНИЙ СОИНТЕРКАЛИРОВАНИЯ ГРАФИТА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЯМР $^1\text{H}$ СПЕКТРОСКОПИИ

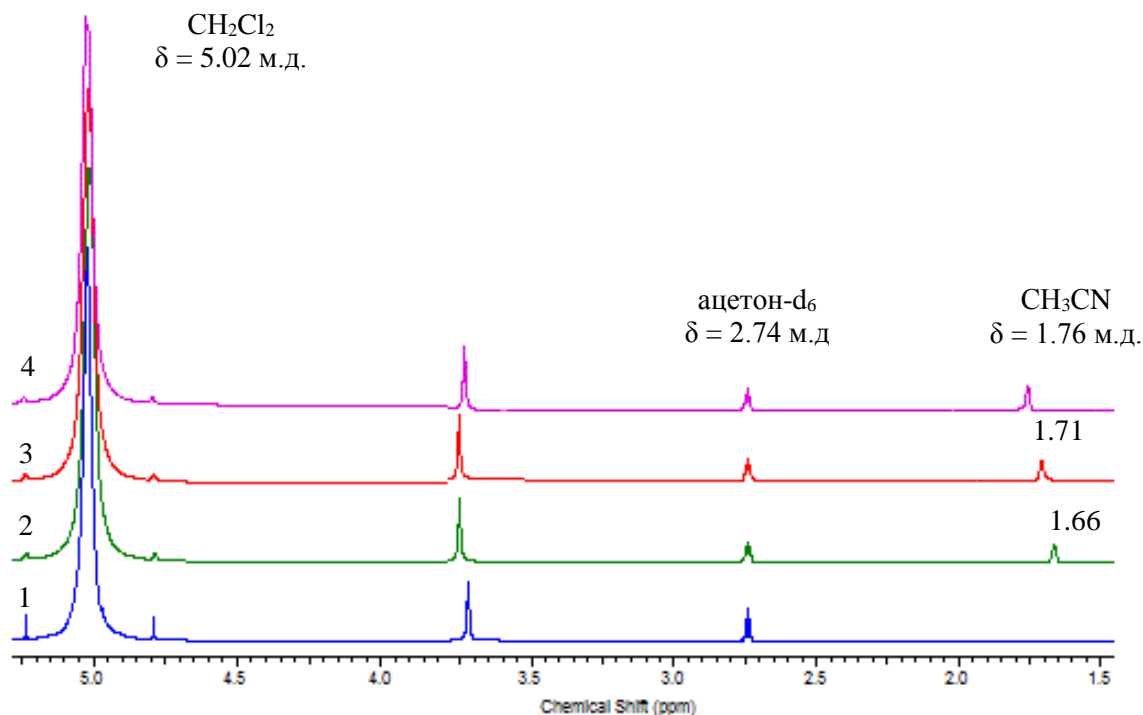
*Ю.В. Берестнева, Е.В. Ракша, А.А. Войташ, В.Ю. Вишневский  
С.В. Хрипунов, А.Н. Вдовиченко, М.В. Савоськин  
Институт физико-органической химии и углехимии  
им. Л.М. Литвиненко, г. Донецк  
berestnevayuv@mail.ru*

Нитрат графита и его соединения соинтеркалирования широко используются в качестве предшественников углеродных наночастиц. Однако сам по себе нитрат графита является нестабильным соединением, и поиск способов повышения его стабильности является весьма актуальной задачей.

Ранее было показано, что внедрение органических веществ в нитрат графита приводит к повышению стабильности получаемых соинтеркалатов. В данной работе метод ЯМР  $^1\text{H}$  спектроскопии использован для исследования стабильности нитрата графита, соинтеркалированного ацетонитрилом. Соединение соинтеркалирования нитрата графита (ССНГ), содержащее по данным гравиметрии около 25 % внедренных соединений, обрабатывали хлористым метиленом, тщательно перемешивали и отбирали аликвоту (0,5 мл) раствора для дальнейшего анализа. В качестве внешнего стандарта использовали ацетон- $d_6$ .

По данным ЯМР  $^1\text{H}$  спектроскопии уже в течение 1 ч наблюдается частичное высвобождение (до 0,03 %) ацетонитрила в раствор. При дальнейшем выдерживании образца в  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  в течение 24 – 120 ч количество высвобожденного интеркаланта растет с течением времени и достигает 0,07 %. Рисунок иллюстрирует появление сигнала метильной группы ацетонитрила (1,66 – 1,76 м.д.) в ЯМР  $^1\text{H}$  спектре, причем с увеличением концентрации  $\text{CH}_3\text{CN}$  в растворе сигнал протонов его метильной группы смещается в сильное поле. Количество выделившегося в раствор в течение 120 ч ацетонитрила составило 0,005 г на 1 г образца, что свидетельствует о низкой скорости

процесса его деинтеркалирования, а следовательно, о стабильности синтезированного ССНГ.



Динамика высвобождения ацетонитрила из соединения соинтеркалирования нитрата графита по данным ЯМР <sup>1</sup>H спектроскопии: 0 ч – (1), 1 ч – (2), 24 ч – (3), 120 ч – (4)

Результаты рентгенофазового анализа также подтверждают вывод о высокой стабильности полученного ССНГ, сделанный на основании данных спектроскопии ЯМР.

Еще одним подтверждением является сохранение способности полученного ССНГ к терморасширению при хранении его на воздухе. Коэффициент вспучивания ( $K_v$ ) нитрата графита, соинтеркалированного ацетонитрилом, составляет  $285 \text{ см}^3 \cdot \text{г}^{-1}$  сразу после получения. При хранении на воздухе при комнатной температуре в первый месяц происходит некоторое увеличение его способности к терморасширению ( $K_v = 315 \text{ см}^3 \cdot \text{г}^{-1}$ ), а при дальнейшей выдержке достигнутая величина коэффициента вспучивания не меняется.

Таким образом, можно заключить, что введение ацетонитрила в структуру нитрата графита стабилизирует полученное соединение.