



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005138095/15, 07.12.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
07.12.2005

(43) Дата публикации заявки: 20.06.2007

(45) Опубликовано: 27.03.2008 Бюл. № 9

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: JP 05-116925 A, 04.05.1993. RU 2186022 C2, 27.07.2002. RU 2256608 C1, 20.07.2005. US 5227038 A, 13.07.1993. US 5876684 A, 02.03.1999. JP 07-115012 A, 02.05.1995. JP 08-048510 A, 20.02.1996. JP 10-045407 A, 17.02.1998.

Адрес для переписки:

660036, г.Красноярск, Академгородок, Институт физики СО РАН, патентный отдел

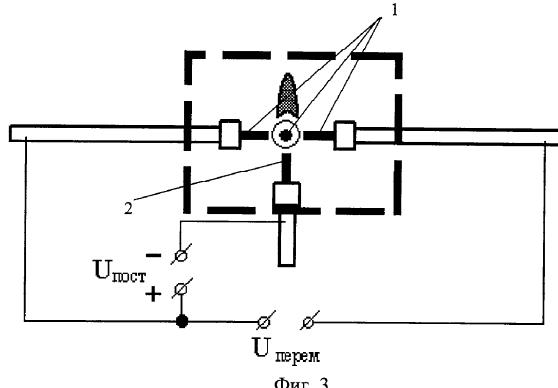
(72) Автор(ы):  
Чурилов Григорий Николаевич (RU)(73) Патентообладатель(и):  
Институт физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения РАН (RU),  
Чурилов Григорий Николаевич (RU)

## (54) СПОСОБ СИНТЕЗА ФУЛЛЕРНОВОЙ СМЕСИ В ПЛАЗМЕ ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области процессов синтеза фуллереновой смеси. Синтез фуллереновой смеси осуществляют в плазме при атмосферном давлении в потоке гелия. Комбинированное питание электродов осуществляют постоянным током до 1000 А и переменным током килогерцового диапазона частот от 40 до 440 кГц. Используют один вертикальный электрод и четное число горизонтальных одинаковых электродов. Техническим результатом изобретения является повышение скорости синтеза и снижение себестоимости фуллеренсодержащей смеси, а

также уменьшение потерь при производстве. 5 ил.



2 3 0 5 3 6 C 2

RU

RU 2 3 2 0 5 3 6 C 2



(51) Int. Cl.  
**C01B 31/00** (2006.01)  
**B82B 3/00** (2006.01)

FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

## (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 2005138095/15, 07.12.2005

(24) Effective date for property rights: 07.12.2005

(43) Application published: 20.06.2007

(45) Date of publication: 27.03.2008 Bull. 9

Mail address:

660036, g.Krasnojarsk, Akademgorodok,  
Institut fiziki SO RAN, patentnyj otdel

(72) Inventor(s):  
Churilov Grigorij Nikolaevich (RU)

(73) Proprietor(s):  
Institut fiziki im. L.V. Kirenskogo  
Sibirskogo otdelenija RAN (RU),  
Churilov Grigorij Nikolaevich (RU)

## (54) METHOD OF SYNTHESIS OF FULLERENE MIX IN PLASMA AT ATMOSPHERIC PRESSURE

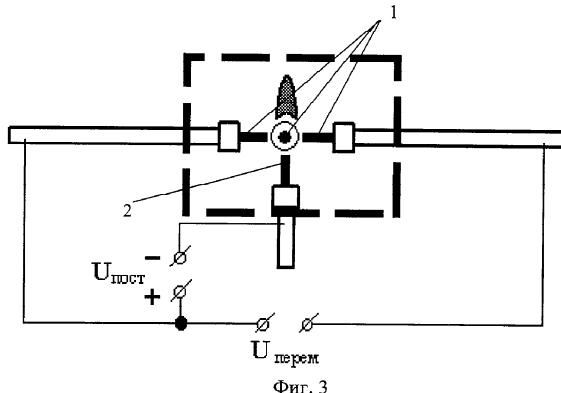
(57) Abstract:

**FIELD:** carbon materials.

**SUBSTANCE:** synthesis is accomplished in plasma at atmospheric pressure in helium flow. Electrodes are powered in combination with direct current up to 1000 A and alternate current within kilohertz frequency range from 40 to 440 kHz. One vertical electrode and even number of identical horizontal electrodes are used.

**EFFECT:** increased synthesis rate, reduced fullerene-containing mix cost, and lowered production loss.

5 dwg



R U 2 3 2 0 5 3 6 C 2

R U 2 3 2 0 5 3 6 C 2

Изобретение относится к области процессов синтеза фуллереновой смеси.

Известен способ производства фуллеренов, предложенный в работе [Kratschmer W., Lamb L.D., Fostiropoulos K., Huffman D.R. // *Nature (London)* 1990. V 347. P.354], позволяющий синтезировать фуллеренсодержащую сажу за счет использования дугового разряда. По этому способу осуществляется распыление графита в атмосфере гелия при давлении 13,3 кПа. Через графитовые электроды пропускается переменный ток с частотой 60 Гц. Коэффициент преобразования графита в фуллеренсодержащую сажу при данном способе не превышает 20%. Содержание фуллереновой смеси в фуллеренсодержащей саже после выделения в неполярных растворителях при помощи жидкостной колоночной хроматографии, не более 10%. Скорость синтеза фуллереновой смеси не превышает 1 грамма в час.

Недостатком описываемого аналога является то, что для данного способа синтеза необходимо использование вакуума, что требует применения дорогостоящего вакуумного оборудования. Также низка скорость синтеза фуллереновой смеси, а коэффициент величины преобразования графита в фуллеренсодержащую сажу не превышает 20%.

Также известен дуговой способ производства фуллеренов, где в плазмохимическом реакторе при атмосферном давлении осуществляется термическое испарение графита с образованием плазменной струи углерода, совмещенной с потоком гелия [Чурилов Г.Н. // ПТЭ. 2000. №1. с.5-15]. В водоохлаждаемой камере, входящей в состав плазмохимического 20 реактора, расположены два графитовых электрода (внутренний и внешний). Внутренний электрод подается через графитовые контакты в камеру снизу. Внешний электрод закрепляется в камере стационарно. Распыление графита осуществляется дуговым разрядом с частотой переменного тока 44 кГц. Данная установка позволяет синтезировать фуллереновую смесь со скоростью ~1 грамм в час. Выход фуллереновой смеси в 25 фуллеренсодержащей саже при данном способе составляет ~10%.

Недостатком описываемого аналога является то, что в данном способе низка скорость синтеза фуллереновой смеси. Коэффициент величины преобразования графита в фуллеренсодержащую сажу не превышает 20%.

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому изобретению является 30 выбранный в качестве прототипа дуговой способ синтеза, где в реакционной камере при атмосферном давлении осуществляется разряд постоянного тока между водоохлаждаемыми анодом и катодом [JP №05-116925, кл. C01B 31/00, 1993]. Графитовый порошок непрерывно подается в плазму и происходит формирование фуллеренов. Дуга стабилизирована за счет фиксированного расстояния между электродами.

Недостатком прототипа является то, что в данном способе низок коэффициент величины преобразования графита в фуллеренсодержащую сажу, поскольку введение порошка в плазму не позволяет нагреть графитовый порошок до его полной атомизации.

Техническим результатом изобретения является повышение скорости синтеза и снижение себестоимости фуллеренсодержащей смеси, за счет использования 40 комбинированного питания постоянным и переменным током килогерцового диапазона частот, а также уменьшение потерь при производстве фуллеренсодержащей смеси, за счет использования иной конфигурации и расположения электродов.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе синтеза фуллереновой смеси в плазме при атмосферном давлении в потоке гелия, включающем использование 45 одного вертикального электрода и питание дуги постоянным током, новым является то, что используют питание дуги постоянным током до 1000 А и переменным током килогерцового диапазона частот от 40 до 440 кГц, а также тем, что дополнительно используют четное число горизонтальных одинаковых электродов.

В способе производства фуллереновой смеси дуговым методом при атмосферном давлении в потоке гелия питание дуги осуществляют за счет применения 50 комбинированного питания постоянным током до 1000 А и переменным током килогерцового диапазона частот от 40 до 440 кГц, а также используют четное количество горизонтальных одинаковых графитовых электродов и один вертикальный электрод.

На фиг.1 и 2 даны возможные схемы подключения двух источников питания к установке с двумя горизонтальными электродами. На фиг.3 (главный вид) и 4 (вид сверху) представлена схема подключения трех источников питания к установке с четырьмя горизонтальными электродами.

- 5 В предлагаемом способе используется четное количество горизонтальных одинаковых графитовых электродов 1, выполненных в виде стержней, и один вертикальный электрод 2. Горизонтальные электроды располагаются друг напротив друга и закрепляются в графитовых контактах, размещенных в стенках камеры, или соединяются гибкими проводами.
- 10 Питание дуги осуществляется за счет применения источника переменного тока высокой частоты килогерцового диапазона и источника постоянного тока. Значение подаваемого постоянного тока зависит от диаметра используемых графитовых электродов. Полярность подключения постоянного тока, представленная на фиг.1 и 3, соответствует максимальной эрозии горизонтальных электродов (поз.1). При таких условиях скорость синтеза
- 15 фуллереновой смеси достигает 6 граммов в час. Выход фуллереновой смеси в фуллеренсодержащей саже составляет 10%.

Благодаря использованию комбинированного питания дуги постоянным током и переменным током килогерцового диапазона частот скорость синтеза фуллереновой смеси увеличивается. За счет использования предложенной конфигурации и расположения 20 электродов весь испаряющийся графит (не менее 98%) переходит в фуллеренсодержащую сажу. Фиг.5 показывает изменение основных параметров установки (1 - выход фуллеренсодержащей сажи; 2 - выход перекристаллизованного графита; 3 - расход электродов; 4 - содержание фуллеренов в саже; 5 - скорость получения фуллеренов) при разных способах питания дуги с двумя горизонтальными электродами: а - питание только 25 постоянным током; б - питание только переменным током частотой 44 кГц; в - комбинированное питание постоянным и переменным током. Из графиков видно, что максимальная скорость получения фуллеренов наблюдается в случае комбинированного питания.

При увеличении числа горизонтальных электродов наблюдается увеличение количества 30 фуллеренсодержащей сажи, образующейся в единицу времени. Это приводит к увеличению скорости получения фуллеренов.

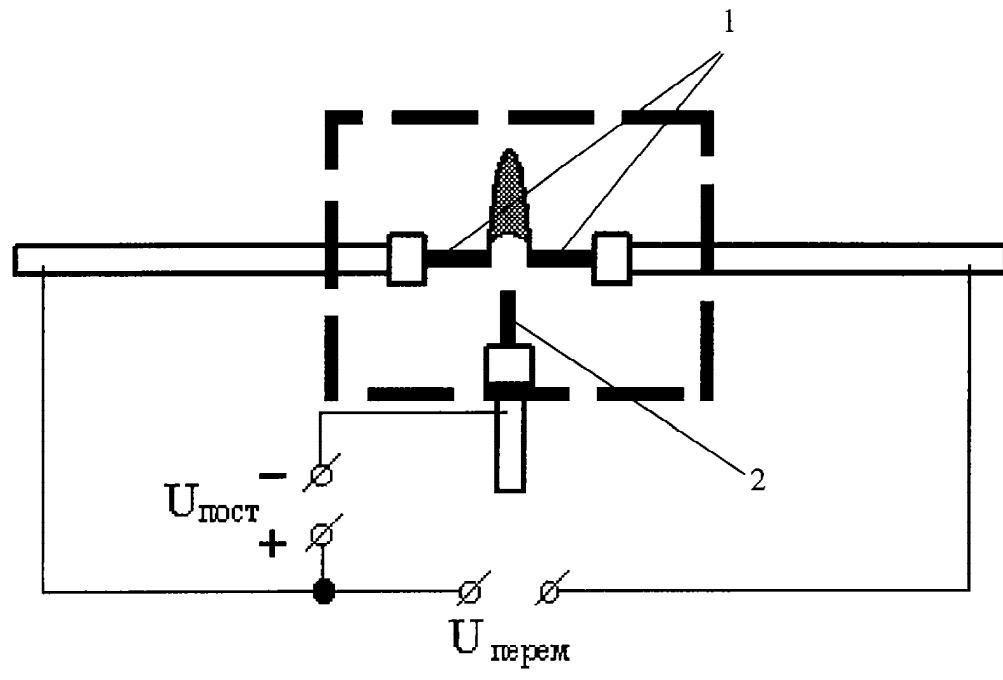
#### Формула изобретения

Способ синтеза фуллереновой смеси в плазме при атмосферном давлении в потоке 35 гелия, включающий использование одного вертикального электрода и питание дуги постоянным током, отличающийся тем, что используют питание дуги постоянным током до 1000 А и переменным током килогерцового диапазона частот от 40 до 440 кГц, а также тем, что дополнительно используют четное число горизонтальных одинаковых электродов.

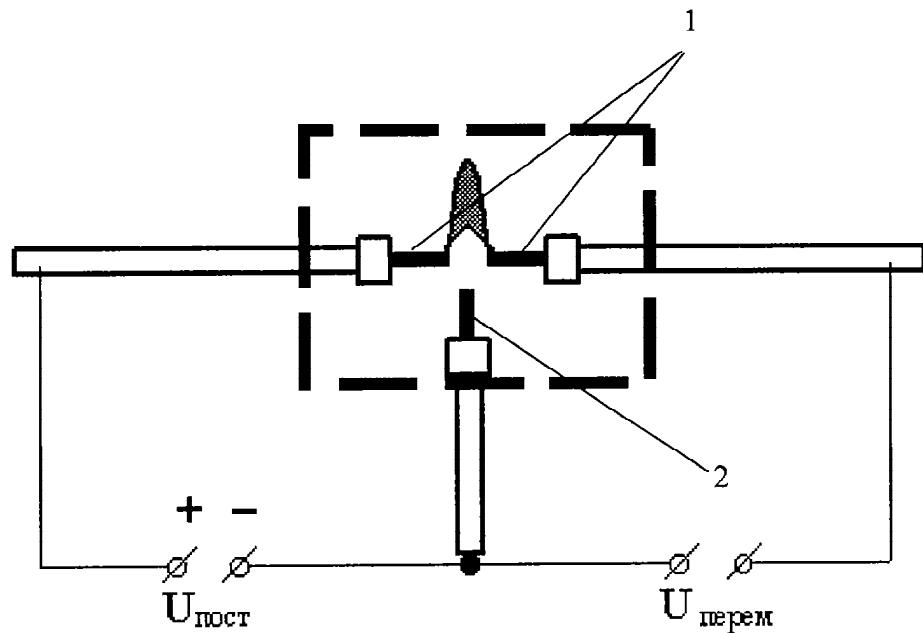
40

45

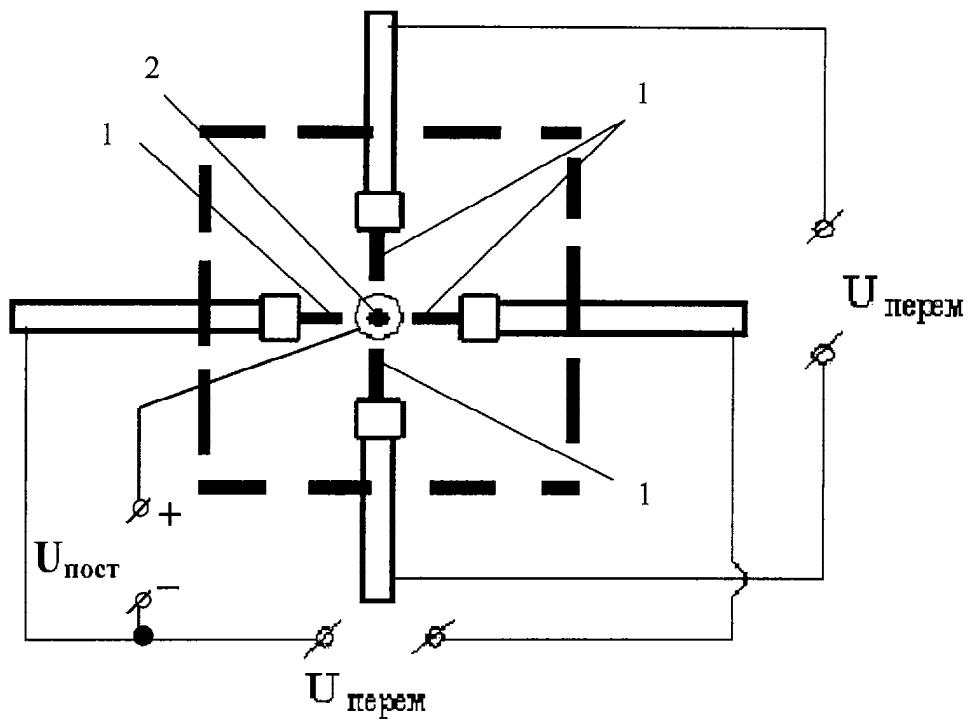
50



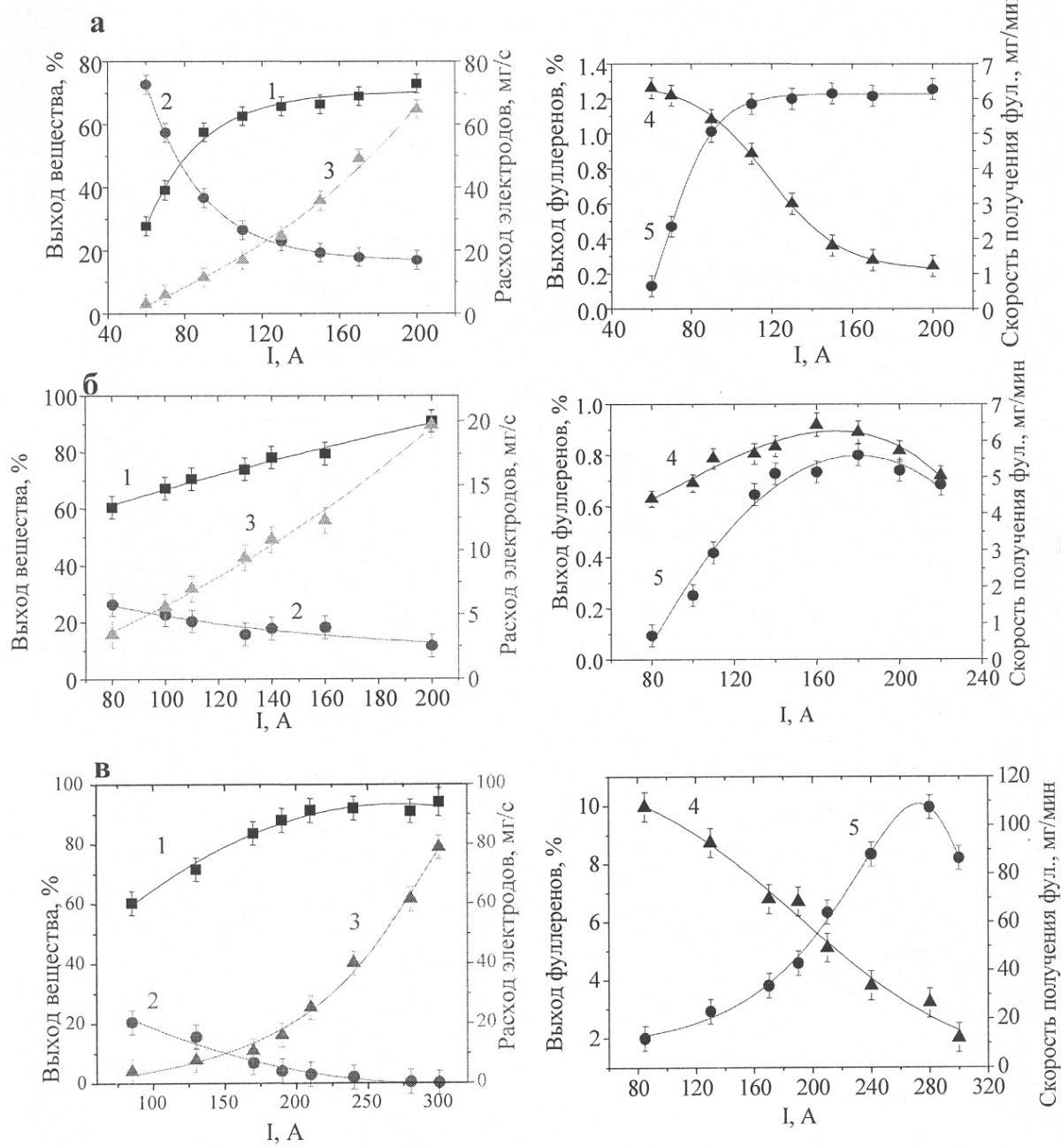
Фиг.1



Фиг. 2



Фиг. 4



Фиг. 5