



(51) МПК
C01B 31/00 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)
B82Y 40/00 (2011.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011125755/05, 22.06.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 22.06.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 22.06.2011

(43) Дата публикации заявки: 27.12.2012 Бюл. № 36

(45) Опубликовано: 27.05.2013 Бюл. № 15

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: RU 2320536 C2, 27.03.2008. RU 39129 U1,
 20.07.2004. RU 2256608 C1, 23.01.2004. RU
 2331579 C2, 20.08.2008. JP 5116925 A,
 14.05.1993. EA 006412 B1, 22.09.2000.

Адрес для переписки:

660036, г.Красноярск, Академгородок, 50,
 стр.38, ИФ СО РАН, патентный отдел

(72) Автор(ы):

**Чурилов Григорий Николаевич (RU),
 Осипова Ирина Владимировна (RU),
 Внукова Наталья Григорьевна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное бюджетное
 учреждение науки Институт физики им. Л.В.
 Киренского Сибирского отделения
 Российской академии наук (ИФ СО РАН)
 (RU)**

**(54) СПОСОБ СИНТЕЗА ФУЛЛЕРЕНОВОЙ СМЕСИ В ПЛАЗМЕ ПРИ АТМОСФЕРНОМ
 ДАВЛЕНИИ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к плазменному синтезу наноматериалов. Фуллереновую смесь получают в углеродно-гелиевой плазме, образованной дуговым разрядом при атмосферном давлении в камере плазмохимического реактора с использованием одного вертикального и четного числа горизонтальных одинаковых электродов. При

этом создают низкочастотную модуляцию мощности дугового разряда за счет уменьшения напряжения на дуговом разряде с низкой частотой, соответствующей акустическому резонансу в камере плазмохимического реактора. Технический результат - повышение содержания фуллеренов в углеродном конденсате на 3,4-4,4%. 2 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C01B 31/00 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)
B82Y 40/00 (2011.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2011125755/05, 22.06.2011**

(24) Effective date for property rights:
22.06.2011

Priority:

(22) Date of filing: **22.06.2011**

(43) Application published: **27.12.2012 Bull. 36**

(45) Date of publication: **27.05.2013 Bull. 15**

Mail address:

**660036, g.Krasnojarsk, Akademgorodok, 50, str.38,
IF SO RAN, patentnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Churilov Grigorij Nikolaevich (RU),
Osipova Irina Vladimirovna (RU),
Vnukova Natal'ja Grigor'evna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut fiziki im. L.V.
Kirenskogo Sibirskogo otdelenija Rossijskoj
akademii nauk (IF SO RAN) (RU)**

(54) METHOD OF SYNTHESIZING FULLERENE MIX IN PLASMA AT BAROMETRIC PRESSURE

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to plasma synthesis of nanomaterials. Fullerene mix is produced in carbon-helium plasma formed by arc discharge at barometric pressure in plasma chemical reactor chamber using one vertical and even number of identical horizontal electrodes. Note here that low-

frequency modulation of arc discharge power is created by reducing voltage at low-frequency arc discharge to comply with acoustic resonance in plasma chemical reactor chamber.

EFFECT: content of fullerenes in carbon condensate increased by 3,4-4,4%.

2 dwg

RU 2 483 020 C2

RU 2 483 020 C2

Изобретение относится к области плазменного синтеза наноматериалов и может быть использовано для производства фуллереновой смеси.

Известен дуговой способ производства фуллереновой смеси, где в реакционной камере при атмосферном давлении осуществляется разряд постоянного тока между водоохлаждаемыми анодом и катодом [JP №05-116925, МПК C01B 31/00, 1993]. Графитовый порошок непрерывно подается в плазму и происходит формирование фуллеренов. Дуга стабилизирована за счет фиксированного расстояния между электродами.

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

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому изобретению является выбранный в виде прототипа дуговой способ синтеза фуллереновой смеси в плазме при атмосферном давлении в потоке гелия [RU 2320536, МПК C01B 31/00, B82B 3/00, 2008)] (прототип). Скорость синтеза фуллереновой смеси увеличивается благодаря питанию разряда дуги постоянным током до 1000 А и переменным током в диапазоне частот от 40 до 440 кГц. Не менее 98% испаряющегося графита переходит в фуллереносодержащую сажу, благодаря предложенной конфигурации и расположению электродов.

Недостатком прототипа является то, что в данном способе низко содержание фуллеренов в углеродном конденсате, связанное с тем, что условия (температура и электронная концентрация) в плазме дуги только в малом объеме плазмы соответствуют оптимальным значениям сборки молекул фуллеренов.

Техническим результатом изобретения является повышение содержания фуллеренов в углеродном конденсате на 3,4-4,4% за счет модуляции мощности дуги.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе синтеза фуллереновой смеси в углеродно-гелиевой плазме, образованной дуговым разрядом при атмосферном давлении в камере плазмохимического реактора с использованием одного вертикального и четного числа горизонтальных одинаковых электродов, новым является то, что создают низкочастотную модуляцию мощности дугового разряда за счет уменьшения напряжения на дуговом разряде с низкой частотой, соответствующей акустическому резонансу в камере плазмохимического реактора.

Слой плазмы дуги, соответствующий оптимальным значениям температуры и электронной концентрации и соответствующий максимальным скоростям сборки молекул фуллеренов, увеличивается за счет модуляции подводимой к дуге мощности с частотой, соответствующей акустическому резонансу в камере плазмохимического реактора.

На фиг.1 представлена электрическая схема установки. На фиг.2 представлены осциллограммы тока и напряжения ВЧ дуги в рабочем режиме без НЧ модуляции и при НЧ модуляции дуги, а также динамическая вольтамперная характеристика ВЧ дуги.

Электрическая схема установки представлена на фиг.1, где 1 - генератор токов высокой частоты; 2 - согласующий трансформатор; 3 - индуктивность; 4 - емкость; 5 - трансформатор; 6 - дуга. Источник питания установки - генератор переменного тока мощностью 20 кВт с перестраиваемой частотой от 20 до 100 кГц и возможностью ее периодического изменения на 50% с частотой от 0.1 до 15 кГц. Выходное напряжение генератора - 450 В. Согласование выходного сопротивления генератора и схемы

выполняет трансформатор 2 с коэффициентом трансформации - 1/2.

Последовательный колебательный контур, представленный в виде индуктивности 3 ($3 \cdot 10^5$ пФ), емкости 4 ($44 \cdot 10^{-6}$ Г) и первичной обмотки трансформатора 5 (коэффициент трансформации - 10), формирует сигнал, модулированный по частоте и амплитуде, в соответствии с характеристикой контура настроенного на резонансную частоту генератора 44 кГц и ее периодическим изменением. Для резонансной частоты генератора ток в дуге соответствует максимальному значению 280 А, при активном сопротивлении дуги 0.2 Ом.

Расположение электродов четырех горизонтальных и одного вертикального электрода представлено на фиг.4 патента №2320536 (взятого за прототип), где графитовые электроды, выполнены в виде стержней, расположенных друг напротив друга и закрепленных в графитовых контактах.

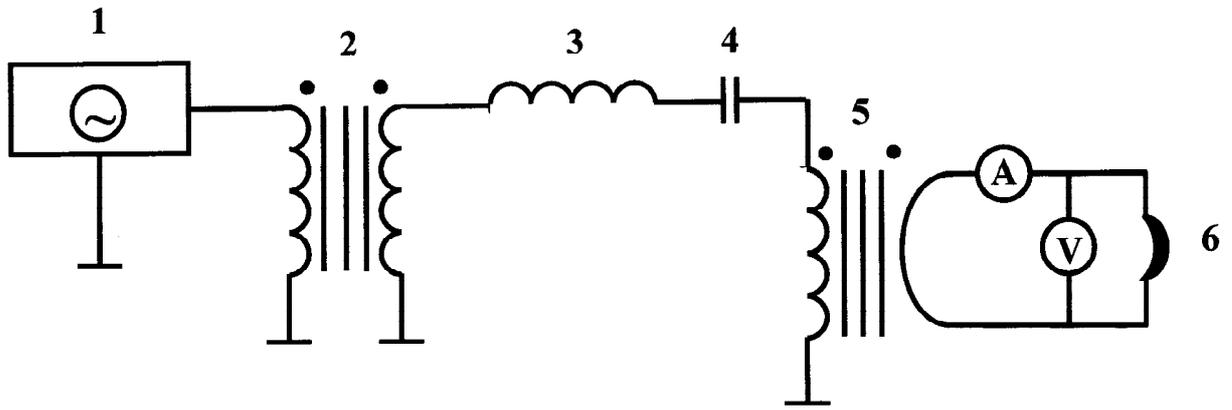
Осциллограммы тока и напряжения ВЧ дуги в рабочем режиме без НЧ модуляции и при НЧ модуляции дуги, а также динамическая вольтамперная характеристика ВЧ дуги представлены на фиг.2. Изменение тока и напряжения в дуге происходит по гармоническому закону, на резонансной частоте генератора 44 кГц, амплитудные значения тока и напряжения составляют 280 А и 60 В (фиг.2, а). При модуляции сигнала на частоте 5.3 кГц (фиг.2, б) в течение первой половины периода подается сигнал на частоте 44 кГц, при этом ток в цепи составляет 280 А, а в течение второй половины периода подается сигнал на частоте 66 кГц, и ток в цепи вследствие возникновения индуктивного и емкостного сопротивления уменьшается до 150 А (фиг.2, в).

Среднее значение мощности в дуге (ток 150 А, частота 66 кГц, сопротивление 0,25 Ом) составляет величину 2812 Вт. Данные значения мощности и частоты соответствуют содержанию фуллеренов в углеродном конденсате - 12%.

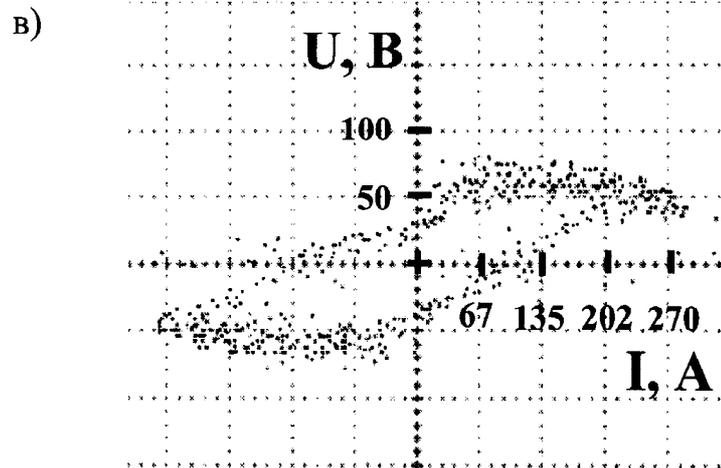
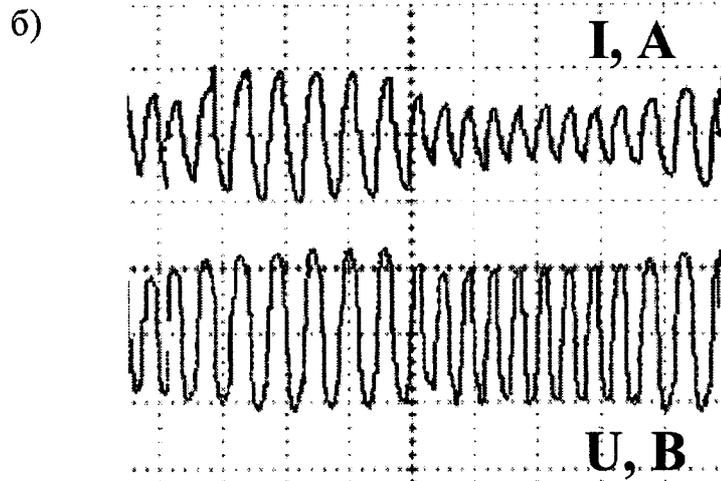
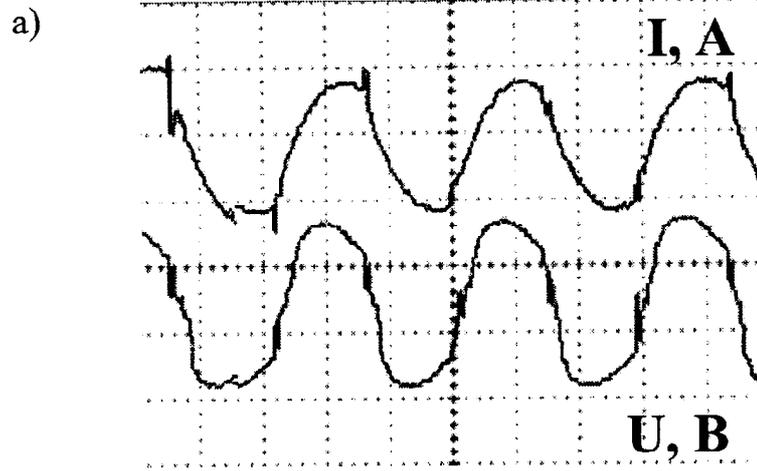
Модуляция мощности дуги приводит к увеличению количества фуллеренов в углеродном конденсате и осуществляется за счет уменьшения напряжения на дуговом разряде с низкой частотой, соответствующей акустической резонансной частоте камеры. Изменение напряжения приводит к изменению тока, что сопровождается изменением сечения дугового канала, т.е. изменение тока приводит к изменению сечения дугового разряда. Тот факт что пульсация разряда совпадает с резонансной частотой акустических колебаний, приводит к увеличению выхода фуллеренов, поскольку оптимальная область плазмы увеличивается.

Формула изобретения

Способ синтеза фуллереновой смеси в углеродно-гелиевой плазме, образованной дуговым разрядом при атмосферном давлении в камере плазмохимического реактора с использованием одного вертикального и четного числа горизонтальных одинаковых электродов, отличающийся тем, что создают низкочастотную модуляцию мощности дугового разряда за счет уменьшения напряжения на дуговом разряде с низкой частотой, соответствующей акустическому резонансу в камере плазмохимического реактора.



Фиг.1



Фиг.2