



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 48455

(13) A

(51) 6 C01B31/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ФУЛЕРЕНІВ З РОЗЧИНІВ В ТОЛУОЛІ

1

2

(21) 2001085692

(22) 10.08.2001

(24) 15.08.2002

(46) 15.08.2002, Бюл. № 8, 2002 р.

(72) Трефілов Віктор Іванович, Щур Дмитро  
Вікторович, Загінайченко Світлана Юріївна, Дубо-  
вий Анатолій Григорович, Пішук Василь Кирило-  
вич, Тарасов Борис Петрович, Шульга Юрій Мака-  
рович, Рогозінський Анатолій Анатолійович(73) ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА  
НАН УКРАЇНИ(57) 1. Спосіб одержання фулеренів з розчинів в  
толуолі, що включає обробку органічних розчинів  
фулеренів, який **відрізняється** тим, що розчин  
фулеренів у толуолі висолюють етиловим спиртом  
та проводять седиментацію фулеренів при темпе-  
ратурі 20-22 °С.2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що про-  
водять регулювання седиментації варіюванням  
кількості етилового спирту.3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що з  
відпрацьованого розчину етилового спирту в толу-  
олі проводять регенерацію висолювача.

Винахід стосується фізичної хімії матеріалів,  
зокрема способу одержання фулеренів з розчинів  
в толуолі: Фулерени можуть застосовуватися при  
впровадженні високих технологій у таких галузях  
як медицина, машинобудування, хімія, енергетика,  
виробництво нових матеріалів, тощо.

Відомий спосіб одержання фулеренів з органі-  
чних розчинів методом випаровування на протязі  
приблизно 8 год.: (Журнал аналитической химии -  
1995, т. 50, №6 - С. 673-676). Недоліками способу  
є довготривалість і висока енергоємність.

Відомий спосіб одержання фулеренів з органі-  
чних розчинів методом сублімації в вакуумі при  
(450-600)°С: (Трефилов В.И., Щур Д.В., Тарасов  
Б.П., Шульга Ю.М., Черногоренко А.В., Пишук В.К.,  
Загинайченко С.Ю. Фуллерены - основа материа-  
лов будущего. - К.: изд-во АДЕФ-Украина, 2001 - С.  
43): Недоліками способу є висока енергоємність та  
складне обладнання, що використовується при  
виконанні.

Застосовування відомих способів одержання  
фулеренів з органічних розчинів вимагає викорис-  
тання дорогого спеціального обладнання, високих  
температур, довготривалості в часі: Все це робить  
відомі способи дорогими, енергоємними, низько-  
продуктивними, які не відповідають вимогам еко-  
логії.

Для впровадження високих технологій, які ви-  
магають широкого використання фулеренів в різ-  
них галузях науки і техніки, виникла нагальна по-  
треба розробити надійний, простий, дешевий та

екологічно чистий спосіб одержання фулеренів з їх  
органічних розчинів.

Задачею запропонованого винаходу "Спосіб  
одержання фулеренів з розчинів в толуолі", в яко-  
му шляхом висолювання фулеренів з органічних  
розчинів етиловим спиртом та седиментацією фу-  
леренів при температурі 20 - 22°С, регулювання  
процесу седиментації варіювання кількості етило-  
вого спирту, та тим, що з відпрацьованого розчину  
з вмістом етилового спирту в толуолі проводять  
регенерацію висолювача, є забезпечення універ-  
сальності та екологічної чистоти, низької собівар-  
тості та високої продуктивності.

Задача досягається тим, що технологія забез-  
печення одержання фулеренів з розчинів в толуо-  
лі, яка виконується шляхом послідовного прове-  
дення висолювання фулеренів з толуолу  
етиловим спиртом, седиментацією, що регулюєть-  
ся кількістю етилового спирту, при цьому всі етапи  
способу проводять при температурі 20 - 22°С, а  
відпрацьований розчин підлягає вторинній пере-  
робці з метою регенерації етилового спирту з ор-  
ганічного розчину.

Для виробництва фулеренів здійснюють по-  
вний технологічний ланцюжок процесів:

електродугове випаровування графіту з метою  
одержання фулеренвміщуючої сажі;  
занурення сажі в толуол;  
одержання фулеренів з розчинів в толуолі;  
фільтрування фулеренів;  
сушка фулеренів.

(13) A

(11) 48455

(19) UA

Запропонований винахід - спосіб одержання фулеренів з розчинів в толуолі стосується процесу одержання фулеренів з повного технологічного ланцюжка процесів виробництва фулеренів:

Здійснюється винахід завдяки використанню дешевого швидкодіючого висолювача - етилового спирту 96°, також завдяки застосуванню для седиментації осаду фулеренів хімічного обладнання, яке працює при кімнатній температурі, а відпрацьований розчин підлягає регенерації з метою вилучення висолювача, тобто при запропонованому способі не забруднюється навколишнє середовище:

Спосіб здійснюється таким чином: В розчин фулеренів в толуолі додають висолювач етиловий спирт 96°, який ініціює процес седиментації фулеренів, котрі випадають в осад, поступово збільшуючи кількість висолювача, простежується залежність якості седиментації осаду фулеренів, тобто, збільшення кількості седиментованого осаду фулеренів: Далі седиментований осад фулеренів фільтрують та сушать, а відпрацьований розчин підлягає вторинній обробці з метою регенерації висолювача:

Все це говорить про те, що винахід, спосіб одержання фулеренів з їх розчинів в толуолі, є універсальним, швидковиконуваним, дешевим, високопродуктивним, що дає можливість досягти вищого економічного рівня і дозволяє повний технологічний ланцюжок виробництва фулеренів зробити екологічно чистим і великомасштабним:

Суть винаходу пояснюється фігурами 1 та 2:

На фігурі 1 зображений графік №1 "Залежність кількості седиментованого осаду фулеренів від кількості висолювача етилового спирту".

З графіка №1 видно, що повна седиментація осаду фулеренів проходить при кімнатній температурі на протязі 10 хвилин при співвідношенні 3:1 висолювача до органічного розчину фулеренів:

Дані, використані при побудові графіка №1, взяті з прикладів №1 - №10:

Для кожного прикладу здійснення способу беруть розчин фулеренів в толуолі об'ємом  $V = 50\text{мл}$  і концентрацією  $K = 3\text{г} / 1000\text{мл}$ : Тривалість спостережень седиментації 0,5 год., а кількість висолювача, а саме етилового спирту 96°, що додається, в кожному наступному прикладі збільшується у співвідношенні етиловий спирт - розчин фулеренів з 1:10 до 3:1:

Приклад №1. Висолювач 5мл - седиментація не здійснюється:

Приклад №2. Висолювач 15мл - седиментовано осаду фулеренів 0,015г:

Приклад №3. Висолювач 25мл - седиментовано осаду фулеренів 0,040г:

Приклад №4. Висолювач 35мл - седиментовано осаду фулеренів 0,070г:

Приклад №5. Висолювач 45 мл - седиментовано осаду фулеренів 0,085г:

Приклад №6. Висолювач 50мл - седименовано осаду фулеренів 0,095г:

Приклад №7. Висолювач 75мл - седиментовано осаду фулеренів 0,115г:

Приклад №8. Висолювач 100мл - седиментовано осаду фулеренів 0,130г:

Приклад №9. Висолювач 125мл - седиментовано осаду фулеренів 0,140г:

Приклад №10. Висолювач 150мл - седиментовано осаду фулеренів 0,145г:

Повна седиментація осаду тривала 10хв. тобто при співвідношенні 3:1 висолювача до органічного розчину фулеренів спосіб виконується найефективніше:

На фігурі 2 зображений графік №2 "Залежність часу повної седиментації осаду фулеренів від кількості висолювача етилового спирту":

З графіка №2 видно, що при кімнатній температурі повна седиментація осаду фулеренів найшвидше проходить за 10хв. при співвідношенні 3:1 висолювача до органічного розчину фулеренів: Дані, використані при побудові графіка №2, взяті з прикладів №11 - №14.

Приклад №11. Висолювач 100мл - седиментація триває  $t = 24\text{год.}$ :

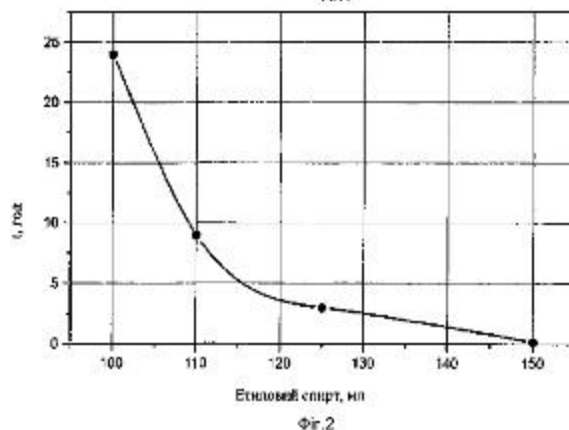
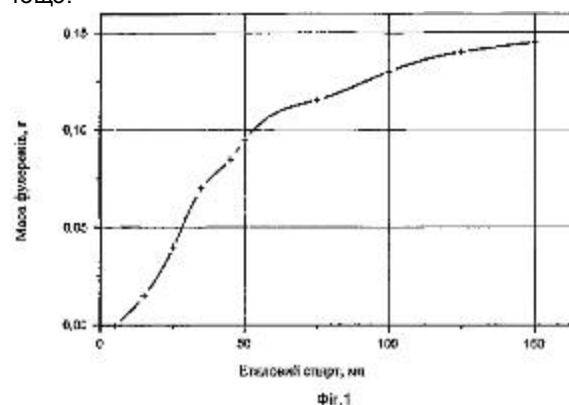
Приклад №12. Висолювач 110мл - седиментація триває  $t = 9\text{год.}$ :

Приклад №13. Висолювач 125мл - седиментація триває  $t = 3\text{год.}$ :

Приклад №14. Висолювач 150мл - седиментація триває  $t = 10\text{хв.}$ :

Повна седиментація осаду триває 10хв., тобто при співвідношенні 3:1 висолювача до органічного розчину фулеренів спосіб виконується найефективніше.

Фулерени застосовуються при впровадженні високих технологій у медицині, машинобудуванні, хімії, енергетиці, виробництві нових матеріалів, тощо.



---

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)  
вул. Сім'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна  
(044) 456 – 20 – 90

---

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»  
вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна  
(044) 216 – 32 – 71