



РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(19) **RU** (11) **25 317** (13) **U1**  
(51) МПК  
*C01B 31/00* (2000.01)

## (12) ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21), (22) Заявка: 2002103910/20, 20.02.2002

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
20.02.2002

(46) Опубликовано: 27.09.2002

Адрес для переписки:  
197349, Санкт-Петербург, ул.  
Новосельковская, 39, ООО  
"Нано-технологическая компания"

(71) Заявитель(и):  
ООО "Нано-технологическая компания",  
Седов Виктор Петрович,  
Шилин Василий Андреевич,  
Шило Сергей Антонович,  
Томашевский Леонид Григорьевич,  
Столяренко Анатолий Иванович,  
Владимиров Андрей Владимирович

(72) Автор(ы):  
Седов В.П.,  
Шилин В.А.,  
Шило С.А.,  
Томашевский Л.Г.,  
Столяренко А.И.,  
Владимиров А.В.

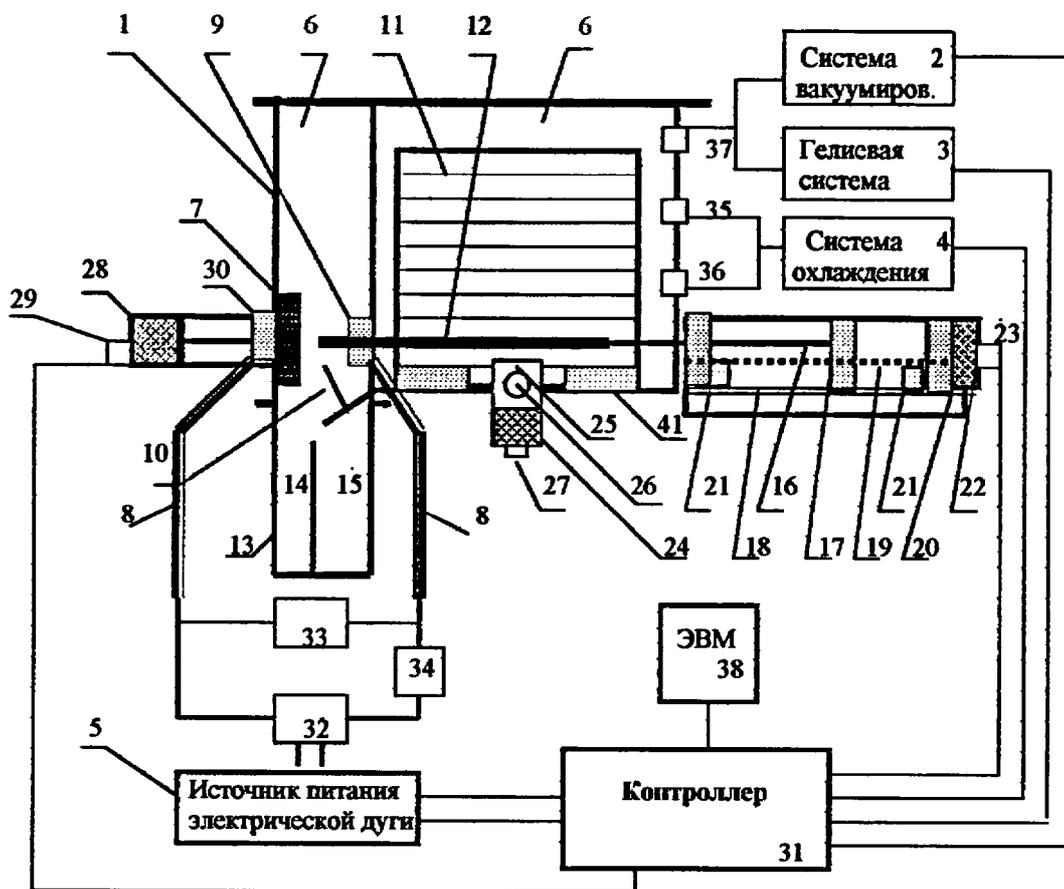
(73) Патентообладатель(и):  
ООО "Нано-технологическая компания",  
Седов Виктор Петрович,  
Шилин Василий Андреевич,  
Шило Сергей Антонович,  
Томашевский Леонид Григорьевич,  
Столяренко Анатолий Иванович,  
Владимиров Андрей Владимирович

## (54) УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ФУЛЛЕРЕНСОДЕРЖАЩЕЙ САЖИ

### (57) Формула полезной модели

Устройство для получения фуллереносодержащей сажи, содержащее источник питания электрической дуги, герметичную испарительную камеру, в которой расположены подвижный несгораемый катод, контактный электрод анода, подвижный испаряемый графитовый стержень-анод, толкатель графитового стержня, приемник фуллереносодержащей сажи и депозита, причем продольные оси толкателя и контактного электрода совпадают с горизонтальной осью анода, проходящей через плоскость катода, а катод и контактный электрод анода соединены с источником питания электрической дуги, катод и толкатель связаны с соответствующими винтовыми приводами, причем испарительная камера подключена к системе вакуумирования, системе подачи гелия, системе охлаждения и все вышеназванные системы снабжены соответствующими контрольными датчиками, отличающееся тем, что в испарительную камеру введены кассетный блок в форме прямоугольного параллелепипеда, расположенный в пространстве между контактным электродом и

толкателем, длина которого соответствует длине одного графитового стержня, а внутренний объем разделен продольными вертикальными перегородками одинаковой толщины, расстояние между которыми соответствует толщине графитового стержня, и вышеуказанные перегородки образуют L одинаковых ячеек, каждая из которых предназначена для размещения N количества графитовых стержней, уложенных стопкой друг на друга, и в нижней части торцевых стенок кассетного блока выполнены сквозные отверстия, соответствующие толщине графитового стержня, причем кассетный блок установлен на механизм перемещения его перпендикулярно горизонтальной оси толкателя, а продольные оси сквозных отверстий блока расположены в одной горизонтальной плоскости с продольной осью толкателя и параллельны ей, а также в устройство введены датчики начального и конечного положения приводов, причем один привод обеспечивает перемещение толкателя графитового стержня, другой привод обеспечивает шаговое перемещение кассетного блока перпендикулярно горизонтальной оси толкателя на величину межосевого расстояния двух соседних ячеек кассетного блока, третий привод обеспечивает эксцентричное вращение катода, а также в устройство дополнительно введены возбудитель-стабилизатор, связанный с источником питания электрической дуги, датчик напряжения, датчик электрического тока, контроллер и ЭВМ, причем датчик напряжения связан с катодом и контактным электродом анода, датчик электрического тока подключен в цепь источника питания электрической дуги и все вышеназванные датчики, приводы и возбудитель-стабилизатор электрической дуги связаны с контроллером, который подключен к ЭВМ и аппаратно-программно обеспечивает согласованное перемещение кассетного блока и подачу графитового стержня в зону электрической дуги, а также возбуждение и стабилизацию электрической дуги.



2002103910



МКИ C01B 31/00

### Устройство для получения фуллереносодержащей сажи.

Изобретение относится к области процессов и аппаратов для синтеза кластеров углерода (например, фуллеренов).

Известно устройство для получения фуллеренов /1/. Устройство содержит герметичную испарительную камеру, графитовый испаряемый электрод с линейным вакуумно-герметичным винтовым питателем, графитовый несгораемый электрод, закрепленный в стержне из нержавеющей стали, заключенном в вакуумно-плотном керамическом изоляторе, водоохлаждаемый экран для сбора сажи, источник питания электрической дуги, вакуумную систему и систему питания гелием. Устройство позволяет испарять графитовые электроды диаметром 6 мм с линейной скоростью 1 – 5 мм/мин и получать фуллереносодержащую сажу (ФСС) с содержанием фуллеренов 10%.

Цикл работы такого устройства ограничивается испарением только одного графитового электрода. После чего испарительную камеру необходимо разгерметизировать, поставить новый графитовый электрод, затем вновь произвести вакуумирование испарительной камеры, создать гелиевую атмосферу. Таким образом, недостатком устройства является его низкая производительность.

Известно устройство для получения ФСС с повышенным содержанием фуллеренов /2/. Устройство содержит герметичную водоохлаждаемую камеру, подвижный стальной стержень с несгораемым графитовым электродом, подвижный испаряемый графитовый электрод, водоохлаждаемый экран, источник питания электрической дуги, вакуум-насос, линию подачи гелия. Принцип

2002103210

2

работы устройства также основан на испарении графитовых стержней электродуговым способом. Скорость испарения графитового стержня диаметром 6 мм также составляет 1 – 5 мм/мин, а выход фуллеренов достигает 17%.

Недостаток – низкая производительность, обусловленная теми же обстоятельствами, что и у вышеописанного устройства.

Наиболее близким к заявляемому объекту является устройство для получения ФСС, описанное в /3/. Устройство содержит герметичную испарительную камеру, в которой расположены два вращаемых графитовых стержня – катод и анод, расположенные друг против друга на одной оси. Оба стержня размещены в соответствующих контактных электродах, которые электрически соединены с источником питания электрической дуги. Движение стержней навстречу друг другу обеспечивается соответствующими толкателями с винтовыми приводами. Испарительная камера подключена к системе вакуумирования, системе питания гелием и системе охлаждения. Достоинством этого устройства является возможность испарения за один цикл работы двух графитовых стержней диаметром 6 мм с линейной скоростью до 15 мм/мин. Достоинством этого устройства является также механическая подача стержней и организованный вывод продуктов. По окончании процесса сгорания двух электродов система должна быть разгерметизирована для извлечения ФСС и замены графитовых стержней. Поэтому производительность такого устройства все же недостаточна, чтобы использовать его для получения промышленного количества ФСС.

Задачей данного изобретения является повышение производительности устройства путем обеспечения работы его в режиме, близком

к непрерывному, т.е. без частой разгерметизации испарительной камеры, связанной с установкой новых графитовых стержней.

Поставленная задача решается тем, что в известном устройстве для получения ФСС /3/, содержащем источник питания электрической дуги, герметичную испарительную камеру, в которой расположены подвижные электроды – катод и анод (испаряемый графитовый стержень), контактный электрод анода, а также механизм подачи графитового стержня в зону образования электрической дуги, выполненный в виде связанного с винтовым приводом толкателя, в котором продольная ось толкателя совпадает с горизонтальной осью контактного электрода анода, проходящей через плоскость катода, а контакты катода и анода соединены с источником питания электрической дуги, а также содержащем систему вакуумирования, систему подачи гелия, систему охлаждения, которые подключены к герметичной испарительной камере, новым является то, что в испарительную камеру введены кассетный блок в форме прямоугольного параллелепипеда, который расположен в пространстве между контактным электродом анода и толкателем графитовых стержней. Длина кассетного блока соответствует длине одного графитового стержня, а внутренний объем разделен продольными вертикальными параллельными перегородками одинаковой толщины, расстояние между которыми соответствует толщине графитового стержня. Выше указанные перегородки образуют «L» одинаковых ячеек, каждая из которых предназначена для размещения «N» графитовых стержней, уложенных стопкой друг на друге. По двум противоположным торцевым сторонам кассетного блока в нижней его части выполнены сквозные отверстия, соответствующие толщине графитового стержня. Через эти отверстия графитовые стержни

2002103910

4

посредством толкателя подаются в зону электрической дуги. Кассетный блок установлен на механизм перемещения его в горизонтальной плоскости перпендикулярно оси толкателя. Продольные оси сквозных отверстий кассетного блока расположены в одной горизонтальной плоскости с продольной осью толкателя графитового стержня и параллельны ей. В устройство также введены датчики положения: для толкателя графитового стержня, для кассетного блока и для катода. Каждый датчик положения связан с соответствующим электроприводом и контролирует его движение.

В устройство дополнительно введены также возбудитель-стабилизатор электрической дуги, связанный с источником питания электрической дуги, датчик напряжения, датчик электрического тока, контроллер, ЭВМ. Датчик напряжения связан с катодом и контактным электродом анода, датчик электрического тока подключен в цепь источника питания электрической дуги.

Выше названные датчики, а также датчик вакуума, датчик температуры, датчик циркуляции воды и возбудитель-стабилизатор связаны с контроллером, который связан с ЭВМ и аппаратно-программно обеспечивает согласованное перемещение кассетного блока и подачу графитового стержня в зону электрической дуги, а также возбуждение и стабилизацию электрической дуги.

Такая совокупность признаков обеспечивает сжигание  $L \times N$  графитовых стержней без вскрытия и разгерметизации вакуумной испарительной камеры.

На фиг. 1 представлена принципиальная схема заявляемого устройства.

На фиг. 2 представлен кассетный блок: а) вид сбоку, б) вид сверху, в) вид с торцевой стенки.

На фиг.3 представлена схема блока контроллера.

Устройство, представленное на фиг. 1, 2, 3 содержит: 1 - корпус испарительной камеры; 2 - система вакуумирования; 3 - гелиевая система; 4 - система охлаждения; 5 - источник питания электрической дуги; 6 - герметичная испарительная камера; 7 - катод; 8 - токовводы; 9 - контактный электрод анода; 10 - нож для снятия депозита; 11- кассетный блок; 12 - графитовый стержень; 13 - корпус сборника депозита и ФСС; 14 - сборник депозита; 15 - сборник ФСС; 16 - толкатель графитового стержня; 17 - гайка толкателя; 18 - направляющие толкателя; 19 - винт привода толкателя; 20 - опора винтового привода; 21 - микропереключатели положения толкателя; 22 - привод толкателя; 23 - датчик положения толкателя; 24 - электропривод кассетного блока; 25 - гайка привода кассетного блока; 26 - винт электропривода кассетного блока; 27 - датчик положения кассетного блока; 28 - электропривод катода; 29 - датчик положения катода; 30 - катодные контакты; 31 - контроллер; 32 - возбудитель - стабилизатор дуги; 33 - датчик напряжения дуги; 34 - датчик тока дуги; 35 - датчик температуры; 36 - датчик циркуляции охлаждающей жидкости; 37 - датчик вакуума; 38 - ЭВМ.

Кассетный блок 11 содержит (см. фиг. 2): 39 - перегородки кассетного блока; 40 - отверстия в стенках кассетного блока; 41 - направляющие; 42 - выступ на основании кассетного блока.

Блок контроллера 31 содержит (см. фиг. 3): 43 - АЦП; 44 - блок управления шаговыми двигателями; 45 - ЦАП; 46 - энергонезависимая память контроллера; 47 - блок стыковки с ЭВМ; 48 - блок питания микроконтроллера; 49 - микроконтроллер.

Устройство работает по программе контроллера 31.

2002103910

6

На подготовительном этапе работ оператор загружается L×N количество графитовых стержней в кассетный блок 11, разделенный перегородками 39. Кассетный блок 11 устанавливается в испарительную камеру 6.

С помощью системы вакуумирования 2 производится откачка воздуха из испарительной камеры 6 (фиг.1), заполнение ее гелием посредством гелиевой системы 3. Одновременно включается система охлаждения 4 испарительной камеры 11.

После этого оператор производит запуск устройства в работу. При подаче питающего напряжения на устройство контроллер производит диагностику устройства с выдачей команды «готов» на дисплей ЭВМ 38. Поддержание заданного технологического режима последовательного испарения графитовых стержней 12 по установленной в контроллере 31 программе путем его воздействия на электроприводы 22, 24 и 28, источник питания электрической дуги 5 и возбудитель-стабилизатор 32 электрической дуги и электромагнитные клапаны вакуумной, гелиевой и охлаждающей систем через ЭВМ 38 с использованием информации, получаемой с датчиков циркуляции охлаждающей жидкости 36, температуры 35, вакуума 37, тока электрической дуги 34, напряжения электрической дуги 33 и датчиков положения 23, 27, 29.

В начальный момент нижний графитовый стержень 12 первой стопки, толкателем 16, находящимся на одной оси с графитовым стержнем и контактным электродом 9 анода, выталкивается из кассетного блока 11 (фиг.2) сквозь отверстие 40 в его боковой стенке в направлении контактного электрода 9 анода, выполненного в виде подпружиненного и разрезанного на три части конуса, вершина которого направлена к катоду (несгораемый электрод 7).

2002103910

7

Поступательное перемещение толкателя 16, жестко закрепленного одним концом во фланцевой гайке 17, и обратно обеспечивается винтовым приводом 19 толкателя 16, жестко соединенного с валом электропривода 22. Электропривод 22 преобразует поступающие на его вход импульсы с контроллера 31 в угол поворота вала. Направление поступательного перемещения толкателя 16 определяется направлением вращения вала электропривода 22, а его начальное и конечное положение определяется срабатыванием соответствующих микропереключателей 21, входящих в контакт с фланцевой гайкой 17 в ее крайних положениях на оси винтового привода 19, установленного на опорах 20. Перемещение фланцевой гайки 17 вдоль оси винтового привода 19 обеспечивается направляющей 18, жестко укрепленной параллельно оси винтового привода 19 и проходящей через отверстие во фланцевой гайке 17.

Таким образом, последовательность управляющих сигналов с контроллера 31 преобразуется во вращение вала электропривода 22, а толкателем 16 в поступательное перемещение графитового стержня 12 в направлении катода 7 через контактный электрод 9 анода, причем скорость его перемещения зависит от частоты управляющих сигналов, поступающих с контроллера 31 на вход электропривода 22. Датчик положения 23, жестко закрепленный на валу электропривода 22, преобразует величину угла поворота вала электропривода 22 в импульсную последовательность, поступающую на вход контроллера 31, обеспечивая возможность программно анализировать аварийные ситуации при заклинивании графитового анодного стержня 12.

Одновременно с началом выталкивания графитового анодного стержня 12 из кассетного блока 11 включается источник питания 5 электрической дуги и возбудитель-стабилизатор 32 по соответству-

ющим сигналам с контроллера 31. Источник питания 5 электрической дуги, подключенный к контактному электроду 9 анода через токоввод 8, датчик тока 34, а через токоввод и катодный контакт 30 соответственно к катоду 7, обеспечивает подачу рабочего напряжения между катодом 7 и анодным графитовым стержнем 12.

Возбудитель-стабилизатор 32, включенный в электрическую цепь питания дуги, формирует в межэлектродном пространстве высоковольтные импульсы высокой частоты. При этом между катодом 7 и графитовым стержнем 12 образуется электрическая дуга и начинается процесс испарения графитового стержня 12. Непрерывное испарение графитового стержня 12 в электрической дуге поддерживается контроллером 31 путем регулирования скорости подачи графитового стержня 12 в зону испарения за счет изменения частоты управляющих сигналов электропривода 22 при соответствующей стабилизации тока электрической дуги. Стабилизацию величины тока электрической дуги обеспечивает источник питания 5 электрической дуги по значению опорного сигнала с контроллера 31.

В процессе испарения графитового стержня 12 контроллер 31, по результатам сравнения сигнала, поступающего с датчика 34 тока, с требуемым значением тока (установленным оператором) производит его корректировку путем изменения значения опорного сигнала на входе источника питания 5 электрической дуги, обеспечивая поддержание требуемого режима испарения графитовых стержней 12 при воздействии дестабилизирующих факторов.

В процессе испарения графитового стержня 12 электрической дугой толкатель 16 через отверстия 40 в торцевых стенках кассетного блока 11, выталкивает графитовый стержень 12 за его пределы. При этом

фланцевая гайка 17 толкателя 16 обеспечивает срабатывание микропереключателя 21 конечного положения толкателя 16. По изменению уровня сигнала с данного микропереключателя 21 контроллер 31 отключает источник питания 5 электрической дуги и возбудитель-стабилизатор 32, а затем изменяет направление вращения вала электропривода 22 путем изменения фазы последовательности управляющих сигналов на его входе. При этом толкатель 16 возвращается в исходное положение, контролируемое контроллером 31 по изменению уровня сигнала, поступающего на его вход с микропереключателя 21 начального положения. В освободившееся место в ячейке кассетного блока 11 опускается следующий графитовый стержень 12 из той же стопки.

Одновременно со срабатыванием микропереключателя 21 конечного положения толкателя 16, контроллер 31 устанавливает последовательность управляющих сигналов на входе электропривода 28, обеспечивая вращение катода 7. При вращении катода 7 производится очистка его поверхности от катодного депозита, образовавшегося на поверхности катода 7 в виде наростов при испарении графитового стержня 12, специальным ножом 10, расположенным в непосредственной близости от поверхности (плоскости) катода 7. Депозит собирается в специальный приемник 14. Установка датчика 29 положения катода 7 на валу электропривода 28 обусловлена необходимостью контроля вращения катода 7. Вращение катода 7 обеспечивает очистку его поверхности от катодного депозита, а очистка поверхности катода от катодного депозита обеспечивает возможность организации испарения следующего графитового стержня в электрической дуге.

После очистки катода 7 и при наличии изменения уровня сигнала от микропереключателя 21 начального положения толкателя 16 контроллер 31 снимает управляющие сигналы с электропривода 28 и подает последовательность управляющих сигналов на электропривод 22 для организации подачи очередного графитового стержня 12 в зону испарения. Одновременно с началом подачи очередного графитового стержня в зону испарения, контроллер 31 включает источник питания 5 и возбудитель-стабилизатор 32 электрической дуги, обеспечивая тем самым восстановление процесса управления испарением несгоревшего до конца первого графитового стержня. В процессе испарения остатка графитового стержня последующий стержень выталкивает оставшуюся часть графитового стержня из контактного электрода 9 анода. Эта часть графитового стержня проваливается в приемник для графитового депозита 14. При этом возможно прерывание электрической дуги до момента сближения следующего графитового стержня 12 и катода 7 на расстояние пробоя межэлектродного пространства возбудителем-стабилизатором 32 электрической дуги. В дальнейшем процесс испарения графитовых стержней 12 повторяется до момента испарения последнего стержня из данной стопки в кассетном блоке 11. Количество графитовых стержней в стопках может быть задано оператором с ЭВМ 38 либо контроллер 31 программно определяет по отсутствию возникновения электрической дуги после прогона толкателя 16 из начального положения в конечное, что графитовые стержни в данной стопке закончились. При этом контроллер 31 после возврата толкателя 16 в исходное состояние по изменению уровня сигнала с микропереключателя 21 начального положения толкателя 16 снимает последовательность управляющих сигналов с входа электропривода 22 и устанавливает последова-

тельность управляющих сигналов на входе электропривода 24, обеспечивая перемещение кассетного блока 11 на один шаг вдоль направляющих 41 винтовым приводом 26 с гайкой 25, находящейся на выступе 42 кассетного блока 11. Шаг определяется межосевым расстоянием двух соседних ячеек кассетного блока. Наличие датчика 27 положения, жестко закрепленного на валу электропривода 24, определяется необходимостью отслеживать контроллером 31 фактическое перемещение кассетного блока 11 на один шаг для установки нижнего графитового стержня 12 следующей стопки графитовых стержней кассетного блока 11 на одну ось с толкателем 16 и контактным электродом 9 анода. Одновременно с перемещением кассетного блока 11 на один шаг контроллер 31 программно обеспечивает выдачу сигнала управления в ЭВМ 38 для организации замены гелиевой атмосферы в испарительной камере устройства.

После испарения всех графитовых стержней во всех стопках кассетного блока 11 работа устройства останавливается и производится разгерметизация испарительной камеры.

Увеличение производительности производства ФСС в предлагаемом устройстве по сравнению с аналогами достигается путем испарения  $L \times N$  графитовых стержней, расположенных в кассетном блоке, а также путем автоматизации их последовательной непрерывной подачи в зону электрической дуги посредством толкателя без разгерметизации испарительной камеры.

Введение в заявляемое устройство программируемого контроллера, связанного с ЭВМ, позволяет управлять процессом испарения графитовых стержней в электрической дуге. Контроллер 31 (фиг.3) со-

стоит из блока 43 АЦП, связанного с датчиками заявляемого устройства, блоков 44 управления шаговыми двигателями 22, 27 и 28 (электроприводами), типа БУШ-5М, блока 45 ЦАП, связанного с источником питания 5 электрической дуги, блока 46 энергонезависимой памяти, блока 47 связи через последовательный порт RS-232 с ЭВМ 38, блока 48 питания и микроконтроллера 49 типа МК 87с51, связанного с выше перечисленными блоками контроллера. В предлагаемом устройстве в качестве электроприводов могут использоваться шаговые двигатели типа ДСШ 1,8, а в качестве возбудителя-стабилизатора устройство типа ВСД-02.

Программа управления контроллера снабжена подпрограммами выявления всех возможных аварийных ситуаций, связанных с заклиниванием графитового стержня в ячейке кассетного блока, с разгерметизацией испарительной камеры устройства, с изменением температурного режима и давления гелиевой среды в испарительной камере, с работоспособностью электроприводов, возбудителя - стабилизатора электрической дуги, источника питания электрической дуги, охлаждающей системы, вакуумной системы, толкателя графитового стержня с микропереключателями и всех перечисленных выше датчиков.

Исходя из анализа статических и динамических характеристик электрической дуги, напряжение между катодом и анодом линейно зависит от межэлектродного расстояния при условии стабилизации тока электрической дуги. Поэтому в предлагаемой системе автоматического управления стабилизация режима испарения графитовых стержней осуществляется путем управления скоростью подачи графитового стержня 12.

Стабилизация тока электрической дуги содержит двойной контур управления. Первый контур стабилизации тока электрической дуги

обеспечивается источником питания электрической дуги по разностному сигналу напряжения с датчика тока и опорного напряжения контроллера, а второй контур управления связан с корректировкой опорного напряжения на входе генератора электрической дуги контроллером по результатам сравнения значения тока, определяемого контроллером по сигналу с датчика тока, с заданным значением тока оператором. Такая точность поддержания тока электрической дуги в заданном интервале, определяемым опытным путем, необходима для обеспечения оптимального выхода фуллеренов в ФСС при испарении графитовых стержней.

Кроме того, программа содержит тест подпрограммы диагностирования памяти, микропроцессора, блоков управления шаговыми двигателями, АЦП и ЦАП, входящих в состав контроллера с выводом информации оператору на дисплей ЭВМ 38.

Предложенная система управления процессом испарения графитовых стержней позволяет реализовать автоматическое управление одновременной работой нескольких аналогичных устройств (модулей).

В заявляемом устройстве в качестве источника питания 5 электрической дуги может быть использован источник стабилизированного тока с преобразователем инверторного типа, работающим на частоте преобразования до 100 КГц с минимальным коэффициентом пульсаций выходного напряжения, что позволяет в межэлектродном пространстве устройства получить стабильную электрическую дугу повышенной плотности тока, не зависящую от возмущений (перепады величины напряжения и частоты) в питающей сети и возникновения неоднородностей в структуре графитового стержня по его длине в процессе испарения.

Пример конкретной реализации устройства.

Экспериментальный образец заявляемого устройства изготовлен в ООО «Нано – технологическая компания».

Испарительная герметичная камера изготовлена из нержавеющей стали. Она разделена внутренними перегородками, отделяющими объем, где происходит горение электрической дуги от объема расположения кассетного блока. Направляющие кассетного блока выполнены в виде двух одинаковых металлических брусков с квадратным поперечным сечением, которые жестко закреплены на стенках испарительной камеры таким образом, что их верхние грани находятся в горизонтальной плоскости.

В качестве сырья для получения ФСС в данном устройстве используют электропроводящие графитовые стержни с поперечным размером 6-8 мм и длиной 200-230 мм, которые размещаются внутри ячеек кассетного блока.

Несгораемый электрод (катод) выполнен с возможностью вращения вокруг своей продольной оси, что позволяет с помощью ножа удалять графитовые депозиты (наросты), постоянно образующиеся на контактной поверхности катода при горении электрической дуги. Катод представляет собой графитовый стержень цилиндрической формы, более массивный, чем испаряемый графитовый стержень.

В предлагаемой заявке несгораемый катод и сгораемый графитовый стержень расположены эксцентрично по отношению друг к другу, т.е. электрическая дуга горит на периферийном участке катода.

Нож предназначен для удаления катодных наростов (депозитов), может быть выполнен из любого тугоплавкого непроводящего материала, установлен на стенке испарительной камеры и расположен под небольшим углом к плоскости катода.

Приемник ФСС и графитовых депозитов представляет собой емкость с открытым верхом, установленную в испарительной камере под несгораемым электродом и предназначен для сбора образующейся фуллереносодержащей сажи и срезаемых ножом с поверхности катода графитовых депозитов.

В целом, в заявляемом устройстве толкатель графитового стержня, гайка толкателя, направляющие толкателя, винт привода толкателя с наружной резьбой, опора винтового привода, а также привод толкателя образуют механизм подачи сгораемого электрода в испарительную камеру.

Источник питания электрической дуги вырабатывает постоянное напряжение, например, +30 в, которое подается на контакт несгораемого электрода - катода и контактный электрод анода.

При прохождении графитового стержня через сквозное отверстие контактного электрода анода обеспечивался электрический контакт (при включенном источнике питания электрической дуги), графитовый стержень сближался с катодом на расстояние, при котором возникала электрическая дуга (приблизительно 4 мм при токе  $110 \pm 1$  А) и происходило испарение графитового стержня. При этом скорость подачи графитового стержня составляла 50 мм/мин.

При длительном испарении графитовых стержней в инертной атмосфере испарительной камеры происходят необратимые изменения за счет накопления вредных примесей, выделяющихся из графита, что в конечном итоге может привести к существенному снижению выхода фуллеренов. Поэтому необходимо периодически заменять рабочую атмосферу испарительной камеры. Операция замены рабочей атмосферы в заявляемом устройстве может осуществляться многократно без разгерметизации устройства до полного испарения всех

имеющихся в кассетном блоке графитовых стержней. Обновление рабочей атмосферы происходит автоматически по сигналу с контроллера и ЭВМ по специально разработанной программе.

В заявляемом устройстве откачивание испарительной камеры проводилось форвакуумным насосом типа АВЗ-20Д.

В устройстве использовались обычные спектроскопические графитовые стержни промышленного изготовления, а также стержни, изготовленные из реакторного графита.

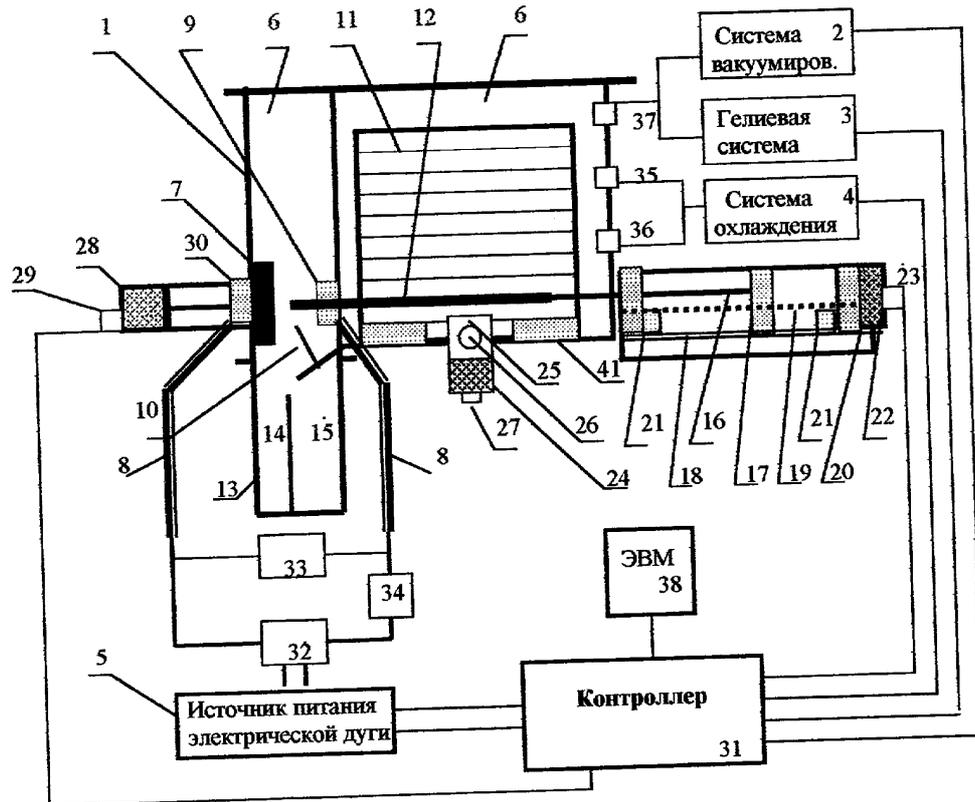
Работа устройства контролируется автоматической микропроцессорной системой управления режимом горения дуги и подачей электродов, связанной с системным контроллером на базе персонального компьютера и работающей по установленной программе, что позволяет получать фуллереносодержащую сажу с производительностью 45 г/час и поддерживать содержание фуллеренов на стабильном уровне в ней в течение длительного времени работы устройства.

Как следует из приведенного описания, решается поставленная задача: повышение производительности устройства по ФСС в единицу времени, существенно сокращается число остановок, связанных с разгерметизацией устройства и сменой испаряемых электродов. Такой режим работы обеспечивает получение промышленного количества ФСС и приводит к существенному улучшению условий труда обслуживающего персонала.

## Литература

1. D.H. Parker, P. Wurz, K. Chatterjee, K.R. Lykke, J.E. Hunt, M.J. Pellin, J.C. Hemminger, D.M. Gruen and L.M. Stock. High-yield Synthesis, Separation and Mass-spectrometric Characterization of Fullerenes C<sub>60</sub> to C<sub>256</sub>. J. Amer. Chem. Soc., 1991, 113, pp. 7499-7503.
2. В.П. Бубнов, И.С. Краинский, Е.Э. Лаухина, Э.Б. Ягубский. Получение сажи с высоким содержанием фуллеренов C<sub>60</sub> и C<sub>70</sub> методом электрической дуги. Известия РАН. Серия химическая, 1994, №5, с. 805 – 809.
3. Патент США № 5227038, 1993, МКИ C01B 31/00. Electric ARC process for making fullerenes – прототип.

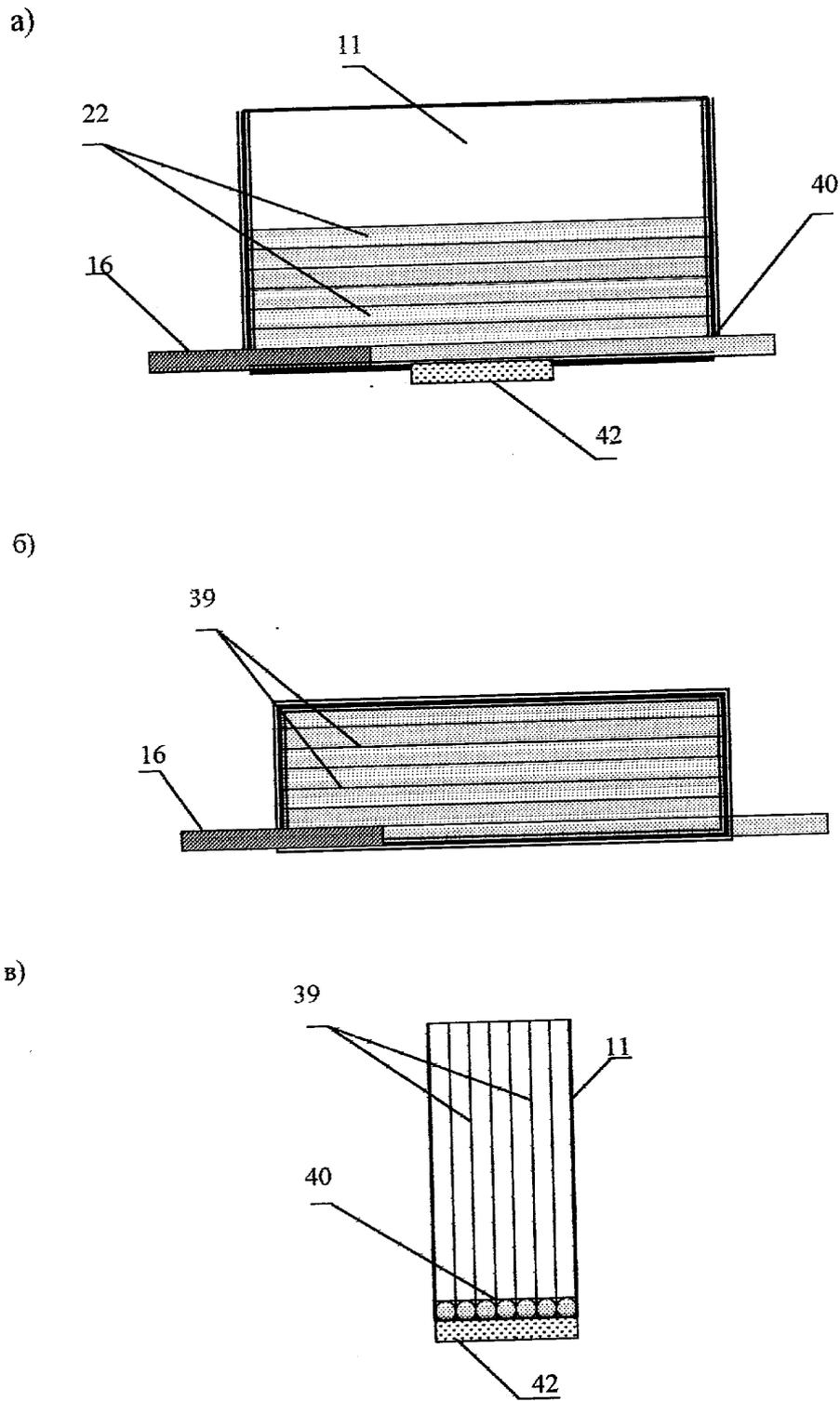
Устройство для получения ФСС



Фиг. 1

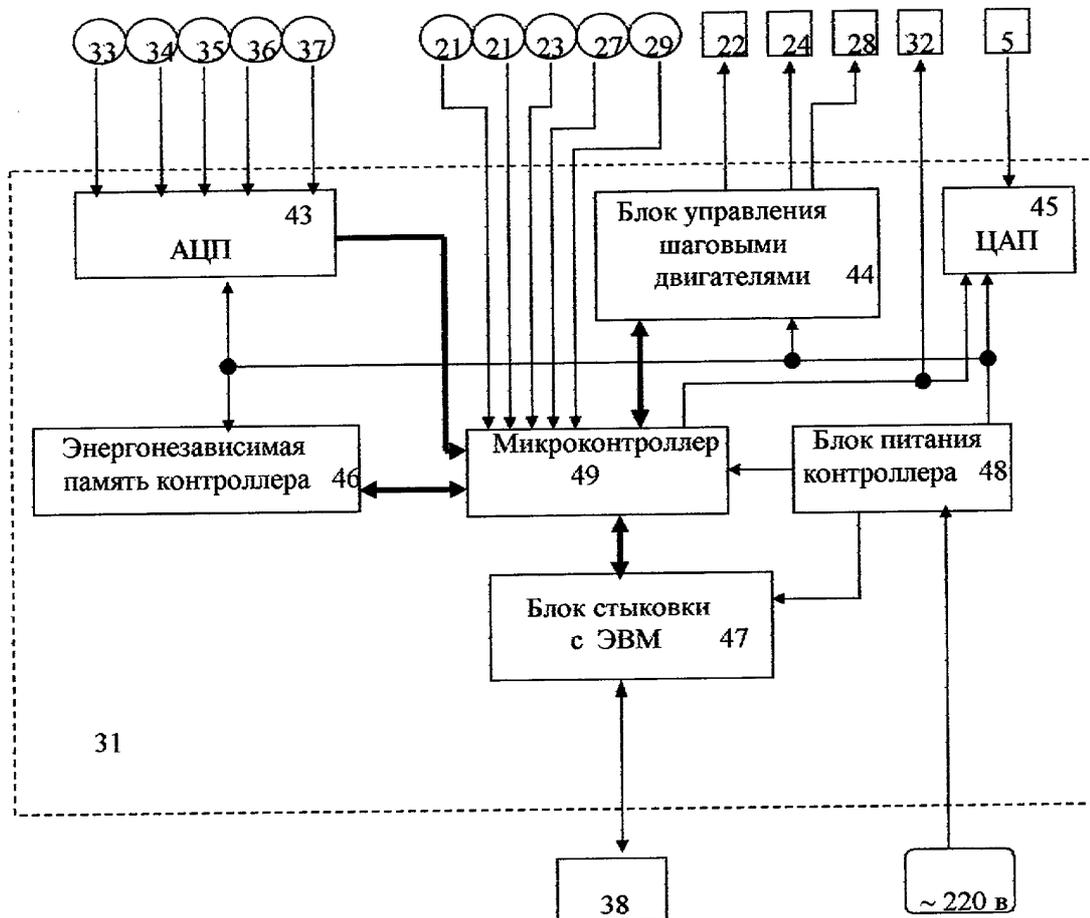
*Вн*

Устройство для получения ФСС



Фиг. 2

Устройство для получения ФСС



Фиг.3