

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»  
(ДГТУ)

Кафедра «Химия»

## **Получение фуллерена из сажи**

Методические указания к выполнению лабораторной работы

Ростов-на-Дону  
2019

УДК 621.3+539.2+542

Составители д-р техн. наук, проф., В. Э. Бурлакова, канд. техн. наук,  
доц., Е. Г. Задощенко

**Получение фуллерена из сажи:** Метод. указания к выполнению  
лабораторной работы. Ростов-на-Дону: Издательский центр. 2019. - с.9

Методические указания содержат описание лабораторной работы по курсу «Методы получения нанокластеров и наноструктур», предназначены для студентов дневного отделения направления 28.03.02 Наноинженерия

Научный редактор, д-р техн. наук, проф., Е.Н.Евстифеев  
Рецензент, канд. хим. наук, доц. А.В. Хохлов

© В.Э. Бурлакова, Е.Г. Задощенко, 2019  
© Издательский центр ДГТУ, 2019

Наиболее удобный и широко распространенный метод экстракции фуллеренов из продуктов термического разложения графита, а также последующей сепарации и очистки фуллеренов, основан на использовании растворителей и сорбентов. На первой стадии фуллерен-содержащая сажа обрабатывается с помощью неполярного растворителя, в качестве которого используются бензол, толуол и другие вещества. При этом фуллерены, обладающие значительной растворимостью в указанных растворителях, отделяются от нерастворимой фракции, содержание которой в фуллерен-содержащей фазе составляет обычно 70-80%. Типичное значение растворимости фуллеренов в растворах, используемых для их синтеза, составляет несколько десятых долей мольного процента. Выпаривание полученного таким образом раствора фуллеренов приводит к образованию черного поликристаллического порошка, представляющего собой смесь фуллеренов различного сорта. Типичный масс спектр подобного продукта показывает, что экстракт фуллеренов на 80 - 90% состоит из  $C_{60}$  и на 10 -15% из  $C_{70}$ . Кроме того, имеется небольшое количество (на уровне долей процента) высших фуллеренов, выделение которых из экстракта представляет довольно сложную техническую задачу. Экстракт фуллеренов, растворенный в одном из растворителей, пропускается через сорбент, в качестве которого может быть использован алюминий, активированный уголь либо оксиды ( $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ) с высокими сорбционными характеристиками. Фуллерены собираются этим металлом, а затем экстрагируются из него с помощью чистого растворителя. Эффективность экстракции определяется сочетанием сорбент-фуллерен-растворитель и обычно при использовании определенного сорбента и растворителя заметно зависит от типа фуллерена. Поэтому растворитель, пропущенный через сорбент с сорбированным в нем фуллереном, экстрагирует из сорбента поочередно фуллерены различного сорта, которые тем самым могут быть легко отделены друг от друга.

**Цель работы:** получение фуллеренов из фуллеренсодержащей сажи методом экстракции органическими неполярными растворителями и идентификация полученных фаз.

**Материалы и оборудование:**

## Выполнение работы



Для проведения опыта используется фуллереновая сажа, представляющая собой чрезвычайно легкий черного цвета порошок с огромной способностью к пылению. При небольшом увеличении под оптическим микроскопом фуллереновая сажа представляет собой набор из разного размера частиц. В качестве растворителя – экстрагента, используют смесь 90% толуола и 10% ксилола по объему. Установка состоит из следующих узлов: 1) камера для загрузки фуллереновой сажи; 2) колонка для подачи растворителя – экстрагента; 3) камера для сбора экстракционной жидкости – первичного раствора фуллеренов; 4) байпас для возврата растворителя в колонку для подачи растворителя – экстрагента; 5) нагреватель камеры для сбора первичного раствора фуллерена; 6) сборник

концентрированного экстракта (рис.).

Принцип работы установки: в камеру для загрузки фуллереновой сажи помещают сажу с таким расчетом, чтобы ее масса в 5-6 раз превышала верхнюю границу растворимости фуллереноподобных компонентов - 9 граммов. Затем в колонку для подачи растворителя – экстрагента загружают экстракционную смесь в количестве 65 мл при закрытом кране. Байпас также заполняется экстракционной жидкостью. После заполнения всех узлов установку собирают, проверяют плотность шлифов и полноту удаления воздуха из системы. С помощью крана направляют экстрагент по каплям в камеру с фуллереновой сажой и при заполнении жидкостью поверхности сажи включают нагреватель и обратный холодильник.

ник. Окончание процесса по цвету контрольной экстракции – раствор должен быть бесцветным, а раствор в приемнике – темно-бурый. Степень извлечения составила 98,3 %.

После удаления экстрагента (высушивание) на подложке остается черный порошок, представляющий собой смесь фуллеритов. Полученный концентрированный раствор фуллеренов пропускают через разделительную колонку, с целью получения раствора фуллерена  $C_{60}$ . В результате разделения получали раствор, отличающийся по цвету от исходного.

С целью идентификации полученных продуктов раствор высушивали при комнатной температуре до получения сухого остатка.

После температурно-вакуумной обработки клатратов вид резко меняется. Из игольчатых и дендритоподобных фрактальных структур образцы превращаются в шаровидные образования размером  $0,7 \pm 0,03$  нм, что хорошо согласуется с соответствующими литературными данными.

**Опыт 1.** В коническую колбу на 100 мл поместите 1 г дуговой угольной сажи и прилейте к ней 5 мл толуола (бензола). Перемешивайте смесь стеклянной палочкой или вращательными движениями руки, предварительно взяв колбу в руку. Перелейте содержимое колбы в делительную воронку, дайте отстояться. Слейте раствор с помощью делительной воронки и отфильтруйте с использованием насоса Камовского. Отметьте окраску раствора. Какое соединение, содержащееся в угольной саже, вызывает красно-фиолетовую окраску?

**Опыт 2.** Поместите каплю раствора на часовое стекло и дайте ей испариться. Выделившиеся кристаллы фуллерена рассмотрите под микроскопом и опишите их строение.

Составители д-р техн. наук, проф., В. Э. Бурлакова, канд. техн. наук, доц., Е. Г. Задощенко

Методические указания к лабораторной работе

|                 |             |           |               |
|-----------------|-------------|-----------|---------------|
| ЛР № 04779      | от 18.05.19 | В набор   | В печать      |
| Объем           | усл.п.л.    | уч-изд.л. | Офсет. Формат |
| 60x84/16        |             |           |               |
| Бумага типа № 3 | Заказ №     | Тираж     | Цена          |

Издательский центр ДГТУ

Адрес университета и полиграфического предприятия:  
344000, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1.