

# OPTIMIZATION OF TECHNOLOGY FOR PRODUCTION OF PURE C<sub>60</sub> AND C<sub>70</sub>

**Karnatsevich V.L., Lopatin M.A., Kirillov A.I., Kaverin B.S.**

G.A. Razuvaev Institute of Organometallic Chemistry  
of the Russian Academy of Sciences  
49 Tropinin Str., Nizhny Novgorod, 603950, Russia

## Introduction

The process of preparation of pure individual fullerenes includes at least three steps, i.e. the burning of fullerene soot, the extraction of soluble fractions by organic solvents, the separation and purification of individual components (C<sub>60</sub> and C<sub>70</sub>). For each of these steps it is required to select the optimum process conditions to provide continuity and compatibility of the process as a whole.

## Results and discussion

The optimization of the first step comprises the establishment of electrical parameters of arc as well as of the pressure of inert gas in operating chamber, its dimensions, shape and technique for feeding graphite rods into the burning area, as well as of the size of these rods. It is also important to ultimately simplify and, if possible, to automate the process of collection and unloading of soot from set-ups. To achieve this goal we have developed a special modular structure of the set-up.

The second step includes processing of the soot obtained with solvents in the Soxhlet apparatus with the aim to extract the fullerene mixture. It is an extremely important step both from the point of view of preparation of the saturated solution of the extract for subsequent chromatographic separation and of the optimum compatibility of the yield of the whole process. We have designed a unique Soxhlet apparatus from stainless steel with volume of 15 – 20 liters having its own system for heating and cooling.

The containers for the extracted soot are made of filter paper. Loading and unloading of soot is carried out in a cyclic way. The total time of extraction cycle is 10 – 12 hours.

The optimization of the process of separation and purification of individual fullerenes

at the third step is reduced to determination of type and conformity of the immovable and the movable phases of chromatographic columns providing a relatively quick separation of pure C<sub>60</sub> and C<sub>70</sub> with the minimum losses. In the proposed process the glass columns are used with the set of gates generating the excessive pressure up to 3 atm. The compressed nitrogen is used to establish this pressure. The solid phase comprises the prepared activated charcoal and the movable phase is represented by toluene. The operating mode of columns is of a cyclic type. The degree of purity of chromatographic fractions is monitored by the express method based on measurement of optical density of solution in the UV- and visible spectrum range at 335 nm and 365 nm. The duration of analysis of 2-3 minutes provides a prompt analysis of the composition for the effluent fractions in a dynamic mode of operation. The analytical method of high-efficient liquid chromatography can also be used for the detailed analysis of fractions. Additional purification of C<sub>60</sub> and C<sub>70</sub> can be carried out by re-crystallization from the solution or vacuum sublimation. To remove the traces of solvent the fullerenes can be heated up to 200<sup>0</sup> C in vacuum.

## Conclusions

The developed unique process method makes it possible to produce up to 17 g of C<sub>60</sub> fullerene (with the degree of purity up to 99.98%) using a single preparation column and up to 1 g of C<sub>70</sub> with the degree of purity up to 99.5% per one cycle.

The work was supported by ISTC project No 2511.

# ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ЧИСТОГО C<sub>60</sub> И C<sub>70</sub>

**Карнацевич В.Д.\***, Лопатин М.А., Кириллов А.И., Каверин Б.С.

Институт металлоорганической химии имени Г.А.Разуваева РАН,  
ул.Тропинина 49, Нижний Новгород, 603950 Россия

## Введение

Технологический процесс получения чистых индивидуальных фуллеренов включает в себя три стадии: наработка фуллереносодержащей сажи, экстракция растворимых фракций органическими растворителями, разделение и очистка индивидуальных компонентов (C<sub>60</sub> и C<sub>70</sub>). Для каждой из этих стадий требуется подбор оптимальных технологических условий с целью обеспечения непрерывности и согласованности процесса в целом.

## Результаты и обсуждение

Оптимизация первого этапа сводится к установлению электрических параметров дуги, а также давления инертного газа в рабочей камере, ее размеров, формы, способа подачи графитовых стержней в зону горения, а также размеров этих стержней. Важно также предельно упростить процесс сбора и разгрузки сажи из установок. Для этого нами разработана специальная модульная конструкция установки.

Второй этап включает в себя обработку полученной сажи растворителями в аппаратах Сокслета с целью экстракции из нее смеси фуллеренов. Это очень важный этап как с точки зрения подготовки насыщенного раствора экстракта для последующего хроматографического разделения, так и оптимального согласования производительности всего процесса в целом. Нами разработана оригинальная конструкция аппарата Сокслета из нержавеющей стали емкостью 15 – 20 литров с собственной системой нагрева и охлаждения. Контейнеры для размещения экстрагируемой сажи изготовлены из фильтровальной бумаги. Загрузка и выгрузка сажи и растворителя осуществляется циклически. Полное время цикла экстракции 10 – 12 часов.

Оптимизация процесса выделения и очистки индивидуальных фуллеренов на третьем этапе сводится к нахождению типа и соответствия неподвижной и подвижной фаз хроматографических колонок, что обеспечивает относительно быстрое выделение чистых фуллеренов C<sub>60</sub> и C<sub>70</sub> с минимальными потерями. В предлагаемом технологическом процессе используются стеклянные колонки с системой затворов для создания избыточного давления до 3 атм. Средством создания такого давления служит сжатый азот. Твердая фаза – подготовленный активированный уголь. Подвижная фаза – толуол. Режим работы колонок – циклический. Контроль чистоты хроматографических фракций осуществляется с помощью экспресс-метода, основанного на измерении оптической плотности раствора в УФ-области спектра при длинах волн 335 нм и 365 нм. Время проведения анализа составляет 2–3 минуты, что позволяет оперативно анализировать состав выходящих из колонок фракций в режиме реального времени. Для детального анализа фракций можно применить также метод аналитической высокоэффективной жидкостной хроматографии. Дополнительной очисткой C<sub>60</sub> и C<sub>70</sub> может служить перекристаллизация из раствора или вакуумная сублимация. Чтобы удалить следы растворителя можно применять нагревание фуллеренов в вакууме до 200°С.

## Выводы

Разработанный оригинальный технологический метод позволяет получать до 17 граммов фуллерена C<sub>60</sub> (чистотой до 99.98%) с одной хроматографической колонки и до 1 грамма C<sub>70</sub> чистотой до 99.5% за один цикл.

Работа выполнена при поддержке МНТЦ, проект №2511.