

УДК 546.26:54.06

## ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ФУЛЛЕРИТА $C_{60/70}$ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ НАГРЕВА ДО $1700^{\circ}C$

© 2022 г. Р. М. Никонова<sup>а</sup>, Н. С. Ларионова<sup>а, \*</sup>, В. И. Ладьянов<sup>а</sup>

<sup>а</sup> Научный центр металлургической физики Удмуртского федерального исследовательского центра Уральского отделения РАН, Ижевск, 426067 Россия

\*e-mail: larionova\_n@udman.ru

Поступила в редакцию 26.06.2021 г.

После доработки 11.08.2021 г.

Принята к публикации 24.08.2021 г.

Представлены результаты исследований термодеструкции фуллерита и последующего упорядочения углерода с формированием графита (графитации) при нагреве образцов до  $1700^{\circ}C$ . Объектом исследований были порошки фуллерита  $C_{60/70}$  с преимущественным содержанием  $C_{60}$  (82.18%  $C_{60}$ , 14.08%  $C_{70}$ ), полученные методом электродугового испарения графитовых стержней с последующей экстракцией фуллеренов из фуллеренсодержащей сажи кипящим толуолом. Нагрев осуществляли в среде CO. Изменения кристаллической структуры фуллерита после термических воздействий исследованы методом рентгеновской дифракции. Изменение пространственной ориентации углерод-углеродных связей проанализировано методом спектроскопии комбинационного рассеяния. Дисперсность частиц оценивали методом растровой электронной микроскопии. Показано, что структурные изменения фуллерита  $C_{60/70}$  при нагреве выше  $950^{\circ}C$  обусловлены разрушением его кристаллической структуры с формированием аморфной фуллеритоподобной фазы. Аморфизация сопровождается увеличением дисперсности порошков углерода. Последующее упорядочение структуры наблюдается при нагреве до температур выше  $1500^{\circ}C$  и сопровождается формированием графитоподобной аморфной фазы. Детальный анализ структуры фуллерита после его аморфизации выполнен на образцах, отожженных при температуре  $1600^{\circ}C$  в течение 0.5–16 ч. Установлено, что после нагрева до  $1600^{\circ}C$  образец представляет собой преимущественно турбостратный углерод, а также фиксируется  $\alpha$ -графит и  $\beta$ -графит с низкой степенью упорядочения. Показано, что упорядочение с формированием графита сопровождается укрупнением углеродных частиц.

**Ключевые слова:** фуллерит, фуллерен, углерод, термическая стабильность, отжиг, деструкция, аморфизация, графитация, упорядочение структуры, рентгеновская дифракция, спектроскопия комбинационного рассеяния света.

**DOI:** 10.31857/S1028096022040082

### ВВЕДЕНИЕ

Открытие фуллеренов и последующее получение их конденсированной фазы (фуллеритов) в макроколичествах привело к большому количеству работ, посвященных исследованию их структуры и свойств, включая термическое поведение. Данные о предельной температуре, при которой они сохраняют свою молекулярную/кристаллическую структуру, являются важными в разработке технологий их получения, при создании новых перспективных материалов для возможного применения в различных областях.

Термическая устойчивость фуллеритов в зависимости от предыстории их получения, чистоты, условий нагрева ограничивается  $500\text{--}900^{\circ}C$  [1–8]. Как правило, при нагреве фуллеритов используют динамический вакуум или инертную среду

нагрева (Ar, He). Вне защитной атмосферы (на воздухе) термодеструкция фуллеренов может наблюдаться уже при температурах от  $250^{\circ}C$  [6]. Предельная температура, при которой фуллерит сохраняет свою структуру, зависит не только от внешних условий нагрева, но и от типа фуллерита. В [7, 9] показано, что при одинаковых чистоте и экспериментальных условиях фуллерит  $C_{70}$  по сравнению с  $C_{60}$  термически более стабилен (предельная температура выше на  $\sim 150^{\circ}C$ ). Фуллерит  $C_{70}$  в среде CO сохраняет свою стабильность до  $\sim 1050^{\circ}C$ .

Практически нет литературных данных, в которых рассматриваются изменения структуры углерода после аморфизации фуллерита. В [3] отмечается, что при нагреве фуллеритов до  $1300^{\circ}C$  формируется аморфный углерод (без детализа-

ции структуры), а при нагреве до 2400°C – турбостратный углерод. Турбостратный углерод имеет сильно разориентированную слоистую структуру с приблизительно параллельными гексагональными плоскостями, характеризующимися отсутствием упорядочения третьего порядка [10, 11].

Исследования процессов графитации углеродных материалов методом рентгеновской дифракции, одним из основных методов анализа структуры, имеют свою специфику. Особенности анализа профиля дифракционных линий детально рассмотрены в [12–17]. Для графитоподобных углеродных материалов характерны бимодальность и асимметрия линий, что обусловлено большим межплоскостным расстоянием в графите (0.3354 нм). До сих пор нет единой точки зрения, какие фазы могут присутствовать в углеродных материалах и, соответственно, на какие компоненты следует разделять дифракционные линии. В [13] допускается существование в углеродных материалах до пяти метастабильных фаз.

В настоящей работе представлены результаты исследований структурных изменений фуллерита в защитной атмосфере (среда СО) при нагреве до 1600°C, что заведомо выше температуры аморфизации фуллерита. Рассмотрены особенности структурных изменений при графитации углерода.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Объектом исследований был фуллерит  $C_{60/70}$ , полученный в НЦ МФМ УдмФИЦ. Порошки  $C_{60/70}$  с преимущественным содержанием  $C_{60}$  (82.18%  $C_{60}$ , 14.08%  $C_{70}$ ) получены методом электродугового испарения графитовых стержней с последующей экстракцией фуллеренов из фуллеренсодержащей сажи кипящим толуолом в приборе Сокслета и кристаллизацией  $C_{60/70}$  из раствора в ротационном испарителе. Методика определения и состав  $C_{60/70}$  подробно описаны в [7, 8].

Отжиг  $C_{60/70}$  проводили в муфельной печи при температурах в интервале 500–1050°C (время отжига 0.5 ч) и в печи Таммана при температурах (1500–1700) ± 15°C. Время отжига в последнем случае варьировали от 0.5 до 16 ч. Анализируемые образцы фуллерита предварительно компактировали в таблетки ( $\varnothing = 6$  мм,  $h = 3$  мм). Подготовленные таблетки помещали в корундовые тигли, которые затем устанавливали в закрытые графитовые тигли (закрытие материалом тигля) [8]. В процессе нагрева в зависимости от температуры фактически формировалась среда СО или СО<sub>2</sub>

(далее по тексту СО). Ранее проведенные исследования показали, что при указанных условиях нагрева в динамическом вакууме ( $p \sim 10^{-4}$  мм рт. ст.) по сравнению с нагревом в кварцевых ампулах ( $p \sim 10^{-2}$  мм рт. ст.), а также инертной средой (Ar), фуллерит имеет более высокую термическую стабильность [7, 8]. В графитовых тиглях при повышении температуры кислород атмосферы прежде всего реагирует с углеродом тигля, не достигая образца.

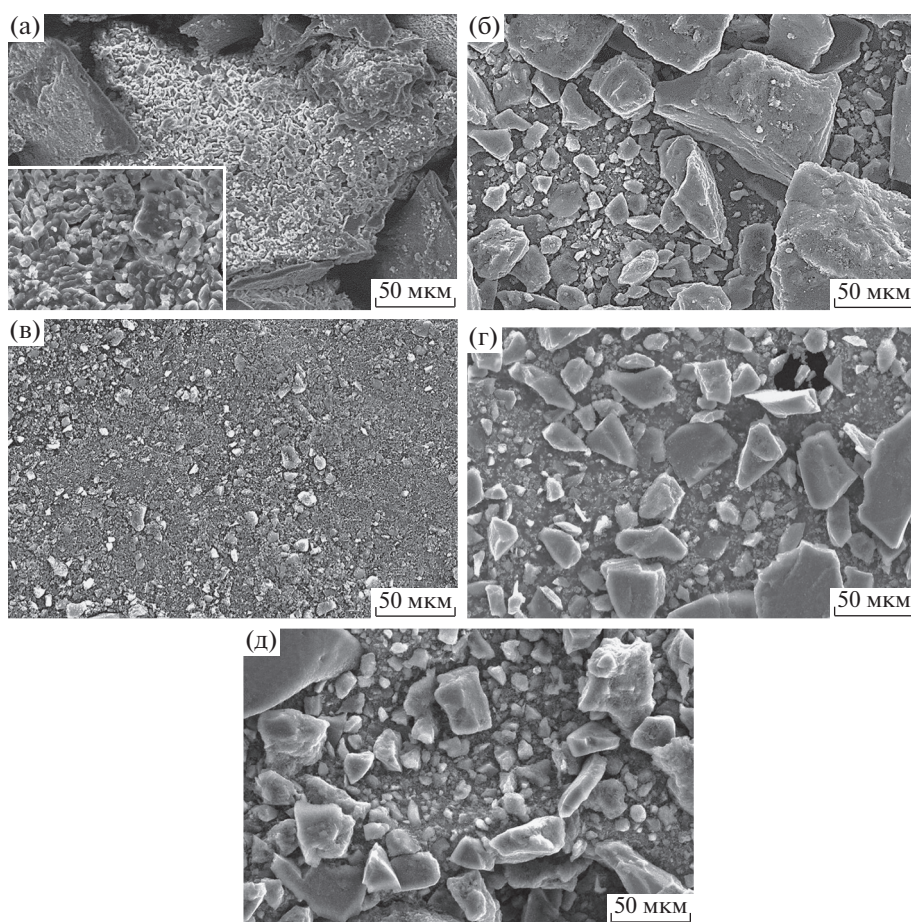
Анализ морфологии и размера исследуемых порошков до и после их нагрева проводили с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) FEI Quanta S при ускоряющем напряжении 30 кВ.

Исследования структуры образцов после их высокотемпературного нагрева выполнены с применением методов рентгеноструктурного анализа и спектроскопии комбинационного рассеяния света (КР). Дифракционные исследования проводили на дифрактометре ДРОН-6 ( $CuK_{\alpha}$ -излучение) в интервале углов  $2\theta = 10^{\circ}$ – $90^{\circ}$ . КР-спектры были получены на спектрометре HORIBA HR800 с  $\lambda = 632.8$  нм и мощностью не более 1 мВт.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлен общий вид исходных фуллеритов  $C_{60/70}$  и после нагрева до различных температур. Исходный образец  $C_{60/70}$  представляет собой плоские кристаллы размером 50–200 мкм, имеющие развитую поверхность. Каждый кристаллик состоит из мелких частиц размером 1–4 мкм (рис. 1, вставка). Нагрев фуллеритов приводит к изменению дисперсности частиц. При нагреве до 900°C крупные кристаллы разрушаются. Преимущественный размер частиц составляет 5–20 мкм (можно обнаружить единичные кристаллы размером до 100 мкм). После нагрева до 950°C размер частиц уменьшается до 0.5–10 мкм. Дальнейшее увеличение температуры приводит, наоборот, к укрупнению частиц. После отжига при 1000°C размер частиц укрупняется до 5–20 мкм, единичных – до 40–50 мкм; после 1600°C отдельные агломераты достигают 70 мкм. Такое изменение морфологии порошков обусловлено структурными изменениями, происходящими при нагреве.

На рис. 2 представлены дифрактограммы образцов фуллеритов  $C_{60/70}$  до и после их нагрева. В исходном состоянии  $C_{60/70}$  – это многофазная система, включающая фазы ГЦК  $C_{60}$ , ГПУ  $C_{70}$ , кристаллосольваты  $C_{60}$ – $C_{70}$ – $(C_6H_5CH_3)_n$ , твер-



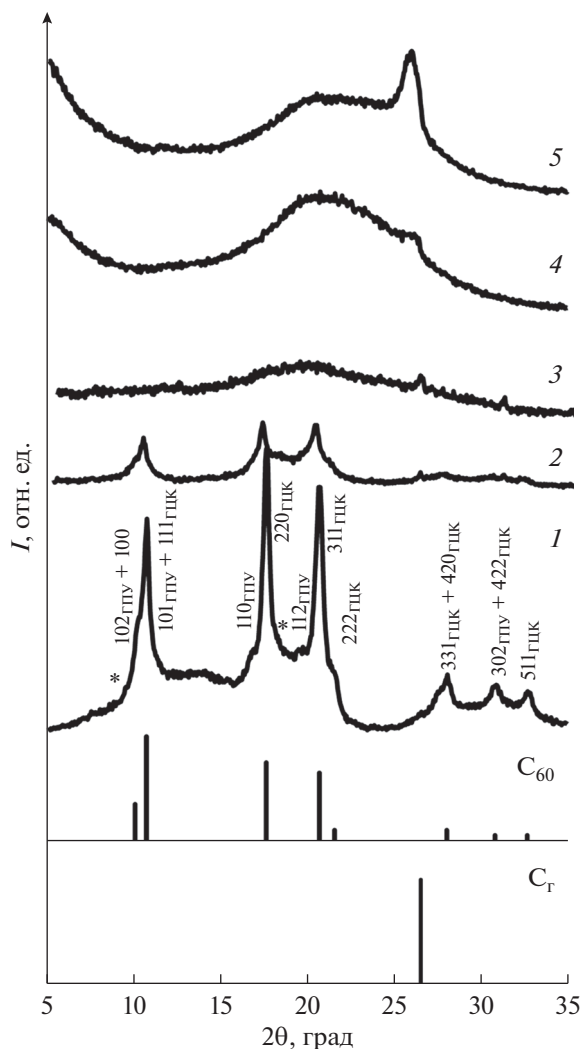
**Рис. 1.** РЭМ-изображения исходного фуллерита  $C_{60/70}$  (а) и после нагрева до 900 (б), 950 (в), 1000°C (г) в течение 0.5 ч и до 1600°C (д) в течение 7.5 ч. На вставке – увеличенное изображение кристалла.

дые растворы замещения  $C_{60}(C_{70})$  и  $C_{70}(C_{60})$ . Детальный анализ структуры  $C_{60/70}$  дан в [8]. Было показано, что при температурах 150–200°C (что значительно ниже температур отжига, принятых в настоящей работе) происходит инконгруэнтный распад  $C_{60}-C_{70}-(C_6H_5CN)_n$  с освобождением толуола, используемого при получении фуллеритов.

С ростом температуры отжига  $C_{60/70}$  до 900°C наблюдается разупорядочение структуры фуллерита, что проявляется в уширении линий и существенном понижении их интенсивности. После отжига при температурах 1000°C фиксируется только аморфное гало, максимум которого находится в области основных линий фуллерита  $2\theta = 12^\circ-16^\circ$ . После отжига при температуре 1500 и 1700°C (0.5 ч) рентгеноаморфное гало незначительно смещается в сторону основного пика графита. На его фоне появляется малоинтенсивный широкий пик, соответствующий основному пику

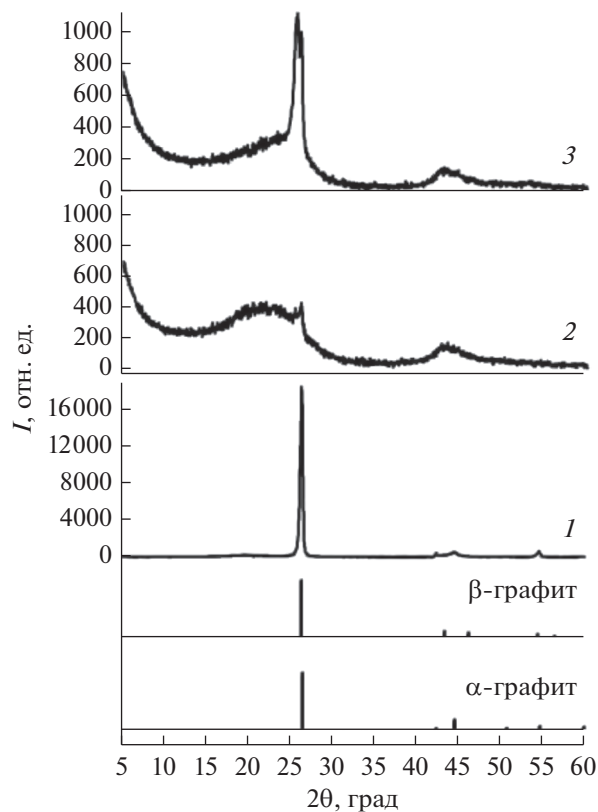
002 ГЦК-графита. Линии 100 и 101 в интервале  $2\theta \sim 42^\circ-45^\circ$  имеют очень низкую интенсивность и сливаются в одно общее гало.

Детальный анализ изменений структуры фуллерита после его аморфизации выполнен на образцах, отожженных при температуре 1600°C в течение 0.5–16 ч. На рис. 3 представлены характерные дифрактограммы образцов после отжига в течение 5 и 7.5 ч. При малых углах ( $2\theta < 10^\circ$ ) возрастание интенсивности обусловлено вкладом рассеянного излучения. Анализ дифрактограмм показывает, что после высокотемпературного отжига в образцах формируются разные субструктуры углерода. При углах  $2\theta = 14^\circ-29^\circ$  присутствует широкое плечо, при  $2\theta \sim 26^\circ$  – дифракционный максимум, отвечающий отражению от кристаллографической плоскости графита. Плечо соответствует турбостратному углероду. Турбостратный углерод образуется при температурах начала графитации и характеризуется двумерной упорядоченной структурой, пакеты упаковки сильно



**Рис. 2.** Дифрактограммы образцов фуллеритов  $C_{60/70}$  до (1) и после нагрева до 900 (2), 1000 (3), 1500 (4) и 1750 °C (5). Время отжига 0.5 ч. Обозначены рефлексы фаз ГЦК  $C_{60}$  и ГПУ  $C_{70}$ , звездочкой отмечены отражения фазы кристаллосольвата  $C_{60}-C_{70}-(C_6H_5CH_3)_n$ .

разориентированы относительно друг друга, фактически представляют собой графеновые слои, иногда их называют дографитовой структурой [18]. Отличительной особенностью наблюдаемого плеча является его протяженность. Интервал межплоскостных расстояний составляет 3.707–4.928 Å, что значительно больше расстояний, указанных в литературе [10, 11, 18, 19]. Широкий интервал расстояний, вероятно, обусловлен очень высокой степенью дефектности углерода. Отметим, что вклад погрешностей, связанных с особенностями проведения эксперимента, исключен (подложки, клей для фиксации образцов). В тех же условиях исследовали образец графита



**Рис. 3.** Дифрактограммы образцов графита (1) и фуллерита  $C_{60/70}$  после нагрева до 1600 °C в течение 5 (2) и 7.5 ч (3).

(порошок), на дифрактограмме которого указанное плечо отсутствует (рис. 3).

Наблюдаемый дифракционный максимум представляет собой дублет. На дифрактограмме образца после 5 ч отжига при незначительной интенсивности пика виден достаточно хорошо разрешимый дублет, после отжига в течение 7.5 ч – ярко выраженный дублет. При других температурах отжига дифрактограмма имеет аналогичный вид. Причем интенсивность дублетных линий не зависит от времени отжига (по крайней мере, до 16 ч отжига). Определяемые межплоскостные расстояния  $d$ , соответствующие разрешимым двоянным пикам, составляют для  $2\theta = 25.9435^\circ$   $d = 3.4343$  Å, для  $2\theta = 26.4381^\circ$   $d = 3.3707$  Å. Наличие дублета позволяет предположить наличие двух подрешеток графита ( $\alpha$ - и  $\beta$ -фазы), линии которых находятся близко друг от друга. Низкая интенсивность дифракционных максимумов высших порядков не позволяет надежно фиксировать компоненты  $\alpha$ - и  $\beta$ -графита отдельно. Для ГЦК-решетки идеального (цейлонского)  $\alpha$ -графита  $d_{002}$  составляет 3.354 Å. Высокие значения межплоскостных расстояний указывают на высо-

кую степень разупорядочения формирующегося графита.  $\beta$ -графит является метастабильной фазой, может содержаться в природном графите до 20–30% [10, 11]. Требуется нагрев до  $\sim 3000^\circ\text{C}$  для перехода трехслойного ромбоэдрического  $\beta$ -графита в двухслойный гексагональный  $\alpha$ -графит.

Согласно данным РЭМ аморфизация фуллерита  $\text{C}_{60/70}$ , наблюдаемая вследствие термического воздействия, приводит к измельчению порошков (рис. 1). После разрушения кристаллической структуры фуллерита фактически получаем сажу. Последующий нагрев выше  $1500^\circ\text{C}$  приводит к упорядочению углерода и формированию графита (графитации) (рис. 2), что сопровождается укрупнением частиц.

Аморфизация  $\text{C}_{60/70}$  в результате нагрева до  $900\text{--}1000^\circ\text{C}$  с формированием аморфной фуллеритоподобной фазы означает изменение пространственной ориентации углерод-углеродных связей образца. За счет стабильности молекулярной структуры фуллеренов ближний порядок сохраняется, а дальний порядок отсутствует. Чувствительным методом к таким изменениям в структуре молекул является спектроскопия комбинационного рассеяния (неупругого) света (КР). На рис. 4 приведены КР-спектры исходного фуллерита  $\text{C}_{60/70}$  и после термического воздействия. Спектр исходного фуллерита  $\text{C}_{60/70}$  характеризуется линиями фуллеренов  $\text{C}_{60}$  и  $\text{C}_{70}$ . Наиболее интенсивные полосы, соответствующие им, находятся при  $1059, 1178, 1226, 1465$  и  $1562\text{ см}^{-1}$ . После нагрева до  $950^\circ\text{C}$  сохраняется только небольшое плечо вблизи  $\sim 1562\text{ см}^{-1}$ . Остальные линии, соответствующие молекулярным колебаниям фуллеренов, отсутствуют. Это свидетельствует о практически полной деструкции молекул. КР-спектры образцов, полученные после их нагрева до  $950$  и  $1000^\circ\text{C}$ , с широкими полосами и максимум при  $\sim 1340$  и  $\sim 1590\text{ см}^{-1}$  характерны для мелкодисперсных частиц сажи размером менее  $25\text{--}80\text{ мкм}$  [20]. После  $1600^\circ\text{C}$  формируются полосы  $1315$  и  $1589\text{ см}^{-1}$ , соответствующие по положению  $D$ - и  $G$ -линиям графита. Интенсивность  $D$ -линии, которая характеризует беспорядок в структуре углерода (наличие разного рода дефектов), почти в два раза выше интенсивности  $G$ -линии. Отношение интенсивностей  $I_D/I_G > 1$ , а также большая полуширина линий указывают на высокую степень дефектности дисперсного углерода. Подобный спектр характерен для турбостратного графита [20, 21], в котором графеновые слои случайным образом ориентированы относительно друг друга (отсутствие трехмерной периодичности структуры). Аналогичный спектр имеет стеклоуглерод [21,

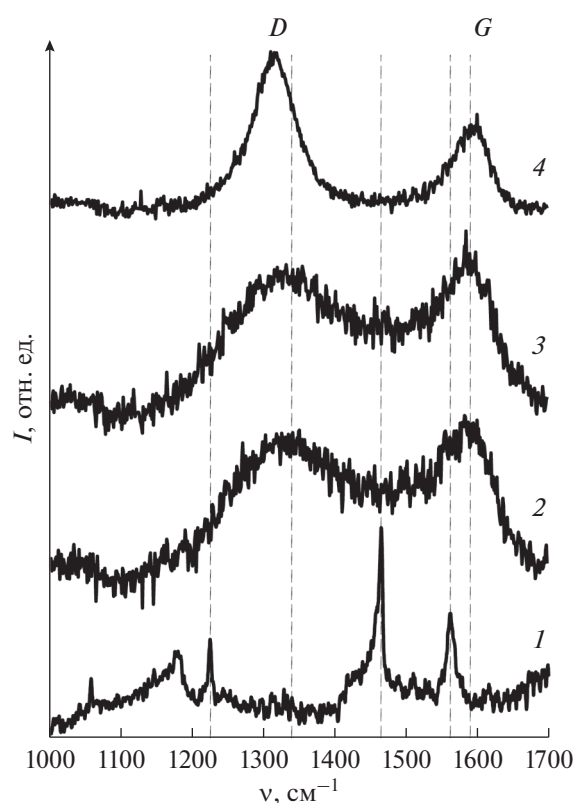


Рис. 4. КР-спектры образцов исходного фуллерита  $\text{C}_{60/70}$  (1) и после нагрева до  $950$  (2),  $1000^\circ\text{C}$  (3) в течение  $0.5$  ч и до  $1600^\circ\text{C}$  (4) в течение  $7.5$  ч.

22], состоящий из хаотично переплетенных лент из пачек спутанных графитоподобных слоев. Структуру стеклоуглерода сравнивают с фуллеренами [23]. Подобие обусловлено тем, что он состоит из многослойных фуллереноподобных сфероидов в беспорядочной трехмерной графеновой слоистой матрице. В [21] структура стеклоуглерода описывается как плохо упорядоченный турбостратный графит.

Таким образом, нагрев фуллерита выше  $900^\circ\text{C}$  приводит к разрушению его кристаллической структуры и деструкции молекул. После нагрева до  $1600^\circ\text{C}$  образец представляет собой преимущественно турбостратный углерод. Согласно данным рентгеновской дифракции (рис. 3), начинается формирование графита ( $\alpha$ - и  $\beta$ -фазы) с низкой степенью упорядочения, характеризующегося большими межплоскостными расстояниями. Вероятно, требуются более высокие температуры и/или более длительные времена отжига (существенно выше  $1600^\circ\text{C}$  и длительность более  $16$  ч) для формирования более совершенной структуры графита.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методами рентгеновской дифракции, растровой электронной микроскопии, а также КР-спектрального анализа исследованы структурные изменения, обусловленные термодеструкцией фуллерита  $C_{60/70}$ . Показано, что разрушение  $C_{60/70}$  наблюдается при температуре выше  $950^\circ\text{C}$  и сопровождается аморфизацией его структуры с формированием сначала фуллеритоподобной структуры с последующим упорядочением графитоподобной углеродной фазы. После нагрева до  $1600^\circ\text{C}$  образец представляет собой преимущественно турбостратный углерод. Начинается формирование двух подрешеток графита ( $\alpha$  и  $\beta$ -фазы) с низкой степенью упорядочения, характеризующихся большими межплоскостными расстояниями. Показано, что наблюдаемая вследствие термического воздействия аморфизация фуллерита  $C_{60/70}$  сопровождается увеличением дисперсности порошков углерода. Последующее упорядочение углерода с формированием графита (графитации), наоборот, приводит к укрупнению частиц.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена по теме НИР № 121030100001-3 с использованием оборудования ЦКП “Центр физических и физико-химических методов анализа, исследования свойств и характеристик поверхности, наноструктур, материалов и изделий” УдмФИЦ УрО РАН.

**Конфликт интересов:** Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Sundar C.S., Bharathi A., Hariharan Y., Janaki J., Sankara Sastry, Radhakrishnan T.S.* // Solid State Commun. 1992. V. 8. P. 823.
2. *Vogel W.* // Appl. Phys. A. 1996. V. 62. P. 295.
3. *Mochida, Egashira M., Korai Y., Yokogawa K.* // Carbon. 1997. V. 35. № 12. P. 1707.
4. *Cuesta A., Jamond M., Martinez-Alonso A., Tascon J.M.D.* // Carbon. 1996. V. 34. № 10. P. 1239.
5. *Stetzer M.R., Heiney P.A., Fischer J.E., McGhie A.R.* // Phys. Rev. B. 1997. V. 55. № 1. P. 127.
6. *Aksenova V.V., Nikonova R.M., Lad'yanov V.I., Tamm N.B., Skokan E.V., Pushkarev B.E.* // Russ. J. Phys. Chem. A. 2013. V. 87. № 10. P. 1749. <https://doi.org/10.1134/S0036024413090021>
7. *Nikonova R.M., Merzlyakova M.A., Lad'yanov V.I., Aksenova V.V.* // Inorg. Mater.: Appl. Res. 2012. V. 3. № 1. P. 44. <https://doi.org/10.1134/S2075113312010091>
8. *Nikonova R.M., Merzlyakova M.A., Lad'yanov V.I., Aksenova V.V.* // Russ. J. Phys. Chem. A. 2012. V. 86. № 7. P. 1121. <https://doi.org/10.1134/S0036024412070205>
9. *Ладьянов В.И., Никонова Р.М., Мерзлякова М.А., Аксенова В.В.* // Перспективные материалы. 2010. № 9. С. 165.
10. *Костиков В.И., Шипков Н.Н., Калашиников Я.А.* Графитация и алмазообразование. М.: Металлургия, 1991. 222 с.
11. *Колокольцев С.Н.* Углеродные материалы: свойства, технологии, применения. Долгопрудный: Интеллект, 2012. 295 с.
12. *Iwashita N., Park Ch.R., Fujimoto H., Shiraishi M., Inagaki M.* // Carbon. 2004. V. 42. P. 701. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2004.05.027>
13. *Aladekomo J.B., Bragg R.H.* // Carbon. 1990. V. 28. № 6. P. 897. [https://doi.org/10.1016/0008-6223\(90\)90338-Y](https://doi.org/10.1016/0008-6223(90)90338-Y)
14. *Barnakov Ch.N., Khokhlova G.P., Popova A.N., Sozinov S.A., Ismagilov Z.R.* // Eurasian Chem.-Technol. J. 2015. V. 17. P. 87. <https://doi.org/10.18321/ectj198>
15. *Плешаков В.Ф.* // Кристаллография. 1991. Т. 36. № 4. С. 866.
16. *Belonkov E.A.* // Изв. Челяб. науч. центра. 2000. Вып. 4. С. 72.
17. *Tyumentsev V.A., Fazlitdinova A.G.* // J. Mater. Sci. Chem. Engin. 2020. V. 8. P. 11. <https://doi.org/10.4236/msce.2020.810002>
18. *Барнаков Ч.Н., Хохлова Г.П., Малышева В.Ю., Попова А.Н., Исмагилов З.Р.* // Химия твердого топлива. 2015. № 1. С. 28. <https://doi.org/10.7868/S0023117715010041>
19. *Zhmurikov E.I., Romanenko A.I., Bulusheva L.G., Anikeeva O.B., Lavskaya Yu.V., Okotrub A.V., Abrosimov O.G., Tsybulya S.V., Logachev P.V., Tecchio L.* // J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 2007. V. 1. № 6. P. 645. <https://doi.org/10.1134/S1027451007060043>
20. *Букалов С.С., Михалицын Л.А., Зубавичус, Лейтес Л.А., Новиков Ю.Н.* // Росс. хим. журн. 2006. Т. L. № 1. С. 83.
21. *Bukalov S.S., Zubavichus Ya.V., Leites L.A., Sorokin A.I., Kotosonov A.S.* // Nanosystems: Phys., Chem., Math. 2014. V. 5. Iss. 1. P. 186.
22. *Башарин А.Ю., Дождиков В.С., Дубинчук В.Т., Кириллин А.В., Лысенко И.Ю., Турчанинов М.А.* // Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35. Вып. 9. С. 84.
23. *Молодец А.М., Голышев А.А., Савиных А.С., Ким В.В.* // ЖЭТФ. 2016. Т. 149. Вып. 2. С. 333. <https://doi.org/10.7868/S0044451016020103>

**Features of Structural Changes in Fullerite C<sub>60/70</sub> at Heating Temperatures up to 1700°C****R. M. Nikonova<sup>1</sup>, N. S. Larionova<sup>1, \*</sup>, V. I. Lad'yanov<sup>1</sup>**<sup>1</sup>*Scientific Center for Metallurgical Physics of Udmurt Federal Research Center of the Ural Branch RAS, Izhevsk, 426067 Russia**\*e-mail: larionova\_n@udman.ru*

The results of studies of the thermal destruction of fullerite and the subsequent ordering of carbon with the formation of graphite (graphitization) upon heating the samples to 1700°C are presented. The object of research were C<sub>60/70</sub> fullerite powders with a predominant C<sub>60</sub> content (82.18% C<sub>60</sub>, 14.08% C<sub>70</sub>), obtained by the method of electric arc evaporation of graphite rods followed by the extraction of fullerenes from fullerene-containing soot with boiling toluene. Heating was carried out in a CO environment. Changes in the crystal structure of fullerite after thermal exposure were studied by X-ray diffraction. The change in the spatial orientation of carbon-carbon bonds was analyzed using Raman spectroscopy. Particle dispersion was assessed by scanning electron microscopy. Structural changes in C<sub>60/70</sub> fullerite at heating temperatures above 950°C were shown to be due to the destruction of its crystal structure with the formation of an amorphous fullerite-like phase. Amorphization was accompanied by an increase in the dispersion of carbon powders. Subsequent ordering of the structure was observed upon heating to temperatures above 1500°C and was accompanied by the formation of a graphite-like amorphous phase. A detailed analysis of the structure of fullerite after its amorphization was carried out on samples annealed at 1600°C for 0.5–16 h. It was found that after heating to 1600°C, the sample was predominantly turbostratic carbon, and α-graphite and β-graphite with a low degree of ordering were also fixed. It was shown that ordering with the formation of graphite was accompanied by the coarsening of carbon particles.

**Keywords:** fullerite, fullerene, carbon, thermal stability, annealing, destruction, amorphization, graphitization, structure ordering, X-ray diffraction, Raman spectroscopy.