

ПОЛУЧЕНИЕ ОСОБО ЧИСТЫХ ФТОРИДОВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

И.И. Рудых, Ф.А. Ворошилов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: iir4@tpu.ru

В настоящее время возрастает интерес к получению особо чистых кристаллов фтористых соединений, используемых в качестве оптических сред. Данные среды находят применение в создании оптических приборов с качественно новыми характеристиками. Фториды редкоземельных элементов с минимальным содержанием кислорода пригодны для изготовления оптических деталей, работающих в инфракрасном диапазоне, а также в качестве элементной базы проходной и волоконной оптики [1].

Исходным материалом для получения бескислородных фторидов являются оксиды соответствующих металлов, полученные термическим разложением карбонатов, гидрооксидов и оксалатов. Преобразование можно осуществлять двумя способами: прямым фторированием элементарным фтором, газообразным фтороводородом, фторидом и бифторидом аммония, либо обработкой раствором плавиковой кислоты. Вне зависимости от способа в конечном продукте всегда присутствуют остаточные оксиды и оксофториды, количество которых зависит от условий процесса. Их наличие в значительной степени уменьшает качество кристаллов. Поэтому весьма остро встает вопрос снижения количества кислорода. Допустимое содержание кислорода в кристаллах, пригодных для волоконной оптики, не должно превышать 100 ppm.

Выполнение работы.

В данной работе рассмотрен метод очистки фторида тербия с помощью различных фторирующих агентов. Для проведения экспериментов был использован TbF₃ квалификации «осч», где содержание кислорода составило – 312 ppm. Была спроектирована и изготовлена 4-х зонная печь нагрева периодического действия с загрузкой и выгрузкой продукта в «сухой бокс». Для создания реакторного пространства использовалась никелевая труба. В качестве фторирующего агента были выбраны газообразный фтор и безводный фтористый водород. Для оценки влияния фтора на снижение количества кислорода был выбран температурный диапазон от 300 до 500 °С, а для газообразного HF – от 600 до 1000 °С. Длительность опытов составляла от 2 до 8 часов. В реактор с контролируемой атмосферой в тиглях-лодочках, изготовленных из ядерно-чистого графита, загружалось фторсодержащее сырье. После чего был осуществлен нагрев сырья до заданной температуры в потоке фторирующего агента и его выдержка. По окончании опыта продукт был проанализирован на содержание кислорода. Проведенные эксперименты показали, что в среде фтористого водорода очистка идет лучше, чем в атмосфере элементарного фтора.

При проведении опытов приобретены практические навыки, позволяющие обрабатывать по данному способу фториды других редкоземельных металлов. Например, при очистке фторида церия удалось достичь минимального содержания кислорода 18 ppm. Все это послужит основой для проектирования лабораторной установки, работающей в непрерывном режиме.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Максаков Б.И. Исследования в области выращивания оптических кристаллов фтористых соединений // Известия академии наук СССР. – 1967. – Т. XXXI. – № 5. – С. 864-865.