

ственно, скоростью процесса, степень обессульфачивания достигает 63 %, а при продолжительности в 1 час составляет 77,5 %.

На основании проведенных исследований установлены оптимальные параметры и нормы технологического режима при очистке фосфорной кислоты, произведенной из фосфоритов Марокко, от серосодержащих соединений методом осаждения гидроксидом кальция, позволяющие получать кислоту с содержанием сульфатов в диапазоне 0,7 – 0,8 мас. %

Исходя из выше сказанного при очистке фосфорной кислоты гидроксидом кальция достигается не только удаление содержащихся сульфатов, порядка 80 %, но и частичное снижение содержания фтора, порядка 40 %, являющегося недостаточным для использования кислоты в производстве кормовых фосфатов. Для достижения более глубоких степеней очистки кислот с получением на их основе технических фосфатов, применяющихся при производстве моющих веществ и других областях, необходимо исследования по селективному удалению примесей.

Таким образом, по полученным в ходе исследований данным была разработана технология очистки ЭФК, включающая на первой стадии очистку от серосодержащих соединений позволяющая также снизить содержание ряда примесей, в частности фтористых соединений, что способствует снижению затрат на более дорогие реагенты для последующей стадии осаждения кремнефторидов щелочных металлов.

Полученные на основе очищенной экстракционной фосфорной кислоты, по описанной технологии, кормовые фосфаты кальция и технические фосфаты аммония удовлетворяют предъявляемым требованиям по ГОСТ 23999-80 и 3772-74.

УДК 666. 22

И. А. Левицкий, проф., д-р техн. наук;  
М. В. Дяденко, доц., канд. техн. наук;  
А. А. Козловская, стажер мл. науч. сотр.  
(БГТУ, г. Минск)

## **ДИФфуЗИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ НА ГРАНИЦЕ СПАЕВ СТЕКОЛ ОПТИЧЕСКОГО ВОЛОКНА**

Жесткое оптическое волокно содержит световедущую жилу, светоотражающую и защитную оболочки. На границе раздела этих стекол, которые существенно отличаются химическим составом и свойствами, необходимо обеспечить требуемые значения высокотем-

пературной вязкости и температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) при значительной разнице в их показателях преломления.

При изготовлении волоконно-оптических изделий обеспечивается вытяжка единичного волокна с последующей перетяжкой и формированием пакетов их обжигом. Это предусматривает пребывание стекол длительное время при повышенных температурах. Контакт в системе «световедущая жила – светоотражающая оболочка – защитная оболочка», значительно отличающихся по химическому составу стекол обычно приводит к интенсивной взаимной диффузии ионов из одного стекла в соседнее. Высокое отрицательное воздействие на качество волоконно-оптических изделий оказывает диффузия ионов, особенно имеющих высокое значение показателя преломления, из световедущей жилы в оболочку. Это может приводить к размыванию границы полного внутреннего отражения, и понижению апертурного числа и снижению коэффициента пропускания волокон [1, 2].

Для стекол светоотражающей оболочки также наблюдается диффузия ионов, особенно красящих оксидов, которая также снижает качественные характеристики изделий.

Для исследования диффузии ионов использовались опытные составы стекол, полученные при выполнении исследований по совершенствованию качественных характеристик изделий.

Стекла для световедущей жилы получены в системе  $\text{BaO} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{La}_2\text{O}_3 - \text{Y}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2 - \text{TiO}_2 - \text{Nb}_2\text{O}_5$ , модифицированные  $\text{WO}_3$ . Они не имели признаков кристаллизации при выдержке их в интервале температур 650–1000 °С в течении 24 ч. Значения показателя преломления для них составляло 1,8050–1,8112; значения ТКЛР находились в интервале значений  $(77,5 - 77,8) \pm 0,5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ . Температурный коэффициент изменения вязкости в диапазоне  $10^{10} - 10^{4,5} \text{ Па} \cdot \text{с}$  составлял  $(143 - 145) \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ . Величина светопреломления при длине волны 450 нм находилась в интервале  $(83 - 85) \pm 2$ , показатель ослабления имел значение  $0,0026 - 0,0027 \cdot 10^{-4} \text{ мм}^{-1}$ .

Стекла для световедущей оболочки, синтезированные в системе  $\text{K}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ , также обеспечивали устойчивость к фазовому разделению при указанной выше изотермической выдержке и температурном интервале. Показатель преломления данных стекол составил  $(1,4785 - 1,4792) \pm 0,0010$ . ТКЛР находился в интервале значений  $(55,5 - 56,3) \pm 0,1 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ . Температурный интервал изменения вязкости в диапазоне  $10^{10} - 10^5 \text{ Па} \cdot \text{с}$  составлял  $(340 - 352) \pm 2,0 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Для защитной (окрашенной) оболочки стекла получены в си-

стеме  $\text{Na}_2\text{O} - \text{K}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  с небольшими добавками оксидов-модификаторов  $\text{CaO}$ ,  $\text{ZnO}$  и  $\text{BaO}$ . Для окрашивания стекол использовались красители в виде  $\text{CoO}$ ,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , вводимые в количестве 0,2 – 0,5 мас. % сверх 100 % составляющих стекла в различных соотношениях. Показатель преломления стекол составил  $(1,4785 - 1,5018) \pm 0,0012$ . Температурный интервал изменения вязкости в диапазоне  $10^{10} - 10^5 \text{ Па} \cdot \text{с}$  составил  $(303 - 308) \pm 2,5 \text{ }^\circ\text{C}$ . Стекла не имели фазового разделения при указанных выше длительных изометрических выдержках и температурном интервале. ТКЛР данных стекол составлял  $(75,3 - 76,1) \pm 0,2 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ .

Исследование диффузии ионов производилось в работе на специально изготовленных образцах спаев пар стекол «световедущая жила – светоотражающая оболочка», а также «светоотражающая жила – защитная оболочка».

Вырезанные пластины толщиной 8 – 10 мкм подверглись шлифованию до плотного прилегания и последующим спаиванием путем термообработки при температурах 780 – 850  $^\circ\text{C}$  в зависимости от температуры размягчения стекол. Изотермическая выдержка при максимальных температурах составляла  $15 \pm 1$  мин. Далее спаи подвергались отжигу при температуре  $650 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Границы спаев, их характер и химический состав исследовались на сканирующем электронном микроскопе электронном микроскопе типа JEDL SSM – 5160LV с системой химического анализа EDX JED – 200/JEOL (Япония).

Изображения получены с поверхности образцов при увеличении 500 – 1000 раз. Химический состав исследовался на границе спая и на расстоянии  $3 \pm 0,5$  мкм от него для пары стекол.

Исследование элементного содержания бора проводилось с помощью растрового электронного микроскопа-микроанализатора HITACHI TM – 300 (Япония).

Исследованием диффузии ионов на границе раздела «световедущая жила – светоотражающая оболочка» установлено, что ион кремния, активно мигрирует из световедущей жилы в светоотражающую оболочку в количестве от 1,01 до 3,43 %. Ионы бора также подвержены взаимной диффузии, количество которой составляет от 0,07 до 0,50 %.

Ряд ионов диффундирует из световедущей жилы в светоотражающую оболочку: ион лантана в количестве 0,01 – 0,06 %, а количество иона ниобия – составляет 0,01 – 0,04 %. Иона титана – от 0,02 до 0,25 %. Менее заметна диффузия иона вольфрама из световедущей

жилы в количестве 0,01 – 0,02 %.

Ион калия также подвержен диффузии из светоотражающей оболочки в световедущую жилу в количестве от 0,43 до 1,14 %.

Отмечается также диффузия ионов из стекол светоотражающей в защитную оболочку. Ионы кремния и алюминия мигрируют из светоотражающей в защитную оболочку в количестве 0,01 – 0,03 %. Ион бора также более заметно диффундирует из стекол светоотражающих в защитную оболочку. Количество его составляет от 0,06 до 2,12 %. Наиболее значима диффузия иона натрия из защитных оболочек в световедущую, составляющая 2,01 – 2,42 %, а ион калия характеризуется диффузией в количестве 0,13 – 0,86 %.

Ионы красящих металлов также мигрируют из защитной в светоотражающую оболочку: для иона хрома она составляет 0,01– 0,04 %; иона железа – 0,02 – 0,04 %. Ион кобальта и марганца диффундирует в количестве 0,01 – 0,02 %.

Установлено, что увеличение температуры спаивания стекол от 610 до 700 °С при продолжительности выдержки при максимальной температуре в течение  $20 \pm 2$  мин, приводит к количественному повышению диффузии ионов.

Так, наиболее значима диффузия иона  $\text{Si}^{4+}$  из светоотражающей оболочки в световедущую жилу и составляет от 0,52 до 2,74 %. Ион лантана диффундирует из световедущей жилы в светоотражающую оболочку в количестве 0,01 – 0,05 %, ион титана – от 0,06 до 0,28 %. Диффузия иона бора наблюдается в обоих типах стекол, в зависимости от его преобладания, и составляет от 0,01 до 0,32 %. Более активно ион калия диффундирует из светоотражающей оболочки в защитную и его количество составляет 0,23 – 1,22 %.

Ион лантана диффундирует из световедущей жилы в светозащитную оболочку в количестве 0,01 – 0,05 %, а ион титана – от 0,06 до 0,28 %. Миграция ионов ниобия и иттрия количественно составляет 0,01 – 0,03 %.

Определено, что временные режимы спаивания на процессы диффузии оказывают менее заметное влияние по сравнению с температурными. Так, продолжительность выдержки спая в интервале температур 15, 20 и 30 мин не приводит к существенному росту процессов диффузии.

Продолжительная изотермическая выдержка спаев в течение 72 ч также не приводит к заметному повышению процесса диффузии всех исследованных ионов.

Полученные данные позволили подтвердить, что процесс миграции ионов стеклообразователей, модификаторов и красящих окси-

дов обеспечивается в соответствии с размером их ионного радиуса, что согласуется с данными ряда исследователей.

Это необходимо учитывать, разрабатывая составы стекол для оптического волокна и режимы получения опто-волоконных изделий.

*Исследования выполнены при поддержке Министерства образования Республики Беларусь в рамках задания 1.4 ГПНИ «Химические процессы, реагенты и технологии, биорегуляторы и биоорхимия» под программы «Химические технологии, процессы и реагенты» на 2021-2025 гг.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Евсропьев, К. К. Диффузионные процессы в стекле / К. К. Евсропьев. Л.: Из-во литер. По строительству. – 1970. – 168 с.
2. Татаринцев, Б. В. Диффузия на границе между сердцевиной и оболочкой при вытягивании стекловолокна / Б. В. Татаринцев // Физика и химия стекла. – 1984. – Т. 10. – № 4. – с. 461 – 467.
3. Жабрев, В. А. Взаимодиффузия силикатных расплавов, содержащих три катиона ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Rb}^+$ ) / В. А. Жабрев, А. И. Исаков // Физика и химия стекла. – 1986. – Т. 12. – №2. – с. 188 – 193.
4. Свиридов, С. И. / Диффузия одно- и двухзарядных катионов в натриевооловосиликатных стеклах в интервале 500 – 800 °С / С.И. Свиридов, В. А. Жабрев // Физика и химия стекла. – 1985. – Т. 11. – №5. – с. 524 – 529.

УДК 66.094.941

А. И. Сумич, вед. науч. сотр., канд. техн. наук;  
В. В. Шевчук, зав. лабораторией, д-р хим. наук;  
Н. Д. Медведева, науч. сотр.; К. В. Сак, мл. науч. сотр.;  
О. Н. Лабкович, науч. сотр.  
(ГНУ ИОНХ НАН Беларуси, г. Минск)

## ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОВ ОЧИСТКИ ХЛОРМАГНИЕВОГО РАССОЛА В ПРОИЗВОДСТВЕ БИШОФИТА

Одной из областей применения шестиводного хлорида магния (бишофита) является использование его в медицине. Требования к чистоте  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  в таком случае достаточно жесткие, и, в частности, включают ограничения на содержание в нем тяжелых металлов (железа, марганца, никеля и др.).

Основными источниками хлорида магния являются карналлит-бишофитные породы (содержание бишофита 36–58 мас.%), а также отдельные мономинеральные месторождения бишофита, содержащие до 93–96 мас.% основного вещества. Хлормagneиевые рассолы также