

## ПРОБЛЕМА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФАТ-ИОНОВ

А.Ю. Рыбаченко

Научный руководитель – к.х.н., доцент отделения ядерно-топливного цикла В.В. Шагалов

ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, anjela-ya2013@yandex.ru

В рамках данной работы рассматривались различные методы определения концентрации фосфорной кислоты с дальнейшей целью изучения растворимости фосфатов редкоземельных элементов.

Фосфорная кислота является трехосновной, поэтому ее титрование отличается некоторыми особенностями. С помощью прямого титрования практически можно оттитровать только первые два иона водорода, поскольку значение третьей константы диссоциации кислоты очень мало ( $K_3 = 3,6 \cdot 10^{-12}$ ) [1].

Для того чтобы оттитровать  $H_3PO_4$  как трехосновную кислоту применяли метод обратного титрования. Ион  $PO_4^{3-}$  осаждали в виде малорастворимой соли  $Ca_3(PO_4)_2$ . В качестве осадителя использовали хлорид кальция. Анализируемый раствор фосфорной кислоты титровали 0,1 N гидроксидом натрия с добавкой индикатора фенолфталеина до появления розовой окраски. Далее раствор титровали избытком  $CaCl_2$  до выпадения осадка  $Ca_3(PO_4)_2$  и затем снова титровали гидроксидом натрия до растворения образовав-

шегося осадка. Опыт повторяли 3 раза. Полученные данные занесены в таблицу 2.

С помощью соответствующих расчетов было установлено, что концентрация исследуемой фосфорной кислоты составляет 9,25 N, а погрешность метода равна 36,86%.

Для потенциометрического титрования  $H_3PO_4$  в качестве электрода сравнения был выбран хлоридсеребряный электрод, а в качестве индикаторного – платиновый. Стакан с анализируемой кислотой и соответствующими электродами помещали на магнитную мешалку, титровали 0,1 N раствором NaOH, приливая по 0,5 мл титранта и измеряя потенциал индикаторного электрода. На основании полученных данных была построена кривая титрования в координатах потенциал в мВ E – от объема в мл  $V_{NaOH}$ .

Из графика видно только две ступени диссоциации  $H_3PO_4$  и две точки эквивалентности, по которым можно определить, что на первую ступень пошло 13 мл гидроксида натрия, на вторую 14 мл. Третью ступень диссоциации данным способом зафиксировать не удалось.

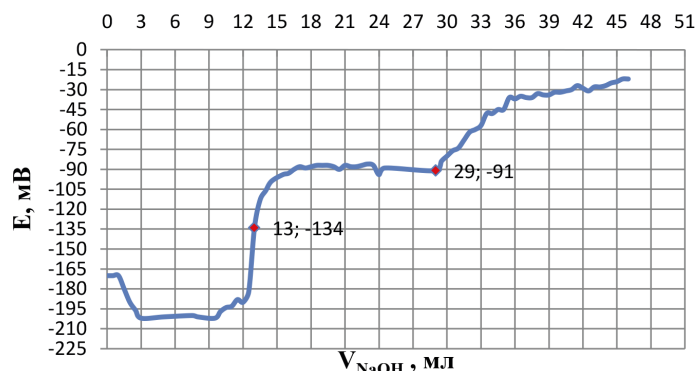
Гравиметрическое определение концентрации  $H_3PO_4$  заключалось в растворении в фосфорной кислоте хлорида бария. Образовавшийся в результате реакции осадок фосфата ба-

Таблица 1. Результаты титрования

№ опыта	$V_{NaOH}$ для титрования кислоты до $HPO_4^{2-}$ , мл	$V_{CaCl_2}$ до образования осадка $Ca_3(PO_4)_2$ , мл	$V_{NaOH}$ для титрования третьей ступени кислоты, мл
1	27,3	1,8	0,9
2	27,5	1,8	0,8
3	27,4	1,8	0,9

Таблица 2.

№ опыта	$m(Ba_3(PO_4)_2)$ , г	$C_N(H_3PO_4, N)$
1	0,94	9,2
2	0,91	9,2
3	0,96	9,2

Рис. 1. Кривая титрования  $H_3PO_4$

рия  $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$  отделяли от раствора с помощью фильтра, промывали водой, сушили, помещали в тигель и прокаливали в печи на протяжении 4 часов при температуре  $600^\circ\text{C}$ . Масса полученного осадка фосфата бария составила 0,94 г. Кон-

центрации фосфорной кислоты составила 9,2 N. Опыт приводили 3 раза. Погрешность данного определения составила 37,2%.

Полученные результаты приведены в таблице 2.

### Список литературы

1. Крешков А.П. Основы аналитической химии. Книга 2. – Москва: Химия, 1976. – 480 с.

## ВЛИЯНИЕ МОДИФИЦИРУЮЩИХ ДОБАВОК НА СТЕКЛООБРАЗОВАНИЕ И КРИСТАЛЛИЗАЦИЮ СТЕКОЛ СТРОНЦИЙАЛЮМОСИЛИКАТНОЙ СИСТЕМЫ

И.А. Северенков<sup>1,2</sup>, Е.В. Устюгова<sup>2</sup>, Т.В. Зайчук<sup>2</sup>  
Научный руководитель – к.т.н., доцент Ю.А. Спиридонов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева  
125480, Россия, г. Москва, ул. Героев Панфиловцев 20, [ivan-severenkov@mail.ru](mailto:ivan-severenkov@mail.ru)

<sup>2</sup>АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина»  
249031, Россия, Калужская область, г. Обнинск, Киевское шоссе 15, [info@technologiya.ru](mailto:info@technologiya.ru)

Развитие новых поколений перспективной авиационно-космической техники и электроники требует разработки и внедрения широкого класса материалов, обладающих улучшенными показателями физико-химических, механических, термических и электрических характеристик [1–2].

Применяемая в настоящее время для изготовления головных антенных обтекателей радиопрозрачная литий- и магнийалюмосиликатная стеклокерамика с хорошим уровнем радиотехнических характеристик, обладает недостаточно высокой,  $1100^\circ\text{C}$ , для современных радиотехнических материалов температурой эксплуатации.

В связи с этим большое внимание исследователей привлекают стеклокристаллические материалы на основе стекол в системе  $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  (SAS) [3]. Однако стекла известных составов нетехнологичны из-за высокой температуры синтеза, более  $1600^\circ\text{C}$ , а получаемые из них стеклокерамические материалы не удовлетворяют современным требованиям по диэлектрическим характеристикам.

В настоящей работе предложена модификация одного из базовых составов SAS стекла путем контролируемого введения модифицирующих добавок, не изменяющих фазовый состав стеклокристаллического материала, изучено влияние  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$  и  $\text{ZnO}$  на стеклообразование и кристаллизацию стекол стронцийалюмосиликатной системы.

Синтез образцов стекол базового состава и составов с содержанием модифицирующей до-

бавки от 2 до 3 масс. % (таблица 1) выполняли в лабораторных электрических печах при температуре  $1560^\circ\text{C}$  с выдержкой 2 часа.

Было установлено, что наилучший провар и однородность имеют составы с добавками  $\text{CaF}_2$  и  $\text{V}_2\text{O}_5$ . При выработке эти стекла имеют наименьшую вязкость и не закристаллизовываются при отливке образцов, тогда как образцы стекол базового состава (без добавок) и с добавкой  $\text{ZnO}$  имеют частичную поверхностную и объемную кристаллизацию.

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) определены характеристические температуры кристаллизации и установлено, что у всех составов с функциональными добавками наблюдается снижение температуры стеклования ( $T_g$ ), а также смещение экзотермических пиков ( $T_k$ ) в область низких температур, в сравнении с базовым составом. Это означает, что при получении из них стеклокристаллического материала, температуры зародышеобразования и температуры кристаллизации основных фаз у стекол большинства модифицированных составов будут ниже, чем у базового состава.

Таким образом, экспериментально показано, что модифицирующие добавки улучшают провар и гомогенизацию стекол стронцийалюмосиликатных составов при технологически приемлемых температурах синтеза, их присутствие в указанных количествах приводит к улучшению кристаллизационной способности.