

Береза-Кіндзерська Л. В., Янишпольський В. В., Тьортих В. А.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ РОЗЧИННИХ ФОРМ КРЕМНЕЗЕМУ ТА ДЕЯКИХ ПОВЕРХНЕВИХ СПОЛУК

Проведено дослідження розчинності високодисперсного кремнезему аеросилу при різних рН. Знайдено оптимальні умови визначення розчинного кремнезему спектрофотометричним методом при відновленні S-форми жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти (КМГПК) аскорбіновою кислотою. Запропоновано спектрофотометричний метод визначення SiH -груп у розчинних і поверхневих сполуках. Метод базується на відновленні молібдату амонію кремнійгідридними групами і вимірюванні оптичної густини розчину синього кремніймолібденового гетерополікомплексу що утворюється.

Вступ

Пірогенний високодисперсний аморфний кремнезем (аеросил) досить широко використовується у фармації як допоміжна речовина при виготовленні готових лікарських форм та як добавка в харчовій промисловості [1]. Останнім часом удосконалюється робота, спрямована на створення твердих лікарських форм пролонгованої дії, особливо з використанням мезопористих кремнеземів [2]. Розвиток цих напрямів практичного застосування кремнеземів потребує достовірних даних про розчинність відповідних кремнеземних матриць. Для визначення розчинних форм кремнезему найбільшого поширення набули фотометричні методи [3-8] У цій роботі досліджено особливості застосування спектрофотометричного методу для визначення розчинності аеросилу за різних рН середовища.

Відновлювальні властивості та можливість участі SiH -груп у реакціях гідросилілювання олефінів, у тому числі за участю закріплених на поверхні кремнійгідридних груп [10], привертають увагу дослідників. Для цих досліджень важливо мати чутливий, відтворюваний та надійний метод кількісного визначення SiH -груп як в індивідуальних сполуках, так і в прищеплених до поверхні твердого тіла. Застосування найпоширенішого об'ємного методу [11], що базується на гідролізі SiH -груп у лужному середовищі з виділенням водню, суттєво обмежене складністю точного врахування парціальних тисків розчинників, трудомісткістю, необхідністю використання для аналізу понад 1 г модифікованого кремнезему. Досліджено можливості використання для кількісного визначення SiH -груп у розчинних і поверхневих сполуках спектрофотометричного методу.

Матеріали та методи дослідження

Для визначення розчинності аеросилу (питома поверхня 300 м²/г, Калуш) використовували 10 % розчин калію гідроксиду (х. ч., Реахім), 1% розчин аскорбінової кислоти (фарм., Укрхімекспо), сірчану кислоту (94,4 %, х. ч., Укрхімекспо), 10 % розчин молібдату амонію (ч. д. а., Укрхімекспо). Стандартний розчин із вмістом кремнію 0,1 мг/мл готували розчиненням 0,107 г аеросилу в 10 % розчині калію гідроксиду, розведенням до 400 мл дистильованою водою, з наступним підкисленням розчином 2 н. сірчаної кислоти до рН = 1,5 і доведенням об'єму водою до мітки 500 мл.

Для кількісного визначення SiH -груп у розчинних і поверхневих сполуках застосовували ізопропанол, оцтову кислоту (х. ч., Реахім), гептамолібдат амонію тетрагідрат (ч. д. а., Реахім), триетоксисилан (х. ч., Кремнійполімер). Стандартний розчин триетоксисилану (ТЕС) із вмістом $1,08 \cdot 10^5$ моль/мл готували розведенням 0,2 мл ТЕС в 9,8 мл ізопропанолу, відбиранням 1 мл цього розчину і розведенням до 10 мл ізопропанолом. 2,5 % розчин молібдату амонію готували розведенням 5 г гептамолібдату амонію у 200 мл 5 % розчину оцтової кислоти при нагріванні.

Спектри поглинання розчинів реєстрували із застосуванням спектрофотометрів Spesord UV-VIS та СФ-46, кислотність розчинів контролювали скляним електродом за допомогою йонометра І-120, для нагрівання розчинів використовували водяну баню з отворами для пробірок.

Побудова калібрувальної кривої для визначення вмісту кремнію в розчинних сполуках при відновленні S-форми жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти аскорбіновою кис-

лотою. В ряд градуйованих пробірок вводимо різні кількості (0,1–1 мл) стандартного кремній-вмісного розчину (0,1 мг Si/мл), розводимо до 8 мл, додаємо 0,1 мл 2 н. H_2SO_4 , потім вносимо 0,4 мл 10%-ого розчину молібдату амонію, витримуємо 10 хв для повного утворення жовтої β -форми кремніймолібденової кислоти. Перед додаванням молібдату амонію для утворення β -форми жовтої гетерополікислоти кислотність розчину повинна бути в межах $pH = 1,5-1,7$. Потім додаємо 0,5 мл 9 н. H_2SO_4 і 0,5 мл 1 % розчину аскорбінової кислоти. Витримуємо розчину 20 хв і визначаємо оптичну густину одержаних синіх розчинів при довжині хвилі 800 нм (товщина кювет 1 см). Розчин порівняння готуємо одночасно, не додаючи в розчин лише стандартного кремнійвмісного розчину. Визначені величини оптичної густини та відповідні точні концентрації кремнію в сталонних розчинах використовували для побудови калібрувальної кривої, зображеної на рис. 1 (вісь абсцис – кількість кремнію в мкг у 10 мл кінцевого об'єму, або у введеної пробі); вісь ординат – величина оптичної густини – A).

Прямолінійний характер калібрувальної кривої свідчить про підпорядкування досліджуваних розчинів закону Бугера–Ламберта–Бера в межах концентрацій кремнію від 5 до 25 мкг (SiO_2 від 10 до 50 мкг) у 10 мл кінцевого розчину. Чутливість визначення – 0,3 мкг Si/л при $A = 0,1$. Молярний коефіцієнт світлопоглинання дорівнює $\epsilon = 13600$.

Концентрацію кремнію (моль/л) у досліджуваному розчині визначали за формулою:

$$C_{Si}(\text{моль/л}) = \frac{A \cdot 10^{-6}}{0,0487 \cdot M_{\text{м. Si}} \cdot V_{\text{проби}}}$$

де A – оптична густина, 0,0487 – коефіцієнт перерахунку (нахил калібрувальної кривої), 10^{-6} – перерахунок із мкг у г, $M_{\text{м. Si}}$ – молекулярна маса кремнію, яка дорівнює 28,08, $V_{\text{проби}}$ – об'єм взятої пробі в л.

Методика визначення розчинних форм кремнезему при різних pH. До 100 мг асросиду додаємо 10 мл дистильованої води (або розчин із відповідним відомим pH), одержану суміш добре перемішуємо, добу відстоюємо або центрифугуємо. Потім відповідну кількість відібраної пробі (від 0,1 до 0,5 мл) – розчину над кремнеземом беремо для аналізу. Послідовність здійснення наступних дій така сама, як при побудові калібрувальної кривої.

Побудова калібрувальної кривої для визначення $\equiv SiH$ -груп спектрофотометричним методом. Для побудови калібрувальної кривої в ряд пробірок вводимо по 4 мл 2,5 % розчину молібдату амонію та різні кількості стандартного розчину тристоксисилану від $0,54 \cdot 10^{-6}$ до $3,78 \cdot 10^{-6}$ моль, об'єм доводимо ізопропанолом до 5 мл. Пробірки витримуємо на водяній бані 5–10 хв при 80 °С. Оптичну густину синіх розчинів вимірюємо при довжині хвилі $\lambda = 710$ нм у кюветі з товщиною шару 1 см. Розчин порівняння готуємо, додаючи 1 мл ізопропанолу до 4 мл розчину молібдату амонію.

Визначені величини оптичної густини (A) та відповідні задані концентрації ТЕС в сталонних

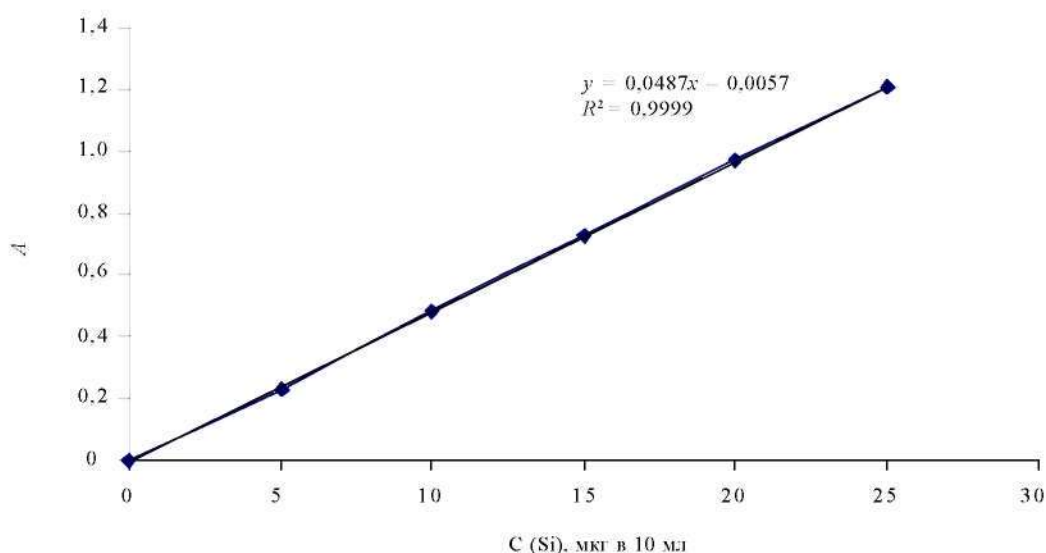


Рис. 1. Калібрувальна крива для стандартних розчинів, що містять кремній

розчинах ($C_{\text{Si-H}}$) використовували для побудови калібрувальної кривої (рис. 2). Прямолінійний характер залежності свідчить про підпорядкування досліджуваних розчинів закону Ламберта–Бугера–Бера в межах концентрацій ТЕС від 0,1 до 0,8 ммоль/л. Границя виявлення дорівнює 0,025 ммоль/мл при $A = 0,05$. Розраховане за методом найменших квадратів рівняння граду-

ювального графіка має вигляд:

$$A = (1946,188 \pm 15,014) \cdot C_{\text{Si-H}} - (3,45 \cdot 10^{-3} \pm 7,26 \cdot 10^{-3}),$$

звідки уявний молярний коефіцієнт світлопоглинання (ϵ) кремнійгідридних груп, що визначаються, дорівнює ≈ 2000 .

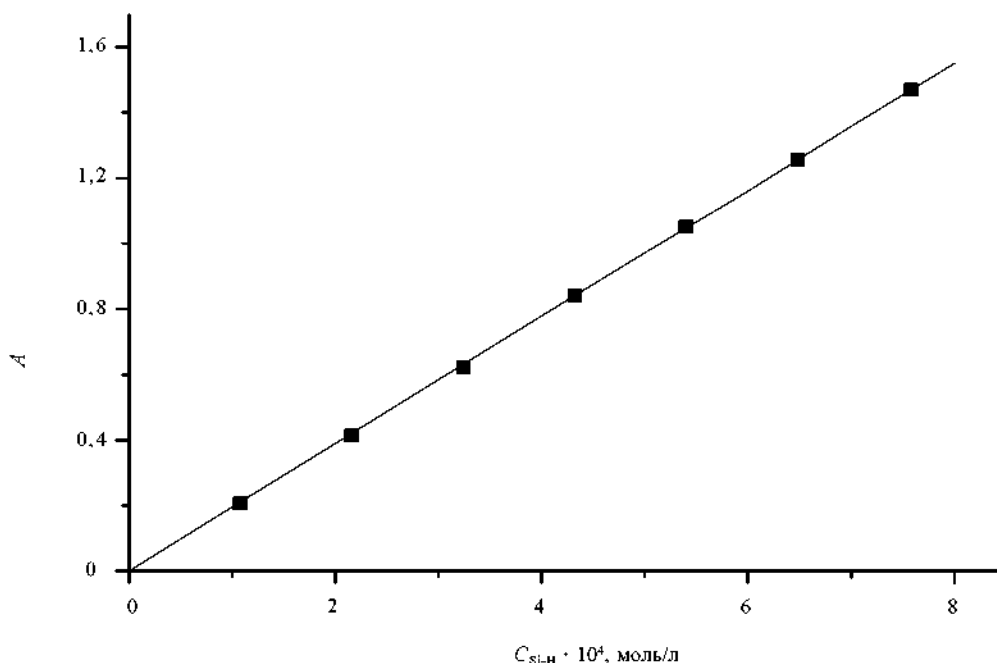


Рис. 2. Залежність оптичної густини (A) розчину молібдату амонію при довжині хвилі $\lambda = 710$ нм у кюветі з товщиною шару 1 см від концентрації введеного триоксисилану ($C_{\text{Si-H}}$)

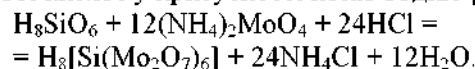
Методика визначення $\equiv\text{SiH}$ -груп у поверхневих і розчинних сполуках. Для визначення концентрацій $\equiv\text{SiH}$ -груп, що містяться в розчині, до 4 мл 2,5 % розчину молібдату амонію вводимо від 0,01 до 0,5 мл досліджуваного розчину і доводимо об'єм до 5 мл ізопропанолом. Розчин витримуємо при 80 °С 5–10 хв. Потім розчин фотометруємо при $\lambda = 710$ нм і концентрацію $\equiv\text{SiH}$ -груп у кінцевій суміші визначаємо за калібрувальною кривою (рис. 2). Концентрацію $\equiv\text{SiH}$ -груп у досліджуваному розчині розраховуємо за формулою: C_{SiH} (моль/л) = $C_{\text{каліб}} \cdot 5$, де $C_{\text{каліб}}$ – концентрація $\equiv\text{SiH}$ -груп у кінцевій суміші; 5 – коефіцієнт, що враховує ступінь розведення.

Для кількісного визначення $\equiv\text{SiH}$ -груп у поверхневих сполуках до 4 мл 2,5 % розчину молібдату амонію вносимо від 1 до 150 мг модифікованого кремнезему, доводимо об'єм до 5 мл ізопропанолом, витримуємо при 80 °С 5–10 хв, відфільтровуємо і вимірюємо оптичну густину синього розчину при $\lambda = 710$ нм. Концентрацію $\equiv\text{SiH}$ -груп у навазці кремнезему розраховуємо за формулою: C_{SiH} (моль/л) = $C_{\text{каліб}} \cdot 5 \cdot 10^{-3} / m$, де

$C_{\text{каліб}}$ – концентрація $\equiv\text{SiH}$ -груп у кінцевій суміші, m – маса кремнезему в грамах, $5 \cdot 10^{-3}$ – загальний об'єм рідини в літрах, доданої при аналізі.

Результати та їх обговорення

Використані в роботі фотометричні методи базуються на здатності кремнієвої кислоти в кислому розчині утворювати з йонами молібдату, ванадату, вольфраму відповідні комплексні гетерополікислоти, які забарвлені в жовтий колір. Гетерополікислоти утворюються в результаті взаємодії між координаційно ненасиченою ортокремнієвою кислотою і водою (наприклад, $\text{H}_2\text{SiO}_4 + 2\text{H}_2\text{O} = \text{H}_8\text{SiO}_6$) та наступної хімічної реакції з аніонами молібденової, вольфрамової або ванадієвої кислот у присутності йонів водню [3]:



Фотометрично кремній найчастіше визначають у вигляді жовтого кремніймолібденового комплексу, максимум поглинання якого розташовано при 352 нм. Швидкість взаємодії моліб-

дату з кремнієвою кислотою залежить від ступеня полімеризації останньої [3-5]. Реакція між молібдат-йоном та мономерною кремнієвою кислотою при 20 °С повністю завершується за 75 сек, дикремнієва кислота повністю реагує приблизно за 10 хв. Для взаємодії з полікремнієвими кислотами потрібен час, пропорційний ступеню полімеризації. В сильнорозведених розчинах кремнієвої кислоти жовте забарвлення розвивається повільніше [3].

При дії на жовті гетерополікислоти відновників утворюються продукти відновлення молібдену, що забарвлені в інтенсивно-синій колір [3-7]. Це явище також лежить в основі фотометричних методів визначення кремнію, які є ще чутливішими, ніж визначення у вигляді жовтих гетерополікислот. Чутливість визначення по синій гетерополікислоті є приблизно в п'ять разів вищою, ніж по жовтій [3]. Жовта кремніймолібденова кислота існує в α - та β -формах [3-8]. Утворення α -комплексу відбувається при $\text{pH} = 2,3-3,9$ під час нагрівання. β -Комплекс утворюється в більш кислому середовищі при $\text{pH} = 1,5-1,7$ і поступово переходить в α -комплекс, який забарвлений слабкіше. Жовта кремніймолібденова гетерополікислота є неміцним комплексом, тому, визначаючи її, необхідно вводити надлишок молібдату амонію для практично повного переведення кремнієвої кислоти в жовтий кремніймолібдат. При відновленні α -кремніймолібденової кислоти розчин забарвлюється спочатку в зеленуватий колір, що зумовлено приєднанням чотирьох електронів до аніону, а потім набуває синього забарвлення, що пов'язано з приєднанням ще декількох електронів. При відновленні

β -кремніймолібденової кислоти утворюється лише синя форма. Таким чином, α - та β -ізомерні кремніймолібденові кислоти дають різні продукти відновлення.

У роботі [4] зазначено, що різні відновники неоднаково впливають на жовті кремніймолібденові кислоти. Сильні відновники (двовалентне олово, сірчаноокислий гідразин, сульфат заліза (II), сульфід натрію) утворюють два або більше продуктів відновлення, а слабші відновники (метол, аскорбінова кислота, ейконоген) утворюють один продукт. У роботах [3-4] зазначено, що оптимальні умови відновлення жовтих кислот до синіх відрізняються для різних відновників. Залежно від відновника, що застосовується, спостерігається утворення синіх кремніймолібденових гетерополікислот, спектри поглинання яких можуть досить істотно відрізнятися. Найкращими відновниками кремніймолібденової гетерополікислоти є ейконоген та аскорбінова кислота [4].

Визначення розчинних форм кремнезему.

Описані вище фотометричні методи можна використовувати для визначення розчинних форм кремнезему. Ми зупинилися на методі визначення кремнію при відновленні β -жовтого кремніймолібденового гетерополікомплексу до синьої β -форми аскорбіновою кислотою. Під час подальших експериментальних досліджень було виявлено такі особливості застосування цього методу.

Було встановлено, що аскорбінова кислота може відновлювати молібдат амонію в молібденову синь в інтервалі $0,3 < \text{pH} < 2,5$, що помилково призводить до завищених результатів визначення розчинних форм кремнезему. На рис. 3

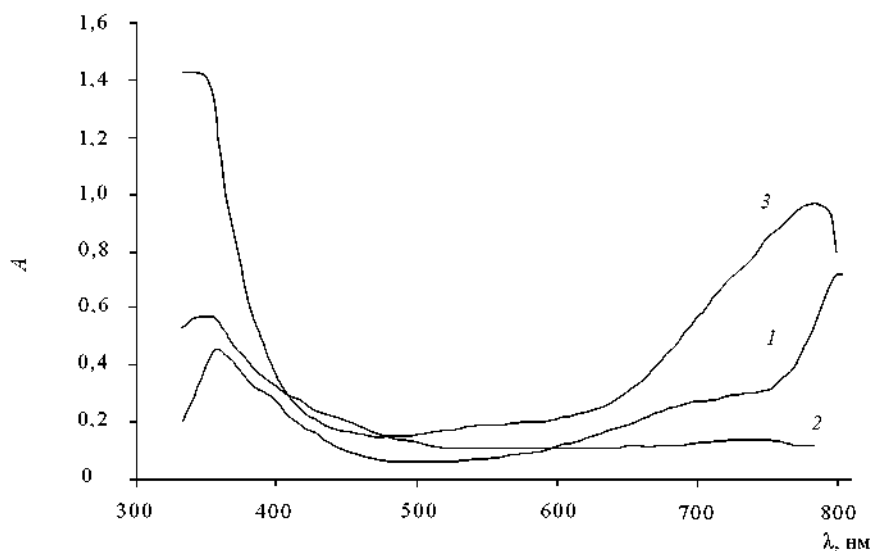


Рис. 3. Спектри у видимій області α - та β -кремніймолібденових гетерополікислот, відновлених аскорбіновою кислотою до β -сині (0,09 мг Si в 10 мл кінцевого об'єму) (1); α -сині (0,06 мг Si в 10 мл кінцевого об'єму) (2), а також спектр молібдату амонію, відновленого аскорбіновою кислотою до молібденової сині ($\lambda_{\text{max}} = 760$ нм) (3)

представлено спектри у видимій області продуктів відновлення аскорбіновою кислотою молібдату амонію (спектр 3) до молібденової сині ($\lambda_{\text{макс}} = 760$ нм), α -форми жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти (спектр 2) до α -сині ($\lambda_{\text{макс}} = 720$ нм), β -форми жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти (спектр 1) до β -сині ($\lambda_{\text{макс}} = 800$ нм).

Оскільки відновлену кремніймолібденову гетерополікислоту не видаляють від надлишку реактиву (молібдату амонію), то необхідно підібрати такий відновник і такі умови реакції, щоб відновлювався лише зв'язаний у комплекс молібдат і водночас надлишок вільного молібдату залишався без змін.

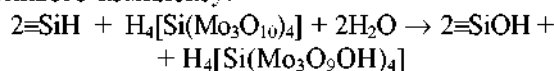
Якщо не враховувати відновлення молібдату амонію аскорбіновою кислотою, то за певних умов при визначенні жовтої кремніймолібденової кислоти це може призвести до значно завищених результатів та невідтворюваності цієї методики. Експериментально ми виявили інтервал $0,3 < \text{pH} < 2,5$, де, використовуючи як відновник аскорбінову кислоту, проводити визначення жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти (як α -, так і β -форми) за синім комплексом не можна (при $\text{pH} > 2,5$ утворюється синій комплекс α -кремніймолібденової гетерополікислоти, при $\text{pH} < 0,3$ утворюється синій комплекс β -кремніймолібденової гетерополікислоти). Що ж до відновлення жовтої β -кремніймолібденової гетерополікислоти, то тут слід перед додаванням молібдату амонію до проби з розчинним кремнеземом для утворення β -форми жовтої гетерополікислоти дотримувати кислотність розчину в межах $\text{pH} = 1,5-1,7$, а перед додаванням відновника (в цьому випадку аскорбінової кислоти) кислотність розчину повинна відповідати $\text{pH} < 0,3$. Дотримання цих умов визначення вмісту кремнію при відновленні аскорбіновою кислотою β -форми жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти виключає побічну реакцію взаємодії аскорбінової кислоти з надлишком молібдату амонію.

З використанням вищенаведеної методики було проведено дослідження з визначення кількості розчинного кремнезему залежно від pH розчину. На рис. 4-5 подано кінетичні pH -залежності розчинності кремнезему. Як бачимо, зі збільшенням pH розчину швидкість розчинення аеросилу зростає. Найбільша розчинність (приблизно 220 мг SiO_2 на літр розчину) досягається при $\text{pH} = 11,18$, при цьому і швидкість розчинності кремнезему є найбільшою. Найнижча розчинність аеросилу спостерігалась в ізоелектричній точці кремнезему при $\text{pH} = 2,22$ (за 60

діб становить 120 мг/л), при цьому швидкість розчинення кремнезему є досить повільною. При додаванні 10 мл 0,1 М розчину КОН до 100 мг аеросилу відбувається повне його розчинення.

Як видно з одержаних даних, навіть у нейтральному середовищі розчинність аеросилу може досягати 160 мг/л. За даними роботи [9] найпоширеніші концентрації розчинних форм кремнезему в природних водах становлять: 1–3 мг/л в озерах, 3–15 мг/л у річках, 1–10 мг/л у морях, 2–60 мг/л у мінеральних водах та 50–300 мг/л у вулканічних водах. Тобто за тривалого зберігання розчинів аеросилу його розчинність наближається до значень, характерних для джерел вулканічного походження. В розчинах із pH у межах 1,19–9,0 відбувається повільне розчинення аеросилу, а починаючи з $\text{pH} > 10$ спостерігаються прискорення процесу розчинення кремнезему та утворення відповідних силікатів.

Визначення $\equiv\text{SiH}$ -груп у розчинних і поверхневих сполуках. Принцип дослідженого спектрофотометричного методу для визначення кремнійгідридних груп у розчинних і поверхневих сполуках полягає в тому, що водень групи $\equiv\text{SiH}$ може відновлювати розчин жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти (КМГПК) до синього комплексу:



При цьому реагентом може виступати як жовта КМГПК, так і розчин молібдату амонію.

У випадку взаємодії сполуки, яка містить $\equiv\text{SiH}$ -групи, з розчином молібдату амонію утворення КМГПК відбувається за участі атомів кремнію власне $\equiv\text{SiH}$ -груп, атом водню яких одночасно забезпечує відновлення кислоти до синього комплексу. На користь цього припущення свідчать одержані спектри у видимій області продуктів модельних реакцій (рис. 6). Як реагенти було обрано розчини молібдату амонію і жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти, а як відновники – аскорбінову кислоту, розчин триетоксисилану в ізопропанолі, а також кремнезем із хімічно закріпленими на поверхні $\equiv\text{SiH}$ -групами.

З одержаних даних видно, що аскорбінова кислота відновлює розчин жовтої КМГПК (кр. 2), але за відсутності джерела кремнію не відновлюється розчин молібдату амонію (кр. 1). Навпаки, розчин триетоксисилану, який є не лише відновником, а й джерелом кремнію, реагує з обома розчинами (кр. 3, 4). Максимуми смуг поглинання одержаних продуктів реакцій (кр. 2–4), які знаходяться в інтервалі довжин хвиль 700–720 нм, належать одній і тій самій

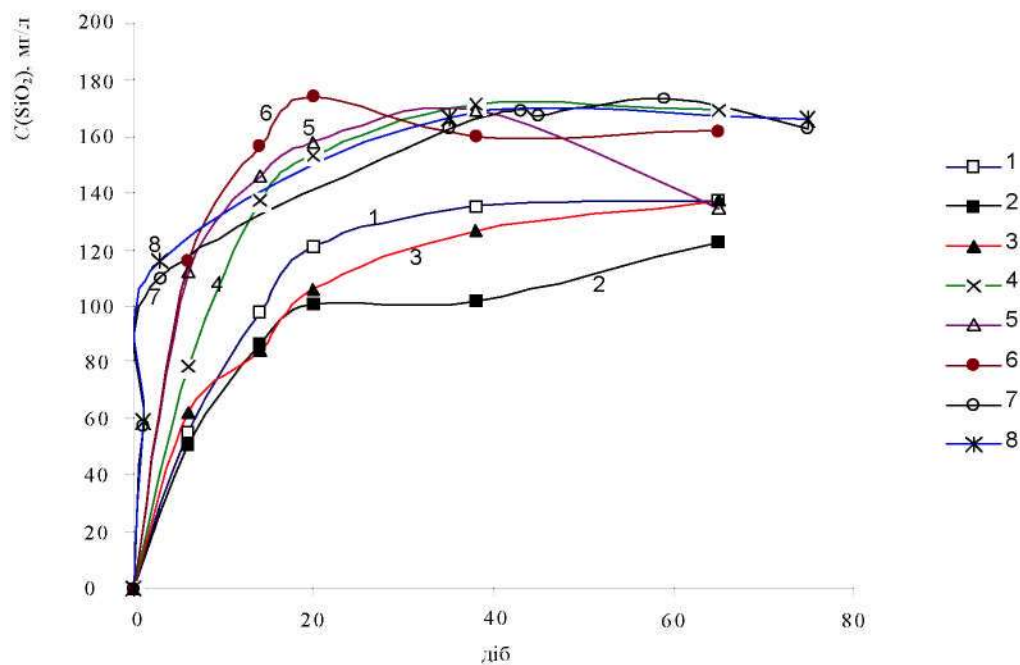


Рис. 4. Кінетика розчинності аеросилу в розчинах з рН 1.19; 2.22; 3.18; 4.28; 5.83; 6.04; 6.89; 7.66 (кр. 1–8 відповідно)

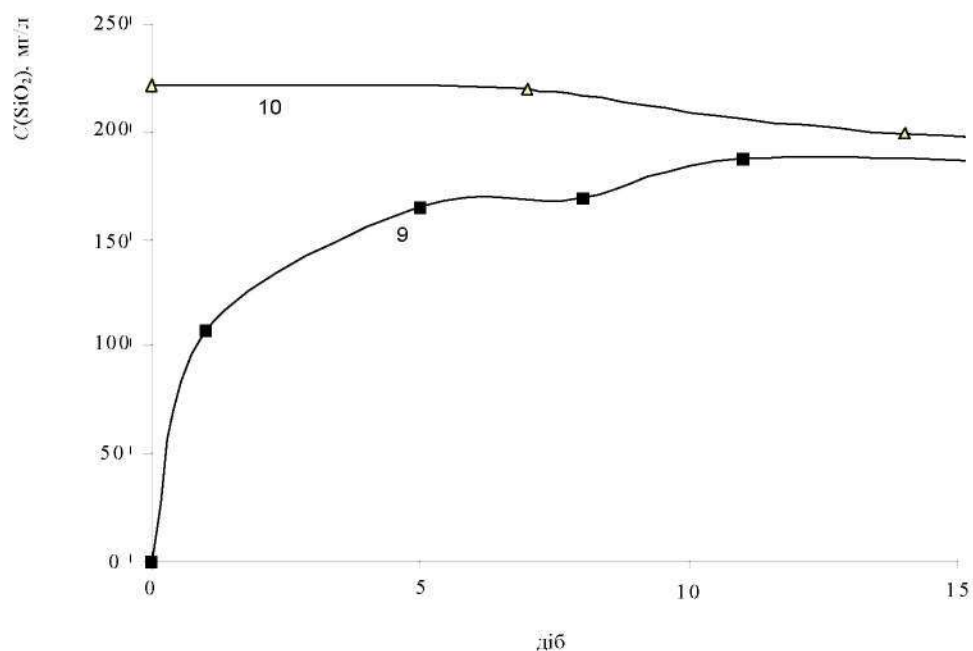


Рис. 5. Кінетика розчинності аеросилу в лужних розчинах із рН 10.5 (9) та 11.18 (10)

сполуці - синьому кремніймолібденовому гетерополікомплексу Поглинання в цій області спостерігається і в разі використання як відновлюючого агента модифікованого кремнезему з прищепленими до його поверхні -SiH-групами. Як і в разі використання триетоксисилану утворення

синього продукту реакції спостерігається не лише при взаємодії гідридкремнезему з розчином жовтої КМГПК (кр. 6), а й при контакті поверхні модифікованого кремнезему з розчином молібдату амонію (кр. 5). Було відмічено, що адсорбція продукту реакції кремнеземом не відбувається

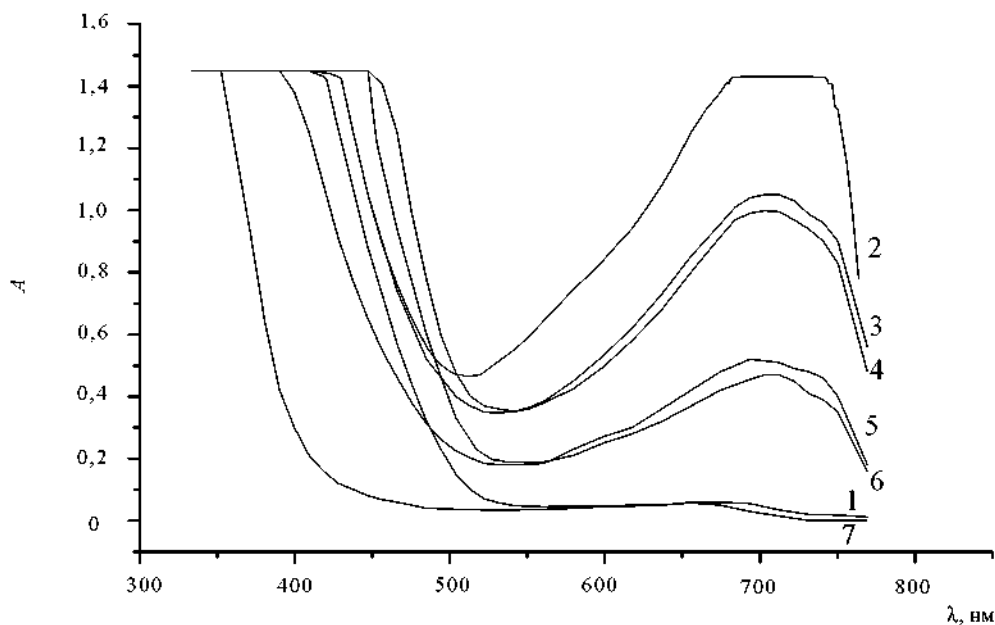


Рис. 6. Спектри продуктів взаємодії аскорбінової кислоти (1, 2), триетоксисилану (3, 4), а також модифікованого кремнезему (наважка 10 мг) із вмістом закріплених $\equiv\text{SiH}$ -груп 0,14 ммоль/г (5, 6), із розчином молібдату амонію (1, 3, 5) або з розчином жовтої КМГПК (2, 4, 6); (7) – спектр розчину КМГПК, товщина кювети 1 см, час взаємодії 5–10 хв при 80 °С

і сама твердотільна матриця при цьому залишається практично безбарвною, але забарвлюються у синій колір розчини, які безпосередньо контактують із поверхнею кремнезему. Цілком імовірно, що для утворення жовтої КМГПК достатньо присутніх у приповерхневому шарі розчинних форм кремнезему, а відновлення до синього гетерополікомплексу здійснюється $\equiv\text{SiH}$ -групами групами поверхні.

Калібрувальний графік (рис. 2), який побудовано з використанням розчину триетоксисилану, може бути використаний для визначення концентрацій $\equiv\text{SiH}$ -груп у модифікованих кремнеземах, оскільки забарвлені продукти у випадку обох реакцій містяться в розчині. Наведені результати свідчать про можливість спектрофотометричного визначення концентрації $\equiv\text{SiH}$ -груп розробленим методом не лише в сполуках, які містяться в розчині, а і в складі поверхневих структур, закріплених на поверхні кремнезему. Кількість кремнезему з привитими $\equiv\text{SiH}$ -групами, яка необхідна для проведення аналізу, становить 1–10 мг.

Висновки

Визначено розчинність високодисперсного пірогенного кремнезему - аеросилу в межах рН = 1–11 з використанням спектрофотометричного методу. Встановлено, що найнижчою є розчинність аеросилу при рН = 2,22, яка досягає через 60 діб 120 мг $\text{SiO}_2/\text{л}$. При рН = 11,18 розчинність аеросилу вже протягом доби досягає 220 мг $\text{SiO}_2/\text{л}$. Удосконалено метод кількісного визначення розчинних форм кремнезему, що базується на відновленні β-жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти аскорбіновою кислотою до синього β-комплексу. Експериментально виявлено, що в інтервалі $0,3 < \text{pH} < 2,5$ використовувати аскорбіновою кислоту для відновлення жовтої кремніймолібденової гетерополікислоти не можна, оскільки в цих умовах аскорбіновою кислота відновлює надлишок молібдату амонію і заважає достовірному визначенню розчинного кремнезему. Запропоновано чутливий спектрофотометричний метод визначення концентрацій $\equiv\text{SiH}$ -груп у розчинних і поверхневих сполуках.

1. Медицинская химия и клиническое применение диоксида кремния / Под ред. А. А. Чуйко.- К.: Наукова думка, 2003.- 415 с.
2. Doadrio A. L., Sousa E. M. B., Doadrio J. C., Pariente J. P., Izquierdo-Barba I., Vallet-Regi M. Mesoporous SBA-15 HPLC evaluation for controlled gentamicin drug delivery // Journal of Controlled Release.- 2004.- V. 97.- P. 125-132.

3. Мышляева Л. В., Краснощекоев В. В. Аналитическая химия кремния (серия «Аналитическая химия элементов»).- М.: Наука, 1972.- 212 с.
4. Бабко А. К., Пилипенко А. Т. Фотометрический анализ. Методы определения неметаллов.- М.: Химия, 1974.- 360 с
5. Айлер Р. Химия кремнезема: Пер. с англ.- М.: Мир, 1982.- Ч. 1.- 416 с.

6. Марченко З. Фотометрическое определение элементов.- М.: Мир, 1971.- 502 с.
7. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений.- М.; Л.: Химия, 1965.- 975 с
8. Okunev A. G., Shaurman S. A., Danilyuk A. F., Aristov Yu. I., Bergeret G., Renouprez A. Kinetics of the SiO₂ aerogel dissolution in aqueous NaOH solutions: experiment and model // J. Non-Crystalline Solids.- 1999.- V. 260.- P. 21-30.
9. Ning R. Y. Discussion of silica speciation, fouling, control and maximum reduction // Desalination.- 2002.- V. 151.- P. 67-73.
10. Tertykh V. A., Belyakova L. A., in: Adsorption on New and Modified Inorganic Sorbents, A. Dabrowski and V. A. Tertykh (Eds). - Amsterdam: Elsevier.- 1996.- P. 147-189.
11. Практическое руководство по анализу мономерных и полимерных кремнийорганических соединений / Под ред. А. П. Крешкова.- М.: Госхимиздат, 1962.- 544 с.

L. Bereza-Kindzerska, V. Yanishpolskii, V. Tertykh

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF SOLUBLE SILICA AND SOME SURFACE COMPOUNDS

Solubility of fumed silica (aerosil) has been studied at different pH of medium. Optimum conditions were determined for application of the spectrophotometric method based on reduction of the yellow V-silicomolybdic heteropolyacid with ascorbic acid. Spectrophotometric method of determination of [^]SiH-groups in soluble and surface compounds has been elaborated. The method includes reduction of ammonium molybdate solution with [^]SiH-groups and following measurement of an extinction of the blue silicomolybdic complex formed.