

СОВМЕСТНОЕ КИНЕТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФАТОВ И СИЛИКАТОВ В ВИДЕ ВАНАДОМОЛИБДЕНОВЫХ ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТ

Е.И. Данилина, Н.Г. Орлова

Скорости развития окраски окисленных форм ванадомolibденовых гетерополикислот кремния и фосфора различаются достаточно, чтобы вести определение их смеси кинетическим методом без разделения: при 0,0010–0,0035 М H_2SO_4 фосфат не мешает определению силиката; при 0,2–0,5 М H_2SO_4 – наоборот. Градуировочные графики линейны при 1,1–14,0 мкг/мл Р и 1,4–14,0 мкг/мл Si. Относительная погрешность определения составила соответственно 1 и 4 % при сходимости около 1 %. Найдены факторы селективности ряда катионов и анионов, содержащихся в питьевой воде. Метод был применен к кинетическому определению фосфатов и силикатов в водопроводной воде.

Ключевые слова: кинетический анализ, фотометрический анализ, анализ воды, фосфат, силикат, ванадомolibденовая гетерополикислота.

Введение

Фосфаты и силикаты широко используются в различных областях техники, сельского хозяйства и в быту, производство фосфор- и кремнийсодержащих материалов составляет важное звено в мировой химической промышленности. Ввиду вымывания из почв и антропогенного загрязнения, фосфаты и силикаты входят в состав грунтовых, поверхностных, сточных, промышленных и других вод. Грунтовые воды содержат обычно незначительное их количество. В поверхностные воды эти вещества попадают главным образом из почвы, из органической массы при ее разложении или из различных сточных вод. Синтетические моющие средства, один из наиболее распространенных источников загрязнения окружающей среды, часто содержат фосфаты и силикаты одновременно. Отсюда вытекает необходимость контролировать содержание фосфора и кремния во всех объектах окружающей среды. Предельно допустимые концентрации в питьевой воде для фосфора в высшей степени окисления составляют 3,5 мг/л, а для кремния – 10 мг/л. [1]

Определение малых количеств целого ряда элементов, склонных к образованию гетерополиметаллатов (фосфора, кремния, мышьяка, германия) имеет очень большое значение для многих производств, а также для различных геохимических, биохимических, агрохимических и других исследований. В связи с этим описано огромное количество методов определения, основанных главным образом на образовании гетерополикислот, где центральным атомом является один из указанных элементов, а координированными группами – полианионы молибдата. Среди них можно выделить две группы: а) методы, основанные на образовании желтых гетерополикислот при взаимодействии этих элементов с молибдатом в кислой среде; б) методы, основанные на образовании синих соединений (церулеокомплексов) при взаимодействии желтых гетерополикислот с восстановителями (KI, Sn(II), аскорбиновая кислота и др.). В общем, при выполнении анализа в наиболее простых условиях первая группа методов менее чувствительна, хотя результаты более надежны [2, 3]. Получая комплекс, содержащий, помимо молибдена, также ванадий ($\text{P}_2\text{O}_5 \cdot \text{V}_2\text{O}_5 \cdot 22\text{MoO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), можно увеличить чувствительность определения [4].

Фосфор и кремний, так же как германий и мышьяк, образуют чрезвычайно похожие по оптическим свойствам гетерополикислоты (и в желтой, и синей форме), в результате их трудно определять при совместном присутствии. Чтобы избежать взаимного мешающего влияния, приходится прибегать к разнообразным аналитическим приемам. Очевидный подход – применение тех или иных методов разделения. Так, предложен вариант вытеснительной ионообменной хроматогра-

фии, с проведением реакции образования желтых гетерополикислот после разделения анионов и их УФ-детектированием [5]. Однако этот метод требует соответствующего оборудования, да и времени на разделение. Обнаружены химические реакции, влияющие на избирательное образование гетерополикислот: лимонная кислота разрушает молибдофосфорную кислоту и молибдомышьяковую кислоту, но не молибдокремневую кислоту; добавление хлорной кислоты до введения молибдата аммония предотвращает образование молибдокремневой кислоты, а молибдофосфорная кислота и молибдомышьяковая кислота в этих условиях образуются [3]. Авторы [6] проводили анализ высоких количеств фосфата и силиката в сточных водах за счет одновременного определения ванадомолибдофосфата и молибдосиликата с использованием последовательного проточно-инжекционного анализа; устранение взаимного мешающего влияния достигнуто путем подбора кислотности и за счет сегментации образцов щавелевой кислотой.

Другой подход – определение с помощью кинетического метода анализа, по скорости образования гетерополикислот, поскольку их окраска развивается за различное время. Первоначально этот метод (в варианте фиксированного времени) был использован для совместного определения фосфат- и арсенат-ионов в виде восстановленных аскорбиновой кислотой молибденовых гетерополикислот, при двух длинах волн [7]. Совместное определение фосфата и силиката на основе различия скорости образования их гетерополикислот с молибденом в присутствии аскорбиновой кислоты было изучено в работе [8]. Определение вели методом добавок, выдерживая исследуемые пробы и пробы с добавками стандартных растворов с молибдатом аммония в серной кислоте определенной концентрации в течение 5 минут, затем дополнительно добавляли серную кислоту и вводили восстановитель – аскорбиновую кислоту; оптическую плотность измеряли при 810 нм, точно через 120 и 420 с.

Таким образом, существующие кинетические методы основываются на использовании церулеокомплексов. Поскольку интенсивная синяя окраска обусловлена присутствием в этих соединениях двух валентных форм молибдена Mo^{V} и Mo^{VI} , то и соотношение форм зависит от выбора восстановителя, от кислотности раствора и многих других условий. Синие гетерополикислоты, по-видимому, малорастворимы в воде и находятся в коллоидном состоянии. Это усиливает влияние электролитов и температуры на окраску раствора и требует очень точного соблюдения всех условий определения [3]. Можно предположить, что использование желтых форм гетерополикислот будет способствовать упрощению аналитического метода.

Целью дальнейшей работы стало изучение оптимальных условий образования и развития окраски ванадомолибденовых гетерополикислот фосфора и кремния, а также возможности их кинетического определения при совместном присутствии, нахождение метрологических характеристик и селективности метода.

Экспериментальная часть

Стандартный раствор фосфата калия с содержанием 1 мг/л фосфора готовили следующим образом: навеску 4,3900 г $\text{KН}_2\text{PО}_4$ (ч.д.а.) растворяли дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 мл.

Стандартный раствор силиката натрия с содержанием 0,2 мг/л кремния готовили следующим образом: навеску 2,0238 г Na_2SiO_3 (х.ч.) растворяли дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 мл.

Раствор серной кислоты 1:10 (1,74 М).

Раствор ванадата калия 0,25% готовили следующим образом: навеску 2,5 г KVO_3 растворяли в 500 мл горячей воды, после охлаждения к раствору добавляли 20 мл концентрированной азотной кислоты, разбавляли до 1000 мл дистиллированной водой.

Раствор молибдата аммония 9,4 % готовили следующим образом: навеску 100 г $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяли в 500 мл воды при 50 °С; раствор охлаждали, приливали к нему 100 мл концентрированной серной кислоты, вновь охлаждали и разбавляли до 1000 мл дистиллированной водой.

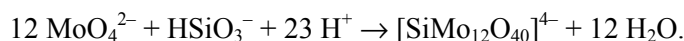
Рабочие растворы с меньшей концентрацией готовили соответствующим разбавлением дистиллированной водой в день употребления.

Методика проведения эксперимента состояла в следующем: в мерные колбы вместимостью 25 мл помещали рабочий раствор фосфора или кремния. Затем приливали выбранный объем серной кислоты (1:10), и по 2,5 мл ванадата калия и молибдата аммония. Растворы доводили до мет-

ки дистиллированной водой и перемешивали содержимое колбы. Измеряли оптическую плотность через каждые 20 с. Измерения проводили на КФК-2 в кювете с толщиной поглощающего слоя 3 см при длине волны 400 нм относительно дистиллированной воды. Холостой раствор готовили аналогично, но без добавления определяемых ионов. Строили кинетическую кривую и рассчитывали тангенс угла наклона прямолинейного участка кинетической кривой, используя метод наименьших квадратов. При необходимости контролировали pH растворов на pH-121.

Результаты и их обсуждение

В слабодиссоциированных растворах при добавлении молибдат-иона образуется желтая фосфорномолибденовая и кремнемолибденовая кислоты, представляющие собой неорганические хелаты:



Таким же путем образуются бесцветные вольфрамовые кислоты и желто-оранжевые ванадомолибденовые кислоты ($\text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{HVO}_3 \cdot 11\text{MoO}_3 \cdot m\text{H}_2\text{O}$ и $\text{H}_2\text{SiO}_3 \cdot \text{HVO}_3 \cdot 11\text{MoO}_3 \cdot m\text{H}_2\text{O}$).

Если говорить о выборе между молибденовым и ванадомолибденовым комплексами фосфора и кремния, то лучше, на наш взгляд, вторые: несколько выше эффективный молярный коэффициент погашения (так, для фосфорсодержащего комплекса $\epsilon_{400} = 2,0 \cdot 10^3$ и $2,5 \cdot 10^3$ соответственно) и, по нашим данным, сходимость экспериментальных результатов с ними также лучше.

Для развития окраски гетерополикислоты требуется определенное количество времени; типичные кинетические кривые для ванадомолибденовых комплексов фосфора и кремния и соответствующих «холостых» опытов приведены на рис. 1.

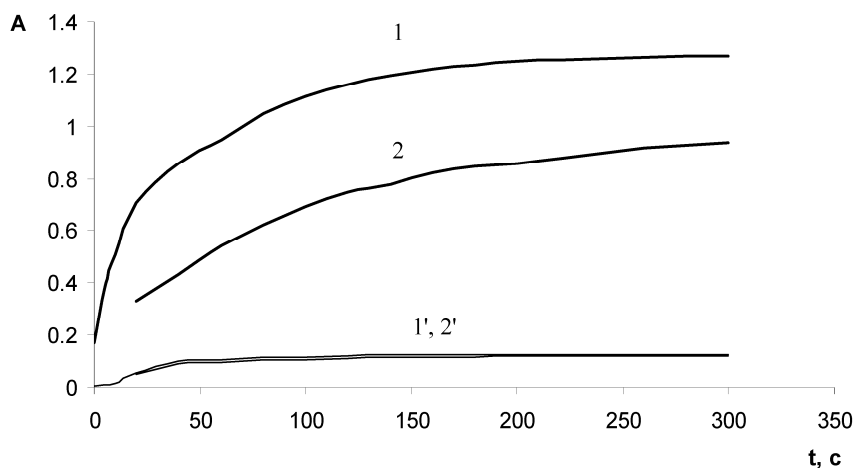


Рис. 1. Зависимость оптической плотности окисленных форм ванадомолибденовых гетерополикислот от времени развития окраски ($C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 0,35 \text{ M}$; $C_V = 0,002 \text{ M}$; $C_{\text{Mo}} = 0,008 \text{ M}$; $\lambda = 400 \text{ nm}$; $l = 3 \text{ cm}$): 1 – $C_P = 14 \text{ мкг/мл}$; 2 – $C_{\text{Si}} = 14 \text{ мкг/мл}$; 1', 2' – $C_P = 0$, $C_{\text{Si}} = 0$

Кинетические кривые имеют прямолинейные участки, по которым можно рассчитать угловые коэффициенты, для работы методом тангенсов. Характерно, что установление постоянства окраски «холостого» опыта (соединения ванадия с молибденом в отсутствие фосфора либо кремния) также требует некоторого времени, причем эффект значительно зависит от кислотности. По нашим данным, наиболее ярко он выражен в диапазоне кислотности 0,2–0,4 M H_2SO_4 , а при меньшей и большей концентрации кислоты кинетические кривые «холостого» опыта параллельны оси абсцисс.

С учетом выявленного фактора, в дальнейшем при исследовании влияния кислотности среды на образование ванадомолибденовых комплексов фосфора и кремния пользовались разностными значениями угловых коэффициентов, вычитая тангенс угла наклона прямолинейного участка кинетической кривой «холостого» опыта.

Зависимости угловых коэффициентов кинетических кривых от концентрации специально введенной в фотометрируемые растворы серной кислоты (без учета кислот, использованных в приготовлении растворов ванадата и молибдата) приведены на рис. 2.

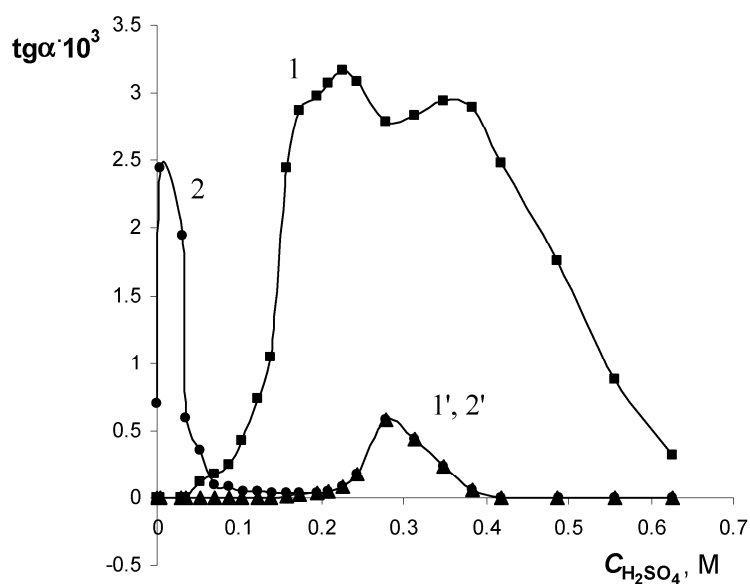


Рис. 2. Зависимость угловых коэффициентов кинетических кривых от концентрации введенной серной кислоты ($C_V = 0,002$ М; $C_{Mo} = 0,008$ М; $\lambda = 400$ нм; $l = 3$ см): 1 – $C_P = 8$ мкг/мл; 2 – $C_{Si} = 7,2$ мкг/мл; 1', 2' – $C_P = 0$, $C_{Si} = 0$

Таким образом, скорость образования ванадомolibденовый комплекса кремния в слабокислотной среде значительно выше; при значительной кислотности желтая гетерополикислота кремния, очевидно, не образуется (кинетические кривые повторяют кинетические кривые для «холодого» опыта). Оптимально доведение концентрации серной кислоты до 0,0010–0,0030 моль/л; это соответствует значению pH фотометрируемого раствора 1,0–1,1 (с учетом всех подкисленных реагентов). «Холодого» опыт при этих условиях не влияет на скорость реакции, а фосфорсодержащий комплекс образуется практически сразу до окончательной окраски, т. е. угловой коэффициент наклона второй кинетической кривой равен нулю.

Однако в более кислой среде фосфорованадомolibденовая гетерополикислота образуется медленнее, и для этого комплекса также можно подобрать интервал, в котором тангенс угла наклона начального участка кинетической кривой максимален, а «холодого» опыта – равен нулю. Собственно, пиков даже два: около 0,2 моль/л и порядка 0,4 моль/л добавленной серной кислоты. Впрочем, можно анализировать фосфор и при добавлении серной кислоты до концентрации 0,20–0,40 моль/л, только при этом следует учитывать скорость развития окраски «холодого» опыта. Присутствие кремния в любом варианте не мешает определению.

Таким образом, хотя в системе образуются одинаково окрашенные желто-оранжевые продукты, скорость их образования при определенных условиях радикально различается, и можно вести анализ кремний- и фосфорсодержащих растворов при их совместном присутствии без предварительного разделения, а также не прибегая к восстановлению в церулеокомплексы.

При установленных оптимальных условиях определения каждого из элементов построили градуировочные графики по угловым коэффициентам кинетических кривых. Градуировочный график для фосфорованадомolibденовой гетерополикислоты линейен в интервале концентрации фосфора 1,1–14,0 мкг/мл, а для кремневанадомolibденовой аналогичная зависимость линейна при концентрации кремния в растворе 1,4–14,0 мкг/мл.

Уравнения линейной регрессии, обработанные методом наименьших квадратов с одинаковыми заданными параметрами ($P = 0,95$; $n = 7$), составили соответственно:

$$1) \text{ для фосфора: } Y = (1,9 \pm 0,5) + (2,1 \pm 0,2) \cdot 10^{-2} X;$$

$$2) \text{ для кремния: } Y = (0,5 \pm 0,1) + (1,14 \pm 0,07) \cdot 10^{-2} X.$$

Используя разную кислотность среды, провели анализ раствора, содержащего одновременно фосфор и кремний в эквимольных количествах. В единицах массы общее содержание фосфора в растворе 200 мкг, а кремния – 180 мкг. Из приготовленной смеси отбирали аликвотные части по 4,0 мл; для определения фосфора к смеси приливали 7,0 мл серной кислоты (1:10), а для определения кремния – 0,05 мл серной кислоты (1:10). В дальнейшем поступали по описанной методи-

ке. Найденное содержание фосфора в растворе (202 ± 10) мкг, а кремния – (173 ± 6) мкг. Таким образом, при сходимости порядка 1 % относительная погрешность определения для фосфора составила 1 %, а для кремния – 4 %. Результаты приведены в табл. 1.

Таблица 1

Оценка метрологических характеристик определения фосфора и кремния ($P = 0,95$)

$tg\alpha \cdot 10^3$	X_i	\bar{X}	S	$S_r \cdot 10^2$	$(\Delta X/X)100\%$	$\delta, \%$
Введенное количество фосфора – 200 мкг						
6,27; 6,13; 6,02 5,53; 5,99; 6,06	215; 205; 202; 185; 200; 203	202	94,4	9,72	1,01	1
Введенное количество кремния – 180 мкг						
2,00; 2,00; 2,25; 2,13; 2,13; 2,25	165; 165; 175; 170; 170; 175	173	29,2	5,40	0,96	4

Ввиду того, что в образовании гетерополикислот может быть задействован широкий круг элементов, определение фосфора и кремния нельзя назвать селективным. Кроме того, возможны проявления побочных химических реакций; так, кремний склонен к образованию фторсиликатов, и очевидно, что фториды должны влиять на главную реакцию, лежащую в основе определения. Нас прежде всего интересовало мешающее влияние ионов, содержащихся в питьевой воде, в концентрациях на уровне ПДК этих элементов.

Для экспериментального определения фактора селективности вводили в анализируемую смесь фосфора и кремния водорастворимые соли тех или иных элементов в различных количествах, далее следовали описанной методике эксперимента. Считали не мешающим такое отношение массы введенного элемента к исследуемому, при котором тангенсы угла наклона начального участка кинетической кривой отличались от исходного (в отсутствие посторонних элементов) на $\pm 10\%$. Факторы селективности ионов, при которых они не мешали определению фосфора и кремния, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Факторы селективности ряда ионов по отношению к фосфору и кремнию
($C_V = 0,002$ М; $C_{Mo} = 0,008$ М; $\lambda = 400$ нм; $l = 3$ см)

Ион	ПДК, мг/л [1]	$C_{ион} : C_P$	$C_{ион} / \text{ПДК}$	$C_{ион} : C_{Si}$	$C_{ион} / \text{ПДК}$
		$C_P = 14$ мкг/мл; $C_{H_2SO_4} = 0,487$ М		$C_{Si} = 14$ мкг/мл; $C_{H_2SO_4} = 0,0035$ М	
Al^{3+}	0,5	6 : 1	0,17	12:1	0,34
BO_3^{3-}	0,5	65 : 1	1,8	48:1	1,3
Cu^{2+}	1,0	6 : 1	0,09	7:1	0,10
F^-	1,5	16 : 1	0,15	14:1	0,13
Fe^{3+}	0,3	3 : 1	0,13	2:1	0,09
Mn^{2+}	0,1	23 : 1	3,2	20:1	2,8
NH_4^+	2,5	45 : 1	0,25	46:1	0,26
Ni^{2+}	0,1	12 : 1	1,7	10:1	1,4
Pb^{2+}	0,03	8 : 1	3,7	3:1	1,5
Zn^{2+}	5,0	12 : 1	0,03	12:1	0,03

Концентрации ионов в растворе сопоставляли с нормативами их содержания (в виде предельно допустимой концентрации, ПДК) в питьевой воде. При содержании меньшем, чем ПДК, определению мешают ионы ряда тяжелых металлов, такие как Fe^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} . Из неметаллов мешает прежде всего фторид-ион, который замедляет скорость образования гетерополикислот и фосфора, и кремния. У иона аммония NH_4^+ фактор селективности по отношению к определяемым ионам довольно высок, более 40, но его содержание в питьевой воде может оказаться куда больше.

Используя метод добавок для контроля правильности определения, нашли содержание фосфора и кремния в окисленной форме (фосфата и силиката) в водопроводной воде. В ряд мерных колб вместимостью 25 мл помещали по 4,0 мл пробы исследуемой воды и вводили 0; 1,0; 3,0 и 5,0 мл рабочих растворов, содержащих 50 мкг/мл фосфора либо кремния; подкисляли в соответ-

ствии с найденными оптимальными условиями селективного определения: при определении фосфора в воде вводили в мерные колбы по 7,0 мл H_2SO_4 (1:10), а при нахождении содержания кремния в воде 0,05 мл того же раствора H_2SO_4 . Далее поступали по описанной методике. Результаты измерения угловых коэффициентов кинетических кривых приведены на рис. 3.

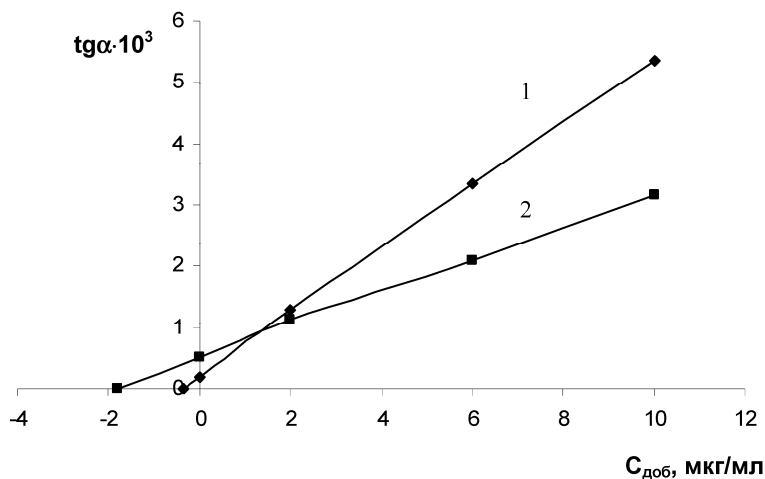


Рис. 3. Графическое определение содержания фосфора и кремния в водопроводной воде методом добавок ($C_V = 0,002$ М; $C_{Mo} = 0,008$ М; $\lambda = 400$ нм; $l = 3$ см): 1 – $C_{H_2SO_4} = 0,487$ М, m (доб. P) = 0; 50; 150; 250 мкг; 2 – $C_{H_2SO_4} = 0,0035$ М, m (доб. Si) = 0; 50; 150; 250 мкг

Найденное из пяти параллельных определений содержание фосфора в исследуемой пробе составило $(8,8 \pm 1,4)$ мкг, а кремния – (45 ± 7) мкг, что с учетом аликвотирования соответствует концентрации фосфора в водопроводной воде, равной $(2,2 \pm 0,3)$ мг/л, а кремния (11 ± 2) мг/л, т. е. находится на уровне ПДК. Соотношение не является эквимольным (близко к 1 : 6,4), однако взаимного мешающего влияния определяемых элементов на скорость развития окраски растворов со стандартными добавками не отмечено; таким образом, и при этом соотношении можно вести совместное определение фосфора и кремния с достаточной точностью.

Заключение

Хотя оптические свойства $H_3PO_4 \cdot HVO_3 \cdot 11MoO_3 \cdot mH_2O$ и $H_2SiO_3 \cdot HVO_3 \cdot 11MoO_3 \cdot mH_2O$ практически идентичны, тем не менее возможно вести определение фосфора и кремния при их совместном присутствии, измеряя скорость развития окраски гетерополикислот. Ранее предлагались методы анализа, основанные на восстановлении части молибденовых атомов в составе гетерополикислот в церулеокомплексы и регистрации кинетических кривых этих процессов. Поскольку синие гетерополикислоты находятся в коллоидном состоянии, определение требует очень точного соблюдения всех условий определения, иначе неприемлемо ухудшается точность. Мы предложили упрощенный аналитический метод кинетического анализа, основанный на использовании окисленных (желтых) форм гетерополикислот.

При малой кислотности среды (выбранная концентрация H_2SO_4 0,0035 М) ванадомолибденовая гетерополикислота кремния образуется сравнительно медленно, что позволяет зарегистрировать изменение угловых коэффициентов кинетических кривых, в то время как аналогичное соединение фосфора, достигнув предельной окраски практически мгновенно, не мешает определению. При концентрации H_2SO_4 выше 0,2 М (выбранное значение 0,485 М), напротив, наблюдается регистрируемое изменение окраски ванадомолибденовой гетерополикислоты фосфора, а тангенс угла наклона кинетической кривой кремниевой гетерополикислоты равен нулю. Это позволяет анализировать растворы фосфатов и силикатов без предварительного разделения. При эквимольном содержании относительная погрешность определения для фосфора составила 1 %, а для кремния – 4 %, в то время как сходимость была порядка 1 % ($P = 0,95$; $n = 6$). Предел обнаружения кремния тоже несколько выше, но в целом градуировочные графики линейны примерно в одном интервале концентраций: 1,1–14,0 мкг/мл фосфора и 1,4–14,0 мкг/мл кремния. Кроме того, были найдены факторы селективности ряда катионов и анионов, обычно содержащихся в

питьевой воде, потенциально способных выступить в роли мешающих ионов при образовании гетерополикислот. Метод был применен к кинетическому определению фосфатов и силикатов в водопроводной воде.

Литература

1. Беспамятнов, Г.П. Предельно допустимые концентрации химических веществ в окружающей среде: справ. / Г.П. Беспамятнов, Ю.А. Кротов. – Л.: Химия, 1985. – 528 с.
2. Поп, М.С. Гетерополи- и изополиоксометаллаты / М.С. Поп. – Новосибирск: Наука, 1990. – 232 с.
3. Определения кремния, фосфора, мышьяка и германия в виде гетерополикислот / Д.Б. Дубовник, Т.И. Тихомирова, А.И. Иванов и др. // Журн. аналит. химии. – 2003. – Т. 58, № 9. – С. 902–920.
4. Марченко, З. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе / З. Марченко, М. Бальцежак. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2007. – 711 с.
5. Selective and Simultaneous Determination of Phosphate and Silicate Ions in Leaching Process Waters for Ceramics Glaze Raw Materials of Natural Origin by Ion-Exclusion Chromatography Coupled with UV-detection after Postcolumn Derivatization / Mikaru Ikedo, Masanobu Mori, Kazumasa Kurachi et al. // Analytical Sciences. – 2006. – Vol. 22, no. 1. – P. 117–121.
6. Mas-Torres, F. Simultaneous Determination of Phosphate and Silicate in Waste Water by Sequential Injection Analysis / F. Mas-Torres, V. Cerda // Analyst. – 1997. – Vol. 122, no. 10. – P. 1033–1038.
7. Simultaneous Determination of Arsenate and Phosphate by Use of the Kinetic Wavelength Pair Method / M. López Carreto, D. Sicilia, S. Rubio y D. Pérez Bendito // Analytica Chimica Acta. – 1993. – Vol. 283, no. 1. – P. 481–488.
8. Nekoei, Mehdi. Simultaneous Kinetic Determination of Phosphate and Silicate by Spectrophotometric H-Point Standard Addition Method / Mehdi Nekoei, Majid Mohammadhosseini, Kobra Zarei // Journal of the Chinese Chemical Society. – 2008. – Vol. 55, no. 2. – P. 362–368.

Поступила в редакцию 15 июля 2011 г.

SIMULTANEOUS KINETIC DETERMINATION OF PHOSPHATES AND SILICATES IN THE FORM OF VANADOMOLIBDOHETEROPOLY ACIDS

The rates of colour development for oxidized forms of vanadomolybdoheteropoly acids of silicon and phosphorus are different enough to determine them in mixtures by the kinetic method without separation: at 0.0010–0.0035 M H₂SO₄ phosphate does not interfere with determination of silicate; at 0.2–0.5 M H₂SO₄ it is the other way round. Calibration curves are linear in the intervals: (1.1–14.0) µg/mL P and (1.4–14.0) µg/mL Si. Relative errors are found to be 1 % and 4 % respectively, at 1 % repeatability. Selectivity factors are determined for a number of cations and anions common in drinking water. The method has been applied for kinetic analysis of phosphates and silicates in tap water.

Keywords: kinetic analysis, photometric analysis, water analysis, phosphate, silicate, vanadomolybdoheteropoly acid.

Danilina Elena Ivanovna – PhD (Chemistry), Associate Professor, Analytical Chemistry Subdepartment, South Ural State University, 76, Lenin avenue, Chelyabinsk, 454080.

Данилина Елена Ивановна – кандидат химических наук, доцент, кафедра «Аналитическая химия», Южно-Уральский государственный университет, 454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, 76.
E-mail: deicu@mail.ru

Orlova Natalia Gennadievna – Undergraduate of Chemical Department, Chelyabinsk State University, 129, Br. Kachirinych, Chelyabinsk, 454021.

Орлова Наталья Геннадьевна – студент химического факультета, ГОУ ВПО «Челябинский государственный университет», 454021, г. Челябинск, ул. Бр. Кашириных, 129.