

УДК 543.275.1: 547.421: 547.565.2

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СОЛЬВАТОХРОМНЫХ СВОЙСТВ ХЛОРАНИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

Т.А. Бланк¹, Л.П. Экспериандова¹, Т.Н. Лемешко²

¹НТК «Институт монокристаллов» Национальной академии наук Украины, просп. Ленина, 60, г. Харьков, Украина, 61001
toma@isc.kharkov.com

²Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина, площадь Свободы, 4, г. Харьков, Украина, 61006

Поступила в редакцию 26 декабря 2011 г.

Разработана простая, точная и безопасная методика определения влажности этиленгликоля, основанная на измерении спектральных характеристик его растворов с хлораниловой кислотой. Показано, что использование в качестве аналитического сигнала величины светопоглощения при фиксированной длине волны (540 нм) позволяет с достаточной точностью проводить определение влажности этиленгликоля в интервале 1.31-133 мг/мл. При определении в этиленгликоле малых концентраций воды (1.31-20 мг/мл) в качестве аналитического сигнала целесообразно использовать положение максимума светопоглощения, что значительно увеличивает точность определения воды. Систематические погрешности методики незначимы.

Ключевые слова: акваметрия, спектрофотометрия, хлораниловая кислота, этиленгликоль, положение максимума светопоглощения

Бланк Тамара Аврамовна – к.х.н., младший научный сотрудник отдела аналитической химии функциональных материалов и объектов окружающей среды Государственного научного учреждения «НТК «Институт монокристаллов» НАН Украины (ГНУ НТК ИМК).

Область научных интересов – акваметрия функциональных материалов и объектов окружающей среды, титриметрический метод определения воды по К.Фишеру, спектрофотометрия, диэлектрометрия.

Автор свыше 40 научных публикаций.

Экспериандова Людмила Петровна – с.н.с., к.х.н., с.н.с. отдела аналитической химии функциональных материалов и объектов окружающей среды ГНУ НТК ИМК.

Область научных интересов – спектрофотометрия, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, акваметрия, тест-анализ, элементный органический анализ, кристаллизационное концентрирование, пробоподготовка.

Автор свыше 150 публикаций.

Лемешко Татьяна Николаевна – студентка 4-го курса Харьковского национально-го университета им. В.Н.Каразина.

Введение

Этиленгликоль является одним из наиболее востребованных полупродуктов мировой органической химии, уступая по объему производства лишь немногим соединениям. Применение этиленгликоля в производстве синтетических волокон, смол, взрывчатых веществ, растворителей, низкотемпературных гидравлических жидкостей обуславливает необходимость нормирования, а, следовательно, и контроля его влажности, что отражено в соответствующих нормативных документах [1]. В свою очередь, этиленгликоль, будучи сильным

гидрофильным растворителем, находит применение в качестве удачного экстрагента воды из твердых веществ перед ее определением. Обычно влажность этиленгликоля определяют титриметрически по методу К. Фишера, требующему дорогостоящих высокотоксичных реагентов. При этом вследствие высокой вязкости этиленгликоля, которая почти в 20 раз превышает вязкость воды, скорость реакции между реактивом К. Фишера и водой, содержащейся в анализируемом образце, снижается, что соответственно вынуждает уменьшать скорость подачи титранта и, в результате, удлиняет анализ. По-

пытка ускорить титрование приводят к появлению значимых систематических погрешностей в получаемых результатах за счет введения избытка титранта, что может служить препятствием для использования автоматизированных анализаторов с нерегулируемой скоростью подачи титранта или титраторов с функцией One Click Titration (титрование одним нажатием клавиши) при отсутствии специальной программы титрования вязких образцов. Поэтому разработка простой, надежной и экспрессной методики определения влажности этиленгликоля с использованием малотоксичных реактивов представляется достаточно актуальной.

При разработке альтернативных методик определения влажности органических растворителей может быть использовано явление сольватохромии, заключающееся в изменении спектра поглощения красителя при изменении сольватирующей способности растворителя [2, 3]. Смещение полосы поглощения сольватохромного красителя может служить мерой полярности растворителя, а, следовательно, и концентрации такого полярного компонента, как вода, в менее полярном растворителе. Ранее [4] авторами была разработана спектрофотометрическая методика определения влажности одноосновных спиртов при помощи хлораниловой кислоты, базирующаяся на измерении положения максимума $\lambda_{\max}(C)$ полосы поглощения хлораниловой кислоты, где C – концентрация воды.

Целью настоящего исследования была разработка спектрофотометрической методики определения влажности этиленгликоля с использованием сольватохромных свойств хлораниловой кислоты и оценка ее метрологических характеристик.

Экспериментальная часть

Метанол (х.ч., «Merck» – Darmstadt) обезвоживали кипячением в присутствии металлического кальция («Merck» – Darmstadt) в колбе с обратным холодильником, защищенной от атмосферной влаги, с последующей перегонкой из той же колбы. Отбирали фракцию с температурами кипения 64.6–64.7 °С. Этиленгликоль (х.ч., «Merck» – Darmstadt) использовали без дополнительной осушки. Рабочий раствор реактива К. Фишера с титром 2.0–3.0 мг/мл получали смешением растворов сернистого ангидрида в пиридине и йода в метаноле (в соотношении 1:2.17 по объёму) из стандартного комплекта фирмы РИАП (Украина). Реактивы, входящие в состав этих растворов, имели квалификацию ч.д.а. Рабочий раствор хлораниловой кислоты (квалификация «for syntheses», «Merck» – Darmstadt) с концентраций 11.94 мг/мл готовили путем растворения навески реактива в осушенном метаноле. Концентрацию воды в этом растворе

учитывали как при построении градуировочных графиков, так и при выполнении анализов. Приготовление рабочего раствора реактива К. Фишера и раствора метиленового синего («for microscopy» – Riedel-de Haën, USA или ч.д.а.), использующегося в качестве фонового красителя, выполняли в соответствии с ранее описанной процедурой, причём титрование растворителей с визуальной индикацией конечной точки проводили в установке, обеспечивающей защиту реактива и пробы от атмосферной влаги [5]. Установку титра реактива К. Фишера проводили путем титрования ультрачистой воды, которую точно отмеряли по объему при помощи калиброванного микрошприца. Титр реактива К.Фишера (мг/мл) рассчитывали по формуле:

$$T = \frac{V_{\text{воды}} \cdot \rho \cdot 1000}{V_{\text{р.ф.}}},$$

где $V_{\text{воды}}$ – объем (мл) введенной воды, ρ – плотность (г/см³) воды при температуре проведения опыта, $V_{\text{р.ф.}}$ – объем (мл) реактива К. Фишера, израсходованный на титрование воды.

Растворы этиленгликоля с заданной влажностью готовили путём введения точно отмеренных объёмов воды, причём при расчетах учитывалась исходная влажность этиленгликоля. При проверке правильности по методу добавок в этиленгликоль с заранее определенной влажностью вводили точно взвешенные на аналитических весах навески воды. Растворы фотометрировали на спектрофотометре СФ-2000-02 (ЗАО ОКБ «Спектр», С.-Петербург – Россия). Измерения λ_{\max} (нм) выполняли, используя программу, включённую в пакет программ спектрофотометра, в режиме «Регистрация спектров поглощения». При построении градуировочных графиков в качестве раствора сравнения использовался этиленгликоль. Раствор хлораниловой кислоты в ультрачистой воде фотометрировали на спектрофотометре Lambda 35 (Perkin Elmer). Статистическую обработку результатов измерений выполняли согласно рекомендациям [6-11] при доверительной вероятности 0.95 с односторонней (\bar{P}) или двусторонней (P) постановкой задачи. При этом использовали следующие обозначения: n – число параллельных в данном опыте (при анализе данного образца); s и s_r – выборочное абсолютное и относительное стандартные отклонения единичного результата; $s(\bar{C})$ – оценка среднего квадратического отклонения результата измерения; f – число степеней свободы; $\bar{C} \pm \Delta C$ – результат определения концентрации воды в данном образце. Значимость различия между действительным значением величины и выборочным средним проверяли по t -критерию (схема «введено-найдено»). Для сравнения средних двух выборок использовали t -критерий [6], если выборочные дисперсии

Таблица 1

Проверка правильности результатов титриметрического определения воды в этиленгликоле по методу добавок (титр реактива К. Фишера – 2.52 мг/мл, $n = 6$)

№ серии опытов	Введено воды, мг/мл (\bar{x}_i)	Найдено воды, мг/мл (\bar{y}_i)	s	$\bar{y}_i - \bar{y}_0$	Сравнение введенных и найденных концентраций по t -критерию $\frac{(\bar{y}_i - \bar{y}_0) - \bar{x}_i \sqrt{n}}{s} < t(P, f)$
0	-	1.31 ± 0.05	0.05	-	-
1	5.15	6.49 ± 0.09	0.08	5.2 ± 0.1	0.89 < 2.57 = $t(P = 0.95, f = 5)$
2	11.72	13.1 ± 0.1	0.1	11.8 ± 0.2	1.35 < 2.57 = $t(P = 0.95, f = 5)$
3	41.12	42.3 ± 0.3	0.3	41.0 ± 0.4	0.99 < 2.57 = $t(P = 0.95, f = 5)$

Таблица 2

Проверка правильности результатов титриметрического определения воды в этиленгликоле при титровании разных объемов этиленгликоля V (титр реактива К. Фишера – 2.50 мг/мл, $n = 6$)

№ опыта	V , мл	Найдено воды, мг/мл	s	Сравнение средних по t -критерию
1.1	1	7.01 ± 0.09	0.09	0.99 < 2.23 = $t(P = 0.95, f_{\Sigma} = 10)$
1.2	2	7.06 ± 0.09	0.08	
2.1	1	3.15 ± 0.06	0.06	1.02 < 2.23 = $t(P = 0.95, f_{\Sigma} = 10)$
2.2	3	3.11 ± 0.07	0.07	
3.1	1	2.00 ± 0.06	0.05	1.44 < 2.23 = $t(P = 0.95, f_{\Sigma} = 10)$
3.2	4	1.96 ± 0.05	0.05	

по F -критерию различались незначимо, или q -критерий (Дункана) в случае значимого различия указанных дисперсий. Последний обычно применяют для попарного сравнения нескольких средних, расположенных в порядке их убывания, однако уровень значимости быстро снижается с увеличением числа сравниваемых средних и является максимальным в случае сравнения двух средних [6]. Границы неисключенной систематической погрешности Θ результата измерения оценивали расчетным методом в соответствии с рекомендациями [8-11].

Результаты и их обсуждение

Поскольку спектрофотометрический метод определения влажности, как и подавляющее большинство других методов акваметрии, является косвенным [12], для его градуировки в качестве арбитражного был использован единственно возможный в данном случае метод титрования по К.Фишеру. Скорость подачи реактива К.Фишера была отрегулирована таким образом, чтобы каждая следующая капля титранта подавалась в систему только после полного растворения предыдущей. Это исключало введение избыточного количества реактива К.Фишера и появление систематических погрешностей в результатах анализа из-за низ-

кой скорости реакции взаимодействия реактива К.Фишера и воды, находящейся в образце.

Из данных табл. 1 можно видеть, что по t -критерию найденное содержание воды, за вычетом воды, содержащейся в этиленгликоле без добавок ($\bar{y}_i - \bar{y}_0$), незначимо отличается от введенного в образец содержания воды (\bar{x}_i). Следовательно, при использовании титриметрической методики систематические погрешности незначимы. Показано, что результаты анализа этиленгликоля по методу К. Фишера не зависят от объема образца, взятого для титрования (табл. 2), что также подтверждает отсутствие значимых систематических погрешностей в результатах титриметрического определения воды в образцах этиленгликоля. Из табл. 3 видно, что неисключенными систематическими погрешностями по сравнению со случайными можно пренебречь и за границу погрешности резуль-

Таблица 3

Оценка значимости расчетной неисключенной систематической погрешности титриметрического определения воды в этиленгликоле ($n = 6$)

C , мг/мл	Θ	$s(\tilde{C})$	$K = \frac{\Theta}{s(\tilde{C})}$
133 ± 1	0.12	0.38	0.32 < 0.80
1.31 ± 0.05	1.3·10 ⁻³	1.9·10 ⁻²	0.07 < 0.80

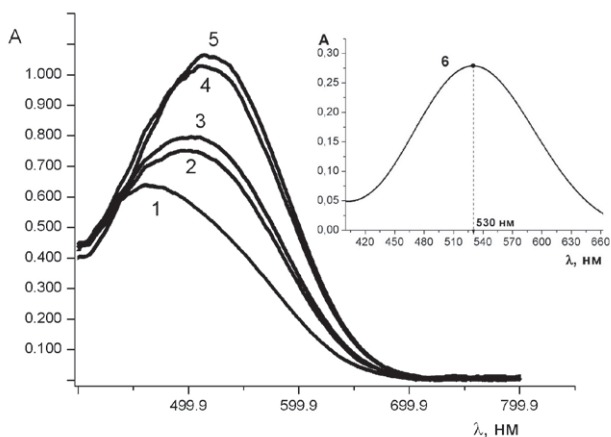


Рис. 1. Спектры поглощения растворов хлораниловой кислоты в этиленгликоле, содержащем различные количества воды (мг/мл): 1 – 1.44; 2 – 3.27; 3 – 16.46; 4 – 29.14 и 5 – 38.28 (длина кюветы – 1 см); 6 – спектр поглощения раствора хлораниловой кислоты в ультрачистой воде (длина кюветы – 0.02 см)

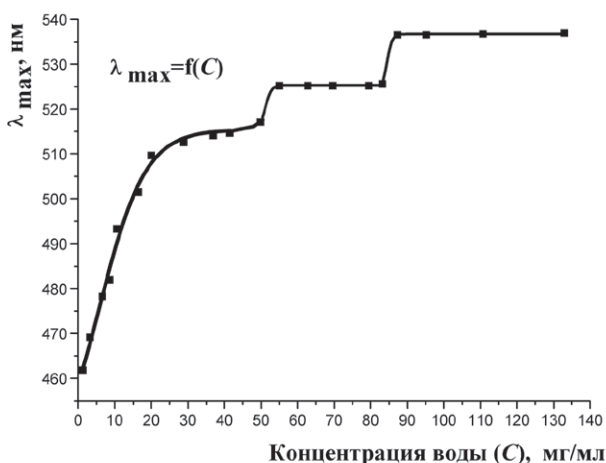


Рис. 2. Градуировочный график для определения влажности этиленгликоля по положению максимума светопоглощения (λ_{max}) растворенной в нем хлораниловой кислоты

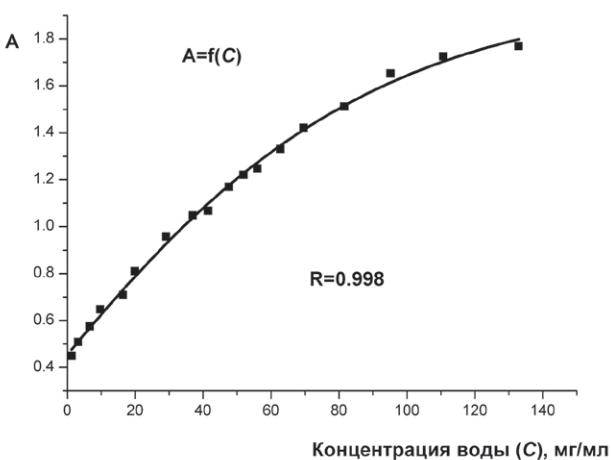


Рис. 3. Концентрационная зависимость оптической плотности растворов хлораниловой кислоты в этиленгликоле при $\lambda = 540$ нм

тата определения воды по методу К. Фишера принять доверительные границы случайной погрешности результата измерения.

Установлено, что эффект сольватохромии хлораниловой кислоты, пригодный для использования в аналитических целях, наблюдается и в ее растворах в этиленгликоле (рис. 1).

Показано, что концентрационная зависимость положения максимума светопоглощения $\lambda_{max}(C)$ растворов хлораниловой кислоты в этиленгликоле, в отличие от подобных зависимостей для метанола, этанола и изопропанола, имеет ступенчатый вид (рис. 2). Очевидно, это связано с особенностями образования сольватоккомплексов в системе двухосновный спирт – двухосновная кислота – вода.

Понятно, что для использования в аналитических целях пригодна лишь восходящая ветвь первой ступени графика, находящаяся ниже точки перегиба, которая удовлетворительно описывается уравнением

$$\lambda_{max} = 455 + 4.4C - 0.11C^2 + 9.5 \cdot 10^{-4} C^3, \quad (1)$$

где C – концентрация воды в этиленгликоле, мг/мл.

Свободный член уравнения (1) соответствует значению λ_{max} хлораниловой кислоты (нм) в безводном этиленгликоле.

В работах [13–15] для определения влажности органических растворителей использовалась зависимость оптической плотности растворов хлораниловой кислоты от концентрации воды при постоянной длине волны – $A(C)$.

Для измерения оптической плотности растворов хлораниловой кислоты, содержащих различные количества воды, была выбрана величина длины волны 540 нм, поскольку она достаточно близко находится от максимума светопоглощения хлораниловой кислоты в воде (рис. 1), что обуславливает высокую чувствительность измерений, и при этом расположена на

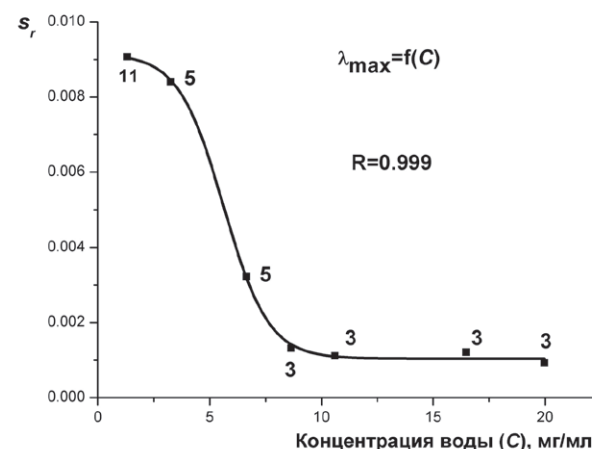


Рис. 4. Оценка s_r для методики определения влажности этиленгликоля с использованием зависимости $\lambda_{max}(C)$. Цифры рядом с экспериментальными точками указывают число степеней свободы

участке спектра, где уже не наблюдается соль-ватохромный сдвиг, что снижает погрешность измерения из-за неточно установленной длины волны на спектрофотометре.

Нами показано, что при $\lambda = 540$ нм концентрационная зависимость оптической плотности растворов хлораниловой кислоты в этиленгликоле (рис. 3) удовлетворительно описывается уравнением

$$A = 0.45 + 0.018C - 6 \cdot 10^{-5}C^2, \quad (2)$$

где A – оптическая плотность раствора.

Установлено, что концентрационные зависимости s_r , полученные из данных аналитического архива, для методик определения воды в этиленгликоле с использованием в качестве аналитического сигнала положения максимума светопоглощения растворов хлораниловой кислоты (рис. 4) и оптической плотности при постоянной длине волны (рис. 5), удовлетворительно описываются уравнениями (3) и (4), соответственно:

$$s_r = 0.001 + \frac{0.0081}{1 + e^{C-5.6}} \quad (3)$$

и

$$s_r = 0.11e^{-C} + 0.024e^{\frac{-C}{70}} - 0.004. \quad (4)$$

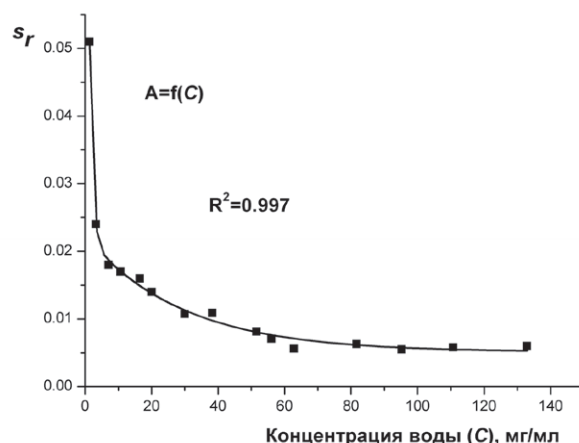


Рис. 5. Оценка s_r для методики определения влажности этиленгликоля с использованием зависимости $A(C)$

Правильность результатов анализа этиленгликоля с помощью разработанной спектрофотометрической методики подтверждает сопоставление этих результатов с данными титрования по методу К. Фишера (табл. 4), показывающее, что при использовании предложенной методики систематические погрешности незначимы. Из табл. 5 видно, что при спектрофотометрическом определении воды в этиленгликоле

Таблица 4

Сравнение результатов определения воды в этиленгликоле титрованием по К. Фишеру и спектрофотометрическим методом с использованием зависимостей $\lambda_{max}(X)$ и $A(C)$, число опытов $n = 5$

№ образца	Найдено (мг/мл)			s		Сравнение средних по t-критерию (Стьюдента) или q-критерию (Дункана) $q = \frac{ \bar{x}_k - \bar{x}_l }{s_2} \cdot \sqrt{\frac{2n_k n_l}{n_k + n_l}}$	
	титрование по К.Фишеру	спектрофотометрия с использованием зависимости		титрование по К.Фишеру	спектрофотометрия		
		A(C)	$\lambda_{max}(C)$		A(C)		$\lambda_{max}(C)$
1	5.08 ± 0.09	5.0 ± 0.1	5.05 ± 0.04	0.07	0.1	0.03	1.44 < 2.31 t(P=0.95, f _Σ =8) 0.84 < 2.31 t(P=0.95, f _Σ =8)
2	11.8 ± 0.2	12.0 ± 0.2	11.82 ± 0.02	0.1	0.2	0.01	1.88 < 2.31 t(P=0.95, f _Σ =8) 3.78 < 3.93 q(P=0.95, p _k =2, f ₂ =4)
3	18.7 ± 0.2	18.6 ± 0.3	18.67 ± 0.03	0.2	0.3	0.02	0.73 < 2.31 t(P=0.95, f _Σ =8) 3.27 < 3.93 q(P=0.95, p _k =2, f ₂ =4)
4	111 ± 1	111.9 ± 0.7	-	0.8	0.6	-	2.05 < 2.31 t(P=0.95, f _Σ =8)

№ образца	Сравнение дисперсий по F- критерию	
	Титрование по К.Фишеру – СФ A(C)	Титрование по К.Фишеру – СФ $\lambda_{max}(C)$
1	1.87 < 6.39 = F ($\bar{P}=0.95$; $f_1 = f_2 = 4$)	5.27 < 6.39 = F ($\bar{P}=0.95$; $f_1 = f_2 = 4$)
2	2.35 < 6.39 = F ($\bar{P}=0.95$; $f_1 = f_2 = 4$)	121 > 6.39 = F ($\bar{P}=0.95$; $f_1 = f_2 = 4$)
3	2.51 < 6.39 = F ($\bar{P}=0.95$; $f_1 = f_2 = 4$)	64 > 6.39 = F ($\bar{P}=0.95$; $f_1 = f_2 = 4$);
4	1.74 < 6.39 = F ($\bar{P}=0.95$; $f_1 = 4, f_2 = 4$)	-

Таблица 5

Оценка значимости расчетной неисключенной систематической погрешности (Θ) спектрофотометрического определения воды в этиленгликоле ($n=4$)

Зависимость	$C_{\text{воды}}$ мг/мл	Θ	$s(\tilde{C})$	$K = \frac{\Theta}{s(\tilde{C})}$
$\lambda_{\text{max}}(C)$	20	$7.9 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$0.79 < 0.8$
	1.31	$5.7 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$0.09 < 0.8$
$A(C)$	133	0.22	0.4	$0.55 < 0.8$
	1.31	$8.7 \cdot 10^{-3}$	$3.4 \cdot 10^{-2}$	$0.26 < 0.8$

с использованием различных аналитических сигналов неисключенными систематическими погрешностями по сравнению со случайными можно пренебречь и за границу погрешности результата определения принять доверительные границы случайной погрешности результата измерения.

Из рис. 4 и 5 видно, что для всего исследованного интервала концентраций воды в этиленгликоле при использовании разных аналитических сигналов значение относительного стандартного отклонения существенно ниже максимально допустимой для количественного анализа чистых веществ случайной погрешности 0.3. Поэтому для оценки пределов определения разработанных методик мы воспользовались рекомендациями Guide to Quality in Analytical Chemistry, составленного СІТАС и EURACHEM [16], в соответствии с которыми за предел определения в таких случаях принимают минимальную или максимальную концентрацию соответствующей примеси на градуировочном графике. Таким образом, для разработанных методик с использованием зависимости $A(C)$ и $\lambda_{\text{max}}(C)$ нижняя граница определяемых концентраций воды совпадает с установленным при титриметрическом анализе наименьшим содержанием воды в исследованных образцах этиленгликоля и составляет (1.31 ± 0.05) мг/мл. По данным титриметрии наибольшее содержание воды в исследованных образцах этиленгликоля составляло (133 ± 1) мг/мл, что принимаем за верхнюю границу определяемых концентраций воды с использованием зависимости $A(C)$. При этом низкие значения s_f позволяют с высокой степенью надежности анализировать растворы этиленгликоля с указанной влажностью. Верхнюю границу определяемых концентраций методики с использованием зависимости $\lambda_{\text{max}}(C)$ находили как максимальную концентрацию, при которой величина λ_{max} линейно увеличивается с ростом C на восходящей ветке первой ступени графика (рис. 2). Этому требованию отвечает концентрация воды 20.0 ± 0.2 мг/мл.

Следует отметить, что использование зависимости $\lambda_{\text{max}}(C)$ в качестве аналитического сигнала значительно увеличивает точность определения воды в этиленгликоле по сравнению с результатами, полученными при использовании зависимости $A(C)$: от 2.9 до 10 раз для содержаний воды 3.3 и 20.0 мг/мл соответственно (рис. 4 и 5).

Выводы

Предлагаемая спектрофотометрическая методика позволяет с достаточной точностью проводить определение влажности этиленгликоля в интервале 1.31-133 мг/мл при использовании в качестве аналитического сигнала величины светопоглощения при фиксированной длине волны (540 нм). Показано, что при определении в этиленгликоле малых концентраций воды (1.31-20 мг/мл) в качестве аналитического сигнала целесообразно использовать положение максимума светопоглощения, что значительно увеличивает точность определения. Систематические погрешности методики незначимы.

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ 19710-83. Этиленгликоль. Технические условия. М., 2006. 10 с.
- Ничуговский Г. Ф. Определение влажности химических веществ. Л.: Химия, 1977. 200 с.
- Сольватохромия: Проблемы и методы / Н. Г. Бахшиев и [др.]. Л.: ЛГУ, 1989. 318 с.
- Бланк Т.А., Экспериандова Л.П., Острась К.С. Аналитическое применение сольватохромии хлораниловой кислоты в водно-спиртовых растворах // Вопросы химии и хим. технол. 2006. № 6. С. 9-12.
- Бланк Т. А., Экспериандова Л. П., Острась К. С. Некоторые аспекты определения воды по методу К.Фишера // Ж. аналит. химии. 2007. Т. 62, № 2. С. 213-219.
- Дёрффель К. Статистика в аналитической химии: Пер. с нем. М.: Мир, 1994. 267 с.
- Еще раз о пределах определения и обнаружения / Л.П.Экспериандова и [др.] // Ж. аналит. химии. 2010. Т. 65, № 3. С. 223-228.
- ГОСТ Р 8.563-96. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. М., 2007. 20 с.
- Грановский В.А., Сирая Т.Н. Методы обработки экспериментальных данных при измерениях. Л.: Энергоатомиздат, 1990. 288 с.
- Иванников Д.А., Фомичев Е.Н. Основы метрологии и организации метрологического контроля. Нижний Новгород: Нижегородский государственный технический университет, 2001. [Электронный ресурс]: <http://www.ntu.sci-nnov.ru/RUS/fakyl/VECH/metod/metrology/title.htm>.

11. Комарь Н.П. Теория ошибок в аналитической химии. Харьков: Харьковский государственный университет им. А.М.Горького, 1963. 166 с.
12. Бланк Т. А., Экспериандова Л. П. Развитие современных методов акваметрии химических веществ // Вестн. Харьк. нац. ун-та. Сер. Химия. 2008. Вып. 16(39), № 820. С. 27-38.
13. Митчелл Дж., Смит Д. Акваметрия: Пер. с англ. М.: Химия, 1980. 600 с.
14. Gui-zhi Li, Young-ming Liu. Spectrophotometric method of water determination in organic solvents // Spectrosc. and Spectral Anal. 2004. V. 24, № 1. P. 122-124.
15. Xue Jing Liu. Spectrophotometric determination of microquantity of water // Anal. Chem. 2002. V. 30, № 5. P. 583-585.
16. Guide to Quality in Analytical Chemistry. An Aid to Accreditation / prep. jointly by CITAC and Eurachem. s.l. : s.n., 2002. 57 p.

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF MOISTURE CONTENT IN ETHYLENE GLYCOL USING SOLVATECHROMIUM PROPERTIES OF CHLORANILIC ACID

T.A. Blank¹, L.P. Eksperiandova¹, T.N. Lemishko²

¹*State Scientific Institution "Institute for Single Crystals", of NAS of Ukraine
Lenin 60, Ave., Kharkov 61001, Ukraine
toma@isc.kharkov.com*

²*V.N. Karazin Kharkov National University
Svobody Sq. 4, 61022, Kharkiv, Ukraine*

Developed is a simple, precise and safe procedure of the determination of the content of moisture in ethylene glycol, based on the measurement of the spectral characteristics of its solutions with chloranilic acid. It is shown that the use of the value of light absorption at 540 nm wavelength as an analytical signal makes it possible to determine the content of moisture in ethylene glycol within 1.31 - 133 mg/ml interval to a sufficient accuracy. The analytical signal to be chosen for the determination of low concentrations of water (1.31-20 mg/ml) in ethylene glycol is the position of the light absorption maximum which considerably increases the accuracy of the determination of water. Systematic errors of the procedure are insignificant.

Keywords: determination of water, spectrophotometry, chloranilic acid, ethylene glycol, the position of light absorption maximum