

# Nitratanalyse von Wasser mithilfe einer faseroptischen Tauchsonde

ermöglicht schnelle Messungen im Labor oder Außeneinsatz



## Autoren

Jeffrey Comerford, Ph.D  
Agilent Technologies, Inc.

## Einleitung

Umweltlabore analysieren jedes Jahr Tausende von Wasserproben, um das Konzentrationsniveau von Schwermetallen und anderen Ionen wie Nitraten, Phosphaten und Fluoriden zu bestimmen. Zur Steigerung des Probendurchsatzes und der Effizienz kann Faseroptik zur Messung der Extinktion der Probe eingesetzt werden. Dies ermöglicht die Analyse vor Ort oder im Labor – das ist attraktiver als eine herkömmliche Küvette. In dieser Veröffentlichung werden die Ergebnisse von Messungen des Nitratgehalts in Wasser mithilfe der Quarz-Tauchsonde auf einem Cary 50 UV-Vis-Spektralphotometer vorgestellt und diskutiert. Dieses Experiment kann auch auf einem Cary 60 UV-Vis durchgeführt werden, dem Nachfolgemodell des Cary 50.

## Experimentelles

### Ausstattung

- Cary 50\* UV-Vis-Spektralphotometer
- Lichtleiterkoppler für Tauchsonde
- Faseroptik-Tauchsonde aus Quarz
- Cary WinUV Software

### Reagenzien

- Kaliumnitrat (z. A.)
- 37 % m/v Salzsäure (z. A.)
- Chloroform (z. A.)
- Wasser – destilliert und deionisiert

### Methode

Das experimentelle Verfahren wurde den Standardmethoden zur Untersuchung von Wasser und Abwasser entnommen (1) und ist auch in einer Veröffentlichung von Agilent beschrieben (2). Kurz gesagt wurden Standardlösungen im Konzentrationsbereich von 0 bis 7 mg NO<sub>3</sub> N/l vorbereitet und die Extinktion bei 220 und 275 nm gemessen. Die Messung bei zwei Wellenlängen ermöglicht die Korrektur der Interferenz durch gelöste organische Materialien, indem die Differenz zwischen den beiden Extinktionsmessungen berechnet wird (Gleichung 1).

$$\text{Ext}(220 \text{ nm}) - 2 \times \text{Ext}(275 \text{ nm}) \quad \text{Gleichung 1}$$

Als Softwareapplikation wurde Cary WinUV Concentration verwendet, die das Ergebnis der Gleichung  $\text{Ext}(220 \text{ nm}) - 2 \times \text{Ext}(275 \text{ nm})$  dynamisch als Funktion evaluiert. Zur Datenerfassung wurden die folgenden Geräteeinstellungen verwendet.

### Geräteeinstellungen

Parameter	Einstellung
Benutzerergebnis	= Messwert(220) - 2*Messwert(275)
Ordinatenmodus	Ext
Mittelungszeit (s)	1,0000
Replikate	3
Durchschnitt Standard/Probe	AUS
Gewichts- und Volumenkorrektur	AUS
Anpassungstyp	Quadratisch
Min. R <sup>2</sup>	0,95000
Konzentrationseinheiten	mg/l

## Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 1 zeigt die mit der Faseroptik-Tauchsonde aus Quarz erzielte Kalibrierungskurve. Die Y-Achse, Ext, ist das Ergebnis von Gleichung 1 und die X-Achse ist die Konzentration der Nitrat-Standards in mg/l.

Eine quadratische Funktion, Gleichung 2, wurde an 6 Standards angepasst und ergab einen Korrelationskoeffizienten von 0,99931. Die Rohextinktionsdaten und Statistik für die Kalibrierungsstandards sind in Tabelle 1 aufgeführt.

$$\text{Ext} = -0,00017 \text{ Konz.}^2 + 0,23364 \text{ Konz} + 0,01705 \quad \text{Gleichung 2}$$

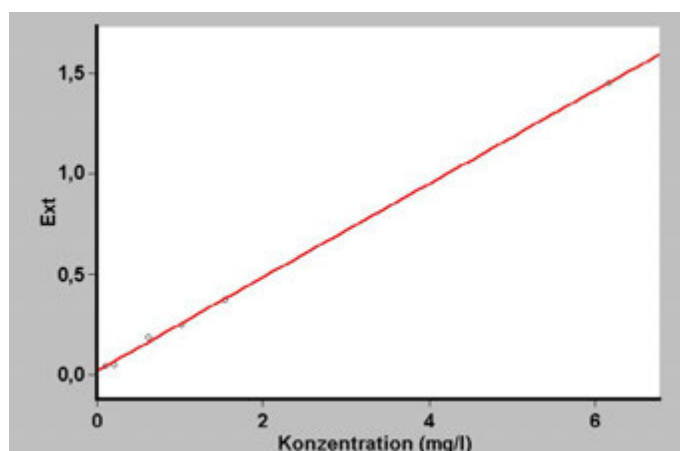


Abbildung 1. Kalibrierungskurve mit quadratischer Anpassung.

Tabelle 1. Daten der Nitrat-Standards für die Kalibrierungskurve

Std.	Konz. (mg/l)	Mittlere Ext.	SD	% RSD	Rohdaten Ext.
Std 1	0,103	0,0443	0,0036	8,03	0,0472 0,0404 0,0454
Std 2	0,205	0,0488	0,0002	0,37	0,0488 0,0490 0,0487
Std 3	0,616	0,1856	0,0011	0,57	0,1856 0,1846 0,1867
Std 4	1,027	0,2467	0,0030	1,22	0,2475 0,2492 0,2434
Std 5	1,541	0,3748	0,0006	0,17	0,3741 0,3750 0,3753
Std 6	6,162	1,4506	0,0011	0,07	1,4503 1,4496 1,4517

Zwei Proben mit Leitungswasser aus verschiedenen Quellen (A und B) wurden wie in Referenz 1 beschrieben vorbereitet. Es wurde die Extinktion gemessen und die Nitratkonzentration aus der Kalibrierungskurve bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 aufgeführt.

**Tabelle 2.** Rohdaten und Statistik von Wasserproben

Probe	Konz. (mg/l)	Mittlere Ext.	SD	% RSD	Rohdaten Ext.
A	0,145	0,0510	0,0009	1,78	0,0520 0,0504 0,0506
B	0,709	0,1825	0,0025	1,36	0,1797 0,1838 0,1841

Die in Tabelle 1 und 2 gezeigten drei Replikate für jeden Standard und jede Probe sind innerhalb der Geräteunsicherheit reproduzierbar. Dies zeigt die hohe Präzision, die sich bei Verwendung der Faseroptik auf dem Cary 50 UV-Vis erzielen lässt. Die Verschleppung von Lösung zwischen Proben war vernachlässigbar, wenn ungefähr 5 Sekunden lang nur mit destilliertem Wasser gespült wurde.

Die für die Messung von 24 Lösungen aus 6 Standards und zwei Proben mit jeweils 3 Replikaten benötigte Zeit betrug ungefähr 5 Minuten. Die Zeit enthält auch das Spülen der Sonde mit deionisiertem Wasser zwischen den Messungen und das Abtrocknen mit einem Tuch. Die Messungen mit der Tauchsonde sind signifikant schneller und leichter durchzuführen als bei Verwendung einer herkömmlichen Küvette.

## Schlussfolgerung

Die Faseroptik-Tauchsonde aus Quarz auf dem Cary 50 oder Cary 60 UV-Vis ist hochpräzise und misst den Nitratgehalt im Wasser effizient. Für die Messung von 24 Lösungen wird weniger Zeit als mit Küvetten benötigt, weshalb die Technik eine attraktive Alternative für analytische Routinemessungen darstellt.

## Referenz

1. D. Eaton, L. S. Clesceri and A. E. Greenberg, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 19th Edition, American Public Health Association, Washington, **1995**, p4-85.
2. P. A. Liberatore, Automated nitrate analysis of water, Agilent publication [UV59](#)

[www.agilent.com/chem/cary60](http://www.agilent.com/chem/cary60)

DE44320.8023263889

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Gedruckt in den USA, 20. Juli 2021  
5990-7932DEE