

Analyse de la présence de nitrates dans l'eau à l'aide d'une sonde d'introduction directe à fibre optique

Permet d'effectuer des mesures rapides, en laboratoire ou en extérieur sur le terrain



Auteur

Jeffrey Comerford. Ph.D
Agilent Technologies, Inc.

Introduction

Les laboratoires d'analyses environnementales testent des milliers d'échantillons d'eau par an pour déterminer les niveaux de concentration en métaux lourds et autres ions, tels que les nitrates, phosphates et fluorures. L'utilisation de fibres optiques pour mesurer l'absorbance d'un échantillon permet d'augmenter la cadence et l'efficacité des analyses. Elle permet notamment d'effectuer des analyses en laboratoire et sur le terrain, point plus pratique qu'avec une cuvette traditionnelle. Ce document présente et analyse les résultats obtenus après l'analyse de la teneur en nitrates dans des échantillons d'eau à l'aide de la sonde d'introduction directe en quartz et du spectrophotomètre UV-Visible Cary 50. Ces mesures peuvent également être effectuées avec le spectrophotomètre UV-Visible Cary 60, qui est la nouvelle version du Cary 50.

Configuration expérimentale

Équipement

- Spectrophotomètre UV-Visible Cary 50*
- Coupleur de sonde d'introduction directe à fibre optique
- Sonde d'introduction directe à fibre optique en quartz
- Logiciel Cary WinUV

Réactifs

- Nitrate de potassium (AR, certifié pour analyse)
- Acide chlorhydrique 37% m/v (AR, certifié pour analyse)
- Chloroforme (AR, certifié pour analyse)
- Eau – distillée et déionisée

Méthode

Le protocole expérimental est issu de l'article « Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater » (1) et est également décrit dans une publication Agilent (2). En résumé, une gamme de solutions étalons de concentrations en NO₃ comprises entre 0 et 7 mg-N/l a été préparée, et leurs absorbances respectives ont été mesurées à 220 et 275 nm. La réalisation de mesures à deux longueurs d'onde différentes permet de corriger les interférences liées à la présence de matière organique dissoute, en calculant la différence entre les deux valeurs d'absorbance obtenues (Équation 1).

$$\text{Abs}(220 \text{ nm}) - 2 \times \text{Abs}(275 \text{ nm}) \quad \text{Équation 1}$$

Le calcul a été effectué en utilisant le logiciel Cary WinUV de calcul de concentration, qui réalise un calcul dynamique de la valeur $\text{Abs}(220) - 2 \times \text{Abs}(275)$ en fonction de la concentration. Les paramétrages de l'instrument suivants ont été utilisés pour la collecte des données.

Paramétrages de l'instrument

Paramètre	Valeur
Résultat utilisateur	= Lecture(220)-2*Lecture(275)
Axe des ordonnées	Abs
Temps moyen (s)	1,0000
Nombre de mesures par échantillon	3
Moyenne étalon/échantillon	Non utilisée
Correction masse et volume	Non utilisée
Ajustement statistique	Quadratique
R ² min.	0,95000
Unités de concentration	mg/l

Résultats et discussion

La Figure 1 montre la courbe d'étalonnage obtenue avec une sonde d'introduction directe en quartz à fibre optique. L'axe Y (absorbance) est constitué des résultats de l'Équation 1, tandis que l'axe X représente la concentration en étalon de nitrate exprimée en mg/l.

Une fonction quadratique, Équation 2, a été appliquée aux 6 étalons, résultant en un coefficient de corrélation de 0,99931. Les valeurs d'absorbance brute et les valeurs statistiques relatives aux différents mélanges étalons sont présentées Tableau 1.

$$\text{Abs} = -0,00017 \text{conc}^2 + 0,23364 \text{conc} + 0,01705 \quad \text{Équation 2}$$

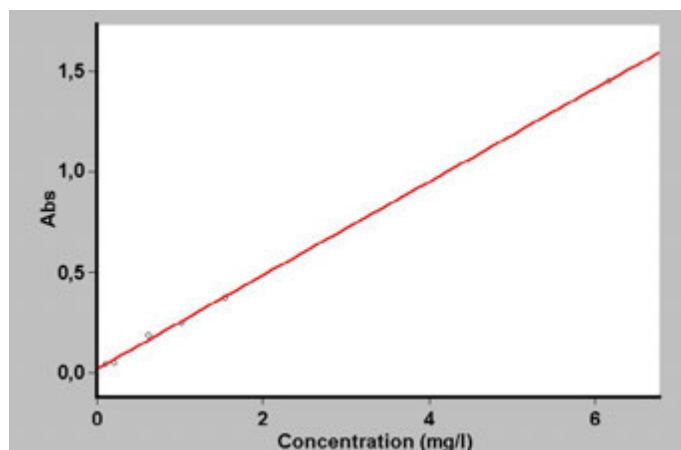


Figure 1. Courbe d'étalonnage après ajustement quadratique.

Tableau 1. Données relatives aux étalons de nitrates pour la courbe d'étalonnage.

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

Deux échantillons d'eau du robinet, A et B, issus de deux sources différentes, ont été préparés selon le protocole décrit en référence 1. L'absorbance a été mesurée et la concentration en nitrates de l'échantillon a été déterminée à partir de la courbe d'étalonnage. Les résultats sont présentés dans le Tableau 2.

Tableau 2. Données brutes et données statistiques relatives aux échantillons d'eau.

Échant.	Conc. (mg/l)	Abs. moyenne	SD	RSD (en %)	Abs. brute
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

Les valeurs obtenues pour les mesures en triple exemplaire de chaque étalon et échantillon, présentées Tableau 1 et Tableau 2, sont reproductibles et incluses dans la plage d'incertitude de l'appareil : la haute précision de mesure d'une sonde à fibre optique a ainsi été démontrée sur le spectrophotomètre UV-Visible Cary 50. L'effet mémoire de la solution entre les échantillons était négligeable après lavage, exclusivement à l'eau distillée, pendant environ 5 secondes.

Le temps de mesure total des 24 solutions des 6 étalons et des deux échantillons, chacun en triple exemplaire, était d'environ 5 minutes. Cette durée inclut le lavage de la sonde à l'eau déionisée et son séchage avec un chiffon entre chaque mesure. Les mesures réalisées avec la sonde d'introduction directe sont significativement plus rapides et faciles à effectuer qu'avec une cuvette traditionnelle.

Conclusion

La sonde d'introduction directe en quartz à fibre optique utilisée avec le spectrophotomètre UV-Visible Cary 50 ou Cary 60 permet d'effectuer des mesures extrêmement précises et efficaces de la concentration de nitrates présents dans des échantillons d'eau. La durée de mesure des 24 solutions est plus rapide qu'avec une cuvette, cette méthode représente donc une technique alternative intéressante pour les mesures de routine.

Références bibliographiques

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**, p. 4-85.
2. P. A. Liberatore, Automated nitrate analysis of water, Agilent publication [UV59](#)

www.agilent.com/chem/cary60

DE44320.8023263889

Ces informations peuvent être soumises à des modifications sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Imprimé aux États-Unis, le 20 juillet 2021
5990-7932FR