

# Analisi di nitrati in acqua mediante una sonda DIP in fibra ottica

Permette misurazioni rapide in laboratorio o sul campo



## **Autori**

Jeffrey Comerford. Ph.D  
Agilent Technologies, Inc.

## **Introduzione**

I laboratori ambientali analizzano ogni anno migliaia di campioni d'acqua per determinare i livelli di concentrazione di metalli pesanti e altri ioni, come nitrati, fosfati e fluoruri. Per incrementare il numero di campioni analizzati e l'efficienza, è possibile utilizzare le fibre ottiche per misurare l'assorbanza del campione. Ciò consente di effettuare analisi direttamente nel campione, il che è più semplice rispetto all'impiego della convenzionale cuvetta. Questo articolo presenta e discute i risultati ottenuti dalla misurazione del contenuto di nitrati in acqua utilizzando la sonda a introduzione diretta (DIP) in quarzo con lo spettrofotometro UV-Vis Cary 50. Questo esperimento può anche essere eseguito con il sistema UV-Vis Cary 60, che ha sostituito il modello Cary 50.

## Condizioni sperimentali

### Apparecchiature

- Spettrofotometro UV-Vis Cary 50\*
- Accoppiatore a fibra ottica per sonda DIP
- Sonda DIP in fibra ottica al quarzo
- Software Cary WinUV

### Reagenti

- Nitrato di potassio (reagente analitico)
- 37% m/v di acido cloridrico (reagente analitico)
- Cloroformio (reagente analitico)
- Acqua, distillata e deionizzata

### Metodo

La procedura sperimentale è stata presa da Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (1) ed è descritta anche in una pubblicazione Agilent (2). In breve, soluzioni standard sono state preparate nell'intervallo di concentrazione tra 0 e 7 mg di NO<sub>3</sub> N/L e l'assorbanza è stata misurata a 220 e 275 nm. La misurazione a due lunghezze d'onda consente la correzione dell'interferenza dovuta al materiale organico disciolto mediante il calcolo della differenza tra le due letture di assorbanza (Equazione 1).

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

L'applicazione utilizzata è il software Cary WinUV Concentration, che valuta dinamicamente il risultato di  $\text{Abs}(220) - 2 \times \text{Abs}(275)$  in funzione della concentrazione. Per la raccolta dei dati sono state utilizzate le seguenti impostazioni dello strumento.

### Impostazioni dello strumento

Parametro	Impostazione
Risultato utente	= Read(220)-2*Read(275)
Modalità ordinata	Abs
Tempo medio (sec)	1,0000
Cicli	3
Calcolo media standard/campione	OFF
Correzioni per peso e volume	OFF
Tipo di fit	Quadratica
Min R <sup>2</sup>	0,95000
Unità di concentrazione	mg/L

## Risultati e discussione

La Figura 1 mostra la curva di calibrazione ottenuta utilizzando la sonda DIP in fibra ottica al quarzo. L'asse Y, Abs (assorbanza), è il risultato dell'Equazione 1, mentre l'asse X è la concentrazione degli standard di nitrato in mg/L.

È stato eseguito il fit con una funzione quadratica, Equazione 2, di 6 standard, ottenendo un coefficiente di correlazione di 0,99931. I dati di assorbanza grezzi e le statistiche per gli standard di calibrazione sono riportati nella Tabella 1.

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

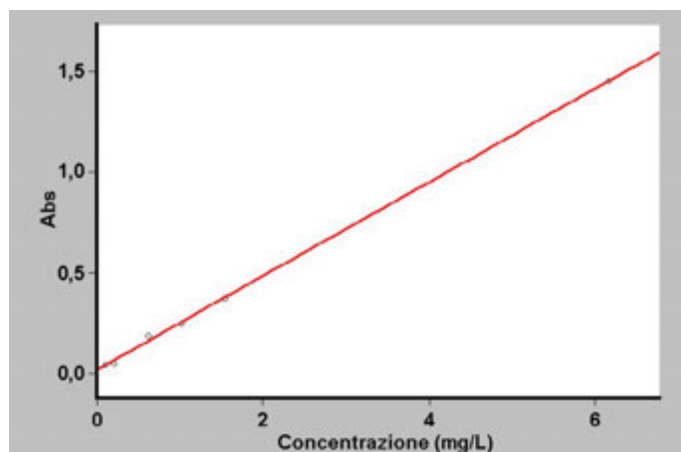


Figura 1. Curva di calibrazione con fit quadratico.

Tabella 1. Dati degli standard di nitrato per la curva di calibrazione

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

Due campioni di acqua di rubinetto provenienti da fonti differenti, A e B, sono stati preparati come descritto nel documento 1 della bibliografia. L'assorbanza è stata misurata e la concentrazione di nitrato è stata determinata dalla curva di calibrazione. I risultati sono riportati nella Tabella 2.

**Tabella 2.** Dati grezzi e statistiche per i campioni d'acqua

Campio- ne	Conc (mg/L)	Abs. media	SD	RSD %	Abs grezza
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

I tre replicati per ciascuno standard e ciascun campione, mostrati nella Tabella 1 e nella Tabella 2, sono riproducibili entro le incertezze dello strumento, il che dimostra l'alta precisione che è possibile ottenere utilizzando le fibre ottiche con il sistema UV-Vis Cary 50. Vi è stato un effetto memoria tra le soluzioni trascurabile dopo un lavaggio con sola acqua distillata per circa 5 secondi.

Il tempo impiegato per misurare 24 soluzioni di 6 standard e due campioni, ognuno con 3 replicati, è stato approssimativamente di 5 minuti. Tale tempo include il lavaggio della sonda con acqua deionizzata tra letture successive e l'asciugatura con un fazzoletto di carta. Le misurazioni con sonda DIP sono notevolmente più veloci e più semplici rispetto all'uso di una convenzionale cuvetta.

## Conclusioni

La sonda DIP in fibra ottica al quarzo sul sistema UV-Vis Cary 50 o Cary 60 è altamente precisa ed efficiente per misurare il contenuto di nitrati in acqua. Il tempo impiegato per la misurazione di 24 soluzioni è minore che utilizzando una cuvetta, il che rende la tecnica una valida alternativa per misurazioni analitiche di routine.

## Bibliografia

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

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Stampato negli Stati Uniti, 20 luglio 2021  
5990-7932ITE