

Análise de nitrato em água usando uma sonda de inserção direta de fibra óptica

Permite medições rápidas no laboratório ou em campo



Autores

Jeffrey Comerford, Ph.D
Agilent Technologies, Inc.

Introdução

Os laboratórios ambientais analisam milhares de amostras de água por ano para determinar os níveis de concentração de metais pesados e outros íons, como nitratos, fosfatos e fluoretos. Para aumentar a produtividade das amostras e a eficiência, podem ser usadas fibras ópticas para medir a absorbância da amostra. Isso permite a análise no local ou fora dele, o que é mais vantajoso do que uma cubeta convencional. Este artigo apresenta e discute os resultados obtidos na medição do teor de nitrato na água usando a sonda de inserção direta de quartzo no espectrofotômetro UV-Vis Cary 50. Este experimento também pode ser realizado no UV-Vis Cary 60, que substituiu o Cary 50.

Parte Experimental

Equipamento

- Espectrofotômetro UV-Vis Cary 50*
- Acoplador da sonda de inserção direta de fibra óptica
- Sonda de inserção direta de fibra óptica de quartzo
- Software Cary WinUV

Reagentes

- Nitrato de potássio (P.A.)
- 37% m/v de ácido clorídrico (P.A.)
- Clorofórmio (P.A.)
- Água – destilada e deionizada

Método

O procedimento experimental foi obtido a partir de métodos padrão para a análise das águas e das águas residuais (1) e é também descrito em uma publicação da Agilent (2). Em resumo, as soluções padrão foram preparadas na faixa de concentração de 0–7 mg NO₃ N/L e a absorbância medida a 220 e 275 nm. A medição em dois comprimentos de onda permite a correção da interferência devido à matéria orgânica dissolvida, calculando a diferença entre as duas leituras de absorbância (Equação 1).

$$\text{Abs. (220 nm)} - 2x \text{ Abs. (275 nm)}$$

Equação 1

O aplicativo utilizado foi o software Cary WinUV Concentration que avalia o resultado de Abs. (220) - 2x Abs. (275) de forma dinâmica em função da concentração. Para a coleta de dados foram usadas as seguintes configurações do instrumento.

Configurações do instrumento

Parâmetro	Configuração
Resultado do usuário	= leitura (220) - 2*leitura (275)
Modo Ordenado	Abs.
Tempo médio (s)	1,0000
Replicatas	3
Padrão/média da amostra	OFF (desligado)
Correções de peso e volume	OFF (desligado)
Tipo de ajuste	Quadrático
Min. R ²	0,95000
Unidades de concentração	mg/L

Resultados e discussão

A Figura 1 mostra a curva de calibração obtida usando a sonda de inserção direta de fibra óptica de quartzo. O eixo Y, da absorbância, é o resultado da equação 1, e o eixo X é a concentração dos padrões de nitrato em mg/L.

Uma função quadrática, equação 2, foi ajustada a 6 padrões dando um coeficiente de correlação de 0,99931. Os dados brutos de absorbância e estatísticas para os padrões de calibração são apresentados na Tabela 1.

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

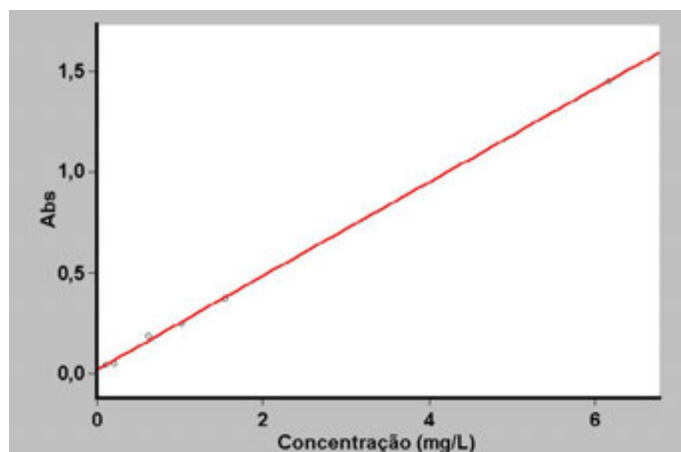


Figura 1. Curva de calibração com ajuste quadrático.

Tabela 1. Dados de padrões analíticos de nitrato para a curva de calibração

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

Duas amostras de água corrente de origens diferentes, A e B, foram preparadas conforme descrito na referência 1. A absorvância foi medida e a concentração de nitrato determinada a partir da curva de calibração. Os resultados são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Dados brutos e estatísticas de amostras de água

Amostra	Conc. (mg/L)	Abs. média	SD	% de RSD	Abs. bruta
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

As três replicatas para cada padrão e amostra, apresentadas nas Tabelas 1 e 2, são reproduzíveis dentro da incerteza instrumental, demonstrando a alta precisão possível usando fibra óptica no UV-Vis Cary 50. Houve contaminação cruzada insignificante entre as amostras após a lavagem apenas com água destilada por aproximadamente 5 segundos.

O tempo necessário para medir 24 soluções de 6 padrões e 2 amostras, cada uma com 3 replicatas, foi de aproximadamente 5 minutos. Este tempo incluiu a limpeza da sonda com água deionizada entre as leituras e a secagem com um lenço de papel. As medições com a sonda de inserção direta são significativamente mais rápidas e fáceis do que o uso de uma cubeta convencional.

Conclusão

A sonda de inserção direta de fibra óptica de quartzo no UV-Vis Cary 50 ou Cary 60 é altamente precisa e eficiente para medir o teor de nitrato na água. O tempo necessário para medir 24 soluções é mais rápido do que usando uma cubeta, tornando a técnica uma alternativa vantajosa para medições analíticas de rotina.

Referência

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, publicação [UV59](#) da Agilent

www.agilent.com/chem/cary60

DE44320.8023263889

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Impresso nos EUA, 20 de julho de 2021
5990-7932PTBR