

Определение нитратов в воде с помощью оптоволоконного погружного зонда

Быстрое измерение как в лаборатории, так и вне ее



Авторы

Джеффри Комерфорд
(Jeffrey Comerford). Ph.D
Agilent Technologies, Inc.

Введение

Лаборатории экологического контроля анализируют тысячи проб воды в год, определяя уровни концентрации тяжелых металлов и других ионов, таких как нитраты, фосфаты и фториды. Чтобы увеличить пропускную способность и эффективность таких анализов для измерения поглощения проб можно применять оптоволоконно. Это намного удобней, чем в традиционной кювете, и позволяет проводить анализ как в лаборатории, так и вне ее. В данной работе представлены результаты, полученные в ходе измерения содержания нитратов в воде с помощью кварцевого погружного зонда спектрофотометра УФ-Вид Cary 50. Этот же анализ может быть проведен с помощью спектрофотометра Cary 60, который пришел на смену Cary 50.

Экспериментальная часть

Оборудование

- Спектрофотометр видимого и УФ-диапазона Cary 50*
- Оптоволоконный кабель погружного зонда
- Кварцевый оптоволоконный погружной зонд
- Пакет ПО Cary WinUV

Реактивы

- Нитрат калия (ч.д.а.)
- Соляная кислота 37 % масс./об. (ч.д.а.)
- Хлороформ (ч.д.а.)
- Вода, дистиллированная и деионизированная

Метод

Методика анализа была взята из книги «Стандартные методики анализа воды и сточных вод» (1). Эта же методика описана в публикации Agilent (2). Вкратце, для анализа готовились стандартные растворы с концентрацией от 0 до 7 мг NO₃ N/л, а поглощение измерялось на длинах волн 220 и 275 нм. Измерение на двух длинах волн позволяет учесть помехи от растворенных органических соединений. Для этого вычисляется разница между этими двумя показаниями (Уравнение 1).

$$\text{Abs}(220 \text{ нм}) - 2 \times \text{Abs}(275 \text{ нм}) \quad \text{Уравнение 1}$$

В этой методике мы использовали программу Cary WinUV Concentration, которая оценивает результат $\text{Abs}(220) - 2 \times \text{Abs}(275)$ как функции концентрации. Для сбора данных использовались следующие параметры прибора.

Параметры прибора

Параметр	Установленное значение
Пользовательский результат	= Read(220)-2*Read(275)
Режим ординаты	Abs
Время усреднения (с)	1,0000
Число повторных измерений	3
Усреднение стандарта и пробы	Выкл.
Поправка на массу и объем	Выкл.
Тип калибровочной кривой	Квадратичная
Мин. R ²	0,95000
Единицы измерения концентрации	мг/л

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 показана калибровочная кривая, полученная с помощью кварцевого оптоволоконного погружного зонда. По оси Y (оптической плотности) откладывалось значение, рассчитанное по Уравнению 1, а по оси X – концентрация стандартных растворов нитрата в мг/л.

Квадратичная функция (Уравнение 2) аппроксимировалась по шести стандартам с коэффициентом корреляции 0,99931. Исходные и статистические данные по поглощению для калибровочных стандартов приведены в табл. 1.

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

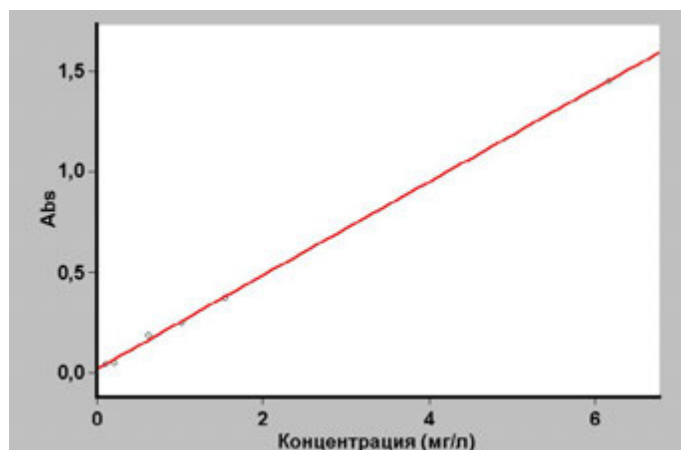


Рисунок 1. Квадратичная калибровочная кривая

Таблица 1. Данные стандартных растворов нитрата для построения калибровочной кривой.

№ стандарта	Концентрация (мг/мл)	Средняя оптическая плотность	CO	ОСО, %	Исходная оптич. плотность
Стандарт 1	0,103	0,0443	0,0036	8,03	0,0472
					0,0404
Стандарт 2	0,205	0,0488	0,0002	0,37	0,0488
					0,0490
Стандарт 3	0,616	0,1856	0,0011	0,57	0,1856
					0,1846
Стандарт 4	1,027	0,2467	0,0030	1,22	0,2475
					0,2492
Стандарт 5	1,541	0,3748	0,0006	0,17	0,3741
					0,3750
Стандарт 6	6,162	1,4506	0,0011	0,07	1,4503
					1,4496
					1,4517

Две пробы водопроводной воды из двух разных источников, А и В, были подготовлены к исследованию, как описано в 1. После этого измерялось их поглощение, а концентрация нитратов определялась по калибровочной кривой. Результаты представлены в Табл. 2.

Таблица 2. Необработанные и статистические данные для проб воды.

№ пробы	Концентрация (мг/мл)	Средняя оптическая плотность	СО	ОСО, %	Исходная оптич. плотность
А	0,145	0,0510	0,0009	1,78	0,0520 0,0504 0,0506
В	0,709	0,1825	0,0025	1,36	0,1797 0,1838 0,1841

Три измерения для каждого стандарта и пробы, как можно видеть из табл. 1 и 2, воспроизводятся в пределах погрешности оборудования, что демонстрирует низкий разброс результатов, который обеспечивает использование оптоволоконного зонда спектрофотометра видимого и УФ-диапазона Cary 50. Промывка зонда простой дистиллированной водой в течение примерно 5 секунд снижает эффект памяти до пренебрежимо малых значений.

24 измерения (6 стандартов и 2 пробы, каждое по три раза) заняли примерно 5 минут. Это время включает в себя промывку зонда деионизированной водой и просушку его салфеткой после каждого измерения. Измерения с помощью погружного зонда намного быстрее и проще, чем с использованием традиционных кювет.

Выводы

Кварцевый оптоволоконный погружной зонд спектрофотометров видимого и УФ-диапазона Cary 50 и Cary 60 позволяет эффективно и точно измерять содержание нитратов в воде. 24 измерения отнимают меньше времени, чем при использовании кювет, что делает этот метод привлекательной альтернативой для рутинных аналитических измерений.

Литература

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

www.agilent.com/chem/cary60

DE44320.8023263889

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2021
Напечатано в США 20 июля 2021 г.
5990-7932RU