

试验研究

冷却液中亚硝酸根和钼酸根离子浓度测试盒的研究

曹淑超

(河南省气象科学研究所,河南 郑州 450003)

摘要: 检测发动机冷却液中的抗腐蚀剂-亚硝酸根和钼酸根离子的浓度对维持发动机冷却系统的正常工作尤其必要。本文研究了盐酸萘乙二胺法测定冷却液中亚硝酸根离子浓度,没食子酸-硫酸羟胺法测定钼酸根离子浓度,然后制成显色纸片固定于基板。提供了一种检测冷却液中亚硝酸根离子和钼酸根离子浓度的测试盒的制作工艺。

关键词: 亚硝酸盐;钼酸盐;显色反应;试纸

中图分类号:0657.3 文献标识码:A 文章编号:1006-8759(2015)01-0019-03

TEST KIT FOR MEASURING THE LEVER OF NITRITE AND MOLYBDATE ANION IN ENGINE COOLANT

CAO Shu-chao

(Henan Institute of Meteorological Sciences, Zhengzhou 450003, China)

Abstract: The test kit has been designed to help monitor and maintain the engine's cooling system. Maintaining proper nitrite and molybdate levels are critical to preventing pitted liners. A superhigh sensitive method is established for determination of nitrite based on N-(1-Naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride and P-aminobenzenesul phonic acid, and the method for determination of molybdate based on trihydroxylbenzoic acid and hydroxylamine sulfate. The impregnated paper is dried and cut into small pieces and glued to plastic strip. The paper introduced a kind of preparation technology of test strip for measuring the lever of nitrite and molybdate anion in engine coolant.

Key words: Nitrite;Molybdate;Colour reaction;Test strip

引言

机动车发动机冷却系统里包含了各种金属和合金,如铜、焊锡、黄铜、铁、铸铁、铝和镁。这些金属在腐蚀性液体中和高温高压等环境下易受到腐蚀,从而影响发动机燃烧室的正常工作,致使发动机过热失灵。抗腐蚀剂通常被加入到发动机冷却液中,如:加入硅酸盐以保护铝、加入亚硝酸盐以保护铸铁、加入氮杂茂以保护铜及黄铜、加入钼酸盐以保护碳钢。抗腐蚀剂会逐渐被消耗,这时需要

补加新冷却液并检测抗腐蚀剂含量;当冷却液有严重的变质或污染时,要完全更换冷却液。

每年重型矿用汽车发动机冷却系统引起的发动机故障高达 40%,因此对冷却系统进行保养,维持冷却液在正常的凝固点,保证抗腐蚀剂在恰当的水平,显得尤其重要。对于检测抗腐蚀剂含量,我们正寻求一种价廉、迅速、可靠、简便,尤其能够在野外操作的检测方法。例如通过浸入到冷却液中的试纸颜色的变化,来判断冷却液中抗腐蚀剂的含量是否符合要求。低水平读数说明要进行追加保护,应补加冷冻剂添加剂或混合剂,使抗腐蚀剂水平得到恢复。该检测还可显示加入的抗

收稿日期:2013-12-03

作者简介:曹淑超(1978-),女,硕士研究生,工程师,主要研究方向为应用气象及科技期刊编辑。

腐蚀剂是否过多。

1 冷却液中抗腐蚀剂的检测技术研究现状

关于用比色法检测阴离子浓度的技术,已有相关文献报道。Pellet^[1]在其专利中介绍了一种检测冷却液中羧酸根离子水平的测试盒。它的基本原理为:铝离子与羧酸根离子会形成一种难溶物:铝-羧酸联合体。当试样中羧酸盐含量不足时,就会有过剩的游离态铝离子存在,指示剂苏木青就会与游离铝发生不可逆的显色反应,指示抗腐蚀剂含量不足;反之,就没有游离铝离子存在,说明抗腐蚀剂维持在正常的水平。楼明^[2]提供了一种在线检测亚硝酸盐的方法,他是采用国家标准方法(GB5009,32-38),利用亚硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化反应后,再与盐酸萘乙二胺偶联反应生成偶氮染料。高志贤等^[3]对国标法进行了改进,发明了一种亚硝酸盐检测试纸。滕毓敏等^[4]提出的钼-硫酸盐-罗丹明 B-聚乙烯醇体系测量钼含量,但其显色温度必须控制在 7℃~13℃,在常温下不能正常显色,这给实际应用带来不便;杨冰仪等^[5]提出了钼-硫脲-铜-硫酸盐-罗丹明 B-聚乙烯醇高灵敏度显色体系,可在 10℃~25℃正常显色,张东等^[6]利用丁基罗丹明 B 代替罗丹明 B 测定钼含量,摩尔吸光系数大为提高;Jaunakais 等^[7]在其专利中给出了四种测定钼酸根离子浓度试纸条的制备方法。

本文综合相关文献,结合自己的实验,采用盐酸萘乙二胺法测定冷却液中亚硝酸根离子浓度,没食子酸-硫酸羟胺法测定钼酸根离子浓度,并制作出快速测定试纸条和标准比色卡,成功研制出冷却液中亚硝酸根和钼酸根离子水平的测试盒。

2 亚硝酸根离子测试块的制作

2.1 仪器与试剂

仪器:普及型 B-N 天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司)、DZF-6050 型真空干燥箱(上海精宏实验设备有限公司)。

试剂:亚硝酸钠(AR)、对氨基苯磺酸(AR)、二盐酸-1-萘乙二胺(AR)、酒石酸(AR)、实验用水为二次蒸馏水。

2.2 试验方法

将 20 ml 16 g/L 对氨基苯磺酸,10 ml 8 g/L 二盐酸-1-萘乙二胺,20 ml 80 g/L 酒石酸混合于平面

皿中,摇匀,静置 5 min;将制作好的试纸条浸泡在其中,静置 15 min;把浸泡后的试纸条在 30℃条件下干燥 24 h,避光保存备用。

3 钼酸根离子测试块的制作

3.1 仪器与试剂

仪器:同上。

试剂:没食子酸(AR)、硫酸羟胺(AR)、乙醇(AR)、实验用水为二次蒸馏水。

3.2 试验方法

将 4.0 g 没食子酸溶于 60 g 乙醇中;5.0 g 硫酸羟胺溶于 40 g 蒸馏水中;将上述两步骤的溶液混合摇匀;将制作好的试纸条浸泡在其中,静置 15 min;把浸泡后的试纸条在 35℃条件下干燥 12 h,避光保存备用。

4 试纸条的制作

将经上述处理过的亚硝酸根离子测试块和钼酸根离子测试块与 PVC 基板固定连接,即制得冷却液中亚硝酸根和钼酸根离子水平的试纸条。

5 标准色卡的制作

化学比色分析法的依据就是以标准溶液显色后作参照,进行定量分析,即要求测定样品含量的同时配置标准色阶与之比较,由此我们需制作标准比色卡。

5.1 亚硝酸盐标准色卡的制作

取 6 个 50 mL 容量瓶,分别加入 3.2 mg/mL 亚硝酸钠 0、4.7、9.4、12.5、25、50 mL,然后加入蒸馏水定容至 50 mL,相当于亚硝酸钠含量分别为 0、300、600、800、1600、3200 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}$ 。

根据各种亚硝酸盐含量在试纸所显现的颜色,在计算机上用画图软件描绘出来,再用彩色喷墨打印机打印,并作相关调整,直至相符为止,如图 1 所示。

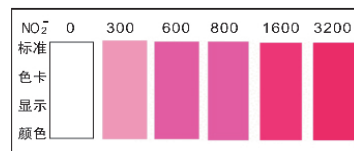


图 1 亚硝酸盐标准色卡(单位: $\mu\text{g}\cdot\text{mL}$)

5.2 钼酸盐标准色卡的制作

取 6 个 50 mL 容量瓶,分别加入 1.2 mg/mL 钼酸铵 0、6.25、12.5、25、37.5、50 mL,然后加入蒸馏水定容至 50 mL,相当于钼酸盐含量分别为 0、150、300、600、900、1200 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}$ 。

根据各种钼酸铵含量在试纸所显现的颜色,在计算机上用画图软件描绘出来,再用彩色喷墨打印机打印,并作相关调整,直至相符为止,如图 2 所示。

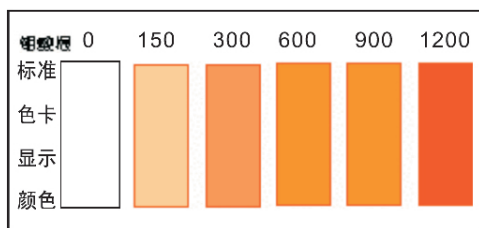


图 2 钼酸盐标准色卡(单位: $\mu\text{g}\cdot\text{mL}$)

6 亚硝酸根和钼酸根离子水平的测试盒

冷却液中离子含量的测定当然可以在装备良好的实验中使用色谱来进行,然而那样昂贵且费时,使用本文所述方法不需太多技巧,具有价廉、迅速、可靠、简便的特点,并可在野外进行检测。该测试盒包括取样装置(如吸液管或注射器),盛装冷却液体积的装置(如长颈瓶或柱状瓶),试纸条与标准色卡。

使用该测试盒,通过检测冷却液中亚硝酸根离子和钼酸根离子的含量,来判断抗腐蚀剂是否还能达到保护发动机冷却系统的目的,其具体操作包括以下内容:

(1)用吸液管取一定量的冷却液于柱状瓶中作为代表性样品,样品中含有一定水平的亚硝酸根离子和钼酸根离子;

(2)取出一张试纸条,使基板上两个测试块同时浸入冷却液中,然后取出,分别与对应的标准比

色卡对照;

(3)确定样品中的离子水平,进而判断是否需要补加冷冻剂添加剂或混合剂。

7 结语

选用高品质的发动机冷却液,并且对冷却液中抗腐蚀剂浓度进行实地监测,以保护好冷却系统,是保证中型发动机正常工作的前提。本工艺在制备显色纸片时只需一次浸泡,故工艺简单、成本低廉;使用时只需用一张试纸便能同时测试冷却液中亚硝酸根离子和钼酸根离子的浓度,而且不受温度限制,可方便地在各种环境下快速地供现场人员使用,已在一些矿用汽车上使用,效果良好,是矿用货车司机必不可少的检测工具。

参考文献

- [1]Pellet, Regis J. Test kit for measuring the lever of carboxylate anion in engine coolant[P].US: 5952233, 1999-09-14.
- [2]楼明.食品中亚硝酸盐在线检测技术测试盒研究[J].肉类工业, 2003, 265(5):30-34.
- [3]高志贤,房彦军,周焕英,等.一种亚硝酸盐检测试纸及其制备方法[P].中国专利:CN 1458514A, 2003-11-26.
- [4]藤毓敏,许生杰.超高灵敏显色反应及其应用的研究[J].分析化学,1991,19(5):514-518.
- [5]杨冰仪,陈志澄,周永红,等.高灵敏度显色反应测定痕量的钼及其机理初探[J].光谱实验室,2000,17(3):322-325.
- [6]张东,公丕国,王艳君.高灵敏度显色体系测定痕量的钼[J].沈阳工业学院学报,2003,22(2):57-60.
- [7]Jaunakais I, Rock Hill S C, Jaunakais J K, et al. Test device for detection of molybdate, vanadate and ferric ions [P].US: 5106581,1992-04-21.

(上接第 35 页)

3 结论

(1)采用重辅介质强化混凝法处理暴雨时市政污水具有良好的效果,减少了混凝剂投加量,缩短了絮凝和沉淀时间,特别是在市政污水应急处理方面有着较好的应用前景。

(2)试验结果表明,重辅介质强化混凝处理后 SS、COD 和 TP 的去除率分别达到了 73.3、34.7 和 67.9 %。

(3)对重辅强化混凝法处理市政污水的后续研究,将着重于重介质分离与回收、中试工艺和装置开发等方面进行。

参考文献

- [1]麦穗海,黄翔峰,汪正亮,等.合流制排水系统污水溢流污染控制技术进展[J].四川环境,2004,23(3):18-21.
- [2]徐祖信,王卫刚,李怀正,等.合流制排水系统溢流污水处理技术[J].环境工程,2010,28(S):153-156.
- [3]Mathias Stolarski,Christian Eichholz,Benjamin Fuchs,et al.Sedimentation acceleration of remanent iron oxide by magnetic flocculation[J].China Particology,2007(5):145-150.
- [4]国家环境保护总局,水和废水监测分析方法编委会编.水和废水监测分析方法[M].北京:中国环境出版社,2013.
- [5]赵立志,杜国勇,冯英,等.水处理中的无机混凝剂与有机絮凝剂的协同作用[J].化工时刊,2005,19(1):21-23.
- [6]毕玉燕.提高搅拌实验模拟混合沉淀工艺的相似性探讨[J].黄山学院,2004,6(6):65-67.