



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106596530 A

(43)申请公布日 2017.04.26

(21)申请号 201611012403.3

(22)申请日 2016.11.17

(71)申请人 广东环凯微生物科技有限公司

地址 510663 广东省广州市萝岗区广州开发区科学城神舟路788号

(72)发明人 秦惠 邓金花 黄报亮 李方方

(74)专利代理机构 广州嘉权专利商标事务有限公司 44205

代理人 胡辉

(51)Int.Cl.

G01N 21/78(2006.01)

G01N 21/31(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种季铵盐残留浓度快速检测方法

(57)摘要

本发明公开了一种季铵盐残留浓度的快速检测试剂及其检测方法,检测试剂由季铵盐(I)试剂、季铵盐(II)试剂组成。检测方法是:取洁净比色瓶,加待测水样至15mL刻度线,加入季铵盐(I)试剂,摇匀溶解,再加入季铵盐(II)试剂,摇匀溶解,比色测定,进而得到样液中季铵盐的含量。其测试速度快,检测灵敏度高,可广泛应用于各涉及季铵盐清洗和消毒行业中季铵盐残留浓度快速有效的监测。

1. 一种季铵盐残留浓度的快速检测试剂,其特征在于,所述试剂由季铵盐(I)试剂、季铵盐(II)试剂组成。

2. 根据权利要求1所述的快速检测试剂,其特征在于,所述季铵盐(I)试剂由虎红钠盐和有机羧酸盐组成;所述季铵盐(II)试剂由固体有机羧酸组成。

3. 根据权利要求2所述的快速检测试剂,其特征在于,所述有机羧酸盐为柠檬酸钠、酒石酸钠中的至少一种。

4. 根据权利要求2所述的快速检测试剂,其特征在于,所述固体有机羧酸为氨基磺酸、酒石酸、柠檬酸中的至少一种。

5. 根据权利要求1所述的快速检测试剂,其特征在于,所述季铵盐(I)试剂中虎红酸钠含量为0.15%~0.5%。

6. 根据权利要求1所述的快速检测试剂,其特征在于,所述的季铵盐(I)试剂每份质量为0.1g~0.2g。

7. 根据权利要求1所述的快速检测试剂,其特征在于,所述的季铵盐(II)试剂每份质量为0.1g~0.2g。

8. 一种季铵盐残留浓度的快速检测的方法,利用权利要求1~7任意一项所述的试剂进行的,其步骤是:取洁净比色瓶,加待测水样至15mL刻度线,加入季铵盐(I)试剂,摇匀溶解,再加入季铵盐(II)试剂,摇匀溶解,比色测定,得到样液中季铵盐的含量。

9. 根据权利要求8所述的检测方法,其特征在于,所述比色测定方法为比色卡目视比色或利用比色计、分光光度计进行检测。

10. 根据权利要求9所述的比色测定方法,其特征在于,所述比色卡是按照以下步骤制备而成的:

1) 用纯水配制浓度为0mg/L、1.0mg/L、2.0mg/L、4.0mg/L、6.0mg/L的十六烷基三甲基溴化铵(CTMAB)标准溶液;

2) 加入标准溶液至比色瓶15mL刻度线,加入1包季铵盐(I)试剂,摇匀溶解,再加入1包季铵盐(II)试剂,摇匀,立即放置于白色PVC板上,从瓶口向下观察溶液的颜色,并在潘通色卡上找出对应的标准色;

3) 根据各标准色的色值印制出标准比色卡。

一种季铵盐残留浓度快速检测方法

技术领域

[0001] 本发明属于分析化学领域,特别涉及一种阳离子表面活性剂残留浓度的快速测定方法。

背景技术

[0002] 季铵盐是一类重要的阳离子表面活性剂,具有良好的润湿、增溶、洗涤、杀菌、柔软、助染、固色、抗静电等一系列优良的性能,应用范围越来越广泛。表面活性剂的大量使用也会对环境产生危害,因此,建立一种灵敏度高、简单快速的季铵盐残留浓度测定方法十分重要。

[0003] 目前用于季铵盐残留浓度测定的方法有很多:如两相滴定法、萃取分光光度法、荧光分析法、示波极谱法、色谱分析法、毛细管电泳法、电化学传感器法等,这些方法有的操作十分繁琐,有的需用到大型的分析仪器,均不利于季铵盐残留浓度的现场快速监测。其中两相滴定法和萃取分光光度法是常用的标准方法,也是最有可能通过试剂定量化包装技术实现季铵盐残留浓度快速测定的。但这两种方法都需要用到有毒的有机溶剂氯仿,不便于携带和现场使用。

[0004] 近年来,国内对季铵盐的水相显色法分光光度法进行了大量的研究,主要分为显色法和褪色法。这些方法中用到的显色试剂空白颜色都很深,季铵盐浓度很低时肉眼几乎看不到反应后的颜色变化,无法目视比色测定;且试剂空白高将会导致测试时对显色剂用量的精度要求十分严格,否则会导致测试重复性不好或测试结果不准确,这样也不利于现场快速测定;再则,这些方法一般测试灵敏度偏低,需要对水样进行浓缩预处理,不利于现场快速测定。本文通过大量的指示剂筛选,找到了一种在酸性条件下几乎为无色,且与季铵盐显色灵敏度非常高的显色剂,从而建立了一种高灵敏度、简便的季铵盐残留浓度快速测定方法。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种季铵盐残留浓度快速测定方法。

[0006] 本发明所采取的技术方案是:

[0007] 一种季铵盐残留浓度的快速检测试剂,由季铵盐(I)试剂、季铵盐(II)试剂组成。

[0008] 优选的,季铵盐(I)试剂由虎红钠盐和有机羧酸盐组成。

[0009] 优选的,季铵盐(II)试剂由固体有机羧酸组成。

[0010] 进一步优选的,有机羧酸盐为柠檬酸钠、酒石酸钠中的至少一种。

[0011] 进一步优选的,固体有机羧酸为氨基磺酸、酒石酸、柠檬酸中的至少一种。

[0012] 进一步优选的,季铵盐(I)试剂中虎红酸钠含量为0.15%~0.5%。

[0013] 优选的,季铵盐(I)试剂每份质量为0.1g~0.2g。

[0014] 优选的,季铵盐(II)试剂每份质量为0.1g~0.2g。

[0015] 一种季铵盐残留浓度的快速检测的方法,其步骤是:取一洁净比色瓶,加待测水样

至15mL刻度线,加入季铵盐(I)试剂,摇匀溶解,再加入季铵盐(II)试剂,摇匀溶解,立即将比色瓶放置于标准比色卡中间空白区,自瓶口向下目视比色,与瓶中溶液色调相同的色阶指示浓度即为样液中季铵盐的含量,或者绘制出标准曲线后利用便携式比色计或分光光度计进行检测。

[0016] 一种标准比色卡制备的方法,其步骤是:

[0017] 1) 用纯水配制浓度为0mg/L、1.0mg/L、2.0mg/L、4.0mg/L、6.0mg/L的十六烷基三甲基溴化铵(CTMAB)标准溶液;

[0018] 2) 加入标准溶液至比色瓶15mL刻度线,加入1包季铵盐(I)试剂,摇匀溶解,再加入1包季铵盐(II)试剂,摇匀,立即放置于白色PVC板上,从瓶口向下观察溶液的颜色,并在潘通色卡上找出对应的标准色;

[0019] 3) 根据各标准色的色值印制出标准比色卡。

[0020] 本发明的有益效果是:提供了一种灵敏度高、稳定性好、操作简便、便于携带、经济实用的能现场快速检测季铵盐残留浓度的方法。该方法测试速度快,整个过程只需1分钟即可完成;检测灵敏度高,目视比色最低可检测季铵盐的浓度为0.5mg/L(以CTMAB计)。可广泛应用于各涉及季铵盐清洗和消毒行业中季铵盐残留浓度快速有效的监测。

附图说明

[0021] 图1为标准比色卡3#的视图。

[0022] 图2季铵盐残留浓度快速测定试剂1#~6#进行测试效果的对比实验图。

具体实施方式

[0023] 下面结合具体的实施例对本发明作进一步的说明,但并不局限于此。

[0024] 实施例1

[0025] 将原料虎红钠盐、氨基磺酸和酒石酸钠干燥,研磨粉碎后过40目筛。分别称取虎红钠盐0.15g、酒石酸钠99.85g,混匀后在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(I)试剂。称取氨基磺酸100g,在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(II)试剂,即1#测定试剂。

[0026] 实施例2

[0027] 将原料虎红钠盐、氨基磺酸和柠檬酸钠干燥,研磨粉碎后过40目筛。分别称取虎红钠盐0.20g、柠檬酸钠99.80g,混匀后在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.15g,即可得到季铵盐(I)试剂。称取氨基磺酸100g,在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(II)试剂,即2#测定试剂。

[0028] 实施例3

[0029] 将原料虎红钠盐、酒石酸和酒石酸钠干燥,研磨粉碎后过40目筛。分别称取虎红钠盐0.30g、酒石酸钠99.70g,混匀后在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.10g,即可得到季铵盐(I)试剂。称取酒石酸100g,在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(II)试剂,即3#测定试剂。

[0030] 实施例4

[0031] 将原料虎红钠盐、柠檬酸和柠檬酸钠干燥,研磨粉碎后过40目筛。分别称取虎红钠

盐0.30g、柠檬酸钠99.70g,混匀后在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.10g,即可得到季铵盐(I)试剂。称取柠檬酸100g,在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(II)试剂,即4#测定试剂。

[0032] 实施例5

[0033] 将原料虎红钠盐、柠檬酸和柠檬酸钠干燥,研磨粉碎后过40目筛。分别称取虎红钠盐0.20g、柠檬酸钠99.80g,混匀后在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.15g,即可得到季铵盐(I)试剂。称取柠檬酸100g,在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(II)试剂,即5#测定试剂。

[0034] 实施例6

[0035] 将原料虎红钠盐、柠檬酸和柠檬酸钠干燥,研磨粉碎后过40目筛。分别称取虎红钠盐0.15g、柠檬酸钠99.85g,混匀后在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(I)试剂。称取酒石酸100g,在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(II)试剂,即6#测定试剂。

[0036] 实施例7

[0037] 将原料虎红钠盐、酒石酸和酒石酸钠干燥,研磨粉碎后过40目筛。分别称取虎红钠盐0.15g、酒石酸钠99.850g,混匀后在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.10g,即可得到季铵盐(I)试剂。称取酒石酸100g,在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(II)试剂,即7#测定试剂。

[0038] 实施例8

[0039] 将原料虎红钠盐、酒石酸和酒石酸钠干燥,研磨粉碎后过40目筛。分别称取虎红钠盐0.50g、酒石酸钠99.50g,混匀后在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.10g,即可得到季铵盐(I)试剂。称取酒石酸100g,在粉末自动包装机上进行自动定量包装,每包0.20g,即可得到季铵盐(II)试剂,即8#测定试剂。

[0040] 实施例9

[0041] 制备与实施例3中所制试剂配套使用的标准比色卡3#:

[0042] 1) 用纯水配制浓度为0mg/L、1.0mg/L、2.0mg/L、4.0mg/L、6.0mg/L的十六烷基三甲基溴化铵(CTMAB)标准溶液;

[0043] 2) 加上上述标液至比色瓶15mL刻度线,加入1包季铵盐(I)试剂,摇匀溶解,再加入1包季铵盐(II)试剂,摇匀,立即放置于白色PVC板上(必须为印制色卡时所用PVC板,否则PVC板白度的差异对溶液颜色有影响),从瓶口向下观察溶液的颜色,并在潘通色卡上找出对应的标准色;

[0044] 3) 根据各标准色的色值印制出标准比色卡3#(图1)。

[0045] 实验例1

[0046] 采用本发明实施例1~实施例6制备的季铵盐残留浓度快速测定试剂1#~6#进行测试效果的对比实验。配置浓度为5.0mg/L的十六烷基三甲基溴化铵标准溶液,同时配制出试剂空白,按照以下步骤进行检测:取洁净比色瓶,加标准液至15mL刻度线,加入季铵盐(I)试剂,摇匀溶解,再加入季铵盐(II)试剂,摇匀,将比色瓶放置于标准比色卡中间空白区,自瓶口向下目视比色,与瓶中溶液色调相同的色阶指示浓度即为样液中季铵盐的含量,结果图2所示。

[0047] 图2表明:1#试剂,试剂空白几乎为无色,肉眼观察,其显色不太明显;采用3#试剂时两者对比最为明显,具有较好的目视比色效果,即可用于目视比色法的试剂也可作为比色计法和分光光度法的配套试剂;进一步检测3#试剂的pH,其pH值为2.35~2.65;当采用5#、6#试剂时,显色较深,但试剂空白颜色也加深,不利于目视比色,但可用于比色计法和分光光度法的配套试剂。

[0048] 实验例2

[0049] 采用本发明实施例3、实施例7、实施例8制备的季铵盐残留浓度快速测定试剂3#、7#、8#进行测试效果的对比实验。配置一系列浓度为0mg/L、0.2mg/L、0.5mg/L、1.0mg/L、2.0mg/L、3.0mg/L、4.0mg/L、5.0mg/L、6.0mg/L的十六烷基三甲基溴化铵标准溶液,分别采用各试剂进行显色效果的比对,结果如表1所示。

[0050] 表1 3#、7#、8#测定试剂测试效果比对

[0051]

采用试剂	测试量程	测试下限	显色稳定性
3#	0~6mg/L	0.5 mg/L	比较稳定
7#	0~3mg/L	0.2mg/L	比较稳定

[0052]

8#	0~5mg/L	1.0 mg/L	高浓度时出现浑浊
----	---------	----------	----------

[0053] 结果表明:虎红钠盐的含量越高测试量程越宽(含量太高时因高浓度出现浑浊导致测试量程反而变窄)但测试下限也随之提高,可能是试剂空白提高引起的,因此虎红钠盐的最佳的用量为0.3%。

[0054] 应用例

[0055] 采用本发明实施例3制备的季铵盐残留浓度快速测定试剂进行季铵盐残留浓度测试效果的对比实验。配置一系列浓度分别为1.0、3.0、5.0mg/L的十六烷基三甲基溴化铵标准溶液作为标准样品,分别为标样1、标样2、标样3;取2个不同批次的环凯牌链条润滑剂(含季铵盐成分)稀释20000倍后作为实际样品,分别为样液1和样液2。对以上5各样品分别采用亚甲基蓝萃取光度法、试剂结合比色卡目视比色法、试剂结合分光光度计测试法进行对比测试。目视比色测试时,当样品显色液的色调与标准色阶一致时,直接取色阶指示浓度为测得值,若颜色不一致,就根据颜色深浅估读出某一浓度为测得值(估读值应介于相近两色阶指示浓度之间)。结果如表2所示。

[0056] 表2 测试效果比对实验

[0057]

样品	本试剂结合比色卡, mg/L	本试剂结合分光光度计, mg/L	萃取光度法
标液 1	1.0	1.01	1.07
标液 2	3.0	2.97	3.06
标液 3	5.0	5.03	5.14
样液 1	1.5	1.54	1.62
样液 2	1.5	1.53	1.58

[0058] 本发明用于季铵盐残留浓度的快速测定,与标准亚甲基蓝萃取光度法无明显差

异,无需任何其它的仪器和配件,检测速度快、操作简便、检测灵敏度高,结果可靠,具有较高的实用价值。

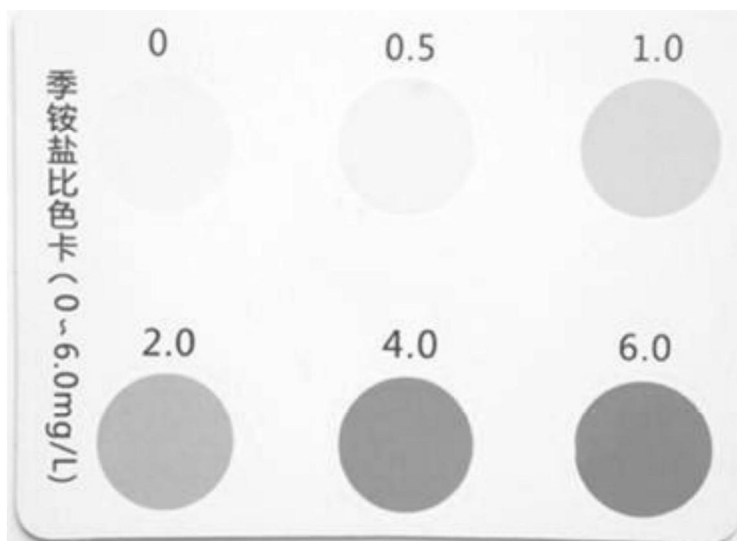


图1

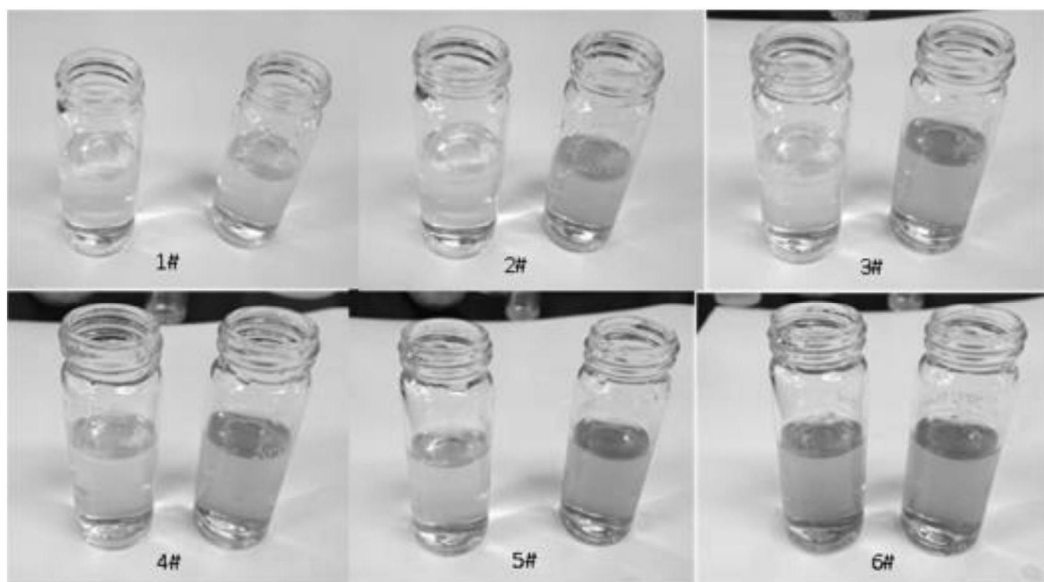


图2