(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106596830 B
(45)授权公告日 2018.09.28

(21)申请号 201710029409.X

(22)申请日 2017.01.16

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106596830 A

(43)申请公布日 2017.04.26

(73)专利权人 河北丰源环保科技股份有限公司
地址 061000 河北省沧州市中捷产业园区规划一号路南

(72)发明人 苏德水 邵方 朱建华 黄津 刘月娥 孟凡伟 赵立宁

(74)专利代理机构 北京迎硕知识产权代理事务所(普通合伙) 11512
代理人 钱扬保 张群峰

(51)Int.Cl.
G01N 30/90(2006.01)

(56)对比文件
US 6342503 B1,2002.01.29,
CN 102093150 A,2011.06.15,
J.L. Guthrle等.Determination of 2,4- and 2,6-diaminotoluene in flexible urethane foams.《Analytical Chemistry》.1977,第49卷(第12期),第1676～1680页.
BARY W. WILSON等.IDENTIFICATION OF PRIMARY AROMATIC AMINES IN UTAGENICALLY ACTIVE SUBFRACTIONS FROM COALLIQUEFACTION MATERIALS.《Mutation Research》.1980,第79卷第193～202页.
秦书琴等.纺织品禁用偶氮染料薄层色谱法分析方法.《印染》.1997,第23卷(第3期),第25～30页.
钱毅等.染色纺织品上禁用偶氮染料薄层色谱法测定的研究.《现代商检科技》.1996,第6卷(第5期),第1～4页.
钱毅等.染色纺织品上禁用偶氮染料薄层色谱法测定的研究.《现代商检科技》.1996,第6卷(第5期),第1～4页.

审查员 王方

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

工业生产中2,4-二氨基甲苯浓度快速检测法

(57)摘要

本发明公开了一种工业生产中2,4-二氨基甲苯浓度快速检测法。包括以下步骤:(1)硅胶板的活化和标样的配制;(2)选取具有代表性的样品;(3)对样品进行预处理;(4)检测样品中的浓度值。本发明的优点在于,实现了2,4-TDA浓度的快速检测,能够达到在生产过程中监测反应程度,控制反应进程的目的,且检测费用低并能满足生产要求。

CN 106596830 B

1.一种工业生产中2,4-二氨基甲苯浓度快速检测法,其特征在于,其包括如下检测步骤:

(1)硅胶板的活化和标样的配制;

(2)选取具有代表性的样品;

(3)对样品进行预处理;

(4)检测样品中的浓度值;

所述步骤(1)硅胶板的活化温度100℃,活化时间60min;配制2,4-TDA标准样的浓度为1mg/g,2mg/g,3mg/g,4mg/g,5mg/g,6mg/g,7mg/g,8mg/g,9mg/g,共9个样品;

所述步骤(2)选取具有代表性的样品:用取样管从反应釜取样口进行收集,取带有温度段的样品10ml;

所述步骤(3)对样品进行预处理:摇晃步骤(2)中所取样品使其均匀,用吸管吸取一定量样品并称重,用指定溶剂稀释至所需倍数,摇匀待测;

所述步骤(4)检测样品中的浓度值:用毛细管吸取标液3mm点样于硅胶板上,点样基线距离底边1.5cm,点样直径为2-4mm,点间距离1.0-1.5cm,点间距离可视斑点扩散情况以不影响检出为宜;同样方法,用同一根毛细管吸取待测液3mm点样于硅胶板上;用电吹风吹干;展开室预先用展开剂饱和,在室中加入足够量的展开剂,将点好样品的硅胶板放入展开室的展开剂中,浸入展开剂的深度为距硅胶板底边0.5-1.0cm,密封室盖,等展开距上边界1-1.5cm,取出硅胶板,吹干;把吹干的硅胶板放入碘缸染色2min,取出进行染色点大小的比较,得出样品的浓度值;

所述步骤(4)中展开剂为分析纯的石油醚与丙酮以3:8体积比混合溶液;

所述步骤(4)中毛细管内径为0.2-0.4mm。

2.根据权利要求1所述的工业生产中2,4-二氨基甲苯浓度快速检测法,其特征在于,所述步骤(3)中指定溶剂为正庚醇、二甘醇、乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、己二醇中的一种或多种。

工业生产中2,4-二氨基甲苯浓度快速检测法

技术领域

[0001] 本发明涉及薄层色谱法在工业生产中反应液浓度方面的快速测定技术。

背景技术

[0002] TDI(甲苯二异氰酸酯)是聚氨酯塑料的主要原料之一,广泛应用于软泡、弹性体、合成革浆料、胶粘合剂、涂料、纤维和皮革织物涂饰剂等生产领域,为高附加值化工产品。但是,工厂在TDI生产过程中,都会产生约占总产量10%的固体废渣。该渣属于危险废物,需要用焚烧的方法才能使其无害化,但同时放出了大量的碳氧化合物、氮氧化合物和烟雾,对环境的负担非常大。为了能够有效回收资源,减小环境负担,河北丰源环保科技股份有限公司通过自主研发,采用水解的方法将TDI废渣在催化剂作用下与水反应生成可回收利用的TDA(甲苯二胺)单体,达到废物资源化利用的目的;经过后续分离提纯,使回收的TDA产品(TDA纯度达98.5%以上)回用于TDI生产过程,真正实现废物利用,循环经济。

[0003] 该渣的水解过程为一缓慢进程,需在反应过程中对水解的程度进行监控,故此,借助薄层色谱法快速对反应液的浓度进行测定。

发明内容

[0004] 本发明公开了一种检测方法,用于快速检测工业生产过程中反应液中的2,4-TDA浓度。

[0005] 本发明的目的由如下技术方案实施:工业生产中2,4-二氨基甲苯浓度快速检测法,其包括以下步骤:(1)硅胶板的活化和标样的配制;(2)选取具有代表性的样品;(3)对样品进行预处理;(4)检测样品中的浓度值。

[0006] 所述步骤(1)硅胶板的活化温度100℃,活化时间60min;2,4-TDA标准样的浓度为1mg/g,2mg/g,3mg/g,4mg/g,5mg/g,6mg/g,7mg/g,8mg/g,9mg/g,共9个样品,其中溶剂与所要检测的反应液中的溶剂相同。

[0007] 所述步骤(2)选取具有代表性的样品:用取样管从反应釜取样口进行收集,取带有温度段的样品10ml。

[0008] 所述步骤(3)对样品进行预处理:摇晃步骤(2)中所取样品使其均匀,用吸管吸取一定量样品并称重,用指定溶剂稀释至所需倍数,摇匀待测。

[0009] 所述步骤(4)检测样品中的浓度值:用毛细管吸取标液3mm点样于硅胶板上,一般为圆点,点样基线距离底边约1.5cm,点样直径为2-4mm,点间距离约1.0-1.5cm,点间距离可视斑点扩散情况以不影响检出为宜。同样方法,用同一根毛细管吸取待测液3mm点样于硅胶板上,点样时必须注意勿损伤硅胶层表面。用电吹风吹干,约3min。展开室预先用展开剂饱和,在室中加入足够量的展开剂,将点好样品的硅胶板放入展开室的展开剂中,浸入展开剂的深度为距硅胶板底边0.5-1.0cm,密封室盖,等展开距上边界1-1.5cm,取出硅胶板,吹干。把吹干的硅胶板放入碘缸染色2min,取出进行染色点大小的比较,得出样品的浓度值。

[0010] 优选情况下,所述步骤(2)中指定溶剂为正庚醇、二甘醇、乙二醇、1,2-丙二醇、1,

3-丙二醇、1,4-丁二醇、己二醇或其组合。

[0011] 优选情况下，所述步骤(4)中毛细管内径为0.2-0.4mm。

[0012] 优选情况下，所述步骤(4)中展开剂为分析纯的石油醚与丙酮以3:8体积比混合溶液。

[0013] 本发明的优点在于，实现了2,4-TDA浓度的快速检测，能够达到在生产过程中监测反应程度，控制反应进程的目的，且检测费用很低并能满足生产要求。

具体实施方式：

[0014] 实施例：工业生产中2,4-二氨基甲苯浓度快速检测法(TLC检测法)，其包括以下步骤：(1)硅胶板的活化和标样的配制；(2)选取具有代表性的样品；(3)对样品进行预理；(4)检测样品中的浓度值。

[0015] (1)硅胶板在温度100±1℃下活化时间60min。标准样品的配制：用分析天平称取2,4-TDA，配制成浓度为1mg/g，2mg/g，3mg/g，4mg/g，5mg/g，6mg/g，7mg/g，8mg/g，9mg/g，共9个样品的相应溶液。

[0016] (2)选取具有代表性的样品：取样过程中，先打开取样阀让反应液流出，待反应液有温度后用玻璃烧杯进行取样，稍凉后摇匀取10ml置于直管中。

[0017] (3)对样品进行预处理：取一干净直管，置于分析天平上，置零；用吸管吸取0.2000-0.3000g样品，置于直管中，再用正庚醇稀释至所需倍数。

[0018] (4)检测样品中的浓度值：用毛细管吸取4mg/g，5mg/g，6mg/g标液各3mm点样于硅胶板上，点样基线距离底边约1.5cm，点样直径为2-4mm，取点间距离约1.0-1.5cm，再以同样方法将样品点置于同一硅胶板上。用电吹风将全部点吹干。将该硅胶板放入预先放有展开剂的展开室中，浸入展开剂的深度为距硅胶板底边0.5-1.0cm，密封室盖，等展开距上边界1-1.5cm，取出硅胶板，用电吹风吹干。把吹干的硅胶板放入碘缸染色2min，取出硅胶板，比对样品点和标样染色点的大小，得出样品的浓度值。如稀释10倍，样品点和4mg/g的点的大小一致，则浓度为40mg/g，即4%。

[0019] 结论：该方法通过在生产实践中的应用，已证明其检测结果可以做到快速准确，可以满足工业生产的需要。