



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104327548 A

(43) 申请公布日 2015. 02. 04

(21) 申请号 201410525282. 7

C09B 67/38 (2006. 01)

(22) 申请日 2014. 10. 08

D06P 1/18 (2006. 01)

D06P 1/19 (2006. 01)

(71) 申请人 浙江龙盛集团股份有限公司

D06P 3/54 (2006. 01)

地址 312368 浙江省绍兴市上虞市道墟镇

申请人 上海鸿源鑫创材料科技有限公司

(72) 发明人 吕建君 高怀庆 汪仁良 陈佳蕾

欧其 阮伟祥

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公

司 33201

代理人 黄美娟 俞慧

(51) Int. Cl.

C09B 67/22 (2006. 01)

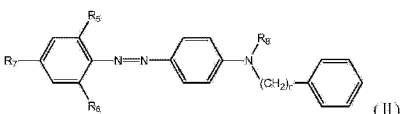
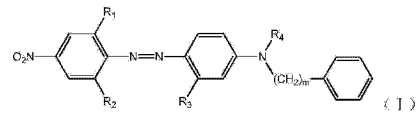
权利要求书4页 说明书9页

(54) 发明名称

一种分散黄至橙色染料组合物

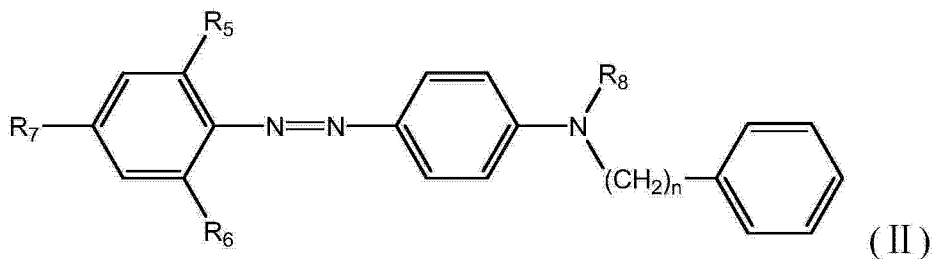
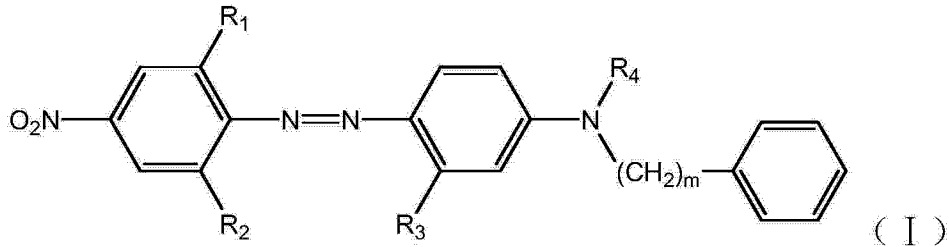
(57) 摘要

一种分散黄至橙色染料组合物,由原染料和助剂混拼而成,原染料包含组分 A 和组分 B,组分 A 选自式 (I) 所示的化合物中的一种或多种,组分 B 选自式 (II) 所示的化合物中的一种或多种,基于所述的组分 A 和组分 B,所述组分 A 重量百分含量为 1 ~ 99%,所述组分 B 重量百分含量为 1 ~ 99%;式 (I) 中:R₁、R₂同时为氢,或 R₁、R₂各自独立为 Cl 或 Br ;R₃为氢、C₁-C₄烷基、C₁-C₄烷氧基或 Cl ;R₄为氰乙基或 C₁-C₄烷基 ;m 为 1 或 2,且 m = 1 时,R₁ = R₂ = H ;式 (II) 中:R₅为 H、CH₃、Cl 或 Br ;R₆为 H、Cl 或 Br ;R₇为 Cl 或 CH₃;R₈为 C₁-C₄烷基或氰乙基 ;n 为 1 或 2。本发明的染料组合物具有各项牢度优异、pH 依存性好的优点。



CN 104327548 A

1. 一种分散黄至橙色染料组合物, 由原染料和助剂混拼而成, 其特征在于: 原染料包含组分 A 和组分 B, 组分 A 选自式 (I) 所示的化合物中的一种或多种, 组分 B 选自式 (II) 所示的化合物中的一种或多种, 基于所述的组分 A 和组分 B, 所述组分 A 重量百分含量为 1 ~ 99%, 所述组分 B 重量百分含量为 1 ~ 99% ;



式 (I) 中 :

R_1 、 R_2 同时为氢, 或 R_1 、 R_2 各自独立为 Cl 或 Br ;

R_3 为氢、 C_1 - C_4 烷基、 C_1 - C_4 烷氧基或 Cl ;

R_4 为氰乙基或 C_1 - C_4 烷基 ;

m 为 1 或 2 ; 且 $m = 1$ 时, $R_1 = R_2 = H$;

式 (II) 中 :

R_5 为 H、 CH_3 、Cl 或 Br ;

R_6 为 H、Cl 或 Br ;

R_7 为 Cl 或 CH_3 ;

R_8 为 C_1 - C_4 烷基或氰乙基 ;

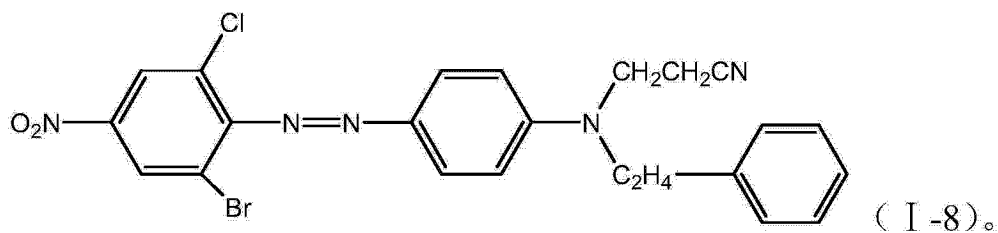
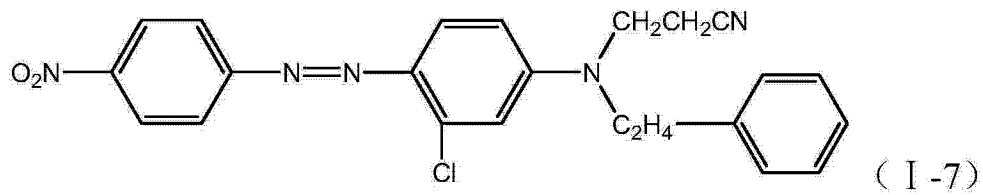
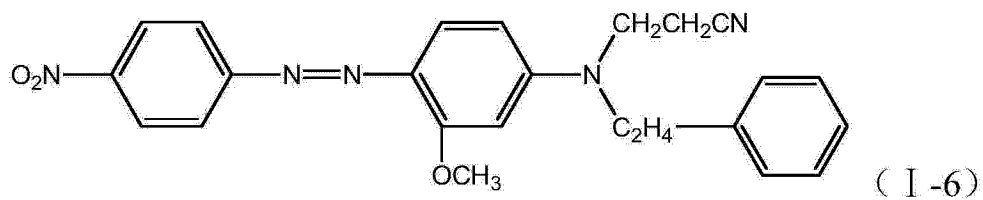
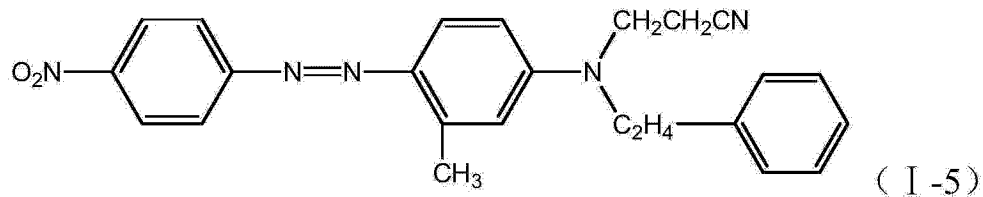
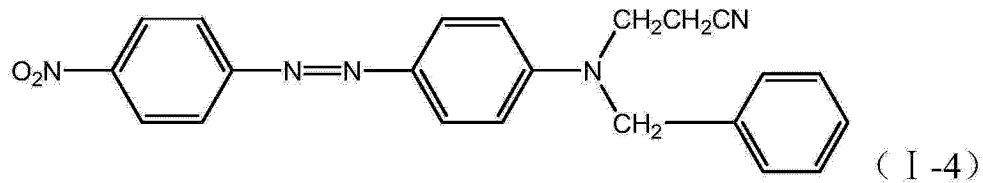
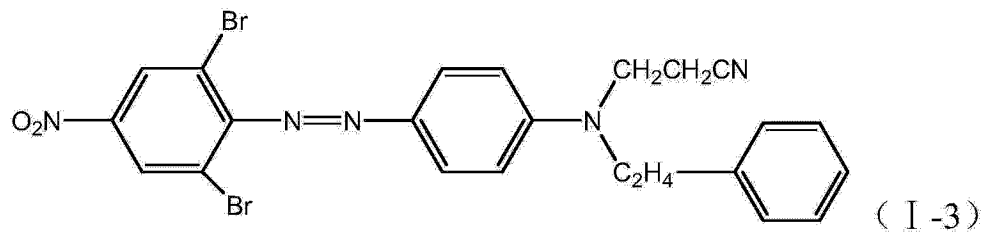
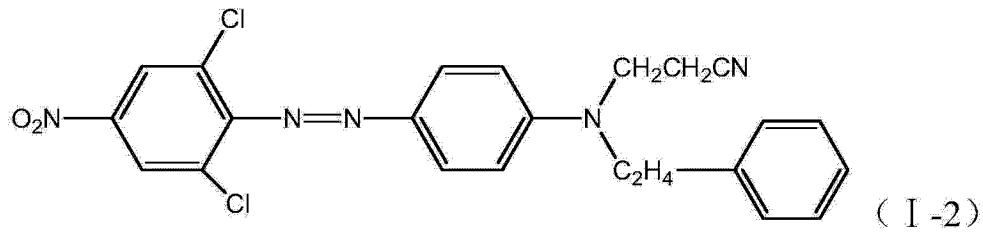
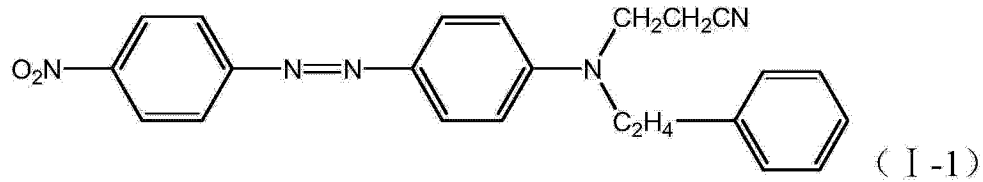
n 为 1 或 2。

2. 如权利要求 1 所述的分散黄至橙色染料组合物, 其特征在于: 原染料由组分 A 和组分 B 组成。

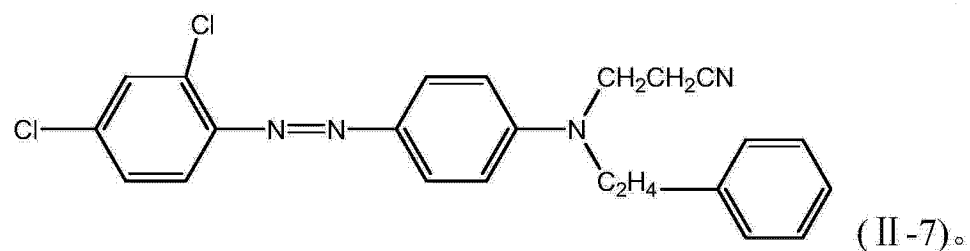
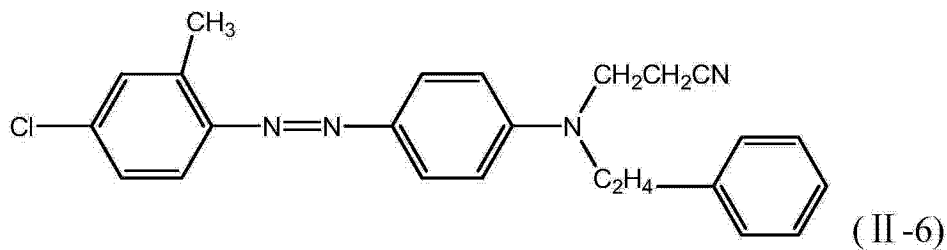
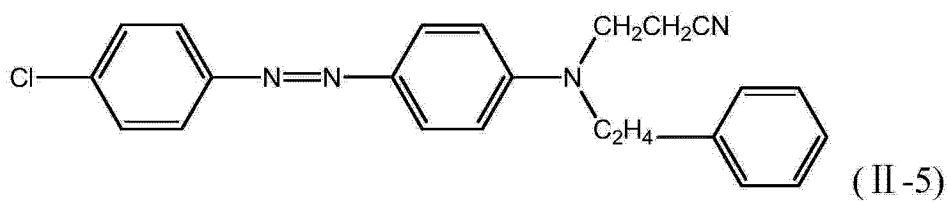
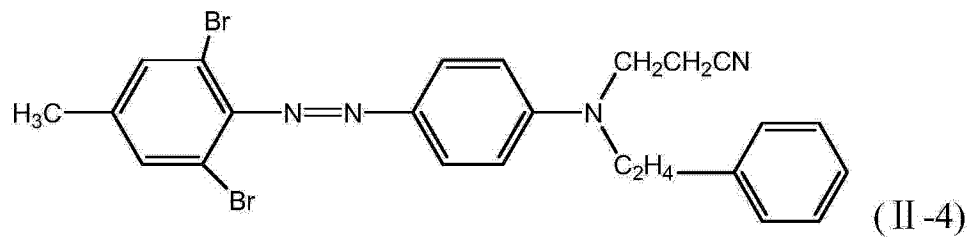
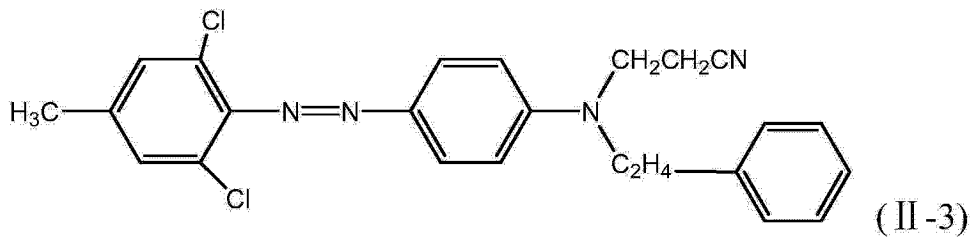
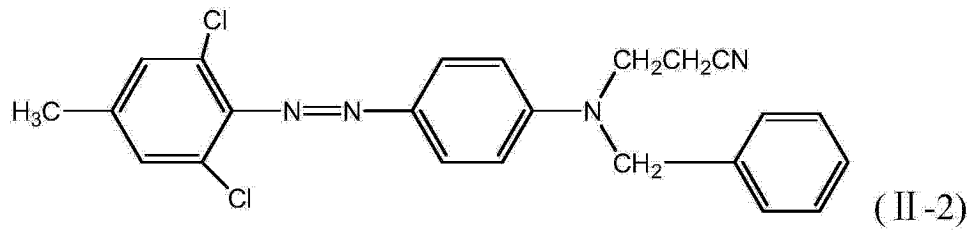
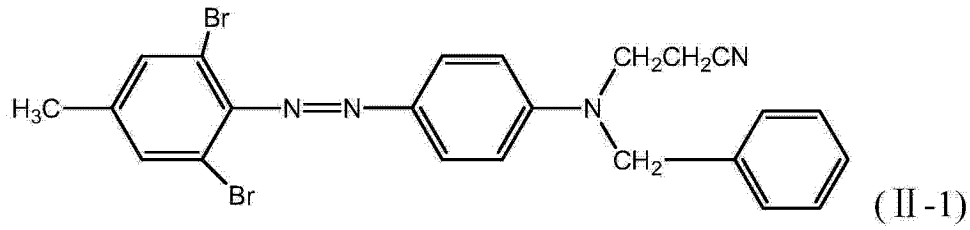
3. 如权利要求 1 所述的分散黄至橙色染料组合物, 其特征在于: 基于所述的组分 A 和组分 B, 所述组分 A 重量百分含量为 1 ~ 40%, 所述组分 B 重量百分含量为 60 ~ 99%。

4. 如权利要求 2 所述的分散黄至橙色染料组合物, 其特征在于: 基于所述的组分 A 和组分 B, 所述组分 A 重量百分含量为 1 ~ 40%, 所述组分 B 重量百分含量为 60 ~ 99%。

5. 如权利要求 1 ~ 4 之一所述的分散黄至橙色染料组合物, 其特征在于: 所述组分 A 选自下列之一或其中两种以上的混合物:



6. 如权利要求 1~4 之一所述的分散黄至橙色染料组合物,其特征在于:所述组分 B 选自下列之一或其中两种以上的混合物:



7. 如权利要求 1~4 之一所述的分散黄至橙色染料组合物,其特征在于:所述组分 A 为式 (I-1) 所示的染料化合物,所述组分 B 为式 (II-1) 所示的染料化合物。

8. 如权利要求 1~4 之一所述的分散黄至橙色染料组合物,其特征在于:所述的助剂

选自下列之一或其混合物：萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸盐、烷基萘磺酸甲醛缩合物、萘磺酸甲醛缩合物、苄基萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸钠。

9. 如权利要求 1 ~ 4 之一所述的分散黄至橙色染料组合物, 其特征在于: 所述的助剂和原染料的总重量之比为 0.2 ~ 5:1。

一种分散黄至橙色染料组合物

(一) 技术领域

[0001] 本发明涉及一类分散染料组合物,具体是一类适用于宽 pH 范围染色的分散黄至橙色染料组合物。

(二) 背景技术

[0002] 传统的涤纶织物染整加工中,前处理退浆、精炼(包括松弛)和碱减量工序在碱性条件下进行,而分散染料染色却在酸性浴中进行。由于前处理未洗净的浆料、油剂以及其他分解产物在酸性浴中析出,导致产生许多染疵。因此,在 80 年代中期开发了分散染料碱性染色法。虽然分散染料碱性染色法,在工艺合理化和提高染色质量方面,具有相当优越性。但是开发初期并未达到预期效果,其主要原因是影响染料的染色性能,且局限于染深黑色。多数可用于碱性染色的偶氮型分散染料中,含有酯基、酰胺基和氰基等水解敏感性基团,对 pH 值的敏感性较大,可供实用的品种需谨慎选择。

[0003] 分散染料的碱性染色法具有螯合、分散、匀染、可溶化和润滑性能等优点,从而达到了能保护织物免受擦伤起皱、防止齐聚物的沾污、省略或减轻还原清洗等,优化了染色工艺,并为部分涤纶织物实现精炼染色一浴法创造了条件。

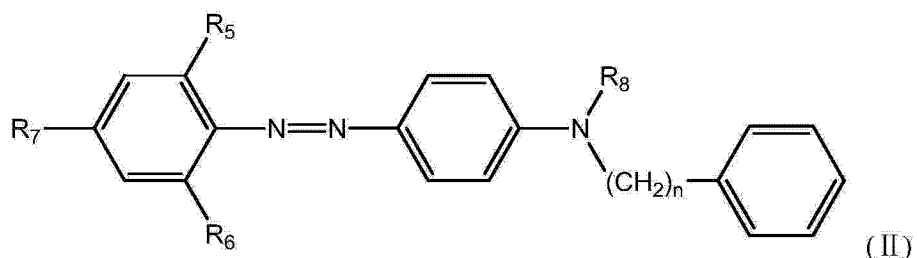
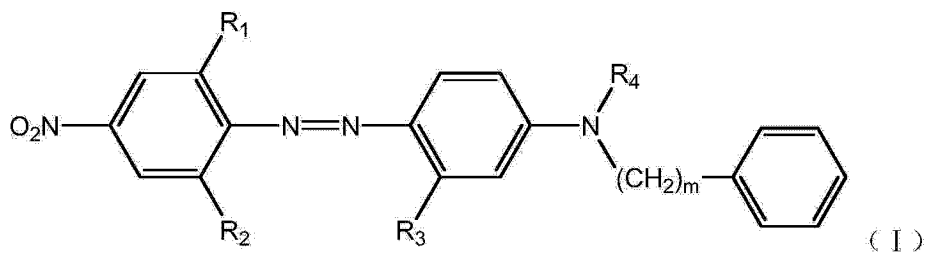
(三) 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种各项牢度优异、pH 依存性好的耐酸-碱性浴染色的分散黄至橙色染料组合物。

[0005] 为达到上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0006] 一种分散黄至橙色染料组合物,由原染料和助剂混拼而成,原染料包含组分 A 和组分 B,组分 A 选自式(I)所示的化合物中的一种或多种,组分 B 选自式(II)所示的化合物中的一种或多种,基于所述的组分 A 和组分 B,所述组分 A 重量百分含量为 1~99%,所述组分 B 重量百分含量为 1~99%;

[0007]



[0008] 式 (I) 中 : R_1 、 R_2 同时为氢, 或 R_1 、 R_2 各自独立为 Cl 或 Br ;

[0009] R_3 为氢、 C_1 - C_4 烷基、 C_1 - C_4 烷氧基或 Cl, 优选 R_3 为氢、甲基、甲氧基或 Cl ;

[0010] R_4 为氰乙基或 C_1 - C_4 烷基, 优选氰乙基 ;

[0011] m 为 1 或 2, 且 $m = 1$ 时, $R_1 = R_2 = H$, 优选 $m = 2$;

[0012] 式 (II) 中 : R_5 为 H、 CH_3 、Cl 或 Br, 优选 Br ;

[0013] R_6 为 H、Cl 或 Br, 优选 Br ;

[0014] R_7 为 Cl 或 CH_3 , 优选 CH_3 ;

[0015] R_8 为 C_1 - C_4 烷基或氰乙基, 优选氰乙基 ;

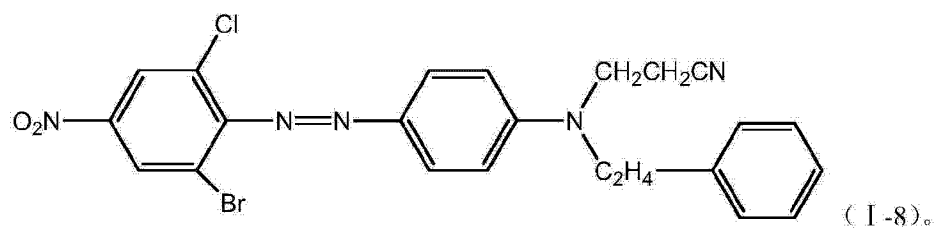
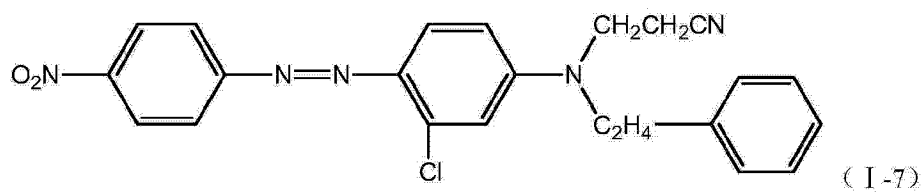
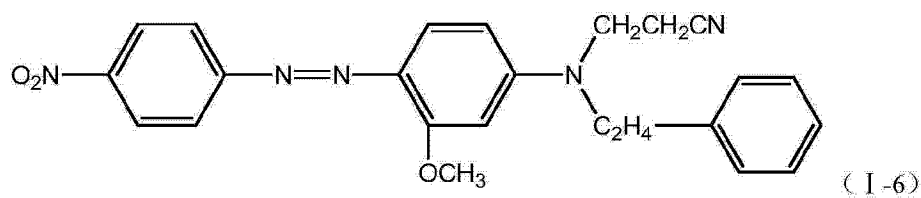
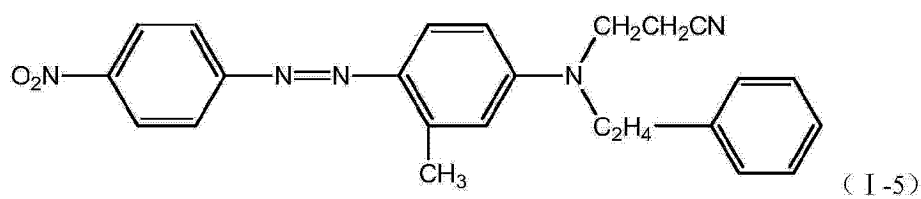
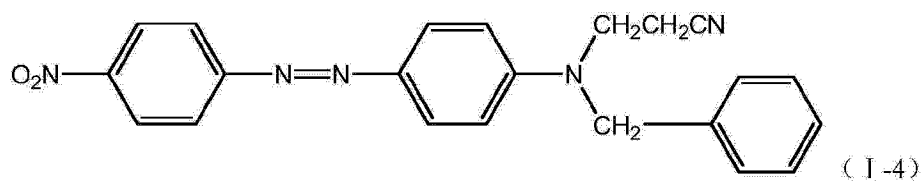
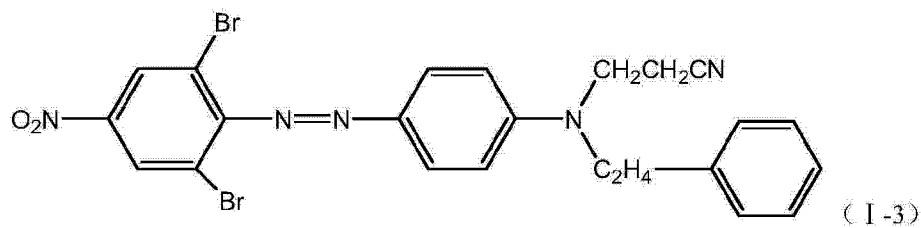
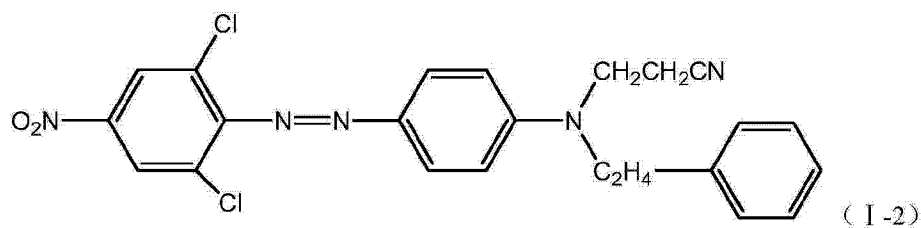
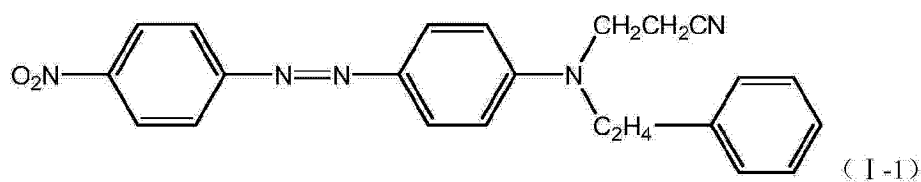
[0016] n 为 1 或 2。

[0017] 进一步, 原染料由组分 A 和组分 B 组成。

[0018] 进一步, 基于基于所述的组分 A 和组分 B, 所述组分 A 重量百分含量为 1 ~ 40%, 所述组分 B 重量百分含量为 60 ~ 99%。

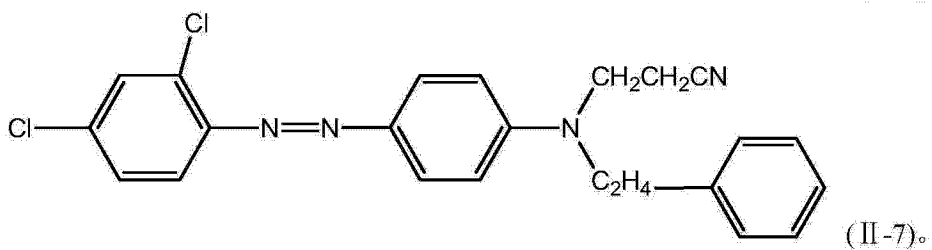
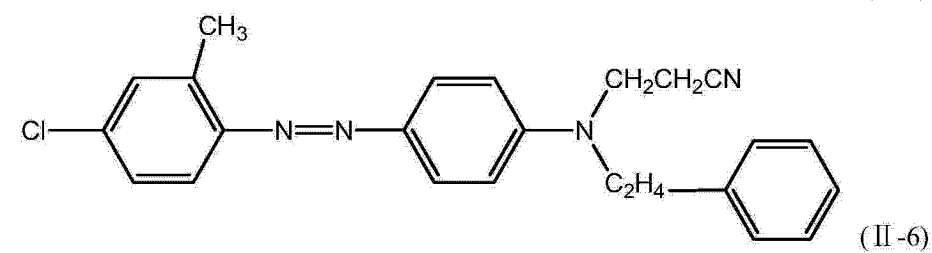
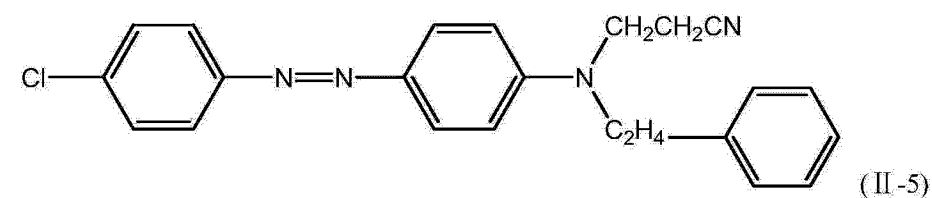
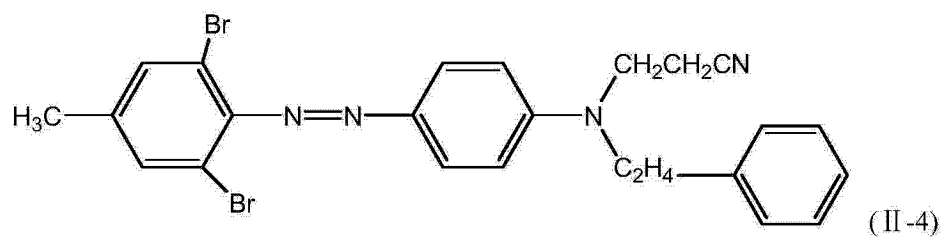
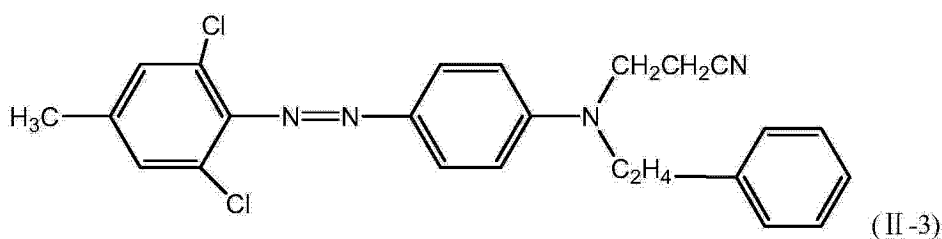
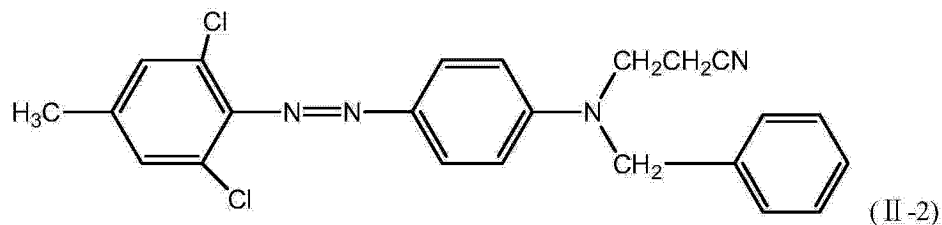
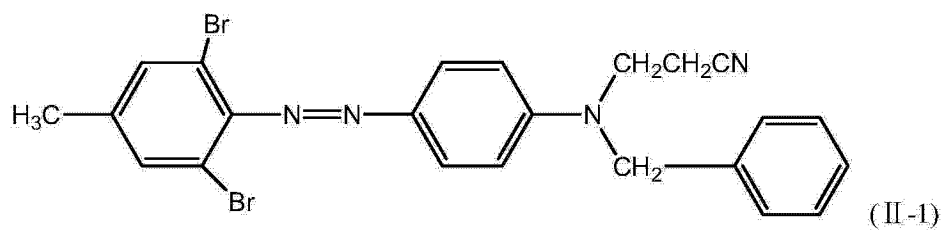
[0019] 进一步, 所述组分 A 优选自下列之一或其中两种以上的混合物 :

[0020]



[0021] 进一步,所述组分 B 优选自下列之一或其中两种以上的混合物:

[0022]



[0023] 特别的,所述组分 A 优选为式 (I-1) 所示的染料化合物,所述组分 B 优选为式 (II-1) 所示的染料化合物。

[0024] 本发明所使用的式 (I)、(II) 所示的染料化合物可方便地按本领域技术人员熟知

的方式合成,也可以参照专利 JP58160355A、JP61223040A、CN102618078A 中介绍的方法或类似的方法制备。由于染料行业的特殊性,很难也没有必要制成纯品,所以本发明中所述的“原染料”是指其中的染料化合物使用的是在制备过程中得到的浆液经压滤机或其他过滤设备过滤所获得的滤饼,通常会带有一些制备过程中的杂质,本发明的分散染料组合物在制备过程中也允许含有少量的物理杂质,以不影响染色性能为宜。

[0025] 本发明所述的分散黄至橙色染料组合物,作为商品出售或应用于纺织材料着色时,通常还需要加入助剂进行后处理,所述的助剂为分散染料复配时常用的分散剂、扩散剂及其它表面活性剂等,优选的助剂选自下列之一或其混合物:萘磺酸甲醛缩合物、木质素磺酸盐、烷基萘磺酸甲醛缩合物(如甲基萘磺酸甲醛缩合物(分散剂 MF))、萘磺酸甲醛缩合物(扩散剂 NNO)、苜基萘磺酸甲醛缩合物(扩散剂 CNF)、木质素磺酸钠(木质素 85A、木质素 83A)等。通常,助剂和原染料的总重量之比为 0.2 ~ 5:1。

[0026] 本发明所述的分散黄至橙色染料组合物,其商品化处理如下:

[0027] 将原染料组分 A 和原染料组分 B 按上述的配比混合后,在助剂、水或其它润湿剂的存在下用砂磨机或研磨机等粉碎机进行微粒子化;另外也可使原染料组分 A 和原染料组分 B 分别在助剂、水或其它润湿剂的存在下用砂磨机或研磨机等粉碎机进行微粒子化处理以上述的比例进行混合。本发明所述的分散黄至橙色染料组合物,用砂磨机或研磨机研磨后可为液状,喷雾干燥后可为粉状、颗粒状。

[0028] 本发明提供的分散黄至橙色染料组合物,可采用分散染料常规染色法如高温高压染色法上染聚酯、聚酰胺或醋纤等疏水性纤维材料,具有染色 pH 依存性好(能在 pH 3.5-13 染浴中进行染色)、色牢度优异、提升性好等特点,尤其是克服了普通耐碱性染料水洗牢度差的缺点。此外,可实现精炼染色一浴法,节能减排,并且减轻对织物的沾污、擦伤,使染色织物色泽亮丽。

(四) 具体实施方式

[0029] 下面结合具体实施例对本发明作进一步描述,但本发明的保护范围并不仅限于此:

[0030] 实施例 1:

[0031] 将 7 克式 (I-1), 93 克式 (II-1), 250 克的分散剂 MF, 加水 200 克混拼后, 研磨分散, 干燥, 即得分散金黄染料。

[0032] 实施例 2:

[0033] 将 45 克式 (I-2), 30 克式 (I-3)、25 克式 (II-1), 250 克扩散剂 NNO, 加水 300 克混拼后, 研磨分散, 干燥, 即得分散橙染料。

[0034] 实施例 3 ~ 20

[0035] 按照实施例 1 所述的方法, 不同的是采用表 1 中组分 A、组分 B 重量比以及助剂, 加水拼混后制成浆液, 控制浆液的含固量为 35 ~ 45% 为宜, 研磨分散, 干燥, 制得分散黄至橙色染料, 该染料适用聚酯纤维及其混纺织物于碱性条件下的前处理和染色合并进行的一浴一步法染色。

[0036] 表 1

[0037]

实施 例	组分 A (g)	组分 B (g)	助剂(g)	颜色
3	(I-2) 5 (I-8) 7	(II-3) 88	木质素 85A:150g	黄色
4	(I-4) 3 (I-6) 7	(II-1) 51 (II-3) 39	扩散剂 NNO:150g 分散剂 MF:150g	黄色

[0038]

5	(I-3) 5 (I-8) 5 (I-7) 5	(II-2) 85	扩散剂 NNO:250g	黄色
6	(I-5) 3 (I-7) 5	(II-1) 28 (II-2) 35 (II-3) 29	扩散剂 CNF:200g	黄色
7	(I-8) 10	(II-1) 55 (II-2) 35	分散剂 MF:250g	黄色
8	(I-1) 12	(II-2) 88	木质素 83A:150g	黄色
9	(I-1) 9	(II-3) 91	扩散剂 NNO:180g 分散剂 MF:20g	黄色
10	(I-1) 20	(II-4) 80	扩散剂 NNO:200g	橙色
11	(I-1) 25	(II-5) 40 (II-6) 35	扩散剂 CNF:200g	橙色
12	(I-2) 3 (I-4) 17	(II-1) 80	分散剂 MF:180g	橙色
13	(I-7) 9	(II-1) 91	木质素 85A:150g	黄色
14	(I-8) 8	(II-1) 92	扩散剂 NNO:150g 分散剂 MF:150g	黄色
15	(I-1) 30	(II-1) 35 (II-7) 35	扩散剂 MF:200g	橙色
16	(I-1) 20 (I-6) 25	(II-1) 55	分散剂 MF:180g	橙色
17	(I-1) 25 (I-7) 25	(II-2) 50	木质素 85A:30g 分散剂 MF:150g	橙色
18	(I-7) 60	(II-3) 40	分散剂 MF:195g	橙色
19	(I-1) 3 (I-8) 6	(II-4) 91	分散剂 MF:195g	黄色
20	(I-7) 4	(II-1) 91 (II-3) 5	分散剂 MF:195g	黄色

[0039] 染色实施例 1

[0040] 称取 3 克实施例 1 制得的分散染料分散在 500 毫升水中,加入 1 克扩散剂 NNO 搅拌均匀,吸取 25 毫升后与 175 毫升的水混合,用片碱调 pH 至 12.5,放入 5 克针织涤纶布,升温至 70℃,继续以约 2℃/min 梯度升温至 130℃,保温染色 45 分钟。然后降温至 80℃左右用热水洗 10min,烘干。采用国际标准局 (ISO) 的测试方法及评级标准分别测试其各项染色牢度:摩擦牢度 (ISO105-X12)、水洗牢度 (ISO 105-C03)、升华牢度 (ISO 105-X11),结果见

表 2。

[0041] 表 2

[0042]

染色深度	摩擦牢度		水洗牢度						升华牢度	
	干	湿	CA	CO	PA	PES	PAN	WO	棉沾	涤沾
3.0%	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5

[0043] 染色实施例 2

[0044] 按照上述染色实施例 1 中所描述的方法,采用实施例 2 ~ 20 中制备的染料分别进行染色,染色深度 3.0%,不同的是改变染色 PH 值,同样可得到染色性能基本一致的黄至橙色织物,具体见表 3。

[0045] 对比例 1 根据专利 CN200610155382.0 实施例 1 得到的复配分散橙染料按本申请染色实施例 1 的方式进行染色;

[0046] 对比例 2 根据专利 CN201210227821.X 实施例 1 得到的复配分散橙染料按本申请染色实施例 1 的方式进行染色;

[0047] 对比例 3 将专利 CN201210131967.4 式 (I -1) 所示的染料单体和式 (II -1) 所示的染料单体,按照本申请实施例 1 的方法制成橙色染料,按本申请染色实施例 1 的方式进行染色;

[0048] 表 3

[0049]

实施例名称	摩擦牢度 (ISO105-X12)		水洗牢度 (ISO105-C03)						升华牢度 (ISO105-X11) (18 0°C × 30S)		PH 值
	干	湿	CA	CO	PA	PES	PAN	WO	棉沾	涤沾	

[0050]

实施例 2	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	13
实施例 3	5	5	4-5	5	4-5	4-5	4-5	4-5	5	4-5	11
实施例 4	5	4-5	4-5	5	4-5	4-5	5	4-5	5	4-5	10
实施例 5	5	5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	3.5
实施例 6	5	5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	8
实施例 7	5	4-5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	5.5
实施例 8	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 9	5	4-5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 10	5	4-5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 11	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 12	5	5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 13	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 14	5	4-5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 15	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 16	5	5	5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 17	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 18	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 19	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
实施例 20	5	5	4-5	5	4-5	5	5	4-5	5	4-5	12.5
对比例 1	4	3	3-4	4	2-3	3-4	4	3	3-4	3-4	12.5
对比例 2	4	3-4	3-4	4-5	2-3	3-4	4	3-4	4	3-4	12.5
对比例 3	4-5	3-4	4	4	3-4	4	4-5	3-4	4-5	4	12.5

[0051] 测试结果表明：本发明的分散黄至橙色染料组合物对染浴的 pH 依存性好，染色织物性能优异。尤其是在 pH>10 的染浴中耐碱性优势尤为突出，亦可用于碱性印花。