(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 117050552 B
(45)授权公告日 2025.01.28

(21)申请号 202310978677.1
(22)申请日 2023.08.04
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 117050552 A
(43)申请公布日 2023.11.14
(73)专利权人 浙江大恒新材料有限公司
地址 311255 浙江省杭州市萧山区浦阳镇尖湖村下湾2-2号1幢
(72)发明人 朱燕娣
(74)专利代理机构 杭州点博知识产权代理事务所(普通合伙) 33462
专利代理师 金磊
(51)Int.Cl.
C09B 29/08(2006.01)
C09B 67/38(2006.01)
B01J 19/18(2006.01)

(56)对比文件
CN 101117446 A,2008.02.06
CN 105907126 A,2016.08.31
CN 108864731 A,2018.11.23

审查员 刘可歆

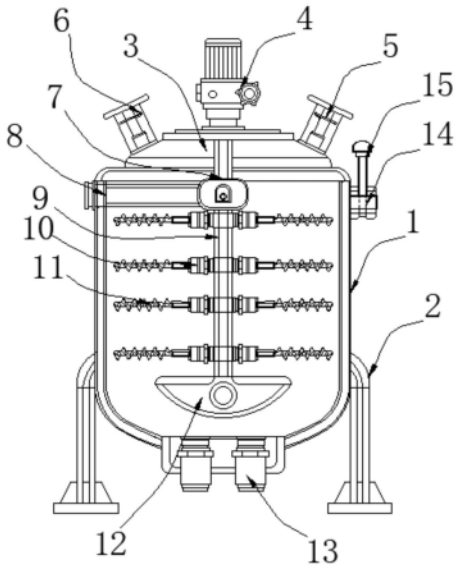
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种结构性分散染料的合成方法及其合成设备

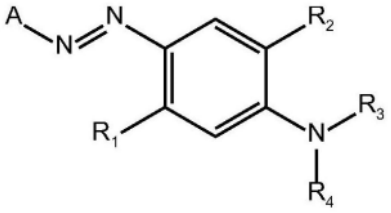
(57)摘要

本发明公开了一种结构性分散染料的合成方法及其合成设备,涉及分散染料技术领域,选取原料C:N-乙基-N-羟乙基(R1/R2取代基)苯胺放到合成设备中,并在原料C中加入缚酸剂,然后升温到70—100℃,然后滴加苯甲酰氯,反应完成后分层得到所要制得的偶合组份,向合成设备中加入酸性介质,使步骤一中得到的偶合组份溶于3—50%酸性介质中,加入冰水混合物使合成设备中的温度降低到—5—5℃并持续进行搅拌,然后滴加步骤二中值得的重氮液进行偶合。本发明的目的在于克服部分散染料结构的部分缺点,改善染料对碱的敏感性,扩大了染料PH适用范围,提升染料对色档的覆盖力,同时染料的性能也优良,增加了新的染料结构。



CN 117050552 B

1.一种结构性分散染料的合成方法,其特征在于:该结构性分散染料的结构通式为:



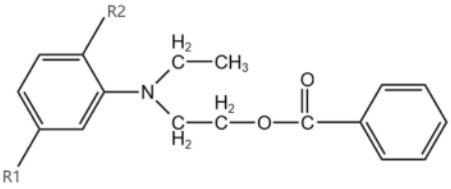
式中A重氮组份选自①3—氨基—5—硝基—2,1—苯并异噻唑,②3—氨基—6—硝基—苯并噻唑,③2—氰基—4—硝基苯胺;

R_1为-Cl,-Br,-I,-$NHCOCH_3$,和-H,-CH_3中的任一种;

R_2为-H或-OCH_3;

所述合成方法包括以下步骤:

步骤一:选取原料C:含R1、R2取代基的N-乙基-N-羟乙基苯胺放到合成设备中,并在原料C中加入缚酸剂,然后升温到70—100℃,然后滴加苯甲酰氯,反应完成后分层得到所要制得的偶合组份,其偶合组份结构如下式:



步骤二:重氮组份为①3—氨基—5—硝基—2,1—苯并异噻唑,②3—氨基—6—硝基—苯并噻唑,③2—氰基—4—硝基苯胺中的任意一个时,首先将亚硝酰硫酸溶于硫酸中,并进行混合打浆,然后在10-50℃的条件下滴加入重氮组份,在5—15℃反应3—5小时得到重氮液;

步骤三:向合成设备中加入酸性介质,使步骤一中得到的偶合组份溶于3—50%酸性介质中,加入冰水混合物使合成设备中的温度降低到-5—5℃并持续进行搅拌,然后滴加步骤二中制得的重氮液进行偶合;

步骤四:偶合反应液终点用渗圈分析重氮组份或偶合组份是否反应完全,检测终点到后,升温50—80℃过滤洗涤至中性得到分散染料滤饼;

所述步骤一中原料C、缚酸剂和苯甲酰氯的摩尔比为1:(0.5—0.7):(1.00—1.1),且缚酸剂为碳酸钠、碳酸氢钠和氧化镁的任一种;

所述步骤二中亚硝酰硫酸的浓度为28%—48%,硫酸的浓度为70%—95%;

所述步骤三中酸性介质为硫酸、盐酸和醋酸中的任一种。

2.一种结构性分散染料的合成设备,用于权利要求1所述的一种结构性分散染料的合成方法,其特征在于:合成设备包括:反应釜主体(1),所述反应釜主体(1)的底部两侧均安装有底座(2),且反应釜主体(1)上方安装有釜盖(3),所述釜盖(3)的上方安装有电动机(4),且反应釜主体(1)的一侧安装有第一进料口(5),同时反应釜主体(1)的另一侧安装有第二进料口(6),所述反应釜主体(1)的内部安装有第一旋转阀门(7),且电动机(4)的输出端与第一旋转阀门(7)转动连接,所述第一旋转阀门(7)的一侧连接有加注管道(8),且加注管道(8)的一端延伸至反应釜主体(1)的外侧釜体,所述第一旋转阀门(7)的下方安装有搅拌轴(9),且搅拌轴(9)的两侧安装有第二旋转阀门(10),所述第二旋转阀门(10)远离搅拌轴(9)的一侧安装有搅拌杆(11),且搅拌杆(11)的表面设置有喷淋孔,同时搅拌轴(9)和搅

拌杆(11)的内部均为中空结构,搅拌轴(9)通过第二旋转阀门(10)和搅拌杆(11)连通,所述搅拌轴(9)远离第一旋转阀门(7)的一端安装有混料斗(12),所述反应釜主体(1)的底部安装有出料阀门(13),且反应釜主体(1)的一侧安装有滴加管道(14),同时滴加管道(14)的上方安装有滴加阀门(15)。

一种结构性分散染料的合成方法及其合成设备

技术领域

[0001] 本发明涉及分散染料技术领域,具体为一种结构性分散染料的合成方法及其合成设备。

背景技术

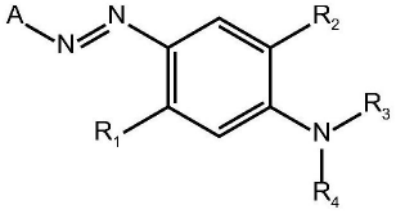
[0002] 偶氮结构的分散染料有些对碱十分敏感,也不耐还原作用。带酯基、氰基或酰胺基的分散染料,多数会受碱水解作用,影响正常的色光。也有些品种即使在中性或弱碱性条件下高温染色,无色变现象。

[0003] 分散染料对色档的覆盖力决定于染料结构本身,染料初染率高、扩散慢、迁移性差的品种,多数对色档的覆盖力也差。

发明内容

[0004] 针对现有技术的不足,本发明提供了一种结构性分散染料的合成方法及其合成设备,解决了上述背景技术中提出的问题。

[0005] 为实现以上目的,本发明通过以下技术方案予以实现:一种结构性分散染料的合成方法及其合成设备,包括该结构性分散染料的结构通式为:

[0006] 

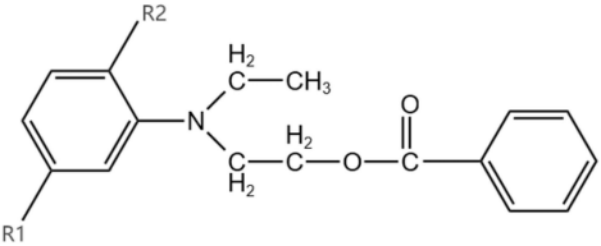
[0007] 式中A重氮组份选自①3—氨基—5—硝基—2,1—苯骈异噻唑,②3—氨基—6—硝基—苯骈噻唑,③2—氰基—4—硝基苯胺和④硝基苯胺中的任一种;

[0008] R_1为-Cl,-Br,-I,-$NHCOCH_3$,和-H,-CH_3中的任一种;

[0009] R_2为-H或-OCH_3;

[0010] 所述合成方法包括以下步骤:

[0011] 步骤一:选取原料C:N-乙基-N-羟乙基(R1/R2取代基)苯胺放到合成设备中,并在原料C中加入缚酸剂,然后升温到70—100℃,然后滴加苯甲酰氯,反应完成后分层得到所要制得的偶合组份,其偶合组份结构如下式:

[0012] 

[0013] 步骤二:重氮组份为①3—氨基—5—硝基—2,1—苯骈异噻唑,②3—氨基—6—硝基—苯骈噻唑,③2—氰基—4—硝基苯胺时,首先将亚硝酰硫酸溶于硫酸中,并进行混合打

浆,然后在10-50℃的条件下滴加入重氮组份,在5—15℃反应3—5小时得到重氮液;

[0014] 步骤三:向合成设备中加入酸性介质,使步骤一中得到的偶合组份溶于3—50%酸性介质中,加入冰水混合物使合成设备中的温度降低到-5—5℃并持续进行搅拌,然后滴加步骤二中制得的重氮液进行偶合;

[0015] 步骤四:偶合反应液终点用用渗圈分析重氮组份或偶合组份是否反应完全,检测终点到后,升温50—80℃过滤洗涤至中性得到分散染料滤饼。

[0016] 进一步的,所述步骤一中原料C、缚酸剂和苯甲酰氯的摩尔比为1:(0.5—0.7):(1.00—1.1),且缚酸剂为碳酸钠、碳酸氢钠和氧化镁的任一种。

[0017] 进一步的,所述步骤二中亚硝酰硫酸的浓度为28%—48%,硫酸的浓度为70%—95%。

[0018] 进一步的,所述步骤三中酸性介质为硫酸、盐酸和醋酸中的任一种。

[0019] 进一步的,所述的用于生产一种结构性分散染料的合成设备,合成设备包括:反应釜主体1,所述反应釜主体1的底部两侧均安装有底座2,且反应釜主体1上方安装有釜盖3,所述釜盖3的上方安装有电动机4,且反应釜主体1的一侧安装有第一进料口5,同时反应釜主体1的另一侧安装有第二进料口6,所述反应釜主体1的内部安装有第一旋转阀门7,且电动机4的输出端与第一旋转阀门7转动连接,所述第一旋转阀门7的一侧连接有加注管道8,且加注管道8的一端延伸至反应釜主体1的外侧釜体,所述第一旋转阀门7的下方安装有搅拌轴9,且搅拌轴9的两侧安装有第二旋转阀门10,所述第二旋转阀门10远离搅拌轴9的一侧安装有搅拌杆11,且搅拌杆11的表面设置有喷淋孔,同时搅拌轴9和搅拌杆11的内部均为中空结构,搅拌轴9通过第二旋转阀门10和搅拌杆11连通,所述搅拌轴9远离第一旋转阀门7的一端安装有混料斗12,所述反应釜主体1的底部安装有出料阀门13,且反应釜主体1的一侧安装有滴加管道14,同时滴加管道14的上方安装有滴加阀门15。

[0020] 本发明提供了一种结构性分散染料的合成方法及其合成设备,具备以下

[0021] 有益效果:

[0022] 本发明的目的在于克服部分散染料结构的部分缺点,改善染料对碱的敏感性,扩大了染料PH适用范围,提升染料对色档的覆盖力,同时染料的性能也优良,增加了新的染料结构;

[0023] 对于不同的重氮组份,与本发明制备的含苯甲酰基团的不同偶合组份进行偶合均可以得到不同色光的分散染料。同时制备的偶合组份,对于取代基R1、R2基团的不同也会反应生成多种不同的偶合组份,既可以生成单一的偶合组份,也反应生成混合的偶合组份。同时与重氮组份反应后可生成单一结构的分散染料也可生成混合的结构的分散染料,经商品化处理达到单色商品或复配商品。

附图说明

[0024] 图1为本发明一种结构性分散染料的合成设备的结构示意图。

[0025] 图中:1、反应釜主体;2、底座;3、釜盖;4、电动机;5、第一进料口;6、第二进料口;7、第一旋转阀门;8、加注管道;9、搅拌轴;10、第二旋转阀门;11、搅拌杆;12、混料斗;13、出料阀门;14、滴加管道;15、滴加阀门。

具体实施方式

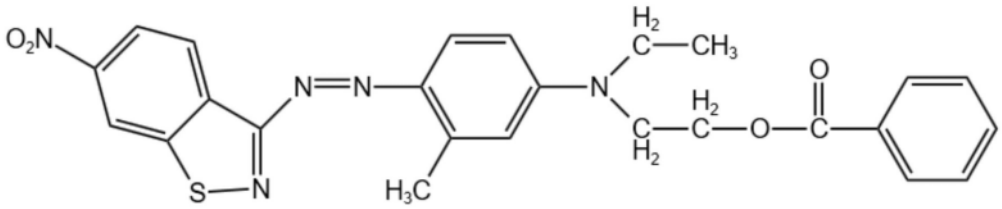
[0026] 下面结合附图和实施例对本发明的实施方式作进一步详细描述。以下实施例用于说明本发明,但不能用来限制本发明的范围。

[0027] 实施例1:

[0028] 如图1所示,本发明提供一种技术方案:首先通过第一进料口5向合成设备的反应釜主体1的内部加入原料C中的一种(N-乙基—N—羟乙基间甲苯胺)50克然后利用外部的加热设备升温到70℃,然后启动电动机4通过搅拌轴9带动搅拌杆11进行转动,在搅拌的条件下通过第二进料口6加入缚酸剂氧化镁6克,然后后升温到80—90℃,然后打开滴加阀门15通过滴加管道向反应釜主体1的内部开始滴加苯甲酰氯41克,滴加结束后保温3小时至合格,合格后降温至60—70℃加入水50克,静置分层,分层后得到D偶合组份77克,收率99%以上,液相检测HPLC98%;

[0029] 然后选取重氮组分通式中A(3—氨基—5硝基苯并异噻唑)24克加入到85—95%的硫酸中,在45—60℃保温1.0—1.5小时,使重氮组分完全溶解。然后降温到在0—20℃,然后打开滴加阀门15通过滴加管道向反应釜主体1的内部开始滴加亚硝酰硫酸40克,滴加完后保温3—5小时,最后保温结束检测终点,合格后待用。

[0030] 在等待重氮反应快完成前,向烧杯中加入250克水,在搅拌下加入硫酸10克,醋酸50克混合均匀,然后再加入乳化剂0.5克和尿素0.3克,搅拌下加少量冰及35克偶合组份在溶解完全后再加冰降温到0—5℃开始滴加反应好的重氮液,滴加时间控制在1—2小时,滴加完重氮液保温反应2—3小时,到重氮液消失,然后加水400ml升温到60—70℃保温1—2小时过滤洗涤到滤饼到中性,烘干后得滤饼53.5克,滤饼收率90.6%,HPLC92.5%,并得到下式分散蓝染料结构:

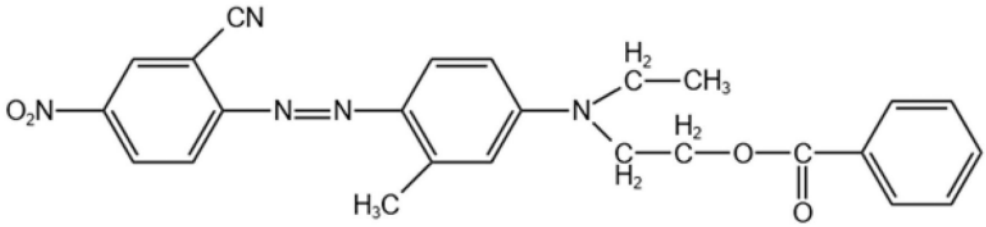
[0031] 

[0032] 实施例2:

[0033] 如图1所示,本发明提供一种技术方案:首先选取实例1中偶合组份D不变。

[0034] 发选取重氮组份通式A(2—氰基—4硝基苯胺)20克,在搅拌下加入到75—95%的硫酸40克中,控制温度在10—20℃,加完重氮组份搅拌2—3小时,降温到5—15℃开始滴加亚硝酰硫酸36克,滴加时间控制在1小时左右,滴加完保温2—3小时,检测合格后待用;

[0035] 在等待重氮反应快完成前,向烧杯中加入200克水,在搅拌下加入硫酸10克,醋酸50克混合均匀,然后再加入乳化剂0.5克和尿素0.3克,搅拌下加少量冰及35克偶合组份在溶解完全后再加冰降温到0—5℃开始滴加反应好的重氮液,滴加时间控制在1—2小时,滴加完重氮液保温反应1.5—2小时,到重氮液消失,然后加水350ml升温到60—70℃保温1—2小时过滤洗涤到滤饼到中性。烘干后得滤饼53.2克,滤饼收率95%,HPLC94.3%。得以下分散紫结构:

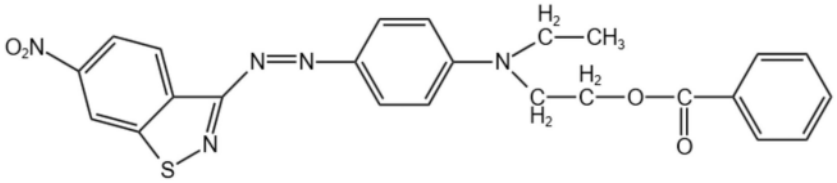
[0036] 

[0037] 实施例3：

[0038] 本发明提供一种技术方案：首先通过第一进料口5向合成设备的反应釜主体1的内部加入原料C的一种(N-乙基-N-羟乙基苯胺)50克升温到70℃，搅拌下加入缚酸剂氧化镁6.5克，升温到80—90℃，开始滴加苯甲酰氯44.5克，滴加结束后保温3小时至合格，合格后降温至60—70℃加入水55克，静置分层。分层后得到E偶合组份80.5克，收率99％，液相检测HPLC98％。

[0039] 选取重氮组分通式中A(3—氨基—5硝基苯并异噻唑)24克加入到85—95％的硫酸中，在45—60℃保温1.0—1.5小时，使重氮组分完全溶解。然后降温到在0—20℃，开始滴加亚硝酰硫酸40克，滴加完后保温3—5小时，最后保温结束检测终点，合格后待用。

[0040] 在等待重氮反应快完成前，向烧杯中加入250克水，在搅拌下加入硫酸10克，醋酸50克混合均匀，然后再加入乳化剂0.5克和尿素0.3克，搅拌下加少量冰及34克偶合组份在溶解完全后再加冰降温到0—5℃开始滴加反应好的重氮液，滴加时间控制在1—2小时，滴加完重氮液保温反应2—3小时，到重氮液消失，然后加水400ml升温到60—75℃保温1—2小时过滤洗涤到滤饼到中性。烘干后得滤饼52.6克，滤饼收率90.1％，HPLC92.5％，得到下式分散蓝染料结构：

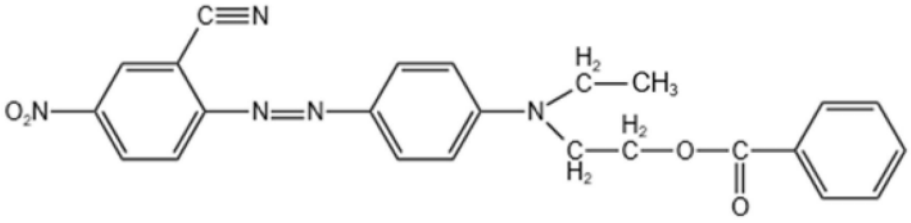
[0041] 

[0042] 实施例4：

[0043] 先取实施例3.中的偶合组份E不变。

[0044] 选取重氮组份通式A(2—氰基—4硝基苯胺)20克，在搅拌下加入到75—95％的硫酸40克中，控制温度在10—20℃。加完重氮组份搅拌2—3小时，降温到5—15℃开始滴加亚硝酰硫酸36克，滴加时间控制在1小时左右，滴加完保温2—3小时，检测合格后待用。

[0045] 在等待重氮反应快完成前，向烧杯中加入250克水，在搅拌下加入硫酸10克，醋酸50克混合均匀，然后再加入乳化剂0.5克和尿素0.3克，搅拌下加少量冰及34克偶合组份在溶解完全后再加冰降温到0—5℃开始滴加反应好的重氮液。滴加时间控制在1—2小时，滴加完重氮液保温反应2—3小时，到重氮液消失，然后加水400ml升温到60—75℃保温1—2小时过滤洗涤到滤饼到中性。烘干后得滤饼55.9克，滤饼收率96％，HPLC93.1％。得以下分散紫结构：

[0046] 

[0047] 根据实施例对于不同的重氮组份,与本发明制备的含苯甲酰基团的不同偶合组份进行偶合均可以得到不同色光的分散染料。同时制备的偶合组份,对于取代基R1、R2基团的不同也会反应生成多种不同的偶合组份,既可以生成单一的偶合组份,也反应生成混合的偶合组份。同时与重氮组份反应后可生成单一结构的分散染料也可生成混合的结构的分散染料,经商品化处理达到单色商品或复配商品。

[0048] 根据本发明对实施例所得的分散染料进行商品处理,其实施例如下:

[0049] 本发明分散染料的性能参数如下:

[0050]

实施例	重氮组份A	R1	R2	偶合组份	升华牢度	PH范围	覆盖力
1	3－氨基－5硝基苯并异噻唑	$-CH_3$	-H	D	4－5	4－10	4－5
2	2－氰基－4硝基苯胺	$-CH_3$	-H	D	4	4－7.5	4
3	3－氨基－5硝基苯并异噻唑	-H	-H	E	4－5	4－11	4－5
4	2－氰基－4硝基苯胺	-H	-H	E	3－4	4－7.5	3－4

[0051] 本发明的实施例是为了示例和描述起见而给出的,而并不是无遗漏的或者将本发明限于所公开的形式。很多修改和变化对于本领域的普通技术人员而言是显而易见的。选择和描述实施例是为了更好说明本发明的原理和实际应用,并且使本领域的普通技术人员能够理解本发明从而设计适于特定用途的带有各种修改的各种实施例。

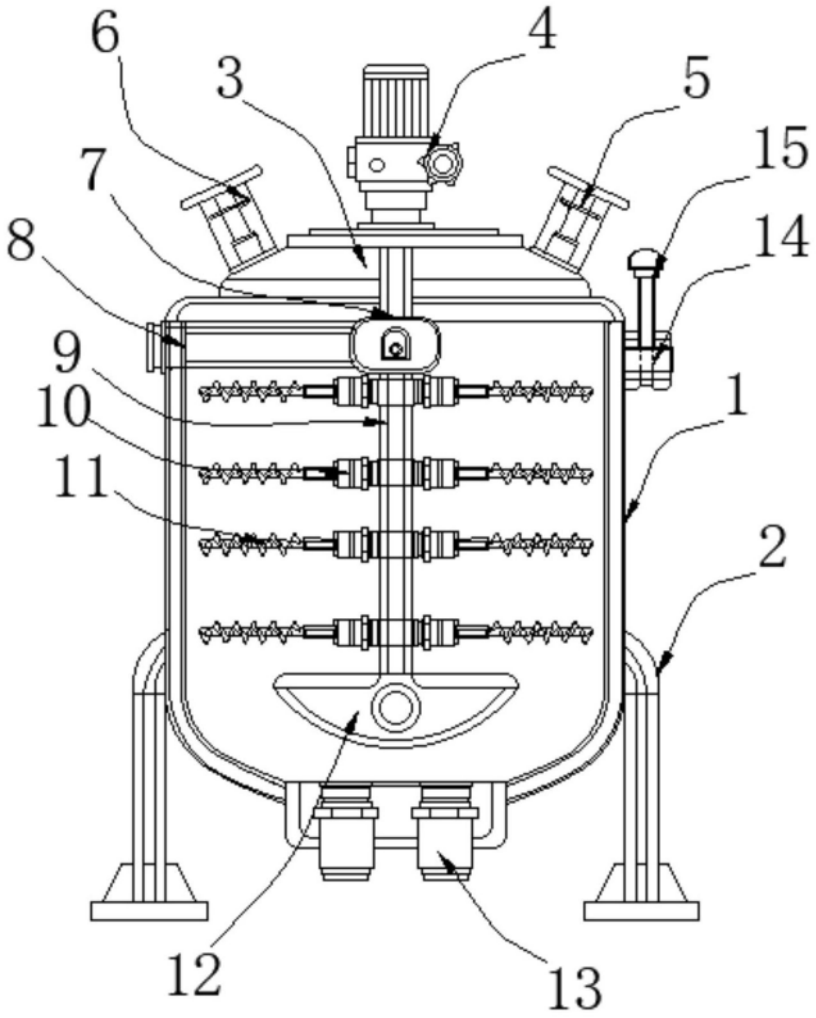


图1