



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102775813 A

(43) 申请公布日 2012. 11. 14

(21) 申请号 201210234443. 8

(22) 申请日 2012. 07. 09

(71) 申请人 天津市大邱庄宏达化工有限公司

地址 301600 天津市静海县大邱庄镇津美街

(72) 发明人 高峰

(74) 专利代理机构 天津盛理知识产权代理有限公司

公司 12209

代理人 刘玲

(51) Int. Cl.

C09B 67/24 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种酸性染料的无污染制备工艺

(57) 摘要

本发明涉及一种酸性染料的无污染制备工艺,制备步骤如下:(1)制备重氮液:(2)制备二苯胺乳化液:(3)偶合:将步骤(1)的重氮液调 pH 至刚果红试纸微蓝色,将降温后的步骤(2)获得二苯胺乳化液加入到重氮液中进行偶合,调节 pH,最后进行喷雾干燥即得。本发明的制备工艺改变了酸性金黄传统工艺条件,采用了原浆直接喷雾造粒干燥处理,省去了原有的盐析、压滤、烘干、粉碎、混拼等工序,达到省时、省煤、省电、节约蒸汽同时减轻了工人的劳动强度。

1. 一种酸性染料的无污染制备工艺,其特征在于:制备步骤如下:

(1)制备重氮液:

在 2-5℃,在间氨基苯磺酸钠溶液中加入盐酸,然后放入 30-50% m/m 的亚硝酸钠溶液,此时刚果红试纸,碘化钾试纸为蓝色,反应 1-2 小时,制备得到重氮液;

所述间氨基苯磺酸钠:盐酸:亚硝酸钠的摩尔比为 1:2.25-3:1-2;

(2)制备二苯胺乳化液:

将二苯胺溶于水,溶解过程中加入肥皂,溶解后降温备用;

所述二苯胺:间氨基苯磺酸钠的摩尔比为 1:1-2;所述肥皂的用量为二苯胺重量的 5-15%;

(3)偶合:

将步骤(1)的重氮液调 pH 至刚果红试纸微蓝色,将降温后的步骤(2)获得二苯胺乳化液加入到重氮液中进行偶合,温度 $T=10-20^{\circ}\text{C}$,搅拌 1-3 小时,此时 $\text{pH}=2$,然后再调节 $\text{pH}=7$,pH 值稳定后作用 1-3 小时,再调 $\text{pH}=8.5$,搅拌 10-20 分钟,再加入扩散剂 0.5-2 克/升搅拌,最后进行喷雾干燥即得。

2. 根据权利要求 1 所述的酸性染料的无污染制备工艺,其特征在于:所述间氨基苯磺酸钠:盐酸:亚硝酸钠的摩尔比为 1:2.25:1.01。

3. 根据权利要求 1 所述的酸性染料的无污染制备工艺,其特征在于:所述二苯胺:间氨基苯磺酸钠的摩尔比为 1:1。

4. 根据权利要求 1 所述的酸性染料的无污染制备工艺,其特征在于:所述间氨基苯磺酸钠溶液的浓度为 5-20%。

5. 根据权利要求 1 所述的酸性染料的无污染制备工艺,其特征在于:所述步骤(3)中重氮液调 pH 采用醋酸钠。

6. 根据权利要求 1 所述的酸性染料的无污染制备工艺,其特征在于:所述步骤(3)调节 $\text{pH}=7$ 时采用 15% 的纯碱溶液。

7. 根据权利要求 1 所述的酸性染料的无污染制备工艺,其特征在于:所述扩散剂为 NNO 。

一种酸性染料的无污染制备工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及染料制备工艺,特别是一种酸性染料的无污染制备工艺。

背景技术

[0002] 随着酸性染料行业竞争日趋激烈,以及人们对纺织品色彩要求的不断提高,对染料的要求也越来越高,其中色泽鲜艳、上色率高的环保染料和无盐液体染料受到市场的青睐。

[0003] 酸性染料的传统制备工艺中,一般经过盐析、过滤和浓缩等工艺过程,现有的工艺过程是:首先脱盐,除去没有反应的有机物及副染料,得到所需求浓度和比较纯正的染料;然后再进行滚筒干燥再粉碎。合成和盐析过程中带来的有机杂质和盐分汇聚了大量影响了染料的纯度、强度以及溶解度的成分,只有减少染料中的有机杂质和盐分,才能提高染料的纯度、强度以及溶解度。

[0004] 目前,国内外的传统染料生产工艺主要采取的是盐析方法来分离染料,但是盐析的产品氯化钠含量过高,而且不同的批次产品质量不稳定,再者由于盐析过程中使用了大量的氯化钠来进行分离染料,又产生了大量的废水及有机物,废水的排放还会对环境造成极大污染,严重制约了染料工业的可持续发展。

[0005] 现有的酸性金黄是酸性染料中的重要品种之一,也是一种应用范围比较广的染料,然而作为一种典型的偶氮染料,传统生产工艺产生了大量的废水,不经处理排放会造成严重的环境污染,而对工艺废水的处理则会大幅提高产品的成本,因此,如何简化工艺、提高染料品质、节能降耗及将废水消耗在工艺中或不产生污水是酸性染料行业当前急需解决的重要问题。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于克服现有技术的不足,提供一种工艺简单、所得染料品质、性能良好、生产成本低、绿色环保的酸性染料的无污染制备工艺

[0007] 本发明解决其技术问题是采用以下技术方案实现的:

[0008] 一种酸性染料的无污染制备工艺,制备步骤如下:

[0009] (1)制备重氮液:

[0010] 在 2-5℃,在间氨基苯磺酸钠溶液中加入盐酸,然后放入 30-50% m/m 的亚硝酸钠溶液,此时刚果红试纸,碘化钾试纸为蓝色,反应 1-2 小时,制备得到重氮液;

[0011] 所述间氨基苯磺酸钠:盐酸:亚硝酸钠的摩尔比为 1:2.25-3:1-2;

[0012] (2)制备二苯胺乳化液:

[0013] 将二苯胺溶于水,溶解过程中加入肥皂,溶解后降温备用;

[0014] 所述二苯胺:间氨基苯磺酸钠的摩尔比为 1:1-2;所述肥皂的用量为二苯胺重量的 5-15%;

[0015] (3)偶合:

[0016] 将步骤(1)的重氮液调 pH 至刚果红试纸微蓝色,将降温后的步骤(2)获得二苯胺乳化液加入到重氮液中进行偶合,温度 $T=10-20^{\circ}\text{C}$,搅拌 1-3 小时,此时 $\text{pH}=2$,然后再调节 $\text{pH}=7$,pH 值稳定后作用 1-3 小时,再调 $\text{pH}=8.5$,搅拌 10-20 分钟,再加入扩散剂 0.5-2 克/升搅拌,最后进行喷雾干燥即得。

[0017] 而且,所述间氨基苯磺酸钠:盐酸:亚硝酸钠的摩尔比为:1:2.25:1.01。

[0018] 而且,所述二苯胺:间氨基苯磺酸钠的摩尔比为 1:1。

[0019] 而且,所述间氨基苯磺酸钠溶液的浓度为 5-20%。

[0020] 而且,所述步骤(3)中重氮液调 pH 采用醋酸钠。

[0021] 而且,所述步骤(3)调节 $\text{pH}=7$ 时采用 15% 的纯碱溶液。

[0022] 而且,所述扩散剂为 NNO 。

[0023] 本发明的优点和有益效果为:

[0024] 1、本发明的制备工艺改变了酸性金黄传统工艺条件,采用了原浆直接喷雾造粒干燥处理,省去了原有的盐析、压滤、烘干、粉碎、混拼等工序,达到省时、省煤、省电、节约蒸汽同时减轻了工人的劳动强度。

[0025] 2、本发明通过直接喷雾造粒连续生产,保持不同批次产品质量的一致性,消除盐析过程中产生的高浓度有色废水,省掉传统工艺方法加入 25% 的氯化钠,节约了辅助材料,有效降低生产成本,并从源头上减轻了染料废水的处理难度,有利于环保工作的顺利实施。

[0026] 3、本发明制备染料工艺的收率提高了 20%,生产出的染料的水不溶物可达到 0.05% 以下,产品均一性好,纯度高。

具体实施方式

[0027] 下面对本发明作进一步详细说明,以下实施例只是描述性的,不是限定性的,不能以此限定本发明的保护范围。

[0028] 一种酸性染料的无污染制备工艺,原料如下

[0029]

原料名称	分子量	摩尔比	摩尔数	100% 用量	含量 %	工业量 g
间氨基苯磺酸钠	195.2	1	0.24	41.52	100	41.52
盐酸	36.5	2.25		19.71	30	65.7
二苯胺	169.2	1	0.24	40.6	98	41.4
肥皂						3.96
亚钠(亚硝酸钠)	69	1.01	0.242	16.73	98	17.07
醋酸钠			调 pH 用			25
纯碱(碳酸钠)			调 pH 用			5

[0030] 制备方法如下:(以下涉及的百分含量没有特殊标明均为重量百分比)

[0031] (1)制备重氮液:

[0032] 在 500ml 烧杯中加水 360ml,加入间氨基苯磺酸钠打浆 30 分钟,加冰降温 $T=5^{\circ}\text{C}$ 以下,将定量盐酸加入,在 20 分钟后放入 40% 的亚钠液,此时刚果红试纸,碘化钾试纸为蓝色,温度 $T=3-5^{\circ}\text{C}$,反应 1 小时,体积 $v=400\text{ml}-450\text{ml}$;

[0033] (2)制备二苯胺乳化液:

[0034] 在 2000ml 烧杯中加水 100ml,开动搅拌加入肥皂和二苯胺,开始搅拌升温至 $T=90^{\circ}\text{C}$,在搅拌下自然降温 $T=70^{\circ}\text{C}$,快速加冰降温 $T=15^{\circ}\text{C}$ 备用;

[0035] (3)偶合：

[0036] 将反应好的重氮液中用醋酸钠调刚果红试纸微蓝色，将已降温好的二苯胺乳化液快速加入到已经调好重氮液中进行偶合，此时温度 $T=15^{\circ}\text{C}$ ，搅拌 2 小时，此时物料外观呈黑色有少量焦油， $\text{pH}=2$ ，开始用 15% 的纯碱溶液于 3.5 小时后调 $\text{pH}=7$ ， pH 值稳定后作用 2 小时，再用纯碱液快速调 $\text{pH}=8.5$ （注，反应过程中用 UV 光度仪跟踪检测），搅拌 15 分钟，再加扩散剂 NNO ，用量为 0.5-2 克 / 升，搅拌 30 分钟，直接进行喷雾干燥。

[0037] 表 1 本发明方法与传统方法生产产品的技术指标对比如下：

[0038]

主要技术指标	本发明方法	传统方法
水不溶物	0.03%	0.8%
溶解度(80℃)	100g/L	60g/L
日晒牢度	6	5
色力	150%	110%

[0039] 本发明制备的染料的结构式如下：

[0040] 本发明方法生产的染料溶液含固量和强度显著优于采用现有及时指标，有效地提高染料的收率和强度，以其稳定的质量、优惠的价格具有很强的竞争力，使产品提高了一个档次，市场前景非常广阔，用时，本发明最大限度地减少了生产过程中无污染的生产，实行清洁生产，可大幅度减少废物排放，从根本上解决染料行业的污染问题，本发明的染料生产经济效益十分显著，其发展前景非常乐观，蕴藏巨大潜力。