



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103275510 A

(43) 申请公布日 2013. 09. 04

(21) 申请号 201310223052. 0

(22) 申请日 2013. 06. 06

(71) 申请人 恒升化工(启东)有限公司

地址 226200 江苏省南通市启东市北新精细
化工园区

(72) 发明人 邢国章 吴志彤 刘世刚 唐安定

(74) 专利代理机构 南京正联知识产权代理有限
公司 32243

代理人 卢海洋

(51) Int. Cl.

C09B 1/34 (2006. 01)

权利要求书2页 说明书5页

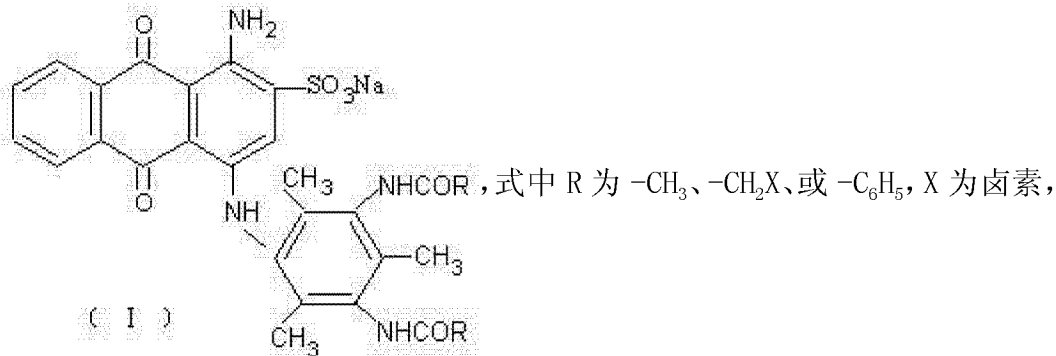
(54) 发明名称

一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法

(57) 摘要

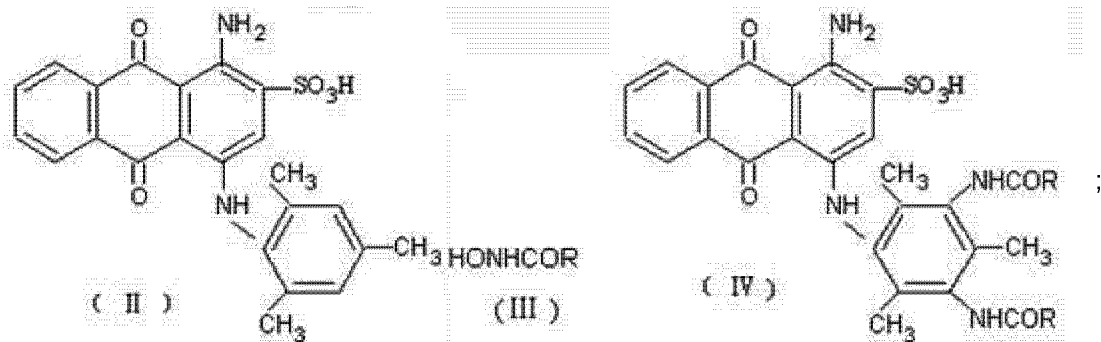
本发明公开了一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:包括以下工艺步骤:缩合反应步骤和中和反应步骤,所述缩合反应步骤:在缩合反应釜中投入硫酸,将式(II)与式(III)加入到硫酸中,降温至20~25℃,保温搅拌3-5小时,得到式(IV)化合物,稀释到冰水中,稀释温度要小于10℃,稀释完稍搅拌均匀即进行压滤,得到滤饼,滤液回收到处理釜;所述中和反应步骤:中和反应釜内,投入冰水加入上述缩合反应中得到的滤饼,调整温度在5~30℃加入碱液调pH=3.5~9,转入到中转釜内,进行湿品标准化,然后进行喷雾干燥后得到式(I)的成品。本发明的优点是:省去了一步过滤工序,减少了高含盐废水的产生,简化了生产工艺,降低生产成本。

1. 一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:该化合物的结构如下式(I)所示:



包括以下工艺步骤:缩合反应步骤和中和反应步骤,

所述缩合反应步骤:在缩合反应釜中投入 900-1600 质量份硫酸,将 250 质量份式(II)与 115-135 质量份式(III)加入到硫酸中,降温至 $20\sim 25^\circ\text{C}$,保温搅拌 3-5 小时,得到式(IV)化合物,终点到后,稀释到 3500-4500 质量份冰水中,稀释温度要小于 10°C ,稀释完稍搅拌均匀即进行压滤,得到滤饼,滤液回收到处理釜,式(II)、式(III)、式(IV)结构式如下所示:

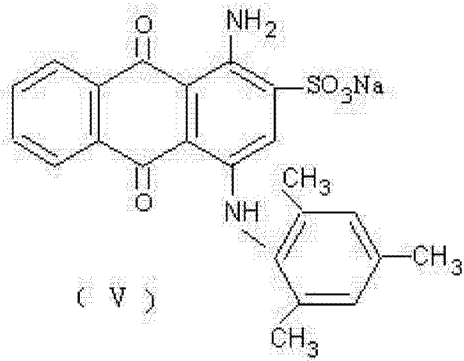


所述中和反应步骤:中和反应釜内,投入 2000 质量份冰水加入上述缩合反应中得到的滤饼,调整温度在 $5\sim 30^\circ\text{C}$ 加入碱液调 $\text{pH}=3.5\sim 9$,得到式(I)化合物浆料后转入到中转釜内,进行湿品标准化,然后进行喷雾干燥后得到式(I)的成品。

2. 根据权利要求 1 所述的一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:所述硫酸的浓度为 90-100%。

3. 根据权利要求 2 所述的一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:所述硫酸的浓度为 95-98%。

4. 根据权利要求 1 所述的一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:所述式(II)是式(V)原粉溶解于硫酸后保温搅拌 1 小时而得



5. 根据权利要求1所述的一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:所述R为 $-\text{CH}_2\text{X}$,X为 $-\text{Br}$ 或 $-\text{Cl}$ 。

6. 根据权利要求1所述的一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:所述碱液为液碱与纯碱的混合溶液。

7. 根据权利要求6所述的一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:所述碱液为纯碱的溶液。

8. 根据权利要求1所述的一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,其特征在于:所述中和反应步骤中 $\text{pH}=6.5\sim 7.5$,调整温度 $10\sim 15^\circ\text{C}$ 。

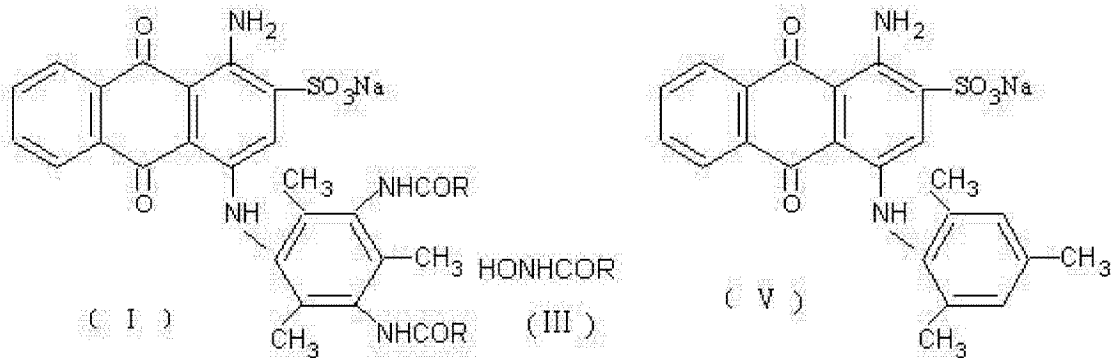
一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法。

背景技术

[0002] 现有技术中式(I)染料的生产采用下述工艺：式(V)溶解于硫酸中与式(III)进行缩合反应，缩合终点到后，稀释到冰水中，过滤，洗涤，过滤得到的滤饼进行打浆，用混合碱液进行中和反应，得到目标化合物，再经过盐析过滤，烘箱烘干，粉碎标准化，得到相应染料产品。该工艺过程操作工序长，操作要求比较高，劳动强度大，产品易变质损失。同时该工艺会产生两步废水，经统计每生产1吨标准品，会产生稀释滤液废水7吨；缩合中和废水5吨，污水中含20%的NaCl以及大量有机化合物，平均COD=5500mg/L左右，污水处理成本较高。同时在烘干标准化过程中，粉尘污染也是个比较严重的环境问题。



[0003] 其中 R = -CH₃, -CH₂X, 或 -C₆H₅, X 为卤素。

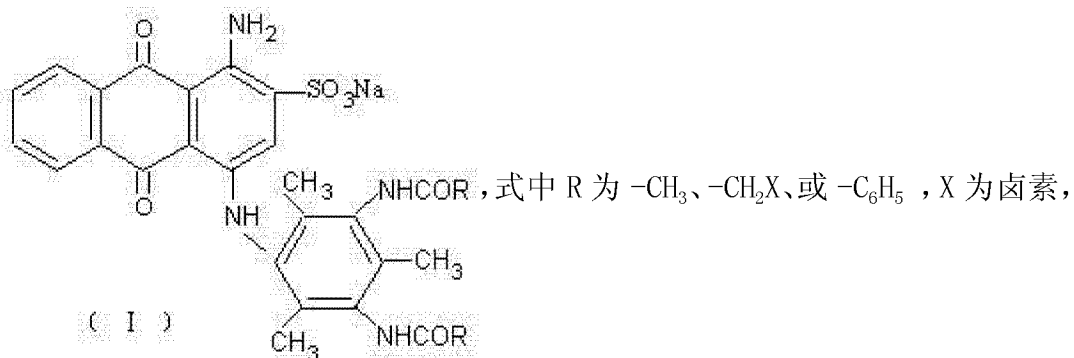
[0004] 因此，为解决上述问题，特提供一种新的技术方案来满足需求。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法。

[0006] 本发明采用的技术方案是：

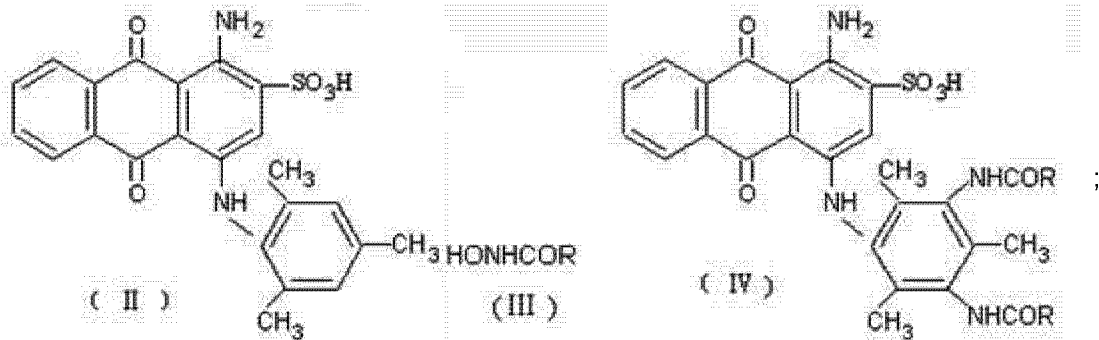
一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法，该化合物的结构如下式(I)所示：



包括以下工艺步骤：缩合反应步骤和中和反应步骤，

所述缩合反应步骤：在缩合反应釜中投入 900-1600 质量份硫酸，将 250 质量份式(II)与 115-135 质量份式(III)加入到硫酸中，降温至 20~25℃，保温搅拌 3-5 小时，得到式(IV)

化合物,终点到后,稀释到 3500-4500 质量份冰水中,稀释温度要小于 10℃,稀释完稍搅拌均匀即进行压滤,得到滤饼,滤液回收到处理釜,式(II)、式(III)、式(IV)结构式如下所示:

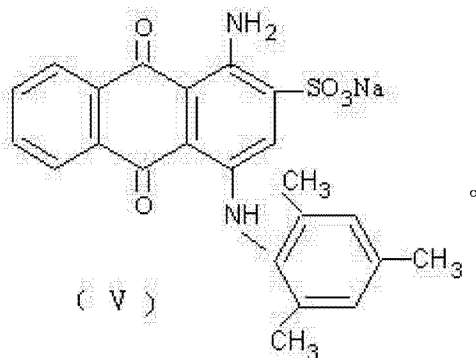


所述中和反应步骤:中和反应釜内,投入 2000 质量份冰水加入上述缩合反应中得到的滤饼,调整温度在 5~30℃加入碱液调 pH=3.5~9,得到式(I)化合物浆料后转入到中转釜内,进行湿品标准化,然后进行喷雾干燥后得到式(I)的成品。

[0007] 所述硫酸的浓度为 90-100%。

[0008] 所述硫酸的浓度为 95-98%。

[0009] 所述式(II)是式(V)原粉溶解于硫酸后保温搅拌 1 小时而得



[0010] 所述 R 为 $-\text{CH}_2\text{X}$, X 为 $-\text{Br}$ 或 $-\text{Cl}$ 。

[0011] 所述碱液为液碱与纯碱的混合溶液。

[0012] 所述碱液为纯碱的溶液。

[0013] 所述中和反应步骤中 pH=6.5~7.5,调整温度 10~15℃。

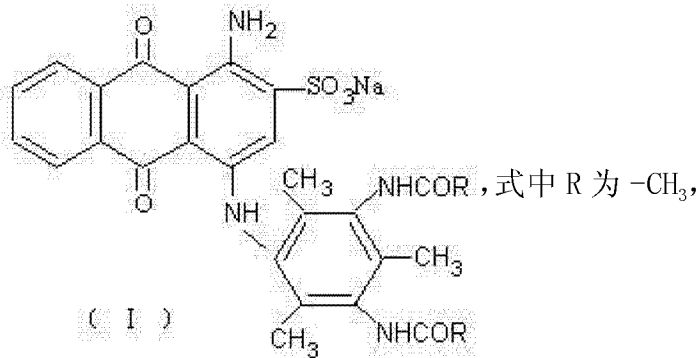
[0014] 本发明的优点是:省去了一步过滤工序,减少了高含盐废水的产生,简化了生产工艺,降低生产成本;采用喷雾干燥及湿拼混标准化技术,减少了劳动力,采用喷雾干燥技术避免了不稳定基团在常规烘干中变质的问题,同时也减少了含量废水的产生,降低了染料粉尘的污染,改善了现场作业环境,提高了工艺效率;从产品的分子合成比例出发,改善了产品耐酸性能,使产品耐酸性能更加稳定,在羊毛与尼龙上染色性能好,能满足不同客户的需求。

具体实施方式

[0015] 为了加深对本发明的理解,下面将结合实施例对本发明作进一步详述,该实施例仅用于解释本发明,并不构成对本发明保护范围的限定。

[0016] 实施例 1

一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,该化合物的结构如下式(I)所示:



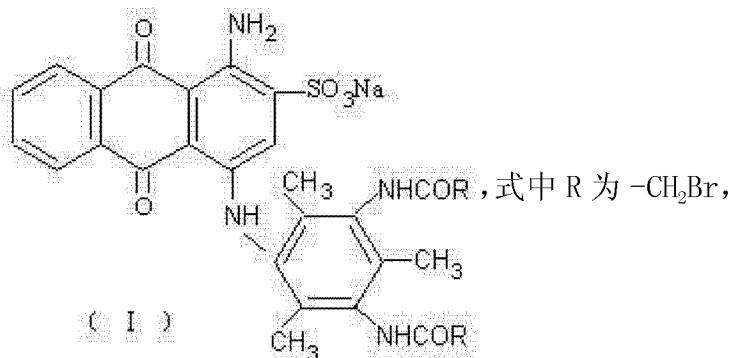
包括以下工艺步骤:缩合反应步骤和中和反应步骤,

缩合反应步骤:在缩合反应釜中投入 900kg 浓度为 98% 的硫酸,加入 250kg 式(V) 原粉保温搅拌 1 小时,降温至 20~25℃,加入 116kg 式(III) 化合物,保温搅拌 5 小时,得到式(IV) 化合物,终点到后,稀释到 3500kg 冰水中,稀释温度要小于 10℃,稀释完稍搅拌均匀即进行压滤,得到滤饼,滤液回收到处理釜;

中和反应步骤:中和反应釜内,投入 2000kg 冰水加入滤饼,调整温度在 15-20℃加入液碱液调 pH=6.5-8.0,得到式(I) 化合物浆料后转入到中转釜内,进行湿品标准化,然后进行喷雾干燥后得到式(I) 的成品。

[0017] 实施例 2

一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,该化合物的结构如下式(I)所示:



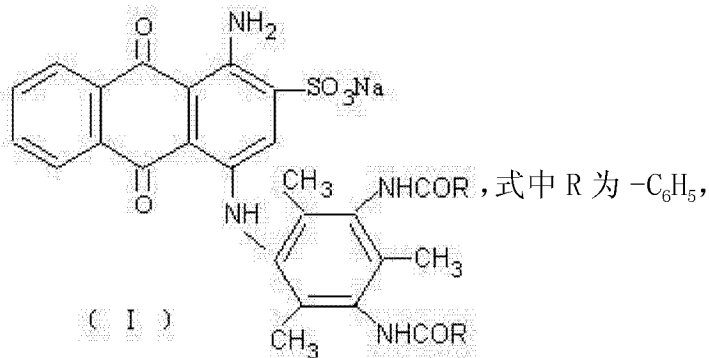
包括以下工艺步骤:缩合反应步骤和中和反应步骤,

缩合反应步骤:在缩合反应釜中投入 1200kg 浓度为 95% 的硫酸,加入 250kg 式(V) 原粉保温搅拌 1 小时,降温至 20~25℃,加入 125kg 式(III) 化合物,保温搅拌 4 小时,得到式(IV) 化合物,终点到后,稀释到 4000kg 冰水中,稀释温度要小于 8℃,稀释完稍搅拌均匀即进行压滤,得到滤饼,滤液回收到处理釜;

中和反应步骤:中和反应釜内,投入 2000kg 冰水加入滤饼,调整温度在 10-15℃加入液碱与纯碱混合液调 pH=6.5-7.5,得到式(I) 化合物浆料后转入到中转釜内,进行湿品标准化,然后进行喷雾干燥后得到式(I) 的成品。

[0018] 实施例 3

一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法,该化合物的结构如下式(I)所示:



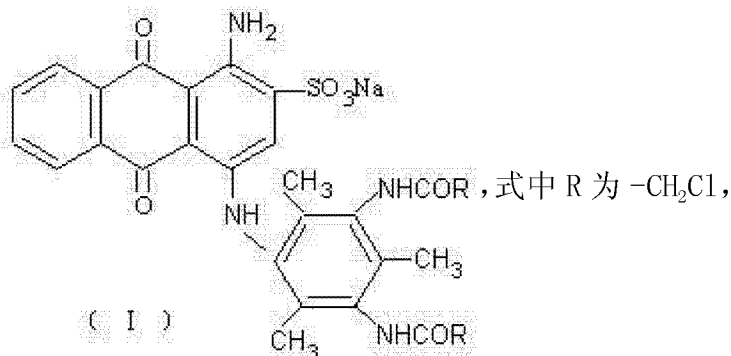
包括以下工艺步骤：缩合反应步骤和中和反应步骤，

缩合反应步骤：在缩合反应釜中投入 1600kg 浓度为 90% 的硫酸，加入 250kg 式(V) 原粉保温搅拌 1 小时，降温至 20~25℃，加入 135kg 式(III) 化合物，保温搅拌 3 小时，得到式(IV) 化合物，终点到后，稀释到 4500kg 冰水中，稀释温度要小于 5℃，稀释完稍搅拌均匀即进行压滤，得到滤饼，滤液回收到处理釜；

中和反应步骤：中和反应釜内，投入 2000kg 冰水加入滤饼，调整温度在 5~15℃ 加入纯碱液调 pH=5.5-7.0，得到式(I) 化合物浆料后转入到中转釜内，进行湿品标准化，然后进行喷雾干燥后得到式(I) 的成品。

[0019] 实施例 4

一种含活性基团的酸性蓝色染料的生产方法，该化合物的结构如下式(I) 所示：



包括以下工艺步骤：缩合反应步骤和中和反应步骤，

缩合反应步骤：在缩合反应釜中投入 1000kg 浓度为 100% 的硫酸，加入 250kg 式(V) 原粉保温搅拌 1 小时，降温至 20~25℃，加入 115kg 式(III) 化合物，保温搅拌 3 小时，得到式(IV) 化合物，终点到后，稀释到 4200kg 冰水中，稀释温度要小于 3℃，稀释完稍搅拌均匀即进行压滤，得到滤饼，滤液回收到处理釜；

中和反应步骤：中和反应釜内，投入 2000kg 冰水加入滤饼，调整温度在 5~10℃ 加入纯碱液调 pH=3.5~5.5，得到式(I) 化合物浆料后转入到中转釜内，进行湿品标准化，然后进行喷雾干燥后得到式(I) 的成品。

[0020] 本发明的优点是：省去了一步过滤工序，减少了高含盐废水的产生，简化了生产工艺，降低生产成本；采用喷雾干燥及湿拼混标准化技术，减少了劳动力，采用喷雾干燥技术避免了不稳定基团在常规烘干中变质的问题，同时也减少了含盐废水的产生，降低了染料粉尘的污染，改善了现场作业环境，提高了工艺效率；从产品的分子合成比例出发，改善了产品耐酸性能，使产品耐酸性能更加稳定，在羊毛与尼龙上染色性能好，能满足不同客户的

需求。

[0021] 本发明的相关反应方程式如下：

