



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106065199 B

(45)授权公告日 2017. 10. 31

(21)申请号 201610391752.4

D06P 3/66(2006.01)

(22)申请日 2016.06.06

D06P 3/85(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106065199 A

(56)对比文件

CN 103554989 A, 2014.02.05, 权利要求1, 说明书第3页第【0020】段.

(43)申请公布日 2016.11.02

CN 103554989 A, 2014.02.05, 权利要求1.

(73)专利权人 湖北华丽染料工业有限公司

地址 434400 湖北省石首市张城垸高新技术园区

CN 101671487 A, 2010.03.17, 说明书第1页

背景技术.

CN 102898868 A, 2013.01.30, 全文.

(72)发明人 崔孟元 梦文 熊建平 朱训杰

CN 101117449 A, 2008.02.06, 全文.

US 4069218 A, 1978.01.17, 全文.

(74)专利代理机构 北京汇泽知识产权代理有限公司 11228

审查员 刘鑫

代理人 程殿军 张瑾

(51) Int. Cl.

C09B 33/10(2006.01)

D06P 1/384(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种适用于低温染色的活性橙色染料及其制备方法

(57)摘要

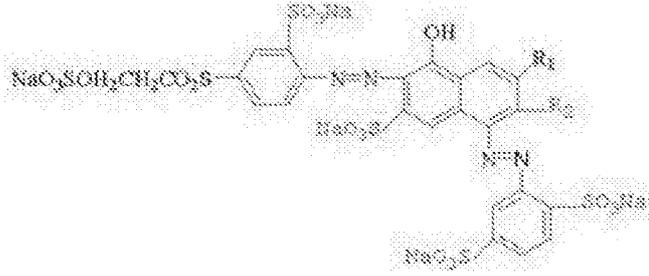
本发明公开了一种适用于低温染色的活性橙色染料及其制备方法。该活性橙色染料的结构

式如式1所示:



1式1中, R₁和R₂的其中一个为-NH₂, 另一个为H。本发明的活性橙色染料能够适用于低温染色(40℃左右), 反应性能稳定, 匀染性好, 着色率高, 易洗净, 减少能耗。

1. 一种适用于低温染色的活性橙色染料,其特征在于,结构式如式1所示:



式1

式1中,R₁和R₂的其中一个为-NH₂,另一个为H。

2. 权利要求1所述的活性橙色染料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) 将苯胺2,5-双磺酸与盐酸和亚硝酸钠水溶液进行重氮化反应,得到苯胺2,5-双磺酸重氮化合物;

2) J酸或γ酸与水混合,打浆溶解后,调节pH值为6~7.5,澄清后备用;

3) 步骤1)得到的苯胺2,5-双磺酸重氮化合物与步骤2)得到的J酸或γ酸水溶液进行反应得一次偶合物;

4) 磺化对位酯与盐酸和亚硝酸钠水溶液进行重氮化反应,得到磺化对位酯重氮物;

5) 步骤4)得到的磺化对位酯重氮物加入步骤3)得到的一次偶合物中进行反应得到二次偶合物,过滤、干燥即得。

3. 根据权利要求2所述的活性橙色染料的制备方法,其特征在于,步骤1)为苯胺2,5-双磺酸中加入盐酸,搅拌后降温至0~3℃,再加入亚硝酸钠水溶液,在3~7℃反应,得到苯胺2,5-双磺酸重氮化合物。

4. 根据权利要求2所述的活性橙色染料的制备方法,其特征在于,步骤2)中以氢氧化钠或碳酸氢钠调节pH值为6~7.5。

5. 根据权利要求2所述的活性橙色染料的制备方法,其特征在于,步骤3)为将步骤1)得到的苯胺2,5-双磺酸重氮化合物加入到步骤2)得到的J酸或γ酸水溶液中,控制温度0~3℃,以用小苏打干粉调pH=3~4,进行反应得一次偶合物。

6. 根据权利要求2所述的活性橙色染料的制备方法,其特征在于,步骤4)为磺化对位酯加入盐酸中搅拌后,降温至0~5℃,再加入亚硝酸钠水溶液,在3~7℃反应,得磺化对位酯重氮物。

7. 根据权利要求2所述的活性橙色染料的制备方法,其特征在于,步骤5)为将步骤4)得到的磺化对位酯重氮物加入步骤3)得到的一次偶合物中,以小苏打干粉调pH=6.5~7.5,控制温度10~15℃,反应,得到二次偶合物,过滤、干燥即得。

8. 根据权利要求2~7任一项所述的活性橙色染料的制备方法,其特征在于,苯胺2,5-双磺酸:J酸或γ酸:磺化对位酯的质量比=250~260:234~241:360~380。

9. 权利要求1所述的适用于低温染色的活性橙色染料的应用,其特征在于,所述活性橙色染料用于纤维素纤维染色、连续轧染、拔染、印花及锦/棉一浴法染色工艺。

10. 根据权利要求9所述的应用,其特征在于,所述活性橙色染料的染色温度为35~45℃。

一种适用于低温染色的活性橙色染料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于染料合成领域,具体涉及一种适用于低温染色的活性橙色染料及其制备方法。

背景技术

[0002] 环境污染和保护已经成为当今社会重大问题,而染料行业则面临着严峻考验,社会前进的脚步不能停止,企业在新的形势下要想长促发展,产品品质必须达到新的高度。

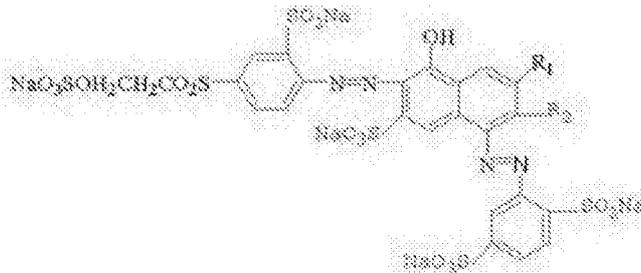
[0003] 现有的染料,合成工艺复杂,且产生诸多污染物,排放于环境中造成污染。而且,目前常规的染料,其染色温度在60-70℃,以达到较高的着色率和固色率。染色温度高必然会增加染色工艺的能耗。

发明内容

[0004] 为了减少环境污染,响应国家节能减排政策,本发明中的活性橙色染料打破常规利用较低温度染色,较传统工艺产品反应性能更稳定,生产成本更加低廉,解决传统活性染料匀染性差、残液多等问题,具有生产成本低、反应性能稳定、匀染性好、固色率高,溶解度好,污水排放量少等优点。

[0005] 本发明的适用于低温染色的活性橙色染料,适用于低温染色,反应性能稳定,匀染性好,日晒牢度5级、湿摩擦牢度达到4级,固色率达到87%以上,提升率高达10%,染色残液少,属于低温新型环保节能性染料,符合国家节能减排政策。此产品除了用于传统的纤维素纤维染色以外,更适用于连续轧染、拔染印花及锦/棉一浴法染色。

[0006] 本发明提供的适用于低温染色的活性橙色染料,结构式如式1所示:



[0007]

[0008] 式1

[0009] 式1中, R_1 和 R_2 的其中一个为 $-NH_2$,另一个为H。

[0010] 本发明还提供上述的活性橙色染料的制备方法,包括如下步骤:

[0011] 1)将苯胺2,5-双磺酸与盐酸和亚硝酸钠水溶液进行重氮化反应,得到苯胺2,5-双磺酸重氮化合物;

[0012] 2)J酸或 γ 酸与水混合,打浆溶解后,调节pH值为6~7.5,澄清后备用;

[0013] 3)步骤1)得到的苯胺2,5-双磺酸重氮化合物与步骤2)得到的J酸或 γ 酸水溶液进行反应得一次偶合物;

[0014] 4)磺化对位酯与盐酸和亚硝酸钠水溶液进行重氮化反应,得到磺化对位酯重氮

物；

[0015] 5) 步骤4) 得到的磺化对位酯重氮物加入步骤3) 得到的一次偶合物中进行反应得到二次偶合物, 过滤、干燥即得。

[0016] 优选地, 步骤1) 为苯胺2,5-双磺酸中加入盐酸, 搅拌后降温至0-3℃, 再加入亚硝酸钠水溶液, 在3-7℃反应, 得到苯胺2,5-双磺酸重氮化合物。

[0017] 优选地, 步骤2) 中以氢氧化钠或碳酸氢钠调节pH值为6~7.5。

[0018] 优选地, 步骤3) 为将步骤1) 得到的苯胺2,5-双磺酸重氮化合物加入到步骤2) 得到的J酸或γ酸水溶液中, 控制温度0-3℃, 以用小苏打干粉调pH=3~4, 进行反应得一次偶合物。

[0019] 优选地, 步骤4) 为磺化对位酯加入盐酸中搅拌后, 降温至0-5℃, 再加入亚硝酸钠水溶液, 在3-7℃反应, 得磺化对位酯重氮物。

[0020] 优选地, 步骤5) 为将步骤4) 得到的磺化对位酯重氮物加入步骤3) 得到的一次偶合物中, 以小苏打干粉调pH=6.5~7.5, 控制温度10-15℃, 反应, 得到二次偶合物, 过滤、干燥即得。

[0021] 优选地, 苯胺2,5-双磺酸:J酸或γ酸:磺化对位酯的质量比=250~260:234~241:360~380。

[0022] 本发明还提供上述的适用于低温染色的活性橙色染料的应用, 所述活性橙色染料用于纤维素纤维染色、连续轧染、拔染、印花及锦/棉一浴法染色工艺。

[0023] 优选地, 所述活性橙色染料的染色温度为35~45℃。

[0024] 本发明适用于低温染色的活性橙色染料具有以下特点:

[0025] 1) 生产工艺清洁、环保: 合成完毕后采用喷雾干燥, 污水排放量少。

[0026] 2) 低温染色(40℃左右), 反应性能稳定, 匀染性好, 着色率高, 易洗净, 减少能耗。

[0027] 3) 溶解度高, 本染料结构中含有多个磺酸基团, 可广泛使用于纤维素纤维染色、连续轧染及拔染、防染印花。

[0028] 4) 适应于锦棉一浴法染色工艺。

[0029] 5) 提升率好: 提升率达到10%。

[0030] 6) 固色率高: 本染料固色率高达87%, 低温染色残液少, 可以减轻印染行业环保压力, 符合国家节能减排政策。

具体实施方式

[0031] 下面通过一些优选的实施例对本发明进一步解释说明, 这些实施例仅是对本发明进行解释, 而不是对本发明的保护范围形成任何的限制。

[0032] 本发明染料制备方法如下实施例1-5, 这些实施例中所用的原料均为市场上常见的化工原料。

[0033] 以下实施例中的原料份数均是指质量份数。

[0034] 实施例1

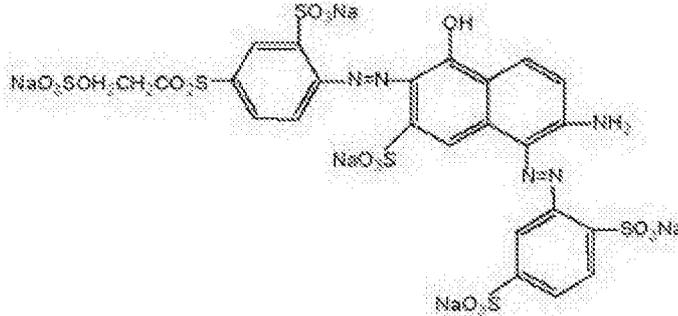
[0035] 1) 苯胺2,5-双磺酸重氮: 在251份苯胺2,5-双磺酸中加入54份盐酸(以氯化氢计) 搅拌3小时后加冰降温于0-3℃, 再加入72份亚钠(配成质量百分比浓度为30%的水溶液使用), 在3-7℃维持反应4小时得苯胺2,5-双磺酸重氮化合物;

[0036] 2) J酸溶解:将236份J酸加入水中,在15-20℃时打浆1小时溶解,再用氢氧化钠溶液调pH值为6.5;

[0037] 3) 一次偶合:苯胺2,5-双磺酸重氮化合物加入到J酸溶液中,控制温度0-3℃,反应4小时,用小苏打干粉调pH=3.5,反应完全后得一次偶合物;

[0038] 4) 二次重氮:361份磺化对位酯加入43份盐酸搅拌2小时后加冰降温于0-5℃,再加入69份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应3小时得磺化对位酯重氮物;;

[0039] 5) 二次偶合:将磺化对位酯重氮物加入一次偶合物中,用小苏打干粉调pH=7.0,控制温度10-15℃,进行反应6小时,用润圈法检测终点,终点到得到二次偶合物,反应完全后对其过滤再进行喷雾干燥包装得产品(1),其具有如下结构:



[0041] (1)

[0042] 经计算,收率为97%,纯度为 88%。

[0043] 实施例2

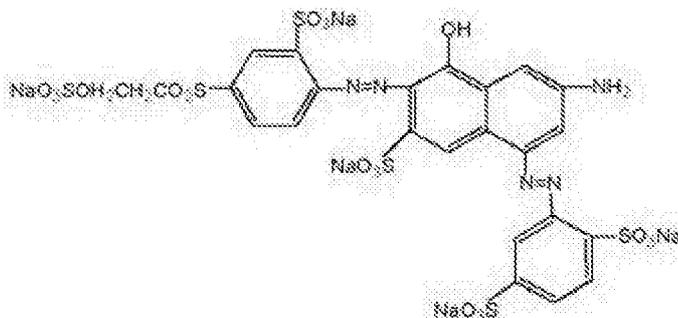
[0044] 1) 苯胺2,5-双磺酸重氮:在251份苯胺2,5-双磺酸中加入54份盐酸(以氯化氢计)搅拌3小时后加冰降温于0-3℃,再加入72份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应4小时得苯胺2,5-双磺酸重氮化合物;

[0045] 2) γ酸溶解:将236份γ酸加入水中,在15-20℃时打浆1小时溶解,再用氢氧化钠溶液调pH值为6.5;

[0046] 3) 一次偶合:苯胺2,5-双磺酸重氮化合物加入到γ酸溶液中,控制温度0-3℃,反应4小时,用小苏打干粉调pH=3.5,反应完全后得一次偶合物;

[0047] 4) 二次重氮:361份磺化对位酯加入43份盐酸搅拌2小时后加冰降温于0-5℃,再加入69份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应3小时得磺化对位酯重氮物;

[0048] 5) 二次偶合:将磺化对位酯重氮物加入一次偶合物中,用小苏打干粉调pH=7.0,控制温度10-15℃,进行反应6小时,用润圈法检测终点,终点到得到二次偶合物,反应完全后对其过滤再进行喷雾干燥包装得产品(2),其具有如下结构:



[0050] (2)

[0051] 经计算,收率为 97%,纯度为 85%。

[0052] 实施例3

[0053] 1) 苯胺2,5-双磺酸重氮:在253份苯胺2,5-双磺酸中加入55份盐酸(以氯化氢计)搅拌2小时后加冰降温于0-3℃,再加入70份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应3小时得苯胺2,5-双磺酸重氮化合物;

[0054] 2) γ 酸溶解:将239份 γ 酸加入水中,在15-20℃时打浆1小时溶解,再用氢氧化钠溶液调pH值为7.0;

[0055] 3) 一次偶合:苯胺2,5-双磺酸重氮化合物加入到 γ 酸溶液中,控制温度0-3℃,反应5小时,用小苏打干粉调pH=4.0,反应完全后得一次偶合物;

[0056] 4) 二次重氮:365份磺化对位酯加入43份盐酸搅拌2小时后加冰降温于0-5℃,再加入69份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应4小时得磺化对位酯重氮物;

[0057] 5) 二次偶合:将磺化对位酯重氮物加入一次偶合物中,用小苏打干粉调pH=7.2,控制温度10-15℃,进行反应7小时,用润圈法检测终点,终点到得到二次偶合物,反应完全后对其过滤再进行喷雾干燥包装得产品(2)。

[0058] 经计算,收率为 95%,纯度为 83%。

[0059] 实施例4

[0060] 1) 苯胺2,5-双磺酸重氮:在253份苯胺2,5-双磺酸中加入55份盐酸(以氯化氢计)搅拌2小时后加冰降温于0-3℃,再加入70份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应3小时得苯胺2,5-双磺酸重氮化合物;

[0061] 2) J酸溶解:将239份J酸加入水中,在15-20℃时打浆1小时溶解,再用氢氧化钠溶液调pH值为7.0;

[0062] 3) 一次偶合:苯胺2,5-双磺酸重氮化合物加入到J酸溶液中,控制温度0-3℃,反应5小时,用小苏打干粉调pH=4.0,反应完全后得一次偶合物;

[0063] 4) 二次重氮:365份磺化对位酯加入43份盐酸搅拌2小时后加冰降温于0-5℃,再加入69份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应4小时得磺化对位酯重氮物;

[0064] 5) 二次偶合:将磺化对位酯重氮物加入一次偶合物中,用小苏打干粉调pH=7.2,控制温度10-15℃,进行反应7小时,用润圈法检测终点,终点到得到二次偶合物,反应完全后对其过滤再进行喷雾干燥包装得产品(1)。

[0065] 经计算,收率为 96%,纯度为86%。

[0066] 实施例5

[0067] 1) 苯胺2,5-双磺酸重氮:在260份苯胺2,5-双磺酸中加入55份盐酸(以氯化氢计)搅拌2小时后加冰降温于0-3℃,再加入73份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应3小时得苯胺2,5-双磺酸重氮化合物;

[0068] 2) J酸溶解:将241份J酸加入水中,在15-20℃时打浆1小时溶解,再用氢氧化钠溶液调pH值为7.0;

[0069] 3) 一次偶合:苯胺2,5-双磺酸重氮化合物加入到J酸溶液中,控制温度0-3℃,反应4小时,用小苏打干粉调pH=4.0,反应完全后得一次偶合物;

[0070] 4) 二次重氮:380份磺化对位酯加入45份盐酸搅拌2小时后加冰降温于0-5℃,再加入73份亚钠(配成30%溶液),在3-7℃维持反应4小时得磺化对位酯重氮物;

[0071] 5)二次偶合:将磺化对位酯重氮物加入一次偶合物中,用小苏打干粉调pH=7.0,控制温度10-15℃,进行反应8小时,用润圈法检测终点,终点到得到二次偶合物,反应完全后对其过滤再进行喷雾干燥包装得产品(1)。

[0072] 经计算,收率为 98%,纯度为 90%。

[0073] 下表为本发明染料主要应用指标(于40℃温度下,进行染色工艺):

产品名称	检测项目	染色率	溶解度 (50℃, g/g)	耐日晒牢度 ISO 105 B02 1/1	耐摩擦牢度 ISO 105 C04	提升率
本发明低温染色的活性橙染料产品(1)		87%	250	5	4	10%
本发明低温染色的活性橙染料产品(2)		85%	250	5	4	10%

[0075] 以上所述实施例仅是为充分说明本发明而所举的较佳的实施例,本发明的保护范围不限于此。本技术领域的技术人员在本发明基础上所作的等同替代或变换,均在本发明的保护范围之内。本发明的保护范围以权利要求书为准。