

均匀后进行研磨,每研磨 10 转调合一次,共研磨 30 转,将物料收集待用。试样重复上述操作。将二者进行刮纸样比较,确定着色力。其评定方法与颜料着色力评定方法相同。

4. 该测定方法与常规测试方法及塑料实际应用的差异

采用上述测定方法,常规测试方法及塑料实际应用测试样品的着色力结果如下表。

实验方法 (注)	样品		
	靛菁绿 G	靛菁蓝 BGS	固美透红 A3B
方法 1	70	80	98
方法 2	100~105	100~105	98
方法 3	70	80	98

注:方法 1 为本文介绍的方法

方法 2 为常规测试方法

方法 3 为在 PVC 软片中应用结果

着色强度以所选用的相应的国外标准为 100%。

由上述三组测定结果看,该方法基本与塑

料实际应用结果相一致。由 C. I. pigment Red 177 结果看,国产固美透红 A3B 的分散性已达国外同类产品水平。

### 三、讨论

1. 在试验中发现,当平磨仪压力保持 1KN 时,分散性差的颜料在低研磨转数下仍能较好的分散,以致测定结果高于塑料实际应用。

2. 当压力降为 0.5KN 时,分散性差的颜料提高研磨转数能使颜色加深,但达不到生产厂家方法所达的深度,而高于塑料中的实际应用。当超过 50~60 转后,结果不变化。

### 四、结论

1. 当平磨仪压力为 0.5KN,研磨转数为  $10 \times 3$  时,其着色评定结果与 PVC 软片着色结果基本一致。

2. 该方法与塑料实际应用相配合使用,而不必每一批出厂产品都做塑料实际应用验证。

3. 本方法只能用于粉末状颜料的检测。

(收稿日期:1996 年 5 月)

## 丙纶用染料的研究

### II. 水溶液中丙纶染色条件的研究

祁欣 杨锦宗 (大连理工大学,大连 116012)

丁龙福 (南京大学,南京 210093)

徐莉 (大连轻工业学院,大连 116034)

摘要 本文中研究了 1,4-双对正十二烷基苯胺基萘醌用于未改性丙纶的染色,讨论了表面活性剂种类和用量及温度等因素对染色结果的影响,得到良好的染色结果。

### *Study on the Dyes for Polypropylene Fibers. II. Study on the Dyeing Conditions for Polypropylene Fibers in Aqueous Solution*

Qi Xin, Yang Jinzong

(Dalian University of Technology, Dalian 116012)

Ding Longfu

• 国家自然科学基金资助项目;第一部分见本刊 1996 年第 2 期。

(Nanjing University, Nanjing, 210093)

Xu Li

(Dalian Institute of Light Industry, Dalian, 116034)

**Abstract** In this paper, the dyeing conditions of 1, 4-di-p-n-dodecylanilino anthraquinone on polypropylene fibers have been studied. Some effecting factors such as the kinds and amounts of detergents and the temperature of dyebath have been discussed. Good results of dyeing have obtained.

## 一、前言

丙纶自问世以来发展很快,目前已成为四大合纤品种之一,近年来,纤维级聚丙烯作为服装面料所具备的一些其它纤维无可比拟的优良性质逐渐为人们所认识和关注,发展潜力很大<sup>[1]</sup>,国内在此领域的研究也已取得较大进展。

丙纶纤维自身缺乏极性和功能性基团,染色困难,原液着色和丙纶改性后染色均不适应丙纶在服装工业上的应用,因此研究开发适合于丙纶纤维染色的染料及其染色方法已成为一个重要课题。本文中利用自己制备的 1, 4-双对正十二烷基苯胺基蒽醌染料<sup>[2]</sup>对未改性丙纶进行了染色研究,得到较好的结果。

## 二、实验部分

### 1. 原料及试剂

1, 4-双正十二烷基苯胺基蒽醌为自制,丙纶丝为辽化生产,分散剂为安阳助剂厂生产,其余试剂均为市售化学纯。

### 2. 染液制备

(1) 溶剂溶解法:在 100ml 烧杯中加入准确称取的 1.00g 染料和 20ml 四氯化碳,待染料溶解后,加入浓度为 0.1g/ml 的吐温-40 水溶液 16ml 和去离子水 40ml,搅拌下加热逐渐挥发出四氯化碳,得澄清染液,倒入 100ml 容量瓶中,少量去离子水洗涤后一并倒入,补充去离子水至刻度,摇匀。

(2) 直接乳化法:在 50ml 烧杯中加入准确称取的 5.00g 染料和 20ml 浓度为 0.4g/ml 吐温-40 水溶液及碱木素 3.5g, 90℃ 下剧烈搅拌乳化 1 小时,将乳化液倒入 250ml 容量瓶中,少量去离子水洗涤后一并倒入,补充去离子水至

刻度,摇匀。

### 3. 染色

取 1.0g 丙纶丝,按选定染色条件染色,利用分光光度法测定上色率。

## 三、结果与讨论

### 1. 染色方式

丙纶的软化点较低,在 140~160℃ 之间,因而染色温度不能过高。本文中選擇常压下水溶液染色方法,在不超过 100℃ 下染色。

### 2. 染液制备

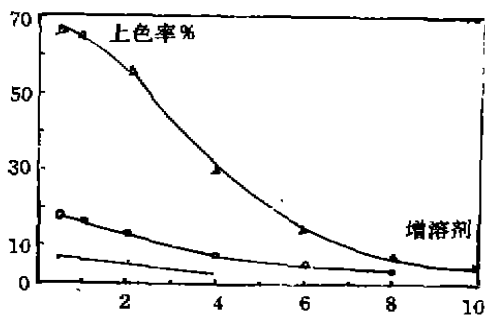
由于所用的染料熔点较低<sup>[2]</sup>,因而不适宜采用通常用于制备分散染料染液的砂磨方式,为得到确定浓度和分散均匀的染液,本文中采用下述两种方法:溶剂溶解法和直接乳化法。

(1) 溶剂溶解法:将染料溶于适量低沸点有机溶剂中,加入增溶用的表面活性剂、分散剂及少量水,剧烈搅拌下逐渐升温挥发出有机溶剂得到澄清染液。该法各物料量容易控制,便于调节,有机溶剂可以回收重新利用。

(2) 直接乳化法:在加热及剧烈搅拌下使染料与适量乳化剂直接混合可以制得分散均匀的染料乳化浆,染色过程称取适量溶于水中即得染液。该法可省去有机溶剂。

### 3. 染色条件

(1) 增溶剂:由于本文中所用的染料含有强疏水性基团,水中溶解性很差,因此必须在适当的表面活性剂存在下增溶分散才能分散于水中制成染液,本文中选用以下三种表面活性剂为增溶剂进行对比实验:吐温-40, 十二烷基苯磺酸钠,吐温-40 + 乳化剂 OP-4(4:1),结果如图 1。



△ 吐温-40 ○ 十二烷基苯磺酸钠  
吐温-40 + OP-4 (4:1 重量比)

染浴 浴比 1:80 色度 1% of w(下同) 温度 100℃, 2 小时

图1 增溶剂对染色的影响

从图中看出, 三条曲线趋势相同, 随着增溶剂用量增加, 上色率均逐渐递减。对于三种增溶剂, 以非离子型的吐温-40 效果较好, 阴离子型的十二烷基苯磺酸钠的上色率较低。采用吐温-40 与乳化剂 OP-4 的复配物是为了利用 OP-4 较强的羟溶性来溶解分散染料, 从而降低总的表面活性剂用量以利于上色率的提高, 但实验结果表明该方法并不可行, 少量 OP-4 的存在即可使上色率大为降低。

增溶剂用量少有利于染料上色率的提高, 但其匀染剂会受到影响, 如表 1, 通过实验, 其用量在 2g/L 左右较为合适。

表1 匀染性与增溶剂用量关系

用量(g/L)	0.25	0.50	1.0	2.0	4.0
吐温-40	差	差	一般	好	好

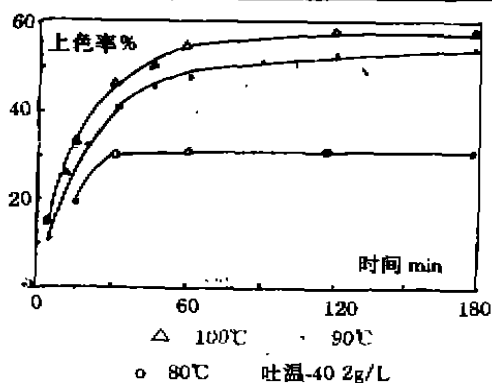


图2 不同温度下的上染曲线

(2) 温度: 图 2 中为染料在不同染色温度下的上染曲线。在 80℃ 下染料的上染速率较慢, 竭染率也很低; 当温度在 90℃ 以上时, 染色

速率明显加快, 竭染率有较大增加。表明随着温度升高, 丙纶分子热运动加剧, 纤维内无定形区扩张, 便于染料分子的吸附及向纤维内渗透扩散, 有利于染料的上染。

(3) 分散剂: 使用分散染料染涤纶、醋酸纤维时, 分散剂的加入可以起到增溶、分散、防止染料颗粒絮凝等作用。本文中分别使用了五种分散剂进行丙纶染色实验, 结果表明染浴中加入适量的分散剂尤其是木质素磺酸盐类分散剂可以起到匀染、增加上色量的作用, 且以碱木质效果最好, 而萘磺酸甲醛缩合物类的几种分散剂效果不显著, 见表 2。这可能是由于木质素磺酸盐能与染料形成键能较高的氢键, 从而具有较萘磺酸甲醛缩合物更好的耐热稳定性, 在染色温度下, 仍可以保证具有较强疏水性基团的染料能够分散均匀、不凝聚,

表2 分散剂的作用 \* a

分散剂	上色率%	上色率变化量% * b
-	54.4	-
MF	54.7	0.3
CNF	55.8	1.4
NNO	54.6	0.2
酸木素	62.7	8.3
碱木素	64.3	9.9

从而具有较好的匀染性。由于分散剂的加入, 可以适当减少染浴中增溶剂的用量, 降低染色平衡后染液中溶解的染料量, 从而提高染料的上色率。但分散剂的用量也应适当, 过量加入也会使溶解的染料量增加, 纤维得色量降低, 如图 3。

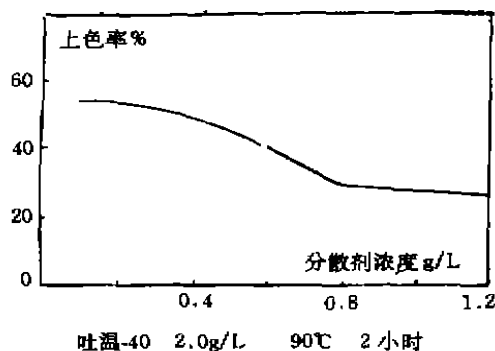


图3 酸木素用量的影响

(4) 盐效应: 图 4 中表明在染浴中适量加

盐可以起到促染作用, 其上色速率及竭染率均有一定程度的提高, 这说明染浴中离子的存在可能起到一定作用, 但其作用机理尚有待进一步研究。

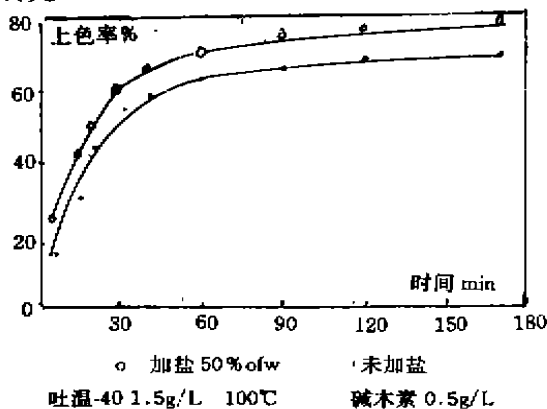


图4 食盐的作用

(5) 色度: 图5为纤维得色量与染浴初始浓度关系曲线。在一定条件下, 适量增加染浴浓度, 纤维得色量提高, 可以染得深色。表明由于染料分子结构中含有较长的烷基链, 与聚丙烯分子间存在着较强的分子间作用, 因而染料分子与丙纶纤维间亲合力较强, 而目前使用的染料一般只能染到浅、中色<sup>[3]</sup>。

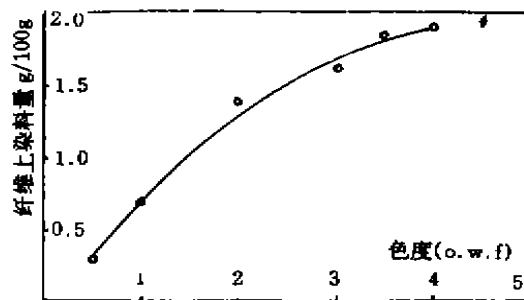
#### 四、结论

1. 由于1,4-双对正十二烷基苯胺基蒽醌分子结构中具有较长的烷基链, 与丙纶链有结构相似性, 疏水性强, 可与丙纶纤维间形成较强

的分子间作用力, 可用于未改性丙纶的直接染色, 且可染得深色。

2. 在适当的染色条件下, 上述染料在水溶液中用于丙纶染色, 得到较好的上色率。如在下述染浴条件下; 色度1% owf, 浴比1:80, 吐温-40 1.5g/L、碱木素 0.5g/L、氯化钠 50% owf、100℃下竭染率可达72%, 匀染性良好, 且染浴可以循环使用。

3. 由于1,4-双对正十二烷基苯胺基蒽醌熔点较低, 不适于采用砂磨方式制备染液, 实验中采用溶剂溶解法和直接乳化法, 效果良好。



100℃, 3小时

图5 得色量与初始浓度关系

#### 参 考 文 献

1. 李瑞, 合成纤维工业, 16(1), 5(1993)。
2. 祁欣, 杨锦宗, 染料工业, 2, 8(1996)。
3. 杨新玮, 张澎声, 分散染料, 化学工业出版社, 486(1984)。

(收稿日期: 1996年2月)

(上接第52页)

## 2,6-二氯苯甲醛的工艺改进

2,6-二氯苯甲醛是由2,6-二氯苯叉二氯进行水解而得。Fierz David的染料化学中是将2,6-二氯苯叉二氯在98%浓硫酸中于55℃水解, 然后用水稀释, 再经水蒸汽蒸馏而得。还有采用氯化亚铜或氯化铜为催化剂于130℃进行水解。日本保土谷公司提出专利以碳酸锌为催化剂, 其优点是能够降低水解反应温度, 缩短反应时间, 以高收率和高纯度得到2,6-二氯苯甲醛。例如, 在200L搪玻璃反应釜中加入33kg

2,6-二氯苯叉二氯及0.03kg碳酸锌, 在搅拌下于115~120℃滴加2.7L水, 速度每分钟7.5ml, 搅拌6小时进行反应。向反应液中加入80L甲苯, 在搪玻璃过滤器中滤去催化剂碳酸锌, 再将反应液中的酸用碳酸钠溶液中和, 减压蒸馏出甲苯后, 再在氮气流下减压蒸馏, 得到24.0kg 2,6-二氯苯甲醛, 熔点为68.0~69.5℃。收率95.6%, 纯度99.1%。

(张谢声)