

综合利用

(染料)

上海市城市建设局革委会三废组 编

上海科学技术情报研究所

综 合 利 用

(染 料)

上海市城市建设局革委会三废组编

*

上海科学技术情报研究所出版

新华书店上海发行所发行

上海东方红印刷厂印刷

*

1971 年 10 月出版

代号: 1634030 定价: 0.08 元

(只限国内发行)

毛主席语录

人民群众有无限的创造力。他们可以组织起来，向一切可以发挥自己力量的地方和部门进军，向生产的深度和广度进军，替自己创造日益增多的福利事业。

抓革命，促生产，促工作，促战备。

备战、备荒、为人民。

“互通情报”。



目 录

前 言	(1)
利用下脚料生产乙基防染盐	(2)
氨基蒽醌“废水”生产染料——酸性黄	(4)
“X”型活性染料在丝绒上连续染色工艺	(7)
1-蒽醌磺酸“废水”的综合利用	(10)
碱性橙——苯胺“废水”的综合利用	(13)

前 言

春风杨柳万千条，六亿神州尽舜尧。上海工交战线的广大职工，遵照毛主席“人民群众有无限的创造力。他们可以组织起来，向一切可以发挥自己力量的地方和部门进军，向生产的深度和广度进军，替自己创造日益增多的福利事业”的教导，狠批叛徒、内奸、工贼刘少奇推行的“利润挂帅”、“洋奴哲学”、“爬行主义”、“三废难免”、“得不偿失”、“只管生产，不搞工业‘三废’综合利用”的反革命修正主义路线。进一步认识到搞不搞“三废”综合利用是执行什么路线的大问题。他们坚决执行伟大领袖毛主席“鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义”总路线的伟大方针，发扬“一不怕苦，二不怕死”的革命精神，大搞“三废”综合利用。几年来，为社会主义建设提供了大量物资，减轻了“三废”的危害。这是毛主席革命路线的伟大胜利。

现选择 1970 年在上海技术革新展览会综合利用馆展出的部分综合利用项目，汇编成化工、冶金、医药、染料、纺织等五个专辑，以便“互通情报”，进一步推动综合利用工作的开展。

因我们水平有限，错误缺点一定不少，请广大革命同志予以批评指正。

上海市城市建设局三废组

1971 年 9 月

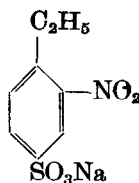
利用下脚料生产乙基防染盐

上海曹行公社中利化工厂

我厂是百余人的社办小厂。1965年，接受了用外厂的下脚副产品生产乙基防染盐的任务。当时，有些人说：“大厂都造不出，你们几只缸、几根棒，能搞出啥名堂？”工人同志活学活用毛泽东思想，批判了唯条件论的错误思想，在有关单位帮助下，经数百次的试验，终于试制成功，并投入生产。年产乙基防染盐240吨，价值41万元，节约苯80多吨。

一、乙基防染盐

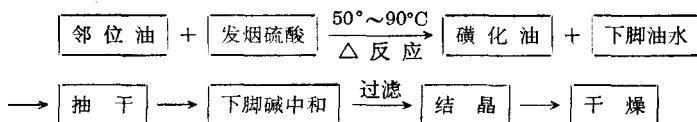
结构式：



分子式： $C_8H_8NO_2SO_3Na$

分子量：253

二、工艺流程简图



三、用途

1. 印染行业

① 作地色拔染印花时的地色保护剂。

地色拔染印花时，易为拔白浆还原，极易引起刀丝、浮雕等

现象,形成外观疵点,所以印花前先在织物上轧染乙基防染盐,可避免之。

② 作还原染料地色防白助剂。

还原染料地色防白印花时,防白浆中除加入防白剂如氯化锌、钛白粉外,加入适量的乙基防染盐作为防染助剂,使士林染液里的还原剂被氧化,因此可防止上色。

③ 作活性染料拔色助剂。

织物经活性染料染色或印花后,在汽蒸中,如遇有还原气体,则破坏染料拔色团— $N=N$ —双键,降低给色量,乙基防染盐是弱氧化剂,有助于活性染料在汽蒸时的稳定性。另外,棉纤维有少量水解纤维素存在,也具有还原性。

总之,在印染行业中,凡需要加入“防染盐 S”的地方一般都可加入乙基防染盐。

2. 电镀行业

消除次品镀件的镀层。

四、存在问题

乙基防染盐与用一类物资生产的“防染盐 S”比较,在溶解性能上尚需进一步改进。

五、今后方向

乙基防染盐除了在上海印染、电镀行业中使用外,已在全国十几个省市的许多印染、电镀行业上使用。目前已代替用苯等一类物资生产的“防染盐 S”。

氨基蒽醌“废水”生产染料——酸性黄

上海染化十五厂

我厂广大革命工人和革命技术人员遵照毛主席关于综合利用的教导，经过几百次试验，克服重重困难，土法上马用管道重氮偶合等工艺，从氨基蒽醌“废水”和染化十一厂的苯基苯酚（苯酚生产下脚）的“废水”中，提取酸性黄，每年为国家生产酸性黄70吨，价值达35万元以上，为兄弟厂解决了部分下脚料的出路问题，经处理后的“废水”，可作农肥。

现将工艺过程简述如下（见附图）：

一、酸化、盐析

将氨基蒽醌“废水”打入酸化盐析桶进行搅拌，边搅拌边加入约30%的废硫酸，使pH值为3~4，再加入占溶液总体积10%重量的工业盐，占体积3%的活性炭。经搅拌脱色后，放入离心机进行分离，沉液用泵打入酸化桶。测定其氨基值，再测其酸度，搅拌下加入98%硫酸，以维持足够的酸量。

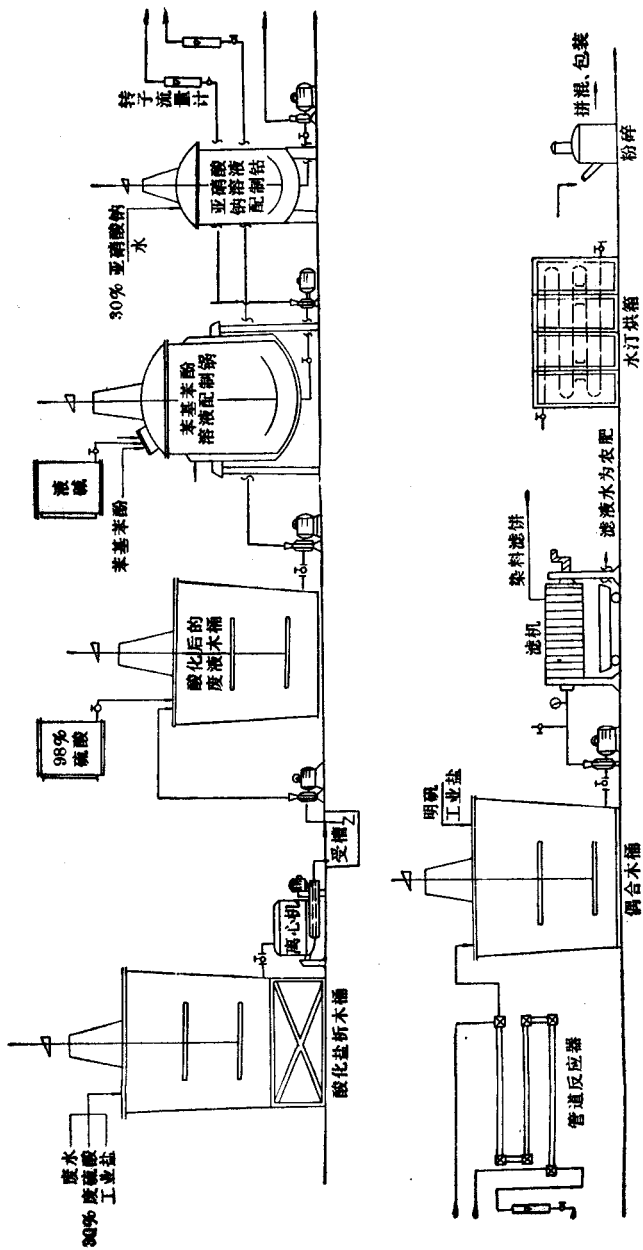
二、配料

将30%的亚硝酸钠溶液倒入亚硝酸钠溶液配制锅内，不断进行搅拌，同时加水，稀释成6%浓度。

将苯基苯酚、工业液碱、水以1公斤：1公斤：12立升、倒入苯基苯酚溶液配制锅内搅拌，升温溶解之，待溶解完全后再冷却到室温。

反应物料比例（以100%重量计算）：

间氨基苯磺酸钠（废水）：亚硫酸钠：硫酸：苯基苯酚
=1:0.36:0.75:0.88



生产酸性黄流程图

三、管道反应

将上述三种溶液各经离心泵、流量计,以一定流量比流经玻璃管道,完成重氮、偶合反应。偶合液流入偶合木桶中,溶液 pH 值维持在 8 左右。在偶合液中,加入占体积 1% 左右的工业明矾,再加入占体积 25% 的工业盐,直到盐析完全,用离心泵打进滤机进行压滤,滤液可作肥料使用。

四、后处理

滤饼进水汀烘箱,维持在 80°C 以下,烘燥 24 小时,水分控制在 3% 以下,再经磨粉、拼混、包装,作为成品出厂。

五、存在问题

在管道重氮偶合反应时,由于反应液色泽较深,必须用活性炭脱色后方能看清浮子流量计的读数,这样,活性炭用量较大,影响成本。现在,我们拟作进一步改进。

“X”型活性染料在丝绒上连续染色工艺

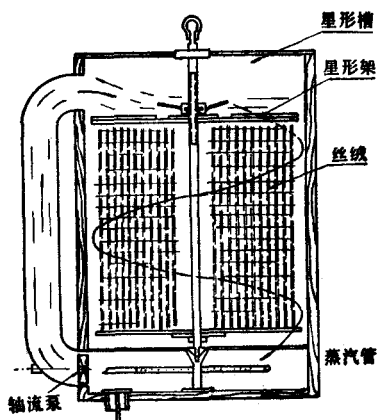
上海丝绒染整厂

我厂革命职工遵照毛主席关于“抓革命，促生产”的教导，发扬敢想、敢干、敢闯的革命精神，试验成功国产“X”型活性染料在丝绒上连续染色的新工艺。几年来的实践证明，新工艺不但使产品色光鲜艳、色牢度好，而且能大量续染，节约染化料及煤、水，同时替代了进口的直接锡利染料。

炼染设备：星形架-星形槽染缸（见下图）

染色方式：浸染

工艺过程：将扎好丝绒的星形架，放入炼缸内进行炼白、退浆，炼后要水洗干净，使织物基本上呈中性。染色时，先开启染色缸的循环水泵，加入染料及助剂，使溶液循环打匀，并升温到 35°C ，将准备好的星形架放入星形槽进行染色，上下吊动约 5 分钟，开启水泵浸染。染后将星形架吊出淋数分钟，再放入碱固色缸内进行固色，放入时的头 5 分钟要上下吊动。随后进行水洗、皂洗工艺，在放入皂洗缸时，要上下吊几下，以免里外不匀。



炼染设备图

工艺条件及处方：(以 5308 大红为例)

生坯原料：粘胶丝绒。

每缸丝绒容量：210 米长，约 30 公斤重。

染缸液量：2000 升。

炼白退浆处方：

六偏磷酸钠	净洗剂 LS	保险粉	温 度	时 间	浴 比
0.25 克/升	0.15 克/升	必要时加入	98~100°C	15 分钟	1:65

注：一般续炼十缸左右。

染色处方：

	活性艳红 X3B	活性艳橙 XGN	六偏磷酸钠	元 明 粉	温 度	时 间	浴 比
头 缸	13%	11%	0.5 克/升	60 克/升	35°C	30 分	1:65
连 缸	2.6%	1.7%	0.05 克/升	3 克/升	35°C	30 分	1:65

分浴固色处方：

	纯 碱	元 明 粉	温 度	时 间	浴 比
头 缸	3 克/升	60 克/升	35°C	30 分	1:65
连 缸	0.3 克/升	—	35°C	30 分	1:65

皂洗处方：

	上海皂粉	六偏磷酸钠	温 度	时 间	浴 比
头 缸	0.8 克/升	0.25 克/升	98~100°C	8~10 分	1:65
连 缸	0.1 克/升	0.025 克/升	98~100°C	8~10 分	1:65

操作要点:

① 染色、固色温度要严格控制在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 左右, 否则易造成色差。

② 染色、固色所用的元明粉等助剂, 加入缸内要充分溶解、打匀。

③ 皂洗时间要严格掌握, 否则色光要起变化。一般头缸较浅, 连缸略深。

④ 固色缸和皂洗缸不能象染色缸那样大量的连续下去, 要根据溶液浓度和色光变化而定, 否则要翻缸, 重开头缸。

⑤ 染浅、中色时, 固色缸内可不加元明粉, 但染深色时, 一定要加元明粉, 否则, 会造成得色不深的疵病。

目前存在问题:

1. 目前, 连续染色工艺的色谱仅局限于黄、橙、红、浅蓝等色, 雪青、酱色、秋香色等虽亦已投染, 但色花、色差还存在一些问题, 尚需进一步摸索。

2. 染咖啡、青莲、深绿等色, 尚有困难, 待进一步研究, 同时希望染料工业配合, 研究供应海军蓝、深绿之类的“X”型活性染料。

3. 由于采用分浴固色, 染缸设备要增多, 流转时间较长。

4. 造成疵病(如色花、色差等)不能象直接染料那样可以回染, 只能复色。

5. 最后一缸连缸脚水, 目前尚未利用。

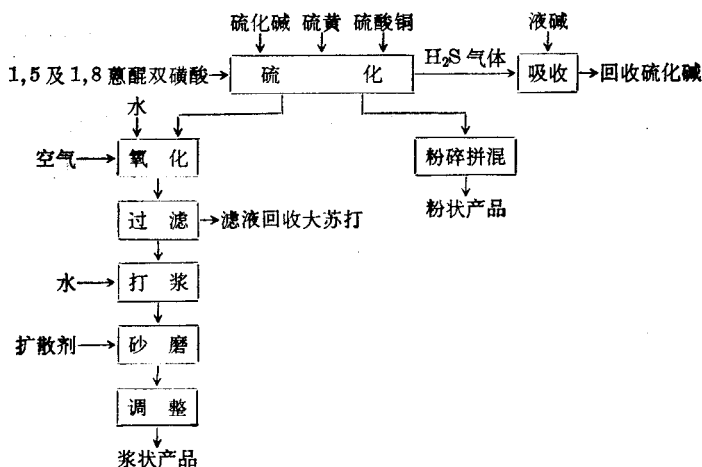
1-蒽醌磺酸“废水”的综合利用

上海染化十厂

我厂广大革命职工，遵循伟大领袖毛主席关于综合利用的教导，发挥了冲天干劲，利用废旧设备，成功地从“废水”中回收了双磺酸，生产出硫化还原草绿。按年产 500 吨 1-蒽醌磺酸统计，可以回收双磺酸 65 吨左右，生产硫化还原草绿 210 余吨，价值达 120 余万元。现将硫化还原草绿的生产工艺介绍如下：

一、工艺流程

硫化还原草绿系将回收的 1,5 及 1,8 蒽醌双磺酸与硫化碱、硫黄、硫酸铜共同置于回转炉中，用煤气加热，在 250℃ 的高温下，进行硫化制得（见下图）。



二、原料配比

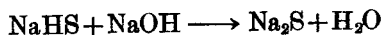
1,5 及 1,8 蒽醌双磺酸	100 %	100 公斤
硫化碱	100 %	198 公斤
硫黄	100 %	250 公斤
硫酸铜	—	30 公斤
工业盐	—	100 公斤

三、工艺操作

1. 硫化：将上列原料，及直径 $\phi 80$ 毫米铁弹 100 只，一并加入容积 4200 立升的回转炉中，关上刀门，开车，用煤气直接加热升温，约在 8 小时内，使炉膛温度升到 $350\sim 360^{\circ}\text{C}$ ，内温不超过 250°C ，再保温 4 小时，停止加热，将车速由 $6\sim 7$ 转/分钟，调快至 15 转/分钟，2 小时后硫化反应结束。按检验的强度、色光加适量的填充剂元明粉，拼制成粉状成品。

生产浆状成品时，须在硫化反应结束后，调慢车速，加入冷水进行溶解，在加热至内温 100°C 时，调快车速，回转一小时后，停止加热，开炉门冷却，待炉壁冷却后出料。

在硫化反应的同时，有大量硫化氢气体排出，通过炉侧轴心管道，经硫黄捕集器及文丘里吸收设备，用泵将液碱打循环，进行喷射吸收，使生成硫化碱溶液后，回收利用。其反应式如下：



2. 氧化：将回转炉内料液用真空泵吸至贮槽，再用压缩空气压至氧化锅中，加水稀释，开夹套蒸汽加热至不超过 60°C ，用罗氏鼓风机吹空气氧化。并经常取氧化液滴在滤纸上作点滴试验，测定氧化终点。

3. 过滤：待氧化结束后，用离心泵将料液打入框式铁压滤

机中,进行压滤,并用压缩空气吹干后出料。

4. 染料的打浆、砂磨、调整: 将滤饼置于打浆锅中,加水打浆,用压缩空气将染料浆输入盛有玻璃细珠的砂磨锅内,加入染料量的 50~60% 扩散剂在室温进行砂磨 24 小时,即可吸至贮槽,再用压缩空气压入调整木桶,进行搅拌、调整后装桶。

碱性橙——苯胺“废水”的综合利用

上海染化十五厂

我厂在生产苯基周位酸的过程中，每天有二千立升淡苯胺“废水”，其含量约为1.5克/立升。过去，为了使氨基破坏，在打入“废水”池前先用漂白粉进行氧化处理，然后在“废水”池中进行沉淀蒸发，其废渣由运输工人填充黄浦江边。长期来，不仅每天损失苯胺30多公斤、漂白粉160公斤，而且在处理过程中，屡发生职业中毒现象，危及阶级弟兄的健康。

参加三结合试验的同志，遵循伟大领袖毛主席关于“自力更生，艰苦奋斗”，“破除迷信，解放思想”的伟大教导，经过一个多月的努力，完成了小样试验，利用车间旧设备，完成了设备的改建，并正式投入了生产。

在生产实践中，我们边摸索、边总结、边提高，现在碱性橙得量已达1:2.25，强度已超过试验水平（由75%提高到90%以上），色光保持在稍似级（二级品）以上。

目前，这项产品主要用于外销纸张着色、常规武器木材配套着色、医药生物、切片着色等方面。如以每年5个月生产计算，节约资金近2万元，产值为7万多元。由于苯胺废水在化工系统中，存量较大，故将此法推广，在经济上和改善劳动保护、改良水质方面有其现实意义。

配料重量比：

苯胺：间苯二胺：亚硝酸钠：盐酸（折100%）

1 1.15 0.5 0.8