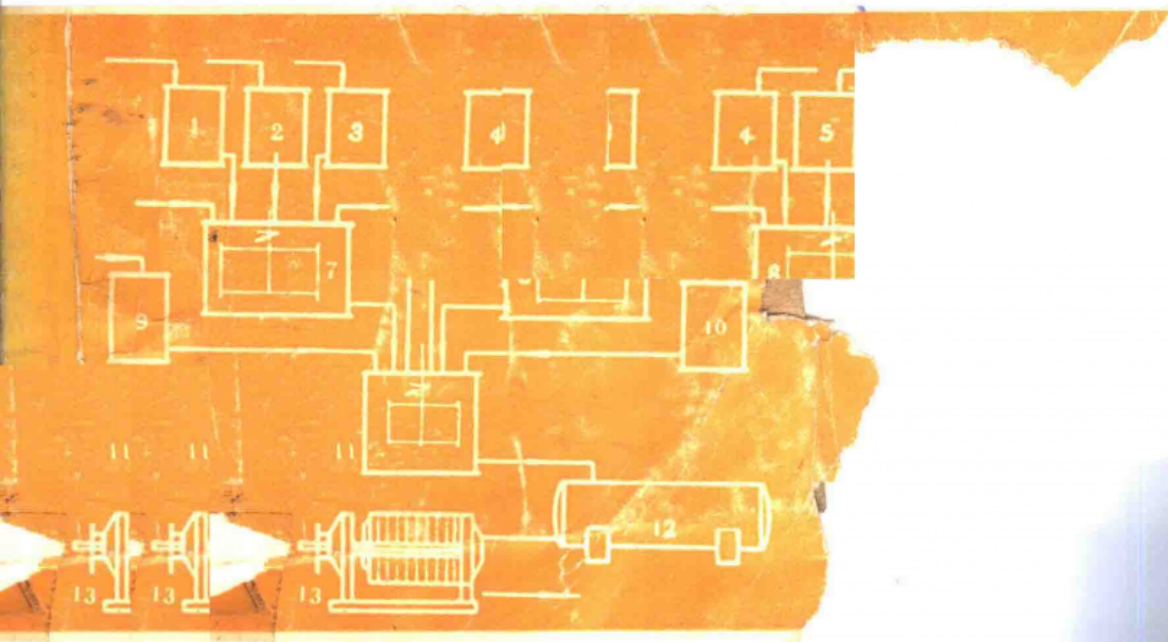


精细化工生产 工艺和设备

胡海南 主编

JING XI HUA GONG SHENG
CHAN GONG YI HE SHE BEI

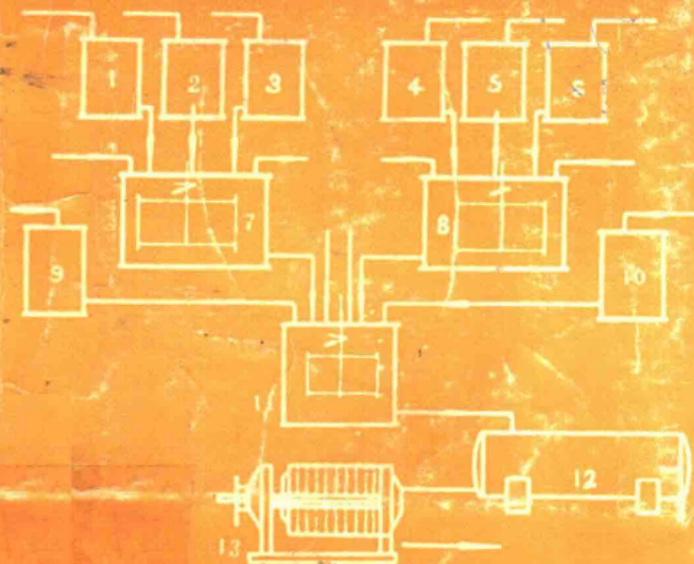


(上册)

精细化工生产 工艺和设备

胡海南 主编

JING XI HUA GONG SHENG
CHAN GONG YI HE SHE BEI



(下册)

JING XI HUA GONG SHENG CHAN
GONG YI HE SHE BEI

精细化工生产工艺和设备

2
1. 12.00
~~48.~~

TQ072

4734

1

~~919192~~

919190

前 言

生产精细化学品的工业，通称精细化学工业，简称精细化工。精细化学品是指经过深度化学加工制得的具有功能性或最终使用性能的化学品。精细化学品的特点是：相对重化工产品而言，一般是品种多产量小，加工剪度高，技术密集，产品性能及用途专一，与人民生活密切相关。此外，精细化学品具有投资相对要少，而利润相对要高，能容纳较多劳动力的一类化工产品。

精细化工按照产品的服务对象及其功能，总共分为32个门类，本书除化学医药和兽药这两个门类未涉及外，几乎包括了精细化工的所有门类。因此，本书内容全面、系统，是我国目前唯一最新出版的生产技术资料大全。但鉴于精细化学品品种繁多，不可能一一介绍，只能在每一门类中，选择其代表性的产品加以阐述，这些材料对于我国县以上近7000家化工厂具有一定参考价值，而对从事精细化工产品开发的科研、设计、情报部门以及大专院校的师生，均有一定裨益。

本书是为满足我国精细化工行业迫切需要而组织各方面专家集体编著而成的。参加本书编辑工作的同志，有来自生产第一线的总工程师，有化工、轻工等研究单位的专家、教授，还有从事多年情报工作的研究人员。他们根据工厂生产实践经验和科研成果，同时参考了大量的专利文献和技术资料，经过近两年的努力编辑成此书，暂以内部技术资料形式印刷出版，以飨读者。

本书由胡海南副研究员主编，参加执笔的高、中级人员有雷得漾、王紫云、唐国键、龚升午、吕旭光、李建国、刘红、曹曦、陈方平、金淳、魏加球、邹国维等。参加资料搜集、加工整理、描图、贴字以及其他编辑工作的工程师有徐建辉、隆芳玲、朱予立、贺佩芳、曹志丹、谢琼、许芳、王颖、叶敏等。

在此需要指出的是：我国的精细化工分别隶属于化工、轻工、石化、农业等部门，不少精细化学品同时属于几个门类，门类之间有重复与交叉。本书在编排时，把那些带共性的化学品，例如精细化工中间体、表面活性剂、香料、高档溶剂等单独归纳在某一章、节中说明，但在各大门类的叙述中，有时又要涉及这些化学品。另外需要说明的是，精细化工的生产工艺，通常都属于各厂的专利技术范畴，我们虽尽力使之完整地收入本书中，但因精细化工的品种和生产技术变化发展较快，书中不够完善的部分，只好留待本书再版时补充，敬请读者见谅。

在汇编本书过程中，承蒙有关单位的领导和同志的大力支持和协助，在此表示深切的谢意。殷切盼望从事精细化工行业的专家和读者批评指正。

《精细化工生产工艺和设备》编辑组

化钾

溶化，在

，加水至需要浓度，

老化，然后装瓶、进仓。

目 录

前 言

第一章 农药生产工艺和设备

- 第一节 杀虫剂……………(1)
- 第二节 杀菌剂……………(18)
- 第三节 除草剂……………(27)
- 第四节 植物生长调节剂……………(34)
- 第五节 杀鼠剂……………(38)
- 第六节 生物农药……………(39)

第二章 染料生产工艺和设备

- 第一节 硫化染料……………(46)
- 第二节 直接染料……………(54)
- 第三节 酸性染料……………(55)
- 第四节 碱性染料……………(57)
- 第五节 冰染染料……………(58)
- 第六节 还原染料……………(60)
- 第七节 活性染料……………(64)
- 第八节 分散染料……………(68)
- 第九节 中性染料……………(73)
- 第十节 其他染料……………(75)

第三章 涂料生产工艺和设备

- 第一节 油性涂料……………(80)
- 第二节 醇酸树脂漆……………(86)
- 第三节 氨基树脂漆……………(89)
- 第四节 硝基漆类……………(90)
- 第五节 纤维素漆……………(90)
- 第六节 乙烯类树脂漆……………(91)
- 第七节 丙烯酸漆……………(93)
- 第八节 聚酯树脂漆……………(94)
- 第九节 环氧树脂漆……………(96)
- 第十节 聚氨酯漆……………(97)
- 第十一节 有机硅漆……………(100)
- 第十二节 色漆及其他特种
涂料……………(101)
- 第十三节 印刷油墨……………(110)

生产工艺和设备

- 第一节 无机颜料……………(112)

- 第二节 有机颜料……………(142)

第五章 化学试剂生产工艺和设备

- 第一节 通用试剂……………(150)
- 第二节 高纯试剂……………(164)
- 第三节 标准试剂……………(166)
- 第四节 指示剂和试纸……………(166)
- 第五节 生化试剂……………(168)

第六章 信息用化学品生产工艺和设备

- 第一节 片基……………(171)
- 第二节 感光材料……………(175)
- 第三节 照像用化学品……………(178)
- 第四节 磁性材料……………(180)

第七章 食品和饲料添加剂生产工 艺和设备

- 第一节 防腐剂……………(186)
- 第二节 抗氧化剂……………(191)
- 第三节 乳化剂……………(192)
- 第四节 品质改良剂……………(195)
- 第五节 调味剂和食用香料……………(198)
- 第六节 食用色素……………(202)
- 第七节 增稠剂……………(205)
- 第八节 疏松剂……………(207)
- 第九节 食品凝固剂……………(208)
- 第十节 饲料添加剂……………(209)

第八章 胶粘剂生产工艺和设备

- 第一节 无机胶粘剂……………(214)
- 第二节 有机胶粘剂……………(215)
- 第三节 热熔压敏胶……………(222)
- 第四节 淀粉粘合剂……………(225)
- 第五节 其他胶粘剂……………(227)

第九章 催化剂生产工艺和设备

- 第一节 中温和低温变换催
化剂……………(228)
- 第二节 加氢、脱硫、氧化、

异构化催化剂..... (230) (364)
第三节 烷基化催化剂..... (240)	第六节 软水剂等其他水处理剂
第四节 有机合成和氨合成 (366)
催化剂..... (242)	第十五章 表面活性剂生产工艺和设备
第五节 分子筛..... (249)	第一节 阴离子型表面活性剂
第十章 纺织染整助剂生产工艺和设备 (368)
第一节 前处理剂..... (251)	第二节 阳离子型表面活性剂
第二节 印染及染料加工助剂 (373)
..... (255)	第三节 两性离子型表面活性剂
第三节 后整理剂..... (260) (379)
第四节 纤维抽丝用油剂..... (263)	第四节 非离子型表面活性剂
第十一章 日用化学品生产工艺和 (380)
设备	第十六章 皮革助剂生产工艺和设备
第一节 化妆品..... (265)	第一节 合成鞣剂..... (388)
第二节 盥洗卫生用化学品... (272)	第二节 金属鞣剂和金属络合鞣
第三节 肥皂和合成洗涤剂... (279)	剂..... (394)
第四节 液体皂..... (291)	第三节 加脂剂..... (397)
第十二章 塑料助剂生产工艺和设备	第四节 涂饰剂..... (408)
第一节 增塑剂..... (293)	第五节 其他皮革助剂..... (415)
第二节 热稳定剂..... (306)	第十七章 油品添加剂和油田用化学
第三节 光稳定剂..... (313)	品生产工艺和设备
第四节 阻燃剂..... (314)	第一节 钻井用化学品..... (418)
第五节 偶联剂..... (318)	第二节 采油工程用化学品... (425)
第六节 其他塑料助剂..... (319)	第三节 三次采油用化学品... (427)
第十三章 橡胶助剂生产工艺和设备	第四节 油品添加剂..... (430)
第一节 促进剂..... (323)	第十八章 建筑用化学品生产工艺和
第二节 防老剂..... (330)	设备
第三节 硫化剂..... (334)	第一节 混凝土用添加剂..... (434)
第四节 防焦剂..... (337)	第二节 建筑涂料..... (439)
第五节 活化剂..... (341)	第三节 化学灌浆材料..... (442)
第六节 抗软化剂..... (344)	第十九章 机械、冶金用助剂生产工艺
第七节 助促进剂..... (347)	和设备
第八节 其他橡胶助剂..... (348)	第一节 防锈剂..... (446)
第十四章 水处理剂生产工艺和设备	第二节 金属清洗剂..... (449)
第一节 絮凝剂..... (351)	第三节 电镀用助剂..... (450)
第二节 分散阻垢剂..... (357)	第四节 其他机械助剂..... (452)
第三节 水质稳定剂(缓蚀剂)	第五节 冶金助剂..... (453)
..... (361)	第二十章 炭黑生产工艺和设备
第四节 杀菌灭藻剂..... (363)	第一节 槽黑..... (459)
第五节 重金属离子螯合去除剂	第二节 炉黑..... (460)

第三节	几种炭黑生产举例……(463)	第一节	引发剂……(510)
第四节	白炭黑……(464)	第二节	溶剂……(515)
第二十一章	吸附剂生产工艺和设备	第二节	分散剂……(519)
第一节	硅胶系列吸附剂……(467)	第四节	乳化剂……(523)
第二节	分子筛系列吸附剂……(469)	第五节	阻聚剂……(525)
第三节	天然沸石系列吸附剂……(474)	第六节	调节剂……(526)
第四节	其他系列吸附剂……(475)	第七节	终止剂……(527)
第二十二章	电子工业用化学品生产	第二十五章	农林产精细化学品生产
	工艺和设备		工艺和设备
第一节	电子工业用焊接材料……(480)	第一节	淀粉衍生物……(528)
第二节	电子元件封装材料……(481)	第二节	纤维素衍生物……(532)
第三节	光刻胶……(482)	第三节	栲胶……(539)
第四节	丝印感光材料……(486)	第四节	松香和松节油……(540)
第五节	液晶显示材料……(488)	第五节	活性炭……(542)
第二十三章	造纸化学品生产工艺和设备	第六节	天然樟脑……(544)
第一节	制浆用化学品……(490)	第七节	植物性香料……(545)
第二节	造纸过程用化学助剂……(493)	第二十六章	其他精细化学品生产工
第三节	涂布纸加工用助剂……(506)		艺和设备
第四节	特殊纸整理加工用 助剂……(508)	第一节	精细化工中间体和 原料……(549)
第二十四章	高分子聚合物添加剂生	第二节	玻璃清洁剂和防雾剂 ……(556)
	产工艺和设备		

第十章 纺织染整助剂生产工艺和设备

随着生产力的发展和人们消费水平的提高，纺织品的消费趋势已从实用型向美观、舒适、名贵、新颖型发展，纺织品的发展方向则是日趋多样化、天然化、高级化。与之相适应的染整助剂朝着多品种、专业化、小批量、精细化的方向发展。近几年来，国外纺织品的染整助剂发展相当快，同样我国也有所发展。八十年代初仅有百余个品种，1987年已达到600多个品种。虽然有发展，但与国外先进国家相比，仍有很大的差距。

纺织工业部近年曾提出，在本世纪内实现纺织工业品从粗加工品到深加工品，从粗制品到精制品两个转变的口号，相应的印染助剂的消耗量将由目前的20万吨左右增加两倍多。主要类别发展是：前处理助剂，品种占总数的20%，产量占总量的10%。目前，生产的前处理助剂大多数为老品种，急需更新换代，开发新的助剂。如高效快速耐热、耐碱渗透剂，高效快速耐高温退浆剂，煮炼剂，洗净剂，氧漂稳定剂等。印染助剂品种和数量各占50%以上，是量大面广的助剂，首先开发生产优质、系列化的涂料印花浆和染色用的粘合剂、发泡剂、增稠剂、还有活性、分散、酸性染料用的固色剂、加深剂、匀染剂等。后整理助剂品种约占25%，产量约占30%。主要解决树脂、涂层用助剂，各种纤维用柔软剂、阻燃剂、抗静电剂、防水、防油、防蛀、防缩等整理剂及增白剂。

第一节 前处理剂

织物染整前的处理剂主要有：净洗剂、纤维油剂、浆料、渗透剂、煮炼剂、漂白剂等，现介绍几种常用的前处理剂。

一、净洗剂

品 种	化 学 组 份	制 选 方 法
净洗剂AR-812	非离子型表面活性剂复配物	由非离子活性剂单体复配而成
净洗剂AR-815	非离子，阳离子活性剂复配物	由非离子单体和阳离子单体复配而成
净洗剂AR-630	非离子，阴离子复配物	由非离子和阴离子表面活性剂复配而成
净洗剂105	脂肪醇、聚氧乙烯醚、椰子油、烷基二乙醇酰胺、辛烷基苯酚、聚氧乙烯醚-10	由三种助剂复配而成
净洗剂LS	氨基苯磺酸盐	由对氨基磺酸和油酸等反应而成
净洗剂IC-A	脂肪醇环氧乙烷缩合物	用非离子和阴离子表面活性剂及助洗剂配制而成

椰子油醇酰胺 (其他名称 净洗剂-6501、净洗剂-6502、稳泡净洗剂CD-110)
化学名称 椰子酸二乙醇胺缩合物

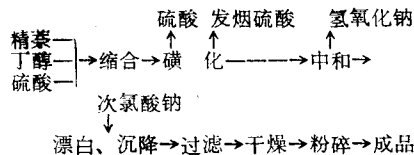
用途 用作内纶等合成纤维纺丝油剂的组份之一。一般用作阴离子表面活性剂的泡沫稳定剂。与肥皂一起使用时，耐硬水性好。本品为良好的润湿剂、净洗剂和乳化剂，是液体洗涤剂的重要组份之一。也可用作纤维处理剂，使织物柔软。

生产方法 椰子油在苛性钾存在下与二乙醇胺反应，温度控制在120—130℃。保温反应五小时后取样化验，到达终点后，冷却、包装。

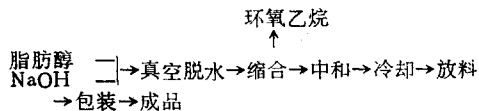
工艺过程： 椰子油—
二乙醇胺—
氢氧化钾—
→皂化、缩合→成品

二、渗透剂

(一) **渗透剂BX**：化学名为二丁基萘磺酸钠，又名拉开粉BX、拉开粉BN、拉开粉BNS。主要用作纺织印染的渗透剂、润湿剂。其生产工艺见右图。



(二) **渗透剂JFC**：化学名为脂肪醇聚氧乙烯化乙醚，又名浸湿剂JFC、印凡丁JFC。主要用作织物渗透剂。其生产工艺见右图。



渗透剂-JFC (脂肪醇聚氧乙醚)的生产过程说明如下：在不锈钢缩合罐中加入定量的C7~9脂肪醇和氢氧化钠，在搅拌下加热至120℃以上，真空脱水。再继续升温至160℃后开搅拌，逐步通入环氧乙烷缩合，此时反应温度应控制在150—170℃ (最佳温度160℃)、压力 $\leq 3 \text{ kg/cm}^2$ ，反应达终点 (油点40℃) 即降温至60~

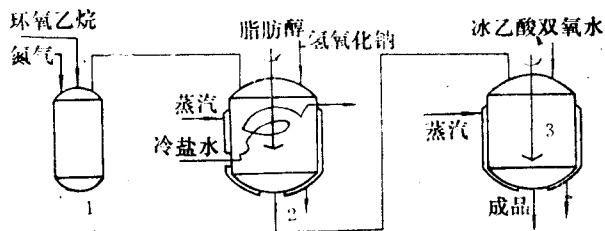


图10.1 渗透剂—JFC

1—计量槽； 2—缩合罐； 3—中和罐。

65℃，以冰乙酸中和至中性，即为成品。流程示意图见图10·1。

(三) 丝光渗透剂—聚氧乙醚磷酸酯

磷酸酯是由环氧乙烷系列的非离子表面活性剂经磷酸化而制备的，是阴离子表面活性剂。

这类化合物是由磷酸单酯、双酯和少量三酯、非离子表面活性物所组成，该类磷酸酯已广泛用于纺织物前处理、合成纤维润滑及抗静电、金属清洗等领域。

磷酸酯在碱溶液中有一定的稳定性和溶解性，润湿作用与PH无关。选择疏水基团和环氧乙烷加成物，以及磷酸化试剂的配比，可制成优良的耐碱渗透剂。市售的丝光渗透剂OPE，消泡剂GP，合纤油剂(上海助剂厂)都为该磷酸酯化合物或复配物。

磷酸酯的制备方法：该类磷酸酯一般仍采用传统的制备方法。即将非离子表面活性剂和磷酸化试剂反应，或再经中和而制得。非离子表面活性剂一般为脂肪醇聚氧乙醚、壬基酚聚氧乙醚、脂肪酸聚乙醇酯等。

磷酸化试剂为五氧化二磷(P_2O_5)、三氯化磷(POCl_3)、聚磷酸等。根据所用的磷酸化试剂，制备方法如下：

1. 五氧化二磷

制备过程是将 P_2O_5 在搅拌下加到非离子活性物中， P_2O_5 /非离子活性物克分子比为1/2~4.5。反应温度30~50℃，时间1小时。也有的制备方法温度高达100℃，时间长达5小时。

2. 三氯化磷

反应是在搅拌下，将 POCl_3 加到非离子活性物中、温度为30~50℃，时间1~2小时，产生的HCl由真空抽除。反应最终温度可达90~100℃，压力为10~20毫米。以使反应尽量完全。该产品中一般有大量的三酯。但商品中三酯的含量仍控制在1/2以下。

3. 聚磷酸

该方法较少采用，一般是将聚磷酸在搅拌下加到非离子活性物中。温度60~70℃。反应

一般较易控制。但是采用的非离子活性物是脂肪酸聚乙二醇酯时，在磷酸化条件下，要发生酯交换和水解。同时脂肪酸和环氧乙烷在反应时，也发生酯交换，生成物中有脂肪酸聚乙二醇单酯、双酯、聚乙二醇。使磷酸酯的组成更为复杂。Nussleein提出先用聚乙二醇和磷酸化试剂反应，制成聚乙二醇磷酸酯、再和脂肪酸酯化。防止了脂肪酸聚乙二醇的水解和酯交换。

根据应用的要求，磷酸酯可以进行中和，也可以作为商品直接出售，中和一般是用50%氢氧化钠。

三、浆料

前处理剂浆料有多种，例如聚丙烯酸甲酯浆料是由丙烯酸甲酯、丙烯酸和丙烯腈三元共聚而成；浆料PAA是由丙烯酸酯、丙烯腈和丙烯酸聚合而成；浆料HS-A₁₄、浆料D₄₃₀、浆料S₈₀₁、浆料HS-A₁₈均是由丙烯酸、丙烯酸酯聚合、中和后再经调粘度而成。浆料AS-TC是由丙烯腈、丙烯酸酯和丙烯酸聚合、中和而成；乳化浆A是由水、煤油和匀染剂。经乳化而成。下面介绍几种浆料的调配新技术。

(一) TiO₂浆料调配新技术

腈纶生产中消光剂TiO₂以浆料形式加入到纺丝原液内，否则难以混合均匀。金山石油化纤总厂腈纶厂原来用球磨机来调配TiO₂浆料，因调配工艺落后，球磨时间长，并且瓷球磨损产生的瓷粉留在浆料系统内易阻塞烛形滤器，使过滤性能变差，影响可纺性能。

目前国外有些公司消光剂调配已经不用球磨机而是用技术先进的高剪切混合器。其特点是TiO₂等物料(固-液)在高速带有剪切力的搅拌下充分混合分散，在短时间内就能使TiO₂均匀分散在浆料系统中。金山石油化纤总厂腈纶厂经过近两年的试验和改造，也成功地开发了一套调配TiO₂新技术，并已在生产中推广应用。

TiO₂调配设备和工艺

① 调配工艺流程

整个调配过程由混合、过滤、贮存三个部分组成，见图12.2。

② 调配工艺条件

一次配料总量为2000立升，每批浆料配方51.7%NaSCN 1608立升，PAN原液187.8kg，TiO₂粉末300kg。

投料程序：NaSCN→PAN→TiO₂；搅拌转速：3000r/min；搅拌时间：60min。

(二) 丙烯酸系上浆料

对于聚酯、尼龙等合成纤维，由于具有较高的疏水性，很难用传统的丝绸和棉花纤维用的浆料上浆，与其他纤维也很难捻合在一起。这就需要特殊的上浆料。丙烯酸系上浆料就是针对这个问题研究开发成功的。它利用丙烯酸基团对疏水和亲水官能团都具有良好的粘合作用，较好地解决了疏水性合成纤维难以粘结的问题，而且形成的浆膜具有弹性和柔软性，经加热处理后，对退浆、精炼均无妨碍。在合成浆料中最为理想，所以被广泛用于涤/棉混纺和涤纶长丝等纱线的上浆。

丙烯酸系浆料的制备工艺有下列三种：

1. AN皂化浆

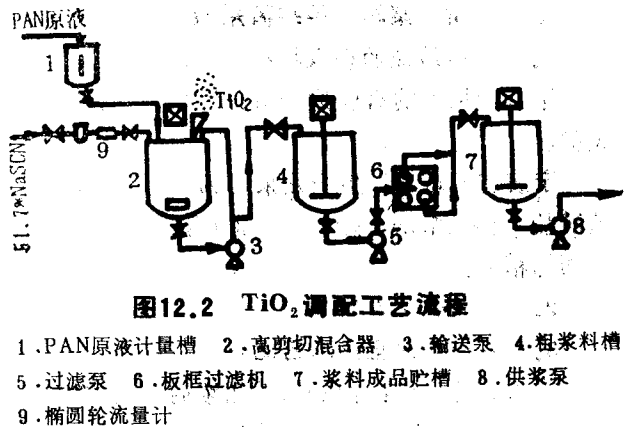


图12.2 TiO₂调配工艺流程

1. PAN原液计量槽
2. 高剪切混合器
3. 输送泵
4. 粗浆料槽
5. 过滤泵
6. 板框过滤器
7. 浆料成品贮槽
8. 供浆泵
9. 椭圆轮流量计

是从聚丙烯腈直接皂化而得，为上海市最早开发的品种。用稀碱液在100~110℃，常压下水解聚丙烯腈6~8小时，使其部分皂化，形成丙烯酸钠（铵）盐-丙烯腈-丙烯酰胺共聚树脂。

2. 甲酯浆料

先从丙烯腈分别制成丙烯酸及其甲酯、乙酯，然后进行乳液共聚合，或在乙醇中进行共聚合。引发剂为过硫酸钾KPS（0.1%）或过氧化苯甲酰（0.5~1.0%），乳化剂为十二烷基硫酸钠（1%）。在80~85℃水中，连续滴加物料进行反应。中和剂用氨水，中和至PH 7~7.5。配方中酯类单体按照适应季节温度、所需软化点和所需机械性能，调整使用比例。为了取得一定的亲水性、凝胶稠度和容易用碱退浆，丙烯酸含量应在8~15%范围内，成品含固量14±1%。

3. VAc-AM浆料

是以丙烯酰胺-醋酸乙烯共聚体为主基料，可从两个单体乳液共聚而成，也可以从丙烯腈-醋酸乙烯共聚体部分水解得到。成品含固量16±2%。

4. 浆料制备中改进结块的工艺条件

乳液聚合工艺中经常产生块状物，造成原料浪费，影响浆液质量。

影响块状物生成的因素很多，主要有引发剂用量、乳化剂的种类和用量、保护胶体的使用、单体添加方式，还有聚合温度、搅拌条件、PH值和水质等。

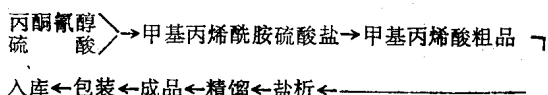
减少块状物的主要措施是：①引发剂过硫酸钾或铵用量以0.3%左右为宜；②在多数情况下，采用阴离子型与非离子型乳化剂并用，能得到互补的好处；乳化剂用量占总单体总量的1.2%左右。③采用水溶性保护胶体，例如淀粉、聚乙烯醇、羧甲基纤维素。

（三）纺织浆料—甲基丙烯酸

1. 甲基丙烯酸的合成途径

甲基丙烯酸的合成途径可分为以丙酮氰醇为中间体的合成和以石油气为原料直接合成两大类。

宁波有机玻璃厂生产是采用丙酮氰醇的路线。将丙酮氰醇与硫酸反应生成甲基丙烯酰胺硫酸盐，再经水解、盐析、精馏后，制得甲基丙烯精品。



2. 工艺流程见右图

3. 甲基丙烯酸生产工艺说明

①酰胺化反应：丙酮氰醇和浓硫酸的酰胺反应，实质上包含着热效应完全相反的两个阶段，第一阶段，丙酮氰醇与浓硫酸一经接触，就发生反应，放出热量，生成 α -甲酰胺基异丙基硫酸氢酯中间体。第二阶段， α -甲酰胺基异丙基硫酸氢酯，进一步与浓硫酸反应，并吸收热量，生成甲基丙烯酰胺硫酸盐，这是一个浓硫酸参加下的转位反应。操作时，先将浓硫酸与发烟硫酸混配成100~100.5%的浓度，然后将定量的符合质量标准的丙酮氰醇、混配成的硫酸，并加入少量阻聚剂，在合适的温度下进行反应，并保温一定时间后，冷却，即得甲基丙烯酰胺硫酸盐。

甲基丙烯酰胺硫酸盐质量的好坏，将影响甲基丙烯酸的收率。因此，加料速度、反应时间，搅拌速度等均有一定的工艺要求。

②水解反应：甲基丙烯酰胺硫酸盐与水的反应生成甲基丙烯酸和硫酸氢铵。

甲基丙烯酰胺水解是放热反应，在反应开始时能自行回流反应。但在回流速度稍缓时，

为了使水解完全，需要加热。

粗制的甲基丙烯酸必须用饱和食盐水洗涤，洗涤后的甲基丙烯酸，加入定量的阻聚剂，在减压下进行分馏，于一定的温度、压力下，收集其正沸点，经分析合格，即可包装入库。

四、煮练剂

煮练剂多是由表面活性剂复配而成，例如高效精练助剂FB是由非离子型表面活性剂等复配而成；真丝绸精练剂AR-617是由油酸钠、纯碱和六聚偏磷酸钠等组成；

五、漂白助剂

织物漂白助剂有过碳酸钠、亚氯酸钠、双氧水等。例如双氧水稳定剂WPFW-2是由甲醛、三氯化磷与胺类一步合成；106型双氧化稳定剂是以有机多元磷酸盐为主体进行复配而成。漂白毛织品、丝和聚酰胺纤维的漂毛粉是用低亚硫酸钠半成品与焦亚磷酸钠等白色粉状盐类混合而成。亚氯酸钠的生产方法是：在食盐存在下，氯酸钠和硫酸混合，用SO₂还原，生成的二氧化氯在过氧化氢、硫化氢、硫磺等还原剂的存在下用氢氧化钠溶液吸收，则得亚氯酸钠。反应终止后，经过滤及真空蒸发浓缩，使亚氯酸钠结晶出来，再经分离、干燥而制得。

第二节 印染及染料加工助剂

在织物印染和染料加工过程中，要采用许多化学助剂，它们是：消泡剂、匀染剂、粘合剂、交链剂、增稠剂、促染剂、防染剂、还原剂、乳化剂、助溶剂、荧光增白剂、其他印染助剂等。现选介如下。

一、消泡剂

消泡剂乳化硅油是由高纯度的甲基硅油加入适量乳化剂和水，经乳化加工而成。消泡剂GP是由烷基醚磷酸酯加表面活性剂制成。消泡剂FZ-880是由有机硅消泡剂与非离子型、阴离子型乳化剂组成。

二、匀染剂

匀染剂品种很多，现介绍几种匀染剂的生产工艺。

(一) 匀染剂○ (化学名称 脂肪醇聚氧乙烯醚
其他商品名称 匀染剂102、平平加○、乳化剂○、平平加X-102、平平加-20、平平加○-20)

用途 可用作涤纶等合成纤维纺丝油剂的组份之一。在乳胶工业中用作乳化剂。在纺织工业中广泛用作各类染料的匀染剂，剥色剂，

一般用量为0.2~1克/升。

工艺过程见右图①

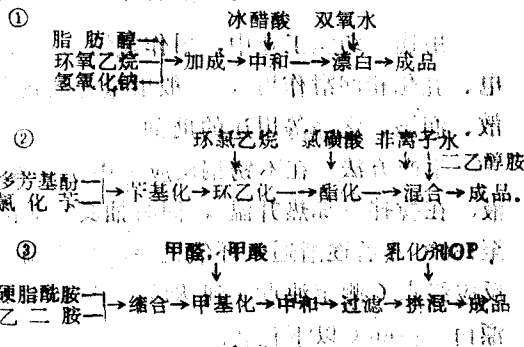
(二) 高温匀染剂10

高温匀染剂10是一种多芳环芳基酚类及其非离子、阴离子衍生物的混合物。其生产工艺见右图②

(三) 匀染剂AN(脂肪胺聚氧乙烯醚)的生产工艺是见右图③

(四) 平平加○-15(脂肪醇聚氧乙烯醚)的生产工艺参看图12.3。

平平加○-15的工艺过程说明：在不锈钢缩合罐中加入定量的C₁₁~₁₃脂肪醇和氢氧化



钠，在搅拌下加热至120℃以上，真空脱水。再继续升温至160℃后开搅拌逐步通入环氧乙烷缩合，此时反应温度控制在150~170℃（最佳温度为160℃），压力≤3kg/cm²反应达终点（浊点75℃），即降温至60~65℃，以冰醋酸中和至中性，并以过氧化氢漂白脱色即为成品。

精脂肪醇
环氧乙烷 → 加成(缩合) → 中和 → 漂白 → 成品

三、粘合剂

涂料印花是印花方法的一种。在涂料印花过程中，用适当的有机物质，经过处理在纤维上形成树脂薄膜，将颜料固着在纤维上，所用的成膜物质称为涂料印花粘合剂。除了涂料印花外，合成粘合剂还能用于静电植绒，无纺布制作和喷胶棉等方面，下面列举几种粘合剂的制造方法：

① SHW 涂料印花粘合剂，本品为乙烯基共聚物乳液，它是用乙烯基单体经聚合、调浆而成。

② 粘合剂707，是一种由甲壳质、平平加和丁苯胶乳混合而成的乳液，其生产工艺见右图，

③ 粘合剂BH，是一种由甲壳质、醋酸、煤油与丁苯胶乳组成的分散体。其生产工艺见右图。

④ 粘合剂104T/C，丙烯酸丁酯同丙烯腈共聚乳液，其生产工艺见右图。

四、乳化剂

我国生产的乳化剂有：烷基醇聚氧乙烯醚、烷基酚聚氧乙烯醚（OP系列）、脂肪酸失水山梨醇酯（Span系列）、失水山梨醇聚氧乙烯醚（吐温）等。现举例说明如下。

(1) 乳化剂EL-40(蓖麻油聚氧乙烯醚)

(2) 乳化剂OP (其他名称 乳化剂On-10, TX-10, On乳化剂
化学名称 辛烷基酚聚氧乙烯醚或壬基酚聚氧乙烯醚)

用途 纺织工业中，用作氯纶、腈纶、锦纶等合成纤维纺丝油剂的组份之一，起抗静电、乳化和润滑作用，一般用量为油剂总量的4%左右。在印染加工中，可作匀染、扩散、润湿、洗涤等用途的助剂。

生产方法 在不锈钢反应锅中，加入辛基酚（或壬基酚）和氢氧化钠（或氢氧化钾）溶液，在搅拌下加热升温，同时抽真空脱除水分及空气，再通入氮气数次以驱尽空气。加热至160℃（然后逐渐通入环氧乙烷，反应温度控制在160~180℃，压力不超过2公斤/厘米²。反应终点（测定浊点）到达后，于140℃加入冰醋酸，使物料呈中性。然后加入双氧水进行漂白，在60℃以下包装。

工艺过程

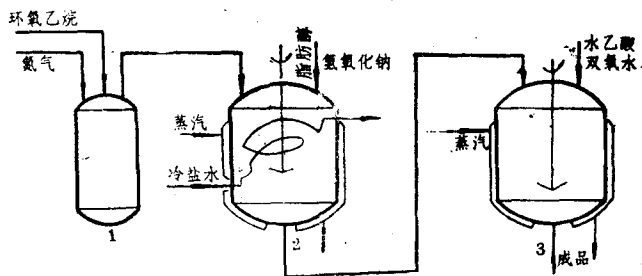


图12.3 平平加O-15工艺流程图

1—计量槽； 2—缩合罐； 3—中和罐。

丁苯胶乳
甲壳质、冰醋酸、乳化剂O → 打浆 → 放料 → 成品(EL-40)

匀染剂 煤油 丁苯胶乳
甲壳质、水、冰醋酸 → 搅拌 → 搅拌 → 成品

聚丙烯醇溶液
乳化剂
蒸馏水 → 乳化 → 混合搅拌 → 聚合 → 蒸馏水
过硫酸铵
单体2/3滴加

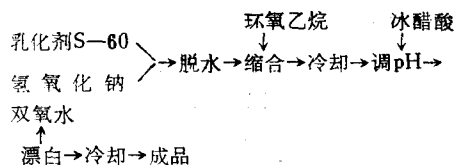
蓖麻油
环氧乙烷 → 缩合 → 中和 → 成品(EL-40)

辛烷基酚
氢氧化钠
环氧乙烷 → 加成 → 中和 → 漂白 → 成品
冰醋酸 双氧水

(3) 乳化剂 T-60 (其他名称 吐温60
化学名称 山梨糖醇酐硬脂酸酯聚氧乙烯醚)

用途 为聚丙烯腈纤维纺丝油剂组份之一，也可作为纤维后加工柔软剂。能消除纤维静电并提高其柔软性。

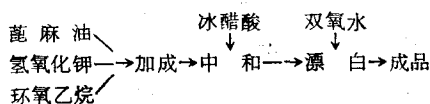
生产方法 将乳化剂S-60加入不锈钢反应锅内。加热熔化后开启搅拌。加入氢氧化钠后密闭抽真空脱水。压入氮气以驱除空气，加温到140℃时开始逐渐通入环氧乙烷，控制反应温度为160~180℃。反应结束后加入双氧水脱色、冷却、包装。



(4) 乳化剂 EL (其他名称 BY乳化剂
化学名称 聚氧乙烯蓖麻油)

用途 为聚丙烯腈、聚乙烯醇等合成纤维纺丝油剂组份之一，起抗静电及乳化作用。一般用量为油剂总量的7~10%左右。毛纺工业中，用作和毛油的乳化剂，一般用量为1~3克/升。

工艺过程见右图



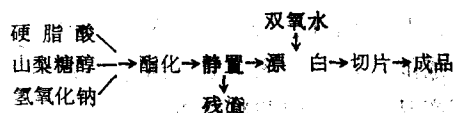
(5) 乳化剂 S-60 (其他名称 司盘60
化学名称 山梨糖醇酐硬脂酸酯)

用途 作为聚丙烯腈纤维纺丝油剂的重要组份之一，对纤维有柔软和平滑作用。在涂料、化妆品、皮革等工业中广泛用作分散剂和乳化剂。

生产方法

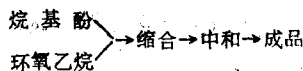
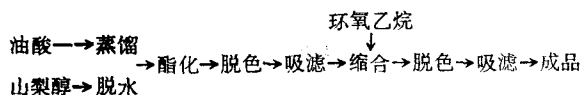
在不锈钢反应锅中加入硬脂酸，加热熔化，开动搅拌，在氮气流下加入山梨糖醇，同时加入氢氧化钠，在170~210℃反应至脱水完毕，趁热静置，分去下层碳化物，于70~90℃加入双氧水漂白，再切片成型。

工艺过程见右图



(6) 乳化剂 T-80 (吐温-80, 失水山梨醇油酸聚氧乙烯醚)，生产工艺见下左图

(7) 乳化剂 TX-4 工艺流程见下右图



五、荧光增白剂

国产荧光增白剂多为二苯乙烯三嗪型，商品名称有VBL、VBA、JD-3、BR、BC、VBU等；苯并噁唑型荧光增白剂有DT、EBF等。吡啶啉型增白剂有AD、DCB等。现介绍两种荧光增白剂的生产。

(一) 荧光增白剂VBL的生产

荧光增白剂VBL为典型的双三嗪氨基二苯乙烯增白剂，在国内产量最大，增白剂系列中占有相当重要的地位，除用于棉、锦纶、涤纶纤维外，同时也用于纸张增白，荧光强度尚可满足要求，但耐酸、碱、耐晒和气候牢度较差，应进一步降低成本，提高质量和产量。

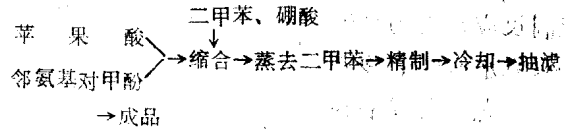
武汉化学助剂总厂是生产增白剂VBL的老厂，有二十多年的生产经验，在全国十二家生

产厂中占第二位。年产增白剂800吨左右。其生产工艺如下。

将三聚氰氨悬浮在微酸性水中打浆乳化一小时，于0~5℃，与DSD酸钠盐溶液（6~7%）反应约4小时，滴加3小时，用纯碱液调节PH值为6~7，做渗圈不显色后进行第二步反应；升温至5~10℃加苯胺，滴加时间45分钟，反应约2.5小时，其间用纯碱液调节PH值为6~7，做渗圈不显色后进行第三步反应；升温至110~140℃，加乙醇胺和氨水，保温3小时，降温至80℃左右静置，过滤、酸析(HCl)、过滤、滤饼捏合（用纯碱），干燥，粉碎，混料（用元明粉），包装。

(二) DT荧光增白剂

本品化学品为1, 2-二(5-甲基-2-苯并噁基)乙烯，其生产工艺见右图

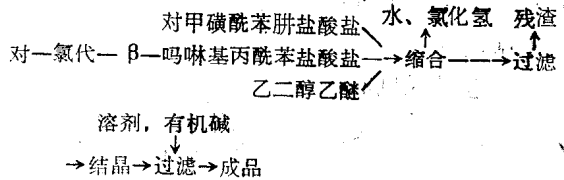


(三) 荧光增白剂AD (又称增白剂CA)

化学名称 1-对甲磺酰苯基-3-对氯苯基吡啶啉

用途 腈纶纤维纺丝用荧光增白剂及用于纤维后加工的加白处理。亦可用作塑料增白剂

生产方法 在搪玻璃反应锅中，加入乙二醇乙醚、对-氯代-β--吗啉基丙酰苯盐酸盐和 对甲磺酰苯胍盐酸盐，在搅拌下加热回流脱水，缩合产物趁热过滤，滤液在室温下静置结晶，过滤，滤饼即为成品。



工艺过程见右图

六、丙烯酸乳液增稠剂

丙烯酸乳液增稠剂是以(甲基)丙烯酸和(甲基)丙烯酸酯为主要成分的乳液共聚物。具有较高的增稠能力。主要用于涂料、粘合剂、造纸、皮革加工和纺织印染等工业部门中，以代替天然增稠剂而成为一种不可缺少的添加剂。

在国内，丙烯酸乳液增稠剂虽有研究和生产，但品种比较少，应用范围较小，且每年都要进口英国同盟胶体公司的PTF增稠剂。为发展我国丙烯酸乳液增稠剂的品种，扩大其应用范围，长沙市化工研究所于一九八九年三月完成了丙烯酸乳液增稠剂的合成及应用研究。该产品在涂料印花粘合剂和静电植绒粘合剂中得到应用，在增稠效果方面，超过国内目前的同类产品。在手帕和毛巾印花中，可直接降低成本30~40%。

(一) 工艺流程

乳化剂、去离子水部分单体 $\xrightarrow[\text{升温}]{\text{搅拌、通N}_2}$ 80℃加部分引发剂 \rightarrow 滴加剩余物料80℃反应1.5小时 \rightarrow 85℃反应1.5小时 \rightarrow 冷却 \rightarrow 过滤 \rightarrow 包装

(二) 工艺条件

1. 投料量 单体总量95kg，乳化剂2.0kg，引发剂0.2kg，交联剂0.8kg，去离子水196kg；2. 压力 常压或0.5atm；3. 加热方式 蒸汽或电加热；4. 气氛 氮气；5. 生产周期 5~6小时；6. 控制指标 升高温80℃~85℃，保温1.5小时。

(三) 生产操作步骤

往釜中加入去离子水、乳化剂和部分单体、引发剂、交联剂，通氮。搅拌乳化，通蒸汽升温至80℃左右，倒部分单体进行聚合反应。反应放热使釜温上升，此时停止加热。待釜温升至最高并开始下降时，再开始滴加剩余单体等。大约2~2.5小时加完物料。然后开始升温至80℃~85℃并保温1.5小时左右，冷却至室温、过滤、包装。

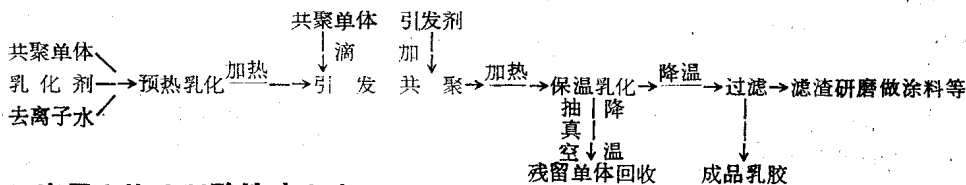
七、内墙稠型JD静电植绒乳胶

常用的胶粘剂大致有乳液型和溶剂型两类，乳液型粘合剂有聚丙烯酸酯、聚醋酸乙烯合成胶乳，天然胶乳等。溶剂型粘合剂有合成橡胶、聚氨基甲基酯等。不论采用哪一种胶粘剂，一般均要求耐老化、耐水洗、耐摩、柔软等性能，特别是柔软性和耐水性较为重要，同时还需要应用方便、毒性小。在国外用于静电植绒的粘合剂约80~90%属于乳液型，其中大多数采用交联型丙烯酸酯胶粘剂。

(一) JD型静电植绒乳胶的主要原材料:

1. 丙烯酸酯, 2. 甲基丙烯酸酯, 3. 丙烯腈, 4. 丙烯酸, 5. 羟甲基丙烯酰胺, 6. 平平加OS-15, 7. 十二醇硫酸钠, 8. 过硫酸铵。

(二) 合成工艺流程: 聚合工艺中的加料方式一般有两种, 一种方式为“全部滴加法”, 另一种方式为“种子法”, 采用种子聚合分子链易增长, 得到的聚合物物理性能较优, 本方法采用种子聚合, 工艺流程示意如下:



八、离子交换法制酸性硅溶胶

近年来, 我国一些单位对精细化工产品硅溶胶及其系列产品的研究越来越重视。这是由于国内生产的硅溶胶产品大多数是以碱性形式存在的, 产品品种单一, 很多特殊用途的品种都没有开发出来, 仅在精密铸造、外墙涂料等工业领域上有少量的应用。随着电子工业的发展和人民生活水平的不断提高, 彩色显象管的生产不断扩大, 新型蓄能产品胶体铅酸蓄电池的开发问世, 以及从国外引进的静电植绒技术在我国迅速发展。对其基本生产原料酸性硅溶胶的需求必将与日俱增。每年, 我国耗用大量的外汇高价进口日本日产化学公司的“Snow-texo”, 而我国自己生产的碱性硅溶胶有时还存在着滞销的现象。针对这一情况, 湖北美华日用化工厂采用离子交换法, 利用厂生产的碱性硅溶胶制备出酸性硅溶胶, 这一研究成功, 可为国家节约大量外汇, 对于我国研制系列硅溶胶产品和开发硅溶胶应用新领域有着重要的意义。

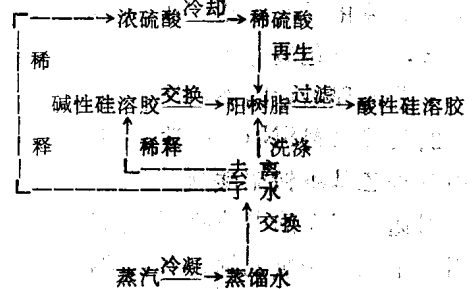


图10.4 酸性硅溶胶工艺流程示意图

(1) 工艺流程示意图 (见图10.4)。

(2) 工艺操作简述

首先, 由锅炉房来的蒸汽经二次换热器冷凝成蒸馏水, 经阳树脂进行去离子交换, 制得电导率为 $1 \mu\text{s}/\text{cm}$ 以下的去离子水。将分析纯级98%的浓硫酸用制备好的去离子水稀释到 $1.5 \text{ mol}/\text{L}$ 的浓度, 制得再生剂。用去离子水和再生剂将 01×782 阳离子交换树脂洗涤再生成氢型备用。

再将所选用的碱性硅溶胶用去离子水稀释到所需浓度, 经的确良布过滤, 投入洁净的反应罐内, 把再生洗涤好的氢型阳离子交换树脂逐渐地缓慢地加入到碱性硅溶胶中, 边加入边搅拌, 用酸度计或精密试纸测试PH的变化, 当PH值降到 $2.0 \sim 2.5$ 之间, 让其稳定一段时

间,使其充分彻底地交换,直到PH值没有明显上升时,停止加入树脂。通过长期实践,我们发现当PH值降低到2.0以下时就不再降低或降低得不明显,要制备强酸性硅溶胶只有另加无机酸稀溶液。我们还发现,随着时间的延长,制得的酸性硅溶胶PH值将缓慢上升,上升到4.0以上时极易胶冻。

最后,把制好的酸性硅溶胶过滤包装,用去离子水把用的树脂洗涤成电导率为 $20\ \mu\text{s}/\text{cm}$ 以下,PH=6.5~7,以便下次再生。

HS-20型酸性硅溶胶应用在静电植绒生产技术上,作绒毛电着处理分散剂。

第三节 后整理剂

织物后整理剂包括:抗静电整理剂、阻燃整理剂、树脂整理剂、柔软整理剂、防水及涂层整理剂、固色剂、紫外线吸收剂以及其他后整理剂等。现选介如下。

(一)抗静电剂PK,化学名为烷基磷酸酯钾盐,对聚酰胺织物的抗静电性能最佳。抗静电剂CAS,系聚醚-聚酯高分子聚合物,由耐久性和亲水性单体聚合而成,对聚酯织物效果最佳。

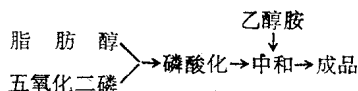
作为阴离子型抗静电剂,主要代表有高碳基硫酸盐,脂肪族磺酸盐以及高碳烷基硫酸盐,也有用三乙醇胺等羟烷基胺类。作为阳离子抗静电剂则以 $\text{C}_8\sim\text{C}_{22}$ 烷基季铵盐及烷基季胺盐等。作为非离子型抗静电剂,则有聚氧乙烯衍生物及多元醇部分酯化产品。作为两性抗静电剂,则有内铵盐及咪唑等。

1. 抗静电剂P (其他名称 磷酸酯胺盐; 化学名称 烷基磷酸酯二乙醇铵盐)

用途 纺织工业中,用作涤纶、丙纶等合成纤维纺丝油剂的组份之一,起抗静电及润滑作用。一般用量为油剂总量的5~10%。

生产方法 在搪玻璃反应锅中加入脂肪醇,在搅拌下用自来水夹套冷却。于 40°C 以下逐渐加入五氧化二磷,然后在 $50\sim 55^\circ\text{C}$ 保温反应3小时。在 70°C 以下用二乙醇胺中和至PH=7~8,趁热包装。

工艺流程示意图如右图所示。

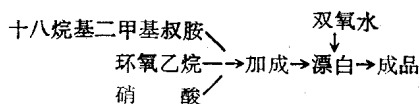


2. 抗静电剂SN (化学名称 十八烷基二甲基羟乙基季铵硝酸盐)

用途 作为静电消除剂,适用于聚酯、聚氯乙烯、聚乙烯醇等合成纤维的纺丝油剂。亦可用作聚酯、聚氯乙烯、聚乙烯薄膜及塑料制品等的静电消除剂,具有优良效果。也用于聚丙烯纤维的染色匀染剂。

生产方法 将十八烷基二甲基叔胺溶解于异丙醇中,加入硝酸后密闭反应锅,抽真空除去空气,再通氮气数次以驱尽空气。于 90°C 下逐渐通入环氧乙烷,反应温度 $90\sim 110^\circ\text{C}$ 。反应结束后,冷至 60°C 加入双氧水进行漂白,然后包装。

工艺流程示意图如图示。



3. 抗静电剂TM (化学名称 三羟乙基甲基季铵甲基硫酸盐)

用途 本品为丙烯腈、聚酯、聚酰胺等合成纤维的优良静电消除剂,经本品处理后,它们的表面电阻率一般均可降低到 10^6 欧姆·厘米左右。是聚酯和丙烯腈等合成纤维纺丝油剂的重要组分。