

# 荧光增白剂AN的研制

白 铭 洁\*

(化 工 系)

## 提 要

本文介绍了腈纶用荧光增白剂AN的合成及其染色方法,在大量实验的基础上,找出了该产品的最佳合成及染色条件,并对其应用性能进行了初步测试,从而为我国尚未开发的荧光增白剂AN的中间试验提供了数据。

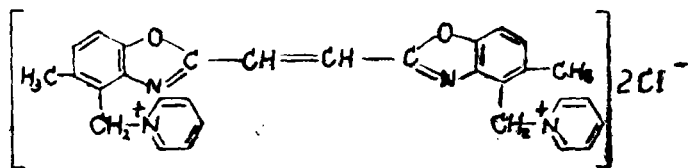
**关键词:** 荧光增白剂, 合成法, 染色(纺织品)

## 一、概 述

荧光增白剂是一种无色的荧光染料,也叫做“光学增白剂”、“荧光增艳剂”等。它的主要功能是吸收不可见的近紫外光(波长335—365nm),再转化成波长较长的兰色荧光(波长430~450nm)发射出来,与纤维(或塑料)上的黄光互补成为白光,从而消除黄光,同时增加亮度。荧光增白剂的增白是光学上的补色作用,起到一般漂白剂所起不到的增白效果,以前商业上曾用过“比白色更白”的名称来宣传它。现在广泛用于洗涤剂、纺织、造纸、塑料及其它工业。

荧光增白剂自1940年做为商品问世以来,发展很快。据统计近年来全世界已生产15种以上不同化学结构类型的300多个商品牌号的荧光增白剂,生产量已超过染料生产总量的10%。

我国荧光增白剂的开发起步较晚,目前能生产的品种较少,特别是合成纤维用的荧光增白剂还不能满足人民生活的需要,如腈纶纤维用的荧光增白剂主要靠进口。为了改变这种面貌,为了适应四化建设的需要,结合我省的具体情况,我们选择了一种适用于腈纶的水溶性的荧光增白剂AN进行研制。该产品的化学结构式如下:



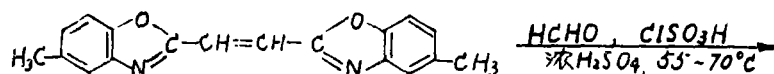
它的商品名称叫: Daitophor AN, 属于季铵盐型的阳离子荧光增白剂, 与腈纶纤维有良好的亲和力, 耐光度及增白效果均较好。荧光增白剂AN为淡黄色棱形结晶, 熔点: 220~225℃(分解), 易潮解, 易溶于水, 难溶于有机溶剂。最大吸收波长为366nm。

\*参加该项科研工作还有陈郁英、王自健、魏辉荣、吴尉文、向世辉、杨琨、梁殿英、周象贤等同志。

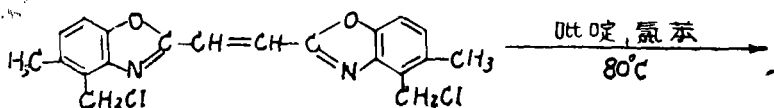
本文1986年12月10日收到

## 二、合成路线

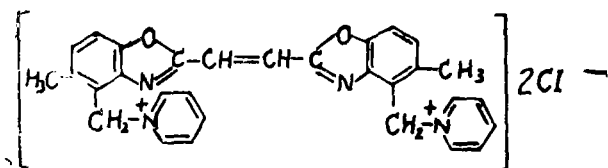
选用增白效果及耐光性优良的荧光增白剂DT为主要原料,进行氯甲基化、季铵化得阳离子型荧光增白剂AN的路线。



荧光增白剂DT



氯甲基化合物



荧光增白剂AN

## 三、实验方法

### 1、氯甲基化

在装有液封、搅拌器、温度计、干燥管及加料器的四口烧瓶中,加入30ml的浓硫酸和6克低聚甲醛,搅拌冷却到10℃以下,慢慢滴加58克氯磺酸,当低聚甲醛溶解后,再加入5克荧光增白剂DT,按一定的反应条件搅拌使反应完全。然后将反应混合物在搅动下,倒入500ml的冰水中,析出的沉淀过滤,水洗至无酸性,在80℃以下干燥。将干燥的粗产物研碎后加200ml氯苯煮沸10分钟,趁热滤去不溶物,滤液减压蒸馏除去大部分溶剂,冷却析出黄色结晶过滤后直接进行季铵化。

### 2、季铵化

上述处理后的氯甲基化合物(不干燥),加100ml氯苯共热溶解,然后在80℃下加25ml吡啶,保温搅拌数小时,趁热过滤,滤饼用苯和丙酮洗涤、干燥后即得产品。

### 3、染色实验及性能的测定

荧光增白剂的染色条件对性能影响很大。荧光增白剂浓度太大,色光发黄,起不到增白作用,太低白度不高。我们对荧光增白剂AN的染色条件进行了探索,通过97次的实验,找出了较好的方法。

具体染色方法:

荧光增白剂AN的浓度为40mg/l,浴比1:100。将纯棉布在染浴中煮染30分钟,然后在5%洗涤剂中90~95℃下煮20分钟,再用清水洗后凉干、测白度。其白度接近日本进口荧光增白剂DCB(见图1,表1)。

(注: 荧光增白剂DCB的结构式为:

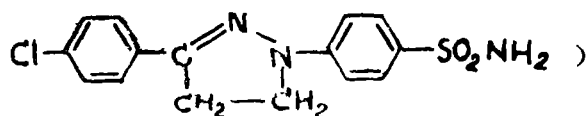


表1 染样白度对比

荧光增白剂DCB染样	荧光增白剂AN染样	空白样
95.6	94.1	70
(白度)	(白度)	(白度)

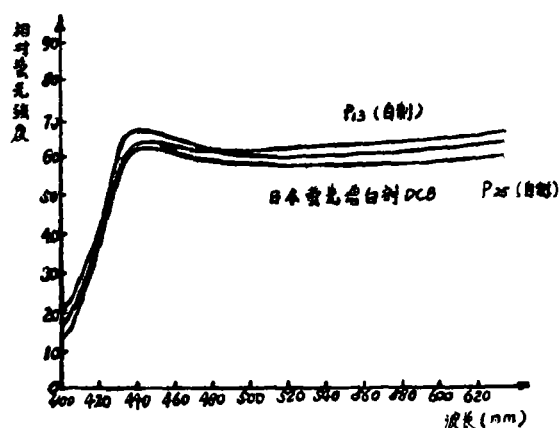


图1 白度对比图

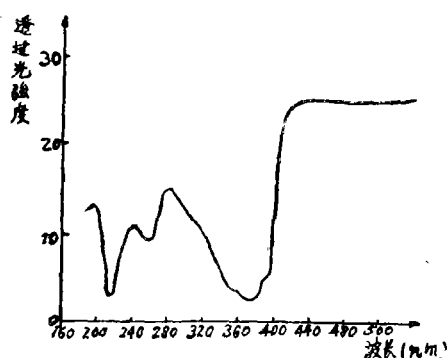


图2 荧光增白剂AN的紫外光谱示意图

此外, 对合成的荧光增白剂AN进行了紫外和红外光谱的测定, 示意图见图2、图3。

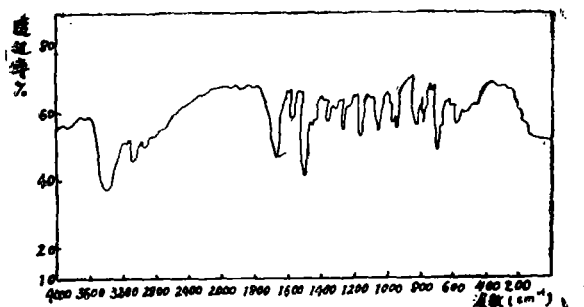


图3 荧光增白剂AN的红外光谱示意图

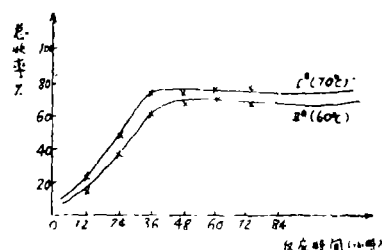


图4 氯甲基化反应时间、温度与总收率的关系

#### 4、反应条件的讨论

1) 本荧光增白剂的合成关键在于氯甲基化反应, 其主要影响因素为温度和反应时间。文献指出氯甲基化最佳工艺条件, 反应温度 $60^{\circ}\text{C}$ , 时间48小时, 收率最高。但我们通过40次的实验(包括正交试验), 结果证明, 反应温度 $70^{\circ}\text{C}$ , 反应时间36小时, 搅拌速度快, 产物收率高, 且好过滤。

2) 季铵化反应较快, 一般在氯苯溶剂中反应较好, 反应时间为24小时, 温度为 $80^{\circ}\text{C}$ , 但我们实验结果发现反应时间缩短一半, 即可达到同样效果。

3) 该产品合成需大量的溶剂, 一般用氯苯较好, 但氯苯价格较贵, 且有毒, 我们用混合二甲苯做溶剂, 实验结果不影响收率和质量。

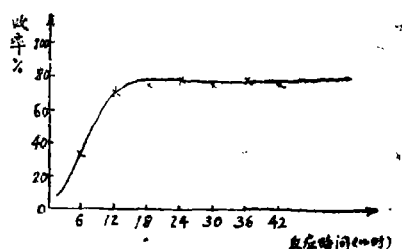


图5 季铵化反应时间与收率的关系

## 四、小 结

通过实验证明

1、荧光增白剂AN为适用于腈纶纤维的荧光增白剂, 增白效果接近于日本进口的荧光增白剂DCB, 并且它易溶于水, 染色工艺简便, 有实用价值。该产品的研制国内未见文献报导。

2、本合成最佳工艺条件为氯甲基化在 $70^{\circ}\text{C}$ 下进行, 反应36小时, 季铵化在 $80^{\circ}\text{C}$ 下进行, 反应12小时, 总收率最高。反应时间比国外文献中报导的缩短24小时。

染色的最佳条件为增白剂浓度 $40\text{mg/l}$ , 浴比为 $1:100$ , 温度 $98-100^{\circ}\text{C}$ 。

3、用二甲苯代替氯苯作溶剂, 可降低成本。

4、因氯甲基化时用浓硫酸, 最后废酸的处理尚须进一步研究。

## 参 考 文 献

- [ 1 ] 染料工业 1974年第4期 27~37
- [ 2 ] 上海染料 1975年第5期 50~62
- [ 3 ] 日本特许公报 昭 36~15630
- [ 4 ] 有机合成化学(日) 第20卷第9号 848~853
- [ 5 ] 工业化学(日) 第67卷第1号 25~31, 155~163  
第66卷第1号69~73  
第66卷第6号789~792
- [ 6 ] Bull Univ Osaka Prefect, Ser. A13(1)135~145(Eng, )
- [ 7 ] Organikum(德)

(下转56页)

## the Calculation for Transverse Impact Problems with Elastic Impactor

Dong Qiwu

(Chemical Engineering Department)

### Abstract

It is important to know the impact force for transverse impact problems. Sun and Yang [1] used experimentally measured contact laws to study the impact response of composite laminates. The impacted structure was modelled by finite elements but the basic principle was the same as that described in earlier works [2, 3]. Sun and Sankar [4] proposed a numerical algorithm that will drastically reduce the computational effort but the impactor was regarded as a rigid mass. In this paper we have proposed a method for transverse impact problems with elastic impactor which will be used in experiments.

**Key Words:** Composite materials, Elasticity impact bits,  
Cross wise impact

---

(上接60页)

## Manufacture of Daitophor AN

Bai Ming jie

(Chemical Engineering Department)

### Abstract

This article introduces the compounding and dyeing method of Daitophor AN for nitrilon. On the basis of many experiments, discovered the best condition of compounding and dyeing of that product, and preliminarily tested the using function. Provides the datas of the midst-experiment of the Daitophor AN which is unexploit in our country.

**key words:** Fluorecent whitening agents, Synthesis methods,  
Dyeing (textiles)