

## 第六篇

# 染料 涂料

# 第一章 染料及其中间体

## 第一节 染料

四川在汉代已开始生产天然染料,历史悠久。近代合成染料问世后,远比天然染料优越,逐渐取代了自古以来长期生产使用的天然染料。

四川合成染料的生产始于1939年,实业家乐作霖等筹集法币200万元,兴建重庆庆华颜料厂,1941年建成硫化元青工场,并产出合格品。1942年该厂将化验室扩建为染料研究室,又研制和生产出酸性媒介染料丝毛黄、G字硫化黑两个品种。同年,中央大学教授孟心如和化学专家李学骥合作,研制成功直接染料,并于1943年在重庆北碚创办化工企业公司第二厂,生产深咖啡、中国灰、中国黑3个染料品种。后因资金、设备等原因,投产不久就被迫停产。

1946年,乐作霖在汉口建立庆华颜料化学总公司,重庆庆华颜料厂为汉口总公司的分厂,员工多时达258

人,染料年产量超过100吨,曾一度占领西南、西北地区市场。1946年12月总经理乐作霖因飞机失事遇难后,外地股东退股,工厂元气大伤,勉强维持。1949年4月,总公司由汉口迁重庆,该厂仍无大的起色。

解放初期,庆华颜料厂处于半停产状态。1952年,重庆市人民政府从原料、资金大力扶持,生产有所好转。1953年公私合营后,国家陆续投资近100万元扩大生产。1956年社会主义改造高潮中成为国营企业,同年合并重庆造酸厂,更名重庆化工原料厂。1958年又更名为重庆染料厂。1958~1960年,重庆染料厂先后研制和生产了活性、酸性、碱性、冰染、直接等染料,品种增至100余种。1964年又研制成功硫化蓝、盐基金黄、晒化绿等10多个新品种,1965年染料产量达到2000吨。

“三线”建设中,化工部布点建设军工染料项目。1965年安排建设四川染料厂,主产品为高级还原染料,工程分两期进行,总投资1.2亿元。1975~1982年,化工部共投资3751万元,在重庆川庆化工厂兴建中性染料和中间体两个车间。与此同时,重庆染料厂进行扩建,扩大硫化染料生产能力。这些建设项目,当时受“文化大革命”的影响,四川染料厂和川庆化工厂的工期一再拖延,到1970年仅各建成一个原料车间,以后虽有产品陆续投产,但开开停停,生产长期上不去,严重亏损。1970~1978年,四川染料厂亏损2556万元,川庆化工厂亏损688万元。

1978年后染料行业发展较快。1979年已扭亏为盈,以后生产建设逐年发展。到1985年,四川已成为全国染料工业的主要生产基地之一,有大中型骨干染料企业四川染料厂、重庆川庆化工厂、重庆染厂3个。全省染料行业职工近7000人,固定资产1.55亿元,可生产硫化、直接、酸性、冰染、活性、还原、中性、分散、碱性、酞菁、阳离子11个大类染料,78个品种。有18个产品获国家、部、省、市优质奖,12个产品的产量居全国同行业之首。产品不仅供应国内,还出口苏联、日本、美国、南美、东南亚等30多个国家和地区。1985年,生产染料1983吨,上交税利2085万元,出口创汇198万美元。

### 一、硫化染料

硫化染料主要用于棉纤维染色,价格便宜,但色谱不多。四川生产硫化染料已有40多年的历史,先后研制出10多个品种,投产硫化蓝、硫化元青、硫化淡黄、硫化耐晒蓝、硫化还原蓝、硫化黄棕6种,年产量最高时近4000吨,较长时间位居全国之冠。由于新型优质染料陆续问世,老品种硫化染料市场缩小,从70年代末开始,产量显著减少,大部品种停产,1985年在生产的只有硫化蓝BRN一种,年产量383吨。

**硫化元青** 1941年10月,庆华颜料厂引用上海工艺,以硫化碱、二硝基氯化苯为原料,采用水解法工艺生产硫化元青。由于中间体依赖进口,年产量仅20~30吨。该产品使用方便,深受用户欢迎。1942年,所需中间体自制成功,年产量上升到100吨。1947年外地股东退股,生产受到一定影响。1941年到1949年间,平均年产62吨。解放初期,该厂硫化染料滞销,因产品销售困难,于1955年被迫转产。1961年工厂调整产品结构,恢复生产硫化元青。1963年,为提高产品质量,将生产工艺由常压改为加压法,省去压滤工序,当年产1082吨,质量赶上青岛染料厂的“双桃”名牌产品,销路也随之打开。1964年,化工部张珍副部长到该厂视察时,明确指出该产品

应大力发展。1966年,重庆市人民政府拨款18万元建设硫化元青新车间,当年建成投产。1965年产1774吨,1966年增至2946吨,1971年达到3732吨,创历史最高水平。1979年为治理“三废”,该厂投资2万余元建成一套废气回收过滤装置,减少了有毒废气的污染。因该产品的经济效益差,于1981年停产。前后生产近40年,累计产3.14万吨,曾一度位居全国前列。

**硫化蓝 BRN** 重庆染料厂于1961年参照上海的生产技术开发硫化蓝BRN,当年小试成功。1964年8月,重庆市人民政府拨款15万元,在该厂建成硫化蓝BRN生产装置,年设计能力50吨。该产品采用亚硝基酚为原料,经缩合、中和、硫化、氧化、压滤工艺,一次试车成功,当年产18吨,由商业部门统购包销。1966年初,在设备和工艺上进行了几项小改小革,当年产量达104吨,超过设计生产能力。“文化大革命”开始后,打乱了工厂的正常生产秩序,1967~1971年间,平均年产量仅48吨。1972年该厂对硫化蓝设备进行翻番大改造,将年生产能力提高到200吨,当年产177吨。

1979年,重庆市人民政府拨专款4.1万元,兴建一套废气回收装置,减轻了硫化氢对大气的污染。1980年因染料市场疲软而停产,1982年因市场需求恢复生产。1983年该厂改造海昌

蓝设备,转产硫化蓝,使生产能力提高到580吨,当年产461.9吨。1984年后,该产品产量稳定,质量优良。在国内同类产品厂中,产量居第一。

**硫化还原蓝 GN(亦称海昌蓝 G)** 为四川维尼纶厂化纤进口装置配套,1976年国家投资470万元,在重庆染料厂兴建硫化还原蓝GN车间。1977年5月破土动工,1980年6月建成,年设计能力200吨。该产品以乙基咪唑为原料,采用硫化、还原工艺,当年生产9吨。1981年因产品滞销,仅产18.2吨。1982年全国硫化还原蓝GN生产过剩,当年该厂生产23吨后停产。

## 二、酸性染料

酸性染料主要用于散毛、呢绒、蚕丝、锦纶、皮革、纸张等染色,其生产工艺简单,色泽鲜艳,色谱齐全,但耐洗牢度不够好。这类染料,四川先后投产品种9个,其中酸性墨绿等6种只曾短暂生产,投产不久,即因原料短缺、销售困难等原因而停产。1985年只生产酸性黑ATT、酸性橙Ⅰ和酸性煤介黑T3种。

**酸性黑 ATT** 1958年重庆染料厂研制成功,1959年该厂运用拼混法小批量生产。1960年因销路不畅而停产。1980年市场需求日增,恢复生产。1981~1985年累计产1020吨,产品畅销国内外。

**酸性橙** 1958年重庆染料厂开发成功。该产品以对氨基苯磺酸为主要原料,采用重氮化—偶合工艺。1960年正式投产,生产7吨后,由于原料短缺而停产。1980年,在全国调整产品结构中恢复生产,优质品率在85%以上,原料、动力消耗、成本在全国同类产品中最低。当年在化工部召开的全国染料质量评比会上获第一名,被化工部授予优质产品称号,并出口22吨,开始进入国际市场。1981年获四川省优质产品称号。1984年产90吨。1985年超额完成出口任务,受到外贸部门的赞扬。

**酸性媒介黑 T** 是川庆化工厂根据全国市场需求,于1984年4月由该厂中心试验室试制成功,采用中和、偶合、压滤工艺,是年底生产出合格品2吨,投入市场试销,用户竞相求购。为此,工厂投资10余万元,改造闲置设备,建成一条年产300吨的生产专用线。1985年生产161.2吨,产品畅销,供不应求。

### 三、冰染染料

冰染染料耐晒、耐洗牢度好,色泽鲜艳,应用范围广。这类染料省内仅重庆染料厂生产,先后生产过5个品种,因原料短缺和三废污染等原因,已停产3种,1985年生产2种。

**大红色基 RC** 1958年重庆染料厂试制成功,以2.5—乙氯硝基苯为主

要原料,采用甲氧基化—还原工艺。1959年试生产出6吨。该产品与色酚AS打底的棉布偶合为红色,与色酚AS—RS打底的棉布偶合为玫瑰红色,性能良好,试销受到好评。1960年正式投产,生产17.5吨后停产。1978年在调整产品结构中恢复生产,由于工艺成熟,原料充足,当年产量即达53.2吨。1980年工厂加强质量管理,共生产49.2吨,产品质量全部达到部颁标准。同年12月,在北京召开的全国同行业质量评比会上获第一名。1979~1985年累计产348.7吨。产品行销全国,部分出口。

**大红色基 G** 1979年初,重庆染料厂从国内市场获悉大红色基G短缺的信息,该厂试验室随即进行试制。以邻甲苯为原料,采用成盐—硝化法工艺,仅用3个月时间就完成小试和中试,年底正式投产,年设计能力180吨,当年生产3吨。投放市场试销,用户满意,纷纷派人到厂求购。1981年产量达110吨,仍供不应求。尽管当时全国染料市场不景气,该产品仍保持畅销的好势头。质量达到部颁标准,1982年获四川省优质产品称号。1983年,该产品在国内同行业质量评比中获第一名。1983年、1984年连续两年获化工部优质产品称号。

### 四、直接染料

直接染料不需要媒染剂,只需煮

沸后就可以直接使棉纤维着色。生产方法简单,色谱齐全,但耐洗、耐晒牢度差。广泛用于各种棉纤维、蛋白质纤维及其混纺织物的染色。

**直接铜盐蓝 2B** 重庆染料厂 1959 年研制直接蓝 2B 成功,同年化工试车。1960 年用中间体联苯胺合成工艺批量生产,当年产合格品 71 吨。1961 年该产品质量虽有提高,但与上海产品相比,仍有差距。1963 年,该厂开展“学上海、赶上海”的群众技术练兵活动,通过近一年的努力,使该产品 6 项指标接近和赶上上海,在国内市场受到好评。1967 年化工部明确指出,该产品使用的原料联苯胺有致癌作用,应予淘汰。为保障工人身体健康,该厂即转产直接铜盐蓝 2B,至 1985 年累计产 1754 吨。

**直接耐晒黑 G** 1979 年,重庆染料厂采用对硝基苯胺重氮偶合工艺,试制直接耐晒黑 G 成功。1980 年,重庆市人民政府贷款 150 万元建设生产装置,年生产能力 300 吨。1981 年正式投产,当年出产品 51 吨。1983 年,该厂实行生产、经营承包责任制,将质量指标落实到班组,保证了产品质量,当年在全国同行业质量评比中获第二名,化工部连续两年授予优质产品奖。1985 年产 212 吨,创历史最好水平。产品除供应国内外,还出口东南亚、香港、澳门等国家和地区。

## 五、活性染料

活性染料是一种新型的高档染料。自 1956 年问世以来,其色泽鲜艳、湿牢度好、价格低廉等优点,非其他染料所能比拟。该染料主要用于印染纤维素纤维(棉、麻、粘胶等)。

1958 年,四川染料行业开始研制活性染料。到 1960 年,重庆染料厂已研制成功三聚氯氰等 5 个品种。1959 年生产活性墨绿 2.6 吨,活性艳红 3.5 吨,活性桃红 26 吨,活性嫩黄 4.4 吨,活性青莲 11.2 吨。这 5 个产品均由于产量低、原料靠进口等因素,不同程度地出现亏损,于 1961 年全部停产。1983 年,四川染料厂研究所与大连工学院合作,先后研制成功活性艳蓝 KN—R、活性翠蓝 KN—G、活性黑 KN—B 等 10 多个品种,并部分投产。

**活性艳蓝 KN—R** 1984 年四川染料厂研制成功,同年 11 月投入批量生产。原料来源于自产的硝基苯、溴氨酸,工艺采用硝基苯经氯磺化、还原、缩合、铁粉还原、发烟硫酸酯化而得含活性中间体—— $\beta$ -乙基砒硫酸酯—苯胺,再与溴氨酸缩合而得成品。此工艺复杂,操作难度大,对原料要求严格。该厂研究所协助车间进行生产,历时 3 个月,出产品 7.7 吨。经重庆市科委鉴定,认为工艺可行,产品质量优良,主要技术指标达到国内同类产品水平。1985 年产 84 吨,均由天津外贸

公司收购外销。

**活性翠蓝 KN-G** 1983 年四川染料厂以酞菁蓝为原料,经氯磺化、综合工艺试制成功。1984 年建成一条生产线,年设计能力 150 吨。1985 年 10 月试车,一次成功,年底正式投产,月产 6 吨。质量符合外贸标准,由天津外贸部门收购包销。

**活性黑 KN-B** 1985 年初四川染料厂试制成功,同年 12 月该厂安装一套生产装置。以对- $\beta$ -乙基砷硫酸酯-苯胺为原料,经重氮化再与 H 酸经酸性、碱性偶合工艺而得成品。年设计能力 150 吨,当月投产,产量 5 吨,质量上乘,全部由重庆市外贸部门收购外销。

## 六、还原染料

还原染料色泽鲜艳,色谱齐全,坚牢性好,染色性能优异,在我国染料工业中占有十分重要的地位。中国人民解放军总后勤部将还原咔叽 2G、还原橄榄绿 B 定为军工染料。该染料主要用于棉、麻和粘胶等织物染色。

1965 年为满足军需,减少进口,经国家计委、国家经委批准,在长寿兴建四川染料厂。一期工程首先上还原咔叽 2G、还原橄榄绿 B 两个品种,1970 年相继投产。还原染料的建设和投产,标志着四川染料工业的生产水平有了新的提高。到 1985 年止,四川染料厂先后开发出还原染料品种 30

多个,投产 16 个。1980~1985 年间,年产量均在 1000 吨左右,满足了军需,并有部分供出口。

**还原咔叽 2G** 四川染料厂的还原咔叽 2G 项目,设计能力为年产 200 吨,1966 年动工兴建,1970 年 10 月建成。采用传统汞法工艺,产品质量好,但是带汞废水流入江河,严重污染环境。为彻底治理汞害,1971 年应用吉林科研成果,以碘为催化剂,一次蒽醌氯化合成四氯蒽醌的咔叽 2G 新工艺,代替了汞法生产工艺。但产品质量不够稳定,在染色性能方面与汞法产品相比尚有一定差距,难以满足军需。1977 年,化工部组织吉林、武汉、上海、沈阳等地的染料厂和科研所的科技人员荟集四川染料厂,进行非汞法咔叽 2G 全国性的技术攻关活动。在化工部染料专家翁绍林等人的主持下,经一年多的努力,终于研究成功以低温氯化、高温酸析、高温碱煮的非汞法新工艺。1980 年化工部授予重大科技成果三等奖。用此工艺生产的产品,质量达到德国赫斯脱公司同类产品水平,彻底消除了汞害。同年该厂与沈阳化工研究院合作试制,建成我国第一台工业喷雾造粒塔,使染料干燥技术达到新的水平。

为扩大生产,该厂自筹资金 40 余万元,对咔叽 2G 设备进行挖潜改造,年生产能力提高到 400 吨。为加强“三废”治理,该厂从大量氯化母液中回收

废硫酸(浓度在70%左右),消除了废酸对环境的污染。咔叽2G是四川染料厂的骨干产品之一,1980年、1982年先后两次获化工部优质产品奖。1984~1985年,产品经天津、重庆外贸部门进入国际市场。

**还原橄榄绿 B** 四川染料厂的还原橄榄绿 B 生产装置,年设计能力100吨。1966年8月动工,1970年12月正式投产。采用该厂与上海染料工业公司合作开发的溴化、液相、缩合、碱溶法工艺。投产不久,由于中间体苯绕蒽酮设备发生故障而停产。1971年10月恢复生产。1972年改用苯绕蒽酮打浆—溴化—固相缩合—碱溶法新工艺,使工艺缩短、设备减少,并消除了污染。1977年,该厂完善了溴代苯绕蒽酮与1—氨基蒽醌缩合的固相工艺,当年产量成倍增长,优质品达到产量的三分之一。

1979年通过挖潜、改造,使年生产能力提高到300吨。该产品质量优良,当年被评为省优产品。1980年该厂投资68.5万元,增建中间体苯绕蒽酮和绿 B 设备,年生产能力达到600吨。1981年该厂开展QC小组活动,使产品的各项技术经济指标达到部颁标准,获部、省、市优质产品奖。QC小组也获部、省、市质量管理二等奖。1982年增加少量设备并进行技术改造,年生产能力提高到800吨,产量虽然提高,但质量下降。1983年,该厂集

中力量将溴代苯绕蒽酮固相设备进行一次大的改造,使质量趋于稳定,一级品率提高到80%以上。

1985年,在引用天津大学苯绕蒽酮—溴化成果基础上,进一步改进了3—溴代苯绕蒽酮的质量,使该产品色光达到国外同类产品先进水平,为四川染料出口增添了新品种。

**还原橄榄 T** 还原橄榄 T 既可单色使用,又可用于拼色。1979年,四川染料厂决定改造还原橄榄绿 B 生产设备,采用一套设备,同时生产橄榄绿 B 和橄榄 T 两个品种。1980年10月投产,采用打浆、溴化、固相缩合、碱熔工艺,当年生产出橄榄 T 50余吨供应市场。1981年利用废旧设备改建成橄榄 T 后处理装置,产品质量达到国内同类产品先进水平。1983年,该厂在后处理工序采用真空抽料技术,减少了粉尘污染,后处理干燥收率从92%提高到98%左右。1984年,该厂投资25万元安装一套氯化、溴化尾气接收装置,年回收溴素85吨,解决了溴化尾气对大气的污染。1985年生产52吨,部分出口。

**还原靛蓝** 用途广泛,不仅用于纤维染色,还可制作食品染料。1983年四川染料厂研制成功还原靛蓝。1984年,该厂投资100万元建成一套年产300吨的生产装置,6月正式投产,采用苯胺制取苯胺基乙酸钾盐,经碱熔、氧化制得成品的工艺。产品全部供天

津外贸出口,因产品主含量高,质量稳定,受到外商好评。

### 七、中性染料

中性染料,包括金属铬合染料和铜甲 染料,主要用于羊毛、蚕丝、涤纶、皮革的染色。其特点是耐晒、耐湿处理牢度优异,但色泽不够鲜艳,因此多用于染黑、灰等深色。1975年,化工部批准在川庆化工厂建设中性染料车间,工程于同年11月动工,1982年5月建成投产。年生产能力490吨,生产中性黑BL等5个品种。1983年又投产中性灰2BL、中性枣红CRL两个品种,但由于成本高,这两个品种未大批量生产。川庆化工厂中性染料的投产,有力地促进了省内皮革、蚕丝工业的发展。

**中性黑 BL** 1982年,川庆化工厂经多次试验获得成功,并投入生产。采用重氮化、偶合、络合、压滤、打浆工艺,当年生产出合格品13吨,试销情况好。1983年原料价格上涨,生产42吨,亏损36.5万元。1985年该厂实行生产经营承包责任制后,挖掘内部潜力,改进工艺,降低消耗,当年生产9吨,盈利8万余元。

**中性皮革喷涂黑 RL** 1984年,重庆市科委下达川庆化工厂研制。该厂中心试验室于同年12月引用青岛染料厂技术,采用邻氨基硝基苯酚重氮化偶合法试生产出400公斤产品。由重

庆川威制革厂等7家试用。结论是:耐干、湿摩擦稳定性能好,用于苯胺革及半苯胺革能使涂层光亮丰满,并保持如天然革的外观美。1985年2月,重庆市科委组织技术鉴定,认为该产品质量达到国内同类产品先进水平,具备大批量生产条件。年末该厂投入批量生产,形成年产50吨的生产能力。

**中性黑 BGL** 因国内市场需求,1982年10月川庆化工厂中心试验室进行小试,1983年获得成功,1984年投产。采用重氮化偶合、络合、酸化工艺。由于设备质量差,大批量生产后,收率低,亏损严重。1985年销路不畅,生产不久即告停产。

### 八、分散染料

分散染料是随着纺织品涤纶的出现而发展起来的,主要用于印染化学纤维中的涤纶、醋酸纤维以及锦纶,对腈纶也可染色,但亲和力较低。用以印染加工的纺织品色泽鲜丽,耐洗牢度优良。1979年5月,重庆染料厂率先研制成功分散黄RGFL,因无专用设备,未正式投产。1981年起,四川染料厂陆续研制成功分散蓝2BLN、分散红3B、分散黄RGFL、分散红玉S—SGFL、分散黄棕S—2RFL、分散深蓝HGL6个品种。因原料短缺,仅投产分散深蓝HGL一种,该生产装置于1984年底建成,年生产能力300吨。以对氨基苯甲醚为原料,采用酰化、硝

化、还原、羟乙基化、酯化、偶合、砂磨、喷雾工艺。1985年上半年生产24吨后,因亏损严重而停产。

### 九、其他染料

**碱性染料** 色谱齐全,色泽鲜艳,得色量高,价格低廉,但耐洗、耐晒牢度差。主要用于纸张、棉、羊毛、蚕丝、竹木、皮革、羽毛及草制品的染色,也可用于醋酸纤维和腈纶织物的染色。

1959年初,重庆染料厂应重庆市外贸部门的要求,开始研制碱性染料。同年10月研制成碱性橙和碱性湖蓝BB两个品种,并于是年底投产。采用还原法工艺。投产后因中间体外购进价高,分别于1959年底及1960年停产。1983年该厂以苯胺、对(邻)甲苯胺为原料,采用缩合中和法工艺研制成功碱性红新品种,因无专用设备,加之产品定价低,未大批量生产。

四川省染料产品主要年份产量统计表

表6—1

(1949~1985年)

单位:吨

产品名称	1949	1952	1962	1965	1970	1975	1978	1980	1985
染料合计	100	128	669	1975	2920	2396	2914	1276	1983
其中:直接染料			60	150	220	77	198	81	212
硫化染料	100	128	609	1825	2700	2225	2540	8	383
酸性染料								45	224
冰染染料								174	99
还原染料						94	176	903	907
活性染料									72
分散染料									63
中性染料									6

**酞菁染料** 主要用于棉织物印染。这种染料是目前世界上染料中罕见的一个十分鲜艳的品种,其印染品受到国内外人们的喜爱。在我国少数民族地区尤其受欢迎。日晒及湿处理牢度

都很高,但色谱不全,局限于蓝绿色。1983年3月,四川染料厂研制成功酞菁素艳蓝IF3G,并经中试,产品检验合格。同年11月该厂投资13万元,利用部分闲置设备,建成年产能力100

吨的生产装置,采用苯酐缩合一步法工艺。1984年11月投产,当年生产3吨。因印染助剂不配套,加之生产中有毒废气难治理,1985年生产30吨后停产。

**阳离子染料** 为腈纶纤维染色的专用染料,由于阳离子染料和腈纶纤维的亲合力大,着色坚牢度高,色彩鲜

艳,很受群众喜爱。1983年重庆染料厂试制成功阳离子艳蓝RL、阳离子艳红5GN和阳离子嫩黄7GL3个品种,并经中试生产。产品经四川省科委检测合格,经试销,用户使用后表示满意,因无专用设备,1985年尚未大批量生产。

## 第二节 染料中间体

染料中间体是染料生产的原料。它是由苯、萘、蒽等环状化合物,经一系列化学反应生产出比原来结构复杂,但还不具有染料特性的有机物,其通用性大,很多染料中间体是互相通用的。解放前,四川仅有私营庆华颜料化学厂独家生产,品种单一,产量低。新中国建立后,国家在发展染料的同时,重视配套建设中间体。1965年新建的四川染料厂,即配套建设了10多种染料中间体。1975年在川庆化工厂新建中性染料,也配建了7个中间体。之后,长寿化工厂、重庆长江化工厂、重庆染料厂也相继建设了染料中间体车间。到1985年,用于发展染料中间体的投资累计近亿元,研制成功的中间体品种50多个,已投产25个,年生产能力3万余吨。1985年产2万吨。1-氨基蒽醌、2-萘酚、N-甲基苯胺

等10种产品获国家、部、省优质产品称号。2-萘酚等几种产品出口日本、欧美、东南亚等30多个国家和地区。

### 一、1-氨基蒽醌

60年代以来,1-氨基蒽醌在国内供不应求,每年从国外大量进口。1966年国家投资500万元,在四川染料厂一期工程中建设1-氨基蒽醌项目,年设计能力200吨。1967年动工,1970年10月建成。采用传统汞法工艺,全年产成品60吨,后因汞害严重而停产。1976年4月,学习吉林染料厂、上海染化十厂的非汞法生产技术,将原有设备改建成年产能力300吨生产装置,产品质量与国外同类产品比,尚有差距。1977年,该厂邀请化工部化工司、科技局、上海、吉林、重庆等有关单位20多名科技人员到厂共同研

究新的工艺,经过半年多的努力,创造出硝化还原非汞法新工艺,质量显著提高,满足了军工染料生产的要求,从此国家不再进口。1985年5月,化工部授予科技成果三等奖。1978年该厂采纳群众合理化建议,将亚处、还原、吸滤工序改为密闭操作的管式过滤器,改善了操作环境,增加了产量。1979年,该厂加强全面质量管理,开展QC活动,合格品率100%,一级品率60%,跨入国内先进行列。该厂QC小组出席了全国第一次质量管理小组代表会议。1980年采取清污分流工艺,从废水中沉淀回收含有蒽醌的造纸助剂,年创收40余万元,该产品1982年获化工部优质产品称号。1983年,该厂在开展增产节约活动中,精制工序取消了氮气保护,年节约费用上万元。当年生产148吨,合格率100%,一级品率71%,同年产品开始出口香港。1984年该厂投资600万元,新建一套1-氨基蒽醌生产装置,年设计能力500吨,同时改造老装置,当年产117.3吨,全部合格,一级品率达到90%以上,获国家QC成果奖和产品质量国家银质奖。1985年7月新装置建成投产,合格品率100%,一级品率91%以上。年末该厂用少量设备进行填平补齐,年生产能力提高到700吨,成为全国1-氨基蒽醌生产能力最大的厂家。

## 二、蒽醌

四川染料厂生产的蒽醌,因工艺路线的不同,分为氧化蒽醌和合成蒽醌两种。

**氧化蒽醌** 四川染料厂氧化蒽醌的生产装置于1970年7月建成,年设计能力500吨。采用粗蒽醌先经重质苯溶解、结晶、精馏制得精蒽,再经气相催化、氧化而制得蒽醌的工艺。在试车过程中,汽化器内常发生起火现象,造成不稳定。该厂反复改进,终于试车成功,正式投产。1976年,该厂应用自产的蒽醌触媒成功,产品收率提高10%~20%,原料消耗下降5%~10%,价格降低三分之一,年产量从100吨左右提高到200吨,质量达到国内同行业先进水平。1984年获化工部优质产品称号。1985年产品一级品率达到95%以上,当年出口225吨。

**合成蒽醌** 80年代初期,国内外市场对染料的需求日增,四川染料厂生产染料需要的蒽醌,单靠一套氧化蒽醌装置生产,不能满足需要,加之原料精蒽市场紧俏,进货困难,迫使该厂开发合成蒽醌。1982年,该厂工程师李铁男等人研制合成蒽醌成功,同年建成年产能力500吨的生产装置,1983年2月投产。1985年7月,该厂自筹资金40余万元对设备进行填平补齐,使年生产能力提高到1000吨,产品成本比氧化蒽醌低20%以上。生产工艺

系以纯苯、苯二甲酸酐为原料,以三氯化铝作催化剂,经缩合、分解、吸滤,制得湿品 BB 酸,再经发烟硫酸脱水、离析、吸滤、干燥而得成品。经重庆市有关部门对比鉴定,认定质量已赶上氧化蒽醌,当年出口 20 吨。

### 三、N·N—二甲基苯胺

1970 年 12 月,四川染料厂的 N·N—二甲基苯胺装置建成投产,年生产能力 400 吨。采用在加压下以硫酸为催化剂,甲醇与苯胺进行反应的工艺,当年生产 10 吨。1971~1972 年,该厂处于半瘫痪状态,共出产品仅 281 吨。1975 年生产开始好转,二甲基苯胺产量达 201 吨。

1980 年,加热金属浴及投科比采用优选法,使产品质量显著提高,当年有 100 余吨产品进入国际市场。1981 年,该厂投资 35 万元增加高压釜两台,年生产能力由 400 吨提高到 800 吨,当年生产 713 吨,一级品率达 80% 以上,有近半数产品出口。1982 年 5 月,与重庆市外贸部门签订长期供销合同,产品供不应求。是年 9 月该厂投资 72.8 万元,又添置高压釜 4 台,年生产能力上升到 1500 吨。1983 年,创年产 1553.7 吨和成本下降 20% 以上的优异成绩,化工部授予优质产品称号。1985 年,该产品生产规模和质量在全国同行业中位居前茅。

### 四、2—萘酚

1966 年 8 月,化工部投资 690 万元,在川庆化工厂新建年产 2000 吨 2—萘酚生产装置。1967 年开工建设,1971 年投产。生产工艺系以精萘和烧碱为主要原料,采用磺化—碱熔法。1972~1976 年间,因受“文化大革命”的干扰,年产量徘徊在 500 吨左右,亏损严重。中共十一届三中全会后,产量大幅度增长,并扭亏为盈,一级品率从 60% 提高到 90% 以上。1979 年国内市场 2—萘酚趋向饱和,销路不畅。为拓宽市场,转向外销,在当年秋季广交会上,订货达千余吨。1980 年,该厂投资 19 万元对设备进行填平补齐,年生产能力提高到 3000 吨,当年产 3042 吨,经济效益较好。1981 年,该厂又投资 150 万元进行扩建,仅用两个半月时间就完成了扩建任务,年生产能力提高到 5000 吨。1982 年上半年原料精萘断档,停车 110 天,工厂亏损 356 万元。下半年狠抓原料采购,同时开展来料加工业务,从而保证了原料供应,达到满负荷生产。1983 年产 3625 吨,创历史最好记录。1985 年,该厂又投资 45 万元进行扩建,年生产能力达到 6000 吨。该产品 1981 年、1982 年、1984 年先后三次获化工部优质产品称号。1983 年又获外经部产品质量优良荣誉证书。1985 年产品的产量、质量均位居全国同行业之首。

四川省染料中间体主要产品产量统计表

(1970~1985年)

单位:吨

产品名称	1970	1971	1972	1973	1974	1975	1976	1977	1978	1979	1980	1981	1982	1983	1984	1985	合计
1-氨基萘醒							13	27	109	107	32	116	117	148	117	273	1059
萘醒		44	10		7	74	6	55	200	229	133	209	247	255	311	479	2259
二苯胺		92	117	65	47	110	67	114	151	264	175	151	142		172	221	1888
N,N二甲基苯胺	10	52	229			201	276	376	351	516	481	713	757	1553	536	1038	7089
苯胺										370	156	959	780	1368	1241	1579	6453
2-萘酚		304	459	600	259	300	460	710	1241	1893	3042	2243	3105	3625	4025	4911	27177
三氯化铝					45	240	230	447	713	766	856	716	409	240	747	816	6225
氟化苯											557	1218	1093	2234	2330	3076	10508
对硝基氯化苯								91	192	405	863	1121	1360	1913	2398	2348	10691
邻硝基氯化苯											848	425	529	727	966	980	4475
硝基苯										461	279	1334	1294	2408	1734	2521	10031
对苯二酚										50	318	302	335	291	353	421	2070
铜酞菁														4	7	18	29
苯二胺															4	31	35
6-硝基-1,2-重氮基														3	7	96	106
萘-4-磺酸																	
溴氨酸															91	150	241
N-甲基苯胺						355	204	289	327	280	292	228	573	590	794	485	4417

### 五、对苯二酚

对苯二酚是1967年化工部为川庆化工厂第一期工程追加的建设项目,年设计能力300吨,1975年9月建成投产。投产不久,因生产中产生的含锰污水治理未得解决而停产。1979年解决了污水治理后,恢复生产。该产品采用以苯胺为主要原料和粉状二氧化锰在硫酸介质下氧化为对苯醌,再经铁粉还原的工艺。从原料投入到成品,经过氧化、还原、精制、析晶等9个化学反应步骤,15个生产岗位,由于操作技术复杂,操作人员不熟练,单耗偏高,当年生产50吨,亏损6万余元。

1980年该厂开展岗位技术练兵和质量攻关等活动,提高了操作工人技术素质,苯胺单耗达到设计要求,质量上升到国内同类产品先进水平,某些考核指标还优于国际标准。当年生产318吨,合格品率100%,照相级品率56%,产品销售从滞转旺。1982年进行设备挖潜、改造,年生产能力提高到350吨。1984年获重庆市优质产品称号。1985年进行扩建,年生产能力达到500吨,当年生产421吨,质量合格率100%,照相级品率99.3%,达到国内外同类产品先进水平,成为川庆化工厂的主要产品之一。

## 第三节 染料助剂

染料助剂是配合染料在纺织品染色过程中以改善染色效果而加入的化学辅助剂。到1985年,四川生产的染料助剂有扩散剂和保险粉两种。

### 一、扩散剂

1970年,四川染料厂为满足染料加工的需要,由该厂自行设计、施工,利用闲置设备,安装一条扩散剂生产线,年设计能力为湿品2000吨。1971年投产,以萘磺酸和甲醛缩合,经中和得成品(湿品)。最高年产量1502吨,除满足该厂生产需用外,尚有富余湿

品出售。为制成干品细粉,便于包装、运输、出售,1973年该厂利用闲置设备改装一台干燥器,年干燥能力320吨,所产扩散剂干粉供应市场,销售畅旺。1980年,四川染料厂为扶植大集体——重庆光明化工厂,将扩散剂全套设备、厂房等设施,无偿移交该厂生产经营。光明化工厂承接生产后,狠抓产品质量升级,1981年达到国内同类产品先进水平。1980~1985年,累计产扩散剂湿品7850吨,干品细粉1471吨。湿品供应四川染料厂,干品销西南、西北地区。

## 二、保险粉

1975年,为四川维尼纶厂合成纤维配套需要,经国家批准投资895万元,在四川染料厂二期工程中新建年产5000吨保险粉生产装置。该产品生产工艺有两种方法:一是传统的锌粉法,二是先进的甲酸钠法。前者工艺成熟,可保证质量,但污染环境;后者可利用当地天然气为原料,价格便宜,无污染,但甲酸钠法国内工艺不成熟。该厂从国家和企业的长远利益出发,决定采用甲酸钠法。1976年,该厂参考天津化工研究院的科研成果,总结上海硫酸厂曾采用甲酸钠法生产保险粉的经验教训,采用天然气制甲酸钠与二氧化硫作用的新工艺,1980年10月保险粉车间建成投产。投产后,针对

甲酸钠法保险粉存在的稳定性差的缺点,经改进工艺技术得到解决,提高了产品质量。在1981~1982年激烈的市场竞争中,该厂甲酸钠法保险粉以质优价廉赢得用户好评,1983年在国内市场站稳了脚根。1984年该厂开展质量赶超锌粉保险粉活动,当年产3705吨,合格品率98%以上,一级品率在85%以上。产品送秋季广州交易会展销,受到外商青睐。1985年3月,工厂投资125万元增加一套空分装置,扩建二氧化硫设备,年生产能力提高到7000吨。1985年生产保险粉6973吨,合格品率98%以上,一级品率90%以上,质量赶上锌粉法保险粉指标。1984年、1985年产值、利税分别占全厂产值、利税的三分之一,成为该厂的拳头产品之一。

## 第二章 涂料 颜料

### 第一节 涂 料

四川有丰富的野生漆树和油桐树资源,并盛产多种漆用矿物和植物颜料。早在战国时期,四川人民就开始使用生漆与干性植物油制成复合天然涂料,并用朱砂、金粉、土红、石青、石绿、靛青等颜料加入配色,以涂饰各种物品和建筑物。天然漆(大漆)因有毒性、色暗,施工需适宜的温湿条件,且限于资源与用途,不能适应现代工业、交通、国防等多方面涂饰的需要。但因其漆膜坚韧,经久耐用,耐化学腐蚀,至今仍用于部分建筑、木器、化工设备及工艺美术品的涂装。

近代工业兴起后,四川在30年代始有人工合成漆的生产。1931年,在重庆任教的顾鹤皋、杨月然二人合伙集资创办重庆油漆厂,生产“飞凤牌”油漆,设备仅有两台小型三辊机和两台搅拌机,职工20余人,只能生产厚漆、快干磁漆、调合漆、凡立水等低档

品种。1933年,重庆油漆厂改名为“浓华油漆油墨厂”。当时日本油漆充斥重庆市场,一再降价倾销竞争,“浓华”难以抗衡,终因亏损严重,无法维持,于1936年被迫歇业。

抗日战争爆发后,进口油漆断绝,四川涂料工业有所发展,相继在重庆建立了竟成、建华、光华、兴华、美华等小油漆厂。这些厂设备简陋,工艺落后,生产规模小,仅能生产厚漆、光油、鱼油等低档品种。1949年解放前夕,四川百业萧条,涂料生产处于半停产状态,产量由1945年的300吨降到30吨。

新中国建立后,重庆市人民政府为加快涂料工业的发展,1954年1月将公私合营重庆竟成化学厂、美华油漆厂和地方国营建华制漆厂合并,组建公私合营重庆油漆厂。1955~1956年,兴华油漆厂、协兴油墨厂及公私合

营福记铁工厂制罐部分也先后并入重庆油漆厂。“三线”建设开始后,上海开林油漆厂和永光油漆厂的醇酸、氨基漆装置及部分职工于1965年迁入重庆油漆厂。此后,国家对重庆油漆厂多次投资,更新设备,改进工艺,扩大品种,并成立了厂办涂料研究所。到70年代中期,重庆油漆厂已逐步发展成为具有一定规模的综合性涂料生产厂。1982年7月,重庆油漆厂、重庆新华化工厂、重庆江南化工厂和重庆江舟化工厂组成重庆市油漆颜料工业公司,隶属重庆市化工局。

四川的涂料工业长期集中在重庆一个地区,到70年代这种格局已不适应国民经济发展的需要。为使涂料工业合理布局,1975年,在成都金牛区布点建设成都造漆总厂。70年代后期,成都二轻系统七一塑料厂涂料车间与成都天然气化工厂合并,成立成都油漆化工厂。至此,四川涂料工业形成东、西两地生产的新格局。

70年代末,随着乡镇企业的迅速发展,开办了许多城乡集体小油漆厂,据统计,全省约240多家。80年代初期,对油漆行业进行整顿,经过调查研究,筛选保留了攀枝花、自贡、西昌、万县、泸州、射洪、大竹、蓬安等生产条件较好的8个市、县小油漆厂,成为省内的定点油漆生产厂。

在产品品种方面,50年代只能生产油基漆。从60年代中期起,开始发

展合成树脂涂料(即高档油漆),60年代后期已能批量生产硝基、醇酸、氨基、过氯乙烯等合成树脂涂料。70年代开始研制新型涂料,到80年代初期,新型涂料的生产已较普遍。到1985年底,已能生产油漆17个大类、480多个品种和1000多个花色,其中合成树脂漆类已占39%,并开发出低污染漆等新型涂料。

1985年,四川涂料产量达4.3万吨,占全国总产量的5.66%,涂料行业从业人员2296人,固定资产2640万元,工业总产值14631万元,利税总额4077万元。重庆油漆厂是全国四大涂料厂之一。

### 一、油基性涂料

四川于1931年开始生产油基性涂料,到1985年,这种涂料仍以植物油和天然树脂为主要成膜物,采用热炼法进行生产。长期以来生产工艺没有大的变化,但生产设备有显著改进。重庆油漆厂于1963年开始对炼油车间进行技术改造,生产设备逐步完善,进入大型化、机械化、密闭化,结束了敞口小锅炼脂炼油生产油漆的历史。60年代末至70年代中期,成都七一塑料厂油漆车间、成都造漆总厂,1982年重庆江舟化工厂都曾采用上述工艺生产沥青漆及其他低档漆。用热炼法生产油基性涂料,产量大,价格低,生产简便,应用范围广,但属低档涂料,

质量较差,使用寿命短。此类产品有油脂漆、天然树脂漆、酚醛树脂漆和沥青漆 4 种,主要用于一般建筑物、家俱和金属物件的罩光、防锈、防腐等。1985 年,生产能力 2.5 万吨,当年产 2.3 万吨。

## 二、合成树脂涂料

合成树脂涂料具有着色力强,色泽鲜艳,涂膜坚硬,抗水性、耐久性、耐候性、耐化学腐蚀性好,保色、保光等优越性能,大大优于油基漆,是一种用途广泛的高档装饰涂料。产品问世后,即受到广大用户的欢迎和赞誉。50 年代末,四川开始研制合成树脂涂料,经过 20 多年的努力,80 年代初已形成系列化生产。到 1985 年,四川已能生产醇酸树脂漆、氨基树脂漆、硝基纤维素漆、过氯乙烯漆、乙烯树脂漆、丙烯酸树脂漆、聚脂树脂漆、环氧树脂漆、聚氨酯树脂漆、元素有机漆、橡胶漆等 11 大类。

**硝基纤维素涂料** 即通称的喷漆。重庆油漆厂于 1956 年开始试产,其生产工艺采用硝化棉及树脂分别经溶剂溶解,加色浆调制而成。1958 年正式投产,年生产能力 800 吨。1964 年化工部投资 90 万元,在重庆油漆厂新建硝基纤维素涂料生产车间。新车间投产后,产品质量提高,原材料消耗降低。1967 年色浆工段增添三辊机,产量扩大。1985 年新增溶棉设备,年生

产能力达到 3600 吨,品种达到 40 余个,当年产 2494 吨,占全国总产量的 6%。

重庆油漆厂生产的硝基纤维素涂料,在全国同行业中质量较好,其中 Q04—2 红硝基外用磁漆于 1985 年在全国质量评比中列第一名,并获重庆市优质产品称号。

**醇酸树脂漆** 1957 年重庆油漆厂开始生产醇酸树脂漆,此后,成都七一塑料厂、成都造漆总厂相继生产,品种有醇酸磁漆、底漆与缝纫机漆等。该产品生产工艺是以合成树脂为主要成膜物,辅以苯系物、植物油和多元醇、多元酸等,采用熔融法生产。但在生产过程中反应锅易结垢,需经常用碱液清洗。重庆油漆厂于 1963 年借鉴西安油漆厂的生产技术,改熔融法为溶剂法,此法系用有机溶剂作为共沸液,以利酯化脱水,加快酯化速度,产品具有色浅、分子量均匀、质量高及物耗低等优点。1964 年,重庆油漆厂又采用碱法漂洗亚麻仁油、豆油脱色,提高了醇酸树脂色度。1985 年该产品生产能力 5000 多吨。

**氨基树脂漆** 重庆油漆厂于 1960 年开始试制氨基树脂漆。生产工艺采用氨基树脂与醇酸树脂经调漆后加颜料研磨而成。1962 年小批量生产供应市场。1965 年,化工部为适应“三线”建设需要,投资 28 万元,从上海开林油漆厂和永光油漆厂内迁的醇酸树

脂、氨基树脂生产设备,在重庆油漆厂原有的基础上,合二为一,建设年产1100吨的生产装置。1979年经技术改造,醇酸树脂、氨基树脂漆的生产能力扩大到2500吨。成都造漆总厂于1980年第一次扩建时,增建氨基树脂漆生产装置。

**聚氨酯树脂漆** 1967年,重庆油漆厂以异氰酸酯和羟基化合物为主要原料,采用异氰酸化加成反应,试制聚氨酯树脂漆获得成功,1970年投产,年生产能力1000吨。1973年3月,采用溶剂法和加成聚合法生产湿固化单组分聚01—51聚氨酯清漆,产品质量优良。

**丙烯酸树脂漆** 1979年,重庆油漆厂以丙烯酸酯和甲基丙烯酸酯、苯乙烯为主的乙烯单体共聚物与氨基树脂等为原料,采用共聚加成法试制成功丙烯酸烘漆。1984年投产,年生产能力1000吨。

### 三、新型涂料

由于生产油漆大量使用有机溶剂,该类溶剂在油漆干燥过程中全部挥发渗入大气中,对环境造成污染,特别是芳香族有机溶剂危害更大。加之近年来石油价格上涨,能源紧张,促使涂料生产厂家改变产品结构,开发低污染漆等新型涂料,以利保护环境、节约原料和能源。低污染漆等新型涂料是在合成树脂涂料基础上发展起来

的,其主要产品有水溶、水乳和高固体等涂料。

#### H30~11 环氧聚酯无溶剂绝缘漆

1968~1969年,重庆油漆厂以顺丁烯、邻苯二酸酐、甘油等为原料合成聚酯,加入低分子量环氧树脂以桐油酸酐作固化剂,再以苯乙烯调稀而成环氧聚酯无溶剂绝缘漆。该产品年生产能力300吨,产品质量优良。该漆分三组分分装,甲组分为不饱和聚酯及环氧树脂;乙组分为酸酐(固化剂);丙组分为苯乙烯。使用时按21:16:30比例混合。

**建筑涂料** 1980年,重庆油漆厂以丙烯酸及醋酸乙烯为主要原料,采用合成反应工艺,试制成功乙—丙型水性有光乳胶漆。1981年,重庆江南化工厂引进上海振华油漆厂的生产技术,以聚乙烯醇和硅酸钠为主要成膜物,混合适量的填充剂,生产“106”内墙涂料。1983年6月,重庆天然气化工研究所(今重庆化工研究院)以高分子材料与优质颜料、填料经精细研磨,再添加多种高效助剂,试制成功CHS—I新型水溶涂料,同年9月投入批量生产。1983年,重庆油漆厂以丙烯酸酯类和改性醋酸乙烯为主要原料,再配以助剂、颜料、填料,试制成功丙烯酸乳胶漆,1984年投产。同年重庆江南化工厂与重庆试剂厂合作,引进化工部兰州涂料研究所的技术,以苯乙烯酯共聚乳液为主要原料,辅以

颜料、填料和助剂,生产有机无机复合性建筑外墙漆与丙烯酸水性建筑内墙乳胶漆。上述建筑涂料年生产能力总计为 1100 吨。

**阴极电泳涂料** 是继阳极电泳涂料后,70 年代为提高汽车防腐性能而发展起来的一种新型涂料。1980 年 10 月,重庆油漆厂以高分子环氧酯的阳离子盐和少量助溶剂为原料,试制成功阴极电泳漆,年生产能力为 300 吨,是国内首先生产该种新型涂料的企业。生产品种有环氧酯阴极烘干电泳清漆、各色环氧酯烘干阴极电泳漆、石墨环氧酯烘干阴极电泳漆等。1983 年,成都造漆总厂研制出 H11~93 阴极电泳漆,同年开始批量生产。

**非水分散体涂料** 简称 NAD 涂料。1982 年 4 月,重庆油漆厂用丙烯酸非

水分散体树脂、交联剂和助剂等开始研制非水分散体涂料,经过近 3 年的努力,于 1984 年 12 月获得成功。1985 年投入生产,年生产能力为 100 吨。1985 年获国家经委优秀新产品金龙奖。产品有清烘漆、闪光漆与烘干磁漆等 5 个品种、30 余种花色,应用效果良好。

**丙烯酸自泳漆** 原名自动沉积涂料。重庆油漆厂于 1981 年开始研制,1984 年国家经委列为新产品开发项目。该产品系由丙烯酸系单体及苯乙烯在乳化剂、引发剂存在下共聚而成的乳胶,再与颜料、助剂等混合而成。1986 年由化工部和重庆市经委组织进行技术鉴定。该产品年生产能力 100 吨。

四川省主要年份油漆产量表

表 6—3

单位:吨

产品名称	1949	1952	1957	1962	1965	1970	1975	1980	1985
油漆合计	110	244	1574	871	5130	10802	8957	28668	43458
一、油基漆	110	244	1563	675	4338	8619	6971	17992	22763
二、合成树脂漆			2	52	402	1502	1423	6958	13155
三、其他			9	144	390	681	563	3718	7540

## 第二节 颜 料

四川的颜料工业始于抗日战争初期。部分油漆厂为满足生产需要,附设颜料生产装置,但规模小,设备简陋,产品主要供自用。1939年,重庆中国铅丹厂和重庆建华制漆厂开始生产颜料。之后,重庆竞成化学厂、光华油漆厂亦相继生产。产品有黄丹、红丹、氧化锌、铬黄、铁蓝等几种无机颜料,产量很少,到1949年全年仅产36吨。

新中国建立后,随着油漆生产的迅速发展,配套的颜料也相应增长。50年代,除继续生产老产品外,新增立德粉、钛白粉、铅铬黄等品种,并不断扩大生产能力。到1964年,全省颜料产量已增至2300吨。1965年“三线”建设开始后,重庆铬黄厂和重庆新华化工厂转向专业生产颜料,在继续发展无机颜料的同时,开发出大红粉、酞菁蓝B等有机颜料。到1985年,四川颜料工业已能成批生产无机颜料和有机颜料两大类、11种产品和30余个品种,产量达到1.25万吨。

### 一、无机颜料

红丹、黄丹 均为铅的氧化物。四川从开始生产这两个产品,到1985年已有46年的历史。1939年,中国铅丹厂与重庆建华制漆厂合作生产红丹和

黄丹,其生产工艺为传统的高温氧化法。主要是手工操作,用铸铁浅盘式炒铅锅、炕丹隔焰炉炒烘铅粒,万能粉碎机打粉过筛。之后,建华油漆厂一直生产此两种产品。1954年该厂与几家小油漆厂合并更名重庆油漆厂时,已是全国生产红丹、黄丹的重点厂。为扩大生产进行技改,重庆油漆厂仿造上海开林油漆厂的黑粉机和马弗式反射炉,引用其全套工艺,技改工程于1955年底竣工,改造后生产能力达1100吨。1956年新工艺投产后,结束了人工炒铅的历史,产品质量合格率达到97%~100%。1957年该厂自筹资金增添两座反射炉,使炕丹能力与黑粉能力平衡,当年产624吨。1966年起,四川省和重庆市先后投资37万元,再次进行技术改造,至1973年底,红丹机械炉、半成品燃烧炉和黄丹炕两用机械炉等改造成功,结束了燃烧、炕丹、粉碎等工序的人工操作,减少了铅尘,产品质量更加稳定。红丹炕丹时间由40~50小时,缩短为35小时,燃料消耗降低25%。1982年,该厂在铅丹生产的燃烧、粉碎、炕丹等工序,自行设计安装吸尘装置,进一步减少了粉尘,保护了工人的身体健康。1976~1985年持续正常生产,年产量在570

~890 吨之间。重庆油漆厂生产的红丹、黄丹,1965 年在沈阳油漆厂主办的全国第一次重点油漆厂非正式质量评比会上,双双名列第一。此后,该厂红丹、黄丹质量一直位居全国先进行列。此外,彭县红丹厂、重庆南岸涂山化工厂、重庆北碚跳蹬乡蓄电池厂、重庆肖家湾蓄电池厂、大足县长河埡镇企业等均曾先后生产过红丹、黄丹。

**氧化锌** 氧化锌又称锌白。生产方法分为直接法和间接法。四川氧化锌生产为间接法。

重庆建华制漆厂(重庆油漆厂前身)于 1942 年开始生产氧化锌,以含锌量 99.5% 的河南锌块为原料。1957 年,重庆油漆厂自筹资金仿原建华制漆厂的生产工艺,新建一套年产能力 150 吨的生产装置。1960 年,该厂派人到上海、大连等地学习后,对设备进行改造,将单炉改为双炉,增加冷却分离系统,受粉室改为布袋捕集,年生产能力扩大到 300 吨,每吨产品原料锌块消耗降低 9.5%。1963 年进行第二次技改,借鉴贵阳化工厂氧化锌生产装置设计,改进氧化炉、氧化道、冷却系统、捕集装置和加料方法,使坩锅的使用寿命由 2~3 天延长到 3 个月,煤耗下降 40%,大大降低生产成本,年生产能力由 300 吨提高到 450 吨。1978 年 5 月,重庆油漆厂贷款 15 万元,进行第三次技术改造,改建氧化炉,燃料改为天然气,加料改为自动进料。改造

后坩锅寿命延长至 4 个月;年生产能力由 450 吨增到 900 吨;减少了煤烟的污染和粉尘,减轻了工人劳动强度。1980 年 2 月,该厂开始生产部定特级品氧化锌,特级品率达 83.38%。1984 年,企业正式执行氧化锌(间接法)国家标准,产品一级品率达 89%,同年在大连油漆厂举办的全国 9 家主要油漆厂生产的氧化锌质量评比会上,获第一名。

**锌钡白** 又称立德粉,是重要的白色颜料。1954 年重庆庆华颜料厂(重庆染料厂前身)因主要产品硫化元青滞销停产,决定转向生产锌钡白。同年该厂采用国内成熟的合成法工艺,试制成功后,重庆市投资 25.7 万元,建设年产能力 720 吨的生产装置,1955 年建成投产。1956 年产品开始出口苏联。1963 年,重庆染料厂学习上海京华化工厂的先进经验,采用两次氧化工艺和加入表面活性剂进行后处理,产品质量显著提高。1964 年 7 月经重庆市科委组织技术鉴定,评定该产品的质量达到国内先进水平。70 年代末,在生产过程中添加镁盐和钴盐,对锻烧后的酸性介质进行水处理,产品的白度和耐光性得到进一步提高。从 1978 年起,该厂针对原料产地杂质含量变化较大、产品质量难以控制的问题,又改造了锻烧窑等主要设备。1979 年该产品被评为四川省优质产品。1980 年,在化工部召开的全国染料、

颜料质量评比会上,评为全国同行业第一名,并获1980年化工部优质产品奖。1985年,全省锌钡白生产能力近6000吨,实际产量5220吨,成为四川颜料工业的主要产品。

**钛白粉** 是一种性能优良、用途广泛的白色颜料。钛白粉的工业产品有锐钛型和金红石型两种,四川所产系金红石型。

1960年重庆新华化工厂与重应染料厂合作,曾以土法试制钛白粉,后因技术及资金等问题未解决而停止。1968年,重庆新华化工厂派人到上海钛白粉厂学习该产品的生产技术,采用硫酸法工艺,于1971年试制出合格的钛白粉。1971年重庆市化工局拨款20万元,在该厂兴建钛白粉生产车间,设计能力年产200吨。但由于生产工艺及设备落后,产量小,成本较高。1972年,新华化工厂应国营715厂的要求,试制出电容器钛白粉,四川省国防工办给该厂拨款15万元,扩大生产。1973年,经改进工艺和设备,年生产能力增到300吨。1974年国家投资125万元进行技改,设计能力增至700吨。1981年技改全部竣工,是年,钛白粉产量达到724吨,产品质量提高,生产成本大幅度下降。1981年新华化工厂向银行贷款90万元,对钛白粉生产设备进行填平补齐,引进新工艺,增添新设备,1983年产量突破千吨。1985年达1647吨,产品发展到10多个品

种,销售西南地区和全国,并有部分出口。

**铅铬黄** 是一种沉淀颜料,根据其颜色的深浅分为中铬黄、柠檬黄、深铬黄、桔铬黄、浅铬黄等品种。

1954年,开远化工厂采用醋酸法生产中铬黄,此法工艺落后,铅水制备周期长,生产成本低,产品质量较差。1957年,开远化工厂合并成为重庆染料厂的颜料车间,继续生产此种产品。1964年该颜料车间又用硝酸法生产柠檬黄,但仍为作坊式生产。两个品种年生产能力共80吨。1965年,该车间从重庆染料厂划出成立重庆铬黄厂(今重庆江南化工厂),铬黄颜料才进入工业化生产。1966年该厂投资3万元进行技术改造,年生产能力达到500吨,当年所产中铬黄、柠檬黄的质量达到国内先进水平。1974年中铬黄外销70吨,柠檬黄援越20吨,次年中铬黄继续外销47吨。1976~1980年,该厂采用铅盐沉淀法,开发出深铬黄、浅铬黄、桔铬黄、钼铬黄等品种,从而形成铬黄系列产品。1982年,该厂将中铬黄的生产工艺由醋酸法改为硝酸法,革掉了铅盐制备工序,提高了工效和设备利用率,降低了生产成本。同时加表面处理剂,提高了产品质量和应用性能。同年,中铬黄获全国同行业优质产品称号,1983年评为四川省优质产品。1982年该厂用黄丹、二氧化硅、铬酐经球磨混合、高温锻烧制得碱式

硅铬酸铅,该产品含铅量少、毒性低,具有优异的防锈性和制漆性能,耐候性、保色性和抗粉化性好,活性高,易分散,可与其它颜料配制成各种优良的彩色防锈漆。经济效果优于红丹及其它传统的防锈颜料。在铬黄生产过程中,“三废”污染严重,1983年该厂采用沉降过滤自反洗闭路循环,治理含铅废水取得显著效果,当年获重庆市科技成果三等奖。

**铁蓝** 也称普鲁士蓝、华蓝,是一种常用的无机蓝色颜料。1953年,重庆竟成化学厂以土法生产铁蓝,但未形成规模,1954年停产。1958年重庆染料厂开始试生产铁蓝,当年产1.64吨。1967年,重庆铬黄厂采用亚铁氰化钾(钠)和硫酸亚铁盐反应,经氧化后处理而制得A—101钾盐铁蓝。次年贷款5万元兴建生产车间,年生产能力100吨。1968~1971年,该厂铁蓝工艺日趋成熟,年产量已超过原设计规模。1973年开发出A—102钠盐铁蓝。1979年,该厂参照沈阳市生产铁蓝的先进经验,采用萘酸锌等材料对铁蓝进行后处理,添加三乙醇胺改进铁蓝的适用性能,提高了产品质量。1980年,化工部在杭州召开的铁蓝质量评比会上,该厂的江南牌A—101钾盐铁蓝获总分第一名,A—102钠盐铁蓝获总分第三名。此外,四川天然气化工研究所于80年代也曾利用黄血盐钠(钾)废料生产过铁蓝。

**氧化铁红** 1965年,重庆新华化工厂引用上海氧化铁颜料厂的硝酸法和硫酸法两种湿法工艺生产氧化铁红103、104,年生产能力为1000吨,但由于受原料缺乏等因素影响,实际年产量为500吨左右。1969年,借鉴上海氧化铁颜料厂的电解铁硝酸法工艺,生产氧化铁红202、203。1975年因原料硝酸紧缺,该厂试验成功硝酸盐混合法新工艺生产氧化铁红103,减少了硝酸用量,生产成本下降20%。1980年该厂采用碳酸铵法开发出氧化铁红204、205,1982年将样品送日本TDK公司分析,确认其质量为较好的磁性材料。

1974年新都化工厂转产氧化铁红,投资15万元,采用硝酸法两步湿法工艺,年生产能力250吨。1975~1979年,每年生产100~200吨。1980年投资10万元进行技术改造,采用硝酸、盐酸混合法生产工艺,年生产能力增至600吨,1980~1985年每年生产300~400吨。

## 二、有机颜料

**大红粉** 1965年,重庆新华化工厂引进上海染料化工厂工艺技术,采用苯胺经重氮化后与色酚AS偶合试产大红粉成功。同年贷款5万元,利用旧厂房,自制重氮化、色酚溶解及偶氮等主要设备,建成生产装置,于1966年4月生产出合格品供应市场。投产时

生产能力为 60~100 吨。为适应市场需要,1967 年扩大生产能力,增至 200 吨,1982 年达到 300 吨。

**钛菁蓝 B** 1979 年,重庆染料厂以邻苯二甲酸酐、尿素、氯化亚铜为原料,经与接触剂等反应后,进行颜料化处理而试制成功非稳定  $\alpha$ -型结晶钛

菁蓝 B 颜料。同年兴建年产 30 吨生产装置,1980 年 3 月投产。是年底经填平补齐和扩建,年生产能力增至 100 吨。1985 年再次进行技改和扩建,年生产能力达到 300 吨,当年产 152.8 吨,占全国产量的 37%,在全国同类生产厂中名列第一。

四川省主要年份颜料产量表

表 6-4

(1949~1985 年)

单位:吨

产品名称	1949	1952	1957	1962	1965	1970	1975	1980	1985
颜料合计	36	76	3548	871	3042	3281	2900	7458	12495
一、无机颜料	36	76	3548	871	3042	3173	2834	7190	12071
其中:红丹、黄丹	28	69	625	123	518	1078	324	919	892
立德粉			1176	748	2143	740	1330	2945	5220
钛白粉							223	323	1647
铅铬黄			52		122	557	423	1233	1448
铁蓝						50		157	162
氧化铁红						343	268	672	1673
二、有机颜料						108	66	266	424
其中:大红粉						108	66	230	241
酞菁蓝 B								36	153