

# 大青叶色素超声波提取及其对真丝绸的染色

刘傲雪, 朱莉娜, 李智茹

(德州学院 纺织服装学院, 山东 德州 253023)

**摘要:** 采用超声波提取天然染料大青叶色素, 通过单因素试验和正交试验, 对提取温度、时间、料液比、乙醇浓度、超声波功率进行对比试验研究, 得出大青叶色素提取的优化工艺条件为: 乙醇质量分数 50%, 超声波功率 350 W, 料液比 1:20, 提取温度 50 ℃, 超声波作用时间 45 min。继而利用大青叶色素提取液对真丝绸进行超声波染色工艺研究, 优化的染色工艺条件为: 超声波功率 200 W, 染色温度 65 ℃, 浴比 1:40, 超声波作用时间 55 min。最后运用不同媒染剂对真丝绸进行大青叶染色, 发现利用硫酸铜进行媒染能够极大地提高染色织物的耐摩擦色牢度。

**关键词:** 天然染料; 染色; 大青叶; 提取工艺; 丝织物

**中图分类号:** TS193.62      **文献标志码:** B      **文章编号:** 1000-4017(2019)15-0028-05

## Ultrasonic extraction of pigment from Folium Isatidis and its dyeing of silk fabrics

LIU Ao-xue, ZHU Li-na, LI Zhi-ru

(College of Textile and Clothing, Dezhou University, Dezhou 253023, China)

**Abstract:** The extraction of natural dye from Folium Isatidis assisted with the ultrasonic wave is carried out. The single-factor test and orthogonal test are used to study the effects of the temperature, time, extraction bath ratio, ethanol concentration and ultrasonic power on the extraction of the natural dyes. The optimum conditions for the extraction of pigment from Folium Isatidis are: ethanol 50%, material to liquor ratio 1:20, extracting at 50 ℃ for 45 min with ultrasonic power 350 W. Then, using the extracted Folium Isatidis pigment to the ultrasonic dyeing process of silk, the best dyeing conditions are: dyeing at 65 ℃ for 55 min with ultrasonic power 200 W and bath ratio 1:40. Finally, using different mordants to optimize the dyeing of Folium Isatidis extract, it is concluded that copper sulfate for mordant dyeing can greatly improve the color fastness of the dyed silk fabrics.

**Key words:** natural dyes; dyeing; Folium Isatidis; extraction process; silk fabric

## 0 前言

随着人们环保意识的加强,天然植物染料逐渐进入人们的视野。大青叶是一种中药材,在中医领域,大青叶主治疮痍肿毒、咽喉肿痛、热毒发斑等病症。大青叶产地众多,产量高,种类繁多,如爵床科植物马蓝、十字花科植物菘蓝及大青、蓼科植物蓼蓝、豆科植物木蓝。大青叶属植物的生物活性多样,能广泛应用于临床医学研究与救治,并且效果显著,副作用极低,鉴于这些原因,利用大青叶色素

对织物进行染色使纺织品具有绿色健康的功能<sup>[1-4]</sup>。试验采用超声波处理来提取大青叶中的天然染料,并将其用于真丝绸的染色;并且为进一步提高染色织物的耐摩擦色牢度,采用媒染剂进行媒染染色,优化了染色工艺和条件。

## 1 试验

### 1.1 材料、药品与仪器

**材料** 16姆米素绉缎(100%真丝),贴衬专用的棉织物和丝织物,烘干的大青叶

**药品** 乙醇、硫酸铝钾、硫酸亚铁等(均为分析纯)

**仪器** FA/JA 系列电子天平(上海方瑞仪器有

收稿日期:2019-06-26

作者简介:刘傲雪(1998—),女,本科,课题方向为天然植物染色。

E-mail:1435666511@qq.com。

通信作者:朱莉娜,E-mail:dzzhulina@163.com。

限公司), HH-6 型数显恒温水浴锅、NB-QXJ-22.5D 数控型超声波清洗仪器、752 型紫外分光光度计、SW-8A 型耐洗色牢度试验机、Y571B 型摩擦色牢度仪(均为常州市第一纺织设备有限公司)

## 1.2 试验方法

### 1.2.1 大青叶天然染料的制备

取大青叶原料,磨碎。称取干燥粉碎后的大青叶,调节乙醇质量分数为 30%~70%,超声波功率为 200~400 W,温度为 35~55 ℃,料液比为 1:10~1:30,保温处理 25~65 min,将染液冷却后过滤,备用。

### 1.2.2 大青叶提取液对真丝绸的直接染色

配制大青叶提取液,超声波作用功率为 200~400 W,浴比为 1:20~1:60,染色温度为 35~75 ℃,染色时间为 35~55 min,降温、水洗、晾干。

### 1.2.3 真丝绸媒染染色

分别采用硫酸铜、硫酸亚铁和硫酸铝钾为媒染剂,对真丝绸进行媒染染色,并优化染色工艺条件。

## 1.3 性能测试

### 1.3.1 大青叶提取液在真丝绸中的上染率

采用 752 型紫外分光光度计测试染液的吸光度,并按式(1)计算上染率:

$$\text{上染率} = (1 - A_1 C_1 / A_0 C_0) \times 100\% \quad (1)$$

其中,  $A_1$ ——残液吸光度

$A_0$ ——原液吸光度

$C_1$ ——残液稀释倍数

$C_0$ ——原液稀释倍数

### 1.3.2 染色牢度

耐皂洗色牢度 按 GB/T 3921—2008《纺织品色牢度试验 耐皂洗色牢度》标准测定。

耐摩擦色牢度 按 GB/T 3920—2008《纺织品色牢度试验 耐摩擦色牢度》标准测定。

## 2 结果与讨论

### 2.1 大青叶超声波法染液提取工艺优化

#### 2.1.1 提取时间

采用超声波法对大青叶进行提取,提取温度 50 ℃,料液比 1:20,乙醇质量分数 50%,功率 300 W,考察提取时间对大青叶染液吸光度的影响,结果见图 1。

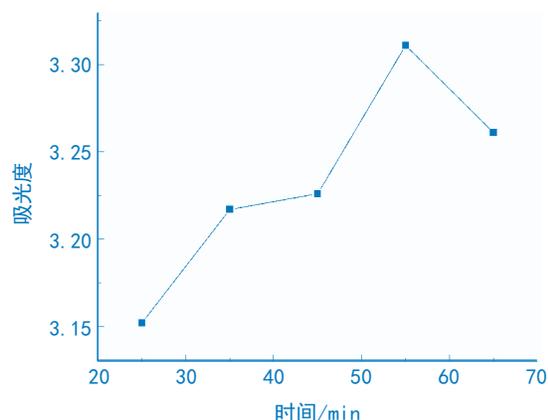


图1 提取时间对大青叶染液吸光度的影响

Fig.1 Effect of ultrasonic extraction time on absorbance of natural dye from Folium Isatidis

分析图 1 可见,随着提取时间的延长,大青叶染液的吸光度呈现先上升后下降的趋势。提取时间为 55 min 时,吸光度最高。这是因为随着提取时间的增加,更利于色素分子的析出,但时间过长会在一定程度上破坏色素分子。所以最优提取时间为 55 min。

#### 2.1.2 提取温度

设定提取时间 55 min,料液比 1:20,乙醇质量分数 50%,功率 300 W,考察提取温度对大青叶染液吸光度的影响,结果见图 2。

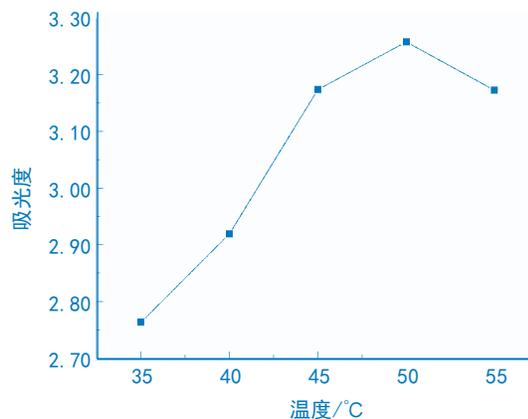


图2 提取温度对大青叶染液吸光度的影响

Fig.2 Effect of ultrasonic extraction temperature on absorbance of Folium Isatidis dye

分析图 2 可见,随着提取温度的升高,大青叶染液的吸光度先升高后下降。提取温度为 50 ℃ 时,吸光度最高。

#### 2.1.3 料液比

设定提取时间 55 min,提取温度 50 ℃,乙醇质

量分数 50%, 功率 300 W, 考察提取料液比对大青叶染液吸光度的影响, 结果见图 3。

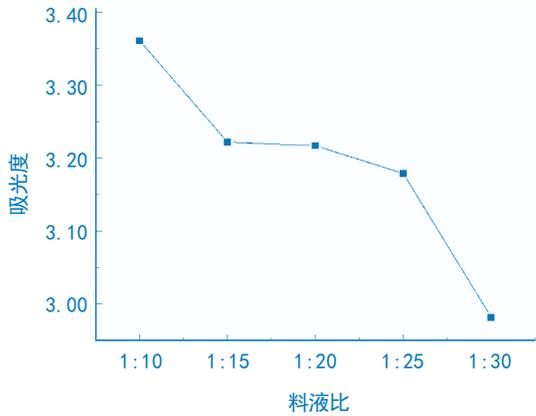


图3 提取料液比对大青叶染液吸光度的影响

Fig.3 Effect of the ratio of material to liquor on the absorbance of dye Folium Isatidis by ultrasonic method

由图 3 可见, 随着料液比的增加, 吸光度呈急剧下降, 再缓慢下降, 再急剧下降的趋势。但 1:10 的料液比是可以浸没材料的最小值。从实际生产应用考虑, 提取料液比选用 1:20。

2.1.4 乙醇质量分数

在料液比为 1:20 的条件下, 考察乙醇质量分数对大青叶染液吸光度的影响, 结果见图 4。

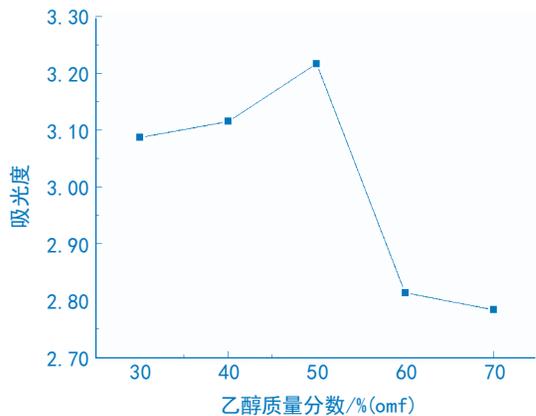


图4 提取乙醇质量分数对大青叶染液吸光度的影响

Fig.4 Effect of ethanol concentration on absorbance of natural dye from Folium Isatidis

由图 4 可见, 随着乙醇质量分数的升高, 大青叶染液的吸光度先缓步上升, 后急剧下降, 然后下降逐渐趋于平稳。当乙醇质量分数为 50% 时, 吸光度达到最高值。这是由于适量的乙醇浓度可以促使色素分子的析出, 过高的乙醇浓度会一定程度上破坏了色素分子。

2.1.5 提取功率

改变超声波的提取功率, 考察其对大青叶染液吸光度的影响, 结果见图 5。

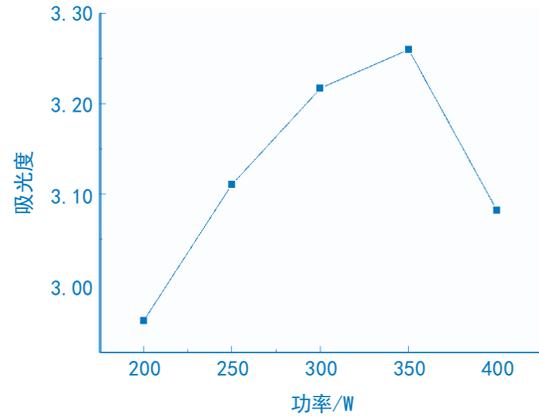


图5 提取功率对大青叶染液吸光度的影响

Fig.5 Effect of ultrasonic extraction power on absorbance of natural dye from Folium Isatidis

分析图 5 可见, 随着提取功率的升高, 大青叶染液的吸光度呈先逐步上升, 再急剧下降的趋势, 提取功率在 350 W 时吸光度达到最高值。所以提取功率选为 350 W。

2.1.6 超声波提取法正交试验

通过上述超声波提取法单因素试验后, 采用正交试验进一步优化条件。固定提取温度为 50 ℃, 选择提取时间、料液比、乙醇质量分数、超声波功率 4 个因素, 进行 L9(3<sup>4</sup>) 正交试验<sup>[7]</sup>。正交试验方案、结果及分析如表 1 所示。

表 1 超声波提取法正交试验方案与结果

Table 1 Ultrasonic orthogonal test scheme and results

序号	时间/min	料液比	乙醇质量分数/%	功率/W	吸光度
1	45	1:10	30	250	3.274
2	45	1:15	40	300	3.318
3	45	1:20	50	350	3.493
4	55	1:10	40	350	3.367
5	55	1:15	50	250	3.311
6	55	1:20	30	300	3.267
7	65	1:10	50	300	3.272
8	65	1:15	30	350	3.368
9	65	1:20	40	250	3.192
<i>k</i> <sub>1</sub>	3.362	3.304	3.303	3.259	-
<i>k</i> <sub>2</sub>	3.315	3.332	3.292	3.286	
<i>k</i> <sub>3</sub>	3.277	3.317	3.359	3.409	
<i>R</i>	0.085	0.028	0.067	0.150	

从表 1 可知, 功率对于大青叶提取液的吸光度

影响最大,其次是提取时间,乙醇质量分数和料液比影响较小,优化的提取工艺为:温度 50 ℃,时间 45 min,料液比 1:20,乙醇质量分数 50%,超声波功率为 350 W。

## 2.2 大青叶提取液染色真丝绸工艺优化

### 2.2.1 染色温度

采用大青叶提取液对真丝绸进行染色,染色时间 45 min,浴比 1:30,染色超声波功率 350 W,考察染色温度对真丝绸染色效果的影响,结果见图 6。

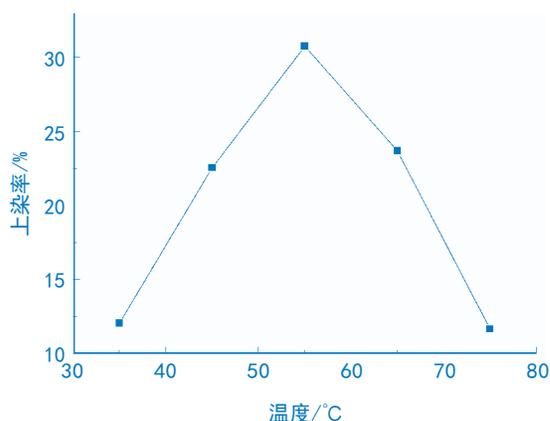


图 6 染色温度对真丝绸染色效果的影响

Fig.6 Effect of dyeing temperature on dye-uptake of silk with Folium Isatidis extract

由图 6 可见,随着染色温度的升高,染色真丝绸的上染率先升高后降低。染色温度为 55 ℃时,上染率最高。

### 2.2.2 染色时间

在染色温度 55 ℃,浴比 1:30,超声波功率 350 W 对真丝绸进行染色,考察染色时间对染色效果的影响,结果见图 7。

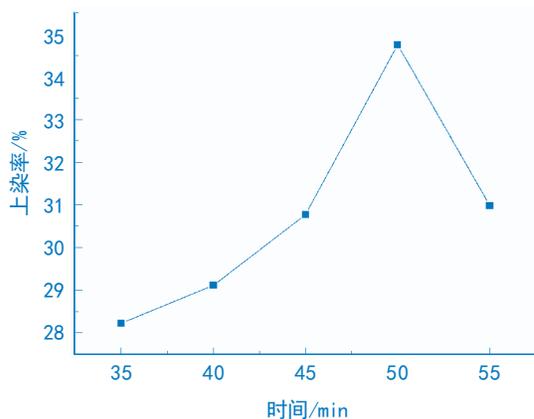


图 7 染色时间对真丝绸染色效果的影响

Fig.7 Effect of dyeing time on dye-uptake of silk with Folium Isatidis dye

由图 7 可见,随着染色时间的延长,染色真丝绸的上染率呈现先上升后下降的趋势。在染色时间为 50 min 时上染率达到最高。

### 2.2.3 浴比

改变染色浴比,考察其对真丝绸染色效果的影响,结果见图 8。

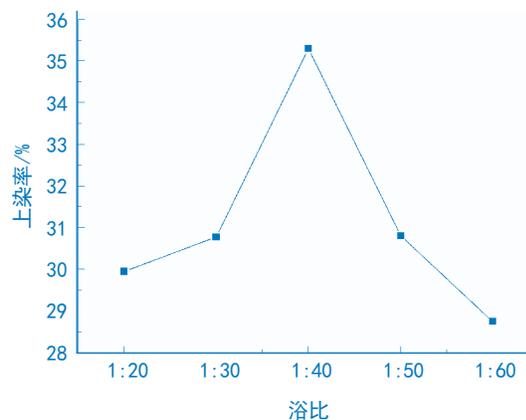


图 8 浴比对真丝绸染色效果的影响

Fig.8 Effect of bath ratio on dye-uptake of silk with Folium Isatidis extract

分析图 8 可见,随着浴比的增大,染色真丝绸的上染率呈现先增大后减少的趋势,且在浴比 1:40 时上染率达到最高。因此选择浴比 1:40 比较合适。

### 2.2.4 染色超声波功率

改变超声波功率分别为 200, 250, 300, 350 和 400 W,考察其对真丝绸染色效果的影响,结果见图 9。

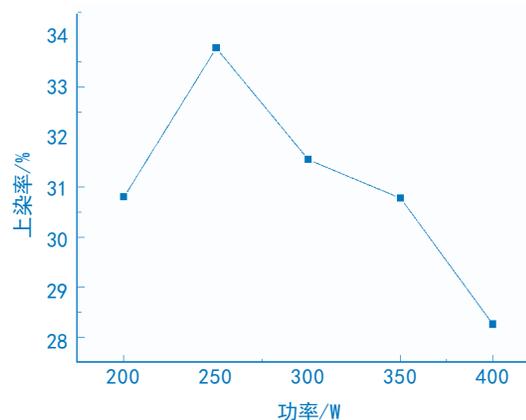


图 9 染色功率对真丝绸染色效果的影响

Fig.9 Effect of ultrasonic power on dye-uptake of silk with Folium Isatidis extract

图9可见,随着染色时超声波功率的增加,真丝绸的上染率呈现先增加后减少的趋势,且在超声波功率250 W时上染率达到最高。

2.2.5 真丝绸染色正交试验

对染色时间、染色温度、染色功率和浴比进行L9(3<sup>4</sup>)正交试验,结果如表2所示。

表2 真丝绸染色正交试验的方案及结果

Table 2 Orthogonal test and results

试验号	染色时间/min	染色温度/℃	浴比	超声功率/W	上染率/%
1	45	45	1:30	200	26.85
2	45	55	1:40	250	18.43
3	45	65	1:50	300	32.81
4	50	45	1:40	300	28.65
5	50	55	1:50	200	27.40
6	50	65	1:30	250	33.09
7	55	45	1:50	250	23.70
8	55	55	1:30	300	20.50
9	55	65	1:40	200	36.24
k <sub>1</sub>	26.03	26.40	26.81	30.16	-
k <sub>2</sub>	29.71	22.11	27.77	25.07	
k <sub>3</sub>	26.81	34.05	27.97	27.32	
R	3.68	11.94	1.16	5.09	

由表2可以得出,染色温度对上染率的影响最大。其次为超声功率和染色时间。较佳的染色工艺条件为:染色时间55 min、染色温度65℃、浴比1:40、超声波功率200 W。

2.3 真丝绸媒染染色工艺的研究

选用硫酸铜、硫酸亚铁和硫酸铝钾为媒染剂,采用大青叶提取液分别对真丝绸进行预媒染、同媒染及后媒法染色,染色结果如表3所示。

从表3可知,本试验使用的三类媒染剂通过不同的媒染方法染色后,以硫酸亚铁预媒染的真丝绸K/S值最大。真丝织物的染色牢度基本均能达到4级及以上标准。

表3 真丝绸的染色牢度

Table 3 Color fastness of the dyed silk

媒染剂	媒染方法	耐皂洗色牢度/级			耐摩擦色牢度/级				K/S值
		变色	丝沾	棉沾	干摩擦		湿摩擦		
					经向	纬向	经向	纬向	
直接染色(未媒染)		5	4~5	5	4~5	4~5	4~5	4	36.16
硫酸铜	预媒	4~5	4	4~5	5	5	5	4~5	37.16
	同媒	4	4~5	4~5	4	4~5	4	4~5	24.71
	后媒	4	4	3~4	4	4	4	3	22.24
硫酸亚铁	预媒	3~4	3~4	4	3~4	3	4~5	3~4	41.94
	同媒	4~5	5	4~5	4~5	2~3	3	2~3	24.31
	后媒	5	4~5	4~5	3~4	3~4	3~4	2~3	21.79
硫酸铝钾	预媒	4	4~5	5	4	4~5	4~5	4	38.76
	同媒	3~4	4	4~5	5	4~5	4~5	3	36.04
	后媒	5	4	4~5	4~5	4~5	4	4~5	35.73

3 结论

(1)大青叶色素超声波提取优化工艺为:提取温度50℃,提取时间45 min,料液比1:20,乙醇质量分数50%,超声波功率350 W。

(2)大青叶色素提取液对真丝绸进行直接染色的优化工艺为:染色时间55 min,染色温度65℃,超声波功率200 W,浴比1:40。

(3)因媒染法对丝绸染色上染率有较大影响,通过试验得出媒染优化工艺为:硫酸亚铁作媒染剂进行预媒染。织物的耐水洗和耐摩擦色牢度均达到国家服用标准。对比硫酸亚铁、硫酸铜和硫酸铝钾媒染后织物的耐摩擦色牢度,发现硫酸铜和硫酸铝钾在一定程度上地提高了染色织物的耐摩擦色牢度。☺☺

参考文献:

[1] 吴海婷. 绿色染整工艺[J]. 染整技术, 2005, 27(2): 25-31.  
 [2] 朱莉娜, 吕晓娟. 紫胡萝卜色素的提取及对真丝绸的染色性能[J]. 印染, 2018, 44(22): 7-12.  
 [3] 张炜, 张汉明, 郭美丽. 等. 大青叶的药理学研究[J]. 中国现代应用药学, 2000, 17(1): 7-10.  
 [4] 毛慧婷, 纪俊玲, 徐欣. 真丝织物的莲蓬壳染料染色[J]. 印染, 2014, 40(22): 29-33.