

# 黑莓水果色素提取及其对棉织物的染色研究

徐 静, 孙彦宁

(德州学院 纺织服装学院, 山东 德州 253023)

**摘 要:** 以黑莓作为试验材料,用蒸馏水和超声波提取黑莓中的花青素,用正交试验获得提取色素的最佳试验方案:提取时间 60 min, pH 3, 料液比 1 : 8, 提取色素的温度 60℃。染色工艺采用氯化钠溶液作为媒染剂,最佳染色方法为预媒染。最佳染色流程为:染色时间 60 min, 染液 pH 5, 浴比 1 : 20, 染色温度 70℃。

**关键词:** 天然植物色素; 黑莓水果; 提取剂; 超声波; 提取; 棉织物; 染色

**中图分类号:** TS193.21; TS193.62

**文献标识码:** B

**文章编号:** 1001-2044(2019)01-0033-05

## Extraction of blackberry fruit pigment and its application to cotton dyeing

XU Jing, SUN Yanning

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

**Abstract:** With the fresh blackberry fruit as the experimental material, using distilled water as extraction agent, the anthocyanin is extracted from blackberry with ultrasonic assisted extraction. Based on orthogonal experiment, the optimum experimental program for pigment extraction is: time is extracting at 60℃ for 40 min with pH value of 5 and liquid to solid ratio of 1 : 8. The optimum pre-mordant dyeing with NaCl solution as a mordant is dyeing at 70℃ for 60 min with pH value of 5 and bath ratio of 1 : 20.

**Key words:** natural plant pigment; blackberry fruit; extraction; ultrasonic; extractor; cotton fabric; dyeing

DOI:10.16549/j.cnki.issn.1001-2044.2019.01.010

服装色彩也称服饰色彩,是使服装具有丰富颜色变化的基础。服装色彩中的色素来源广泛,但染料多采用化学勾兑,含有重金属离子,对人体有致癌性。植物中含有的天然色素对人体健康没有影响,但是其产量低,色素单调,提取工艺复杂,成本较高,因此无法大面积应用。

本文选用黑莓水果为原料,其取材方便,成本低廉,色素含量较高,提取工艺较为简单。黑莓水果色素中含有多种抗氧化物以及丰富的维生素和糖类。强抗氧化性可以使人体中异变细胞死亡,尤其对癌症细胞繁殖起到抑制作用,还有抗衰老、护眼明目等功效。但目前黑莓水果应用领域较为狭窄,在色素提取及染色方面的研究较少。

黑莓水果主要成分为:花青素 26~27 mg/100 g,水杨酸 0.5~2.5 mg/100 g,原花青素 0.4 g/100 g,鞣花酸 1.5~2.0 mg/100 g,总黄酮 83 mg/100 g,硒 1.11~2.7 mg/kg, SOD 37.5 μg/mL,维生素 C 8.5~10.5 mg/100 g,氨基酸 1 000 mg/100 g。花青素含量较多,可以实现对花青素类色素的提取。

本文选用黑莓作为原料,用蒸馏水做提取剂,提取色素中强氧化性的花青素,用于对棉织物的染色。通过正交试验和单因素试验探究最佳提取工艺,并进一步

探究最佳染色工艺及其对棉织物染色前后的性能影响。

## 1 试验

### 1.1 材料与仪器

织物:纯棉织物,市售。原料:黑莓水果。药品:蒸馏水(德州学院化学系),浓盐酸(莱阳市康德化工有限公司),氢氧化钠(天津市福晨化学试剂厂),氯化钠(实验室合成)。仪器:可控温超声波清洗仪(郑州南北仪器设备有限公司),紫外分光光度计(上海菁华科技仪器有限公司),pH计(郑州南北仪器设备有限公司),电子天平(郑州南北仪器设备有限公司),恒温水浴锅(常州市第一纺织设备有限公司),摩擦色牢度仪(常州市第一纺织设备有限公司),水洗色牢度仪(常州市第一纺织设备有限公司),YT010型电子土工布强力机(温州际高检测仪器有限公司)。

### 1.2 黑莓色素的提取

取新鲜黑莓水洗后控干,粉碎后获得试验用黑莓,在一定条件下提取。

色素提取步骤:清洗→粉碎→超声波提取→过滤→测试提取液吸光度。

### 1.3 染色流程

纯棉织物在进行水洗脱浆干燥后,选用氯化钠溶液作为媒染剂,在适宜条件下进行预媒染、同媒染、后媒染等不同媒染方式的染色,比对染色效果并确定最佳媒染方法。

预媒染:将干燥后的棉织物投入到含有媒染剂的

收稿日期:2018-02-25

作者简介:徐静(1967—),女,山东德州人,教授,主要从事纺织新材料、新技术的研究。

溶液中,在环境温度 70℃ 条件下浸泡 20 min,取出;再放入根据最佳提取方案提取的黑莓色素溶液中,染色温度 70℃,染色时间 60 min,浴比 1:20,pH 为 5;染色结束后取出织物,水洗并干燥。

同媒染:将干燥后的棉织物投入到含有媒染剂的提取液中,环境温度 70℃,染色时间 60 min,浴比 1:20,pH 为 5;染色结束取出织物,水洗并干燥。

后媒染:将干燥后的棉织物投入到根据最佳提取方案提取的黑莓色素溶液中染色 60 min,浴比 1:20,pH 为 5;染色结束后取出,降温;投放到含有媒染剂的溶液中,环境温度 70℃,浸泡 20 min;浸泡结束后取出织物,水洗并干燥。

## 1.4 测试

### 1.4.1 吸光度

用紫外分光光度计在 500~550 nm 进行扫描,测试吸光度。

### 1.4.2 染色性能

耐摩擦色牢度:参照 GB/T 3920—2008《纺织品色牢度试验耐摩擦色牢度》测定。

耐皂洗色牢度:参照 GB/T 3921—2008《纺织品色牢度试验耐皂洗色牢度》测定。

## 2 黑莓色素花青素吸光度光谱

试验得出,在 515~535nm 范围内,黑莓色素吸光度数值呈现持续增大的变化趋势;在 535~550 nm 范围内,吸光度数值表现出持续下降的趋势,在 535 nm 处有最大值。所以选定 535 nm 作为可见光波长。

## 3 单因素探究试验

### 3.1 超声波

精确称量两份 5 g 新鲜黑莓,置于 40 mL pH 为 3 的酸性水溶液中。一份在 35 Hz、功率 250 W 的超声波清洗仪中提取 60 min;一份放在空气中提取 60 min。提取结束后过滤提取液,测量两份提取液的吸光度,结果见图 1。

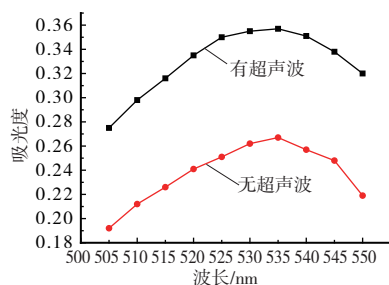


图1 超声波对色素提取的影响

由图 1 可知,选用超声波辅助提取的提取液,其吸光度数值远高于普通提取的提取液的吸光度数值。因此试验采用超声波提取来提高色素浸提率。

### 3.2 温度

精确称量 5 份 5 g 新鲜黑莓,放置在 40 mL pH 为 3 的酸性水溶液中,在不同温度下超声波辅助提取 60 min,过滤出提取液,测得吸光度数值见图 2。

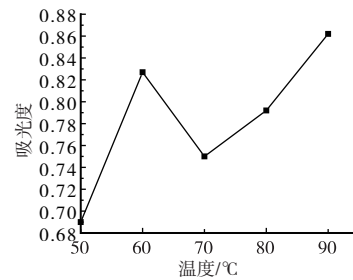


图2 温度对色素提取的影响

由图 2 可知,在 50℃~60℃ 区间内,吸光度数值不断变大。随着温度的升高,到 70℃ 附近,吸光度数值明显下降。在温度升高到 90℃ 的过程中,吸光度值持续变大,且 90℃ 为最佳提取温度。但比对 60℃ 与 90℃ 的吸光度数值发现,数值相差很小。考虑到节约能源,因此选用 60℃ 为提取温度。

### 3.3 时间

称量 5 份 5 g 新鲜黑莓,分别放在 5 份 40 mL 蒸馏水中,调节 pH 为 3,将 5 份浸泡有新鲜黑莓的 pH 为 3 的酸性溶液放置在 60℃ 恒温水浴环境中,分别超声波提取 20、30、40、50、60 min。取提取液,测定吸光度数值见图 3。

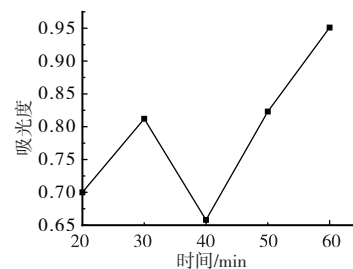


图3 时间对色素提取的影响

由图 3 可知,在 20~30 min 时,吸光度上升;在 30~40 min 时,吸光度数值又降低;随后随着时间的延长,吸光度数值逐渐上升。根据吸光度数值变化趋势,选 60 min 为最佳提取时间。

### 3.4 料液比

称量 5 份 5 g 新鲜黑莓,放在用量分别为 30、35、40、45、50 mL 的蒸馏水中,调节 pH 为 3,在恒温水浴

温度 60℃ 下超声波提取 60 min。取提取液过滤,测定吸光度,见图 4。

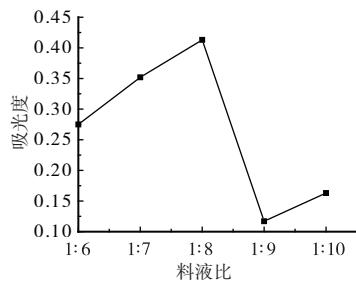


图4 料液比对色素提取的影响

由图4可知,在1:6~1:8区间内,料液比呈现出上升趋势;在1:8~1:9区间内陡降,之后又呈现出上升趋势。所以,根据吸光度数值大小,料液比选定为1:8。

### 3.5 pH

称量14份5g新鲜黑莓,放在14份40mL蒸馏水中,用浓盐酸、氢氧化钠固体调节溶液pH为1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14。将不同pH的提取液放在恒温水浴温度为60℃的环境中,超声波提取60min。提取结束后过滤提取液,测定吸光度数值,见图5。

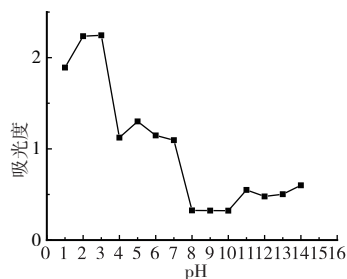


图5 pH对色素提取的影响

由图5可知,在pH为1~3的强酸性环境下,吸光度数值呈现出上升趋势;随着pH继续增大,吸光度又陡降至较小数值;至pH小于10时,吸光度数值一直呈下降趋势,期间在pH为4的时候,有波动上升;之后随着pH继续增大,吸光度有轻微波动。由于在酸性环境下,吸光值数值较大,因此选定pH为3是最佳的试验条件。

## 4 色素提取的正交试验

通过对单因素探究试验的分析,选用温度、时间、pH、料液比为因素,选用不同数值作为水平,进行正交试验,因素水平表见表1。试验结果见表2。可知,各因素影响效果从高到底依次为:温度>时间>料液比>pH。最佳提取方案为:提取时间60min、温度60℃、pH3、料液比1:8,用蒸馏水提取。

表1 因素水平表

因素水平	pH(A)	时间(B)/min	温度(C)/℃	料液比(D)
1	1	30	60	1:6
2	2	50	80	1:7
3	3	60	90	1:8

表2 正交试验结果

项目	pH(A)	时间(B)	温度(C)	料液比(D)	吸光度
1#	1	1	1	2	1.161
2#	2	1	2	1	1.231
3#	3	1	3	3	1.863
4#	1	2	2	1	1.247
5#	2	2	3	3	1.102
6#	3	2	1	2	1.249
7#	1	3	3	1	1.436
8#	2	3	1	2	1.545
9#	3	3	2	3	0.804
$K_1$	1.281	1.418	1.304	1.305	—
$K_2$	1.293	1.199	1.094	1.318	—
$K_3$	1.305	1.261	1.467	1.256	—
R	0.024	0.219	0.373	0.049	—

## 5 染色试验

### 5.1 媒染方法

在对织物染色试验中,采用预媒染、同媒染、后媒染的方法对织物进行染色。通过对染色程度的比较,织物着色程度由强到弱的顺序是预媒染>后媒染>同媒染。分析可得:媒染液中的氯化钠成分提前与棉织物中的棉纤维接触,对纤维之间的空隙产生影响,增大棉织物与染液接触时的接触面积。因此在后续试验中,均采用预媒染染色方法。

### 5.2 温度

称量棉织物,用预媒染的方式处理后,再投放到提取剂中。调整提取剂pH为5,浴比1:20,将提取剂与棉织物放置在40℃、50℃、60℃、70℃、80℃、90℃的恒温环境中染色60min。染色结束后用染液前后吸光度数值确定K/S值,见图6。

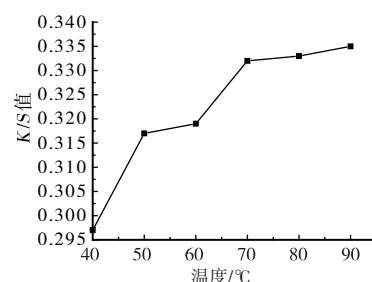


图6 温度对K/S值的影响

由图6可知,随着温度的上升,K/S值持续变大。

在 40℃~60℃ 范围内,  $K/S$  值持续上升; 之后继续升温,  $K/S$  值仍呈现上升趋势, 在 80℃~90℃ 时有大幅波动。原因可能是升温加快了染液中色素分子的运动速率, 使得色素分子与棉纤维接触次数增加, 加深了染色程度。但考虑到不同温度对应的  $K/S$  值相差甚微和节约能源问题, 因此选用较高的 70℃ 作为染色温度。

### 5.3 浴比

称量棉织物用预媒染的方式处理后, 根据 1:20、1:21、1:22、1:23、1:24、1:25 等不同浴比值将棉织物与提取液混合。调节 pH 为 5, 在 70℃ 恒温环境中染色 60 min, 计算  $K/S$  值, 见图 7。

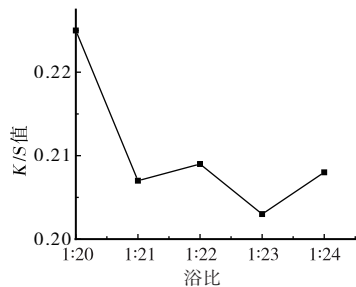


图7 浴比对  $K/S$  值的影响

由图 7 可知, 随着浴比的增大,  $K/S$  值整体下降, 期间有小幅波动。原因可能是棉织物在一定的条件下, 染料用量越多, 其与棉纤维接触面积越大, 然而剩余染料越多, 加快了与棉织物的碰撞机会, 使得色素附着程度下降。因此选用 1:20 的浴比较为合适。

### 5.4 时间

称量棉织物, 用预媒染的方式处理后, 在浴比 1:20, pH 为 5 的 70℃ 恒温水浴环境中分别染色 20、30、40、50、60 min, 计算  $K/S$  值, 见图 8。

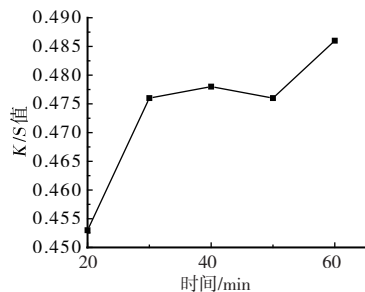


图8 时间对  $K/S$  值的影响

由图 8 可知, 随着时间的延长,  $K/S$  值越来越大, 曲线整体呈上升趋势。原因可能是在适宜的温度下, 时间的延长使得色素分子与棉纤维接触的机会增多, 棉纤维上附着的色素含量增加, 提高了染色效果。

### 5.5 pH

称量棉织物, 用预媒染的方式处理后, 调节染液的

pH 为 2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12。按照浴比 1:20 将棉织物和染液混合, 在 70℃ 恒温水浴环境中染色 60 min。计算  $K/S$  值, 见图 9。

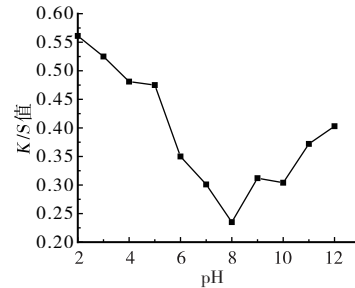


图9 pH 对  $K/S$  值的影响

由图 9 可知, 酸性条件下  $K/S$  值较大, 随着酸性的减弱,  $K/S$  值逐渐较小。在碱性区域内, 随着碱性的增强,  $K/S$  值逐渐增大。相比于酸性条件, 碱性条件的  $K/S$  值较小。原因可能是棉织物耐碱不耐酸, 酸性环境破坏了棉织物的结构, 使得棉纤维表面出现破损, 利于染料的进入与附着。而选用 pH 为 5 的染料进行染色, 是因为在 pH 等于 5 时,  $K/S$  值相比其他 pH 条件下变化不大, 可以节约成本, 也可以更大程度地保护棉纤维。

### 5.6 正交试验

在单因素中选取影响较大的时间、温度、浴比进行正交试验。试验因素水平和结果见表 3、4。

表 3 因素水平表

因素水平	浴比(A)	时间(B)/min	温度(C)/℃	pH(D)
1	1:20	20	40	3
2	1:21	40	70	4
3	1:22	60	90	5

表 4 染色正交试验结果

项目	浴比(A)	时间(B)	温度(C)	pH(D)	$K/S$ 值
1#	2	1	1	1	0.315
2#	1	3	1	2	0.291
3#	3	2	1	3	0.294
4#	2	2	2	2	0.245
5#	1	1	2	3	0.370
6#	3	3	2	1	0.204
7#	2	3	3	1	0.333
8#	1	2	3	3	0.131
9#	3	1	3	2	0.073
K1	0.264	0.253	0.300	0.284	—
K2	0.298	0.223	0.273	0.203	—
K3	0.184	0.276	0.168	0.265	—
R	0.114	0.053	0.132	0.081	—



在正交试验中,各个单因素影响效果由强到弱为:温度>浴比>时间。最佳的染色方案为:预媒染处理后,浴比1:20,pH为5,染色温度70℃,染色时间20 min。

### 5.7 染色牢度

染色后测试,棉织物色牢度为:耐水洗色牢度5级,耐干摩擦色牢度4.5级,耐湿摩擦色牢度4级,耐皂洗色牢度4级,均达到服用要求。

### 5.8 织物染色后强力测试

织物染色后经向强力平均值385.8 N,纬向206.4 N;经向伸长率17.92%,纬向9.214%。可知,在织物强力测试试验中,织物染色后,经向和纬向强力减小,伸长率下降,但影响较小,可达到服用要求。

## 6 结 语

(1)黑莓色素提取工艺为:提取时间60 min,温度60℃,pH3,料液比1:8,用蒸馏水提取。

(2)棉织物染色工艺为:预媒染处理,浴比1:20,pH为5,染色温度70℃,染色时间60 min。

(3)在后续测定棉织物染色后色牢度试验中,各

(上接第17页)

### 3.2.6 织造工艺

选用P7100型片梭织机。上机张力大小决定经纱的开口,张力越大开口越清晰,但张力太大经纱容易断头。本设计的经纱细度较粗,断裂伸长大,弹性小,故选择上机张力为23 cN。产品为中厚型织物,早开口易于顺利投纬,不易打断里经,故开口时间确定为228°。因为本产品为双层织物,所以采用低后梁的配置来保证经纱的张力均匀,使织物表面平整。在设置后梁高度时要选取低后梁,设置为500 mm。

### 3.2.7 后整理工艺

选择LMH003型气体烧毛机。由于亚麻织物的绒毛较多,故一般采取两次烧毛工艺。本产品是双层织物,且经纱为亚麻,故选择二正二反的烧毛工艺;确定织物与火焰之间的距离为0.8 cm;亚麻表面毛羽量多,且涤纶易摩擦起静电,故车速不宜过高。

项色牢度数值均达到服用要求,说明黑莓色素在棉织物染色方面有实用价值。



### 参考文献:

- [1] 徐龙,葛林梅,邵海燕,等.黑莓花色苷提取纯化及抗氧化性研究进展[J].浙江农业科学,2014(4):550-554.
- [2] 卜晓英,陈晓华,麻明友.野生异叶爬山虎果皮红色素提取及稳定性研究[J].食品科学,2010,31(2):17-21.
- [3] 董超萍,董杰,梅林.冬青叶色素的提取及其在真丝染色中的应用[J].印染,2015(7):88-91.
- [4] 庞庭才,胡上英,甘红.红菇色素超声波提取及其稳定性和抗氧化性研究[J].食品与发酵工业,2015,11(2):228-233.
- [5] 陈海龙,高晓辉,翟丹云,等.正交设计优化柠檬酸提取蓝莓花青素工艺[J].湖北农业科学,2017,12(3):189-192.
- [6] 韩晓俊,王越平,覃丹.媒染剂在天然染料对毛织物染色中的作用[J].毛纺科技,2007(2):14-17.
- [7] 赵慧芳,李维林,王小敏,等.黑莓果实色素纯化及干燥工艺研究[J].食品科学,2009,6(3):16-20.
- [8] 弓辉,刁海鹏,赵艳.爬山虎叶中红色素的超声波提取工艺研究[J].山西医科大学学报,2009(5):455-457.
- [9] 任顺成,王国良,王鹏,等.十种天然黑色素稳定性研究[J].中国粮油学报,2009,6(2):145-150.

在退浆酶中高温汽蒸3 min后经热水洗,烘干。织物经纤维素酶减量加工,降解纤维素大分子,增加比表面积和无定形区域,减小聚合度,促进后续A-8320的柔软整理<sup>[6]</sup>。



### 参考文献:

- [1] 汪多仁.负离子纤维的开发与应用[J].河北纺织,2011(1):1-9.
- [2] 邱发贵,李全明,张梅,等.负离子纤维及其纺织品的研究进展[J].高科技纤维与应用,2008,33(3):19-23.
- [3] 童耀辉.筒子(经轴)纱染色生产技术[M].北京:中国纺织出版社,2007.
- [4] 蒋少军,吴红玲.亚麻粗纱染色的工艺研究与生产实践[J].上海纺织科技,2003,31(3):36-39.
- [5] 陈新祥.新型祖克浆纱机S432的工艺配置及上浆实践[J].现代纺织技术,2003,11(3):39-41.
- [6] 王秋红,吴坚,李淳,等.亚麻织物的有机硅柔软整理[J].大连轻工业学院学报,2004,23(4):302-304.

欢迎征订《纺织检测与标准》

E-mail:fzjcybz@163.com

联系电话:021-55210011-376