

响应曲面法优化天然染料艾蒿提取工艺的应用与研究

张文泰,李国锋,周继琛

(阿克苏职业技术学院,新疆阿克苏 843000)

摘要:以提取时间、液料比、提取温度为影响因素,通过响应曲面法优化天然艾蒿色素的提取工艺,优化后的天然艾蒿色素的最佳提取工艺为:提取时间 61 min,提取温度 74 °C,液料比 24:1。利用天然艾蒿色素良好的染色性能,对丝织品的扎染应用进行研究。

关键词:天然染料;艾蒿;响应曲面;工艺优化

中图分类号:TS 193.62

文献标志码:A

文章编号:1673-0356(2023)04-0022-05

工业合成染料拥有染色明亮、色泽鲜艳、价格低廉、色谱齐全、耐洗晒牢度好等优点,渐渐成为纺织品染色的主要着色染料。用工业合成染料上染纺织制品后,不仅会对皮肤产生刺激作用^[1],同时工业染料在制作过程中产生的污水、废气、废料等在不同程度上都会对环境造成影响。随着科学发展,绿色生态环保已经成为当今世界发展的主旋律,天然染料的综合优良性能逐渐被认可。纺织印染今后的发展趋势是向着绿色生态纺织品和环境友好型染料方向发展。天然染料以其优异的环保性和功能性保健作用,日益成为染料发展的新方向。多项研究表明艾叶不仅具有极强的药用功能也可以做为天然色素^[2]。根据天然艾蒿色素的性能特点,运用响应曲面法优化天然艾蒿染料的提取工艺,探索天然艾蒿染料在丝织品扎染上色的应用,以及染色固色过程中应重点注意的问题,为后续相关研究提供参考。

1 试验部分

1.1 材料与仪器

材料:天然艾蒿(当地市场购买)。

仪器:JJ224BC 电子天平(常熟市双杰测试仪器厂);标准筛(80目、孔径 0.2 mm);JJ-668 高速研磨机(亚历山大金属制品有限公司);Y(B)802K-II 全自动快速八篮恒温烘箱(大荣纺织仪器有限公司);J-HH-

4A 恒温水浴锅(上海胜卫电子科技有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 艾蒿前处理

将从市场上购置的艾蒿清洗剪断后晾干,然后在粉碎机里进行粉碎,通过 80 目的筛网进行过筛,得到艾蒿干粉备用。

1.2.2 艾蒿色素提取率计算

称取 2 g 艾蒿干粉,倒入一定液料比的浸提液中搅拌 3~4 min,然后在一定温度下提取一定时间,经过过滤,得到色素浸提液。

将过滤后的滤渣在真空干燥箱中进行干燥,进行提取率计算。

$$p = \frac{m_0 - m}{m_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中: p 为色素提取率; m_0 为未提取的艾蒿干粉的质量,g; m 为过滤后的干燥滤渣的质量,g。

1.2.3 单因素试验

分别考察提取温度、液料比、提取时间对天然艾蒿色素提取率的影响,根据单因素试验结果,确定 Box-Behnken 试验设计的独立变量和取值范围^[3]。利用 Design-Expert 12 进行试验设计和结果统计分析。

(1) 提取温度对艾蒿色素提取率的影响

准确称取天然艾蒿粉末 5 份(各 2.0 g),取 250 mL 烧杯 5 个,分别加入到 5 组烧杯中,按照液料比为 25:1(mL/g)分别加入水中搅拌 2~3 min,提取温度选取为 40、50、60、70、80 °C 分别提取 70 min,经分析滤纸过滤后,移至恒温烘箱中进行干燥,根据色素提取率的计算公式,计算色素提取率,每组试验重复 3 次取平均值。

收稿日期:2022-11-30

基金项目:新疆维吾尔自治区天山青年计划项目(2018Q139);新疆维吾尔自治区高校“双带头人”教师党支部书记工作室创建项目(新党教传[2019]72号);阿克苏地区科技兴阿项目(阿地科发[2021]7号);阿克苏职业技术学院 2021 年度院级教科研课题(ZK202103)

第一作者:张文泰(1995—),男,助教,本科,主要从事于纺织技术及印染技术研究,E-mail:18409485840@163.com。

(2) 液料比对艾蒿色素提取率的影响

准确称取天然艾蒿粉末 5 份(各 2.0 g),取 250 mL 烧杯 5 个,分别加入到 5 组烧杯中,按液料比 15 : 1、20 : 1、25 : 1、30 : 1、35 : 1(mL/g)分别加入水中搅拌 2~3 min,采用提取温度 60 °C,提取时间 70 min,经分析滤纸过滤后,移至快速恒温烘箱中进行干燥,根据色素提取率的计算公式,计算色素提取率,每组试验重复 3 次,取平均值。

(3) 提取时间对艾蒿色素提取率的影响

准确称取艾蒿干粉样品 5 份(各 2.0 g),取 250 mL 烧杯 5 个,分别加入到 5 组烧杯中,按液料比 25 : 1(mL/g)分别加入水中搅拌 2~3 min,采用提取温度 60 °C 分别提取 30、50、70、90、110 min,过滤,收集滤液并移至真空干燥箱中进行干燥,根据色素提取率的计算公式,计算色素提取率,每组试验重复 3 次。

2 色素提取工艺的响应面法优化

2.1 单因素试验结果分析

2.1.1 提取温度对色素提取率的影响

由图 1 综合可以看出,当提取温度增大时,其色素提取率也相应增大。这是因为在进行加热时,加速了艾蒿干叶中色素浸出速率。但当提取温度增加到 60 °C 后,再随着提取温度的增加,色素提取率逐渐降低。这是因为提取温度继续升高时,整体的温度增高,加快了其他各种物质的溶解速度,导致艾蒿色素的提取率降低。由图 1 可知,提取温度对色素提取率的影响最大的值为 60 °C。

2.1.2 液料比对色素提取率的影响

由图 2 可知,色素提取率随着液料比的增大相应增大,当液料比达到 25 : 1 时,随着液料比的增大,色素提取率基本没有大幅度提高。这是因为色素提取是利用溶剂将艾蒿干叶组织中的色素溶解浸出,液料比越大,提取的效率越高。但当溶剂达到饱和时,色素的扩散基本达到了饱和,所以增加液料比没有多大的意义,从节能、环保、经济的角度考虑,选取液料比 25 : 1 为最佳。

2.1.3 提取时间对色素提取率的影响

由图 3 综合得知,刚开始色素提取率随着提取时间增大而增大,但当提取时间超过 70 min 时,色素提取率开始下降。这是因为随着提取时间的增加,导致色素分解或氧化,使得色素提取率下降。因此,由图 3 可以得

知提取时间对色素提取率影响最大的值为 70 min。

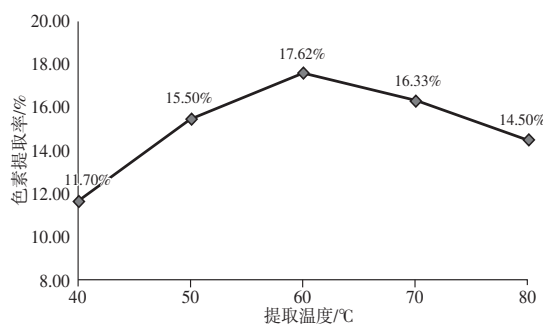


图 1 提取温度对色素提取率的影响

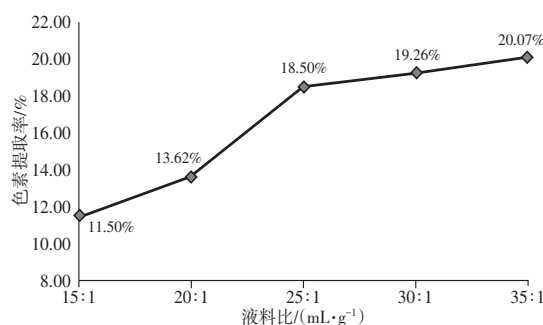


图 2 液料比对色素提取率的影响

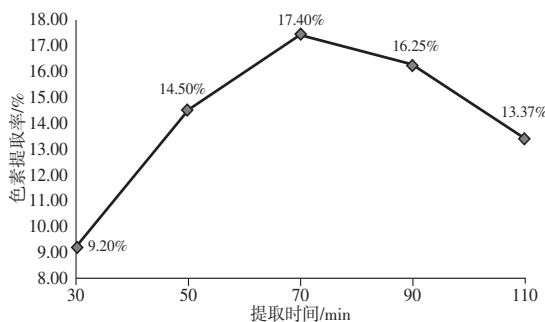


图 3 提取时间对色素提取率的影响

2.2 响应曲面设计结果分析

2.2.1 试验设计^[4-6]

根据单因素试验结果,以色素提取率为总指标,选择显著变量参数:提取温度(A)、液料比(B)、提取时间(C)进行三因素三水平响应曲面试验(RSM)。通过 Box-Behnken 设计得到 17 组试验,表 1 为试验因素水平表,表 2 为试验设计结果。

表 1 三因素三水平响应面因素水平表

水平	因素		
	A 提取温度 /°C	B 液料比 / (mL·g ⁻¹)	C 提取时间 /min
1	70	30	90
0	60	25	70
-1	50	20	50

表2 三因素三水平响应面法 Box-Behnken 试验设计及结果

序号	A 提取温度 /°C	B 液料比 / (mL · g ⁻¹)	C 提取时间 /min	色素提取率 /%
1	60	25	70	19.01
2	60	20	90	17.43
3	60	25	70	19.47
4	50	25	90	13.52
5	60	25	70	19.72
6	60	25	70	19.47
7	60	20	50	13.21
8	70	25	50	13.52
9	60	25	70	18.72
10	70	20	70	16.34
11	70	30	70	13.98
12	50	30	70	13.46
13	50	25	50	12.05
14	70	25	90	14.27
15	60	30	90	14.82
16	50	20	70	13.28
17	60	30	50	14.51

2.2.2 拟合模型分析

对表2的试验数据进行回归拟合分析,得到天然

表3 回归模型方差分析表

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	113.51	9	12.61	53.67	<0.000 1	significant
A-提取温度	4.21	1	4.21	17.89	0.003 9	**
B-液料比	1.52	1	1.52	6.48	0.038 4	*
C-提取时间	5.70	1	5.70	24.23	0.001 7	**
AB	1.61	1	1.61	6.86	0.034 4	*
AC	0.129 6	1	0.129 6	0.5515	0.481 9	
BC	3.82	1	3.82	16.26	0.005 0	**
A ²	46.77	1	46.77	199.00	<0.000 1	**
B ²	11.89	1	11.89	50.58	0.000 2	**
C ²	28.58	1	28.58	121.60	<0.000 1	**
残差	1.65	7	0.235 0			
失拟项	0.992 8	3	0.330 9	2.03	0.252 3	Not significant
纯失误	0.652 3	4	0.163 1			
余差	115.16	16				

注:**表示极显著(P<0.01);*表示显著(P<0.05)。

2.2.3 多因素交互作用分析

应用三维立体响应面图能够分析各因素间的交互影响作用,即当其他变量控制在中间水平时,另外两个变量在试验范围内的变化对响应值的影响^[7]。从图4~6响应曲面图的曲面形状以及通过对表3数据分析可知,响应曲面图形越陡,响应值变化就较大。图6说明液料比与提取时间的交互影响作用最显著。

2.2.4 提取工艺的优化

如表4,根据 Design Expert 12.0 分析得到的天然艾蒿色素提取的最佳工艺条件为:提取温度 61.23 °C,液料比 23.95 : 1,提取时间 73.75 min,此条件下预测艾蒿色素的最大提取率为 19.45%。对最优工艺校正,

艾蒿色素提取率与各因素影响的二次方程 $Y=19.28+0.725A-0.4362B+0.8438C-0.635AB-0.18AC-0.9775BC-3.33A^2-1.68B^2-2.61C^2$ 。模型的方差分析结果见表3。

P 值是用来校检每个因素系数显著性的指标值,也是反映各变量之间相互作用的值,如果 $P<0.05$,表明该因素对应项显著, $P<0.01$,表明该因素对应项极显著。由表3可知,当 $F=53.67$ 时, P 远小于 0.000 1,表明该模型是极显著的,可以准确反映艾蒿色素提取率与提取温度、液料比、提取时间之间的关系,可以用来预测及提取艾蒿色素。由表3可见,除 AC 项($P>0.05$)外,其他项(A、B、C、AB、BC、A²、B²、C²)为显著或极显著。由此可知,各因素对色素提取率影响程度依次为:提取时间>提取温度>液料比。失拟项的 $P=0.2523>0.05$,失拟项不显著,说明该模型与试验拟合较好。

选取提取温度 61 °C、液料比 24 : 1、提取时间 74 min,进行 6 次平行试验,见表5,经过试验测得艾蒿色素平均提取率为 19.21%,与最优工艺预测值 19.45%基本吻合,说明该模型具有一定的实际操作价值。

3 艾蒿色素在扎染丝织品的应用

3.1 对丝织品进行扎染

扎染通常使用揉撮、折叠、翻卷、挤揪等方法,使纺织品具有一定的特色形状。丝织品质地轻薄,在高温、强酸、强碱及较大外力下极易损伤,所以在扎染时应多采用捆扎的方式。将丝织品展平,均匀得当地从一个角抓成一团,并用绳子力度适中地进行缠绕捆扎。

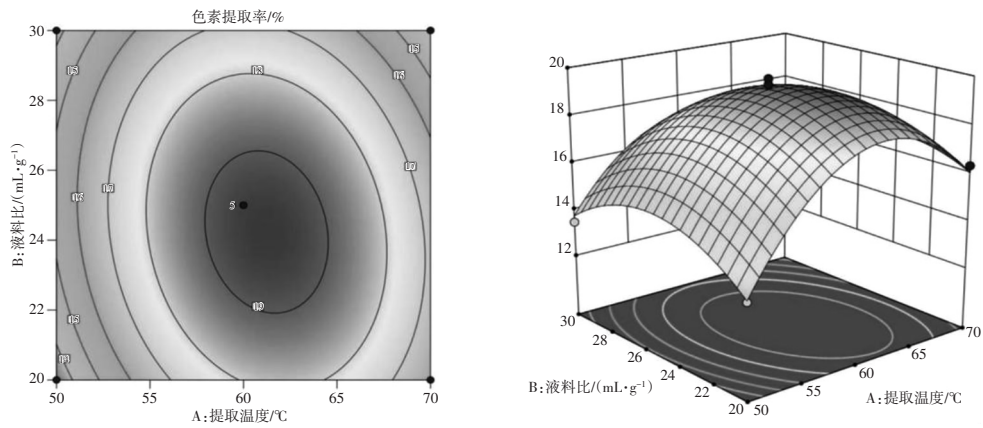


图4 提取温度与液料比交互的等高线及响应面图

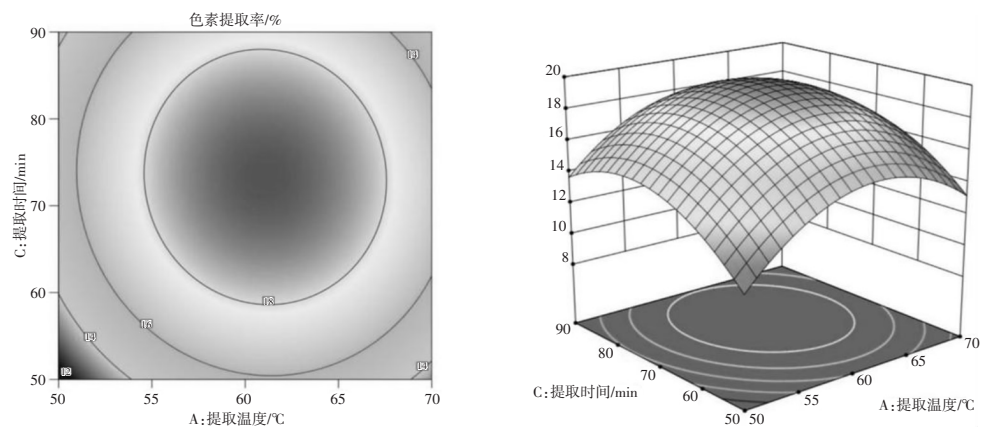


图5 提取温度与提取时间交互的等高线及响应面图

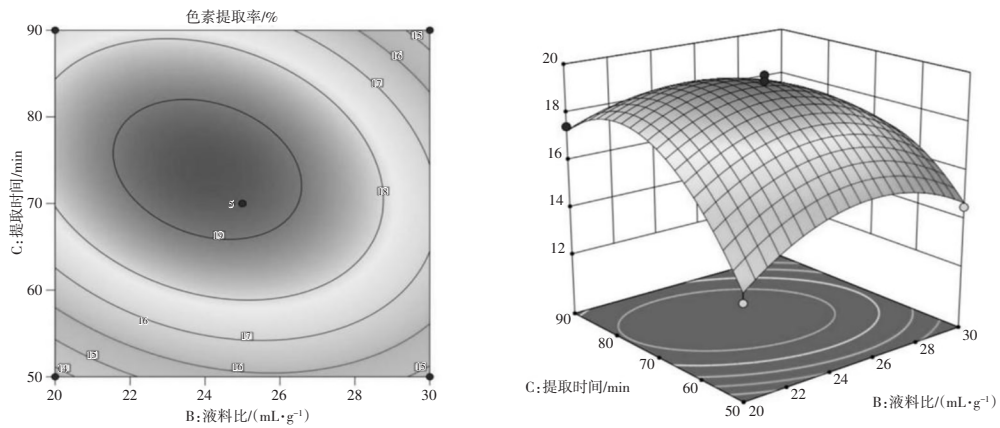


图6 提取时间与液料比交互的等高线及响应面图

表4 响应面优化最佳工艺

Name	Goal	Lower Limit	Upper Limit	Lower Weight	Upper Weight	Importance
A-提取温度	Is in range	50	100	1	1	3
B-液料比	Is in range	10	30	1	1	3
C-提取时间	Is in range	50	100	1	1	3
色素提取率	maximize	0	80	1	1	3
Solutions						
Number	提取温度/℃	液料比/(mL·g ⁻¹)	提取时间/min	色素提取率/%		
1	61.23	23.95 : 1	73.75	19.45		

表5 最佳工艺优化及验证数据表

项目	提取温度 /℃	液料比 /(mL·g ⁻¹)	提取时间 /min	色素提取率 /%
优化工艺条件	61.23	23.95:1	73.75	19.45
校正工艺条件	61	24:1	74	19.32
验证1组	61	24:1	74	19.38
验证2组	61	24:1	74	18.78
验证3组	61	24:1	74	19.23
验证4组	61	24:1	74	19.12
验证5组	61	24:1	74	18.99
验证6组	61	24:1	74	19.76

3.2 恒温浸染固色

先将扎好的丝织品在60℃温水中浸泡10 min,进行预处理。浸染固色工艺曲线如图7所示。在40℃时投入丝织物和天然艾蒿染料,升温至70℃左右上染60 min后加入固色媒染剂明矾,固染10 min后,再水洗、皂洗、自然晾干,如图7所示。

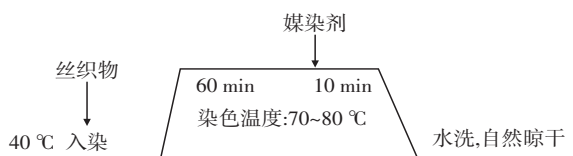


图7 恒温浸染固色工艺曲线

经过明矾媒染固色后的扎染丝织品牢度较好,能基本满足服用要求。天然艾蒿染料为食用色素,扎染后丝巾产品的褪色对人体健康无害,有一定的芳香味,且具有防止蚊虫叮咬、抑菌抗肿瘤、抗氧化、免疫调节等功能性作用^[8-9]。通过扎染技法的拓展,使得丝织品具有特殊艺术风格,为后期天然染料的应用提供了研究思路。

4 结论

(1)在单因素试验基础上,通过 Design-Expert 12 进行试验设计,选取天然艾蒿色素提取的显著变量提取温度、液料比、提取时间进行三因素三水平响应面试验,利用 RSM 试验分析确定提取时间对天然艾蒿色素

提取影响最大,液料比由于溶剂的饱和作用,影响最小。但是通过各因素的交互作用,液料比与提取时间的作用最显著。

(2)通过响应曲面法优化得到天然艾蒿色素的提取工艺为:提取时间 61 min,提取温度 74℃,液料比 24:1。此条件下天然艾蒿色素提取率为 19.32%。

(3)天然艾蒿染料是一种染色性能较好的天然植物性染料,需要较高的温度和较长的时间进行浸提。经过最优工艺条件提取的天然艾蒿色素浸提液没有沉淀物,浓度较高,并且有淡淡的植物清香。通过天然艾蒿染料对丝织品的扎染应用研究,将扎染产品的艺术性与天然艾蒿的功能性相结合,是一种非常有发展前景的产品。

参考文献:

- [1] 谭燕玲,贾丽霞.天然染料的现状及发展趋势[J].纺织导报,2007(6):102-105.
- [2] 王嘉伟.天然染料对聚酯纤维染色性能的研究[D].苏州:苏州大学,2009.
- [3] 刘慧,张春岭,陈大磊,等.响应面法优化超声波提取山楂皮渣三萜酸工艺[J].保鲜与加工,2017,17(1):53-59.
- [4] 黄运红,高兴强,李良华,等.微波法提取脐橙皮黄酮工艺研究[J].安徽农业科学,2010,38(4):2047-2049.
- [5] 任洪利.艾蒿天然色素的提取及染色性能的研究[D].天津:天津工业大学,2016.
- [6] 王婷婷,杨雯雯,李岩,等.响应面法优化艾蒿黄酮的微波提取工艺的研究[J].食品研究与开发,2014,35(19):31-35.
- [7] 钟曼丽.植物色素的提取及染发性能[D].广州:华南理工大学,2017.
- [8] 肖培,韩倩迪,赵鑫,等.艾草色素的提取及对真丝织物染色的研究[J].中原工学院学报,2020,31(2):14-17.
- [9] 钟肖飞,张华.艾蒿挥发油对蚊虫防治作用的研究进展[J].中国实验方剂学杂志,2020,25(8):214-223.

Application and Research of Natural Artemisia Argyi Extraction by Response Surface Method

ZHANG Wentai, LI Guofeng, ZHOU Jichen

(Aksu Vocational and Technical College, Aksu 843000, China)

Abstract: With extraction time, liquid material ratio and extraction temperature as the influencing factors, the extraction process of natural mugwort pigment was optimized by response surface method. The optimal extraction process of natural mugwort pigment was extraction time of 61 min, extraction temperature of 74℃, and liquid material ratio of 24:1. The tie-dye application of silk fabrics were studied by using the good dyeing properties of natural mugwort pigment.

Key words: natural dye; artemisia argyi; response surface; process optimization