

茶叶的超声波提取工艺研究 及其在真丝染色中的应用

梁娟^{1,2,3}, 赵坤伟^{1,2,3}, 吴晋川^{2,3}, 韩丽娟^{2,3}, 葛俊伟⁴

(1.四川省纺织科技情报中心站, 四川 成都 610072;

2.四川省纺织科学研究院, 四川 成都 610072;

3.高技术有机纤维四川省重点实验室, 四川 成都 610072;

4.成都纺织高等专科学校, 四川 成都 611731)

摘要:探讨了超声波提取茶叶色素的工艺,通过与沸水提取工艺比较,研究了超声波提取功率、超声处理时间对提取效果的影响,确定了最佳超声波提取工艺为超声波功率 960 W,超声处理时间 10 min。并将提取的茶叶色素用于阳离子改性真丝染色,固色处理后真丝织物的摩擦牢度和耐皂洗牢度均有所提高。

关键词:茶叶;超声波;提取工艺;真丝;染色

中图分类号: TS190.2

文献标识码: A

文章编号: 1673-0356(2016)11-0001-04

中国是茶的故乡,我国茶资源丰富。茶色素是从茶叶中提取得到的一种天然色素,主要成分为茶黄素类、茶红素类和茶绿素类。茶色素含有大量的活性酚羟基等化学活性成分,具有较强的清除自由基和抗氧化作用,防癌抗癌、防紫外线照射、抗动脉粥样硬化、抗龋护齿等多种药理功能。红茶在加工过程中发生了以茶多酚酶促氧化为中心的化学反应,产生了茶黄素、茶红素等新成分。茶红色素是一种水溶性色素,其色素主体成分是多酚类物质氧化聚合物茶红素与茶黄素,稳定性较好;茶黄色素主要是黄烷醇类及其氧化产物、黄酮类等,在 pH 值为 3~6 时茶黄色素性能基本稳定,适宜于偏酸及中性环境中使用^[1-3]。

在超声波传播时,弹性介质中的粒子产生摆动并沿传播方向传递能量,从而产生机械效应、热效应和声空化。与传统提取工艺相比,超声波提取具有时间短、提取率高等优点^[4-6]。采用超声波提取红茶中的天然色素,通过单因素法研究了超声波提取功率、超声处理时间对红茶色素提取效果的影响,并与传统的茶色素提取方法进行比较,探究超声波对茶色素的促提作用,并将红茶提取物用于真丝绸染色。

1 试验部分

1.1 材料和仪器

材料:真丝电力纺坯布,红茶(粉碎机粉碎成粉末,

市售)。

仪器:SP-756P 紫外可见分光光度计(上海光谱仪器有限公司),HS-12(250CC)常温试样机(F&P 鹤山精湛染整设备厂有限公司),超声波处理器 FS-1200N(上海生析超声波仪器有限公司),pH 计, Y571L 染色摩擦牢度仪,恒温水浴锅,电子天平,染色烧杯,温度计,移液管,滤布,粉碎机等。

试剂:冰乙酸(分析纯),阳离子化剂 STC-6(四川益欣科技有限责任公司),TX-10(市售),Na₂CO₃(分析纯),无醛固色剂 WQG-2(四川益欣科技有限责任公司),标准皂片(纺织品试验专用)。

1.2 试验方法

1.2.1 水沸煮萃取法

取红茶粉末 3 g, HAC 调 pH 值 3~4,浴比 1:40,沸煮 30 min,冷却后滤布过滤,滤液为染色原液,留以待用。

1.2.2 超声波提取法

采用探头式超声波发生器,设定超声间隙时间为 5 s,改变超声波功率和处理时间,取红茶粉末 3 g, HAC 调 pH 值为 3~4,浴比 1:40,经超声波提取后过滤,滤液为染色原液,留以待用。

1.2.3 阳离子化改性处理工艺

选用阳离子化剂 STC-6,其处理工艺为:

STC-6(100%)	2 g/L
Na ₂ CO ₃ (100%)	1.5 g/L
TX-10	0.5 g/L
浴比	1:50

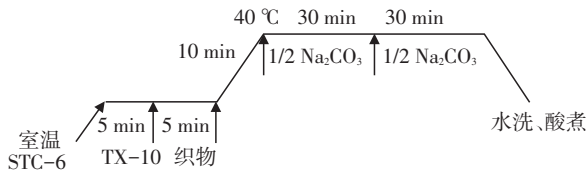
收稿日期:2016-09-28;修回日期:2016-10-15

基金项目:成都市科技惠民技术研发项目(2015-HM01-00271-SF)

作者简介:梁娟(1983-),女,工程师,主要从事绿色环保纺织印染助剂开发研究,E-mail:178966348@qq.com。

温度 40~60 ℃
时间 60 min

改性工艺曲线:



酸煮:1% HAC 调 pH 值 4,95 ℃ 处理 5 min。

1.2.4 常规染色

3 g 真丝电力纺布,浴比 1:30, HAC 调 pH 值 4, 温度 95~100 ℃,染色 60 min,升温速率为 2 ℃/min。

1.2.5 阳离子改性后染色

3 g 真丝电力纺布,浴比为 1:30, HAC 调 pH 值 4,40 ℃ 入染,缓慢升温至 80 ℃ 左右,染色 60 min,升温速率为 2 ℃/min,染色后水洗即可。

1.2.6 固色处理

固色工艺采用浸渍工艺处理,其处理工艺为:无醛固色剂 2%~4% (对真丝重),处理温度 40~60 ℃,处理时间 40~60 min,处理后脱水(或挤干水分),晾干即可。

1.3 测试方法

1.3.1 最大吸收波长

红茶提取染色原液吸取 2 ml 至 100 ml 容量瓶中定容后在紫外可见光分光光度计上进行光谱扫描测试,确定其最大吸收波长,并测试出最大吸收峰下的吸光度。

1.3.2 上染百分率

上染率是评价染色效果的重要标准之一,依据朗伯-比尔定律(Beer-Lambert's Law)测定染液染色前后吸光度值 A_0 和 A_i ,则

$$\text{上染百分率} = \left(1 - \frac{A_i}{A_0}\right) \times 100\%$$

式中, A_i 为染色残液在最大吸收波长处的吸光度, A_0 为染色原液的吸光度。

1.3.3 固色率

$$\text{固色率} = \text{上染百分率} - A_i/A_0 \times 100\%$$

式中, A_i 为残液的吸光度, A_0 为染色原液的吸光度。

1.3.4 染色牢度

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》标准测定。

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》标准测定。

2 结果与讨论

2.1 提取液最大吸收波长

按照 1.2.1 中的水沸煮提取法提取红茶中的茶色素,通过紫外可见光分光光度计光谱扫描,按照 1.3.1 确定提取液的最大吸收波长为 294 nm,并测得其在最大吸收峰下的吸光度值为 0.843 8,光谱曲线如图 1 所示:

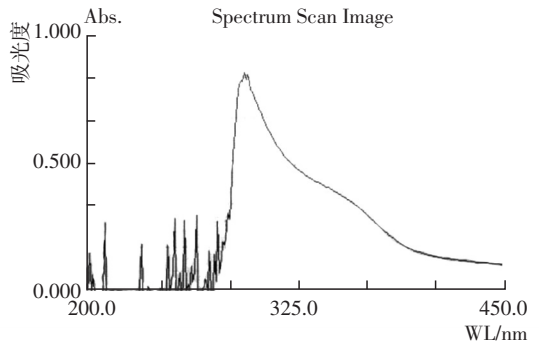


图 1 红茶水沸煮提取液吸收光谱曲线

2.2 超声波功率对提取效果的影响

设定超声工作时间为 10 s,间隔时间 5 s,超声处理 10 min,调节仪器的超声功率为 360、600、840、900、960、1 020、1 080、1 140、1 200 W,按照 1.2.2 提取工艺提取,1.3.1 测试最大吸收波长和最大吸收峰下的吸光度,结果如表 1 和图 2 所示。

表 1 超声波功率对提取液最大吸收波长的影响

功率/W	最大吸收波长/nm	吸光度
0(沸水提取)	294	0.843 8
360	292	0.661 5
600	292	0.713 6
840	294	0.826 4
900	294	0.872 8
960	294	0.973 8
1 020	295	0.965 5
1 080	293	0.967 3
1 140	294	0.984 7
1 200	295	0.970 1

由表 1 和图 2 可知,和沸水提取液的最大吸收波长比,不同功率的超声波处理后最大吸收波长几乎没有变化,说明超声波对色素结构影响不大,但吸光度变化较大,说明超声波法提取茶叶色素有促提作用。超声波提取的主要作用原理是超声波的空化效应及机械振动效应。液体内部分布着一些真空或者存在少许气体的小泡,当大量的一定频率超声波作用于液体时,液

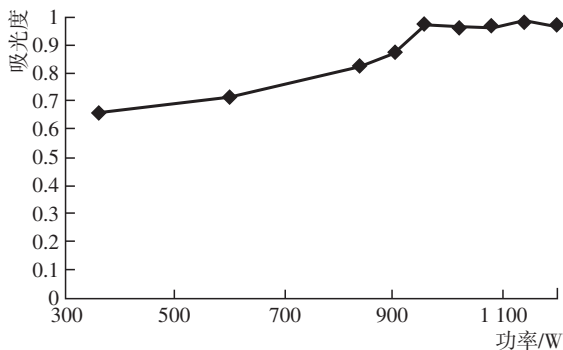


图2 超声波功率对提取效果的影响

体内部适宜尺寸的小泡便可发生共振运动。在声波的平衡点附近小泡迅速膨胀,在波峰位置附近又迅速为绝热所压缩,直至其湮灭。在小泡从胀大到湮灭的过程中,生成大量高温、高压冲击波,它们能使溶于液体中的物料破碎,即直接破坏了植物的细胞壁,故能起到使植物有效成分的释放、扩散及溶解过程加速推进之效果。

由图2可看出,当超声波功率达到960 W后提取液的吸光度增加趋势趋于平缓,由此选定最优的超声波功率为960 W。

2.3 超声处理时间对提取效果的影响

设定超声工作时间为10 s,间隔时间5 s,超声波功率960 W,超声处理时间为5、10、20、30 min,按照1.2.2提取工艺提取,测试最大吸收波长和最大吸收峰下的吸光度(超声处理30 min后的吸光度在294 nm处测试,而不是在最大吸收波长251~255 nm处测试),结果如图3所示。

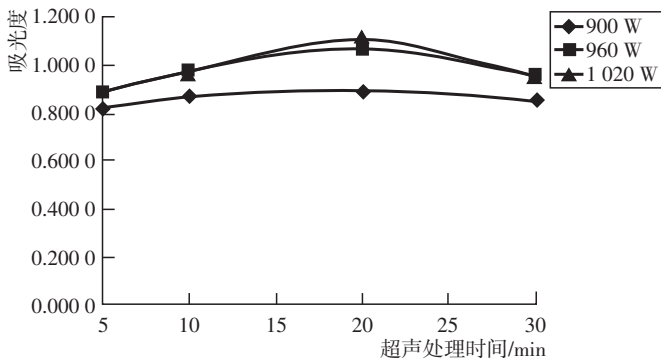


图3 超声处理时间对提取效果的影响

由图3可知,红茶色素提取量随着超声处理时间的延长而增大,但20 min后提取量随时间而降低。随着萃取时间的延长,烧杯温度上升较高,但吸光度增加不是很明显,提取液显得比较浑浊,最大吸收波长位移较大(位移至251~255 nm处)从而在294 nm处的吸

收峰变得不太明显,说明提取液的杂质变多,对色素纯度造成了一定的影响。综合考虑,超声处理时间选择10 min较宜。

2.4 空化效应在红茶色素提取中的作用

为了研究空化作用是否对红茶色素的提取有促进作用,选择常规的水沸煮提取法、加热法和超声波提取法3种对比试验,结果如图4所示。表2所示为提取液温度随超声处理时间的延长发生的变化(超声波功率设为960 W)。

表2 超声处理时间与提取液温度变化

超声波处理时间/min	温度/℃
0	21
3	45
5	60
10	86

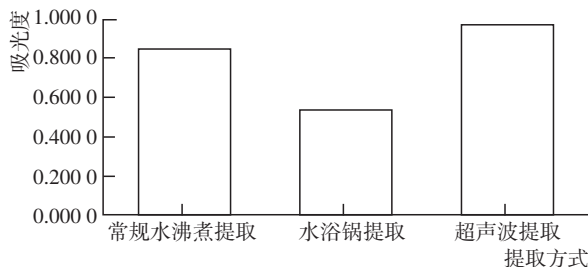


图4 不同提取方式下的红茶色素吸光度值

水浴锅提取为模拟表2中超声波处理时的升温情况,及在水浴锅中处理10 min后的提取液的吸光度值。由图4可看出,温度对提取有一定的影响,在相同的温度情况下,超声波的空化作用对红茶色素的提取有较大的促进作用,提取率增加,提取时间减少。超声波在液体介质中传播产生特殊的“空化效应”使色素被“轰击”逸出,更加有利于色素提取。

2.5 超声波提取红茶色素的染色性能

按照1.2.4,1.2.5,1.2.6的染色工艺和固色工艺进行试验,STC-6用于真丝阳离子化后再进行染色,并用WQG-2固色剂进行固色处理,结果如表3和表4所示。

表3 阳离子化改性后染色及常规染色的上染率和固色率

	上染率/%		固色率/%	
	常规染色	阳离子化改性后染色	常规染色	阳离子化改性后染色
红茶色素提取液	60	83	64	85

由表3和表4可以看出,经STC-6阳离子化改性真丝后再进行染色,织物的上染率和固色率均有所提高,且织物的摩擦色牢度和耐皂洗色牢度均有明显提

高。

表4 固色剂 WQG-2 对染色织物色牢度的影响

	常规染色织物	阳离子改性染色织物
耐皂洗沾色/级	4—5	4—5
耐皂洗变色/级	3—4	4
干摩擦牢度/级	4—5	4
湿摩擦牢度/级	4	4

3 结论

(1)超声波处理能够有效地提取红茶色素,与传统水煮沸提取工艺相比,具有时间短、提取率高等优点。超声波提取红茶色素的优化工艺为:pH值3~4,浴比1:40,超声波功率960 W,超声处理时间10 min。

(2)经超声波提取的红茶色素用于阳离子改性的真丝织物染色,并经固色剂 WQG-2 固色处理后,织物的上染率,固色率,摩擦色牢度和耐皂洗色牢度均有明

显提高。

参考文献:

- [1] 杨耀松,施兆鹏,彭继光. 茶黄色素的吸收光谱及稳定性研究[J]. 茶叶通讯,1999,(1),27—29.
- [2] 孙向阳.天然植物染料的提取研究[D].长春:长春工业大学,2012.
- [3] 孙向阳.超声波法提取五倍子天然染料的工艺研究[J]. 山东纺织科技,2011,(2):47—50.
- [4] 方浩雁,张忠信,马廷方,等. 姜黄色素超声波提取及其在染色真丝中的应用[J]. 丝绸,2010,(1):9—11.
- [5] 李国政. 超声对红花色素的提取及其在蚕丝染色中的应用研究[D]. 西安:陕西师范大学,2009.
- [6] 蒲宗耀,黄玉华,王君平,等.蜀锦传统工艺染色技术与创新[J].纺织科技进展,2007,(增刊):31—35.

Study of the Ultrasonic Extraction Process of Black Tea and its Application in Silk Dyeing

LIANG Juan^{1,2,3}, ZHAO Kun-wei^{1,2,3}, WU Jin-chuan^{2,3}, HAN Li-juan^{2,3}, GE Jun-wei⁴

(1.Sichuan Textile Information Center, Chengdu 610072, China;

2.Sichuan Institute of Textile Science, Chengdu 610072, China;

3.High-tech Organic Fibers Key Laboratory of Sichuan Province, Chengdu 610072, China;

4.Chengdu Textile College, Chengdu 611731,China)

Abstract: The ultrasonic extraction process of black tea was studied. Compared with common extraction process, the influences of ultrasonic power and ultrasonic time on the extraction effects were discussed. The optimal extraction process was ultrasonic power of 960 W and ultrasonic time of 10 min. The extraction solution was used in silk dyeing which modified by cationic agent STC-6, and the fabric was dye-fixing treated with WQG-2. The color fastness of the treated fabric was improved.

Key words: tea; ultrasonic; extraction process; silk; dyeing

高荧光强度和光稳定性荧光染料研究取得进展

中科院大连化物所生物技术部徐兆超研究员带领团队,利用氮丙啶作为荧光团电子供体,有效抑制淬灭荧光和易使染料光漂白的分子内电荷转移态(TICT)的形成,获得了高荧光强度和光稳定性的系列新型荧光染料。相关成果发表在J. Am. Chem. Soc.上。

荧光染料广泛应用于生物分子标记,通过所见即所得(seeing is believing)的方式跟踪生物分子,研究功能生物分子的位置和作用。荧光染料的光强度和光稳定性是影响成像质量的首要因素,特别是以超高分辨率为技术支撑的单分子荧光成像的快速发展,对荧光染

料的光强度和光稳定性提出了更高的要求。然而,现有的大多数荧光染料缺乏足够的光强度,少数高荧光强度的染料在光稳定性方面的不足限制了对细胞的长时间观察。理论研究证实,光照扭转分子内电荷转移(TICT)是荧光染料非辐射跃迁的主要方式。针对此问题,该研究团队通过实验与理论计算相结合的方式,将荧光染料中常用的电子供体二烷基胺变换为三元环的氮丙啶,由于氮丙啶巨大的环张力和空间位阻,有效的阻止了染料受光照激发后 TICT 态的形成,从而极大地提高了荧光强度和光稳定性。