

# 紫草天然染料提取工艺优化

张曼宁,柳疆梅,刘慧敏,薛宁宁,单国华\*

(新疆大学 纺织与服装学院,新疆 乌鲁木齐 830046)

**摘要:**通过单因素试验和正交试验对紫草天然染料的无水乙醇提取工艺进行了研究。单因素分析结果为浴比 1:20,提取温度 60℃,提取时间 2 h;正交优化工艺为浴比 1:10,提取温度 60℃,提取时间 90 min。同时研究了 pH 值和存放时间对所提取紫草天然染料的影响,结果表明,紫草天然染料对酸碱比较敏感;染液贮存 48 h 后,紫草染料性质基本保持不变。

**关键词:**紫草;天然染料提取;单因素;正交优化

**中图分类号:**TS193.2

**文献标识码:**B

**文章编号:**1673-0356(2017)05-0019-04

随着人们生活水平的提高,合成染料的安全问题受到人们的普遍关注,天然染料的开发和应用成为研究热点<sup>[1]</sup>。与合成染料相比,天然染料具有可生物降解性,生态相容性好,无毒或低毒,能赋予织物自然、和谐的颜色。值得注意的是,一些天然染料除具有色素功能外,还具有一些特殊的功能,比如抗氧化、抗菌、抗紫外线等,这些特性为纺织品的生态整理提供了可能<sup>[2-7]</sup>。因此,开发天然染料对保障人类身心健康,满足环保需求具有十分重要的意义。

紫草天然染料是从紫草的根中提取的酒红色色素,主要结构为 1,4-萘醌,属于萘醌系天然染料,对其研究主要集中在抗炎、抗癌、抗免疫低下、降血糖和保肝护肝等方面<sup>[8-10]</sup>。研究表明,紫草天然染料还有一定的抗菌、抗紫外功能,这为其在纺织品中的应用提供了很好的思路<sup>[11-12]</sup>。本文主要研究紫草天然染料的提取工艺,为其在纺织品染色及功能整理中的应用提供参考。

## 1 试验部分

### 1.1 材料和仪器

**材料** 新疆紫草(购于新疆乌鲁木齐百草堂大药房),无水乙醇(分析纯,天津欧博凯化工有限公司)。

**仪器** DF-101S 集热式磁力搅拌器(金坛市金城硕华仪器厂),CP153 型电子天平(奥豪斯仪器(上海)有限公司),Y(B)802N 型烘箱(温州大荣纺织仪器有限公司),UV759S 型紫外-可见分光光度计(上海精

科),SHZ-III 型循环水真空泵(上海亚荣生化仪器厂),RE-52A 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂)。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 提取剂的选择

量取 5% NaOH 溶液、甲醇、50% 乙醇、95% 乙醇、无水乙醇、正丁醇、正己烷、环己烷、二氯甲烷、三氯甲烷、四氯化碳、苯、丙酮、吡啶、N,N-二甲基甲酰胺、乙酸乙酯、乙醚、石油醚、1,4-二氧六环各 10 ml,分别加入 0.2 g 紫草(使用前将紫草粉碎,过 120 目筛),常温浸提 24 h,观察浸提现象。

#### 1.2.2 最大吸收波长的确定

称取 1 g 紫草,利用无水乙醇 40℃ 回流提取 2 h,在 400~800 nm 范围内测定其吸收光谱,确定其最大吸收波长。

#### 1.2.3 紫草天然染料的提取

称取 1 g 紫草,用无水乙醇按浴比 1:10~1:40,在 30~70℃ 回流提取 1~8 h,提取液静置至室温,过滤,用无水乙醇冲洗 2 次,得到减压浓缩滤液,定容到 100 ml 棕色瓶中,冰箱中保鲜贮存,待测。

#### 1.2.4 吸光度的测定

吸取 2 ml 紫草天然染料提取液,稀释至适当倍数,用无水乙醇作为参比液,在 525 nm 测定其吸光度,重复 3 次,求平均值。

#### 1.2.5 提取液稳定性的影响

##### (1) 测试 pH 对提取液稳定性影响

吸取提取液 2 ml,在 pH 值 4-10(乙酸或碳酸氢钠调节)条件下,观察提取液颜色变化。

##### (2) 测试存储时间对提取液稳定性影响

将上述提取液放置 48 h,不同时间间隔下取出,在 525 nm 测定提取液的吸光度。

收稿日期:2017-03-02;修回日期:2017-03-13

基金项目:新疆大学大学生创新训练计划项目(201610755078)

作者简介:张曼宁(1996-),女,在读本科生,主要从事染整技术研究。

\*通信作者:单国华(1980-),男,讲师,硕士,主要从事纺织化学与染整研究,E-mail:sg\_h\_116@126.com。

## 2 结果与讨论

### 2.1 提取剂的选择

紫草中含有萘醌色素,这种物质难溶于水,易溶于乙醇、石油醚、氯仿、乙酸乙酯等有机溶剂。表1为紫草天然染料在不同溶剂中的溶解性能。可以看出,紫草在甲醇、95%乙醇、无水乙醇、正丁醇、二氯甲烷、苯、丙酮、1,4-二氧六环和乙酸乙酯中的颜色最深,但由于甲醇、正丁醇、二氯甲烷、苯和丙酮有一定的毒性,同时考虑到无水乙醇可以回收使用,选用无水乙醇作为紫草天然染料的提取溶剂。

表1 紫草天然染料在不同溶剂中的溶解性能

| 溶剂         | 现象                    |
|------------|-----------------------|
| 5%NaOH     | 黑褐(悬浮)                |
| 甲醇         | 紫红 <sup>++</sup>      |
| 50%乙醇      | 紫红                    |
| 95%乙醇      | 紫红 <sup>++</sup>      |
| 无水乙醇       | 紫红 <sup>++</sup>      |
| 正丁醇        | 紫红 <sup>++</sup>      |
| 环己烷        | 亮红 <sup>+</sup>       |
| 二氯甲烷       | 紫红 <sup>++</sup>      |
| 三氯甲烷       | 紫红 <sup>++</sup> (悬浊) |
| 四氯化碳       | 紫红 <sup>++</sup> (悬浊) |
| 苯          | 紫红 <sup>++</sup>      |
| 丙酮         | 紫红 <sup>++</sup>      |
| 吡啶         | 暗红 <sup>-</sup>       |
| N,N-二甲基甲酰胺 | 暗红                    |
| 乙酸乙酯       | 紫红 <sup>++</sup>      |
| 乙醚         | 亮红                    |
| 石油醚        | 亮红 <sup>+</sup>       |
| 1,4-二氧六环   | 紫红 <sup>++</sup>      |

### 2.2 最大吸收波长的确定

图1为利用无水乙醇提取的紫草天然染料在400~800 nm的吸收光谱。可以看出,在525 nm左右时吸光度达到最大值,所以525 nm为紫草天然染料的最大吸收波长。

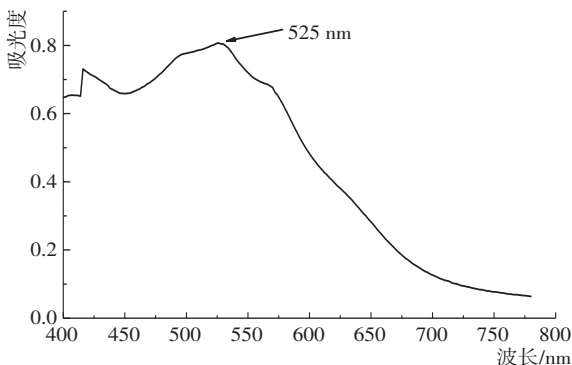


图1 紫草天然染料无水乙醇提取液的吸收光谱

### 2.3 单因素分析

#### 2.3.1 浴比对提取效果的影响

40 °C无水乙醇浸提2 h,考察浴比对提取效果的影响,结果见图2。

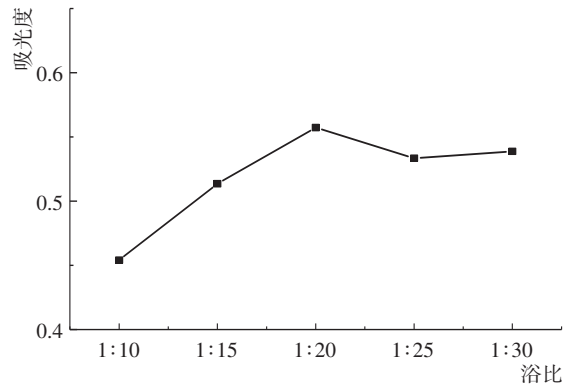


图2 浴比对提取效果的影响

由图2可知,随着浴比的增加,吸光度逐渐增加,在1:20时达到最大值。随着浴比继续增加,吸光度趋于平缓。说明在浴比为1:20时,提取液中色素浓度最大,当浴比超过1:20后,提取液中色素含量基本不变。

#### 2.3.2 温度对提取效果的影响

在浴比1:20条件下,利用无水乙醇浸提2 h,考察温度对提取效果的影响,结果见图3。

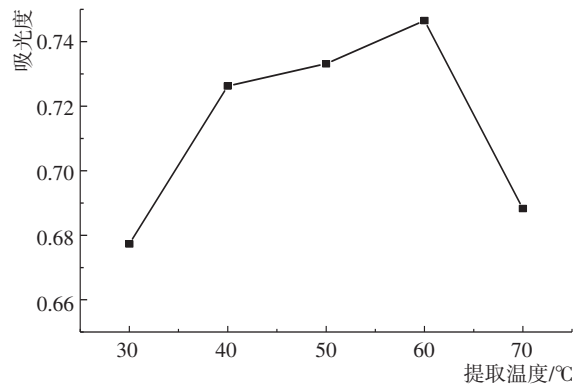


图3 温度对提取效果的影响

由图3可知,吸光度随着提取温度的升高而增加,当提取温度为60 °C时,吸光度达到最大值,随着提取温度的继续升高,吸光度呈现下降趋势,说明在60 °C时提取液中色素浓度最大,当温度大于60 °C后,乙醇挥发,不利于色素的提取。

#### 2.3.3 时间对提取效果的影响

在浴比1:20,温度60 °C条件下,利用无水乙醇浸提,考察时间对提取效果的影响,结果见图4。

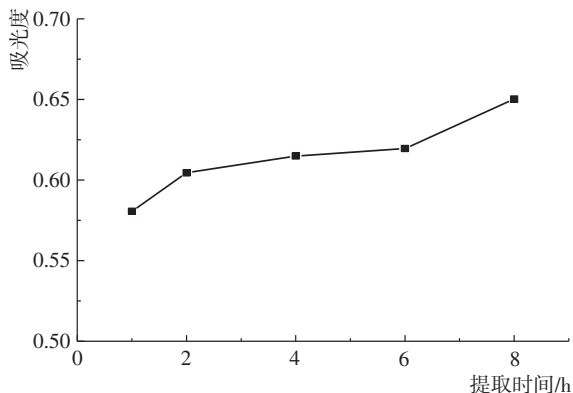


图4 时间对提取效果的影响

由图4可知,随着提取时间的增加,吸光度逐渐增加,在2 h时,已达到较好的提取效果,考虑到经济成本和生产效率,最终选择提取时间为2 h。

综上所述,单因素实验得出最佳提取工艺为浴比1:20,提取温度60℃,提取时间2 h。

## 2.4 正交优化

### 2.4.1 正交试验设计

为了进一步优化紫草天然染料提取工艺,采用正交方法对紫草提取工艺进行分析和讨论。结合单因素分析结果,选用浴比、提取时间和提取温度3个因素,按 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验,表2为因素水平设计表。

表2 因素水平表

| 水平 | 因素      |           |       |
|----|---------|-----------|-------|
|    | 温度(A)/℃ | 时间(B)/min | 浴比(C) |
| 1  | 40      | 60        | 1:10  |
| 2  | 50      | 90        | 1:15  |
| 3  | 60      | 120       | 1:20  |

### 2.4.2 正交试验结果

由表3的极差分析结果可知,影响紫草天然染料提取效果的因素主次顺序为温度(A) > 浴比(B) > 时间(C),结合各因素的K值分析,得到最佳提取工艺条件为 $A_3B_2C_1$ ,即提取温度60℃,浴比1:10,提取时间90 min。

## 3 紫草天然染料稳定性研究

在天然染料的染色应用过程中,pH值对染色效果影响显著,同时,不同存贮时间的染料对染色效果也有影响,所以考查pH值和贮存时间对紫草天然染料的影响是很有必要的。

### 3.1 pH值对紫草天然染料稳定性影响

表4为不同pH值对紫草天然染料稳定性的影响结果。可以看出,随着pH值的增加,紫草提取液由酸性

条件下的酒红色变为碱性条件下的蓝色。这可能是由于紫草天然染料在不同pH条件下,色素结构发生了改变。

表3 正交试验结果表

| 试验号   | 因素结果   |        |        | 吸光度          |
|-------|--------|--------|--------|--------------|
|       | A      | B      | C      |              |
| 1     | 1      | 1      | 1      | 0.6544       |
| 2     | 1      | 2      | 2      | 0.6431       |
| 3     | 1      | 3      | 3      | 0.6404       |
| 4     | 2      | 1      | 2      | 0.6390       |
| 5     | 2      | 2      | 3      | 0.7100       |
| 6     | 2      | 3      | 1      | 0.6909       |
| 7     | 3      | 1      | 3      | 0.7015       |
| 8     | 3      | 2      | 1      | 0.7281       |
| 9     | 3      | 3      | 2      | 0.7471       |
| $K_1$ | 1.9379 | 1.9949 | 2.0734 | $T = 6.1545$ |
| $K_2$ | 2.0399 | 2.0812 | 2.0292 |              |
| $K_3$ | 2.1767 | 2.0784 | 2.0519 |              |
| $k_1$ | 0.6460 | 0.6650 | 0.6911 |              |
| $k_2$ | 0.6800 | 0.6937 | 0.6764 |              |
| $k_3$ | 0.7256 | 0.6928 | 0.6840 |              |
| R     | 0.0796 | 0.0287 | 0.0147 |              |

表4 pH值对紫草天然染料稳定性的影响

| pH值 | 4   | 6   | 8  | 10 |
|-----|-----|-----|----|----|
| 颜色  | 酒红色 | 酒红色 | 蓝紫 | 蓝色 |

### 3.2 贮存时间对紫草天然染料稳定性影响

表5为不同贮存时间对紫草提取液稳定性的影响结果。可以看出,紫草天然染料存放2天以后,最大吸收波长没有发生变化,且吸光度几乎保持不变,说明紫草天然染料可以满足染色的需要。

表5 贮存时间对提取液稳定性的影响

| 贮存时间/h | 最大吸收波长/nm | 吸光度    | 溶液颜色 |
|--------|-----------|--------|------|
| 0      | 525       | 0.8263 | 酒红色  |
| 2      | 525       | 0.8260 | 酒红色  |
| 12     | 525       | 0.8253 | 酒红色  |
| 24     | 525       | 0.8075 | 酒红色  |
| 48     | 525       | 0.8020 | 酒红色  |

## 4 结论

(1)通过单因素分析,得到最佳提取工艺为浴比1:20,提取温度60℃,提取时间2 h。

(2)采用正交优化方法对提取工艺进行了优化,结果表明,温度对提取工艺影响显著,优化提取工艺为浴比1:10,提取温度60℃,提取时间90 min。

(3)紫草天然染料对酸碱条件比较敏感,在实际应用时,宜在酸性条件下染色;存放2天后,紫草天然染料基本没有发生变化,可以满足织物染色的需要。

## 参考文献:

- [1] SHAHID M, SHAHID-UL-ISIAM, MOHAMMAD F. Recent advancements in natural dye applications: a review [J]. *Journal of Cleaner Production*, 2013, 53(1): 310—331.
- [2] REN Y, GONG J, WANG F, *et al.* Effect of dye bath pH on dyeing and functional properties of wool fabric dyed with tea extract [J]. *Dyes and Pigments*, 2016, 134: 334—341.
- [3] PISITSAK P, HUTAKAMOL J, THONGCHAROEN R, *et al.* Improving the dyeability of cotton with tannin-rich natural dye through pretreatment with whey protein isolate [J]. *Industrial Crops and Products*, 2016, 79: 47—56.
- [4] MEHRPARVAR L, SAFAPOUR S, SADEGHI-KIAKHANI M, *et al.* A cleaner and eco-benign process for wool dyeing with madder, root natural dye [J]. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 2016, 13(11): 1—10.
- [5] ALEBEID O K, ZHAO T, SEEDAHMED A I. Dyeing and functional finishing of cotton fabric using henna extract and TiO<sub>2</sub> nano-sol [J]. *Fibers and Polymers*, 2015, 16(6): 303—311.
- [6] 任燕飞, 巩继贤, 张健飞, 等. 茶色素染液 pH 值对羊毛织物染色效果及抗菌性的影响 [J]. *纺织学报*, 2016, (11): 86—91.
- [7] 任燕飞, 巩继贤, 张健飞, 等. 纺织品染色用微生物色素的研究进展 [J]. *纺织学报*, 2017, (1): 163—168.
- [8] HU H, LI Q S, SU M L, *et al.* Acetylshikonin from *Zicao* exerts antifertility effects at high dose in rats by suppressing the secretion of GTH [J]. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 2016, 476(4): 560—565.
- [9] 王欣, 唐志书, 杨楠, 等. 软紫草中抑制 PTP1B 活性成分的研究 [J]. *中国药理学杂志*, 2016, (13): 1120—1123.
- [10] 詹志来, 胡峻, 刘谈, 等. 紫草化学成分与药理活性研究进展 [J]. *中国中药杂志*, 2015, (21): 4127—4135.
- [11] JI S K, YOUNG C S, NO R H, *et al.* Improved cosmetic activity by optimizing the lithospermum erythrorhizon extraction process [J]. *Cytotechnology*, 2015, 67(1): 51—65.
- [12] 李邦玉, 刘臣. 紫草的乙醇提取及其紫外可见光谱研究 [J]. *安徽农业科学*, 2017, (3): 150—153.

## Optimization of Extraction Process of Natural Dye from *Arnebia Euchroma* (Royle) Johnston

ZHANG Man-ning, LIU Jiang-mei, LIU Hui-min, XUE Ning-ning, SHAN Guo-hua\*

(College of Textile and Clothing, Xinjiang University, Urumqi 830046, China)

**Abstract:** The optimization of the extraction process of natural dye from *Arnebia euchroma* (Royle) Johnston by signal factor test and orthogonal test with anhydrous ethanol was studied. The optimal result of signal factor test was as follows: the extraction was carried out in the bath ratio of 1 : 20 at 60 °C for 2 h. The optimal result of the orthogonal test was as follows: the extraction was carried out in the bath ratio of 1 : 10 at 60 °C for 1.5 h. The effect of pH and storing time on the stability of dye were studied. The results showed that the colour of the dye could be significantly affected by acids and bases, and after storage for 48 h, the properties of dye were basically unchanged.

**Key words:** *Arnebia euchroma* (Royle) Johnston; natural dye extraction; single factor; orthogonal optimization

(上接第 18 页)

## Research on Moisture Comfort Property of Fabric Treated by Photochromic Microcapsules Hybrid Sol

FAN Fei

(School of Textiles and Clothing, Wuyi University, Jiangmen 529030, China)

**Abstract:** Silica sol with uniform colloidal particle size was prepared by Stober method. Under the condition of the dosage of both ethyl silicate and ammonia water were 3 ml, the viscosity of the silica sol decreased from 14 mPa · s to 5 mPa · s with the dosage of anhydrous alcohol increased from 20 ml to 40 ml. The Zeta potential of silica sol was decreased from -31.34 mV to -20.69 mV after the modification with 0.08% hydrosilicone oil. And the stability was decreased, but the particle size was increased by only 12.6 nm. The wicking, air permeability and moisture permeability of the modified silicon dioxide photochromic microcapsules hybrid sol coated fabrics were all reduced. Under the condition of same yarn count and thread count, the wet comfort of the pure ramie sample was better than that of the pure cotton sample. The higher yarn count and the smaller thread count, the wet comfort of the sample could be better.

**Key words:** modified silica sol; photochromic microcapsule; coating; wet comfort