

DOI: 10.19333/j.mfkj.2018040340203

# 石榴皮提取液对羊毛纤维的超声波染色

柯贵珍, 周甜, 朱坤迪

(武汉纺织大学 湖北省纺织新材料及其应用重点实验室 湖北 武汉 430200)

**摘要:** 以干燥石榴皮作为原料, 用水煮法提取天然石榴皮色素对羊毛纤维进行常规染色和超声波染色, 研究染液浓度、染色时间、染浴 pH 值、染色温度对石榴皮染色羊毛的染色深度和颜色特征值的影响。实验结果表明: 石榴皮色素适合于羊毛纤维的染色, 超声波对石榴皮色素上染羊毛纤维具有明显的增深作用。随着染液浓度、染色时间和染色温度的增加, 染色羊毛纤维的  $K/S$  值增加; 超声波染色条件下的石榴皮染色羊毛纤维的耐皂洗牢度和摩擦牢度有一定的提高, 均达到 3 级以上。

**关键词:** 天然染料; 石榴皮; 羊毛; 超声波染色

中图分类号: TS 193.5 文献标志码: A

## Ultrasonic dyeing of wool fibers with pomegranate peel extraction

KE Guizhen, ZHOU Tian, ZHU Kundi

(Key Laboratory for New Textile Materials and Applications of Hubei Province,  
Wuhan Textile University, Wuhan, Hubei 430200, China)

**Abstract:** Compared with the traditional dyeing method, ultrasound dyeing can improve the dyeing efficiency, reduce the sewage discharge, dye amount and dyeing auxiliary, and improve dyeing depth and color fastness. In this study, dried pomegranate peel was selected as dye material and was extracted using boiling method. Then wool fiber was dyed with pomegranate extraction. The effects of ultrasonic, pigment concentration, dyeing time, pH value of dyeing bath and dyeing temperature on  $K/S$  value were studied. The results showed that pomegranate pigment had good dyeability to wool fiber and the ultrasonic improved dyeing performance obviously.  $K/S$  value of the dyed wool fiber increased with the increase of dyeing time, concentration and temperature. When it dyed with the ultrasonic, both washing fastness and rubbing fastness were above grade 3.

**Keywords:** natural dye; pomegranate peel; wool fiber; ultrasonic dyeing

石榴皮是石榴的干燥果皮, 为常用中药之一, 其提取物在医疗保健、化妆品和纺织染整领域都有一定的应用<sup>[1-3]</sup>。超声波作为一种高效的物理方法在纺织品湿加工的优势非常明显<sup>[4-5]</sup>。近些年, 超声波在天然植物染料染色中的应用和研究也逐渐增多, 如 KAMEL<sup>[6]</sup>、解新生<sup>[7]</sup>、VANKAR<sup>[8]</sup> 等探讨了超声波染色法在几种天然染料染色中的应用, 研究结果表明超声波在提高染色效率, 降低染料和电解

质的用量方面有明显作用。

本文以石榴皮提取液为染料, 探讨石榴皮提取液在常规染色和超声波辅助染色 2 种条件下对羊毛纤维的上染性能及其染色牢度。

## 1 实验部分

### 1.1 实验材料

羊毛条、晒干的石榴皮、醋酸、NaOH 粉末。

### 1.2 石榴皮色素的提取及染色

取去杂捣碎的干石榴皮 10 g, 加入到装有 100 mL 蒸馏水的烧杯中, 在 80 °C 下水煮 100 min。提取出来的染液过滤后定容到 100 mL 作为母液备用。

收稿日期: 2018-04-27

基金项目: 武汉纺织大学湖北省现代纺织工程技术研究中心创新平台聚焦计划资助(153102)

第一作者简介: 柯贵珍, 副教授, 主要研究方向为纺织新材料及纺织品功能整理, E-mail: guizhen.ke@wtu.edu.cn。

取不同体积的母液稀释到 100 mL 得到不同浓度的染液,按浴比 1:100 在室温入染,在不同染色温度下进行染色,染液 pH 值用醋酸和 NaOH 调节。分别研究母液体积分数(20%~80%)、染色时间(40~120 min)、染色温度(40~100 °C)及染浴 pH 值(3~5)对染色效果的影响,并比较常规条件下和超声波条件下(KM-12C 科盟超声波清洗机)使用相同染色工艺产生的不同效果,从而分析超声波在直接染色法中对石榴皮染羊毛纤维的影响。

### 1.3 颜色特征值测定

采用 D65 光源,在 X-ritecolor17 电脑测色配色仪上测定颜色特征值  $L^*$ 、 $a^*$ 、 $b^*$ 、 $c^*$ 、 $h^\circ$  及染色深度  $K/S$  值,每个试样取 3 次测量的平均值。

### 1.4 色牢度测定

耐洗色牢度按 GB/T 3921.1—1997《纺织品 色牢度试验 耐洗色牢度: 试验 1》测定,耐摩擦色牢度按 GB/T 3920—1997《纺织品 色牢度试验 耐摩擦色牢度》测定。

## 2 结果与讨论

### 2.1 染液浓度对羊毛纤维染色性能的影响

取一定体积分数的石榴皮提取液母液(20%~80%),加蒸馏水稀释得石榴皮提取液染液,浴比 1:100,加入醋酸调节染液 pH 值为 3,分别在常规条件和超声波条件下对羊毛纤维进行染色 60 min,染色温度为 60 °C,染液浓度对染色后羊毛纤维的  $K/S$  值和颜色特征值的影响如表 1 所示。

表 1 染液浓度颜色特征值的影响

染色方式	母液体积分数/%	颜色特征值					$K/S$ 值
		$L^*$	$a^*$	$b^*$	$c^*$	$h^\circ$	
常规染色	20	75.41	0.64	17.33	17.34	87.87	1.515
	40	77.91	1.06	21.22	21.25	87.12	1.695
	60	78.29	1.69	23.89	23.95	85.96	1.838
	80	76.90	2.29	23.90	24.01	84.52	1.857
超声波染色	20	77.56	1.84	22.17	22.24	85.25	1.724
	40	75.88	1.81	24.12	24.18	85.70	2.212
	60	75.53	2.35	25.53	25.64	84.74	2.414
	80	75.09	3.06	27.40	27.57	83.63	2.512

由表 1 可看出,羊毛纤维的  $K/S$  值随着染液浓度的增加而增大,当母液体积用量大于 60% 时,织物的  $K/S$  值的增大趋于平缓。比较常规条件和超声波条件,在同一染液浓度下,超声波条件下的羊毛染色深度都高于常规条件下的染色深度,并且母液体积分数越高,二者的  $K/S$  值差值越大,这说明超声波对石榴皮染羊毛纤维起到了一定的促进作用,

在实际应用中可大大降低石榴皮的用量,节约原料。

随着染液浓度的增加,除明度值  $L^*$  外,2 种染色条件下的颜色特征值的变化规律相同:红绿值  $a^*$ 、黄蓝值  $b^*$  和饱和度值  $c^*$  均随着母液体积分数的增加而增大,且超声波染色条件下所得的值要大,色相角则下降,超声波染色时的色相角明显低于常规染色的色相角。超声波染色条件下的明度值呈下降趋势。颜色特征值的差异进一步说明超声波染色条件下的得色量更高。

### 2.2 染色时间对羊毛纤维染色性能的影响

分别在常规条件和超声波条件下对羊毛纤维进行染色(pH 值 3、母液体积分数 60%、染色温度 60 °C),探讨染色时间对染色后羊毛纤维染色深度和颜色特征值的影响,结果如表 2 所示。

表 2 染色时间对颜色特征值的影响

染色方式	染色时间/min	颜色特征值					$K/S$ 值
		$L^*$	$a^*$	$b^*$	$c^*$	$h^\circ$	
常规染色	40	78.96	0.53	23.62	23.63	88.73	1.820
	60	79.81	0.69	24.48	24.48	88.41	2.215
	80	76.44	1.23	27.68	27.70	87.46	2.445
	100	77.53	1.38	27.35	27.39	87.12	2.491
	120	76.14	1.05	26.36	26.38	87.72	2.504
超声波染色	40	74.33	1.68	23.02	23.08	85.83	2.373
	60	73.88	3.73	26.94	27.2	82.13	2.844
	80	73.55	4.11	27.63	27.94	81.53	2.996
	100	72.56	4.25	27.33	27.66	81.15	3.092
	120	71.82	4.94	28.67	29.09	80.24	3.191

从表 2 可以看出,常规条件下和超声波条件下的  $K/S$  值变化趋势都是逐渐增大,但增加速度逐渐减缓。在染色前 80 min  $K/S$  值上升较快;80 min 以后,  $K/S$  值增加速度显著降低。常规条件下的  $K/S$  值最大只达到 2.5 左右,色素上染量相对较低。而在超声波作用下,色素能较快速地进入羊毛纤维内部,从而明显提高了染色效率和染色深度。

二者颜色特征值的变化趋势同染液浓度的影响,进一步说明了超声波在实现羊毛纤维石榴皮色素低温染色中的可行性。

### 2.3 染液 pH 值对羊毛纤维染色性能的影响

取提取液母液体积分数 60%、染色温度 60 °C、染色时间 80 min 在不同的 pH 值条件下染色,观察 pH 值对石榴皮染色羊毛纤维的染色深度的影响,  $K/S$  值和颜色特征值表 3 所示。

由表 3 可以看出,酸性减弱,对应的染色纤维的  $K/S$  值,红光和黄光都降低了。羊毛纤维等电点在 4.2~4.8 之间,当染浴 pH 值小于等电点时,羊毛纤

维带有正电荷,石榴皮色素的主要成分鞣花酸类物质是一种弱酸,与羊毛纤维之间存在静电引力,相应染色纤维的得色量较大。从整体上看,超声波条件下的  $K/S$  值依然明显大于常规条件下的  $K/S$  值。

表 3 染液 pH 值对颜色特征值的影响

染色方式	染液 pH 值	颜色特征值					$K/S$ 值
		$L^*$	$a^*$	$b^*$	$c^*$	$h^\circ$	
常规染色	3.0	74.33	1.18	29.48	29.51	87.72	3.688
	3.5	74.53	1.99	27.07	27.14	85.80	3.569
	4.0	76.95	1.22	25.85	25.87	87.29	3.352
	4.5	76.93	0.34	24.32	24.32	89.20	3.570
	5.0	79.15	0.07	23.02	23.02	89.82	2.898
超声波染色	3.0	66.63	6.08	31.76	32.33	79.17	6.625
	3.5	68.94	5.02	29.87	30.28	80.46	5.336
	4.0	72.46	2.20	29.54	29.62	85.74	6.118
	4.5	68.66	5.86	32.43	32.98	79.87	6.594
	5.0	70.77	5.27	28.56	29.04	79.54	4.006

## 2.4 染色温度对羊毛纤维染色性能的影响

取提取液母液体积分数 60%、染浴 pH 值为 4.5、染色时间 80 min,比较不同的染色温度下,石榴皮色素对羊毛纤维染色深度和颜色特征值的影响,结果如表 4 所示。

表 4 染色温度对颜色特征值的影响

染色方式	温度/ ℃	颜色特征值					$K/S$ 值
		$L^*$	$a^*$	$b^*$	$c^*$	$h^\circ$	
常规染色	40	80.72	0.12	15.87	15.87	89.56	1.072
	50	80.23	-0.23	19.54	19.55	90.68	1.684
	60	76.90	1.88	21.62	21.70	85.05	1.786
	70	73.73	1.59	24.93	24.98	86.34	2.850
	80	71.97	2.45	28.11	28.21	85.03	4.049
超声波染色	40	76.11	1.00	22.72	22.74	87.47	2.204
	50	76.44	2.20	27.54	27.63	84.95	2.751
	60	71.66	2.58	27.16	27.29	84.64	3.406
	70	71.22	1.72	27.39	27.45	86.41	3.893
	80	62.41	3.57	29.26	29.47	83.06	7.218

由表 4 可以看出,随着染色温度的升高, $K/S$  值逐渐增大,且超声波条件下的  $K/S$  值明显高于常规染色条件下的  $K/S$  值。温度低时,羊毛纤维表面鳞片结构比较紧密,色素不易渗透到纤维内部,上染量较低;随着温度升高,羊毛纤维鳞片逐渐张开,染料更易于向纤维内部扩散,上染量增加,相应的  $K/S$  值提高。另外,从图可以看出,染色温度为 80 ℃ 时,超声波条件下的  $K/S$  值明显增大,增幅远高于常规条件下的  $K/S$  值。由此看出,超声波可大大降低染

色时的温度,从而降低能耗。与此对应的是颜色色光和明暗度的变化。

## 2.5 染色牢度

取母液体积分数为 60% 染液 pH 值为 4.5,染色温度为 80 ℃,染色时间为 80 min,按 1:100 的浴比将羊毛纤维在常规和超声条件下染色。将石榴皮提取液染色羊毛纤维进行色牢度测试,结果如表 5 所示。石榴皮提取液对羊毛纤维的干摩擦色牢度尚可,水洗变色和沾色牢度偏低,超声波条件下染色的纤维的水洗变色牢度和湿摩擦变色牢度分别增加了 0.5 级。

表 5 石榴皮提取液染色羊毛纤维的色牢度 级

染色方式	水洗		干摩擦		湿摩擦	
	沾色	变色	沾色	变色	沾色	变色
常规染色	3	2~3	4	4~5	3	3
超声波染色	3	3	4	4~5	3	3~4

## 3 结 论

石榴皮色素对羊毛纤维的上染性能较好。随着染液浓度、染色温度和染色时间的增加,石榴皮染色羊毛纤维的  $K/S$  值和红光值和黄光值相应增加。较适宜的染液 pH 值在 4 左右。超声波有利于提高天然染料对纤维的上染速率,可通过超声波辅助的方法来提高石榴皮色素在羊毛纤维上的得色深度,从而降低染色温度、节约染色时间。

### 参考文献:

- [1] 纪白慧,倪鑫炯,曹玉华. 石榴皮抗氧化活性成分的提取及其组分的研究[J]. 天然产物研究与开发, 2012, 24: 17-22.
- [2] 敖新宇,刘守庆,陈玉惠. 石榴皮中有效成分的提取及增白效果的研究[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(10): 6183-6185.
- [3] ASIM Davulcu, HÜSEYİN Benli, YASIN Şen, et al. Dyeing of cotton with thyme and pomegranate peel[J]. Cellulose, 2014, 21(6): 4671-4680.
- [4] 洪浩月,纪俊玲,王东方. 真丝织物的石榴皮植物染料预媒染色[J]. 印染, 2015(19): 15-20.
- [5] SEVDA ALTAS. Ultrasonic energy in the textile industry[J]. AATCC Review, 2007, 7(6): 29-31.
- [6] KAMEL M M, EI ZAWAHRY M M, AHMED N S E, et al. Ultrasonic dyeing of cationized cotton fabric with natural dye. Part 2: Cationization of cotton using Quat 188[J]. Industrial Crops and Products, 2011, 34(3): 1410-1417.
- [7] 解新生. 超声波技术在植物染料提取和羊毛织物染色中的应用研究[D]. 上海: 东华大学, 2007.
- [8] VANKAR P S, SHANKER R. Ecofriendly ultrasonic natural dyeing of cotton fabric with enzyme pretreatments[J]. Desalination, 2008, 230(1-3): 62-69.