

DOI: 10.19333/j.mfkj.2018010251204

洋葱皮色素对竹浆纤维的染色工艺研究

王雪梅 郭志义

(兰州理工大学 机电工程学院 甘肃 兰州 730050)

摘要: 探讨柠檬酸后媒染条件下,采用二浴二步法,应用洋葱皮色素对竹浆纤维进行直接染色和后媒染固色工艺,以染色 pH 值、染色时间、染色温度、染液质量浓度为主要变化因素,进行正交试验,得到优化的直接染色工艺参数为:染色时间 90 min,染色温度 75 °C,染色 pH 值 5,染液质量浓度 5 g/(200 mL);获得优化的媒染固色工艺参数为:媒染时间 60 min,媒染温度 90 °C,媒染液质量浓度 15 g/L。在直接染色阶段,pH 值影响最显著,其他因素依次为染色时间、染液质量浓度以及染色温度;在后媒染固色阶段,温度对媒染固色效果的影响最显著,其他依次为媒染液质量浓度与媒染时间。

关键词: 洋葱皮色素;竹浆纤维;直接染色工艺;后媒染固色工艺;正交试验;优化工艺参数

中图分类号:TS 193.5 文献标志码:A

Study on the dyeing process of bamboo pulp fibers with onion skin dye

WANG Xuemei, GUO Zhiyi

(School of Mechanical and Electrical Engineering, Lanzhou University of Technology,
Lanzhou, Gansu 730000, China)

Abstract: The dyeing process of bamboo pulp fibers with onion skin dye was studied with citric acid through two-bath two-step post-mordant method, the main factors such as pH value, dyeing time, dyeing temperature and dye solution concentration on dyeing effects were studied through orthogonal experiments. The optimized direct dyeing parameters are: dyeing time 90 min, dyeing temperature 75 °C, pH value 5 and mass concentration of dye 5 g/200 ml. The optimized mordant fixation process parameters are: mordant dyeing time 60 min, mordant dyeing temperature 90 °C and mass concentration of solution 15 g/L. At the stage of direct dyeing, the influence of significance level is pH value > dyeing time > dyeing temperature > mass concentration. Meanwhile, the significance level of post-mordant process parameters is mordant dyeing temperature > mass concentration of mordant solution > mordant dyeing time.

Keywords: onion skin dye; bamboo pulp fibers; direct dyeing process; post-mordant fixation process; orthogonal experiment; optimized process parameters

天然色素用于纺织品染色历史悠久,但是由于其本身固有的局限性和化学染料的出现,它的发展曾一度不被看好,随着人们消费观念的改变,天然色素又开始逐渐受到人们的重视。目前,用天然染料上染的绿色纺织品的发展比较缓慢,主要原因包括

天然植物色素染料的不可控性对工业化大批量生产的阻碍,缺乏完善的、系统科学的生产工艺体系,管理制度不足等^[1]。所以将洋葱表皮色素与可再生、绿色环保的竹浆纤维^[2-3]联系起来,生产绿色健康的天然纺织品,既符合时代潮流,同时也为绿色纺织品的发展做出一些贡献。

收稿日期:2018-01-26

基金项目:甘肃省科技计划资助项目(1606RJZA096)

第一作者简介:王雪梅,副教授,主要从事纺织品印染和后整理技术的教学和研究工作。E-mail: teacherwang0105@163.com。

1 试验部分

1.1 试剂与仪器

材料:橙黄色洋葱皮(当地菜市场收集,颜色越鲜艳越好)、竹浆纤维条(兰州三毛实业股份有限公

司提供) 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$, 分析纯, 含量不少于99.0%)、醋酸(CH_3COOH , 化学纯, 含量为36%~38%)、碳酸氢钠($NaHCO_3$, 分析纯, 含量不少于99%) (泰兴市豪申化工贸易有限公司)。

仪器: HH-S8 数显双列八孔不锈钢水浴锅(北京科伟永兴仪器有限公司)、TP-A200 电子天平(上海诺萱科学仪器有限公司)、CT-6021A 酸度计(深圳市柯迪达电子有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 直接染色工艺

方案设计: 参照文献资料, 结合洋葱皮色素的相关性能以及竹浆纤维的性能特点^[4-5], 选用正交试验法进行试验安排^[6-7]。确定染色浴比为1:50, 以染色时间(A)、染色温度(B)、pH值(C)、染液质量浓度(D)为变化因素, 设计4因素3水平正交试验, 直接染色工艺因素水平见表1。

表1 直接染色工艺因素水平表

水平	时间 A/min	温度 B/°C	pH 值 C	染液质量浓度 D/ ($g \cdot (200 mL)^{-1}$)
1	60	75	5.0	5
2	90	85	5.5	10
3	120	95	6.0	15

染色工艺过程: 将洋葱皮用清水洗净, 晒干后磨成粉末, 并混合均匀, 按表1工艺条件, 称取定量洋葱皮粉末, 加入300 mL 蒸馏水煮60 min, 过滤后定容至200 mL, 调节pH值, 配好9个染浴; 提前称取每份4 g 竹浆纤维试样, 于热水中浸泡1 h后取出, 除去多余水分。染色工艺为: 40 °C 入染, 升温至一定温度、染色一定时间后, 于40 °C 条件下水洗, 浴比为1:50。

1.2.2 媒染固色工艺

方案设计: 对上述直接染色正交试验最优工艺染色得到的竹浆纤维试样, 采用二浴二步法进行媒染固色工艺试验, 仍然固定浴比为1:50, 采用环保无害的柠檬酸为媒染剂, 以媒染时间(A)、媒染温度(B)、媒染剂质量浓度(C)为变化因素, 设计3因素3水平正交试验, 媒染固色工艺因素水平见表2。

表2 媒染固色工艺因素水平表

水平	时间 A/min	温度 B/°C	媒染剂质量浓度 C/($g \cdot L^{-1}$)
1	30	60	5
2	45	75	10
3	60	90	15

媒染固色工艺过程: 称取每份4 g 的竹浆纤维

试样, 热水浸泡预处理后, 采用直接染色工艺试验得到的最优工艺参数进行染色, 接着按照表2所示的工艺条件配置媒染浴, 40 °C 入染, 升温至一定温度染色一定时间, 40 °C 条件下水洗。

1.3 耐洗色牢度测试

耐洗色牢度是指着色试样在规定条件下皂洗后的褪色程度, 它包括原样变色和白布沾色2项评价内容。原样褪色是指着色试样在皂洗前后褪色的情况; 白布沾色是将白布与着色试样以一定方式缝叠在一起, 经皂洗后, 因着色试样褪色而使白布沾色的情况, 褪色或沾色的程度在指定光源下测试, 以标准灰卡评级^[8]。

2 结果与讨论

2.1 直接染色工艺

2.1.1 直接染色工艺测试结果

直接染色工艺正交试验结果见表3, 耐洗色牢度测试与评定结果见表4。

表3 直接染色工艺正交试验结果

试验号	时间 / min	温度 / °C	pH 值	染液质量浓度 / ($g \cdot (200 mL)^{-1}$)	\bar{X}	X^2
1	60	75	5.0	5	6.00	36.00
2	60	85	5.5	10	3.50	12.25
3	60	95	6.0	15	3.42	11.70
4	90	75	5.5	15	5.00	25.00
5	90	85	6.0	5	5.32	28.30
6	90	95	5.0	10	6.04	36.48
7	120	75	6.0	10	4.23	17.89
8	120	85	5.0	15	5.50	30.25
9	120	95	5.5	5	4.54	20.61
K_1	12.92	15.24	17.54	15.86		
K_2	16.36	14.32	13.04	13.78		
K_3	14.28	14.00	12.97	13.92		
R	3.44	1.24	4.57	2.08	$\sum X = 43.55$	
K_1^2	166.93	232.26	307.65	251.54	$\sum X^2 = 218.48$	
K_2^2	267.65	205.06	170.04	189.89	$P = 105.37$	
K_3^2	203.92	196.00	168.22	193.77	$S_{E_2} = 1.30$	
Q	106.42	105.55	107.65	105.87		
S	1.05	0.18	2.28	0.50		

注: \bar{X} 为综合加权评分值, K 值为每一个因素3个相同水平所对应的试验号的色牢度评分值 \bar{X} 的和值, R 为极差, Q 为极方差, S 为离差平方和, P 为计算中间量, S_{E_2} 为局部试验误差。

2.1.2 直接染色工艺分析

将试样变色牢度与沾色牢度视为耐洗色牢度的2个指标, 用综合加权评分法进行综合处理得到综合值, 转化为单指标问题^[9-10], 得出最终的评分结

表4 直接染色耐洗色牢度测试结果 级

试验号	变色		沾色	
	试样1	试样2	试样1	试样2
1	3	3~4	3	3~4
2	1~2	2	1~2	2
3	1~2	1	2~3	2
4	2	3	2	3
5	2	1~2	4	3~4
6	3	3~4	2~3	3
7	2~3	2	2~3	2
8	2~3	3	2~3	3
9	3	2	2	2

果,完成数据预处理,直接染色工艺耐洗色牢度数据综合加权处理结果见表5,直接染色工艺正交试验方差分析见表6。

表5 直接染色工艺耐洗色牢度数据综合加权处理结果

试验号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
分值 X	6.00	3.50	3.42	5.00	5.32	6.04	4.23	5.50	4.54

表6 直接染色工艺正交试验方差分析

方差来源	离差平方和 S	自由度 f	平均离差平方和 MS	F 值	临界值	显著性
时间 A	1.05	2	0.53	3.79		○
温度 B	0.18	2	0.09	0.64	$F_{0.05}(2,9) = 4.26$	
pH 值 C	2.28	2	1.14	8.14	$F_{0.1}(2,9) = 3.01$	*
染液质量浓度 D	0.50	2	0.25	1.79	$F_{0.2}(2,9) = 1.90$	△
试验误差	1.30	9	0.14	3.79		
总和	5.31	17	2.15			

可知,直接染色工艺优水平组合为 $A_2B_1C_1D_1$,即优化的直接染色工艺参数为:染色时间 90 min,染色温度 75 °C,染色 pH 值为 5,染液质量浓度 5 g/(200 mL);各影响因素主次顺序:染色 pH 值 > 染液质量浓度 > 染色温度 > 染色时间;染色 pH 值的显著性最强,染色温度的显著性最弱。

2.2 媒染固色工艺

2.2.1 媒染固色工艺试验测试结果

媒染固色工艺正交试验结果见表7,耐洗色牢度测试与评定结果见表8。

2.2.2 媒染固色工艺分析

数据预处理过程同直接染色工艺,媒染固色工艺耐洗色牢度数据综合加权处理结果见表9,媒染固色工艺正交试验方差分析见表10。

表7 媒染固色工艺正交试验结果

试验号	时间/min	温度/°C	媒染剂质量浓度/(g·L ⁻¹)	X	X^2
1	30	60	5	2.06	4.24
2	30	75	10	1.78	3.17
3	30	90	15	3.44	11.83
4	45	60	10	2.78	7.73
5	45	75	15	2.44	5.95
6	45	90	5	2.00	4.00
7	60	60	15	2.22	4.93
8	60	75	5	2.28	5.20
9	60	90	10	3.50	12.25
K_1	7.28	7.06	6.34		
K_2	7.22	6.50	8.06		
K_3	8.00	8.94	8.10	$\sum X = 22.50$	
R	0.78	2.44	1.76	$\sum X^2 = 59.30$	
K_1^2	53.00	49.84	40.20	$P = 56.25$	
K_2^2	52.13	42.25	64.96	$Q_T = 59.30$	
K_3^2	64.00	79.92	65.61	$S_T = 3.05$	
Q	56.38	57.34	56.92	$S_E = 1.16$	
S	0.13	1.09	0.67		

注: P 与 Q_T 为计算中间量, S_E 为试验误差的离差平方和, S_T 为总离差的平方和。

表8 媒染固色耐洗色牢度测试结果 级

试验号	变色等级	沾色等级
1	1~2	2~3
2	1~2	2
3	4	3
4	2~3	3
5	3	2
6	2	2
7	2~3	2
8	2	2~3
9	3~4	3~4

表9 媒染固色工艺耐洗色牢度数据综合加权处理结果

试验号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
分值 X	2.06	1.78	3.44	2.78	2.44	2.00	2.22	2.28	3.50

表10 媒染固色工艺正交试验方差分析

方差来源	离差平方和 S	自由度 f	平均离差平方和 MS	F 值	临界值	显著性
时间 A	0.13	2	0.065	0.11		
温度 B	1.09	2	0.545	0.94	$F_{0.05}(2,2) = 19$	
媒染剂质量浓度 C	0.67	2	0.335	0.58	$F_{0.1}(2,2) = 9$	
误差 E	1.16	2	0.580		$F_{0.2}(2,2) = 4$	
总和	3.05	8				

可知,媒染固色工艺优水平组合为 $A_3B_3C_3$,即优化的媒染固色工艺参数为:媒染时间 60 min,媒染温度 90 °C,媒染剂质量浓度 15 g/L;各影响因素主次顺序是:媒染温度 > 媒染剂质量浓度 > 媒染时间;媒染温度的显著性最强,媒染时间的显著性最弱。

2.3 最优工艺验证试验

为了验证上述试验和分析得到的最优工艺参数,用正交试验所得直接染色和媒染固色最优工艺参数,二浴二步法,对竹浆纤维进行染色和媒染固色,测试试样耐洗色牢度和纤维的强力性能,以作对比。最优工艺试样媒染前后耐洗色牢度评定结果见表 11,最优工艺试样强力性能测试结果见表 12。

表 11 最优工艺试样媒染前后耐洗色牢度评定结果 级

工艺	变色牢度	沾色牢度
媒染前	3.50	3.25
媒染后	4.06	3.31

表 12 最优工艺试样强力性能测试结果

试样	断裂强力/eN	断裂伸长/mm
原样	8.20	2.97
最优工艺试样	8.46	2.56

从表 11、12 可以看出,与无媒染的最优直接染色工艺试样相比,经最优工艺染色后,再经媒染固色试样的变色牢度和沾色牢度均有不同程度的提高,尤其是变色牢度有明显的改善;与原竹浆纤维试样相比,经最优工艺染色和媒染固色的试样,其断裂强力总体略有上升,而断裂伸长则略有下降,但幅度很小,说明最优染色工艺和媒染固色工艺对竹浆纤维强力性能未造成明显影响。

3 结 论

①直接染色工艺试验结果表明,最优染色工艺参数为:染色时间 90 min,染色温度 75 °C,染液 pH 值 5,染液质量浓度 5 g/(200 mL);pH 值影响最显著,其他影响因素依次为染色时间、染液质量浓度以及染色温度。

②媒染固色工艺试验结果表明,最优媒染工艺参数为:媒染时间 60 min,媒染温度 90 °C,媒染剂质

量浓度 15 g/L;媒染温度对媒染固色效果的影响最显著,其他依次为媒染剂质量浓度与媒染时间。

③最优工艺验证试验表明,经最优工艺染色和媒染固色的试样,其耐洗变色牢度达到了 4 级以上,耐洗沾色牢度也提高到了 3 级以上,获得了良好的耐洗色牢度;经最优工艺染色和媒染固色的试样,其断裂强力总体略有上升,而断裂伸长则略有下降,但幅度很小,说明最优染色工艺和媒染固色工艺对竹浆纤维强力性能未造成明显影响。

④天然洋葱皮色素染色采用柠檬酸为媒染固色剂,既提高了被染物的耐洗色牢度,又避免了常规媒染剂重金属离子对环境的污染,与绿色时尚的竹浆纤维相得益彰,应用前景良好。

参考文献:

- [1] MASOUD B Kasiri, SIYAMAK Safapour. Natural dyes and antimicrobials for green treatment of textiles [J]. *Environmental Chemistry Letters* 2014, 12(1): 1-13.
- [2] 许长海. 竹纤维染色性能与理论研究[D]. 青岛: 青岛大学 2004.
- [3] LOPARMUDRA Nayak, SIBA Prasad Mishra. Prospect of bamboo as a renewable textile fiber, historical overview, labeling, controversies and regulation [J]. *Fashions and Textiles* 2016, 3(1): 1-23.
- [4] LEE Kyoung Ah, KIM Kee-Tae, KIM Hyun Jung, et al. Antioxidant activities of onion (*Allium cepa* L.) peel extracts produced by ethanol, hot water and subcritical water extraction [J]. *Food Science and Biotechnology*, 2014, 23(2): 615-621.
- [5] 蒲含林,周晖,余榕捷,等. 洋葱表皮色素的提取及性质研究[J]. *食品科学* 2002, 23(5): 43-45.
- [6] 孙丽,王秋红,周艺,等. 洋葱皮上染亚麻织物的染色工艺[J]. *上海纺织科技* 2012, 40(6): 32-34.
- [7] 杨建军,崔岩. 天然染料的染色技术与媒染方法[J]. *通化师范学院学报(人文社会科学)* 2014, 35(6): 41-42.
- [8] 蒋耀兴,郭雅琳. *纺织品检验学* [M]. 2版. 北京: 中国纺织出版社 2001: 148-154.
- [9] 陶菊春,吴建民. 综合加权评分法的综合权重确定新[J]. *系统工程理论与实践* 2001(8): 45-47.
- [10] 王昆,宋海洲. 三种客观权重赋权法的比较分析[J]. *技术经济与管理研究* 2003(6): 48-49.