



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111607249 B

(45) 授权公告日 2021.12.21

(21) 申请号 202010597804.X

C09B 67/54 (2006.01)

(22) 申请日 2020.06.28

C09B 67/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

D06P 1/34 (2006.01)

申请公布号 CN 111607249 A

D06P 1/673 (2006.01)

D06P 1/653 (2006.01)

(43) 申请公布日 2020.09.01

D06M 13/00 (2006.01)

(73) 专利权人 东阳市神农纺织品有限公司

(56) 对比文件

地址 322100 浙江省金华市东阳经济开发

CN 101397409 A, 2009.04.01

区甘溪东街888-2号(市科技孵化中心)

CN 107938389 A, 2018.04.20

CN 101333341 A, 2008.12.31

(72) 发明人 张永成

CN 101701107 A, 2010.05.05

CN 101270550 A, 2008.09.24

(74) 专利代理机构 绍兴普华联合专利代理事务

CN 108047758 A, 2018.05.18

所(普通合伙) 33274

代理人 丁建清

审查员 陈新星

(51) Int. Cl.

C09B 61/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称

一种有机植物染料的制备及其染色方法

(57) 摘要

本发明公开了一种有机植物染料的制备及其染色方法,制备方法包括以下步骤:(1)将提取原料和溶剂混合,保温,逆流提取;(2)将初提液离心分离,得到的第一滤液在超声下吸附处理;(3)将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中进行逆流提取,然后按步骤(2)进行处理;(4)将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)进行处理;将三个固相萃取柱分别脱附处理;(5)将色素提取液输送至真空反应釜中,加入矿物质和有机物,搅拌络合;(6)将络合初产物烘干,过筛,研磨3~10h。本发明制备方法具有高色素提取率、低溶剂消耗、低耗能、高收益、高品质的特点,所得染料可改善纺织品的色牢度,且染色方法能耗及生产成本低。

1. 一种有机植物染料的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:

(1) 将质量比为1:3的提取原料和溶剂于逆流提取设备中混合,然后升温至40~95℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;所述提取原料为茶叶、冬青树叶、桑叶、松针、石榴果皮、柿子、火龙果皮、红木锯末、茜草根、马蓝叶、大青叶、青莲叶、红花、番红花、玫瑰、茉莉花花径、甜菜茎、桔梗茎中的一种或多种;

(2) 将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

(3) 将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在40~95℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相萃取柱进行吸附处理;

(4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;

(5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,加入矿物质和有机物,搅拌均匀后在60~90℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的0.1~10%、10%~30%;

(6) 将络合初产物在65~85℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨3~10h,得到纳米级有机植物染料。

2. 如权利要求1所述一种有机植物染料的制备方法,其特征在于:所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

3. 如权利要求1所述一种有机植物染料的制备方法,其特征在于:所述溶剂为乙醇或去离子水或浓度为0.5g/L的碳酸氢钠溶液。

4. 如权利要求1所述一种有机植物染料的制备方法,其特征在于:所述矿物质选自明矾、蓝矾、二氧化钛、氧化镁中的一种,所述有机物选自单宁、桃胶、醋酸、黄酮类化合物中的一种。

5. 如权利要求1所述一种有机植物染料的制备方法,其特征在于:步骤(5)中,色素提取液送至真空反应釜后保温3~8h。

6. 一种如权利要求1~5中任意一项所述方法制备的有机植物染料的染色方法,其特征在于:将待染织物按浴比1:10加入散毛染色机中,升温至60℃后加入所制备的有机植物染料和助剂保温20min,有机植物染料和助剂用量分别为待染织物质质量的8%和6%;加入有机酸调节pH至5,以1℃/min的速率升温至95℃,保温20min,再加柔固剂,继续保温20min,将温至室温排去离子水,柔固剂为染料用量的1.8%。

7. 如权利要求6所述一种有机植物染料的染色方法,其特征在于:所述助剂为元明粉,所述有机酸为柠檬酸。

一种有机植物染料的制备及其染色方法

技术领域

[0001] 本发明涉及染料提取及染色技术领域,特别是涉及一种有机植物染料的制备及其染色方法。

背景技术

[0002] 目前,染料的应用非常广泛,是现代生活中不可缺少的一部分,然而化工染料技术中存在铬、镉、砷、二十四种芳香胺等对人类身体及环境产生严重危害的物质,且上述染料存在合成工艺复杂、生产成本低、对环境污染大等的缺陷。

[0003] 有机植物染料是指从自然界之花、草、树木、茎、叶、果实、种子、皮、根等中提取出来的色素,如红木家具生产后的边角料及木屑中就富含大量的多酚类色素,具有无毒、无害、无污染和可再生等优点,用于纺织品染色,不仅能提高附加值,而且实现了对环境的生态保护,因此如何将天然植物色素提取出来,并得到实现零排放、零污染且色牢度好的有机植物染料是当前急需解决的问题。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于克服上述现有技术的不足,提供一种有机植物染料的制备及其染色方法,制备方法具有高色素提取率、低溶剂消耗、低耗能、高收益、高品质的特点,所得染料用于染色可明显改善纺织品的色牢度,且染色方法实用易行,大大降低了能耗,节约了生产成本。

[0005] 为了实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0006] 一种有机植物染料的制备方法,包括以下步骤:

[0007] (1) 将质量比为1:3的提取原料和溶剂于逆流提取设备中混合,然后升温至40~95℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;

[0008] (2) 将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

[0009] (3) 将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在40~95℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相萃取柱进行吸附处理;

[0010] (4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;

[0011] (5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,加入矿物质和有机物,搅拌均匀后在60~90℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的0.1~10%、10%~30%;

[0012] (6) 将络合初产物在65~85℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研

磨3~10h,得到纳米级有机植物染料。

[0013] 所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

[0014] 所述提取原料为植物根、茎、叶、花、果实或红木锯末。其中,植物根、茎、叶、果实包括冬青树叶、桑叶、松针、茶叶、柿子、火龙果皮、石榴果皮、红花、番红花、玫瑰、茜草根、紫草根、马蓝叶、大青叶、青莲叶、茉莉花花径、甜菜茎、桔梗茎等。

[0015] 所述溶剂为乙醇或去离子水或浓度为0.5g/L的碳酸氢钠溶液。

[0016] 所述矿物质选自明矾、蓝矾、二氧化钛、氧化镁中的一种,所述有机物选自单宁、桃胶、醋酸、黄酮类化合物中的一种。其中黄酮类化合物包括槲子黄色素、菊花黄色素、黄连色素、黄柏素、槲皮素、叶黄素等。

[0017] 步骤(5)中,色素提取液送至真空反应釜后保温3~8h,可提高色素与矿物质、有机物的络合率。

[0018] 色素提取纯度对于后续色素络合产率有着重要影响,进行色素提取的方法有凝胶电泳分离、树脂分离纯化、膜分离、逆流提取等多种方法,但凝胶电泳分离适用于实验室处理量少的情况,工业化生产可以采用树脂分离纯化和膜分离技术,但树脂分离纯化的缺点是再生难、产生废去离子水较多,膜分离的缺点是前期投入较大,而传统的逆流提取存在溶剂用量大、提取率不高、后续浓缩过程能耗大等问题。因此本发明采用逆流提取结合物理吸附的方法提取色素,减少了溶剂用量,提高了色素提取率且省去了后续浓缩过程,降低了能耗。

[0019] 步骤(1)中,通过保温提升植物色素的溶解度,特别是能提升亲脂性色素溶于热去离子水中,另外,以碳酸氢钠溶液作为溶剂时,碳酸氢钠溶液能促进植物色素的溶解速率,加快色素提取,且在低温环境下,也能进行提取。

[0020] 由于步骤(1)得到的初提液中仍含有纤维、蛋白等杂质,通过步骤(2)中的离心分离操作将含杂质的滤渣和溶于溶剂的色素进行分离;第一固相萃取柱能吸附溶于溶剂中的色素,使溶剂与色素被分离出来而使溶剂能被回流利用,减少了溶剂的用量;第一固相萃取柱以碱性氧化铝和硅藻土为填充料,使得第一固相萃取柱能同时吸附亲去离子水性色素和亲脂性色素,将纯色素集中充分收集在固相萃取柱中,且以萃取法进行提取有利于减少能耗;另外,超声辅助吸附,能够促进固相萃取柱的吸附量,这是因为超声波场的界面效应增大了吸附剂的活性,同时强化了色素的扩散。

[0021] 通过步骤(3)和步骤(4)的逐步操作,一方面能把每一步中的残留在滤渣中的色素进行充分集取,保证吸附在萃取柱上的色素的纯度,提高提取率,另一方面,又能回收溶剂进行反复使用,大大减少了溶剂的消耗,也不存在溶剂的排放问题,减少环境污染。

[0022] 步骤(5)中,以石油醚洗脱植物色素,一方面基于亲去离子水性色素和亲脂性色素均能被石油醚洗脱且洗脱效果好的考虑,另一方面,石油醚的沸点在90~120℃且易于挥发,在色素与矿物质和有机物络合时仍能保持液体保证络合速率,在络合后,能直接通过抽提去除回收再利用,省去了传统逆流提取中的溶剂浓缩过程,大大降低了能耗。

[0023] 一种有机植物染料的染色方法,将待染织物按浴比1:10加入散毛染色机中,升温至60℃后加入所制备的有机植物染料和助剂保温20min,有机植物染料和助剂用量分别为待染织物质量的8%和6%;加入有机酸调节pH至5,以1℃/min的速率升温至95℃,保温

20min,再加柔固剂,继续保温20min,将温至室温排去离子水,柔固剂为染料用量的1.8%。

[0024] 所述助剂为元明粉,所述有机酸为柠檬酸。

[0025] 以相同浴比1:10进行棉织物染色,传统的有机植物染料染色方法是:将待染织物按浴比1:10加入散毛染色机中,加入用量为待染织物20%的染色前处理剂,升温至100℃保温90min后排去离子水;然后去离子水洗2遍,加染料、染色助剂及与棉织物同等质量的去离子水,染料和助剂用量分别为待染织物质量的8%和10%,在100℃保温60min后排去离子水;然后去离子水洗3~5遍,加入固色剂,在65℃保温20min后排去离子水,固色剂用量为染料用量的1.6%;最后加入柔软剂,在45℃保温20min后再次排去离子水,经脱去离子水、烘干得到染色织物。

[0026] 本发明染色方法与传统方法相比,省去了多次进行的升温、保温、水洗操作,可以大大减少能耗,节约生产成本。如同样染色100kg棉织物,采用传统方法,去离子水至少要用到1吨,蒸汽5吨,电400度,人工成本700元/吨,而采用本发明方法,用去离子水用量约为150kg,蒸汽2.6吨,电150度,人工成本200元/吨。

[0027] 本发明的有益效果是:

[0028] (1)以酒精、去离子水或碳酸氢钠溶液在加热状态下溶解植物色素,特别是碳酸氢钠溶液可加快提取速度并能在低温环境提取,实现植物色素的初步提取。

[0029] (2)通过逐步反复滤渣与滤液离心分离、植物色素超声吸附、溶解回流、逆流提取等步骤,一方面使每一步中残留在滤渣中的色素进行充分集取,保证吸附在萃取柱上的色素纯度,提高了提取纯度,进而提高最终产品收益,另一方面,又能回收溶剂进行反复使用,大大减少了溶剂的消耗,也不存在溶剂的排放问题,没有环境污染。

[0030] (3)以矿物质和有机物对所提取的植物色素进行络合,能够提升了产品的稳定性,改善了纺织物的色牢度。

[0031] (4)以石油醚洗脱植物色素,既能保证色素与矿物质和有机物的络合速率,又能直接通过抽真空去除以回收再利用,省去了传统逆流提取中的溶剂浓缩过程,大大降低了能耗。

[0032] (5)改进染色工艺,以从植物中提取的植物色素进行染色,所得纺织品不会对人身产生危害,同时还能赋予织物抗菌消炎、抗紫外线照射、保护皮肤等性能;另外,采用该工艺还能大大减少能耗,节约生产成本。

具体实施方式

[0033] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步描述:

[0034] 实施例1

[0035] 有机植物染料的制备方法:

[0036] (1)将质量比为1:3的植物叶和乙醇于逆流提取设备中混合,然后升温至70℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;植物叶选自茶树叶或冬青树叶或桑叶或松针等;

[0037] (2)将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

[0038] (3)将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在70℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相

萃取柱进行吸附处理；

[0039] (4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

[0040] (5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,并对色素提取液保温5h,加入明矾和单宁,搅拌均匀后在70℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的4%、20%;

[0041] (6) 将络合初产物在65℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨10h,得到纳米级有机植物染料。

[0042] 一种有机植物染料的染色方法,将待染织物按浴比1:10加入散毛染色机中,升温至60℃后加入所制备的有机植物染料和元明粉保温20min,有机植物染料和元明粉用量分别为待染织物质质量的8%和6%;加入柠檬酸调节pH至5,以1℃/min的速率升温至95℃,保温20min,再加柔固剂,继续保温20min,将温至室温排去离子水,柔固剂为染料用量的1.8%。

[0043] 其中柔固剂按以下方法制得:(a)在反应釜中倒入矾类0.1kg、硬脂酸1kg和去离子水60kg;每分钟上升温度1℃,边升温边搅拌,温度升到80℃时,停止加热,并且保温20分钟;(b)保温完成后,在反应釜中倒入椰子油酰胺3kg、棕榈蜡3kg、甘油1kg、葡萄糖3kg及去离子水300kg;搅拌均匀,此时温度保持在80℃,并且保温100分钟;(c)步骤(b)保温完成后,反应釜内物料全部乳化成丝光发亮稠状液体;放置在常温中降温,得到柔固剂。

[0044] 实施例2

[0045] 有机植物染料的制备方法:

[0046] (1) 将质量比为1:3的植物果实和去离子水于逆流提取设备中混合,然后升温至60℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;植物果实选自石榴果皮或柿子或火龙果皮等;

[0047] (2) 将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

[0048] (3) 将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在60℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相萃取柱进行吸附处理;

[0049] (4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

[0050] (5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,并对色素提取液保温6h。加入氧化镁和桃胶,搅拌均匀后在80℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的0.1%、130%;

[0051] (6) 将络合初产物在70℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨6h,得到纳米级有机植物染料。

[0052] 一种有机植物染料的染色方法,以实施例1中的方进行染色。

[0053] 实施例3

[0054] 有机植物染料的制备方法:

[0055] (1) 将质量比为1:3的红木锯末和浓度为0.5g/L的碳酸氢钠溶液于逆流提取设备中混合,然后升温至50℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;

[0056] (2) 将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

[0057] (3) 将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在50℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相萃取柱进行吸附处理;

[0058] (4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

[0059] (5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,并对色素提取液保温3h。加入明矾和黄酮类化合物,搅拌均匀后在60℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的8%、12%;

[0060] (6) 将络合初产物在80℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨3h,得到纳米级有机植物染料。

[0061] 一种有机植物染料的染色方法,以实施例1中的方进行染色。

[0062] 实施例4

[0063] 有机植物染料的制备方法:

[0064] (1) 将质量比为1:3的植物根和浓度为0.5g/L的碳酸氢钠溶液于逆流提取设备中混合,然后升温至40℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;植物根选自茜草根;

[0065] (2) 将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

[0066] (3) 将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在40℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相萃取柱进行吸附处理;

[0067] (4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

[0068] (5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,并对色素提取液保温6h。加入蓝矾和醋酸,搅拌均匀后在70℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的10%、10%;

[0069] (6) 将络合初产物在85℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨8h,

得到纳米级有机植物染料。

[0070] 一种有机植物染料的染色方法,以实施例1中的方进行染色。

[0071] 实施例5

[0072] 有机植物染料的制备方法:

[0073] (1) 将质量比为1:3的植物叶和乙醇于逆流提取设备中混合,然后升温至77℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;植物叶选自马蓝叶或大青叶或青莲叶;

[0074] (2) 将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

[0075] (3) 将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在77℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相萃取柱进行吸附处理;

[0076] (4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

[0077] (5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,并对色素提取液保温7h。加入二氧化钛和黄酮类化合物,搅拌均匀后在80℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的5%、15%;

[0078] (6) 将络合初产物在80℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨5h,得到纳米级有机植物染料。

[0079] 一种有机植物染料的染色方法,以实施例1中的方进行染色。

[0080] 实施例6

[0081] 有机植物染料的制备方法:

[0082] (1) 将质量比为1:3的植物花和去离子水于逆流提取设备中混合,然后升温至95℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;植物花选自红花或番红花或玫瑰;

[0083] (2) 将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

[0084] (3) 将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在95℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相萃取柱进行吸附处理;

[0085] (4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

[0086] (5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,并对色素提取液保温8h。加入氧化镁和黄酮类化合物,搅拌均匀后在90℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的1%、25%;

[0087] (6) 将络合初产物在85℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨4h,得到纳米级有机植物染料。

[0088] 一种有机植物染料的染色方法,以实施例1中的方进行染色。

[0089] 实施例7

[0090] 有机植物染料的制备方法:

[0091] (1) 将质量比为1:3的植物茎和碳酸氢钠溶液于逆流提取设备中混合,然后升温至90℃保温1h,然后进行逆流提取,得到初提液;植物茎选茉莉花花径或甜菜茎或桔梗茎;

[0092] (2) 将初提液进行离心分离,得到第一滤液及第一滤渣,将第一滤液在超声状态下经第一固相萃取柱吸附处理,得到第一流出液;

[0093] (3) 将第一滤渣和第一流出液分别回送至逆流提取设备中,在90℃再次进行逆流提取,然后按步骤(2)的方法进行处理,得到第二滤渣和第二流出液,此步骤中,以第二固相萃取柱进行吸附处理;

[0094] (4) 将第二滤渣和第二流出液按步骤(3)的方法进行处理,得到第三滤渣和第三流出液,第三流出液作为下一次提取色素的溶剂保持待用,此步骤中,以第三固相萃取柱进行吸附处理;将第一固相萃取柱、第二固相萃取柱和第三固相萃取柱分别以石油醚进行脱附处理,然后将各脱附所得液体进行混合,得到色素提取液;所述第一固相萃取柱、第二固相萃取柱、第三固相萃取柱均以碱性氧化铝和硅藻土按质量比1:1.5混合填充制成。

[0095] (5) 将色素提取液输送至真空反应釜中,并对色素提取液保温8h。加入明矾和黄酮类化合物,搅拌均匀后在88℃络合2h,络合完毕,抽真空去除石油醚,得到络合初产物,其中,矿物质和有机物的用量分别为色素提取液质量的5%、22%;

[0096] (6) 将络合初产物在85℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨4h,得到纳米级有机植物染料。

[0097] 一种有机植物染料的染色方法,以实施例1中的方进行染色。

[0098] 对比例1~7

[0099] 按实施例1~7对应的提取原料和溶剂的种类和用量,将提取原料和溶剂输送至逆流提取设备中混合,升温至与实施例1~7对应相同的保温温度保温1h,然后进行3次循环逆流提取,得到色素提取液,将色素提取液输送至真空反应釜中,加入与实施例1~7对应的矿物质和有机物,搅拌均匀后浓缩,然后在与实施例1~7对应的温度下络合2h,络合完毕,抽干溶剂,得到络合初产物,将络合初产物在与实施例1~7对应的温度下烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中研磨对应时间,同样得到纳米级有机植物染料。

[0100] 称量计算实施例1~7和对比例1~7所得有机植物染料的得率,如表1所示,结果表明,实施例1~7的产品得率均高于对比例1~7,这说明本发明采用的物理吸附结合逆流提取的方法提高了植物色素的提取率,进而使最终产品得率提高。

[0101] 表1

[0102]	分类	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7	对比例1	对比例2	对比例3	对比例4	对比例5	对比例6	对比例7
[0103]	产物得率	98.3	97.7	98.2	98.1	97.9	98.5	97.5	88	87.2	86.9	87.6	87.5	87.3	86.3

[0104] 对比例8~14

[0105] 分别对应按照实施例1~7的方法制备色素提取液,然后分别将色素提取液输送至真空反应釜中,并对色素提取液保温对应时间,然后抽真空去除石油醚,得到初产物,将初产物在65℃烘干,经325目过筛后,输送至纳米研磨机中进行研磨对应时间,得到纳米级有机植物染料,然后分别采用实施例1的染色方法进行染色。

[0106] 分别对实施例1~7、对比例8~14得到的染色织物进行色牢度测试,如表2所示。结果表明,实施例1~7的耐水洗色牢度、耐摩擦色牢度、日晒色牢度得到增强,特别是日晒色牢度增加较大,这是因为,加入矿物质和有机物后,产生网状结构的乳白色液体起到包膜沉淀络合效果,使植物色素转变为天然络合染料,提高了染色色牢度。

[0107]

类别	耐水洗色牢度	耐摩擦色牢度	日晒色牢度
实施例1	5级	5级	5级
实施例2	5级	5级	4级
实施例3	5级	4级	5级
实施例4	5级	5级	5级
实施例5	5级	5级	5级
实施例6	4级	4级	5级
实施例7	4级	4级	4级
对比例8	4级	4级	4级
对比例9	4级	4级	3级
对比例10	4级	3级	4级
对比例11	4级	4级	4级
对比例12	4级	4级	4级
对比例13	3级	3级	4级
对比例14	3级	3级	3级

[0108] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。