

ラク色素の抽出と媒染剤の影響、絹への染色性について
 Extraction of lac dye, effect of mordant on absorption spectra
 and dyeing properties to silk fabric

0230103 大竹 麻珠 Asami OHTAKE

■1. 背景と目的

ラク色素とは、ラクカイガラムシ(カイガラムシ科)の雌が、主にライチ[Rambutan]などに寄生し、養分を吸い上げて分泌する樹脂状物質(スティックラクといひ、土や枝と共に固まっている)に含まれる赤色のアントラキノン系色素である。主成分は水溶性のラッカイン酸で主に四種類の構造式が知られている。

近年、天然染料の使用が特に東南アジアを中心に検討され始めている。その中でラク色素については、従来からその染色性に関心が向けられており、抽出法に関する詳細な記述は見当たらない。そこで本研究では、ミャンマー産のスティックラクを用いて、抽出方法が抽出量、抽出成分に与える影響、媒染剤(カリウムミョウバン)の色素への影響、絹への染色性について市販品との比較を行いながら研究を行った。

■2. 実験

* 試料

- ・スティックラク(SL): ミャンマー産
- ・(粉末)ラク染料(L): 藍熊染料株式会社

* 方法

1) 抽出ラク色素溶液A, C, C'の抽出法

A: 細かく砕いたSL, 1gに20倍の熱水を加え、恒温振とう機で、振とう抽出(30~80°C, 100cpm)を行い、吸引ろ過し、ろ液を得た。(基本抽出法)

C: Aを抽出し、一旦乾燥させた色素を水に溶かし、溶解しない沈殿物B(エタノール溶解性)を除去した。

C': SL(4g)をエタノール(15ml)に10分間浸漬(室温)させた。ろ過し、ろ紙上に残ったSLを一晩室温で乾燥させた後、基本抽出を行った。

(C, C'は抽出方法が異なるが、いずれもAからエタノール溶解性物質を除いた抽出ラク色素溶液である。)

2) 検量線の作成

30~80°Cで抽出したAの吸収スペクトルを測定した。(UV/VIS Spectrophotometer V-550 日本分光)さらに、残りのAを103°Cで6時間処理した後秤量し、その重さから濃度[g/l]を算出した。Cは0.25~1.0[g/l]濃度溶液を調製し、吸収スペクトルを測定した。市販ラク色素(L)についても同濃度溶液を調製し、同様に測定を行った。また、抽出量はラク色素の極大吸収波長である490nmにおける吸光度(A₄₉₀)を相対的な値として用いた。

3) 抽出、市販ラク色素(A, L)へのカリウムミョウバンの影響

A(1ml)にカリウムミョウバン 0.2(g/L)をそれぞれ0~0.30mlずつ加え、水で希釈して全体を25mlとし、室温で30分放置した。pHと吸収スペクトル測定(25倍希釈)を行った。Lに対しても同様に操作した。

4) 染色液(A, C', L)の調製

染色に用いたA, C', LはすべてA₄₉₀が約0.17(25倍希釈)になるように揃えた。また、A, C'については緩衝液(酢酸/酢酸ナトリウム)でpH 3.3に調整した。

5) 媒染剤と使用量

カリウムミョウバン: 対繊維重量5%(5%owf)

6) 染色

染色条件は、以下に示す通りである。

布: 富士絹 1g (カネボウ)

媒染: 浴比1:25, 25°C, 10分

染色: 浴比1:50, 100°C(沸騰), 20分

7) 測色、反射率測定

染色した布の反射スペクトルを測定し(Spectrophotometer UV-240 島津)、その反射率から Kubelka-Munk の式により各波長での K/S 値を求めた。さらに分光色差計で CIE 表色系 L*a*b*C*h° を測定した(NF777 分光色差計 日本電色)。

8) 洗濯堅牢度試験

JIS L 0844 C 法に準じた方法で洗濯堅牢度試験を行い、グレースケールにより判定した。

■3. 結果と考察

1) L, A, Cの検量線

市販ラク色素溶液(L), 30°C抽出ラク色素溶液(A'), Aからエタノール溶解性物質Bを除去した溶液(C)ではいずれもA₄₉₀と濃度の間に比例関係が見出され、Lambert-Beer 則が成立した。両直線の傾きの差から、Cの純度はLの約1/5と分かった。一方、抽出温度を上げて抽出(A)すると比例関係がなくなった(図1)。このことから、抽出温度により抽出成分が変化するのはないかと考えた。

そこで、30~80°CのAの吸収スペクトルを用い、30°Cにおける吸光度を基準とし、各抽出温度の吸光度との比を図2にプロットした。ラク色素のλ_{max}である490nmの吸光度が特異的に増加するような温度は見られない。むしろ温度が上がると他波長の吸光度が高く

なった。従って、不純物を少なくし、かつ目的物を多く得るには、40℃抽出が適当であると考えた。(以後の実験には、40℃抽出ラック色素溶液を用いた。)

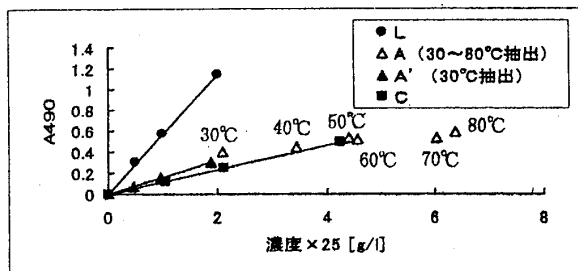


図1. L, A, C の検量線

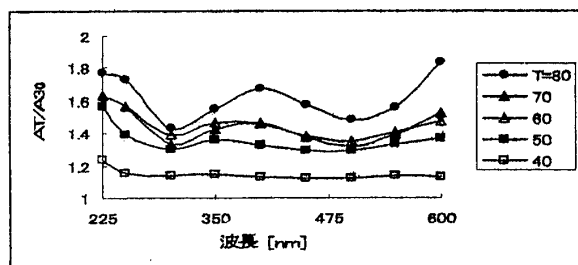


図2. 30℃抽出を基準とした場合の各抽出温度での吸光度比

2) A, Lへのカリウムミョウバンの影響

図3は、A, Lにカリウムミョウバンを加えたときの吸収スペクトル変化である。実線を始点とし、カリウムミョウバンの添加量の増加に伴って、スペクトルは矢印方向に移動した。A, Lはそれぞれ異なる挙動を示し、Lにのみ等吸収点が402, 506nmに現れた。また、カリウムミョウバンを加えることで、A, Lの pH はそれぞれ pH=5.99~6.78, 3.34~4.54 の範囲で変化した。

A, Lの pH を緩衝液で pH=3~9 まで変化させたところ、Lの λ_{max} は、pH=6 付近を境に、酸性側では 487nm, アルカリ性側では 523~525nm であり、Aは、酸性側から pH=6.5 付近まではシグモイド型に λ_{max} が増加し、その後アルカリ性側では L とほぼ一致した。一方、カリウムミョウバンを加えたときは pH の減少により λ_{max} が長波長側へ移動し、先ほどとは反対の傾向を示した(図4)。従って、 λ_{max} がシフトした原因は pH ではなく、ラック色素とカリウムミョウバンとの錯体形成であることが明らかになった。

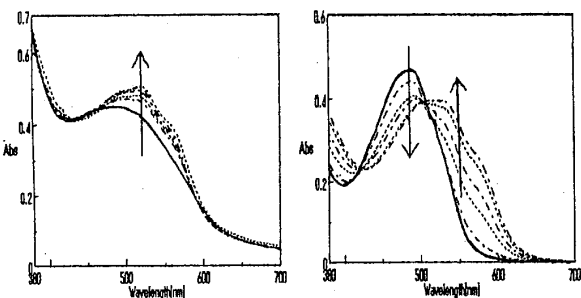


図3. A(左)とL(右)カリウムミョウバンの混合溶液の吸収スペクトル変化

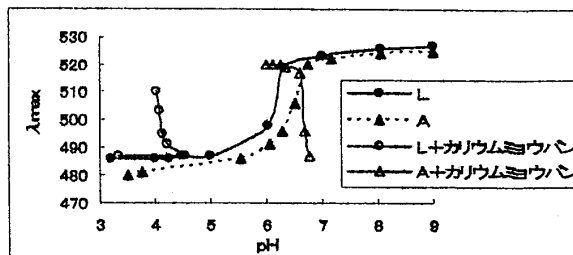


図4. pH 変化に対する極大吸収波長のシフト

3) A, C', Lの絹への染色性(カリウムミョウバン媒染)

染色布の K/S スペクトルの λ_{max} は、A 及び C' : 520nm, L:540nm である。ピーク波長の K/S は、L, C', A の順に 6.88, 5.61, 4.33 と高くなった。また、スペクトルの形は A, L が似ており、C' はそれら二つと異なって 420nm 付近の吸収が大きくなった(図5)。

A, C' で染色した絹布の測色結果を比較すると、A の方が赤み(a*), 彩度(C*)が強い一方、C' は黄色み(b*)が強くなっているが、特に大きな差ではなかった。L は、赤み、彩度が最も強くなっており、さらに青み(b*)が含まれていた。また、L*の値より、L, C', A の順に明るさが低く、濃色であった(表)。

洗濯堅牢度については、絹への汚染はいずれも 4-5 級と高い評価を得ているが、変退色と絹への汚染については差があり、A および L は 4~5 級で、C' については 3~4 級と最も低かった。

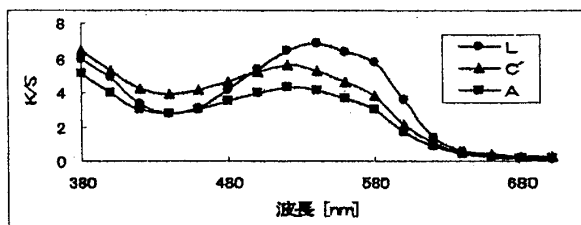


図5. 染色絹布の K/S スペクトル変化

表. 染色絹布の測色結果と目視色

	L*	a*	b*	C*	h°	目視色
A	43.3	25.8	6.1	26.3	13.3	赤紫
C'	41.6	24.5	7.9	25.9	17.7	赤紫
L	34.7	29.9	-3.3	29.8	353.78	紫

■4. まとめ

- 抽出温度は 40℃が適当であり、50℃以上では目的物以外も抽出された。
- 抽出色素の純度は市販品の約1/5であった。
- ラック色素の λ_{max} には pH 依存性があった。
- ラック色素とカリウムミョウバンとの錯体形成により λ_{max} がシフトした。
- 絹への染色性については、AとLで K/S スペクトルの形は類似したが色みは異なった。L, C', A の順に濃色に染まったが、堅牢性は A, L が優秀だった。

(指導教員: 駒城 素子)