



**UNIVERSIDAD TÉCNICA PARTICULAR DE LOJA**

*La Universidad Católica de Loja*

TITULACIÓN DE INGENIERO QUÍMICO

**Teñido de fibra de abacá (*Musa textilis*)  
utilizando colorante extraído de la cochinilla  
(*Dactylopius coccus Costa*)**

Trabajo de fin de titulación

**AUTOR:**

Ojeda Brito Galo Antonio

**TUTORA:**

Punín Burneo María Gabriela, Lcda.

**COTUTORA:**

Solano Cueva Natalí Elizabeth, Ing.

**LOJA-ECUADOR  
2012**

## **CERTIFICACIÓN**

Licenciada.

María Gabriela Punín Burneo

### **TUTORA DEL TRABAJO DE FIN DE TITULACIÓN**

#### **CERTIFICA:**

Que el presente trabajo, denominado: “Teñido de fibra de abacá (*Musa textilis*) utilizando colorante extraído de la cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*)”, realizado por el profesional en formación: Galo Antonio Ojeda Brito, cumple con los requisitos establecidos en las normas generales para la Graduación en la Universidad Técnica Particular de Loja, tanto el aspecto de forma como de contenido, por lo cual me permito autorizar su presentación para los fines pertinentes.

Loja, septiembre de 2012

f).....  
C.I. 1103456859

## **CERTIFICACIÓN**

Ingeniera.

Natalí Elizabeth Solano Cueva

### **COTUTORA DEL TRABAJO DE FIN DE TITULACIÓN**

#### **CERTIFICA:**

Que el presente trabajo, denominado: “Teñido de fibra de abacá (*Musa textilis*) utilizando colorante extraído de la cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*)”, realizado por el profesional en formación: Galo Antonio Ojeda Brito, cumple con los requisitos establecidos en las normas generales para la Graduación en la Universidad Técnica Particular de Loja, tanto el aspecto de forma como de contenido, por lo cual me permito autorizar su presentación para los fines pertinentes.

Loja, septiembre de 2012

f).....  
C.I. 1104083884

## **CESIÓN DE DERECHOS**

Yo, Galo Antonio Ojeda Brito, declaro ser autor del presente trabajo y eximo expresamente a la Universidad Técnica Particular de Loja y a sus representantes legales de posibles reclamos o acciones legales.

Adicionalmente declaro conocer y aceptar la disposición del Art. 67 del Estatuto Orgánico de la Universidad Técnica Particular de Loja que en su parte pertinente textualmente dice: “Forman parte del patrimonio de la Universidad la propiedad intelectual de investigaciones, trabajos científicos o técnicos y tesis de grado que se realicen a través, o con el apoyo financiero, académico o institucional (operativo) de la Universidad”.

f).....  
Galo Antonio Ojeda Brito  
C.I. 1104371875

## **AGRADECIMIENTO**

Agradezco de manera especial a la Lcda. María Gabriela Punín Burneo por su paciencia y por haberme permitido desarrollar mi proyecto de fin de carrera dentro de su línea de investigación. Del mismo modo agradezco infinitamente a la Ing. Natalí Solano Cueva por la revisión del presente trabajo de investigación y su apoyo durante el desarrollo del mismo.

Así mismo un agradecimiento sincero a todas las personas que me brindaron su ayuda desinteresada y aportaron con su conocimiento para la consecución de este proyecto, al Ing. Geovanny Figueroa, Ing. Víctor Sanmartín, Ing. Juan José Toledo, Ing. Diana Hualpa, D.G. Sara Jaramillo, Ing. Paulina Aguirre, Ing. Myriam Jácome, Mat. Pablo Ramón, Ing. Juan Carlos Romero, Ing. Paola Ordoñez, Ing. Celso Romero, Ing. Miguel Guamán, Ph.D. César Costa, Ing. María del Cisne Guamán. Ing. María José Valarezo, Ing. Sandra Peñafiel, Ec. Katty Celi, Ing. Esvar Díaz, Ing. Talia Briceño, Álvaro Cruz, Diego Maza, Patricio Ojeda, Sandra Guamán, y al personal del Centro Textil Politécnico de la Escuela Politécnica Nacional.

A quienes me ayudaron con la recolección de la materia prima utilizada, a la Sra. Ofelia Ocampo, Dr. Eugenio Vélez y a la Sra. María Vélez.

Finalmente, pero no menos importante agradezco a Dios, a mis padres, familiares y amigos que forman parte esencial en mi vida y me acompañaron a lo largo de mi vida universitaria.

Galo Antonio Ojeda Brito

## ÍNDICE DE CONTENIDOS

CERTIFICACIÓN	ii
CESIÓN DE DERECHOS	iv
AGRADECIMIENTO	v
ÍNDICE DE CONTENIDOS	vi
ÍNDICE DE FIGURAS	viii
ÍNDICE DE TABLAS	viii
RESUMEN	ix
1. PRESENTACIÓN DE FIN, PROPÓSITO Y COMPONENTES DEL PROYECTO	1
1.1. Fin	1
1.2. Propósito	1
1.3 Componentes	1
2. HIPÓTESIS	2
3. INTRODUCCIÓN Y ANTECEDENTES	3
3.1. Introducción	3
3.2. Antecedentes	6
3.2.1. Colorantes naturales	8
3.2.2. Quinonas	9
3.2.3. Cochinilla ( <i>Dactylopius coccus Costa</i> )	9
3.2.4. Fibras naturales	11
3.2.5. Abacá ( <i>Musa textilis</i> )	11
3.2.5 Proceso de teñido	13

4. MATERIALES Y MÉTODOS	16
4.1. Determinación de ácido carmínico en la cochinilla seca	16
4.2. Proceso de extracción del colorante y teñido de la fibra	16
4.2.1. Obtención del colorante	17
4.2.2. Teñido de fibra de abacá	18
4.3. Diseño experimental	20
4.4. Determinación de solidez a la luz	22
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS	23
5.1. Contenido de ácido carmínico en la cochinilla	23
5.2. Análisis de varianza	23
5.2.1. Prueba de comparación múltiple de Tukey	28
5.3. Control de calidad	29
5.4. Estimación de costos de producción	30
5.5. Elaboración del catálogo cromático	30
6. CONCLUSIONES	31
7. RECOMENDACIONES	33
8. BIBLIOGRAFÍA	34
9. ANEXOS	

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Cochinilla ( <i>Dactylopius coccus</i> Costa) seca	10
<b>Figura 2.</b> Planta de abacá ( <i>Musa textilis</i> )	11
<b>Figura 3.</b> Fibra de abacá ( <i>Musa textilis</i> )	12
<b>Figura 4.</b> Esquema de las etapas de teñido	13
<b>Figura 5.</b> Esquema del proceso de teñido	15
<b>Figura 6.</b> Molino de desgaste	16
<b>Figura 7.</b> Extracción de colorante de cochinilla ( <i>Dactylopius coccus</i> Costa)	17
<b>Figura 8.</b> Filtración del colorante de cochinilla ( <i>Dactylopius coccus</i> Costa)	17
<b>Figura 9.</b> Teñido de fibra de abacá ( <i>Musa textilis</i> )	18
<b>Figura 10.</b> Lavado de fibra teñida	19
<b>Figura 11.</b> Secado de fibra teñida	19
<b>Figura 12.</b> Diagrama de cubo	24
<b>Figura 13.</b> Diagrama de efectos principales	25
<b>Figura 14.</b> Diagrama de efectos por interacciones dobles	26

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Niveles de los factores estudiados en el proceso de teñido	19
<b>Tabla 2.</b> Tratamientos y condiciones de trabajo en el proceso de teñido	20
<b>Tabla 3.</b> Prueba de comparación múltiple de Tukey	27
<b>Tabla 4.</b> Resultados de solidez a la luz	28

## RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se estudió el teñido de fibra de abacá (*Musa textilis*) utilizando colorante extraído de la cochinilla (*Dactylopius coccus costa*). La metodología aplicada se basó en las pautas generales para un proceso de teñido artesanal con colorantes naturales, para conocer si el proceso de teñido se realizó de manera correcta y bajo las mejores condiciones se decidió aplicar un diseño factorial  $2^k$ , se seleccionaron como factores del diseño las concentraciones de colorante, mordiente, asistente y el tiempo de teñido, la temperatura y la relación de baño se mantuvieron constantes. Se consideró como variable respuesta el agotamiento de colorante en los baños tintóreos. Adicionalmente, se evaluó la solidez a la luz de las muestras teñidas como control de calidad.

El mayor porcentaje de agotamiento se alcanzó cuando se utilizó 50 % de colorante, 10 % de mordiente y 0 % de asistente por un periodo de teñido de 60 minutos. Los mejores valores de solidez a la luz se consiguieron cuando se utilizaron 25 % de mordiente y 6 % de asistente en los baños tintóreos.

# **1. PRESENTACIÓN DE FIN, PROPÓSITO Y COMPONENTES DEL PROYECTO**

## **1.1. Fin**

Aportar a la industria textil con información acerca del proceso de teñido de fibra de abacá (*Musa textilis*) utilizando colorante extraído de la cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*) favoreciendo el uso de materiales naturales.

## **1.2. Propósito**

Determinar los parámetros óptimos que intervienen en el proceso de teñido de fibra de abacá (*Musa textilis*) utilizando colorante de cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*).

## **1.3. Componentes**

- Descripción del proceso de obtención de colorante de cochinilla y teñido de fibra de abacá.
- Identificación de los parámetros que afectan de manera más significativa al agotamiento del colorante y determinación de los valores de cada uno de estos.
- Evaluación de las fibras de abacá teñidas con colorante de cochinilla mediante ensayos de control de calidad: solidez a la luz.
- Elaboración de un catálogo cromático con las diferentes muestras de fibra de abacá teñidas con colorante de cochinilla.
- Estimación de los costos de los procesos de obtención de colorante de cochinilla y teñido de fibra de abacá y el costo por kilogramo de fibra teñida.

## 2. HIPÓTESIS

- **H<sub>i</sub>:** Las concentraciones de colorante, mordiente, asistente y el tiempo de teñido son factores que influyen en el agotamiento de los baños de teñido de abacá con colorante extraído de la cochinilla.
- **H<sub>o</sub>:** Las concentraciones de colorante, mordiente, asistente; y el tiempo de teñido son factores que no influyen en el agotamiento de los baños de teñido de abacá con colorante extraído de la cochinilla.

### 3. INTRODUCCIÓN Y ANTECEDENTES

#### 3.1. Introducción

Desde civilizaciones antiguas los colorantes han sido adicionados a diversos productos elaborados por el hombre con el fin de hacerlos más atractivos a los consumidores; el color es de gran importancia en la presentación de un producto terminado, es uno de los primeros atributos percibidos por los sentidos y es el primer contacto que se establece entre el consumidor y el artículo.<sup>1</sup>

De acuerdo a lo anteriormente expuesto y teniendo en cuenta que el color no influye en las propiedades funcionales del producto, éste es considerado como una de las características más importantes para la aceptación o rechazo de un bien de consumo, pues se recurre a la aplicación de colorantes para brindar y asegurar un aspecto atractivo a los productos.

Durante muchos años, el teñido fue una manifestación de tipo artesanal de gran importancia, en la que sólo se contaba con la naturaleza como fuente para obtener colorantes, se producían colores y tonalidades que correspondían a la gama que cada colorante natural podía brindar, otorgándole a los productos características agradables y un considerable valor económico. A partir del siglo XIX, con el enorme avance de la Química, se desarrolla un número significativo de materias colorantes para aplicar sobre las fibras naturales y posteriormente sobre fibras sintéticas y artificiales,<sup>2</sup> en este contexto, los colorantes sintéticos siguen siendo ampliamente utilizados debido a que son más estables, tienen un poder de teñido más alto y sus costos son más económicos que los naturales. Es así que los colorantes naturales fueron desapareciendo, entre ellos el uso de la cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*). Las causas principales fueron que con los colorantes sintéticos se podía obtener una amplia gama de colores, con una buena estabilidad a un costo razonable; ésto dio la pauta para reemplazar los colorantes naturales, por lo que durante la segunda mitad del siglo XIX el cultivo y aplicación de la cochinilla decayó, llegando a su etapa de menor productividad en el periodo comprendido entre 1805 a 1818.<sup>3</sup>

La tendencia actual de la industria textil, farmacéutica, cosmética y alimentaria, es sustituir los colorantes sintéticos por los naturales debido al

alto grado de toxicidad que presentan numerosos químicos utilizados en su obtención.<sup>4</sup>

Hoy en día vivimos en un mundo en el que la ecología y protección del medio ambiente está cambiando muchos patrones de comportamiento, es por ello que existe un gran interés por volver a utilizar los colorantes naturales, uno de ellos es el colorante de la cochinilla, pues no es nocivo para el ser humano y no contamina el medio ambiente. Asimismo, presenta algunas propiedades importantes, como su estabilidad a la luz y a los tratamientos térmicos, excelente coloración y cambios de color en diferentes soluciones, además de su fácil manejo. El colorante extraído de la cochinilla produce una amplia gama de colores desde anaranjado hasta púrpura, pasando por el rojo, además de presentar colores homogéneos en fibras naturales.<sup>3a</sup> La aplicación de estas fibras se remonta a inicios de la humanidad, siendo empleadas para variados fines como vestimenta, artesanías y objetos de uso doméstico<sup>5</sup>. El uso de la fibra de abacá (*Musa textilis*), la cual es utilizada en el desarrollo de ésta investigación, es muy apreciada y aplicada en el ámbito artesanal e industrial por su gran resistencia mecánica, brillo y flotabilidad.

Por las razones expuestas anteriormente se considera importante mantener vivo el arte y técnicas de teñido con colorantes naturales y su aplicación y uso en fibras naturales para otorgarle valor agregado a los productos elaborados con dichas fibras; tal es el objetivo de la Fundación ProPueblo, fundada en nuestro país en el año 1992, la misma que tiene como fin mejorar la calidad de vida de artesanos por medio del apoyo a proyectos, entrenamiento en oficios y mercadeo de productos artesanales de alta calidad ayudando a conservar el legado cultural y ecológico en nuestro país, creando oportunidades de trabajo y promoviendo el desarrollo independiente de artesanos en sus comunidades estableciendo un negocio de artesanías que provea a los artesanos de ingresos estables. La Fundación ProPueblo diseña y desarrolla productos artesanales elaborados en base a materias primas como cerámica, tagua, bambú, balsa y varias maderas; fibras naturales como abacá, banano, sisal y toquilla, dichos productos son clasificados en líneas de decoración de hogar, accesorios personales, artículos navideños, álbumes, tarjetas, juegos, coleccionables y material de empaque decorativo. los mismos que son comercializados dentro y fuera de nuestro país.<sup>6</sup>

Un producto artesanal nunca será igual a otro, pues, al no ser estandarizado el teñido con procesos controlados o tecnificados la reproductibilidad de tonalidades es casi nula, causando limitaciones de producción en los artesanos;<sup>7</sup> es necesario garantizar a los clientes que de un pedido a otro se mantenga la calidad y conformidad con el diseño aunque éste provenga de varios artesanos o comunidades, es por esto, que el teñido artesanal de fibras presenta varios retos, como por ejemplo optimizar procesos, reducir consumos de energía,<sup>8</sup> utilizar materiales amigables con el medio ambiente y la descripción de un proceso de teñido que permita la reproducción de tonalidades.

Debido a esta problemática, es que surge la idea de estudiar las variables que influyen en los procesos de teñido, para lo cual se decidió analizar la influencia de dichas variables mediante la aplicación de un diseño de experimentos. Después de realizar un estudio de las variables que pudieran ser significativas y nos permitieran obtener mayor variedad de colores, se resolvió que la mejor opción era experimentar con las siguientes variables:

- Concentración de colorante
- Tiempo de teñido
- Concentración de mordiente
- Concentración de asistente

Se eligió un modelo completo  $2^k$  para la explicación del comportamiento de dichos factores.

El presente proyecto de fin de carrera muestra a detalle todo el proceso experimental, desde la preparación de los materiales para la obtención del colorante de cochinilla hasta la experimentación en el laboratorio para el teñido de fibra de abacá. De igual manera, consta el análisis de los resultados con la ayuda del software estadístico Minitab 16, el control de calidad de las muestras que presentaron diferencias significativas entre tratamientos, un catálogo de los colores obtenidos, estimación de costos de producción y la presentación de conclusiones y recomendaciones para futuras investigaciones.

### **3.2. Antecedentes**

Actualmente la preocupación por el medio ambiente se ha convertido en un aspecto importante y es objeto de estudio en todas las áreas del conocimiento, es por eso que en los últimos años se ha dado impulso al estudio de diversas fuentes de colorantes naturales para evaluar su capacidad tintórea y difundir su aplicación en alimentos, bebidas, fármacos, cosméticos, textiles y artículos de uso doméstico.

Dentro de este contexto se encuentran publicaciones realizadas por varios autores en las que se presentan formulaciones para el teñido artesanal con colorantes naturales aplicados principalmente sobre lana y algodón. En el año 2007 se realizó un estudio con aproximadamente cien especies, dentro de ellas la cochinilla, de la cual se destaca su gran capacidad para teñir ya que con la mayoría de especies vegetales se necesita grandes cantidades de planta para extraer el colorante, en el caso de la cochinilla se necesitan cantidades menores debido al elevado porcentaje de colorante que contiene en su cuerpo.<sup>9</sup>

En cuanto al uso de mordientes; sustancias empleadas para fijar permanentemente los colorantes a las fibras, utilizando un mismo colorante se pueden obtener distintos colores y tonos, en función de la sustancia utilizada como mordiente. El alumbre (sulfato de aluminio y potasio) es el mordiente más utilizado para teñir algodón y otras fibras de origen vegetal pero para lograr las mismas tonalidades que en la lana, es necesario mayor cantidad de colorante, de la misma manera se recomienda el uso de un asistente para reforzar la acción del mordiente; comúnmente se utiliza el crémor tártaro (tartrato ácido de potasio) como asistente del alumbre, siendo ésta combinación más segura para las personas y el medio ambiente.<sup>10</sup> Adicionalmente, se sugieren la aplicación de las distintas técnicas de mordentado; premordentado, mordentado directo o metamordentado, y postmordentado, con el fin de obtener variedad de colores, incrementar la fijación de colorante en la fibra y mejorar la solidez de las tinturas.<sup>11</sup>

En el caso del uso de la cochinilla, se la ha utilizado como colorante natural para yogurt siendo éste una opción para sustituir el uso del colorante artificial rojo 40.<sup>12</sup> Del mismo modo, se ha estudiado la aplicación del colorante extraído de la cochinilla en la producción de salchichas, donde se obtuvo una coloración del producto aceptable para el consumo.<sup>13</sup> En otra

investigación se aplicó dicho colorante para la elaboración de un lápiz labial a nivel de laboratorio en la que obtuvieron colores firmes y homogéneos; de la misma manera realizaron el teñido de tela de algodón en extracto acuoso simple, el cual se obtiene a partir de la cochinilla seca y molida, dicho extracto se utiliza principalmente en el teñido de fibras textiles, éste se logra a partir de filtrar y hervir un macerado con agua del polvo del insecto hasta agotar el color. En dicha investigación el proceso de teñido de tela de algodón se basó en el teñido artesanal para la fibra de algodón, utilizaron tela premordentada con 25 % de alumbre de potasio, 10 % carbonato de sodio y 20 % de ácido tánico, obtuvieron el extracto acuoso del colorante de la cochinilla, donde introdujeron la tela de algodón. El porcentaje del colorante y de los mordientes que adicionaron a la tela durante el proceso fueron directamente proporcionales al peso seco de ésta. Utilizaron 25 % de cochinilla y agua suficiente para cubrir la tela durante el proceso de teñido.<sup>3a</sup> Posteriormente, estudiaron la influencia de la concentración de mordiente en el teñido de tela de algodón con extracto de cochinilla para lo cual ejecutaron cuatro experimentos utilizando distintas concentraciones de alumbre, carbonato de sodio y ácido tánico en el proceso de premordentado. Como conclusión de dicho estudio se presentó que a mayor número de iones de hidrógeno suministrados por los ácidos utilizados durante la etapa de mordentado, mayor es la tonalidad roja en la tela de algodón teñida con extracto de cochinilla, mientras que cuando realizaron ensayos con una mayor concentración de carbonato de sodio obtuvieron tonalidades púrpuras debido a la naturaleza alcalina que le confería al baño de teñido. Además afirman que la solidez del color del extracto de cochinilla en la tela depende del mordiente y su nivel de concentración durante el proceso de teñido. Esto lo confirmaron mediante los resultados que obtuvieron en los ensayos de solidez que se llevaron a cabo en tela de algodón.<sup>14</sup>

Por lo referido previamente se puede evidenciar la existencia de numerosas investigaciones con respecto al teñido de fibras naturales tales como la lana, algodón y seda, que son fibras conocidas y de alto consumo a nivel mundial, siendo el estudio del proceso de teñido de otras fibras, en especial las de origen vegetal, muy escaso, no obstante, con respecto al teñido de fibra de abacá (*Musa textilis*), en un estudio se aplicó colorante extraído de la sandalla (*Bocconia integrifolia*) y como mordientes se utilizaron fuentes

naturales de taninos como el *Schinus molle*, *Caesalpinia spinosa* y la *Acacia melanoxyla*, para lo cual se manipuló las concentraciones de colorante, tanino, ácido acético y se mantuvo constante la temperatura y relación de baño, tomando como criterio para la optimización del proceso el agotamiento de colorante en cada uno de los baños de teñido. Se determinó que la cantidad de tanino influye considerablemente en los valores de solidez, tanto a la luz como al frote obtenidos debido a que están relacionados directamente con el fijado del colorante en la fibra, concluyendo que los procesos de descruce y blanqueo aplicados a la fibra de abacá, no incrementan la cantidad de colorante que ingresa a la misma.<sup>15</sup>

Es importante indicar que no se logró encontrar información acerca del proceso de teñido de fibra de abacá con colorante extraído de la cochinilla, sin embargo, la información presentada anteriormente nos deja enmarcados en el contexto del presente proyecto de fin de carrera. A continuación se presenta información adicional relacionada con el proceso de teñido y las materias primas utilizadas en la elaboración de esta investigación.

### **3.2.1. Colorantes naturales**

Los colorantes naturales son sustancias químicas que tienen la propiedad de transferir color a las fibras y provienen de plantas superiores, algas, hongos y líquenes, algunos insectos, así como de algunos organismos marinos invertebrados.<sup>16</sup> Para que una sustancia coloreada se comporte como colorante, además de poseer grupos cromóforos requiere la presencia de grupos auxócromos; los primeros son capaces de dar color a la sustancia mientras que los segundos le otorgan afinidad con las fibras convirtiendo la sustancia en colorante. Importantes grupos cromóforos son el carbonilo, azo, nitroso, etileno mientras que los principales grupos auxócromos son el hidroxílico, amino, carboxílico, sulfuro y sulfónico.

Generalmente se clasifican a los colorantes de dos modos distintos, la clasificación tintórea agrupa los colorantes según su comportamiento frente a las fibras, mientras que la clasificación química los agrupa de acuerdo a su constitución. Dentro de la clasificación tintórea están los colorantes ácidos, básicos, sustantivos, a la tina, de complejo metálico, sobre mordiente, de dispersión y reactivos.<sup>5</sup> A la clasificación química corresponden los siguientes

grupos: tetrapirroles, carotenoides, flavonoides, xantonas, quinonas, derivados indigoides e indoles, y pirimidinas sustituidas.

El ácido carmínico, principio colorante de la cochinilla, está dentro del grupo de las quinonas con respecto a la clasificación química de los colorantes, y dentro de la clasificación tintórea corresponde al grupo de colorantes sobre mordiente.

### **3.2.2. Quinonas**

Las quinonas han sido conocidas por muchos años por sus propiedades tintóreas, son un grupo de compuestos cuya coloración varía desde el amarillo pálido hasta tonalidades cercanas al negro, la mayoría son de color amarillo a rojo y muy escasas las de color verde y azul; presentan un comportamiento poligenético, esto es, dan diferentes colores con distintos mordientes. Las quinonas se encuentran frecuentemente en las raíces, corteza, hojas y flores de ciertas plantas y en algunos organismos marinos invertebrados e insectos como la cochinilla. Se subdividen en benzoquinonas, naftoquinonas, quinonas isoprenoides y antraquinonas.<sup>16</sup>

Las antraquinonas constituyen el grupo más numeroso de las quinonas naturales y son la base y fuente de una importante cantidad de colorantes, a este grupo corresponde el ácido carmínico, de fórmula  $C_{22}H_{20}O_{13}$ , cristaliza en prismas rojos y se descompone a 120 °C. El ácido carmínico y sus derivados se emplean para dar color a fibras naturales y sintéticas, alimentos cárnicos, salsas, bebidas, confites, cosméticos y fármacos. Las soluciones de ácido carmínico son estables a la luz y a los tratamientos térmicos sin embargo, el color no es estable a los cambios de pH;<sup>17</sup> en medio ácido, hasta pH 4,0 es color naranja, en el intervalo de 5,0 a 6,0 toma una coloración roja y a partir de pH 6 la solución es de color púrpura.<sup>18</sup>

### **3.2.3. Cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*)**

La cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*), conocida también como grana cochinilla, cochinilla del carmín o nocheztli (sangre de tuna) es una especie de hemíptero cocoideo, es un insecto parásito que se cría en los cladodios de la tuna o nopal (*Opuntia spp.*).<sup>19</sup> Este insecto se alimenta de la savia de la tuna para lo cual se adhiere a la planta por medio de su aparato bucal, quedando fija por el resto de su ciclo biológico; que es un periodo comprendido por

aproximadamente 90 a 120 días. Las hembras son las que producen el colorante, el cual se extrae de sus cuerpos secos. La única función de los machos es copular a la cochinilla hembra y después mueren, ya que por tener el aparato bucal atrofiado no pueden alimentarse; viven de dos a tres días. La cochinilla presenta un marcado dimorfismo sexual, el macho, es de contextura pequeña, mide 2,5 mm de longitud y 5 mm de expansión alar. La hembra tiene un tamaño de 3 a 6 mm de longitud por 2,5 a 4,5 mm de ancho, es de color rojo y de forma ovalada. Una hembra produce de 150 a 400 huevos.<sup>3b</sup> La temperatura óptima para el desarrollo de la cochinilla está entre 26 a 28 °C.<sup>20</sup>

El contenido porcentual de ácido carmínico difiere entre una cochinilla y otra ya que las características genéticas y las condiciones del ambiente influyen en la mayor o menor presencia del compuesto. La cochinilla de mejor calidad posee entre 18 y 22 % de ácido carminico.<sup>19</sup> Por cada 3,3 Kg de cochinilla fresca se obtiene 1 Kg de cochinilla seca<sup>21</sup> (Figura 1).



**Figura 1.** Cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*) seca

**Fuente:** El autor

La importancia de este insecto ya era conocida antes del descubrimiento de América. Fue en la época de la conquista cuando los españoles dieron a conocer este colorante en Europa.<sup>19</sup> Después de la plata, la cochinilla era el segundo producto más importante de la producción en España en el siglo XVI. Con respecto a nuestro país, específicamente a la ciudad de Loja, en bibliografía referente a tintes y textiles se afirma que en el siglo XIX los pobladores de la ciudad de Loja, con más abundancia que los de Ambato y Cuenca, cosechaban la cochinilla para aplicarla a sus tejidos, los mismos que eran posteriormente comercializados.<sup>22</sup>

En la última década la producción de la cochinilla se ha centrado en países como Perú, con aproximadamente el 78 % de la producción a nivel

mundial (900 t/año), seguido por Chile con el 17 %, el resto de la producción se distribuye entre las Islas Canarias (España), México, Bolivia, Ecuador, Argentina y Sudáfrica.<sup>23</sup>

#### **3.2.4. Fibras naturales**

Desde los inicios de la humanidad, las únicas fibras empleadas para el hilado y tejido de prendas de vestir y diversos artículos eran las fibras naturales, obtenidas de los reinos vegetal y animal, fibras como el algodón, seda, lana, yute, abacá y pelos de diversos animales, sin embargo, a partir del siglo pasado, su uso disminuyó debido al desarrollo de las fibras artificiales y sintéticas.<sup>5</sup>

Las fibras naturales se clasifican en fibras vegetales o celulósicas como el algodón, lino, yute y abacá, en fibras animales o proteicas como la lana y la seda, y en fibras minerales como el asbesto.<sup>24</sup> Las fibras vegetales contienen aproximadamente del 60 al 90 % de celulosa, siendo este su componente principal, adicionalmente poseen cantidades variables de pectina, hemicelulosa, grasa, agua, entre otros. Las fibras celulósicas o vegetales se subdividen en fibras de semilla, como el algodón, en fibras de tallo, como el lino y el yute, y en fibras de hoja, como el sisal y el abacá.<sup>5</sup>

#### **3.2.5. Abacá (*Musa textilis*)**

El abacá (*Musa textilis*) también llamado cáñamo de manila (Figura 2), proviene de la misma familia que la planta de banana, Musaceae. La fibra de abacá es obtenida de las hojas de la planta. La planta madura tiene de 12 a 20 tallos, los mismos que miden de 2,6 a 6,7 m de alto. De los tallos proceden las vainas de las hojas que miden de 1 a 2,5 m de largo. Las mejores regiones para cultivar esta planta son con clima tropical húmedo y temperaturas que varían de 22 a 28 °C.<sup>24</sup> La composición química de la fibra de abacá, corresponde a 62,27 % de celulosa, 21,83 % de sustancias pécticas, 11,85 % de agua y 1,63 % de cenizas, grasas y ceras.<sup>25</sup>



**Figura 2.** Planta de abacá (*Musa textilis*)

**Fuente:** Washington, J. Galeria de fotos. [http://www.abatex.org/galeria\\_de\\_fotos](http://www.abatex.org/galeria_de_fotos)  
(Fecha de consulta: 27/07/2012)

La fibra de abacá (Figura 3) es categorizada según parámetros de limpieza, color, espesor, brillo y espesor. Es una fibra privilegiada por sus propiedades de resistencia al agua, especialmente al agua salada, por lo que es utilizada para fabricar cordelería utilizada en la pesca, además es aplicada en la producción de papel, envolturas para embutidos y es preferida para la fabricación de bolsas de té por su limpieza y estructura que permite la rápida difusión del extracto del mismo.<sup>24</sup> En el Ecuador se consideran cinco categorías de fibra de abacá, siendo la primera categoría la de mejor calidad y la de quinta categoría de menor calidad.<sup>15</sup>



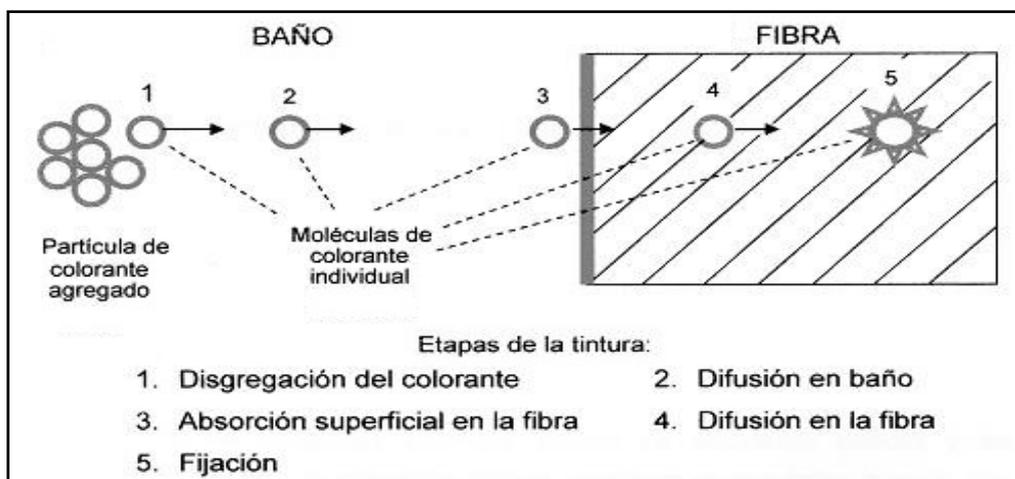
**Figura 3.** Fibra de abacá (*Musa textilis*)

**Fuente:** El autor

El principal productor de fibra de abacá en el mundo es Filipinas, seguido por Ecuador, en el año 2010, Filipinas produjo 57000 toneladas, mientras que Ecuador produjo 10000 toneladas. La producción mundial es valorada en aproximadamente 60 millones de dólares anuales. La mayoría de exportaciones son destinadas a Europa, Estados Unidos y Japón.<sup>26</sup>

### 3.2.6. Proceso de teñido

El teñido de fibras textiles con colorantes se realiza en una solución generalmente acuosa denominada licor o baño de teñido. Un proceso de teñido está realizado correctamente cuando la coloración es relativamente permanente, es decir, si no se remueve fácilmente por efecto de agentes externos como la luz y el agua.<sup>27</sup> El proceso de teñido se puede describir en varias etapas (Figura 4); el colorante se difunde en una fase líquida para llegar hasta la fibra, posteriormente el colorante pasa de la fase líquida a la fase sólida sobre la superficie de la fibra y finalmente el colorante ingresa al interior de la fibra estableciendo enlaces para fijarse dentro la misma.<sup>2</sup>



**Figura 4.** Esquema de las etapas de teñido

**Fuente:** Cegarra, J.; Puente, P.; Valdeperas, J., *Fundamentos científicos y aplicados de la tintura de materias textiles*. Universidad Politécnica de Barcelona: Barcelona, España, 1981.

El teñido de materiales textiles se ve afectado por la influencia de varios factores que tienen que ser considerados al momento de llevar a cabo este proceso, dichos factores se detallan a continuación:

- **Afinidad:** la afinidad entre el colorante y las fibras textiles la determina su estructura molecular, se debe tomar en cuenta la naturaleza del colorante y de la fibra, si estos son químicamente muy distintos, se precisa de un tratamiento distinto para llevar a cabo el proceso de teñido.<sup>5</sup>
- **Temperatura de teñido:** la difusión de las moléculas de colorante depende de la temperatura, a mayor temperatura la movilidad y energía de las moléculas incrementa favoreciendo la migración de las mismas desde el baño tintóreo hacia la fibra.

- **pH del baño tintóreo:** la condición de acidez, neutralidad o basicidad establece la conducta del colorante, influyendo en la capacidad de teñido, en la intensidad y en la variación del color obtenido en la fibra.
- **Tiempo de teñido:** es el periodo de tiempo en el cual el colorante y la fibra a teñir interactúan permitiendo la migración de las moléculas de colorante hacia la fibra.<sup>28</sup>
- **Electrolito:** el uso de bajas concentraciones de sal, generalmente NaCl, en el baño tintóreo aumenta la difusión de colorante hacia la fibra, sin embargo, concentraciones altas de la misma producen el efecto contrario.
- **Agitación:** la relación que existe entre el movimiento relativo entre la fibra y el baño tintóreo influye directamente en la velocidad de teñido, pues a mayor agitación y circulación del baño, el contacto entre la fibra y colorante aumenta.<sup>2</sup>
- **Relación de baño:** también conocida como razón licor, es la relación entre el volumen de líquido y el peso de material a teñir. Se recomienda utilizar una relación de baño en la que la fibra esté cubierta por el líquido y que le brinde movilidad a la misma.<sup>10</sup>
- **Mordentado:** es un proceso comúnmente utilizado para teñir con colorantes naturales, facilita la fijación del colorante a la fibra mediante el uso de sales solubles de metales como aluminio, cobre, hierro y estaño, el tipo de metal determina la tonalidad del color. Además, aumentan la resistencia del color frente a la luz o a los sucesivos lavados.<sup>27</sup> Existen tres técnicas de mordentado. El premordentado, que consiste en introducir la fibra en una solución de agua con el mordiente, se deja calentar a temperatura de ebullición por un tiempo determinado, posteriormente se procede a teñir la fibra; el mordentado directo o metamordentado en el que se introduce la fibra en el baño de teñido junto con el mordiente y el postmordentado, se coloca la fibra previamente teñida en una solución acuosa que contenga cierta cantidad de mordiente y se lleva a ebullición por cierto tiempo.<sup>29</sup>
- **Asistente:** o también llamado aditivo, refuerzan la acción de los mordientes y conceden suavidad, uniformidad y brillo a la fibra teñida. Son utilizados conjuntamente con los mordientes.<sup>27</sup>

Una vez revisados los factores que se deben tomar en cuenta en un proceso de teñido, es importante mencionar también las pruebas realizadas para comprobar la calidad de los productos, dichas pruebas denominadas solideces, permiten determinar el comportamiento del colorante frente al efecto de agentes externos, es decir, es la capacidad de un género tinturado a cambiar o perder su color debido a la acción de diferentes agentes. Se puede realizar pruebas de solidez sobre textiles teñidos, estampados, impresos o coloreados de alguna forma. Existen diferentes pruebas de solidez, las más comunes son: solidez a la luz, al lavado y manchado, y al frote.<sup>15</sup>

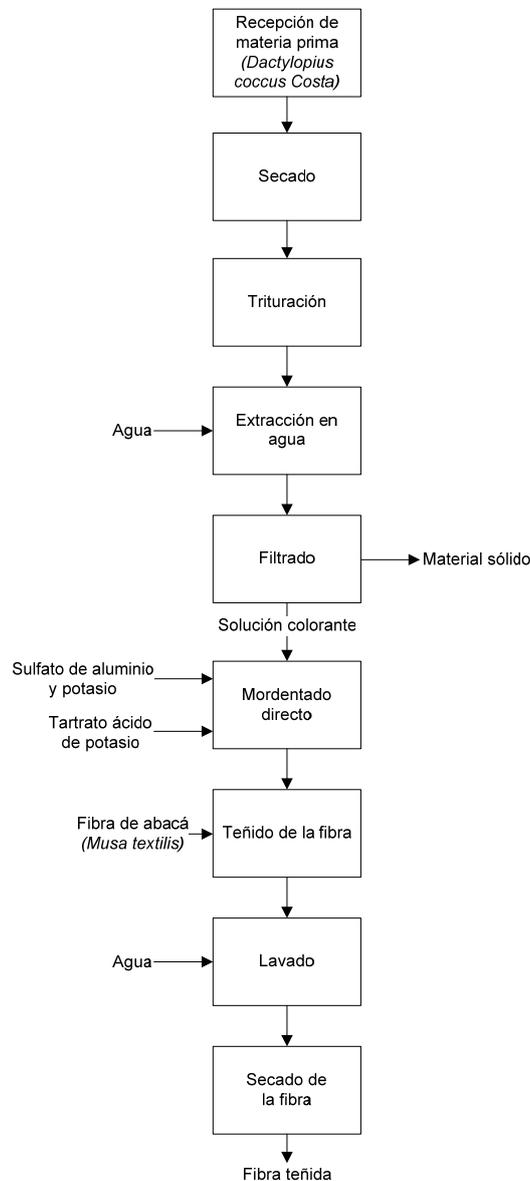
## 4. MATERIALES Y MÉTODOS

### 4.1. Determinación de ácido carmínico en la cochinilla seca

Para determinar la concentración de compuesto colorante presente en la cochinilla que se utilizó en los baños de teñido, se aplicó el método oficial para determinación de ácido carmínico del Food Chemicals Codex<sup>30</sup> (Anexo 1).

### 4.2. Proceso de extracción del colorante y teñido de la fibra

La metodología que se aplicó en este trabajo de investigación se basó en las pautas generales para un proceso de teñido artesanal con colorantes naturales<sup>19</sup> (Figura 5) propuesto por Marrone (2010).



**Figura 5.** Esquema del proceso de teñido  
**Fuente:** El autor

#### **4.2.1. Obtención del colorante**

##### **Recepción y secado de la materia prima**

La cochinilla se recolectó en la parroquia Malacatos del cantón Loja, Ecuador. Una vez sacrificados los insectos mediante el método de sofocación y asfixia,<sup>31</sup> la materia prima se sometió a un proceso de secado mediante exposición directa al sol por 6 horas, posteriormente permaneció bajo sombra por un lapso de ocho días en bandejas de secado.

##### **Trituración**

Se trituró la cochinilla para incrementar la superficie de contacto entre el colorante y el agua, este proceso se llevó a cabo en un molino de desgaste accionado por un motor de un caballo de fuerza provisto de una tolva de alimentación con capacidad de un kilogramo (Figura 6).



**Figura 6.** Molino de desgaste  
**Fuente:** El autor

Se realizó un análisis granulométrico (Anexo 2) en vía seca de la materia prima triturada para lo cual se utilizó una serie de tamices ASTM y se determinó un D80 correspondiente a la malla N° 38 y tamaño de partícula de 442,32 micrómetros.

##### **Extracción**

La extracción del colorante se realizó por maceración en solución acuosa durante 12 horas a temperatura ambiente, posteriormente la solución se llevó a ebullición por un periodo de 45 minutos, se tapó los vasos de precipitación para disminuir la evaporación. El colorante se extrajo en soluciones preparadas con 500 ml de agua destilada y 2,5 y 5 g de cochinilla (Figura 7).



**Figura 7.** Extracción de colorante de cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*)  
**Fuente:** El autor

### **Filtración**

Para separar la porción de cochinilla que no solubilizó en la solución, se procedió a filtrar a vacío con la ayuda de una bomba de succión, un embudo Büchner y papel filtro, se recogió el filtrado en un matraz volumétrico, dicha solución se utilizó como baño tintóreo para teñir la fibra de abacá (Figura 8).



**Figura 8.** Filtración del colorante de cochinilla (*Dactylopius coccus Costa*)  
**Fuente:** El autor

### **4.2.2. Teñido de fibra de abacá**

#### **Selección de la fibra**

Para el proceso de teñido se adquirió fibra de abacá procedente de la parroquia Luz de América del cantón Santo Domingo de los Tsáchilas, Ecuador. Se utilizó fibra de abacá de segunda categoría, la misma que presenta características aptas para el teñido como su fino espesor, color blanquecino y limpieza.

### **Mordentado directo**

Se utilizó como mordiente sulfato de aluminio y potasio (alumbre) y como asistente, tartrato ácido de potasio (crémor tártaro). La cantidad de dichas sustancias se calculó en función del peso de la fibra que se tiñó, se utilizaron 1 y 2,5 g de alumbre y 0,6 g de crémor tártaro en los tratamientos; tanto el mordiente como el asistente se añadieron y disolvieron en el baño tintóreo minutos previos a introducir la fibra en dicho baño.

### **Montaje de los baños de teñido**

Se efectuó en un baño termorregulado marca Memmert modelo WB-10 donde se introdujo los vasos de precipitación que contenían el baño tintóreo, una vez que la solución alcanzó la temperatura de 70 °C, se sumergió la fibra de abacá por un tiempo determinado de teñido (60 y 180 min); las madejas de fibra se lavaron antes de ser introducidas en el baño para eliminar impurezas y asegurar mayor uniformidad de teñido. Para disminuir la evaporación se tapó cada uno de los baños tintóreos (Figura 9). Se tiñeron muestras de 10 g de fibra de abacá en 500 ml de extracto; relación de baño 1:50.



**Figura 9.** Teñido de fibra de abacá (*Musa textilis*)  
**Fuente:** El autor

### **Lavado de la fibra teñida**

Se realizó con agua a temperatura ambiente, este proceso se lo hizo hasta que el agua del lavado quedó incolora, es decir no presentó residuos de colorante en ella (Figura 10).



**Figura 10.** Lavado de fibra teñida  
**Fuente:** El autor

### Secado de la fibra teñida

Las fibras teñidas se secaron bajo sombra en bandejas de secado por aproximadamente 24 horas (Figura 11).



**Figura 11.** Secado de fibra teñida  
**Fuente:** El autor

### 4.3. Diseño experimental

Para comprobar la hipótesis propuesta se decidió aplicar un diseño factorial  $2^k$ , en el que se manipularon cuatro factores (tabla 1), el diseño resultante fue un  $2^4$ , por lo que se requirió realizar 16 tratamientos.

Nivel	Factor a	Factor b	Factor c	Factor d
	Concentración de colorante % p/p (g de colorante/g de fibra)	Concentración de mordiente % p/p (g de mordiente/g de fibra)	Concentración de asistente % p/p (g de asistente/g de fibra)	Tiempo de teñido (min)
Bajo (0)	25	10	0	60
Alto (1)	50	25	6	180

**Tabla 1.** Niveles de los factores estudiados en el proceso de teñido  
**Fuente:** El autor

En la tabla 2. se detallan los 16 tratamientos y las condiciones de trabajo, se realizó tres réplicas por cada tratamiento resultando un total de 48 ensayos.

<b>N°</b>	<b>Tratamiento</b>	<b>Condiciones</b>
1	a0b0c0d0	25 % colorante, 10 % mordiente, 0 % asistente, 60 minutos
2	a1b0c0d0	50 % colorante, 10 % mordiente, 0 % asistente, 60 minutos
3	a0b1c0d0	25 % colorante, 25 % mordiente, 0 % asistente, 60 minutos
4	a1b1c0d0	50 % colorante, 25 % mordiente, 0 % asistente, 60 minutos
5	a0b0c1d0	25 % colorante, 10 % mordiente, 6 % asistente, 60 minutos
6	a1b0c1d0	50 % colorante, 10 % mordiente, 6 % asistente, 60 minutos
7	a0b1c1d0	25 % colorante, 25 % mordiente, 6 % asistente, 60 minutos
8	a1b1c1d0	50 % colorante, 25 % mordiente, 6 % asistente, 60 minutos
9	a0b0c0d1	25 % colorante, 10 % mordiente, 0 % asistente, 180 minutos
10	a1b0c0d1	50 % colorante, 10 % mordiente, 0 % asistente, 180 minutos
11	a0b1c0d1	25 % colorante, 25 % mordiente, 0 % asistente, 180 minutos
12	a1b1c0d1	50 % colorante, 25 % mordiente, 0 % asistente, 180 minutos
13	a0b0c1d1	25 % colorante, 10 % mordiente, 6 % asistente, 180 minutos
14	a1b0c1d1	50 % colorante, 10 % mordiente, 6 % asistente, 180 minutos
15	a0b1c1d1	25 % colorante, 25 % mordiente, 6 % asistente, 180 minutos
16	a1b1c1d1	50 % colorante, 25 % mordiente, 6 % asistente, 180 minutos

**Tabla 2.** Tratamientos y condiciones de trabajo en el proceso de teñido

**Fuente:** El autor

Se consideró como variable respuesta el agotamiento, el mismo que permite calcular la cantidad de colorante absorbido por la fibra expresada en porcentaje.

Se utilizó un espectrofotómetro UV-Visible marca Thermo Spectronic modelo Helios Beta, se realizaron lecturas espectrofotométricas para conocer la absorbancia de los baños tintóreos antes de introducir la fibra en él y después de haber transcurrido el tiempo de teñido y haber retirado la fibra teñida de la solución, en todos los casos se utilizó un factor de dilución de 50. La absorbancia de cada una de las muestras se leyó al máximo de absorción del ácido carmínico, que corresponde a la longitud de onda ( $\lambda$ ) de 495nm.

Con los datos de absorbancia de los baños tintóreos (Anexo 3) se logró calcular la concentración inicial y final por medio de la ecuación resultante de

la curva de calibración (Anexo 4) realizada con estándar de ácido carmínico (Anexo 5).

Para determinar el agotamiento se aplicó la siguiente fórmula:

$$\% \textit{Agotamiento} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100$$

donde  $C_i$  corresponde a la concentración inicial de colorante y  $C_f$  a la concentración final.

#### **4.4. Determinación de solidez a la luz**

Con la finalidad de evaluar la calidad de las fibras teñidas se realizó la determinación de la solidez a la luz en el Centro Textil Politécnico de la Escuela Politécnica Nacional. Se analizaron seis muestras, las mismas que fueron seleccionadas a partir de las agrupaciones con diferencias significativas obtenidas mediante la prueba de comparación múltiple de Tukey.

Para dicho análisis se trabajó bajo la norma de American Association of Textile Chemists and Colorists (AATCC), Test Method 16-2004: Colorfastness to Light. Las muestras de fibra de abacá teñida con colorante de cochinilla y un estándar de lana azul para solidez a la luz de la AATCC fueron expuestos simultáneamente bajo una lámpara de arco de xenón por un periodo de 30 horas. La solidez a la luz se evaluó por el cambio de color entre la parte de la muestra que se expuso a la luz y la porción de la muestra que no fue expuesta, las muestras fueron comparadas con la escala de grises AATCC para cambio de color.<sup>32</sup>

## 5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

### 5.1. Contenido de ácido carmínico en la cochinilla (*Dactylopius coccus* Costa)

Para el caso de la cochinilla como materia prima colorante es fundamental determinar la cantidad de ácido carmínico en el insecto, debido a que no solo define la calidad, sino también el precio, el cual se ajusta de acuerdo al porcentaje de ácido carmínico presente en el insecto seco.

La cochinilla fina o de mejor calidad posee entre 18 y 22 % de ácido carmínico,<sup>19</sup> otra fuente reporta un rango más estrecho, entre 21 y 22 % del mismo compuesto.<sup>23</sup> Con respecto a la cochinilla seca que se utilizó para teñir la fibra de abacá, el análisis ejecutado mostró un contenido de 21,6 % de ácido carmínico, el resultado obtenido se consideró adecuado debido a que se encuentra dentro de los niveles presentados en la literatura demostrando que para la obtención del extracto colorante se trabajó con cochinilla de buena calidad.

### 5.2. Análisis de varianza

Para definir los factores del diseño experimental se consideró las principales variables que intervienen en el proceso de teñido, con la experiencia adquirida en ensayos previos, se seleccionaron como factores del experimento las concentraciones de colorante, mordiente, asistente y tiempo de teñido. Los niveles asignados para cada uno de estos factores se basaron en procedimientos de teñido artesanal de lana y algodón, a excepción del nivel alto correspondiente a tiempo de teñido que se lo designó en función de que en periodos prolongados de teñido los colores obtenidos son más intensos.<sup>10</sup>

La temperatura del proceso se mantuvo constante a 70 °C, datos bibliográficos postulan que es aconsejable trabajar a temperaturas comprendidas entre los 60 y 120 °C,<sup>2</sup> adicionalmente, se conoce que a mayor temperatura aumenta la difusión del colorante hacia la fibra, sin embargo el baño de teñido se evapora rápidamente y el contacto entre la fibra y el colorante disminuye.

La relación de baño con la que se trabajó para preparar las soluciones tintóreas fue relación 1:50, es decir, por cada gramo de fibra a teñir se

adicionó 50 ml de agua, dicha relación es recomendada para trabajar a nivel de laboratorio,<sup>29</sup> al igual que la temperatura, la relación de baño se mantuvo constante en todos los tratamientos, la fibra sumergida en el baño estaba totalmente cubierta por el colorante lo cual le brindaba cierta movilidad.

Es importante mencionar que el pH, el uso de electrolito y la agitación no se consideraron como factores del diseño, si bien el uso de electrolito acelera el proceso de difusión del colorante, las tonalidades obtenidas en la fibra eran opacas y no presentaban un teñido uniforme.

Con respecto a la agitación y circulación de los baños tintóreos, se necesita de equipos adecuados y diseñados exclusivamente para procesos de teñido; estos permiten un adecuado manejo de la fibra, evitan que se enrede y facilitan su manipulación para usos posteriores.

El pH de los baños tintóreos fluctuó entre 5,18 y 5,21, valores adecuados para el extracto de cochinilla; como reporta la bibliografía éste debe permanecer entre pH 5 y 5,5.<sup>23</sup> El ácido carmínico tiene la propiedad de cambiar de color dependiendo del pH de la solución,<sup>3a</sup> para aprovechar la sensibilidad del colorante a los cambios de pH y obtener mayor variedad de tonos se decidió no considerar el pH como un factor dentro del diseño experimental, sin embargo se midió el mismo en cada una de las soluciones ya que el rango utilizado en procesos de teñido va de 2 a 12; a niveles de pH fuertemente ácidos (menores o iguales a 1) se da ausencia del fenómeno de hidratación.<sup>28</sup> El pH de los baños tintóreos que contenían alumbre osciló entre 3,09 y 3,18; se obtuvo tonos púrpuras en la fibra teñida mientras que el pH de las soluciones tintóreas que contenían alumbre y crémor tártaro permaneció entre 2,76 y 2,92; se consiguió tonos rosas en la fibra. Los colores obtenidos también dependen del tipo de fibra y del tratamiento químico que recibe.<sup>33</sup>

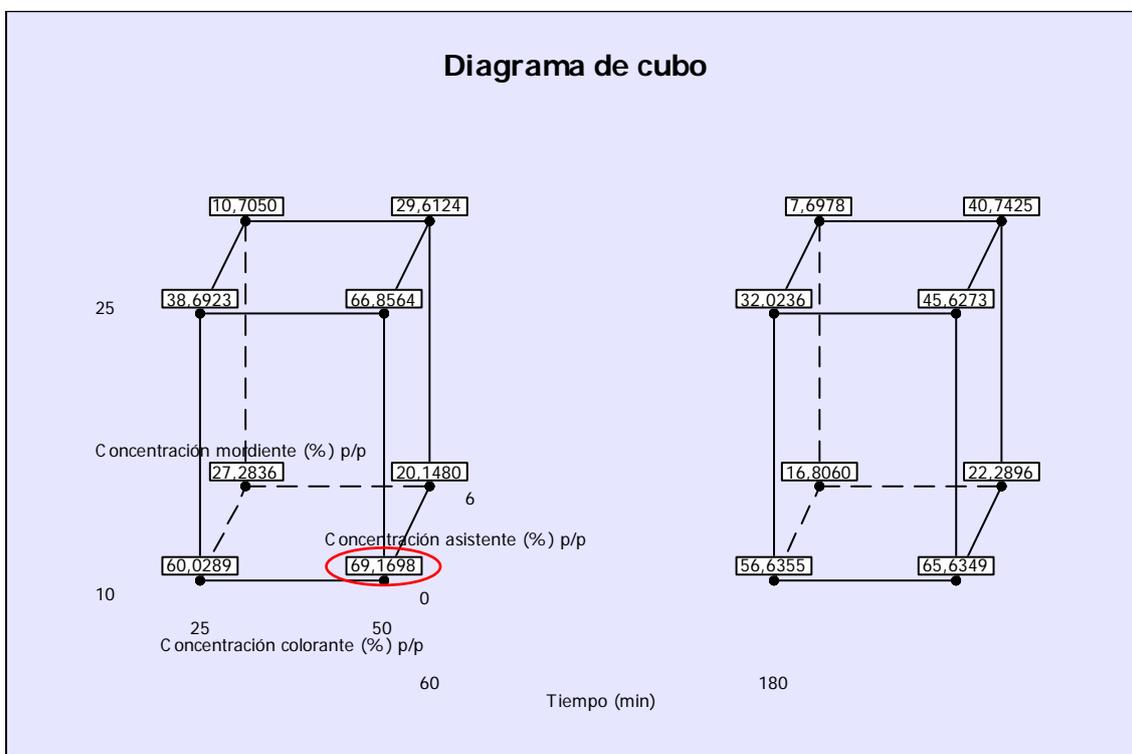
El análisis estadístico de los datos obtenidos (Anexos 6) se llevó a cabo mediante el uso del software Minitab, se realizó un análisis de varianza (ANOVA), con un nivel de significancia  $\alpha = 0,05$ . Debido a que los valores de P obtenidos en el análisis de varianza (Anexo 7) son menores a  $\alpha$  se rechaza la hipótesis nula ( $H_0$ ) y se da crédito a la hipótesis de investigación ( $H_i$ ), es decir, al menos una de los factores del diseño experimental influyen en el agotamiento del colorante en los baños tintóreos, demostrando diferencia significativa entre tratamientos.

Únicamente la interacción doble entre la concentración de mordiente y tiempo de teñido presentó un valor de  $P > \alpha$ , demostrando que dicha interacción no resultó significativa para la variable respuesta.

La última sección del anexo 7, presenta los resultados del análisis de mínimos cuadrados, éstos se refieren a las medias de agotamiento que se alcanzaron con los diferentes niveles asignados a cada factor. Estas medias ayudaron a definir la mejor combinación para producir un mayor agotamiento de colorante en el baño de teñido, a continuación se detalla cada factor y su respectivo nivel:

- 50 % p/p de colorante (g de colorante/g de fibra)
- 10 % p/p de mordiente (g de mordiente/g de fibra)
- 0 % p/p de asistente (g de asistente/g de fibra)
- 60 minutos de teñido

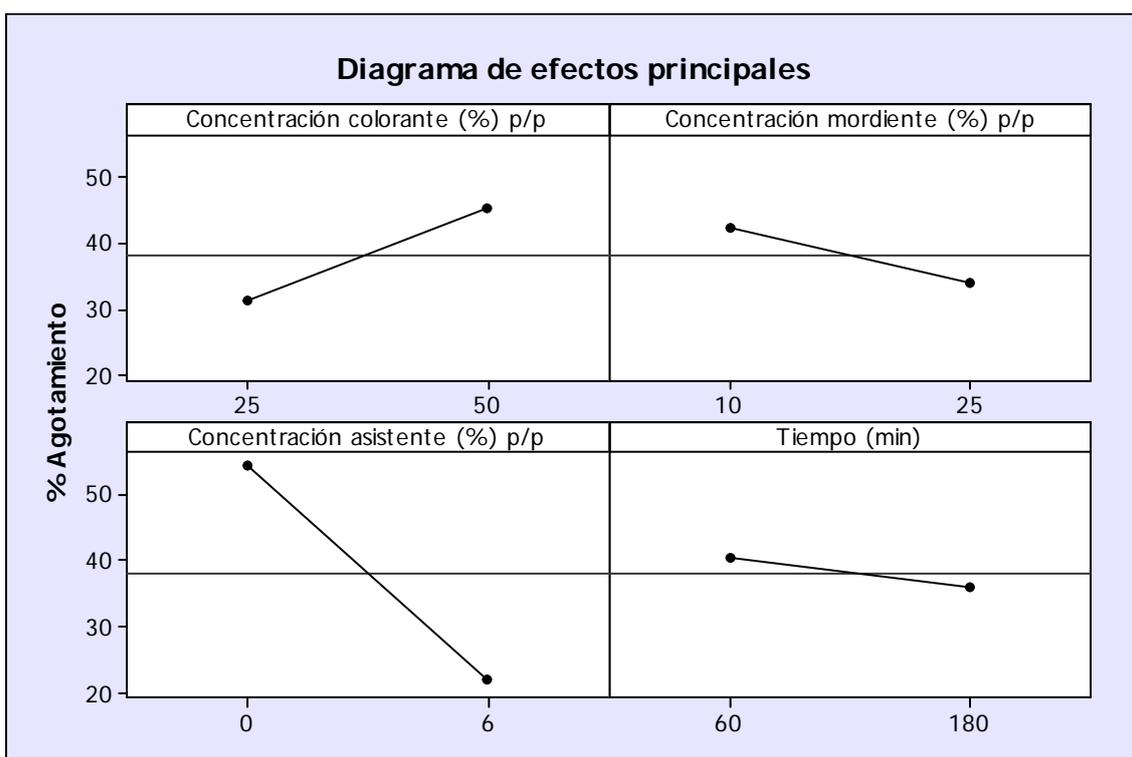
Se realizó un análisis gráfico que ayudó a visualizar de manera más clara los efectos e interacciones entre factores. El diagrama de cubo (Figura 12) permite observar el resultado de todas las interacciones que están presentes en el experimento.



**Figura 12.** Diagrama de cubo  
Fuente: El autor

Como se observa en el diagrama, el máximo agotamiento que se alcanzó es de 69,1698 %, el mismo que corresponde a la combinación de 50 % de colorante, 10 % de mordiente, 0 % de asistente y 60 minutos de teñido. Dichos niveles son los mismos que se obtuvieron en el análisis de mínimos cuadrados presentados anteriormente.

El diagrama de efectos principales (Figura 13) presenta el nivel óptimo en el que deben ser aplicados cada uno de los factores y su influencia en la variable respuesta.



**Figura 13.** Diagrama de efectos principales  
Fuente: El autor

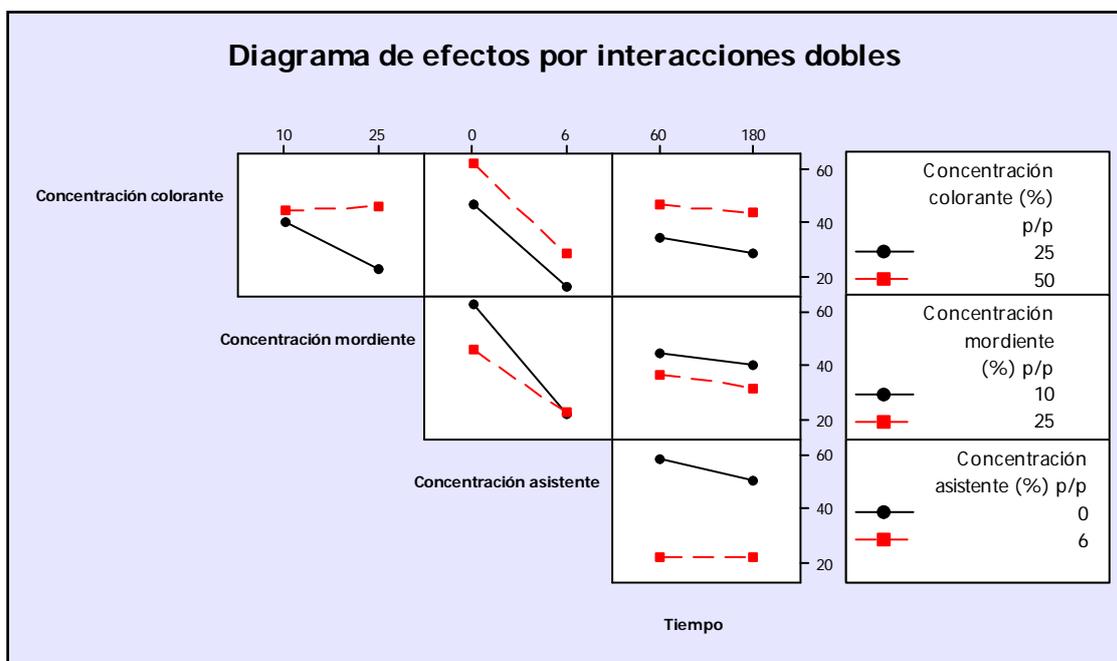
En el caso de la concentración de colorante, se consiguió un mayor agotamiento cuando los baños de teñido contenían el 50 % de concentración del mismo con respecto al peso en seco de la fibra que se tinturó.

La concentración de mordiente favoreció al agotamiento de colorante cuando se utilizó el 10 % de alumbre en los baños tintóreos.

Con respecto a la concentración de asistente, se obtuvieron mayores agotamientos cuando las soluciones de teñido contenían 0 % de dicha sustancia, como se puede observar en el diagrama de efectos principales (Figura 13), es el factor que mayor diferencia presenta entre sus dos niveles.

En el caso del factor tiempo, se alcanzaron mayores porcentajes de agotamiento cuando el teñido se realizó por 60 minutos, sin embargo, la diferencia entre ambos niveles no influye significativamente al mismo.

El diagrama de efectos por interacciones dobles (Figura 14), muestra la interacción entre cada uno de los factores involucrados en el proceso.



**Figura 14.** Diagrama de efectos por interacciones dobles  
Fuente: El autor

La interacción entre las concentraciones de colorante y mordiente logró un mayor porcentaje de agotamiento cuando se utilizó el 50 % de colorante y el 25 % de mordiente, sin embargo, si se utilizara el 10 % de mordiente se alcanzaría un porcentaje de agotamiento similar. Cuando se utilizó la misma concentración de colorante y mordiente en los baños de teñido, el agotamiento se vio afectado negativamente.

El porcentaje de agotamiento se ve favorecido de manera significativa en ausencia de asistente, independientemente de las concentraciones de colorante y mordiente, sin embargo, se obtuvieron mayores agotamientos cuando se utilizó el 50 % de concentración de colorante y el 10 % de mordiente en los baños tintóreos.

Con respecto a las interacciones entre el tiempo de teñido y las concentraciones de colorante, mordiente y asistente, éste no influyó de manera significativa en el agotamiento de los baños de teñido, como se puede

observar en el diagrama el porcentaje de agotamiento disminuyó cuando se efectuó el teñido por 180 minutos, a excepción de la interacción entre el 6 % de asistente y 180 minutos de teñido donde existió un ligero aumento en el porcentaje de agotamiento.

### 5.2.1. Prueba de comparación múltiple de Tukey

En la tabla 3. se muestra la agrupación que resultó de la prueba de comparación múltiple de Tukey, los tratamientos dentro del mismo grupo no son significativamente diferentes entre sí.

<b>Tratamiento</b>	<b>Media</b>	<b>Agrupamientos</b>
a1b0c0d0	69,170	A
a1b1c0d0	66,856	A
a1b0c0d1	65,635	A
a0b0c0d0	60,029	B
a0b0c0d1	56,636	B
a1b1c0d1	45,627	C
a1b1c1d1	40,742	D
a0b1c0d0	38,692	D
a0b1c0d1	32,024	E
a1b1c1d0	29,612	E F
a0b0c1d0	27,284	F
a1b0c1d1	22,290	G
a1b0c1d0	20,148	G H
a0b0c1d1	16,806	H
a0b1c1d0	10,705	I
a0b1c1d1	7,698	I

**Tabla 3.** Prueba de comparación múltiple de Tukey  
Fuente: El autor

Según la prueba de comparación múltiple de Tukey, se determinó nueve agrupamientos dentro de los cuales no existe diferencias significativas entre tratamientos. El grupo A muestra los mayores porcentajes de agotamiento de colorante, los tres tratamientos corresponden al 50 % de concentración de colorante y 0 % de asistente.

Es importante destacar que el tratamiento a1b0c0d0 (50 % de colorante, 10 % de mordiente, 0 % de asistente y 60 minutos de teñido)

alcanzó el mayor porcentaje de agotamiento de colorante en los baños de teñido y es el que utilizó la menor cantidad de recursos entre los tres de su agrupación, condición que se debe tomar en cuenta en la selección de los tratamientos óptimos de teñido.

### 5.3. Control de calidad

Los resultados de la determinación de la solidez a luz de las muestras de fibra de abacá teñidas con colorante extraído de la cochinilla se muestran en la tabla 4. Las muestras que fueron evaluadas se seleccionaron a partir de las agrupaciones resultantes de la prueba de comparaciones múltiples de Tukey, dichas muestras contenían distintos porcentajes de absorción de colorante, aproximadamente 12 % de diferencia entre cada muestra.

<b>Tratamiento</b>	<b>Condiciones</b>	<b>Solidez a la luz</b>
a1b0c0d0	50 % colorante, 10 % mordiente, 0 % asistente, 60 minutos	2-3
a1b0c1d0	50 % colorante, 10 % mordiente, 6 % asistente, 60 minutos	4
a1b1c1d0	50 % colorante, 25 % mordiente, 6 % asistente, 60 minutos	3-4
a0b0c0d1	25 % colorante, 10 % mordiente, 0 % asistente, 180 minutos	2-3
a1b1c0d1	50 % colorante, 25 % mordiente, 0 % asistente, 180 minutos	4
a0b1c1d1	25 % colorante, 25 % mordiente, 6 % asistente, 180 minutos	3-4

**Tabla 4.** Resultados de solidez a la luz  
**Fuente:** El autor

Para la valoración de esta prueba se asigna 1 a la menor solidez y 8 a la mayor solidez, datos bibliográficos reportan que un valor de 4 se considera como una aceptable solidez a la luz.<sup>29</sup>

Los tratamientos a1b0c1d0, a1b1c0d1, a1b1c1d0 y a0b1c1d1 presentaron las mayores solideces; dentro del rango de 3 a 4, sin embargo no presentaron buenos porcentajes de agotamiento de colorante.

Por otro lado, los tratamientos que presentaron agotamientos superiores al 50 %, presentaron las solideces más bajas; dentro del rango de 2 a 3. Dichos tratamientos son: a1b0c0d0 y a0b0c0d1.

Es importante señalar que a pesar de que la presencia de asistente en los baños de teñido inhibe el agotamiento de colorante, los tratamientos con mejores solideces utilizaron el 6 % de concentración de asistente en sus baños

tintóreos. Adicionalmente, con estos resultados se pudo comprobar la acción del mordiente, los tratamientos que utilizaron 25 % de mordiente lograron las mejores solidez, no obstante, para lograr mayores porcentajes de agotamiento se requiere de menores niveles de mordiente en la solución.

#### **5.4. Estimación de costos de producción**

Para la estimación de costos de producción de fibra de abacá teñida con colorante extraído de la cochinilla se consideró la mano de obra, basada en el salario mínimo vital de nuestro país; los equipos utilizados considerando la depreciación de cada uno de ellos; y el costo de las materias primas e insumos empleados en el tratamiento a la luz, el mismo que obtuvo mayor solidez a la luz y consumió menor cantidad de recursos. Se estimó el costo de un kilogramo de fibra teñida a \$ 42,28 USD (Anexo 8).

Una artesanía elaborada con fibra de abacá sin teñir requiere alrededor de 0,14 Kg de fibra, representando un gasto de alrededor de \$ 0,20 USD. en materia prima y se comercializa el producto en aproximadamente \$ 30,00 USD.,<sup>6</sup> obteniendo un notable beneficio económico. La elaboración de artesanías con fibra teñida con colorante de cochinilla reduce el porcentaje de ganancias, sin embargo, se otorga un valor agregado a las artesanías, ya que son productos amigables con el medio ambiente y al presentar características de color diferentes es posible llegar a un sector más amplio de consumidores.

#### **5.5. Elaboración del catálogo cromático**

Como producto del proceso de experimentación se elaboró un catálogo cromático con las muestras de fibra teñida resultantes de cada uno de los tratamientos, en él se especifican las condiciones del proceso de teñido, adicionalmente, se comparó visualmente cada uno de las tonalidades obtenidas en la fibra con una paleta de colores Pantone; sistema reconocido a nivel mundial para especificar e identificar colores de una manera precisa, se asignó un código de dicho sistema a cada uno de los colores obtenidos para facilitar la comunicación cuando se necesite teñir la fibra de determinado color en futuras aplicaciones.

## 6. CONCLUSIONES

- Los parámetros que se deben tomar en cuenta al momento de llevar a cabo un proceso de teñido son la temperatura, el tiempo de teñido, el pH del baño tintóreo, el uso de mordientes y asistentes, la agitación, la relación de baño y la afinidad entre el colorante y la fibra.
- Una vez estudiados los métodos artesanales de extracción de colorantes naturales y teñido de fibras, se puede afirmar que éstos son apropiados para dicho fin y son amigables con el medio ambiente.
- La concentración de colorante es un factor altamente significativo y el que más contribuye positivamente a la variable respuesta (agotamiento), por el contrario, el factor tiempo es el que menor influencia tuvo al momento de determinar el agotamiento de colorante en los baños tintóreos.
- El mayor porcentaje de agotamiento, que corresponde al 69,17 % se logró cuando se utilizó 50 % de colorante y 10 % de mordiente en relación al peso en seco de fibra a teñir, por un periodo de teñido de 60 minutos a 70 °C en una relación de baño 1:50.
- La cantidad de colorante absorbido en la fibra no es directamente proporcional a la resistencia que presente la fibra teñida ante el efecto de agentes externos, se debe considerar el uso de mordientes y asistentes que aseguren la fijación del colorante en la fibra.
- La mejor solidez a la luz, que corresponde a 4 dentro de una escala de 1 a 8 se alcanzó cuando se utilizó 50 % de colorante, 10 % de mordiente y 6 % de asistente en relación al peso en seco de fibra a teñir, por un periodo de teñido de 60 minutos, dicho tratamiento utilizó menor cantidad de recursos.
- La aplicación de los niveles altos de concentración de mordiente y asistente inhiben el agotamiento de colorante en los baños tintóreos, sin

embargo, confieren a la fibra teñida valores aceptables de solidez a la luz, confirmando su utilización en procesos de teñido artesanal.

- De la estimación de costos de producción se determinó que teñir un kilogramo de fibra de abacá con colorante extraído de la cochinilla cuesta \$ 42,28 USD. considerando el tratamiento que presentó mejor solidez a la luz y empleó menor cantidad de materia prima e insumos.

## 7. RECOMENDACIONES

- Mediante la aplicación de diseños experimentales se puede estudiar de manera profunda las variables que intervienen en los procesos de teñido para optimizar los procesos de teñido logrando productos de mejor calidad y a menor precio. Se puede experimentar con distintos niveles y obtener mejores resultados.
- Se recomienda realizar estudios para aprovechar al máximo las materias primas e insumos utilizados en el proceso, se puede realizar extracciones posteriores a la torta resultante del filtrado del extracto de colorante de cochinilla, así como también se puede reutilizar los baños tintóreos sobrantes con la finalidad de reducir costos y reducir la contaminación ambiental.
- La especie *Dactylopius coccus Costa*, es un insecto que se puede cultivar en algunas zonas de nuestra provincia, de debería profundizar su estudio ya que los productos obtenidos del mismo pueden ser aplicados no sólo en la industria textil sino también en la industria alimentaria, cosmética y farmacéutica.
- En nuestro medio existe una gran cantidad de especies que pueden ser objeto de estudio para la extracción de colorantes naturales como alternativa a los colorantes sintéticos, además de aprovechar la diversidad del medio se puede contribuir al desarrollo de la ciudad.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

1. Chávez, C. K. Extracción con disolvente del colorante rojo de la cochinilla (*Dactylopius coccus*): caracterización de la separación y la transferencia de masa. Universidad Nacional Autónoma de México, México D.F., 2002.
2. Cegarra, J.; Puente, P.; Valldeperas, J., *Fundamentos científicos y aplicados de la tintura de materias textiles*. Universidad Politécnica de Barcelona: Barcelona, España, 1981.
3. (a) Arroyo, G.; Ruiz, G.; Vargas, L.; González, G., Aplicación de productos derivados del insecto *Dactylopius coccus* Costa (Homóptera, Dactylopiidae). *Acta Universitaria* 2010, pp 51-55; (b) Pérez, S.; Cuen, M.; Becerra, R., Nocheztli: el insecto del rojo carmín. *Biodiversitas* 2001, pp 1-8.
4. Velasco, N. Diseño de una planta piloto para la obtención del colorante natural del muítle (*Justicia spicigera*). Universidad Nacional Autónoma de México, México D.F., 2008.
5. Martínez de las Marías, P., *Química y física de las fibras textiles*. Primera ed.; Editorial Alhambra S.A.: Madrid, España, 1976.
6. Fundación ProPueblo. [www.propueblo.com](http://www.propueblo.com) (Fecha de consulta: 22/07/2012).
7. Romero, J. Descripción de la técnica de teñido en lana con grana cochinilla: hacia un sistema de producción alternativo del diseño textil en Teotitlán del Valle, Oaxaca. Universidad Tecnológica de la Mixteca, Oaxaca, México, 2006.
8. De Dios Barragán, A. Aplicación del diseño de experimentos en el proceso de tintura del poliéster. Universidad de las Américas Puebla, Puebla, 2007.
9. Marrone, L., *Tintes naturales al alcance de nuestras manos*. Primera ed.; Parábola Editorial: Buenos Aires, Argentina, 2008.
10. Dean, J., *The craft of natural dyeing: glowing colours from the plant world*. Search Press: Kent, England, 1994.

11. Samanta, A.; Agarwal, P., Application of natural dyes on textiles. *Indian Journal of Fibre & Textile Research* 2009, 34, 384-399.
12. García, G. Determinación de los parámetros óptimos para la utilización de carmín de cochinilla (ácido carmínico) como colorante natural (rojo) para yogur. Universidad Técnica Particular de Loja, Loja, Ecuador, 2004.
13. Guachi, M.; Naula, S. Obtención del colorante rojo carmín a partir de la Cochinilla (*Dactylopius coccus cactis*) en la parroquia Guanando, provincia de Chimborazo. Universidad Estatal de Bolívar, Guaranda Ecuador, 2009.
14. Arroyo, G.; Ruiz, G.; Cuevas, G.; González, G., Cotton fabric dyeing with cochineal extract: influence of mordant concentration. *Coloration Technology* 2010, (127), 39-46.
15. Chávez, D. Teñido de abacá con papaveraceae *Bocconia intergrifolia* usando para tanar la fibra *Schinus molle*, *Caesalpinia spinosa* y *Acacia melanoxylon*. Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador, 2006.
16. Lock, O., *Colorantes naturales*. 1 ed.; Fondo Editorial de la Pontificia Universidad Católica de Lima: Lima, Perú, 1997.
17. Gibaja, S., *Pigmentos naturales quinónicos*. Fondo Editorial Universidad Nacional Mayor de San Marcos: Lima, Perú, 1998.
18. Centeno, M. Extracción, estabilización y evaluaciones analíticas del carmín. Instituto Politécnico Nacional, México, D.F., 2003.
19. Marrone, L., *Colores de la tierra, guía de teñido artesanal con tintes naturales*. Editorial Martín: Buenos Aires, Argentina, 2010.
20. Flores, V., La cochinilla y su medio ambiente. Exportadores, A. d.; Development, U. S. A. f. I., Eds. Ayacucho, Perú, 1997.
21. Palomino, R. *Comercialización de cochinilla*; Universidad Nacional de San Cristobal de Huamanga: Ayacucho, Perú, 1996.
22. Jaramillo, H., *Textiles y tintes*. Centro Interamericano de Artesanos y Artes Populares: Ecuador, 1988.

23. Cabrera, R. Downstream processing of natural products: carminic acid. International University Bremen, Alemania, 2005.
24. Kirk, R.; Othmer, D., Fibers. In *Encyclopedia of Chemical Technology*, 4th ed.; 2001; Vol. 10, pp 264-365.
25. Casa, F., *Industria textil*. Editorial Labor, S. A.: Barcelona, España, 1969.
26. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Abaca. <http://www.fao.org/economic/futurefibres/fibres/abaca0/en/> (Fecha de consulta: 27/07/2012).
27. Dos Santos Afonso, M.; Maier, M., *Química y color en los textiles*. Universidad de Buenos Aires: Buenos Aires, Argentina, 2007.
28. Sánchez, M. G. Comprobación de la actividad tintorera en fibras orgánicas y sintéticas de la *Berberis hallii*. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Chimborazo, Ecuador, 2010.
29. Ordóñez, Y. F.; Ordóñez, M. L. Tinción de fibras de lana utilizando colorante extraído de maíz morado (*Zea mays* L.). Universidad Técnica Particular de Loja, Loja, 2006.
30. Committee on Food Chemicals Codex, Food and Nutrition Board, Institute of Medicine of the National Academies, Food chemicals codex. In *Monographs*, The National Academies Press: Washington, D.C., 2004.
31. Hatakeda, A., *La tuna y la cochinilla una alternativa de desarrollo sostenible*. FUNDELAM: Quito, Ecuador, 2001.
32. American Association of Textile Chemists and Colorists, AATCC Technical Manual. In *Colorfastness to Light*, American Association of Textile Chemists and Colorists: North Carolina, 2009; pp 25-36.
33. Dutton, L. M. *Cochineal: a bright red animal dye*. Baylor University, Waco, Texas, 1992.

## 9. ANEXOS

**Anexo 1.** Determinación de la concentración de ácido carmínico en la cochinilla.

### Método oficial del Food Chemicals Codex

#### Ácido Carmínico

Pesar exactamente 0,100 g de muestra, disolver en 30 ml de ácido clorhídrico 2 N y calentar a ebullición por 30 segundos, enfriar y diluir a volumen de 1 L.

**Nota:** en caso de que se presente la formación de un precipitado negro o café se recomienda filtrar la solución.

Con un espectrofotómetro adecuado, determinar la absorbancia de la solución en una celda de 1 cm a una longitud de onda de 494 nm, utilizar una dilución acuosa 1:3 de ácido clorhídrico 2 N como blanco. Calcular el porcentaje de ácido carmínico en la muestra con la siguiente fórmula:

$$100A/13.9W$$

Donde A es la absorbancia de la solución que contiene la muestra y W es el peso en gramos de la muestra tomada.

## Anexo 2. Análisis granulométrico de la cochinilla

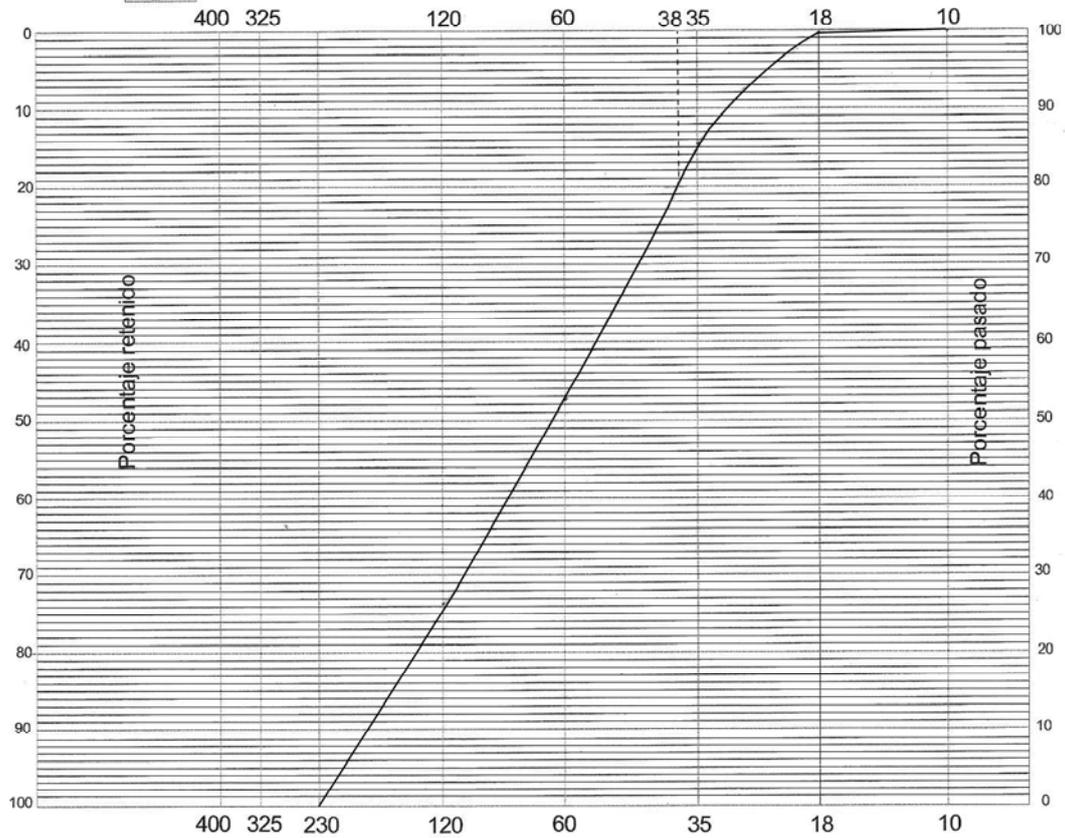


UNIVERSIDAD TÉCNICA PARTICULAR DE LOJA  
LABORATORIO DE BENEFICIO DE MINERALES CBCM - UCG

Analista: Galo Antonio Ojeda Brito  
Análisis granulométrico

Diagrama ASTM

Proyecto: Tenido de fibra de abacá utilizando colorante de cochinilla.



Fuente: El autor

Análisis granulométrico					
Nro. Malla	Abertura (µm)	Peso (gr)	Peso (%)	Acumulado retenido (%)	Acumulado pasante (%)
10	2000	0,02	0,01	0,0	100,0
18	1000	0,5	0,20	0,2	99,8
35	500	34,9	14,01	14,2	85,8
60	250	82,15	32,99	47,2	52,8
120	125	65,96	26,49	73,69	26,3
230	63	65,51	26,31	100,00	0,0
325	45				
400	37				
-400					
Lamas					
<b>Total</b>		249,04			

Fuente: El autor

**Anexo 3.** Concentración inicial y final de ácido carmínico en los baños tintóreos.

Para el cálculo de la concentración inicial y final de los baños de teñido se consideró el factor de dilución (50) utilizado para cada lectura espectrofotométrica y se aplicó la ecuación de la curva de calibración:

$$\text{Concentración (ppm)} = 63,21 A - 02419$$

<b>Tratamiento</b>	<b>Réplica</b>	<b>Absorbancia inicial <math>A_i</math></b>	<b>Absorbancia final <math>A_f</math></b>	<b>Concentración inicial <math>C_i</math> (ppm)</b>	<b>Concentración final <math>C_f</math> (ppm)</b>
a0b0c0d0	1.1	0,439	0,175	1375,36	540,99
	1.2	0,414	0,168	1296,35	518,87
	1.3	0,384	0,158	1201,54	487,26
a1b0c0d0	2.1	0,790	0,242	2484,70	752,75
	2.2	0,770	0,247	2421,49	768,55
	2.3	0,753	0,232	2367,76	721,14
a0b1c0d0	3.1	0,385	0,235	1204,70	730,62
	3.2	0,351	0,215	1097,24	667,41
	3.3	0,366	0,230	1144,65	714,82
a1b1c0d0	4.1	0,800	0,286	2516,31	891,81
	4.2	0,853	0,263	2683,81	819,12
	4.3	0,826	0,279	2598,48	869,68
a0b0c1d0	5.1	0,415	0,301	1299,51	939,22
	5.2	0,406	0,301	1271,07	939,22
	5.3	0,425	0,307	1331,12	958,18
a1b0c1d0	6.1	0,727	0,599	2285,59	1881,04
	6.2	0,704	0,551	2212,90	1729,34
	6.3	0,717	0,568	2253,98	1783,07
a0b1c1d0	7.1	0,366	0,330	1144,65	1030,87
	7.2	0,352	0,313	1100,40	977,14
	7.3	0,341	0,304	1065,64	948,70

a1b1c1d0	8.1	0,665	0,485	2089,64	1520,75
	8.2	0,645	0,455	2026,43	1425,93
	8.3	0,673	0,459	2114,92	1438,57
a0b0c0d1	9.1	0,301	0,135	939,22	414,57
	9.2	0,327	0,143	1021,39	439,86
	9.3	0,319	0,139	996,10	427,21
a1b0c0d1	10.1	0,514	0,183	1612,40	566,28
	10.2	0,519	0,174	1628,20	537,83
	10.3	0,508	0,180	1593,44	556,80
a0b1c0d1	11.1	0,306	0,209	955,02	648,45
	11.2	0,304	0,210	948,70	651,61
	11.3	0,307	0,208	958,18	645,29
a1b1c0d1	12.1	0,566	0,303	1776,75	945,54
	12.2	0,553	0,301	1735,66	939,22
	12.3	0,515	0,289	1615,56	901,29
a0b0c1d1	13.1	0,342	0,287	1068,80	894,97
	13.2	0,340	0,282	1062,48	879,17
	13.3	0,347	0,289	1084,60	901,29
a1b0c1d1	14.1	0,637	0,496	2001,14	1555,51
	14.2	0,635	0,489	1994,82	1533,39
	14.3	0,628	0,494	1972,70	1549,19
a0b1c1d1	15.1	0,324	0,301	1011,91	939,22
	15.2	0,321	0,299	1002,43	932,89
	15.3	0,327	0,298	1021,39	929,73
a1b1c1d1	16.1	0,581	0,349	1824,16	1090,92
	16.2	0,591	0,354	1855,76	1106,72
	16.3	0,587	0,344	1843,12	1075,12

Fuente: El autor

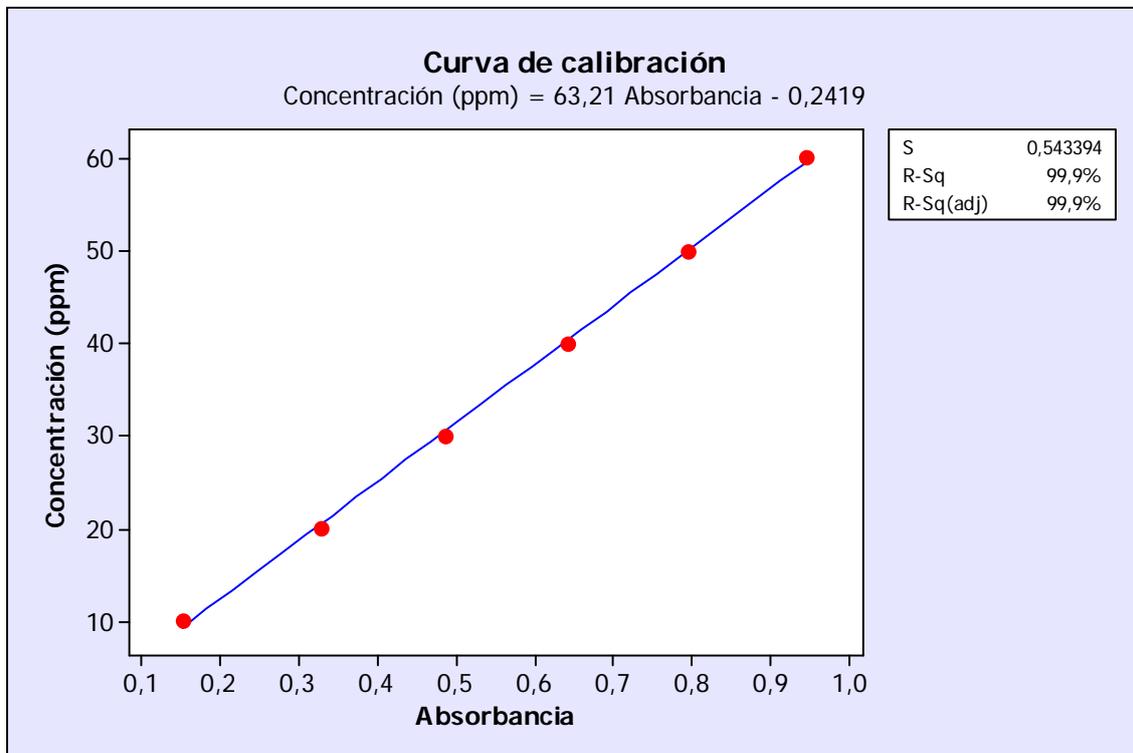
**Anexo 4.** Curva de calibración de ácido carmínico.

Para trazar la curva de calibración, se utilizó un espectrofotómetro UV-Visible marca Thermo Spectronic modelo Helios Beta para medir la absorbancia de las soluciones preparadas con estándar de ácido carmínico.

<b>Concentración de ácido carmínico</b>	<b>Absorbancia</b>
10 ppm	0,151
20 ppm	0,327
30 ppm	0,485
40 ppm	0,641
50 ppm	0,796
60 ppm	0,945

Fuente: El autor

Es importante mencionar que las lecturas espectrofotométricas se realizaron por triplicado, las absorbancias mostradas son el promedio de dichas lecturas.



Fuente: El autor

**Anexo 5.** Hoja de especificación del estándar de ácido carmínico utilizado para la elaboración de la curva de calibración.

**SIGMA-ALDRICH**

[sigma-aldrich.com](http://sigma-aldrich.com)

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: [www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com)

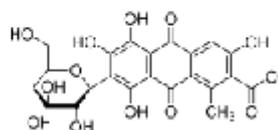
Email USA: [techserv@sigmaaldrich.com](mailto:techserv@sigmaaldrich.com)

Outside USA: [surtechserv@sigmaaldrich.com](mailto:surtechserv@sigmaaldrich.com)

## Product Specification

Product Name:  
Carminic acid

Product Number: 229253  
CAS Number: 1260-17-9  
MDL: MFCD00167028  
Formula: C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>O<sub>13</sub>  
Formula Weight: 492.39 g/mol



TEST	Specification
Appearance (Color)	Red to Very Dark Red and Purple and Red-Purple and Purple-Red
Appearance (Form)	Powder
Infrared spectrum	Conforms to Structure
Wavelength	494 - 500 nm
c = 0.03g/L; Ethanol	
Extinction Coefficient	> 5000
Wavelength	275 - 281 nm
Extinction Coefficient	> 18000
Wavelength	222 - 228 nm
Extinction Coefficient	> 13000
TLC	Consistent with Past Lots
Solubility (Turbidity)	Clear to Slightly Hazy
c = 1%; 1N Acetic Acid	
Solubility (Color)	Red to Very Dark Red

**Remarks:**

Reviewing Chemist :

Specification: PRD.0.ZQ5.1000018782

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at [Sigma-Aldrich.com](http://Sigma-Aldrich.com). For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of Invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

**Anexo 6.** Agotamiento de ácido carmínico en los baños tintóreos.

El porcentaje de agotamiento de los baños de teñido se calculó a partir de los valores de concentración inicial ( $C_i$ ) y concentración final ( $C_f$ ) de ácido carmínico, para lo cual se aplicó la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Agotamiento} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100$$

Tratamiento	Agotamiento (%)		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
a0b0c0d0	60,67	59,97	59,45
a1b0c0d0	69,70	68,26	69,54
a0b1c0d0	39,35	39,17	37,55
a1b1c0d0	64,56	69,48	66,53
a0b0c1d0	27,73	26,11	28,02
a1b0c1d0	17,70	21,85	20,89
a0b1c1d0	9,94	11,20	10,97
a1b1c1d0	27,22	29,63	31,98
a0b0c0d1	55,86	56,94	57,11
a1b0c0d1	64,88	66,97	65,06
a0b1c0d1	32,10	31,32	32,65
a1b1c0d1	46,78	45,89	44,21
a0b0c1d1	16,26	17,25	16,90
a1b0c1d1	22,27	23,13	21,47
a0b1c1d1	7,18	6,94	8,97
a1b1c1d1	40,20	40,36	41,67

**Fuente:** El autor

## Anexo 7. Análisis de varianza (ANOVA) realizado en el software Minitab.

### Full Factorial Design

Factors: 4 Base Design: 4. 16  
 Runs: 48 Replicates: 3  
 Blocks: 1 Center pts (total): 0

All terms are free from aliasing.

### Factorial Fit: Agotamiento versus Concentració. Concentració. ...

Estimated Effects and Coefficients for Agotamiento (%) (coded units)

Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P
Constant		38,12	0,1868	204,12	0,000
Concentración colorante (%) p/p	13,78	6,89	0,1868	36,88	0,000
Concentración mordiente (%) p/p	-8,25	-4,13	0,1868	-22,10	0,000
Concentración asistente (%) p/p	-32,42	-16,21	0,1868	-86,80	0,000
Tiempo (min)	-4,38	-2,19	0,1868	-11,73	0,000
Concentración colorante (%) p/p*	9,65	4,83	0,1868	25,84	0,000
Concentración mordiente (%) p/p					
Concentración colorante (%) p/p*	-1,20	-0,60	0,1868	-3,22	0,003
Concentración asistente (%) p/p					
Concentración colorante (%) p/p*	1,51	0,75	0,1868	4,03	0,000
Tiempo (min)					
Concentración mordiente (%) p/p*	8,81	4,41	0,1868	23,59	0,000
Concentración asistente (%) p/p					
Concentración mordiente (%) p/p*	-0,56	-0,28	0,1868	-1,51	0,141
Tiempo (min)					
Concentración asistente (%) p/p*	4,33	2,16	0,1868	11,58	0,000
Tiempo (min)					
Concentración colorante (%) p/p*	3,75	1,87	0,1868	10,03	0,000
Concentración mordiente (%) p/p*					
Concentración asistente (%) p/p					
Concentración colorante (%) p/p*	-1,61	-0,81	0,1868	-4,32	0,000
Concentración mordiente (%) p/p*					
Tiempo (min)					
Concentración colorante (%) p/p*	5,18	2,59	0,1868	13,87	0,000
Concentración asistente (%) p/p*					
Tiempo (min)					
Concentración mordiente (%) p/p*	4,68	2,34	0,1868	12,53	0,000
Concentración asistente (%) p/p*					
Tiempo (min)					
Concentración colorante (%) p/p*	1,99	1,00	0,1868	5,33	0,000
Concentración mordiente (%) p/p*					
Concentración asistente (%) p/p*					
Tiempo (min)					

S = 1,29396 PRESS = 120,552  
 R-Sq = 99,72% R-Sq(pred) = 99,37% R-Sq(adj) = 99,59%

Analysis of Variance for Agotamiento (%) (coded units)

Source	DF
Main Effects	4
Concentración colorante (%) p/p	1
Concentración mordiente (%) p/p	1
Concentración asistente (%) p/p	1
Tiempo (min)	1
2-Way Interactions	6
Concentración colorante (%) p/p*Concentración mordiente (%) p/p	1
Concentración colorante (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	1
Concentración colorante (%) p/p*Tiempo (min)	1
Concentración mordiente (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	1
Concentración mordiente (%) p/p*Tiempo (min)	1
Concentración asistente (%) p/p*Tiempo (min)	1
3-Way Interactions	4
Concentración colorante *Concentración mordiente *Concentración asistente	1
Concentración colorante *Concentración mordiente *Tiempo	1
Concentración colorante *Concentración asistente *Tiempo	1
Concentración mordiente *Concentración asistente *Tiempo	1
4-Way Interactions	1

Conc. colorante *Conc. mordiente *Conc. asistente *Tiempo	1
Residual Error	32
Pure Error	32
Total	47

Source	Seq SS
Main Effects	15940,3
Concentración colorante (%) p/p	2277,3
Concentración mordiente (%) p/p	817,7
Concentración asistente (%) p/p	12615,0
Tiempo (min)	230,2
2-Way Interactions	2323,3
Concentración colorante (%) p/p*Concentración mordiente (%) p/p	1118,4
Concentración colorante (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	17,3
Concentración colorante (%) p/p*Tiempo (min)	27,2
Concentración mordiente (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	931,9
Concentración mordiente (%) p/p*Tiempo (min)	3,8
Concentración asistente (%) p/p*Tiempo (min)	224,6
3-Way Interactions	784,6
Concentración colorante * Concentración mordiente * Concentración Asistente	168,5
Concentración colorante * Concentración mordiente *Tiempo	31,2
Concentración colorante * Concentración asistente *Tiempo	322,3
Concentración mordiente * Concentración asistente *Tiempo	262,7
4-Way Interactions	47,6
Conc. colorante *Conc. mordiente *Conc. asistente *Tiempo	47,6
Residual Error	53,6
Pure Error	3,6
Total	19149,4

Source	Adj SS
Main Effects	15940,3
Concentración colorante (%) p/p	2277,3
Concentración mordiente (%) p/p	817,7
Concentración asistente (%) p/p	12615,0
Tiempo (min)	230,2
2-Way Interactions	2323,3
Concentración colorante (%) p/p*Concentración mordiente (%) p/p	1118,4
Concentración colorante (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	17,3
Concentración colorante (%) p/p*Tiempo (min)	27,2
Concentración mordiente (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	931,9
Concentración mordiente (%) p/p*Tiempo (min)	3,8
Concentración asistente (%) p/p*Tiempo (min)	224,6
3-Way Interactions	784,6
Concentración colorante *Concentración mordiente *Concentración asistente	168,5
Concentración colorante *Concentración mordiente *Tiempo	31,2
Concentración colorante *Concentración asistente *Tiempo	322,3
Concentración mordiente *Concentración asistente *Tiempo	262,7
4-Way Interactions	47,6
Conc. colorante *Conc. mordiente *Conc. asistente *Tiempo	47,6
Residual Error	53,6
Pure Error	53,6
Total	

Source	Adj MS
Main Effects	3985,1
Concentración colorante (%) p/p	2277,3
Concentración mordiente (%) p/p	817,7
Concentración asistente (%) p/p	12615,0
Tiempo (min)	230,2
2-Way Interactions	387,2
Concentración colorante (%) p/p*Concentración mordiente (%) p/p	1118,4
Concentración colorante (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	17,3
Concentración colorante (%) p/p*Tiempo (min)	27,2
Concentración mordiente (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	931,9
Concentración mordiente (%) p/p*Tiempo (min)	3,8
Concentración asistente (%) p/p*Tiempo (min)	224,6
3-Way Interactions	196,2
Concentración colorante *Concentración mordiente *Concentración asistente	168,5
Concentración colorante *Concentración mordiente *Tiempo	31,2
Concentración colorante *Concentración asistente *Tiempo	322,3
Concentración mordiente *Concentración asistente *Tiempo	262,7
4-Way Interactions	47,6
Conc. colorante *Conc. mordiente *Conc. asistente *Tiempo	47,6
Residual Error	1,7
Pure Error	1,7
Total	

Source	F
Main Effects	2380,10
Concentración colorante (%) p/p	1360,16
Concentración mordiente (%) p/p	488,39
Concentración asistente (%) p/p	7534,38
Tiempo (min)	137,49
2-Way Interactions	231,27
Concentración colorante (%) p/p*Concentración mordiente (%) p/p	667,96
Concentración colorante (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	10,34
Concentración colorante (%) p/p*Tiempo (min)	16,27
Concentración mordiente (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	556,60
Concentración mordiente (%) p/p*Tiempo (min)	2,28
Concentración asistente (%) p/p*Tiempo (min)	134,16
3-Way Interactions	117,16
Concentración colorante *Concentración mordiente *Concentración asistente	100,63
Concentración colorante *Concentración mordiente *Tiempo	18,64
Concentración colorante *Concentración asistente *Tiempo	192,48
Concentración mordiente *Concentración asistente *Tiempo	156,88
4-Way Interactions	28,44
Conc. colorante *Conc. mordiente *Conc. asistente *Tiempo	28,44
Residual Error	
Pure Error	
Total	

Source	P
Main Effects	0,000
Concentración colorante (%) p/p	0,000
Concentración mordiente (%) p/p	0,000
Concentración asistente (%) p/p	0,000
Tiempo (min)	0,000
2-Way Interactions	0,000
Concentración colorante (%) p/p*Concentración mordiente (%) p/p	0,000
Concentración colorante (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	0,003
Concentración colorante (%) p/p*Tiempo (min)	0,000
Concentración mordiente (%) p/p*Concentración asistente (%) p/p	0,000
Concentración mordiente (%) p/p*Tiempo (min)	0,141
Concentración asistente (%) p/p*Tiempo (min)	0,000
3-Way Interactions	0,000
Concentración colorante *Concentración mordiente *Concentración asistente	0,000
Concentración colorante *Concentración mordiente *Tiempo	0,000
Concentración colorante *Concentración asistente *Tiempo	0,000
Concentración mordiente *Concentración asistente *Tiempo	0,000
4-Way Interactions	0,000
Conc. colorante *Conc. mordiente *Conc. asistente *Tiempo	0,000
Residual Error	
Pure Error	
Total	

Least Squares Means for Agotamiento (%)

	Mean	SE Mean
Concentración colorante (%) p/p		
25	31,23	0,2641
50	45,01	0,2641
Concentración mordiente (%) p/p		
10	42,25	0,2641
25	33,99	0,2641
Concentración asistente (%) p/p		
0	54,33	0,2641
6	21,91	0,2641
Tiempo (min)		
60	40,31	0,2641
180	35,93	0,2641

## Anexo 8. Estimación de costos de producción

<b>Mano de obra</b>				
<b>Descripción</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Unidad</b>	<b>Valor unitario</b>	<b>Valor total</b>
Mano de obra (1)	4	horas	1,23	4,92
<b>Total</b>				4,92

Fuente: El autor

<b>Materiales</b>				
<b>Descripción</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Unidad</b>	<b>Valor unitario</b>	<b>Valor total</b>
Cochinilla	0,25	Kg	25	6,25
Abacá	0,5	Kg	1,40	0,70
Alumbre	0,05	Kg	43,14	0,11
Crémor tártaro	0,03	Kg	11,95	0,36
Agua destilada	25	l	0,45	11,25
<b>Total</b>				20,47

Fuente: El autor

<b>Gastos indirectos de producción</b>				
<b>Descripción</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Unidad</b>	<b>Valor unitario</b>	<b>Valor total</b>
Molino eléctrico	0,5	horas	0,0043	0,002
Baño termostático	2	horas	0,0051	0,010
Plancha de calentamiento	2	horas	0,0034	0,0067
Balanza	0,5	horas	0,0007	0,0003
Energía eléctrica	10	kWh	0,063	0,63
Agua potable	0,1	m <sup>3</sup>	0,25	0,03
<b>Total</b>				0,67

Fuente: El autor

<b>Gasto total de producción</b>	
<b>Descripción</b>	<b>Valor (USD)</b>
Mano de obra	4,92
Materiales	20,47
Gastos indirectos de producción	0,67
<b>Gasto total</b>	26,06
<b>Costo por kilogramo de fibra teñida</b>	42,28

Fuente: El autor

## Anexo 9. Informe de resultados de solidez a la luz



**ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL**  
**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
**CENTRO TEXTIL POLITÉCNICO**



**INFORME No. CTP-IT-2012-08-55**

**Página 2 de 2**

**ENSAYO REALIZADO:** SOLIDEZ A LA LUZ  
**NORMA/CONDICIONES:** Luz de arco de xenón, Temperatura de panel negro: 63 °C, 0.55 W/m<sup>2</sup>, 30 horas

**RESULTADOS:**

Muestra #	Resultado
1	2-3
2	4
3	3-4
4	2-3
5	4
6	3-4

Nota: La solidez a la luz se evalúa en la denominada Escala de Azules, la cual presenta valores desde 1 (peor resultado) hasta 8 (mejor resultado).

**Director del Centro Textil**

**Ing. Omar Bonilla H.**  
**L.P. 17 – 05 – 1024**

Los resultados de este informe conciernen exclusivamente a las muestras, productos o materiales entregados al Centro Textil Politécnico y no puede extenderse a lotes de producción o comprados. La reproducción de este informe solo se autoriza si se hace en su totalidad.

Dirección: Andalucía N22-441 y Veintimilla    Teléfonos: 250 7129 – 250 7144 Ext. 2461  
Celular: 093 607750 (Ing. Omar Bonilla)    E-mail: omar.bonilla@epn.edu.ec

## **Abaca (*Musa textilis*) fiber dyeing using dye extracted from the cochineal (*Dactylopius coccus Costa*)**

Galo Ojeda,<sup>1\*</sup> Gabriela Punín,<sup>2</sup> Natalí Solano.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Titulación de Ingeniería Química, Universidad Técnica Particular de Loja  
San Cayetano Alto s/n, 1101 608, Loja, Ecuador.

<sup>2</sup>Departamento de Arquitectura y Arte, Universidad Técnica Particular de Loja  
San Cayetano Alto s/n, 1101 608, Loja, Ecuador.

<sup>3</sup>Departamento de Química, Universidad Técnica Particular de Loja  
San Cayetano Alto s/n, 1101 608, Loja, Ecuador.

\*Corresponding author: [gaojeda@utpl.edu.ec](mailto:gaojeda@utpl.edu.ec)

---

### **Abstract**

Cochineal (*Dactylopius coccus Costa*) is considered one of the main sources of natural dye in the world, it is mainly used as raw material for the extraction of carminic acid; the coloring component of the insect, this dye provides a large and attractive range of colors, it is widely used in several industries such as textile, food and beverages, pharmaceuticals and cosmetics. This investigation shows the extraction of the cochineal dye and the dyeing process of abaca (*Musa textilis*) fiber. Bibliographic researches and preliminary tests were carried out in order to determine the variables that influence the most in the dye exhaustion rate of the dyeing bath, the working conditions evaluated were: dye, mordant and assistant concentrations; and dyeing time. The exhaustion rate of carminic acid was determined by spectrophotometry at a wavelength ( $\lambda$ ) of 495 nm. At the same time, colorfastness to light was determined by applying the AATCC Test Method 16-2004. It was found that the highest exhaustion rate is achieved when using 50 % (w/w) of dye and 10 % (w/w) of mordant concentrations for 60 minutes of dyeing time. On the other hand, acceptable levels of colorfastness to light were obtained when the dyeing bath contained 25 % (w/w) of mordant and 6 % (w/w) of assistant concentrations.

**Keywords:** cochineal, abaca, exhaustion, mordant, assistant, colorfastness.

---

### **Introduction**

From ancient civilizations colors have been added to various man-made products to make them more attractive to consumers, color is of great importance in the presentation of a finished product, it is one of the first attributes perceived by the senses and

it is the first contact established between the consumer and the product.<sup>1</sup> For many years, dyeing was an artisan manifestation of great importance, which had only nature as a source of dyes. From the nineteenth century, with the advancements of chemistry, a significant number of

synthetic dyes were developed,<sup>2</sup> they are still widely used because of its colorfastness, higher dyeing power and its costs are cheaper than natural dyes. Thus, natural dyes were disappearing, including the use of cochineal (*Dactylopius coccus Costa*), the main causes were that the synthetic dyes offered various color hues, with good colorfastness at a reasonable cost; therefore, natural dyes were replaced.<sup>3</sup> The current trend in the textile, pharmaceutical, cosmetic and food industries is to use natural dyes instead of the synthetic ones because of the high degree of toxicity of some chemicals used in their production.<sup>4</sup>

The dye extracted from cochineal produces a wide range of colors,<sup>5</sup> its dye component is the carminic acid ( $C_{22}H_{20}O_{13}$ ), which crystallizes in red prisms and decomposes at 120 °C. Carminic acid and its derivatives are used to dye natural and synthetic fibers, food, meat, sauces, beverages, candy, cosmetics and pharmaceuticals. These solutions are stable to heat treatments and present good colorfastness to light, however, the color varies according to the pH of the solution.<sup>6</sup> Carminic acid content of high quality cochineal ranges from 18 to 22 %.<sup>7</sup>

The use of natural fibers dates back to the beginning of mankind, they were used for various purposes such as clothing, handicrafts and domestic

applications.<sup>8</sup> The use of abaca (*Musa textilis*), which is employed in the development of this research, is greatly appreciated and applied in the artisanal and industrial area because of its high mechanical strength, brightness and length.

In the last decade many investigations have been carried out regarding the use of cochineal dye, some researchers used it as a natural colorant for yogurt with the aim to replace the artificial food dye Red #40.<sup>9</sup> Similarly; a research reveals the use of this dye for its application in sausages.<sup>10</sup> Also, taking advantage of its coloring properties, a study was conducted in order to develop a lipstick using this dye.<sup>5</sup> With respect to natural fibers dyeing, in 2010, a researcher studied the dyeing conditions of cotton fabric using aqueous cochineal extract and the effects of mordant concentration.<sup>11</sup>

It is important to mention that there were no studies related to this case study, therefore, the results obtained through this investigation will contribute to the textile industry with some valuable information about abaca fiber dyeing with cochineal extract.

The objectives of this research were to describe the extraction process of cochineal dye and the abaca fiber dyeing technique; as well as to determine the optimal parameters in order to get the highest dye exhaustion

rates; and to evaluate the dyed samples using quality control tests. The proposed hypothesis postulated that: The dye, mordant and assistant concentrations; and the dyeing time influence the exhaustion of cochineal dye when dyeing abaca fiber.

## **Materials and methods**

### **Determination of carminic acid in cochineal**

To determine the concentration of the dye compound in the dried cochineal that was used in this investigation, the official method for carminic acid of the Food Chemicals Codex<sup>12</sup> was applied.

### **Dye extraction**

The cochineal was triturated to increase the contact surface between the dye and water, this process was carried out in an attrition mill powered by a 1 hp motor.

The dye extraction was performed by maceration in aqueous solution for 12 hours at room temperature, then, the solution was boiled for a period of 45 minutes, the precipitation vessel were covered to reduce evaporation. The amount of cochineal and distilled water for the dye extraction was calculated based on the amount of fiber to be dyed.

To separate the portion of cochineal that did not solubilized, the solution was filtered using a vacuum pump, the filtrate was collected in a

volumetric flask, and this solution was used as the dye bath.

### **Abaca fiber dyeing**

Before introducing the abaca fiber into the dye baths, a meta-mordanting procedure was applied; this means that the mordant and the assistant were added and dissolved in the bath minutes before introducing the fiber into it; potassium aluminum sulfate (alum) was used as mordant and as an assistant, potassium hydrogen tartrate (cream of tartar). The amounts of such substances were calculated based on the weight of the fiber.

The dyeing process was carried out on a Memmert thermoregulated water bath model WB-10, the beakers containing the dye bath were introduced into it, once the dye solution reached the desired temperature, the abaca fiber was immersed for a specific period of time, the skeins of fiber were washed before being introduced into the bath in order to remove impurities and ensure greater uniformity of dyeing.

The dyed fiber was washed with water until the rinse water was clear. Finally, the fiber was left in the open air under shadow until it was completely dried.

### **Experimental design**

To verify the proposed hypothesis a  $2^k$  factorial design was applied, in which four factors were manipulated (Table 1), the resulting design was  $2^4$ , it was required to

perform 16 treatments; 3 replicates per treatment, giving a total of 48 experiments.

Level	Factor a	Factor b	Factor c	Factor d
	Dye concentration (% w/w)	Mordant concentration (% w/w)	Assistant concentration (% w/w)	Dyeing time (min)
Low (0)	25	10	0	60
High (1)	50	25	6	180

Table 1. Levels of each factor studied in the dyeing process

The temperature and the material to liquor ratio (MLR) were constant through all the experiments. The temperature of the dyeing baths was 70 °C and the MLR was 1:50, which means that for each gram of fiber to be dyed, 50 ml of water are needed in order to prepare the dyeing baths.

The exhaustion rate was defined as the response variable; it calculates the amount of dye absorbed by the fiber expressed in percentage. A UV-visible spectrophotometer brand Thermo Spectronic model Helios Beta was used, the spectrophotometric readings were performed to determine the absorbance of the dye baths before the fiber was immersed in it and after the dyed fiber was removed from the solution, in all cases a dilution factor of 50 was used. The absorbance of each sample was read at the maximum absorption of carminic acid, which corresponds to the wavelength ( $\lambda$ ) of 495 nm. With the absorbance readings and the equation resulting from the calibration curve made with carminic acid standard, the initial and final concentration of the dye baths were calculated. The exhaustion rate was calculated using the following equation:

$$\% \text{ Exhaustion} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100$$

where  $C_i$  is the initial concentration of dye and  $C_f$  the final concentration.

### Colorfastness to light determination

In order to assess the quality of the dyed fibers the colorfastness to light essay was performed in the Centro Textil Politécnico of the Escuela Politécnica Nacional. Six samples with different exhaustion rates were analyzed. For this analysis the American Association of Textile Chemists and Colorists (AATCC) Test Method 16-2004: colorfastness to Light was used. The samples of dyed abaca fiber and the comparison standards were exposed simultaneously to a light source under specified conditions. The colorfastness to light of the specimen was evaluated by comparison of the color change of the exposed portion to the masked control portion of the test specimen, using the AATCC Gray Scale for Color Change or by instrumental color measurement. Colorfastness to light classification is accomplished by evaluation versus a simultaneously exposed series of AATCC Blue Wool Lightfastness Standards.<sup>13</sup>

## Results

### Carminic acid content

For the case of cochineal it is essential to determine the amount of carminic acid in the insect, because it

defines its quality and its price, which is adjusted according to the percentage of carminic acid present in the dried insect. The best quality cochineal has between 18 and 22 % of carminic acid.<sup>14</sup> According to the dried cochineal used to dye the abaca fiber, the analysis executed showed a content of 21,6 % carminic acid, the result was considered appropriate because it is within the levels reported in the literature.

### Analysis of variance (ANOVA)

Statistical analysis of the data was carried out using the Minitab software, an analysis of variance with a significance level of  $\alpha = 0,05$  was conducted. Because the P values obtained in the analysis of variance are lower than  $\alpha$ , the hypothesis is accepted, which means that at least one of the experimental design factors influenced the dye exhaustion of the baths, showing significant difference between treatments.

Only the double interaction between the mordant concentration and the dyeing time yielded a value of  $P > \alpha$ , demonstrating that this interaction was not significant for the response variable.

The cube plot (Figure 1) shows the result of all interactions that are present in the experiment.

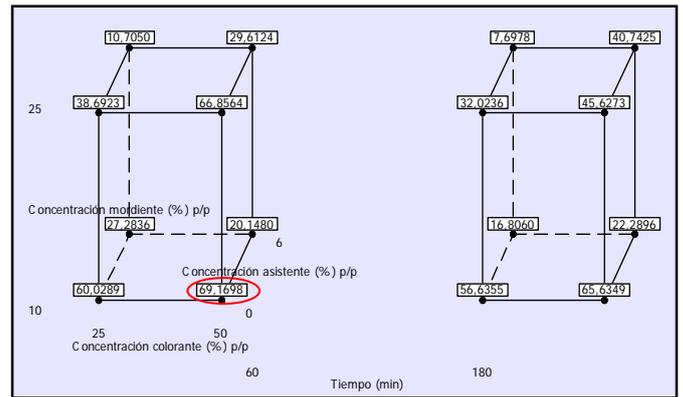


Figure 1. Cube plot

As shown in the diagram, the maximum exhaustion achieved is 69,1698 %, which corresponds to the combination of 50 % dye, 10 % mordant, 0 % assistant and 60 minutes of dyeing.

The main effects plot (Figure 2) presents the optimum level of the factors and their influence on the response variable.

In the case of the dye concentration, a greater exhaustion was achieved when the baths contained the 50 % concentration of dye.

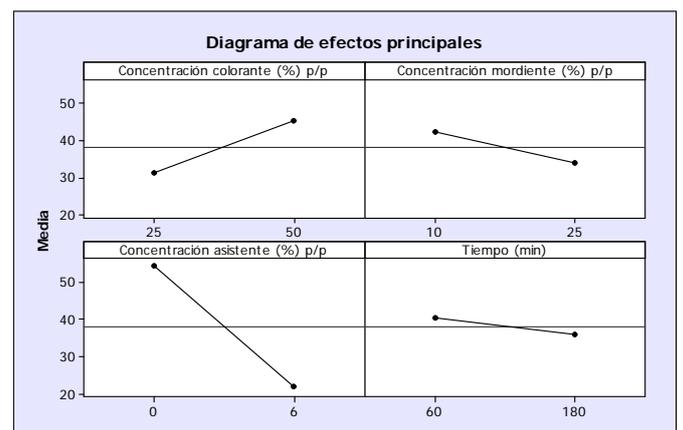


Figure 2. Main effects plot

The mordant concentration favored the dye exhaustion when using the 10 % of alum in the dye baths.

Regarding to the assistant concentration, higher exhaustion rates were obtained when the dyeing solutions did not contained this substance, as seen in the diagram of main effects, it is the factor that shows the biggest difference between its own levels.

According to the time factor, higher percentages of exhaustion were achieved when the dyeing was conducted for 60 minutes, however, the difference between its two levels is not significant.

The double interactions plot (Figure 3) shows the interaction between each one of the factors involved in the process.

The interaction between the mordant and dye concentrations achieved a higher percentage of exhaustion when using 50 % of dye and 25 % of mordant, however, if a 10 % of mordant were used, a similar percentage of exhaustion would be reached. When the same concentration of dye and mordant in dyeing baths were used, the exhaustion rate was negatively affected.

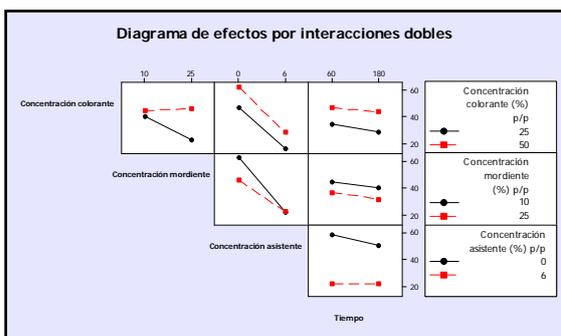


Figure 3. Double interactions plot

Regarding the interactions between the dyeing time and dye, mordant and assistant concentrations, it did not influence significantly the exhaustion of the dye baths, as shown in the diagram the exhaustion percentage decreased when the dyeing time was 180 minutes, except the interaction between 6 % of assistant and 180 minutes of dyeing time that shows a slight increase in the percentage of exhaustion.

### Quality control

The results of the determination of colorfastness to light of the dyed samples are shown in Table 2. The samples that were tested contained different percentages of dye absorption; approximately 12 % difference between each sample.

To evaluate this test, 1 is assigned to the lowest and 8 to the highest colorfastness, bibliographic data report that a value of 4 is considered an acceptable colorfastness to light.<sup>15</sup>

Treatment	Conditions	Colorfastness to light
a1b0c0d0	50 % dye, 10 % mordant, 0 % assistant, 60 minutes	2-3
a1b0c1d0	50 % dye, 10 % mordant, 6 % assistant, 60 minutes	4
a1b1c1d0	50 % dye, 25 % mordant, 6 % assistant, 60 minutes	3-4
a0b0c0d1	25 % dye, 10 % mordant, 0 % assistant, 180 minutes	2-3
a1b1c0d1	50 % dye, 25 % mordant, 0 % assistant, 180 minutes	4
a0b1c1d1	25 % dye, 25 % mordant, 6 % assistant, 180 minutes	3-4

Table 2. Colorfastness to light results

The following treatments: a1b0c1d0, a1b1c0d1, a1b1c1d0 and a0b1c1d1 showed the highest fastness; within the range of 3 to 4, however they did not show good percentages of dye exhaustion.

On the other hand, the treatments which had exhaustion rates higher than 50 %, showed the lowest colorfastness; within the range of 2 to 3. Such treatments are: a1b0c0d0 and a0b0c0d1.

## Conclusion

The dye concentration is a highly significant factor and contributes positively to the response variable; however, the time factor had less influence in determining the dye exhaustion rates in the baths.

The greatest percentage of exhaustion was achieved when dyeing for 60 minutes at 70 °C, with a 1:50 material to liquor ratio using 50 % of dye and 10 % of mordant.

The amount of dye absorbed in the fiber is not directly proportional to the colorfastness to light, this leads to the conclusion that the use of mordants and assistants ensure the fixation of the dye on the fiber. It is important to mention that despite the presence of an assistant in the dyeing bath inhibits the dye exhaustion, treatments with better colorfastness to light used the 6 % of assistant concentration in their baths. Additionally, with the results obtained in this investigation, the action of the mordant is proven due to the fact that the treatments that used 25 % of mordant achieved the best colorfastness, however, in order to achieve higher rates of exhaustion the

dye bath requires lower levels of mordant in the solution.

## References

1. Chávez, C. K. Extracción con disolvente del colorante rojo de la cochinilla (*Dactylopius coccus*): caracterización de la separación y la transferencia de masa. Universidad Nacional Autónoma de México, México D.F., 2002.
2. Cegarra, J.; Puente, P.; Valldeperas, J., *Fundamentos científicos y aplicados de la tintura de materias textiles*. Universidad Politécnica de Barcelona: Barcelona, España, 1981.
3. Pérez, S.; Cuen, M.; Becerra, R., Nocheztli: el insecto del rojo carmín. *Biodiversitas* 2001, pp 1-8.
4. Velasco, N. Diseño de una planta piloto para la obtención del colorante natural del muítle (*Justicia spicigera*). Universidad Nacional Autónoma de México, México D.F., 2008.
5. Arroyo, G.; Ruiz, G.; Vargas, L.; González, G., Aplicación de productos derivados del insecto *Dactylopius coccus* Costa (Homóptera, Dactylopiidae). *Acta Universitaria* 2010, pp 51-55.
6. Gibaja, S., *Pigmentos naturales quinónicos*. Fondo Editorial Universidad Nacional Mayor de San Marcos: Lima, Perú, 1998.

7. Palomino, R. *Comercialización de cochinilla*; Universidad Nacional de San Cristobal de Huamanga: Ayacucho, Perú, 1996.
8. Martínez de las Marías, P., *Química y física de las fibras textiles*. Primera ed.; Editorial Alhambra S.A.: Madrid, España, 1976.
9. García, G. Determinación de los parámetros óptimos para la utilización de carmín de cochinilla (ácido carmínico) como colorante natural (rojo) para yogur. Universidad Técnica Particular de Loja, Loja, Ecuador, 2004.
10. Guachi, M.; Naula, S. Obtención del colorante rojo carmín a partir de la Cochinilla (*Dactylopius coccus cactis*) en la parroquia Guanando, provincia de Chimborazo. Universidad Estatal de Bolívar, Guaranda Ecuador, 2009.
11. Arroyo, G.; Ruiz, G.; Cuevas, G.; González, G., Cotton fabric dyeing with cochineal extract: influence of mordant concentration. *Coloration Technology* 2010, (127), 39-46.
12. Committee on Food Chemicals Codex, Food and Nutrition Board, Institute of Medicine of the National Academies, Food chemicals codex. In *Monographs*, The National Academies Press: Washington, D.C., 2004.
13. American Association of Textile Chemists and Colorists, AATCC Technical Manual. In *Colorfastness to Light*, American Association of Textile Chemists and Colorists: North Carolina, 2009; pp 25-36.
14. Marrone, L., *Colores de la tierra, guía de teñido artesanal con tintes naturales*. Editorial Martín: Buenos Aires, Argentina, 2010.
15. Ordóñez, Y. F.; Ordóñez, M. L. Tinción de fibras de lana utilizando colorante extraído de maíz morado (*Zea mays L.*). Universidad Técnica Particular de Loja, Loja, 2006.