Polo del Conocimiento



Pol. Con. (Edición núm. 80) Vol. 8, No 3 Marzo 2023, pp. 583-605

ISSN: 2550 - 682X DOI: 10.23857/pc.v8i3



Extracción de ácido carmínico como colorante natural a partir de la cochinilla (Dactylopius Coccus Costa)

Extraction of carminic acid as a natural colorant from cochineal (Dactylopius Coccus Costa)

Extração de ácido carmínico como corante natural da cochonilha (Dactylopius Coccus Costa)

Karina Gabriela Salazar-Llangarí ^I gabriela.salazar@espoch.edu.ec https://orcid.org/0000-0003-0527-3289

Alex Estuardo Erazo-Lara ^{II} alex.erazol@espoch.edu.ec https://orcid.org/0000-0003-4069-9269

Blanca Alexandra Oñate Bastidas ^{III} blanca.oniate@espoch.edu.ec https://orcid.org/0000-0003-2377-7616

Luis Alfonso Condo Plazas IV Luis.condop@espoch.edu.ec https://orcid.org/0000-0001-9625-9620

Jessica Lorena Cañar Rivera V jessica.caniar@espoch.edu.ec https://orcid.org/0000-0003-4998-500x

Correspondencia: gabriela.salazar@espoch.edu.ec

Ciencias Naturales. Artículo de Investigación.

* Recibido: 23 de enero de 2023 *Aceptado: 12 de febrero de 2023 * Publicado: 9 de marzo de 2023

- I. Máster Universitario en Química Sostenible, Ingeniera Química, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo-Sede Morona Santiago, Macas, Ecuador.
- II. Máster Universitario en Administración de Empresas, Ingeniero Agrónomo, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo-Sede Morona Santiago, Macas, Ecuador.
- III. Magíster en Dirección de Comunicación Empresarial e Institucional, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo-Sede Morona Santiago, Macas, Ecuador.
- IV. Ph.D. en Ciencias Animales, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo-Sede Morona Santiago, Macas, Ecuador
- V. Investigador Independiente Morona Santiago, Macas, Ecuador.

Resumen

La presente investigación tiene como objetivo la obtención de ácido carmínico a partir de la cochinilla Dactylopius coccus costa como colorante natural en la estación experimental Tunshi, provincia de Chimborazo, para lo cual se estima el tamaño de la cochinilla de acuerdo con la Norma Técnica Peruana (NTP 011.205:1977 Requisitos Revisada el 2021), seguido del proceso de extracción y determinación del rendimiento. La metodología se realizó mediante cinco etapas: recolección de la grana cochinilla, análisis físico químico de la materia prima, limpieza y acondicionamiento, extracción y rendimiento. En el análisis químico se usó el método espectrofotométrico UV-Vis para la cuantificación del ácido carmínico (ACAR) empleando la formula establecida por Marmion en el Handbook of U.S. colorants for food, drugs and cosmetics de 1983. Por otra parte, la extracción del ACAR se realizó mediante el método de cristalización propuesto por Gibaja-Montes con modificación de dos variables, temperaturas de 70 y 90°C y granulometría de 106 y 425 μm, obteniendo así 4 procesos.

Como resultado de la cuantificación espectrofotométrica, la cochinilla alcanzó una absorbancia de 0,270 a 494 nm, lo que significa un %ACAR de 19,42. De igual forma el proceso de extracción del ACAR en cristales determinó un rendimiento del 81,2%, correspondiente al proceso 4 con especificaciones de temperatura a 90°C y granulometría de 425 µm, Asimismo se ha usado el ácido cármico como indicador de pH para determinar tonalidades en diferentes medios y además se llevó a cabo un proceso de tinturación en tela.

Palabras Clave: Colorante natural, Grana cochinilla, Carmín, Nopal, Ácido carmínico, E-120.

Summary

The present investigation aims to obtain carminic acid from the cochineal Dactylopius coccus costa as a natural dye at the Tunshi experimental station, Chimborazo province, for which the size of the cochineal is estimated by the Peruvian Technical Standard (NTP 011.205:1977 Requirements Revised in 2021), followed by the extraction process and determination of yield. The methodology was carried out through five stages: a collection of cochineal grana, physical-chemical analysis of the raw material, cleaning and conditioning, extraction, and yield. To the chemical analysis used the UV-Vis spectrophotometric method for the quantification of carminic acid (ACAR) using the formula established by Marmion in the Handbook of U.S. colorants for food, drugs, and cosmetics

of 1983. On the other hand, the extraction of ACAR was carried out by the crystallization method proposed by Gibaja-Montes with modification of two variables, temperatures of 70 and 90 $^{\circ}$ C and granulometry of 106 and 425 μ m, thus obtaining 4 processes.

As a result of spectrophotometric quantification, the mealybug reached an absorbance of 0.270 to 494 nm, which means a %ACAR of 19.42. Similarly, the ACAR extraction process in crystals determined a yield of 81.2%, corresponding to process 4 with temperature specifications at 90 $^{\circ}$ C and granulometry of 425 μ m, Carminic acid has also been used as a pH indicator to determine tonalities in different media, and also carried out a fabric dyeing process.

Keywords: Natural dyeing, Grana cochineal, Carmine, prickly-pear cactus, Carminic acid, E-120.

Resumo

O objetivo desta pesquisa é obter ácido carmínico da cochonilha Dactylopius coccus costa como corante natural na estação experimental de Tunshi, província de Chimborazo, para a qual o tamanho da cochonilha é estimado de acordo com a Norma Técnica Peruana (NTP 011.205:1977 Requisitos Revisado 2021), seguido do processo de extração e determinação do rendimento. A metodologia foi realizada em cinco etapas: coleta da cochonilha grana, análise físico-química da matéria-prima, limpeza e acondicionamento, extração e rendimento. Na análise química, foi utilizado o método espectrofotométrico UV-Vis para a quantificação do ácido carmínico (ACAR) utilizando a fórmula estabelecida por Marmion no Handbook of U.S. corantes para alimentos, medicamentos e cosméticos de 1983. Por outro lado, a extração de ACAR foi realizada pelo método de cristalização proposto por Gibaja-Montes com modificação de duas variáveis, temperaturas de 70 e 90°C e granulometria de 106 e 425 µm., obtendo assim 4 processos.

Como resultado da quantificação espectrofotométrica, a cochonilha atingiu uma absorbância de 0,270 a 494 nm, o que significa um %ACAR de 19,42. Da mesma forma, o processo de extração de ACAR em cristais determinou um rendimento de 81,2%, correspondendo ao processo 4 com especificação de temperatura de 90°C e granulometria de 425 µm. Da mesma forma, o ácido cármico tem sido utilizado como indicador de pH para determinação de tonalidades em diferentes meios e também realizou um processo de tingimento de tecidos.

Palavras-chave: Corante natural, Grana cochonilha, Carmim, Nopal, Ácido carmínico, E-120.

Introducción

El inicio de la incorporación de los colorantes surge cuando los pobladores eligen hacer uso extractos de zanahorias, acelgas, remolachas entre otras en sus comidas, además usaban raíces, plantas e insectos para colorear sus artesanías o sus textiles (Sánchez, 2013). Con la llegada de los españoles a suelos latinoamericanos en 1577, la cochinilla toma un gran alcance fuera de su territorio, siendo así que la grana cochinilla debido a su gran demanda incursiona en el mercado Europeo (Ríos-Cortés et al., 2015). Sin embargo, en el siglo XIX con la química en apogeo, los colorantes sintéticos pasan a ser los más usados en las industrias debido a que tenían la capacidad de generar una intensa gama de colores y su precio era relativamente bajo, a pesar de que muchos de ellos tenían efectos tóxicos en la salud. Los colorantes sintéticos dentro de la industria textil son los más usados, y la mayoría de estos colorantes sintéticos llevan como componentes principales metales pesados, los mismo que al entrar en contacto con el recurso hídrico generan variaciones en; demanda química de oxígeno (DQO), la demanda bioquímica de oxígeno (DBO), color, salinidad y pH. (Cortázar-Martínez et al., 2016).

Es así como a mediados del siglo XX los problemas ambientales pasan de ser temas de interés científicos a tomar una relevancia mundial, ya que en busca de un enfoque reduccionista con la finalidad de hallar alternativas menos contaminantes la población opta por productos de origen natural. Por ejemplo se considera a la grana cochinilla (Dactylopius coccus costa) entre las fuentes naturales de tintóreo basados en el ácido carmínico (ACAR) presente en su interior, el mismo que es usado en las industrias alimentarias, textiles, farmacéuticas y cosméticas (Zacarías-Alvarado et al., 2021).

La grana cochinilla es un insecto que vive a expensas de la tuna (Opuntia ficus L), originario de América Central y de países andinos como: Perú, Ecuador y Bolivia (Rodríguez et al., 2005). Durante el periodo colonial en Ecuador la grana cochinilla abarcó gran importancia en diferentes localidades del territorio Ecuatoriano como: Ambato, Guano, Llapo, Loja, Penipe, y Gualaceo su uso predominaba principalmente para el teñido de lanas de llamas, alpacas, y ovejas (Instituto Otavaleño de antropoligía, 1989). Actualmente Ecuador no es considerado como un productor internacional de grana cochinilla, sin embargo aún existen localidades que mantiene la tradición de colorear sus textiles con este insecto (Torres & Ramos, 2017).

La presente investigación tiene como objetivo principal la obtención de un colorante de tipo natural a través de la cochinilla Dactylopius coccus costa, cultivada en invernadero procedente de la

estación experimental Tunshi, Chimborazo, dicho colorante tiene como finalidad reducir los impactos al medio ambiente generados por la implementación de los colorantes sintéticos, además del respaldo al medio ambiente también se busca un colorante inocuo con la salud de sus pobladores.

Metodología

Para la obtención del ACAR se ha dividido la experimentación por etapas, así mismo, se procede al análisis de la materia prima cuyos procedimientos se los realiza antes de iniciar la extracción del ACAR con la finalidad de evaluar sus características y componentes presentes en la cochinilla. El análisis químico de la cochinilla permite determinar la composición promedio de la grana al ser sometida a procesos de determinación de humedad, cera, cenizas y porcentaje de ácido carmínico. Para la determinación del porcentaje de ácido carmínico se ha empleado la formula establecida por Marmion en el Handbook of U.S. colorants for food, drugs and cosmetics de 1983 (Marmion 1983; citado en Centeno 2003). Mientras que para la extracción del ACAR se toma como referencia la metodología planteada por Gibaja- Montes en la cual enfatiza la obtención de ácido carmínico por cristales (Segundo, 1999).

Etapas de la experimentación para la extracción de ácido carmínico.

Para la obtención del ácido carmínico se lo ha dividido por etapas.

- ETAPA 1: Recolección; consiste en recoger la grana cochinilla del cladodio de la tuna.
- ETAPA 2: Estudio de grana cochinilla; consiste en un estudio tanto físico y químico de muestras representativas.
- ETAPA 3: Limpieza y acondicionamiento; en esta etapa se elimina los residuos de la cochinilla se pulveriza para iniciar la etapa de extracción.
- ETAPA 4: Extracción; se realiza mediante adiciones de cloruro de calcio, ácido clorhídrico y metanol
- ETAPA 5: Rendimiento; consiste en el total obtenido de ácido carmínico después de la etapa de extracción.

Recolección (ET1)

Recolección de la grana cochinilla

Se recomienda el uso de brochas con cerdas suaves que cuiden el cuerpo de la cochinilla ya que son muy delicadas, mientras que en un frasco limpio se coloca las cochinillas recolectadas.

Análisis de la materia prima (ET2)

En esta etapa se busca obtener datos acerca de la cochinilla mediante un análisis físico químico.

Análisis Físico de la cochinilla

En esta etapa se describe de manera objetiva elementos físicos que componen a la grana cochinilla como textura, tamaño, color, y olor en su estado fresco.

Análisis químico de la cochinilla.

- a) Procedimiento para la determinación de la humedad de acuerdo con la NTP 011.207: 1988 (Revisado 2021).
- Mediante el empleo de un vidrio reloj previamente lavadas y secado se coloca 5 gramos de cochinillas.
- La muestra pasa a la estufa con la finalidad de eliminar el contenido de agua, se coloca a una temperatura de 120°C durante 30 minutos, se retira la muestra y se coloca en el desecador hasta una temperatura ambiente.
- Una vez que la temperatura de la cochinilla sea igual a la del ambiente se procede a colocar nuevamente en la estufa hasta que su peso sea constante.

Para determinar el porcentaje de humedad contenido en la grana cochinilla se emplea la siguiente fórmula.

$$%Humedad = \frac{P_1 - P_2}{m} \times 100$$
 (Ec. 1)

Donde:

- m= peso de la muestra (g)
- P1= Peso inicial (vidrio reloj más muestra fresca) (g)
- P2= Peso final (vidrio reloj más muestra seca) (g)
- b) Eliminación de cera.

Para el proceso de extracción de la cera se ha tomado el método de la Dra. Cumandá Beatriz Játiva; el cual determina la cantidad de cera eliminada que recubre a la cochinilla mediante la implementación de un solvente orgánico (Ortega, 2012).

Procedimiento

- En un vaso de precipitación se coloca 5g de cochinilla fresca.
- Para separar la cera de la cochinilla se implementa 15ml la acetona mediante una agitación manual.

Para determinar el porcentaje de cera eliminada en la muestra de cochinilla se emplea la siguiente fórmula.

%cera perdida =
$$\frac{P_1 - P_2}{m} \times 100$$
 (Ec. 2)

Donde:

- 1. m= peso de la muestra (g)
- 2. P1= Peso inicial (cochinilla + grasa + cera) (g)
- 3. P2= Peso final (después de la extracción) (g)
- 4. Procedimiento para la determinación de ceniza de acuerdo con la NTP 011.206: 1988 (Revisado 2021).
- 5. Se coloca 5g de cochinilla en un crisol previamente tarado, la muestra se coloca en la mufla con la finalidad de obtener un residuo blanquecino a una temperatura de 800°C por 4 horas.
- 6. Mediante el uso de una pinza se retira los residuos de la mufla se coloca en un desecador y finalmente es pesado para determinar la cantidad de ceniza de la grana cochinilla se aplica la siguiente fórmula.

$$%Ceniza = \frac{P_1 - P_2}{m} \times 100 \ (Ec. 3)$$

Donde:

- 1. m= peso de la muestra (g)
- 2. P1= peso del crisol + muestra calcinada (g)
- 3. P2= peso del crisol vacío (g)

Nota: Se considera una cochinilla de primera calidad cuando el porcentaje de ceniza son menores al 5 %, si los valores son mayores quiere decir que en la muestra existe impurezas extrañas y deben ser removidas.

 c) Proceso para para hallar el porcentaje de ácido carmínico de acuerdo con la absorbancia de la grana cochinilla mediante el uso de un espectrofotómetro.

Pesar 0,025g de cochinilla en polvo, la muestra se coloca en un tubo de ensayo junto con 7,5 ml de ácido clorhídrico (HCl) 2N, se sella el tubo de ensayo y se pasa a un baño maría durante 30 min, dejar enfriar al ambiente y afore a 250 ml con agua destilada, filtrar la solución para eliminar el resto de cochinilla, la solución filtrada de coloco en una celda de cuarzo de 1 cm a una longitud de onda máxima de 494 nm y usando como blanco agua destilada (Marmion citado en Centeno 2003). Para la determinación de la absorbancia por espectrofotometría se toma rangos de 400 a 500nm y se realiza un total de tres replicas para obtener su promedio.

Para determinar el porcentaje de ácido carmínico por espectrofotometría se aplica la siguiente fórmula determinada por Marmion en el Handbook of U.S. colorants for food, drugs and cosmetics de 1983

$$\%ACAR = \frac{A \times 100}{a \times b \times c}$$

$$\%ACAR = \frac{A \times 100}{13.9 \times 1 \times 0.1} \quad (Ec. 4)$$

Donde:

- 1. A: Es la absorbancia
- 2. a: Es la absorbancia en L/g cm
- 3. b: Es la longitud de la celda en cm
- 4. c: Es la concentración en g/L

Limpieza y Acondicionamiento (ET3)

- Eliminación de restos de la tuna: Se eliminan elementos de gran tamaño que acompañan a la cochinilla mediante una limpieza superficial.
- Muerte de la cochinilla: Se recomienda hacerlo dentro de un periodo de 24 horas, las cochinillas se colocan en bandejas metálicas de manera uniforme, se coloca en una estufa durante 8 horas a 60°C.

- Separación de la cera de la cochinilla: Mediante la implementación de un solvente orgánico como lo es la acetona junto a una agitación manual se puede eliminar de manera efectiva la cera que recubre a la cochinilla.
- **Molienda y tamizaje:** Con la cochinilla limpia y la ayuda de un mortero se consigue un polvo fino. El polvo fino es tamizado mediante mallas de 425 y 106 μm.

Extracción del ACAR (ET4)

- **Primera Extracción:** Se inicia combinando agua destilada con la cochinilla obteniendo una extracción sólido-líquida, dicha extracción se lleva a temperaturas de 70 y 90°C durante 15 minutos realizando varias extracciones para así agotar la cochinilla.
- **Sedimentación:** De la etapa anterior se toma 500ml del líquido y se añade 5ml de cloruro de calcio (CaCl₂), para obtener carminiato de calcio (CaC₂H₁₄O₁₆), en forma de pasta negra junto con líquido.
- **Primera filtración:** Con ayuda del papel filtro se separa el carminiato de calcio del líquido residual.
- **Segunda extracción:** A la pasta negra obtenida de carminiato de calcio se añade 10 ml de metanol (CH₃OH) y 12,5 ml de ácido clorhídrico (HCl) dando paso al ácido carmínico.
- Segunda Sedimentación y Filtración: El ácido carmínico se dejó reposar para posteriormente mediante el uso del papel filtro se separe el ácido carmínico del desecho sólido.

Rendimiento (ET5)

• **Secado del ácido carmínico:** El líquido con ACAR finalmente se coloca en la estufa para su proceso de cristalización a una temperatura de 75°C por un periodo de 6 horas.

Para determinar el rendimiento final del ácido carmínico se emplea la siguiente formula.

$$\%R = \frac{M1}{M2} \times 100 \quad (Ec. 5)$$

Donde:

M1 = Peso de la masa final.

M2 = Peso de la masa inicial (cochinilla triturada).

Asimismo, se ha realizado con la cochinilla limpia una extracción del carmín mediante el método de Thorpe implementando sulfato doble de aluminio y potasio (alumbre), teniendo como resultado polvo de color violeta.

Resultados

Análisis Físico de la cochinilla

Tabla 1: Clasificación de la cochinilla de acuerdo con la NTP 011.205.1988.

Cochinilla de primera 2.8mm			
Largo cm	Ancho cm	Promedio	
0,52	0,46		
0,55	0,40	0,52 L x 0,42 A	
0,52	0,40		
Co	ochinilla de segunda	a 2.0mm	
Largo cm	Ancho cm	Promedio	
0,44	0,37		
0,42	0,34	0,41 L x 0,35 A	
0,38	0,33	_	

Realizado por: Cañar Lorena, 2022

En la tabla 1 de acuerdo con la NTP 011.205.1988 tamaño (Revisado 2021), se ha obtenido una separación de la cochinilla mediante las mallas de 2.8 y 2.0 mm establecidas en la NTP para cochinilla de primera y de segunda, dicha separación se lo ha realizado mediante el uso de un tamizador electromagnético Octagon 200CL, dando como resultado cochinillas de 0,35-0,42 cm de ancho y 0,41-0,52 cm de largo.

Tabla 2: Descripción física de la grana cochinilla fresca.

Color	rojo a violeta	
Contextura	blando – suave	
Tamaño	de 0,41-0,52 L y 0,35-0,42 A (cm)	
Olor	inodora	

Análisis químico de la cochinilla

Tabla 3: Análisis químico de la cochinilla en cuanto a humedad, cera y ceniza.

HUMEDAD	MUESTRA
m= peso de la muestra (g)	5
P1= Peso inicial (vidrio reloj más muestra fresca) (g)	66,611
P2= Peso final (vidrio reloj más muestra seca) (g)	65,955
% Humedad	13,12
% CERA PERDIDA	MUESTRA
m= peso de la muestra (g)	5
P1= Peso inicial (cochinilla + grasa + cera) (g)	17,426
P2= Peso final (después de la extracción) (g)	17,332
S% cera perdida	1,88
% CENIZA	MUESTRA
m= peso de la muestra (g)	5
P1= peso del crisol + muestra calcinada (g)	134,268
P2= peso del crisol vacío (g)	134,100
% ceniza	3,36

Realizado por: Cañar Lorena, 2022

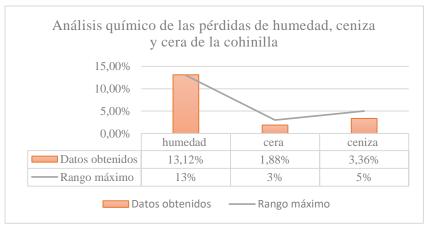


Gráfico 1: Comparación análisis de humedad, cera y ceniza de la cochinilla y su rango máximo.

Realizado por: Cañar Lorena, 2022

Los resultados obtenidos la tabla 3 mediante el análisis químico de la materia prima correspondiente a la etapa 2, detallan los rangos de humedad de acuerdo con NTP 011.207: 1988

humedad (Revisado 2021) en la cual se ha obtenido un porcentaje de humedad 13,12% situando dentro de los parámetros de dicha norma, mientras que, la ceniza de acuerdo con la NTP 011.206: 1988 ceniza (Revisado 2021) su rango máximo es de 5%, es decir nuestra muestra se halla dentro de los rangos establecidos ya que alcanza un porcentaje de cera perdida del 3,36%. Para determinar el porcentaje de cera eliminada se hace uso del método establecido por Ortega (2012), obteniendo así una pérdida de cera del 1,88% la cual es menor a su rango máximo de acuerdo con Centeno (2003).

Determinación del % de ACAR de la cochinilla molida por espectrofotometría UV-Vis.

Para determinar el porcentaje de ACAR presente en la cochinilla se inician con la preparación del ácido clorhídrico a la 2N, posteriormente se mezcla el HCl y la cochinilla que pasan a un baño maría para su disolución, seguido de una filtración que elimina el resto de cochinilla no disuelta y finalmente dicha disolución pasa al espectrofotómetro para ser cuantificada.

Tabla 4 : Replicas del análisis por espectrofotometría.

	REPLICA	REPLICAS		
nm	1R1	2R2	3R3	PROMEDIO
450	0,198	0,212	0,201	0,204
452	0,204	0,218	0,207	0,210
454	0,210	0,224	0,214	0,216
456	0,216	0,232	0,221	0,223
458	0,222	0,238	0,227	0,229
460	0,227	0,244	0,233	0,235
462	0,232	0,249	0,239	0,240
464	0,237	0,254	0,244	0,245
466	0,242	0,260	0,250	0,251
468	0,246	0,265	0,256	0,256
470	0,249	0,269	0,258	0,259
472	0,251	0,271	0,261	0,261
474	0,253	0,273	0,264	0,263
476	0,254	0,274	0,265	0,265
478	0,255	0,275	0,266	0,266
480	0,255	0,276	0,267	0,266

482	0,256	0,276	0,267	0,266
484	0,256	0,277	0,268	0,267
486	0,257	0,278	0,268	0,268
488	0,258	0,278	0,269	0,268
490	0,258	0,280	0,270	0,269
492	0,259	0,280	0,271	0,270
494	0,259	0,280	0,271	0,270
496	0,258	0,279	0,270	0,269
498	0,256	0,277	0,268	0,267
500	0,252	0,273	0,264	0,263

Realizado por: Cañar Lorena, 2022



Gráfico 2: Curva del rango máximo de absorbancia de la cochinilla.

Realizado por: Cañar Lorena, 2022

Mediante los datos obtenidos en la tabla N° 4 se ha realizado la gráfica 2, perteneciente a la curva de absorbancia del ácido carmínico, en el cual se establece que la absorbancia de la cochinilla a una longitud de onda de 494 nm alanza su máximo de absorbancia, es así como se ha obtenido una ponderación máxima de absorbancia de 0,270, lo cual mediante la aplicación de la fórmula de Marmion se puede estimar el porcentaje presente de ácido carmínico.

Para determinar el porcentaje de ACAR por espectrofotometría se establece la siguiente formula.

$$\%ACAR = \frac{A \times 100}{a \times b \times c} \quad (Ec. 4)$$
$$\%ACAR = \frac{0.270 \times 100}{13.9 \times 1 \times 0.1}$$

$$%ACAR = 19,42$$

Mediante la aplicación de la formula establecida por (Marmion 1983; citado en Centeno 2003), para determinar el porcentaje de ácido carmínico se ha concluido que la cochinilla procedente de la estación experimental Tunshi, Chimborazo alanza un porcentaje del 19,42%, lo que la convierte en cochinilla de primera calidad si se la desea exportar como cochinilla seca.

Resultados

Resultados de la ET4: Extracción

Esta etapa describe los procesos llevados a cabo durante la fase de extracción para la obtención de cristales de ácido carmínico cuyas variables son la granulometría y la temperatura.

Tabla 5: Proceso 1 para obtener ACAR en cristales.

ET4				
Procesos 1		R1	R2	R3
	Peso del filtro con residuos (g)	5,784	5,667	5,727
Extracción N= 6	Peso del filtro (g)	3,382	3,328	3,418
	Cochinilla agotada (g)	2,402	2,339	2,309
Sedimentación	Volumen Inicial (ml)	500	500	500
	CaCl2 (ml)	+5	+5	+5
	Perdida por filtración:		_	_
	Peso del filtro con residuos secos (g)	3,698	3,728	3,745
	Peso del filtro (g)	3,427	3,315	3,401
Filtración 1	Total	0,271	0,413	0,344
	Peso del vaso con carminiato (g)	67,622	71,434	58,008
	Peso del vaso (g)	48,301	49,182	47,543
	Peso del carminiato de calcio (g)	19,321	22,252	10,465
	Peso del carminiato de calcio (g)	19,321	22,252	10,735
Extracción 2	Metanol CH3OH (g)	7,91	7,91	7,91
LAU accion 2	HCl (g)	14,825	14,825	14,825
	Total	42,056	44,987	33,470
		<u>.</u>		

Coccus Costa)

	Peso de pérdida por evaporación (ml)	12,129	12,363	12,178
	total	29,927	32,624	21,292
	Peso del filtro con residuos secos (g)	3,784	3,721	3,746
Filtración 2	Peso del filtro (g)	3,569	3,615	3,687
	Total	0,215	0,106	0,059
		<u> </u>		•
	Pérdidas totales por filtración	0,486	0,519	0,403
		<u> </u>		•
	Hidróxido de sodio (pH=3)	14,8	15,6	14,6
		<u> </u>		
Volumen final		44,727	48,224	35,892
Peso final		1,322	1,420	1,044
Rendimiento %		44,1	47,3	34,8
R= Repeticiones	3	1	•	

Tabla 6: Proceso 2 para obtener ACAR en cristales.

ET4					
Proceso 2		R1	R2	R3	
	Peso del filtro con residuos (g)	5,723	5,425	5,451	
Extracción N= 6	Peso del filtro (g)	3,454	3,567	3,413	
	Cochinilla agotada (g)	2,269	1,858	2,038	
		<u>.</u>			
Sedimentación	Volumen Inicial (ml)	500	500	500	
Sedimentación	CaCl2 (ml)	+5	+5	+5	
	Perdida por filtración:				
	Peso del filtro con residuos secos (g)	3,684	4,736	1,324	
	Peso del filtro (g)	3,457	4,171	1,097	
Filtración 1	Total	0,227	0,565	0,227	
	Peso del vaso con carminiato (g)	67,480	88,824	64,492	
	Peso del vaso (g)	47,827	49,182	47,827	
	Peso del carminiato de calcio (g)	19,653	39,642	16,665	
Extracción 2	Peso del carminiato de calcio (g)	19,653	39,642	16,665	

	Metanol CH3OH (g)	7,91	7,91	7,91
	HCl (g)	14,825	14,825	14,825
	Total	42,388	62,377	39,400
	Pérdida por evaporación	8,693	12,869	8,678
	total	33,695	49,508	30,722
		<u>'</u>	1	1
	Peso del filtro con residuos secos (g)	3,963	3,778	3,794
Filtración 2	Peso del filtro (g)	3,569	3,346	3,487
	Total	0,394	0,432	0,307
	Pérdidas totales por filtración	0,621	0,997	0,534
	Hidróxido de sodio (pH=3)	14,5	13,7	18,3
Volumen final		48,195	63,208	49,022
Peso final		1,401	1,816	1,526
Rendimiento %		46,7	60,5	50,9
R= Repeticiones			1	

Tabla 7: Proceso 3 para obtener ACAR en cristales.

ET4					
Procesos 3		R1	R2	R3	
	Peso del filtro con residuos (g)	5,748	5,547	6,103	
Extracción N= 6	Peso del filtro (g)	3,575	3,443	3,987	
	Cochinilla agotada (g)	2,173	2,104	2,116	
		•	•		
Sedimentación	Volumen Inicial (ml)	500	500	500	
Sedimentación	CaCl2 (ml)	+5	+5	+5	
	Perdida por filtración:				
	Peso del filtro con residuos secos (g)	3,667	3,689	3,697	
Filtración 1	Peso del filtro (g)	3,431	3,447	3,448	
	Total	0,236	0,242	0,249	

Coccus Costa)

	Peso del vaso con carminiato (g)	65,387	81,888	81,835
	Peso del vaso (g)	49,727	48,181	48,436
	Peso del carminiato de calcio (g)	15,660	33,707	33,399
		'	1	1
	Peso del carminiato de calcio (g)	15,660	33,707	33,399
Extracción 2	Metanol CH3OH (g)	7,91	7,91	7,91
Extracción 2	HCl (g)	14,825	14,825	14,825
	Total	38,395	56,442	56,134
	Pérdida por evaporación	10,514	10,363	2,642
	Total	27,881	46,079	53,492
Filtración 2	Peso del filtro con residuos secos (g)	4,364	4,433	4,398
	Peso del filtro (g)	3,883	3,898	3,887
	Total	0,481	0,535	0,511
	Pérdidas totales por filtración	0,717	0,777	0,76
	Hidróxido de sodio (pH=3)	14,6	17,2	16,6
Volumen final		42,481	63,279	70,092
Peso final		1,223	1,850	1,989
Rendimiento %		40,8	61,7	66,3
R= Repeticiones		•		•

Tabla 8: Proceso 4 para obtener ACAR en cristales.

Decease 4		D1	R2	D2
Proceso 4		R1	K2	R3
	Peso del filtro (g)	5,676	5,708	6,089
Extracción N= 6	Peso del filtro con residuos (g)	3,333	3,429	3,587
	Cochinilla agotada (g)	2,343	2,279	2,502
		1		.
Sedimentación	Volumen Inicial (ml)	500	500	500
Sedifficitation	CaCl2 (ml)	+5	+5	+5
	•	,	•	•
Filtración 1	Perdida por filtración:			

	Peso del filtro con residuos secos (g)	1,342	1,315	3,798
	Peso del filtro (g)	1,088	1,086	3,627
	Total	0,254	0,229	0,171
				_
	Peso del vaso con carminiato (g)	108,513	112,872	87,068
	Peso del vaso (g)	49,052	48,412	48,262
	Peso del carminiato de calcio (g)	59,461	64,460	38,806
Extracción 2	Peso del carminiato de calcio (g)	59,461	64,460	38,806
	Metanol CH3OH (g)	7,91	7,91	7,91
Extraccion 2	HCl (g)	14,825	14,825	14,825
	Total	82,196	87,195	61,541
	Peso de pérdida por evaporación (ml)	14,164	14,858	8,936
	total	68,032	72,337	52,605
	Peso del filtro con residuos secos (g)	3,801	3,725	3,746
Filtración 2	Peso del filtro (g)	3,589	3,518	3,587
	Total	0,212	0,207	0,159
	Pérdidas totales por filtración	0,466	0,436	0,33
	T		T	T
	Hidróxido de sodio (pH=3)	19	22	19,6
Volumen final		97.022	04 227	72 205
		87,032	94,337	72,205
Peso final		2,379	2,720	2,209
Rendimiento %		79,3	90,7	73,6
R= Repeticiones				

Realizado por: Cañar Lorena, 2022

Las tablas N° 5, 6, 7 y 8 muestran el proceso que se ha llevado a cabo para la obtención del ácido cármico por cristales, siendo así que las tablas N° 5 y 7 ambas con especificaciones de 106 µm en granulometría presentan un bajo rendimiento a comparación de las tablas 6 y 8, esto puede ser causado ya que la granulometría a ser fina dio paso no solo a cochinillas con colorante sino también a restos secos de la cochinilla y al ser sometidas a temperaturas de 70 y 90°C alcanza un

rendimiento mínimo. Mientras que las tablas 6 y 8 con especificaciones de 425 μm en granulometría presentan un mayor rendimiento a temperaturas de 70 y 90°C.

El proceso numero 4 correspondiente a la tabla 8, muestras que a temperatura de extracción de 90°C, y granulometría de 425 μm se ha conseguido un rendimiento final de ácido carmínico en cristales de 2,436g, esto de acuerdo con por (Mamani y Huamani 2015;Pérez 2014), en la cual concluye que al aumentar de temperatura de extracción la cochinilla logra su máximo nivel de dilución siendo así la responsable de que el carminiato de calcio también alcance niveles máximos. En cuanto al tipo de malla (Cespedes 2006) señala que esta influye directamente en el rendimiento del ácido carmínico, siendo así que en el proceso 4 con malla de 425 μm la cochinilla presenta mayor cantidad de ácido carmínico en su interior.

Resultados de la ET5: Rendimiento

Una vez llevado a cabo el proceso de extracción de ácido carmínico se hace uso de la fórmula del rendimiento para obtener el porcentaje correspondiente a cada proceso.

$$\%R = \frac{M1}{M2} \times 100 \quad (Ec. 5)$$

$$\%R = \frac{2,436}{3} \times 100$$

$$\%R = 81,2$$

Tabla 9: Variables, procesos, réplicas y rendimiento del ACAR en cristales.

Proceso	Granulometría	Temperatura	R1	R2	R3	Rendimiento	%
	μm	°C					Rendimiento
1	106(-)	70 (-)	1,322	1,42	1,044	1,262	42,1%
2	425(+)	70 (-)	1,401	1,816	1,526	1,581	52,7%
3	106(-)	90 (+)	1,223	1,85	1,989	1,687	56,2%
4	425(+)	90 (+)	2,379	2,72	2,209	2,436	81,2%

Realizado por: Cañar Lorena, 2022

Mediante la tabla 12 la misma que describe los rendimientos finales de los procesos realizados para la obtención del ACAR, por lo cual se obtiene que, el proceso 4 muestra un rendimiento mayor al 80% cuyas variables son granulometría de 425 µm a una temperatura de 90°C capaz de disolver mayor porcentaje de colorante presente en la cochinilla.

Ácido carmínico como indicador de pH.

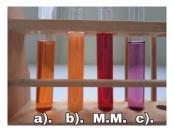


Figura 1. ACAR como indicador de pH. Realizado por: Cañar Lorena, 2022

El ácido carmínico es usado también como indicador de pH, es decir, se va a tornar de diferentes tonalidades dependiendo del medio en el que este disuelto. Para demostrar dicha cualidad se ha experimentado con diferentes tubos de ensayos con distintas soluciones, como se muestra en la figura 1. Se tiene un tubo de ensayo a) el cual contiene vinagre con un pH de 3.00; un tubo b) cuya solución es zumo de limón con un pH de 2,54; un tubo c) que contiene bicarbonato con un pH de 8,60 y una muestra madre (MM) la cual contiene ácido carmínico. Como se observa en la figura tanto el tubo a y b a ser soluciones acidas se tornan de un color naranja a amarillo; mientras que, el tubo c al tener una solución alcalina toma una coloración violeta y es así como queda demostrado la capacidad de ácido carmínico como indicador de pH.

Teñido de tela

Para el proceso de teñido se hace uso de ACAR en cristales y de la laca de carmín, para ello se ha implementado la curva de teñido para colorantes naturales, empleando como mordiente el ácido cítrico el cual sirve como puente de fijación entre el colorante y la tela.

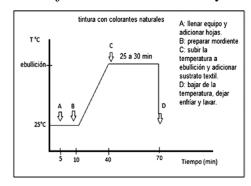


Figura 2. Curva de procedimiento para tinturar con colorantes naturales

Realizado por: Restrepo Adriana, 2014)



Figura 3. Prueba de teñido usando ácido carmínico en cristales y el carmín **Realizado por:** Cañar Lorena, 2022

En la figura 3 después de realizar el proceso teñido se ha obtenido una tonalidad rojo naranja para los cristales ácido carmínico esto debido a que posee un pH acido. Mientras que la tela que se ha teñido con la laca del carmín nos ha proporcionado una tonalidad violeta, esto debido a su pH alcalino.

Conclusiones

Para el proceso de extracción del ácido carmínico la cochinilla idónea se ha establecido mediante la NTP 011.205:1977 Requisitos (revisada el 2021), en la cual establece los tamices a emplear, los tamices usados fueron ASTM No. 7 y 10 (2.8 y 2.0 mm). Después del tamizaje las cochinillas fueron sometidas a una evaluación física y química. Durante la evaluación física y con ayuda de un escalímetro se ha obtenido cochinilla de 0,45 cm de ancho y 0,52 cm alto. Mientras que, en el análisis químico se concluye que las cochinillas están dentro de los parámetros de calidad en cuanto a humedad, cera, ceniza y porcentaje de ACAR del 19,45%.

Para iniciar la extracción, la cochinilla es sometida a una segunda tamización con mallas ASTM N° 40 y 140 (425 y 106 μ m), y es llevada a temperaturas de 70 y 90°C seguidamente para obtener cristales de ácido carmínico se usó la metodología de Gibaja-Montes, con especificación de 6 extracciones por procedimiento con la finalidad de agotar el colorante de la cochinilla, seguidamente se empleó cloruro de calcio, ácido clorhídrico y metanol obteniendo como producto final el ácido carmínico de forma líquida que finalmente es colocado en la estufa.

De todos los procesos realizados el que presenta mayor rendimiento es el proceso número cuatro, con un rendimiento final del ácido carmínico en cristales de 81,2% (2,436 g) con variaciones en granulometría de 425 µm y temperatura de 90°C.

Referencias

- Centeno, M. M. (2003). Extracción, estrabilización y evaluaciones analíticas del carmín [Instituto Politécnico Nacional]. https://tesis.ipn.mx/bitstream/handle/123456789/960/MONICACENTENO.pdf?sequence=1&isA llowed=y
- Cespedes, M. (2006). Optimización del proceso de obtención de ácido carmínico a partir de coochinilla Dactylopius coccus costa [Universidad indígena boliviana comunitaria intercultural productiva quechua "Casimiro Huanca"]. https://idoc.pub/documents/tesis-de-acido-carminico-27-julio-qn85pgjd98n1
- 3. Cortázar-Martínez, A., Coronel, C., Escalante, A., González-Ramírez, C., & Villagómez, J. (2016, June 25). Contaminación generada por colorantes de la industria textil. Universidad Autónoma de Hidalgo. https://www.uaeh.edu.mx/scige/boletin/prepa4/n3/e1.html
- 4. Instituto Otavaleño de antropoligía. (1989). Sarance No. 13 . REVISTA COMPLETA. Sarance, 13, 19–31. https://repositorio.flacsoandes.edu.ec/handle/10469/9842
- 5. Mamani, G., & Huamani, I. (2015). Evaluación comparativa de los métodos thorpe y francés para la obtención de carmín a partir de la cochinilla (dactylopius coccus costa) en el distrito de la joya.(Tesis para Licenciatura) [Universidad Nacional San Agustín]. http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/226
- Ortega, V. (2012). Comparación del Rendimiento del Acido Carmínico entre Dos Procesos de Deshidratación de la Cochinilla de Tunas Cultivadas en Guano. [ESPOCH]. In Facultad de Ciencias: Vol. Bachelor. http://dspace.espoch.edu.ec/handle/123456789/1580
- 7. Pérez, M. A. (2014). Estudio Técnico para la implementación de una planta proceadora de cochinilla para la obtención del carmín [Pontificia Universidad Católica del Perú]. https://tesis.pucp.edu.pe/repositorio/bitstream/handle/20.500.12404/5654/perez_miguel_planta_p rocesadora_cochinilla_obtencion_carmin.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- 8. Restrepo, A., González, L., Fontalvo, M., & Álvarez, C. (2014). Generalidades de la seda y su proceso de teñido. Prospectiva, 12, 7. https://doi.org/10.15665/rp.v12i1.145
- Ríos-Cortés, A. M., López-Valdez, F., López-Gayou, V., Rosas, M., Martínez-Ayala, A. L., & Ríos-Cortés, G. (2015). Grana Cochinilla, tesoro de México. Reevista Digital Del IPN, 14–20. https://www.revistafronterabiotecnologica.cibatlaxcala.ipn.mx/volumen/vol02/pdf/Revista-Octubre-2015.pdf

- Rodríguez, L. C., Faúndez, E., Seymour, J., Escobar, C. A., Espinoza, L., Petroutsa, M., Ayres, A.,
 & Niemeyer, H. M. (2005). Factores Bióticos y Concentración de Ácido Carmínico en la Cochinilla
 (Dactylopius coccus Costa) (Homoptera: Dactylopiidae). Agricultura Técnica, 65(3), 323–329.
 https://doi.org/10.4067/S0365-28072005000300011
- 11. Sánchez, R. (2013). La química de los colorantes en los alimentos. Química Viva, 12, 234–246. http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=86329278005
- 12. Segundo, G. (1999). pigmentos naturales quinónicos. in pigmentos naturales quinónicos (pp. 190–239). https://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtual/libros/quimica/pigmentos/default.htm
- 13. Torres, J., & Ramos, R. (2017). La cochinilla en los corregimientos de Riobamba y Latacunga: el proyecto económico que no fue. Redalyc, 13, 4424–4428. https://revistapublicando.org/revista/index.php/crv/article/view/829
- 14. Zacarías-Alvarado, J. R., Tovar-Robles, C. L., Aquino-Pérez, G., Magallanes-Quintanar, R., & Méndez-Gallegos, S. de J. (2021). Productive behavior of dactylopius coccus costa on two confined opuntia ficus-indica (l.) mill cultivars. Agro Productividad, 65–74. https://doi.org/10.32854/agrop.v14i10.1946

© 2023 por los autores. Este artículo es de acceso abierto y distribuido según los términos y condiciones de la licencia Creative Commons Atribución-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional (CC BY-NC-SA 4.0) (https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).