



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA

CAMPUS D'ALCOI

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Escuela Politécnica Superior de Alcoy

EFFECTOS DE ENVEJECIMIENTO EN TEJIDO DENIM  
MEDIANTE TRATAMIENTOS ENZIMÁTICOS

Trabajo Fin de Máster

Máster Universitario en Ingeniería Textil

AUTOR/A: Alonso García, Elena

Tutor/a: Gisbert Paya, Jaime

CURSO ACADÉMICO: 2021/2022

## RESUMEN

---

El tejido *denim* o vaquero ha estado y está presente en muchos ámbitos de la sociedad; sin embargo, para sacar al mercado este tipo de prendas, son importantes los acabados que tradicionalmente se realizan sobre ellas, con los que se obtienen aspectos de decolorado destinados a ofrecer al tejido mayor flexibilidad y comodidad, además de diseño. En este trabajo, se ha estudiado la posibilidad de intercambiar el proceso habitual de “lavado a la piedra”, con el que se consiguen los efectos mencionados, por un tratamiento de acabado que permite la utilización de recursos biológicos: las enzimas.

Por lo tanto, en este estudio, las enzimas, como catalizadores biológicos, han formado parte de las fórmulas y técnicas de acabado utilizadas, y con las que se ha logrado crear diferentes diseños en el tejido vaquero. A su vez, se han reducido los daños que produce el proceso de “lavado a la piedra” al medioambiente, consiguiendo llevar a cabo un proyecto novedoso y ecológico basado en el ahorro de recursos y el diseño textil.

➤ **PALABRAS CLAVE:** Biotecnología; Enzimas; *Denim*; *Biostoning*.

## ABSTRACT

---

The denim fabric has been in many areas of society; however, to bring this type of garment to market, the finishes that are traditionally carried out on them are important, with which discoloration aspects are obtained aimed at offering the fabric greater flexibility and comfort, as well as design. In this work, the possibility of exchanging the usual "stone washing" process, with which the aforementioned effects are achieved, for a finishing treatment that allows the use of biological resources: enzymes, has been studied.

Therefore, in this study, enzymes, as biological catalysts, have been part of the formulas and finishing techniques used, and with which it has been possible to create different designs in the denim fabric. At the same time, the damage caused by the "stone washing" process to the environment has been reduced, achieving an innovative and ecological project based on saving resources and textile design.

➤ **KEY WORDS:** Biotechnology; Enzymes; *Denim*; *Biostoning*.

# ÍNDICE

<b>1. INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>1</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>3</b>
<b>3. ESTADO DEL ARTE .....</b>	<b>3</b>
3.1. TECNOLOGÍAS DE ENVEJECIMIENTO EN TEJIDO DENIM .....	3
3.2. CARACTERÍSTICAS DE LAS ENZIMAS Y SU APLICACIÓN EN TEXTIL .....	6
3.3. BIOSTONING: VENTAJAS, TIPOS DE ENZIMAS Y PROCESOS UTILIZADOS .....	9
3.3.1. OTROS PROCESOS ENZIMÁTICOS SOBRE TEJIDO DENIM: BIODENSENCOLODO ...	18
3.4. PATENTES BASADAS EN LA UTILIZACIÓN DE ENZIMAS SOBRE TEJIDO DENIM .....	19
<b>4. MATERIALES Y MÉTODOS .....</b>	<b>22</b>
4.1. MATERIALES .....	22
4.2. MÉTODOS DE PREPARACIÓN Y ACABADO DE TEJIDOS .....	24
4.2.1. TINTURA DE TEJIDOS DE ALGODÓN .....	26
4.2.2. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: LAVADORA.....	29
4.2.3. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: AGOTAMIENTO.....	31
4.2.4. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: ESTAMPACIÓN POR RASQUETA .....	33
4.3. PARÁMETROS ESTUDIADOS .....	38
4.3.1. RESISTENCIA A LA TRACCIÓN Y ALARGAMIENTO A LA ROTURA .....	38
<b>5. RESULTADOS.....</b>	<b>42</b>
5.1. TINTURA DE TEJIDOS DE ALGODÓN .....	42
5.2. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: LAVADORA.....	43
5.3. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: AGOTAMIENTO.....	48
5.4. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: ESTAMPACIÓN POR RASQUETA .....	50
5.4.1. PRIMERAS PRUEBAS .....	50
5.4.2. SEGUNDAS PRUEBAS.....	56
5.4.3. TERCERAS PRUEBAS .....	60
5.4.4. CUARTAS PRUEBAS.....	61
5.4.5. QUINTAS PRUEBAS .....	63
5.5. RESISTENCIA A LA TRACCIÓN Y ALARGAMIENTO A LA ROTURA.....	64
<b>6. CONCLUSIONES .....</b>	<b>70</b>
<b>7. FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN .....</b>	<b>71</b>
<b>8. BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>72</b>

## 1. INTRODUCCIÓN

El tejido *denim*, *jeans* o vaquero es una tela clásica de algodón tejida con un ligamento de tipo sarga, donde los hilos que forman la urdimbre se encuentran teñidos mientras que los que forman la trama no. Por lo tanto, la estructura de la tela es jaspeada en el exterior y blanca en el reverso. Este tejido se utiliza tradicionalmente para la fabricación de pantalones, pero también en cazadoras y en una gran variedad más de prendas diferentes destinadas a múltiples aplicaciones, desde la ropa de trabajo y la de uso cotidiano, hasta la de diseño y pasarela. (**New Cloth Market, s.f.**)

Generalmente este tipo de tejido se tiñe en color azul índigo mediante un mecanismo en el que el tinte permanece en la superficie de las fibras. Es decir, durante el proceso de teñido, las moléculas de tinte penetran hasta cierto punto, quedando confinadas a la superficie y permaneciendo las capas internas del cuerpo de la fibra incoloras. Originariamente, el tinte índigo utilizado para este fin era un tinte o pigmento natural, proveniente de la planta *Indigofera tinctoria*. Sin embargo, tiempo después se descubrió una forma de producir índigo sintético, y este se impuso sobre el natural.

Por otro lado, se debe tener en cuenta que, debido a la naturaleza de la tejeduría y el teñido del tejido vaquero, las prendas producidas no serían cómodas sin los tratamientos de acabado existentes que las hacen más flexibles y adherentes. (**Sarafpour et al., 2021**). Estos acabados hacen que sea habitual encontrarlas con un aspecto “envejecido”, de decoloración o “desgastado” en ciertas zonas, lo que es conocido como "efecto de lavado a la piedra" (Figura 1; Izquierda). La técnica de acabado que le da nombre a dicho efecto es la técnica de lavado a la piedra, y se logra eliminando localmente el tinte índigo del tejido en un proceso en el que se agrega piedra pómez (Figura 1; Derecha) al tambor de una lavadora (Figura 2). (**New Cloth Market, s.f.**)



**Figura 1.** (Izquierda) Pantalones vaqueros lavados a la piedra. (Derecha) Piedra pómez. (**Kiron, 2021**)

Las piedras pómez, con una superficie rugosa y una forma ovalada, funcionan como abrasivos en el ciclo de lavado. Las variaciones en la forma, composición, dureza y porosidad de las mismas dan como resultado diferentes efectos de decoloración en el tejido vaquero. Durante el proceso de lavado, estas piedras eliminan las partículas de tinte de la superficie del hilo de la tela vaquera, que mostrará después, un efecto desteñido, desgastado y brillante. Además, como se ha mencionado, este acabado hace que las prendas vaqueras sean más flexibles, ajustándose cómodamente al cuerpo del usuario. (**Kiron, 2021**)



**Figura 2.** (Izquierda) Lavadoras utilizadas para tratamiento de tejido *denim* de carga frontal (Derecha) y lateral. (Fuente: **Colomera y Kuilderd, 2015**)

Sin embargo, el método de acabado descrito presenta algunas desventajas y limitaciones:

- Por un lado, las piedras pueden causar un desgaste excesivo y daños físicos a la tela debido a la abrasión de la piedra con la misma, siendo, además, un proceso no selectivo que puede causar manchas y *redepositación* del tinte.
- A su vez, los botones y remaches metálicos de las prendas, así como el tambor de la lavadora y otras piezas de la misma, también pueden desgastarse o dañarse, lo que reduce sustancialmente la calidad de la prenda y la vida útil del equipo.
- Asimismo, el proceso presenta dificultades para eliminar la piedra pómez residual de las prendas procesadas, aumentando el costo de mano de obra requerido, ya que, estas deben lavarse varias veces para eliminar completamente las piedras. (**Kan, 2015**)
- El polvo de las piedras también puede obstruir el conducto de drenaje de la máquina y las líneas de alcantarillado. (**Madhu y Chakraborty, 2017**)

Además de todo ello, cabe destacar que este proceso de lavado a la piedra se incluye dentro del procesamiento en húmedo de textiles, donde se encuentran los procesos de preparación, coloración y acabado, siendo una parte importante de la producción y la fabricación de tejidos. Este procesamiento se realiza como un medio para agregar valor a los textiles, ya que mejora la estética, la comodidad y las propiedades táctiles de los mismos. Sin embargo, se utiliza una enorme cantidad de agua en este tipo de operaciones que, además, se contamina con una combinación de productos químicos descargados como efluentes, lo que dificulta aún más su tratamiento o biodegradación. (**Thadepalli y Roy, 2022**)

En este trabajo, la finalidad es producir efectos de envejecido sobre tejido vaquero, con el objetivo de aportar sostenibilidad al sustituir tanto los materiales y el proceso de “lavado a la piedra”, como otros habitualmente utilizados.

Junto a los propósitos expuestos, se pretende cumplir con una serie de Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS) adoptados por la Organización de las Naciones Unidas (ONU) en el marco de la agenda 2030. Los ODS constituyen un llamamiento universal a la acción para poner fin a la pobreza, proteger el planeta y mejorar las vidas y las perspectivas de las personas en todo el mundo. La meta de este proyecto se enmarca en los objetivos basados en la protección del planeta.

Para ello, se lleva a cabo un estudio sobre la posibilidad de aplicar la biotecnología y el diseño en ámbito textil, concretamente, mediante la utilización de enzimas biológicas y empleando técnicas como la estampación.

## 2. OBJETIVOS

El **objetivo principal** es reproducir el efecto “lavado a la piedra” o decolorado en tejido vaquero, mediante la utilización de enzimas.

Como **objetivos secundarios**, se encuentran los siguientes:

- Aplicar las enzimas como catalizadores biológicos en el sector del tejido vaquero o *denim*.
- Ampliar el uso de enzimas en el sector textil, mediante su utilización en el proceso de acabado por estampación.
- Sustituir la utilización de procesos en húmedo por procesos más sostenibles, mediante el ahorro de recursos y la no descarga de efluentes.
- Alinear el proyecto con los objetivos de desarrollo sostenible adoptados por la Organización de las Naciones Unidas (ONU) en el marco de la agenda 2030.
- Comprobar cómo afecta la enzima a las propiedades físicas de los tejidos al aplicarla sobre ellos, sometiéndolos a tracción/alargamiento.

## 3. ESTADO DEL ARTE

En este apartado, se expone toda aquella información recogida de artículos o publicaciones, dentro del ámbito del tejido vaquero o *denim*, concretamente referente a las distintas tecnologías de decolorado del mismo, haciendo hincapié en la utilización de enzimas para dicho fin.

### 3.1. TECNOLOGÍAS DE ENVEJECIMIENTO EN TEJIDO DENIM

Además de la técnica de lavado a la piedra, existen otros métodos utilizados para conseguir el efecto envejecido en tejido vaquero. Un ejemplo es el uso de cloro (por ejemplo, hipoclorito de sodio) como agente blanqueador en el proceso de lavado. El resultado tras su descubrimiento fue una nueva categoría de prendas *denim* azul claro. A partir de aquí, con el uso del blanqueo con cloro, en 1987–1989, se desarrolló también el “lavado con hielo”, en el que las piedras pómez se empapan previamente en el agente blanqueador y después se voltean con prendas secas o ligeramente húmedas. En la industria, “lavado con hielo” tiene nombres alternativos como “lavado con ácido” o “lavado con nieve”.

Más sistemas existentes, utilizados sobre tejido vaquero con el mismo propósito y en este caso, sin la utilización de agua, son, por ejemplo, el método *sandblasting* (Figura 3), que utiliza arena

y partículas metálicas aplicadas a presión sobre las prendas, el cepillado manual o mecánico (Figura 4), la técnica de spray con PP (potasiopermanganato) etc.



**Figura 3.** Método *sandblasting* para conseguir el efecto desgastado en prendas *denim*. (Fuente: **López, 2012**)



**Figura 4.** Métodos para conseguir el efecto de desgastado en prendas *denim*: (Izquierda) Métodos de pulido o cepillado mecánico (Fuente: **The Factory 8, 2018**). (Derecha) Métodos de pulido o cepillado manual (Fuente: **Demir, 2021**)

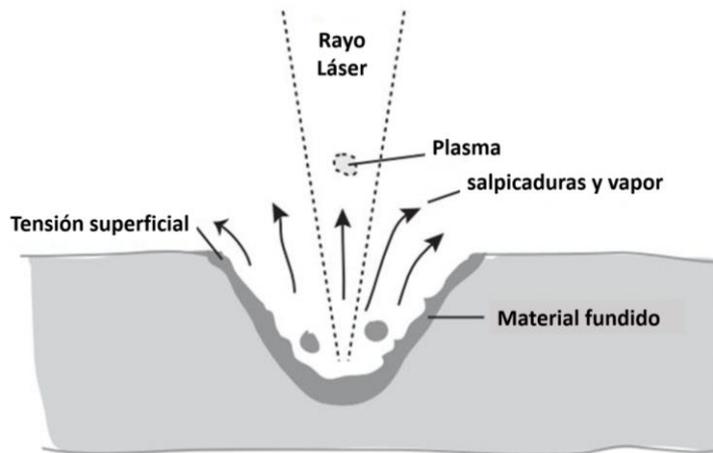
Sin embargo, a pesar de la gran variedad de técnicas disponibles para lograr el efecto envejecido en tejido vaquero, se debe tener en cuenta que todos estos métodos pueden producir problemas para la salud de los trabajadores y para el medio ambiente, un aumento de tiempo de producción, de mano de obra, de costes etc. (**Kan, 2015**)

Por lo tanto, la industria textil en general, y la dedicada al tejido *denim* en particular, es una industria intensiva en agua, productos químicos y energía, lo que ejerce una gran presión sobre los recursos globales. (**Thadepalli y Roy, 2022**). Debido a ello, en la actualidad, las empresas textiles y de indumentaria dedican cada vez más tiempo y dinero a cuestiones ambientales relevantes, con el fin de disponer de tecnologías y técnicas menos contaminantes y generar la menor cantidad de desechos posible.

Una de las tecnologías más novedosas para generar el efecto de desgaste o “lavado a la piedra” en tejido vaquero, es la utilización del mecanismo de desvanecimiento láser.

La tecnología láser sobre textil funciona creando calor extensivo. El material está sujeto a un calentamiento muy intenso dentro de una región muy pequeña. La energía del láser se absorbe

como calor y el material se calienta rápidamente, lo que lleva a la fusión a medida que se produce un cambio de fase de sólido a líquido. Parte del líquido fundido intenta moverse, impulsado por la tensión superficial del líquido. El líquido restante se calienta muy rápidamente, hierve y libera vapores, produciéndose otro cambio de fase de líquido a gas. (Figura 5)



**Figura 5.** Mecanismo de acción de la tecnología láser. (Traducido de **Sarkar y Rashaduzzaman, 2014**)

Esta tecnología, permite no solo llevar a cabo el desgaste en tejido vaquero, sino que es capaz de crear un patrón de diseño en el mismo a partir de una foto capturada mediante el uso de software de edición de gráficos para el grabado láser. Además, permite crear cualquier diseño en cualquier lugar, ya que, es posible crear el desgaste sobre las costuras o sobre los botones metálicos. También es un proceso más rápido en comparación con los procesos en húmedo y en secos convencionales para la generación de desgaste y estampado, siendo adecuado para una amplia gama de materiales.

Como ventaja importante, cabe destacar que es una tecnología favorable para el medio ambiente, ya que no produce desperdicio de agua ni requiere productos químicos.

Sin embargo, esta tecnología presenta algunas desventajas, como el hecho de que producir un efecto natural es difícil y, a menudo, se requiere un toque manual después de la decoloración para dar al producto ese aspecto natural buscado. Además, la inversión inicial es muy alta, lo que es un problema para las pequeñas y medianas empresas, necesitando para la utilización de esta máquina un operador cualificado, pudiendo ser también una desventaja en algunos casos particulares. Cabe destacar, además, que el rayo láser en sí y los humos producidos son peligrosos para la salud. (**Sarkar y Rashaduzzaman, 2014**)

Los tratamientos de desgastado o decoloración *denim*, también han sido estudiados por irradiación de plasma mediante el control de las variables operativas como el tipo de gas, el tiempo y la frecuencia, para dar una apariencia envejecida o vintage. Los sistemas de proceso de oxidación avanzada (AOP), que implican el uso de la combinación de irradiación y materiales activos como agentes oxidantes, también han atraído la atención de muchos investigadores (**Sarafpour et al., 2021**)

Otra de las fuentes de innovación en la industria textil, que intenta solventar los problemas ocasionados por otras técnicas y tecnologías como las ya mencionadas, es la **biotecnología**, una amplia rama interdisciplinaria de las ciencias biológicas.

Dentro de la biotecnología, se encuentra el campo de las **enzimas**, cuya demanda de aplicación en la industria está aumentando debido a la necesidad de superar tanto el alto consumo de energía y materias primas, como las crecientes preocupaciones ambientales sobre el uso y la eliminación de productos químicos en los vertederos, el agua o el aire durante el procesamiento químico. Por esta razón, las aplicaciones de las enzimas se han expandido a varios campos, incluidos los sectores industriales de productos químicos, combustibles, alimentos, agricultura, papel, textiles y cosméticos (**Maciel et al. 2010**).

### **3.2. CARACTERÍSTICAS DE LAS ENZIMAS Y SU APLICACIÓN EN TEXTIL**

Las enzimas son generalmente proteínas globulares que funcionan como catalizadores biológicos o biocatalizadores, es decir, por su mera presencia, y sin ser consumidas en el proceso, pueden acelerar procesos químicos que de otro modo serían muy lentos. Una vez completada la reacción, la enzima se libera nuevamente. Al ser de origen biológico, pueden obtenerse a partir de vegetales, animales y microorganismos, como las bacterias.

Las enzimas se diferencian de los catalizadores químicos en varios aspectos importantes.

- Las reacciones catalizadas por enzimas son varios órdenes de magnitud más rápidas que las catalizadas químicamente. Además, cuando se comparan con las correspondientes reacciones no catalizadas, las enzimas normalmente mejoran las velocidades entre 10<sup>6</sup> y 10<sup>13</sup> veces.
- Las enzimas tienen una especificidad de reacción mucho mayor que las reacciones catalizadas químicamente y rara vez forman subproductos.
- Las enzimas catalizan reacciones en condiciones comparativamente suaves: temperaturas inferiores a 100°C, presión atmosférica y pH alrededor de la neutralidad. Por el contrario, en la catálisis química suelen ser necesarias altas temperaturas y presiones y pH extremos. (**Abdul, 2013**)

En términos de fuentes de obtención, cabe destacar que las enzimas microbianas son más útiles que las enzimas derivadas de plantas o animales debido a la gran variedad de actividades catalíticas que presentan, sus altos rendimientos, la facilidad de manipulación genética, el suministro regular debido a la ausencia de fluctuaciones estacionales, y el rápido crecimiento de los microorganismos, en lo que se refiere a medios económicos. Además, estas enzimas son más estables que sus correspondientes enzimas vegetales y animales, y su producción es más conveniente y segura. (**Madhu y Chakraborty, 2017**)

Los avances en enzimología y áreas relacionadas con la biología molecular y la ingeniería genética ofrecen importantes oportunidades para desarrollar nuevos procesos basados en enzimas (tecnologías de química verde), lo que representa un paso importante en el desarrollo industrial respetuoso con el medio ambiente.

Dentro de la industria textil, las enzimas se han utilizado en el procesamiento de textiles desde principios del siglo pasado para eliminar encolados a base de almidón, pero solo en la última década se ha prestado atención al uso de enzimas en otras aplicaciones textiles (**New Cloth Market, s.f.**), la mayoría de ellas, dentro del procesamiento del algodón: eliminación de impurezas (desencolado, descrudado, blanqueo); bioacabados para mejorar la apariencia y

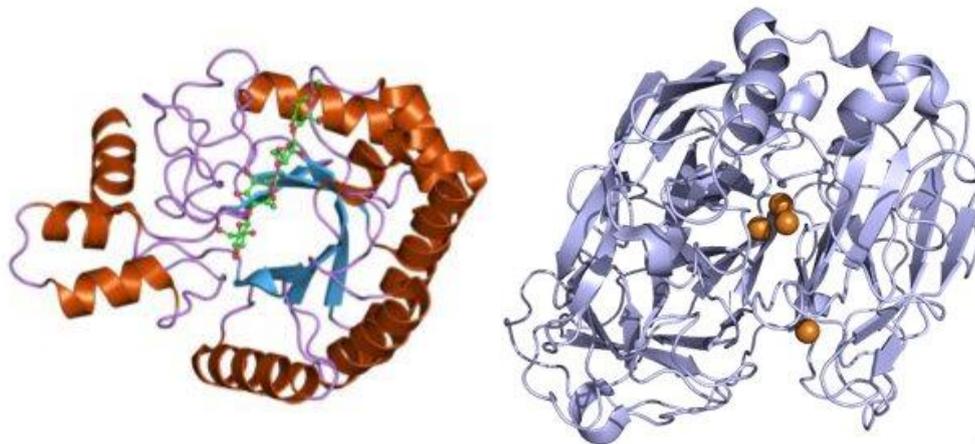
eliminar restos de fibra de la superficie; limpieza para eliminar el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> residual antes de teñir, e incluso el proceso conocido como biostoning, una alternativa al “lavado a la piedra” y al resto de técnicas de envejecimiento en tejido vaquero para producir el aspecto envejecido o desgastado en el mismo.

Pero además de la utilización de enzimas en el procesamiento del algodón, también es interesante destacar que existe el interés por sustituir los procesos convencionales referentes a la lana y a la seda, con enzima proteasa y los procesos referentes a fibras de yute, ramio y lino con pectinasa, xilanasa o hemicelulasas. También se ha informado en varios estudios, sobre la modificación de materiales sintéticos utilizando enzimas hidrolasas para impartir propiedades hidrófilas y antiestáticas. Otra aplicación interesante y estudiada, es la formulación de detergentes con mezcla de enzimas para eliminar distintos tipos de manchas en el lavado de prendas (**Madhu y Chakraborty, 2017**). Por lo tanto, el campo de las enzimas como parte de la biotecnología, presenta mucha cabida dentro del ámbito textil.

En la tabla siguiente (Tabla 1), se muestran los diferentes tipos de enzimas que pueden ser utilizadas sobre diferentes sustratos, su aplicación biotecnológica en textil y su fuente de obtención microbiana.

Enzima	Fuente Microbiana		Substrato	Aplicación Biotecnológica
	Bacteria	Hongo		
Amilasa	<i>Bacillus coagulans</i>	<i>Aspergillus niger</i>	Almidón	Desencolado
Catalasa	<i>Staphylococci</i>	<i>Aspergillus fumigatus</i>	Peróxidos	Limpiar restos de solución <i>bioblanqueadora</i>
Celulasa (Figura 6; Izquierda)	<i>Clostridium thermocellum</i>	<i>Trichoderma reesei</i>	Celulosa	<i>Biostoning</i> de jeans, <i>biopulido</i> , carbonización de lana
Colagenasa	<i>Acinetobacter</i>	<i>Aspergillus</i>	Colágeno	Modificación de la superficie de la lana
Cutinasa	<i>Thermobifida fusca</i>	<i>Fusarium solani</i>	Cutina	<i>Biodescudado</i>
Esterasa	<i>Bacillus subtilis</i>	<i>Rhizomucor miehei</i>	Enlaces éster	<i>Bioblanqueo</i> y modificación de propiedades superficiales
Glucosa Oxidasa	<i>Bacillus subtilis</i>	<i>Penicillium notatum</i>	Pigmentos	<i>Bioblanqueo</i> de algodón
Lacasa (Figura 6; Derecha)	<i>Pseudomonas putida</i>	<i>Trichoderma reesei</i>	Cromóforos	<i>Bioblanqueo</i>
Lipasa	<i>Bacillus subtilis</i>	<i>Candela lipolytica</i>	Grasas y aceites	Desencolado
Pectinasa	<i>Pseudomonas</i>	<i>Aspegillus</i>	Pectina	<i>Biodescudado</i> de algodón y yute
Peroxidasa	<i>Bacillus subtilis</i>	<i>Candida Krusei</i>	Cromóforos	<i>Bioblanqueo</i>
Poteasa	<i>Bacillus licheniformis</i>	<i>Aspergillus oryzae</i>	Proteínas	<i>Biodescudado</i> , Desgomado de seda, modificación de lana.
Transglutaminasa	<i>Streptomyces mobaraensis</i>	<i>Candida albicans</i>	Proteínas	Reduce el encogimiento de la tela de lana, aumenta la fuerza

**Tabla 1.** Aplicaciones Biotecnológicas de Enzimas Microbianas en la Industria Textil (Fuente: traducido de Sen et al., 2021)



**Figura 6.** (Izquierda) Estructura una enzima Celulasa. (Derecha) Estructura de una enzima Lacasa.  
(Fuente: Parada, R., s.f.)

A continuación, se expone toda la información referente a la aplicación de enzimas centradas sobre tejido *denim* o vaquero.

### 3.3. BIOSTONING: VENTAJAS, TIPOS DE ENZIMAS Y PROCESOS UTILIZADOS

En la práctica de los procesos en húmedo sobre tejido vaquero, se pueden utilizar tres métodos de lavado:

- Lavado a la piedra: solo con piedra pómez (mencionado y explicado anteriormente).
- Lavado sin piedras: solo con enzimas (**biostoning**);
- Lavado con una combinación de piedra pómez y enzimas.

Hoy en día, el *biostoning* es el principal proceso utilizado en la industria del acabado *denim*, un cambio promovido por la economía del proceso, la moda y el impacto ambiental. (New Cloth Market, s.f.). El proceso se basa en enzimas, por lo que existe un riesgo mínimo de contaminación ambiental y de descarga de efluentes tóxicos (Sen et al., 2021).

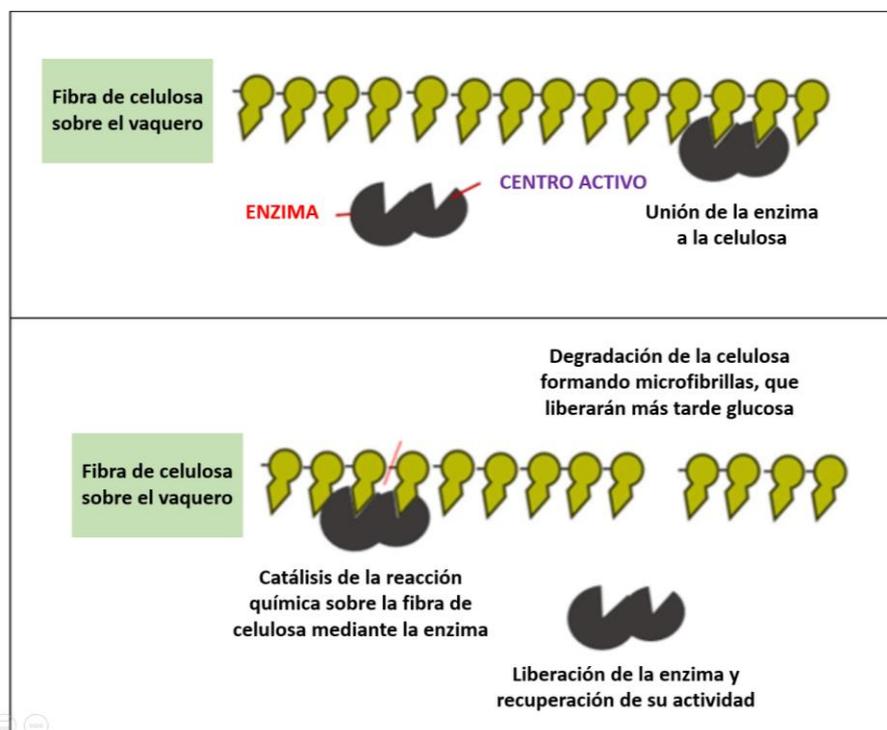
Investigaciones como la de Fu et al. (2012), ya exponían como ventajas, que la aplicación de enzimas en el tratamiento de textiles puede minimizar no solo la DQO (demanda química de oxígeno) y la DBO (demanda biológica de oxígeno) en los efluentes, sino también la cantidad de los mismos. Por lo tanto, se insiste de nuevo en la biodegradabilidad de las enzimas, pudiéndolas considerar materiales no contaminantes y autolimpiantes.

Algunas de las ventajas de la utilización del *biostoning* son las siguientes (Kan, 2015):

- Las enzimas que se utilizan normalmente, como las celulasas, son económicas y respetuosas con el medio ambiente en comparación con el lavado a la piedra con piedra pómez.
- Además, el tratamiento enzimático reduce el porcentaje de daños en el tejido y asegura el mismo resultado, consumiendo menos agua y tiempo, lo que resulta en menos desperdicio y daño a las máquinas.
- Las enzimas se pueden reciclar.

- La productividad del lavado aumenta debido a que el espacio que antes ocupaban las piedras pómez puede ser empleado para tratar más prendas al mismo tiempo.
- El consumo de tiempo para eliminar los fragmentos de piedra de las prendas *denim* se elimina en el caso del tratamiento enzimático.
- El número de lavados o enjuagues de la prenda después del tratamiento con enzimas es menor que en el lavado con piedra pómez.
- Una pequeña cantidad de enzima puede reemplazar varios kilogramos de piedra pómez durante el lavado.
- En el tratamiento enzimático se consiguen prendas lavadas con un tacto más suave y mejor aspecto.

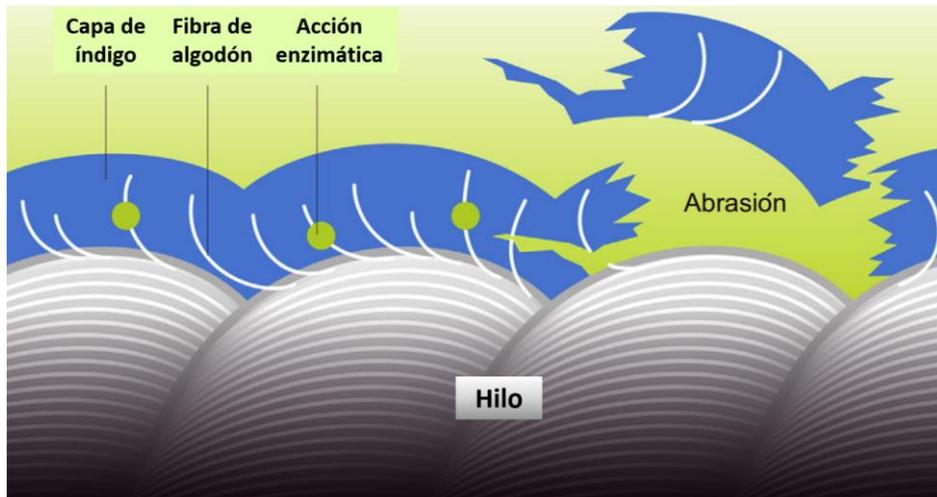
Este proceso, a nivel molecular, es la biotecnología que esconden los desgastados, y como tal, utiliza productos derivados del metabolismo de ciertos microorganismos como principio activo, para llevar a cabo el desgastado de las telas: las enzimas. Un ejemplo ya mencionado, es la celulasa, que penetra en las áreas amorfas del algodón, hidroliza la celulosa, elimina las fibrillas superficiales de la tela e imparte brillo y suavidad a la misma (Sol, 2020) (Figura 7):



**Figura 7.** Mecanismo de acción de la enzima celulasa sobre fibras de celulosa. (Fuente: traducido de Sol, 2020)

Con mayor claridad, la Figura 8 muestra el efecto que presenta la celulasa sobre las fibras de algodón del tejido *denim* teñido con índigo, dando lugar al proceso de *biostoning* (Colomera y Kuilderd, 2015):

1. Las moléculas de celulasa se unen fuertemente a la celulosa expuesta.
2. Las celulasas hidrolizan la superficie de celulosa donde reside el tinte índigo.
3. Cuando la superficie se vuelve demasiado débil, las fuerzas abrasivas rompen o extraen fibrillas con índigo.
4. Donde la superficie de la fibra está dañada, se produce un nuevo ataque creando partes blancas en el tejido.



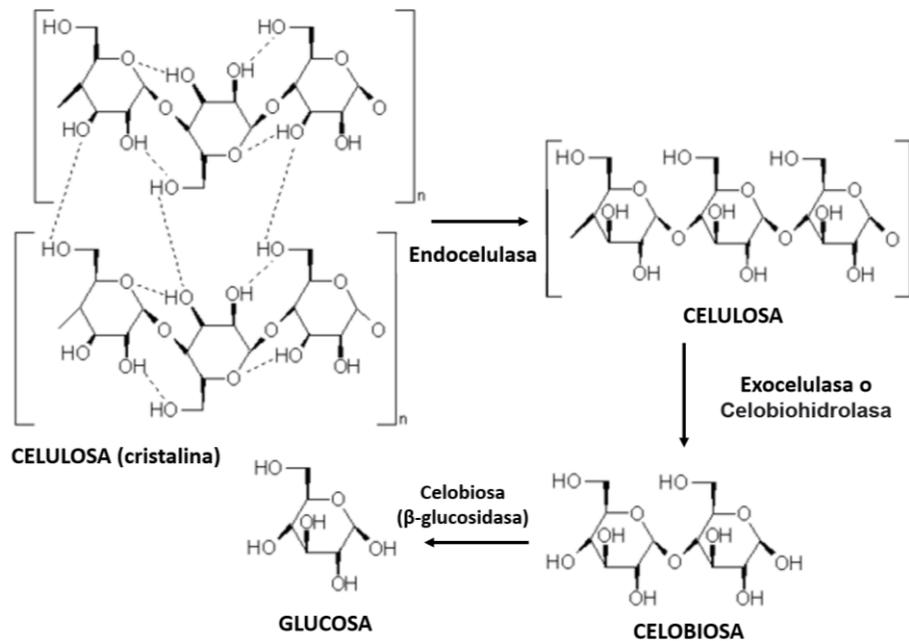
**Figura 8.** Mecanismo de *biostoning*. (Fuente: traducido de **Colomera y Kuilderd, 2015**)

Más específicamente, los hechos explicados ocurren porque la celulosa es una enzima que cataliza la hidrólisis de los enlaces glucósidos 1,4-beta de las moléculas de celulosa del tejido. (**Srikrishnan y Jyoshitaa, 2022**). Es decir, esta enzima degrada la celulosa, produciendo glucosa y polímeros de celulosa de cadena más corta. Estas enzimas se pueden extraer de los sistemas de enzimas celulolíticas fúngicas y bacterianas, que consisten en varias enzimas que actúan en los extremos (exoglucanasas) o en el medio (endoglucanasas) de las cadenas de celulosa.

*Trichoderma reesei* es una de las cepas más importantes utilizadas industrialmente para la producción de celulasa y su sistema celulolítico está compuesto por:

- Al menos cinco endoglucanasas (EG I, EG n, EG 10, EG iv y EG v): provocan la escisión aleatoria de la cadena hidrolítica en las partes amorfas de la celulosa.
- Dos exocelulasas o celobiohidrolasas (COSH cualquier CBH II): separan la celobiosa de los extremos no reductores o reductores de las cadenas de celulosa y también pueden actuar sobre la celulosa cristalina

La hidrólisis global eficiente de la celulosa cristalina por parte de las celulasas requiere de la acción sinérgica de ambos subtipos mencionados (Figura 9). El tratamiento y acabado de materiales textiles que contienen celulosa con diferentes proporciones de EG y CBH se ha descrito en varias solicitudes de patente, y se ha informado que un mayor nivel de EG en la composición de celulasa, imparte una apariencia de lavado a la piedra aceptable a las prendas *denim* sin causar una pérdida significativa de resistencia de las mismas. (**Heikinheimo et al., 2000**)



**Figura 9.** Mecanismo de degradación de la celulosa mediante la acción conjunta de endocelulasas y exocelulasas. (Fuente: traducido de **Heikinheimo et al., 2000**)

**Heikinheimo et al. (2000)** llevan a cabo un trabajo en el que ahondan en la eficacia de las distintas celulasas obtenidas de *Trichoderma reesei*, para el tratamiento de tejido *denim*.

En el tratamiento con celulasa de materia textil, no se desea un alto grado de hidrólisis, por lo que, es importante encontrar el tipo y cantidad necesaria de esta enzima para obtener el efecto de color deseado. Los resultados del trabajo mencionado indican que, al seleccionar el perfil de celulasa óptimo, la acción de esta se puede dirigir hacia las partes teñidas con índigo, lo que resulta en una alta eliminación de color y bajos niveles de hidrólisis.

De las celulasas de *Trichoderma reesei* purificadas, la EG II es la más eficaz para eliminar el color del tejido *denim* a pesar de su bajo nivel de hidrólisis, lo que indica una acción dirigida del sitio de esta enzima sobre las partes teñidas de la celulosa. Por otro lado, CBH i no tiene efecto de lavado a la piedra, incluso con altas dosis de enzimas. Se estudiaron también, otras celulasas comerciales, combinadas con las extraídas a nivel fúngico. Los resultados confirmaron, además, que las endoglucanasas son las celulasas requeridas para obtener buenos efectos de lavado a la piedra, sin afectar a las propiedades del tejido de algodón.

Dentro del mismo campo, la investigación de **Mondal y Kahn (2014)** se centra en la optimización del proceso de lavado de prendas *denim* para desarrollar nuevos diseños de desgaste de las mismas sumado a un alto rendimiento del proceso, consiguiendo pérdidas mínimas de resistencia a la tracción y utilizando un método enzimático. Para ello, en el estudio se utilizó tejido vaquero 100% algodón teñido con índigo, con el que se fabricaron pantalones, y una enzima celulasa, además de otros aditivos.

El proceso consistió en los siguientes pasos:

1. Desencolado del tejido.
2. Tratamiento con enzimas celulasas en un baño con las siguientes características:
  - a. Ácido acético pH 5,5
  - b. R/b 1:30
  - c. Concentraciones de celulasas: 0,5 – 3,5%
  - d. Temperaturas: 40 – 70%
  - e. Tiempo de tratamiento: 20 – 60 min
  - f. Detención de la actividad enzimática a 90°C tras el tiempo anterior.
  - g. Lavado de la prenda.
3. Proceso de hidroextracción y secado.
4. Pruebas de:
  - a. Resistencia a la tracción
  - b. Rigidez
  - c. Escala de grises

Los resultados mostraron que el uso de la enzima celulasa en el lavado de *denim* es muy efectivo. La resistencia a la tracción, la rigidez y el tono de color disminuyen después del tratamiento con celulasa, lo que provoca un mayor desvanecimiento del color, suavidad, absorción de agua y elongación, aunque disminuye la resistencia a la tracción, todo ello, debido a la hidrólisis catalítica de la celulosa. Se puede decir que las fibras ceden a causa de la enzima.

Por su parte, **Fu et al. (2012)**, respecto al proceso referente de lavado a la piedra sobre *denim*, donde se eliminan cantidades excesivas de índigo de las telas, exponen, al igual que otros estudios, que las enzimas celulasas pueden reemplazar parcialmente el papel de la piedra pómez en el proceso tradicional, con un efecto abrasivo en la superficie de la fibra que produce el aspecto de lavado buscado. Sin embargo, explican que un problema que presentan las celulasas es la *redepositación* del tinte índigo eliminado, en los hilos de trama blancos de la tela vaquera por la acción cooperativa de esta enzima y la acción mecánica, que se debe principalmente a la tendencia de las celulasas a reabsorberse en las telas y unirse al índigo. Además, algunos artículos de mala calidad están directamente relacionados con estos problemas debido a que:

- El índigo *redepositado*, reduce el contraste entre urdimbre y trama sin teñir. (Figura 10; Izquierda)
- Se produce la tinción de bolsillos y etiquetas a partir de tinte índigo *redepositado*. (Figura 10; Derecha)
- El índigo *redepositado* es más propenso al amarilleamiento. (**Colomera y Kuilderd, 2015**)

Este fenómeno, que provoca una *retrotinción* del tejido, podría evitarse mediante la degradación del índigo liberado durante el proceso de lavado a la piedra, lo cual podría llevarse a cabo mediante enzimas lacasas.

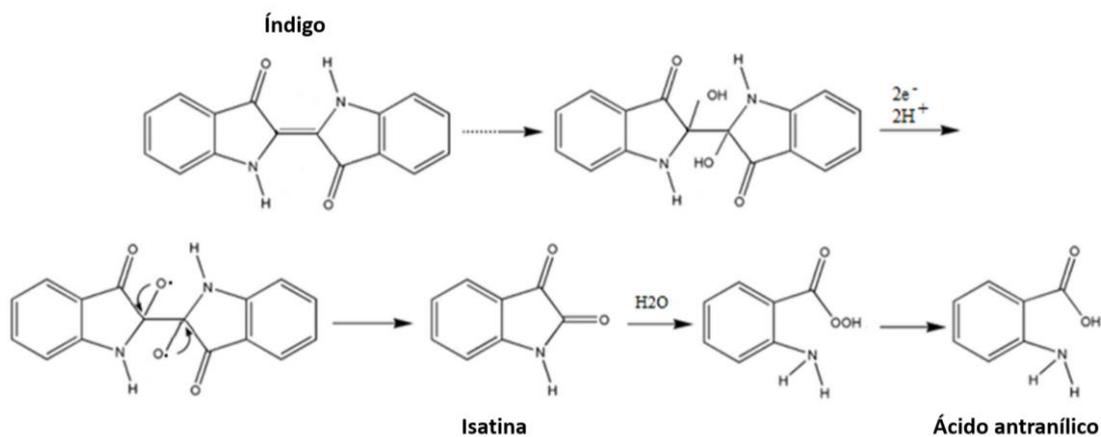


Figura 10. (Izquierda) *Retrotinción* de tejido *denim*. (Derecha) *Retrotinción* de bolsillos (izquierdo).  
(Fuente: **Colomera y Kuilderd, 2015**)

Las lacasas son una forma de enzima oxidorreductasa. En la mayoría de los casos, no actúan solas, sino que, se requiere un mediador de base química entre la enzima y las moléculas de índigo. Posteriormente, el índigo es atacado por los radicales libres, lo que lo convierte en compuestos oxidados.

La ventaja de la lacasa es que actúa específicamente sobre los tintes índigo del tejido vaquero, conservando el blanco crudo natural del hilo de trama y dando a la tela diferentes tonos, que no se puede lograr con el blanqueo con hipoclorito. Además, este enzima no afecta a ningún otro tinte.

Tal y como se puede observar en la Figura 11, en la decoloración con la enzima lacasa, debido a su función basada en el intercambio de electrones, se forma isatina en medio de la reacción por división del colorante índigo y, finalmente, se forma ácido antranílico. (Fu et al., 2012)



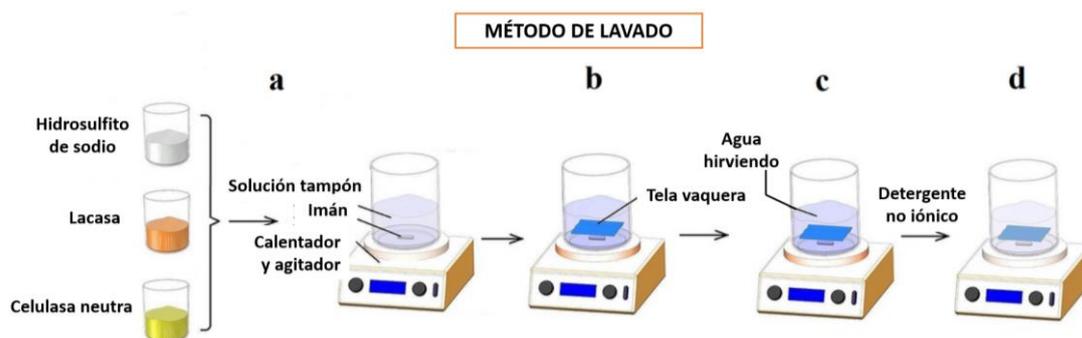
**Figura 11.** Mecanismo de degradación del colorante índigo mediante la enzima lacasa. (Fuente: traducido de Sarapfour et al., 2021)

En el artículo de Fu et al. (2012), también se informa de que lacasas aisladas de *Polyporus sp.* y *Sclerotium rolfsii* degradaron el índigo en telas vaqueras en estudios como los de Abadulla et al. (2000) y Campos et al. (2001a), utilizándose en el blanqueo de tejido vaquero teñido con este colorante. (Figura 12)

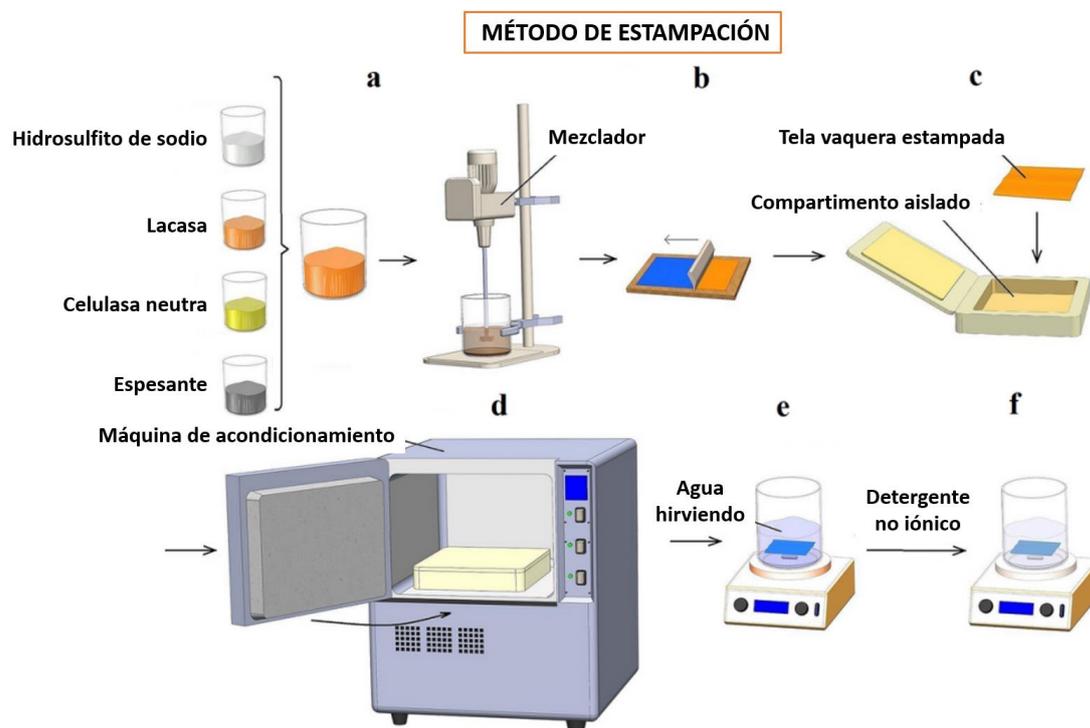


**Figura 12.** Acabados típicos tras tratamiento enzimático con lacasa. (Fuente: Colomera y Kuilderd, 2015)

En el estudio de **Sarafpour et al. (2021)**, el tejido *denim* fue decolorado para la obtención del efecto “lavado a la piedra” mediante dos métodos separados: lavado (Figura 13) y estampación (Figura 14), con aplicación simultánea de enzimas lacasa y celulasa. Como ya se ha mencionado, las celulasas decoloran la tela degradando la superficie de la misma y liberando las moléculas de tinte, que son descompuestas por las lacasas, evitando la *redepositación* ya mencionada. Además, en los dos métodos probados en el estudio se investigó el efecto del hidrosulfito de sodio como mediador en la eficiencia de la decoloración, junto a las enzimas mencionadas.

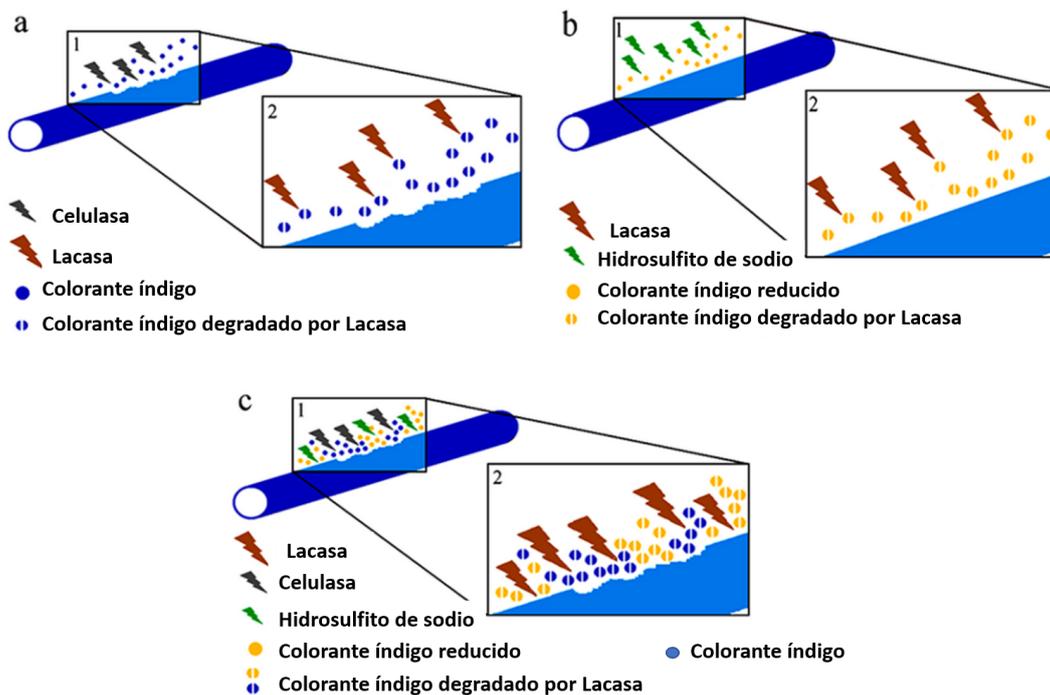


**Figura 13.** Método de lavado para la decoloración con enzimas en tela vaquera. (Fuente: traducido de Sarafpour et al., 2021)



**Figura 14.** Método de estampación para la decoloración con enzimas en tela vaquera. (Fuente: traducido de Sarafpour et al., 2021)

Se realizaron diferentes mezclas de lavado y de pasta de estampado, es decir, compuestas por distintas combinaciones de las enzimas y el mediador mencionado. El posible mecanismo de acción molecular en cada caso, propuesto por los investigadores, es el siguiente (Figura 15):



**Figura 15.** Posible mecanismo del proceso de decoloración: **a)** degradación de la fibra de celulosa teñida con índigo por Celulasa y liberación de moléculas de tinte índigo (1)/ degradación de las moléculas de tinte índigo liberadas con Lacasa (2), **b)** reducción de moléculas de tinte índigo con hidrosulfito de sodio (1) / degradación de moléculas de tinte índigo reducidas con Lacasa (2), **c)** combinación de degradación de fibra de celulosa teñida con índigo con Celulasa y reducción de moléculas de tinte índigo con hidrosulfito de sodio (1)/ degradación mixta de moléculas de tinte índigo liberadas y moléculas de tinte índigo reducidas con Lacasa (2). (Fuente: traducido de **Sarapfour et al., 2021**)

Se analizaron las coordenadas de color de los tejidos decolorados y su superficie mediante microscopía SEM, y se investigaron otros efectos del proceso de decoloración en las muestras tratadas, incluido el contenido de humedad, el ángulo de recuperación de arrugas, la permeabilidad al aire y la resistencia a la abrasión. Los experimentos de color mostraron que el mecanismo de decoloración con el uso combinado de enzima lacasa, hidrosulfito de sodio y enzima de celulasa, tuvo un efecto significativo en la mejora de la luminosidad ( $L^*$ ) de las muestras, tanto en estampación como en lavado. El mayor contenido de humedad y la permeabilidad al aire de las muestras tratadas sugirieron que la comodidad de la ropa vaquera tratada, proporcionada por estos métodos de tratamiento había mejorado. Como resultado, cabe señalar que la acción mediadora del hidrosulfito de sodio influyó significativamente en la decoloración *denim* con la enzima lacasa.

Otra investigación que merece ser destacada es la realizada por **Montazer y Maryan (2008)**, ya que, intentaron optimizar las condiciones de biolavado *denim* haciendo posible la reutilización del baño tras el mismo, el cual, contiene agua, celulasas y lacasas. El objetivo fue reducir el consumo de agua, energía y enzimas. Para lograrlo, se examinaron diferentes mezclas de celulasas y lacasas a la hora de realizar el biolavado.

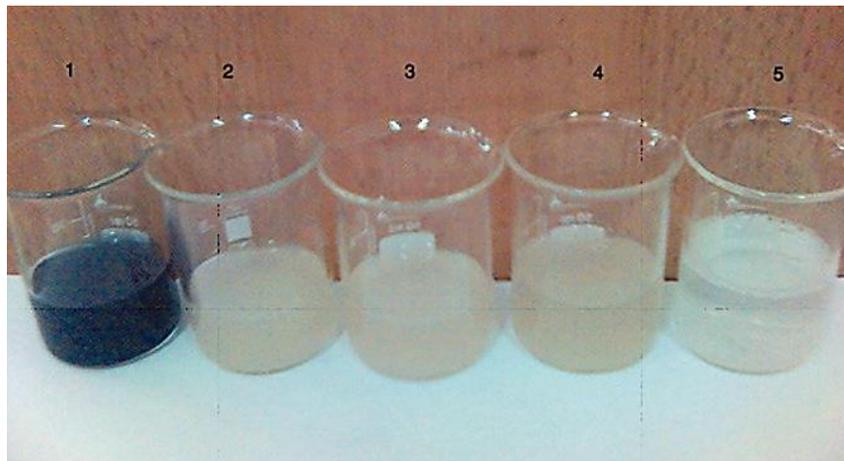
El mecanismo fue reutilizar tres veces el efluente del “lavado a la piedra” añadiendo una parte de celulasas y lacasas. Para ello, se plantearon tres métodos para realizar este experimento y

comprobar cuál ofrecía los mejores resultados. A continuación, se expone uno de los métodos con los mejores resultados:

“Reutilización de efluentes mediante el segundo método”

- **Paso 1:** Se trató una muestra de tejido descolada con un 9% de celulosas neutras y un 2% de lacasas sobre el peso de la prenda.
- **Paso 2:** El baño restante del Paso 1 se utilizó como una mezcla nueva para realizar un biolavado nuevo, añadiendo un 4,5 % de celulosas, junto con 0,4% de lacasas.
- **Paso 3:** Este paso se llevó a cabo de manera similar al Paso 2 utilizando el baño restante del Paso 2 con una nueva muestra.
- **Paso 4:** Este paso se llevó a cabo de manera similar al Paso 3 utilizando el baño restante del Paso 3 con una nueva muestra.

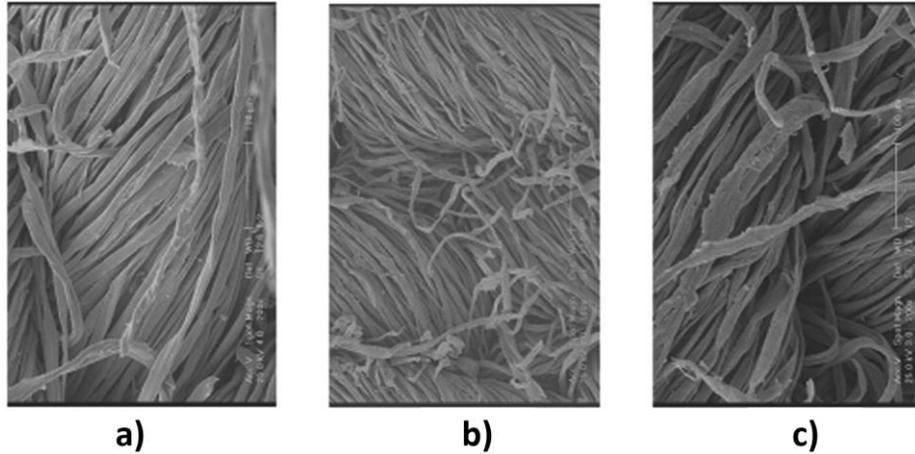
Como se observa en la Figura 16, mientras que el efluente de la muestra de control (Muestra 1) ilustra el índigo en el mismo, los efluentes de las Muestras 2, 3 y 4 (Pasos 1, 2 y 3) no presentan el color del índigo, ya, que incluyen lacasas que actúan sobre el mismo y pueden degradarlo. El efluente o Muestra 5 se generó posteriormente y es agua clara similar al agua del grifo en la que se reconoce el efecto del peróxido de hidrógeno.



**Figura 16.** Muestras seleccionadas de efluentes. 1, muestra de efluente control; 2, efluente del primer paso; 3, efluente del segundo paso; 4, efluente del tercer paso; 5, efluente terminado. (Fuente: **Montazer y Maryan, 2008**)

A nivel general, con este estudio se pudo confirmar que las lacasas provocan una decoloración del efluente procedente del biolavado, recomendando la reutilización del mismo varias veces.

Además, en cuanto a las fibras del tejido *denim* sometido al biolavado, las imágenes SEM mostraron que las lacasas junto con las celulosas reducen la actividad de las celulosas neutras, y los daños a las fibras se limitan a las fibras externas sin ser afectadas las fibras internas. (Figura 17)



**Figura 17.** Imágenes SEM de diferentes muestras de tejido (a) muestra sin tratar, (b) muestra tratada con celulasas neutras y (c) muestra tratada con una mezcla de celulasas y lacasas (aumento:  $\times 200$ ).  
(Fuente: **Montazer y Maryan, 2008**)

### 3.3.1. OTROS PROCESOS ENZIMÁTICOS SOBRE TEJIDO DENIM: BIODESENCOLADO

Es importante destacar, que antes de los procesos enzimáticos que pueden llevarse a cabo para lograr el efecto desgastado o vintage sobre el tejido *denim*, es necesario someterlo previamente al proceso de desencolado. Este se realiza sobre aquellas prendas vaqueras sin procesar, es decir, directamente salidas de tejeduría, ya que, presentan una capa protectora removible, normalmente de almidón, para sostener los hilos de urdimbre. Además del material formador de esta película, la fórmula del apresto contiene otros aditivos como humectantes, aglutinantes y lubricantes. Con el proceso de desencolado, se elimina este recubrimiento superficial para facilitar la penetración de tintes y productos químicos en los procesamientos en húmedo posteriores.

Convencionalmente se emplean ácidos inorgánicos en bajas concentraciones o agentes oxidantes para realizar el proceso de desencolado. Sin embargo, también en este proceso tienen cabida las enzimas, que eliminan de manera eficiente y selectiva esta película a base de almidón. Concretamente, el grupo de enzimas que cataliza la escisión de la cadena en las moléculas de almidón son las amilasas, que se pueden clasificar según su fuente biológica o mecanismo de degradación. Varias revisiones e investigaciones discuten sus aplicaciones y desempeño biocatalítico en textiles como agentes desencolantes. (**Madhu y Chakraborty, 2017**)

Un ejemplo es la investigación de **Sadeghian et al. (2013)**, en la que se llevó a cabo un biodesencolado o *biodesizing* combinado con tratamientos enzimáticos que involucran celulasa ácida, celulasa neutra y lacasa mediante el uso de amilasa. Se midió el cambio de color y otras propiedades de los productos y se investigó la posibilidad de combinación de estos tratamientos. Por lo tanto, se estudiaron nuevos enfoques de lavado *denim* que se pueden realizar en tiempos de procesamiento más cortos, con mayor productividad, menor consumo de agua y energía y con efluentes libres de color.

En base a los resultados, el biodesencolado y el biolavado de estas prendas se llevaron a cabo con éxito en un solo paso utilizando amilasa, celulasa y lacasa (Figura 18), sin mostrar cambios de color notables en comparación con la muestra primeramente desencolada y tratada posteriormente con celulasa y lacasa. Además, las telas tratadas con las tres enzimas indicaron una menor tinción posterior con resistencias razonables a la abrasión de hasta 10.000 ciclos. Esto se puede prolongar con la aplicación de otras enzimas como la lipasa para extender la calidad del desencolado y mejorar la reducción del color de las prendas *denim*, o utilizando otros materiales como suavizantes de siliconas para mejorar algunas otras características, especialmente el tacto.

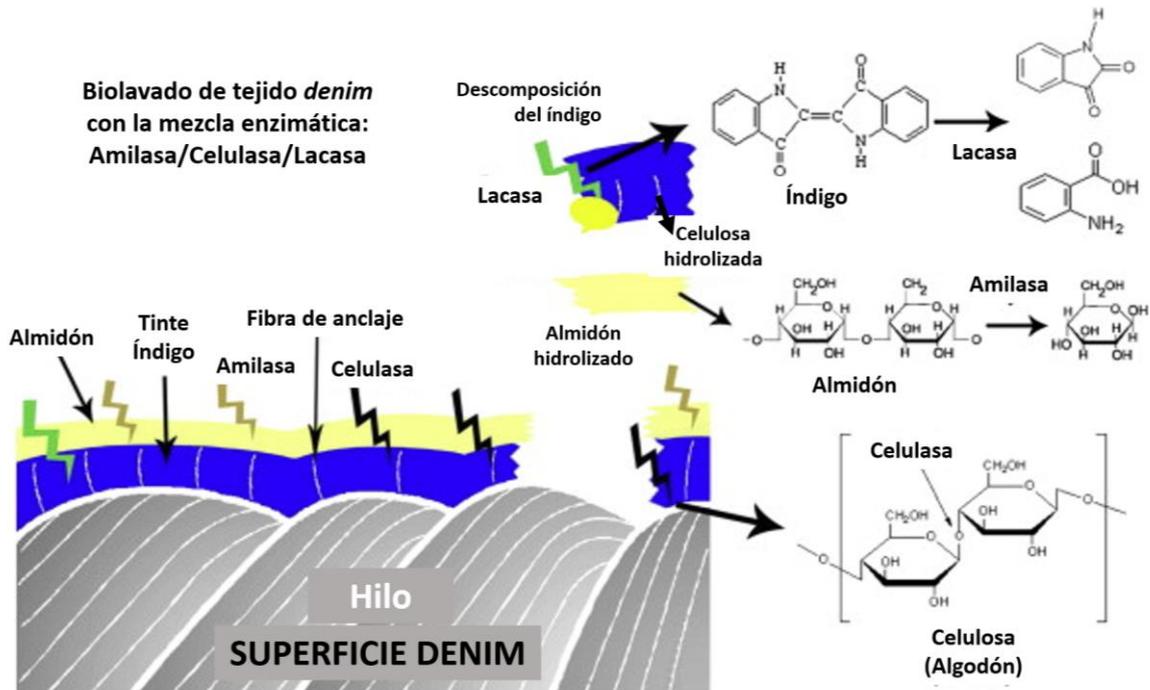


Figura 18. Mecanismo esquemático de biolavado *denim*. (Fuente: traducido de Sadeghian et al., 2013)

### 3.4. PATENTES BASADAS EN LA UTILIZACIÓN DE ENZIMAS SOBRE TEJIDO DENIM

Se destaca a continuación, una serie de patentes en las cuales se realiza una sustitución del lavado de tejido vaquero mediante la utilización de piedra pómez, por enzimas, para conseguir el efecto envejecido sobre el mismo.

En primer lugar, se destaca la patente publicada en 2003 y solicitada por la empresa Novozymes As, conocida por la fabricación y desarrollo de productos enzimáticos para su uso en laboratorio.

En dicha patente, los inventores **Naoto y Kosaku (2003)** se centran en la inhibición del *backstaining* o *redepósito* del tinte índigo, ya comentado, durante el proceso de lavado a la piedra mediante la aplicación de una enzima lipolítica, en concreto una cutinasa microbiana.

En el caso de **Yunhua (2015)**, el propósito de su invención fue resolver las deficiencias de la técnica de "lavado a la piedra" y proporcionar un método de procesamiento para conseguir el efecto envejecido en prendas *denim*. Este método hace que el tejido *denim* consiga ese efecto desgastado de manera uniforme, las fibras no se dañen físicamente y el coste sea bajo. Para ello,

el elemento principal son las enzimas: amilasa, lacasa y celulasa neutra, y el proceso se lleva a cabo mediante lavado en lavadora.

**Quandong et al. (2015)** llevaron a cabo la invención de un proceso de lavado con enzimas, esta vez destinado al desencolado de prendas *denim* con una composición tanto de algodón 100%, como con mezclas de algodón. Las enzimas utilizadas en este caso son amilasa y celulasa, y el proceso de lavado tiene lugar en lavadora industrial.

**McDevitt y McDevitt (2017)** patentaron un kit con el que seguir un método y conseguir la apariencia envejecida en prendas *denim* teñidas con índigo. Este proceso se puede realizar en lavadoras estándar y brinda a los consumidores un enfoque alternativo para personalizar sus prendas *denim*. Más específicamente, el método comprende los pasos siguientes: (1) tratar una prenda vaquera teñida con índigo con una preparación de celulasa en una solución acuosa durante un período de entre 15 minutos y 48 horas, (2) lavar la prenda, (3) desgastar mecánicamente la prenda y (4) repetir los pasos 1-3 al menos una vez más. En algunas realizaciones, los pasos 1-3 se repiten al menos dos veces más, y potencialmente hasta 8 veces más.

En cuanto a los kit, cada uno contiene un paquete de entre una y seis unidades de tratamiento empaquetadas individualmente, cada unidad de tratamiento comprende una enzima celulolítica, opcionalmente formulada con uno o más excipientes adicionales tales como aglutinantes, otras enzimas, tensioactivos, agentes potenciadores de la disolución, tintes, fragancias, agentes humectantes, suavizantes, colorantes, revestimientos, conservantes, agentes oxidantes, agentes blanqueadores, agentes de *antiretrocción*, encapsulantes y agentes tamponadores.

Cabe destacar, además, que se realizó una prueba de desgastado de prendas *denim* con dos pantalones vaqueros de hombre idénticos. Uno de ellos fue sometido al método descrito por la patente mencionada. Estos pantalones vaqueros tratados con celulasa se compararon con el otro par de pantalones vaqueros, que se usaron durante un total de aproximadamente 150 horas durante un período de dos meses.

Se comparó la apariencia de ambos pares de pantalones, y se comprobó que aquellos tratados de acuerdo con los métodos de la invención, es decir, tratados con celulasa, presentaron una apariencia significativamente más envejecida o con mayor decoloración a pesar de haber sido usado por menos de la mitad del total de horas, y de haber envejecido durante un tiempo mucho más corto. (Figura 19)



**Figura 19.** (Izquierda) Pantalón vaquero sin tratamiento enzimático. (Derecha) Pantalón vaquero sometido al método de lavado patentado. (Fuente: [lens.org](http://lens.org))

Un tipo de catalizador, no considerado ni químico ni biológico, son los catalizadores heterogéneos o “imitadores de enzimas”, cuya superficie reactiva imita el sitio activo de enzimas biológicas. En la patente de **Xinbo et al. (2020)** se describe un método de decoloración muy eficiente de lavado de tela vaquera basado en un sistema de oxidación catalizada por enzimas imitadoras. De acuerdo con el método, se trata de un sistema de decoloración por oxidación catalizada, formado por un catalizador enzimático imitador de complejos metálicos y persulfato, utilizado con el fin de reemplazar el permanganato de potasio tradicional o el hipoclorito de sodio para decolorar prendas *denim*.

En comparación con los métodos tradicionales de decoloración con permanganato de potasio o hipoclorito de sodio, el sistema de decoloración por oxidación catalizada tiene un efecto mejorado de decoloración y una luminosidad más natural, no contiene sustancias tóxicas y dañinas, como formaldehído, por lo que, es un producto con un menor riesgo y mínimo impacto ambiental. El sistema de oxidación catalizada por enzimas mímica es de aplicación simple y segura.

En el caso de la invención propuesta por **Ping (2017)**, se lleva a cabo un tratamiento completo de tejido *denim* basado en enzimas. Para el desencolado se utiliza una mezcla compuesta por  $\alpha$ -amilasa y celulasa neutra. Mientras que, para llevar a cabo el blanqueo del tejido, se va más allá en esta invención empleándose enzimas genéticamente modificadas. Todo el proceso es integrado en un baño de desencolado, lavado con enzimas y blanqueo, siendo una buena opción para el lavado de prendas *denim*, ya que se consigue tanto un ahorro energético, como un ahorro en grandes cantidades de agua, además de la sostenibilidad que proporcionan los productos enzimáticos utilizados.

En la invención de **Zongwen et al. (2019)** se proponen cuatro ejemplos de lavado de tejido *denim*, todos basados en dos pasos de lavado enzimático.

Más concretamente, en todos ellos se realiza en primer lugar, un tratamiento de desencolado del tejido, tras ello, el primer lavado enzimático utilizando celulasa neutra para actuar sobre las fibras del hilo, de modo que el tinte índigo unido al hilo se desprenda a medida que se actúa

sobre ellas. Como ya fue mencionado en apartados anteriores, debido a que la celulasa tiene especificidad por la celulosa, puede descomponerla mediante oxidación, en monómeros de glucosa, desprendiendo el tinte del hilo.

La celulasa neutra se selecciona porque la enzima puede lograr actividad de hidrólisis enzimática en condiciones neutras; de lo contrario, las fibras de algodón se dañarían en condiciones ácidas.

Tras ello, se añade un paso de lavado con agua fría antes de realizar el segundo lavado enzimático, cuyo propósito es principalmente, eliminar parte de color flotante sobre la tela del paso de lavado con enzimas anterior, ya que, después de este, la solución restante queda azul índigo. Esto permite realizar el segundo lavado enzimático utilizando de nuevo celulasa neutra. Tras ello, se realiza un segundo paso de lavado con agua.

Los resultados mostraron que utilizando el método que proporciona esta invención, se mejora notablemente la solidez del color al frotamiento en seco y en húmedo del tejido *denim*, resolviéndose eficazmente el problema de la baja solidez del color al frote en húmedo que siempre ha existido en este tipo de tejidos. Al mismo tiempo, se consigue suavidad y comodidad en las prendas fabricadas, y buena permeabilidad al aire, lo que mejora en gran medida el valor agregado de la ropa vaquera.

## **4. MATERIALES Y MÉTODOS**

En este apartado, se expone, en primer lugar, los materiales que fueron necesarios a lo largo del proyecto para el desarrollo de distintos experimentos, y los métodos para llevarlos a cabo.

### **4.1. MATERIALES**

Se realizaron distintos ensayos o experimentos para los que se utilizaron los siguientes materiales (Tabla 2):

TEJIDOS	
TIPO	ORIGEN
Tejido de calada 100% algodón descrudado (ligamento tafetán).	Universitat Politècnica de València (UPV). Campus d'Alcoi.
Tejido de calada 98% algodón/ 2% elastano descrudado (ligamento sarga).	
Tejido vaquero comercial oscuro.	
Tejido vaquero comercial azul claro.	
Tejido vaquero comercial azul marino.	
Pantalón vaquero.	
PRODUCTOS QUÍMICOS	
TIPO	ORIGEN
Pigmento índigo natural	Universitat Politècnica de València (UPV). Campus d'Alcoi
Enzima lacasa	<i>UNILITE II-S.</i>
Hidróxido de Sodio (pellets)	<i>Panreac</i>
Ditionito de sodio (Hidrosulfito de Sodio)	<i>VWR Chemicals</i>
Espesante	<i>ROESCLEAR BDR</i>
Ácido acético	<i>Scharlab</i>
Tampón Citrato (pH 5)	Universitat Politècnica de València (UPV). Campus d'Alcoi
Tampón Acetato (pH 4,71)	Universitat Politècnica de València (UPV). Campus d'Alcoi
Tampón Bórico-Borato (pH 8,97)	Universitat Politècnica de València (UPV). Campus d'Alcoi
Detergente en polvo (ropa de color)	Universitat Politècnica de València (UPV). Campus d'Alcoi
EQUIPOS DE LABORATORIO	
TIPO	ORIGEN
Dinamómetro	Universitat Politècnica de València (UPV). Campus d'Alcoi.
Lavadora	
Estufa	
Equipo Linitest	
Batidora	
Balanza	
pHMetro	
INSTRUMENTACIÓN DE LABORATORIO	
TIPO	ORIGEN
Vasos de precipitado	Universitat Politècnica de València (UPV). Campus d'Alcoi.
Matraces aforados	
Pipetas	
Cucharillas	
Papel Tornasol	
Marcos de estampación	
Rasqueta	
Tijeras de corte y confección	
Metro	

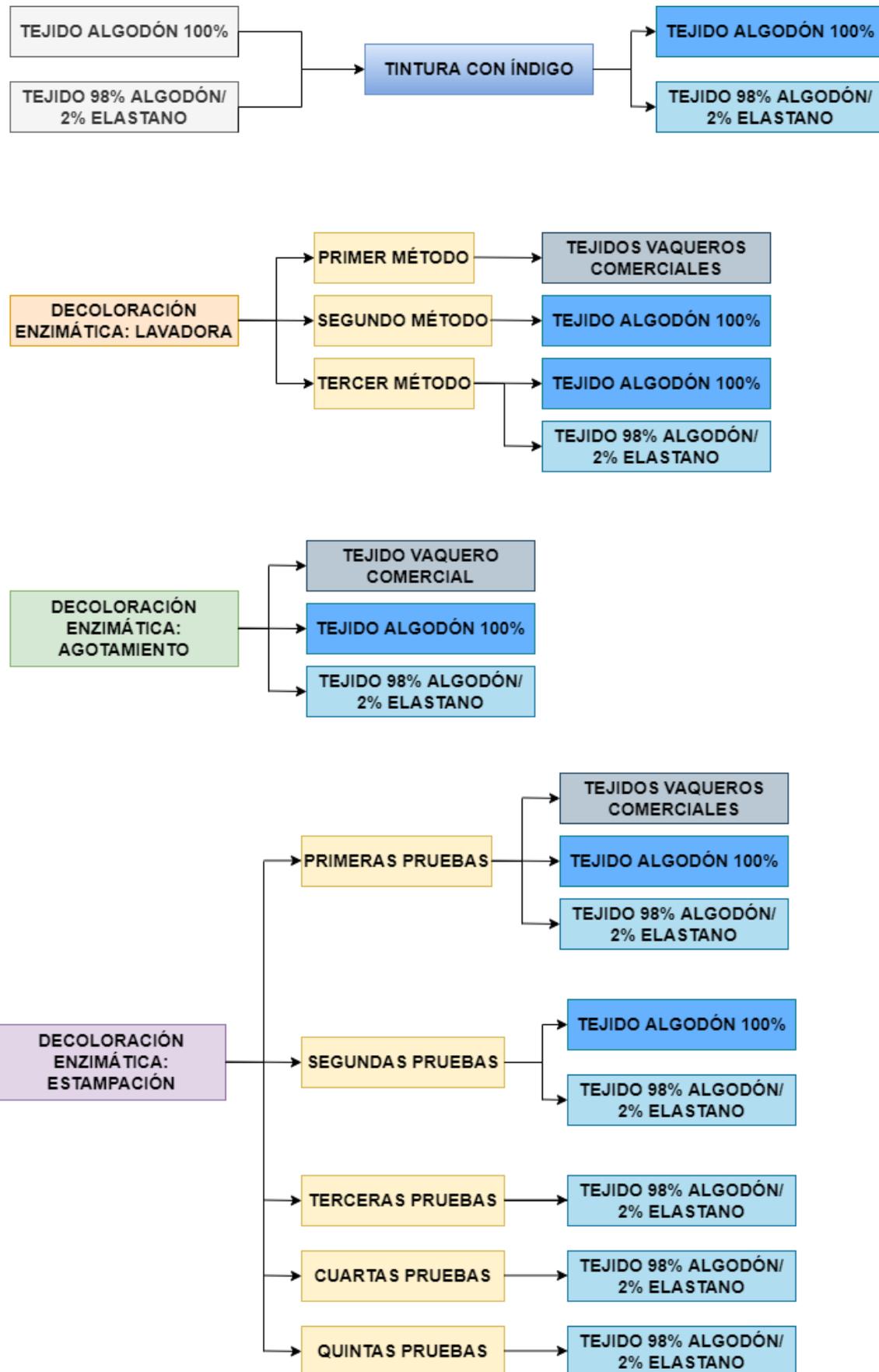
**Tabla 2.** Recopilación de materiales y su origen, utilizados durante el proyecto. (Fuente: **Propia**)

## **4.2. MÉTODOS DE PREPARACIÓN Y ACABADO DE TEJIDOS**

En esta parte del proyecto, se llevaron a cabo diferentes procesos experimentales para, por un lado, conocer el modo de actuación de la enzima lacasa y, por otro lado, obtener una receta que permitiese realizar un decolorado en los diferentes tejidos de los que se disponía y por diferentes métodos, centrandó la atención especialmente, en el mecanismo de decoloración por estampación con rasqueta.

Los procesos se realizaron según el orden que se expone a continuación, con el fin de poder asegurar que se disponía de muestras tintadas con índigo y así descartar aquellas no tintadas con el mismo, pretendiendo después conocer aquellos métodos en los que mejor resultados ofrece la enzima lacasa.

El Diagrama 1 muestra una recopilación resumen de los experimentos realizados:



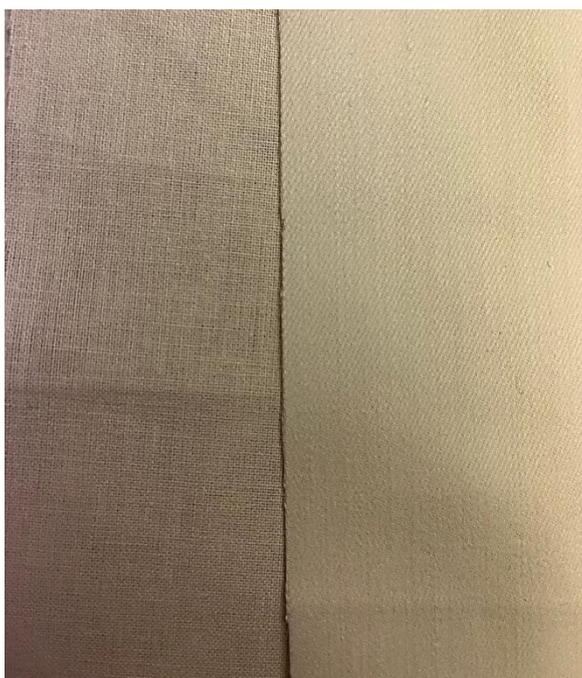
**Diagrama 1.** Experimentos realizados para la preparación y acabado enzimático de tejidos. (Fuente: Propia)

#### 4.2.1. TINTURA DE TEJIDOS DE ALGODÓN

Como se ha expuesto en el apartado 1.1. *Materiales*, la UPV suministró distintos tejidos vaqueros para la realización de las pruebas objetivo, sin embargo, antes de comenzar con los procesos de decolorado *denim*, se realizó la tintura con pigmento índigo de dos tipos de tejidos:

- Tejido de calada 100% algodón ligamento tafetán descrudado. (Figura 20; Izquierda)
- Tejido de calada 98% algodón/2% elastano ligamento sarga descrudado. (Figura 20; Derecha)

De esta forma, se pudo asegurar en la investigación la presencia de tejidos tintados con índigo con los que tener la oportunidad de obtener resultados fiables junto a la enzima lacasa.



**Figura 20.** (Izquierda) Tejido 100% algodón (Derecha) y tejido 98% algodón/2% elastano sin tintar.  
(Fuente: **Propia**)

Es importante destacar que, para llevar a cabo un proceso de teñido con pigmento índigo, se requieren agentes reductores fuertes para convertirlo en la forma leuco-índigo, soluble en álcali, permitiendo la adsorción y difusión de este en la fibra a tintar.

Por lo tanto, para preparar el baño de tintura (Figura 21), en primer lugar, en 250 ml de agua destilada, previamente calentada a 70°C, se introdujo hidróxido de sodio en formato pellets para conseguir un pH alcalino. Tras su disolución, esta fue incorporada a un baño de 2 litros de agua destilada alrededor de los 40°C, y a continuación, se llevó a cabo la reacción de reducción de la mezcla introduciendo 6 gramos de ditonito o hidrosulfito de sodio.

Antes de la incorporación del pigmento al baño, 50 gramos del mismo fueron puestos en contacto con una pequeña cantidad de alcohol para facilitar su mezcla. Al introducir el pigmento al baño de tintura se removió ligeramente para evitar la entrada de oxígeno a este y se dejó reposar durante 10 minutos. Todo este proceso está basado en una reacción REDOX (reducción-oxidación).



**Figura 21.** Baño de tintura de tejidos con pigmento índigo. (Fuente: **Propia**).

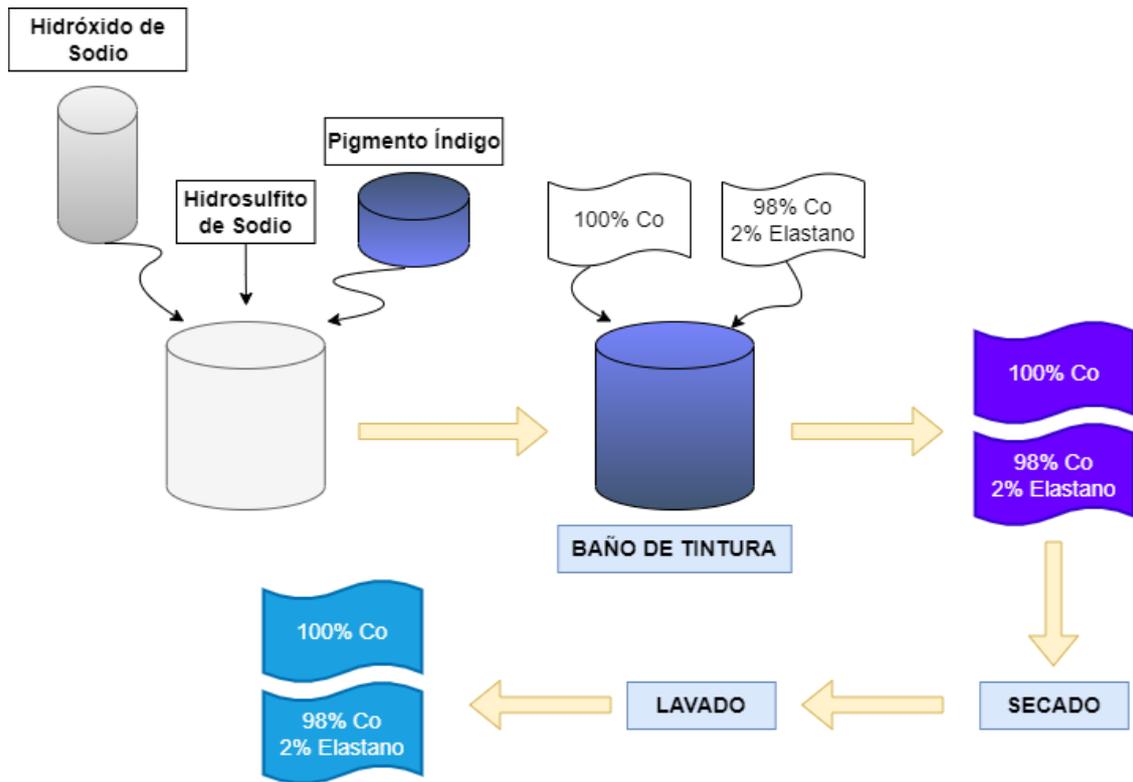
Durante toda la investigación, se prepararon 64 muestras de tejido, dentro de las cuales fueron tintadas por agotamiento en el baño descrito, 18 muestras de tejido de calada 100% algodón y 27 muestras de tejido 98% algodón/2% elastano, introduciéndolas individualmente en el baño de tintura y manteniendo únicamente en movimiento a la materia textil durante 3 minutos. Al sacar las muestras del baño de tintura, se secaron a 100°C durante 10 minutos.

(Las 19 muestras restantes, no tintadas durante el proyecto, corresponden a las obtenidas de los tejidos vaqueros industriales).

La receta de tintura se puede observar en la Tabla 3 y el proceso completo del tratamiento de muestras, en el Diagrama 2.

<b>RECETA TINTURA ÍNDIGO</b>	
<b>PARÁMETRO</b>	<b>VALOR</b>
Concentración de Hidróxido de Sodio	2,67 g/L
Concentración de Ditionito o Hidrosulfito de Sodio	2 g/L
Concentración de pigmento natural Indigo (Polvo)	16,67 g/L
Tiempo de inmersión del tejido	3 min
Temperatura y tiempo de secado del tejido	100°C/10 min

**Tabla 3.** Receta de tintura utilizada para llevar a cabo la tintura de tejidos por agotamiento. (Fuente: **Propia**)



**Diagrama 2.** Proceso de tintura de tejidos con colorante índigo. (Fuente: Propia)

Como se representa en el diagrama anterior (Diagrama 2) las muestras fueron lavadas tras la tinción y secado, para ello, se empleó una lavadora doméstica (Figura 22).



**Figura 22.** Lavadora utilizada para el lavado de tejidos tras su tinción. (Fuente: Propia)

Cabe destacar, además, que fueron propuestos dos métodos de lavado de muestras tintadas (Tabla 4), debido a que, en primer lugar, se utilizó el MÉTODO 1, y tras observar los resultados de decolorado mediante estampación (expuestos posteriormente), se tintó otro lote de muestras lavadas tras la tinción utilizando el MÉTODO 2:

TINTURA Y LAVADO			
MÉTODO 1		MÉTODO 2	
1	Inmersión en el baño	1	Inmersión en el baño
2	Secado	2	Secado
3	Lavado: -Lavadora programa rápido (15') -Temperatura: <30°C -800 rpm -Detergente en polvo (ropa de color)	3	Lavado: -Lavadora programa ropa oscura (1:49h) -Temperatura: 40°C -1400 rpm -Detergente en polvo (ropa de color)
4	Secado	4	Secado

**Tabla 4.** Métodos utilizados para el lavado de tejidos posterior a su tintura. (Fuente: **Propia**)

#### 4.2.2. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: LAVADORA

Los primeros experimentos llevados a cabo para comprobar la eficacia del enzima en general, y la presencia de índigo en los tejidos vaqueros comercializados en particular, fueron llevados a cabo en una lavadora doméstica a nivel de laboratorio como la expuesta anteriormente (Figura 22). Para ello, se diseñaron distintos procesos a seguir, a partir de la ficha técnica de la enzima adquirida para tener en cuenta las condiciones óptimas en las que esta actúa.

Cada proceso o método de lavado en lavadora, se realizó sobre el tejido correspondiente de forma individual.

El primer proceso de lavado enzimático en lavadora se realizó sobre tejidos vaqueros industriales ya comercializados y proporcionados por la UPV, para ello, se programó un ciclo de lavado diario con una duración de 1,02 horas y sin interrupciones. Las características y compuestos del mismo se exponen en la Tabla 5.

PRIMER MÉTODO: LAVADO DE VAQUERO INDUSTRIAL	
TEJIDOS	Tejido vaquero comercial oscuro
	Tejido vaquero comercial azul
	Pantalón vaquero azul
Tipo de degradado (ficha técnica)	Color azul claro con elevado efecto de lavado
s.p.f (Lacasa)	3%
Ácido acético	2,5 ml
Velocidad de lavado	4500 rpm
Temperatura de lavado	60 °C
Tipo de lavado	Lavado diario
Tiempo de lavado	1,02 h
pH antes del lavado	5
pH final (tras el lavado)	7

**Tabla 5.** Primer lavado enzimático realizado en lavadora. (Fuente: **Propia**)

Tras los resultados obtenidos siguiendo el proceso de la Tabla 5, se llevó a cabo otro lavado enzimático en lavadora, en este caso, únicamente sobre una de las muestras de tejido de algodón 100% tintado con pigmento índigo según el apartado 1.2.1 *Tintura de tejidos de algodón*.

En este caso, el baño fue preparado externamente según la Tabla 6, y añadido directamente a la lavadora, ya que, esta se configuró únicamente en modo centrífuga.

<b>SEGUNDO MÉTODO: LAVADO DE TEJIDO 100% CO TINTADO CON ÍNDIGO</b>	
<b>TEJIDO</b>	Tejido de calada 100% algodón
<b>Tipo de degradado</b>	Abrasión extrema y alto grado de efecto de decolorado
<b>s.p.f. (Lacasa)</b>	3%
<b>R/B</b>	1:10
<b>Ácido acético</b>	2 ml
<b>Tipo de lavado</b>	Centrífuga
<b>Temperatura de lavado</b>	60°C
<b>Tiempo de lavado</b>	15 min
<b>pH antes de inicio del lavado</b>	5

**Tabla 6.** Segundo lavado enzimático realizado en lavadora. (Fuente: **Propia**)

Finalmente, se diseñó un último proceso de lavado enzimático en lavadora (Tabla 7) sobre tejido 100% algodón y tejido 98% algodón/2% elastano, teñidos según el apartado *1.2.1 Tintura de tejidos de algodón*. Este proceso tuvo una duración total de 45 minutos, deteniendo la lavadora cada 15 minutos con el fin de corregir en cada pausa las condiciones de lavado y hacerlas óptimas para la enzima.

TERCER MÉTODO: LAVADO DE TEJIDOS TINTADOS CON ÍNDIGO	
TEJIDOS	Tejido de calada 100% algodón
	Tejido de calada 98% algodón/2% elastano
Tipo de degradado	Diseño propio
<b>PRIMERA RONDA</b>	
s.p.f (Lacasa)	3%
Ácido acético	20 ml
Velocidad de lavado	4500 rpm
Temperatura de lavado	60°C
Tiempo de lavado	15 min
pH antes de inicio del lavado	5
pH final	7
<b>SEGUNDA RONDA</b>	
s.p.f (Lacasa)	3%
Ácido acético	20 ml
Velocidad de lavado	4500 rpm
Temperatura de lavado	60 °C
Tiempo de lavado	15 min
pH antes de inicio del lavado	5
pH final	7
<b>TERCERA RONDA</b>	
s.p.f (Lacasa)	3%
Ácido acético	20 ml
Velocidad de lavado	4500 rpm
Temperatura de lavado	60 °C
Tiempo de lavado	15 min
pH antes de inicio del lavado	5
pH final	7

Tabla 7. Tercer lavado enzimático realizado en lavadora. (Fuente: Propia)

#### 4.2.3. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: AGOTAMIENTO

Durante la investigación y tras las pruebas de lavado o decolorado enzimático realizadas en lavadora, se consideró la necesidad de llevar a cabo un decolorado de tejidos mediante el diseño de un proceso de agotamiento.

Este tipo de procesos son comunes en artículos de investigación para conseguir un degradado enzimático en tejido *denim* y, en este caso, se empleó también para confirmar el funcionamiento del enzima sobre pigmento índigo y para descartar muestras industriales no teñidas con el mismo.

El equipo utilizado para realizar el proceso fue una máquina Linitest con baño de glicerina (Figura 23) y siempre bajo condiciones de rotación de 40 rpm y bajo una potencia eléctrica de 1KW.



**Figura 23.** (Izquierda) Exterior máquina Linitest. (Derecha) Interior máquina Linitest. (Fuente: **Propia**)

Se ensayaron tres tejidos con las mismas condiciones de baño enzimático. Cada tejido y baño enzimático fue introducido en el recipiente adecuado (Figura 24) para el ensayo en el equipo mencionado.



**Figura 24.** Recipiente en el que se introduce la muestra de tejido a decolorar enzimáticamente por agotamiento. (Fuente: **Propia**).

La receta seguida en cada baño para llevar a cabo el proceso de decolorado fue la expuesta en la tabla siguiente (Tabla 8):

<b>DECOLORADO ENZIMÁTICO POR AGOTAMIENTO</b>	
<b>TEJIDOS</b>	Tejido de calada 100% algodón tintado con índigo
	Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo
	Tejido vaquero comercial azul marino.
<b>s.p.f (Iacasa)</b>	3%
<b>R/B</b>	1:20
<b>pH del baño</b>	5
<b>Temperatura del baño</b>	65°C
<b>Tiempo del proceso</b>	45 min

**Tabla 8.** Decolorado enzimático por agotamiento. (Fuente: **Propia**)

#### 4.2.4. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: ESTAMPACIÓN POR RASQUETA

En este caso, para llevar a cabo la decoloración o envejecido del tejido vaquero, fue utilizado el método de estampación con rasqueta, con el objetivo de conseguir las siguientes ventajas respecto a los dos anteriores:

- Diseño del tejido mediante estampados perfectamente definidos: degradación localizada.
- Ahorro en agua y otros recursos.
- Aumento de la flexibilidad y comodidad del vaquero, manteniendo sus propiedades.

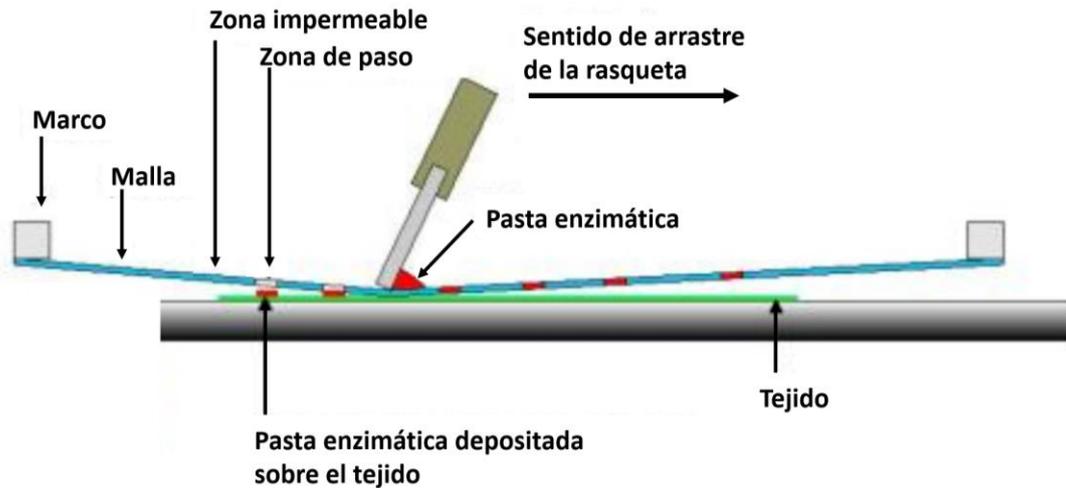
Por lo tanto, esta parte del proyecto fue la que más tiempo y dedicación ocupó, ya que, en ella se encuentra la novedad que proporciona la presente investigación. Por ello, se dividió en varias partes que fueron sucediéndose en función de los resultados obtenidos en cada una de ellas.

En consecuencia, se diseñaron distintas pastas de estampación para los diferentes tejidos y todas ellas fueron depositadas mediante el mecanismo de estampación por rasqueta. Para ello, cada pasta de estampación se preparó a partir de una serie de componentes y con un orden establecido: en primer lugar, se añadió la solución reguladora o tampón, tras ello, la enzima lacasa en estado sólido y/o el hidrosulfito de sodio, después se adicionó el espesante y, por último, se completó la mezcla con agua destilada. Durante la adición de ingredientes, la mezcla se encontraba en continua agitación. Mediante estos pasos, se consiguió evitar la aglutinación de la pasta.

Tras la preparación de cada pasta (Figura 25; Izquierda), el tejido fue depositado en un soporte para colocar el marco de estampación sobre el mismo. La pasta de estampación se añadió en uno de los extremos del marco (Figura 25; Derecha) y, con ayuda de la rasqueta, fue arrastrada a lo largo de todo el marco. De esta forma, la pasta atravesó la malla que presenta el marco, y se depositó sobre el textil. En el Diagrama 3 se puede observar las partes y características del proceso.



**Figura 25.** (Izquierda) Pasta de estampación. (Derecha) Marco de estampación colocado sobre el tejido y con la deposición de la pasta en la parte superior. (Fuente: **Propia**)



**Diagrama 3.** Diagrama del proceso de estampación con rasqueta (Fuente: **Propia**)

Tras la estampación de cada tejido, estos fueron incubados en una estufa de laboratorio (Figura 26) a 65°C durante diferentes tiempos. Después de cada proceso de incubación de los tejidos estampados, estos fueron lavados durante 15 minutos en la lavadora con detergente en polvo para ropa de color, con el fin de eliminar los restos de espesante y desactivar la enzima.



**Figura 26.** (Izquierda) Estufa de laboratorio para la incubación de muestras de tejido estampado. (Derecha) Muestras de tejido estampado incubadas en la estufa de laboratorio. (Fuente: **Propia**)

A continuación, se exponen las diferentes pastas de estampación preparadas para la realización de las distintas pruebas sobre tejidos:

➤ **PRIMERAS PRUEBAS (Tabla 9)**

<b>PASTA DE ESTAMPACIÓN 1</b>	
<b>COMPUESTO</b>	<b>CONCENTRACIÓN</b>
<b>Lacasa</b>	<b>20 g/Kg</b>
<b>Tampón Citrato (pH 5)</b>	600 g/Kg
<b>Hidrosulfito</b>	75 g/Kg
<b>Espesante</b>	175 g/Kg
<b>LAVADO PREVIO A LA ESTAMPACIÓN</b> (tejidos tintados con índigo)	
<b>MÉTODO 1</b>	
<b>TIPO DE TEJIDO ESTAMPADO</b>	<b>NÚMERO DE MUESTRAS</b>
Tejido vaquero comercial oscuro	3
Tejido vaquero comercial azul	3
Pantalón vaquero azul	3
Tejido vaquero comercial azul marino	3
Tejido de calada 100% algodón tintado con índigo	3
Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	3

**Tabla 9.** Primeras pruebas de estampación con rasqueta. (Fuente: **Propia**)

Tras la estampación con la PASTA DE ESTAMPACIÓN 1, las tres muestras de cada tejido se incubaron a 65°C durante 7 (muestra 1), 12 (muestra 2) y 24 (muestra 3) horas.

➤ **SEGUNDAS PRUEBAS (Tabla 10, 11 y 12)**

<b>PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.1.</b>	
<b>COMPUESTO</b>	<b>CONCENTRACIÓN</b>
<b>Lacasa</b>	<b>20 g/Kg</b>
<b>Tampón Citrato (pH 5)</b>	600 g/Kg
<b>Hidrosulfito</b>	75 g/Kg
<b>Espesante</b>	175 g/Kg
<b>TINTURA Y LAVADO PREVIO A LA ESTAMPACIÓN</b> (tejidos tintados con índigo)	
<b>MÉTODO 2</b>	
<b>TIPO DE TEJIDO ESTAMPADO</b>	<b>NÚMERO DE MUESTRAS</b>
Tejido de calada 100% algodón tintado con índigo	<b>1</b>
Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	<b>1</b>

**Tabla 10.** Segundas pruebas (2.1.) de estampación con rasqueta. (Fuente: **Propia**)

Tras la estampación con la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.1., la muestra de cada tejido se incubó a 65°C durante 12 horas.

<b>PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2.</b>	
<b>COMPUESTO</b>	<b>CONCENTRACIÓN</b>
<b>Lacasa</b>	<b>2 g/Kg</b>
<b>Tampón Citrato (pH 5)</b>	600 g/Kg
<b>Hidrosulfito</b>	75 g/Kg
<b>Espesante</b>	175 g/Kg
<b>TINTURA Y LAVADO PREVIO A LA ESTAMPACIÓN</b> (tejidos tintados con índigo)	
<b>MÉTODO 2</b>	
<b>TIPO DE TEJIDO ESTAMPADO</b>	<b>NÚMERO DE MUESTRAS</b>
Tejido de calada 100% algodón tintado con índigo	<b>1</b>
Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	<b>3</b>

Tabla 11. Segundas pruebas (2.2.) de estampación con rasqueta. (Fuente: **Propia**)

Tras la estampación con la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2., la muestra de tejido de algodón 100% se incubó a 65°C durante 12 horas.

Tras la estampación con la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2., las muestras de tejido de 98% algodón/2% elastano se incubaron a 65°C durante 7 (muestra 1), 12 (muestra 2) y 24 (muestra 3) horas.

<b>PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.3. (ACETATO)</b>	
<b>COMPUESTO</b>	<b>CONCENTRACIÓN</b>
<b>Lacasa</b>	<b>20 g/Kg</b>
<b>Tampón Acetato (pH 4,7)</b>	600 g/Kg
<b>Hidrosulfito</b>	75 g/Kg
<b>Espesante</b>	175 g/Kg
<b>TINTURA Y LAVADO PREVIO A LA ESTAMPACIÓN</b> (tejidos tintados con índigo)	
<b>MÉTODO 2</b>	
<b>TIPO DE TEJIDO ESTAMPADO</b>	<b>NÚMERO DE MUESTRAS</b>
Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	<b>1</b>

Tabla 12. Segundas pruebas (2.3.) de estampación con rasqueta. (Fuente: **Propia**)

Tras la estampación con la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.3. (ACETATO), la muestra de tejido de 98% algodón/2% elastano se incubó a 65°C durante 12 horas.

➤ TERCERAS PRUEBAS (Tabla 12)

PASTA CONTROL SIN ENZIMA	
COMPUESTO	CONCENTRACIÓN
Tampón Citrato (pH 5)	600 g/Kg
Hidrosulfito	75 g/Kg
Espesante	175 g/Kg
TINTURA Y LAVADO PREVIO A LA ESTAMPACIÓN (tejidos tintados con índigo)	
MÉTODO 2	
TIPO DE TEJIDO ESTAMPADO	NÚMERO DE MUESTRAS
Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	1

**Tabla 13.** Terceras pruebas de estampación con rasqueta. (Fuente: Propia)

Tras la estampación con la PASTA CONTROL SIN ENZIMA, la muestra de tejido de 98% algodón/2% elastano se incubó a 65°C durante 12 horas.

➤ CUARTAS PRUEBAS (Tabla 14)

PASTA CONTROL SIN HIDROSULFITO	
COMPUESTO	CONCENTRACIÓN
Lacasa	20 g/Kg
Tampón Citrato (pH 5)	600 g/Kg
Espesante	175 g/Kg
TINTURA Y LAVADO PREVIO A LA ESTAMPACIÓN (tejidos tintados con índigo)	
MÉTODO 2	
TIPO DE TEJIDO ESTAMPADO	NÚMERO DE MUESTRAS
Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	1

**Tabla 14.** Cuartas pruebas de estampación con rasqueta. (Fuente: Propia)

Tras la estampación con la PASTA CONTROL SIN HIDROSULFITO, la muestra de tejido de 98% algodón/2% elastano se incubó a 65°C durante 12 horas.

➤ QUINTAS PRUEBAS (Tabla 15)

PASTA DE ESTAMPACIÓN BORATO	
COMPUESTO	CONCENTRACIÓN
Lacasa	2 g/Kg
Tampón Bórico-Borato (pH 8,97)	600 g/Kg
Hidrosulfito	75 g/Kg
Espesante	175 g/Kg
TINTURA Y LAVADO PREVIO A LA ESTAMPACIÓN (tejidos tintados con índigo)	
MÉTODO 2	
TIPO DE TEJIDO ESTAMPADO	NÚMERO DE MUESTRAS
Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	1

Tabla 15. Quintas pruebas de estampación con rasqueta. (Fuente: Propia)

Tras la estampación con la PASTA DE ESTAMPACIÓN BORATO, la muestra de tejido de 98% algodón/2% elastano se incubó a 65°C durante 12 horas.

### 4.3. PARÁMETROS ESTUDIADOS

#### 4.3.1. RESISTENCIA A LA TRACCIÓN Y ALARGAMIENTO A LA ROTURA

Estos parámetros fueron medidos según la Norma UNE-EN ISO 13934-1 2013 "Textiles. Propiedades de los textiles frente a la tracción. Parte 1: Determinación de la fuerza máxima y del alargamiento a la fuerza máxima por el método de la tira", por lo que, para ello se empleó como equipo el dinamómetro (Figura 27).

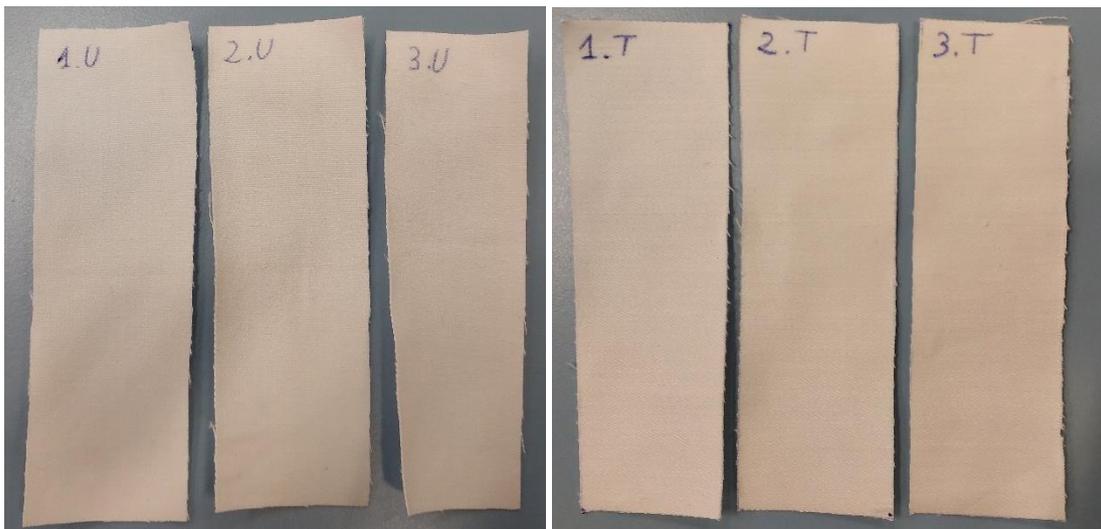


Figura 27. Dinamómetro. (Fuente: Propia)

Tanto la medición de la resistencia a la tracción como del alargamiento a la rotura, fue realizada sobre tres tipos de muestras de tejido de calada 98% algodón/2% elastano y dentro de cada tipo, de obtuvieron muestras cortadas en el sentido tanto de urdimbre como de trama, todas ellas del mismo tamaño.

Aunque la norma específica que deben ser cinco las muestras ensayadas para cada tipo de tejido, en este caso, se redujo a tres, ya que, con dicho número se obtuvieron resultados fiables y se pudo ahorrar en material.

- Muestras de tejido blanco descruado 98% algodón/2% elastano:
  - Tres muestras en sentido urdimbre 14x4 (Figura 28; Izquierda)
  - Tres muestras en sentido trama 14x4 (Figura 28; Derecha)
- Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo:
  - Tres muestras en sentido urdimbre 14x4 (Figura 29; Izquierda)
  - Tres muestras en sentido trama 14x4.
- Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo y estampado (PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2.):
  - Tres muestras en sentido urdimbre 14x4
  - Tres muestras en sentido trama 14x4 (Figura 29; Derecha)



**Figura 28.** Muestras de tejido blanco descruado 98% algodón/2% elastano (Izquierda) en sentido urdimbre y (Derecha) en sentido trama. (Fuente: **Propia**)



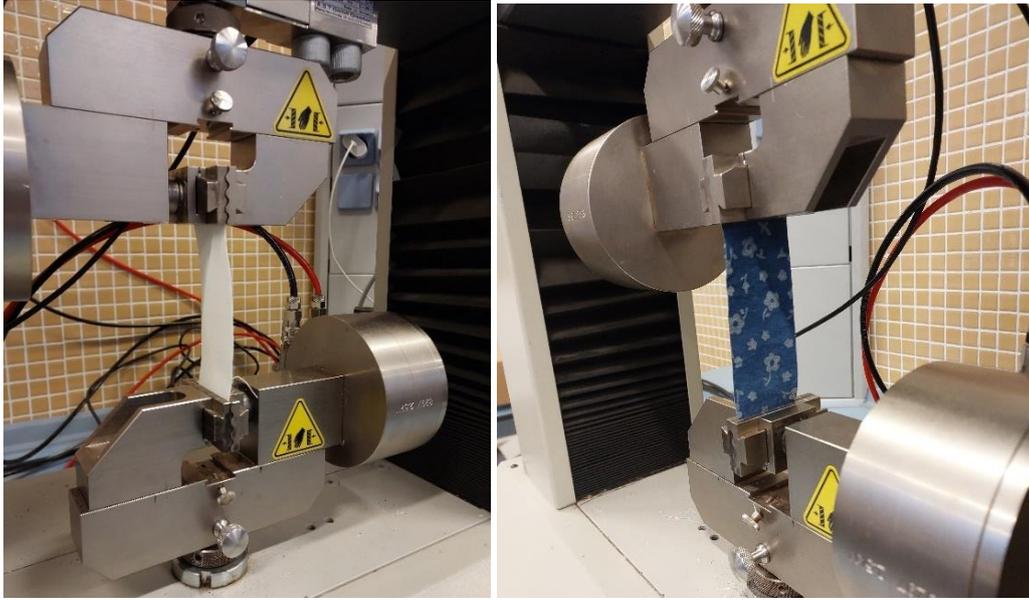
**Figura 28.** (Izquierda) Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintado y cortado en sentido urdimbre (Derecha) Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintado y estampado y cortado en sentido trama. (Fuente: **Propia**)

Por su parte, el mecanismo de acción se basó en la colocación de cada muestra en vertical y sujeta de cada extremo por las mordazas del dinamómetro (Figura 30), pasando a continuación al estirado de la muestra a velocidad constante hasta su rotura (Figura 31)

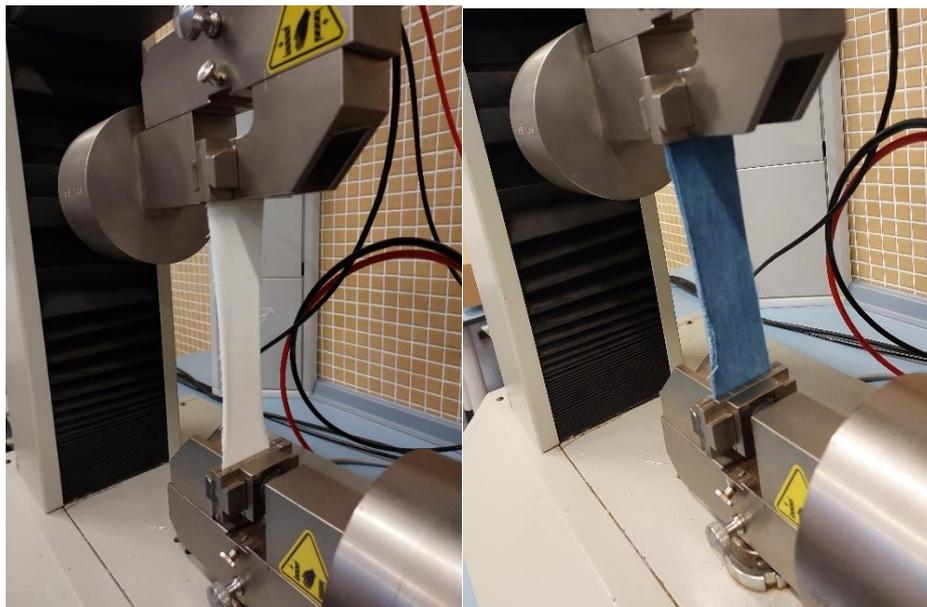
Los parámetros fijados en la máquina fueron los siguientes (Tabla 16):

PARÁMETRO	VALOR
Longitud de sujeción	100 mm
Precarga	5 N
Velocidad de ensayo	100 mm/min
Gramaje de la probeta	200 g/m <sup>2</sup>

**Tabla 16.** Parámetros y su valor establecido en el dinamómetro para las pruebas Fuerza-Alargamiento. (Fuente: **Propia**)



**Figura 30.** Muestras de tejido colocadas entre las mordazas del dinamómetro: (Izquierda) Muestra de tejido blanco descrudado 98% algodón/2% elastano. (Derecha) Muestra de tejido tintado y estampado 98% algodón/2% elastano. (Fuente: **Propia**)



**Figura 31.** Muestras de tejido en el momento de su estirado: (Izquierda) Muestra de tejido blanco descrudado 98% algodón/2% elastano. (Derecha) Muestra de tejido tintado 98% algodón/2% elastano. (Fuente: **Propia**)

## 5. RESULTADOS

A partir de los experimentos realizados en el apartado anterior, se exponen a continuación, los resultados obtenidos en cada uno de ellos.

### 5.1. TINTURA DE TEJIDOS DE ALGODÓN

Para tinter los dos tipos de tejidos de algodón se empleó el pigmento índigo, el cual no es soluble en agua ni afín a la fibra. Sin embargo, mediante la reacción REDOX generada, se consiguió, en primer lugar, reducir el índigo para lograr su solubilidad en agua y que aquí, penetrase en el tejido, dando un primer aspecto verdoso al mismo (Figura 32; Izquierda). Finalmente, se consiguió que, tras la extracción del tejido del baño, en contacto con el aire, el tinte se oxidase, quedando unido a la fibra de forma permanente y logrando obtener el color azul deseado (Figura 32; Derecha).

Cabe destacar, además, que en los diferentes experimentos que a continuación se detallan, se consiguieron diferentes tonalidades de azul en función, mayoritariamente, de la forma de lavado de los mismos una vez tintados y secados.



**Figura 32.** (Izquierda) Tejido con tono verde (tintura sin oxidar) recién sacado del baño de tintura. (Derecha) Tejido de color azul tras la oxidación del colorante sobre la fibra al contacto con el aire.

(Fuente: **Propia**)

Tras el secado de los tejidos tintados, se puede observar en la Figura 33, un ejemplo de dos de las muestras obtenidas, uniformemente tintadas y secadas.



**Figura 33.** (Izquierda) Tejido de calada 100% Algodón tintado con pigmento índigo tras la tintura y el secado. (Derecha) Tejido de calada 98% Algodón/2% Elastano tintado con pigmento índigo tras la tintura y el secado. (Fuente: **Propia**)

## **5.2. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: LAVADORA**

Tras la tintura de muestras de tejidos 100% algodón y 98% algodón/2% elastano y con los tejidos vaqueros comerciales disponibles, se realizaron en primer lugar, una serie de decoloraciones enzimáticas empleando la lavadora doméstica:

### **➤ PRIMER MÉTODO: LAVADO DE VAQUERO INDUSTRIAL**

---

Actualmente, la mayoría de los tejidos vaqueros son tintados con colorantes sintéticos, habiendo dejado a un lado colorantes y pigmentos naturales como es el caso del índigo.

Por lo tanto, al primer método de lavado, únicamente fueron sometidas las muestras de tejido vaquero industrial, con el fin de poder descartarlas en el caso de no obtener resultados, lo que respondería a la duda de si realmente habían sido tintadas con colorante índigo.

A continuación, se exponen las muestras sin tratar y tratadas de cada uno de los tejidos sometidos al PRIMER MÉTODO: LAVADO DE VAQUERO INDUSTRIAL (Figuras 34, 35 y 36).



**Figura 34.** Tejido vaquero comercial oscuro (Izquierda) sin tratamiento enzimático, (Derecha) lavado enzimáticamente en lavadora mediante el primer método. (Fuente: **Propia**)



**Figura 35.** Tejido vaquero comercial azul (Izquierda) sin tratamiento enzimático, (Derecha) lavado enzimáticamente en lavadora mediante el primer método. (Fuente: **Propia**)



**Figura 35.** Pantalón vaquero azul (Izquierda) sin tratamiento enzimático, (Derecha) lavado enzimáticamente en lavadora mediante el primer método. (Fuente: **Propia**)

Como se puede observar, no se obtuvo ningún efecto visible de degradado sobre las muestras tratadas, lo que puede ser debido a varios factores:

- Se produce una desactivación de la enzima lacasa: como se pudo comprobar, el pH de la disolución formada en la lavadora tras finalizar el proceso es neutro debido al constante recambio de agua en la misma, lo que puede producir una desactivación de la enzima lacasa, que necesita un pH entre 4 y 6.
- Se produce una disminución de la concentración en lacasa, evitando su actuación sobre el tejido, debido también al constante recambio de agua durante el proceso de lavado.
- Las muestras introducidas como tejido vaquero industrial no están tintadas con colorante índigo.

Por los resultados y las dudas surgidas en este primer método de lavado, se realizó una segunda receta o método, pero en este caso, sobre tejidos tintados específicamente con colorante índigo.

#### ➤ **SEGUNDO MÉTODO: LAVADO DE TEJIDO 100% CO TINTADO CON ÍNDIGO**

En este segundo método, se quisieron evitar los posibles errores surgidos en el primero, tales como el paso de pH ácido a neutro-básico del baño, o la disminución de la concentración de enzima. Además, para asegurar la presencia de índigo en el experimento, se llevó a cabo sobre una de las muestras de tejido 100% algodón teñidas con dicho tinte.

A pesar de todo ello, como se puede observar en la Figura 36, no se obtuvieron signos de decolorado en el tejido tratado. En este caso, este resultado pudo deberse a los siguientes factores:

- Tiempo insuficiente de lavado para la actuación de la enzima.
- Variación de la temperatura de lavado, afectando a la actividad enzimática.
- Gran diferencia en escala entre el baño preparado para introducir en la lavadora y dicha máquina, dificultando el contacto entre la mezcla y la materia textil.



**Figura 36.** Tejido de calada 100% algodón teñido con índigo (Izquierda) sin tratamiento enzimático, (Derecha) lavado enzimáticamente en lavadora mediante el segundo método (centrífuga). (Fuente: **Propia**)

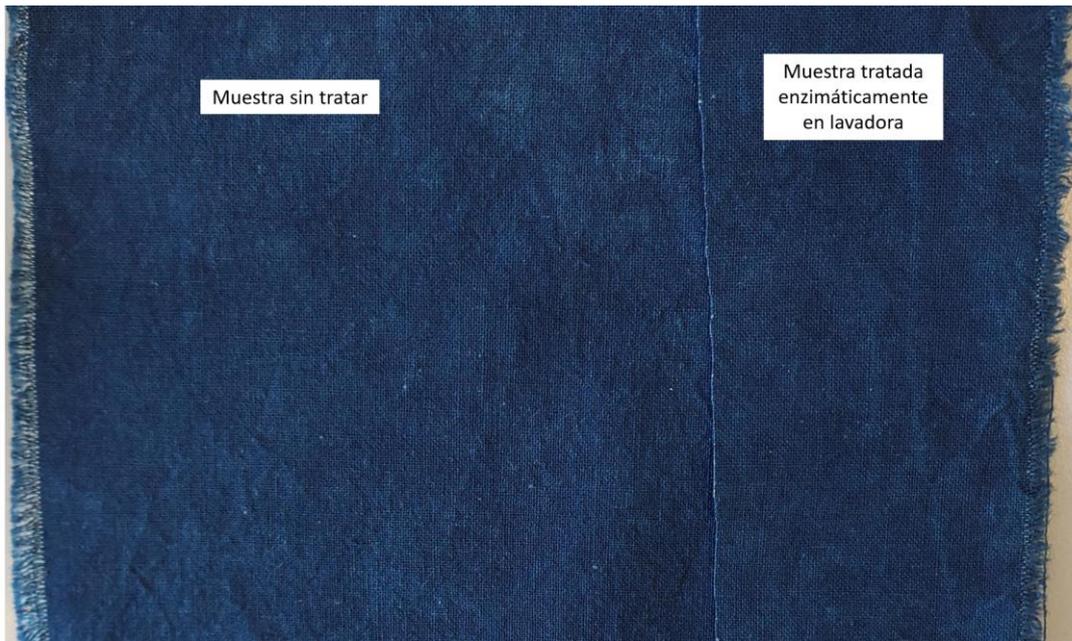
#### ➤ **TERCER MÉTODO: LAVADO DE TEJIDOS TINTADOS CON ÍNDIGO**

---

De nuevo se quisieron corregir los errores que podían haber ocurrido en los métodos realizados anteriormente, y para ello, se estableció un programa de lavado con pausas cada 15 minutos, con el fin de adicionar tanto enzima como ácido acético, tratando de corregir concentraciones y pH del baño, el cual fue medido en cada una de las tres rondas de 15 minutos realizadas.

A este tercer método fueron sometidas muestras de tejidos 100% algodón (Figura 37) y 98% algodón/2% elastano (Figura 38), que habían sido teñidas anteriormente con índigo.

Al igual que en los casos anteriores, cada muestra fue tratada por separado para evitar la *redepositación* del tinte procedente de una, sobre la otra.



**Figura 37.** Tejido de calada 100% algodón teñido con índigo (Izquierda) sin tratamiento enzimático, (Derecha) lavado enzimáticamente en lavadora mediante el tercer método. (Fuente: **Propia**)



**Figura 38.** Tejido de calada 98% algodón/2% elastano teñido con índigo (Izquierda) sin tratamiento enzimático, (Derecha) lavado enzimáticamente en lavadora mediante el tercer método. (Fuente: **Propia**)

Como se puede observar, de nuevo se obtuvieron resultados negativos en los experimentos realizados, por lo tanto, se descartó la fiabilidad del mecanismo de decoloración enzimática de tejido en lavadora.

### 5.3. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: AGOTAMIENTO

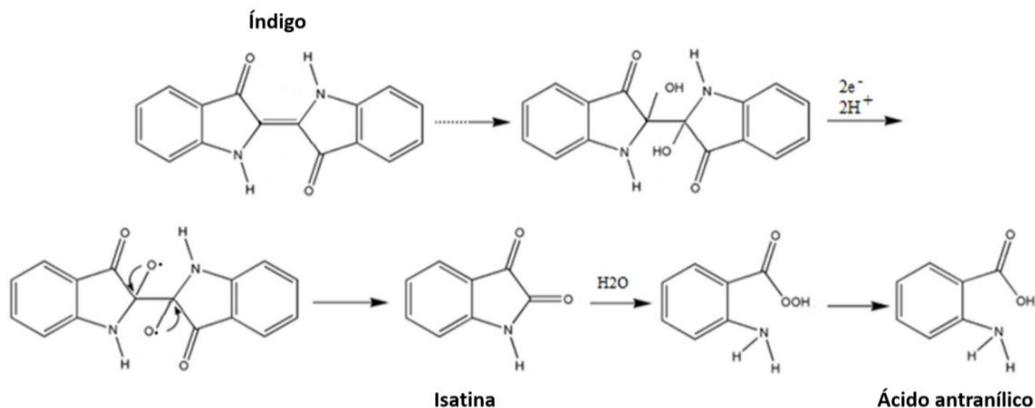
Antes de pasar a los experimentos de decoloración por estampación y tras los resultados obtenidos en el apartado 1.2. *Decoloración enzimática de tejidos: Lavadora*, se consideró conveniente seguir comprobando la eficacia de la enzima lacasa en disolución, por lo que, se llevó a cabo el proceso de decolorado enzimático por agotamiento. Para ello, se emplearon muestras de tejidos 100% algodón y 98% algodón/2% elastano, que habían sido teñidas anteriormente con índigo y, además, también fue sometida a este tratamiento una muestra de tejido vaquero comercial azul marino.

Tras el tratamiento con la receta de decolorado diseñada, compuesta únicamente por enzima lacasa y agua, se obtuvo un compuesto amarillo resultado del contacto entre el tejido y la mezcla anterior (Figura 39; Izquierda y Centro). Como se observa en la Figura 39 (Derecha), el pH final del baño fue de 4, por lo que, este factor dejó de ser una variable de error como en experimentos anteriores.



**Figura 39.** (Izquierda) Tejido y baño de agotamiento tras el tratamiento enzimático. (Centro) Baño de agotamiento extraído del recipiente para el proceso mencionado. (Derecha) pH del baño de agotamiento tras dicho tratamiento. (Fuente: **Propia**)

Según estos resultados y lo recopilado en el *Estado del Arte*, se deduce que, en este caso, el tinte índigo fue transformado a través de la transferencia de electrones de la lacasa para obtener isatina, y por descarboxilación se generó un ácido antranílico como producto estable final de oxidación, lo que otorga el color amarillo a la mezcla de agotamiento. Por lo tanto, se propone que la degradación procede vía deshidroíndigo como una reacción intermedia. En este caso, la función de la lacasa es incrementar la susceptibilidad del tinte hacia el ataque hidrolítico por el agua, mediante su despolimerización. (Figura 40)

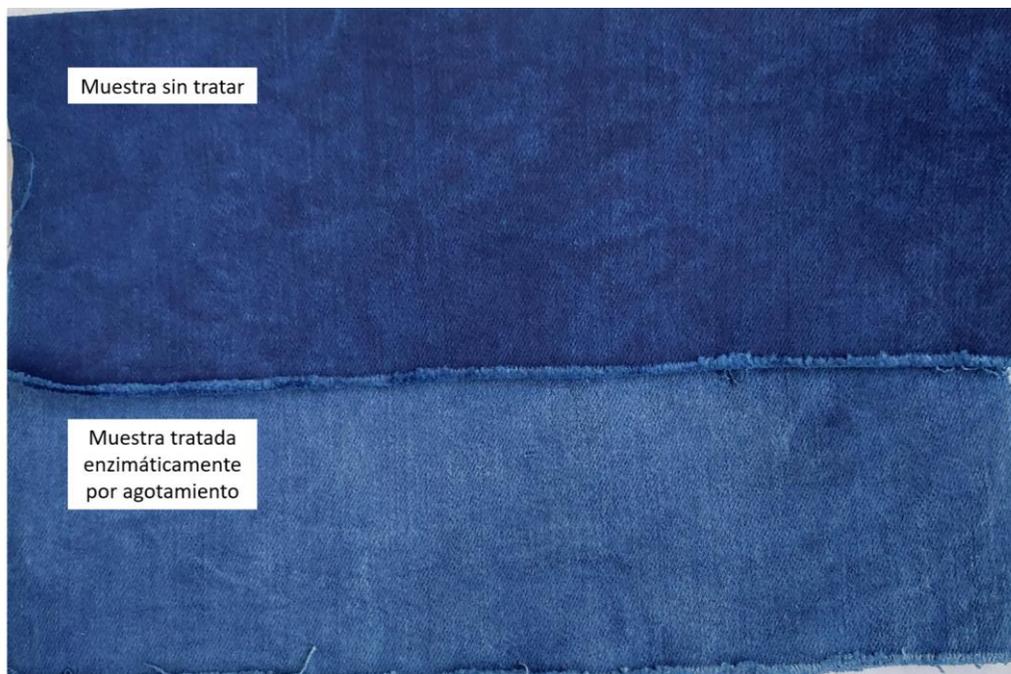


**Figura 40.** Mecanismo de degradación del colorante índigo mediante la enzima lacasa. (Fuente: traducido de **Sarapfour et al., 2021**)

Como se observa en las Figuras 41 y 42, ambos tipos de muestras teñidas con índigo mostraron decolorado como ya adelantaba el color obtenido en la mezcla de agotamiento tras dicho proceso.

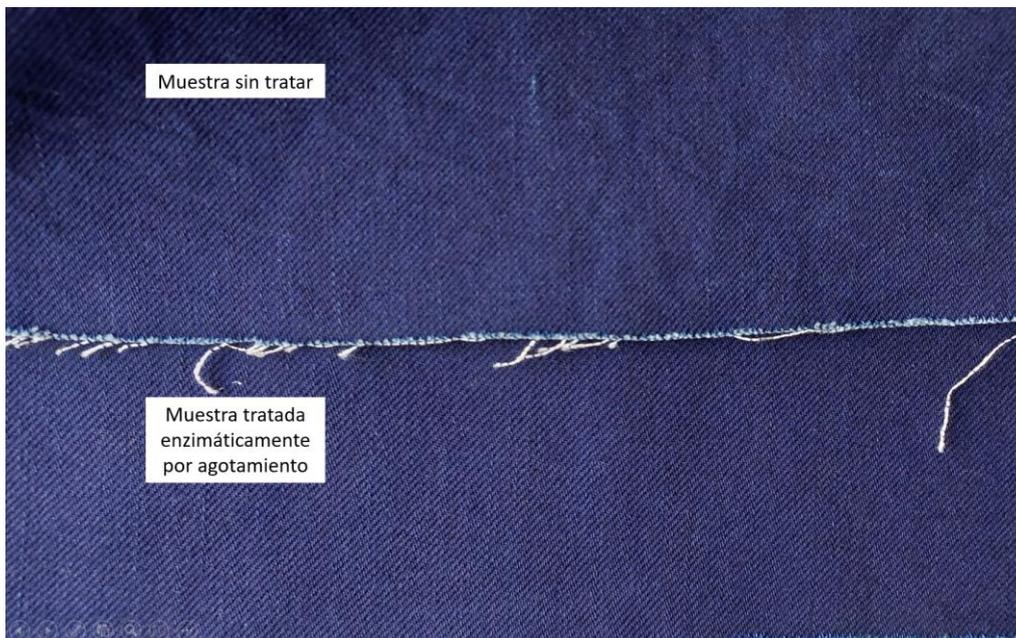


**Figura 41.** Tejido de calada 100% algodón teñido con índigo (Arriba) sin tratamiento enzimático, (Abajo) con tratamiento enzimático por agotamiento. (Fuente: **Propia**)



**Figura 42.** Tejido de calada 98% algodón/2% elastano teñido con índigo (Arriba) sin tratamiento enzimático, (Abajo) con tratamiento enzimático por agotamiento. (Fuente: **Propia**)

Por el contrario, se observa en la Figura 43, que no se produjo ningún tipo de decolorado en el tejido vaquero comercial azul marino, esto dio pie a la posibilidad de descartar este tejido para futuras pruebas alegando su no teñido con índigo.



**Figura 43.** Tejido vaquero comercial azul marino (Arriba) sin tratamiento enzimático, (Abajo) con tratamiento enzimático por agotamiento. (Fuente: **Propia**)

#### **5.4. DECOLORACIÓN ENZIMÁTICA DE TEJIDOS: ESTAMPACIÓN POR RASQUETA**

Antes de comenzar con los experimentos del presente apartado, se llegó a dos conclusiones:

- La decoloración enzimática de tejidos realizada utilizando la lavadora como instrumento, no es determinante para descartar ninguno de los tejidos disponibles, ya que, no resultó efectivo ni siquiera en el caso de los tejidos teñidos con índigo en este proyecto.
- La decoloración enzimática de tejidos realizada por mecanismos de agotamiento pudo confirmar la eficacia de la enzima lacasa en medio acuoso frente al colorante índigo.

Con todo esto, se decidió comenzar las pruebas de estampación sometiendo a todos los tejidos de los que se disponía, con el fin de poder finalmente, descartar aquellos que no ofrecieran ningún resultado frente a la actuación de las pastas de estampación enzimáticas elaboradas.

##### **5.4.1. PRIMERAS PRUEBAS**

Las primeras pruebas, basadas en la utilización de la PASTA DE ESTAMPACIÓN 1 se realizaron sobre todos los tejidos disponibles: industriales y tintados con índigo en el proyecto.

## ➤ PASTA DE ESTAMPACIÓN 1

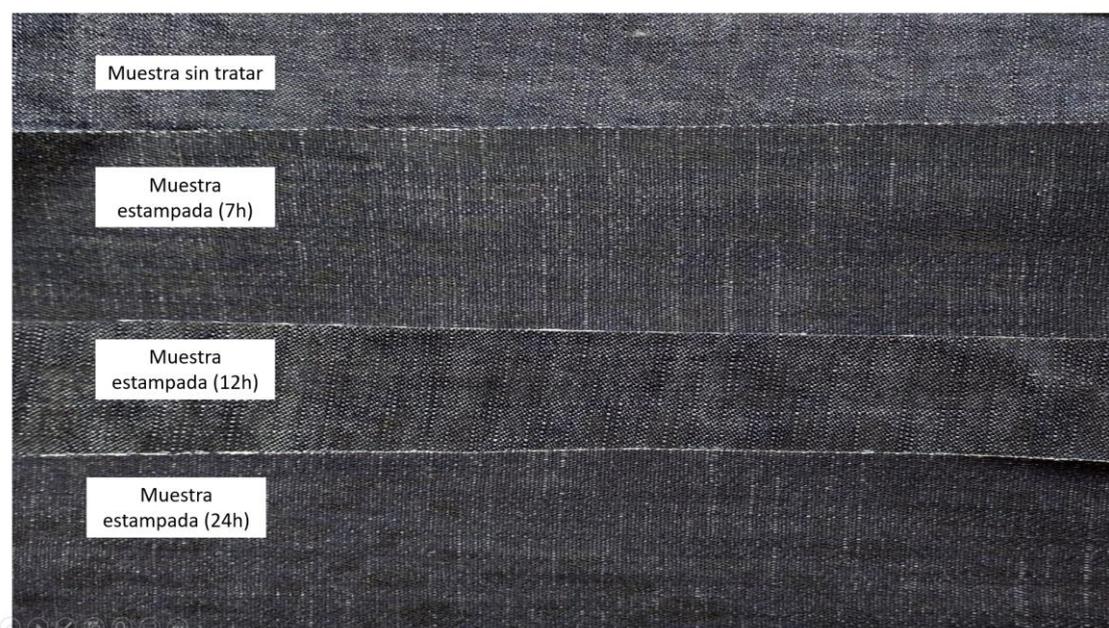
---

Los resultados obtenidos para cada tejido fueron los siguientes:

- **Tejido vaquero comercial oscuro:**

En la Figura 44 se observa que no existen diferencias entre las muestras de tejido vaquero comercial oscuro que fueron estampadas e incubadas durante diferente número de horas, y la muestra de este mismo tejido sin estampar o tratar.

Se puede ver que, tras la estampación, ni siquiera se observan signos blancos de decolorado, solo se ven débilmente pequeños restos de la pasta en color oscuro, por lo que, no se hizo después ningún lavado del tejido estampado para corroborar la degradación, ya que, se consideró no necesario por su evidente inexistencia.

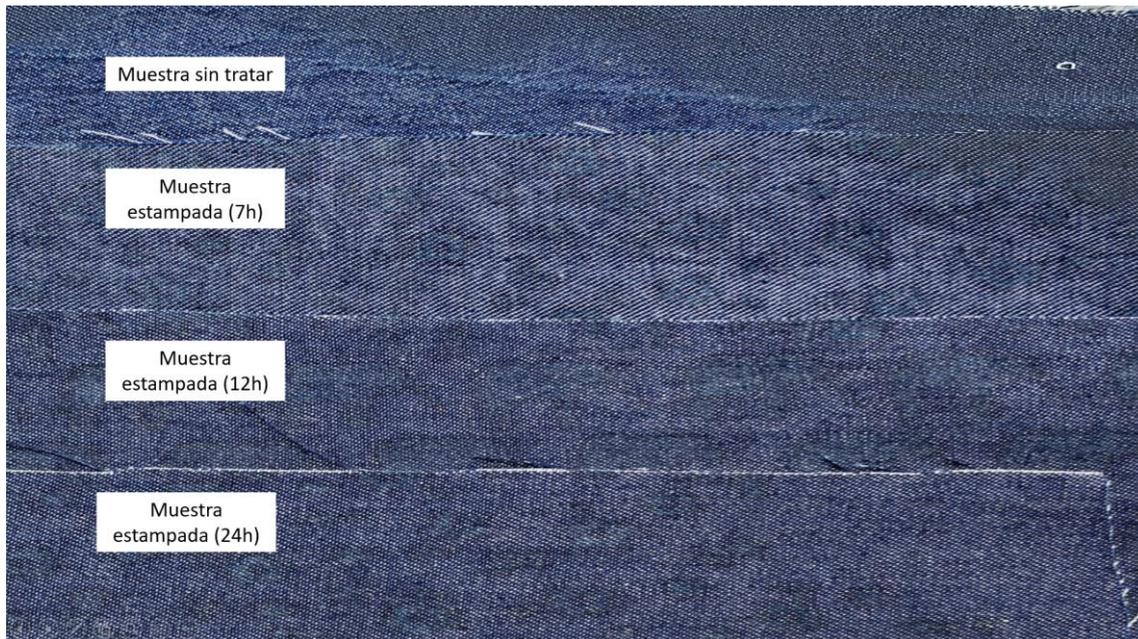


**Figura 44.** Muestras de tejido vaquero comercial oscuro (de arriba hacia abajo): sin estampar; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 7 horas; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 12 horas; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 24 horas. (Fuente: **Propia**).

Ante estos resultados, se propuso el descarte del tejido vaquero comercial oscuro para las próximas pruebas, ya que, se concluyó con que el color procedente del mismo no contenía índigo, no obstante, ante la duda de que el fallo pudo deberse a la fórmula en la pasta de estampación, la conclusión se realizó tras llevar a cabo las pruebas con dicha pasta sobre los tejidos tintados con índigo.

- **Tejido vaquero comercial azul:**

En este tejido se pueden describir las mismas observaciones que en el caso anterior, independientemente de las horas de incubación de cada muestra. Es decir, la PASTA DE ESTAMPACIÓN 1 no causó ningún efecto de degradado sobre el tejido vaquero comercial azul (Figura 45).



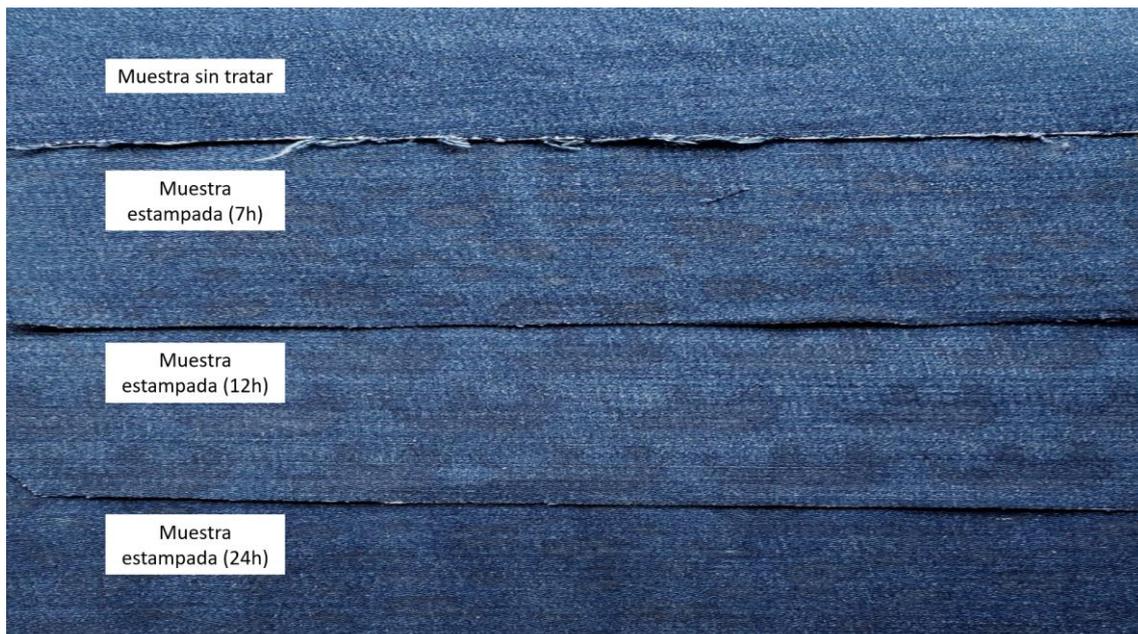
**Figura 45.** Muestras de tejido vaquero comercial azul (de arriba hacia abajo): sin estampar; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 7 horas; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 12 horas; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 24 horas. (Todas sin lavar) (Fuente: **Propia**).

Aunque se trataba de otro tejido candidato a ser descartado, también se esperó a concluir con su descarte hasta tener los resultados de los tejidos tintados verdaderamente con índigo.

- ***Pantalón vaquero azul:***

Quizás en este caso se pueden observar signos de degradado, sin embargo, corresponden al tratamiento realizado sobre el tejido previo a su comercialización, ya que, se trata de un pantalón vaquero con el lavado o desgastado que eso conlleva (por ejemplo, un lavado a la piedra). No obstante, esto se confirma al comparar las muestras estampadas con la muestra de pantalón no tratada. (Figura 46)

En estas muestras, sí que se observa con mayor claridad, restos oscuros de la pasta de estampación, pero ningún signo notable o remarcable de degradado localizado del tinte sobre el tejido.



**Figura 46.** Muestras de pantalón vaquero azul (de arriba hacia abajo): sin estampar; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 7 horas; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 12 horas; estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 24 horas. (Todas sin lavar) (Fuente: **Propia**).

El objetivo en este caso era comprobar si un pantalón vaquero propiamente dicho, obtenido de una marca importante, había sido tintado con índigo o se trataba simplemente de un colorante sintético.

○ ***Tejido vaquero comercial azul marino:***

Como se puede observar en la Figura 46, este tipo de tejido, al ser incubado, sí que mostró los signos de la estampación con la PASTA DE ESTAMPACIÓN 1, siendo, además, más intensos conforme se aumentaron las horas de incubación. Debido a esto, se pensó en la posibilidad de que hubiese ocurrido una degradación del posible tinte índigo contenido en las muestras, por ello, una parte de todas ellas fue lavada (Figura 47) para la desactivación del enzima y eliminación de espesantes contenidos en la pasta.

Al realizar este lavado, se comprobó que el tejido volvía a su formato habitual sin mostrar ningún signo de degradación, y dando a entender que la pasta tan solo había sido fijada de forma superficial, sin generar ningún efecto sobre las muestras.



**Figura 47.** Muestras de tejido vaquero comercial azul marino (de izquierda a derecha): estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 7 horas (lavada y sin lavar); estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 12 horas (lavada y sin lavar); estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 24 horas (lavada y sin lavar). (Fuente: **Propia**).

○ **Tejido de calada 100% algodón tintado con índigo:**

Los resultados de los tejidos de algodón 100% sí que mostraron pequeños signos de degradación tras su estampado y posterior lavado, especialmente tras su incubación de 12 y 24 horas. Aunque no fueron los resultados esperados, ya que, el objetivo es obtener un estampado marcado y distinguible a causa de la degradación del índigo por la enzima, estos resultados sí que pudieron confirmar que la PASTA DE ESTAMPACIÓN 1 es capaz de degradar ligeramente el colorante índigo cuando este está presente. (Figura 48)



**Figura 48.** Muestras de tejido de calada 100% algodón tintadas con índigo (de izquierda a derecha): estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 7 horas (lavada y sin lavar); estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 12 horas (lavada y sin lavar); estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 24 horas (lavada y sin lavar). (Fuente: **Propia**).

○ **Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo:**

Resultados muy similares a los obtenidos con el tejido 100% algodón, se obtuvieron en este caso (Figura 49).



**Figura 49.** Muestras de tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintadas con índigo (de izquierda a derecha): estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 7 horas (lavada y sin lavar); estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 12 horas (lavada y sin lavar); estampada con la Pasta de Estampación 1 e incubada 24 horas (lavada y sin lavar). (Fuente: **Propia**).

Como conclusiones a este apartado 1.4.1. *PRIMERAS PRUEBAS* se decidió descartar los siguientes tejidos, para los próximos experimentos, por determinar su no contenido en pigmento índigo:

- Tejido vaquero comercial oscuro
- Tejido vaquero comercial azul
- Pantalón vaquero azul
- Tejido vaquero comercial azul marino

Por lo tanto, se continuaron las pruebas únicamente con los tejidos tintados con índigo en el presente proyecto:

- Tejido de calada 100% algodón tintado con índigo
- Tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintado con índigo

Como se ha visto y descrito en las Figuras 48 y 49, aunque existe degradación del pigmento por parte de la PASTA DE ESTAMPACIÓN 1, no se produce con la intensidad requerida, por lo que, se llegó a la conclusión de que podía deberse a un lavado insuficiente de los tejidos tras su tintura ocasionando dos inconvenientes:

- Presencia de una cantidad de índigo demasiado elevada para la actuación de la PASTA DE ESTAMPACIÓN 1, produciéndose una  **saturación de la enzima y el hidrosulfito con el sustrato (índigo), y/o**
- **re deposición de este exceso de tinte no unido a la fibra** ni eliminado en el lavado tras la tintura de la misma, sobre las zonas degradadas por la pasta al llevar a cabo el lavado de eliminación de espesantes después de la estampación e incubación del tejido.

De esta forma, los tejidos sometidos al resto de pruebas de estampación fueron lavados tras la tintura utilizando el MÉTODO 2.

#### 5.4.2. SEGUNDAS PRUEBAS

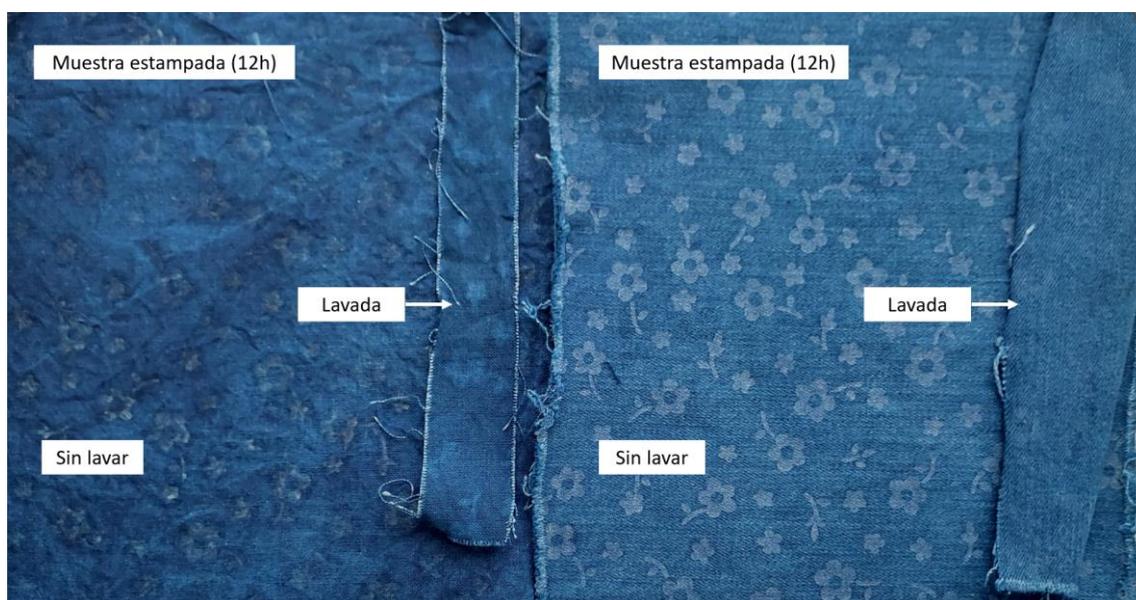
En vista de los resultados obtenidos en las PRIMERAS PRUEBAS, se produjeron, en este apartado, tres tipos de pastas de estampación sucediéndose una tras otra, en función de los resultados:

##### ➤ PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.1.

Como se expuso anteriormente, la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.1. fue igualmente diseñada que la PASTA DE ESTAMPACIÓN 1, sin embargo, en este caso, los tejidos estampados fueron únicamente, aquellos tintados con índigo y, previamente a la estampación, estos fueron lavados según el MÉTODO 2, que incluye un ciclo de lavado más largo e intenso, con el fin de eliminar de forma más eficaz restos de tinte índigo que puedan interferir en la decoloración enzimática.

Además, las muestras ensayadas fueron incubadas únicamente durante 12 horas, ya que, se observó en las PRIMERAS PRUEBAS que este tiempo fue suficiente para la aparición de signos de degradado.

Como se puede observar en la Figura 50, para la obtención de los resultados buscados, tampoco fueron suficientes las acciones descritas anteriormente. Se volvieron a obtener únicamente, ligeros signos de degradado (Figura 50; Izquierda) o casi nulos (Figura 50; Derecha).



**Figura 50.** (Izquierda) Muestras de tejido 100% algodón tintadas con índigo, estampadas con la Pasta de Estampación 2.1. e incubadas 12 horas (lavada y sin lavar). (Derecha) Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintadas con índigo, estampadas con la Pasta de Estampación 2.1. e incubadas 12 horas (lavada y sin lavar). (Fuente: **Propia**)

De esta forma, se descartó la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.1. y se propuso otra fórmula: PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2.

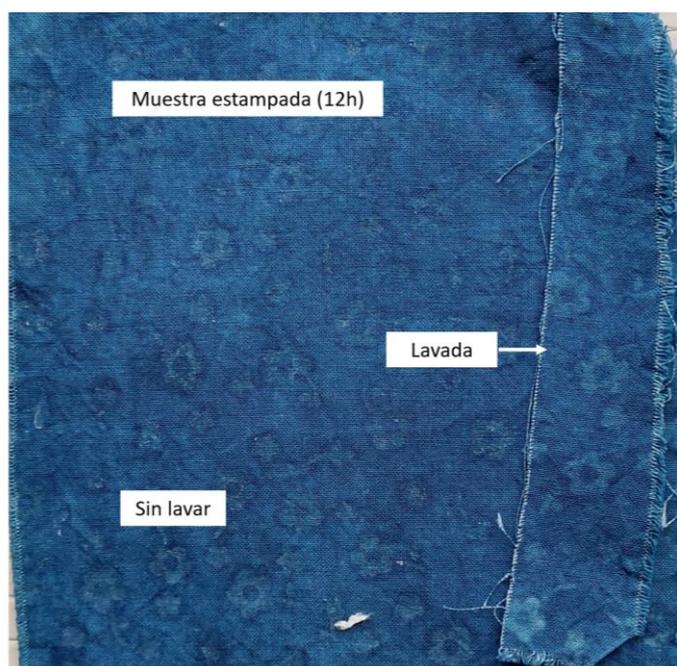
Los experimentos continuaron realizándose sobre ambos tejidos tintados con índigo.

### ➤ PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2.

---

En la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2. se redujo la cantidad de enzima, manteniendo constantes las concentraciones del resto de compuestos.

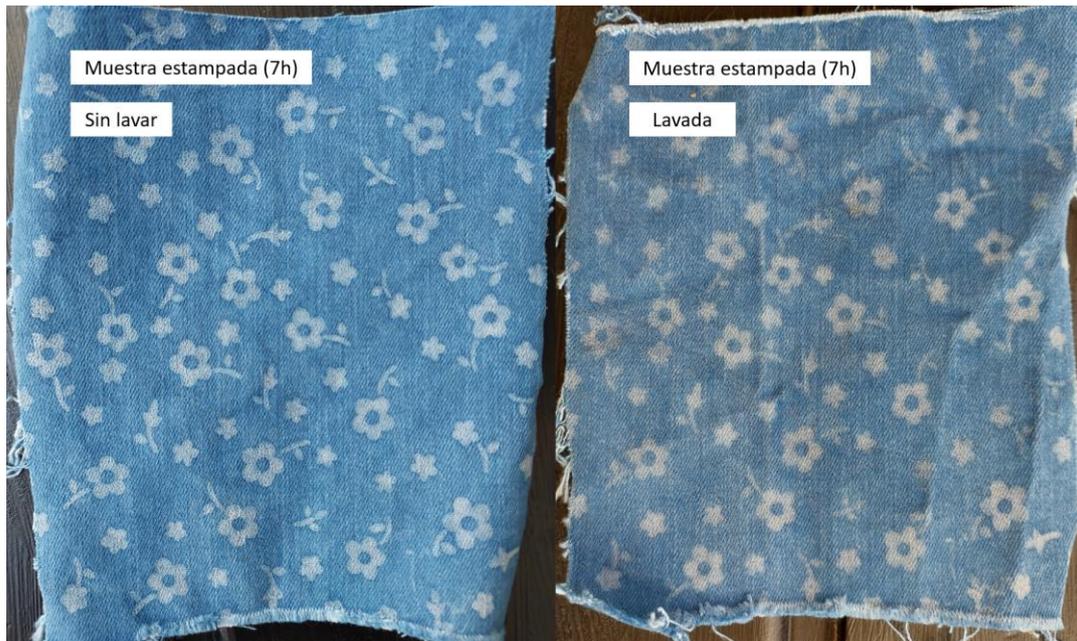
Para los tejidos de algodón 100%, esta pasta tampoco resultó especialmente efectiva (Figura 51).



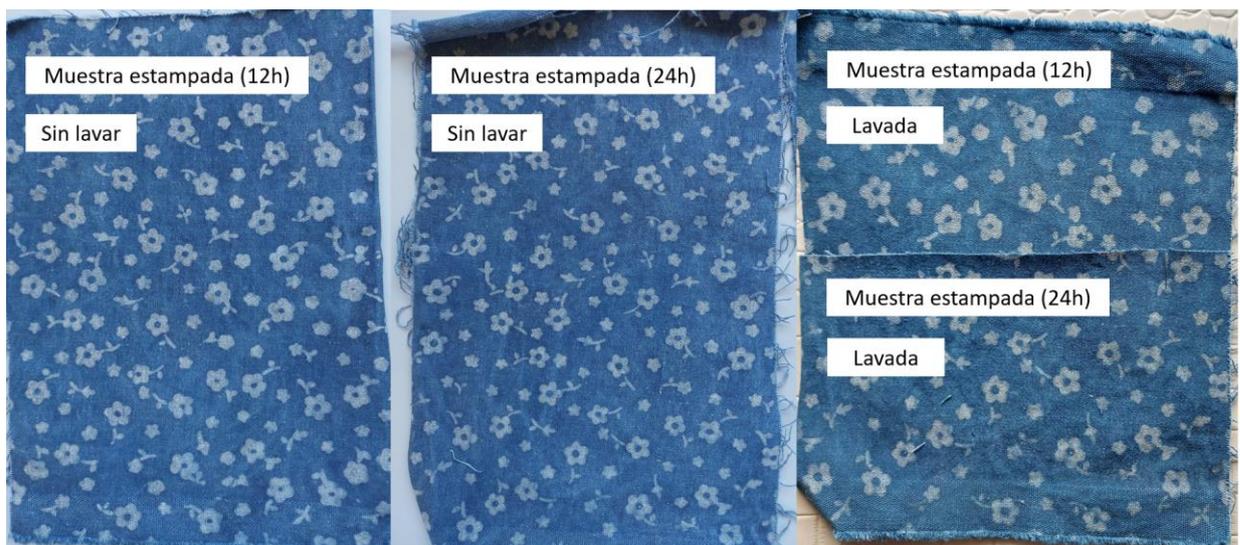
**Figura 51.** Muestra de tejido 100% algodón tintado con índigo, estampada con la Pasta de Estampación 2.2. e incubada 12 horas (lavada y sin lavar). (Fuente: **Propia**)

Por el contrario, en los tejidos de algodón/elastano se consiguieron los resultados buscados en esta investigación. Las muestras estampadas con la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2. mostraron destacables signos de degradación tras ser incubadas, y estos se mantuvieron después del lavado de las mismas. (Figuras 52 y 53)

Se destaca, no obstante, una menor intensidad en el degradado con la incubación de los tejidos durante 7 horas (Figura 52), al contrario que las muestras incubadas durante 12 y 24 horas (Figura 53), lo que también puede ser debido al color azul más claro que se obtuvo (en la tintura) para las muestras incubadas durante 7 horas, dando lugar por lo tanto, a este menor contraste visual.



**Figura 52.** Muestra de tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintada con índigo, estampada con la Pasta de Estampación 2.2. e incubada 7 horas: (Izquierda) Sin lavar; (Derecha) Lavada. (Fuente: **Propia**)



**Figura 53.** Muestras de tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintadas con índigo, estampadas con la Pasta de Estampación 2.2. e incubadas (Izquierda) 12 horas: sin lavar y (Centro) 24 horas: sin lavar. (Derecha) (Arriba) Muestra Izquierda lavada. (Abajo) Muestra Centro lavada (Fuente: **Propia**)

Con estos resultados, se pudo determinar la posibilidad de lo ocurrido:

Como es sabido, las enzimas lacasas catalizan la oxidación de substratos orgánicos o inorgánicos. Al añadir elevadas cantidades de la misma (PASTA DE ESTAMPACIÓN 1 Y PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.1.) se producen reacciones opuestas entre le enzima y el hidrosulfito de sodio, afectando a la efectividad de la pasta.

Es decir, mientras que el hidrosulfito de sodio actúa reduciendo el índigo para promover su solubilidad en la pasta depositada sobre el tejido, facilitando así su disponibilidad para la degradación con la enzima lacasa, elevadas cantidades de esta última oxidan la mezcla impidiendo al hidrosulfito efectuar su cometido.

De esta forma, con la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2. se logra que el hidrosulfito mantenga reducida la pasta de estampación y reduzca el índigo al contacto con el mismo, siendo este finalmente degradado por la enzima lacasa, capaz de realizar únicamente esta acción, sin afectar negativamente al resto del proceso.

No obstante, antes de confirmar lo descrito anteriormente, se quiso formular una serie de pastas de estampación, entre las que se encuentran las pastas control.

Además, se prescindió de la realización de las siguientes pruebas utilizando los tejidos 100% algodón, por los resultados ofrecidos en estas últimas. Así que, se continuó únicamente, con muestras 98% algodón/2% elastano.

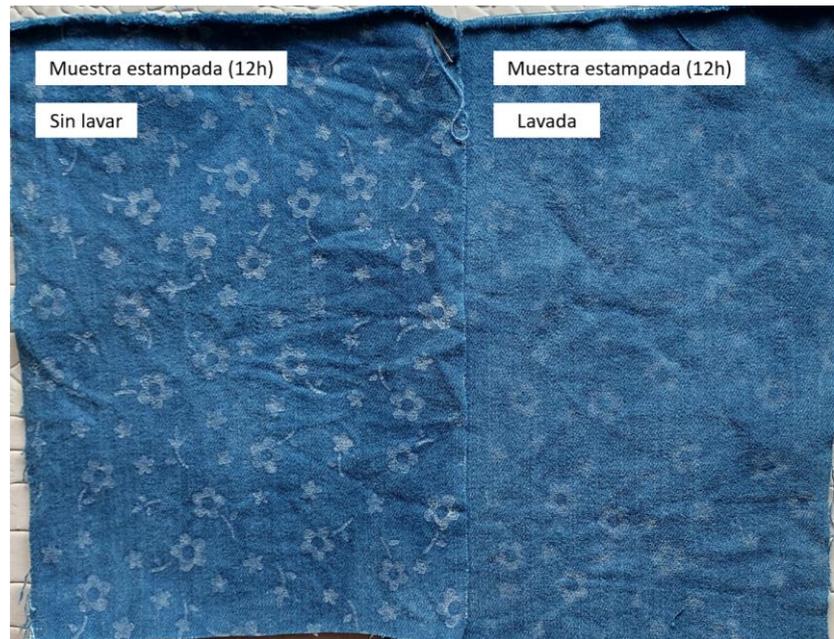
### ➤ **PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.3. (ACETATO)**

---

Antes de las pastas control, se propuso la producción de una pasta de estampación en la que se cambió el tampón citrato (pH 5), utilizado hasta el momento, por un tampón acetato (pH 4,7), debido a que, según lo conocido sobre las estructuras químicas de los compuestos utilizados, se propuso que la ineficiencia de las pastas de estampación 1 y 2.1., podía incluso deberse a una inhibición de la enzima lacasa por el trianión del citrato al formar un complejo con los cationes cobre del centro activo de este enzima.

Por lo tanto, en vez de disminuir la concentración de enzima como en la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2. se mantuvo como en las dos anteriores (PASTA DE ESTAMPACIÓN 1 Y PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2.), cambiando únicamente el tipo de tampón como ya se ha mencionado.

Como se observa en la Figura 54, se descartó que el problema ocurrido procediese de la interacción tampón citrato-enzima lacasa, confirmando en mayor medida la teoría formulada anteriormente en la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2.



**Figura 54.** Muestra de tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintada con índigo, estampada con la Pasta de Estampación Acetato e incubada 12 horas (Izquierda) Sin lavar, (Derecha) Lavada. (Fuente: **Propia**)

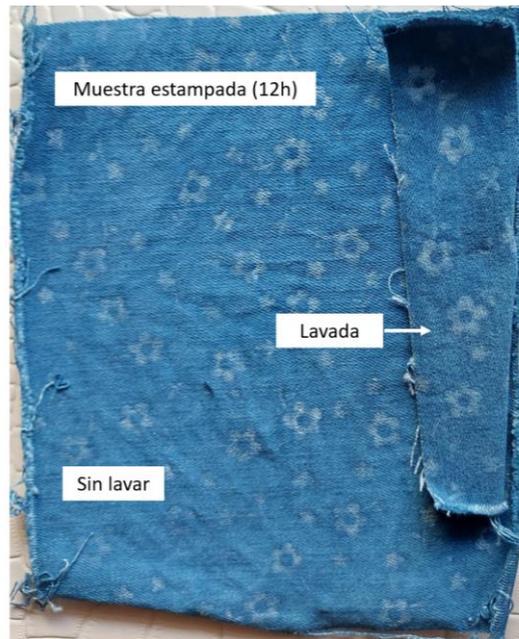
#### **5.4.3. TERCERAS PRUEBAS**

Estas pruebas se basaron en experimentos control con el fin de confirmar los resultados obtenidos en las pruebas anteriores.

##### **➤ PASTA CONTROL SIN ENZIMA**

Al realizar una pasta de estampación con las mismas concentraciones y parámetros que las anteriores pero eliminando la presencia de enzima lacasa, se obtuvo un tejido estampado en el que se observan signos de decoloración sobre el mismo (Figura 55).

Sin embargo, estos signos no resultan tan intensos como en el caso de la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2.



**Figura 55.** Muestra de tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintada con índigo, estampada con la Pasta Control sin Enzima e incubada 12 horas: Lavada y Sin lavar. (Fuente: **Propia**)

Con estos resultados, se puede decir que con la sola presencia de hidrosulfito de sodio se logra la reducción del tinte índigo y, por tanto, su separación de la fibra, sin embargo, no se produce su degradación debido a la falta de lacasa, es por ello, por lo que, parte del pigmento se vuelve a redepositar sobre el tejido tras el lavado, mostrando la escasa intensidad de decolorado al finalizar todo el proceso (Figura 55).

#### **5.4.4. CUARTAS PRUEBAS**

Al igual que en el apartado 5.4.3 TERCERAS PRUEBAS, este apartado también se basó en la producción de una pasta de estampación control, con la diferencia de que, en este caso, el elemento faltante fue el hidrosulfito de sodio y no la enzima.

##### **➤ PASTA CONTROL SIN HIDROSULFITO**

Al realizar una pasta de estampación sin hidrosulfito, la enzima produce la oxidación de toda la mezcla, lo que se aprecia en el color que adquiere la misma al poco tiempo de su producción y contacto con el aire (Figura 56).



**Figura 56.** Pasta control sin hidrosulfito de sodio. (Fuente: **Propia**)

En cuanto al resultado sobre el tejido, se observa claramente, como tras el lavado del tejido, estampado e incubado, no existe ningún signo de decoloración en el mismo (Figura 57).

Esto es debido a que no hay ningún compuesto que reduzca el colorante para poder ser degradado por la enzima, confirmando que en la técnica de estampación la enzima lacasa necesita la presencia de un mediador para conseguir efectuar su acción de degradado.



**Figura 57.** Muestra de tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintada con índigo, estampada con la Pasta Control sin Hidrosulfito e incubada 12 horas: Lavada y Sin lavar. (Fuente: **Propia**)

- ❖ La última prueba realizada y expuesta a continuación, se propuso con el fin de investigar hasta qué punto afecta el pH final a la enzima lacasa, y por consecuencia, a la pasta de estampación:

#### 5.4.5. QUINTAS PRUEBAS

Es bien sabido que, durante todo el proyecto, se ha procurado mantener un pH ácido entre 4 y 6, con el fin de optimizar el funcionamiento de la enzima lacasa. Sin embargo, resultó interesante comprobar si realmente es este un factor determinante en la actuación de dicha enzima en la pasta de estampación formulada. Para ello, se diseñaron pruebas con la misma en pH básico:

##### ➤ PASTA DE ESTAMPACIÓN BORATO

Esta pasta de estampación se formuló con los mismos parámetros que la PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2., es decir, la que, hasta ahora, había mostrado resultados óptimos. Sin embargo, en vez de utilizar la solución reguladora o tampón de citrato con pH 5, presente en casi todas las pastas anteriores, se adicionó un tampón borato de pH 8,97.

El resultado fue una muestra de tejido estampada con una pasta que ofreció pequeños signos de decoloración (debido probablemente, al hidrosulfito), pero donde la enzima lacasa se encontraba totalmente desactivada. (Figura 58)



**Figura 58.** Muestra de tejido de calada 98% algodón/2% elastano tintada con índigo, estampada con la Pasta de Estampación Borato e incubada 12 horas: Lavada. (Fuente: **Propia**)

De esta forma, se pudo confirmar la importancia del factor pH para el funcionamiento de la enzima lacasa.

## 5.5. RESISTENCIA A LA TRACCIÓN Y ALARGAMIENTO A LA ROTURA

Cuando los tejidos son sometidos a distintos tratamientos de tintura, acabados, mercerizados etc., sus propiedades físicas pueden verse modificadas tanto positiva como negativamente. Una de las propiedades más importantes para la mayoría de los tejidos son la resistencia a la tracción y el alargamiento a la rotura.

En este proyecto, se consideró la necesidad de comprobar si los experimentos de degradación de tejido con la pasta de estampación considerada óptima (PASTA DE ESTAMPACIÓN 2.2.), afectaban a las propiedades mencionadas. Por ello, fueron sometidos a la norma correspondiente, ya mencionada y explicada en el apartado 4.3.1. *RESISTENCIA A LA TRACCIÓN Y ALARGAMIENTO A LA ROTURA*, dentro de los *Métodos* utilizados en el proyecto.

En la Tabla de Abreviaturas (Tabla 17) se representan los parámetros medidos sobre los tejidos, y señalados en negrita los que fueron analizados.

TABLA DE ABREVIATURAS		
Abreviatura	Significado y unidades	Definición
<b>FH</b>	<b>Fuerza máxima (N)</b>	Fuerza máxima registrada en el momento en el que la probeta se rompe. <b>(Resistencia a la tracción)</b>
FB	Fuerza de rotura (N)	Fuerza registrada en el punto de rotura de una probeta.
<b><math>\epsilon</math>H</b>	<b>Alargamiento a la fuerza máxima (%)</b>	<b>Alargamiento de la probeta hasta su rotura</b>
$\epsilon$ B	Alargamiento en la rotura (%)	Alargamiento de la probeta correspondiente a la fuerza de rotura.

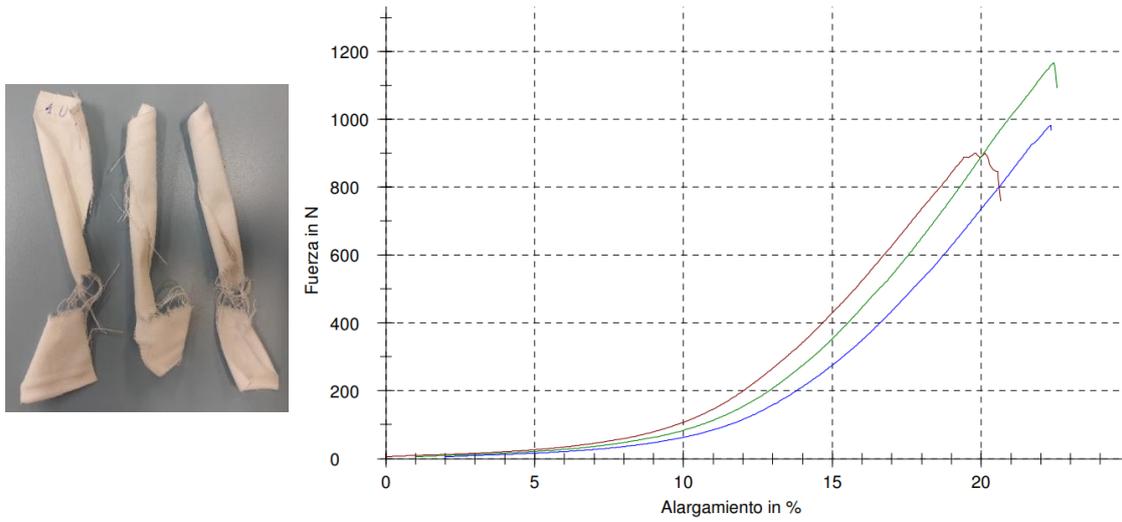
**Tabla 17.** Parámetros medidos sobre los tejidos, su abreviatura, significado, unidades y definición.  
(Fuente: *UNE-EN ISO 13934-1*)

### ➤ URDIMBRE

A continuación, se exponen los resultados obtenidos para las distintas muestras de tejido 98% algodón/2% elastano ensayadas en sentido urdimbre.

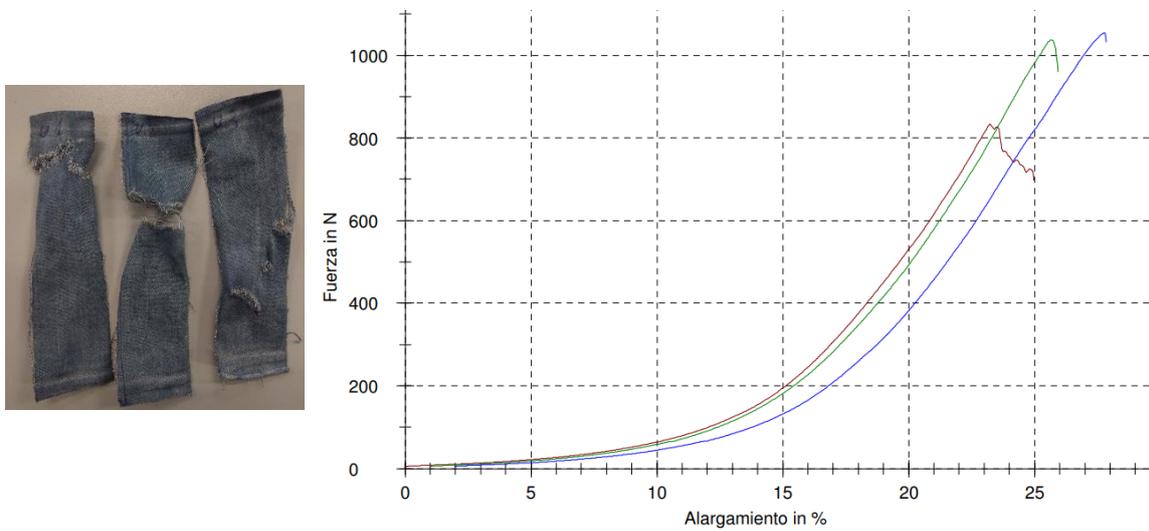
En primer lugar, se muestran los gráficos Fuerza-Alargamiento de las muestras mencionadas (Gráfica 1, 2 y 3) y, posteriormente, una tabla recopilatoria de datos extraídos de dichos gráficos.

- **TEJIDO BLANCO DESCRUDADO (98% algodón/2% elastano) (Gráfica 1):**



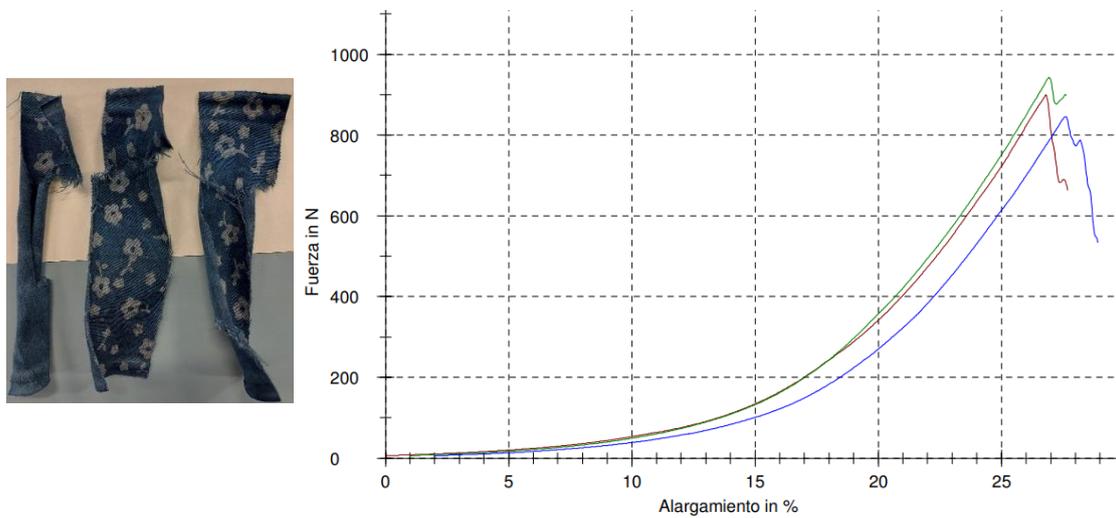
**Gráfica 1.** Gráfico Serie Fuerza-Alargamiento (Urdimbre): Muestras de Tejido blanco descrudado 98% algodón/2% elastano. (Fuente: **Propia**)

- **TEJIDO TINTADO CON ÍNDIGO (98% algodón/2% elastano) (Gráfica 2):**



**Gráfica 2.** Gráfico Serie Fuerza-Alargamiento (Urdimbre): Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo. (Fuente: **Propia**)

- **TEJIDO TINTADO CON ÍNDIGO Y ESTAMPADO (98% algodón/2% elastano)** (Gráfica 3):



**Gráfica 3.** Gráfico Serie Fuerza-Alargamiento (Urdimbre): Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo y estampado. (Fuente: **Propia**)

Los resultados que se expresan a continuación (Tabla 18), extraídos de las gráficas anteriores, son la media aritmética de las tres muestras correspondientes a cada tipo de tejido:

$$\bar{x} = \frac{x_1+x_2+x_3}{3}$$

TEJIDO	PARÁMETRO	RESULTADO ( $\bar{x}$ )
Tejido blanco descrudado 98% algodón/2% elastano	FH	1016,08 N
	FB	939,56 N
	$\epsilon$ H	20,52%
	$\epsilon$ B	20,85%
Tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	FH	975,01 N
	FB	896,67 N
	$\epsilon$ H	24,56%
	$\epsilon$ B	25,25%
Tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo y estampado	FH	896,17 N
	FB	698,88 N
	$\epsilon$ H	26,11%
	$\epsilon$ B	27,08%

**Tabla 18.** Resultados Gráficos Serie Fuerza-Alargamiento (Urdimbre). (Fuente: **Propia**)

Como se puede observar, los valores del parámetro **Resistencia a la Tracción (FH)** son muy similares entre los tres tipos de tejidos, observando una disminución desde 1016-975 N a 896 N al someter a tracción a los tejidos decolorados mediante estampación: los distintos y sucesivos tratamientos a los que han sido sometidos estos tejidos: tinturas, estampados, lavados, secados..., podrían explicar esta pequeña disminución de FH. No obstante, se trata de una

diferencia entre valores muy pequeña, lo que corrobora el hecho de no haber utilizado en el proyecto otras enzimas como la celulasa, capaz de dañar a las fibras de algodón para conseguir el mismo objetivo que en este proyecto se ha pretendido.

A su vez, el **Alargamiento a la rotura ( $\epsilon_H$ )** aumenta sucesivamente, lo que también podría explicarse con lo dicho anteriormente, ya que, los sucesivos lavados en las muestras tratadas son capaces de eliminar restos en los tejidos crudos, permitiendo su mayor estirado antes de la rotura.

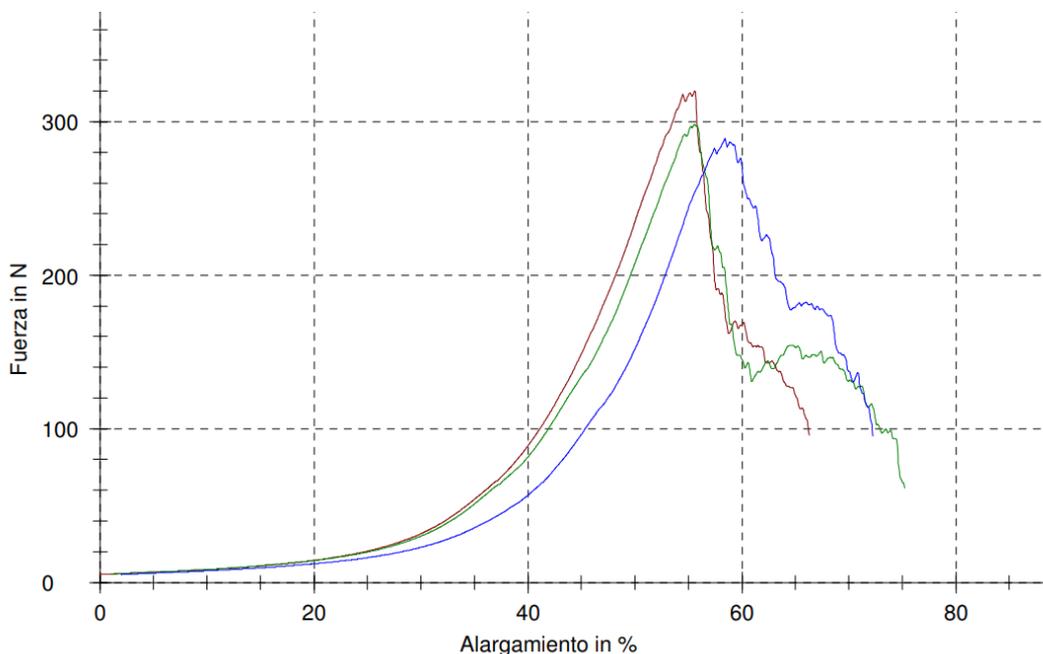
De esta forma, se puede decir que con la enzima lacasa, se consiguen los resultados visuales esperados, sin alterar las propiedades de los tejidos 98% algodón/2% elastano en el sentido de la urdimbre.

## ➤ TRAMA

---

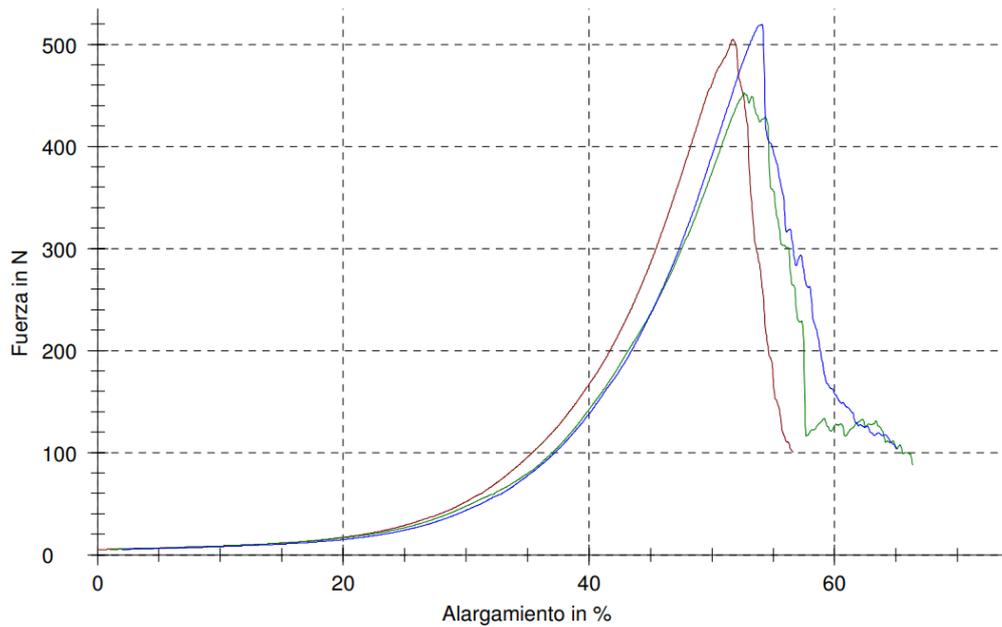
A continuación, se exponen los resultados obtenidos para las muestras de tejido ensayadas en sentido trama. De la misma forma que en el caso anterior, en primer lugar, se muestran los Gráficos Serie Fuerza-Alargamiento de cada tipo de tejido (Gráfica 4, 5 y 6) y, posteriormente, la tabla resumen de los resultados obtenidos de dichos gráficos para cada parámetro de interés (Tabla 19).

- **TEJIDO BLANCO DESCRUDADO (98% algodón/2% elastano)** (Gráfica 4):



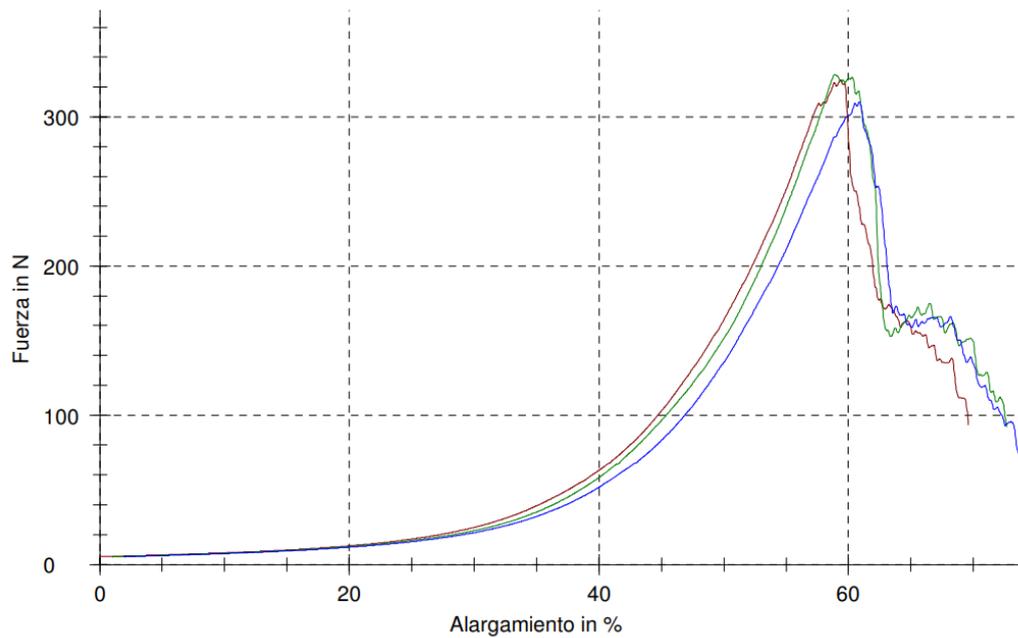
**Gráfica 4.** Gráfico Serie Fuerza-Alargamiento (Trama): Muestras de Tejido blanco descruado 98% algodón/2% elastano. (Fuente: **Propia**)

- **TEJIDO TINTADO CON ÍNDIGO (98% algodón/2% elastano)** (Gráfica 5):



**Gráfica 5.** Gráfico Serie Fuerza-Alargamiento (Trama): Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo. (Fuente: **Propia**)

- **TEJIDO TINTADO CON ÍNDIGO Y ESTAMPADO (98% algodón/2% elastano)** (Gráfica 6):



**Gráfica 6.** Gráfico Serie Fuerza-Alargamiento (Trama): Muestras de tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo y estampado. (Fuente: **Propia**)

TEJIDO	PARÁMETRO	RESULTADO ( $\bar{x}$ )
Tejido blanco descrudado 98% algodón/2% elastano	FH	302,53 N
	FB	84,18 N
	$\epsilon H$	55,51%
	$\epsilon B$	70,22%
Tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo	FH	492,33 N
	FB	97,37 N
	$\epsilon H$	51,82%
	$\epsilon B$	61,67%
Tejido 98% algodón/2% elastano tintado con índigo y estampado	FH	321,11
	FB	86,66
	$\epsilon H$	58,70%
	$\epsilon B$	70,97%

Tabla 19. Resultados Gráficos Serie Fuerza-Alargamiento (Trama). (Fuente: Propia)

En primer lugar, cabe resaltar las diferencias respecto a los valores de los parámetros entre urdimbre (Tabla 18) y trama (Tabla 19), lo que se debe a la orientación del elastano en el sentido de la primera, permitiendo mayor resistencia a la tracción.

Dentro de la trama, respecto a FH, es importante destacar la poca diferencia que existe entre las muestras de tejido blanco y las muestras tintadas y estampadas, mostrando de nuevo el escaso efecto que tuvo la pasta de estampación elaborada, sobre las propiedades físicas de los tejidos.

## 6. CONCLUSIONES

En este proyecto, se propuso llevar a cabo el **decolorado de tejidos vaqueros teñidos con índigo mediante la utilización de la enzima lacasa**, y a la vez, dada la característica de sostenibilidad que se pretendía alcanzar, **cumplir con una serie de Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS)**. Para ello, se plantearon tanto experimentos a realizar en lavadora doméstica, como por agotamiento y estampación con rasqueta.

**Las pruebas propuestas en lavadora no dieron ningún signo de degradado**, debido al constante recambio de agua que se produce en este equipo y que modifica tanto pH, como concentraciones de lacasa y otros productos mediadores. Sin embargo, **gracias a las pruebas realizadas por agotamiento, se pudo comprobar la eficacia de la enzima lacasa en la degradación de índigo**.

Finalmente, y donde reside la novedad del proyecto, **se logró llevar a cabo la degradación de índigo localizada mediante la técnica de estampación** de diseños con rasqueta, permitiendo ahorrar en recursos como el agua y evitando la descarga de efluentes. **Se demuestra la eficacia de la enzima lacasa en esta tecnología con una concentración de 2 g/Kg**.

Cabe destacar que, con este proyecto, **se ha logrado inmiscuir a la biotecnología en el ámbito de la ingeniería textil**, permitiendo desarrollar un proceso sostenible que ofrece otra oportunidad de actuación de las enzimas como catalizadores biológicos, concretamente, en la tecnología de la estampación, **mostrando la eficacia de la enzima lacasa**.

Por lo tanto, **el presente proyecto de investigación está alineado con los ODS** adoptados por la Organización de las Naciones Unidas (ONU) en el marco de la agenda 2030, basados en la investigación y desarrollo de nuevos procesos biotecnológicos, dentro del ámbito de las enzimas, con el fin de ofrecer al *denim* un efecto envejecido. De esta forma, el alcance del proyecto permite abordar los objetivos siguientes:

- **ODS-6: Agua limpia y saneamiento.**
- **ODS-12: Producción y consumo responsable.**
- **ODS-13: Acción por el clima.**

## 7. FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN

Como posibles líneas de investigación a desarrollar en un futuro, se proponen las siguientes:

- Mejoras de la pasta de estampación desarrollada en este proyecto, ofreciendo mayor protagonismo a las enzimas.
- Investigación sobre la utilización de otras enzimas diferentes a la lacasa o en conjunto con ella, procurando siempre que salvaguarden las propiedades del tejido.
- La investigación de otros mediadores compatibles con la enzima lacasa y de mayor sostenibilidad para conseguir una mezcla completamente respetuosa con el medioambiente.
- Aplicación de las técnicas expuestas en este proyecto sobre otros tejidos, colorantes y pigmentos, con el fin de ampliar el campo de utilización de enzimas en el sector textil.
- Además, se proponen otras tecnologías sostenibles con las que conseguir un degradado enzimático sobre tejido tintado con índigo, como es la tecnología de acabados basada en nanoburbujas que actúan como vehículo para transportar la cantidad justa de productos químicos a la prenda, con una cantidad mínima de agua y cero vertidos.
- La posibilidad de encapsulación de enzimas y deposición sobre textil para conseguir un degradado controlado en el tiempo antes de su comercialización.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

Por orden alfabético:

- Abdul, M.M. (Noviembre, 2013). Revolution Biotechnology in Finishing Sector of Textile. FIBRE2FASHION.COM. [https://www.fibre2fashion.com/industry-article/7175/revolution-biotechnology-in-finishing-sector-of-textile#:~:text=Among%20the%20report's%20findings%20\\*%20Biotechnology,through%20the%20use%20of%20biotechnology](https://www.fibre2fashion.com/industry-article/7175/revolution-biotechnology-in-finishing-sector-of-textile#:~:text=Among%20the%20report's%20findings%20*%20Biotechnology,through%20the%20use%20of%20biotechnology) [Consultado: Abril de 2022]
- Ahmad, S.; Ashraf, M.; Abid, S.; Jabbar, M.; Shafiq, F. y Siddique, A. (2022) Recent Developments in Laser Fading of Denim: A Critical Review. *Journal of Natural Fibers*, DOI: [10.1080/15440478.2022.2029793](https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2029793) [Consultado: Abril de 2022]
- Colomera, A y Kuilderd, H. (2015). Biotechnological washing of denim jeans. *Denim: Manufacture, Finishing and Applications*, 12. 375 – 403. Doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-843-6.00012-3> [Consultado: Abril de 2022]
- Demir, F. (2021). Denim Garment Treatments. *Textile in Life*. <https://texinlife.com/denim-garment-treatments/> [Consultado: Abril de 2022]
- DENIM PART 3: THE FINISHING PROCESS. (2018). *The Factory* 8. <https://thefactory8.com/denim-part-3-finishing-process/> [Consultado: de 2022]
- Fu, J.; Nyanhongo, G.S.; Gübitz, G.; Cavaco-Paulo, A. y Kim, S. (2012). Enzymatic colouration with laccase and peroxidases: Recent progress. *Biocatalysis and Biotransformation*, 30(1). 125 – 140. DOI: <https://doi.org/10.3109/10242422.2012.649563> [Consultado: Abril de 2022]
- Heikinheimo, L.; Buchert, J.; Miettinen, A. y Suominen, P. (2000). Treating Denim Fabrics with *Trichoderma Reesei* Cellulases. *Textile Research Journal*, 70(11). 969 – 973. DOI: <https://doi.org/10.1177/004051750007001106> [Consultado: Mayo de 2022]
- Jahan, T. y Khan, J. (2022). Impact of Stone Enzyme Wash and Acid Wash Based on Denim Garments. *Journal of Textile Science and Technology*, 8(1). DOI: [10.4236/jtst.2022.81005](https://doi.org/10.4236/jtst.2022.81005) [Consultado: Mayo de 2022]
- Kan, C.W. (2015). Washing techniques for denim jeans. *Denim: Manufacture, Finishing and Applications*, 11. 313 – 356. Doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-843-6.00011-1> [Consultado: Abril de 2022]
- Kiron, M.I. (Agosto, 2021). Stone Washing Process of Denim Fabric. *Textile Learner*. <https://textilelearner.net/denim-stone-washing/> [Consultado: Abril de 2022]
- López, A. (2012). ¿Cómo se les da un aspecto desgastado a los pantalones vaqueros? *Blog 20minutos*. <https://blogs.20minutos.es/yaestaellistoquetodolosabe/como-se-le-da-un-aspecto-desgastado-a-los-pantalones-tejanos/> [Consultado: Mayo de 2022]
- Madhu, A. y Chakraborty, J.N. (2017). Developments in application of enzymes for textile processing. *Journal of Cleaner Production*, 145. 114 – 133. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.01.013> [Consultado: Mayo de 2022]
- Maryan, A.S. y Montazer, M. (2013). A cleaner production of denim garment using one step treatment with amylase/cellulase/laccase. *Journal of Cleaner Production*, 57. 320 – 326. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.05.041> [Consultado: Mayo de 2022]

- McDevitt, J.P. y McDevitt, L.W. (2017). METHOD AND KIT FOR ACCELERATED AGING OF DENIM GARMENTS. (US/ N.º 20170159235). Estados Unidos de América. <https://patentscope.wipo.int/search/es/detail.jsf?docId=US201396807& cid=P21-L305AX-55445-1> [Consultado: Mayo de 2022]
- Mondal, M.I.H., Khan, M.M.R. (2014) Characterization and process optimization of indigo dyed cotton denim garments by enzymatic wash. *Fashion and Textiles* 1, 19. DOI: <https://doi.org/10.1186/s40691-014-0019-0> [Consultado: Mayo de 2022]
- Naoto, U. y Kosaku, D. (2003) REDEPOSITION OR BACKSTAIN INHIBITION DURING STONEWASHING PROCESS. (DE/Patente N.º 1290129) Oficina Europea de Patentes (OEP). <https://patentscope.wipo.int/search/es/detail.jsf?docId=EP13891587& cid=P20-L2YLJ5-40603-1> [Consultado: Mayo de 2022]
- New Cloth Market. Biotechnology in Textiles. (Febrero, 2009). *FIBRE2FASHION.COM*. <https://www.fibre2fashion.com/industry-article/3919/biotechnology-in-textiles> [Consultado: Abril de 2022]
- Parada, Raquel. (2019). Celulosa: características, estructura, funciones. Lifeder. Recuperado de <https://www.lifeder.com/celulasa/> [Consultado: Abril de 2022]
- Ping, C. (2017). DESIZING, ENZYME-WASHING AND BLEACHING INTEGRATED ONE-BATH PROCESS. (CN/ N.º 107419510). China. <https://patentscope.wipo.int/search/es/detail.jsf?docId=CN207744832& cid=P21-L3053P-53078-2> [Consultado: Mayo de 2022]
- Quandong, C.; Hao, W.; Yali, G.; Qijing, W.; Yantao, C. y Oladen. (2017). Biological enzyme desizing enzyme wash-bath process of pure cotton and cotton-containing type blended denim clothing. (CN/ N.º 104452315). China. <https://patentscope.wipo.int/search/es/detail.jsf?docId=CN132775411& cid=P20-L2YLLQ-41439-1> [Consultado: Mayo de 2022]
- Sarafpour, M.; Alihosseini, F. y Bayat, M. (2021). New Laccase-Mediated System Utilized for BioDiscoloration of Indigo-Dyed Denim Fabrics. *Research Square*. DOI: <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-905145/v1> [Consultado: Junio de 2022]
- Sarkar, J. y Rashaduzzaman, M. (Agosto, 2014). Laser Fading Technology: Facts and Opportunities. *TextileToday*. <https://www.textiletoday.com.bd/category/fashion-retail/> [Consultado: Abril de 2022]
- Srikrishnan, M.R. y Jyoshitaa, S. (2022). An Overview of Preparation, Processes for Sustainable Denim Manufacturing. In: Muthu, S.S. (eds) *Sustainable Approaches in Textiles and Fashion*. Sustainable Textiles: Production, Processing, Manufacturing & Chemistry. 119 – 131. [https://doi.org/10.1007/978-981-19-0538-4\\_5](https://doi.org/10.1007/978-981-19-0538-4_5) [Consultado: Mayo de 2022]
- Thadepalli, S., Roy, S. (2022). Implications of Sustainability on Textile Fibres and Wet Processing, Barriers in Implementation. In: Muthu, S.S. (eds) *Sustainable Approaches in Textiles and Fashion*. Sustainable Textiles: Production, Processing, Manufacturing & Chemistry. 133 – 156. DOI: [https://doi.org/10.1007/978-981-19-0538-4\\_6](https://doi.org/10.1007/978-981-19-0538-4_6) [Consultado: Mayo de 2022]
- Üstüntağ, S.; Şenyiğit, E.; Mezarciöz, S. y Türksöy, H.G. (2022) Optimization of Coating Process Conditions for Denim Fabrics by Taguchi Method and Grey Relational Analysis. *Journal of Natural Fibers*, 19(2), 685-699, DOI: 10.1080/15440478.2020. 1758866 [Consultado: Abril de 2022]

- Xinbo, Q.; Jiahua, L.; Wnbin, L. y Wantao, L. (2020). Mimic enzyme-catalyzed oxidation-based denim washing and high-efficiency decolorization composition and method. (CN/ N.º 111270509 A). Oficina Europea de Patentes (OEP). <https://www.lens.org/lens/patent/164-484-579-679-607/frontpage?l=en> [Consultado: Mayo de 2022]
- Yunhua, G. (2015). PROCESSING METHOD FOR ENABLING DENIM FABRIC TO HAVE AGEING VISUAL EFFECT. (CN/ N.º 104372599) China. <https://patentscope.wipo.int/search/es/detail.jsf?docId=CN133415425&cid=P20-L2YLLQ-41439-1> [Consultado: Mayo de 2022]
- Zongwen, W.; Ping, W.J. y Wenbo, K. (2019). Washing method of denim fabric and denim fabric. (CN/ N.º 109537261 (A)) Oficina Europea de Patentes (EPO). <https://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?II=0&ND=3&adjacent=true&FT=D&date=20190329&CC=CN&NR=109537261A&KC=A> [Consultado: Mayo de 2022]