

Análisis de la formación de nanopigmentos con extracto de achiote usado en el teñido de algodón

María Ángeles Bonet Aracil¹, Elmer Arturo Carvajal Endara¹, Eva Bou Belda¹, Fausto Edmundo Gualoto Mafla²

¹Universitat Politècnica de València, Grupo de Investigación en la Industria Textil (GITEX). Departamento de Ingeniería Textil y Papelera. Alcoy, Alicante, España.

²Universidad Técnica del Norte, FICA, Carrera de Textiles, Ibarra, Ecuador.

*Autor para correspondencia: elcaren@doctor.upv.es

Recibido: 2023/04/24

Aprobado: 2023/05/24

DOI: <https://doi.org/10.26621/ra.v1i28.891>

RESUMEN

La búsqueda de alternativas más sostenibles y menos contaminantes para la industria textil ha llevado a explorar el uso de pigmentos naturales y orgánicos para el teñido de tejidos. El objetivo de esta investigación es analizar la formación de nanopigmentos con extracto de achiote para su uso en el teñido de algodón 100 %. Los métodos científicos utilizados fueron el experimental y la observación; además, se utilizaron varias técnicas cualitativas. Para la extracción, se realizó la maceración dinámica, rotavapor y la separación con hidróxidos. Se tomó una muestra al azar de los extractos y, por conveniencia, se realizó la mezcla homogénea con la nanoarcilla, donde se obtuvieron los nanopigmentos mediante un proceso de síntesis, en el cual se utilizó arcilla hidratada de Trimethyl Estearil Ammonium como soporte y se insertaron moléculas orgánicas de achiote. Posteriormente, se procedió a tinturar varias muestras de algodón mediante receta prevista, para después realizar el lavado. Los nanopigmentos obtenidos se caracterizaron mediante diversas técnicas, como microscopio electrónico de barrido (MEB o SEM). Con el espectrofotómetro se evaluó la solidez del color al lavado y mediante la calculadora Cie94 se obtuvo el Delta-E. Entre los hallazgos SEM de la muestra Co_9 Trimethyl + P, esta obtuvo una valoración de (2) = presencia de nanopigmento (NP), con un color anaranjado rojizo ladrillo con ($\Delta E = 58.61$). Lo contrario sucede con la muestra Co_5 Trimethyl + R, que se valora como (1) = reducida presencia nanocolorante NC, con un color amarillento pálido muy débil ($\Delta E = 3.46$). Se evaluó la solidez del colorante y se valoró el frote en seco y húmedo con la escala de grises. Asimismo, el rendimiento promedio de pigmento es del 9.09% y de colorante es del 9%. Se obtuvieron resultados en términos de solidez 1 y cambio de color 5 en los tejidos teñidos con pigmento sólido, en contraste con la baja solidez en los tejidos con colorante líquido. Por ello, se concluye que los nanopigmentos de achiote obtenidos son una alternativa viable y sostenible para el teñido de textiles y su aplicación en la industria textil.

Palabras clave: nanopigmento, nanoarcilla, achiote, extracción, solidez, espectrofotómetro, Delta-E.

ABSTRACT

The search for more sustainable and less polluting alternatives for the textile industry has led to exploring the use of natural and organic pigments for dyeing fabrics. The objective of this research is to analyze the formation of nano pigments with annatto extract for use in 100 % cotton dyeing. The scientific methods used were experimental and observation; in addition, several qualitative techniques are used. For the extraction, dynamic maceration, rotavapor, and separation with hydroxides were performed. A random sample of the extracts was taken and, for convenience, the homogeneous mixture was made with the nano clay, where the nano pigments were obtained through a synthesis process in which hydrated clay of Trimethyl Stearyl Ammonium was used as a support and organic annatto molecules were inserted. Subsequently, several cotton samples were dyed using a recipe, and then washed. The nano pigments obtained were characterized by various techniques, such as scanning electron microscope (MEB or SEM). The color fastness to washing was evaluated with the spectrophotometer and the Delta-E was obtained using the Cie94 calculator. Among the SEM findings of the sample Co_9 Trimethyl + P, it has a titration (2) = presence of Nanopigment (NP), with a reddish-orange brick color with ($\Delta E = 58.61$). The opposite is true for the sample Co_5 Trimethyl + R, which is valued as (1) = reduced presence of Nanodye NC, and has a very weak pale yellowish color ($\Delta E = 3.46$). The solidity of the dye was evaluated and the dry and wet rubbing was also valued with the scale of grays. Likewise, the average pigment yield is 9.09 % and the dye is 9 %, obtaining results in terms of solidity 1 and color change 5 in fabrics dyed with solid pigment, in contrast to the low fastness in fabrics with a liquid dye. Therefore, it is concluded that the annatto nano pigments obtained are a viable and sustainable alternative for textile dyeing and its application in the textile industry.

Keywords: nanopigment, nanoclay, achiote, extraction, solidity, spectrophotometer, Delta-E.

María Ángeles Bonet Aracil  orcid.org/0000-0002-8743-560X

Elmer Arturo Carvajal Endara  orcid.org/0000-0002-0513-4580

Eva Bou Belda  orcid.org/0000-0003-1461-9296

Fausto Edmundo Gualoto Mafla  orcid.org/0000-0002-2497-5270



INTRODUCCIÓN

La mauveína de Perkin fue el primer colorante industrial generado de forma sintética, el cual proporcionaba tejidos luminosos y coloreados. Sin embargo, la mauveína o anilina no es resistente a los ácidos y los álcalis (König, 2003). Se conoce, en la actualidad, que muchos de los colorantes sintéticos tienen efectos cancerígenos, producen alergias y otros daños en la piel; se espera que sean remplazados por colorantes naturales, exentos de certificación, que no tienen efectos dañinos sobre la salud de los seres humanos (FDA, 2001; Sahaza, 2001, citado en Devia y Saldarriaga, 2003) se seleccionan los parámetros necesarios para el diseño de Anatto. En este sentido, el achiote (*Bixa orellana*) es una planta ampliamente utilizada en la industria alimentaria como colorante natural; sin embargo, la baja solubilidad de sus componentes activos en agua y solventes orgánicos limita su uso en el teñido de tejidos. En este contexto, se plantea la formación de nanopigmentos de achiote como una alternativa para superar estas limitaciones. Para ello, se considera que en la rama de los nanominerales se encuentran las nanoarcillas, que, según Lvov y Price (2006) y Merck (2018), son nanopartículas de silicatos minerales en capas; en función de su composición química y morfología, las nanoarcillas se organizan en varias clases, como montmorillonita, bentonita, caolinita, hectorita y halloysita, tienen alta capacidad de intercambio catiónico y permiten la formación molecular de nanopigmento, producido por el enlace atómico con un compuesto orgánico. Los nanocompuestos, en cambio, son materiales mezclados por dos o más componentes, donde “el material en mayor porcentaje se denomina matriz y al de menor porcentaje carga, los cuales se combinan en tamaño nanométrico” (Hernández et al., 2017, p. 17) utilizando el análisis del elemento finito (FEM. En tanto que los nanopigmentos son materiales resultantes de la mezcla controlada de colorantes orgánicos con nanoarcillas, los colorantes se solubilizan formando los nanopigmentos (Micó-Vicent et al., 2010); de igual manera, para Marchante (2012) en especial en el desarrollo de los nanomateriales. Los nanomateriales tienen dimensiones en el rango entre uno y cientos de nanómetros, y con un mayor tamaño de partícula poseen propiedades diferentes de las propiedades del mismo material cuando se encuentra a nivel micro o macroscópico. Un grupo muy importante de estos nuevos nanomateriales son las organo-arcillas, que consisten en nanopartículas de arcilla modificadas con moléculas orgánicas. Por lo general, se obtienen a partir de nanopartículas de arcillas laminares (en especial filosilicatos del grupo de las esmectitas, los nanopigmentos se obtienen a través del intercambio iónico entre los iones de las nanopartículas de arcillas y las moléculas ionizables de colorantes orgánicos.

Micó-Vicent et al. (2017) mencionan que, en su investigación, utilizaron un tensoactivo, agente de acoplamiento (silano) y alumbre, combinados con tres colorantes naturales y mezclados con montmorillonita e hidrotalcita; como resultado, obtuvieron nanopigmentos híbridos naturales. Devia y Saldarriaga (2003) se seleccionan los parámetros necesarios para el diseño de Anatto señalan que los pigmentos de achiote natural contienen carotenoides en una proporción entre 1.21 a 2.30 g ; estos “confieren el color y pueden interactuar con las nanoarcillas para mejorar la estabilidad térmica, el rendimiento del color y la estabilidad a la exposición a la luz UV-VIS de tintes naturales y bioresinas” (p. 10). Las semillas de achiote contienen bixina, que es el pigmento preponderante; es un diapo-carotenoide, su fórmula empírica es (C₂₅H₃₀O₄), tiene una configuración CIS y es soluble en solventes orgánicos (Rodrigues et al., 2013). La bixina es el principal pigmento presente en el arilo de semillas de achiote, el cual puede variar de naranja a color oscuro (Pineda, 2015).

Por lo descrito con anterioridad, el mismo proceso se puede realizar con el achiote por la cantidad significativa de carotenoides que contiene. Así, se identifica que la nanoarcilla más comúnmente utilizada es el Trimetil Stearyl Ammonium (TSA) o montmorillonita sódica, cuya fórmula teórica y estructural, definida por Merck (2018), es la siguiente:

$$M+ y (Al_2-y Mg-y) (Si_x) O_{10} (OH)_2 \cdot nH_2O \quad \text{Ecuación 1}$$

La estructura molecular de la montmorillonita tiene la propiedad de hidratarse al impregnarse los cationes, como Na⁺, Ca⁺², Mg⁺², K⁺ (Chin, 2002, citado en Hernández et al., 2017) utilizando el análisis del elemento finito (FEM, y consiste en capas de aluminosilicatos ~ 1 nm de grosor (Apolo et al., 2009). La montmorillonita puede humedecerse hasta siete veces su peso por medio de sus cationes hidratables (Hernández et al., 2017) utilizando el análisis del elemento finito (FEM).

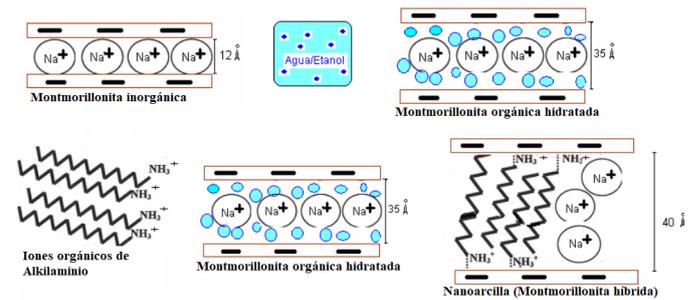


Figura 1. Proceso de intercambio de catión inorgánico por catión orgánico
Fuente: (Hernández et al., 2017, p. 10) utilizando el análisis del elemento finito (FEM)

Al visualizar la figura anterior, se deduce que el proceso de intercambio de catión inorgánico por catión orgánico sucede cuando se mezcla la montmorillonita con la bixina, que es el principio activo del achiote; este proceso permite que se forme un nanopigmento. Por tanto, la importancia de esta investigación radica en formar el nanocolorante a partir de tres mezclas diferentes en las que se utiliza el extracto de achiote, que presenta en forma líquida el color rojo, amarillo y sólido pigmento. Para ello, se toma en cuenta que la bixina es un ácido carboxílico que, al agregarle un álcali acuoso, forma sales del álcali solubles en agua, lo cual hace posible extraer fácilmente el colorante (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992, citado en Devia y Saldarriaga, 2003) se seleccionan los parámetros necesarios para el diseño de Anatto. En el laboratorio se procedió, de manera experimental, a realizar la mezcla de nanoarcillas con los extractos del achiote P,Y y R, de acuerdo con la patente de Baena et al. (2013), donde se menciona que los nanopigmentos obtenidos mediante el sistema de síntesis resultan de la inserción intracrystalina de las moléculas orgánicas dentro de la estructura inorgánica y se refiere a procesos reversibles en los que se involucra un reordenamiento atómico debido a la influencia de las nuevas interacciones. Además, el método comprende (a) la dispersión de al menos un material inorgánico en agua, y (b) la adición posterior de, al menos, un colorante orgánico solubilizado en agua, en agitación.

Así, se obtiene el nanocolorante que será utilizado en el proceso de teñido de algodón 100 % y que, posteriormente, se evaluará mediante parámetros fisicoquímicos y fitoquímicos para caracterizar los nanomateriales. Para ello, es de gran ayuda la microscopía electrónica de barrido (SEM), que, como mencionan Rasmussen et al. (2018) compared to chemicals in general. Furthermore, regulatory decisions for chemicals are usually based upon certain toxicological properties, and these effects may not be equivalent to those for nanomaterials. However, regulatory agencies lack an authoritative decision framework for nanomaterials that links the relevance of certain physico-chemical endpoints to toxicological

effects. This paper investigates various physico-chemical endpoints and available test methods that could be used to produce such a decision framework for nanomaterials. It presents an overview of regulatory relevance and methods used for testing fifteen proposed physico-chemical properties of eleven nanomaterials in the OECD Working Party on Manufactured Nanomaterials Testing Programme, complemented with methods from literature, and assesses the methods' adequacy and applications limits. Most endpoints are of regulatory relevance, though the specific parameters depend on the nanomaterial and type of assessment. Size (distribution, se aplica a "nanoarcillas" (pp. 8-10); además, mediante el espectrofotómetro, se evalúa la solidez del color al lavado. Con la calculadora Cie94 se obtiene el Delta-E y también se valora el frote en seco y húmedo.

MÉTODOS

En esta investigación se realizaron varias pruebas para tratar de buscar la que generase el mejor rendimiento de extracción; una vez obtenido, se procedió a formar los nanopigmentos y nanocolorantes que se utilizaron para el teñido del algodón 100 %. A continuación, se analizaron y evaluaron para determinar la capacidad de fijación del colorante en la fibra. Los métodos científicos utilizados en esta investigación son el método experimental y la observación. Mediante la metodología cuantitativa se logra determinar las cantidades necesarias para la formación de NP y NC, además del uso de pruebas de teñido en las que se evalúa la solidez al frote y lavado. No obstante, es necesario mencionar que varios investigadores utilizaron ciertas variables, como temperatura, tiempo, porcentaje de solvente recuperado y porcentaje de bixina extraído, mencionadas en , y Hernández et al. (s.f.), el pH indicado en Shahid-ul-Islam et al. (2016) y Castello et al. (2004), presión (Taham et al., 2015), relación semilla/solvente (1/15 – 1/25 g/mL) (Ferreira et al., 2013), tiempo de sonicación (30-50 min) y temperatura de extracción (50–70 °C) sobre el rendimiento de bixina (Nguyen y Dang, 2017). Por tanto, en esta investigación se utiliza el rendimiento en porcentaje y peso bajo controles gravimétricos. Por otro lado, la población a considerar son las semillas de achiote recolectadas en el sector Fumisa, provincia de Los Ríos, Ecuador. La muestra a considerar es tomada al azar y por conveniencia según la relación de estudio, que es de 1:4. Se emplea, por tanto, una muestra de 40 g de semillas, que fue constante en todas las maceraciones realizadas.

Métodos para evaluar la solidez, frote y lavado de los tejidos

Para ello, se toma en cuenta la norma española UNE-EN ISO 105- C06, denominada:

- *Ensayos de solidez de color: Parte C06: Solidez del color al lavado doméstico y comercial (ISO 105-C06: 2010),*
- *Escala de grises para evaluar la degradación, norma ISO 105- A02 y la descarga norma ISO 105-A03.*
- *Espectrofotómetro o colorímetro para evaluar el cambio en el color y la descarga, normas ISO 105-A04-A05.*

Espectrofotómetro

Uno de los equipos más utilizados para la evaluación de la solidez son los espectrofotómetros, los cuales "permiten la comparación de ambos baños (previamente diluidos en la misma proporción) mediante un software, que mide su fuerza de transmitancia y arroja la diferencia de color denominada delta (ΔE)" (Lockuán, 2012, p. 148). En el caso del valor (ΔL^*), claridad/oscuridad del color (Moldovan, 2016), es necesario comprender cómo evalúa el CIELab.

CIE L*a*b* 94

Como menciona Schanda (1996), la diferencia de color total CIELab 1994 es la distancia entre dos muestras de color en diferencias de luminosidad (L^*), croma (C^*) y tonalidad (H^*). Además, "se calcula como la distancia euclidiana entre los puntos que los representan en el espacio" Schanda, 1996, p. 3). Por tanto, el CIE L*a*b* 94 está dirigido a la industria de pinturas y recubrimientos. Incluye un factor comercial para aplicaciones de artes gráficas y textiles (ColorMine.org, s.f.) y, asimismo, como menciona Martínez (2003), es muy utilizado en aplicaciones para la corrección de recetas de color; diferencias ΔL^* , ΔC_{ab}^* , ΔH_{ab}^* → concentraciones corregidas [...] (pp.18-19). Para evaluar el color, se obtiene el Delta-E con la calculadora Cie94. Para comprender los ejes en las tres dimensiones del color con las coordenadas X, Y, Z, es necesario indicar lo mencionado por Singh et al. (2009) discoloration can be assessed by measuring absorbance of solutions of irradiated solid samples at 450 nm. We propose to evaluate discoloration of solid samples directly by recording their diffuse reflectance spectra. Further, the reflectance spectrum is used to compute various color parameters: CIE XYZ tristimulus value, CIE Lab, Δab^* (color difference sobre CIELab. Estos autores exponen que L^* designa la luminosidad, que es equivalente a la luminancia como el aspecto del color reflectante. La cromaticidad se describe mediante dos variables, a^* y b^* , que representan los ejes rojo frente a verde y amarillo frente a azul, respectivamente (p. 37). Observemos la figura siguiente:

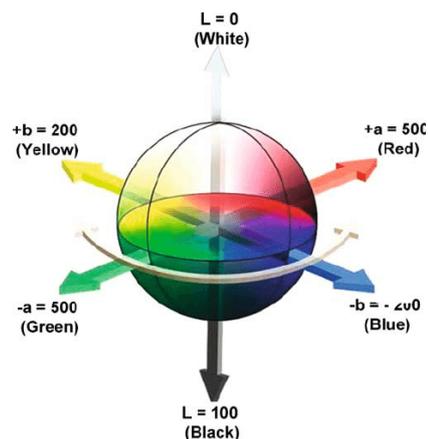


Figura 2. Representación espacial de CIELab Color en el espacio
Fuente: (Singh et al., 2009, p. 37)

Solidez al lavado

Se utiliza el AATCC Test Method 61-2003: Colorfastness to Laundering, Home and Commercial: Accelerated. Sirve para evaluar la estabilidad del color de los textiles que deben resistir lavados frecuentes, la pérdida de color del tejido y los cambios en su superficie que generan los detergentes, así como la acción abrasiva que emulan en una prueba de 45 minutos (Moya, 2014). La solidez al lavado es la capacidad de los textiles para no desteñirse o cambiar de color después del lavado (Testex, 2022).

Solidez al frote

Con base en el ensayo AATCC Test Method 8 Colorfastness to Crocking, se determina la cantidad de color transferido a la superficie de sustratos textiles coloreados mediante el frote. El frictómetro se utiliza para evaluar el desgaste al frote en seco y en húmedo (Lockuán, 2012). Los rangos para determinar estos cambios de color, que permiten evaluar la solidez

al lavado y al frote, son los siguientes: los grados 1 a 5 en números enteros representan la solidez, mientras que los grados 1-2, 2-3, 3-4 y 4-5 representan la solidez media.

Experimentos desarrollados

Se procede a realizar la extracción de los colorantes y pigmentos del achiote, así como la formación de nanopigmentos. Así, en cada experimento, se toman en cuenta las variables y parámetros indicados con anterioridad, que permiten evaluar cuál es el óptimo o cuál de ellos sirve como modelo a seguir. A continuación, de forma ordenada, se describen los experimentos realizados:

Experimentos para la extracción del pigmento y colorante de achiote

- Secado de semillas previo a la extracción.
- Por maceración dinámica.
- Rotavapor.
- Separación de colorantes rojo (R), amarillo (Y) y pigmento (P) con hidróxidos sodio (Na) y potasio (K).
- Formación de nanocompuestos por medio de la mezcla de extractos de achiote con nanoarcillas.
- Teñido de algodón 100 % con nanocolorantes rojo y amarillo.
- Lavado de muestras con detergente en equipo cerrado (Co).

Análisis y evaluación de los tejidos de algodón (Co) 100 %

- Análisis de la caracterización con microscopio electrónico de barrido (SEM).
- Medición del color con espectrofotómetro.
- Evaluación solidez al cambio del color y la descarga, normas ISO 105-A04-A05.
- Evaluación solidez al frote en seco y en húmedo; descarga y degradación normas ISO105-A02-A03.

Equipos, materiales y reactivos

Equipos:

Los equipos utilizados para realizar todos los ensayos antes mencionados son: secador, agitador magnético Selecto Multimatic 5S y Bunsen MC-8, rotavapor BUCHI R200, balanza analítica Mettler Toledo XS802s y Kern ABJ NM, espectrofotómetro o colorímetro Minolta CM-3600d, escala de grises normas: ISO105-A03: 1993, ISO105-A02: 1993, frictómetro AATC-Crockmeter modelo CM1 serie 8301. Adicionalmente, para determinar la morfología interior, se utiliza el microscopio electrónico de barrido (SEM), modelo FEI Phenom (Fei, Oregon, Estados Unidos) y la máquina de lavar (Autowash).

Materiales:

Vasos de precipitación Pírex, pipetas y semillas de achiote del Ecuador, de la provincia de Los Ríos (Fumisa). Tejido de algodón 100 % y tejido de prueba multifibra N°10 DW, con bandas de algodón y lana.

Reactivos:

Agua destilada, agua desionizada, hidróxido de sodio 95 %, hidróxido de potasio al 95 %, acetona al 99.3 %, nanoarcillas de Merck (Trimethyl Stearyl Ammonium, con código 682608) y detergente de referencia estándar sin abrillantador óptico —Without Optical Brightener (WOB, por sus siglas en inglés)— sin agente fluorescente de blanqueo y sin fosfato.

Maceración dinámica de achiote con acetona

Se procede a mezclar el achiote con acetona, en una relación de baño de

1:10, por lo que se pesan 40 g de achiote y se depositan en 400 ml de acetona. Se procede a macerar con 11 pruebas, se realiza la agitación magnética a 900 rpm por 24 horas y se observa que se desprende el pigmento del arilo de las semillas.

Extracción en rotavapor de los extractos de achiote

Se inicia el proceso de extracción utilizando el rotavapor BUCHI B-480; se codifican como 1, 2, 3, 4, 5, 6 y 1A, 2A, 3A, 4A, 5A. Se colocan en el balón del rotavapor y se procede a extraer el pigmento del achiote. La calibración de rotación es 2 (baja), la temperatura del baño oscila entre 40 °C y 45 °C. Se detecta que la primera y segunda muestra tuvieron una duración de 30 a 35 min. Sin embargo, posteriormente, las muestras 3 a 6 obtuvieron mayor tiempo, entre 1 hora a 1.5 horas. Las muestras 1A, 2A, 3A, 4A y 5A obtuvieron mejores resultados, en un tiempo de 35 a 40 min, y se desprendió la mayor cantidad de acetona, quedando solo el extracto de colorante y pigmento. Como resultado, al final del proceso, se obtuvo una recuperación de acetona de 2600 ml, que representa el 65 % de los 4000 ml utilizados.

Separación de (P) pigmento sólido (bixina) y colorantes líquidos (Y) amarillo y (R) rojo (norbixina).

El extracto resultante del rotavapor se mezcla con una relación 1:1, al 50 %-50 % —Na(OH) 50 g y agua 50ml—, durante 45 min en baño maría, a una temperatura de 40 °C-45 °C. Para iniciar con la prueba, en cambio, se utiliza la relación 1:5; se toma de cada frasco 1 ml de extracto, 5 ml de Na(OH) y 5 ml de K(OH), se mezclan por separado y se detecta que el líquido cambia de color y que se produce una reacción química. Una vez mantenida en reposo por 24 horas, la mezcla entre los hidróxidos y el extracto obtenido es centrifugada por 1 hora a 2200 rpm; se obtienen tres componentes, que son: a) extractos líquidos rojos (R), b) extracto amarillo (Y) y c) extracto sólido pigmento (color ladrillo) (P).

Proceso experimental para la formación de nanopigmentos

Se mezclan 10 gr de nanoarcilla Trimethyl Stearyl Ammonium (TSA) en 2 L de agua desionizada; esto produce una concentración de 0.005 gr/ml, la cual se dejó en agitación magnética durante 24 h a 1200 rpm. Se obtiene una mezcla de nanoarcilla total de 8 L. Posteriormente, se toman al azar los extractos obtenidos y, en especial, los de las muestras que dan el mejor rendimiento. Así, se ocupa la cantidad de 10 g de cada uno de los extractos (R), (Y) y (P) del achiote y se mezcla en 1 L de agua desionizada. A continuación, se realiza la maceración dinámica por 24 h a 900 rpm y se obtiene una mezcla total de 6 L. Se realiza una mezcla homogénea con una relación 1:4, es decir, se colocan 100 ml de cada nanoarcilla y 400 ml de cada colorante líquido Y, R y pigmento sólido P, dando un total de 500 ml para cada vaso; después, se agita magnéticamente a 1200 rpm por 12 horas a 45 °C en baño maría.

Figura 1. Nanoarcillas + Extractos (1) y Formación de nanocompuestos de achiote (2)



1



2

Fuente: (Carvajal, 2022)

Proceso de blanqueo, tintura y lavado de nanocompuestos Y, R y P en algodón 100 %

Antes de iniciar el proceso, se decide nombrar la mezcla resultante entre la nanoarcilla y el extracto de achiote como nanocompuesto colorante; si es amarillo, con la letra Y, si es rojo con la letra R, y lo propio para el nanopigmento P, que parte del estado sólido, quedando así sus siglas o iniciales: NCCR, NCCY y NP. Para el teñido, se ha tratado en equipo abierto por agotamiento; previamente, se cortan las muestras de tejido de algodón 100 % con una longitud de 4 cm x 10 cm. Cada una tiene un peso de 10 g. Los ejemplares se lavaron y blanquearon químicamente con detergente, álcali, agua oxigenada y ácido acético, y después se tiñeron con 40 ml de NCCR, NCCY y NP en una relación de baño 1:40, más auxiliares según receta y curva de teñido, desde 35 °C hasta 85 °C. El tiempo total de todo el proceso es de 90 minutos.

Tabla 1. Receta de blanqueo y teñido de algodón 100 % con nanocompuestos Y, R y P

Genérico	Comercial	%	ml	CANTIDAD gramos
Blanqueo Químico				
Detergente	Aroclean Jt		5	2.00
Álcali	Sosa Caustica		3	1.20
Agua Oxigenada	Peróxido Hidrogeno		4	1.60
Neutralizador	Ácido Acético		3	1.20
Teñido				
Nanocolorante o Nanopigmento	TSA + Achiote Colorantes Líquidos R, Y, Pigmento P	4%	40	0.40
Sal	Sal Textil		40	16.00
Álcali	Carbonato		5	2.00
Álcali	Sosa Caustica		2	0.80
Neutralizador	Ácido Acético		3	1.20

Nota: Se utiliza una relación de baño R/B 1:40, peso de material= 10 g, se tiene 400 ml de agua, Trimethyl Estearil Amonio (TSA)
Fuente: (Carvajal, 2022)

Posteriormente, en cada vaso, se colocan 400 mililitros de agua desionizada para proceder con el lavado y blanqueamiento según la receta anterior, y después se arroja el baño. Se colocan 360 mililitros de agua desionizada en el vaso de teñido junto con 40 ml de nanocolorante, dando un total de baño de 400 ml para el teñido de algodón.
Resultados y Discusión

Para los resultados, se procede a pesar en la balanza el extracto y se calcula el rendimiento obtenido:

Tabla 2. Peso neto y rendimiento del extracto líquido de achiote en rotavapor

MUESTRA N°	PESO NETO EXTRACTO ACHIOTE (gramos)	RENDIMIENTO %
1	20.88	8.4
2	27.23	10.9
3	24.89	10.0
4	22.52	9.0
5	17.71	7.1
6	27.27	10.9
1A	17.52	7.0
2A	22.83	9.1
3A	20.67	8.3
4A	18.76	7.5
5A	29.57	11.8
TOTAL 11	249.85	100
Promedio	22.71	9.09

Fuente: (Carvajal, 2022)

Los rendimientos obtenidos en lo concerniente a la maceración dinámica tienen un promedio en peso neto de bixina disuelta de 22.71 gramos

y un rendimiento del 9.09 %. De igual manera, con la extracción en rotavapor se obtienen 17.55 g de bixina, que equivale al 9.09 % de rendimiento en promedio. Los datos son un tanto similares en ambos procesos, aunque la variación se observa con la desviación estándar incluida en la tabla siguiente.

Tabla 3. Resultados extracto centrifugado y separación colorante líquido

MUESTRA N°	Peso Neto (g)	Rendimiento final %	Desviación Estándar Maceración Vs Rotavapor
1A	16.83	9	2.863782
2A	19.84	10	5.225519
3A	23.12	12	1.251579
4A	30.69	16	5.777062
5A	25.4	13	5.437651
1	23.08	12	2.962777
2	7.84	4	6.844794
3	12.89	7	7.028641
4	13.43	7	5.119453
5	8.57	4	7.205418
6	11.39	6	12.8552
TOTAL 11	193.08	100%	
Promedio	17.55	9.09	

Fuente: (Carvajal, 2022)

Tal y como se observa en la tabla anterior, una vez que se realiza la separación del colorante, se obtienen los siguientes datos. La muestra con colorante líquido n° 4A tiene 30.69 g; por tanto, presenta el mayor rendimiento, al 16 % adicional. En secuencia están las muestras n° 5A, 3A, 1, 2A, 1A, 4, 3, 6, 5 y 2, dando un total de 193.08 g que servirán para el proceso de teñido. Esto corrobora la validez de uno de los procesos realizado por Reyes (2015), quien extrae el colorante por medio del método de lixiviación con maceración dinámica, solución acuosa de hidróxido de potasio K(OH). De la misma forma, en otras investigaciones (Carvalho et al., 2010; Carvalho, 2009; Scotter, 2009, citadas en se obtiene la norbixina, que es soluble en agua. Asimismo, en otros trabajos se obtuvo el colorante con un álcali (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992), con aceites vegetales (Córdoba, 1987; Jaramillo, 1992) y con propilenglicol (Jaramillo, 1992, citado en Devia y Saldarriaga, 2003) se seleccionan los parámetros necesarios para el diseño de Annatto; entre los resultados de estas investigaciones, se observa que el álcali —K(OH)— permitió obtener un mayor rendimiento y calidad de colorante.

Determinación del porcentaje de humedad del pigmento sólido. -

El pigmento es pesado en una balanza para establecer la cantidad obtenida en gramos; después, se traslada a un crisol para ser secado al ambiente por un día y, posteriormente, a 45°C en el horno durante 4 días. Entre otros resultados, se obtiene el porcentaje de humedad que perdió el pigmento sólido y que, de cierta manera, es importante, pues con ello se reduce el riesgo de que el pigmento contenga agua y no se pueda producir un teñido con mejor tonalidad.

Tabla 4. Resultados de peso del pigmento sólido en crisoles y % humedad

MUESTRA N°	Peso final gramos	Rendimiento final %	% humedad
1A	9.14	12	12
2A	12.17	16	16
3A	8.11	11	11
4A	9.09	12	12
5A	6.4	8	8
1	6.03	8	8
2	5.44	7	7
3	3.89	5	5
4	3.88	5	5
5	8.29	11	11
6	4.72	6	6
TOTAL 11	77.16	100%	100
PROMEDIO	7.01	9%	

Fuente: (Carvajal, 2022)

Como se observa, el mayor porcentaje de humedad perdido lo tiene la muestra n° 2A con 16 % sobre el peso final de 12.17 g, generando así el mayor rendimiento. Le siguen las muestras 1A, 4A, 5, 3A, 5A, 1, 2 y 6, en ese orden. Lo contrario sucede con las muestras 3 y 4, que presentan el 5 % de pérdida de humedad y, por tanto, tienen un peso de 3.89 g y 3.88 g respectivamente, lo que indica un bajo rendimiento en peso. Es importante referirse a la muestra n° 5, que presenta un 11 % de pérdida por humedad y un peso de 8.29 g significativo.

Análisis estadístico pigmento vs colorante

Se realiza un análisis estadístico mediante un histograma de los pesos y rendimientos, tanto del pigmento como del colorante, a fin de determinar cuál es la óptima entre las once pruebas realizadas.

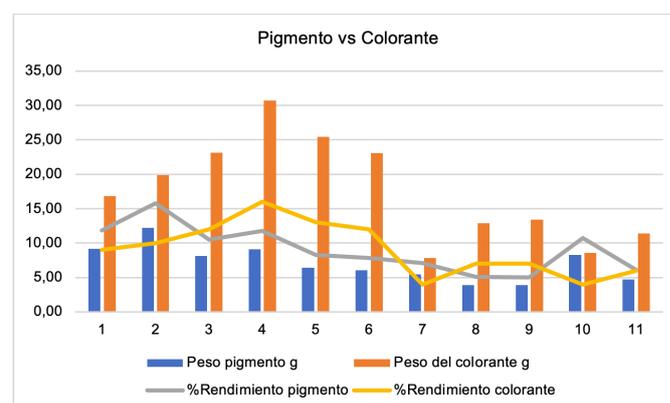


Figura 2. Análisis estadístico pigmento vs colorante extraídos
Fuente: (Carvajal, 2022)

Se observa en la figura anterior que la prueba 4ª, respecto al peso de 30.69 gramos del colorante vs la prueba 2A, relacionada con el peso de 12.17 g del pigmento, son las pruebas óptimas en ambos procesos; se destaca, entre las dos, la prueba 4A del colorante como la más óptima. Sin embargo, se obtiene que el porcentaje de rendimiento de la prueba 2A respecto al pigmento, en relación con el rendimiento de la prueba 4A del colorante, es el mismo (16%); por tanto, las dos pruebas son las que tienen el mejor tratamiento y las que deben ser utilizadas para el teñido del tejido.

Resultado del análisis Cie94 Delta-E y desviación estándar

A continuación, se realiza un análisis de los resultados obtenidos con el Cie94 ΔE. Para ello, también se realiza la desviación estándar promedio de las tres pruebas en fotocolorímetro y se observan los datos de desviación del ΔE*ab. La interpretación toma en cuenta las escalas Delta-E con valores considerados admisibles menores a 2, valores ΔE perceptibles como “colores distintos” 2 y 3.5, y valores altos ΔE cambio de color.

Tabla 5. Análisis estadístico y diferencias de color CIELab de algodón teñido con nanocompuestos de achiote

Nombre muestra	Mezcla interviene	L*	a*	b*	Cie94 Delta-E	Desviación Estándar Promedio ΔE*ab
Blanco _ Co STD	N/A	91.04	0.39	6.25	91.25	
Co_1	Trimethyl + Y	88.92	4.76	12.88	6.34	0.42
Co_5	Trimethyl + R	89.29	1.91	10.28	3.46**	0.29****
Co_9	Trimethyl + P	63.54	38.36	69.57	58.61	0.62
Co_13	Sin Nanoarcilla + Y	87.52	7.07	16.53	9.76	0.94
Co_14	Sin Nanoarcilla + R	85.39	7.68	24.76	15.62	2.06*****
Co_15	Sin Nanoarcilla + P	58.47	40.91	69.49	60.23	0.52

Nota: *valores bajos ΔE considerados admisibles menor a 2; ** Valores ΔE perceptibles como <colores distintos> 2 y 3.5; (sin*) Valores altos ΔE cambio de color muy elevado; ****Desviación estándar óptima; *****Desviación estándar muy dispersa Fuente: Lindbloom, 2012)

En la tabla anterior se pueden señalar, con una desviación estándar ΔE*ab del análisis de tres pruebas, como óptimas las siguientes muestras: pigmento 9, rojo 5,14 amarillo 1, 13. Estas tienen valores cercanos a la media cero (0), que sería la línea recta en una gráfica, pero difiere el valor de la muestra 14, que supera el valor (1) y, por tanto, estaría más dispersa. Por otra parte, el cálculo del Cie94 presenta que los valores ΔE perceptibles como “colores distintos” se limitan a la muestra 5, y con cambios de color a las muestras 15, 9 y 14, que serían las muestras sin nanoarcilla + P, Trimethyl + P y sin nanoarcilla + R. Presentan una variación baja las muestras 1 y 13, Trimethyl + Y, sin Nanoarcilla + Y.

Evaluación con microscopio electrónico (SEM)

A continuación, se evalúan con el microscopio electrónico SEM las muestras, que fueron montadas en un soporte de muestra específico para el SEM, con una cinta adhesiva conductora y revestida con una fina capa de paladio en su superficie para mejorar su conductividad y visualización. Para la valoración se realiza una escala propia, donde:

- Cero (0) = Ausencia NC (No tiene NC)
- Uno (1) = Reducida Presencia NC
- Dos (2) = Presencia NC, y
- Tres (3) = Alta presencia NC, que sería la mejor calificación.

Nota: Se pueden ubicar también las siglas NCCY, NCCR y NP (nanocompuesto colorante amarillo, nanocompuesto colorante rojo y nanopigmento).

SEM Trimethyl Stearyl Ammonium + Agua desionizada (Nanoarcilla Hidratada)

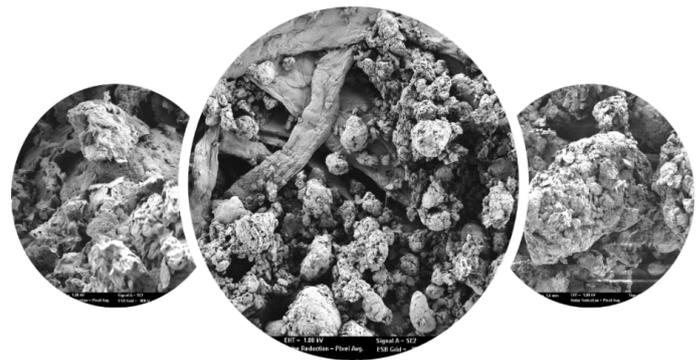


Figura 3. SEM 2µm WD= 3.0mm Muestra tejido de algodón con Trimethyl Hidratado Fuente: (Carvajal, 2022)

En la figura se observa bajo el SEM un ejemplar de algodón con Trimethyl hidratado con agua desionizada; contiene una formación de solo nanoarcilla, en la medición SEM, de 3.0 mm a 2 micras, por lo que su valoración es 3= alta presencia de nanoarcilla.

SEM Trimethyl Stearyl Ammonium T+ Extracto de achiote Y



Figura 4. SEM 2µm WD= 3.3mm Muestra teñida Co_1 Trimethyl + Y Fuente: (Carvajal, 2022)

En la figura anterior, mediante el SEM, se observa la muestra Co_1 Trimethyl + Y de algodón teñido; presenta una valoración de 1= reducida presencia NC de nanoarcilla + Y extracto de achiote. Por ello, la tonalidad de la muestra observada presenta lo siguiente:



SEM Trimethyl Stearyl Ammonium T+ Extracto de achiote R

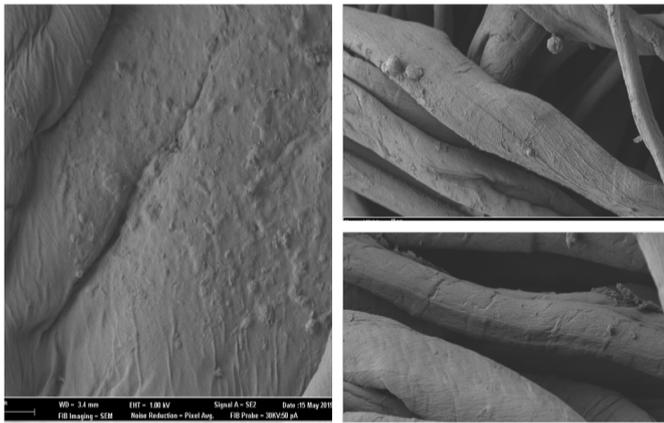


Figura 5. SEM 2µm WD= 3.3mm Muestra tejido teñido con Co_5 Trimethyl + R
Fuente: (Carvajal, 2022)

La figura anterior contiene la muestra Co_5 Trimethyl + R, que se valora como 1 = reducida presencia NC, nanoarcilla y colorante rojo de achiote. Se observa una fina capa de protuberancias que, aumentadas a 2 micras al lado derecho, muestra pequeños lóbulos de nanocompuesto fijado a la estructura molecular de la fibra. Basados en la tonalidad obtenida, el NCCR presente tiene el siguiente color:



Amarillento pálido muy débil (Cie94 ΔE = 3.46).

SEM Trimethyl Stearyl Ammonium + P

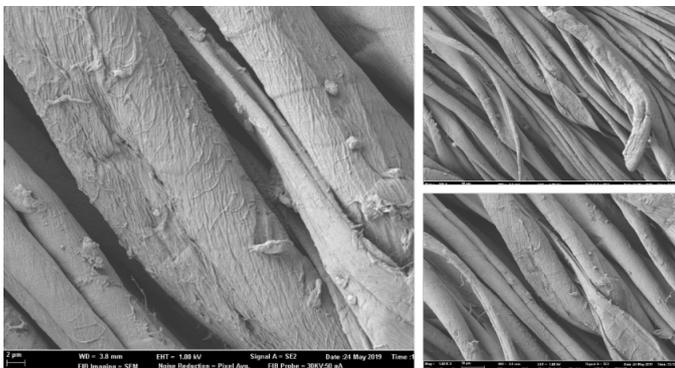


Figura 6. SEM 2µm WD= 3.8mm Muestra tejido teñido con Co_9 Trimethyl + P
Fuente: (Carvajal, 2022)

En la figura previa, en cambio, observamos bajo el SEM que la muestra de código Co_9 Trimethyl + P contiene hallazgos importantes de nanoarcilla y pigmento del achiote, a una distancia de 3.8 mm y 2 micras, por lo que su valoración es de 2= presencia de NP. El color obtenido es:



Anaranjado rojizo ladrillo. (Cie94 ΔE = 58.61)

De acuerdo con estos resultados, se es posible evaluar mediante parámetros fisicoquímicos para caracterizar los nanomateriales; para ello, es de gran ayuda la microscopía electrónica de barrido (SEM), que, como menciona Rasmussen et al. (2018) compared to chemicals in general. Furthermore, regulatory decisions for chemicals are usually

based upon certain toxicological properties, and these effects may not be equivalent to those for nanomaterials. However, regulatory agencies lack an authoritative decision framework for nanomaterials that links the relevance of certain physico-chemical endpoints to toxicological effects. This paper investigates various physico-chemical endpoints and available test methods that could be used to produce such a decision framework for nanomaterials. It presents an overview of regulatory relevance and methods used for testing fifteen proposed physico-chemical properties of eleven nanomaterials in the OECD Working Party on Manufactured Nanomaterials' Testing Programme, complemented with methods from literature, and assesses the methods' adequacy and applications limits. Most endpoints are of regulatory relevance, though the specific parameters depend on the nanomaterial and type of assessment. Size (distribution, se aplica a "nanoarcillas" (p.8-10). Por tanto, se puede valorar la evaluación mediante SEM.

Estos hallazgos son importantes porque se puede utilizar el nanocolorante y/o nanopigmento en la industria textil a la hora de teñir el color rojo ocre que presenta el achiote. Esto sería la base para un estudio de concentraciones que permitan teñir a diferentes tonalidades; posiblemente, se reduciría la cantidad de colorante a utilizar en el tejido y no produciría daños en la piel de las personas al utilizar las prendas. Además, de esta forma se reduce el impacto en el medio ambiente, porque, al ser un colorante orgánico, se degrada más fácilmente.

CONCLUSIONES

Las extracciones de achiote realizadas en el rotavapor permiten que se separe la acetona del pigmento y luego se fraccione en tres partes, separando de forma manual. Así, se consigue: a) extracto líquido rojo (R), b) líquido amarillo (Y) y c) pigmento sólido (color ladrillo) (P), mediante solución acuosa de hidróxido de potasio y sodio, con un rendimiento promedio de colorante del 9.09 % y un peso de 17.55 g, y con un rendimiento de pigmento del 9.09 % y un peso de 7.01 g. Estos resultados corroboran la validez de uno de los procesos realizado por Reyes (2015), que extrae el colorante con maceración dinámica y solución acuosa de hidróxido de potasio K(OH). Asimismo, en otros trabajos (Carvalho et al., 2010; Carvalho, 2009; Scotter, 2009, citados en Taham et al., 2015) producing bixin with low purity and generating toxic waste. This study aimed to compare different clean technologies for extraction of nutraceuticals (bixin and tocots se concluye que el álcali, K(OH), tiene mayor rendimiento.

Se consigue formar el nanopigmento y/o nanocolorante a partir de la combinación de nanoarcilla con los sobrenadantes R, Y o P. Posteriormente, se utilizan al azar los extractos obtenidos, en especial los de las muestras que dan el mejor rendimiento, y una concentración 0.001 gr/ml. Se ratifica así lo realizado en la patente No. WO 2013110841 A1 de Baena et al. (2013), que explica la formación de nanoarcillas con colorante orgánico para posteriormente realizar el teñido en tejidos de algodón 100 %.

La muestra Co_9 de tejido teñido con Trimethyl + P contiene hallazgos importantes de nanoarcilla y pigmento del achiote, por lo que su valoración es 2= presencia de NP; en cambio, en relación con la tonalidad, el color obtenido es anaranjado rojizo ladrillo, con un Cie94 ΔE = 58.61. La muestra Co_5 Trimethyl + R se valora como 1= reducida presencia NC, nanoarcilla y colorante rojo de achiote; la tonalidad obtenida en el NCCR tiene un color amarillento pálido muy débil (Cie94 ΔE = 3.46). Por último, la muestra Co_1 Trimethyl + Y presenta una valoración de 1=

reducida presencia NC de nanoarcilla + Y extracto de achiote, es decir, si está presente la formación de una protuberancia, al parecer fusionada con el colorante amarillo del achiote, pero en ínfima cantidad; por ello la tonalidad de la muestra observada presenta un color crema amarillento y un $Cie94 \Delta E = 6.34$.

Contribución de los autores: Los aportes específicos de cada uno según taxonomía CRediT:

María Ángeles Bonet Aracil.- Análisis SEM, 95394cbd-4dc8-4735-b589-7e5f9e622b3f

Elmer Arturo Carvajal Endara.- Investigación, 2451924d-425e-4778-9f4c-36c848ca70c2

Eva Bou Belda.- Análisis datos espectrofotómetro y escala de grises, 95394cbd-4dc8-4735-b589-7e5f9e622b3f

Fausto Edmundo Gualoto Mafla.- Análisis espectrofotómetro, ΔE . 95394cbd-4dc8-4735-b589-7e5f9e622b3f

Conflicto de intereses: Los autores declaran no tener ningún conflicto de intereses.

REFERENCIAS

- Apolo, L., Paredes, C., Cornejo, M. y Rigail, C. (2009). *Optimización de una metodología para la obtención de nanoarcillas a partir de arcillas pertenecientes a la Península de Santa Elena (PSE)* Resúmen. 1–6. <https://www.dspace.espol.edu.ec/handle/123456789/5493>
- Baena E., Micó B., y Martínez F. (2013). *Método para la síntesis de pigmentos híbridos nanoestructurados con propiedades sintonizables* (Patent No. WO 2013110841 A1). <https://patentimages.storage.googleapis.com/42/04/3e/53156911aebc5f/ES2421303A1.pdf>
- Bonet, M., Carvajal, E., Bou, E. y Chávez, P. (2020). Teñido de Lana por Agotamiento con Nanoarcillas y Extractos de Achiote (Bixa Orellana) / Wool Dyeing by Exhaustion with Nano Clays and Achiote Extracts (Bixa Orellana). *Revista Científica AXIOMA*, 1(22), 52–56. <https://doi.org/10.26621/xvi22.2020.06.a08.pucesi.2550.6684>
- Carvajal, E. (2022). *Archivo de Tablas, Fotografías, Gráficos, Ilustraciones, Ecuaciones, Tesis Doctoral UPV*.
- Castello, M., Chandra, N., Phatak, A. y Sharon, M. (2004). Estimation of Bixin in seeds of Bixa orellana L. from different locations in Western Maharashtra. *Indian J. Plant Physiol*, 9(2), 185–188. http://inorderbox.com/siteimages/publication_file/4/ijpp-9-2-014.pdf
- CIE. (2004). CIE15 Technical Report Colorimetry. In COMMISSION INTERNATIONALE DE LECLAIRAGE, *Colorimetry, 3rd Edition* (Vol. 552). <https://doi.org/ISBN 3 901 906 33 9>
- ColorMine.org. (s.f.). *Delta-E Calculator*. Retrieved June 4, 2019, from <http://colormine.org/delta-e-calculator>
- Devia, J. y Saldarriaga, L. (2003). Planta piloto para obtener colorante de la semilla de achiote (Bixa orellana). *Revista Universidad EAFIT*, 39(131), 8–22.
- Ferreira, J. M., Sousa, D. F., Dantas, M. B., Fonseca, S. G. C., Menezes, D. B., Martins, A. M. C. y De Queiroz, M. G. R. (2013). Effects of Bixa orellana L. seeds on hyperlipidemia. *Phytotherapy Research*, 27(1). <https://doi.org/10.1002/ptr.4675>
- Hernández J., Flores S., Romero F., y Palma A. (2017). *Modelación del comportamiento mecánico del nanocompuesto de Poliestireno-Montmorillonita, mediante la técnica de nanoindentación* [Centro de Investigación en Materiales Avanzados CIMAV]. <https://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/handle/1004/750>
- Hernández, M., Tirado, J., Iliná, A., López, R., Reboloso, O. y Ruelas, X. (s.f.). *Obtención del colorante de la semilla de achiote (Bixa orellana) utilizando microorganismos celulolíticos* (p. 332).
- König, G. (2003). *Los pigmentos hacen historia (I) - Plástico*. [https://www.interempresas.net/Plastico/Articulos/6740-Los-pigmentos-hacen-historia-\(I\).html](https://www.interempresas.net/Plastico/Articulos/6740-Los-pigmentos-hacen-historia-(I).html)
- Lindbloom, B. J. (2012). *Color Difference Calculator*. Bruce Lindbloom.Com. http://brucelindbloom.com/index.html?Eqn_DeltaE_CIE94.html
- Lockuán, F. (2012). *La industria Textil y su Control de Calidad V. Tintorería*. <http://fidel-lockuan.webs.com/>
- Lvov, Y. y Price, R. (2006). *Halloysite Nanotubes Applications in Nanomaterials Research | Sigma-Aldrich. [Aplicaciones de nanotubos de haloysita en la investigación de nanomateriales | Sigma-Aldrich]*. <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/materials-science/nanomaterials/nanoclay-halloysite-nanotubes.html>
- Marchante, V. (2012). *Síntesis y caracterización de nanopigmentos basados en nanoarcillas. Aplicación en polímeros termoplásticos y evaluación de propiedades físico químicas*.
- Martínez, F. (2003). Fundamentos y aplicaciones de la colorimetría diferencial. *III Congreso Nacional de Gestión Del Color En Artes Gráficas Valencia*, 32. http://www.ua.es/area/vision_color/32
- Merck. (2018). *Nano Minerals: Nanoclays | Sigma-Aldrich*. <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/materials-science/nanomaterials/nano-minerals-nanoclays.html>
- Micó-Vicent, B., Martínez-Verdú, F. y Gilabert-Pérez, E. (2010). Estudio preliminar sobre la incorporación y/o síntesis de nanopigmentos para la tintura en CO₂ supercrítico. In *IX CONGRESO NACIONAL DEL COLOR ALICANTE 2010* (p. 425). Universidad de Alicante. Servicio de Publicaciones. <http://rua.ua.es/dspace/handle/10045/16497#vpreview>
- Micó-Vicent, Jordán, J., Martínez-Verdú, F. y Balart, R. (2017). A combination of three surface modifiers for the optimal generation and application of natural hybrid nanopigments in a biodegradable resin. *Springer*, 52, 889–898. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0384-8>
- Moldovan, S. (2016). *Investigación del proceso de tintura sobre tejidos de algodón con colorantes naturales extraídos de micro y macro algas: Arthrospira Platensis, Synechococcus sp., Ulva sp.* <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/73893/MOLDOVAN - COLORANTES NATURALES PARA FIBRAS TEXTILES A PARTIR DE ALGAS.pdf?sequence=1>
- Moya, A. (2014). *Solidez al Lavado Método Acelerado*. Blogger. <https://tex-til-tex-til.blogspot.com/2014/11/solidez-al-lavado-metodo-acelerado.html>
- Nguyen, N. Q. y Dang, T. Q. (2017). Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction of Natural Pigments from Annatto Seeds (Bixa Orellana) Using Response Surface Methodology. *EC Nutrition*, 7(4), 159–169. <https://www.econicon.com/ecnu/pdf/ECNU-07-00237.pdf>
- Pineda, E. N. (2015). Preparation and Radioprotective effects of a standardized Tocotrienol containing extract isolated from Annatto seeds (Bixa Orellana L.) [Universidad Técnica Particular de Loja]. In *University of Arkansas* (Issue May). <http://repositorio.educacionsuperior.gob.ec/bitstream/28000/1683/1/T-SENESC-CYT-00800.pdf>
- Rahmalia, W., Fabre, J.-F. y Mouloungui, Z. (2015). ScienceDirect Effects of Cyclohexane/Acetone Ratio on Bixin Extraction Yield by Accel-

- erated Solvent Extraction Method. *Procedia Chemistry*, 14(14), 455–464. <https://doi.org/10.1016/j.proche.2015.03.061>
- Rasmussen, K., Rauscher, H., Mech, A., Riego Sintes, J., Gilliland, D., González, M., Kearns, P., Moss, K., Visser, M., Groenewold, M. y Bleeker, E. A. J. (2018). Physico-chemical properties of manufactured nanomaterials - Characterisation and relevant methods. An outlook based on the OECD Testing Programme. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, 92, 8. <https://doi.org/10.1016/J.YRTPH.2017.10.019>
- Reyes, Z. (2015). *Extracción y evaluación del colorante natural de achiote (Bixa orellana L.) como sustituto del colorante E-102 amarillo No. 5 (Tartracina) en la elaboración de un yogurt*. Universidad de San Carlos de Guatemala.
- Rodrigues, L., Alcázar-Alay, S., Gomes, M. y Meireles, A. (2013). Pressurized Liquid Extraction (PLE) of Bixin from defatted Annatto seeds. *III Iberoamerican Conference on Supercritical Fluids Cartagena de Indias (Colombia), 2013*, 1–6. <http://www.nupeg.ufrn.br/prosciba/prosciba2013/Papers/T2-09.pdf>
- Schanda, J. (1996). CIE colorimetry and colour displays. *Final Program and Proceedings - IS and T/SID Color Imaging Conference*, 230–234.
- Shahid-ul-Islam, Rather, L. J. y Mohammad, F. (2016). Phytochemistry, biological activities and potential of annatto in natural colorant production for industrial applications - A review. *Journal of Advanced Research*, 7(3), 499–514. <https://doi.org/10.1016/j.jare.2015.11.002>
- Singh, B., Parwate, D. y Shukla, S. (2009). Radiosterilization of fluoroquinolones and cephalosporins: Assessment of radiation damage on antibiotics by changes in optical property and colorimetric parameters. *AAPS PharmSciTech*, 10(1), 34–43. <https://doi.org/10.1208/s12249-008-9177-y>
- Taham, T., Cabral, F. A. y Barrozo, M. A. S. (2015). Extraction of bixin from annatto seeds using combined technologies. *The Journal of Supercritical Fluids*, 100, 175–183. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2015.02.006>
- Testex. (2022). *Solidez del color: la guía definitiva*. <https://www.testextextile.com/es/color-fastness-the-ultimate-guide/>
- Van Chuyen, H., Hoi, N. T. N. y Eun, J.-B. (2012). Improvement of bixin extraction yield and extraction quality from annatto seed by modification and combination of different extraction methods. *International Journal of Food Science & Technology*, 47(7), 1333–1338. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2012.02977.x>